

INIS-BR--192

BR8409791

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**

INIS - BR - 192 .



**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA NUCLEAR**

DETERMINAÇÃO DO TEOR DE DELTA FERRITA  
EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS

WALDEMAR AUGUSTO DE ALMEIDA MACEDO

**CURSO DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E TÉCNICAS NUCLEARES  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**

**DETERMINAÇÃO DO TEOR DE DELTA FERRITA  
EM AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS**

**WALDEMAR AUGUSTO DE ALMEIDA MACEDO**

**ORIENTADOR: ALEXANDRE OCTÁVIO RODRIGUES SETTE CÂMARA**

**TESE APRESENTADA AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E TÉCNICAS NUCLEARES DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, COMO REQUISITO PARCIAL PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS (M.Sc.).**

**BELO HORIZONTE  
FEVEREIRO/1983**

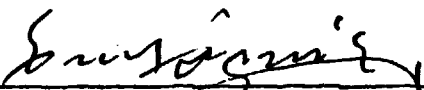
**TÍTULO DA DISSERTAÇÃO:**

*Determinação do Teor de  $\delta$  Ferrita em Aços Inoxidáveis Austeníticos.*

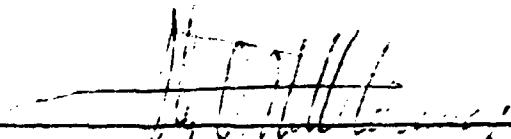
**NOME DO AUTOR**

*Waldemar Augusto de Almeida Macedo*

Dissertação defendida e aprovada pela  
banca examinadora, constituída dos Senhores:

  
\_\_\_\_\_  
Dr. Eustáquio Galvão da Silva

  
\_\_\_\_\_  
Mestre Clécio Campi Murta

Orientador:   
\_\_\_\_\_  
Dr. Alexandre Octávio R. Sette Câmara

Belo Horizonte, 11 de maio de 1983  
(Data defesa dissertação)

**Trabalho realizado nas instalações  
do Centro de Desenvolvimento da  
Tecnologia Nuclear-NUCLEBRÁS, como  
parte das Tarefas do Departamento  
de Tecnologia de Materiais.**

A Ellen, Taís, Joyce e (?).

## AGRADECIMENTOS

Agradeço sinceramente:

- Ao Dr. Alexandre Octávio Rodrigues Sette Câmara, pela orientação segura e dedicada.
- A Ellen, minha esposa, pelo apoio, estímulo e compreensão sempre demonstrados.
- Ao M. Sc. Tomosaburo Yamazato, pelas discussões e interesse.
- Ao M.Sc. Clécio Campi Murta, pela cessão do equipamento de Raios X e pelas valiosas discussões.
- Ao Químico Daniel Martins Braga, pelas metalografias quantitativas.
- Ao Engenheiro Eduardo Gomes da Silva e ao Estagiário João Bosco de Paula, pelo auxílio nos tratamentos térmicos.
- Às Técnicas Mirian Fernandes Sepúlveda e Selma Soares Correa da Silva, pela ajuda e boa vontade nos trabalhos metalográficos e de normalização das amostras.
- À Estagiária Ângela de Mello Ferreira, pela ajuda nas difrações.
- A Roselim Trópia Barreto, pela datilografia.
- Ao pessoal do Serviço de Documentação Técnica, pelo eficiente apoio.
- A todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

RESUMO

SYNOPSIS

1. INTRODUÇÃO
2. O EFEITO DO TEOR DE FERRITA NAS PROPRIEDADES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E SEUS MÉTODOS DE MEDIDA
  - 2.1 Efeitos do Teor de  $\delta$  Ferrita
  - 2.2 Métodos de Medida
3. AMOSTRAS
  - 3.1 Preparação
  - 3.2 Precipitação de  $\delta$  Ferrita
  - 3.3 Normalização das Amostras
4. MEDIDAS DO TEOR DE  $\delta$  FERRITA
  - 4.1 Contagem Pontual
  - 4.2 Difração de Raios X
    - 4.2.1 Análise quantitativa por intensidades integradas
    - 4.2.2 Medidas por difração de Raios X
  - 4.3 Medidor do Teor de Ferrita ("Ferrite Meter")
    - 4.3.1 Princípio operacional
    - 4.3.2 Avaliação da profundidade de leitura do Ferrite Meter
    - 4.3.3 Medidas
5. INFLUÊNCIA DA MARTENSITA NA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE  $\delta$  FERRITA



5.1 Polimento Mecânico

5.2 Jateamento

6. DISCUSSÃO

7. CONCLUSÕES

APÊNDICES A) Folhas de trabalho para as  
medidas metalográficas.

B) Difrações completas das  
amostras de 01 a 10.

C) Medidas com o uso do Ferrite  
Meter, para as amostras de  
01 a 10.

REFERÊNCIAS

## RESUMO

Medidas da fração volumétrica de  $\delta$  ferrita em aço inoxidável austenítico AISI 304 foram feitas por difração de Raios X, metalografia quantitativa (contagem pontual) e pelo emprego de um aparelho comercial específico para este fim, que opera segundo princípio magnético-indutivo: O Medidor de Taxa de Ferrita 1053/Institut Dr. Förster. Os resultados foram comparados tomando-se como referência aqueles obtidos por contagem pontual. Foi também investigada a influência da martensita provocada por deformação mecânica, nestas medidas.

As determinações feitas por difração de Raios X, pela razão entre as intensidades integradas das linhas (211) da ferrita e (311) da austenita, se mostraram em excelente acordo com aquelas feitas por contagem pontual. Obteve-se uma curva de correção para as leituras do aparelho comercial em questão, para teores de até 20% de  $\delta$  ferrita em aços inoxidáveis 18/8.

Demonstra-se que, dependendo do método de medida empregado e do tratamento superficial ao qual as amostras a serem analisadas foram submetidas, a presença de martensita, gerada por deformação mecânica da matriz austenítica, é um problema que deve ser considerado.

## SYNOPSIS

Measurements of  $\delta$  ferrite volumetric fraction in AISI 304 austenitic stainless steels were done by X-ray diffraction, quantitative metallography (point count) and by means of one specific commercial apparatus whose operational principle is magnetic-inductive: The Ferrite Content Meter 1053 / Institut Dr. Förster. The results obtained were compared with point count, the reference method. It was also investigated in these measurements the influence of the martensite induced by mechanical deformation.

Determinations by X-ray diffraction, by the ratio between integrated intensities of the ferrite (211) and austenite (311) lines, are in excellent agreement with those taken by point count. One correction curve for the lectures of the commercial equipment in focus was obtained, for the range between zero and 20% of  $\delta$  ferrite in 18/8 stainless steels.

It is demonstrated that, depending on the employed measurement method and surface finishing of the material to be analysed, the presence of martensite produced by mechanical deformation of the austenitic matrix is one problem to be considered.

## 1. . INTRODUÇÃO

Usinas nucleares com reatores a água leve (PWR) e a próxima geração de reatores rápidos regeneradores (FBR) empregam uma grande quantidade de aço inoxidável austenítico em suas fabricações. Vasos de pressão nas indústrias nuclear, química e petroquímica, utilizam largamente soldas em aços inoxidáveis austeníticos em seus revestimentos internos.

Os aços inoxidáveis austeníticos, série 300, em geral exibem em regiões de solda uma estrutura duplex, isto é, apresentam alguma fração da fase delta ( $\delta$ ) ferrita na matriz austenítica. A priori, a quantidade de  $\delta$  ferrita que pode estar presente nesses materiais é função da composição química e das suas histórias térmicas. Esta quantidade é influenciada por fatores tais como taxa de solidificação, segregação e trabalho a quente, além da diluição do metal de adição no metal base durante os processos de soldagem [1,2].

Os códigos de projeto e construção de reatores nucleares são muito severos no que diz respeito às características metalúrgicas dos materiais usados na construção nuclear. Uma das exigências de tais códigos é limitar a extensão de microfissuras em soldas austeníticas, o que pode ser conseguido através do controle da composição química do metal de adição destas soldas, que afeta o teor de  $\delta$  ferrita presente nas mesmas.

Embora as soldas em aços inoxidáveis austeníticos possuam excelente resistência à corrosão generalizada, nos ambientes aos quais são normalmente expostas, formas de cor-

rosão localizada tais como "pitting", corrosão intergranular e corrosão sob tensão podem ocorrer, resultando em falhas no revestimento. No que diz respeito à corrosão localizada, duas variáveis metalúrgicas são de grande importância: o teor de  $\delta$  ferrita e o grau de sensitização dos contornos de grão do material.

O teor de  $\delta$  ferrita afeta significativamente as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão sob tensão dos aços inoxidáveis austeníticos, podendo causar efeitos benéficos ou prejudiciais, dependendo do teor e da aplicação do material.

Portanto, é extremamente importante a determinação dos teores de  $\delta$  ferrita, principalmente na faixa de 1 a 12%, face às especificações de projeto para as diversas aplicações dos materiais austeníticos.

Este trabalho, eminentemente experimental, tem por objetivo comparar métodos destrutivos de medida de  $\delta$  ferrita, como difração de Raios X e Metalografia Quantitativa, com um método não destrutivo de medida ("Ferrite Meter"), além de analisar em que condições é realmente aceitável o emprego da medida não destrutiva, a qual é de grande interesse prático. Também, é discutida a influência da martensita provocada por deformação mecânica em tais medidas. Em função disto, foram preparadas amostras, efetuadas medidas e comparados resultados, conforme descrito nos capítulos posteriores.

## 2. O EFEITO DO TEOR DE $\delta$ FERRITA NAS PROPRIEDADES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS E SEUS MÉTODOS DE MEDIDA

### 2.1 Efeitos do Teor de $\delta$ Ferrita

Os efeitos gerais da ferrita em juntas soldadas de aço inoxidável austenítico são [1-6]:

- Soldas de aços inoxidáveis austeníticos em peças de porte, como espessuras maiores que 1/2", são susceptíveis a fissuras ou trincas. Quantidades de  $\delta$  ferrita entre 4% e 8% distribuídas uniformemente na matriz austenítica melhoram significativamente o comportamento das juntas soldadas, em termos de evitar a fissuração das mesmas, tornando estas regiões mais dúteis.

Fissuras são pequenas trincas com orientação preferencial perpendicular ao eixo da solda e perpendicular à direção de maior tensão residual, que ocorrem em soldas durante o processo de reaquecimento, quando um passe adicional de soldagem é depositado sobre um passe já existente. Localizam-se geralmente na zona termicamente afetada pelo passe de soldagem precedente, aquela área que atingiu temperaturas logo abaixo da temperatura de fusão do aço, e podem se estender através do passe que as causou [1].

Uma correlação entre teor de ferrita e fissuras é feita por LUNDIN em [7].

- Dependendo do ambiente, o teor de ferrita e a sua distribuição são de fundamental importância na determinação da susceptibilidade do material à corrosão sob tensão, e também na determinação do modo de propagação de trincas nas soldas de estru-

tura duplex. Quando a quantidade de ferrita presente gera na matriz austenítica caminhos que permitam a fácil propagação de trincas por corrosão sob tensão, estas regiões tornam-se suscetíveis a tal ataque. Quando isto não ocorre, pode ocorrer corrosão por dissolução preferencial da ferrita ou das regiões da interface ferrita/austenita. A zona termicamente afetada da estrutura duplex formada durante a operação de soldagem parece ser particularmente sensível à corrosão sob tensão [8-11]. Também, as regiões de estrutura duplex são mais suscetíveis à iniciação de "pits", sendo que a resistência a "pitting" diminui com o aumento do teor de ferrita, conforme MANNING [12].

- Quando os aços inoxidáveis austeníticos com algum teor de  $\delta$  ferrita são expostos a temperaturas de serviço entre  $-500^{\circ}\text{C}$  e  $900^{\circ}\text{C}$ , ou mesmo a tratamento térmico após a soldagem, por longos períodos de tempo, sofrem o processo de transformação da ferrita em fase sigma ( $\sigma$ ) e, em menor extensão, em fase intermetálica chi ( $\chi$ ). Também são formados carbeto, particularmente  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , especialmente durante o início do envelhecimento. A presença destas fases na microestrutura pode provocar ruptura por fluência, reduzem a ductilidade, a resistência ao impacto e a resistência à corrosão, segundo SPRUIELL [13] e GRAY [14].

- O aumento do teor de  $\delta$  ferrita geralmente aumenta o limite de resistência dos aços inoxidáveis austeníticos. Um estudo da influência do teor de  $\delta$  ferrita nas propriedades mecânicas de soldas de aços inoxidáveis austeníticos é feito por HAUSER e VANECHO [15], bem como por BERGGREN e OUTROS [16].

- A fase  $\delta$  ferrita é ferromagnética, enquanto a matriz austenítica não o é. Em aplicações onde é requerida pequena permeabilidade magnética, como, por exemplo, em partes de reatores nucleares de fusão, pode ser necessário um baixo teor ou mesmo nenhuma quantidade de ferrita em soldas.
- O teor de  $\delta$  ferrita afeta também a tenacidade à fratura em temperaturas criogênicas, de juntas soldadas de aço inoxidável austenítico, segundo trabalhos recentes de READ [17] e WHIPPLE [18].

## 2.2 Métodos de Medida

Existem muitas técnicas empregadas para a medida da fração volumétrica de  $\delta$  ferrita, nem todas totalmente estudadas e sendo muitas delas afetadas em maior ou menor grau pela morfologia e distribuição da ferrita e composição do material. Podemos citar inúmeros métodos de medida, destrutivos ou não destrutivos, e mesmo empíricos. Os métodos empíricos são baseados em diagramas estabelecidos a partir da composição química do material de soldagem e fornecem apenas valores aproximados. O método destrutivo mais empregado envolve metalografia quantitativa. Também podem ser feitas medidas por difração de Raios X [19]. Métodos mais especializados envolvem medida por saturação magnética [4,20], ou ainda medida eletroquímica [21].

Os métodos não destrutivos usuais, para os quais existe uma série de instrumentos comerciais no mercado internacional, baseiam-se nas propriedades magnéticas da fase  $\delta$  ferrita



como princípio operacional. Resultados obtidos com tais aparelhos, assim como vários métodos destrutivos, são bastante discutidos na literatura [1, 2, 4, 5, 20]. Técnicas mais sofisticadas envolvem Espectroscopia Mössbauer [22, 23]. O uso desta técnica para este fim ainda não foi suficientemente explorado.

Apesar dos muitos métodos existentes, na prática tem-se verificado que a medida de  $\delta$  ferrita está sujeita a um considerável grau de incerteza. Ainda não se estabeleceu um método de medida que meça o teor absoluto de ferrita e que sirva como referência para efeito de padronização.

Em vista disso, o Welding Research Council (WRC)/USA, apoiado pela American Welding Society (AWS), adotou o uso de um aparelho comercial - o Magnegage<sup>1</sup> - como instrumento primário de medida de  $\delta$  ferrita, utilizando para sua calibração um conjunto de padrões do National Bureau of Standards (NBS), consistindo de camadas de cobre de espessuras entre 0,2 mm e 2,0 mm, depositadas sobre uma base de aço carbono, obviamente magnética. A partir desse conjunto de padrões, a resposta do Magnegage, cujo princípio de operação é magnético, é calibrada em uma unidade arbitrária chamada de "Número de Ferrita (FN)", conforme norma AWS A4.2-74 [24]. Este procedimento visa a comparação de resultados obtidos por diferentes laboratórios. É importante notar que, tendo sido definido arbitrariamente, o FN não é equivalente a % de ferrita. De fato, os números de ferrita FN são aproximadamente iguais a % de ferrita até em torno de 8%, havendo grande divergência para teores maiores.

---

<sup>1</sup> American Instruments Company / USA

Existem outros aparelhos comerciais especificados para a medida não destrutiva do teor de  $\delta$  ferrita. O CDTN - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - possui um, de nomidado "Ferrite Content Meter 1.053".<sup>2</sup>

Dentro do CDTN há a possibilidade de se efetuar a medida de  $\delta$  ferrita tanto por método não destrutivo, pelo uso do aparelho acima citado, como também por métodos destrutivos, como difração de Raios X e metalografia quantitativa. Outros métodos podem vir a ser desenvolvidos.

---

<sup>2</sup> Institut Dr. Forster. D-7410, Reutlingen / west Germany

### 3. AMOSTRAS

#### 3.1 Preparação

Amostras foram preparadas a partir de uma chapa de aço inoxidável austenítico AISI 304, cuja estrutura original se vê na Figura 3.1, com a seguinte composição química\*:

C	Cr	Ni	Mn	SI	Mo	N	P	S
0,053	17,8	8,2	1,4	0,65	0,15	0,032	0,025	0,0039

Todas as amostras foram confeccionadas na forma de disco com 22mm de diâmetro por 2mm de espessura (espessura nominal da chapa).

\* % em peso, conforme análise.



Figura 3.1 - Micrografia evidenciando a estrutura original do material utilizado neste trabalho. Ataque com ácido oxálico.

100X.

### 3.2 Precipitação de $\delta$ Ferrita

Para se obter uma série de amostras com diferentes teores de  $\delta$  ferrita, foram feitos tratamentos térmicos em forno de indução e atmosfera de 500 Torr de Argônio, sempre com a duração de 90 minutos a temperaturas constantes, variando desde 1280°C a 1390°C, seguidos de resfriamento brusco em solução saturada de Cloreto de Cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ), à -20°C. Como resultado de tais tratamentos térmicos, foram obtidas 10 amostras, com teores de  $\delta$  ferrita variando entre 1,4% e 33,6%, conforme determinado por método metalográfico descrito abaixo. Deve ser notado que a estrutura obtida a partir destes tratamentos térmicos (Fig. 4.1 a 4.3) contrasta com a estrutura fina da ferrita encontrada em soldas. A Figura 3.2 mostra o diagrama de fase pseudo binário para a liga em questão.

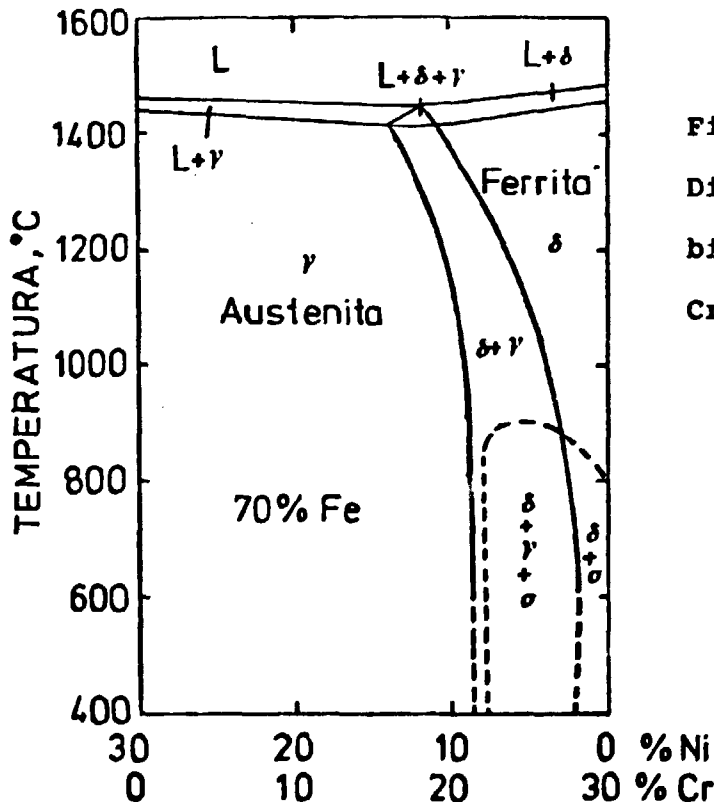


Figura 3.2  
Diagrama de fase pseudo binário para os aços Cr/Ni.

### 3.3 Normalização das Amostras

Devido ao fato de a deformação mecânica das amostras vir a provocar precipitação de martensita nas mesmas, conforme é mostrado no capítulo 5., o que pode afetar os resultados de Raios X, as amostras a serem utilizadas em medidas por difração de Raios X, inclusive aquelas que sofreram tratamento térmico para precipitação de  $\delta$  ferrita, foram normalizadas através do seguinte procedimento:

- Polimento em lixas de carbetto de silício até lixa 600.
- Polimento em pastas de diamante de 15, 2,5 e 0,25  $\mu\text{m}$
- Ataque químico com reagente de Vilella
- Observação ótica da estrutura
- Retorno à pasta de diamante de 0,25 $\mu\text{m}$  até retirar todo o ataque químico.

As duas últimas etapas foram repetidas até que se observasse uma total ausência de deformação da matriz. Tal procedimento se fez necessário devido à verificação de que apenas uma série de polimentos até o diamante (0,25  $\mu\text{m}$ ), apesar de oferecer uma superfície perfeitamente polida, não é suficiente para acabar com toda a camada inicialmente deformada pelas lixas de papel, o que condiz com os dados contidos na Figura 3.3, retirada de BÜHLER e HOUGARDY [25]. Também, várias tentativas de polimento químico não deram resultados positivos, provavelmente pelo fato de se ter uma área muito grande a ser polida ( $\sim 4 \text{ cm}^2$ ). Em todas as tentativas, o que ocorreu foi o polimento de algumas regiões das amostras, enquanto que outras sofriam ataque.

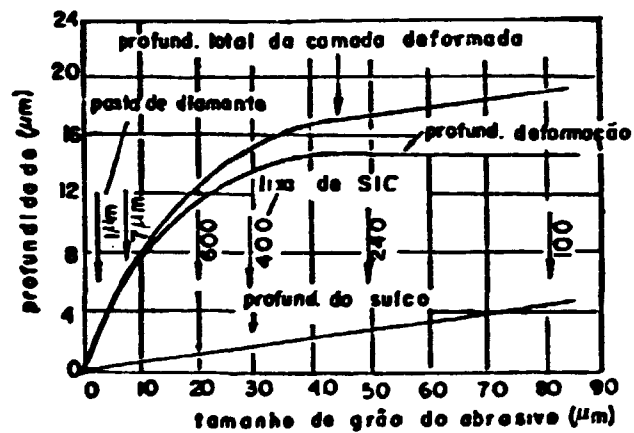


Figura 3.3 - Influência do Tamanho de Grão do Abrasivo na Profundidade da Camada Deformada (Retirada de BÜHLER e HOUARDY [25]).

#### 4. MEDIDAS DO TEOR DE $\delta$ FERRITA

Os teores de  $\delta$  ferrita precipitados nas amostras numeradas de 01 a 10 foram determinados por contagem pontual, difração de Raios X e pelo uso de um aparelho comercial específico para este fim, que opera segundo método de medida magnético-indutivo: O Ferrite Content Meter 1.053, do Institut Dr. Förster.

##### 4.1 Contagem Pontual

A determinação da fração volumétrica por método metalográfico foi feita de acordo com a norma ASTM E-562-76 [26], isto é, por contagem pontual sistemática. Optou-se por uma contagem sistemática ao invés de aleatória, conforme sugerem alguns autores [2], devido à não homogeneidade da distribuição da ferrita em algumas amostras.

Na análise por contagem pontual, uma série de pontos igualmente espaçados (rede) são superpostos a um campo ótico da amostra e o número de pontos que "caem" em uma dada fase são contados. A fração volumétrica desta fase é relacionada com a razão entre o número total de pontos da rede e o número de pontos contados para a fase.

Após o polimento adequado das amostras, as mesmas foram atacadas com o Reagente de Vilella (5 ml de ácido clorídrico, 1g de ácido pícrico, 100ml de álcool etílico 95%). Foi utilizado um microscópio binocular Zeiss/Photomicroscope II, com aumento de 200x e projeção em tela com rede de 85mmX85mm e 100 pontos (25 pontos para as amostras 06, 09 e 10).

Na Tabela 4.1, são apresentados o número de pontos aplicados\* a cada amostra, área varrida e a fração volumétrica de  $\delta$  ferrita, com os respectivos limites de confiança de 95%.

Da Figura 4.1 à 4.3 são apresentadas micrografias das amostras nas quais se vêem campos típicos de cada uma, evidenciados os grãos de  $\delta$  ferrita na matriz austenítica.

Após as medidas metalográficas, as amostras de 01 a 10 foram submetidas ao processo de normalização descrito anteriormente, sendo que para três delas determinou-se novamente o teor de  $\delta$  ferrita (amostras 02, 03 e 08). Estas determinações em superfícies bem mais profundas que as anteriores mostram a uniformidade da fase  $\delta$ , permitindo a comparação dos resultados obtidos por difração de Raios X após o abaixamento da superfície do material, com os resultados metalográficos precedentes. Tal uniformidade é clara, e pode ser comprovada pela comparação dos dados da Tabela 4.1 com os dados da Tabela 4.2.

As folhas de trabalho que levaram aos dados das Tabelas abaixo são apresentadas no Apêndice A.

**TABELA 4.1 - Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita Determinada por Contagem Pontual**

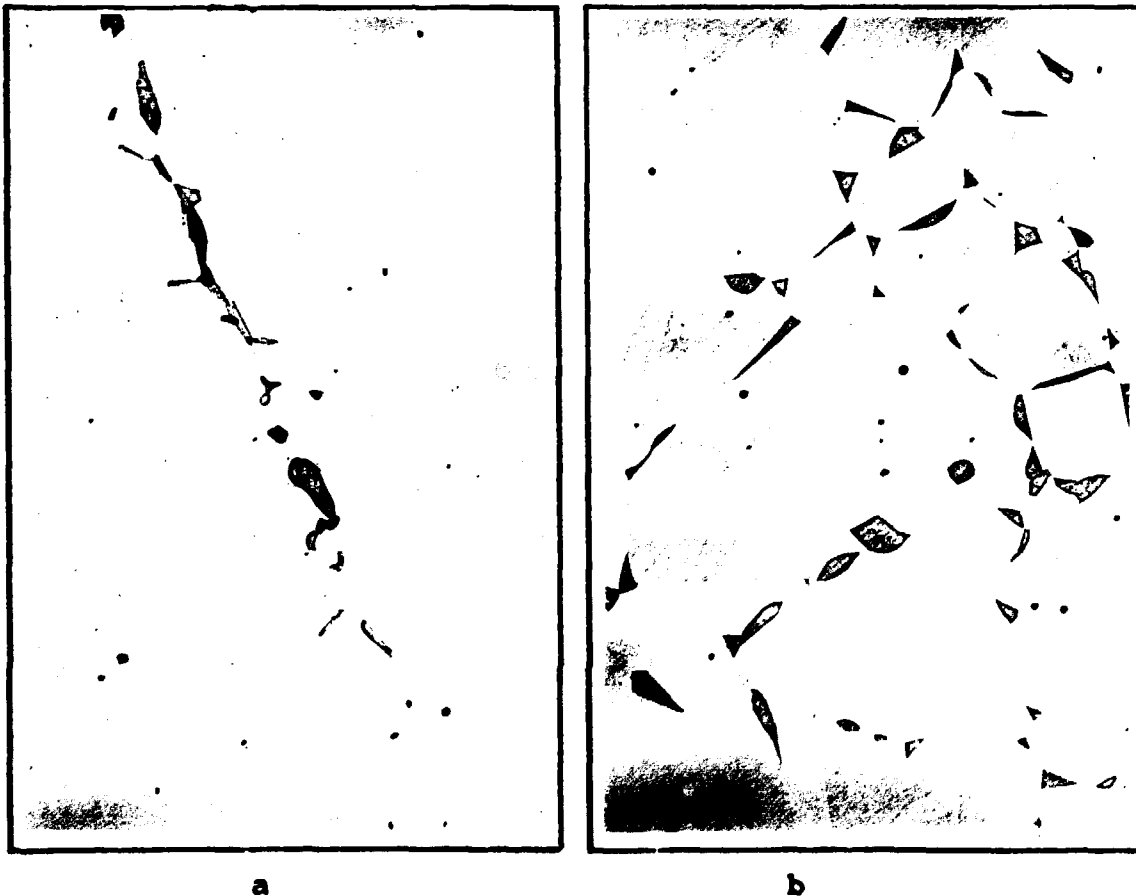
Amostra	Pontos Aplicados*	Área Varrida mmxmm	% de $\delta$ Ferrita
01	32000	8,5 x 6,5	1,4 $\pm$ 0,2
02	20000	8,2 x 4,3	4,0 $\pm$ 0,3
03	20000	7,5 x 3,5	7,1 $\pm$ 0,4
04	20000	6,0 x 3,0	7,8 $\pm$ 0,4
05	20000	8,0 x 4,0	8,4 $\pm$ 0,5
06	12500	5,0 x 2,5	12,0 $\pm$ 0,6
07	10800	7,5 x 2,3	17,9 $\pm$ 0,7
08	10000	4,0 x 4,0	18,7 $\pm$ 0,6
09	7000	4,3 x 3,0	25,1 $\pm$ 1,0
10	5500	8,5 x 2,2	33,6 $\pm$ 0,8

\* Pontos Aplicados = (nº de pontos da rede) X (nº de vezes que a rede foi aplicada à amostra)



**TABELA 4.2 - Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita, determinada por Contagem Pontual Após a Normalização das Superfícies**

Amostra	Pontos Aplicados	Área Varrida mmxmm	% de $\delta$ Ferrita
02	30000	7,5 x 8,0	4,1 $\pm$ 0,5
03	15000	não anotada	7,9 $\pm$ 0,5
08	15000	6,5 x 4,0	18,1 $\pm$ 0,8



**Figura 4.1 - Micrografias das Amostras**

a) 01, com 1,4% de  $\delta$  Ferrita

b) 02, com 4,0% de  $\delta$  Ferrita

Ataque com reagente de Vilella  
200 x.

