

CENTRO UNIVERSITÁRIO FEI
TATIANE DE ALMEIDA LOPES

**USO DE DIFRATOMERIA DE RAIOS-X NA QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO
VOLUMÉTRICA DE FASES EM AÇO INOXIDÁVEL SUPERDÚPLEX
SOLUBILIZADO**

São Bernardo do Campo

14 de fevereiro de 2017

TATIANE DE ALMEIDA LOPES

**USO DE DIFRATOMERIA DE RAIOS-X NA QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO
VOLUMÉTRICA DE FASES EM AÇO INOXIDÁVEL SUPERDÚPLEX
SOLUBILIZADO**

Relatório final apresentado ao Centro
Universitário FEI como parte dos
requisitos necessários para o Programa de
Iniciação Científica, orientado pelo Prof.
Dr. Rodrigo Magnabosco.

São Bernardo do Campo

14 de fevereiro de 2017

RESUMO

As propriedades mecânicas e de resistência a corrosão de aços inoxidáveis superdúplex tem direta dependência com a fração volumétrica das fases ferrita e austenita, e com suas composições químicas. Uma forma pouco utilizada de realizar a caracterização destas fases nesta classe de materiais é através de difração de raios-X. Assim, o presente projeto tem por objetivo avaliar a possibilidade de utilizar a difração de raios-X tanto na caracterização quanto na quantificação da fração volumétrica das fases presentes num aço inoxidável superdúplex solubilizado em três diferentes temperaturas. Na seção longitudinal houve comportamento esperado em relação ao aumento da porcentagem volumétrica conforme temperatura, além de valores muito aproximados nas técnicas DRX e estereologia e, valores menores no ferritoscópio. Na seção transversal ocorreu diferença significativa entre as técnicas e na DRX verificou decaimento inesperado, demandando novos trabalhos futuros.

Palavras-chave: Aço inoxidável superdúplex, Transformação de fases, Caracterização microestrutural, Difração de raios-X.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tabela de fatores de multiplicidade.....	19
Tabela 2 - Composição química (% peso) do aço inoxidável superdúplex a estudar.	25

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Uma célula unitária com os eixos coordenados x, y e z, mostrando os comprimentos axiais (a, b e c) e os ângulos entre os eixos (α , β e γ).....	11
Figura 2 - (a) Célula unitária CFC com esferas reduzidas mostrando o plano (110). (b) Empacotamento atômico de um plano (110) em um cristal CFC. As posições que correspondem aos átomos em (a) estão indicadas.	13
Figura 3 - (a) Célula unitária CCC com esferas reduzidas mostrando o plano (110). (b) Empacotamento atômico de um plano (110) em um cristal CCC. As posições que correspondem aos átomos em (a) estão indicadas.	14
Figura 4 - Esquema ilustrativo da lei de difração de raios-X proposta por Bragg.	15
Figura 5 - Ilustração esquemática do difratômetro de raios-X.	15
Figura 6 - Correção do parâmetro de rede proposto por Nelson e Riley de 1994.	17
Figura 7 - Gráfico da fração em volume de ferrita nas medições em massa versus a fração de ferrita obtida pelo DRX.	22
Figura 8 - O teor de ferrita obtido pelas quatro técnicas de medição.	23
Figura 9 - Medição de fração volumétrica.....	24
Figura 10 - Forno Jung e Lixadeira do Centro Universitário da FEI.	26
Figura 11 - (a) Corpos de prova na transversal com dimensões parecidas e (b) Corpos já embutidos e separados conforme categoria e temperatura.	26
Figura 12 - Comparação entre gráficos com diferentes temperaturas e seções com radiação Cu $K\alpha_1$	29
Figura 13 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1100°C e seção longitudinal e radiação Cu $K\alpha_1$	30
Figura 14 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1100°C e seção transversal e radiação Cu $K\alpha_1$	30
Figura 15 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1150°C e seção longitudinal e radiação Cu $K\alpha_1$	31
Figura 16 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1150°C e seção transversal e radiação Cu $K\alpha_1$	31
Figura 17 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1200°C e seção longitudinal e radiação Cu $K\alpha_1$	32

Figura 18 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1200°C e seção transversal e radiação Cu K α 1.....	32
Figura 19 - Parâmetro de rede a da austenita em função de diferentes temperaturas.....	33
Figura 20 - Parâmetro de rede a da ferrita em função de diferentes temperaturas.....	34
Figura 21 - Fração volumétrica de ferrita obtida por DRX, sem correção.....	35
Figura 22 - Fração volumétrica de ferrita obtida por DRX, com correção.	35
Figura 23 - Porcentagem de ferrita por ferritoscópio.	36
Figura 24 - Fração volumétrica segundo a estereologia quantitativa na seção transversal.	37
Figura 25 - Imagens do AnalySIS docu: (a) temperatura 1100°C na seção longitudinal, (b) temperatura 1100°C na seção transversal, (c) temperatura 1150°C na seção longitudinal, (d) temperatura 1150°C na seção transversal (e) temperatura 1200°C na seção longitudinal e, (f) temperatura 1200°C na seção transversal.....	38
Figura 26 - Comparação entre ferritoscópio, DRX e estereologia quantitativa na seção longitudinal.....	39
Figura 27 - Comparação entre ferritoscópio, DRX e estereologia quantitativa na seção transversal.....	39

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	9
1.1	SISTEMAS CRISTALINOS	11
1.1.1	Direções Cristalográficas	12
1.1.2	Planos Cristalográficos.....	12
1.1.3	Arranjo Atômico	13
1.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	14
1.2.1	Classificação do sistema cristalino.....	16
1.2.2	Correção	16
1.2.3	Fator de Estrutura.....	18
1.2.4	Fator de Multiplicidade, Lorentz-Polarização.....	18
1.2.5	Fator Temperatura ou Debye-Waller (DWF).....	19
1.2.6	Fator de Espalhamento Atômico.....	20
1.3	ESTADO DA ARTE DA CARACTERIZAÇÃO POR DRX NO GRUPO DE PESQUISA DA FEI.....	21
1.4	ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA	23
2	METODOLOGIA	25
2.1	TRATAMENTO TÉRMICO	25
2.2	EMBUTIMENTO	26
2.3	POLIMENTO.....	27
2.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	27
2.5	FERRITOSCOPIA.....	27
2.6	ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA	27
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
3.1	DIFRATOGRAMAS	29
3.2	CÁLCULO DO PARÂMETRO DE REDE.....	33
3.3	FRAÇÃO VOLUMÉTRICA SEGUNDO DRX.....	34
3.4	FERRITOSCÓPIO.....	36
3.5	ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA	36
3.6	ANÁLISE COMPARATIVA DOS RESULTADOS DE QUANTIFICAÇÃO. ...	38
4	CONCLUSÕES	41
	REFERÊNCIAS	42
	ANEXO A – CARTÃO – REFERÊNCIA DO ICDD PARA FERRITA.	45

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Os aços inoxidáveis são ligas ferrosas que possuem composição química de no mínimo 11% de cromo em solução sólida, com a capacidade de formar uma película superficial aderente, denominada película passiva, que apresenta como propriedades principais ser não porosa e auto regenerativa. Esta película blindo o aço contra a ação de componentes corrosivos (atmosfera, meios aquosos ou orgânicos) e assim garante grande resistência a corrosão, tão maior quanto maior o teor de Cr e de elementos auxiliares, como o Mo e o N (SEDRIKS, 1996).

Aços inoxidáveis dúplex (AID) apresentam em sua microestrutura duas fases dúcteis, ferrita e austenita, com uma proporção de cada fase de cerca de 50%.

Os AID têm como principal vantagem, em comparação com aços austeníticos e aços inoxidáveis ferríticos, a excelente combinação de alta resistência mecânica e resistência à corrosão com elevadas conformabilidade e soldabilidade (MARTIN et al, 2013).

A alta resistência mecânica e a alta resistência à corrosão justificam a crescente aplicação destes materiais nos setores químico e petroquímico. As boas propriedades dos aços dúplex são atribuídas à microestrutura de proporções praticamente iguais de ferrita e austenita, como já dito, além de adições dos elementos de liga como Cr, Mo e N (TAVARES et al., 2006).

A resistência equivalente à corrosão por pite ($PREN = [\%Cr] + 3,3.[\%Mo] + 16.[\%N]$) dos aços inoxidáveis dúplex varia de 35 a 40 e suas aplicações são limitadas em função dessa propriedade. Os aços inoxidáveis superdúplex reúnem todos os pré-requisitos dos aços inoxidáveis dúplex, além de possuírem PREN maior que 40. Assim, estes materiais resistem mais a ataques químicos, principalmente aqueles provocados por soluções aquosas contendo íons halogênios (elementos pertencentes à 7ª família da tabela periódica), destacando-se dentre eles o íon cloreto, muito frequente na água do mar. As características mecânicas dessa categoria de material são relativamente altas, apresentam limite de escoamento superior a 480 MPa e limite de resistência superior a 650 MPa, com alongamento de 25 % mínimo. Devido a esses fatores, essas ligas ferrosas são frequentemente utilizadas como elementos estruturais e componentes rotativos nas plataformas de exploração de petróleo em mar aberto. (MARTINS, 2006).

Os processos de fabricação por conformação a quente e soldagem produzem alterações microestruturais importantes nos aços inoxidáveis dúplex e superdúplex, que

geralmente conduzem a prejuízos na tenacidade e resistência à corrosão. A formação de fase sigma (σ) é uma das transformações microestruturais indesejáveis que podem ocorrer durante a fabricação de equipamentos e componentes. Além da presença de fase σ , a fase chi (χ) e/ou nitretos de cromo (Cr_2N) em juntas soldadas são responsáveis pelo decréscimo da temperatura crítica de pite (CPT) no metal de solda dos aços e superdúplex, por exemplo (TAVARES et al., 2006).

A fase σ também fragiliza e endurece o aço. Em experimentos anteriores, o efeito de endurecimento não se revela no início da formação de fase σ , ao passo que a tenacidade é logo afetada por pequenos teores desta fase. A fase σ se forma por resfriamento contínuo e lento a partir de 1000 °C, ou por exposição isotérmica no intervalo de 600 °C a 1000 °C, sendo mais rápida na faixa de 800 °C a 900 °C. Geralmente, a fase σ aparece a partir da ferrita (δ), onde se concentram os elementos Cr e Mo que participam e favorecem a formação de σ . A reação $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$ é sugerida por diversos autores (TAVARES et al., 2006).

Assim, pesquisas são necessárias para identificar as fases com maior exatidão e por consequência prevenir as fases indesejadas. Portanto, este trabalho tem por objetivo avaliar a possibilidade de utilizar a difração de raios-X (DRX) tanto na caracterização quanto na quantificação da fração volumétrica das fases presentes num aço inoxidável superdúplex solubilizado em três diferentes temperaturas. São objetivos específicos: a possibilidade de caracterizar os parâmetros de rede das fases ferrita e austenita em função de suas composições químicas; a avaliação da viabilidade de quantificação das fases ferrita e austenita por DRX; e a avaliação da influência da seção analisada e possível textura nos resultados de DRX obtidos.

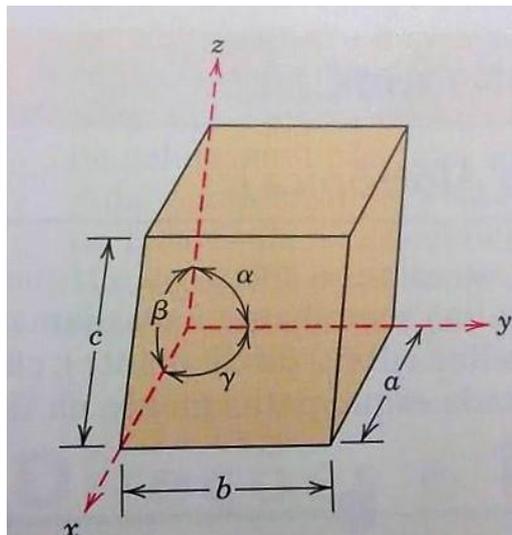
1.1 SISTEMAS CRISTALINOS

Material cristalino é um material no qual os átomos estão posicionados em um arranjo periódico ou repetitivo ao longo de grandes distâncias atômicas. Para descrever uma estrutura cristalina é usual subdividir a estrutura em pequenas unidades que se repetem, células unitárias é denominação destas unidades. As células unitárias para a maioria das estruturas cristalinas são paralelepípedos ou prismas com três conjuntos de faces paralelas (CALLISTER, 2002).

