



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

BRENO RABELO COUTINHO SARAIVA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MAGNÉTICA DE AÇOS
MARAGING LIGADOS COM NIÓBIO

FORTALEZA

2021

BRENO RABELO COUTINHO SARAIVA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MAGNÉTICA DE AÇOS MARAGING
LIGADOS COM NIÓBIO

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Programa de Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Engenheiro Metalurgista.

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

Coorientador: Prof. Dr. Miloslav Běreš.

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)

S246c Saraiva, Breno Rabelo Coutinho.
Caracterização microestrutural e magnética de aços maraging ligados com nióbio / Breno Rabelo Coutinho Saraiva. – 2021.
108 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. Hamilton Ferreira Gomes Abreu.
Coorientação: Prof. Dr. Miloslav Béreš.

1. Maraging. 2. Nióbio. 3. Propriedades Magnéticas. I. Título.

CDD 669

BRENO RABELO COUTINHO SARAIVA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MAGNÉTICA DE AÇOS MARAGING
LIGADOS COM NIÓBIO

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Programa de Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Engenheiro Metalurgista.

Aprovada em: 18 / 10 / 2021.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Miloslav Béreš (Coorientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. João Rodrigues de Barros Neto
Universidade Federal do Piauí (UFPI)

A Deus.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pela orientação e por sua constante ajuda e atenção em todas as etapas da minha graduação.

Ao Milo, por toda a ajuda e ensinamentos técnicos.

Ao Flavinho, por todos os ensinamentos no LACAM.

Ao Rodrigo Loureiro e ao Pablo Leão, pela parceria no LACAM e por todas as valiosas dicas.

Ao Oliveira, por toda a ajuda prestada em muitos aspectos, incluindo todas as etapas para a obtenção das amostras para propriedades magnéticas.

Ao João Rodrigues, pelos ensinamentos, notadamente sobre textura cristalográfica.

Ao Prof. Andrea Paezano, da Universidade Estadual de Maringá, pela fundição das ligas e medidas magnéticas, e ao Prof. Nélio, do IFCE de Maracanaú, pela laminação das amostras.

Ao Jorge Luiz, pela constante ajuda em todas as minhas dúvidas acadêmicas e a todos os meus colegas do LACAM.

Ao CNPq, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de estudos durante vários semestres. Aos laboratórios da UFC: LACAM, LPC e LPTS.

À Central Analítica UFC/CT-INFRA-FINEP/Pro-Equipamentos-CAPES/CNPq-SisNano-MCTI 2020, onde a caracterização microestrutural foi realizada. Capes, INCT e FUNCAP.

À Larissa de Sousa Oliveira, minha noiva. Muito obrigado por estar ao meu lado durante todos os momentos da minha vida.

RESUMO

O desenvolvimento de novos materiais, como os aços, é fundamental para atender a demanda, advinda do progresso tecnológico, por novos produtos, materiais e equipamentos. Nesse contexto, é possível citar os estudos relacionados ao desenvolvimento de aços maraging com novas composições, visando a reduzir custos e a manter a qualidade e a eficiência desse material. Como exemplo, cita-se o desenvolvimento de aços maraging sem cobalto devido ao aumento de preço desse elemento ao final dos anos 70. Em vista do exposto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar se a presença de nióbio em três diferentes teores afeta a microestrutura, a dureza e as propriedades magnéticas dos aços maraging 18Ni. A metodologia adotada consistiu no estudo das características microestruturais e magnéticas apresentadas por aços maraging contendo, em sua composição, teores de Nb iguais a 0,5, 1,0 e 1,5. Esse estudo foi realizado por meio da análise dos resultados obtidos a partir das seguintes técnicas experimentais: microscopia eletrônica de varredura, medição de dureza Vickers e por meio da determinação das curvas de histerese magnética. Os resultados obtidos, para as condições de obtenção e de processamento termomecânico utilizados, indicaram que a presença de nióbio em três diferentes teores pode ser associada com o surgimento de características microestruturais e magnéticas não desejadas, por exemplo, endurecimento magnético e surgimento de inclusões. Contudo, tendo em vista o potencial do Nb para substituir o Ti como elemento de liga nos aços maraging, torna-se importante compreender melhor as composições estudadas nesse trabalho. Essa compreensão é importante para que sejam desenvolvidos materiais apresentando características microestruturais e magnéticas mais semelhantes aos aços maraging 18Ni(250), 18Ni(300) e 18Ni(350), mas que contenham Nb como elemento de liga.

Palavras-chave: Maraging. Nióbio. Propriedades Magnéticas.

ABSTRACT

The development of new materials, such as steel, is essential to meet the demand, arising from technological progress, for new products, materials and equipment. In this context, it is possible to mention the studies related to the development of maraging steels with new compositions, aiming to reduce costs and maintain the quality and efficiency of this material. As an example, the development of cobalt-free maraging steels is cited due to the increase in the price of this element at the end of the 70s. Hence, this study aimed to evaluate whether the presence of niobium at three different levels affects the microstructure, hardness and magnetic properties of 18Ni maraging steels. The adopted methodology consisted of the study of the microstructural and magnetic characteristics presented by maraging steels containing, in their composition, Nb contents equal to 0.5, 1.0 and 1.5. This study was carried out by analyzing the results obtained from the following experimental techniques: scanning electron microscopy, Vickers hardness measurement and by determining the magnetic hysteresis curves. The results obtained, for the conditions of production and of thermomechanical processing used, indicated that the presence of niobium in three different contents can be associated with the appearance of unwanted microstructural and magnetic characteristics, for example, magnetic hardening and the appearance of inclusions. However, considering the potential of Nb to replace Ti as an alloying element in maraging steels, it is important to better understand the compositions studied in this work. This understanding is important for the development of materials with microstructural and magnetic characteristics more similar to 18Ni(250), 18Ni(300) and 18Ni(350) maraging steels, but which contain Nb as an alloying element.

Keywords: Maraging. Niobium. Magnetic Properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Tenacidade vs. Tensão de escoamento para aços de alta resistência.....	15
Figura 2 – Composições químicas usuais dos aços maraging 18%Ni das classes 200, 250, 300 e 350	16
Figura 3 – Diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni	17
Figura 4 – Curva T.T.T dos precipitados nos aços Maraging.....	18
Figura 5 – Influência dos elementos de liga nas propriedades mecânicas dos aços maraging. 19	
Figura 6 – Micrografia de aço maraging ligado com 2% Nb (a) e espectro de raios-x obtidos do precipitado rico em Nb (b)	20
Figura 7 – Dureza dos aços maraging 250, 300 e 350.....	21
Figura 8 – Dureza do aço maraging 250 versus tempo de envelhecimento para várias temperaturas	22
Figura 9 – Dureza do aço maraging classe 300 versus tempo de envelhecimento para várias temperaturas	24
Figura 10 – Resposta de endurecimento do aço maraging 350 sujeito a envelhecimento em diferentes temperaturas.....	25
Figura 11 – Esquema mostrando a distribuição dos cristais de forma (a) aleatória e (b) preferencial.....	26
Figura 12 – Relação entre o sistema de coordenadas da amostra XYZ e o sistema de coordenadas do cristal [100],[010],[001]	27
Figura 13 – Projeção estereográfica	29
Figura 14 – Esquema ilustrando como as rotações ϕ_1 , Φ e ϕ_2 produzem a rotação entre o sistema de coordenadas do cristal a partir do sistema de coordenadas da amostra.....	30
Figura 15 – Representação de uma orientação (g) no espaço de Euler	30
Figura 16 – Representação da equação fundamental para inversão da figura de polo.....	32
Figura 17 – Representação do espaço de Euler com fibras e orientações comuns no estudo da textura cristalográfica	33
Figura 18 – Ábaco para a seção $\phi_2 = 45^\circ$	34
Figura 19 – representação esquemática de uma placa laminada mostrando componentes de textura comuns em materiais CCC laminados.....	37
Figura 20 – Seção da FDOC de aço IF microligado com Nb e Ti laminado a frio com 90% de redução, mostrando a distribuição das intensidades das fibras α e γ	38
Figura 21 – FDOC's do aço maraging 350 laminado com 80% (a) e 90% (b) de redução.....	39
Figura 22 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 350 submetidas a 90% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C (a), 480 °C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)	39
Figura 23 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 300 submetidas a 90% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C (a), 480 °C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)	39
Figura 24 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 350 submetidas a 80% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C (a), 480 °C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)	40
Figura 25 – FDOC's em seções de $\phi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio e (a) R40%, (b) R60%, (c) R80%, (d) R90% de redução na espessura.....	41
Figura 26 – FDOC's em seções de $\phi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio com redução de 80% de espessura e envelhecimento a 480 °C durante (a) 3 horas e (b) 6 horas	42
Figura 27 – Representação esquemática de uma balança de torção.....	44
Figura 28 – Linhas de campo visualizadas por meio de limalhas de ferro.....	45
Figura 29 – Barra magnetizada em um campo uniforme	46

Figura 30 – Esquema da ‘sobreposição’ de ímãs.....	47
Figura 31 – Representação do campo de um dipolo magnético	48
Figura 32 – Circuitos para magnetização de uma amostra em forma de anel.....	48
Figura 33 – Curvas de magnetização típicas	55
Figura 34 – Curvas de magnetização.....	56
Figura 35 – Curvas de magnetização para diferentes materiais	56
Figura 36 – Curvas de magnetização para Fe, Ni e Co. (O eixo H é apenas esquemático)	57
Figura 37 – Curvas de magnetização para monocristais de (a) Fe e de (b) Ni.....	58
Figura 38 – Processo de magnetização em materiais ferromagnéticos	60
Figura 39 – Magnetização de saturação (a) e força coerciva (b) para aço maraging 300 solubilizado e envelhecido	61
Figura 40 – Magnetização de saturação (a) e força coerciva (b) para aço maraging 350 solubilizado e envelhecido	62
Figura 41 – Força coerciva (a) e magnetização de saturação (b) em função do tempo de envelhecimento para 18Ni 300.....	63
Figura 42 – Magnetização de saturação para 18Ni350 solubilizado e envelhecido.....	63
Figura 43 – Comparação entre as propriedades mecânicas do aço maraging 18Ni(350) convencional com o mesmo aço com a adição de 2%Nb.....	64
Figura 44 – Representação esquemática do ensaio de dureza Vickers.....	65
Figura 45 – Representação esquemática do método de Schulz para determinação das figuras de polo por meio da difração dos raios-x	67
Figura 46 – Representação esquemática da configuração de um VSM	70
Figura 47 – Forma simplificada de um VSM.....	71
Figura 48 – Representação esquemática das nomenclaturas empregadas para as amostras submetidas a cada etapa do presente trabalho	75
Figura 49 – Micrografias ópticas mostrando os grupos estudados na condição solubilizada e polida em sílica coloidal.....	80
Figura 50 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos BSE a) e SE b).....	81
Figura 51 – Micrografias eletrônicas do grupo 1,0-Nb(S820) mostrando o sinal BSE a), o sinal SE b), os mapas de EDS c) e a imagem SE sobreposta pelos mapas d).....	82
Figura 52 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos BSE a) e SE b) do grupo 1,0-Nb(S820) após o polimento.....	83
Figura 53 – Micrografias eletrônicas de varredura do grupo 1,0-Nb(S820) após ataque químico em Nital 2% BSE a) e SE b).....	84
Figura 54 – Região 1 - micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) polida (a), mapas de EDS (b), histograma do tamanho medido dos precipitados (c) e informações estatísticas da distribuição de tamanhos (d).....	85
Figura 55 – Região 2 - micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) polida (a), mapas de EDS (b), histograma do tamanho medido dos precipitados (c) e informações estatísticas da distribuição de tamanhos (d).....	86
Figura 56 – Micrografias em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) atacada quimicamente com Nital 2% e histogramas de distribuição de tamanho dos precipitados, juntamente a dados estatísticos relativos à medição	87
Figura 57 – Micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) após ataque químico em nital 2%.....	88
Figura 58 – Micrografias eletrônicas de varredura utilizando os modos SE a) e BSE b) para a amostra 0,5-Nb(S820) atacada em nital 2%.....	89
Figura 59 – Micrografias obtidas em MEV utilizando os modos SE a) e BSE b) em maior magnificação para o grupo 0,5-Nb(S820) atacado em nital 2%.....	90

Figura 60 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos SE a) e BSE b) em menor magnificação para o grupo 0,5-Nb(S820) atacado por imersão com nital 2%.....	90
Figura 61 – Curvas de dureza Vickers para as amostras na condição solubilizada a 820 °C por 15 minutos	91
Figura 62 – Curvas de Dureza HV1 para os grupos 0,5-Nb, 1,0-Nb e 1,5-Nb submetidos aos tratamentos termomecânicos de solubilização, laminação e envelhecimento	93
Figura 63 – Difrátogramas das amostras na condição solubilizada a 820 °C por 15 minutos .	95
Figura 64 – representação do procedimento utilizado para calcular o parâmetro de rede dos grupos estudados na condição solubilizada a 820 °C durante 15 min: a) 0,5-Nb(S820), b) 1,0-Nb(S820) e c) 1,5-Nb(S820)	96
Figura 65 – Parâmetros de rede das amostras solubilizadas a 820 °C por 15 minutos	96
Figura 66 – Figuras de polos para as amostras a) 0,5-Nb, b) 1,0-Nb e c) 1,5-Nb solubilizadas a 820 °C por 15 minutos.....	97
Figura 67 - Seções em $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC's das amostras solubilizadas a 820 °C por 15 minutos: a) 0,5-Nb(S820), b) 1,0-Nb(S820) e c) 1,5-Nb(S820)	98
Figura 68 – Difrátogramas das amostras na condição laminada a frio.....	100
Figura 69 – Seções em $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras laminadas a frio: a) 0,5-Nb(S820_R78), b) 1,0-Nb(S820_R88) e c) 1,5-Nb(S820_R88)	100
Figura 70 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra gama.....	101
Figura 71 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra alfa	102
Figura 72 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra theta.....	102
Figura 73 – Propriedades magnéticas obtidas a partir das curvas de histerese: remanência (Mr), magnetização de saturação (Ms) e força coerciva (Hc).....	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais componentes de textura e suas intensidades em aço maraging 350 laminado a frio em diferentes graus de redução (R).....	41
Tabela 2 – Principais componentes de textura e suas intensidades em aço 18Ni(350) laminado a frio e envelhecido a 480 °C	42
Tabela 3 – Comportamento relativo das quantidades $\phi_{observado}$ e ϕ_p	49
Tabela 4 – Classificação dos materiais utilizando a suscetibilidade e a permeabilidade	54
Tabela 5 – Composição química dos materiais em estudo (% em massa)	74
Tabela 6 – Dimensões das amostras utilizadas no presente trabalho	76

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 Aços maraging	15
2.2 Fabricação dos aços maraging	20
2.3 Dureza dos aços maraging	21
2.3 Textura Cristalográfica	25
2.3.1 Representações da Textura	26
2.3.1.1 Matriz de Rotação.....	26
2.3.1.2 Figuras de Polos	28
2.3.1.3 Ângulos e Espaço de Euler.....	29
2.3.1.4 Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC).....	31
2.3.1.5 Método zero-range.....	34
2.3.2 Textura Cristalográfica nos aços maraging.....	37
2.4 Propriedades magnéticas	43
2.4.1 Sistema de unidades cgs-emu	43
2.4.2 Momento Magnético	46
2.4.3 Intensidade de magnetização ou magnetização	47
2.4.4 Dipolos Magnéticos.....	48
2.4.5 Materiais Magnéticos	48
2.4.6 Susceptibilidade e permeabilidade magnética.....	53
2.4.7 Curvas de magnetização	54
2.4.8 Materiais Ferromagnéticos	57
2.4.9 Anisotropia magnética	58
2.4.10 Domínios magnéticos	59
2.4.11 Propriedades magnéticas dos aços maraging.....	60
2.5 Porque estudar novas composições do aço maraging.....	64
2.6 Técnicas de Análise	65
2.6.1 Ensaio de dureza Vickers.....	65
2.6.2 Difração de raios-X e medidas de macrotextura	66
2.6.2.1 Determinação do parâmetro de rede.....	69
2.6.3 Medições das propriedades magnéticas.....	70
2.6.3.1 Correção devido ao campo desmagnetizante	72
3 MATERIAL E MÉTODOS.....	73
3.1 Material.....	74
3.2 Preparação metalográfica	75
3.3 Medição de dureza Vickers.....	76
3.4 Tratamento térmico.....	76
3.5 Laminação	77
3.6 Microscopia óptica	77
3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS	77
3.8 Difração de raios-x e determinação da macrotextura cristalográfica	78
3.9 Propriedades magnéticas	79
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	79
4.1 Microscopia óptica e eletrônica de varredura.....	79
4.2 Ensaio de Dureza	91
4.3 Difração de Raios-x e Macrotextura Cristalográfica.....	94
4.4 Propriedades magnéticas	103

5 CONCLUSÃO.....	105
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	107

1 INTRODUÇÃO

Constantemente, com o desenvolvimento da sociedade, cresce a demanda por novos produtos, materiais e equipamentos que possam melhorar a qualidade de vida do homem e possibilitar maior relação custo/benefício nas atividades por ele realizadas. Assim, o desenvolvimento de novos materiais, como os aços, é fundamental para o progresso tecnológico. Dentre estes, é possível citar os aços maraging desenvolvidos para aplicações em que as exigências de tenacidade, por exemplo, não eram atingidas por aços convencionais adequados do ponto de vista da resistência mecânica. Assim, os aços maraging apresentam aplicações que vão desde vasos de alta pressão, componentes aeronáuticos, estojos de mísseis, rotores de motores elétricos até equipamentos esportivos.

Tais aplicações são viabilizadas em razão da boa conformabilidade no estado solubilizado e da alta capacidade de endurecimento por precipitação. Essas características são decorrentes do baixo teor de carbono e do alto teor de níquel, que possibilitam a formação por cisalhamento de martensita macia com alta densidade de discordâncias.

Nesse contexto, o desenvolvimento dos aços maraging foi iniciado por C. G. Bieber no final da década de 50 e apresentavam combinação de Ni (25% ou 20%) com Al, Ti e Nb para possibilitar o endurecimento por precipitação. Posteriormente, observou-se que a combinação de Co e Mo produzia maior endurecimento e foram desenvolvidas ligas quaternárias Ni-Co-Mo-Ti (FLOREEN, 1968).

Assim, a continuidade do estudo e do desenvolvimento de aços maraging com novas composições é importante para viabilizar a redução de custos mantendo a qualidade e a eficiência desse material. Como exemplo, é possível citar o desenvolvimento de aços maraging sem Co em decorrência dos altos preços desse elemento no final dos anos 70 (SHA; GUO, 2009), crescendo de \$ 4.859 até \$ 72.378, por tonelada, entre os anos 1970 e 1979 (METALARY, 2020).

Portanto, o presente estudo intenciona avaliar, comparativamente aos aços maraging ligados com Ti, se a presença de nióbio em três diferentes teores afeta a microestrutura, a dureza e as propriedades magnéticas dos aços maraging 18Ni. Isso foi feito por meio de microscopia eletrônica de varredura, medição de dureza Vickers e por meio da determinação das curvas de histerese magnética em aços maraging, submetidos a tratamentos termomecânicos, com 0,5, 1,0 e 1,5 por cento em massa de Nb. A caracterização dessas propriedades é importante para a aplicação desses aços em rotores de motores elétricos de ultra-alta rotação e em motores de histerese. Além disso, o estudo da textura cristalográfica é realizado paralelamente visto que esta influencia as propriedades magnéticas, o que ocorre

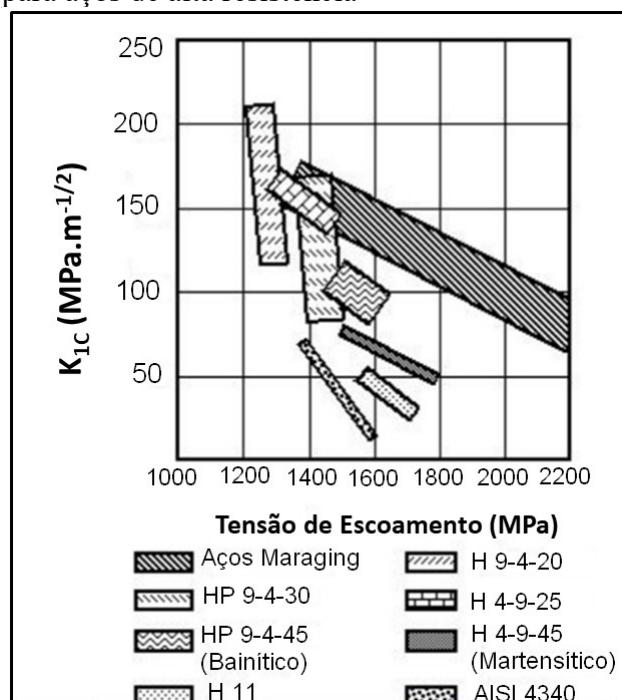
devido ao fato de qualquer propriedade dependente da orientação em nível monocristalino ser dependente da textura cristalográfica em nível policristalino.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços maraging

Os aços maraging são ligas quaternárias de Ni-Co-Mo-Ti que recebem esse nome devido ao fato de apresentarem uma matriz martensítica (*MARtensite*) endurecível por envelhecimento (*AGING*). Esses aços altamente ligados possuem importância estratégica em diversos setores industriais, pois, quando comparados com outros aços de alta resistência, apresentam excelente combinação entre resistência mecânica e tenacidade, como é possível observar na Figura 1. Assim, os aços maraging encontram aplicações em estruturas que exigem alta relação entre resistência mecânica e peso. Como exemplo, é possível citar que eles são aplicados em vasos de pressão, em componentes aeronáuticos e em rotores de motores elétricos.

Figura 1 – Tenacidade vs. Tensão de escoamento para aços de alta resistência



Fonte: (MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, 1974).

Na década de 60, ocorreu o desenvolvimento dessa família de aços, quando foram estudadas, por Clarence George Bieber, ligas com Fe e Ni. Entretanto, o principal desenvolvimento, do ponto de vista da importância tecnológica, consistiu na obtenção de considerável endurecimento por precipitação por meio da adição simultânea de cobalto e molibdênio (SANTANA, 2017). Nesse contexto, os primeiros aços maraging apresentavam 18, 20 ou 25% de níquel, entretanto os primeiros podiam ser tratados termicamente de forma mais simples, sob o aspecto das etapas necessárias, e mostraram melhor compromisso entre resistência mecânica e tenacidade. Conseqüentemente, formam as classes de maraging mais utilizadas atualmente, apresentando-se nas classes 200, 250, 300 e 350. Esses valores representam os limites de resistência em ksi, obtidos por meio da variação do teor dos elementos de liga adicionados, e as composições químicas usuais de cada uma dessas classes são dadas na Figura 2.

Figura 2 – Composições química usuais dos aços maraging 18%Ni das classes 200, 250, 300 e 350

Aço	Ni [%]	Co [%]	Mo [%]	Al [%]	Ti [%]
18Ni (200)	17 – 19	8 – 9	3 – 3,5	0,05 – 0,15	0,15 – 0,25
18Ni (250)	17 – 19	7 – 8,5	4,6 – 5,2	0,05 – 0,15	0,3 – 0,5
18Ni (300)	17 – 19	8,5 – 9,5	4,6 – 5,2	0,05 – 0,15	0,5 – 0,8
18Ni (350)	17,5 – 18,5	12 – 12,5	3,8 – 4,6	0,10 – 0,15	1,4 – 1,7

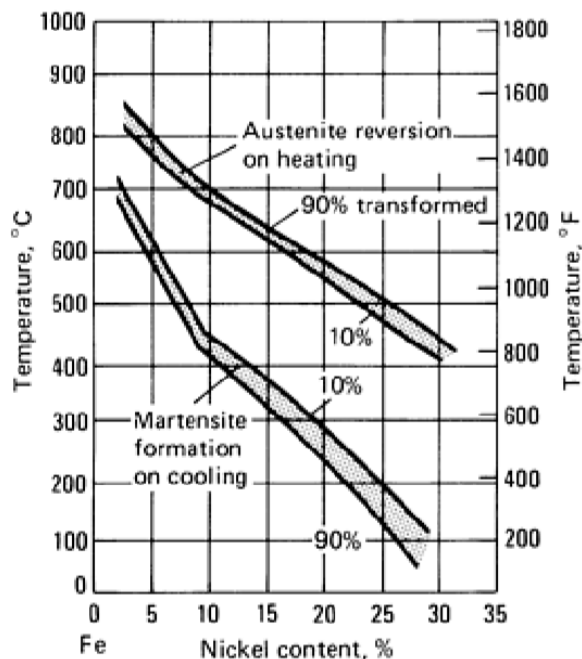
Fonte: (MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, 1974).

Nesses aços, o carbono é mantido em níveis muito baixos, podendo ser considerado como uma impureza, para evitar a formação de carboneto de titânio (TiC) que pode prejudicar a resistência, a ductilidade e a tenacidade. Conseqüentemente, a martensita de baixo teor de carbono, formada após a solubilização, apresenta dureza entre 30 e 35 HRC, facilitando a usinagem de formas complexas. Destaca-se que, devido aos altos teores de níquel, a martensita é formada nos aços maraging mesmo a baixas taxas de resfriamento (MOURITZ, 2012), sendo a taxa de resfriamento um parâmetro não importante para a formação da estrutura martensítica (MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, 1974).

Para a obtenção das propriedades finais, esses aços são submetidos a tratamento térmico de envelhecimento. O recomendado para os aços maraging 18Ni consiste na solubilização por $815 \pm 10^\circ\text{C}$ por um mínimo de 15 a 30 minutos para cada 1,3 mm de espessura, situação na qual, devido à pequena quantidade de carbono e ao alto teor de níquel, o aço encontra-se macio e conformável a frio, como pode ser comprovado pela faixa de dureza apresentada no parágrafo anterior; seguido de envelhecimento a $480 \pm 10^\circ\text{C}$ por um período de 3 a 6 horas (FLOREEN, 1968).

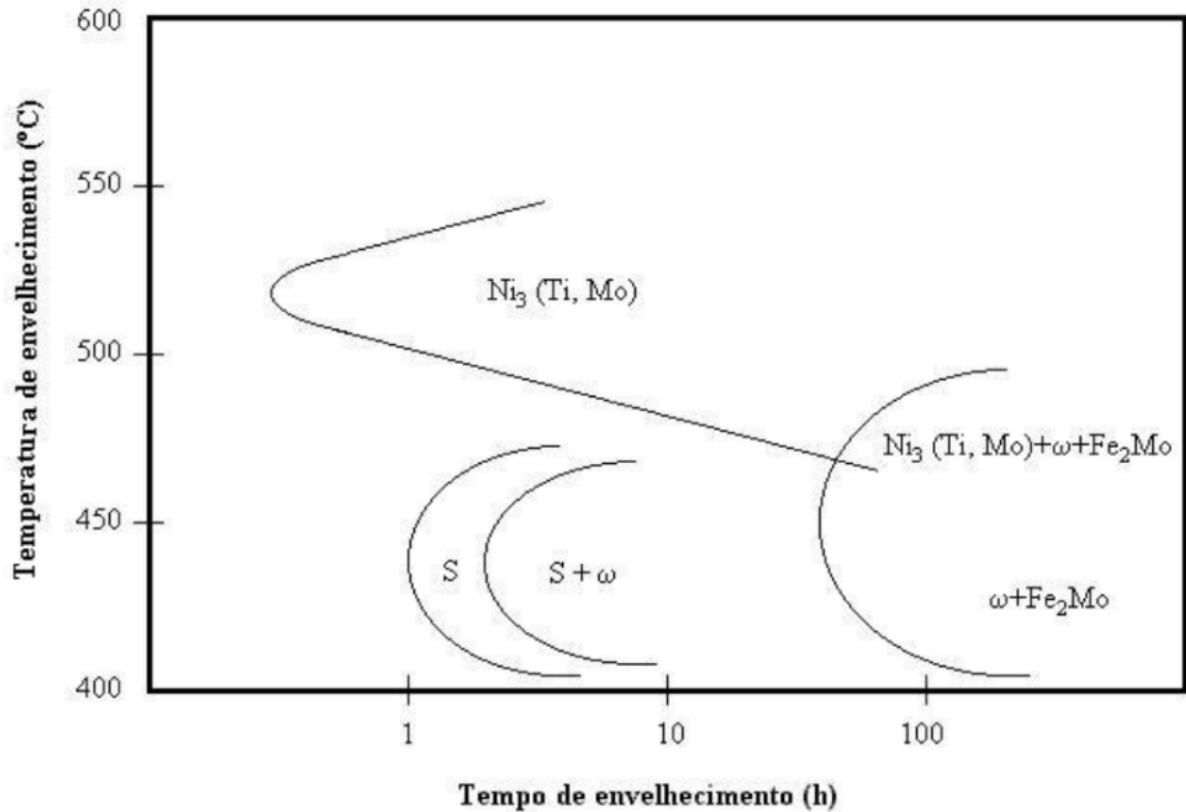
Para melhor entendimento das transformações que ocorrem durante esses tratamentos térmicos, é necessário analisar o diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni e o diagrama Temperatura-Tempo-Transformação (T.T.T) dos precipitados. Assim, a Figura 3 apresenta o diagrama de transformação metaestável, permitindo observar-se a ausência de transformações, durante o resfriamento, até que a temperatura de início de formação da martensita é atingida (M_s). Conseqüentemente, estrutura completamente martensítica pode ser obtida mesmo para baixas taxas de resfriamento. A martensita assim obtida, geralmente, apresenta baixo teor de carbono, estrutura cúbica de corpo centrado e a morfologia de ripas, contendo alta densidade de discordâncias. Já na Figura 4, a curva T.T.T mostra a formação de precipitados que, por serem coerentes com a matriz, finos e uniformemente distribuídos, possibilitam o envelhecimento desses aços.