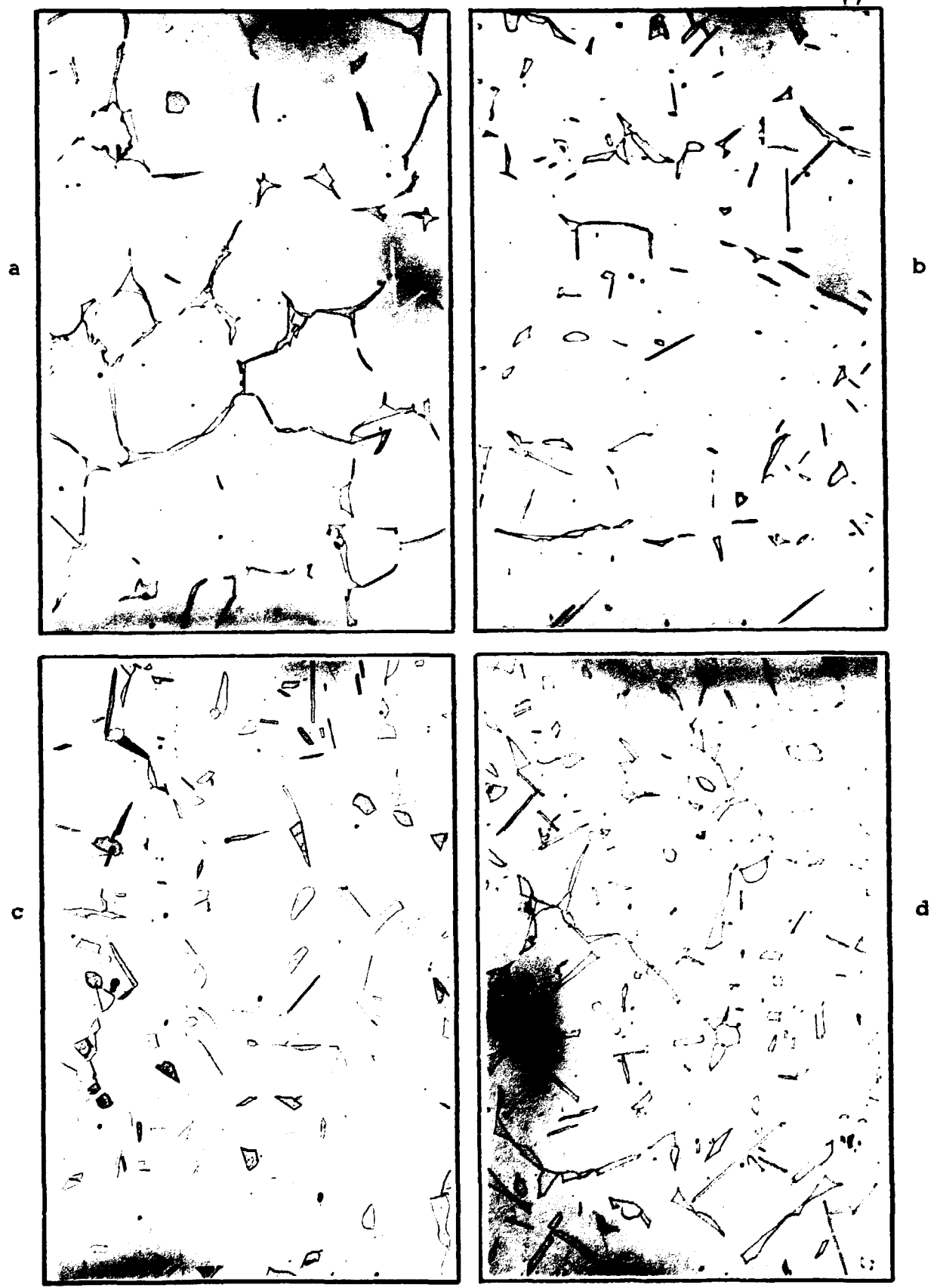


Figura 4.2 - Micrografias das Amostras - a) 03, com 7,1% de  $\delta$  Ferrita; b) 04, com 7,8% de  $\delta$  Ferrita; c) 05, com 8,4% de  $\delta$  Ferrita; d) 06, com 12,0% de  $\delta$  Ferrita. Ataque com reagente de Vilella 200 X.

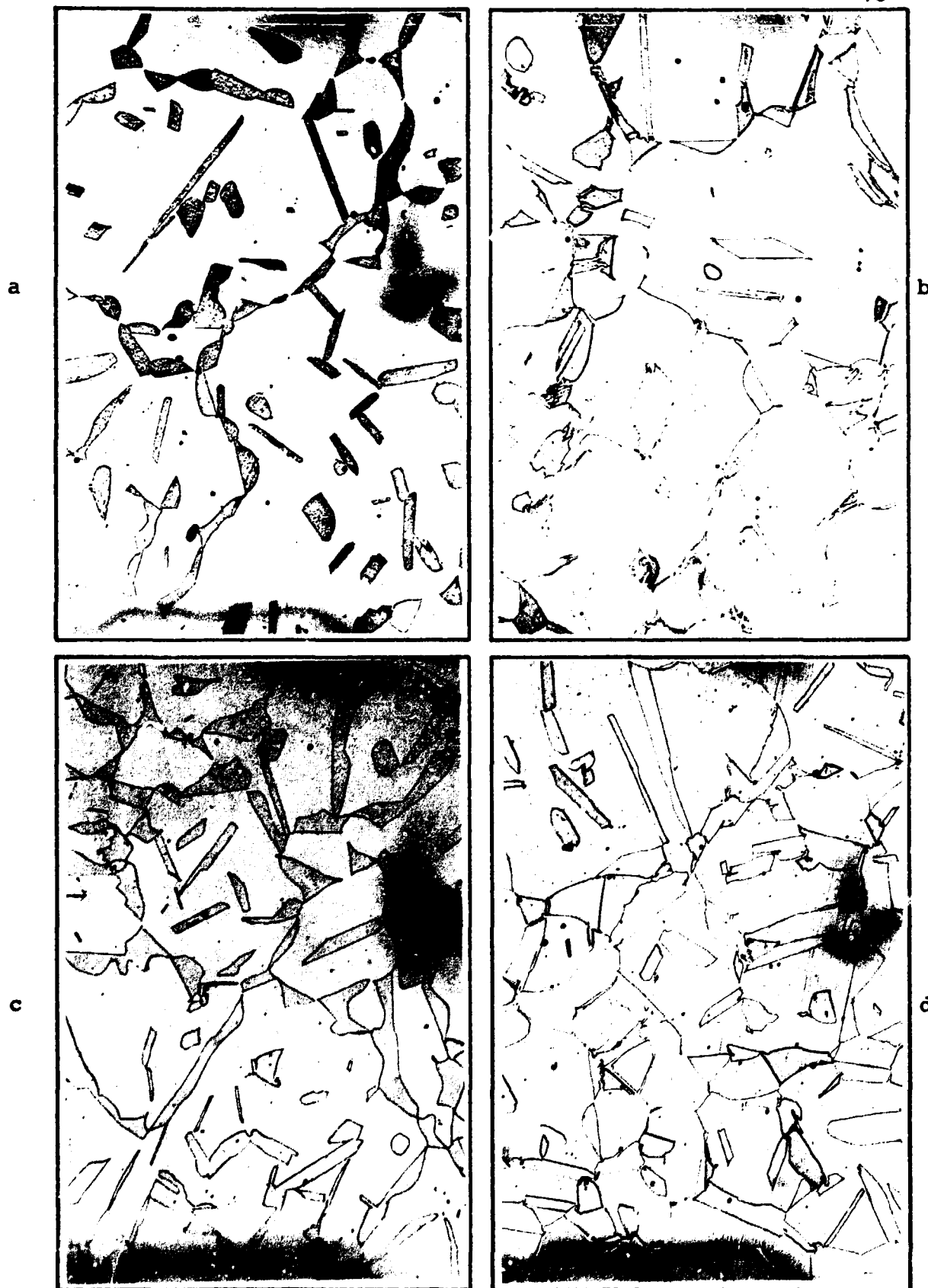


Figura 4.3 - Micrografias das Amostras - a) 07, com 17,9% de  $\delta$  Ferrita; b) 08, com 18,7% de  $\delta$  Ferrita; c) 09, com 25,1% de  $\delta$  Ferrita; d) 10, com 33,6% de  $\delta$  Ferrita. Ataque com reagente de Vilella. 200 X.

## 4.2 Difração de Raios X

### 4.2.1 Análise quantitativa por intensidades integradas

A medida quantitativa de fases por Difração de Raios X requer a comparação direta das intensidades integradas dos picos de difração selecionados, pois a intensidade das linhas de difração das fases presentes em uma amostra depende das proporções destas na amostra [27 - 31]

A intensidade integrada  $I$  de uma reflexão  $(hkl)$ , para um difratômetro, é dada por [32-35]:

$$I(hkl) = \frac{I_0}{m^2} \frac{e^4}{c^4} \frac{\lambda^3 A}{32\pi r} \frac{1}{v^2} FF^* m \frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \exp(-2M) A(\theta) V$$

onde:  $I$  = intensidade do feixe incidente

$e, m_e$  = carga e massa do elétron

$c$  = velocidade da luz

$\lambda$  = comprimento de onda da radiação incidente

$A$  = área da seção transversal do feixe incidente

$v$  = volume da célula unitária da fase considerada

$F, F^*$  = fator de estrutura e seu complexo conjugado para a reflexão  $(hkl)$

$m$  = fator de multiplicidade para o plano  $(hkl)$

$\theta$  = ângulo de Bragg

$\exp -2M$  = fator de temperatura de Debye Waller

$A(\theta)$  = fator de absorção

$V$  = volume relativo da substância considerada

$r$  = raio do círculo do difratômetro

Podemos reescrever a expressão anterior em uma forma mais usual como:

$$I(hkl) = K FF^* m LP \exp(-2M) A(\theta) \frac{V}{v^2}$$

Sendo:

$$K = \frac{I_0 e^4 \lambda^3 A}{m_e^2 c^4 32 \pi r} = \text{constante independente da estrutura e quantidade da fase.}$$

$$LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} = \text{fator de polarização-Lorentz}$$

$$F(hkl) = \sum_{n=1}^N f_n \exp [2\pi i (hu_n + kv_n + lw_n)], \text{ Somados nos } N \text{ átomos da célula unitária, em posições de coordenadas fracionais } uvw, \text{ da fase considerada. O fator atômico } f_n \text{ é função de } \sin \theta / \lambda. *$$

$$\exp(-2M) : M = \frac{3h^2}{m_e K \theta} \left( \frac{1}{4} + \frac{\phi(x)}{x} \right); \quad x = \frac{\theta}{T}; \quad \phi(x) = \frac{1}{x} \int_0^x \frac{\xi d\xi}{e^\xi - 1}$$

onde:  $h$  = constante de Planck

$K$  = constante de Boltzmann

$m_e$  = massa do elétron

$T$  = temperatura absoluta

$\theta$  = temperatura característica

$\phi(x)$  = Função de Debye\*\*

---

\* Tabela 71, [33].

\*\* Tabela 79, [33].

O fator de absorção depende da geometria da amostra. Para superfície planas, que é o caso, a absorção é independente de  $\theta$  e é dada por  $A(\theta) = 1/2\mu$ , onde  $\mu$  é o coeficiente de absorção linear da fase.

Definindo o Fator de Intensidade Relativa R como:

$$R = FF^* m LP \exp(-2M) / v^2$$

para uma fase qualquer, a Intensidade Integrada será dada por

$$I = K R V / 2\mu$$

Para o caso particular em que há apenas duas fases presentes, ferrita e austenita (ou martensita e austenita), e designando a austenita pelo índice  $\gamma$  e a ferrita (ou martensita) pelo índice  $\alpha$ , vem:

$$I_{\gamma} / I_{\alpha} = R_{\gamma} V_{\gamma} / R_{\alpha} V_{\alpha}$$

$$V_{\alpha} / V_{\gamma} = I_{\alpha} R_{\gamma} / I_{\gamma} R_{\alpha} \quad (I)$$

A partir da equação (I), que fornece o volume relativo entre as fases e sendo que só existem as duas fases, isto é,

$$V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1 = 100\%$$

tem-se:

$$\boxed{V_{\alpha} = \frac{1}{1 + \frac{R_{\alpha} I_{\gamma}}{R_{\gamma} I_{\alpha}}}} \quad (II)$$

A equação (II) fornece a fração volumétrica da fase  $\alpha$ , em função da razão entre as intensidades integradas para as fases  $\gamma$  e  $\alpha$ , de acordo com os picos de difração selecionados.

Os valores dos fatores de Raios X das três fases que são de interesse neste trabalho estão listados para as várias linhas na Tabela 4.3. Devido aos parâmetros de rede muito semelhantes e à radiação incidente usada - (Cu K $\alpha$ ) , os picos da ferrita e da martensita se superpoem, conforme se vê das Figuras 4.5 e 5.8, por exemplo: Também, os dubletos (112)/(211) , (101)/(110), (200)/(002), (202)/(220) e (310)/(301) da martensita não são resolvidos, o que implica em considerar para esta fase fator de estrutura e multiplicidade de célula cúbica de corpo centrado [31]. Tais observações levam a fatores de Raios X idênticos para a ferrita (cúbica de corpo centrado) e a martensita (tetragonal de corpo centrado), exceto, é claro, o volume da célula unitária.

#### 4.2.2 Medidas por difração de Raios X

As medidas por difração de R-X foram feitas em um Difratorômetro Rigaku/Geigerflex, com o uso de tubo de cobre e cristal monocromador, operando a 40 kV e 20 mA. As amostras foram colocadas em um porta amostras giratório que oferece uma rotação constante de 92 rpm, de modo a permitir que os difratogramas independessem das posições das amostras no suporte. Após várias experiências prévias, selecionaram-se para as medidas de fração volumétrica fendas de 0,5, velocidade do goniômetro de 0,25°/min, constante de tempo de 10 s e máxima sensibilidade para o analisador de altura de pulsos. A velocidade do papel do registrador escolhida foi de 10 mm/min. O goniômetro foi alinhado com o auxílio de padrão de sílica.

---

\* Daí a necessidade do procedimento de normalização descrito em 3.2.

**TABELA 4.3 - Fatores de Raios X para a Ferrita e Martensita (fases  $\alpha$ ), e para a Austenita (fase  $\gamma$ ), calculados para a radiação  $\text{Cu K}\alpha - 1,5418 \text{ \AA}$ . \***

Ferrita (CCC) : $a = 2,8672 \text{ \AA}$ ; $v = 23,5709 \text{ \AA}^3$ Martensita (TCC) : $a = 2,8656 \text{ \AA}$ ; $v = 23,5873 \text{ \AA}^3$ $c = 2,8724 \text{ \AA}$							
Linha	$\theta^\circ$	f	FF*	$e^{-2M}$	m	LP	$R_\alpha$
$\alpha(110)$	22,4	17,91	$4(17,91)^2$	0,981	12	11,20	3,04
$\alpha(200)$	32,5	14,73	$4(14,73)^2$	0,962	6	4,84	0,44
$\alpha(211)$	41,1	12,79	$4(12,79)^2$	0,943	48	3,12	1,66
$\alpha(220)$	49,4	11,33	$4(11,33)^2$	0,925	12	2,73	0,28
$\alpha(310)$	58,7	10,33	$4(10,33)^2$	0,908	24	3,14	0,53

Austenita (CFC) : $a = 3,5575 \text{ \AA}$ ; $v = 45,0227 \text{ \AA}^3$							
Linha	$\theta^\circ$	f	FF*	$e^{-2M}$	m	LP	$R_\gamma$
$\gamma(111)$	21,8	18,15	$16(18,15)^2$	0,982	8	12,49	2,55
$\gamma(200)$	25,5	16,87	$16(16,87)^2$	0,975	6	8,35	1,10
$\gamma(220)$	37,5	13,53	$16(13,53)^2$	0,951	12	3,63	0,60
$\gamma(311)$	45,4	11,99	$16(11,99)^2$	0,934	24	2,81	0,71
$\gamma(222)$	48,0	11,56	$16(11,56)^2$	0,928	8	2,74	0,21
$\gamma(400)$	59,2	10,22	$16(10,22)^2$	0,905	6	3,25	0,15

\* a e c = parâmetros de rede, conforme [33]

v = volume das células unitárias



Para os espectros completos ( $2\theta$ :  $42^\circ$  a  $120^\circ$ ), as condições utilizadas foram de  $4^\circ/\text{min}$  para a velocidade do goniômetro, constante de tempo de 2 s e velocidade do papel de  $20\text{mm}/\text{min}$ . Os outros parâmetros foram os mesmos citados no parágrafo anterior.

As amostras utilizadas apresentaram textura pronunciada, pois medidas de intensidade para diferentes linhas consideradas e também para determinadas linhas quando da amostra colocada em posições estáticas variadas, levaram a valores de  $V_\alpha$  (%) os mais diversos. Tais medidas não foram registradas. Alguma indicação da presença de textura é também vista nos difratogramas do Apêndice B, onde as intensidades relativas para as várias amostras não estão de acordo com aquelas encontradas em situações de orientação totalmente aleatória dos planos cristalográficos para o ferro  $\gamma$  e ferro  $\alpha$  (Tabela 4.4).

TABELA 4.4 - Intensidades Relativas entre as Várias Linhas para o Ferro  $\gamma$  e Ferro  $\alpha$ , com Distribuição Totalmente Aleatória dos Planos Cristalográficos [36]. \*

Fe $\gamma$	hkl	111	200	220	311	222	400
	I/I <sub>1</sub>	100	80	50	80	50	30
Fe $\alpha$	hkl	110	200	211	220	310	222
	I/I <sub>1</sub>	100	20	30	10	12	6

\* I<sub>1</sub> = máxima intensidade

A linha  $\gamma$  mais fortemente afetada foi a  $\gamma(220)$ , que é a linha recomendada em [31] para medidas com amostras que não apresentem orientação preferencial. Explica-se a grande afetação dos picos  $\gamma(220)$  pelo fato de tal plano ser paralelo ao plano de escorregamento  $\gamma(110)$  de um cristal cúbico de corpo centrado laminado a frio [29].

A linha  $\gamma$  menos afetada por textura, segundo [29], é a linha (311), a linha  $\gamma$  de menor simetria. Uma análise dos dados contidos em [30] indica que para uma superfície paralela à superfície de laminação, o uso do par de linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$  leva a medidas compatíveis com aquelas obtidas pelo uso da média das intensidades integradas para várias linhas  $\gamma$  e  $\alpha$ .

Em função disto, optou-se pelo uso apenas do par de linhas acima citado ( $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$ ), ao invés do uso dos vários pares  $\gamma(hkl)$  e  $\alpha(hkl)$ , como indicado por alguns trabalhos [30,37]. A adequação desta escolha para as amostras em questão foi corroborada pelos resultados metalográficos, como é mostrado adiante.

Para cada uma das amostras numeradas de 01 a 10, foram feitas três difrações entre os ângulos  $2\theta$  de  $81,0^\circ$  a  $84,0^\circ$  ( $\alpha(211)$ ) e entre os ângulos  $2\theta$  de  $89,5^\circ$  a  $92,5^\circ$  ( $\gamma(311)$ ). A tabela 4.5 mostra os resultados para a média das três difrações, as quais apresentaram uma dispersão pequena. As intensidades integradas foram medidas com o uso de um planímetro de compensação.

A Figura 4.4 mostra a correlação entre a razão das intensidades integradas para a linha (211) da ferrita e a linha (311) da austenita e a fração volumétrica de  $\delta$  ferrita. Os

valores obtidos levaram a uma correlação fracamente não linear para o ajuste pelo método dos mínimos quadrados [38,39], isto é, a função obtida foi:

$$V = 30,68 (I_{\alpha}/I_{\gamma})^{0,85} ; R^2 = 1,00$$

Uma difração típica de cada amostra é apresentada da Figura 4.5 à Figura 4.7.

TABELA 4.5 - Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita, Obtida por Difração de Raios X.

Amostra	$\overline{I_{\gamma}/I_{\alpha}}$	% de $\delta$ Ferrita
01*	38,80	1,1 $\pm$ 1,0
02	9,60	4,3 $\pm$ 1,0
03	5,87	6,8 $\pm$ 1,0
04	5,03	7,8 $\pm$ 1,0
05	4,78	8,2 $\pm$ 1,0
06	3,16	11,9 $\pm$ 1,0
07	2,00	17,6 $\pm$ 1,0
08	1,91	18,3 $\pm$ 1,0
09	1,28	25,0 $\pm$ 1,0
10	0,81	34,5 $\pm$ 1,0

\*OBS: A amostra 01, cujo teor de  $\delta$  ferrita determinado metalograficamente é de 1,4%, está no limite de resolução para as difrações de R-X nas condições aqui empregadas. Apesar de não haver nenhuma confiabilidade nos dados da amostra em questão, das Figuras 4.7 b e B.12, é admissível assumir uma resolução de  $\pm$  1,0% para todas as outras medidas por difração de Raios X, feitas nestas mesmas condições já citadas.

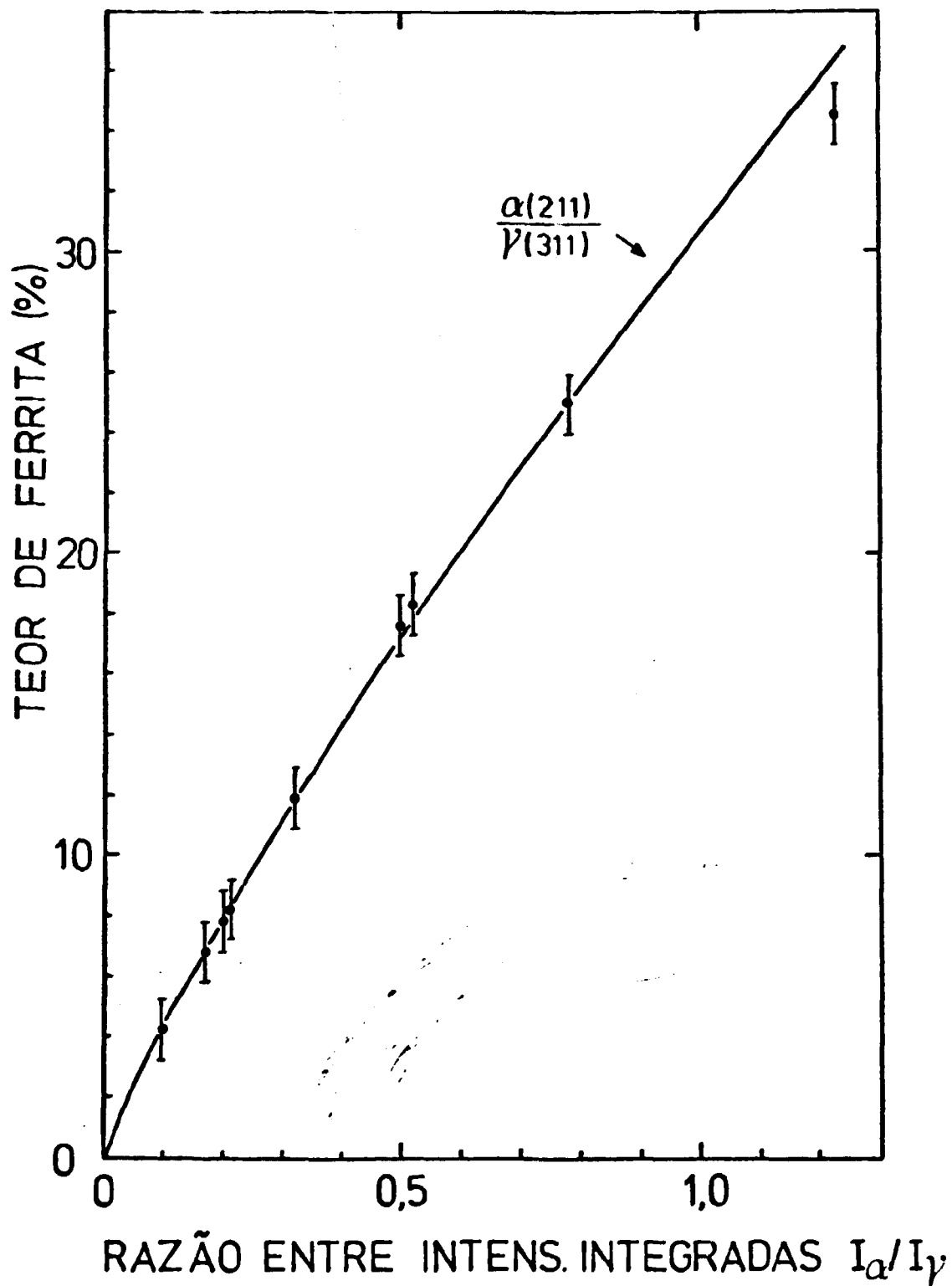


Figura 4.4 - Correlação entre a razão das intensidades integradas para as linhas  $\alpha(211)$  e  $\gamma(311)$  e o teor de  $\delta$  ferrita obtido por difração de Raios X.

