

## ANÁLISE DE TEXTURA EM AÇOS MARAGING 300 SOLUBILIZADO EM ALTAS TEMPERATURAS

\*

*Regina Coeli Araújo Vieira<sup>1</sup>  
Leticia Rabelo Muniz<sup>2</sup>  
Marcelo José Gomes da Silva<sup>3</sup>  
Hamilton Ferreira Gomes de Abreu<sup>4</sup>*

### **Resumo**

Os aços Maraging são aços de ultra-alta resistência com aplicações, desde vasos de alta pressão de operação em processos críticos até equipamentos esportivos. Atualmente, os aços Maraging com 18% de Ni são os mais utilizados. Eles podem ser fornecidos nas classes 200, 250, 300 e 350. O presente estudo utilizou o aço Maraging 300, que foi tratado termicamente em temperaturas de solubilização acima da convencional, com o objetivo de melhorar a tenacidade à fratura sem perdas significativas da resistência mecânica. A solubilização em temperaturas acima da recomendada pelos fabricantes (820°C) resultou em um crescimento do grão austenítico, que se tornou muito acentuado acima de 1000°C. O aço Maraging é um material anisotrópico, portanto, é importante analisar a orientação cristalográfica do material. Para isso, foi realizado Difração de Raio-X nas amostras. Foi observado que a textura de Cubo Girado persiste, após a solubilização, em diferentes intensidades. Já a fibra gama não continua após os tratamentos térmicos de solubilização.

**Palavras-chave:**Maraging 300; Solubilização; Textura Cristalográfica

## ANALYSIS OF MARAGING 300 STEEL TEXTURE SOLUTION ANNEALED IN HIGH TEMPERATURES

### Abstract

Maraging steels are ultra high strength steels with applications ranging from high pressure vessels from operation in critical processes to sport equipment. Currently, Maraging steels with 18% Ni are the most used. They can be supplied in classes 200, 250, 300 and 350. The present study used the Maraging 300 steel, which was heat treated at above-standard solution annealing temperatures, with the aim of improving fracture toughness without significant mechanical resistance loss. Solution annealing at temperatures above that recommended by the manufacturers (820°C) resulted in austenitic grain growth, which became very marked above 1000°C. Maraging steel is an anisotropic material, so it is important to analyze the crystallographic orientation of the material. For this, X-ray diffraction was performed in the samples. It was observed that the Rotated Cube texture persists, after solution annealing, at different intensities. The gamma fiber does not continue after the thermal treatment of solution annealing.

**Keywords:** Maraging 300; Solution Annealing, Texture

- <sup>1</sup> Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará
- <sup>2</sup> Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará
- <sup>3</sup> Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará
- <sup>4</sup> Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará
- <sup>5</sup>

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços Maraging são ligas quaternárias (Fe-Ni-Co-Mo) de ultra alta resistência, que tem como uma das aplicações cilindros de ultracentrífugas usados no enriquecimento de urânio, matéria fundamental na fabricação do combustível nuclear [1].

O tratamento térmico desempenha um papel significativo no controle das propriedades mecânicas do aço Maraging 300 [2]. Portanto, foi estudado, nos últimos anos, o efeito do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento no comportamento destes aços. Com isso, chegou-se à conclusão sobre o tratamento térmico convencional para o Maraging 300, que é: solubilização a 820°C, por 1h, seguida de envelhecimento a 480°C, por 3h [3].

Ao submeter os referidos aços a tratamentos térmicos de solubilização, observa-se que a microestrutura resultante é puramente martensítica, apresentando-se dúctil e razoavelmente trabalhável a frio [4]. Isso ocorre devido ao baixo teor de carbono e o alto teor de níquel presentes em sua composição química [5]. Como consequência desse tipo de tratamento térmico, pode-se observar ainda o crescimento dos grãos nesse tipo de aço [6]. O crescimento dos grãos nos aços Maraging ocorre de forma bastante complexa, pois sofrem influência do número de elementos de liga presentes, que, por sua vez, interagem de forma diferente com os contornos de grão [7]. Outro fator que pode explicar esse evento é a precipitação de TiC e Ti(CN).

