



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS**

**Henrique Thiago Freire de Menezes**

**INFLUÊNCIA DO RESFRIAMENTO SUB-ZERO APÓS O ENVELHECIMENTO NA  
FORMAÇÃO DE AUSTENITA REVERTIDA EM UM AÇO MARAGING 350**

**Fortaleza – CE**  
**2008**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS**

**Henrique Thiago Freire de Menezes**

**INFLUÊNCIA DO RESFRIAMENTO SUB-ZERO APÓS O ENVELHECIMENTO NA  
FORMAÇÃO DE AUSTENITA REVERTIDA EM UM AÇO MARAGING 350**

Dissertação apresentada ao curso de mestrado acadêmico em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do grau de mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Orientador: **Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu**

**Fortaleza – CE**  
**2008**

M51h Menezes, Henrique Thiago Freire de  
Influência do resfriamento sub-zero após o envelhecimento na formação de austenita revertida em um aço maraging 350 / Henrique Thiago Freire de Menezes, 2008.  
73 f. ;il. color. enc.

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu  
Área de concentração: Engenharia de Materiais e Metalurgia  
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Fortaleza, 2008.

1. Austenita. 2. Maraging 350. I. Abreu, Hamilton Ferreira Gomes de (Orient.). II. Universidade Federal do Ceará – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais

CDD 620.11



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE MATERIAIS

PARECER DA COMISSÃO DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

HENRIQUE THIAGO FREIRE DE MENEZES

“INFLUÊNCIA DO RESFRIAMENTO SUB-ZERO APÓS O ENVELHECIMENTO NA  
FORMAÇÃO DE AUSTENITA REVERTIDA EM UM AÇO MARAGING 350”

A Comissão de Dissertação composta pelos professores Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Presidente e Orientador, da Universidade Federal do Ceará; Hélio Cordeiro de Miranda, da Universidade Federal do Ceará e Sérgio Souto Maior Tavares, da Universidade Federal Fluminense, considera o candidato:

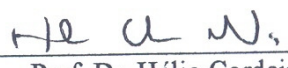
Aprovado com Louvor

Aprovado

Não Aprovado

Secretaria do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, em 29 de setembro de 2008.

  
Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu  
Presidente e Orientador

  
Prof. Dr. Hélio Cordeiro de Miranda  
Membro

  
Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares  
Membro

## AGRADECIMENTOS

À Deus pelo dom da vida.

Ao professor e orientador Hamilton Ferreira Gomes de Abreu pela amizade, dedicação e ensinamentos durante toda minha vida acadêmica.

Ao professor Sérgio Souto Maior pelo apoio e companheirismo durante todo o trabalho.

À Coordenação de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais na pessoa do Professor Dr. Lindberg Lima Soares.

Ao amigo Carlos Marley de Sousa pelas contribuições nas análises de EBSD, amizade e companheirismo.

Ao amigo do LACAM Yarly pela ajuda e incentivo prestados.

Ao amigo Luís Flávio Gaspar Herculano pelo suporte e amizade prestados durante toda vida acadêmica.

Aos companheiros do LACAM: Francisco Nélio, Thiago Handerson, Paulo Régis, Lizandro, Sergey e Camila pela ajuda e incentivo durante o trabalho.

Aos companheiros de mestrado Sitônio, Gilberto e Francisco Ivanildo pela amizade e companheirismo durante o curso.

Ao amigo Francisco Edmilson Lopes pela compreensão e apoio concedido à mim durante este curso.

Em especial à minha família e minha namorada Rachel Bessa pela compreensão à minha ausência principalmente em momentos críticos deste trabalho.

Ao amigo Vlayrton Tomé pela amizade e apoio durante tantos anos.

À FUNCAP pelo apoio financeiro que proporcionou o andamento deste trabalho.

## RESUMO

Os aços *maraging* são materiais de ultra-alta resistência sendo composto principalmente por uma base quaternária Ni-Co-Mo-Ti que possuem excelente tenacidade aliada com alta resistência mecânica sendo utilizadas na indústria bélica, nuclear, componentes aeronáuticos, vasos de pressão até indústria esportiva. Uma de suas importantes aplicações é na utilização nos motores de histerese os quais necessitam de materiais com características de materiais magneticamente macios e elevada resistência mecânica. Foram realizados ensaios de microdureza para determinar propriedades mecânicas nas diversas condições de tratamento de envelhecimento e meios de resfriamento. Com o objetivo de descobrir as fases presentes no material nas diversas condições de tratamento foram realizadas ensaios por difração de raios-X bem como analisar a macrotextura através de FDOC`s. A microtextura foi analisada através da técnica de EBSD (*Electron Backscatterig Diffraction*) com o intuito de estudar a influência da textura da austenita na martensita nas determinadas condições de envelhecimento e meios de resfriamento. Esta dissertação é de grande relevância para o desenvolvimento de novos produtos utilizando aços *maraging*, pois determina as condições que oferecem as propriedades mecânicas, bem como as fases e textura presentes no material nas condições de tratamento requeridas.

## **ABSTRACT**

The maraging steel materials are an ultra-high resistance is composed primarily of a basic quaternary Ni-Co-Mo-Ti that have great tenacity coupled with high mechanical strength being used in industry warfare, nuclear, aerospace components, pressure vessels of up to sports industry . One of its major applications is in use in the engines of hysteresis which require materials with characteristics of magnetically soft materials or semi-hard magnetic materials and high mechanical strength. Hardening tests were conducted to determine mechanical properties in various conditions of treatment of ageing and means of cooling. In order to discover the stages in the material conditions of the various treatment tests were performed by X-ray diffraction and examine the macrotexture through FDOC`s. The microtexture was examined by the technique of EBSD (Backscatterig Electron Diffraction) in order to study the influence of the texture of austenite in martensite in certain conditions of aging and means of cooling. This thesis is of great significance for the development of new products using maraging steel, because it determines the conditions that provide the mechanical properties, and the phases and texture present in the material conditions of treatment required.

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	12
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	13
2.1	Transformações Durante o Envelhecimento.....	15
2.2	Austenita Retida.....	16
2.3	Relações de Orientação entre Austenita e Martensita nos Aços Maraging.....	21
2.4	Teoria da Transformação da Austenita em Martensita.....	23
2.5	Propriedades Magnéticas.....	26
2.6	Textura.....	29
2.7	EBSD ( “Electron Back Scatter Diffraction” ).....	31
2.7.1	A Técnica de EBSD.....	32
2.7.2	Obtenção de dados de textura.....	34
2.7.3	Preparação das Amostras.....	36
3.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	37
3.1	Tratamento Térmico de Solubilização.....	37
3.2	Tratamentos Térmicos de Envelhecimento.....	37
3.3	Preparação das amostras.....	38
3.4	Difração de Raios-X.....	39
3.5	Análise de EBSD.....	39
3.6	Thermo-Calc.....	40
3.7	Metalografia Quantitativa, Análise por Microscopia Ótica.....	40
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	41
4.1	Micrografias.....	41

4.2	Raios-X.....	49
4.3	Influência da Reversão da Austenita na Textura.....	54
4.4	Análise de Microtextura e Relação de Orientação Utilizando a Técnica de EBSD.....	57
4.5	Textura da Austenita Revertida.....	64
5.	CONCLUSÕES.....	66
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	67

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Curva TMA do aço maraging 350 [3]. .....	15
Figura 2 – Curva dilatométrica de um aço maraging 350 [4].....	16
Figura 3 - Microestruturas do aço (a) envelhecido a 510°C por 3h, (b) envelhecido a 640°C por 2h e (c) envelhecido a 640°C por 8h.[8].....	18
Figura 4 – Paralelismo entre (111) $\gamma$ e (110) $\alpha$ [12]. .....	21
Figura 5 - Esquema mostrando as possíveis variações da austenita em um plano de hábito (110) $\alpha$ na relação de orientação de Kurdjumov-Sachs [12].....	22
Figura 6- (a,b) Degrau causado pelo deslizamento de uma discordância; (c,d) Muitas discordâncias causando uma deformação macro; Um plano invariante com uma dilatação uniaxial; (f) Plano invariante com uma deformação cisalhante; (g) plano invariante combinando os efeitos da dilatação axial e da deformação cisalhante [6]. .....	24
Figura 7 - Duas células FCC e uma BCT. A deformação de Bain resulta de uma compressão na célula BCT ao longo do eixo z .....	25
Figura 8 - (a) e (b) Efeito da deformação de Bain na austenita. (c) Linha invariante resultante da deformação e da rotação de corpo rígido.....	25
Figura 9 - Figura de pólos (100) da transformação da austenita com textura {001}<100> usando K-S (círculos vermelhos) e teoria da martensita (triângulos pretos).....	26
Figura 11 – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento [15].....	28
Figura 12 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento [15]. .....	28
Figura 17- Padrões de Kikuchi em EBSD. (a) Origem das linhas de Kikuchi em perspectiva de EBSD (amostra inclinada). (b) Padrão de EBSD do níquel (tensão de aceleração dos elétrons de 20kV). [25] .....	33
Figura 22- Micrografia da amostra envelhecida a 450°C e resfriada em N <sub>2</sub> .....	41
Figura 24 - Micrografia da amostra envelhecida a 450°C e resfriada ao Ar. ....	42

Figura 25 - Micrografia da amostra envelhecida a 480°C e resfriada em N <sub>2</sub> .....	43
Figura 26 - Micrografia da amostra envelhecida a 480°C e resfriada em água.....	43
Figura 27 - Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada em N <sub>2</sub> .....	44
Figura 28- Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada em água.....	45
Figura 29 - Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada ao ar. ....	45
Figura 31 - Micrografia da amostra envelhecida a 550°C e resfriada em água.....	46
Figura 32 - Micrografia da amostra envelhecida a 550°C e resfriada ao ar. ....	47
Figura 33 – Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada em N <sub>2</sub> .....	47
Figura 34 - Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada em água.....	48
Figura 35 - Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada ao ar. ....	48
Figura 36 - Difratoformas das amostras envelhecidas a 450°C resfriadas em N <sub>2</sub> , água e ar.....	50
Figura 37 - Difratoformas das amostras envelhecidas a 480°C resfriadas em N <sub>2</sub> , água e ar.....	50
Figura 38 - Difratoformas das amostras envelhecidas a 510°C resfriadas em N <sub>2</sub> , água e ar.....	51
Figura 39 - Difratoformas das amostras envelhecidas a 550°C resfriadas em N <sub>2</sub> , água e ar.....	52
Figura 40 - Difratoformas das amostras envelhecidas a 600°C resfriadas em N <sub>2</sub> , água e ar.....	53
Figura 41 - Ábaco com as posições das principais orientações ao longo das fibras RD, ND e TD para seção de $\phi_2 = 45^\circ$ .....	54
Figura 42 - FDOC`S das amostras envelhecidas a 450°C e resfriadas ao ar (a) e nitrogênio líquido (b) e amostras envelhecidas a 480°C resfriadas ao ar (c) e nitrogênio líquido (d). ....	55
Figura 43 - FDOC`s da fases martensíticas das amostras envelhecidas a 550°C (a) e 600°C (b) resfriadas ao ar. FDOC`s da fases austeníticas das amostras envelhecidas 550°C (c) e 600°C (d) resfriadas ao ar.....	56
Figura 44 - Triângulo unitário das cores utilizadas. ....	57
Figura 45 – Amostra envelhecida a 450°C resfriada em água obtida pelo INCA (b) e imagem RED`S (a). ....	58

Figura 46 – Amostra envelhecida a 450° resfriada ao ar obtida pelo INCA (B) e imagem tratada pelo RED`s .....	58
Figura 47 - Amostra envelhecida a 450°C resfriada em N <sub>2</sub> obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a). .....	58
Figura 48- Amostra envelhecida a 550°C resfriada ao ar obtida pelo INCA (a).Imagem tratada pelo RED`S (b). Fase austenítica obtida pelo INCA (c). Imagem tratada pelo RED`S (d). .....	59
Figura 49 - (a) Mapa de orientação da direção normal da fase austenítica, (b) Figura de pólo referenta à fase martensítica , (c) Figura de pólo referente à fase austenítica e (d) As figuras de pólo (c) e (d) sobrepostas.....	60
Figura 50 - Imagens da amostra envelhecida a 600°C resfriada ao ar com aumento de 3000X. ...	61
Figura 52 - Amostra envelhecida a 600°C resfriada em água obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a). .....	63
Figura 53 - Amostra envelhecida a 600°C resfriada em N <sub>2</sub> Obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a). .....	63
Figura 54 - Amostra solubilizada a 870°C resfriada em N <sub>2</sub> obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`s (a). .....	64
Figura 55 - (a) Mapa de orientação da austenita revertida; (b) mapa de orientações da martensita; (c) grão selecionado para estudo da textura.....	64
Figura 56 - Figura de pólos da austenita revertida para o grão selecionado; (b) figura de pólos da martensita; (c) figura de pólos da martensita calculada a partir da austenita medida e usando a teoria da martensita.....	65

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química usual dos aços maraging classes 200,250,300 e 350.[1].....	13
Tabela 2 - Influência dos elementos de liga nos aços maraging [2].....	14
Tabela 3 - Composição química da austenita reversa em diferentes temperaturas de envelhecimento em um aço <i>maraging</i> 350 [11]. .....	20
Tabela 4 - Composição química da austenita reversa formada a 510°C em função do tempo de envelhecimento para um aço maraging 300 mediante a utilização de um microscópio de campo iônico [10]. .....	20
Tabela 5 - Relações de Orientações entre $\gamma$ e $\alpha$ [12]. .....	21
Tabela 6 - Variações das Relações Cristalográficas de Kurdjumov-Sachs [12]. .....	22
Tabela 7 – Composição química do aço <i>maraging</i> classe 350.....	37

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* são aços de ultra-alta resistência com vasta aplicação sendo aplicados na indústria bélica, nuclear, componentes aeronáuticos, vasos de pressão até a indústria esportiva. Atualmente estes aços vêm sendo estudados para utilização em rotores de alta velocidade de motores de histerese.

Algumas principais vantagens que o aços *maraging* apresentam sobre outros tipos de aços e ligas são os níveis, extremamente elevados, de resistência mecânica, excelente conformabilidade no estado solubilizado e a capacidade de endurecer por envelhecimento.

Nesta dissertação, foram realizados ensaios de microdureza com o objetivo de analisar as propriedades mecânicas do material. Observou-se também, através de ensaios por difração de raios-X, as fases presentes no material, a microtextura do material e as influências das condições de tratamento requeridas. A microtextura foi estudada utilizando a técnica de EBSD (*Electron Backscatterig Diffraction*) para determinar a textura da presente no material, bem como a influência das condições de tratamento sobre a mesma. Simulação, utilizando a teoria da cristalografia da martensita, foi realizada com o intuito de determinar a textura da austenita revertida. Valores calculados e medidos foram comparados e apresentaram uma boa correspondência.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os aços *maraging* foram criados na década de 50 sendo este nome atribuído ao seu mecanismo de endurecimento – Mar (martensita) + aging (envelhecimento).

Os *maraging* são aços de base quaternária Ni-Co-Ti-Mo [1] que possuem excelente tenacidade com alta resistência mecânica sendo utilizados na indústria bélica, nuclear, componentes aeronáuticos, vasos de pressão e até na indústria esportiva.

Quando criados, os aços *maraging* continham 18, 20 ou 25% de níquel aliado a outros elementos de liga endurecedores [1]. Porém, os aços com elevado teor de níquel possuíam a temperatura de início da martensita ( $M_s$ ) muito baixa. Assim, quando austenitizado em altas temperaturas e resfriados ao ar até a temperatura ambiente, o aço permanecia austenítico.

Os aços *maraging* com 25% de níquel não são mais produzidos devido a grande dificuldade de processamento, baixa resistência à corrosão sob tensão e baixa tenacidade à fratura.

Portanto, por serem mais simples de se tratar termicamente e por apresentarem resistência mecânica e tenacidade após o endurecimento, os aços *maraging* com 18% de níquel se destacaram como os mais promissores. Eles podem ser fornecidos nas classes 200, 250, 300 e 350 apresentando limites de resistência respectivamente iguais a 200ksi (1379 MPa), 250Ksi (1724 MPa), 300Ksi (2068 Mpa) e 350Ksi (2413 MPa) com composições químicas de acordo com a tabela 01.

**Tabela 1** – Composição química usual dos aços *maraging* classes 200,250,300 e 350.[1]

<b>Maraging</b>	<b>Elemento (% peso)</b>				
	<b>Ni (%)</b>	<b>Co (%)</b>	<b>Mo (%)</b>	<b>Ti (%)</b>	<b>Al (%)</b>
200	17-19	8,0-9,0	3-3,5	0,15-0,25	0,05-0,15
250	17-19	7-8,5	4,6-5,2	0,3-0,5	0,05-0,15
300	17-19	8,5-9,5	4,6-5,2	0,5-0,8	0,05-0,15
350	17,5-18,5	12-12,5	3,8-4,6	1,4-1,7	0,1-0,15

Os elementos de liga utilizados nos aços *maraging* estão diretamente relacionados ao seu mecanismo de endurecimento. Estes elementos podem ser classificados de acordo com sua influência neste endurecimento como fortes (Be, Ti), moderados (Al, Nb, Mn, Mo, Si, Ta, V e W) e fracos (Co, Cu e Zr). A influência dos elementos de liga nas propriedades dos aços *maraging* com 18% de Níquel é mostrada na tabela 2.

**Tabela 2** - Influência dos elementos de liga nos aços maraging [2].

Elemento	(%) em peso	Nível presente	Efeito
Níquel	17 – 19	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) resist. mecânica $M_s(\uparrow)$ , produz $\gamma_{resfr.} \rightarrow$ tenacidade e resist. (↓)
Cobalto	7 – 9,5	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) indiretamente resist. mecânica (↑) resist. (↓) tenacidade
Molibdênio	3,0 – 5,2	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) Resistência mecânica (↑) resist. (↓) tenacidade
Titânio	0,1 – 0,8	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) resistência mecânica (↓) tenacidade
Alumínio	0,05 – 0,15	Muito alto (↑)	(↑) resist. (↓) tenacidade
Boro e Zircônio	Teores muito baixos		Retardam a aglomeração de carbonetos nos contornos de grão
Carbono	0,03 máx	Muito alto (↑)	Forma carbonetos grosseiros no bruto de fusão e partículas finas no contorno do grão que são redissolvidas durante o tratamento térmico. (↓) resist. (↓) tenacidade
Cálcio	0,05		Desoxidante
Oxigênio	Residual	Muito alto (↑)	(↓) tenacidade
Enxofre	0,01 máx	Muito alto (↑)	Forma-se TiS (↓) tenacidade (↓) duct. quente
Silício	0,1 máx	Muito alto (↑)	(↓) tenacidade
Manganês	0,3 máx	Muito alto (↑)	(↓) tenacidade

Nos aços *maraging* o processo de endurecimento é devido à precipitação de partículas como  $Fe_2Mo$ ,  $\eta-Ni_3Ti$ ,  $Ni_3Mo$ ,  $Fe_2Ti$ ,  $\mu-Fe_7Mo_6$ ,  $\sigma-FeMo$  e  $\sigma-FeTi$  durante o envelhecimento. Estes precipitados atuam distorcendo a rede cristalina e impedindo o movimento de discordâncias na matriz martensítica, aumentando, desta forma, a resistência do material. [1].

## 2.1 Transformações Durante o Envelhecimento

Através de análises termomagnéticas (TMA), Tavares *et. al.*[3] constataram que a magnetização não sofre alteração até a temperatura próxima de 690°C conforme figura 1, e que a partir daí a magnetização começa a diminuir abruptamente até zero em 800°C. No resfriamento, com uma mesma taxa de aquecimento de 10°C/min, a curva não assume comportamento reversível até a temperatura de 175°C na qual ocorre um aumento da magnetização até valores muito próximos do material no estado solubilizado em temperatura próxima de 130°C.

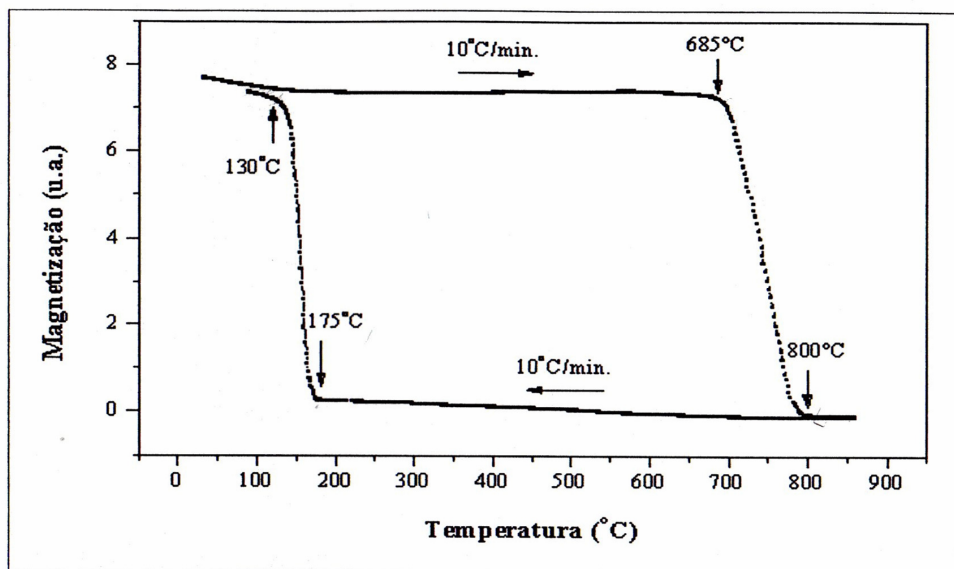


Figura 1 - Curva TMA do aço maraging 350 [3].

Segundo os autores, a diminuição repentina da magnetização em 690°C é devido ao início da formação da fase austenítica ( $A_s$ ), pois a fase austenítica é paramagnética. A 800°C constatou-se o final da formação da fase austenítica ( $A_f$ ). Em 175°C ocorre o início da fase martensítica ( $M_s$ ) que tem sua transformação finalizada em 130°C ( $M_f$ ).

Outro estudo realizado no aço *maraging* 350 foi o dilatométrico realizado por Viswanathan *et. al.*[4]. Observa-se na figura 2 o resultado de um ensaio realizado com uma taxa de aquecimento de 4°C/min. Até uma temperatura de 500°C a amostra assumiu um comportamento linear mudando de comportamento no ponto  $P_s$  (início da precipitação) onde sofreu oscilações até atingir a temperatura de 560°C. Aproximadamente a 650°C ( $A_s$ ) deu-se início a reversão da austenita constatado por uma expansão da amostra. A 760°C aproximadamente finaliza-se o processo de reversão da austenita ( $A_f$ ) onde ainda se observa uma expansão da amostra até uma temperatura de 825°C. No resfriamento considera-se o

comportamento de contração linear até a temperatura de 225°C onde se dá início ao processo de formação da martensita ( $M_s$ ), em que ocorre uma leve expansão da amostra até a temperatura do final da transformação martensítica ( $M_f$ ).