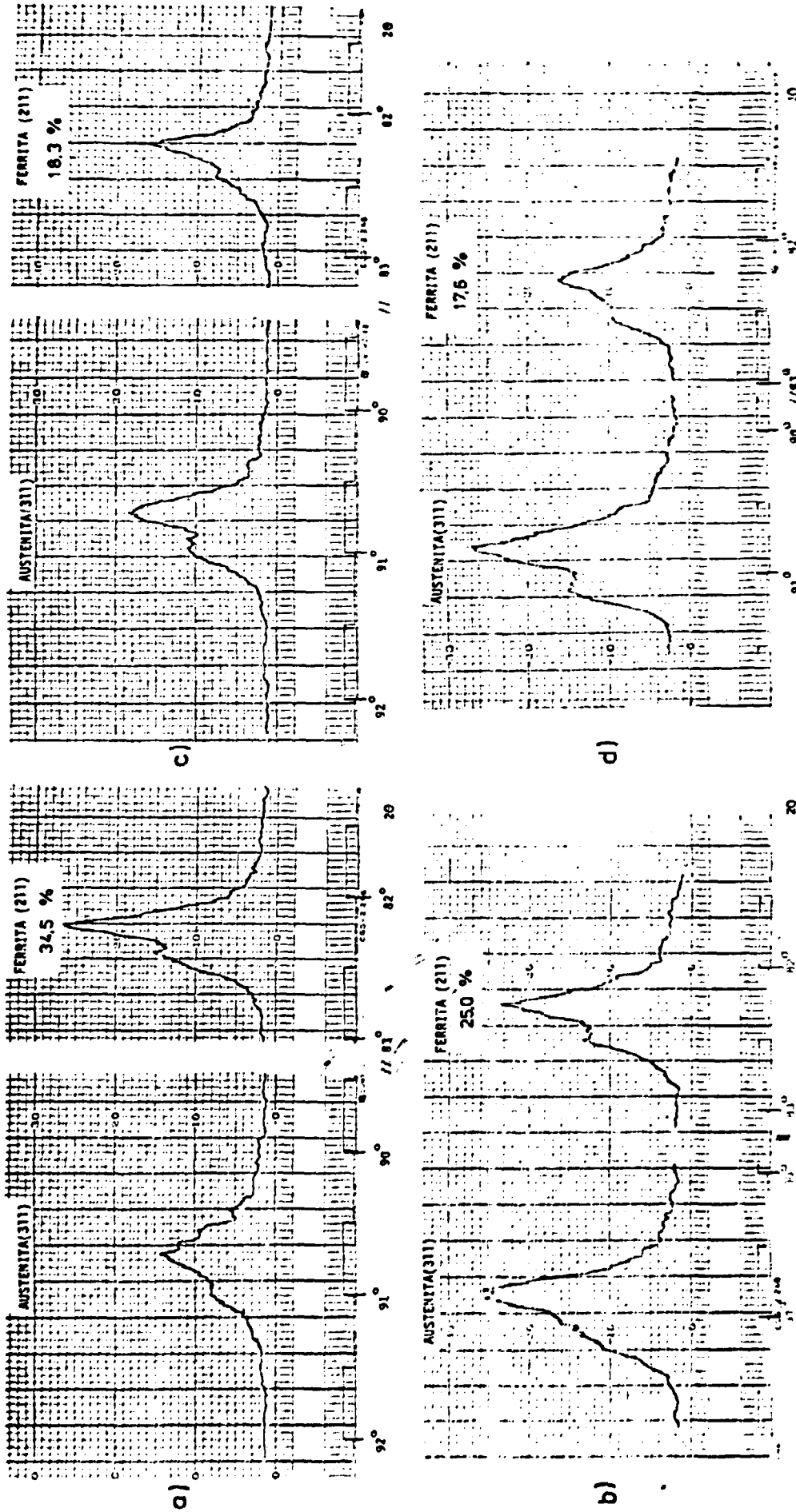


FIG. 4.5 - Difrações de Raios X para as linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$ . (a) amostra 07, (b) amostra 08, (c) amostra 09, (d) amostra 10.

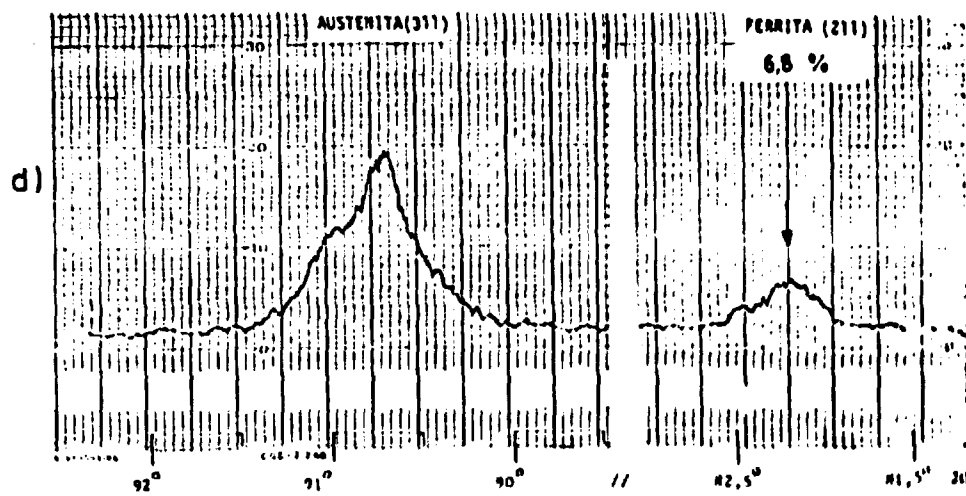
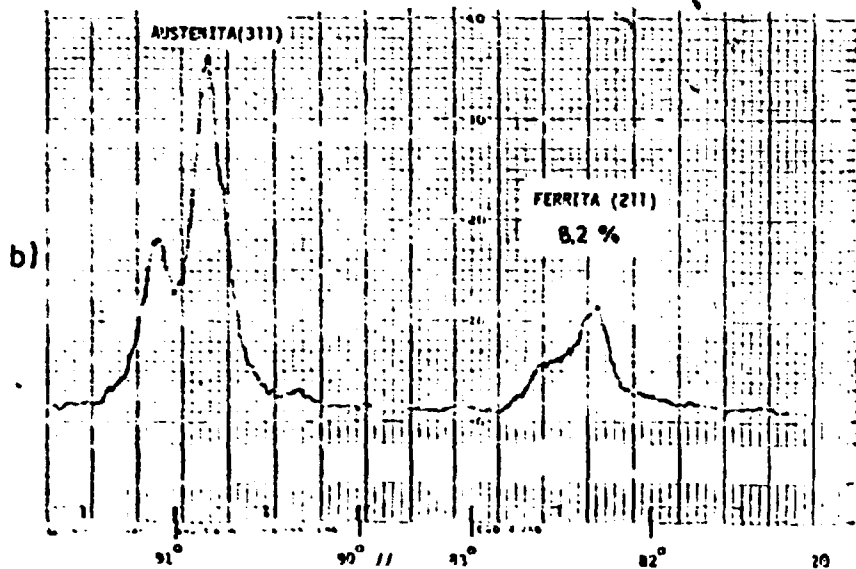
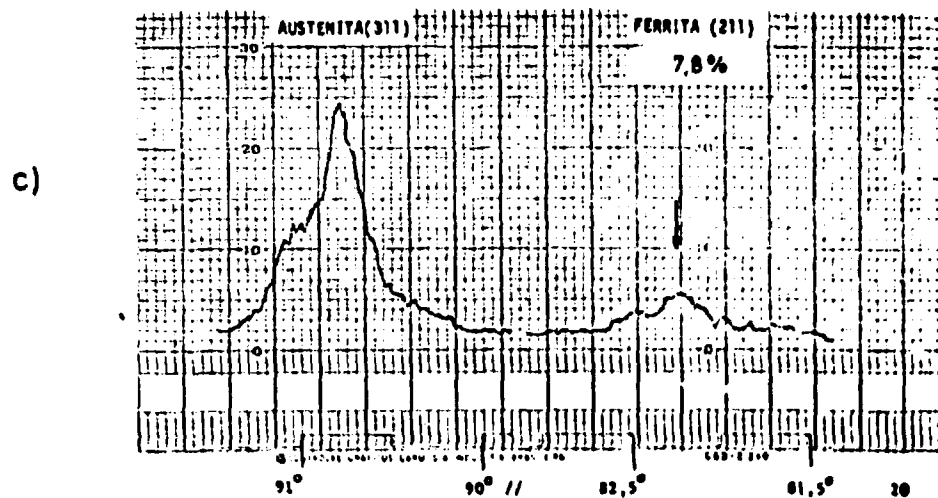
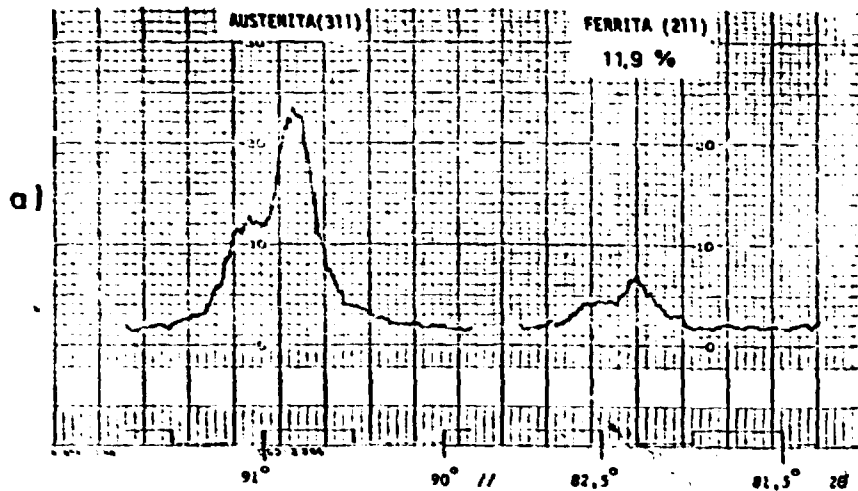


FIG.4.6- Difrações de RaiosX para as linhas  $\gamma$ (311) e  $\alpha$ (211).(a) amostra 06.(b) amostra 05.(c) amostra 04 e (d) amostra 03.

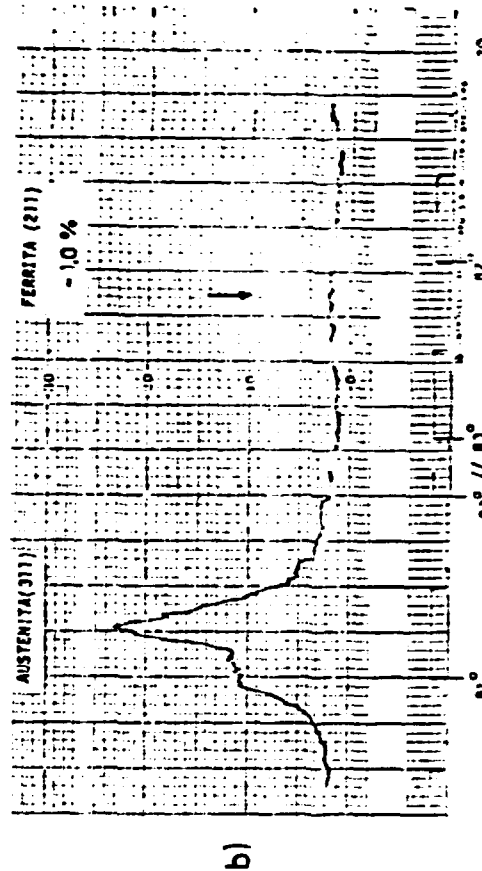
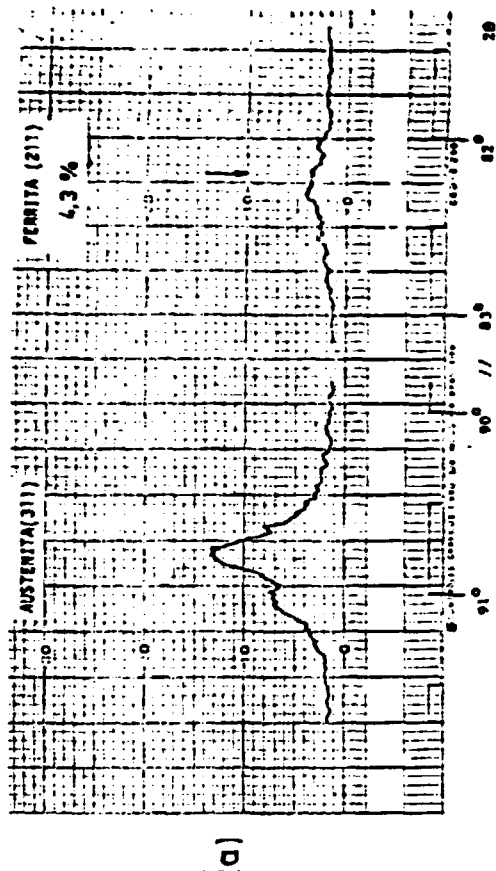


FIG. 4.7- Difrações de RaiosX para as linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$  30  
 (a) amostra 02 e (b) amostra 01.

OBS: Os teores de  $\delta$  Ferrita indicados nas Figuras 4.5, 4.6 e 4.7 correspondem à média das difrações feitas para cada amostra, em questão, e não ao teor calculado apenas para a difração mostrada.

### 4.3 Medidor do Teor de $\delta$ Ferrita (Ferrite Meter)

#### 4.3.1 Princípio operacional

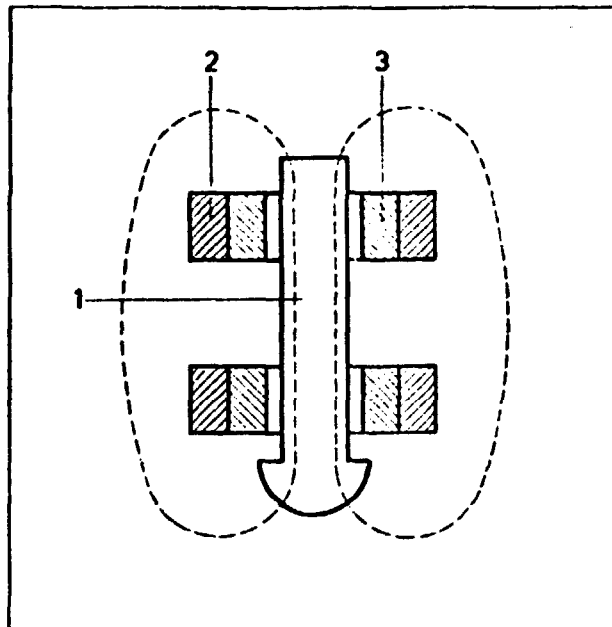
O aparelho fabricado pelo Institut Dr. Förster, o Ferrite Content Meter 1.053, usa uma sonda cujo esquema é mostrado na Figura 4.8, onde há um pino central ferromagnético colocado entre dois pares de enrolamentos ligados em série: a bobina de excitação e a bobina de recepção. Esse arranjo forma um transformador diferencial.

Uma corrente alternada circula através da bobina de excitação, induzindo uma diferença de potencial na bobina receptora, conectada em oposição à primeira. Quando o pino ferromagnético não está em contato com uma superfície qualquer, a voltagem de saída, isto é, a diferença de potencial desenvolvida na bobina receptora é zero. Quando tal pino é colocado em contato com uma superfície metálica contendo fase magnética, o campo magnético é perturbado devido à presença desta fase. A voltagem de saída é então proporcional à quantidade de fase magnética presente no metal em análise.

O aparelho é ajustado para fornecer leituras em termos de porcentagem de Ferrita, tendo quatro escalas cobrindo de 0 a 1%, 3%, 12% e 50%. Para calibração o aparelho traz consigo um único padrão de pó de ferro misturado a uma resina matriz, especificado pelo fabricante como 9,5% de ferrita.

Segundo [40], o raio de ação da sonda é de aproximadamente 1,5 mm, isto é, o material que influencia a leitura do aparelho representa uma superfície de mais ou menos 3mm de diâmetro em torno do pino de contato.





1. Pino ferromagnético
2. Bobina de excitação
3. Bobina receptora.

Figura 4.8 - Princípio de construção da sonda do ferrite meter [38].

#### 4.3.2 Avaliação da profundidade de leitura do ferrite meter

Visando determinar qual é a espessura da camada de material analisada pelo ferrite meter e qual a influência do uso de amostras com espessuras muito próximas à mínima recomendada pelo fabricante [40], que é de 1,5mm, foram feitas diversas leituras do teor de  $\delta$  ferrita a partir do padrão com 9,5%. Usando discos de aço inoxidável austenítico 304 com espessuras de 0,19, 0,47, 0,63 e 1,00mm colocados sobre o padrão, fo

ram obtidas as seguintes leituras:

espessura (mm)	0,00	0,19	0,47	0,63	1,00	1,47	1,63
leitura (%)	9.5	4,7	3,1	2,40	1,45	0,86	0,72

O ajuste dos dados acima pelo método dos mínimos quadrados a uma exponencial resultou em um índice de correlação  $R^2 = 0,97$  para a seguinte expressão (Figura 4.9):

$$\% = 6,96 \exp(-1,46x) \quad ; \quad x \text{ é dado em mm.}$$

Portanto, o uso de amostras com espessuras de 2,00mm ou pouco menores devido ao polimento ( $\geq 1,78$  mm), não vai afetar significativamente os resultados obtidos no que diz respeito à comparação do ferrite meter com outras técnicas de medida.

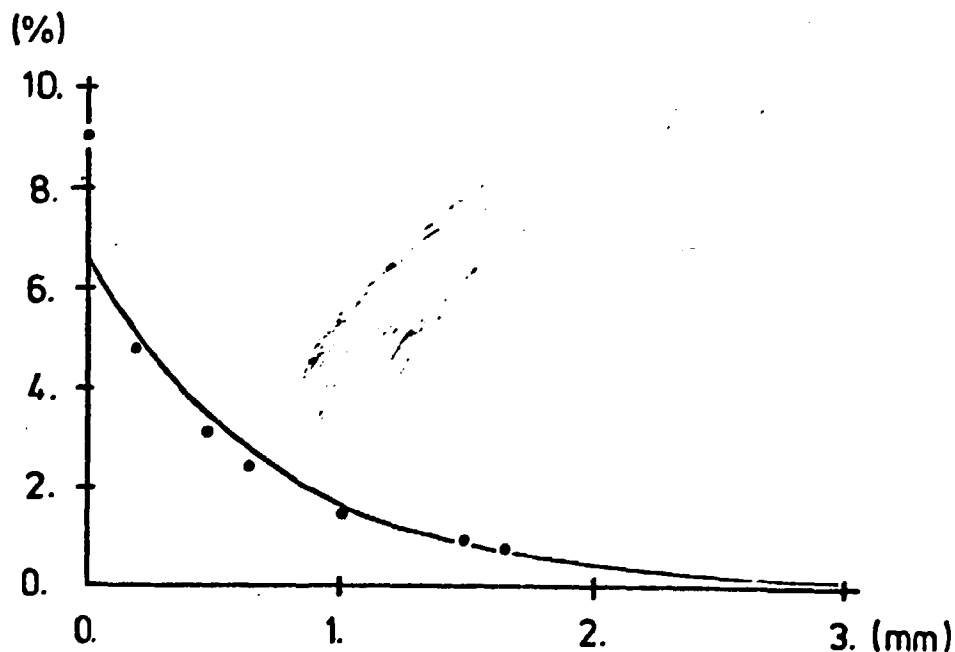


Figura 4.9 - Leitura do ferrite meter em função da espessura da camada não magnética (AISI 304) colocada sobre o padrão para calibração, que acompanha o aparelho.

### 4.3.3 Medidas

Para cada uma das amostras foram feitas em torno de 30 medidas, varrendo a superfície das mesmas por completo, tomando-se o cuidado de evitar efeito de borda. Para tanto as amostras foram colocadas sobre uma mesa com micrômetros para translação x e y, sendo as leituras efetuadas em pontos distantes 3,00 mm uns dos outros, e nunca a menos que 2,00mm das bordas. A sonda foi mantida na vertical, pois variações acentuadas na inclinação da mesma em relação à superfície da amostra implica em alteração na leitura do aparelho.

Os resultados obtidos por esse método de medida magnético-indutivo são apresentados na Tabela 4.5, onde são dados os valores médios das frações volumétricas de  $\delta$  ferrita, com seus respectivos desvios padrão. As medidas que levaram a tais números são apresentados no Apêndice C.

Note-se que os desvios padrão para todas as amostras estão acima do erro de medida inerente ao aparelho, que é especificado como sendo de  $\pm 5\%$ ,  $-3\%$  do fundo de escala utilizado.

TABELA 4.5 - Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita, obtido com o uso do Ferrite Meter\*

Amostra	% Ferrita	Amostra	% Ferrita
01	0,93 $\pm$ 0,38	06	6,8 $\pm$ 1,0
02	1,50 $\pm$ 0,63	07	12,5 $\pm$ 1,1
03	5,7 $\pm$ 1,5	08	12,1 $\pm$ 2,2
04	4,8 $\pm$ 0,6	09	24 $\pm$ 1
05	5,4 $\pm$ 1,3	10	30 $\pm$ 4

\* Média de  $\sim$  30 medidas.

## 5. INFLUÊNCIA DA MARTENSITA NA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE $\delta$ FERRITA

A maioria dos aços inoxidáveis austeníticos e especialmente os aços tipo 18/8 (AISI 304) sofrem transformação martensítica quando deformados a frio [41,42]. A quantidade de martensita precipitada depende do grau de deformação e da temperatura na qual esta se dá. A martensita, assim como a ferrita, é uma fase magnética.

### 5.1 Polimento Mecânico

O polimento mecânico, mesmo com lixa de carvão de silício de granulação fina (20  $\mu$ m), provoca transformação martensítica superficial significativa. Tal fato implica em dificuldades para a preparação de amostras para difração de Raios X e justifica o procedimento utilizado para normalização das mesmas, descrito em 3.2, conforme já observado.

Para mostrar também aqui a relação entre o tratamento superficial e a transformação martensítica, oito amostras inicialmente normalizadas (série M) foram submetidas a polimento automático em condições idênticas, apenas variando-se a granulometria das lixas empregadas.

Os polimentos automáticos foram realizados em uma politriz Struers DP-U, durante 5 minutos, a uma rotação de 400 rpm, com um fluxo d'água para refrigeração das amostras de 400 ml/min e com uma compressão sobre as mesmas de 0,3 Kgf.

As lixas empregadas e seus tamanhos médios de grão, conforme FAZANO [43], assim como as quantidades de martensita transformada em cada amostra, medidas por difração de R-X, são dadas na Tabela 5.1.

TABELA 5.1 - Lixas Usadas para Polimento Mecânico e a Quantidade de Transformação Martensítica Provocada.

AMOSTRA	MO*	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M7
LIXA Nº		600	500	400	320	220	180	150
TAMANHO MÉDIO DE GRÃO ( $\mu\text{m}$ )	0,25	20	24	28	34	58	81	96
% MARTENSITA	0	4,6	5,6	10,6	11,1	13,5	17,9	28,5

(\*) Normalizada.

As porcentagens de martensita listadas na Tabela 5.1 são resultados de uma única difração para cada amostra, e calculadas conforme descrito em 4.2, a partir dos fatores de R-X da Tabela 4.3. Foram tomados os picos  $\alpha(211)$  e  $\gamma(311)$ .

A Figura 5.1 mostra a relação entre o tamanho médio de grão e a quantidade de martensita transformada, medida por difração de R-X.

Da Figura 5.2 à Figura 5.9 são mostradas as difrações de Raios X para as amostras da série M, as quais sofreram polimento mecânico. Na Figura 5.10 é dada a leitura do Ferrite Meter para cada uma das amostras polidas mecanicamente, onde também se vê tal resultado para uma amostra inicialmente normalizada e que foi escovada severamente com uma escova de aço elétrica, muito usada para limpeza de juntas soldadas.

A pequena influência destas modificações superficiais na leitura do Ferrite Meter deve-se à pequena profundidade da camada deformada nestes casos, em relação à profundidade "enxergada" pelo aparelho, que é de aproximadamente 2mm,

conforme determinação na seção 4.3. Mesmo para a escova de aço é válida tal afirmação, pois esta arranca material da superfície, deixando uma camada deformada rasa.

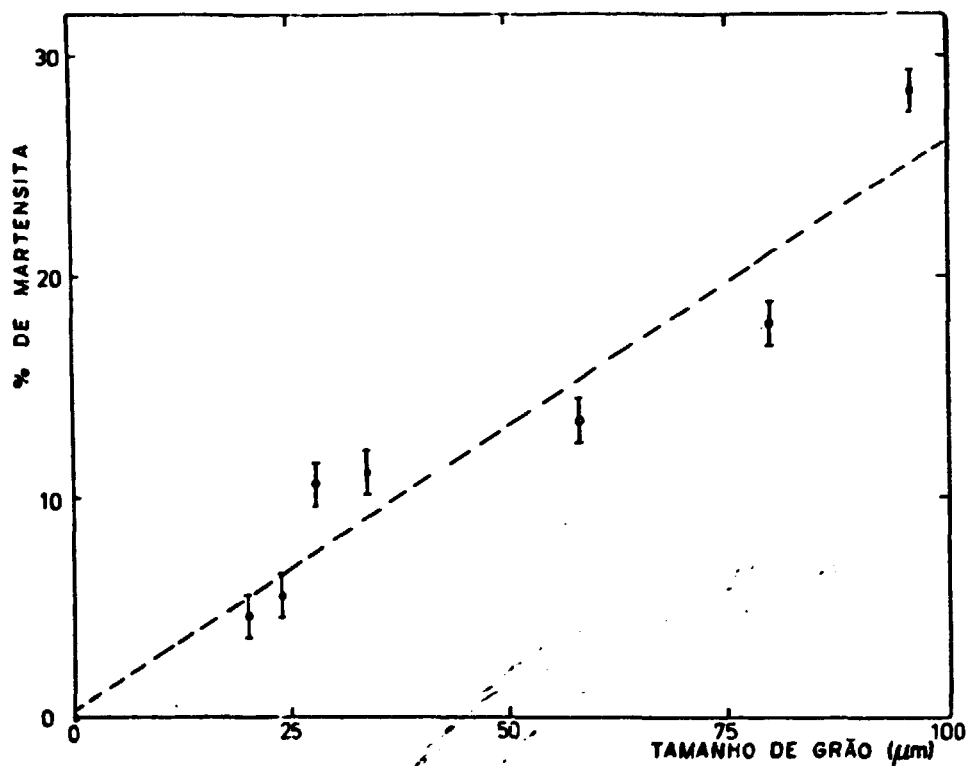


Figura 5.1 - Quantidade de Martensita Transformada, em Função do Tamanho de Grão das Lixas Empregadas no Polimento Mecânico. Determinações Feitas por Difração de Raios X, pela Razão entre as Intensidades Integradas das linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$ .

