



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA**

ANA LARISSA MELO FEITOSA

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO AÇO MARAGING 300 PRODUZIDO POR MANUFATURA
ADITIVA.**

FORTALEZA

2017

ANA LARISSA MELO FEITOSA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO AÇO MARAGING 300 PRODUZIDO POR MANUFATURA
ADITIVA.

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

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

FORTALEZA

2017

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

F336c Feitosa, Ana Larissa Melo.
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DO
AÇO MARAGING 300 PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA. / Ana Larissa Melo Feitosa. –
2017.
51 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia,
Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2017.
Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.

1. Aços maraging. 2. Manufatura aditiva. 3. Textura cristalográfica. I. Título.

CDD 669

ANA LARISSA MELO FEITOSA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E ANÁLISE DE TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO AÇO MARAGING 300 PRODUZIDO POR MANUFATURA
ADITIVA.

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em: ____/____/_____.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Dr. Luis Flávio Gaspar Herculano
Universidade Federal do Ceará (UFC)

A Deus.

À minha avó, ao meu amor, à minha família e
aos meus amigos.

AGRADECIMENTOS

Ao Senhor e Nossa Senhora pela proteção e saúde.

À CAPES, pelo auxílio financeiro durante dois anos de Iniciação Científica.

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pela excelente orientação, amizade, apoio e ajuda.

Aos professores participantes da banca examinadora Marcelo José Gomes da Silva e Luís Flávio Herculano Gaspar pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

Ao melhor engenheiro do LACAM, Flávio Herculano, pelo bom humor, ajuda, conselhos, boa vontade e merendas.

Ao meu amor e colega de trabalho Giovani Gonçalves Ribamar pelo apoio, pela ajuda e principalmente pelos puxões de orelha, que me ajudaram a sempre melhorar, crescer e buscar novas formas de conseguir alcançar meus objetivos.

À minha família pela preocupação e pelo apoio.

À minha queridíssima e amada avó, Sra. Raimunda Feitosa, a qual sempre apoiou os estudos dos netos, além de sempre ter sido exemplo de mulher, de boas energias e de força para todos da família.

Ao Dr. Miloslav Béres por todo apoio e por trazer novas pesquisas para o DEMM.

Ao colega e amigo João Rodrigues pela paciência e ajuda com equipamentos e programas.

Aos colegas e amigos Jackson Gurgel, Misael Peixoto, Beatriz Cunha, Diego Salmin, Carlos Viana, Aline Dias, Lucas Moura, Raíra Moraes e outros, pela paciência e conselhos ao ouvir diversos desabafos ao longo da realização do trabalho.

À Professora Sônia Castelo Branco, por todo apoio e ajuda em diversos assuntos e por ser esse exemplo de empoderamento feminino.

Ao amigo Diego Dias pela ajuda em me apresentar ao LACAM.

Ao colega Victor e Fabrício Braga pela ajuda e paciência com o software MATLAB®.

À professora do curso de inglês Nicolle Jordana, pelas palavras de incentivo e por sempre acreditar que eu conseguiria.

Ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) e todos que o integram, pelo espaço, equipamentos, materiais.

Ao Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem (LPTS), em especial ao colega Érmeson Miná e Prof^o. Cleiton Carvalho pelo auxílio com o MEV.

“Faça do sofrimento fonte de grandeza, e não de dor.”

Prof.º Luis Henrique Beust

RESUMO

Os aços maraging são requisitados pelas indústrias, principalmente aeronáutica e naval, por sua resistência mecânica e tenacidade, além de boa resistência à corrosão e ductilidade. Mas seu grande diferencial está na capacidade de tornar-se mais resistente por meio de tratamentos térmicos de solubilização seguida de envelhecimento. As classes 300 e 350 desse aço são as mais difundidas, com isso, procura-se estudar e entender suas propriedades e desenvolver novas formas de produção desse material. Para isso, utilizou-se de aço maraging 300 produzido por manufatura aditiva, Direct Metal Laser Sintering (DMLS), o qual foi tratado e analisado em três estados: como recebido, solubilizado (820°C/1h) e solubilizado/envelhecido (480°C/5h). O material nos três estados foi submetido a difração de raios-x para produção de figuras de polo e FDOC's, tornando possível a análise de microestrutura, microscopia óptica e eletrônica de varredura, possibilitando caracterização da microestrutura gerada pela técnica de fabricação, e microdureza, para verificação de efetividade dos tratamentos térmicos em comparação com o material como recebido. Verificou-se presença de fases dispersas de óxidos de Ti e Al nos três estados, além de ter-se verificado a diminuição da microdureza no estado solubilizado e o aumento no estado envelhecido, se comparado ao material como recebido.

Palavras-chave: Aços maraging. Manufatura aditiva. Textura cristalográfica.

ABSTRACT

Maraging steels are required by industries, mainly aeronautics and naval, for their mechanical resistance and toughness, as well as good resistance to corrosion and ductility. But its great differential is in the ability to become more resistant through heat treatments of aging. As the classes 300 and 350 of steel are more widespread, with this, we try to find and understand their properties and develop new ways of producing this material. For this purpose, it was used maraging 300 produced by additive manufacture, Direct Metal Laser Signaling (DMLS), which was treated and analyzed in three states: as received, solubilized (820°C/1h) and aged (480°C/5h). The material in the three states was subjected to X-ray diffraction for the production of poles and ODF, making possible a texture analysis, optical microscopy and scanning electron, making possible the characterization of the microstructure generated by the fabrication technique, and microhardness, for selection of effectiveness of thermal treatments in comparison to the material as received. There was presence of dispersed phases of Ti and Al oxides in the three states, in addition to the reduction of the solubilized state microhardness and increase in the aged state when compared to the material as Received.

Keywords: Maraging Steel. Additive Manufacture. Crystallographic Texture.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Diagrama Fe-C em corte.....	16
Figura 2 - Representação esquemática de célula unitária CCC (a) sem e (b) com átomo intersticial.....	17
Figura 3 - Esquema de orientação de grãos de material (a) com e (b) sem textura.....	19
Figura 4 - Projeção estereográfica da esfera de referência de uma amostra.....	20
Figura 5 - Representação do processo de fabricação dmls.....	21
Figura 6 - Gráfico temperatura vs. Distância que mostra região de resfriamento constitucional (região rachurada).	23
Figura 7 - Microestrutura celular.....	23
Figura 8 - Crescimento dendrítico.....	24
Figura 9 - Amostra no estado como produzida.....	25
Figura 10 - Regiões de análise microestrutural, a) topo e b) lateral.....	27
Figura 11 - Diagrama de fração de fase (γ) vs. Temperatura.....	29
Figura 12 - Mev do material como recebido, apresentando medida da espessura da estrutura desenhada em seu topo.....	30
Figura 13 - Micrografia óptica da região do topo. Ataque químico: nital 2%.....	31
Figura 14 - Micrografia eletrônica de varredura do material como fabricado, região do topo (a e b). Ataque químico: nital 2%.....	32
Figura 15 - Micrografia óptica do material como fabricado, região lateral. Dois ataques: nital 2% e politriz automática (10ml sílica coloidal + 2ml água destilada + 0,2g persulfato de amônio).	33
Figura 16 - Micrografia eletrônica de varredura do material como fabricado. Dois ataques: nital 2% e politriz automática (10ml sílica coloidal + 2ml água destilada + 0,2g persulfato de amônio).	35
Figura 17 - Micrografia eletrônica de varredura de $\text{TiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ no material como fabricado. Dois ataques: nital 2% e politriz automática (10ml sílica coloidal + 2ml água destilada + 0,2g persulfato de amônio).	35
Figura 18 – (a) região de geração do mapa de edx; (b) mapas dos elementos.	36
Figura 19 - Micrografia óptica no estado solubilizado (a) 100x e (b) 500x. Ataque químico: nital 2%	37
Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura do estado solubilizado.	38

Figura 21 - Microscopia óptica do estado envelhecido. Nital 2%.....	39
Figura 22 - MEV do estado envelhecido.	39
Figura 23 - Difratoograma dos estados como produzido e solubilizado.	40
Figura 24 – Figuras de polo geradas por difração de raio-x dos estados (a) como produzido e (b) solubilizado.	41
Figura 25 - Figuras de polo inversas dos estados (a) como produzido e (b) solubilizado.	42
Figura 26 – FDOC's geradas po difração de raio-x dos estados (a) como produzido e (b) solubilizado.	42
Figura 27 – FDOC's geradas por edsd dos estados (a) como produzida, (b) solubilizada e (c) envelhecida.	43
Figura 28 - Mapas de ebsd dos estados (a) como produzido, (b) solubilizado e (c) envelhecido.	44
Figura 29 - Gráfico de variância de microdureza dos três estados.	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição de diferentes classes de aço maraging.	18
tabela 2 - Composição química do pó metálico utilizado.....	25
tabela 3 - Composição utilizada para geração do diagrama de fração de fases.....	29
tabela 4 - Quantificação dos elementos encontrados no EDX em ponto.....	37

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AM	Additive Manufacture
DMLS	Direct Metal Laser Sintering
DLP	Digital Light Processing
SLS	Selective Laser Sintering
SLM	Selective Laser Melting
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MO	Microscópio Óptico
CCC	Cúbica de corpo centrado
TCC	Tetragonal de corpo centrado
FDOC	Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
EDS	Espectrometria de raios-X por dispersão de energia
HV	Hard Vickers

LISTA DE SÍMBOLOS

γ	Gama
Φ	Fi (maiúsculo)
ϕ	Fi (minúsculo)
μ	Mícron
%	Porcentagem
®	Marca Registrada

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	15
2.1	Objetivo Geral	15
2.2	Objetivos Específicos	15
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
3.1	Tratamentos Térmicos	16
3.2	Aços Maraging	17
3.3	Textura Cristalográfica	18
3.3.1	<i>Figuras de Polo</i>	19
3.3.2	<i>Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)</i>	20
3.4	Manufatura Aditiva	21
3.5	Solidificação	22
4	MATERIAIS E MÉTODOS	25
4.1	Material	25
4.2	Tratamentos Térmicos	26
4.3	Difração de Raio-X	26
4.4	Preparação de amostra	26
4.4.1	<i>Preparação metalográfica 1</i>	26
4.4.2	<i>Preparação metalográfica 2</i>	26
4.5	Microscopia óptica e eletrônica de varredura	27
4.6	EBSD	27
4.7	Microdureza	28
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
6	CONCLUSÃO	46
	TRABALHOS FUTUROS	47
	REFERÊNCIAS	48

1 INTRODUÇÃO

Os aços maraging são metais com matriz martensítica de alta resistência mecânica, que sofrem precipitação de fases intermetálicas, quando submetidos a tratamento térmico de endurecimento por precipitação, também conhecido como envelhecimento. Isso aumenta sua dureza significativamente, sendo essa uma característica importante e vantajosa para esses materiais. Assim como são muito utilizados pelo fato de continuarem com boa ductilidade e tenacidade após endurecidos.

Esse tipo de aço também tem características diferentes quando submetido a tratamento térmico de solubilização. Nesse tratamento visa-se a dissolução dos elementos de liga na matriz a partir de aquecimento e permanência do material em região monofásica de seu respectivo diagrama. O material analisado apresenta menor dureza e maior ductilidade, quando no estado solubilizado, facilitando conformação mecânica, por exemplo.

A técnica *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS) é um tipo de manufatura aditiva, que consiste em um processo de sinterização do pó do material por meio de fonte de calor a laser de alta frequência. Nessa técnica, o componente é formado camada por camada, e seu projeto é fornecido para o equipamento por meio de softwares de ilustração tridimensional. O resultado são componentes com dimensões e formatos próximos ou iguais ao do produto final (*near net shape*), por esse motivo essa técnica também é conhecida como prototipagem rápida. Dessa forma, trabalhos de usinagem após fabricação não são necessários, diminuindo tempo de produção, que em escala industrial aumenta produtividade e diminui custos. Por esses motivos, as técnicas de manufatura aditiva vêm desenvolvendo-se muito rápido.

A análise da textura cristalográfica de um material também é importante, pois pode impactar diretamente suas propriedades. Quando um material policristalino possui orientação cristalográfica preferencial, ou seja, quando muitos de seus grãos estão orientados da mesma maneira, diz-se que esse possui textura. Diversas propriedades podem ser influenciadas pela presença de textura, como resistência mecânica e propriedades magnéticas.

O foco do presente trabalho é analisar a existência e comparar a textura cristalográfica do aço maraging 300 produzido via DMLS em diferentes estados de tratamento térmico, além disso, busca-se analisar a microestrutura e propriedades nos diferentes estados. Assim como, analisar viabilidade de fabricação de tal material via manufatura aditiva.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar a microestrutura por microscopia óptica e eletrônica de varredura e a evolução da textura cristalográfica de um aço maraging 300, produzido por manufatura aditiva DMLS, nos estados como produzido, solubilizado e solubilizado/envelhecido, por meio de análise de figuras de polo e FDOC's geradas por difração de Raios-X e por EBSD.

2.2 Objetivos específicos

- Caracterizar e comparar a microestrutura do material nos estados como recebido, solubilizado e solubilizado/envelhecido, fabricado via manufatura aditiva DMLS;
- Verificar efetividade dos tratamentos térmicos por meio da realização de microdureza e análise microestrutural;
- Analisar qualidade do processo DMLS para produção de componentes *net shape* em aço maraging 300;
- Comparar a microtextura com a macrotextura do material produzida via EBSD e difração de Raio-X, respectivamente.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Tratamentos Térmico

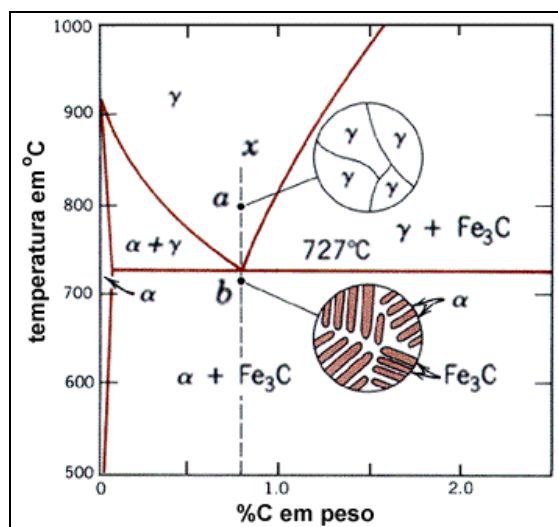
Os tratamentos térmicos, são procedimentos que utilizam variações controladas de temperatura, tempo, atmosfera e resfriamento, ou seja, são ciclos específicos de aquecimento e resfriamento, que têm como objetivo gerar uma modificação microestrutural no material, que, por sua vez, objetivam a modificação das propriedades deste, conferindo-lhe características determinadas. (CHIAVERINI, 2012)

Desta forma, a microestrutura objetivada acarretará em propriedades específicas, as quais podem ser mecânicas, magnéticas e/ou físico-químicas.

Existem diversos tipos de tratamentos térmicos em aços, como recozimento, recristalização, têmpera, normalização, austêmpera, martêmpera, entre outros. No caso dos aços maraging, dois tratamentos são muito importantes: solubilização e envelhecimento.

O tratamento térmico de Solubilização consiste em manter o material a uma temperatura em que só haja uma única fase, até que todo o soluto esteja dissolvido na matriz, formando uma solução sólida monofásica supersaturada (CALLISTER, 2009). Este tratamento é seguido de resfriamento rápido para evitar a difusão do soluto e formação de segunda fase. No caso dos aços, a região monofásica do respectivo diagrama é a da austenita (γ), e a temperatura utilizada para garantir a austenitização de um aço com tão pouco carbono como o maraging é de 820°C, como indicado na Figura 1 (CHIAVERINI, 2012).

Figura 1 - Diagrama Fe-C em corte.



Fonte: CIMM.

