

# Estudo da influência do tratamento térmico pós-soldagem na ZTA de junta soldada de aço AISI/SAE 4130 modificado

Marcus Vinicius Rocha de Lima

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários a obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro Setembro de 2017

## ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA ZTA DE JUNTA SOLDADA DE AÇO AISI/SAE 4130 MODIFICADO

Marcus Vinicius Rocha de Lima

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO

Examinada por:

año de brug

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.-Ing

Prof. Adriana da Cunha Rocha, D. Sc.

Rod so an

Eng. Rodrigo Stohler Gonzaga, M.Sc.

Éng. Fernando Fernandes Silva

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL. SETEMBRO DE 2017 Lima, Marcus Vinicius Rocha de

Estudo da influência do tratamento térmico pós-soldagem na ZTA de uma junta soldada de aço AISI/SAE 4130 modificado/ Marcus Vinicius Rocha de Lima. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2017.

VII, 74 p.: il; 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Projeto de graduação – UFRJ/Escola Politécnica/ Engenharia Metalúrgica, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 59-61.

1. Tratamento térmico. 2. Endurecimento secundário. 3. Zona termicamente afetada. 4. Aço AISI/SAE 4130. I João da Cruz Payão Filho. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III Estudo da influência do tratamento térmico pós-soldagem na ZTA de uma junta soldada de aço AISI/SAE 4130 modificado.

#### AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, a Deus por sua infinita graça e pela inteligência e capacidade dada para concluir esta etapa da minha vida.

A toda minha família, começando pelos meus pais, Dario e Vera, por terem me dado o amor, suporte e motivação necessários para seguir em frente em todos os momentos neste período e em toda a vida. Eles são meus exemplos de como ser pessoas íntegras e dedicadas ao que fazem. Ao meu irmão, Filipe, que também fez parte desta vitória, compartilhando ótimos momentos.

À minha futura esposa, Kelly, que esteve ao meu lado durante toda a faculdade compartilhando momentos bons e difíceis. Agradeço pelo companheirismo, por demonstrar seu amor de maneira tão intensa sempre me ajudando a ser uma pessoa melhor.

À minha orientadora acadêmica, Renata Simão, por sempre me aconselhar de maneira inteligente e engraçada.

Ao meu orientador, João Payão, que sempre esteve aberto a me aceitar como seu orientando, tanto na iniciação científica como no meu projeto de graduação. Agradeço também ao Rodrigo Stohler pela grande contribuição para este trabalho e a todos do LNTSold que tive contato e que me ajudaram de alguma forma durante a realização deste projeto.

À professora Adriana por ter aceitado fazer parte da banca.

Aos meus amigos de departamento, dentre eles Anderson, Amanda, Bruno, Breno, Ciça, Daniel, Léo, Rodrigo e Virgínia por fazerem esses anos serem tão especiais. Agradeço principalmente à Hayla, que sempre me motivou e ajudou a fazer escolhas, ao Gabriel, que foi uma amizade fundamental durante o meu intercâmbio e ao Raphael, que além de ter sido um grande amigo presente em praticamente todos os momentos da graduação e fora dela, teve participação direta no desenvolvimento deste trabalho, sempre dando o seu melhor para me ajudar.

A Tenaris Confab por fornecer o material utilizado neste trabalho e permitir o uso de suas instalações para realização de experimentos. Agradeço ao Fernando Silva por ter sido o grande motivador deste projeto, por acreditar no meu trabalho e por me ajudar na realização da parte experimental.

Ao CNPq pelo apoio financeiro durante os períodos de iniciação científica e de intercâmbio acadêmico.

iii

## Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico

## ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA ZTA DE UMA JUNTA SOLDADA DE AÇO AISI/SAE 4130 MODIFICADO

Marcus Vinicius Rocha de Lima

Setembro/2017

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Curso: Engenharia Metalúrgica

O presente trabalho avalia a influência do tratamento térmico pós-soldagem na zona termicamente afetada de um aço AISI/SAE 4130 modificado. O material utilizado tem composição química com teor de molibdênio superior ao especificado para este aço. O estudo foi realizado visando o atendimento das especificações de dureza nestas regiões da junta por este material de acordo com o tratamento térmico utilizado. Para isto, diferentes tratamentos térmicos foram realizados em diferentes amostras, que foram submetidas à ensaios de dureza, microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão. Os tratamentos térmicos póssoldagem que alcançaram valores de dureza dentro da especificação de 350 HV foram apenas os com temperatura de 695 °C durante 1 e 2 horas. Foi observado que os reagentes Murakami e Groesbeck são efetivos neste material com tempos de ataque de 10 minutos devido ao tamanho reduzido dos precipitados.

*Palavras-chave*: Tratamento térmico pós-soldagem, AISI/SAE 4130, Endurecimento secundário, ZTA

## Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

### STUDY OF THE INFLUENCE OF POST-WELDING HEAT TREATMENT ON THE HAZ OF A WELDED JOINT OF AISI/SAE 4130 MODIFIED STEEL.

Marcus Vinicius Rocha de Lima

September/2017

Advisors: João da Cruz Payão Filho

Course: Metallurgical Engineering

The present work evaluates the influence of post-welding heat treatment on the heat affected zone of a AISI/SAE 4130 modified steel. The evaluated material presents a chemical composition with a higher molybdenum content than the specification for this steel. This study was developed aiming the achievement of the required hardness on the HAZ according to the heat treatment performed. In order to achieve it, several post-welding heat treatments were performed in different specimens which were submitted to hardness tests, optical microscopy, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. The PWHTs that achieved hardness values according to the specification were the ones with 695 °C during 1 and 2 hours. It was observed that the etchants Murakami and Groesbeck are effective when used in this material for 10 minutes due to the reduced size of the precipitates.

Keywords: Post-welding heat treatment, AISI/SAE 4130, Secondary hardening, HAZ

## SUMÁRIO

ITRODUÇÃO	1
EVISÃO BIBLIOGRÁFICA	2
ço AISI/SAE 4130	2
fluência dos elementos de liga	2
Manganês	3
Cromo	3
Molibdênio	4
evenimento	4
Influência do revenimento nas propriedades mecânicas	5
Temperatura de revenimento	6
Tempo de revenimento	7
Teor de carbono e elementos de liga	9
Etapas do revenimento	13
Fragilidade do revenimento	15
volução de carbonetos	16
ona termicamente afetada	19
Região de grãos grosseiros	20
Região de granulação fina	21
Região intercrítica	21
Região sub-crítica	21
Soldagem com múltiplos passes	22
ATERIAIS E MÉTODOS	23
aterial	23
oldagem	23
ratamento térmico pós-soldagem	24
nsaio de dureza	24
licroscopia óptica	25
licroscopia eletrônica de varredura	27
licroscopia eletrônica de transmissão	
ESULTADOS E DISCUSSÃO	30
ureza	30
licroscopia óptica	37
Nital 2%	37
	ITRODUÇÃO

4.2.2	2.	Murakami	40
4.2.3	3.	Groesbeck	45
4.3.	Micro	oscopia Eletrônica de Varredura	49
4.4.	Micro	oscopia Eletrônica de Transmissão	54
5.	CON	CLUSÕES	57
6.	SUG	ESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	58
7.	BIBL	IOGRAFIA	59
Anex	xo I		62

#### 1. INTRODUÇÃO

O aço AISI/SAE 4130 é um material que tem ampla utilização em muitas indústrias, como por exemplo aeronáutica, automobilística e óleo e gás. Na indústria de óleo e gás pode ser usado em estruturas de transporte de petróleo que necessitam de alta resistência mecânica.

As propriedades mecânicas necessárias para uma eficiente aplicação são obtidas por meio de tratamentos térmicos, principalmente de têmpera e revenimento, que aliados aos elementos de liga que compõe o aço geram microestruturas necessárias para atender aos requisitos de serviço.

Ao unir este material a outro por meio de soldagem à arco elétrico, no entanto, regiões que apresentam dureza elevada são geradas. Estas regiões são conhecidas como zona termicamente afetada e tem acréscimo na dureza devido aos ciclos térmicos introduzidos durante a soldagem.

Com o objetivo de reduzir as tensões destas regiões e evitar trincamento por hidrogênio, tratamentos térmicos pós-soldagem são aplicados com função de revenir as regiões de alta dureza criadas durante a soldagem e por consequência ajustar suas propriedades mecânicas.

Este trabalho tem como objetivo estudar a influência do tratamento térmico póssoldagem na zona termicamente afetada de uma junta soldada de um aço AISI/SAE 4130 que teve sua composição química modificada com adição de molibdênio acima da faixa especificada.

Isto será observado por meio da realização de ensaios de dureza e análise de microestrutura através de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão em amostras submetidas a tratamentos térmicos com diferentes combinações de tempo e temperatura.

1

#### 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1. Aço AISI/SAE 4130

O aço AISI/SAE 4130 é uma liga que apresenta de baixa a média dureza quando submetida a um tratamento térmico de têmpera e revenimento. O material apresenta boas propriedades mecânicas até temperaturas de até 370 °C. É comumente trabalhado a quente em um intervalo de temperatura 1100 a 1200 °C [1].