Figura 3 – Diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni



Fonte: (LANG FH; KENYON N, 1971).

Figura 4 – Curva T.T.T dos precipitados nos aços Maraging



Fonte: (TEWARI et al., 2000).

Como é possível observar na Figura 2, os teores dos elementos de liga variam de acordo com a classe de maraging considerado. Tais elementos são determinantes para a obtenção de endurecimento por precipitação nessa classe de aços e podem ser classificados, segundo o nível de endurecimento que proporcionam, como: fortes (Ti), moderados (Al, Nb, Mo, Si) e fracos (Co) (MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, 1974). Ademais, as discordâncias presentes na matriz martensítica constituem meio propício para o aprisionamento de precipitados, como Fe_2Mo , Ni_3Ti , Ni_3Mo , Fe_2Ti , Fe_7Mo_6 , $FeMo$ e $FeTi$, alguns dos quais podem ser observados na Figura 4. Dentre os vários elementos de liga, cabe destacar o papel dos seguintes, segundo (SANTANA, 2017) e (CONE, 2009):

- Níquel: forma uma martensita macia e aumenta a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) no resfriamento.
- Molibdênio: aumenta a resistência por meio da formação de precipitados no envelhecimento (Ni_3Mo), diminui o coeficiente de difusão de outros elementos de liga, minimizando a formação de precipitados nos contornos de grão, e atua como refinador de grão. Também reduz a temperatura M_s .

- Cobalto: aumenta a temperatura M_s , reduz a solubilidade do molibdênio na matriz, aumentando a quantidade de Ni_3Mo formado, e melhora a dureza a quente da liga.
- Titânio: contribui para o aumento da dureza, por meio da formação de Ni_3Ti , e permite eliminar carbono e nitrogênio em solução na matriz martensítica.

Portanto, essas características dos elementos de liga podem ser usadas para explicar o efeito que eles apresentam nas propriedades mecânicas dos aços maraging, como pode ser visto na Figura 5.

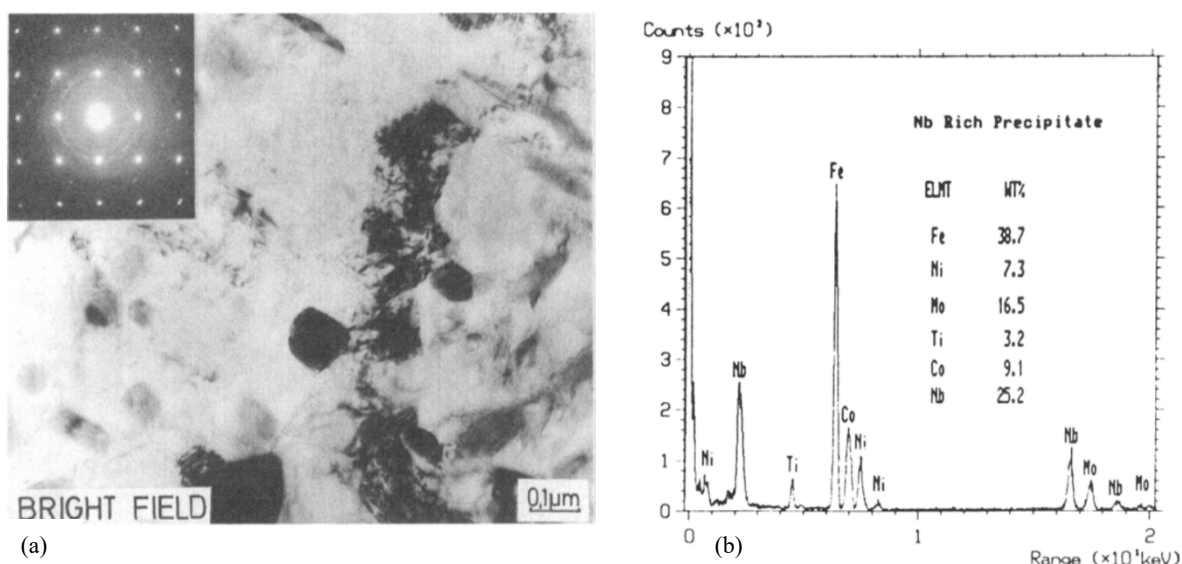
Figura 5 – Influência dos elementos de liga nas propriedades mecânicas dos aços maraging

Elemento	(%) em peso	Nível presente	Efeito
Níquel	17 – 19	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) resist. mecânica $M_s(\uparrow)$, produz $\gamma_{resfr.} \rightarrow$ tenacidade e resist. (↓)
Cobalto	7 – 9,5	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) indiretamente resist. mecânica (↑) resist. (↓) tenacidade
Molibdênio	3,0 – 5,2	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) Resistência mecânica (↑) resist. (↓) tenacidade
Titânio	0,1 – 0,8	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	(↓) resistência mecânica (↓) tenacidade

Fonte: (LINNERT, 1994).

Abordando o papel do nióbio como elemento de liga, deve ser levado em conta que ele forma intermetálicos com a maioria dos outros elementos presentes nos aços maraging (AHMED et al., 1994a). Nesse trabalho, os autores, ao avaliar o efeito da adição de 2% Nb ao aço maraging 18Ni(350), cuja composição é semelhante à mostrada na Figura 2; observaram que esse elemento proporciona aumento de dureza sem comprometer a tenacidade, atua como estabilizador da austenita, além de formar precipitados ricos em Nb uniformemente distribuídos na matriz.

Figura 6 – Micrografia de aço maraging ligado com 2% Nb (a) e espectro de raios-x obtidos do precipitado rico em Nb (b)



Fonte: (AHMED et al., 1994a).

A Figura 6(a) mostra a presença de precipitados ricos em Nb com aproximadamente 100 nm de diâmetro, além dos precipitados Ni_3Ti e Ni_2Mo , uniformemente distribuídos na matriz martensítica (AHMED et al., 1994a). A Figura 6(b) mostra que esses precipitados são ricos em Nb e Mo, enquanto os teores de Ni e Co são menores em relação à matriz.

2.2 Fabricação dos aços maraging

Os aços maraging podem ser produzidos por meio do processo VIM (Vacuum Induction Melt) seguido pelo processo VAR (Vacuum Arc Remelt) (HARA; FUJITA, 2004). Esses processos são empregados para manter o percentual em massa de Carbono e outros elementos prejudiciais (O, N e S) em níveis baixos (ARABI; DIVANDARI; HOSSEINI, 2006). O processo VAR é utilizado para produzir aços maraging com microestrutura uniforme (baixa segregação) (HARA; FUJITA, 2004), causando a fragmentação de inclusões em partículas menores, a decomposição química e a liberação de gases dos elementos que compõem essas partículas (ELMI HOSEINI; ARABI; RAZAVIZADEH, 2008). Além disso, as inclusões não-metálicas permanecem presentes após processos de forjamento a quente e tratamentos térmicos realizados após o VAR (HARA; FUJITA, 2004).

Nos aços maraging, dentre as inclusões que podem estar presentes, TiC, Ti₂S e Ti(CN) foram identificadas por (ARABI; DIVANDARI; HOSSEINI, 2006). Sendo apresentado, nesse trabalho, que as inclusões presentes TiC e Ti(CN) apresentam forma poligonal ou esférica com tamanho entre 3 e 5 micrômetros, além de outras TiC com menor tamanho (1-2 micrômetros) (ARABI; DIVANDARI; HOSSEINI, 2006).

Passando da análise das inclusões para a observação dos fenômenos de segregação que ocorrem nos aços maraging fabricados conforme apresentado no início dessa seção. Foi observado, para a classe 250, que os principais elementos de liga (Ni, Co e Mo) segregaram na fase líquida durante o processo de solidificação, sendo o Mo aquele que sofreu segregação mais severa e o Co a menos severa, esse resultado foi obtido por meio da diferença de concentração desses elementos entre as regiões dendríticas e interdendríticas (LEE et al., 2020). No mesmo trabalho, os autores observaram que a segregação afetou a recristalização durante a deformação a quente (1200 °C), favorecendo a formação de uma microestrutura composta por blocos finos e grosseiros de martensita.

2.3 Dureza dos aços maraging

A dureza dos aços maraging é uma propriedade importante pois está diretamente relacionada com os limites de resistência e de escoamento, fundamentais na determinação das aplicações desses materiais. Assim, é importante analisar como esta propriedade comporta-se em função do tratamento térmico ao qual o aço é submetido. Serão apresentadas as durezas e as curvas de envelhecimento para os maraging das classes 250, 300 e 350, e o motivo para tal escolha ficará claro quando forem apresentadas as composições dos materiais em estudo no presente trabalho.

Figura 7 – Dureza dos aços maraging 250, 300 e 350

Propriedade	Tratamento*	Classe de Aço Maraging – Mpa (ksi)		
		18Ni1700	18Ni1900	18Ni2400
		18Ni(250)	18Ni(300)	18Ni(350)
Dureza Rockwell C (HR _C)	A	29	32	35
	B	48-50	51-55	56-59

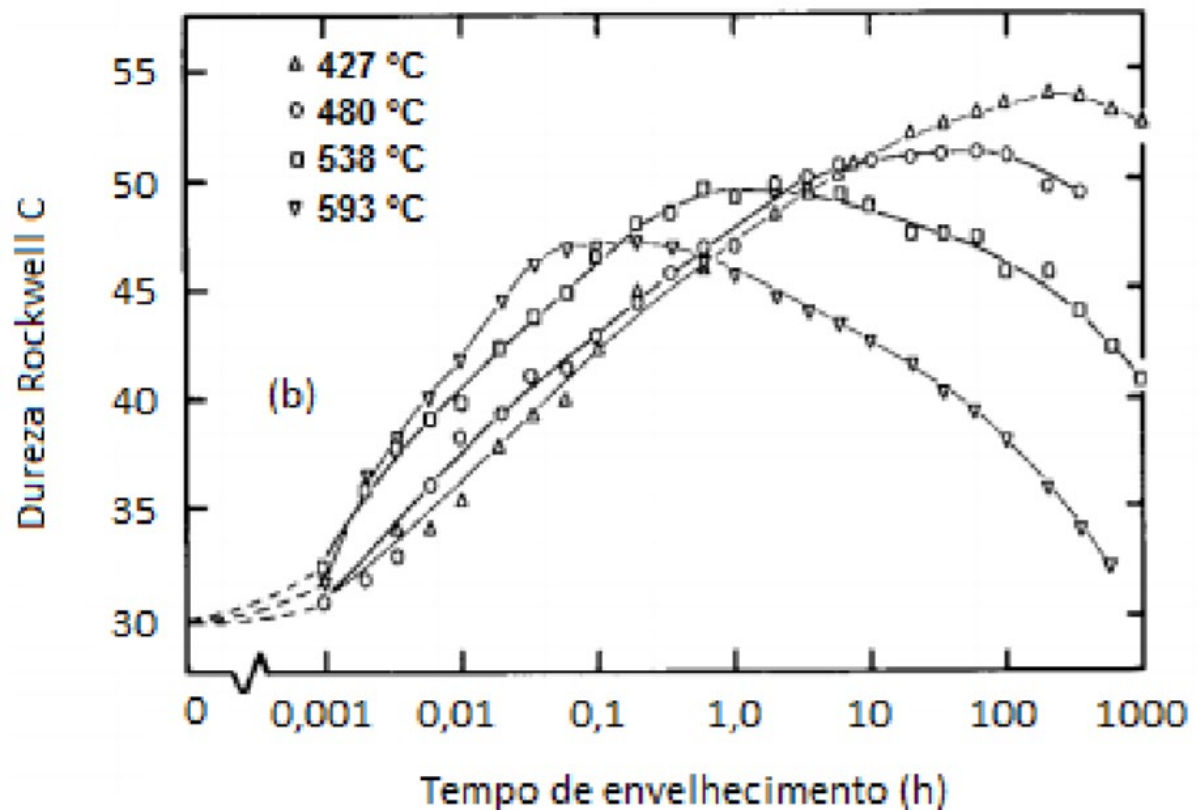
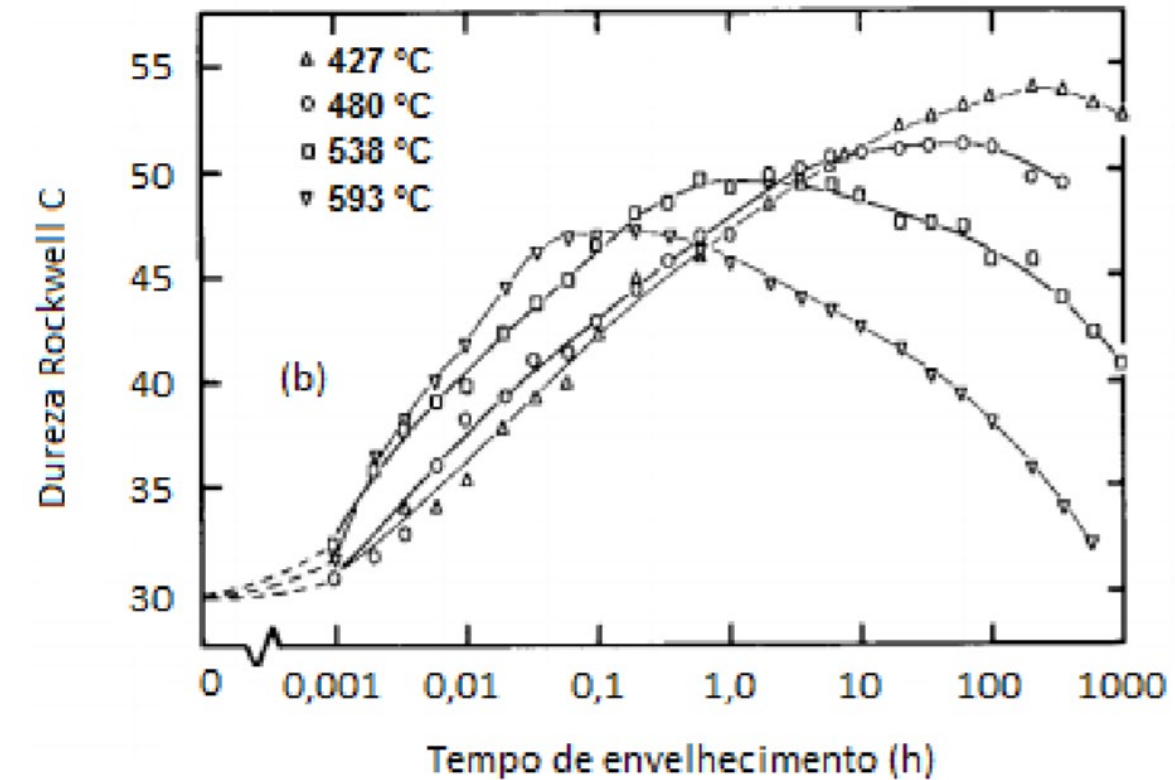
*Tratamento A: solubilização a 820 °C por 1h; e
 *Tratamento B: envelhecimento a 480 °C por 3 h para as classes 1700 e 1900; e por 12 para a classe 2400.

Fonte: INCO (1976, com adaptações).

Nesse contexto, uma das formas para se justificar a versatilidade desses aços é por meio da ampla faixa de valores de dureza, mas também de outras propriedades como a tenacidade, que são possíveis de obter mediante a variação do tratamento de envelhecimento em relação àquele recomendado e apresentado na Figura 7. Essa figura apresenta os valores de Dureza Rockwell C para três classes de maraging nas condições solubilizada e envelhecida. Isto posto, na Figura 8, é possível observar as curvas de envelhecimento (dureza vs. tempo de envelhecimento) para o maraging 250. Nessa figura, observar-se três regiões distintas de envelhecimento, na primeira delas ocorre o aumento expressivo da dureza, que deve estar associado à formação de precipitados finos uniformemente distribuídos na matriz; a segunda etapa corresponde ao valor máximo atingível de dureza, nota-se que esse valor é obtido para tempos maiores à medida que a temperatura de envelhecimento diminui; a terceira etapa consiste na redução de dureza, chamada de superenvelhecimento.

Figura 8 – Dureza do aço maraging 250 versus tempo de envelhecimento para várias

temperaturas

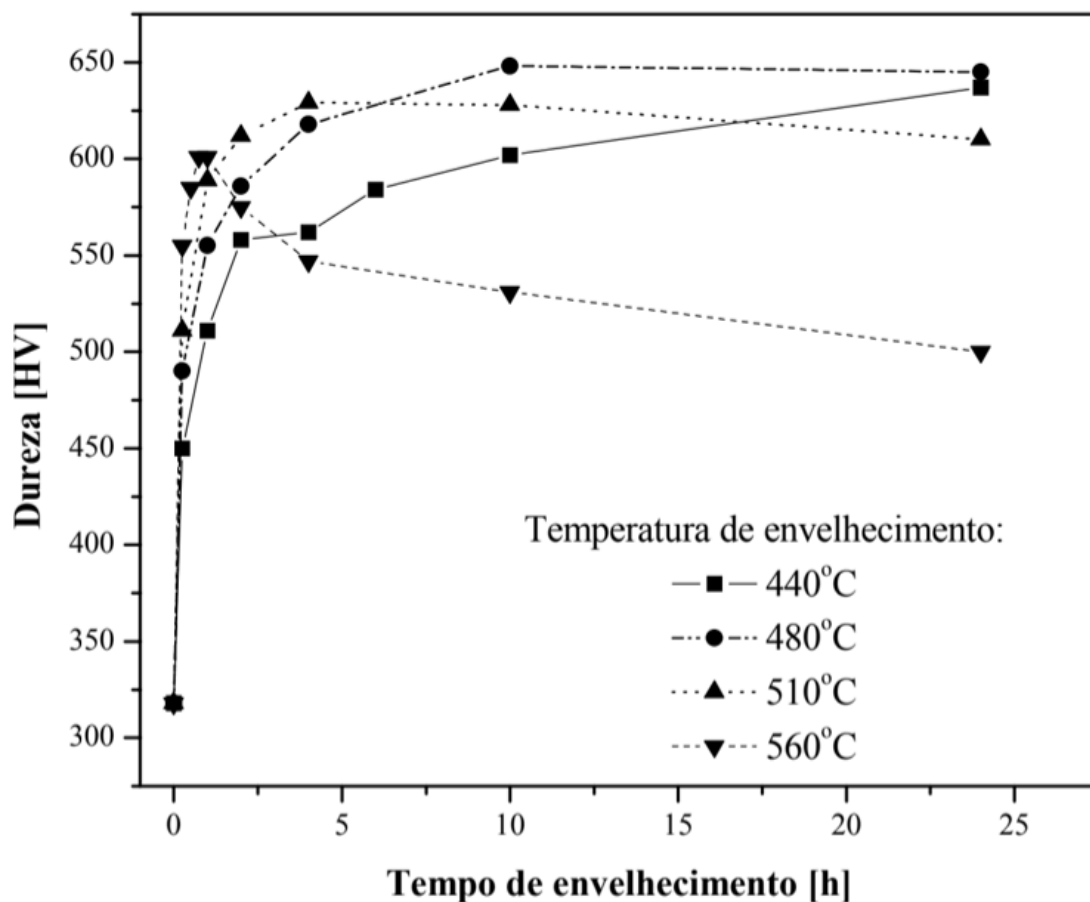


Fonte: (PETERS, D. T.; CUPP, 1966).

Prosseguindo, a curva de envelhecimento para o maraging 300 foi realizada e analisada por Pardal (2012) para as temperaturas de 440 °C, 480 °C, 510 °C e 560 °C, como

pode ser visto na Figura 9. Por meio desta, o autor citado observou que, a 480 °C e a 560°C, os valores máximos de dureza foram de 648 HV, após 10 horas, e de 601 HV, após 1 hora, respectivamente. Para essas duas temperaturas, observa-se que 480 °C proporciona crescimento gradual da dureza, enquanto 560 °C apresenta o pico de dureza para um tempo menor. Isto pode ser justificado por meio dos diferentes precipitados que se formam em cada temperatura. Ainda, a Figura 9 permite observar os valores aproximados de dureza, após cerca de 3 horas de envelhecimento, para as temperaturas de 480 °C e 560 °C como sendo, respectivamente, 577 HV e 574 HV.

Figura 9 – Dureza do aço maraging classe 300 versus tempo de envelhecimento para várias temperaturas

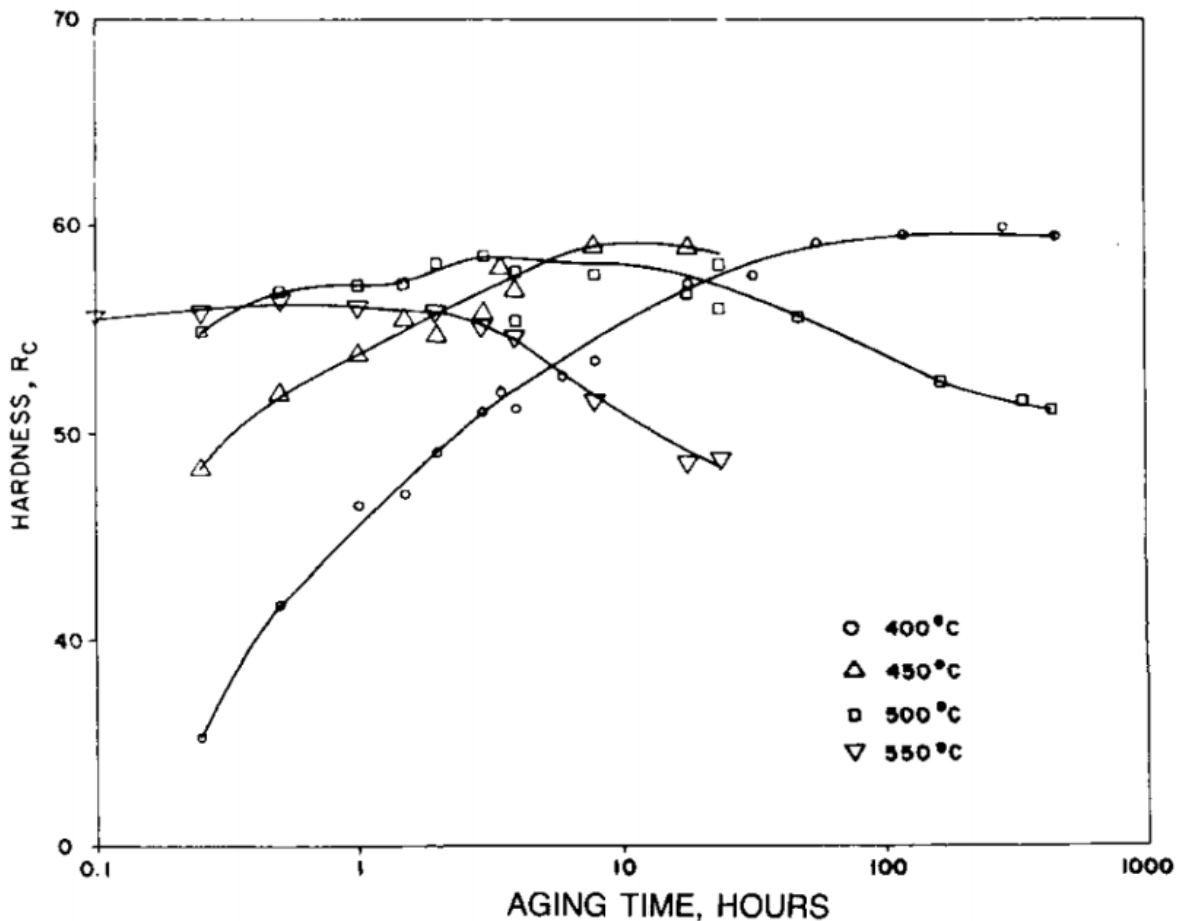


Fonte: (PARDAL, 2012).

Já para o maraging classe 350, Viswanathan, Dey e Asundi (1993) estudaram as curvas de envelhecimento dessa classe nas temperaturas de 400 °C, 450 °C, 500 °C e 550 °C, como pode ser visto na Figura 10. Esses autores observaram que a dureza do material na condição solubilizada foi de 32 RC, juntamente, como indicam as curvas na Figura 10, concluíram a inexistência de um período de nucleação dos precipitados e notaram um comportamento típico de envelhecimento, isto é, obtenção da máxima dureza em tempos progressivamente menores à medida que a temperatura de envelhecimento aumenta. Para a

temperatura de 550 °C, a máxima dureza foi obtida após um tempo de 30 minutos, e o material não apresentou superenvelhecimento por um tempo de até 3 horas. Já a 500 °C e a 450 °C, os picos de dureza foram atingidos, respectivamente, em 3 horas e 10 horas.

Figura 10 – Resposta de endurecimento do aço maraging 350 sujeito a envelhecimento em diferentes temperaturas



Fonte: (VISWANATHAN; DEY; ASUNDI, 1993).

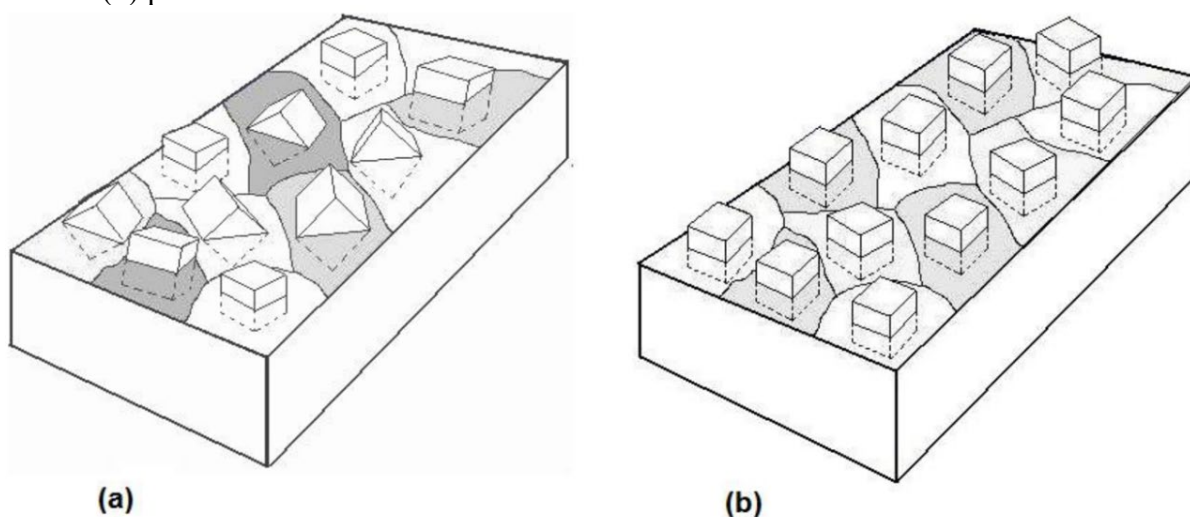
2.3 Textura Cristalográfica

A textura cristalográfica é um fenômeno que se manifesta nos materiais cristalinos. Assim, torna-se importante compreender que estes apresentam seus constituintes básicos, átomos ou moléculas, arranjados periodicamente no espaço, isto é, existe a possibilidade de construir-se toda a estrutura do material por meio de operações discretas de rotação e de translação de uma unidade fundamental, chamada de célula unitária. Além disso, os materiais, em sua maioria, não são formados por cristais distribuídos em apenas uma direção no espaço, entretanto são formados por agregados cristalinos que apresentam diferentes orientações, definindo os grãos. Portanto, pode-se definir textura cristalográfica como sendo a distribuição

não aleatória dos grãos no espaço, em relação a um dado sistema de referência fixo na amostra. Além disso, é importante destacar que a textura cristalográfica, ou seja, a distribuição preferencial dos grãos no material policristalino está diretamente relacionada com a anisotropia das suas propriedades, como o módulo de elasticidade e a permeabilidade magnética.

