

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**ANÁLISE POR REFINAMENTO RIETVELD DO EFEITO DE
DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS EM AÇO
FERRAMENTA A2 FABRICADO POR MANUFATURA
ADITIVA**

LEONARDO DO CARMO BRAGHIM

SÃO CARLOS -SP
2023

ANÁLISE POR REFINAMENTO RIETVELD DO EFEITO DE DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS EM AÇO FERRAMENTA A2 FABRICADO POR MANUFATURA ADITIVA

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Piter Gargarella

Co-Orientador: Bruno Bianchini

São Carlos-SP
2023



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
Telefones: 16 -3351-8244 e 3351-8246
Endereço eletrônico: demachef@ufscar.br
Rodovia Washington Luís, km 235 – Caixa Postal 676
CEP 13565-905 – São Carlos – SP - Brasil



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Leonardo do Carmo Braghim

RA: 744401

TÍTULO: Análise por refinamento Rietveld do efeito de diferentes tratamentos térmicos em aço ferramenta A2 fabricado por manufatura aditiva

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Piter Gargarella

CO-ORIENTADOR(A): Me. Bruno Bianchini

DATA/HORÁRIO: 23/03/2023, 08h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. Piter Gargarella	8	9
Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani	8	9
Média	8	9

BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. Piter Gargarella

Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani

AGRADECIMENTO

Queridos familiares, professores, doutorandos, técnicos e amigos. Gostaria de expressar minha sincera gratidão a cada um de vocês pelo apoio, encorajamento e orientação que me deram durante a elaboração deste TCC.

À minha família e principalmente à minha noiva, agradeço pelo amor incondicional, paciência e compreensão que me ofereceram durante este período. Seu apoio e encorajamento foram fundamentais para que eu me mantivesse motivado e focado em meu objetivo.

Ao meu professor orientador Piter e co-orientador Bruno, agradeço pela dedicação e orientação que me ofereceram ao longo deste processo. Seus comentários e sugestões foram valiosos para me ajudar a melhorar e aprimorar meu trabalho.

Aos meus colegas doutorandos, em especial do grupo de pesquisa de manufatura aditiva, agradeço pela troca de ideias, discussões e contribuições.

E, por último, mas não menos importante, gostaria de agradecer aos técnicos da metais que tanto fazem por nós e aos meus amigos Argos Soares, Flávio Fávaro e Gustavo D'Afonseca por estarem ao meu lado e me alegrarem nos momentos mais difíceis.

Mais uma vez, meu sincero agradecimento a todos vocês. Esse trabalho não seria possível sem o apoio e ajuda que cada um de vocês ofereceu.

RESUMO

A Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF) é uma técnica de manufatura aditiva na qual uma peça é fabricada camada por camada, sendo esse processo utilizado para a produção de peças com geometrias complexas e densidades customizáveis como próteses, peças estruturais de aeronaves e veículos ou moldes e matrizes para outros processos de fabricação. O tratamento térmico para o aumento de dureza previsto em norma para o aço ferramenta A2 resulta na perda da microestrutura refinada quando se refere a metais fabricados por manufatura aditiva. Logo, devido as características peculiares dos processos de manufatura aditiva, faz-se necessário o desenvolvimento de tratamentos térmicos não-normativos que aumentem a dureza sem comprometer a microestrutura proveniente do processo de fabricação. Logo, o objetivo deste trabalho é analisar via refinamento Rietveld as difrações de raios-X obtidas das peças de aço ferramenta A2 fabricado por L-PBF para quatro tratamentos térmicos diferentes, sendo eles: normativo modificado à 540°C; normativo modificado à 205°C; tratamento sub-zero raso; e para efeito de comparação, o tratamento normativo previsto na fabricação convencional. Verificou-se similaridade entre as fases resultantes dos tratamentos térmicos, sendo o tratamento normativo aquele que mostrou maior redução na fração de austenita retida e dos parâmetros de rede. Devido aos átomos ganharem energia (mobilidade) em função do aumento da temperatura, temperaturas maiores implicam em um maior ganho de mobilidade e conseqüentemente uma maior difusão atômica, agindo no rearranjo dos átomos das células unitárias, favorecendo o alívio de tensões das mesmas durante o revenimento. Logo, as amostras submetidas a tratamentos em temperaturas mais altas resultaram em maior redução dos parâmetros de rede.

Palavras-chave: Tratamento Térmico. Refinamento Rietveld. Aço ferramenta A2. Fusão em Leito de Pó a Laser. Manufatura Aditiva.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	3
2.1 FUSÃO EM LEITO DE PÓ	3
2.1.1 Fusão em Leito de Pó a Laser	3
2.2 AÇOS FERRAMENTAS E AÇO A2	15
2.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	20
2.4 REFINAMENTO RIETVELD	21
2.4.1 Funções de Perfil de ajuste de Background	22
2.4.1.1 Função pseudo-Voigt	22
2.4.1.2 Função de Person VII	23
2.4.1.3 Função de Caglioti	24
2.4.2 Indicadores de um bom refinamento de Rietveld	25
3 MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1 AS AMOSTRAS FABRICADAS POR L-PBF	29
3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS	29
3.2.1 Tratamento Normativo	30
3.2.2 Tratamento Normativo Modificado M205	30
3.2.3 Tratamento Normativo Modificado M540	30
3.2.4 Tratamento <i>Sub-Zero</i> Raso	30
3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)	31
3.4 REFINAMENTO DE RIETVELD	32
4 RESULTADOS	35
4.1 DRX	35
4.2 REFINAMENTO RIETVELD	36
5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	43
6 CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES FINAIS	45
REFERÊNCIAS	46
APÊNDICE A – GRÁFICOS DE RIETVELD	49
APÊNDICE B – TABELAS	51

1 INTRODUÇÃO

O presente trabalho visa realizar análise por refinamento Rietveld em difratogramas de raios-X de aço ferramenta A2 fabricado por meio da técnica de Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF, do inglês Laser-Powder Bed Fusion) e submetido a quatro tipos diferentes de tratamentos térmicos, sendo eles: (i) normativo – austenitização, têmpera e revenimento à 205°C, conforme ASTM A681 (ASTM A681-08, 2005); (ii) modificado M205, com revenimento direto a 205°C; (iii) modificado M540, com revenimento direto a 540°C (este último visando estar numa faixa de possível endurecimento secundário do material com um melhor alívio de tensões, como indicado no trabalho de Krell et al., 2018); e (iv) tratamento sub-zero.

A Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF) é uma técnica de manufatura aditiva que se utiliza da varredura de um feixe de alta potência sobre um leito de pó para a construção de peças, camada por camada, possibilitando geometrias complexas e densidades customizadas e minimizando o desperdício de material. Devido às características peculiares do processo de L-PBF (altas taxas de resfriamento, ciclagem térmica durante o processo, desenvolvimento de microestrutura anisotrópica e altamente refinada, altas tensões térmicas geradas etc.), as peças formadas possuem microestrutura extremamente refinadas e formação de fase diferentes daquelas obtidas através de processos convencionais, gerando dessa forma microestruturas únicas e tensões térmicas residuais de elevada magnitude que afetam a ductilidade, resistência mecânica da peça final, além de poder causar defeitos como trincas durante o resfriamento.

O aço ferramenta AISI A2 é um material com alto teor de carbono (em torno de 1% peso) destinado a trabalho a frio, temperável ao ar, que exige principalmente boa resistência ao impacto e resistência ao desgaste, além de alta dureza e resistência mecânica. Convencionalmente esse aço sofre o tratamento de austenitização, seguido de têmpera ao ar e revenimento geralmente simples, mas que pode ter ciclos adicionais, para o aumento de sua dureza.

Nesse contexto, tratamentos térmicos convencionais, normatizados, podem não ser a melhor alternativa a ser adotada, pois esses foram desenvolvidos para peças fabricadas através de processos convencionais, com características totalmente diferentes daquelas obtidas por L-PBF. Dessa forma, é interessante o desenvolvimento de novos procedimentos de tratamento para peças fabricadas por L-PBF para otimizar as propriedades das peças obtidas.

O objetivo principal será analisar como os tratamentos térmicos influenciaram na fração de cada fase presente na amostra e em seus respectivos parâmetros de rede.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesta etapa de fundamentação teórica, será feita uma breve revisão bibliográfica contemplando os temas de Fusão em Leito de Pó a Laser, aços com foco no aço ferramenta A2 e seu respectivo tratamento térmico, e refinamento de Rietveld.

2.1 FUSÃO EM LEITO DE PÓ

A Fusão em Leito de Pó (PBF ou Powder Bed Fusion) é um método de fabricação aditiva em que uma fonte de energia térmica funde seletivamente regiões de um leito de pó, conforme a ISO/ASTM 52900-21 (ASTM 52900, 2021), sendo a natureza dessa fonte a principal distinção entre os diversos processos de PBF que existem atualmente.

Ao utilizar um laser de alta potência como fonte principal de energia, o processo recebe o nome de L-PBF. Já ao se utilizar um feixe de elétrons, o processo recebe o nome de EB-PBF (do inglês Electron Beam-Powder Bed Fusion), alterando assim algumas das variáveis e parâmetros que envolvem cada processo.

A PBF utiliza pós metálicos como recurso de construção provenientes de atomização ou moagem, podendo-se utilizar uma grande variedade de materiais, como cerâmicas, ouro, aço inoxidável, ligas de titânio, alumínio, níquel, cromo-cobalto, aços carbono e cobre. Esse método confere um alto grau de liberdade na criação de objetos de geometria e estruturas internas complexas, produzindo uma poça de fusão local resultando em uma peça final quase totalmente densa, podendo-se utilizar de recursos como atmosfera protetiva ou vácuo para minimizar a interação com o meio em que ocorrerá a fusão do material. Normalmente, as peças são fabricadas diretamente na forma em que serão utilizadas, sem necessitar de um pós-processamento de acabamento superficial.

2.1.1 Fusão em Leito de Pó a Laser

A Fusão em Leito de Pó a Laser (L-PBF), como dito anteriormente, é um processo de manufatura aditiva no qual pó metálico já produzido é armazenado próximo a área de trabalho com dimensões que podem variar entre 50 mm × 50 mm até à 800 mm × 400 mm (Herzog et al., 2016), onde é distribuído uniformemente em camadas finas (Figura 1) de espessura entre 20 μ m e 100 μ m (Brecher et al., 2008).

Após a etapa de deposição, um laser de alta potência (entre 60W e 1000W) é responsável por fundir seletivamente a camada de pó, formando primeiramente o contorno da peça a ser produzida. A cada camada depositada e fundida, o substrato se rebaixa e uma nova camada é depositada e fundida até que se obtenha a peça final (Figura 1).

Durante a varredura do feixe, parte das camadas já solidificadas se fundem novamente com a poça recém formada do pó metálico, como visto na Figura 2 (Tan *et al.*, 2018).

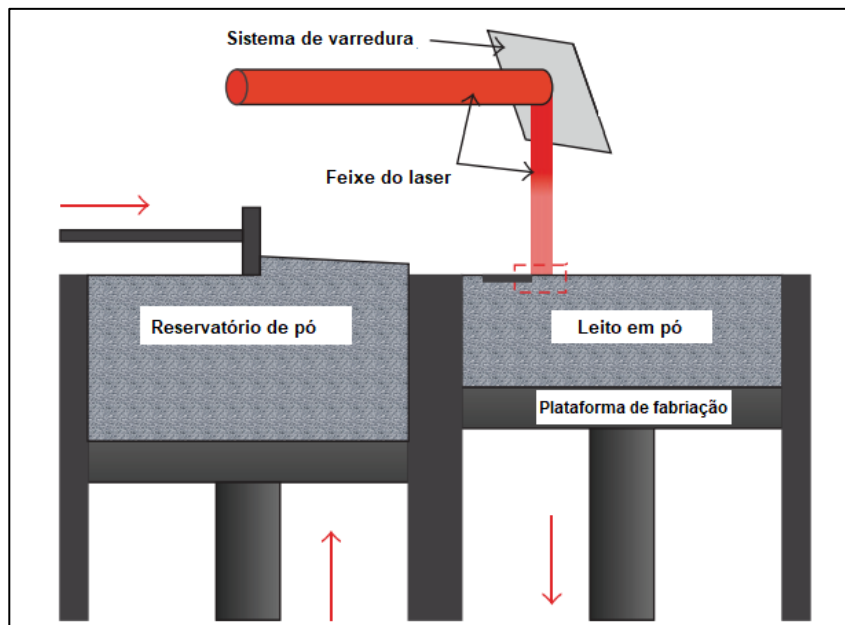


Figura 1: Representação esquemática do processo de L-PBF (Tsouknidas, 2011). Uma camada de pó é colocada e nivelada em um substrato, onde um feixe de laser irá então fundir regiões da camada de pó definidas previamente através do desenho em CAD. A região fundida irá solidificar rapidamente, formando parte da peça. Na etapa seguinte, o substrato é recuado para o interior da câmara e uma nova camada de pó é colocada. O processo então se repete até que a peça desejada seja obtida.

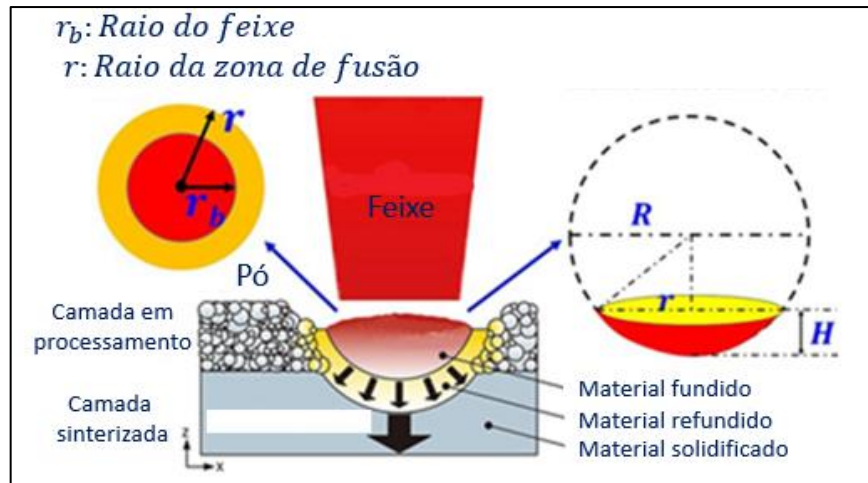


Figura 2: Representação esquemática do processo de incidência do laser de alta potência sobre a superfície do pó recém depositado, ocorrendo a fusão do mesmo além da refusão de parte da camada subjacente já solidificada (Tan *et al.*, 2018).

Após o término da peça, o pó não fundido pode ser coletado, peneirado e reintroduzido em um processo L-PBF subsequente, reduzindo o desperdício de matéria-prima, contudo, dependendo da geometria final da peça, pode ser que haja a existência de canais internos, fazendo com que seja necessário realizar um pós-processamento para a limpeza desses canais, onde o pó deverá ser aspirado ou expirado de todos os canais.

O processo é realizado com a atmosfera controlada em uma câmara fechada, permitindo a injeção de gases inertes, como nitrogênio ou argônio, inibindo possíveis interações do meio com o fundido (Attar *et al.*, 2014) além de ajudar no transporte de calor. Para o caso da EB-PBF, o processo ocorre em vácuo para evitar que os elétrons interajam com as moléculas dos gases presentes na câmara.

Além da atmosfera, a plataforma onde será depositado o pó também pode ser controlada, sendo possível aquecê-la de forma a reduzir os gradientes térmicos e, conseqüentemente, as tensões térmicas residuais, visando combater a distorção e o aparecimento de trincas nas peças fabricadas (Kempen *et al.*, 2013).

Este processo de manufatura aditiva apresenta mais de 130 variáveis de processamento que influenciam diretamente nas propriedades mecânicas das peças fabricadas, sendo que a modificação dessas variáveis pode alterar significativamente as propriedades do produto. Como variáveis de material, pode-se destacar a

densidade, o ponto de fusão, a condutividade térmica, a distribuição granulométrica e fluidez do pó e o coeficiente de absorção da radiação; para variáveis de ambiente de construção têm-se as propriedades do gás de proteção e as propriedades do feixe de laser (modo, comprimento de onda, etc.); já para as variáveis do sistema tem-se a potência do laser, diâmetro do ponto focal, velocidade de varredura, espessura da camada de pó e o nível de oxigênio na atmosfera circundante, etc. A velocidade de varredura e a potência do laser, por exemplo, influenciam fortemente tanto a taxa de construção (build rate) da peça quanto a definição de seus detalhes (Frazier, 2014) (Figura 3).

