

# Influência da Temperatura e Tempo 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

Keila Cristina Vilela<sup>1</sup> , Cláudio Turani Vaz<sup>1</sup> 

<sup>1</sup> Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), Belo Horizonte, MG, Brasil.

**Como citar:** Vilela KC, Vaz CT. Influência da temperatura e tempo 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. Soldagem & Inspeção. 2020;25:e2520. <https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI25.20>

**Resumo:** O aço inoxidável martensítico fundido CA6NM é empregado na construção e reparação de rotores e sua escolha ocorre devido ao custo de fabricação e ao desempenho em operação. Tanto na construção quanto no reparo destes é empregado um metal de solda similar no processo de soldagem, 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 melhorias quanto à tenacidade, devido principalmente à formação de austenita retida na microestrutura. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito da temperatura e tempo deste tratamento sobre a microestrutura e tenacidade do metal de solda. Foram analisadas cinco diferentes condições (580 °C/2h, 620 °C/2h, 650 °C/2h, 620 °C/2h+580 °C/4h e 650 °C/2h+580 °C/4h), além de como soldado. Em todas as condições analisadas formou-se austenita retida, porém, os maiores teores foram encontrados nos tratamentos térmicos de duplo estágio. A tenacidade foi avaliada por meio do ensaio Charpy com entalhe em V e os valores de energia absorvida obtidos para o metal de solda apresentaram relação diretamente proporcional à porcentagem de austenita retida encontrada e, para a dureza Vickers, essa relação foi inversa. Tratamentos térmicos com a utilização de mais energia (650 °C/2h+580 °C/4h) levaram a maior formação de austenita retida, enquanto que para o de menor energia (580 °C/2h) foi obtido menor teor de austenita retida e menor valor de tenacidade.

**Palavras-chave:** Aço inoxidável martensítico; Tratamento térmico; Austenita retida; Tenacidade.

## Influence of Temperature and Time of the Double-stage Tempering Heat Treatment on the Microstructure and Properties of the Weld Metal 13% Cr, 4% Ni and 0.4% Mo

**Abstract:** The cast martensitic stainless steel CA6NM is used in the construction and repair of rotors and its choice occurs due to the cost of manufacture and the performance in operation. Both in the construction and in the repair of these, a similar welding metal is used in the welding process, containing 13% chromium, 4% nickel and 0.4% molybdenum, with carbon contents below 0.04%. Through the use of double-stage tempering heat treatment, it is possible to obtain improvements in toughness, mainly due to the formation of austenite retained in the microstructure. The aim of this study was to evaluate the effect of temperature and time of this treatment on the microstructure and toughness of the weld metal. Five different conditions were analyzed (580 °C/2h, 620 °C/2h, 650 °C/2h, 620 °C/2h+580 °C/4h and 650 °C/2h+580 °C/4h), in addition to of as a soldier. In all conditions analyzed, retained austenite was formed, however, the highest levels were found in double-stage heat treatments. The toughness was evaluated using the V-notch Charpy test and the absorbed energy values obtained for the weld metal showed a relationship directly proportional to the percentage of retained austenite found and, for Vickers hardness, this relationship was inverse. Heat treatments with the use of more energy (650 °C/2h+580 °C/4h) led to a higher formation of retained austenite, while for the lesser energy (580 °C/2h) less retained austenite content was obtained and lowest tenacity value.

**Key-words:** Martensitic stainless steel; Heat treatment; Retained austenite; Toughness.

Recebido: 31 Jan., 2020. Aceito: 09 Maio, 2020.

E-mails: vilela.keila@yahoo.com.br (KCV), claudioturani@gmail.com (CTV)



Este é um artigo publicado em acesso aberto (*Open Access*) sob a licença *Creative Commons Attribution Non-Commercial*, que permite uso, distribuição e reprodução em qualquer meio, sem restrições desde que sem fins comerciais e que o trabalho original seja corretamente citado.

## 1. Introdução

Uma das grandes conquistas da engenharia foi estabelecer 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. 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 [1].

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 4 mL/100g metal de solda) [2,3].

As soldas produzidas utilizando este metal de solda têm sido submetidas à revenimentos de duplo estágio, em que é realizado um primeiro estágio de revenimento intercrítico acima da temperatura de transformação Ac1, que é a temperatura inicial de transformação austenítica (720 °C) presente no diagrama de fases Fe-C, seguido de resfriamento e um segundo estágio de revenimento abaixo da temperatura Ac1, para garantir a tenacidade adequada para o metal de solda [4].

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 desta, se transformaria em austenita durante o primeiro estágio, e, novamente em martensita (não revenida) durante o resfriamento subsequente. 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. Após o revenimento, a austenita permanece não transformada e sabe-se que esta é responsável pela alta tenacidade desta liga. O tratamento térmico do segundo estágio objetiva revenir a martensita formada durante o primeiro estágio do tratamento térmico [5,6].

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. Metodologia

Foi utilizado um arame tubular do tipo *flux cored* (fluxo interno não metálico), com baixo teor de hidrogênio (máximo 4 mL/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*. Os parâmetros de soldagem utilizados estão discriminados na Tabela 1. Estes foram baseados no catálogo do fabricante Kobelco (2012) do arame tubular DW-410NiMo.

**Tabela 1.** Parâmetros utilizados nos processos de soldagem [7].

Gás de proteção	80%Ar/20%CO <sub>2</sub>
Faixa de vazão do gás de proteção (l/min)	18-20
Temperatura de pré-aquecimento (°C)	150-200
Temperatura entre passes (°C)	100-200
Polaridade	CC+
Corrente (A)	240±10
Tensão (V)	31±2

Para verificação da composição química do metal de solda, foi produzida uma “almofada” de solda, de acordo com a especificação AWS A5.22 [8] de modo manual, com o emprego de uma fonte inversora, conforme apresentada na Figura 1.

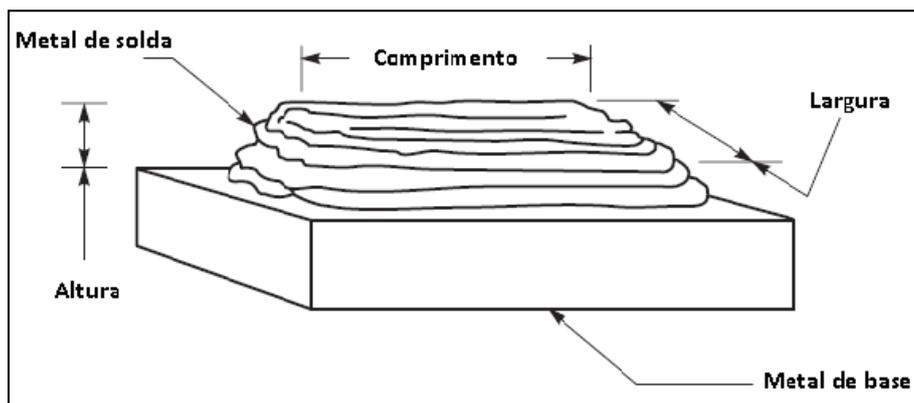


Figura 1. "Almofada" para análise química do metal de solda [8].

Na preparação das chapas de teste, para retirada dos corpos de prova de metal depositado, foi realizada a montagem de acordo com a especificação AWS A5.22 [8]. A deposição do metal de solda deste estudo foi realizada em chapas de aço ASTM A36 com dimensões 300×150×19,05mm. 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 amateigamento, as chapas foram montadas e o travamento realizado por meio de pontos de solda executados pelo processo de soldagem com eletrodo revestido. A deposição do metal de solda foi realizada de acordo com a Figura 2, utilizando-se um robô industrial equipado com uma fonte de energia inversora Panasonic modelo YA-1TA/YA-1UA. As temperaturas de pré-aquecimento e entre passes foram controladas por meio da utilização de termômetro óptico de infravermelho marca Minipa modelo MT-390. Foram realizados inúmeros passes no preenchimento do chanfro.

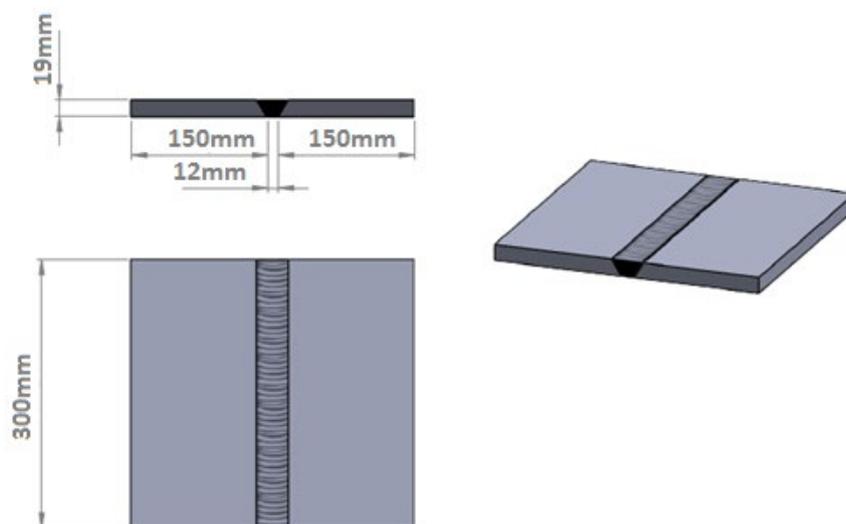


Figura 2. Chapas de aço após o processo de deposição de metal de solda.

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 se encontrou o metal de solda. Este foi dividido em três partes iguais de 80mm de comprimento cada, conforme detalhado na Figura 3. 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 e durante todo o procedimento foi utilizado fluido refrigerante, para que não ocorresse o aquecimento da peça.

