



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

VENCESLAU XAVIER DE LIMA FILHO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DO AÇO MARAGING 300

FORTALEZA

2018

VENCESLAU XAVIER DE LIMA FILHO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DO AÇO MARAGING 300

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu

FORTALEZA

2018

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)

L711i Lima Filho, Venceslau Xavier.

Influência da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas do aço MARAGING 300 /
Venceslau Xavier Lima Filho. – 2018.
136 f. : il. color.

Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação
em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2018.

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

1. Maraging. 2. Tenacidade. 3. Solubilização. I. Título.

CDD 620.11

VENCESLAU XAVIER DE LIMA FILHO

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS DO AÇO MARAGING 300

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais.

Aprovada em: 29 / 06 / 2018.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Enio Pontes de Deus
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Willys Machado Aguiar
Laboratório em Tecnologia de Processos de Soldagem (LTPS/UFC)

Prof. Dr. Juan Manoel Pardal
Universidade Federal Fluminense (UFF)

Prof. Dr. Sandro Griza
Universidade Federal de Sergipe (UFS)

À Deus.

Aos meus pais, minha esposa Cynara e meus
filhos Átila e Letícia.

AGRADECIMENTOS

A Deus em primeiro lugar, por minha saúde, sabedoria e vida

Aos meus pais por minha educação, formação de caráter e oportunidades oferecidas.

A minha esposa Cynara e meus filhos Átila e Letícia pelo apoio nos momentos mais difíceis e pela compreensão nas ausências impostas pela execução deste trabalho.

Ao meu orientador Prof. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu pela excelente orientação, dedicação, amizade, incentivo e compreensão nos momentos difíceis desta trajetória.

Ao Prof. Willys Machado Aguiar por toda ajuda, troca de experiências e sempre disposta amizade em todos os momentos.

Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE pela liberação de minhas atividades docentes, financiamento e estrutura disponibilizada para a execução deste trabalho.

Ao IFCE Campus Maracanaú e meus colegas professores do departamento de Indústria, em especial ao Prof. Francisco Nélio Costa Freitas que tanto se empenhou pela liberação de minhas atividades docentes.

Aos professores do Laboratório de Caracterização de Materiais - LACAM e em especial o Prof. Flávio Herculano, por toda ajuda na execução desta pesquisa.

Aos colegas de doutorado (Waydson, João, Mohammad, Natan, Isabel, Jean e Oliveira) e todos os bolsistas do LACAM.

Aos bolsistas do Laboratório de Materiais – LMAT/IFCE Rodrigo Tavares e do LACAM/UFC Hana Coelho e Lucas, pela ajuda na preparação das amostras deste trabalho.

Ao Laboratório de Tecnologia em Processos de Soldagem – LTPS/UFC, em especial ao Prof. Cleiton Silva, pela disponibilização dos equipamentos usados e pelas trocas de experiências indispensáveis na análise dos resultados.

Ao Laboratório de Microestruturas e Propriedades Mecânicas, da Universidade Federal de Sergipe – LMPM/UFS, em especial ao Prof. Sandro Griza e ao aluno de mestrado Tiago, pela disponibilidade dos equipamentos e execução dos ensaios de K_{Ic} .

Ao Prof. João Tavares pela ajuda financeira para viabilizar os bolsistas do LMAT/IFCE, apoio fundamental para a realização da parte experimental.

Ao Instituto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação – IPDI pela disponibilização do Microscópio eletrônico – MEV operado pelo bolsista Thiago.

Aos professores participantes da banca examinadora deste trabalho, Prof. Ênio Pontes - UFC, Willys Aguiar – LTPS/UFC, Juan Pardal - UFF e Sandro Griza - UFS, pelas valiosas contribuições e sugestões.

A todos os demais professores do Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais - PPGECM da UFC pelos ensinamentos durante as disciplinas.

Considerando que a realização de um doutorado é mais uma etapa de uma longa caminhada, gostaria também de agradecer a todas as instituições e pessoas que fazendo parte desta caminhada contribuíram pra chegar a esse nível. Ao departamento de Engenharia Mecânica da UFC, especialmente ao Prof. Ricardo Emílio (meu primeiro orientador de IC) por minha excelente formação como engenheiro mecânico. Ao Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro da Universidade de Aveiro (Portugal), especialmente na pessoa do Prof. José Maria da Fonte Ferreira (orientador), por minha irrepreensível formação como Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais e por todas as pessoas e instituições que embora não citadas, tenham contribuído direta ou indiretamente para a conclusão desta fase de minha carreira acadêmica.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

“Aprender é a única coisa de que a mente nunca se cansa, nunca tem medo e nunca se arrepende.”

Leonardo da Vinci

RESUMO

O entendimento sobre a relação entre propriedades mecânicas e microestrutura de aços de ultra-alta-resistência permanece como um problema-chave em metalurgia com importantes consequências para a indústria, como nuclear, petroquímica e aeroespacial. Os aços maraging são uma classe de aços de ultra resistência de especial importância devido a sua performance. Neste trabalho foram avaliados os efeitos da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas dos aços maraging 300, com o intuito de se maximizar sua tenacidade sem detrimento considerável de sua resistência mecânica. Foram avaliadas cinco temperaturas de solubilização em um tempo de uma hora de ciclo de trabalho. A caracterização das propriedades mecânicas foi feita através de ensaios de dureza rockwell C, tenacidade ao impacto charpy-V, sensibilidade ao impacto NTS, tração e tenacidade à fratura em deformação plana (K_{Ic}). A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia ótica para determinação do tamanho de grão da austenita primária e análise da microestrutura, microscopia eletrônica para análise da microestrutura e das superfícies de fratura, difração de raios-X e difração de elétrons retroespalhados. Os resultados obtidos demonstraram uma relação do tipo Hall-Petch entre a temperatura de solubilização e a resistência mecânica à tração. De modo inverso, se observou um aumento da tenacidade à fratura com a elevação da temperatura de solubilização. Desta forma foi possível encontrar uma condição de tratamento térmico em que foi possível uma elevação de cerca de 20% da tenacidade com uma perda em torno de apenas 6% na resistência à tração.

Palavras-chave: Maraging. Tenacidade. Solubilização.

ABSTRACT

The understanding of the relationship between mechanical properties and microstructure of ultra high strength steels remains a key problem in metallurgy with important consequences for the industry, notably those of high performance such as nuclear, petrochemical and aerospace. Maraging steels are a class of ultra high strength steels of special importance due to their performance. In this work, the effects of the solution treatment temperature on the mechanical properties of the maraging 300 steels were evaluated, in order to maximize their toughness without considerable detriment of their mechanical strength. Five solution treatment temperatures were evaluated over a one hour treatment time. The characterization of the mechanical properties was done by tests of Rockwell C hardness, Charpy-V impact toughness, NTS impact sensitivity, tensile and fracture toughness in plane strain. The microstructural characterization was performed by optical microscopy to determine the prior austenite grain size and microstructure analysis, scanning electron microscopy for analysis of the microstructure and fracture surfaces, X-ray diffraction and backscattered electron diffraction. The results obtained demonstrated a Hall-Petch type relationship between the solution treatment temperature and the mechanical tensile strength. Conversely, an increase in fracture toughness was observed with increasing solution treatment temperature. In this way it was possible to find a heat treatment condition in which it was possible to raise about 20% of the toughness with a loss of only 6% in the tensile strength.

Keywords: Maraging. Toughness. Solution treatment.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Efeito do cobalto no aço maraging 18Ni.....	27
Figura 2 -	Diagrama de transformação Fe-Ni.....	29
Figura 3 -	Influência do Titânio e Cobalto nas propriedades mecânicas de vários aços maraging.....	31
Figura 4 -	Diagrama de equilíbrio para o sistema Fe-Ni.....	32
Figura 5 -	Dureza Vickers em função do tempo de manutenção na temperatura de solubilização para um aço maraging C300.....	33
Figura 6 -	Representação esquemática das curvas TTT correspondentes à formação de precipitados em aços maraging classe 350.....	34
Figura 7 -	Quantidade de austenita revertida versus tempo de envelhecimento para as temperaturas de envelhecimento de 560 e 600 °C.....	35
Figura 8 -	Temperatura de envelhecimento versus dureza de um aço maraging C300 solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido por 4h em cada temperatura.....	35
Figura 9 -	Curvas tensão-deformação em função do tempo de envelhecimento.....	36
Figura 10 -	Curva esquemática da relação de dureza com o tempo de envelhecimento.....	37
Figura 11 -	Comparação esquemática entre as rotas de difusão de soluto entre (a) crescimento e (b) coalescimento.....	37
Figura 12 -	Estrutura de ligas Fe-Ni-Mo em três temperaturas de solubilização diferentes.....	40
Figura 13 -	Micrografia ótica (a) e ilustração esquemática (b) de uma estrutura martensítica formada de uma austenita não deformada em um aço 18% Ni maraging.....	41
Figura 14 -	Representação esquemática de uma distorção na rede cristalina da matriz causada por um precipitado Ni ₃ Mo em um aço maraging18Ni C300.....	42
Figura 15 -	Influência da presença de cobalto na resistividade elétrica durante envelhecimento de duas ligas Fe-18Ni.....	44
Figura 16 -	Relação resistência / tenacidade para vários aços de elevada resistência.....	45
Figura 17 -	Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades de tração dos aços maraging classes 200, 250 e 300, após solubilização por 30 min.....	47
Figura 18 -	Efeito da temperatura de envelhecimento nas propriedades de tração de aços maraging das classes 200, 250 e 300, após solubilização a 820 °C por 30 min e envelhecidos por 3h na temperatura indicada.....	48

Figura 19 -	Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da temperatura de teste.....	49
Figura 20 -	Curvas tensão x deformação típicas para aços maraging classes 250, 300 e 350 em seus respectivos tratamentos térmicos padrão.	50
Figura 21 -	Razão de resistência entre tração com entalhe e tração convencional de aços maraging (solubilizados a 820 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h) na forma de barras e chapas finas.	50
Figura 22 -	Variação no estado de tensões (elasticamente calculado) através de um corpo de prova cilíndrico entalhado sob esforço de tração.....	53
Figura 23 -	Redução em área para corpos de prova entalhados versus redução em área do correspondente corpo de prova em tração convencional dividido pelo fator de triaxialidade de corpos de prova entalhados.....	54
Figura 24 -	Tenacidade em função da espessura.....	55
Figura 25 -	Resistência à tração por entalhe (NTS) para espécimes testadas no ar, hidrogênio gasoso e saturadas em solução de H ₂ S. O percentual em parênteses se refere à perda de NTS em H ₂ ou H ₂ S.....	57
Figura 26 -	Curvas tensão-deformação SSRT de amostras solubilizadas e envelhecidas em diferentes condições ao ar e durante encharque de hidrogênio em 0,6 mol/l NaCl.....	58
Figura 27 -	Influência da temperatura de solubilização / tamanho de grão da austenita primária, nas propriedades de tração do aço maraging 18Ni classe 300.	59
Figura 28 -	Comportamento isotérmico do crescimento de grão com o tempo de tratamento.....	60
Figura 29 -	Efeito da temperatura de envelhecimento com as propriedades mecânicas de um aço maraging 18Ni.....	61
Figura 30 -	Efeito das elevadas temperaturas de solubilização em aços maraging C250, na tenacidade à fatura e tamanho de grão da austenita primária.....	62
Figura 31 -	Fluxograma do procedimento experimental apresentando etapas seguidas e técnicas utilizadas neste trabalho.....	64
Figura 32 -	Placa de aço maraging após etapa de laminação à quente.....	65
Figura 33 -	Desenho esquemático dos corpos de prova para os ensaios de impacto.	69
Figura 34 -	Esquema com as direções de propagação de trincas para fabricação de cp's entalhados.....	69
Figura 35 -	Verificação dimensional dos entalhes dos corpos de prova para ensaio de impacto Charpy.....	70

Figura 36 -	Corpo de prova para ensaio de K _{Ic} , segundo norma BS 7448 [68].....	71
Figura 37 -	Detalhe do entalhe do corpo de prova de K _{Ic} segundo norma BS7448 [68].....	72
Figura 38 -	Geometria de ensaio de K _{Ic}	73
Figura 39 -	Fluxograma de análise do ensaio de K _{Ic}	74
Figura 40 -	Tipos característicos de curvas de força versus deslocamento no ensaio de fratura, de acordo com a norma BS7448 [68].....	74
Figura 41 -	Envelope de pré-trinca - procedimento de validação de ensaios da norma BS 7448.....	76
Figura 42 -	Fator de concentração de tensão versus relação entre diâmetros (d/D).....	77
Figura 43 -	Quantitativo de fases em função da temperatura para o aço maraging C300 utilizado neste trabalho.....	84
Figura 44 -	Tamanho de grão da austenita primária pela temperatura de solubilização.....	85
Figura 45 -	Microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas: (a) 820 °C, (b) 860 °C, (c) 1000 °C, (d) 1050 °C e (e) 1100 °C e envelhecidas a 480 °C. Todas as micrografias estão com um aumento de 500X.....	86
Figura 46 -	Difração de Raios-X para o aço maraging 300 solubilizados em várias temperaturas por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.....	88
Figura 47 -	Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.....	88
Figura 48 -	Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.....	89
Figura 49 -	Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1000 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.....	89
Figura 50 -	Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.....	89
Figura 51 -	Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1100 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.....	90
Figura 52 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.....	90
Figura 53 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.....	91
Figura 54 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1000 °C	

	por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.....	91
Figura 55 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.....	91
Figura 56 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1100 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.....	92
Figura 57 -	Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h em um aumento de 5000X mostrando um precipitado no contorno de grão da austenita primária.....	92
Figura 58 -	Curvas de dureza em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio do grão austenítico primário (relação de Hall-Petch).....	94
Figura 59 -	Curvas de dureza em função da temperatura de envelhecimento.....	95
Figura 60 -	Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na dureza do aço maraging 300.....	96
Figura 61 -	Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da temperatura de solubilização.....	97
Figura 62 -	Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na Tenacidade ao impacto Charpy-V do aço maraging 300...	98
Figura 63 -	Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da dureza Rockwell C para amostras solubilizadas em várias temperaturas e envelhecidas a 480 °C.....	99
Figura 64 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 820 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.....	99
Figura 65 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 860 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.....	100
Figura 66 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 1000 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.....	100
Figura 67 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 1050 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.....	101
Figura 68 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300	

	solubilizado por 1h a 1100 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.....	101
Figura 69 -	Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 860 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 200X, mostrando uma trinca nucleada na raiz do entalhe do corpo de prova Charpy-V.....	102
Figura 70 -	Fractografia de um corpo de prova de aço maraging 300 solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h, após o ensaio de tenacidade ao impacto Charpy,mostrando um precipitado de TiC / Ti(C,N) no centro de um vazio.....	102
Figura 71 -	Curvas tensão em função da deformação para o aço maraging 300 solubilizado a 1000 °C e envelhecido a 480, 530 e 570 °C.....	103
Figura 72 -	Curvas de Limite de escoamento (Re), Limite de Resistência (Rm) e alongamento percentual na Fratura para cp's solubilizados a 1000°C e envelhecidos a 480, 530 e 570 °C.....	104
Figura 73 -	Curvas de Limite de escoamento (Re), Limite de Resistência (Rm), alongamento percentual e redução de área na Fratura em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários, para corpos de prova de tração envelhecidos a 480 °C.....	105
Figura 74 -	Coefficiente de encruamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho médio dos grãos austeníticos primários.....	107
Figura 75 -	Taxa de encruamento (d/d_0) em função da deformação verdadeira (%) para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas.....	108
Figura 76 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 820 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.....	109
Figura 77 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 860 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.....	109
Figura 78 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1000 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.....	109
Figura 79 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1050 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.....	110
Figura 80 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço	

	maraging 300 solubilizadas a 1100 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.....	110
Figura 81 -	Fractografia de um corpo de prova de tração de aço maraging 300 solubilizado por 1h na temperatura de 1000 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, mostrando um precipitado como agente nucleador de vazios durante a ruptura dúctil.....	110
Figura 82 -	Comparação entre as tensões de escoamento, resistência e resistência à tração com entalhe (NTS) em função da temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C.....	111
Figura 83 -	Comparação entre as razões de resistência ao entalhe (NSR) e resistência ao escoamento com entalhe (NYR) em função da temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C.	112
Figura 84 -	Curva da Força de flexão em função da abertura do entalhe para o ensaio de tenacidade à fratura do aço maraging 300 solubilizado a 820° C por 1 h e envelhecido a 480 °C por 3 h.....	114
Figura 85 -	Planilha de validação de ensaio de tenacidade à fratura em deformação plana de acordo com as normas BS7448 e ISO 12135.....	115
Figura 86 -	Tenacidade à fratura em deformação plana em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários do aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.....	116
Figura 87 -	Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na tenacidade à fratura em deformação plana do aço maraging 300.....	116
Figura 88 -	Tenacidade à fratura em deformação plana em função da tensão de resistência à tração com entalhe para o aço maraging 300 solubilizado por 1h em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C por 3h.....	118
Figura 89 -	Modelo de interação das ripas de martensita com as trincas no processo de fratura de um aço EA4T com estrutura multi-nível.....	119
Figura 90 -	Medição dos blocos de martensita nas amostras de aço maraging 300 solubilizadas em várias temperaturas e envelhecidas a 480 °C: a) solubilizada a 820 °C, b) Solubilizada a 1000 °C e c) Solubilizada a 1100 °C.....	120
Figura 91 -	Relações entre o tamanho dos blocos e pacotes de martensita e o tamanho dos grãos de austenita primária do aço maraging 300 solubilizado a 820, 1000 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.....	121
Figura 92 -	Tenacidade à fratura e Tensão de resistência em função do tamanho médio	

	dos blocos de martensita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C.....	122
Figura 93 -	Tenacidade à fratura e Tensão de resistência em função do tamanho médio dos pacotes de martensita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C.....	122
Figura 94 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de K _{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 820 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.....	123
Figura 95 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de K _{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 860 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.....	123
Figura 96 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de K _{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1000 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.....	124
Figura 97 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de K _{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1050 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.....	124
Figura 98 -	Fractografias do corpo de prova de ensaio de K _{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1100 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.....	125
Figura 99 -	Fractografia de corpo de prova de ensaio K _{Ic} de um aço maraging 300 solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h, com aumento de 3000X.....	125

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	-	Composição nominal (em peso%) e respectivas resistências ao escoamento de aços maraging comerciais (INCo).....	27
Tabela 2	-	Dados cristalográficos das fases precipitadas mais comuns em aços maraging.....	43
Tabela 3	-	Propriedades de resistência mecânica para aços maraging 18Ni em temperatura ambiente, solubilizados a 820 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.....	49
Tabela 4	-	Energia de impacto Charpy em função da quantidade de Ti nos aços maraging C 300.....	56
Tabela 5	-	Propriedades de impacto e tração para o aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.....	61
Tabela 6	-	Composição química do aço maraging classe 300 (% massa).....	65
Tabela 7	-	Esquema dos tratamentos térmicos realizados.....	67
Tabela 8	-	Reagentes utilizados na preparação para microscopia ótica.....	79
Tabela 9	-	Reagente utilizado no pré-ataque para a análise de EBSD.....	82
Tabela 10	-	Mapa de composição química do precipitado mostrado na Figura 56.....	93
Tabela 11	-	Propriedades de tração para o aço maraging 300 solubilizados em várias temperaturas e envelhecidos a 480 °C.....	107
Tabela 12	-	Valores para a máxima força de fadiga para cada condição de tratamento térmico para o ensaio de tenacidade à fratura no aço maraging 300.....	113
Tabela 13	-	Valores para o parâmetro a_0 calculados para os ensaios de tenacidade à fratura do aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.....	114

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ANOVA	<i>Analisis of Variance</i> – Análise de Variância
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CALPHAD	<i>Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry</i>
CTOD	<i>Crack Tip Open Displacement</i> – Deslocamento de abertura da ponta da trinca
EBSD	<i>Eletron Backscattering Diffraction</i> – Difração de electrons retroespalhados
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> – Espectroscopia de energia dispersiva
HE	<i>Hydrogen Embrittlement</i> – Fragilização por hidrogênio
HIC	<i>Hydrogen Induced Cracking</i> – Trinca induzida pelo hidrogênio
HRC	<i>Hardness Rockwell – C</i> - Dureza Rockwell na escala C
IFCE	Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia
INCo	<i>International Nickel Company</i> – Companhia internacional de níquel
IPDI	Instituto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação
K-S	<i>Kurdjmov – Sachs</i>
LEM	Laboratório de Ensaio Mecânicos
LMAT	Laboratório de Materiais
LMET	Laboratório de Metrologia
LMPM	Laboratório de Microestruturas e Propriedades Mecânicas
LR	Limite de Resistência
LTPS	Laboratório de Tecnologia em Processos de Soldagem
MO	Microscopia ótica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NBR	Norma Brasileira Regulamentar
NSR	<i>Notch Strength Ratio</i> – Razão de resistência ao entalhe
NTS	<i>Notch Tensile Strength</i> – Resistência à tração com entalhe
NYR	<i>Notch Yield ratio</i> – Razão de escoamento ao entalhe
PPGECM	Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais

SFE	<i>Stacking-Fault Energy</i> – Energia de falha de empilhamento
PH	<i>Precipitate Hardening</i> - Endurecimento por precipitação
RA	Redução de Área
SSRT	<i>Slow Strain Rate Test</i> – Ensaio de baixa taxa de deformação
TF	<i>Triaxiality Factor</i> – Fator de triaxialidade
TS	<i>Tensile Strength</i> – Tensão de resistência
UTS	<i>Ultimate Tensile Strength</i> – Tensão última de resistência
VAR	<i>Vacuum Arc Remelting</i> - Refusão a arco em vácuo
VIM	<i>Vacuum Induction Melting</i> – Fusão por indução à vácuo
UFC	Universidade Federal do Ceará
UFS	Universidade Federal de Sergipe

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Tamanho inicial de trinca
a_0	Tamanho nominal de trinca
b	Vetor de Burgers
C200	Aço Maraging Classe 200
C250	Aço Maraging Classe 250
C300	Aço Maraging Classe 300
C350	Aço Maraging Classe 350
cp	Corpo de Prova
D_{ty}	Aumento no esforço de cisalhamento
G	Módulo de cisalhamento transversal
G^0	Energia Livre de Gibbs
K	Fator de intensidade de tensões
K_{Ic}	Tenacidade à fratura em deformação plana
L	Espaçamento médio entre partículas precipitadas
M_i	Temperatura de início de transformação martensítica
n	Coefficiente de encruamento
®	Marca Registrada
r_c	Raio crítico de uma partícula precipitada
	Fase ferrítica
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Tensões principais
σ_e	Tensão de escoamento
σ_m	Tensão média
$\bar{\sigma}$	Tensão efetiva
σ_r	Tensão de resistência
	Fase austenítica
	Comprimento de onda

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	OBJETIVOS	25
2.1	Objetivo Geral	25
2.2	Objetivos específicos	25
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
3.1	Aços maraging	26
3.2	Metalurgia dos aços maraging	28
3.2.1	<i>O papel dos elementos de liga</i>	29
3.2.2	<i>Tratamentos térmicos</i>	32
3.2.3	<i>Transformações de fases nos tratamentos térmicos</i>	39
3.3	Propriedades mecânicas	45
3.3.1	<i>Propriedades dos aços maraging</i>	45
3.3.2	<i>Caracterização das propriedades mecânicas</i>	51
3.3.3	<i>O “Estado da Arte” do Aumento da Tenacidade dos Aços Maraging 18Ni</i>	55
4	MATERIAIS & MÉTODOS	64
4.1	Metodologia	64
4.2	Materiais	65
4.3	Tratamentos Térmicos	65
4.3.1	<i>Simulação Termodinâmica</i>	65
4.3.2	<i>Tratamento Térmico de Solubilização</i>	66
4.3.3	<i>Tratamento Térmico de Envelhecimento</i>	67
4.4	Caracterização das Propriedades Mecânicas	68
4.4.1	<i>Ensaio de Impacto Charpy</i>	68
4.4.2	<i>Ensaio de dureza</i>	70

4.4.3	<i>Ensaio de Tenacidade à Fratura, K_{Ic}</i>	71
4.4.4	<i>Ensaio de tração e sensibilidade ao entalhe</i>	76
4.5	Caracterização da Microestrutura	78
4.5.1	<i>Microscopia Ótica</i>	78
4.5.2	<i>Microscopia Eletrônica</i>	80
4.5.3	<i>Difração de raios-X - DRX</i>	80
4.5.4	<i>Difração de elétrons retroespalhados – EBSD</i>	81
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	83
5.1	Tratamentos Térmicos	83
5.1.1	<i>Simulação Termodinâmica</i>	83
5.1.2	<i>Tamanho de Grão da Austenita Primária</i>	84
5.2	Caracterização Microestrutural	87
5.2.1	<i>Difração de Raios-X</i>	87
5.2.2	<i>Microscopia Ótica</i>	88
5.2.3	<i>Microscopia Eletrônica</i>	90
5.3	Propriedades Mecânicas	93
5.3.1	<i>Ensaio de Dureza</i>	93
5.3.2	<i>Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy-V</i>	96
5.3.3	<i>Ensaio de Tração</i>	102
5.3.4	<i>Ensaio de Sensibilidade ao Entalhe (NTS)</i>	111
5.3.5	<i>Ensaio de Tenacidade à Fratura (K_{Ic})</i>	113
6	CONCLUSÕES	126
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	128
8	REFERÊNCIAS	129

1 INTRODUÇÃO

O entendimento sobre a relação entre propriedades mecânicas e microestrutura de aços de ultra-alta-resistência permanece como um problema-chave em metalurgia com importantes consequências para a indústria, notadamente a indústria de alto desempenho, como nuclear, petroquímica e aeroespacial. Essas aplicações exigem propriedades ótimas como elevadas resistência mecânica e tenacidade, boa soldabilidade, alta resistência à corrosão, etc. No entanto, muitos mecanismos de endurecimento resultam no dilema do antagonismo entre resistência mecânica e tenacidade, tornando imperativa a busca por uma solução compromisso que otimize as duas propriedades, melhorando seu desempenho e aumentando o leque de possibilidades de sua aplicação.

Os aços maraging são uma relativamente nova classe de aços de ultra – alta – resistência, cuja resistência deriva de mecanismos de endurecimento não relacionados à martensita com carbono, bainita ou à presença de carbonetos. Apresentam carbono ultra baixo e se caracterizam pelo endurecimento por precipitação de compostos intermetálicos em uma matriz martensítica de Fe-Ni, através de um tratamento térmico de envelhecimento. Esses aços apresentam uma boa combinação de resistência mecânica e tenacidade, quando comparados às demais classes de aços de elevada resistência.

Ao contrário dos aços convencionais de alta resistência mecânica, os aços maraging possuem certas características particulares, tais como a inexistência de distorções durante o endurecimento por envelhecimento, boa soldabilidade e boa combinação de propriedades, que têm feito com que se tornem atrativos para muitas aplicações, especialmente na indústria nuclear, aeronáutica e aeroespacial.

No Brasil o interesse por esses aços tem aumentado significativamente com o desenvolvimento da indústria nacional, onde grandes projetos, especificamente na área militar têm fomentado a necessidade de estudos sobre esses materiais. Desta forma, vários grupos em universidades e institutos de pesquisas adentraram neste tema, e dentre eles o grupo de pesquisas em metalurgia física da Universidade Federal do Ceará - UFC, coordenado pelo Prof. Dr. Hamilton Abreu, tem se dedicado ao aprimoramento das propriedades e aplicabilidades dos aços maraging em seus mais diversos campos de atuação.

O grupo ligado ao Programa de Pós Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais - PPGECM da UFC iniciou suas pesquisas em 2003, com estudos sobre propriedades magnéticas em aços maraging classe 350. A seguir foram realizados estudos sobre textura cristalográfica e tratamentos térmicos em aços maraging C300 e C350.

Atualmente, o grupo atua no desenvolvimento de melhorias das propriedades mecânicas dessas ligas, onde este trabalho se insere.

Ao longo desses vários estudos, observou-se uma interessante relação entre comportamento da tenacidade ao impacto com a elevação da temperatura de solubilização, despertando assim um interesse em aprofundar o entendimento sobre essa constatação. Uma das hipóteses levantadas se refere a uma possível influência do tamanho de grão da austenita prévia, que é fortemente influenciada pela temperatura de solubilização da liga, na microestrutura da fase martensítica formada e em sua interação com a nucleação e propagação de trincas durante o processo de fraturamento desses aços.

Diante desse contexto, este trabalho pretende contribuir com um entendimento aprofundado sobre a relação entre os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento e as propriedades mecânicas dos aços maraging C300, objetivando encontrar uma melhoria na tenacidade, sem grandes perdas em sua resistência mecânica, através de modificações na microestrutura (especificamente no tamanho de grão da austenita prévia), obtidas pela adoção de várias combinações de temperaturas dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento desses aços.

Para o alcance desses objetivos, foram realizadas criteriosas avaliações microestruturais e de propriedades mecânicas com o intuito de se caracterizar a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento no comportamento mecânico, notadamente em relação a tenacidade, ductilidade e resistência do aço maraging C300. Foram então realizados ensaios de dureza, tração, tenacidade ao impacto Charpy-V, tenacidade à fratura, sensibilidade ao entalhe em tração e analisada a microestrutura por microscopia ótica e eletrônica de varredura, difração de raios-X e difração de elétrons retroespalhados.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

De uma forma geral, este trabalho tem como objetivo avaliar o efeito das temperaturas de solubilização e de envelhecimento nas propriedades mecânicas do aço maraging 18Ni classe 300, com o intuito de se obter uma combinação de tratamentos térmicos que resulte em uma melhora significativa da tenacidade desse material, em especial a tenacidade à fratura, sem uma perda considerável em sua resistência mecânica, principalmente com relação às propriedades de tração.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliar o efeito da temperatura de solubilização no crescimento do grão da austenita prévia para aços maraging classe 300;
- Avaliar a influência do tamanho de grão austenítico primário na ductilidade dos aços maraging classe 300, através do estudo da sensibilidade ao entalhe no ensaio de tração;
- Determinar o valor para as propriedades mecânicas de resistência (dureza e tração) e tenacidade (energia absorvida no impacto e tenacidade à fratura em deformação plana);
- Determinar os valores de intensidade de tensão (K) em função da temperatura de solubilização dos aços maraging classe 300, dentro da faixa de temperaturas adotada neste trabalho;
- Investigar a influência do tamanho de grão da austenita prévia nas propriedades mecânicas de resistência e tenacidade de aços maraging classe 300 na condição de solubilizados e envelhecidos;
- Estudar a influência do tamanho de grão da austenita prévia na morfologia e microestrutura da fase martensítica formada e suas consequências para as propriedades mecânicas dos aços maraging classe 300.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços maraging

O contínuo desenvolvimento tecnológico e seus desafios associados, em áreas de grande tecnologia como as indústrias de transportes, aeroespacial, nuclear e na área militar, têm exigido e indicado novas tendências em materiais, visando o aumento de performances e segurança. Essas exigências têm apontado para o desenvolvimento de materiais de ultra-alta-resistência com características peculiares, como otimização da relação peso/resistência, boas soldabilidade e conformabilidade e custos razoáveis [1]. Essas aplicações requerem facilmente materiais com limites de escoamento acima de 1400 MPa, fato este que classifica algumas famílias de aços para estas aplicações e dentre elas estão os aços maraging [2].

Os aços maraging são uma classe especial de aços de ultra-alta-resistência, cujo mecanismo principal de resistência não segue os clássicos associados ao carbono, como a martensita de carbono, bainita ou precipitação de carbonetos metálicos. São ligas essencialmente de Fe – Ni – Mo – Co, que apresentam microestrutura totalmente martensítica após solubilização, sob qualquer taxa de resfriamento. Nos aços maraging o carbono figura como um elemento de impureza e é tão baixo quanto comercialmente possível. Devido a essa característica, a martensita produzida é essencialmente macia, com dureza Rockwell na escala C, em torno de 25, porém bastante deformada. A elevada resistência desses aços vem de um processo de endurecimento por precipitação de compostos intermetálicos através de um tratamento de envelhecimento, de onde se origina o nome dessa classe de aços: *mar* (martensita) + *aging* (envelhecimento) [3] [4].

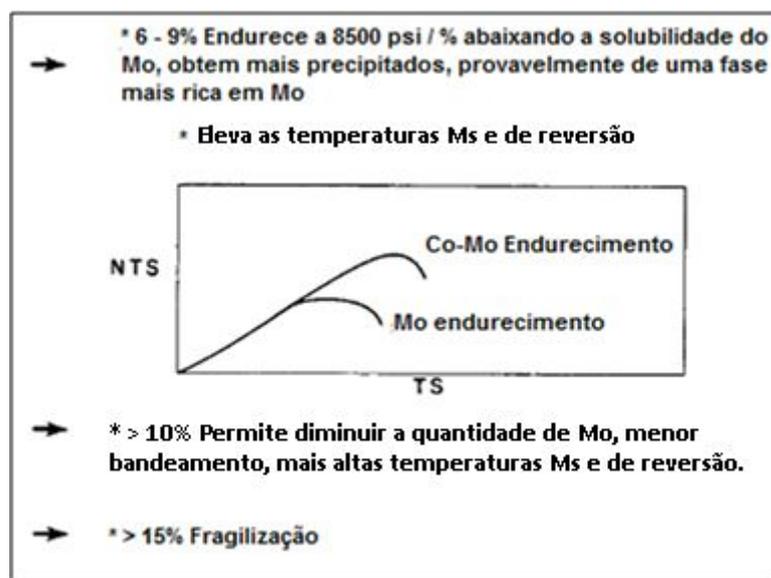
O início do desenvolvimento dos aços maraging se deu nos anos 1950, pela *International Nickel Company - INCo*, com ligas desenvolvidas inicialmente com 28% de níquel para aplicações magnéticas. A seguir esse percentual foi diminuído para 25% e 20% por Bieber que iniciou os estudos com tratamentos térmicos de envelhecimento [5] e, posteriormente, com porcentagem de níquel diminuída para 18%, devido à grande fragilidade apresentada pelas ligas com elevados percentuais de níquel [3].

Uma vez que o tratamento térmico de envelhecimento foi estudado para melhorar as propriedades dessas ligas, observou-se que para esses níveis de concentração de níquel, a temperatura de início de transformação martensítica (M_i) se localizava abaixo da temperatura ambiente, podendo-se elevar M_i com a diminuição da quantidade de níquel na liga. Um estudo realizado por Decker *et al* (1967) promoveu a adição de novos elementos de liga com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, como cobalto e molibdênio em uma liga

18Ni, o que elevou consideravelmente a dureza durante o envelhecimento [6].

Esse comportamento pode ser observado na Figura 1, onde pode-se observar o gráfico da tensão de resistência num corpo de prova entalhado sob tração (*Notch Tensile Strength – NTS*) em relação à tensão de resistência à tração convencional (*Tensile Strength – TS*) para ligas com adição de molibdênio e também adição de cobalto e molibdênio, ambos em estado endurecido.

Figura 1 - Efeito do cobalto no aço maraging 18Ni.



Fonte: Adaptado de [6]

Com base no estudo do endurecimento gerado pela adição de cobalto e molibdênio, novas classes de aços maraging foram desenvolvidas para atender a necessidades específicas, diferenciando-se entre si pela composição e quantidades dos elementos presentes. As classes mais comerciais e difundidas se referem às 18% Ni C200, C250, C300, C350 e as ligas fundidas. A Tabela 1 apresenta a composição padrão das principais classes comerciais de aços maraging.

Tabela 1 - Composição nominal (em peso%) e respectivas resistências ao escoamento de aços maraging comerciais (INCo).

Designação de classe	Ni	Mo	Co	Ti	Al	Fe	ϵ (MPa/Ksi)
18Ni (C200)	18	3,3	8,5	0,2	0,1	Bal.	1400/200
18Ni (C250)	18	5,0	8,5	0,4	0,1	Bal.	1700/250
18Ni (C300)	18	5,0	9,0	0,7	0,1	Bal.	2000/300
18Ni (C350)	18	4,2	12,5	1,6	0,1	Bal.	2400/350

Fonte: Adaptada de [7].

A rota de produção mais usada dos aços maraging é através do processo de fusão por indução a vácuo (*Vacuum Induction Melting – VIM*), seguido de uma refusão em arco voltaico no vácuo (*Vacuum Arc Remelting – VAR*). Neste último processo, um arco elétrico é gerado entre o eletrodo e a base de cobre do molde, em uma atmosfera de vácuo. Uma vez iniciada a refusão, o arco elétrico é confinado entre o eletrodo e o lingote em crescimento. O objetivo dessa operação é obter um melhor controle da solidificação para promover um refinamento e homogeneização do lingote e controle da população de inclusões [8].

Com esse processo de fabricação, as grandes inclusões são quebradas e distribuídas com mais homogeneidade. Partes das inclusões são possivelmente dissolvidas quimicamente devido à alta temperatura do arco e do vácuo relativamente alto. Além disso, este processo faz com que a disponibilidade de alguns elementos seja diminuída e assim, a redução desses elementos e gases causa a formação de menos inclusões [9].

Por outro lado, com a quebra térmica de algumas das partículas (em especial as grandes inclusões) se aumenta o número de partículas disponíveis dentro da matriz. Isso provoca um incremento na resistência e na dureza da matriz devido a um maior número de partículas funcionando como barreira ao movimento das discordâncias. A morfologia e quantidade das inclusões também possui forte influência na ductilidade dos aços maraging. O processo de refusão em arco voltaico no vácuo (*VAR*) modifica as características (morfologia e tamanho) das inclusões, fazendo com que o processo de *VAR* melhore a ductilidade e tenacidade desses aços [10].

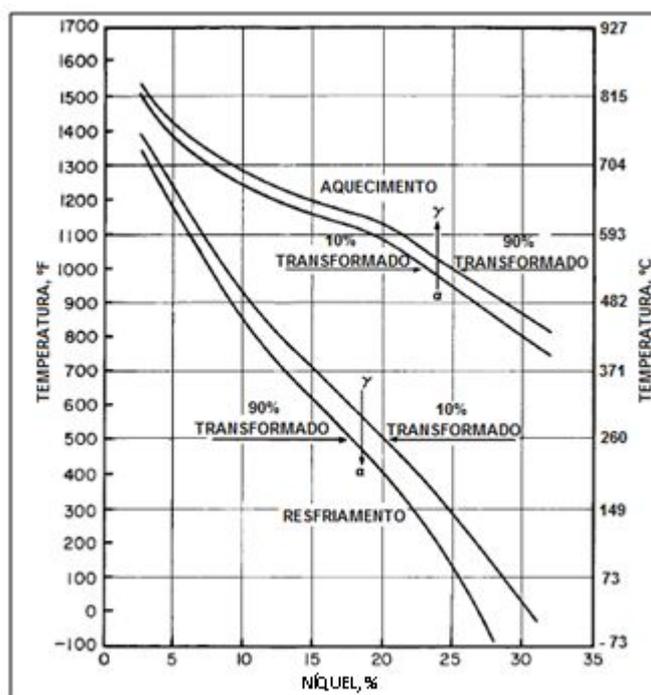
A diminuição das macro inclusões é parâmetro chave para melhorar a resistência mecânica e aumentar as propriedades de fadiga de uma liga metálica. Em uma liga de maraging C300, as inclusões de titânio $Ti(C,N)$ são classificadas como defeitos deletérios [9]. Essas inclusões são facilmente observadas por microscopia ótica, aparecendo com geometria quadrada e coloração amarela e termodinamicamente estáveis para esses tipos de inclusões, formadas durante a solidificação da liga [11].

3.2 Metalurgia dos aços maraging

Como dito anteriormente, as altas quantidades de Ni presentes nos aços maraging, garantem a formação de uma estrutura totalmente martensítica após o tratamento térmico de solubilização seguido de têmpera. No entanto, essa relação de transformação entre as fases austenita e martensita não é isométrica para as ligas Fe-Ni. Ela apresenta uma histerese térmica entre a formação da fase martensítica no resfriamento e sua reversão para a fase austenítica no aquecimento e o aumento dessa histerese com o aumento da quantidade de Ni

na liga. Esse é o princípio metalúrgico pelo qual foram desenvolvidos os aços maraging [12]. A Figura 2 apresenta o diagrama de transformação de uma liga Fe-Ni, onde se observa a histerese térmica entre as transformações: martensita \rightarrow austenita e austenita \rightarrow martensita. A presença dos demais elementos de liga altera levemente as posições do gráfico da Figura 2.

Figura 2 - Diagrama de transformação Fe-Ni.



Fonte: Adaptado de [12].

A transformação martensítica pode acontecer de forma atérmica e isotérmica e sua estrutura não apresenta tetragonalidade devido à ausência de carbono nos interstícios, exibindo, portanto, uma estrutura cúbica de corpo centrado - CCC. Ao se reaquecer, a martensita formada não irá sofrer um processo de revenimento devido à ausência de carbono; no entanto, a histerese térmica apresentada na Figura 2 permite um considerável aquecimento da martensita por longos períodos de tempo, possibilitando o processo de envelhecimento (na presença de elementos de liga precipitáveis), antes que a reversão da austenita ocorra [13].

Um apreciável endurecimento da martensita de Fe-Ni ocorre na presença combinada de Co e Mo. Essa associação tem sido escolhida para ser incorporada na matriz de Fe-Ni, desde que existam quantidades suficientes de Ni para retardar a transformação em austenita. Um grande número de ligas quaternárias Fe-Ni-Mo-Co foi então desenvolvida a partir da década de 1960, com muito sucesso [12] [14].

3.2.1 O papel dos elementos de liga

A presença do elemento Ni ligado com o Fe, além de permitir a formação de uma estrutura martensítica estável na temperatura ambiente, promove também a redução da solubilidade de outros elementos, como: Ti, Mo, Al, etc, na ferrita (α -Fe), deixando-os disponíveis para precipitar na forma de compostos intermetálicos. A estrutura martensítica também cria condições favoráveis para uma nucleação e distribuição uniforme de compostos intermetálicos durante o envelhecimento, permitindo que estes tenham papel preponderante no processo de aumento de resistência dos aços maraging. No entanto, o grau de endurecimento pode variar consideravelmente com a quantidade de Ni presente na liga, assim como com a cinética das reações de envelhecimento e reversão da austenita.

