



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

RODRIGO DE CARVALHO PAES LOUREIRO

INFLUÊNCIA DOS CICLOS TÉRMICOS NA MICROESTRUTURA E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO MARAGING 300 18% Ni

FORTALEZA

2020

RODRIGO DE CARVALHO PAES LOUREIRO

INFLUÊNCIA DOS CICLOS TÉRMICOS NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE UM AÇO MARAGING 300 18% Ni

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

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu

FORTALEZA
2020
INFLUÊNCIA DOS CICLOS TÉRMICOS NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES
MECÂNICAS DE UM AÇO MARAGING 300 18% Ni

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

Aprovada em: ___/___/_____.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Miloslav Béréš
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Mohammad Masoumi
Universidade Federal do ABC (UFABC)

Aos meus pais, Mônica e José Luiz.
À minhas irmãs, Carmen e Mariana.

AGRADECIMENTOS

À CAPES, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pela dedicação, paciência e excelente orientação.

Aos professores participantes da banca examinadora Miloslav Béréš e Mohammad Masoumi pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

À minha família.

Aos colegas da turma de Pós-Graduação, pelas reflexões, críticas e sugestões recebidas.

Ao Laboratório de Tecnologia em Processos de Soldagem – LPTS/UFC, em especial ao Prof. Cleiton Carvalho Silva e Prof. Willys Machado, pela disponibilização dos equipamentos usados.

A todo corpo docente do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – PPGECM da UFC pelos ensinamentos durante as disciplinas.

“A competitividade de um país não começa nas indústrias ou nos laboratórios de engenharia. Ela começa na sala de aula.”

(Lee Iacocca)

RESUMO

Os aços maraging são aços martensítico de baixíssimo teor de carbono. Destinam-se à utilização em áreas em que se necessita de grandes esforços mecânicos e boa tenacidade a fratura. O objetivo deste trabalho é verificar a influência dos diferentes ciclos de tratamento térmico na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço *maraging* 300. Neste trabalho as amostras foram cortadas, laminadas e submetidas a ciclos térmicos. Os efeitos desses ciclos térmicos nas propriedades mecânicas foram avaliados medindo-se a dureza, tenacidade, limite de resistência. Caracterizou-se o tamanho de grão da austenita prévia por microscopia óptica, difração de elétrons retroespalhados (*EBSD*) e difração de Raios-x, microscopia eletrônica para análise da microestrutura e das superfícies de fratura. Os ciclos térmicos à 650 e 700 °C, repetidos 10 vezes, seguidos de solubilização a 820 °C e envelhecidos a 480 °C promoveram a formação de tamanho heterogêneos de grãos de austenita prévia, enquanto à 930 e 1050 °C, repetidos 5 vezes, seguidos de envelhecimento a 480 °C proporcionaram um crescimento adicional dos grãos recristalizados após o primeiro ciclo térmico. Os resultados das propriedades mecânicas evidenciaram para amostra 700 °C repetidos 10 vezes, seguidos de solubilização a 820 °C e envelhecidos a 480 °C maiores valores de tenacidade e dureza. As propriedades de tração à temperatura ambiente não foram fortemente afetadas pelo tamanho de grão da austenita prévia, no entanto, constatou-se ganhos nas propriedades de limite de tração quando o material é submetido a ciclos térmicos à temperatura 650 e 700 °C, repetidos 10 vezes, seguidos de solubilização a 820 °C e envelhecidos a 480 °C.

Palavras-chave: Aços *Maraging* 300; Tratamento térmico; Caracterização microestrutural; Tenacidade à fratura; Ensaio de tração.

ABSTRACT

Maraging steels are martensitic steels with a very low carbon content. They are intended for use in areas where great mechanical stresses and good fracture toughness are required. The objective of this work is to verify the influence of different heat treatment cycles on the microstructure and mechanical properties of a maraging 300 steel. In this work, the samples were cut, laminated and subjected to thermal cycles. The effects of these thermal cycles on the mechanical properties were evaluated by measuring the hardness, toughness, strength limit. The grain size of the prior austenite was characterized by optical microscopy, backscattered electron diffraction (EBSD) and X-ray diffraction, electron microscopy for analysis of the microstructure and fracture surfaces. The thermal cycles at 650 and 700 °C, repeated 10 times, followed by solubilization at 820 °C and aged at 480 °C promoted the formation of heterogeneous size of prior austenite grains, while at 930 and 1050 °C, repeated 5 times, followed by aging at 480 °C provided additional growth of the recrystallized grains after the first cycle thermal. The results of the mechanical properties showed for the sample 700 °C repeated 10 times, followed by solubilization at 820 °C and aged at 480 °C higher values of toughness and hardness. The tensile properties at room temperature were not strongly affected by the grain size of the prior austenite, however, there were gains in the ultimate tensile properties when the material is subjected to thermal cycles at 650 and 700 °C, repeated 10 times, followed by solubilization at 820 °C and aged at 480 °C.

Keywords: Maraging 300 steels; Heat treatment; Microstructural characterization; Fracture toughness; Tensile test.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Limite de resistência x tenacidade a fratura dos aços maraging comparados aos aços carbono convencionais de alta resistência.	19
Figura 2. Influência nas propriedades mecânicas dos maraging 18%.	20
Figura 3 – Diagrama de transformação Fe-Ni.	21
Figura 4. Representação dos ciclos térmicos: (a) Ciclo entre temperatura ambiente e temperatura de austenitização ($\sim A_f$); (b) Ciclo entre temperatura ambiente e $T > A_f$	23
Figura 5. Microestrutura <i>maraging</i> 350. Austenita no contorno de grão e no grão. Austenita acicular (γ_A); Austenita globular (γ_G).	24
Figura 6. Micrografias de MET do maraging 350 18% Ni. (a) ciclo térmico - 5 vezes e envelhecido a 510 °C por 3 horas (b) envelhecido diretamente a 510 °C por 3 h após.	25
Figura 7. O efeito do tamanho de grão austenítico prévio no ensaio de tração para aço maraging 250 18% Ni. Tempo de austenitização de 1h, exceto a amostra 2000-12.	26
Figura 8. Microestrutura maraging 300 durante o ciclo térmico. Ampliação 140 vezes. (a) Amostras mantidas a 1150 °C por 1 hora, têmpera em água, tamanho de grão 213 μm . (b) Mesmo modelo mostrado em (a) após aquecimento a 1025°C por 10 min, têmpera em água, tamanho de grão 4. (c) após mais três ciclos entre a temperatura ambiente e 1025 °C tamanho de grão 31,8 μm	27
Figura 9. Esquema ilustrativo do ciclo de tratamento térmico utilizado	27
Figura 10. Tratamento térmico sucessivos de solubilização.	28
Figura 11. Representação do ciclo térmico utilizado.	29
Figura 12. Variação do tamanho médio dos grãos em função dos números de ciclos.	29
Figura 13. Dureza Rockwell do aço maraging a tratamentos térmicos diversos.	31
Figura 14. Dureza HV em função dos diferentes tratamentos de envelhecimento por precipitação no aço maraging 300.	31
Figura 15. Dureza HV em função dos tratamentos de envelhecimento. Amostras tratadas a 560, 600 e 650 °C, aço maraging 300.	32
Figura 16. Energia de impacto ao ensaio de Charpy para de amostras solubilizadas e envelhecidas a 480 °C.	32
Figura 17. Origem das linhas de Kikuchi em virtude da difração do feixe de elétrons incidente.	34
Figura 18. Linhas de Kikuchi obtidas pela difração de elétrons retroespalhados.	35
Figura 19. Ilustração do funcionamento do EBSD.	36
Figura 20. Fluxograma das etapas para realização do trabalho.	37

Figura 21. Representação esquemática do ciclo térmico.	39
Figura 22. Representação esquemática do ciclo térmico.	39
Figura 23. Desenho dos corpos de prova para os ensaios de impacto em mm.	42
Figura 24. Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração em mm.	43
Figura 25. Variação do fluxo de calor em função da temperatura para diversas taxas de aquecimento.	45
Figura 26. Difratoformas de Raios-X das amostras submetidas a diferentes ciclos térmicos.	47
Figura 27. Difratoforma de Raios-X. Amostras 650 °C_10x e 700 °C_10x submetida ao tratamento de solubilização à 820 °C.	47
Figura 28. Difratoforma de Raios-X para as todas as amostras submetidas ao ciclo térmico e ao tratamento de envelhecimento à 480 °C por 3 h.	48
Figura 29. Micrografia óptica, mesma região, aço maraging 300. a) Solubilização a 1100 °C 1h. b) Envelhecimento da mesma amostra a 480 °C 3h.	49
Figura 30. Microscopia óptica do aço maraging 300. a) como recebida, b) após o processo de laminação (redução de 50%).	50
Figura 31. Microscopia óptica das amostras submetida a ciclos térmicos a 930 °C e envelhecida a 480 °C. (a) Ciclo 1, (b) Ciclo 2, (c) Ciclo 3, (d) Ciclo 4 e (e) Ciclo 5.	50
Figura 32. Microscopia óptica das amostras submetida a ciclos térmicos de a 1050 °C e envelhecida a 480 °C. (a) Ciclo 1, (b) Ciclo 2, (c) Ciclo 3, (d) Ciclo 4 e (e) Ciclo 5.	52
Figura 33. Tamanho de grão em função dos ciclos térmicos.	53
Figura 34. Microscopia óptica das amostras submetida a 10 ciclos térmicos: 650 e 700 °C, seguido de solubilização a 820 °C e envelhecimento a 480 °C. (a) 650 °C_10x. (b) 700 °C_10x.	53
Figura 35. Tamanho de grão em função dos ciclos térmicos.	54
Figura 36. Imagens IPF EBSD map das amostras: a) Como recebida. b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C.	55
Figura 37. Delimitação dos grãos da austenita prévia pelo ARPGE. a) Como recebida. b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C.	56
Figura 38. Dureza em função dos ciclos térmicos para as amostras 930 °C e 1050 °C em seguida envelhecidas à 480 °C.	58
Figura 39. Dureza em função do tamanho de grão austenita prévia. Amostras envelhecidas a 480 °C	58
Figura 40. Energia de Absorção em do tamanho de grãos para cada ciclos térmicos.	59
Figura 41. Resultado da análise de porcentagem de austenita reversa utilizando EBSD.	60

Figura 42. Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da dureza Rockwell C.....	60
Figura 43. Fractografia dos corpos de prova de ensaio Charpy-V de aço maraging 300.....	61
Figura 44. Fractografia dos corpos de prova de ensaio Charpy-V de um aço maraging 300. a) Laminada (50%). b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C d) 930°C_5x_480°C e) 1050°C_5x_480°C.	63
Figura 45. Curvas tensão em função da deformação para diferentes ciclos térmicos.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição química em wt. % aços maraging 18% Ni das classes 200, 250, 300, e 350.	19
Tabela 2. Resultados dos tamanhos de grãos após vários tratamentos térmicos.....	28
Tabela 3. Tratamentos térmicos realizados.....	30
Tabela 4. Resultado do ensaio de Charpy em amostras de tamanho reduzido, para diferentes condições de envelhecimento.....	33
Tabela 5. Composição química (% em peso) do aço <i>maraging</i> 300.....	37
Tabela 6. Ataques utilizados para revelar a microestrutura dos aços maraging 300.....	40
Tabela 7. Temperatura de pico para a precipitação e a reversão da martensita em função da taxa de aquecimento.....	45
Tabela 9. Tamanho médio do grão da austenita prévia obtidos pelo programa ARPGE.	56
Tabela 10. Resultados de ensaio de impacto para todas as amostras submetidas a ciclos térmicos seguidos de envelhecimento a 480 °C.	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
EDS	Energy Dispersive Spectrometry
EBSD	Electron backscatter diffraction
EFE	Energia de Falha de Empilhamento
HC	Hexagonal Compacta
HB	Dureza Brinell
HRC	Dureza Rockwell-Escala C
HV	Dureza Vickers
LACAM	Laboratório de Caracterização dos Materiais
LEM	Laboratório de Ensaios Mecânicos
LPC	Laboratório de Pesquisa em Corrosão
LPTS	Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem
LMET	Laboratório de Metrologia
MPa	Mega Pascal
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
μm	Micrometro
K	Kelvin
RA	Resfriamento em água

LISTA DE SÍMBOLOS

%	Porcentagem
γ	Gama
α	Alfa
ε	Épsilon
°C	Graus Celsius
\cong	Aproximado
Ni	Elemento químico Níquel
Al	Elemento químico Alumínio
Mn	Elemento químico Manganês
Ti	Elemento químico Titânio
Cr	Elemento químico Cromo
Mo	Elemento químico Molibdênio
Si	Elemento químico Silício
S	Elemento químico Enxofre
O	Elemento químico Oxigênio
Cu	Elemento químico Cobre
C	Elemento químico Carbono
N	Elemento químico Nitrogênio
Cl	Elemento químico Cloro
P	Elemento químico Fósforo
J	Joule

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	18
2.1	Objetivos gerais	18
2.2	Objetivos específicos.....	18
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1	Aço Maraging	18
3.2	Características da transformação martensítica	20
3.3	Reversão da austenita.....	22
3.4	Tratamentos térmicos de solubilização e refino de grão.....	23
3.4.1	<i>Ciclo térmico entre a temperatura ambiente e abaixo de A_f</i>	24
3.4.2	<i>Ciclo térmico entre a temperatura ambiente e temperatura acima da austenitização ($>A_f$)</i>	25
3.5	Propriedades mecânicas dos aços maraging.....	29
3.6	Técnica de análise EBSD.....	33
4	METODOLOGIA	37
4.1	Materiais.....	37
4.2	Corte e preparação das amostras	38
4.3	Calorimetria exploratória diferencial.....	38
4.4	Tratamento térmico	38
4.5	Caracterização microestrutural.....	40
4.5.1	<i>Microscopia óptica e eletrônica de varredura</i>	40
4.5.2	<i>Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)</i>	40
4.5.3	<i>Reconstrução dos grãos de austenita prévia</i>	41
4.5.4	<i>Difração de raios-X</i>	41
4.6	Propriedades mecânicas.....	42
4.6.1	<i>Ensaio de dureza</i>	42
4.6.2	<i>Ensaio de impacto</i>	42
4.6.3	<i>Ensaio de tração</i>	43
4.7	Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV	44
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
5.1	Análise de calorimetria exploratória diferencial – DSC	44
5.2	Caracterização microestrutural.....	46
5.2.1	<i>Difração de Raios-X</i>	46

5.2.2	<i>Microscopia óptica</i>	48
5.2.3	<i>Microscopia eletrônica – EBSD</i>	54
5.3	Propriedades mecânicas	57
5.3.1	<i>Ensaio de dureza</i>	57
5.3.2	<i>Ensaio de impacto</i>	58
5.3.2.1	Análise das superfícies de fratura.....	61
5.3.3	<i>Ensaio de tração</i>	64
6	CONCLUSÕES	66
7	SUGESTÕES PARA TRABALHO FUTURO	67
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	68

1 INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* são conhecidos por sua ultra-alta resistência mecânica e boa tenacidade, com composição de baixo teor de carbono e contendo níquel, cobalto, molibdênio e titânio. Essa família de aços possui uma microestrutura martensítica e sua resistência mecânica ao receber um tratamento de envelhecimento é fortalecida pela formação uniforme de finos precipitados intermetálicos, que atuam como obstáculos a movimentação de discordâncias.

Os aços *maraging* são empregados onde alta resistência, boa dureza e ductilidade são necessárias, como exemplo, a indústria aeroespacial, que utiliza em aeronaves e foguetes, a indústria bélica, nuclear e indústria esportiva.

Estudos mostram que as propriedades mecânicas dos aços *maraging* podem ser melhoradas com uso da técnica de ciclos térmicos. Essa técnica consiste em aquecer uma amostra até a temperatura de reversão da martensita e esfriar a temperatura ambiente. Este procedimento produz refino do grão da austenita prévia, eleva a dureza e conseqüentemente proporciona o aumento da tenacidade.

O presente trabalho propõe estudar a influência dos diferentes ciclos de tratamentos térmicos repetidos na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço *maraging*, objetivando encontrar uma melhoria na dureza e resistência mecânica, mantendo a tenacidade, através de modificações na microestrutura, obtidas pela adoção de diversos ciclos de tratamento térmico seguido de 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 ciclos térmicos de seguido de envelhecimento no comportamento mecânico, especialmente em relação a dureza, tenacidade e resistência mecânica. Foram então realizados ensaios de dureza, de impacto Charpy-V, tração e analisada a microestrutura ótica e eletrônica de varredura, difração de Raios-X e difração de elétrons retroespalhados.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

O objetivo deste trabalho é verificar a influência dos diferentes ciclos de tratamento térmico na microestrutura e propriedades mecânicas de um aço *maraging* 300.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliar a influência dos ciclos térmicos na microestrutura.
- Obter propriedades mecânicas de dureza das amostras submetidas a cada ciclo térmico para temperaturas 930 e 1050 °C.
- Investigar a influência dos ciclos térmicos no limite de resistência, limite de escoamento, tenacidade (ensaio de impacto) e correlacionar com microestrutura.
- Analisar fratura dos corpos de prova Charpy-V com auxílio do MEV.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

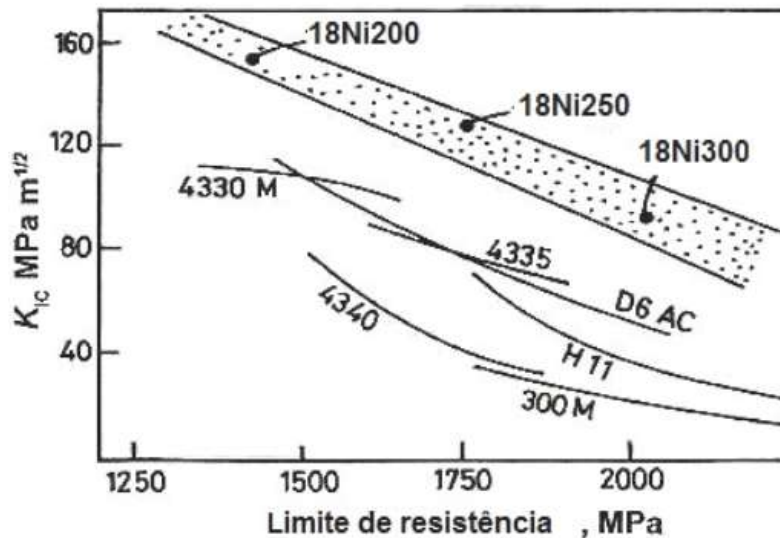
3.1 Aço Maraging

Os aços *maraging* foram criados na década de 50 e seu nome deriva de *MAR*tensite e *AGING*, termo inglês que significa martensita e envelhecimento respectivamente, uma vez que seu mecanismo de endurecimento consiste em uma transformação martensítica seguida de um envelhecimento.

Os aços *maraging* são ligas especiais de aços de alta resistência que diferem dos aços convencionais, pois eles não são endurecidos por reações que envolvem a precipitação de carbonetos. Os aços *maraging* são endurecidos por reações de precipitação induzidas por elementos de liga, como Fe_2Mo , $\eta\text{-Ni}_3\text{Ti}$, Ni_3Mo , Fe_2Ti , $\mu\text{-Fe}_7\text{Mo}_6$, $\sigma\text{-FeMo}$ e $\sigma\text{-FeTi}$, que promovem a formação de fases intermetálicas em uma matriz martensítica, durante o tratamento térmico de envelhecimento. Estes precipitados atuam distorcendo a rede cristalina e impedindo o movimento de discordâncias na matriz martensítica, aumentando, desta forma, a resistência do material. (MAGNEÉ, 1974; SCHMIDT; ROHRBACH, 1990; SHA; GUO, 2009). Os aços *maraging* são martensíticos de ferro-níquel de baixo teor de carbono e alto teor de elementos

de liga proporcionando uma excelente combinação de resistência e tenacidade a fratura superior à da maioria dos aços endurecidos por carbono como mostra a Figura 1 (HAMAKER e BAYER, 1968). A Figura 1 mostra que esses aços são projetados para atingir elevados limites de resistência, na faixa de 1400 a 2400 MPa.

Figura 1. Limite de resistência x tenacidade a fratura dos aços *maraging* comparados aos aços carbono convencionais de alta resistência.



Fonte: HAMAKER; BAYER (1968).