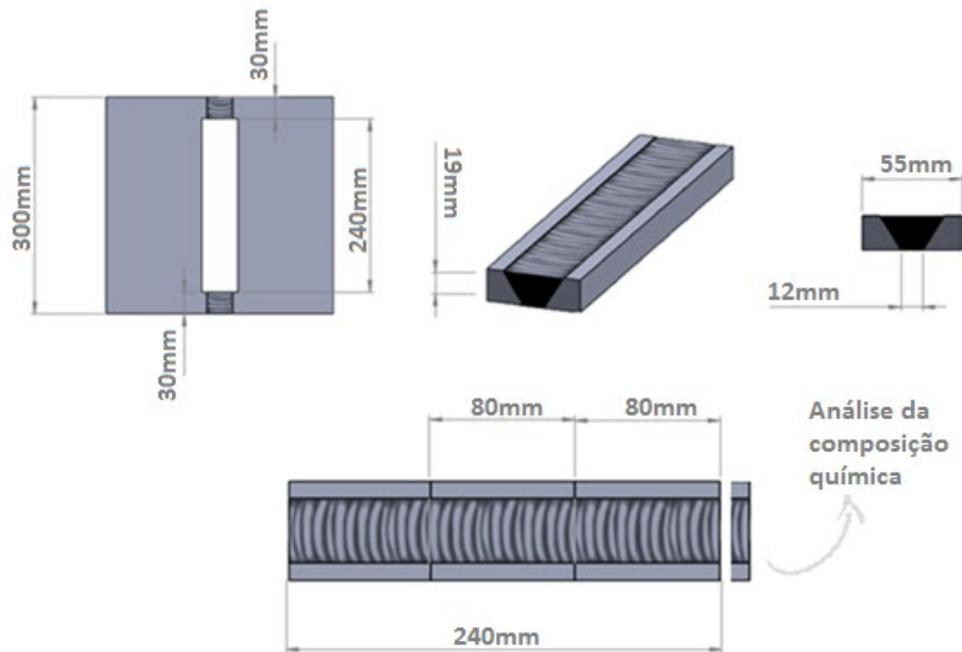


Figura 3. Blocos retirados das chapas previamente soldadas.

Foi retirado um pequeno bloco de metal de solda de 10mm de largura, dos 30 mm que sobraram nas extremidades, para a realização da análise química por meio de Espectrometria de Emissão Ótica, 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. Microestrutura e dureza do metal de solda das duas chapas também foram comparadas.

Para a escolha das temperaturas dos tratamentos térmicos, foram calculadas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  do metal de solda objeto deste trabalho. Estas foram obtidas com o auxílio do *software* Thermocalc<sup>®</sup>. O valor encontrado para  $Ac_1$  foi 593 °C e, para  $Ac_3$ , 738 °C. O resultado encontrado pode ser observado no gráfico da Figura 4. 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  $M_{23}C_6$  [6].

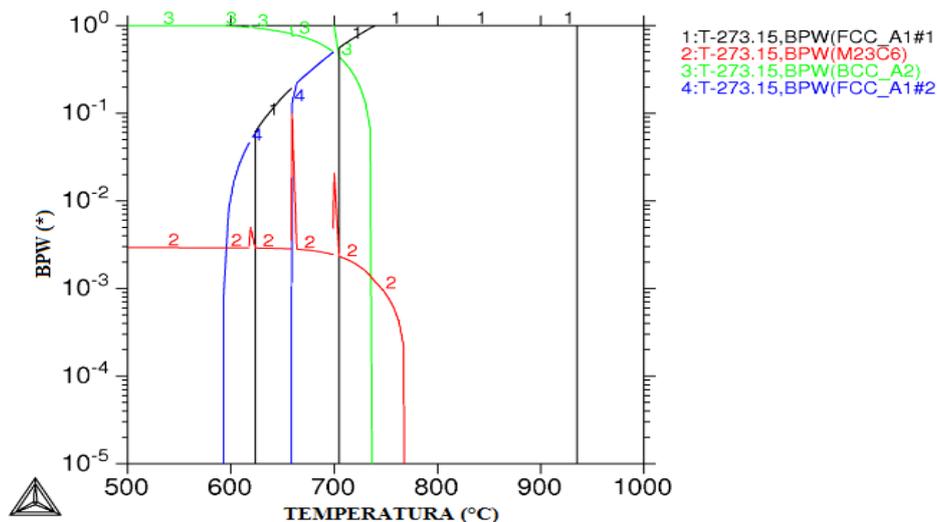


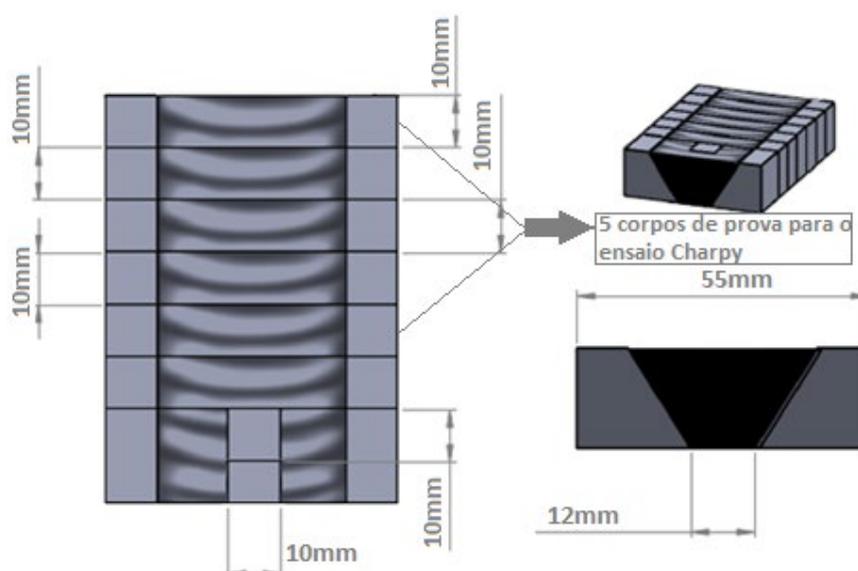
Figura 4. Gráfico obtido pelo Thermocalc.

A matriz contendo as condições de tratamento térmico utilizadas está apresentada na Tabela 2.

**Tabela 2.** Condições de tratamento térmico que as amostras foram submetidas.

Condição	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

Após a realização do tratamento térmico, 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 5. Foram retirados cinco corpos de prova para o ensaio Charpy de 55×10×10mm de cada bloco e duas amostras de 10×10×10mm para caracterização microestrutural e dureza. Os cortes foram realizados com a utilização de discos de corte abrasivo e com refrigeração.



**Figura 5.** Retirada das amostras e dos corpos de prova para avaliação microestrutural e mecânica.

A caracterização microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada tanto em amostras na condição como soldadas como nas que foram submetidas aos tratamentos térmicos. As amostras foram preparadas metalograficamente após embutimento a frio, realizado com acrílico autopolimerizável, mediante o lixamento para desbaste com a utilização de lixas com granulometrias #120, #240, #320, #400, #600 e #1200 e posteriormente polidas com pasta de diamante, em panos de 9µm, 3µm e 1µm. Em seguida, as amostras foram atacadas com o reagente Villela, o qual é composto por 5 mL de ácido clorídrico, 1g de ácido pícrico e 100 mL de etanol.

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 0,02° e o ângulo de varredura de 10° a 120°. A preparação das amostras consistiu em lixamento em lixas com granulometrias #120, #240, #320, #400, #600 e #1200, polimento com pasta de diamante de 9µm, 3µm, 1µm e decapagem em ácido clorídrico, com o objetivo de remover os eventuais efeitos de transformação de fases da austenita retida para martensita, durante a preparação da amostra para análise metalográfica.

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 [9,10]. 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.

O ensaio Charpy com entalhe em V 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. O entalhe foi confeccionado com a utilização de uma brochadeira exclusiva para tal finalidade. Após a realização

do ensaio, foram analisadas as superfícies fraturadas dos corpos de prova com a utilização do *software ImageJ* para calcular a área das diferentes regiões obtidas de fratura dúctil e frágil.

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, de diferentes regiões das amostras.

### 3. Resultados e Discussão

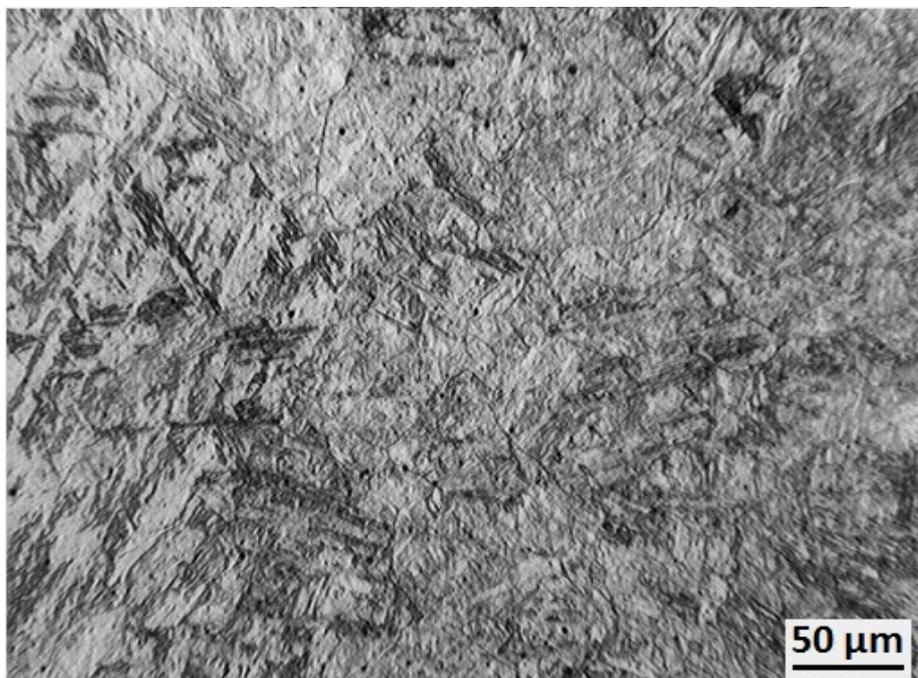
O resultado da análise química da “almofada” de solda produzida sobre uma chapa de aço carbono está apresentado na Tabela 3.