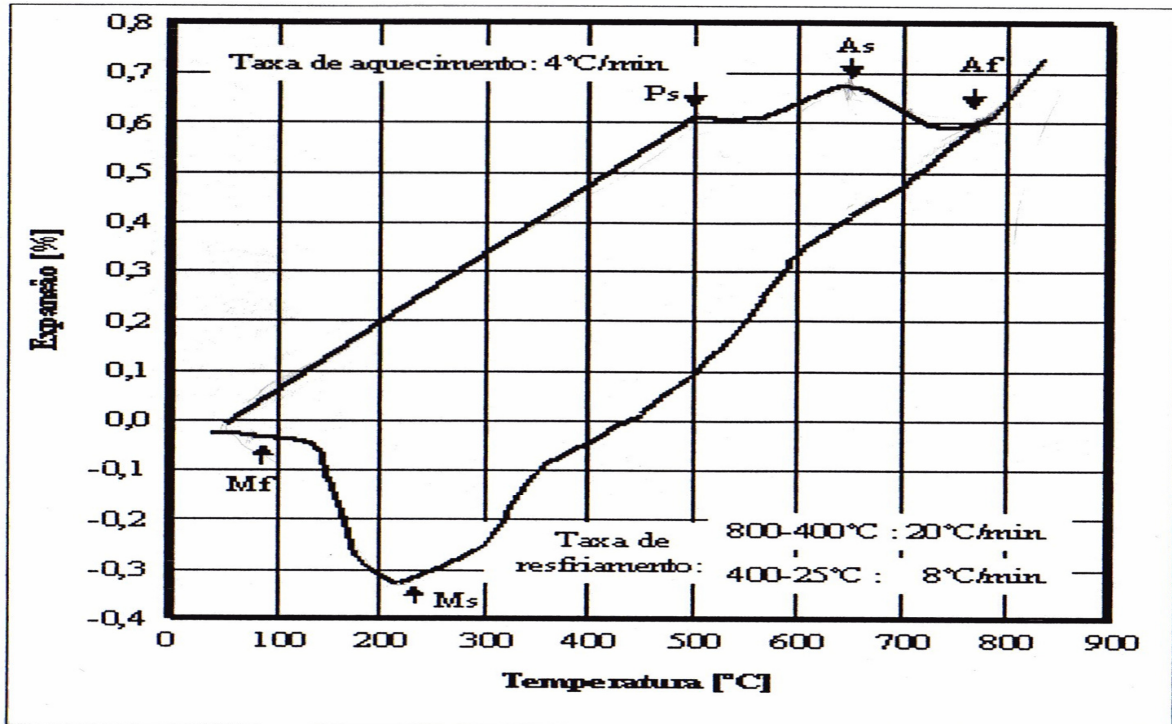


Figura 2 – Curva dilatométrica de um aço maraging 350 [4].

## 2.2 Austenita Revertida

O estudo do processo da reversão da austenita é de grande importância para os aços *maraging* devido à influência que a austenita exerce nas propriedades mecânicas e magnéticas do material.

Os aços *maraging* podem ter a introdução da austenita em sua microestrutura através de dois diferentes métodos durante o tratamento térmico: Por meio da dissolução de precipitados intermetálicos, que são obtidos através de um aquecimento isotérmico no qual a austenita inicia-se nas regiões onde o conteúdo de níquel é alto. O outro método é quando o aço *maraging* sofre um ciclo térmico entre a temperatura ambiente e a temperatura  $A_f$  na qual a transformação austenítica é completada. A partir de  $A_f$  o material deve ser resfriado rapidamente antes mesmo que a austenita atinja o equilíbrio, existindo assim, heterogeneidades na sua composição.

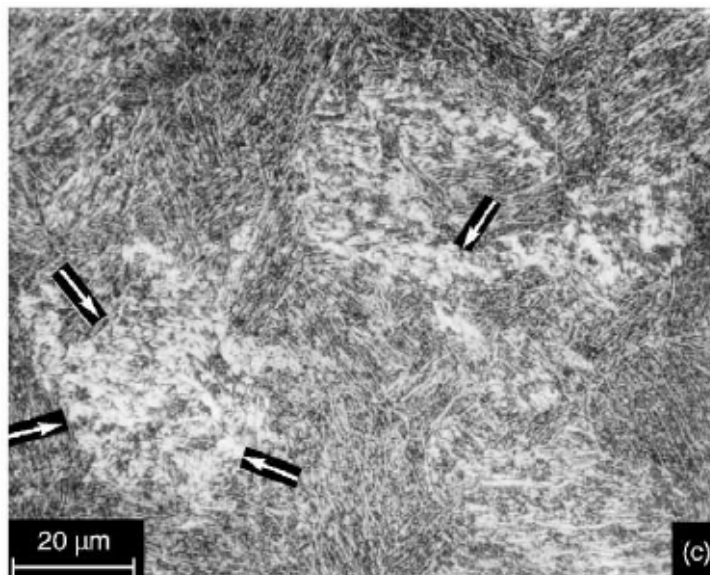
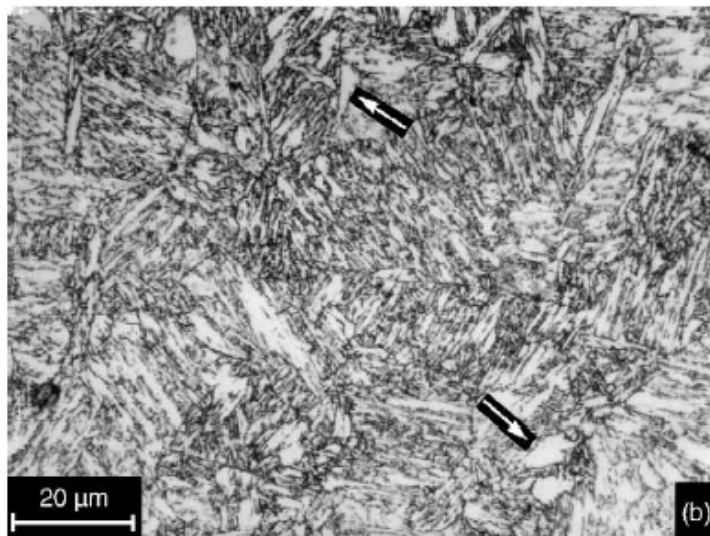
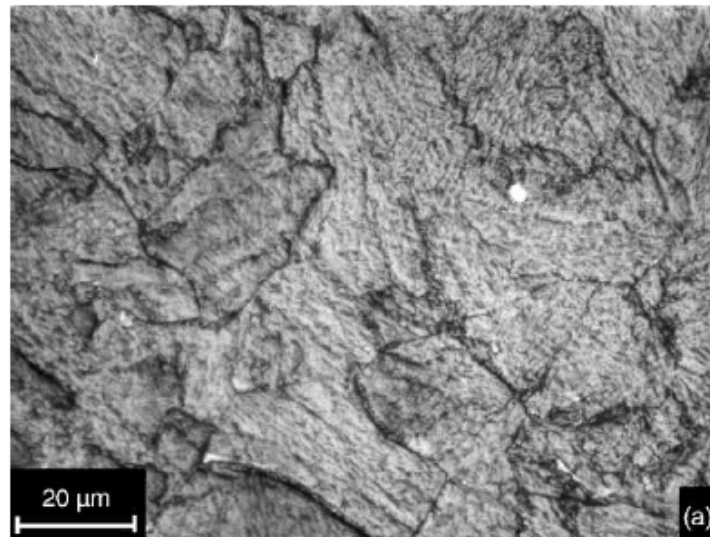
A reação martensítica ocorrerá nas regiões pobres em elementos de liga, e nas regiões ricas em Ni, Co, Ti e Mo a austenita não se transforma, sendo chamada de “Austenita Retida”[4].

O processo de transformação da fase martensítica para austenítica é devido a difusão de Ni na matriz martensítica através do envelhecimento em altas temperaturas e tempos prolongados que diminui a temperatura de início da fase austenítica e martensítica ( $A_s$  e  $M_s$ ) da região.

Com a diminuição da temperatura  $A_s$  e  $M_s$ , ao ser resfriado a uma temperatura acima de  $M_s$ , o material não sofre transformação de fase nas regiões ricas em Ni, desse modo a microestrutura permanece austenítica, pois o Ni é um elemento austenitizante, ou seja, quando o material sofre o processo de envelhecimento, há a precipitação de compostos intermetálicos. Ao ser resfriado, o material tende a sofrer uma transformação de fase de austenita para martensita, já que o material solubilizado possui fase austenítica. Porém, dependendo da temperatura a qual o material será resfriado, como a temperatura  $A_s$  e  $M_s$  são diminuídas, a austenita poderá não se transformar-se em martensita devido ao Ni precipitado pelo processo de envelhecimento, pois o Ni é um elemento altamente austenitizante.

Assim, nas regiões ricas em Ni, a fase permanece austenítica e nas outras regiões em que não contém teores de Ni, a fase se transforma em martensita.

Nas figuras 3(a), 3(b) e 3(c) estão mostradas imagens de uma amostra de aço maraging 350 estudado por Vishwanathan *et. al.* [9] que foram envelhecidas a 510°C por um período de 3 horas, 640°C por 2 horas e 640°C por 8 horas e depois resfriadas ao ar.



**Figura 3** - Microestruturas do aço (a) envelhecido a 510°C por 3h, (b) envelhecido a 640°C por 2h e (c) envelhecido a 640°C por 8h.[8]

No estudo realizado, não se observou a presença de austenita reversa na amostra envelhecida a 510°C. Porém, nas amostras envelhecidas a 640°C pode-se observar a presença da fase austenítica na microestrutura do material nos dois tempos de tratamento adotados. O trabalho de Vishwanathan *et. al* [9] concluiu que a austenita reversa aumenta em quantidade diretamente proporcional ao tempo de envelhecimento, o que se pode constatar nas micrografias apresentadas.

Estudos feitos por Sinha *et. al.* [10] em aços maraging sob condições de superenvelhecimento, mostraram que a reversão da austenita está associada a dissolução de precipitados de Ni<sub>3</sub>Mo nestes aços após um processo de superenvelhecimento. A dissolução de Ni<sub>3</sub>Mo e subsequente formação de Fe<sub>2</sub>Mo como precipitado resultam em um local rico em Ni na matriz martensítica. Em consequência deste processo, ou seja, com a microsegregação de Ni para a matriz martensítica, há uma redução das temperaturas As e Ms e, conseqüentemente, não há a reversão da martensita em regiões austeníticas onde o conteúdo de Ni estiver próximo de 20%, pois esta austenita é estabilizada não sendo, portanto, possível a transformação para martensita.

Conforme estudos realizados por diversos autores [1,8,11], para os aços maraging com 18% de níquel, o envelhecimento na faixa de 500°C a 700°C, dependendo do intervalo de tempo, pode provocar a formação de austenita reversa. Tendo em consideração que o estado da matriz martensítica é metaestável, exposições em temperaturas abaixo da As em tempos prolongados resultará em uma decomposição da martensita em austenita além de martensita empobrecida em elementos de liga e os precipitados [1].

Li *et. al.*[11] determinaram, mediante microanálise por espectroscopia por dispersão de energia (EDS), a composição química da austenita reversa em três temperaturas 500, 570 e 640°C. Os resultados apresentados na tabela 3 mostram que a austenita reversa apresenta teores de níquel superiores ao da composição química do aço e da matriz martensítica, e que a austenita de baixas temperaturas, ou seja, 500°C é ainda mais rica em níquel que a formada a 640°C.

**Tabela 3** - Composição química da austenita reversa em diferentes temperaturas de envelhecimento em um aço *maraging* 350 [11].

Temperatura de envelhecimento (°C)	Fe (%) Em peso	Co (%) Em peso	Ni (%) Em peso	Mo (%) Em peso	Ti (%) Em peso
500	51,18	3,32	39,24	3,66	2,60
570	57,74	5,12	32,16	3,02	1,82
640	62,70	9,23	24,21	2,42	1,44

**Tabela 4** - Composição química da austenita reversa formada a 510°C em função do tempo de envelhecimento para um aço *maraging* 300 mediante a utilização de um microscópio de campo iônico [10].

Tempo de envelhecimento (h)	Fe (%) Em peso	Co (%) Em peso	Ni (%) Em peso	Mo (%) Em peso	Ti (%) Em peso
4	38,3	6,3	49,0	3,2	2,7
8	54,0	5,1	37,3	2,9	0,4
128	53,5	3,5	39,2	2,7	0,3

O teor de níquel na austenita formada a 500°C é maior que o teor na liga, isto indica que a formação da austenita durante o envelhecimento a 500°C é devido à segregação de átomos de níquel nos contornos de grão e nos contornos da martensita. A transformação martensítica no resfriamento não acontece, pois a austenita enriquecida em níquel é estável mesmo na temperatura ambiente [11].

A formação de austenita e de precipitados de Fe<sub>2</sub>Mo acontecem ao mesmo tempo, ou seja, Li *et. al.* [11] sugerem a reação do tipo:



Ou seja, parte dos precipitados de Ni<sub>3</sub>(Mo, Ti) contribui para o coalescimento das partículas não dissolvidas, enquanto que o níquel de outras regiões dos precipitados dissolvidos é utilizado para formar austenita reversa. O molibdênio dos precipitados de Ni<sub>3</sub>(Mo,Ti) dissolvidos é utilizado para a formação de precipitados Fe<sub>2</sub>Mo.

### 2.3 Relações de orientação entre austenita e martensita nos aços maraging

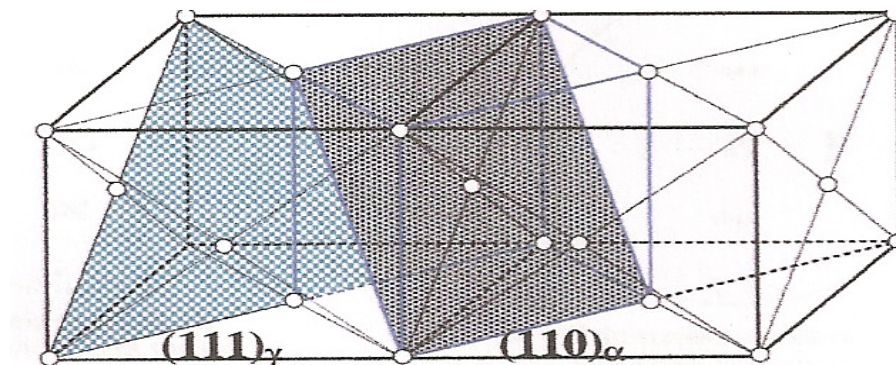
Cabus *et. al.*[12] definiu que a relação de orientação cristalográfica entre as fases martensítica (matriz) e a austenita retida nos aços *maraging* é a de Kurdjumov-Sachs (K-S). Bhadeshia *et. al.* [6], por outro lado critica o uso desta relação para a transformação martensítica. A transformação martensítica possui teoria estabelecida que se caracteriza por ser irracional, ter um plano de hábito e uma linha invariante. Tanto as relações de Kurdjumov-Sachs (K-S) quanto da teoria clássica da transformação martensítica serão resumidas a seguir.

Na relação K-S a família de planos da austenita  $\{111\}_\gamma$  é paralela a família de planos da martensita  $\{110\}_\alpha$ . Existem 4 possibilidades para o plano  $\{111\}_\gamma$ . Em cada um destes planos, a família de direções da austenita  $\langle 110 \rangle_\gamma$ , onde são 3 possibilidades de direções  $\langle 110 \rangle$  em um plano  $\{111\}$ , é paralelo a família de direções da martensita  $\langle 111 \rangle_\alpha$ , onde são duas direções  $\langle 111 \rangle$  no plano  $\{110\}$ . Como mostrado na tabela 6, existem 6 variações para as relações Kurdjumov-Sachs para cada plano  $\{111\}_\gamma$ .

**Tabela 5 -** Relações de Orientações entre  $\gamma$  e  $\alpha$  [12].

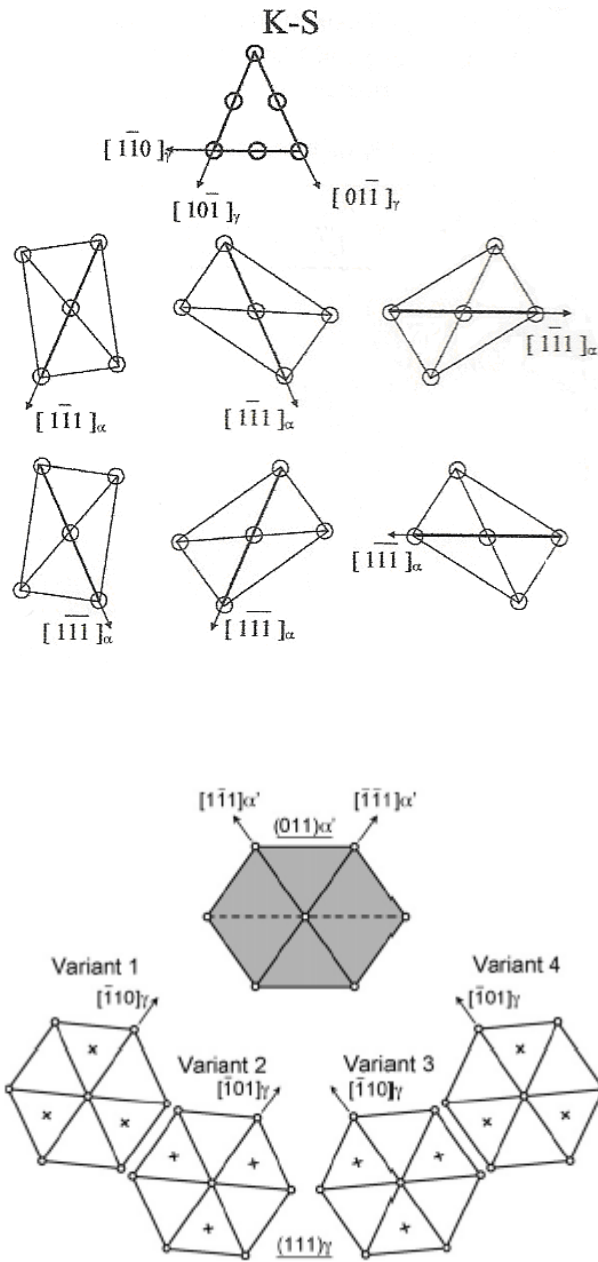
Relações de Orientação	Expressão	Número de Variações	Rotação correspondente
Bain	$\{100\}_\gamma // \{100\}_\alpha$	3	$45^\circ \langle 100 \rangle$
	$\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$		
Kurdjumov-Sachs	$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$	24	$90^\circ \langle 112 \rangle$
	$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$		
Nishiyama-Wassermann	$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha$	12	$95,3^\circ \langle h,k,l \rangle^*$
	$\langle 112 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$		
	$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_\alpha$		

$$*h = -1 + \sqrt{2} + \sqrt{3}, K = 1 + \sqrt{2} + \sqrt{3}, l = \sqrt{2}$$



**Figura 4 –** Paralelismo entre  $(111)_\gamma$  e  $(110)_\alpha$  [12].

**Tabela 6** - Variações das Relações Cristalográficas de Kurdjumov-Sachs [12].



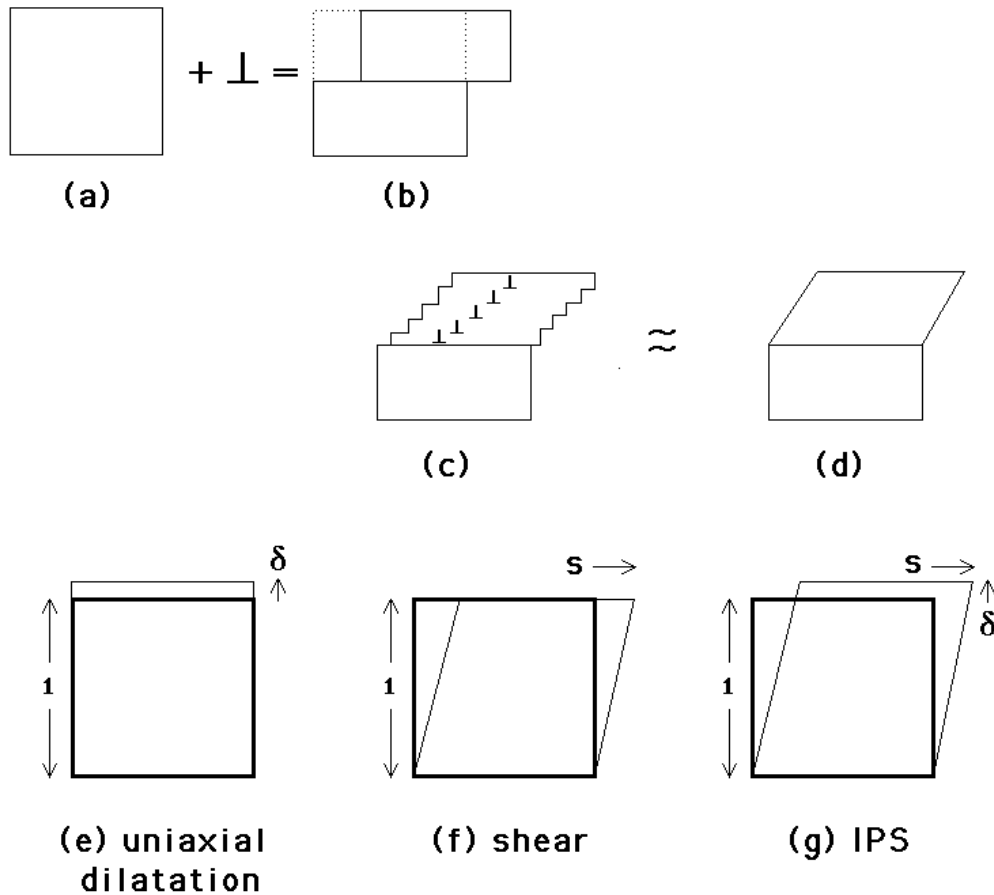
**Figura 5** - Esquema mostrando as possíveis variações da austenita em um plano de hábito  $(110)\alpha'$  na relação de orientação de Kurdjumov-Sachs [12].

No estudo apresentado por Farooque *et. al.*[10] pode-se observar o paralelismo existente entre os planos  $(111)_\gamma$  e  $(110)\alpha$ .

## 2.4 Teoria Clássica da Transformação da Austenita em Martensita

Em transformações do estado sólido, a textura de transformação pode ser calculada a partir da textura da fase mãe e do conhecimento das relações de orientação com a fase produto [5], onde a fase produto é nucleada no interior do cristal mãe. Para uma transformação martensítica, a estrutura cristalina da fase mãe é transformada na fase produto sem a necessidade de qualquer processo difusional.

Na figura 6, temos a ilustração da transformação martensítica onde átomos do cristal mãe estão arranjados e são deformados de modo que uma deformação macroscópica do cristal aparecerá após a transformação. As discordâncias responsáveis pela deformação estão na interface  $\alpha'/\gamma$ , com vetores de Burgers tais que além da deformação causam a mudança da estrutura cristalina. A deformação é tal que uma superfície plana inicialmente gira uniformemente em torno de uma linha formada pela interseção do plano da interface com a superfície livre.



