



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

**LETÍCIA RABELO MUNIZ**

**INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS  
PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DOS AÇOS MARAGING 300**

**FORTALEZA**

**2021**

LETÍCIA RABELO MUNIZ

INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS  
PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DOS AÇOS MARAGING 300

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado na Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, da Universidade Federal do Ceará, como parte dos requisitos para a obtenção do Título de Graduada em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Área de Concentração: Processos de Transformação dos Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva

Co-orientador: Jorge Luiz Cardoso

FORTALEZA

2021

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

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

---

M935i Muniz, Leticia Rabelo.  
Influência do Tamanho de Grão da Austenita Prévia nas Propriedades Magnéticas dos Aços Maraging 300 / Leticia Rabelo Muniz. – 2021.  
56 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2021.

Orientação: Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva.

Coorientação: Prof. Dr. Jorge Luiz Cardoso.

1. Aço maraging. 2. Tamanho de grão. 3. Propriedades magnéticas. 4. Austenita reversa. I. Título.

CDD 669

---



LETÍCIA RABELO MUNIZ

INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS  
PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DOS AÇOS MARAGING 300

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado na Graduação em Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais, da  
Universidade Federal do Ceará, como  
parte dos requisitos para a obtenção do  
Título de Graduada em Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais. Área de  
Concentração: Processos de  
Transformação dos Materiais

Aprovada em:

BANCA EXAMINADORA

---

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

---

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

---

Prof. Dr. Jorge Luiz Cardoso  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

## AGRADECIMENTOS

A minha família, que me deu o apoio e suporte para conquistar meus objetivos e força para enfrentar as dificuldades, sempre com união e amor.

A Deus pela proteção e pelas pessoas presentes na minha vida.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva, que me concedeu a oportunidade de participar desse grande projeto, dando as ferramentas para o conhecimento e execução

Aos meus amigos (as), especialmente ao Iuri, Yanka e Carlos Mateus, e ao meu namorado, Nilis, que estiveram em parceria comigo em congressos, provas, estágios e em várias outras conquistas e dificuldades durante o período da graduação.

Ao meu coorientador Jorge Luiz, pela paciência, ensinamentos e apoio tanto no período de execução do projeto, quanto do TCC.

Aos professores Dr. Dr. Hamilton Ferreira e Dr. Luís Flávio Gaspar Herculano e todos os colegas com quem tive o prazer de trabalhar e aprender no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM).

## RESUMO

Os aços maraging são ligas quaternárias Ni-Co-Mo-Ti desenvolvidas por Clarence Bieber que apresentam uma microestrutura martensítica (*mar*) e são endurecidas pelo tratamento térmico de envelhecimento (*aging*). São aços que possuem uma ótima combinação de ultra alta resistência e tenacidade, o que o coloca em posição vantajosa quando comparado aos demais aços na utilização em indústrias nucleares, bélicas, aeronáuticas e vasos de pressão. O presente trabalho objetiva relacionar o tamanho de grão do aço maraging 300 com as propriedades magnéticas do material que terá aplicação final em rotores de centrífugas de alta velocidade. O tratamento térmico de solubilização foi feito em quatro temperaturas durante 1 h, sendo elas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e notou-se que o grão cresceu exponencialmente com o aumento da temperatura. Já com o posterior envelhecimento em duas condições, 480 °C por 3 h e 560 °C por 1 h, não houve alteração no tamanho do grão. As amostras foram submetidas à medidas de DRX para visualização dos picos de martensita e austenita reversa, Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) e ruído magnético Barkhausen (RMS) para estudo da variação das propriedades magnéticas com o aumento do tamanho de grão. Acredita-se que a austenita reversa tem influência direta nas propriedades magnéticas do aço maraging 300.

**Palavras-chave:** aço *maraging*, tamanho de grão, propriedades magnéticas, austenita reversa.

## ABSTRACT

Maraging steels are Ni-Co-Mo-Ti quaternary alloys developed by Clarence Bieber that have a martensitic (mar) microstructure and are hardened by aging heat treatment. These are steels that have an excellent combination of ultra high strength and toughness, which places them in an advantageous position when compared to other steels used in nuclear, military, aeronautical and pressure vessel industries. The present work aims to relate the grain size of maraging 300 steel with the magnetic properties of the material that will have final application in high-speed centrifuge rotors. The solution annealing heat treatment was carried out at four temperatures for 1 h, these were 840 °C, 950 °C, 1050 °C and 1150 °C and it was noted that the grain grew exponentially with the increase in temperature. With the subsequent aging in two conditions, 480 °C for 3 h and 560 °C for 1 h, there was no grain growth. The samples were submitted to XRD measurements for visualization of martensite and reverse austenite peaks, Vibrant Sample Magnetometer (VSM) and Barkhausen magnetic noise (RMS) to study the variation of magnetic properties with the increase of grain size. Reverse austenite is believed to influence directly in the magnetic properties of maraging 300 steel.

**Keywords:** maraging steel, grain size, magnetic properties, reverse austenite.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases do sistema binário Fe-Ni .....	15
Figura 2 - Diagrama de fases para o sistema Fe-Ni metaestável (a) e de equilíbrio (b). 16	
Figura 3 - Representação esquemática do posicionamento da impureza substitucional 19	
Figura 4 - Diagrama representando o superenvelhecimento .....	21
Figura 5 - Curvas TTT referentes à formação de precipitados em aços maraging 22	
Figura 6 - Representação esquemática de um campo magnético induzido por uma bobina .....	23
Figura 7 - Representação do alinhamento dos domínios de um material diamagnético (a) e paramagnético (b). .....	24
Figura 8 - Reapresentação esquemática de domínios em um material magnético. 25	
Figura 9 - Representação da curva de B em função de H.....	26
Figura 10 - Representação esquemática da curva de histerese para um material ferromagnético.....	27
Figura 11 - Curva de histerese destacando as discontinuidades que produzem o RMB.28	
Figura 12 - Representação esquemática para a medição do RMB .....	29
Figura 13 - Micrografia óptica das amostras de níquel (a) e aço com baixo teor carbono (b) submetidas aos sinais MB e AB.....	30
Figura 14 - Preparação da amostra para o ensaio VSM.....	35
Figura 15 - Comportamento das fases do aço maraging 300 de acordo com a temperatura .....	37
Figura 16 – Micrografias ópticas com aumento 100x - Crescimento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h. ....	38
Figura 17 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C. ....	38
Figura 18 - Micrografias ópticas com aumento 100x – Comportamento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C por 3h. ....	40
Figura 19 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecidas a 480 °C por 3h.....	40

Figura 20 - Micrografias ópticas com aumento 100x – Comportamento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 560 °C por 1h. ....	41
Figura 21 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecidas a 560 °C por 1h.....	42
Figura 22 - Micrografias em MEV – Comportamento da martensita para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a 1150 °C por 1 h e envelhecidas a a) 480 °C por 3h e b) 560 °C por 1h. ....	43
Figura 23 - Resultado do ensaio DRX da amostra de aço maraging 300 após o envelhecimento a 560 °C por 1h.....	44
Figura 24 - Curvas de histerese para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecido a 480 °C por 3 h. ....	45
Figura 25 - Variação da força coercitiva com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h .....	46
Figura 26 - Variação da magnetização de remanescente com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h .....	46
Figura 27 - Variação da magnetização de saturação com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h.....	47
Figura 28 – Ruído magnético Barkhausen em função do tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h e 560 °C/1h.....	48

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Relação dos campos e aplicações dos aços maraging .....	14
Tabela 2 - Composição química dos primeiros aços maraging .....	17
Tabela 3 - Composição química dos aços maraging 18% Ni das classes 200, 250, 300 e 350. ....	17
Tabela 4 - Fases endurecedoras dos aços maraging .....	21
Tabela 5 - Composição química (em % de massa) do aço maraging 300. ....	31
Tabela 6 - Parâmetros do ataque eletrolítico para revelar o contorno de grão austenítico. ....	32
Tabela 7 - Condições de tratamentos térmicos para a caracterização da estrutura martensítica.....	33
Tabela 8 - Reagentes utilizados para caracterização da estrutura martensítica .....	33
Tabela 9 - Identificação das amostras.....	34
Tabela 10: Resumo dos parâmetros que foram usados para as medidas do sinal RMB. ....	36

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	12
2. OBJETIVOS.....	13
2.1. Objetivo Geral .....	13
2.2. Objetivos Específicos .....	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
3.1. Aços Maraging .....	14
3.2. Efeito dos Elementos de Liga .....	18
3.3. Tratamentos Térmicos do Aço Maraging.....	19
3.3.1. Solubilização.....	19
3.3.2. Envelhecimento.....	20
3.4. Austenita Reversa .....	22
3.5. Propriedades Magnéticas .....	23
3.6. Domínio e Histereses.....	25
3.7. Efeito Barkhausen e RMB .....	27
4. METODOLOGIA .....	31
4.1. Materiais .....	31
4.2. Caracterização Microestrutural e Tratamentos Térmicos Realizados no Aço Maraging 300.....	31
4.3. Simulação Termodinâmicas .....	31
4.4. Tratamento Térmico de Solubilização.....	32
4.5. Caracterização Microestrutural após Solubilização.....	32
4.6. Tratamento Térmico de Envelhecimento.....	33
4.7. Medidas de Tamanho de Grão após Envelhecimento.....	33
4.8. Caracterização da Estrutura Martensítica .....	33
4.9. Identificação das Amostras .....	34
4.10. Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) .....	35
4.11. Ruído Magnético Barkhausen (RMB) .....	36
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	37
5.1. Simulação Termodinâmica .....	37
5.2. Comportamento da Microestrutura com os Tratamentos Térmicos .....	38
5.3. Microestrutura Martensítica após Envelhecimento .....	42

5.4. Difração de Raio-X (DRX).....	43
5.5. Ensaio de VSM.....	44
6. CONCLUSÕES.....	49
7. TRABALHOS FUTUROS.....	50
8. REFERÊNCIAS .....	51

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços maraging, cujo nome refere-se ao mecanismo de endurecimento da matriz martensítica (mar) pelo do tratamento térmico de envelhecimento (aging), são ligas quaternárias de Ni-Co-Mo-Ti desenvolvidas por Clarence George Bieber na década de 60 na *International Nickel Company*. São materiais que apresentam um equilíbrio entre alta resistência mecânica e tenacidade, além da boa soldabilidade. Com isso, torna o produto ideal para aplicação em componentes de indústrias nucleares, bélicas, aeronáuticas e vasos de pressão PADIAL *et al* (1994); PADIAL *et al* (2002).

Os aços maraging mais comuns são os da classe 300. Para o aço maraging 18%Ni (300), o número 300 corresponde ao limite de escoamento da liga (na unidade Ksi) após o envelhecimento. O primeiro tratamento térmico no qual os aços maraging são submetidos é a solubilização e ao final, apresentam uma microestrutura martensítica que, devido à quase isenção de carbono na composição, não apresentam grandes distorções no material pois a estrutura martensítica da matriz Fe-Ni é de baixa dureza e não demanda elevadas velocidades de resfriamento para sua formação. Dessa forma, na condição solubilizada, são facilmente usinados MAGNEÉ *et al* (1974) PADIAL *et al* (1994).

No envelhecimento, a combinação de cobalto e molibdênio contribui para o endurecimento devido ao efeito sinérgico que os elementos possuem de aumentar a dureza na matriz martensítica ferro-níquel de baixo carbono, conferindo ao material alta resistência mecânica e, com a solubilização, apresentam boa ductilidade e conformabilidade DECKER *et al* (1979). A combinação desses dois tratamentos térmicos forma uma estrutura martensítica de corpo centrado apresentando uma excelente combinação de resistência mecânica e tenacidade, em relação às demais classes de aços e ligas de elevada resistência.

O propósito deste trabalho é entender a influência do tamanho de grão e as suas mudanças decorrentes das séries de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento do aço maraging 18% Ni 300 em suas propriedades magnéticas. Devido à utilização destes aços em rotores de ultracentrífugas, o material deve apresentar, além de propriedades mecânicas adequadas, propriedades magnéticas tais como magnetização de saturação, magnetização remanente e força coercitiva típicas de materiais magneticamente macios.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Objetivo Geral**

Realizar um estudo a respeito da influência do tamanho de grão nas propriedades magnéticas analisando os seguintes parâmetros: magnetização de saturação, magnetização remanescente, força coercitiva, e ruído magnético Barkhausen do aço maraging 300.

### **2.2. Objetivos Específicos**

- Avaliar o crescimento do tamanho de grão austenítico nas diferentes temperaturas do tratamento térmico de solubilização;
- Investigar a presença de austenita reversa na amostra através do ensaio de DRX;
- Estudo dos parâmetros magnéticos através da técnica VSM;
- Estudo da influência do tamanho de grãos nas propriedades magnéticas por meio do ensaio de ruído Barkhausen;

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Aços Maraging

Ao longo dos grandes combates armamentistas do século passado, a tecnologia foi beneficiada através do desenvolvimento de materiais que pudessem suprir as novas exigências de resistência mecânica, tolerância a temperatura e baixa densidade. Nesse cenário, na década de 1950, o aço maraging foi criado apresentando inicialmente em sua composição alumínio (Al), níquel (Ni) e titânio (Ti) e, posteriormente, na década de 1960, foram adicionados o cobalto (Co) e molibdênio (Mo).