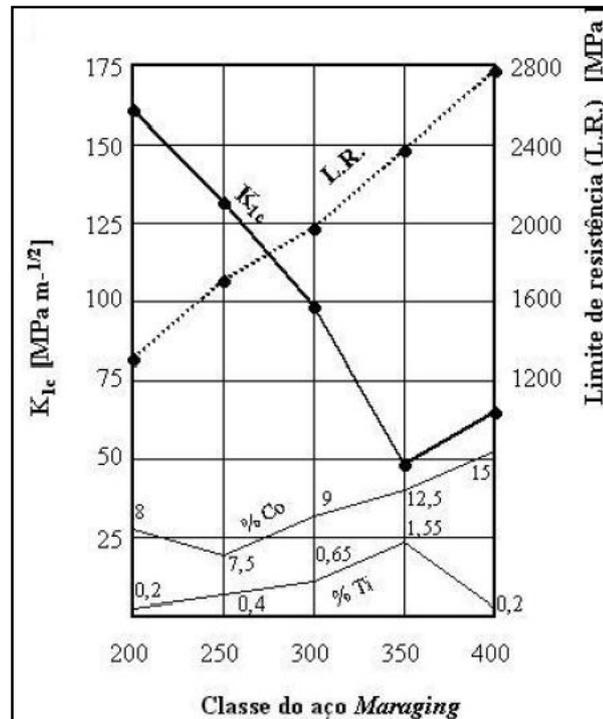
Além disso, reações particulares entre elementos específicos, como ocorre com o binário Mo-Co, podem ocorrer de forma relevante, o que nos permite classificar os elementos de acordo com seu poder de endurecimento, entre: fortes (Be, Ti), moderados (Al, Nb, Mn, Mo, Si, Ta, V, e W) e fracos (Co, Cu e Zr) [12] [15].

Desta forma, os principais elementos envolvidos no endurecimento através da formação de compostos intermetálicos nos aços maraging 18Ni, são o Ti, Mo e, indiretamente o Co. O Titânio desempenha duas funções importantes nesse processo, como elemento endurecedor e como agente refinador para capturar o carbono remanescente, precipitando na forma de Ti(C, N) e causando redução na ductilidade. A quantidade crítica de Ti para esse fenômeno é reportada para ser entre 0,8% e 1,2% [14]. Outra importante relação entre as propriedades mecânicas e a quantidade de Ti presente na liga, pode ser verificada na Figura 3, onde se observa que o aumento da quantidade de Ti provoca uma diminuição na tenacidade à fratura dos aços maraging [16].

O molibdênio também atua com um papel importante na metalurgia dos aços maraging, promovendo a diminuição dos coeficientes de difusão de vários elementos nos contornos de grão e, assim, reduzindo a precipitação de partículas de segunda fase durante o envelhecimento. Outra característica do molibdênio é a tendência de segregação durante a solidificação, o que induz a anisotropia da plasticidade e redução da ductilidade [12].

Outro elemento presente no aço maraging C300 é o alumínio, que leva a uma diminuição do endurecimento da martensita, devido a sua grande afinidade com o níquel, o que pode promover a diminuição dos precipitados de Ni-Ti, e em concentrações acima de 0,2% promove uma diminuição da ductilidade antes e depois do tratamento térmico de envelhecimento [12].

Figura 3 - Influência do Titânio e Cobalto nas propriedades mecânicas de vários aços maraging.



Fonte: Retirado de [16] apud [12].

O cobalto por si só não forma precipitados durante o envelhecimento; no entanto seu principal papel é diminuir a solubilidade do molibdênio na matriz, devido ao efeito sinérgico que os dois possuem, e então aumentar a quantidade de molibdênio disponível para formar precipitados, formando uma quantidade maior de precipitados ricos em molibdênio e aumentando assim a dureza da martensita no envelhecimento.

O cobalto apresenta ainda um efeito suplementar diminuindo a resistência da rede aos movimentos de discordâncias e a energia de interação entre as discordâncias e os átomos intersticiais, promovendo assim um ordenamento de curto alcance, contribuindo com a resistência mecânica [14]. Além disso, o cobalto eleva a temperatura M_i , aumentando, a quantidade de elementos de liga que induzem o endurecimento durante a etapa de precipitação, que podem ser adicionados, sem ter como contrapartida, uma maior quantidade de austenita revertida durante o processo de envelhecimento [12].

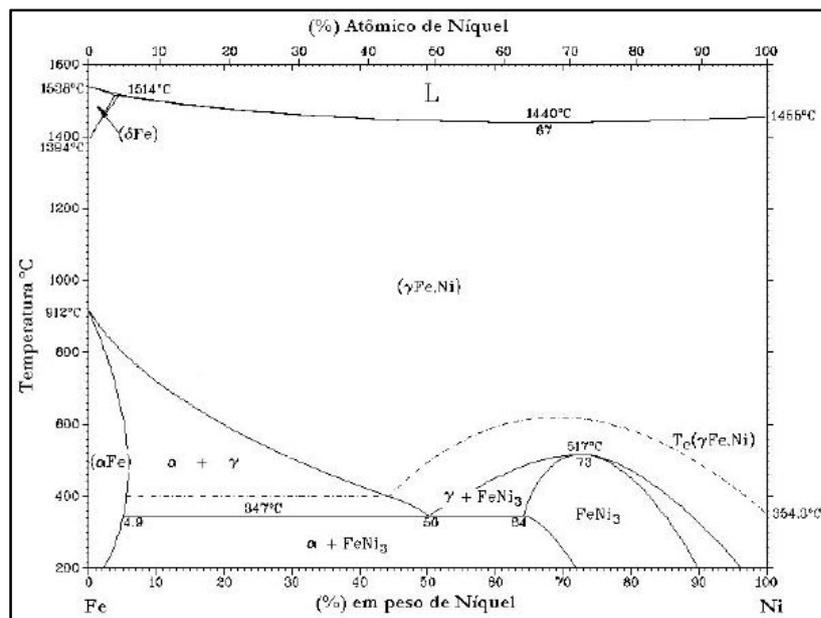
Silício, manganês e enxofre são considerados impurezas nos aços maraging. Silício e manganês prejudicam a tenacidade e suas quantidades somadas não deve ultrapassar o valor de 0,20%. O enxofre é prejudicial às propriedades mecânicas como um todo, devido à formação de sulfeto de titânio (Ti_2S). Deve ser mantido em concentrações menores possíveis [13].

3.2.2 Tratamentos térmicos

3.2.2.1 Tratamento térmico de solubilização

De acordo com o diagrama de fases apresentado na Figura 4, para ligas com 18% de níquel, um aquecimento acima de 720 °C seria suficiente para que se tenha a matriz de Fe-Ni totalmente na fase austenítica. No entanto, como na prática, essas transformações se dão fora do equilíbrio e também os precipitados de outros elementos (além de Fe e Ni) não se dissolvem nessa faixa de temperatura, os tratamentos térmicos comerciais são realizados em temperaturas mais elevadas, em torno da temperatura de 820 °C. A Figura 5 evidencia que a dureza de um aço maraging C300 praticamente não varia com o tempo de tratamento na temperatura de 820 °C, o que faz com que o tempo de 1h seja adotado como um tempo padrão para o tratamento de solubilização nesses aços [17].

Figura 4 - Diagrama de equilíbrio para o sistema Fe-Ni.



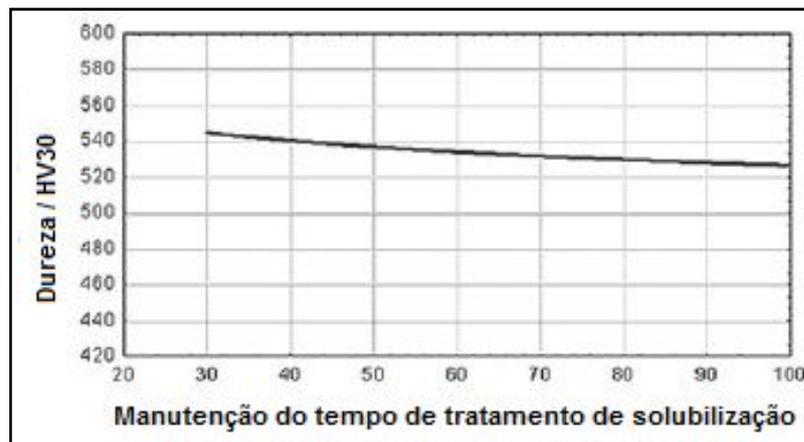
Fonte: Adaptado de [16].

Em alguns casos pode-se usar ciclos de solubilização múltiplos para os aços maraging 18Ni. Geralmente essas etapas são realizadas em faixas de temperaturas decrescentes, com resfriamento até a temperatura ambiente entre elas. Esta prática pode conferir uma melhora na resistência e na tenacidade, por promover um refino do grão da austenita primária [18].

A elevada quantidade de níquel presente nessas ligas e a virtual ausência de carbono fazem com que não ocorra diminuição da ductilidade devido às transformações

durante o resfriamento. A taxa de resfriamento adotada na solubilização não é, portanto, importante, fazendo com que ao final desta etapa, a estrutura seja totalmente martensítica, independente do meio de têmpera adotado [13].

Figura 5 - Dureza Vickers em função do tempo de manutenção na temperatura de solubilização para um aço maraging C300.



Fonte: Adaptado de [17].

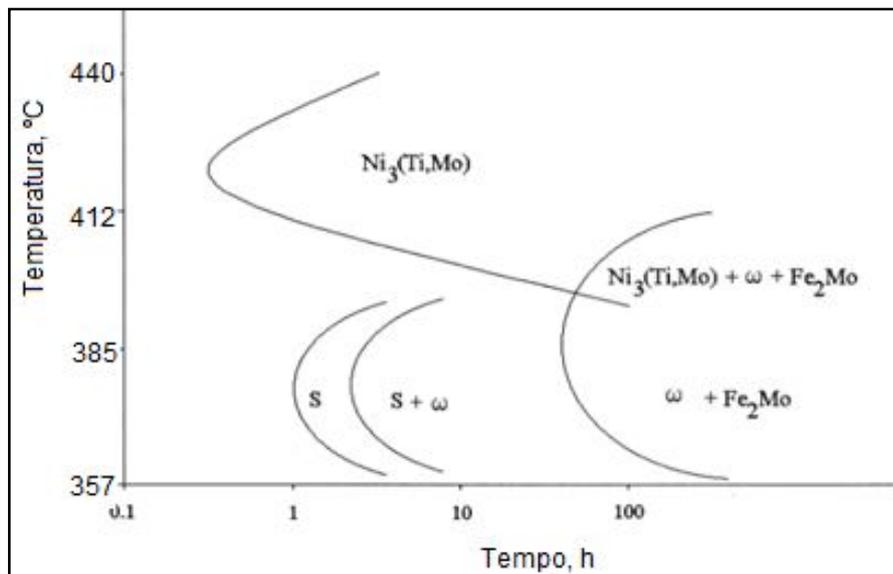
3.2.2.2 Tratamento térmico de envelhecimento

Devido a já citada histerese térmica entre as transformações martensita – austenita nas ligas Fe-Ni e à presença de elementos insolúveis nessa matriz na temperatura ambiente, os aços maraging podem experimentar o mecanismo de endurecimento por precipitação de compostos inter metálicos, conferindo elevadas dureza e resistência, à liga [19].

O processo de endurecimento por precipitação nos aços maraging, promove a formação e precipitação, sob condições controláveis de forma fina e dispersa, de pequenas partículas de segunda fase de compostos intermetálicos, oriundos de uma supersaturação de seus elementos na matriz Fe-Ni [5]. Vários são os precipitados possíveis e eles desenvolvem papéis diferentes e complementares no endurecimento por precipitação dos aços maraging. A temperatura e o tempo de tratamento são parâmetros-chave para o resultado nas propriedades mecânicas dos aços maraging [20].

A temperatura de envelhecimento exerce um papel fundamental nesse processo. Tewari *et al* (2000), estudaram o processo de envelhecimento a baixas temperaturas (400 – 450 °C) para o aço maraging 350 e verificaram que ocorre a formação das fases meta estáveis S, e o composto Ni₃(Ti, Mo) para tempos longos de tratamento. Para temperaturas maiores de envelhecimento, são produzidas partículas de Ni₃(Ti, Mo) e, posteriormente Fe₂Mo, como pode ser observado na Figura 6 [21].

Figura 6 - Representação esquemática das curvas TTT correspondentes à formação de precipitados em aços maraging classe 350.



Fonte: Adaptado de [21].

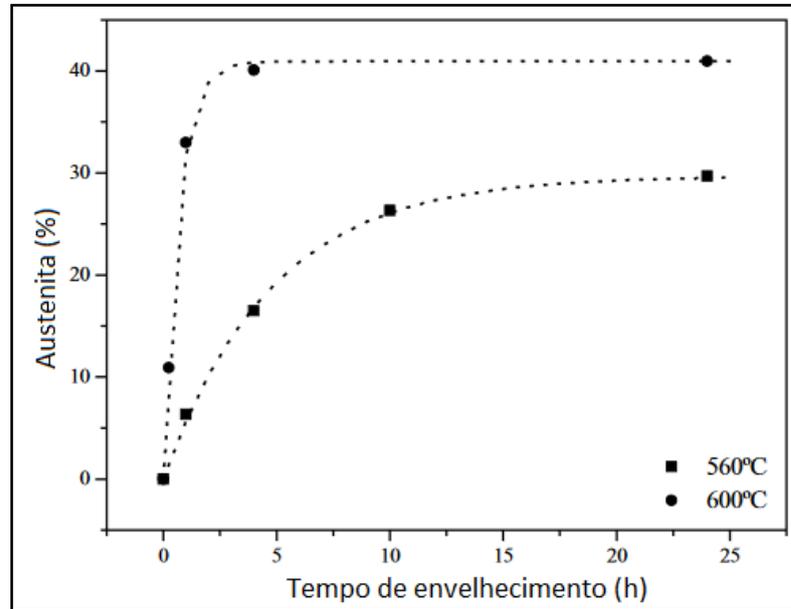
Envelhecimentos em temperaturas superiores a 500 °C promovem reações difusionais de reversão da martensita em austenita, cuja quantidade é dependente da temperatura e do tempo de tratamento. Pardal *et al* (2006) estudaram a influência da temperatura e do tempo de envelhecimento na quantidade de austenita revertida em aços maraging 18Ni classe 300. É possível observar na Figura 7, que quantidades significativas de austenita revertida podem ser mantidas até a temperatura ambiente, quando envelhecidas em temperaturas acima de 500 °C, o que terá consequências importantes nas propriedades mecânicas desses aços [22].

O tratamento térmico comercial para os aços maraging 300 consiste em uma solubilização em temperaturas próximas a 820 °C pelo tempo de 1h, seguida de um envelhecimento na temperatura de 480 °C. A Figura 8 apresenta uma curva de dureza por temperatura de envelhecimento para um aço maraging C300, solubilizado a 820°C por 1 h e envelhecido por 4 h. A dureza na condição de solubilizado foi de 30 HRC [23].

O tempo de envelhecimento varia de acordo com a classe do aço maraging: nas classes 200, 250 e 300 pode variar na faixa de 3h a 8h e na classe 350 entre 6h e 12h [24]. Leitner *et al* (2011) estudaram a influência do tempo de tratamento de envelhecimento na resistência à tração de um aço maraging inoxidável PH13-8, com 12,7 % de Cr. Foram adotados os tempos de 0,25, 3, 10 e 100 h e ainda comparados aos resultados sem envelhecimento (amostra apenas solubilizada). As amostras foram solubilizadas por 30 min a 850 °C e, em seguida por 1 h a 1.000 °C, e posteriormente envelhecidos na temperatura de

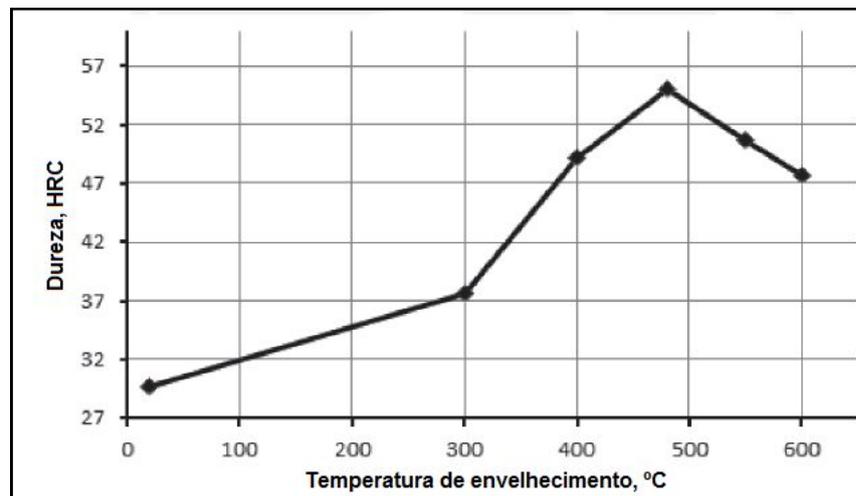
525 °C pelos tempos estudados. O pico de resistência à tração foi alcançado com o envelhecimento pelo tempo de 3 h. Os resultados são apresentados na Figura 9 [25].

Figura 7 - Quantidade de austenita revertida versus tempo de envelhecimento para as temperaturas de envelhecimento de 560 e 600 °C.



Fonte: Adaptado de [22].

Figura 8 - Temperatura de envelhecimento versus dureza de um aço maraging C300 solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido por 4h em cada temperatura.

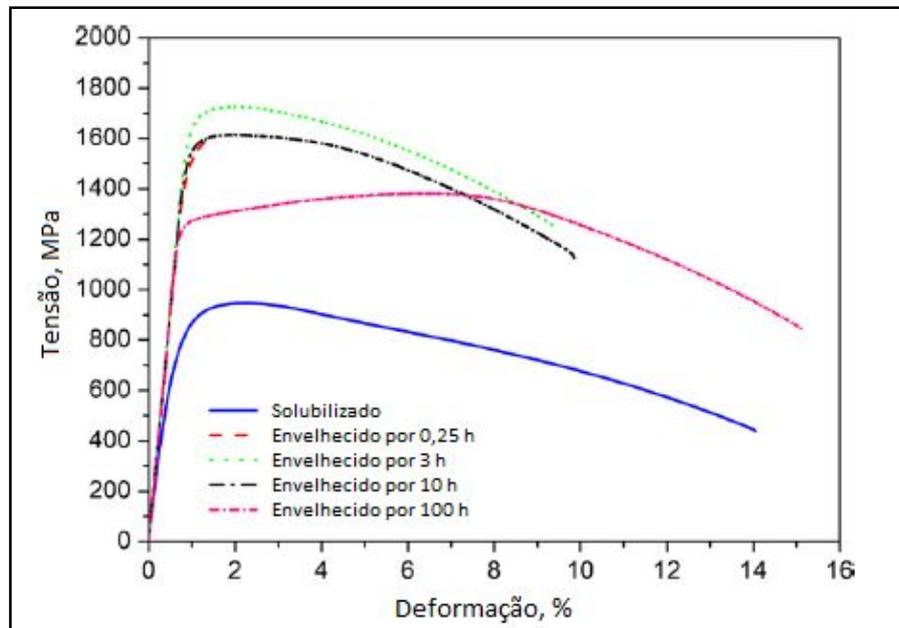


Fonte: Adaptado de [23].

Quando o tratamento de envelhecimento se estende por longos tempos, ocorre um fenômeno conhecido por superenvelhecimento, que resulta no amolecimento das ligas devido principalmente ao coalescimento e ao crescimento dos precipitados. Desta forma, com precipitados grandes, o espaçamento médio entre precipitados cresce, abrindo espaço para as discordâncias se movimentarem com menor dificuldade, devido a um estado de incoerência

com a matriz.

Figura 9 - Curvas tensão-deformação em função do tempo de envelhecimento.



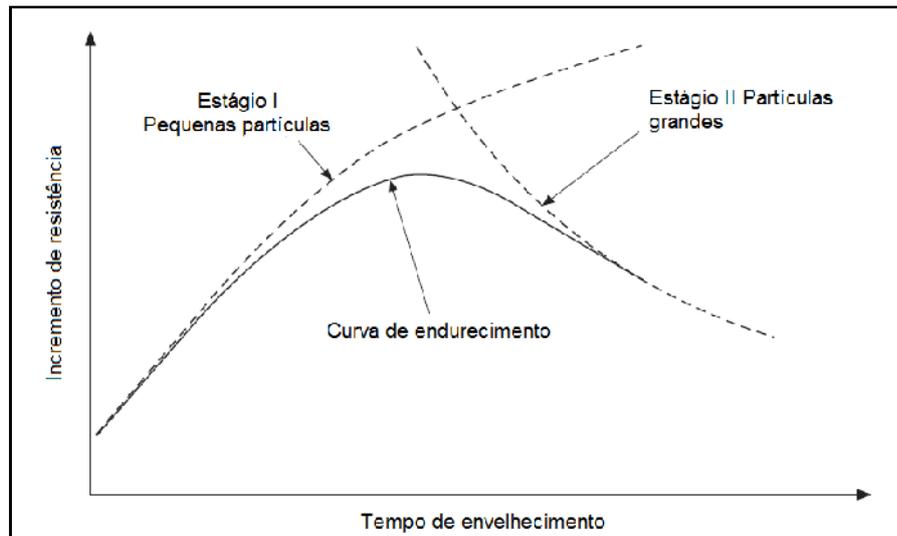
Fonte: Adaptado de [25].

O fenômeno do superenvelhecimento segue duas etapas distintas. No primeiro estágio, a resistência dos precipitados à ação de corte pelas discordâncias resulta em um aumento da resistência mecânica. No segundo estágio, as discordâncias são forçadas a contornar os precipitados (por um menor gasto energético), ao invés de cortá-los, que resulta em uma diminuição da resistência em relação ao estágio I, porém ainda maior que a resistência do material no estado solubilizado [26].

O estágio I (sub envelhecimento) é conhecido como estágio de endurecimento e o estágio II (super envelhecimento), como estágio de amolecimento. Deve ser enfatizado, no entanto, que ambos os mecanismos levam a um aumento da resistência quando comparado ao material solubilizado e ambos são considerados mecanismos de aumento de resistência. A Figura 10 apresenta um gráfico esquemático da relação entre o aumento de resistência e o tempo de tratamento de envelhecimento [26].

Os fenômenos de crescimento e coalescimento de precipitados necessitam de disponibilidade de soluto para ocorrerem. Para o crescimento, o soluto advém por difusão da matriz circundante e para o processo de coalescimento, o soluto é oriundo da dissolução de partículas menores.

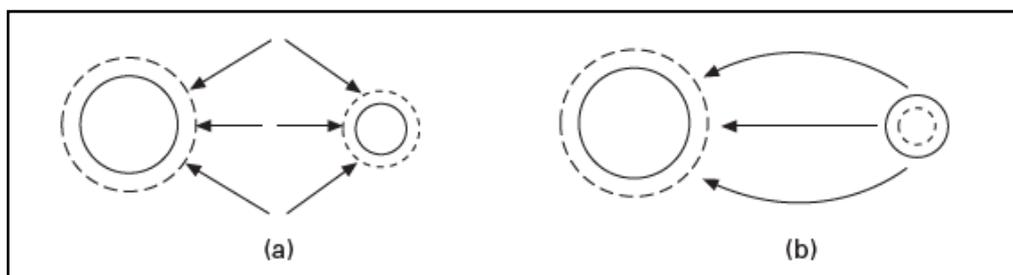
Figura 10 - Curva esquemática da relação de dureza com o tempo de envelhecimento.



Fonte: Adaptada de [26].

A Figura 11 apresenta um desenho esquemático das rotas de difusão do soluto para alimentar os mecanismos de crescimento e coalescimento dos precipitados. No entanto, na realidade as duas fontes de soluto para os mecanismos de crescimento e coalescimento (matriz circundante e precipitados dissolventes), costumam operar simultaneamente, independente do processo em curso ser de crescimento, coalescimento ou os dois ao mesmo tempo [3] [27].

Figura 11 - Comparação esquemática entre as rotas de difusão de soluto entre (a) crescimento e (b) coalescimento.



Fonte: adaptado de [3].

Durante o crescimento dos precipitados, quando as fases de transição são formadas antes da formação de um precipitado estável, o tamanho da fase estável aumenta à custa das partículas de transição.

Na etapa de coalescimento das partículas, espera-se que a concentração de soluto nos arredores de um precipitado menor seja maior do que nas partículas de maior tamanho.

Do ponto de vista do precipitado que cresce ou aumenta, os solutos são de ambos: da matriz circundante e dos precipitados dissolvidos. A força motriz do coalescimento sempre consiste em duas partes: a diferença na concentração de soluto e a diminuição da energia livre interfacial [28].

Apesar do crescimento dos precipitados ser atribuído à etapa de sub envelhecimento, que resulta em endurecimento, e que na etapa de super envelhecimento eles coalescem, amolecendo a microestrutura, isso não é totalmente correto. O crescimento de um precipitado pode levar ao amolecimento do material e seu endurecimento pode ser obtido com coalescimento de precipitados. O modo de interação entre os precipitados e as discordâncias é determinado pela resistência das partículas.

A resistência de certo tipo de partícula também está relacionada com seu tamanho. O endurecimento ou amolecimento somente está relacionado ao tamanho da partícula e não é determinado pela forma com que a partícula obtém esse tamanho, se por crescimento ou coalescimento. Se for definido um tamanho crítico de partícula como r_c , então se tem [27]:

- Quando $r < r_c$, as partículas são cortadas pela discordância, resultando em endurecimento;
- Quando $r > r_c$, as discordâncias contornam as partículas, resultando em amolecimento do material.

Do ponto de vista teórico, a segunda afirmação pode ser discutida. A derivação da equação de Orowan apresentada na Equação 1 pressupõe que a fração de precipitação seja constante, onde D_{ty} é um aumento no esforço de cisalhamento e G é o módulo de cisalhamento da matriz e L é o espaçamento médio entre as partículas e b o vetor de burgers [29].

Equação 1 - Equação de Orowan para a tensão de cisalhamento necessária para cortar uma partícula.

$$D_{ty} = \frac{2 \cdot G \cdot b}{L}$$

Fonte: Retirado de [29].

Uma queda na força resulta do aumento de L causado pelo aumento do tamanho de partícula com o tempo. Teoricamente, é possível que o número de partículas aumente com o tempo se houver um aumento rápido na fração de precipitação com o tempo. Independentemente da "dureza" das partículas rígidas, haverá uma transição para o

mecanismo de corte de partículas em tamanhos de partículas muito pequenas. Uma vez que a dureza de uma pequena partícula for muito pequena, a compreensão desse fenômeno, do ponto de vista do tamanho das partículas, será mais conveniente [30].

3.2.3 Transformações de fases nos tratamentos térmicos

3.2.3.1 Transformações martensíticas

Os aços maraging apresentam uma histerese térmica entre o resfriamento e o aquecimento dessas ligas, que aumenta com a quantidade de níquel presente em sua composição, como visto na Figura 2. Também, a temperatura de início de transformação martensítica, M_i , diminui com o aumento da quantidade de níquel. A depender da quantidade de níquel, três estruturas distintas têm sido observadas no resfriamento da austenita para martensita.

Em ligas com 0% a 5% de Ni (independente da taxa de resfriamento) e para ligas com quantidade de Ni entre 5% e 10% com resfriamento lento, uma estrutura com grãos equiaxiais de ferrita- é observada. Para ligas com o percentual de níquel entre 5% e 10% e em taxas de resfriamento suficientemente elevadas, uma estrutura martensítica irá ser formada. Para ligas com quantidades de Ni entre 10% e 25% uma estrutura totalmente martensítica, com morfologia na forma de ripas, é formada. Por fim, ligas com quantidades de níquel acima de 25%, onde a temperatura de início de transformação martensítica, M_i , se situa abaixo da temperatura ambiente, transformam em martensita com morfologia maclada [31].

Todas essas faixas não são limites exatos e variam com a taxa de resfriamento, temperatura de solubilização e elementos de liga presentes, como por exemplo, o molibdênio, que promove uma substituição parcial de níquel por manganês. O manganês pode substituir o níquel na proporção de 1 pra 3, em uma quantidade máxima de 6%, sem diminuir a temperatura M_i abaixo da temperatura ambiente. A Figura 12 apresenta uma representação desse comportamento em função das quantidades de níquel e molibdênio presentes na liga [12].

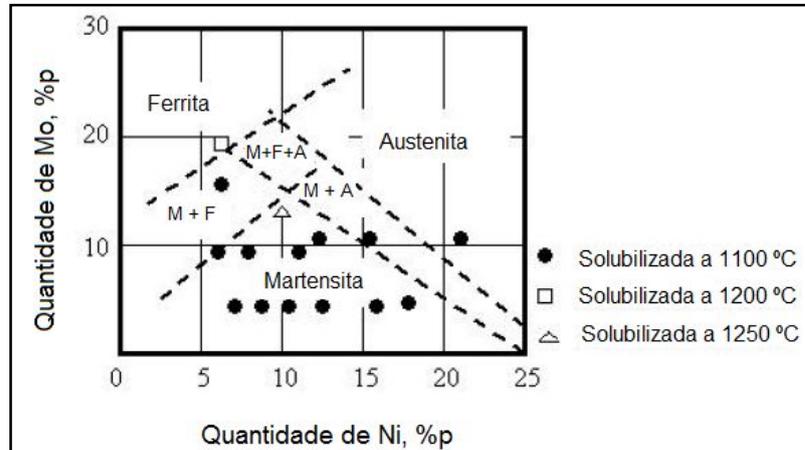
Visto isso, após o resfriamento, e independente da velocidade com que isso ocorre, e considerando apenas a família de ligas 18Ni, o resultado será uma estrutura totalmente martensítica cúbica de corpo centrada – CCC, devido a virtual ausência de carbono, e de morfologia na forma de ripas.

Dois fatores são importantes para a formação dessa morfologia: a temperatura de início de transformação martensítica, M_i , e a energia de falha de empilhamento (*Stacking-*

Fault Energy - SFE) da liga. Reduzir a temperatura M_i ou elevar a SFE pode favorecer a formação de martensita com a morfologia maclada [32]. A energia de falha de empilhamento pode ser variada pela adição de elementos apropriados, enquanto que a temperatura de início de transformação martensítica pode ser modificada, tanto pela composição química, quanto por deformação precedente. Em alguns casos, o efeito devido à M_i e SFE pode contrariar um ao outro [12].

A relação entre a formação da martensita com morfologia de ripas, com a energia de falha de empilhamento e a temperatura de início de formação da martensita é de interesse para os aços maraging, devido ao fato de que, após o envelhecimento, uma matriz de martensita com ripas apresenta melhor tenacidade do que a martensita com morfologia maclada. Além disso, controlar a temperatura de início de formação da martensita é também importante para outras propriedades, como por exemplo, sua deformação a frio. A Figura 13 apresenta um desenho esquemático da martensita em ripas e um exemplo dessa microestrutura em uma micrografia ótica representativa do trabalho de TAMURA *et al* (1982) [33].

Figura 12 - Estrutura de ligas Fe-Ni-Mo em três temperaturas de solubilização diferentes.



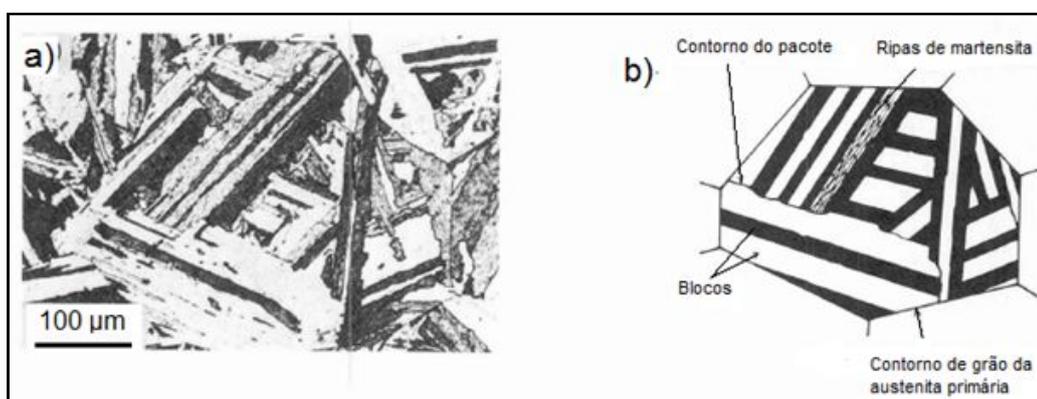
Fonte: Adaptado de [12].

Como pode ser observado na Figura 13, a martensita em ripas apresenta uma microestrutura hierárquica composta por diversos pacotes em cada grão da austenita primária, onde cada pacote é formado por vários blocos paralelos, possuindo essencialmente a mesma orientação (ou seja, a mesma variante) e blocos separados por contornos de alto ângulo. Por sua vez, cada bloco consiste em aglomerados de ripas paralelas com o mesmo plano de hábito. Essas ripas da martensita têm como característica marcante uma alta densidade de emaranhados de discordâncias [33]. A relação de orientação entre as ripas de martensita e a austenita primária foi identificada como do tipo Kurdjumov – Sachs ($K-S$): $(111) // (011)$,

[110] // [111] · [34].

Ligas que apresentam M_i abaixo da temperatura ambiente, apresentam uma estrutura austenítica metaestável na temperatura ambiente, que se transforma em martensita por deformação a frio, aumentando assim, sua taxa de encruamento [12]. Dessa forma, a adição de elementos nos aços maraging, que diminuem a temperatura M_i (níquel, titânio e molibdênio), deve ser cuidadosa, pois favorece à formação de martensita maclada. Nesse contexto, a adição de cobalto tem um papel relevante, pois aumenta a temperatura M_i , permitindo assim, uma maior adição dos outros elementos de liga [14].

Figura 13 - Micrografia ótica (a) e ilustração esquemática (b) de uma estrutura martensítica formada de uma austenita não deformada em um aço 18% Ni maraging.



Fonte: Adaptada de [33]

A diferença de composição química nas diversas séries de aços maraging influencia também e, de maneira significativa, a temperatura de início da transformação martensítica, M_i . Os aços maraging das classes 250, 300 e 350 apresentam respectivamente, uma temperatura M_i de 175, 155 e 200 °C [24].

3.2.3.2 Reações de precipitação no envelhecimento

O endurecimento induzido nos aços maraging pelo tratamento térmico de envelhecimento pode ser devido a dois fenômenos: às interações entre as discordâncias e uma fina rede de partículas de compostos intermetálicos dispersas em uma matriz de martensita de Fe-Ni; ou à uma reação de ordenação em uma solução sólida contendo cobalto [35].

A extensão do endurecimento durante o envelhecimento depende da relação entre fatores endurecedores e amolecedores presentes na liga. Para o caso do mecanismo de dispersão de partículas, esta provoca uma distorção na rede cristalina da matriz martensítica, que é proporcional à fração volumétrica dos precipitados. Os fatores amolecedores incluem a coalescência dos precipitados, mudanças nas subestruturas da martensita e reversão da

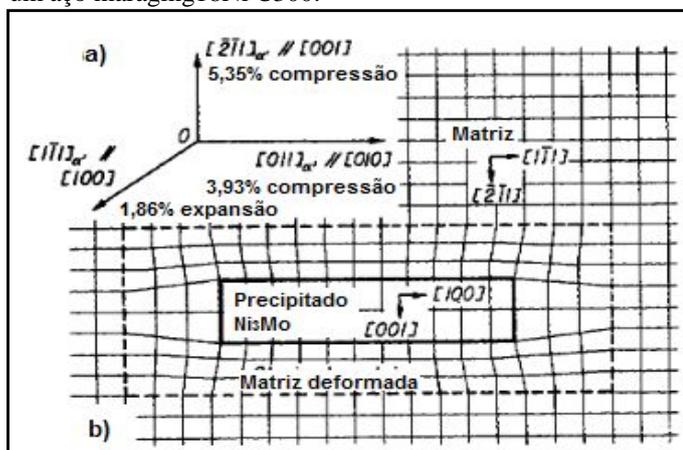
austenita, que impõe um menor grau de restrição à movimentação das discordâncias em relação à martensita [20].

Embora muitos estudos tenham sido focados em entender o que acontece durante as reações de endurecimento durante o envelhecimento, a exata natureza do processo de precipitação é ainda, em larga escala, não entendida. Isso é devido à alta densidade de precipitados extremamente finos e dispersos em uma matriz martensítica. Desta forma, diferentes resultados têm sido reportados na literatura, até mesmo para um mesmo material, sujeito aos mesmos tratamentos térmicos. A similaridade dos padrões de difração entre os diferentes precipitados possíveis torna sua identificação difícil de ser obtida com o uso de uma única técnica. Muitas técnicas vêm sendo aplicadas ao longo dos anos para essa identificação, entre elas: microscopia eletrônica de transmissão, espectroscopia Mossbauer, difração de raios -X, difração de nêutrons, resistividade elétrica, dentre outras [36].

As fases precipitadas normalmente identificadas para envelhecimentos na faixa de temperatura de 450 – 600 °C, precipitadas nas discordâncias da matriz martensítica são: Ni_3Mo , $-\text{Ni}_3\text{Ti}$, Fe_2Mo , Fe_2Ti , $-\text{FeMo}$ e $-\text{FeTi}$ [12]. A Tabela 2 apresenta os dados sobre as estruturas cristalográficas dos precipitados citados [20].

Dos precipitados intermetálicos contendo molibdênio, o mais frequentemente observado em aços maraging 18Ni é o Ni_3Mo . A relação de orientação entre o Ni_3Mo ortorrômbico e a matriz martensítica cúbica de corpo centrado, tem sido descrita como: $(010)_{\text{Ni}_3\text{Mo}} // (011)$ e $[100]_{\text{Ni}_3\text{Mo}} // [111]$, isto é, o plano compacto e a direção nos precipitados, são paralelos aos da matriz [37]. A 14 ilustra esquematicamente a distorção da matriz ao redor da partícula precipitada de Ni_3Mo [37].

Figura 14 - Representação esquemática de uma distorção na rede cristalina da matriz causada por um precipitado Ni_3Mo em um aço maraging 18Ni C300.



Fonte: Adaptado de [37].

Segundo Magnée *et al* (1974), as partículas de Ni_3Mo precipitadas em um envelhecimento a $480\text{ }^\circ\text{C}$, durante várias horas, é metaestável e, após um tempo suficientemente longo e/ou elevadas temperaturas (até atingir condição suficiente de difusão), é decomposto em outros componentes mais estáveis, como Fe_2Mo ou uma das fases . Isso ocorre devido a um melhor ajuste entre a rede cristalina do Ni_3Mo e a matriz CCC, que se não houver condição difusiva suficiente, possibilita a precipitação inicial do componente metaestável; no entanto seu crescimento pode ser bloqueado pelo aumento das tensões de coerência, que atuam como energia de ativação, e podem favorecer a nucleação dos compostos de equilíbrio [12].

Outra tendência dos compostos contendo molibdênio é a precipitação de fases Fe_2Mo Laves, $\mu\text{-Fe}_7\text{Mo}_6$ ou -FeMo . A precipitação desses compostos (pelo menos os A_2B e A_7B_6) é aparentemente favorecida por baixas quantidades de níquel ou níquel + cobalto, ou por altas quantidades de molibdênio. Os aços maraging C300 não precipitam comumente esses compostos [13].

O $\text{-Ni}_3\text{Ti}$ é o precipitado rico em titânio mais frequentemente observado em aços maraging, embora a fase seja ocasionalmente reportada. É também possível que algum titânio se combine com molibdênio e precipite na forma $\text{Ni}_3(\text{Mo},\text{Ti})$. Na verdade, a literatura mostra que os precipitados não apresentam rigorosamente as relações estequiométricas previstas na Tabela 2. Eles apresentam grandes quantidades de ferro e, algumas vezes, pequenas quantidades de outros elementos. O precipitado Ni_3Mo pode apresentar, por exemplo, a composição Ni_2FeMo [38]. Eles apresentam grandes quantidades de ferro e, algumas vezes, pequenas quantidades de outros elementos. O precipitado Ni_3Mo pode apresentar, por exemplo, a composição Ni_2FeMo [38].

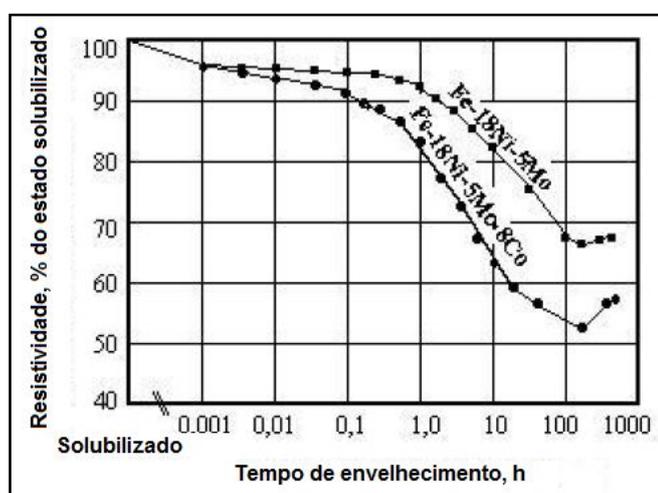
Tabela 2 - Dados cristalográficos das fases precipitadas mais comuns em aços maraging.

Fase	Estequiometria	Estrutura Cristalina	Parâmetros de rede
Fe_2Mo	A_2B	Hexagonal	$a= 4,74\text{ \AA}$, $c= 7,73\text{ \AA}$ $a= 4,745\text{ \AA}$, $c= 7,754\text{ \AA}$.
FeMo	AB	Tetragonal	$a= 9,218\text{ \AA}$, $c= 4,813\text{ \AA}$
$\text{Ni}_3(\text{Mo}, \text{Ti})$	A_3B	Hexagonal	$a= 5,101\text{ \AA}$, $c= 8,307\text{ \AA}$
Ni_3Mo	A_3B	Ortorrômbico	$a= 5,064\text{ \AA}$, $b= 4,224\text{ \AA}$ $c= 4,448\text{ \AA}$

Fonte: Adaptado de [16] apud [21].

O cobalto não é relatado precipitar diretamente nos aços maraging, mas exibe um papel preponderante no processo de endurecimento dessas ligas. Medidas de resistividade elétrica mostram que o principal efeito do cobalto é diminuir a solubilidade do molibdênio na matriz martensítica, aumentando assim a disponibilidade desse elemento para reagir com outros e formar compostos aptos a precipitar [12]. A adição de cobalto pode também alterar a estrutura das discordâncias da matriz martensítica, para promover locais de nucleação mais numerosos e uniformemente distribuídos para precipitação [38]. A Figura 15 apresenta a influência da presença do cobalto na resistividade elétrica de duas ligas de aço maraging 18 Ni.