O aço Maraging 300 é um material anisotrópico, isso significa que determinadas propriedades físicas variam com a direção [8]. Portanto, para obter excelentes propriedades mecânicas, é necessário ter atenção às orientações cristalográficas do material. A textura pode aumentar a tenacidade de um material, fornecendo planos de deslizamento para o movimento das discordâncias [9].

A solubilização em temperaturas acima da convencional foi realizada com o objetivo de melhorar a tenacidade à fratura sem perdas significativas da resistência mecânica. A solubilização em temperaturas acima da recomendada pelos fabricantes (820°C) resultou em um crescimento do grão austenítico, que se tornou muito acentuado acima de 1000°C, pois há um crescimento exponencial dos grãos, pois os precipitados já estão se difundindo no material e não impede o crescimento do grão [10]. Além disso, a temperatura de solubilização acima da convencional tem o propósito de aumentar a tenacidade do material [11].

Baseado nisso, o objetivo do presente estudo é analisar a textura em aços Maraging 300 solubilizados em temperatura acima da convencional. Será avaliado também os aspectos microestruturais, bem como o tamanho de grão austenítico resultante.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1. Material e Métodos

Foi recebido um tarugo vazado de Maraging 300, cuja composição química está detalhada na tabela abaixo. Deste material, foram cortadas, utilizando a serra fita, amostras retangulares com 10 mm de espessura. Em seguida, foi realizado o processo de laminação a quente e a frio, com redução de 90% da espessura inicial da amostra. Em seguida, a amostra laminada foi cortada e submetida a diferentes tratamentos térmicos de solubilização, por 1h, nas seguintes temperaturas: 820°C, 860°C, 900°C, 950°C, 1000°C, 1050°C e 1100°C, seguido de resfriamento ao ar.

A textura foi analisada através de difrações de raios-X, que foram realizadas num difratômetro PHILLIPS® modelo X'PERT PRO da Universidade Federal do Ceará (UFC) com fonte de radiação  $\text{CoK}\alpha$  de comprimento de onda  $\lambda=1,7890 \text{ \AA}$  sem monocromador. O intervalo angular  $2\theta$  utilizado para a difração em todas as amostras foi de 40°-115°. As medições foram realizadas a temperatura ambiente no modo contínuo de varredura. O passo angular utilizado foi de 0,02° e o tempo de contagem foi de 3 segundos. A configuração utilizada tanto para a difração quanto para a análise de textura foi a ATC-3 sendo que somente durante a difração foi aplicado o modo de oscilação linear de 5 mm na amostra. A tensão e corrente utilizadas nas medições foram 40 KV e 45 mA.

Na etapa de caracterização microestrutural, foi realizado o procedimento metalográfico padrão, seguindo as etapas de lixamento e polimento mecânico em pasta de diamante (6, 3 e 1 $\mu\text{m}$ ). Em seguida, foram submetidas ao ataque químico com o objetivo de revelar a microestrutura e o contorno de grão. Dessa forma, foram utilizados dois ataques químicos diferentes, o Persulfato de Amônio e o Nital 2%.

Com o objetivo de obter a melhor condição de contraste e revelação da microestrutura e manter a qualidade de preparação da amostra, optou-se por realizar o ataque químico com persulfato de amônio em uma solução composta também por uma sílica coloidal específica para este fim.

Para a análise dos resultados e identificação da microestrutura foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Após a caracterização microestrutural, foram realizadas medições nos grãos das amostras. Essa medição teve por finalidade avaliar a influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento utilizadas nos tratamentos. Para isto, utilizou-se a norma ASTM E112 – 12.