As especificidades dos aços maraging os destacam em relação a outros aços quando comparado tenacidade, resistência mecânica e limite de escoamento GÜIZA *et al* (2017). A Tabela 1 relaciona as áreas de utilização com suas respectivas aplicações.

Tabela 1 - Relação dos campos e aplicações dos aços maraging.

Campo	Aplicações
Aeroespaciais	Peças para aviões, componentes de foguetes, eixos de motores etc.
Nucleares	Componentes para ultracentrífugas de enriquecimento de urânio.
Militares	Pontes portáteis de baixo peso, peças de artilharia, parafusos etc.
Maquinários	Parafusos, engrenagens, eixos de altíssima sollicitação mecânica, molas belleville, rolamentos etc.
Manufatura de Peças	Punções para forjamento a frio, ferramentas para extrusão, coquilhas para fundição de alumínio e zinco, moldes para fabricação de peças plásticas etc.

Fonte: adaptado de GÜIZA *et al*, (2017); SHA e GUO *et al* (2009)

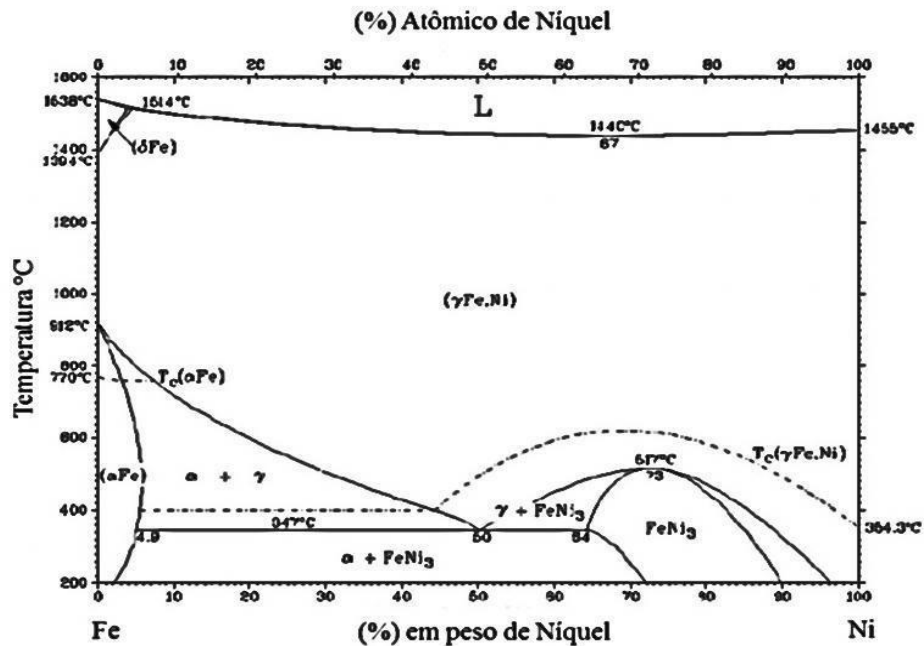
As pesquisas para o desenvolvimento dos aços maraging foram iniciadas por Clarence Bieber que, inicialmente, tinha o objetivo de analisar o magnetismo de ligas Fe-Ni. Em 1958, ao criar a liga Fe-Ni-Ti-Al com 25%Ni, Clarence introduziu o estudo do aumento da resistência mecânica por meio do envelhecimento da martensita, mas tinha o contratempo da temperatura  $M_i$  (início da transformação de austenita para martensita) estar abaixo da temperatura ambiente PADIAL *et al* (1994).

Considerando o sistema binário Fe-Ni, as transformações de fases sofridas pelos aços maraging são diretamente relacionadas com as características do lado de maior



porcentagem de ferro do diagrama de fases do sistema binário Fe-Ni. DAYANE *et al* (2019). O diagrama da Figura 1 apresenta as fases L (líquido), Fe  $\delta$  (solução sólida – ferrita  $\delta$ ),  $\gamma$  (Fe, Ni) (solução sólida – austenita),  $\alpha$  (solução sólida – ferrita alfa) e FeNi<sub>3</sub> (composto intermetálico). A fase martensítica surge com o resfriamento rápido a partir do campo  $\gamma$  (reação  $\gamma \rightarrow \alpha_2$ ) PARDAL *et al* (2004).

Figura 1 - Diagrama de fases do sistema binário Fe-Ni.



Fonte: adaptado de THE MATERIALS INFORMATION SOCIETY *et al* (1996)

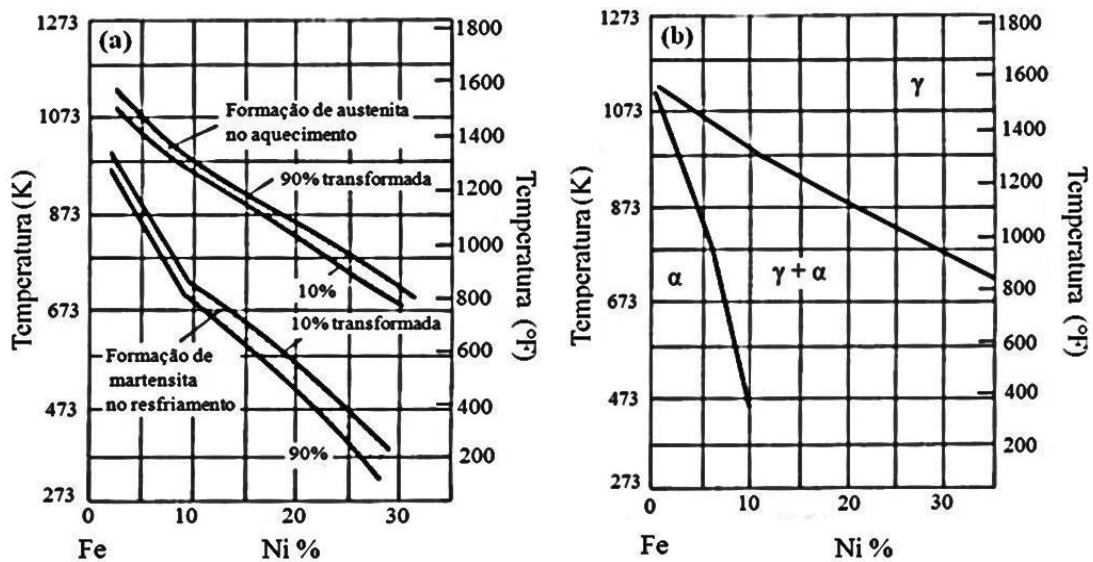
Na Figura 2(a) tem-se a representação do diagrama metaestável com o resfriamento da austenita cúbica de face centrada (CFC) para a martensita cúbica de corpo centrado (CCC) por mecanismo adifusional, através do cisalhamento da rede cristalina, e a reversão da austenita à martensita no aquecimento (SCHMIDT *et al*, 1990). As transformações de fase para austenita e martensita durante, respectivamente, o aquecimento e resfriamento, resultam em uma histerese térmica diretamente proporcional ao total de níquel na liga MAGNÉE *et al* (1974). Na Figura 2(b) é possível visualizar com o diagrama de equilíbrio que, com teores de níquel acima de 30%, ferrita e austenita são as fases presentes em baixas temperaturas.

Os elementos que compõem a liga dos aços maraging influem significativamente a temperatura  $M_i$ , no entanto, as características de transformação são independentes da taxa de resfriamento. Com excessão do cobalto, o níquel e demais

elementos da composição tendem a baixar a taxa de transformação da martensita, ou seja, diminuir a temperatura  $M_i$ . O cobalto, nesse cenário, tem a função de aumentar  $M_i$ , viabilizando a adição de grandes quantidades de outros componentes, como titânio e molibdênio, e ainda assim garantir que na temperatura ambiente a transformação para martensita tenha ocorrido em toda a microestrutura PADIAL *et al* (1994).

Como observado na Figura 2, com porcentagens mais altas de níquel na composição ( $\geq 30\%Ni$ ), a martensita não é a fase de equilíbrio em baixas temperaturas. Entre 10%Ni e 25%Ni tem-se uma redução da taxa de resfriamento necessária para formar uma microestrutura totalmente martensita a temperatura ambiente, pois as temperaturas  $M_i$  e  $M_f$  (temperaturas inicial e final da transformação da austenita em martensita) estarão acima da ambiente PADIAL *et al* (2002).

Figura 2 - Diagrama de fases para o sistema Fe-Ni metaestável (a) e de equilíbrio (b).



Fonte: Adaptado de SCHMIDT *et al* (1991).

A fim de obter um material que atendesse, simultaneamente, boa soldabilidade, tenacidade, alta resistência mecânica e uma estrutura totalmente martensítica na temperatura ambiente, Clarence continuou as pesquisas e desenvolveu a liga com 20%Ni e, posteriormente, com 18%Ni PADIAL *et al* (1994). Esta última apresentou melhor resposta ao envelhecimento, mas com uma diferença em sua composição, houve a adição de cobalto e molibdênio como elementos endurecedores da martensita na matriz Fe-Ni, desenvolvendo três novas composições 18%Ni (200), 18%Ni (300) e 18%Ni (350),

considerados altamente ligados e com baixo carbono. Nas Tabelas 2 e 3 estão expostas as composições inicial, dos primeiros aços maraging desenvolvidos, e da liga mais usual.

Os aços maraging são submetidos aos tratamentos térmicos de solubilização, no qual é obtida a matriz martensítica, normalmente com porcentagem nula de austenita retida, e, em seguida, o endurecimento por precipitação é produzido pelo envelhecimento.

Tabela 2 - Composição química dos primeiros aços maraging.

Liga	Ni	Ti	Al	Nb
25%Ni	24,8	1,6	0,2	0,4
20%Ni	20,0	1,7	0,2	0,4

Fonte: Adaptado de BIEBER *et al* (1979).

Tabela 3 - Composição química dos aços maraging 18% Ni das classes 200, 250, 300 e 350.

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

Fonte: adaptado de MAGNÉE *et al* (1974).

Há uma vertente de estudo dos aços maraging, iniciadas no final da década de 70, na qual o objetivo era reduzir o custo das ligas e aperfeiçoar as propriedades mecânicas e físicas. DECKER *et al* (1988). Apoiado nisso, desenvolveu-se ligas com teores menores ou inexistentes de cobalto na composição química, em razão do alto custo e falta de disponibilidade do elemento. Para suprir as funções exercidas pelo cobalto nas transformações e propriedades do material, foi necessário reduzir o teor de molibdênio e aumentar a porcentagem de titânio, garantindo uma estrutura totalmente martensítica e níveis de resistência importantes PADIAL *et al* (1994).

### 3.2. Efeito dos Elementos de Liga

Decker e sua equipe deram continuidade ao trabalho iniciado por Clarence Bieber e a partir da década de 60 foram desenvolvidos os aços maraging 18%Ni com adição de cobalto e molibdênio, mas, antes disso, as primeiras ligas tinham em sua composição apenas níquel, titânio e alumínio. A liga 18%Ni possui altíssima resistência mecânica após os tratamentos térmicos adequados, todavia, tendo como base o sistema Fe-Ni, acima de 24%Ni há uma considerável redução da resistência em virtude da retenção da austenita na estrutura martensítica PADIAL *et al* (1994; 2002).

Nos aços maraging o **carbono** é tido como uma impureza e procura-se o teor menor possível, afim de evitar ou minimizar algumas ocorrências indesejadas como a formação dos carbonetos de titânio e molibdênio, que afetam as propriedades mecânicas, de ductilidade, tenacidade e soldabilidade PADIAL *et al* (1994; 2002).

O **molibdênio** é um dos elementos mais relevantes como agente endurecedor pela precipitação da fase  $Ni_3Mo$ . Observa-se que, adicionando 0,1%Mo, o limite de escoamento do material eleva em torno de 16,7 MPa. O **titânio** também atua como agente endurecedor nesse aço, de forma menos significativa que o molibdênio, mas existem restrições quanto à quantidade, quanto maior o teor de titânio maior será a formação dos carbonetos  $Ti(C, N)$ , validando a importância de um baixo teor de carbono PADIAL *et al* (1994; 2002).

O **cobalto** atua em duas frentes nos aços maraging. A primeira é aumentando as temperaturas  $M_i$  e  $M_f$ , assegurando uma microestrutura completamente martensítica à temperatura ambiente após a solubilização. A segunda é atuando no endurecimento por envelhecimento ao diminuir a solubilidade do molibdênio na matriz martensítica e, por consequência, aumentar a precipitação do  $Ni_3Mo$  PADIAL *et al* (1994; 2002).

O **alumínio** possui ação desintoxicante e aumenta a resistência ao impacto quando adicionado até 0,1%Al. Acima de 0,2%Al diminui a ductilidade e tenacidade do aço. **Silício** e **manganês**, se adicionados acima de 0,12% individualmente, interferem na tenacidade do material. **Enxofre** e **nitrogênio** têm ação fragilizante, prejudicando as propriedades mecânicas, no caso do enxofre, devido à formação de inclusões de sulfeto de titânio PADIAL *et al* (1994; 2002).

