

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS



Dissertação

KEILA CRISTINA VILELA

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE
REVENIMENTO DE DUPLO ESTÁGIO SOBRE A MICROESTRUTURA E
PROPRIEDADES DO METAL DE SOLDA 13%CR, 4%NI E 0,4%MO**

**Belo Horizonte
Fevereiro de 2020**



**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE
MINAS GERAIS
MESTRADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS**

KEILA CRISTINA VILELA

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE
REVENIMENTO DE DUPLO ESTÁGIO SOBRE A MICROESTRUTURA E
PROPRIEDADES DO METAL DE SOLDA 13%CR, 4%NI E 0,4%MO**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Ciência e desenvolvimento de materiais

Linha de pesquisa: Seleção, processamento e caracterização

Orientador: Prof. Dr. Cláudio Turani Vaz

Agência Financiadora: CEFET-MG

**Belo Horizonte
Fevereiro de 2020**

V699i Vilela, Keila Cristina.
Influência da temperatura do tratamento térmico de revenimento de duplo estágio sobre a microestrutura e propriedades de metal de solda 13%Cr, 4%Ni e 0,4%Mo / Keila Cristina Vilela. – 2020.
96 f. : il.
Orientador: Cláudio Turani Vaz

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2020.
Bibliografia.

1. Aço inoxidável martensítico. 2. Solda e soldagem. 3. Revenimento. 4. Austenita. 5. Tenacidade dos materiais. I. Vaz, Cláudio Turani. II. Título.

CDD: 620.1123



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO
“INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DO TRATAMENTO
TÉRMICO DE REVENIMENTO DE DUPLO ESTÁGIO
SOBRE A MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES DO
METAL DE SOLDA 13%Cr, 4% Ni E 0,4%Mo”

Autora: Keila Cristina Vilela

Orientador: Prof. Dr. Cláudio Turani Vaz

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Cláudio Turani Vaz (ORIENTADOR)
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof.ª Dr.ª Elaine Carballo Siqueira Corrêa
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Frank de Mello Liberato
Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG)

Belo Horizonte, 27 de Fevereiro de 2020.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por conseguir chegar ao fim de mais esta etapa em minha vida.

Ao meu orientador, professor Cláudio Turani Vaz, pela orientação neste trabalho, pelo apoio, paciência e prontidão.

Aos funcionários, técnicos e professores do CEFET-MG e DEMAT, por cada ensinamento, pela disponibilidade em ajudar, fazendo com que cada tarefa se tornasse mais fácil de ser executada.

Ao professor Ernane Rodrigues da Silva, pela paciência e disponibilidade em me ajudar sempre que necessário com os equipamentos da mecânica do DEMAT.

À professora Elaine Carballo Siqueira Corrêa pelos ensinamentos que tanto contribuíram para meu trabalho.

À professora Ivanilza Felizardo por disponibilizar a utilização do robô industrial no laboratório de soldagem.

Ao CEFET-MG pela concessão da bolsa e estrutura necessária a realização do trabalho e à CAPES, pelo apoio financeiro mediante a pesquisa.

À ESAB, por disponibilizar seus equipamentos para realização do Ensaio Charpy.

À minha mãe e aos meus irmãos pelo apoio, paciência e compreensão desde sempre e ao Vinícius, pela compreensão e por nunca medir esforços em me ajudar.

Aos amigos Laura Fernandes, Cássia Barbosa, Raíssa Ribeiro, Amanda Oliveira, Bárbara Pena e Juscelino Prado, por todo o apoio e a todos os colegas do mestrado, por deixarem mais leve minha caminhada.

RESUMO

O aço inoxidável martensítico fundido CA6NM é empregado na construção de rotores, componentes utilizados em turbinas hidráulicas. Sua escolha é devido ao custo de fabricação e ao desempenho em operação. Na fabricação ou reparo desses rotores é empregado um metal de solda similar, contendo 13% de cromo, 4% de níquel e 0,4% de molibdênio, com teores de carbono inferiores a 0,04%. Por meio do emprego do tratamento térmico de revenimento de duplo estágio, é possível obter maiores valores de tenacidade. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da temperatura sobre a microestrutura e tenacidade deste metal de solda, analisado em cinco diferentes condições, além de como soldado. As microestruturas foram analisadas por meio da Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A quantidade de austenita retida foi obtida por meio da realização da Difração de Raios-X (DRX). Foi realizada a caracterização mecânica do metal de solda, com a realização do ensaio Charpy com entalhe em V, para obtenção da tenacidade, e do ensaio de dureza Vickers. Em todas as condições analisadas formou-se austenita retida, porém, os maiores teores foram encontrados nos tratamentos térmicos de duplo estágio. O revenimento realizado a 580°C/2h foi o que levou à obtenção de menor fração de austenita retida, enquanto a 650°C/2h+580°C/4h foi obtido o maior teor desse constituinte. O valor da tenacidade do metal de solda apresentou relação diretamente proporcional à porcentagem de austenita retida encontrada. Já para a dureza, essa relação foi inversa. Em todas as condições analisadas, o material apresentou mais característica de fratura frágil. As melhores propriedades mecânicas, de acordo com o objetivo do presente estudo, foram encontradas no tratamento térmico de duplo estágio.

Palavras-chave: Aço inoxidável martensítico macio, metal de solda, revenimento, austenita retida, tenacidade.

ABSTRACT

CA6NM cast martensitic stainless steel is used in the construction of rotors, components used in hydraulic turbines. Your choice is due to manufacturing cost and operating performance. A similar weld metal, containing 13% chromium, 4% nickel and 0,4% molybdenum, with carbon contents below 0,04% is used in the manufacture or repair of these rotors,. Through the use of double-stage tempering heat treatment, it is possible to obtain higher values of toughness. The aim of this study was to evaluate the effect of temperature on the microstructure and toughness of this weld metal, analyzed under five different conditions, in addition to as welded. The microstructures were analyzed using Optical Microscopy (MO) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The amount of austenite retained was obtained by performing X-Ray Diffraction (XRD). The mechanical characterization of the weld metal was carried out, with the performance of the V-notch Charpy test, to obtain the toughness, and the Vickers hardness test. In all conditions analyzed, retained austenite was formed, however, the highest levels were found in double-stage heat treatments. The tempering carried out at 580°C/2h was what led to the obtaining of the lowest fraction of retained austenite, while at 650°C/2h + 580°C/4h the highest content of this constituent was obtained. The toughness value of the weld metal was directly proportional to the percentage of retained austenite found. As for hardness, this relationship was reversed. In all the analyzed conditions, the material presented more characteristic of fragile fracture. The best mechanical properties, according to the objective of the present study, were found in the double stage heat treatment.

Keywords: Soft martensitic stainless steel, weld metal, tempering, retained austenite, toughness.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de fase Fe-Cr.....	18
Figura 2 – Efeito do carbono e nitrogênio no campo gama em ligas Fe-Cr.....	21
Figura 3 – Localização aproximada do aço fundido CA6NM no diagrama de <i>Schaeffler</i>	25
Figura 4– Diagrama de equilíbrio pseudobinário de uma liga Fe-Cr.....	27
Figura 5 – Porcentagem de austenita com o aumento da temperatura de revenimento para o aço CA6NM.....	31
Figura 6 – Variação das propriedades mecânicas em função da temperatura de revenimento para o aço CA6NM.....	32
Figura 7 – Esquema do refinamento estrutural devido revenimento de duplo estágio.....	36
Figura 8 – Micrografia da austenita retida entre as ripas de martensita, após revenimento de único estágio.....	38
Figura 9 – Micrografia da austenita retida entre as ripas de martensita, após revenimento de duplo estágio.....	38
Figura 10 – Variação da dureza do metal de solda com a temperatura de revenimento metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo.....	41
Figura 11 – Microestrutura do metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo após TTPS de duplo estágio.....	42
Figura 12 – Imagem obtida por meio do MEV, do metal de solda, após primeiro estágio do TTPS.....	42
Figura 13 – Fluxograma da Metodologia.....	44
Figura 14 – Amanteigamento das chapas de aço A36.....	46
Figura 15 – “Almofada” para análise química do metal de solda.....	48
Figura 16 – Esquema da montagem das chapas juntamente com o cobre-junta.....	48
Figura 17 – Chapas de aço após o processo de deposição de metal de solda.....	49
Figura 18 – Chapas na posição de soldagem.....	50
Figura 19 – Chapas com o chanfro preenchido.....	51
Figura 20 – Retirada do bloco no centro das chapas após processo de soldagem...51	
Figura 21 – Blocos retirados das chapas previamente soldadas.....	52

Figura 22 – Retirada das amostras e dos corpos de prova para avaliação microestrutural e mecânica.....	55
Figura 23 – Dimensões dos corpos de prova – ensaio de tenacidade ao impacto....	55
Figura 24 – Recipiente de resfriamento dos corpos de prova para o ensaio Charpy.....	57
Figura 25 – Microscopia óptica do metal de solda na condição como soldado.....	61
Figura 26 – Microscopia óptica do metal de solda na condição como soldado.....	62
Figura 27 – Microscopia eletrônica de varredura do metal de solda na condição como soldado.....	62
Figura 28 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 580°C.....	64
Figura 29 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C e 650°C.....	65
Figura 30 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 580°C.....	67
Figura 31 – Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 580°C.....	67
Figura 32 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C e 650°C.....	69
Figura 33 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C.....	70
Figura 34 - Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 620°C.....	71
Figura 35 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio a 580°C.....	72
Figura 36 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio a 620°C e 650°C.....	73
Figura 37 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.....	74
Figura 38 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.....	76
Figura 39 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio com maior ampliação.....	77

Figura 40 – Difractogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio.....	78
Figura 41 – Difractogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio com picos de austenita retida.....	79
Figura 42 – Difractogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.....	80
Figura 43 – Difractogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio com maior ampliação.....	81
Figura 44 – Fração volumétrica de austenita retida de acordo com o tratamento térmico utilizado.....	82
Figura 45 – Gráfico com os valores de energia absorvida encontrados para cada condição de tratamento térmico realizada.....	84
Figura 46 – Relação da energia absorvida com a fração volumétrica de austenita retida.....	85
Figura 47 – Corpos de prova fraturados após a realização do ensaio Charpy.....	86
Figura 48 – Porcentagem de fratura frágil de acordo com o tratamento térmico.....	87
Figura 49 – Gráfico com os valores de dureza encontrados para o metal de solda como soldado e tratado termicamente em diferentes condições.....	88
Figura 50 – Relação entre a dureza Vickers e a fração volumétrica de austenita retida no metal de solda.....	89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composições de aços inoxidáveis martensíticos do tipo AISI 400.	22
Tabela 2 – Composição química nominal dos aços CA6NM segundo a norma ASTM A743.	24
Tabela 3 – Composição química do metal de solda E410NiMoT-1/4.	29
Tabela 4 – Propriedades mecânicas do arame tubular segundo a especificação AWS A5.22.	30
Tabela 5 – Propriedades mecânicas do metal de solda E410NiMoT-1/4 de acordo com seu fabricante.	30
Tabela 6 – Propriedades mecânicas, energia de impacto, dureza e microestrutura do metal de solda.	35
Tabela 7 – Composição química típica do metal de solda DW-410NiMo.	45
Tabela 8 – Composição química do aço carbono ASTM A36.	46
Tabela 9 – Parâmetros utilizados nos processos de soldagem.	47
Tabela 10 – Valores mínimos para a “almofada” de solda.	48
Tabela 11 – Condições de tratamento térmico que as amostras foram submetidas.	53
Tabela 12 – Análise química da “almofada” de solda.	59
Tabela 13 – Análise química do metal de solda após processo de soldagem.	60
Tabela 14 – Análise semi-quantitativa obtida pelo EDS da amostra tratada a 580°C.	63
Tabela 15 – Análise semi-quantitativa obtida pelo EDS da amostra tratada a 620°C.	71
Tabela 16 – Resultados de tenacidade ao impacto para cada condição de tratamento térmico.	97
Tabela 17 – Resultados de dureza Vickers HV(200) para cada condição de tratamento térmico.	98

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Ac1	Temperatura inicial da transformação austenítica
Ac3	Temperatura final da transformação austenítica
AIMM	Aço inoxidável martensítico macio
AR	Austenita retida
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
AWS	<i>American Welding Society</i>
CCC	Cúbico de corpo centrado
CFC	Cúbico de face centrada
Cr _{eqv}	Cromo equivalente
FCAW	Soldagem ao arco elétrico com arames tubulares
GMAW	Soldagem ao arco elétrico com gás de proteção
Mf	Temperatura final da transformação martensítica
MR	Martensita revenida
MRF	Martensita recém-formada
Ms	Temperatura inicial da transformação martensítica
Ni _{eqv}	Níquel equivalente
TIG	Soldagem ao arco elétrico com eletrodo de tungstênio não consumível e proteção gasosa
TTPS	Tratamento térmico pós-soldagem

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS	18
3.1.1 Tipos de aços inoxidáveis	19
3.2 AÇOS INOXIDÁVEIS MARTENSÍTICOS	19
3.2.1 Aços inoxidáveis martensíticos macios (AIMM)	22
3.2.1.1 Aço fundido CA6NM	19
3.3 METAL DE SOLDA 13%CR, 4%NI E 0,4%MO	28
3.4 REVENIMENTO	30
3.4.1 Revenimento dos AIMM	31
3.4.2 Exemplos de tratamento térmico e sua interferência nas propriedades mecânicas do metal de solda	33
4 MATERIAIS E MÉTODOS	44
4.1 MATERIAIS	45
4.1.1 Arame tubular	45
4.1.2 Chapas metálicas	45
4.2 MÉTODOS	46
4.2.1 Processo de soldagem e parâmetros	46
4.2.2 Composição química do metal de solda	47
4.2.3 Obtenção dos corpos de prova do metal de solda para tratamento térmico ...	48
4.2.4 Tratamento térmico	52
4.2.4.1 Realização do tratamento térmico	49
4.2.5 Preparação das amostras para caracterização	54
4.2.5.1 Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	52
4.2.5.2 Difração de Raios -X (DRX)	53
4.2.6 Caracterização Mecânica	57
4.2.6.1 Tenacidade ao impacto - Ensaio Charpy com entalhe em V	53
4.2.6.2 Ensaio de Dureza	54

4.2.7	Análise estatística	58
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	59
5.1	COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO METAL DE SOLDA.....	59
5.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL DO AÇO	60
5.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	77
5.3.1	Fração volumétrica de austenita retida	82
5.4	TENACIDADE AO IMPACTO – ENSAIO CHARPY.....	83
5.5	ENSAIO DE DUREZA VICKERS.....	87
6	CONCLUSÃO	90
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	91
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	92
9	ANEXOS	97
9.1	RESULTADOS CHARPY (ENTALHE EM V).....	97
9.2	RESULTADO – DUREZA VICKERS (HV).....	97
9.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	98
9.3.1	Diferença entre duas médias	99

1 INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios da engenharia foi permitir que a energia elétrica se tornasse uma realidade no cotidiano humano. Dentro desse contexto, destacam-se as turbinas hidráulicas, cujo objetivo é transformar a energia mecânica (pressão e cinética) de um fluxo de água em energia elétrica por meio do acoplamento a um gerador.

Mesmo com a busca incessante de outras fontes renováveis, devido principalmente às restrições ambientais de projetos hidrelétricos e também pelos avanços tecnológicos no aproveitamento de fontes alternativas, todos os indicadores demonstram que a energia hidráulica continuará sendo, por muitos anos, a principal fonte geradora de energia elétrica do Brasil. Embora os maiores potenciais remanescentes estejam localizados em regiões com fortes restrições ambientais e distantes dos principais centros consumidores, estima-se que nos próximos anos, o país continuará expandindo sua capacidade de geração por meio de fontes hídricas. É fundamental, portanto, continuar a busca por turbinas hidráulicas com a máxima eficiência.

Muito se evoluiu quanto ao rendimento hidráulico das turbinas no decorrer das últimas décadas, o que fez com que essas máquinas e, mais especificamente, seus rotores, passassem a ser cada vez mais solicitados mecanicamente. Isto levou à ocorrência de falhas em equipamentos e a necessidade de novos estudos para aumentar sua vida útil e mitigar riscos de paradas indesejadas (BUENO, 2017).

Atualmente, o aço inoxidável martensítico fundido ASTM A743-CA6NM é empregado na construção dos rotores. Sua escolha se deve ao baixo custo de fabricação e desempenho diferenciado em operação, pois apresentam elevada resistência à cavitação, além de boa resistência à corrosão em contato com a água, que são os principais problemas enfrentados. Adicionalmente, o revenimento é utilizado para suprimir uma das dificuldades encontradas na utilização do aço inoxidável martensítico, que é a baixa tenacidade, devido à microestrutura obtida após o processo de soldagem.

Seja na fabricação destes rotores, onde as partes fundidas do componente são soldadas, quanto nos reparos periódicos envolvendo a deposição por soldagem, é empregado metal de solda similar contendo 13% de cromo, 4% de níquel e 0,4% de molibdênio com teores de carbono inferiores a 0,04%. Entre os processos disponíveis, o emprego da soldagem ao arco elétrico com arames tubulares (FCAW) utilizando-se consumível com classe AWS A5.22 E410NiMoT-1/4 é o mais usual, por apresentar, entre inúmeras vantagens, elevadas taxas de deposição.

De modo análogo ao metal de base, é importante compreender como se comporta o metal de solda. Assim, pretende-se neste trabalho avaliar a influência do tratamento térmico de revenimento sobre a microestrutura e, por consequência, a tenacidade.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar o efeito da temperatura do tratamento térmico de duplo estágio de revenimento sobre a microestrutura e tenacidade de metais de solda 13% Cr, 4% Ni e 0,4% Mo.

2.2 Objetivos específicos

- a) Realizar caracterização microestrutural dos corpos de prova na condição “como soldados” e após tratamento térmico;
- b) Realizar caracterização mecânica dos corpos de prova na condição “como soldados” e após tratamento térmico;
- c) Avaliar o efeito dos parâmetros estudados sobre a microestrutura, tenacidade e dureza do metal de solda.

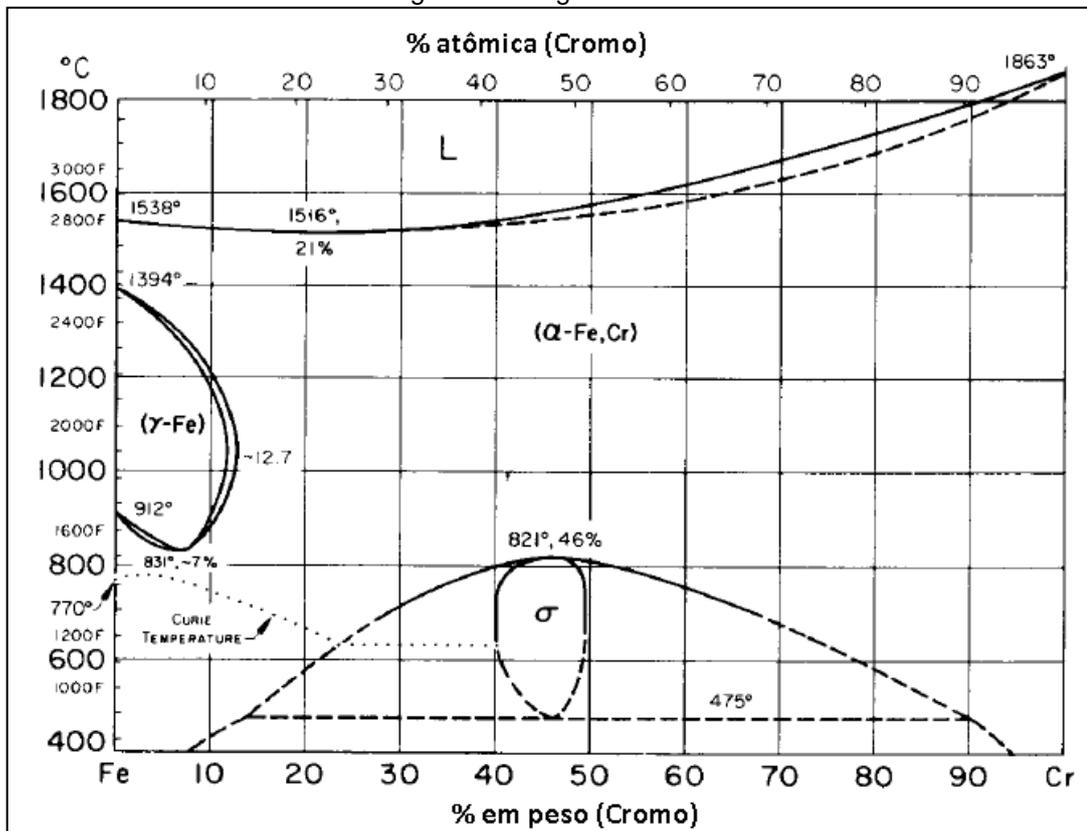
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis pertencem a um grupo de ligas especiais desenvolvidas principalmente para resistir à corrosão e que também apresentam outras importantes características como resistência mecânica elevada e facilidade de conformação. Teores de cromo acima de 12% em peso são necessários para conferir características “inoxidáveis”. A resistência à corrosão é atribuída à capacidade do cromo se oxidar, formando uma camada aderente na superfície da ordem de apenas alguns átomos de espessura, que os protege em ambientes corrosivos (KRAUSS, 2005).

O diagrama de fase ferro-cromo (Fe-Cr) contribui para o entendimento da relação das fases e microestruturas nos aços inoxidáveis, como apresentado na Figura 1.

Figura 1 – Diagrama de fase Fe-Cr.



Fonte: KRAUSS, 2005, p. 496.

Como pode ser observado no diagrama, o cromo é um elemento alfacênico, que estabiliza a ferrita (estrutura cúbica de corpo centrado, CCC) e assim, com o aumento do teor de cromo, os campos de ferrita delta e alfa de alta e baixa temperatura se expandem. Com cerca de 12% de cromo a ferrita é completamente estável desde a temperatura ambiente até o ponto de fusão. À medida que o campo de ferrita se expande, o campo de austenita (estrutura cúbica de face centrada, FCC) se contrai (KRAUSS, 2005).

3.1.1 Tipos de aços inoxidáveis

Ao selecionar um aço inoxidável geralmente deve-se basear na resistência à corrosão do material, nas características de fabricação, na disponibilidade, nas propriedades mecânicas em faixas específicas de temperatura e no custo do produto, de acordo com a sua aplicação. Estes são comumente classificados de acordo com a sua microestrutura predominante, em (ASM INTERNATIONAL; SILVA E MEI, 1993, 2006):

- Austeníticos;
- Ferríticos;
- Martensíticos;
- Duplex e;
- Endurecíveis por precipitação.

3.2 Aços inoxidáveis martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos são essencialmente ligas de cromo e carbono que possuem uma estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) distorcida na condição endurecida. Esses aços são ferromagnéticos, endurecíveis por tratamentos térmicos e geralmente resistem à corrosão apenas em ambientes relativamente suaves. Geralmente, contém cromo na faixa de 10,5% a 18%, e o teor de carbono pode exceder 1,2%. O conteúdo de cromo e carbono deve ser balanceado para garantir uma estrutura martensítica. O excesso de carbonetos pode estar presente para aumentar a resistência ao desgaste ou para manter as arestas de corte, como

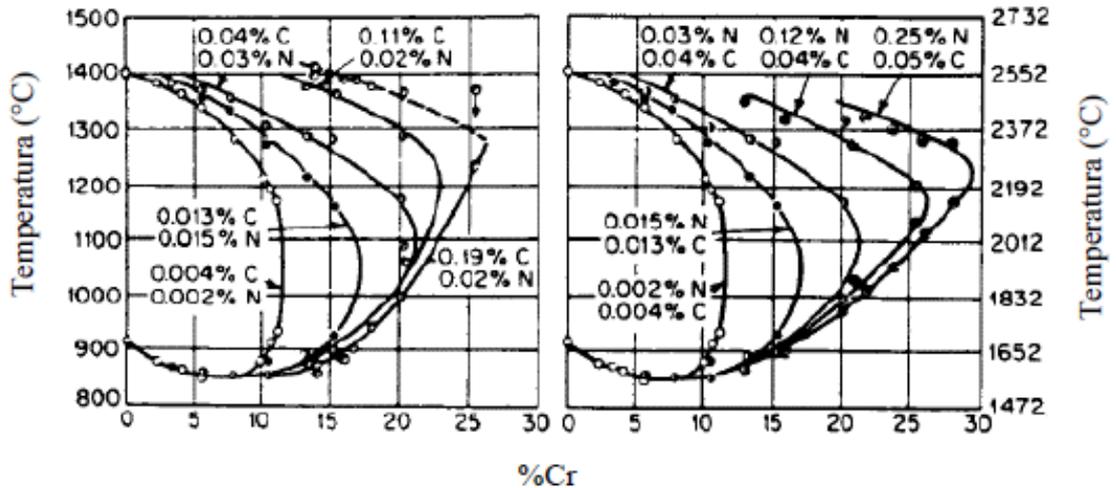
no caso das lâminas das facas. Elementos como nióbio, silício, tungstênio e vanádio podem ser adicionados para modificar a resposta de revenimento após o endurecimento. Pequenas quantidades de níquel podem ser adicionadas para melhorar a resistência à corrosão e para melhorar a tenacidade. Enxofre ou selênio podem ser adicionados para melhorar a usinabilidade do aço (ASM INTERNATIONAL, 1993). Tais aços são empregados devido à combinação de alta resistência mecânica e boa resistência à corrosão. O mais utilizado apresenta 13% de cromo e mais de 0,08% de carbono (KOU, 2003).

A liga 13%Cr/4%Ni se solidifica completamente ferrítica, sendo que o campo da ferrita delta se localiza próximo das temperaturas entre 1320°C e 1240°C. Esta transformação ocorre por processo difusional no estado sólido sendo, portanto, relativamente lenta e dependente da velocidade de resfriamento. Diferentemente do aço carbono, onde a ferrita delta é estável entre 1534°C e 1390°C, aproximadamente, verifica-se que para essa liga, o balanço desta composição é tal que o efeito do cromo em abaixar o campo de temperatura da ferrita delta é maior do que o do Ni em aumentá-lo (CHIAVERINI, 1965).

Aços inoxidáveis martensíticos se baseiam no sistema ternário Fe-Cr-C. Estes passam por uma transformação alotrópica e formam martensita a partir da austenita sob a maioria das situações de processamento termomecânico, exceto quando o resfriamento é muito lento. Quando tal aço é retirado do forno e então, resfriado ao ar, a austenita presente é capaz de se transformar em martensita (LIPPOLDI; KOTECKI, 2005).

De acordo com Krauss (2005), deve ser equilibrado o teor de cromo para a obtenção de propriedades de aço inoxidável, além de assegurar a transformação completa para austenita durante o aquecimento. Esse campo é expandido pelos elementos estabilizadores da austenita como, por exemplo, carbono e nitrogênio, conforme apresentado na Figura 2. Assim, maiores teores destes elementos requerem maiores teores de cromo nos aços inoxidáveis martensíticos.

Figura 2 – Efeito do carbono e nitrogênio no campo gama em ligas Fe-Cr.



Fonte: KRAUSS, 2005, p. 520.

Os menores custos desta classe de aços os tornam altamente competitivos em várias aplicações. Em função disso, possuem utilização ampla na construção de componentes de turbina, mancais e cutelaria (MODENESI, 2001).

Na Tabela 1 apresenta-se a composição química de aços da classe AISI 400. Existe um equilíbrio entre os teores de carbono e cromo para assegurar que a austenitização completa possa ser alcançada. Alguns apresentam baixo teor de carbono e, portanto, estão limitados a uma dureza máxima de 45 HRC. Os do tipo 440 apresentam dureza mais elevada, 60 HRC, devido à presença de maiores teores de carbono. Necessita-se de maiores teores de cromo nos de alto carbono, para que ocorra uma compensação deste elemento presente nas partículas de carboneto de cromo (KRAUSS, 2005).

Tabela 1 – Composições de aços inoxidáveis martensíticos do tipo AISI 400.

Composição Nominal					
AISI	C	Mn	Cr	Ni	Outros
403	0,15 max	1,0	11,5-13	-	-
410	0,15 max	1,0	11,5-13	-	-
416	0,15 max	1,2	12-14	-	0,15S min
420	0,15 min	1,0	12-14	-	-
431	0,20 max	1,0	15-17	1,2-2,5	-
440A	0,60-0,75	1,0	16-18	-	0,75Mo max
440B	0,75-0,95	1,0	16-18	-	0,75Mo max
440C	0,95-1,20	1,0	16-18	--	0,75Mo max

Fonte: KRAUSS, 2005, p. 520.