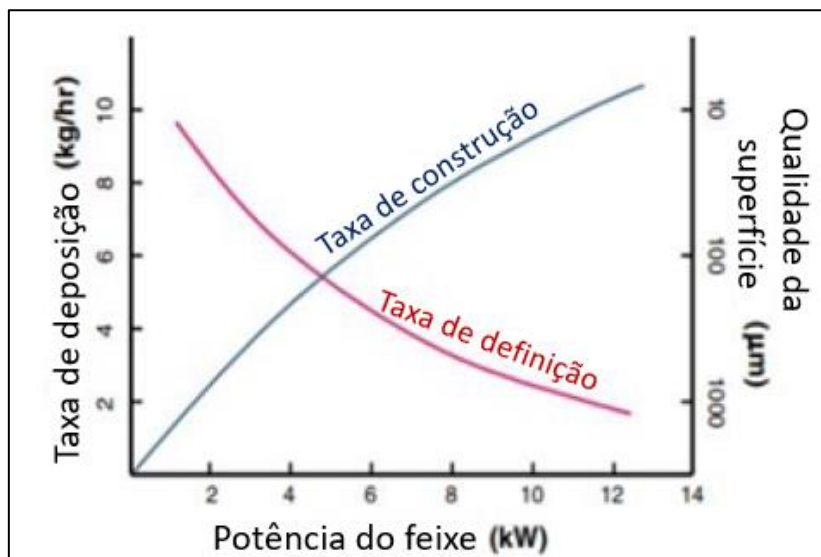


Figura 3: relação entre taxa de deposição do pó, potência do laser e suas influências na velocidade de construção e definição da peça (Frazier, 2014).

A Figura 4 (Grigoriev *et al.*, 2019) exemplifica como a combinação de alguns parâmetros pode influenciar diretamente na taxa e construção da peça. Nela tem-se a potência do laser (P), a velocidade de varredura do feixe (v), a espessura da camada (D_s) e a distância de *hatch* (distância entre o centro de duas pistas, h_s), sendo que todos esses parâmetros podem também ser relacionados pela equação de densidade de energia volumétrica (Ev) (Thijs *et al.*, 2010). Além destes, a taxa de deposição do pó e o diâmetro do feixe do laser em um ponto de foco são de extrema importância para determinar a taxa de construção.

$$Ev = \frac{P}{v \times h_s \times D_s}$$

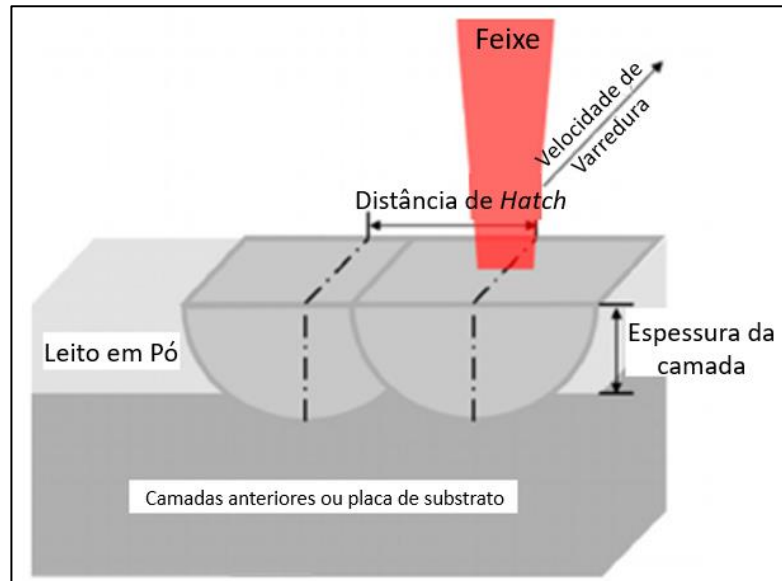


Figura 4: Representação esquemática de algumas variáveis de processo, como a espessura de camada ou *layer thickness* (D_s), *hatch spacing* (h_s) e a potência do laser (P). (Grigoriev *et al.*, 2019)

A densidade de energia volumétrica (E_v) pode ser definida como a quantidade de energia fornecida por unidade de volume no material que está sendo fundido, e é uma medida de extrema importância para garantir que a energia do laser seja distribuída de maneira uniforme na região de interesse, evitando falhas na fabricação e deformações no material (Balbaa *et al.*, 2020). Caso a E_v aplicada for baixa, uma parte do pó não se fundirá, reduzindo assim a densidade pela formação de cavidades irregulares (condição conhecida como falta de fusão) (Balbaa *et al.*, 2020). Entretanto, se E_v aplicada ao material for excessivamente alta, irá ocorrer a formação dos chamados poros de *keyhole* (Figura 5) devido a vaporização de elementos com baixa pressão de vapor durante a fusão e/ou a incorporação e aprisionamento de gases ligados a atmosfera, reduzindo assim a densidade total da peça (Balbaa *et al.*, 2020). Por conta disso, a técnica de se repetir a fusão antes da aplicação de uma nova camada de pó é utilizada para reduzir a porosidade residual gerada, uma vez que ela garante a evasão dos gases e o fechamento dos poros (Herzog *et al.*, 2016). Entretanto, por se tratar de um aço para o trabalho a frio com alto teor de Carbono, a refusão pode aumentar a quantidade de trincas (Kempen *et al.*, 2013)

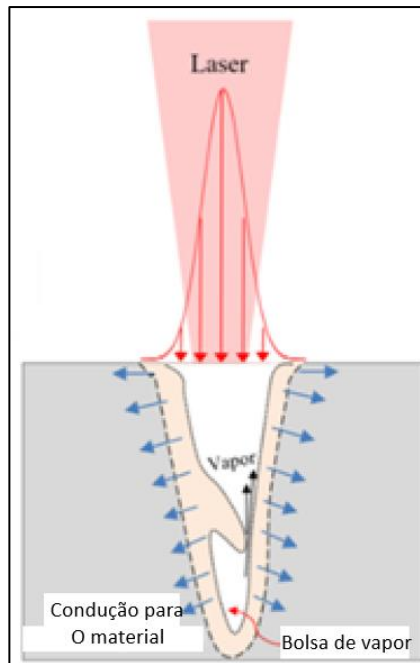


Figura 5: Formação de porosidade *keyhole* devido ao excesso de energia volumétrica que vaporiza metais com baixa pressão de vapor e incorpora gases da atmosfera. (Balbaa *et al.*, 2020)

A distribuição de energia do feixe geralmente é dada através de uma distribuição Gaussiana, que tem por característica promover uma região com temperaturas acima e abaixo da temperatura de fusão, formando a chamada Zona Termicamente Afetada, ou *ZTA*, (Fonseca *et al.*, 2020), fazendo com que seja possível ocorrer a formação de uma estrutura frágil devido a possibilidade de transformação de fases ou mudanças microestruturais durante a construção da peça devido a ciclagem térmica que uma camada sofre quando as trilhas próximas (vizinhas, acima ou abaixo) são fundidas.

Como no caso do Ti-6Al-4V (Figura 8), onde após cinco ciclos de aquecimento, ocorre uma mudança de fase de beta para alfa+beta (Frazier, 2014), ou como no caso do H13 (Figura 9), onde a microestrutura resultante depende principalmente da temperatura de pico dos pulsos perto de A_{c3} e acima da temperatura crítica T_{crit} , devido o tempo de permanência ser curto como resultado da alta velocidade do feixe de laser (Fonseca *et al.*, 2020). Logo, a microestrutura final depende principalmente dos últimos ciclos de aquecimento que desencadearam a solidificação, austenitização e revenimento (Fonseca *et al.*, 2020).

Existem feixes com outras distribuições, como a distribuição multi-modo

expressa na Figura 6 e a Flat-top expressa na Figura 7.

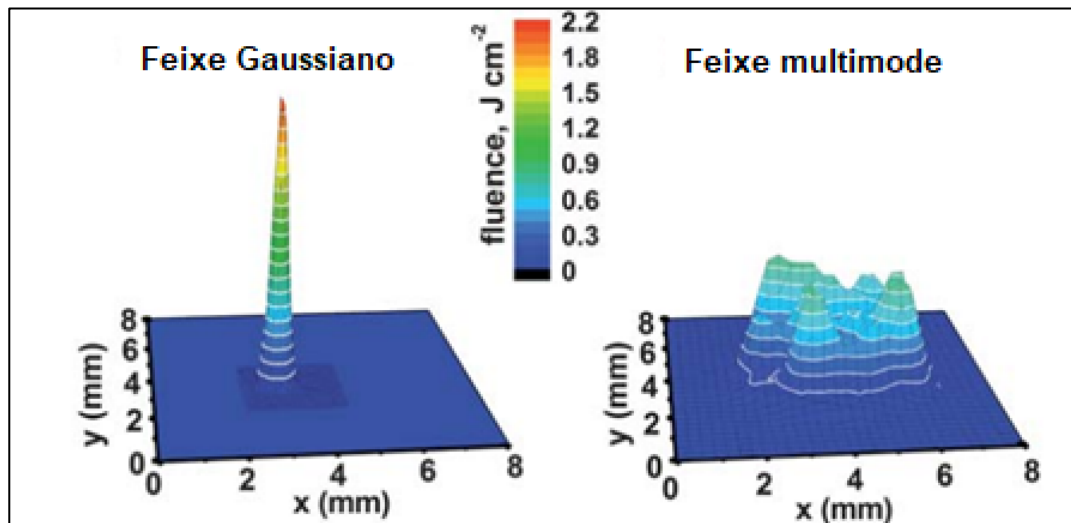


Figura 6: Comparação entre os feixes de distribuição Gaussiana e *Multi-mode* (Lednev, Pershin e Bunkin, 2010).

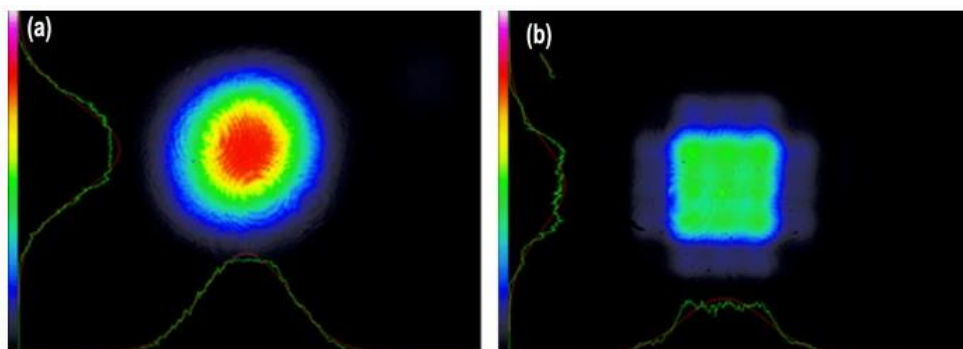


Figura 7: Comparação entre os feixe de distribuição Gaussiana e *Flat-Top*, a) Distribuição gaussiana, b) Distribuição *Flat-Top* (Choi *et al.*, 2022).

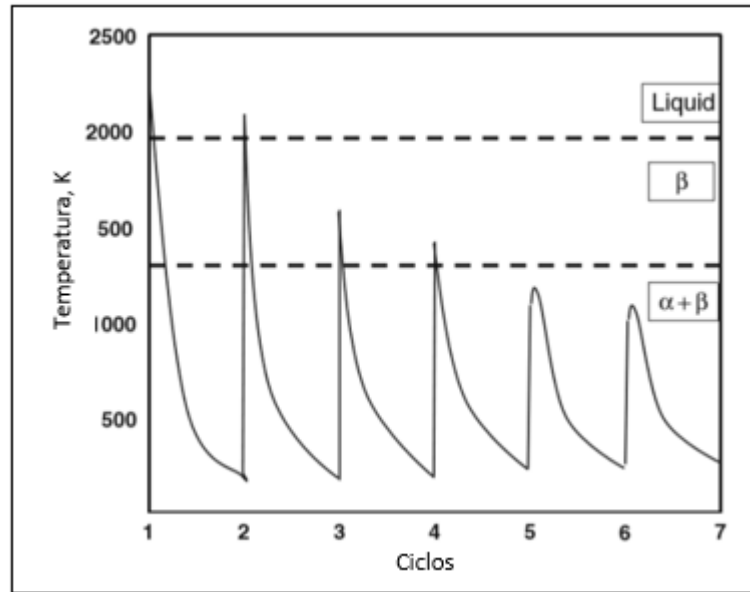


Figura 8: Perfil térmico de uma única camada de Ti-6Al-4V durante a adição de camadas superiores (Frazier, 2014).

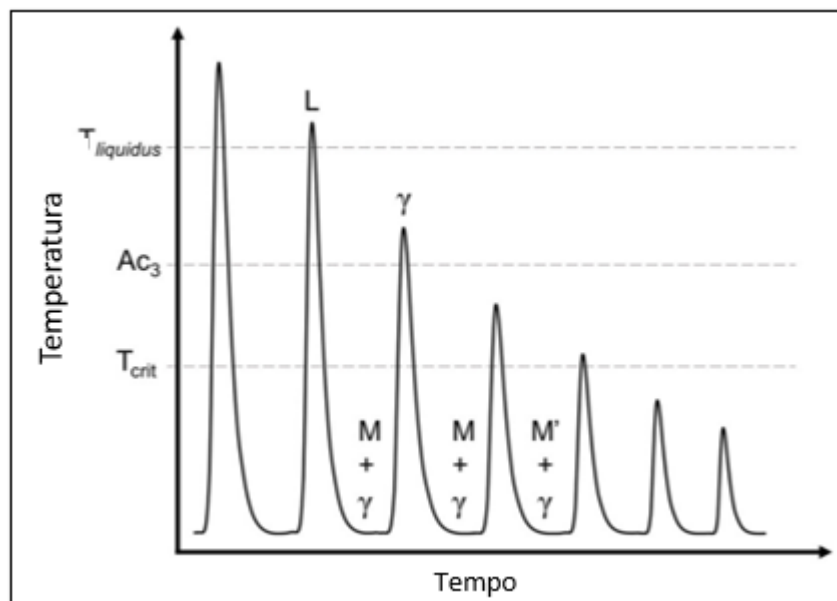


Figura 9: Representação esquemática do ciclo térmico do PBF e as transformações de fase correspondentes ao aço H13, onde o L é líquido, γ é austenita, M é martensita e M' é martensita revenida (Fonseca *et al.*, 2020).

Logo, é de extrema importância que ocorra a escolha correta dos parâmetros a serem empregados durante o processo, além dos materiais e métodos a serem utilizados, principalmente a escolha do laser.

Um laser pode ser contínuo e pulsado, utilizado individualmente ou em

conjunto (existe equipamentos que podem utilizar até 4 lasers simultaneamente). Ele é composto tipicamente por um meio de ganho de energia, uma fonte de bombeamento e um ressonador óptico, onde dentro do ressonador óptico o meio de ganho amplifica o feixe de luz através da emissão estimulada, utilizando a energia externa fornecida pela fonte de bombeamento (Lee et al., 2017). Os lasers são classificados de acordo com o meio de ganho utilizado, como por exemplo estado sólido, estado gasoso, fibras ópticas, semicondutores e excimer (Lee et al., 2017). Na L-PBF, os lasers mais comumente utilizados são os de estado sólido, como o de cristal de ítrio e alumínio dopado com neodímio (Nd:YAG, com comprimento de onda de operação de 1,06 μm), os de estado gasoso, como o laser de CO₂ ($\lambda = 9,4$ e 10,6 μm) e os lasers de fibra, como os lasers de Yb ($\lambda = 1,07 \mu\text{m}$) (Lee et al., 2017), sendo os de fibras os mais utilizados devido a maior absorvidade dos metais neste comprimento de onda. Esses três tipos de lasers podem oferecer um padrão de distribuição gaussiana e multimodo, já o laser *excimer* é o único tipo de laser que consegue oferecer um padrão de distribuição Flat-Top.

A forma como o calor é removido também afetará as propriedades da peça produzida. No processo L-PBF, os mecanismos de transferência de calor incluem principalmente radiação de calor do feixe de laser para a camada de pó, condução de calor entre as partículas de pó e convecção de calor entre o leito de pó e a atmosfera ambiente (Yuan e Gu, 2015), como mostrado na Figura 11. No início da construção, o calor é removido por condução através do contato com o substrato e, quando há o crescimento da amostra, devido a adições de camadas superiores a convecção e radiação serão mais atuantes, fazendo com que a região central da peça tenha um maior aprisionamento de calor tornando a microestrutura nessa região mais grosseira, gerando uma microestrutura heterogênea, com piores propriedades mecânicas na região central.

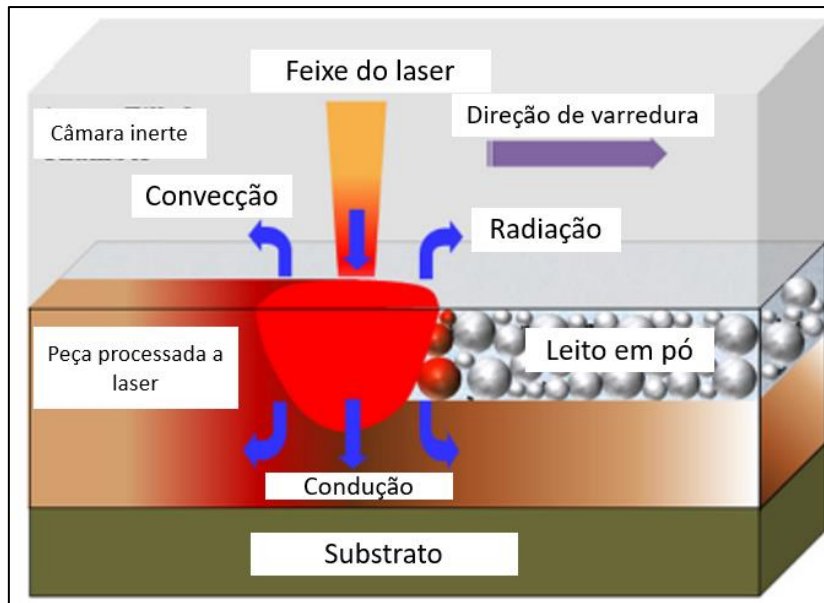


Figura 11: Modos de transferência de calor do processo L-PBF (Yuan e Gu, 2015).