Figura 15 - Influência da presença de cobalto na resistividade elétrica durante envelhecimento de duas ligas Fe-18Ni.



Fonte: Adaptado de [12].

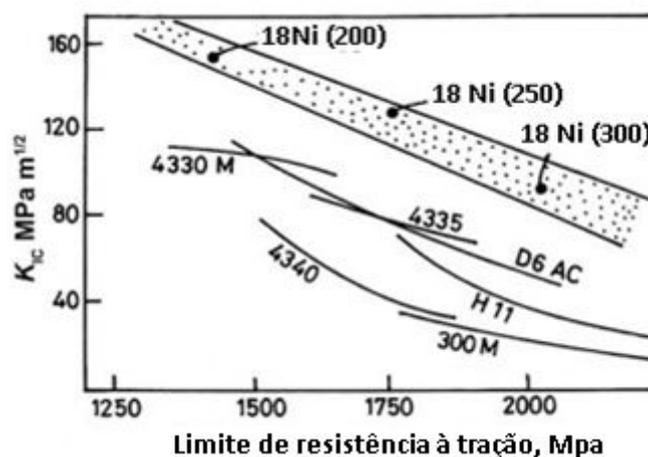
Os precipitados formados no envelhecimento têm como locais preferenciais de nucleação, as discordâncias presentes nos contornos de ripas da matriz martensítica. Em geral, esses precipitados são uniformemente distribuídos e zonas livres de precipitados ou coalescência de precipitados, não são normalmente observadas. Sem dúvida, a estrutura de discordâncias presente nos contornos de ripas da martensita não é muito útil na promoção de uma nucleação praticamente uniforme dos precipitados. Os precipitados são normalmente coerentes com a matriz martensítica e, em muitos casos, campos de deformação são encontrados ao redor das partículas. Uma observação interessante é que a orientação preferencial dos precipitados pode ser consequência da orientação das discordâncias dentro da matriz martensítica [39].

3.3 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas que são obtidas pelos aços maraging dependem da sua composição e da especificação do tratamento térmico ao qual serão submetidos. Para as classes comerciais de aços maraging e, considerando seu tratamento térmico padrão com uma solubilização de 1h na temperatura de 820 °C, seguido de envelhecimento a 480 ° por 3h, observa-se resultados de propriedades mecânicas distintas, devido às diferenças em composição química entre as classes. Para aplicações especiais, podem ser adotadas variações na temperatura e/ou tempo de envelhecimento para se atingir as propriedades desejadas [40].

Os aços maraging apresentam um conjunto de características e propriedades ótimas que colocam esse material na vanguarda dos aços de elevada resistência. Elevada resistência em temperatura ambiente obtida por tratamentos térmicos simples, que produzem distorções mínimas; tenacidade à fratura superior, ao ser comparado com a de outros aços ligados, sujeitos a endurecimento por têmpera (como pode ser observado na Figura 16); baixo carbono, que previne problemas de descarbonização; fácil fabricação e boa soldabilidade. Todas essas características juntas fazem dos aços maraging ótimas opções para aplicações especiais [41].

Figura 16 - Relação resistência / tenacidade para vários aços de elevada resistência.



Fonte: adaptado de [41].

3.3.1 Propriedades dos aços maraging

3.3.1.1 Propriedades elásticas

As propriedades mecânicas dos aços maraging são fortemente afetadas pela

pureza das matérias primas e pelos processos de fabricação adotados para sua produção. Em particular, os níveis de carbono, enxofre e nitrogênio devem ser cuidadosamente controlados para prevenir uma prejudicial precipitação de compostos intermetálicos nos contornos de grão da austenita primária. Esse tipo de fragilização de contorno de grão pode ser reduzido significativamente através de pequenas adições de magnésio. Nos aços maraging C300 é necessário restringir os níveis de carbono a menos que 0,005%, para uma melhora na ductilidade e tenacidade. A via de produção *VIM/VAR*, como já descrito anteriormente, contribui substancialmente para a melhoria da ductilidade e tenacidade, uma vez que promove uma maior homogeneização dos componentes na liga [41].

As propriedades mecânicas dos aços maraging são também profundamente dependentes do histórico de tratamentos termo-mecânicos aos quais foram submetidos. As ligas que precisam ser usinadas e/ou deformadas a frio, são tratadas apenas para a solubilização. Os materiais são fornecidos geralmente na condição solubilizada a 820 °C, arrefecido ao ar. O arrefecimento ao ar após essa temperatura é suficiente para desenvolver uma estrutura totalmente martensítica em materiais com percentual de carbono extra baixo, como é o caso dos aços maraging. No entanto, o arrefecimento em água pode ser usado em alguns casos [42].

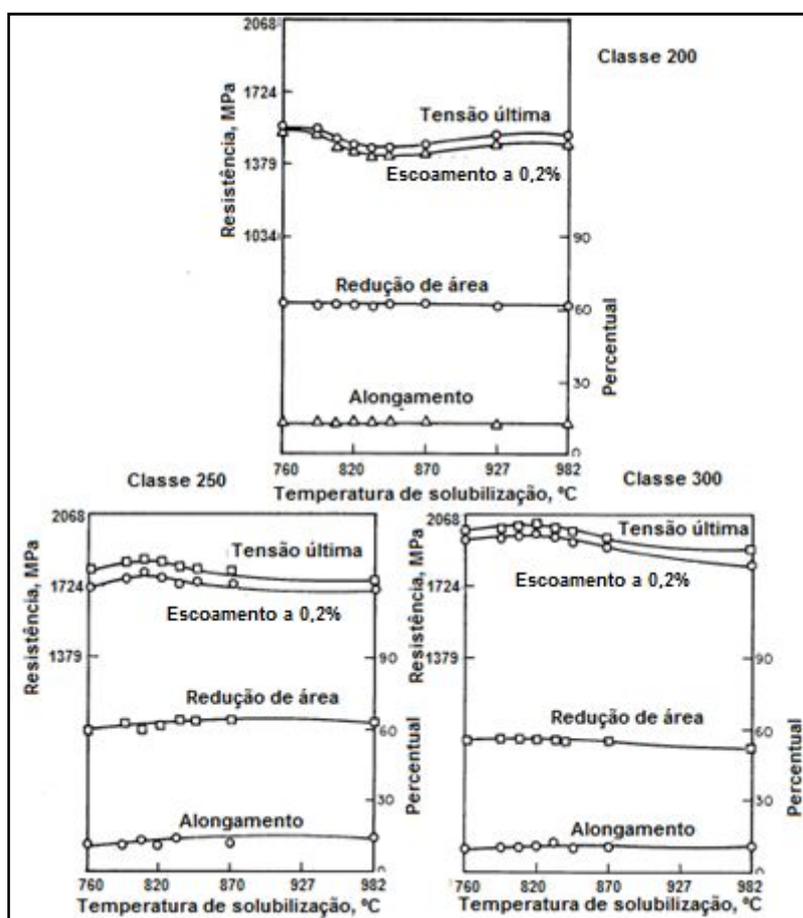
É importante lembrar que o tratamento de solubilização usual para aços maraging é de 820 °C por 1h para as classes 200, 250 e 300. Esta temperatura foi escolhida após vários estudos durante o desenvolvimento desses aços. A Figura 17 apresenta os principais resultados para as propriedades mecânicas dessas ligas na condição solubilizada. Esses dados indicam que alguma variação na temperatura de solubilização pode ser tolerada sem modificação significativa nas propriedades [43].

Os valores ótimos usuais para as propriedades mecânicas dos aços maraging, são obtidos após tratamento térmico de envelhecimento (normalmente a 480 °C por 3h), onde são obtidos os picos para os valores das propriedades mecânicas para as classes 200, 250 e 300. No entanto, para algumas situações, podem ser adotados outros parâmetros de tratamentos térmicos, que forneçam propriedades específicas ajustadas a determinadas necessidades de aplicações. Para algumas composições de maraging, a máxima resistência pode vir de envelhecimentos a 450 ou 510 °C.

Para a classe 350, por exemplo, o tratamento padrão consiste em solubilizações em temperaturas que vão de 760°C ou 800 °C a 830 °C por 1h e temperaturas de envelhecimento na faixa de 496°C a 510 °C por 3h. É possível ainda, um tratamento de envelhecimento alternativo de 480 °C por um tempo de 6h à 12h. O efeito da temperatura de

envelhecimento nas propriedades mecânicas para os aços maraging das classes 200, 250 e 300 é apresentado na Figura 18 [43].

Figura 17 - Efeito da temperatura de solubilização nas propriedades de tração dos aços maraging classes 200, 250 e 300, após solubilização por 30 min.

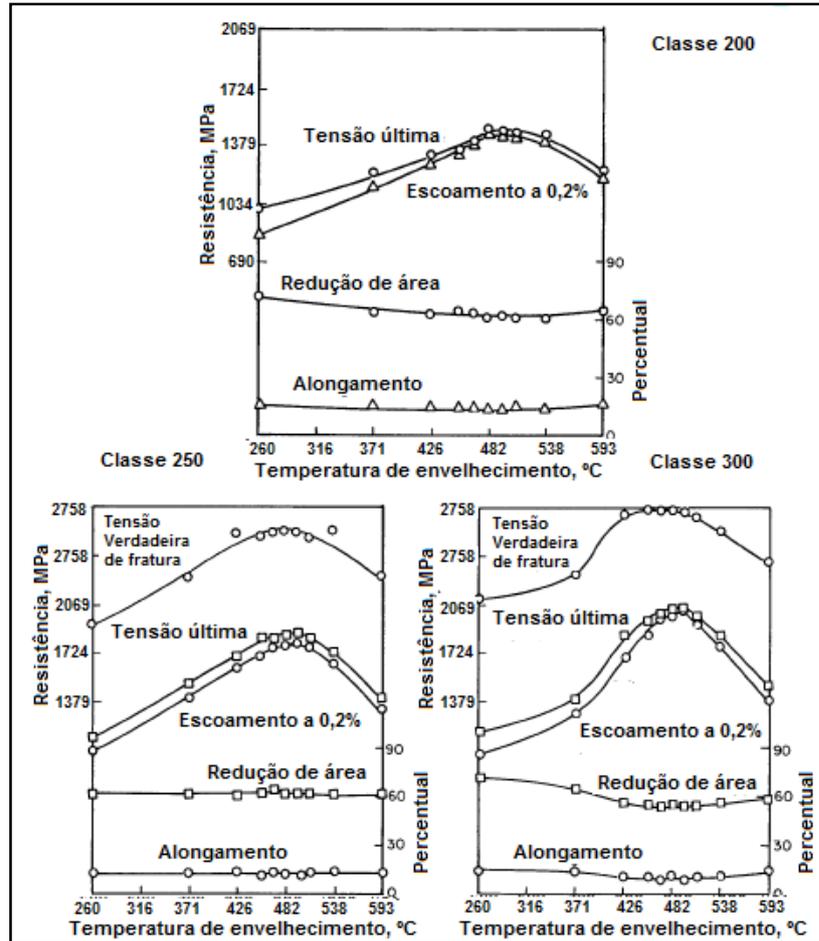


Fonte: Adaptado de [43].

A habilidade das ligas metálicas de resistir à rápida propagação de uma trinca instável, originada de uma imperfeição (fratura de características frágeis), particularmente em materiais de elevada resistência, é de grande importância na avaliação de sua aplicação em engenharia. Assim como em outras ligas de alta resistência, vários métodos têm sido empregados para avaliar as características de fratura dos aços maraging.

O ensaio de impacto é talvez a técnica mais utilizada para o estudo da tenacidade dos materiais, principalmente quando realizada em diferentes temperaturas, com o intuito de avaliar as mudanças na absorção de energia para o estudo da transição dúctil – frágil. No caso dos aços maraging, a queda dos valores de energia absorvida com a diminuição da temperatura de ensaio é pequena e gradual, com boa tenacidade, sendo retida em baixas temperaturas, como pode ser visto na Figura 19 [7].

Figura 18 - Efeito da temperatura de envelhecimento nas propriedades de tração de aços maraging das classes 200, 250 e 300, após solubilização a 820 °C por 30 min e envelhecidos por 3h na temperatura indicada.



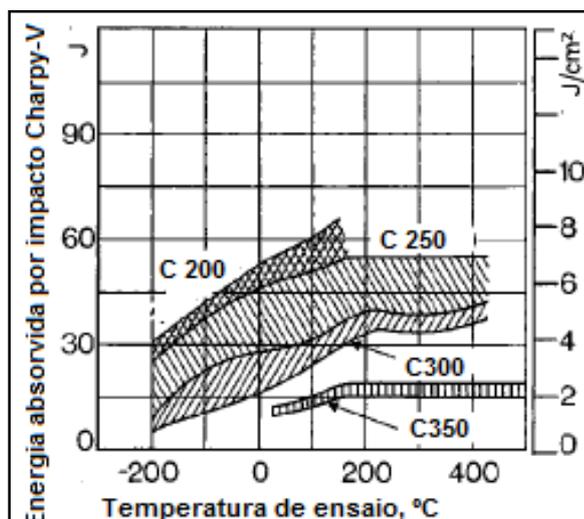
Fonte: Adaptado de [43].

Essa ausência de uma transição abrupta na absorção de energia no impacto com a queda da temperatura de ensaio é uma significativa medida da relativa alta resistência desses aços à propagação de uma fratura instável.

Dureza mecânica e propriedades de tração são os parâmetros usualmente adotados para exprimir resistência mecânica. A Tabela 3 apresenta um quadro resumo com os principais parâmetros de tração e dureza para as classes 200, 250 e 300 dos aços maraging 18Ni [12].

A Figura 20 apresenta as curvas-padrão para o ensaio de tração à temperatura ambiente dos aços maraging 18 Ni classes 250, 300 e 350. É possível notar como característica desses materiais, que o escoamento plástico ocorre em tensões da ordem de 95% da tensão última de resistência.

Figura 19 - Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da temperatura de teste.



Fonte: Adaptado de [7].

Tabela 3: Propriedades de resistência mecânica para aços maraging 18Ni em temperatura ambiente, solubilizados a 820 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.

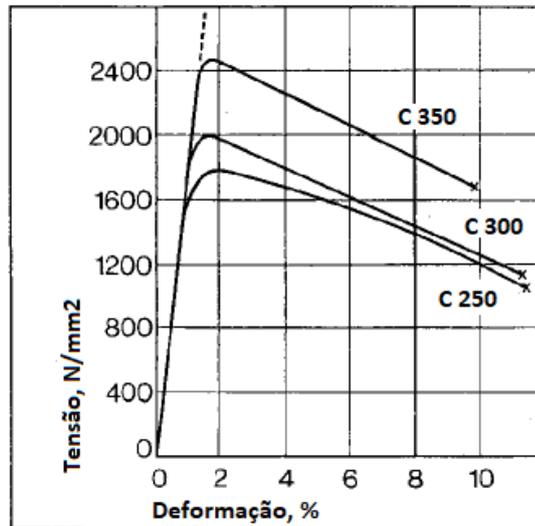
Material	Tensão última de resistência (MN/m ²)	Tensão de escoamento a 0,2% (MN/m ²)	Alongamento (%)	Redução de área (%)	Dureza Rockwell C (HRC)
18Ni (C200)	1345 – 1585	1310 – 1550	6 – 12	35 – 67	44 – 48
18Ni (C250)	1690 – 1860	1655 – 1825	6 – 10	35 – 60	48 – 50
18Ni (C300)	1825 – 2105	1790 – 2070	5 – 10	30 – 50	51 – 55

Fonte: Adaptado de [12].

Os valores comparativos entre o resultado do ensaio de tração convencional (*TS – Tensile Strength*) e o ensaio de tração com entalhe (*NTS – Notch Tensile Strength*) dão uma ótima noção sobre a ductilidade dos materiais metálicos. No caso dos aços maraging 18Ni são observadas elevadas razões entre a resistência à tração com entalhe e a resistência à tração convencional. Esse resultado é inalcançável em aços convencionais com os mesmos níveis de elevada resistência, o que se caracteriza uma grande vantagem para os maraging.

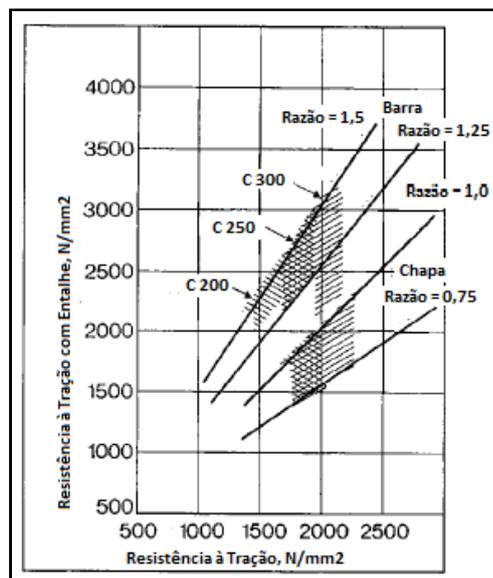
A Figura 21 apresenta dados para aços maraging 18Ni submetidos aos ensaios de tração com entalhe e convencional, em barras e chapas finas. Em geral, ensaios em corpos de prova longitudinais retirados de barras, apresentam a razão *NTS/TS* de 1,5. Os valores para a razão *NTS/TS* para corpos de prova retirados de chapas finas ficam em torno de 1,0 [43].

Figura 20 - Curvas tensão x deformação típicas para aços maraging classes 250, 300 e 350 em seus respectivos tratamentos térmicos padrão.



Fonte: Adaptado de [7].

Figura 21- Razão de resistência entre tração com entalhe e tração convencional de aços maraging (solubilizados a 820 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h) na forma de barras e chapas finas.



Fonte: Adaptado de [43].

A tenacidade à fratura superior dos aços maraging em relação aos aços de baixa liga (como AISI 4340) é atribuível ao tamanho mais fino dos precipitados intermetálicos, promovendo o aumento da resistência à fratura, em comparação com os carbonetos de aços baixa-liga temperados e revenidos. A fratura em ambos os casos ocorre por nucleação, crescimento e coalescência de vazios. Os vazios podem nuclear a partir da fratura de inclusões

de Ti(C, N) em aços maraging e nas interfaces entre as inclusões de MnS e a matriz em aços AISI 4340. No entanto, a diferença crítica está relacionada ao crescimento dos vazios e coalescência.

A fratura de carbonetos grosseiros ajuda na ligação de grandes vazios em aços de baixa liga, enquanto em aços maraging, os vazios primários crescem até causar coalescência e fratura final [44].

Desta forma, os precipitados Ti(C, N) possuem grande influência na tenacidade à fratura dos aços maraging. Malakondaiah *et al* (1997) propuseram um tratamento térmico alternativo para o aço maraging 250, com um pré-tratamento de solubilização ocorrendo a 950 °C por 1h, antes do tratamento térmico convencional (solubilização a 820 °C por 1h e envelhecimento a 480 °C por 3h), para dissolver (total ou parcialmente) os precipitados de Ti(C,N) e então, promover uma têmpera para “congelar” a microestrutura. O resultado obtido com o pré-tratamento foi um aumento em cerca de 40% nos valores para a tenacidade à fratura. Tratamentos de solubilização em temperaturas maiores (>1000 °C) promovem dissolução dos carbonetos e elevação da tenacidade à fratura [44].

3.3.2 Caracterização das propriedades mecânicas

3.3.2.1 Caracterização da ductilidade/tenacidade

3.3.2.1.1 Sensibilidade ao entalhe, (NTS)

A introdução de um entalhe em um corpo de prova ou componente de máquina resulta em concentração de tensões, um estado triaxial de tensões e diminuição da ductilidade. O principal efeito em corpos de prova cilíndricos para ensaio de tração está relacionado ao papel do estado triaxial de tensões na restrição do fluxo plástico, promovendo uma transição dúctil – frágil em aços na temperatura ambiente.

O aumento observado na resistência à tração e a diminuição na ductilidade são atribuídos à presença de tensões transversais (e assim gerando um campo de triaxialidade), cuja magnitude aumenta com o raio e profundidade do entalhe. No entanto, a sensibilidade ao entalhe não se configura como sendo uma propriedade intrínseca dos materiais, mas irá variar tanto com as propriedades dos materiais (como ductilidade e capacidade de endurecimento por deformação), como com a geometria [45].

A tendência de diminuição da ductilidade na presença de um estado triaxial de tensões e grandes gradientes de tensão é frequentemente denominada de “sensibilidade ao

entalhe”, e o material é classificado como sensível ao entalhe ou frágil ao entalhe, se sua razão de resistência ao entalhe (*NSR – Notch Strength Ratio*) é menor do que 1. O *NSR* consiste na razão entre a tensão de resistência do corpo de prova entalhado (*NTS*) e a tensão de resistência no ensaio de tração convencional (R_m), como na Equação 2 [45].

Equação 2 - Razão de resistência ao entalhe (*NSR*).

$$NSR = \frac{NTS}{R_m}$$

$$NSR = \text{Razão de resistência ao entalhe} \begin{cases} > 1, & \text{Enrijecimento ao entalhe} \\ < 1, & \text{Fragilização ao entalhe} \end{cases}$$

Fonte: Retirado de [45].

Para o caso específico de aços de elevada resistência, condições suficientemente dúcteis são encontradas para valores acima de *NSR* de 1,5. Valores de *NSR* menores que 1,5 indicam fragilidade ao entalhe para esses aços. É bem conhecido que o estado de tensões pode afetar a ductilidade dos materiais. Essa relação pode ser descrita explicitamente com a afirmação de que o estado triaxial de tensões de tração tende a reduzir a ductilidade na fratura. O estado de tensões compressivas tende no sentido oposto para a ductilidade [46].

Uma medida do grau de efetividade do campo de tensões triaxiais é dada pelo fator de triaxialidade (*TF – Triaxiality Factor*), que pode ser definido como (Equação 3):

Equação 3 - Fator de triaxialidade.

$$TF = \frac{\sqrt{2}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)}{[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2]^{1/2}} \approx \frac{3\sigma_m}{\bar{\sigma}}$$

Fonte: Retirado de [45].

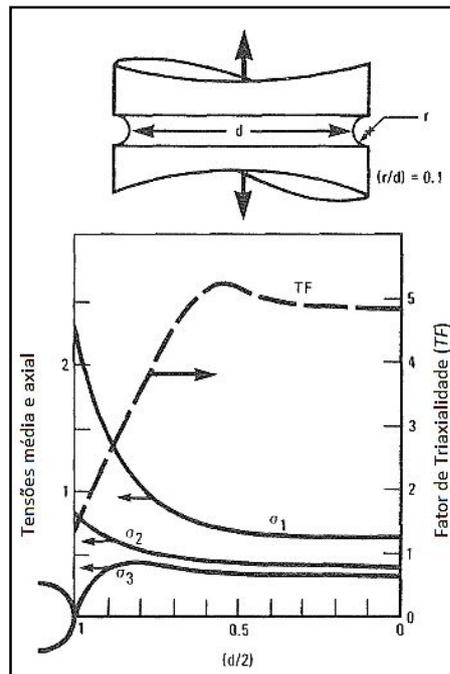
Com σ_1 , σ_2 e σ_3 sendo as tensões principais, σ_m a tensão média e $\bar{\sigma}$ a tensão efetiva.

Para ilustrar como o estado de tensões triaxial se desenvolve em corpos de prova entalhados, considere a Figura 22, onde se observa um corpo de prova cilíndrico entalhado submetido a esforço de tração e suas tensões radial, axial e circunferencial, com o fator de triaxialidade associado [45]. Sob carregamento de tração, um pequeno volume de material altamente tensionado perto do entalhe, tende a deformar plasticamente a uma carga menor que o material nas regiões de maior diâmetro. A maior parte do material menos tensionado, longe

do entalhe, restringe o fluxo plástico e impede a distorção radial que acompanha a tensão axial ("efeito Poisson"), e um estado triaxial de tensões é desenvolvido. Esta restrição ao fluxo plástico contribui para a ductilidade reduzida, medida em corpos de prova entalhados na fratura [45].

Como o “estado de ductilidade” de um material é reduzido com a elevação do grau de triaxialidade (por exemplo, devido a entalhes) ou condições de operação fragilizantes (como irradiação de neutrons de alta energia, condições ambientais corrosivas e temperaturas criogênicas), é alcançado um ponto, após o qual pode ser necessário limitar a máxima tensão para se evitar falhas frágeis. Baseado no padrão de fragilização ao entalhe e baixos valores de ductilidade observados no gráfico da Figura 22, verifica-se a relação estreita entre o grau de triaxialidade e a ductilidade na fratura.

Figura 22 - Variação no estado de tensões (elasticamente calculado) através de um corpo de prova cilíndrico entalhado sob esforço de tração.

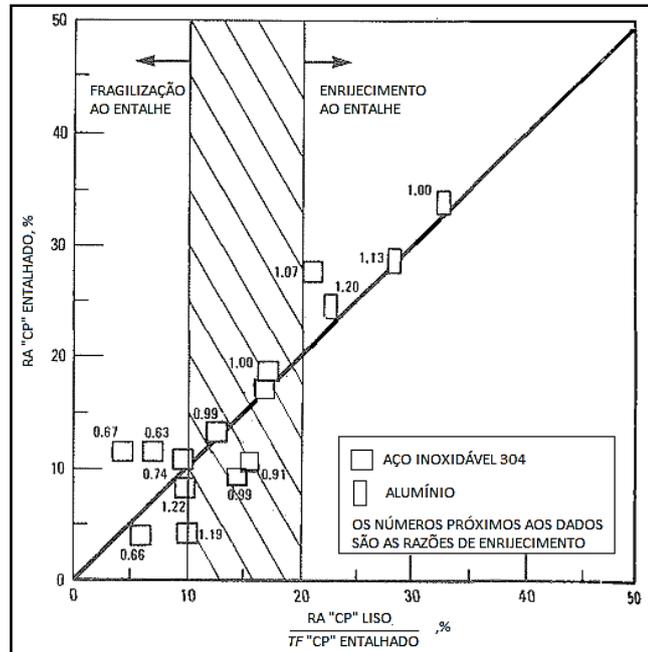


Fonte: Adaptado de [47]

A Figura 23 apresenta, embora com alguma dispersão nos dados, que não ocorre fragilização ao entalhe quando a razão entre redução de área no ensaio de tração convencional e o fator de triaxialidade maior do que 20 ($RA/TF > 20\%$). Por outro lado, existe uma sensibilidade ao entalhe para razões $RA/TF < 10\%$ e todas as falhas são caracterizadas como frágeis de qualquer tipo (intergranular ou clivagem). No intervalo entre $10\% < RA/TF < 20\%$,

a sensibilidade ao entalhe é indeterminada [45].

Figura 23 - Redução em área para corpos de prova entalhados *versus* redução em área do correspondente corpo de prova em tração convencional dividido pelo fator de triaxialidade de corpos de prova entalhados.



Fonte: Adaptado de [45]

3.3.2.1.2. Tenacidade à Fratura, (K_{IC})

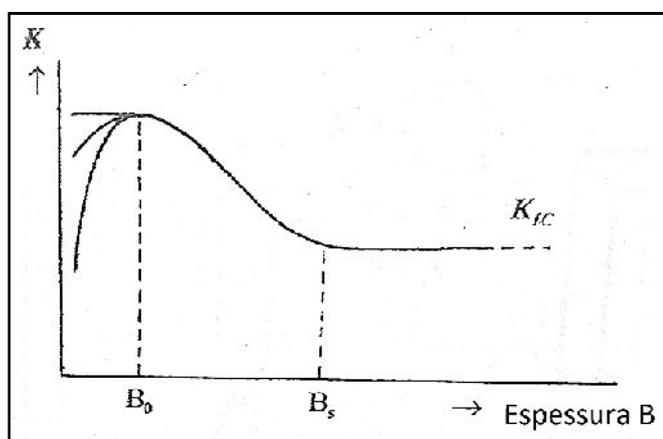
Componentes metálicos com tenacidade limitada podem suportar cargas até a tensão de escoamento caso possuam uma estrutura suficientemente livre de defeitos. Para que uma falha aconteça, devem existir trincas ou qualquer tipo de descontinuidades nocivas de tamanho suficiente (pré existentes ou desenvolvidas), para ocorrer uma fratura instável em uma tensão abaixo da tensão de escoamento em ensaio de tração. A mecânica fornece um meio de determinar a relação quantitativa entre tamanho da trinca, o campo de tensões elásticas em torno da trinca e as propriedades de fratura do material [48].

O parâmetro de controle que representa o efeito combinado das dimensões da trinca e o campo de tensões na ponta da trinca é o “K”, fator de intensidade de tensões. Na propagação de trincas, à medida que a tensão aumenta, a trinca primeiro crescerá de forma estável, até atingir um tamanho crítico determinado pela tenacidade do material, quando então iniciará um crescimento rápido e instável da trinca até a fratura final. O fator de intensidade de tensão no início da propagação rápida da trinca é tomado como uma medida da tenacidade à fratura do material [49]

Sob condições onde o material é relativamente dúctil, K_c é o fator de controle na determinação de sua tenacidade à fratura. Para um dado material, K_c varia com a geometria da peça, o estado de tensões e a temperatura. K_c tende a assumir um valor mínimo à medida que a espessura aumenta e a temperatura diminui. O valor mínimo é chamado tenacidade à fratura em deformação plana, K_{Ic} , e é associado ao modo frágil de propagação rápida da trinca.

A Figura 24 apresenta uma representação gráfica desse fenômeno. O valor de K_{Ic} é de grande importância prática na avaliação da tenacidade de materiais de elevada resistência. Quando o fator de intensidade de tensões atinge o valor de K_{Ic} , o crescimento estável e lento da trinca é seguido de um crescimento rápido e instável da trinca e fratura frágil.

Figura 24 - Tenacidade em função da espessura.



Fonte: Adaptado de [48].

A principal importância prática do uso de K_{Ic} é para o cálculo das dimensões críticas das fissuras presentes, abaixo da qual o material pode ser usado sem risco de propagação instável de trincas e conseqüentes falhas catastróficas. Assim, é muito útil na determinação da tensão de projeto permissível para impedir a propagação de falhas mínimas detectáveis por inspeção industrial [48].

3.3.3. O “Estado da Arte” do Aumento da Tenacidade dos Aços Maraging 18Ni

Durante os últimos 40 anos têm sido obtido muito progresso no desenvolvimento aços de elevada resistência com melhor tenacidade à fratura que seus antecessores. A obtenção de aços com elevada resistência não tem sido particularmente difícil, mas a aplicação segura e eficiente desses aços de elevada resistência, requer usualmente um aumento concomitante de resistência e tenacidade para se evitar falhas catastróficas. A busca por mecanismos de elevação da tenacidade desses aços de elevada e ultra-alta resistência, não

tem sido tarefa simples, desde que tem sido observada historicamente a tendência de diminuição da tenacidade com o aumento da resistência mecânica. Para se solucionar essa aparente ambigüidade, deve-se investigar [50] [51] [52]:

- As inter-relações entre microestrutura, resistência e tenacidade;
- Fenômenos de fragilização;
- Efeitos deletérios de elementos residuais ou impurezas;
- Mecanismos de endurecimento e;
- Micro-mecanismos de propagação de trincas.

Nos aços maraging especificamente, um dos fatores citados acima possui especial importância: A precipitação compostos de titânio nos contornos de grão da austenita primária favorecem a diminuição da tenacidade à fratura desses aços. Arabi *et al*, realizaram um estudo sobre o efeito da quantidade de Ti na formação de inclusões e nas propriedades mecânicas dos aços maraging C300. Neste trabalho os autores identificaram que a precipitação de Ti(C,N) nos contornos de grão da austenita primária, causada pelo aumento das quantidades de Ti na liga, provocaram a diminuição da energia de impacto associada ao ensaio Charpy, como pode ser observado na Tabela 4. Os autores constataram também uma tendência à transição do modo de fratura, de dúctil para frágil em quantidade de Ti superiores a 1,5% [53].

Tabela 4 - Energia de impacto Charpy em função da quantidade de Ti nos aços maraging C300.

Energia de Impacto Charpy (J)	17	15,9	14	11	10,5	6	4
Quantidade de Ti (%p)	0,68	0,71	0,79	1,04	1,07	1,48	1,96

Fonte: Adaptado de [53].

O principal fenômeno de fragilização é causado pelo hidrogênio (*hydrogen embrittlement – HE*). Esse fenômeno pode ser influenciado pela temperatura de solubilização, uma vez que esta se relaciona diretamente com o tamanho do grão da austenita prévia e que uma estrutura grosseira exibe maior susceptibilidade à fragilização por hidrogênio em aços de elevada resistência.

Tsay *et al* estudaram a *HE* em aços maraging 250, com a análise da sensibilidade ao entalhe por tração através do ensaio de resistência à tração com entalhe, *NTS*. O material usado no estudo foi solubilizado a 820 e 1040 °C por 40 min, com e sem envelhecimento (482 °C / 4h). Para se investigar o efeito ambiental na deterioração do *NTS*, os corpos de prova entalhados foram colocados em um reator de aço inoxidável com atmosferas de H₂ e H₂S

(2atm). A suscetibilidade à HE foi medida pelo percentual de perda em NTS para cada atmosfera, de acordo com Equação 4[54].

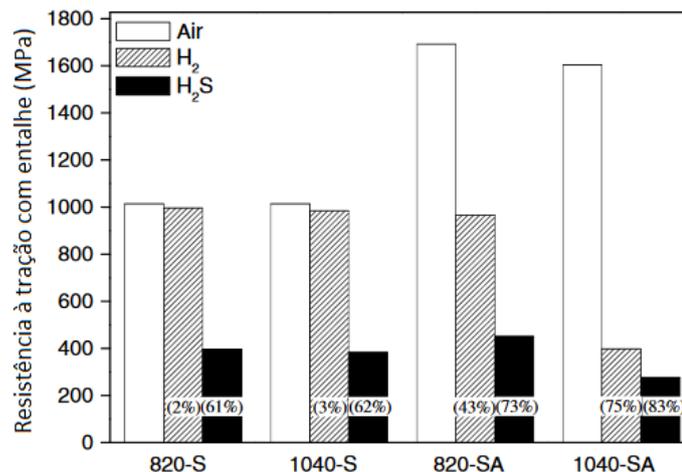
Equação 4 - Perda percentual de NTS.

$$\text{Perda NTS(\%)} = \frac{\text{NTS}(\text{noar}) - \text{NTS}(\text{emH}_2\text{ouH}_2\text{S})}{\text{NTS}(\text{noar})}$$

Fonte: Adaptado de [54];

Pode ser observado na Figura 25, nas amostras solubilizadas a 820 °C (820-S) e a 1040 °C (1040-S) o tamanho de grão não mostrou grande influência sobre o comportamento de NTS uma vez que o maraging na condição solubilizado apresenta grande ductilidade, só havendo diferenças com relação à atmosfera de encharque. Na condição de envelhecido o material apresenta elevada resistência mecânica e desta forma, além da influência da condição de encharque, os resultados de NTS apresentaram influências da temperatura de solubilização. Na condição 1040-SA constatou-se uma microestrutura com maior tamanho de grão austenítico prévio, apresentando uma menor área de contornos de grão e assim aumentando a concentração de H neles, o que contribui sensivelmente para a ocorrência de HE [54].

Figura 25 - Resistência à tração por entalhe (NTS) para espécimes testadas no ar, hidrogênio gasoso e saturadas em solução de H₂S. O percentual em parênteses se refere à perda de NTS em H₂ ou H₂S.



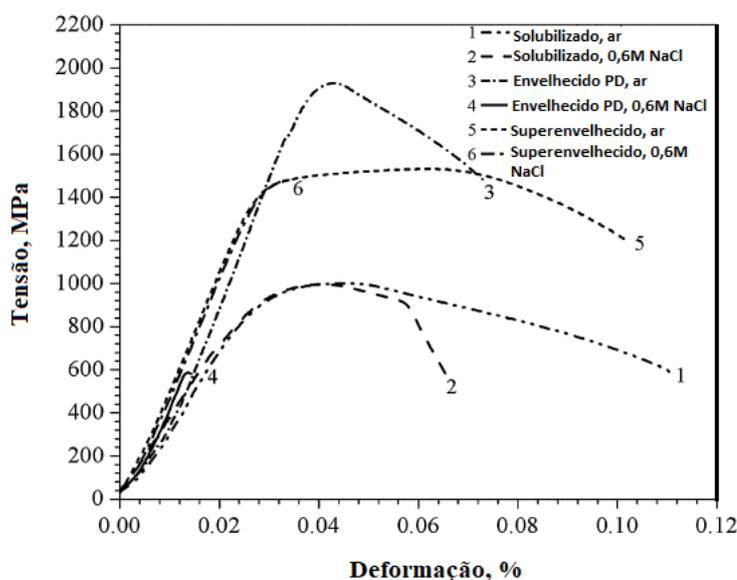
Fonte: Adaptado de [54].

Santos *et al* (2015) também estudaram o fenômeno da fragilização por hidrogênio para o aço maraging classe 300 nas condições: (i) Solubilizado, (ii) Envelhecido, (iii) Solubilizado e envelhecido no pico de dureza (PD), (iv) Solubilizado e super-envelhecido,

através do ensaio de baixa taxa de deformação (*Slow Strain Rate Test – SSRT*) para avaliar o trincamento induzido pelo Hidrogênio (*Hydrogen-Induced Cracking – HIC*).

Amostras de aço maraging C300 foram solubilizadas a 820 °C por 1 h e resfriadas ao ar e posteriormente envelhecidas em 480 e 570 °C por 3,10, 25 e 50 h, seguido novamente de resfriamento ao ar. Os resultados para os diagramas de tensão-deformação ao ar e em encharque de solução de 0,6 mol/l de NaCl (com 1,2 V_{SCE}) são apresentados na Figura 26. Os resultados mostram que para cada condição de tratamento térmico, as amostras submetidas à condição de encharque de hidrogênio apresentaram menor ductilidade e falha prematura. A maior tensão de resistência à tração foi obtida para a amostra solubilizada e envelhecida no pico de dureza, sem encharque de hidrogênio, como era de se esperar. A amostra super envelhecida apresentou menor resistência e maior tenacidade, devido à presença da fase austenita revertida [55].

Figura 26 - Curvas tensão-deformação SSRT de amostras solubilizadas e envelhecidas em diferentes condições ao ar e durante encharque de hidrogênio em 0,6 mol/l NaCl.



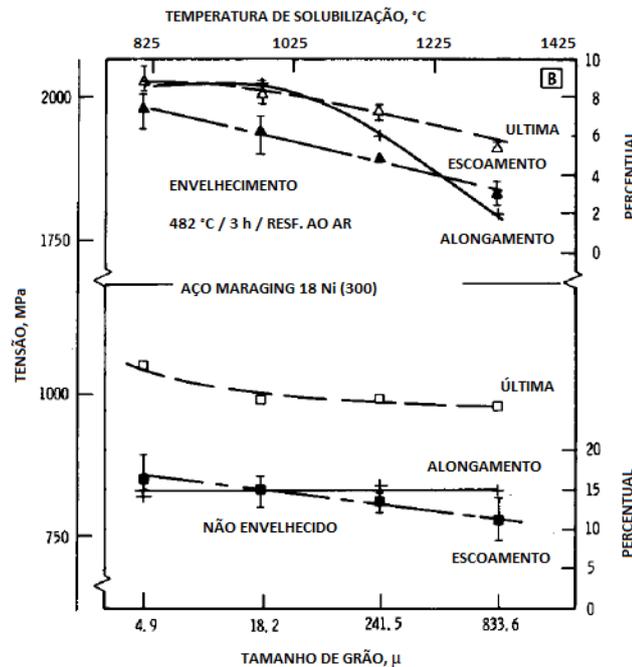
Fonte: Adaptado de [55].

Rack (1978) estudou a influência do tamanho de grão da austenita primária nas propriedades mecânicas dos aços maraging classes 250, 300 e 350. Rack observou que a relação de Hall-Petch é obedecida para todos os parâmetros de resistência mecânica avaliados independentemente das condições de tratamento térmico avaliadas. O experimento de Rack foi realizado com amostras de aço maraging das séries 250, 300 e 350, solubilizados nas temperaturas de 815, 981, 1148 e 1315 °C por 1 h. Posteriormente as amostras foram envelhecidas por 3 h nas temperaturas de 481 °C para as classes 250 e 300 e 510 °C para o

aço maraging classe 350. O autor concluiu que a morfologia da martensita formada em solubilizações em baixas temperaturas é do tipo placas e para as amostras solubilizadas em temperaturas mais elevadas a morfologia evolui para o tipo ripas.

O trabalho concluiu ainda que essa transição pode estar relacionada ao tamanho de grão da austenita primária. Essa alteração, no entanto, não parece influenciar nas propriedades ligadas à resistência mecânica dessas ligas, uma vez que os resultados mostrados na Figura 27 evidenciam que as amostras que apresentaram granulometria de austenita primária mais grosseira, tiveram valores mais baixos para resistência mecânica podendo apresentar falhas catastróficas envolvendo propagação de trincas intergranulares [56].

Figura 27 - Influência da temperatura de solubilização / tamanho de grão da austenita primária, nas propriedades de tração do aço maraging 18Ni classe 300.



Fonte: Adaptado de [56]

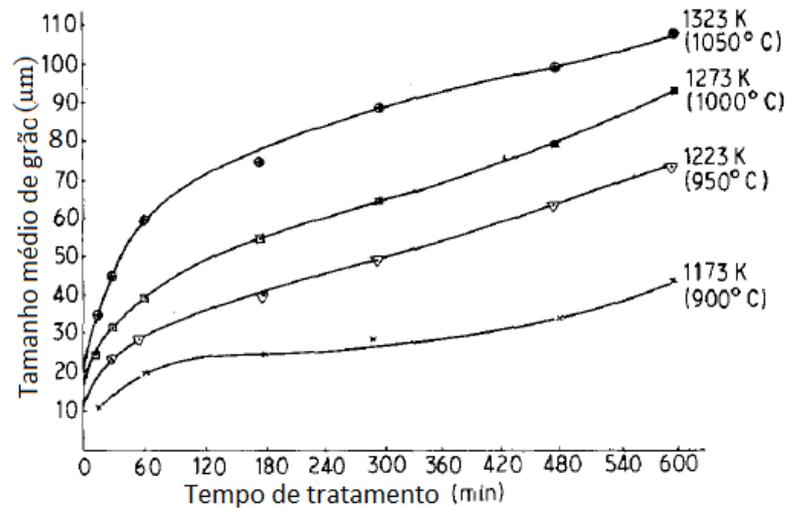
Sinha *et al* (1991) estudou a evolução do crescimento de grão austenítico prévio com o aumento da temperatura de solubilização. Para essa verificação, amostras de aço maraging 250 foram submetidas isotermicamente a 4 temperaturas de solubilização: 900, 950, 1000 e 1050° e vários tempos de tratamento, como mostrado na Figura 28.