A tensão limite de escoamento de tais aços pode variar de 275MPa (na condição recozida) a 1900MPa na condição temperada e revenida. Normalmente, o revenimento do aço temperado é necessário para obter resistência e ductilidade aceitáveis para a maioria das aplicações de engenharia. É possível obter também altos valores de dureza, promovendo resistência ao desgaste metal-metal e resistência à abrasão (LIPPOLDI; KOTECKI, 2005).

3.2.1 Aços inoxidáveis martensíticos macios (AIMM)

No fim da década de 50 surgiu no mercado o aço inoxidável martensítico macio (AIMM), com objetivo de melhorar a limitada soldabilidade dos convencionais que apresentam alta susceptibilidade à fissuração, tornando necessária a adoção de medidas preventivas durante a soldagem. Tal fato decorreu de pesquisas desenvolvidas em alguns países da Europa, em especial Suécia e Suíça. Buscava-se um novo tipo de aço para a fabricação de rotores de turbinas hidráulicas, que deveria apresentar, dentre outras propriedades, resistência à cavitação e soldabilidade, esta quando da fabricação ou reparo destes componentes (HENKE; NIEDERAU, 1998, 1977).

Os AIMM são constituídos por ligas que apresentam baixo teor de carbono, cujo valor máximo é 0,08%. O teor de cromo varia de 12% a 17%, de níquel de 3,5% a 6% e a

quantidade máxima de molibdênio utilizada é de 2,5%. A presença de níquel no aço faz com que ocorra uma ampliação do campo austenítico, além de provocar uma diminuição das temperaturas de início e fim de transformação martensítica (M_s e M_f), as quais podem estar abaixo da temperatura ambiente para altos teores de níquel. Este efeito é significativo acima de 5,5%. Já a presença de molibdênio faz com que ocorra a estabilização da ferrita delta, resultando em menor tenacidade. Porém, esse elemento melhora a resistência à corrosão em meios agressivos (STRAUBE, 1988).

Os AIMM apresentam baixa tenacidade na condição temperada (inferior a 35 J na temperatura ambiente), mesmo sendo aços com baixo teor de carbono. Para a obtenção melhores valores de tenacidade e resistência mecânica é necessário que o material seja submetido ao tratamento de revenimento, de único ou duplo estágios (HENKE, 1998).

3.2.1.1 Aço fundido CA6NM

O aço inoxidável martensítico fundido CA6NM é classificado segundo a especificação ASTM A743. Neste, a primeira letra indica sua resistência em meios corrosivos (C) e a segunda indica o valor nominal dos teores de cromo e níquel, e pode variar de A a Z com o aumento desses teores. Os números que seguem as duas primeiras letras indicam a porcentagem máxima de carbono ($\% \times 100$). As letras subsequentes correspondem à primeira letra dos elementos de liga presentes no material, que são níquel e molibdênio (GRACIOSO; HENKE, 2003, 1998). Assim, o CA6NM é resistente à corrosão, com no máximo 0,06% de carbono e 13% de cromo, ligado com níquel e molibdênio, conforme apresentado na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição química nominal dos aços CA6NM segundo a norma ASTM A743.

Elemento químico	C (máx)	Mn (máx)	Si (máx)	Cr	Ni	Mo	P (máx)	S (máx)
% em massa	0,06	1,00	1,00	11,5-14,0	3,5-4,5	0,4-1,0	0,04	0,03

Fonte: ASTM, 2003.

Este aço apresenta uma proporção de carbono/cromo superior à do grupo ferrítico e, quando submetidos ao resfriamento forçado, partindo de temperaturas elevadas (têmpera), conseguem atingir valores de resistência à tração superiores a 1.300MPa. É possível observar também um aumento da dureza do material, atingindo valores de aproximadamente 400HRB, aumentando de forma significativa sua resistência ao desgaste. A adição de níquel e molibdênio à composição do CA6NM melhora sua resistência ao impacto, além de conferir resistência ao desgaste (BUENO, 2017).

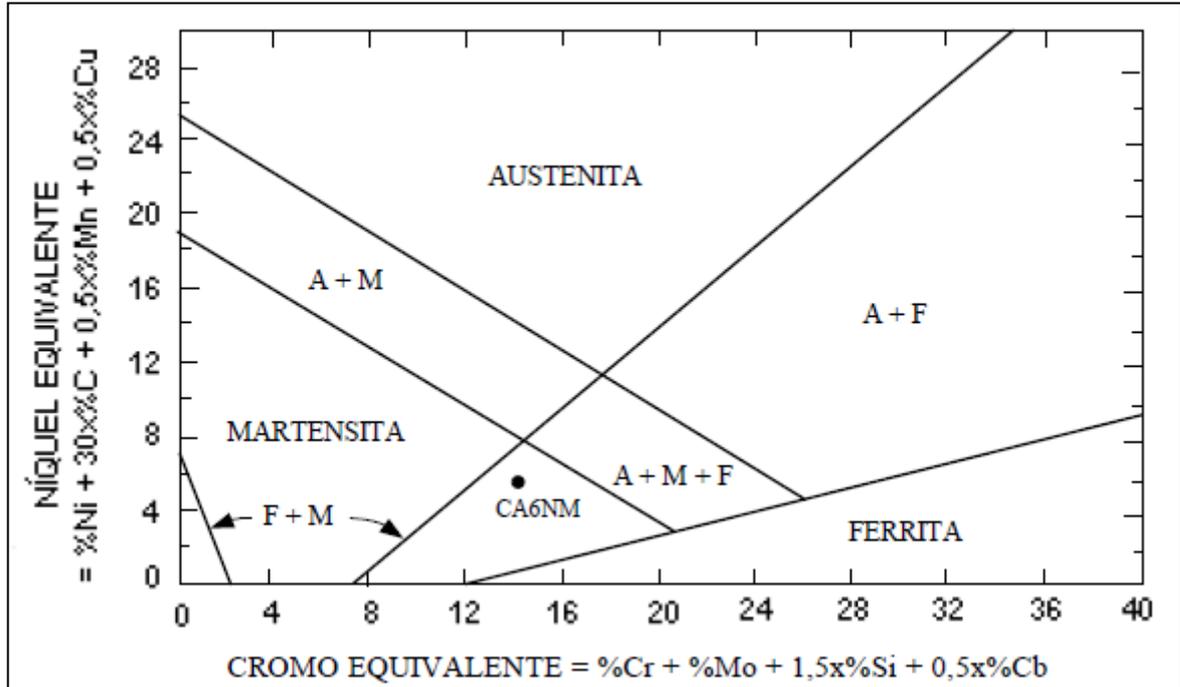
Ainda de acordo com Bueno (2017), uma das grandes aplicações do aço CA6NM tem sido em rotores para turbinas hidráulicas de geração de energia. Apesar de a especificação permitir até 0,06% de carbono, para sua utilização na fabricação em turbinas hidrelétricas, recomenda-se uma porcentagem máxima de 0,03% de carbono, resultando em um aumento da tenacidade da liga e uma melhora expressiva na soldabilidade.

Foram desenvolvidas equações que agrupam os elementos de liga, de acordo com seus efeitos austenizante e ferritizante, para auxiliar na previsão da microestrutura dos aços inoxidáveis obtida após o processo de solidificação. Estes elementos de liga são agrupados, respectivamente, em níquel equivalente (Ni_{eqv}) e cromo equivalente (Cr_{eqv}). A partir destas equações foram desenvolvidos diversos diagramas, dentre os quais o mais conhecido é o diagrama de *Schaeffler*, apresentado na Figura 3. Neste, a partir da composição química, são determinados o Cr_{eqv} e Ni_{eqv} e previstas as fases presentes após a solidificação (PADILHA; GUEDES, 1994).

Apesar de ter sido desenvolvido para ser empregado em metais sob rápida velocidade de solidificação como na soldagem, o diagrama também pode ser

utilizado em situações mais lentas de resfriamento (materiais fundidos), uma vez conhecidos os limites de transformações, que podem ser deslocados de alguma forma (CRAWFORD, ROHRIG e BECHET, 1982).

Figura 3 – Localização aproximada do aço fundido CA6NM no diagrama de *Schaeffler*.



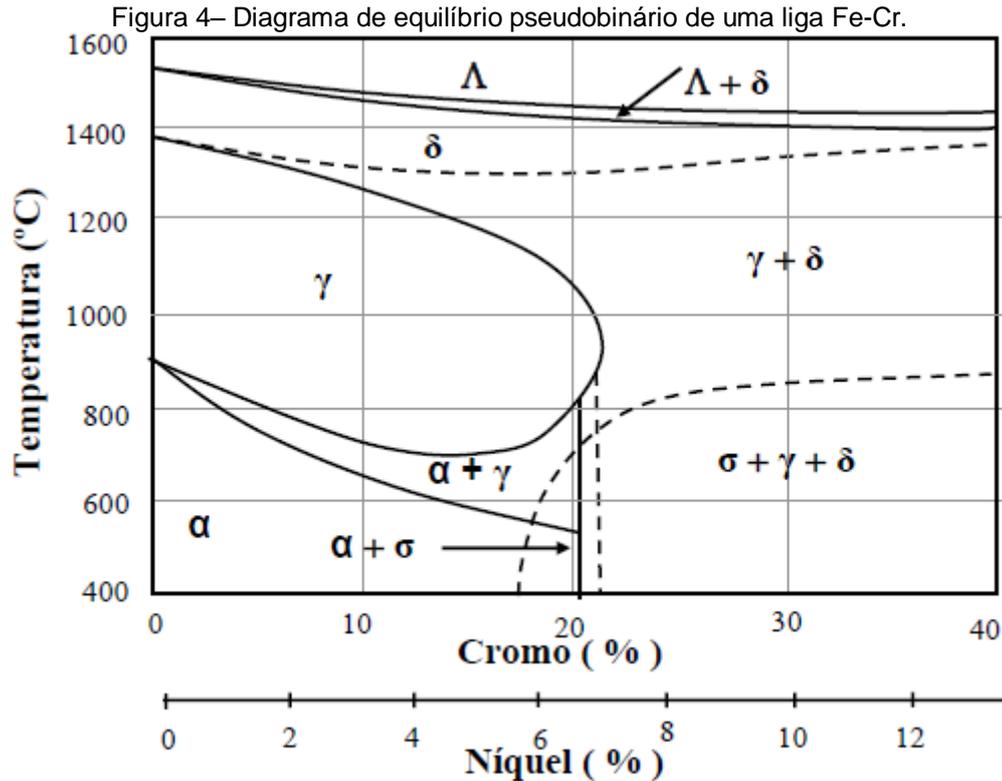
Fonte: CRAWFORD, ROHRIG e BECHET (1982 apud GRACIOSO, 2003, p.15).

O diagrama de *Schaeffler* para os aços inoxidáveis martensíticos fundidos é relativamente preciso, sendo possível prever as principais fases (austenita, ferrita e martensita) que constituirão os aços após a solidificação à temperatura ambiente (CRAWFORD, ROHRIG e BECHET, 1982, apud GRACIOSO, 2003). Na Figura 3 é apresentado o ponto correspondente ao aço CA6NM, que se localiza no campo bifásico (martensita + ferrita) próximo à linha 100% martensita. Além de martensita e ferrita, podem ser observados também traços de austenita (FOLKHARD, 1988). É provável que esta seja formada devido à baixa velocidade de resfriamento do material fundido em relação ao de solda, com a introdução de uma menor tensão térmica, o que permite que ocorra a segregação de seus elementos estabilizadores. Carbono e níquel, por exemplo, diminuem localmente a temperatura de início de transformação da martensita (M_s) para valores abaixo da temperatura ambiente.

Os rotores utilizados em turbinas hidráulicas, fabricados em aço CA6NM, geralmente são montados por meio da soldagem de pás fundidas. Os engenheiros projetam estes componentes com a consideração de defeitos provenientes dos processos de fundição e soldagem (TRUDEL; LÉVESQUE; BORCHU, 2013).

A diminuição do teor de carbono e a presença de cromo nos aços CA6NM reduzem o campo austenítico e tornam a ferrita delta estável em temperaturas menores, o que tende a diminuir a tenacidade, devido à tendência de formar carbonetos nos contornos de grãos, o que causa a fragilização da região. Este efeito pode ser compensado com a adição de níquel, mantendo o potencial para que ocorra a austenitização completa e, posteriormente, a têmpera com a formação de martensita. O níquel estreita o campo da ferrita delta, restringindo-o a temperaturas mais elevadas (CHIAVERINI; SMITH; STRAUBE, 1977, 1993, 1988), e abaixa consideravelmente as temperaturas M_s e M_f , sendo utilizado um teor máximo de 5,5%. Alguns estudos têm sido realizados para possível redução da quantidade de níquel, e sua substituição por outros estabilizadores da austenita como, por exemplo, o nitrogênio, que é mais austenitizante e não interfere tanto nas temperaturas M_s e M_f (STRAUBE, 1988).

Na Figura 4 é apresentado um diagrama de equilíbrio pseudobinário Fe-Cr, contendo uma proporção de cromo e níquel de 3:1, aproximadamente. Observa-se que a liga 13%Cr/4%Ni se solidifica completamente ferrítica, sendo que o campo da ferrita δ se localiza aproximadamente entre 1320°C e 1240°C. As transformações no estado sólido ocorrem por processo difusional, portanto, são relativamente lentas e dependentes da velocidade de resfriamento (FOLKHARD, 1988). Nota-se também, a estreita faixa de solidificação (líquido + ferrita delta), que propicia menores defeitos provenientes da solidificação. A temperatura inicial (Ac_3) e final (Ac_1) da transformação austenítica ocorre, aproximadamente, a 720°C e 630°C.



Fonte: FOLKHARD, 1988.

A limitação do diagrama de equilíbrio pseudobinário ao ser utilizado diretamente para o aço CA6NM decorre, principalmente, de duas causas. A primeira se deve à exclusão de elementos como C, Mo, P, S, Cu, N, entre outros, do diagrama. Neste caso, poderiam ser formadas outras fases, mesmo na presença de pequenas porcentagens, e assim, influenciar significativamente nas propriedades mecânicas do material. Os principais constituintes após o resfriamento deste aço também não são observados no diagrama de equilíbrio. A martensita, por exemplo, juntamente com outras fases como os carbonetos $M_{23}C_6$, M_7C_3 e M_2C , pode ser prevista em diagramas que incluem o tempo como variável, como os diagramas isotérmicos e os de transformação em resfriamento contínuo (BILMES et al., 2001).

A segunda causa resulta das variações das temperaturas de transformações de fases que também são afetadas pela presença de outros elementos de liga. Isso pode ser observado tanto pela variação nos limites de temperatura onde a ferrita delta é estável, quanto pela variação das temperaturas Ac_1 e Ac_3 . Sabe-se que a adição de elementos de liga como o cromo, o silício e o molibdênio, faz com que sejam reduzidos os limites de temperatura onde a ferrita delta é estável, ao passo que elementos de liga como o níquel e manganês fazem com que estes aumentem.

O balanço destes elementos, em condição de equilíbrio, ocorre de maneira que o início e o término da transformação da ferrita em austenita estejam situados em aproximadamente 1300°C e 1200°C (BILMES et al., 2001).

A quantidade de ferrita delta retida no material fundido é menor, ao contrário do soldado. Com o decréscimo da velocidade de resfriamento, existe um tempo maior para que se decomponha e se transforme em austenita e, em seguida, em martensita, mantendo-se na ordem de 5% (CRAWFORD, ROHRIG E BECHET, 1982). Segundo Pereira (1980), a redução da porcentagem de ferrita delta com menores velocidades de resfriamento deve-se a tempos maiores para que ocorra a difusão e, portanto, maior a tendência para que a transformação peritética se complete.

A presença de ferrita delta de uma maneira geral, nos aços inoxidáveis, está associada a menores valores de tenacidade. Apesar de ser dúctil e tenaz, esta possui pouca capacidade de dissolver carbono em sua matriz e durante um resfriamento mais lento pode formar precipitados em seu contorno, sendo esta a principal razão que leva à baixa da tenacidade do material. Constatou-se a presença de $Cr_{23}C_6$ de morfologia dendrítica nas interfaces de ferrita delta/austenita. Os resultados obtidos mostraram que o efeito combinado da ferrita delta e dos carbonetos reduzem a tenacidade e a ductilidade (SCHÄFER, 1998).

Tani, Piovanelli e Naldini (1988) associaram a baixa tenacidade e ductilidade à presença de ferrita delta, devido à baixa energia de coesão da matriz com esta fase. O efeito da ferrita delta também pode ser considerado benéfico como, por exemplo, na prevenção do crescimento de grão em altas temperaturas, numa porcentagem de 1% a 5% (PEREIRA, 2000), e na redução da tendência de trinca a quente na soldagem, quando esta se apresenta na ordem de 5% a 10% (PETTY, 1970).

3.3 Metal de solda 13%Cr, 4%Ni e 0,4%Mo

Durante o processo de soldagem do aço inoxidável martensítico macio, na construção e reparo de rotores de turbinas hidráulicas, são utilizados consumíveis

com composição química similar ao metal de base. No caso dos fabricados em aço fundido tipo CA6NM, são depositadas ligas com composição química em torno de 13%Cr, 4%Ni e 0,4%Mo e teores de carbono que não ultrapassam 0,04%. É recomendável que tais consumíveis apresentem baixos teores de hidrogênio difusível (máximo 4ml/100g metal de solda) (THALBERG; BAAS, 2002, 1996).

Ao utilizá-los devem ser adotados determinados procedimentos como realização de pré-aquecimento, controle da temperatura entre passes e tratamento térmico após soldagem para remoção de hidrogênio em juntas com grande restrição. Em aplicações onde a tenacidade ao impacto é requisito, a realização de tratamento térmico de revenimento é fundamental (BAAS, 1996).

Segundo a especificação AWS A5.22, o arame tubular com fluxo não metálico é classificado como E410NiMoT-1/4 e a composição química do metal de solda produzido sem diluição apresenta os limites indicados na Tabela 3 (AWS, 2010). Na Tabela 4 estão apresentados o alongamento e limite de resistência a tração mínimos do metal de solda produzido por este arame tubular de acordo com a especificação AWS A5.22 (AWS, 2010). De acordo com o fabricante do arame E410NiMoT-1/4 empregado neste trabalho, as propriedades mecânicas típicas desse consumível estão apresentadas na Tabela 5 (KOBELCO, 2012).

Tabela 3 – Composição química do metal de solda E410NiMoT-1/4.

Elemento	% em massa (máximo)
C	0,06
Cr	11,0-12,5
Ni	4,0-5,0
Mo	0,4-0,7
Mn	1,0
Si	1,0
P	0,04
S	0,03
Cu	0,75

Fonte: AWS, 2010, p.4 (Adaptado).

Tabela 4 – Propriedades mecânicas do arame tubular segundo a especificação AWS A5.22.

Arame Tubular	Limite de Resistência (MPa) Mínimo	Alongamento (%) Mínimo
E410NiMoT-1/4	760	15

Nota: Corpo de prova tratado termicamente de 595°C a 620°C por 15 minutos com resfriamento ao ar.

Fonte: AWS, 2010, p.18 (Adaptado).

Tabela 5 – Propriedades mecânicas do metal de solda E410NiMoT-1/4 de acordo com seu fabricante.

Tratamento Térmico Pós Soldagem (TTPS)	Ensaio de Tração (T_{amb})			Energia Absorvida (J)	
	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento (%)	-20°C	0°C
(600°Cx1h) ¹	846	926	17	41	41
(600°Cx25hs) ²	699	855	20	51	52

¹ Resfriamento ao ar.

² Resfriamento ao forno até a temperatura ambiente a 40°C/h.

Fonte: KOBELCO, p.1, 2012.

Na Tabela 5 são apresentadas as propriedades mecânicas do metal de solda em duas condições diferentes. A primeira com um TTPS a 600°C durante 1 hora, seguido por resfriamento ao ar e, a segunda, a 600°C durante 25 horas com resfriamento ao forno até a temperatura ambiente, com uma taxa de resfriamento de 40°C/h. Na segunda condição podem ser observados menores valores tanto para o limite de escoamento quanto para o limite de resistência, e um maior valor para o alongamento, ao comparar com os valores da primeira condição.

3.4 Revenimento

O revenimento é um processo no qual o aço previamente endurecido é aquecido a uma temperatura abaixo da temperatura crítica e resfriado a uma taxa adequada, para proporcionar um aumento, principalmente, da ductilidade e da tenacidade do material. Os aços são revenidos após o endurecimento para obter valores específicos de propriedades mecânicas e, também, para aliviar as tensões que surgiram na têmpera, garantindo assim, a estabilidade dimensional. Este tratamento

também é utilizado para aliviar as tensões e reduzir a dureza resultante da soldagem e para aliviar tensões induzidas pelos processos de conformação e usinagem (ASM INTERNATIONAL, 1991).

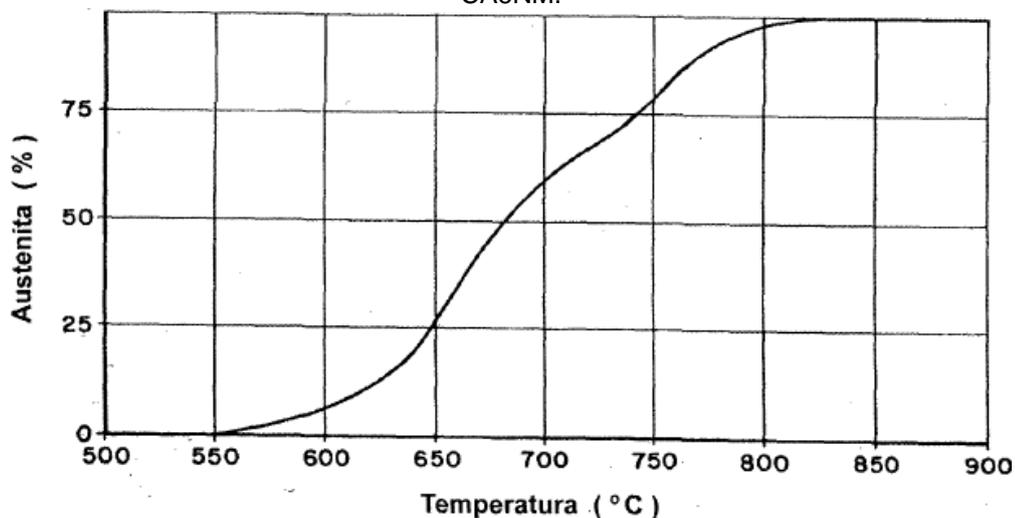
3.4.1 Revenimento dos AIMM

Os AIMM apresentam boa tenacidade devido à formação de martensita revenida, além da austenita retida. Valores consideráveis (45J) desta propriedade podem ser obtidos caso seja efetuado o revenimento, mesmo a temperaturas mais baixas (STRAUBE, 1988).

De acordo com Henke (1998), o início do surgimento da austenita se dá por volta de 570°C, apresentando um conteúdo máximo após resfriamento (cerca de 30%) com um aquecimento até 615°C, verificado a partir de ensaios dilatométricos. Acima desta temperatura, ocorre a desintegração da austenita formada e ainda o surgimento de uma austenita instável capaz de se transformar em martensita após o resfriamento.

Na Figura 5 é apresentada a variação da porcentagem de austenita com o aumento da temperatura de revenimento em um aço CA6NM.

Figura 5 – Porcentagem de austenita com o aumento da temperatura de revenimento para o aço CA6NM.

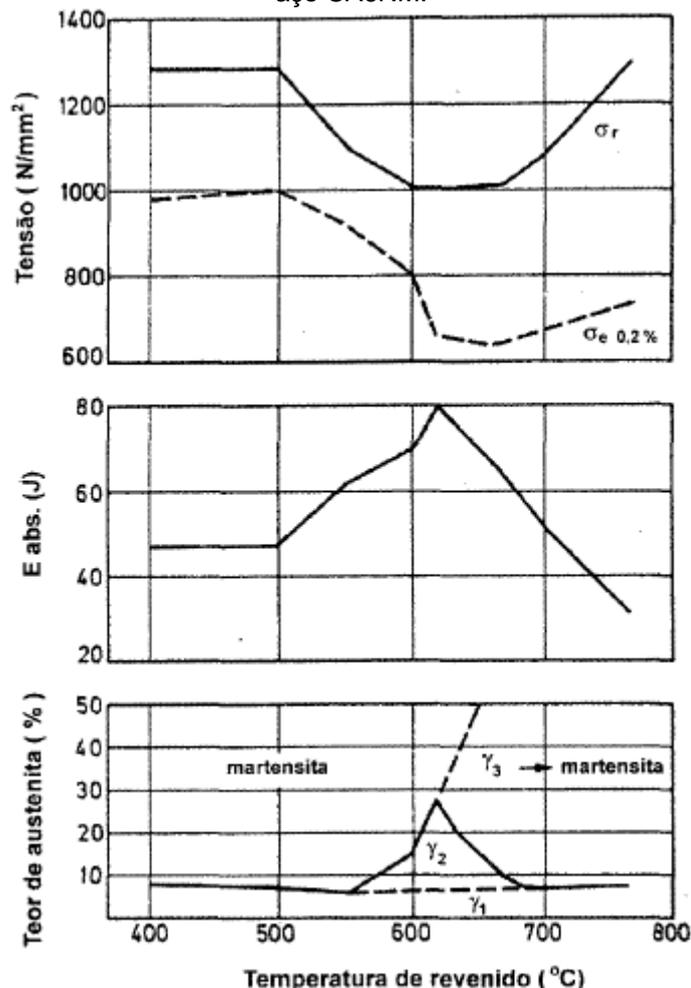


Fonte: NIEDERAU (1977 apud HENKE, 1998, p. 13).

Nota-se que a quantidade de austenita formada aumenta com a elevação da temperatura até cerca de 830°C. Conforme já foi apresentado, de acordo com a literatura, sabe-se que existe uma temperatura ótima de aquecimento, a partir da qual a austenita começa a se desestabilizar, se transformando em martensita após resfriamento. É necessário identificar até qual temperatura o material deve ser aquecido para obtenção de maior teor de austenita retida e assim, maior valor de tenacidade.

No gráfico da Figura 6, são apresentados valores de limite de resistência à tração e limite de escoamento, energia absorvida no ensaio de Charpy e fração volumétrica de austenita retida em função da temperatura de revenimento para o aço CA6NM (NIEDERAU, 1977, apud HENKE, 1998).

Figura 6 – Variação das propriedades mecânicas em função da temperatura de revenimento para o aço CA6NM.



Fonte: NIEDERAU (1977 apud HENKE, 1998, p. 14).

A uma temperatura de aproximadamente 615°C é revelada a possibilidade da obtenção de baixa resistência mecânica (obtenção dos menores valores de limites de resistência à tração e de escoamento) e boa tenacidade (maiores valores de energia absorvida), resultante da formação de maior teor de austenita estável finamente distribuída no interior do material (NIEDERAU, 1977, apud HENKE, 1998).

Atualmente, para obtenção de melhor tenacidade tem sido proposta a utilização de um tratamento térmico de duplo estágio, sendo o primeiro ciclo realizado a 670°C e o segundo entre 550°C e 600°C (HENKE, 1998).

3.4.2 Exemplos de tratamento térmico e sua interferência nas propriedades mecânicas do metal de solda

As soldas produzidas com ligas 13%Cr, 4%Ni e 0,4%Mo tem sido submetidas a revenimentos de duplo estágio, onde é realizado um primeiro estágio intercrítico acima da temperatura de transformação Ac1 seguido de resfriamento e um segundo estágio abaixo da temperatura Ac1, para garantir a tenacidade adequada ao metal de solda (RAMIREZ, 2007).

O objetivo do primeiro estágio do tratamento térmico é garantir o revenimento adequado da martensita formada durante o ciclo de resfriamento da solda. Porém, parte dessa martensita se transformaria em austenita durante o aquecimento do primeiro estágio do tratamento térmico, e, se transformaria novamente em martensita (não revenida) durante o resfriamento subsequente. O segundo estágio irá revenir esta martensita formada durante o primeiro estágio do tratamento térmico (DAS et al., 2008).