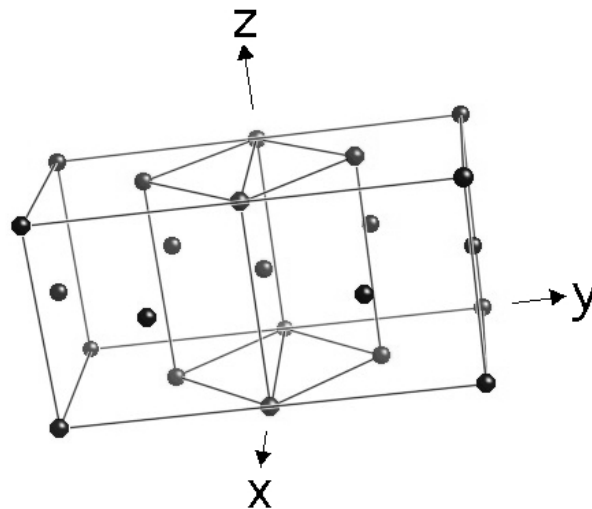
**Figura 6-** (a,b) Degrau causado pelo deslizamento de uma discordância; (c,d) Muitas discordâncias causando uma deformação macro; Um plano invariante com uma dilatação uni-axial; (f) Plano invariante com uma deformação cisalhante; (g) plano invariante combinando os efeitos da dilatação axial e da deformação cisalhante [6].

A mudança da estrutura cristalina na transformação FCC-BCC conhecida por deformação de Bain foi proposta em 1924 e tem até hoje sido utilizada. É representada por uma matriz 3 x 3 onde a diagonal assume os valores  $a_{\alpha'}/a_{\gamma}$ ,  $\sqrt{2}a_{\alpha'}/a_{\gamma}$  e  $\sqrt{2}a_{\alpha'}/a_{\gamma}$ , sendo os demais componentes da matriz nulos e  $a_{\alpha'}$  and  $a_{\gamma}$  os parâmetros de rede da martensita e da austenita. A figura 7 ilustra a correspondência que implica nas seguintes relações;

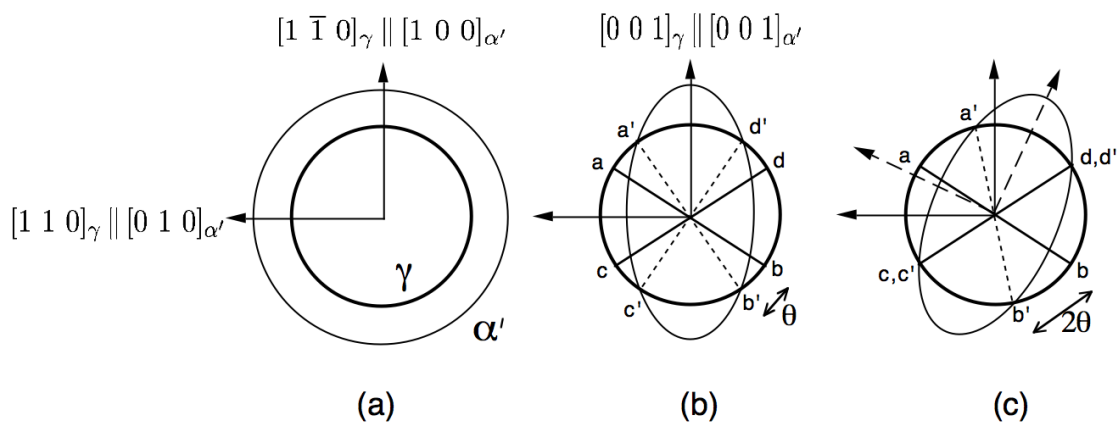
$$\begin{aligned}
 [0 \ 0 \ 1]_{\gamma} & \parallel [0 \ 0 \ 1]_{\alpha'} \\
 [1 \ -1 \ 0]_{\gamma} & \parallel [1 \ 0 \ 0]_{\alpha'} \\
 [1 \ 1 \ 0]_{\gamma} & \parallel [0 \ 1 \ 0]_{\alpha'}
 \end{aligned}$$

Estas relações de orientação não são observadas experimentalmente porque a energia de deformação associada com **B** seria muito grande e superior à energia química necessária para a

transformação [7]. A deformação de Bain também não representa uma transformação martensítica por não satisfazer o requisito essencial da existência de uma linha invariante. A figura 8 apresenta clássico modelo da transformação martensítica. A austenita é representada por uma esfera a qual como resultado da deformação de Bain, se transforma em uma elipse que seria a martensita. Pode-se observar que apenas com esta deformação não existe qualquer linha que seja mantida sem deformação e sem rotação. Entretanto a combinação dos efeitos de deformação de Bain e rotação de corpo rígido fazendo coincidir  $c'd'$  com  $cd$  resultam numa linha invariante no sistema.

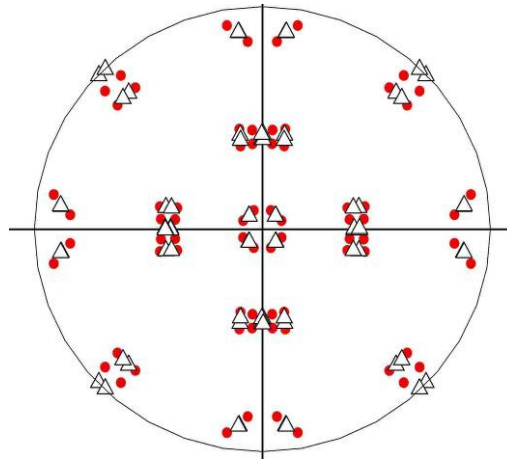


**Figura 7** - Duas células FCC e uma BCT. A deformação de Bain resulta de uma compressão na célula BCT ao longo do eixo z



**Figura 8** - (a) e (b) Efeito da deformação de Bain na austenita. (c) Linha invariante resultante da deformação e da rotação de corpo rígido.

A figura 9 apresenta uma figura de pólo onde as projeções representadas por círculos vermelhos são as da austenita calculadas com relação de orientação de Kurdjumov-Sachs (K-S) e as projeções representadas por triângulos são as calculadas usando a Teoria da Transformação Martensítica, ambos para uma textura inicial da austenita  $\{001\} \langle 001 \rangle$ . As orientações resultantes são próximas da solução de K-S que carece de uma linha invariante, bem como, a definição do plano de hábito.



**Figura 9** - Figura de pólos (100) da transformação da austenita com textura  $\{001\} \langle 001 \rangle$  usando K-S (círculos vermelhos) e teoria da martensita (triângulos pretos).

## 2.5 Propriedades Magnéticas

O uso de motores de histerese em equipamentos de elevada rotação é sempre limitado pela resistência mecânica da liga magnética usada. O uso de aços *maraging* para esta finalidade foi sugerida por vários autores [10,15,19]. Os aços *maraging* apresentam além de satisfatórias propriedades magnéticas, alta resistência e boa tenacidade.

Os aços *maraging* são da família dos materiais ferromagnéticos, por possuírem um momento magnético permanente na ausência de um campo externo e manifestarem magnetizações significativas e permanentes. Essas características são oriundas dos metais de transição ferro ( ferrita  $\alpha$  CCC) cobalto, níquel e gadolínio [14].

Para as aplicações em motores de histerese, as forças coercivas ( $H_c$ ) devem possuir valores baixos, as induções de saturação ( $B_s$ ) e residual ( $B_r$ ) devem ser altas nos campos magnéticos na ordem de (20-60) A / cm, e a relação  $B_r / B_s$  deve ser de pelo menos 0,7 [15,16].

Os materiais ferromagnéticos, quando expostos a um campo magnético externo H, apresentam fenômenos de saturação e histerese., como observado na figura 10.

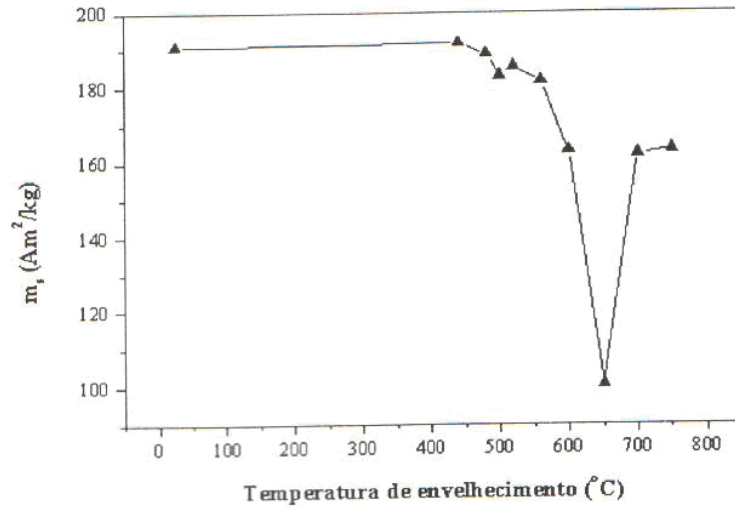
O fenômeno de saturação ocorre quando o valor de indução magnética  $B$ , que representa a magnitude da força do campo interno no interior de uma substância que é submetida a um campo  $H$ , cresce e se aproxima de um limite infinito, denominado magnetização de saturação ( $M_s$ ). Quando o valor de indução magnética  $B$  atinge o ponto de indução de saturação ( $B_s$ ), se esgota a capacidade do material de concentrar linhas de fluxo. A relação entre  $B$  e  $H$  é dada por:

$$B = \mu \cdot H$$

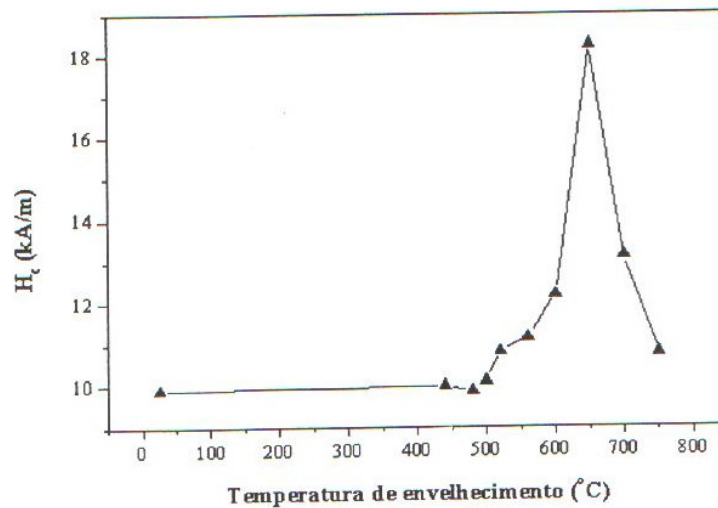
Onde  $\mu$  é uma constante de proporcionalidade que representa a permeabilidade magnética do material.

Já no fenômeno de histerese, o processo ocorre quando, a partir da saturação, a medida que o campo  $H$  é reduzido pela reversão da direção do campo, a curva não retorna seguindo seu trajeto original, ou seja, o campo  $B$  se defasa em relação ao campo  $H$  que é aplicado ou diminui a uma taxa mais baixa [12]. Ao atingir zero no valor do campo  $H$ , existe um campo  $B$  residual que é chamado de remanência ou  $B_r$ ; o material permanece magnetizado na ausência de um campo externo. O campo  $H$  necessário para que o valor de indução magnética  $B$  atinja o valor zero é denominado força coerciva ( $H_c$ ) e representa a dureza magnética do material.

Tavares *et al.* [15] e Ahmed *et al.* [17] estudaram o comportamento das propriedades magnéticas do aço *maraging* 350 envelhecido em diferentes temperaturas por 1 hora. Nas figuras 11 e 12 temos um gráfico de magnetização de saturação ( $M_s$ ) *versus* temperatura de envelhecimento e Força coerciva ( $H_c$ ) *versus* temperatura de envelhecimento respectivamente. No intervalo de 560 a 650°C observa-se um aumento de  $H_c$  e decréscimo de  $m_s$  devido à formação de austenita reversa rica em níquel nestas temperaturas [15]. Ahmed *et al.* [17] analisaram os valores de  $m_s$  em função do conteúdo de austenita obtida por raios - X para diferentes temperaturas de envelhecimento, conclui que a  $m_s$  diminui com o aumento do conteúdo de austenita presente na liga. Segundo [15,17] o máximo valor de  $H_c$  e o mínimo valor de  $m_s$  são obtidos no envelhecimento a 650°C, temperatura em que se obtém a máxima percentagem de austenita.

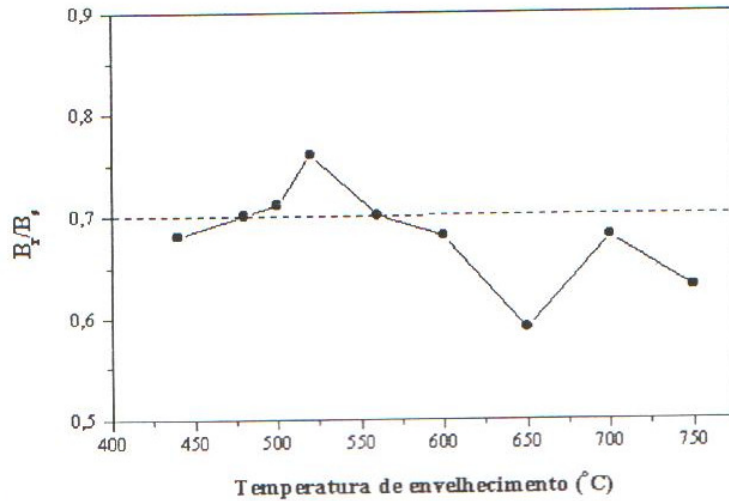


**Figura 10** – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento [15].



**Figura 11** - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento [15].

Na figura 13 observa-se os valores de  $B_r / B_s$  em função da temperatura de envelhecimento em amostras envelhecidas por 1 hora. Somente as amostras envelhecidas a 480, 500, 520 e 560°C apresentaram valores de  $B_r / B_s$  iguais ou superiores a 0,7. O envelhecimento a 650°C produz um valor mínimo de 0,59 de  $B_r / B_s$ . temperaturas de envelhecimento iguais ou superiores a 600°C produzem valores de  $B_r / B_s$  inferiores ao requerido 0,7 [15].



**Figura 13** - Quadratura versus temperatura de envelhecimento [15].

## 2.6 Textura

Os materiais policristalinos são compostos de pequenos cristais, denominados grãos. Esses cristais são distribuídos, na maioria das vezes, em direções preferenciais que podem ser introduzidas no material por diversos modos: pela solidificação, pela deformação plástica, pela recristalização e pela transformação de fase.

A figura 14 mostra um material com textura que pode ser definida como uma condição na qual a distribuição de orientações dos grãos de um policristal não é ao acaso (aleatório). Algumas vezes utiliza-se a expressão textura aleatória para significar ausência de uma orientação preferencial conforme mostrado na figura 15.

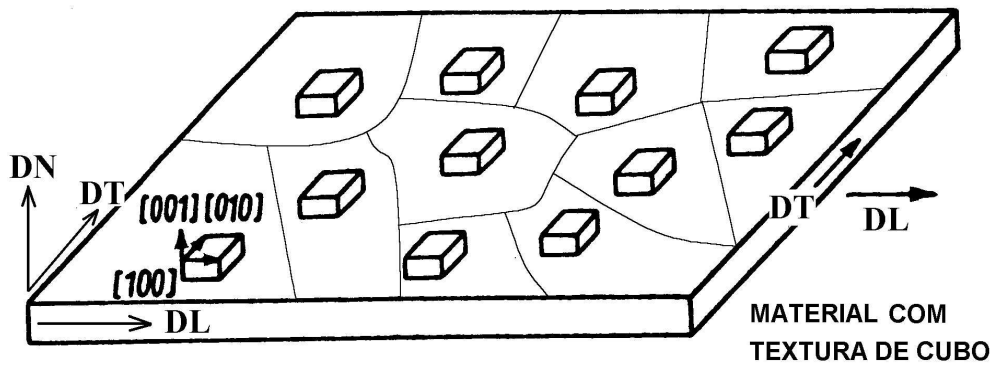


Figura 14 - Material (chapa) com textura de cubo [18].

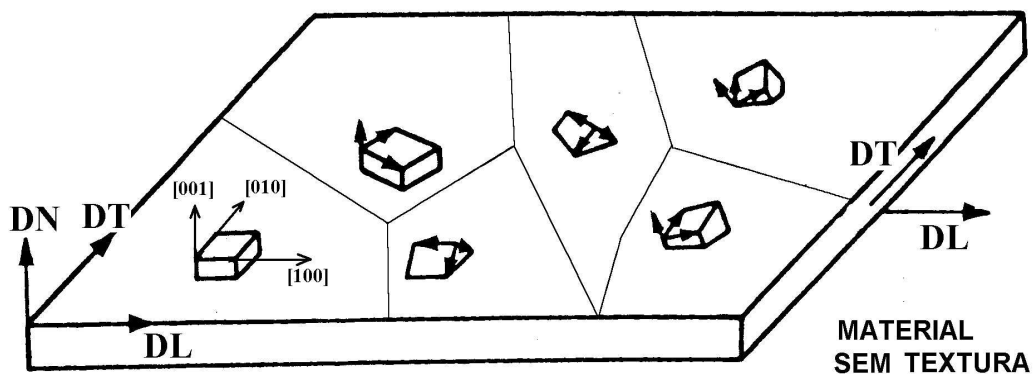


Figura 15 - Chapa com orientação dos cristais ao acaso (sem textura) [18].

Quando um material possui uma orientação preferencial das direções cristalográficas, algumas de suas propriedades físicas tais como módulo de elasticidade, condutividade elétrica e índice de refração podem ter valores diferentes de acordo com a direção que forem medidas [14].

A presença ou ausência de textura não pode ser inferida a partir da forma dos grãos e sim à forma como a rede cristalina está arranjada [13].

A textura cristalográfica de um material pode ser analisada através da técnica de EBSD (“*Electron Back Scatter Diffraction*”) que possibilita a determinação da orientação individual de cada grão (microtextura) ou através da difração de raios-X e difração de nêutrons que mede a fração volumétrica do material associada a uma dada orientação cristalográfica a partir da intensidade que difratam [19].

## 2.7 EBSD (“*Electron Back Scatter Diffraction*”)

A compreensão da cristalografia de um material é fundamental para a completa caracterização de sua microestrutura. A partir deste conhecimento, pode-se fazer a conexão com as propriedades físicas do material, possibilitando assim a verdadeira engenharia de sua microestrutura. Por conhecimento da cristalografia deve-se entender não apenas a determinação da orientação preferencial dos grãos, ou textura, mas também as variações de orientação presentes dentro dos grãos e a determinação da natureza das interfaces presentes. Somente assim pode-se de fato compreender as propriedades anisotrópicas e heterogêneas apresentadas pelos materiais de engenharia, bem como somente a partir daí é possível modelar o comportamento dos materiais diante de diferentes processamentos termomecânicos. [20].

A forma mais tradicional de avaliação cristalográfica dos materiais é a difração, na qual milhares de cristais são iluminados simultaneamente, proporcionando uma medida volumétrica da quantidade de grãos na condição de Bragg para cada posição do espaço de orientação da amostra. Tal técnica proporciona uma informação macroscópica da textura, doravante chamada de “macrotextura”.

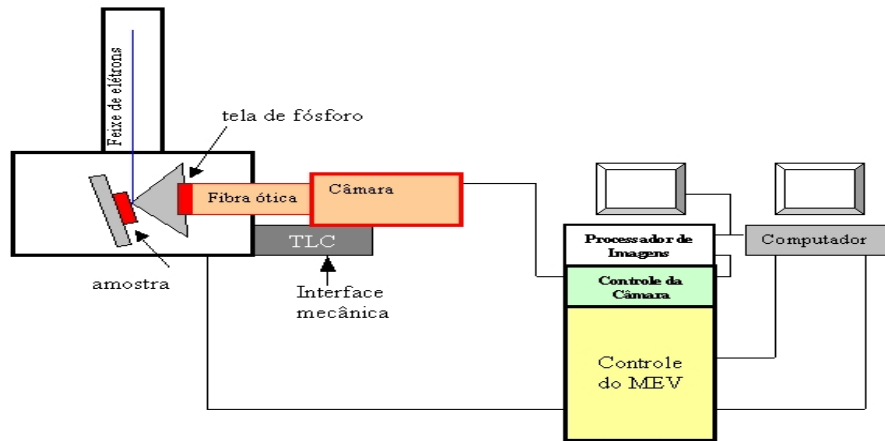
Portanto, surgiu a necessidade de uma técnica capaz de determinar a cristalografia com resolução espacial compatível com o tamanho de grão, possibilitando assim não só a descrição completa de sua microestrutura, mas também a obtenção de dados com representatividade estatística.

Através da técnica de EBSD (“*Electron Back Scatter Diffraction*”) é possível conhecer a rede cristalina e determinar a orientação dos grãos com resolução espacial de até  $50\text{nm}$  [21,22]. Pode-se, assim, conhecer a “microtextura”, população de orientações individuais relacionadas a detalhes da microestrutura e a “mesotextura”, textura entre grãos ou geometria do contorno de grão [23].

### 2.7.1 A Técnica de EBSD

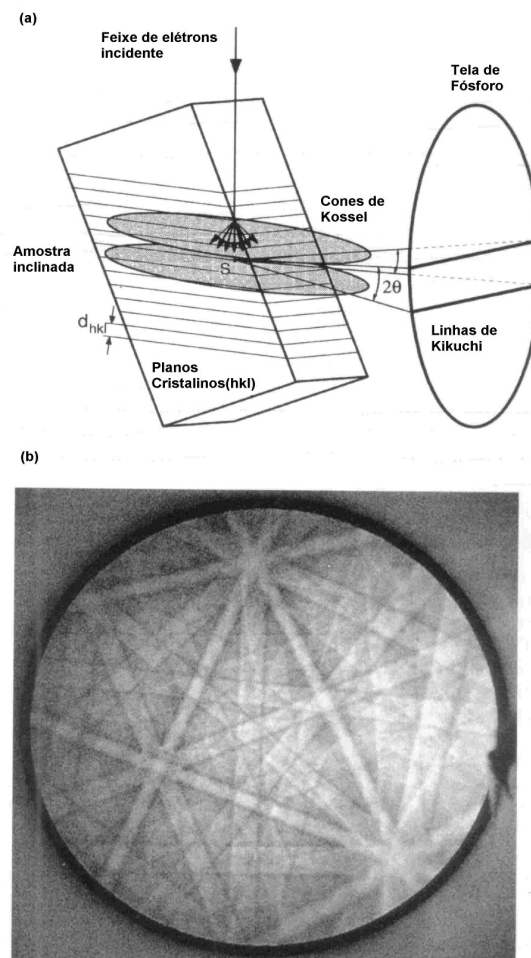
Desde 1954 [24], quando padrões de Kikuchi foram observados pela primeira vez em altos ângulos, diversas metodologias de registro e análise dos mesmos vêm sendo empregadas com o intuito de fornecer informações locais sobre a rede cristalina com precisão e confiabilidade. Somente a partir da década de 80, quando D. J. Dingley implementou um sistema de produção de imagens em tempo real dos padrões de Kikuchi, com análise simultânea por computador, esta técnica tornou-se efetivamente viável para a realização de análises de microtextura no MEV. Desde então, diversos sistemas comerciais foram desenvolvidos e disponibilizados no mercado internacional com funcionamento e desempenho muito semelhantes. A descrição genérica proporcionada a seguir corresponde à maior parte dos sistemas em uso hoje.