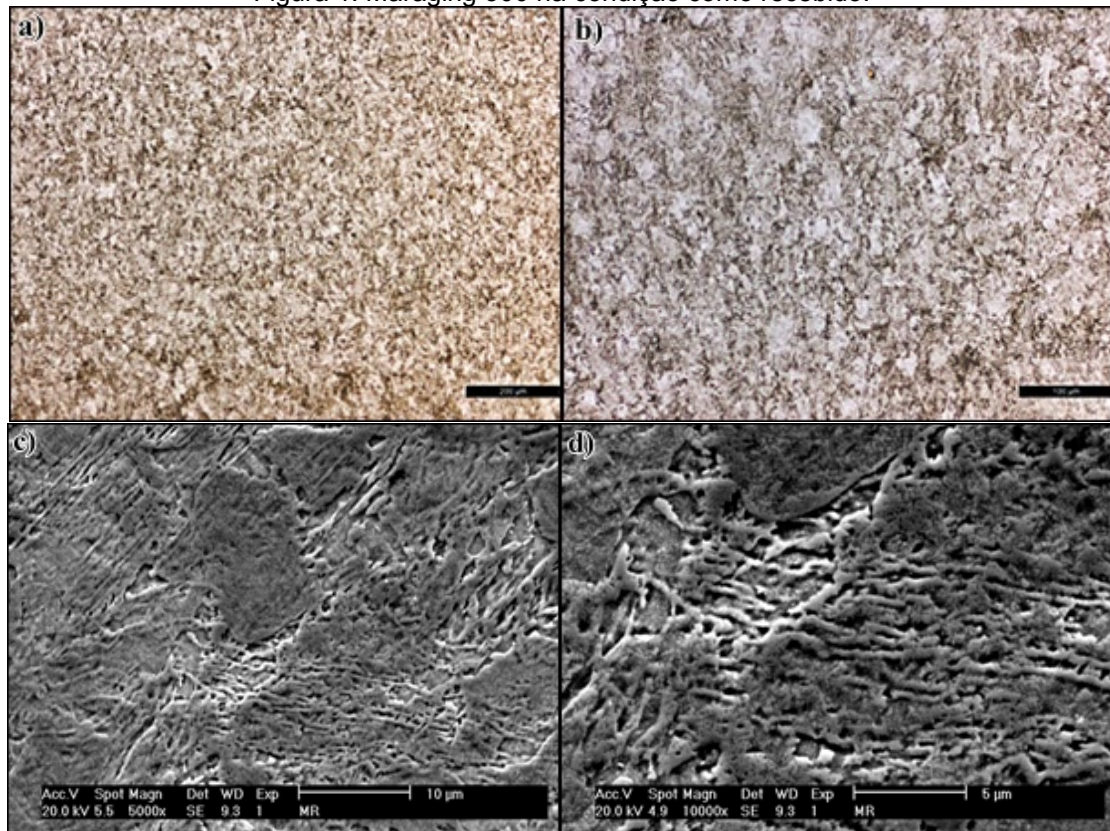
Tabela 1: Composição do aço *maraging* 300

| Classe | Ni    | Co   | Mo   | Ti   | Al   | C    | Mn   | Fe  |
|--------|-------|------|------|------|------|------|------|-----|
| M 300  | 17,86 | 9,31 | 4,96 | 0,79 | 0,14 | 0,01 | 0,01 | Bal |

## 2.2. Resultados e Discussões

Com o objetivo de propor um padrão comparativo para a microestrutura presente nas diferentes condições de tratamentos térmicos realizados, foi feita também a análise microestrutural do Maraging 300 na condição como recebido. Observou-se que nessa condição o material é constituído essencialmente por martensita, como pode ser observado na Figura 1.