Este aço apresenta, em condições normalizadas e revenidas, uma microestrutura que consiste em ripas de martensita revenida e austenita retida (BILMES et al.; GOOCH, 2009, 1995). O revenimento de dois estágios, geralmente, é empregado para a obtenção de resistência mecânica, tenacidade e resistência à corrosão adequada nesses aços (BILMES et al.; BILMES, SOLARI e LLORENTE; LIPPOLDI,

KOTECKI, 2009, 2001, 2005). Da mesma forma, os consumíveis de soldagem correspondentes para a soldagem desse aço requerem um tratamento térmico pós-soldagem de dois estágios, na faixa de 580°C a 680°C, para que sejam obtidas resistência à corrosão e tenacidade adequadas (BILMES, SOLARI e LLORENTE; DAS et al.; RAMIREZ; SONG et al., 2001, 2008, 2007, 2010).

Bilmes, Solari e Llorente (2001) realizaram um tratamento térmico pós-soldagem, envolvendo revenimento de único e duplo estágio no metal de solda depositado pelo arame ER410NiMo na soldagem GMAW. No primeiro, o metal de solda foi deixado em uma temperatura de 600°C durante 2 horas e, posteriormente, resfriado ao ar. Já no segundo, foi utilizada uma temperatura de 670°C durante 2 horas e, em seguida, o material foi resfriado ao ar. Posteriormente, o material foi colocado em uma temperatura de 600°C por 2 horas e, novamente, resfriado ao ar. Realizou-se um recozimento a 950°C durante 1 hora, com resfriamento ao ar. Esse recozimento foi realizado para homogeneização da microestrutura.

Na Tabela 6 são apresentados os valores de limites de escoamento e de resistência à tração, a energia absorvida (ensaio Charpy com entalhe em V), a dureza e a microestrutura do metal de solda 13%Cr, 4%Ni e 0,4%Mo como soldado, após os diferentes tratamentos térmicos, de acordo com Bilmes, Solari e Llorente (2001).

Pode ser observado que os maiores valores de energia absorvida foram obtidos após a realização do revenimento de duplo estágio. Nesta condição, o metal de solda apresentou menores valores de limite de resistência à tração e limite de escoamento e menores valores de dureza. Observa-se também maior fração de austenita retida, a qual se atribui o aumento da tenacidade do material. O metal de solda que foi submetido ao recozimento a 950°C, não apresentou ferrita delta em sua microestrutura, uma vez que esta foi recozida, não estando presente após resfriamento.

Tabela 6 – Propriedades mecânicas, energia de impacto, dureza e microestrutura do metal de solda.

Condição do metal de solda	Propriedades mecânicas (MPa)	Energia de Impacto (J)		Dureza (HRC) [HV10]	Microestrutura
		20°C	-77°C		
Como soldado	Limite de Resistência a Tração=1176 Limite de Escoamento=1050	73 FD ^a =100%	35 FD ^a =100%	(35) [345]	<ul style="list-style-type: none"> • Martensita • Ferrita delta (5%)^b • Austenita (8±1 vol.%)^c
Único estágio (600°C/2h/ar)	Limite de Resistência a Tração = 971 Limite de Escoamento = 874	116 FD ^a = 100%	59 FD ^a = 100%	(27) [275]	<ul style="list-style-type: none"> • Martensita revenida • Ferrita delta (5%)^b • M₂X • Austenita (15±1 vol.%)^c
Duplo estágio (950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar + 600°C/8h/ar) ^d	Limite de Resistência a Tração = 853 Limite de Escoamento = 638	150 FD ^a = 100%	100 FD ^a = 100%	(25) [266]	<ul style="list-style-type: none"> • Martensita revenida • M₂X • Austenita (29,2±1 vol.%)^c

^aFratura Dúctil. ^bEstimada pelo Diagrama *Schaeffler*. ^cMedido por Difração de Raios-X a partir da análise de *Rietveld*. ^dRecozimento a 950°C/1h da ferrita delta solubilizada.

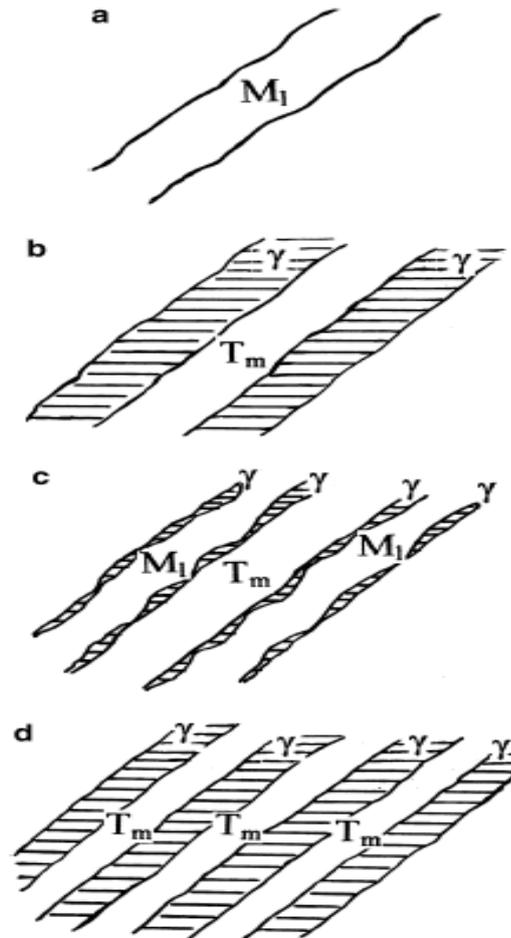
Fonte: Bilmes, Solari e Llorente, 2001, p. 287 (Adaptado).

O esquema do refinamento estrutural devido ao revenimento de duplo estágio proposto por Bilmes, Solari e Llorente (2001) é apresentado na Figura 7. Após a têmpera a 950°C, a microestrutura do metal de solda é composta por ripas de martensita. Com o revenimento intercrítico a 670°C, após o resfriamento, os constituintes formados foram martensita revenida, austenita retida e ripas de martensita recém-formada, a qual se reveniu após a segunda etapa a 600°C.

Segundo os autores Bilmes, Solari e Llorente, (2001), a transformação da ferrita delta em cristais de austenita no metal de solda começa em torno de 1300°C e termina, no caso de condições de equilíbrio, em torno de 1220°C. Pequenas quantidades de ferrita delta são super-resfriadas durante a transformação em austenita, com as taxas reais de resfriamento experimentadas durante o processo de soldagem. Da mesma forma, na transformação martensítica há o super

resfriamento contendo pequenas quantidades de austenita retida. Assim, à temperatura ambiente, a estrutura consiste em martensita com pequenas quantidades de ferrita delta e austenita super resfriadas.

Figura 7 – Esquema do refinamento estrutural devido revenimento de duplo estágio.



Nota: (a) 950°C/1h/ar, M_1 : ripas de martensita. (b) 950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar durante o aquecimento, T_m : martensita revenida, γ : austenita. (c) 950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar (após resfriamento), T_m : martensita revenida, M_1 : ripas de martensita, γ : austenita. (d) 950°C/1h/ar + 670°C/2h/ar + 600°C/8h/ar, T_m : martensita revenida; γ : austenita.

Fonte: Bilmes, Solari e Llorente, 2001, p.295.

Uma maneira de melhorar a tenacidade é aplicar um revenimento intercrítico a 600°C (ligeiramente acima da temperatura A_{c1}) como TTPS. Esse tratamento faz com que ocorra o amaciamento da martensita e a precipitação da austenita, a qual é

finamente distribuída ao longo do limite dos grãos de martensita com os previamente formados de austenita. Após o revenimento, a austenita permanece não transformada e sabe-se que esta é responsável pela alta tenacidade desta liga (BILMES; SOLARI; LLORENTE, 2001).

Foram identificados carbonitreto do tipo $M_2(C, N)$ por meio de difração de raios X em condições revenimento de único e duplo estágios. A presença destes compostos e não de carbonetos do tipo M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ é associada ao alto teor de nitrogênio dos metais de solda, juntamente com a presença de molibdênio (BILMES; SOLARI; LLORENTE, 2001). Normalmente, durante o revenimento, o carbono é precipitado como carbeto e, de acordo com Irvine (1960), M_3C , $M_2(C, N)$, M_7C_3 e $M_{23}C_6$ podem ser formados.

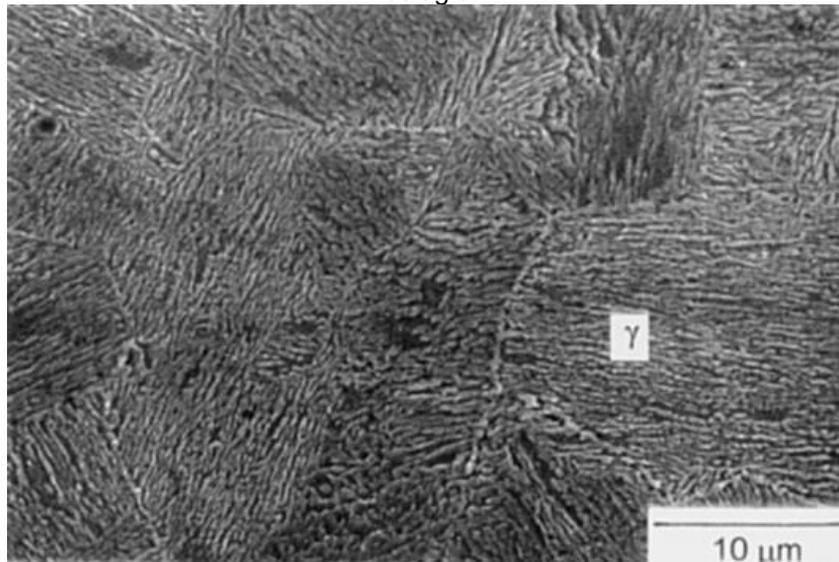
De acordo com Pickering (1978), a presença de nitrogênio e molibdênio promove a formação de $M_2(C, N)$ no lugar da formação de M_7C_3 ou $M_{23}C_6$. Assim, tanto o revenimento de um quanto de dois estágios levam à decomposição da martensita juntamente com a precipitação de uma austenita dispersa muito finamente, uma vez que a precipitação desta fase ocorre em temperaturas de revenimento levemente mais altas que Ac_1 ($600^\circ C$) (BILMES; SOLARI; LLORENTE, 2001). Esta austenita pode ser observada nas Figuras 8 e 9, para condições de revenimento de um e dois estágios respectivamente, apresentadas como plaquetas entre ripas de martensita, que permanece estável e não se transforma posteriormente em martensita durante o resfriamento após o revenimento.

Figura 8 – Micrografia da austenita retida entre as ripas de martensita, após revenimento de único estágio.



Fonte: Bilmes, Solari e Llorente, 2001, p.290.

Figura 9 – Micrografia da austenita retida entre as ripas de martensita, após revenimento de duplo estágio.



Fonte: Bilmes, Solari e Llorente, 2001, p.290.

Bilmes, Solari e Llorente (2001) sugerem que a estabilidade da austenita tenha origens tanto subestruturais como químicas. A com origem subestrutural pode ocorrer devido ao aumento da dificuldade em propagar o cisalhamento da transformação martensítica, através do aumento de barreiras, que são proporcionadas pela subestrutura das partículas de austenita. Já a estabilidade química ocorre quando as partículas de austenita são enriquecidas com elementos de soluto como níquel, manganês e molibdênio, quando comparadas com a

composição nominal do metal. De acordo com Folkhard (1988), este enriquecimento levará a uma diminuição na temperatura Ms.

Divya et al. (2011), ao estudar o metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo durante a soldagem TIG, relata que a estabilidade de austenita irá aumentar com o acréscimo de seu teor de níquel, o que por sua vez irá depender da temperatura de aquecimento durante o tratamento térmico e da fração volumétrica de austenita formada. Com o aumento da temperatura acima de Ac1, esta fração irá aumentar e assim, conforme foi desmostrado por Leem et al. (2001), o teor níquel nesta fase irá diminuir, uma vez que, a quantidade desse elemento no metal não se altera, o que faz com que seja reduzida a estabilidade da mesma. Assim, sabe-se que existe uma temperatura ótima de tratamento térmico acima de Ac1 que pode resultar na maior fração volumétrica de austenita retida na liga.

Com o tratamento térmico de duplo estágio (670°C/2h e 600°C/8h), pôde ser observado um refinamento estrutural do material, que além de apresentar um maior teor de austenita, existe uma distribuição mais uniforme. Acredita-se que, o mecanismo pelo qual a precipitação da austenita aumenta com o após o segundo revenimento, esteja associado à instabilidade das partículas desta fase durante o resfriamento após o revenimento a 670°C e com tempos mais longos de revenimento a 600°C (HUBÁCKOVÁ, 1984).

Na condição “como soldado”, a microestrutura do metal de solda é basicamente martensita com alguma ferrita delta e austenita retida resultante da solidificação do não-equilíbrio. Revenimentos intercríticos a 600°C produzem o amaciamento de estruturas martensíticas e, uma fina dispersão de austenita que não se transforma durante o resfriamento (BILMES; LLORENTE; IPIÑA, 2000).

Bilmes, Llorente e Ipiña (2000) apresentaram os valores de dureza e tenacidade ao impacto do metal de solda em algumas condições de tratamento térmico estudadas. O maior valor de dureza foi encontrado no metal de solda na condição como soldado. Já o maior valor de tenacidade foi obtido no metal de solda após o segundo revenimento.

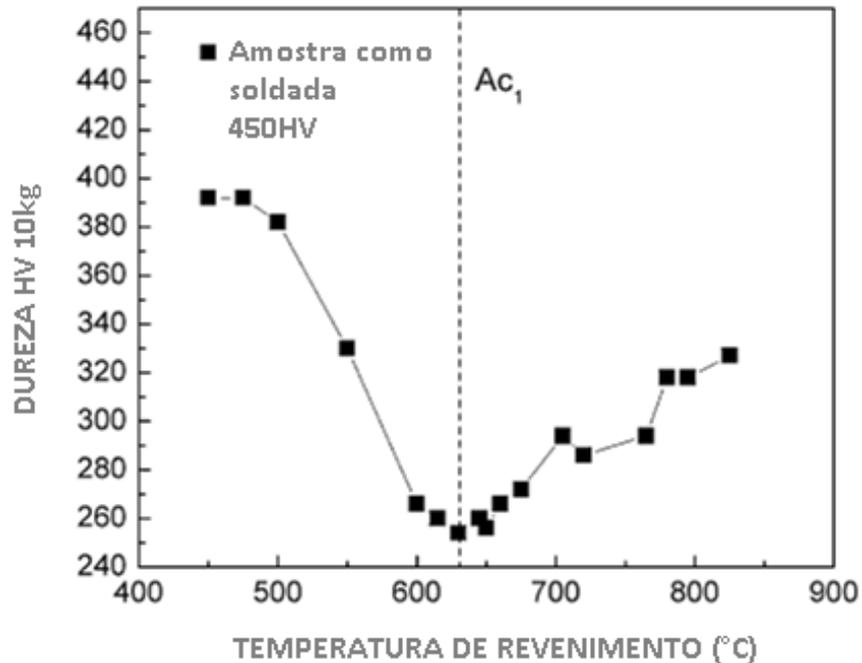
Das et al. (2008) relataram que o tratamento térmico realizado a 675°C/2h e 615°C/4h não melhorou a tenacidade do metal de solda. Mesmo não tendo sido relatado pelo autor, pode-se especular, conforme relatado por Leem et al. (2001), que este fato se deve à alta temperatura da primeira etapa do revenimento, que faz com a austenita se torne instável, transformando em martensita durante o resfriamento.

O TTPS de dois estágios, realizado logo acima de Ac1 para o primeiro estágio e abaixo de Ac1 para o segundo estágio, pode resultar em boa tenacidade do metal de solda. Esta melhoria na tenacidade é alcançada não apenas pelo revenido da martensita, mas também pela presença de austenita retida (DIVYA et al., 2011).

No estudo realizado por Divya et al. (2011), para escolher as temperaturas apropriadas dos tratamentos térmicos, determinou-se a temperatura Ac1 do metal de solda experimentalmente. Foram extraídas algumas amostras deste, as quais foram submetidas a um revenimento na faixa de temperatura de 450°C a 825°C, durante 1 hora a cada temperatura. Posteriormente, a dureza Vickers foi obtida e os valores foram traçados como função da temperatura de revenimento. Considerou-se como Ac1 a temperatura na qual a dureza é mínima e acima da qual a dureza aumenta com o aumento da temperatura de revenimento.

Na Figura 10 está apresentada a variação da dureza do metal de solda com a temperatura de revenimento do metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo.

Figura 10 – Variação da dureza do metal de solda com a temperatura de revenimento metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo.



Fonte: Divya et al., 2011, p.2033.

De acordo com Divya et al. (2011), a dureza da amostra soldada foi de 450VHN e foi reduzida para 390VHN após revenimento a uma temperatura de 450°C. Em seguida, esta diminuiu com o aumento da temperatura de revenimento e um valor mínimo de dureza para o metal de solda é obtido para a temperatura de revenimento de 630°C. A partir desta temperatura, a dureza aumenta novamente e esse aumento é devido à transformação da austenita formada durante o tratamento térmico em martensita no resfriamento. A microestrutura da amostra revenida a 600°C apresentou martensita totalmente revenida, enquanto as amostras revenidas a 650°C e 700°C apresentaram uma mistura de martensita revenida e recém-formada. A quantidade desta na amostra temperada a 650°C é menor comparada à amostra temperada a 700°C.

De acordo com Qin, Wang e Sun (2007), o revenimento máximo ocorre logo abaixo da temperatura A_{c1} . Assim, 630°C está próximo da temperatura de transformação A_{c1} para o metal de solda, o que sugere que a temperatura do TTPS do primeiro estágio (650°C) está acima e a temperatura do TTPS do segundo estágio (600°C) está abaixo desta temperatura (DIVYA et al., 2011). A microestrutura do metal de

solda após o TTPS de dois estágios, sendo composta por martensita revenida e austenita previamente formada, é apresentada na Figura 11 (DIVYA et al., 2011).

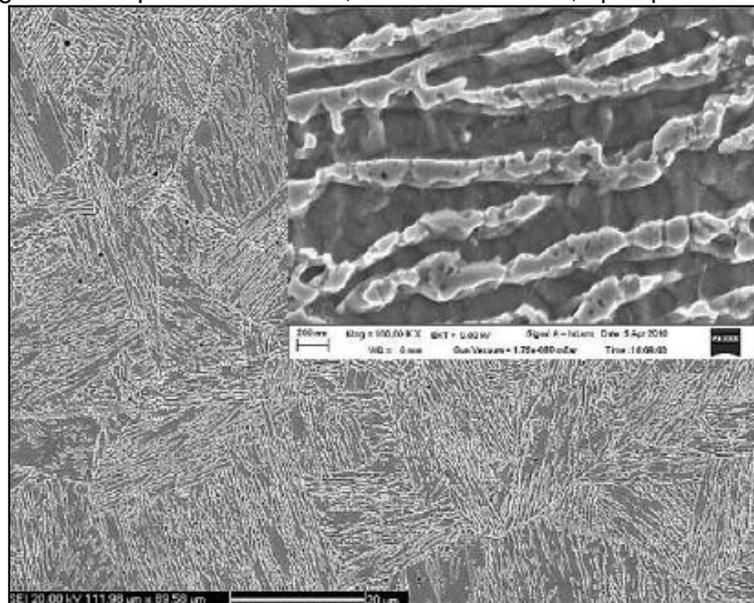
Figura 11 – Microestrutura do metal de solda obtido pelo arame ER410NiMo após TTPS de duplo estágio.



Fonte: Divya et al., 2011, p.2034.

A microestrutura do metal de solda após o primeiro estágio do tratamento térmico é apresentada na Figura 12.

Figura 12 – Imagem obtida por meio do MEV, do metal de solda, após primeiro estágio do TTPS.



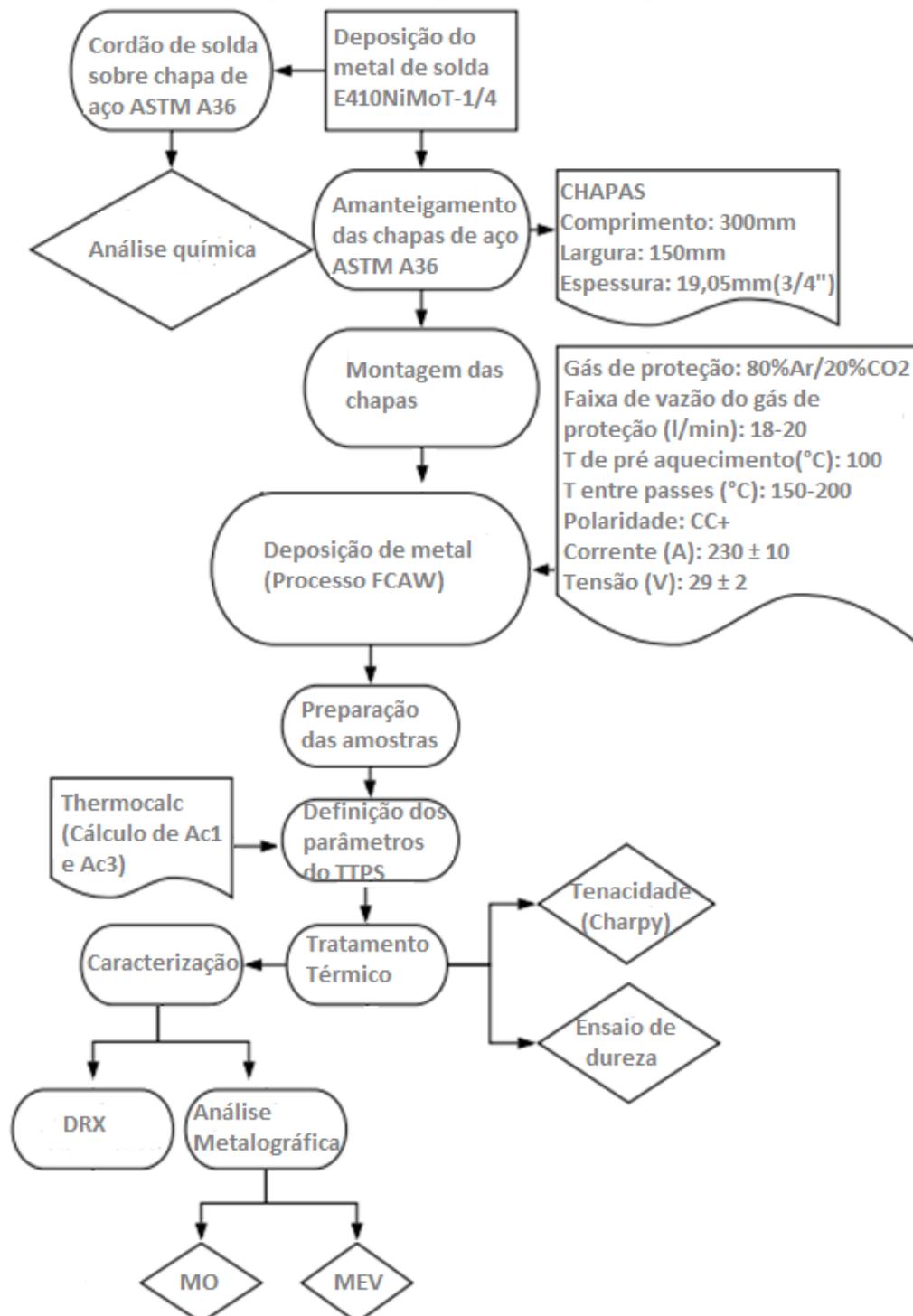
Fonte: Divya et al., 2011, p.2035.

De acordo com Divya et al. (2011), tal microestrutura revela duas fases alinhadas. A análise de pontos MEV/EDS foi feita em diferentes locais, para determinar se existe alguma segregação elementar. Como a largura da fase alinhada está em níveis submicrônicos, não foi possível obter uma clara evidência de compartilhamento de elemento de liga. No entanto, esta análise, realizada arbitrariamente no metal de solda como recebido, após soldado e, após tratamentos térmicos de primeiro e de segundo estágios, revelou que a banda de dispersão para o teor de níquel aumentou progressivamente da condição de soldagem (0,1%) àquela após o tratamento térmico de dois estágios (1%). Em contraste, a variação na faixa de dispersão para o conteúdo de cromo foi menor, sem tendência definida com o tratamento térmico. Além disso, a composição média de cromo e níquel se manteve inalterada com a condição de tratamento térmico. Estes resultados indicaram indiretamente que existe uma partição de liga entre as duas fases durante o tratamento térmico.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

O fluxograma da metodologia empregada no presente estudo é apresentado na Figura 13.

Figura 13 – Fluxograma da Metodologia.



Fonte: Próprio Autor.

4.1 Materiais

4.1.1 Arame tubular

O arame tubular utilizado é do tipo *flux cored* (fluxo interno não metálico), com baixo teor de hidrogênio (máximo 4ml/100g de metal depositado), classe AWS A5.22 E410NiMoT-1/4, diâmetro nominal de 1,6 mm. Esse consumível é denominado comercialmente DW-410NiMo e foi produzido pela *Kobelco Welding of American Inc*, cuja composição química típica está apresentada na Tabela 7.

Tabela 7 – Composição química típica do metal de solda DW-410NiMo.

Elemento	% em massa (máximo)
C	0,015
Cr	11,6
Ni	4,3
Mo	0,55
Mn	0,52
Si	0,34
P	0,024
S	0,004
Cu	0,03

Fonte: KOBELCO, 2012, p.1 (Adaptado).

4.1.2 Chapas metálicas

A deposição do metal de solda deste estudo foi realizada em chapas de aço ASTM A36 com dimensões 300x150x19,05mm. O cobre-junta apresenta 400mm em comprimento, 50mm de largura e 19mm de espessura, e também é aço carbono ASTM A36. A composição química típica está apresentada na Tabela 8.

Tabela 8 – Composição química do aço carbono ASTM A36.

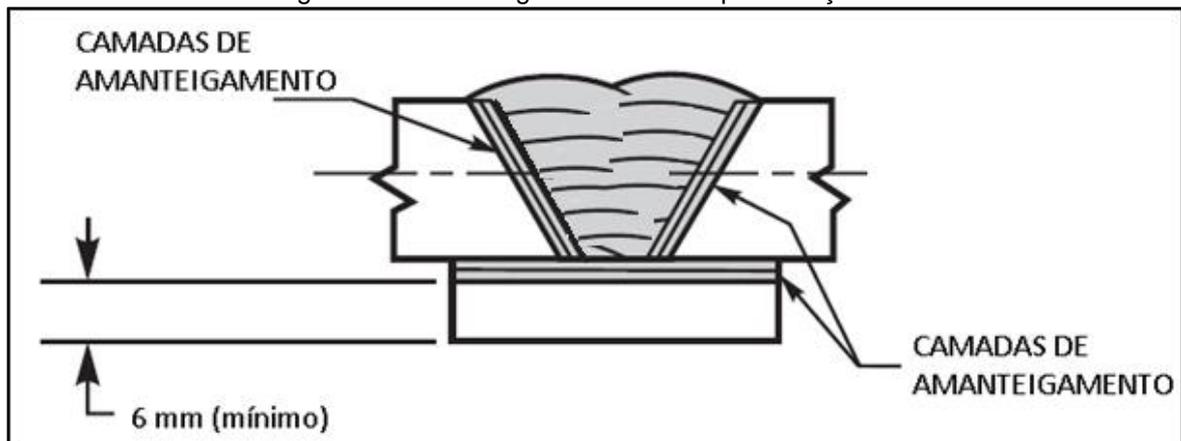
Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cu
% em massa	0,26	(0,85-1,35) ^A	0,04	0,05	(0,40) ^A	0,20
	(Máximo)				(Máximo)	(Mínimo)

^A O teor de manganês de 0,85 a 1,35% e o teor de silício de 0,15 a 0,40% são necessários para perfis com espessura acima de 75 mm.

Fonte: ASTM, 2014, p.3 (Adaptado).

Um dos fatores considerados para selecionar o metal de base foi o custo. O aço carbono ASTM A36 apresenta custo consideravelmente menor que o aço inoxidável martensítico fundido e sua utilização neste caso é prevista pela especificação AWS A5.22 (2010). De acordo com esta, para a deposição de metal de solda inoxidável sobre chapas de aço carbono, foi necessário realizar pelo menos duas camadas de amanteigamento, conforme ilustrado na Figura 14.

Figura 14 – Amanteigamento das chapas de aço A36.



Fonte: AWS, 2010, p.12 (Adaptado).

Para determinação da composição química do metal de solda sem diluição, foi utilizada uma amostra de aço A36 com dimensões de 75x19x16mm.

4.2 Métodos

4.2.1 Processo de soldagem e parâmetros

Os parâmetros de soldagem que foram utilizados na produção do metal de solda deste estudo estão discriminados na Tabela 9.

Tabela 9 – Parâmetros utilizados nos processos de soldagem.