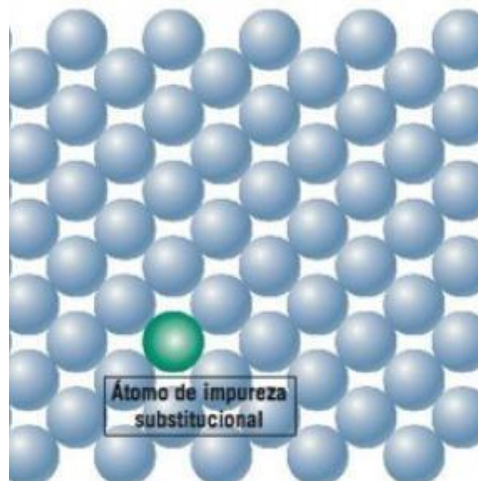
### 3.3. Tratamentos Térmicos do Aços Maraging

#### 3.3.1. Solubilização

O primeiro tratamento térmico ao qual os aços maraging são submetidos é a solubilização, onde recomenda-se que as ligas 18%Ni (200), 18%Ni (250), 18%Ni (300) e 18%Ni (350) sejam aquecidas acima da temperatura  $A_f$  (temperatura final de transformação para a austenita), ou seja, aproximadamente 820 °C por um período de 1 h. O tempo é o necessário para garantir que os elementos de liga estejam em solução sólida e aliviar tensões residuais existentes devido a algum trabalho a quente ou a frio no material PADIAL *et al* (2002).

Uma solução sólida se forma quando átomos de soluto são acrescentados ao material sem alterar a estrutura cristalina ou formar uma nova, de forma análoga, seria a adição dos elementos de liga nos aços maraging. Estes átomos distribuem-se aleatória e uniformemente, formando uma composição homogênea. Para a solução sólida substitucional, os átomos de soluto repõem ou substituem os do material, representado na Figura 3, sendo medido o grau de dissolução através do fator do tamanho atômico, estrutura cristalina, eletronegatividade e valência entre soluto e hospedeiro CALLISTER *et al* (2012).

Figura 3 - Representação esquemática do posicionamento da impureza substitucional



Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

Durante o resfriamento, a austenita pode apresentar três reações diferentes. A primeira é uma fragilização dos contornos de grão devido a precipitação de M (C, N). A segunda é o chamado “ausaging”, que se refere ao envelhecimento do campo austenítico com a precipitação de compostos intermetálicos. Dado o objetivo no presente trabalho, a terceira reação será o foco de estudo e está relacionada a transformação da austenita na fase martensita de acordo com o percentual de níquel, na Figura 2(a) é possível ver como essa dependência acontece PADIAL *et al* (1994; 2002).

O resfriamento é feito ao ar até a temperatura ambiente, obtendo uma estrutura totalmente martensítica. Uma vez que a porcentagem de carbono é baixa nesses aços, aproximadamente 0,03%C, forma-se uma martensita cúbica de corpo centrado (CCC) em forma de ripas com alta densidade de discordâncias, dureza relativamente baixa, dúctil e tenaz, porém não há grandes variações volumétricas PADIAL *et al* (2002).

### **3.3.2. Envelhecimento**

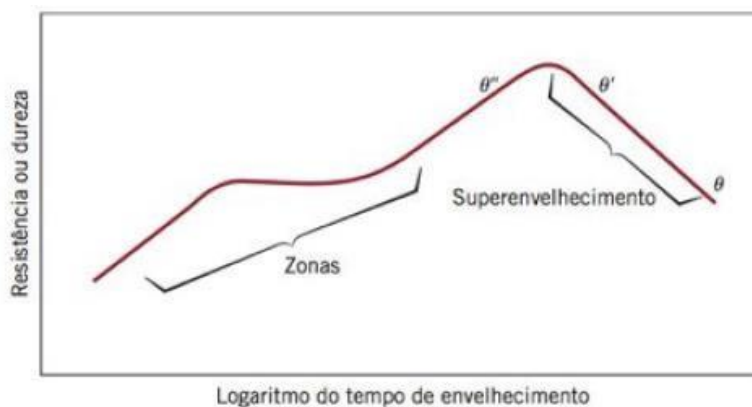
O segundo tratamento térmico confere aos aços maraging a alta resistência mecânica característica desse material por meio de uma precipitação fina e uniforme de compostos intermetálicos nas discordâncias e ripas da martensita. Normalmente, o material é exposto a temperaturas de 450 a 510 °C por um período entre 3 e 6 horas PADIAL *et al* (2002).

Tendo o molibdênio como principal endurecedor e cobalto na composição do aço, durante o envelhecimento, tem-se a precipitação de Ni<sub>3</sub>Mo ortorrômbico na zona rica em molibdênio e, se houver um envelhecimento prolongado, observa-se a transformação da fase Ni<sub>3</sub>Mo metaestável, com melhor ajuste a matriz martensítica CCC, para a fase de equilíbrio Fe<sub>2</sub>Mo hexagonal PADIAL *et al* (2002).

Uma exposição prolongada à temperatura de envelhecimento irá evidenciar um pico máximo de dureza e, então, começará a reduzir. Esse processo é chamado de superenvelhecimento e está exemplificado na Figura 4 CALLISTER *et al* (2012). A dureza sofre uma redução devido a decomposição da matriz martensítica nas fases de equilíbrio austenita e ferrita, no entanto, as reações que induzem ao endurecimento são mais rápidas dos que as de reversão às fases de equilíbrio. Acredita-se que esse fenômeno ocorre em razão da ausência de um estágio de incubação e da acelerada difusão

ocasionada pela alta densidade de discordâncias da matriz pós solubilização, além do elevado grau de supersaturação do soluto PADIAL *et al* (2002).

Figura 4 - Diagrama representando o superenvelhecimento



Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

Após diversas pesquisas, identificou-se os vários precipitados que se formam durante o envelhecimento. Na Tabela 4, estão expostos os precipitados, suas estruturas cristalinas e os materiais os quais têm ocorrência DECKER e FLOREEN *et al* (1988).

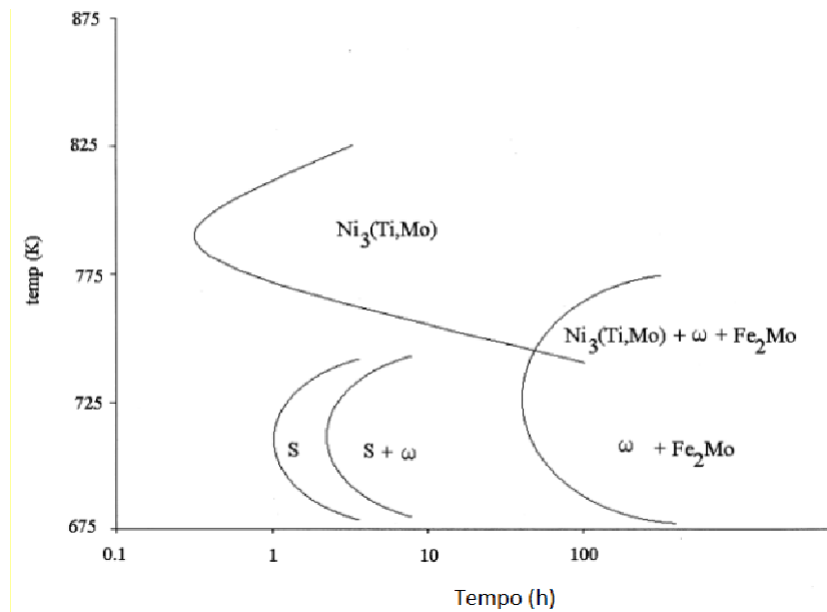
Tabela 4 - Fases endurecedoras dos aços maraging

Fase	Estrutura	Ocorrência
$Ni_3Mo$	Ortorrômica	18 Ni% (250)
$\eta-Ni_3Ti$	DO24-Hexagonal Ordenado	57 Alto Grau De Ti 18Ni% (350), T-250
$Ni_3V$	Hexagonal Compacta	Com 7% V
$Ni_3W$	Ortorrômica	Com 7% W
$Fe_2(Mo, Ti)$	Laves Hexagonal	Alto Mo 18Ni% (400), Ti E Superenvelhecimento
$\sigma-FeMo$	Tetragonal	Com Baixo Ni E Alto Mo
$\sigma-FeTi$	Cscl Cúbico	Com Baixo Ni E Alto Ti
$\mu-Fe_7Mo_6$	Hexagonal	Com Alto Cr, Baixo Ni, Alto Mo
R-(Mo-Co-Cr)	Hexagonal Rômico	Ligas Ni-Co-Mo-Cr
X -(Fe-Cr-Mo)	Cúbica De Corpo	Ligas Ni-Co-Mo-Cr

Fonte: Adaptado do DECKER e FLOREEN *et al* (1988).

Em tratamentos térmicos de envelhecimento acima de 450 °C tem-se formação de compostos intermetálicos do tipo  $A_3B$ , pois há um ordenamento das espécies atômicas TEWARI *et al* (2000). A Figura 5 exibe os precipitados formados em baixas e altas temperaturas.

Figura 5 - Curvas TTT referentes à formação de precipitados em aços maraging.



Fonte: Adaptado de TEWARI *et al* (2000)

### 3.4. Austenita Reversa

O elemento níquel estabiliza a fase austenita, desse modo, regiões do material com maiores teores de níquel e molibdênio favorecem a reversão, enquanto teores mais elevados de cobalto e titânio retardam, formando a chamada austenita retida VISWANATHAN *et al* (1996). O estudo da reversão da austenita é de grande importância e interesse considerando seu impacto nas propriedades mecânicas e magnéticas nos aços maraging RAO *et al* (2006).

A reversão da austenita é frequentemente associada ao enriquecimento de níquel da matriz, que pode ocorrer por meio do aquecimento isotérmico da liga, resultando na dissolução de precipitados em zonas ricas em níquel, ou quando o aço é exposto a um ciclo térmico entre a temperatura ambiente e a temperatura  $A_f$ , na qual a transformação



austenítica é finalizada conforme o esquema  $\alpha_1 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  VISWANATHAN *et al* (1996); RAO *et al* (2006); AHMED *et al* (1994); PETERS *et al* (1968):

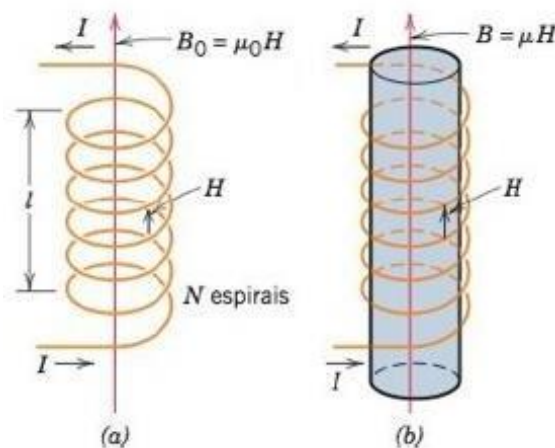
### 3.5. Propriedades Magnéticas

No mundo moderno, diversos dispositivos, como televisões, computadores, geradores, transformadores de energia, possuem funcionamento a base de conceitos do magnetismo. O magnetismo é um fenômeno no qual os materiais exercem uma influência de atração ou repulsão uns sobre os outros e todas as substâncias são afetadas, em menor ou maior grau, pela atuação de um campo magnético CALLISTER *et al* (2012).

A familiaridade com alguns conceitos básicos é necessária para compreensão da atuação e particularidades das propriedades magnéticas. Os **dipolos magnéticos** são tidos como pequenos ímãs que compõem os materiais e, na presença de um campo magnético, os dipolos tendem a seguir uma orientação devido ao torque gerado pela força do campo CALLISTER *et al* (2012).

Na Figura 6a (espira “livre”) e 6b (espira em torno de um material sólido) nota-se que a intensidade do campo magnético  $H$  gerado por uma bobina depende do número de espiras  $N$ , da corrente  $I$  aplicada ao sistema e do comprimento da bobina  $l$ . A densidade do fluxo magnético sinalizada por  $B$  indica a magnitude interna ao material, imposta pelo campo  $H$ . A densidade, por sua vez, está diretamente ligada à permeabilidade  $\mu$ , que se refere a uma propriedade específica do meio CALLISTER *et al* (2012).

Figura 6 - Representação esquemática de um campo magnético induzido por uma bobina.



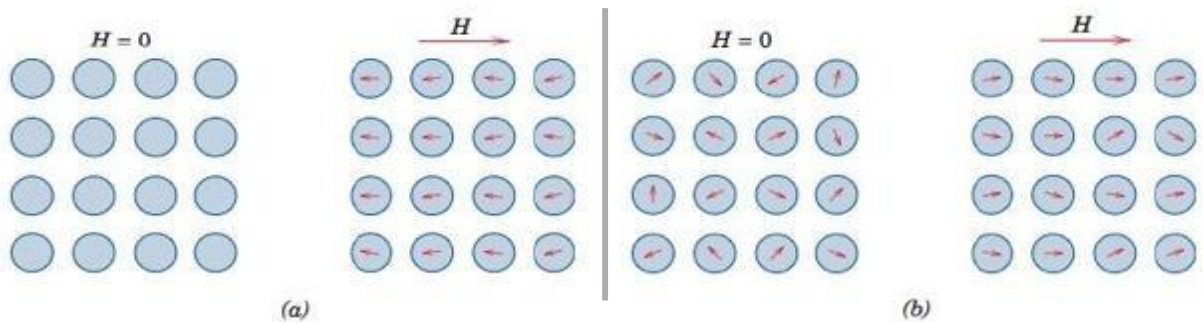
Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

As propriedades magnéticas macroscópicas são efeito dos **momentos magnéticos** e estes, resultam da soma de todos os momentos dos elétrons de um material, dessa forma, se todas as camadas eletrônicas de um átomo estão preenchidas, há um cancelamento mútuo e o momento é zero. Logo, esse material não tem potencial para a magnetização permanente CALLISTER *et al* (2012).