A Figura 16 mostra o arranjo experimental normalmente utilizado para a coleta dos padrões de Kikuchi. A amostra é posicionada em ângulos entre  $70^\circ$  e  $80^\circ$  com relação ao feixe de elétrons, de modo a encurtar o percurso dos elétrons retroespalhados e diminuir a fração de elétrons absorvidos pela própria amostra [23]. Os padrões de Kikuchi de alto ângulo formados são captados por uma tela de fósforo, atrás da qual é convenientemente posicionada uma câmera de TV compatível com o nível de luz gerado. A imagem passa então por um sistema de pré-processamento de sinal visando à redução do ruído, a subtração do fundo incoerente e o aumento de contraste. Feito isso, a imagem processada é enviada a um sistema de identificação automática dos padrões captados. Para tornar isto possível, a imagem é submetida a uma transformação de Hough, de tal sorte que linhas retas presentes na imagem dêem origem a pontos únicos no espaço de Hough [24]. Tais pontos são então identificados, e a transformada de Hough inversa pode proporcionar linhas artificiais paralelas às bandas de Kikuchi.



**Figura 16** - Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD.

A figura 17 mostra um diagrama modificado para a formação de um par de linhas de Kikuchi em geometria de EBSD (Difração de elétrons retro-espalhados) em amostra inclinada.



**Figura 127**- Padrões de Kikuchi em EBSD. (a) Origem das linhas de Kikuchi em perspectiva de EBSD (amostra inclinada). (b) Padrão de EBSD do níquel (tensão de aceleração dos elétrons de 20kV). [25]

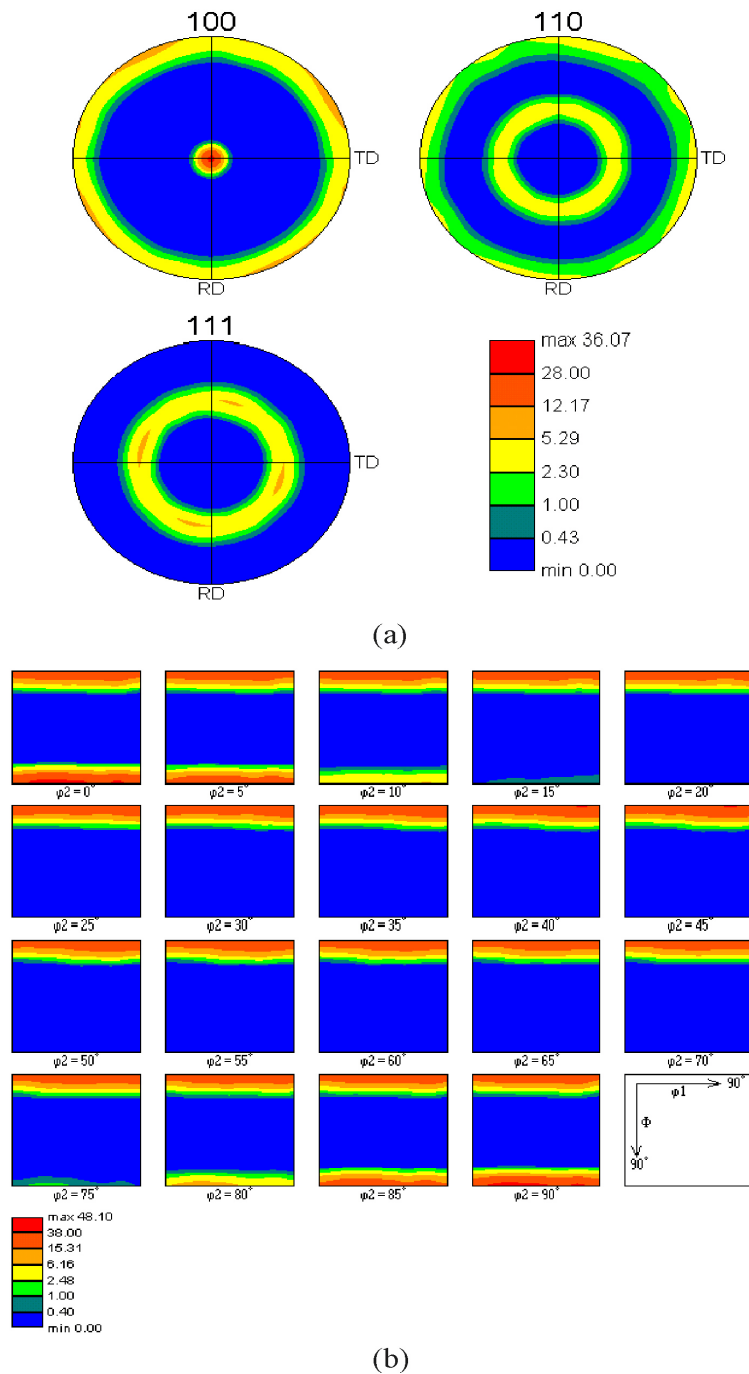
Comparando a obtenção dos padrões de Kikuchi no microscópio eletrônico de varredura e de transmissão, observa-se que o ângulo de captura para o microscópio eletrônico de varredura é cerca de cinco vezes o do microscópio eletrônico de transmissão. Em consequência disso, a identificação e indexação dos elementos de simetria é mais fácil no microscópio eletrônico de varredura que no microscópio eletrônico de transmissão. Entretanto, as linhas de Kikuchi são mais facilmente distinguíveis no microscópio eletrônico de transmissão do que no de varredura [25].

### **2.7. 2 Obtenção de dados de textura**

Comumente, depois de realizada a varredura por EBSD em uma amostra, a primeira forma de análise dos dados é a representação da textura obtida naquela região, como mostrado na Figura 18. Tal prática deve-se, provavelmente, à tradição dos estudos de textura em ciência dos materiais e à naturalidade com que gráficos antes construídos a partir de dados obtidos por difração de raios-X podem agora ser obtidos no MEV. Contudo, é importante notar que se tratam de duas técnicas totalmente distintas e que podem levar a resultados contraditórios para uma mesma amostra [20].

A primeira diferença refere-se à própria forma de coleta dos dados, enquanto a difração de raios-X é uma técnica de medida que avalia a média das orientações sobre um volume considerável de material, EBSD é uma técnica de medida pontual da orientação. Ora, daí decorre que as texturas avaliadas pelas duas técnicas somente coincidirão se a região analisada por EBSD for verdadeiramente representativa da textura encontrada no volume da amostra. Alguns estudos [22] indicam que no caso da presença de componentes fortes de textura (>100 vezes a intensidade de um material randômico), a análise de uma região com mais de 70 grãos já é suficiente para tornar os resultados comparáveis; já no caso da presença de componentes fracas de textura (<10 vezes a intensidade de um material randômico), necessita-se de pelo menos 250 grãos para tornar os resultados comparáveis. Por outro lado, ao se utilizar técnicas de difração de raios-X, a medição não pode ser realizada em todo o espaço de orientação. Logo, é necessária a introdução de funções que façam uso da simetria cristalina e da medição em vários planos cristalinos, de modo a completar o espaço de orientações quando houver convergência numérica das funções ajustadas sobre o espaço efetivamente medido. Embora eficientes, os métodos numéricos existentes precisam conviver com a introdução de picos fantasmas, ou não existentes

na amostra analisada. Tal problema não existe em EBSD, sendo as curvas de isodensidade traçadas através apenas do ajuste de gaussianas sob os pontos efetivamente medidos.



**Figura 18** - (a) Figura de pólo direta de uma região de um “slug” de carga oca em cobre OFE, mostrando uma pronunciada textura de fibra  $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$  característica, deformada e submetida a baixa temperatura de recristalização; (b) função de distribuição de orientação (ODF) da mesma amostra.

### 2.7.3 Preparação das amostras

Devido à alta sensibilidade da técnica de EBSD a deformações nas superfícies da amostra, a preparação metalográfica das mesmas para análise tem extrema importância [26]. No caso de preparação de uma amostra para microscopia ótica ou eletrônica de varredura, pode-se considerar bem preparada uma amostra que não apresente riscos, desvio de planicidade ou artefatos que interfiram na correta identificação dos aspectos microestruturais, como partículas de abrasivos que tenham ficado presas à amostra durante a fase de polimento. Dessa forma, espera-se que não haja interferência da preparação em resultados de metalografia qualitativas e afins.

A pequena profundidade de origem dos dados de EBSD faz com que a preparação de amostras para a análise per EBSD deva ser feita de modo que não haja nenhuma deformação plástica residual, dado que a pequena presença de deformação plástica é suficiente para causar uma perda substancial de definição do padrão de difração de elétrons.

Para se obter o nível de preparação adequado para a amostra, o polimento mecânico com pasta de diamante até 1µm não é suficiente. Um último estágio deve ser acrescentado à preparação para garantir um mínimo de deformação plástica na superfície da amostra: Polimento mecânico com sílica coloidal.

A sílica coloidal é uma solução de dióxido de sílico carregada negativamente, com pH variando de 8 a 11 nas soluções disponíveis comercialmente. As principais vantagens da sílica coloidal estão em sua capacidade praticamente universal de aplicação e no fato de não apresentar grandes riscos à segurança do usuário, sendo os maiores riscos os mesmos inerentes às etapas anteriores de polimento.

A desvantagem dessa técnica é a formação quase instantânea de um filme de sílica sobre a amostra. Esse filme deve ser lavado imediatamente após o polimento, ou a remoção será quase impossível, mesmo após alguns segundos. Além disso a sílica tende a cristalizar-se quando desidratada, formando partículas de granulometria muito superior à das partículas em suspensão. Se a cristalização ocorrer no pano de polimento, isso dará origem à riscos profundos e de difícil remoção da amostra, e em caso extremos, a perda do pano de polimento.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O material estudado no presente trabalho foi o aço *maraging* classe 350. Os valores médios da composição química do material encontra-se na tabela 7.

**Tabela 7** – Composição química do aço *maraging* classe 350.

<b>Aço</b>	<b>Ni</b>	<b>Co</b>	<b>Mo</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>Si</b>	<b>Mg</b>	<b>C</b>	<b>S</b>	<b>P</b>	<b>Zn</b>	<b>B</b>
<b>Mar</b>	<i>18,5</i>	<i>12</i>	<i>4,8</i>	<i>1,4</i>	<i>0,1</i>	<i>0,10</i>	<i>0,10</i>	<i>0,03</i>	<i>0,01</i>	<i>0,01</i>	<i>0,01</i>	<i>0,003</i>
<b>350</b>						<i>máx.</i>	<i>máx.</i>	<i>máx.</i>	<i>máx.</i>	<i>máx.</i>		

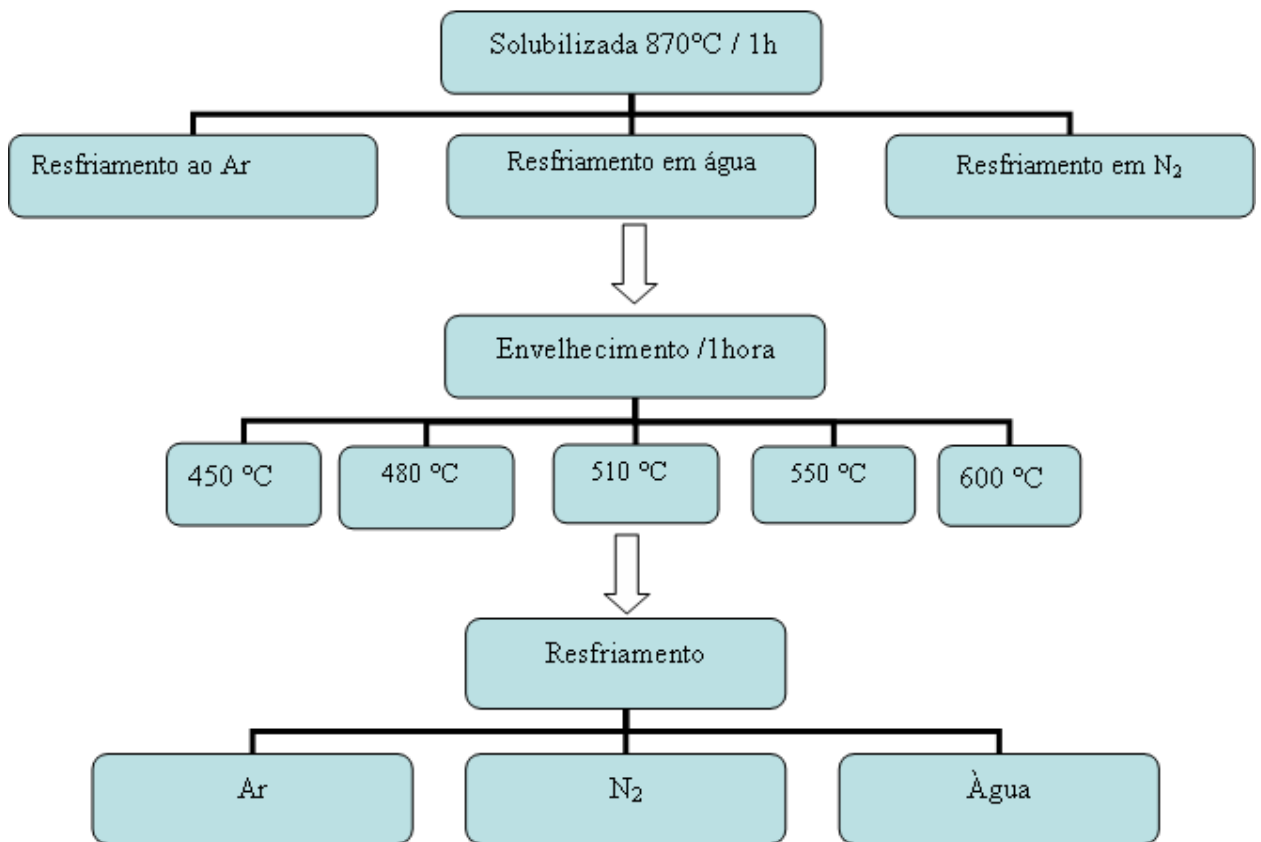
#### 3.1 Tratamento Térmico de Solubilização

Todas as amostras foram solubilizadas na temperatura de 870°C por um período de 1 hora em forno tipo mufla e resfriadas ao ar, água e nitrogênio líquido (temperatura de aproximadamente -196°C) obtendo assim uma matriz martensítica.

#### 3.2 Tratamento Térmico de Envelhecimento

Os tratamentos térmicos de envelhecimento por precipitação foram realizados a 450, 480, 510, 550, e 600°C em forno tipo mufla durante um período de 1 hora sendo que as amostras foram resfriadas ao ar, água e nitrogênio líquido.

A figura 19 mostra a representação esquemática dos tratamentos térmicos aplicados às amostras.



**Figura 19** - Representação esquemática dos tratamentos térmicos aplicados às amostras.

### 3.3 Preparação das amostras para análise por EBSD

Após o envelhecimento, as amostras foram lixadas com lixas de granulometrias de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 até atingir a meia espessura para a análise de textura. Em seguida as amostras foram polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1 $\mu$ m. Finalmente foi feito polimento final com sílica coloidal para análise de EBSD. É importante ressaltar a grande dificuldade de preparação das amostras do aço em estudo, pois para se obter os padrões necessários para análise de EBSD em microestruturas martensíticas os níveis de arranhões na superfície da amostra têm que ser quase nulo. Assim, foi necessário o retorno ao processo de lixamento diversas vezes quando constatado algum risco na superfície.

### **3.4 Difração de raios-X**

Os difratogramas para avaliação da austenita foram realizados em difratômetros PHILIPS modelo X'PERT PRO do Laboratório de Caracterização de Materiais na Universidade Federal do Ceará (UFC) com fonte de radiação de  $\text{CoK}\alpha$  de comprimento de onda  $\lambda=1,7890 \text{ \AA}$  com monocromador. O intervalo angular  $2\theta$  utilizado para a difração em todas as amostras foi de  $20^\circ$ - $120^\circ$ . As medições foram realizadas à temperatura ambiente no modo contínuo de varredura. O passo angular utilizado foi de  $0,02^\circ$  por varredura e o tempo de contagem foi de 3 segundos. A configuração utilizada para a difração foi a *spinner*. A tensão e corrente utilizadas nas medições foram 40 KV e 40 mA, respectivamente.

No ensaio procurou-se determinar as fases presentes no material nas diferentes temperaturas de envelhecimento e meios de resfriamento.

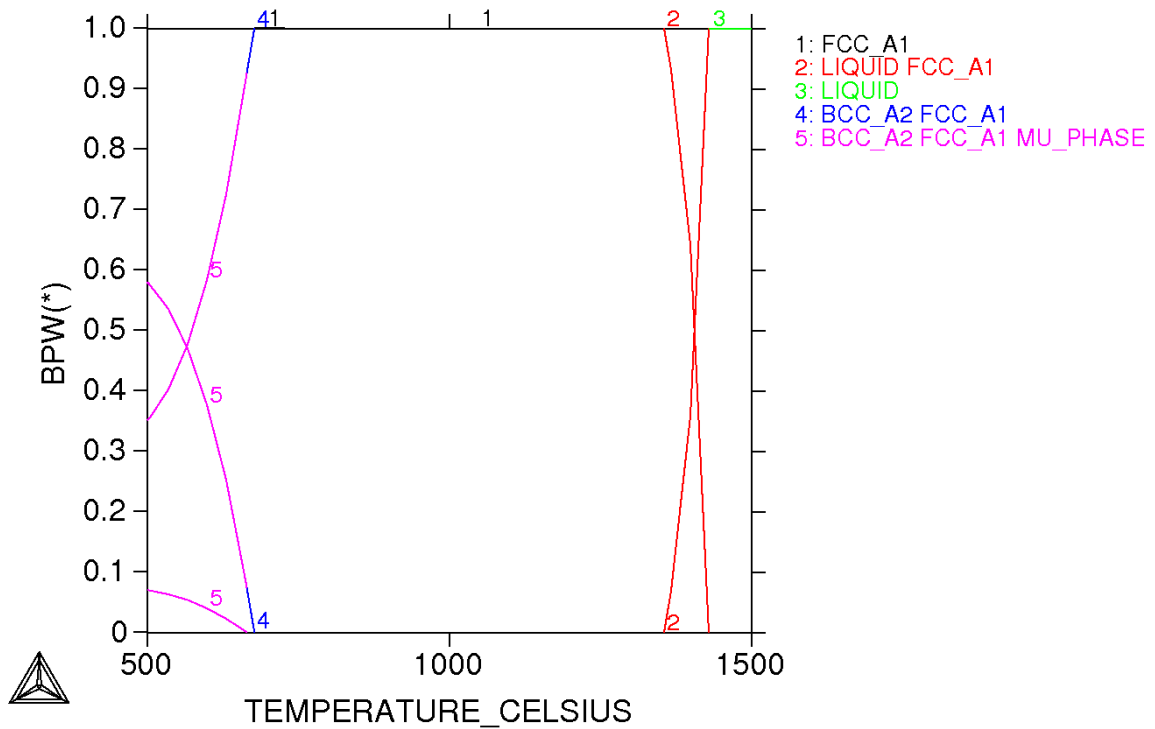
### **3.5 Análise de EBSD**

As amostras foram analisadas com a utilização do equipamento de EBSD que está acoplado no microscópio eletrônico de varredura (MEV) e tem como programa de aquisição para análise de microtextura o INCA CRISTAL 300.

### **3.6 Thermo-calc**

Com o intuito de conhecer a temperatura de solubilização do material foi feito um diagrama Temperatura x Porcentagem em massa das fases no programa TERMOCALC TCW 3.

THERMO-CALC (2008.05.02:10.01) :  
 DATABASE:TCFE3  
 P=1E5, N=1, W(AL)=1E-3, W(CO)=0.12, W(MO)=4.8E-2, W(NI)=0.185, W(TI)=1.4E-2;



**Figura 20** - Gráfico Temperatura x Porcentagem de massa de fases. TERMO-CALC TCW3.

De acordo com o gráfico acima, observa-se que a temperatura de solubilização adequada para o aço maraging 350 é acima de 800°C. Portanto, a temperatura utilizada no presente trabalho, 870°C, foi adequada para a total solubilização do material.

### 3.7 Análise por Microscopia

As micrografias foram analisadas no programa IMAGE PRO PLUS instalado no Microscópio Olympus BX51M com câmera integrada para aquisição das imagens.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

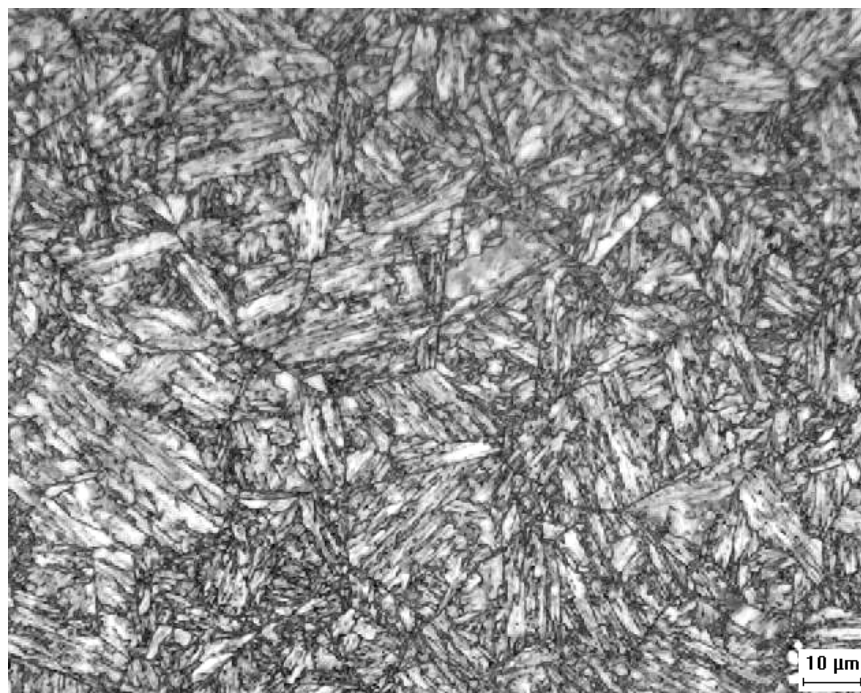
### 4.1 Micrografias

Para analisar a microestrutura do material, as amostras foram observadas no microscópio ótico conforme item 3.7 de Materias e Métodos.

As amostras foram atacadas com “Picral Modificado”, o mesmo utilizado por Farooq *et. al.* [29] para revelar a microestrutura do aço *maraging* 350.