As propriedades deste aço podem ser adaptadas de acordo com a sua aplicação por meio de tratamentos térmicos. Os principais tratamentos utilizados para estes materiais são: recozimento, normalização, têmpera e revenimento e esferoidização. A tabela 1 apresenta as principais propriedades mecânicas deste material após tratamento de têmpera em água e em diferentes temperaturas de revenimento [1].

Tabela 1 - Propriedades mecânicas de um aço AISI/SAE 4130 temperado em água e revenido. Adaptado de [1]

Temperatura de revenimento [°C]	Limite de resistência [MPa]	Limite de escoamento [MPa]	Redução de área [%]	Dureza [HV]
540	1170	1000	56	345
650	965	830	63	286

A faixa de composição química de um aço AISI/SAE 4130 está apresentada na tabela 2:

Tabela 2 - Composição química do aço AISI/SAE 4130. Adaptado de [1].

Elemento	С	Mn	Р	Si	S	Cr	Мо
Teor (%)	0,28	0,40	0,04	0,20	0,04	0,8	0,18
	0,33	0,60		0,35		1,1	0,25

Esse material normalmente é disponibilizado como tarugo, barra, vareta, forjado, chapa, tubos e fundidos. Pode ser empregado principalmente nas indústrias automotivas, aeronáutica e óleo e gás.

#### 2.2. Influência dos elementos de liga

Alguns elementos de liga são adicionados para conferir ao material propriedades necessárias ao seu uso, por exemplo resistência à corrosão e propriedades mecânicas

otimizadas. A figura 1 exibe a variação de dureza resultante da adição de diferentes elementos químicos em certas quantidades em um aço:



Figura 1 – Efeito da adição de elementos de liga no endurecimento por solução sólida [2]

A seguir serão descritos alguns dos principais elementos que são adicionados nos aços AISI/SAE 4130 e como eles influenciam suas propriedades.

#### 2.2.1. Manganês

O manganês aumenta fortemente a dureza da ferrita por solução sólida. Pode ser adicionado no lugar do carbono com função de aumentar a resistência mecânica, porém sem perda significativa na tenacidade que ocorreria ao adicionar altos teores de carbono. Além disso, o manganês tem maior tendência a formar carbonetos que o ferro e menor tendência que o cromo [2].

#### 2.2.2. Cromo

O cromo é um elemento que endurece a matriz por meio de solução sólida substitucional. Devido a diferença de raio atômico entre átomos de ferro e de cromo, ao haver substituição de um pelo outro, uma distorção na rede cristalina é induzida. Além disto, também pode ocorrer endurecimento do aço por meio da precipitação de carbonetos de cromo, caso que pode ser observado durante o revenimento em altas temperaturas [3].

A temperabilidade do aço também é modificada com a adição de cromo. Quanto maior a quantidade adicionada deste elemento, maior será a temperabilidade do material, isto é, maior será a facilidade de formação de martensita durante o resfriamento a partir do campo austenítico. Como consequência, a adição deste elemento permite a redução do teor de carbono na liga gerando martensita com menor

quantidade de carbono solubilizado e, portanto, menos frágil além de diminuir as tensões residuais geradas pelo resfriamento [1].

O cromo também aumenta a resistência à corrosão do aço, melhora a resistência a altas temperaturas e em aços com alto teor de carbono aumenta a resistência ao desgaste [2].

#### 2.2.3. Molibdênio

O molibdênio possui características semelhantes as do cromo nos aços em relação às propriedades mecânicas. Portanto, adições de molibdênio aumentam a dureza através do mecanismo de endurecimento por solução sólida substitucional e geram aumento na temperabilidade do material. Além disto, a formação carbonetos enriquecidos neste elemento ocorre de maneira mais fácil, o que pode aumentar significativamente a dureza do aço após tratamentos de têmpera seguido de revenimento [1].

Outras propriedades que o molibdênio confere ao aço quando adicionado são o aumento da temperatura de coalescimento de grãos de austenita, aumento da resistência a fluência, contrabalanceia a tendência de fragilidade do revenido e forma partículas resistentes à abrasão [2].

#### 2.3. Revenimento

Em um processo de têmpera o material, quando aquecido, se encontra totalmente na fase austenítica, que tem estrutura cúbica de face centrada. O material é então resfriado rapidamente de modo a impedir a difusão do carbono na rede cristalina. Como consequência, o carbono aprisionado gera aumento do parâmetro de rede da ferrita, caracterizando uma estrutura tetragonal de corpo centrado. Esta estrutura é chamada de martensita. [4]

Ciclos térmicos que geram microestruturas martensíticas em um metal promovem, como consequência, aumento da dureza, de tensões internas e diminuição da tenacidade. Um aço submetido a este tratamento térmico, portanto não apresenta muita utilidade para a maioria das aplicações [3]. De modo a corrigir estas propriedades e tornar o material útil, o tratamento térmico de revenimento é realizado geralmente após a têmpera [2].

O tratamento de revenimento consiste no aquecimento do material à uma temperatura abaixo da temperatura crítica, temperatura acima da qual o material é

4

austenizado, seguido de permanência por determinado tempo nesta temperatura e resfriamento à uma taxa apropriada [5]. Como resultado, o carbono aprisionado na rede martensítica é liberado por meio de difusão, formando assim carbonetos, o que diminui as tensões internas na rede cristalina do material [6]. A figura 2 demonstra usando um diagrama TTT como um tratamento genérico de têmpera seguido de revenimento é realizado.



Tempo, esc. log.



As principais variáveis que influenciam o revenimento são temperatura, tempo de permanência na temperatura, taxa de resfriamento e composição química. É possível obter uma vasta gama de propriedades mecânicas após o revenimento alterando estes diferentes parâmetros [5].

#### 2.3.1. Influência do revenimento nas propriedades mecânicas

A martensita, microestrutura resultante de têmpera, além de possuir dureza elevada também pode ser muito frágil. Esta fragilidade pode ser explicada por fatores como a distorção da rede cristalina causada por átomos intersticiais de carbono, segregação de impurezas para os contornos de grão da austenita prévia, formação de carbonetos e tensões residuais resultantes do rápido resfriamento. [3]

Uma vasta gama de microestruturas pode ser obtida a partir do tratamento de revenimento. A dureza, limite de escoamento e resistência ao impacto desejados para o material são as principais propriedades que definirão os parâmetros de revenimento e consequentemente, a microestrutura resultante.

A figura 3 exibe o comportamento de certas propriedades mecânicas de um aço 4340 diante de aumento na temperatura de revenimento. De acordo com os resultados é possível observar queda na dureza, no limite de escoamento e na tensão de ruptura deste material, enquanto há aumento na redução de área e no alongamento [7].



Figura 3 – Propriedades mecânicas de um aço 4340 em função da temperatura de revenimento. Adaptado de [7]

#### 2.3.2. Temperatura de revenimento

Sem realizar alterações no material, temperatura e tempo são as duas grandezas que podem gerar alterações significativas na microestrutura do material. Combinações destes dois parâmetros podem gerar resultados similares nas propriedades do material, no entanto, pequenas variações na temperatura resultam em efeitos mais significativos que pequenas mudanças no tempo [5].

Quanto mais elevada a temperatura na qual o tratamento térmico de revenimento for realizado, maior será a difusão dos átomos encontrados nos interstícios da rede tetragonal de corpo centrado da martensita resultante da têmpera, já que o coeficiente de difusão dos átomos é dado pela Equação 1:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \tag{1}$$

Onde:

D<sub>0</sub> = Termo pré-exponencial não dependente de temperatura

Q<sub>d</sub> = Energia de ativação para a difusão

R = Constante universal dos gases

T = Temperatura

Portanto, devido ao fator exponencial da temperatura, quanto mais elevadas as temperaturas de tratamento utilizadas, mais expressivos serão os resultados encontrados no material [3].

Uma vez que a martensita é uma microestrutura metaestável que apresenta altos índices de defeitos e distorções na rede cristalina devido ao aprisionamento do carbono, um aumento na temperatura de tratamento térmico resultará em alívio das tensões no material em razão da difusão dos átomos de carbono para fora dos interstícios [8]. Deste modo, a ductilidade e a tenacidade do material tendem a crescer com o aumento da temperatura na grande maioria dos casos.

#### 2.3.3. Tempo de revenimento

O tempo em que um material é exposto à certa temperatura de revenimento também pode influenciar sua microestrutura e, consequentemente, suas propriedades mecânicas. A figura 4 exibe os resultados de dureza de um aço contendo 0,82% de carbono que foi tratado com diferentes tempos e temperaturas de revenimento.



Figura 4 – Evolução da dureza em função do tempo e temperaturas de revenimento. Adaptado de [5].

É possível observar que longos períodos de tratamento térmico de revenimento geram menores valores de dureza. Isto se deve à dependência que o tempo, assim como a temperatura, exerce sobre a difusão.