**Tabela 3.** 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

Os resultados obtidos estão de acordo com os valores estabelecidos pela especificação AWS A5.22 [8].

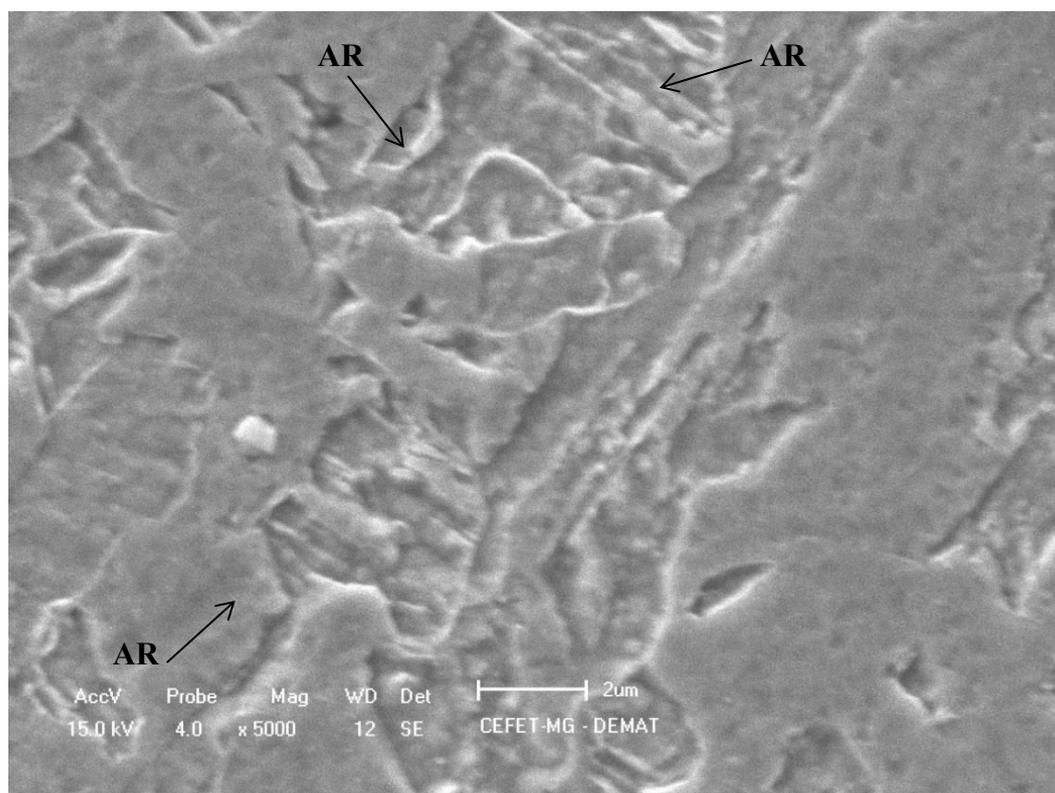
A microestrutura típica do metal de solda obtida por meio de microscopia ótica na condição como soldado é apresentada na Figura 6.



**Figura 6.** Microscopia ótica do metal de solda na condição como soldado.

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 [11].

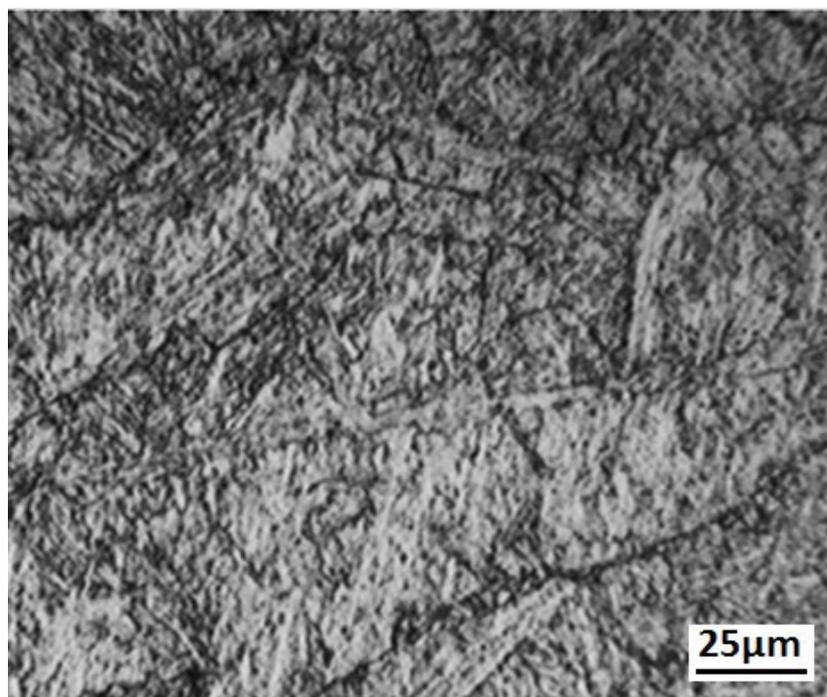
Na Figura 7 é apresentada a microscopia eletrônica de varredura da microestrutura do metal de solda na condição como soldado.



**Figura 7.** Microscopia eletrônica de varredura do metal de solda na condição como soldado. Legenda: AR = Austenita Retida.

Existem algumas regiões com a presença de uma martensita mais grosseira e outras com uma martensita mais refinada. Essa diferença pode estar relacionada com os diferentes ciclos térmicos que o metal de solda foi submetido durante o processo de soldagem. Diferentes contrastes resultantes do ataque químico estão relacionados com as várias orientações cristalográficas das ripas de martensita. Os grãos de austenita, por exemplo, 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, micro segregações escuras, que são marcas de ferrita delta previamente formada [12].

Na Figura 8 está apresentada a microestrutura do metal de solda na condição de tratamento térmico de um único estágio por microscopia ótica.

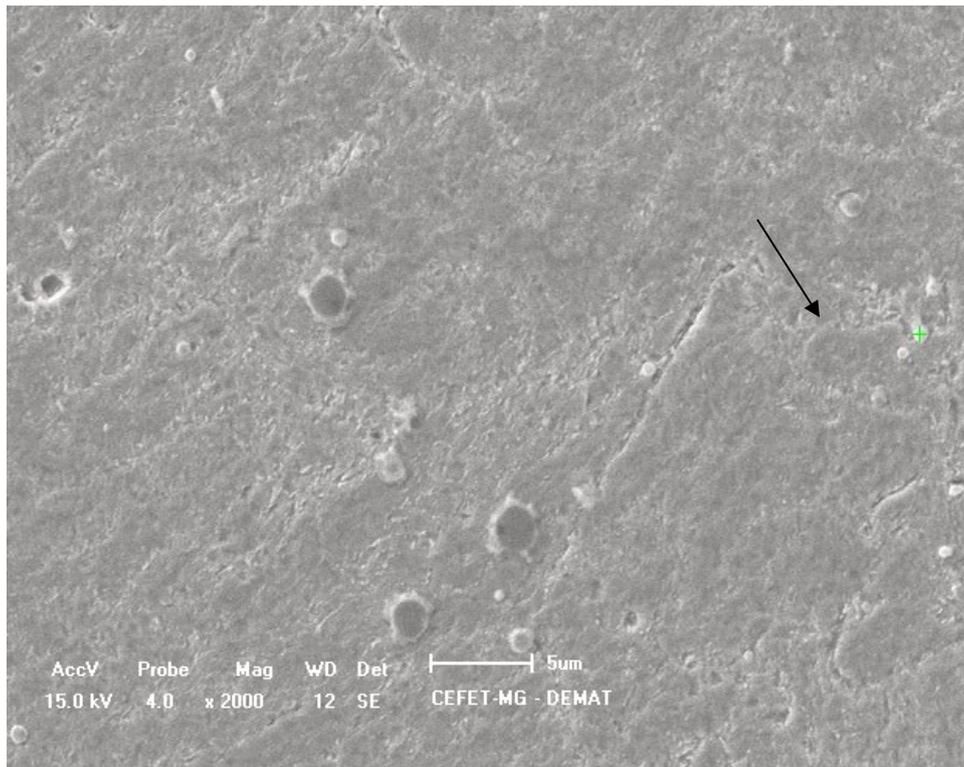


**Figura 8.** Microscopia ótica da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 580 °C.

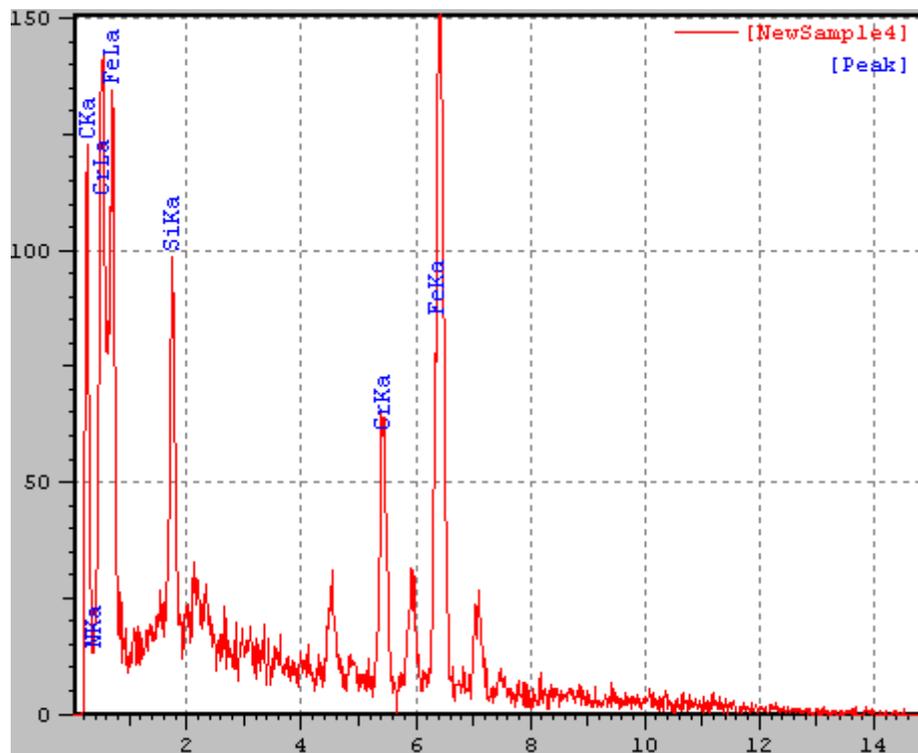
Como a amostra foi aquecida até 580 °C, acredita-se que não tenha ocorrido transformação austenítica durante o aquecimento, uma vez que a temperatura  $Ac_1$  calculada pelo Thermocalc<sup>®</sup> foi de 593 °C. Assim, ocorreu o revenimento da estrutura, com a possível formação durante o resfriamento de martensita revenida e pequenas quantidades de austenita retida. A microestrutura é composta basicamente por martensita revenida (MR) e pode conter a presença de carbonetos dispersos na microestrutura. A microestrutura do metal de solda E410NiMoT-1/4 após revenimento consiste em martensita revenida e austenita retida [13,14]. Essa informação foi comprovada pela realização de ensaio de DRX.