Pode-se observar que a taxa de crescimento nos estágios iniciais e em baixas temperaturas é lenta, tornando bem rápida para temperaturas acima de 950 °C nos primeiros 60 min. Este efeito parece ser devido a um atraso na dissolução dos precipitados em temperaturas abaixo de 950 °C, o que se conclui que essa é a temperatura mínima para a

completa solubilização dos precipitados, em tempos curtos [57].

Comportamento similar também foi obtido para o aço maraging 18Ni por Liu *et al* (2007) em outro trabalho, onde os autores levantam a possibilidade de uma temperatura de solubilização mais elevada, ajudar na completa dissolução dos precipitados e favorecendo uma melhor distribuição destes, quando do envelhecimento com conseqüente melhoria das propriedades mecânicas [58].

Figura 28 - Comportamento isotérmico do crescimento de grão com o tempo de tratamento.

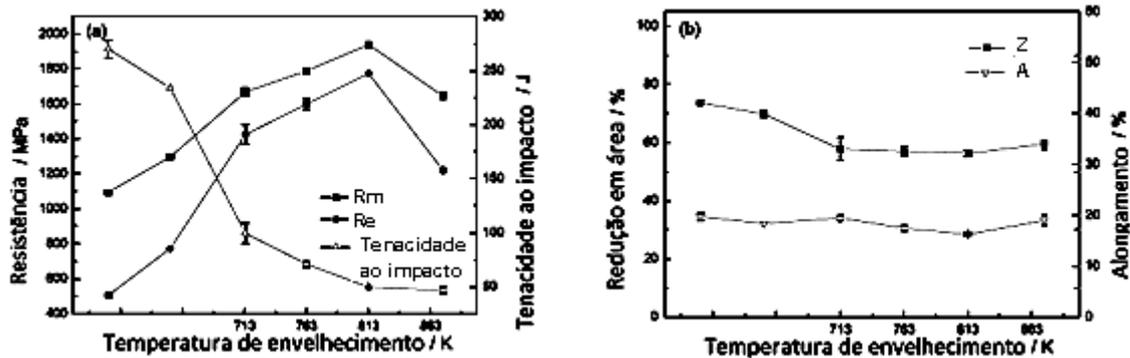


Fonte: Adaptado de [57].

A Figura 29 apresenta a relação entre a temperatura de envelhecimento (por 4 h) com a tensão de resistência à tração (R_m), resistência ao escoamento em 0,2% (R_e), redução de área (Z), alongamento (A) e tenacidade ao impacto. Podemos observar uma melhoria geral da resistência e uma diminuição da tenacidade com o aumento da temperatura de envelhecimento, o que deve ser verificado no desenvolvimento desta tese, uma vez que o aumento da temperatura de envelhecimento favorece o processo de reversão da austenita, melhorando assim o resultado de tenacidade, tornando os resultados encontrados por Liu *et al* (2007), inconsistentes [58].

Com o tratamento de envelhecimento ocorre a precipitação de compostos responsáveis pelo aumento da resistência mecânica e dureza dessas ligas. Vários são os precipitados possíveis e eles desenvolvem papéis diferentes e complementares no endurecimento por precipitação dos aços maraging.

Figura 29 - Efeito da temperatura de envelhecimento com as propriedades mecânicas de um aço maraging 18Ni.



Fonte: adaptado de [58].

Tavares *et al* (2017) compararam a influência do tamanho de grão da austenita primária na tenacidade para os aços maraging 300 e SAE 4340. As amostras de C300 foram solubilizadas (por 1h e arrefecidas em óleo) nas temperaturas de 820 °C (para gerar uma microestrutura refinada) e a 1150 °C (para produzir uma microestrutura grosseira).

Após a etapa de solubilização foram envelhecidos para diferentes níveis de resistência. As amostras de SAE 4340 foram austenitizadas a 860 e 1060 °C para a obtenção de diferentes tamanhos de grão austenítico primário. Os resultados das propriedades de tração e impacto para o aço maraging 300 são apresentados na Tabela 5 [59].

Tabela 5 - Propriedades de impacto e tração para o aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.

Amostra	Tensão escoamento (MPa)	Tensão Resistência à Tração (MPa)	Alongamento (%)	Redução de Área (%)	Dureza Vickers HV30	Energia Absorvida Impacto (J)
FG	1028	1105	14,2	70,6	328	80
FG-480-3	2119	2125	4,9	24,3	593	16
FG-600-4	1380	1454	10,0	38,8	475	14
CG	928	1002	14,3	76,4	318	145
CG-480-3	1764	1777	4,3	16,8	575	13
CG-600-4	1452	1577	5,3	27,8	490	13

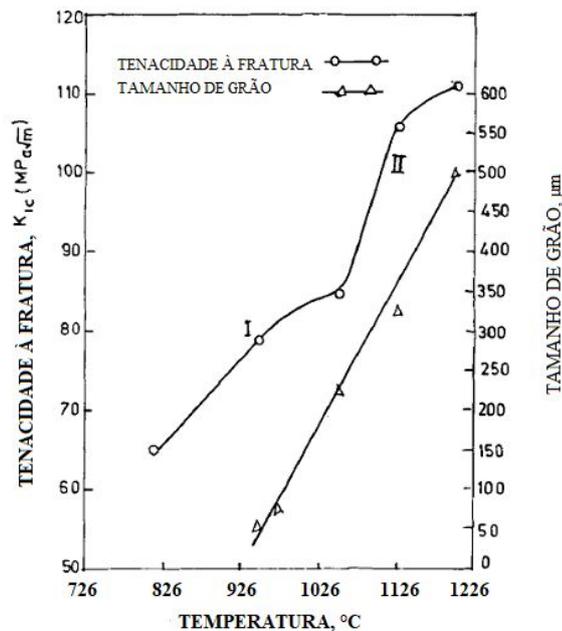
* (FG – solubilizada a 820 °C, FG-480-3 – solubilizada a 820 °C e envelhecida a 480 °C por 3h, FG-600-4 - solubilizada a 820 °C e envelhecida a 600 °C por 4h, CG - solubilizada a 1150 °C, CG-480-3 - solubilizada a 1150 °C e envelhecida a 480 °C por 3h e CG-600-4 - solubilizada a 1150 °C e envelhecida a 600 °C por 4h)

Fonte: Adaptado de [59].

Analisando os resultados se pode perceber que tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade ao impacto diminuíram com o aumento do tamanho de grão, quando analisadas nas mesmas condições de tratamento térmico. No entanto, devemos considerar que o resultado reflete apenas duas temperaturas (e extremas) e que a queda da resistência com o aumento do tamanho de grão é mais significativa que a diminuição da tenacidade ao impacto.

Um estudo mais aprofundado sobre a influência da temperatura de solubilização / tamanho de grão da austenita primária foi realizado por Sinha *et al* (1992) para o aço maraging C250 (Figura 30). As amostras foram solubilizadas em temperaturas variando de 950 a 1220 °C por 1 h e em seguida resfriadas em água. A tenacidade à fratura sofreu uma elevação com o aumento da temperatura de solubilização, apresentando dois estágios de rápido crescimento, intercalados por um trecho de crescimento mais lento. Os autores concluíram também que a precipitação de TiC nos contornos de grão da austenita primária, impediu seu forte crescimento. Esse fenômeno começa a mudar em temperaturas acima de 1000 °C quando começa o processo de dissolução desses precipitados, quando então o grão da austenita primária apresenta um crescimento mais forte [60].

Figura 30 - Efeito das elevadas temperaturas de solubilização em aços maraging C250, na tenacidade à fratura e tamanho de grão da austenita primária.



Fonte: Adaptado de [60].

Baseado nos resultados apresentados acima se pode observar que o tamanho de grão da austenita primária desperta bastante interesse e assim vem sendo relacionado às propriedades mecânicas dos aços maraging, notadamente propriedades de resistência mecânica como dureza e resistência à tração. No entanto, a tenacidade à fratura apesar de ser um parâmetro de fundamental importância para aplicações mecânicas desse aço, não tem sido investigada sua relação tanto com o tamanho de grão da austenita prévia, através da temperatura de solubilização, quanto sua relação com a temperatura de envelhecimento.

Desta forma, uma detalhada investigação sobre a influência das temperaturas de

solubilização e envelhecimento com a capacidade de absorção de energia no mecanismo de propagação de trinca se faz necessária, através de ensaios que caracterizem seu comportamento à fratura, como os ensaios de K_{IC} , *NTS* e Tenacidade ao impacto Charpy.

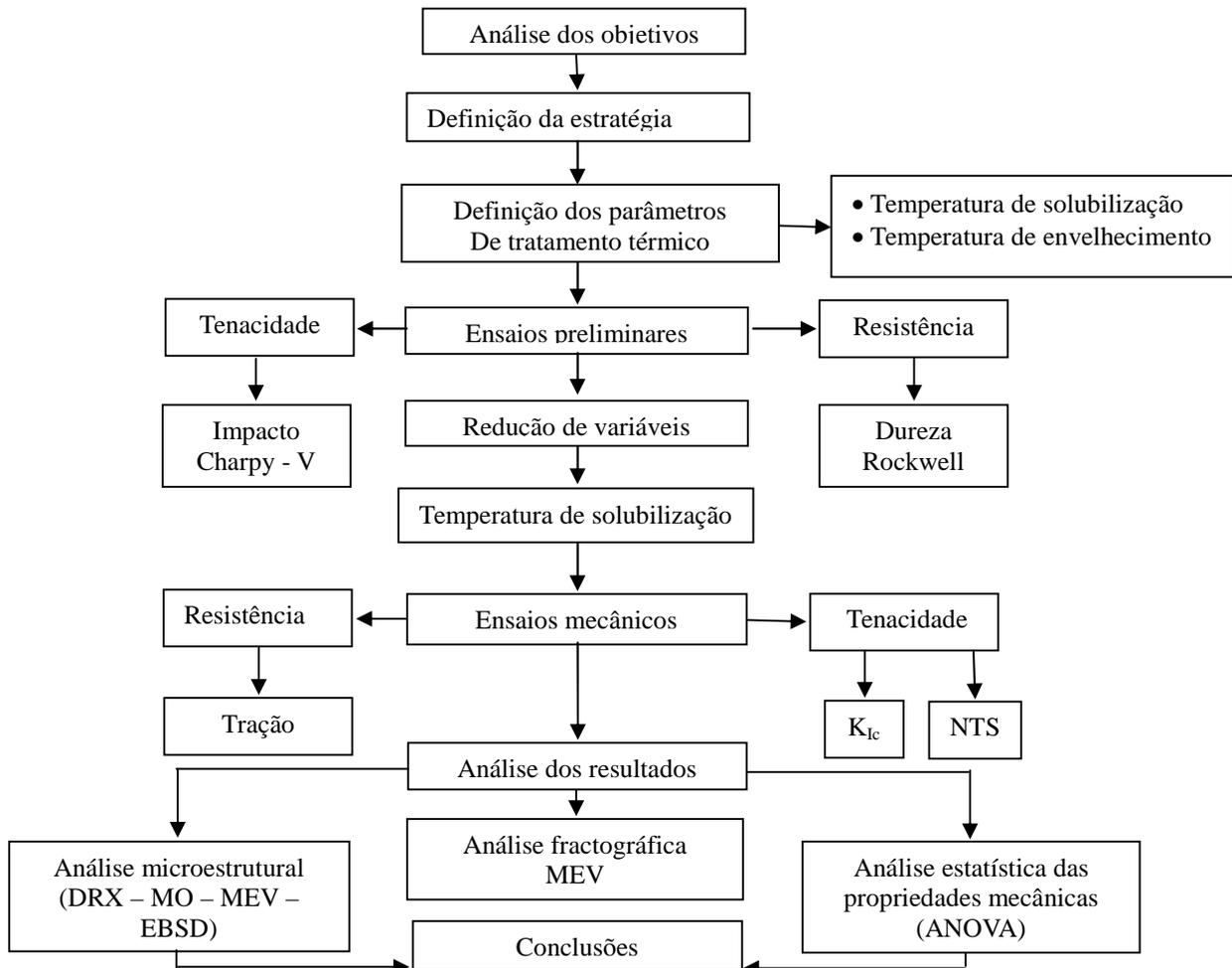
4 MATERIAIS & MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos o material a ser estudado assim como todos os procedimentos de ensaios e caracterizações seguidos neste trabalho para a obtenção dos resultados esperados.

4.1. Metodologia

No presente trabalho foram realizados tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento em diferentes temperaturas visando à otimização das propriedades mecânicas de um aço maraging classe 300. A metodologia adotada consiste em nove etapas abordando tratamentos térmicos e caracterização microestrutural e de propriedades mecânicas. Um resumo esquemático da metodologia seguida, apresentando as etapas e técnicas deste trabalho, é apresentado no fluxograma da Figura 31.

Figura 31 - Fluxograma do procedimento experimental apresentando etapas seguidas e técnicas utilizadas neste trabalho.



4.2 Materiais

O material objeto deste trabalho foi uma barra redonda de aço maraging classe 300, fabricada pelo processo de fundição à vácuo por indução (*Vacuum Induction Melting - VIM*), seguido de refinamento a arco em vácuo (*Vacuum Arc Refining - VAR*), posteriormente forjado a quente e solubilizado a 860 °C por 10 h para uma completa homogenização do lingote. Após esse processo a barra foi fatiada e laminada à quente na temperatura de 1200 °C.

A laminação a quente foi realizada na empresa SATURNO aços e ferramentas LTDA. As placas foram laminadas de uma espessura inicial de 23 mm para as espessuras de 7 e 13 mm para a fabricação de corpos de prova para os ensaios de caracterização mecânica e microestrutural. Na Tabela 6 é apresentada a composição química (certificada pelo fabricante) do aço maraging classe 300, em percentual de massa, que será estudado neste trabalho [61].

Tabela 6 – Composição química do aço maraging classe 300 (% massa)

Ni	Mo	Co	Ti	Al	C	Mn	Si	Fe
18,4	5,04	9,35	0,76	0,1	0,01	0,02	0,05	Bal.

Fonte: Adaptado de [61]

Na Figura 32 pode-se ver uma placa de aço maraging 300 utilizada neste trabalho, após a etapa de laminação à quente, onde não se observam defeitos grosseiros como trincas de superfície, oriundas do processo de laminação.

Figura 32 - Placa de aço maraging após etapa de laminação à quente.



Fonte: Autor, 2018

4.3 Tratamentos Térmicos

4.3.1 Simulação Termodinâmica

Foi realizada uma análise termodinâmica para se estimar as fases presentes na liga em todas as temperaturas de trabalho e a identificação da temperatura de completa solubilização da liga.

A simulação termodinâmica foi realizada com o auxílio do *software* comercial ThermoCalc[®] utilizando a base de dados TCF66, construído de acordo com o protocolo CALPHAD (*Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*), que permite cálculos de equilíbrio termodinâmico com a construção de diagramas de fase no equilíbrio e avaliação dos dados termodinâmicos.

Esses diagramas de equilíbrio calculados pelo programa ThermoCalc[®] indicam as fases mais estáveis do sistema em função da composição química e temperatura. Os pontos são obtidos determinando a variação da energia livre de Gibbs (G) em função da composição e temperatura a partir de um ponto de referência. Então se constrói um gráfico com a projeção das linhas de interseção das superfícies de variação das energias livres das fases, no plano formado pelos eixos em relação à composição e temperatura, assumindo um estado de pressão constante [62].

Vale à pena ressaltar que esses resultados obtidos a partir de simulação termodinâmica, são úteis para a previsão das fases presentes em determinada condição de tratamento térmico, no entanto apresenta limitações, uma vez que a condição de equilíbrio necessária à precisão dos gráficos depende de um tempo mínimo de equilíbrio para a ocorrência das transformações de fase. Desta forma as fases previstas nos diagramas, em algumas temperaturas, podem necessitar de um tempo muito longo para atingir a condição de equilíbrio, podendo ter sua posição deslocada ou suprimida do diagrama após determinados tratamentos térmicos [63].

4.3.2 Tratamento Térmico de Solubilização

Inicialmente foi realizado um tratamento térmico de solubilização, cujo objetivo foi dissolver os precipitados existentes e colocar todos os elementos de liga em solução sólida, além de promover um certo alívio da tensão residual desenvolvido durante o trabalho a quente ou a frio. O tratamento térmico padrão de solubilização recomendado para o aço maraging 300 é de 820 a 860°C por 1 hora com resfriamento ao ar [14].

Estudos exploratórios foram realizados com solubilizações nas temperaturas de 860, 900, 950, 1000, 1050, 1100 e 1150 °C por 1h envelhecido a 480 °C por 3h para se verificar a influência da temperatura de solubilização no crescimento do grão da austenita prévia [64]. Baseado nesses resultados foram escolhidas cinco temperaturas de solubilização

para a realização deste trabalho: 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por um tempo de 1h, como pode ser observado na Tabela 7.

Tabela 7 - Esquema dos tratamentos térmicos realizados.

	Temperatura de Solubilização (°C)	Temperatura de Envelhecimento (°C)
Esquema de tratamentos térmicos	820	480
		530
		570
	860	480
		530
		570
	1000	480
		530
		570
	1050	480
		530
		570
1100	480	
	530	
	570	

Fonte: Dados do projeto (2018).

O resfriamento foi feito em água com a finalidade de se evitar o fenômeno da fragilização térmica relatado para ocorrer no tratamento desses aços em temperaturas superiores a 1090 °C [56]. Esse procedimento foi determinado com o objetivo de se estudar a influência da temperatura de solubilização no crescimento do grão da austenita prévia e a consequente influência nas propriedades mecânicas das peças.

As amostras foram solubilizadas em um forno mufla marca Magnus, modelo 200D e capacidade de 1200°C, com controlador de temperatura microprocessado, pertencente ao Laboratório de Materiais - LMAT/IFCE, em atmosfera oxidativa, nas temperaturas supracitadas e por um tempo de 1 hora, seguidas de resfriamento ao ar em uma temperatura de 25 °C. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10°C/min e o forno apresentou inércia térmica de aproximadamente 10°C no aquecimento, tendo sido aferido com termopar vareta, tipo K da marca Minipa, apresentando diferença de leitura de 5 °C.

4.3.3 Tratamento Térmico de Envelhecimento

Esse tratamento também foi realizado em atmosfera oxidante, no forno mufla marca Magnus, pertencente ao laboratório de Materiais – LMAT/IFCE e já descrito na seção

anterior. Nesta etapa os corpos de prova já solubilizados foram submetidos a tratamentos térmicos de envelhecimento, nas temperaturas de 480, 530 e 570 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min até a temperatura de patamar. O tempo total de tratamento na temperatura máxima foi de 3h e o resfriamento pós tratamento foi realizado ao ar. Os tratamentos térmicos foram feitos em um regime de condições cruzadas, onde corpos de prova solubilizados em cada uma das temperaturas citadas no item **4.2.1**, foram posteriormente envelhecidas também em cada condição de envelhecimento citadas nesta seção, e também apresentados na Tabela 7.

4.4 Caracterização das Propriedades Mecânicas

A caracterização mecânica tem como objetivo estudar a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento na resistência mecânica e tenacidade dos aços maraging da classe 300. Foram realizados ensaios de dureza e tração para verificação da resistência mecânica e os ensaios de impacto Charpy, sensibilidade ao entalhe (NTS) e tenacidade à fratura (K_{Ic}) para verificação da tenacidade. Todas as condições foram testadas em triplicata, onde posteriormente foram calculadas média e desvio padrão. O estudo estatístico foi complementado com uma análise de variância com a ferramenta ANOVA.

4.4.1 Ensaio de Impacto Charpy

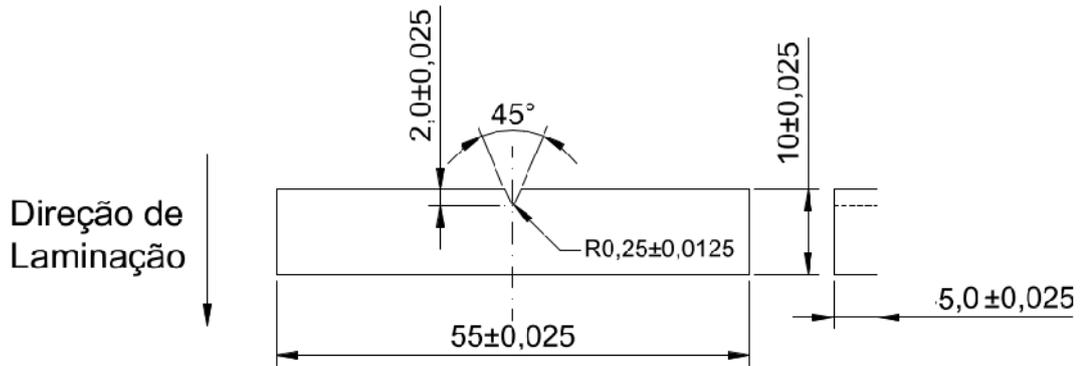
4.4.1.1 Preparação dos corpos de prova

O material foi inicialmente cortado em serra fita em blocos prismáticos de dimensões aproximadas de 7 x 12 x 60 mm e então submetidos ao tratamento térmico de solubilização. Em seguida os blocos prismáticos foram usinados no formato dos corpos de prova para os ensaios de Charpy, com dimensões e tolerâncias previstas segundo a norma ASTM E23-12c [65]. As dimensões adotadas foram a do “cp” de tamanho reduzido 5 x 10 x 55 mm e entalhe no formato “V”, de acordo com o anexo A3 da já citada norma.

O entalhe foi fabricado na face com largura de 5 mm e acompanhando a direção de laminação da chapa em que foram cortados os cp's. A Figura 3 apresenta um desenho esquemático com os detalhes e dimensões dos cp's. Os corpos de prova para os ensaios de impacto foram usinados por fresamento e retificados em retificadora ferramenteira. O entalhe foi fabricado por brochamento em uma máquina marca Time, modelo L71-UV, pertencente ao Laboratório de Tecnologia em Processos de Soldagem – LTPS/UFC, na direção *WR*, de acordo com a Figura 34. Após a etapa de usinagem, os corpos de prova foram então tratados

termicamente por envelhecimento em atmosfera oxidante e então tiveram suas faces levemente polidas com alumina de $9\ \mu\text{m}$ para a remoção da camada de óxido.

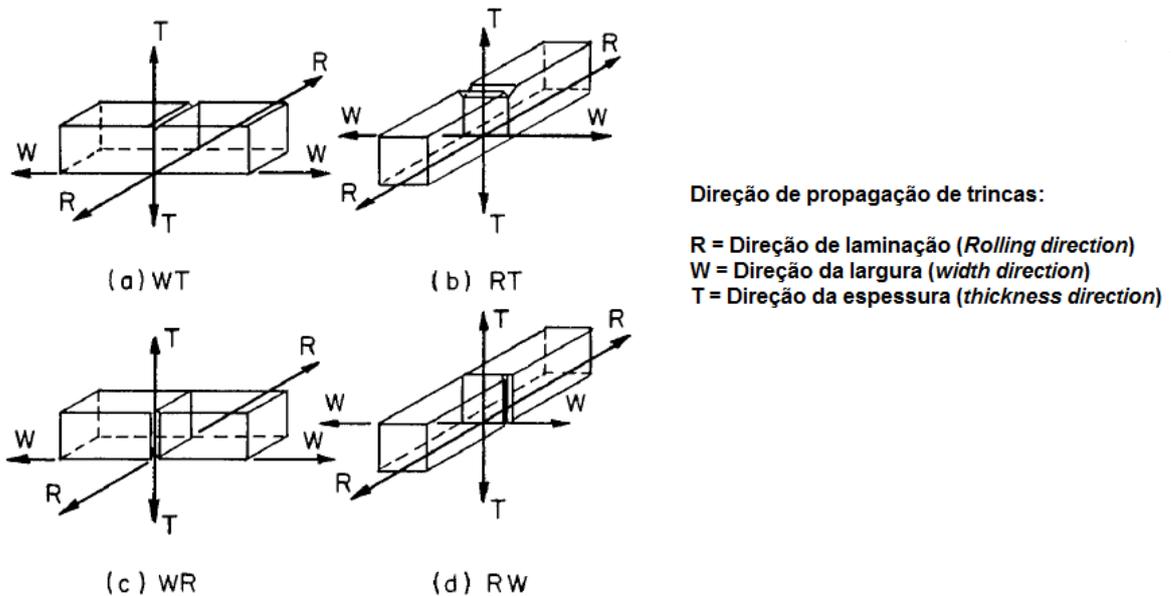
Figura 33 - Desenho esquemático dos corpos de prova para os ensaios de impacto.



Fonte: Autor, 2018

A opção por fazer os tratamentos térmicos de precipitação com as amostras já usinadas em suas formas finais, se deu pelo motivo de após envelhecidas as mesmas adquirirem valores de dureza que inviabilizaria a usinagem dos corpos de prova por métodos convencionais, o que dificultaria bastante sua fabricação.

Figura 34 - Esquema com as direções de propagação de trincas para fabricação de cp's entalhados.

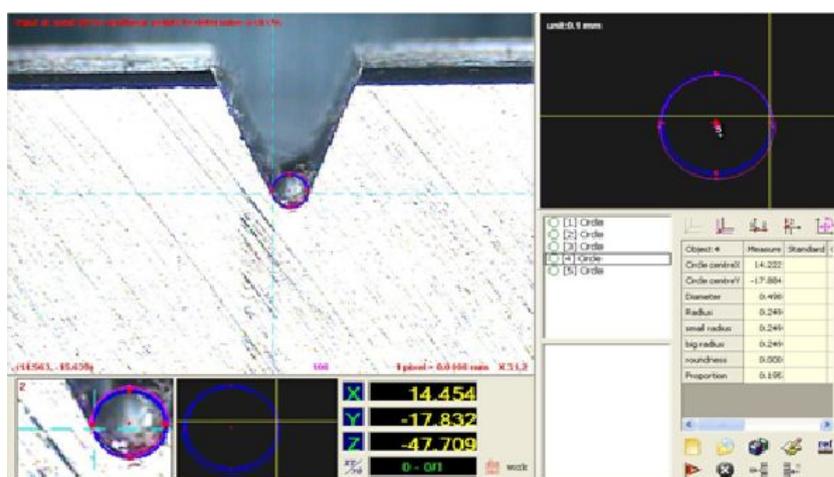


Fonte: Adaptado de [43]

Finalizada essa etapa, todos os corpos de prova foram então submetido à verificação de suas dimensões com um paquímetro Mitutoyo com resolução de 0,02 mm e aferido segundo a norma NBR NM 216 [66]. A rugosidade superficial foi medida em um

rugosímetro Mitutoyo modelo SJ-210 no valor de $R_a = 1,9 \mu\text{m}$, em acordo com a norma ASTM E23-12c [65]. As dimensões e raio do entalhe foram verificadas em um medidor ótico 2D marca Hexagon, modelo Optiv Classic/3020/vm como apresentado na Figura 35. Todos os equipamentos de medição dimensional são pertencentes ao Laboratório de Metrologia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, Campus Maracanaú – LMET/IFCE.

Figura 35 - Verificação dimensional dos entalhes dos corpos de prova para ensaio de impacto Charpy



Fonte: Autor, 2018

4.4.1.2 Condições de Ensaio

Os ensaios de impacto Charpy - V foram realizados no laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM/UFC) em um pêndulo marca WPM modelo 400/69/49 com martelo de capacidade de 150 J e precisão de $\pm 0,5$ J. Os corpos de prova foram colocados no pêndulo como auxílio de uma pinça de posicionamento para garantir o correto centramento do “cp” com relação ao gume de ataque do martelo. Antes da realização dos ensaios foi realizada uma verificação indireta seguindo o procedimento descrito no item 8.1 da norma supracitada. Os ensaios foram realizados apenas na temperatura ambiente.

4.4.2 Ensaio de dureza

4.4.2.1 Preparação dos Corpos de Prova

As amostras para o ensaio de dureza foram lixadas em lixas de granulometria até 600 mesh em uma de suas faces de maior área para a retirada de uma eventual camada de óxido. As amostras foram depois medidas com paquímetro em sua espessura para a

verificação do paralelismo de suas faces.

4.4.2.2 Condições de Ensaio

Os ensaios de dureza Rockwell foram realizados na escala C segundo a norma ABNT ISO 6508-1:2008, em um durômetro marca M/Sussen Wolpert modelo Testor HT1-super. Os ensaios foram realizados nas amostras solubilizadas e envelhecidas, com o objetivo de verificar a influência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento na dureza da liga.

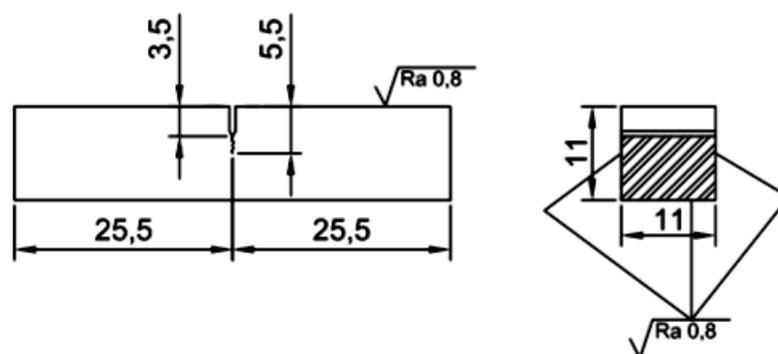
Antes da realização dos ensaios de dureza, o equipamento foi verificado indiretamente de acordo com o anexo A1 da norma ASTM E18-15 [67]. Foram realizadas 10 medições, sendo descartados os resultados extremos e feita a média e desvio padrão das oito medidas intermediárias.

4.4.3 Ensaio de Tenacidade à Fratura, K_{Ic}

4.4.3.1 Preparação dos Corpos de Prova

Os corpos de prova para o ensaio de K_{Ic} foram cortados em forma de barra prismática, com o entalhe posicionado na direção de laminação, em seguida foram fresados e retificados. O tipo de “cp” escolhido foi o de flexão com seção transversal quadrada nas dimensões de 11 x 11 x 51 mm (Figura 36), atendendo ao critério do estado de deformação plana de acordo com a norma britânica BS 7448 [68] e representados esquematicamente na Figura 36.

Figura 36 - Corpo de prova para ensaio de K_{Ic} , segundo norma BS 7448 [68].



Fonte: Autor (2018).

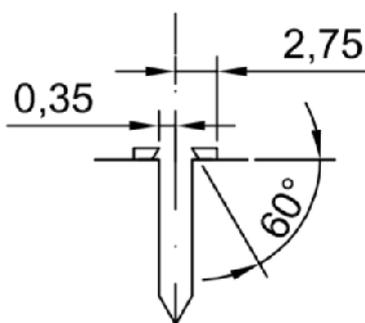
Em seguida os corpos de prova foram submetidos aos tratamentos térmicos de

solubilização nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por um tempo de 1h na temperatura de patamar (resfriados ao ar) e envelhecimento a 480 °C por 3h resfriados na água, com taxa de aquecimento de 10 °C / min e sob uma atmosfera oxidativa em um forno mufla com especificações já apresentadas nas seções 4.3.2 e 4.3.3. Após os tratamentos térmicos, os blocos prismáticos foram polidos em suspensão de alumina com granulometria de 9 µm para a remoção da camada de óxido. As dimensões foram novamente verificadas com um paquímetro marca mitutoyo com resolução de 0,02 mm.

Os entalhes foram usinados pelo processo de eletro-erosão a fio em um equipamento de 3 eixos e comando numérico. O entalhe foi feito com 0,7 mm de largura (para obedecer ao critério de $w / 16$ previsto na norma BS7448 [68]), 3,5 mm de profundidade (para que a_0 fique dentro da faixa de $0,45 \leq a_0 / W \leq 0,55$), com ângulo de finalização de 30°, com entalhe na direção WR, de acordo com a Figura 34.

O *Clipgag* foi fixado em abas do tipo “facas” fixadas acima da superfície, com espaçamento de 5,5 mm e ângulo de gume de 60° e demais dimensões apresentadas na Figura 37. As dimensões do entalhe foram verificadas em um medidor ótico 2D marca Hexagon com especificações já detalhadas no item 4.4.1.1. A rugosidade média, R_a , superficial foi verificada com rugosímetro marca mitutoyo, modelo SJ-201 e o resultado foi de 0,8 µm para todas as faces dos corpos de prova.

Figura 37 - Detalhe do entalhe do corpo de prova de K_{Ic} segundo norma BS7448 [68].



Fonte: Autor (2018).

4.4.3.2 Condições de Ensaio

A abertura da trinca foi realizada por fadiga em flexão em uma máquina universal de ensaios dinâmica, marca MTS, modelo Landmark Servohydraulic Test System, com capacidade de carga de 20 toneladas, pertencente ao laboratório de microestruturas e

propriedades mecânicas, da Universidade Federal de Sergipe – LMPM/UFS. As pré-trincas geradas possuíam comprimento de 2 mm e foram geradas com uma força máxima de fadiga de 12 KN, nos 50% de propagação finais.

O ensaio de K_{Ic} foi realizado em uma configuração de flexão a 3 pontos, com roletes de contra-apoio com diâmetro de 5,5 mm e espaçamento entre roletes (*span*) de 44 mm. O cutelo tinha diâmetro de 5,5 mm. O ensaio foi executado com uma taxa de K constante e igual a $1,7 \text{ MPa.m}^{0,5} \cdot \text{s}^{-1}$ durante a deformação elástica do corpo de prova. O registro do deslocamento de abertura da trinca foi realizado por um clip-gage marca MTS, modelo 632.02F-20.

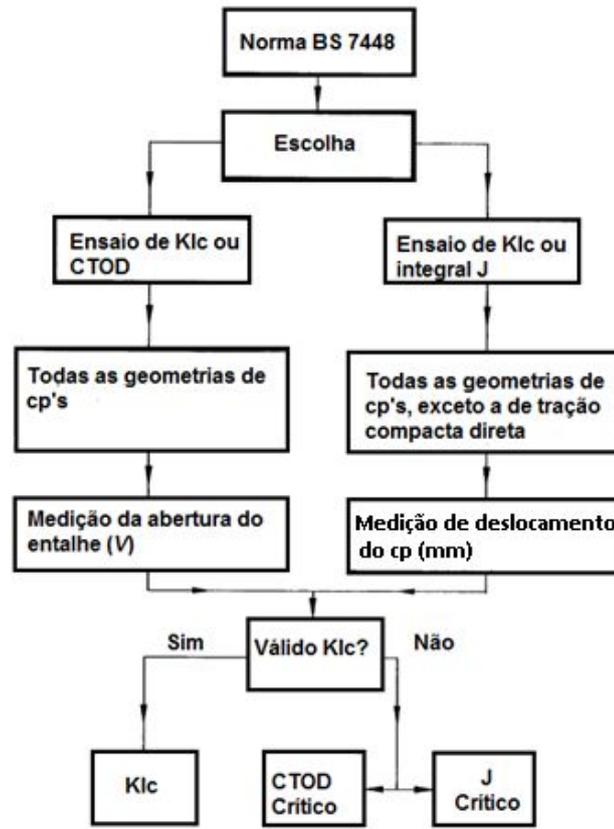
Foram realizados 3 ensaios para cada condição e em seguida calculados a média e o desvio padrão para cada condição de ensaio. A Figura 38 apresenta a geometria de ensaio de K_{Ic} realizado nesse trabalho.

Figura 38 - Geometria de ensaio de K_{Ic} .



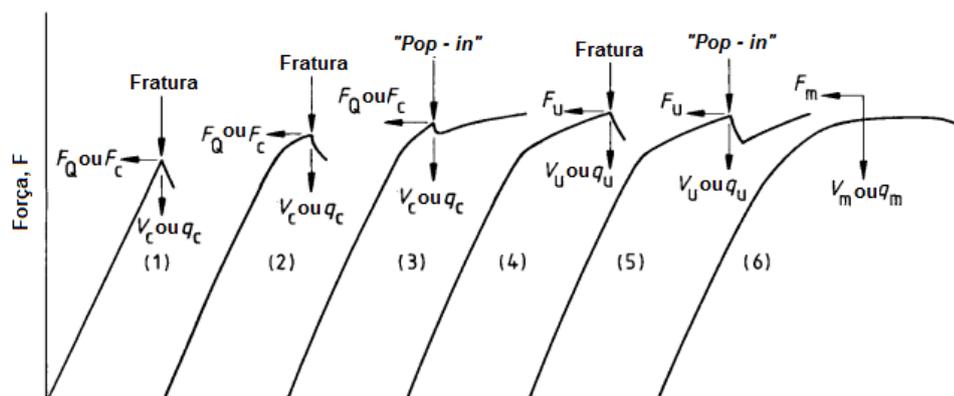
Fonte: Autor (2018).

O fluxograma da análise do resultado do ensaio é apresentado na Figura 39. De acordo com o resultado medido tem-se uma resposta relativa à propriedade de CTOD ou K_{Ic} . Com o resultado de saída na forma de um gráfico de deslocamento de abertura do entalhe *versus* força aplicada, foi feita a análise de qual tipo de curva foi obtida, de acordo com a Figura 40, sendo as curvas do tipo 1, 2 e 3 relativas à propriedade K_{Ic} e as curvas 4, 5 e 6 relativas à propriedade CTOD.

Figura 39 - Fluxograma de análise do ensaio de K_{Ic} .

Fonte: Adaptado da norma BS7448 [68].

Figura 40 - Tipos característicos de curvas de força versus deslocamento no ensaio de fratura, de acordo com a norma BS7448 [68].



Nota 1: F_Q é a máxima força usada na determinação do valor de K_{Ic}

Nota 2: F_c , F_u e F_m são as forças medidas em δ_c , δ_u e δ_m respectivamente

Nota 3: O comportamento dos "pop-ins" é função da interação máquina/cp e da taxa de resposta de gravação de dados.

Fonte: Adaptado da norma BS 7448 [68].

4.4.3.3 Validação dos Ensaio

A primeira etapa para a realização dos ensaios de tenacidade à fratura é a abertura da pré-trinca nos corpos de prova entalhados. O procedimento de abertura de trinca se inicia pelo cálculo da máxima força de fadiga de acordo com a Equação 5:

Equação 5: Máxima força de fadiga para abertura de pré-trinca em cp de ensaio de tenacidade à fratura.

$$F_f = \frac{B(W - a)^2(\sigma_e + \sigma_r)}{4S}$$

Fonte: Retirado de [68]

Após a abertura da pré-trinca por fadiga é realizado o ensaio de flexão a três pontos com o auxílio do *clip-gage* para a medição do deslocamento de abertura de trinca (*Crack Open Displacement - COD*). Todas as curvas obtidas apresentaram o padrão mostrado na Figura , que de acordo com a análise descrita no item 4.4.3.2 do procedimento experimental, se encaixa na curva do Tipo I, da Figura . Este resultado configura o ensaio do tipo K_{Ic} para todas as condições de tratamento térmico utilizadas, em consonância com o procedimento apresentado na Figura 39.

Para ser considerado válido, o resultado de cada ensaio tem que atender alguns requisitos após medições feitas na superfície de fratura. Desta forma, após a realização de cada ensaio as superfícies de fratura foram fotografadas com aumentos de 6,5 e 10 x, em um estéreo-microscópio marca Zeiss, modelo Stemi 200-C equipado com câmera digital marca Zeiss modelo Axioncam ERc5s. Após o registro, as fotografias foram exportadas para o *software Image J*[®], onde foram verificadas as condições previstas na norma BS7448 [68].

Foram realizadas nove medições em pontos igualmente espaçados entre a superfície da face superior do entalhe e a frente de trinca, na face da seção transversal fraturada. Os pontos mais externos distanciaram de 1% de B das superfícies laterais. O valor do comprimento de trinca a_0 foi obtido calculando-se a média das duas medidas mais externas e depois calculando-se a média desse valor com as sete medidas internas.

Foram então realizadas as análises de validação de cada teste e calculado o valor do comprimento de trinca a_0 . O procedimento de validação consiste na verificação se o parâmetro a_0 satisfaz as seguintes condições, de acordo com a norma BS7448 [68]:

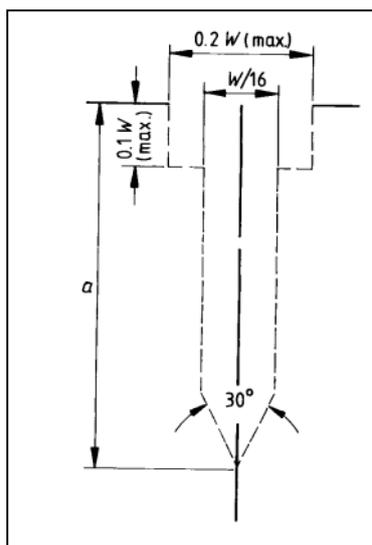
- a. A razão a_0 / W deve estar dentro do intervalo de 0,45 a 0,55;
- b. A diferença entre quaisquer duas medidas da frente da trinca não pode exceder 10% de a_0 ;

- c. Nenhuma parte da frente da pré-trinca de fadiga pode estar mais próximo do início do entalhe do que 1,3 mm;
- d. A pré-trinca de fadiga deve estar dentro do envelope de trinca apresentado na Figura 41;
- e. O plano da pré-trinca de fadiga deve estar a no máximo 10° do plano da extensão da trinca.

Os resultados dos ensaios que passaram por todos esses critérios, foram considerados válidos.

Uma vez satisfeitas essas condições, o valor da força máxima, F_Q , é determinado para depois ser calculado o valor de K provisório (K_Q) e em seguida ser determinado o resultado final de K_{Ic} . Todos os resultados dos ensaios foram validados de acordo com as normas BS 7884 [68] e ISO 12135 [69].

Figura 41 - Envelope de pré-trinca
- procedimento de validação de
ensaios da norma BS 7448.