Foi desenvolvida uma equação empírica que descreve o comportamento que a dureza possui diante de determinadas temperaturas e tempos de tratamento térmico [9]. Esta relação apresenta resultados próximos à realidade, com exceção de quando há elevadas quantidades de austenita retida no metal [5]. Esta relação é apresentada na equação 2.

$$P = T(C + \log t) \tag{2}$$

Onde:

P = Parâmetro de Hollomon-Jaffe

T = Temperatura de tratamento

- C = Constante dependente do teor de carbono
- t = Tempo de patamar

Apesar de ser aplicada a aços ao carbono com sucesso, este parâmetro deve ser cuidadosamente aplicado para aços que apresentem endurecimento secundário pois podem apresentar diferentes durezas de acordo com os elementos de liga no material [8].

#### 2.3.4. Teor de carbono e elementos de liga

O carbono e os elementos de liga também podem induzir mudanças nas propriedades mecânicas de metais após tratamentos térmicos. Cada elemento apresenta sua particularidade e tem um certo efeito diante dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento. A figura 5 exibe a variação de dureza de aços com diferentes teores de carbono submetidos a revenimentos realizados com diversas temperatura [10].

O teor de carbono altera a dureza do metal na condição de como-temperado e esta diferença é mantida após o revenimento [5]. Já alguns elementos de liga retardam o processo de redução de dureza durante o tratamento térmico e, dependendo da quantidade destes elementos, o fenômeno de endurecimento secundário pode ser observado.

Com o aquecimento e consequentemente a difusão do carbono, pequenas partículas de carbonetos são formadas. Devido ao reduzido tamanho das partículas, a dureza não é alterada de forma significativa, pois enquanto há perda de dureza pelo alívio de tensões da matriz martensítica, há também o aumento de dureza originado por estas partículas. Estes carbonetos se transformam em cementita com o incremento de temperatura, aliviando ainda mais as tensões da matriz e reduzindo a dureza devido ao coalescimento dos grãos de cementita [3].



Figura 5 – Relação da dureza com o teor de carbono. Adaptado de [10].

Os elementos de liga podem ser definidos em dois tipos: os formadores e os nãoformadores de carbonetos. Os principais elementos não formadores de carbonetos são níquel, silício, alumínio e zircônio. O endurecimento neste caso se deve apenas à distorção na rede causada pela solubilização dos elementos de liga tanto de modo substitucional como intersticial. Já os elementos formadores de carbonetos, que são principalmente cromo, molibdênio, nióbio e vanádio, influenciam as propriedades mecânicas primeiramente pelo endurecimento por solução sólida e depois pela dispersão de finas partículas de carbonetos pela matriz [2].

Enquanto a cementita é mais estável à baixas temperaturas, os carbonetos de liga são mais estáveis em altas temperaturas. De acordo com Krauss [8], a faixa de temperaturas a qual se inicia a formação de carbonetos durante o revenimento é de 500°C a 600°C. É neste intervalo de temperatura que pode ser observado um aumento na dureza conhecido como endurecimento secundário.

A figura 6 e a figura 7 exibem a evolução da dureza de um aço com diferentes teores de molibdênio em relação a diferentes temperaturas de revenimento. Quanto maior for a quantidade de molibdênio, maiores serão os valores de dureza durante o endurecimento secundário. Para menores teores de molibdênio, mesmo não havendo de fato endurecimento, a taxa de redução de dureza do material é retardada. A temperatura em que o endurecimento secundário alcança seus maiores valores é encontrada entre 550 e 650 °C [11].





De acordo com a figura 7 também é possível relacionar o efeito do teor de molibdênio de acordo com as temperaturas de revenimento.



Figura 7 – Efeito do teor de molibdênio na dureza durante o revenimento. Adaptado de [12].

O efeito da adição de elementos de liga foi investigado por Grange [10] para aços submetidos ao revenimento. Foram estudados aços contendo até 1.5% de silício, manganês, fósforo, níquel, cromo, molibdênio e vanádio. Os gráficos criados a partir dos dados são de diferença de dureza baseados em aços ao carbono, sem elementos de liga em função do teor de cada elemento. A figura 8 exibe duas temperaturas de tratamento que foram escolhidas dentre dez, as de 595 °C e 705 °C durante 1 hora. Estas temperaturas foram escolhidas pois são as mais próximas as temperaturas utilizadas na parte experimental do presente trabalho.



Figura 8 – Efeito dos elementos de liga na dureza do material durante o revenimento. Adaptado de [10].

É possível observar que alguns elementos apresentam aumento de dureza quando há aumento de temperatura de patamar enquanto outros se mantém com valores com pequena alteração ou nenhuma alteração, como por exemplo níquel e fósforo. Isto sugere que a precipitação de carbonetos de elementos de liga se inicia em temperaturas elevadas [8].

#### 2.3.5. Etapas do revenimento

Apesar das transformações microestruturais que se sucedem durante o revenimento não serem completamente conhecidas, há um consenso que existem 4 etapas que regem este tratamento térmico para aços com baixo teor de carbono [8].

Uma etapa preliminar pode ser observada em temperaturas entre 0 e 90 °C e é caracterizada pela difusão do carbono para as discordâncias, contornos de grão da austenita prévia, grãos de austenita retida [6] e no plano (102) da martensita [13]. Além disso, o carboneto  $Fe_{2,4}C$ , que apresenta uma estrutura ordenada ortorrômbica, é formado entre as temperaturas de 60 e 80°C.

**1**<sup>a</sup> **etapa**: Nesta etapa, que ocorre entre 100 e 250°C, o carboneto épsilon (ε) de transição é formado por meio da difusão do carbono. Como resultado, o teor de carbono em solução sólida na martensita da matriz é reduzido para cerca de 0,25% [8].

2<sup>a</sup> etapa: Durante esta etapa, que ocorre entre 200 e 300 °C, a austenita retida encontrada no material é transformada em ferrita e cementita. Para isto ocorrer, é necessária energia de ativação de 115 kJ/mol. De acordo com a figura 9, os aços 4340 e 4130 tem concentrações de austenita retida de 2% a 4% no estado como-temperado e com temperatura de 300°C ela já foi totalmente transformada em ferrita e cementita [8].



Figura 9 – Fração de austenita retida e cementita em função da temperatura de revenimento. Adaptado de [14].

**3ª etapa**: Nesta etapa, que pode ser observada entre 250 e 350°C, os carbonetos de transição se transformam em cementita e a martensita com baixo carbono se transforma em ferrita.

A nucleação da cementita geralmente acontece na interface do carboneto de transição com a matriz e também nos contornos das maclas da martensita de alto carbono assim como o contorno de grão da austenita prévia. A medida que a temperatura e o tempo aumentam, a concentração de cementita aumenta enquanto a concentração do carboneto  $\varepsilon$  de transição diminui [15].

4ª etapa: Nesta etapa há o coalescimento e esferoidização da cementita e a recristalização da ferrita.

Em temperaturas entre 350°C e 600°C, há distribuição de discordâncias entre as ripas de martensita. Com isto, ocorrem redução na densidade de discordâncias e transformação de martensita em ferrita, que apresenta morfologia similar à da martensita, e carbonetos [8].

Já entre 600°C e 700°C há a recristalização do material onde grãos equiaxiais de ferrita se formam no lugar das ripas de martensita anteriores. Além disto, partículas esféricas de cementita são formadas nos contornos de grão.

O fenômeno de endurecimento secundário devido à precipitação de carbonetos pode ser considerado como quinto estágio do revenimento.

#### 2.3.6. Fragilidade do revenimento

Aços contendo altos teores de elemento de liga podem ser susceptíveis à fragilização durante o revenimento quando este apresenta temperatura de patamar de 375°C a 575°C ou quando são resfriados a uma baixa taxa. Segundo Chiaverini [2], foi observada a presença de impurezas nos contornos de grão em aços fragilizados pelo revenimento, o que apresenta uma relação entre a presença de impurezas e esta fragilidade.

A figura 10 exibe dois aços idênticos resfriados à diferentes taxas. Um deles foi resfriado rapidamente a partir da temperatura de patamar do revenimento enquanto o outro foi resfriado juntamente com o forno. É possível observar uma queda na energia absorvida no aço resfriado a uma baixa taxa.



Figura 10 – Energia de impacto para materiais com diferentes tratamentos térmico. Adaptado de [16].

Outras propriedades mecânicas não são alteradas por este fenômeno, implicando assim a necessidade realizar ensaios de Charpy para detectar a fragilização.

Para garantir que o material não se fragilize, temperaturas de patamar fora da faixa entre 375°C a 575°C devem ser utilizadas e elementos tais como antimônio, estanho e fósforo devem ter concentrações reduzidas [2].

#### 2.4. Evolução de carbonetos

Conforme o aquecimento do material ocorre durante o revenimento, carbonetos podem ser formados dependendo da composição química do material. A atividade de formação e estabilidade dos carbonetos em aços liga aumentam entre Mn, Cr, Mo, W, V e Ti. Isto quer dizer que em um aço que contenha cromo e molibdênio, os carbonetos de molibdênio tendem a se formar prioritariamente [17].