Durante o aquecimento e conseqüentemente na fusão do pó e da camada subjacente, ocorrem grandes gradientes térmicos ao redor da pista (Kempen *et al.*, 2013). Uma baixa condução de calor combinado com o rápido aquecimento da superfície pelo feixe dá origem a uma variação de temperatura acentuada, e a medida em que a temperatura aumenta, a resistência do material diminui. No PBF, as camadas subjacentes resolidificadas com menores temperaturas inibem a expansão da camada superior aquecida, originando deformações elásticas de compressão. Quando a resistência ao escoamento do material é atingida, a camada superior é comprimida plasticamente (Kempen *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2018), como mostrado na Figura 12-a.

Já no resfriamento, as camadas superiores fundidas tendem a encolher devido à contração térmica, induzindo tensões residuais, sendo essa contração de compressão inibida pelo material subjacente, gerando uma tensão de tração na camada superior adicionada e uma tensão de compressão na camada subjacente, logo a tensão residual de tração formada na zona aquecida é equilibrada por uma zona compressiva (Kempen *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2018), como mostrado na Figura 12-b e Figura 13.

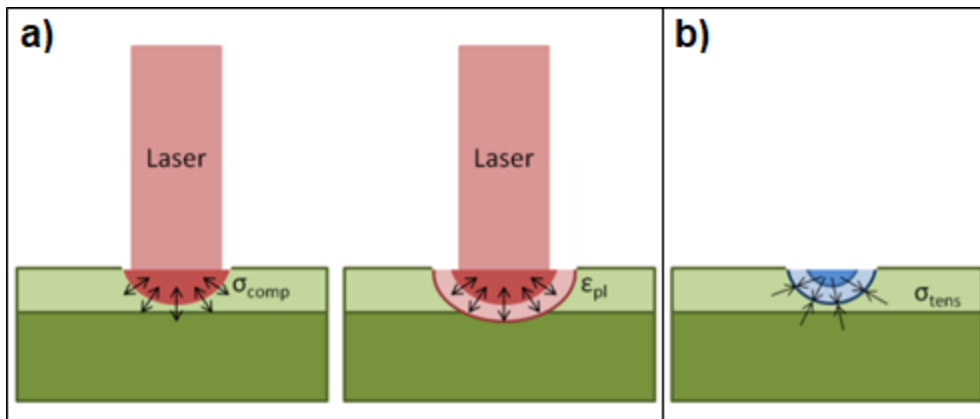


Figura 12: Esquema representativo de tensões térmicas geradas no a) aquecimento, b) resfriamento (Kempen *et al.*, 2013).

As tensões geradas diminuem a resistência mecânica e o comportamento em fadiga das peças, podendo causar defeitos como o surgimento de trincas e o empenamento. A magnitude dessas tensões pode chegar a 75% do limite de escoamento do material, logo materiais com alto limite de escoamento e alto módulo elástico tendem a apresentar uma maior tensão residual durante o processo. O alto grau de tensão residual está diretamente relacionado com a densidade de energia usada, já que altas densidades de energia geralmente levam a uma maior tensão residual (Sochalski-Kolbus *et al.*, 2015).

As altas taxas de resfriamento (diretamente proporcional a velocidade de varredura do feixe e inversamente proporcional a potência utilizada) associadas ao processo de L-PBF (da ordem de 10^3 a 10^5 K/s) (Herzog *et al.*, 2016), produzem peças com microestruturas fora do equilíbrio, e por estar fora do equilíbrio, a solidificação rápida pode formar fases metaestáveis e até suprimir a formação de intermetálicos, como no exemplo do diagrama TT (Figura 13) e no diagrama de fases hipotéticos (Figura 14) (Hebert, 2016) a seguir, sendo extremamente difícil de se prever qual fase irá se solidificar do material sem que este seja testado experimentalmente. Logo, para se obter uma peça suficientemente densa com microestrutura fora do equilíbrio e de boa qualidade, deve-se manter um balanço entre vários parâmetros de processo.

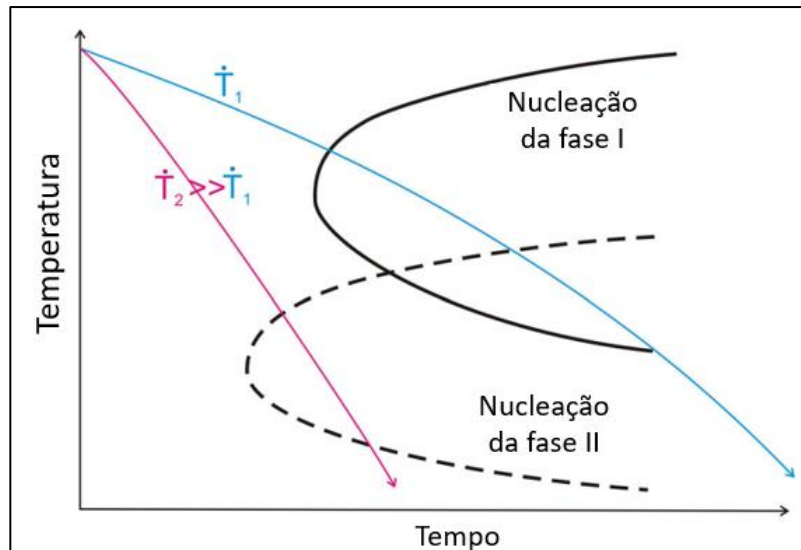


Figura 13: Diagrama de tempo-temperatura-transformação (TTT) mostrando o início da nucleação para duas fases hipotéticas diferentes e duas taxas de resfriamento diferentes (linhas tracejadas). A nucleação da fase I é inibida devido ao aumento da taxa de resfriamento (Hebert, 2016).

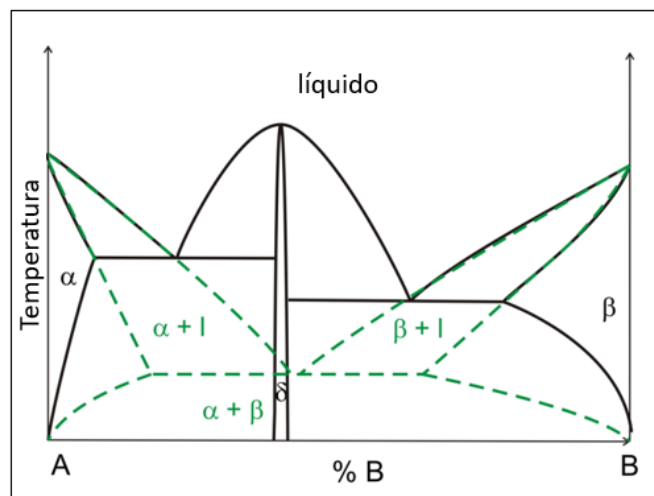


Figura 14: Diagrama de equilíbrio hipotético (linhas sólidas) e diagrama de fase metaestável (linhas tracejadas) (Hebert, 2016).

A propriedade mais frequentemente utilizada como indicador de qualidade de peças produzidas por manufatura aditiva é a densidade relativa, sendo ela a razão entre a densidade da peça real e densidade teórica do material. Para o processo de L-PBF, o valor dessa propriedade é acima de 90%, valor esse considerado alto se comparado a outros processos de manufatura aditiva.

Uma das limitações do L-PBF é a rugosidade superficial nas peças fabricadas,

o que pode (algumas vezes, não sendo uma regra) requerer pós processamento para melhorar a qualidade superficial. O limite de resistência à tração dos materiais densificados pelo processo podem ser iguais ou até melhor do que aqueles obtidos por processos convencionais de fabricação, como forjamento e fundição (Tolosa *et al.*, 2010). Como no caso dos componentes de aço manufacturados que apresentam menor ductilidade porém maior resistência mecânica se comparados aos componentes produzidos pelos métodos tradicionais.

Por fim, diversos setores utilizam das peças com boa precisão dimensional e boas propriedades mecânicas que a L-PBF confere, como os setores da indústria aeroespacial, automotivo, odontológico, médico, de componentes de engenharia mecânica e protótipos. Devido à possibilidade de produzir peças com formas complexas, dimensões variadas, oferecendo a possibilidade de liberdade quase irrestrita no projeto das peças, a versatilidade se torna uma característica principal desse tipo de processamento, onde designs especiais como *scaffolds* e peças com vários canais internos podem ser fabricadas e suas densidades customizadas (Pauly *et al.*, 2013).

2.2 AÇOS FERRAMENTAS E AÇO A2

Os aços ferramenta compreendem aços carbono, ligas ou aços rápidos que possuem a capacidade de serem temperados e revenidos, produzidos em menor escala e com processos mais específicos ao compara-los aos aços convencionais comercializados, exigindo assim rigorosos requisitos de propriedades mecânicas (Mesquita, 2016). Esses materiais são empregados em ferramentas manuais ou dispositivos mecânicos para corte, modelagem e conformação, além de serem utilizados em diversas outras aplicações que requerem resistência ao desgaste, resistência mecânica, tenacidade e outras propriedades para um desempenho otimizado (Mesquita, 2016).

Os aços ferramenta apresentam uma ampla variedade de aplicações, combinando diferentes tipos de aço, condições de tratamento térmico e métodos de fabricação. Com base nessas características, esses materiais são agrupados em diferentes categorias para atender às demandas específicas de cada aplicação. Entre os grupos mais comuns estão aqueles utilizados para trabalho a frio, trabalho a quente, moldes de plástico e corte de alta velocidade, sendo este último grupo conhecido como aços rápidos (Mesquita, 2016). A norma ASTM A681 é a

classificação mais amplamente utilizada para a categorização dos aços ferramenta, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1: Classificação dos aços ferramenta de acordo com a ASTM A681 (ASTM A681-08, 2005).

Classificação ASTM	Símbolo
Aços ferramenta temperáveis a água	W
Aços ferramenta resistentes a choques	S
Aços ferramenta para trabalho a frio, endurecidos a óleo	O
Aços ferramenta para trabalho a frio, média liga, endurecidos ao ar	A
Aços ferramenta para trabalho a frio, alto carbono e alto cromo para matrizes	D
Aços ferramenta para moldes de plástico	P
Aços ferramenta para trabalho a quente, cromo, tungstênio	H
Aços rápidos para ferramentas de tungstênio	T
Aços para ferramentas de alta velocidade molibdênio	M

Na classificação dos aços ferramenta, eles podem ser designados com base na aplicação, como é o caso da série D utilizada em moldes, ou da série H empregada em trabalho a quente. Também é possível categorizá-los de acordo com o processo de fabricação, como é o caso da série A (DebRoy et al., 2018). Em relação ao tratamento térmico, a norma prevê um procedimento geral em duas etapas para os aços ferramenta, que envolve a austenitização seguida do revenimento. O ciclo de revenimento pode ser simples, com duração de 2 horas, ou duplo (Roberts, Krauss e Kennedy, 1998).

Embora o procedimento de endurecimento dos aços ferramenta já seja padronizado, há outras técnicas não normativas que são importantes para o aumento da dureza desses materiais e que seu resultado será abordado neste trabalho, como o tratamento *sub-zero*, que consiste em resfriar o material a temperaturas criogênicas para transformar a austenita retida da microestrutura em martensita, sendo este dividido em duas diferentes formas de realizar esse tratamento, o tratamento *sub-zero* raso, que envolve a imersão em temperaturas criogênicas por apenas 5 minutos, e o tratamento *sub-zero* profundo, que envolve a imersão por 36 horas consecutivas (Das, D, Dutta e Ray, 2009; Das, D., Dutta e Ray, 2009). De acordo com a pesquisa realizada por Das em aço ferramenta D2, o tratamento *sub-zero* pode acelerar a decomposição da martensita, transformando toda a austenita retida em martensita,

bem como modificar o comportamento de precipitação de carbonetos secundários, refinando-os e aumentando sua quantidade e densidade populacional. Isso leva a uma distribuição mais uniforme na microestrutura e, conseqüentemente, a um aumento na dureza da matriz e do bulk. Além deste tipo de tratamento, a produção de peças em aço ferramenta H13 por L-PBF e o tratamento de revenimento em temperaturas mais altas do que as descritas na norma, de acordo com o estudo de Krell, resultaram em um aumento na dureza final do material devido a uma melhor homogeneização com precipitações finas e dispersas, permitindo que os elementos mais pesados ganhassem mobilidade (Krell *et al.*, 2018).

Atualmente, o aço ferramenta A2 é considerado a classe mais popular de aço ferramenta nos Estados Unidos. Ele é um material para trabalho a frio que apresenta boa usinabilidade, resultando assim em uma ampla variedade de aplicações. Este tipo de aço apresenta boa resistência ao desgaste, resultado da maior porcentagem de carbono e cromo (5% em massa) em sua composição. Comparado ao aço A6, o aumento da resistência ao desgaste é de cerca de 20 a 25% (Mesquita, 2016). Sua composição é dada conforme a Tabela 2:

Tabela 2: Composição do aço ferramenta A2 em porcentagem (% em massa) (Roberts, Krauss e Kennedy, 1998):

C	Mn	P (máx)	S (máx)	Si	Cr	V	Mo
0.95 - 1.05	0.40 - 1.00	0.030	0.030	0.10 - 0.50	4.75 - 5.50	0.15 - 0.50	0.90 - 1.40

O A2 é amplamente utilizado em ferramentas de conformação a frio, como as ferramentas de corte ou estampagem, devido às suas propriedades mecânicas desejáveis de resistência mecânica, resistência ao desgaste e tenacidade. Em geral, a dureza a quente ou a manutenção de resistência mecânica a quente não são tão necessárias, devido aos seus limites de temperatura de operação (geralmente à temperatura ambiente, e no máximo 200°C) (Mesquita, 2016). Além disso, o A2 possui alta taxa de endurecimento quando tratado termicamente, com uma baixa distorção durante a têmpera por ser temperável ao ar (menores taxas de resfriamento). Também tem alta resistência ao amolecimento em temperaturas elevadas e média resistência à decarbonetação. Porém, há uma tendência de reter austenita, que geralmente é eliminada ou reduzida a quantidades insignificantes durante o revenimento

Para transformar o A2 em sua forma ideal, é necessário seguir um tratamento térmico normativo que envolve algumas etapas. Primeiramente, é preciso realizar um pré-aquecimento para aliviar as tensões e minimizar as alterações dimensionais não uniformes durante a austenitização (Bryson, 2005; Dossett e Totten, 2014). O pré-aquecimento é feito a 650°C por um tempo que varia de acordo com a espessura da peça (Bryson, 2005; Dossett e Totten, 2014), sendo que para uma peça com 25 mm de espessura, o tempo necessário é de 10 a 15 minutos. Em seguida, a temperatura é elevada para a faixa de 925 a 980°C para a austenitização (Dossett e Totten, 2014) que leva cerca de uma hora. Depois disso, é realizada a tempera ao ar, onde ocorre a transformação da maior parte da austenita em martensita. Para finalizar o processo, é realizado o revenimento (simples ou duplo) por 2 horas a uma temperatura de 205°C (Figura 15) (Bryson, 2005).

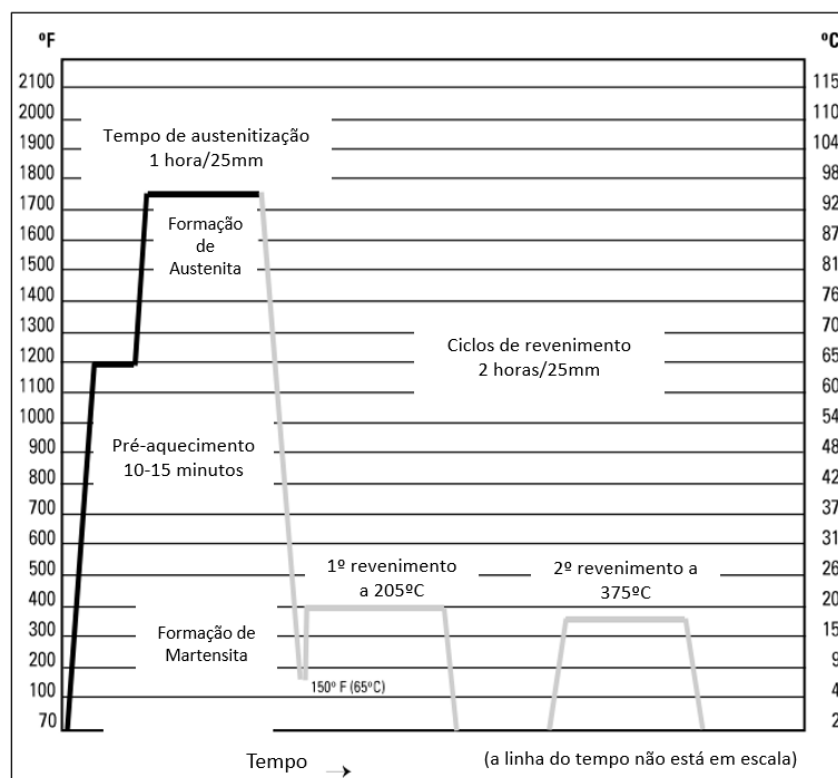


Figura 15: Ciclo de endurecimento para peças de A2 com menos de 25mm de espessura.(Bryson, 2005)

De acordo com alguns estudos, a temperatura ótima de endurecimento por revenimento para o aço A2 é de 205°C/400°F (Tabela 3), a qual se aproxima da temperatura de início da transformação martensítica (M_s), conforme indicado pela curva TTT do aço A2 (Figura 16).