Um parâmetro que influi diretamente é a temperatura. Com o aumento desta, os momentos tendem a tomar direções aleatória em consequência do maior movimento térmico dos átomos. O aumento da temperatura também influi na magnetização de saturação, que diminui inicialmente bem lentamente e então cai abruptamente para zero, na chamada temperatura de Curie  $T_c$ . O magnetismo de uma substância depende da interação entre os elétrons e os dipolos e o campo magnético, dado origem a três tipos chamados diamagnetismo, paramagnetismo e ferromagnetismo CALLISTER *et al* (2012).

No **diamagnetismo**, a magnitude do momento do campo aplicado é pequena ao ponto de não garantir o magnetismo permanente na substância. Ocorre o alinhamento dos dipolos, do sentido contrário ao campo externo aplicado como exposto na Figura 7(a), mas quando o campo o retirado, o material volta à sua formação inicial. No **paramagnetismo** acontece de forma semelhante, o magnetismo só existe enquanto um campo é aplicado, diferindo apenas em um ponto. Os materiais que apresentam esse tipo de magnetismo possuem o preenchimento incompleto dos orbitais  $e$ , por isso, cada átomo tem um momento dipolo permanente, pois o cancelamento é incompleto. Entretanto, as orientações dos dipolos são aleatórias e não resultam numa magnetização sem uma força externa, Figura 7(b) CALLISTER *et al* (2012).

Figura 7 - Representação do alinhamento dos domínios de um material diamagnético (a) e paramagnético (b).



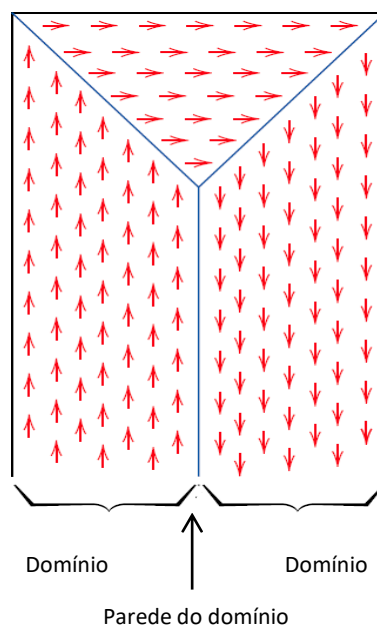
Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

Outros materiais, como os metais de transição ferro, cobalto, níquel e algumas terras raras, possuem momento magnético permanente mesmo na inexistência de um campo externo, essa é a definição do **ferromagnetismo**. Isso acontece devido a existência de momentos dipolo diferentes pelo preenchimento incompleto dos orbitais eletrônicos, mas, diferente dos paramagnéticos, a junção das interações reflete em um alinhamento interno desses momentos na substância. Para os ferromagnéticos, a magnetização de saturação  $M_s$  acontece quando todos os dipolos magnéticos estão orientados com o campo externo aplicado CALLISTER *et al* (2012).

### 3.6. Domínio e Histereses

Os materiais ferromagnéticos possuem os domínios, considerando a temperatura do sólido abaixo de  $T_c$  que são zonas de pequeno volume magnetizadas a nível de saturação, nas quais é identificado o alinhamento de todos os momentos de dipolo em uma direção. Em um único material é constatado inúmeros domínios e todos podem exibir orientações divergentes, como esquematizado na Figura 8 CALLISTER *et al* (2012).

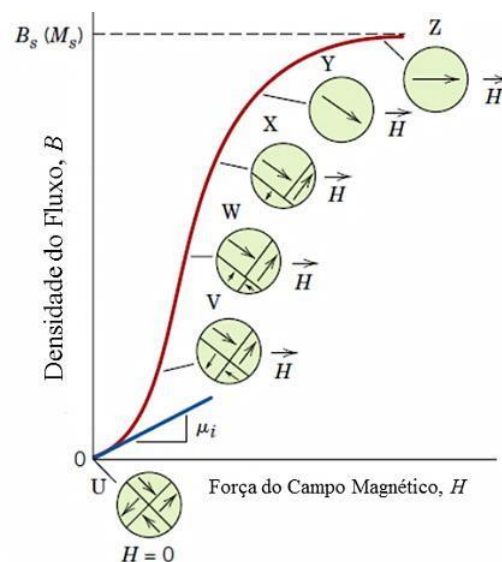
Figura 8 - Reapresentação esquemática de domínios em um material magnético.



Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

A Figura 9 representa o comportamento da densidade de fluxo  $B$  em função da intensidade de campo  $H$  e a inclinação dá o valor da permeabilidade do material. A curva começa na origem, onde os dois parâmetros são iguais a zero e os domínios estão orientados aleatoriamente (detalhe da letra U). Então há uma inclinação da curva em resposta à densidade de acordo com o aumento da intensidade do campo aplicado e os domínios alinhados em direções favoráveis em relação ao campo começam a crescer (detalhes das letras V a X). Inicialmente a curva tem uma resposta mais lenta, depois mais rápida e, nesse ponto, a amostra macroscópica torna-se um único domínio (detalhe da letra Y). Por fim, há uma estabilização de forma que  $H$  não exerce influência em  $B$ , é o ponto de saturação  $B_s$ , no qual o domínio está totalmente alinhado com o campo (detalhe da letra Z). CALLISTER *et al* (2012).

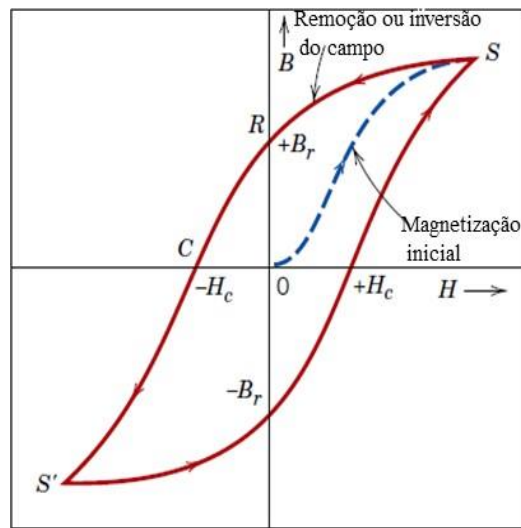
Figura 9 - Representação da curva de B em função de H.



Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

A partir da saturação, há uma inversão da direção do campo e  $H$  sofre redução de intensidade alterando a característica da curva, uma vez que esta não retorna o seu caminho original, projetando uma defasagem do campo  $B$  em relação ao  $H$  e produzindo o chamado efeito de histerese, exposto na Figura 10 CALLISTER *et al* (2012).

Figura 10 - Representação esquemática da curva de histerese para um material ferromagnético.



Fonte: Adaptado do CALLISTER *et al* (2012).

Quando o campo magnético for nulo  $H = 0$ , ou seja, o material estará desmagnetizado, existirá uma densidade de fluxo residual remanescente, chamada remanência  $B_r$ . Para alcançar uma densidade  $B = 0$ , aplica-se um campo  $H$  negativo de intensidade  $-H_c$ , denominado força coerciva ou coercividade. O comportamento dos domínios ocorre de forma inversa ao que foi descrito para a figura 10. Com a continuidade do campo aplicado na direção inversa, a saturação é atingida no sentido oposto, no ponto  $S'$ . Nesse momento, há novamente a inversão do campo aplicado  $H$ , produzindo tanto uma remanência negativa  $-B_r$ , em seguida, uma coercibilidade positiva  $H_c$  e por fim o ciclo de histerese é concluído quando a curva tem a chegada no ponto de saturação inicial CALLISTER *et al* (2012).

### 3.7. Efeito Barkhausen e RMB

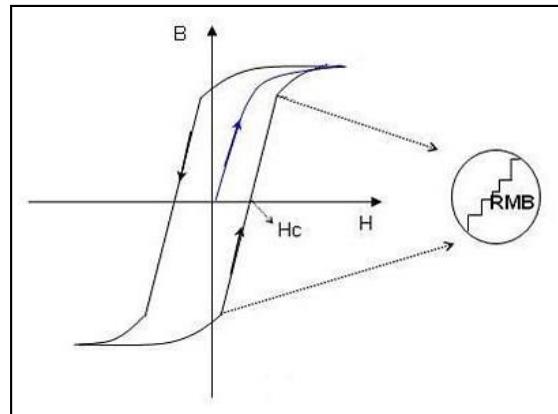
O pesquisador Heinrich Barkhausen realizou um experimento no qual um material ferromagnético envolto de uma bobina foi submetido a um campo magnético variável, de forma lenta e suave, a fim de detectar variações da magnetização. Como resultado, foram detectados pulsos e, ainda que o campo de magnetização fosse mudado lentamente, as discontinuidades prosseguiram BARKHAUSEN *et al* (1919); GRIJALBA *et al* (2010).

O ruído magnético de Barkhausen (RMB) induz mudanças irregulares através de variações abruptas, os chamados saltos Barkhausen, e irreversíveis na magnetização do

material. Outra maneira de definir o RMB é relacionando à sua dependência aos movimentos das paredes de domínio. Discordâncias e deformações na rede, presença de grãos em materiais policristalinos, presença de inclusões, precipitados, impurezas ou tensões localizadas na estrutura cristalina dos materiais que funcionam como centros de aprisionamentos das paredes dos domínios, se tornando uma barreira à movimentação destas. O ruído magnético Barkhausen aparece quando os movimentos dos domínios vencem as barreiras existentes no material por meio dos saltos magnéticos KITTEL *et al* (1949); GRIJALBA *et al* (2010); FARIAS *et al* (2005).

A Figura 11 esquematiza um ciclo completo de magnetização (histerese) e no detalhe em destaque, observa-se que a curva não é tão suave quanto aparenta em decorrência dos movimentos das paredes dos domínios pelas barreiras existentes, ou seja, os degraus representam os saltos Barkhausen. As linhas verticais dos degraus indicam o movimento escalonar de um conjunto de fronteiras e as linhas horizontais indicam o momento para o próximo movimento BOHN *et al* (2005); FARIAS *et al* (2005).

Figura 11 - Curva de histerese destacando as discontinuidades que produzem o RMB.



Fonte: Adaptada do CAMPOS *et al* (2009).

Por meio das bobinas, que possuem leitores sensoriais, os pulsos de tensão emitidos para capturar as discontinuidades são capturados e a tensão é lida em função de  $B$  e está dada pela lei de indução de Faraday-Lenz MORGAN *et al* (2013); TUMANSKI *et al* (2007):

$$V = -n \frac{d\phi}{dt} \quad \text{(Equação 1)}$$

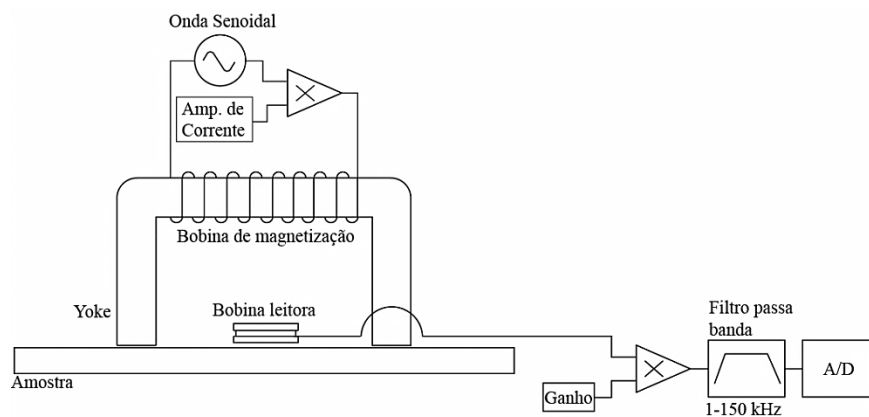
Onde:

$n$  = número de espiras da bobina

$d\phi/dt$  = taxa de variação do fluxo magnético

Na figura 12 é exposto uma representação esquemática do modelo experimental para a medição do RMB, no qual um fluxo magnético  $\phi$  passa pela bobina com  $n$  voltas produzindo mudanças abruptas e irreversíveis da magnetização, chamadas de saltos Barkhausen KITTEL et al (1949).

Figura 1 - Representação esquemática para a medição do RMB.