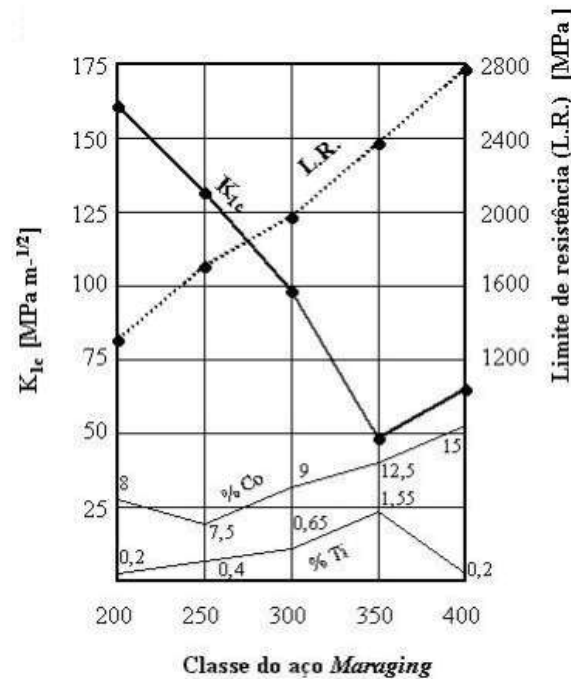
A Tabela 1 apresenta as composições químicas usuais de aço *maraging* 18% Ni das classes 200, 250, 300 e 350 (MAGNÉE *et al.*, 1974). O teor de níquel permite, portanto, uma estrutura totalmente austenítica em temperaturas superiores à 750 °C. A Figura 2 mostra a influência da composição química nas propriedades mecânicas dos diversos tipos de aços *maraging* 18% Ni.

Tabela 1. Composição química em wt. % aços *maraging* 18% Ni das classes 200, 250, 300, e 350.

Aço	Ni [%]	Co [%]	Mo [%]	Al [%]	Ti [%]	Fe
18 Ni (200)	17 – 19	8 – 9	3 – 3,5	0,05 – 0,15	0,15 – 0,25	Bal.
18 Ni (250)	17 – 19	7 – 8,5	4,6 – 5,2	0,05 – 0,15	0,3 – 0,5	Bal.
18 Ni (300)	17 – 19	8,5 – 9,5	4,6 – 5,2	0,05 – 0,15	0,5 – 0,8	Bal.
18 Ni (350)	17,5 – 18,5	12 – 12,5	3,8 – 4,6	0,05 – 0,15	1,4 – 1,7	Bal.

Fonte: MAGNÉE (1974) adaptado.

Figura 2. Influência nas propriedades mecânicas dos *maraging* 18%.



Fonte: MAGNÉE (1974) adaptado.

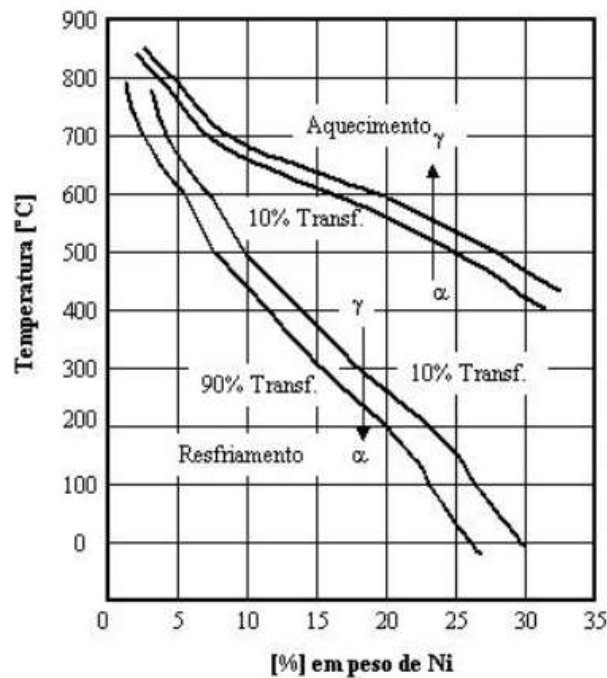
Pode-se encontrar outras séries de aço *maraging* com composições diferentes, que foram desenvolvidas nos últimos anos, incluindo séries inoxidáveis, outras séries fundidas, séries com outros níveis de resistência, uma variedade sem cobalto para aplicação nuclear e uma série com propriedades magnéticas superiores (SCHMIDT; ROHRBACH, 1990).

3.2 Características da transformação martensítica

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 de 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*. A Figura 3 apresenta o diagrama de transformação de uma liga Fe-Ni, observa-se a histerese térmica entre as transformações:

martensita→austenita e austenita→martensita. A presença dos demais elementos de liga altera levemente as posições do gráfico da Figura 3.

Figura 3 – Diagrama de transformação Fe-Ni.



Fonte: MAGNEÉ *et al.* (1974).

A transformação martensítica pode acontecer de forma atérmica e isotérmica e sua estrutura não apresenta tetragonal idade devido à ausência de carbono nos interstícios, exibindo, portanto, uma estrutura cubica 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 3 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 (ASM, 1979).

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 (MAGNÉE *et al.*, 1974 e FLOREEN, 1978).

3.3 Reversão da austenita

A austenita nos aços *maraging* tem grande importância devido à influência que ela exerce nas propriedades mecânicas do material.

A reversão da austenita depende do tempo e da temperatura. Logo, as ligas de *maraging* podem apresentar em sua microestrutura dois tipos de austenita dependendo do tratamento térmico. O primeiro método, ocorre com o tratamento térmico conhecido como superenvelhecimento, a liga é aquecida isotermicamente à temperatura na qual ocorre a dissolução dos precipitados intermetálicos por tempos prolongados de envelhecimento, onde ocorre a formação da austenita, que começa a nuclear nas regiões onde teor de níquel é alto (FLOREEN, 1968), e a austenita formada é conhecida como “austenita reversa”. O segundo método, o *maraging* é submetido a ciclos térmicos entre a temperatura ambiente e a temperatura A_f , na qual a transformação da austenita é completada. A partir dessa temperatura deverá ser realizado um resfriamento rápido antes mesmo que a austenita atinja o seu equilíbrio em A_f , existindo assim heterogeneidades em sua composição. Nas regiões em que a austenita é pobre em elementos de liga ocorre a reação martensítica, e nas regiões ricas em Ni, Co, Mo e Ti a austenita não se transforma, sendo chamada de “austenita retida” (VISWANATHAN *et al.*, 1996).

A cinética de formação da austenita reversa é influenciada pelos teores de níquel, molibdênio, cobalto e titânio. Maiores teores de Ni e Mo aceleram a reversão, enquanto maiores teores de Co e Ti retardam a formação da austenita.

Estudo realizado por Li e Yin (1995), observou que a austenita revertida possui dois tipos de morfologia, determinados pelo tempo e temperatura de superenvelhecimento. A austenita na forma de ripas nucleia nos contornos de grãos da austenita prévia e nos contornos das ripas de martensita. Enquanto a austenita na forma de placas (Widmanstätten) foi observada dentro das ripas de martensita.

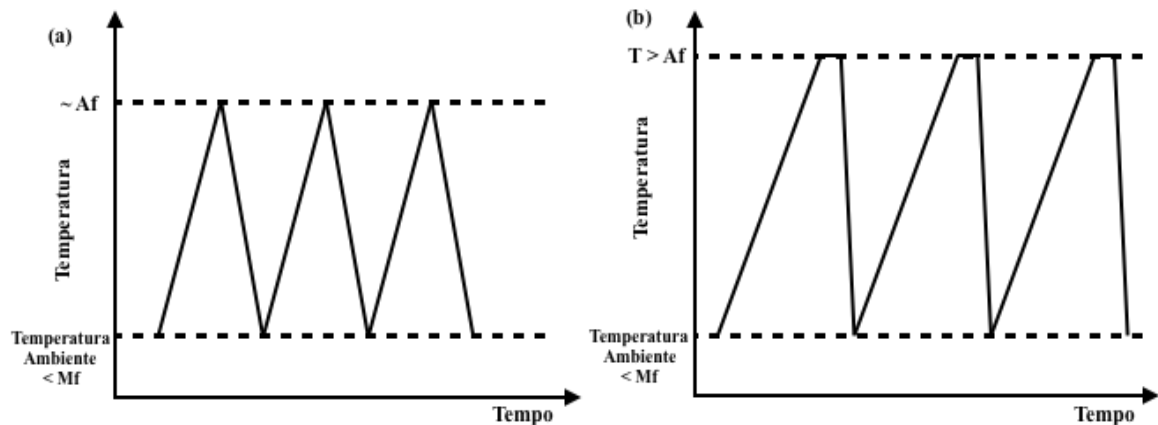
O aumento da temperatura de superenvelhecimento traz como consequência a diminuição do teor de níquel necessário para formar os dois tipos de austenita, devido à natureza difusional desta reação. Ainda de acordo com Li e Yin (1995), o níquel presente na composição dos precipitados $Ni_3(Mo, Ti)$ são dissolvidos dando a origem à formação de austenita reversa e o molibdênio na formação de Fe_2Mo . Porém, a reversão da martensita também pode envolver um movimento de cisalhamento em altas temperaturas. Li e Yin (1995), observaram que a austenita na forma de ripas e placas possuíam maclas após tratamentos térmicos a 640 °C, indicando que

esta reação pode ser dominada por cisalhamento, mas ocorre por um anterior ou simultâneo processo de difusão controlada.

3.4 Tratamentos térmicos de solubilização e refino de grão

Uma técnica de ciclos térmicos foi desenvolvida para refinar o tamanho do grão da austenita prévia nos aços *maraging* 18% Ni. A técnica se divide em dois tipos de ciclos térmicos; uma técnica trata do ciclo de tratamento térmico entre a temperatura ambiente e temperatura quando a transformação da austenita é abaixo de (A_f); outra técnica trata de ciclos térmicos entre temperatura ambiente e a temperatura no campo de fase austenítica, acima de A_f , conforme a Figura 4.

Figura 4. Representação dos ciclos térmicos: (a) Ciclo entre temperatura ambiente e temperatura de austenitização ($\sim A_f$); (b) Ciclo entre temperatura ambiente e $T > A_f$.

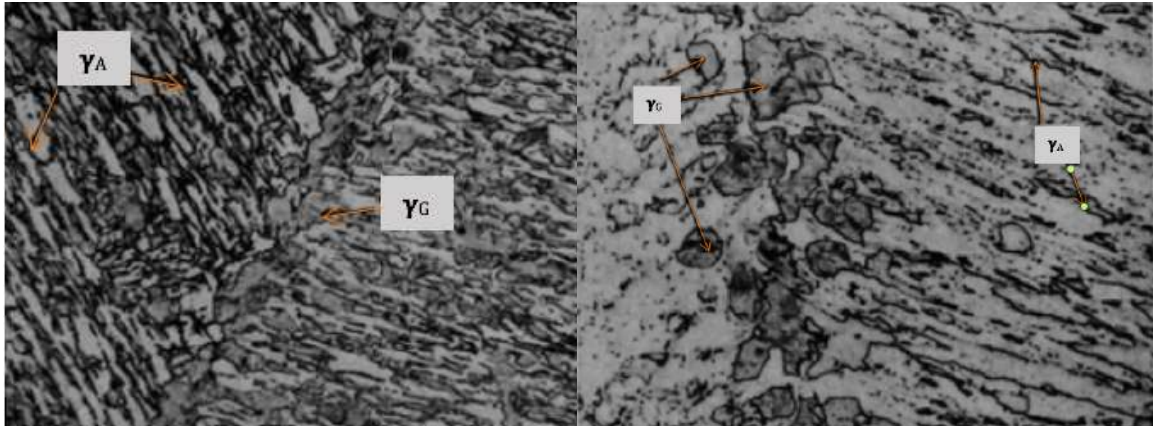


Fonte: MUKTINUTALAPATI (2006).

O comportamento de refinamento de grãos através de ciclo térmico no aço *maraging*, é observado pelo comportamento da transformação da martensita em austenita e de recristalização da austenita. Para Saul *et al.* (1970), as deformações produzidas pelas transformações não-difusionais da martensita para austenita e de austenita para martensita fornecem a força motriz para a recristalização durante esses ciclos térmicos. Matsuda e Okamura (1974), afirmam que existem ocorrências de muitos grãos pequenos e equiaxiais ao longo dos limites de grãos da austenita prévia e alguns grãos pequenos formados na martensita que parecem ser produzidos por processos de difusão no início da transformação austenítica conforme mostra a Figura 5.

As variáveis, como taxa de aquecimento e tempo de espera na temperatura de austenitização afetam o comportamento de transformação e recristalização (APPLE e KRAUSS, 1972).

Figura 5. Microestrutura *maraging* 350. Austenita no contorno de grão e no grão. Austenita acicular (γ_A); Austenita globular (γ_G).



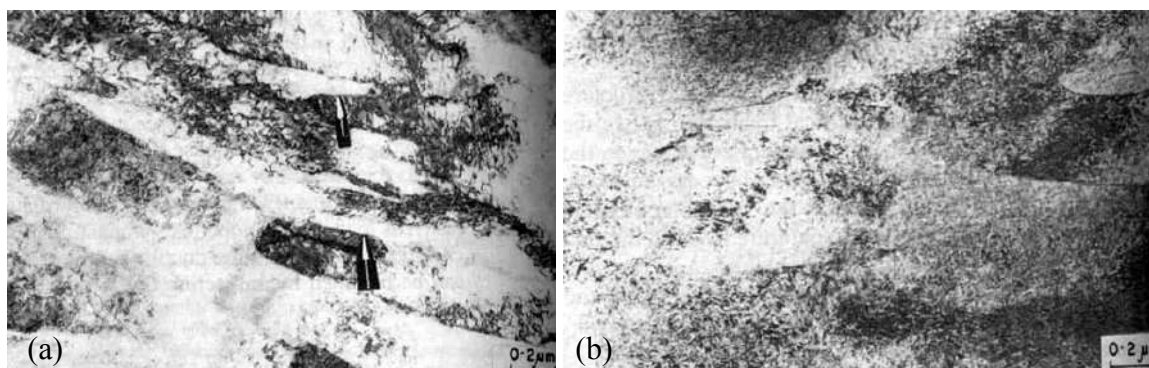
Fonte: MATSUDA e OKAMURA (1974), adaptado.

3.4.1 Ciclo térmico entre a temperatura ambiente e abaixo de A_f

Goldberg (1968), em seus estudos, foi o primeiro a estudar o ciclo térmico repetido em aço *maraging* 300 18% Ni. O ciclo foi realizado entre a temperatura ambiente e 825 °C. Seus estudos mostraram que ciclo repetido de tratamento térmico aumenta a quantidade de austenita retida e diminui a dureza após o envelhecimento. A quantidade de austenita retida aumenta porque preserva-se a não homogeneidade química de austenita. Isto ocorre devido a altas taxas de resfriamento (VISWANATHAN, 1996; GOLDBERG, 1968).

Estudos realizados por Viswanathan *et al.* (1996) investigaram os efeitos da austenita retida produzida por ciclos de tratamento térmico nas propriedades mecânicas do aço *maraging* 350. O ciclo realizado entre 750 °C e temperatura ambiente, levando em consideração a taxa de resfriamento, aumentou a quantidade de austenita retida. A fração volumétrica de austenita aumenta com o aumento do número de ciclos, a maior obtenção de austenita retida foi obtida logo no primeiro ciclo. A Figura 6a mostra a micrografia obtida em um Microscópio eletrônico de Transmissão (MET) do aço *maraging* após repetir o ciclo por 5 vezes e envelhecido por 3 horas. As setas indicam lamelas finas de austenita ao longo dos limites das ripas de martensita. Figura 6b mostra a micrografia TEM do mesmo aço após o envelhecimento a 510 °C por 3 h sem ciclagem térmica. Tanto o limite de escoamento, como o Limite de Resistência a Tração (LRT) diminuíram devido ao aumento da quantidade de austenita retida, entretanto, houve um aumento da ductilidade e resistência ao impacto (ensaio de Charpy).

Figura 6. Micrografias de MET do *maraging* 350 18% Ni. (a) ciclo térmico - 5 vezes e envelhecido a 510 °C por 3 horas (b) envelhecido diretamente a 510 °C por 3 h após.



Fonte: VISWANATHAN *et al.* (1996).

Estudos de Farooque *et al.* (1998), em um aço *maraging* 350 18% Ni submetido a ciclos de tratamentos térmicos repetidos entre a temperatura ambiente e 750 °C produziram austenita retida.

Ao resfriar rapidamente a partir da temperatura de austenitização ($\sim A_f$), sem que haja composição de equilíbrio da austenita, a austenita rica em soluto permanece não transformada e a austenita pobre de soluto se transforma em martensita, como citado no item 2.2. Espera-se que a taxa de aquecimento para temperatura de austenitização ($\sim A_f$) e o tempo de espera do tratamento térmico influenciem a quantidade de austenita retida (MUKTINUTALAPATI 2006).

Nos estudos Farooque *et al.* (1998), os ciclos térmicos repetidos nos aços *maraging* 18% contendo austenita retida não mostraram uma melhor combinação de dureza e tenacidade do que a obtida com microestruturas envelhecidas com resistência equivalente.

3.4.2 *Ciclo térmico entre a temperatura ambiente e temperatura acima da austenitização ($>A_f$)*

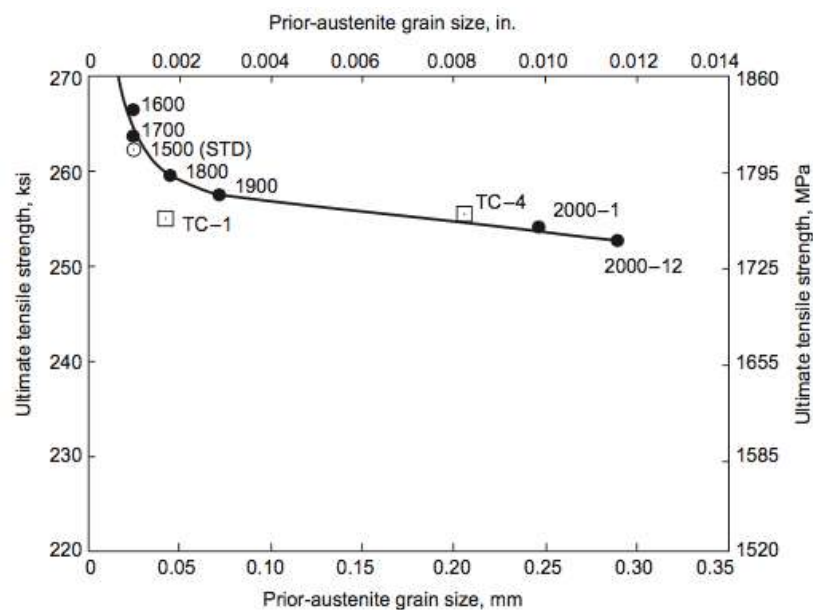
Saul *et al.* (1970), em seu trabalho com aço *maraging* 250 e 300, refinou o tamanho de grão da austenita prévia de 254 μm para tamanho de grão 31,8 μm após três ciclos térmicos entre a temperatura ambiente e 1025 °C. Tamanhos de grãos mais finos do que o 44,9 μm ou 31,8 μm não podem ser alcançados por este processo, e o processo se torna menos efetivo à medida que o tamanho do grão inicial se torna mais fino.

As reduções do tamanho de grão da austenita prévia dependem da temperatura do ciclo, e da tensão produzida nos aços *maraging*, que podem facilitar a recristalização da austenita

(SAUL *et al.*, 1970; HALL *et al.*, 1968). Após um tratamento de solubilização a 815 °C por 1 hora, o ciclo térmico resultou em uma redução significativa do tamanho de grão de austenita, grãos de austenita grandes (179,6 µm) para grãos menores (31,8 µm). A escolha da temperatura de ciclo dependente do modelo de *maraging* utilizado. Embora o tratamento de envelhecimento a 480 °C por 3 horas tenha sido mencionado, não ficou claro se os dados de tamanho de grão representavam o tamanho do grão após o envelhecido (SAUL *et al.*, 1970).

Para Saul *et al.* (1970), o tratamento ideal para o aço *maraging* 250 com 18% Ni é aquecer a temperaturas de 925 a 1100 °C por 1 a 12 horas, aumentando o tamanho de grão da austenita e em seguida, refinar o tamanho de grão por ciclo térmico, repetir o ciclo cinco vezes entre a temperatura 925 °C à temperatura ambiente. A redução do tamanho dos grãos foi 254 µm para 31,8 µm, conforme mostra a Figura 7.

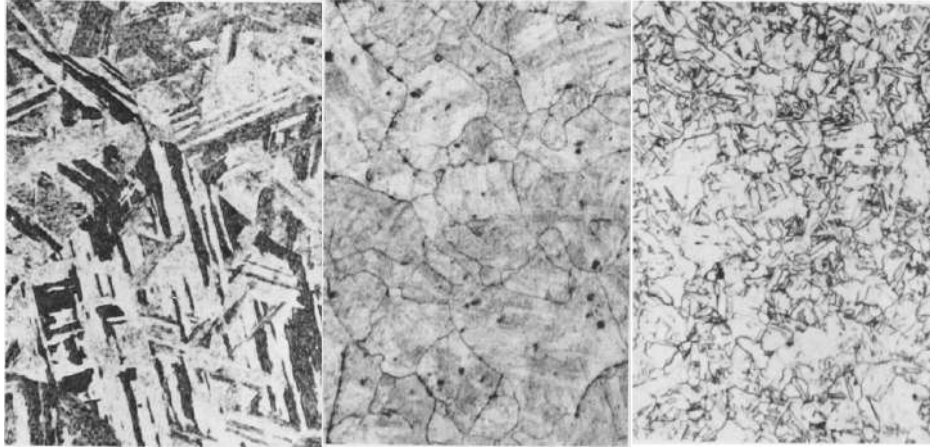
Figura 7. O efeito do tamanho de grão austenítico prévio no ensaio de tração para aço *maraging* 250 18% Ni. Tempo de austenitização de 1h, exceto a amostra 2000-12.