De acordo com Totten [17], foi descoberto que os carbonetos listados na tabela 3 podem ser formados nos aços liga:

Carbonetos do grupo 1	Carbonetos do grupo 2
Fe <sub>3</sub> C	Mo <sub>2</sub> C
Mn <sub>3</sub> C	W <sub>2</sub> C, WC
$Cr_{23}C_6, Cr_7C_3$	VC
Fe <sub>3</sub> Mo <sub>3</sub> C	TiC
Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C	NbC
	TaC, Ta₂C
	ZrC

Tabela 3 – Tipos de carbonetos de acordo com sua estequiometria. Adaptado de [17].

Os carbonetos acima não são encontrados em sua forma pura. Todos os carbonetos de liga possuem ferro em sua composição química e podem apresentar também outros elementos de liga e por este motivo são comumente representados por M<sub>x</sub>C, onde M é o principal elemento do carboneto [17].

De acordo com a tabela 3, pode-se afirmar que os carbonetos encontrados em aços cromo-molibdênio são  $M_3C$ , que é enriquecido em ferro,  $M_2C$  e  $M_6C$ , enriquecidos em molibdênio,  $M_7C_3$  e  $M_{23}C_6$ , ricos em cromo. Outros carbonetos não podem ser encontrados já que o material não dispõe dos elementos necessários para suas formações, como por exemplo, o MC.

Cementita e carbonetos transição precipitam-se a temperaturas relativamente baixas, pois são dependentes apenas da difusão do carbono, que ocorre muito mais facilmente que a difusão de átomos substitucionais [18]. Estudos sobre precipitação da cementita indicam que quando nucleada nos contornos das ripas de martensita, ela é maior que no interior da ripa [19]. A figura 11 exibe a diferença da difusividade de átomos intersticiais e substitucionais de acordo com a temperatura



Figura 11 – Diferença de difusividade de átomos intersticiais e substitucionais em função da temperatura. Adaptado de [20].

Elementos de liga apenas começam a formar carbonetos quando temperaturas nas quais a difusão dos elementos substitucionais rápidas são alcançadas. Estes carbonetos podem se formar na matriz ou na interface ferrita-cementita. Com isto, a cementita se dissolve para que os carbonetos de liga sejam formados [20].

A sequência de precipitação durante o revenimento pode ser generalizada como:

$$Fe_{2.4}C \rightarrow Fe_{3}C \xrightarrow{\rightarrow} Cr_{7}C_{3} \rightarrow Cr_{23}C_{6}$$
$$\xrightarrow{\rightarrow} Mo_{2}C \rightarrow Fe_{3}Mo_{3}C$$
$$\xrightarrow{\rightarrow} VC_{1-x}$$

Figura 12 - Sequência de precipitação de carbonetos em aços ligados [20].

No entanto, a sequência de precipitação pode ser modificada a partir de fatores como a concentração de elementos formadores de carbonetos e suas atividades, as energias de formação dos carbonetos e a facilidade com que a nucleação pode acontecer. [20]

Em aços cromo-molibdênio, o endurecimento secundário ocorre principalmente pela transformação de Fe<sub>3</sub>C em Mo<sub>2</sub>C finamente dispersos. Os carbonetos originados pela adição de cromo ao material, como por exemplo o Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> não tem influência significativa no aumento da dureza durante o revenimento já que estes precipitados coalescem rapidamente em temperaturas maiores que 550 °C, o que não ocorre com

Mo<sub>2</sub>C, que é mais estável. [21, 22]. Além disto, a adição de maiores teores de cromo na liga induz redução da estabilidade do Mo<sub>2</sub>C, ou seja, o endurecimento secundário é dado em temperaturas menores e o superenvelhecimento é acelerado [1].

A figura 13 indica que ao ser submetido a um revenimento aproximadamente a 600 °C, temperatura onde o endurecimento secundário atinge seu ápice, os precipitados Mo<sub>2</sub>C não ultrapassam cerca de 150 nm de comprimento máximo, independentemente do tempo de tratamento.



Figura 13 – Comprimento dos precipitados Mo<sub>2</sub>C em função do tempo à 600 °C. Adaptado de [23]

De acordo com Speich [21], é sugerido que o precipitado nestas condições alcance cerca de 100 Å de comprimento e 15 Å de diâmetro e de acordo com Akré [24] os carbonetos Mo<sub>2</sub>C alcançam tamanhos na faixa de 10 a 15 nm quando em forma de agulhas e cerca de 2 nm quando estes apresentam forma esférica. Há relatos de que não foi possível identificar este precipitado utilizando réplicas de carbono ou filme finos para visualização em microscópio eletrônico de transmissão [18].

De acordo com Race [25], a identificação de carbonetos finos pode ser difícil quando realizada por meio de difração de raios-X. Outra maneira de identificar os precipitados é a realização de dispersão de energia para determinar sua composição química, já que cada tipo de carboneto em aços cromo-molibdênio tem composições definidas, de acordo com a figura 14:



Figura 14 - Composições químicas dos carbonetos encontrados em aços cromo-molibdênio. Adaptado de [25].

#### 2.5. Zona termicamente afetada

Uma junta soldada pode ser divida em 3 principais regiões: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) e metal de base (MB). A zona fundida é a região do metal de solda em que a temperatura é tão elevada que há a fusão tanto de consumível quanto de metal de base. O calor proveniente do processo de soldagem apesar de não fundir a ZTA é suficiente para alterar significativamente sua microestrutura e propriedades mecânicas. Já o metal de base não sofre influências térmicas ou microestruturais significativas.

De acordo com Kou [26], as temperaturas  $A_1 e A_3$  devem ser considerados maiores durante a soldagem e chamadas de  $Ac_1 e Ac_3$ . Isto se deve à característica da soldagem

de rápido aquecimento, pouco tempo de permanência à temperatura e rápido resfriamento. O diagrama Fe-C leva em conta somente transformações estáveis, portanto as linhas  $A_1 e A_3$  não devem ser tomadas como parâmetros e, por questão de cinética, temperaturas maiores devem ser tomadas como base para se ter conhecimento das transformações de fases durante a soldagem.

A zona termicamente afetada tem suas propriedades definidas pelos ciclos térmicos aos quais é submetida. Estes ciclos térmicos dependem diretamente da energia de soldagem, que é função dos parâmetros de soldagem (velocidade de soldagem, corrente, tensão) e da taxa de resfriamento, que é função da espessura e geometria da junta soldada [27]. A figura 15 exibe um perfil de ZTA genérico, seus ciclos térmicos em função do tempo e a resistência em função da distância em um aço.



Figura 15 – Visão geral dos ciclos térmicos os quais a ZTA é submetida [26]

#### 2.5.1. Região de grãos grosseiros

Esta região é caracterizada pelo aquecimento acima da temperatura de crescimento de grão do material e, portanto, apresenta elevado tamanho de grão austenítico. Isto se deve à tendência de redução da energia superficial dos grãos de austenita, que resulta em menor quantidade de grãos, porém com maior volume cada [26].

Sua microestrutura resulta da transformação da austenita em outras fases e pode ser relacionada com o diagrama Fe-C e com o diagrama de resfriamento contínuo. Nesta região o metal é totalmente austenitizado. Durante o resfriamento, ferrita próeutetóide é formada nos contornos de grão da austenita. Ferrita de Widmanstatten, perlita e bainita são formados no interior dos grãos. Com o aumento de elementos de liga e maiores taxa de resfriamento, a ferrita pró-eutetóide pode ser substituída por martensita e bainita inferior [27]. Devido ao aumento de tamanho de grão, a temperabilidade do material também aumenta, o que favorece a formação de martensita nestas regiões.

#### 2.5.2. Região de granulação fina

Nesta região, as temperaturas alcançadas chegam a ser altas o suficiente para austenitizar o material, porém sem haver o crescimento dos grãos de austenita de forma significativa. Com isso, há um refinamento da microestrutura devido à maior quantidade de sítios preferenciais para nucleação de novas fases. Ferrita e perlita são formadas em aços baixa liga.

Esta região não é considerada problemática em relação às propriedades mecânicas pois apresenta boa tenacidade devido aos grãos refinados, porém em aços baixa liga a dureza pode ser menor que a dureza do metal de base [27].

#### 2.5.3. Região intercrítica

Região na qual as temperaturas variam entre as linhas  $A_1 e A_3$  do diagrama Fe-C. Este intervalo de temperatura do diagrama consiste em transformações parciais da microestrutura, onde parte da microestrutura se transforma em austenita e parte mantém-se perlita.

Durante o rápido resfriamento, os grãos de austenita se transformam. A fase resultante dependerá principalmente da taxa de resfriamento e do teor de elementos de liga do metal de base. Assim como ocorre nas outras regiões da ZTA, para aços baixa liga a microestrutura resultante da austenita será ferrita e perlita.