Gás de proteção	80%Ar/20%CO₂
Faixa de vazão do gás de proteção (l/min)	18-20
Temperatura de pré-aquecimento (°C)	100
Temperatura entre passes (°C)	150-200
Polaridade	CC+
Corrente (A)	230±10
Tensão (V)	29±2

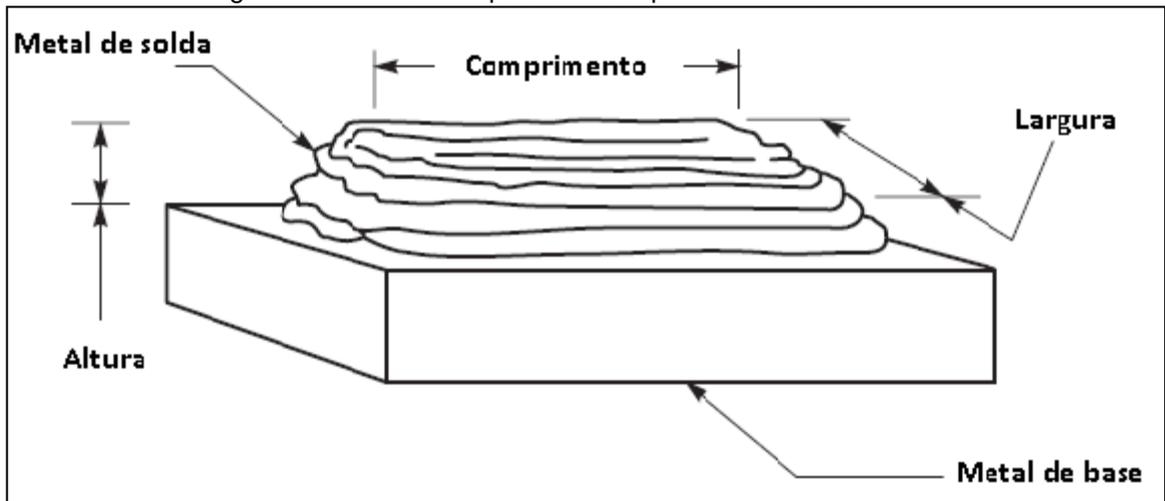
Fonte: Próprio Autor.

Os parâmetros descritos foram baseados no catálogo do fabricante do arame tubular DW-410NiMo. As temperaturas de pré-aquecimento e entre passes foram controladas por meio da utilização de termômetro ótico de infravermelho marca Minipa modelo MT-390. O amateigamento foi realizado manualmente com o emprego de uma fonte inversora, da marca *Lincoln Electric*, modelo *Power Wave*. No preenchimento do chanfro com metal de solda foi utilizado um robô industrial, equipado com uma fonte de energia inversora Panasonic modelo YA-1TA/YA-1UA.

4.2.2 Composição química do metal de solda

Para verificação da composição química do metal de solda sem diluição produzido pelo arame tubular utilizado neste estudo, foi produzida uma “almofada” de acordo com a especificação AWS A5.22 (2010), conforme Figura 15. Os valores mínimos das dimensões para a “almofada” de solda estão indicados na Tabela 10. A determinação dos teores de cada um dos elementos químicos foi realizada por Espectrometria de Emissão Óptica com o emprego de um equipamento da marca SPECTROMAXx.

Figura 15 – “Almofada” para análise química do metal de solda.



Fonte: AWS, 2010, p.11 (Adaptado).

Tabela 10 – Valores mínimos para a “almofada” de solda.

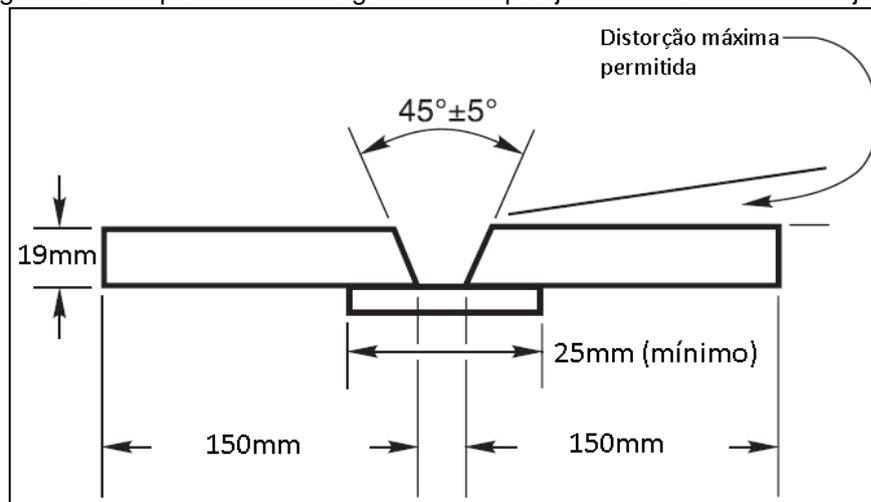
Arame Tubular	Diâmetro (mm)	Comprimento (mm)	Largura (mm)	Altura (mm)	Distância mínima entre superfície e base (mm)
E410NiMoT-1/4	1.6	75	19	16	13

Fonte: AWS, 2010, p.11 (Adaptado).

4.2.3 Obtenção dos corpos de prova do metal de solda para tratamento térmico

Na preparação das chapas de teste, para retirada dos corpos de prova de metal depositado, foi realizada a montagem conforme apresentado na Figura 16, de acordo com a especificação AWS A5.22 (2010).

Figura 16 – Esquema da montagem das chapas juntamente com o cobre-junta.



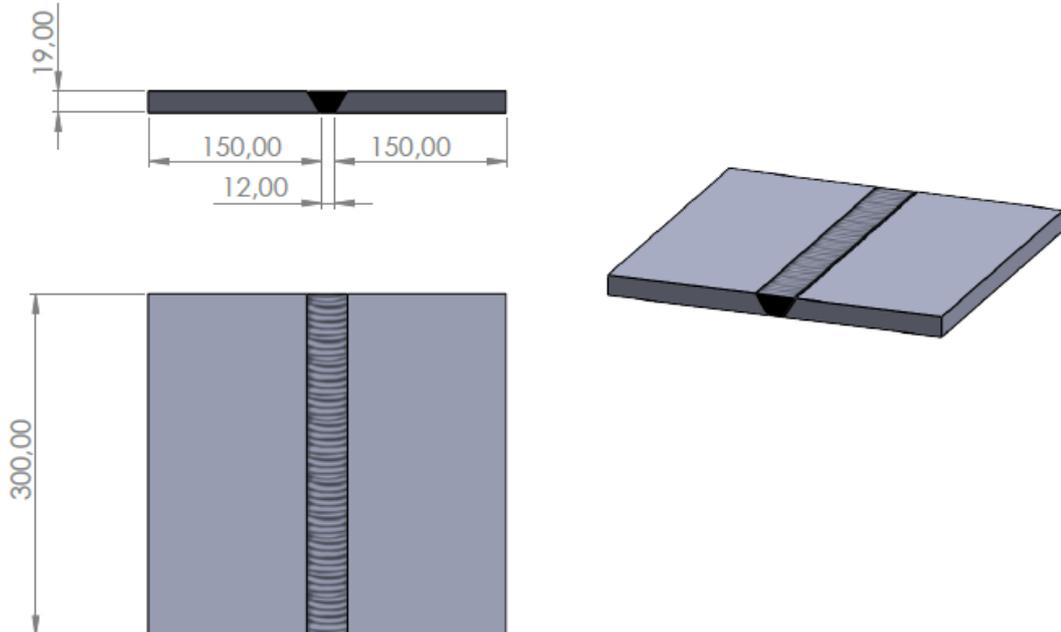
Fonte: AWS, 2010, p.12 (Adaptado).

A confecção do bixel de cada chapa foi feita por meio do processo de usinagem por fresamento, com a utilização de uma máquina fresadora, marca Clever - modelo Y2112M-4, e na conferência do ângulo foi utilizado um goniômetro da marca Eda, que realiza medições de 0° a 180°.

Após a realização do amanteigamento, as chapas foram montadas e o travamento realizado por meio de pontos de solda executados pelo processo de soldagem com eletrodo revestido. Foi utilizado um eletrodo revestido rutilico, especificação AWS A5.1 E6013 de 3,25X350mm.

A deposição do metal de solda foi realizada de acordo como está ilustrado na Figura 17.

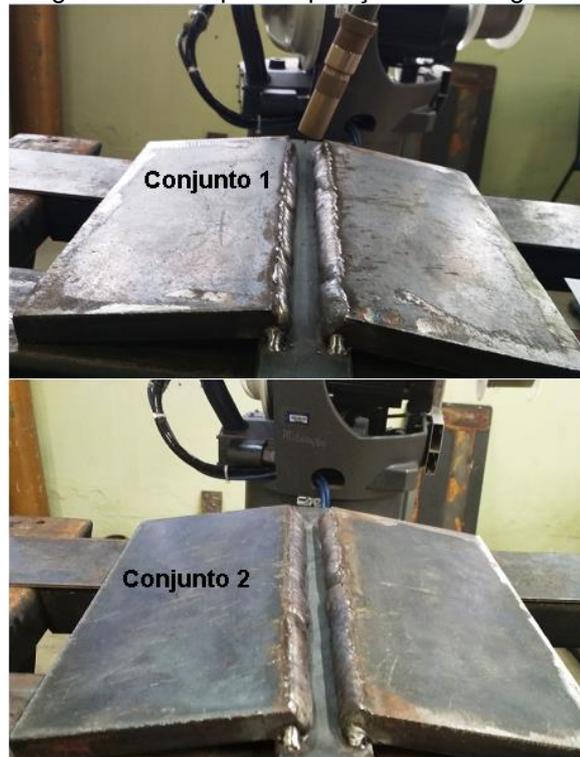
Figura 17 – Chapas de aço após o processo de deposição de metal de solda.



Fonte: Próprio Autor.

As chapas na posição de soldagem estão apresentadas na Figura 18, sobre a bancada, onde foi realizada a deposição do metal de solda por meio do robô industrial.

Figura 18 – Chapas na posição de soldagem.

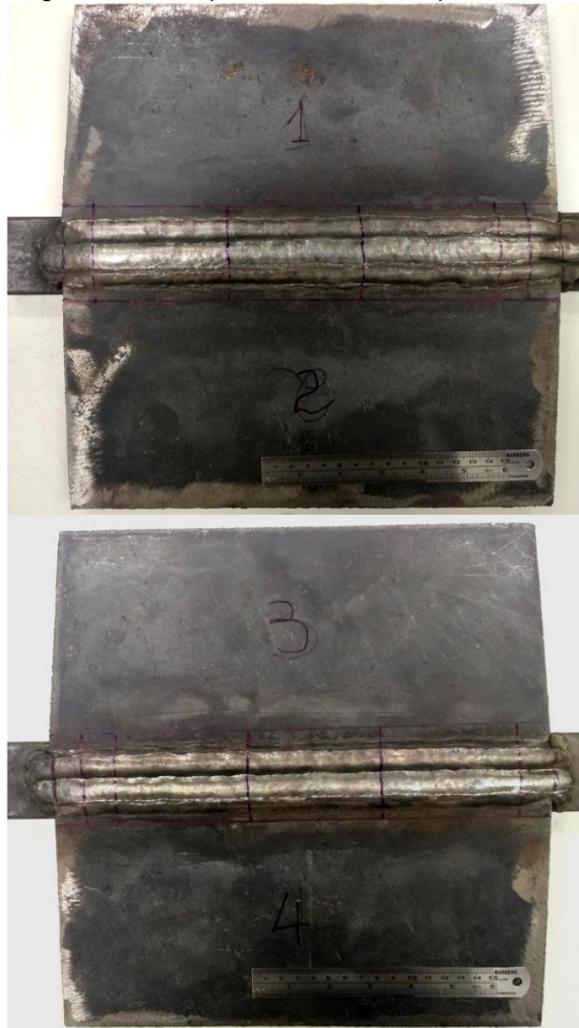


Fonte: Próprio Autor.

Na Figura 19 estão apresentadas as chapas de teste após a deposição do metal de solda. Após o processo de soldagem, foi retirado um bloco com comprimento de 240mm, com o descarte de 30mm em cada extremidade, de maneira que no centro do bloco se encontrou o metal de solda, como apresentado na Figura 20.

O bloco retirado das chapas foi dividido em três partes iguais de 80mm de comprimento cada, conforme detalhado na Figura 21. A partir da soldagem dos conjuntos de chapas foi possível obter seis blocos de 80mm. Os cortes foram realizados com a utilização de uma máquina de corte serra fita da marca ALJE, modelo 320. Durante todo o procedimento foi utilizado fluido refrigerante, para que não ocorresse o aquecimento da peça.

Figura 19 – Chapas com o chanfro preenchido.



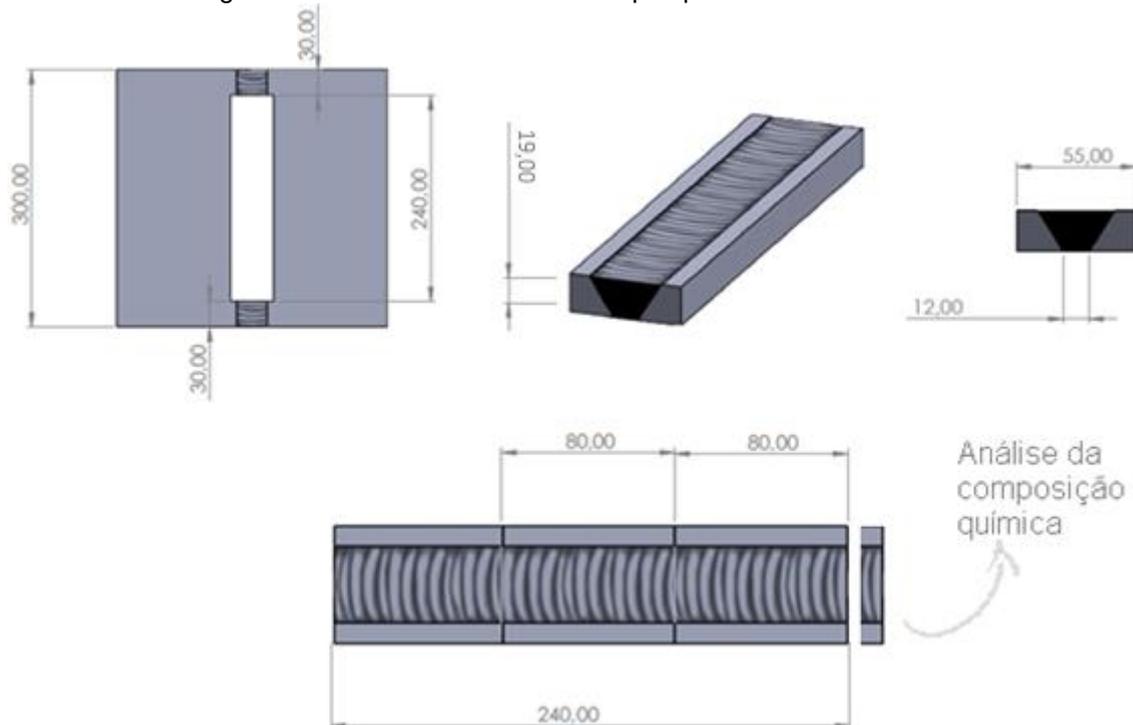
Fonte: Próprio Autor.

Figura 20 – Retirada do bloco no centro das chapas após processo de soldagem.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 21 – Blocos retirados das chapas previamente soldadas.



Fonte: Próprio Autor.

Foi retirado um pequeno bloco de metal de solda de 10mm de largura, dos 30mm que sobraram nas extremidades, para a realização da análise química por meio de Espectrometria de Emissão Óptica, análise microestrutural e ensaio de dureza na condição como soldado. A análise química foi realizada para que pudessem ser comparados os resultados do metal de solda de cada chapa de teste para verificar possíveis diferenças e se ocorreu a difusão do carbono. A análise microestrutural e o ensaio de dureza do metal de solda das duas chapas também foram comparados.

Após o corte, os blocos foram fresados por uma máquina marca Clever - modelo Y2112M-4, até que fosse obtido aproximadamente 10mm de espessura. Após a realização da fresagem, os blocos menores retirados das extremidades das chapas foram levados para a análise química. Os outros blocos foram radiografados, com o intuito de verificar a presença de descontinuidades no metal de solda.

4.2.4 Tratamento térmico

Para a escolha das temperaturas utilizadas nos tratamentos térmicos, foram calculadas as temperaturas Ac1 e Ac3 do metal de solda objeto deste trabalho, com

o emprego do *software* Thermocalc®. O valor encontrado para Ac1 foi 593°C e, para Ac3, 738°C. Verificou-se também que estão presentes neste aço a fase cúbica de corpo centrado, CCC (ou BCC), que corresponde à ferrita delta ou martensita, e cúbica de face centrada, CFC (ou FCC) que corresponde à austenita. Este apresenta também carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ (BILMES; SOLARI; LLORENTE, 2001).

De acordo com Ramirez (2007), as soldas produzidas com a utilização do consumível E410NiMoT-1/4 podem ser submetidas a revenimentos de duplo estágio, em que é realizado um primeiro estágio de revenimento acima da temperatura de transformação parcial Ac1, seguido de resfriamento e um segundo estágio de revenimento abaixo da temperatura Ac1, para garantir a tenacidade adequada ao metal de solda.

A matriz contendo as condições de tratamento térmico do metal de solda está apresentada na Tabela 11. Os blocos 1 e 2 foram retirados do segundo conjunto de chapas soldadas e os blocos 3, 4 e 5, do primeiro.

Tabela 11 – Condições de tratamento térmico que as amostras foram submetidas.

Bloco do metal de solda	Tratamento Térmico	
	1° estágio	2° estágio
1	580°C/2h	-
2	620°C/2h	-
3	650°C/2h	-
4	620°C/2h	580°C/4h
5	650°C/2h	580°C/4h

Fonte: Próprio Autor.

4.2.4.1 Realização do tratamento térmico

Nos tratamentos térmicos foi utilizado um forno da marca Magnus, com capacidade de aquecimento até 1200°C, equipado com controlador de temperatura da marca Novus, modelo N1040.

Utilizou-se uma temperatura abaixo de A_{c1} para a realização do primeiro revenimento com o bloco 1 a 580°C , e duas temperaturas acima de A_{c1} (revenimento intercrítico), 620°C e 650°C , para os blocos 2 e 3, com o mesmo tempo de encharque (2 horas) e o resfriamento ao ar. Para os blocos 4 e 5, repetiu-se as condições do revenimento intercrítico realizado para os blocos 2 e 3, respectivamente, no primeiro estágio e, no segundo, foi realizado um revenimento a 580°C por 4 horas.

Com a realização dos diferentes tratamentos térmicos, foi possível comparar o revenimento simples com o revenimento intercrítico, e estes com tratamentos térmicos de duplo estágio.

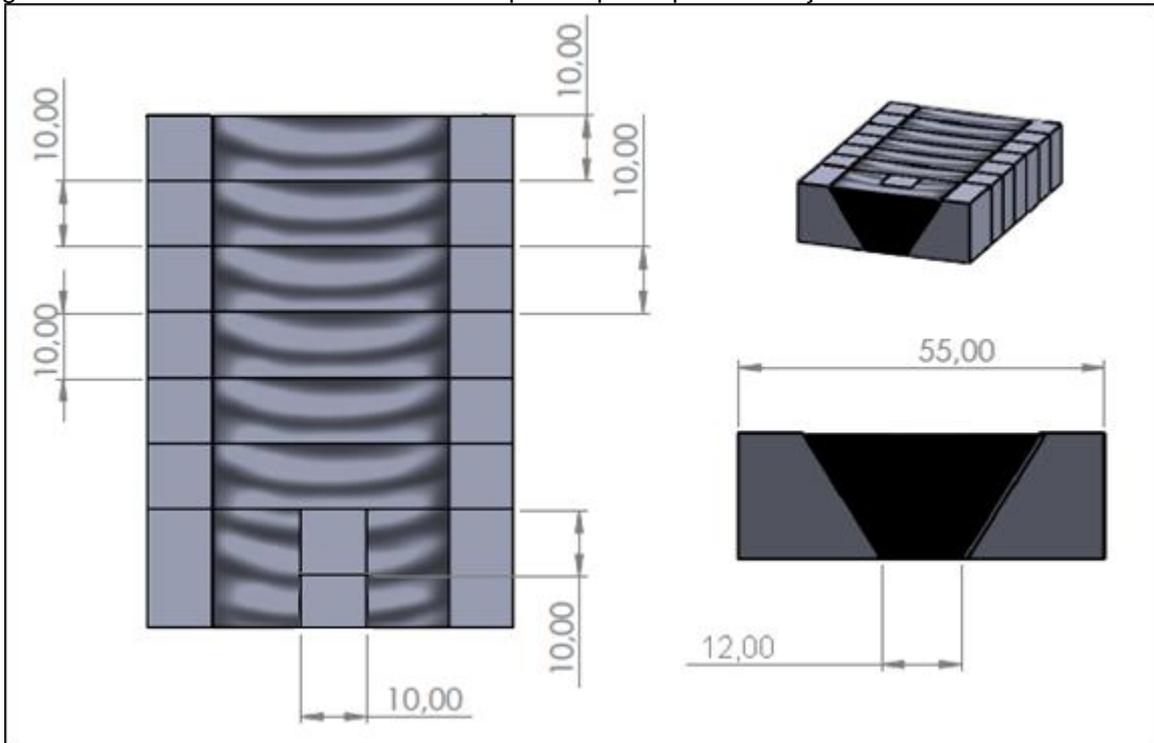
O bloco 1 foi levado primeiramente ao forno para o revenimento a 580°C durante 2 horas. Os blocos 2 e 4 foram levados juntamente ao forno para que fosse realizado o tratamento térmico de 620°C por 2 horas. Os blocos 3 e 5 também foram levados juntos ao forno para a realização do revenimento intercrítico a 650°C por 2 horas. E por fim, os blocos 4 e 5 foram tratados termicamente juntos à temperatura de 580°C durante 4 horas.

Após o término do tratamento térmico, os blocos foram retificados, com a finalidade de melhorar o acabamento superficial do material, com a utilização de uma retificadora da marca Timemaster, modelo SG4080-AHD.

4.2.5 Preparação das amostras para caracterização

Após a realização dos tratamentos térmicos, as amostras e os corpos de prova para avaliação microestrutural e mecânica foram retirados a partir de cada um dos blocos obtidos, conforme indicado na Figura 22. Foram extraídos cinco corpos de prova para o ensaio Charpy de $55 \times 10 \times 10 \text{mm}$ de cada bloco e duas amostras de $10 \times 10 \times 10 \text{mm}$ para caracterização microestrutural e dureza. Os cortes foram realizados com a utilização de discos de corte abrasivo e com refrigeração, em um equipamento da marca Arotec, modelo Arocor 80.

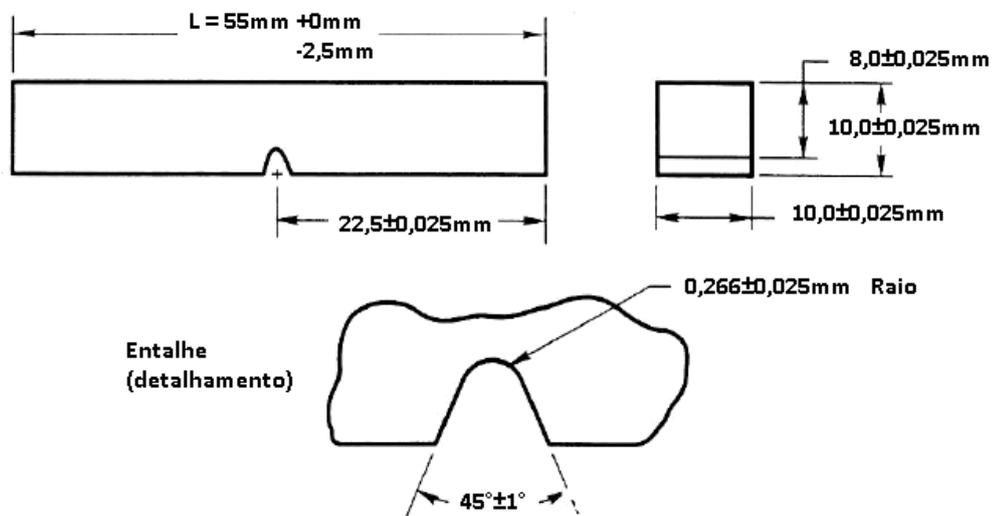
Figura 22 – Retirada das amostras e dos corpos de prova para avaliação microestrutural e mecânica.



Fonte: Próprio Autor.

Os corpos de prova para o ensaio Charpy foram novamente levados à retífica, para finalizar o acabamento superficial nas regiões onde foram cortadas, de modo que as medidas finais estivessem dentro dos limites especificados na ANSI/AWS B4.0, conforme apresentado na Figura 23. O entalhe foi confeccionado com a utilização de uma brochadeira exclusiva para tal finalidade.

Figura 23 – Dimensões dos corpos de prova – ensaio de tenacidade ao impacto.



Fonte: ANSI/AWS B4.0.

4.2.5.1 Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A caracterização microestrutural por MO e MEV foi realizada tanto em amostras na condição como soldadas como nas que foram submetidas aos tratamentos térmicos. Foi utilizado o MEV/EDS para algumas amostras.

As amostras foram preparadas metalograficamente após embutimento a frio, realizado com acrílico autopolimerizável, mediante o lixamento para debaste com a utilização de lixas com granulometrias #120, #240, #320, #400, #600 e #1200 e posteriormente polidas com pasta de diamante, em panos de 9 μ m, 3 μ m e 1 μ m. Em seguida, as amostras foram atacadas com o reagente Villela, o qual é composto por 5mL de ácido clorídrico, 1g de ácido pícrico e 100mL de etanol.

Na análise por microscopia óptica foi empregado um equipamento de marca Kontrol, modelo 1M713. Na análise por microscopia eletrônica de varredura foi empregado um equipamento marca SHIMADZU modelo SSX-550.

A caracterização microestrutural foi realizada para que pudesse ser observada a microestrutura formada, na condição como soldado e, após a realização dos diferentes tratamentos térmicos e assim, relacionar os resultados encontrados com as propriedades mecânicas do material.

4.2.5.2 Difração de Raios-X (DRX)

A análise por difração de raios-X foi realizada para identificação e quantificação de fases nas amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos. Empregou-se um equipamento da marca SHIMADZU, modelo XRD700, com alvo metálico de cobre. Os parâmetros utilizados foram o tempo fixo de 5s por passo, o passo de 0,02s⁻¹ e o ângulo de varredura de 10° a 120°.

A quantificação de austenita retida nas amostras foi realizada por meio da utilização do *software* OriginPro2019b®. Os gráficos foram plotados e, em seguida, submetidos à técnica semi-quantitativa dos picos observados. Utilizou-se a análise de *Lorentz*, na qual se utiliza como base a integração das áreas dos picos de

difração formados, para que possa ser realizado o cálculo da proporção das fases existentes.

A preparação das amostras para esta análise consistiu em lixamento em lixas com granulometrias #120, #240, #320, #400, #600 e #1200, polimento com pasta de diamante de 9 μ m, 3 μ m, 1 μ m e decapagem em ácido clorídrico, com o objetivo de remover os eventuais efeitos de transformação de fases da austenita retida para martensita.

4.2.6 Caracterização Mecânica

4.2.6.1 Tenacidade ao impacto – Ensaio Charpy com entalhe em V

O ensaio foi realizado de acordo com a norma ANSI/AWS B4.0, conduzido à uma temperatura de -20°C, conforme indicado no catálogo do fabricante do consumível, com a utilização de um equipamento de marca LOS modelo PSW-30. Os corpos de prova foram colocados em um recipiente isolante contendo álcool etílico hidratado e CO_{2(s)} até atingirem a temperatura de -20°C, controlada por meio de um termopar, conforme apresentado na Figura 24.

Figura 24 – Recipiente de resfriamento dos corpos de prova para o ensaio Charpy.



Fonte: Próprio Autor.

Por meio da realização deste ensaio foi possível obter os valores de tenacidade ao impacto dos corpos de prova submetidos aos diferentes tratamentos térmicos. Após a realização do ensaio, foram analisadas as superfícies fraturadas dos corpos de prova. Utilizou-se o *software ImageJ* para calcular a área das regiões de fratura dúctil e frágil.