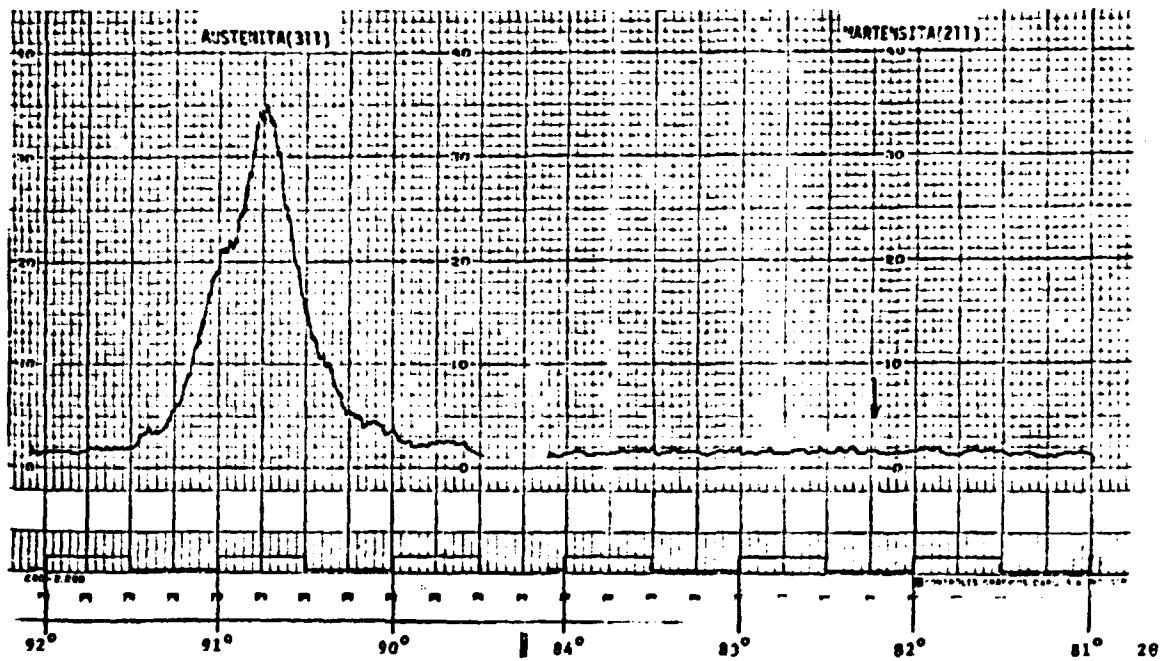


FIG.5.2- Difração de RaiosX para a amostra M0 (normalizada). Nenhuma quantidade de martensita é detetada.

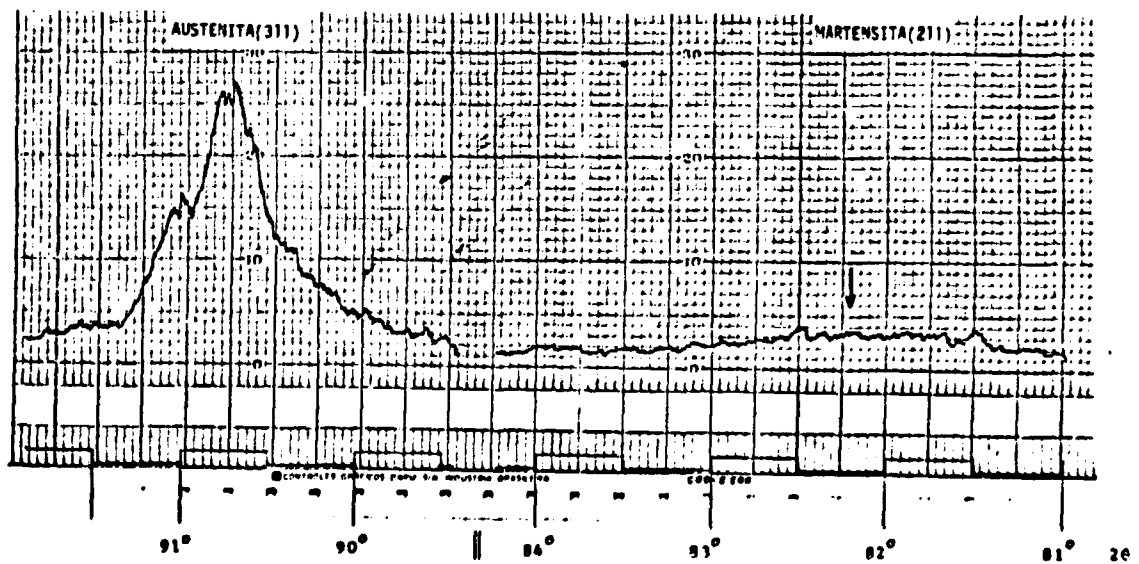


FIG.5.3- Difração de RaiosX para a amostra M1. Lixa 600 (20  $\mu\text{m}$ ). 4,6 % de martensita transformada.

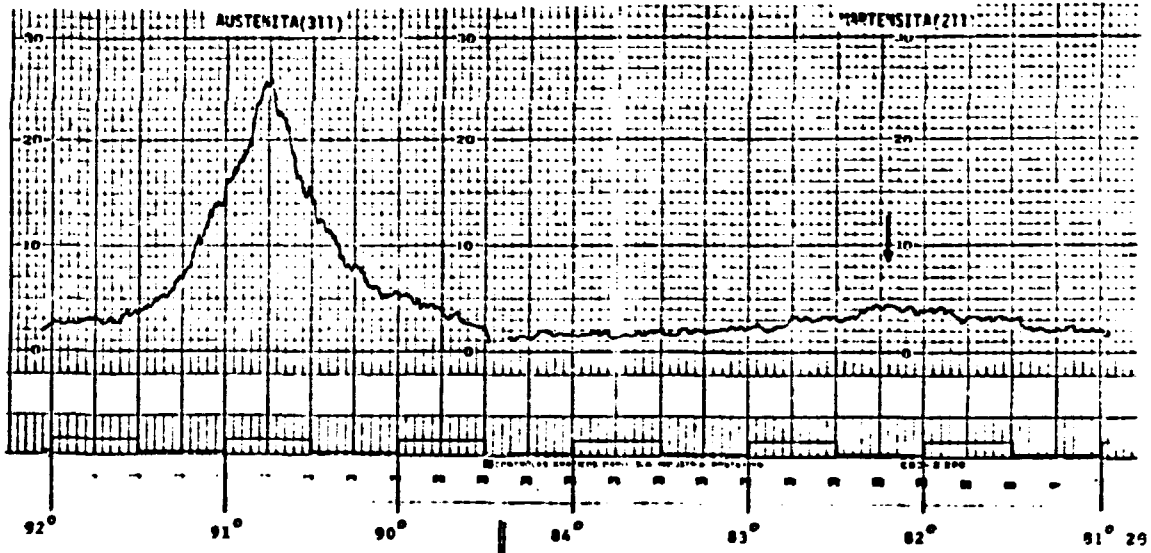


FIG.5.4- Difração de RaiosX para a amostra M2. Lixa 500 ( $24\ \mu\text{m}$ ), 5,6 % de martensita transformada.

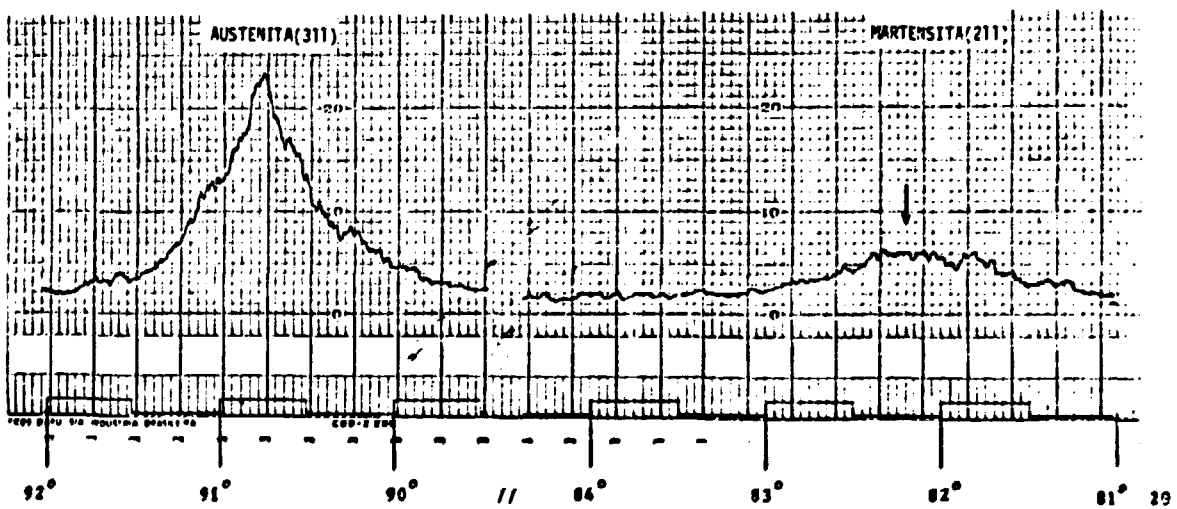


FIG. 5.5- Difração de RaiosX para a amostra M3. Lixa 400 ( $28\ \mu\text{m}$ ), 10,6 % de martensita transformada.



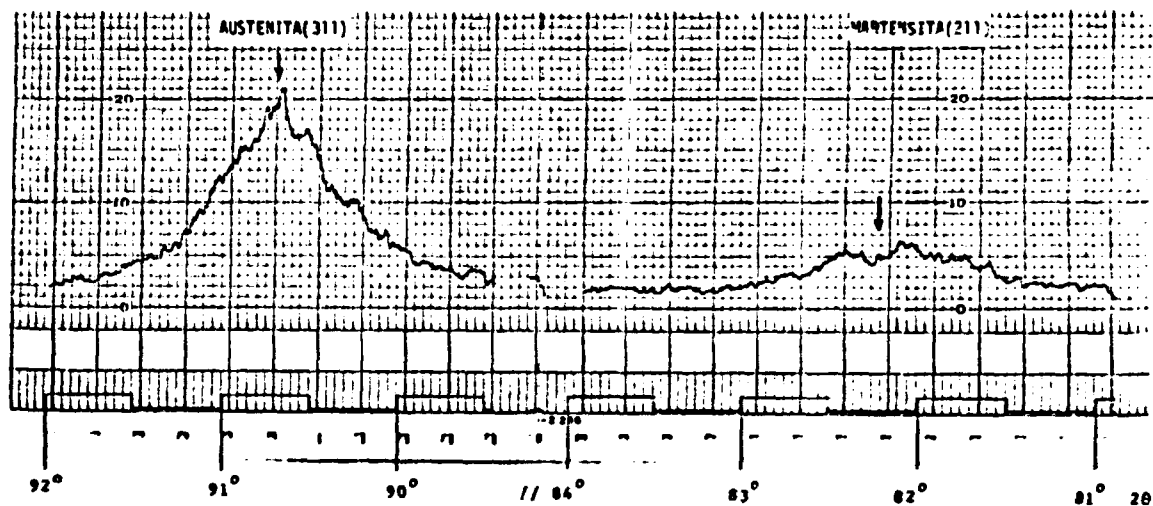


FIG.5.6-Difração de RaiosX para a amostra M4. Lixa 320 ( $34 \mu\text{m}$ ). 11,1 % de martensita transformada.

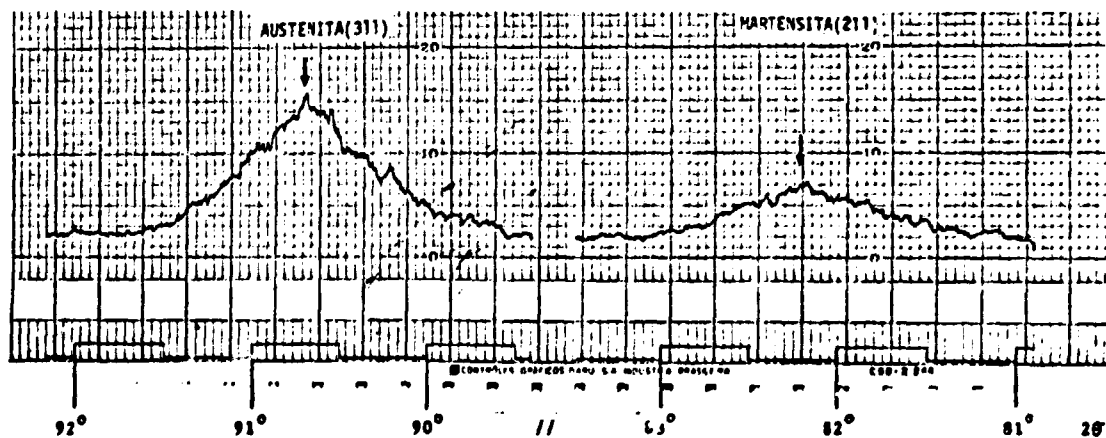


FIG.5.7-Difração de RaiosX para a amostra M5. Lixa 220 ( $58 \mu\text{m}$ ). 13,5 % de martensita transformada.

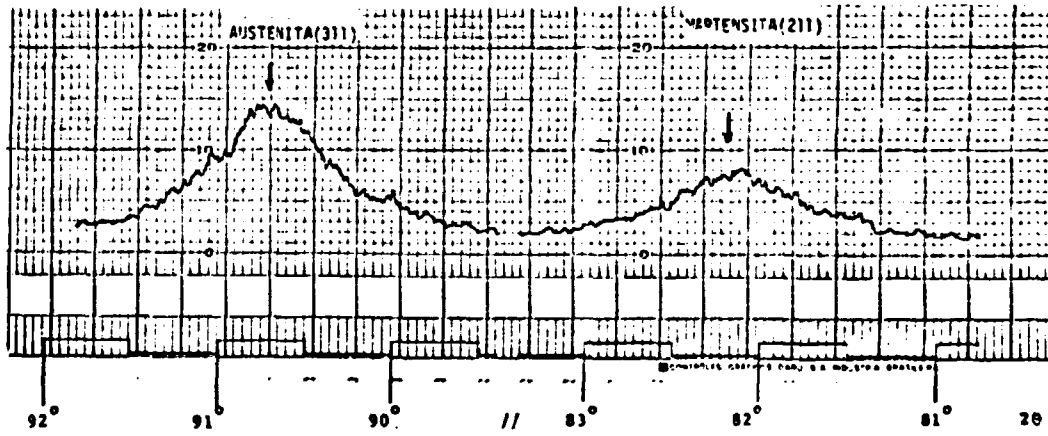


FIG.5.8-Difração de RaiosX para a amostra M6. Lixa 180(81  $\mu\text{m}$ ). 17,9 % de martensita transformada.

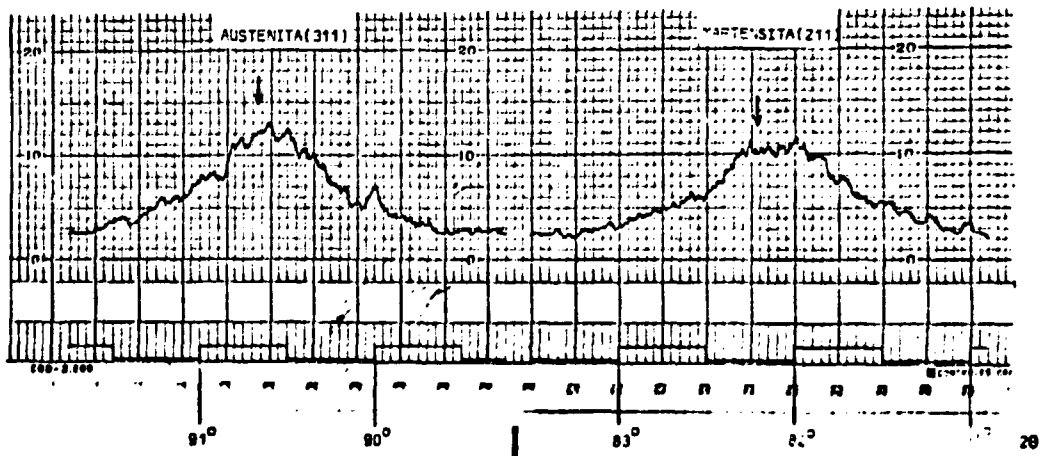


FIG.5.9-Difração de RaiosX para a amostra M7. Lixa 150 (96  $\mu\text{m}$ ). 28,5 % de martensita transformada.

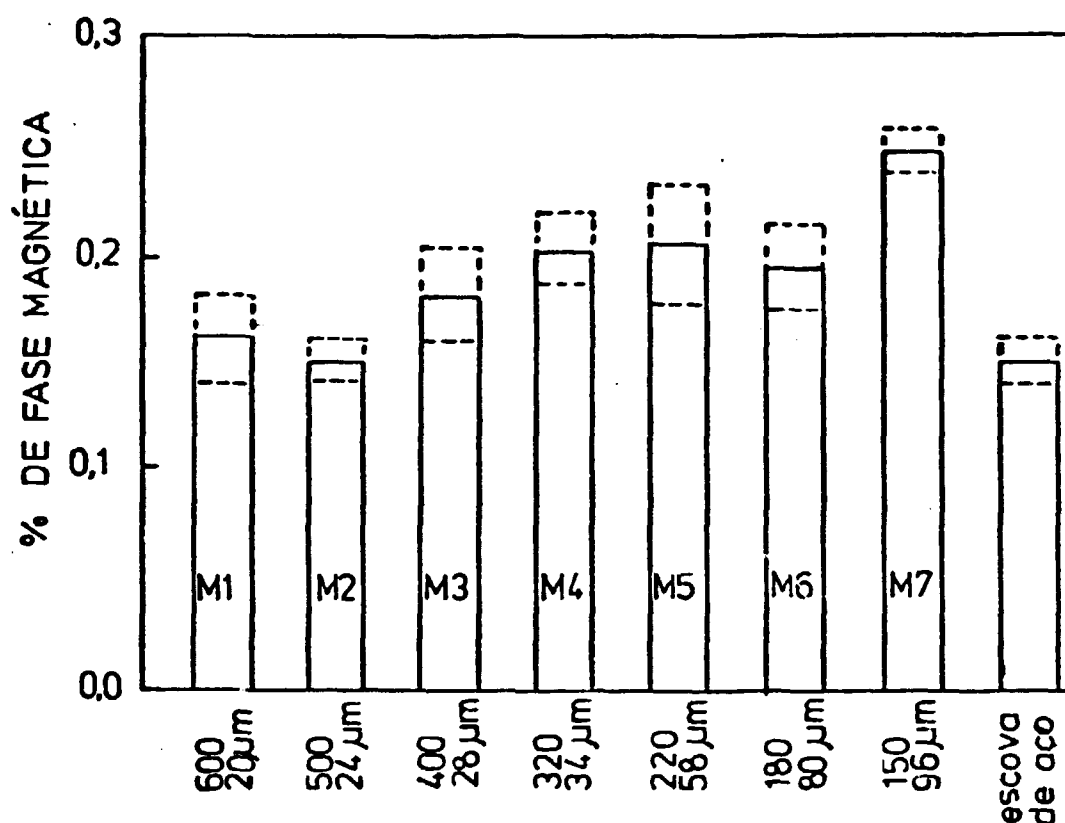


Figura 5.10 - Leitura do Ferrite Meter para as Amostras Polidas Mecanicamente e para uma Amostra Lixada com Escova de Aço Elétrica. As Linhas Tracejadas Indicam o Desvio Padrão.

## 5.2 Jateamento

O tratamento superficial por jateamento com microesferas de vidro é uma prática usada tanto para limpeza como para acabamento. Este tratamento provoca transformação marten

sítica em camada profunda do material, quando aplicado na maioria dos aços inoxidáveis austeníticos, podendo acarretar em leituras expressivas quando do uso do Ferrite Meter para estes materiais. Isto pode levar a erros enormes na determinação do teor de  $\delta$  Ferrita em superfícies assim tratadas.

Para mostrar a influência da martensita induzida por jateamento na determinação do teor de  $\delta$  ferrita, uma série de amostras - série J - foi jateada com tempos de jateamento de 20, 40, 60, 80, 100 e 120 s e nas seguintes condições:

- ângulo de incidência do jato:  $90^\circ$
- pressão média do ar comprimido: 80 psi
- distância entre a pistola e a superfície: 20cm
- esferas tipo Blastibrás AD, com diâmetros de 105 a  $210\mu\text{m}$ .

As quantidades de martensita transformada por jateamento nas amostras da série J foram medidas por difração de Raios X, nas mesmas condições descritas em 4.2, sendo que esses resultados estão apresentados na Tabela 5.2, que também apresenta a leitura do Ferrite Meter para estas amostras. A Figura 5.11 mostra a relação entre o tempo de jateamento e a quantidade de martensita transformada, para as amostras em questão, conforme resultados obtidos por Raio X.

As Figuras 5.12 e 5.13 mostram as difrações de Raios X que levaram às determinações de martensita transformada para as amostras da série J.

A Figura 5.14 mostra a relação entre a leitura do Ferrite Meter e o tempo de jateamento, para esta série de amostras.

TABELA 5.2 - Porcentagem de Martensita Transformada e Leitura do Ferrite Meter para as Amostras Jateadas.

Amostra	Tempo de Jateamento (s)	% de Martensita Transformada (R-X)	Leitura do Ferrite Meter (%)
J1	20	22,6 $\pm$ 1,0	0,6
J2	40	41,9 $\pm$ 1,0	1,0
J3	60	45,4 $\pm$ 1,0	1,3
J4	80	53,5 $\pm$ 1,0	2,2
J5	100	60,2 $\pm$ 1,0	2,2
J6	120	70,6 $\pm$ 1,0	2,4

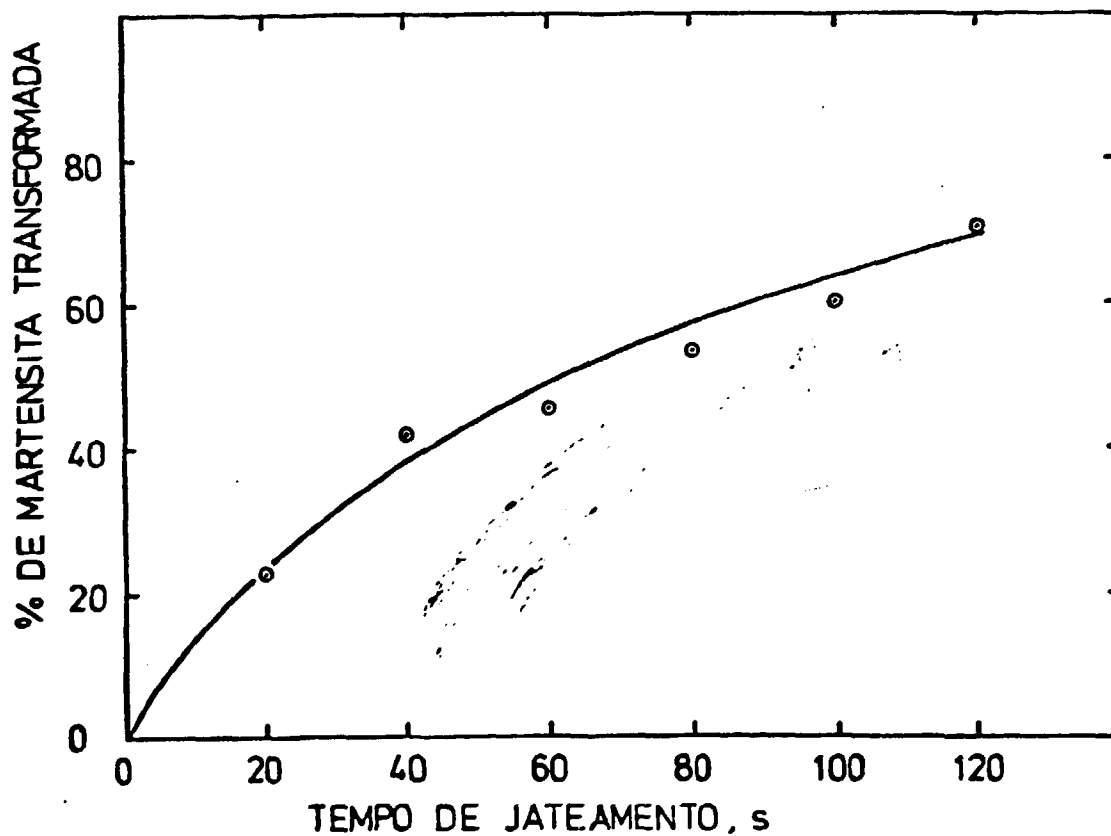


Figura 5.11 - Quantidade de Martensita Transformada em Função do Tempo de Jateamento, para as Amostras da Série J. Determinações Feitas por Difração de Raios X, para as linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$

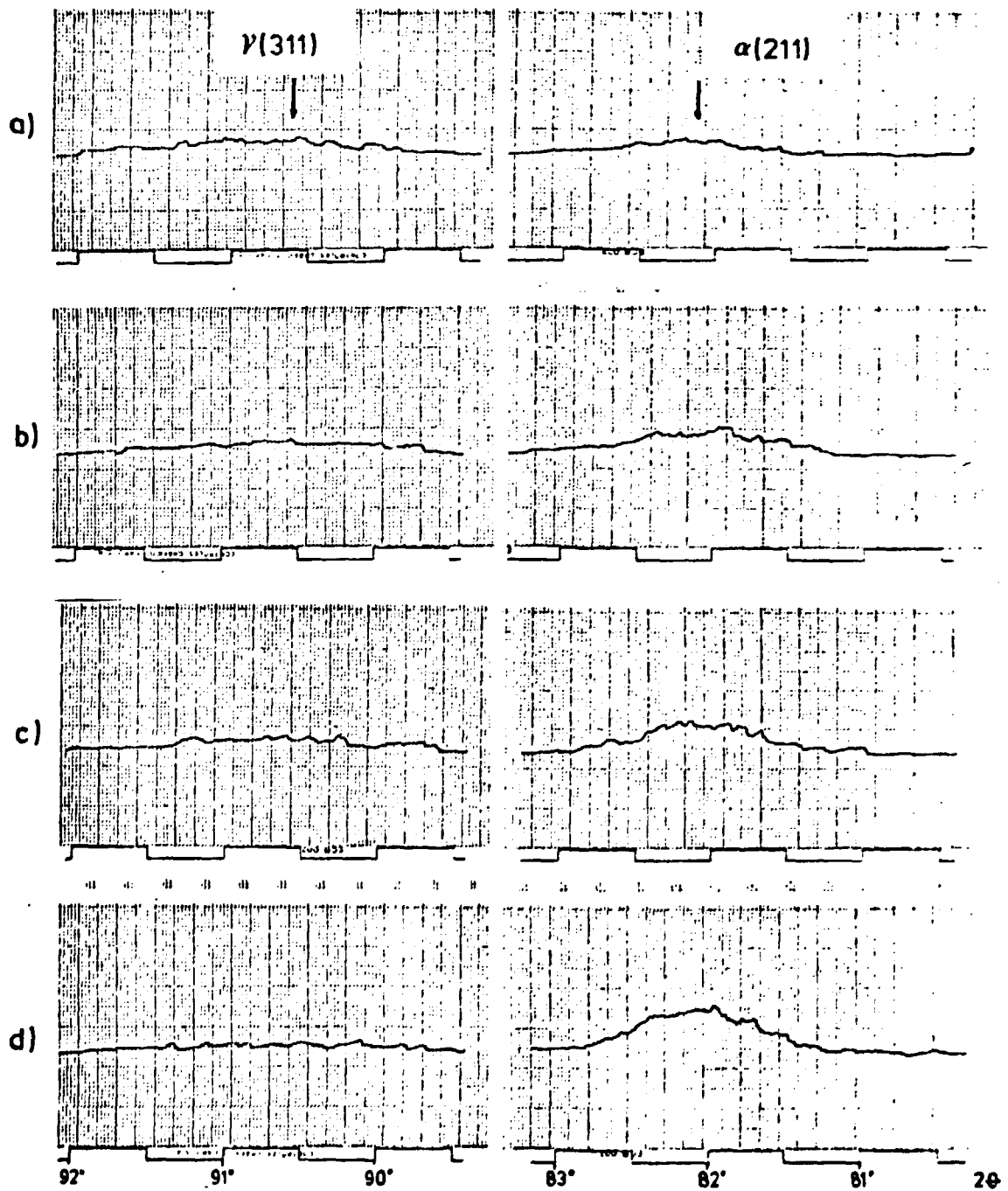


FIG. 512 - Difrações de Raios X para as amostras da série J. Amostras:

- a) J1, 22,6% de martensita.
- b) J2, 41,9%        "
- c) J3, 45,4%        "
- d) J4, 53,5%        "