Fonte: SAUL G. (1970).

O ciclo térmico ideal para aço *maraging* 300 foi de 1025 °C até a temperatura ambiente, repetindo no mínimo três ciclos. Após o tratamento térmico de solubilização a 1200 °C foi obtido tamanho do grão grande e posteriormente foi reduzido de 254 µm para 31,8 µm. O resfriamento tinha que estar abaixo da temperatura M_f (90 °C), ou o refinamento de grãos não ocorreria; o arrefecimento entre M_f e M_s produziu apenas um refinamento parcial do grão (Figura 8).

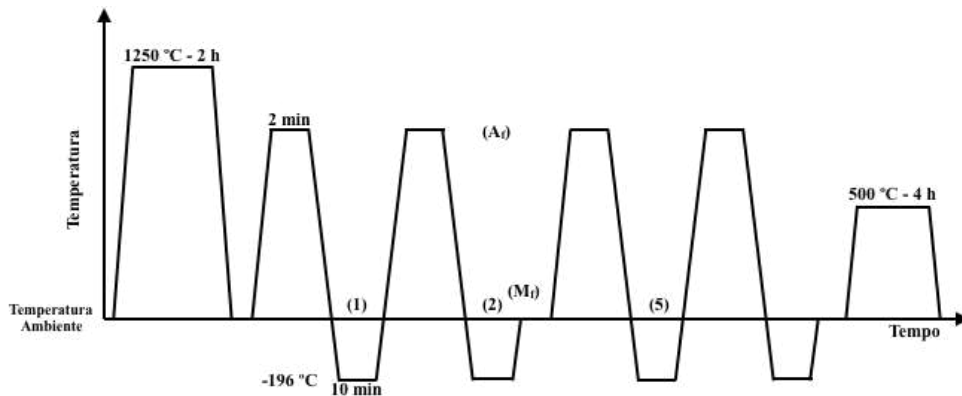
Figura 8. Microestrutura *maraging* 300 durante o ciclo térmico. Ampliação 140 vezes. (a) Amostras mantidas a 1150 °C por 1 hora, têmpera em água, tamanho de grão 213 μm . (b) Mesmo modelo mostrado em (a) após aquecimento a 1025°C por 10 min, têmpera em água, tamanho de grão 4. (c) após mais três ciclos entre a temperatura ambiente e 1025 °C tamanho de grão 31,8 μm .



Fonte: SAUL G. (1970).

Nakazawa *et al* (1978), em seu trabalho com refinamento dos grãos de aço *maraging* através do ciclo de tratamento térmico, acrescentam que para tamanho mínimo de grão austenítico atingível depende da composição química das ligas, bem como das condições de tratamento térmico. Em seus estudos, alcançaram refino do tamanho de grão da austenita prévia de 1 mm para menos de 50 μm . A Figura 9 mostra o ciclo de tratamento térmico utilizado.

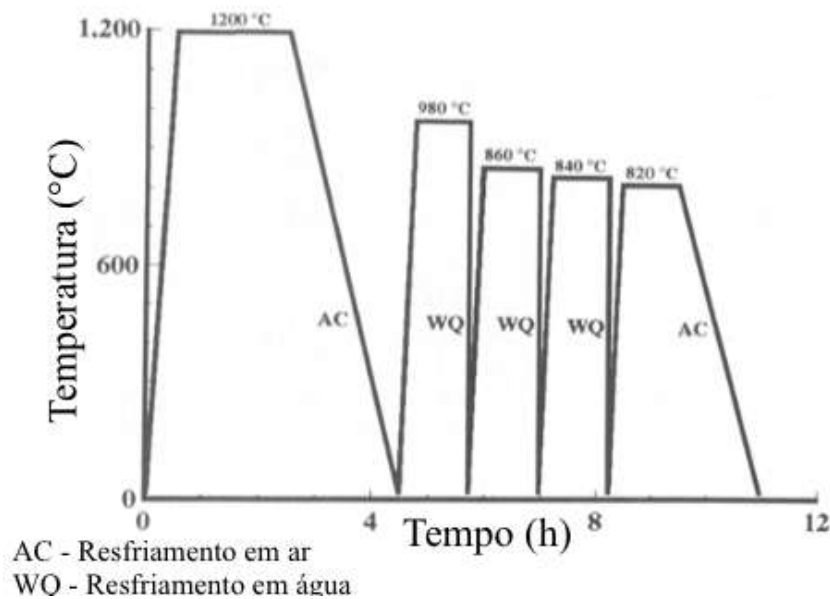
Figura 9. Esquema ilustrativo do ciclo de tratamento térmico utilizado



Fonte: adaptado NAKAZAWA *et al.* (1978).

Ahmed *et al.* (1997), em seus estudos sobre influência do ciclo térmico em aço *maraging* 350, reduziu o tamanho de grão da austenita prévia quando o material foi submetido a vários e sucessivos tratamentos térmicos de solubilização, o ciclo utilizado pode ser observado na Figura 10.

Figura 10. Tratamento térmico sucessivos de solubilização.



Fonte: AHMED *et al.* (1997).

Os tamanhos de grãos obtidos após diferentes tratamentos térmicos podem ser visualizados na Tabela 2, a variação dos tamanhos de grãos foram de 309 μm a 16 μm , dependendo da variação do ciclo de tratamento térmico.

Tabela 2. Resultados dos tamanhos de grãos após vários tratamentos térmicos.

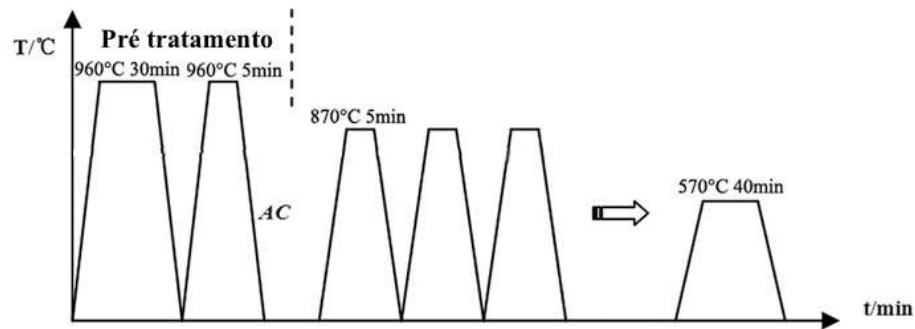
Tratamento térmico	Tamanho de grão (μm)
1200 °C / 2 h AC*	309 \pm 132
1200 °C / 2 h AC, 980 °C / 1 h WQ*	67 \pm 28
1200 °C / 2 h AC, 980 °C / 1 h WQ, 860 °C / 1 h WQ	25 \pm 9
1200 °C / 2 h AC, 980 °C / 1 h WQ, 860 °C / 1 h WQ / 840 °C / 1 h WQ	16 \pm 9
1200 °C / 2 h AC, 980 °C / 1 h WQ, 860 °C / 1 h WQ / 840 °C / 1 h WQ / 820 °C / 1 h WQ	16 \pm 6

AC = Resfriamento em ar; WQ = Resfriamento em água

Fonte: AHMED *et al.* (1997) adaptado.

LV *et al.* (2015), investigou os efeitos dos tratamentos térmicos cíclicos na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço microligado Ti-V. Os resultados mostraram que o tamanho médio dos grãos de austenita prévia diminui conforme aumenta o número de ciclos, realizando 6 ciclos. A Figura 11 evidencia a rota de ciclos térmicos utilizados.

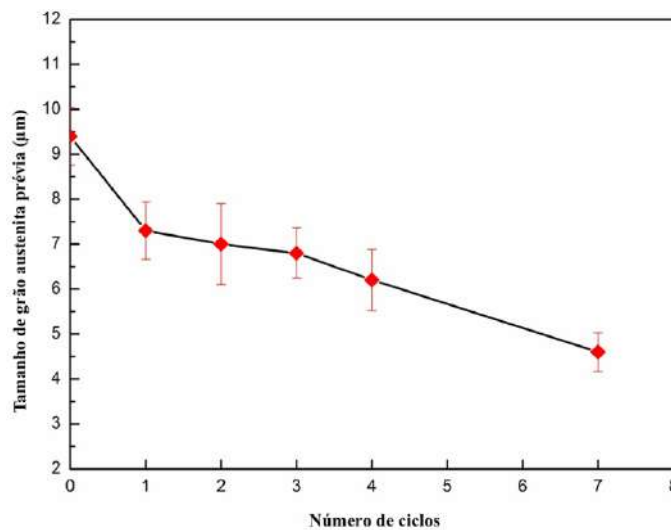
Figura 11. Representação do ciclo térmico utilizado.



Fonte: adaptado LV *et al.* (2015).

A redução do tamanho de grão de austenita prévia foi de aproximadamente 9,4 μm para 4,6 μm após o último ciclo, conforme mostra a Figura 12.

Figura 12. Variação do tamanho médio dos grãos em função dos números de ciclos.



Fonte: adaptado LV *et al.* (2015).

3.5 Propriedades mecânicas dos aços *maraging*

As propriedades mecânicas dos aços *maraging* dependem da composição química do aço, da microestrutura e da especificação do tratamento térmico a que o material foi submetido (MAGNÉE, 1974), porém os aços *maraging* no estado solubilizado e martensítico, apresenta uma excelente conformabilidade, usinabilidade e uma grande capacidade de endurecer por tratamento térmico de envelhecimento.

Lima Filho *et al.* (2017), analisaram o aço *maraging* 300 18% Ni. O mesmo foi solubilizado a 860 $^{\circ}\text{C}$ por 1 hora, realizando posteriores tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, tal como indicado na Tabela 3. Eles investigaram a influência dos diferentes

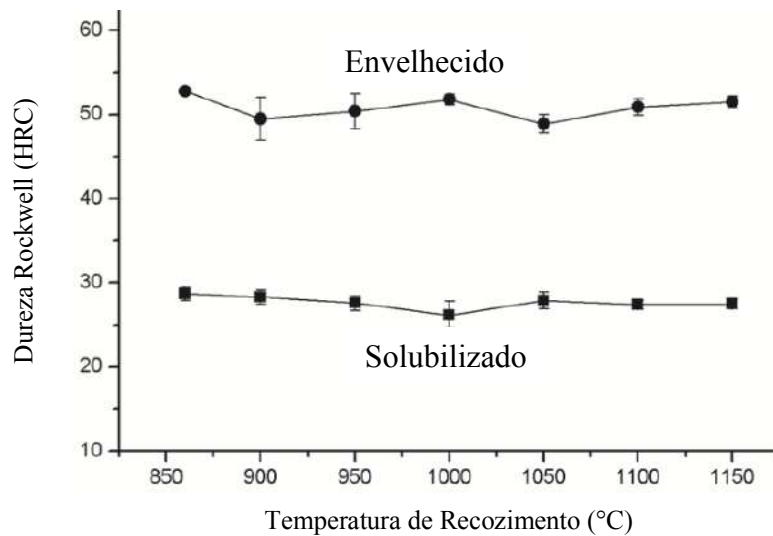
tipos de tratamentos térmicos no tamanho de grão da austenita, tenacidade e limite de resistência após o envelhecimento. O tratamento de solubilização a altas temperaturas favorece para aumentar o tamanho de grão da microestrutura e a dureza do material apresenta uma pequena variação ao serem submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Os resultados de dureza podem ser observados na Figura 13.

Tabela 3. Tratamentos térmicos realizados.

Temperatura de solubilização (°C) (1h)	Temperatura de envelhecimento (°C) (3 h)
860	
900	
950	
1000	
1050	
1100	
1150	
860	
900	
950	
1000	
1050	
1100	
1150	

Fonte: LIMA FILHO *et al* (2017).

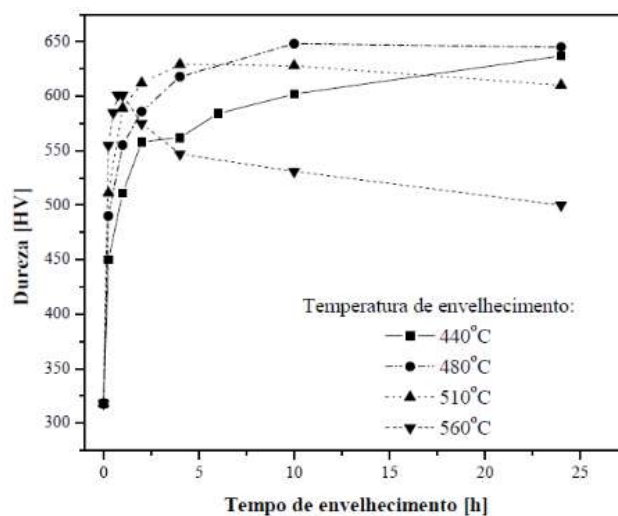
Figura 13. Dureza Rockwell do aço *maraging* a tratamentos térmicos diversos.



Fonte: adaptado de LIMA FILHO *et al.* (2017).

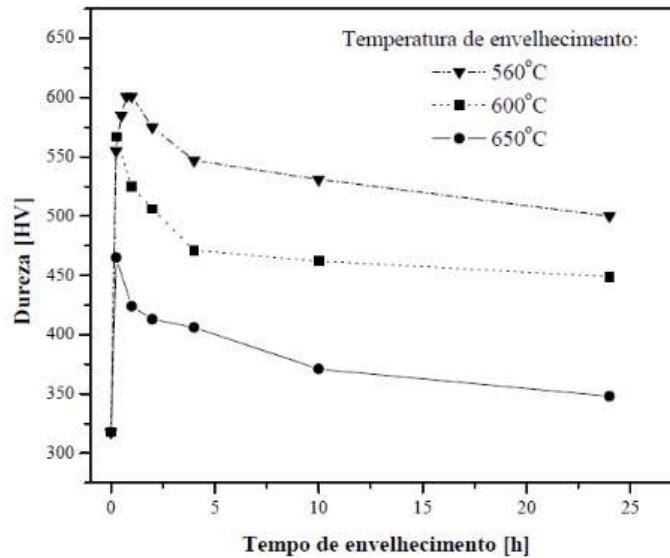
Pardal (2004), em seus estudos sobre aços *maraging* 300 avaliou a relação das propriedades de dureza com relação ao tempo de envelhecimento, em diferentes temperaturas de envelhecimento, conforme a Figura 14 e Figura 15. O pico de maior dureza ocorreu para o tempo de envelhecimento de 10 h à temperatura de 480 °C. Para condições de tempo de envelhecimento para temperaturas superiores a 560 °C foi observado uma queda da dureza devido ao superenvelhecimento.

Figura 14. Dureza HV em função dos diferentes tratamentos de envelhecimento por precipitação no aço *maraging* 300.



Fonte: PARDAL (2004).

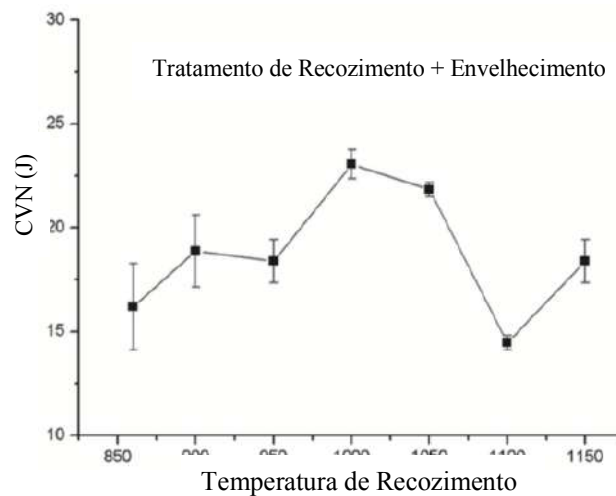
Figura 15. Dureza HVem função dos tratamentos de envelhecimento. Amostras tratadas a 560, 600 e 650 °C, aço *maraging 300*.



Fonte: PARDAL (2004).

Ainda em ralação aos estudos Lima Filho *et al.* (2017), avaliaram os efeitos do envelhecimento e solubilização nas propriedades de tenacidade. As amostras foram solubilizadas a diferentes temperaturas e em seguida envelhecidas conforme a Tabela 3. Os resultados são mostrados na Figura 16 e verificou que os maiores valores obtidos ao ensaio de impacto de Charpy ocorreu entre as temperaturas de recozimento 1000 e 1050 °C.

Figura 16. Energia de impacto ao ensaio de Charpy para de amostras solubilizadas e envelhecidas a 480 °C.



Fonte: adaptado de LIMA FILHO *et al* (2017).

Pardal (2004) obteve resultados de tenacidade para amostras reduzidas de acordo com a norma ASTM, a Tabela 4 apresenta esses valores obtidos. Foi observado que o maior valor da tenacidade (J), para as amostras envelhecidas, ocorreu para amostras tratadas por 560 °C durante 15 minutos de tratamento.

Tabela 4. Resultado do ensaio de Charpy em amostras de tamanho reduzido, para diferentes condições de envelhecimento.

Energia Absorvida (J)							
Tratamento	0 hora	15 min.	1 hora	2 horas	4 horas	10 horas	24 horas
Solubilizada (1ª amostra)	52,5						
Solubilizada (2ª amostra)	57,0						
440°C			11,5				6,5
480°C		13,5	11,0	9,5		6,0	5,5

Fonte: adaptado de PARDAL (2004).

3.6 Técnica de análise EBSD

A difração de elétrons retroespalhados (*EBSD*) é uma técnica utilizada para analisar a orientação cristalográfica de muitos materiais. Seu emprego permite estudar a textura ou orientação preferencial de qualquer material cristalino ou policristalino, podendo ser utilizado para: indexar e identificar os sistemas cristalinos; mapear a orientação do cristal; realizar estudos de defeitos; identificação de fases; medir tamanho de grão e realizar investigações de heterogeneidade microestrutural.

O procedimento experimental da técnica compreende a utilização de uma amostra polida e totalmente plana colocada no MEV e inclinada cerca de 70° (graus) em relação à normal da incidência do feixe de elétrons acoplada a um equipamento de aquisição de imagens. Este equipamento corresponde uma câmera equipada com uma tela de fósforo, a qual será sensibilizada pela passagem de elétrons gerando uma imagem, integrada com uma placa de captura digital, uma interface de vácuo para montagem da câmera e um sistema eletrônico para processamento de dados (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

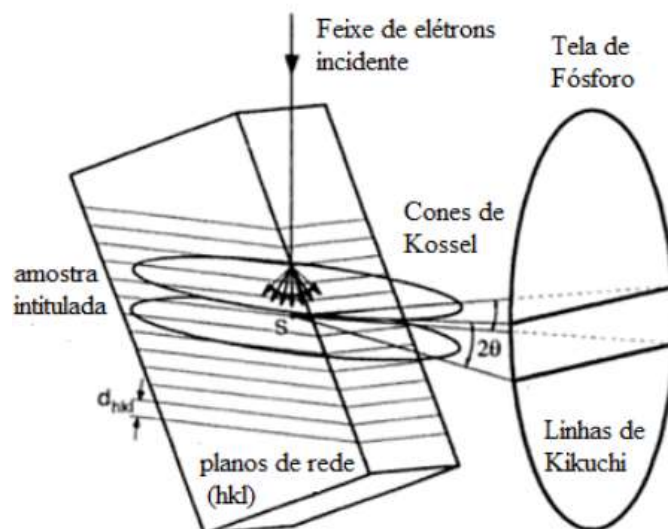
O funcionamento do *EBSD* baseia-se na Lei de Bragg, de acordo com a Equação 1, que descreve o fenômeno da difração de Raios-X, relacionando o comprimento da onda incidente (λ), a distância interplanar de átomos (d) e o ângulo de desvio do feixe incidente (θ), levando em consideração a ordem de reflexão (n).

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen} \theta \quad (\text{Equação 1})$$

A Equação 2 determina que, caso uma onda de comprimento comparável ao do espaçamento entre os átomos incide em um reticulado cristalino, esta sofrerá reflexão em cada um dos planos cristalinos expostos. O espaçamento interplanar depende da direção do plano a ser analisado e da distância entre os átomos no reticulado em questão. Portanto, de posse do valor do ângulo de difração, medido no equipamento e do espaçamento atômico, pode-se determinar as direções do plano cristalino (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

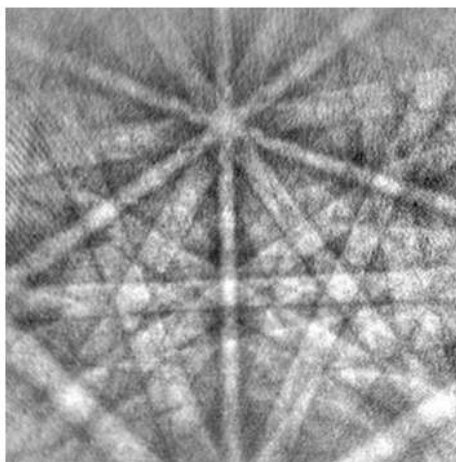
Os feixes de elétrons retroespalhados, quando excitam a tela de fósforo, formam as chamadas linhas de Kikuchi. Seu mecanismo de formação é complexo, no entanto, pode-se dizer simplificada que devido ao fato de os ângulos de difração serem pequenos, próximos de meio grau, o ângulo de vértice de um cone de difração é próximo de 180° , fazendo com que as seções de cone que interceptam a tela de fósforo apresentem ser retas, como ilustrado nas Figuras 17 e 18. No entanto, as linhas de Kikuchi assumem a forma de seções de cone caso seja utilizada uma voltagem muito baixa no microscópio. Estas linhas são específicas para cada estrutura cristalina e orientação cristalográfica.