A geometria da célula unitária é a base para uma das possíveis divisões das estruturas cristalinas. Neste modelo é estabelecido um sistema de coordenadas xyz que tem sua origem localizada em um dos vértices da célula unitária, cada um dos eixos x, y e z coincide com uma das três arestas do paralelepípedo, que se estendem a partir desse vértice.

Os parâmetros de rede cristalina de uma estrutura cristalina são definidos através da geometria da célula unitária, ou seja, do comprimento das arestas e pelos ângulos entre os eixos da célula unitária, na Figura 1 abaixo, tem-se arestas representadas por a, b e c e os ângulos por α , β e γ .

Figura 1 - Uma célula unitária com os eixos coordenados x, y e z, mostrando os comprimentos axiais (a, b e c) e os ângulos entre os eixos (α , β e γ).



Fonte: CALLISTER, 2002.

Um sistema cristalino cúbico, em que a célula unitária possui geometria cúbica, apresenta como característica $a=b=c$ e $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$.

1.1.1 Direções Cristalográficas

A direção cristalográfica é determinada por uma linha entre dois pontos, ou um vetor. Há etapas que devem ser respeitadas para definição dos índices direcionais (CALLISTER, 2002):

- a) Estabelece o posicionamento do vetor de forma a que este passe através da origem do sistema de coordenadas e que tenha comprimento até um ponto de interesse que defina a direção e sentido do vetor. Conforme paralelismo mantido, qualquer vetor pode ser transladado por toda a rede cristalina sem sofrer alterações.
- b) O comprimento da projeção do vetor sobre cada um dos três eixos é medido por meio das dimensões a , b e c da célula unitária.
- c) Os parâmetros a , b e c precisam ser reduzidos para os menores valores inteiros, para tanto eles são multiplicados ou divididos por um fator comum.
- d) Os três índices não são separados por vírgulas e são colocados entre colchetes com mostrado a seguir: $[u\ v\ w]$. Os inteiros u , v , w correspondem às projeções reduzidas ao longo dos eixos x , y e z , respectivamente.

Coordenadas positivas e negativas existem nos três eixos e para representar coordenadas negativas coloca-se uma barra sobre o índice: $[\bar{u}\ v\ w]$, além disso seja qual for a direção, se esta é paralela a outra, as duas são equivalentes.

1.1.2 Planos Cristalográficos

Utilizando-se como base a célula unitária e o sistema de coordenadas com três eixos, em todo o sistema cristalino, os planos cristalográficos são especificados por três índices de Miller na forma (hkl) . Vale ressaltar que quaisquer dois planos paralelos entre si são equivalentes e possuem índices idênticos. Para tanto, os índices h , k e l são definidos conforme os passos a seguir (CALLISTER, 2002):

- a) Seleciona-se uma origem e caso o plano passe por esta origem escolhida, constrói-se outro plano paralelo no interior da célula unitária utilizando uma translação adequada. Logo, ocorrerá intercepção entre plano cristalográfico e um dos três eixos ou o plano cristalográfico será paralelo a um dos três eixos.
- b) Definido o intercepto, a distância da interseção planar e cada um dos eixos é indicada em termo dos parâmetros da rede a , b e c .

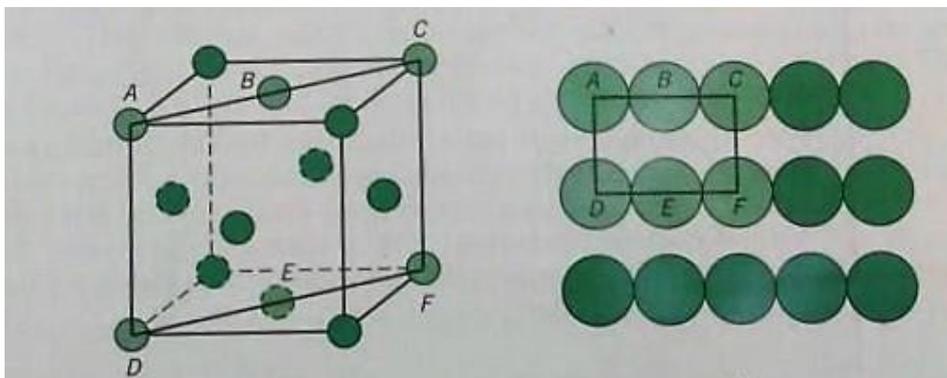
- c) Após cálculos são obtidos os valores inversos desses números. É considerado um índice igual zero caso o plano seja paralelo ao eixo, pois a interseção ocorreria no infinito.
- d) Esses três números são submetidos a multiplicação ou divisão por fator comum para obter-se um conjunto de menores números, apenas se necessário.
- e) Enfim, os índices inteiros não são separados por vírgulas e são colocados entre parênteses: (h k l).

1.1.3 Arranjo Atômico

O arranjo atômico para um plano cristalográfico, depende da estrutura cristalina, assim para os planos atômicos (110) nas estruturas cristalinas CFC e CCC tem-se as Figuras 2 e 3 que apresentam ainda, as células unitárias representadas por esferas reduzidas.

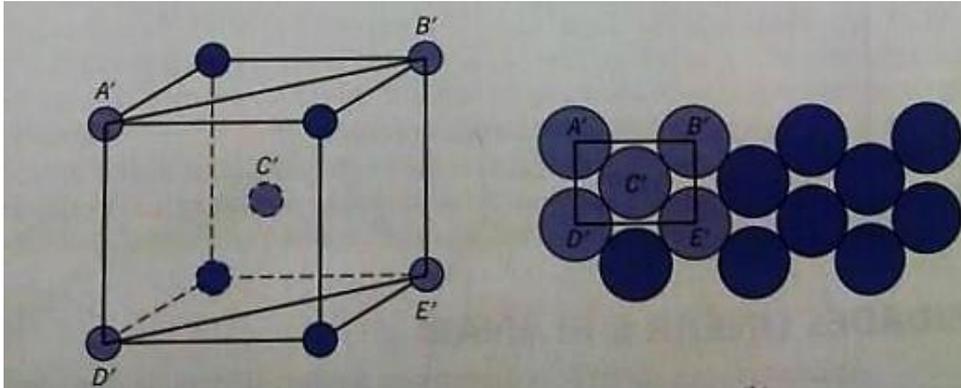
Nas Figuras 2 e 3, fica claro que o empacotamento atômico é diferente para cada caso: os círculos representam os átomos localizados nos planos cristalográficos. A equivalência cristalográfica entre planos, que gera a chamada “família” de planos, determina que planos da mesma “ família” possuem o mesmo empacotamento atômico; uma “família” é designada por índices colocados entre chaves: {123}.

Figura 2 - (a) Célula unitária CFC com esferas reduzidas mostrando o plano (110). (b) Empacotamento atômico de um plano (110) em um cristal CFC. As posições que correspondem aos átomos em (a) estão indicadas.



Fonte: CALLISTER, 2002.

Figura 3 - (a) Célula unitária CCC com esferas reduzidas mostrando o plano (110). (b) Empacotamento atômico de um plano (110) em um cristal CCC. As posições que correspondem aos átomos em (a) estão indicadas.



Fonte: CALLISTER, 2002.

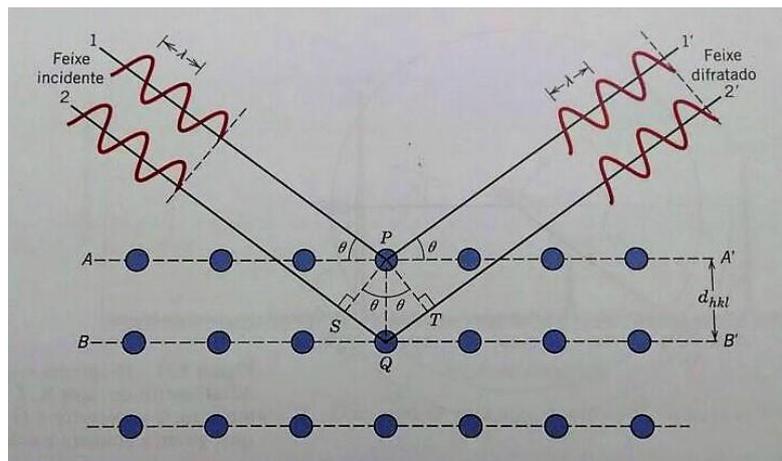
1.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A difração de raios-X (DRX) possibilita a determinação de parâmetros cristalográficos de fases, além de permitir a avaliação da fração volumétrica de fases presentes numa amostra. Haverá difração quando uma onda encontra uma série de obstáculos regularmente separados que são capazes de dispersá-la e que estes obstáculos têm espaçamentos comparáveis em magnitude ao comprimento de onda, lembrando que os raios-X são radiações eletromagnéticas com elevadas energias e comprimentos de onda pequenos. Quando um feixe de raios-X incide sobre um material sólido, uma fração desse feixe será dispersa em todas as direções.

A difração de um feixe de raios-X de comprimento de onda λ ocorre quando a Lei de Bragg, ilustrada na Figura 4, é satisfeita. Esta lei considera a difração de raios-X por um arranjo periódico de átomos e formula uma relação entre a distância interplanar cujos índices de Miller sejam (hkl) ($d_{(hkl)}$), a ordem de difração (n), equivalente ao ângulo de incidência e reflexão (θ) e o comprimento de onda (λ), face exposto na equação (1) abaixo.

$$d_{hkl} = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin(\theta)} \quad (1)$$

Figura 4 - Esquema ilustrativo da lei de difração de raios-X proposta por Bragg.

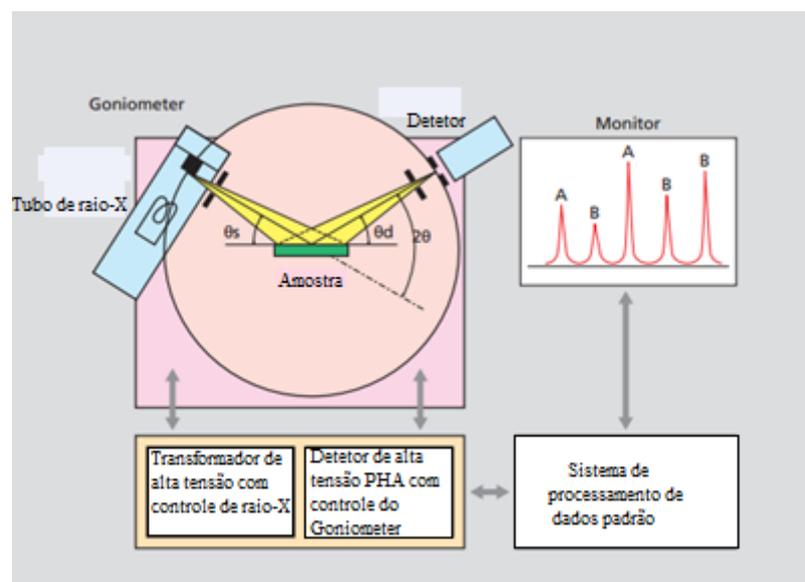


Fonte: CALLISTER, 2002.

A norma ASTM R975-13 é o critério seguido para a realização dos ensaios de difração de raios-X e, o aparelho utilizado é o difratômetro. Esta máquina determina ângulos em que ocorre a difração nas amostras, segue Figura 5 esquemática do difratômetro de raios-X.

O difratômetro pode utilizar o arranjo geométrico goniômetro θ - 2θ , ou geometria de Bragg-Brentano em que a amostra (*sample*, na Figura 5) é colocada de forma a possibilitar as rotações em torno de um eixo predisposto e perpendicular ao plano de varredura.

Figura 5 - Ilustração esquemática do difratômetro de raios-X.



Fonte: Autora "Adaptado de" SHIMADZU, 2016.

Para a emissão de raios-X ocorrer, anodos diferentes podem ser empregados, tais como Cu, Cr, Fe e Mo. No presente trabalho o anodo utilizado foi Cu ($\lambda = 0,154056$ nm). É importante salientar que o espectro de radiação gerado a partir do tubo de raios-X é policromático, ou seja, apresenta a radiação característica do material empregado $K\alpha$, $K\beta$, etc. Para resultados satisfatórios na análise de difração, necessita-se da aplicação de uma radiação monocromática, para remover a radiação de linha $K\beta$ e também parte do espectro contínuo emitido pelo espalhamento no anodo. Logo pode-se apresentar a radiação desta atual pesquisa como sendo radiação de Cu $K\alpha_1$.