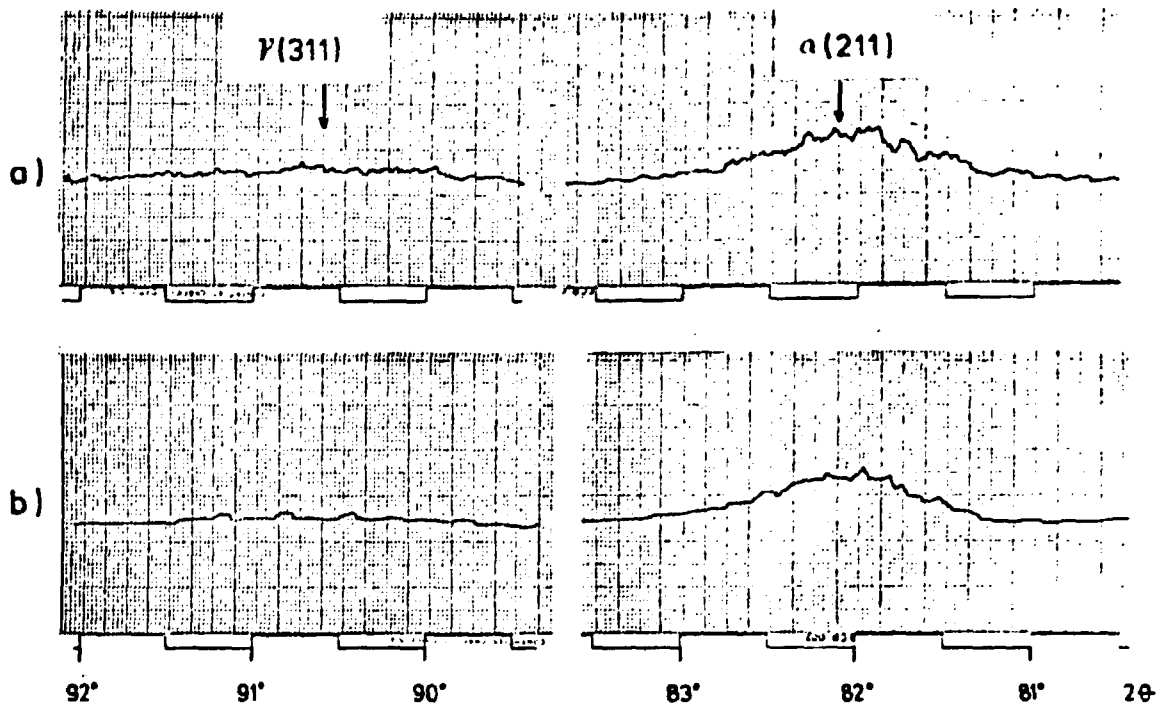


FIG.5.13-Difrações de RaiosX para as amostras da série J. Amostras :

a) J5, 60,2 % de martensita.

b) J6, 70,6 % .            "

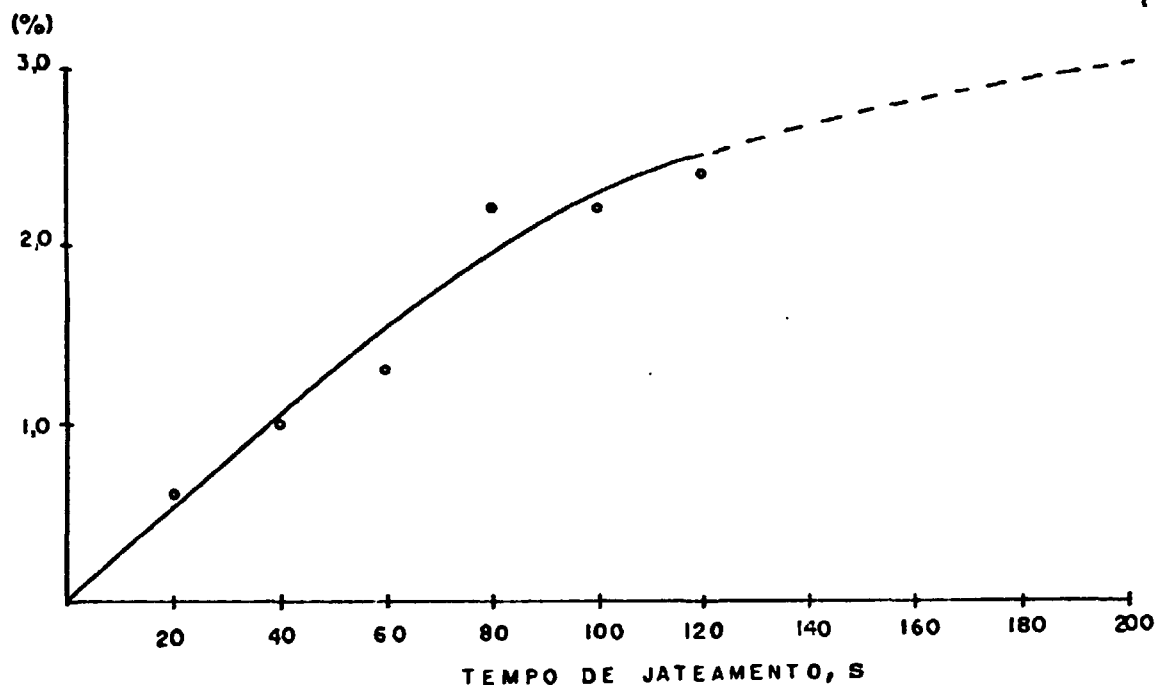


Figura 5.14 - Leitura do Ferrite Meter em Função do Tempo de Jateamento, para as Amostras da Série J. A Parte Pontilhada da Curva foi Obtida por Extrapolação com Base em um Valor Obtido para 240 s de Jateamento.

Também, alguns ensaios preliminares realizados em solução de cloreto de magnésio ( $MgCl_2$ ) a  $155^{\circ}C$ , indicaram que o jateamento de superfícies de aço inoxidável austenítico provoca uma deterioração da performance de tal material em relação à corrosão sob tensão.



## 6. DISCUSSÃO

Neste capítulo são comparados os resultados das medidas do teor de  $\delta$  ferrita obtidas pelos diferentes métodos, assim como também são colocadas as dificuldades inerentes a cada um desses processos de medida. Tais resultados estão listados na Tabela 6.1.

Conforme se pode observar da Tabela abaixo, os resultados das medidas por difração de Raios X, pela razão entre as intensidades integradas das linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$ , estão em ótima concordância com aqueles obtidos pelo método metalográfico tomado como referência, isto é, por contagem pontual. A correlação entre os dois métodos de medida da fração volumétrica de  $\delta$  Ferrita é mostrada na Figura 6.1.

Alguns dados obtidos tanto por BASU E OUTROS [30] como por AZEVEDO e GALVÃO DA SILVA [37] parecem confirmar que o procedimento acima, quando aplicado na análise de superfícies paralelas a superfície de laminação de chapas, realmente levam a resultados bastante satisfatórios, concordando com aqueles obtidos neste trabalho.

Nas condições aqui empregadas para as difrações de Raios X, é possível medir-se teores de  $\delta$  Ferrita maiores que aproximadamente 3%, e com uma precisão de  $\sim 1\%$ , o que concorda com GUNIA e RATZ [2]. Nas medidas por difração de Raios X em aços inoxidáveis austeníticos, é de fundamental importância considerar-se a influência da martansita nos resultados. Como foi mostrado no capítulo anterior (Figura 5.1 e 5.11), determinados procedimentos de acabamento superficial que envolvam deformação podem induzir a transformação de quantidades apre-

ciáveis da matriz austenítica em martensita, a qual quando não retirada convenientemente por certo irá mascarar por completo qualquer resultados obtido, pois as linhas de difração da martensita e da ferrita se superpoem.

Portanto, todo o processo de preparação de amostra para medida de  $\delta$  ferrita em aços inoxidáveis austeníticos por difração de Raios X deve levar em conta as possíveis transformações martensíticas provocadas por deformação mecânica. Tal problema se torna ainda mais grave quando do uso de difratrômetro portátil, situação em que é dificultada a preparação adequada da superfície a ser analisada.

TABELA 6.1 - Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita, Obtida por Diferentes Métodos de Medida

Amostra	Metalografia	Difração R-X	Ferrite Meter ***
01	1,4 $\pm$ 0,2	1,0 $\pm$ 1,0*	0,93 $\pm$ 0,38
02	4,0 $\pm$ 0,3	4,3 $\pm$ 1,0	1,50 $\pm$ 0,63
03	7,1 $\pm$ 0,4	6,8 $\pm$ 1,0	5,7 $\pm$ 1,5**
04	7,8 $\pm$ 0,4	7,8 $\pm$ 1,0	4,8 $\pm$ 0,6
05	8,4 $\pm$ 0,5	8,2 $\pm$ 1,0	5,4 $\pm$ 1,3
06	12,0 $\pm$ 0,6	11,9 $\pm$ 1,0	6,8 $\pm$ 1,0
07	17,9 $\pm$ 0,9	18,3 $\pm$ 1,0	12,5 $\pm$ 1,1
08	18,7 $\pm$ 0,7	17,6 $\pm$ 1,0	12,1 $\pm$ 2,2
09	25,1 $\pm$ 1,0	25,0 $\pm$ 1,0	24 $\pm$ 1
10	33,6 $\pm$ 1,4	35,1 $\pm$ 1,0	30 $\pm$ 4

\* Limite de resolução do método nas condições aqui empregadas

\*\* Amostra contaminada durante o tratamento térmico para precipitação de ferrita.

\*\*\* Média de  $\sim$  30 leituras, com respectivo desvio padrão

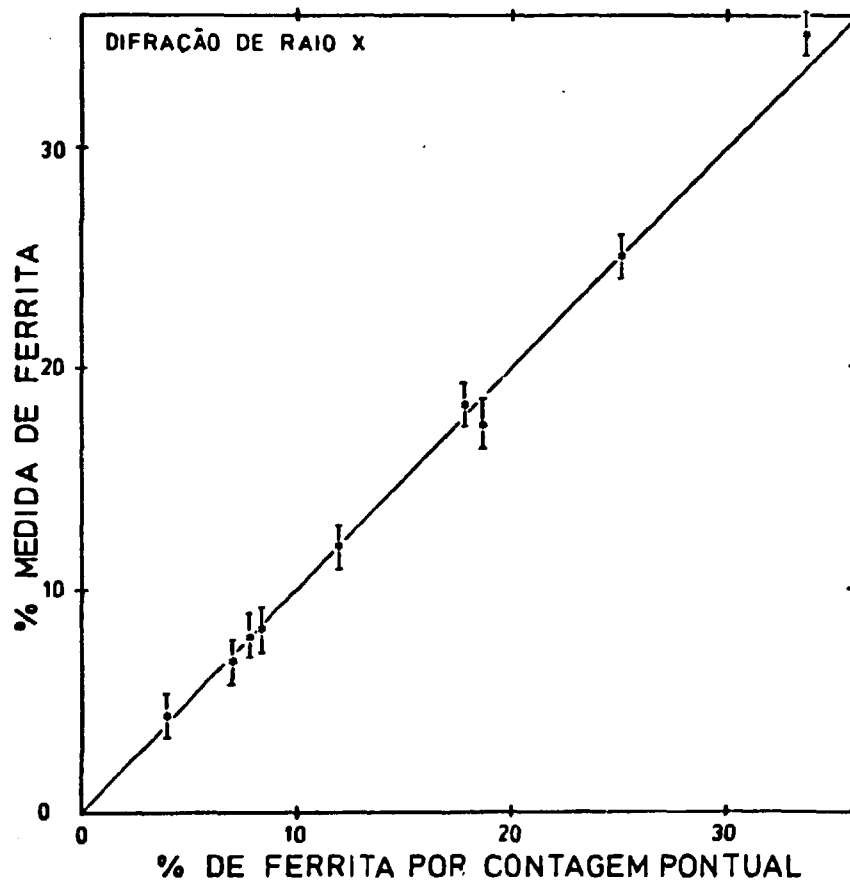


Figura 6.1 - Correlação entre as Medidas do Teor de  $\delta$  Ferrita por Método Metalográfico (Contagem Pontual) e por Difração de Raios X.

As determinações do teor de  $\delta$  ferrita pelo emprego do Ferrite Meter 1.053 levaram sistematicamente a medidas inferiores àquelas determinadas por contagem pontual. Para teores de ferrita até 20% pode-se assumir uma correlação fracamente não linear entre os teores medidos pelo Ferrite Meter e pelo processo metalográfico, dada pela seguinte equação obtida pelo método dos mínimos quadrados, com um índice de correlação de 0,96:

$$\% \text{ FM} = 0,52 (\% \text{ CP})^{1,06}$$

onde: %FM = leitura do Ferrite Meter

%CP = fração volumétrica, por contagem pontual.

Esta correlação encontrada difere bastante da correlação teórica esperada para tal aparelho, conforme mostra a Figura 6.2. No ajuste da curva de correlação experimental dessa Figura, a medida assinalada com (+) foi desprezada por ter sido contaminada durante o tratamento térmico de precipitação de  $\delta$  ferrita.

Os resultados do Capítulo 5 mostram que apenas as transformações martensíticas profundas, como aquelas provocadas por jateamento, poderão afetar significativamente as medidas do Ferrite Meter.

A correlação experimental entre as leituras do Ferrite Meter e o teor de  $\delta$  Ferrita determinado por contagem pontual permite uma correção das leituras de tal aparelho para os aços inoxidáveis austeníticos 18/8, como mostra a Figura 6.3. Para aços de composição química que difiram significativamente dos aços 18/8, deve-se verificar se tal curva de correção seria válida, uma vez que, conforme BREWER e MOMENT [5], a composição química das amostras afetaria a resposta do aparelho em questão.

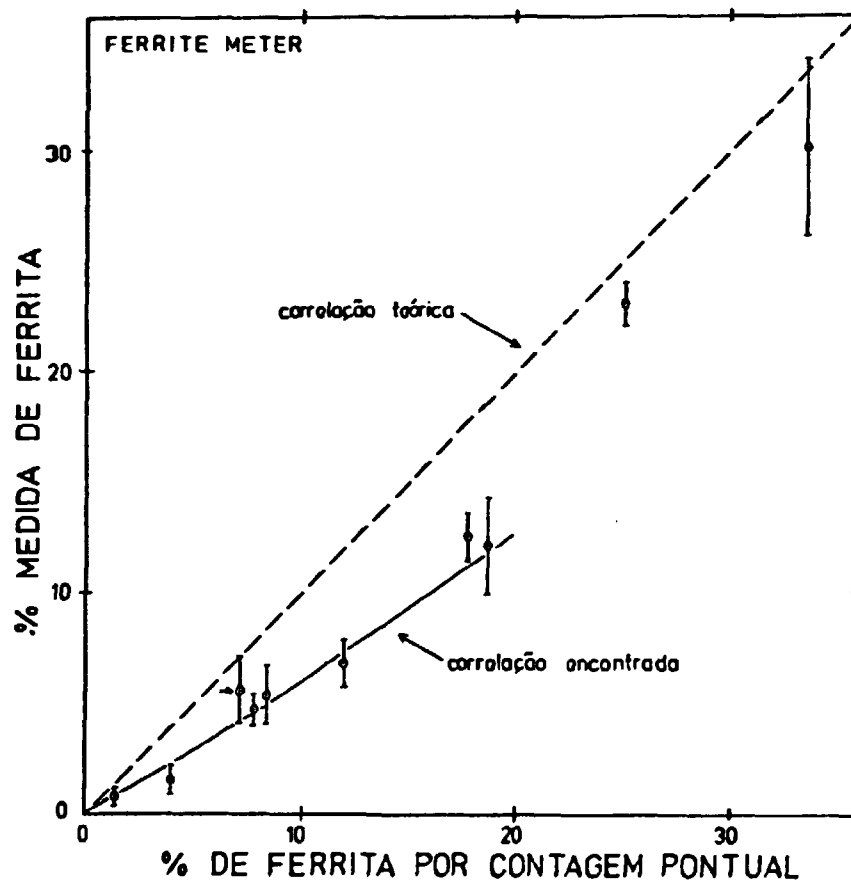


Figura 6.2 - Correlação entre as Medidas do Teor de  $\delta$  Ferrita pelo uso do Ferrite Meter 1.053 e por Contagem Pontual.

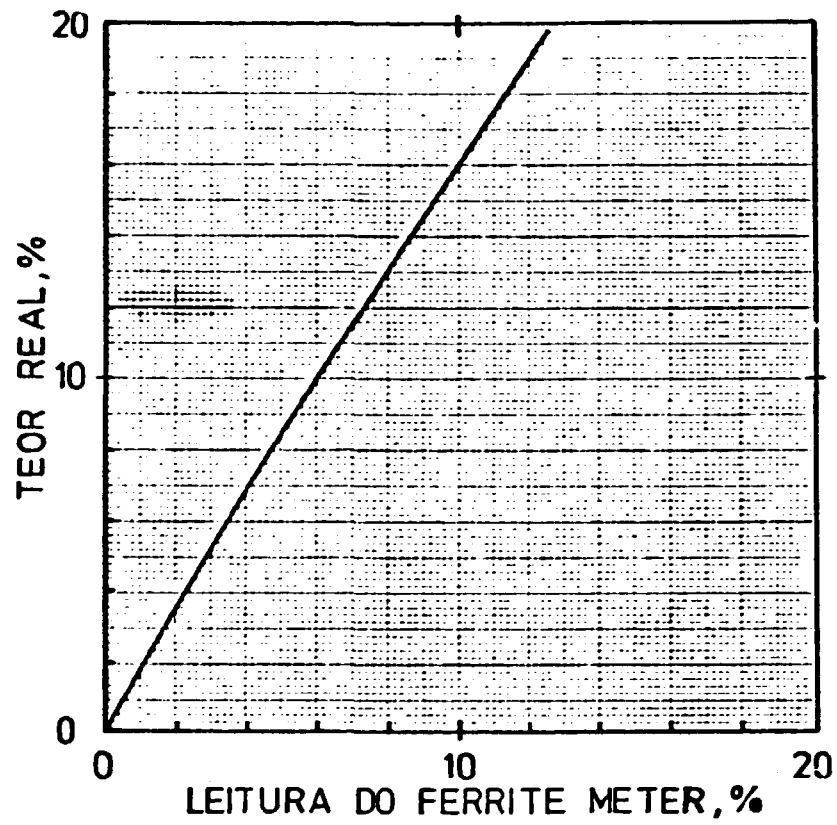


Figura 6.3 - Curva de Correção para a Fração Volumétrica de  $\delta$  Ferrita Determinada pelo Ferrite Meter.

## 7. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho permitem as seguintes conclusões:

- Difração de Raios X é uma técnica de medida da fração volumétrica de  $\delta$  ferrita em aços inoxidáveis austeníticos viável para teores acima de aproximadamente 3%.
- A razão entre as intensidades integradas para as linhas  $\gamma(311)$  e  $\alpha(211)$  ofereceram excelentes resultados para as amostras em questão, e ao que parece a utilização de apenas estas duas linhas levam a bons resultados quando a superfície em análise for paralela à superfície de laminação de chapas.
- Deve-se dar uma atenção especial, nas medidas por difração de Raios X, à possibilidade dos resultados serem mascarados pela presença de martensita advinda de transformação martensítica sofrida pela matriz austenítica, provocada por deformação mecânica.
- O Ferrite Meter 1053, desde que usado adequadamente, é um instrumento aceitável para a medida não destrutiva do teor de  $\delta$  ferrita em aços inoxidáveis austeníticos. Apresenta a vantagem de permitir a leitura pontual, o que não ocorre com a difração de Raios X.
- Para aços inoxidáveis 18/8 deve ser usada a curva de correção do Ferrite Meter mostrada na Figura 6.3, para teores de até 20% de ferrita.
- Limpeza de soldas com escovas de aço não afetam a medida não destrutiva do Ferrite Meter.

- O emprego de acabamento superficial que induza transformação martensítica em camada profunda dos aços inoxidáveis austeníticos, tal como jateamento com microesferas de vidro, afeta medidas a serem feitas nesses materiais com o Ferrite Meter.
  
- O jateamento provavelmente piora o desempenho dos aços inoxidáveis austeníticos em relação à corrosão sob tensão. Tal problema deve ser estudado convenientemente.



## APÊNDICE A

Folhas de trabalho para determinação da fração volumétrica  $V_v$ , de uma segunda fase  $\alpha$ , e seu limite de confiança relativo de 95% (RCL), conforme a norma ASTM E - 562 [26].

Os dados da Tabela 4.1 correspondem às folhas de trabalho das páginas 57 a 66 . As folhas de trabalho restantes referem-se aos dados da Tabela 4.2.

1 DATE		2 Job No.		3 Grid: Eyepiece - Intermediate -				
4 Operator		Projection - X		Micro -				
5 Specimen No.		01		Square - 10 x 10 Specimen X 85 Y 85 mm				
6 Material		AISI 304		Other Array -				
7 Processing		Image Magnification		200 X				
		Micrographs: Size		cm. Number				
8 Sampling		Section: 85 x 65 mm		Spacing: X Y mm				
9 Subgroup No. (i)	10 Points on a, $F_{ai}$	11 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - \bar{F}_a$	12 $(\Delta F_{ai})^2$	13 Subgroup No. (i)	14 Points on a, $F_{ai}$	15 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - \bar{F}_a$	16 $(\Delta F_{ai})^2$	
1	24	8,40 / 10,75	79,56 / 115,56	11	25	-3,25	10,56	
2	23	-7,6 / -5,25	57,76 / 27,56	12	29	0,75	0,56	
3	31	0,4 / 2,75	0,16 / 7,56	13	21	-7,25	52,56	
4	25	-5,6 / -3,25	31,36 / 10,56	14	21	-7,25	52,56	
5	42	11,4 / 13,75	129,96 / 189,06	15	23	-5,25	27,56	
6	39	8,40 / 10,75	79,56 / 115,56	16	27	-1,25	1,56	
7	27	-3,6 / -1,25	12,96 / 1,56	17				
8	30	-4,60 / -1,75	21,16 / 3,06	18				
9	27	-3,6 / -1,25	12,96 / 1,56	19				
10	23	-7,6 / -5,25	57,76 / 27,56	20				
17 $\Sigma(F_{ai})$		306	444,40	17 $\Sigma(F_{ai})$		452,0	644,96	
18 $\bar{F}_a = \Sigma(F_{ai})/n$		30,6		18 $\bar{F}_a = \Sigma(F_{ai})/n$		22,6		
19 $V_a = \bar{F}_a/P_T$		1,53%		19 $V_a = \bar{F}_a/P_T$		1,41%		
20 $VAR = \Sigma((\Delta F_{ai})^2/(n-1))$		49,38		20 $VAR = \Sigma((\Delta F_{ai})^2/(n-1))$		43,0		
21 $S = \sqrt{VAR}$		7,03		21 $S = \sqrt{VAR}$		6,56		
22 $CL = 2S/\sqrt{n-1}$		4,68		22 $CL = 2S/\sqrt{n-1}$		3,39		
23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$		0,15		23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$		0,17		
FINAL RESULTS								
19 VOL. FRAC., $V_v$				1,41%	23 REL. CONF. LIMITS, RCL			11,99%

\* The n CL of  $F_u$  (that n. of counts or a).  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 25 and 26. See item 11.4.

1 Date	2 Job No.	3 Grid: Eyepiece -	Intermediate -
4 Operator	Projection - X Micro -		
5 Specimen No. 02	Square - 10 x 10 Spotter x 85 y 85 mm		
6 Material MSi 304	Other Array -		
7 Processing	Image Magnification 200 X		
7 Sampling		10 Micrographs: Size x cm. Number	11 Location
		Section: 8, 4, 3	Spacing: X Y mm
12 Subgroup No. (i)	14 Points on $c, P_{ai}$	15 $\angle F_{ai} = P_{ai} - P_a$	16 $(C F_{ai})^2$
12 Subgroup No. (i)	14 Points on $c, P_{ai}$	15 $\angle F_{ai} = P_{ai} - P_a$	16 $(C F_{ai})^2$
1	46	6,55	42,9
2	35	-4,45	19,8
3	45,5	6,05	36,6
4	44,5	5,05	25,5
5	43	3,55	12,6
6	35	-4,45	19,8
7	40	0,55	0,30
8	40,5	1,05	1,10
9	39,5	0,05	0,0025
10	35,5	-3,95	15,6
11	38	-11,45	131,10
12	34,5	-7,95	63,80
13	38,5	-0,95	0,90
14	34	-5,45	29,70
15	38	-1,45	2,10
16	47,5	8,05	64,8
17	43	3,55	12,6
18	34,5	-4,95	24,5
19	34,5	-4,95	24,5
20	55	15,55	241,8
17 $\Sigma(P_{ai})$	789		769,40
18 $F_a = (\Sigma P_{ai})/n$	39,45		
19 $V_v = F_a/P_a$	3,95		
20 $VAR = \Sigma(C F_{ai})^2 / (n-1)$	40,49		
21 $S = \sqrt{VAR}$	6,36		
22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$	2,92		
23 $RCL = CL / (F_a)$	7,40		

**FINAL RESULTS**

19 VOL. FRAC., $V_v$	3,95%	23 REL. CONF. LIMITS, RCL	7,40%
----------------------	-------	---------------------------	-------

\* This RCL of  $F_a$  (that is, of counts on a).  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 12 through 20, Columns 11 and 16. See text, 11.4

1 Date		2 Test No.		3 Grid: Eyes see - Intermediate -			
4 Operator		Projection - X		Micro -			
5 Specimen No. 03		Square - 100		Spacing x 8.5 y 8.5 mm.			
6 Material AISI 304		Other Array -					
7 Processing		8 Image Magnification 200 X					
		9 Micrographs: Size x cm. Number					
7 Sampling		10 Section 75 x 35		11 Location Spacing: X Y mm			
12 Subgroup No. (1)	13 Points on c, Fai	14 $\Delta Fai = Fai - Fa$	15 $(\Delta Fai)^2$	12 Subgroup No. (2)	13 Points on c, Fai	14 $\Delta Fai = Fai - Fa$	15 $(\Delta Fai)^2$
1	53	-7.95	322.20	11	81	10.05	101.0
2	69	-4.95	3.8	12	66	-4.95	24.5
3	62	-8.95	80.1	13	71	0.05	0.0025
4	66	-4.95	24.5	14	73	2.05	4.2
5	63	-7.95	63.2	15	61	-9.95	99
6	88	17.05	290.7	16	78	7.05	49.7
7	77	6.05	36.6	17	75	4.05	16.4
8	76	5.05	25.5	18	75	4.05	16.4
9	86	-4.95	24.5	19	79	8.05	64.8
10	70	10.95	119.9	20	70	-0.95	0.9
17 $\Sigma(\Delta Fai)$	1419			17 $\Sigma(Fai)$			1248.9
18 $Fa = (\Sigma Fai)/n$	70.95			18 $Fa = (\Sigma Fai)/n$			
19 $V_v = Fa/P_T$	7.10%			19 $V_v = Fa/P_T$			
20 $VAR = \Sigma(\Delta Fai)^2 / (n-1)$		65.73		20 $VAR = \Sigma(\Delta Fai)^2 / (n-1)$			
21 $S = \sqrt{VAR}$		8.11		21 $S = \sqrt{VAR}$			
22 $C = 2S / \sqrt{n-1}$		3.77		22 $C = 2S / \sqrt{n-1}$			
23 $RCL = CL / (Fa)$		5.24%		23 $RCL = CL / (Fa)$			
<b>FINAL RESULTS</b>							
19 VOL. FRAC., $V_v$ 7.10 %				23 REL. CONF. LIMITS, RCL 5.24 %			