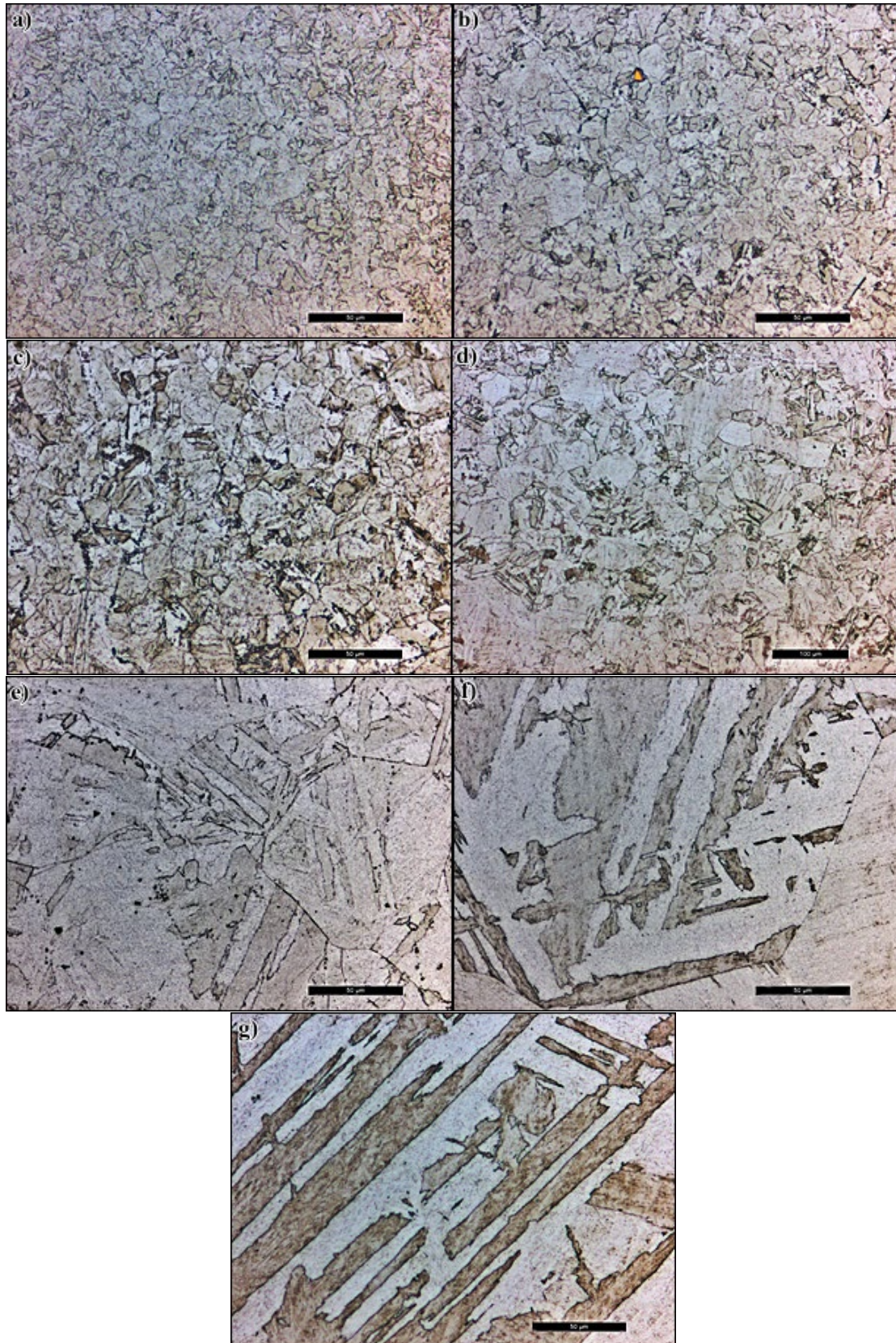
Figura 1. Maraging 300 na condição como recebido.



a) Imagem de MO com aumento de 100x, b) Imagem de MO com aumento de 200x, c) Imagem de MEV com aumento de 5000x e d) Imagem de MEV com aumento de 10000x. (Reagente: Persulfato de amônio e Nital 2%).