Fonte: Retirado de [68]

4.4.4 Ensaio de tração e sensibilidade ao entalhe

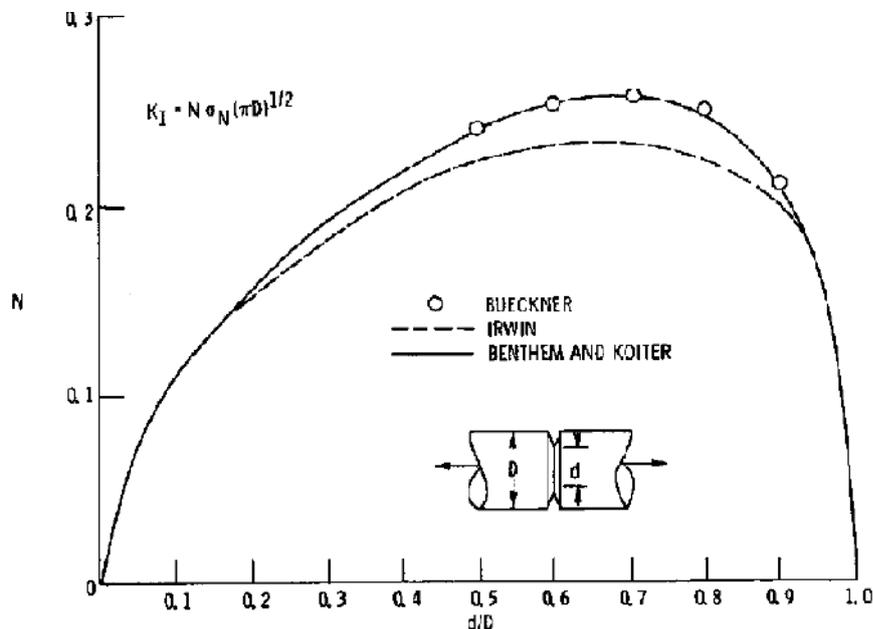
4.4.4.1 Preparação dos Corpos de Prova

Para a realização dos ensaios de sensibilidade ao entalhe por tração, foram confeccionados corpos de prova cilíndricos, onde para cada condição realizou-se ensaios com corpos de prova convencionais de tração e com corpos de prova entalhados. As dimensões dos corpos de prova convencionais seguiram o padrão “sub-size” da norma ASTM E8/E8M [70],

para cp's com "gauge length" igual a 4 vezes o diâmetro, tendo comprimento útil de 30 mm e diâmetro de 6 mm, obedecendo assim a lei de Barba para cp's de tração.

Os corpos de prova entalhados foram confeccionados nas mesmas dimensões dos cp's de tração convencionais, com o entalhe no meio de seus comprimentos úteis. O entalhe possui ângulo de abertura de 60° e raio de 0,025 mm. A profundidade do entalhe circular foi tal que a relação entre os diâmetros seja de aproximadamente 0,707. Essa relação foi escolhida por apresentar o maior fator de concentração de tensão em três estudos clássicos diferentes, como pode ser observado na Figura 42 [71]

Figura 42 - Fator de concentração de tensão *versus* relação entre diâmetros (d/D).



Fonte: Adaptado de [71].

Todos os cp's foram primeiramente tratados termicamente para solubilização nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por uma hora. Em seguida foram usinados de acordo com as características já mencionadas para cada tipo de corpo de prova e então tratadas termicamente para envelhecimento na temperatura de 480 °C por três horas. Todos os tratamentos foram realizados com atmosfera oxidativa em forno mufla cuja descrição já foi informada nas seções 4.3.2. e 4.3.3. Os cp's foram finalizados com um lixamento com lixa de granulometria 1200 em um torno mecânico, para a retirada da camada de óxido.

4.4.4.2 Condições de Ensaio

Os ensaios de tração com as duas geometrias de cp's foram realizados na temperatura de 25 C°, em uma máquina universal de ensaios marca TIME, modelo WDW

300E, com capacidade de 30 toneladas, pertencente ao LMAT/IFCE, com uma velocidade de aplicação de carga de 0,5 mm/min. Foram realizados 3 ensaios para cada condição e geometria de corpo de prova e em seguida foram calculados média e desvio padrão.

Com os resultados dos cp's entalhados foram obtidos os valores de resistência à tração com entalhe (*Notch Tensile Strength – NTS*). Os valores de NTS foram então divididos pelos resultados dos ensaios de tração com os corpos de prova convencionais, obtendo-se assim o parâmetro relativo à sensibilidade ao entalhe por tração NSR (*Notch Strength Ratio*). Outro parâmetro calculado foi o NYR (*Notch Yield Ratio*) ao se dividir os valores de NTS pelos valores do limite de escoamento obtidos nos ensaios de tração com corpos de prova não entalhados.

Para os ensaios de tração convencional, foram calculados o alongamento e a redução de área na fratura, através da metodologia descrita na norma NBR ISO 6892, anexo G [72]. Os corpos de prova foram primeiramente marcados em seu comprimento útil, em 8 partes iguais de 3 mm cada em um traçador de alturas pertencente ao LMET/IFCE - Campus Maracanaú. Após o ensaio as partes fraturadas foram unidas e uma nova medição das marcações foi realizada. O procedimento descrito na referida norma foi usado para calcular o alongamento e redução de área na fratura.

Foi calculado também o coeficiente de encruamento para os corpos de prova submetidos à ensaios de tração convencionais. O procedimento seguido foi o da norma ASTM E646-98 e o modelo matemático seguido foi o de Hollomon [73].

Além do ensaio de tração convencional nos corpos de prova de perfil redondo, também foram realizados ensaios de tração com corpos de prova de perfil retangular, em tamanho reduzido, previsto na norma ASTM E8/E8M [70], com 5 mm de espessura, 6 mm de largura e comprimento útil de 32 mm, obedecendo assim a lei de Barba para geometria de cp's de tração. Foram realizados nessa condição ensaios em cp's solubilizados a 1000 °C e envelhecidos nas temperaturas de 480, 530 e 570 °C. A escolha dessas temperaturas se deu para estudar o efeito da temperatura de envelhecimento na resistência mecânica com a temperatura de solubilização onde foi obtido o pico de tenacidade ao impacto.

4.5 Caracterização da Microestrutura

4.5.1 Microscopia Ótica

A etapa de microscopia ótica teve como objetivo possibilitar a observação da microestrutura das amostras e a observação dos contornos de grão da austenita prévia,

possibilitando a determinação de seu tamanho para cada condição de tratamento térmico.

4.5.1.1 Preparação das amostras

Após a realização dos ensaios mecânicos, os corpos de prova usados no ensaio de impacto Charpy e tratados termicamente com solubilização nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecido na temperatura de 480 °C por 3h foram então cortados para retirada de amostras para caracterização microestrutural. As amostras foram retiradas da porção mais distante à fratura para se evitar a influência do carregamento dinâmico na microestrutura observada. As amostras foram cortadas em uma máquina de corte de amostras metalográficas, embutidas em baquelite e a seguir submetidas a uma preparação metalográfica padrão, com lixamento em papel – lixa nas granulometrias de 220, 400, 600 e 1200 mesh, seguidas de polimento em pano metalográfico e pastas de diamante de 3, 1 e ¼ µm. Todos os equipamentos utilizados nesta etapa pertencem ao LMAT/IFCE – Campus Maracanaú.

Encerrada a etapa de polimento, as amostras foram submetidos a ataque químico para revelar sua microestrutura e assim ser observável no microscópio ótico. O primeiro ataque objetivou revelar os contornos dos grãos da austenita prévia e foi realizado de forma eletrolítica com ácido crômico diluído a 20% em água destilada, utilizando-se uma tensão constante de 15 V por um tempo variando de 45 a 100 s, a depender das condições de tratamento térmico das amostras. Após a observação dos contornos, as amostras foram atacadas por imersão em reagente *Marble* com o tempo também variando de 5 a 15 s, dependendo das condições de tratamento térmico das amostras [74]. A Tabela 8 apresenta a composição química dos reagentes utilizados nesta etapa.

Tabela 8 - Reagentes utilizados na preparação para microscopia ótica.

Revelar microestrutura		Revelar contorno de grão da austenita prévia	
Ataque	Composição	Ataque	Composição
Marble's	10 g de CuSO ₄ + 50 ml HCl +50 ml de água destilada	Ácido crômico	10 % de ácido crômico (H ₂ CrO ₄) + ataque eletrolítico: 30volts (DC)

Fonte: Autor (2018).

4.5.1.2 Condições da análise

As análises de MO foram realizadas no LMAT/IFCE – Campus Maracanaú em

um microscópio marca Olympus, modelo GX51, equipado com uma câmera digital modelo SC 180 e auxiliado pelo *software* de análise de imagens *Analysis Get It*[®].

A determinação do tamanho de grão foi realizada de acordo com a norma ASTM E112 [75] em um microscópio ótico marca Zeiss modelo Axio Imager M2m, com o auxílio do *software* AxioVs40x64 V 4.9.1.0[®].

4.5.2 Microscopia Eletrônica

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) teve como objetivos a caracterização microestrutural das amostras e a análise fractográfica dos cp's ensaiados nos testes de impacto Charpy, K_{Ic} , NTS e tração.

4.5.2.1 Preparação das amostras

As amostras cortadas dos cp's do ensaio de impacto Charpy, tratadas termicamente nas condições de solubilização nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecidas na temperatura de 480 °C por 3h foram submetidas à microscopia eletrônica de varredura foram submetidas à preparação metalográfica padrão, com etapas de embutimento, lixamento e polimento já descritas na subseção 4.5.1.1. Após a preparação metalográfica as amostras foram atacadas quimicamente para revelar sua microestrutura com a mesma sequência de reagentes descrita na Tabela 8.

4.5.2.2 Condições da análise

Devido à disponibilidade dos equipamentos, foram utilizados 3 microscópios: um equipamento marca FEI, modelo XL30 pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais LACAM/UFC e um equipamento marca FEI, modelo Quanta 250, pertencente ao LTPS/UFC para a caracterização microestrutural e um equipamento marca TESCAN, modelo VEGA 3-XM, pertencente ao Instituto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação IPDI/UFC para a caracterização fractográfica das superfícies de fratura.

4.5.3 Difração de raios-X - DRX

Foram realizados análises de difração de raios-X nas amostras tratadas termicamente por solubilização nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1 h e envelhecidas a 480°C por 3 h, com o objetivo de identificação das fases presentes para verificação da presença ou não da fase austenita revertida.

4.5.3.1 Preparação das amostras

As superfícies das amostras analisadas foram preparadas através de lixamento com papeis-lixas de carboneto de silício nas granulometrias 220, 400 e 600 mesh.

4.5.3.2 Condições da análise

As medidas de difração foram feitas num difratômetro X'Pert Philips e aquisição dos dados feitas pelo pacote de programas pertencentes ao equipamento (X'Pert Data Collector[®], X'Pert Graphsand Identify[®] e X'Pert Organizer[®]). Os parâmetros para as medidas serão: tubo de cobre ($\lambda = 0,1540$ nm) com monocromador, com tensão de 40 kV e corrente de 55 mA, intervalo de varredura entre os ângulos 35 e 95°, passo de 0,02°, tempo por passo 2,5 s e velocidade de varredura de 0,008 °/s. Deve ser ressaltado que estes parâmetros serão mantidos para todas as medidas de raios - X neste trabalho.

4.5.4 Difração de elétrons retroespalhados – EBSD

As análises de Difração de Elétrons Retro-Espalhados (*Electron Back Scatter Drifraction - EBSD*) objetivam caracterizar a estrutura multi-nível e hierárquica (contorno de grão da austenita primária – pacotes – blocos e ripas) da fase martensítica e avaliar suas inter-relações com as propriedades mecânicas dos corpos de prova tratados termicamente nas diversas condições. As identificações das estruturas e as medições de suas dimensões serão realizadas com o auxílio do *software Tango*[®].

4.5.4.1 Preparação das amostras

Para a preparação das amostras para as análises de EBSD, as amostras foram submetidas à preparação metalográfica padrão, com as etapas de embutimento, lixamento e polimento semelhantes às descritas na subseção 4.5.1.1. Em seguida as amostras foram novamente polidas com sílica coloidal em um equipamento de micro-polimento marca Buehler, modelo Minimet 1000, por um período de 3 a 4 horas. Antes de ser submetida à análise de EBSD as amostras foram pré-atacadas com o reagente persulfato de amônio diluído em sílica coloidal (Tabela 9), durante o micro polimento, por um tempo variando de 3 a 5 s [76].

Tabela 9 - Reagente utilizado no pré-ataque para a análise de EBSD.

Ataque	Composição	Equipamento	Tempo
Persulfato de amônio	0,1g de $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ + 10 ml de sílica coloidal	Minimet 1000	3 a 5 s

Fonte: Autor (2018).

4.5.4.2 Condições da análise

As amostras serão então caracterizadas em microtextura por EBSD em um equipamento marca Oxford Instruments, modelo HKL, acoplado a um microscópio eletrônico de varredura Marca FEI, modelo XL30 com o auxílio do *software CHANNEL 5*[®], pertencentes ao LACAM/UFC. As análises foram realizadas nos aumentos de 500 e 1000 vezes.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos pela caracterização das simulações termodinâmicas, propriedades mecânicas e caracterização microestrutural obtidos de acordo com os procedimentos experimentais apresentados no capítulo anterior e objetivando atingir os objetivos propostos.

5.1 Tratamentos Térmicos

Neste tópico serão apresentados e discutidos dois resultados relacionados diretamente à etapa de tratamentos térmicos: Simulação termodinâmica do tratamento de solubilização e crescimento de grão com a temperatura de tratamento. A avaliação dos resultados obtidos se baseou na análise dos fenômenos ocorridos nas condições de tratamento térmico para cada temperatura estudada.

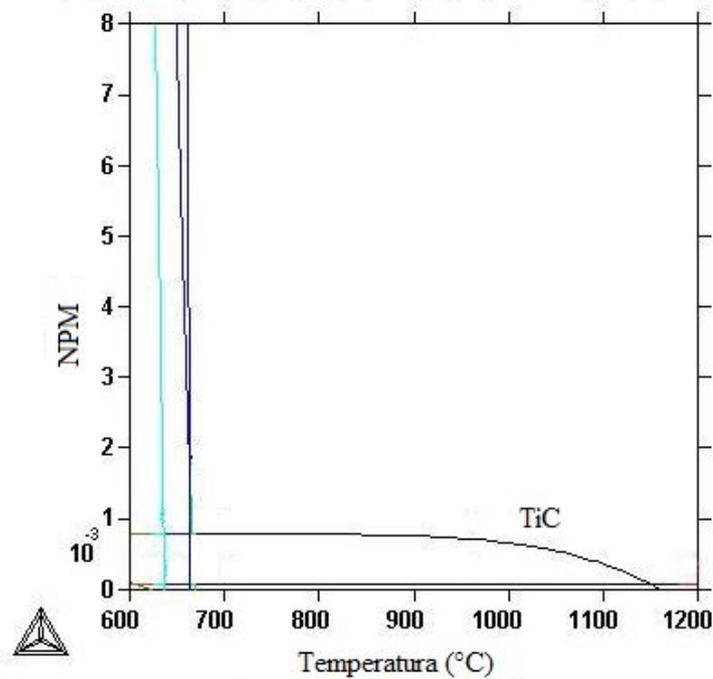
Inicialmente será apresentado o resultado para a simulação termodinâmica para a composição real da liga em uma gama de temperaturas variando de 600 a 1200 °C. Em seguida serão discutidos os resultados para a relação entre o tamanho de grão médio da fase austenita primária e a temperatura de solubilização utilizada em cada condição.

5.1.1 Simulação Termodinâmica

A partir da composição química e das temperaturas apresentadas na seção anterior, foram levantadas as fases presentes nas diversas temperaturas utilizando o *software ThermoCalc*[®]. Estes resultados estão apresentados na Figura 43.

O diagrama mostra a previsão da possibilidade de uma fase rica em carbono, titânio e enxofre estável até uma temperatura de aproximadamente 1150 °C (teoricamente). No material desse estudo, com o auxílio de outras evidências, como microscopia ótica e espectroscopia de energia dispersiva, se concluiu que provavelmente essa fase seja TiC ou um Ti(C,N). A presença dessas fases ocorre preferencialmente precipitadas nos contornos de grão da austenita primária, causando um ancoramento desses contornos e dificultando seu crescimento. Na prática, evidências deste trabalho mostram que solubilizações acima dos 1000 °C já promovem a mobilidade dos contornos da austenita primária antes mesmo de sua completa dissolução, permitindo assim o deslocamento de precipitados não dissolvidos para dentro dos grãos da austenita primária.

Figura 43 - Quantitativo de fases em função da temperatura para o aço maraging C300 utilizado neste trabalho.



Fonte: Autor (2018).

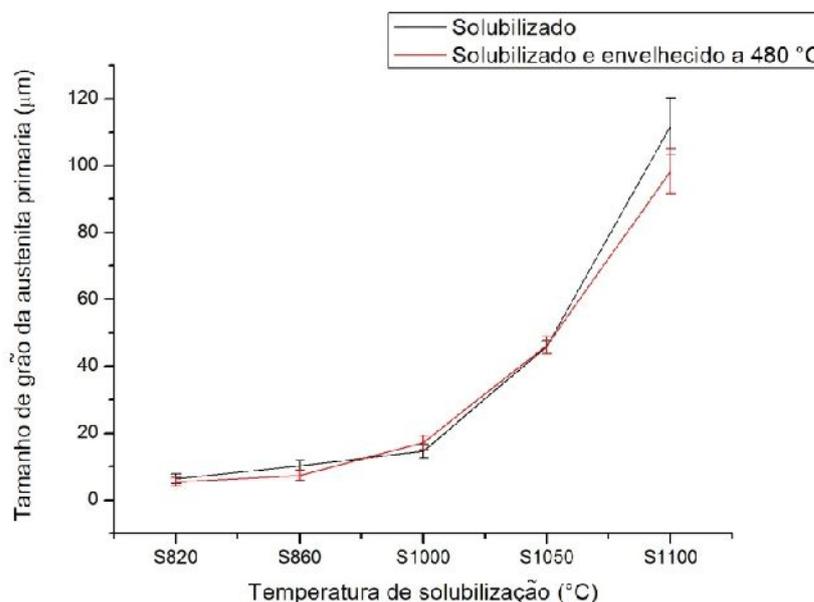
5.1.2 Tamanho de Grão da Austenita Primária

Os resultados para as medições do tamanho dos grãos da austenita primária corroboraram com o comportamento previsto pelo diagrama de simulação termoquímica apresentado na seção anterior, com a presença dos precipitados de TiC nos contornos de grão da austenita primária, promovendo o ancoramento desses contornos e assim dificultando o crescimento do grão. Ao se iniciar a dissolução desse precipitado, ocorre um crescimento mais acentuado do grão da austenita primária, como pode ser observado no gráfico da Figura 44.

As amostras foram submetidas a dois grupos de tratamentos: um de solubilização em várias temperaturas e um segundo também sujeitos às mesmas temperaturas de solubilização e posteriormente envelhecidas a 480 °C. O objetivo era saber se o tratamento térmico de envelhecimento influenciaria no crescimento do grão da austenita primária. Como esperado, o tamanho médio de grão cresceu com a elevação da temperatura de tratamento de solubilização, uma vez que este é um processo difusivo com tempos de tratamento constantes.

Outro fato importante de ser citado é que os dois grupos tiveram comportamentos idênticos com relação ao crescimento de grão, o que mostra que apenas a solubilização influencia nesse processo.

Figura 44 - Tamanho de grão da austenita primária pela temperatura de solubilização.



Fonte: Autor (2018).

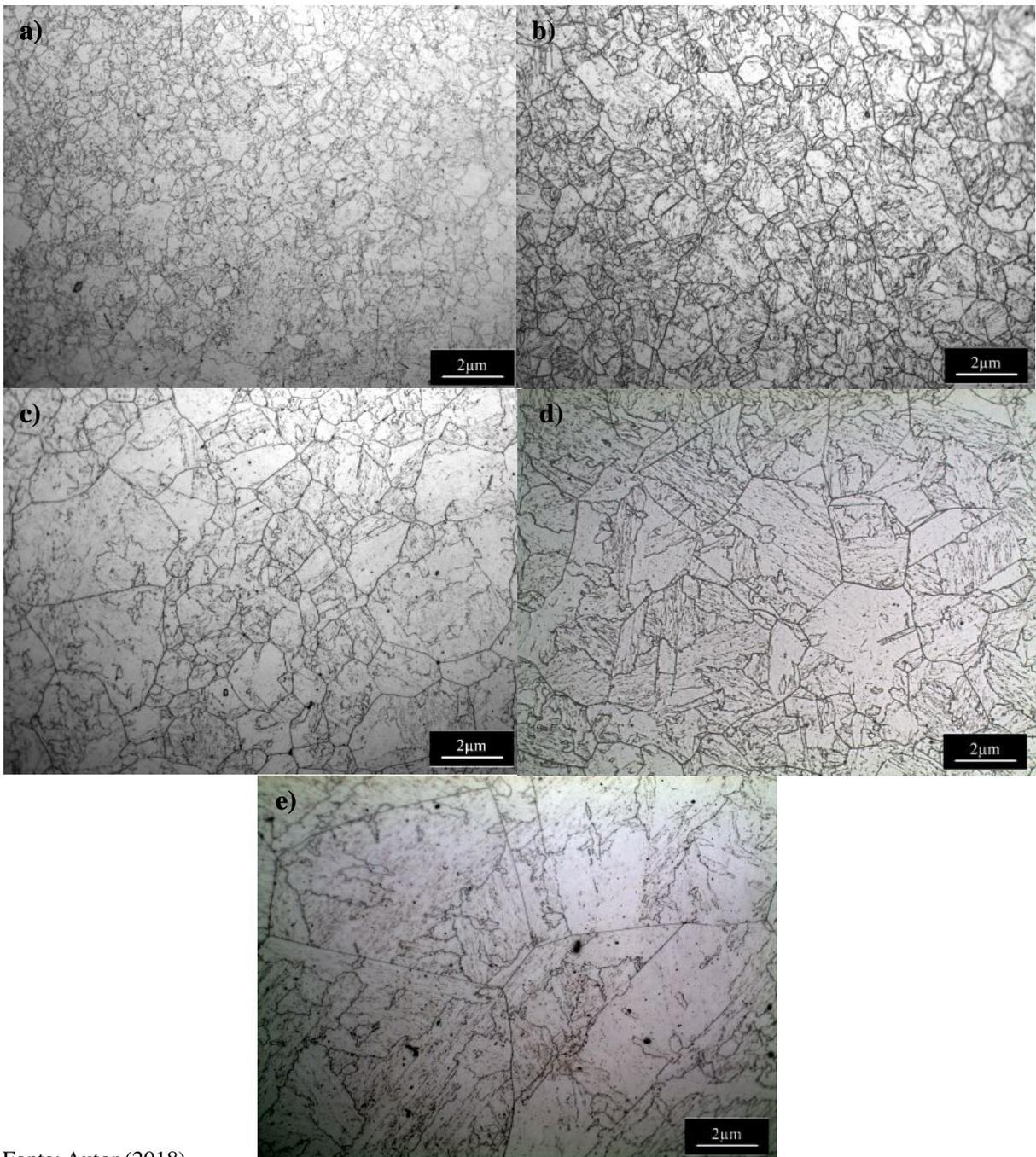
A diferença no valor da temperatura de início de dissolução dos precipitados de Ti(C,N) entre a simulação termodinâmica e o observado nas medições de contorno de grão, pode ser devida à não permanência em tempo suficiente para promover o total e homogêneo equilíbrio termodinâmico previsto na simulação via *software*.

A Figura 45 compara as micrografias de microscopia ótica dos tamanhos de grãos da austenita primária para as amostras solubilizadas nas temperaturas de: a) 820 °C, b) 860 °C, c) 1000 °C, d) 1050 °C e e) 1100 °C, todas envelhecidas a 480 °C, onde se pode perceber claramente o aumento do tamanho médio dos grãos com a elevação da temperatura de solubilização adotada em cada condição.

Vários trabalhos demonstraram que a relação entre tamanho de grão austenítico primário e as propriedades de tração, obedece à relação de Hall-Petch, no entanto, não existe um consenso pacífico sobre essa influência em relação à ductilidade e tenacidade à fratura.

Rack (1979) concluiu que a tenacidade à fratura e a ductilidade do aço maraging 18Ni envelhecido evoluem de maneira independente do tamanho de grão devido à transição no modo de fratura com o aumento do tamanho de grão anterior da austenita. Em grãos de tamanho pequeno, as superfícies de fratura apresentaram uma aparência com cavidades transgranulares, enquanto em grãos de tamanhos maiores, tanto as falhas de intergranulares como as de cisalhamento foram relatadas [77].

Figura 45 - Microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas: (a) 820 °C, (b) 860 °C, (c) 1000 °C, (d) 1050 °C e (e) 1100 °C e envelhecidas a 480 °C. Todas as micrografias estão com um aumento de 500X.



Fonte: Autor (2018).

Por outro lado, Sinha *et al* (1992) obtiveram um aumento da tenacidade à fratura em aços maraging classe 250, através do crescimento do grão da austenita primária por um tratamento de solubilização a 950 °C por 1h e resfriado em água [60]. Já para Chandra-Holm *et al* (1984), a tenacidade à fratura nos aços maraging independem do tamanho de grão da austenita primária, mas se deteriora com a presença de precipitados de Ti(C,N), [78]. Parker *et al* (1975) também encontraram resultados similares para outros aços de elevada resistência,

como o AISI 4140, 4340 e 300M [79].

O tamanho de grão da austenita primária influencia de múltiplas formas no comportamento das propriedades mecânicas dos aços maraging 18Ni. Como já visto, a presença de compostos precipitados de $Ti(C,N)$ e Ti_2S promove um ancoramento dos contornos de grão, impedindo seu crescimento. Estes precipitados também são sítios de nucleação de vazios durante o processo de falha dúctil intergranular. Aos serem dissolvidos pelo tratamento de solubilização em temperaturas superiores a $1000\text{ }^{\circ}C$, permitem o crescimento do grão austenítico, limitam o processo de falha intergranular [56] e promovem uma mudança na morfologia de crescimento da martensita (de blocos em uma granulometria fina, para a morfologia de ripas em grãos de tamanho médio maior) [80]. Desta forma seu estudo se torna essencial para o entendimento das interrelações entre microestrutura e propriedades mecânicas dessas ligas.

Os valores obtidos para o tamanho de grão da austenita primária em função da temperatura de tratamento de solubilização concordaram com os obtidos por Rack (1978) para o aço maraging classe 300 pelo tempo de solubilização de 1h e envelhecimento de 3h a $480\text{ }^{\circ}C$ com resfriamento ao ar [57].

5.2 Caracterização Microestrutural

Nesta etapa serão apresentados e discutidos os resultados das análises sobre os aspectos microestruturais e a relação da dureza mecânica com as temperaturas de solubilização e envelhecimento dos aços maraging 300.

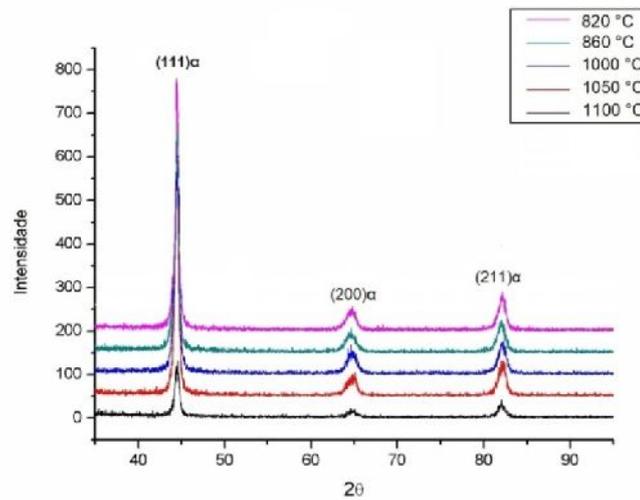
Serão apresentados os resultados de Difração de Raios-X e das microscopias ótica e eletrônica das amostras nas várias condições de tratamento térmico.

5.2.1 Difração de Raios-X

O difratograma de Raios-X apresentado na Figura 46 evidencia a presença apenas da fase martensítica, como era de se esperar. As amostras submetidas a este ensaio foram solubilizadas nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e $1100\text{ }^{\circ}C$ pelo tempo de 1h, onde pela simulação termodinâmica discutida anteriormente, a matriz das amostras deve ter sido completamente austenitizada para todas as condições de tratamento térmico.

Ao promover o resfriamento, com esta composição, as amostras foram então completamente transformadas em martensita com estrutura cúbica de corpo centrada - CCC (devido à ausência virtual de carbono).

Figura 46 - Difração de Raios-X para o aço maraging 300 solubilizados em várias temperaturas por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.



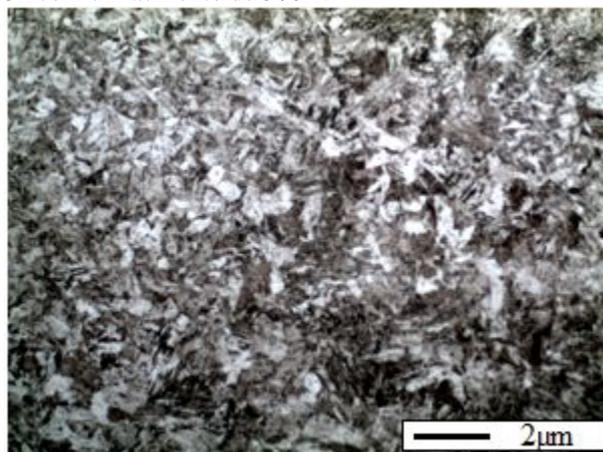
Fonte: Autor (2018).

5.2.2 Microscopia Ótica

A análise por microscopia ótica após as etapas de preparação metalográfica e ataque químico, já descritas no capítulo anterior, permite um entendimento das mudanças provocadas pelos tratamentos térmicos na microestrutura do aço maraging 300.

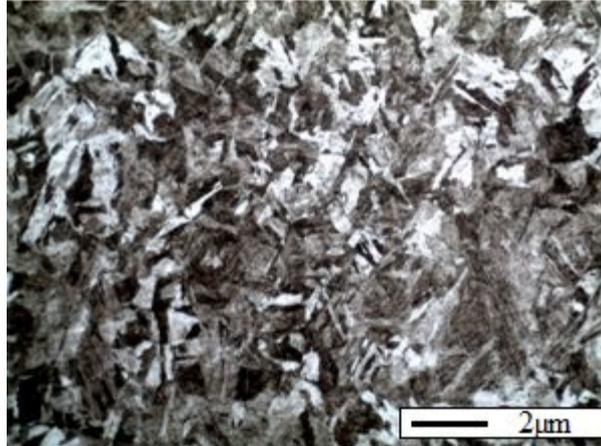
As figuras de número 47 a 51 apresentam as micrografias óticas para as amostras solubilizadas nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C, respectivamente e envelhecidas a 480 °C. As imagens revelam uma microestrutura hierárquica composta por grãos de austenita primária, pacotes e blocos e sub-blocos e evidencia o crescimento dessas estruturas com o crescimento do grão da austenita primária.

Figura 47 - Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.



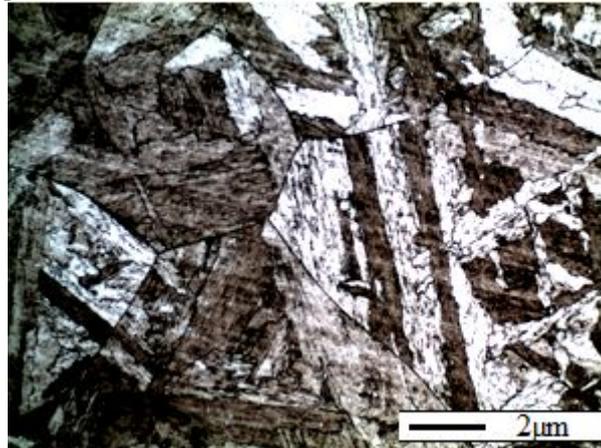
Fonte: Autor (2018)

Figura 48 - Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.



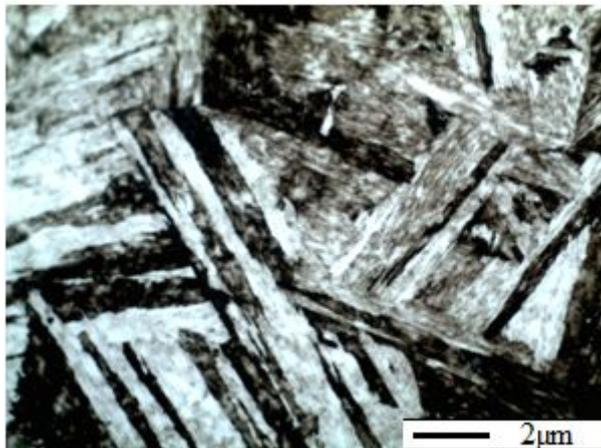
Fonte: Autor (2018).

Figura 49 - Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1000 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.



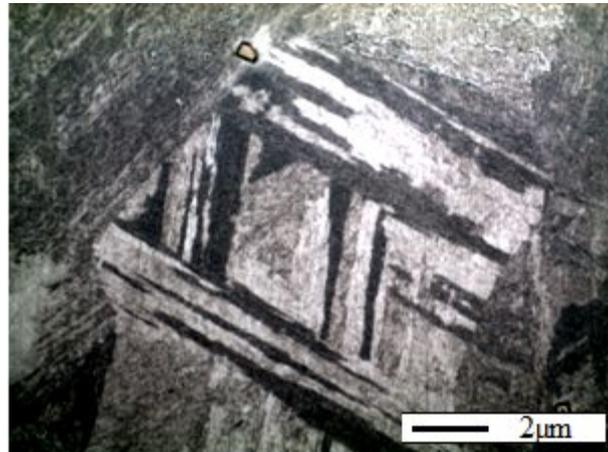
Fonte: Autor (2018).

Figura 50 - Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.



Fonte: Autor (2018).

Figura 51 - Micrografia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1100 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h com um aumento de 500X.



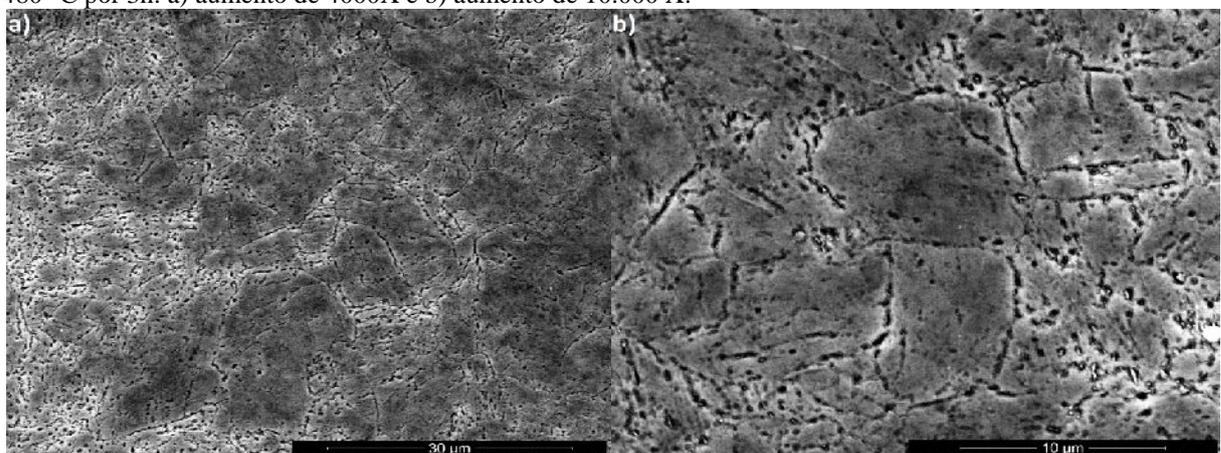
Fonte: Autor (2018).

5.2.3 Microscopia Eletrônica

As micrografias eletrônicas foram realizadas em modo de elétrons secundários, para uma análise mais detalhada da microestrutura do aço maraging 300 em todas as condições de tratamento térmico de solubilização adotadas neste trabalho e sempre na condição de envelhecimento a 480 °C por 3h.

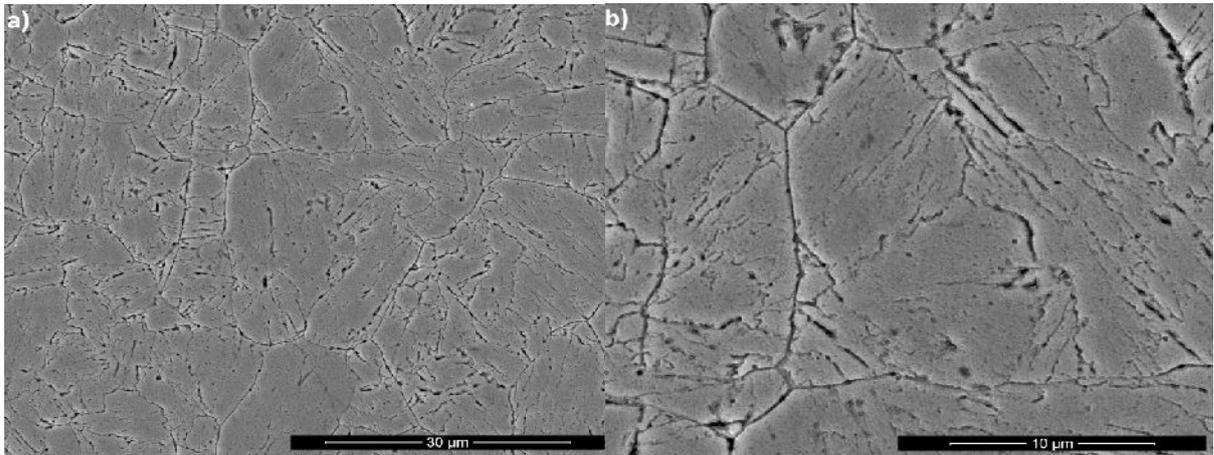
As Figuras de número 52 a 56 apresentam micrografias eletrônicas de varredura das amostras de aço maraging 300 solubilizados nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3 h. Nessas imagens pode-se observar com uma maior riqueza de detalhes a estrutura multi-níveis citada na seção anterior, com contornos de grão da austenita primária, pacotes, blocos e sub-blocos de martensita.

Figura 52 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 820 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.



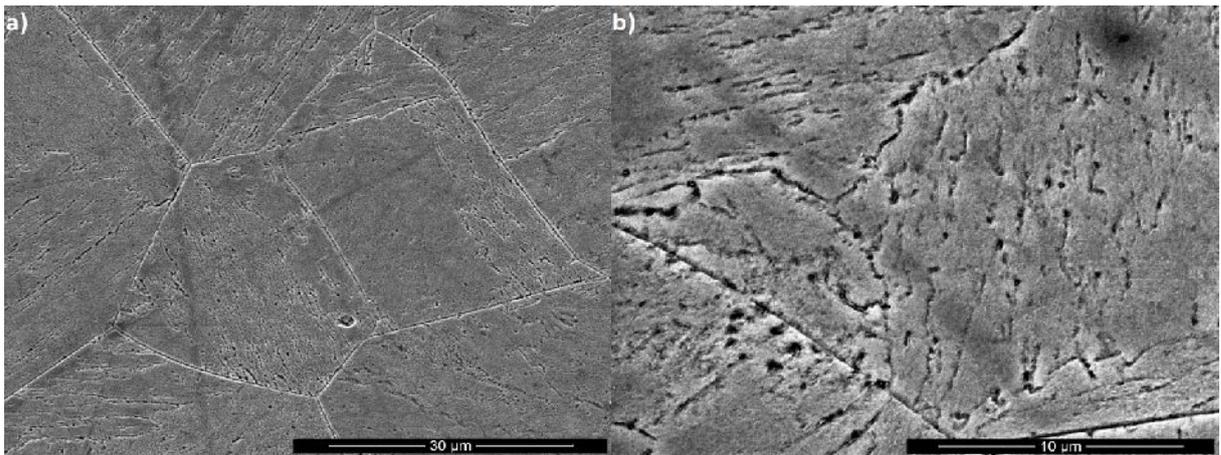
Fonte: Autor (2018).

Figura 53 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.



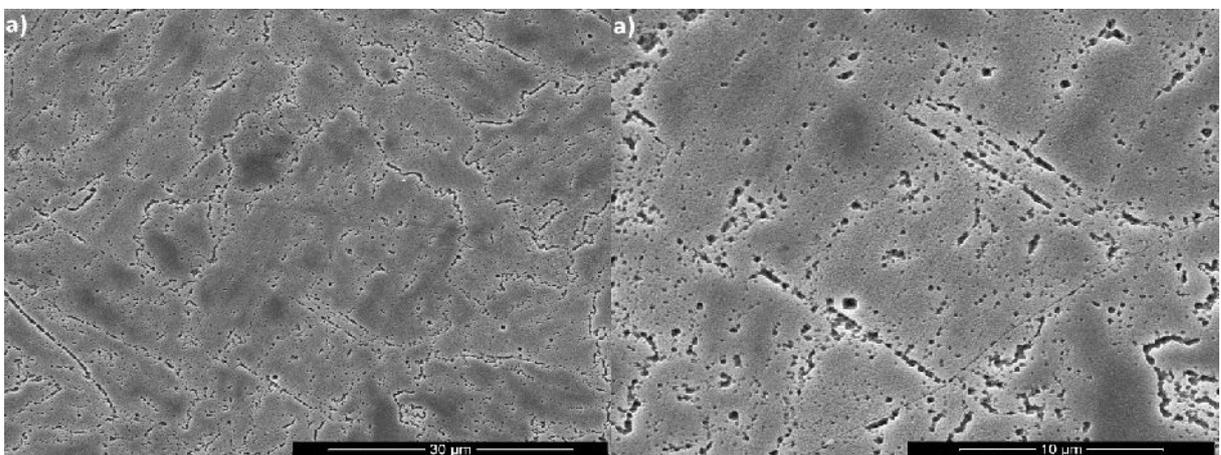
Fonte: Autor (2018).

Figura 54 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1000 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.