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 [15,16].

Na Figura 9 está apresentada a imagem obtida por MEV, com indicação do ponto onde foi realizada a análise por EDS para verificação do constituinte. Na Figura 10 está apresentado o resultado dessa análise.



**Figura 9.** Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 580 °C, com indicação de onde foi realizada a análise pontual por EDS.

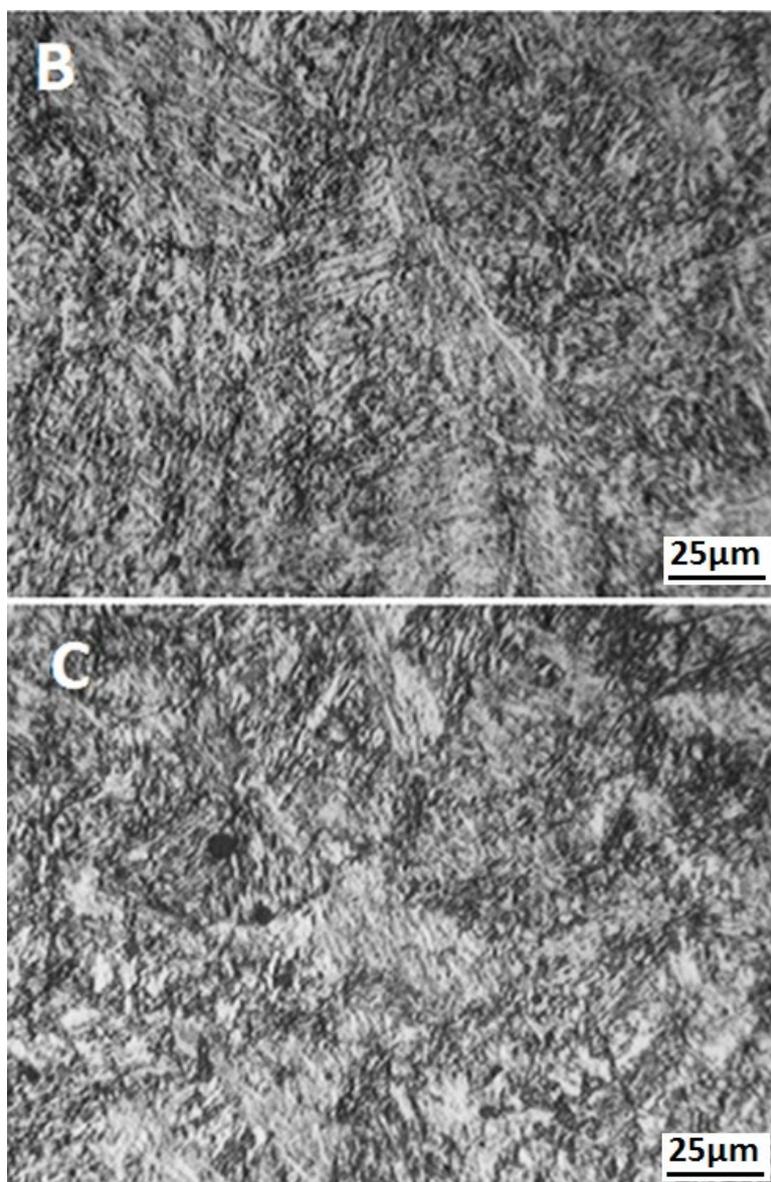


**Figura 10.** Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 580 °C.

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 et al. [6], 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 [15].

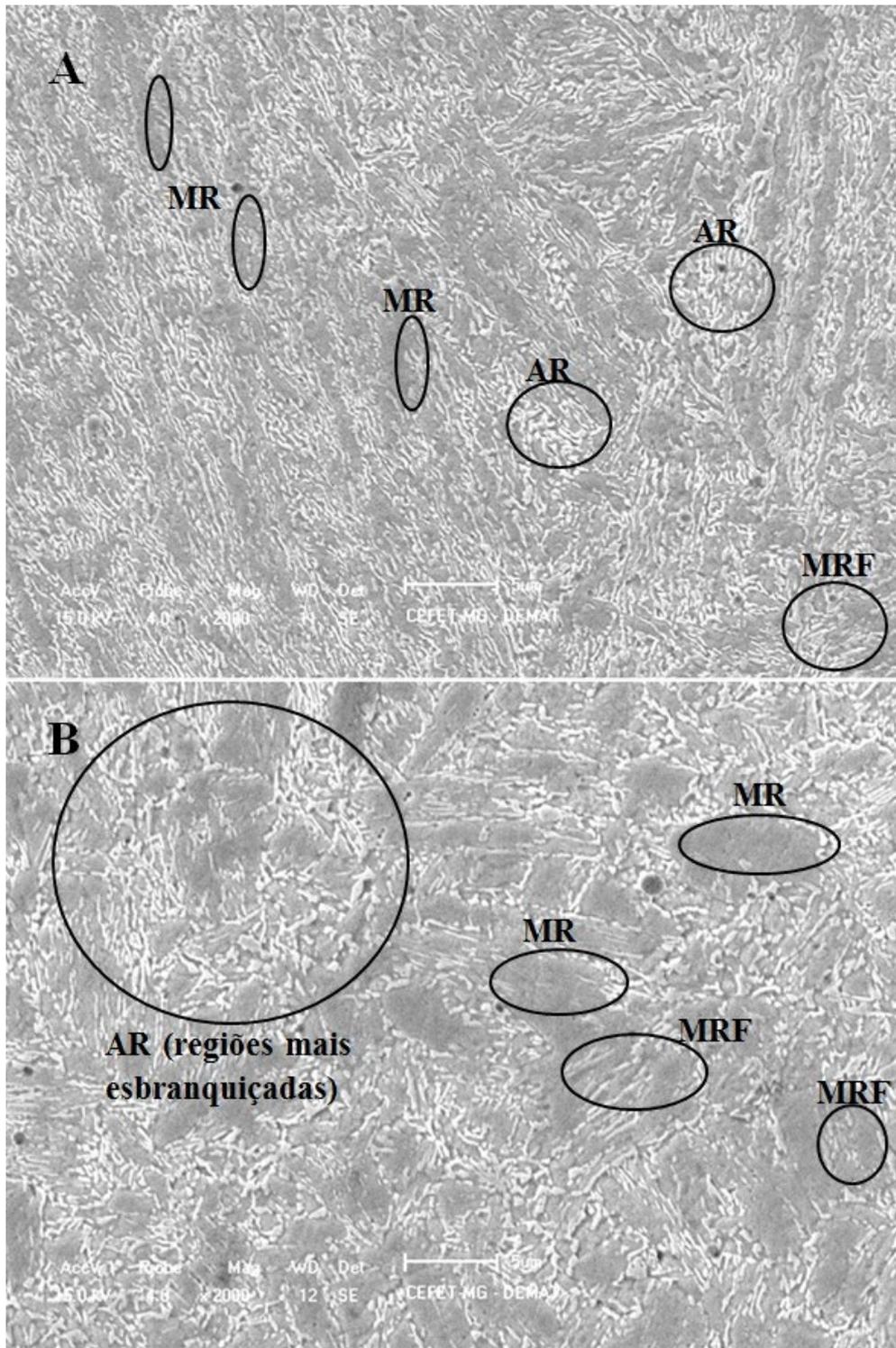
Na Figura 11 pode ser observada a microestrutura obtida por microscopia ótica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620 °C/2h e 650 °C/2h.



**Figura 11.** Microscopia ótica das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620 °C (B) e 650 °C (C).

Ambas as microestruturas (620 °C/2h e 650 °C/2h) são resultantes de um revenimento intercrítico, porém, em temperaturas diferentes. As temperaturas utilizadas estão acima de  $A_{c1}$ , assim, ocorreu transformação austenítica parcial durante o aquecimento. No resfriamento, uma parte da austenita formada durante o aquecimento do tratamento térmico se transformou em uma nova martensita e a outra parte permaneceu como austenita retida. A martensita que não se transformou em austenita durante o aquecimento, se transformou em martensita revenida após o resfriamento.

Na Figura 12 apresenta-se a microestrutura obtida por microscopia eletrônica de varredura do metal de solda na condição de tratamento térmico de um único estágio a 620 °C/2h e 650 °C/2h.



**Figura 12.** Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de um único estágio a 620 °C (A) e 650 °C (B).  
Legenda: AR – Austenita Retida; MR – Martensita Revenida; MRF – Martensita Recém-Formada.

Podem ser observadas as fases de martensita revenida (MR), composta por uma matriz ferrítica de cor acinzentada, que pode conter a presença de carbonetos formados durante o resfriamento do tratamento térmico, além da martensita recém-formada (MRF), apresentadas por agulhas ou até mesmo placas de cor cinza, mais claras que a matriz acinzentada. Nessas condições, também se pode encontrar austenita retida, que se destaca por apresentar uma coloração esbranquiçada. Podem ser formados carbonitretos do tipo  $M_2(C, N)$  em condições de tratamento térmico de único e duplo estágio [6].