Observou-se que ao submeter as amostras ao tratamento térmico de solubilização, os grãos presentes na microestrutura aumentavam proporcionalmente com o aumento da temperatura, conforme ilustrado na Figura 2.

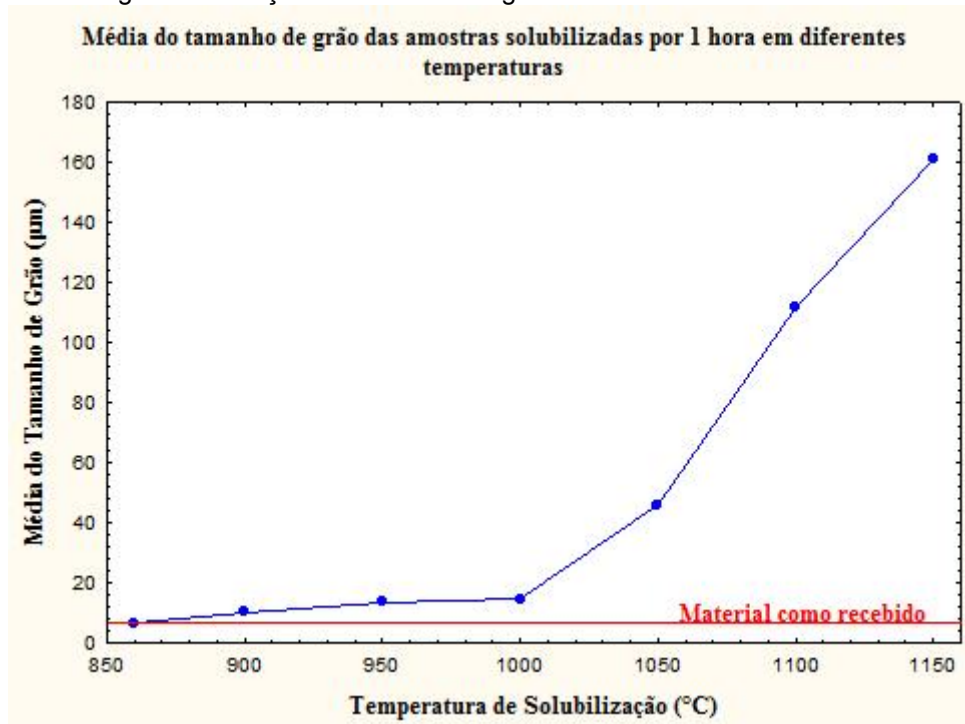
Figura 2. Microestrutura das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização durante 1 hora.



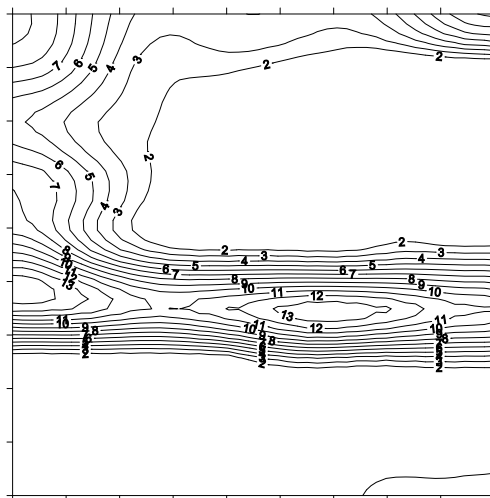
Amostras solubilizadas a a) 860°C, b) 900°C, c) 950°C, d) 1000°C, e) 1050°C, f) 1100°C, g) 1150°C. Aumento de 500x; Reagentes: Persulfato de Amônio e Nital 2%.