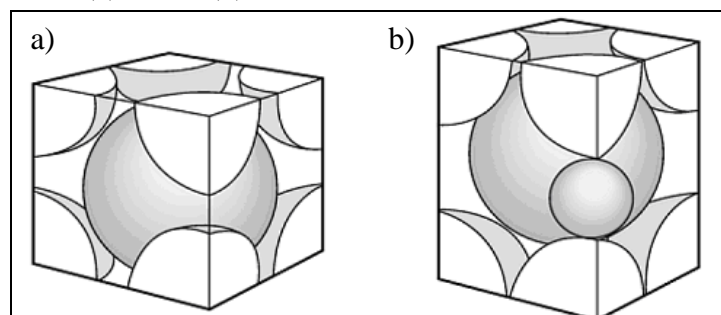
Após a solubilização, é possível fazer o tratamento térmico de precipitação, ou também conhecido como envelhecimento, em que o material é aquecido a uma temperatura, geralmente, em uma região binária de seu diagrama durante o tempo necessário para a formação de uma segunda fase, e em seguida resfriado mais lentamente que na solubilização, mas a taxa de resfriamento não é fator muito importante para esse procedimento. O tempo em aquecimento definirá o tamanho das partículas de segunda fase formada (CALLISTER, 2009).

Para os aços em geral e para o aço específico deste trabalho a região bifásica do diagrama é a região de ferrita e cementita, e a temperatura de envelhecimento convencional é de 480°C, podendo variar.

3.2 Aços Maraging

Os aços maraging são aços com muito baixo teor de carbono, 0,03%, porém com alto teor de elementos de liga, como níquel, cobalto, molibdênio, titânio, entre outros. Esses aços são conhecidos por possuírem matriz martensítica a temperatura ambiente, além de sua alta resistência, alta dureza, alta tenacidade à fratura, boa soldabilidade e estabilidade dimensional durante tratamento de envelhecimento (YASA, 2010). O teor tão baixo de carbono que esse material possui, produz um martensita CCC (Cúbica de corpo centrado) ao invés de TCC (Tetragonal de corpo centrado), visto que sem o carbono nos interstícios não ocorre o alongamento da estrutura, como pode ser comparado na Figura 2.

Figura 2 - Representação esquemática de célula unitária CCC (a) sem e (b) com átomo intersticial.



Fonte: GLÓRIA, 2010.

Além disso, uma forte característica desses aços é o fato de eles serem endurecíveis por precipitação após tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento. Os precipitados formados no envelhecimento geram tensões e deformações

na rede cristalina desses aços e ocasionam regiões de dificuldade aos movimentos das discordâncias durante a deformação plástica. Como resultado a liga torna-se mais resistente e dura (CALLISTER, 2009).

A criação dos aços maraging veio da modificação de aços inoxidáveis, contendo níquel, com adição de elementos de liga, como alumínio e titânio. Adições de cobalto somente foram iniciadas em 1960, quando a presença desse elemento juntamente com o molibdênio proporcionou aumento importante na resistência mecânica do aço (LOPES, 2007).

Dependendo da composição química do maraging, este terá um grau diferente, um número que define essa característica, como 250, 300, 350. O grau ou classe dos aços maraging referem-se às respectivas resistências mecânicas desses em Ksi (MENEZES, 2008). Abaixo temos uma tabela com a composição de alguns graus de maraging (Tabela 1).

Tabela 1 - Composição de diferentes classes de aço maraging.

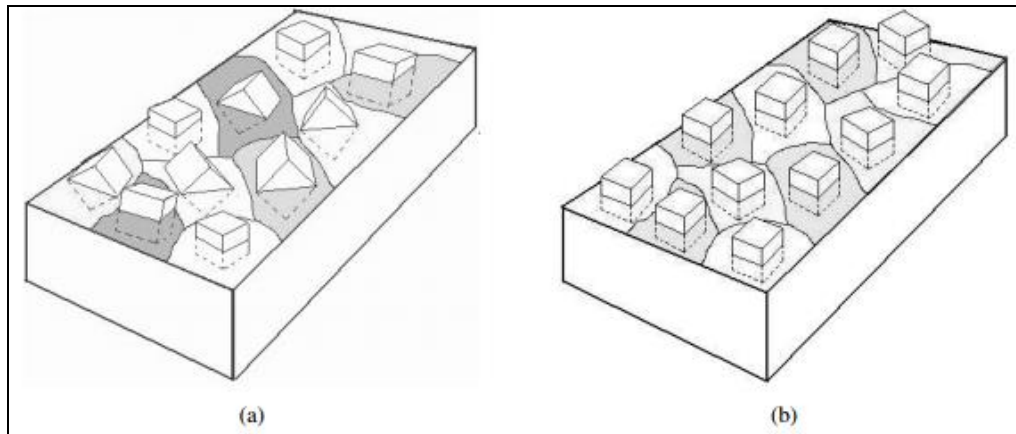
Maraging	Composição (%p)				
Classe	Ni	Co	Mo	Ti	Al
200	17 - 19	8,0 - 9,0	3,0 - 3,5	0,15 - 0,25	0,05 - 0,15
250	17 - 19	7,0 - 8,5	4,6 - 5,2	0,3 - 0,5	0,05 - 0,15
300	17 - 19	8,5 - 9,5	4,6 - 5,2	0,5 - 0,8	0,05 - 0,15
350	17,5 - 18,5	12 - 12,5	3,8 - 4,6	1,4 - 1,7	0,10 - 0,15

Fonte: MENEZES, 2008.

3.3 Textura Cristalográfica

Os materiais policristalinos, os quais possuem mais de um grão em sua estrutura, geralmente, possuem isotropia, ou seja, cada grão formado possui orientação cristalográfica diferente dos outros grãos, resultando em propriedades semelhantes em todas as direções, como observado na Figura 3 (b). Entretanto, quando os grãos do material seguem uma orientação preferencial (Figura 3 (a)), ou seja, vários grãos com mesma orientação cristalográfica, denomina-se que o material possui textura, assim, este não terá mais propriedades iguais independente da direção, logo ele será denominado como anisotrópico (SILVA, 2005).

Figura 3 - Esquema de orientação de grãos de material (a) com e (b) sem textura.



Fonte: SILVA, 2005.

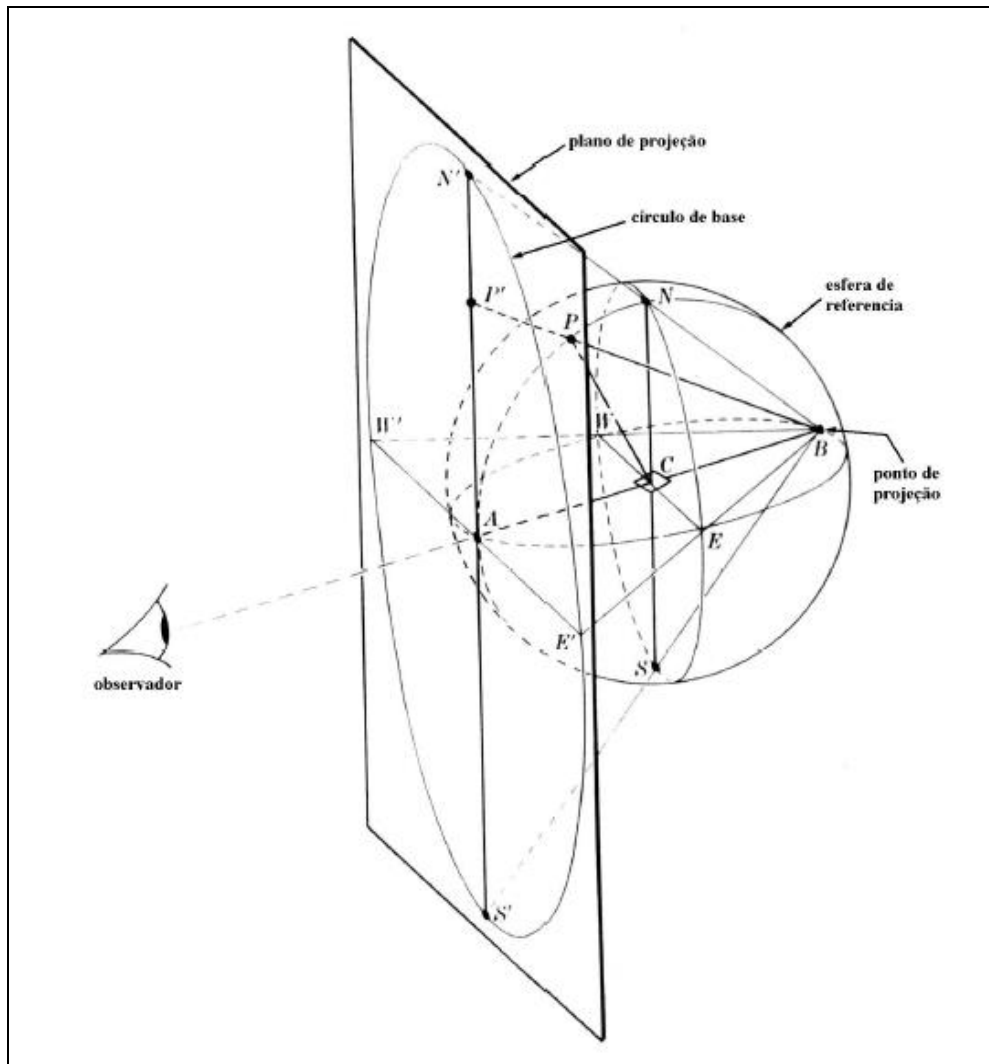
O estudo da textura dos materiais é importante para muitas aplicações, como estampagem para indústria automobilística, visto que na direção da deformação o material é mais dúctil do que na direção perpendicular à essa. Além das propriedades mecânicas, a orientação preferencial pode influenciar nas propriedades magnéticas.

A mensuração da textura de um material de maneira macro é realizada por difração de Raio-X. Com as medidas de difração é possível construir figuras de polo, as quais viabilizam a produção de FDOC's.

3.3.1 Figuras de polo

As figuras de polo são representações em plano de uma esfera imaginária, também chamada de esfera de referência (Figura 4), em volta da amostra analisada por raios-X, que recebe o feixe refletido da radiação, se muitos planos de mesmos índices estão orientados paralelamente à superfície da amostra, mais intenso será a recepção desses raios em determinada região da esfera, logo a figura de polo mostrará essa região com intensidade maior. Na Figura 4 pode-se observar a projeção estereográfica da esfera de referência, formando-se um círculo plano o qual formará a figura de polo. Deve-se deixar claro que as figuras de polo representam apenas famílias de planos, assim sendo, não representam informações completas da textura do material analisado, apenas indicam os planos mais frequentes.

Figura 4 - Projeção estereográfica da esfera de referência de uma amostra.



Fonte: CULLITY, 1956.

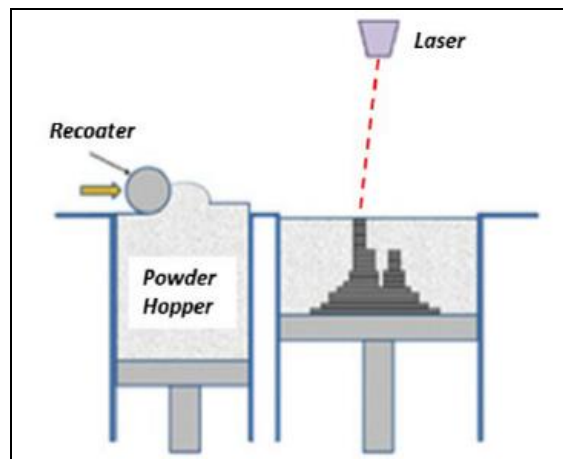
3.3.2 Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)

As FDOC's não podem ser medidas, mas calculadas a partir das figuras de polo do material analisado. Por meio das FDOC's é possível identificar não apenas os planos mais comuns, mas também as direções que esses planos estão. Assim uma FDOC indica a densidade de probabilidade de haver orientações específicas $(hkl)[uvw]$ no material analisado, tendo-se uma descrição completa e quantitativa da textura. Um material sem textura apresenta tal probabilidade igual a 1. Em uma FDOC a orientação do cristal é relacionada com a orientação do material (peça) por três ângulos, conhecidos por ângulos de Euler, que são ϕ_1 , ϕ e ϕ_2 . A orientação do material é determinada por DL, DT e DN, as quais são respectivamente as direções de laminação, transversal e normal (MORAIS, 2013).

3.4 Manufatura aditiva

A manufatura aditiva ou Addictive Manufacturing (AM) em inglês, é o termo utilizado para indicar processo de manufatura os quais produzem peças a partir de um projeto em um software, como impressão 3D, DLP (Digital Light Processing), DMLS (Direct Metal Laser Sintering) ou SLS (Selective Laser Sintering) ou ainda SLM (Selective Laser Melting). O DMLS foi utilizado para a produção do material analisado, sendo um processo em que se utiliza o pó do material que se deseja obter em uma câmara controlada, a qual possui um dispositivo de distribuição do pó em camadas, o laser sinteriza o pó localmente, formando o produto camada por camada de acordo com o projeto elaborado no software. Quando a camada é sinterizada pelo laser, mais uma camada de pó é colocada, e assim, o processo continua até a finalização do produto (BARUCCA, 2015).

Figura 5 - Representação do processo de fabricação DMLS.



Fonte: HOEGES, 2015.

O processo DMLS possui alta precisão, o que leva a produção de *peças near net shape* (próximo ao formato desejado) e até *net shape* (exatamente no formato desejado), diminuindo ou eliminando necessidade usinagem ou retrabalhos posteriores. Em outras palavras, o produto é produzido exatamente como foi projetado no software, tendo seus detalhes feitos com exatidão da ordem de micrometros. Tal método ainda permite diversos ajustes de parâmetros, como ângulo de rotação entre as camadas, largura do feixe, intensidade do laser, atmosfera (controlada ou não), distância entre feixes, espessura de camada, entre outros.

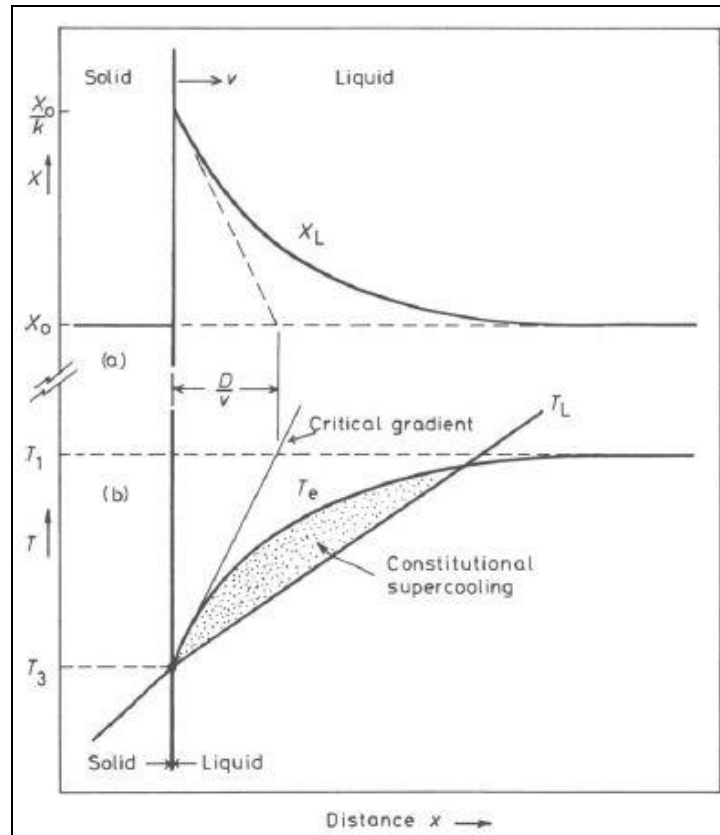
A variação dos parâmetros, como intensidade do laser, velocidade do feixe, espessura da camada e espaço entre feixes, podem ser extremamente significantes para a densidade do material produzido, refletindo em possíveis trincas e poros internos ao material (BAI, 2017).