Para melhor compreensão desse conceito, pode-se observar a distribuição aleatória das orientações dos cristais entre os diferentes grãos de um material policristalino na Figura 11a, representando a ausência de textura. Enquanto, a Figura 11b apresenta os cristais distribuídos de forma preferencial, indicando textura.

Figura 11 – Esquema mostrando a distribuição dos cristais de forma (a) aleatória e (b) preferencial



Fonte: (PADILHA, 2006).

2.3.1 Representações da Textura

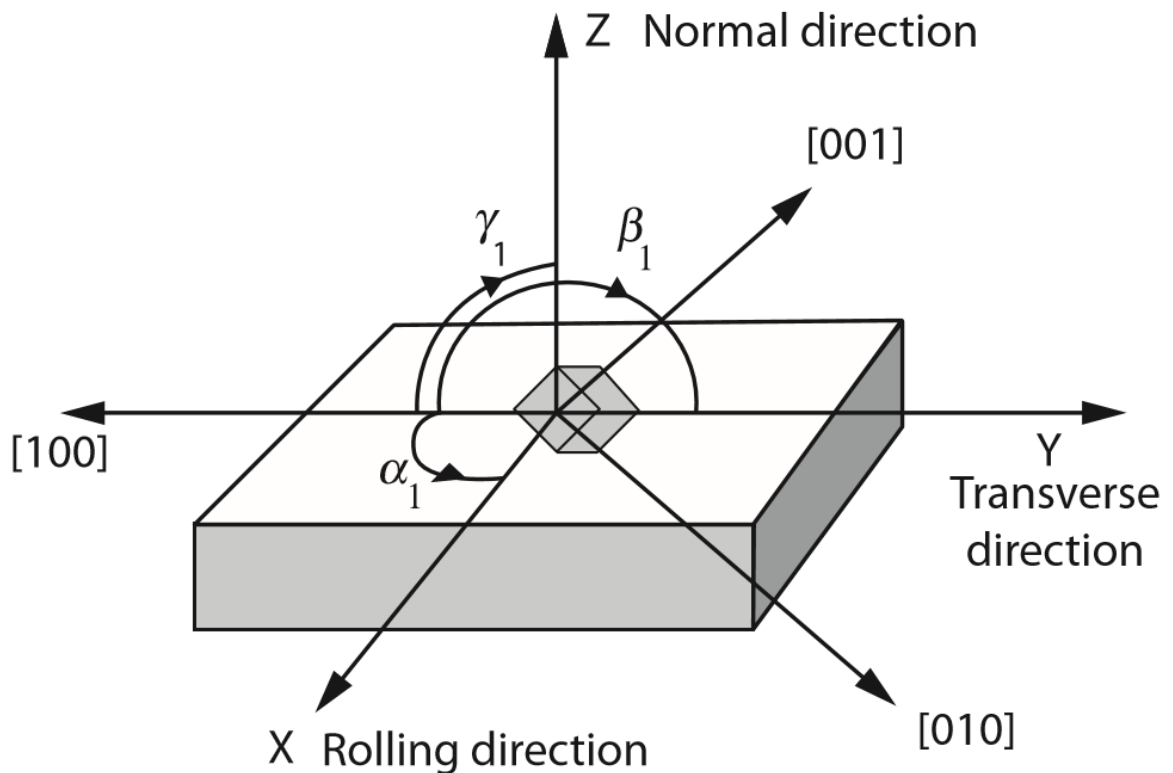
Sendo uma descrição da distribuição das orientações, a representação da textura cristalográfica necessita de uma normatização para a forma de processar e representar tal distribuição. Sendo assim, é possível citar a matriz de rotação, a figura de polo e os ângulos e espaço de Euler como formas de expressar as orientações.

2.3.1.1 Matriz de Rotação

Para a determinação de uma orientação, faz-se necessário escolher dois sistemas de referência, que serão tomados como ortogonais e dextrogiros. Um desses sistemas está relacionado com as características macroscópicas da amostra, é o sistema $S = \{s_1, s_2, s_3\}$. Por exemplo, para o caso de materiais laminados, escolhe-se a direção de laminação (RD), a direção

transversal à direção de laminação (TD) e a direção normal à direção de laminação (ND). Já o outro sistema está fixado ao cristal, é o sistema $C = \{c_1, c_2, c_3\}$. Para sistemas cúbicos, é comum escolher as direções $[100]$, $[010]$ e $[001]$. Isto é resumido e ilustrado na Figura 12, a seguir.

Figura 12 – Relação entre o sistema de coordenadas da amostra XYZ e o sistema de coordenadas do cristal $[100],[010],[001]$



Fonte: (ENGLER; RANDLE, 2008).

Feito isto, pode-se definir uma orientação como sendo a posição do sistema de coordenadas do cristal em relação ao sistema de coordenadas da amostra. Matematicamente:

$$C_c = g \cdot C_s \quad \text{Eq. 1}$$

Nessa equação, C_c , C_s e g são, respectivamente, o sistema de coordenadas do cristal, o sistema de coordenadas da amostra e a orientação.

A orientação g pode ser expressa por meio da matriz de rotação, que corresponde a rotacionar o sistema de coordenadas da amostra de forma a se obter o sistema de referência do cristal. Essa matriz é quadrada e apresenta nove entradas, determinadas pelos cossenos dos ângulos que cada um dos eixos do sistema cristalino forma com cada um dos eixos do sistema

da amostra. Por exemplo, a primeira linha da matriz é formada pelos cossenos dos ângulos α_1 , β_1 e γ_1 , mostrados na Figura 12.

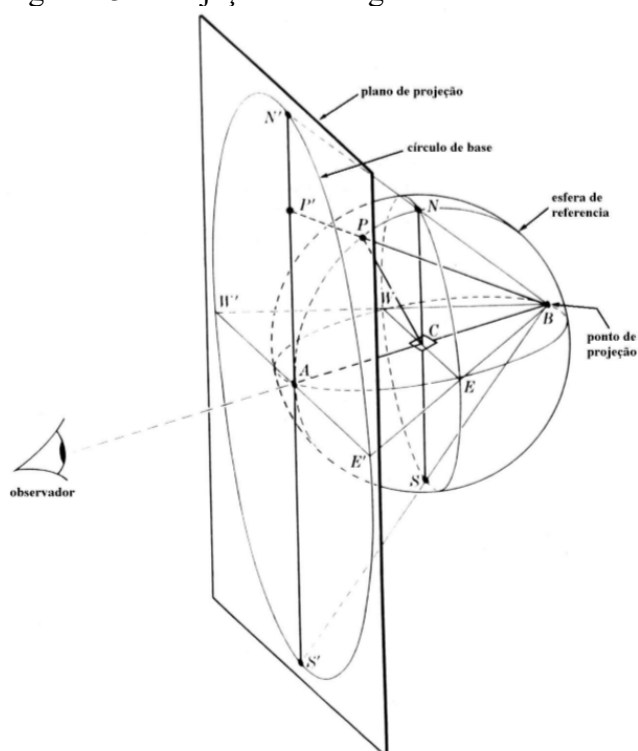
$$g = \begin{pmatrix} \cos \alpha_1 & \cos \beta_1 & \cos \gamma_1 \\ \cos \alpha_2 & \cos \beta_2 & \cos \gamma_2 \\ \cos \alpha_3 & \cos \beta_3 & \cos \gamma_3 \end{pmatrix} \quad \text{Eq. 2}$$

2.3.1.2 Figuras de Polos

Essa forma de representação corresponde à projeção estereográfica dos polos de determinados planos do sistema cristalino. Em outras palavras, as figuras de polo são funções de distribuição de direções específicas, normais aos planos cristalinos (hkl) “refletores”, dos cristais. Detalhando essa definição, tem-se a possibilidade da representação de um vetor, ou uma direção cristalográfica ou a normal à um plano do cristal, como um ponto em uma esfera de raio unitário cujo centro coincide com o centro do cristal. Esse ponto é chamado de polo, e essa esfera é chamada de esfera de referência.

Dessa forma, fixando-se a esfera de referência em relação a um sistema de coordenadas, os polos fornecem uma forma de representar a orientação dos seus planos correspondentes em relação a esse sistema. Entretanto, é necessário, para fins de facilidade de compreensão, representar essa informação tridimensional em duas dimensões, o que é feito por meio da projeção estereográfica, como mostrado na Figura 13. Nessa figura, é possível observar o polo P do plano C e a sua projeção P' no plano N'W'S'E'.

Figura 13 – Projeção estereográfica



Fonte: CULLITY (1956, p.65. com adaptações).

Assim, uma figura de polos, representa, por meio de curvas com intensidade constante, a distribuição das orientações dos planos cristalográficos, sendo uma espécie de projeção bidimensional da tridimensional Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC), $f(g)$, que será explicada posteriormente.

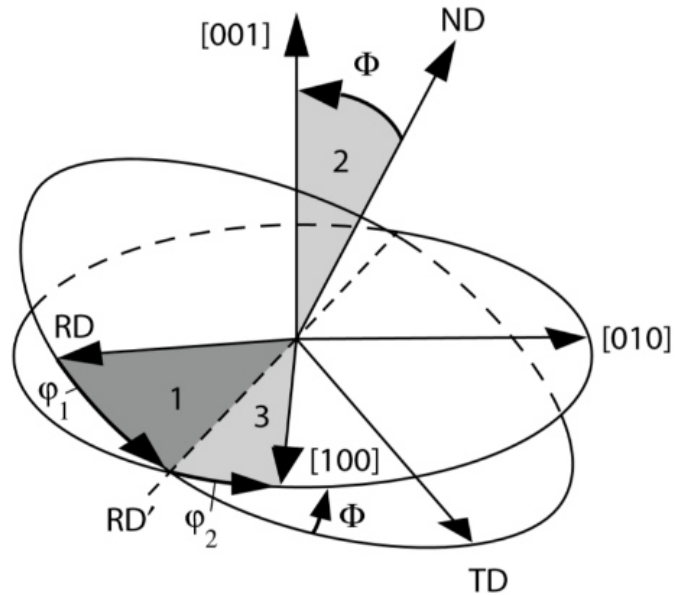
2.3.1.3 Ângulos e Espaço de Euler

Nota-se que a matriz de rotação representa a textura por meio de uma matriz com nove entradas, conseqüentemente, fornecendo mais informações que o necessário para expressar uma orientação. Assim, é conveniente expressar essa orientação utilizando-se apenas três coordenadas. Dentre as formas possíveis de fazer isso, a maneira mais utilizada é por meio dos ângulos de Euler, que são plotados em um sistema de coordenadas ortogonal chamado de espaço de Euler.

Os ângulos de Euler referem-se a um conjunto de três rotações que, quando realizadas na sequência característica, produzem o sistema de coordenadas do cristal a partir do sistema de coordenadas da amostra. Dentre as muitas convenções utilizadas para definir os ângulos de Euler, o presente trabalho irá utilizar aquela formulada por Bunge, como definido a seguir e ilustrado na Figura 14. Com essa convenção, os ângulos são nomeados φ_1 , Φ e φ_2 , e

representam, respectivamente, rotações em torno dos eixos Z (ND), X' (RD'), o eixo RD após a aplicação da primeira rotação) e ND'' (o eixo Z ou ND obtido após a segunda rotação).

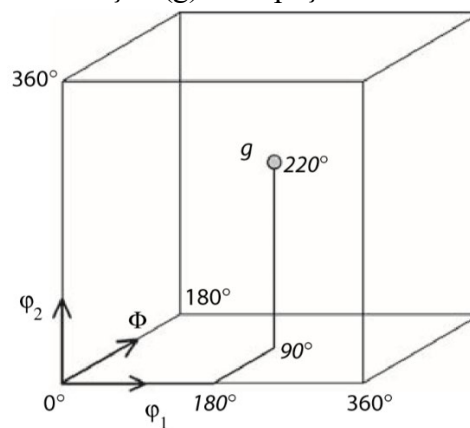
Figura 14 – Esquema ilustrando como as rotações φ_1 , Φ e φ_2 produzem a rotação entre o sistema de coordenadas do cristal a partir do sistema de coordenadas da amostra



Fonte: (ENGLER; RANDLE, 2008).

Assim, uma orientação expressa em termos dos ângulos de Euler pode ser representada como um ponto em um espaço tridimensional cujos eixos são os ângulos de Euler. Esse espaço é chamado de espaço de Euler e está representado na Figura 15.

Figura 15 – Representação de uma orientação (g) no espaço de Euler



Fonte: (ENGLER; RANDLE, 2008)

É importante destacar que, mesmo apresentando algumas desvantagens em relação à outras formas de representar as orientações, o espaço de Euler constitui-se o meio mais utilizado para a representação e para a análise da microtextura cristalográfica.

2.3.1.4 Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)

As figuras de polos são uma representação bidimensional de uma informação tridimensional, o que produz perda de informações nessa transformação. Ademais, em geral, as figuras de polos calculadas experimentalmente são incompletas, isto é, não foram determinadas percorrendo-se todas as orientações possíveis dentro da figura de polo. Conseqüentemente, as figuras de polo não podem fornecer dados quantitativos suficientes para análise da textura cristalográfica. Portanto, faz-se necessário utilizar uma representação tridimensional da densidade de orientação dos grãos no material policristalino. Isso é feito por meio das FDOC's, que expressam a probabilidade de uma dada orientação, um ponto no espaço de Euler, ocorrer.

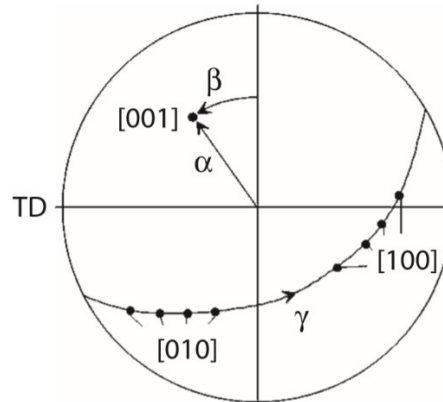
Para definir matematicamente a FDOC, considera-se um volume V constituído por grãos em diferentes orientações, e calcula-se o volume, dV , de todos os cristais que possuem uma orientação g dentro de uma faixa de variação dg . Dessa forma, O valor de dV é obtido multiplicando-se a função de densidade de probabilidade para aquela orientação, $f(g)$, pelo intervalo de orientação aceitável e pelo volume total, V , considerado. Portanto, surge a seguinte definição.

$$\frac{dV}{V} = f(g) \cdot dg, \text{ com } dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi \, d\phi_1 \, d\phi \, d\phi_2 \text{ e } \oint f(g) \, dg = 1 \quad \text{Eq. 3}$$

As FDOC's não podem ser medidas diretamente por meio de métodos experimentais, sendo calculada a partir das figuras de polos. Desse modo, um polo de direção y em uma figura de polo 2-D $Ph(y)$ corresponde a uma região no espaço 3-D da FDOC, $f(g)$, que contém todas as possíveis rotações de um ângulo γ em torno da direção y . Isto é expresso matematicamente na Equação 4 e ilustrado na Figura 16. Esse procedimento, isto é, obter a FDOC por meio da figura de polo é chamado de inversão da figura de polo (RANDLER; ENGLER, 2000).

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \cdot \int_{\gamma=0}^{2\pi} f(g) \, d\gamma, \text{ onde } y = \{\alpha, \beta\} \text{ e } g = \{\phi_1, \phi, \phi_2\}. \quad \text{Eq. 4}$$

Figura 16 – Representação da equação fundamental para inversão da figura de polo RD



Fonte: (ENGLER; RANDLE, 2008, p.129).

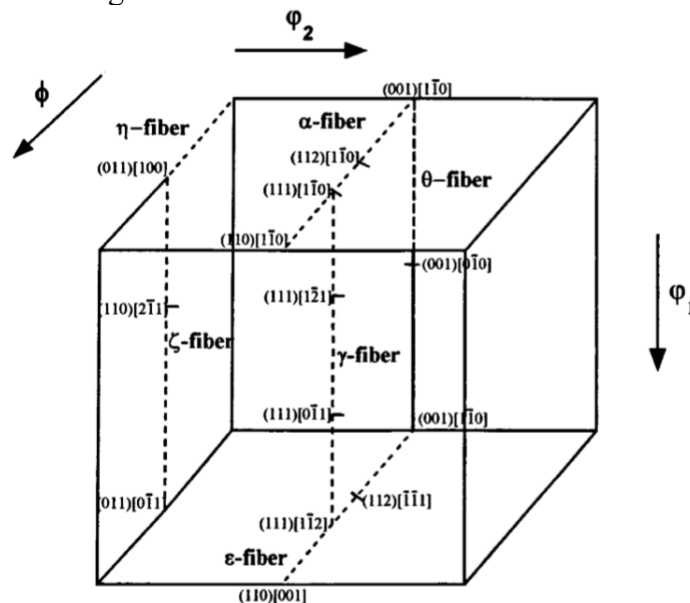
A Equação 4 é aquela que deve ser resolvida para se obter a FDOC. Em geral, apenas uma figura de polo não é suficiente, e para o sistema cúbico, por exemplo, são necessárias três para a resolução dessa equação. Além disso, a Equação 4 não possui uma solução analítica, sendo necessária a utilização de métodos numéricos, como o método da expansão em séries e os métodos diretos (RANDLE; ENGLER, 2000).

O primeiro método consiste em expressar as figuras de polos e a FDOC por meio de séries de funções, determinando os coeficientes dessas expansões. Destaca-se que o cálculo da FDOC pelo método de séries apresenta erros intrínsecos devido à necessidade de truncamento da série, como o alargamento dos picos de textura e a introdução de intensidades próximas aos fortes componentes de textura. Já nos métodos diretos, a FDOC é obtida diretamente a partir da figura de polo, isto é, os dados da figura de polo não são aproximados por uma série de funções previamente ao cálculo da FDOC. Em outras palavras, os métodos diretos consideram as figuras de polos em um número finito pontos e, analogamente, a FDOC em um número finito de orientações. Com isso, a Equação 4 pode ser resolvida como um somatório finito para cada um dos pontos da figura de polo. Como um exemplo de método direto, é possível citar o WIMV (Willians, Imhof, Matheus, Vinel) (RANDLE; ENGLER, 2000).

Uma vez determinada a FDOC, independentemente do método utilizado, é necessário representá-la em um espaço tridimensional apropriado. Como dito na seção anterior, um espaço adequado e comumente utilizado é o espaço de Euler. Assim, a representação das FDOC's no espaço de Euler é feita por meio de seções desse espaço, estas podem ser feitas em qualquer um dos ângulos de Euler. Entretanto, utiliza-se, em geral, seções com espaçamento

angular constante de 5° em φ_2 nas quais as intensidades de orientações dos grãos são representadas por linhas de mesma intensidade. Na Figura 17, é possível observar um esquema do espaço de Euler, segundo a notação de Bunge, onde são representadas fibras (são orientações ao redor, ou que se aproximam, de um eixo; podem ser de plano comum ou de direção comum) e orientações comuns no estudo da textura.

Figura 17 – Representação do espaço de Euler com fibras e orientações comuns no estudo da textura cristalográfica



Fonte: (HOELSCHER; RAABE; LUECKE, 1991).

Usualmente, não é necessário, para o estudo da textura, representar todas as seções de φ_2 , como na figura anterior. Entretanto, representa-se apenas as seções que contêm as mudanças características na textura devido, por exemplo, aos diferentes níveis de laminação ou recristalização. Isso pode ser feito porque tais processamentos não afetam o espaço de Euler completo. Como exemplo, é possível citar que, para os materiais com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), aspectos importantes da textura são encontrados na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ (RANDLE; ENGLER, 2000).

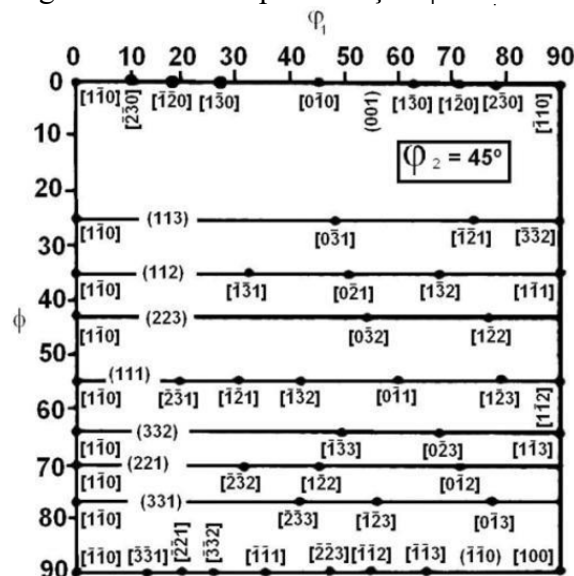
Ainda sobre os materiais com estrutura CCC, a interpretação das FDOC's é feita utilizando-se três fibras características, que também estão representadas na Figura 17. Essas fibras, segundo (ENGLER; RANDLE, 2008) são:

- a) Fibra α : família de direções $\langle 110 \rangle$ paralela à direção de laminação (RD), incluindo as orientações $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$;

- b) Fibra γ : família de planos $\{111\}$ paralela à direção normal ao plano da chapa (ND), incluindo $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$;
- c) Fibra ε : família de direções $\langle 110\rangle$ paralela à direção transversal à direção de laminação (TD), abrangendo de $\{001\}\langle 110\rangle$ a $\{110\}\langle 001\rangle$.

Para interpretar as FDOC's dos materiais com estrutura CCC, então, pode-se utilizar um ábaco como o apresentado na Figura 18.

Figura 18 – Ábaco para a seção $\varphi_2 = 45^\circ$



Fonte: (PADILHA, 2006).

Ao invés de utilizar o espaço de Euler, para melhor comparação de diferentes texturas, pode-se plotar a densidade de distribuição cristalográfica ao longo de certas fibras cristalográficas (RANDLE; ENGLER, 2000).

2.3.1.5 Método zero-range

Por ser um método de séries, faz-se uma explicação mais detalhada desse procedimento de inversão de figuras de polo antes da abordagem dos aspectos específicos do método “ZeroRange”.

Assim, os métodos de séries consistem em assumir que tanto as figuras de polos, $P_h(y)$, quanto as FDOC's resultantes, $f(g)$, podem ser aproximadas por expansão em séries utilizando funções (harmônicas esféricas) apropriadas, então faz-se o ajuste dos coeficientes dessas funções com os dados experimentais. Como a representação das orientações nas figuras de polos é feita por meio de coordenadas polares esféricas, as funções apropriadas são funções

harmônicas esféricas, funções deriváveis duas vezes em um subconjunto aberto de R^n que satisfazem a equação de Laplace.

Nesse contexto, o método permitiria determinar solução única para a Equação 4 apenas se as figuras de polos para todas as orientações, h , do cristal fossem conhecidas. Como isto não é possível, os métodos de inversão, como o “ZeroRange”, fornecem uma solução, $f(g)$, que não é única. Esse fato será abordado mais adiante, antes disso apresenta-se o procedimento matemático que deve ser utilizado.

A Equação 4, expressa utilizando-se as funções harmônicas citadas, tem a seguinte forma:

$$\frac{1}{2\pi} \cdot \int_{y=0}^{2\pi} T_l^{mn}(g) dy = \frac{2}{2l+1} \cdot k_l^{*m}(h) \cdot k_l^n(y) \quad \text{Eq. 5}$$

Nessa equação o asterisco representa o conjugado-complexo da função, e:

- $k_l^{*m}(h)$ é uma função harmônica esférica definida para uma esfera fixa ao sistema de referência do cristal;
- $k_l^n(h)$ é uma função harmônica esférica definida para uma esfera fixa ao sistema de referência da amostra;
- $T_l^{mn}(g)$ função harmônica esférica generalizada.

Portanto, a Equação 5 permite que $P_h(y)$ e $f(g)$ sejam descritas por meio de funções para as quais a solução é conhecida. Assim, as FDOC's podem ser expressas como mostrado na Equação 6.

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} \cdot T_l^{mn}(g) \quad \text{Eq. 6}$$

Semelhantemente, as figuras de polos podem ser expandidas em séries de funções, como mostra a Equação 7.

$$P_h(y) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{n=-l}^l F_l^n(h) \cdot k_l^n(y) \quad \text{Eq. 7}$$

A substituição da Equação 6 e da Equação 7 na Equação 4, considerada na Equação 5, produz uma expressão que relaciona os coeficientes correspondentes à representação da

figura de polo com os coeficientes correspondentes à representação da FDOC. Essa expressão é a seguinte:

$$F_l^n(h) = \frac{4\pi}{2l+1} \cdot \sum_{m=-l}^l C_l^{mn} \cdot k_l^{*m}(h) \quad \text{Eq. 8}$$

Para resolver a Equação 8, os coeficientes $F_l^n(h)$ da expansão da figura de polos $P_h(y)$ devem ser conhecidos. A obtenção desses coeficientes é feita por meio da integração da Equação 7 multiplicada por um “fator integrante” em y , o que resulta em:

$$\int P_h(y) \cdot k_l^{*n'}(y) dy = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{n=-l}^l F_l^n(h) \cdot \int k_l^n(y) \cdot k_l^{*n'}(y) dy \quad \text{Eq. 9}$$

Levando a:

$$F_l^n(h) = \int P_h(y) \cdot k_l^{*n}(y) dy \quad \text{Eq. 10}$$

Portanto, tem-se o seguinte procedimento matemático:

- 1- A Equação 10 é usada para determinar os coeficientes correspondentes à figura de polos experimental;
- 2- A Equação 8 é usada para determinar, usando os resultados do passo 1, os coeficientes, C_l^{mn} , correspondentes à FDOC.
- 3- A Equação 6 é usada, com os coeficientes obtidos no passo anterior, para gerar a FDOC, $f(g)$, para qualquer orientação g .

Além do erro de truncamento já mencionado, o método apresentado é associado com a produção de um erro chamado de “ghost-error”. Esse erro está associado com a ausência de coeficientes de ordem ímpar ao expressar a FDOC por meio da Equação 6.

A origem desse erro está no fato de a definição usada para as figuras de polos, como mostra a Equação 11, ser feita para uma orientação h específica. Com isso, a centro-simetria associada à configuração dos experimentos de difração não permite a distinção entre as orientações h e $-h$. Sendo este um dos motivos pelos quais a FDOC não pode ser determinada unicamente.

$$\frac{dV}{V} = P_h(y) \cdot dy \quad \text{Eq. 11}$$

Portanto, as figuras de polos experimentais permitem o cálculo de uma FDOC que, reiterando, é incompleta. Logo, a determinação dos coeficientes de ordem ímpar da FDOC só pode ser feita a partir da utilização de considerações matemáticas.

Finalmente, surge o aspecto específico do método zero-range, que determina a parte da FDOC que está faltando utilizando a seguinte consideração: os ‘zero-ranges’, isto é, as localizações onde a figura de polo possui intensidade zero produzem uma aproximação dada pela Equação 12.

$$\tilde{f}(g) = -\tilde{f}(g) \quad \text{Eq. 12}$$

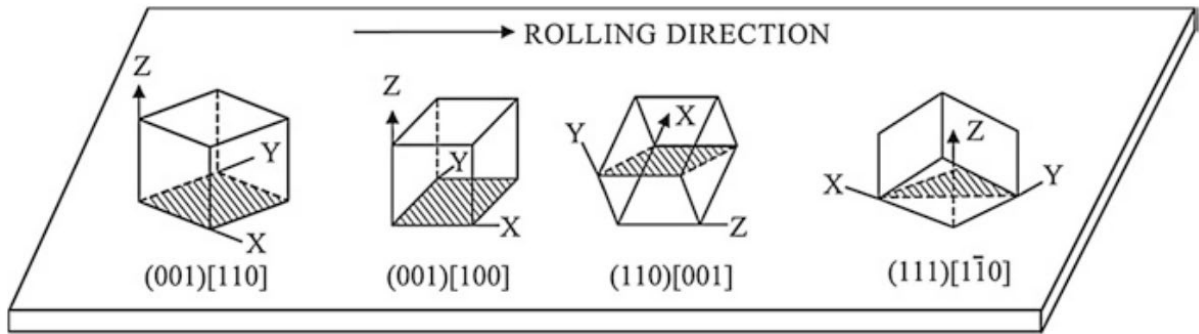
Nessa equação, $\tilde{f}(g)$ é a parte da FDOC que é definida pelos coeficientes de ordem par, enquanto $\tilde{f}(g)$ é a parte que é definida pelos coeficientes de ordem ímpar.