A medição do tamanho de grão das amostras apresentadas na Figura 2 mostrou um aumento significativo, variando de aproximadamente 8  $\mu\text{m}$  para as que foram solubilizadas a 860°C a 164  $\mu\text{m}$  para aquelas tratadas a 1150°C. Essa medição pode ser observada na Figura 3, em que é realizado também um comparativo com o tamanho de grão do material na condição como recebido.

Figura 3. Medição do tamanho de grão das amostras solubilizadas.



A Figura de Orientação e Distribuição Cristalográfica da amostra após a laminação abaixo é utilizada de comparativo para as FDOC realizadas com as amostras após as solubilizações em diferentes temperaturas.



As Funções de Orientação e Distribuição Cristalográfica abaixo mostram a variação da textura com a temperatura de solubilização, em seções de  $\varphi_2=45^\circ$  para as amostras de maraging 300 com redução de 90%, solubilizadas e resfriadas ao ar.

Figura 4 - 820°C

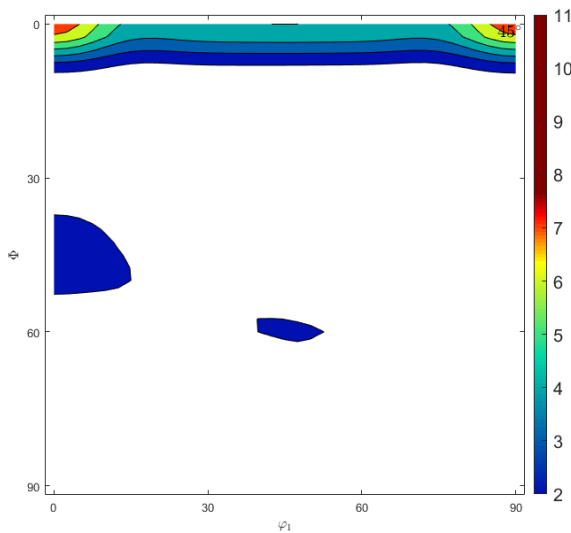


Figura 5 - 860°C

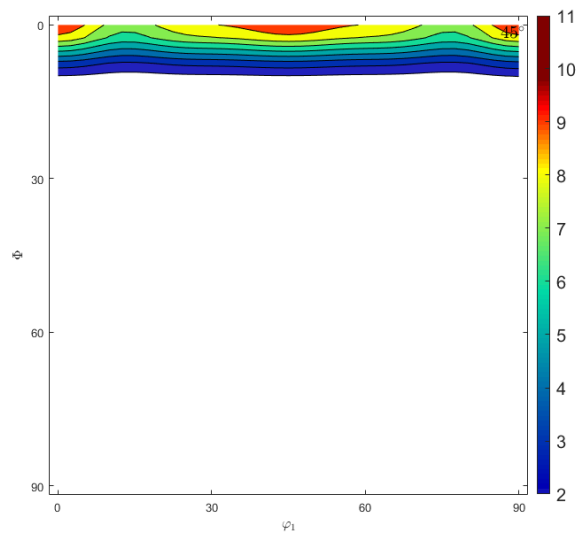


Figura 6 - 900°C

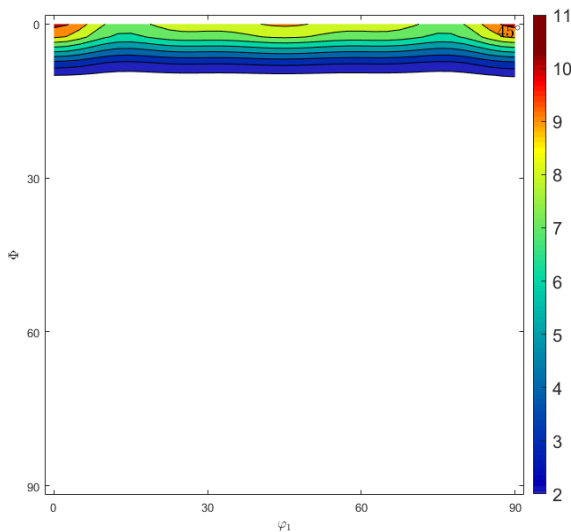


Figura 7 - 950°C

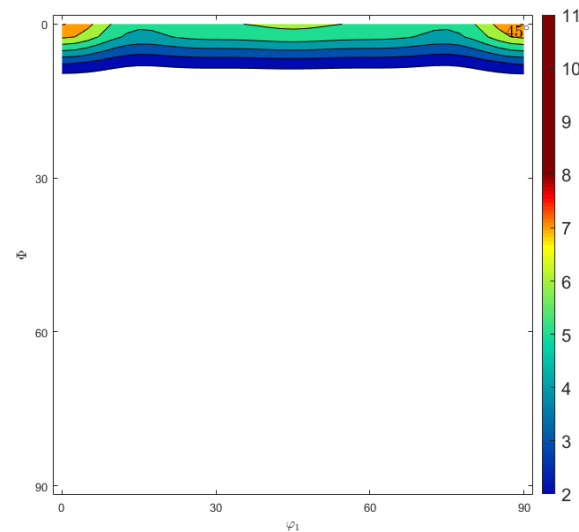


Figura 8 - 1000°C

Figura 9 - 1050°C



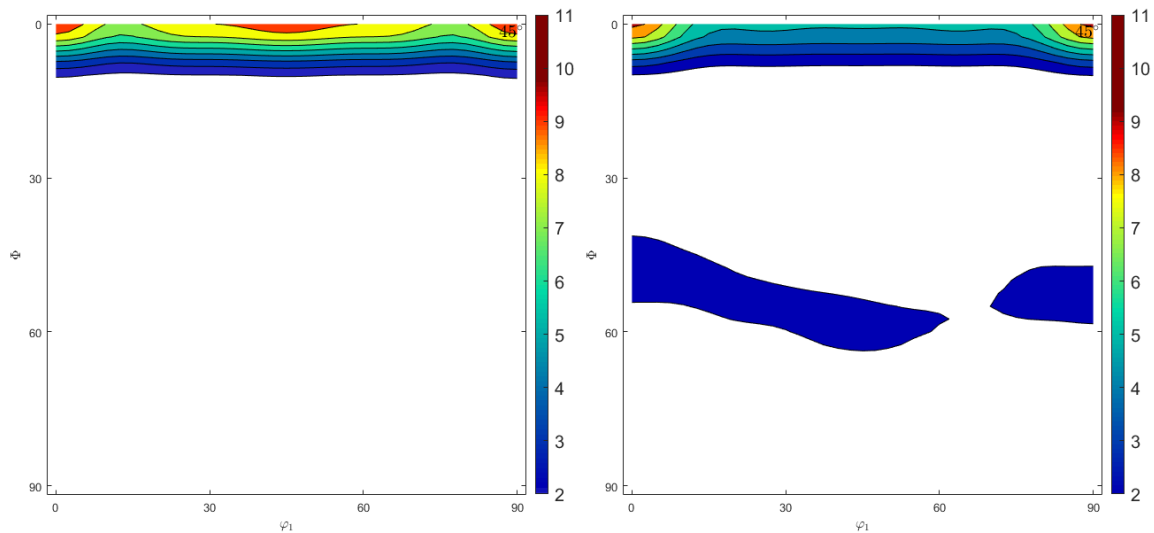
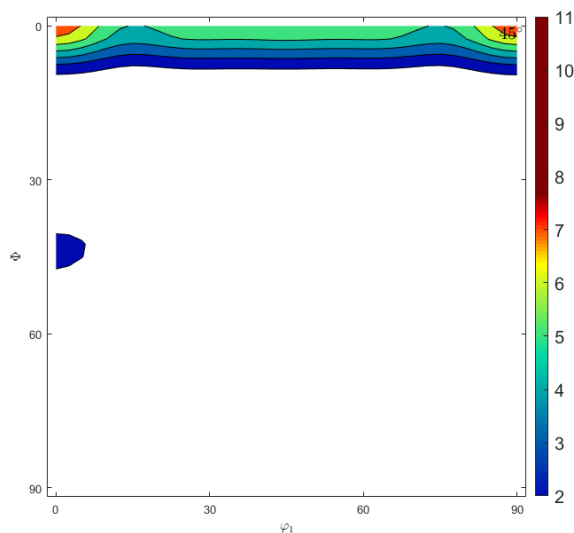