3.5 Solidificação

Existem basicamente três tipos de interface de solidificação: planar, celular e dendrítica. A primeira ocorre geralmente em materiais puros, visto que a interface plana consegue se estabilizar ao longo de todo processo de solidificação. As duas últimas ocorrem geralmente em ligas, devido a presença de outros elementos diferentes da matriz, os quais estão dissolvidos como solutos.

Se durante a solidificação o gradiente de temperatura diminuir abaixo de um valor crítico, dependendo do material, a frente de solidificação começará a formar regiões que solidificam de forma preferencial às outras, isso é chamado de resfriamento constitucional (Figura 6). Nesse momento as células (braços) começam a crescer mais rápido que as regiões vizinhas. O material solidifica mais facilmente, rejeitando soluto, assim em torno das células o material líquido está rico em soluto, adquirindo composição diferente do solidificado. Como a temperatura de fusão dessa nova composição mais concentrada é maior que o material com pouco soluto a região em volta do braço formado tem cada vez mais dificuldade para solidificar. Dessa forma, quanto mais soluto é expulso para o líquido, mais as células crescem e mais tempo a região do entorno permanece no estado líquido. Caso, a taxa de resfriamento seja bastante lenta, o mesmo processo de rejeição de soluto pode ocorrer na região entre as células, e braços laterais crescem perpendicular às células primárias. Nesse momento, a solidificação é dita dendrítica (PORTER, 1992).

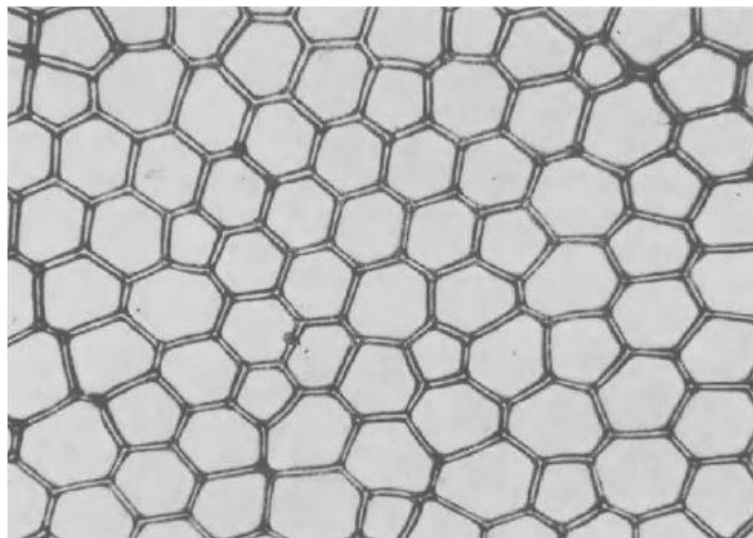
Figura 6 - Gráfico Temperatura vs. Distância que mostra região de resfriamento constitucional (região rachurada).



Fonte: PORTER, 1992.

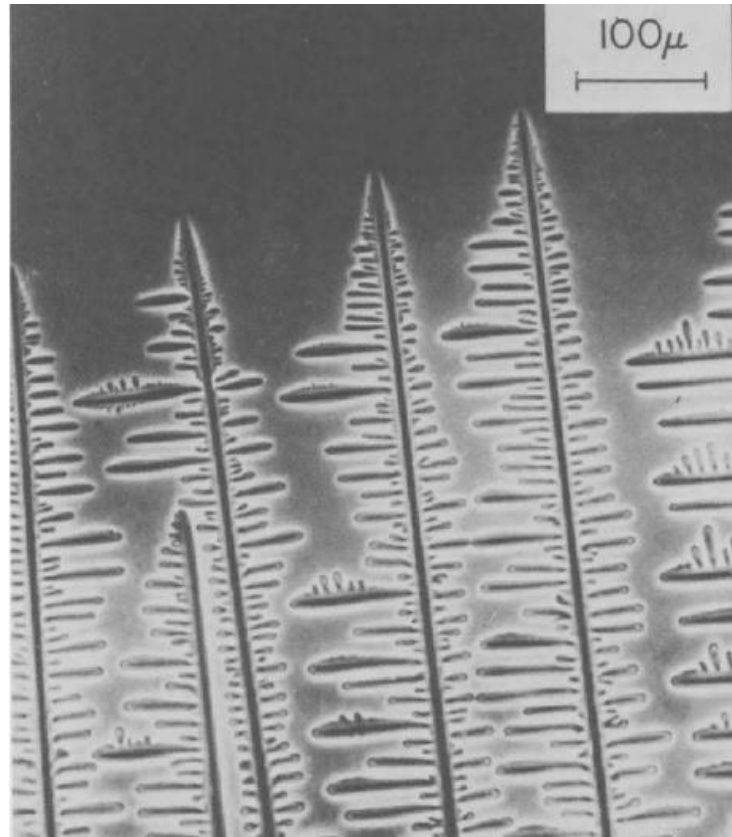
A diferença entre essas duas formas de solidificação está exposta nas Figuras 7 e 8. Sabe-se que dependendo da forma solidificada, celular ou dendrítica, tem-se microestruturas diferentes e assim, propriedades também diferentes.

Figura 7 - Microestrutura celular.



Fonte: PORTER, 1992.

Figura 8 - Crescimento dendrítico.



Fonte: PORTER, 1992.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Material

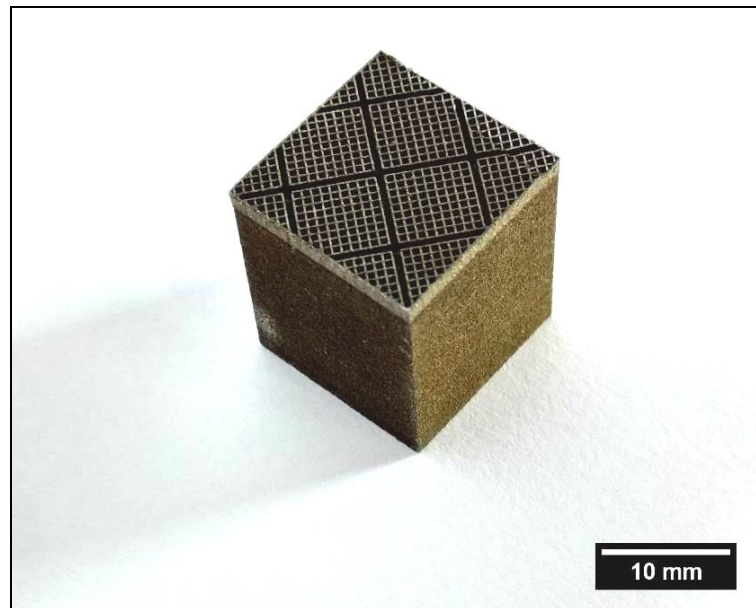
O material utilizado foi um aço maraging da classe 300 fabricado a partir de pó metálico cuja composição é mostrada na Tabela 2. O material foi produzido através de manufatura aditiva, por meio da técnica *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS). Foram produzidas amostras em formato cúbico de 15 mm de aresta, como mostra a Figura 8.

Tabela 2 - Composição química do pó metálico utilizado.

Fe	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr, Cu	C	Mn, Si	P, S
Bal.	17 - 19	8,5 - 9,5	4,5 - 5,2	0,6 - 0,8	0,05 - 0,15	≤ 0,5	≤ 0,03	≤ 0,1	≤ 0,01

Fonte: EOS, 2014.

Figura 9 - Amostra no estado como produzida.



Fonte: Própria do autor.

A amostra única foi levada ao MEV antes de qualquer preparação para observação da qualidade superficial que o processo de produção oferece e análise da estrutura presente no topo da amostra, como pode ser observado na Figura 8.

A amostra foi cortada em meia espessura como pode ser observado na Figura 9 (b), mantendo-se uma parte no estado Como produzido e a outra parte solubilizada. Após todas as análises serem realizadas na parte Como produzida, esta foi submetida a solubilização e envelhecimento.

4.2 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno mufla EDG 3P-S, para a solubilização utilizou-se temperatura de 820°C por 1 hora, e para o envelhecimento 480°C por 5 horas, ambos tratamentos seguidos de resfriamento em água.

4.3 Difração de Raio-X

Os três estados foram preparados para difração de raio-X, seguindo lixamento até 600 mesh e remoção de camada deformada com reagente específico (5% HF + 95% H₂O₂). Após aquisição de difratograma, foram realizadas as medidas de textura para cada pico (plano) encontrado. As medidas foram levadas ao programa Mtex[®] para aquisição das figuras de polo e FDOC's, sendo também analisadas pelo software Labotex[®], para comparação e padronização de resultados.

4.4 Preparação de amostra

4.4.1 Preparação metalográfica 1

O material passou por preparação metalográfica iniciada com embutimento com resina de cura a quente, baquelite, seguido de lixamento com lixa d'água até 2500 mesh. O polimento foi realizado mecanicamente com pasta diamantada até 1 µm, seguido de ataque químico com Nital 2% por:

Como produzida: 2,5 minutos

Solubilizada: 3,5 minutos

Envelhecida: 5 ciclos de 10 segundos de ataque com 10 segundos de polimento com pasta diamantada de 1 µm

4.4.2 Preparação metalográfica 2

As amostras nos três estados passaram por lixamento e polimento como na Preparação metalográfica 1, e, em seguida, veladas para politriz automática para polimento com sílica coloidal por:

Como produzida: 5 horas

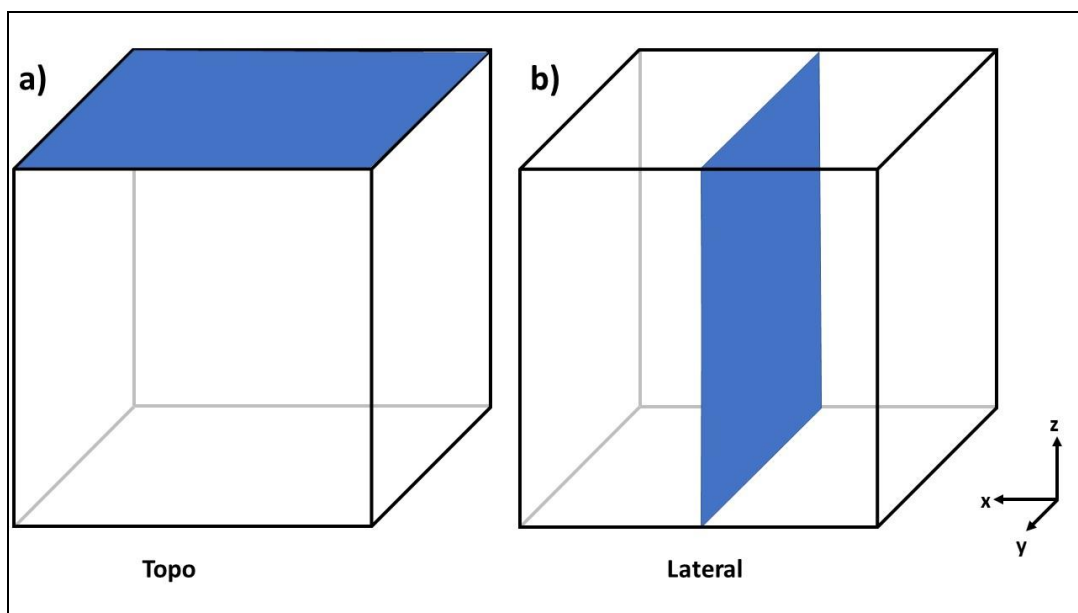
Solubilizada: 3 horas

Envelhecida: 6 horas

4.5 Microscopia óptica e eletrônica de varredura

As amostras nos três estados de tratamento térmico passaram pela Preparação metalográfica 1 para a realização de micrografias ópticas, em microscópio óptico Zeiss e software Axiovision, e eletrônicas de varredura, em MEV Philips XL30, no caso da amostra Como produzida foram analisadas as regiões do topo e da lateral (Figura 9). E apenas região lateral dos estados solubilizado e envelhecido. Também foi utilizado segundo ataque na amostra Como produzida, 10mL sílica coloidal + 2mL água destilada + 0,2g persulfato de amônio, em politriz automática por 40 segundos para melhor revelação da martensita.

Figura 10 - Regiões de análise microestrutural, a) topo e b) lateral.



Fonte: Própria do autor.

4.6 EBSD

As amostras nos três estados passaram pela Preparação metalográfica 2, sendo analisadas em MEV Philips XL30, sendo produzidos mapas e linescans, estes com magnificação de 2000x, step size de 0.3, gerando 15000 pontos, conseguindo melhor amostragem para textura.

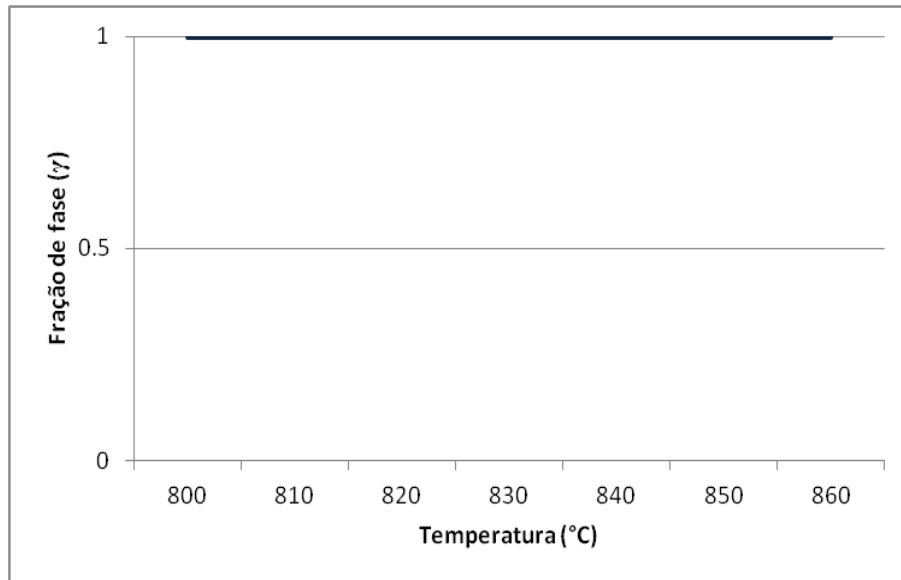
4.7 Microdureza

As amostras em todos os estados foram submetidas a microdureza em microdurômetro Shimadzu com 1 HV de carga para o estado envelhecido e 0.5 HV para os demais, por 10 segundos. Foram medidos 20 pontos por amostra com 1,5 mm de distância entre um e outro.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 11 abaixo, mostra o diagrama fração de fase austenítica por temperatura do aço maraging 300. Observa-se que no intervalo indicado (800°C a 860°C) existe apenas austenita (γ), ou seja, a temperatura de tratamento de solubilização fornecida pelo fabricante do material, de 820°C, garante austenitização necessária para efetividade do tratamento térmico. A tabela 3, abaixo do diagrama, informa a composição utilizada para sua geração do gráfico a partir do software THERMOCALC®.

Figura 11 - Diagrama de fração de fase (γ) vs. Temperatura.



Fonte: Própria do autor.