4.2.6.2 Ensaio de dureza

A dureza do metal depositado foi avaliada por meio do método Vickers, tanto na condição como soldado como na condição tratado termicamente. O ensaio de dureza Vickers foi realizado por meio do equipamento de marca SHIMADZU modelo HMV2T, com o emprego de uma carga de 200gf e um tempo de indentação de 15 segundos. Foram realizadas 20 medições para cada amostra de metal depositado, de acordo com a norma ASTM E92-16.

4.2.7 Análise estatística

Os dados coletados nos experimentos foram avaliados estatisticamente por meio do cálculo de média, desvio padrão e erro padrão. Devido à proximidade dos valores obtidos para a tenacidade, verificou-se a diferença entre as médias, com a utilização do método t-student, para uma confiança (α) = 98%. A descrição desse método se encontra no Anexo A.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Composição química do metal de solda

O resultado da análise química da “almofada” de solda produzida sobre uma chapa de aço carbono, de acordo com a norma A5.22 (2010) está apresentado na Tabela 12.

Tabela 12 – Análise química da “almofada” de solda.

Elementos químicos	Concentração (%)
Carbono (C)	0,016
Silício (Si)	0,33
Manganês (Mn)	0,46
Fósforo (P)	0,029
Enxofre (S)	0,006
Cromo (Cr)	11,59
Molibdênio (Mo)	0,56
Níquel (Ni)	4,04
Cobre (Cu)	0,038

Fonte: Próprio Autor.

Os resultados apresentados foram comparados com os valores descritos na Tabela 7, onde é apresentada a composição química típica do metal de solda DW-410NiMo, de acordo com o catálogo da (2012), estando muito próximos dos fornecidos pelo fabricante.

Tais resultados também foram comparados com os apresentados na Tabela 3, onde se encontram os teores especificados dos elementos químicos para o metal de solda, de acordo com a especificação AWS A5.22 (2010). Todos os teores encontrados estão dentro dos especificados.

Já os resultados da composição química do metal de solda depositado nas chapas de teste são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13 – Análise química do metal de solda após processo de soldagem.

Concentração (%)		
Elementos químicos	Conjunto 1	Conjunto 2
Carbono (C)	0,025	0,026
Silício (Si)	0,34	0,33
Manganês (Mn)	0,49	0,45
Fósforo (P)	0,030	0,029
Enxofre (S)	0,006	0,005
Cromo (Cr)	11,76	11,64
Molibdênio (Mo)	0,55	0,54
Níquel (Ni)	4,19	4,16
Cobre (Cu)	0,033	0,034

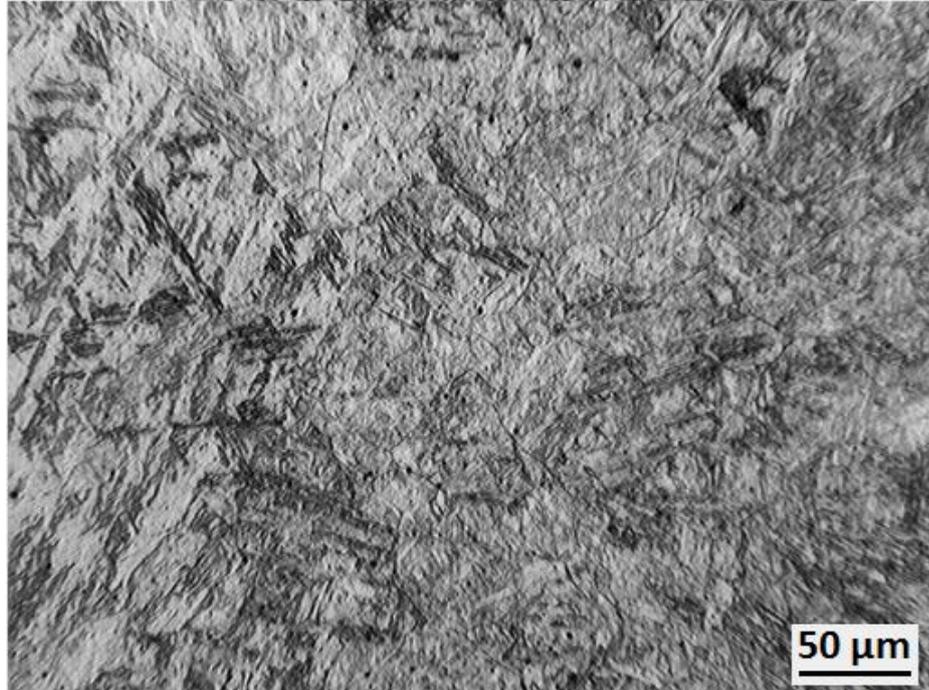
Fonte: Próprio Autor.

A composição química do metal de solda dos conjuntos de chapas 1 e 2 estão dentro dos limites estabelecidos pela especificação AWS A5.22 (2010) para o consumível deste estudo. Ao comparar os teores dos elementos químicos em cada um dos conjuntos verificou-se que não há diferenças. Tal constatação, associada aos resultados de análise metalográfica são importantes, pois confirmam a inexistência de diferenças no metal de solda depositado nas chapas. Estes resultados também não apresentam diferenças significativas quanto aos encontrados na análise química realizada para a “almofada” de solda.

5.2 Análise Microestrutural do Aço

A microestrutura típica do metal de solda obtida por meio de microscopia óptica na condição como soldado é apresentada na Figura 25.

Figura 25 – Microscopia óptica do metal de solda na condição como soldado.

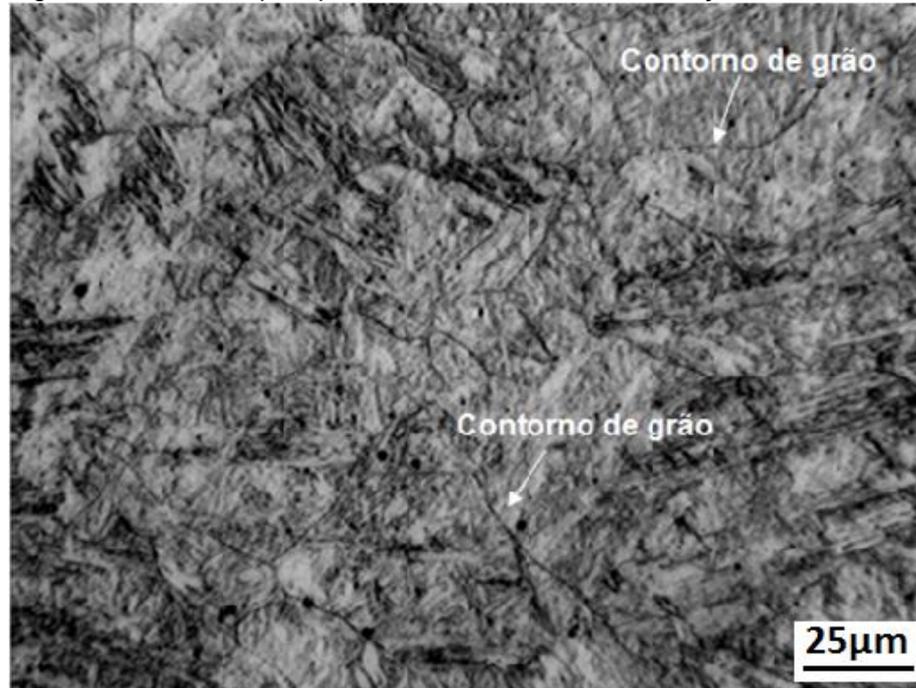


Fonte: Próprio autor.

Pode-se observar que a microestrutura é composta principalmente por ripas de martensita. Após o resfriamento, esta é composta por ripas de martensita e pode também apresentar ferrita delta e pequenas quantidades de austenita retida, a qual é resultante da solidificação do não-equilíbrio (BILMES; LLORENTE; IPIÑA, 2000).

Na Figura 26, na qual se apresenta uma micrografia com maior ampliação, é possível observar os contornos de grãos prévios de austenita, com as ripas de martensita alinhadas no interior destes.

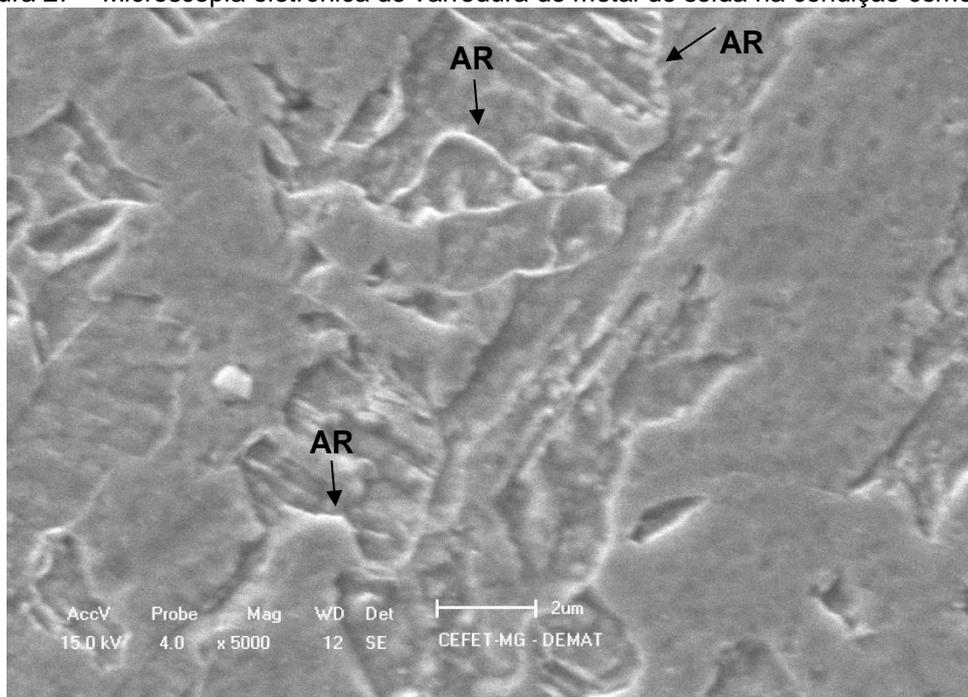
Figura 26 – Microscopia óptica do metal de solda na condição como soldado.



Fonte: Próprio Autor.

Na Figura 27 é apresentada a microscopia eletrônica de varredura do metal de solda na condição como soldado, com ampliação de 5000x, com o objetivo de observar a austenita retida.

Figura 27 – Microscopia eletrônica de varredura do metal de solda na condição como soldado.



Legenda: AR – austenita retida.

Fonte: Próprio Autor.

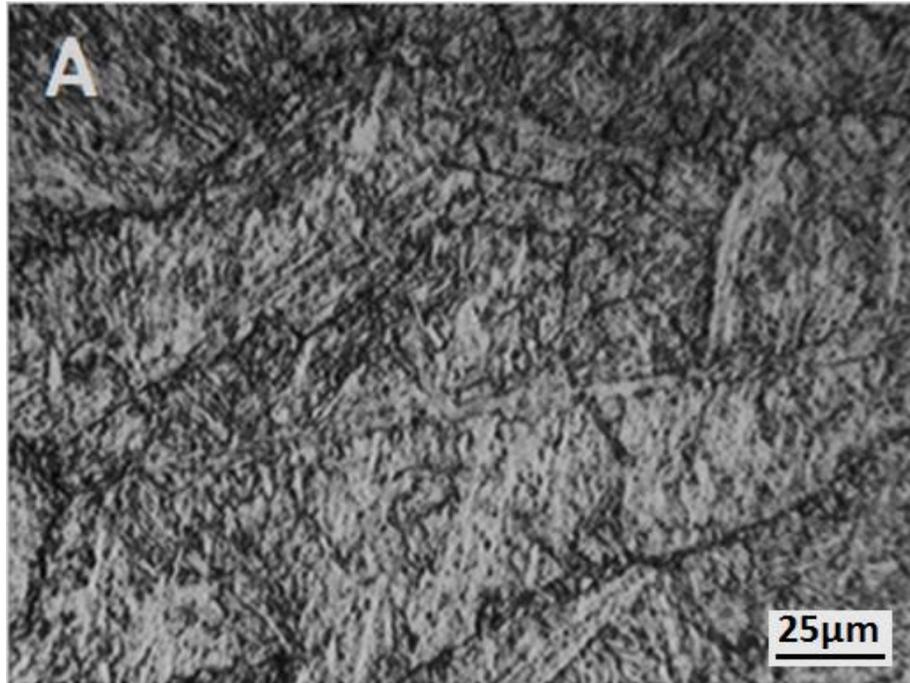
Observa-se que a microestrutura, composta basicamente por ripas de martensita, exibe algumas regiões mais claras, que podem corresponder a pequenas quantidades de austenita retida.

Existem algumas regiões com a presença de uma martensita mais grosseira e outras com uma martensita mais refinada. De acordo com Amrei et al. (2015), essa diferença pode estar relacionada à orientação dos grãos ou aos distintos ciclos térmicos que o metal de solda foi submetido durante o processo de soldagem, existindo a presença de regiões refundidas no cordão de solda.

Diferentes contrastes resultantes do ataque químico estão relacionados com as várias orientações cristalográficas das ripas de martensita, que geram diversas respostas ao reagente. Os grãos de austenita, por exemplo, para o reagente empregado, são mais resistentes ao ataque químico que os grãos de martensita. Na medida em que se afasta da linha de fusão, as ripas de martensita aparecem com uma coloração mais clara, o que leva a sugerir que a temperatura nessa região foi alta o suficiente para produzir parcialmente martensita recém-formada. Além disso, podem ser encontradas na microestrutura do metal de solda, microsegregações escuras, que são marcas de ferrita delta previamente formada (AMREI et al., 2015).

Nas Figuras 28 e 29 estão apresentadas as microestruturas do metal de solda na condição de tratamento térmico de um único estágio, realizado em três diferentes temperaturas (580°C, 620°C e 650°C).

Figura 28 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 580°C.

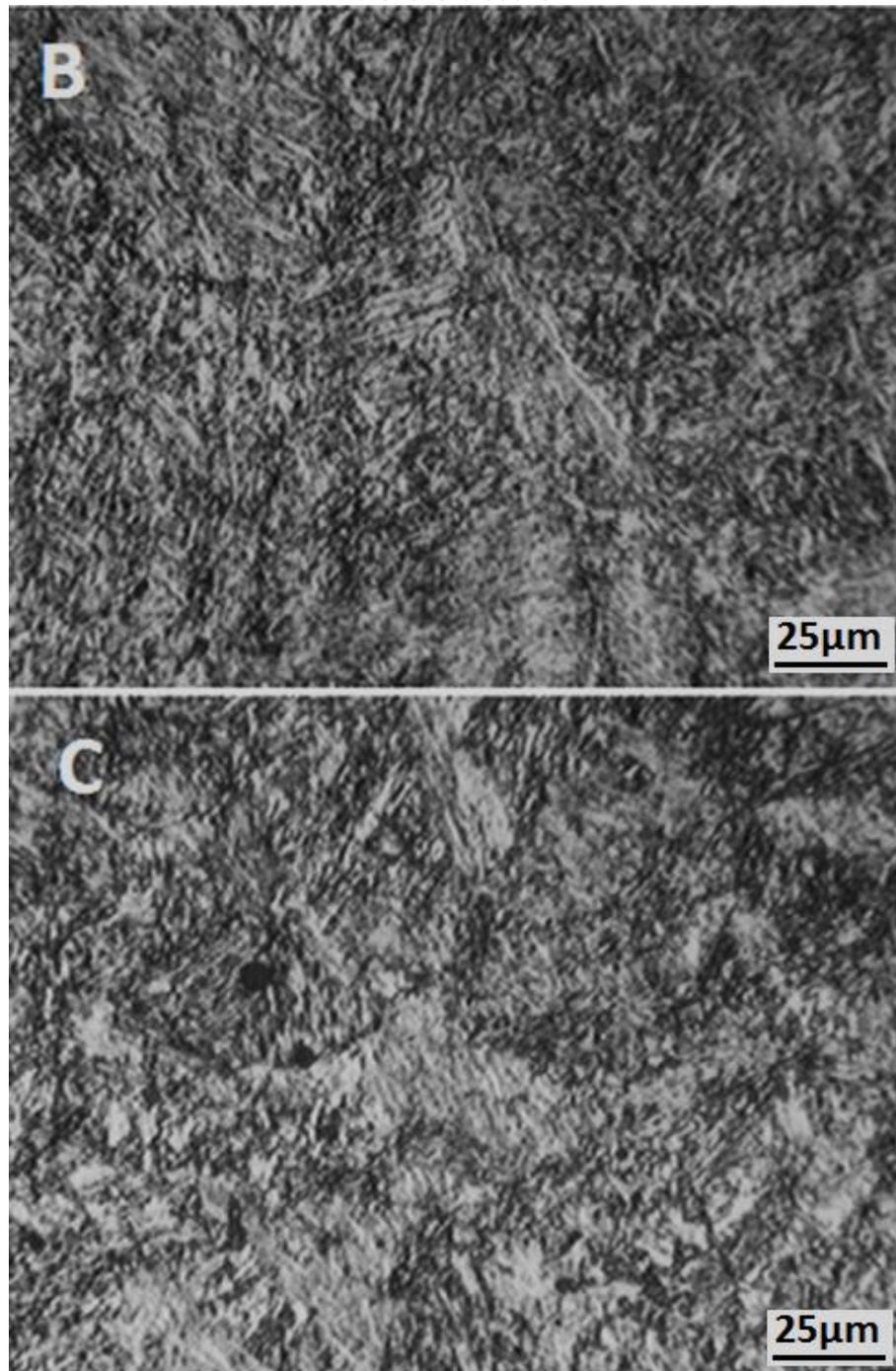


Fonte: Próprio Autor.

Como a amostra foi aquecida até 580°C, acredita-se que não tenha ocorrido transformação austenítica durante o aquecimento, uma vez que a temperatura Ac1 calculada pelo Thermocalc® foi de 593°C. Assim, ocorreu o revenimento da estrutura, com a possível formação durante o resfriamento de martensita revenida e pequenas quantidades de austenita retida. Nessa condição podem ter sido formados carbonetos ou carbonitretos.

A temperatura de austenitização aplicada no tratamento térmico determina a partição do carbono e dos elementos de liga entre a austenita e os carbonetos, uma vez que um aumento na temperatura de austenitização faz com que ocorra uma maior dissolução dos carbonetos e dos elementos de liga na austenita, bem como um indesejado crescimento de grão (BARLOW e TOIT; KRISHNA et al., 2012, 2015).

Figura 29 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C e 650°C.



Legenda: B – 620°C/2h e C – 650°C/2h.
Fonte: Próprio Autor.

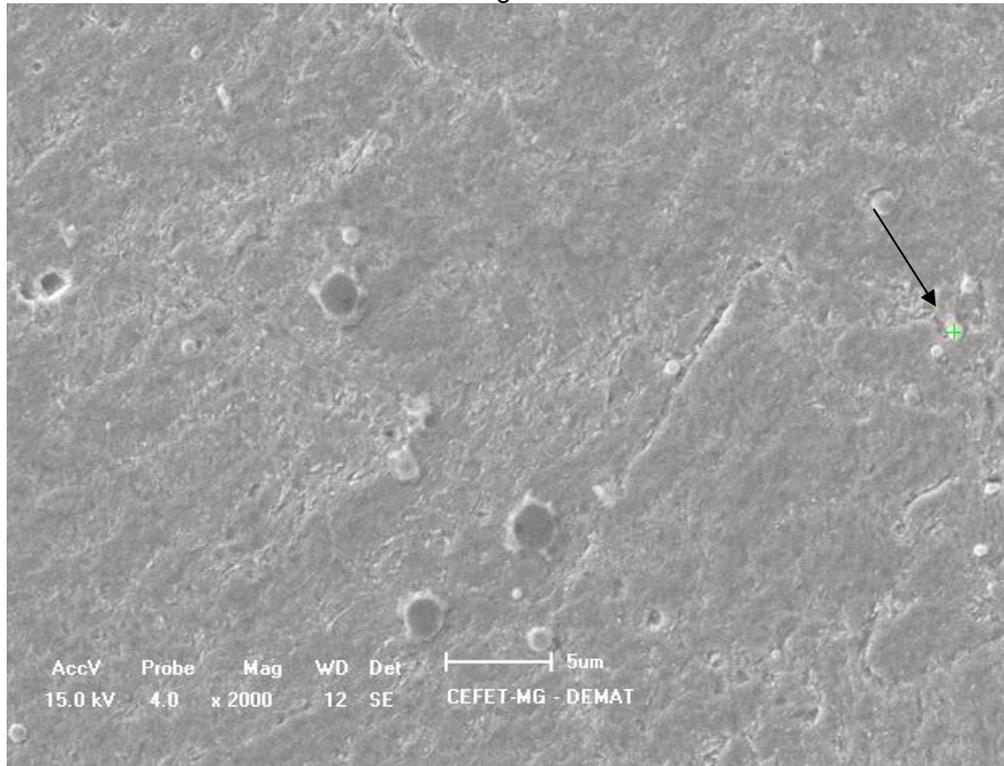
Ambas as microestruturas (620°C/2h e 650°C/2h) são, por sua vez, resultantes de um revenimento intercítico, porém, em temperaturas diferentes. Como as temperaturas utilizadas estão acima de A_{c1} , ocorreu transformação austenítica parcial durante o aquecimento. No resfriamento, acredita-se que parte da austenita formada no aquecimento se transformou em uma nova martensita e parte em

austenita retida, enquanto a martensita que não se transformou em austenita durante o aquecimento, foi revenida.

Temperaturas de austenitização mais elevadas resultam em maior dissolução de carboneto, além de resistência mecânica e à corrosão (KRAUSS; TOTTEN, 1990, 2007). O carbono e os demais elementos formadores de carbonetos, quando em solução sólida em temperaturas acima da temperatura de dissolução dos carbonetos, afetam a transformação martensítica reduzindo as temperaturas de início (Mi) e fim (Mf) da transformação martensítica. Quanto maior a redução da temperatura Mf, maior a fração de austenita retida presente na microestrutura após têmpera. Além disso, quanto maior o teor de carbono e de elementos de liga dissolvidos na austenita, maior será a dureza da martensita formada (BARLOW e TOIT; KRISHNA et al., 2012, 2015).

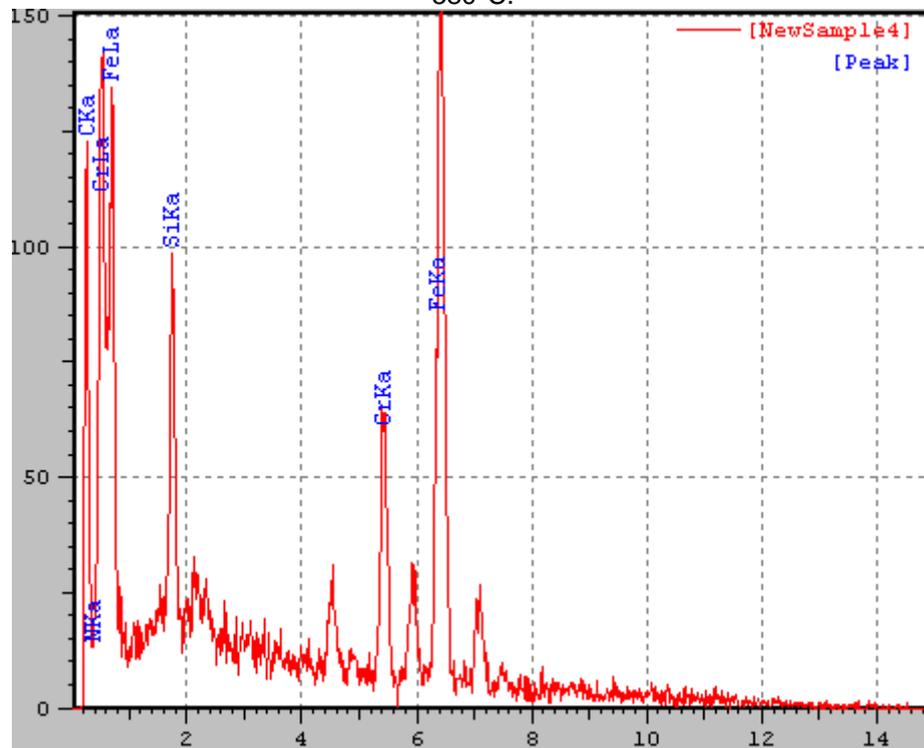
Na Figura 30 está apresentada a imagem obtida por MEV, com indicação do ponto onde foi realizada a análise por EDS para verificação do constituinte. Na Figura 31 e na Tabela 14, são apresentados os resultados dessa análise.

Figura 30 – Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 580°C.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 31 – Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 580°C.



Fonte: Próprio Autor.

Tabela 14 – Análise semi-quantitativa obtida pelo EDS da amostra tratada a 580°C.

Elemento	Intensidade	Peso (%)	AT (%)	K-Value	Z	A	F
C	2,03	20,454	46,907	0,00994	0,93126	3,22146	1
N	0,189	7,587	14,919	0,00334	0,93692	3,53869	1
Si	1,436	4,725	4,634	0,00482	0,96983	1,4786	0,999739
Cr	0,951	10,43	5,525	0,01643	1,0944	1,00064	0,84484
Fe	2,147	56,804	28,015	0,04606	1,04664	1,71773	1
Total		100	100	0,08059			

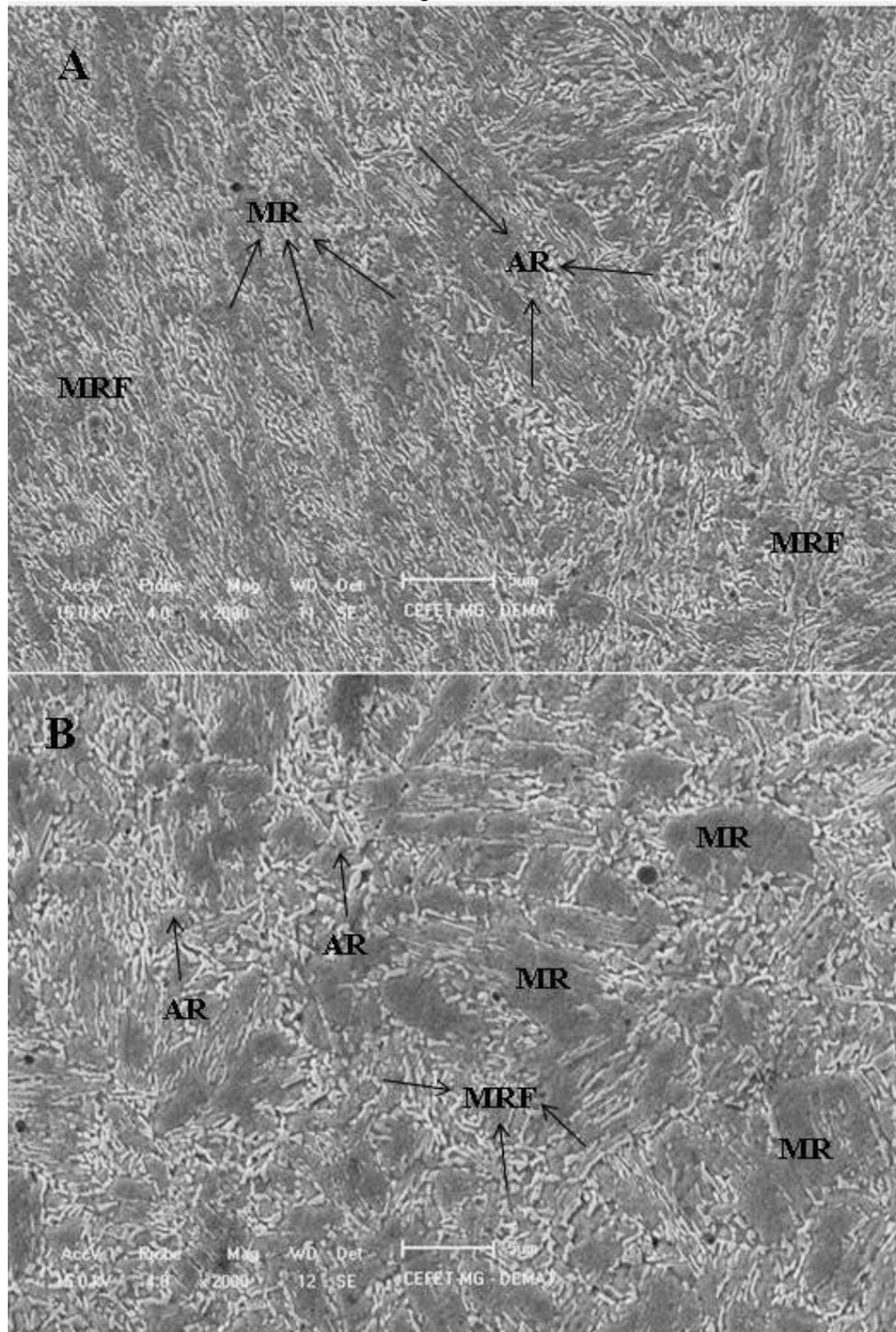
Fonte: Próprio Autor.