2.3.2 Textura Cristalográfica nos aços maraging

A importância de alguns aspectos já apresentados na Seção 2.3.1.4 está no fato de representarem a base para o entendimento e para a análise específica de texturas cristalográficas características dos aços maraging, por exemplo. Assim, de forma geral, a textura cristalográfica de aços baixo carbono com estrutura CCC laminados a frio é caracterizada por uma fibra γ quase perfeita e por uma fibra α , com destaque para as componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$. A Figura 19 apresenta uma representação esquemática de uma placa laminada juntamente as componentes de textura cristalográfica comumente encontradas nesse caso.

Figura 19 – representação esquemática de uma placa laminada mostrando componentes de

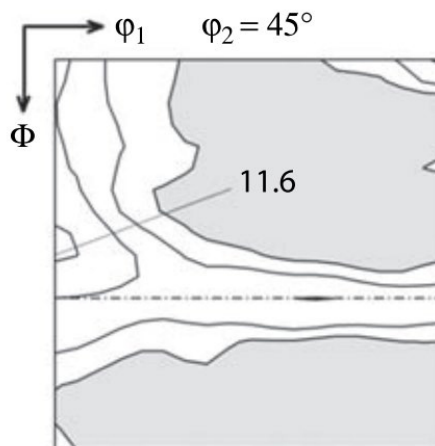
textura comuns em materiais CCC laminados



Fonte: (SUWAS; RAY, 2014. p.126).

Nesse contexto, tem-se observado que a textura se torna cada vez mais intensa à medida que graus de redução de laminação maiores são aplicados. Além disso, as principais componentes formadas na situação esquematizada na Figura 19 para aços de baixo carbono se mantêm praticamente inalteradas com mudanças em: composição, variáveis de processamento e presença de precipitados (SUWAS; RAY, 2014). A Figura 20 apresenta as FDOC's para aços IF laminados a frio. Essas FDOC's são semelhantes àsquelas obtidas para os aços maraging em condições similares.

Figura 20 – Seção da FDOC de aço IF microligado com Nb e Ti laminado a frio com 90% de redução, mostrando a distribuição das intensidades das fibras α e γ

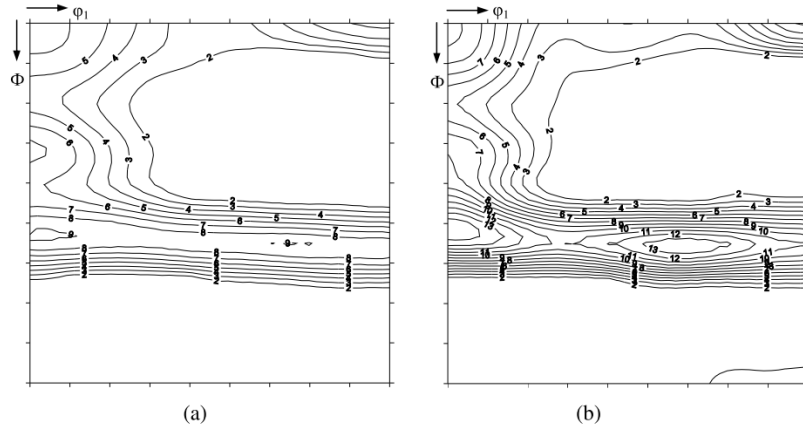


Fonte: (ENGLER; RANDLE, 2008. p. 171.).

Prosseguindo, para os aços maraging 350 laminados a frio, tem-se observado que os principais componentes de textura são semelhantes para diferentes percentuais de redução, alterando-se apenas as intensidades relativas. Esses componentes são, em geral, $\{001\}\langle 110 \rangle$ e

$\{111\}\langle uvw \rangle$, como observado por (SILVA, 2005) e (AHMAD et al., 1997), e mostrados na Figura 21.

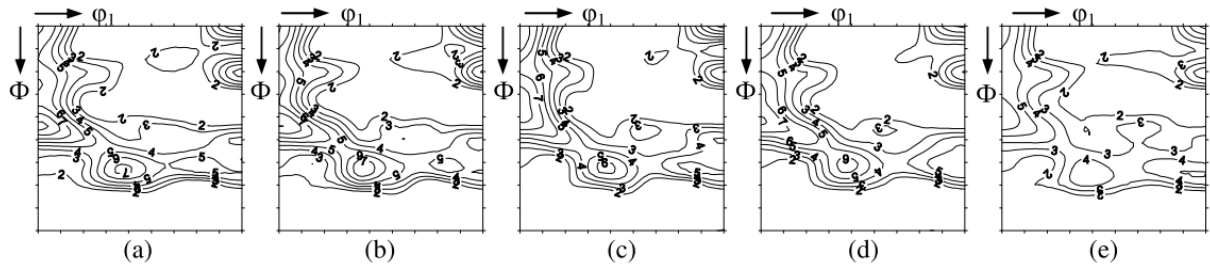
Figura 21 – FDOC's do aço maraging 350 laminado com 80% (a) e 90% (b) de redução



Fonte: (SILVA, 2005. p.48).

Ainda considerando os resultados obtidos por Silva (2005), as figuras a seguir permitem avaliar o efeito do material, do percentual de redução e da temperatura de envelhecimento na textura cristalográfica dos aços maraging 300 e 350.

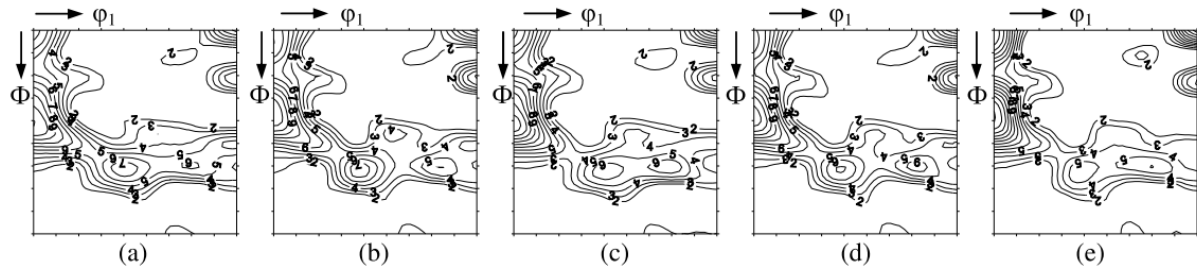
Figura 22 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 350 submetidas a 90% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C (a), 480 °C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)



Fonte: (SILVA, 2005. p.50).

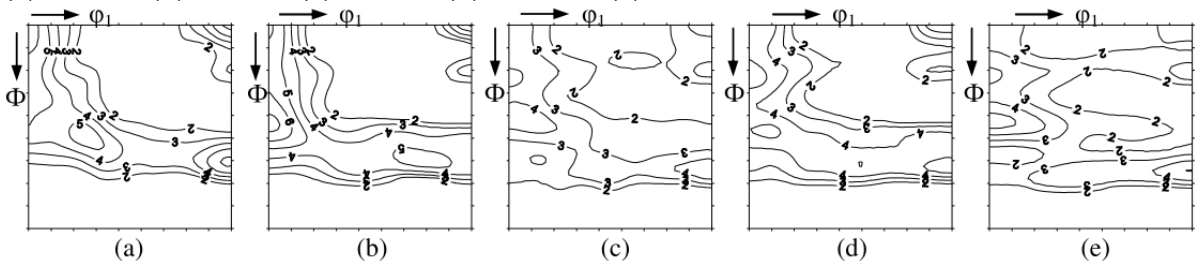
Figura 23 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 300 submetidas a 90% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C

(a), 480° C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)



Fonte: (SILVA, 2005) p.58.

Figura 24 – Seções de $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras de aço maraging 350 submetidas a 80% de redução, resfriadas ao ar e submetidas a diferentes temperaturas de envelhecimento: 450 °C (a), 480 °C (b), 500 °C (c), 600 °C (d) e 650 °C (e)



Fonte: (SILVA, 2005) p.64.

Por meio da Figura 21 e da Figura 22, é possível observar que, qualitativamente, não há alteração da textura cristalográfica em consequência da mudança, principalmente, do teor de Ti de 1,47 para 0,79.

Já a Figura 21 e a Figura 23 permitem observar, de forma qualitativa; como já apresentado na Figura 19, que as componentes de textura observadas em diferentes graus de deformação diferem apenas em intensidades. Esse fato parece está associado com o grau de encruamento aplicado ao material.

Quanto ao envelhecimento, as Figuras 21, 22 e 23, quando comparadas com a Figura 20, mostram que esse tratamento térmico promove a formação de quatro componentes principais de textura: $\{hkl\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{114\}\langle 221\rangle$ e $\{332\}\langle 113\rangle$. As intensidades desses componentes praticamente não se alteram para temperaturas de envelhecimento entre 450 °C e 600 °C.

Já para o envelhecimento a 650 °C, é possível observar redução de intensidade dos componentes $\{hkl\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 121\rangle$ para o aço 18Ni(350), Figuras 21e e 23e, enquanto houve aumento de intensidade dos componentes $\{hkl\}\langle 110\rangle$ para o aço 18Ni(300), Figura 22e. Portanto, pode-se observar dois fatos importantes:

- 1- Há uma temperatura de envelhecimento característica acima da qual ocorre alteração das intensidades relativas dos componentes de textura formados;

2- Há influência da composição do material na forma como a temperatura mencionada no item 1 altera as intensidades relativas de alguns componentes formados.

Esses fatos devem estar associados com a formação de austenita revertida. Como reportado por Abreu et al.(2015), a formação dessa fase alterou a textura cristalográfica da martensita, reduzindo a intensidade da fibra γ .

Continuando com a revisão sobre o efeito dos parâmetros de processamento termomecânicos dos aços em questão, Abreu et al.(2004) analisaram a textura cristalográfica resultante de diferentes tempos de envelhecimento e de diferentes graus de laminação a frio em aço 18Ni(350) previamente laminado a quente. Os resultados desse trabalho são sumarizados a seguir.

Para a influência do percentual de laminação a frio, a Tabela 1 e a Figura 25 mostram que: o aumento da redução causa intensificação da fibra γ ; as reduções de 40% e de 60% estão associadas com $\{111\}\langle 112\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ componentes mais intensos; houve significativo aumento na intensidade dos principais componentes quando a redução passou de 80% para 90%.

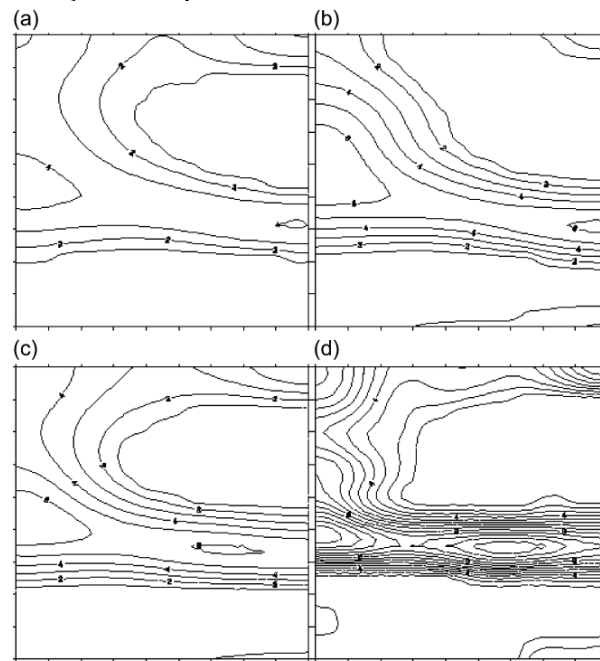
Tabela 1 – Principais componentes de textura e suas intensidades em aço maraging 350 laminado a frio em diferentes graus de redução (R)

Componente	R40%	R60%	R80%	R90%
$\{001\}\langle 110\rangle$	4,0	3,0	4,5	9,0
$\{112\}\langle 110\rangle$	3,0	5,5	5,5	8,0
$\{111\}\langle 110\rangle$	4,0	5,5	6,0	13,0
$\{111\}\langle 112\rangle$	4,0	6,0	5,0	11,0

Fonte: (ABREU et al., 2004).

Figura 25 – FDOC's em seções de $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio e (a) R40%, (b) R60%, (c) R80%, (d) R90% de

redução na espessura



Fonte: (ABREU et al., 2004).

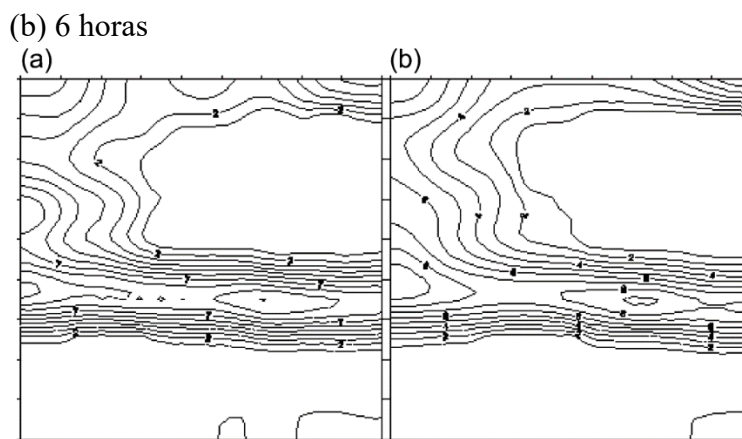
Para a influência do tratamento de envelhecimento, a Tabela 2 e a comparação da Figura 26 com a Figura 24(c) permitem observar que esse tratamento aumentou os quatro principais componentes de textura observados no trabalho em questão. Entretanto, o aumento do tempo de envelhecimento na temperatura de 480 °C não produziu alteração significativa nas intensidades desses componentes.

Tabela 2 – Principais componentes de textura e suas intensidades em aço 18Ni(350) laminado a frio e envelhecido a 480 °C

Componente	R80%	R80% e envelhecido por 3 horas	R80% e envelhecido por 6 horas
{001}<110>	4,5	6,0	7,0
{112}<110>	5,5	7,5	7,0
{111}<110>	6,0	9,0	9,0
{111}<112>	5,0	7,0	8,0

Fonte: (ABREU et al., 2004).

Figura 26 – FDOC's em seções de $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio com redução de 80% de espessura e envelhecimento a 480 °C durante (a) 3 horas e



Fonte: (ABREU et al., 2004).

2.4 Propriedades magnéticas

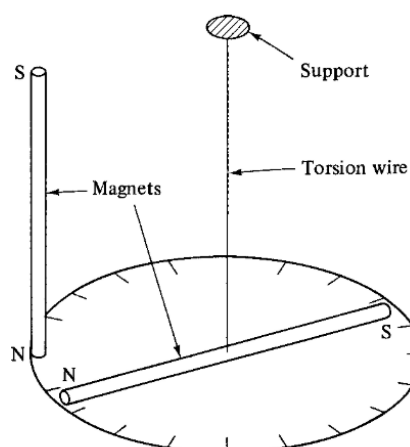
Para completo entendimento sobre os materiais magnéticos, é fundamental o conhecimento de alguns conceitos básicos, como as unidades mais importantes, que serão apresentados a seguir antes de se falar mais especificamente sobre as propriedades magnéticas dos aços maraging.

O magnetismo é o fenômeno por meio do qual determinados materiais exercem forças atrativas ou repulsivas sobre outros materiais. A história desse fenômeno teve início juntamente a descoberta de um material chamado magnetita, cujo nome deriva da região onde havia grandes depósitos (CULLITY; GRAHAM, 2009). Assim, o magnetismo, da mesma forma que a descoberta e a utilização de raios-x, é um bom exemplo de fenômeno que foi observado e utilizado, por exemplo em bússolas para auxiliar a navegação de chineses e as Grandes Navegações europeias dos séculos XV e XVI, mas foi completamente entendido apenas com o advento da mecânica quântica em meados de 1930 (ELLIOTT, 2007). Tal entendimento possibilitou o desenvolvimento de novos materiais magnéticos importantes para desenvolvimentos tecnológicos como geradores e transformadores elétricos, motores elétricos e computadores.

2.4.1 Sistema de unidades cgs-emu

A definição e o entendimento desse sistema de unidades são alcançados a partir das forças entre os polos magnéticos. É conhecido que polos iguais se repelem e polos diferentes se atraem. Logo, utilizando-se uma balança de torção, é possível medir a força entre dois polos, como mostrado na Figura 27.

Figura 27 – Representação esquemática de uma balança de torção



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.21).

Nessa figura, quando dois polos iguais (polo N) dos ímãs são aproximados, é possível medir a deflexão angular do ímã acoplado no fio cuja constante de torção é conhecida. Com isso, determina-se a força entre os polos. Essa força é proporcional ao produto das intensidades dos polos (p) e inversamente proporcional ao quadrado da distância (d), como mostra a Equação 13.

$$F = k \frac{p_1 p_2}{d^2} \quad \text{Eq. 13}$$

Nessa equação, se a constante de proporcionalidade é considerada como sendo igual a 1, então:

- F medida em dinas;
- d medido em centímetros.

Dessa forma, surge a primeira definição em unidades cgs-emu: um polo de intensidade unitária é aquele que exerce força igual a um dina em outro polo localizado a 1 cm de distância.

Lembrando que esses polos sempre estão presentes nos materiais magnéticos e que é impossível produzir um monopolo magnético. Esses polos magnéticos criam um campo magnético, ao seu redor, que é responsável pelo surgimento da força em outro polo. Para facilitar o entendimento, pode ser feita uma analogia com o campo elétrico gerado por uma carga ou com o campo gravitacional gerado por uma massa. No caso do campo elétrico, a força

que surge em uma carga, q , sujeita a um campo elétrico, \vec{E} , é igual a $q \cdot \vec{E}$. Analogamente, a força que surge em um polo, p , sujeito a um campo magnético, H , é dada por:

$$F = kpH \quad \text{Eq. 14}$$

Nessa equação, se a constante de proporcionalidade é definida igual a 1, então define-se um campo de intensidade unitário como sendo aquele que produz uma força igual a 1 dina em um polo de intensidade unitária. De outra forma, um campo com intensidade unitária é também definido como tendo intensidade igual a um oersted (Oe).

Devido ao fato de um material ser magnetizado quando colocado próximo de um campo magnético, este também é chamado de “força de magnetização”.

Por meio das Equações 13 e 14, é possível observar que o campo magnético, H , pode ser expresso da seguinte forma:

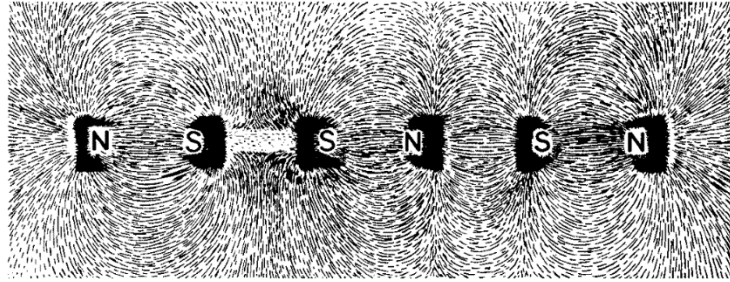
$$H = \frac{p}{d^2} \quad \text{Eq. 15}$$

O campo magnético, assim como os campos elétrico e gravitacional, decai com o quadrado da distância da “fonte”. No caso dos campos elétrico e gravitacional as “fontes” seriam, respectivamente, uma carga elétrica, q , e uma massa, m . Enquanto no caso do campo magnético a “fonte” é um polo magnético.

Para melhor visualização, é possível representar o campo magnético por meio de linhas de força, que são linhas direcionadas, na parte externa de um ímã, do polo norte para o polo sul. Assim, essas linhas podem ser visualizadas espalhando-se limalhas de ferro nas proximidades de uma barra magnetizada. Com isso, as limalhas são magnetizadas e atuam como pequenos ímãs que se alinham tangentemente às linhas de força, como mostrado na Figura 28.

Figura 28 – Linhas de campo visualizadas por meio de

limalhas de ferro



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.23).

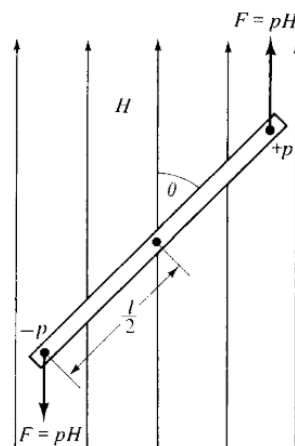
As linhas de campo podem ser definidas quantitativamente se a intensidade do campo magnético for considerada como sendo o número de linhas de campo por unidade de área perpendicular ao campo, como na Equação 16:

$$1 \text{ Oe} = \frac{1 \text{ linha de força}}{1 \text{ cm}^2} \quad \text{Eq. 16}$$

2.4.2 Momento Magnético

Esse é outro conceito fundamental que pode ser definido como um vetor cuja direção e o sentido são determinados ligando-se o polo sul ao polo norte de um dipolo magnético e cujo módulo é igual a $p.H.l.\text{sen}(\theta)$, seguindo a notação apresentada na Figura 29.

Figura 29 – Barra magnetizada em um campo uniforme



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009) p.23.

A importância do momento magnético, que será utilizado mais adiante para a explicação de outros fenômenos, está no fato de que ele pode ser medido experimentalmente,

enquanto as quantidades p e l , mostradas na Figura 29, são mais importantes do ponto de vista matemático.

Partindo-se do momento magnético de uma barra magnetizada em um campo uniforme H , é possível definir a energia dessa barra como sendo igual a:

$$E_p = \vec{m} \cdot \vec{H} \quad \text{Eq. 17}$$

Considerando-se a energia dada no sistema cgs, em erg, a unidade para o momento magnético será erg/oersted.

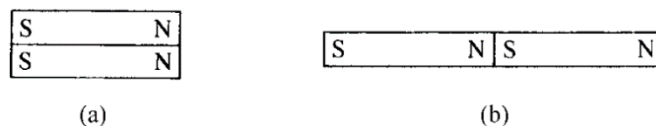
$$1 \text{ emu} = \frac{1 \text{ erg}}{Oe} = \text{"unidade eletromagnética do momento magnético"} \quad \text{Eq. 18}$$

2.4.3 Intensidade de magnetização ou magnetização

Como já mencionado, quando uma agulha de ferro é colocada em um campo magnético, ela é magnetizada. O grau de magnetização dos materiais sujeitos a um campo magnético depende da intensidade deste. Portanto, faz-se necessário definir uma quantidade física que represente esse nível de magnetização.

Empiricamente, é possível observar que, colocando-se dois ímãs exatamente iguais em qualquer das duas formas esquematizadas na Figura 30, o momento magnético por unidade de volume é conservado.

Figura 30 – Esquema da ‘sobreposição’ de ímãs



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.25).

Assim, a magnetização pode ser definida, de forma geral, como o momento magnético por unidade de volume ou de massa, por mol, por célula unitária, por fórmula química unitária, dentre outros.

Matematicamente, a magnetização, M , pode ser escrita como:

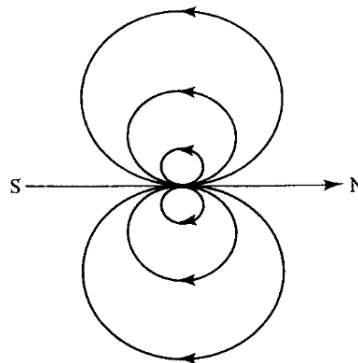
$$M = \frac{m}{v} \left[\frac{\text{erg}}{Oe \cdot \text{cm}^3} \text{ ou } \frac{\text{emu}}{\text{cm}^3} \right], v \text{ é o volume} \quad \text{Eq. 19}$$

$$\text{Magnetização específica} = \sigma = \frac{M}{\rho} \left[\frac{\text{emu}}{\text{g}} \right], \rho \text{ é a densidade} \quad \text{Eq. 20}$$

2.4.4 Dipolos Magnéticos

Um dipolo magnético pode ser entendido como a menor entidade possível que possui um momento magnético associado, gerando um campo que depende do momento magnético e não das quantidades p e l , apresentadas na Seção 2.4.2. Dessa forma, o campo magnético de um dipolo magnético pode ser esquematizado como na figura a seguir.

Figura 31 – Representação do campo de um dipolo magnético



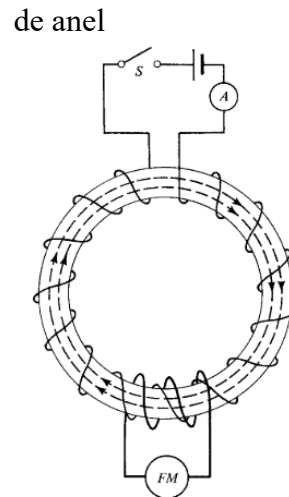
Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009, p.26).

Portanto, qualquer magneto (material magnetizado) pode ser pensado como sendo composto por dipolos magnéticos, de forma que o seu campo externo é a soma dos campos gerados por cada dipolo.

2.4.5 Materiais Magnéticos

Agora, pode-se passar para o estudo do comportamento magnético dos materiais. Uma das formas de fazer isso é por meio da utilização de substância na forma de um anel envolta por dois circuitos, como esquematizado na Figura 32.

Figura 32 – Circuitos para magnetização de uma amostra em forma



Fonte: (CULLITY;
GRAHAM, 2009. p.29).

O primeiro circuito, p, é composto por uma chave S, um amperímetro A e uma fonte de corrente variável. Esse circuito é chamado de magnetizante e produz um campo magnético, linhas tracejadas da figura, dado pela Equação 21.

$$H = \frac{4\pi ni}{10L} [Oe] \quad \text{Eq. 21}$$

Nessa equação:

- n é o número de voltas da parte em espiral;
- L é o comprimento da parte em espiral;
- i é a corrente em unidades de corrente eletromagnética (10A).

Já o outro circuito, chamado de “*search coil*” ou bonina sensora, está conectado a um medidor de fluxo, FM na Figura 32. Esse circuito é calibrado para que, quando a chave S for fechada, ele determine um fluxo magnético, $\phi_{observado}$, igual ao fluxo produzido pelo circuito p quando não há nenhuma substância no interior deste. Esse fluxo é igual à área da seção transversal do circuito p, $A \text{ cm}^2$, multiplicada pelo campo magnético H dado pela Equação 21, ou seja, $\phi_p = H \cdot A$.

Com isso, quando há alguma substância, o fluxo observado é diferente de ϕ_p , significando que o material está adicionando ou retirando linhas de campo do sistema. Dessa forma, o comportamento relativo das quantidades $\phi_{observado}$ e ϕ_p permitem classificar o tipo de magnetismo das substâncias na seguinte forma:

Tabela 3 – Comportamento relativo das quantidades

$\phi_{observado}$ e ϕ_p

Valores relativos	Classificação	Exemplos
$\phi_{observado} < \phi_p$	diamagnético	Cu, He
$\phi_{observado} > \phi_p$	paramagnético	Na, Al
$\phi_{observado} > \phi_p$	antiferromagnético	MnO, FeO
$\phi_{observado} \gg \phi_p$	ferromagnético	Fe, Ni, Co
$\phi_{observado} \gg \phi_p$	ferrimagnético	Fe ₃ O ₄

Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.30).

Nesse ponto, é importante explicar como os materiais causam a mudança no fluxo observado. O campo magnético H (correspondente a H linhas de campo por cm^2), dado pela Equação 21, induz uma magnetização M (correspondente a $4\pi M$ linhas de campo por cm^2) no material no interior do circuito. A adição dessas linhas de campo produz o que é chamado de densidade de fluxo magnético ou indução, B , dado pela Equação 22.

$$B = H + 4\pi M \quad \text{Eq. 22}$$

Passando para uma descrição com maior rigor físico, objetiva-se encontrar a indução magnética gerada em uma porção de material magnetizado. Uma das formas de chegar a esse objetivo é utilizando o potencial vetorial, \vec{A} , uma vez que a Equação 23 é válida.

$$\vec{B} = \nabla \times \vec{A} \quad \text{Eq. 23}$$

Como dito no final da Seção 2.4.4, a porção magnetizada pode ser considerada como sendo composta por dipolos magnético para os quais o potencial vetorial é obtido por meio da Equação 24.

$$\vec{A}_{dip}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \frac{\vec{m} \times \hat{r}}{r^2} \quad \text{Eq. 24}$$

No material magnetizado, cada elemento de volume, dv' , gera um momento de dipolo igual a Mdv' . Assim, o potencial vetorial total é dado pela Equação 25.