Fonte: adaptada do MORGAN et al (2013)

Alguns parâmetros como frequência de magnetização, dureza, intensidade de magnetização, tamanho de grão, tensões mecânicas, profundidade da medida do RMB, influenciam no sinal RMB e na sua medição MORGAN et al (2013). Dessa forma, o RMB tem variadas possibilidades de análise, mas o procedimento mais usado é a distribuição de amplitude do sinal para a determinação do seu valor médio, também conhecido por Root Mean Square (RMS) GRIJALBA et al (2010). O valor RMS é utilizado para quantificar os sinais RMB ao longo do domínio. Para cada sinal, o valor é definido pela expressão MORGAN et al (2013):

$$RMS_{RMB} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - V_m)^2}{n-1}} \quad (\text{Equação 2})$$

onde:

$RMS_{RMB}$  = valor RMS dos sinais Barkhausen em Volts;

$V_i$  = voltagem medida em um determinado instante;

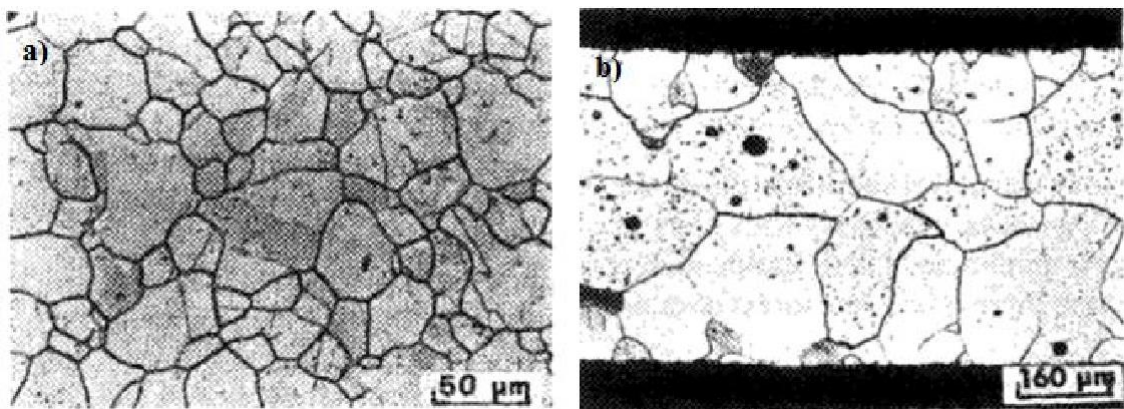
$V_m$  = valor médio do sinal;

$n$  = número de observações ou pontos (tempo) do sinal.

Foram realizados testes em amostras de ferro e observou-se que o sinal RMB diminuía conforme o aumento do tamanho de grão, assim, conclui-se que são grandezas inversamente proporcionais, logo, uma grande quantidade de emissão de pulsos é um indicador de grãos menores GATELIER-ROTHEA *et al* (1998); TITTO *et al* (1976); RANJAN *et al* (1987). Uma quantidade maior de contornos de grãos reflete em emissões mais intensas do sinal RMB, pois os contornos funcionam como locais de ancoragem BERTOTTI *et al* (1990) e NG *et al* (2003).

Os sinais magnéticos de Barkhausen (MB) e acústicos Barkhausen (AB) são sensíveis ao tamanho do grão e podem ser usados para medir o tamanho do grão de forma não destrutiva. Posto isso, na Figura 13(a), nas amostras de níquel, os sinais MB e AB foram modificados uma vez que o tamanho de grão sofreu alteração. Já na Figura 13(b), também há modificação nos sinais, pois a densidade dos precipitados MnS existentes e a segregação do fósforo nos contornos de grãos alteraram o tamanho de grão RANJAN *et al* (1987).

Figura 13 - Micrografia óptica das amostras de níquel (a) e aço com baixo teor carbono (b) submetidas aos sinais MB e AB.



Fonte: RANJAN *et al* (1987).



## 4. METODOLOGIA

### 4.1. Materiais

Foram utilizadas no trabalho amostras de aço maraging da classe 300, fornecidos pelo Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo, em forma de discos com dimensões de 33,3 cm de diâmetro por 1,0 cm de espessura. A composição química, cedida pelo fabricante, está apresentada na Tabela 5 e os discos foram recebidos na condição de solubilização prévia à 820 °C.

Tabela 5 - Composição química (em % de massa) do aço maraging 300.

<b>Aço maraging 300</b>						
Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Fe
18,28	9,41	4,73	0,73	0,071	0,0043	Bal.

Fonte: Própria autora.

### 4.2. Caracterização Microestrutural e Tratamentos Térmicos Realizados no Aço Maraging 300

O processo de elaboração da caracterização das propriedades magnéticas consistiu na confecção de discos e retângulos, passando por um processo de solubilização a 840, 950, 1050 e 1150 °C durante 1,0 hora, para posteriormente passar por um tratamento térmico de envelhecimento a 480°C/3h e 560°C/1h. Em seguida, foram realizados os ensaios de Magnetização por Amostra Vibrante, onde os parâmetros força coerciva ( $H_c$ ), Magnetização de saturação ( $M_s$ ), e magnetização remanescente ( $M_r$ ) foram avaliadas, assim como o ruído magnético Barkhausen em função do tamanho de grão.

### 4.3. Simulação Termodinâmicas

Realizou-se um estudo termodinâmico através do software Thermo-Calc® para encontrar as temperaturas dos tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento. Como entrada de dados, foram fornecidas a composição química do aço maraging 300 e a faixa de temperatura entre 400 °C e 1400 °C. O banco de dados TCFE6 foi utilizado

para estimar as fases previstas, pelo uso do software para estimar as fases que estariam presentes na liga quando o ponto de equilíbrio termodinâmico fosse atingido.

#### 4.4. Tratamento Térmico de Solubilização

Com objetivo de analisar a influência do tratamento térmico de solubilização no crescimento do grão da austenita prévia e, posteriormente, a influência do tamanho de grão nas propriedades magnéticas, foram propostas quatro temperaturas de solubilização: 840, 950, 1050, e 1150 °C por 1 h. As amostras foram cortadas nas dimensões 11,0 mm x 10,0 mm x 5,00 mm e colocadas no forno mufla da marca EDG Equipamentos®, modelo 3200, para realização do tratamento térmico de solubilização. Após os tratamentos térmicos, as amostras foram resfriadas ao ar.

#### 4.5. Caracterização Microestrutural após Solubilização

As amostras passaram pela preparação metalográfica utilizando lixas de 100, 220, 320, 400, 600, 800, 1200, 2000 e 2500 mesh para o lixamento. O processo de polimento foi realizado com Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) de granulometria 1 µ e 0,05 µ. As amostras foram lavadas com água destilada e secadas ao ar quente com auxílio de um secador. Para revelar os grãos de austenita prévia, foi realizado um ataque eletrolítico (Tabela 6), escalonando o tempo de ataque entre 30 minutos e 20 segundos. Esse mesmo procedimento foi realizado para as amostras solubilizadas e envelhecidas.

Tabela 6 - Parâmetros do ataque eletrolítico para revelar o contorno de grão austenítico.

<b>Contorno de Grão da Austenita Prévia (Amostra Solubilizada)</b>	
<b>Reagente</b>	<b>Parâmetros</b>
20% de ácido crômico (H <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub> )	10 volts (DC), tempo escalonado

Fonte: Própria autora.

Em seguida, foram feitas imagens das superfícies atacadas para registrar o grão da austenita prévia com uso do microscópio óptico da marca Zeiss modelo Axio Imager M2m pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará.

#### 4.6. Tratamento Térmico de Envelhecimento

Após a etapa de solubilização, os materiais foram submetidos ao tratamento térmico de envelhecimento em temperaturas de 480 °C por 3 h e 560 °C por 1 h. Os tratamentos térmicos de envelhecimento foram realizados no Laboratório de Caracterização de Materiais – LACAM da Universidade Federal do Ceará (UFC).

#### 4.7. Medidas de Tamanho de Grão após Envelhecimento

Através da norma ASTM E 112-96 (2004) foram realizadas as medidas de tamanho de grão das amostras. Foram escolhidos 30 grãos e feitos 7 medidas em cada. Para processamento das medidas do grão foi usado o software ImageJ (2016).

#### 4.8. Caracterização da Estrutura Martensítica

Após preparação metalográfica e caracterização do tamanho de grão, foram escolhidas condições específicas (Tabela 7) para análise das estruturas martensíticas presentes nos aços maraging 300. O ataque realizado está especificado na Tabela 8. Os resultados foram analisados por microscopia óptica (MO) em um equipamento marca Zeiss modelo Axio Imager M2m e microscopia eletrônica de varredura (MEV) usando um equipamento PHILIPS® modelo XL30 da Universidade Federal do Ceará (UFC).

Tabela 7 - Condições de tratamentos térmicos para a caracterização da estrutura martensítica.

Tratamento Térmico		
Classe	Solubilização	Envelhecimento
300	1150 °C/1 h	480 °C/3 h - 560°C/1 h

Fonte. Própria autora.

Tabela 8 - Reagentes utilizados para caracterização da estrutura martensítica.

Regentes	Composição Química	Tempo de ataque
Vilella	Ácido pícrico (1g) + HCl (5ml) + etílico (95%)	3 a 10 s sob imersão
Nital 4%	HNO <sub>3</sub> (4%) em etílico	3 a 10 s sob imersão

Fonte. Própria autora

#### 4.9. Identificação das Amostras

A identificação ocorreu de acordo com os tratamentos térmicos realizados conforme Tabela 9. As amostras foram divididas em dois grupos: primeiro grupo composto pelo aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas já mencionadas e envelhecido a 480 °C/3 h e o segundo grupo composto pelo mesmo aço envelhecido a 560 °C/1 h. A solubilização referente a cada temperatura, da menor para maior, varia na ordem decrescente entre os algarismos 1 e 4. O envelhecimento é representado pelos últimos algarismos da identificação como sendo 480 e 560. Por exemplo, a mostra S2-560 indica o aço maraging 300 solubilizado a 950 °C por 1 h e envelhecido a 560 °C por 1 h.

Tabela 9 - Identificação das amostras.

<b>Grupos</b>	<b>Amostras</b>	<b>Solubilização</b>	<b>Envelhecimento</b>
<b>Grupo 1</b>	S1-480	840 °C/1 h	480 °C/3 h
	S2-480	950 °C/1 h	
	S3-480	1050 °C/1 h	
	S4-480	1150 °C/1 h	
<b>Grupo 2</b>	S1-560	840 °C/1 h	560 °C/1 h
	S2-560	950 °C/1 h	
	S3-560	1050 °C/1 h	
	S4-560	1150 °C/1 h	

Fonte: Própria autora.

#### Difração de Raio X (DRX)

Para realizar as medidas de DRX, as amostras envelhecidas a 560 °C por 1 h foram lixadas até 400 mesh. As medições, com objetivo de detectar austenita revertida, foram realizadas utilizando difractor Philips® X'Pert Pro com uma radiação de  $\text{CoK}\alpha$  (0,1799 nm). A variação do ângulo  $2\theta$  foi de 45° a 104°. Essa medida foi realizada apenas para o segundo grupo de amostras, pois o envelhecimento das amostras do primeiro grupo

(480 °C) até 50 h não forma a austenita revertida, como relatado em estudo anterior SANTOS *et al* (2014).

#### 4.10. Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

Os ensaios de VSM foram realizados nas amostras da Tabela 9. Foi realizada a metalografia nas amostras em seu tamanho original (10 mm x 10 mm 2,0 mm), utilizando as lixas com granulação de 100, 220, 320, 400, 600 mesh. Em seguida, as amostras foram cortadas em formato de disco com dimensões de 3,0 mm de diâmetro e espessura entre 0,05 e 3,00 mm. Um maior detalhamento da preparação é mostrado na Figura 14. As medidas foram feitas utilizando um Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) EGG PAR modelo 4500. As medições foram feitas a temperatura ambiente com campo máximo aplicado de 5kOe (400 KA/s), com 1 ms de tempo total de medição de 30 minutos.

Figura 14 - Preparação da amostra para o ensaio VSM



Fonte: Própria autora.

#### 4.11. Ruído Magnético Barkhausen (RMB)

As medidas de RMB foram feitas nas amostras de aço maraging 300 solubilizados e envelhecidos a temperaturas de 480 °C/3 h e 560 °C/1 h com dimensões de 0,98 mm x 0,87 mm x 0,20 mm. A preparação das amostras consistiu em lixamento com lixa de 220 mesh, borrifadas com álcool e secadas com auxílio de um secador. Utilizou-se o módulo BarkTech para realizar o controle das variáveis de excitação e de processamento e aquisição dos sinais de RMB, desenvolvido integralmente no Laboratório de Dinâmica e Instrumentação do Departamento de Engenharia Mecânica da POLIUSP (Ladin-PME-EPUSP). A sonda usada para encontrar as medidas RMB (Figura 12) era composta de um yoke eletromagnético capaz de produzir um campo magnético alternado sob a amostra, além de uma bobina para detectar o sinal RMB. O campo B variável no tempo, produzido usando um campo alternante H com frequência f, é responsável por causar uma resposta proporcional na bobina. O RMB é isolado usando amplificação e o uso de filtros do tipo passa-banda. Os resultados foram expressos utilizando a medida estatística RMS (*Root Mean Square*) e representa a raiz quadrada do valor quadrático médio (em volts) dos sinais RMB o longo do tempo segundo a Equação 2 já apresentada anteriormente. A Tabela 10 apresenta os parâmetros usados para medida dos valores RMB.