Tabela 3: Dureza Rockwell C obtida através das diversas temperaturas de revenimento (Bryson, 2005).

Temperatura de Revenimento	Rockwell C
150°C (300°F)	62
205°C (400°F)	60
260°C (500°F)	56
315°C (600°F)	56
370°C (700°F)	56
425°C (800°F)	56
480°C (900°F)	56
535°C (1000°F)	56
590°C (1100°F)	50

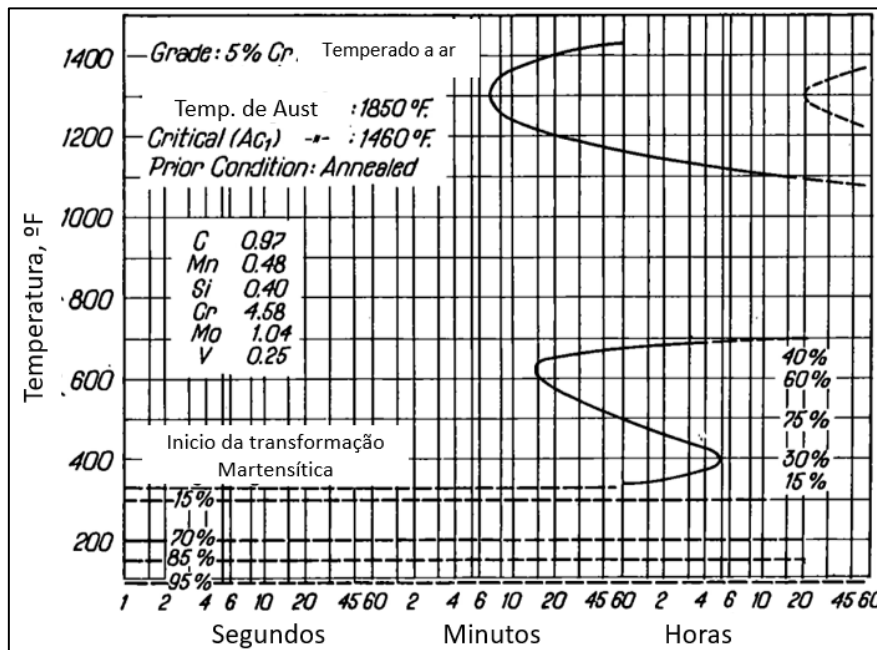


Figura 17: Curva TTT do aço ferramenta A2. (Voort e George, 1991)

Revisões da literatura indicam que, em termos de manufatura aditiva, o aço A2 não é amplamente utilizado, em vez disso a produção de aços inoxidáveis, como o 316L e o 304L, ou aços ferramenta para trabalho a quente, como o H13, são mais citadas (Fayazfar *et al.*, 2018). O A2 apresenta alta tensão residual após o processo de LPBF devido ao alto teor de carbono (1% em massa) e a grandes distorções na rede cristalina quando forma martensita, além de ser um metal muito duro, o que acaba por apresentar diversas trincas no material, impossibilitando assim sua usabilidade em aplicações de alto rendimento, requerendo assim um alto grau de

refinamento de seus parâmetros de processo para entregar uma peça dentro dos requisitos necessários.

2.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

O método de difração de raios-X utilizado atualmente se baseia na Lei de Bragg, sendo que uma amostra monocristalina, policristalina ou em pó é utilizada para que se tenha informações dos cristais, onde um feixe monocromático é gerado por um tubo de raios-X e incidido em uma direção na amostra.

Se essa amostra for monocristalina, ela poderá ter um conjunto de planos hkl orientados em relação ao feixe com o ângulo θ que satisfaça a Lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta,$$

sendo d_{hkl} a distância entre os planos cristalinos refletoras, θ o ângulo de incidência dos raios-X, λ o comprimento de onda e n é um número inteiro conhecido como ordem da reflexão. Caso a Lei de Bragg seja satisfeita, o feixe irá difratar, sendo o ângulo entre o feixe incidente e o feixe difratado, 2θ (Callister e Rethwisch, 2016).

Ao colocar um detector na direção do feixe incidido e rotacioná-lo, é possível verificar se está chegando algum sinal difratado no detector de raios-X em função do ângulo 2θ e qual a sua intensidade. (B.D.Cullity, 1994, p. 98; Callister e Rethwisch, 2016, p. 81)

Ao ter-se uma amostra em pó, sendo cada partícula do pó um minúsculo cristal, ou um sólido policristalino, tem-se vários grãos ou cristais que estão aleatoriamente orientados com relação ao feixe de raios-X incidente (B.D.Cullity, 1978). Então cada vez que se tem um plano hkl favoravelmente orientado ao feixe incidente, respeitando a Lei de Bragg, ocorrerá a difração com seu respectivo ângulo 2θ . Como são muitos cristais, aleatoriamente orientados uns em relação aos outros, o que se tem são vários cristais, que muitas vezes irão difratar com o mesmo 2θ , mas estando com o sensor rotacionado um com relação ao outro em uma direção específica, fará com que o feixe difratado não seja um ponto, mas sim um cone (B.D.Cullity, 1978). Apesar do espectro difratado ser um cone, a maioria dos difratômetros utilizam detectores lineares, fazendo que seja analisado somente uma linha do ângulo 2θ . Isso faz com que toda vez que seja identificado um feixe difratado, haja um pico correspondente ao ângulo 2θ e sua intensidade (Figura 19). A representação esquemática da rotação do detector em função do feixe incidido pode

ser visualizada na Figura 18.

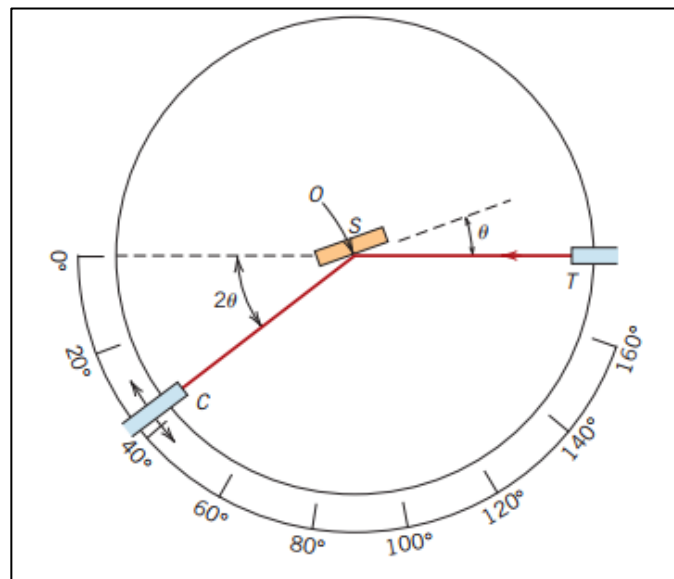


Figura 18: Diagrama esquemático de um difratômetro de raios X, onde T é a fonte de raios-X, S a amostra, C o detector e O o eixo ao redor do qual giram a amostra e o detector (Callister e Rethwisch, 2016).

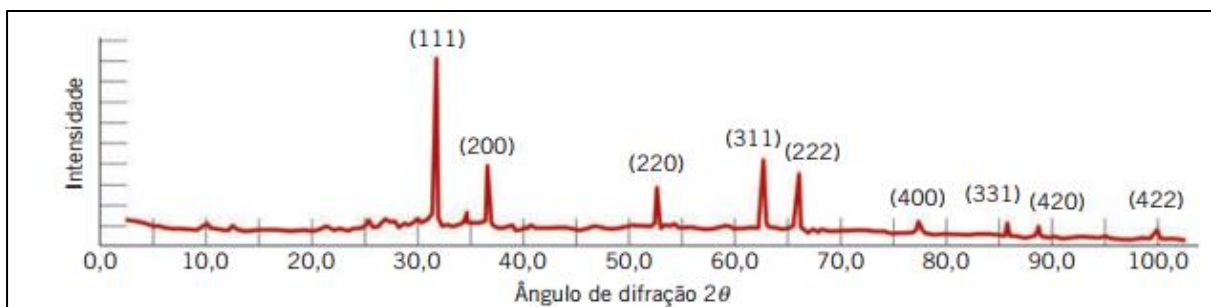


Figura : Difratograma para uma amostra pulverizada de chumbo (Callister e Rethwisch, 2016).

2.4 REFINAMENTO RIETVELD

O refinamento Rietveld é uma técnica poderosa usada na análise de difração de raios-X, que atualmente consegue determinar diversas informações sobre a estrutura cristalina do material a partir de seus padrões de difração de raios-X, como a posição dos átomos dos cristais, o tamanho da célula unitária, a orientação molecular de compostos orgânicos, defeitos cristalinos como discordâncias e vacâncias, a distribuição de cargas nos átomos do cristal e propriedades magnéticas como a estrutura magnética e a direção e intensidade do momento magnético. A

técnica foi desenvolvida por Hugo Rietveld em 1969 (Rietveld, 1969) e é amplamente utilizada em muitas áreas da ciência de materiais, e tem sido aplicado em uma ampla gama de materiais, desde compostos simples até materiais complexos, como ligas, zeólitas (Gualtieri *et al.*, 2006), cerâmicas, vidros, polímeros, proteínas e nanopartículas. Além disso, a técnica tem sido usada em muitas aplicações importantes, incluindo a síntese de novos materiais, o estudo de estruturas de materiais biológicos e a investigação de processos físicos e químicos em sólidos.

Nesta técnica, ocorre a comparação da difração de raios-X observada experimentalmente com um padrão de difração simulado a partir de um modelo cristalográfico, sendo o modelo ajustado iterativamente até que o padrão simulado se ajuste ao padrão experimental. O processo de refinamento envolve a otimização dos parâmetros estruturais, incluindo as posições atômicas, parâmetros de rede, fatores térmicos e ocupações atômicas.

2.4.1 Funções de Perfil de ajuste de Background

Um dos principais avanços na técnica de refinamento Rietveld é o uso de funções de perfil de difração para criar modelos mais precisos levando em conta efeitos como a absorção da radiação pelos átomos, a desordem atômica e os efeitos instrumentais. Dentre as funções de perfil mais utilizadas atualmente estão a função de pseudo-Voigt, a função de Pearson VII e a função de Caglioti.

2.4.1.1 Função pseudo-Voigt

A função pseudo-Voigt é uma função matemática usada para modelar o perfil de difração em picos de materiais policristalinos. Ela é uma combinação de duas funções bem conhecidas na área de cristalografia: a função de Gauss e a função de Lorentz, resultando em uma curva com uma forma intermediária entre as duas (Armstrong, 1967). A função de Gauss é usada para descrever a contribuição do alargamento intrínseco do pico de difração, que é devido à distribuição estatística de distâncias interatômicas no cristal. Por outro lado, a função de Lorentz é usada para descrever a contribuição do alargamento extrínseco do pico de difração, que é devido à resolução finita do detector de difração. Logo, a função pseudo-Voigt pode descrever tanto a contribuição de picos finos e estreitos (perfil de Gaussiana) como de picos largos e espalhados (perfil de Lorentziana) (Figura 20), portanto se torna

uma boa escolha para materiais com ampla distribuição de tamanhos de cristais ou para picos sobrepostos.

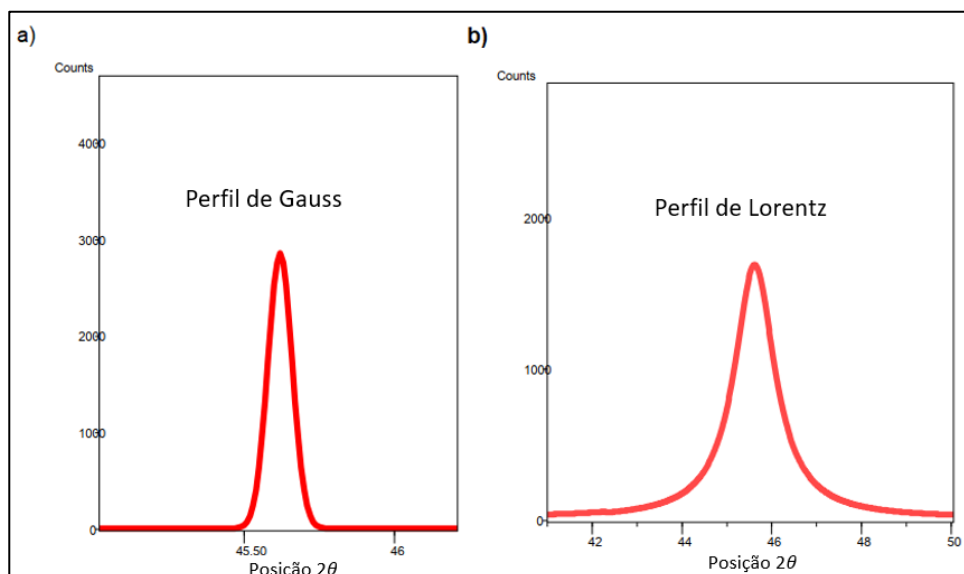


Figura 20: a) Perfil expresso pela função de Gauss; b) Perfil expresso pela função de Lorentz. (Speakman, 2012)

A função de pseudo-Voigt é dada pela seguinte fórmula:

$$G_{jk} = \gamma \frac{2}{H_k \pi} [1 + 4X_{jk}^2]^{-1} + (1 - \gamma) \frac{C_1^{1/2}}{H_k \pi^{1/2}} \exp[-C_1 X_{jk}^2],$$

Onde γ é a largura de meia altura (FWHM) dado por $\gamma = \gamma_1 + \gamma_2 2\theta + \gamma_3 (2\theta)^2$, sendo γ_1, γ_2 e γ_3 constantes refinadas através do refinamento Rietveld, onde correspondem respectivamente ao Peak Shape 1, Peak Shape 2 e Peak Shape 3.

O H_k corresponde à largura do pico da função Cagliotti, C_1 é $4 \ln 2$ e X_{kj} é dado por $X_{kj} = \frac{(2\theta_i - 2\theta_k)}{H_k}$, sendo o $2\theta_i$ e o $2\theta_k$ os ângulos de Bragg dos picos i e k que são medidos na difração de raios X, sendo eles determinados experimentalmente a partir dos picos de difração e são usados na equação para calcular a distorção angular do cristal em relação a um cristal ideal (Speakman, 2012).

2.4.1.2 Função de Pearson VII

A função de Pearson VII é uma função de perfil que tem uma forma mais

estreita e alta do que a função de pseudo-Voigt, sendo mais adequada para modelar picos de difração estreitos e altos (Speakman, 2012).

A equação matemática para a função de Pearson VII é dada por:

$$I(x) = \frac{A}{\left(1 + \frac{x-x_0}{\Gamma}\right)^p},$$

sendo, $I(x)$ a intensidade do pico em uma posição x , A a amplitude do pico, x_0 é a posição central do pico, Γ é a largura total na meia altura do pico e p é um parâmetro que controla a forma do perfil de difração. A função de Pearson VII tem uma forma similar à função de Lorentz, mas com um fator de amortecimento exponencial que controla a forma do perfil de difração, quanto maior o valor de p , mais estreito é o pico e mais rápido é o decaimento do perfil.

2.4.1.3 Função de Caglioti

A função de Caglioti (Caglioti, Paoletti e Ricci, 1958) é outra função de perfil usada no refinamento de Rietveld e é usada para modelar a difração em picos de materiais policristalinos que têm tamanhos de cristais de tamanho intermediário (entre 10 a 1000 nanômetros).

Esta função é baseada em uma série de equações matemáticas que descrevem a contribuição da desordem na orientação dos cristais ao perfil de difração, podendo ser simplificada por (Rietveld, 1969):

$$H_k = (U \tan^2\theta + V \tan\theta + W)^{1/2},$$

onde os parâmetros U , V e W são os parâmetros de meia largura refinados pelo refinamento Rietveld (Speakman, 2012). O parâmetro U é responsável pelo alargamento dos picos devido ao tamanho finito dos cristalitos na amostra e está diretamente relacionado ao tamanho médio dos cristais, portanto quanto menores forem os cristalitos, maior será o valor de U . O parâmetro V é responsável pelo alargamento dos picos de difração devido ao espalhamento Compton, que é a dispersão inelástica da radiação pelos elétrons na amostra, que depende da densidade eletrônica do material. O parâmetro W é responsável pelo alargamento

dos picos devido à absorção da radiação pelos átomos da amostra.