Figura 17. Origem das linhas de Kikuchi em virtude da difração do feixe de elétrons incidente.



Fonte: MAINTLAND e SITZMAN (2005).

Figura 18. Linhas de Kikuchi obtidas pela difração de elétrons retroespalhados.



Fonte: MAINTLAND e SITZMAN (2005).

O método muito utilizado para analisar os dados é a transformada de Radon, o qual utiliza escalas de cinza e realiza a transformação através da mudança de linhas de mesma tonalidade, dadas em função das coordenadas X , Y e (este último ângulo é formado pela linha com a normal do plano XY) em um único ponto no plano - (onde é a equação, nas coordenadas X , Y , da linha em questão), tornando a análise mais simples (e rápida) para o computador (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

Outro método utilizado para análise dos dados é o uso da transformada de Hough, o qual parte de uma imagem binária (isto é, apenas duas cores, preto e branco, ao invés de uma escala de cinzas). Geralmente, a imagem obtida da tela de fósforo pela câmera passa por um procedimento de *coarsening*, que consiste em transformá-la em binária, para depois passá-la pela transformada de Hough. O resultado é similar ao da transformada de Radon: uma linha é transformada em um ponto no plano ϵ - ρ . Este método, embora muito mais rápido do que a transformada de Radon, tem se mostrado de menor desempenho, uma vez que a informação sobre a intensidade das linhas de Kikuchi é perdida. Em 1994, foi desenvolvida a chamada “Transformada de Hough modificada” que consiste em transformar os tons de cinza em imagens digitais ao invés de binárias (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

A interpretação das bandas de Kikuchi consiste na medição dos ângulos entre as elas (que correspondem aos ângulos interplanares) e suas larguras (que correspondem aos espaçamentos interplanares) e na sua comparação com valores teóricos em uma tabela de referência, já

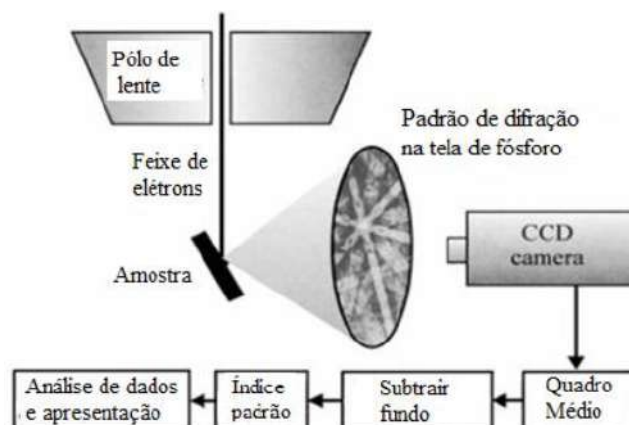
calculados anteriormente para a estrutura cristalina em questão. Geralmente, cinco a dez das bandas mais intensas e um número igual das menos intensas é submetida à interpretação (44).

A identificação de fases por *EBSD* é feita comparando as informações cristalográficas obtidas por meio das linhas de Kikuchi geradas pela difração de elétrons na amostra com aquelas presentes em um banco de dados. No entanto, é necessário que se tenha informações sobre a composição química da amostra. Atualmente, é comum que equipamentos de *EBSD* estejam equipados com espectrômetro de Raios-X para obtenção destas informações (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

As linhas obtidas pela difração de elétrons retroespalhados são identificadas pelo uso da transformada de Hough, permitindo uma identificação computacional mais rápida das distâncias interplanares. A partir das distâncias interplanares, pode-se obter um elemento de volume, cuja propriedade é ser uma fração inteira do volume de uma célula unitária. Este procedimento deve ser repetido, de modo a obter vários elementos de volume, para que seja possível calcular um múltiplo comum entre eles, que será o volume de uma célula unitária (MAINTLAND e SITZMAN, 2005).

O volume da célula unitária assim obtido e a composição química da amostra são comparados com o *PDF (powder diffraction file)*, para determinação da fase em questão. Geralmente a busca retorna aproximadamente 20 elementos possíveis. Logo, deve-se comparar os ângulos de difração obtidos na análise por *EBSD* com aqueles dos elementos fornecidos pelo banco de dados, de modo a determinar exatamente do que se constitui a fase estudada (44). A Figura 19 exemplifica o esquema de funcionamento do *EBSD*.

Figura 19. Ilustração do funcionamento do EBSD



Fonte: HUMPHREYS (2001).

4 METODOLOGIA

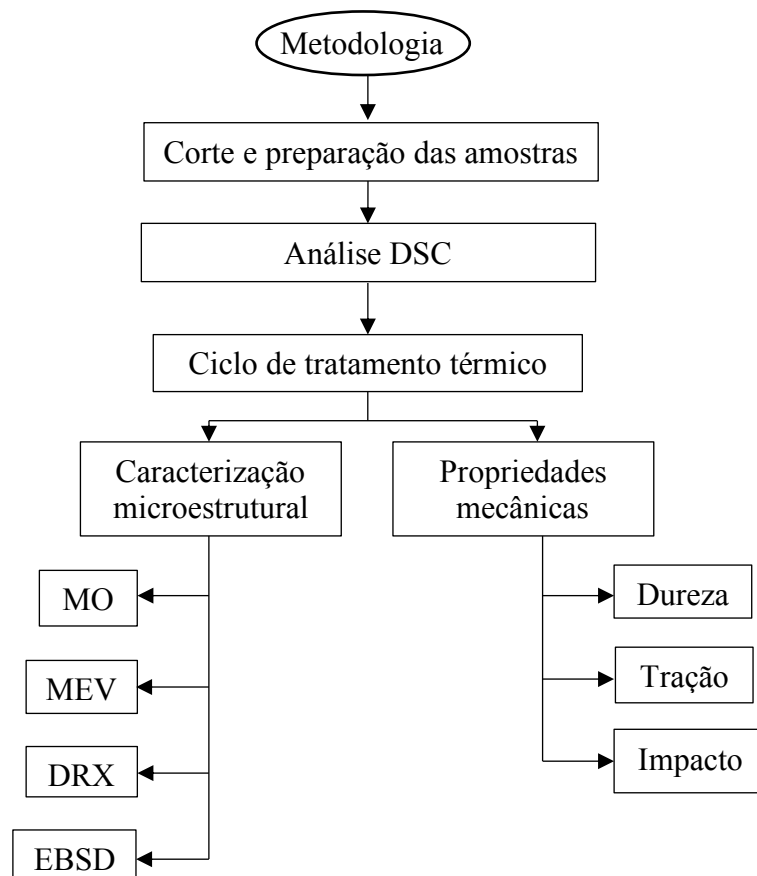
4.1 Materiais

No presente trabalho foram utilizadas amostras do aço *maraging* 300, confeccionado por uma empresa nacional. O material recebido apresenta forma de uma barra circular forjada (200 mm de diâmetro) e sua composição química, fornecida pelo fabricante, é apresentada na Tabela 5. A metodologia empregada neste trabalho consistiu em cinco etapas, conforme na Figura 20.

Tabela 5. Composição química (% em peso) do aço *maraging* 300.

Ni	Mo	Co	Ti	Al	C	Mn	Si	Fe
18,4	4,9	9,35	0,65	0,1	0,03	0,01	0,01	Bal.

Figura 20. Fluxograma das etapas para realização do trabalho.



4.2 Corte e preparação das amostras

Para retirada das amostras foram cortadas, com uso da serra fita, lâminas com espessura de aproximadamente 14 mm, em seguida, algumas lâminas foram laminadas a frio, obtendo uma redução de 50% em relação a espessura inicial.

Após a laminação foram cortadas, com auxílio da *Cut-Off*, 14 amostras com dimensões de 10 x 5 x 5 mm, na direção transversal, para ensaio de dureza. Outras 18 amostras foram usinadas para o ensaio de impacto de acordo com a norma ASTM E 23-07. Por fim, 15 amostras, inicialmente cortada, foram usinadas para ensaio de tração.

Após o corte e laminação as amostras foram submetidas ciclos térmicos, seguido de envelhecimento e, posterior análise de caracterização, ensaios de dureza, ensaio de impacto e por fim, ensaio de tração.

4.3 Calorimetria exploratória diferencial

Os ensaios de análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram realizados em marca NETZSCH, modelo STA 449 F3 Jupiter[®] no laboratório de Materiais Avançados - UFC. As amostras foram inseridas em cadinhos de alumina, sendo utilizada uma atmosfera inerte de gás hélio para evitar a oxidação das amostras.

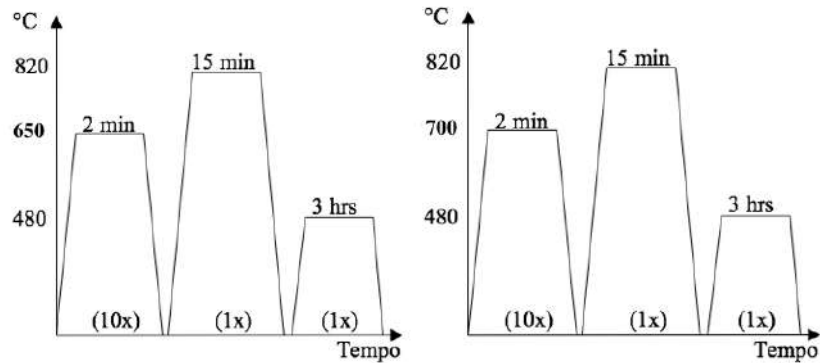
A técnica de DSC foi usada para identificar as faixas de temperatura das reações de precipitação ou de transformações de fase, que eventualmente pudessem ocorrer no aquecimento das amostras. As amostras foram aquecidas de 20 até 1000 °C usando taxas de aquecimento de 15, 20, 30 °C/min.

4.4 Tratamento térmico

Todas as amostras passaram por ciclos térmicos seguido tratamento térmico de envelhecimento por precipitação, em forno tipo mufla. Quatro temperaturas foram escolhidas para a realização ciclos térmicos: 650, 700, 930 e 1050 °C e verificou-se a influência dos ciclos térmicos no grão da austenita prévia e a sua influência nas propriedades mecânicas.

A Figura 21 resume o ciclo térmico realizado nas temperaturas de 650 e 700 °C utilizadas nesse processo. Sua nomenclatura é dada por: 650C_10x_820C_480C e 700C_10x_820C_480C respectivamente.

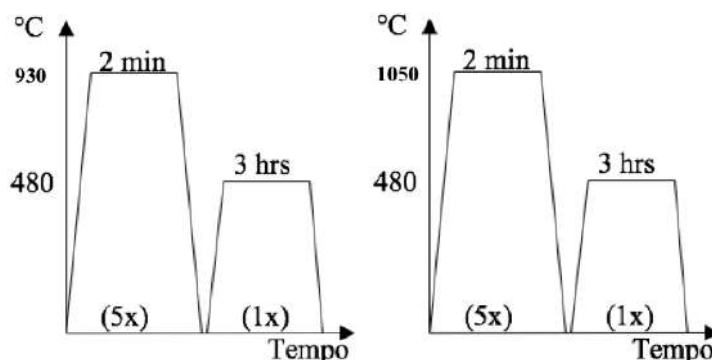
Figura 21. Representação esquemática do ciclo térmico.



Um único ciclo térmico consiste em tratar a amostra até a temperatura 650 °C durante 2 minutos seguido de resfriamento em água, pretende-se repetir 10 vezes (10x). Esse procedimento proporciona austenita reversa na microestrutura, que depende do tempo e da temperatura. Logo depois a amostra é solubilizada, uma única vez à 820 °C por 15 minutos, resfriamento em água, esse tratamento térmico foi realizado para reversão da austenita→martensita, por fim, tratamento térmico de envelhecimento à 480 °C por três horas. O mesmo procedimento ocorre para temperatura de 700 °C.

Outro ciclo de tratamento térmico realizado é representado na Figura 22 para as temperaturas 930 e 1050 °C. Sua nomenclatura após a realização do ciclo é dada por: 930C_5x_480C e 1050C_5x_480C, respectivamente.

Figura 22. Representação esquemática do ciclo térmico.



Um único ciclo térmico consiste em aquecer a amostra até 930 °C por 2 minutos seguido de resfriamento em água, pretende-se repetir 5 vezes, logo depois a amostra foi submetida ao tratamento de envelhecimento a 480 °C por 3 horas. O mesmo procedimento ocorre para temperatura de 1050 °C.

Nesta etapa, a cada ciclo térmico em que a amostra foi submetida foi feita a caracterização por microscopia ótica, com o objetivo de investigar a influência dos ciclos térmicos nos grãos de austenita prévia.

4.5 Caracterização microestrutural

4.5.1 Microscopia ótica e eletrônica de varredura

A caracterização por microscopia ótica (MO) utilizou microscópio Zeiss®, modelo *Axio Imager M2m* com câmera digital acoplada e sistema de aquisição de imagem. As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizou um equipamento Phillips® XL 30.

A preparação das amostras após os ciclos de tratamento térmico consistiu em embutimento em baquelite, posteriormente desbastadas na lixadeira com lixas que variam de 100 a 2500 mesh, seguida de uma limpeza em banho ultrassom. Por fim, o polimento foi realizado utilizando pano de algodão e abrasivo de diamante de 3 e 1 μm respectivamente.

Para o ataque químico os reagentes utilizados estão descritos na Tabela 6.

Tabela 6. Ataques utilizados para revelar a microestrutura dos aços *maraging* 300.

Ataque	Composição	Objetivo
Ácido crômico	10% de ácido crômico (H_2CrO_4) + ataque eletrolítico: 6 volts (DC), durante 10 s	Revelar contorno de grão austenita prévia do aço <i>maraging</i> .
Marble's	10 g de CuSO_4 + 50 ml HCl + 50 ml de água destilada; durante 5 s	Revelar microestrutura do aço <i>maraging</i> .
Nital	98 ml de álcool etílico + 2 ml de HCl; durante 10 s	Revelar microestrutura do aço <i>maraging</i> .

Após a preparação das amostras foi investigado o tamanho do grão da austenita prévia para cada amostra, conduzida sob diferentes tratamentos térmicos. A medição do tamanho de grão foi obtida com auxílio do software *AxioVision Microscopy*®.

4.5.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A técnica de análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi utilizada para avaliar o tamanho de grão da austenita prévia com auxílio do *software* ARPGE.

A preparação da superfície das amostras, na direção de laminação, seguiu o procedimento como recebida de preparação metalográfica descrita anteriormente, até o polimento com pasta de 1 μm , seguido de um polimento químico/mecânico com sílica coloidal durante 4 a 5 horas. As análises foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura Quanta 450 FEG – FEI com câmera de *EBS*D (Oxford Instruments) acoplada. Este equipamento foi usado na determinação das orientações individuais dos elementos da microestrutura por meio da indexação automatizada das linhas de Kikuchi geradas pela interação do feixe de elétrons e a superfície da amostra. O equipamento operou com um passo de varredura (*step size*) de 50 nm e tensão de aceleração do feixe de 20 kV.

4.5.3 *Reconstrução dos grãos de austenita prévia*

A reconstrução da estrutura austenítica original foi feita de forma automática por meio do *software* ARPGE. Este *software* utiliza os dados de EBSD para reconstrução automática da estrutura austenítica prévia, determinando a sua orientação cristalográfica e estabelecendo algumas estatísticas que auxiliam na investigação microestrutural. Dentre as transformações de fases disponíveis no ARPGE foi escolhida, inicialmente, a mais simples, KS FCC \rightarrow BCC (Fe), desenvolvida a partir do modelo proposto por Kurdjumov-Sachs para a transformação martensítica (KITAHARA *et al.*, 2006).

4.5.4 *Difração de raios-X*

Foram realizadas análises de difração de raios-X em todas as amostras submetida a cada ciclo térmico, com o objetivo de identificação das fases presentes e para verificação da presença ou não da fase austenita reversa.

As superfícies das amostras analisadas foram preparadas através de lixamento até 600 mesh.

As medições de difração foram feitas num difratômetro X'Pert Philips e aquisição de dados feitas pelo *software* X'Pert Data Collector[®], pertencentes ao equipamento.

Os parâmetros utilizados foram: 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 45 e 105°, passo de 0,02°, tempo por passo 2,5 s e velocidade de varredura de 0,008 °/s.

4.6 Propriedades mecânicas

As amostras após os ciclos de tratamento térmicos foram submetidas aos ensaios de dureza, tração e tenacidade, com intuito de investigar a influência do ciclo térmico.

4.6.1 Ensaio de dureza

Foram levantados os perfis de dureza Rockwell na escala C segundo a norma ABNT ISO 6508-1 em todas as amostras após ciclos térmicos seguido de tratamento de envelhecimento. O durômetro utilizado foi Wolpert tipo Testor HT1, com penetrador de diamante, pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) - UFC.

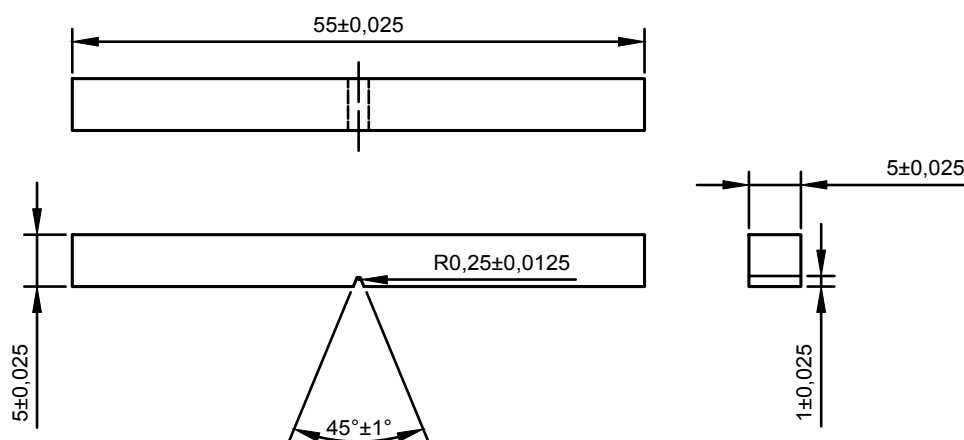
Foi realizada a preparação da superfície de cada amostra mediante o lixamento até 600 mesh. Foram feitas sete medições de durezas por amostra, sendo descartados os resultados extremos e calculada a média e desvio padrão das cinco medidas.

4.6.2 Ensaio de impacto

Após a laminação, como descrito na seção 4.2, o material em formas prismáticas foi usinado na direção de laminação para confecção de corpos de prova Charpy, com dimensões e tolerâncias previstas segundo a norma ASTM E23-07. As dimensões adotadas foram 5 x 5 x 55 mm, tamanho reduzido, e entalhe no formato “V”, como segue na norma.

A Figura 23 apresenta um desenho esquemático com os detalhes e dimensões dos corpos de prova de prova.

Figura 23. Desenho dos corpos de prova para os ensaios de impacto em mm.



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. Após a

etapa de usinagem e entalhe os corpos de prova foram submetidos aos ciclos de tratamento térmico conforme descrito no item 4.3.

Os ciclos de tratamento térmico foram realizados após a usinagem dos corpos de prova, devido a dificuldade que se encontraria em usinar após o tratamento térmico de envelhecimento, elevando assim a sua dureza.

A reprodução do ensaio foi em triplicata, e todos os testes foram realizados no Laboratório de Ensaio Mecânicos (LEM) da UFC, modelo VEB, pêndulo universal Charpy com capacidade máxima de 150 J e precisão de $\pm 0,5$ J à temperatura ambiente.

De modo a obter valores de energia absorvida para tamanho de corpos de prova convencionais, uma correlação de valores de tenacidade foi utilizada de acordo com a norma ASTM A370.

4.6.3 Ensaio de tração

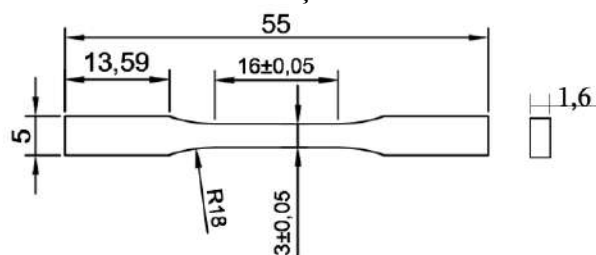
Para realização do ensaio de tração, foram confeccionados corpos de prova retirados diretamente do material como recebido, não passou pelo processo de laminação. O objetivo do ensaio de tração foi de avaliar a influência dos ciclos de tratamento térmico (descrito no item 4.4) na resistência mecânica do material recebido.