Tabela 10: Resumo dos parâmetros que foram usados para as medidas do sinal RMB

RMB excitação (parâmetros)	Valor
Frequência de amostra	350 kHz
Número de medidas na amostra	35000
Frequência de excitação	10 Hz
Amplitude de excitação	2 V
Repetições	11

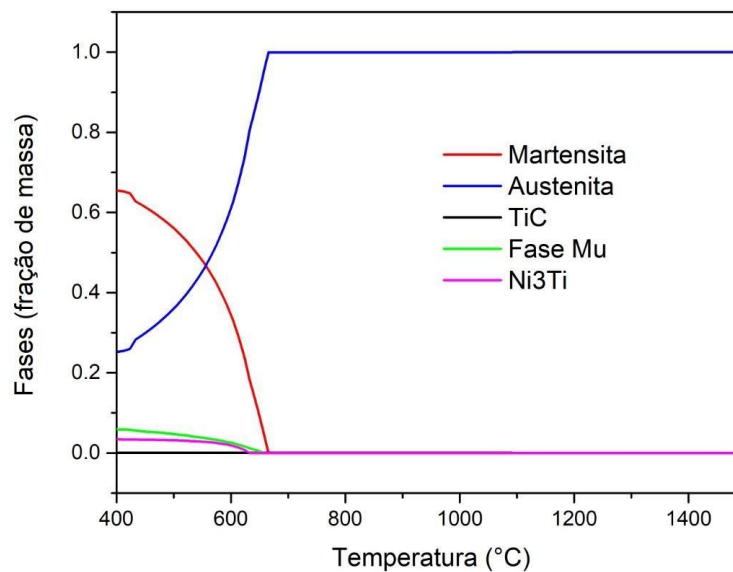
Fonte: Própria autora.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. Simulação Termodinâmica

Na Figura 15, tem-se a simulação termodinâmica no qual é possível prever as fases, representadas no eixo y em fração de massa, nas respectivas temperaturas indicadas no eixo x para o aço maraging 18%Ni classe 300. Até aproximadamente 640 °C, tem-se a presença das fases Mu, Ni<sub>3</sub>Ti e TiC. A partir dessa temperatura, há uma dissolução das fases e é nula a porcentagem das mesmas na microestrutura. Na temperatura aproximada em 590 °C, ocorre a interseção onde as fases martensita e austenita estão presentes simultaneamente e, então, há o decaimento da martensita e aumento da austenita. A fase martensita está presente no material até aproximadamente 660 °C, acima disso, simulação termodinâmica prevê uma microestrutura 100% austenítica, que é a faixa de solubilização para esse aço.

Figura 15 - Comportamento das fases do aço maraging 300 de acordo com a temperatura.

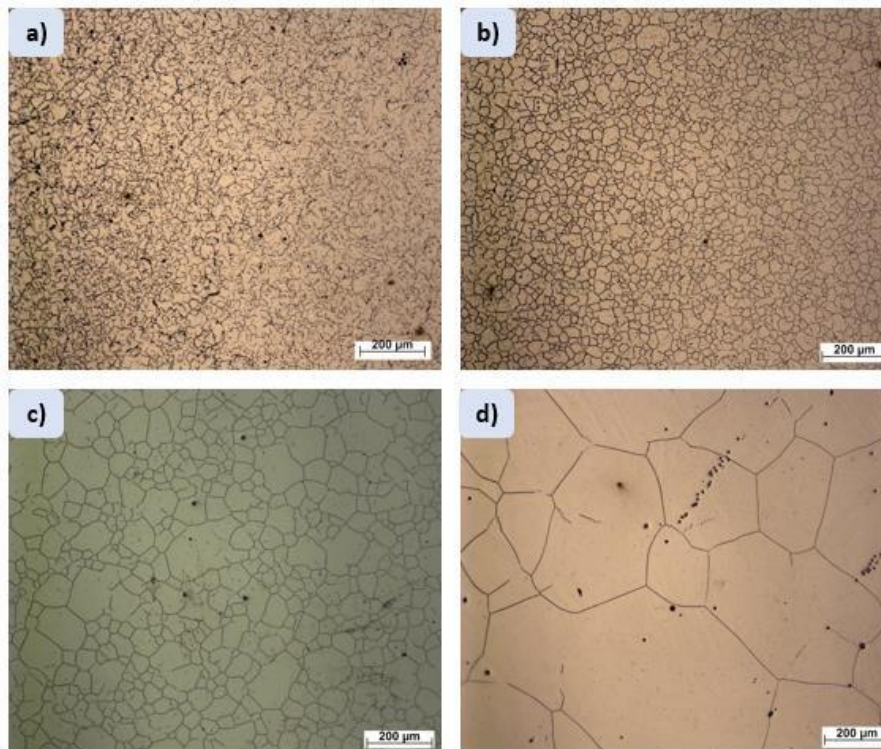


Fonte: própria da autora.

## 5.2. Comportamento da Microestrutura com os Tratamentos Térmicos

A Figura 16 exibe as microestruturas com os resultados qualitativos para o tamanho de grão da austenita prévia, referente às amostras do aço maraging 300 após o tratamento térmico de solubilização nas temperaturas de 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h. Para a Figura 16 (a) e (b), temperaturas 840 e 950 °C respectivamente, o crescimento é mínimo, acontecendo de forma lenta devido, possivelmente, à presença de precipitados que atuam como barreiras ao movimento das discordâncias e impedindo o crescimento do grão. A partir de 1050 °C, o crescimento do grão torna-se mais notório, isso porque o possível sistema de ancoramento gerado pelos precipitados é desfeito, uma vez que há a dissolução destes na matriz. Na Figura 17, o gráfico que relaciona tamanho de grão e temperatura de solubilização mostra outra visualização do comportamento do crescimento do grão, que é exponencial. Nota-se que 1050 °C é início de um aumento acentuado.

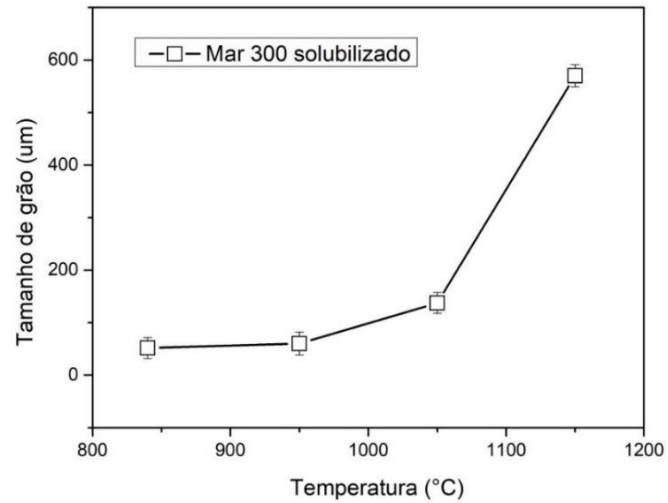
Figura 16 – Micrografias ópticas com aumento 100x - Crescimento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h.



Fonte: própria da autora.

Figura 17 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C.

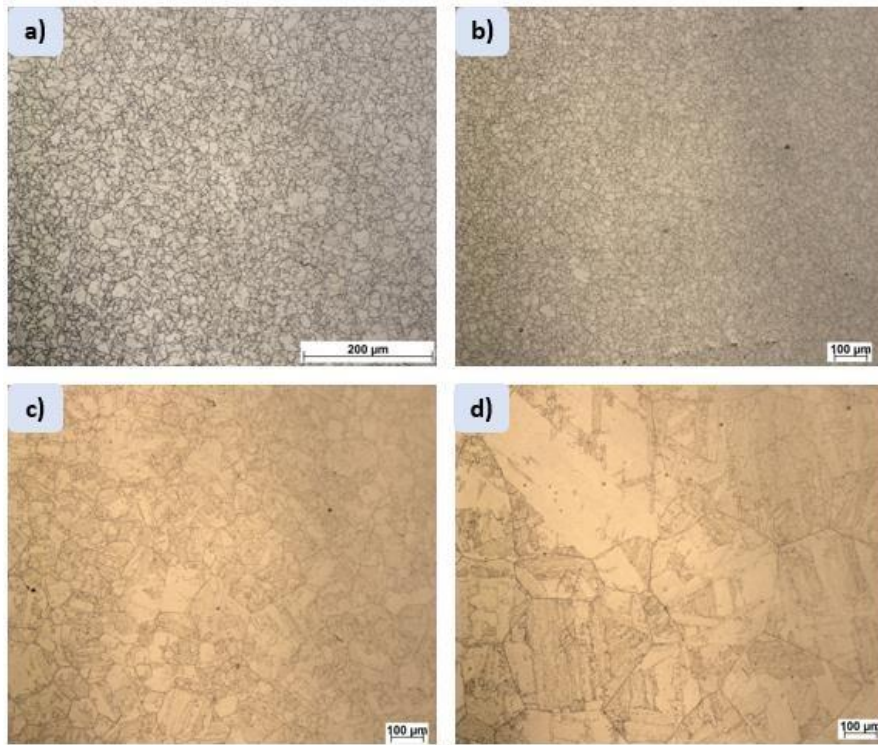




Fonte: própria da autora.

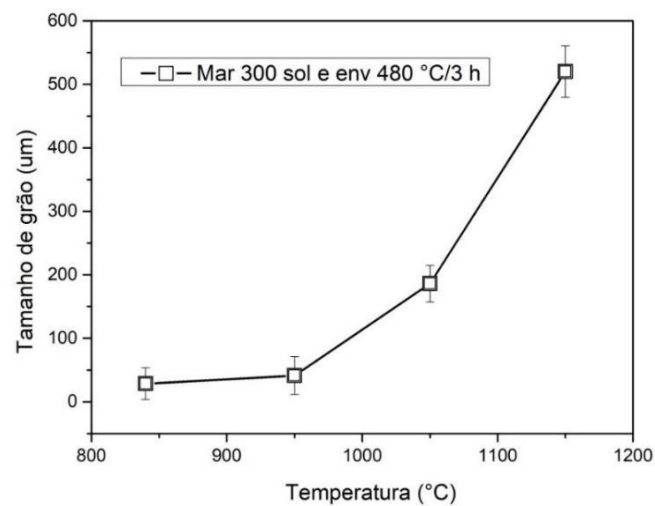
Nas micrografias expostas na Figura 18, vê-se o comportamento do grão para amostras de aço maraging 300 solubilizadas a temperatura de 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidos a 480 °C por 3 h. Nota-se que o tratamento térmico de envelhecimento não altera de forma significativa o tamanho do grão quando comparado com as amostras apenas solubilizadas. Fato comprovado também no gráfico da Figura 19, no qual a curva possui o mesmo formato da vista na Figura 17. No entanto, é possível ver a martensita formada no grão de austenita prévia ao analisar as imagens da Figura 18, principalmente na Figura 18(d).

Figura 18 - Micrografias ópticas com aumento 100x – Comportamento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C por 3h.



Fonte: própria da autora.

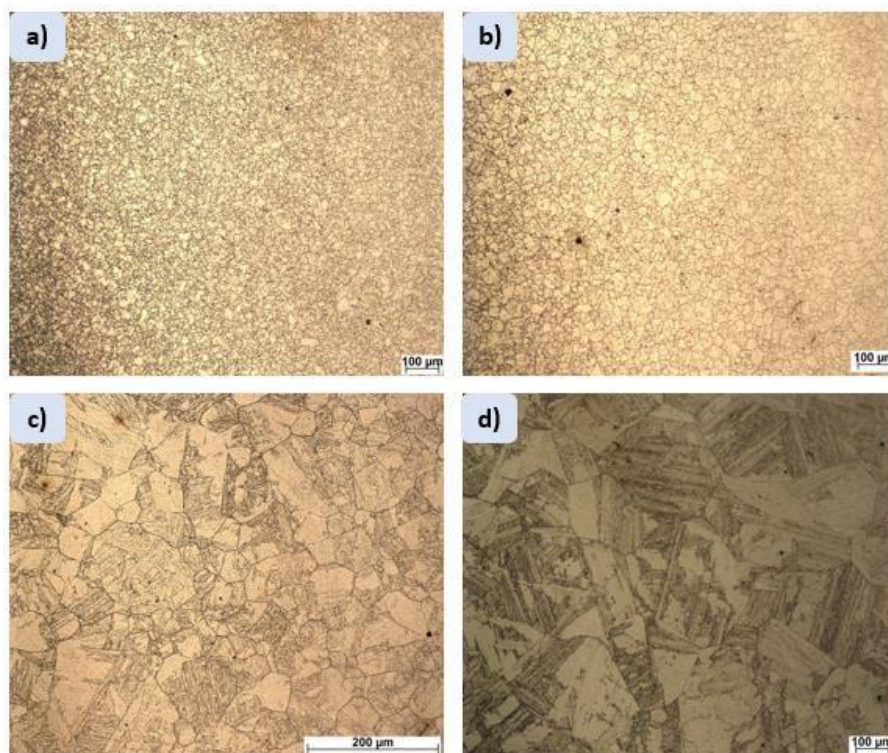
Figura 19 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecidas a 480 °C por 3h.



Fonte: própria da autora.

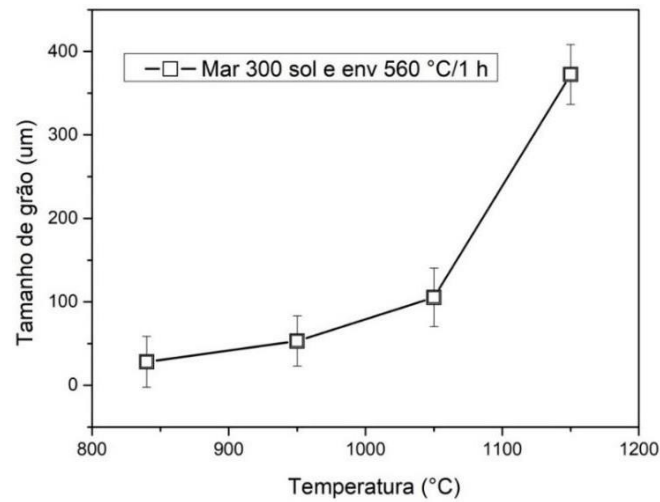
O mesmo comportamento é observado para amostras de aço maraging 300 solubilizadas a temperatura de 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidos a 560 °C por 1 h. Na Figura 20, tem-se as microestruturas mostrando a evolução do tamanho de grão e o crescimento não sofre mudança relevante quando comparado com as amostras apenas solubilizadas. Assim como na Figura 21, o gráfico exibe o mesmo comportamento para a curva de crescimento de grão em relação à temperatura.