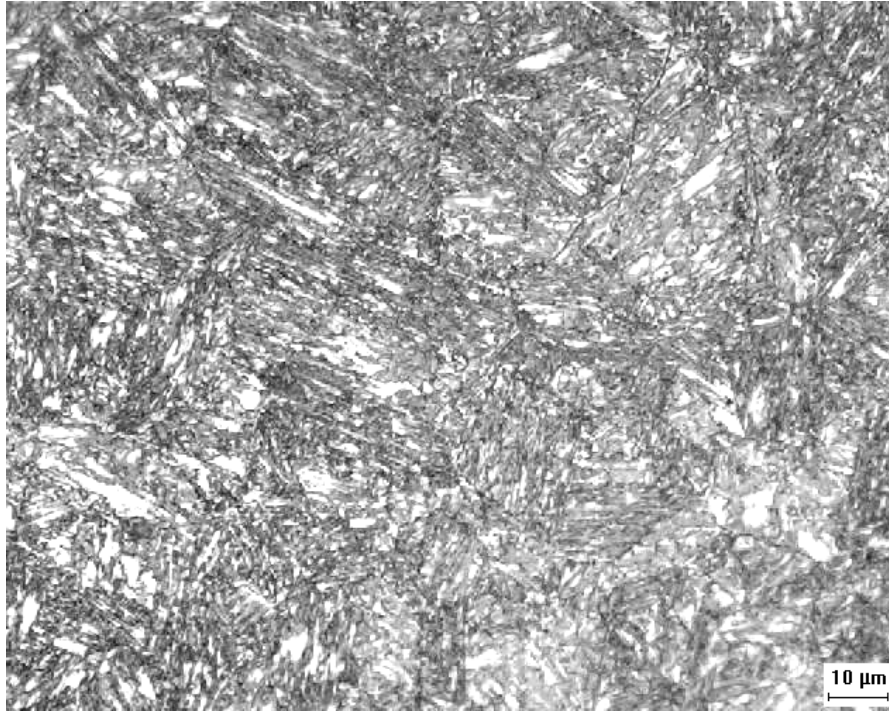
Nas amostras envelhecidas a 450 e 480°C observa-se uma imagem nítida da microestrutura, com os contornos de grãos tanto na fase martensítica quanto da austenita prévia bem definidos, o que não acontece com as amostras envelhecidas a 510, 550 e 600°C onde já é grande a quantidade de outros precipitados.

As figuras de 22 a 26 mostram as fotomicrografias das amostras envelhecidas a 450 e 480°C resfriadas em nitrogênio líquido, água e ao ar. As imagens possibilitam dizer que a fase predominante é a fase martensítica com formas agulhadas e contornos de grão bem definidos o que implica na não existência de uma segunda fase oriunda do processo de envelhecimento.



**Figura 213-** Micrografia da amostra envelhecida a 450°C e resfriada em N<sub>2</sub>.

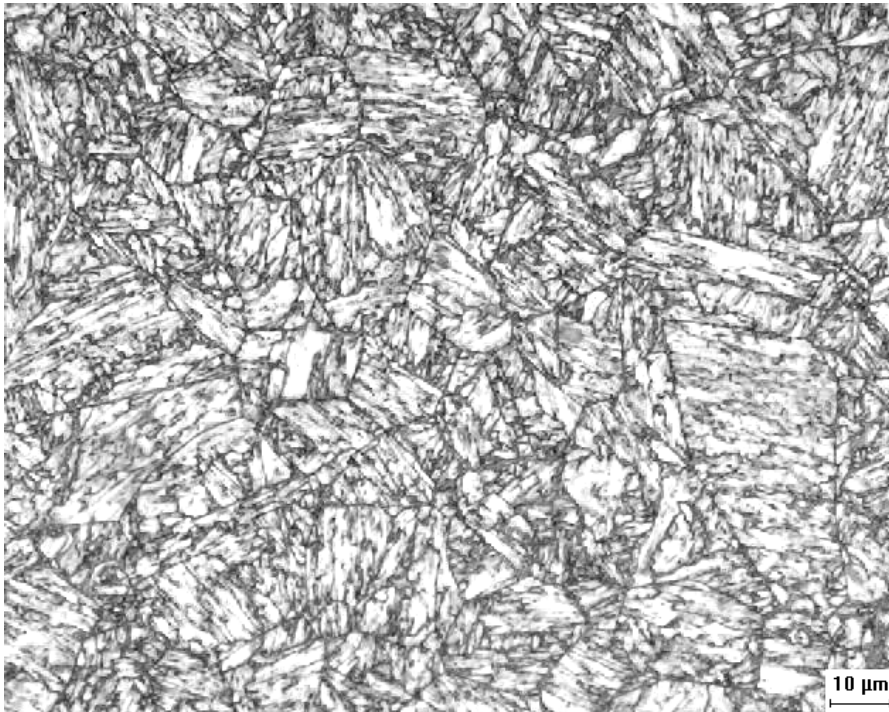
Aumento: 1000X  
Ataque: Picral Modificado



**Figura 23-** Micrografia da amostra envelhecida a 450°C e resfriada em água.

Aumento: 1000X

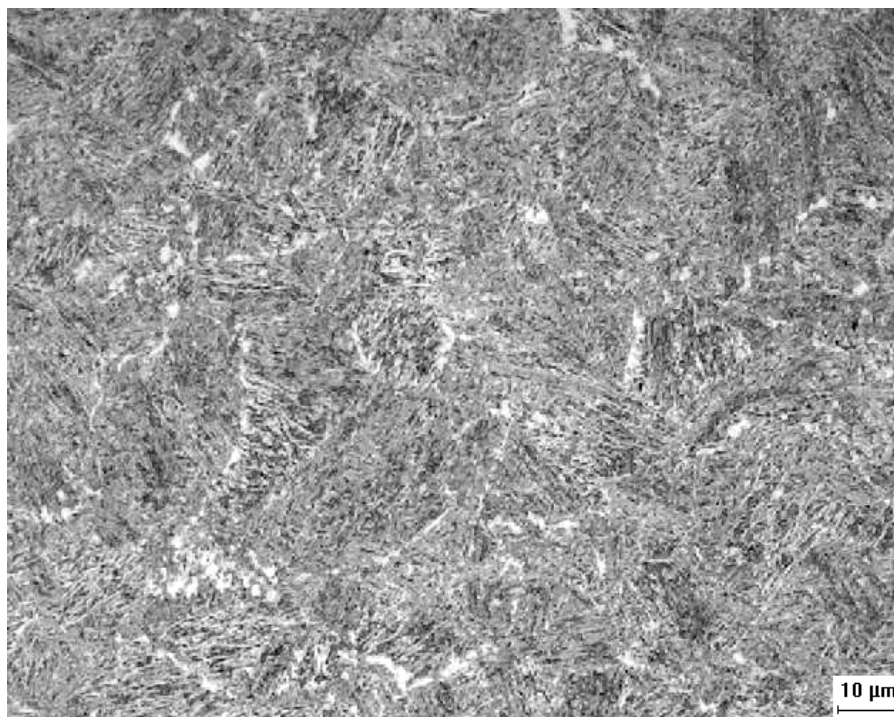
Ataque: Picral Modificado



**Figura 2414 -** Micrografia da amostra envelhecida a 450°C e resfriada ao Ar.

Aumento: 1000X.

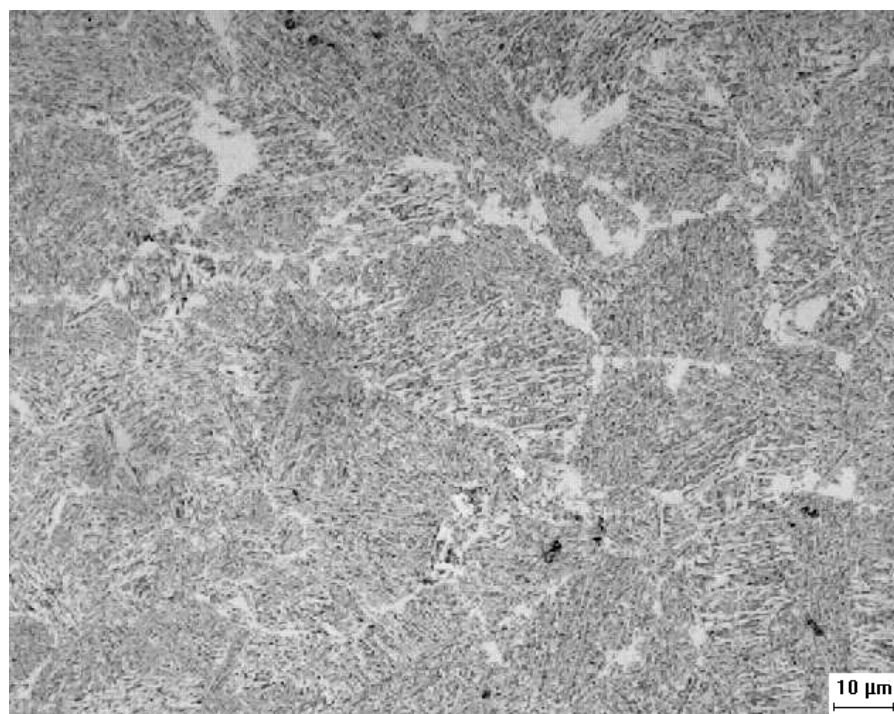
Ataque: Picral Modificado.



**Figura 155** - Micrografia da amostra envelhecida a 480°C e resfriada em N<sub>2</sub>.

Aumento: 1000X.

Ataque: Picral Modificado.

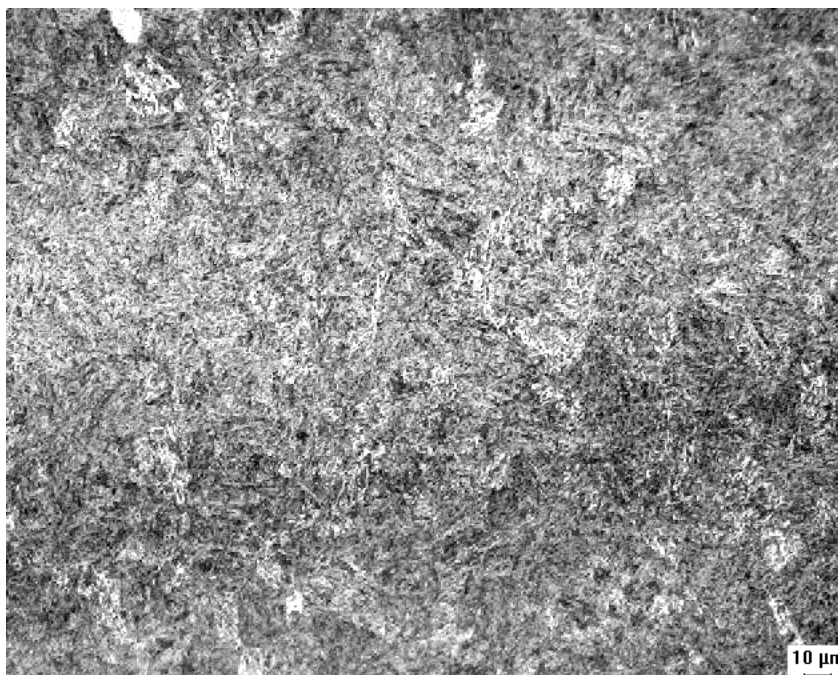


**Figura 166** - Micrografia da amostra envelhecida a 480°C e resfriada em água.

Aumento: 1000X.

Ataque: Picral Modificado.

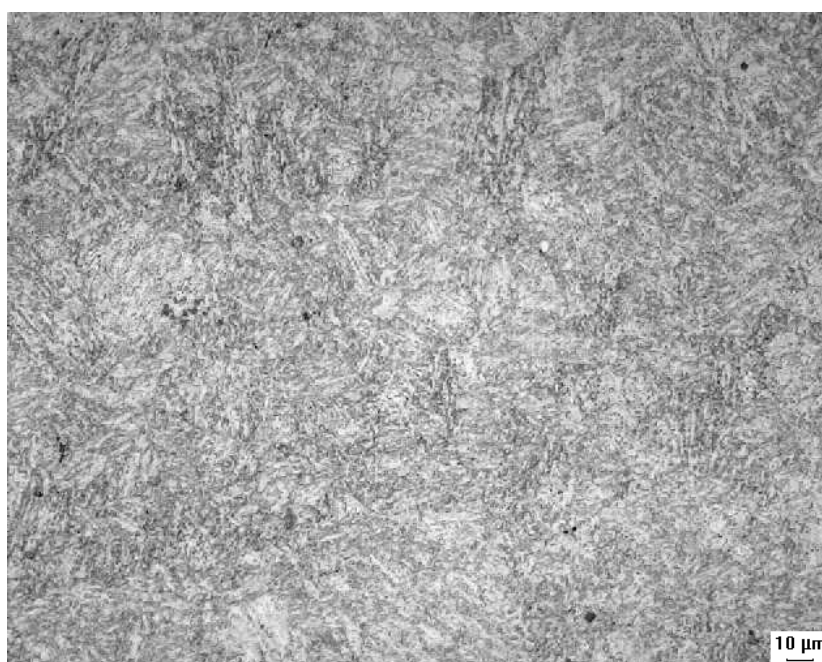
Nas figuras 27 a 29 são mostradas micrografias das amostras envelhecidas a 510°C resfriada em nitrogênio líquido, água e ao ar. As imagens não fornecem uma boa condição para análise, pois de acordo com o aumento da temperatura de envelhecimento, mais compostos intermetálicos são precipitados, dificultando, portanto, o ataque para a revelação da microestrutura.



**Figura 177** - Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada em N<sub>2</sub>.

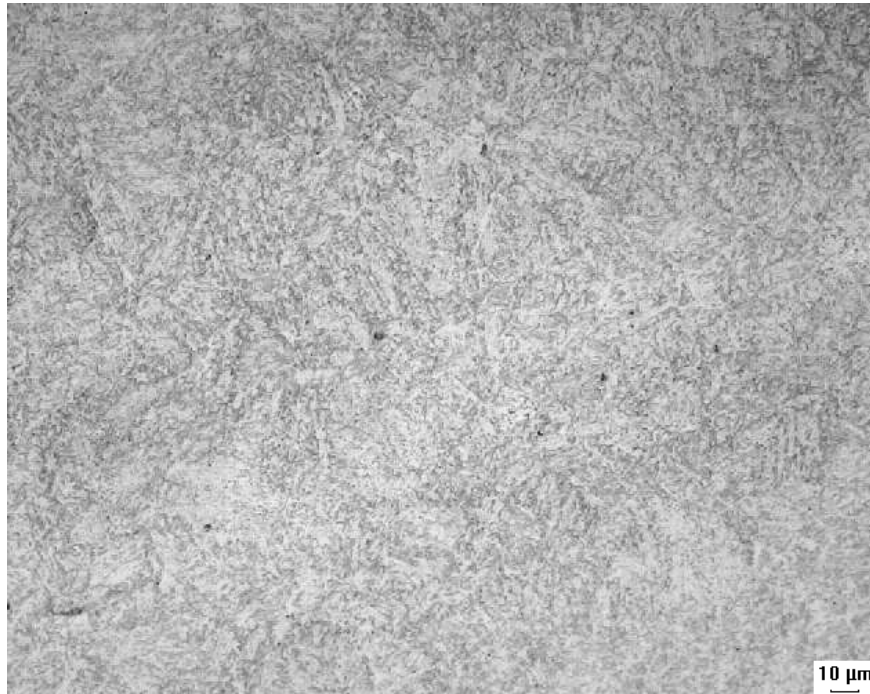
Aumento: 500X.

Ataque: Picral Modificado.



**Figura 188-** Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada em água.

Aumento: 500X.  
Ataque: Picral Modificado.

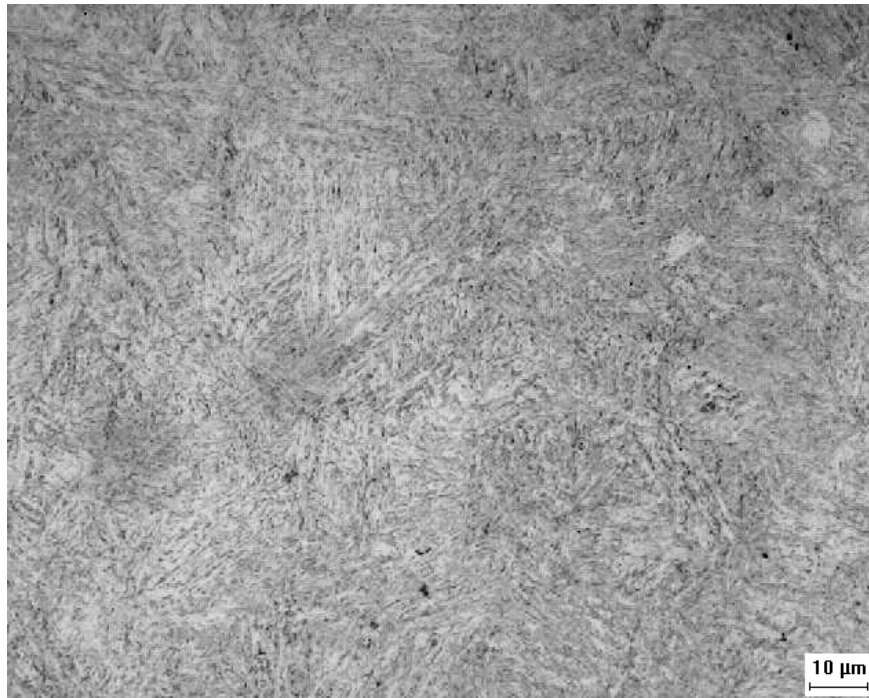


**Figura 199 -** Micrografia da amostra envelhecida a 510°C e resfriada ao ar.

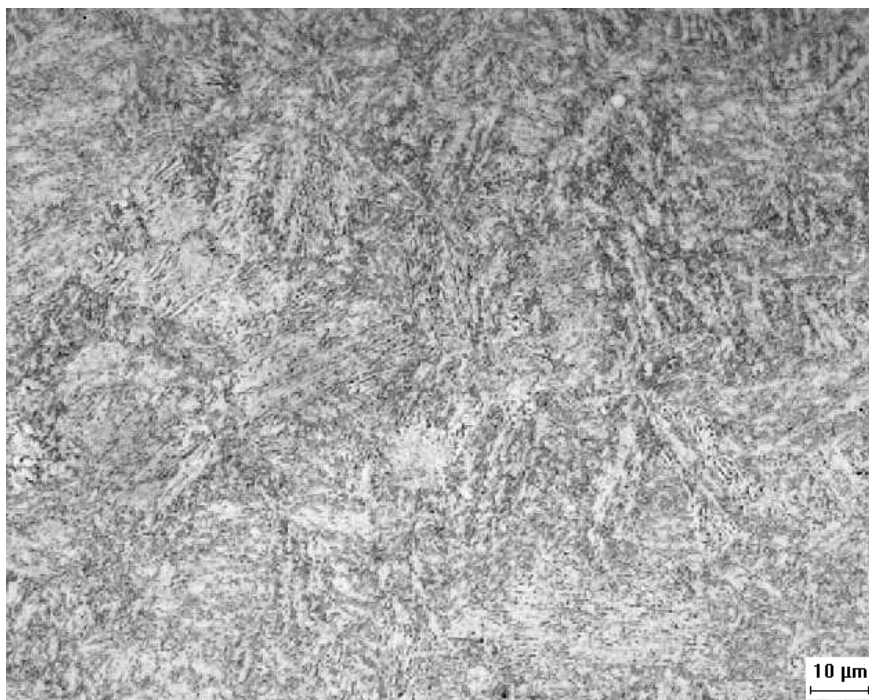
Aumento: 500X.  
Ataque: Picral Modificado.

Nas amostras a seguir são mostradas as micrografias das amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas nos três diferentes meios: ar, água e N<sub>2</sub>.

A amostra envelhecida a 550°C resfriada ao ar possui a fase austenítica que, conforme Farooque *et. al.*[13], possui uma coloração mais clara com morfologia de agulhas brancas, caracterizando portanto, que houve a reversão da austenita para essa condição de tratamento.

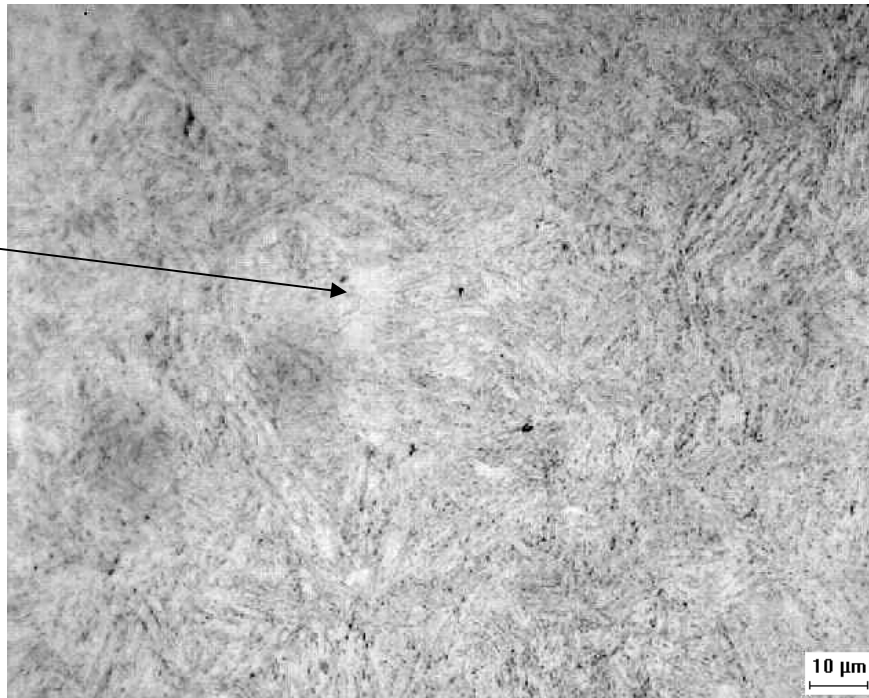


**Figura 30** - Micrografia da amostra envelhecida a 550°C e resfriada em N<sub>2</sub>.  
Aumento: 1000X.  
Ataque: Picral Modificado.



**Figura 201** - Micrografia da amostra envelhecida a 550°C e resfriada em água.  
Aumento: 1000X.  
Ataque: Picral Modificado.

Austenita Revertida



**Figura 212** - Micrografia da amostra envelhecida a 550°C e resfriada ao ar.  
Aumento: 1000X.  
Ataque: Picral Modificado.



**Figura 223** – Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada em N<sub>2</sub>.  
Aumento: 1000X.  
Ataque: Picral Modificado.



**Figura 234** - Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada em água.

Aumento: 1000X.

Ataque: Picral Modificado.



**Figura 245** - Micrografia da amostra envelhecida a 600°C e resfriada ao ar.

Aumento: 1000X.

Ataque: Picral Modificado.

As amostras envelhecidas a temperaturas de 510°C, 550°C e 600°C não oferecem uma condição boa para o ataque, não possibilitando, portanto, boas condições para uma análise mais aprofundada das fases presentes no material.

De acordo com o aumento da temperatura de envelhecimento, ocorre uma maior precipitação das fases Fe<sub>2</sub>Mo, η-Ni<sub>3</sub>Ti, Ni<sub>3</sub>Mo, Fe<sub>2</sub>Ti, μ-Fe<sub>7</sub>Mo<sub>6</sub>, σ-FeMo e σ-FeTi finamente dispersas na matriz martensítica dificultando, assim, a revelação das fases com maior nitidez.