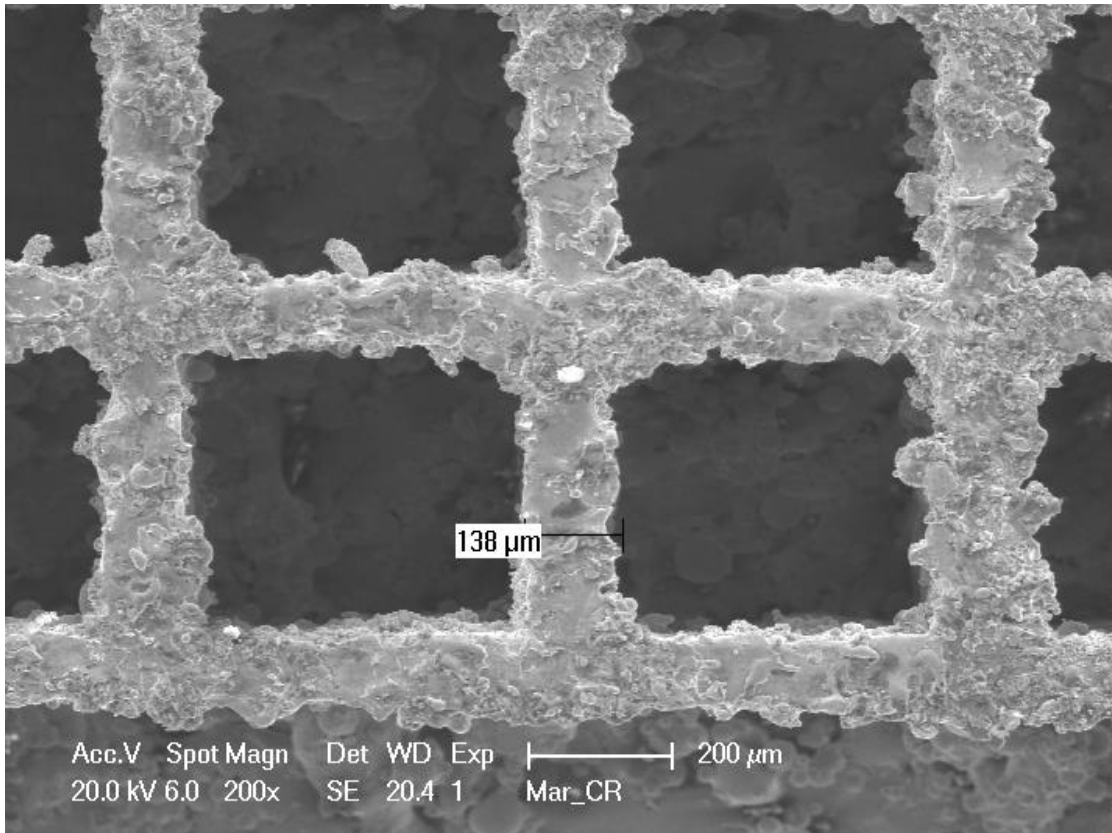
Tabela 3 - Composição utilizada para geração do Diagrama de fração de fases.

Composição para cálculo do diagrama (%p)					
Ni	Co	Mo	Ti	C	Fe
18	9	5	0,7	0,03	Bal.

Fonte: Própria do autor.

A Figura 12 apresenta parte do topo do material como produzido, o qual continha uma grade nessa região, com pode ser observado na Figura 9. A medição da largura da grade mostrada na Figura 12, revela a precisão do método DMLS em produzir tal região com cerca de 0,13 mm.

Figura 12 - MEV do material como recebido, apresentando medida da espessura da estrutura desenhada em seu topo.

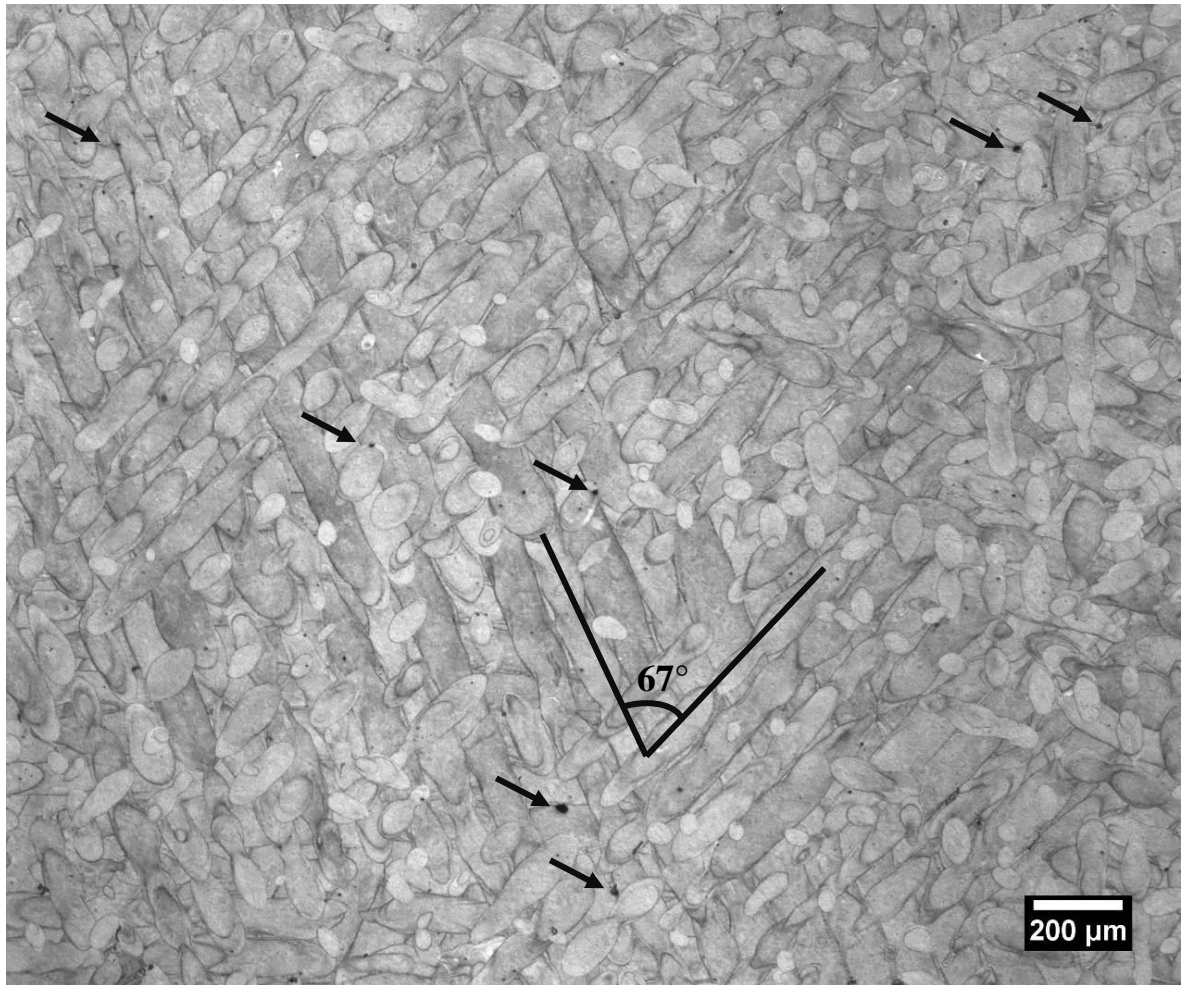


Fonte: Própria do autor.

A Figura 13 mostra a microestrutura via microscopia óptica do material como fabricado na região do topo. As Figuras 14 (a) e (b) mostram a mesma região via microscopia eletrônica de varredura. É possível verificar na Figura 12 a presença de faixas do material em várias direções. Isso era esperado pelos parâmetros de fabricação, além disso, observa-se entre uma camada e outra a regularidade da rotação feita pelo laser de 67°. Foi verificada pouca porosidade aparente na região do topo da amostra, como indicado pelas setas pretas, sendo tal porosidade em sua maioria presente nos contornos entre as faixas geradas pela passagem do laser, o que indica que a distância entre passes do laser deveria ser menor para garantir minimização de defeitos e sobreposição de faixas.

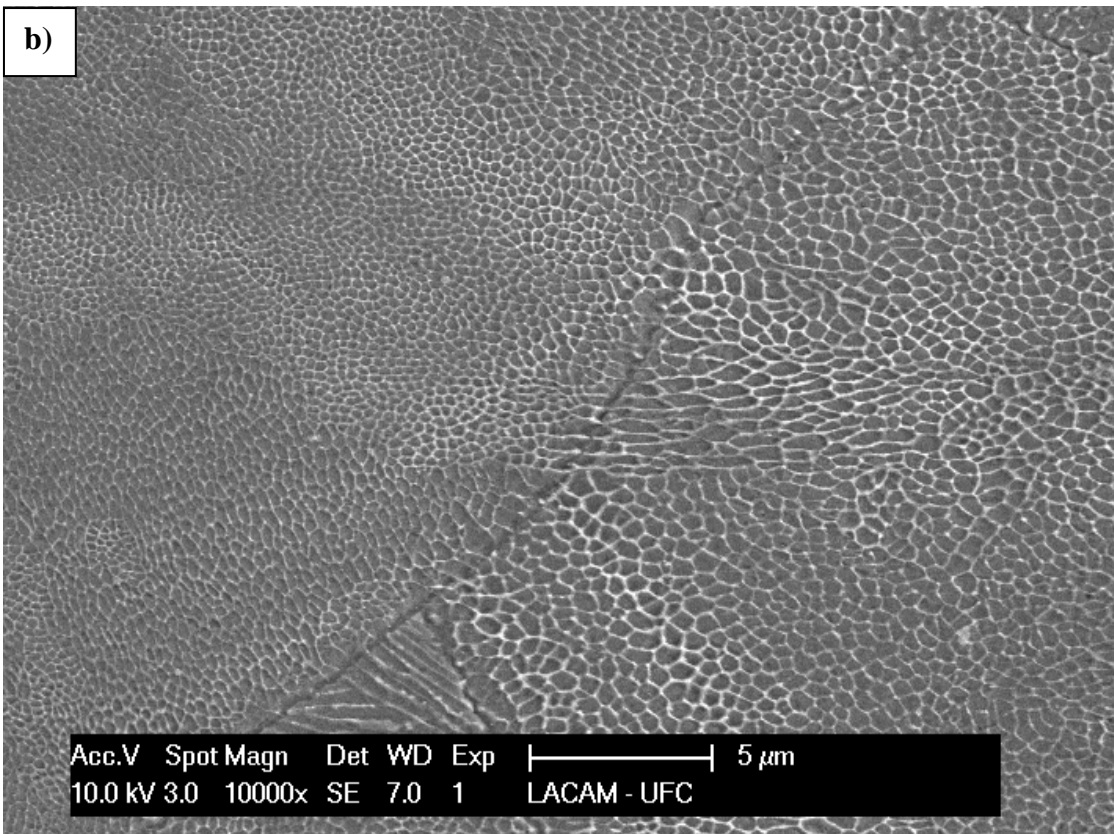
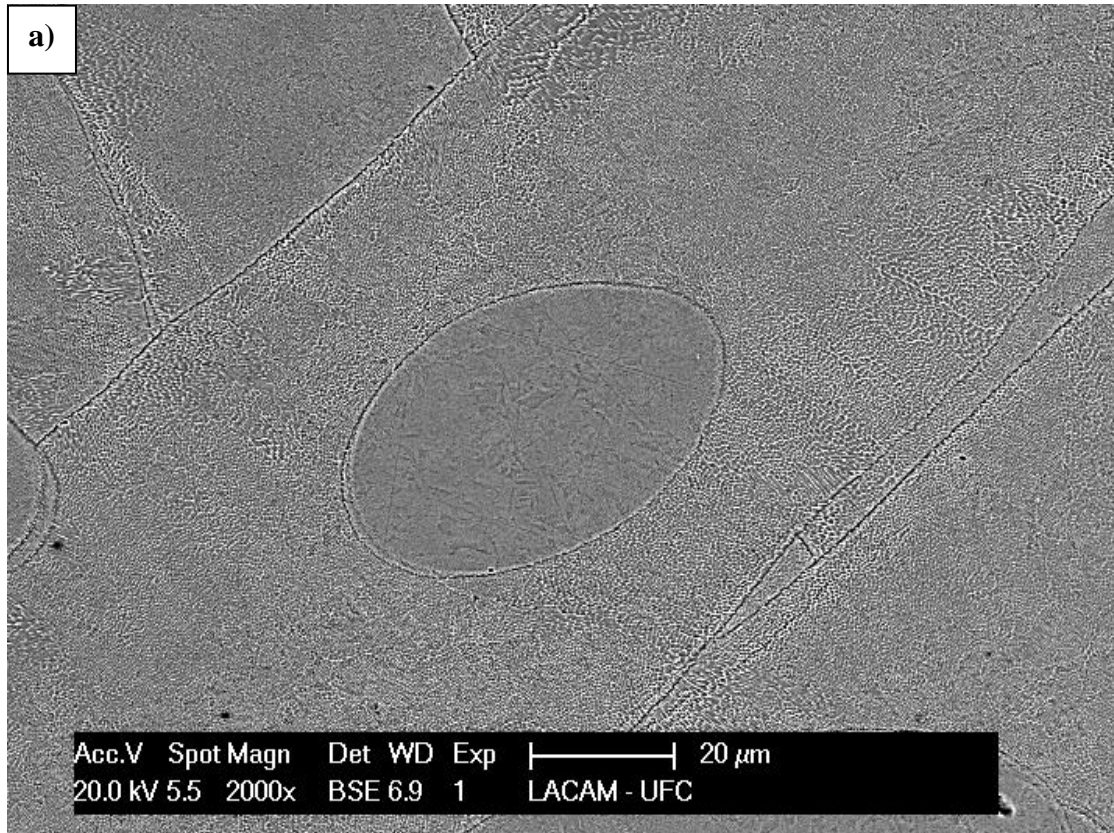
Além disso, percebe-se, na Figura 14 (b), a estrutura celular bem definida em vista superior formada em faixas distintas, como pode ser comparado com a Figura 6, e contornos bem definidos entre as faixas. Tal estrutura de solidificação também foi encontrada por Bai et al (2017), em estudo de variação dos parâmetros de SLM na produção do mesmo material.

Figura 13 - Micrografia óptica da região do topo. Ataque químico: Nital 2%.



Fonte: Própria do autor.

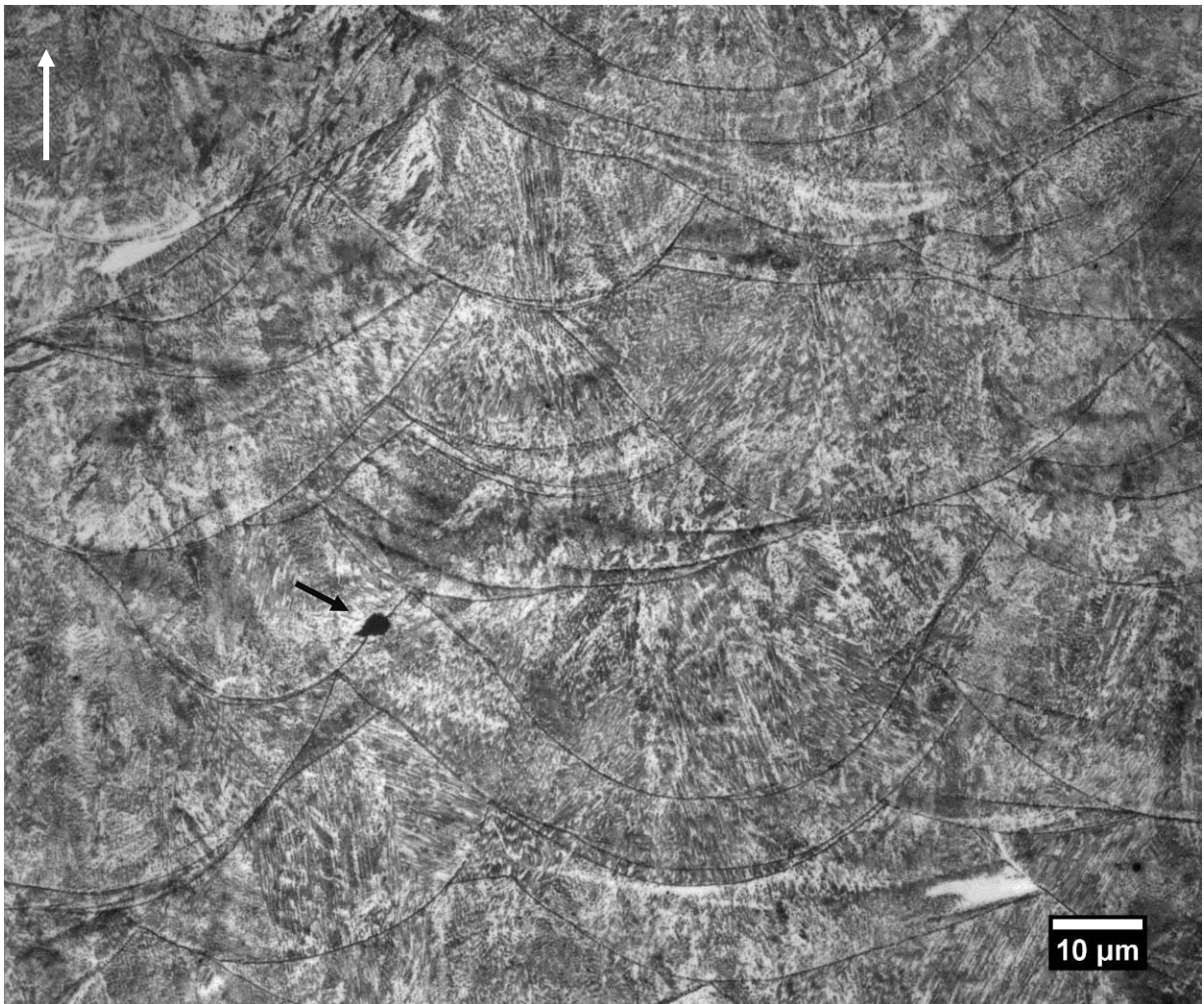
Figura 14 - Micrografia eletrônica de varredura do material como fabricado, região do Topo (a e b). Ataque químico: Nital 2%.