#### 2.5.4. Região sub-crítica

Poucas alterações significativas ocorrem nesta região. Devido às baixas temperaturas submetidas, não há mudanças microestruturais. A principal mudança morfológica se dá com o coalescimento e esferoidização da cementita e de outros carbonetos. Em aços baixa liga esta região pode apresentar dureza menor que a do metal de base [27].

Uma visão geral das regiões da ZTA é exibida na figura 16.



Figura 16 – Regiões da zona termicamente afetada [28].

#### 2.5.5. Soldagem com múltiplos passes

A microestrutura resultante em uma junta que foi soldada por múltiplos passes é mais complexa devido à influência que os passes anteriores sofrem diante da energia dada pelo passo conseguinte, que consequentemente gera um ciclo térmico nas zonas fundidas e zonas termicamente afetadas já existentes.

Quando, por exemplo, a região de grãos grosseiros de uma ZTA existente é reaquecida por outro passe a temperaturas entre as linhas  $A_1 e A_3$  (região intercrítica), esta área é chamada de região intercrítica e de grãos grosseiros.



Figura 17 - Regiões da ZTA de soldagem de múltiplos passes [26].

Dentre as regiões reaquecidas e transformadas novamente, as mais críticas são aquelas resultantes da transformação da região de grãos grosseiros em região intercrítica ou até mesmo em região de grãos grosseiros. Isso ocorre devido à baixa tenacidade resultante dessas regiões, que são conhecidas como zonas frágeis localizadas.

#### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1. Material

O material utilizado neste trabalho foi um aço AISI/SAE 4130 modificado, cuja composição especificada é apresentada na tabela 2, na seção 2.1.

Apesar de ser considerado um aço AISI/SAE 4130, o material utilizado como base neste estudo teve sua composição química alterada. Molibdênio foi adicionado com um teor superior ao máximo especificado do material, que é de 0,25%.

Os corpos de prova foram retirados de uma junta soldada de tubo com 22" de diâmetro e 1,25" de espessura. Foram retirados 16 corpos de prova da junta soldada por meio de oxicorte com dimensões de 70 mm x 50 mm.

#### 3.2. Soldagem

O material foi soldado a um outro aço com diferente composição química por diferentes processos de soldagem. Primeiramente o passe de selamento foi realizado com GMAW, seguido pelos passes de enchimento, acabamento, que assim como o passe interno, foram realizados com SAW. A energia adicionada ao material por meio da soldagem está exibida na tabela a seguir:

Número de passes	Tipo de passe	Aporte Térmico (kJ/cm)
1	Selamento	4.2
2	Passe quente	15.8
3		15.2
4	Enchimento	14.5
5		15.0
6		14.9
7		14.8
8		14.4
9	Acabamento	15.0
10		15.1
11		14.8
12	Interno	17.0

Tabela 4 – Aporte térmico de cada passe de soldagem

Após a soldagem, a junta foi submetida a um pós-aquecimento que tem como objetivo remover possível átomos de hidrogênio dissolvidos no material e como consequência evitar trincas por hidrogênio. Este tratamento é realizado a temperaturas suficientemente altas para promover a formação de carbonetos, porém a tempos relativamente baixos.

#### 3.3. Tratamento térmico pós-soldagem

Tratamentos térmicos pós-soldagem foram realizados em 15 corpos de prova. Temperatura e tempo foram os parâmetros de tratamento térmico alterados em cada CP. A tabela 5 exibe os corpos de prova com suas respectivas temperaturas e tempos. Um corpo de prova não foi submetido ao tratamento térmico pós soldagem, continuando assim na condição como-soldado.

		Tempo (min)			
		-	60	120	180
Û	-	CP 0.0	-	-	-
Temperatura (°	495	-	CP 1.1	CP 1.2	CP 1.3
	545	-	CP 2.1	CP 2.2	CP 2.3
	595	-	CP 3.1	CP 3.2	CP 3.3
	645	-	CP 4.1	CP 4.2	CP 4.3
	695	-	CP 5.1	CP 5.2	CP 5.3

Tabela 5 – Corpos de prova com seus respectivos parâmetros de tratamento térmico

Para a realização dos tratamentos térmicos, um forno mufla localizado na Tenaris Confab – Pindamonhangaba/SP foi utilizado.

Foram realizadas total de cinco bateladas, uma para cada temperatura. Para cada batelada, todos os corpos de prova foram inseridos inicialmente no forno e retirados com 1, 2 e 3 horas. Os corpos de prova foram aquecidos à temperatura de patamar durante seus respectivos tempos e resfriados ao ar em seguida.

#### 3.4. Ensaio de dureza

De maneira que a variação da dureza na zona termicamente afetada fosse analisada, um mapa de dureza foi feito utilizando dureza Vickers com 5 kgf de carga (HV5). Diversas sequências contendo pontos com espaçamento de 0,6 mm no eixo "X" foram estabelecidas. Cada sequência de pontos teve espaçamento de 1 mm no eixo y. Apenas o lado da junta que contém o aço AISI/SAE 4130 teve a dureza medida, que corresponde ao lado direito das macrografias. A figura 18 exibe a disposição dos pontos de dureza na ZTA.



Figura 18 - Exemplo da disposição das identações para medidas de dureza.

O durômetro utilizado foi Emco Test – DuraScan 80 G5 localizado na Tenaris Confab – Pindamonhangaba/SP.



Figura 19 - Durômetro utilizado para os ensaios de dureza.

#### 3.5. Microscopia óptica

As amostras foram lixadas utilizando-se lixas de granulometria de 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh* e entre cada troca de lixa a amostra era lavada em água corrente e rotacionada em 90° até que os traços da lixa anterior desaparecessem. Em seguida as amostras foram polidas utilizando panos contendo camada de pasta abrasiva de diamante de 6, 3 e 1 µm embebidos levemente com álcool. As amostras então foram atacadas com os reagentes nital 2%, Groesbeck e Murakami, que têm composições químicas, bem como tempo de imersão especificadas na Tabela 6.

Reagente	Tempo de imersão (s)	Composição química	Constituinte atacado
	600	4 g KMnO₄, 4 g NaOH, 100	M <sub>6</sub> C atacado e colorido
Groesbeck		ml H <sub>2</sub> O	em marrom, M <sub>2</sub> C
			delineado [29]
			$M_7C_3$ escurecido, $M_3C$
Murakami	600		não atacado, M <sub>2</sub> C
			delineado, M <sub>6</sub> C
			atacado e colorido em
			marrom [29]
Nital 2%	15		Contornos de grão de
		2 ml HNO <sub>3</sub> , 98 ml H <sub>2</sub> O	ferrita; Interface
			matriz/carbonetos

Tabela 6 - Informações dos reagentes utilizados

As amostras selecionadas para serem analisadas com os diferentes reagentes no microscópio óptico foram escolhidas de acordo com os tratamentos térmicos e com os resultados de dureza realizados. Os corpos de prova CP 0.0, CP 1.1, CP 3.1 e CP 5.3, representando, respectivamente, as condições como-soldado, menor temperatura e tempo de tratamento térmico, condição com endurecimento secundário proeminente e maior temperatura e tempo de tratamento térmico foram as amostras selecionadas.

De modo a avaliar a influência do molibdênio na formação de carbonetos na zona termicamente afetada os reagentes Groesbeck e Murakami foram utilizados. Para avaliação da morfologia geral das regiões de interesse o reagente nital 2% foi escolhido.

Imagens das regiões de maior dureza foram realizadas com microscópio óptico da marca Carl Zeiss e modelo Imager 2 localizado no Laboratório Nacional de Tecnologia da Soldagem da Universidade Federal do Rio de Janeiro.



Figura 20 - Microscópio óptico utilizado para aquisição de imagens das regiões de interesse.

#### 3.6. Microscopia eletrônica de varredura

Com a finalidade de analisar a diferença das microestruturas bem como avaliar a distribuição da precipitação de carbonetos nas amostras após os tratamentos térmicos, imagens de microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram obtidas no equipamento TESCAN modelo VEGA 3, localizado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFRJ. O microscópio eletrônico de varredura marca FEI e modelo QUANTA FEG 250 localizado no Instituto Militar de Tecnologia também foi utilizado.



Figura 21 - Microscópio eletrônico de varredura modelo Quanta FEG 250.

#### 3.7. Microscopia eletrônica de transmissão

Réplicas da área de interesse foram extraídas após a deposição de uma camada de carbono e ataque químico com o reagente Vilella na superfície da amostra. Após a imersão da amostra no reagente, esta foi imersa em água destilada para que as réplicas fossem destacadas. As réplicas então foram posicionadas sobre grades de cobre com 3 mm de diâmetro. O microscópio eletrônico de transmissão utilizado foi um Tecnai G20 da marca FEI Company e EDS modelo Inca da marca Oxford localizado no Centro de Pesquisas da Eletrobrás.


Figura 22 - Microscópio eletrônico de transmissão modelo Tecnai G20.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

## 4.1. Dureza

Após as durezas da zona termicamente afetada dos corpos de prova serem aferidas, um mapa de dureza, que segue a disposição da ZTA, foi construído para cada amostra onde os valores delineados com borda vermelha indicam que estão acima da especificação de 350 HV. A seguir são exibidos os mapas de dureza e macrografias das amostras CP 0.0, CP 1.1, CP 3.1 e CP 5.3. As demais amostras têm seus mapas de dureza e macrografias exibidos no anexo 1.