\* This RCL of  $Fa$  (that is, of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 15 and 16. See text, 31.2

1 Date		2 Vols No.		3 Grid: Eye - <u>eye</u> - Intermediate -			
4 Operator		5 Projection - <u>X</u> Micro -		6 Specimen No. <u>04</u>			
7 Material <u>Alsi 304</u>		8 Other Array -		9 Image Magnification <u>700 X</u>			
10 Processing		11 Micrographs: Size x cm. Number		12 Location			
13 Sampling		14 Section <u>60, 30</u>		15 Spacing: X Y cm			
16 Subgroup No. (i)	17 Points on $F_{ai}$	18 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$	19 $(\Delta F_{ai})^2$	20 Subgroup No. (j)	21 Points on $F_{aj}$	22 $\Delta F_{aj} = F_{aj} - F_a$	23 $(\Delta F_{aj})^2$
1	79	0,90	0,81	11	77	1,1	1,21
2	104	25,9	670,81	12	74	-4,10	16,81
3	81	2,9	8,41	13	76	-2,10	4,41
4	81	2,9	8,41	14	76	-2,10	4,41
5	84	5,9	34,81	15	81	2,9	8,41
6	79	0,9	0,81	16	62	-16,1	259,21
7	79	0,9	0,81	17	77	1,1	1,21
8	69	-9,1	82,81	18	85	6,9	47,61
9	57	-21,10	445,21	19	77	1,1	1,21
10	80	1,9	3,61	20	84	5,9	34,81
17 $\Sigma(F_{ai})$	1562			17 $\Sigma(F_{aj})$			1635,8
18 $F_a = (\Sigma F_{ai})/n$	78,10			18 $F_a = (\Sigma F_{aj})/n$			
19 $V_v = F_a/P_T$	7,81%			19 $V_v = F_a/P_T$			
20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{ai})^2 / (n-1)$	86,09			20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{aj})^2 / (n-1)$			
21 $S = \sqrt{VAR}$	9,28			21 $S = \sqrt{VAR}$			
22 $CL = 2S / \sqrt{n-1}$	4,26			22 $CL = 2S / \sqrt{n-1}$			
23 $RCL = CL / (F_a)$	5,45%			23 $RCL = CL / (F_a)$			
FINAL RESULTS							
19 VOL. FRAC., $V_v$ <u>7,81 %</u>				23 REL. CONF. LIMITS, RCL <u>5,45 %</u>			

\* The RCL of  $F_a$  (that is, of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 15 and 16. See text, 11.5

1	2	3	4	5	6
1 Date	2 Lot No.	3 Grid: Eyes -	4 Intermediate -	5 Preparation - X	6 Micro -
7 Operator	8 Specimen No. 05	9 Square - 10 x 10	10 Specimen x 85 x 85	11 mm	
12 Material MS1 304	13 Processing	14 Image Magnification 300 X	15 Micrographs: Size x cm. Number	16 Section: 40 x 80 mm	17 Location Spacing: X Y mm
18 Subgroup No. (i)	19 Points on c, $F_{ai}$	20 $\Delta F_{ai}$ $F_{ai} - \bar{F}_a$	21 $(\Delta F_{ai})^2$	22 Subgroup No. (i)	23 Points on c, $F_{ai}$
24 $\Delta F_{ai}$ $F_{ai} - \bar{F}_a$	25 $(\Delta F_{ai})^2$	26 $\Sigma(\Delta F_{ai})$	27 $\Sigma(\Delta F_{ai})^2$	28 $\bar{F}_a = \Sigma F_{ai} / n$	29 $V_a = \bar{F}_a / P_T$
30 VAR = $\Sigma(\Delta F_{ai})^2 / (n-1)$	31 $S = \sqrt{VAR}$	32 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$	33 $RCL = CL / (\bar{F}_a)$	34 VAR = $\Sigma(\Delta F_{ai})^2 / (n-1)$	35 $S = \sqrt{VAR}$
36 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$	37 $RCL = CL / (\bar{F}_a)$	38 FINAL RESULTS	39 VOL. FRAC., $V_v$	40 REL. CONF. LIMITS, RCL	41 %
1	95	15.8	11.3	249.64	13.69
2	93	13.8	9.3	190.44	8.49
3	89	9.8	5.3	96.04	28.09
4	77	-2.2	-6.7	4.84	44.89
5	80	0.8	-3.7	0.64	13.69
6	80	0.8	-3.7	0.64	13.69
7	68	-11.2	-15.7	125.44	246.49
8	64	-15.2	-19.7	231.04	388.09
9	68	-11.2	-15.7	125.44	246.49
10	78	-1.2	-5.7	1.44	32.49
11	79	-4.2			22.09
12	78	-5.2			32.49
13	77	-6.2			28.09
14	89	5.3			28.09
15	81	-3.7			7.29
16	98	14.3			204.49
17	83	0.7			0.49
18	99	15.3			234.09
19	86	2.3			5.29
20	110	26.3			691.69
21	79.2		1085.6	1674	2476.2
22	79.2			83.7	
23	7.92			8.37	
24		113.96			130.33
25		10.67			11.42
26		7.12			5.24
27		8.99			6.76
39	VOL. FRAC., $V_v$ 8.37 %		REL. CONF. LIMITS, RCL 6.76 %		

\* This is CL of  $F_a$  (that is, of counts on a).  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 12 and 16. See sect. 11.5.

1 Date	2 Job No.	3 Grid: Eye size -	Intermediate -
4 Operator		Projection - X	Micro -
5 Specimen No. 06		Square - 25	Spacing X Y mm
6 Material AISI 304		Other Array -	
7 Processing		Image Magnification 300 X	
		Micrographs: Size x cm. Number	
		Section: 30 x 25 mm	12 Location Spacing: X Y mm
13 Subgroup No. (i)	14 Points on c, $\bar{F}_{ai}$	15 $\Delta F_{ai} = \bar{F}_{ai} - \bar{F}_a$	16 $(\Delta F_{ai})^2$
11 Subgroup No. (i)	14 Points on c, $\bar{F}_{ai}$	15 $\Delta F_{ai} = \bar{F}_{ai} - \bar{F}_a$	16 $(\Delta F_{ai})^2$
1	66	-8,7	75,69
2	81	6,3	39,69
3	66	-8,7	75,69
4	83	8,3	68,89
5	83	8,3	68,89
6	65	-7,7	59,29
7	79	4,3	18,49
8	80	5,3	28,09
9	66	-8,7	75,69
10	70	-4,7	22,09
11	89	14,3	204,49
12	81	6,3	39,69
13	74	-0,7	0,49
14	77	2,3	5,29
15	93	18,3	334,89
16	72	-2,7	7,29
17	72	-2,7	7,29
18	60	-14,7	216,09
19	72	-2,7	7,29
20	65	-9,7	94,09
17 $\Sigma(\bar{F}_{ai})$	1494		
18 $\Sigma(\Delta F_{ai})$	74,7		
19 $\bar{F}_a = \Sigma \bar{F}_{ai} / n$	74,95		
20 $\text{VAR} = \Sigma(\Delta F_{ai})^2 / (n-1)$	78,12		
21 $S = \sqrt{\text{VAR}}$	8,84		
22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$	4,06		
23 $RCL = CL / (\bar{F}_a)$	5,43		
17 $\Sigma(\bar{F}_{ai})$			1484,2
18 $\Sigma(\Delta F_{ai})$			
19 $\bar{F}_a = \Sigma \bar{F}_{ai} / n$			
20 $\text{VAR} = \Sigma(\Delta F_{ai})^2 / (n-1)$			
21 $S = \sqrt{\text{VAR}}$			
22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$			
23 $RCL = CL / (\bar{F}_a)$			
FINAL RESULTS			
19 VOL. FRAC., $V_v$	11,95 %	23 REL. CONF. LIMITS, RCL	5,43 %

\* This is CL of  $F_u$  (that is, of counts on  $a$ )  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 15 and 16. See item 11.†

1 Date		2 Job No.		3 Grid: Eye: etc -		Intermediate -	
4 Operator				5 Pre. options: X Micro -			
6 Specimen No. 07				7 Square - 10x10 Spacing X Y mm			
8 Material AISI 304				9 Other Array -			
10 Processing				11 Image Magnification 200X			
12 Sampling				13 Micrographs: Size x cm. Number			
14 Section: 23 75				15 Location Spacing: X Y mm			
16 Subgroup No. (i)	14 Points on c, $F_{ai}$	15 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$	16 $(\Delta F_{ai})^2$	17 Subgroup No. (i)	14 Points on c, $F_{ai}$	15 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$	16 $(\Delta F_{ai})^2$
1	87	-2,56	44,53	11	123	15,44	238,53
2	105	-2,56	6,53	12	114	6,44	41,53
3	99	-8,56	73,2	13	99	-8,56	73,2
4	112	4,44	19,75	14	109	1,44	20,9
5	104	-3,56	12,64	15	114	6,44	41,53
6	117	9,44	89,2	16	98	-9,56	91,31
7	103	-4,56	20,75	17	116	8,44	71,31
8	98	-9,56	91,31	18	126	18,44	340,2
9	95	-12,56	157,64	19			
10	117	9,44	89,2	20			
17 $\Sigma(F_{ai})$	1936			17 $\Sigma(F_{ai})$			1902,42
18 $\bar{F}_a = (\Sigma F_{ai})/n$	107,56			18 $\bar{F}_a = (\Sigma F_{ai})/n$			
19 $V_v = \bar{F}_a/P_T$	17,93			19 $V_v = \bar{F}_a/P_T$			
20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{ai})^2/(n-1)$				20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{ai})^2/(n-1)$			111,91
21 $s = \sqrt{VAR}$				21 $s = \sqrt{VAR}$			10,58
22 $CL = 2s/\sqrt{n-1}$				22 $CL = 2s/\sqrt{n-1}$			5,13
23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$				23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$			4,77
FINAL RESULTS							
19 VOL. FRAC., $V_v$ 17,93%				23 REL. CONF. LIMITS, RCL 4,77%			

\* This RCL of  $P_v$  (that is, of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a simple set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 16, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 15 and 16. See item 11.4.



1 QCS		2 Lot No.		3 Grid: Eyes - <u>eye</u> - Intermediate -											
4 Operator		5 Projection - <u>X</u> Micro -		6 Square - <u>10 x 10</u> Spacing <u>x 85 y 85</u> mm.											
7 Specimen No. <u>08</u>		8 Material <u>AISI 304</u>		9 Other Array -											
10 Processing		11 Image Magnification <u>200 X</u>		12 Micrographs: Size <u>x</u> cm. Number											
13 Sampling		14 Section <u>16, 22</u>		15 Location Spacing: <u>X</u> <u>Y</u> mm.											
13 Subgroup No. (i)	14 Points on a	15 $\bar{X}$ $\bar{F}_i$	16 $\Delta F_i$ $F_i - \bar{F}_a$	17 $(\Delta F_i)^2$	18 Subgroup No. (j)	19 Points on a	20 $\bar{X}$ $\bar{F}_j$	21 $\Delta F_j$ $F_j - \bar{F}_a$	22 $(\Delta F_j)^2$						
1	82	-11,35	128,12	11	102	8,65	74,82	2	89	-4,35	18,92	12	100	9,65	44,22
3	92	-1,35	1,82	13	103	4,65	43,12	4	88	-5,35	28,62	14	98	-7,35	21,62
5	94	0,65	0,42	15	86	-11,35	54,02	6	91	-2,35	5,52	16	82	0,65	128,82
7	100	4,65	44,32	17	94	-5,35	0,42	8	102	8,65	74,12	18	88	10,65	28,62
9	94	0,65	0,42	19	104	-5,3	113,42	10	90	-3,35	11,22	20	88	6,65 <sup>(12)</sup>	28,62
17 $\Sigma(\bar{F}_i)$				17 $\Sigma(\bar{F}_j)$	1867		902,50								
18 $\bar{F}_a = \Sigma(\bar{F}_i)/n$				18 $\bar{F}_a = \Sigma(\bar{F}_j)/n$	93,35										
19 $V_v = \bar{F}_a/P_T$				19 $V_v = \bar{F}_a/P_T$	18,67										
20 $VAR = \Sigma(\Delta F_i)^2/(n-1)$				20 $VAR = \Sigma(\Delta F_j)^2/(n-1)$			47,50								
21 $S = \sqrt{VAR}$				21 $S = \sqrt{VAR}$			6,89								
22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$				22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$			3,16								
23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$				23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$			3,39								

FINAL RESULTS

19 VOL. FRAC., $V_v$	18,67%	23 REL. CONF. LIMITS, RCL	3,39%
----------------------	--------	---------------------------	-------

\* This is CL of  $P_v$  (that is, of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 15 and 16. See item 31.1.

1	2016	12	JCS Mc	8	Grid: Eye -	Intermediate -									
3	Operator				Projection - X	Micro -									
4	Specimen No.	09			Scale - 25	Spacing X Y mm									
5	Material	AISI 304			Other Array -										
6	Processing				Image Magnification	200 X									
					Micrographs: Size	cm. Number									
7	Sampling				Section 4, 3, 30	Location Spacing: X Y mm									
13	Subgroup No. (i)	14	Points on a, $F_{ai}$	15	$\sum C F_{ai} = F_{ai} - F_a$	16	$(\sum C F_{ai})^2$	17	Subgroup No. (i)	18	Points on a, $F_{ai}$	19	$\sum C F_{ai} = F_{ai} - F_a$	20	$(\sum C F_{ai})^2$
	1	115	-10,64	113,27		11	124	8,26	69,84						
	2	132	6,36	40,41		12	116	-9,64	92,93						
	3	130	4,36	18,98		13	125	-0,64	0,41						
	4	112	-13,64	186,13		14	132	6,36	40,41						
	5	122	-3,64	13,27		15									
	6	142	16,36	267,36		16									
	7	131	5,36	28,70		17									
	8	132	6,36	40,41		18									
	9	119	-6,64	44,13		19									
	10	117	8,64	74,70		20									
17	$\sum i(F_{ai})$	1759				17	$\sum i(F_{ai})$		1031,20						
18	$F_a = \sum (F_{ai})/n$	25,64				18	$F_a = \sum (F_{ai})/n$								
19	$V_v = F_a/P_T$	25,13				19	$V_v = F_a/P_T$								
20	$VAR = \sum (C F_{ai})^2 / (n-1)$		79,32			20	$VAR = \sum (C F_{ai})^2 / (n-1)$								
21	$S = \sqrt{VAR}$		8,91			21	$S = \sqrt{VAR}$								
22	$CL = 2 S / \sqrt{n-1}$		4,94			22	$CL = 2 S / \sqrt{n-1}$								
23	$RCL = CL / (F_a)$		3,93			23	$RCL = CL / (F_a)$								
FINAL RESULTS															
19	VOL. FRAC., $V_v$	25,13%				23	REL. CONF. LIMITS, RCL	3,93%							

\* This is CL of  $F_a$  (that is, of counts on a).  
 \* For more than 10 subgroups the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 15 and 16. See term 31.4

1 Ref: _____		2 Grid: Eye size - _____		3 Intermediate - _____			
4 Operator _____		5 Projection: X		6 Micro - _____			
7 Specimen No. 10		8 Square - 25		9 Spacing X Y mm			
10 Material AISI 304		11 Other Array - _____					
12 Processing _____		13 Image Magnification 128 X					
14 Sampling _____		15 Micrographs: Size x cm. Number _____		16 Location _____			
17 Subgroup No. (i)		18 Points on $C_i$ $F_{ai}$		19 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$			
20 $(C_i F_{ai})^2$		21 Subgroup No. (i)		22 Points on $C_i$ $F_{ai}$			
23 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$		24 $(C_i F_{ai})^2$		25 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - F_a$			
1	176	8	64	11	170	1	4
2	175	7	49	12			
3	162	-6	36	13			
4	150	-18	324	14			
5	151	-17	289	15			
6	182	14	196	16			
7	183	15	225	17			
8	169	1	1	18			
9	164	-4	16	19			
10	166	-2	4	20			
17 $\Sigma(C_i F_{ai})$	1848		1208	18 $\Sigma(F_{ai})$			
19 $F_a = (\Sigma F_{ai})/n$	168			20 $F_c = (\Sigma F_{ai})/n$			
21 $V_y = F_a/P_T$	33,60			22 $V_x = F_c/P_T$			
23 $VAR = \Sigma(C_i F_{ai})^2 / (n-1)$	120,8		24 $VAR = \Sigma(C_i F_{ai})^2 / (n-1)$				
25 $S = \sqrt{VAR}$	10,99		26 $S = \sqrt{VAR}$				
27 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$	6,95		28 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$				
29 $RCL = CL / (F_c)$	4,14		30 $RCL = CL / (F_c)$				
<b>FINAL RESULTS</b>							
31 VOL. FRAC., $V_y$		33,60 %		32 REL. CONF. LIMITS, RCL		4,14 %	

\* This is CL of Po (analysis of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 25 and 30. See item 13.5.

1 DATE		2 Job No.		3 Grid: E, p, s, c - Intermediate -			
4 Operator		5 Projection - X		6 Micro -			
7 Specimen No. 02		8 Square - 100		9 Spacing X Y mm			
10 Material MSI 304		11 Other Array -		12			
13 Processing		14 Image Magnification 200 X		15			
16		17 Micrographs: Size x cm. Number		18			
19 Sampling		20 Section: 75 80		21 Location			
22		23 Spacing: X		24 Y mm			
25 Subgroup No. (i)	26 Points on a, $F_{ai}$	27 $\Delta F_{ai} = F_{ai} - \bar{F}_a$	28 $(\Delta F_{ai})^2$	29 Subgroup No. (j)	30 Points on c, $F_{cj}$	31 $\Delta F_{cj} = F_{cj} - \bar{F}_c$	32 $(\Delta F_{cj})^2$
1	115	32,47	1054,08	11	57	-25,53	651,95
2	97	14,47	209,28	12	60	-22,53	507,75
3	100	17,47	305,08	13	61	-21,53	463,68
4	95	12,47	155,42	14	76	-6,53	42,68
5	88	5,47	29,88	15	69	-13,53	183,15
6	101	18,47	341,02	16			
7	90	7,47	55,75	17			
8	88	5,47	29,88	18			
9	67	-15,53	241,88	19			
10	74	-8,53	72,82	20			
17 $\Sigma(F_{ai})$	1238			17 $\Sigma(F_{cj})$			4343,70
18 $\bar{F}_a = \Sigma(F_{ai})/n$	82,53			18 $\bar{F}_c = \Sigma(F_{cj})/n$			
19 $V_a = \bar{F}_a/P_T$	4,13			19 $V_c = \bar{F}_c/P_T$			
20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{ai})^2/(n-1)$		340,26		20 $VAR = \Sigma(\Delta F_{cj})^2/(n-1)$			
21 $S = \sqrt{VAR}$		17,61		21 $S = \sqrt{VAR}$			
22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$		9,42		22 $CL = 2 S / \sqrt{n-1}$			
23 $RCL = CL/(\bar{F}_a)$		11,41		23 $RCL = CL/(\bar{F}_c)$			
FINAL RESULTS							
24 VOL. FRAC., $V_v$ 4,13 %				25 REL. CONF. LIMITS, RCL 11,41 %			

\* This is CL of  $F_a$  (that is, of counts on a).

† For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 25 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 25 and 30. See item 31.2.

1 Date		2 Job No.		3 Grid: Eyepiece - Intermediate -			
4 Operator		Projection - X		Macro -			
5 Specimen No. 03		Square - 100		Spacing X Y mm			
6 Material AISI 304		Other Array -		d'			
7 Processing		8 Image Magnification 200 X		9			
		10 Micrographs: Size x cm. Number		5			
7 Sampling		11 Section: x mm. Spacing: X Y mm		12 Location			
13 Subgroup No. (i)	14 Points on a, P <sub>ai</sub>	15 Δ P <sub>ai</sub> = P <sub>ai</sub> - P <sub>a</sub>	16 (Δ P <sub>ai</sub> ) <sup>2</sup>	13 Subgroup No. (i)	14 Points on a, P <sub>ai</sub>	15 Δ P <sub>ai</sub> = P <sub>ai</sub> - P <sub>a</sub>	16 (Δ P <sub>ai</sub> ) <sup>2</sup>
1	65	-14,27	203,84	11	66	-13,27	176,0
2	87	7,73	59,8	12	72	-7,27	52,8
3	87	7,73	59,8	13	96	16,73	280,0
4	75	-4,27	18,2	14	79	-0,27	0,07
5	91	11,73	137,62	15	88	8,73	76,27
6	67	-12,27	150,47	16			
7	68	-11,27	126,94	17			
8	85	5,73	32,87	18			
9	81	1,73	3,00	19			
10	87	7,73	59,8	20			
17 Σ(P <sub>ai</sub> )	1189			17 Σ(P <sub>ai</sub> )			
18 P <sub>a</sub> = (Σ P <sub>ai</sub> )/n	79,27			18 P <sub>a</sub> = (Σ P <sub>ai</sub> )/n			
19 V <sub>v</sub> = P <sub>a</sub> /P <sub>T</sub>	7,93			19 V <sub>v</sub> = P <sub>a</sub> /P <sub>T</sub>			
20 VAR = Σ(Δ P <sub>ai</sub> ) <sup>2</sup> / (n-1)		98,92		20 VAR = Σ(Δ P <sub>ai</sub> ) <sup>2</sup> / (n-1)			
21 S = √VAR		9,95		21 S = √VAR			
22 CL = 2 S / √(n-1)		5,32		22 CL = 2 S / √(n-1)			
23 RCL = CL / (P <sub>a</sub> )		6,71		23 RCL = CL / (P <sub>a</sub> )			
FINAL RESULTS							
19 VOL. FRAC., V <sub>v</sub> 7,93%				23 REL. CONF. LIMITS, RCL 6,71%			

\* This is CL of P<sub>a</sub> (that is, of counts on a).  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 23 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20. Columns 15 and 16. See text, 11.5.

1 Date		2 Job No.		3 Grid: Eyepiece - Intermediate -			
3 Operator		Projection - X		Macro -			
4 Specimen No. 08		Square - 100		Spacing X Y mm			
5 Material AISI 304		Other Array -					
6 Processing		Image Magnification 900 X					
		10 Micrographs: Size x cm. Number 5					
7 Sampling		11 Sections 6 x 40 mm		12 Location Spacing: X Y mm			
13 Subgroup No. (i)	14 Points on a, $P_{ai}$	15 $\Delta P_{ai} = P_{ai} - \bar{P}_a$	16 $(\Delta P_{ai})^2$	17 Subgroup No. (i)	18 Points on a, $P_{ai}$	19 $\Delta P_{ai} = P_{ai} - \bar{P}_a$	20 $(\Delta P_{ai})^2$
1	174	-7.27	52.85	11	181	-0.27	0.07
2	165	-16.27	264.81	12	192	10.73	115.20
3	170	-11.27	126.94	13	185	3.73	13.94
4	216	34.73	1206.4	14	174	-7.27	52.85
5	186	4.73	22.4	15	156	-25.27	638.40
6	183	1.73	3.0	16			
7	187	5.73	32.87	17			
8	166	-15.27	233.07	18			
9	189	7.73	59.8	19			
10	195	13.73	188.6	20			
17 $\Sigma(P_{ai})$	1719			17 $\Sigma(P_{ai})$			3010.89
18 $\bar{P}_a = (\Sigma P_{ai})/n$	181.89			18 $\bar{P}_a = (\Sigma P_{ai})/n$			
19 $V_y = \bar{P}_a/P_T$	18.13			19 $V_y = \bar{P}_a/P_T$			
20 $VAR = \Sigma(\Delta P_{ai})^2 / (n-1)$		245.06		20 $VAR = \Sigma(\Delta P_{ai})^2 / (n-1)$			
21 $S = \sqrt{VAR}$		14.67		21 $S = \sqrt{VAR}$			
22 $CL = 2S / \sqrt{n-1}$		7.84		22 $CL = 2S / \sqrt{n-1}$			
23 $RCL = CL / (\bar{P}_a)$		4.32		23 $RCL = CL / (\bar{P}_a)$			
FINAL RESULTS							
19 VOL. FRAC., $V_y$		18.13%		23 REL. CONF. LIMITS, RCL		4.32%	

\* This is CL of  $P_a$  (that is, of counts on a)  
 † For more than 10 subgroups, the final values of Spaces 17 through 22 must be obtained from all of the subgroups treated as a single set of data. This may require recalculation of the values in Lines 1 through 10, along with calculation of values in Lines 11 through 20, Columns 15 and 16. See text, 11.5

## APÊNDICE B

Difrações completas das amostras de 01 a 10, bem como de um aço inoxidável ferrítico AISI 430 e de uma amostra normalizada, isto é, um aço inoxidável austenítico AISI 304 . Os difratogramas foram obtidos com o uso de radiação  $\text{Cu-K}\alpha$ , nas condições descritas em 4.2 . As porcentagens de ferrita indicada nas Figuras deste apêndice são aquelas determinadas por metalografia quantitativa.