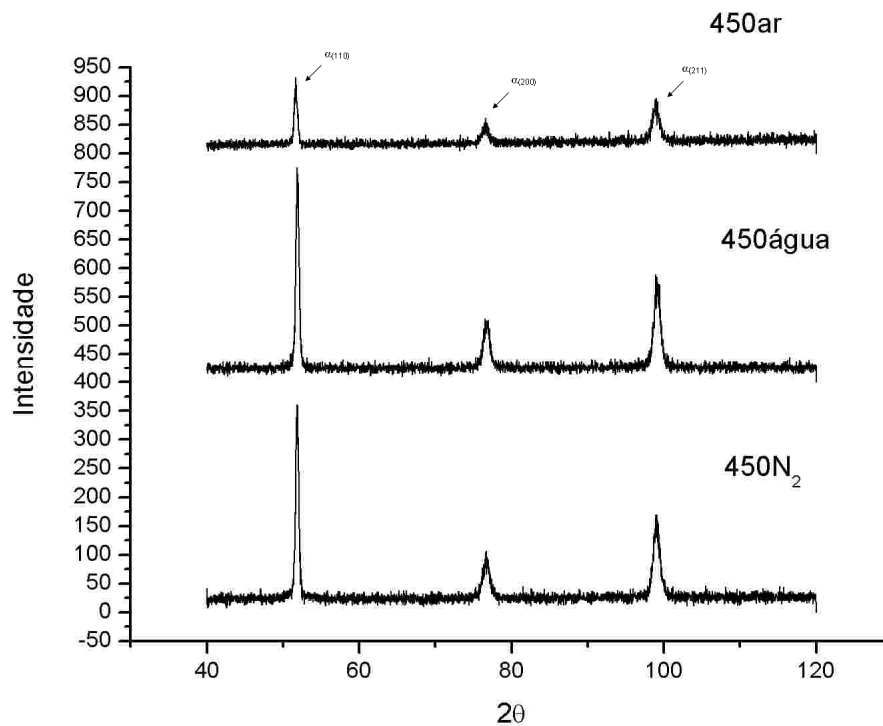
Portanto, a quantificação de fases por metalografia quantitativa não oferece precisão nos resultados, o mesmo observado por Pardal [27].

## 4.2 Difração de Raios – X

Para analisar a presença da austenita retida no material depois do processo de envelhecimento, fez-se uso da técnica de difração de raios-X.

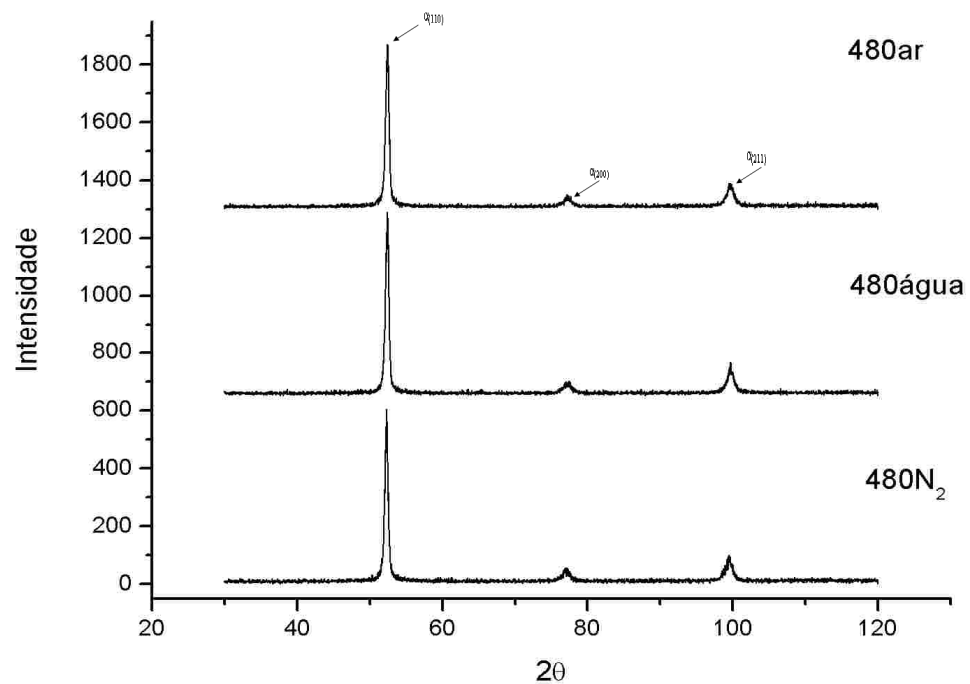
As figuras 36 a 40 mostram difratogramas das amostras envelhecidas e resfriadas nos diferentes meios com o objetivo de analisar a influência da velocidade de resfriamento após o processo de envelhecimento sofrido pelo aço *maraging* 350.

A figura 36 mostra os difratogramas das amostras envelhecidas a 450°C e resfriadas ao ar, água e N<sub>2</sub>. Observa-se que em todas as amostras os picos existentes são provenientes da fase martensítica: 52,8°(110), 77,4°(200) e 99,7°(211).



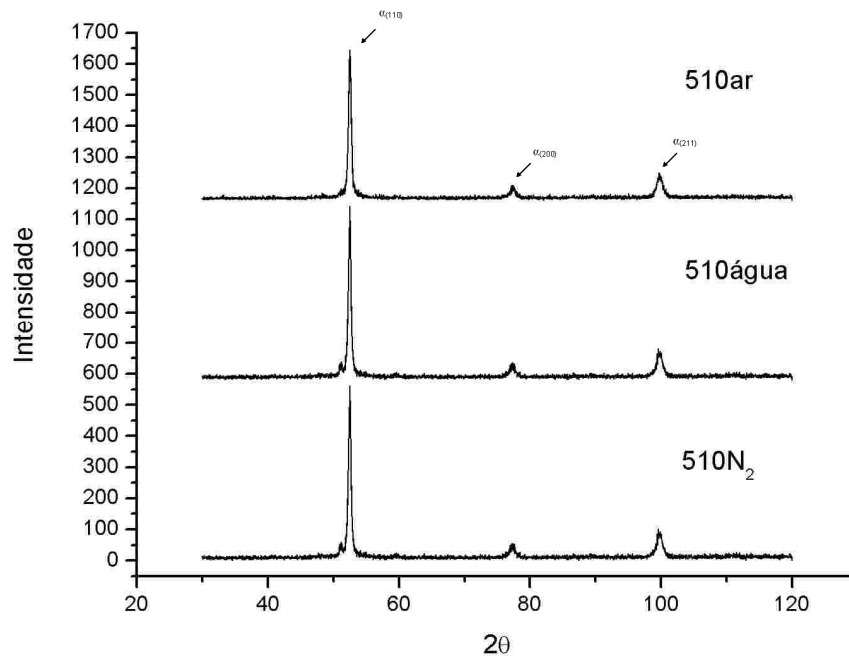
**Figura 256** - Difratogramas das amostras envelhecidas a 450°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ar.

A seguir observa-se os difratogramas da amostra envelhecida a 480°C resfriadas ao ar, água e N<sub>2</sub> nos quais detectou-se, assim como na amostra anterior, a presença de apenas martensita, de acordo com os picos: 52,8° (110), 77,4° (200) e 99,7° (220).



**Figura 267** - Difratogramas das amostras envelhecidas a 480°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ar.

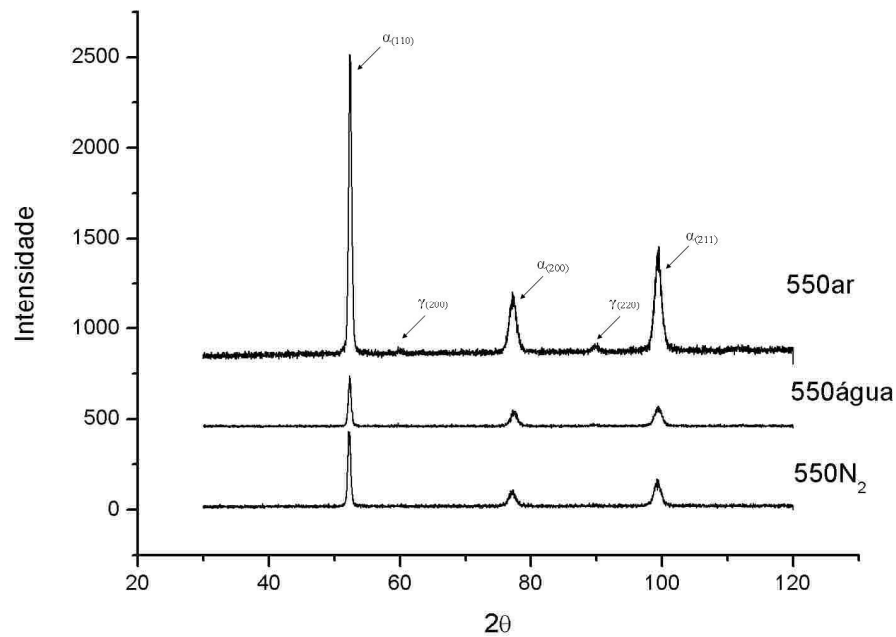
A figura 38 apresenta os difratogramas das amostras envelhecidas a 510°C e resfriados ao ar, água e nitrogênio. São observados apenas picos da martensita, ou seja, nestas condições de envelhecimento não houve reversão da martensita.



**Figura 278** - Difratogramas das amostras envelhecidas a 510°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ar.

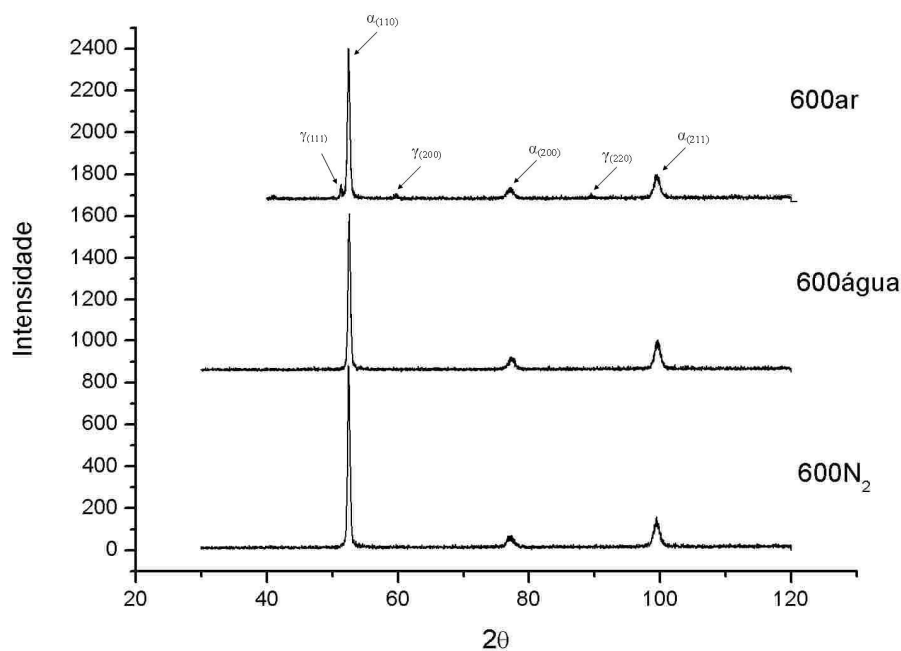
Na figura 39 encontra-se os difratogramas das amostras envelhecidas a 550°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ao ar. Observam-se a existência de picos oriundos da fase austenítica 59,7° (200) e 89,5° (220) constatando-se assim, que ocorre reversão da fase austenítica para essa determinada condição de tratamento. Essa reversão se dá devido à temperatura do meio o qual a amostra foi resfriada.

De acordo estudos feitos por Pardal, J.M. [24], amostras envelhecidas a 560°C sofrem uma precipitação da austenita a partir dos 45 minutos de tratamento.



**Figura 289** - Difratomogramas das amostras envelhecidas a 550°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ar.

Na figura a seguir observa-se os difratogramas das amostras envelhecidas a 600°C e resfriadas ao ar, água e N<sub>2</sub>. Embora não tenha sido observado nas micrografias, a amostra envelhecida a 600°C e resfriada ao ar apresenta austenita revertida como pode ser constatado nos difratogramas apresentados. Observam-se picos referentes à fase martensítica: 52,8° (110), 77,4° (200) e 99,7° (220) e picos referentes à austenita devido ao processo de reversão da austenítica: 51° (111), 59,7° (200) e 89,5° (220).



**Figura 29** - Difratomogramas das amostras envelhecidas a 600°C resfriadas em N<sub>2</sub>, água e ar.

Observa-se que nas amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas em água e N<sub>2</sub> não há a presença da austenita revertida. O processo de transformação da fase martensítica para austenítica é devido à difusão de Ni na matriz martensítica durante o envelhecimento. Esta austenita formada rica em Ni possui temperatura de transformação em martensita ( $M_s$ ) mais baixa. Ao ser resfriado em ar a austenita revertida não se transforma em martensita. Quando o resfriamento se dá no nitrogênio, a austenita revertida durante o envelhecimento, se transforma em martensita por ser exposta numa temperatura abaixo de  $M_s$ .

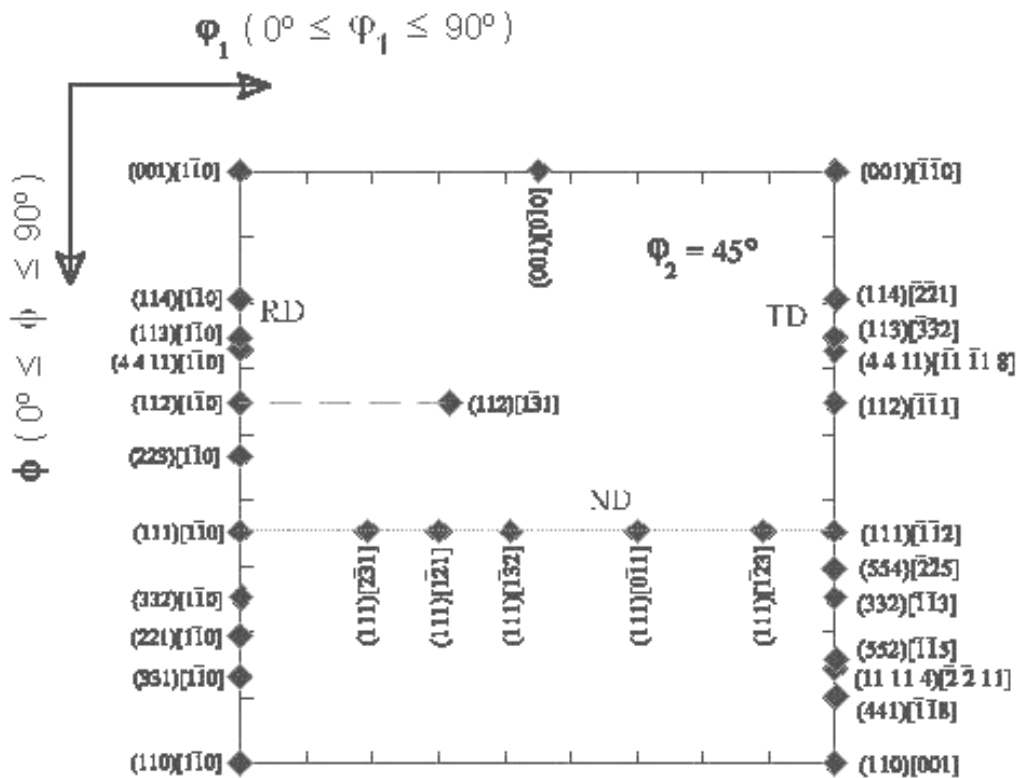
Nas amostras envelhecidas a 550°C e a 600°C resfriadas ao ar, constatou-se a presença de picos de 59° (200) e 89° (220) e nas amostras envelhecidas que se refere à presença da fase austenita. Conforme estudos feitos por Pardal [24], a formação de austenita para esta condição pode se iniciar nas regiões onde, devido à dissolução de precipitados, o conteúdo de níquel é alto.

### 4.3 Influência da Reversão da Austenita na Textura

Nas figuras 42 e 43 foram analisadas a textura do material através da Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica no aço *maraging* 350 para caracterizar a probabilidade de encontrar determinadas orientações (hkl)[uvw] na amostra do material.

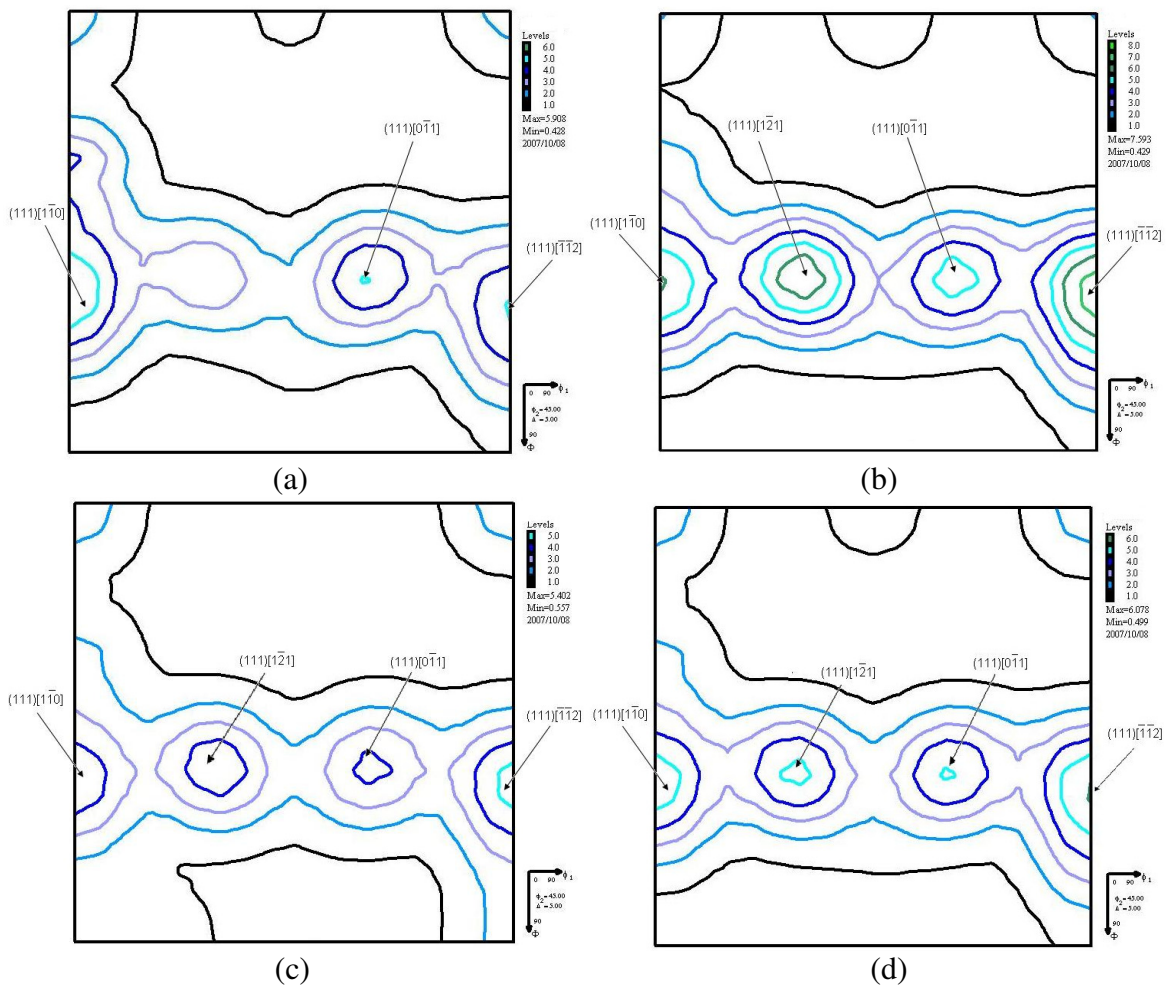
A densidade de probabilidade que não indica presença de textura é igual a 1. Nos ábacos das FDOC's, a orientação de um cristal é definida segundo três ângulos, denominados ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas aplicadas aos eixos [100], [010] e [001].

A figura 41 mostra o ábaco contendo todas as posições das principais orientações ao longo dessas fibras [30]. Os planos (hkl) são representados pelas linhas e as direções [uvw] pelos pontos sobre estas linhas [31].



**Figura 301** - Ábaco com as posições das principais orientações ao longo das fibras RD, ND e TD para seção de  $\phi_2 = 45^\circ$ .

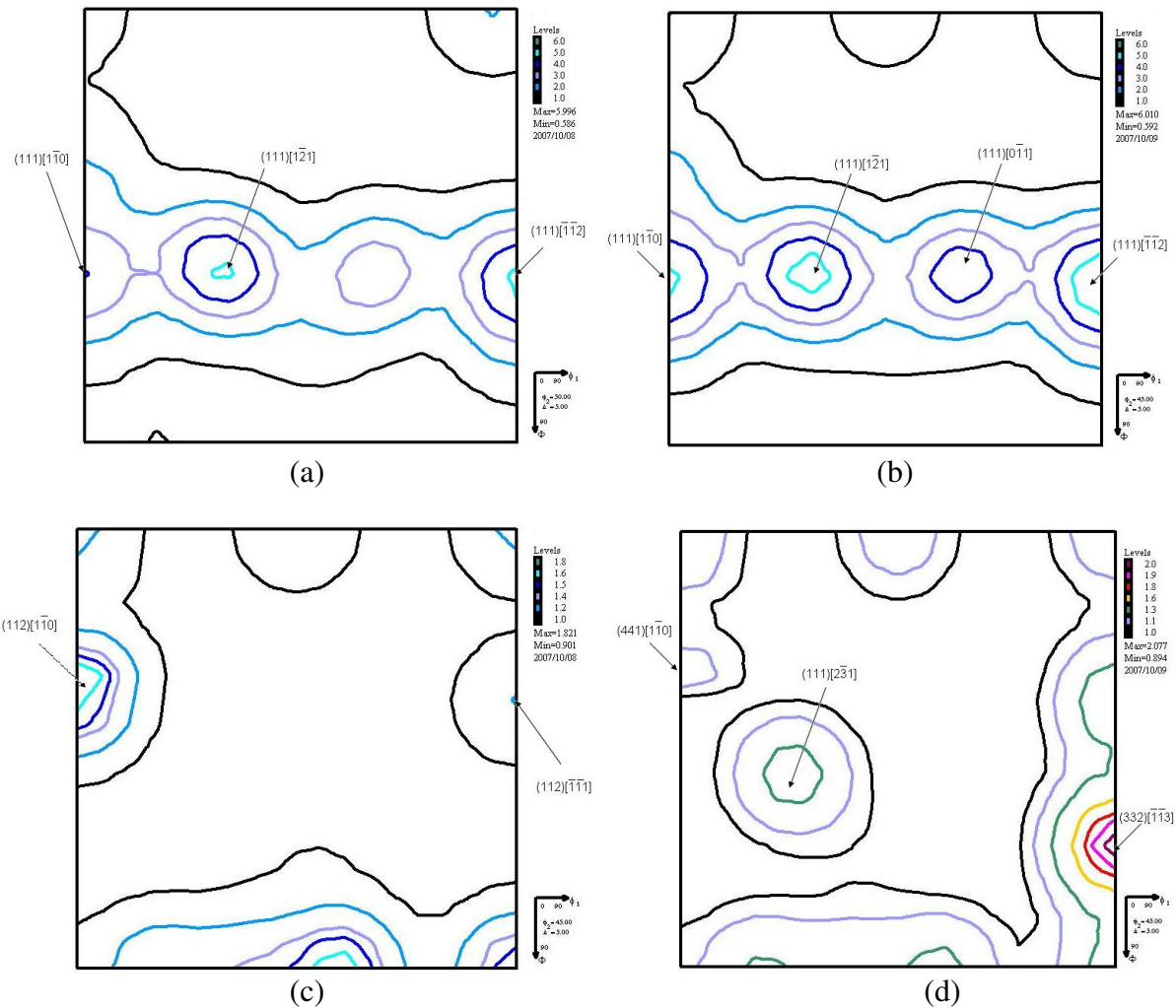
Nas figuras 41 (a-d) são mostradas as FDOC'S das amostras envelhecidas nas temperaturas de 450, 480, 550 e 600°C.