1.2.1 Classificação do sistema cristalino

A DRX é frequentemente utilizada para determinar estruturas cristalinas. Exemplificando-se isso, tem-se o tamanho e a geometria da célula unitária que podem ser apurados a partir das posições angulares dos picos de difração, enquanto o arranjo dos átomos dentro da célula unitária está associado com as intensidades relativas dos picos. Ambas características são averiguadas nos dados extraídos pela DRX (CULLITY, 2002).

Com tantos materiais existentes, informações já pesquisadas são categorizadas em um banco de dados alimentado pelo International Center for Diffraction Data (ICDD). Neste banco de dados é ressaltado os cartões contendo as distâncias interplanares e as intensidades difratadas normalizadas (relativas a 100%) para os diversos planos (hkl) que difratam construtivamente os raios-X. É através destes cartões que, ao comparar com os difratogramas obtidos, pode-se identificar os picos.

1.2.2 Correção

Quando um feixe de raios X incide sobre um material sólido, uma fração desse feixe será dispersa em todas as direções pelos elétrons que estão associados a cada átomo ou íon que se encontra na trajetória do feixe. (CALLISTER, 2002). Além disso, há grande dificuldade na determinação do ângulo de difração θ com precisão. Logo, podem ocorrer erros, para corrigi-los os seguintes fatores: Fator de Multiplicidade, Fator de Lorentz-Polarização, Fator de Temperatura, Fator de Absorção e de Estrutura, e Fator de Espalhamento Atômico, são necessários.

É importante salientar que para o cálculo do fator de espalhamento atômico (R), utilizado para a quantificação por difração de raios-X (DRX), é necessário obter o

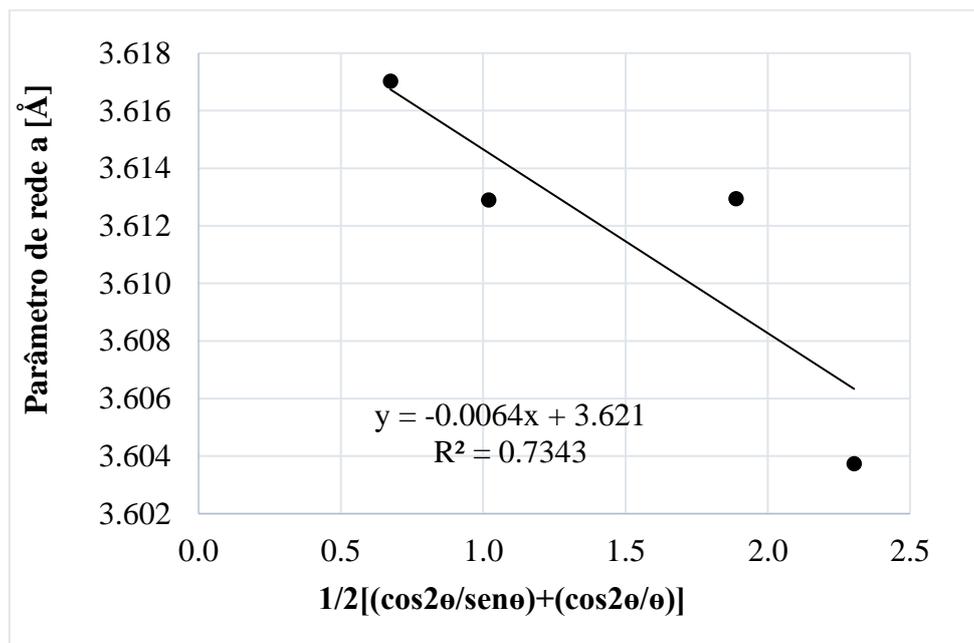
parâmetro de rede. Assim, através do parâmetro de rede, pode-se calcular o volume das células unitárias das fases presentes. Em se tratando de uma estrutura cúbica o parâmetro de rede a pode ser calculado pela equação 2 quando sabendo-se a distância interplanar $d_{(hkl)}$ da estrutura que contém o plano cristalográfico cujos índices de Miller sejam (hkl) .

$$a = d_{hkl} * \sqrt[2]{h^2 + k^2 + l^2} \quad (2)$$

Em estudos realizados por Ferezin (2016), pode-se notar que a correção que torna este trabalho mais preciso é a de Nelson-Riley de 1944, por considerar erros devidos à absorção, permitir maior precisão na determinação dos parâmetros de rede de amostras padrão e, por isso tem sido usada na determinação de parâmetros de rede nas DRX realizadas. O método consiste em traçar gráfico dos parâmetros de rede a , a exemplo da Figura 6, obtidos com o uso da equação (2) usando diferentes planos (hkl) , em função do parâmetro de correção $PC_{(N-R)}$ dado pela equação (3).

$$PC_{(N-R)} = \frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2(\theta)}{\sin(\theta)} + \frac{\cos^2(\theta)}{\theta} \right) \quad (3)$$

Figura 6 - Correção do parâmetro de rede proposto por Nelson e Riley de 1994.



Fonte: Autora, 2016.

1.2.3 Fator de Estrutura

Cullity (2001), ressalta que o fator de estrutura F é proporcional ao fator de espalhamento atômico f , normalmente apresentado em função de $(\sin \theta/\lambda)$. O valor de f é encontrado segundo a função da composição química em fração atômica da fase, considerando-se assim o efeito de todos os elementos presentes. Com o valor de f ponderado, calcula-se o valor do fator de estrutura F da seguinte forma:

- 1) Para estruturas CCC, $F(hkl) = 2f$ se $(h+k+l)$ resultar em número par, ou $F(hkl) = 0$ se $(h+k+l)$ resultar em número ímpar.
- 2) Para estruturas CFC, $F(hkl) = 4f$ se $(h+k)$, $(h+l)$ e $(k+l)$ resultarem em número par, ou $F(hkl) = 0$ se as somas dos pares resultarem em números mistos.

1.2.4 Fator de Multiplicidade, Lorentz-Polarização

Sabe-se que alguns planos, com mesma distância interplanar, difratam no mesmo pico conforme a célula unitária e sua estrutura cristalizada, dando origem ao fator de multiplicidade, que pode ser observado, conforme o caso, na Tabela 1.

Tabela 1 - Tabela de fatores de multiplicidade.

Sistema cristalográfico	Fator de multiplicidade por tipo de plano						
Cúbico	$\frac{hkl}{48^*}$	$\frac{hkl}{24}$	$\frac{0kl}{24^*}$	$\frac{0kk}{12}$	$\frac{hhh}{8}$	$\frac{00l}{6}$	
Hexagonal e romboédrico	$\frac{hk.l}{24^*}$	$\frac{hk.l}{12^*}$	$\frac{0k.l}{12^*}$	$\frac{hk.0}{12^*}$	$\frac{hh.0}{6}$	$\frac{0k.0}{6}$	$\frac{00.l}{2}$
Tretragonal	$\frac{hkl}{16^*}$	$\frac{hhl}{8}$	$\frac{0kl}{8}$	$\frac{hk0}{8^*}$	$\frac{hh0}{4}$	$\frac{0k0}{4}$	$\frac{00l}{2}$
Ortorrômbico	$\frac{hkl}{8}$	$\frac{0kl}{4}$	$\frac{h0l}{4}$	$\frac{hk0}{4}$	$\frac{h00}{2}$	$\frac{0k0}{2}$	$\frac{00l}{2}$
Monoclínico	$\frac{hkl}{4}$	$\frac{h0l}{2}$	$\frac{0k0}{2}$				
Triclínico	$\frac{hkl}{2}$						

Fonte: Autora "Adaptado de " CULLITY, 2001.

* Estes são os fatores de multiplicidade habituais. Em alguns cristais, os planos que possuem estes índices compreendem duas formas com o mesmo espaçamento, mas fator de estrutura diferente, e o fator de multiplicidade para cada forma é metade do valor dado acima.

O fator de Lorentz-Polarização é calculado pela equação (4). Este fator é considerado para a correção na estimativa da intensidade.

$$LP_{(hkl)} = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta) \cdot \cos(\theta)} \quad (4)$$

1.2.5 Fator Temperatura ou Debye-Waller (DWF)

A vibração térmica de um átomo faz com que este não fique alojado fixamente no local previsto, vibrando em torno de uma posição média, e tais vibrações e suas amplitudes geram crescimento na temperatura. O aumento de temperatura influencia no

aumento da amplitude, o que resulta na expansão das células unitárias (alterando a distância interplanar), diminuir a intensidade do feixe difratado e aumentar o background (resultante do espalhamento coerente) (CULLITY, 2001).

A equação (5) expressa o fator Debye-Waller (DWF), ou fator temperatura, em função do ângulo dos Bragg θ e do comprimento de onda do tubo emissor (λ). Já o a constante -0.71 decorre da norma ASTM E 975-13.

$$DWF_{(hkl)} = e^{-0.71 * \left(\frac{\text{sen}(\theta)}{\lambda}\right)^2} \quad (5)$$

1.2.6 Fator de Espalhamento Atômico

A existência de rugosidade na superfície dos aços proporciona a redução da intensidade das reflexões dos Bragg em baixos ângulos de espalhamento. A correção é necessária, pois amostras com alta absorção sofrem maior influência da rugosidade, e isso pode afetar os fatores de temperatura, tornando-os negativos na refinação da estrutura cristalina.

Moser et al. (2014), propõe a seguinte equação (6) para o cálculo do fator de R do material:

$$R_{(hkl)} = \frac{F^2 * p * LP * DWF}{v^2} \quad (6)$$

Sabendo-se que, hkl é o índice de Miller que indexa o plano ao qual o R corresponde; v é o volume da célula unitária; F o fator de estrutura; p o fator de multiplicidade, LP é o fator de multiplicidade, Lorentz-Polarização, e DWF é o fator de temperatura de Debye–Waller.

A quantificação das fases correspondentes aos picos encontrados é feita através da consideração em relação aos grãos que são declarados como randomicamente orientados, sendo a intensidade integrada de determinada fase α , num sistema que contém fase α e uma fase γ , proporcional à fração volumétrica V_α , como exposto na equação (7) (MOSER et al., 2014):

$$V_{\alpha} = \frac{\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I_{\alpha}}{R_{\alpha}}}{\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I_{\alpha}}{R_{\alpha}} + \frac{1}{m} \sum_{m=1}^m \frac{I_{\gamma}}{R_{\gamma}}} \quad (7)$$

Considerando-se:

I= intensidade integrada;

R= fator de espalhamento;

V_{α} =fração volumétrica;

n= número de picos de difração;

m= número de picos referentes à fase γ .

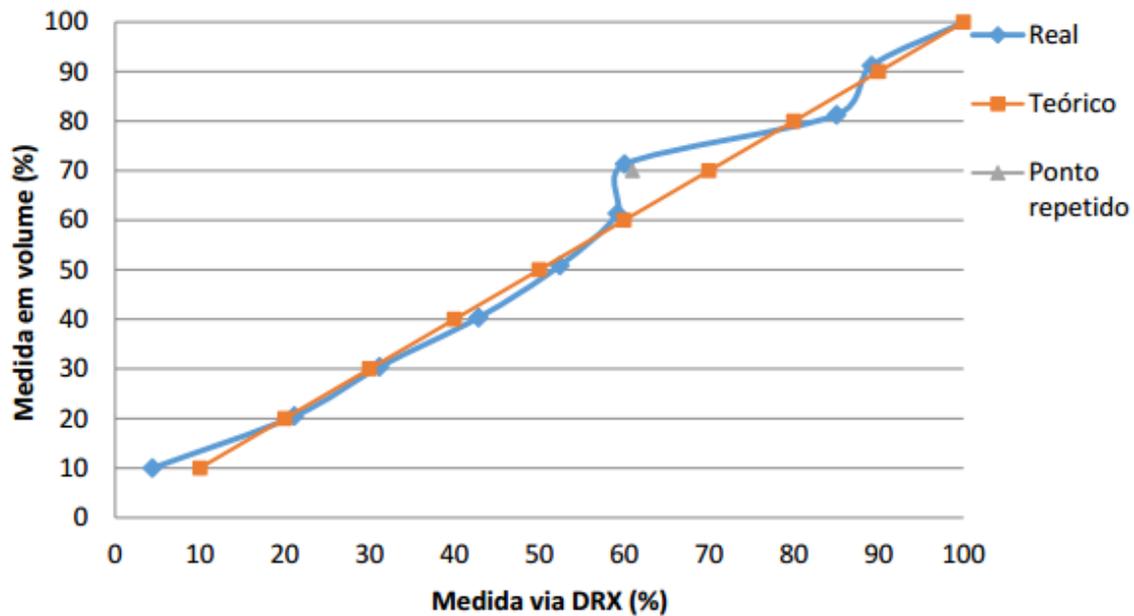
1.3 ESTADO DA ARTE DA CARACTERIZAÇÃO POR DRX NO GRUPO DE PESQUISA DA FEI

O difratômetro de raios-X Shimadzu XRD-7000 foi adquirido pelo Centro Universitário FEI em 2010, e após isso vários estudos foram realizados na área de materiais e com o foco em aços inoxidáveis, chegando-se a conclusões importantes que constituem em um ponto de partida para a presente pesquisa.