Na Figura 13 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 14, está apresentado o resultado desta análise.

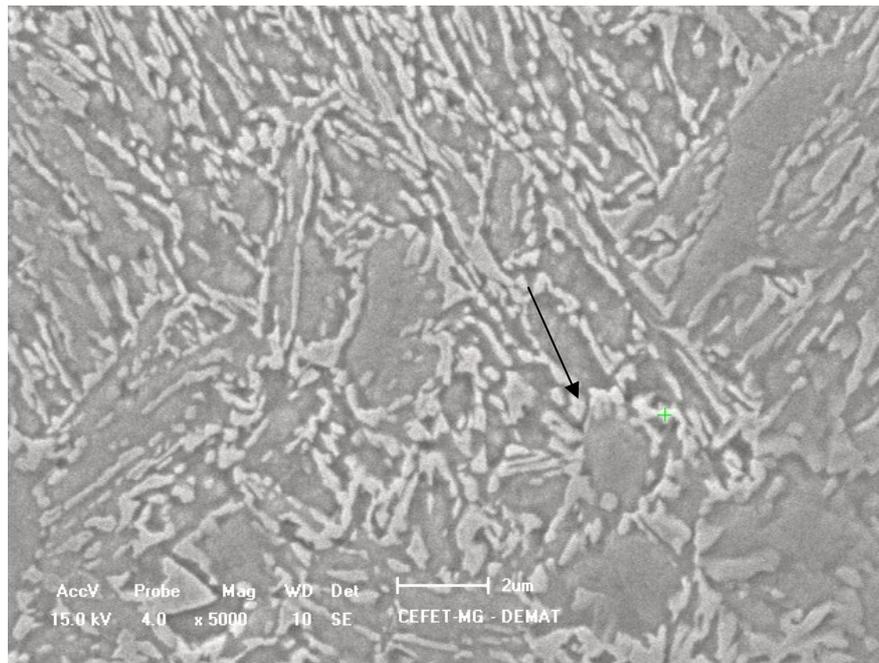


Figura 13. Microscopia eletrônica de varredura da amostra submetida ao tratamento térmico de um único estágio a 620 °C.

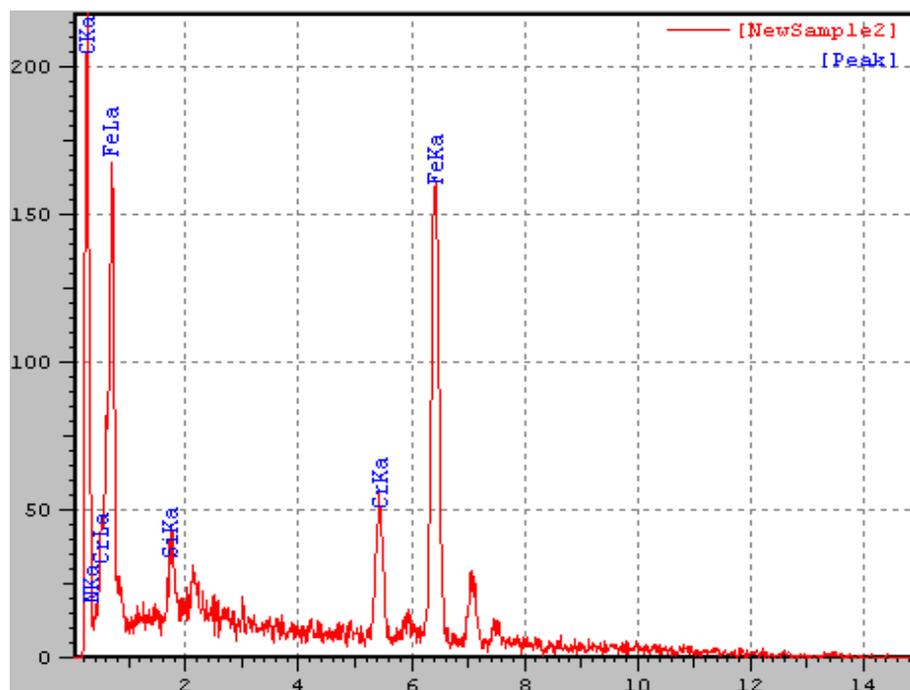
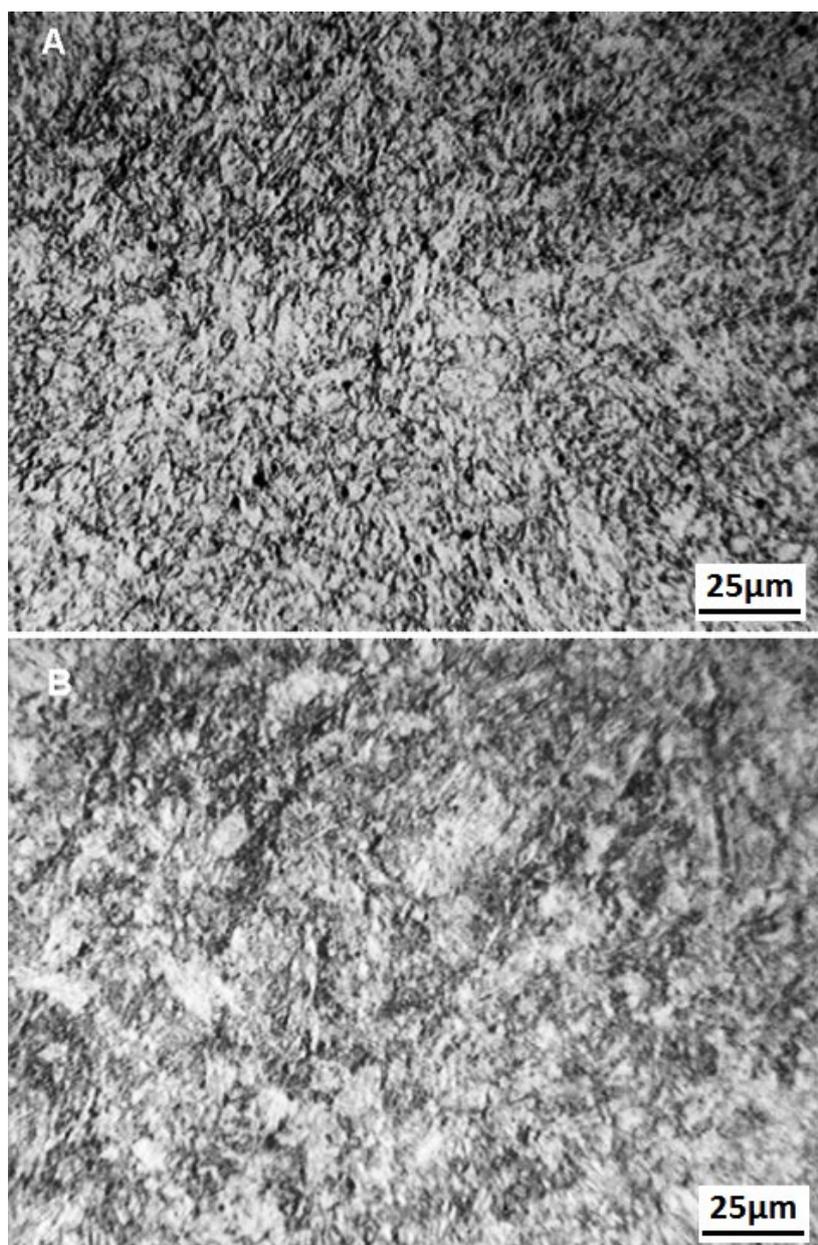


Figura 14. Resultado obtido pela análise por EDS na região de interesse da amostra tratada a 620 °C.

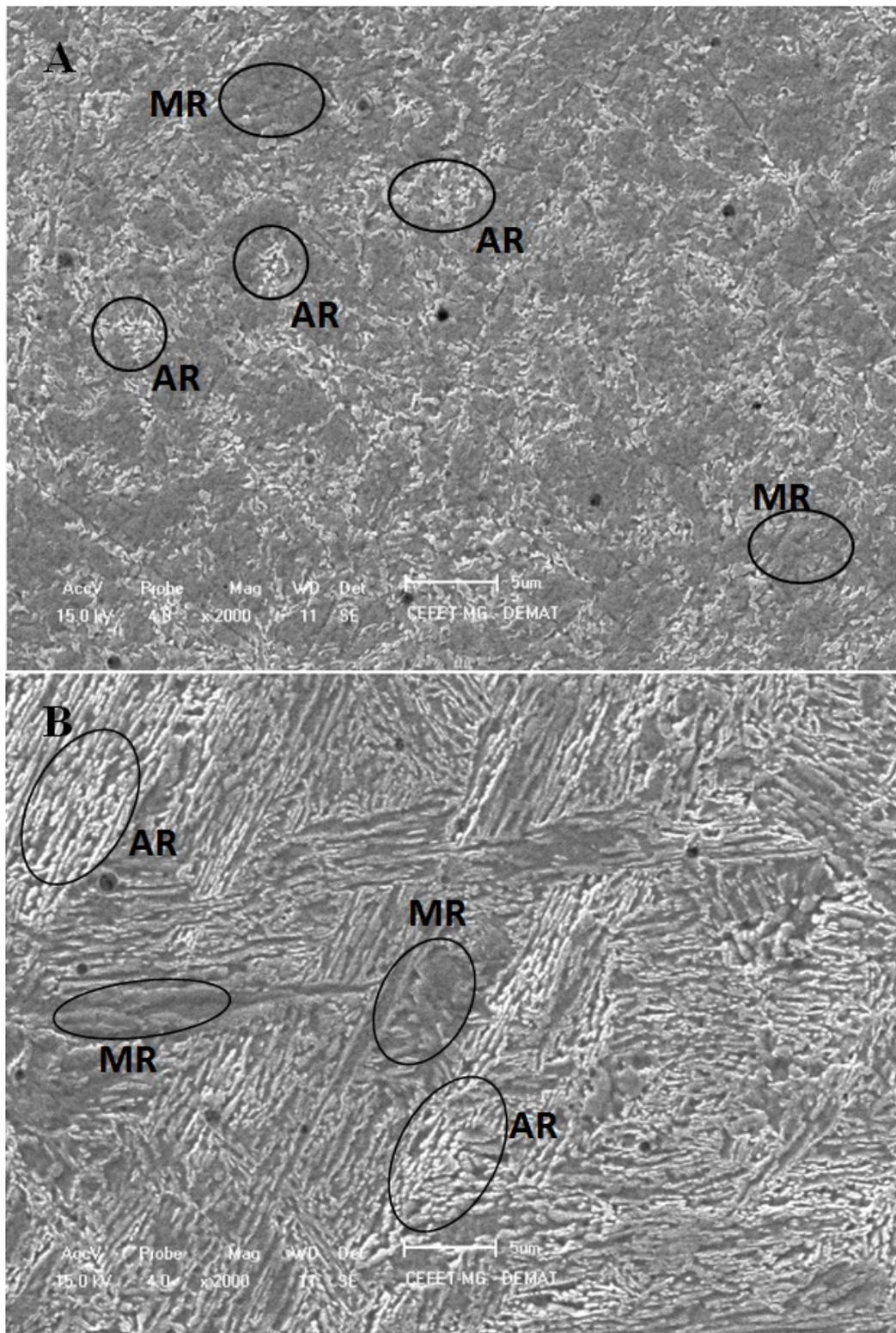
Na análise pontual realizada pelo EDS na amostra tratada termicamente a 620 °C/2h, indica a presença de carbonetos que podem ser de ferro e cromo, devido à quantidade desses elementos apresentada no ponto analisado.