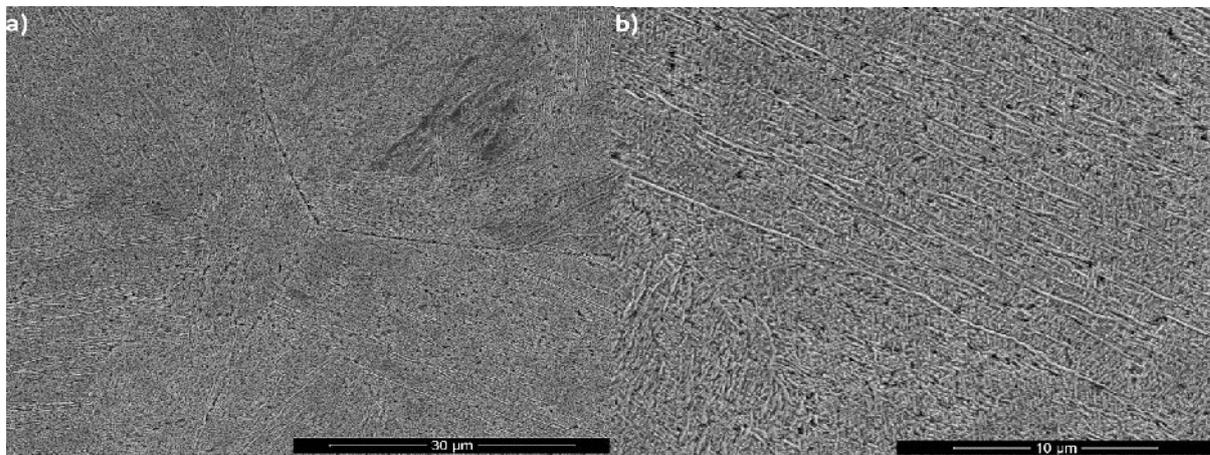
Fonte: Autor (2018).

Figura 55 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.



Fonte: Autor (2018)

Figura 56 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 1100 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h: a) aumento de 4000X e b) aumento de 10.000 X.



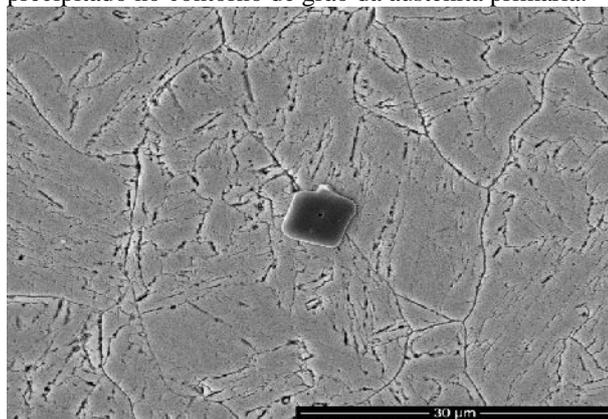
Fonte: Autor (2018).

Na Figura 57 se pode observar um precipitado de geometria cúbica no contorno de grão da austenita primária.

A Tabela 5 apresenta um mapa com imagens de composição química separada por elemento químico, para o precipitado intergranular mostrado na Figura 57. As imagens do mapa foram feitas por Espectroscopia de Energia Dispersiva – EDS acoplado a um MEV marca FEI já descrito no capítulo anterior.

O precipitado em questão pode se tratar de precipitados TiC ou Ti(C,N) num contorno de grão. PSIODA (1977) ao estudar grandes inclusões no aço maraging 300, relatou uma diferença de tamanho entre os precipitados Ti(C,N) e TiC, sendo o primeiro cerca de 5 vezes maior que o segundo. Pela análise de tamanhos, se pode concluir que os precipitados grandes observados devem ser Ti(C,N) [81].

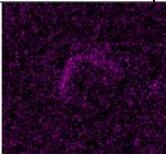
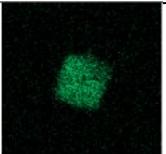
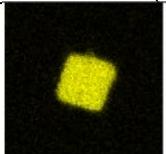
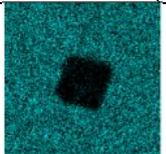
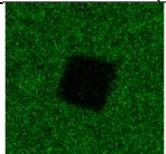
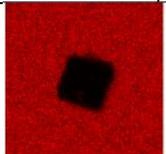
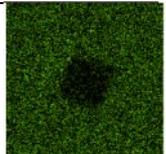
Figura 57 - Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h em um aumento de 5000X mostrando um precipitado no contorno de grão da austenita primária.



Fonte: Autor (2018).

O elemento carbono aparece de forma imprecisa na sua respectiva figura do mapa de composição química, devido a uma imprecisão inerente à técnica adotada. Outras características como o formato cúbico e a cor amarela na microscopia ótica confirmam o diagnóstico. A correta estequiometria não é de grande relevância para os fins de análise deste trabalho, uma vez que não provoca relevante alteração no comportamento mecânico dos aços maraging nas condições estudadas neste trabalho.

Tabela 10 - Mapa de composição química do precipitado mostrado na Figura 56.

C	N	Ti	Ni	Co	Fe	Mo
						

Fonte: Autor (2018).

5.3 Propriedades Mecânicas

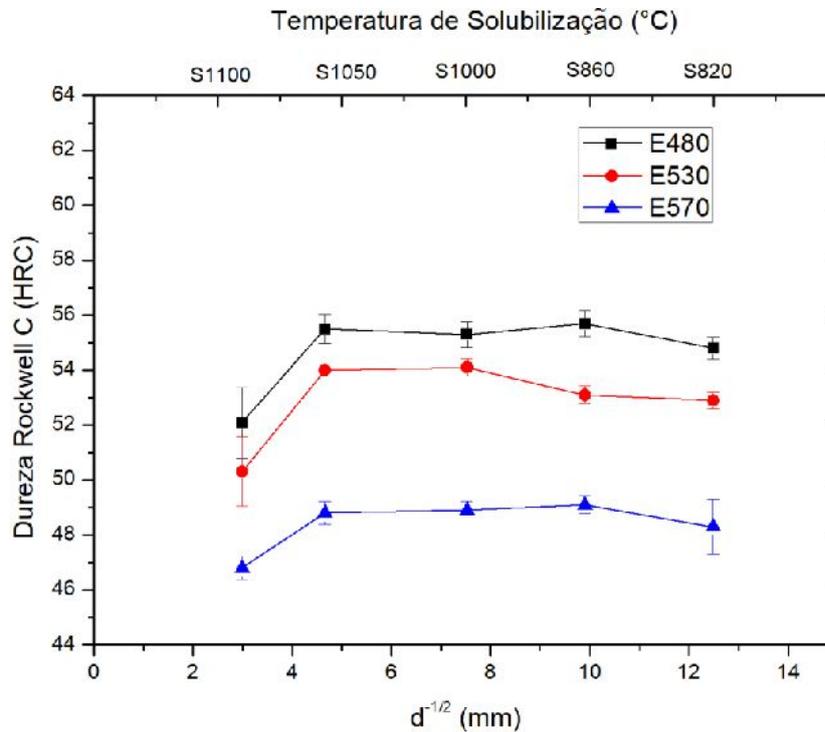
Neste tópico serão apresentados e discutidos resultados sobre a relação da dureza mecânica com as temperaturas de solubilização e envelhecimento dos aços maraging 300. Será também apresentada uma análise estatística de variância ANOVA, através de testes de hipóteses, onde os cálculos estatísticos foram realizados para um nível de significância de 5% através da distribuição estatística “F” de Fisher – Snedecor, para a verificação da representatividade e validação dos resultados.

Inicialmente serão apresentados os resultados para a dureza mecânica em relação às temperaturas de solubilização e envelhecimento. Em seguida serão discutidos os resultados para a análise de variância dos resultados obtidos em cada condição.

5.3.1 Ensaio de Dureza

A Figura 58 apresenta as curvas de dureza Rockwell C para o aço maraging C300 nas três condições de envelhecimento em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários, com o objetivo de verificar a relação de Hall-Petch para a dureza mecânica.

Figura 58 - Curvas de dureza em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio do grão austenítico primário (relação de Hall-Petch).



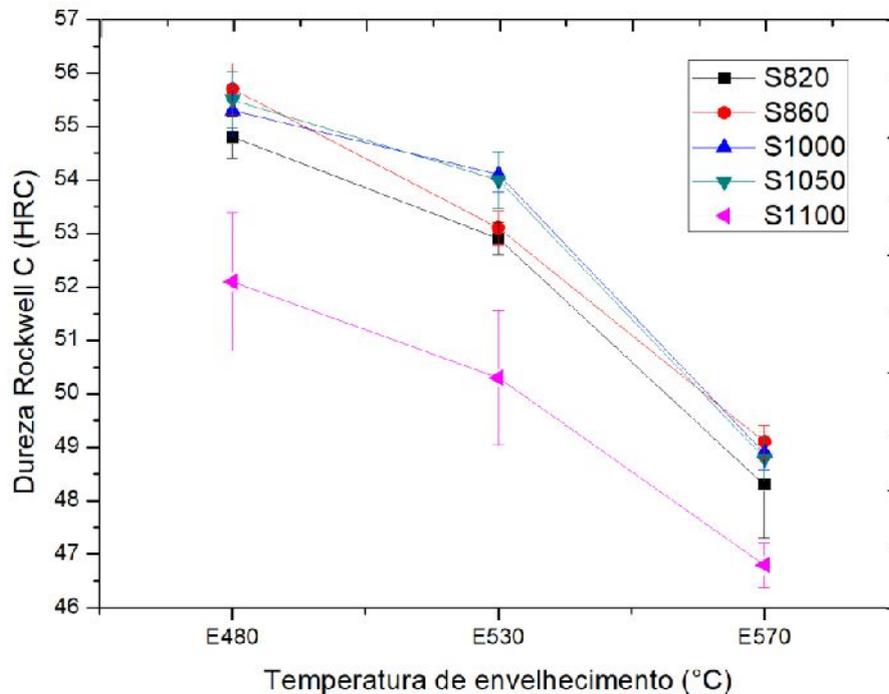
Fonte: Autor (2018).

Um fato de fácil observação é que a dureza não varia significativamente com o aumento da temperatura de solubilização e consequente crescimento do tamanho de grão da austenita primária com exceção aos resultados obtidos para as amostras solubilizadas na temperatura de 1100 °C, onde se pode perceber uma diminuição da dureza para todas as temperaturas de envelhecimento. Este comportamento pode ser atribuído ao crescimento do grão da austenita primária que varia de 6.41 a 46 μ m entre as temperaturas de 820 e 1050 °C e salta para 111,82 μ m a 1100 °C, como foi relatado de forma similar por MAXWELL *et al* (1970) [80].

Com relação à temperatura de envelhecimento, podemos observar na Figura 59 uma diminuição progressiva da dureza medida, com o aumento da temperatura de envelhecimento, sendo mantido o tempo de 3h de tratamento para todas as amostras. Esse comportamento está principalmente relacionado ao fenômeno da reversão da austenita, que aumenta o percentual de reversão com o aumento da temperatura e tempo de tratamento e aos fenômenos de superenvelhecimento, onde o coalescimento e crescimento dos precipitados em temperaturas após a dureza de pico levam à diminuição da resistência mecânica como um todo e ainda o aumento da incoerência dos precipitados com a matriz.

A formação da austenita pode se iniciar nas regiões onde devido à dissolução de precipitados são mais ricas em níquel [82].

Figura 59 - Curvas de dureza em função da temperatura de envelhecimento.



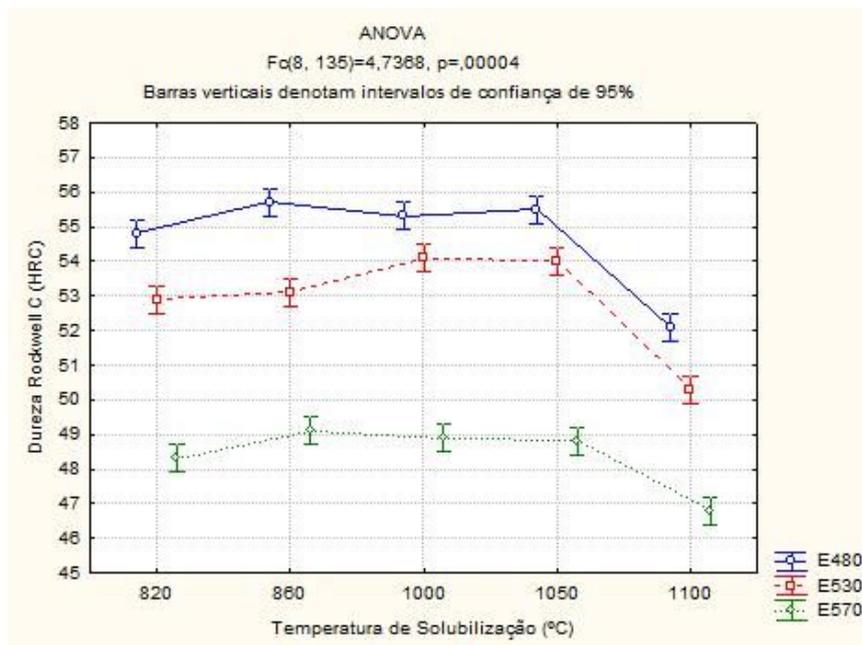
Fonte: Autor (2018).

Os resultados apresentados na Figura 59 mostram uma diminuição significativa da resistência mecânica para temperaturas de envelhecimento superiores à temperatura de 480 °C, fazendo com que os resultados de dureza (relativos à resistência mecânica) obtidos nas temperaturas de envelhecimento de 530 e 570 °C não sejam interessantes frente aos objetivos deste trabalho.

A Figura 60 apresenta o resultado da análise de variância dos resultados da dureza Rockwell C em função das temperaturas de solubilização e envelhecimento. O objetivo dessa análise é se certificar que os parâmetros selecionados (neste caso as temperaturas de solubilização e envelhecimento) influenciam significativamente os resultados obtidos para a propriedade estudada (neste caso a dureza Rockwell C).

Como resultado se observa que a dureza não varia significativamente com a temperatura de solubilização, sofrendo uma diminuição apenas para a amostra solubilizada a 1100 °C, que promove o maior tamanho médio de grão austenítico primário. Se pode confirmar também que a temperatura de envelhecimento exerce também influência significativa sobre a propriedade dureza mecânica.

Figura 60 - Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na dureza do aço maraging 300.



Fonte: Autor (2018).

5.3.2 Ensaio de Tenacidade ao Impacto Charpy-V

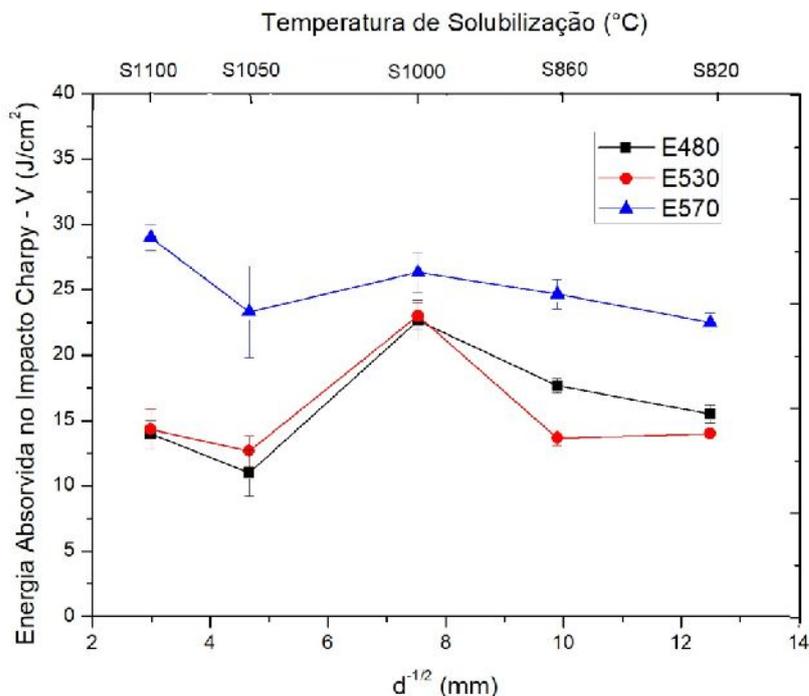
Como se observa na Figura 61, as curvas de energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V apresentam um pico no ponto onde o inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários apresenta o valor de $7,53 \mu\text{m}$ (temperatura de solubilização de $1000 \text{ }^\circ\text{C}$) para todas as condições de envelhecimento. Esse comportamento pode estar relacionado com a dissolução do TiC iniciado em temperaturas próximas a $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ que pode atuar como catalizador da falha intergranular. Com o processo de dissolução desse precipitado, a falha dúctil tornar-se-á majoritariamente transgranular e assim sujeita à relação de Hall-petch.

Com relação à temperatura de envelhecimento, se observa que as amostras envelhecidas nas temperaturas de 480 e $530 \text{ }^\circ\text{C}$ apresentam resultados para energia absorvida bem próximos, enquanto que as amostras envelhecidas a $570 \text{ }^\circ\text{C}$ mostram um resultado superior. Este fato se deve principalmente à quantidade de austenita revertida nessas condições. Na temperatura de envelhecimento de $480 \text{ }^\circ\text{C}$, para qualquer tempo de tratamento, a quantidade de austenita revertida tende a zero.

No envelhecimento à temperatura de $530 \text{ }^\circ\text{C}$ e em um tempo de 3h, a quantidade de austenita prevista é próxima a 1%. Já nos tratamentos de envelhecimento a $570 \text{ }^\circ\text{C}$, pelo mesmo tempo, se observa uma quantidade de austenita revertida superior a 10% [83], o que

faz aumentar significativamente a tenacidade ao impacto das amostras tratadas nessa condição. Esse comportamento é devido à presença de um número maior de sistemas de escorregamento ativos capazes de absorver energia de deformação dúctil, na fase austenítica.

Figura 61 - Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da temperatura de solubilização.



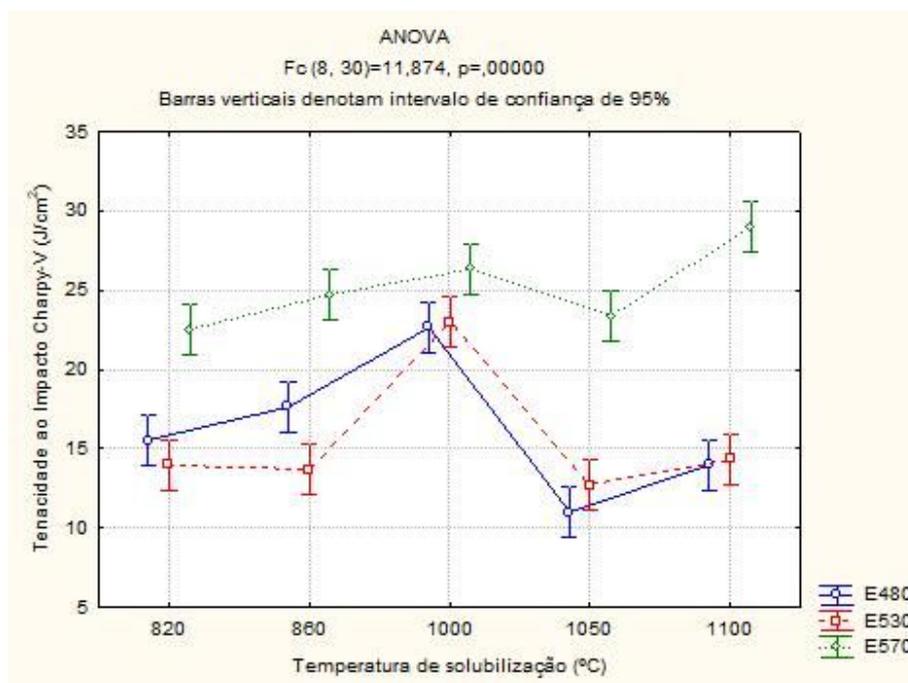
Fonte: Autor (2018).

Outro mecanismo de absorção de energia de impacto pela fase austenítica, se refere à transformação por deformação dessa fase em martensita, que ocorre com absorção de energia fornecida pelo impacto, como observado por MARKFELD e ROSEN (1980) [84]. Os valores para tenacidade ao impacto obtidos para as amostras envelhecidas a 480 °C, concordam com os resultados encontrados por TAVARES *et al* (2017) [59].

Na Figura 62 é apresentada a análise de variância dos resultados da tenacidade ao impacto Charpy-V em função das temperaturas de solubilização e envelhecimento adotados neste trabalho. O resultado do tratamento estatístico revela que existe uma elevação estatisticamente significativa do valor da energia absorvida no impacto para as amostras solubilizadas na temperatura de 1000 °C. Este comportamento pode ser devido a uma competição entre os fenômenos de crescimento de grão provocado pela elevação da temperatura de solubilização e à mudança no modo de fratura pela diminuição da nucleação de vazios intergranulares, devido ao início da dissolução dos precipitados de TiC nos contornos de grão da austenita primária.

Outra confirmação é a de que a temperatura adotada no tratamento térmico de envelhecimento influencia de forma significativa a tenacidade ao impacto do aço maraging 300. Este fato ocorre principalmente devido à quantidade da fase austenita que é revertida durante o tratamento de envelhecimento em temperaturas superiores a 500 °C para um tempo de 3h.

Figura 62 - Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na Tenacidade ao impacto Charpy-V do aço maraging 300.



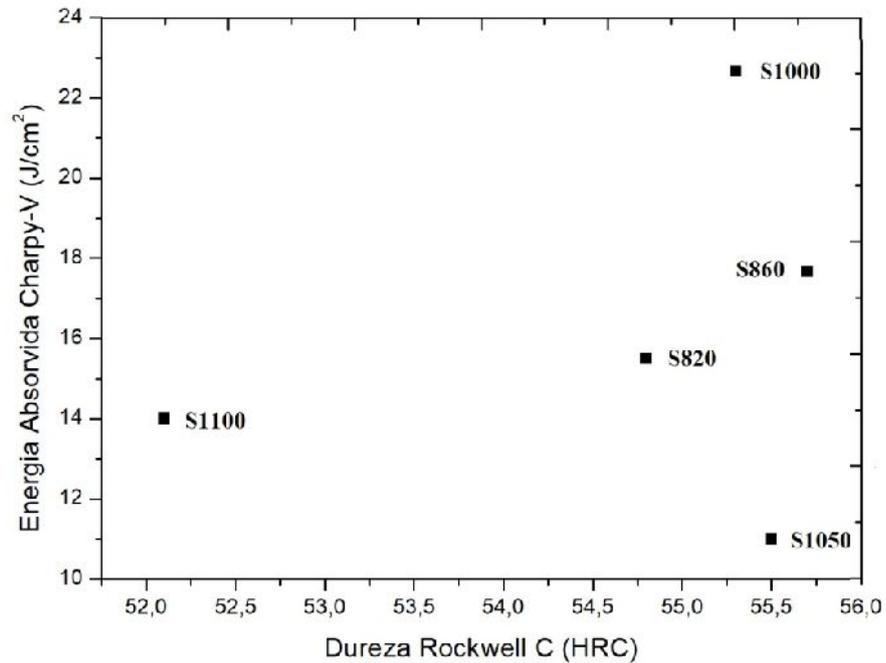
Fonte: Autor (2018).

Na Figura 63 se observa os pontos de relação entre dureza e tenacidade ao impacto para cada condição de solubilização com o envelhecimento na temperatura de 480 °C. Através da análise dos pontos para cada condição presente no referido gráfico, se percebe que a condição ótima da relação dureza – tenacidade ao impacto para as condições de tratamento térmico adotadas neste trabalho, ocorre na amostra solubilizada a 1000 °C.

Cabe destacar que ao se analisar os resultados de dureza e tenacidade ao impacto, não se percebe claramente uma relação direta entre o comportamento da evolução da dureza e os resultados para a tenacidade ao impacto com o crescimento do tamanho de grão da austenita primária, nas condições de tratamento adotadas neste trabalho.

As imagens mostradas nas Figuras 64 a 68 apresentam a fractografia das amostras após o ensaio de tenacidade ao impacto do aço maraging 300 solubilizados nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.

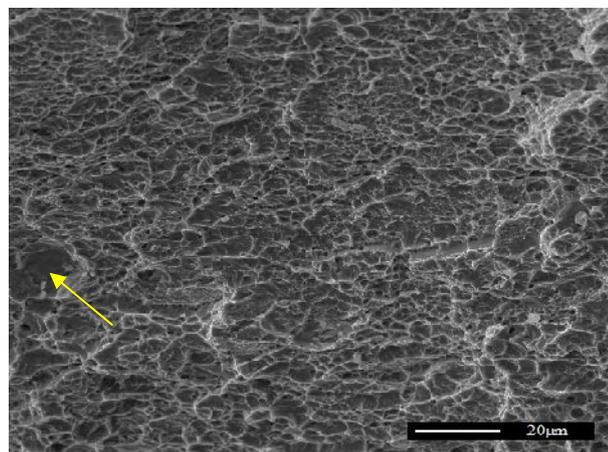
Figura 63 – Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da dureza Rockwell C para amostras solubilizadas em várias temperaturas e envelhecidas a 480 °C.



Fonte: Autor (2018).

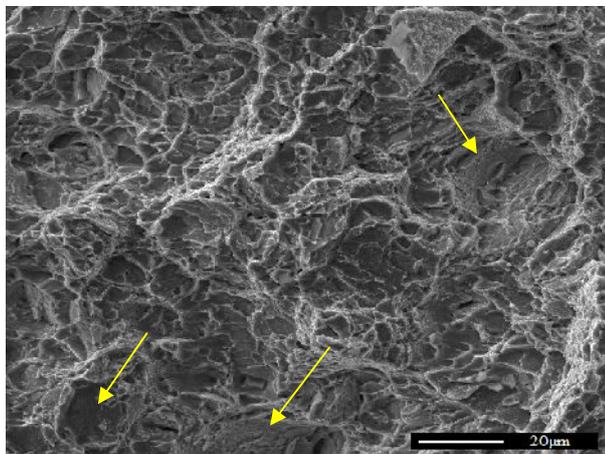
As imagens revelam superfícies de fratura com vazios rasos algumas superfícies características de fratura transgranular por clivagem (exemplificadas pelas setas amarelas nas figuras), caracterizando superfícies de fratura mistas características de materiais com baixa absorção de energia por impacto. A percepção das superfícies de clivagem se torna maior com a elevação da temperatura de solubilização.

Figura 64 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 820 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.



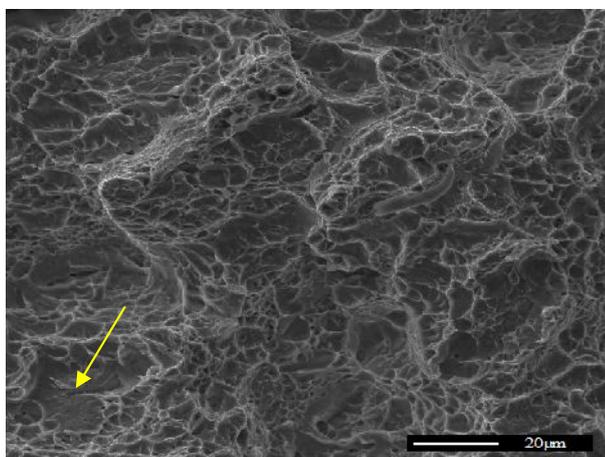
Fonte: Autor (2018).

Figura 65 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 860 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.



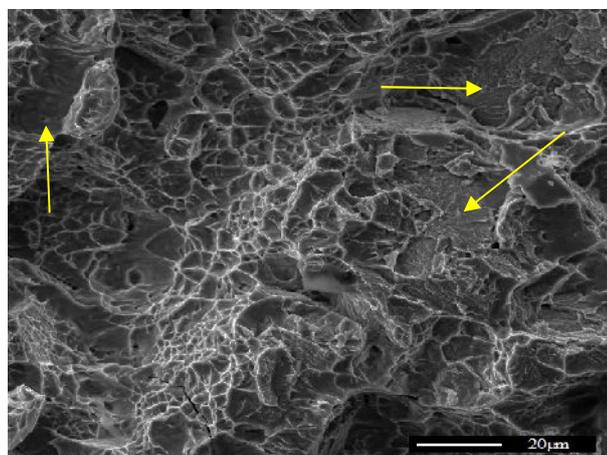
Fonte: Autor (2018).

Figura 66 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 1000 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.



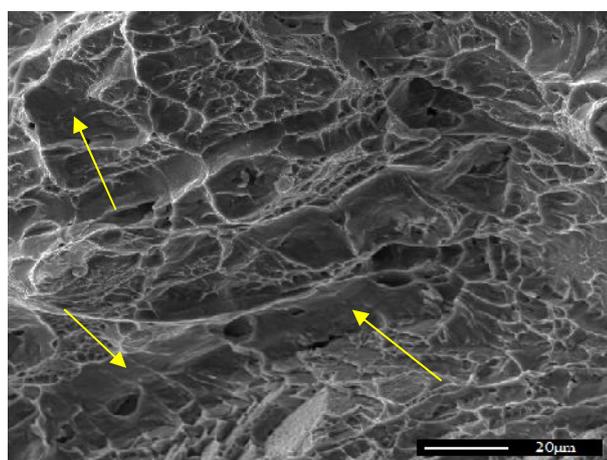
Fonte: Autor (2018).

Figura 67 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 1050 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.



Fonte: Autor (2018).

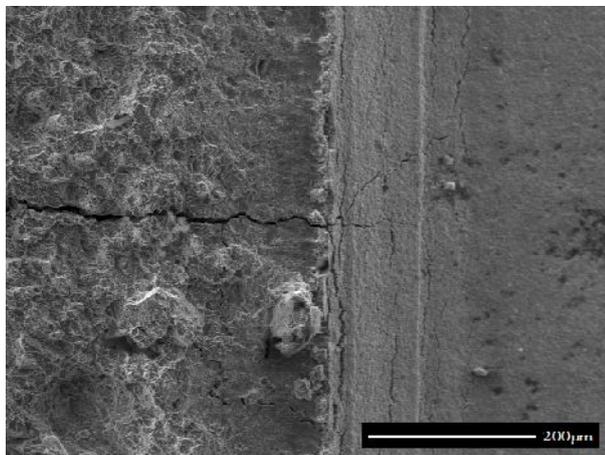
Figura 68 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 1100 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 1000X.



Fonte: Autor (2018).

A Figura 69 mostra a propagação de uma trinca de forma intergranular em um corpo de prova de aço maraging 300 solubilizado a 860 °C, após o ensaio de tenacidade ao impacto Charpy. A trinca se inicia no entalhe e transcorre perpendicularmente a este.

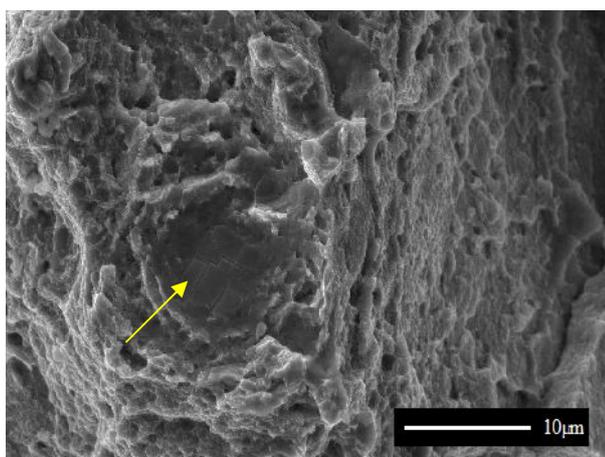
Figura 69 - Fractografia de um corpo de prova de ensaio Charpy de um aço maraging 300 solubilizado por 1h a 860 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, com um aumento de 200X, mostrando uma trinca nucleada na raiz do entalhe do corpo de prova Charpy-V.



Fonte: Autor (2018).

Na Figura 70 se pode observar um precipitado de TiC / Ti(C,N) no centro de um vazio nucleado por ele (região apontada pela seta amarela na figura). O precipitado se encontra trincado por ter estrutura frágil e ter sido submetido a tensões acima do seu limite de resistência, durante o processo de nucleação e crescimento do vazio.

Figura 70 - Fractografia de um corpo de prova de aço maraging 300 solubilizado a 860 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h, após o ensaio de tenacidade ao impacto Charpy, mostrando um precipitado de TiC / Ti(C,N) no centro de um vazio.



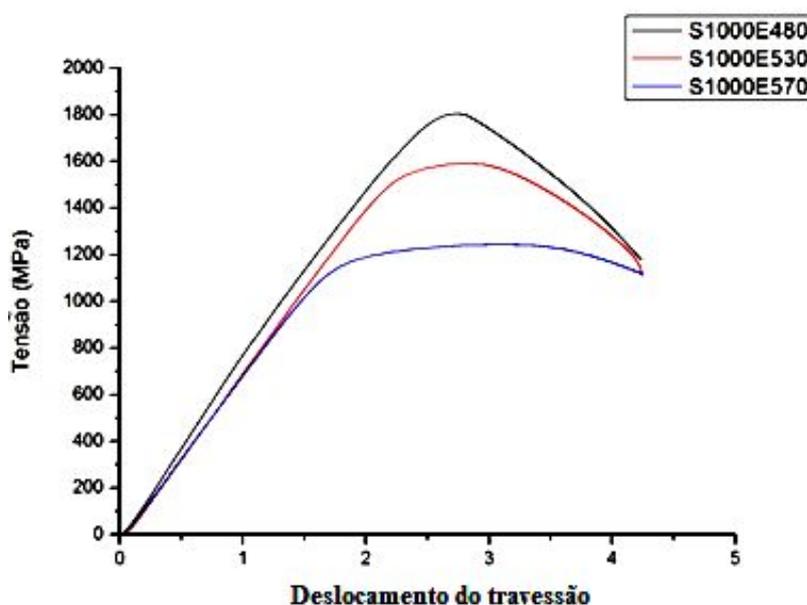
Fonte: Autor (2018).

5.3.3 Ensaio de Tração

A Figura 71 apresenta um resultado representativo para o ensaio de tração para

corpos de prova solubilizados na temperatura de 1000 °C e envelhecido nas três condições adotadas neste trabalho. Ao analisar os resultados da seção anterior, se adotou a temperatura de solubilização de 1000 °C para se estudar a influência da variação da temperatura de envelhecimento nas curvas tensão *versus* deformação na condição ótima de tenacidade ao impacto.

Figura 71 - Curvas tensão em função da deformação para o aço maraging 300 solubilizado a 1000 °C e envelhecido a 480, 530 e 570 °C.



Fonte: Autor (2018).

Os resultados apresentados mostram uma diminuição considerável na tensão de escoamento e resistência mecânica das amostras envelhecidas nas temperaturas de 530 e 570 °C, quando comparadas aos resultados para os corpos de prova envelhecidos a 480 °C. Este fato se dá principalmente pelo aumento da fase austenita que é revertida durante o processo de envelhecimento em temperaturas superiores a 500 °C para um tempo de 3h.

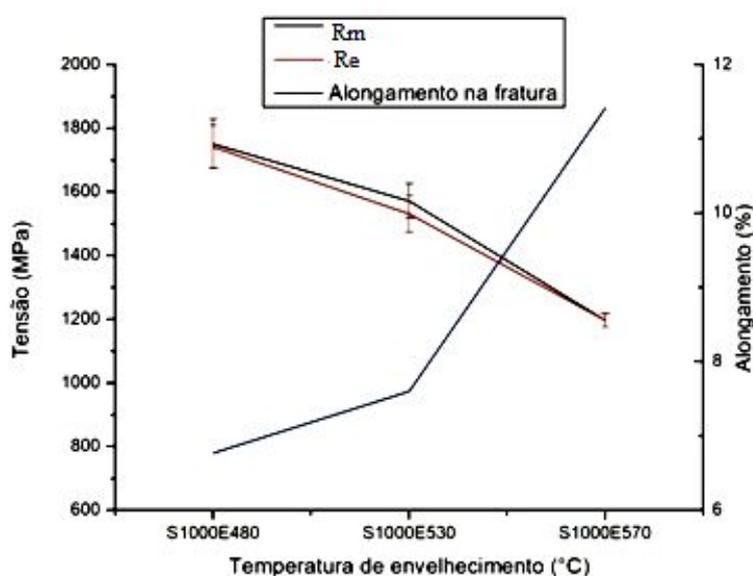
Outra análise importante é mostrada no gráfico da Figura 72, que apresenta os resultados para limite de escoamento, limite de resistência e alongamento percentual na fratura para os corpos de prova solubilizados a 1000 °C e envelhecidos nas condições adotadas neste trabalho.

Observando as curvas apresentadas se percebe que os valores para a tensão de escoamento e resistência mecânica são bem próximos, mostrando uma baixa capacidade de deformação plástica para o aço maraging 300 em qualquer uma condição de tratamento térmico adotada. Com a elevação da temperatura de envelhecimento a quantidade de austenita revertida aumenta e como esta fase apresenta uma maior capacidade de deformação, possui

então menor resistência mecânica. Esse comportamento é proporcional à quantidade de austenita presente na matriz martensítica do aço maraging solubilizado e envelhecido.

Outra constatação importante é a que no sentido inverso da queda de resistência mecânica com aumento da quantidade de fase austenítica presente como consequência do aumento da temperatura de envelhecimento é a relação do alongamento percentual na fratura, que aumenta consideravelmente com a elevação da temperatura de envelhecimento adotada.

Figura 72 - Curvas de Limite de escoamento (R_e), Limite de Resistência (R_m) e alongamento percentual na Fratura para cp's solubilizados a 1000°C e envelhecidos a 480, 530 e 570 °C.

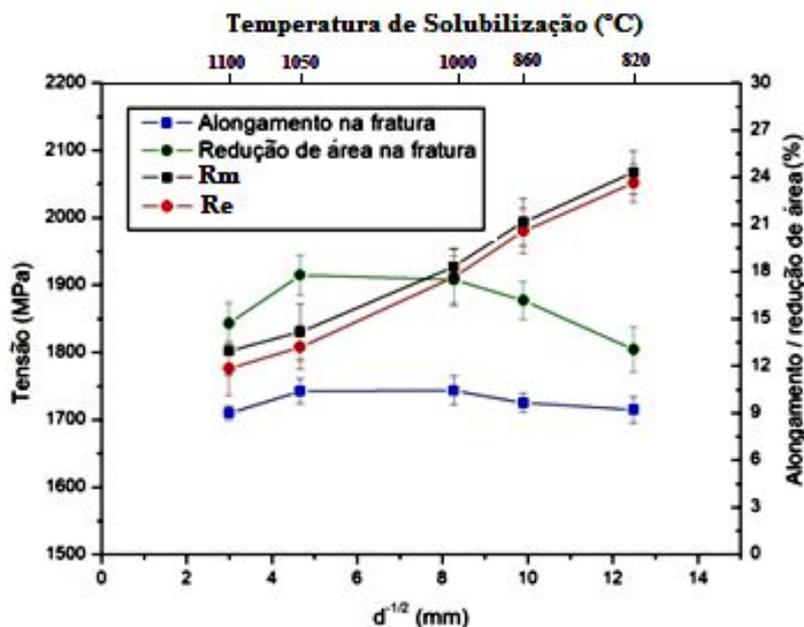


Fonte: Autor (2018).

Os demais ensaios de tração foram realizados todos também à temperatura ambiente, com corpos de prova preparados nas várias condições de solubilização e envelhecidos apenas na temperatura de 480 °C. Essa decisão foi tomada a partir dos resultados dos ensaios de dureza e tenacidade ao impacto e tração para a temperatura de solubilização de 1000 °C (apresentado acima), por estes se afastarem do propósito estabelecido nos objetivos deste trabalho, que é o de melhorar a tenacidade sem diminuição considerável de resistência mecânica.

A Figura 73 apresenta os resultados para os limites de escoamento e resistência à tração, alongamento e redução de área na fratura em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários para as amostras solubilizados por 1h nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C e envelhecidas a 480 °C por 3 h.

Figura 73 - Curvas de Limite de Escoamento (R_e), Limite de Resistência (R_m), alongamento percentual e redução de área na Fratura em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários, para corpos de prova de tração envelhecidos a 480 °C.



Fonte: Autor (2018).

O gráfico mostra que tanto o limite de resistência, quanto o limite de escoamento diminuem com o aumento da temperatura de solubilização, de forma praticamente linear. O resultado obtido corrobora com as conclusões de Rack (1978) e SAUL (1970), que também evidenciou um comportamento de Hall-Petch para as tensões de escoamento e resistência no ensaio de tração, assim como os valores obtidos para o tamanho médio de grãos e tensões de escoamento e resistência para as várias condições de tratamento térmico [56,85].

No mesmo gráfico se observa, no entanto, que os valores para o alongamento total na fratura se mantiveram constantes, demonstrando não haver inter-relação entre o tamanho do grão austenítico primário e as medidas de ductilidade no ensaio de tração. Os resultados para a redução de área na fratura, apesar de apresentarem uma variação no gráfico, no entanto esta não se mostrou estatisticamente significativa, o que nos leva a adotar a possibilidade desta propriedade também não variar com a elevação da temperatura de solubilização.

É de amplo conhecimento que a relação linear esperada entre a deformação plástica e a raiz quadrada da densidade de discordâncias, originalmente proposta por Hall e Petch também pode ser aplicada ao inverso da raiz quadrada do tamanho médio dos grãos de um determinado aço. Supondo que os contornos de grão agem como obstáculo ao escorregamento das discordâncias, ocorrerá um empilhamento de discordâncias nos planos de

escorregamento, atrás dos contornos. Supondo que o número de discordâncias nesses empilhamentos cresce com o aumento do tamanho do grão e elevação da tensão aplicada, é de se esperar que em materiais com granulometria grosseira a multiplicação da tensão no grão adjacente deve ser muito maior que em materiais de granulação fina [30]. Isso significa que em materiais de granulação fina se faz necessário uma tensão aplicada muito maior para causar escorregamento, do que no caso de materiais com granulação grosseira.

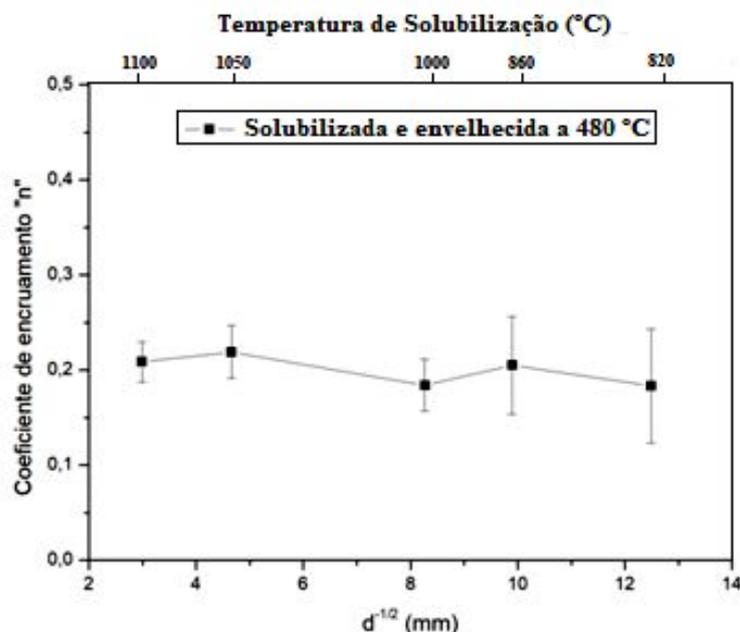
Outra consequência que também pode ser observada na Figura 73, é que como a contribuição para o alongamento é individual de cada grão e os grãos maiores contribuem mais do que os grãos pequenos, não se observa alterações estatisticamente significantes no alongamento e na redução de área na fratura. O mesmo comportamento pode ser observado no gráfico da Figura 74 para o coeficiente de encruamento.