Spomberg (2010) comprovou que em aço inoxidável dúplex há uma tendência concordante e resultados mais próximos para maiores temperaturas de solubilização nas metodologias de quantificação de fase ferrita por difratometria e por estereologia quantitativa.

Sorrentino (2015) realizou estudo com pó de ferrita e austenita simulando uma liga inoxidável dúplex sem a presença da textura e constatou um desvio considerado de dados entre 60% e 80% em relação ao que era esperado da fração volumétrica de ferrita no método da DRX, como é mostrado na Figura 7.

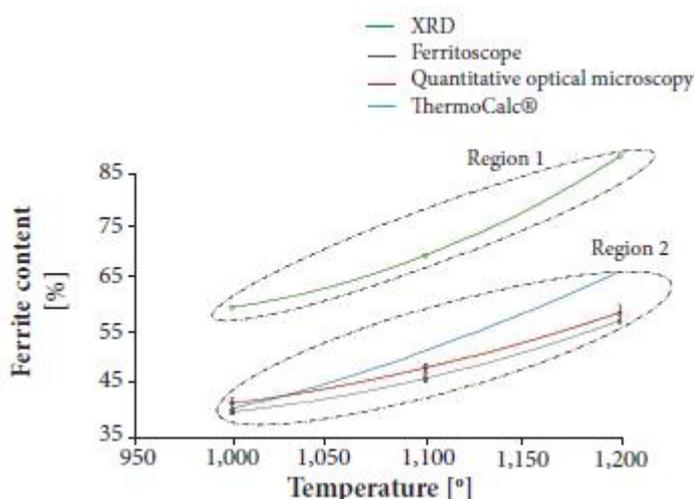
Figura 7 - Gráfico da fração em volume de ferrita nas medições em massa versus a fração de ferrita obtida pelo DRX.



Fonte: SORRENTINO, 2015.

Forgas-Jr. et al. (2016), observou que o procedimento de quantificação de fases por DRX é mais sensível a textura apresentada em aço inoxidável dúplex. Colocou-se como parâmetro as simulações de Thermo-Calc®, método que não considera a textura e o tamanho de grão, foi comparado com três técnicas: a DRX, ferritoscópio, metalografia em microscópio óptico. Na Figura 8, é visível a extrapolação nos valores de DRX, já os outros métodos obtiveram dados próximos aos das simulações de Thermo-Calc®. Outra observação é que conforme a temperatura aumenta há um aumento na fração volumétrica de ferrita, ainda segundo figura 8.

Figura 8 - O teor de ferrita obtido pelas quatro técnicas de medição.



Fonte: FORGAS-JR et al., 2016.

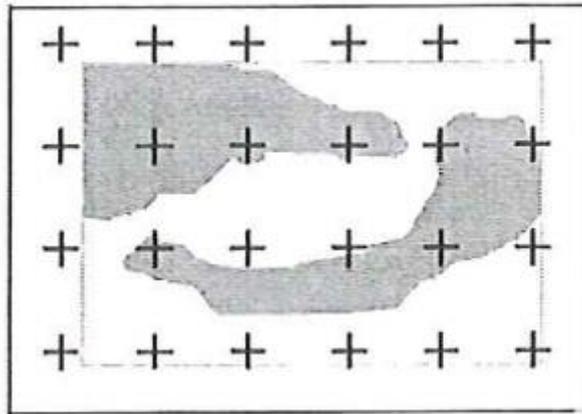
1.4 ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA

Em 1958, Saltykov introduziu o termo “metalografia estereométrica”, que evoluiu, por sugestão de Elis em 1961, para a terminologia atualmente preferida de “estereologia quantitativa”. Esta é definida como: o conjunto de métodos para exploração do espaço tridimensional a partir da disponibilidade de seções bidimensionais através de corpos sólidos, ou de projeções sobre uma superfície. Logo a estereologia define-se por obter conclusões sobre características volumétricas da microestrutura pela interpretação de medidas executadas sobre uma seção plana. (MANNHEIMER, 2002).

É necessário a utilização de microscópio de medição para realizar as quantificações. Geralmente os parâmetros a serem medidos incluem tamanho de grão, fração volumétrica e espaçamento interlamelar, no caso do presente estudo, a fração volumétrica foi a medição aferida. Alguns cuidados são necessários, tais como o aumento adequado da imagem usada na medida, preocupações com a amostragem, além da aleatoriedade empregada na superfície estudada.

As medições estereográficas são, usualmente, realizadas através da superposição de grades de referência sobre as imagens no microscópio. No caso da fração volumétrica é disposto uma grade de pontos sobre a seção, e contando os pontos coincidentes com a estrutura de interesse, como visto na Figura 9.

Figura 9 - Medição de fração volumétrica.



Fonte: MANNHEIMER, 2002.

Observa-se que para que haja a quantificação dos pontos, os elementos diferentes devem estar em cores diferentes e para tanto na presente pesquisa utilizou-se o ataque químico Behara modificado.

No caso do reativo Behara modificado, a formação de uma película, na superfície da amostra, proveniente de óxidos confere contraste de cores entre a ferrita e a austenita (MANNHEIMER, 2002).

2 METODOLOGIA

O material para o experimento foi concedido pela empresa Villares Metals, na forma de uma barra cilíndrica de 82 mm de diâmetro e 3 metros de comprimento de aço superdúplex UNS S32750, que foi obtida através do processo de fusão em forno elétrico a arco, posteriormente laminada, e submetida ao tratamento térmico de solubilização a 1120°C por 1,5h e resfriamento em água. A composição química do material encontra-se na Tabela 2 abaixo.

Tabela 2 - Composição química (% peso) do aço inoxidável superdúplex a estudar.

Cr	Ni	Mo	N	C	Mn	Si	W	Cu	Fe
25,17	6,88	3,61	0,25	0,01	0,60	0,40	0,69	0,58	bal.

Fonte: Autora, 2016.

2.1 TRATAMENTO TÉRMICO

Uma seção circular e de espessura aproximada de 15 mm foi retirada da barra inicial e, posteriormente cortada em três tiras de seção retangular. Cada tira foi tratada com temperaturas diferentes, porém com a mesma duração, de 4 horas, no forno Jung do Centro Universitário da FEI em todos os tratamentos. A primeira tira permaneceu na temperatura de 1100 °C, a segunda tira ficou na temperatura de 1150 °C e a terceira foi mantida à 1200 °C. Todas as amostras foram resfriadas em água e após isso as tiras foram lixadas para a remoção da camada de óxido formada pelas altas temperaturas. Essa remoção foi realizada a fim de prevenir futuras interferências da camada oxidada nos experimentos posteriores. O forno Jung e a lixadeira utilizada estão mostrados na Figura 10.

Figura 10 - Forno Jung e Lixadeira do Centro Universitário da FEI.



Fonte: Autora, 2016.

2.2 EMBUTIMENTO

Cada tira foi dividida em quatro corpos de prova com dimensões aproximadas e separadas em duas categorias, dois para transversal e dois para longitudinal (vide Figura 11a). Os corpos de prova transversais foram embutidos de forma que o sentido transversal da peça originalmente cortada ficasse exposta para análise, ocorrendo o mesmo com os longitudinais. Assim cada tira de dada temperatura tem dois corpos de prova transversal e dois corpos de prova longitudinal, como visto na Figura 11b.

Figura 11 - (a) Corpos de prova na transversal com dimensões parecidas e (b) Corpos já embutidos e separados conforme categoria e temperatura.



Fonte: Autora, 2016.

2.3 POLIMENTO

Após embutimento e, utilizando-se da politriz automática STRUERS ABRAMIN, os corpos de provas foram lixados com granulações de #220, #320, #400, e #600, para então realizar o polimento usando-se pasta de diamante de diâmetros 6 μm , 3 μm e 1 μm . A água foi utilizada como fluido lubrificante nas etapas de lixamento e o álcool, nas etapas de polimento.

2.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Todas as amostras foram analisadas no difratômetro de raios-X Shimadzu XRD-7000, utilizando-se radiação de Cu $K\alpha_1$ ($\lambda=0,15406$ nm, com utilização de cristal monocromador), com varredura de $40^\circ < 2\theta < 100^\circ$, para visualizar dos picos de difração. Observa-se que o passo usado foi de $0,02^\circ$, e taxa de varredura de $0,5^\circ/\text{min}$.

Cada amostra foi submetida cinco vezes no DRX para comprovar os resultados obtidos.

2.5 FERRITOSCOPIA

Para obtenção da fração de fase magnética das amostras, foram realizadas 10 medidas aleatórias com o ferritoscópio FISCHER modelo MP30 em cada amostra. Utiliza-se o ferritoscópio de forma a primeiro calibrar o equipamento com o conjunto de padrões e, depois encostar a ponta de leitura na amostra, para obter o teor de ferrita, sendo possível ainda, verificar a média e o desvio padrão das medidas.

2.6 ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA

Após as amostras serem polidas, estas foram atacadas quimicamente com reagente Behara modificado composto de 100 ml de solução HCl (10%) e proporção de um grama de metabissulfito de potássio para dois gramas de bifluoreto de amônio. Posteriormente foi realizado análise micrográfica, feita em microscópio ótico, e quantificação de fases utilizando-se o software de análise de imagens AnalySIS docu.

No software AnalySIS docu cada corpo de prova foi analisado segundo vinte figuras, das quais a tonalidade de cinza era destacada conforme fase, sendo a tonalidade

destacada através do contorno das fases. Para cada imagem, o software dá como resultado uma porcentagem de ferrita, fase escolhida para análise e, com as vinte imagens foi feita a média e desvio padrão de cada corpo de prova.

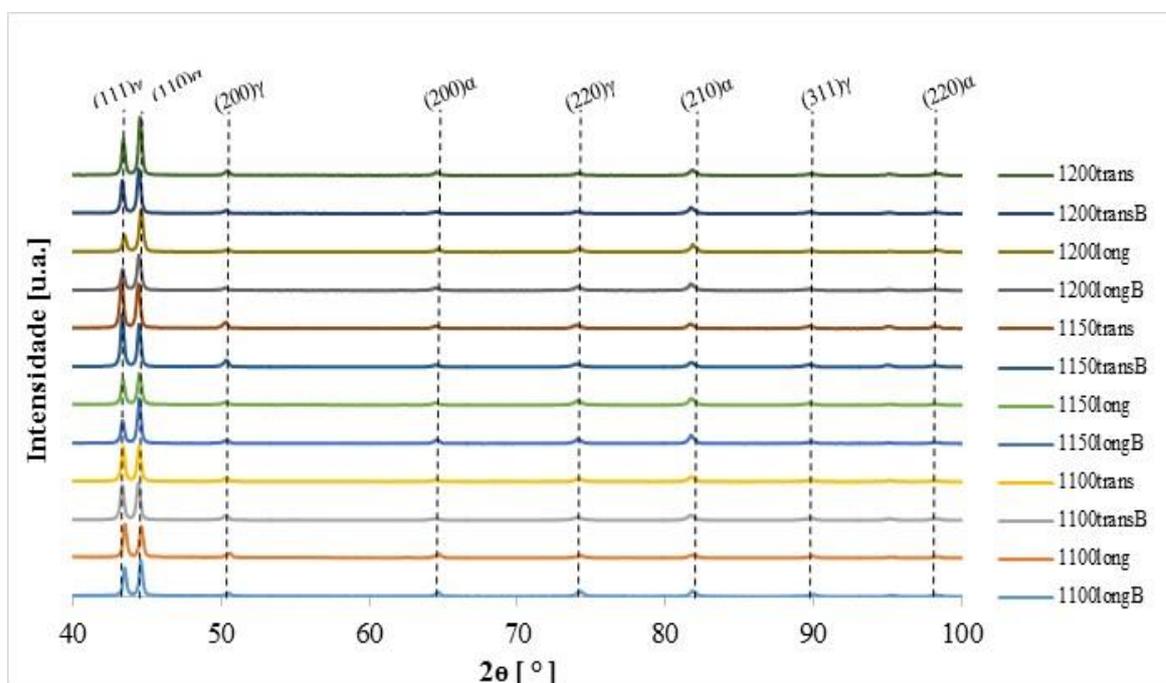
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados referentes ao aço superdúplex UNS S32750 serão apresentados e discutidos a seguir. Os difratogramas de raios-X com radiação Cu K α 1 ($\lambda= 0,15406$ nm) tiveram a ferrita identificada pela comparação com o cartão ICDD contido no anexo A, do aço AISI 410-L, e com o cartão ICDD contido no anexo B, do aço AISI 304 para a identificação da austenita. Ressalta-se, ainda, que cada amostra teve no mínimo cinco ensaios na DRX.