Figura 23 – Macrografia da amostra sem tratamento térmico (CP 0.0).



Figura 24 - Mapa de dureza da amostra sem tratamento térmico (CP 0.0)



Figura 25 – Macrografia da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1).



Figura 26 - Mapa de dureza da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1)



Figura 27 – Macrografia da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1).



Figura 28 - Mapa de dureza da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1)



Figura 29 – Macrografia da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3).



Figura 30 - Mapa de dureza da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3)

Em um primeiro momento, foi observado que as regiões que apresentam maiores valores de dureza se encontram adjacentes à linha de fusão. Estas regiões apresentam alta dureza devido a exposição à altas temperaturas fornecidas pela soldagem, que consequentemente, promovem grande crescimento dos grãos de austenita. O rápido resfriamento fornecido pela junta aliado ao tamanho de grão grosseiro, que influencia a temperabilidade do material, geram uma microestrutura martensítica que apresenta dureza elevada. Isto pode ser observado dado a alta dureza nas regiões próximas à linha de fusão.

Com base em análise comparativa entre os mapas de dureza das amostras tratadas termicamente com diferentes parâmetros, também é possível afirmar que as regiões que apresentam maior dureza se encontram nos passes de solda os quais não sofreram alterações microestruturais resultantes de calor originado de passes posteriores, ou seja, os passes de acabamento e internos. A partir destes resultados, evidencia-se que as regiões de grãos grosseiros dos passes de acabamento e interno são as que apresentam maiores durezas. No entanto, o passe interno apresenta dureza ligeiramente maior devido ao maior aporte térmico concedido pela soldagem, exibido na tabela 4. Estas localizações estão indicadas na figura 31.



Figura 31 - Regiões que apresentam maiores valores de dureza nas juntas.

De modo a comparar os resultados de dureza entre os corpos de prova, a figura 32 foi criada exibindo os valores máximos de dureza de cada junta. Este representa a dureza versus temperatura onde cada linha representa um tempo de tratamento térmico pós-soldagem.



Figura 32 – Dureza máxima encontrada na junta em função da temperatura de tratamento térmico.

É possível observar a queda da dureza em todas as curvas com o aumento da temperatura e do tempo de tratamento térmico pós-soldagem. Além disto, também é pode-se observar diminuição da taxa de redução de dureza do material na amostra 3.1 (595°C – 1 hora). Este comportamento está de acordo com o apresentado nas figuras 6, 7 e 8 que indicam que o endurecimento secundário promovido pelos carbonetos ricos em molibdênio é mais intenso em cerca de 600 °C. Além disso, pode-se observar que entre 495 °C e aproximadamente 570 °C, as amostras tratadas por 3 horas apresentam dureza mais elevada que a tratada por 2 horas. Isto sugere que o endurecimento secundário ocorre a temperaturas mais baixas para maiores tempos. Ou ainda, uma vez que o gráfico foi construído baseando-se em apenas um ponto de maior dureza de cada amostra, significa que estes pontos podem não ser representativos dos valores reais destas amostras.

A figura 33 exibe a média aritmética das medidas de durezas da zona de grãos grosseiros do passe interno e do acabamento dos corpos de prova indicados por pontos, bem como o resultado da regressão linear a partir destes pontos. Um aumento na dureza pode ser observado também na amostra 3.1 em relação às amostras tratadas com temperatura de 545 °C e 645 °C durante mesmo período de tempo.



Figura 33 – Média aritmética da dureza das regiões de grãos grosseiros dos passes de acabamento e internos em função da temperatura de tratamento térmico.

Em ambos os gráficos pode-se constatar que o tratamento térmico a 495 °C não é efetivo para os tempos de tratamento realizados neste trabalho, já que a dureza não é significativamente alterada. A mesma afirmação pode ser feita para os tratamentos térmicos realizados a 545 °C que, apesar de apresentarem maior variação de dureza em relação à 495 °C, ainda assim esta não foi alterada de maneira significativa.

As curvas começam a ter maior discrepância entre si a partir de tratamentos realizados a 595 °C, temperatura a qual todas as curvas começam a ter a taxa de redução de dureza aumentada. Além disso, é notável a maior taxa de redução de dureza para os tempos de 2 e 3 horas em relação ao tratamento feito por 1 hora.

O aumento dos valores de dureza durante o revenimento pode ser explicado levando-se em consideração o fenômeno de endurecimento secundário. Este consiste na formação de carbonetos finos e coerentes com a matriz promovidos pela adição de elementos de liga que elevada afinidade com o carbono. De acordo com a literatura [8, 11, 12], o aumento de dureza para ligas que contém molibdênio ocorre em temperaturas próximas a 600 °C com 1 hora de tratamento, o que corrobora com os resultados obtidos.

#### 4.2. Microscopia óptica

#### 4.2.1. Nital 2%

A seguir são exibidas imagens das regiões de grãos grosseiros das zonas termicamente afetadas das amostras 0.0, 1.1, 3.1, 5.3 e do metal de base da amostra 5.3 com o reagente nital 2%:



Figura 34 - Microestrutura da região de grãos grosseiros do passe de reforço da amostra sem tratamento térmico.



Figura 35 - Microestrutura da região de grãos grosseiros do passe de reforço da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1).



Figura 36 - Microestrutura da região de grãos grosseiros do passe de reforço da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1).



Figura 37 - Microestrutura da região de grãos grosseiros do passe de reforço da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3).

Pode-se observar que a morfologia da região de grãos grosseiros da amostra sem tratamento térmico tem característica de agulhas, indicando uma microestrutura martensítica. Isto colabora para justificar a elevada dureza destas regiões.

Apesar de ser submetida a um tratamento térmico, a amostra CP 1.1 apresenta microestrutura similar à amostra CP 0.0, o que indica que o tratamento térmico de 495 °C durante 1 hora não foi suficiente para alterar de forma significativa sua microestrutura. Além disto, os resultados de dureza também são similares entre os dois corpos de prova.

A morfologia da amostra 3.1, submetida à um tratamento térmico mais severo que a amostra 1.1, apresentou um leve grau de suavização das agulhas de martensita. Apesar de ter sua microestrutura suavizada, teve a dureza levemente alterada devido a precipitação de carbonetos de liga, que geram o endurecimento secundário.

Já a amostra 5.3 apresenta dureza inferior às amostras enunciadas anteriormente devido, em parte, à suavização mais intensa da morfologia uma vez que os parâmetros de tratamentos térmico foram mais acentuados. Quando comparada com outras amostras, a morfologia do CP 5.3 se aproxima mais do metal de base, conforme figura 38.



Figura 38 – Microestrutura do metal de base da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3).

A região de granulação fina tem microestrutura visivelmente mais refinada e com maior presença de precipitados, o que justifica a tonalidade mais escura da imagem em comparação com outras regiões da junta.



Figura 39 - Região de grãos finos da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3)

# 4.2.2. Murakami

Com reagente Murakami foi possível analisar a precipitação de carbonetos de liga em todas as amostras com sucesso. De acordo com [29], os precipitados M<sub>2</sub>C são

delineados enquanto  $M_6C$  e  $M_7C_3$  são delineados e coloridos em com este ataque, o que justifica a coloração marrom das micrografias.

Viu-se necessário atacar por mais tempo as amostras que apresentam carbonetos mais finos assim como indicado por [30]. Quando imersas por tempos menores que 5 minutos, as amostras 0.0, 1.1 e 3.1 não tiveram seus carbonetos revelados. Somente foi possível visualizar os precipitados quando estas foram atacadas por 10 minutos. Já a amostra 5.3, que apresenta carbonetos mais grosseiros, foi atacada por 5 minutos com sucesso.

Uma visão geral entre metal de solda e zona termicamente afetada é exibida por meio de imagens feitas com o microscópio ótico utilizando 50x de aumento:





Figura 40 - Visão geral da linha de fusão das amostras sem tratamento térmico (a), tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1) (b), tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) (c) e tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) (d) com o reagente Murakami.

De acordo com o exibido pelas figuras 40, pode-se constatar que o contraste mais significativo entre zona fundida e zona termicamente afetada se encontra na figura 40 (d). Todavia, ao utilizar-se um aumento maior no microscópio óptico, é possível analisar a disposição dos precipitados em todos os corpos de prova nas regiões de maior dureza.



Figura 41 – Microestrutura da amostra sem tratamento térmico utilizando o reagente Murakami.



Figura 42 - Microestrutura da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1) utilizando o reagente Murakami.



Figura 43 - Microestrutura da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) utilizando o reagente Murakami.



Figura 44 - Microestrutura da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) utilizando o reagente Murakami.