O coeficiente de encruamento representa o trabalho de encruamento do material. Um material com elevado valor de “n” é característico de aços de elevada resistência, que impõem uma maior dificuldade para se deformarem plasticamente. Num ensaio de tração, por exemplo, materiais com elevados valores de “n” podem deformar mais antes da formação do empescoamento [86].

Como se pode perceber na Figura 74, o resultado do coeficiente de encruamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho médio dos grãos austeníticos primários reage de forma semelhante ao comportamento dos resultados do alongamento e redução de área na fratura, não demonstrando dependência estatisticamente significativa com a relação de Hall-Petch, se mantendo, portanto, constante e insensível à variação da temperatura de solubilização e ao crescimento do tamanho médio do grão austenítico primário. Os valores determinados para o aço maraging 300 nas várias condições de tratamento térmico de mostraram compatíveis com os de outros aços de elevada resistência [86].

A fratura dúctil de metais ocorre por um processo de nucleação, crescimento e coalescência de vazios. Por sua vez a coalescência de vazios está relacionada com a localização de fissuras, processo este observado em aços de elevada resistência como os aços maraging. Esse processo de surgimento de fissuras por coalescência de vazios é favorecido por baixas taxas de encruamento. Assim, se pode esperar uma relação próxima entre taxa de encruamento, tenacidade e microestrutura (mecanismos de interação e bloqueio de discordâncias) e assim, a análise do comportamento do encruamento pode ser útil na análise das diferenças da tenacidade desses aços [87]

Figura 74 - Coeficiente de encruamento em função do inverso da raiz quadrada do tamanho médio dos grãos austeníticos primários.



Fonte: Autor (2018).

A Tabela 11 apresenta um resumo dos valores obtidos para as propriedades de tração medidas com a variação da temperatura de solubilização nos valores adotados neste trabalho e se mantendo o tratamento de envelhecimento a 480 °C para todas as solubilizações.

Tabela 11 - Propriedades de tração para o aço maraging 300 solubilizados em várias temperaturas e envelhecidos a 480 °C

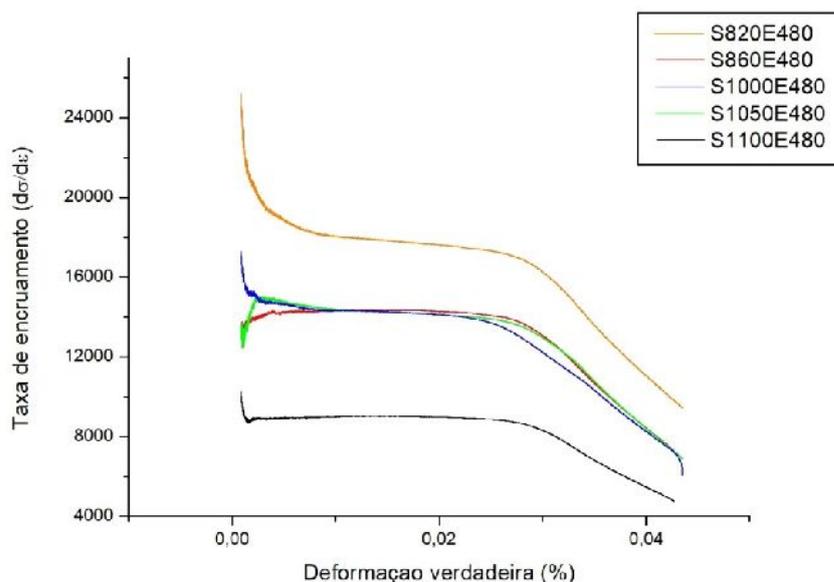
Temperatura de solubilização (°C)	Tensão de resistência (MPa)	Tensão de escoamento (MPa)	Alongamento na ruptura (%)	Redução de área na ruptura (%)	Coeficiente de encruamento "n"
820	2067,42 ± 31,6	2051,82 ± 28,8	9,21 ± 1,1	13,05 ± 2,9	0,18 ± 0,06
860	1993,56 ± 75,3	1980,51 ± 73,8	9,67 ± 0,6	16,17 ± 1,2	0,21 ± 0,05
1000	1927,55 ± 65,9	1911,65 ± 62,4	10,44 ± 0,9	17,50 ± 2,5	0,18 ± 0,03
1050	1830,55 ± 81,8	1807,88 ± 42,6	10,39 ± 0,8	17,78 ± 1,3	0,22 ± 0,02
1100	1802,34 ± 86,0	1775,99 ± 89,7	9,00 ± 0,4	14,72 ± 1,9	0,21 ± 0,02

Fonte: Autor (2018).

A Figura 75 apresenta a evolução da taxa de encruamento em função da deformação verdadeira do aço maraging 300 para várias temperaturas de solubilização. É possível observar que as curvas se dividem em três partes com comportamentos distintos: A primeira parte apresenta uma elevada taxa de encruamento, cessando rapidamente e entrando

na segunda parte. Nesta etapa a taxa se mantém constante por uma grande deformação até adentrar na terceira parte, onde começa a diminuir devido à saturação dos mecanismos de movimentação de discordância, iniciando assim a estrição do corpo de prova e culminando com o processo de nucleação de vazios característico da ruptura dúctil.

Figura 75 - Taxa de encruamento (d/d) em função da deformação verdadeira (%) para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas.

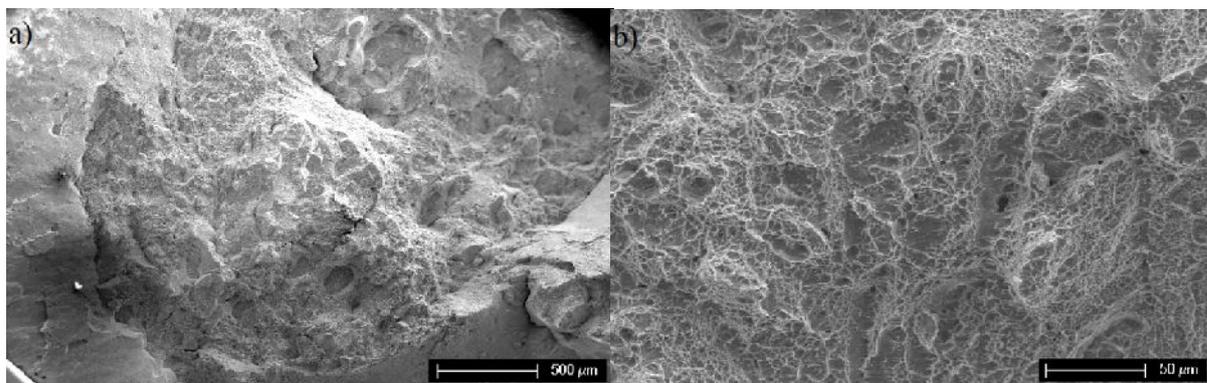


Fonte: Autor (2018).

5.3.3.1 Análise fractográfica

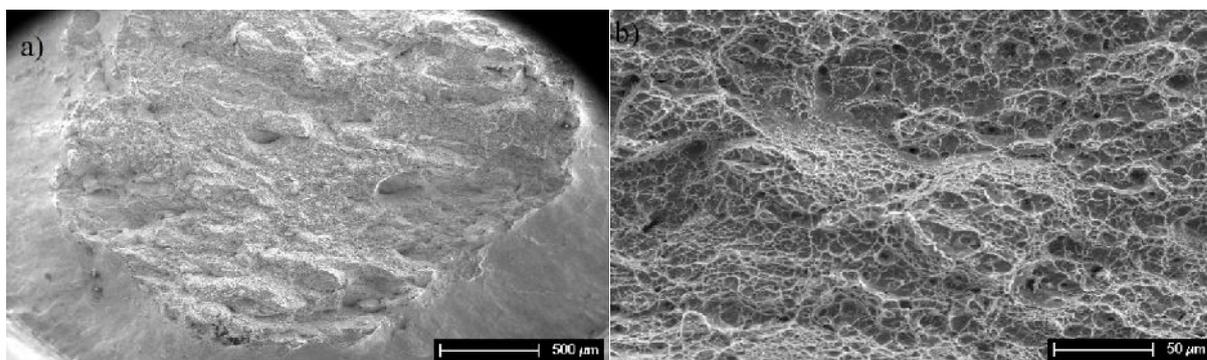
As figuras de números 76 a 80 mostram fractografias por microscopia eletrônica de varredura dos corpos de ensaio de tração após ruptura para as condições de solubilização a 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h. É possível se perceber as estruturas de taça e cone e superfície de fratura composta por cavidades, típicas de falhas dúcteis, apesar dos resultados informarem valores baixos para o alongamento e a redução de área na fratura.

Figura 76 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 820 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.



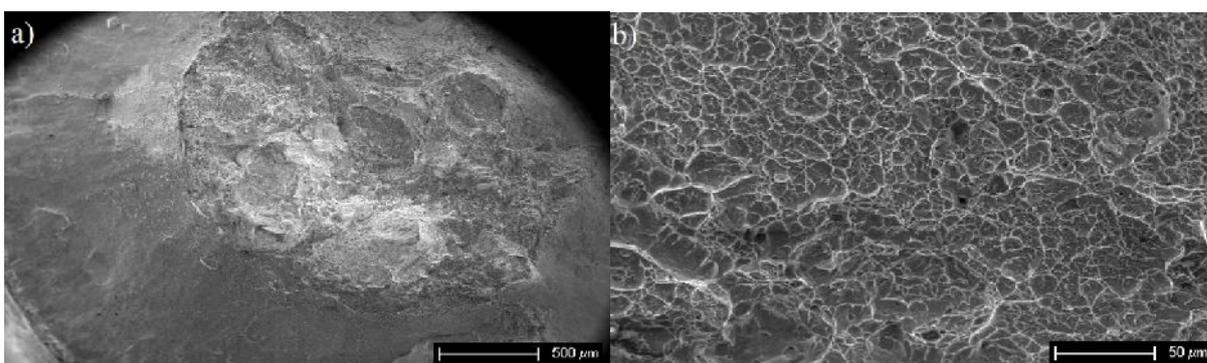
Fonte: Autor (2018).

Figura 77 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 860 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.



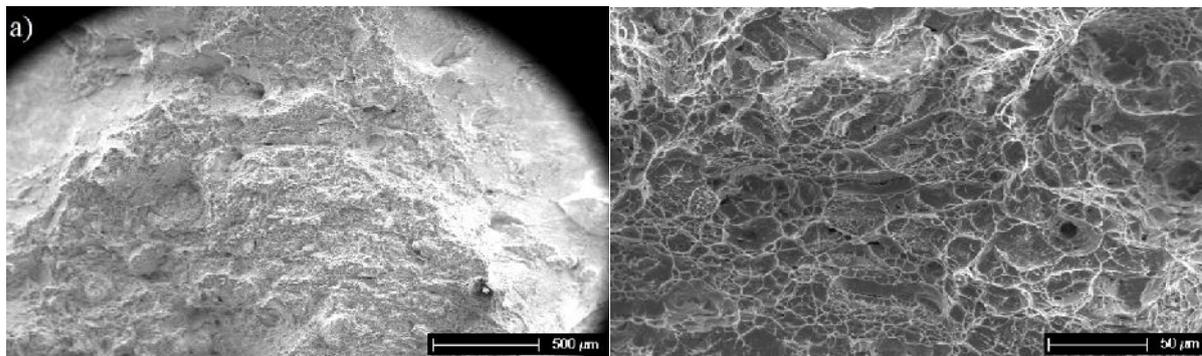
Fonte: Autor (2018).

Figura 78 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1000 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.



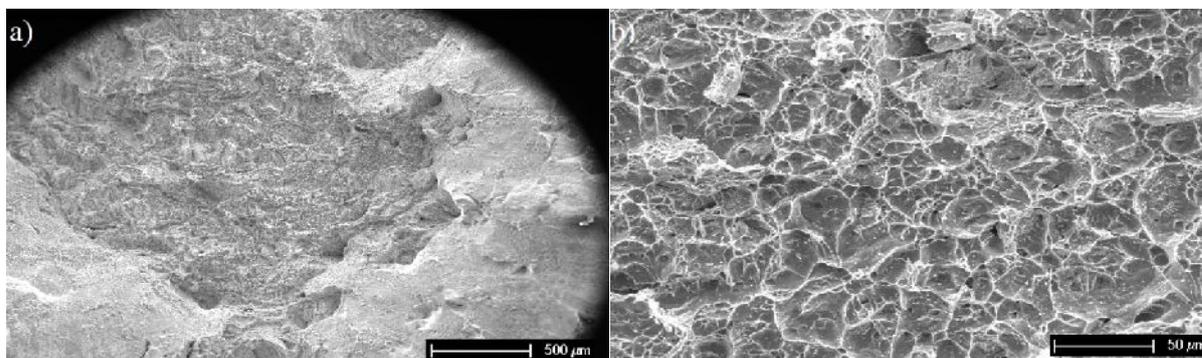
Fonte: Autor (2018)

Figura 79 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1050 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.



Fonte: Autor (2018).

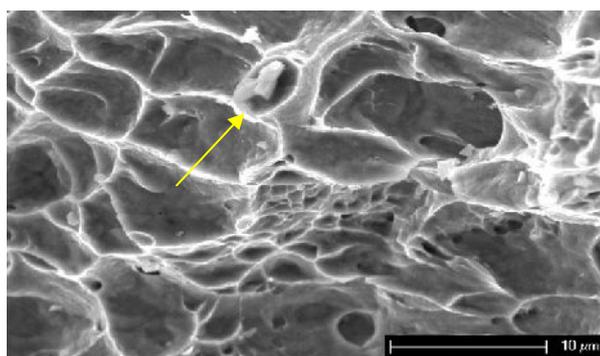
Figura 80 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de tração para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1100 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 100 X e b) aumento de 1000 X.



Fonte: Autor (2018).

A fractografia da Figura 81 revela um precipitado agindo como sítio nucleador de um vazio durante o processo de ruptura dúctil. Os precipitados de TiC / $Ti(C,N)$ / Ti_2S são os principais nucleadores de vazios nos aços maraging classe 300 nas condições de tratamento térmico seguidas neste trabalho.

Figura 81 - Fractografia de um corpo de prova de tração de aço maraging 300 solubilizado por 1h na temperatura de 1000 °C e envelhecido a 480 °C por 3h, mostrando um precipitado como agente nucleador de vazios durante a ruptura dúctil.



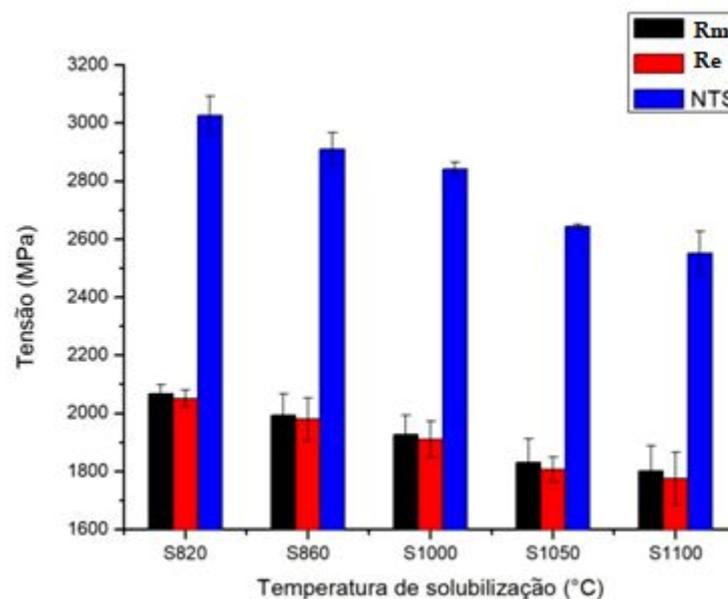
Fonte: Autor (2018).

5.3.4 Ensaio de Sensibilidade ao Entalhe (NTS)

O gráfico da Figura 82 apresenta uma comparação entre as tensões de escoamento e resistência obtidas no ensaio de tração convencional, para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas comumente adotadas neste trabalho e envelhecidas a 480 °C, com a tensão de resistência obtida no ensaio de tração entalhado (NTS). Pode-se perceber que os valores para a tensão NTS para cada condição estudada é muito superior à tensão de resistência obtida no ensaio de tração convencional. Este fato se dá devido à introdução de um complexo estado triaxial de tensões no entalhe do corpo de prova de tração.

Um entalhe sob uma tensão de tração produz uma tensão radial, σ_r , e uma tensão transversal, σ_t , que aumenta o valor da tensão longitudinal requerida para provocar o escoamento plástico. Portanto a tensão verdadeira média no entalhe, que é determinada dividindo a carga axial de tração pela menor área da seção transversal (na raiz do entalhe) é maior do que a tensão que pode ser requerida para causar escoamento em um ensaio de tração simples [88].

Figura 82 - Comparação entre as tensões de escoamento, resistência e resistência à tração com entalhe (NTS) em função da temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C.



Fonte: Autor (2018).

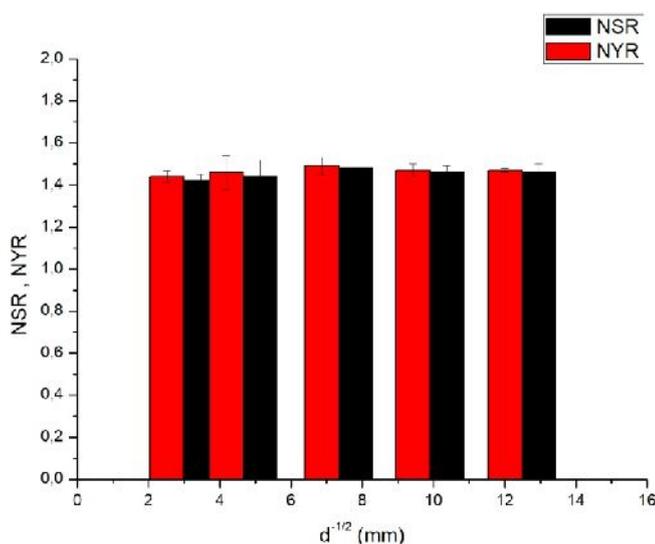
Outra constatação importante é que a tensão de resistência ao entalhe (NTS) para o aço maraging 300 apresenta o mesmo comportamento observado na tensão de resistência no ensaio de tração convencional, com a diminuição do seu valor em função do aumento do

tamanho médio do grão austenítico primário, causado pela elevação da temperatura de solubilização em cada condição de tratamento adotada neste trabalho, obedecendo assim o princípio de Hall-Petch. Esse resultado corrobora com o estudo realizado por SPINK *et al* (1973), que relacionou a elevação do tamanho de grão com a diminuição no valor da tensão *NTS* para vários materiais [89].

A Figura 83 mostra a comparação entre os dois parâmetros mais importantes originados do ensaio de tração com entalhe: a razão de resistência ao entalhe (*NSR*) e a razão de escoamento ao entalhe (*NYR*). Quando um corpo de prova está sujeito a um estado triaxial de tensões, como, por exemplo, um entalhe, ocorre uma redução de sua ductilidade, ou seja, ele não consegue mais absorver energia durante a deformação plástica, diferentemente do ensaio de tração convencional.

A resistência ao entalhe definida como a carga máxima dividida pela área original da seção transversal no entalhe, a razão entalhe-resistência (*NSR*) ou alta sensibilidade ao entalhe é a maneira mais comum de detectar a fragilização devido ao entalhe. Para a maior parte dos metais, quando o valor de *NSR* for menor que a unidade, o material está frágil devido ao entalhe. Para todas as ligas de elevada resistência como os aços maraging, as condições de ductilidade se mantêm após o limite de 1,5.

Figura 83 - Comparação entre as razões de resistência ao entalhe (*NSR*) e resistência ao escoamento com entalhe (*NYR*) em função da temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C.



Fonte: Autor (2018).

A razão *NYR* é aceita como um indicador qualitativo para a tenacidade à fratura de materiais metálicos. Razões maiores que a unidade indicam comportamento tenaz (habilidade de deformar plasticamente na presença de um concentrador de tensões). Os valores observados na Figura 83 indicam valores muito próximos entre as razões *NSR* e *NYR* e praticamente insensíveis à variação do tamanho de grão da austenita primária.

REED *et al* (1986) ao estudar a correlação entre tenacidade à fratura e medidas de tração com entalhe para aços inoxidáveis austeníticos, concluíram que a razão *NYR* apresentou uma dependência aproximadamente linear com a tenacidade à fratura (K_{Ic}) para valores baixos desse parâmetro (entre 0,85 e 1,25). Para valores elevados de *NYR* (acima de 1.25), essa razão tende a se tornar menos dependente de K_{Ic} [90]. Como os resultados obtidos neste trabalho para a razão *NYR* ficaram próximos a 1,5, se espera uma fraca correlação entre esses resultados e os obtidos para K_{Ic} , que serão apresentados em seção posterior.

5.3.5 Ensaio de Tenacidade à Fratura (K_{Ic})

O ensaio de Tenacidade à fratura é atualmente o principal teste para determinação da resposta de um determinado material à capacidade de absorção de energia na fratura, dificultando a propagação desta. A determinação do parâmetro K_{Ic} é então de grande importância para o estudo de mecânica da fratura e da estimação da performance sob condições que favoreçam a nucleação e propagação de trincas.

5.3.5.1 Validação do ensaio de Tenacidade à Fratura (K_{Ic})

A Tabela 12 apresenta os valores obtidos para a máxima força de fadiga para os ensaios em cada condição de tratamento térmico. Foi aplicada uma força máxima de fadiga de 12 KN para os 50% finais de fratura para todos os ensaios, com a finalidade de uniformizar o teste.

Tabela 12: Valores para a máxima força de fadiga para cada condição de tratamento térmico para o ensaio de tenacidade à fratura no aço maraging 300.

	S820E480	S860E480	S1000E480	S1050E480	S1100E480
F_f (kN)	14,48	13,97	13,49	12,79	12,58

Fonte: Autor (2018).

A Tabela 13 apresenta os valores determinados para o parâmetro a_0 de acordo com procedimento previsto nas normas BS 7884 [68] e ISO 12135 [69].

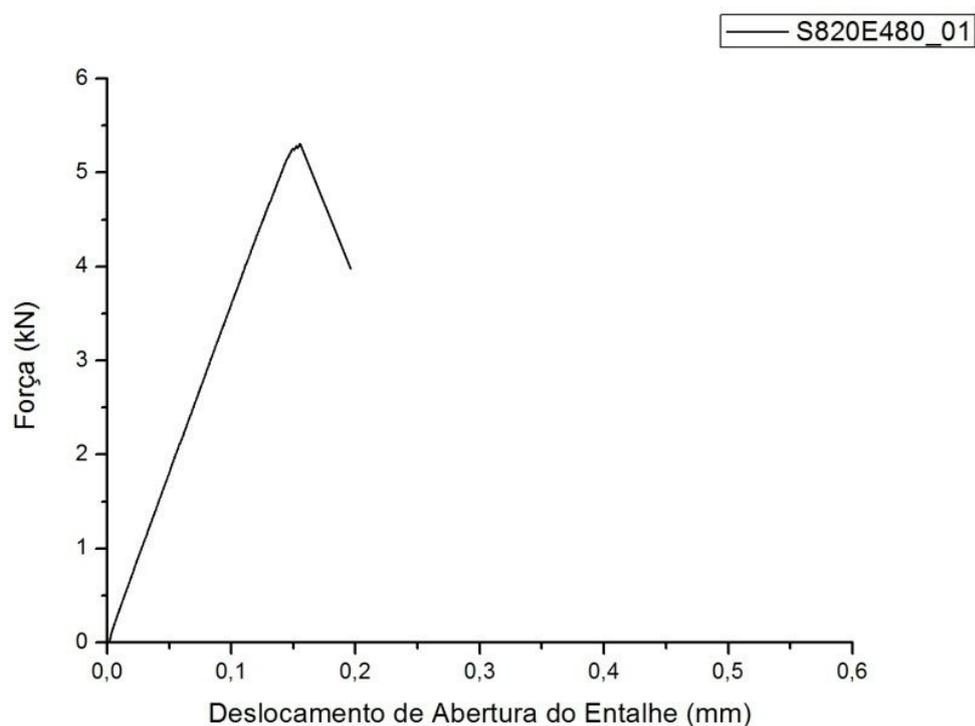
Para as curvas do tipo I, apresentada na Figura 84 para o corpo de prova solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C, relacionadas com o parâmetro K_{Ic} , de acordo com a Figura 40, o valor de K_Q a ser determinado será igual ao valor de K_{Ic} almejado neste teste.

Tabela 13: Valores para o parâmetro a_0 calculados para os ensaios de tenacidade à fratura do aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.

	S820E480	S860E480	S1000E480	S1050E480	S1100E480
a_{0_1}	6,10	6,04	6,10	5,91	5,96
a_{0_2}	5,95	6,07	5,96	6,08	6,01
a_{0_3}	6,10	6,06	6,07	6,08	6,07
Média	6,05	6,06	6,04	6,02	6,01
Dp	0,071	0,013	0,060	0,080	0,045

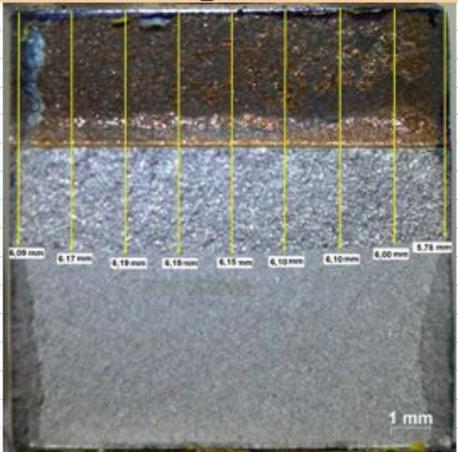
Fonte: Autor (2018).

Figura 84 - Curva da Força de flexão em função da abertura do entalhe para o ensaio de tenacidade à fratura do aço maraging 300 solubilizado a 820° C por 1 h e envelhecido a 480 °C por 3 h.



Fonte: Autor (2018).

Figura 85 - Planilha de validação de ensaio de tenacidade à fratura em deformação plana de acordo com as normas BS7448 e ISO 12135.

S820E480_01				
W=	11,00	mm		
a1=	6,09	mm		
a2=	6,17	mm		
a3=	6,19	mm		
a4=	6,19	mm		
a5=	6,15	mm		
a6=	6,10	mm		
a7=	6,10	mm		
a8=	6,00	mm		
a9=	5,78	mm		
a0=	6,10	mm		
10%a0=	0,61	%		
				
ISO12135				
MÉDIA=	6,09	mm		
A)	Se	0,55	está entre	0,45 e 0,70mm então é válido
B)	Se	0,10	<	0,61 então é válido
C)	Se	2,28	>	1,3mm então é válido
BSI7448				
MÉDIA=	6,09	mm		
A)	Se	0,55	está entre	0,45 e 0,55mm então é válido
B)	Se	0,41	<	0,61 então é válido
C)	Se	2,28	>	1,3mm então é válido

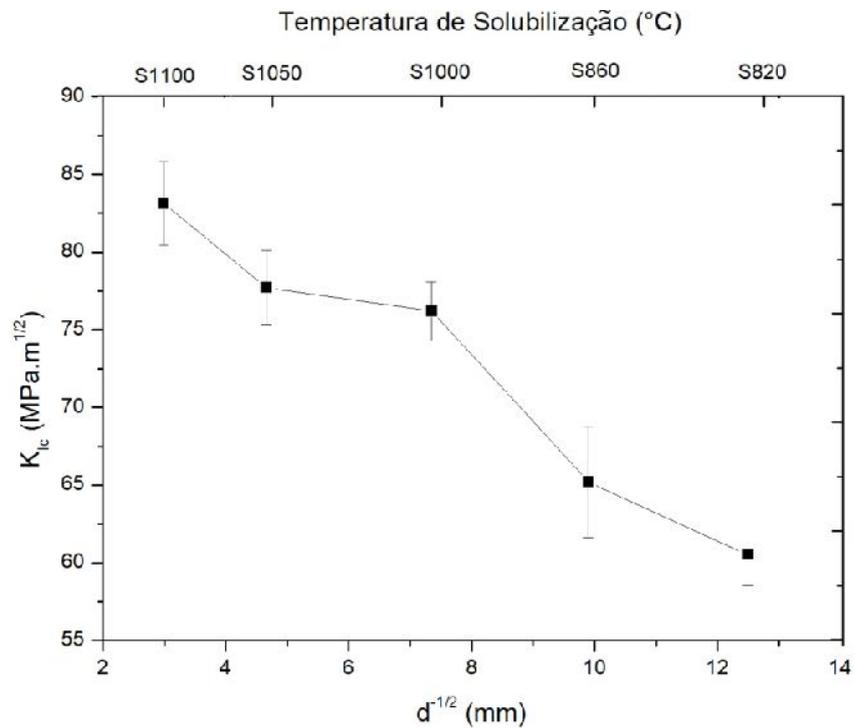
Fonte: Autor (2018).

5.3.5.2 Determinação do valor da Tenacidade à Fratura (K_{Ic})

A Figura 86 apresenta o resultado dos ensaios de tenacidade à fratura em deformação plana em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos de austenita primária. Pode-se observar que a tenacidade aumenta com a elevação do tamanho de grão da austenita primária, o que contraria a relação de Hall-Petch entre tamanho de grão e propriedades mecânicas. Este fato pode estar relacionado com a complexidade de fatores que influenciam o mecanismo de tenacificação dos aços maraging, além dos relativos à movimentação de discordâncias.

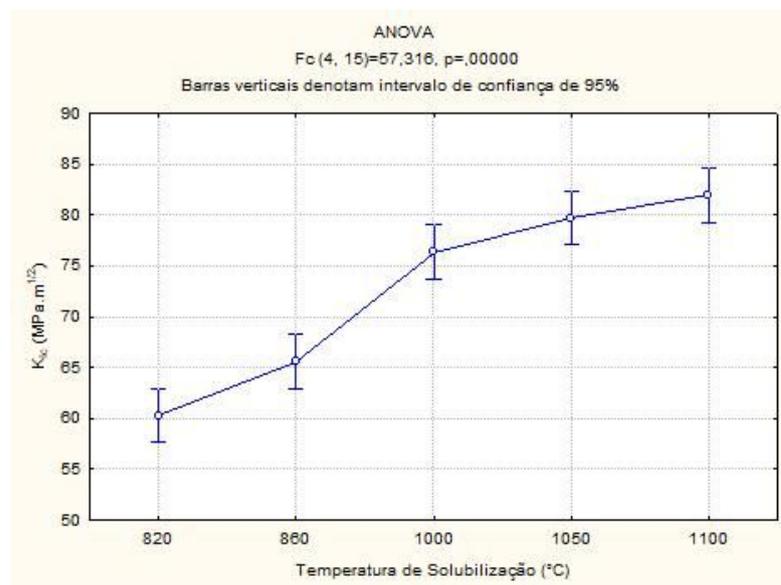
Uma análise de variância foi realizada para verificar se os resultados obtidos para a tenacidade à fratura em deformação plana são estatisticamente significativos com relação à elevação da temperatura de solubilização. Esse resultado é apresentado na Figura 87, onde se pode concluir que a elevação da temperatura do tratamento térmico de solubilização provoca a elevação da tenacidade à fratura em deformação plana para o aço maraging 300 na condição de envelhecido a 480°C por 3h.

Figura 86 - Tenacidade à fratura em deformação plana em função do inverso da raiz quadrada do diâmetro médio dos grãos austeníticos primários do aço maraging 300 em várias condições de tratamento térmico.



Fonte: Autor (2018).

Figura 87 - Análise de variância da influência das temperaturas de solubilização e envelhecimento na tenacidade à fratura em deformação plana do aço maraging 300.



Fonte: Autor (2018).

Vários são os fatores que podem influenciar o comportamento da tenacidade à fratura em deformação plana. Uma das causas prováveis para esse comportamento se dá pelo

fato de que com a elevação da temperatura de solubilização, especialmente a partir do valor de 1000 °C, começa a ocorrer uma dissolução dos precipitados de TiC, como já relatado anteriormente neste texto.

Os precipitados de TiC se localizam preferencialmente nos contornos de grão da austenita primária, barrando seu crescimento durante a etapa de solubilização. Uma vez atingido níveis de temperatura necessários para sua dissolução, ou para fornecer energia suficiente para o contorno transpor as barreiras criadas pelos precipitados de TiC / Ti(C,N), os contornos de grão da fase austenita primária poderão crescer livremente.

PSIODA (1977) relatou que esses precipitados são importantes nucleadores de vazios, através de dois principais mecanismos: Trincamento dos próprios precipitados quando atingida sua tensão de ruptura, gerando um vazio a se propagar pela matriz e também, como segundo mecanismo, a geração de vazios pela de coesão da interface precipitado – matriz. Os dois mecanismos são mais críticos quando o precipitado está localizado no contorno de grão da austenita primária, pelas características de descontinuidade da rede cristalina dessa região [81].

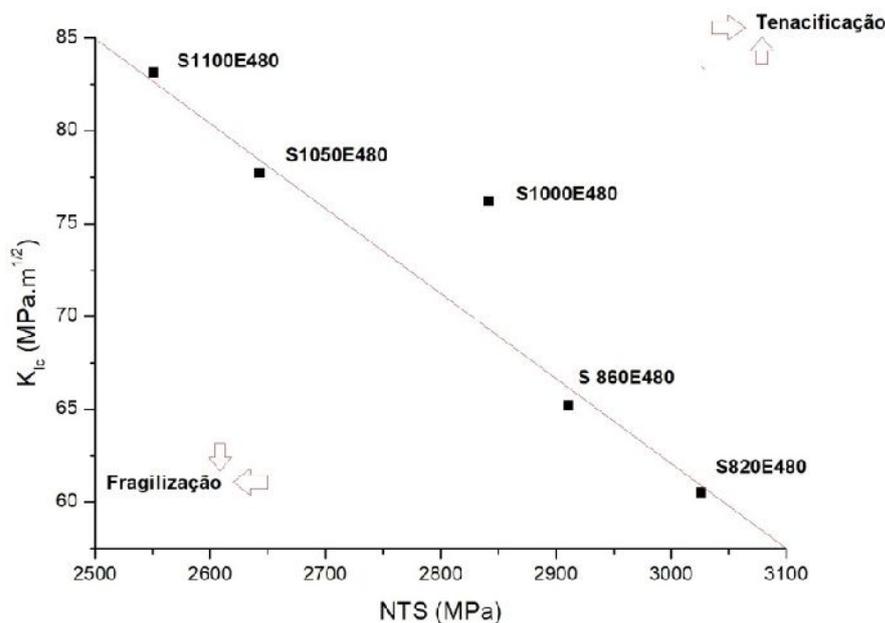
Desta forma, ao saírem dos contornos (seja por sua dissolução ou pela movimentação das fronteiras), deixam de provocar falhas intergranulares, aumentando assim a energia absorvida na fratura pelo modo transgranular e conseqüentemente a tenacidade.

A Figura 88 apresenta um gráfico dos resultados da tenacidade à fratura em deformação plana como função da tensão de resistência à tração para corpos de prova entalhados (NTS) para o aço maraging 300 nas várias condições de solubilização e envelhecidos a 480 °C por 3h.

Como o gráfico representa a relação entre uma medida de resistência e outra de tenacidade em função da temperatura de solubilização, podemos destacar duas regiões distintas no gráfico. Uma região próxima do canto inferior esquerdo que representa o limite extremo da fragilização do material, com a menor ductilidade em condição triaxial de tensões e a menor capacidade de absorção de energia na fratura. Do lado oposto, no canto superior direito, a região que representa a maior tenacidade, com maior tensão NTS e maior tenacidade à fratura K_{Ic} . De acordo com esse mapa, a condição que apresenta a melhor solução compromisso entre tenacidade e resistência é a solubilização a 1000 °C por 1h e envelhecimento a 480 °C por 3h.

Outra consequência do crescimento do grão da austenita primária provocada pela elevação da temperatura do tratamento de solubilização nos aços maraging classe 300 é a alteração da morfologia da fase martensítica a ser criada com o resfriamento.

Figura 88 - Tenacidade à fratura em deformação plana em função da tensão de resistência à tração com entalhe para o aço maraging 300 solubilizado por 1h em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C por 3h.



Fonte: Autor (2018).

LONG *et al* (2016) estudaram a influência da temperatura de austenitização na morfologia multi-nível da fase martensítica pós têmpera e nas propriedades de resistência e tenacidade no aço 20CrNi2Mo. Assim como o aço maraging 300, o material estudado neste artigo apresenta na temperatura ambiente uma fase martensita multi-nível, com uma estrutura hierárquica formada por grãos de austenita primária como primeiro nível, sendo seguida por pacotes com o mesmo plano de hábito formando o segundo nível, este por sua vez dividido em blocos com a mesma orientação cristalográfica integrando o terceiro nível e cada bloco então, formado por ripas de martensita como o ultimo nível. Os autores demonstraram uma relação direta entre o crescimento do tamanho do grão da austenita primária e o aumento nas dimensões dos pacotes e blocos de martensita [91].

Muitos outros trabalhos relataram comportamento semelhante, como por exemplo, IWASHITA *et al* (2011) em aços alto carbono [92], MIRZAEV and OKISHEV (2015) em ligas Fe-Ni [93] e MORSDORF *et al* (2016) em aços baixo carbono microligados [94]. Outra constatação importante desses estudos se refere a um comportamento oposto em relação às dimensões das ripas, que diminuem sua largura com o crescimento do tamanho do grão da austenita primária.

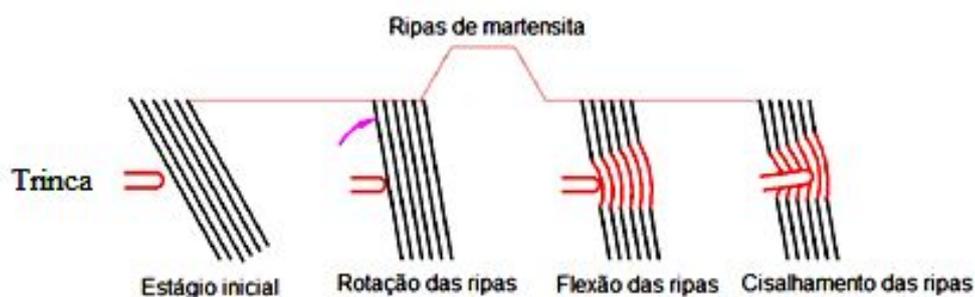
O reflexo do comportamento morfológico das estruturas hierárquicas da fase

martensítica nesses materiais, também presentes nos aços maraging classe 300 nas propriedades mecânicas dessas ligas, foi também abordado em numerosos trabalhos científicos. LONG *et al* (2016) em seu estudo com a liga 20CrNi2Mo, concluiu que existe uma relação de Hall – Petch entre a resistência mecânica e as dimensões características dos pacotes e dos blocos [91]. ZHEN *et al* (2015) também encontrou a mesma relação para um aço de ultra-alta-resistência de grade 1100MPa [95] e LIANG *et al* (2017) também encontrou as mesmas relações ao estudar o aço EA4T [96]. Todos os estudos foram feitos com o auxílio da técnica de *EBS*D para promover a correta identificação das sub estruturas hierárquicas através da relação de orientação observada entre elas.

Outra importante constatação obtida pelos mesmos estudos mostra que o aumento do tamanho de grão da austenita primária, provoca a diminuição da largura das ripas de martensita e por conseqüência causa o aumento da tenacidade à fratura, devido ao aumento do número de barreiras à propagação das trincas pelo modo transgranular. A diminuição da largura das ripas de martensita é devida ao aumento da taxa de nucleação da fase metaestável durante o resfriamento, devido ao aumento do volume dos grãos e uma maior homogeneização da composição dentro dos grãos.

De acordo com LIANG *et al* (2017) através de estudos de *EBS*D no aço EA4T, o modelo mecânico de interação de uma trinca com as ripas de martensita é estabelecido na Figura 89, onde pode ser entendido que o processo se dá por uma seqüência de rotação, flexão e cisalhamento das ripas de martensita pela tensão de tração na ponta da trinca, que revela o importante papel da morfologia das ripas de martensita na absorção de energia durante a propagação das trincas. O consumo de energia durante a propagação das trincas depende então da rotação, flexão e cisalhamento das ripas de martensita, ao invés de embarreamento por contorno de alto ângulo [96].

Figura 89 - Modelo de interação das ripas de martensita com as trincas no processo de fratura de um aço EA4T com estrutura multi-nível.

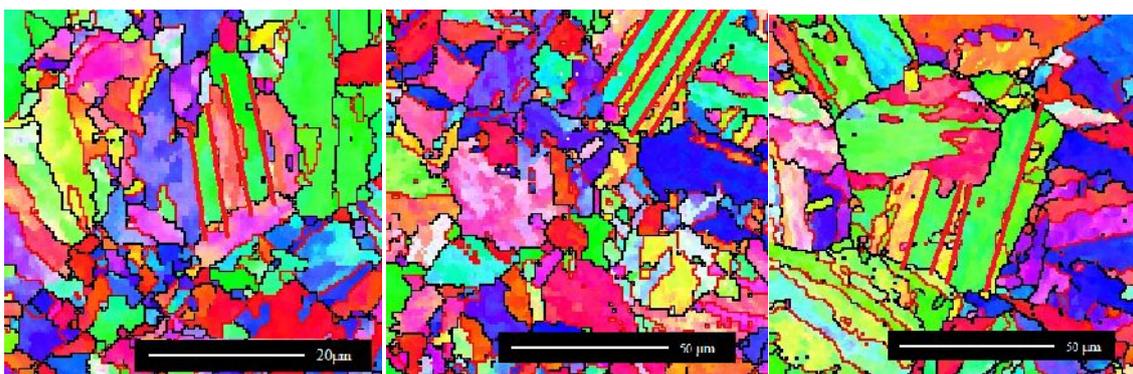


Fonte: Adaptado de [96].