Em geral, a escolha da função de perfil depende das características do material que está sendo estudado e das informações que se deseja extrair dos dados de difração de raios-X. Em alguns casos, pode ser necessário combinar diferentes funções de perfil para obter a melhor descrição possível da distribuição de intensidade da difração.

2.4.2 Indicadores de um bom refinamento Rietveld

Ao se utilizar *softwares* para realizar o refinamento Rietveld, o próprio *software* fornece vários indicadores numéricos para quantificar a qualidade do modelo adotado e o refinamento realizado, entre esses indicadores tem-se o R_p , o R_{wp} , o R_{exp} e o GOF (Young, 1993).

O R_p quantifica a diferença entre os pontos de dados experimentais e os calculados, ponto a ponto, logo ele é o resíduo do refinamento por mínimos quadrados (Young, 1993).

O R_{wp} quantifica o resíduo ponderadamente, de modo que os pontos de dados de maior intensidade sejam mais relevantes do que os pontos de dados de baixa intensidade. O mesmo torna-se necessário devido ao ajuste dos picos serem mais importantes do que o ajuste do background. Contudo, o R_{wp} é desfavorável em algumas situações onde a informação importante está contida nos picos mais fracos (Young, 1993).

No geral o R_p e R_{wp} simplesmente comparam o padrão calculado pelo *software* com os dados obtidos experimentalmente, e conceitualmente nunca se terá um ajuste perfeito dos dois, já que todos os dados possuem ruídos e dificilmente haverá um *software* que modele esses mesmos ruídos, como por exemplo o *HighScorePlus (HSP)* e o *GSAS2*, logo deseja-se que ambos seja inferior a 10% para tornar o refinamento mais próximo da realidade, sendo eles dados pelas seguintes fórmulas:

$$R_p = \frac{\sum |y_{io} - y_{ic}|}{\sum y_{io}}$$

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum w_i (y_{io} - y_{ic})^2}{\sum w_i y_{io}^2} \right]^{1/2}$$

sendo y_{io} a intensidade observada em um dado ângulo de difração, y_{ic} a intensidade calculada pelo modelo teórico em um dado ângulo e o w_i são os fatores de ponderação que levam em consideração as incertezas experimentais e são calculados a partir dos erros associados a cada ponto experimental.

O R_{exp} é uma medida da qualidade do ajuste entre os dados experimentais e o modelo teórico, levando em consideração a incerteza experimental. Dados com mais ruído ou intensidades de pico baixas terão um R_{exp} maior. Teoricamente, o R_{wp} nunca pode ser melhor que o R_{exp} . O R_{exp} é dado de acordo com a seguinte equação:

$$R_{exp} = \left[\frac{N - P}{\sum w_i y_{io}^2} \right]^{1/2}$$

Onde N é o número total de pontos de difração medidos experimentalmente e o P é o número de parâmetros ajustáveis no modelo Rietveld.

O *GOF* (do inglês, *goodness of fit*) é uma medida global da qualidade do ajuste, que leva em consideração tanto a diferença entre as intensidades observadas e calculadas quanto o número de parâmetros livres no modelo, comparando o R_{wp} a R_{exp} , de acordo com a *Equação 5*.

$$GOF = \chi^2 = \left[\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right]^2$$

Se o *GOF* for igual à 1, significa que o modelo é o melhor possível. Logo, quanto mais próximo de 1, melhor foi a análise. Contudo, para tornar a análise válida, o *GOF* tem-se um valor aceitável, sendo ele menor que 4.

Existem diversas formas de melhorar o *GOF*, como por exemplo melhorar

qualidade dos dados experimentais, escolher um modelo teórico adequado para obter um bom ajuste, ajustar adequadamente os parâmetros, considerar a inclusão de efeitos de absorção como coeficientes de absorção de Lorentz ou coeficientes de espalhamento anômalo, ajustar os fatores de ponderação e verificar e corrigir possíveis erros.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 AS AMOSTRAS FABRICADAS POR L-PBF

Neste trabalho, foram utilizadas peças de aço A2 produzidas previamente por L-PBF, empregando-se uma estratégia de deposição que consiste em traços com comprimento máximo de 5 mm e rotação padrão de 32° entre as camadas, conforme a representação esquemática da Figura 21. As amostras de formato cúbico com dimensões de 10 mm foram fabricadas com os mesmos parâmetros: potência do laser de 250W, velocidade de construção de 550 mm/s e espessura da camada de 30 μm . Após a caracterização das peças fabricadas, houve a seleção das amostras feitas em triplicatas que obtiveram a maior densidade relativa, onde foram cortados corpos de prova.

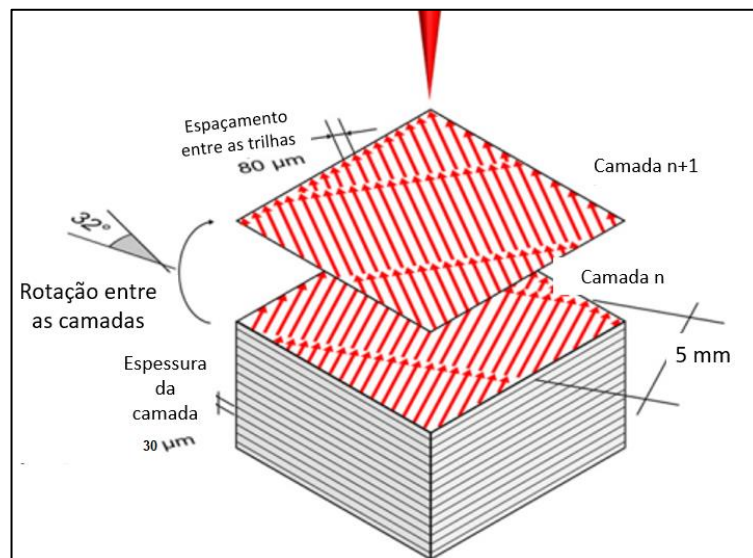


Figura 21: Representação esquemática da estratégia de varredura do laser adotada na fabricação das amostras de aço ferramenta A2 (Fonseca *et al.*, 2020).

3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Para a realização dos tratamentos, foram utilizadas três amostras fabricadas por triplicata com os mesmos parâmetros, denominadas "Amostra 7", "Amostra 30" e "Amostra 61", que foram cortadas em quatro partes iguais cada, totalizando doze amostras. Em cada tratamento, realizou-se o tratamento térmico em três fatias de amostras (exceto no tratamento *sub-zero*), sendo uma fatia da Amostra 3, uma da Amostra 30 e uma da Amostra 61, realizando-se quatro tratamentos térmicos, que serão descritos nos subtópicos a seguir, podendo ser visualizados na Figura 22.

Para os tratamentos à quente, além de se realizar os tratamentos em um forno à vácuo, também houve o encapsulamento das fatias das amostras em ampolas de vidro.

3.2.1 Tratamento Normativo

O tratamento normativo foi realizado de acordo com a norma ASTM A681 e como descrito por Bryson (Bryson, 2005) onde foi realizado um pré-aquecimento a 650°C por 15 minutos para possíveis alívios de tensões, seguido de austenitização a 954°C, com tempo de patamar de 30 minutos. Após a austenitização, foi feita a tempera ao ar, seguido de revenimento em ciclo simples de 2h a 205°C.

3.2.2 Tratamento Normativo Modificado M205

Realizou-se apenas o revenimento à 205°C, mantendo assim a temperatura de otimização de endurecimento para o aço ferramenta A2 (Bryson, 2005), sem realizar a etapa de pré-aquecimento para o alívio das tensões e nem a austenitização.

A nomenclatura utilizada ao longo do trabalho para esse tratamento será M205.

3.2.3 Tratamento Normativo Modificado M540

Realizou-se apenas o revenimento simples à 540°C, sem o pré-aquecimento e a austenitização, para verificar a existência de um possível endurecimento secundário em temperaturas mais altas, como ocorre no aço H13 (Krell *et al.*, 2018).

A nomenclatura utilizada ao longo do trabalho para esse tratamento será M540.

3.2.4 Tratamento *Sub-Zero* Raso

Para esse tratamento utilizou-se somente duas fatias de amostras, deixando a terceira fatia que seria tratada como controle para efeitos de eventuais comparações posteriores.

Nesse tratamento realizou-se a imersão das amostras fabricadas, sem pré-aquecimento, austenitização ou revenimento, em nitrogênio líquido por aproximadamente 5 minutos.

A nomenclatura utilizada ao longo do trabalho para esse tratamento será *Sub-Zero*. Para as amostras sem tratamento térmico utilizou-se a nomenclatura Sem TT.

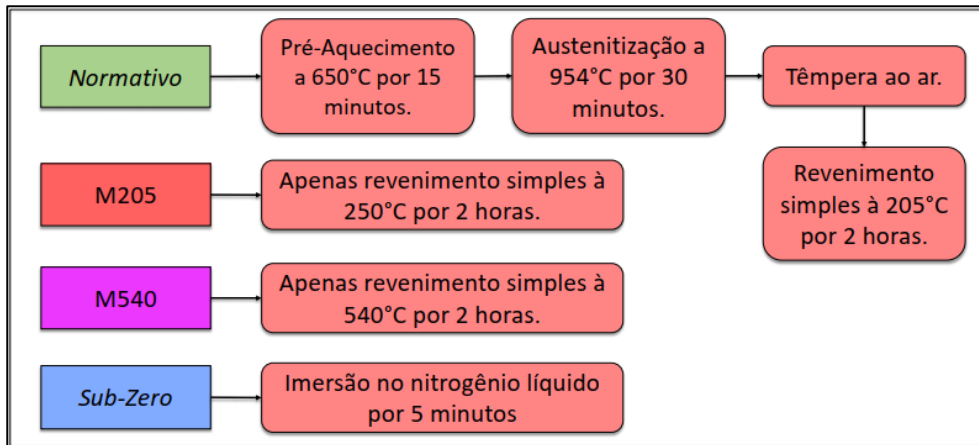


Figura 22: Representação esquemática dos tratamentos térmicos realizados.

3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

Para executar o refinamento Rietveld, é necessário obter todos os dados de difração dos tratamentos utilizados, logo fez-se o uso da técnica de difração de raios-X (DRX) em todas as fatias das amostras previamente polidas e desembutidas.

Para esse trabalho, as amostras foram cortadas na perpendicularmente ao sentido de varredura do feixe, sendo a face resultante desse corte a superfície que foi submetida ao DRX, como na Figura 23.



Figura 23: Representação esquemática da vista superior. Em vermelho tem-se o corte realizado perpendicularmente ao sentido de varredura do feixe, este em

azul.

Ao todo obteve-se onze difratogramas de fatias termicamente tratadas e três de fatias não tratadas. É possível observar na Figura 24 o que foi feito com cada fatia cortada, onde no caso da Amostra 7 a fatia sem tratamento não teve nenhum tratamento posterior após seu DRX.

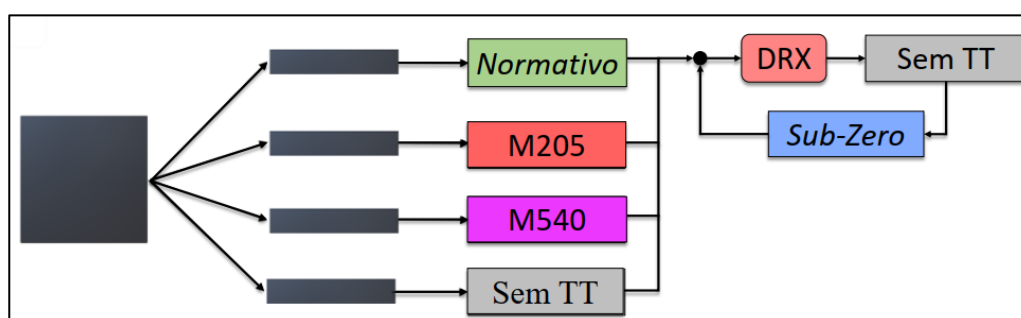


Figura 24: Representação esquemática do procedimento experimental.

Para tal análise, utilizou-se o difratômetro D8 Advance Eco da marca Bruker, com radiação $K\alpha Cu$ operando à 25mA e 40kV. Para evitar ao máximo possíveis ruídos que pudessem interferir na análise dos dados, a faixa de varredura em 2θ utilizada foi de 30 a 120° durante 60 minutos, com o limite inferior do detector sendo $0,18V$.

3.4 REFINAMENTO RIETVELD

CIF (do inglês *Crystallographic Information File*) é um formato de arquivo de texto usado para armazenar informações sobre estruturas cristalográficas de moléculas, compostos e materiais sólidos. Nele contém informações detalhadas sobre a estrutura atômica, incluindo as posições dos átomos, os fatores de ocupação, os parâmetros de rede, as simetrias e as descrições dos dados experimentais usados para determinar a estrutura.

Para o refinamento Rietveld fez-se o uso do software X'Pert HighScore Plus (*HPS*) e de dois *CIFs* que foram identificados como melhores candidatos para as fases pelo próprio *HPS*. Apesar da martensita ser uma fase tetragonal de corpo centrado (TCC), optou-se por utilizar o *CIF* da ferrita (CCC), com $a = b = c = 3,647\text{Å}$, em seu lugar devido a sua pequena diferença entre os parâmetros a , b e c . Utilizou-se também o arquivo *CIF* da fase austenita (CFC) com $a = b = c = 3,647\text{Å}$.

O método para o refinamento consiste basicamente na sequência de dois passos, sendo eles a criação do padrão de refinamento e o refinamento desse padrão.

Na criação do padrão de refinamento, primeiro criou-se um background que englobou a maior parte dos ruídos. Após a criação, adicionou-se as duas fases presentes no DRX (austenita e ferrita) e procurou-se os picos em comum (automaticamente), adicionando eventuais picos que possam não ter sido identificados. Depois da identificação fez-se o uso do primeiro refinamento automático fornecido pelo software, adotando como referência a função de pseudo-Voigt.

Após o primeiro refinamento, ajustou-se os parâmetros manualmente, como o *scale factor*, que é um fator de escala aplicado aos dados experimentais de difração para ajustar a intensidade global do padrão de difração; *zero point*, que ajusta o valor mínimo dos dados de difração experimentais para corrigir erros sistemáticos nas medições; *specimen displacement*, que ajusta o deslocamento da amostra em relação ao feixe de raios-X durante a medição de difração; *flat background*, ajusta o nível de fundo constante nos dados de difração, que pode ser causado por ruído eletrônico ou outros efeitos não relacionados à difração; *lattice parameters*, que ajustam a distância entre os átomos na estrutura cristalina; as variáveis de Caglioti (*U*, *V* e *W*); *x*, *y*, *z*; anisotropia e ocupância; *Peak Shape 1, 2 e 3*;

Após ajusta-los, realizou-se um novo refinamento automático afim de convergir os resultados para um melhor refinamento. Assim fez-se o método de refinamento Rietveld, intercalando-se o refinamento manual com o automático suscetivelmente até não se obter mais o melhoramento dos valores adotados como referência de uma boa análise (R_p , R_{exp} e o *GOF*).

4 RESULTADOS

4.1 DRX

Os difratogramas obtidos não foram capazes de verificar a existência de carbonetos (por expressarem uma pequena fração de fase se comparado ao todo) e de outras fases precipitadas além da austenita e da martensita.

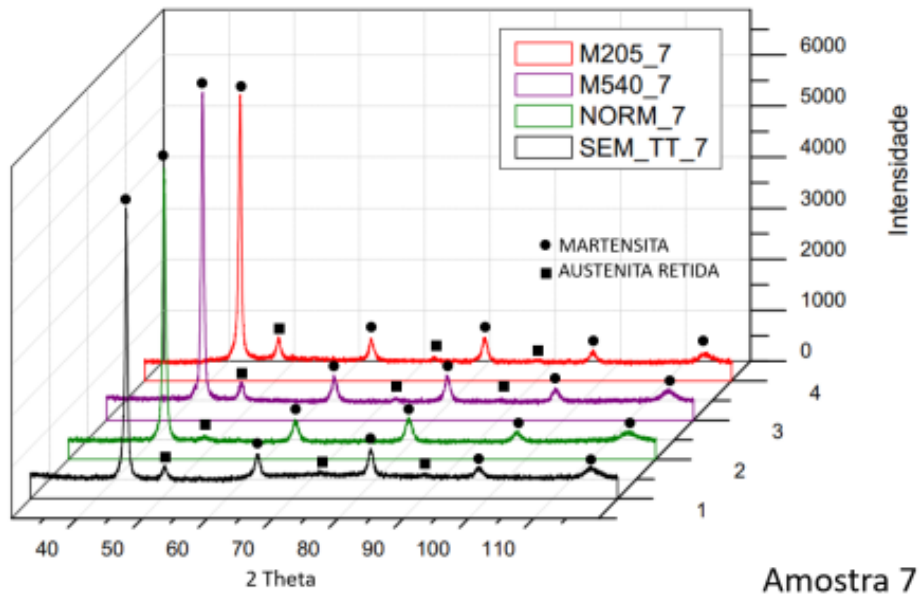


Figura 25: DRX das fatias da Amostra 7.