Fonte: Própria do autor.

A Figura 15 abaixo mostra a microestrutura do material, via microscopia óptica, no estado como fabricado na região lateral. As Figuras 16 e 17 revelam a mesma região, via microscopia eletrônica de varredura. É possível verificar os contornos dos cordões formados pela passagem do laser, semelhantes a sucessivos cordões de solda. Dentro de cada um, observa-se a presença de microestrutura semelhante entre si, sendo a vista lateral da solidificação celular. A seta branca no canto superior esquerdo indica a direção de crescimento das camadas. A seta preta apresenta um poro entre dois cordões, assim como foi encontrado no topo.

Figura 15 - Micrografia óptica do material como fabricado, região Lateral. Dois ataques: Nital 2% e politriz automática (10mL sílica coloidal + 2mL água destilada + 0,2g persulfato de amônio).



Fonte: Própria do autor.

Na Figura 16 observa-se os cordões com a estrutura de solidificação celular e o crescimento de solidificação das camadas indicado pela seta branca. A Figura 17 representa a

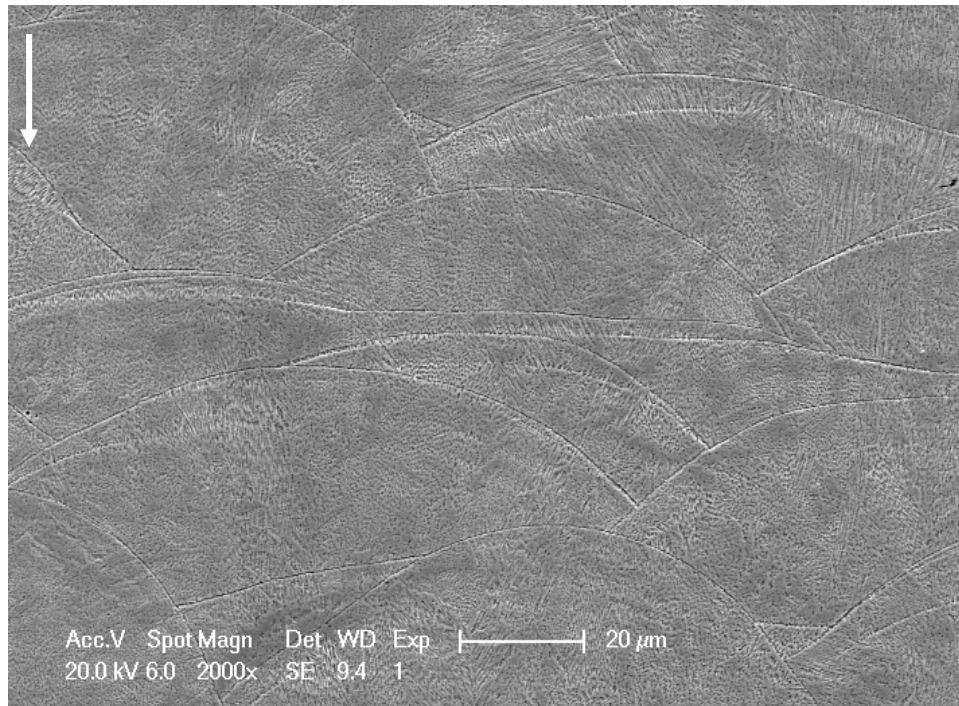
fase que foi encontrada de maneira dispersa na matriz, a qual na maioria das vezes está posicionada nas interfaces entre cordões e apresenta coloração mais escura que a matriz com trincas no seu interior.

Foi realizado mapa de EDX nessas fases (Figura 18 (a) e (b)) e todas apresentaram alto teor de Ti e O, além de Al significativo. Assim, pode-se afirmar que são óxidos de titânio-alumínio ($\text{TiO}_2\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$), semelhante ao encontrado por Yasa et al (2010), em estudo microestrutural desse mesmo material produzido pela mesma técnica. Além disso, os mapas (Figura 18 (b)) mostram que essas fases são pobres em Ni, Co, Mo e Fe. A análise de EDX pontual está apresentada na Tabela 4 com os valores percentuais dos elementos, que confirmam o mostrado nos mapas. As trincas dessas fases provavelmente formaram-se durante o processo de fabricação, visto que a técnica DMLS produz camadas a partir de fusão localizada, ou seja uma pequena parte do material funde e resfria rapidamente gerando muitas tensões, o que um material cerâmico com um óxido não suporta e acaba trincando. As manchas mais claras presentes no interior das fases mostraram-se ser parte da matriz, que com a turbulência gerada pelo laser pode ter havido mistura com a fase formada, e após solidificação não conseguiu difundir para fora da mesma.

O estado solubilizado (Figura 19 (a) e (b)) apresentou mudança na microestrutura, mas com alguns contornos dos cordões anteriores, além disso ainda apresentou algumas fases dispersas, indicadas pelas setas pretas na Figura 19 (a). Uma dessas fases pode ser observada na Figura 20, a qual apresenta-se entre contornos dos cordões anteriores. Apesar de ainda conter os contornos dos cordões remanescentes, os grãos, observados na Figura 20, apresentam-se bem definidos, sendo esses pequenos e independentes dos contornos dos cordões. As ripas de martensita são claramente visíveis (círculo vermelho).

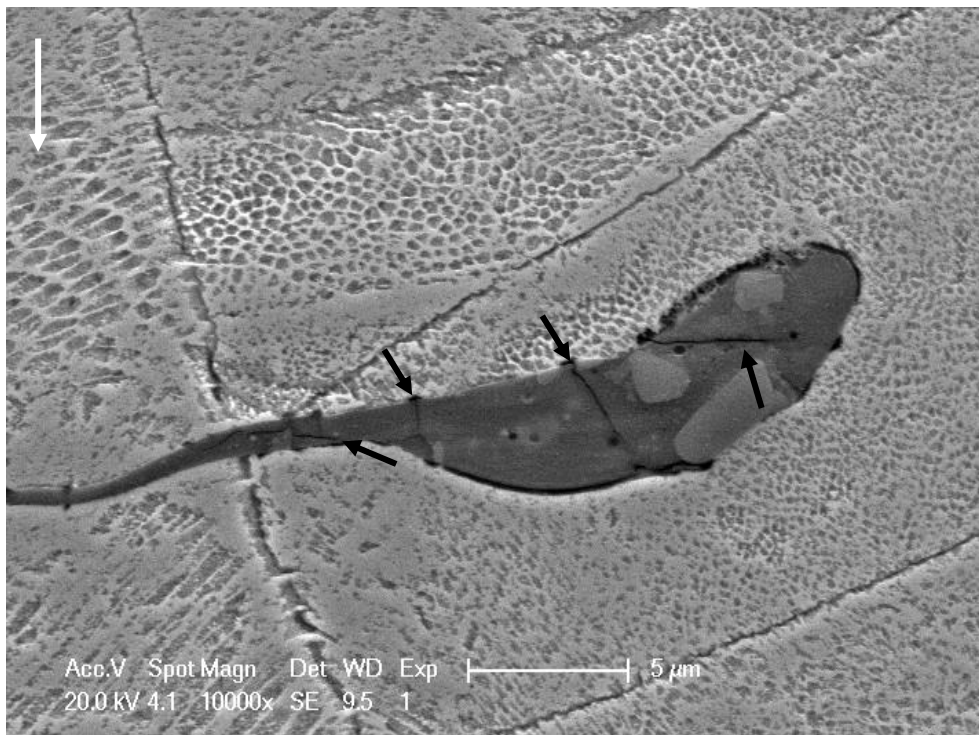
O estado envelhecido (Figura 21) apresentou microestrutura muito semelhante ao encontrado na literatura desse material produzido por outras formas. Pode-se afirmar que a estrutura é martensítica e que os contornos dos cordões não são mais visíveis. A Figura 22 apresenta a estrutura envelhecida com ripas de martensita bem definidas.

Figura 16 - Micrografia eletrônica de varredura do material como fabricado. Dois ataques: Nital 2% e politriz automática (10mL sílica coloidal + 2mL água destilada + 0,2g persulfato de amônio).



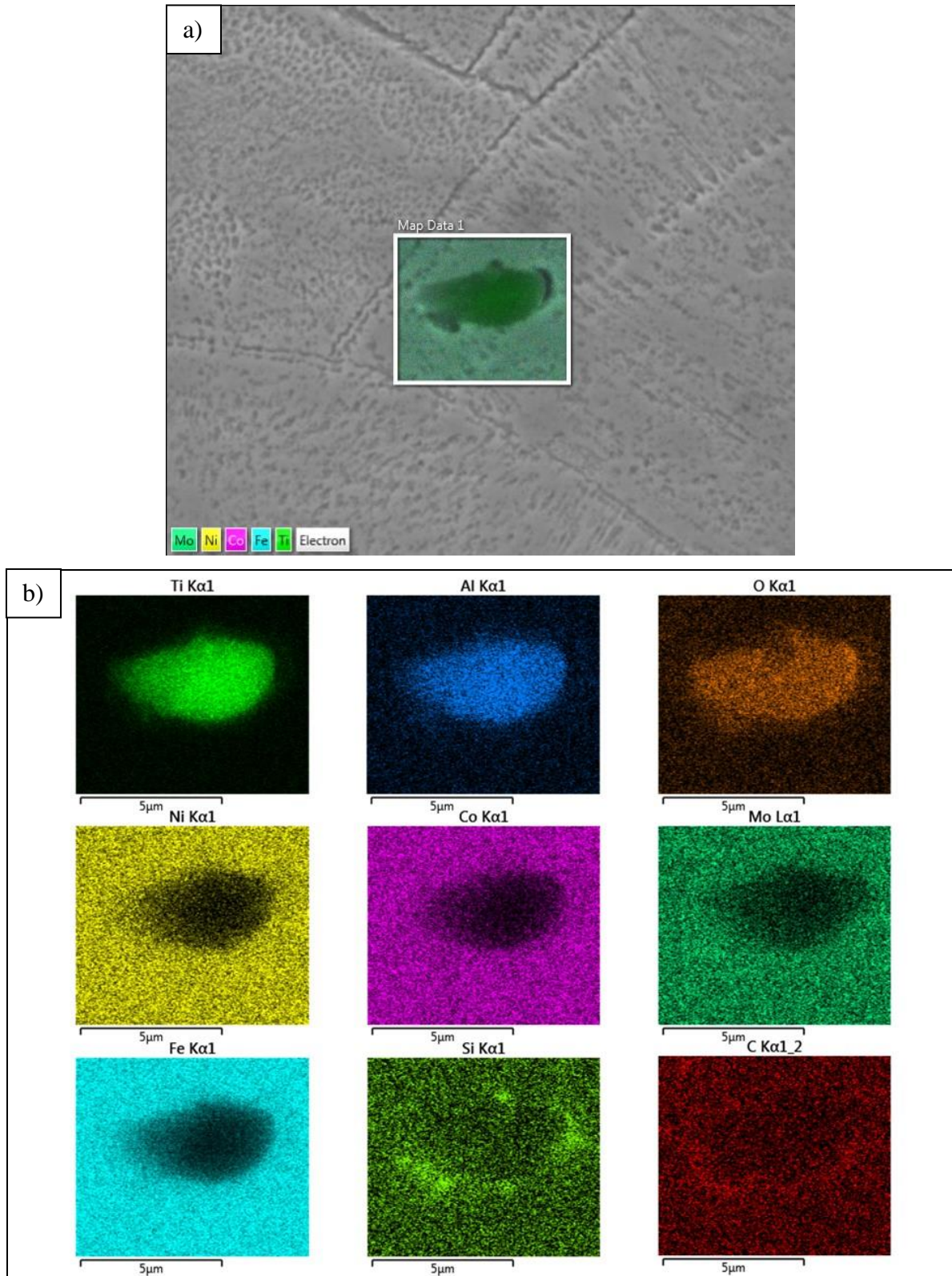
Fonte: Própria do autor.

Figura 17 - Micrografia eletrônica de varredura de $\text{TiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ no material como fabricado. Dois ataques: Nital 2% e politriz automática (10mL sílica coloidal + 2mL água destilada + 0,2g persulfato de amônio).



Fonte: Própria do autor.

Figura 18 – (a) Região de geração do mapa de EDX; (b) mapas dos elementos.



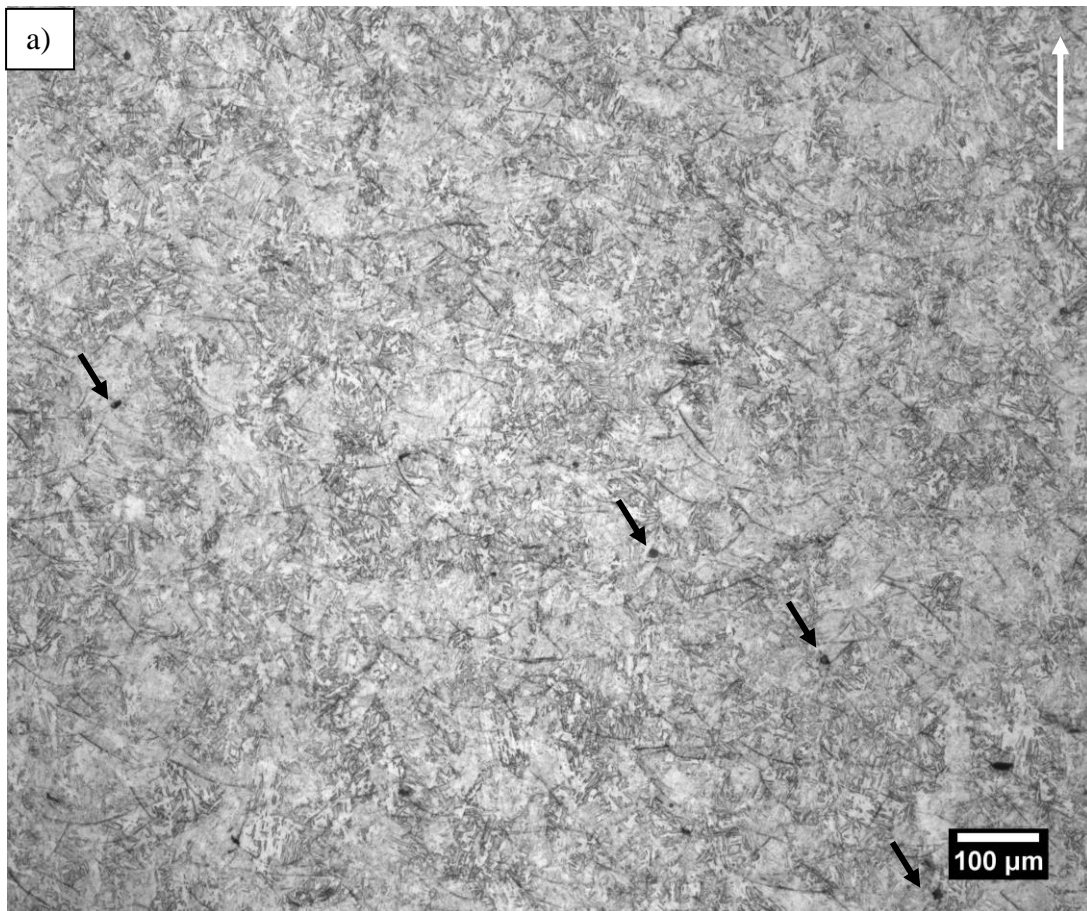
Fonte: Própria do autor.