**Figura 312** - FDOC'S das amostras envelhecidas a 450°C e resfriadas ao ar (a) e nitrogênio líquido (b) e amostras envelhecidas a 480°C resfriadas ao ar (c) e nitrogênio líquido (d).

As figuras 42 (a) e (b) correspondem às amostras envelhecidas a 450°C resfriadas ao ar e nitrogênio líquido respectivamente. As figuras 42 (c) e (d) correspondem às amostras envelhecidas a 480°C resfriadas ao ar e nitrogênio líquido. Observa-se que a textura característica é típica de uma microestrutura ferrítica, uma fibra principal  $\{111\}$  com textura acentuada em  $\{111\} \langle 110 \rangle$  e  $\{111\} \langle 112 \rangle$ .

Outra importante característica é a de que as amostras envelhecidas a 450°C são as que possuem maiores intensidades de textura, o que pode ser devido ao fato de que a 450°C inicia-se a formação de compostos intermetálicos, como proposto por Tewari *et. al.* [28].



**Figura 323** - FDOC's da fases martensíticas das amostras envelhecidas a 550°C (a) e 600°C (b) resfriadas ao ar. FDOC's da fases austeníticas das amostras envelhecidas 550°C (c) e 600°C (d) resfriadas ao ar.

As figuras 43 (a) e (b) correspondem às FDOC's das fases martensíticas das amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas ao ar respectivamente. A textura característica é típica de uma microestrutura de liga ferrítica, uma fibra principal  $\{111\}$  com textura acentuada em  $\{111\} \langle 110 \rangle$  e  $\{111\} \langle 112 \rangle$  e alguma textura  $\{001\} \langle 110 \rangle$ . Nas figuras 43 (c) e (d) observa-se as FDOC's das fases austeníticas das amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas ao ar. Consta-se que a intensidade da textura da amostra envelhecida a 600°C resfriada ao ar é maior que a amostra envelhecida a 550°C resfriada ao ar o que pode ser observado também nos difratogramas apresentados. Esta reversão da austenita também foi observada por Tavares *et.al.* [3].

Verifica-se que o aparecimento da austenita reduz a componente de textura  $\{001\}\langle 110\rangle$ . A fibra  $\langle 111\rangle$  permanece praticamente inalterada. Já a austenita reversa apresenta textura similar a de um aço inoxidável austenítico como pode ser observado nas figuras (c) e (d).

#### 4.4 Análise de Microtextura e Relação de Orientação Utilizando a Técnica de EBSD

Com o objetivo de identificar as orientações cristalográficas presentes no material nas diferentes condições de tratamento, bem como, verificar a influência dos meios de resfriamento após o tratamento de envelhecimento sofrido pelo material, foi utilizada a técnica de EBSD (*Electron Backscattering Diffraction*).

Além da análise de microtextura e das orientações cristalográficas presentes no material, a técnica de EBSD também fornece informações relativas à presença de fases que não foram claramente observadas pela microscopia ótica. Como o material é de difícil preparação, a resolução das imagens obtidas por EBSD é baixa, portanto foi utilizado um software de tratamento de imagem chamado RED`s que tem como principal função interpretar os pontos não resolvidos pelo programa de aquisição INCA CRISTAL 300.

Um dos objetivos do presente trabalho foi desenvolver técnicas de preparação de amostras envelhecidas de modo a observá-las através da técnica de EBSD. As figuras 45 a 54 apresentam resultados de EBSD de amostras envelhecidas a 450 e 550°C e resfriadas ao ar e nitrogênio líquido. Foi utilizado também o software RED`s que possibilita uma melhor análise dos resultados.

Nas amostras envelhecidas a 450°C observa-se a aleatoriedade das orientações preferenciais configurando-se uma textura fraca para as amostras envelhecidas e resfriadas ao ar e em água. Nos meios onde a velocidade de resfriamento é maior, ou seja, em nitrogênio líquido, temos uma orientação preferencial mais acentuada.

Na figura 44 está mostrado o triângulo unitário das cores utilizadas na análise por EBSD que indica a orientação preferencial dos grãos analisados.

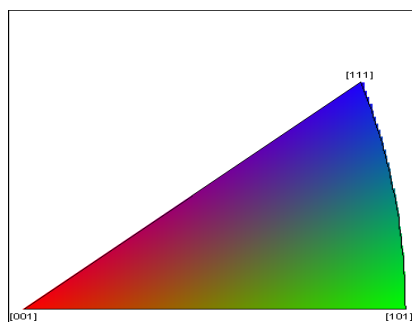
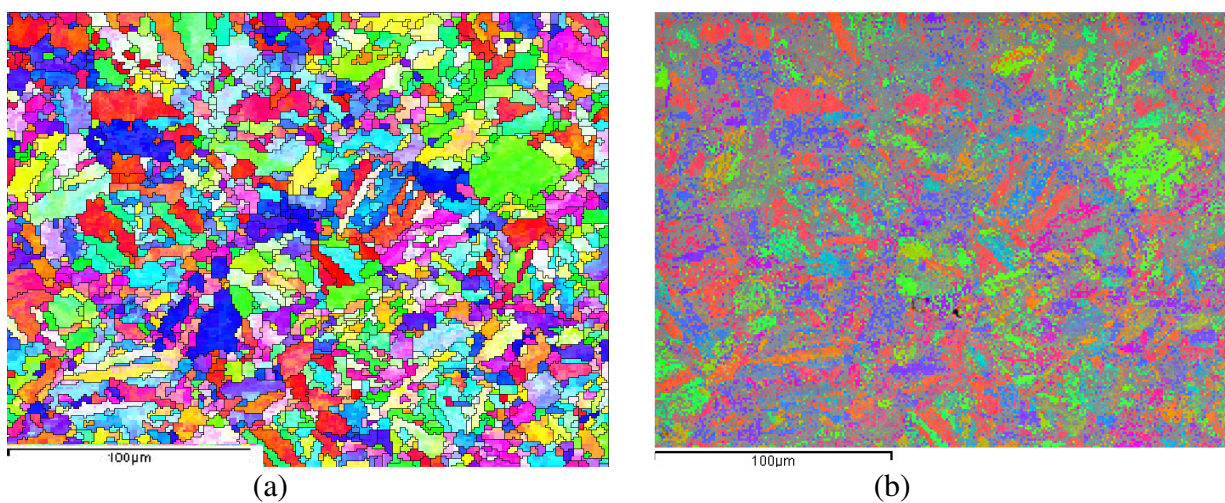
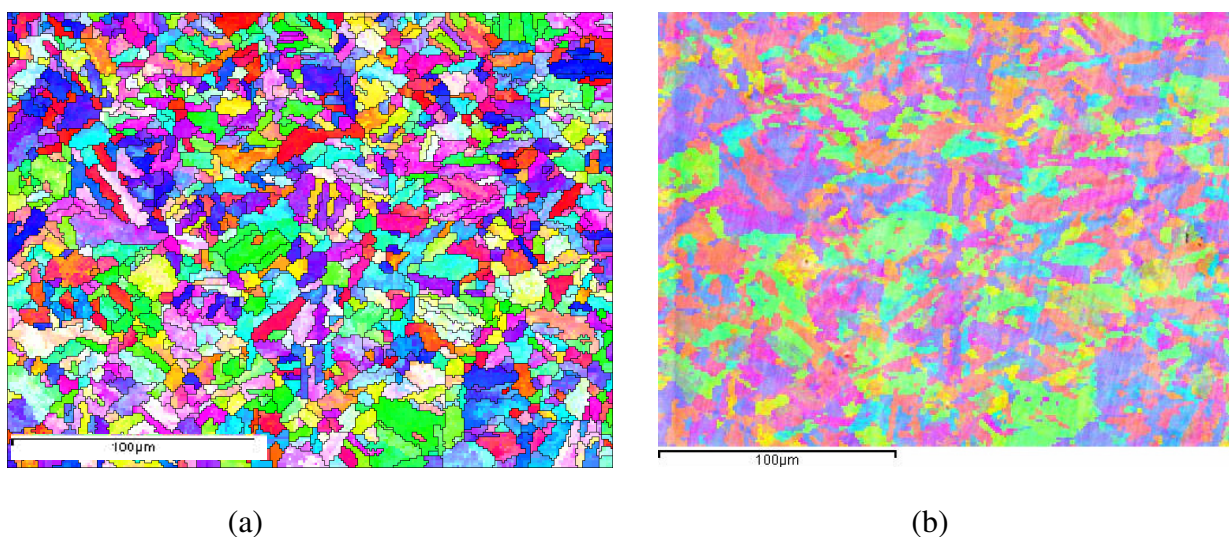


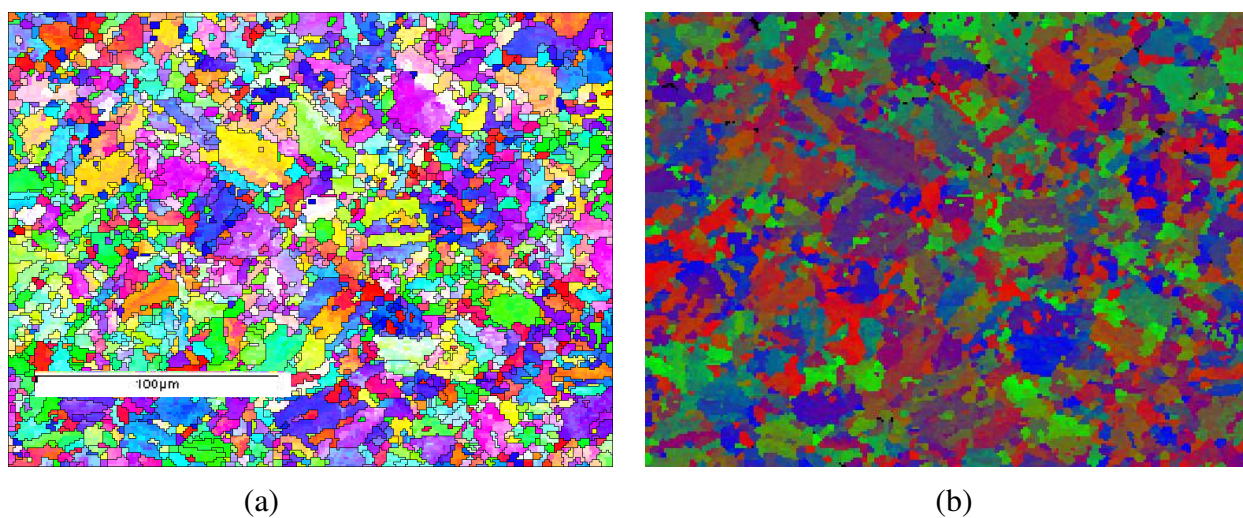
Figura 334 - Triângulo unitário das cores utilizadas.



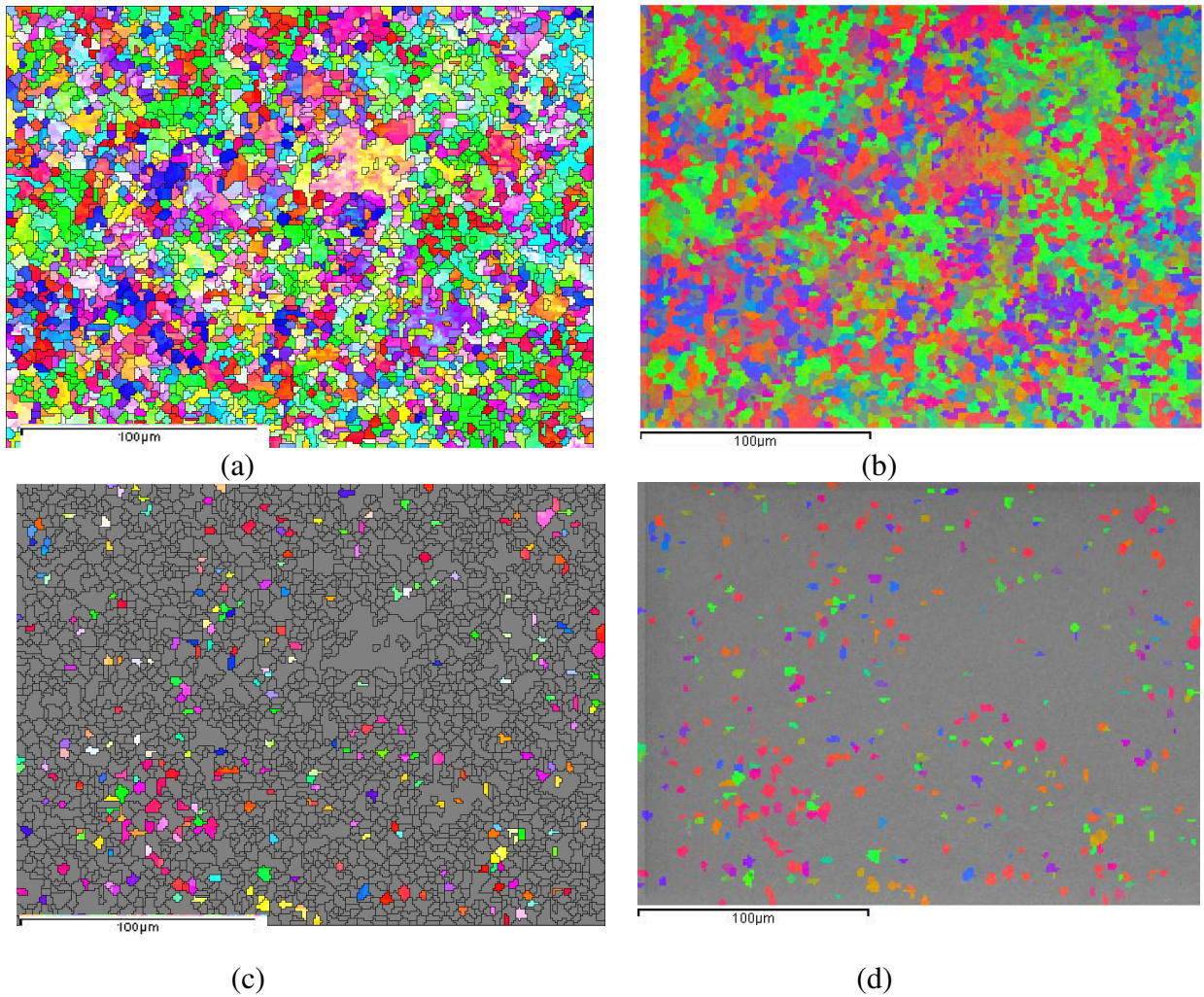
**Figura 345** – Amostra envelhecida a 450°C resfriada em água obtida pelo INCA (b) e imagem **RED`S** (a).



**Figura 356** – Amostra envelhecida a 450° resfriada ao ar obtida pelo INCA (B) e imagem tratada pelo RED`s

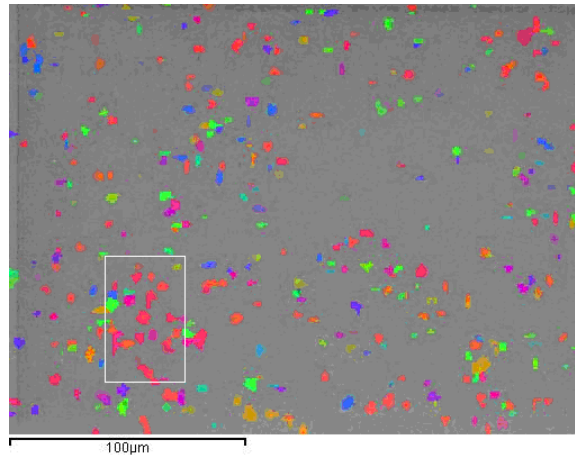


**Figura 367** - Amostra envelhecida a 450°C resfriada em N<sub>2</sub> obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a).

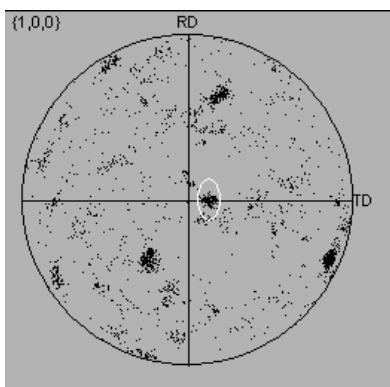


**Figura 378-** Amostra envelhecida a 550°C resfriada ao ar obtida pelo INCA (a). Imagem tratada pelo RED`S (b). Fase austenítica obtida pelo INCA (c). Imagem tratada pelo RED`S (d).

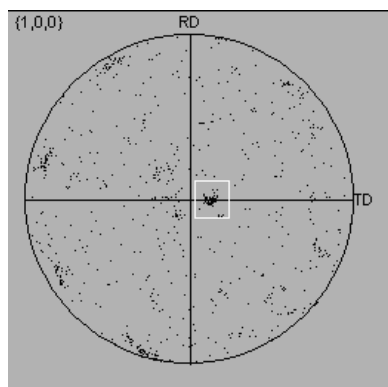
Usando a técnica de EBSD, as únicas amostras que tiveram a reversão da austenita em suas microestruturas foram as amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas ao ar. Na figura 48 observa-se a amostra envelhecida a 550°C resfriada ao ar na qual temos as imagens obtidas pelo INCA (a) e um tratamento da imagem pelo RED`s (b) que oferece uma boa resolução. Em (c) e (d) têm-se apenas a fase austenítica destacada em colorido para a análise de sua textura em relação a textura da matriz martensítica.



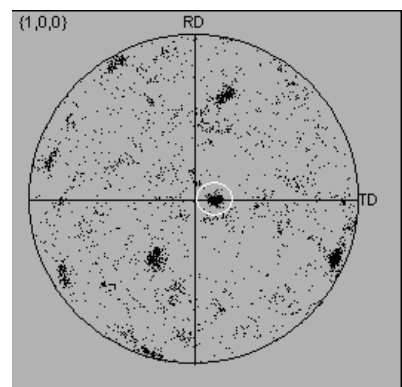
(a)



(b)



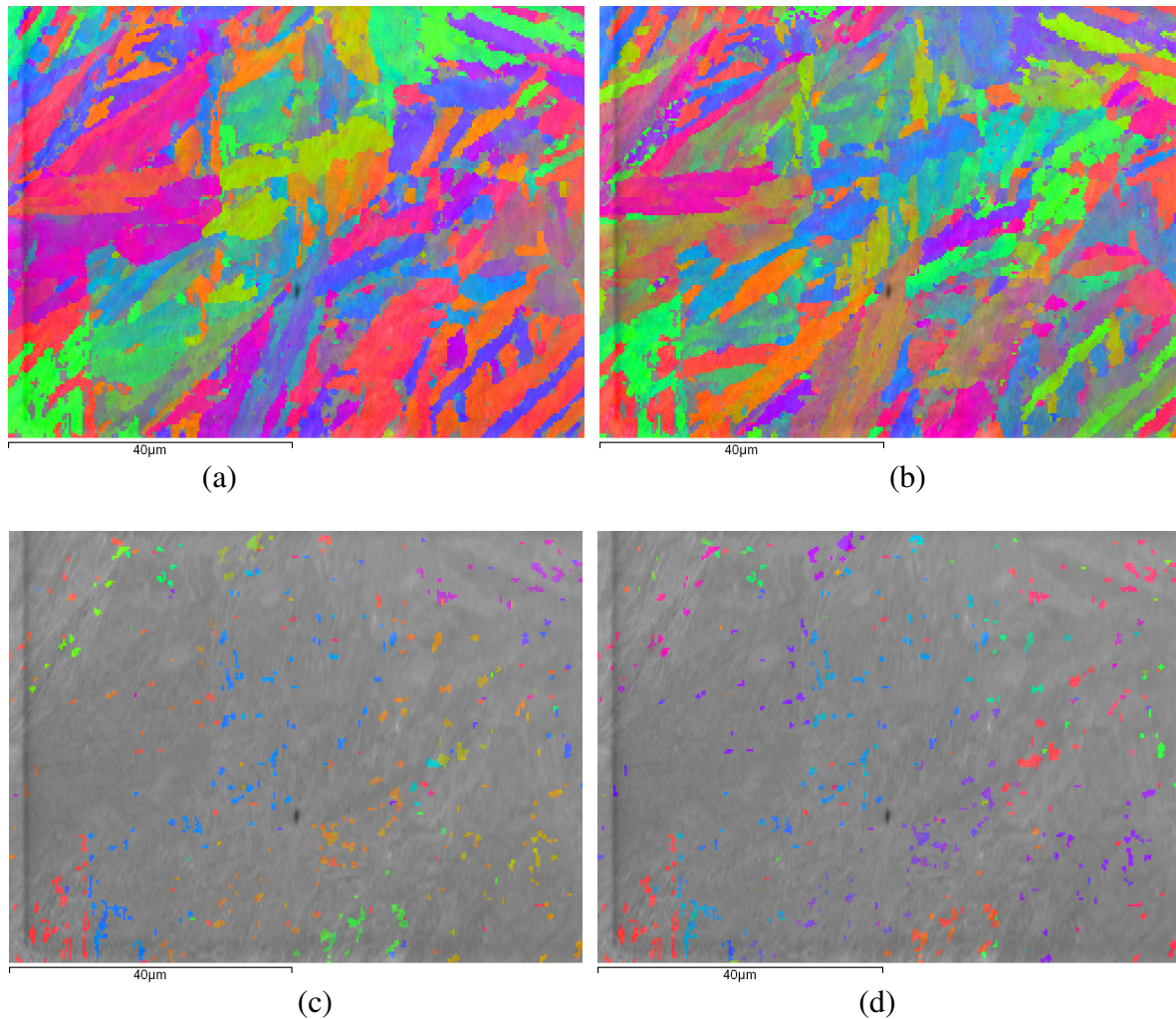
(c)



(d)

**Figura 389** - (a) Mapa de orientação da direção normal da fase austenítica, (b) Figura de pólo referente à fase martensítica, (c) Figura de pólo referente à fase austenítica e (d) As figuras de pólo (c) e (d) sobrepostas.

Na figura 49, observa-se o mapa de orientação da direção de laminação da fase austenítica e as figuras de pólo referente à fase austenítica e martensítica. A figura 49 (d) mostra as imagens das figuras de pólo da austenita e martensita sobrepostas para constatar as coincidências de planos e direções propostas por Kurdjumov – Sachs.