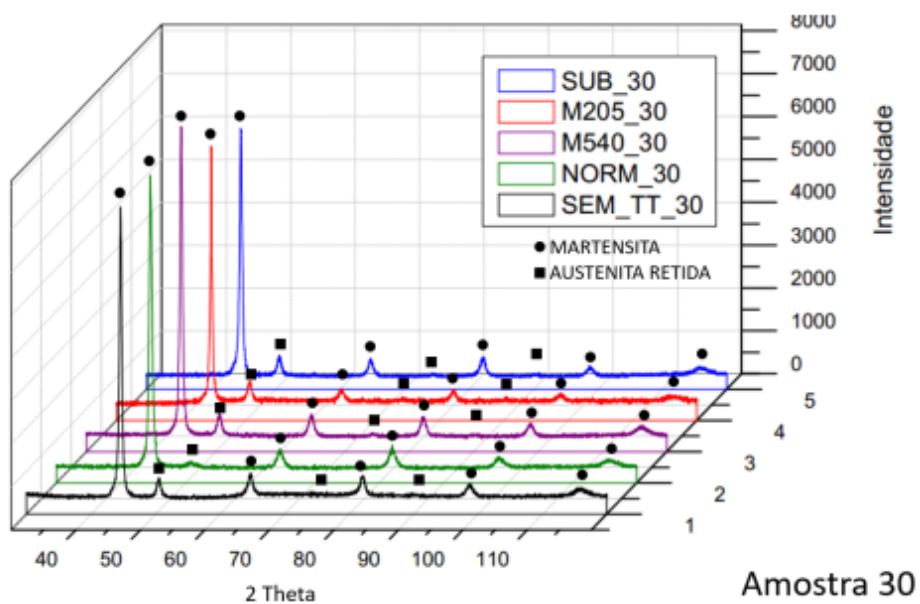


Figura 26: DRX das fatias da Amostra 30.

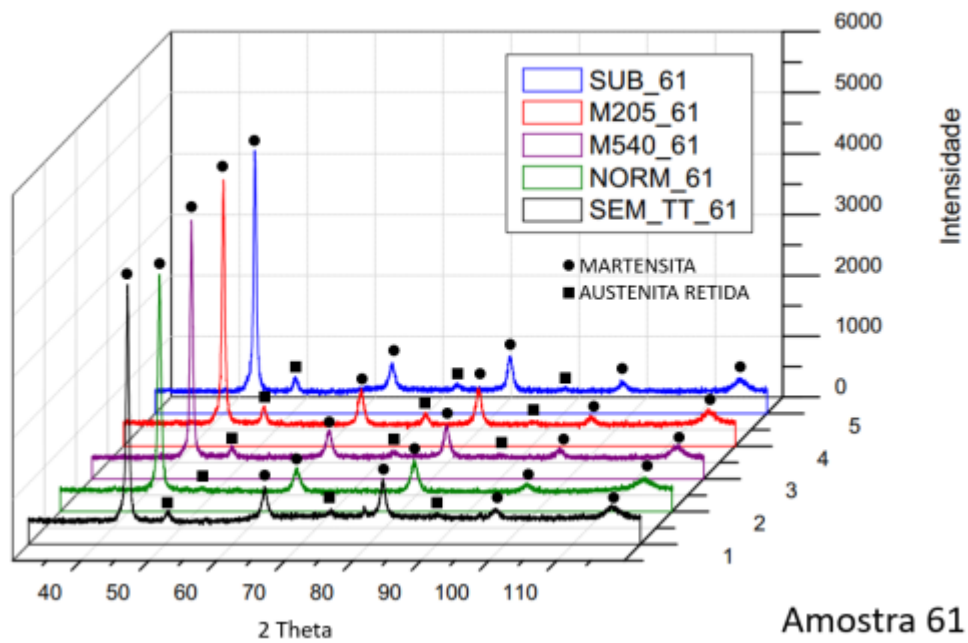


Figura 27: DRX das fatias da Amostra 61.

4.2 REFINAMENTO RIETVELD

A Figura 28 mostra como ficou o refinamento Rietveld para o tratamento normativo da Amostra 7. Todos os outros gráficos de ajuste são semelhantes e estão disponíveis no apêndice, sendo o gráfico adicional para cada *plot* a diferença entre os dados obtidos experimentalmente e os obtidos através da curva de ajuste.

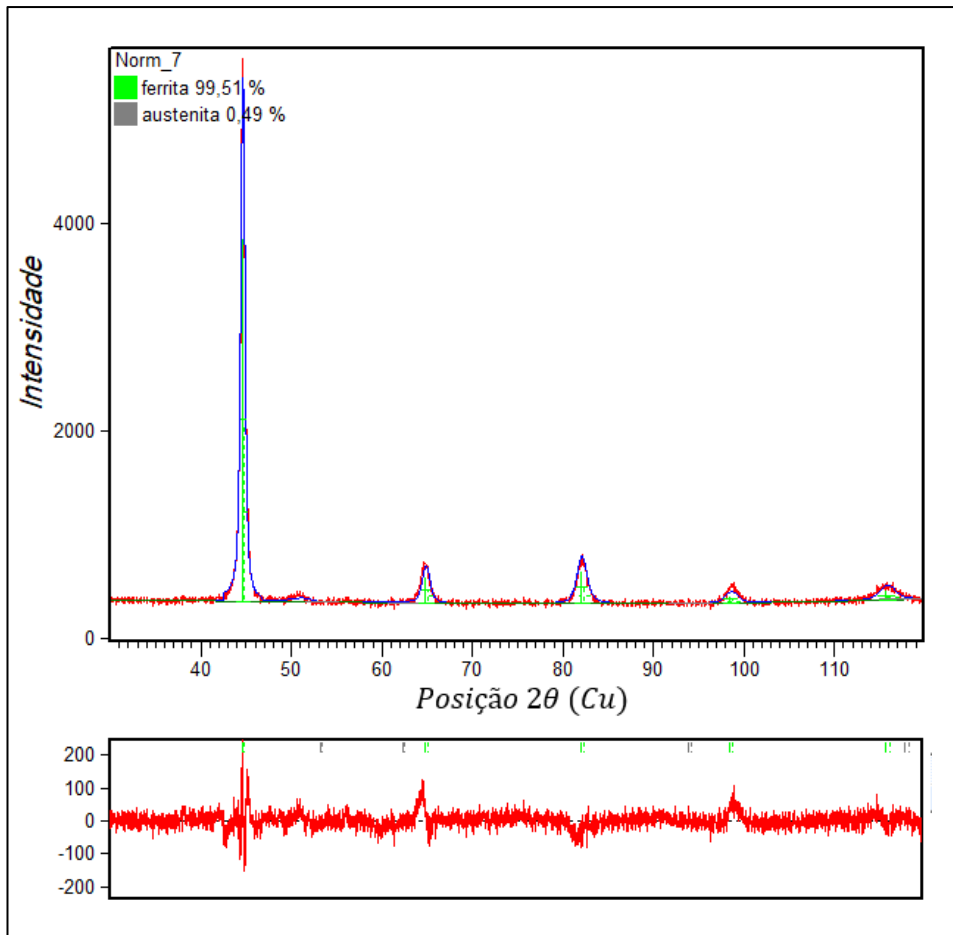


Figura 28: Refinamento de Rietveld para o DRX obtido do tratamento normativo (Norm) da Amostra 7, onde a curva vermelha são os dados obtidos experimentalmente através da difração de raios-X e a curva azul corresponde aos dados calculados pelo software. O gráfico adicional corresponde a diferença entre os dois tipos de dados.

Contudo, os dados da difração de raios-X da Amostra 61, sem tratamento térmico, possui um erro sistêmico referente a forma como foi realizado, resultando em erros ao importa-lo para o aplicativo *HSP*, logo fez-se necessário separar o DRX dessa fatia em duas, a parte sem o erro e a parte com erro. Após diversas tentativas de correção dos dados, optou-se por excluir a parte que houve a perda de confiabilidade do método, sendo essa parte correspondente a ângulos menores que o ângulo de 60° (2θ), restando apenas o trecho apresentado na Figura 29. Logo, os resultados esperados para essa fatia em específica, ficará diferente das demais.

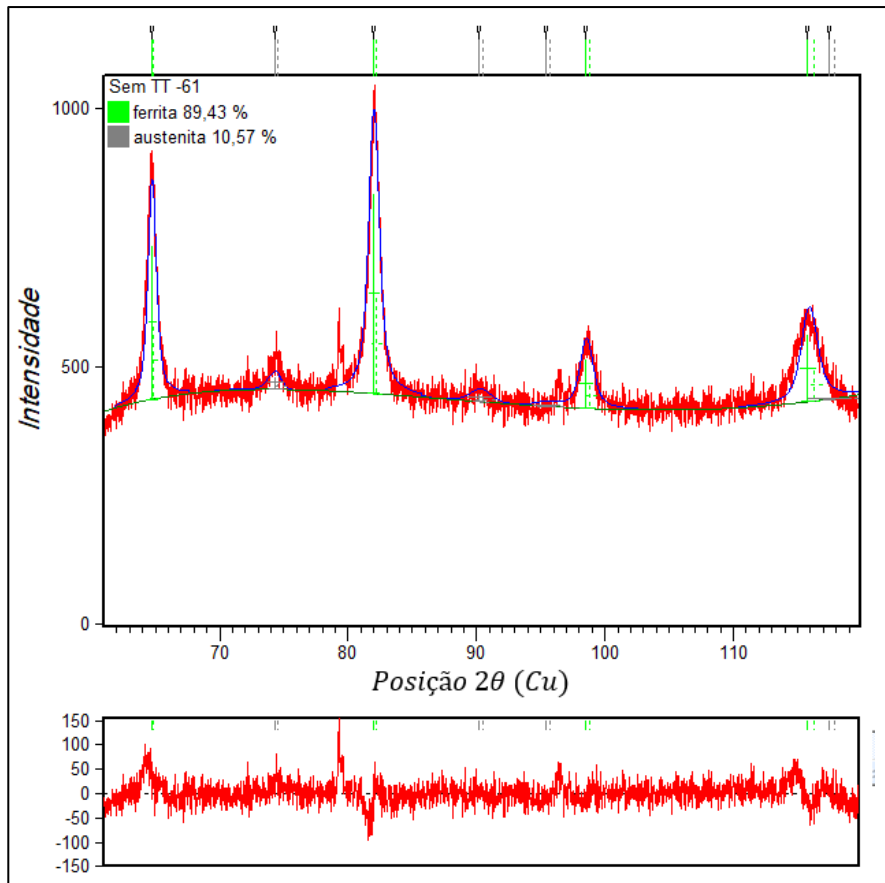


Figura 29: Refinamento de Rietveld para o DRX obtido da Amostra 61 sem tratamento (Sem TT), onde a curva vermelha são os dados obtidos experimentalmente através da difração de raios-X e a curva azul corresponde aos dados calculados pelo software. O gráfico adicional corresponde a diferença entre os dois tipos de dados.

Através do refinamento, foi possível obter-se uma aproximação de diversos parâmetros, como as distâncias a , b e c dos parâmetros de rede das células unitárias da austenita e da ferrita, além de obter-se a fração dessas fases em cada tratamento. O gráfico a seguir (Figura 30), mostra a variação da fase austenítica em função do tratamento térmico para todas as amostras.

Como utilizou-se os *cifs* das fases austenita (CFC) e ferrita (CCC), a distâncias interatômicas são iguais no plano 3D, ou seja, $a = b = c$. Na Figura 31 é possível observar o efeito dos tratamentos térmicos no parâmetro de rede a da ferrita, na Figura 32 da austenita.

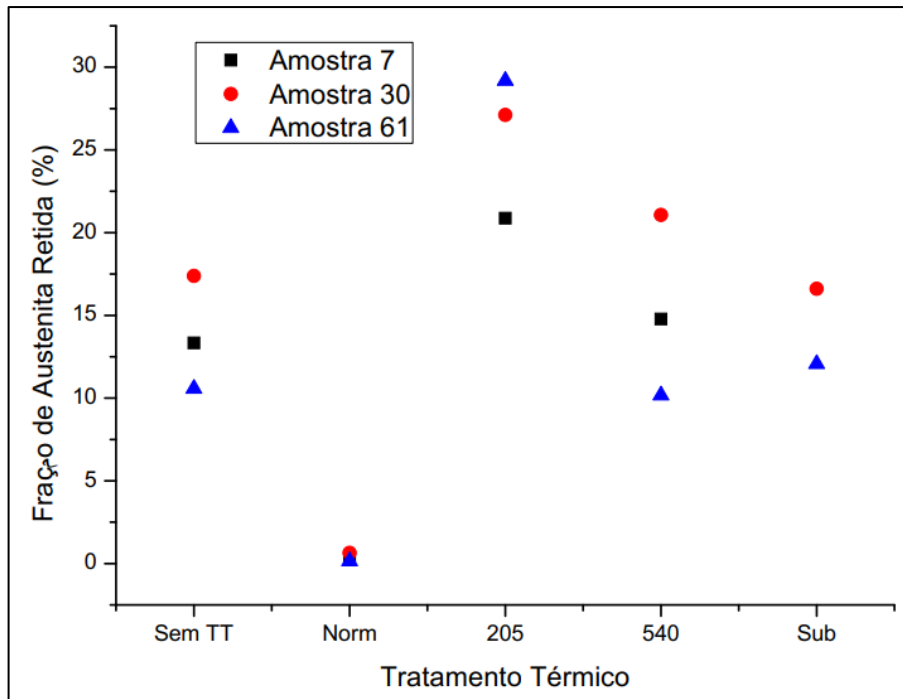


Figura 30: Fração da fase austenítica em função do tratamento térmico sofrido para cada amostra.

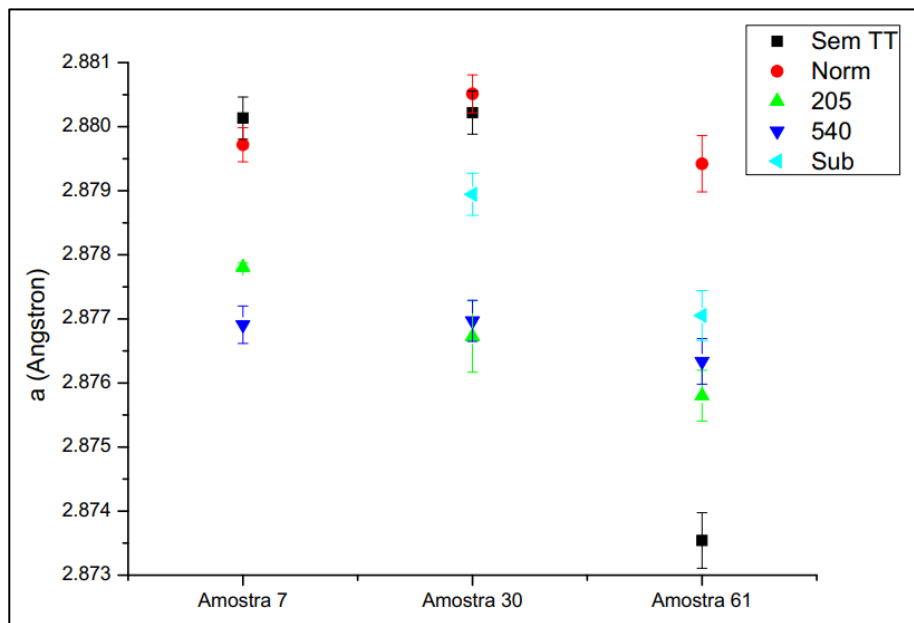


Figura 31: Parâmetro de rede a da ferrita em função da amostra.

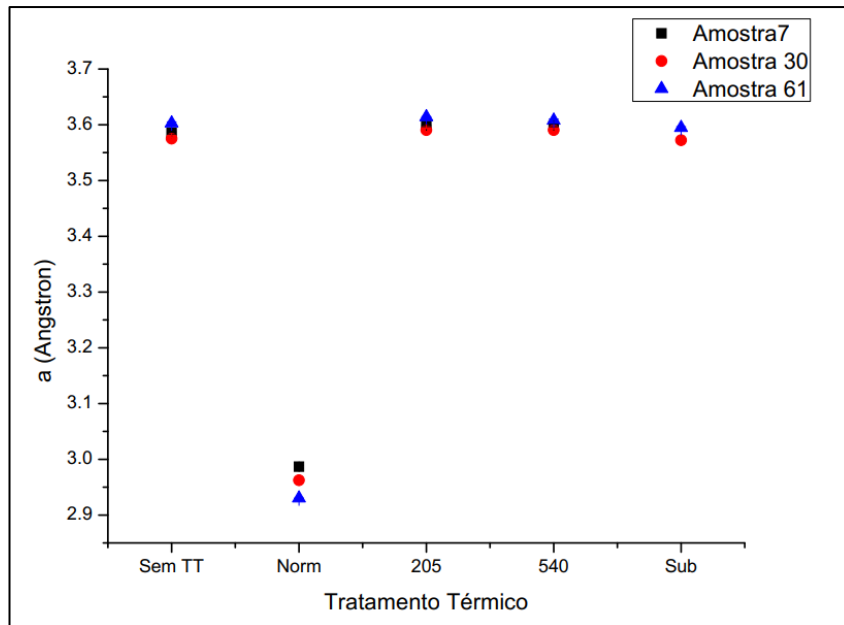


Figura 32: Parâmetro de rede a da austenita em função do tratamento.