As dimensões dos corpos de prova para o ensaio de tração seguiram o anexo D da norma NBR6892-/2013, conhecido como lei de barba. A norma especifica que alongamentos medidos sobre corpos de prova de secção S_0 e S_0' são comparáveis desde que os comprimentos iniciais de medida L_0 L_0' satisfaçam a relação:

$$\frac{L_0}{L_0'} = \frac{\sqrt{S_0}}{\sqrt{S_0'}} \quad \text{Equação 2}$$

Logo, as dimensões dos corpos de prova são especificadas na Figura 24.

Figura 24. Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração em mm.



Os corpos de provas de ensaio de tração foram submetidos aos ciclos de tratamento térmico conforme descrito no item 4.4. Os tratamentos térmicos foram realizados em fornos que

proporciona uma atmosfera oxidante. Então, os corpos de prova foram lixados (1200 mesh) para um acabamento superficial.

A técnica do ensaio foi realizada na temperatura ambiente, em uma máquina universal de ensaios mecânicos, marca MTS[®], modelo 370 Load Frame, com capacidade de 100 kN, célula de carga, modelo 647 *Hydraulic Wedge Grip*, pertencente ao LPTS/UFC, com aplicação de carga de 0,5 mm/min (velocidade de distanciamento entre as garras). Foram realizados 3 ensaios para cada condições.

As medidas de alongamento foram adquiridas com auxílio do extensômetro, marca Instron, modelo 2620, até a ruptura do corpo de prova.

Antes da realização do ensaio de tração os corpos de prova foram marcados em seu comprimento útil, em 4 partes iguais de 4 mm cada, em um traçador de alturas pertencente ao LPTS/UFC. Após o ensaio as partes foram unidas e uma nova medição das marcações foi realizada. Para o alongamento calculado foi conferido através da metodologia descrita na norma NBR ISSO 6892, anexo G.

4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

A superfície da fratura dos corpos de prova Charpy foi investigada por microscopia ótica de varredura (MEV). O equipamento está disponível no Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem - LPTS.

Para análise da fratura o MEV segue a configuração modo de elétrons secundários (SE), tensão de aceleração do feixe de 20 kV e diversas magnificações na região da fratura.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste tópico os resultados estão apresentados a partir da análise de DSC, tratamento térmico, caracterização microestrutural das amostras submetidas a ciclos de tratamento térmico, seguidos das análises de propriedades mecânicas.

5.1 Análise de calorimetria exploratória diferencial – DSC

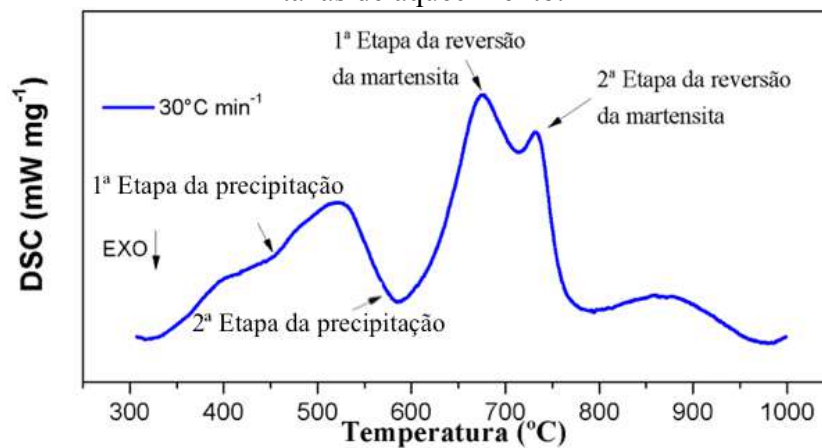
A seguir, os resultados dos experimentos do DSC são referentes à investigação das temperaturas de transformação de fase durante aquecimento para os aços *maraging* 300, com o objetivo de ratificar as temperaturas de tratamento térmico adotadas neste trabalho.

O acompanhamento da variação do fluxo de calor com a temperatura em diversas taxas de aquecimento permite analisar a reversão da martensita. A Figura 25 apresenta o fluxo de calor em função da temperatura para diversas taxas de aquecimento.

Conforme a imagem, ocorrem reações endotérmicas e exotérmicas durante o aquecimento, pois há variação do fluxo de calor medido que resulta no aparecimento de picos e vales.

A Figura 25 mostra que tanto a precipitação de compostos intermetálicos quanto a reversão da martensita ocorre em duas etapas. Estudos anteriores feitos por Carvalho *et al.* (2013) e Kapoor *et al.* (2003), mostram a ocorrência de duas etapas para a reversão da martensita, o que foi atribuído à existência de dois mecanismos de transformação. Esses mecanismos são a reversão da martensita pela difusão de elementos de liga e a reversão da martensita para austenita por mecanismo de cisalhamento similares a transformação martensítica, ocorrida durante o resfriamento.

Figura 25. Variação do fluxo de calor em função da temperatura para diversas taxas de aquecimento.



As temperaturas de pico das transformações de fase obtidas por meio das máximas taxas de fluxo de calor são apresentadas na Tabela 7.

Tabela 7. Temperatura de pico para a precipitação e a reversão da martensita em função da taxa de aquecimento.

Taxa de Aquecimento (°C / min)	1ª Etapa da precipitação (°C)	2ª Etapa da precipitação (°C)	1ª Etapa da reversão da martensita (°C)	2ª Etapa da reversão da martensita (°C)
30	452	589	684	736

A Tabela 7 mostra que a taxa de aquecimento tem uma influência nas temperaturas de pico da precipitação e da reversão da martensita. Os resultados obtidos através das análises por DSC do aço *maraging* 300 estudado no presente trabalho são compatíveis e semelhantes aos apresentados por Guo e Sha (2004), referentes a um aço *maraging* 250.

A 1ª Etapa de precipitação pode ser atribuído à formação de precipitados de carbonetos, formação de precipitação coerentes ou recuperação de martensita (GUO e SHA; 2004), e a 2ª etapa de precipitação é geralmente associado ao crescimento de grãos de austenita retida e a formação dos principais precipitados intermetálicos, como as fases Ni₃ (Ti, Mo), seguida pela decomposição do Fe₂Mo (PERELOMA *et al.* 2004). Tewari *et al.* descobriram que, com o aumento da temperatura e do tempo de espera, precipitados como, ϵ , ω , Fe₂Mo e Ni₃ (Ti, Mo) apareceram em sequência de 400 a 550 °C.

Os picos endotérmicos 1ª e da 2ª etapa da reversão da martensita estão na seção de alta temperatura. A primeira pode estar relacionada à transição de fase da fase α' (martensita, cúbica de corpo centrado - CCC) para a fase γ (austenita, cúbica de face centrada - CFC) e a última é considerada causada pela decomposição de precipitados (GUO e SHA; 2004).

De acordo com a curva DSC, pode-se concluir que a faixa de temperatura de envelhecimento é de 400 a 600 °C e a temperatura de solubilização é de 800 a 1050 °C. Assim, para a temperatura adotadas nesse trabalho, 650 °C o ciclo de tratamento térmico ocorre antes da reversão da martensita→austenita, para 700 °C o ciclo ocorre entre a 1ª e 2ª etapa de reversão da martensita→austenita. Já para as temperaturas 930 e 1050 °C o ciclo de tratamento térmico ocorre após a reversão da martensita→austenita.

5.2 Caracterização microestrutural

Nesta etapa serão apresentados e discutidos os resultados das análises sobre os aspectos microestruturais com os ciclos térmicos seguido de envelhecimento à 480 °C realizados neste trabalho.

5.2.1 Difração de Raios-X

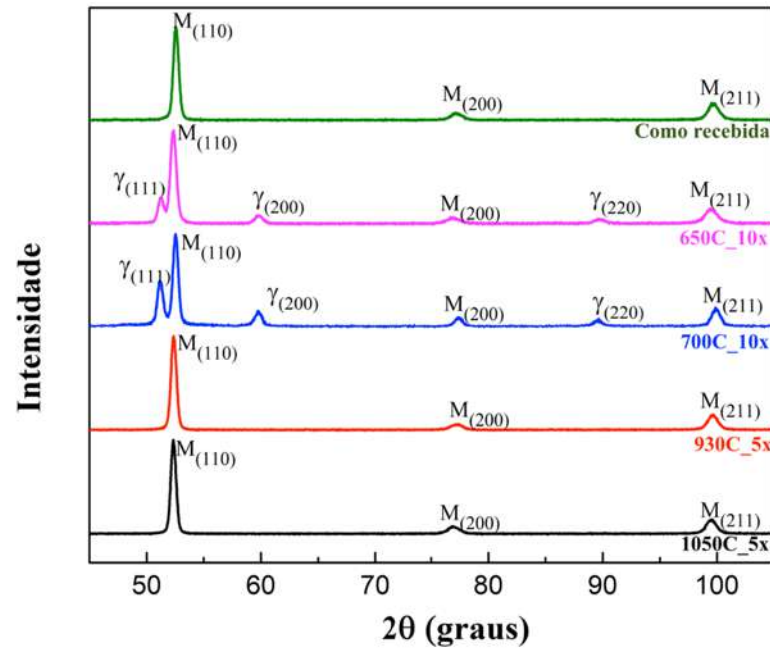
A seguir serão descritas as análises por difração de Raios-X, fundamentalmente para avaliar o fenômeno de reversão da martensita→austenita.

O difratograma de Raios-X apresentado na Figura 26 evidencia a presença de fase martensítica e austenítica para os ciclos de tratamentos nas temperaturas 650°C_10x e 700°C_10x, nas demais amostras mostram apenas fase martensítica.

Todas amostras apresentaram picos característicos para a estrutura martensítica (α') nas posições 52,5° (110)_M, 77,5° (200)_M, 99,8° (211)_M (SWANSON *et al.*, 1955). As amostras 650 °C_10x e 700 °C_10x apresentaram picos de austenita nas posições 51,2 (111) _{γ} , 59,8°(200) _{γ} e 89,6°(220) _{γ} (GOLDSCHMIDT, 1949) que pode ser atribuído a austenita reversa, devido ao tratamento térmico empregado.

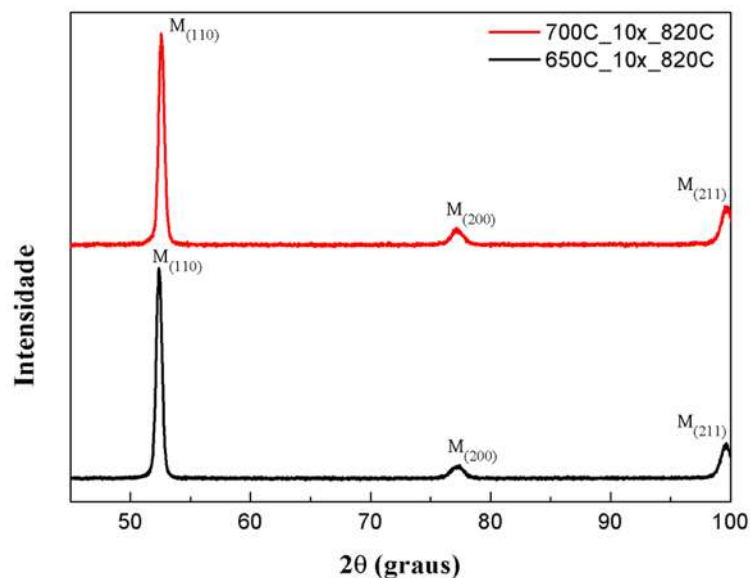
Viswanthan (1996), em seus estudos obteve austenita reversa logo nos primeiros ciclos térmicos causando aumento da tenacidade ao impacto. O tratamento térmico de solubilização a 820 °C por 15 min (Figura 22) foi realizado nas amostras 650 °C_10x e 700 °C_10x com o objetivo de reversão da fase austenítica → martensita.

Figura 26. Difratogramas de Raios-X das amostras submetidas a diferentes ciclos térmicos.



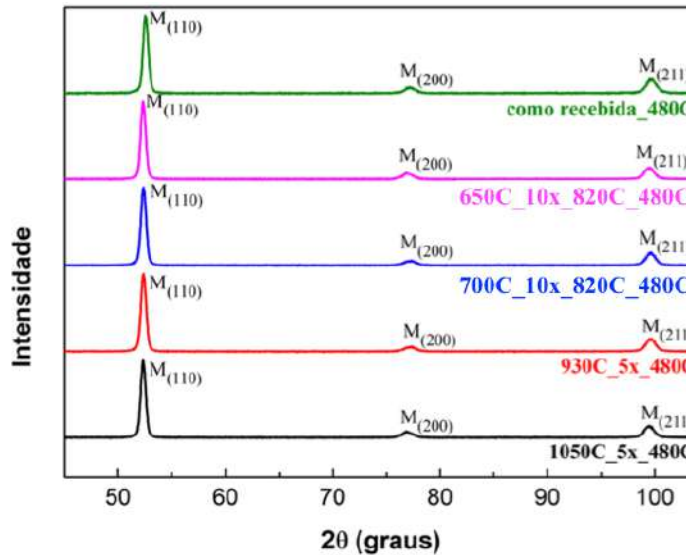
A Figura 27 apresenta o difratograma de Raios-X das amostras 650 °C_10x e 700 °C_10x após o tratamento térmico de solubilização à 820 °C por 15 min.

Figura 27. Difratograma de Raios-X. Amostras 650 °C_10x e 700 °C_10x submetida ao tratamento de solubilização à 820 °C.



O difratograma apresenta apenas fase martensítica e todas as posições coincidem num mesmo ângulo. Porém, isso não significa que não haja austenita e sim que o percentual de austenita reversa está abaixo do mínimo detectável pelo difratômetro.

Figura 28. Difratograma de Raios-X para as todas as amostras submetidas ao ciclo térmico e ao tratamento de envelhecimento à 480 °C por 3 h.



Por fim, os difratogramas apresentados na Figura 28 pode-se perceber que houve picos nos planos de martensita, única fase a ocorrer após o tratamento de envelhecimento.

5.2.2 Microscopia óptica

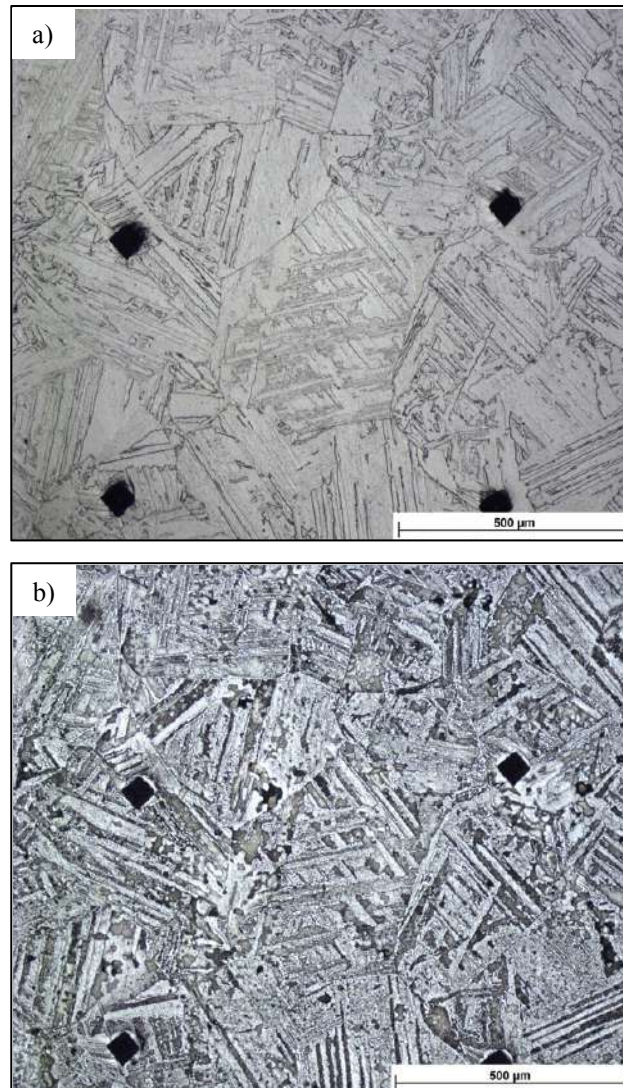
A análise por microscopia óptica após o ataque químico tiveram sua microestrutura revelada, e permite um entendimento das mudanças provocadas pelos tratamentos térmicos na microestrutura. As imagens permitem efetuar, em algumas amostras, uma análise qualitativa do tamanho das ripas de martensita e o contorno de grão da austenita prévia para os diferentes tipos de tratamento de ciclos térmicos e comparar com a microestrutura como recebida.

Primeiro, uma análise inicial qualitativa foi feita para verificar se o tratamento térmico de envelhecimento influenciaria no crescimento do grão da austenita prévia. A Figura 29a mostra a micrografia da amostra submetida ao tratamento térmico de solubilização a 1100 °C por uma hora, essa temperatura facilita a visualização dos grãos de austenita prévia e a microestrutura. Para Figura 29b a micrografia mostra a mesma amostra submetida ao tratamento térmico de envelhecimento a 480 °C por três horas. A indentação favorece a localização do mesmo grão de austenita prévia permitindo examinar que não há alteração do grão da austenita prévia quando submetida ao tratamento de envelhecimento, conforme observado Lima Filho (2018),

em seus estudos, com aços *maraging* 300, fez uma análise quantitativa comprovando que apenas o tratamento térmico de solubilização influencia no processo de crescimento de grão.

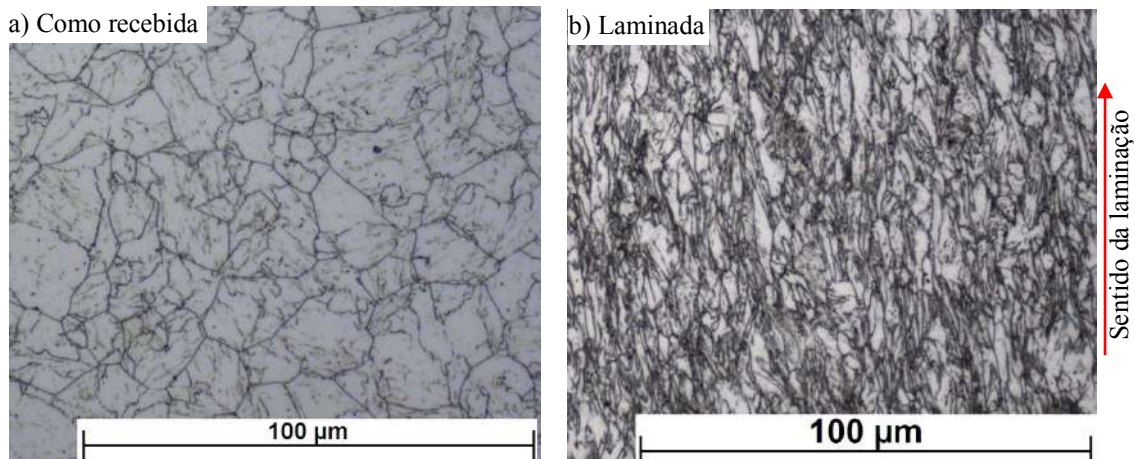
As imagens evidenciam a fase martensítica com ripas alocadas como que em pacotes, conforme observado nos trabalhos de Sinha *et al* (1992) e Khan *et al* (2009).

Figura 29. Micrografia óptica, mesma região, aço *maraging* 300. a) Solubilização a 1100 °C 1h. b) Envelhecimento da mesma amostra a 480 °C 3h.



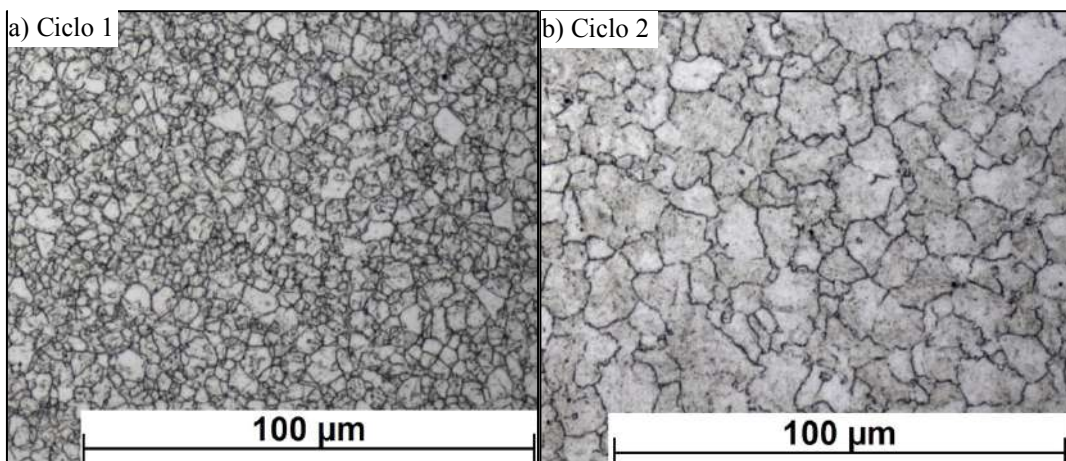
A Figura 30 apresenta a micrografia óptica da amostra como recebida e laminada. Para amostra laminada a micrografia foi no sentido da laminação. Pode-se perceber que com a laminação as ripas de martensita não são distinguíveis e os grãos apresentam-se alongados na direção de laminação.