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \frac{\vec{M}(\vec{r}') \times \hat{r}}{r^2} dv' \quad \text{Eq. 25}$$

Onde:

- μ_0 é uma constante, a permeabilidade do vácuo.
- \vec{m} é o momento de dipolo magnético;
- \vec{r} é a posição do ponto onde se deseja calcular o campo;
- \vec{r}' é a posição da porção do material geradora do campo;
- \vec{r} é a posição do ponto onde se calcula o campo em relação à posição da porção de material que gera esse campo ou $\vec{r} = \vec{r} - \vec{r}'$.

Em princípio, a Equação 25 já poderia, por meio do cálculo do seu rotacional, ser usada para calcular o campo desejado. Mas, outras entidades físicas importantes para o estudo do comportamento magnético dos materiais surgem ao se escrever a equação anterior de outra forma. Para isso, usa-se a seguinte identidade: $\nabla' \frac{1}{r} = \frac{\hat{r}}{r^2}$.

Lembrando que ∇' é o gradiente em relação a \vec{r}' . Com isso, a Equação 25 fica no seguinte formato.

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \left[\vec{M}(\vec{r}') \times \left(\nabla' \frac{1}{r} \right) \right] dv' \quad \text{Eq. 26}$$

Usando a regra de produto dada pela Equação 27, a Equação 26 pode ser reescrita na forma da Equação 28.

$$\nabla X(f\vec{Z}) = f(\nabla X\vec{Z}) - \vec{Z}X(\nabla f) \quad \text{Eq. 27}$$

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left\{ \int \frac{1}{r} \left[\nabla' X \vec{M}(\vec{r}') \right] dv' - \int \nabla' X \left[\frac{\vec{M}(\vec{r}')}{r} \right] dv' \right\} \quad \text{Eq. 28}$$

Pode-se, ainda, escrever a Equação 28 de outra forma usando a identidade mostrada na Equação 29, que pode ser provada a partir do Teorema do Divergente. Essa substituição leva à Equação 30.

$$\int_v (\nabla X \vec{Z}) dv = - \oint_s \vec{Z} X d\vec{a} \quad \text{Eq. 29}$$

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \left\{ \int \frac{1}{r} [\nabla' \times \vec{M}(\vec{r}')] dv' \right\} + \frac{\mu_0}{4\pi} \left\{ \oint_s \left[\frac{\vec{M}(\vec{r}')}{r} \right] \times d\vec{a} \right\} \quad \text{Eq. 30}$$

Ainda, lembrando conceitos físicos fundamentais para o prosseguimento da dedução desejada. A Lei de Ampère, quando escrita em termos do potencial vetorial, tem a seguinte forma:

$$\nabla^2 \vec{A}(\vec{r}) = -\mu_0 \vec{J} \quad \text{Eq. 31}$$

Onde \vec{J} é uma densidade de corrente.

Para correntes superficiais e para distribuições volumétricas de corrente, as soluções da Equação 31 são, respectivamente, dadas pela Equação 32 e pela Equação 33.

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \frac{\vec{K}}{r} da' \quad \text{Eq. 32}$$

$$\vec{A}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{4\pi} \int \frac{\vec{J}(\vec{r}')}{r} dv' \quad \text{Eq. 33}$$

Nessas equações, \vec{K} e \vec{J} são densidades de corrente superficial e volumétrica, respectivamente.

Comparando as Equações 33 e 32 com a Equação 30, tem-se que o potencial vetorial de um corpo magnetizado é o mesmo que seria obtido se houvesse uma corrente volumétrica de densidade \vec{J}_M em todo o material aliada a uma corrente superficial com densidade de corrente \vec{K}_M no contorno do volume do material magnetizado. Onde \vec{J}_M e \vec{K}_M são dadas nas equações a seguir.

$$\vec{J}_M = \nabla \times \vec{M} \quad \text{Eq. 34}$$

$$\vec{K}_M = \vec{M} \times \hat{n} \quad \text{Eq. 35}$$

Onde \hat{n} , na Equação 35, é o vetor unitário normal à superfície sobre a qual a segunda integral da Equação 30 é calculada, ou seja, vetor normal à superfície do corpo magnetizado.

Portanto, para calcular a magnetização de um corpo, ao invés de somar-se as contribuições de todos os dipolos magnéticos, é possível determinar as correntes de magnetização \vec{J}_M e \vec{K}_M e encontrar os campos que elas produzem.

Nesse ponto, pode-se juntar o campo produzido pelas correntes de magnetização com o campo devido a outros fatores. Estes serão atribuídos a correntes chamadas de livres, que envolvem a condução de carga e que podem ser, no caso de materiais condutores, uma corrente que flui através deles. Assim, a corrente total pode ser escrita como na Equação 36.

$$\vec{J} = \vec{J}_M + \vec{J}_l \quad \text{Eq. 36}$$

A Lei de Ampère também pode ser escrita em termos de \vec{B} , pela seguinte equação.

$$\nabla \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J} \quad \text{Eq. 37}$$

Usando-se as Equações 37, 36 e 34, pode-se escrever a equação a seguir.

$$\nabla \times \left(\frac{1}{\mu_0} \vec{B} - \vec{M} \right) = \vec{J}_l \quad \text{Eq. 38}$$

Finalmente, a quantidade entre parênteses na Equação 38 é chamada de \vec{H} , que é o campo magnético apresentado, anteriormente, na Equação 22.

$$\vec{H} = \frac{1}{\mu_0} \vec{B} - \vec{M} \quad \text{Eq. 39}$$

2.4.6 Suscetibilidade e permeabilidade magnética

Agora, há condições para estudar-se não apenas a magnitude e o sinal de \vec{M} , mas também a forma como \vec{M} varia com \vec{H} . Para a maioria dos materiais e desde que o campo aplicado não seja exageradamente grande, a magnetização é proporcional ao campo \vec{H} aplicado. Dessa forma, a suscetibilidade magnética, χ_m , é uma grandeza adimensional dada na Equação 40.

$$\chi_m = \frac{\vec{M}}{\vec{H}} \quad \text{Eq. 40}$$

Considerando-se as Equações 39 e 40, pode-se observar que \vec{B} também é proporcional a \vec{H} , como mostrado na Equação 41.

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad \text{Eq. 41}$$

Onde,

$$\mu \equiv \mu_0(1 + \chi_m) \quad \text{Eq. 42}$$

μ é a constante de proporcionalidade chamada de permeabilidade.

Nesse ponto, é possível caracterizar o comportamento magnético dos materiais utilizando-se a suscetibilidade e a permeabilidade, como na Tabela 4.

Tabela 4 – Classificação dos materiais utilizando a suscetibilidade e a permeabilidade

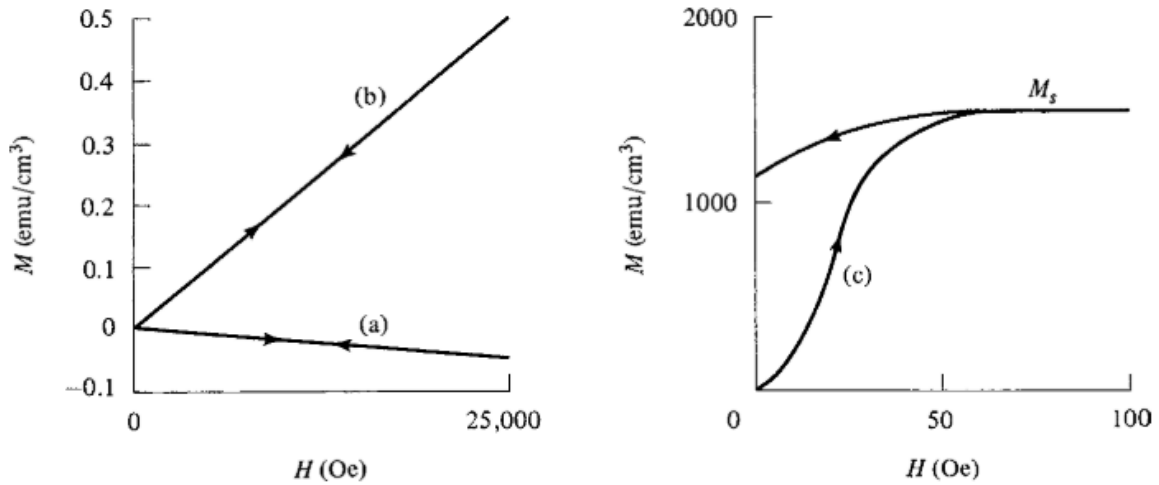
χ_m	μ	Classificação
0	1	Espaço vazio (não há material)
Pequeno e negativo	Pouco menor que 1	Diamagnético
Pequeno e positivo	Pouco maior que 1	Para- e antiferromagnético
Grande e positivo	Grande e positivo	Ferro- e ferrimagnético

Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.34).

2.4.7 Curvas de magnetização

As curvas de M vs. H são chamadas de curvas de magnetização, como nos exemplos mostrados na Figura 33.

Figura 33 – Curvas de magnetização típicas



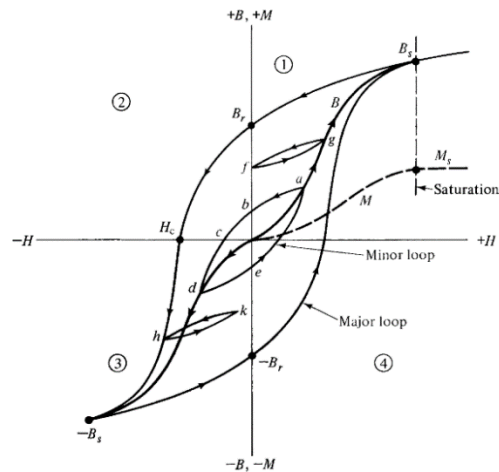
Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p. 32).

Nessa figura, a curva (a) é característica de materiais diamagnéticos, a curva (b) é observada para materiais paramagnéticos ou antiferromagnéticos. Esses materiais, como mostra a Figura 33, apresentam curvas lineares e não retêm a magnetização quando o campo é removido. Por outro lado, a curva (c) é típica de materiais ferromagnéticos ou ferrimagnéticos. Esses materiais apresentam um comportamento diferente e não representam meios lineares, ou seja, χ_m varia com H. Ainda por meio da curva (c), é possível observar os fenômenos de saturação e de histerese, descritos a seguir.

1. Saturação: em valores suficientemente grandes, a magnetização se torna constante e igual a M_s mesmo com o aumento de H.
2. Histerese (ou irreversibilidade): após a saturação, com a remoção progressiva do campo H, o valor da magnetização correspondente não retorna a zero quando H chega a zero.

A figura a seguir apresenta ciclos de histerese completos, por meio desta é possível observar M vs. H (linhas tracejadas) e B vs. H.

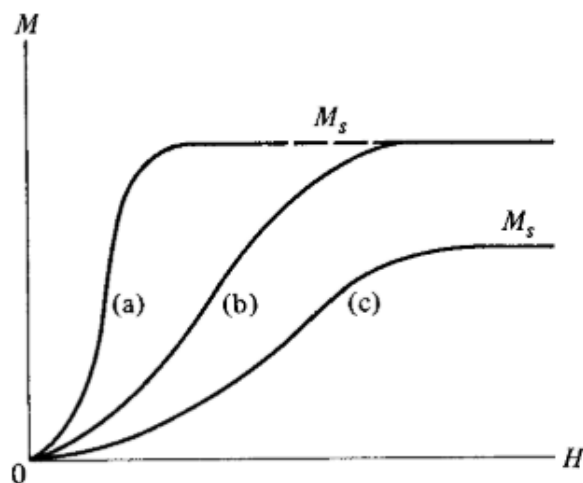
Figura 34 – Curvas de magnetização



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.37).

Na Figura 34, é possível observar que, quando o campo se torna nulo, após a saturação ser atingida, há uma magnetização B_r , chamada de magnetização residual. Caso, o campo seja aplicado no sentido inverso, de forma a tornar nula a magnetização do corpo, o valor do campo nesse ponto é chamado de força coerciva, H_c . Nesse ponto, é importante destacar uma distinção, baseada nas curvas de magnetização, feita entre os materiais magnéticos: magneticamente macios e magneticamente duros.

Figura 35 – Curvas de magnetização para diferentes materiais



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.36).

A curva (a) na figura acima representa um material que atinge a saturação quando um valor relativamente pequeno de campo é aplicado. Esses materiais são ditos magneticamente macios. Já a curva (c) representa um material que, geralmente, apresenta um

valor de magnetização de saturação diferente e que é atingida apenas para valores muito maiores de campo, esses materiais são ditos magneticamente duros.

2.4.8 Materiais Ferromagnéticos

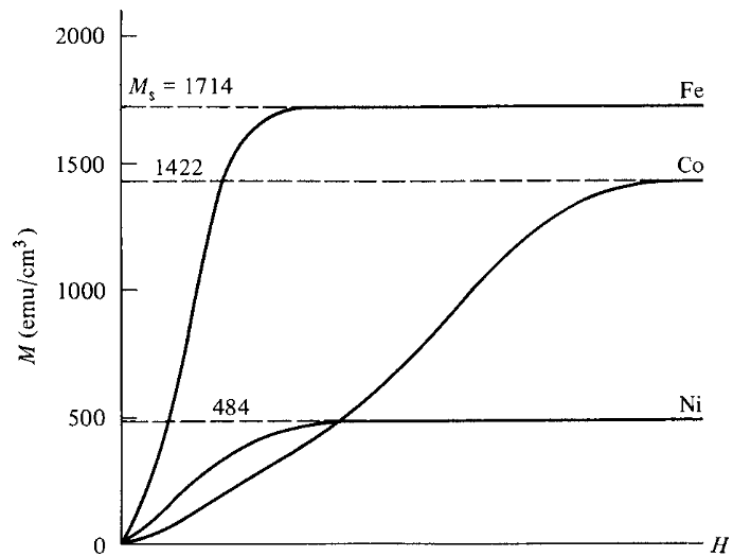
De forma simplificada, como visto anteriormente, os meios lineares não mantêm os seus dipolos magnéticos atômicos alinhados quando o campo externo é retirado, por isso a indução volta a ser zero. Por outro lado, os materiais ferromagnéticos, que claramente são não lineares, possuem a capacidade de manter os seus dipolos atômicos alinhados quando o campo externo é retirado. As razões para isto estão relacionadas com condições descritas pela mecânica quântica que estão muito além do escopo desse trabalho.

Entretanto, de forma resumida, o comportamento magnético dos materiais está relacionado com os dipolos magnéticos dos elétrons desemparelhados. No caso dos ferromagnetos, os dipolos próximos ‘gostam’ de apontar na mesma direção dos vizinhos, de forma que é virtualmente possível alinhar todos os dipolos dos elétrons desemparelhados. Entretanto, destaca-se que esse alinhamento completo ocorre apenas em áreas delimitadas chamadas de domínios magnéticos, que serão abordados mais adiante. Essa é a razão para qualquer ferromagneto não ser um ímã poderoso.

Para exemplificar, os elementos químicos Fe, Ni e Co são ferromagnéticos e suas curvas de magnetização são mostradas na Figura 36. Além destes, ligas e fases constituídas por esses elementos podem apresentar também comportamento ferromagnético.

Figura 36 – Curvas de magnetização para Fe, Ni e Co.

(O eixo H é apenas esquemático)



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.133).

2.4.9 Anisotropia magnética

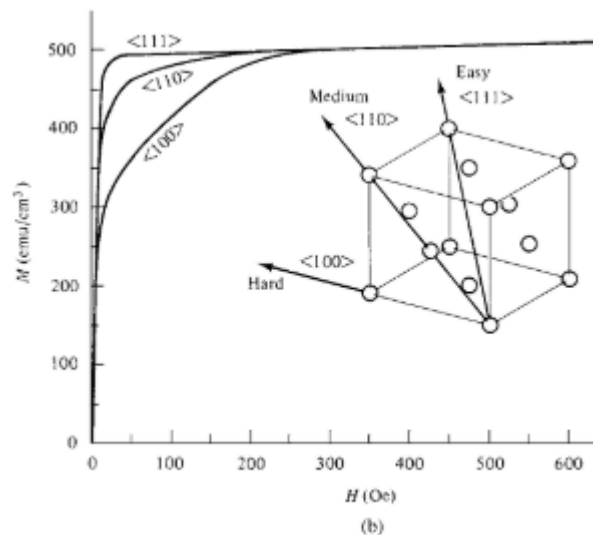
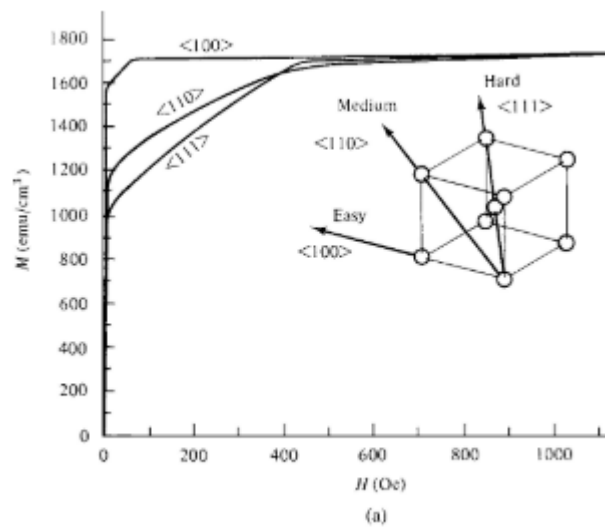
A anisotropia magnética se refere, como o nome sugere, a diferentes propriedades magnéticas em direções diferentes. Aborda-se a seguir a anisotropia cristalina ou magnetocristalina.

Considerando-se cristais cúbicos e determinando-se as curvas de magnetização em direções cristalográficas específicas, é possível observar que a saturação é atingida em valores diferentes para direções diferentes.

Para o caso do Fe, a Figura 37(a) mostra que a saturação é atingida para valores mais baixos de campo na direção $\langle 100 \rangle$, essa direção é chamada de direção de fácil magnetização. Enquanto para o Ni, a direção de fácil magnetização é a direção $\langle 111 \rangle$, como mostra a Figura 37(b).

Figura 37 – Curvas de magnetização para

monocristais de (a) Fe e de (b) Ni



Fonte:(CULLITY; GRAHAM, 2009. p.213).

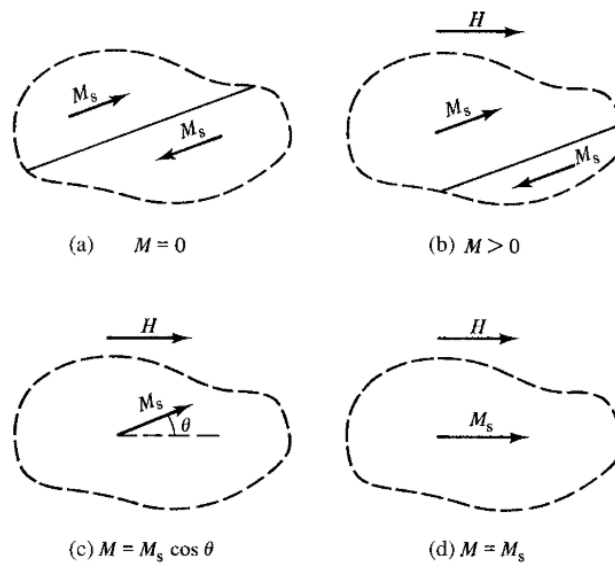
2.4.10 Domínios magnéticos

Os domínios magnéticos são regiões dos materiais ferromagnéticos onde a magnetização espontânea orienta os dipolos elementares dos átomos nas mesmas direções, geralmente na direção de fácil magnetização. Dessa forma, os grãos de um policristal estão subdivididos em domínios, cada um sendo equivalente a um dipolo. As regiões que separam domínios adjacentes são chamadas de paredes dos domínios. É importante destacar que a mudança de orientação do dipolo magnético através das paredes dos domínios não é abrupta, mas ocorre gradualmente.

Esse conceito é importante para a compreensão das curvas de magnetização dos materiais ferromagnéticos. Como mostrado na Figura 38, que delimita (linha tracejada) uma porção do material, ao ser aplicado um campo externo H , os domínios, que inicialmente

estavam magnetizados aleatoriamente, produzindo magnetização resultante nula, Figura 38(a), alteram-se, por meio do movimento das paredes dos domínios, de forma que aqueles orientados mais favoravelmente crescem, enquanto os outros diminuem, Figura 38(b). Esse processo ocorre até que toda a região apresente apenas um domínio, Figura 38(c). Depois disso, ocorre a rotação do momento magnético do domínio de forma que este se alinha com o campo externo, Figura 38(d). Nessa última etapa, não há alteração do valor absoluto do momento magnético do material, apenas a rotação, estando o material na condição de saturação.

Figura 38 – Processo de magnetização em materiais ferromagnéticos



Fonte: (CULLITY; GRAHAM, 2009. p.134).

2.4.11 Propriedades magnéticas dos aços maraging

O estudo dessas propriedades é importante porque a contínua evolução dos dispositivos que utilizam materiais magnéticos, frequentemente, está associada a aumento das restrições e exigências tanto do ponto de vista mecânico quanto das características magnéticas. Assim, em geral, os aços de alta resistência, quando processados em condições que otimizam as propriedades mecânicas, apresentam comportamento magnético insuficientemente duro para serem utilizados como ímãs permanentes e insuficientemente macio para serem utilizados, por exemplo, como núcleo de motores elétricos. Acrescenta-se, o fato de aços maraging apresentarem, em condições de tratamento específicas, tendência a reter parte significativa das propriedades mecânicas quando as magnéticas são ajustadas para as aplicações específicas.

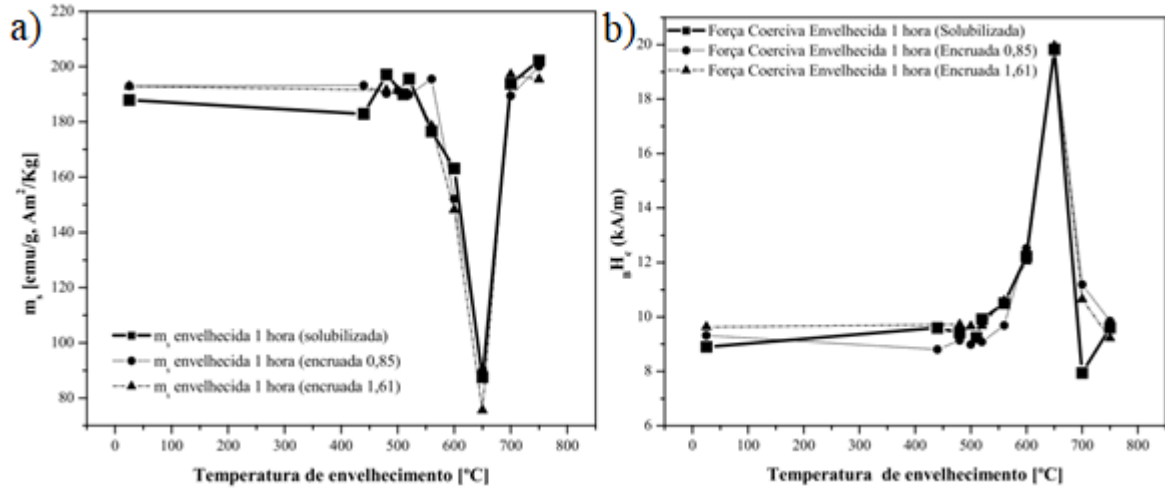
Todos esses fatos são conhecidos e têm sido estudados por muito tempo, como indica a data de algumas referências bibliográficas: (AHMED et al., 1994b, 1995; BELOZEROV, E.V.; SAGARADZE, V.V.; POPOV, A.G.; PASTUKHOV, A.M.; PECHERKINA, 1995; GARSHELIS, 1990). Além disso, trabalhos mais recentes, como aqueles que também serão citados adiante, têm concordado, em geral, com as observações feitas em trabalhos mais antigos. Portanto, fornecendo um motivo a mais para a continuação dos estudos, incluindo-se mudanças de composição dos aços maraging.

Nesse sentido, uma liga com composição mássica dada por 15% Ni, 9% Co, 5%Mo, 0,7%Al e 0,7% Ti mostrou-se mais resistente à reversão da austenita que as ligas convencionais já citadas na Figura 2, apresentando importância para aplicações magnéticas em altas temperaturas (FLOREEN, 1968). Nesse mesmo trabalho, é reportado que as propriedades magnéticas dos aços maraging não mudam consideravelmente em consequência dos tratamentos térmicos convencionais enquanto não houver formação de austenita. A explicação dada é que a força coerciva deve mudar quando partículas de dimensões da mesma ordem (no caso, a austenita) que os domínios magnéticos estão presentes.

A figura a seguir apresenta os resultados obtidos por Pardal (2012) para o comportamento da magnetização de saturação e da força coerciva dos aços maraging 300 solubilizados e envelhecidos por 1 hora em diferentes temperaturas, com e sem deformação prévia ao envelhecimento.

Figura 39 – Magnetização de saturação (a) e força coerciva (b) para aço maraging 300

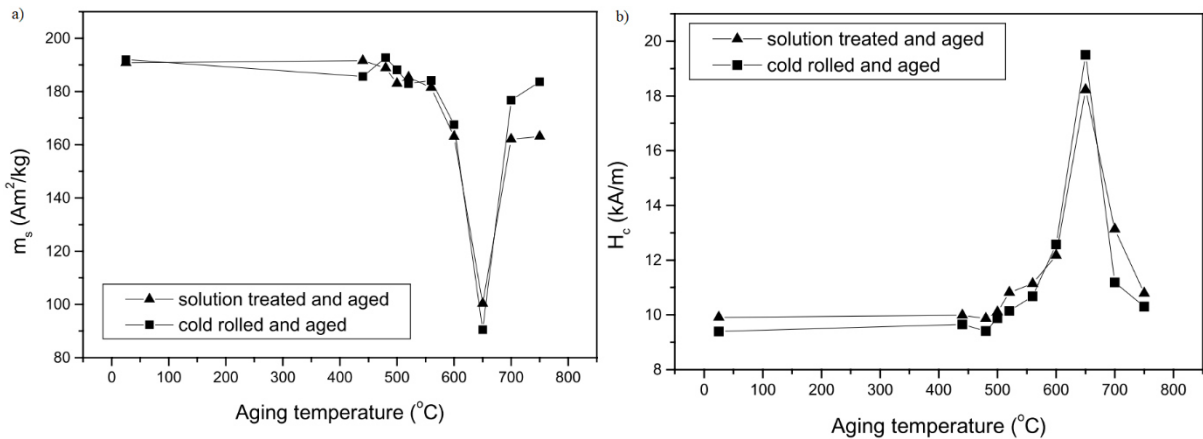
solubilizado e envelhecido



Fonte: (PARDAL, 2012).

Resultado semelhante, como mostra a Figura 40, foi encontrado por Tavares et al. (2004) para amostras de aço maraging 350 em condições análogas, isto é, solubilizadas e envelhecidas com e sem deformação prévia.

Figura 40 – Magnetização de saturação (a) e força coerciva (b) para aço maraging 350 solubilizado e envelhecido

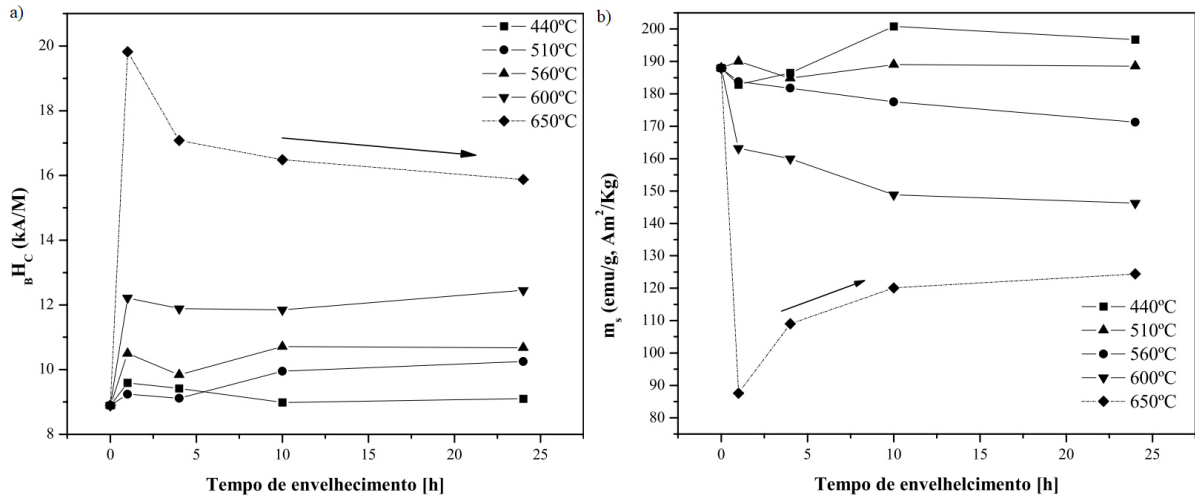


Fonte: (TAVARES et al., 2004).