5.3.5.3 Análise de EBSD

A microestrutura hierárquica da martensita foi observada por *EBSD* através da Figura 90, onde estão evidenciados exemplos de medições de largura dos blocos de martensita nas três condições de tratamento térmico mais representativas, com temperaturas de solubilização de 820, 1000 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h. Nesta mesma figura também é possível perceber o crescimento do tamanho dos blocos com o aumento da temperatura de solubilização. Este resultado foi também observado nos trabalhos de LIANG *et al* (2017) com o aço EA4T [96] e LONG *et al* (2016) em estudo com uma liga 20CrNi2Mo [91].

Figura 90 - Medição dos blocos de martensita nas amostras de aço maraging 300 solubilizadas em várias temperaturas e envelhecidas a 480 °C: a) solubilizada a 820 °C, b) Solubilizada a 1000 °C e c) Solubilizada a 1100 °C.



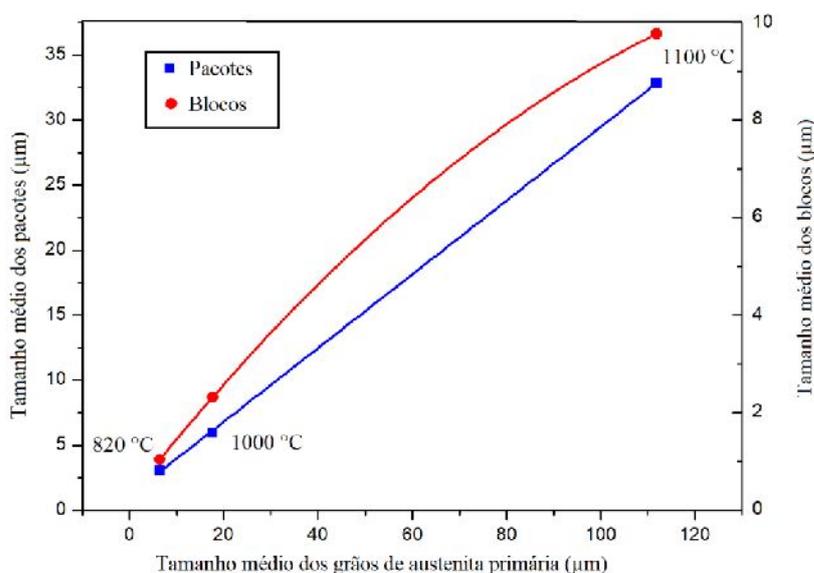
Fonte: Autor (2018).

A relação de dependência entre tamanho dos pacotes e blocos de martensita com o tamanho de grão da austenita primária é apresentado no gráfico da Figura 91. O estudo se pode perceber uma relação linear entre o tamanho médio dos pacotes, com o tamanho do grão da austenita primária, enquanto a relação entre o tamanho dos blocos e os grãos primários de austenita parece se distanciar levemente da linearidade. Esse comportamento também foi evidenciado em outros trabalho que seguiram essa metodologia, como o estudo desenvolvido por LIANG *et al* (2017) com o aço EA4T [96].

Outra constatação desse e outros trabalhos que estudaram o comportamento de materiais com estrutura martensítica de baixo carbono com estrutura multi-nível, foi a de que ao contrário da tendência dos blocos e pacotes de aumentar suas dimensões com o crescimento do tamanho de grão da austenita primária, a largura das ripas de martensita tendem a diminuir com o aumento do tamanho do grão da austenita prévia, devido ao aumento da taxa de nucleação causada principalmente pelo aumento do volume dos grãos da

austenita com conseqüente maior grau de homogeneidade na composição química intra-grão. Esse comportamento produz conseqüências de grande relevância para a performance mecânica do material, notadamente no que diz respeito à sua tenacidade à fratura em deformação plana [91] [96] [97].

Figura 91 - Relações entre o tamanho dos blocos e pacotes de martensita e o tamanho dos grãos de austenita primária do aço maraging 300 solubilizado a 820, 1000 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h.



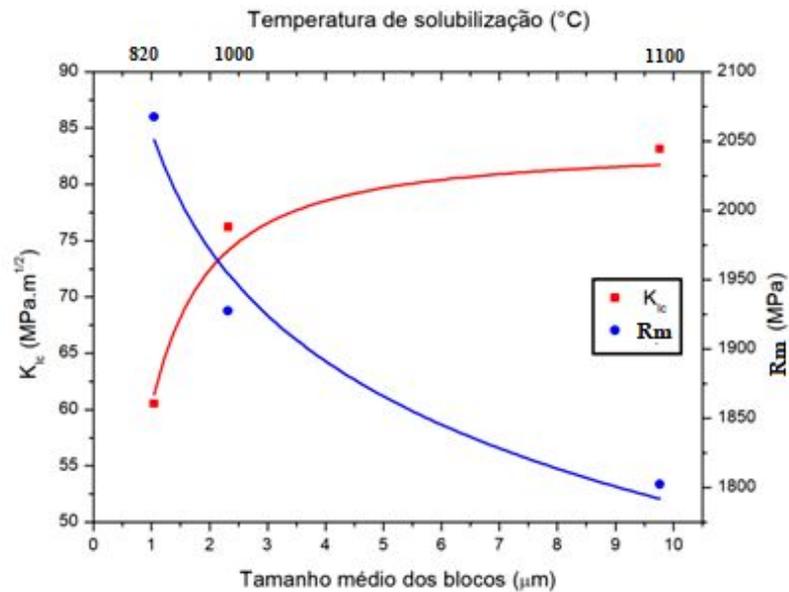
Fonte: Autor (2018)

As Figuras 92 e 93 apresentam as relações entre as propriedades de tenacidade à fratura em deformação plana e tensão de resistência à tração em função dos parâmetros da estrutura hierárquica da martensita, tamanho de pacotes e blocos. Na Figura 92 se pode ver que a tensão de resistência à tração, R_m , diminui com o crescimento do tamanho médio dos blocos de martensita, enquanto a tenacidade à fratura em deformação plana, K_{Ic} , aumenta. O mesmo comportamento é observado para o tamanho médio dos blocos na Figura 93.

É bem conhecido que os métodos mais importantes de aumento da resistência em aços são o aumento da resistência por refino da microestrutura, endurecimento por precipitação e encruamento. Destes o mecanismo de refino do grão é o mais efetivo caminho para o aumento da resistência mecânica e da tenacidade. Obviamente quanto menor o tamanho de grão, maior será a quantidade de contornos e assim mais efetivo será o mecanismo de embarreamento ao movimento das discordâncias. Esse entendimento também foi observado valer para a microestrutura martensítica multi-níveis presente no aço maraging 300 estudado neste trabalho, no entanto, essa relação se mostrou válida apenas para os

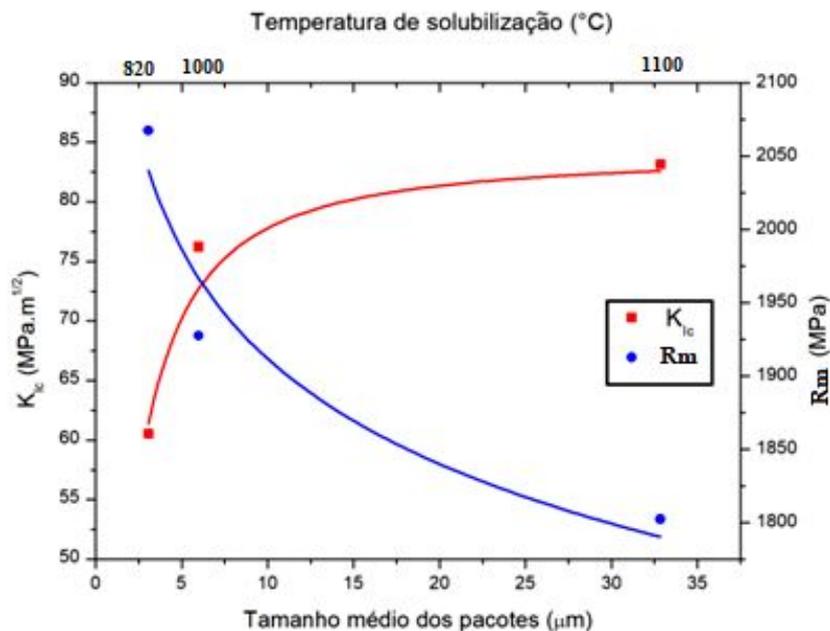
parâmetros ligados à resistência mecânica, como o R_m , R_e ou NTS por exemplo. Comportamento oposto foi observado para o K_{Ic} , que aumentou com o crescimento dos tamanhos dos pacotes e blocos de martensita, devido ao mecanismo já explicado na Figura .

Figura 92 - Tenacidade à fratura e Tensão de resistência em função do tamanho médio dos blocos de martensita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C.



Fonte: Autor (2018).

Figura 93 - Tenacidade à fratura e Tensão de resistência em função do tamanho médio dos pacotes de martensita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C.

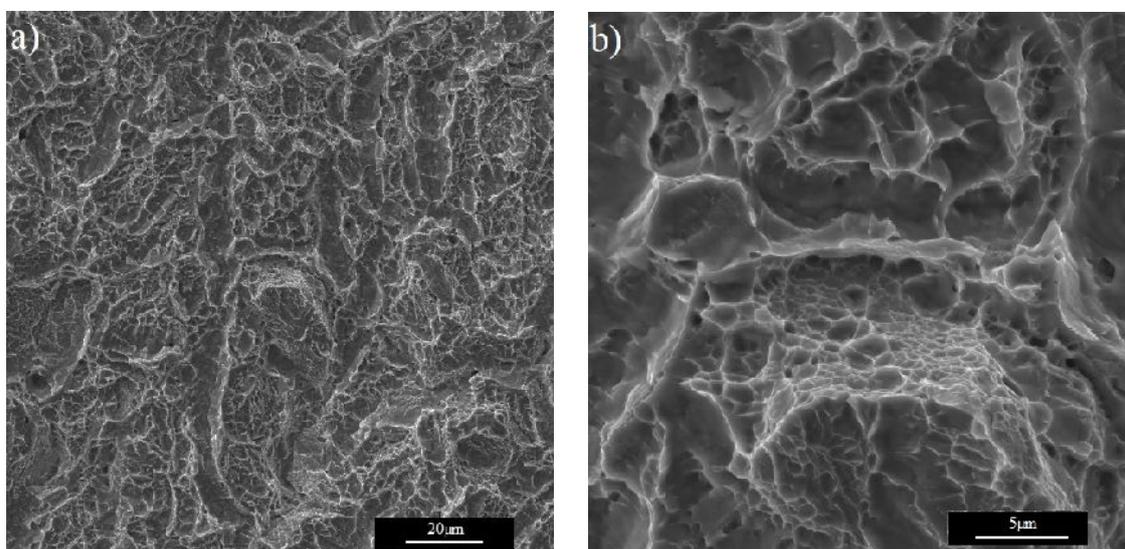


Fonte: Autor (2018).

5.3.5.4 Análise Fractográfica

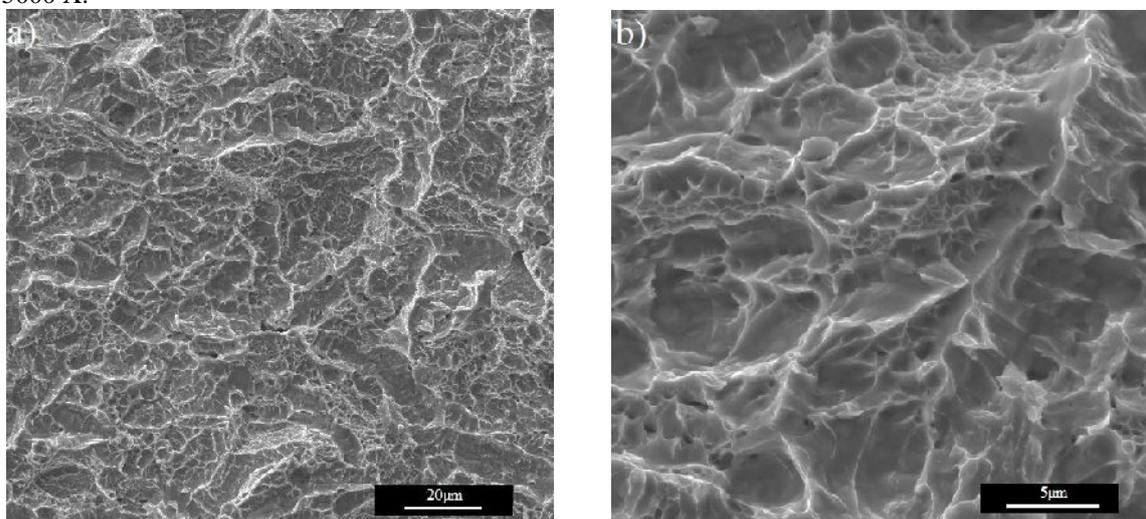
Nas Figuras 94 a 98 são apresentadas as fractografias dos corpos de prova de K_{Ic} para o aço maraging 300 solubilizado a 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C por 1h e envelhecidos a 480 °C por 3h, onde se pode observar superfícies formadas por vazios, e alguns planos de clivagem, caracterizando um aspecto de falha dúctil de aspecto misto. Por outro lado, o aspecto das superfícies de fratura revela também que os vazios presentes se mostram rasos e de pequeno diâmetro, caracterizando baixa ductilidade e pouca energia absorvida na fratura.

Figura 94 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de K_{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 820 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.



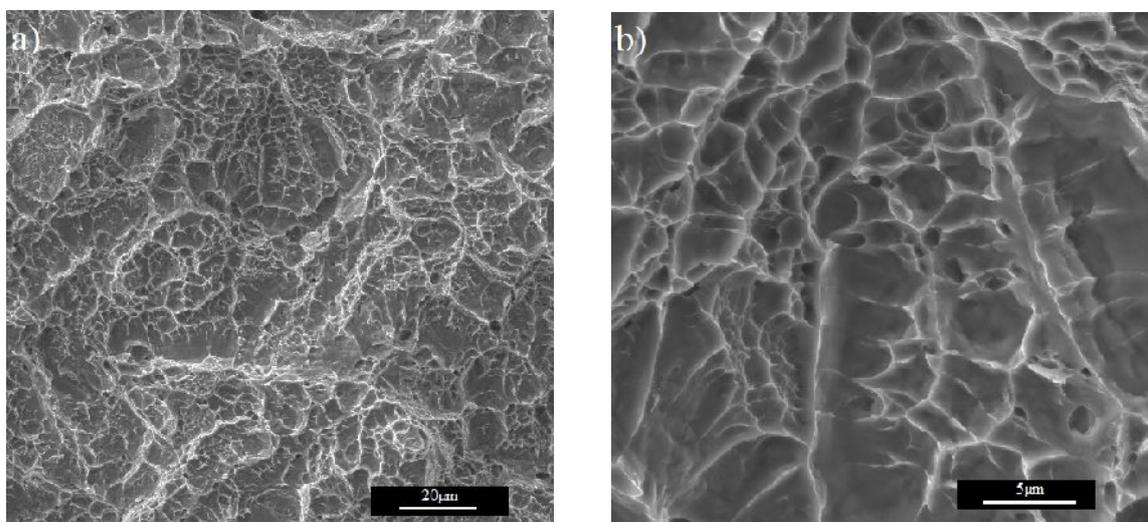
Fonte: Autor (2018).

Figura 95 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de K_{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 860 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.



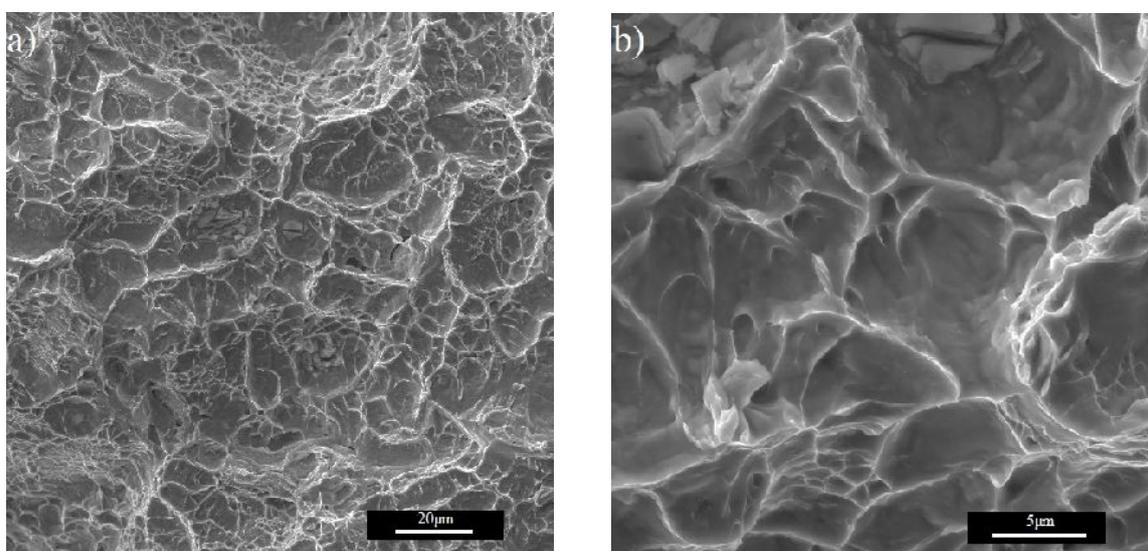
Fonte: Autor (2018).

Figura 96 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de K_{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1000 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.



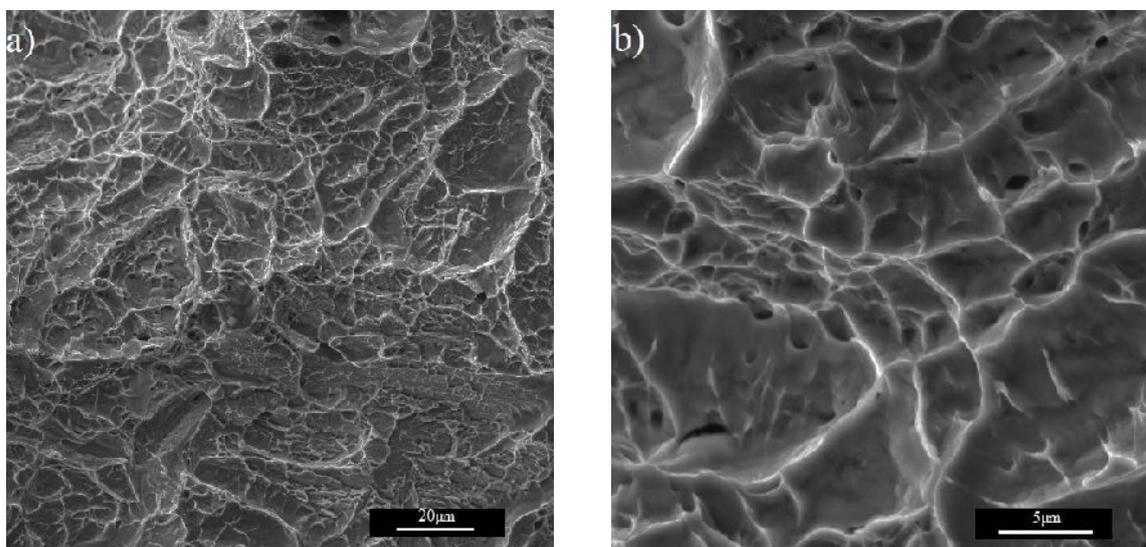
Fonte: Autor (2018).

Figura 97 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de K_{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1050 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.



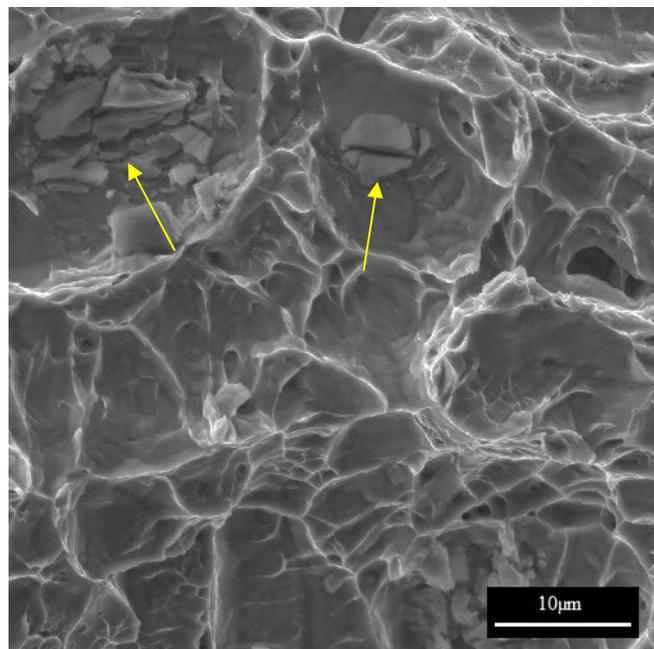
Fonte: Autor (2018).

Figura 98 - Fractografias do corpo de prova de ensaio de K_{Ic} para as amostras de aço maraging 300 solubilizadas a 1100 °C por 1h e envelhecidas a 480 °C por 3h em a) aumento de 1000 X e b) aumento de 5000 X.



Fonte: Autor (2018).

Figura 99 - Fractografia de corpo de prova de ensaio K_{Ic} de um aço maraging 300 solubilizado a 1050 °C por 1h e envelhecido a 480 °C por 3h, com aumento de 3000X.



Fonte: Autor (2018).

6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e discutidos neste trabalho, foi possível gerar as conclusões apresentadas a seguir:

- A precipitação de compostos intermetálicos de TiC ou Ti(C,N) promove um ancoramento dos contornos de grão da austenita primária impedindo seu crescimento;
- Baseado nos resultados obtidos neste trabalho se pode concluir que a temperatura de solubilização deve ser superior a 1000 °C, quando se começa a observar uma maior mobilidade dos contornos de grão da austenita primária em relação os precipitados de Ti(C,N);
- O tamanho de grão da austenita primária apresenta um crescimento aproximadamente exponencial com o aumento da temperatura de solubilização;
- O tratamento térmico de envelhecimento na temperatura de 480 °C realizado após as solubilizações nas temperaturas de 820, 860, 1000, 1050 e 1100 °C não altera significativamente o tamanho de grão da austenita primária obtida apenas com as solubilizações mencionadas;
- A elevação da temperatura de solubilização, na faixa estudada neste trabalho, não promove a reversão da fase austenita em quantidades detectáveis pela técnica de difração de raios - X;
- A dureza do aço maraging 300 se mostrou praticamente insensível à elevação da temperatura de solubilização, com exceção apenas para as amostras solubilizadas na temperatura de 1100 °C, onde se observou uma diminuição dos valores dessa propriedade para as amostras solubilizadas e envelhecidas nas três temperaturas adotadas neste trabalho;
- Os resultados obtidos para a energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V apresentaram uma elevação em seus valores com o aumento da temperatura de envelhecimento. Além disso apontaram um pico de absorção de energia para as amostras solubilizadas a 1000 °C;
- As propriedades de tração como tensão de resistência, escoamento e resistência à tração com entalhe, seguiram a relação de Hall-Petch para o tamanho de grão da austenita prévia, enquanto que as propriedades de ductilidade como alongamento, redução de área na fratura e taxa de encruamento, se mostraram praticamente insensíveis ao crescimento do grão austenítico.

- Os valores para a tenacidade à fratura em deformação plana aumentam com a elevação da temperatura de solubilização e conseqüentemente, com o crescimento do tamanho de grão austenítico primário, devido à influência do tamanho deste com a morfologia da martensita formada.
- É possível se observar uma relação direta entre o tamanho do grão da austenita primária e as larguras de pacotes e blocos na fase martensítica, provavelmente devido ao aumento do volume do grão e conseqüente aumento da homogeneidade da liga naquele volume.

Por fim, concluímos que a melhor opção de tratamento térmico, dentre as condições estudadas neste trabalho, para maximização da tenacidade à fratura com a menor perda de resistência, se dá com uma solubilização a 1000 °C por 1h seguido de resfriamento na água e envelhecimento a 480 °C por 3 h com resfriamento ao ar. Nestas condições obtemos um aumento de 20,56% na tenacidade à fratura por deformação plana com um decréscimo de apenas 6,83% na tensão de escoamento e 6,77% na tensão de resistência à tração, com relação ao tratamento térmico comercial (solubilização a 820 °C por 1h e envelhecimento a 480 °C por 3h).

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo do comportamento em fadiga em função da elevação da temperatura de solubilização, uma vez que granulometria grosseira favorece a falha por este mecanismo;
- Estudo do efeito de um tratamento térmico cíclico em torno da temperatura de austenitização, após o tratamento térmico para máxima tenacificação proposto neste trabalho, para verificar o efeito desse tratamento no refino do grão austenítico prévio e suas conseqüências nas propriedades mecânicas;
- Estudo do efeito do tratamento térmico para a máxima tenacificação proposto neste trabalho, nas propriedades magnéticas dos aços maraging 300;
- Estudo da relação da temperatura de solubilização e taxa de resfriamento pós solubilização na fração volumétrica e tamanho médio dos precipitados de TiC, Ti(C,N) e Ti₂S e sua conseqüência nas propriedades mecânicas dos aços maraging 300;
- Estudo do efeito do tratamento térmico para máxima tenacificação proposto neste trabalho, na fragilização ao hidrogênio dos aços maraging 300;
- Estudo do efeito da temperatura de solubilização nas dimensões dos componentes da estrutura multi-níveis e hierárquica da martensita no aço maraging 300 e sua conseqüência nas propriedades mecânicas.
- Estudo da influência dos tempos de solubilização nas propriedades mecânicas do aço maraging 300.

REFERÊNCIAS

1. RAAB, D. *et al* Designing Ultrahigh Strength Steels With Good Ductility by Combining Transformation Induced Plasticity And Martensite Aging. **Advanced Engineering Materials**, v. 11, p. 547-555, 2009.
2. DEMERI, M. Y. **Advanced High Strength Steels - Science, technology and applications**. 1. ed. [S.l.]: ASM international, 2013.
3. SHA, W. . G. Z. **Maraging steels - Modelling of microstructure, properties and applications**. Boca Raton: CRC Press, 2009.
4. PAWLAK, S. J. *et al* Microstructure, Properties and Hot Deformability of the New Maraging Steels. **Jounal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 29, p. 31-38, julho 2008.
5. PADIAL, A. G. F. **Caracterização microestrutural do aço maraging grau 400 de resistência mecânica ultra-elevada**. Tese (Doutorado em Ciências Nucleares) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.
6. DECKER, R. F. *et al* Developments and projected trends in maraging steels. **Journal of the Minerals , Metals and Materials Society**, v. 19, p. 60-66, novembro 1967.
7. NICKEL DEVELOPMENT INSTITUTE - NIDI. **18 per cent nickel maraging steels - Engineering properties**. Inco limited. [S.l.], p. 4-12. 1976.
8. YU, K.-O. **Modeling for Casting & Solidification Processing (Materials Engineering)**. New York: CRC Press, 2002.
9. DESCOTES, V. *et al* Titanium nitride (TiN) precipitation in a maraging steel during the vacuum arc remelting (VAR) process - Inclusions characterization and modeling. **IOP Conference series - Materials science and engineering**, v. 143, 2016.
10. HOSEINI, S. R. E. *et al* Improvement in mechanical properties of C300 maraging steel byapplication of VAR process. **Vacuum surface engineering, surface instrumentation and vacuum technology** , v. 82, p. 521-528, 2008.
11. DESCOTES, V. *et al* Modeling the titanium nitride (TiN) germination and growth during the solidification of a maraging steel. **Proceedings of the 2013 International Symposiumon liquid metal processing & casting**, Austin, p. 201-206, Setembro 2013.
12. MAGNÉE, A. *et al* **Cobalt - containing highh-strength steels**. Bruxelas: Centre D'information du cobalt, 1974.

13. AMERICAN SOCIETY OF METALS - ASM. **A source book of maraging steels - A comprehensive collection of outstanding articles from the periodical and reference literature.** [S.l.]: ASM International, 1979.
14. FLOREEN, S. The physical metallurgy of maraging steels. **Metallurgical reviews**, v. 13, p. 115-128, Janeiro 1968.
15. MAHMOUDI, A. *et al* Aging Behaviour and Mechanical Properties of Maraging Steels in the Presence of Submicrocrystalline Laves Phase Particles. **Materials Characterization** , v. 62, p. 976-981, 2011.
16. PARDAL, J. M. **Propriedades mecânicas e magnéticas do aço maraging classe 300 em diversas condições de tratamento térmico.** Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Niteroi, 2004.
17. NIOATA, A. Researches regarding the optimization of thermal treatment depending on hardness for maraging 300 steel. **Metalurgia**, Târgu-Jiu, v. 52, p. 231-234, 2013.
18. NAKAZAWA, K. *et al* Grain refinement of high-strength maraging steels cyclic heat treatment. **Materials Science and Engineering** , 1978. 49-56.
19. SILVA, A. L. V. C. *et al* **Aços e Ligas Especiais.** 3^a. ed. São Paulo: Blucher, 2010.
20. VICTOR, O. B. S. **Contribuição ao Estudo da Cinética do Envelhecimento de Aços Maraging.** Dissertação (Mestrado em Ciências Nucleares) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1990.
21. TEWARI, R. *et al* Precipitation in 18wt% Ni maraging steel of grade 350. **Acta Materialia**, v. 48, p. 1187-1200, 2000.
22. PARDAL, J. M. *et al*. Study of the austenite quantification by X-ray diffraction in the 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. **journal of Material Science**, 2006. 2301-2307.
23. KLAPUT, J. Influence os aging temperature on mechanical properties of the precipitation hardened martensitic marvac 300 steel. **Technical transactions mechanics** , p. 61-69, 2015.
24. CARVALHO, L. G. **Um estudo cinético da precipitação de compostos intermetálicos e da reversão da martensita em aços 300 e 350.** Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) - Escola politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2016.
25. LEITNER, H. *et al* Strengthening behaviour of Fe-Cr-Ni-Al-(Ti) Maraging Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, p. 5264-5270, 2011.

26. CAMARINHA, M. G. G. **Avaliação do comportamento em fadiga do aço maraging 300 submetido a processo de soldagem a laser**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2013.
27. MASNERI, C. **Microstructural and Mechanical Properties of Maraging Steel Parts Produced by Selective Laser Melting**. Instituto Politecnico de Milano - Itália. Milão, p. 1-13. 2016.
28. GUO, Z. *et al* Quantification of Precipitation Hardening and Evolution of Precipitates. **Materials Transactions** , v. 43, p. 1273-1282, 2002.
29. DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. Rio de Janeiro: Guanabara 2, 1981.
30. REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara dois SA, 1982.
31. SERVANT, C. *et al* Structural transformations produced during tempering of Fe-Ni-Co-Mo. **Journal of materials science**, v. 12, p. 1807-1826, 1977.
32. KELLY, P. M. *et al* The martensite transformation in carbon steels. **Proceedings of the royal society of london Sries A, Mathematical and Physical Sciences**, Londres, v. 259, p. 45-58, Novembro 1960.
33. TAMURA, I. *et al* Morphology of lath martensite formed from deformed austenite in 18% Ni maraging steel. **journal of physique**, v. 43, p. 551-556, 1982.
34. ASM INTERNATIONAL. **Metals Handbook: Properties and selection: Irons, steels and high-performance alloys**. 10. ed. [S.l.]: ASM international, v. 1 , 1990. Cap. Maraging steel, p. 1225-1237.
35. VASUDEVAN, V. K. *et al* Precipitation Reactions and Strengthening Behavior in 18 Pct Nickel Maraging Steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 21A, p. 2655-2668, Outubro 1990.
36. SHA, W. *et al* Phase chemistry and precipitation preactions in maraging steels: part I. Introduction and study of Co-containing C-300 steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 24A, p. 1221-1232, junho 1993.
37. SHIMIZU, K. *et al* Transmission eletron microscopy study of strengthening precipitates in 18% Ni maraging steel. **Journal of japan institute of metals**, v. 12, p. 273-279, outubro 1971.

38. SHA, W. *et al* Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels: Part IV. Discussions and conclusions. **Metalurgical transactions A**, v. 24A, p. 1251-1256, junho 1993.
39. PATTERSON, R. L. *et al* The cristallography and growth of partially-twinned martensite plates in Fe-Ni alloys. **Acta Metallurgica** , v. 14, p. 347-369, março 1966.
40. HALL, A. M. *et al* **Report on Fourth Maraging-Steel Project Review**. USA - Defense Metals Information Center, Battelle Memorial Institute. Columbus, p. 1-17. 1964.
41. RAO, M. N. Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels. **International journal of materials research**, v. 11, p. 1594-1607, 2006.
42. UNITED STATES OF AMERICA DEFENCE METALS INFORMATION CENTER. **Report on the fourth maraging - steel project review**. US-DMIC. Ohio, p. 1-26. 1964.
43. NATIONAL AERONAUTICS AND SPACE ADMINISTRATION. **The metallurgy, behavior, and aplication of the 18-percent nickel maragings steels**. US-NASA. Washington. 1968.
44. MALAKONDAIAH, G. *et al* Ultra high strength low alloy steels with enhanced fracture toughness. **Progress in Materials Science**, v. 42, p. 209-242, 1997.
45. AGOGINO, A. M. Nocth Effects, Stress State, and Ductility. **Journal of Engineering Materials and Technology**, v. 100, p. 348-355, outubro 1978.
46. BROWN, W. F. **The circumferentially notched cylindrical bar as a fracture toughness test specimen**. National Aeronautical and Space Administration - NASA. Bethlehem, p. 1 - 21. 1974.
47. BONACUSI, P. J. *et al* Elevated Temperature Axial and Torcional fadigue Behaviour of Haynes 188. **Jounal of Engineering Materials and Technology**, v. 117, p. 191-199, Abril 1995.
48. ARANA, J. L.; GONZÁLEZ, J. J. **Mecânica de Fractura**. 1ª edição. ed. Bilbao: Servicio Editorial Universidad del País Vasco, 2008.
49. WESSEL, E. T. State of the Art of the Wol Specimen For KIc Fracture Toughness Testing. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 1, p. 77-103, 1968.
50. PELLISSIER, G. E. Effect of Microestructure on the Fracture Toughness. **of Ultra-High-Strength Steels**, v. 1, p. 55-75, 1968.
51. SCHWLBE, K.-H. On the Influence of Microstructure on Crack Propagation Mechanisms

- and Fracture Toughness of Metallic Materials. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 9, p. 795-832, 1977.
52. TSANGARAKIS, N. On the Dependence of Fracture Toughness on Metallurgical Factors. **Materials Science and Engineering**, v. 58, p. 269-276, 1983.
53. ARABI, H. *et al* The Effect of Ti Contents on the Amounts of Inclusions Formation and Mechanical Properties of C300 High Strength Steel. **Iranian Journal of Materials Science and Engineering**, v. 3, p. 1-7, 2006.
54. TSAY, L. W. *et al* The Effect of Grain Size and Aging on Hydrogen Embrittlement of a Maraging Steel. **Corrosion Science**, v. 50, p. 2506-2511, 2008.
55. SANTOS, L. P. M. *et al* Hydrogen Embrittlement of Ultra High Strength 300 Maraging Steel. **Corrosion Science**, v. 101, p. 12-18, 2015.
56. RACK, H. J. Age hardening-grain size relationships in 18Ni maraging. **Materials Science and Engineering**, 1978. 263-270.
57. SINHA, P. P. *et al* Grain growth in 18Ni 1800 MPa Maraging Steel. **Journal of Materials Science**, v. 26, p. 4155-4159, 1991.
58. LIU, K. *et al* Effect of Aging on Microstructure and Mechanical Property of 1900 MPa Grade Maraging Stainless Steel. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 23, p. 312-317, 2007.
59. TAVARES, S. S. M. *et al* Influence of Austenitizing on the Mechanical Properties of Maraging 300 and SAE 4340 Steels - Comparative Study. **Materials Research**, p. 2-8, Abril 2017.
60. SINHA, P. P. *et al* Development of Heat Treatment Parameters to Improve Fracture Toughness and Grain Size of an Embrittled Maraging Steel. **Journal of Heat Treatment**, 1992. 125-131.
61. VILLARES METALS. **Certificado de Qualidade**. VILLARES METALS. São Paulo, p. 1. 2013.
62. SANTOS, R. G. **Transformações de fases em materiais metálicos**. Campinas: Unicamp, 2006.
63. ANDERSSON, J. O. *et al*. Thermo-Calc & Dictra, Computacional tools for materials science. **Calphad**, v. 26, p. 273-312, 2002.
64. LIMA FILHO, V. X. *et al* Influence of Solution Annealing on Microstructure and

- Mechanical Properties of Maraging. **Materials Research**, 20 outubro 2016.
65. AMERICAN SOCIETY OF TESTING AND MATERIALS. **ASTM E23-12c Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing Of Metallic Materials**. ASTM International. West Conshohocken. 2014.
 66. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM 216 Paquímetros e paquímetros de profundidade - Características construtivas e requisitos metrológicos**. ABNT. Rio de Janeiro. 2000.
 67. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E18-15 Standard test method for rockwell hardness of metallic materials**. ASTM international. West Conshohocken. 2015.
 68. BSI. **BS 7448 Fracture Mechanics toughness tests - Part 1: Method for determination of K_{Ic} , critical CTOD and critical J values of metallic materials**. British Standard Institute. Londres. 1991.
 69. ISO. **Metallic materials - unified method of test for the determination of quasistatic fracture toughness**. ISO. [S.l.], p. 1-37. 2016.
 70. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E8/E8M Standard test methods for tension testing of metallic materials**. ASTM International. West Conshohocken. 2014.
 71. BROWN, W. F. **The circumferentially notched cylindrical bar as a fracture toughness test specimen**. NASA - National Aeronautics and Space Administration / USA. Cleveland. 1974.
 72. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR6152 Materiais metálicos - Ensaio de tração à temperatura ambiente**. ABNT. Rio de Janeiro. 2002.
 73. ASTM. **ASTM E646. Standard Test Methods for Tensile Strain-Hardening Exponents (n-Values) of Metallic Sheet**. USA: American Society for Testing and Materials. [S.l.]. 1998.
 74. FAROOQ, M. *et al* Microscopi Determination of Austenite in 18% Ni Maraging Steel. **Metallography**, v. 20, p. 377-383, 1987.
 75. AMERICAN STANDARD AND TESTING OF MATERIALS. **ASTM E112 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. ASTM international. West Conshohocken. 2013.

76. VOORT, G. F. V. **Metallography - Principles and Practice**. 4^a. ed. [S.l.]: ASM International, 2007.
77. RACK, H. J. The role of prior austenite grain size on the tensile ductility and fracture toughness of 18Ni Maraging steels. **Scripta Metallurgica** , v. 13, p. 577-582, maio 1979.
78. CHANDRA-HOLM, H. *et al* The fracture toughness behaviour of a 18Ni (300 grade) maraging steel in various solutions treated and aged conditions. **Scripta Metallurgica** , v. 18, p. 373-378, 1984.
79. PARKER, E. R. *et al* Microstructural features affecting fracture toughness of high strength steels. **Engineering Fractures Mechanics**, v. 7, p. 371-375, 1975.
80. MAXWELL, P. C. *et al* The influence of grain size and stress on the morphology of a 300-grade maraging steel. **Metallurgical Transaction**, v. 1, p. 2759-2766, outubro 1970.
81. PSIODA, J. A. *et al* **The effect of microstructure and strength on the fracture toughness of an 18Ni 300 grade maraging steel**. Carnegie-Mellon University. [S.l.], p. 1-95. 1977.
82. PARDAL, J. M. *et al* Modeling of precipitation hardening during the aging and overaging of 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 393, p. 109-113, 2005.
83. PARDAL, J. M. **Propriedades mecânicas e magnéticas do aço maraging classe 300 em diversas condições de tratamento térmico**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2004.
84. MARKFELD, A. *et al* The effect of reverted austenite on the plastic deformation of maraging steel. **Materials Science and Engineering**, v. 46, p. 151-157, 1980.
85. SAUL, G. *et al* The Effects of Thermal Treatment on the Austenitic Grain Size and Mechanical Properties of 18 Pct Ni Maraging Steels. **METALLURGICAL TRANSACTIONS**, Fevereiro 1970. 383-387.
86. ASHRAFI, H. *et al* **Correlation of tensile properties and strain hardening behavior with martensite volume fraction in dual-phase steels**. The Indian Institute of Metals. [S.l.], p. 1-10. 2016.
87. WINTER, P. L. *et al* Effect of tempering temperature on the work-hardening rate of five HSLA steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 17A, p. 307-313, Fevereiro 1986.

88. ASM. **Atlas of Stress - Strain curves**. 2^a. ed. [S.l.]: ASM International, 2002.
89. SPINK, G. M. *et al* The effect of notch acuity on fracture toughness testing. **Materials Science and Engineering**, v. 11, p. 113-117, 1973.
90. REED, R. P. *et al* Notch tensile measurements and fracture toughness correlations for austenitic stainless steels. **Advances in Cryogenic Engineering Materials** , v. 32, p. 361-368, 1986.
91. LONG, S.-L. *et al* Effect of quenching temperature on martensite multi-level microstructures and properties of strength and toughness in 20CrNi2Mo steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 676, p. 38-47, 2016.
92. IWASHITA, K. *et al* Formation mechanism of the hierarchic structure in the lath martensite phase in steels. **Philosophical Magazine** , v. 91, p. 4495-4513, Dezembro 2011.
93. MIRZAEV, D. *et al* Formation of packet (lath) martensite in iron - nickel alloys. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 56, p. 462-469, Janeiro 2015.
94. MORSDORF, L. *et al* Multiple mechanisms of lath martensite plasticity. **Acta Materialia**, v. 121, p. 202-214, 2016.
95. ZHEN, F. *et al* Effect of martensite fine structure on mechanical properties of an 1100 MPa grade ultra-high-strength steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 22, p. 645-651, 2015.
96. LIANG, Y. *et al* The important role of martensite laths to fracture toughness for the ductile fracture controlled by the strain in EA4T axle steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 695, p. 154-164, 2017.
97. MORITO, S. *et al* Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 438-440, p. 237-240, 2006.