A análise pontual realizada pelo EDS na amostra tratada termicamente a 580°C/2h, indica a formação de carbonetos que podem ser ferro e de cromo, devido à quantidade desses elementos observada no ponto analisado. De acordo com Bilmes, Solari e Llorente (2001), há formação de carbonitretos do tipo $M_2(C, N)$ em condições de tratamento térmico de único e duplo estágio. A presença destes compostos e não de carbonetos do tipo M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ está associada ao alto teor de nitrogênio dos metais de solda. A precipitação dos carbonetos é dependente do tempo, sendo que o M_3C precipita primeiro, seguido do M_7C_3 e só então ocorre a formação do $M_{23}C_6$, M consiste principalmente de Fe e Cr (BARLOW e TOIT, 2012).

Na Figura 32 são apresentadas as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura com maior ampliação do metal de solda na condição de tratamento térmico de um único estágio a 620°C e 650°C, para observação da microestrutura em detalhes.

A microestrutura é composta basicamente por martensita revenida e pode conter a presença de carbonetos dispersos na microestrutura. De acordo com Bilmes et al. (2009) e Gooch (1995), o metal de solda 13%Cr, 4%Ni e 0,4Mo% apresenta em condições normalizadas e revenidas, uma microestrutura que consiste em ripas de martensita e austenita retida. Podem ser observadas as fases de martensita revenida, a qual é composta por uma matriz ferrítica de cor acinzentada, a qual pode conter carbonetos formados durante o resfriamento do tratamento térmico, além da martensita recém-formada. Nessas condições, também se pode encontrar austenita retida.

Figura 32 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C e 650°C.



Legenda: A – 620°C/2h, B – 650°C/2h, AR – austenita retida, MR – martensita revenida, MRF – martensita recém-formada.

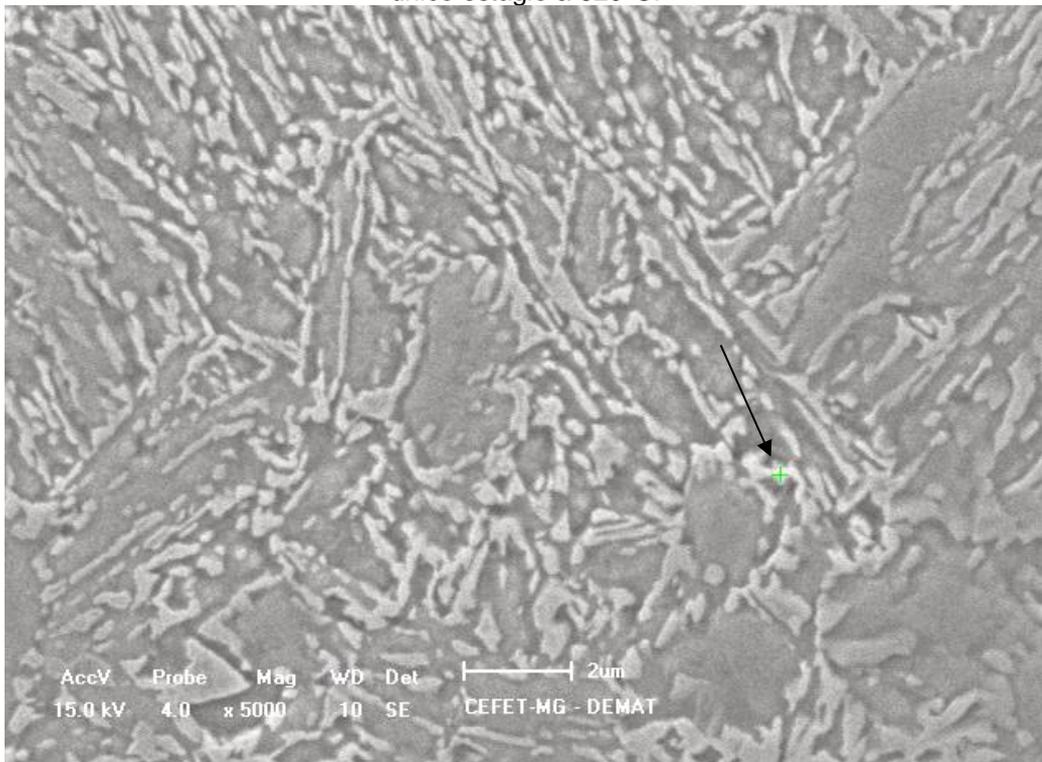
Fonte: Próprio Autor.

De acordo com Das et al. (2008), o objetivo do primeiro estágio do tratamento térmico é garantir o revenimento adequado da martensita formada durante o ciclo de resfriamento da solda. Porém, parte dessa martensita se transformaria em austenita

durante o primeiro estágio do tratamento térmico, e, se transformaria novamente em martensita (não revenida) durante o resfriamento subsequente.

Na Figura 33 está apresentada a imagem obtida por MEV da amostra tratada termicamente a 620°C, com indicação do ponto onde foi realizada a análise por EDS e, na Figura 34 e Tabela 15, são mostrados os resultados desta análise.

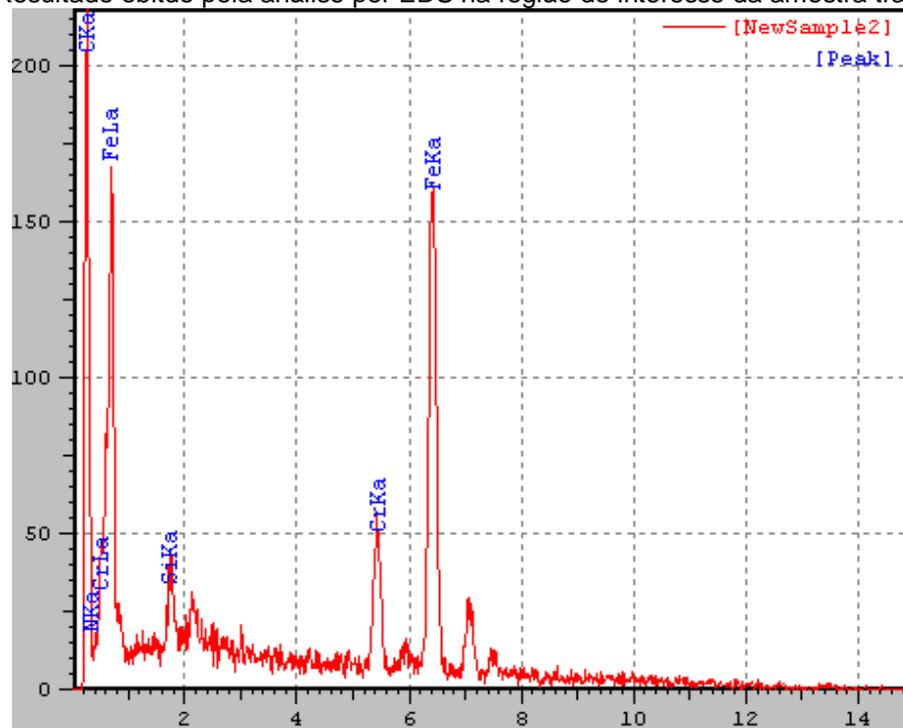
Figura 33 - Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 620°C.



Fonte: Próprio Autor.

Na análise pontual realizada pelo EDS na amostra tratada termicamente a 620°C/2h, indica a presença de carbonetos que podem ser de ferro e cromo, devido à quantidade desses elementos apresentada no ponto analisado.

Figura 34 - Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 620°C.



Fonte: Próprio Autor.

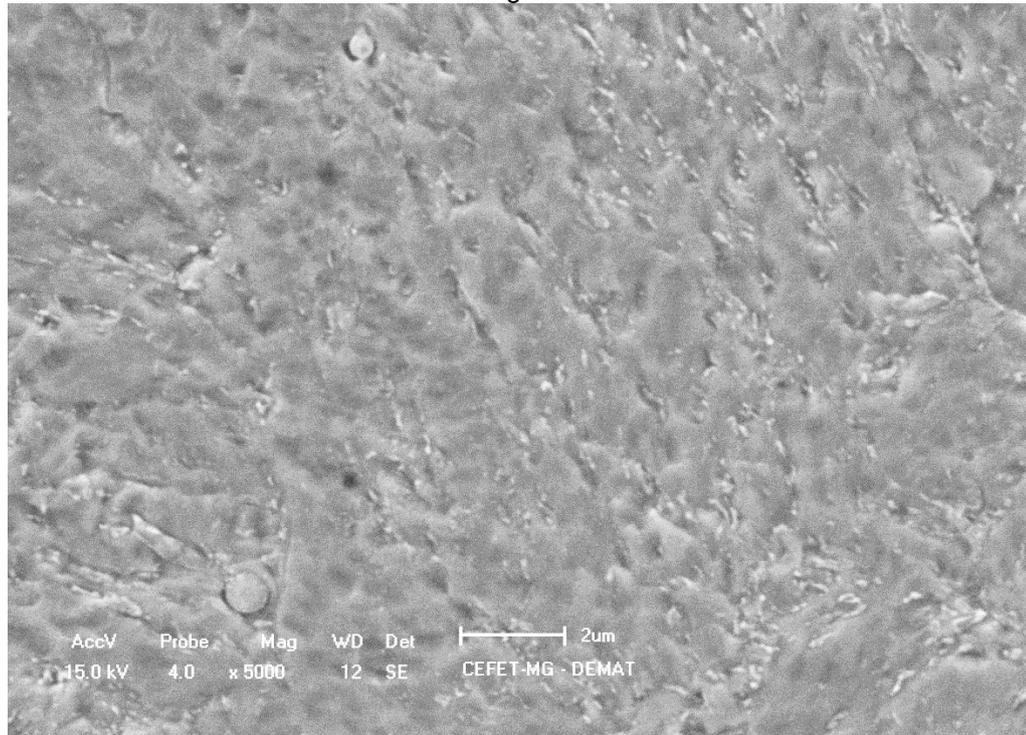
Tabela 15 – Análise semi-quantitativa obtida pelo EDS da amostra tratada a 620°C.

Elemento	Intensidade	Peso (%)	AT (%)	K-Value	Z	A	F
C	3,624	31,725	64,388	0,01774	0,93817	2,76309	1
N	0,124	3,805	6,621	0,00135	0,94453	4,33423	1
Si	0,397	1,308	1,135	0,00133	0,98176	1,45457	0,99724
Cr	0,799	8,874	4,160	0,01392	1,11344	0,99780	0,83187
Fe	2,642	54,288	23,696	0,07002	1,11905	1,00390	1,00064
Total		100	100	0,10436			

Fonte: Próprio Autor.

Nas Figuras 35 e 36 as microestruturas do metal de solda nas condições de um único tratamento térmico podem ser observadas de maneira ainda mais detalhada.

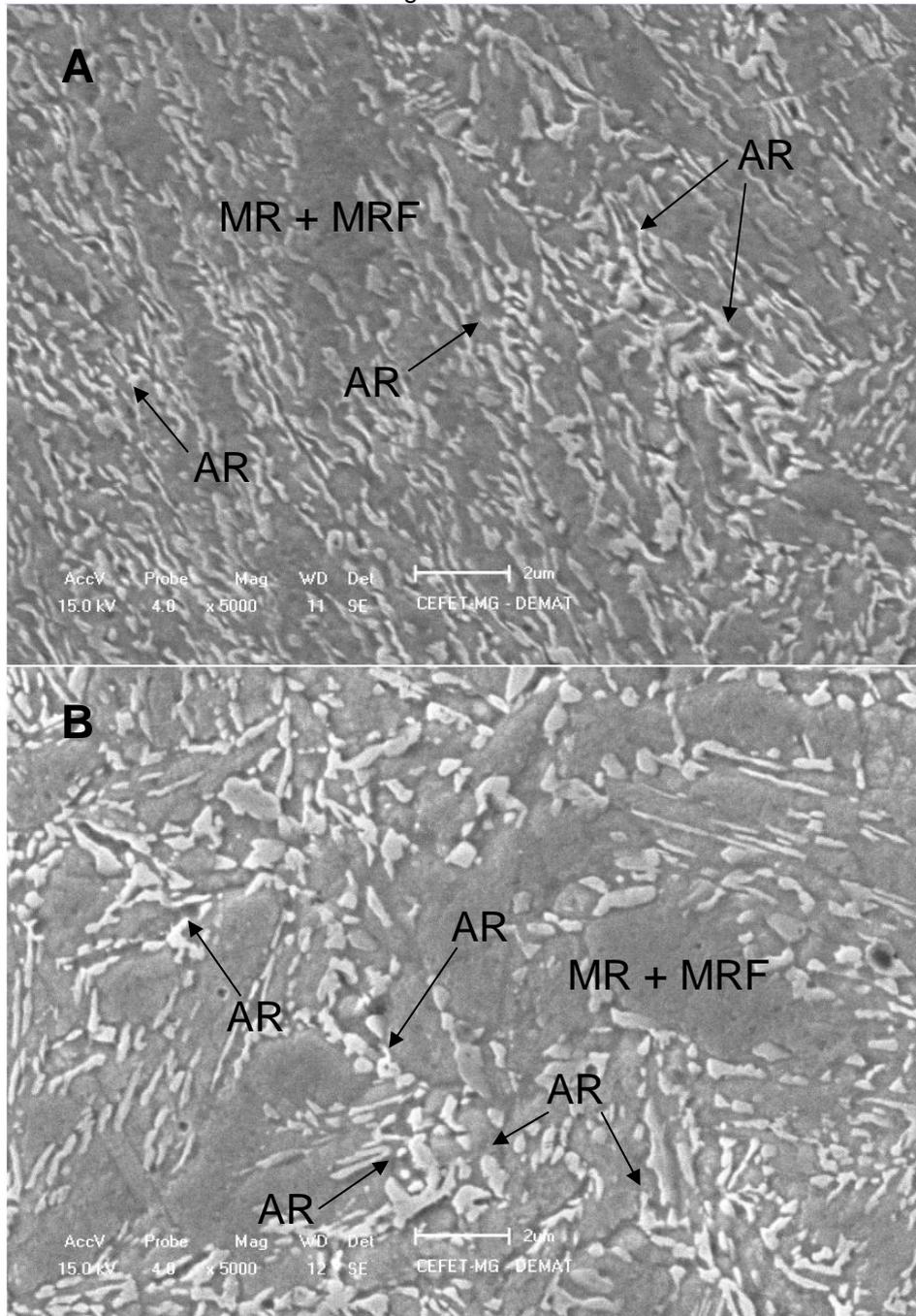
Figura 35 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio a 580°C.



Fonte: Próprio Autor.

Na Figura 35 é possível observar que a microestrutura é formada basicamente por martensita revenida. Na Figura 36, em A (620°C/2h) e B (650°C/2h), apresenta-se uma mistura de martensita revenida com martensita recém-formada. Nas regiões de coloração mais clara, pode ser observada austenita retida.

Figura 36 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio a 620°C e 650°C.

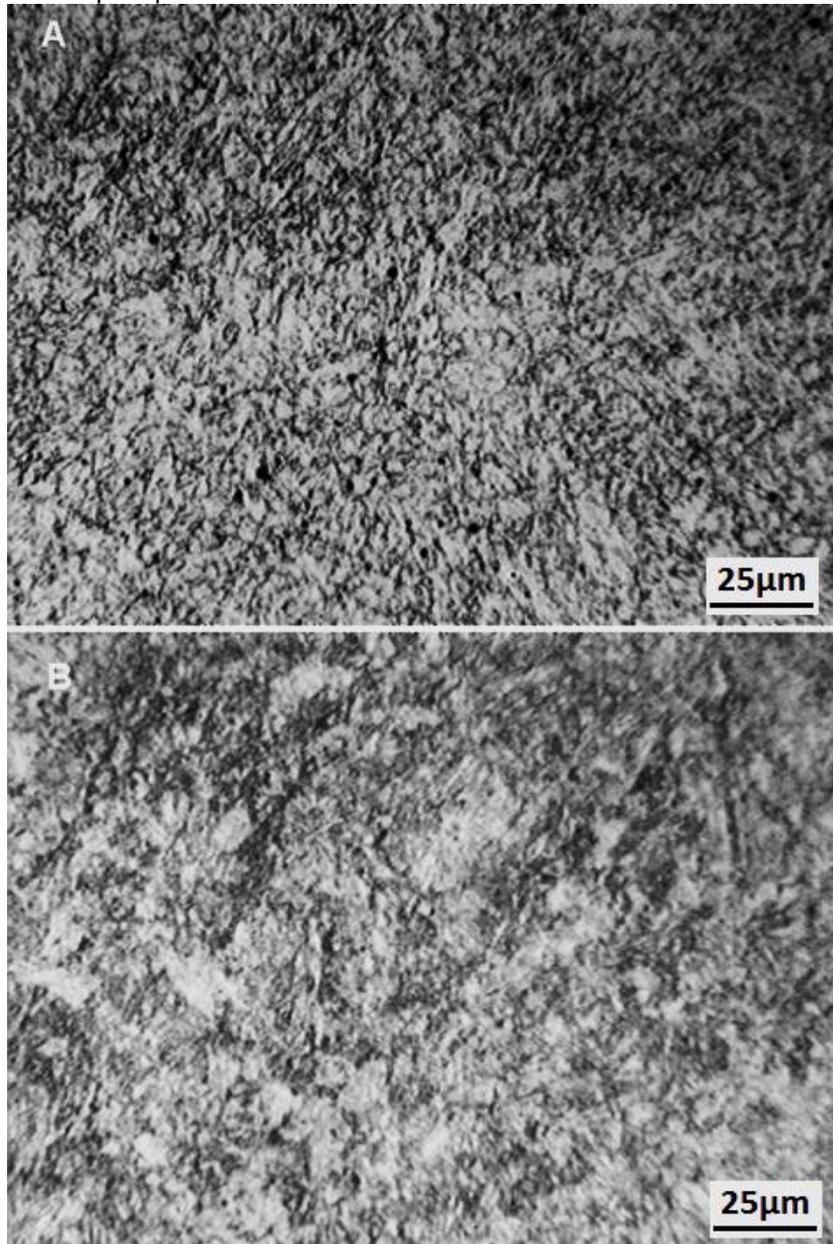


Legenda: B – 620°C/2h, C – 650°C/2h, AR – austenita retida, MR – martensita revenida, MRF – martensita recém-formada.
Fonte: Próprio Autor.

Foi possível observar que com o aumento da temperatura do tratamento térmico, ocorreu maior formação de austenita retida, além da presença da martensita revenida.

A microestrutura do metal de solda obtida por meio de microscopia óptica nas condições de duplo estágio de tratamento térmico é apresentada na Figura 37.

Figura 37 – Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.



Legenda: A - 620°C/2h+580°C/4h e B - 650°C/2h+580°C/4h.

Fonte: Próprio Autor.

Ainda de acordo com Hubácková (1984), no tratamento térmico de dois estágios, ocorre um aumento no teor de austenita retida que se encontra de maneira mais distribuída. Após o primeiro estágio do tratamento térmico, acredita-se que a microestrutura seja composta por martensita revenida, austenita retida e martensita recém-formada. Já com o segundo estágio, são formadas novas partículas de

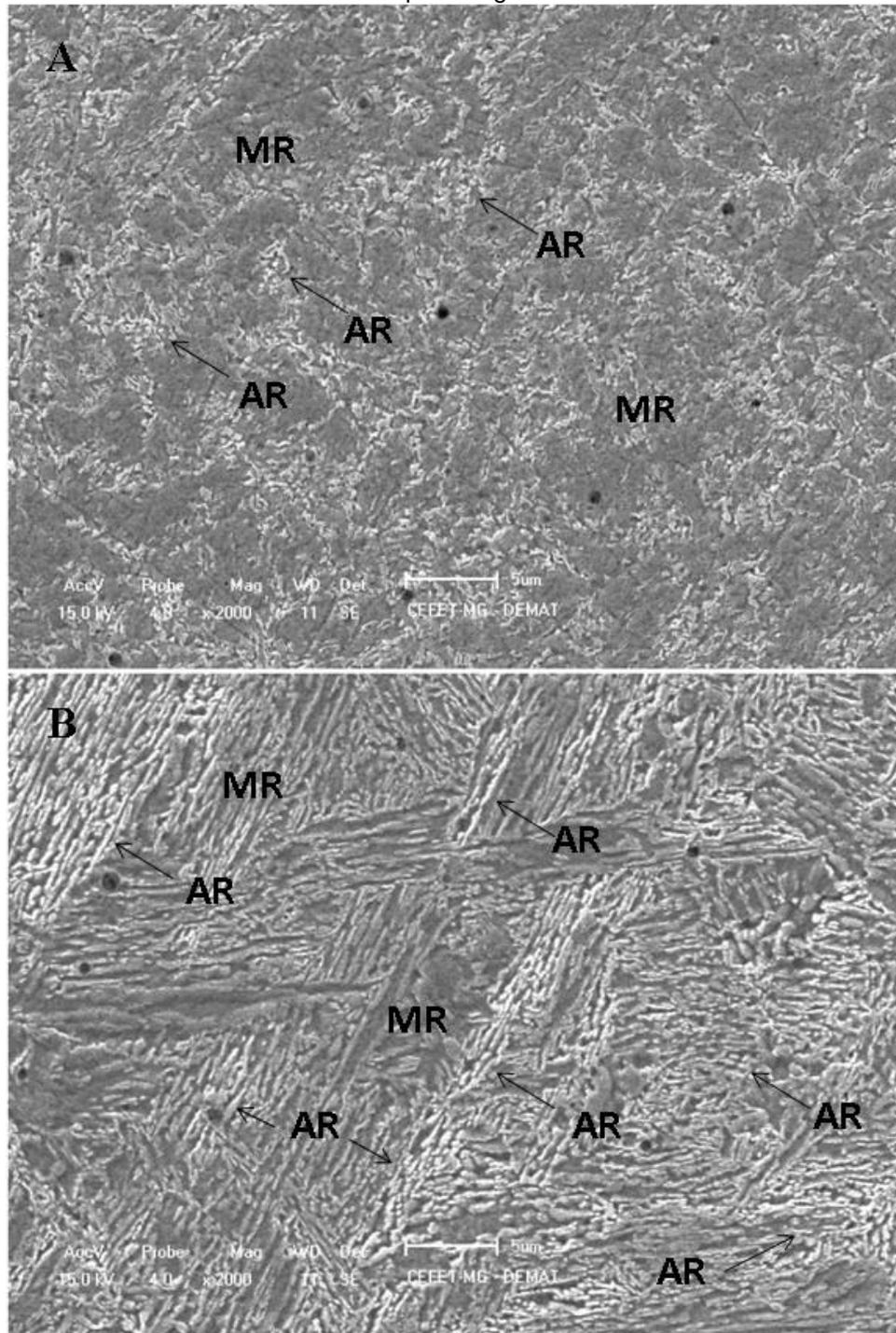
austenita estáveis durante o aquecimento, formadas por plaquetas que se precipitam de novas interfaces de martensita/austenita, e a martensita que havia sido recém-formada se revine. Portanto, propõe-se que a microestrutura seja composta no fim do tratamento térmico por martensita revenida e austenita retida.

Nas Figuras 38 e 39 são apresentadas as micrografias após o tratamento térmico de duplo estágio. É possível identificar em B uma maior quantidade de plaquetas de austenita retida entre as ripas de martensita. Em A também existem regiões com coloração mais clara que indicam traços de austenita retida.

Como em B foi utilizada uma temperatura de aquecimento maior, acredita-se que tenha se formado uma maior quantidade de austenita e, em seguida, durante o resfriamento, uma parte desta austenita tenha se estabilizado à temperatura ambiente, enquanto a outra parte se transformou em martensita recém-formada. No segundo estágio do tratamento térmico a 580°C, a martensita recém-formada se reveniu.

Pode ter ocorrido nas duas condições uma difusão de elementos gamagêneos, como Ni e Mn, para os contornos das ripas de martensita, local onde forma austenita retida após o resfriamento. O enriquecimento da região com esses elementos, como o Ni, faz com que ocorra uma redução de Ms e também de Ac1. Assim, a martensita recém-formada pode ter apresentado uma maior porcentagem de Ni que a martensita revenida, apresentando uma Ac1 menor que a desta (DIVYA et al., 2011; AMREI et al., 2015).

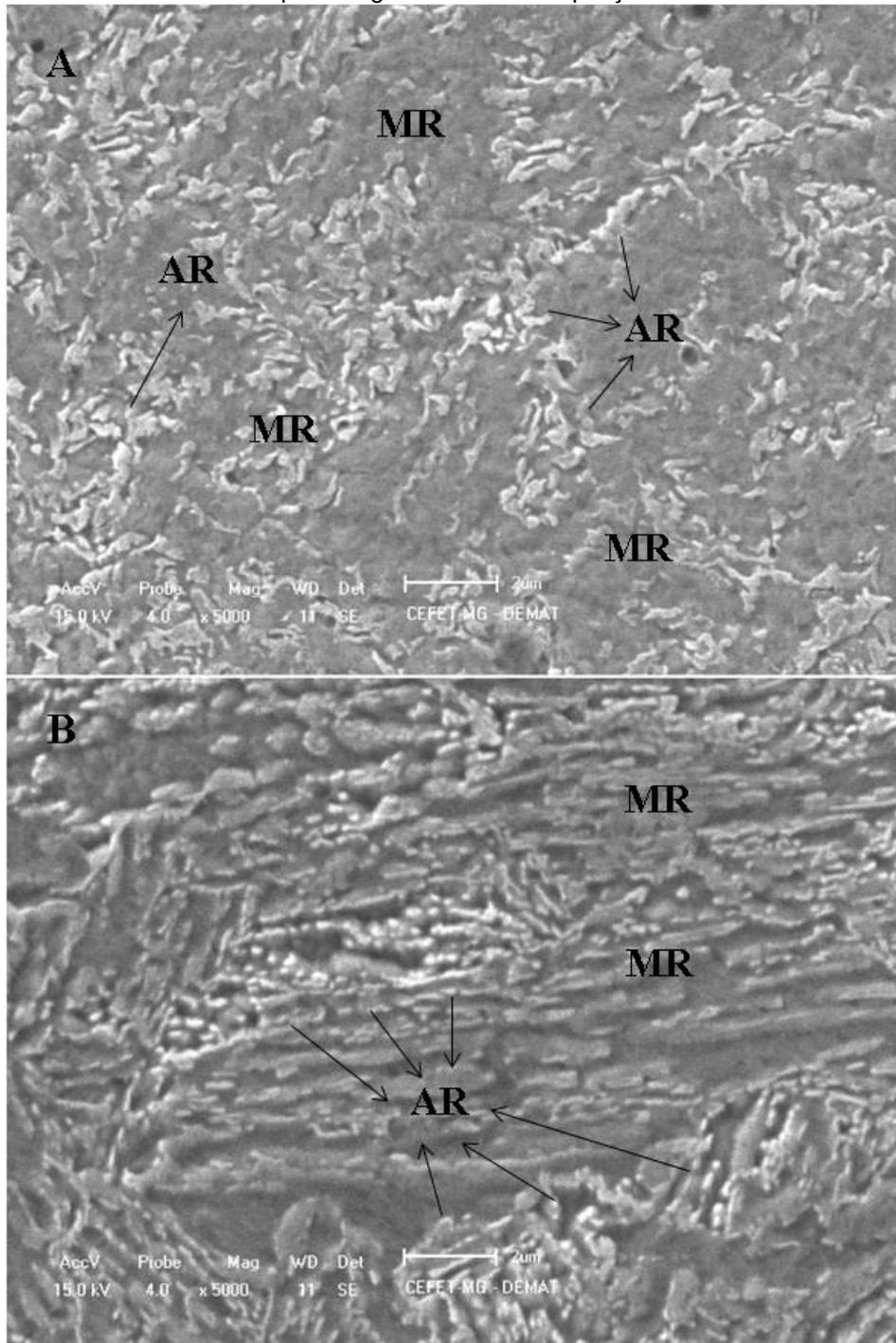
Figura 38 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.



Legenda: A - 620°C/2h+580°C/4h, B - 650°C/2h+580°C/4h, AR – austenita retida, MR – martensita revenida.

Fonte: Próprio Autor.

Figura 39 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio com maior ampliação.