Assim, observa-se que operações de encruamento realizadas entre as etapas de solubilização e de envelhecimento não alteram a magnetização de saturação e a força coerciva. Além disso, ambas as composições apresentam valores praticamente iguais para essas propriedades.

Já para o tempo de envelhecimento, Pardal (2012) encontrou os resultados mostrados na Figura 41.

Figura 41 – Força coerciva (a) e magnetização de saturação (b) em função do tempo de envelhecimento para 18Ni 300



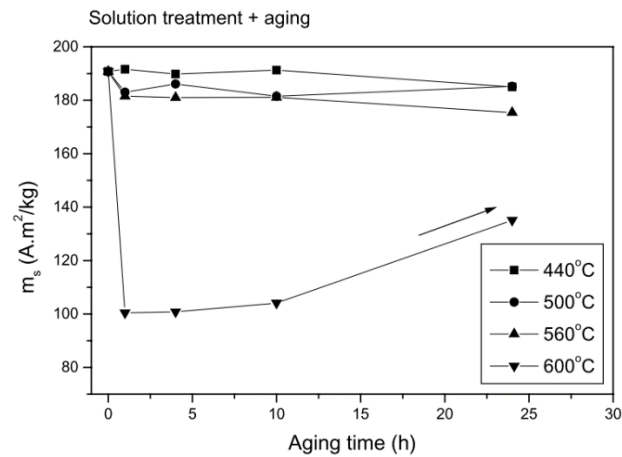
Fonte: (PARDAL, 2012).

Para as amostras envelhecidas a 440 °C e a 510 °C, é possível observar que BH_c e m_s permanecem aproximadamente estáveis para tempos que variaram desde 15 minutos até 24 horas. Para as temperaturas maiores, 600 °C e 650 °C, observa-se aumento de BH_c e diminuição de m_s acentuados já para tempos de 1 hora, Pardal (2012) associa esse aumento à intensa precipitação de austenita. Para a temperatura de 650 °C, depois de uma hora, observa-se diminuição de BH_c e aumento de m_s . Para a temperatura de 560 °C, o endurecimento magnético não foi tão intenso quanto o observado para temperaturas maiores, enquanto a magnetização de saturação permaneceu, aproximadamente, constante. Para justificar o aumento de m_s observado após 1 hora a 650 °C, o mesmo autor associou esse aumento com o aumento do parâmetro de rede da matriz martensítica, que deve estar relacionado com alteração de composição dessa matriz. Com esse mesmo argumento, o autor justifica a não linearidade observada entre o aumento de austenita reversa e a diminuição da magnetização de saturação.

Para aços maraging 350, o comportamento observado por Tavares et al. (2004) é similar aos resultados citados anteriormente, como exemplifica a Figura 42. Por meio dessa figura, é possível observar que o envelhecimento a 440 °C, 500 °C e 560 °C não altera significativamente o valor da magnetização de saturação. Já no envelhecimento a 600 °C, o comportamento é análogo ao mencionado anteriormente para 650 °C no aço 18Ni300, exceto pelo fato de levar um tempo maior que a magnetização de saturação volte a crescer depois de atingir o valor mínimo.

Figura 42 – Magnetização de saturação para

18Ni350 solubilizado e envelhecido



Resumindo, envelhecimento em temperaturas superiores a 600 °C causa endurecimento magnético, isto é, aumento de H_C e diminuição de m_s nos aços maraging das classes 300 e 350.

2.5 Porque estudar novas composições do aço maraging

Neste cenário, verificar a viabilidade da substituição do Ti pelo Nb nos aços maraging é fundamental para lidar com o cenário de crescente demanda por materiais que apresentem alta resistência mecânica combinada com elevadas tenacidades. Assim, foi observado que a adição de 2% em massa de Nb ao aço maraging 18Ni(350) levou a aumento de dureza e de resistência mecânica sem comprometer a tenacidade, como mostrado na Figura bla. Portanto, justifica-se a importância de estudar aços maraging com o Nb em substituição ao Ti, sendo esta a principal inovação, do ponto de vista científico, no presente trabalho.

Figura 43 – Comparação entre as propriedades mecânicas do aço maraging 18Ni(350)

convencional com o mesmo aço com a adição de 2%Nb

Test	Sample condition(a)	Alloying element (2 wt% Nb)	Stock material
Hardness, HV	Annealed	358 ± 4	350 ± 5
	Aged	740 ± 10	700 ± 10
Tensile strength, MPa	Annealed	1435 ± 35	1180 ± 35
	Aged	2555 ± 70	2346 ± 70
Charpy V-notch impact values, J	Annealed	33 ± 3	10 ± 2
	Aged	10 ± 2	4 ± 1

(a) Annealed at 1000 °C for 2 h; aged at 480 °C for 3 h

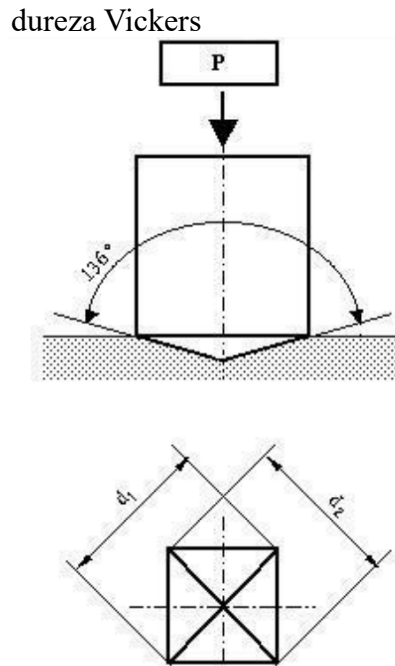
Fonte: Ahmed et al.(1994a, com adaptações).

2.6 Técnicas de Análise

2.6.1 Ensaio de dureza Vickers

Segundo a norma NBR NM 188-1, esse ensaio de dureza consiste em aplicar uma força (F) sobre um penetrador de diamante piramidal com base quadrada que está sobre a superfície do corpo de prova e então medir-se as diagonais da impressão gerada na superfície após a remoção da força. Essa impressão é considerada como tendo a mesma forma do penetrador, isto é, possui ângulo de vértice entre faces opostas (136°) igual ao da pirâmide. Assim, o valor da dureza é proporcional à razão entre a força do ensaio e a área da impressão. Na figura a seguir, é possível identificar os principais aspectos desse ensaio:

Figura 44 – Representação esquemática do ensaio de



Fonte: NBR NM 188-1.

O valor da dureza Vickers é dado pela seguinte relação:

$$HV = constante \times \frac{\text{Força aplicada}}{\text{área da impressão}} = 0,102 \times \frac{2xFx \operatorname{sen}\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{d^2} = 0,182 \times \frac{F}{d^2} \quad \text{Eq. 43}$$

Onde F é a força em Newtons e d é o valor médio das diagonais d_1 e d_2 medidas na projeção da impressão.

Destaca-se que a medição deve ser realizada em corpos de prova cuja superfície seja lisa, plana e livre de óxidos. Além disso, a espessura do corpo de prova deve ser, pelo menos, uma vez e meia o diâmetro da impressão e nenhuma deformação deve ser observável do lado oposto ao da impressão.

2.6.2 Difração de raios-X e medidas de macrot textura

Na Seção [2.3.1](#) foram descritas as formas de representação da textura cristalográfica no materiais policristalinos. Agora, é importante fazer a descrição do procedimento experimental utilizado para determinar as seguintes informações sobre os cristais: quais são as orientações presentes nos material e quais são as frações dessas orientações.

A difração de raios-x é o princípio básico usado experimentalmente para a determinação da macrot textura cristalográfica. Esse fenômeno ocorre nos materiais cristalinos

porque, dentre outros motivos, os espaçamentos interplanares são da mesma ordem de grandeza que o comprimento de onda dos raios-x. Assim, quando os planos cristalográficos estão orientados de forma que é válida a Lei de Bragg, dada na Equação 44, forma-se um feixe difratado cujo ângulo entre ele e os planos de difração é igual ao ângulo formado entre o feixe incidente e os mesmos planos. Além disso, o feixe incidente, o feixe difratado e a normal aos planos de difração são coplanares.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad \text{Eq. 44}$$

Onde n é a ordem da difração, λ é o comprimento de onda dos raios-x, d é o espaçamento interplanar e θ é o ângulo entre o feixe difratado e o plano de difração.

Conhecendo-se o princípio básico da difração e tendo em mente a definição dada na Seção [2.3.1.2](#) para as figuras de polos, resta explicar o princípio e a configuração experimental utilizados para determinar as intensidades e as posições nas figuras de polos de planos cristalográficos específicos.

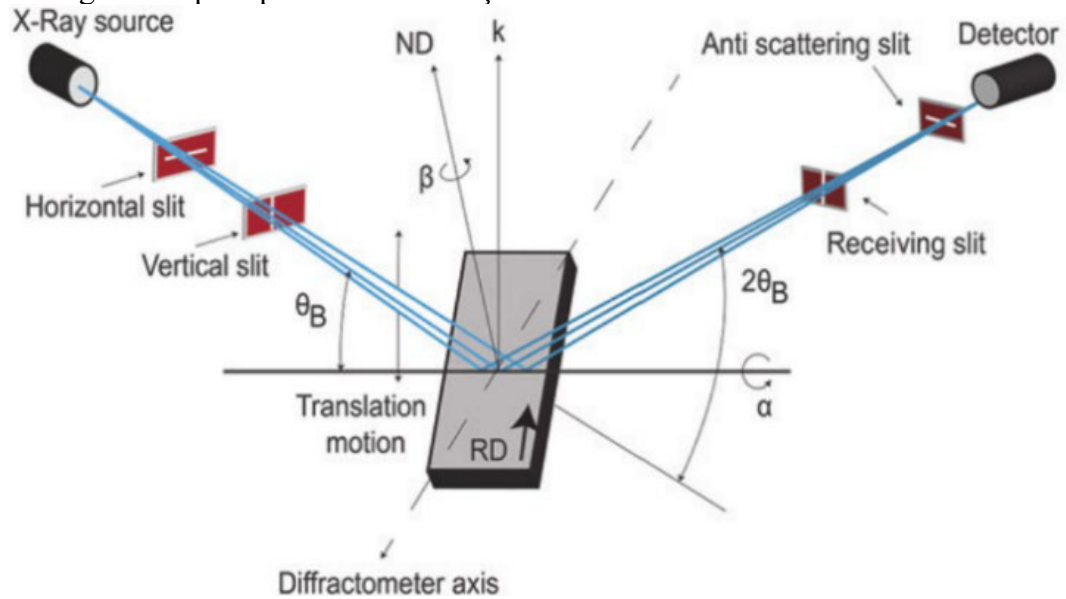
A intensidade da difração depende, mantendo fixo outros parâmetros como o fator de estrutura, da fração de cristais que está favoravelmente orientado para que a Lei de Bragg seja satisfeita. Assim, hipoteticamente, uma forma de indentificar qualitativamente a microtextura em um material é por meio da identificação de alterações relativas na intensidade dos picos, em comparação com o material perfeitamente aleatório. Com base nisso, Wever determinou figuras de polos em 1924 analisando alterações nas intensidades relativas dos anéis de Debye-Scherrer (WEVER, F.; SCHMID, 1929).

Entretanto, atualmente, utiliza-se o método de Schulz (SCHULZ, 1949). Esse método, resumidamente, consiste em, fixando-se a fonte de raios-x e o detector em uma posição que satisfaz a Lei de Bragg para um plano específico (hkl), posicionar a amostra em todas as orientações possíveis em relação ao feixe incidente, possibilitando que o plano (hkl) dos cristais da amostra possam difratar os raios-x. Destaca-se que a movimentação da amostra deve ser feita mantendo-se o eixo paralelo à sua superfície.

Para melhor entendimento do método descrito por Schulz, apresenta-se a Figura 45.

Figura 45 – Representação esquemática do método de Schulz para determinação

das figuras de polo por meio da difração dos raios-x



Fonte: (SUWAS; RAY, 2014).

Nessa figura, o feixe de raios-x monocromático produzido por uma fonte é colimado por meio de duas fendas, uma horizontal e uma vertical, para controlar a abertura angular do feixe, concentrando-o em uma região específica da amostra. O feixe incide na superfície plana da amostra onde os planos (hkl), cujo vetor normal é \vec{k} , estão orientados de forma que a Lei de Bragg (Equação 44) é satisfeita, formando-se um feixe difratado. Este, após passar pelas fendas ‘receiving’ e ‘anti scattering’, chega ao detector.

Passando para os já mencionados movimentos aos quais a amostra é sujeita, tem-se:

- 1- Movimento de translação (translations motion, na Figura 45) para frente e para trás no plano da amostra;
- 2- Rotação em torno de um eixo perpendicular ao plano da amostra, isto é, rotação em torno do eixo ND (ângulo β);
- 3- Rotação em torno de um eixo perpendicular ao vetor \vec{k} e que está no plano de difração formado pelos feixes incidente e difratado (ângulo α).

Sobre esse método, dois pontos merecem destaque: as figuras de polos assim obtidas precisam passar por algumas correções (mencionadas brevemente mais adiante) e pelo menos duas figuras de polos devem ser determinadas para especificar precisamente uma dada orientação. Além disso, três características experimentais devem ser mencionadas, por influenciarem diretamente os resultados obtidos: a fonte de raios-x, o goniômetro e o sistema de detecção.

A fonte de raios-x é importante, dentre outros motivos, porque determina o comprimento de onda da radiação que irá interagir com a amostra. Nesse sentido, deve-se ajustar a tensão e a corrente da fonte levando-se em consideração aspectos como a relação de intensidades dos espectros característico e contínuo, como a fluorescência de raios-x, como a absorção e a profundidade de penetração dos raios-x.

Em virtude da pequena espessura das amostras analisadas no presente trabalho, é de fundamental importância apresentar informações sobre a profundidade de penetração efetiva dos raios-x. Assim, apresenta-se uma definição para amostra com “espessura infinita” (t_{inf}) e para a profundidade de penetração efetiva (h_{ef}), segundo Cullity e Stock (1978).

Pode-se considerar uma amostra como tendo “espessura infinita” se a intensidade difratada por uma fina camada no lado oposto desta equivale a $\frac{1}{1000}$ da intensidade difratada por uma fina camada na superfície da amostra, assim a espessura (t) pode ser dada por:

$$t_{inf} = \frac{\sin \theta \ln 1000}{2\mu} \quad \text{Eq. 45}$$

Onde μ é o coeficiente de absorção do material.

Por sua vez, a profundidade efetiva de penetração pode ser definida por meio da razão entre a intensidade difratada por uma fina camada a uma profundidade x e a intensidade difratada por uma amostra de espessura igual a “espessura infinita”. Essa razão fornece a espessura da amostra que contribui efetivamente para o feixe difratado e é dada por:

$$G_x = 1 - e^{-\frac{2\mu x}{\sin \theta}} \quad \text{Eq. 46}$$

Atribuindo-se a G_x o valor de 0,999, h_{ef} é dado pela equação a seguir:

$$h_{ef} = \frac{\sin \theta}{2\mu} \cdot \ln \left(\frac{1}{1 - 0,999} \right) \quad \text{Eq. 47}$$

2.6.2.1 Determinação do parâmetro de rede

Ainda utilizando a exposição de Cullity e Stock (1978), destaca-se que o parâmetro de rede varia com a composição das soluções sólidas. A determinação desse parâmetro pode ser realizada indiretamente e com bastante precisão (0,01 Å, por exemplo, escolhendo-se 2θ mais

próximo possível de 180°) por meio da posição dos picos de difração. Para estruturas cúbicas, o parâmetro de rede (a_{hkl}) é diretamente relacionada ao espaçamento interplanar pela Equação 48.

$$a_{hkl} = d_{hkl} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \text{Eq. 48}$$

Conhecendo-se o ângulo de difração, usa-se a Equação 44 para determinar d_{hkl} e, por meio da Equação 48, determina-se o parâmetro de rede a_{hkl} .

Como aparece $\sin \theta$, ao invés de θ , na Equação 44, a precisão na medida de d_{hkl} , ou de a_{hkl} , depende da precisão do cálculo de $\sin \theta$. Esse fato torna possível a precisão aceitável para o procedimento, pois $\sin \theta$ varia muito pouco para valores de θ próximos a 90° . Isso possibilita calcular precisamente $\sin \theta$ a partir de θ próximos a 90° .

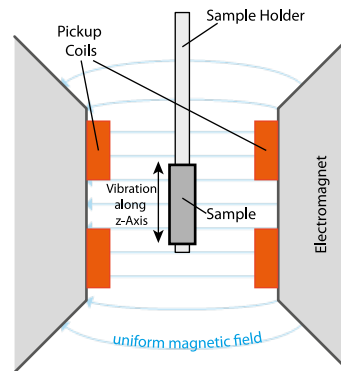
2.6.3 Medições das propriedades magnéticas

Agora, com o embasamento teórico apresentado, é possível fazer uma descrição sobre como as propriedades magnéticas podem ser medidas. De forma geral, qualquer método experimental envolve um meio de produzir um campo magnético, que será aplicado ao material em estudo, e um meio de medir o efeito resultante neste.

No caso do Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM), o campo é aplicado por meio de ímãs eletromagnéticos (“electromagnet” ou eletroímã – que são basicamente formados por um núcleo de ferro envolto por uma bobina por onde passa corrente), e o efeito resultante (a magnetização da amostra – momento magnético) é medido por meio da variação de fluxo consequente da vibração da amostra no interior de bobinas. Essa vibração induz uma força eletromotriz (emf) alternada nas bobinas, chamadas de bobinas de detecção (“pickup coils” na Figura 46). A Figura 46 apresenta esquematicamente essa configuração.

Figura 46 – Representação esquemática da

configuração de um VSM

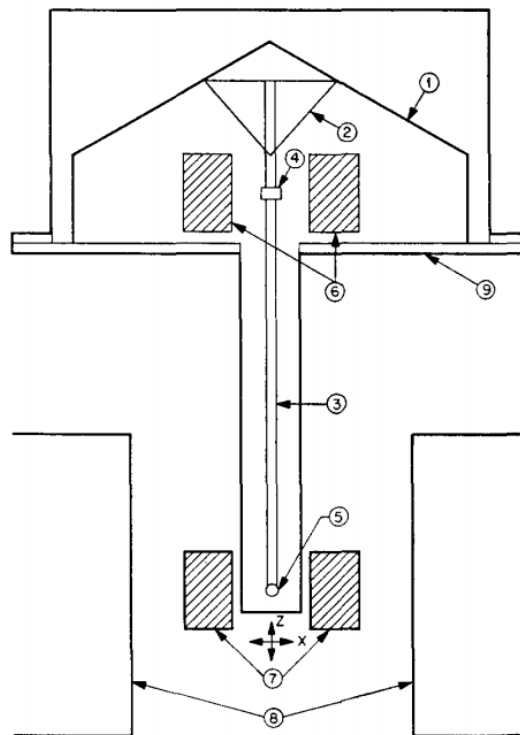


Fonte: (R0OLAND, [s.d.]).

Destaca-se que essa configuração experimental torna as medidas invariantes a alterações de amplitude de vibração e de frequência de vibração, a pequenas variações do campo aplicado e a pequenas desuniformidades no campo aplicado (FONER, 1959).

Passando para uma descrição mais detalhada do VSM, a Figura 47 mostra uma representação esquemática com componentes além dos mostrados na figura anterior.

Figura 47 – Forma simplificada de um VSM



Fonte: (FONER, 1959).

Nessa figura, a amostra (5) vibra perpendicularmente ao campo aplicado pelo eletroímã (8). A vibração é controlada por um transdutor - conjunto (1), (2) e (4) - nesse caso,

mas poderia ser outro sistema de vibração mecânica, como um motor linear. A variação de fluxo magnético nas bobinas de detecção estacionárias (7) induz uma tensão (emf) alternada nestas. A magnitude de emf, geralmente, é muito pequena, implicando na necessidade de amplificação desse sinal.

Comumente, como mostra a Figura 47, um sensor magnético, constituído por bobinas de referências (6) e por uma amostra de referência (4), conectada à amostra por meio de uma haste (3); acoplado ao sistema motor produz um sinal de referência. Com isso, o amplificador (lock-in amplifier), por meio do sinal de referência, ajusta a amplitude do sinal de (7) e a fase do sinal resultante por meio de (4). Assim, o sinal resultante é proporcional ao campo magnético da amostra e independente de variações na frequência ou amplitude de vibração.

Além disso, todo o sistema é calibrado com uma amostra de momento magnético conhecido e que deve ter tamanho, forma e permeabilidade magnética semelhantes aos da amostra que será analisada. Portanto, resultando em valores de momento magnético [emu] em função do campo aplicado, que, geralmente, é medido no interior de (8) utilizando um gaussímetro.

2.6.3.1 Correção devido ao campo desmagnetizante

O VSM é considerado como um método em circuito aberto, uma vez que parte do fluxo magnético flui através da amostra e parte flui através do ar. Assim, há uma preferência, devido à maior permeabilidade dos materiais ferromagnéticos, das linhas de campo passarem através do material. Esse fenômeno é uma consequência do surgimento, na amostra, de um campo oposto a direção de magnetização. Esse campo é chamado de campo desmagnetizante (H_d) e é proporcional à magnetização da amostra, sendo a constante de proporcionalidade chamada de fator de desmagnetização ou coeficiente de desmagnetização (N_d).

$$H_d = -N_d \cdot M \quad \text{Eq. 49}$$

Como dito anteriormente, o campo magnético, H , aplicado na amostra é medido, geralmente, por um gaussímetro. Portanto, é necessário considerar o campo desmagnetizante para obter o campo efetivo, H_{ef} , que deve ser levado em conta na determinação das propriedades magnéticas, como mostrado na Equação 50. Essa correção altera o valor da

indução residual, B_r , mas não altera os valores da magnetização e da indução de saturação, M_s e B_s .

$$H_{ef} = H - H_d \quad \text{Eq. 50}$$

É importante destacar que H_d é uniforme apenas em amostras elipsoidais completamente saturadas, com as suas dimensões muito maiores que as dimensões dos domínios. Além disso, deve-se ter em mente que, além da geometria da amostra, o campo desmagnetizante depende da permeabilidade do material. Assim, nas condições experimentais, H_d varia ao longo da amostra, de forma que o coeficiente de desmagnetização não é único. Logo, as expressões apresentadas a seguir irão produzir algum erro experimental.

Após essas ressalvas, passa-se para as expressões apresentadas por Cullity e Graham(2009) para o cálculo de N_d de amostras no formato de disco. Considerando-se que o disco tem espessura t , diâmetro c e com $m = c/t$. Os fatores de desmagnetização são:

Para a magnetização ao longo de um diâmetro:

$$N_c = \frac{C_3}{2(m^2 - 1)} \left[\frac{m^2}{\sqrt{m^2 - 1}} \sin^{-1} \left(\frac{\sqrt{m^2 - 1}}{m} \right) - 1 \right] \quad \text{Eq. 51}$$

Para a magnetização ao longo da espessura:

$$N_t = C_3 - 2N_c \quad \text{Eq. 52}$$

Para valores de m muito grandes (>20), os valores de N_c e de N_t podem ser aproximados pelas aproximações a seguir, com erro menor que 0,5%:

$$N_c = C_3 \frac{\pi}{4m} \quad \text{Eq. 53}$$

$$N_t = C_3 \left(1 - \frac{\pi}{2m} \right) \quad \text{Eq. 54}$$

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material

Os materiais em estudo são aços maraging 18Ni ligados com três diferentes percentuais em massa de Nb. Esses materiais foram obtidos por meio da fundição a plasma seguida de deformação a quente. As amostras foram subdivididas, de acordo com o percentual em massa de Nb, nos seguintes grupos: 0,5-Nb; 1,0-Nb e 1,5-Nb. As composições em percentual em massa de cada grupo estão apresentadas na tabela a seguir:

Tabela 5 – Composição química dos materiais em estudo (% em massa)

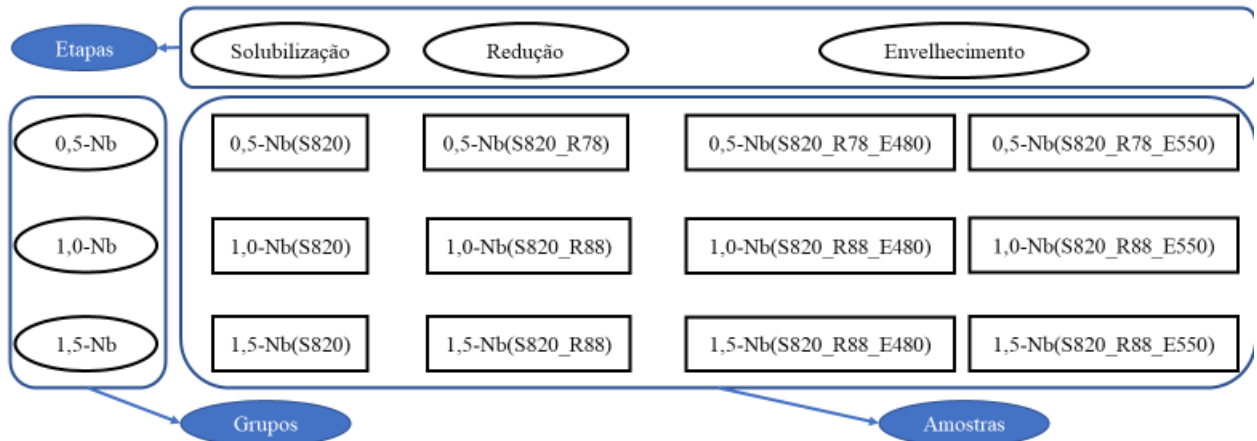
Material	Nb	Ni	Co	Mo	Cr	P	Si	Fe
0,5-Nb	0,55	17,47	8,67	4,63	0,031	0,085	0,157	Bal.
1,0-Nb	0,94	18,18	8,72	4,69	0,026	0,08	0,129	Bal.
1,5-Nb	1,44	17,49	8,68	4,70	0,03	0,0715	0,1455	Bal.

Fonte: elaborada pelo autor.

Os materiais em estudo foram submetidos ao seguinte processo termomecânico: solubilização, laminação e envelhecimento, nessa ordem. Essas etapas serão detalhadas posteriormente no presente trabalho. Após isto, foram determinadas as características microestruturais, por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura, as propriedades magnéticas e as características de macrotxtura cristalográfica. Além disso, a dureza Vickers das amostras estudadas foi medida.

Para a análise dos resultados, o processamento termomecânico aplicado a cada amostra será expresso entre parênteses, com cada etapa separada por “_”. Dessa forma, os resultados serão subdivididos por técnica de análise, apresentando-se, em cada seção, os resultados das amostras que foram submetidas à técnica correspondente. Uma representação esquemática com as nomenclaturas utilizadas para as amostras submetidas a cada etapa do processamento mencionado anteriormente é apresentada na Figura 48.

Figura 48 – Representação esquemática das nomenclaturas empregadas para as amostras submetidas a cada etapa do presente trabalho



Fonte: elaborada pelo autor.

3.2 Preparação metalográfica

A preparação metalográfica das amostras foi realizada previamente às análises de microscopia óptica e eletrônica, de difração de raios-x e de dureza. Os procedimentos utilizados estão descritos nas seis etapas a seguir.

I. Obtenção das amostras: foi realizada por meio de corte manual com serra.

II. Embutimento: após a obtenção, o embutimento foi realizado com baquelite por meio de máquina de embutimento a quente (Fabricante: TECLAGO®/ Modelo: EM30D).

III. Lixamento: realizado posteriormente ao embutimento. As amostras foram lixadas utilizando-se lixas de SiC, em granulometrias de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh, em rotação produzida por politriz/lixadeira elétrica (Fabricante: AROTEC®/ Modelo: Aropol 2V-PU).