Analisando-se as micrografias, é possível observar que a população de carbonetos se torna, no geral, mais grosseira conforme os parâmetros de tratamento térmico aumentam, ou seja, os carbonetos se encontram mais finos e bem distribuídos nas amostras CP 0.0 e CP 1.1 enquanto têm tamanho aumentado nas amostras CP 3.1 e CP 5.3. De acordo com a literatura [29, 31], este reagente não revela a cementita, o que indica que os carbonetos atacados são provenientes dos elementos de liga adicionados.

Além do tamanho, é possível relacionar os valores de dureza das amostras com a localização dos precipitados. Enquanto nas amostras que apresentam maior dureza os precipitados se encontram dispersos pela matriz, localizados principalmente nas ripas de martensita, os que apresentam menor dureza tem parte de seus precipitados localizados nos contornos de grão da austenita prévia. Este fenômeno fica mais evidente ao analisar-se as micrografias de regiões com menor dureza, como por exemplo as regiões intermediárias da junta e as regiões da zona termicamente afetada que se encontram mais próximas ao metal de base e são exemplificadas nas figuras a seguir.



Figura 45 – Região de grãos grosseiros da ZTA da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) que foi revenida por passes posteriores.



Figura 46 - Região de grãos grosseiros na região intermediária da junta da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) atacada com o reagente Murakami.



Figura 47 - Região de grãos finos da ZTA da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3).

Na figura 47, devido ao tamanho reduzido dos grãos de austenita prévia, aparentemente os carbonetos estão dispersos pela matriz, contudo estes precipitados se encontram nos contornos de grão de austenita assim como exibido na figura 46.

### 4.2.3. Groesbeck

Assim como o reagente Murakami, o Groesbeck revela carbonetos de liga, mais especificamente, delineia  $M_2C$  e delineia e colore  $M_6C$ .

Assim como ocorrido com o reagente Murakami, foi necessário o aumento dos tempos de ataque com Groesbeck para as amostras 0.0, 1.1 e 3.1. Somente a amostra 5.3 foi atacada com sucesso em tempos menores que 5 minutos devido ao tamanho de seus precipitados. A figura 48 exibe a superfície das amostras atacas com Groesbeck por 10 minutos.



(a)

(b)



Figura 48 - Visão geral da linha de fusão das amostras sem tratamento térmico (a), tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1) (b), tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) (c) e tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) (d) com o reagente Groesbeck

Pode-se observar que em nenhuma micrografia, exceto a figura 48 (d), há diferença visível significativa entre metal de solda e zona termicamente afetada na região de maior dureza da junta em aumento de 50x. Porém, em aumentos maiores é possível fazer distinção entre os carbonetos e a matriz de todas as amostras, assim como exibido nas figuras 49-52. Pode ser observado também que o reagente Groesbeck revelou menos carbonetos que o reagente Murakami, já que de acordo com a literatura [29] o Murakami, além dos carbonetos revelados pelo Groesbeck, revela carbonetos  $M_7C_3$ .



Figura 49 - Região de maior dureza da amostra CP sem tratamento térmico atacada com o reagente Groesbeck



Figura 50 – Região de maior dureza da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1) atacada com o reagente Groesbeck



Figura 51 - Região de maior dureza da amostra tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) atacada com o reagente Groesbeck.



Figura 52 - Região de maior dureza da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) atacada com o reagente Groesbeck.

O ataque mostra que a distribuição de carbonetos nas amostras 0.0, 1.1 e 3.1 é fina e segue os padrões das ripas de martensita, fase predominante nesta região. Isto pode ser um indicativo de que nos tratamentos térmicos menos intensos os carbonetos precipitam-se dispersamente pela matriz.

Na amostra submetida a um tratamento térmico com temperatura de 695 °C por 3 horas os resultados de microscopia óptica se mostraram semelhantes aos resultados

utilizando o reagente Murakami. Os carbonetos migram para regiões preferenciais, que são os contornos de grão da austenita prévia, e coalescem nestas localidades.

O coalescimento de carbonetos no contorno de grão da austenita prévia se mostra mais intenso em regiões da junta onde houve influência do calor proveniente de soldagem multi-passes de forma que o revenimento realizado durante o tratamento térmico pós-soldagem seja acentuado.



Figura 53 – Região de grãos grosseiros na região intermediária da junta da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) atacada com o reagente Groesbeck.

### 4.3. Microscopia Eletrônica de Varredura

Com base nos resultados de microscopia eletrônica de varredura, é possível comparar a seletividade dos ataques Murakami e Groesbeck com as amostras atacadas com nital 2%, que revela todos os carbonetos presentes no material. Isto é exibido na figura 54.



(d)

Figura 54 - ZTAGG das amostras tratadas a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) atacada com Murakami (a), a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) atacada com Groesbeck (b), a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) (c) e tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) (d) atacadas com nital 2%.

Ao se comparar as imagens, pode-se observar maior quantidade de precipitados revelados com o reagente nital 2% do que com outros reagentes de ambas as amostras. Isto é um indício da seletividade com a qual os reagentes Murakami e Groesbeck agem neste material.

Para a microscopia eletrônica de varredura, as amostras atacadas com nital 2% obtiveram melhores resultados de imagens, visto que também revelam contornos de ripas de martensita além de ser possível visualizar os contornos de grão da austenita prévia. Isto facilita definir as localizações as quais os precipitados nucleiam. As figuras 55-58 revelam a morfologia geral da região de grãos grosseiros das zonas termicamente afetadas dos corpos de prova.



Figura 55 – Microestrutura da região de grãos grosseiros da amostra sem tratamento térmico.



Figura 56 - Microestrutura da região de grãos grosseiros da amostra tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1).



Figura 57 - Microestrutura da região de grãos grosseiros da amostra tratada a 595 °C por 1



Figura 58 - Microestrutura da região de grãos grosseiros da amostra tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3).

Com base nestas imagens, é possível observar a transformação de martensita em ferrita nas amostras submetidas a tratamentos térmicos pós-soldagem mais intensos.

De modo a analisar morfologia dos precipitados, bem como as localidades as quais ocorre a nucleação, imagens foram adquiridas com 40000 vezes de aumento e com o reagente nital 2%.





(a)





(c)

(d)

Figura 59 - ZTAGG das amostras sem tratamento térmico (a), tratada a 495 °C por 1 hora (CP 1.1) (b), tratada a 595 °C por 1 hora (CP 3.1) (c) e tratada a 695 °C por 3 horas (CP 5.3) (d) atacadas com nital 2%

É possível afirmar, a partir de avaliação das imagens acima, que os precipitados nucleiam, em um primeiro momento, principalmente nos contornos das ripas de martensita. Em amostras com maiores temperaturas e/ou tempos de tratamento térmico, pode-se observar um maior preenchimento de precipitados de maior tamanho nos contornos de grão da austenita prévia. Este resultado valida os resultados obtidos em microscopia óptica com os reagentes Groesbeck e Murakami, que apresentaram características análogas.

Carbonetos podem ser identificados através de sua composição química [24]. De maneira a encontrar a presença dos diferentes elementos químicos, análises de dispersão de energia foram realizadas pontualmente nos precipitados. Os resultados exibidos na figura 60, porém, se mostraram semelhantes à composição química geral do material, indicando assim que a região analisada compreendeu não somente o precipitado escolhido, mas também parte da matriz que o envolve devido aos seus reduzidos tamanhos.



Figura 60 – Espectro de EDS de um precipitado da amostra tratada a 595 °C por 1 hora

(CP 3.1)

#### 4.4. Microscopia Eletrônica de Transmissão

A região de grãos grosseiros da amostra 5.2, que teve dureza semelhante a amostra 5.3, foi observada no microscópio eletrônico de transmissão de modo a realizar a identificação dos carbonetos nesta condição. As imagens obtida são apresentadas nas figuras 61 e 62.

As regiões mais escuras são os carbonetos se encontram no material. A região central da imagem da figura 61, que apresenta um grau de alinhamento dos precipitados, sugerem que esta região é um contorno de grão da austenita prévia.



Figura 61 - Imagem obtida por MET da ZTAGG da amostra tratada a 695 °C por 2 horas.

Após identificação dos carbonetos por meio de suas composições químicas a partir de EDS, foi possível observar que os carbonetos  $M_6C$  se encontram no contorno de grão da austenita prévia, enquanto no interior dos grãos são observados apenas  $M_3C$ .



Figure 62 - Carbonetos encontrados no interior do grão de austenita prévia ZTAGG da amostra tratada a 695 °C por 2 horas.

Os espectros de EDS encontrados nesta amostra estão de acordo com a literatura [24] para os carbonetos  $M_3C$  e  $M_6C$  e são exibidos na figura 63.



Figure 63 - Espectros de EDS dos carbonetos encontrados na amostra tratada a 695 °C por 2 horas (CP 5.2). (a)  $M_3C$  e (b)  $M_6C$ .

Estes resultados confirmam o observado com microscopia óptica usando os reagentes Groesbeck e Murakami, uma vez que a quantidade de carbonetos revelados por estes reagentes foi visivelmente menor que a quantidade de precipitados revelados com nital 2% observados com MEV e com MET. Com os resultados de MET, confirmamos que há  $M_6C$ , componente atacado por Groesbeck e Murakami, nos contornos de grão.