Tabela 4 - Quantificação dos elementos encontrados no EDX em ponto.

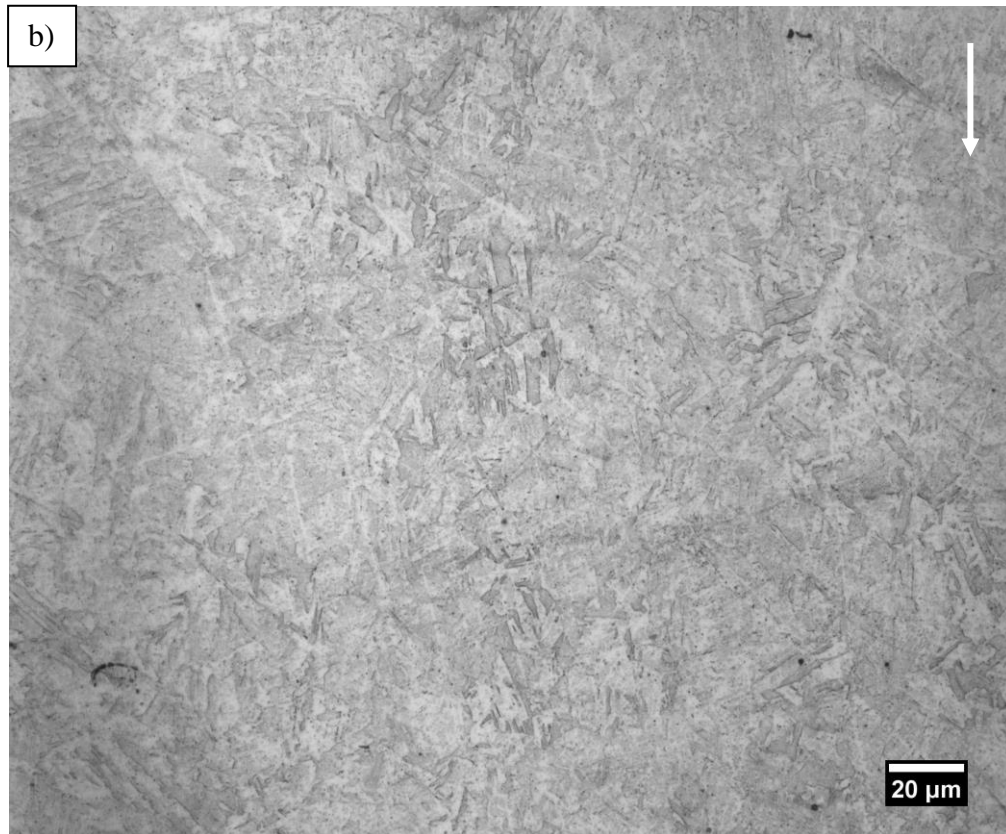
Elemento	Tipo de Linha	Concentração aparente	k Ratio	p%	p% Sigma	Fórmula padrão
Al	K series	5.48	0.03934	8.87	0.07	Al ₂ O ₃
Si	K series	0.29	0.00232	0.44	0.03	SiO ₂
Ti	K series	58.00	0.58001	63.90	0.16	Ti
Fe	K series	16.26	0.16264	19.65	0.12	Fe
Co	K series	1.81	0.01814	2.20	0.09	Co
Ni	K series	3.14	0.03136	3.72	0.09	Ni
Mo	L series	0.90	0.00902	1.23	0.09	Mo
Total:				100.00		

Fonte: Própria do autor.

Figura 19 - Micrografia óptica no estado solubilizado (a) 100x e (b) 500x. Ataque químico: Nital 2%

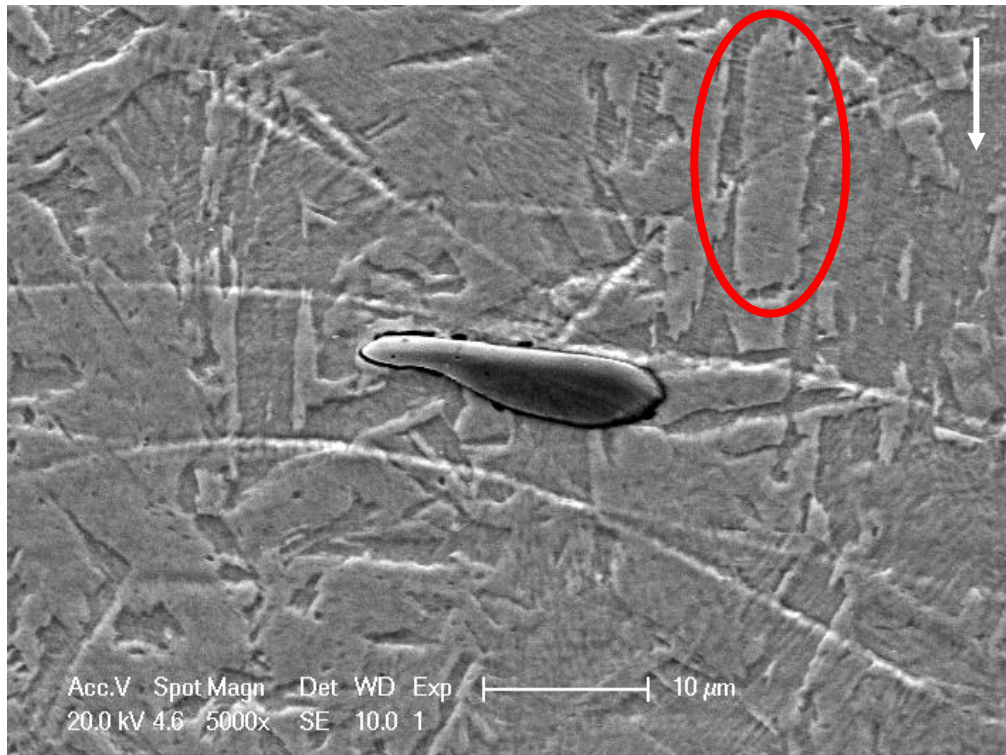


Fonte: Própria do autor.



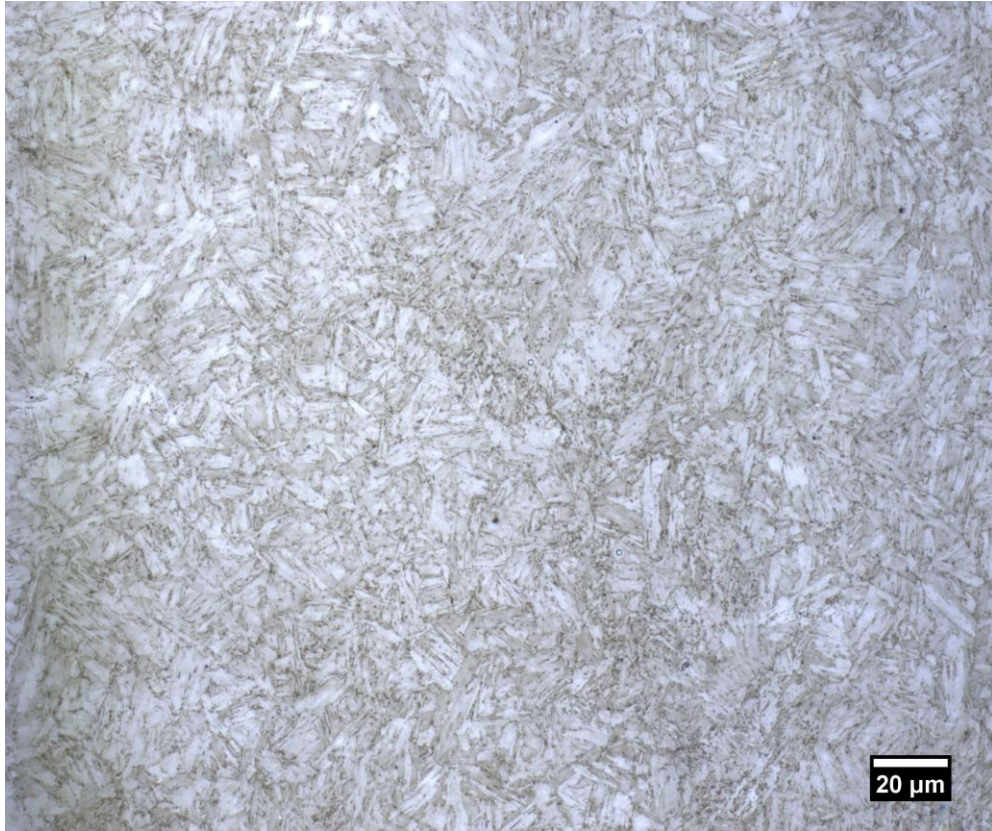
Fonte: Própria do autor.

Figura 20 – Microscopia eletrônica de varredura do estado solubilizado.



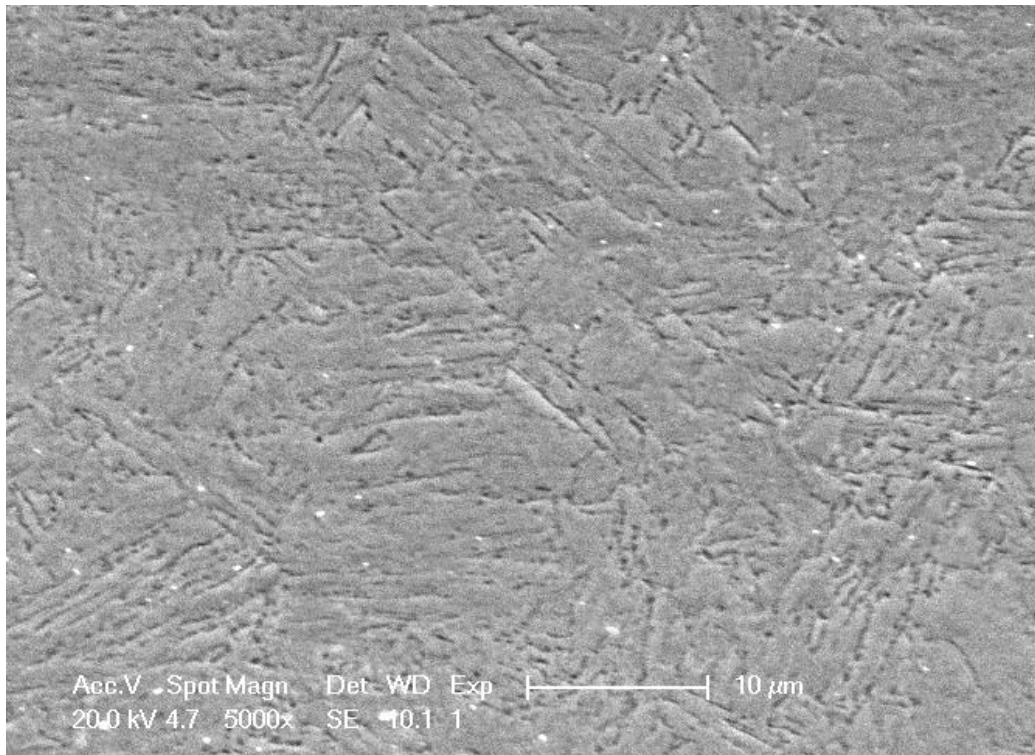
Fonte: Própria do autor.

Figura 21 - Microscopia óptica do estado envelhecido. Nital 2%.



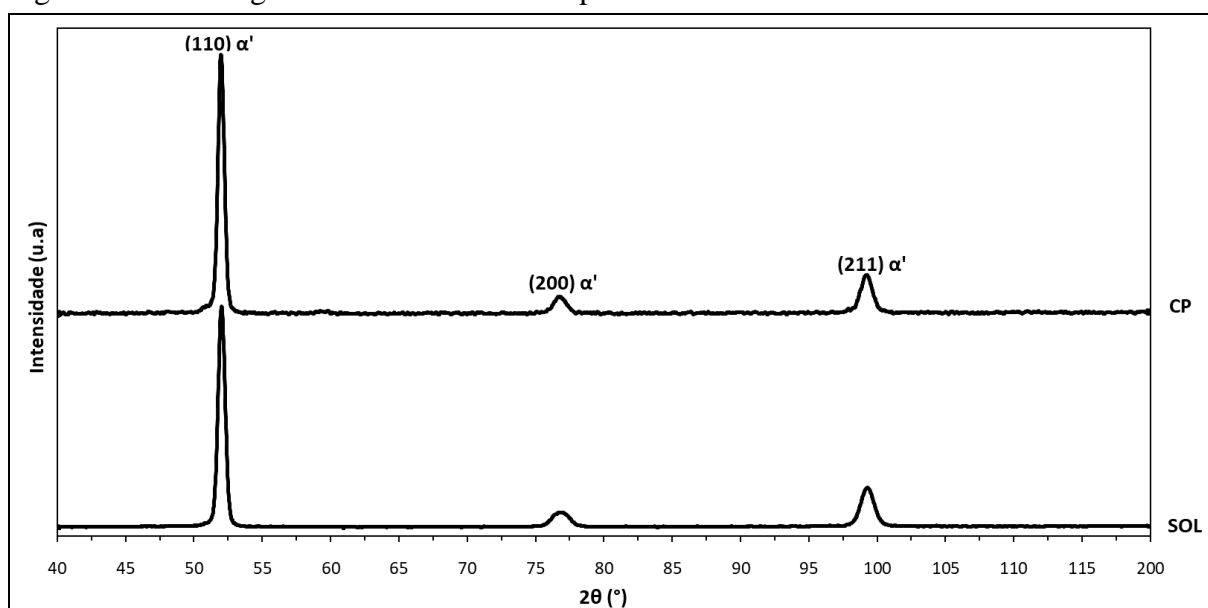
Fonte: Própria do autor.

Figura 22 - MEV do estado envelhecido.



Fonte: Própria do autor.

Figura 23 - Difratoograma dos estados Como produzido e Solubilizado.



Fonte: Própria do autor.

Os difratogramas da Figura 23 mostram os estados Como produzido e Solubilizado, ambos com picos em posições que indicam fase martensítica, já esperado por esse tipo de material. Importante ressaltar que picos referentes a fase austenítica, que poderiam indicar presença de austenita revertida, não foram identificados.