IV. Polimento: depois de lixadas, as amostras foram polidas manualmente em panos de polimento sob rotação por politriz elétrica (Fabricante: AROTEC®/ Modelo: Aropol 2V-PU) utilizando-se lubrificante concentrado azul (Código: AROT*LA/Fabricante: AROTEC®) e pasta de diamante (Fabricante: AROTEC) com as granulometrias 6, 3 e 1 μm .

V. Polimento Semiautomático: após o polimento manual, realizou-se polimento semiautomático utilizando o equipamento MINIMET 1000 e sílica coloidal do tipo OP-S (Fabricante: Buehler).

VI. Ataque Químico: o ataque químico foi realizado por imersão, até obtenção do contraste desejado, em solução de Nital 2% (2 % em volume de $\text{HNO}_3(\text{conc.})$ e 98 % em volume de álcool etílico absoluto, p. a.).

Destaca-se que, em cada uma das análises, foram realizadas apenas as etapas adequadas para o tipo de análise específica, como será apresentado a seguir.

3.3 Medição de dureza Vickers

Devido à importância da espessura dos corpos de prova para a medição da dureza do material, a Tabela 6, a seguir, apresenta a espessura e o diâmetro de cada um dos grupos em estudo:

Tabela 6 – Dimensões das amostras utilizadas no presente trabalho

Grupo	Espessura (mm)	Diâmetro (mm)
0,5-Nb	0,85	19
1,0-Nb	1,40	14
1,5-Nb	1,40	14

Fonte: elaborada pelo autor.

As medições de dureza Vickers foram realizadas seguindo as especificações da norma NBR-NM 188-1, conforme resumido na Seção 2.6.1. Assim, os corpos de prova passaram pela preparação metalográfica, sem a realização de ataque químico, para garantir a planificação das superfícies e a ausência de óxidos nela; e foram submetidos a uma carga de 490,3 N aplicada por 10 segundos. Foram feitas 5 medidas, localizadas aleatoriamente na superfície das amostras, em cada corpo de prova. O valor médio e o desvio padrão foram calculados a partir dessas medidas, retirando-se o maior e o menor valor. Os resultados assim obtidos são apresentados na Figura 60 da Seção 4.2.

Já as medições de dureza após a laminação, devido à espessura final, foram feitas utilizando microdurômetro (Fabricante: Shimadzu / Modelo: HMV) com carga igual a 9,807 N aplicada por 10 segundos. Isto é, foram realizadas medidas de microdureza para não haver deformação do lado oposto ao que foi realizada a penetração. Nesse caso, o procedimento realizado para determinação dos valores médios e dos desvios padrão foi idêntico ao descrito no parágrafo anterior.

3.4 Tratamento térmico

Realizou-se a solubilização de todas as amostras a 820 °C por 15 minutos utilizando-se um forno tipo mufla a vácuo (Modelo: EDG 3000 / Fabricante: EDG

Equipamentos) com uma taxa de aquecimento de 40 °C/min. Destaca-se que o vácuo é realizado utilizando-se uma bomba primária até que a pressão atinja 10^{-2} atm. Ressalva-se que o tratamento térmico utilizado no presente trabalho, e chamado de solubilização, foi realizado sem o controle experimental da taxa de resfriamento. Outro tratamento térmico utilizado, que foi realizado em forno tipo mufla (Modelo: 3P-S / Fabricante: FDG), consistiu no envelhecimento durante 3 horas nas temperaturas de 480 °C e de 550 °C. Destaca-se que o tratamento a 480 °C foi escolhido por ser o tratamento recomendado para os aços maraging 250, 300 e 350, conforme apresentado na Seção 2.1 e Figura 7.

3.5 Laminação

Uma vez solubilizados, os corpos de prova foram laminados, a temperatura ambiente, em laminador elétrico duo reversível com 0,25 kW de potência nominal. O laminador possui rolos com, aproximadamente, 10 cm de diâmetro. Assim, foi possível realizar uma redução por passe de 0,1 mm nos corpos de prova em questão com o intuito de atingir uma espessura final de 0,15 mm. Portanto, foram aplicados 6, 12 e 12 passes, o que produziu reduções de 78%, 88% e 88%, respectivamente, para os grupos 0,5-Nb, 1,0-Nb e 1,5-Nb.

3.6 Microscopia óptica

A microscopia ótica (MO) foi realizada para caracterizar a microestrutura das amostras na condição solubilizada. Todas as observações foram realizadas utilizando-se microscópio óptico (Modelo: AxioCam ICc 5/ Fabricante: Carl Zeiss), localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais - LACAM da Universidade Federal do Ceará. Utilizou-se também o microscópio óptico (Fabricante: Leica), localizado no Laboratório de Pesquisa em Corrosão - LPC da Universidade Federal do Ceará.

3.7 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada paralelamente à microscopia óptica. O microscópio utilizado foi o equipamento com Fonte de Emissão de Campo QUANTA 450 FEG - FEI, localizado na Central Analítica da Universidade Federal do Ceará - UFC. As imagens foram obtidas com sinal de elétrons secundários (SE) e retroespalhados (BSE). O Sinal

foi coletado utilizando detector ETD para SE e detector vCD para BSE. Ademais, utilizou-se os seguintes parâmetros:

- Velocidade de varredura da imagem igual a 300 μ s;
- Voltagem de aceleração igual a 20 kV;
- Working distance igual a 10 mm;
- SPOTSIZE de 4,0.

3.8 Difração de raios-x e determinação da macrot textura cristalográfica

As difrações de raios-X e as análises de textura foram realizadas num difratômetro (Modelo: X'PERT PRO/ Fabricante: PHILLIPS®), localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais – LACAM, da Universidade Federal do Ceará; com fonte de radiação CoK_α de comprimento de onda $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$. O intervalo angular de varredura (2θ) utilizado para a difração em todas as amostras foi de 40° - 110° . As medições foram realizadas nas seguintes condições:

- configuração: ATC-3;
- temperatura ambiente;
- modo contínuo de varredura;
- passo angular igual a $0,02^\circ$;
- tempo de contagem de 1 segundos.
- tensão igual a 40 kV;
- corrente igual a 45 mA

Para a determinação das FDOC's, foram utilizadas as figuras de polos (110), (200) e (220) correspondentes à estrutura CCC do material estudado. A determinação dessas figuras foi realizada com os seguintes parâmetros:

- α : 0° a 75° e “step” igual a 5° ;
- β : 0° a 360° e “step” igual a 5°
- tempo por “step” igual a 1 segundo.

As FDOC's foram calculadas usando o MTEX (BACHMANN; HIELSCHER; SCHAEBEN, 2010). A partir das três figuras de polos citadas, utilizou-se o método “ZeroRange”, resumido na Seção 2.3.1.5, com os seguintes parâmetros:

- Kernel: “de La Valee Poussin”;
- Resolução: 5° ;
- “Halfwidth”: 5° .

3.9 Propriedades magnéticas

Por meio de um magnetômetro de amostra vibrante EGG-PARC (Modelo: 4500), pertencente à Universidade Estadual de Maringá, as propriedades magnéticas (H_c , M_r e M_s) e os ciclos de histerese foram obtidos, destacando que se utilizou o campo efetivo, H_{ef} , segundo resumido na Seção 2.6.3.1.

Os dados obtidos diretamente a partir do VSM (gráficos de M [emu] em função de H [Oe]) foram utilizados para determinar diretamente os valores de M_s nos últimos pontos da curva, com a amostra saturada. Para conversão dos valores de M_r e M_s de [emu] para [emu/cm³], foram utilizados a densidade do Níquel (8,9 g/cm³) e a massa dos discos. Por outro lado, aplicando a média entre os valores interpolados positivos e negativos da remanência e da força coerciva, obteve-se os valores M_r e H_c .

As amostras para os ensaios magnéticos realizados possuíam o formato de discos com diâmetro de 3,00 mm e espessura igual a 0,15 mm. Esses discos foram obtidos a partir do material laminado, com a espessura dos discos coincidindo com a do material após a laminação. Ou seja, a superfície do disco coincide com o plano XY indicado na Figura 12. Nesse caso, além do corte, realizou-se o lixamento, até as dimensões mencionadas, das amostras, que foram colocadas em uma haste de aço com a ponta circular de diâmetro igual ao desejado.

A massa das amostras ensaiadas foi medida utilizando-se uma balança analítica (Fabricante: Bel/ Modelo: M214-Ai).

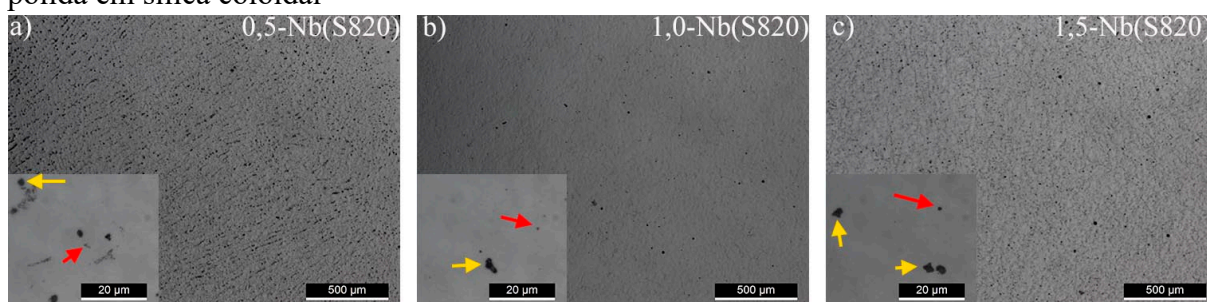
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados e discussões apresentados a seguir serão divididos usando como critério a técnica de análise utilizada. Assim, seguem-se seções correspondentes à microscopia, à dureza Vickers, à difração de raios-x e às propriedades magnéticas.

4.1 Microscopia óptica e eletrônica de varredura

A Figura 49 mostra os três grupos estudados na condição solubilizada. As micrografias apresentadas nessa figura foram obtidas a partir das amostras polidas, mostrando que a microestrutura é formada por uma matriz e por outras fases dispersas nesta.

Figura 49 – Micrografias ópticas mostrando os grupos estudados na condição solubilizada e polida em sílica coloidal



Fonte: elaborada pelo autor.

Como mostrado na Seção 2.2, nos aços maraging convencionais (18Ni(250), 18Ni(300) e 18Ni(350), contendo Ti) é observada a formação de compostos como TiC e Ti(CN) em consequência do processo de fabricação. Assim, a substituição do Ti pelo Nb, tendo em vista que este forma compostos intermetálicos com os outros elementos presentes nos aços maraging, deve implicar na precipitação de compostos com Nb, isto é, NbC_x e Nb(C_xN_y). Isso pode ser justificado uma vez que, comparativamente ao Ti, o Nb apresenta uma maior tendência a formar carbonitretos, comportando-se semelhantemente ao vanádio e diferentemente do Ti, que forma carbonetos apenas depois que oxigênio, nitrogênio e enxofre tenham sido consumidos (DEARDO, 2003).

Como mostra o canto inferior esquerdo das Figuras 49 a, b e c, é possível observar morfologias poligonal (setas amarelas) e esférica (setas vermelhas) para as fases precipitadas na matriz.

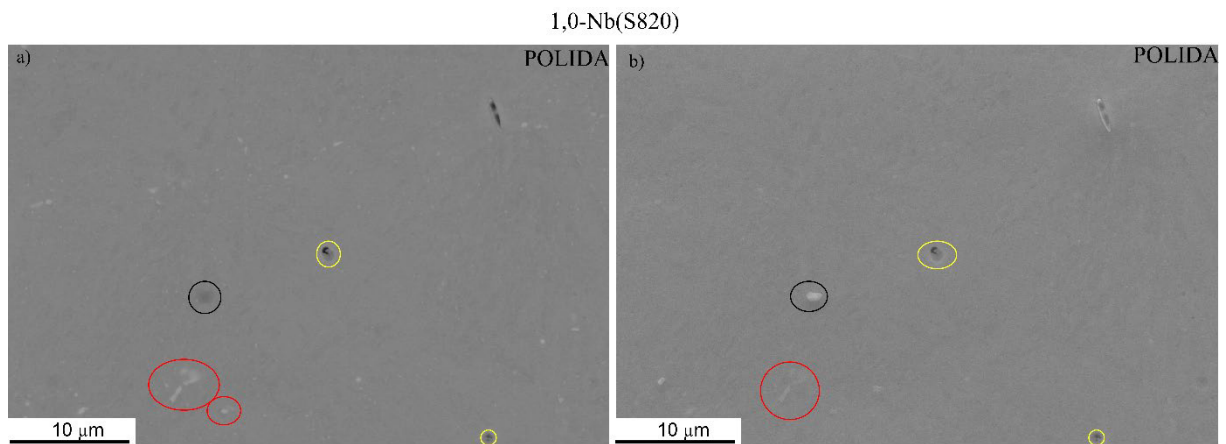
Além de inclusões, é possível que estejam presentes precipitados formados durante o resfriamento consequente do tratamento térmico utilizado no presente trabalho. Como pode ser observado na Figura 4, a formação de Ni₃(Ti,Mo) inicia entre 480 e 550°C para tempos de envelhecimento inferiores a 1 hora nos aços maraging, de forma que o resfriamento, no vácuo, a partir de 820 °C pode ser suficiente para a formação de precipitados. Entretanto, uma determinação precisa da nucleação de precipitados não é possível, uma vez que a taxa de resfriamento experimental não foi medida.

Para melhor entendimento da microestrutura obtida em decorrência do processo de fundição empregado e do tratamento térmico realizado, as amostras foram observadas no microscópio eletrônico de varredura e a distribuição qualitativa dos elementos foi levantada por meio dos mapas de EDS.

A Figura 50 mostra as micrografias obtidas utilizando os modos BSE e SE para a amostra 1,0-Nb(S820). Nessa figura (Figura 50a), é possível identificar regiões com diferentes

tonalidades de cinza, dentre as quais está a destacada com um círculo vermelho. Essas regiões podem ser associadas com inclusões de elementos com maior número atômico, oriundos do processo de fundição. Por outro lado, as regiões destacadas por círculos amarelos apresentam um tom de cinza intermediário, sendo mais escuros que a matriz e mais claros que a região destacada pelo círculo preto. Com isso, a região destacada em preto deve corresponder a uma inclusão não metálica, enquanto a região marcada pelo círculo amarelo deve constituir uma inclusão metálica.

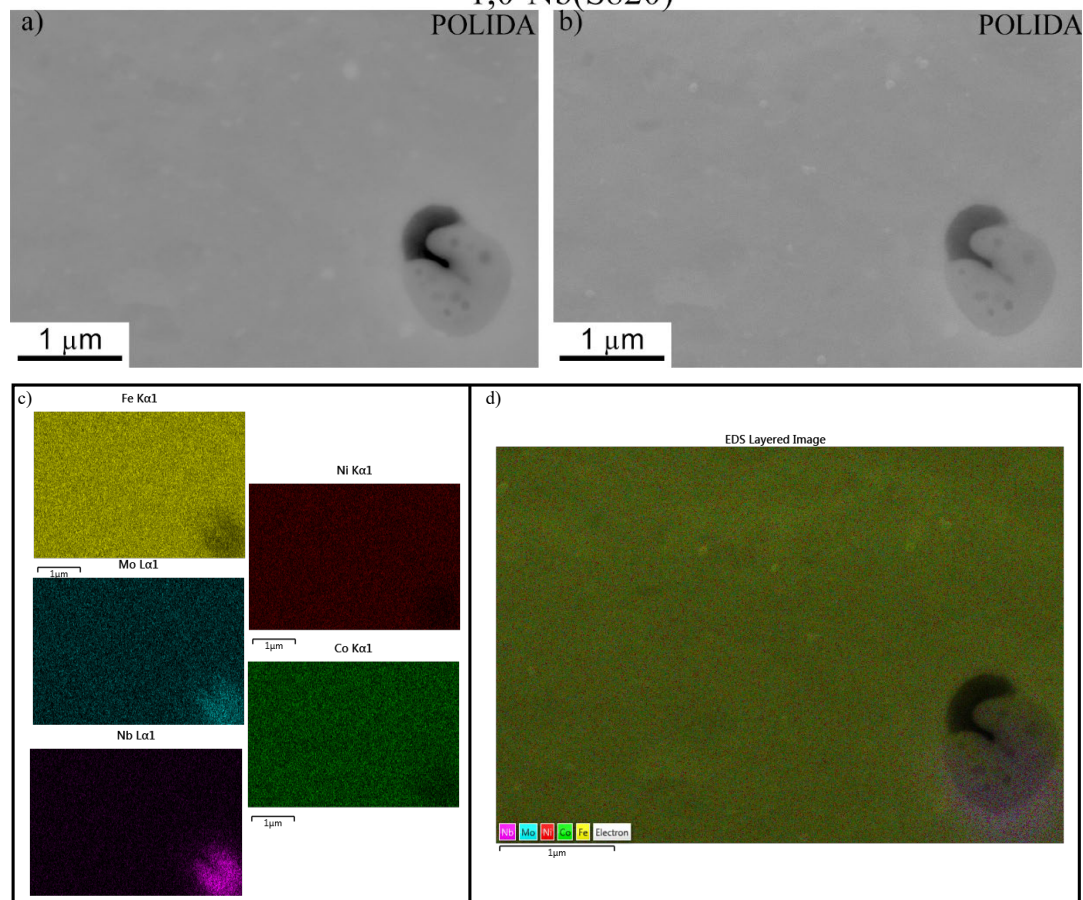
Figura 50 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos BSE a) e SE b)



Fonte: elaborada pelo autor.

Ainda para a amostra 1,0-Nb(S820), a Figura 51a e a Figura 51b mostram micrografias (BSE e SE, respectivamente), com maior magnificação, destacando a inclusão circulado em amarelo na Figura 50, e os mapas de EDS mencionados anteriormente.

Figura 51 – Micrografias eletrônicas do grupo 1,0-Nb(S820) mostrando o sinal BSE a), o sinal SE b), os mapas de EDS c) e a imagem SE sobreposta pelos mapas d)
1,0-Nb(S820)



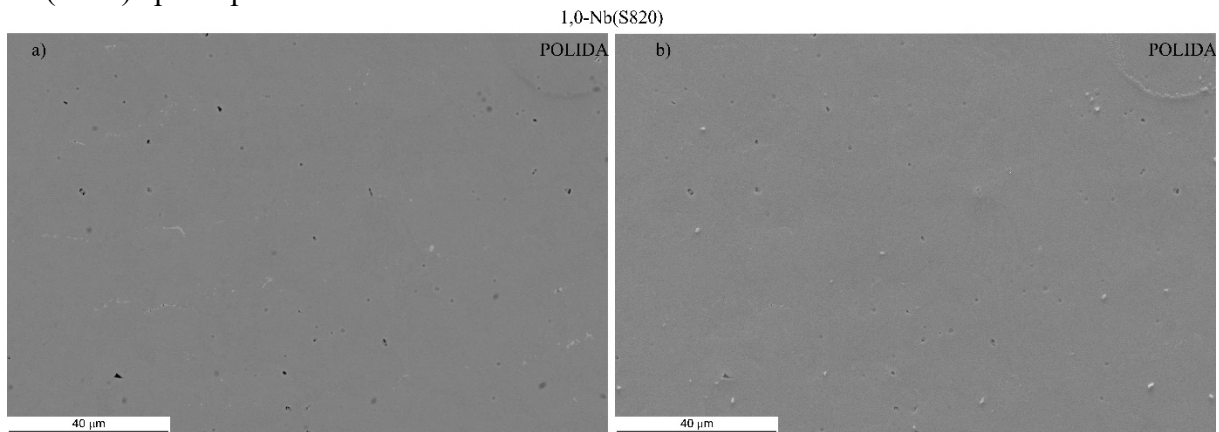
Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 51c e a Figura 51d mostram que os elementos estão distribuídos de forma heterogênea, ocorrendo microsegregação de Nb (ver mapa correspondente ao nióbio). Comparando-se os resultados mostrados na Figura 51 com as regiões destacadas em vermelho na Figura 50, não é possível confirmar a observação feita anteriormente, de forma que as regiões mais claras na Figura 50a deve corresponder à segregação de impurezas contendo elementos de número atômicos maior que o Nb e o Mo. Tais elementos podem ser inseridos na liga durante o seu processo de fabricação.

Abordando a inclusão observada, nota-se que ela possui maiores concentrações de Nb e de Mo. Esse tipo de fase já foi observado em aços maraging 18Ni(350) ligados com 2 %Nb (AHMED et al., 1994a), como apresentado na Figura 6.

A Figura 52 mostra que as características observadas a partir da Figura 50 e da Figura 51 repetem-se em outras áreas da amostra 1,0-Nb(S820).

Figura 52 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos BSE a) e SE b) do grupo 1,0-Nb(S820) após o polimento

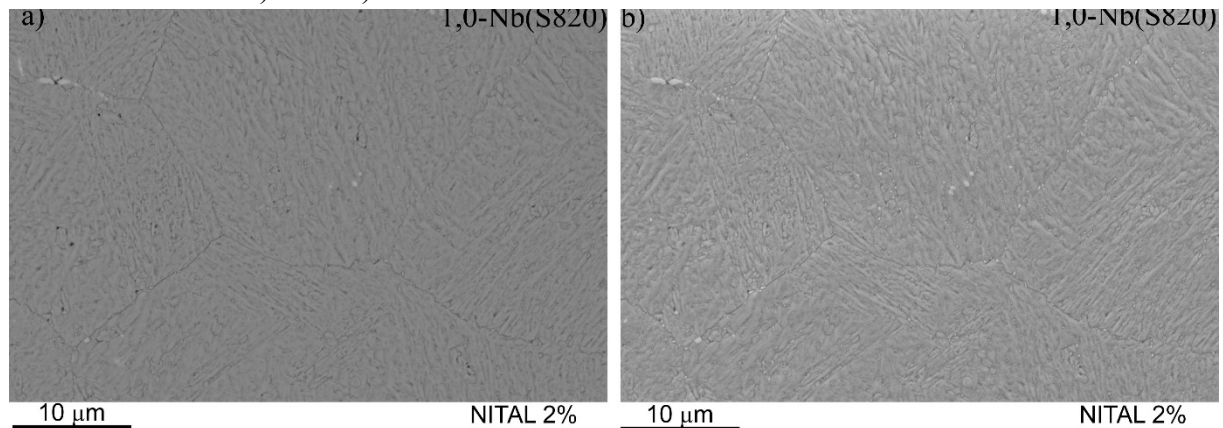


Fonte: elaborada pelo autor.

Além das inclusões e da microsegração, deve-se destacar que o material, mesmo deformado a quente após o processo de fabricação, apresenta poros distribuídos por toda a amostra. Como é possível observar na Figura 51b, os poros são observados preferencialmente na interface entre a inclusão destacada e a matriz.

A Figura 53 mostra a microestrutura obtida para amostra 1,0-Nb(S820) após o ataque químico por imersão em Nital 2%. Observou-se estrutura martensítica formada por blocos. Também, observa-se a presença de precipitados com características (dimensão, morfologia e contraste em BSE) semelhantes aos discutidos anteriormente. Além disso, a formação dessas fases ocorre preferencialmente nos contornos de grãos da austenita prévia e entre blocos de martensita.

Figura 53 – Micrografias eletrônicas de varredura do grupo 1,0-Nb(S820) após ataque químico em Nital 2% BSE a) e SE b)

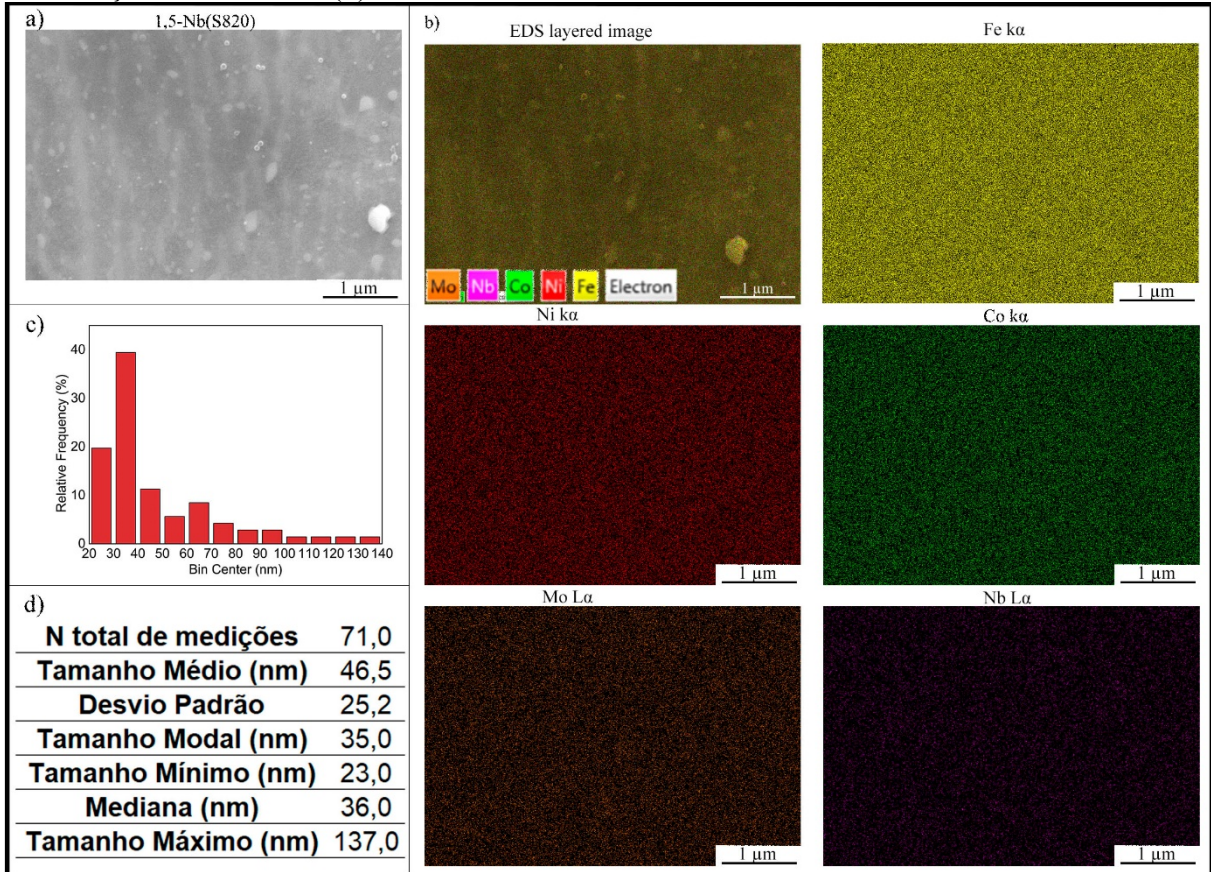


Fonte: elaborada pelo autor.

A análise por MEV da microestrutura que constitui a amostra 1,5-Nb(S820), destacando-se que foram utilizados apenas o modo SE e mapas de EDS para essa amostra, foi feita em duas regiões diferentes do grupo em questão. A primeira, exibida na Figura 54, mostra uma região da amostra polida onde é possível identificar precipitados nanométricos, com tamanho médio igual a 46,5 nm. Entretanto, os parâmetros de realização do EDS não permitiram identificar qualitativamente a composição destes. Sendo possível, semelhantemente ao que foi afirmado para a amostra 1,0-Nb(S820), observar microsegregação dos elementos Nb e Mo. Esse resultado pode ser melhor entendido por meio da observação dos mapas de EDS, do Nb e do Mo, que apresentam esses elementos em algumas regiões e vazios em outras.

Ademais, a Figura 54a mostra um padrão de regiões mais claras e mais escuras. Essas regiões podem constituir a estrutura dendrítica, indicando que o tratamento térmico aplicado não foi suficiente para homogeneizar completamente a microestrutura. Entretanto, mais uma vez, os mapas de EDS (Figura 54b) não mostram um gradiente de concentração em padrão similar ao da Figura 54a, para os elementos analisados.