3.1 DIFRATOGRAMAS

A Figura 12 apresenta a comparação de todas as amostras do primeiro ensaio e o gráfico demonstra a intensidade em função dos ângulos θ . Praticamente todos os picos têm a mesma tendência, indicando que todas as amostras, em todas as condições estudadas, são compostas por ferrita e austenita.

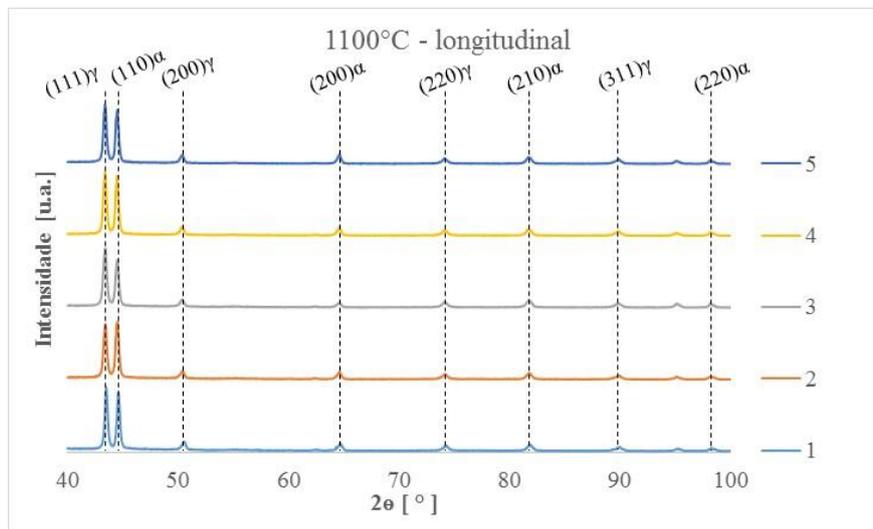
Figura 12 - Comparação entre gráficos com diferentes temperaturas e seções com radiação Cu K α 1.



Fonte: Autora, 2016.

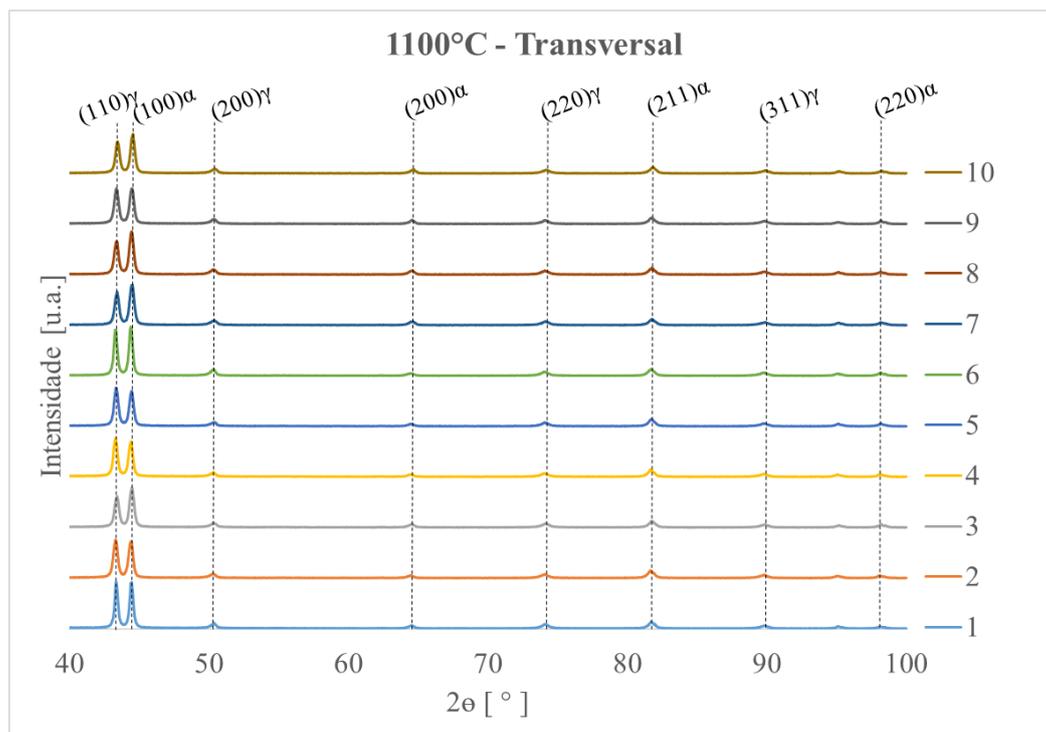
Pode-se ver cada uma das amostras analisadas a seguir, separadamente, nas Figuras 13 a 18. Confirma-se, em maior detalhe, que as únicas fases presentes nas amostras são ferrita e austenita.

Figura 13 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1100°C e seção longitudinal e radiação Cu K α 1.



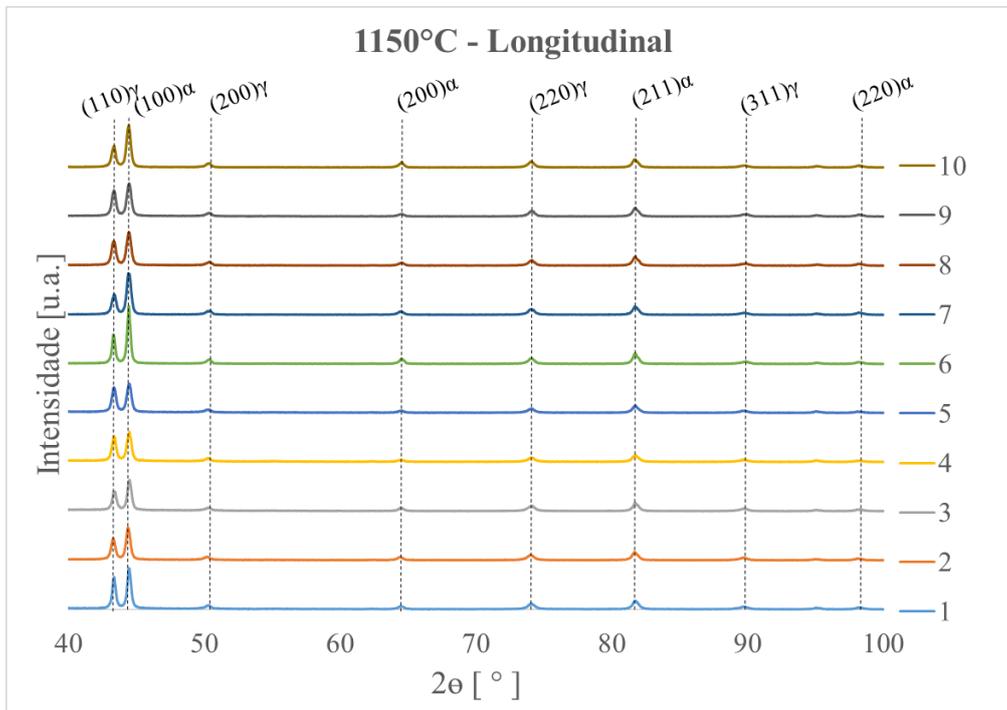
Fonte: Autora, 2016.

Figura 14 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1100°C e seção transversal e radiação Cu K α 1.



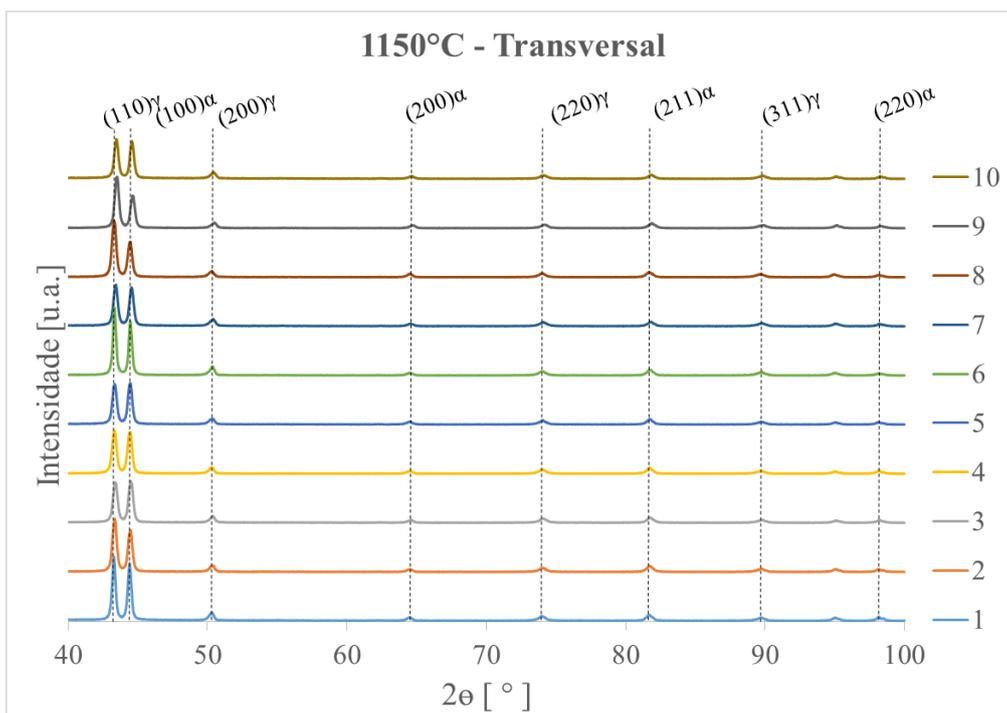
Fonte: Autora, 2016.

Figura 15 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1150°C e seção longitudinal e radiação Cu K α 1.



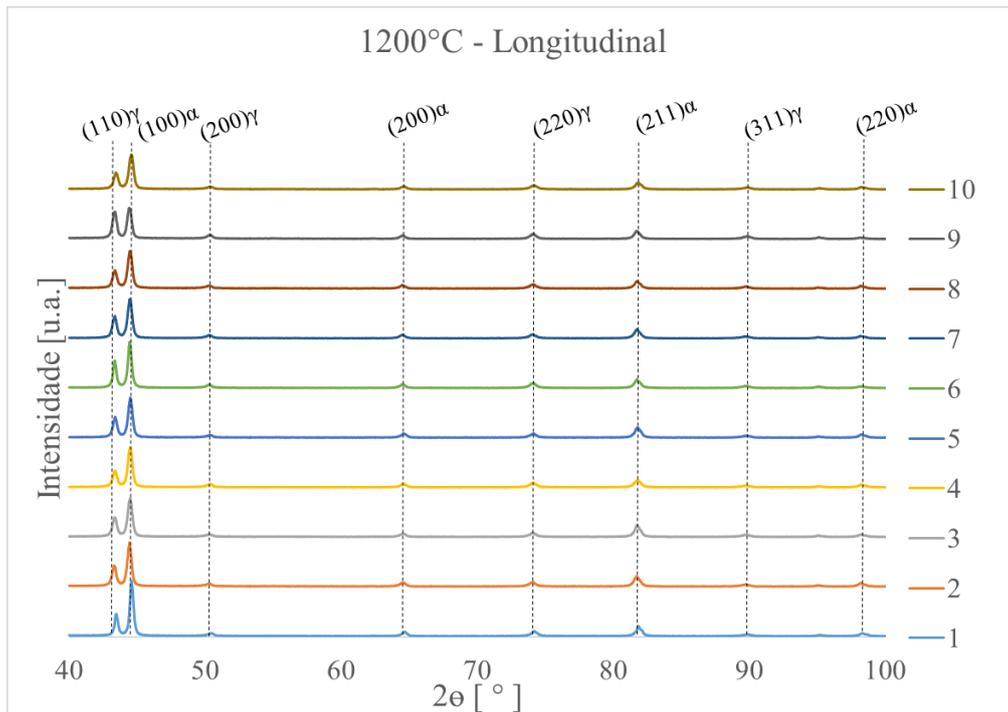
Fonte: Autora, 2016.