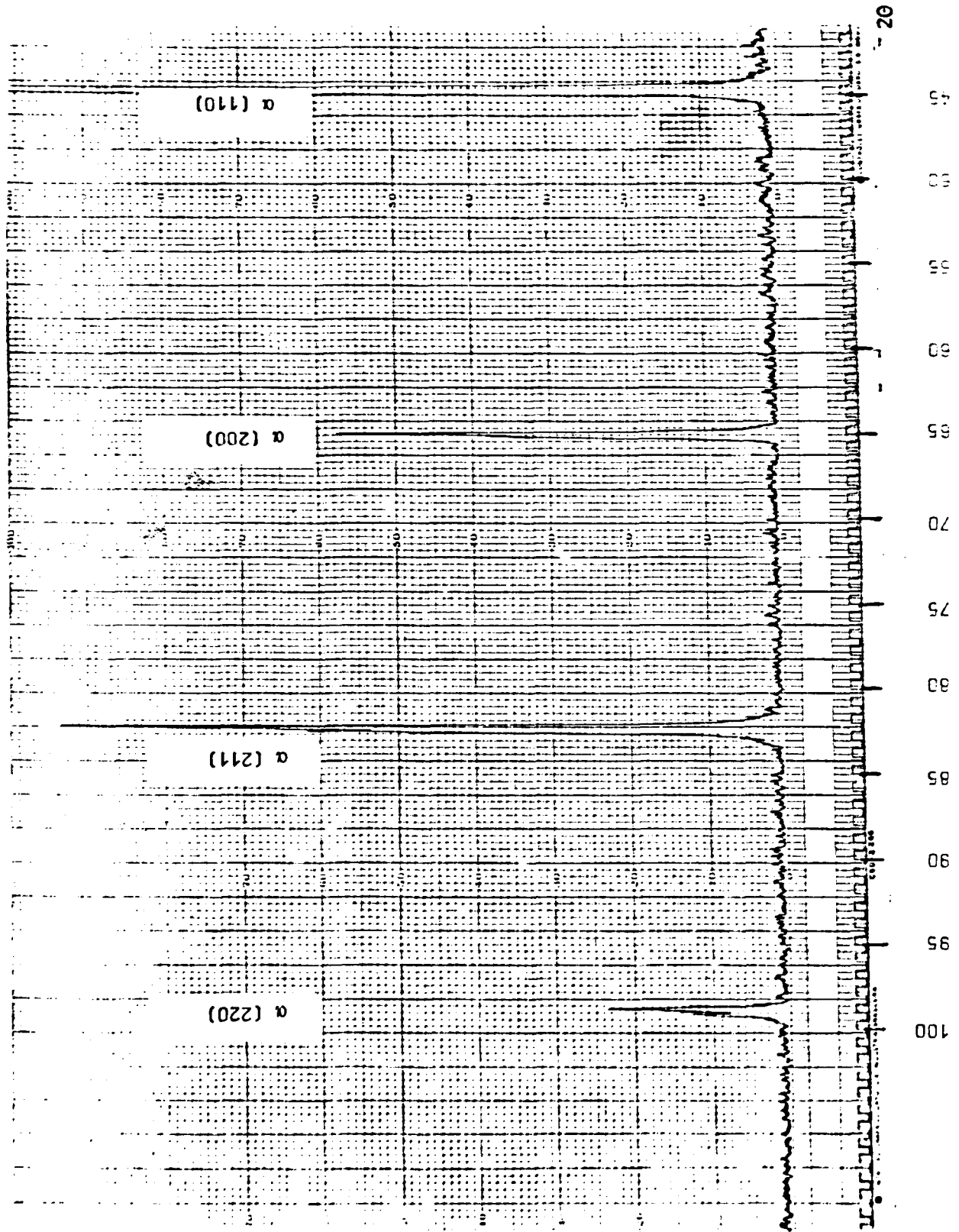


Figura B.1 - Aço Inoxidável Ferrítico AISI 430



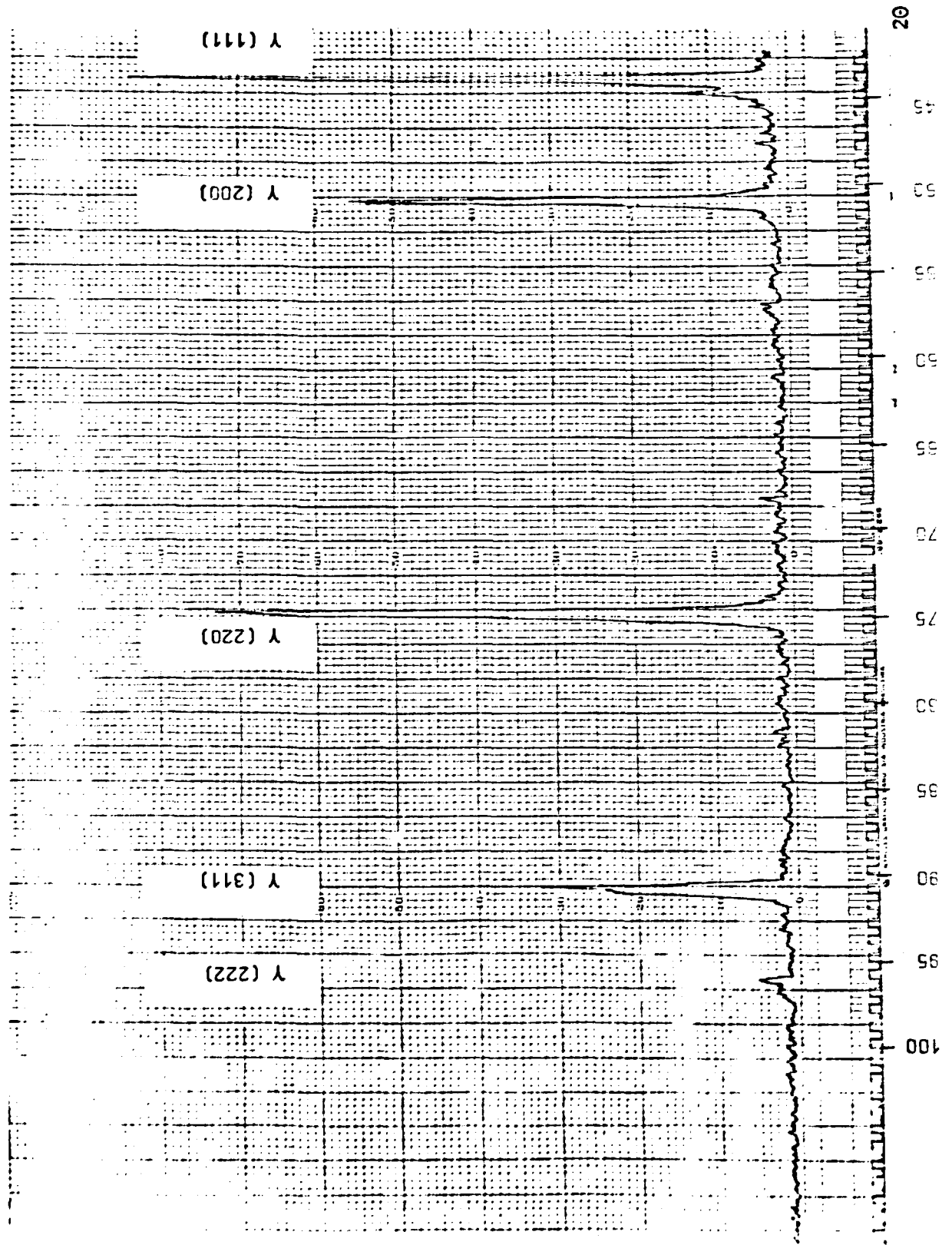


Figura B.2 - Amostra Normalizada (Aço Inoxidável Austenítico AISI 304).