Figura 10 -1100°C



Comparando as FDOC das amostras após a solubilização com a FDOC da amostra após a laminação observa-se que a textura de Cubo Girado (001)[1-10] continua presente em diferentes intensidades. A textura Cubo Girado é característica do processo de laminação.

Já a fibra gamanão existe mais em diferentes temperaturas de solubilização.

### **3 CONCLUSÃO**

- Os tratamentos térmicos de solubilização em temperaturas elevadas contribuem para o aumento do tamanho de grão da microestrutura;
- A textura de cubo girado, provenientes da laminação, está presente em todas as FDOC.
- A textura Cubo Girado é característica do processo de laminação.
- Após todas as temperaturas de solubilização, a fibra gama não continua.

## **Agradecimentos**

Agradecemos à Universidade Federal do Ceará e ao Laboratório de Caracterização de Materiais pelo auxílio e incentivo na pesquisa.

Agradecemos à CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior.

## REFERÊNCIAS

1. PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; FONSECA, M. P. C.; ABREU, H. F. G.; SILVA, J. J. M. Study of the austenite quantification by X-ray diffraction in the 18Ni-Co-Mo-Ti maraging steel. *Journal of Materials Science*, 2006 v. 41, p. 2301-2307.
2. SINHA, P. P.; SREEKUMAR, K.; NATARAJAN, A.; NAGARAJAN, K. V. Grain growth in 18Ni 1800 MPa maraging steel. *Journal of Materials Science*, 1991 v.26, p. 4155 – 4159.
3. JOHNSON, W. C.; STEIN, D. F. A study of grain boundary segregants in thermally embrittled maraging steel. *Metallurgical Transactions*, 1974 v. 5, p. 549 – 554.
4. ASHBROOK, R. W.; MARDER, A. R. The effect of initial carbide morphology and abnormal grain growth in decarburized low carbon steel. *Metallurgical Transactions*, 1985 v. 16A, p. 897 – 902.
5. BURKE, J.E.; TURNBULL, D. Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics*, 1952, v. 3, p. 220-292.
6. PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; TERRA, V. F.; SILVA, M. R.; SANTOS, D. R. Modeling of precipitation hardening during the aging and overaging of 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 2005 v. 393, p. 109-113.
7. MAGNÉE, A.; DRAPIER, J. M.; DUMONT, J.; COUTSOURADIS, D.; HABRAKEN, L. Cobalt-containing high-strength steels. *Centre d'Information du Cobalt*, Brussels, 1974.
8. PETERS, D. T. A study of austenite reversion during aging of maraging steels. *Trans. ASM*, 1968 v. 61, p. 62-74.
9. IL'INA, V. P.; TROITSKAYA, V. A. Effect of flow – temperature quenching on the microstructure and capacity for corrosion cracking steel 03Kh11N10M2T – VD. *Metal Science and Heat Treatment*, 2000 v.42, p. 53 – 56.
10. HOU, H.; QI, L.; ZHAO, Y. H. Effect of austenitizing temperature on the mechanical properties of high-strength maraging steel. *Materials Science & Engineering*, 2013 v. 587, p. 209 – 212.
11. SHA, W.; YE, A.; MALINOV, S.; WILSON, E. A. Microstructure and mechanical properties of low nickel maraging steel. *Materials Science & Engineering*, 2012 v. 536, p. 129 – 135..