Figura 16 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1150°C e seção transversal e radiação Cu K α 1.



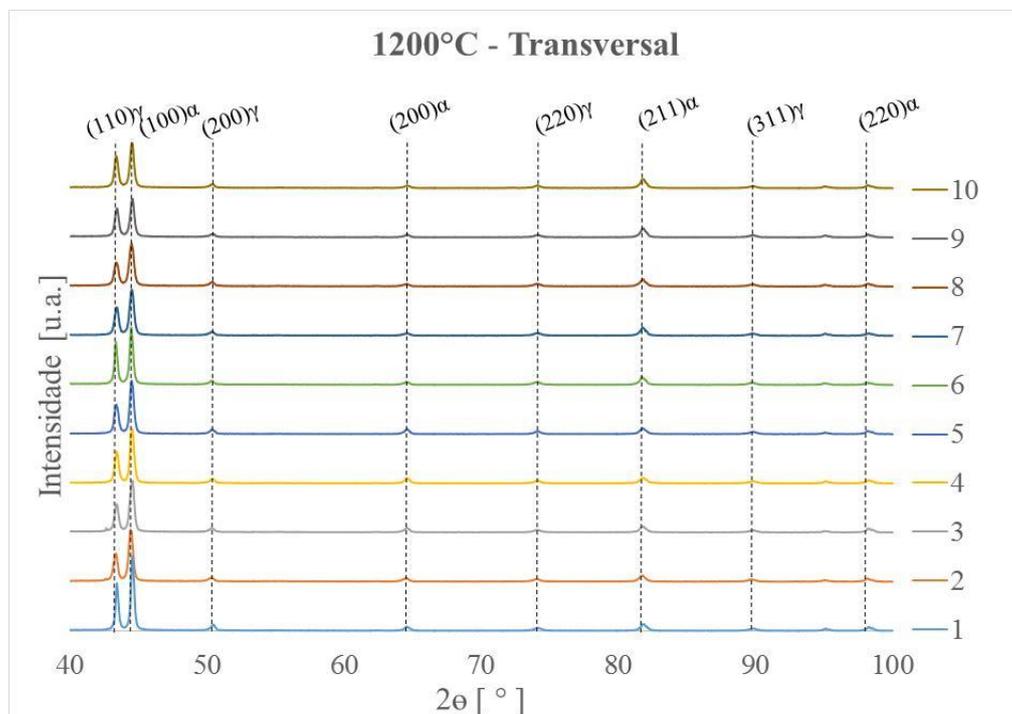
Fonte: Autora, 2016.

Figura 17 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1200°C e seção longitudinal e radiação Cu K α 1.



Fonte: Autora, 2016.

Figura 18 - Comparação entre gráficos dos ensaios da amostra com 1200°C e seção transversal e radiação Cu K α 1.

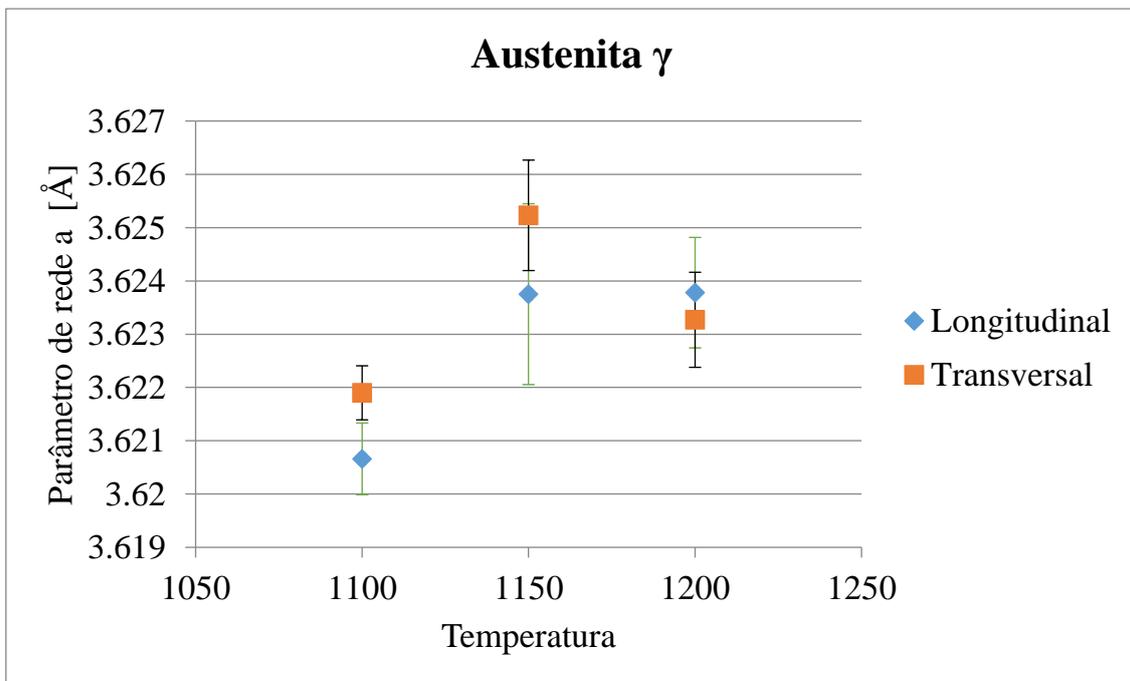


Fonte: Autora, 2016.

3.2 CÁLCULO DO PARÂMETRO DE REDE

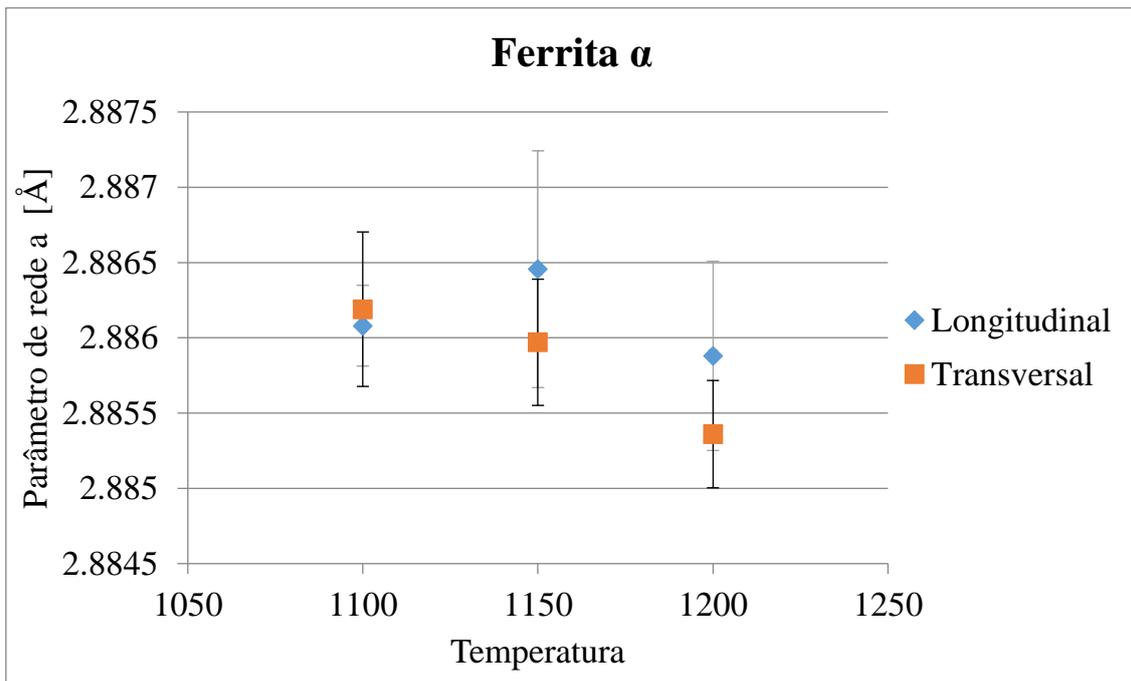
O parâmetro de rede a foi calculado através da extrapolação de Nelson-Riley já vista na equação (3). Houve pouca modificação dos valores conforme a temperatura, como é mostrado na Figura 19, em relação a austenita e, Figura 20 em relação a ferrita. Esta reação das amostras já era esperada, afinal o cálculo do parâmetro de rede a depende apenas das distâncias interplanares $d_{(hkl)}$ da estrutura que contém o plano cristalográfico cujos índices de Miller sejam (hkl) e dos próprios índices, vide equação (2), e estas dependem da composição química das fases, que pouco devem se alterar no intervalo de temperaturas estudado.

Figura 19 - Parâmetro de rede a da austenita em função de diferentes temperaturas.



Fonte: Autora, 2016.

Figura 20 - Parâmetro de rede a da ferrita em função de diferentes temperaturas.



Fonte: Autora, 2016.

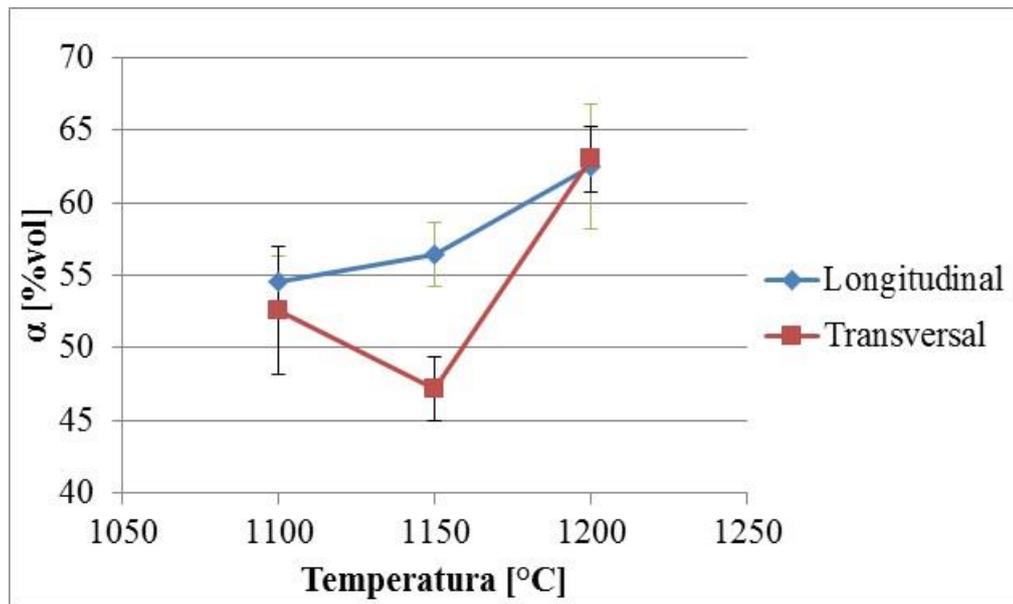
Com cada parâmetro de rede a , com o fator Lorentz-polarização segundo a equação (4), com o fator de espalhamento atômico (R) de cada plano e seguido pela divisão da intensidade (I) pelo fator de espalhamento atômico (R), somou-se todas as divisões conforme ângulo proveniente da fase estudada. Essa soma foi usada segundo a equação (7) para obter-se a fração volumétrica. Portanto, o parâmetro de rede a é uma das partes importantes para o cálculo da fração volumétrica, e a pequena variação do parâmetro de rede a credita confiabilidade aos resultados da fração volumétrica.

3.3 FRAÇÃO VOLUMÉTRICA SEGUNDO DRX

A fração volumétrica foi obtida segundo a equação (7), na qual o fator de espalhamento (R) depende diretamente do parâmetro de rede a apresentado no item anterior.

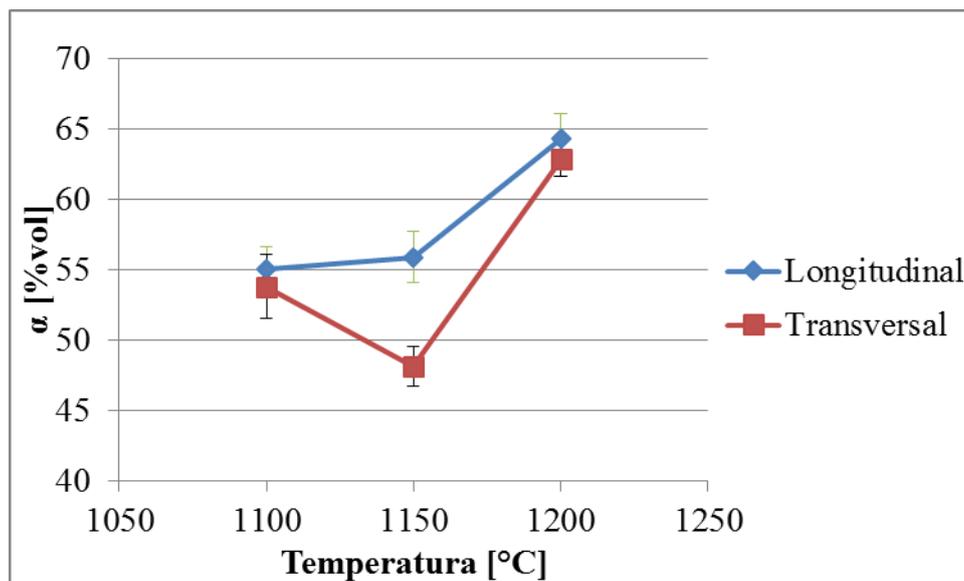
De posse de todos os valores, foi criada a Figura 21, e após análise destes, os dados discrepantes foram retirados para constatar se haveria queda no desvio padrão de forma significativa, gerando a Figura 22.