Legenda: A - 620°C/2h+580°C/4h, B - 650°C/2h+580°C/4h, AR – austenita retida, MR – martensita revenida.

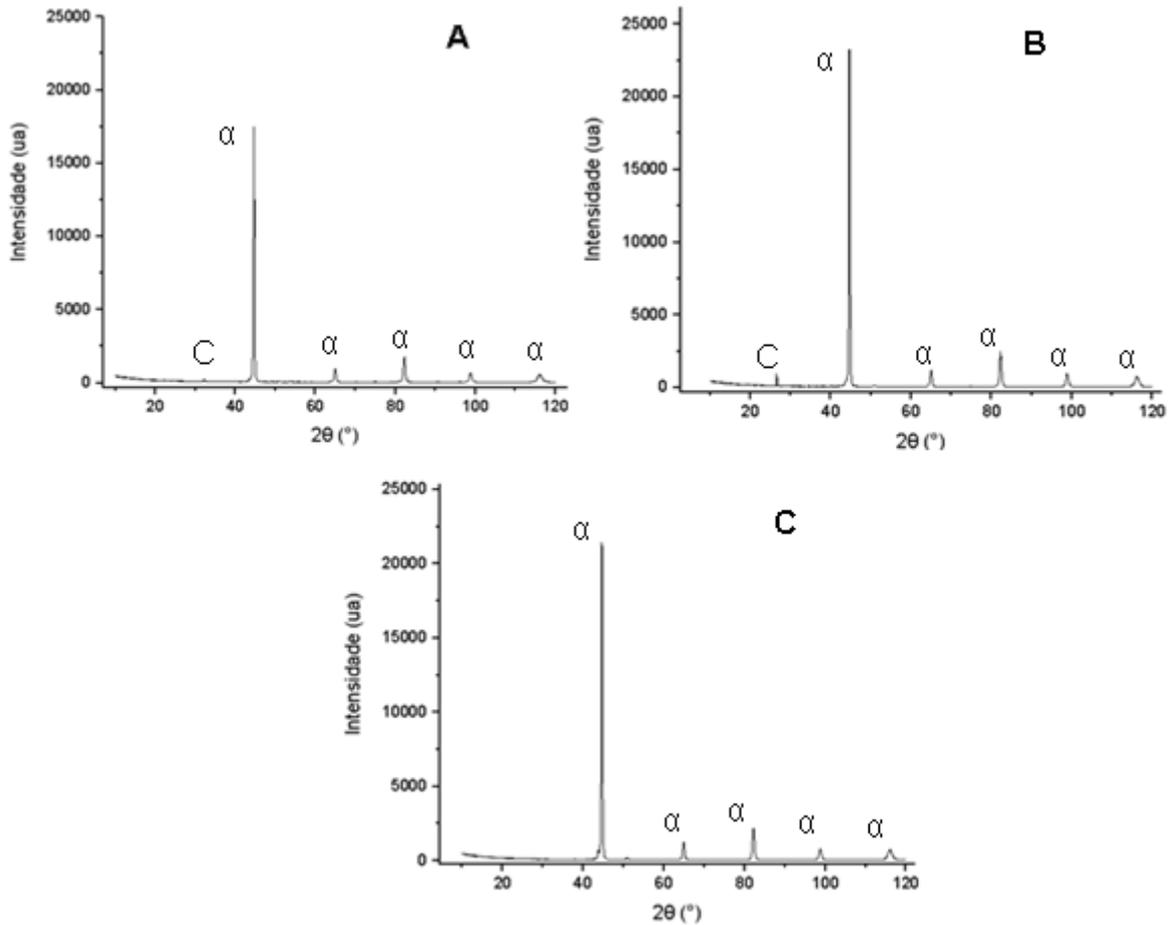
Fonte: Próprio Autor.

5.3 Difração de Raios X

Para confirmar a presença de austenita retida e determinar a fração volumétrica deste constituinte, as amostras foram submetidas à análise por difração de raios X.

Os resultados obtidos para o metal de solda submetido ao tratamento térmico de único estágio são apresentados nos difratogramas da Figura 40.

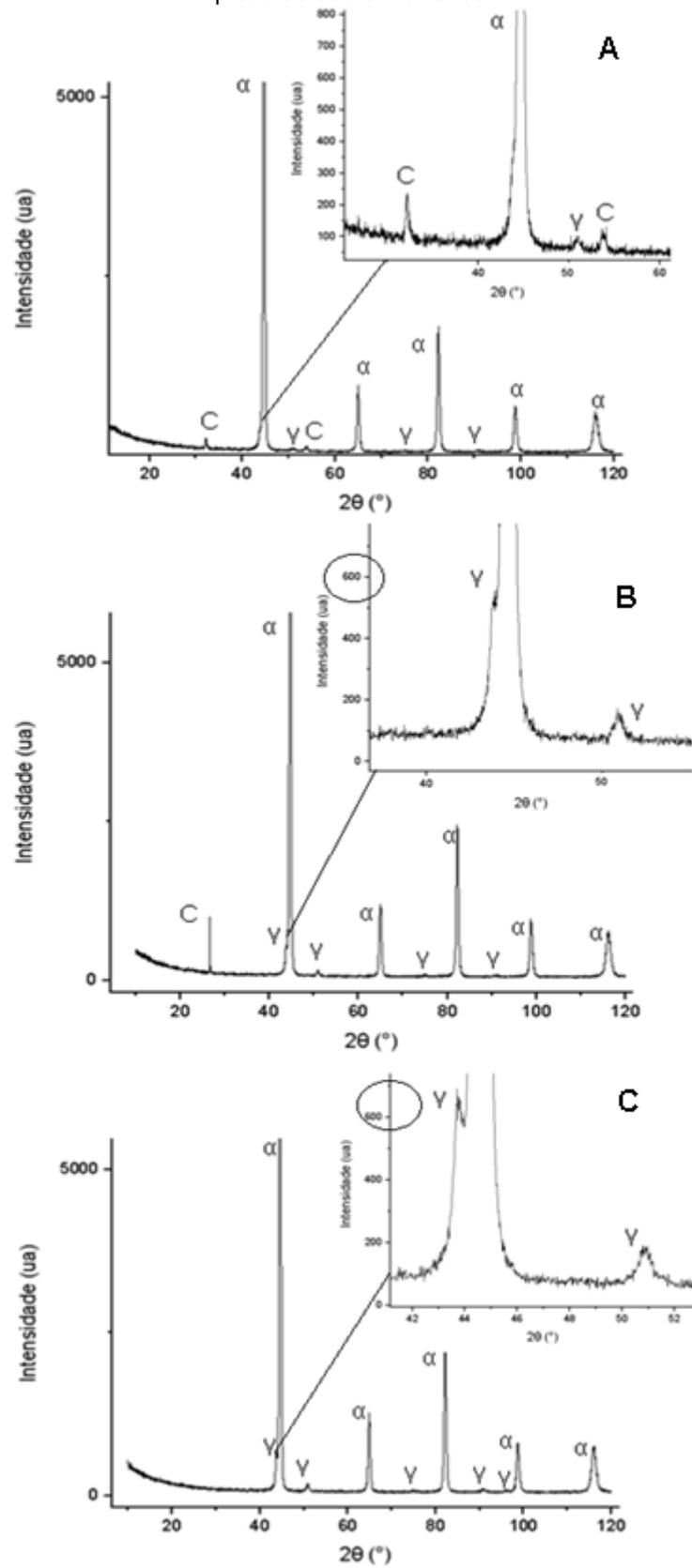
Figura 40 – Difratogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio.



Legenda: A – 580°C/2h, B – 620°C/2h e C – 650°C/2h.
Fonte: Próprio Autor.

Observa-se a presença de picos de martensita/ferrita (α) em todos os difratogramas e de carbonetos (C) somente em A e B. Para que fosse possível identificar os picos de austenita retida foi necessário ampliar os difratogramas, conforme apresentado na Figura 41.

Figura 41 – Difratomogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de único estágio com picos de austenita retida.



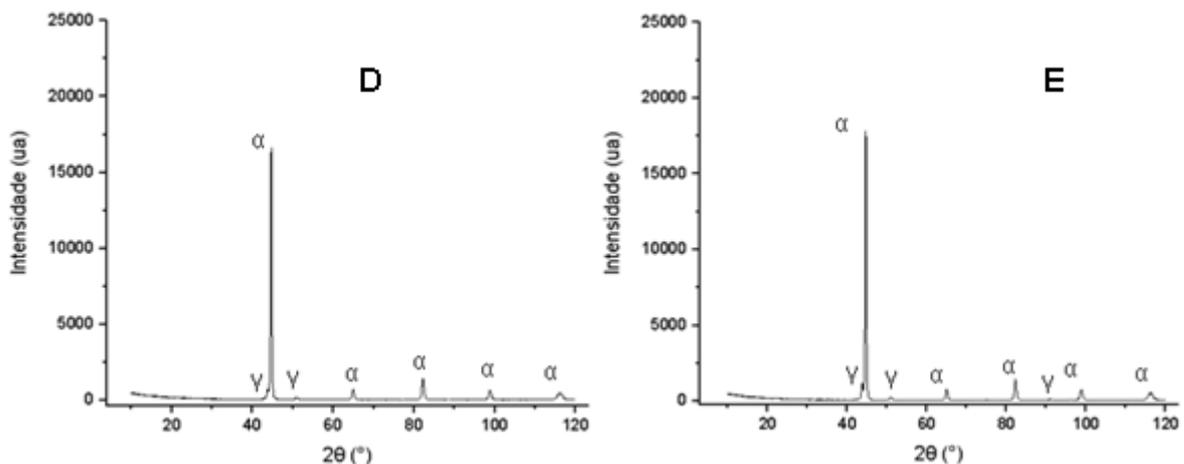
Legenda: A – 580°C/2h, B – 620°C/2h e C – 650°C/2h.
Fonte: Próprio Autor.

Nota-se, de forma qualitativa, que em A (580°C/2h) a estrutura é predominantemente composta por ferrita/martensita (α) com picos muito pequenos de austenita retida (γ), além de 2 picos de carbonetos. Em B (620°C/2h) e C (650°C/2h) os picos de austenita estão mais acentuados que em A. Em B está presente um pico de carboneto.

Em A, com a utilização de uma temperatura de aquecimento abaixo de A_{c1} , ocorreu o revenimento da martensita e também pode ter formado pequena quantidade de austenita retida, porém, esta já poderia estar presente na microestrutura antes do tratamento térmico. Com o revenimento intercrítico em B e C, a quantidade de austenita retida se tornou maior, uma vez que a temperatura de aquecimento utilizada foi maior que A_{c1} , formando austenita durante o aquecimento.

Os resultados das análises por difração de raios X nas amostras do metal de solda que foram submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio são apresentados nos difratogramas da Figura 42.

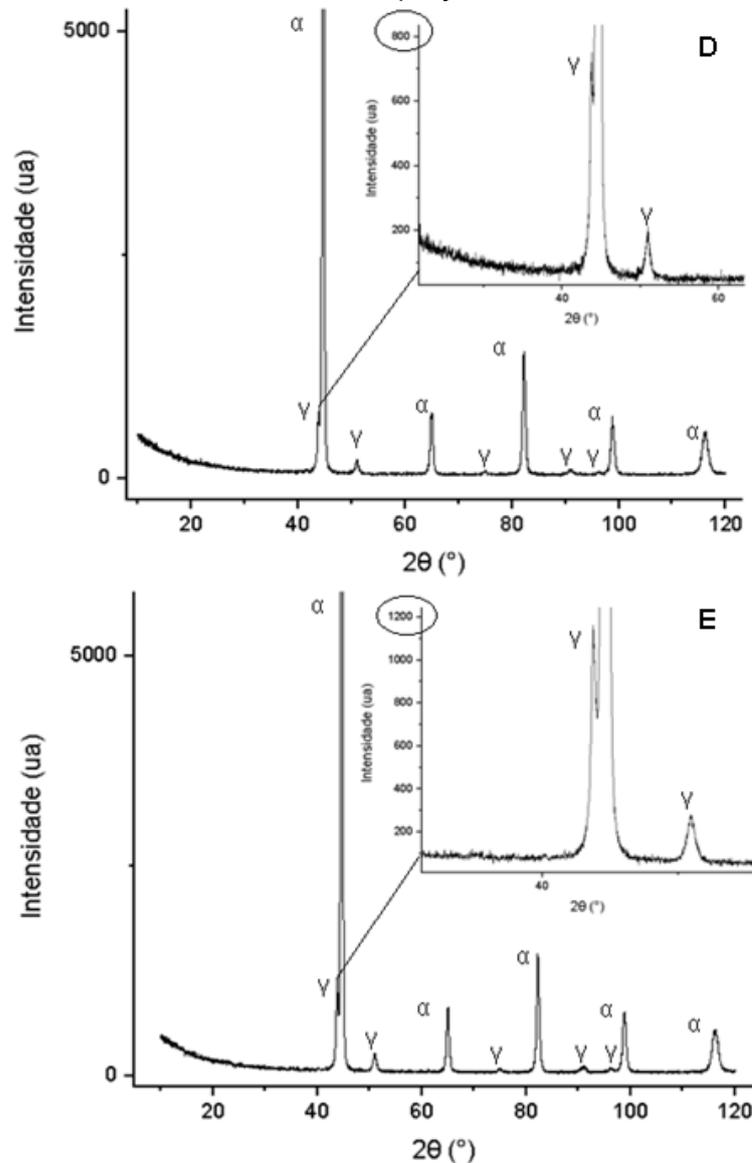
Figura 42 – Difratogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.



Legenda: D – 620°C/2h+580°C/4h, E – 650°C/2h+580°C/4h.
Fonte: Próprio Autor.

Nota-se a presença das fases ferrita/martensita (α) e austenita (γ). Na Figura 43 os picos de austenita retida das condições D e E podem ser observados a partir da ampliação do difratograma.

Figura 43 – Difratogramas das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio com maior ampliação.



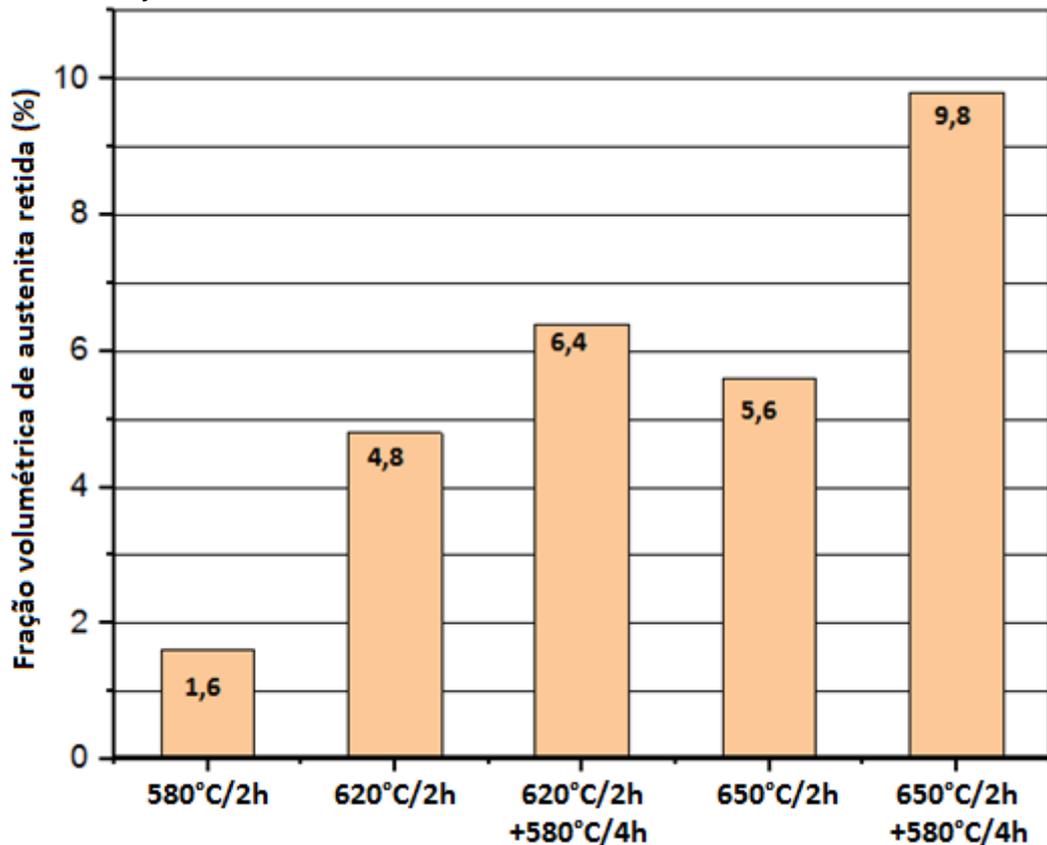
Legenda: D – $620^\circ\text{C}/2\text{h}+580^\circ\text{C}/4\text{h}$, E – $650^\circ\text{C}/2\text{h}+580^\circ\text{C}/4\text{h}$.
 Fonte: Próprio Autor.

Verifica-se que os picos de austenita da condição E ($650^\circ\text{C}/2\text{h}+580^\circ\text{C}/4\text{h}$) são mais acentuados que em D ($620^\circ\text{C}/2\text{h}+580^\circ\text{C}$). Tal comportamento pode estar associado à maior formação de austenita durante o aquecimento do primeiro estágio do tratamento térmico em E, devido a uma maior temperatura utilizada. Além disso, pode ter ocorrido um maior particionamento de níquel para essa fase, estabilizando a austenita, a qual se mantém retida no resfriamento.

5.3.1 Fração volumétrica de austenita retida

Para confirmar o comportamento indicado pelos difratogramas foi quantificada a fração volumétrica de austenita retida para cada condição de tratamento térmico. Os resultados são apresentados no gráfico da Figura 44.

Figura 44 – Fração volumétrica de austenita retida de acordo com o tratamento térmico utilizado.



Fonte: Próprio Autor.

Observa-se que a menor fração de austenita retida foi observada no revenimento realizado a 580°C/2h, cujo valor foi de 1,6%. Nas condições de revenimento intercrítico, a 620°C (4,8%) e a 650°C (5,6%), foram obtidas maiores frações de austenita retida que no revenimento simples a 580°C. Já no tratamento térmico de duplo estágio foram obtidas as maiores frações de austenita retida, sendo que na condição de 650°C/2h+580°C/4h foi obtida a fração máxima dessa fase.

De acordo com Bilmes, Solari e Llorente (2001), é possível que a subestrutura da austenita aumente sua estabilidade contra a transformação da martensita no

resfriamento. Tal estabilidade pode ocorrer devido ao aumento da dificuldade em propagar o cisalhamento da transformação martensítica, por meio do aumento de barreiras, as quais são proporcionadas pela subestrutura da austenita.

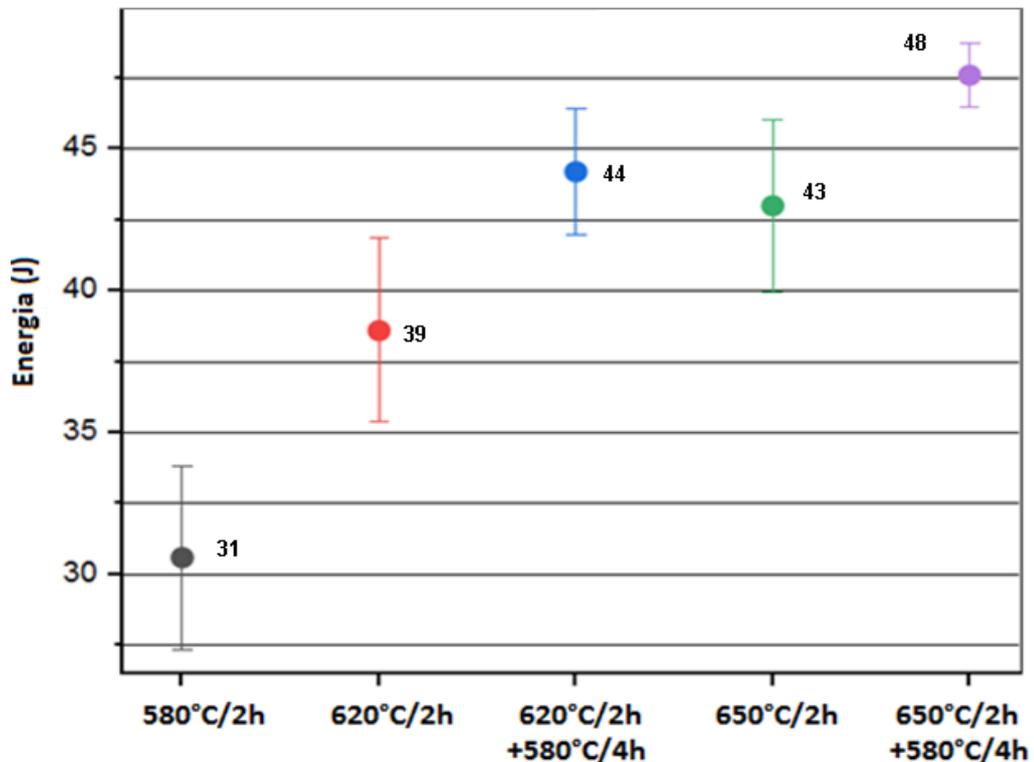
Ainda de acordo com a literatura, com o aumento da temperatura acima de Ac_1 , a fração volumétrica de austenita formada durante o aquecimento irá aumentar e, uma vez que se tem mais austenita, a fração de Ni presente nesta tende a diminuir, tendo em vista que a porcentagem de Ni da liga não varia. Com isso, a estabilidade dessa fase será reduzida, o que faz com que à temperatura ambiente seja formada uma menor fração de austenita retida. Portanto, existe uma temperatura ótima de revenimento, a partir da qual a fração de austenita retida se reduz (DIVYA et al., 2011; LEEM et al., 2001). Neste trabalho a condição ótima citada não foi atingida possivelmente porque foram empregadas temperaturas inferiores.

Nas condições de revenimento de duplo estágio foram obtidas as maiores frações de austenita retida, sendo que em $650^{\circ}C/2h+580^{\circ}C/4h$ a fração desta fase (9,8%) foi maior que em $620^{\circ}C/2h+580^{\circ}C/4h$ (6,4%). Tal resultado se encontra de acordo com a literatura.

5.4 Tenacidade ao Impacto – Ensaio Charpy

No gráfico contido na Figura 45 são apresentados os valores médios de tenacidade ao impacto e o respectivo desvio padrão para cada valor, obtidos para as amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos.

Figura 45 – Gráfico com os valores de energia absorvida encontrados para cada condição de tratamento térmico realizada.



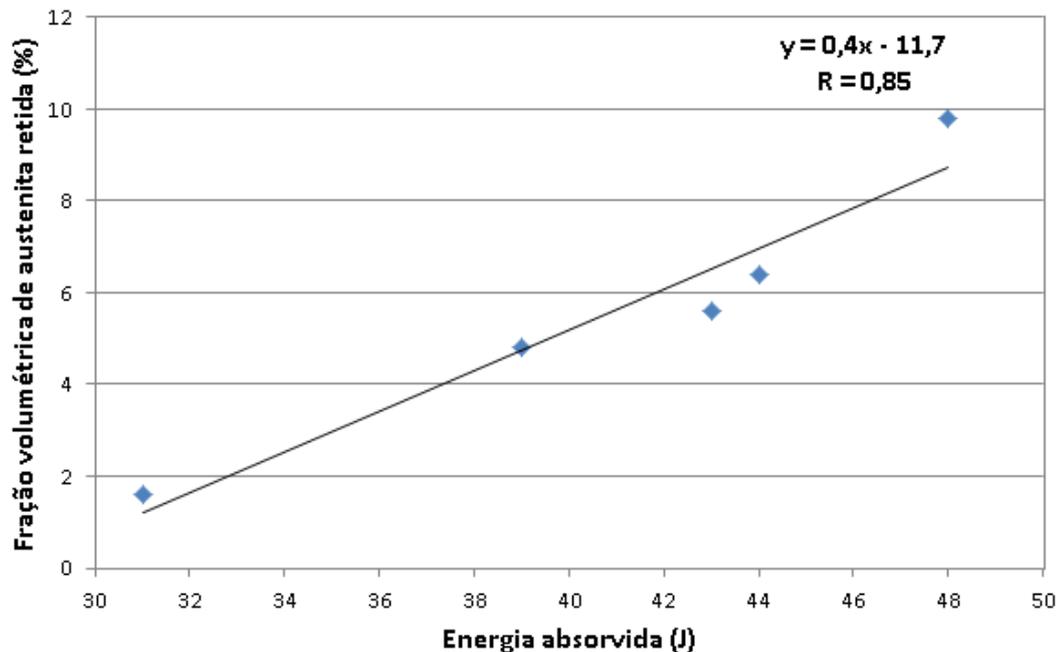
Fonte: Próprio Autor.

Nota-se que o menor valor obtido foi para a condição de revenimento a 580°C/2h. Já para os revenimentos intercríticos foram encontrados valores maiores que o tratamento anterior, porém menores que do tratamento térmico de duplo estágio. A maior tenacidade foi obtida para a condição realizada a 650°C/2h+580°C/4h.

Na análise estatística realizada por meio do método de t-student verificou-se que o valor de tenacidade encontrado para a condição de 620°C/2h não pode ser considerado diferente do encontrado para 650°C/2h. Também não podem ser considerados diferentes os valores encontrados para as condições de 620°C/2h+580°C/4h e 650°C/2h.

No gráfico da Figura 46 é apresentada a relação dos valores médios de energia absorvida com os valores da fração volumétrica de austenita retida encontrados para cada condição realizada de tratamento térmico.

Figura 46 – Relação da energia absorvida com a fração volumétrica de austenita retida.



Fonte: Próprio Autor.

Observa-se que, com o aumento do valor médio da energia absorvida, ocorreu também um aumento da fração volumétrica de austenita retida. No revenimento realizado a 580°C/2h, quase nenhuma austenita retida foi formada (1,6%), e a estrutura foi composta predominantemente por martensita revenida, obtendo o menor valor médio de energia absorvida (31J). Em 620°C/2h, a fração de austenita retida aumentou (4,8%), juntamente com o valor médio de energia encontrado (39J). Para 650°C/2h, o valor aumentou para 43J, e também a fração de austenita retida (5,6%). Tal comportamento, além de estar relacionado a fração volumétrica de austenita retida, pode estar relacionado com a fração de martensita revenida formada, juntamente com suas características, e com a precipitação de carbonetos na microestrutura.

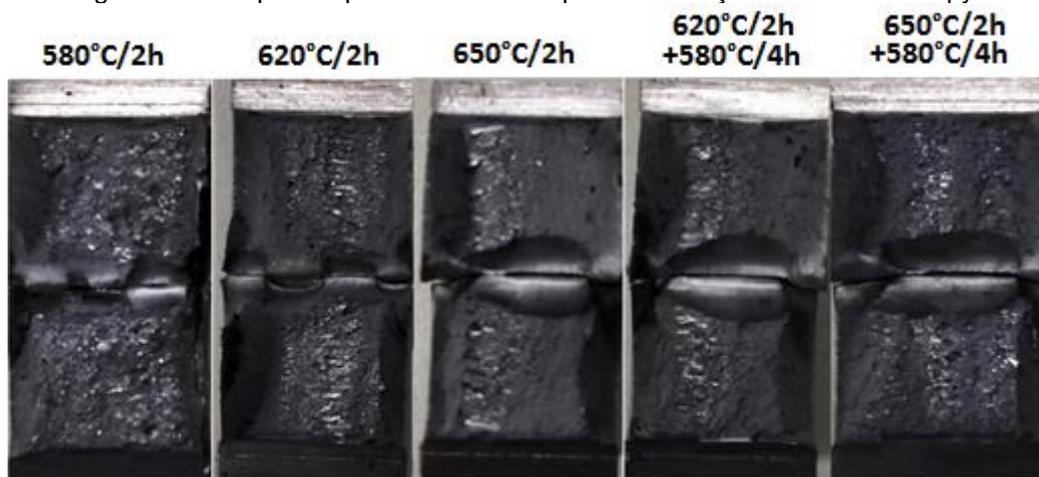
Foi detectada, por meio da difração de raios X, a presença de carbonetos na amostra tratada a 620°C/2h, o que pode ser uma justificativa para um menor valor médio de energia absorvida obtido em relação a 650°C/2h. Pode-se mencionar, com base nas observações de Bilmes, Solari e Llorente (2001) que, além da fração volumétrica, a morfologia e a distribuição da austenita retida também contribuem para a tenacidade. Isso também deve ser considerado para a martensita revenida.