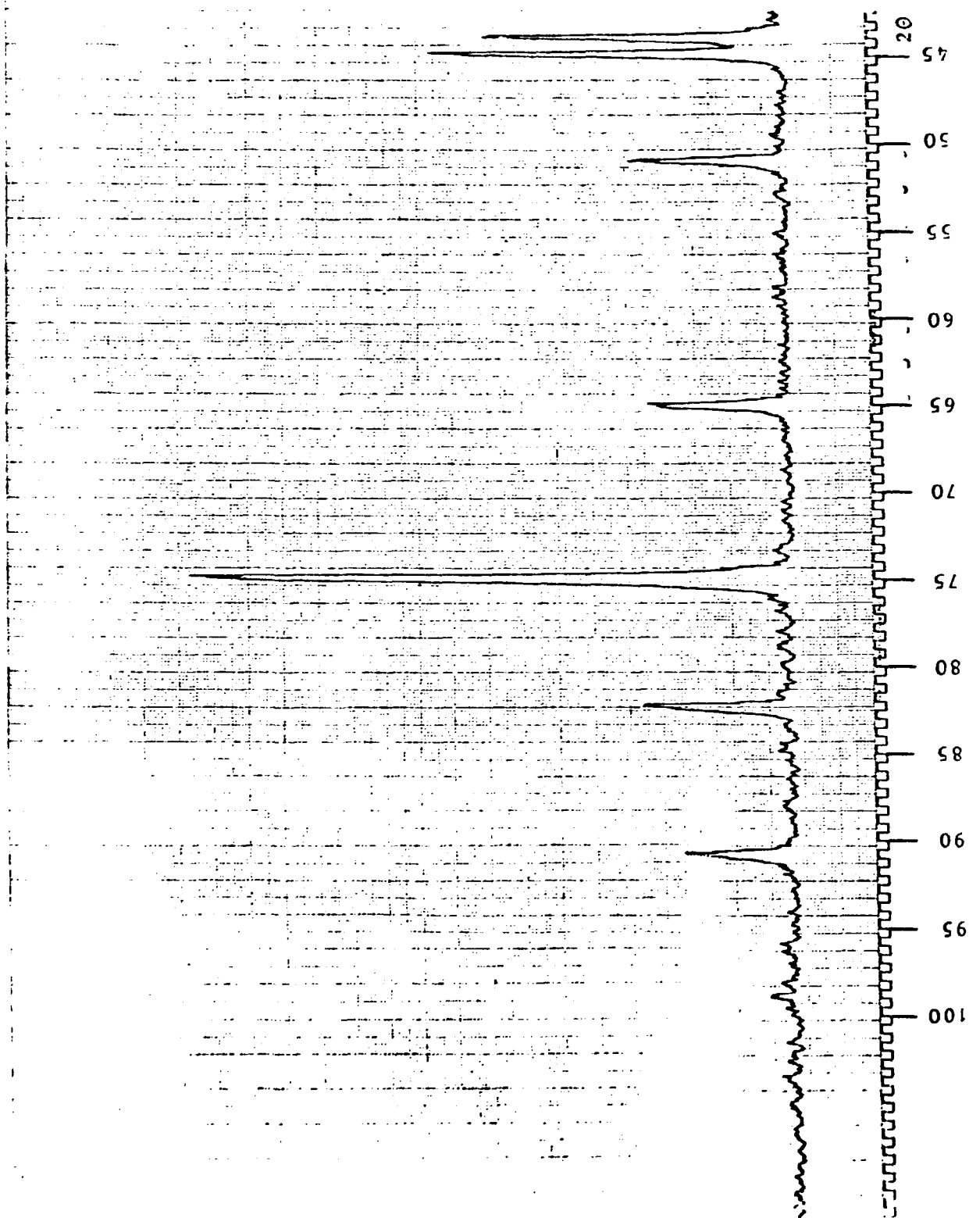


Figura B.3 - Amostra 10 . 33,6% de Ferrita

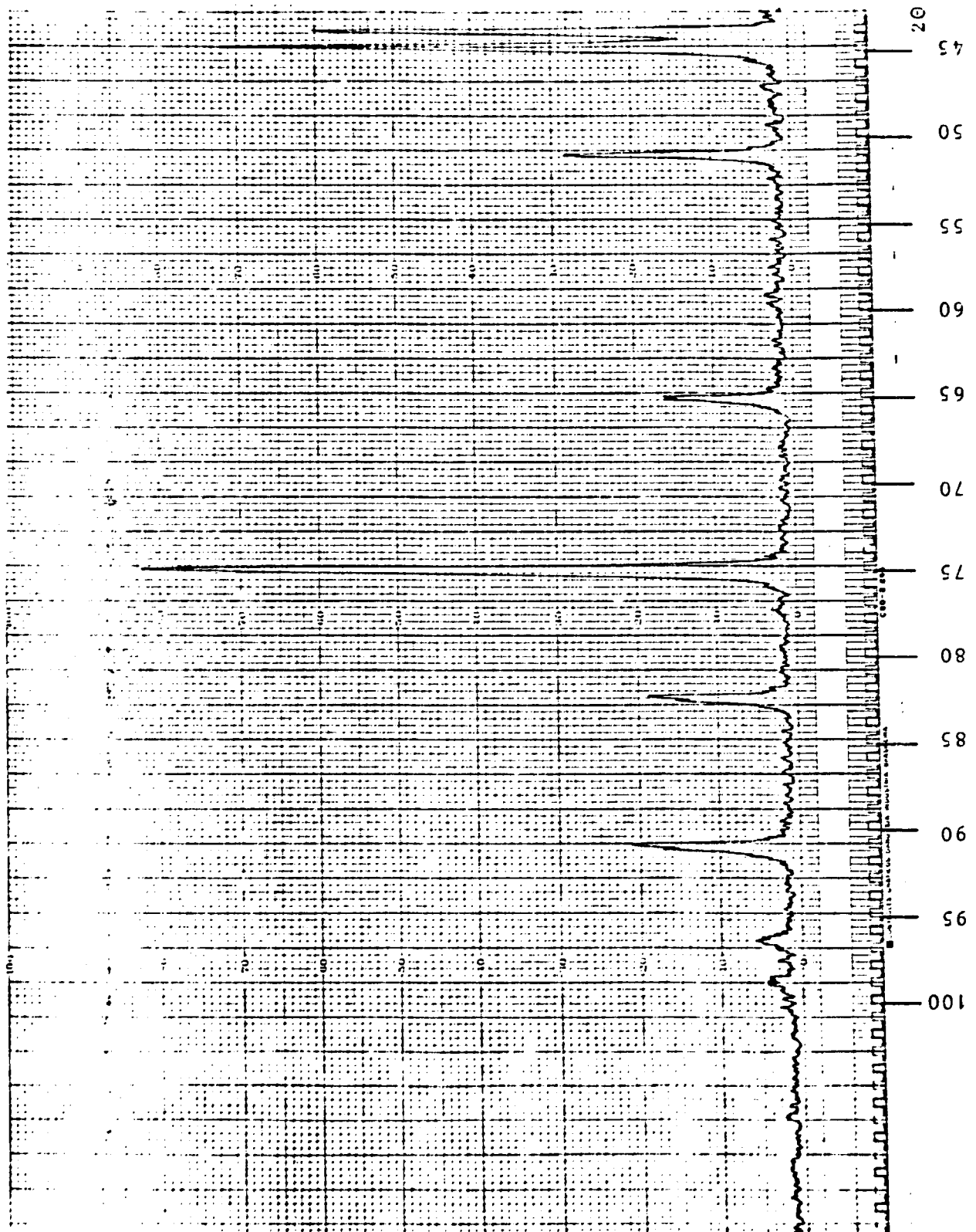


Figura B.4 - Amostra 09. 25,1% de Ferrita

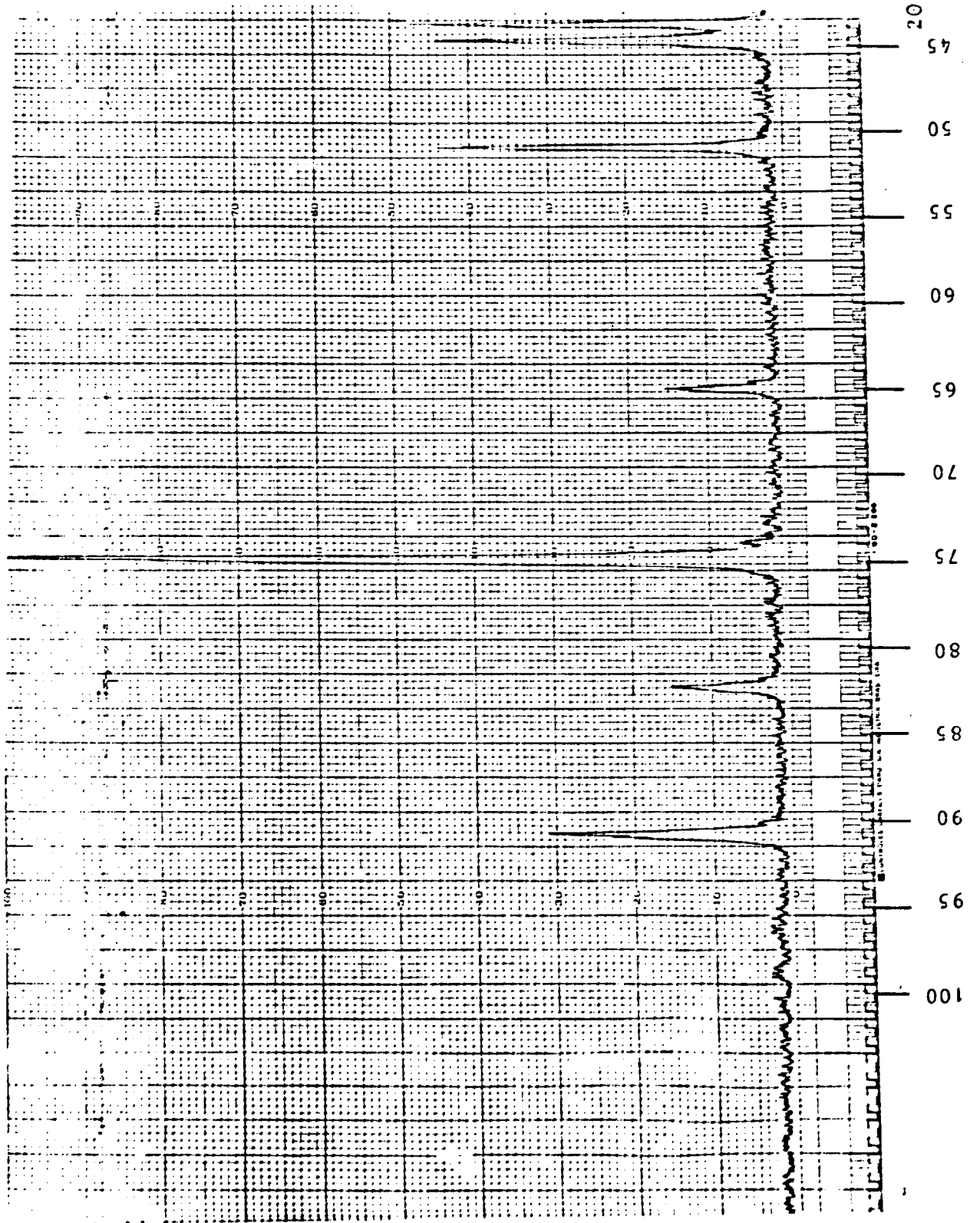


Figura B.5 - Amostra 08. 18,7% de Ferrita

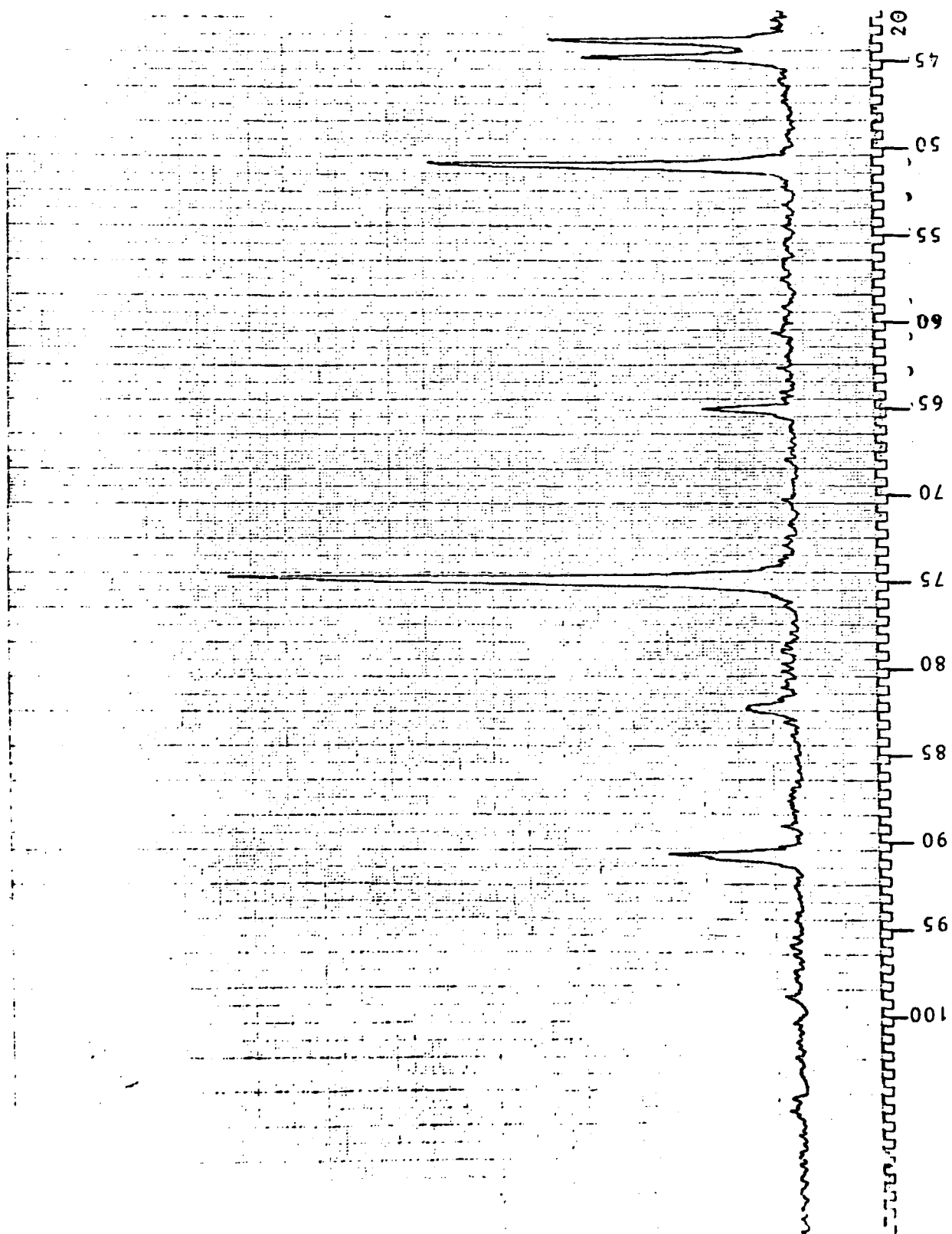


Figura B.6 - Amostra 07. 17,9% de Ferrita

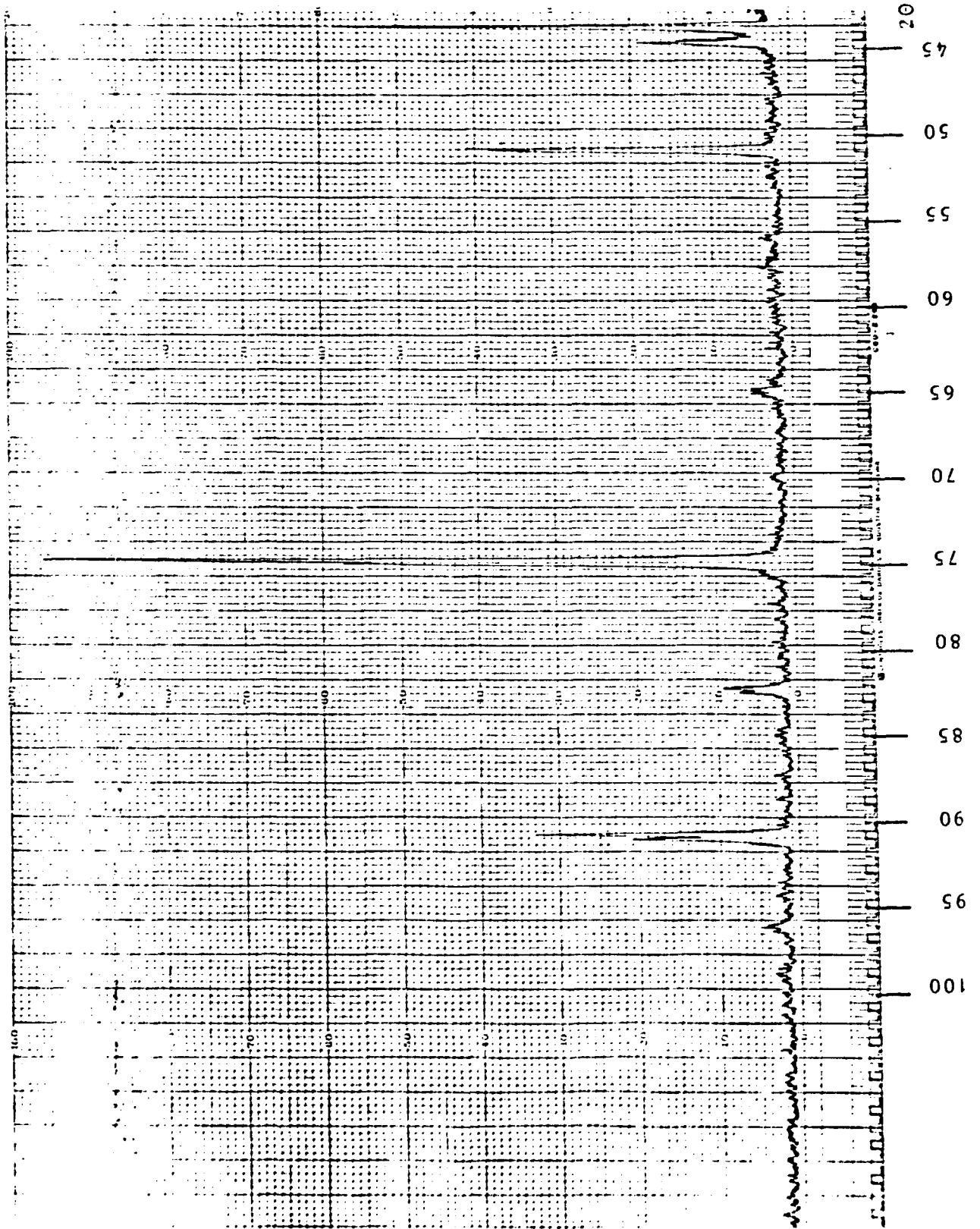


Figura B.7 - Amostra 06. 12,0% de Ferrita

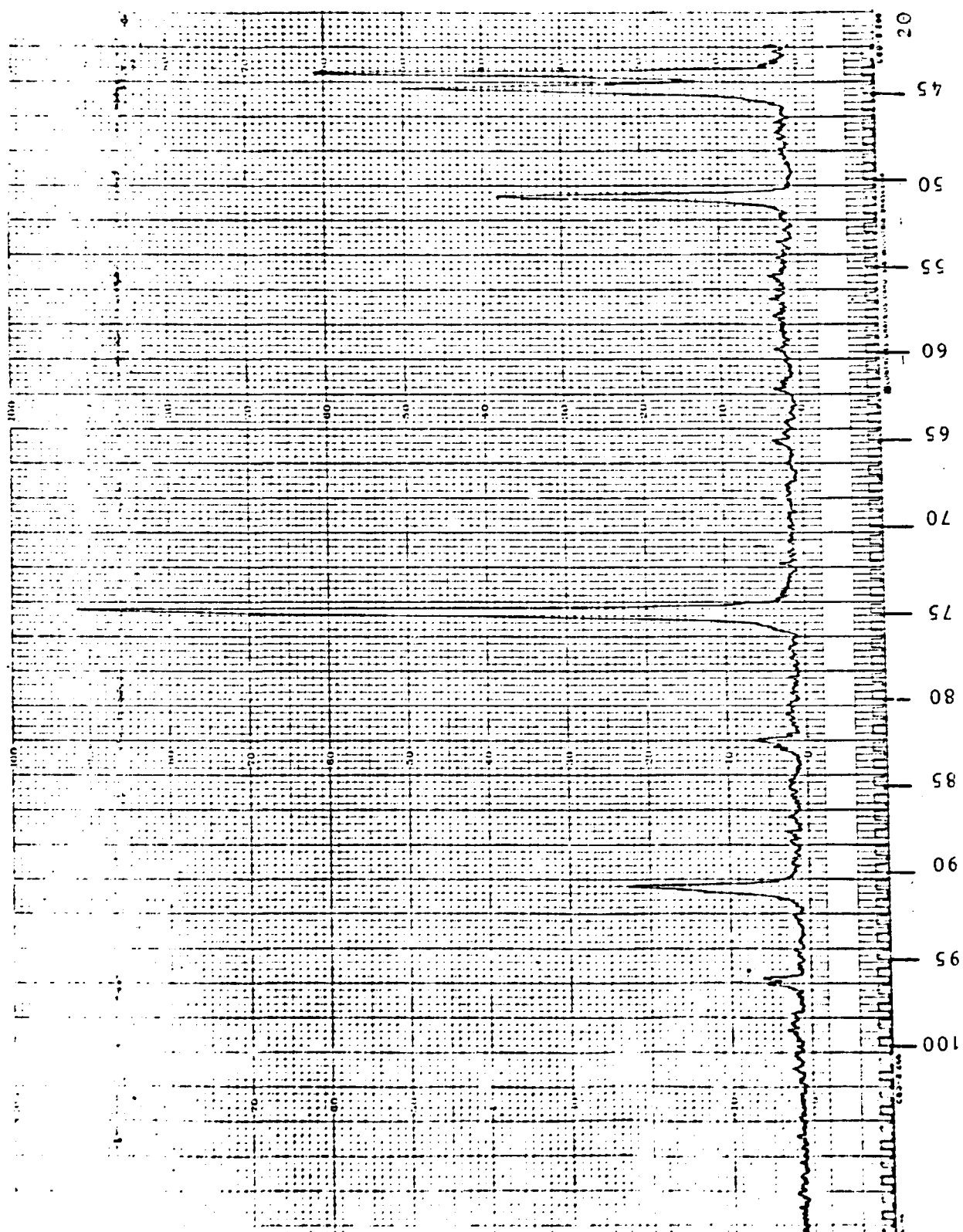


Figura B.8 - Amostra 05. 8,4% de Ferrita

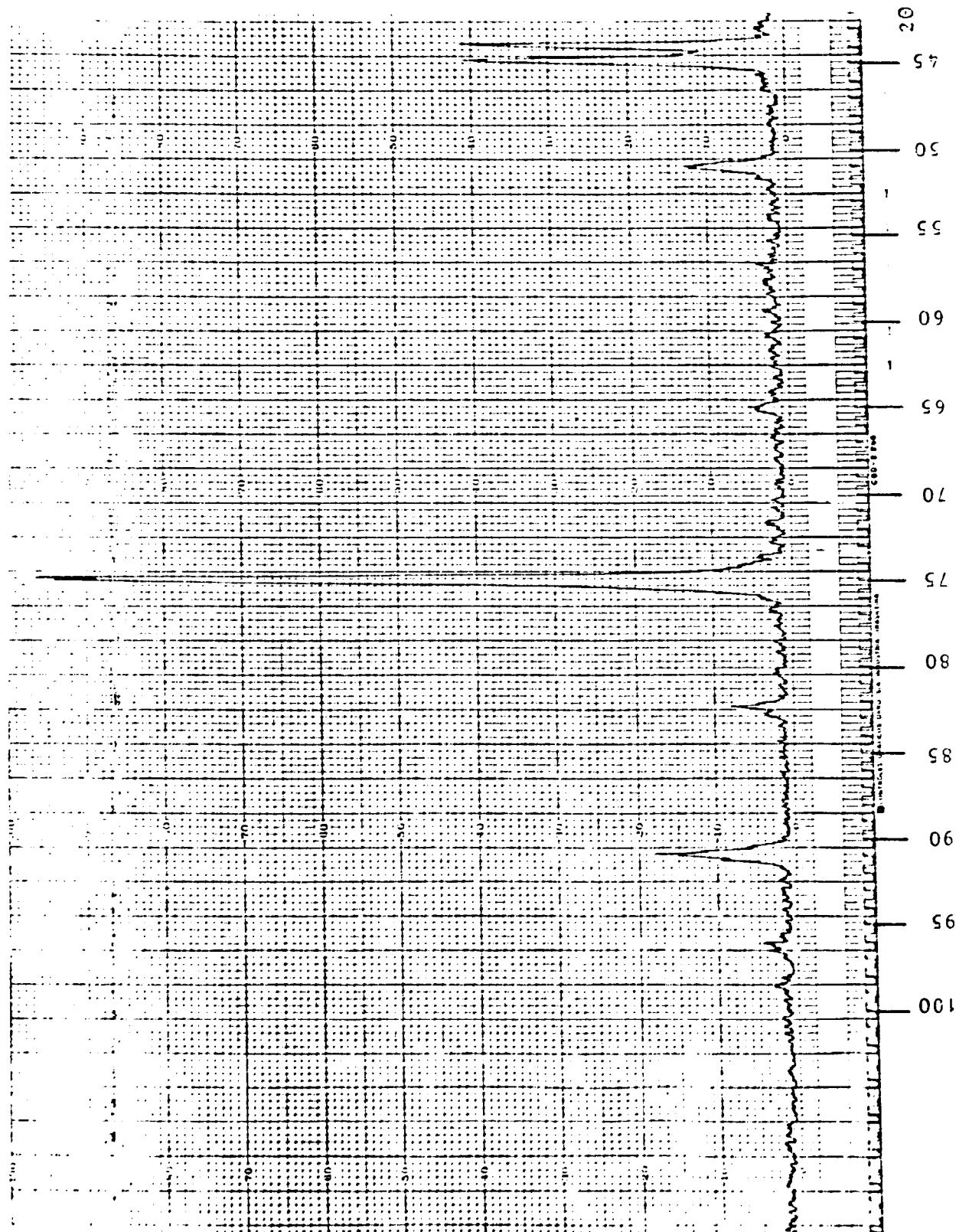


Figura B.9 - Amostra 04. 7,8% de Ferrita



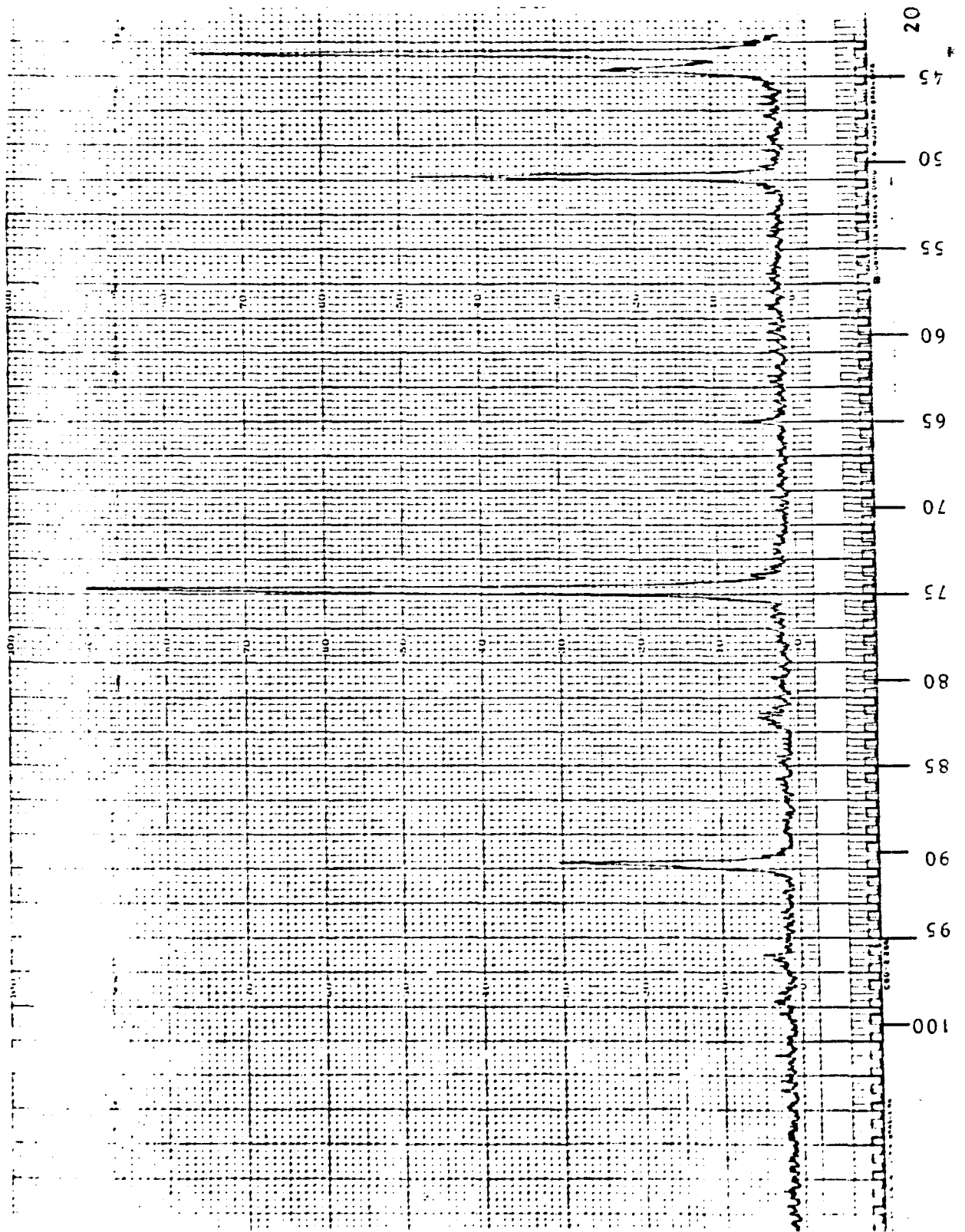


Figura B.10 - Amostra 03. 7,1% de Ferrita

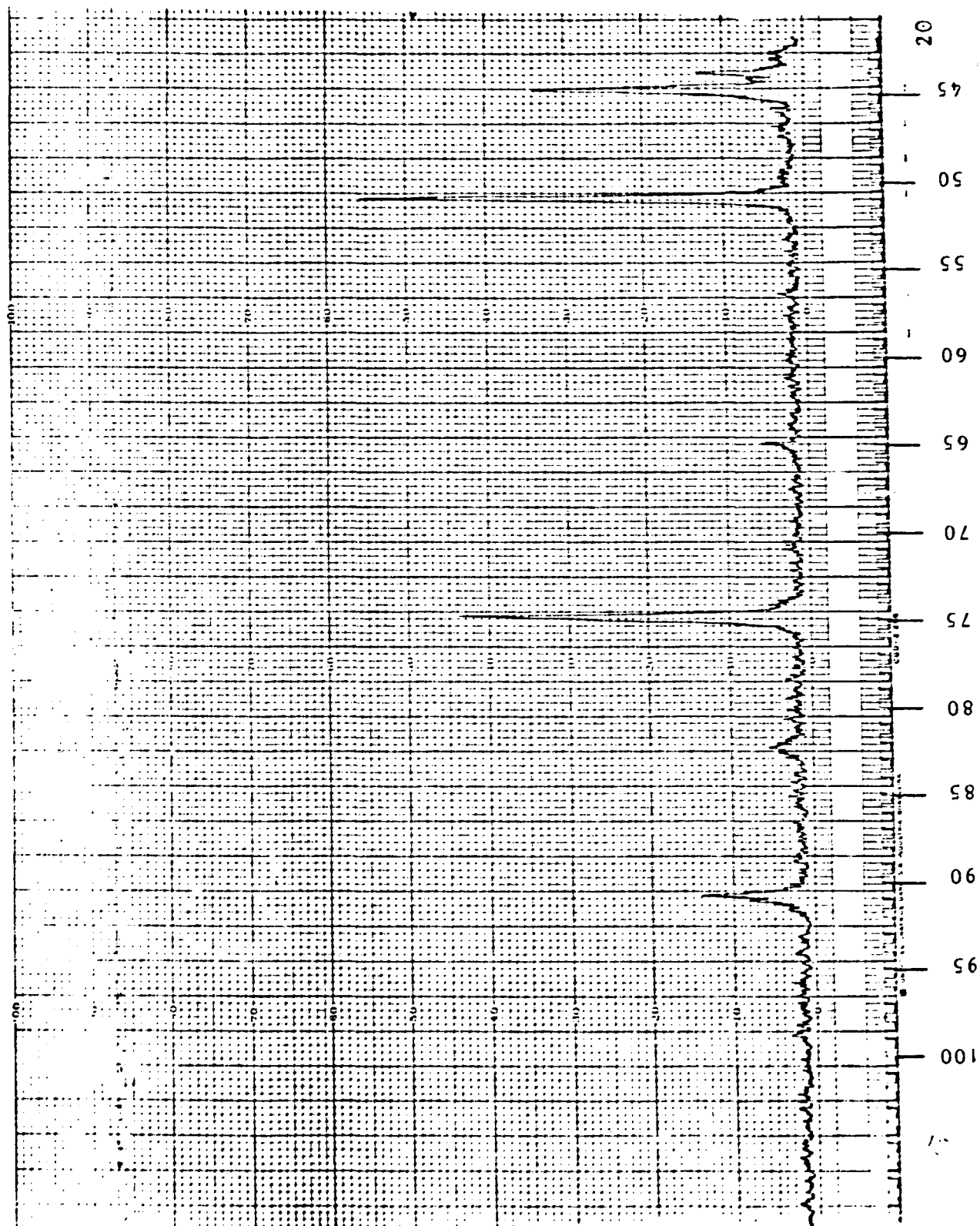


Figura B.11 - Amostra 02. 4,0% de Ferrita

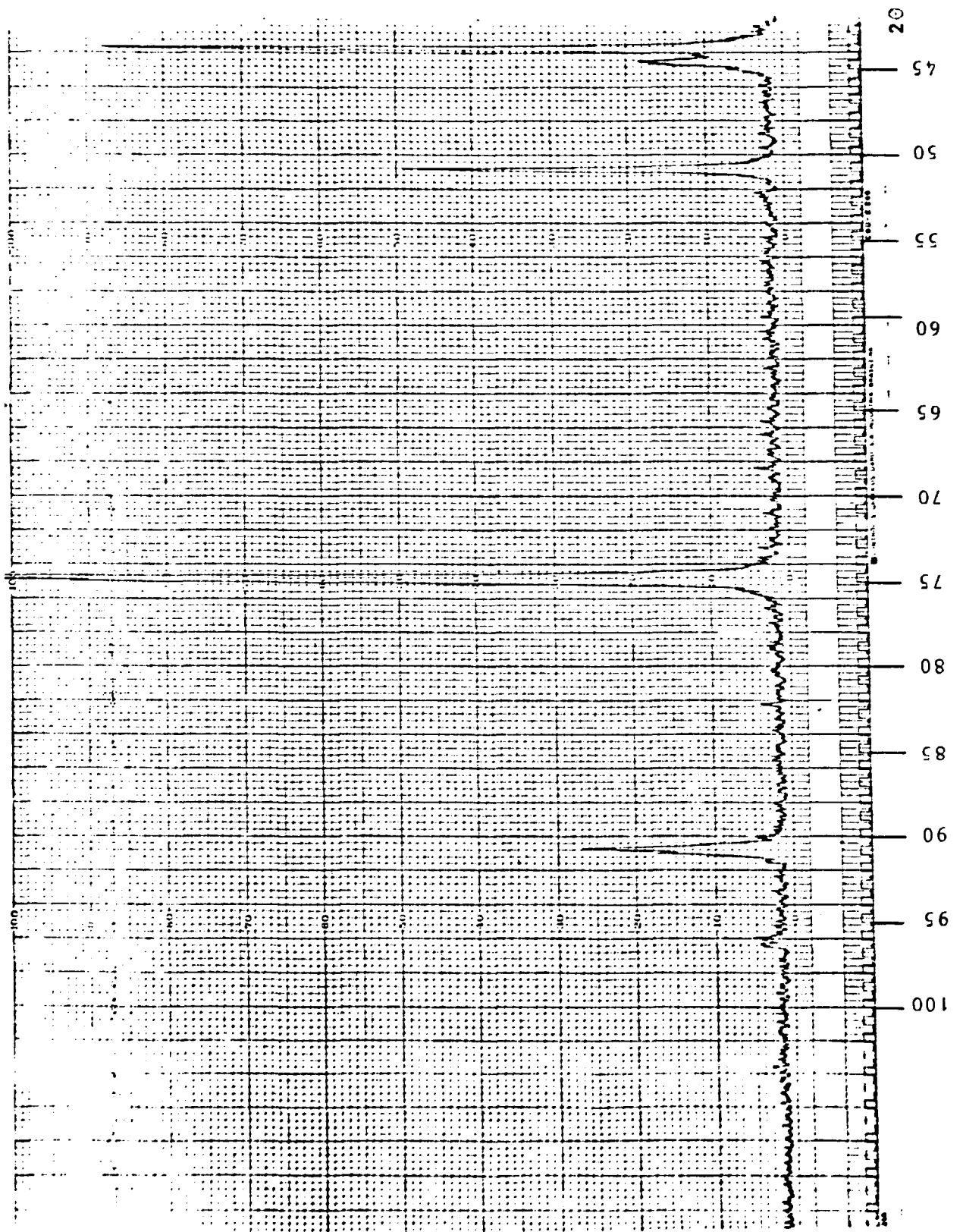


Figura B.12 - Amostra 01. 1,4% de Ferrita.

## APÊNDICE C

Medidas do Teor de  $\delta$  Ferrita com o Uso do Ferrite Meter

Amostra Medida	01	02	03*	04	05	06	07	08	09	10
1	0,56	1,30	5,1	5,6	6,2	8,2	10,0	11,7	24	33
2	0,34	1,55	6,3	6,1	6,8	7,6	10,8	12,5	24	33
3	0,76	2,05	6,1	5,4	7,6	8,1	9,8	11,3	26	32
4	0,55	1,85	6,3	4,9	8,2	8,5	12,2	11,5	25	28
5	0,47	1,10	7,2	4,9	7,8	7,7	11,9	14,4	24	24
6	0,82	1,40	7,1	5,3	6,5	6,7	11,6	15,8	24	30
7	0,80	2,00	6,8	5,2	5,6	6,7	12,4	14,4	23	32
8	0,68	3,00	5,7	5,2	4,9	8,2	13,9	12,7	23	33
9	0,90	2,00	5,6	5,2	3,9	6,9	12,1	9,8	23	34
10	0,73	2,75	6,9	4,8	4,3	6,2	11,9	12,9	22	34
11	0,92	3,00	7,1	4,3	4,8	6,4	12,1	14,3	24	30
12	0,82	1,62	7,0	4,5	5,6	7,2	12,3	15,0	25	30
13	1,18	1,20	5,3	4,6	5,9	8,7	12,1	15,3	24	30
14	1,10	1,10	1,5	5,0	6,7	8,6	12,5	12,0	26	28
15	1,15	0,95	1,7	4,6	6,2	7,6	12,3	15,2	26	23
16	0,98	1,00	4,9	4,1	5,1	7,2	12,3	15,5	24	22
17	1,42	1,42	6,6	3,8	4,4	6,7	12,0	14,2	24	28
18	1,28	1,55	6,7	3,7	4,0	6,1	12,3	12,6	23	30
19	1,23	1,86	6,8	4,2	3,8	5,7	13,8	8,0	22	32
20	1,52	1,00	5,5	5,1	3,7	6,2	13,0	11,3	23	34
21	1,60	1,20	5,3	5,6	4,2	5,9	12,1	12,7	23	29
22	1,55	1,05	6,4	4,9	4,6	5,4	12,4	14,0	23	34
23	1,45	1,05	6,3	3,8	5,4	6,2	12,6	13,1	22	32
24	1,20	1,25	6,4	3,9	6,2	6,4	10,5	12,0	23	29
25	0,91	1,48	5,6	4,2	5,7	6,8	10,8	8,2	24	24
26	0,52	1,05	3,6	4,7	5,0	6,3	12,2	10,0	26	
27	0,61	0,70	5,1	4,7	4,2	5,9	12,8	10,9	25	
28	0,79	0,60	4,8	4,6	3,9	5,4	14,5	10,4	23	
29	0,90		4,6	4,5		5,1		9,8	23	
30	0,41			5,8					23	
Média	0,93 ±0,38	1,50 ±0,63	5,7 ±1,5	4,8 ±0,6	5,4 ±1,3	6,8 ±1,0	12,1 ± 1,1	12,5 ± 2,2	24 ± 1	30 ± 4

\* Amostra contaminada durante o tratamento térmico de precipitação de  $\delta$  Ferrita.

## REFERÊNCIAS

- [ 1 ] DELONG, W.T. Ferrite in Austenitic Stainless Steel Weld Metal, Weld. J. Res. Suppl, 53(7):273s - 86s, July 1974.
- [ 2 ] GUNIA, R.B. & RATZ, G.A. The Measurement of Delta Ferrite in Austenitic Stainless Steels, Welding Research Council Bulletin, (132), 1968.
- [ 3 ] ROBISON, J.L. Secondary Standards for  $\delta$  Ferrite in Austenitic Stainless Steel Weld Metal, Welding Institute Research Bulletin, 21(3): 74-7, Mar. 1980.
- [ 4 ] DIETRICH, H., "Über die Genauigkeit der Ferritbestimmung in Austenitischen Werkstoffen und Schweißverbindungen. Dew - Technische Berichte, 6(1) : 15-31, 1966.
- [ 5 ] BREWER, A.W. & MOMENT, R.L. Techniques and Standards for Measuring Ferrite in Austenitic Stainless Steel welds. Weld. J. Res. Suppl. 55(6): 159s-64s, June 1976.
- [ 6 ] HARRY, F.R. & DELONG, W.T. Making Sense out of Ferrite Requirements in Welding Stainless Steels. Metal Progress, 103(6); 73-7, June 1973.
-

- [ 7 ] LUNDIN, C.D. et alii. Ferrite Fissuring Relationship in Austenitic Stainless Steel Weld Metals. Weld. J. Res. Suppl. 61(2): 241s-6s, Feb. 1982.
- [ 8 ] BAESLACK, W.A. et alii. Stress Corrosion Cracking in Duplex Stainless Steel Weldments. Weld. J. Res. Suppl. 57(6): 175s-7s, June 1978.
- [ 9 ] BARNES, N.R. & FENN, R. The Corrosion Resistance of a Welded AISI 316L Austenitic Stainless Steel. Power Industry Research, 1: 65-73, 1981.
- [ 10 ] FLOWERS, J.W. et alii. Corrosion and Age Hardening Studies of Some Cast Stainless Alloys Containing Ferrite. Corrosion, 19: 186t-98t, May 1963.
- [ 11 ] SAVAGE, W.F. & DUQUETE, J. Localized Corrosion and Stress Corrosion Cracking Behavior of Stainless Steel Weldments. Washington, D.C., Department of Energy, 1980. (DOE/ER/02462-T1).
- [ 12 ] MANNING, P.E. et alii. The Effect of Retained Ferrite on Localized Corrosion in Duplex 304 L Stainless Steel. Weld. J. Res. Suppl., 59(9): 260s-2s, Sept. 1980.
- [ 13 ] SPRUIELL, J.E. et alii. Ferrite Stability at Elevated Temperature in Austenitic Stainless Steel Weld Metal. Weld. J. Res. Suppl., 56(9): 289s-90s, Sept. 1977.
-

- [ 14 ] GRAY, R.J. et alii. Detecting Transformation of  $\delta$  Ferrite to  $\sigma$  Phase in Stainless Steel by Advanced Metallographic Techniques. J. Metals, 30(11): 18-26, Nov. 1978.
- [ 15 ] HAUSER, D. & VANECHO, J.A. Effect of Ferrite Content in Austenitic Stainless Steel Welds. Weld. J. Res. Suppl., 61(2): 37s-44s, Feb. 1982.
- [ 16 ] BERGGREN, R.G. et alii. Structure and Elevated Temperature Properties of Type 308 Stainless Steel Weld Metal With Varying Ferrite Contents. Weld. J. Res. Suppl., 57(6): 167s-77s, June 1978.
- [ 17 ] READ, D.T. et alii. Metallurgical Factors Affecting The Toughness of 316L SMA Weldments at Cryogenic Temperatures. Weld. J. Res. Suppl., 59(4): 104s-13s, Apr. 1980.
- [ 18 ] WHIPPLE, T.A. et alii. Fracture Behavior of Ferrite Free Stainless Steel Weld Metals. Pt-1. Role of Ferrite. Weld. J. Res. Suppl., 60(4), 1981.
- [ 19 ] FANINGER G. & KURZ, W. Leistungsfähigkeit Röntgenographischer Verfahren beim Nachweis von Restaustenit bzw. Restferrit in Gehärteten Stählen. Berg u. Hüttenm. Mh. (109): 302-5, 1964.
-

- [ 20 ] DIETRICH, H. Zur Bestimmung des Ferritgehaltes in Austenitischem Schweißgut. Schweissen und Schneiden, 18(11): 552-7, Nov. 1966.
- [ 21 ] GILL, T.S. et alii. Estimation of  $\delta$  Ferrite in Austenitic Stainless Steel Weldments by an Electrochemical Technique. Weld. J. Res. Suppl, 58(12): 375s-8s, Dec. 1979.
- [ 22 ] SCHWARTZENDRUBER, L.J., et alii. Mössbauer Effect Examination of Ferrite in Stainless Steel and Castings. Weld. J. Res. Suppl, 53(1): 1s-12s, Jan. 1974.
- [ 23 ] JAGGI, N.K. & RAO, K.R.P.M. A Simple Mössbauer Ferritometer. NDT International, 11:281-6, Dec. 1978.
- [ 24 ] AMERICAN WELDING SOCIETY. Calibrating Magnetic Instruments to Measure the  $\delta$  Ferrite Content of Austenitic Stainless Steel Weld Metal. Miami, 1974. (AWS A.4.2.74).
- [ 25 ] BÜHLER, H.E. & HOUGARDY, H.P. Atlas of Interference Layer Metallography. Oberussel, Deutsche Gesellschaft für metalkunde, 1980.
-



- [ 26 ] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. In \_\_\_\_\_. Annual Book of ASTM. Philadelphia, Pa. 1981. pt. 11. p. 534-44. (ASTM E-562-76).
- [ 27 ] AVERBACH, B.L. & COHEN, M. X-Ray Determination of Retained Austenite by Integrated Intensities. Trans AIME, 176: 401-15, 1948.
- [ 28 ] ERARD; H.R. Technique of Measuring low Percentages of Retained Austenite Using Filtered X-Ray Radiation and an X-Ray Diffractometer. In: MUELLER, W. M. ed. Advances in X-Ray Analysis. New York, Plenum, 1967. V. 7, p. 256-64.
- [ 29 ] DURNIN, J. & RIDAL, K.A. Determination of Retained Austenite in Steel by X-Ray Diffraction. Journal of the Iron and Steel Institute, 206: 60-7, Jan. 1968.
- [ 30 ] BASU, R.K. et alii. Quantitative Estimation of Austenite and Martensite in Textured Steels by X-Ray Diffraction. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON INDUSTRIAL METALLURGY, Bangalore, India, 9-13 May 1972. Bangalore, Indian Institut of Science , 1974. p.210-4.
- [ 31 ] PHILIPS GLOEILAMPENFABRIEKEN. The Determination of Retained Austenite by Quantitative X-Ray Diffraction. Eindhoven, s.d. (Phillips Scientific Reports).
-

- [ 32 ] CULLITY, B.D. Elements of X-Ray Diffraction. Reading, Mass., Addison-Wesley, 1967.
- [ 33 ] TAYLOR, A. X-Ray Metallography. New York, John Wiley, 1961.
- [ 34 ] COHEN, J.B. Diffraction Methods in Materials Science. New York, Macmillan, 1966.
- [ 35 ] WARREN, B.E. X-Ray Diffraction. Reading, Mass., Addison-Wesley, 1969.
- [ 36 ] JOINT COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS. Powder Diffraction File; inorganic. Philadelphia, Pennsylvania, 1960 | 1967.
- [ 37 ] AZEVEDO, A.L.T & GALVÃO DA SILVA, E. Otimização da Determinação da Austenita Retida em Aços por Espectroscopia Mössbauer e Difração de Raios X. Belo Horizonte, Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Física, 1983. (Notas Técnicas e Científicas - Deptº Física-ICEX-UFMG|3|83).
- [ 38 ] PUGH, E.M. & WINSLOW, G.H. The Analysis of Physical Measurements. Reading, Mass., Addison-Wesley, 1966.
- [ 39 ] HELENE, O.A.M. & VANIN, V.R. Tratamento Estatístico de Dados. São Paulo, Edgard Blücher, 1981.

- [ 40 ]        INSTITUT DR. FÖRSTER. Ferrite Content Meter 1.053.  
                  Reutlingen, s.d.
- [ 41 ]        COLOMBIER, R. & HOCHMANN, J. Aciers Inoxidables,  
                  Aciers Refractaires. Paris, Dunod, 1965.
- [ 42 ]        REED-HILL, R.E. Physical Metallurgy Principles. 2.  
                  ed. New York, Van Nostrand, 1973.
- [ 43 ]        FAZANO, C.A.T.V. A Prática Metalográfica. São Paulo,  
                  Humus, 1980.
-