Figura 21 - Fração volumétrica de ferrita obtida por DRX, sem correção.



Fonte: Autora, 2016.

Figura 22 - Fração volumétrica de ferrita obtida por DRX, com correção.



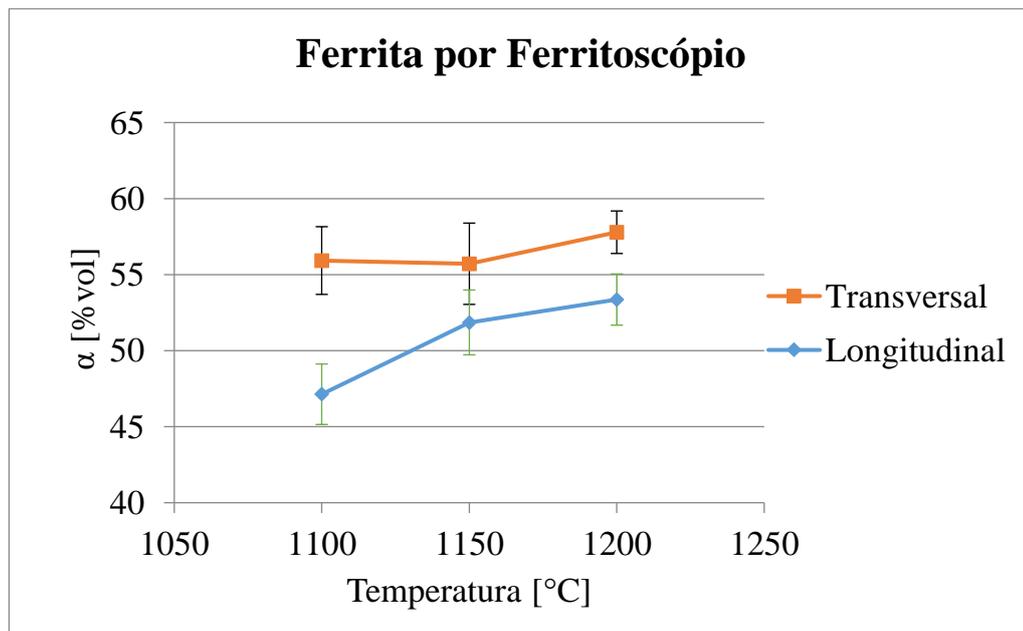
Fonte: Autora, 2016.

Analisando-se as médias e desvios-padrão, apenas nas amostras com temperatura de 1100°C e seção transversal e temperatura de 1200°C e seção longitudinal, a retirada de alguns poucos dados discrepantes se mostrou válida com o propósito de diminuir o desvio padrão. Nas outras amostras a mudança é insignificante e por isso não justifica a retirada.

3.4 FERRITOSCÓPIO

A análise da fração volumétrica de ferrita por ferritoscópio foi realizada com o objetivo de comprovar a equiparação entre a quantificação por difratometria, e os valores obtidos pelo ferritoscópio. A Figura 23 mostra os valores segundo a técnica com ferritoscópio.

Figura 23 - Porcentagem de ferrita por ferritoscópio.

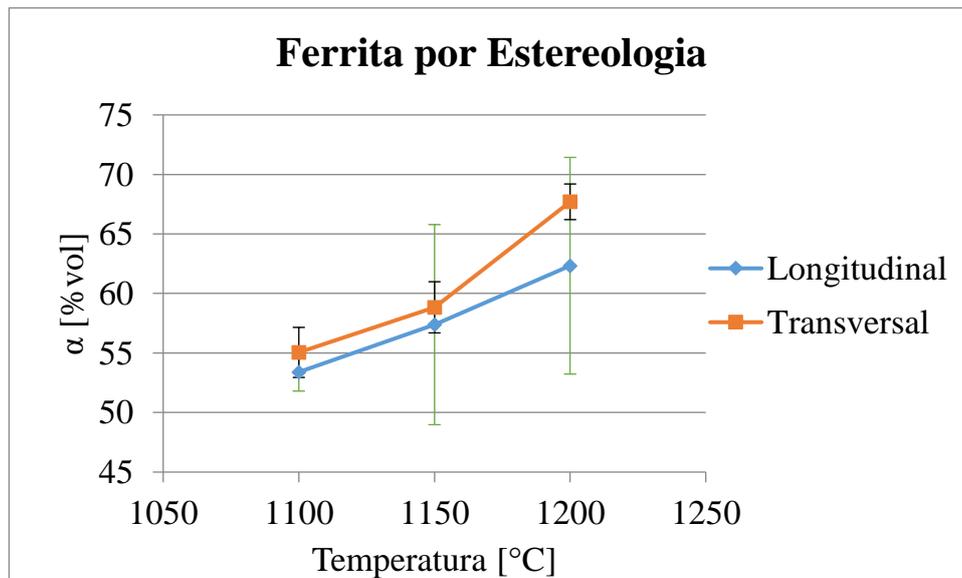


Fonte: Autora, 2016.

3.5 ESTEREOLOGIA QUANTITATIVA

Para melhor comparação dos resultados encontrados no DRX e no ferritoscópio, fez-se estereologia quantitativa através do ataque Behara modificado. Na Figura 24, é visto o aumento da fração volumétrica de ferrita com o aumento da temperatura, já esperado segundo Forgas-Jr. et al. (2016).

Figura 24 - Fração volumétrica segundo a estereologia quantitativa na seção transversal.



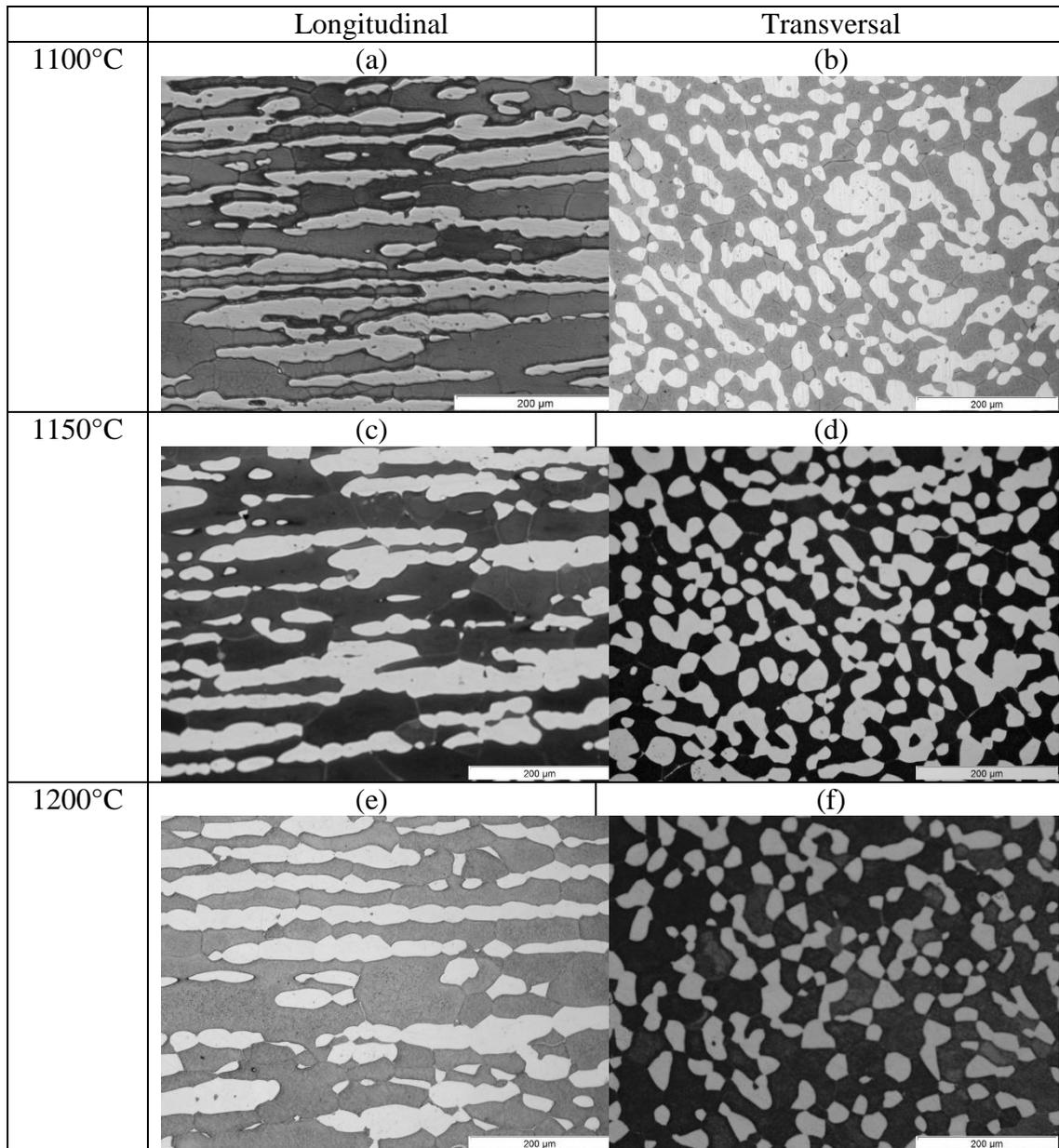
Fonte: Autora, 2017.

Segundo a Figura 25, tem-se as imagens do AnalySIS docu, conforme temperatura e seção.

Observa-se nas Figuras 25a, 25c e 25e a característica marcante da seção longitudinal: as bandas são alongadas e quanto maior a temperatura, mais inchadas e dispersas aparentam ser.

Nas Figuras 25b, 25d e 25f nota-se a inexistência de linhas retilíneas, como o que acontece na longitudinal. Constata-se ainda, maior espaçamento entre as bandas.

Figura 25 - Imagens do AnalySIS docu: (a) temperatura 1100°C na seção longitudinal, (b) temperatura 1100°C na seção transversal, (c) temperatura 1150°C na seção longitudinal, (d) temperatura 1150°C na seção transversal (e) temperatura 1200°C na seção longitudinal e, (f) temperatura 1200°C na seção transversal.



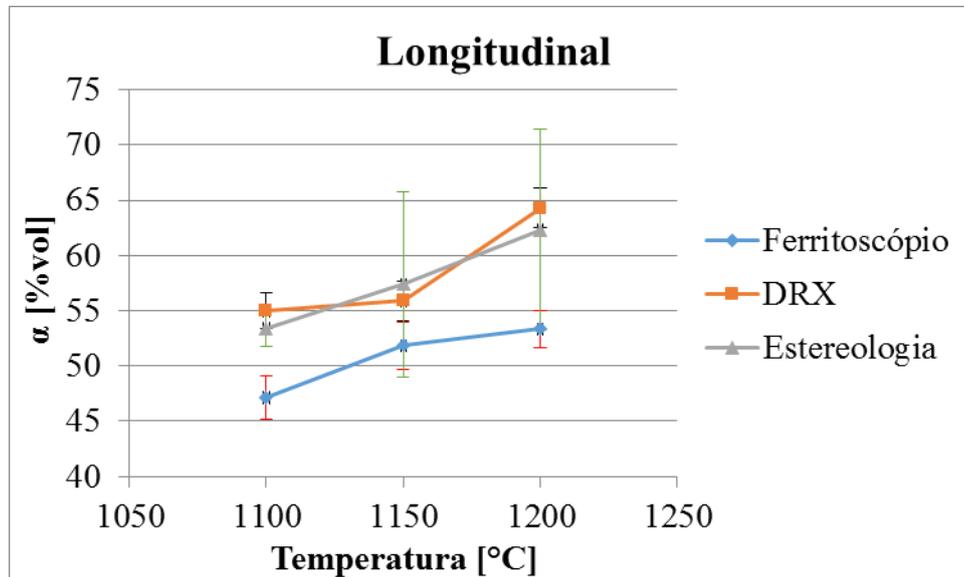
Fonte: Autora, 2017.