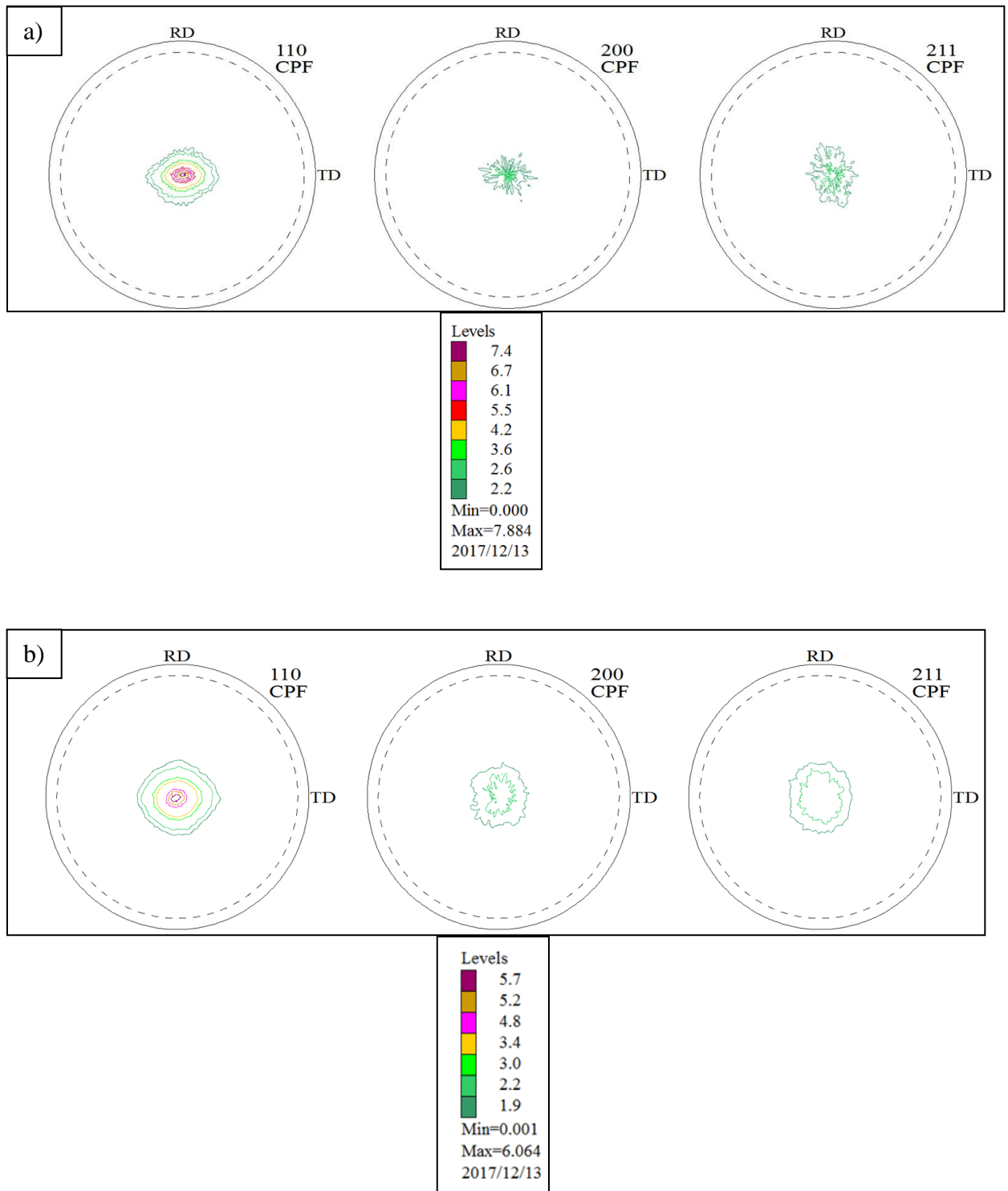
As medidas de macrotextura, figuras de polo, estão dispostas nas Figuras 24 (a) e (b) abaixo dos estados como produzido e solubilizado, respectivamente, nas quais é possível observar que o plano predominante continuou sendo o (110), mesmo após tratamento térmico de solubilização. Mas observa-se que a intensidade do plano diminuiu um pouco. A partir das figuras de polo inversas (Figura 25), observa-se intensidades baixas, tanto em (001) quanto (101), indicando a pouca textura presente no material, tendo em vista que 1 representa a ausência de textura e as figuras de polo inversas mostram intensidades máximas de 1,4 para Como produzida e 1,3 para Solubilizada.

Nas Figuras 26 (a) e (b), observa-se as FDOC's dos estados como produzido e solubilizado, as quais também apresentam baixíssimas intensidades, além de não apresentarem regiões específicas de intensidade mais elevada, o que indica a ausência de textura do material analisado.

Nos resultados de microtextura dos três estados, obtidos a partir das medidas de EBSD (Figura 27 (a), (b) e (c)), pode-se observar também forte intensidade em $\phi = 90^\circ$, mas agora não em forma de fibra, mas próximo a $\phi_1 = 90^\circ$. Além de intensidade considerável em $\phi = 30^\circ$. Isso poderia indicar textura em (110)[001], mas não se pode afirmar tal informação,

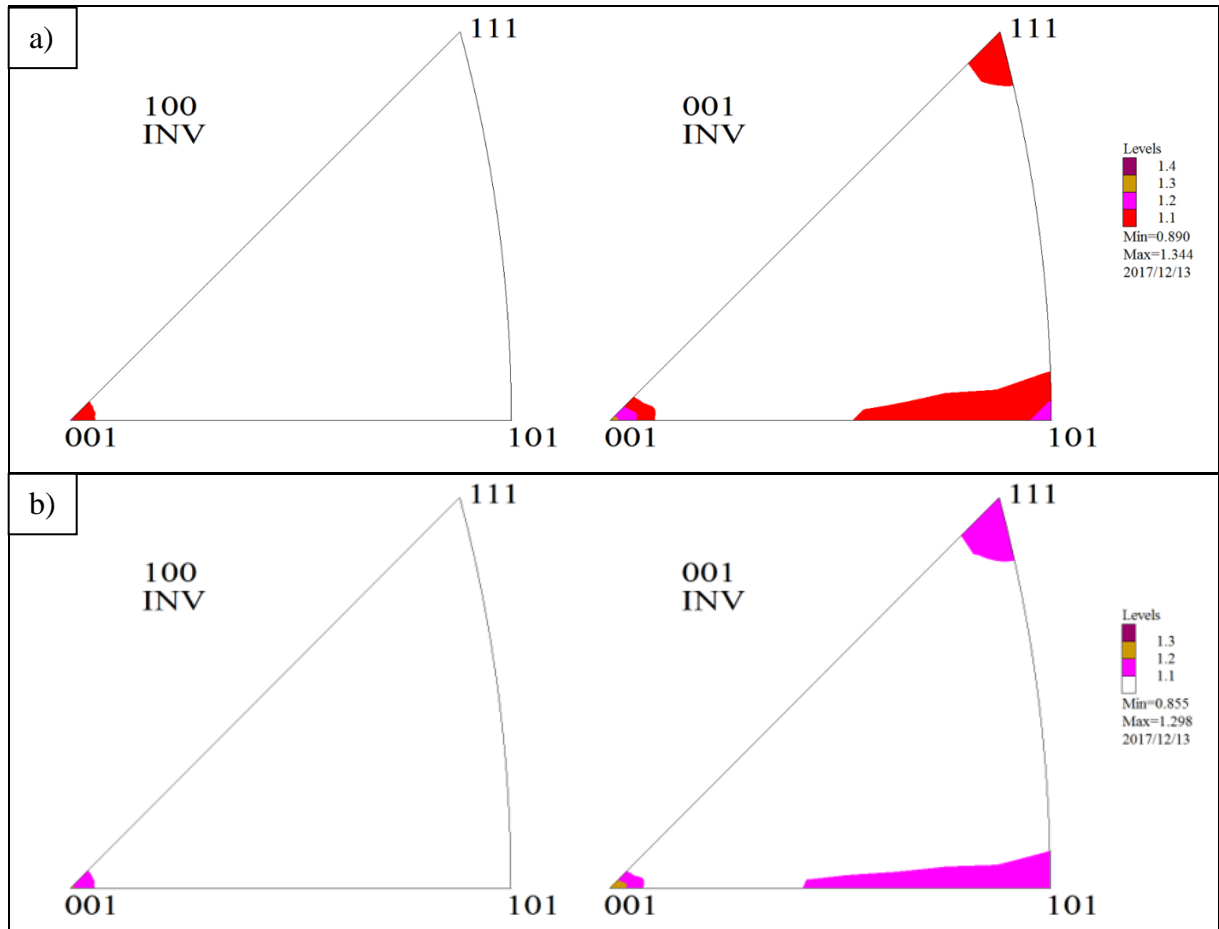
visto tamanha oposição com os resultados de macrotextura e devido ao fato da medida já considerar simetria ortorrômbica, a qual o material não apresentou na macrotextura. Esses fatores podem ter induzido equívoco no cálculo das FDOC's.

Figura 24 – Figuras de polo geradas por Difração de Raio-X dos estados (a) Como produzido e (b) Solubilizado.



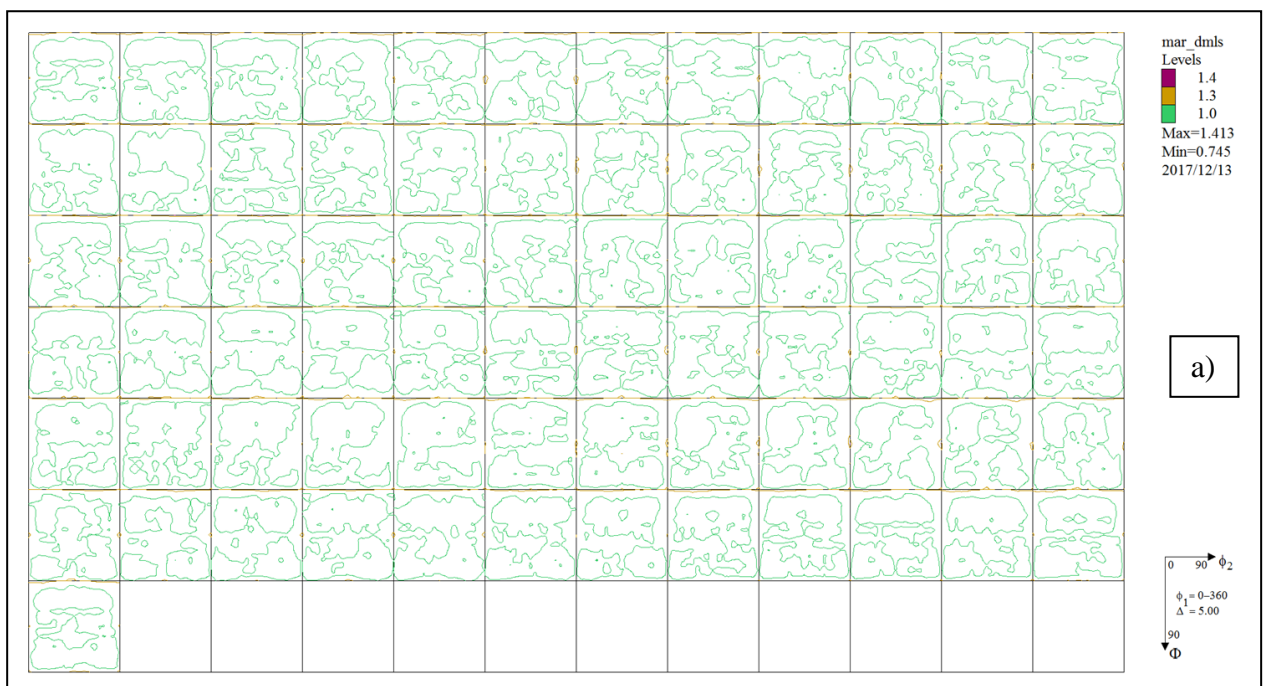
Fonte: Própria do autor.

Figura 25 - Figuras de polo inversas dos estados (a) Como produzido e (b) solubilizado.

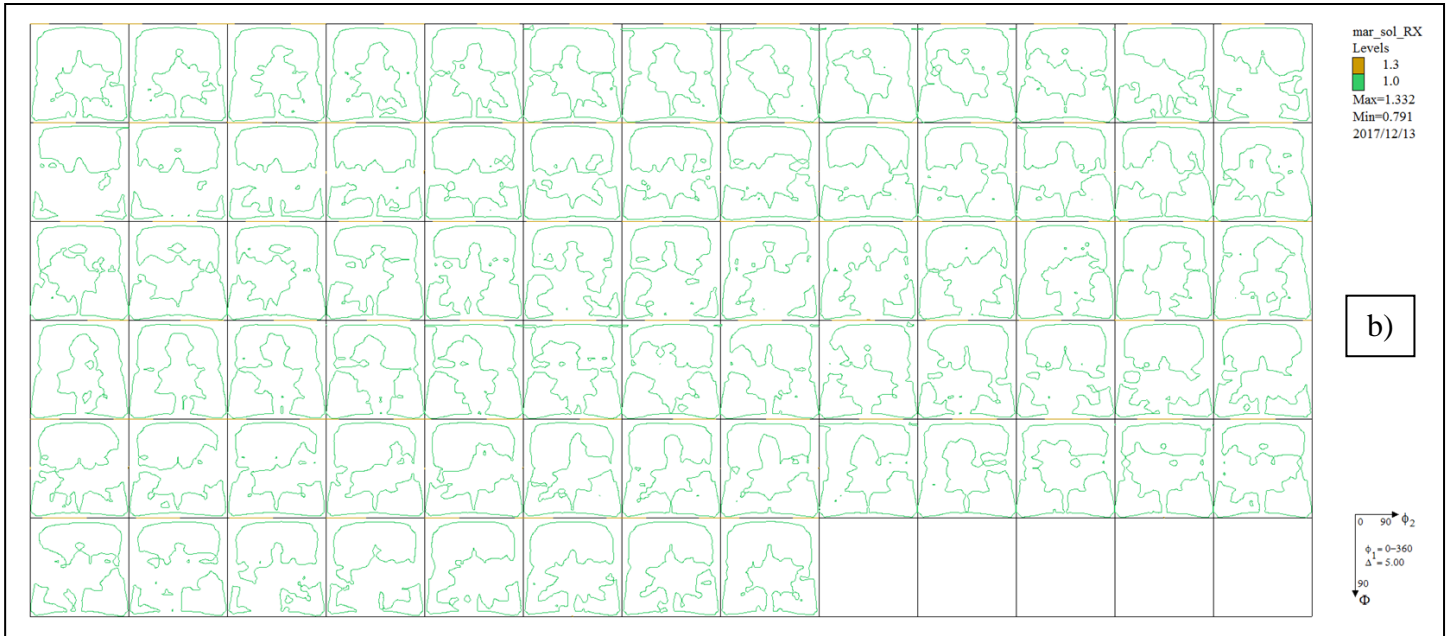


Fonte: Própria do autor.

Figura 26 – FDOC's geradas po Difração de Raio-X dos estados (a) como produzido e (b) solubilizado.