Nas figuras a seguir tem-se os gráficos dos indicadores (R_p , R_{exp} e o GOF) calculados pelo HSP referente aos refinamentos realizados.

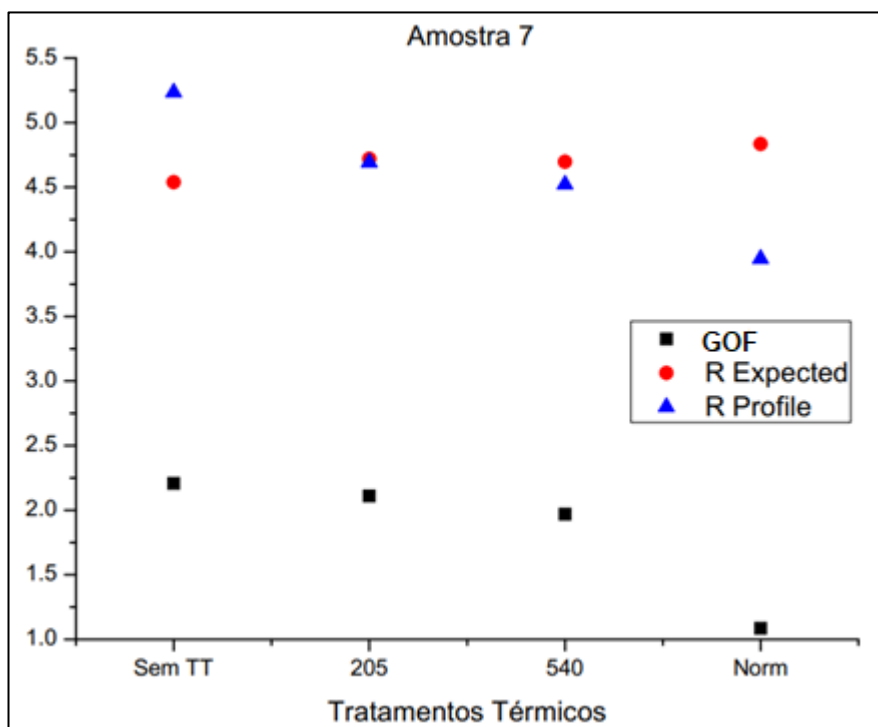


Figura 33: Indicadores R_p , R_{exp} e o GOF do refinamento Rietveld para cada tratamento da Amostra 7.

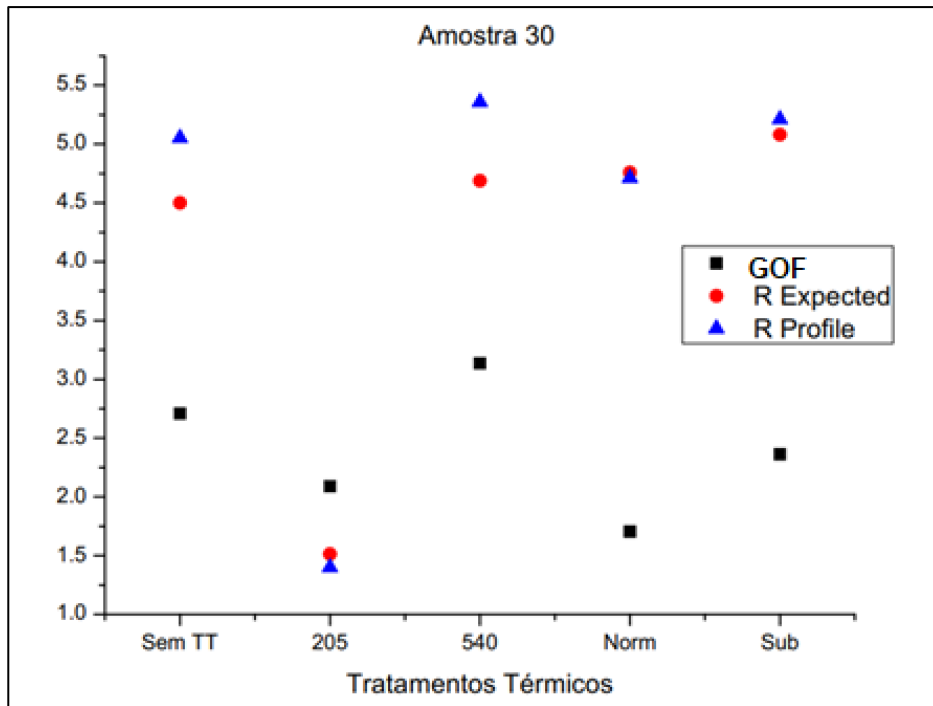


Figura 34: Indicadores R_p , R_{exp} e o GOF do refinamento Rietveld para cada tratamento da Amostra 30.

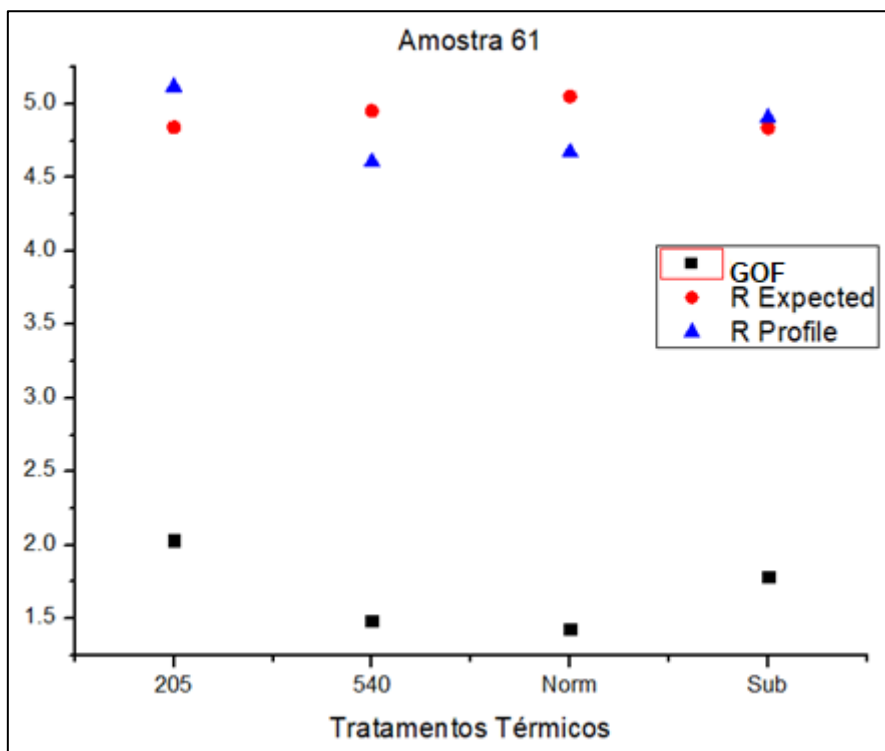


Figura 35: Indicadores R_p , R_{exp} e o GOF do refinamento Rietveld para cada tratamento da Amostra 61.

Construiu-se os gráficos acima através das tabelas localizadas na seção *Apêndices B – Tabelas*.

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Comparando os tratamentos pelo DRX, obteve-se que o mais eficaz em reduzir a fração de austenita retida foi o tratamento normativo, já os outros três tratamentos e o DRX da amostra sem tratamento se mostraram semelhantes entre si. Isso se dá devido à austenitização seguida de têmpera, onde a temperatura eleva o material para o campo austenítico e depois, com o rápido resfriamento, converte a maior parte de austenita em martensita.

Com relação ao refinamento, o modelo adotado não obteve uma boa aproximação para os dados experimentais no pico próximo a 50° (2θ), já que o aplicativo não permitiu realizar um melhor ajuste das curvas dos dados experimentais e calculados devido ao modelo adotado, logo as aproximações calculadas pelo aplicativo não são os melhores possíveis. Além de que, o refinamento Rietveld leva em consideração apenas os elementos presentes nas células unitárias das fases presentes no refinamento, ignorando totalmente os outros elementos da composição total da liga, como no caso do aço ferramenta A2, onde considerou-se apenas o ferro presente na austenita e na ferrita, desconsiderando até mesmo o carbono solubilizado. Ademais, esse método também não considera as fases que compõem uma fração ínfima dentro da microestrutura que não aparecem no DRX e conseqüentemente no Rietveld, como por exemplo possíveis carbonetos, contudo essas fases podem existir e podem afetar os resultados do refinamento.

A difusão é o processo de transporte de átomos ou moléculas através de uma rede cristalina, geralmente devido a um gradiente de concentração ou ganho de energia, que pode afetar os parâmetros de rede de diferentes maneiras, dependendo das condições e da natureza dos materiais envolvidos. Em materiais que contêm impurezas ou defeitos estruturais, a difusão pode causar mudanças nos parâmetros de rede, como o comprimento da aresta, o ângulo entre as arestas ou o volume da célula unitária. Por exemplo, a difusão de átomos de impureza em uma rede cristalina pode levar a uma mudança na posição dos átomos adjacentes, resultando em uma expansão ou contração da rede. Além disso, a difusão de átomos em espaços vazios pode causar distorções locais na rede, que também podem afetar os parâmetros.

Em geral, a diminuição nos parâmetros de rede da fase austenítica após um tratamento térmico de revenimento ocorre devido aos processos de difusão atômica que ocorrem durante o tratamento. Durante o revenimento, a estrutura cristalina da fase austenítica é submetida a temperaturas relativamente elevadas, o que pode levar a uma reorganização dos átomos na rede cristalina e também a redução das tensões internas geradas durante o processo de têmpera, onde a austenita é

resfriada rapidamente, o que pode gerar tensões internas na rede cristalina. Além disso, o revenimento pode levar à precipitação de fases intermetálicas, que também podem contribuir para a mudança dos parâmetros de rede. O revenimento então é um processo que alivia tensões e que pode levar a uma diminuição nos parâmetros de rede, como observado no trabalho.

No tratamento normativo, houve a redução das tensões residuais no estágio de pré-aquecimento, contribuindo para a diminuição dos parâmetros de rede, além de que realizou-se a austenitização em temperaturas elevadas, fazendo com que o sistema ganhasse energia e conseqüentemente os átomos ganhassem mobilidade, aumentando a difusão se comparado ao revenimento em temperaturas menores, favorecendo assim rearranjo dos átomos presentes na liga, se sobressaindo nesse quesito com relação aos outros tratamentos. Seguindo esse pensamento, o revenimento a 540°C mostrou-se mais efetivo que o revenimento a 205°C. Como observado no DRX, a fração resultante de austenita retida foi menor após o tratamento normativo, devido a transformação massiva de austenita em martensita.

Com relação a martensita, a difusão também contribuiu para a diminuição dos parâmetros de rede das células (principalmente no revenimento em temperaturas mais altas), contudo como a solubilidade do carbono é menor na ferrita do que na austenita, houve uma menor contribuição da difusão desses átomos para o interior dos interstícios dessas células.

O tratamento *subzero* por sua vez, diminuiu as tensões residuais se comparado a peça sem tratamento devido a diminuição de temperatura, e conseqüentemente, energia e mobilidade dos solutos. Não houve nenhum fator de difusão relacionado a transformação de austenita em martensita, já que essa transformação não é difusional.

Por fim, apesar do refinamento realizado não ser totalmente adequado devido as questões relatadas, os indicadores do software (principalmente o R_{exp} e o GOF) mostraram que os refinamentos são válidos e aceitáveis.

Em resumo, o aumento dos parâmetros de rede da fase austenítica após um tratamento térmico de revenimento pode ser explicado por uma combinação de fatores, incluindo a redução da densidade de defeitos cristalinos e a migração de átomos de carbono. É importante ressaltar que a análise dos parâmetros de rede deve ser realizada em conjunto com outras técnicas de caracterização, como a microscopia eletrônica de transmissão, para uma compreensão mais completa das mudanças estruturais ocorridas durante o tratamento térmico.

6 CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES FINAIS

A difusão mostrou-se ser o processo que mais influenciou na diminuição dos parâmetros de rede, quanto maior a temperatura em função do mesmo tempo, maior será a redução desses parâmetros. Logo, o tratamento normativo se mostrou o mais eficaz, tanto na diminuição da fração de austenita retida quanto na diminuição dos parâmetros de rede da austenita e da ferrita, que além de influenciar na difusão dos átomos, influenciou também no alívio de tensões residuais.

O refinamento Rietveld é um método capaz de entregar muitos parâmetros para várias propriedades intrínsecas e extrínsecas ao material analisado, contudo é um método complexo que necessita de um alto preparo para realizá-lo, além de que para entregar um refinamento de alta qualidade, se faz necessário o bom refinamento do *background* e das curvas e funções utilizadas para tentar se aproximar dos dados obtidos experimentalmente. Para uma análise mais clara, faz-se necessário obter-se o *setup* do difratômetro utilizado, para assim compará-lo com as amostras analisadas, sendo possível refinar os parâmetros da melhor forma possível. Vale ressaltar que o Rietveld deve ser realizado em conjunto com outras técnicas de caracterização, como a microscopia eletrônica de transmissão para uma melhor compreensão.

REFERÊNCIAS

- ARMSTRONG, B. H. Spectrum line profiles: The Voigt uncton. **Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer**, v. 7, n. 1, p. 61–88, 1967.
- ASTM 52900. Additive Manufacturing - General Principles - Terminology. **ASTM International**, v. 2021, p. 1–14, 2021.
- ASTM A681-08. Standard Specification for Tool Steels Alloy A681-08. **ASTM International**, v. 94, p. 1–14, 2005.
- ATTAR, H. *et al.* Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of commercially pure titanium. **Materials Science and Engineering A**, v. 593, p. 170–177, 2014.
- B.D. Cullity, **Elements of X-ray Diffraction**, 2nd ed., Addison Wesley, Reading, NY, 1978.
- BALBAA, M. *et al.* On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses. **Materials and Design**, v. 193, p. 108818, 2020.
- BRECHER, C. *et al.* **Integrative Produktionstechnik für Hochlohnländer..** v. 150
- BRYSON, W. . **Heat Treatment, Selection, and Application of Tool Steels .**, 2005.
- CAGLIOTI, G.; PAOLETTI, A.; RICCI, F. P. Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction. **Nuclear Instruments**, v. 3, n. 4, p. 223–228, 1958.
- CALLISTER, J. W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução**. 9 ed, Grupo Editorial Nacional.
- CHOI, J. *et al.* Enhancement periodic regularity of surface nano ripple structures on Si wafer using a square shaped flat-top beam femtosecond NIR laser. **Applied Physics A: Materials Science and Processing**, v. 128, n. 1, p. 1–9, 2022.
- COLLINS, P. C. *et al.* Microstructural Control of Additively Manufactured Metallic Materials. **Annual Review of Materials Research**, v. 46, p. 63–91, 2016.
- DAS, D.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel. **Wear**, v. 266, n. 1–2, p. 297–309, 2009.
- DAS, D; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Optimization of the duration of cryogenic processing to maximize wear resistance of AISI D2 steel. **Cryogenics**, v. 49, n. 5, p. 176–184, 2009.
- DEBROY, T. *et al.* Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. **Progress in Materials Science**, v. 92, p. 112–224, 2018.
- DOSSETT, J. L.; TOTTEN, G. E. ASM Metals Handbook, Volume 4D: Heat Treating of Irons and Steels. 4 edition . ASM International, 2014. p. 730.
- FAYAZFAR, H. *et al.* A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties. **Materials and Design**, v. 144, p. 98–128, 2018.
- FONSECA, E. B. *et al.* Assessment of laser power and scan speed influence on microstructural features and consolidation of AISI H13 tool steel processed by additive manufacturing. **Additive Manufacturing**, v. 34, n. March, p. 101250, 2020.
- FRAZIER, W. E. Metal additive manufacturing: A review. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 23, n. 6, p. 1917–1928, 2014.
- GRIGORIEV, S. *et al.* Possibilities of manufacturing products from cermet

compositions using nanoscale powders by additive manufacturing methods. **Materials**, v. 12, n. 20, 2019.

GUALTIERI, A. F. *et al.* Rietveld structure refinement of zeolite ECR-1. **Chemistry of Materials**, v. 18, n. 1, p. 76–84, 2006.

HEBERT, R. J. Viewpoint: metallurgical aspects of powder bed metal additive manufacturing. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 3, p. 1165–1175, 2016.

HERZOG, D. *et al.* Additive manufacturing of metals. **Acta Materialia**, v. 117, p. 371–392, 2016.

KEMPEN, K. *et al.* Lowering thermal gradients in selective laser melting by pre-eating the baseplate. **SFF Symposium**, 2013.

KRELL, J. *et al.* General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 255, n. February, p. 679–688, 2018.

LEDNEV, V.; PERSHIN, S. M.; BUNKIN, A. F. Laser beam profile influence on LIBS analytical capabilities: Single vs. multimode beam. **Journal of Analytical Atomic Spectrometry**, v. 25, n. 11, p. 1745–1757, 2010.