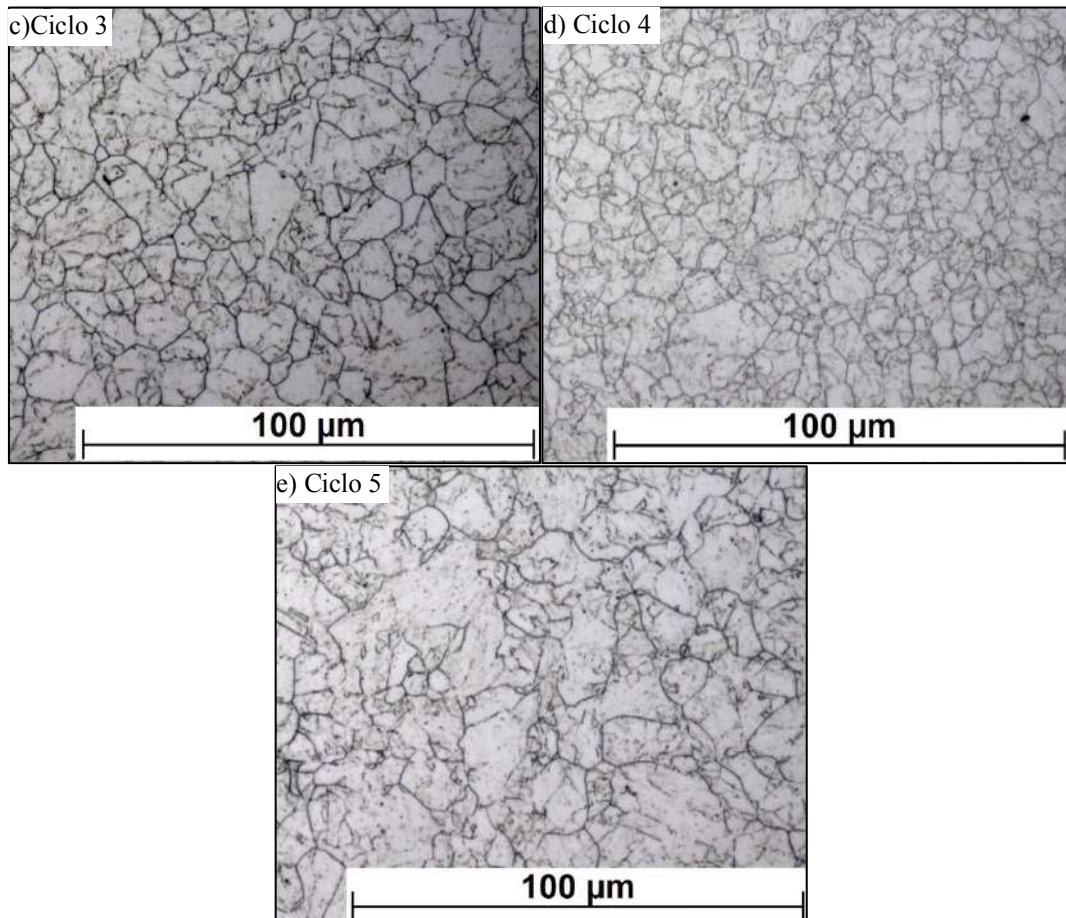
Figura 30. Microscopia óptica do aço *maraging* 300. a) como recebida, b) após o processo de laminação (redução de 50%).



A morfologia das amostras submetidas a cada ciclo térmico para temperatura de 930 °C, seguida de envelhecimento a 480 °C é mostrada na Figura 31a-e. As imagens evidenciam uma estrutura com contornos de grãos, entretanto os grãos revelados podem ser de austenita prévia ou a microestrutura martensítica como pacotes e/ou blocos.

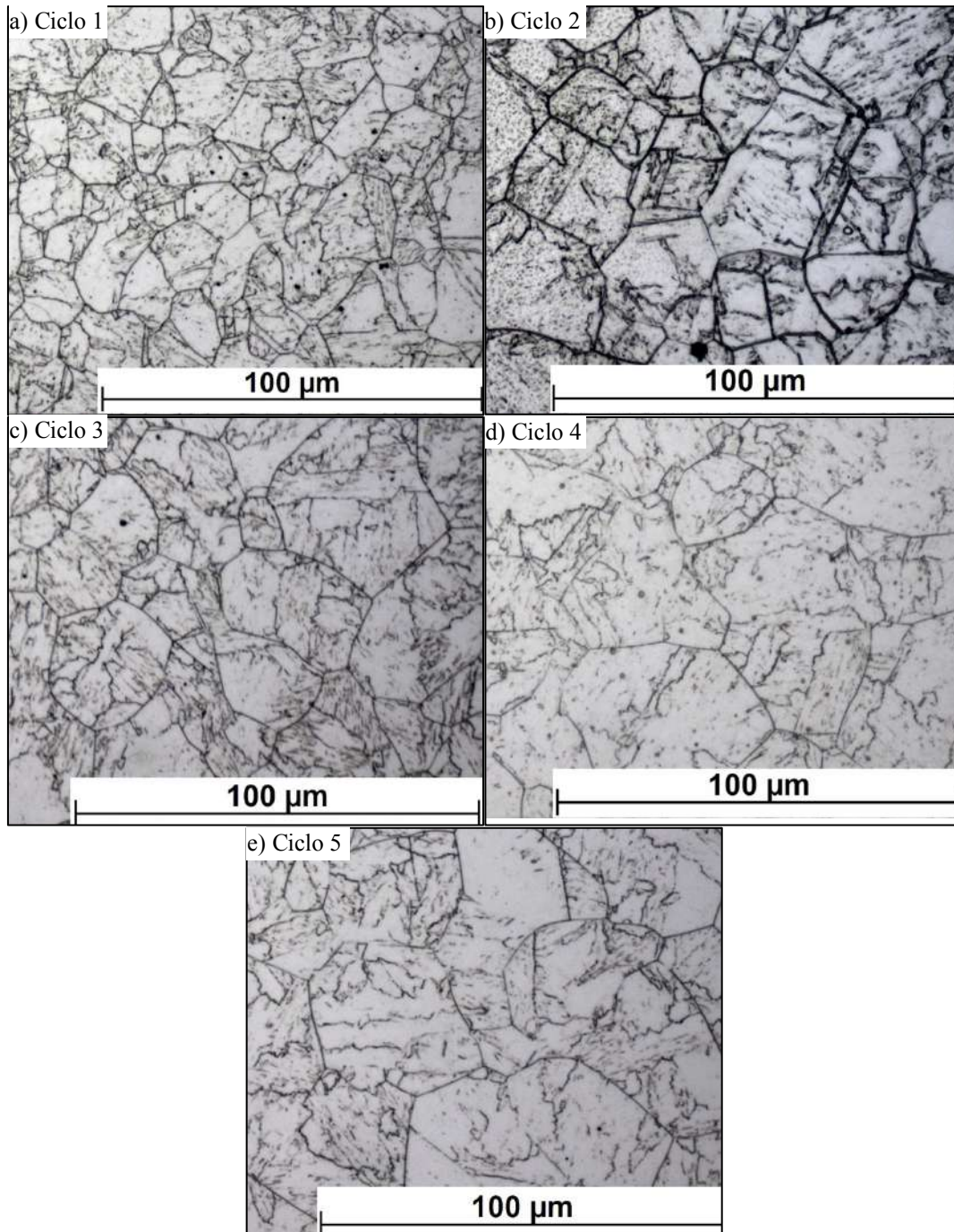
Figura 31. Microscopia óptica das amostras submetida a ciclos térmicos a 930 °C e envelhecida a 480 °C. (a) Ciclo 1, (b) Ciclo 2, (c) Ciclo 3, (d) Ciclo 4 e (e) Ciclo 5.





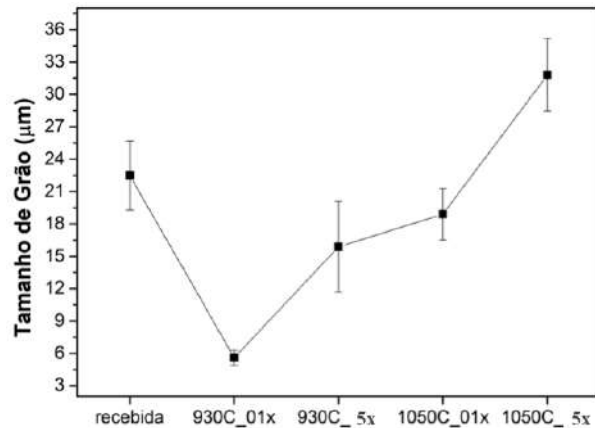
A Figura 32a-e apresentam as micrografias óticas para cada ciclo térmico (ciclo de 1 a 5), nas temperaturas 1050 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C. As imagens evidenciam uma microestrutura de grãos de austenita prévia, fase martensítica com ripas alocadas como que em pacotes. A estrutura de grãos aumenta com o aumento do número de ciclos. Este resultado parece contraditório, pois não ocorrem nucleações de novos grãos após o primeiro ciclo de tratamento térmico de solubilização, isto é, quando a recristalização, que foi impulsionada pela energia armazenada da laminação realizada no material, foi concluída, a estrutura ainda não estava estável, e proporcionou um crescimento adicional dos grãos recristalizados após o primeiro ciclo. Para Saul *et al.* (1970) e Matsuda e Okamura (1974) afirmam que ocorre o refino de grãos da austenita prévia para n ciclos de tratamento térmico a mesma temperatura. Outra evidência revela que à medida que aumenta a temperatura de solubilização os grãos de austenita prévia também aumentam.

Figura 32. Microscopia óptica das amostras submetida a ciclos térmicos de a 1050 °C e envelhecida a 480 °C. (a) Ciclo 1, (b) Ciclo 2, (c) Ciclo 3, (d) Ciclo 4 e (e) Ciclo 5.



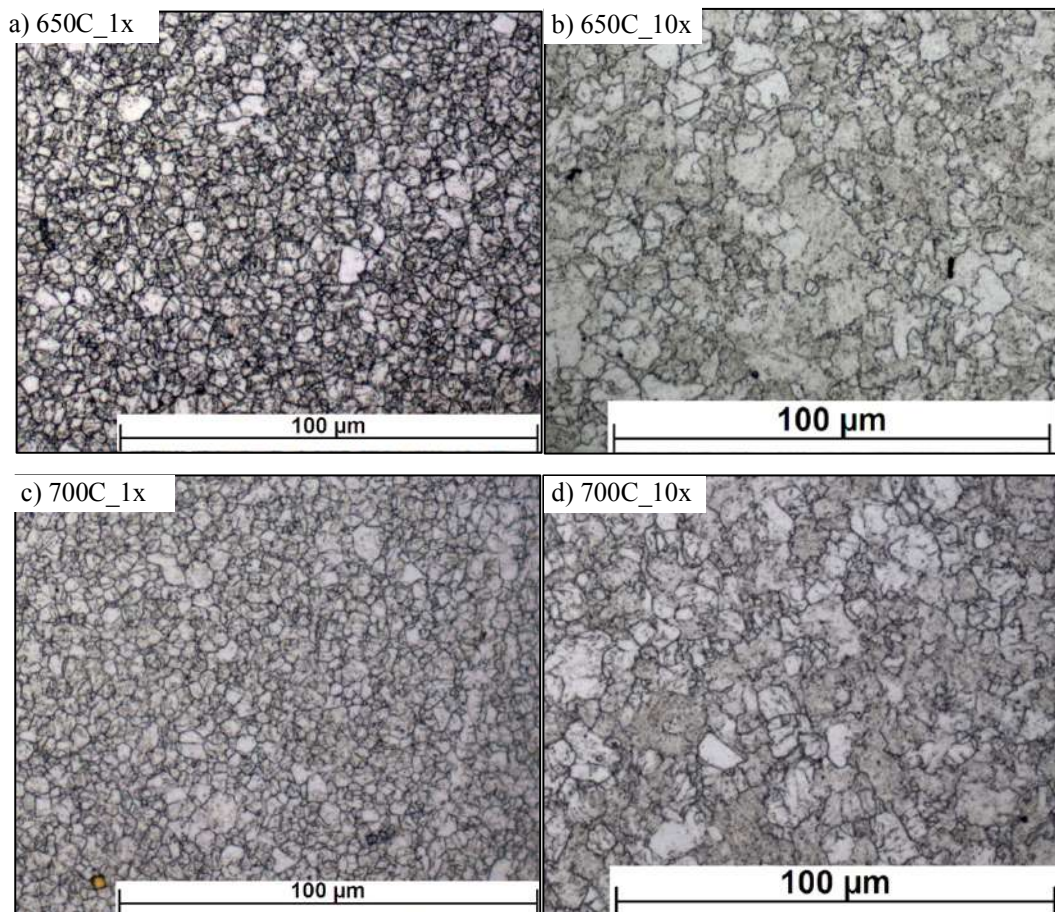
A Figura 33 apresenta tamanho de grãos medidos de acordo com os revelados na micrografia em função dos ciclos térmicos. A imagem permite comparar o tamanho de grão da amostra como recebida, ponto de partida, com as demais amostras. Observa-se uma diminuição do tamanho de grão logo no primeiro ciclo térmico. No último ciclo térmico revela um aumento do tamanho de grão para as amostras 930C_5x_480C e 1050C_5x_480C.

Figura 33. Tamanho de grão em função dos ciclos térmicos.



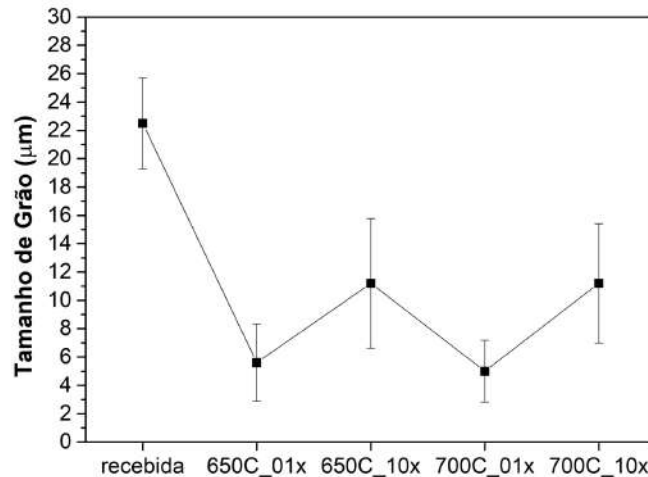
A Figura 34 apresenta as micrografias óticas para os ciclos de tratamento térmico repetido 10 vezes a 650 e 700 °C seguido de solubilização à 820 °C e posteriormente envelhecimento a 480 °C. As micrografias revelam uma microestrutura com tamanhos heterogêneos de grãos e, também não possível afirmar a microestrutura revelada.

Figura 34. Microscopia óptica das amostras submetida a 10 ciclos térmicos: 650 e 700 °C, seguido de solubilização a 820 °C e envelhecimento a 480 °C. (a) 650 °C_10x. (b) 700 °C_10x.



A Figura 35 apresenta o tamanho de grão em função dos ciclos térmicos para as temperaturas de ciclos 650 e 700 °C. Apresentando um comportamento semelhante a Figura 33.

Figura 35. Tamanho de grão em função dos ciclos térmicos.



5.2.3 Microscopia eletrônica – EBSD

A técnica de *EBSD* foi utilizada para a quantificação do tamanho de grão da austenita prévia de algumas amostras. Com o objetivo de revelar e medir os tamanhos de grãos austenítico primários.

As imagens (Figura 36) obtidas via caracterização por EBSD referem-se às microestruturas martensíticas já transformadas, para as condições como recebida, 650°C_10x_820°C_480°C e 700°C_10x_820°C_480°C.

A Figura 37 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** mostra o resultado da reconstrução dos grãos austeníticos processada pelo *software* ARPGE a partir dos dados de EBSD (CAYRON, 2007). Para a reconstrução, como premissa inicial, adotou-se o modelo proposto por Kurdjumov-Sachs (KS) (KURDJUMOW; SACHS, 1930), bastante utilizado e que guarda boa aderência com os dados reportados para aços com baixo teor de carbono (KITAHARA et al., 2006). Este modelo relaciona, por meio do cômputo de 24 variantes possíveis, a relação de orientação cristalográfica da austenita que deu origem a martensita. A qualidade de êxito na reconstrução dos grãos de austenita prévia desempenhada pelo ARPGE foi de 92, 98 e 84% respectivamente. A Tabela 8 são exibidos os valores de tamanho médio de grãos da austenita prévia concluído pelo ARPGE.

Figura 36. Imagens IPF EBSD map das amostras: a) Como recebida. b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C.

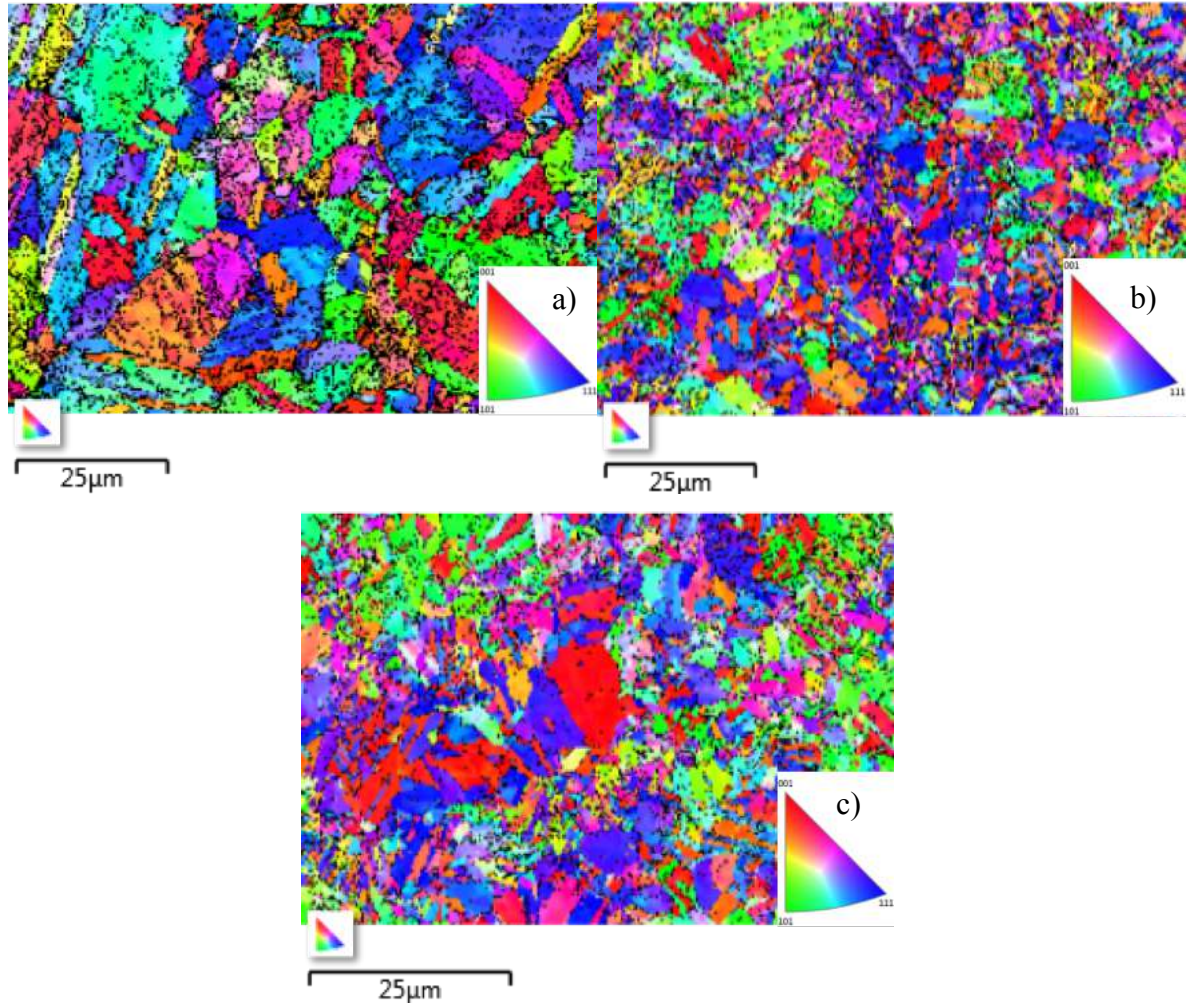
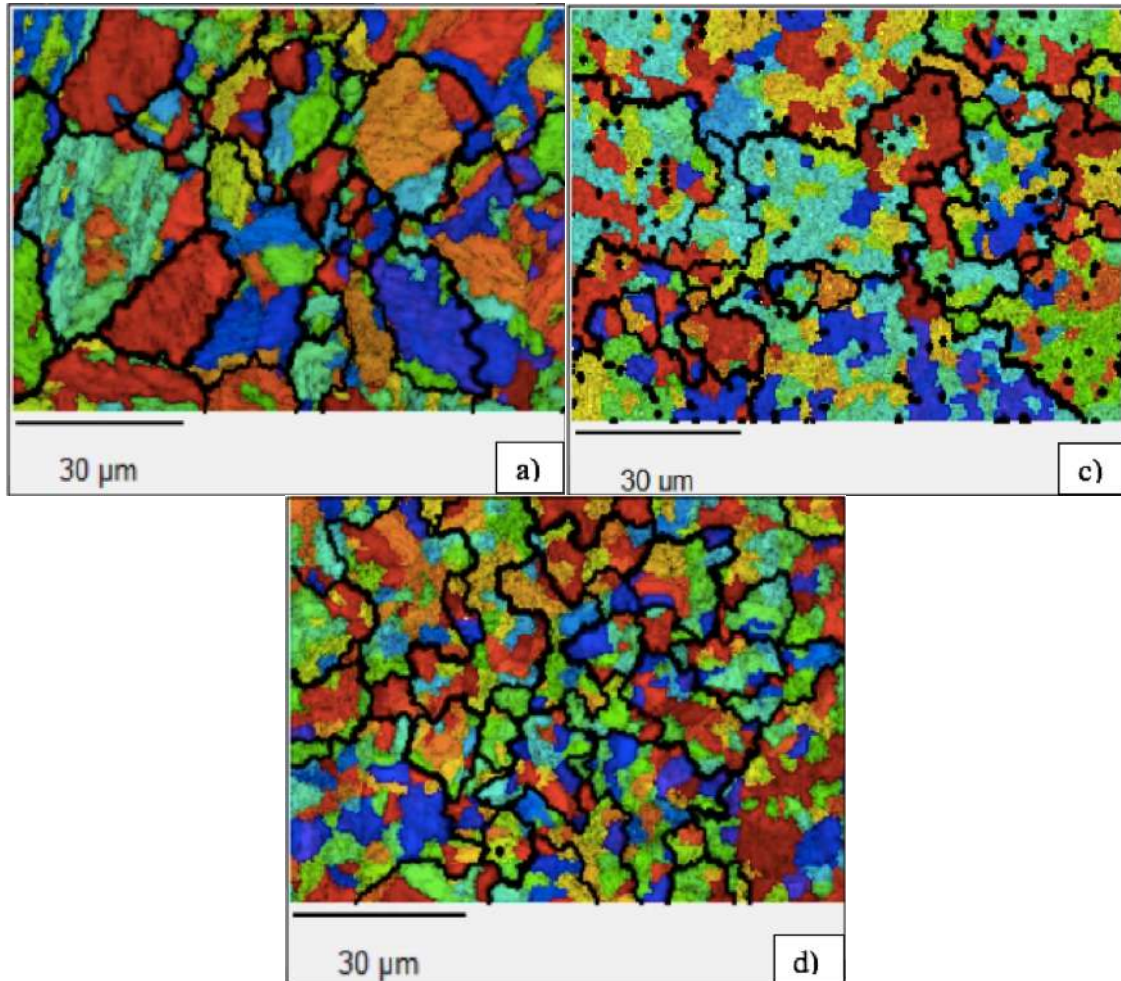