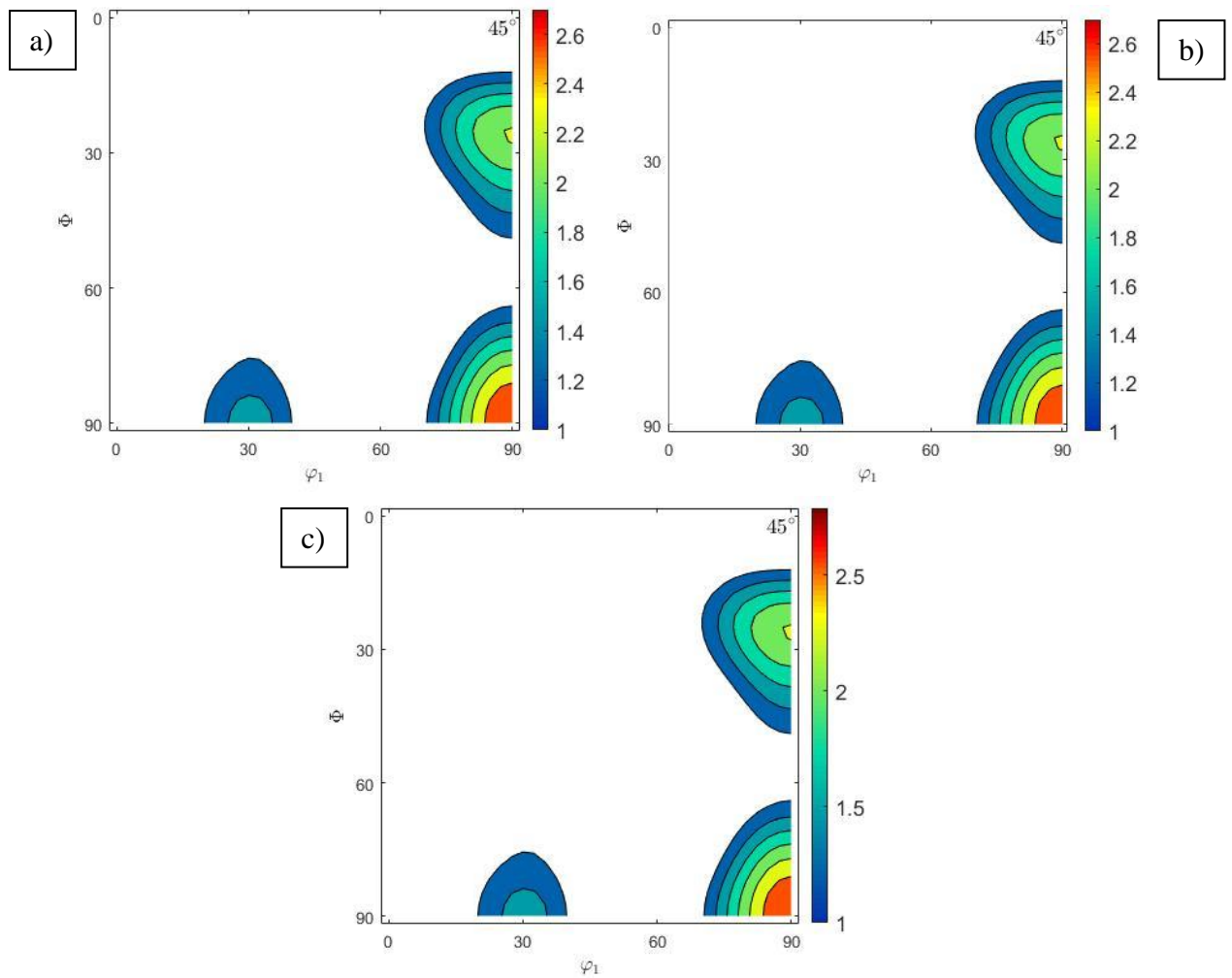


Fonte: Própria do autor.



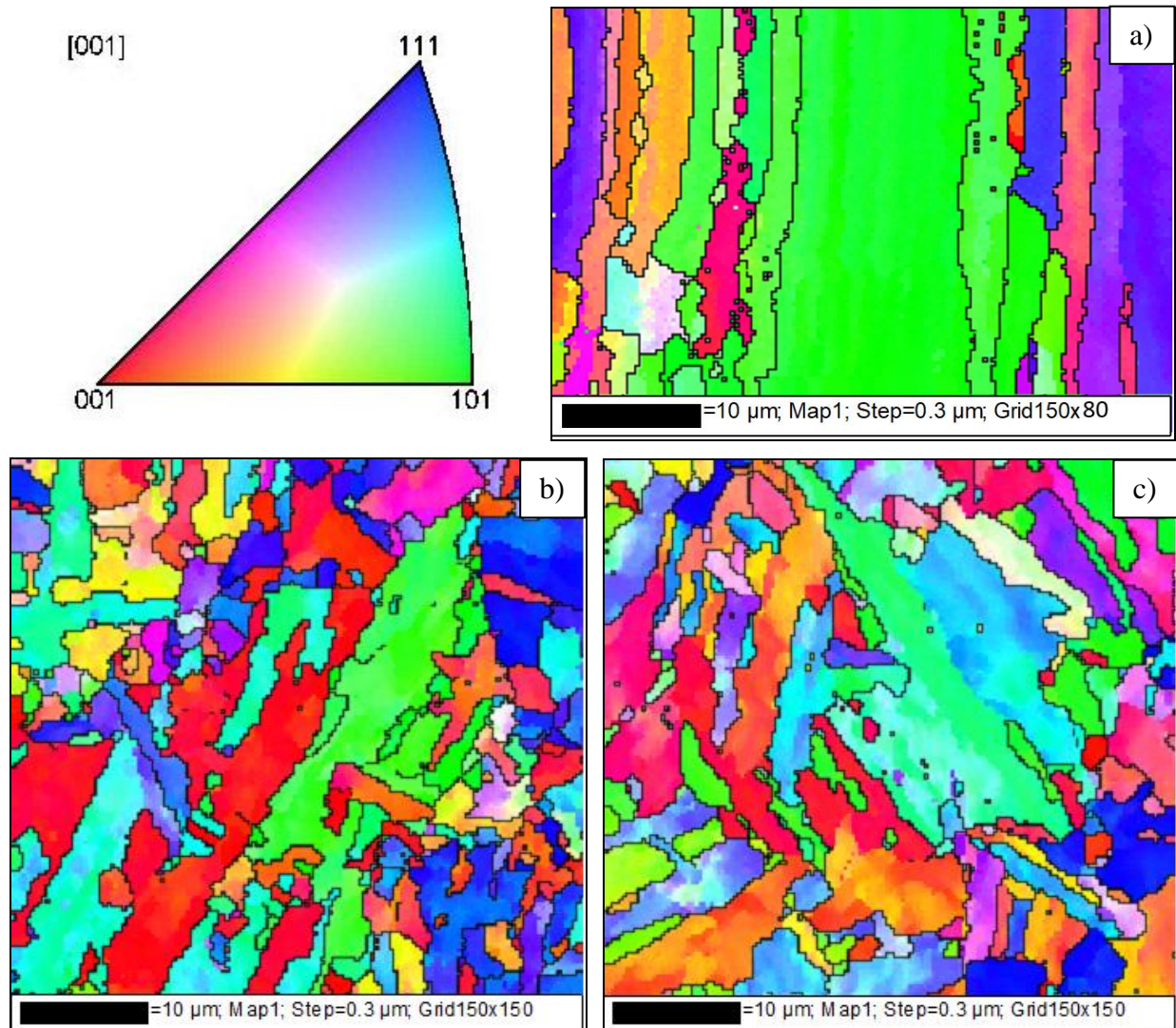
Fonte: Própria do autor.

Figura 27 – FDOC’s geradas por EDSD dos estados (a) Como produzida, (b) Solubilizada e (c) Envelhecida.



Fonte: Própria do autor.

Figura 28 - Mapas de EBSD dos estados (a) Como produzido, (b) Solubilizado e (c) Envelhecido.



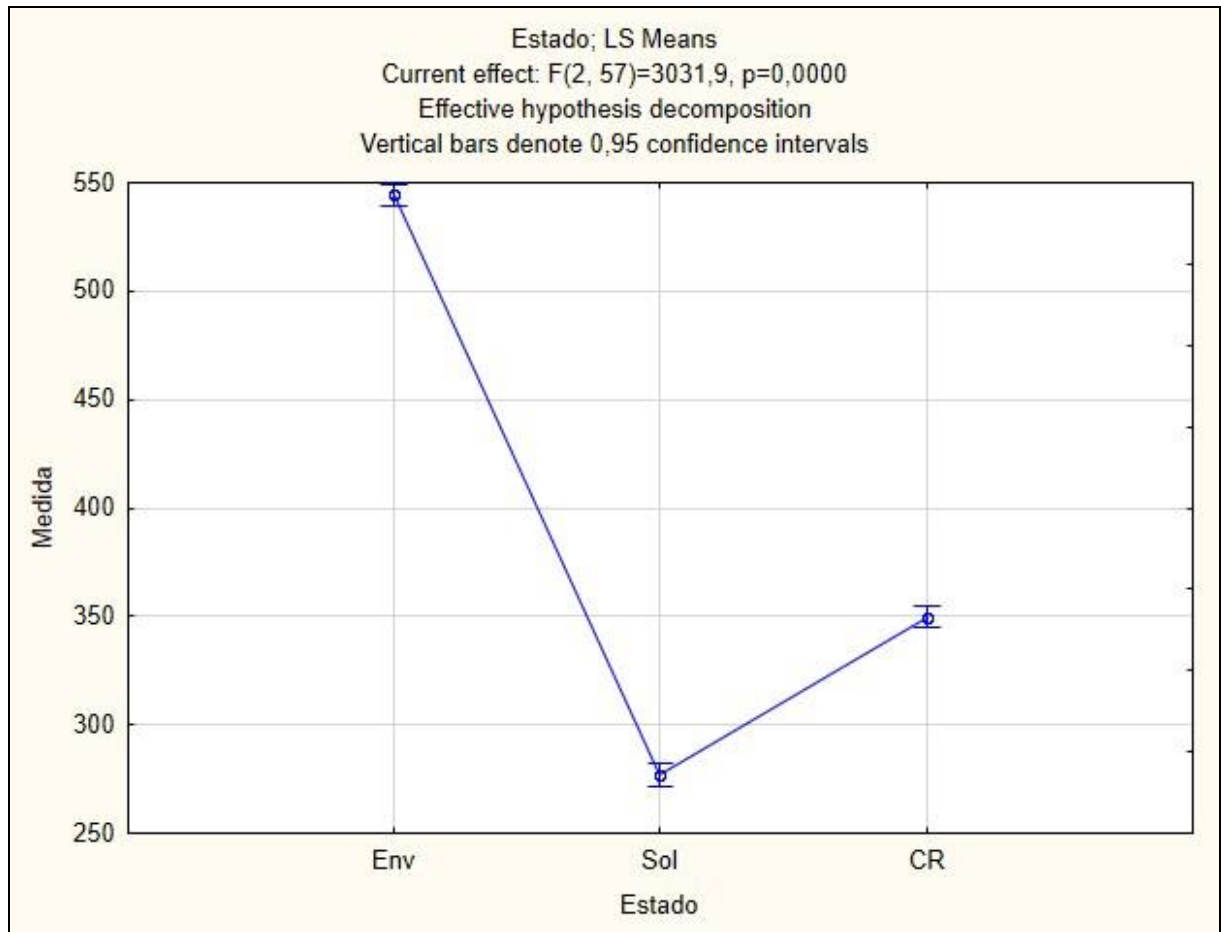
Fonte: Própria do autor.

Os mapas de EBSD (Figura 28) indicam os contornos de grãos dos três estados, os quais não seguem os contornos dos cordões gerados pela passagem do laser do processo de fabricação. O estado Como produzido apresentou grãos colunares no sentido de crescimento das camadas, assim como foi observado por Ribamar (2016), em trabalho com mesma técnica, mas utilizando liga de níquel. Além disso, observa-se que nenhum dos estados apresenta orientação preferencial entre os grãos.

A microdureza encontrada foi plotada em um gráfico de variância com 95% de confiabilidade (Figura 29). É possível observar que a média de microdureza do estado envelhecido é bem mais elevado do que os outros estados, cerca de 550 HV, o que já é esperado pelo processo de endurecimento por precipitação que ocorre no envelhecimento. A

amostra solubilizada apresentou a menor média de dureza, 276 HV, e a como produzida 350 HV.

Figura 29 - Gráfico de variância de microdureza dos três estados.



Fonte: Própria do autor.

4 CONCLUSÃO

O material produzido via DMLS apresentou ótimo acabamento, precisão, poucos poros, o que indica que é possível sua fabricação para a indústria de aço maraging 300 por essa técnica, além de já apresentar boa dureza no estado como produzido. As microestruturas encontradas foram bem diferentes entre os estados do material, o como produzido apresenta fortemente a estrutura celular de solidificação e os contornos dos cordões formados pela passagem do laser. O solubilizado apresentou ainda os contornos dos cordões e fases dispersas na matriz, mas apresentou microestrutura diferente do estado anterior e diminuição da dureza, o que indica efetividade do tratamento térmico com os parâmetros utilizados. O estado envelhecido apresentou microestrutura semelhante ao aço maraging envelhecido produzido por outros meios mais tradicionais com ripas de martensita bem definidas, além de alta dureza, mostrando a efetividade do tratamento térmico. A partir dos resultados de EBSD inferiu-se que os contornos dos cordões gerados pelo laser não delimitam os grãos do material, ao invés disso os grãos do estado como produzido são alongados/colunares paralelos à direção de crescimento das camadas. Tampouco os grãos dos estados solubilizado e envelhecido seguem os contornos dos cordões. O processo de fabricação gera fases dispersas ao longo da matriz, as quais são óxidos de Ti e Al. O material não apresentou textura significativa em nenhuma direção, mesmo com grãos colunares na Como produzida, o resultado de textura via EBSD não foi conclusivo, pois não apresentou semelhança com a macrotextura e pelo método inferir que a estrutura do material possui simetria, o que foi mostrado oposto nas FDOC's por difração de raio-X.

TRABALHOS FUTUROS

- Analisar via difração de Raio-X o material no estado Envelhecido, para comparação com demais estados de tratamento térmico;
- Analisar peças produzidas pelo mesmo método e com mesmo material, mas com parâmetros diferentes, para verificar relação com a existência de textura;
- Investigar regiões diferentes das amostras com EBSD, para verificar se há existência de evolução de orientação do material;
- Investigar com detalhes o processo de solidificação do material relacionando a presença de segunda fase.

REFERÊNCIAS

- CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. São Paulo: Livros ABM, 2012.
- CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2009. p. 436-441.
- CIMM. **Diagrama Fe-Fe₃C**. Disponível em: <https://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6434-diagramas-fe-fesub3subc#.WjwS3Tdv_IU> Acesso em: 20 de outubro de 2017. Somente il. color.
- YASA. E. **Microstructure and mechanical properties of maraging steel 300**. 2010. p. 383-396.
- GLÓRIA, F. V. **Caracterização microestrutural e identificação das causas de trincas do aço ASTM A217-WC9 para lingoteiras utilizadas na fundição de zinco**. Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2010. Somente il.
- LOPES, J. C. **Os Aços Maraging**. Ciência e Tecnologia dos Materiais, vol. 19. Guarulhos, São Paulo, 2007.
- MENEZES, H. T. **Influência do resfriamento sob-zero após o envelhecimento na formação de austenita revertida em um aço maraging 350**. UFC. Fortaleza, 2008.
- SILVA, J. J. M. **Análise de Textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento**. Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2005.
- CULLITY B.D., **Elements of X-Ray Diffraction**. Massachusetts, USA: Addison-Wesley Publishing Company, 514 p., 1956.
- MORAIS, N. W. S. **Estudo comparativo entre a conformabilidade mecânica dos aços maraging 350 e 300**. Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2013.
- BARUCCA, G.; SANTECCHIA, E.; MAJNI, G.; et al. **Structural characterization of biomedical Co–Cr–Mo components produced by direct metal laser sintering**. Materials Science and Engineering C, 48, p. 263-269, 2015.
- HOEGES, S.; SCHADE, C. T.; CAUSTON, R. **Development of a maraging steel powder for additive manufacturing**. Radevormwald, Alemanha. MPIF, 2015.
- BAI, Y.; YANG, Y.; WANG, D.; et al. **Influence mechanism of parameters process and mechanical properties evolution mechanism of maraging steel 300 by selective laser melting**. Materials Science & Engineering A, 703, junho de 2017. p. 116-123.
- PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase Transformations in Metals and Alloys**. 2ª ed. Finlândia: Springer-Science+Business Media, B.V., 1992.

EOS Maraging steel MS1 data sheet. **MS-MS1-280_M290_400W_Material_data_sheet_05-14_en**. Maio de 2014. Disponível em: < <https://www.eos.info/material-m> > Acesso em: 12 de dezembro de 2017.

RIBAMAR, G. G. Caracterização da liga ti-64 produzida pelo processo Direct Metal Laser Sintering (DMLS) e estudo comparativo com outros processos de fabricação. Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2016.