Nas Figuras 15 e 16 são apresentadas as microestruturas formadas após o tratamento térmico de duplo estágio a 620 °C/2h+580 °C/4h (A) e 650 °C/2h+580 °C/4h (B), por meio de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.



**Figura 15.** Microscopia óptica das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio a 620 °C/2h+580 °C/4h (A) e 650 °C/2h+580 °C/4h (B).

Neste tratamento térmico, ocorre um aumento no teor de austenita retida que se encontra de maneira mais distribuída. Após o primeiro estágio, a microestrutura é composta por martensita revenida (MR), austenita retida (AR) e martensita recém-formada. Já com o segundo estágio, são formadas novas partículas de austenita estáveis durante o aquecimento, as quais são plaquetas que se precipitam de novas interfaces de martensita/austenita, e a martensita que havia sido recém-formada é revenida. Assim, a microestrutura ao final do tratamento térmico é formada por martensita revenida e austenita retida [17].



**Figura 16.** Microscopia eletrônica de varredura das amostras submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio a 620 °C/2h+580 °C/4h (A) e 650 °C/2h+580 °C/4h (B). Legenda: AR = Austenita Retida; MR = Martensita Revenida.

Nota-se 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 durante o aquecimento tenha se formado uma maior quantidade de austenita, e em seguida, no 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 (que estabilizam a austenita) 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 [12,18].

Para verificar a fração volumétrica de austenita retida foram realizados ensaios de difração de raios X. Os resultados do tratamento térmico de único estágio são apresentados nos difratogramas da Figura 17.

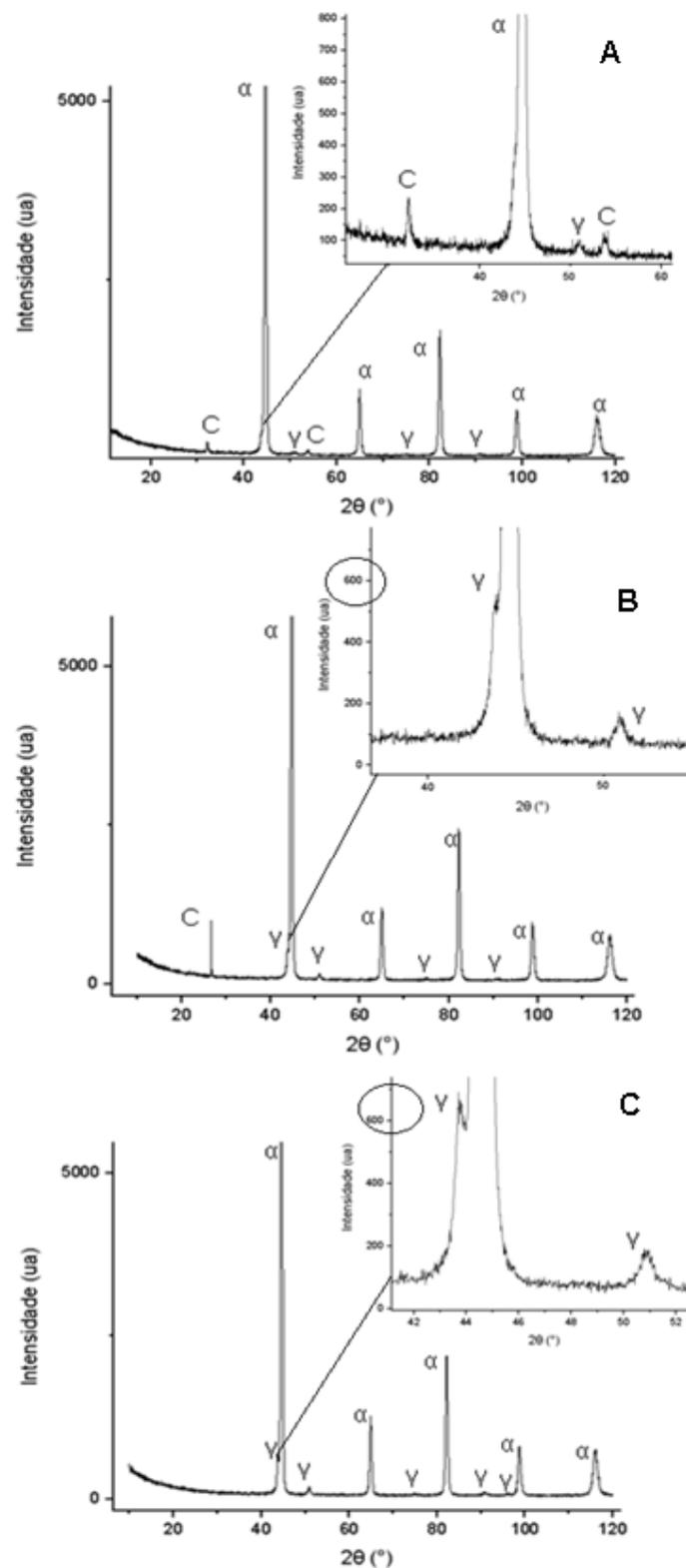


Figura 17. Difratogramas das amostras A (580 °C/2h), B (620 °C/2h) e C (650 °C/2h) submetidas ao tratamento térmico de único estágio.

Nota-se, de forma qualitativa, que em A (580 °C/2h) a estrutura é predominantemente composta por ferrita/martensita ( $\alpha$ ) com picos muito pequenos de austenita retida ( $\gamma$ ), além de dois 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 a formação de pequena quantidade de austenita retida. 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 que foram submetidos ao tratamento térmico de duplo estágio são apresentados nos difratogramas da Figura 18.

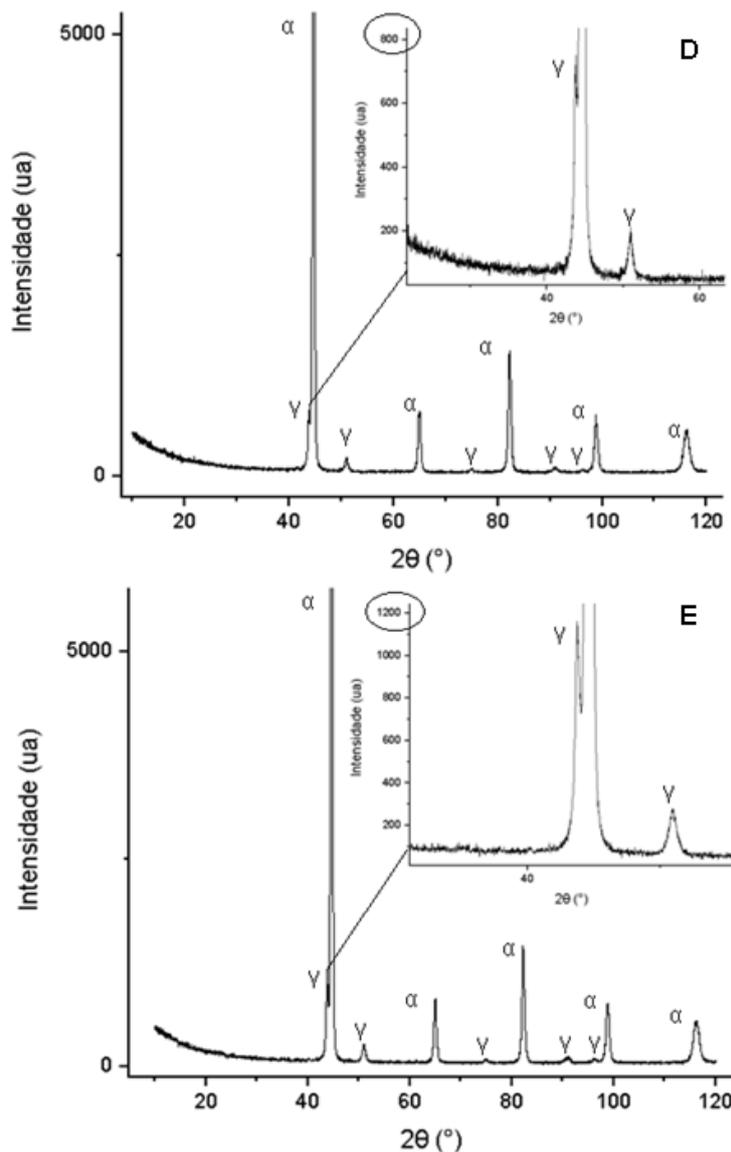


Figura 18. Difratogramas das amostras D (620 °C/2h+580 °C/4h) e E (650 °C/2h+580 °C/4h) submetidas ao tratamento térmico de duplo estágio.