Segundo a literatura, aplicar um revenimento intercrítico a uma temperatura ligeiramente acima da temperatura A_{c1} é uma maneira de melhorar a tenacidade do material. Esse tratamento faz com que ocorra o amaciamento da martensita e a precipitação da austenita, a qual é finamente distribuída ao longo do limite dos grãos de martensita com os grãos previamente formados de austenita (BILMES; SOLARI; LLORENTE, 2001).

Os resultados de tenacidade ao impacto obtidos para o metal de solda submetido aos tratamentos térmicos de duplo estágio foram maiores, assim como a fração de austenita retida. Sendo o maior valor da amostra submetida ao tratamento térmico de $650^{\circ}\text{C}/2\text{h}+580^{\circ}\text{C}/4\text{h}$, assim como a maior fração de austenita retida.

Em complemento aos valores de energia absorvida obtidos no ensaio Charpy foi realizada a avaliação da superfície de fratura (Figura 47).

Figura 47 – Corpos de prova fraturados após a realização do ensaio Charpy.

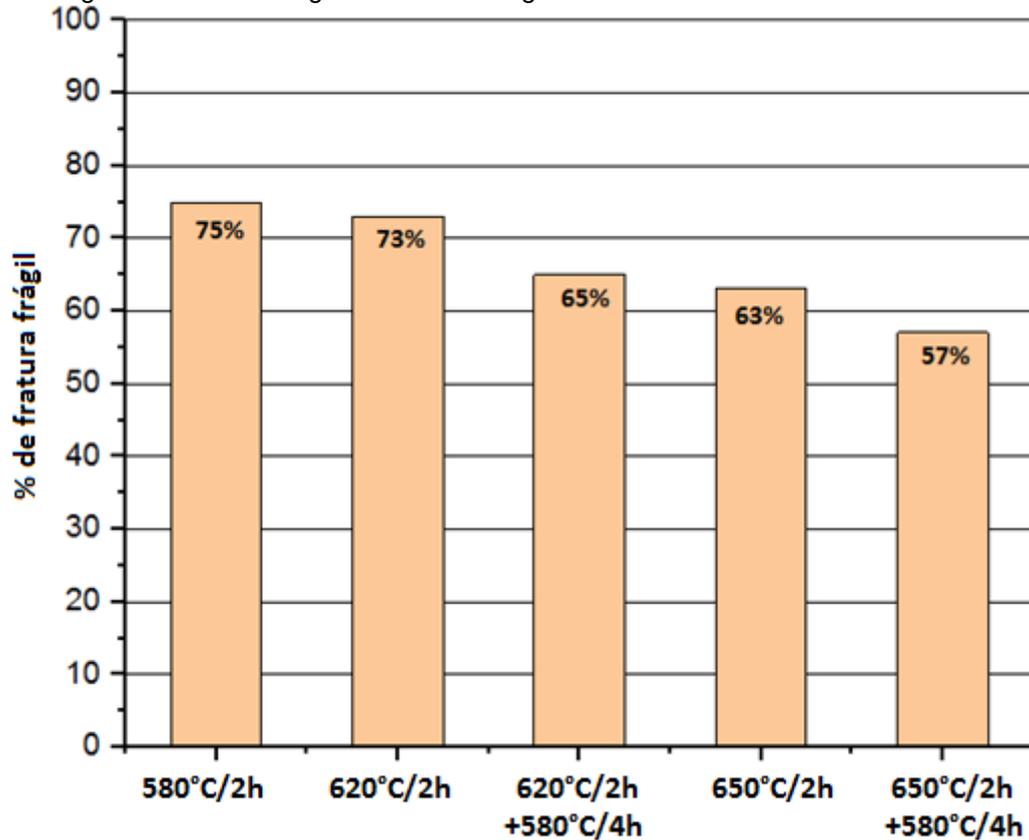


Fonte: Próprio Autor.

A fratura frágil é representada pela região brilhante e ocorre por clivagem. Já a fratura dúctil ocorre por cisalhamento e é caracterizada por uma região fibrosa. É possível observar na Figura 47 tanto fratura frágil quanto dúctil nos corpos de prova submetidos ao ensaio.

Na Figura 48 apresenta-se o gráfico com a porcentagem de fratura frágil calculada pelo *software ImageJ* de acordo com o tratamento térmico realizado.

Figura 48 – Porcentagem de fratura frágil de acordo com o tratamento térmico.



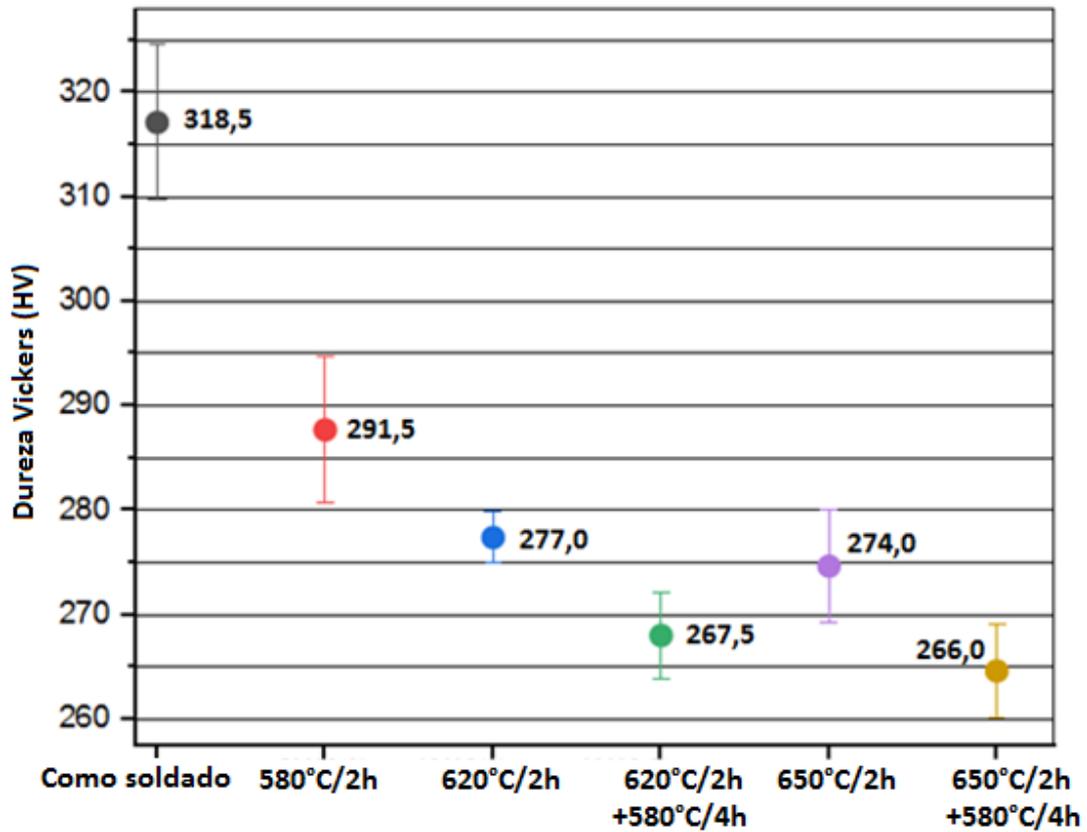
Fonte: Próprio Autor.

Os percentuais de fratura frágil variaram de acordo com o valor de tenacidade, sendo que para o menor valor de tenacidade, na condição a 580°C/2h, foi obtido o maior percentual de fratura frágil. Nota-se, conforme esperado, a existência de uma relação entre a porcentagem de fratura frágil e o valor de energia absorvida obtido no ensaio.

5.5 Ensaio de dureza Vickers

Na Figura 49 apresenta-se o gráfico com os valores médios da dureza Vickers e seu respectivo desvio padrão, obtidos para o metal de solda como soldado e em cada condição de tratamento térmico.

Figura 49 – Gráfico com os valores de dureza encontrados para o metal de solda como soldado e tratado termicamente em diferentes condições.



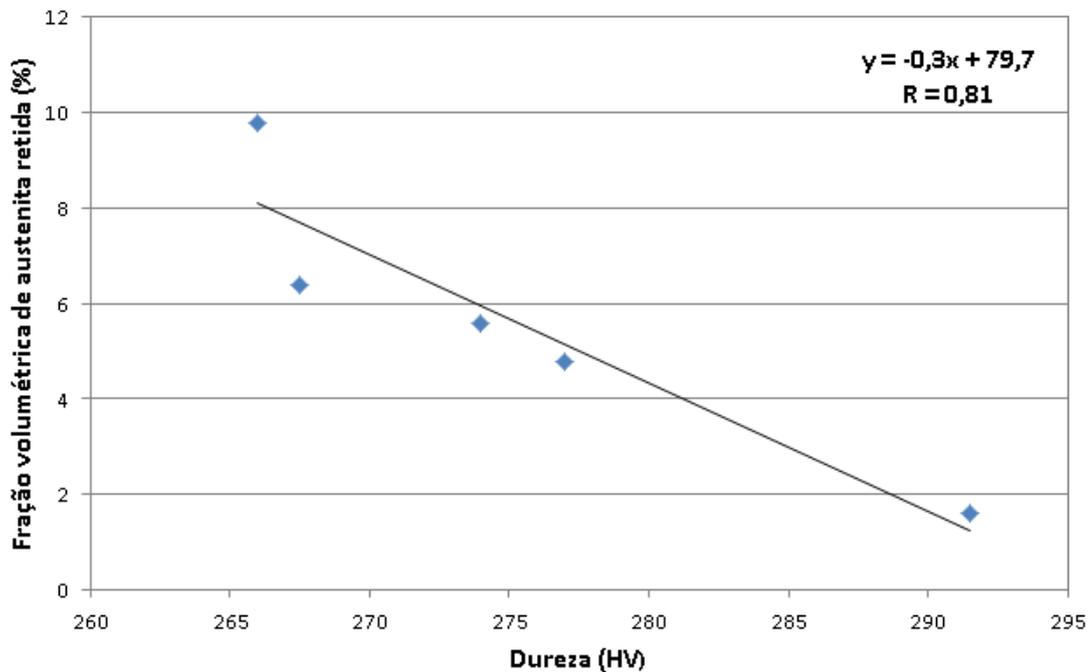
Fonte: Próprio Autor.

Da condição como soldado para as condições em que o metal de solda foi tratado termicamente ocorreu um decréscimo na dureza e que, o menor valor de dureza encontrado foi no material tratado termicamente em duplo estágio (650°C/2h+580°C/4h). Esse resultado pode estar relacionado com a maior fração de austenita retida, a qual foi encontrada nesta condição, e ainda de uma maior alteração que ocorreu com a martensita revenida, a qual se reveniu ainda mais.

De acordo com Divya et al. (2015), a redução da dureza no segundo estágio do tratamento térmico está relacionada com a formação de uma martensita revenida mais grosseira, a qual foi formada de ripas de martensita já revenidas anteriormente, juntamente com a formação de austenita retida.

Com o objetivo de avaliar a relação entre a dureza e a fração volumétrica de austenita retida no metal de solda, tais grandezas foram comparadas conforme apresentado no gráfico da Figura 50.

Figura 50 – Relação entre a dureza Vickers e a fração volumétrica de austenita retida no metal de solda.



Fonte: Próprio Autor.

Com o aumento da temperatura de revenimento, na faixa entre 580°C e 650°C, os valores de dureza reduzem cada vez mais, atingindo o mínimo a 650°C. Isso está associado ao revenimento mais acentuado da martensita nessa temperatura (permitindo alívio das tensões internas, redução da densidade de deslocamentos cada vez maior e formação de precipitados) e também ao aumento da fração de austenita retida, em menor proporção, devido aos baixos teores encontrados (ZOU et al., 2014).

Nas condições em que o metal de solda foi tratado termicamente em duplo estágio, ocorreu um decréscimo na dureza da condição 620°C/2h+580°C/4h para 650°C/2h+580°C/4h. De acordo com Divya et al. (2015), a redução da dureza no segundo estágio, em comparação ao tratamento em estágio único, está relacionada com a formação de uma martensita revenida mais grosseira, a qual foi formada de ripas já revenidas anteriormente, juntamente com a formação de austenita retida (DIVYA et al., 2015). Assim, esse resultado pode estar relacionado com a maior fração de austenita retida, encontrada nesta condição.

6 CONCLUSÃO

Com a realização deste trabalho, pode-se concluir que:

- A tenacidade do metal de solda avaliada com o ensaio Charpy está relacionada com a fração de austenita retida na microestrutura.
- O revenimento realizado a 580°C foi o que levou à obtenção de menor fração de austenita retida. Assim, foram obtidos menor valor de energia absorvida e maior valor de dureza. Observa-se que, nessa condição, a microestrutura do metal de solda foi composta em sua maioria por martensita revenida.
- Com o aumento da temperatura de revenimento, no tratamento de único estágio, a fração de austenita retida formada também aumentou.
- Com o segundo estágio do tratamento térmico, a fração de austenita retida aumentou significativamente de 4,8% (620°C/2h) para 6,4% (620°C/2h+580°C/4h) e de 5,6% (650°C/2h) para 9,8% (650°C/2h+580°C/4h).
- As propriedades mecânicas de dureza e tenacidade foram impactadas pelo grau de revenimento da martensita na microestrutura e pela fração de austenita retida formada.
- A fração de austenita retida formada na microestrutura apresentou relação direta com a energia absorvida e dureza do metal de solda. Para o maior valor de energia (48J) obtido, foi encontrado o maior teor de austenita retida (9,8%) e o menor valor de dureza (266HV) para o metal de solda.
- Todas as fraturas apresentaram características de fratura frágil e dúctil, sendo a maior parte caracterizada por frágil. A maior porcentagem de fratura frágil foi encontrada na condição de revenimento a 580°C/2h e a menor no tratamento térmico de duplo estágio a 650°C/2h+580°C/4h, o que pode estar relacionado com o teor de austenita retida formada.
- Foram detectados picos de carbonetos por meio da difração de raios X nas amostras submetidas às condições de 580°C/2h e 620°C/2h. Estes picos também podem ser de carbonitreto do tipo $M_2(C, N)$. A presença destes compostos e não de carbonetos do tipo M_7C_3 ou $M_{23}C_6$ pode estar associada ao alto teor de nitrogênio dos metais de solda.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo da dissolução dos precipitados na faixa de austenitização, correlacionando-a com as propriedades mecânicas.
- Estudo da influência da temperatura de austenitização na cavitação e corrosão sob tensão.
- Realização de têmpera e tratamento térmico para alívio de tensões antes do revenimento, para posterior comparação dos resultados com o presente estudo.
- Mapeamento para avaliação da partição do níquel e do cromo para avaliação adicional da formação da austenita no revenimento.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMREI, Mohsen Mokhtabad; VERREMAN, Yves; BRIDIER, Florent; THIBAUT, Denis; BOCHER, Philippe. Microstructure Characterization of Single and Multipass 13Cr4Ni Steel Welded Joints. **Metallogr. Microstruct. Anal.** v. 4, p. 207-218, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A487: Standard Specification for Steel Castings Suitable for Pressure Service**, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A743: Standard specification for casting, iron-chromium, iron-chromium-nickel, corrosion resistant, for general applications**, 2003.

ASM METALS HANDBOOK. **Heat Treating**, v.4, 1991.

ASM METALS HANDBOOK. **Properties and Selection: Irons Steels and High Performance Alloys**, v.1, 1993.

AMERICAN WELDING SOCIETY. **AWS A5.22/A5.22M: Specification for Stainless Steel Flux Cored and Metal Cored Welding Electrodes and Rods**, 2010.

AMERICAN WELDING SOCIETY. **AWS B4.0: Standard Methods for Mechanical Testing of Welds**, 2016.

ASTM INTERNATIONAL. **E92-16: Standard test methods for vickers hardness and knoop hardness of metallic materials**. West Conshohocken: ASTM, 2016.

BAAS, P. Recommended welding procedure for cladding and joining with metal cored wire PZ6166. **Filarc Welding Industries B.V.**, Suíça, 1996.

BARLOW, L. D; TOIT, M. Du. Effect of austenitizing heat treatment on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420. **Journal of Materials Engineering and Performance**. v.21, n.7, p. 327-1336, 2012.

BILMES, P.D.; LLORENTE, C.L.; IPIÑA, J.P. Toughness and Microstructure of 13Cr4NiMo High-Strength Steel Welds. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.9, p. 609-614, 2000.

BILMES, P.D.; LLORENTE, C.L.; MENDEZ, C.M.; GERVASI, C.A. Microstructure, heat treatment and pitting corrosion of 13CrNiMo plate and weld metals. **Corrosion Science**, v. 46, p. 876-881, 2009.

BILMES P.D., SOLARI M., LLORENTE C.L. Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-NiMo martensitic steel weld metals. **Materials Characterization**, v. 46, p. 285-296, 2001.

BUENO, Alexandre. **Estudo do comportamento de materiais e efeitos de parâmetros de processo para aumento de vida útil de turbinas hidráulicas tipo Francis**. 2017.140f. Dissertação (Mestrado em Ciências). Univerisdade de São Paulo, São Paulo, 2017.

CHIAVERINI, V. **Aços-Carbono e Aços-Liga: Características Gerais, Tratamentos Térmicos, Principais Tipos**. 2ª Edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metais, 1965.

CHIAVERINI, V. **Aços-Carbono e Aços-Liga: Características Gerais, Tratamentos Térmicos, Principais Tipos**. 4ª Edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metais, 1977.

CRAWFORD, J.D.; ROHRIG, K.; BECHET, S. High-Strength Cast Stainless Steels with Enhanced Corrosion Resistance, *Stainless Steel*. p. 355-368, 1982.

DAS, C.R.; ALBERT, S.K.; BHADURI, A.K.; SRINIVASAN, G.; RAMASUBBU, V. Effect of minor change in composition on toughness of weldmetal for repair of turbine blades made up of martensitic stainless steels. **Science and Technology of Welding and Joining**, v.13, p. 159–166, 2008.

DIVYA, M.; DAS, C. R.; MAHADEVAN, S.; ALBERT, S.K.; PANDIAN, R.; KAR, S.K.; BHADURI A.K.; JAYAKUMAR, T. Influence of PWHT on Toughness of High Chromium an Nickel Containing Martensitic Stainless Steel Weld Metals. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46A, p. 2554-2567, 2015.

DIVYA, M., DAS, C.R., RAMASUBBU, V., ALBERT, S.K., BHADURI, A.K. Improving E410NiMoT-1/4 weld metal toughness by PWHT. **Journal of Materials Processing Technology**, Índia, v. 211, p.2032-2038, 2011.

FOLKHARD, E. Welding metallurgy of stainless steels. **Springer-Verlag**, Viena, v.181, p. 98, 1988.

GOOCH, T. G. Heat Treatment of Welding 13%Cr-4%Ni Martensitic Stainless Steel for Sour Service. **Welding Research Supplement**, p. 213-222, 1995.

GRACIOSO, José Francisco Fadel. **Efeito das condições de têmpera na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico fundido CA-6NM**. 2003. 129 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

HENKE, Sérgio Luiz. **Desenvolvimento de procedimento de soldagem do aço inoxidável martensítico macio tipo CA6NM sem tratamento térmico posterior**. 1998. 63f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 1998.

HUBÁCKOVÁ J. Two-stage tempering of steel 13%Cr6%Ni. **Z Werkstofftech**, n.15, v.8, p. 411-415, 1984.

IRVINE, K.J. The 12%Cr stainless steels. **J Iron Steel Institute**, n. 193, v. 8, p. 386-405, 1960.

KOU, Sindo. **Welding Metallurgy**. 2ª Edição. Wisconsin: Wiley, 2003.

KOBELCO: The worldwide Manufacturer. Estados Unidos, v. 15, n. 3, 2012.

KRAUSS, George. **Principles of Heat Treatment and Processing of Steels**. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1990.

KRAUSS, George. **Steels: Processing, structure, and performance**. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 2005.

KRISHNA, Chenna; GANGWAR, Narendra Kumar; JHA, Abhay K; PANT, Bhanu; GEORGE, Koshy M. Microstructure and properties of 15Cr-5Ni-1Mo-1W Martensitic stainless steel. **Steel Research International**. v.86, n.1, p. 51-57, 2015.

LEEM, Dong Soek; LEE, Yong-Deuk; JUN, Joong-Hwan; CHOI, Chong-Sool. Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13Cr-7Ni-3Si martensitic stainless steel. **Scripta Materialia**, n. 45, p. 767-772, 2001.

LIPPOLD, John C; KOTECKI, Damian J. Welding Metallurgy and weldability of stainless steels. **John Wiley & Sons**, Nova Jersey, 2005.

MODENESI, Paulo José. **Soldabilidade dos aços inoxidáveis**. São Paulo: Senai-SP, 2001. 100 p.

NIEDERAU; HERMANN, J. State of development of soft martensitic stainless chromium nickel steels. **Kurt H. Miska**, Climax Molybdenum Company, 1977.

PADILHA, A. F. e GUEDES, L.C. Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades, **Hemus Editora Limitada**, São Paulo, 1994.

PEREIRA, O.J. e BEECH, J.In. Solidification Technology in the Foundry and Cast House. Coventry. **Metals Society**, p. 315, 1980.

PEREIRA, S. A. **Desenvolvimento de Procedimento de Reparo por Soldagem em Aços Inoxidáveis Martensíticos com Metal de Adição Similar sem TTP**. 2000. 136f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2000.

PETTY, E. R. Martensite: Fundamentals and Technology. **Longman Group Ltd.**, v.174, p. 119-136, 1970.

PICKERING, F.B. Physical metallurgy and the design of steels. **Applied Science Publishers**, Londres, p.171, 1978.

QIN, B.; WANG, Z.Y.; SUN, Q.S. Effect of tempering temperature on properties of Cr16Ni5Mo stainless steel. **Materials Characterization**, v. 59, p. 19-40, 2008.

RAMIREZ, J.E. Weldability evaluation of supermartensitic stainless pipe steels. **Welding Journal**, v.86, p. 126–134, 2007.

SCHÄFER, L. Influence of Delta Ferrite and Dendritic Carbides on the Impact and Tensile Properties of a Martensitic Chromium Steel. **Journal of Nuclear Materials**, p. 1336-1339, 1998.

SILVA, André Luiz da Costa e, MEI, Paulo Roberto. **Aços e Ligas Especiais**. 2. ed. São Paulo, Edgard Blucher, 2006.

SMITH, W. F. Structure and Properties do Engineering Alloys. 2. ed. Singapore: **McGraw-Hill**, 1993.

SONG Y, LI X, RONG L, LI Y. Anomalous Phase Transformation from Martensite to Austenite in Fe-13%Cr-4%Ni-Mo Martensitic Stainless Steel. **Journal of Materials Science & Technology**, v.26, p. 823-826, 2010.

SPIEGEL, M.R. **Estatística**: resumo da teoria. São Paulo, McGraw-Hill do Brasil, 1976.

STRAUBE, H. Developments for additional improvement of low carbon martensitic Cr-Ni stainless steels. **Conference on Materials Development in Turbo-Machinery Design**, Cambridge, 1988.

STROBEL FILHO, Eloy; LIMA, Alex Pereira de; MARIANO, Neide Aparecida. Efeito do tratamento térmico na caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico do tipo 13Cr5Ni0,02C. **Metalurgia Física**, Ouro Preto, v. 1, n. 60, p.123-127, mar. 2007.

TANI, F.; PIOVANELLI P.; NALDINI S. Definition of Experimental Cycles for Reducing the Amount of Delta Ferrite in Precipitation-Hardening Martensitic Stainless Steels. **Quaderni Pignone**, v. 45, p. 17-45, 1988.

THALBERG, Nils. High deposition welding of Francis turbine runners for the Three Gorges Dam project. **Svetsaren**, v.57, n.2, p. 3-8, 2002.

TOTTEN, George. **Steel Heat Treatment Handbook**. CRC Press, Taylor and Francis Group, Portland, p. 833, 2007.

TRUDEL, Alexandre; LÉVESQUE, Martin; BORCHU, Myriam. Microstructural effects on the fatigue crack growth resistance of a stainless steel CA6NM weld. **Elsevier**. Montreal, p. 60-72, 2013.

9 ANEXOS

9.1 Resultados Charpy (entalhe em V)

Os valores de energia absorvida (J) encontrados para cada condição realizada de tratamento térmico, bem como o mínimo, máximo, amplitude, média e desvio padrão, podem ser observados na Tabela 16.

Tabela 16 – Resultados de tenacidade ao impacto para cada condição de tratamento térmico.

Energia absorvida (J) - (-20°C)					
Amostra	580°C/2h	620°C/2h	620°C/2h +580°C/4h	650°C/2h	650°C/2h +580°C/4h
	33	37	47	39	47
	33	35	43	43	47
	27	39	43	45	47
	29	41	43	43	48
	31	41	45	45	49
Média	31	39	44	43	48
Média (eliminando maior e menor valor)	31	39	44	44	48
Tamanho (n)	5	5	5	5	5
Mínimo	27	35	43	39	47
Máximo	33	41	47	45	49
Amplitude	6	6	4	6	2
Desvio padrão	2,3	2,3	1,6	2,2	0,8

Fonte: Próprio Autor.

9.2 Resultado – Dureza Vickers (HV)

Os resultados de dureza Vickers HV (200) encontrados, como a média e desvio padrão, para cada condição realizada de tratamento térmico podem ser observados na Tabela 17.

Tabela 17 – Resultados de dureza Vickers HV(200) para cada condição de tratamento térmico.

Dureza (HV) – carga: 200g/tempo: 15s							
Amostra	Como soldado	580°C/2h	620°C/2h	620°C/2h+580°C/4h	650°C/2h	650°C/2h+580°C/4h	
	308	276	260	272	269	280	266
	288	296	251	274	263	277	281
	299	308	301	279	266	269	251
	291	321	280	276	288	278	263
	307	315	257	285	261	267	266
	305	307	290	282	267	271	263
	307	319	288	270	278	241	273
	279	300	294	272	268	278	260
	288	327	290	268	263	271	270
	292	312	295	272	268	264	248
	322	327	306	278	272	285	258
	324	318	301	276	249	270	259
	330	328	285	282	261	268	282
	335	349	290	282	271	292	253
	335	335	290	289	272	291	266
	334	326	295	275	264	292	267
	339	329	297	276	285	271	272
	333	328	293	278	259	280	275
	342	314	295	279	266	274	267
	333	308	296	283	270	274	252
Média	315	318,5	291,5	277	267,5	274	266
Tamanho (n)	20	20	20	20	20	20	20
Mínimo	279	276	251	268	249	241	248
Máximo	342	349	306	289	288	292	282
Amplitude	63	73	55	21	39	51	34
Desvio padrão	19,8	15,4	14,5	5,2	8,5	11,2	9,2

Fonte: Próprio Autor.

9.3 Análise Estatística

Devido à proximidade dos valores médios encontrados para a tenacidade, necessitou-se uma avaliação estatística para predizer, com maior exatidão, se as médias eram significativamente diferentes. Como a quantidade de amostras disponíveis neste estudo foi pequena utilizou-se a distribuição de *t de student*. O valor de α empregado foi de 98%.

9.3.1 Diferença entre duas médias

Para verificar se a diferença entre duas médias (U_1 e U_2) com seus respectivos desvios padrões (S_1 e S_2) é significativa para um determinado intervalo de confiança (α) e grau de liberdade (v), utilizou-se as seguintes equações (SPIEGEL, 1976):

$$t = \frac{(U_1 - U_2)}{\sqrt{\frac{((n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2)}{n_1 + n_2}}} \sqrt{\frac{n_1 n_2 (n_1 + n_2 - 2)}{n_1 + n_2}} \quad (1)$$

$$v = (n_1 + n_2 - 2) \quad (2)$$

Onde:

$t = t$ de student;

$(U_1 - U_2)$ = diferença entre as duas médias;

n_1 e n_2 = tamanho do espaço amostral referente às médias U_1 e U_2 , respectivamente;

S_1 e S_2 = desvio padrão referente às médias U_1 e U_2 , respectivamente;

v = número de graus de liberdade.

Desta maneira, o valor absoluto de t de student ($\alpha/2$ e v) é comparado com o valor de t de student resultante da equação (1). Caso t resultante da equação (1) estiver dentro do intervalo ($- t(\alpha/2$ e $v)$ a $+ t(\alpha/2$ e $v)$), então, a diferença entre as médias testadas não é significativa, ou seja, as médias das propriedades mecânicas são iguais. Foi utilizada uma tabela com valores de t de student para um nível de significância igual a 0,02 em função de v .