Figura 20 - Micrografias ópticas com aumento 100x – Comportamento do grão austenítico para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a a) 840 °C, b) 950 °C, c) 1050 °C e d) 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 560 °C por 1h.



Fonte: própria da autora.

Figura 21 - Tamanho de grão x temperatura de solubilização para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecidas a 560 °C por 1h.

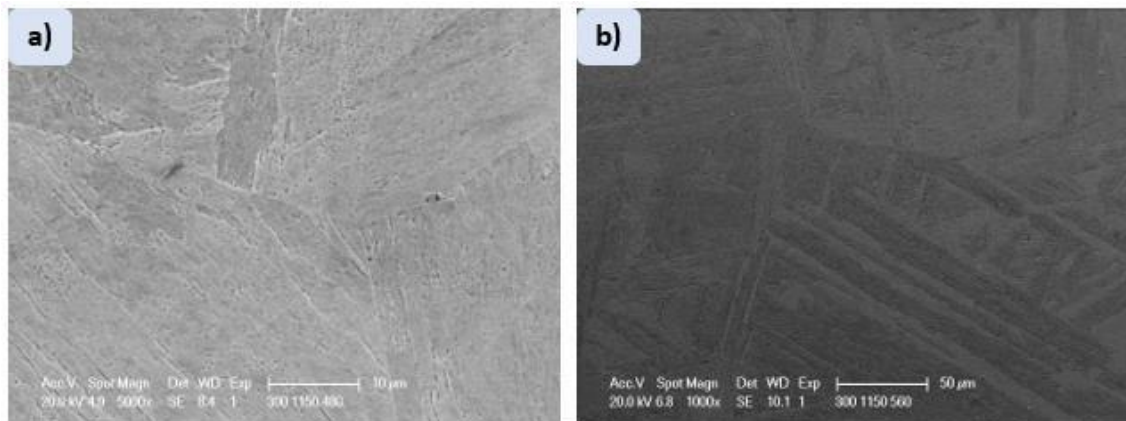


Fonte: própria da autora.

### 5.3. Microestrutura Martesítica após Envelhecimento

Na Figura 22, as micrografias feitas em MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) nas amostras de maraging 300 solubilizadas a 1150 °C e envelhecidas a 480 °C por 3 h, Figura 22 (a), e a 560 °C por 1 h, Figura 22 (b). Com o uso dos reagentes vilella e nital, os blocos, contornos de pacotes e ripas da martensita foram revelados. Considerando estudos anteriores de outros pesquisadores, mesmo aumentando o intervalo de tempo, para a temperatura de envelhecimento de 480 °C não ocorre a precipitação da austenita reversa PARDAL *et al* (2005).

Figura 22 - Micrografias em MEV – Comportamento da martensita para as amostras do aço maraging 300 solubilizadas a 1150 °C por 1 h e envelhecidas a a) 480 °C por 3h e b) 560 °C por 1h.

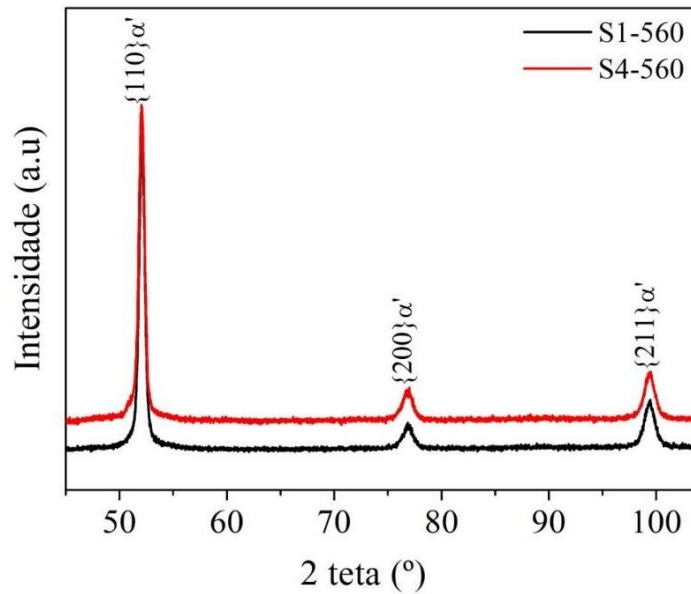


Fonte: própria da autora.

#### 5.4. Difração de Raio-X (DRX)

No ensaio de difração de raio-X, mostrada na Figura 23, é possível ver os três picos característicos de um material CCC, sendo eles o {110}, {200} e {211}. Nos aços maraging 300, a fase mantensita é quem confere uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado. Como esperado, não é visto ainda o pico bem nítido o da austenita reversa na condição de envelhecimento a 560 °C por 1 h, devido a temperatura ainda baixa para a reversão mais acentuada da martensita em austenita e também pelo período de tempo insuficiente para essa formação. No entanto, não é descartada a possibilidade de que possa haver, mesmo que em pequena porcentagem, a presença da fase austenita reversa e que esta tenha influência nas propriedades magnéticas.

Figura 23 - Resultado do ensaio DRX da amostra de aço maraging 300 após o envelhecimento a 560 °C por 1h.

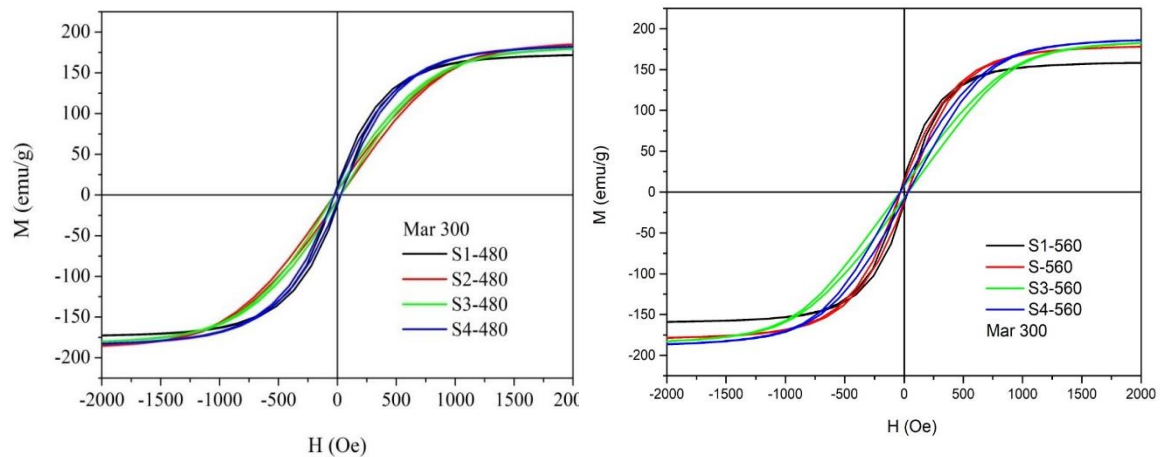


Fonte: própria da autora.

### 5.5. Ensaio de VSM

A Figura 24 exibe as curvas de histerese magnética para o aço maraging 300 solubilizado a temperatura de 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecido a 480 °C por 3h e 560 °C por 1h. Nota-se que as diferentes temperaturas de solubilização mudam discretamente a curva de histerese para cada amostra, no entanto, no geral, o aço mantém sua característica de material magnético mole. Isso é observado pois a força coercitiva está bem próxima a origem do diagrama, logo, a magnetização e desmagnetização do material acontecem de forma rápida, caracterizando um aço mole, essa propriedade é importante para a aplicação final em rotores de alta velocidade e motores elétricos.

Figura 24 - Curvas de histerese para o aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C e envelhecido a 480 °C por 3 h, à esquerda, e 560 °C por 1h, à direita.

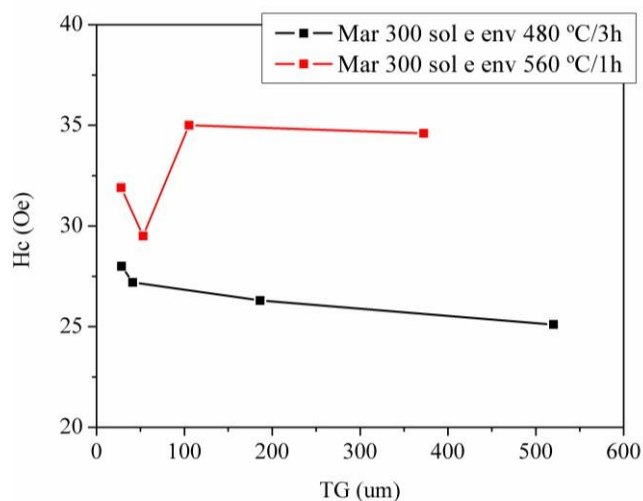


Fonte: própria da autora

Ao analisar a Figura 25 (força coercitiva x tamanho de grão), vê-se que, no ensaio feito, o tamanho de grão influencia muito pouco na força coercitiva, pois o deslocamento da curva é mínimo com o aumento do grão. No entanto, há uma diferença maior quando analisamos a relação da força coercitiva com a temperatura de envelhecimento. O envelhecimento a partir de 560 °C induz variações mais intensas nos valores de  $H_c$  devido à presença de austenita reversa na matriz Fe-Ni, PARDAL *et al* (2005). Isso significa que, com a presença de austenita revertida, que é uma fase paramagnética, o material tende a se tornar magnético duro, devido ao aumento da força coercitiva. Para o aço maraging 300, esse não é um bom resultado, visto que suas aplicações são melhores quando seu comportamento é de material magnético mole.



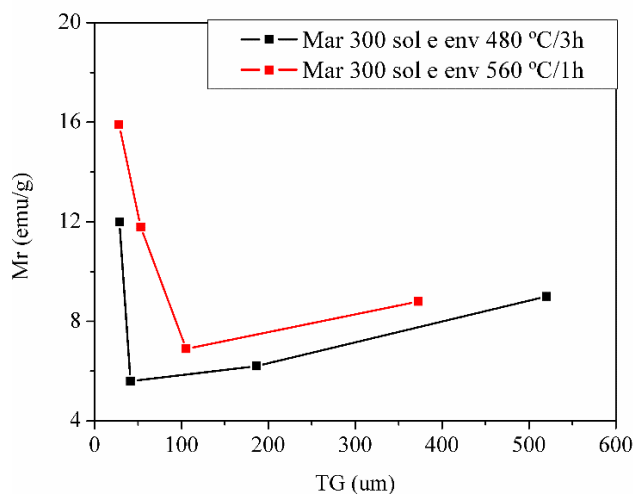
Figura 25 - Variação da força coercitiva com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h



Fonte: própria da autora.

Como já discutido, a magnetização remanescente é aquela presente no material após a redução do campo  $H$  aplicado até zero. Na Figura 26, nota-se que quanto menor o tamanho de grão, maior é a magnetização remanescente, visto nos valores iniciais das curvas para ambas as temperaturas de envelhecimento. Acredita-se que isso ocorre pela maior resistência à rotação das orientações preferenciais dos dipolos presentes em microestruturas formadas por grãos menores. Após os primeiros valores, há a redução gradual na  $Mr$  das amostras e, em seguida, uma estabilização nos grãos de maior tamanho.

Figura 26 - Variação da magnetização de remanescente com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h

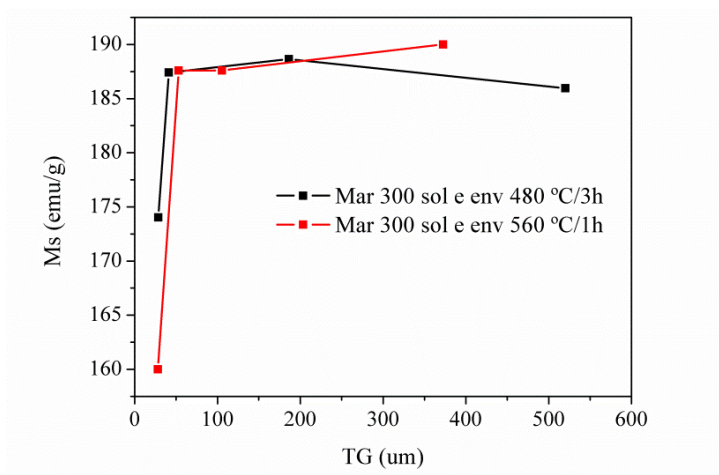




Fonte: própria da autora.

Na Figura 27, vemos como a magnetização de saturação varia com o tamanho de grão. Os dois primeiros valores de saturação magnética para ambos os envelhecimentos mostram os menores valores de  $M_s$ , quando na verdade, era para ser o contrário, pois para grãos menores, a saturação deveria ser maior devido aos obstáculos na rotação dos dipolos magnéticos no alinhamento com o campo externo. Após o segundo tamanho de grão, a saturação magnética se estabiliza e se mantém quase constante (com leves variações). Isso se dá porque o aço maraging 300 atinge sua saturação magnética muito rápida, e o crescimento de grão ajuda nesse fenômeno. Com menos contornos de grão, menos obstáculos para o alinhamento dos dipolos magnéticos com o campo externo e a formação de um único domínio magnético, que é o que caracteriza a saturação ( $M_s$ ).