Verifica-se que os picos de austenita da condição E (650 °C/2h+580 °C/4h) são mais acentuados que em D (620 °C/2h+580 °C/4h). 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.

Para confirmar o comportamento observado nos difratogramas foi quantificada a fração volumétrica de austenita retida, para cada condição de tratamento térmico. Os resultados são apresentados no gráfico da Figura 19.

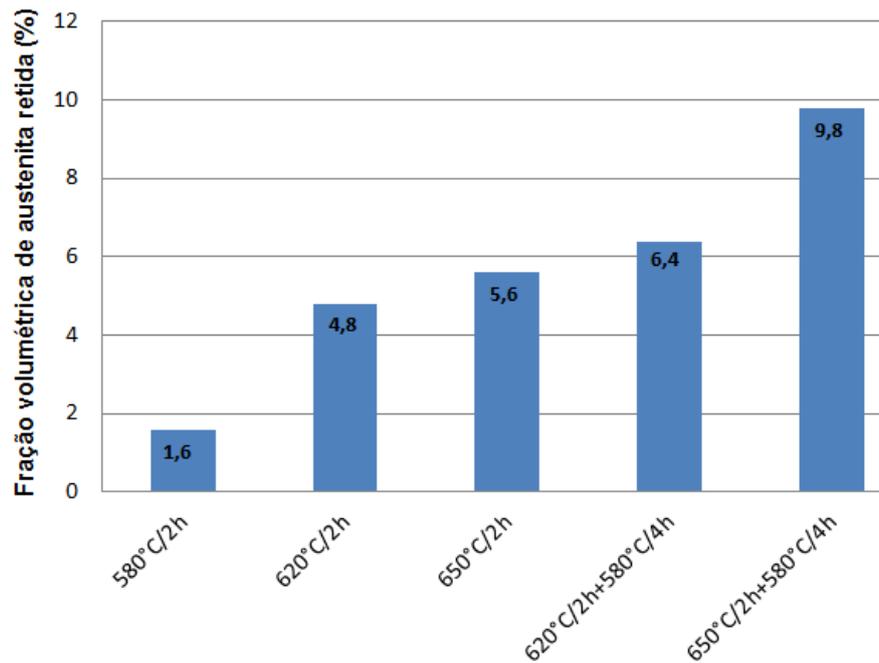


Figura 19. Fração volumétrica de austenita retida de acordo com o tratamento térmico utilizado.

Não foi encontrada austenita retida na condição como soldada. A menor fração de austenita retida foi observada no revenimento realizado a 580 °C/2h, cujo valor foi de 1,6%. Nesse caso, é provável que tenha ocorrido apenas o revenimento da martensita, uma vez que foi utilizada uma temperatura abaixo de Ac1, não formando austenita durante o aquecimento. 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 (6,4% e 9,8%), sendo que na condição de 650 °C/2h+580 °C/4h foi obtida a fração máxima dessa fase.

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 das partículas de austenita [6].

De acordo com Divya et al. [18] e Leem et al. [19], com o aumento da temperatura acima de Ac1, 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.

No gráfico contido na Figura 20 são apresentados os valores médios de energia absorvida e o respectivo desvio padrão, obtidos para as amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos.

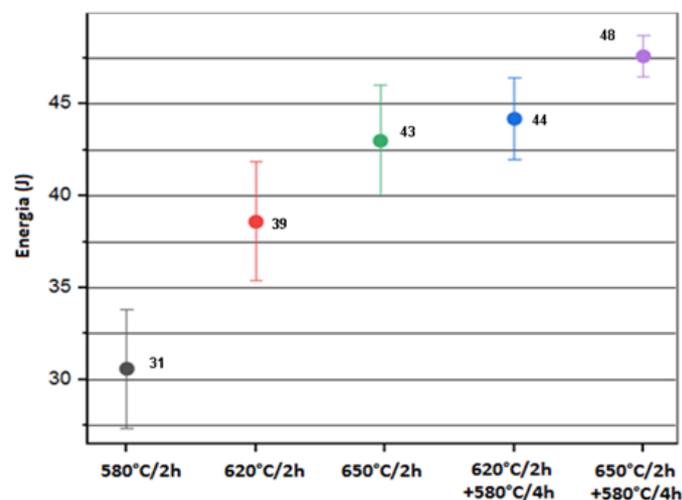


Figura 20. Gráfico com os valores de energia absorvida pelo metal de solda para cada condição de tratamento térmico realizada.

O menor valor de tenacidade 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. Foi observado que, com o aumento do valor médio de tenacidade, ocorreu também um aumento da fração volumétrica de austenita retida.

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.

No gráfico da Figura 21 é apresentada a relação dos valores médios de tenacidade com os valores da fração volumétrica de austenita retida encontrados para cada condição realizada de tratamento térmico.

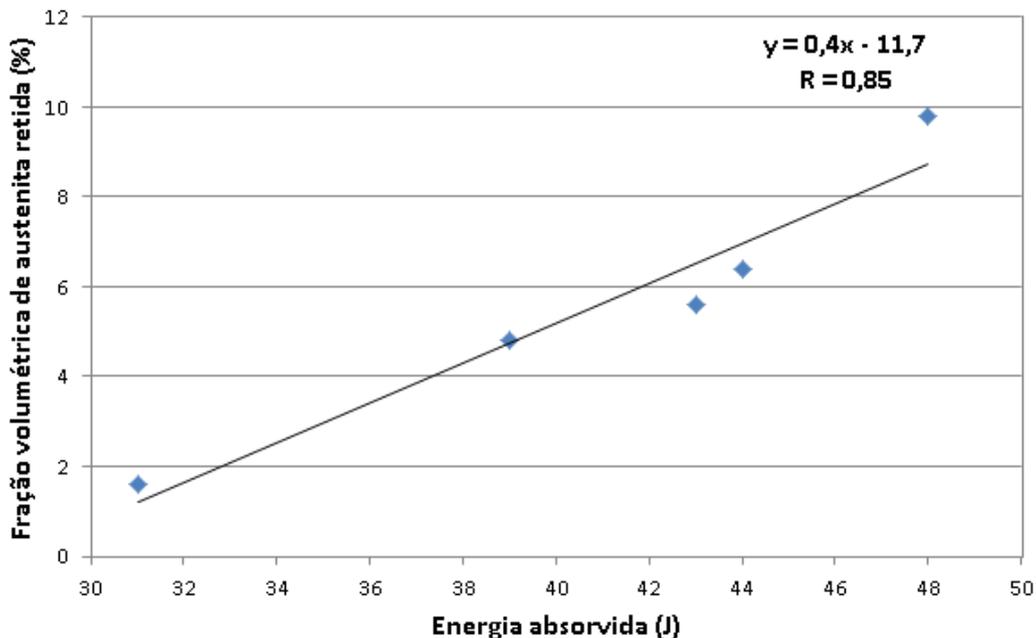


Figura 21. Relação da energia absorvida com a fração volumétrica de austenita retida no metal de solda.

O aumento do valor médio de tenacidade 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 tenacidade (31J). Em 620 °C/2h, a fração de austenita retida aumentou (4,8%), juntamente com o valor médio de tenacidade encontrado (39J). Para 650 °C/2h, o valor médio de tenacidade obtido aumentou (43J), e também a fração de austenita retida (5,6%). Tal comportamento pode estar relacionado com a fração de martensita revenida formada 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 tenacidade obtido em relação a 650 °C/2h. Pode-se mencionar que, além da fração volumétrica, a morfologia e a distribuição da austenita retida também contribuem para a tenacidade [6].

Aplicar um revenimento intercrítico a uma temperatura ligeiramente acima da temperatura Ac1 é uma maneira de aumentar 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 [6].

A energia absorvida pelo metal de solda submetido aos tratamentos térmicos de duplo estágio foi maior, assim como a fração de austenita retida. O maior valor foi obtido na amostra submetida ao tratamento térmico de 650 °C/2h+580 °C/4h, 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, como se apresenta na Figura 22.

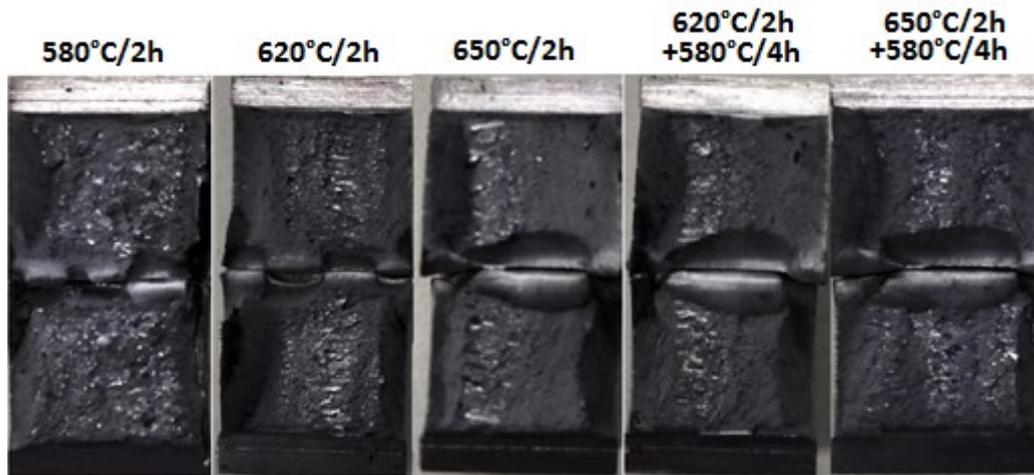


Figura 22. Corpos de prova fraturados após a realização do ensaio Charpy.

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 22 tanto fratura frágil quanto dúctil nos corpos de prova submetidos ao ensaio.

Na Figura 23 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.