3.6 ANÁLISE COMPARATIVA DOS RESULTADOS DE QUANTIFICAÇÃO.

Para suprir o questionamento se o DRX pode ser usado para a identificação das frações volumétricas presentes no aço inoxidável superdúplex, comparações entre os métodos já citados serão apresentas a seguir. Para tanto, dividiu-se entre as seções

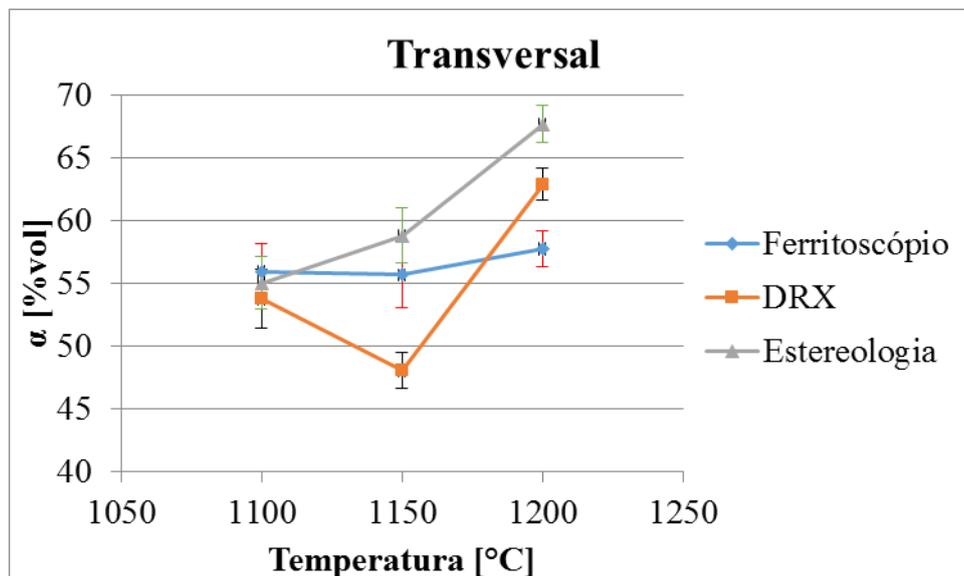
longitudinal (Figura 26) e transversal (Figura 27), assim tem-se um fator comum entre as técnicas estudadas, auxiliando na comparação.

Figura 26 - Comparação entre ferritoscópio, DRX e estereologia quantitativa na seção longitudinal.



Fonte: Autora, 2017.

Figura 27 - Comparação entre ferritoscópio, DRX e estereologia quantitativa na seção transversal.



Fonte: Autora, 2017.

Na Figura 26 confirma-se o que Forgas-Jr. et al. (2016) já tinha estudado e a fração volumétrica de ferrita aumenta conforme a temperatura em todas as técnicas. Percebe-se ainda que na seção longitudinal, nas técnicas DRX e estereologia os resultados são praticamente iguais e que no ferritoscópio têm-se valores abaixo das outras técnicas estudadas, independente da temperatura.

Na Figura 27, em que a seção transversal é apresentada, apenas o DRX na temperatura de 1150°C decaí, o que não era esperado e pode ser fruto de algum erro de manuseio ou de fabricação do aço, necessitando assim de futuros trabalhos.

4 CONCLUSÕES

Através da análise de todos os dados, conclui-se que a utilização da difração de raios-X na caracterização e quantificação volumétrica em aço inoxidável superdúplex é possível.

Para enfatizar a veracidade no uso da utilização da DRX, comparações entre diferentes difratogramas foram mostrados, garantindo a possibilidade de averiguar que seus picos de intensidade pouco mudavam segundo a amostra estudada. Outra característica na pesquisa muito avaliada foi o parâmetro de rede a , onde a diferença foi mínima em todos os sentidos, tanto na comparação entre amostras como entre ensaios. Ainda com o objetivo de mostrar a pouca divergência de resultados obtidos, a fração volumétrica de ensaios de mesma amostra foi exposta, mais uma vez confirmando a variação ínfima. Logo, os dados obtidos em relação a DRX convergiram em todos os aspectos analisados.

Vê-se uma tendência, conforme cada desvio padrão, de que as medições de mesma temperatura tenham valores convergentes na seção longitudinal, inclusive na DRX e na estereologia os resultados são extremamente aproximados, quase iguais. Porém na seção transversal, especialmente na DRX, há um comportamento diferente do que já foi estudado, em que conforme a temperatura aumenta, aumenta-se a porcentagem volumétrica de ferrita, fomentando a necessidade de futuras pesquisas.

REFERÊNCIAS

CALLISTER Júnior, William D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**, 5ª ed., Rio de Janeiro: LTC, 2002.

CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. 3 ed. Nova Jersey: Editora Prentice Hall, 2001.

FEREZIN, Jéssica Willveit **Estudo por difratometria de raios-x da transformação martensítica induzida por deformação de dois aços inoxidáveis austeníticos**. 2016. 69 f. Projeto de Iniciação Científica – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2016.

FEREZIN, Jéssica Willveit **Estudo por difratometria de raios-x da transformação martensítica induzida por deformação de dois aços inoxidáveis austeníticos**. 2016. 97 f. TCC (Graduação em Engenharia de Materiais) – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2016.

FORGAS-FR, Arnaldo, et al. Ferrite Quantification Methodologies for Duplex Stainless Steel. **Journal of Aerospace Technology and Management** Vol.8, No 3, pp.357-362, Jul.-Sep., 2016.

MANNHEIMER, Walter A. **Microscopia dos Materiais: Uma Introdução**. Editora E-papers. 2002, ISBN 85-87922-54-8.

MARTIN, Guilheme et al. **Caracterização da resistência ao trincamento a quente com base nos trabalhos essenciais de mecânica da fratura: aplicação aos aços inoxidáveis duplex**. Rem: Rev. Esc. Minas [online]. 2013, vol.66, n.2, pp.145-151. ISSN 0370-4467.

MARTINS, M. **Caracterização microestrutural-mecânica e resistência à corrosão do aço inoxidável super duplex ASTM A890/ A890M Grau 6A**. Dissertação de Doutorado em Ciências dos Materiais. Universidade de São Paulo, São Carlos. 2006. Disponível em:<<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/88/88131/tde-25102007152307/en.php>>.

N. H. MOSER et al. **Martensite Formation in Conventional and Isothermal Tension of 304 Austenitic Stainless Steel Measured by X-ray Diffraction**. *Met. Mat. Trans. A*, v. 45A, 2014.

SEDRIKS, A. J. **Corrosion of stainless steels**. John Wiley : NY 1996 2. ed. p. 1-4.

SPOMBERG, S. **Uso de difratometria de raios-x na quantificação de ferrita e austenita em aços inoxidáveis duplex**. 2010. 113 f. Projeto de Iniciação Científica – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2010.

SORRENTINO, P. **Avaliação da técnica de quantificação das fases ferrita e austenita via difratometria de raio x para aplicação em aços inoxidáveis duplex**. 2015. 55 f. TCC (Graduação em Engenharia de Materiais) – Centro Universitário FEI, São Bernardo do Campo, 2015.

TAVARES, S. S. M.; CASTRO J. L. G.; CÔRTE R. R. A.; SOUZA V. M.; PARDAL J. M. **Deteção de pequenos teores de fase sigma e avaliação dos seus efeitos na resistência à corrosão do aço inoxidável duplex UNS S31803**. *ENGEVISTA*, v. 8, n. 2, p. 77-82, dezembro 2006. Disponível em: <<http://www.uff.br/engevista/seer/index.php/engevista/article/view/194/97>>.

SHIMADZU. **New Concept in Multifunction X-Ray Diffractometry for the 21st Century Shimadzu X-ray Diffractometer XRD-7000**. Disponível em:

<<http://www.shimadzu.com.br/analitica/produtos/difratometros/catalogos/xrd-7000.pdf>>

ANEXO A – CARTÃO – REFERÊNCIA DO ICDD PARA FERRITA.

00-054-0331

Out 9, 2012 5:05 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Low-Precision (O) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe - Cr
 Weight %: Cr10.23 Fe89.77 Atomic %: Cr10.90 Fe89.10 Compound Name: Iron Chromium
 Common Name: 410-L Stainless Steel, ferrite

Radiation: CuK α : 1.5418Å d-Spacing: Diff. Intensity: Diffractometer I/c: 0.71
 Reference: Pfoertsch et al., Penn State Univ., University Park, PA, USA. ICDD Grant-in-Aid (1983).

SYS: Cubic SPGR: Im-3m (229) AuthCellVol: 23.65 Z: 2.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 2.8705(1)Å AuthCellVol: 23.65Å³] Dcalc: 7.783g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 62.5(0.0160, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Im-3m (229) Z: 2.00 Molecular Weight: 55.43
 Crystal Data [XtlCell-a: 2.870Å XtlCell-b: 2.870Å XtlCell-c: 2.870Å XtlCell.: 90.00* XtlCell.: 90.00*
 XtlCell.: 90.00* XtlCellVol: 23.65Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.486Å RedCell-b: 2.486Å RedCell-c: 2.486Å RedCell.: 109.47*
 RedCell.: 109.47* RedCell.: 109.47* RedCellVol: 11.83Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cI2.00 Prototype Structure: W Prototype Structure (Alpha Order): W
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 09/28/1983
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Spectroscopic Analysis (wt.%): Fe 80.80, Cr 9.22, Si 0.84, Mn 0.40, Ag <0.01, Mo <0.01, Ni 0.21, P <0.01, plus other trace elements. Color: Black.

00-054-0331 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
44.6222	2.029000	100	1	1	0		82.1788	1.172000	50	2	1	1		116.0800	0.907900	35	3	1	0	
64.9196	1.435200	20	2	0	0		96.7336	1.015000	20	2	2	0		136.7500	0.828600	14	2	2	2	

ANEXO B – CARTÃO – REFERÊNCIA DO ICDD PARA AUSTENITA.

00-033-0397

Out 9, 2012 5:05 PM (XRD-7000)

Status Primary QM: Star (S) Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Fe Cr0.29 Ni0.16 C0.06
 Weight %: C0.89 Cr18.61 Fe68.92 Ni11.59 Atomic %: C3.97 Cr19.21 Fe66.23 Ni10.60
 Compound Name: Chromium Iron Nickel Carbon Common Name: 304-stainless steel, austenite

Radiation: CuK α : 1.5419Å d-spacing: Diff. Intensity: Diffractometer
 Reference: Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA. ICDD Grant-in-Aid (1982).

SYS: Cubic SPGR: Fm-3m (225) AuthCellVol: 46.31 Z: 4.00
 Author's Cell [AuthCell-a: 3.5911(1)Å AuthCellVol: 46.31Å³] Dcalc: 11.623g/cm³
 SS/FOM: F(6) = 56.1(0.0178, 6) Reference: Ibid.

Space Group: Fm-3m (225) Z: 4.00 Molecular Weight: 81.04
 Crystal Data [XtlCell-a: 3.591Å XtlCell-b: 3.591Å XtlCell-c: 3.591Å XtlCell.: 90.00° XtlCell.: 90.00°
 XtlCell.: 90.00° XtlCellVol: 46.31Å³]
 Reduced Cell [RedCell-a: 2.539Å RedCell-b: 2.539Å RedCell-c: 2.539Å RedCell.: 60.00°
 RedCell.: 60.00° RedCell.: 60.00° RedCellVol: 11.58Å³]

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cF6.04 Prototype Structure: Cu Prototype Structure (Alpha Order): Cu
 Subfile(s): Inorganic, Metals & Alloys, Primary Pattern Entry Date: 12/08/1982
 Last Modification Date: 01/29/2008

Database Comments: Analysis: Quantitative analysis by Atomic Absorption Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%, molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete. Color: Black. General Comments: Austenitic steel. Synthetic taenite is "Ni"-Fe rich analog.

00-033-0397 (Fixed Slit Intensity) - Cu K1 1.54056Å

2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*	2 θ	d(Å)	l	h	k	l	*
43.5817	2.075000	100	1	1	1		74.6971	1.269700	26	2	2	0		95.9647	1.036800	12	2	2	2	
50.7908	1.796100	45	2	0	0		90.6941	1.082800	30	3	1	1		118.1560	0.897900	3	4	0	0	