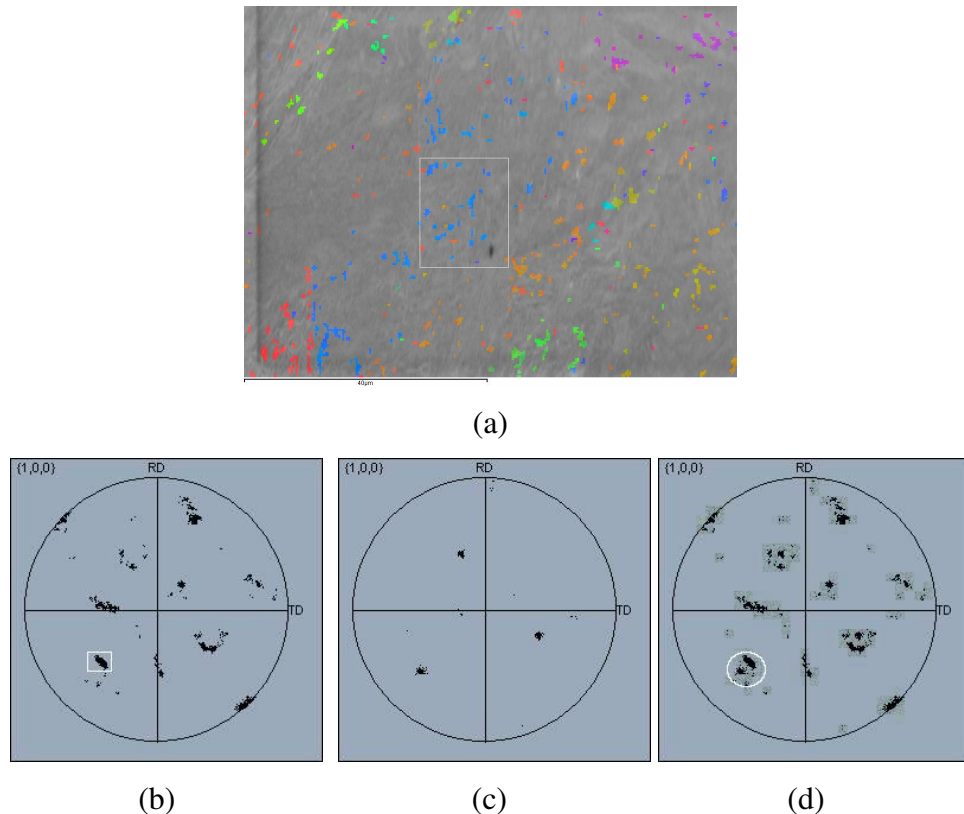


**Figura 5039** - Imagens da amostra envelhecida a 600°C resfriada ao ar com aumento de 3000X.

(a) Mapa de orientação da direção normal e (b) de laminação para martensita.

(c) Mapa de orientação da fase austenítica da direção normal e (d) de laminação.

As figuras 50 (a) e (b) apresentam os mapas de orientação da direção normal e de laminação para martensita em uma amostra envelhecida 1 hora a 600°C e resfriada ao ar. As cores representam diferentes orientações conforme mapa de cores da figura 44. As figuras 50 (c) e (d) são os mapas correspondentes à fase austenita. As orientações principais são (001) [110] e (111) [11-2] com desvio de 15 graus desta orientação.

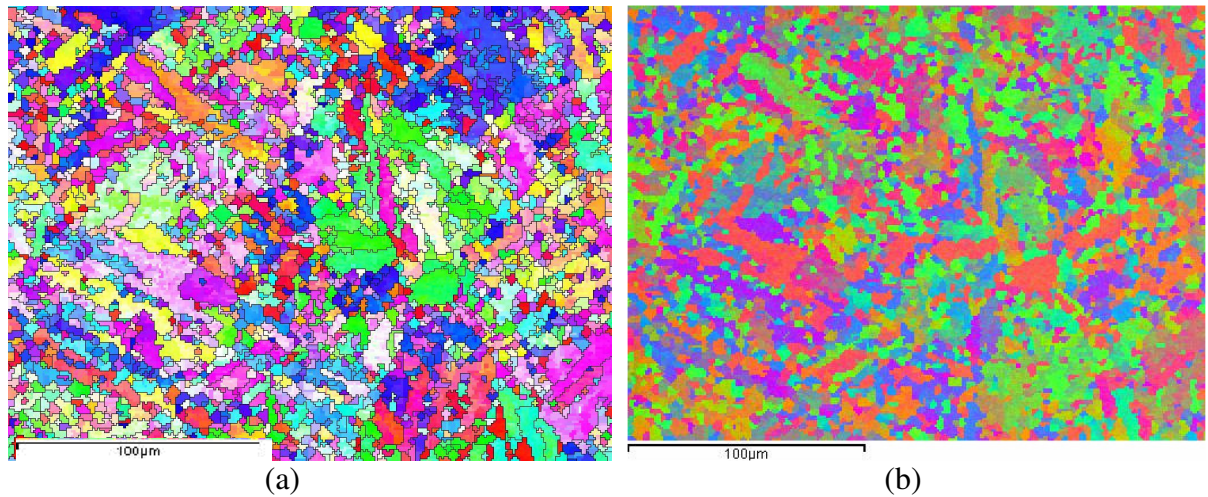


**Figura 51** - (a) Mapa de orientação da direção normal da fase austenítica, (b) Figura de pólo referente à fase martensítica, (c) Figura de pólo referente à fase austenítica e (d) As figuras de pólo (c) e (d) sobrepostas.

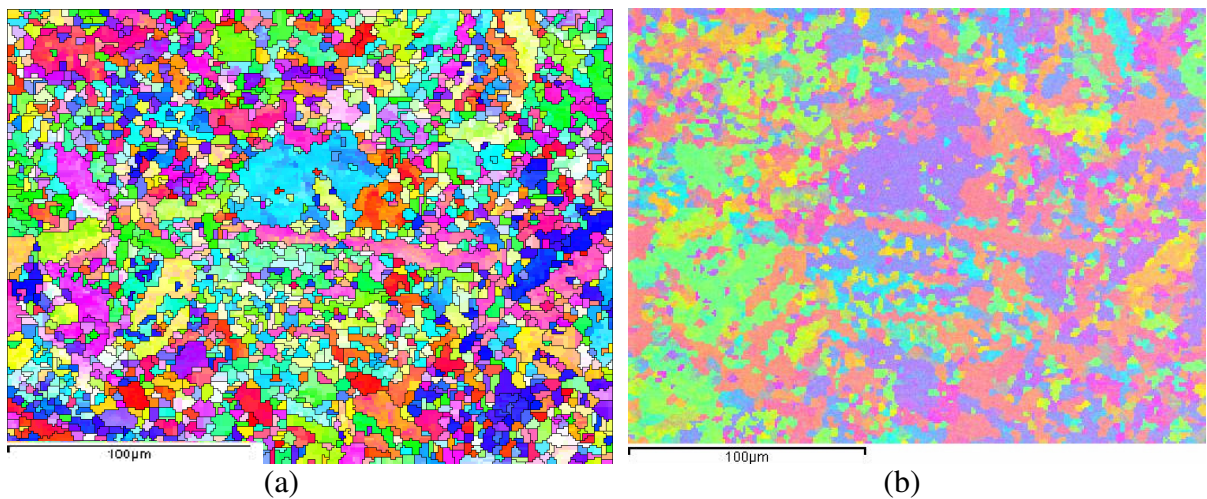
Conforme estudos feitos por C.Cabus [12], existe uma relação de orientações segundo Bain, Kurdjumov-Sachs (K-S), Nishiyama e Wassermann (N-W), nos quais há uma coincidência de planos e direções entre as fases martensíticas e austeníticas.

Para o presente estudo, as relações de Kurdjumov-Sachs são as que mais se aproximam pois a família de planos  $\{111\}$  da austenita é paralela a família de direções da martensita  $\{110\}$ . Vale lembrar que estas relações são apenas aproximações pois a transformação da austenita em martensita tem teoria bem estabelecida e tem além da orientação que é irracional, a existência de plano de hábito, linha invariante todos matematicamente relacionados.

A figura 51 (a) apresenta figuras de pólo para a região marcada em (a). Na figura 51 (b) referente à fase martensítica está marcado um dos pólos  $\{110\}$ . A figura 51 (c) apresenta a figura de pólo da austenita onde são mostrados os pólos referentes à família de planos  $\{111\}$ . Em (d) as duas figuras de pólo estão sobrepostas e pode-se observar a coincidência dos pólos  $\{110\}_\alpha$  e  $\{111\}_\gamma$  sugerindo que a relação Kurdjumov-Sachs se verifica na reversão da austenita de aços *maraging* 350.

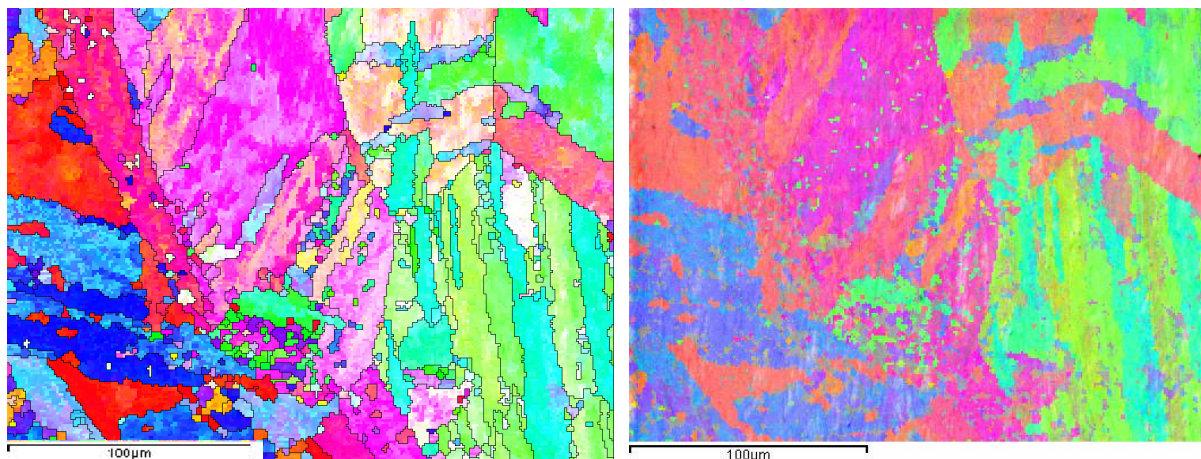


**Figura 402** - Amostra envelhecida a 600°C resfriada em água obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a).



**Figura 413** - Amostra envelhecida a 600°C resfriada em N<sub>2</sub> Obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED`S (a).

Nas figuras 52 e 53 estão as imagens das amostras envelhecidas a 600°C resfriadas em água e nitrogênio líquido as quais não possuem a fase austenítica em sua microestrutura conforme os resultados da difração de Raios – X.



**Figura 424** - Amostra solubilizada a 870°C resfriada em N<sub>2</sub> obtida pelo INCA (b) e imagem tratada pelo RED's (a).

Na figura 54 temos a imagem da amostra apenas solubilizada a 870°C e resfriada em nitrogênio líquido. O meio no qual a amostra foi resfriada após o processo de solubilização, não influencia na formação das fases, pois ao ser solubilizada a amostra fica totalmente austenítica.

#### 4.5 - Textura da austenita revertida

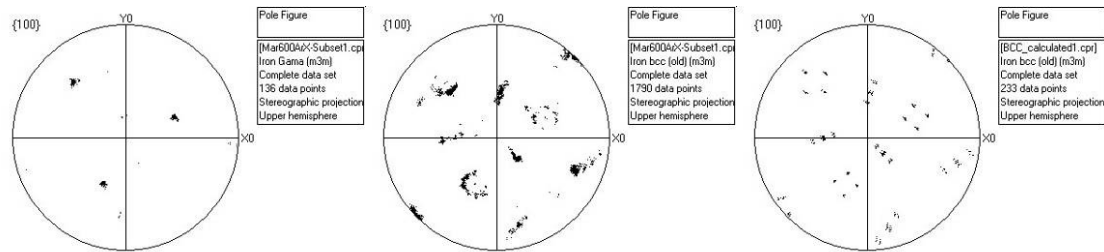
Nesta seção a teoria clássica de transformação da martensita será aplicada. Os cálculos foram feitos utilizando programa em linguagem Fortran disponível no endereço [www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/index.html](http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/index.html). A figura 55 apresenta mapas de orientação para uma amostra de maraging envelhecida a 600° C por uma hora. Em (a) está mostrada a orientação da austenita revertida; em b, o mapa de orientações da martensita e em c está mostrado o grão selecionado para estudo da textura.



**Figura 435** - (a) Mapa de orientação da austenita revertida; (b) mapa de orientações da martensita; (c) grão selecionado para estudo da textura.

A figura 56 apresenta as figuras de pólos da austenita revertida para o grão selecionado, a figura de pólos da martensita e em c, a figura de pólos da martensita calculada a partir da

austenita medida e usando a teoria da martensita anteriormente resumida. Foi assumida para o cálculo a inexistência de seleção de variantes. É possível perceber a perfeita concordância entre a figura de pólos medida e a calculada.



**Figura 446** - Figura de pólos da austenita revertida para o grão selecionado; (b) figura de pólos da martensita; (c) figura de pólos da martensita calculada a partir da austenita medida e usando a teoria da martensita.

Constata-se que a textura da austenita revertida nos aços *maraing* possui a mesma textura da austenita mãe que deu origem a martensita.

## 5. CONCLUSÕES

Foi constatado que, quando resfriada a temperatura mais baixa, a austenita revertida durante o envelhecimento se transforma em martensita.

Foi atribuído a esta transformação o fato desta austenita revertida ser formada em regiões mais ricas em Ni e com uma temperatura  $M_s$  abaixo da temperatura ambiente.

Foi desenvolvido um procedimento de preparação de amostras envelhecidas para análise por EBSD.

A textura das amostras envelhecidas a 450 e 480°C é típica de uma microestrutura CCC com fibra principal  $\{111\}$  e textura acentuada em  $\{111\} \langle 110 \rangle$  e  $\{111\} \langle 112 \rangle$  e nas amostras envelhecidas a 550 e 600°C também possuem uma microestrutura de uma liga CCC, com fibra principal  $\{111\}$  e textura acentuada em  $\{111\} \langle 110 \rangle$  e  $\{111\} \langle 112 \rangle$  e alguma textura  $\{001\} \langle 110 \rangle$ .

Na análise de EBSD conclui-se que as únicas amostras que apresentaram fase austenítica em sua microestrutura foram as amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas ao ar.

A textura da austenita revertida nos aços Maraging possui a mesma textura da austenita mãe que deu origem a martensita.

As amostras que possuem austenita retida, ou seja, as amostras envelhecidas a 550 e 600°C resfriadas ao ar, obedecem rigorosamente a teoria clássica da formação da martensita.

As relações de Kurdjumov-Sachs se mostraram uma boa aproximação entre a austenita revertida e a martensita.

## 6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MAGNÉE A., DRAPIER J.M., DUMONT J., COUTSOURADIS D., HABRAKENL., *Cobalt Containing High-Strength Steels*. Bruxelles – Belgique: Centre D'information du Cobalt, 1974. 128p.
- [2] LINNERT G.E. *Welding metallurgy*. USA: American Welding Society, 1967-674
- [3] TAVARES, S.S.M; ABREU, H.F.G.; NETO, J.M.; DA SILVA, M.R.; POPA, I.A. *Thermomagnetic Study of the Martensite-Austenite Phase Transition in the Maraging 350 Steel*. Journal of Alloys and Compounds. 358 (2003). 152-156, 2003.
- [4] VISWANATHAN, U.K.; KISHORE, R.; ASUNDI, M.K. *Effect of Thermal Cycling on the Mechanical Properties of 350- Grade Maraging Steel*. Metallurgical and Materials Transactions. Vol. 27A. 757-761, 1996.
- [5] H. J. BUNGE, M. HUMBERT, P. I. WELCH: Scripta Metallurgica 17 (1403-1405).
- [6] H. K. D. H. BHADESHIA: *Geometry of Crystals: 2nd edition*, Institute of Materials, 2001.
- [7] J. W. CHRISTIAN: *Thermodynamics and kinetics of martensite*: in G. B. Olson, M. Cohen (Eds.), International Conference on Martensitic Transformations {ICOMAT} '79: 1979: pp. 220--234.
- [8] VISWANATHAN, U.K.; DEY, G.K.; ASUNDI, M.K. *Precipitation Hardening in 350 Grade Maraging Steel*. Metallurgical Transactions. Vol. 24A. 2429-2442 ( 1993).
- [9] VISWANATHAN, U.K.; DEY, G.K.; SETHUMADHAVAN, V. *Effects of Austenite Reversion During Overageing on the Mechanical Properties of 18 Ni (350) Maraging Steel*. Materials Science and Engineering 398A 367-372 (2005).
- [10] P.P SINHA, D. SIVAKUMAR, N. S. BABU, K. T. THARIAN AND NATAJARAN. *Austenite Reversion in 18 Ni Co-Free Maraging Steel*.

- [11] XIAODONG LI; ZHONGDA YIN. *Reverted Austenite During Aging in 18Ni (350) Maraging Steel. Materials Letters*. 24 (1995). 239-242, 1995.
- [12] C. CABUS, H. REGLE and B. BACROIX. *Phases Transformation textures in steels*, Journal de Physique IV, Villetaneuse, France.
- [13] M. FAROOQUE, H. AYUB, A. UL HAQ, A. KHAN. *The Formation of Reverted Austenite in 18% Ni 350 Grade Maraging Steel*. Metallurgy Division, Dr A. Q. Khan Research Laboratories Kahuta, P. O. Box 502, Rawalpindi, Pakistan. *Journal of Materials Science* 33 (1998) 2927-2930.
- [14] CALLISTER JR W.D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5ª edição, Rio de Janeiro, LTC Editora, 2002.
- [15] TAVARES, S.S.M.; J.M.; DA SILVA, M.R.; ABREU, H.F.G.; PARDAL, J.M.; CINDRA FONSECA, M.P.; NETO, J.M. *Magnetic Properties of a Ni-Co-Mo-Ti Maraging 350 Steel*. *Journal of Alloys and Compounds*. 373 (2004). 304-311, 2004
- [16] BELOZEROV, E.V., SAGARADZE V.V., POPOV A.G., PASTUKHOV A.M., PECHERKINA N.L., *Formation of Magnetic Texture in a High-Strength Maraging Steel* ; *The Physics of Metals and Metallography* 79 (1995) 606-613.
- [17] AHMED, M.; SALAM, I.; HASHMI, F. H.; KHAN, A. Q. *Influence of Banded Structure on the Mechanical Properties of a High-Strnght Maraging Steel*. *Journal of Materials Engineering and Performance*. Vol. 6 (2). 165-171, 1997.
- [18] VIANA, C.S.C, *Texturas Cristalográficas*, IME – 2002.
- [19] SILVA, J.J.M., *Análise de Textura e Propriedades Magnéticas em Aços Maraging 300 e 350 em Várias Condições de Tratamento*. 20-22 (2005).
- [20] PINTO, A.L., LOPES, A.M., *A utilização da Técnica de EBSD em Estudos de Microtextura e Mesotextura*; Rio de Janeiro – RJ, IME.

- [21] D. P. FIELD, "Recent advances in the application of orientation imaging" *Ultramicroscopy*, vol. 67, pp. 1-9, (1997).
- [22] T. C. ISABELL, V. P. DRAVID. "Resolution and sensitivity of electron backscattered diffraction in a cold field emission gun SEM" *Ultramicroscopy*, vol. 67, pp.59-68 (1997).
- [23] V. RANDLE, B. RALPH, D. J. DINGLEY. *Acta Metallurgica* vol. 36, pp. 267. (1988).
- [24] M. N. ALAM, M. BLACKMAN, D. W. PASHLEY. "High-angle Kikuchi patterns" *Proceedings of the Royal Society of London*, A221, pp. 224-242 (1954).
- [25] RANGLE, V., ENGLER, O., *Introduction to the Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping* , Gordon and Breach Science Publishers (2000).
- [26] MONLEVADE, E.F., *Relação de Orientações Resultantes da Precipitação de Austenita em Ferrita em Aço Inoxidável Dúplex*. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-2002.
- [27] PARDAL, J. M. *Propriedades Mecânicas e Magnéticas do Aço Maraging classe 300 em Diversas Condições de Tratamento Térmico*. Universidade Federal Fluminense-UFF. Niterói-RJ.2004.
- [28] TEWARI R., MAZUMBER S., BATRA I. S., DEY G. K., BANERJEE S., *Precipitation in 18%Ni Maraging Steel of Grade 350*; *Acta Materialia* 48 (2000) 1187-1200.
- [29] FAROOQ, M.; UL HAQ, A.; HASHMI, F.H.; KHAN, A.Q.. *Microscopic Determination of Austenite in 18% Ni Maraging Steel*. *Metallography*. 20 (1987). 377-383, 1987.
- [30] ABREU, H. F. G., *Influência da Textura Cristalográfica na Anisotropia Magnética das Ligas Fe-Mo-NiC*. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 1998.

- [31] VIANA, C. S. C., PAULA, A. S., “Textura de Deformação”. In: *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*, pp. 23-37, São Paulo, Dezembro/2001.
- [32] PADILHA, A. F.; *Materiais de Engenharia – Microestrutura e Propriedades* Ed. Hemus 317-328 (1977).
- [33] S. I. WRIGHT. “*Fundamentals of automated EBSD*” in “*Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*”, A. D Schwartz, M. Kumar, B, L. Adams (Ed.), Cap 5, pp. 51-64, Plenum Publishers, Nova Iorque (2000).
- [34] O. ENGLER, J. JURA, S. MATTHIES. “*Influence of number and arrangement of single orientation measurements on their statistical relevance*” ICOTOM 12 vol. 1, pp. 68-73 (1999).
- [35] KATRAKOVA, D. MUCLICH, F. *Specim Preparation for Electron Backscatter Diffraction – Part I: Metals. Practische Metallographie*, Stuttgart. V. 38, n.10, p. 547-565, out., 2001.
- [36] L. KESTENS, R. DECOCKER, R. PETRO: *Materials Science Forum* 408-412, 1173-1178 (2002).
- [37] P. L. KESTENS, Y. HOUBAERT: *ISIJ International* 43 (2003) 1444-1452
- [38] P. BATE, B. HUTCHINSON: *Acta Materialia* 48 (2000) 3183-3192.
- [39] J. S. BOWLES, J. K. MACKENZIE: *Acta Metallurgica* 2 (1954) 129-137.
- [40] J. K. MACKENZIE, J. S. BOWLES: *Acta Metallurgica* 2 (1954) 138-147.
- [41] M. S. WECHSLER, D. S. LIEBERMAN, T. A. READ: *Trans. AIME Journal of Metals* 197 (1953) 1503-1515.

- [42] H. K. D. H. BHADESHIA, H. ABREU, S. KUNDU, *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkd.)* 99 (2008).
- [43] H.K.D.H. BHADESHIA: “*Developments in Martensitic and Bainitic Steels – Role of the Shape Deformation*”, *Mat. Sci. Eng. A*, 378, 34-39, 2004.