LEE, H. *et al.* Lasers in additive manufacturing: A review. **International Journal of Precision Engineering and Manufacturing - Green Technology**, v. 4, n. 3, p. 307–322, 2017.

LI, C. *et al.* Residual Stress in Metal Additive Manufacturing. **Procedia CIRP**, v. 71, p. 348–353, 2018.

MESQUITA, R. . Tool Steels: Properties and Performance. *In*: [s.l.: s.n.]. p. 1–245.

PAULY, S. *et al.* Processing metallic glasses by selective laser melting. **Materials Today**, v. 16, n. 1–2, p. 37–41, 2013.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, n. 2, p. 65–71, 1969.

ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. **Tool Steels. 5a ed. Materials**. ASM International, 1998.

SOCHALSKI-KOLBUS, L. M. *et al.* Comparison of Residual Stresses in Inconel 718 Simple Parts Made by Electron Beam Melting and Direct Laser Metal Sintering. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 46, n. 3, p. 1419–1432, 2015.

SPEAKMAN, S. A. **Profile Fitting for Analysis of XRPD Data using HighScore Plus v3N/a**, 2012. Disponível em: <<http://prism.mit.edu/xray>>

TAN, C. *et al.* Selective laser melting of high-performance pure tungsten: parameter design, densification behavior and mechanical properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 19, n. 1, p. 370–380, 2018.

THIJS, L. *et al.* A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. **Acta Materialia**, v. 58, n. 9, p. 3303–3312, 2010.

TOLOSA, I. *et al.* Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 51, n. 5–8, p. 639–647, 2010.

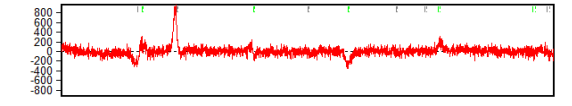
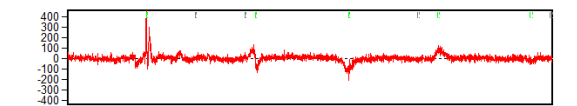
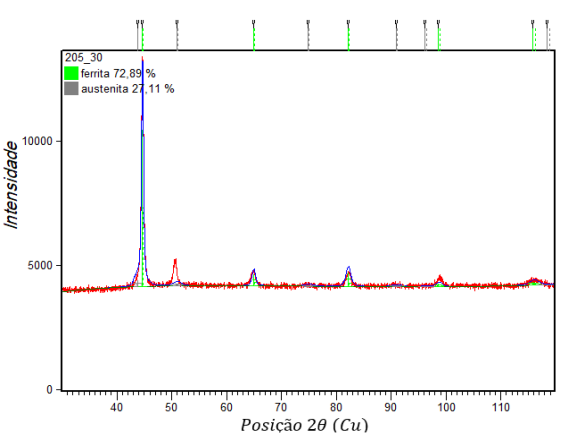
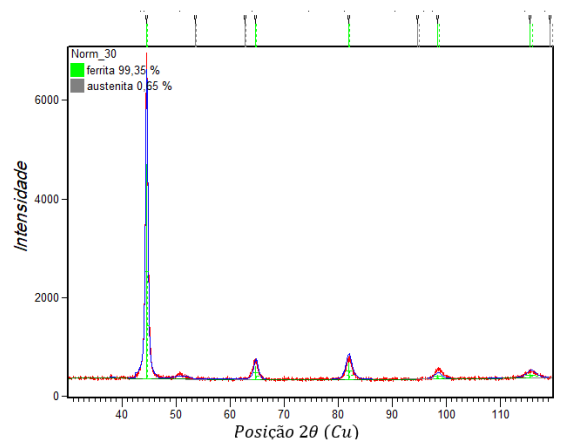
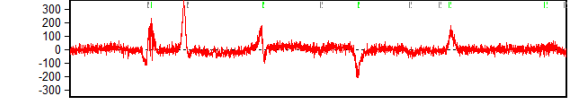
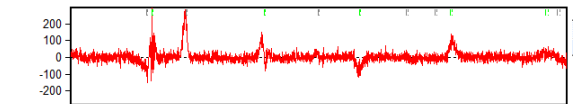
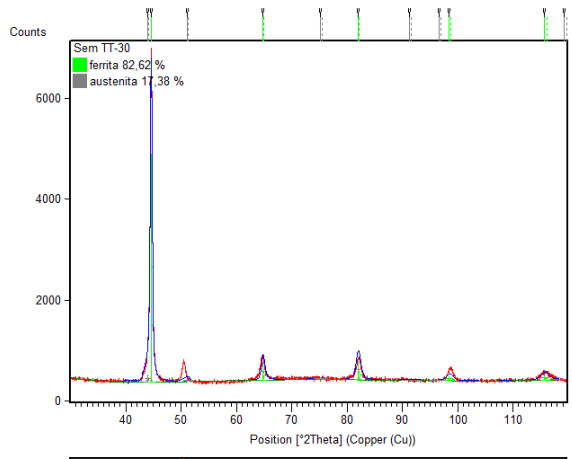
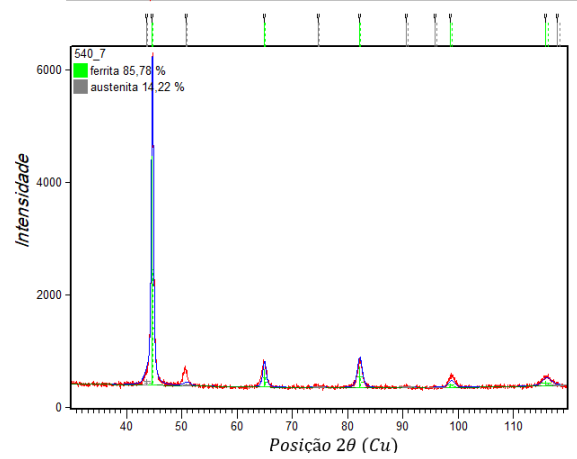
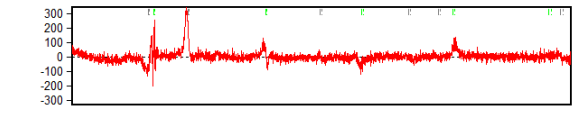
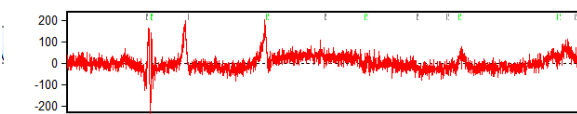
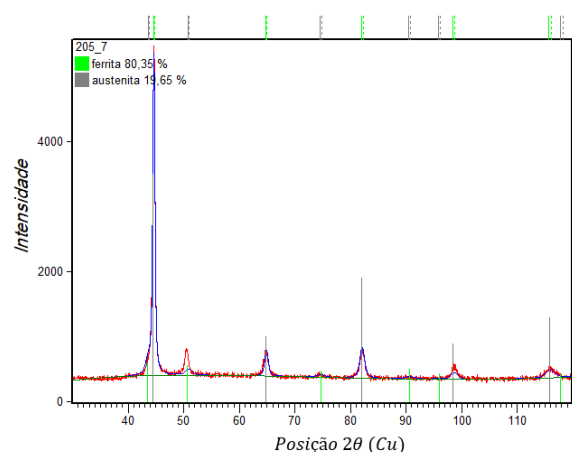
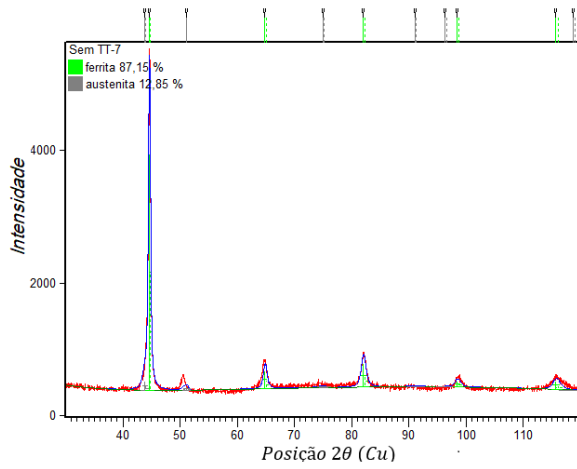
TSOUKNIDAS, A. Friction induced wear of rapid prototyping generated materials: a review. **Advances in Tribology**, 2011.

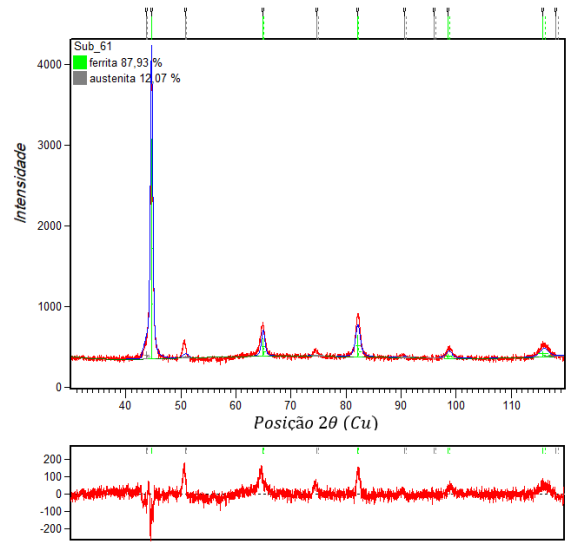
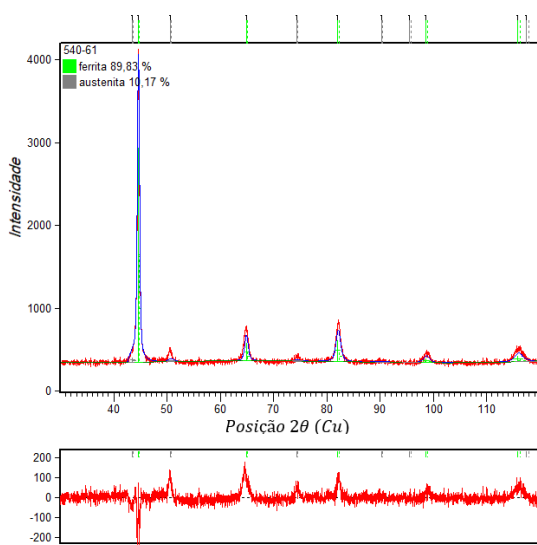
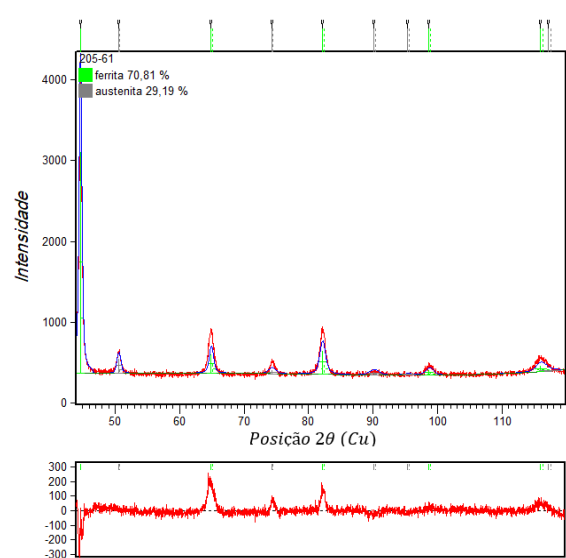
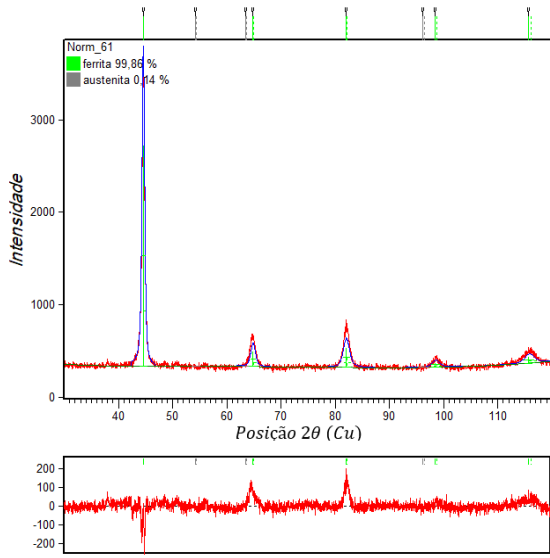
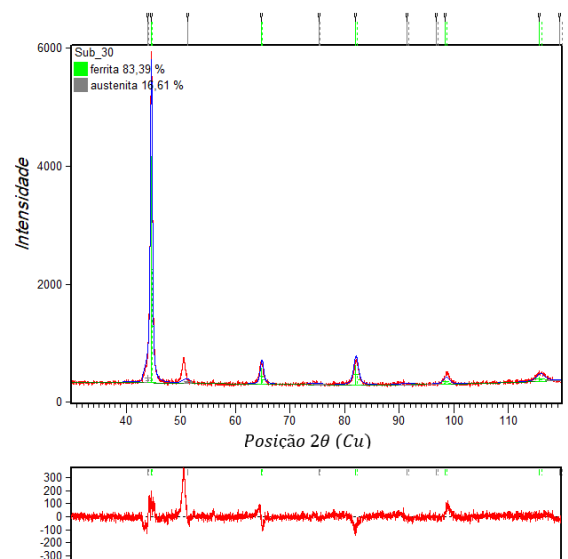
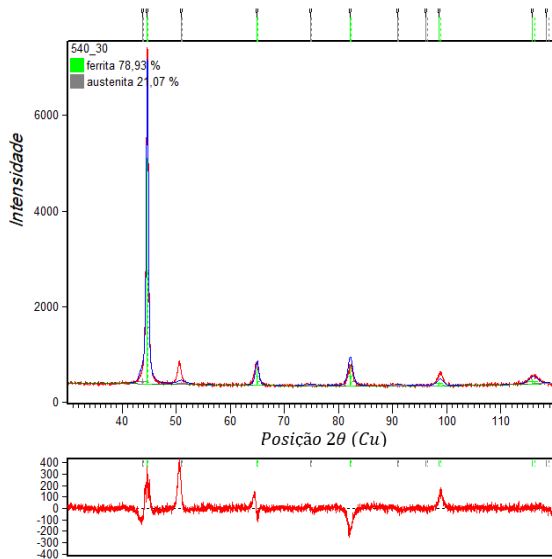
VOORT, V.; GEORGE, F. **Atlas of Time-temperature Diagrams for Irons and Steels**. ASM International, 1991.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method** International Union of Crystallography, International Union of Crystallography. Oxford University Press, 1993.

YUAN, P.; GU, D. Molten pool behaviour and its physical mechanism during selective laser melting of TiC/AlSi10Mg nanocomposites: Simulation and experiments. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 48, n. 3, p. 35303, 2015.

APÊNDICE A – GRÁFICOS DE RIETVELD





APÊNDICE B – TABELAS

Parâmetro de rede a da Ferrita

Parâmetro de rede a da Ferrita (Angstrom)						
	Sem TT	Norm	205	540	Sub	
Amostra 7	2,880130 ± 0,000330	2,87972 ± 0,000267	2,87781 ± 0,000067	2,87691 ± 0,000292	Não tratada	
Amostra 30	2,880220 ± 0,000336	2,88051 ± 0,000297	2,87673 ± 0,000558	2,87697 ± 0,000322	2,87894 ± 0,000329	
Amostra 61	2,873540 ± 0,000434	2,87942 ± 0,000439	2,87580 ± 0,000398	2,87634 ± 0,000356	2,87705 ± 0,000389	

Parâmetro de rede a da Austenita

Parâmetro de rede a da Austenita (Angstrom)						
	Sem TT	Norm	205	540	Sub	
Amostra 7	3,58543 ± 0,0018	2,98673 ± 0,00253	3,59831 ± 0,00139	3,59859 ± 0,00202	Não tratada	
Amostra 30	3,57523 ± 0,00185	2,96246 ± 0,00187	3,59054 ± 0,0027	3,59035 ± 0,00254	3,57235 ± 0,00193	
Amostra 61	3,60293 ± 0,00239	2,93016 ± 0,0003	3,61407 ± 0,000746	3,60793 ± 0,00244	3,59467 ± 0,00191	

Fração das fases formadas

	Sem TT		Norm		205		540		Sub	
	Ferrita	Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita	Austenita	Ferrita	Austenita
Amostra 7	86,67	13,33	99,61	0,39	79,13	20,87	85,22	14,78	Não tratada	
Amostra 30	82,62	17,38	99,35	0,65	72,89	27,11	78,83	21,07	83,39	16,61
Amostra 61	89,43	10,57	99,36	0,14	70,81	29,19	89,83	10,17	87,93	12,07

Indicadores de qualidade

	Sem TT			Norm			205			540			Sub	
	Rp	Rexp	GOF	Rp	Rexp	GOD	Rp	Rexp	GOF	Rp	Rexp	GOF	Rp	Rexp
Amostra 7	5,235	4,540	2,206	3,947	4,836	1,086	4,693	4,721	2,109	4,522	4,698	1,969	Não tratada	
Amostra 30	5,052	4,500	2,709	4,713	4,759	1,705	1,400	1,514	2,089	5,358	4,689	3,135	5,211	5,080
Amostra 61	3,689	4,573	1,063	4,671	5,050	1,430	5,115	4,842	2,034	4,604	4,954	1,486	4,905	4,837