Figura 37. Delimitação dos grãos da austenita prévia pelo ARPGE. a) Como recebida. b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C.



A determinação do tamanho médio do grão da austenita prévia pelo programa ARPGE permitiu notar uma coerência com o tamanho do grão da austenita prévia apresentado na Figura 35.

Tabela 8. Tamanho médio do grão da austenita prévia obtidos pelo programa ARPGE.

Condição de ciclo tratamento térmico	Tamanho médio do grão da austenita prévia (µm)
Como recebida	18,18
Laminada 50%	21,91
650 °C 10x	22,79

5.3 Propriedades mecânicas

Com o auxílio das ferramentas utilizadas nas caracterizações microestruturais permitiram a verificação efetiva da ocorrência dos ciclos térmicos na microestrutura do aço *maraging* 300. Mediante o exposto, neste tópico serão discutidos resultados sobre a relação da dureza mecânica, ensaio de impacto e tração após os ciclos térmicos seguido do envelhecimento.

5.3.1 Ensaio de dureza

Inicialmente foi verificado as curvas de dureza Rockwell C em função dos ciclos térmicos, com objetivo de investigar o efeito de cada ciclo de tratamento para as amostras 930°C_5x_480°C e 1050°C_5x_480°C nos resultados de dureza, conforme mostra a Figura 38.

A imagem apresenta que a dureza entre as amostras não apresentou variações consideráveis. Outra observação é que a dureza não aumentou conforme aumenta o número de ciclos para cada amostra. Este comportamento pode ser atribuído ao crescimento do grão da austenita prévia, como vimos no item 5.2.2. O ciclo 4, amostra 930 °C evidencia um maior pico, entretanto pode ser atribuído algum erro no processo de medição, pois esse valor destoava do comportamento revelado a cada ciclo e entre as duas temperaturas.

A Figura 39 apresenta as curvas de dureza Rockwell C para o aço *maraging* 300 em amostras 650°C_10x_820°C_480°C, 700°C_10x_820°C_480°C, 930°C_5x_480°C, 1050°C_5x_480°C e comparando-as com as amostras laminada (50%) e como recebida. A imagem apresenta as curvas de dureza em função do tamanho de grão.

Pode-se observar que para as amostras 930°C_5x_480°C e 1050°C_5x_480°C houve uma suave queda da dureza. Esta diminuição da dureza está relacionada ao crescimento do grão da austenita prévia. A máxima dureza foi obtida na amostra 700°C_10x_820°C_480°C (56,8 HRC), entretanto, levando em consideração os valores dos erros percentuais fica evidenciado que a dureza não varia significativamente para as amostras laminada e como recebida. Os resultados mostram uma certa semelhança com as curvas obtidas por Lima Filho (2018).

Figura 38. Dureza em função dos ciclos térmicos para as amostras 930 °C e 1050 °C em seguida envelhecidas à 480 °C.

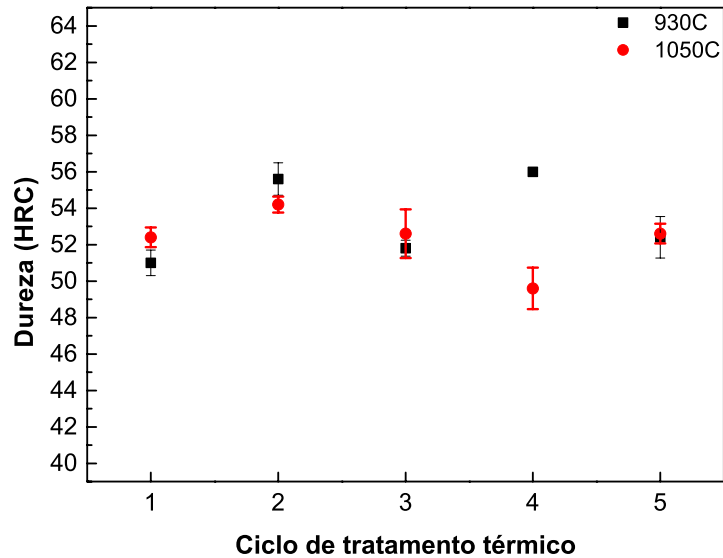
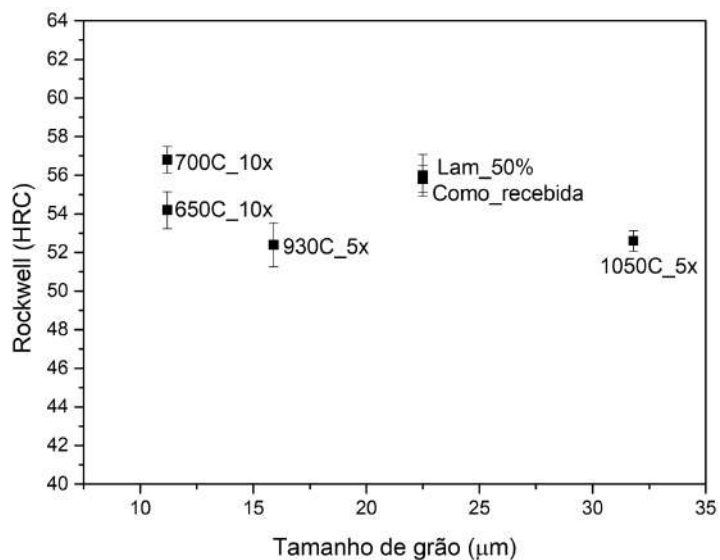


Figura 39. Dureza em função do tamanho de grão austenita prévia. Amostras envelhecidas a 480 °C



5.3.2 Ensaio de impacto

A Tabela 9 apresenta os resultados obtidos da energia absorvida ao impacto Charpy-V, todos os corpos de provas foram testados após os ciclos térmicos. Na temperatura de envelhecimento à 480 °C, para qualquer tempo de tratamento, a quantidade de austenita reversa tende a zero.

Tabela 9. Resultados de ensaio de impacto para todas as amostras submetidas a ciclos térmicos seguidos de envelhecimento a 480 °C.

Condição	Energia Absorvida (J)
Laminada 50%	16
650C_10x_820C_480C	19
700 °C_10x_820C_480C	31
930 °C_5x_480C	20
1050 °C_5x_480C	20

A Figura 40 mostra o gráfico da curva de energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função do tamanho de grãos de austenita prévia. Os resultados são semelhantes ao de Lima Filho (2018), Schmitt (2014) e Tavares *et al.* (2017). Pode-se observar que a maior energia absorvida ao impacto foi obtida na amostra 700°C_10x_820°C_480°C. Durante análise de *EBSD*, análise de EDS foi realizada em conjunto e evidenciou presença de austenita reversa na amostra (< 1%), conforme mostra a Figura 41. Essa quantidade de austenita pode influenciar no aumento da energia de absorção. Para amostra laminada consegue-se uma energia absorvida de 16 J, indicando que a ruptura do material foi de menor valor obtido. Esse comportamento pode ser interpretado pelo encruamento que a amostra sofreu ao ser laminada.

Figura 40. Energia de Absorção em do tamanho de grãos para cada ciclos térmicos.

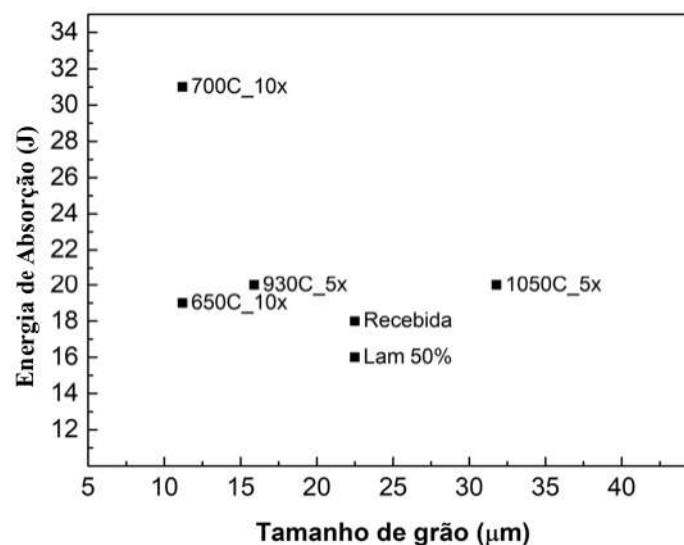
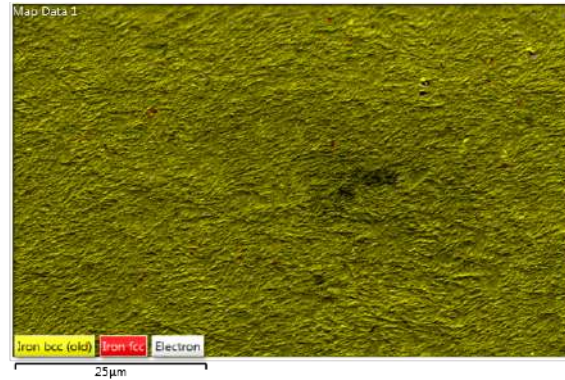


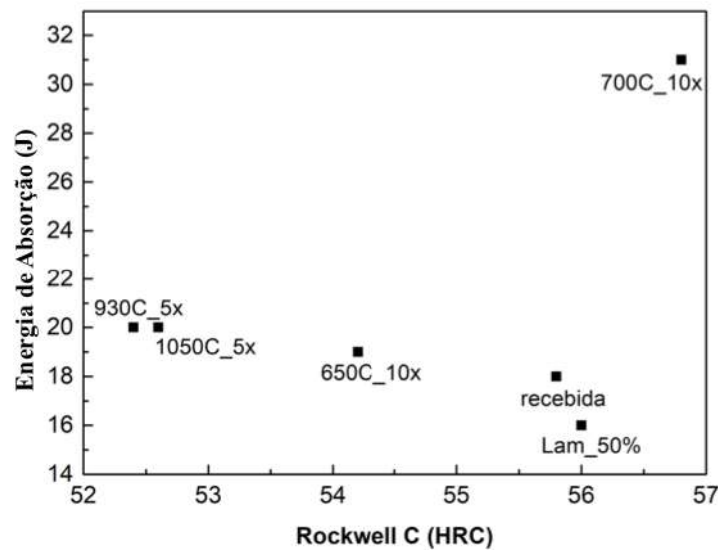
Figura 41. Resultado da análise de fase de austenita reversa.



Na Figura 42 se observa os pontos de relação entre dureza e tenacidade ao impacto para cada condição de ciclo térmico. Através da análise dos pontos para cada condição presente no referido gráfico, percebe-se que a condição ótima da relação dureza – energia de absorção ao impacto para as condições de tratamento térmico adotados neste trabalho ocorre na amostra 700°C_10x_820°C_480°C. Por outro lado, percebe-se uma redução na relação dureza- energia de absorção ao impacto na amostra laminada (50%). Esses resultados diferem de Lima Filho (2018), em que para o aço maraging 300, a melhor relação dureza-tenacidade foi obtido na amostra solubilizada 1000 °C seguida de um envelhecimento à 480 °C.

Cabe destacar que ao se analisar os resultados de dureza e energia de absorção ao impacto, não se percebe claramente uma relação direta entre o comportamento da evolução da dureza e os resultados para tenacidade ao impacto com o do tamanho de grão da austenita prévia.

Figura 42. Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy-V em função da dureza Rockwell C.



5.3.2.1 Análise das superfícies de fratura

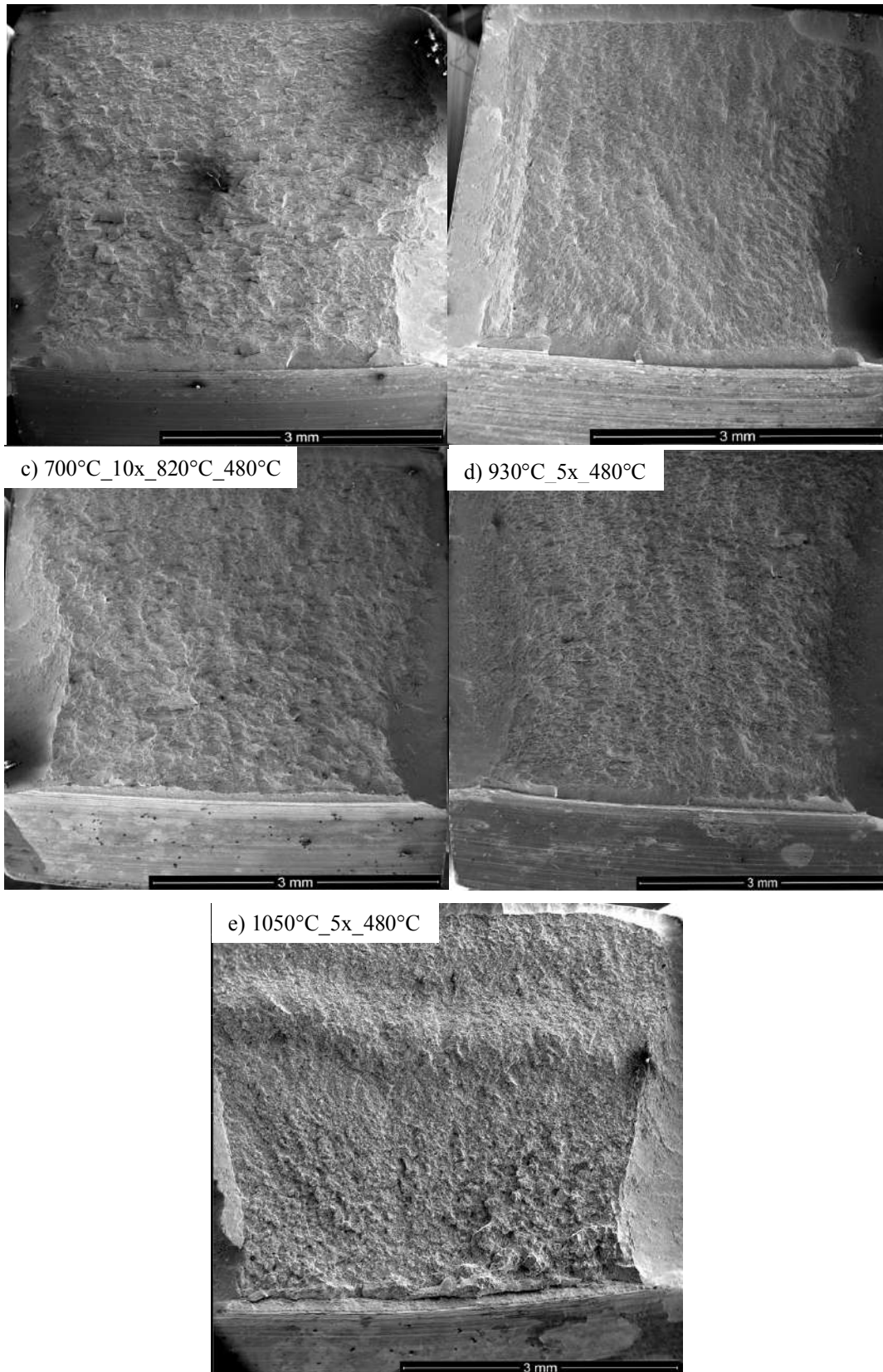
Com intuito de verificar as superfícies da fratura oriundas do ensaio de impacto foram analisadas por MEV os corpos de prova fraturados.

A Figura 43 dos corpos de prova, observa-se que as fraturas para todas as condições apresentam características lisas nas bordas e fibrosa na centro da amostra, típica de quebra frágil-dúctil, não apresentando grandes deformações plásticas, apenas alguns pontos das amostras existem rasgos dúcteis. Essa característica é condizente com os valores de energia de absorção apresentados durante o ensaio Charpy-V (Figura 40).