#### 5. CONCLUSÕES

As regiões da junta estudada que apresentam maiores valores de dureza se encontram na zona de grãos grosseiros dos passes de acabamento e dos passes internos.

Tratamentos térmicos pós-soldagem realizados com temperatura menor que 545 °C durante até 3 horas não alteram significativamente a dureza do material. Já tratamentos com temperaturas entre 545 °C e 595 °C durante 1 hora apresentam o fenômeno de endurecimento secundário com maior intensidade. Para atingir durezas menores que 350 HV em toda extensão da junta, tratamentos térmicos a 695 °C durante, pelo menos, 2 horas devem ser realizados.

Os precipitados, durante o revenimento, se formam principalmente nos contornos das ripas de martensita, migrando e coalescendo nos contornos de grão da austenita prévia conforme os parâmetros de revenimento aumentam.

Os reagentes Groesbeck e Murakami, de fato, revelam seletivamente carbonetos presentes no aço AISI/SAE 4130. Os tempos ideais de ataque para visualização em microscopia óptica podem variar dependendo dos tamanhos dos precipitados. Os resultados de MET sugerem que a seletividade destes reagentes é verdadeira visto que foi encontrado o precipitado M<sub>6</sub>C.

O EDS realizado utilizando microscopia eletrônica de varredura não se mostrou uma técnica efetiva para análise de composição química de carbonetos nestas regiões da zona termicamente afetada devido ao tamanho reduzido dos mesmos.

# 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Caracterização metalográfica em corpos de prova submetidos a diferentes tratamentos térmicos pós-soldagem com auxílio de microscópio eletrônico de transmissão para identificação de precipitados M<sub>2</sub>C, M<sub>6</sub>C e M<sub>3</sub>C;
- Quantificação de precipitados nas diferentes condições de tratamento térmico pós-soldagem com auxílio de microscópio eletrônico de transmissão;
- Ensaio de microdureza em regiões de contornos de grão e interior de grão para verificação de alteração de dureza com precipitação de carbonetos;

#### 7. BIBLIOGRAFIA

[1] ASM. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. Metals Handbook. v. 1, Metals Park, Ohio, 1990.

[2] CHIAVERINI, Vicent. Aços e Ferros Fundidos. 7 ed. São Paulo: ABM, 1996.

[3] CALLISTER, William D. Jr; RETHWISCH, David G. Materials Science And Engineering: An Introduction. 8 ed. São Paulo: John Wiley & Sons, 2009.

[4] BROOKS, C.R. Principles of the heat treatment of plain carbon and low alloy steels. Materials Park, OH: ASM International, 1996.

[5] ASM. Heat Treating. Metals Handbook. v. 4, Metals Park, Ohio, 1990

[6] CAHN, R. WHAASEN, P. Physical metallurgy. 4. ed. Amsterdam: North-Holland, 1996.

[7] Modern steels and their properties. Bethlehem, Pa.: Bethlehem Steel Co., 1964.

[8] KRAUSS, George. Steels: Processing, Structure, and Performance. University Emeritus Professor Colorado School of Mines. Ohio: ASM International, 2005.

[9] J.H. Holloman and L.D. Jaffe, Time-Temperature Relations in Tempering Steels, Trans. AIME, Vol 162, 1945, p 223-249

[10] GRANGE, R. A., HRIBAL, C. R., PORTER, L. F. Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels. Metallurgical Transactions A, v. 8, n. 11, p. 1775-1785, 1977.

[11] BAIN, EDGAR COLLINSPAXTON, HAROLD W. Alloying elements in steel. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1966.

[12] KRAUSS, G. Principles of Heat Treatment of Steel, American Society for Metals, 1980

[13] S. NAGAKURA, Y. HIROTSU, M. KUSUNOKI, T. SUZUKI, AND Y. NAKAMURA, Crystallographic Study of the Tempering of Martensitic Car- bon Steel by Electron Microscopy and Diffraction, Metall. Trans. A, Vol 14A, 1983, p 1025–1031

[14] D.L. WILLIAMSON, R.G. SHUPMANN, J.P. MATERKOWSKI, and G. KRAUSS, Determination of Small Amounts of Austenite and Carbide in a Hardened Medium Carbon Steel by Mössbauer Spectroscopy, Metall. Trans. A, Vol 10A, 1979, p 379–382

[15] HONEYCOMB, R.W.K. BHADESHIA, H.K.D.H., Steels: Microstructure and Properties, Butterworth-Heinemann, Oxford, UK, 2006.

[16] J.R. LOW, JR., The Effect of Quench-Aging on the Notch Sensitivity of Steel, in Welding Research Council Research Reports, Vol 17, 1952, p 253s-256s

[17] TOTTEN, G. E. Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies. Portland State University, Oregon. 2 ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2006.

[18] THOMSON, R.C. MILLER, M.K. Carbide precipitation in martensite during the early stages of tempering Cr- and Mo-containing low alloy steels. Acta Materialia, v. 46, n. 6, p. 2203-2213, 1998.

[19] FUJITA, N., BHADESHIA, H.K.D.H. Precipitation of molybdenum carbide in steel: multicomponent diffusion and multicomponent capillary effects. Materials Science and Technology, v. 15, n. 6, p. 627-634, 1999.

[20] JACK, D.H. JACK, K.H. Invited review: Carbides and nitrides in steel. Materials Science and Engineering, v. 11, n. 1, p. 1-27, 1973.

[21] SPEICH, G. R. LESLIE, W. C. Tempering of steel. Metallurgical Transactions, v. 3, n. 5, p. 1043-1054, 1972.

[22] LEITNER, H., STILLER, K. ANDREN, H-O. et al. Conventional and tomographic atom probe investigations of secondary-hardening carbides. Surface and Interface Analysis, v. 36, n. 56, p. 540-545, 2004.

[23] FUJITA, N. BHADESHIA, H.K.D.H. Precipitation of molybdenum carbide in steel: multicomponent diffusion and multicomponent capillary effects. Materials Science and Technology, v. 15, n. 6, p. 627-634, 1999.

[24] AKRÉ, J., DANOIX, F. LEITNER, H. et al. The morphology of secondaryhardening carbides in a martensitic steel at the peak hardness by 3DFIM. Ultramicroscopy, v. 109, n. 5, p. 518-523, 2009.

[25] RACE, J. M. BHADESHIA, H.K.D.H. Precipitation sequences during carburisation of Cr–Mo steel. Materials Science and Technology, v. 8, n. 10, p. 875-882, 1992.

[26] KOU, S. Welding metallurgy. Hoboken, NJ: Wiley-Interscience, 2003.

[27] MODENISI, P.J. Soldabilidade dos Aços Transformáveis UFMG Departamento de Engenharia Metalúrgca e de Materiais, Belo Horizonte, março de 2004.

[28] FARACA, M.S. Caracterização da microestrutura e propriedades mecânicas de juntas soldadas de aço baixa liga com aço baixo carbono. Projeto de graduação em Engenharia Metalúrgica. UFSC. Florianópolis, SC, Brasil. 2009.

[29] VOORT, G.V. MANILOVA, E.P. MICHAEL, J. R. A Study of Selective Etching of Carbides in Steel. Microscopy and Microanalysis, v. 10, n. S02, p. 76-77, 2004.

[30] ARIAS, J., CABEZA, M. CASTRO, G. et al. Microstructural characterization of laser surface melted AISI M2 tool steel. Journal of Microscopy, v. 239, n. 3, p. 184-193, 2010.

[31] ASM. Metalography and Microstructures. Metals Handbook. v. 9, Metals Park, Ohio, 1990.

# Anexo I

# Macrografias e mapas de dureza



Figura 64 - Macrografia da amostra 1.2.



Figura 65 - Mapa de dureza da amostra 1.2



Figura 66 - Macrografia da amostra 1.3.



Figura 67 - Mapa de dureza da amostra 1.3


Figura 68 - Macrografia da amostra 2.1.



Figura 69 - Mapa de dureza da amostra 2.1



Figura 70 Macrografia da amostra 2.2.



Figura 71 - Mapa de dureza da amostra 2.2



Figura 72 - Macrografia da amostra 2.3.



Figura 73 - Mapa de dureza da amostra 2.3



Figura 74 - Macrografia da amostra 3.2.



Figura 75 - mapa de dureza da amostra 3.2



Figura 76 - Macrografia da amostra 3.3.



Figura 77 - Mapa de dureza da amostra 3.3



Figura 78 - Macrografia da amostra 4.1.



Figura 79 - Mapa de dureza da amostra 4.1







Figura 81 - Mapa de dureza da amostra 4.2



Figura 82 - Macrografia da amostra 4.3.



Figura 83 - Mapa de dureza da amostra 4.3



Figura 84 - Macrografia da amostra 5.1.



Figura 85 - Mapa de dureza da amostra 5.1



Figura 86 - Macrografia da amostra 5.2.



Figura 87 - Mapa de dureza da amostra 5.2