Figura 27 - Variação da magnetização de saturação com o tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h.e 560 °C/1h



Fonte: própria da autora.

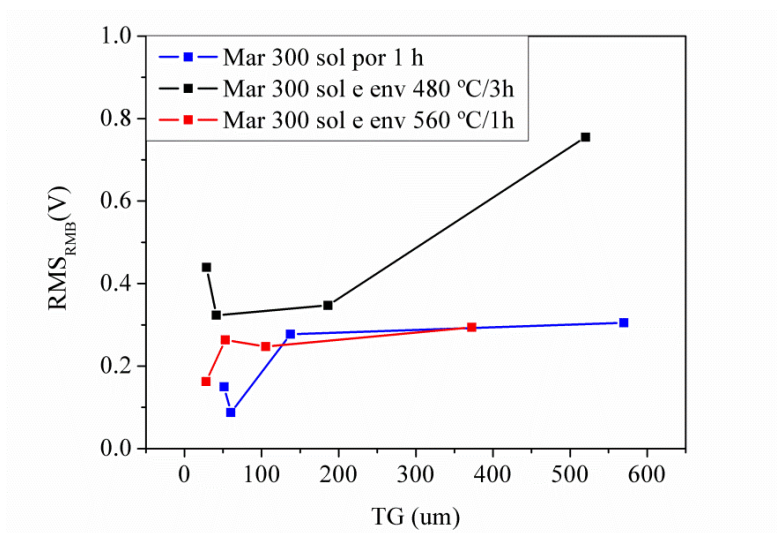
Para o ruído magnético Barkhausen, espera-se maiores valores para menores tamanhos de grãos, pois, nesse caso, há uma elevada quantidade de barreiras que dificultam o movimento das paredes de domínio, aumentando a intensidade dos saltos magnéticos induzidos na medida do sinal. Na Figura 28, nota-se um comportamento que foge do esperado, no qual os valores estão aumentando com o crescimento do grão. Para o envelhecimento à 480 °C por 3 h, os valores de RMB estão coerentes para os três primeiros valores, sendo que o último valor tem um aumento expressivo e incoerente para o maior tamanho de grão. Nos demais tratamentos térmicos, os valores de RMB para os

grãos maiores são mais próximos um do outro, porém maiores do que para os menores tamanho de grão, o que reforça a hipótese de influência externa como na preparação dos discos para os testes. Os mesmos passaram por intenso lixamento e a força aplicada pode ter gerado tensões residuais que podem ter modificado a martensita e influenciado nesses resultados.

Uma observação notória nesses resultados é que a austenita reversa influenciou no sinal do RMB. O envelhecimento de 560 °C por 1 h mostrou os menores valores de RMB quando comparado ao envelhecimento de 480 °C por 3 h, onde não há a presença de austenita reversa. As amostras solubilizadas também mostraram valores de RMB menores do que para o envelhecimento a 480 °C por 3 h pelo mesmo motivo já citado. Na solubilização, os precipitados são dissolvidos na matriz, restando somente a austenita prévia que, no resfriamento, se transforma em martensita.

Além do tamanho de grão e da possível presença de austenita reversa, os demais precipitados formados no envelhecimento não podem ser ignorados na interpretação desses resultados, pois quanto maior o teor de fases e precipitados presentes, mais obstáculos os dipolos magnéticos encontrarão, elevando o sinal do ruído magnético Barkhausen. Esse estudo deve ser mais aprofundado em trabalhos futuros.

Figura 28 – Ruído magnético Barkhausen em função do tamanho de grão para os aços maraging 300 solubilizado nas temperaturas 840 °C, 950 °C, 1050 °C e 1150 °C por 1 h e envelhecidas a 480 °C/3h e 560 °C/1h



Fonte: própria da autora.

## 6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados expostos e discutidos anteriormente, conclui-se que:

- O tratamento térmico de solubilização tem forte influência sobre o tamanho de grão. Até a temperatura de 950 °C não há grandes mudanças no grão, mas a partir de 1050 °C, o grão cresce significativamente, devido à dissolução dos precipitados na matriz Fe-Ni;
- O tratamento térmico de envelhecimento não exerce influência direta no tamanho de grão. No entanto, a partir de 560 °C, há indícios do surgimento da fase austenita reversa em pequenas quantidades na liga;
- Analisando os gráficos apresentados nos resultados, as propriedades magnéticas não foram fortemente influenciadas pelo tamanho de grão. Todavia, devem ser considerados outros fatores nas condições que as amostras de aço maraging 300 foram testadas: a presença de austenita reversa, preparação da amostra com lixamento e possível indução de tensões residuais, presença de precipitados intermetálicos nos contornos de grão dificultando o movimento das paredes de domínio.

## 7. TRABALHOS FUTUROS

Com o estudo dos resultados e visto que os gráficos não forneceram resultados conclusivos, propõe-se algumas vertentes de aprofundamento para uma pesquisa mais robusta a respeito das propriedades magnéticas dos aços maraging 300:

- Para as temperaturas utilizadas no tratamento térmico de envelhecimento, padronizar o tempo em 3 horas;
- Além das temperaturas de 480 °C e 560 °C de envelhecimento, incluir também 600 °C e 650°C, afim de avaliar as mudanças das propriedades magnéticas com o surgimento da fase austenita reversa;
- Realizar o ensaio VSM com as amostras apenas solubilizadas para avaliar as propriedades magnéticas sem a sobreposição de tratamentos térmicos que influenciam diretamente na microestrutura do material.
- Replicar os resultados de RMB em amostras com maiores dimensões do que as usadas nessa pesquisa, para se ter um resultado mais confiável.

## 8. REFERÊNCIAS

AHMED, M.; NASIM, I.; HUSAIN, S. W. Influence of nickel and molybdenum on the phase stability and mechanical properties of maraging steels. **Journal of materials engineering and performance**, v. 3, n. 2, p. 248-254, 1994.

ANGLADA, R. J.; PADOVESE, L. R.; CAPO-SANCHEZ, J. Magnetic Barkhausen noise and hysteresis loop in commercial carbon steel: influence of applied tensile stress and grain size. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 231, n. 2-3, p. 299-306, 2001.

BARKHAUSEN, H. H. Barkhausen. **Phys. Z.** v. 20, p. 401, 1919.

BELOZEROV, E. V. *et al.* Formation of Magnetic Texture of a High-Strength Maraging Steel. **The physics of metals and metallography**, v. 79, n. 6, p. 606-613, 1995.

BERTOTTI, G.; FIORILLO, F.; MONTORSI, A. The role of grain size in the magnetization process of soft magnetic materials. **Journal of Applied Physics**, v. 67, n. 9, p. 5574-5576, 1990.

BLAOW, M.; EVANS, J. T.; SHAW, B. A. Effect of hardness and composition gradients on Barkhausen emission in case hardened steel. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 303, n. 1, p. 153-159, 2006.

BOHN, F. **Magnetostricção e Ruído Barkhausen em Aços Elétricos de Grão Não-Orientado**. Dissertação (Mestrado em Física). Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria – RS, 2005.

CALLISTER, J. R. W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8. Ed. rev. e aum. Rio de Janeiro, LTC Editora, 2012.

DECKER, R. F.; FLOREEN, S. Maraging steels--the first 30 years. **Maraging steels: recent developments and applications**, p. 1-38, 1988.

DECKER, R. F. Source book on maraging steels: a comprehensive collection of outstanding articles from the periodical and reference literature. **Metals Park, Ohio, American Society for Metals, 1979. 399 p**, 1979.

DEGAUQUE, J. *et al.* Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 26, n. 1-3, p. 261-263, 1982.

DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy. SI Metric Edition. **London: McGraw-Hill Book Company**, 751p. 1988.

FARIAS, A. R. **Caracterização do Ruído Magnético Barkhausen em Materiais Estruturais Utilizando Transformada Wavelet**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais) – CDTN, Belo Horizonte, MG, 2005.

FAROOQUE, M. *et al.* The formation of reverted austenite in 18% Ni 350 grade maraging steel. **Journal of materials science**, v. 33, n. 11, p. 2927-2930, 1998.

FLOREEN, A. G. F. *et al.* Transformações de fase e propriedades mecânicas de um aço maraging sem cobalto. **São Paulo**, 1994.

FLOREEN, S.; SPEICH, G. R. Some observations on the strength and toughness of maraging steels. **Source book on maraging steels, ASM**, p. 326-338, 1979.

FLOREEN, S. The physical metallurgy of maraging steels. **Metallurgical Reviews**, v. 13, n. 1, p. 115-128, 1968.

GATELIER-ROTHERA, C. *et al.* Characterization of pure iron and (130 ppm) carbon–iron binary alloy by Barkhausen noise measurements: study of the influence of stress and microstructure. **Acta materialia**, v. 46, n. 14, p. 4873-4882, 1998.

GENTIL, V. **CORROSÃO**. 6. Ed. Rev. LTD. Rio de Janeiro. 2012.

GRIJALBA, F.; ARMANDO, F. **Desenvolvimento de Ensaio Não Destrutivo baseado no Ruído Magnético de Barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica de Projeto e Fabricação). Universidade de São Paulo – SP, 2010.

GÜIZA, G. M.C.; OLIVEIRA, C. A. S. **Aços maraging propriedades, processamento e usos como aço para ferramentas**. Disponível em: <<http://www.manufaturaemfoco.com.br/acos-maraging/> iSSN - 2238-8877. 2017>. Acesso em: 2 fev. 2019.

KALISH, D., RACK, H. J. Thermal Embrittlement of 18Ni (350) Maraging Steels. **Metallurgical Transactions**, v. 2, p. 2665-2672, September 1971.

KAMEDA, J.; RANJAN, R. Nondestructive evaluation of steels using acoustic and magnetic Barkhausen signals—I. Effect of carbide precipitation and hardness. **Acta Metallurgica**, v. 35, n. 7, p. 1515-1526, 1987.

KLEBER, X.; VINCENT, A. On the role of residual internal stresses and dislocations on Barkhausen noise in plastically deformed steel. **Ndt & E International**, v. 37, n. 6, p. 439-445, 2004.

LEE, J.Y.; LEE, S. M. Hydrogen trapping phenomena in metals with BCC and FCC crystals structures by the desorption thermal analysis technique. **Surface and Coatings Technology**, v. 28, n. 3-4, p. 301-314, 1986.

LI, X.; YIN, Z. Mössbauer study of the aging behavior of 18Ni (350) maraging steel. **Materials Letters**, v. 24, n. 4, p. 235-242, 1995.

LIMA, F. V. X.; BARROS, I. F.; ABREU, H. F. G. Influence of Solution Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of Maraging 300 Steel. **Materials Research**, v. 20, n. 1, p. 10-14, 2017.

LIU, Q. *et al.* The role of the microstructure on the influence of hydrogen on some advanced high-strength steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 715, p. 370-378, 2018.

LIU, Q. *et al.* Hydrogen trapping in some advanced high strength steels. **Corrosion Science**, v. 111, p. 770-785, 2016.

MAGNÉE A.; DRAPIER J. M.; DUMONT J.; COUTSOURADIS D.; HABRAKENL. Cobalt Containing High-Strength Steel. **Bruxelles – Belgique: Centre D’ information du Cobalt**, 128p, 1974.

MORGAN, M. A. C. Ruído magnético de Barkhausen contínuo rotacional. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2013.

PADIAL, A. G. F. **Caracterização Microestrutural do Aço Maraging de Grau 400 de Resistência Mecânica Ultra-Elevada**. 2002. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, SP, 2002.

PARDAL, J. M. *et al.* Study of the austenite quantification by x-ray diffraction in the 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. In: **J. of alloys and compounds**, 393: 109-113 (2005).



PARDAL, J. M. *et al.* Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300. **Journal of materials science**, v. 42, n. 7, p. 2276-2281, 2007.

PETERS, D. T. A Study of austenite reversion during aging of maraging steels. **Transactions of ASM**, v. 61, p. 62-74, 1968.

RANJAN, R. *et al.* Grain size measurement using magnetic and acoustic Barkhausen noise. **Journal of Applied Physics**, v. 61, n. 8, p. 3199-3201, 1987.

RAO, M. N. Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steel. **International Journal of Materials Research**, v.11, p.1594-1607, 2006.

SAKAMOTO, H.; OKADA, M.; HOMMA, M. Theoretical analysis of Barkhausen noise in carbon steels. **IEEE transactions on magnetics**, v. 23, n. 5, p. 2236-2238, 1987.

SHA, W.; CERREZO, A.; SMITH, G. D. W. Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels: Part I. Introduction and study of Co-containing C-300 steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 24, n. 6, p. 1221-1232, 1993.

TAVARES, S. S. M. *et al.* Magnetic properties of a Ni-Co-Mo-Ti maraging 350 steel. **Journal of alloys and compounds**, v. 373, n. 1-2, p. 304-311, 2004.

TAVARES, S. S. M.; NETO, J. M.; SILVA, M. R.; ABREU, H. F. G.; PARDAL, J. M. Propriedades magnéticas e mecânicas de um aço Maraging 18Ni-Co-Mo-Ti classe 350. *In*: CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, Anais do 59º Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2004. p. 1768 - 1775.

VISWANATHAN, U. K.; DEY, G. K.; SETHUMADHAVAN, V. Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18 Ni (350) maraging steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 398, n. 1-2, p. 367-372, 2005.

WANG, Gang. *et al.* Microstructure effect on hydrogen-induced cracking in TM210 maraging steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 586, p. 142-148, 2013.