Figura 43. Fractografia dos corpos de prova de ensaio Charpy-V de aço *maraging* 300.

a) Laminada 50%

b) 650°C_10x_820°C_480°C

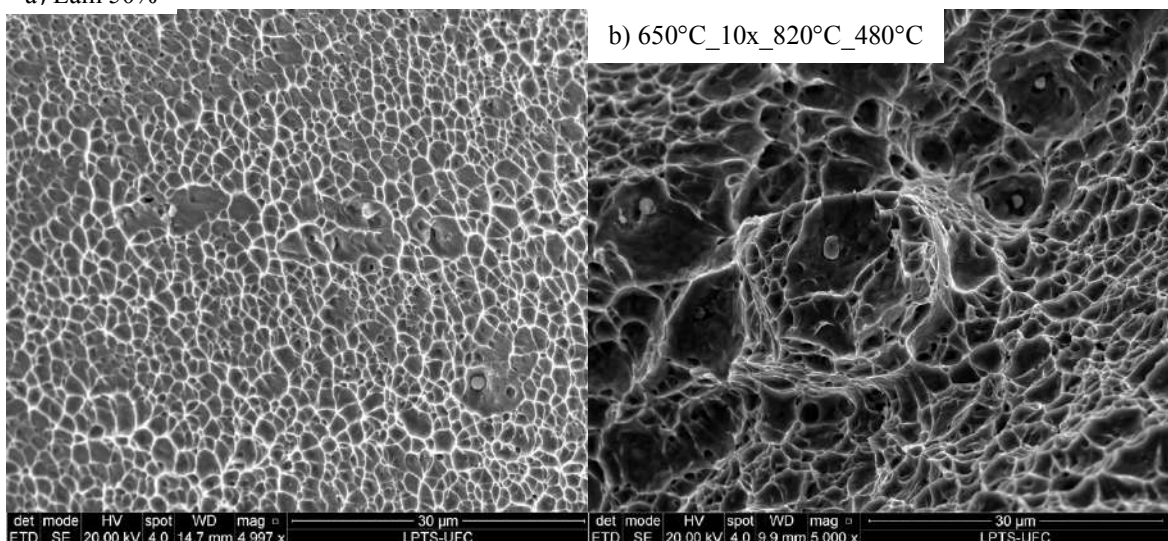


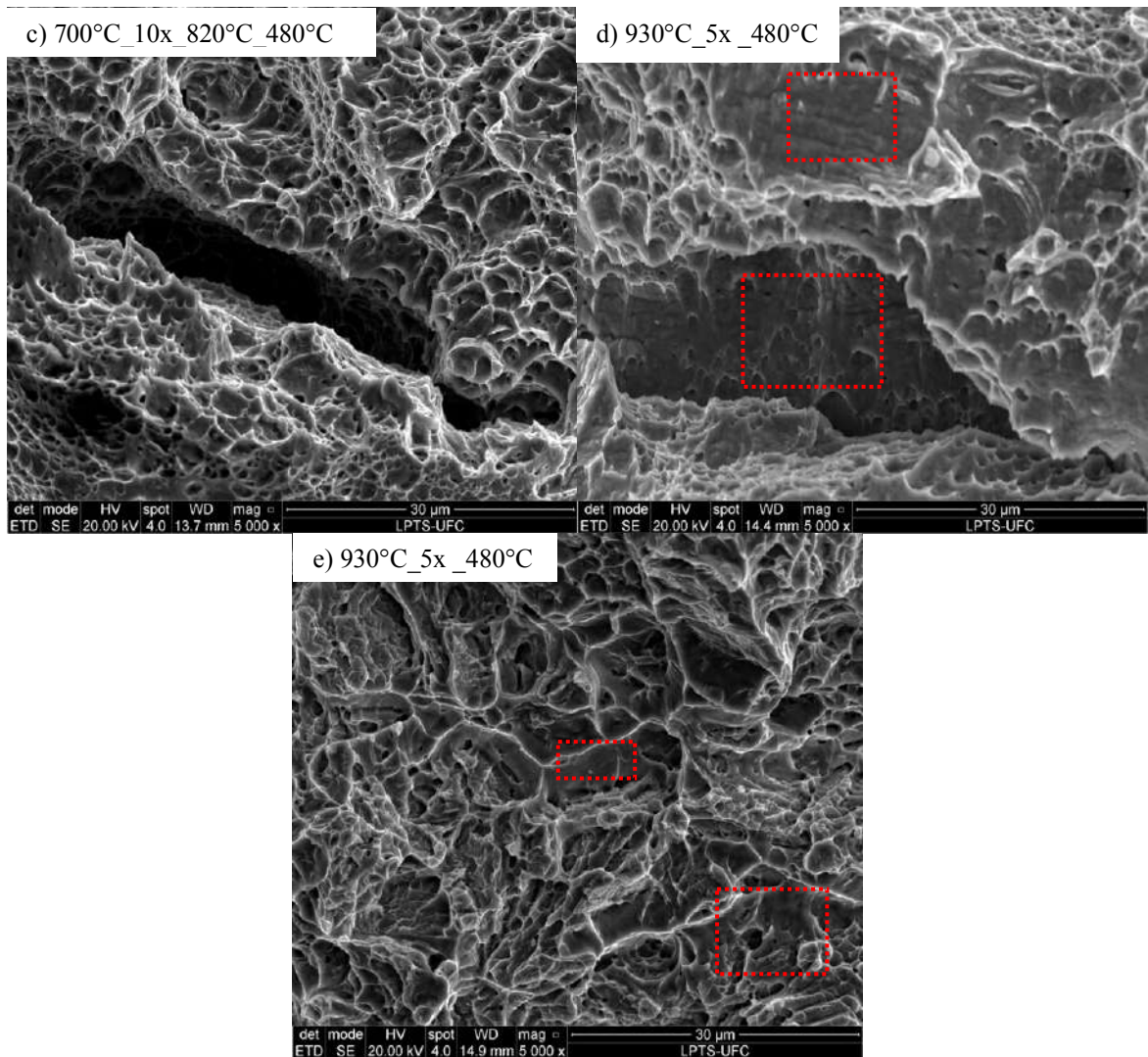
Em ampliações maiores da região próxima ao início da fratura, conforme apresentado nas imagens da Figura 44 é possível identificar a fratura com mais detalhes.

A Figura 44a pode-se observar uma fratura ondulada com micro-*dimples*, os *dimples* revelados foram de baixo grau em relação as outras amostras. Essa característica indica a fratura com baixa ductilidade apresentado pela amostra. Na amostra 650°C_10x_820°C_480°C (Figura 44b) pode-se observar mecanismo de fratura dúctil apresentando *dimples* (exemplificadas por retângulos vermelhos na figura), a micrografia ainda revela precipitados. Estes precipitados deverão ser realizados uma análise de composição química precisa, sugere-se então, para trabalho futuro realizar uma análise pelo método espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

Ainda na Figura 44c existe uma maior concentração de *dimples* indicando que a fratura foi dúctil com a presença de *dimples* esféricos resultantes da nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades. Nos itens *d* e *e* revelam superfícies com características de fratura transgranular por clivagem e *dimples* (exemplificadas por retângulos vermelhos nas figuras), caracterizando superfícies de fratura mista com baixa absorção de energia por impacto.

Figura 44. Fractografia dos corpos de prova de ensaio Charpy-V de um aço maraging 300. a) Laminada (50%). b) 650°C_10x_820°C_480°C c) 700°C_10x_820°C_480°C d) 930°C_5x_480°C e) 1050°C_5x_480°C.





5.3.3 *Ensaio de tração*

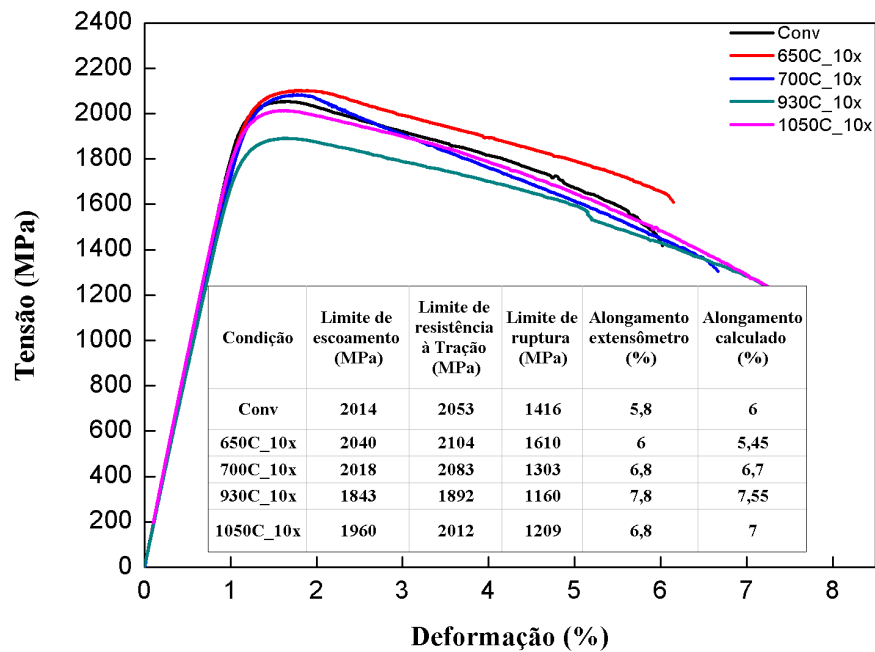
Os corpos de prova de ensaio de tração não passaram pelo processo de laminação, o objetivo foi investigar os efeitos dos ciclos térmicos nas propriedades mecânicas das amostras submetidas aos ensaios de tração.

A

Figura 45 apresenta o resultado para o ensaio de tração com amostras submetidas ciclos térmicos, dez repetição para cada temperatura, seguida do tratamento térmico de envelhecimento a 480 °C. A imagem mostra as curvas tensão e deformação para as condições utilizadas nesse trabalho, uma tabela contida na figura completa os dados obtidos no ensaio de tração, como limite de escoamento, limite de resistência a tração, limite de ruptura, alongamento realizado pelo extensômetro e o alongamento calculado.

Pode ser visto na imagem que os ciclos térmicos têm um efeito pequeno, mas mensurável nas propriedades do ensaio de tração. A máxima resistência a tração ocorre para duas amostras (650 °C_10x e 700 °C_10x), enquanto que para as amostras 930 °C_10x e 1050 °C_10x ocorre uma perda da máxima resistência a tração. Esses resultados são semelhantes aos obtidos por Saul *et al.* (1970) ao aço *maraging* 250. O trabalho de Tuffnell *et al.* (1966), mostra que a resistência à tração máxima, aço *maraging* 18% Ni, não é sensível ao ciclo térmico ou ao tamanho do grão. Essa fraca sensibilidade ocorre porque os blocos de martensita são delimitados por emaranhados de discordância que podem servir como barreiras ao movimento das discordâncias. Assim, o tamanho dos blocos de martensita exerce maior influência sobre o limite de resistência a tração que ao tamanho do grão de austenita prévia (SAUL *et al.*, 1970; ROBERSON and ADAIR, 1969).

Figura 45. Curvas tensão em função da deformação para diferentes ciclos térmicos.



6 CONCLUSÕES

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

1. Os experimentos de DSC evidenciaram que a reversão da martensita→austenita pode ocorrer em duas etapas. A primeira etapa foi associada à difusão de soluto, enquanto a segunda foi relacionada ao mecanismo de cisalhamento. Os resultados de DSC auxiliaram a compreender a reversão da martensita→austenita que os ciclos térmicos adotados neste trabalho.
2. Análises de DRX confirmaram a presença de fase martensítica. Além disso, ciclos térmicos realizados a 650 °C e 700 °C a fase austenítica se mostrou presente.
3. As análises de microscopia ótica e eletrônica (MEV) confirmaram a ocorrência da estrutura martensítica do material estudado. Observações feitas por microscopia ótica evidenciou que o tratamento térmico de envelhecimento na temperatura de 480 °C não altera o tamanho de grão da austenita prévia. Ciclos térmicos a 650 °C e 700 °C, 10 ciclos, apresentou uma microestrutura de tamanho heterogêneo de grãos de austenita prévia. Ciclos térmicos à 930 °C e 1050 °C apresentaram crescimento de grão à medida em que os ciclos se repetiam.
4. As medidas de dureza Rockwell C (HRC) do material se mostrou praticamente insensível ao aumento do número de ciclos entre as amostras 930 e 1050 °C, 5 ciclos seguido de envelhecimento a 480 °C. Foi observado que a dureza reduziu para amostras tratadas com temperaturas mais elevadas. A amostra 700 °C, 10 ciclos seguido de solubilização a 820 °C e envelhecimento a 480 °C evidenciou maior dureza.

5. Os resultados de absorção de energia no ensaio de impacto Charpy-V apresentam características de fratura frágil, entretanto a amostra 10 ciclos seguido de solubilização a 820 °C e envelhecimento a 480 °C evidenciou maior dureza apresentou uma maior absorção de energia.
6. As propriedades de tração à temperatura ambiente não foram fortemente afetadas pelo tamanho de grão da austenita prévia, no entanto, melhorias pequenas, mas mensuráveis nas propriedades de limite de tração podem ser obtidas quando o material é submetido a ciclos térmicos à temperatura 650 °C e 700 °C. O limite de resistência a tração a ciclos térmicos para temperaturas 930 °C e 1050 °C é fortemente afetada.

Por fim concluímos que a melhor rota de ciclo repetido de tratamento térmico, dentre as opções estudadas neste trabalho, para maximização da resistência sem grandes perdas da tenacidade, se dá na amostra solubilizada a 700 °C, repetidas 10 vezes por 2 min cada ciclo, solubilizada a 820 °C por 15 min, seguido de envelhecimento a 480°C por 3 h.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHO FUTURO

1. Fazer um estudo comparativo da influência do ciclo térmico dos aços *maraging* classe 350.
2. Levantar curvas de dureza versus diversos tempos de envelhecimento para as amostras no presente trabalho.
3. Estudar a evolução da natureza dos contornos de grão utilizando a técnica de *EBSD*.
4. Realizar estudo por fragilização por hidrogênio nas amostras envelhecidas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHMED, M.; SALAM, I.; HASHMI, H.; KHAN, A. Q. **Influence of banded structure on the mechanical properties of a high-strength maraging steel.** *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 6, n. 2, p. 165–171, 1997.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM A 370 – 10: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E 23-12: Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E 112-96, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. USA: ASTM International; 1996.
- 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.
- APPLE, C.A., KRAUSS, G. **The effect of heating rate on the martensite to austenite transformation in Fe-Ni-C alloys.** *Acta Metallurgica*, v. 20, p. 849-856, 1972.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR NM ISO 6507-1: materiais metálicos - ensaio de dureza vickers.** Rio de Janeiro, 2008.
- CARVALHO, L. G.; ANDRADE, M. S.; PADILHA, A. F. **A dilatometric study of the phase transformations in 300 and 350 maraging steels during continuous heating rates.** *Materials Research*, v. 16, n. 4, p. 740-744, 2013.
- CAYRON, C. ARPGE: **A computer program to automatically reconstruct the parent grains from electron backscatter diffraction data.** *Journal of Applied Crystallography*, v. 40, p. 1183–1188, 2007.
- DECKER, R. F. **Source Book on Maraging Steels: A Comprehensive Collection of Outstanding Articles from the Periodical and Reference Literature**, vol. 1979, American Society for Metals, Metals Park, p. 399. Ohio, 1979.
- FAROOQUE, M.; AYUB, H.; A UL HAQ, A.; KHAN, Q.; **The formation of reverted austenite in 18% Ni 350 grade maraging steel.** *Journal of Materials Science*, v. 33, p. 2927 – 2980, 1998.
- FLOREEN, S. *Maraging Steels.* *Metals Handbook*, ASM, v.1, 9th Edition, p. 445- 452, 1978.
- FLOREEN, S. **The physical metallurgy of maraging steels.** *Metallurgical Reviews*, v. 13, n. 1, p. 115–128, 1 Jan. 1968.
- GOLDBERG, A. **Effects of repeated thermal cycling on microstructure of 300-grade maraging steel.** *ASM transactions quarterly*, v. 61, n. 1, p. 26, 1968.
- GOLDSCHMIDT., *Metallurgia*, 40, 103, 1949.

GUO, Z.; SHA, W.; LI, D. Quantification of phase transformation kinetics of 18 wt.% Ni C250 maraging steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 373, p. 10-20, 2004.

HALL, A. M. **Heat Treating of Maraging Steels**. *Metals Handbook*, v.2, p.255-256, 1968.

HALL, A. M. **The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels**. A survey, (NASA SP-5051)

HALL, A. M. R. C. Simon, and D. P. Moon: **DMIC Processes and Properties Handbook**, p. I-1, Battelle Memorial Institute, Columbus, Ohio, 1968.

HAMAKER, J. C.; BAYER, A. M. **Applications des aciers maraging**. *Cobalt*, v.38, p. 3-12, 1968.

HUMPHREYS, F. J. **Review Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction**. *Journal of Materials Science*. V. 36. 3833 – 3854, 2001.

KAPOOR, R.; KUMAR, L.; BATRA, I. S. **A dilatometric study of the continuous heating transformations in 18wt.% Ni maraging steel of grade 350**. *Materials Science and Engineering A*, v. 352, p. 318-324, 2003.

KESSLER, H; PITSCH, W. **On the nature of the martensite to austenite reverse transformation**. *Acta Metallurgica*, p. 401-405, 1967.

KHAN, S.H.*et al.*; **Study of precipitation behavior at moderate temperatures in 350 maraging steel by eddy current method**, *Journal of Alloys and Compounds* 474(2009), pp.254-256.

KITAHARA, H. et al. **Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel**. *Acta Materialia*, v. 54, p. 1279–1288, 2006.

KURDJUMOW, G.; SACHS, G. **Über den mechanismus der stahlhärtung**. *Zeitschrift für Physik*, v. 64, p. 325–343, 1930.

LIMA FILHO, V. X.; BARROS, I. F.; ABREU, H. F. G. de. **Influence of Solution Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of Maraging 300 Steel**. *Materials Research*, v. 20, n. 1, p. 10–14, 2016.

LIMA FILHO, V. X. **Influência da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas do aço maraging 300**. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Ceará, 2018.

LI, X.; YIN, Z. **Reverted austenite during in 18 Ni (350) maraging steel**. *Materials Letters*, v.24, p. 239-242, 1995.

LINNERT G.E. *Welding metallurgy*. USA: American Welding Society, 1967-674

LOPES, Julio C. O. **Os aços Maraging**. *C. Tecn. Mat.*, Lisboa, v. 19, n. 1-2, p. 41-44, Jan. 2007.

LV, Zheng et al. **Effects of Two Different Cyclic Heat Treatments on Microstructure and Mechanical Properties of Ti-V Microalloyed Steel**. *Mat. Res.*, São Carlos, v. 18, n. 2, p. 304-312, Apr. 2015

MAGNÉE, A.; DRAPIER, J. M.; DUMONT, J.; COUTSOURADIS, D.; HABRAKEN, L. **Cobalt containing high-strength steels**. Bruxelles – Belgique: Centre D'information du Cobalt, p. 128, 1974.

MAINTLAND, T.; SITZMAN, S. **Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples**. p. 41-75, 2005.

MATSUDA, S; OKAMURA, Y. **Microstructural and kinetic studies of reverse transformation in a low-carbon low alloy steel**. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, v. 14, p. 363-368. 1974.

MENAPACE, C; LONARDELLI, I; MOLINARI, A. **Phase transformation in a nanostructured M300 maraging steel obtained by SPS of mechanically alloyed powders**. *J Therm Anal Calorim* 101, 815–821 (2010).

MUKTINUTALAPATI, N. **Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels**. International Journal of Materials Research, v. 97, p. 1594–1607, 2006.

NAKAZAWA K.; KAWABES, Y.; MUNEKI, S. **Grain refinement of high-strength maraging steels through cyclic heat treatment**. Materials Science and Engineering. V. 33, p. 49-46, 1978.

NATIONAL AERONAUTICS AND SPACE ADMINISTRATION. **The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels**. US-NASA. Washington. 1968

PADIAL, A. G. F. **Caracterização microestrutural do aço maraging de grau 400 de resistência mecânica ultra-elevada**. Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2002.

PARDAL, J. M. **Propriedades mecânicas e magnéticas do aço Maraging classe 300 em diversas condições de tratamento térmico**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Fluminense, 2004.

PERELOMA, V.; SHEKHTER A.; MILLER, M.K.; RINGER, S.P. **Ageing behaviour of an Fe–20Ni–1.8Mn–1.6Ti–0.59Al (wt%) maraging alloy: clustering, precipitation and hardening**. *Acta Materialia*, Volume 52, Issue 19, 2004.

PICKERING, F. B. **Physical metallurgy and the design of steels**. London – England: Applied Science Publishers, p. 275, 1978.

ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M. **Maraging Steels**. In: **Metals Handbook, 10 ed.**, Metals Park, v.1, p. 793-800, 1990.

ROBERSON, J. A. and ADAIR, A. M. **Effects of prior deformation on strengthening processes in maraging steel.** Transactions of the metallurgical society of aime. V. 245, Issue: 9, p. 193, 1969.

SAUL, G.; ROBERSON, J. A.; ADAIR, A. M. **The effects of thermal treatment on the austenitic grain size and mechanical properties of 18 Pct Ni maraging steels.** Metallurgical and Materials Transactions B, v. 1, n. 2, p. 383–387, 1970.

SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K. **Heat treating of maraging Steels.** In: VOLUME 4: Heat Treating. 10th ed. Materials Park: Asm International, 1991. p. 528-548.

SCHMITT, V. M. **Influência da temperatura de solubilização na microestrutura, tenacidade e microdureza de um aço maraging classe 300.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Fluminense, 2014.

SHA, W.; GUO, Z. **Maraging steels: modeling of microstructure, properties and applications.** Cambridge: Woodhead Publishing Limited 1ST edition, 2009. 203p.

SINHA, P.P., SREEKUMAR, K., NATARAJAN, A. *et al.* **Grain growth in 18Ni 1800 MPa maraging steel.** *J Mater Sci* **26**, 4155–4159 (1991).

SWANSON, H. E., GILFRICH, N. T. and UGRINIC, G. (1955). *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, 5, 36.

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, 2017.

TEWARI, R., MAZUMDER, S., BATRA, I. S., DEY, G. K., BANERJEE, S. Precipitation in 18wt% Ni maraging steel of grade 350. *Acta Materialia*, v. 48, p. 1187-1200, 2000.

THE MATERIALS INFORMATION SOCIETY. **Binary alloys phase diagrams.** USA: ASM International 2nd Editions Plus Update, 1996.

TUFFNELL, G. W., D. L. PASQUINE, and J. H. OLSON: **An investigation of fatigue behavior of 18 percent nickel maraging steel.** *ASM Trans. Quart.*, 1966, vol. 59, p. 769.

VASUDEVAN, V. K.; KIM, S. J.; WAYMAN, C. M. **Precipitation reactions and strengthening behavior in 18wt pct nickel maraging steels.** *Metallurgical Transactions A*, v. 21, p. 2655- 2668, October 1990.

VISWANATHAN, U. K.; KISHORE, R.; ASUNDI, M. K. **Effect of thermal cycling on the mechanical properties of 350-grade maraging steel.** Metallurgical and Materials Transactions A, v. 27, n. 3, p. 757–761, 1996.