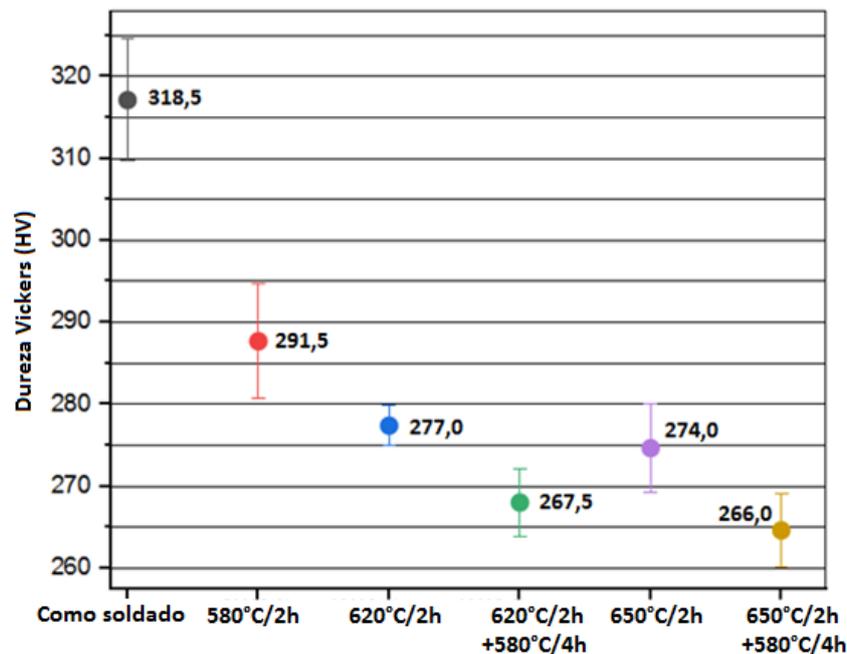


Figura 23. Gráfico com os valores de dureza encontrados para o metal de solda como soldado e tratado termicamente em diferentes condições.

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 [20].

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. Esse resultado pode estar relacionado com a maior fração de austenita retida, encontrada nesta condição. De acordo com Divya et al. [21], 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 já revenidas anteriormente, juntamente com a formação de austenita retida. O gráfico apresentado na Figura 24 reforça a hipótese levantada.

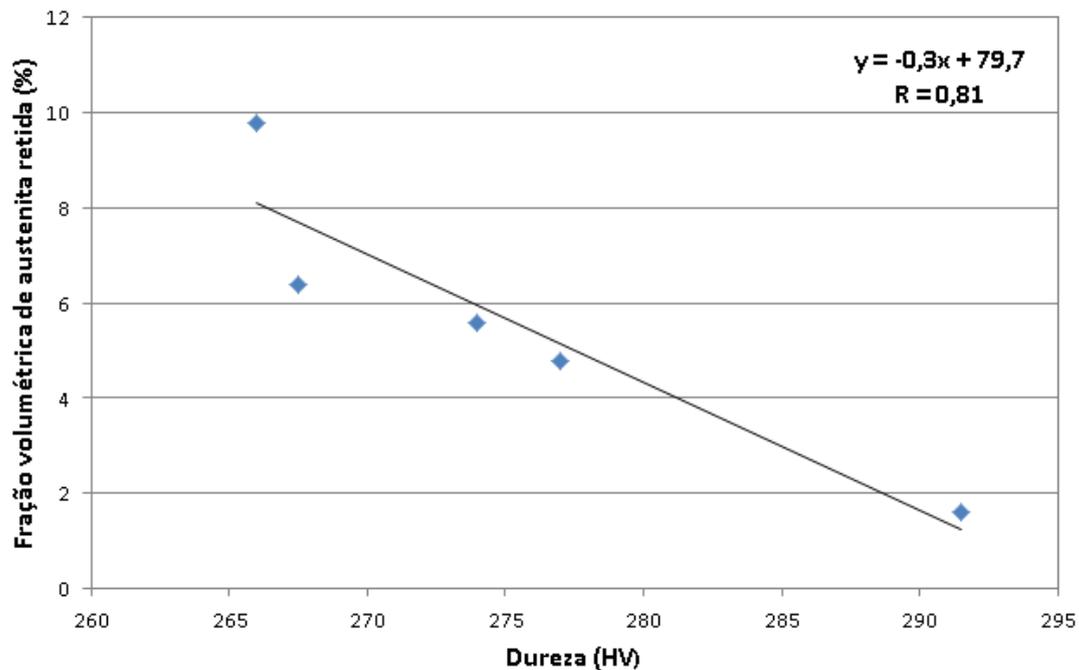


Figura 24. Relação da dureza Vickers com a fração volumétrica de austenita retida no metal de solda.

#### 4. Conclusões

Com a realização deste trabalho, foi verificado, para as condições investigadas, que a tenacidade do metal de solda está relacionada com a fração de austenita retida na microestrutura. O revenimento realizado a 580 °C foi o que levou à obtenção de menor quantidade dessa fase e, assim, foram obtidos menor valor de tenacidade e maior valor de dureza. Nessa condição, a microestrutura do metal de solda foi composta em sua maioria por martensita revenida. Com o aumento da temperatura de revenimento, 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. Esta teve relação direta com a tenacidade e dureza do metal de solda. Para o maior valor de tenacidade (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 frágil.

#### Agradecimentos

Ao CEFET-MG pela estrutura necessária a realização do trabalho e a Capes pelo apoio financeiro mediante a pesquisa.

#### Referências

- [1] Bueno A. Estudo do comportamento de materiais e efeitos de parâmetros de processo para aumento de vida útil de turbinas hidráulicas tipo Francis [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2017.
- [2] Thalberg N. High deposition welding of Francis turbine runners for the Three Gorges Dam project. Svetsaren. 2002;57(2):3-8.
- [3] Baas P. Recommended welding procedure for cladding and joining with metal cored wire PZ6166. Suíça: Filarc Welding Industries B.V.; 1996.
- [4] Ramirez JE. Weldability evaluation of supermartensitic stainless pipe steels. Welding Journal. 2007;86:126-134.
- [5] Das CR, Albert SK, Bhaduri AK, 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. 2008;13(2):159-166. <http://dx.doi.org/10.1179/174329308X271814>.
- [6] Bilmes PD, Solari M, Llorente CL. Characteristics and effects of austenite resulting from tempering of 13Cr-NiMo martensitic steel weld metals. Materials Characterization. 2001;46(4):285-296. [http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803\(00\)00099-1](http://dx.doi.org/10.1016/S1044-5803(00)00099-1).
- [7] Kobelco. The worldwide manufacturer. Estados Unidos; 2012. (vol. 15, no. 3).

- [8] American Welding Society. AWS A5.22/A5.22M: specification for stainless steel flux cored and metal cored welding electrodes and rods. Miami: AWS; 2010.
- [9] Meyer M, Vanderschueren D, Blauwe K, Cooman BC. The characterization of retained austenite in TRIP steels by X ray diffraction. In: Proceedings of the 41<sup>st</sup> Mechanical Working and Steel Processing Conference; 1999; Baltimore, MD. Warrendale: Iron and Steel Society; 1999. p. 265-276. (vol. 37).
- [10] Zhao L, van Dijk NH, Brück E, Sietsma J, van der Zwaag S. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. *Materials Science and Engineering*. 2001;A313(1-2):145-152. [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)00965-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(01)00965-0).
- [11] Bilmes PD, Llorente CL, Ipiña JP. Toughness and microstructure of 13Cr4NiMo high-strength steel welds. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2000;9(6):609-614. <http://dx.doi.org/10.1361/105994900770345458>.
- [12] Amrei MM, Verreman Y, Bridier F, Thibault D, Bocher P. Microstructure characterization of single and multipass 13Cr4Ni steel welded joints. *Metallography, Microstructure and Analysis*. 2015;4(3):207-218. <http://dx.doi.org/10.1007/s13632-015-0202-8>.
- [13] Bilmes PD, Llorente CL, Mendez CM, Gervasi CA. Microstructure, heat treatment and pitting corrosion of 13CrNiMo plate and weld metals. *Corrosion Science*. 2009;46(4):876-881. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2009.01.018>.
- [14] Gooch TG. Heat treatment of welding 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steel for sour service. *Welding Research*. 1995;74(7):213-222.
- [15] Barlow LD, Du Toit M. Effect of austenitizing heat treatment on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2012;21(7):327-336. <http://dx.doi.org/10.1007/s11665-011-0043-9>.
- [16] Krishna S C, Gangwar NK, Jha AK, Pant B, George KM. Microstructure and properties of 15Cr-5Ni-1Mo-1W martensitic stainless steel. *Steel Research International*. 2015;86(1):51-57. <http://dx.doi.org/10.1002/srin.201400035>.
- [17] Hubácková J. Two-stage tempering of steel 13%Cr6%Ni. *Werkstofftech*. 1984;8(15):411-415. <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.19840151203>.
- [18] Divya M, Das CR, Ramasubbu V, Albert SK, Bhaduri AK. Improving E410NiMoT-1/4 weld metal toughness by PWHT. *Journal of Materials Processing Technology*. 2011;211(12):2032-2038. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.06.024>.
- [19] Leem DS, Lee YD, Jun JH, Choi CS. 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*. 2001;45(7):767-772. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462\(01\)01093-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462(01)01093-4).
- [20] Zou D, Liu X, Han Y, Zhang W, Li J, Wu K. Influence of heat treatment temperature on microstructure and property of 00Cr13Ni5Mo2 supermartensitic stainless steel. *Journal of Iron and Steel Research International*. 2014;21(3):364-368. [http://dx.doi.org/10.1016/S1006-706X\(14\)60056-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1006-706X(14)60056-X).
- [21] Divya M, Das CR, Mahadevan S, Albert SK, Pandian R, Kar SK, et al. Influence of PWHT on toughness of high chromium and nickel containing martensitic stainless steel weld metals. *Metallurgical and Materials Transactions A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 2015;46A(6):2554-2567. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-015-2847-y>.