Figura 54 – Região 1 - micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) polida (a), mapas de EDS (b), histograma do tamanho medido dos precipitados (c) e informações estatísticas da distribuição de tamanhos (d)

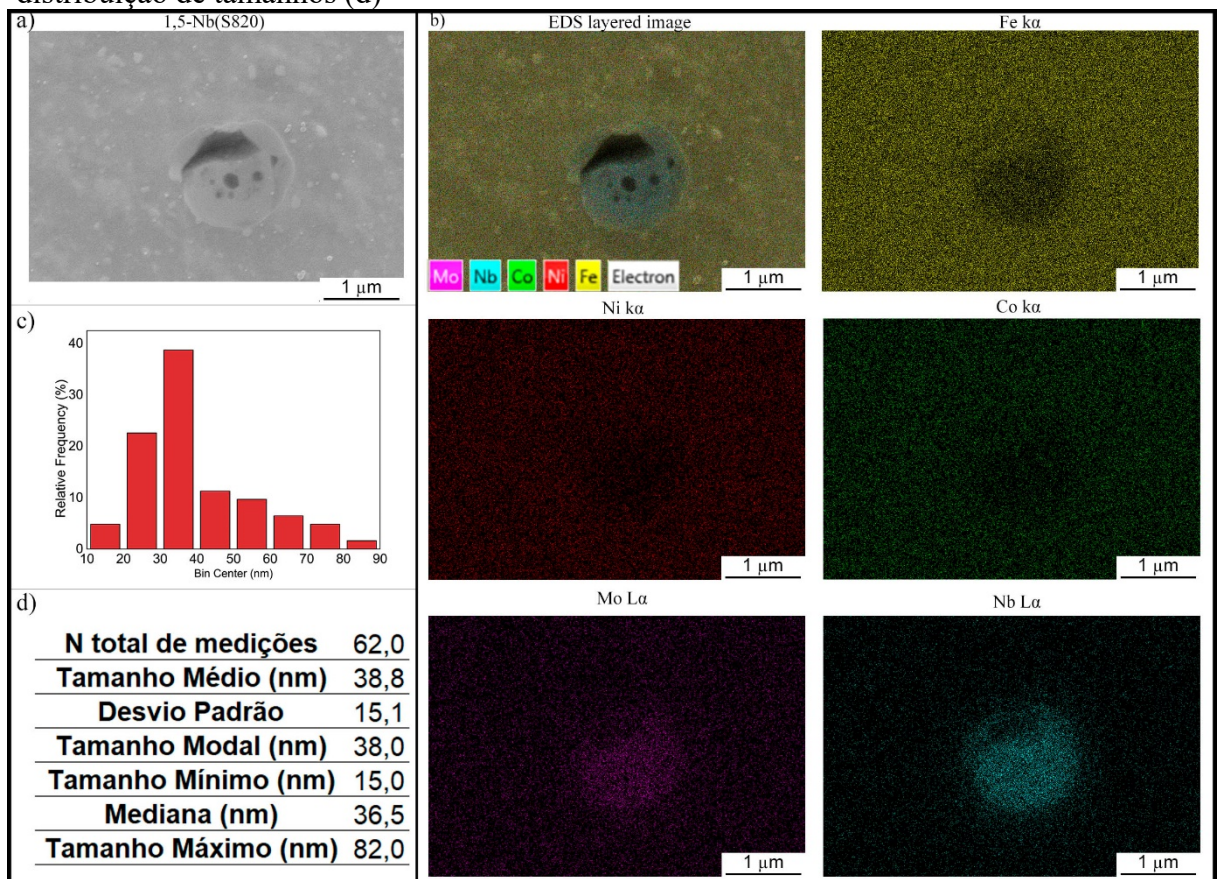


Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 54c e a Figura 54d mostram os resultados das medições do tamanho dos precipitados formados. Eles apresentaram, nessa região mostrada, tamanho médio de 46,5 nm. Esse valor médio foi deslocado devido à presença de alguns precipitados muito maiores (da ordem de 100 nm). Assim, destaca-se o valor modal de 35 nm.

A segunda região analisada na amostra 1,5-Nb(S820) é mostrada na Figura 55, que apresenta, semelhantemente à figura anterior, a micrografia em MEV (modo SE), os mapas de EDS e resultados da distribuição de tamanho dos precipitados.

Figura 55 – Região 2 - micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) polida (a), mapas de EDS (b), histograma do tamanho medido dos precipitados (c) e informações estatísticas da distribuição de tamanhos (d)



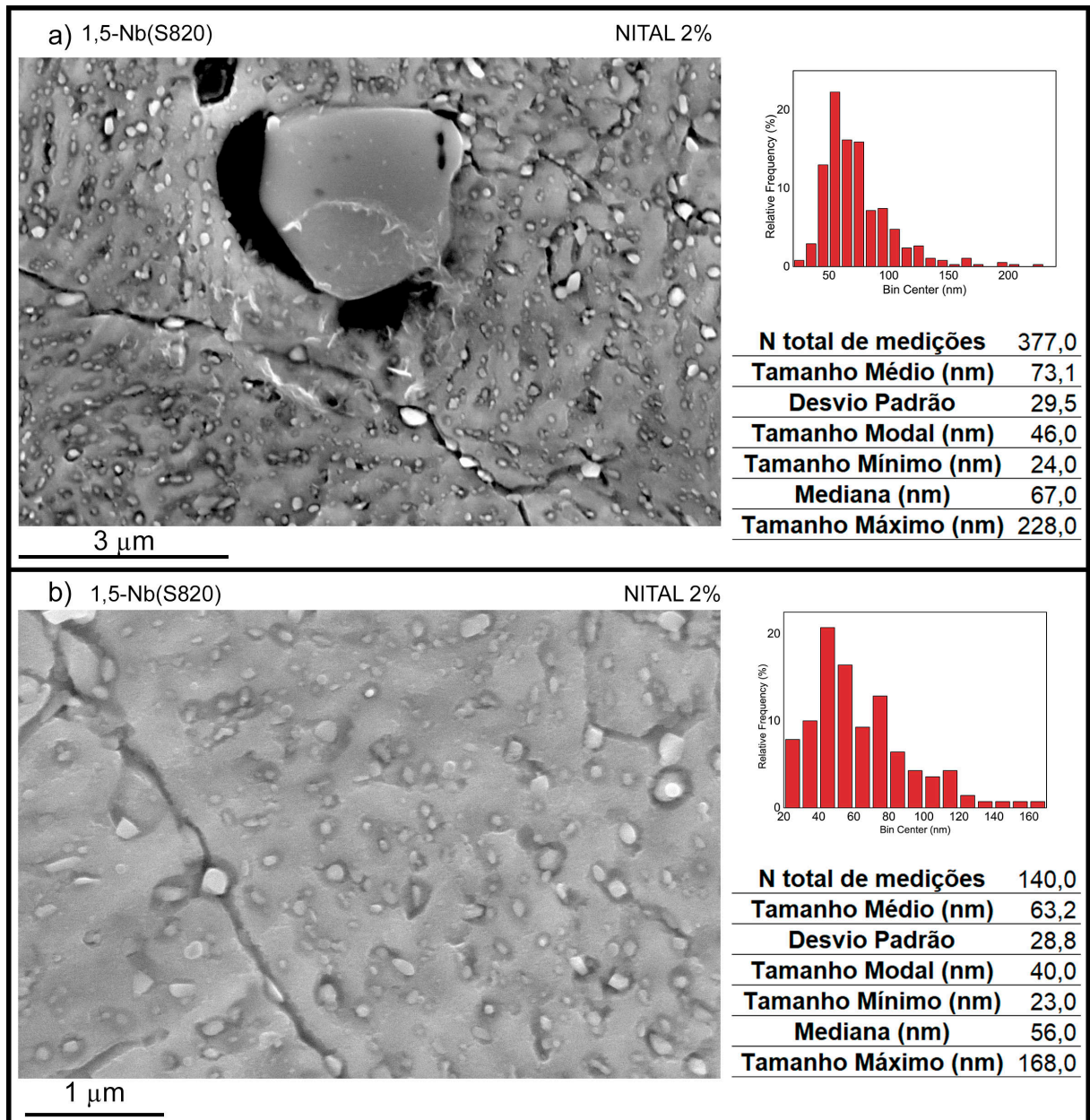
Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 55a mostra, além de precipitados já apresentados na Figura 54, uma inclusão semelhante àquela já reportada no grupo 1,0-Nb(S820). Essa inclusão, assim como no caso já discutido (Figura 51 e círculo amarelo na Figura 50), é caracterizada por estar junta a um poro no material, que se forma em consequência da contração de solidificação. Essa inclusão é caracterizada por maiores concentrações de Nb e de Mo, e menores concentrações de Ni, Co e, principalmente, Fe. Com isso, a parte do Nb que está presente nessas inclusões fica indisponível para contribuir com o endurecimento por precipitação dos materiais que, macroscopicamente, apresentam 1,0% e 1,5% em massa de Nb.

As figuras 55c e 55d mostram os resultados das medições do tamanho dos precipitados formados na Região 2. Essa região é caracterizada por tamanho médio de 38,8 nm. Além disso, a maior frequência relativa para ambas as regiões analisadas na amostra 1,5-Nb(S820) é observada entre 30 e 40 nm. Na Região 1, não estão presentes precipitados com tamanhos da ordem de 100 nm (valor máximo igual a 82,0 nm).

A Figura 56 apresenta a microestrutura da amostra 1,5-Nb(S820) após ataque químico em Nital 2%. Esse ataque, como também ocorreu no grupo anterior, se mostra eficiente para fornecer contraste entre a matriz e os precipitados. A Figura 56 mostra duas regiões distintas onde foram medidos, novamente, os precipitados.

Figura 56 – Micrografias em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) atacada quimicamente com Nital 2% e histogramas de distribuição de tamanho dos precipitados, juntamente a dados estatísticos relativos à medição

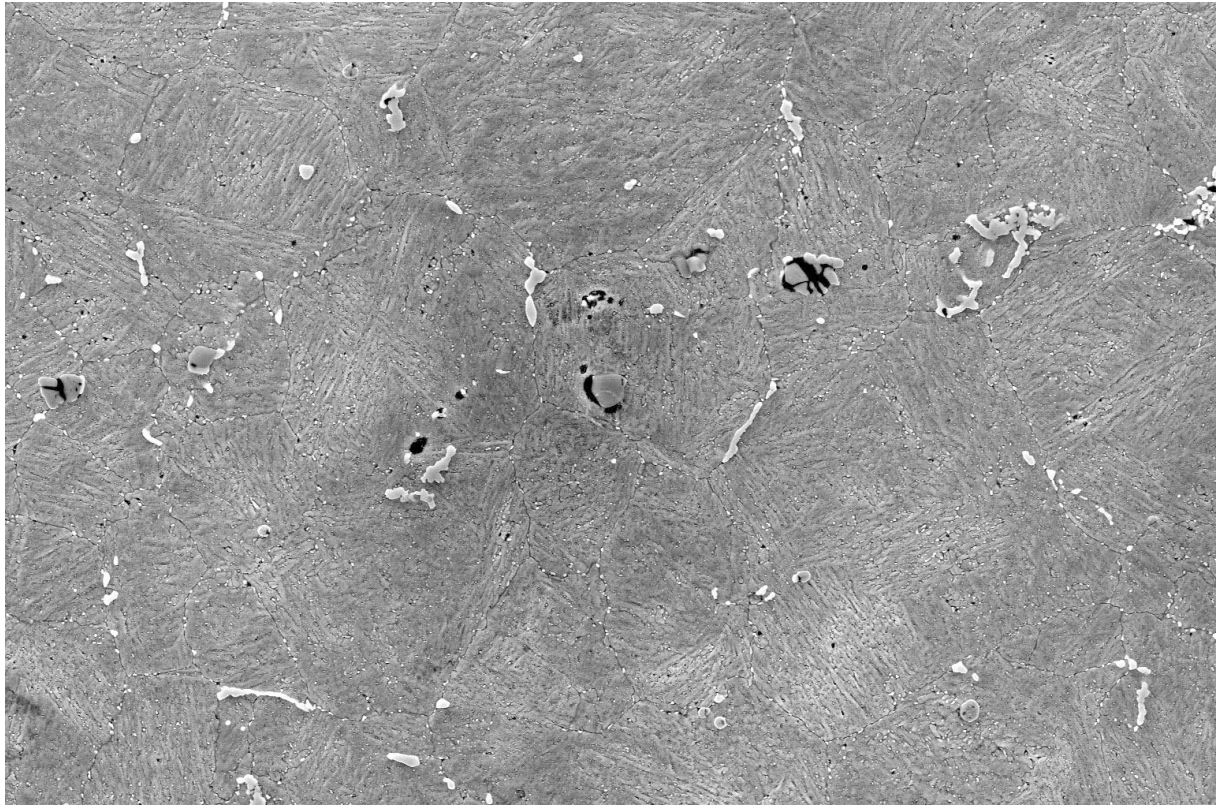


Fonte: elaborada pelo autor.

Até esse ponto, os histogramas apresentaram características similares, isto é, maior fração em tamanhos menores, da ordem de 34 a 40 nm (valor modal), e menor fração em tamanhos maiores (valores máximos entre 80 e 200 nm).

A Figura 57 apresenta micrografia eletrônica de varredura da amostra 1,5-Nb(S820) em menor magnificação. Novamente, semelhante ao que foi observado para a amostra 1,0-Nb(S820), é possível identificar regiões em que os blocos de martensita foram revelados pelo ataque químico. Além disso, observa-se, em algumas regiões da micrografia, os contornos de grão da austenita prévia.

Figura 57 – Micrografia em MEV da amostra 1,5-Nb(S820) após ataque químico em nital 2%.



30 μm

NITAL 2%

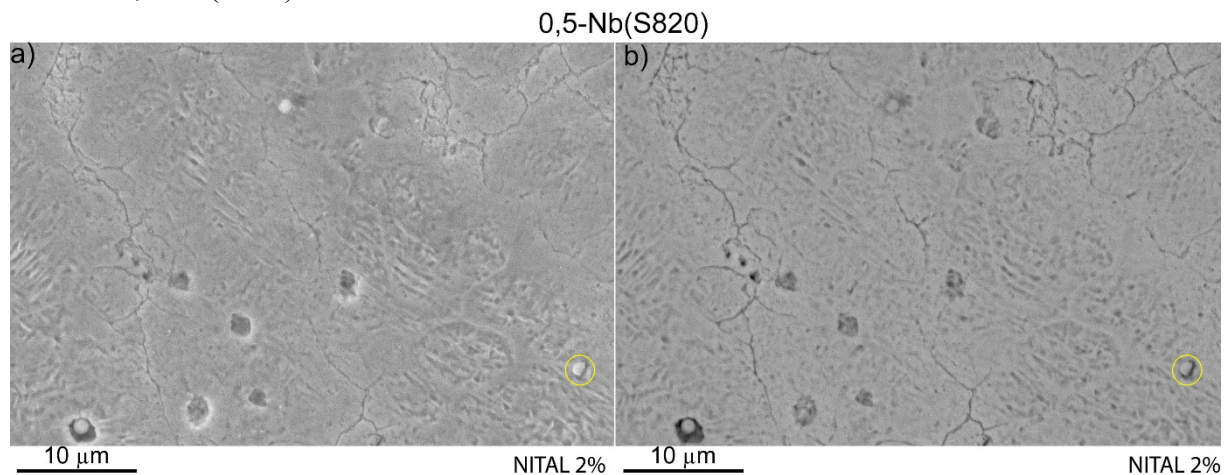
Fonte: elaborada pelo autor.

Mais uma vez, os precipitados formam-se, preferencialmente, nos contornos de grão da austenita prévia e nos contornos dos blocos de martensita. Além disso, a Figura 57 mostra inclusões, semelhantes às apresentadas na Figura 55a e na Figura 56a, distribuídas pelo material. Também é possível identificar poros presentes na micrografia.

No que diz respeito à amostra 0,5-Nb(S820), os resultados anteriores se estendem também para essa composição estudada. Para esse grupo, utilizou-se apenas os modos SE e BSE em MEV, não sendo realizado o EDS. A Figura 58 mostra a microestrutura obtida no grupo 0,5-Nb(S820) após o ataque químico em Nital 2%. Observa-se a presença de inclusões com características (dimensão e morfologia) semelhantes aos discutidos anteriormente, para as amostras 1,5-Nb(S820) e 1,0-Nb(S820). Novamente, como já discutido para a Figura 50, o

material apresenta diferentes contrastes em BSE, sendo possível identificar inclusões semelhantes às destacadas com um círculo em amarelo na Figura 50. Uma dessas inclusões está também destacada por um círculo amarelo na Figura 58.

Figura 58 – Micrografias eletrônicas de varredura utilizando os modos SE a) e BSE b) para a amostra 0,5-Nb(S820) atacada em nital 2%

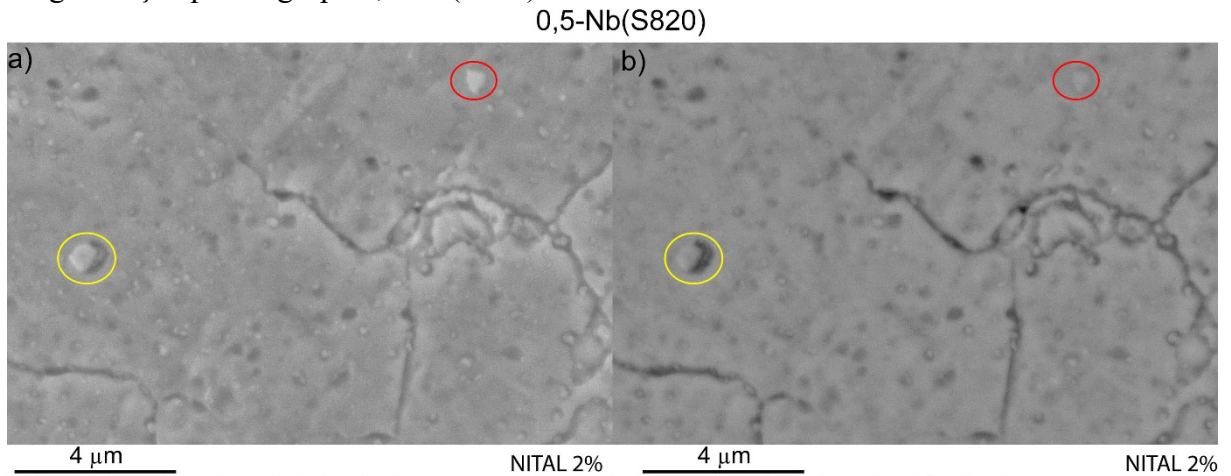


Fonte: elaborada pelo autor.

Entretanto, no que diz respeito à microestrutura martensítica, o ataque não forneceu resultado semelhante aos anteriores, sendo possível observar regiões onde não houve ataque, obtendo-se apenas contraste entre a matriz e os precipitados, como será mostrado a seguir, e regiões onde é possível observar os contornos de grão da austenita prévia. Essa resposta heterogênea ao ataque químico deve ser consequência da heterogeneidade da composição química. Como é possível observar na Figura 59b, as partes da micrografia que apresentam regiões não atacadas apresentam característica direcional semelhantes à estrutura dendrítica, apresentando diferentes composições em função da segregação. Ressalva-se que a imagem em BSE, nesse caso, foi obtida em uma região que sofreu ataque químico, portanto as regiões mais claras podem também apresentar contraste de relevo.

A Figura 60 permite melhor visualização dos precipitados mencionados no parágrafo anterior. Além disso, destacados por círculos amarelo e vermelho, inclusões como as já discutidas para as amostras 1,0-Nb(S820) e 1,5-Nb(S820) são observadas nessa figura. Os precipitados apresentam tom de cinza mais claro que a matriz, indicando que eles devem ser formados, majoritariamente, por elementos com maior número atômico, como o Nb e o Mo.

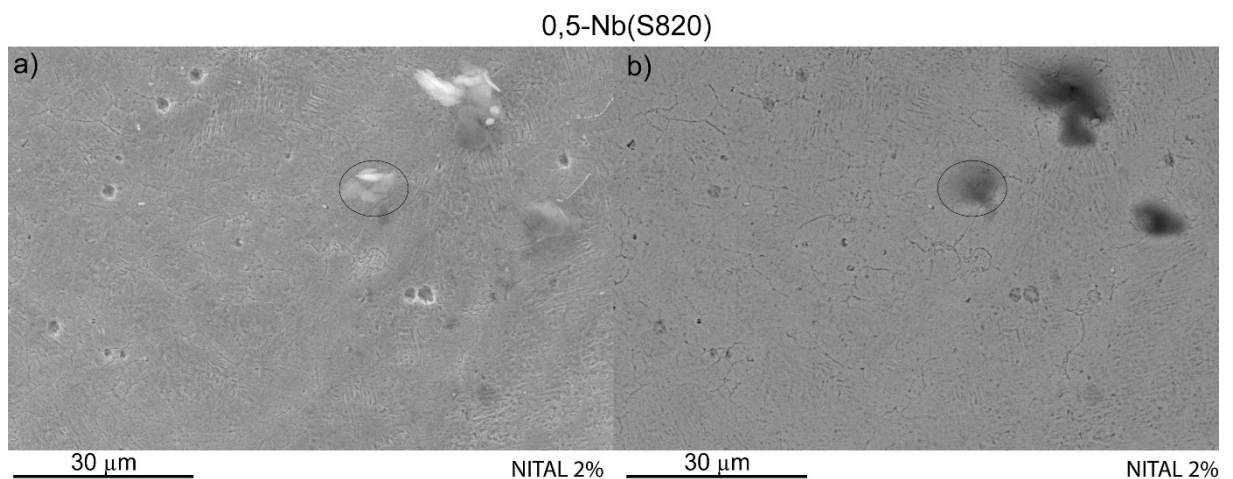
Figura 59 – Micrografias obtidas em MEV utilizando os modos SE a) e BSE b) em maior magnificação para o grupo 0,5-Nb(S820) atacado em nital 2%



Fonte: elaborada pelo autor.

Por fim, a Figura 60 acrescenta a marcação, com um círculo preto, de uma inclusão não metálica. Ademais, essa figura mostra que os resultados apresentados até aqui para essa amostra são observados, sob a perspectiva de menor magnificação, em maior área da amostra.

Figura 60 – Micrografias obtidas por MEV utilizando os modos SE a) e BSE b) em menor magnificação para o grupo 0,5-Nb(S820) atacado por imersão com nital 2%



Fonte: elaborada pelo autor.

Visto que não foi aplicado metodologia sistemática de contagem das inclusões metálicas mencionadas, pois a identificação precisa destas é difícil, é possível, de forma qualitativa e comparando-se as figuras 52b, 57 e 60, observar que a fração de inclusões nessas micrografias aumenta com o aumento do percentual em massa de Nb.

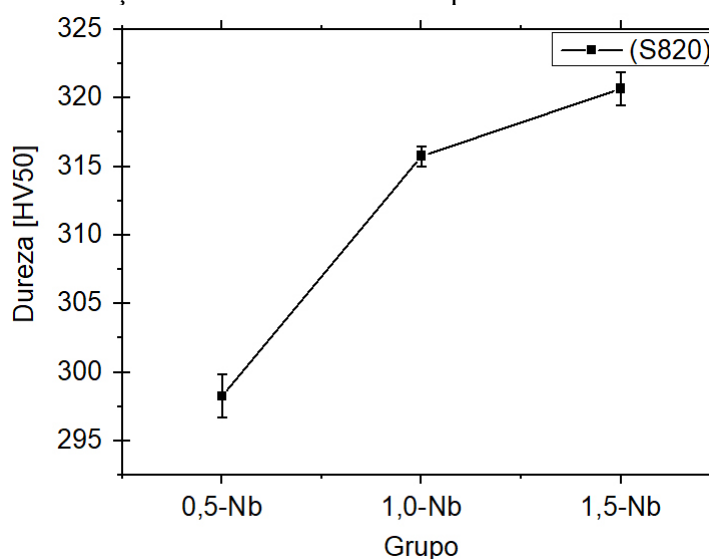
Os materiais em estudo no presente trabalho apresentam elevados níveis de inclusões quando comparados aos aços maraging convencionais. Isso ocorre porque os aços maraging convencionais passam, como descrito na Seção 2.2, por um processo de fabricação em dois estágios para minimizar a segregação e os níveis de inclusões, enquanto os materiais em estudo no presente trabalho não passaram pelo segundo estágio, a refusão a vácuo (remelting). Além disso, é importante destacar que o nível de inclusões, do ponto de vista da obtenção de elevada tenacidade combinada com alta resistência mecânica, nos aços de alta resistência desempenha papel determinante, uma vez que essas inclusões são potenciais sítios para nucleação de trincas (AHMED et al., 1994a).

Os resultados apresentados nessa seção, notadamente a Figura 60, indicam que o tratamento térmico de solubilização, que foi escolhido baseando-se no recomendado para os aços maraging convencionais, não foi suficiente para eliminar completamente a estrutura resultante do processo de fabricação.

4.2 Ensaio de Dureza

Para as amostras solubilizadas a 820 °C por 15 minutos. Os valores de dureza Vickers, obtidos como explicado na Seção 3.3, estão apresentados na Figura 61.

Figura 61 – Curvas de dureza Vickers para as amostras na condição solubilizada a 820 °C por 15 minutos



Fonte: elaborada pelo autor.

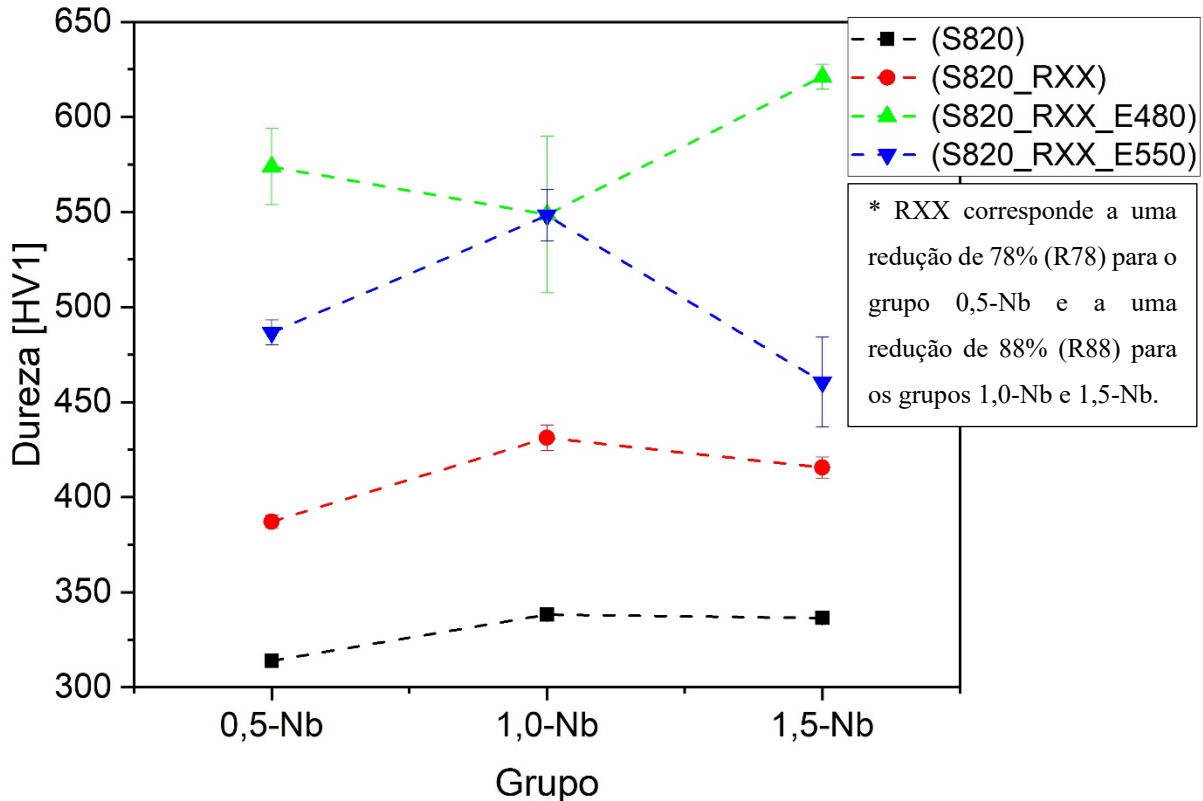
Apesar de os valores de dureza serem muito dependentes das condições experimentais, eles fornecem um indicativo das propriedades mecânicas dos materiais, e apesar

das diferenças experimentais, observa-se que o comportamento dessa propriedade nas amostras solubilizadas é semelhante ao comportamento dos aços maraging correspondentes na condição solubilizada, como apresentado na Seção 2.3 e na Figura 7. Isto é, assim como o aumento dos percentuais de Ti é associado a valores de dureza maiores, devido à formação de solução sólida, o aumento dos teores de Nb também foi acompanhado por aumento de dureza. Além disso, conforme apresenta a Figura 7, os aços maraging 18Ni das classes 250, 300 e 350 apresentam, na condição solubilizada a 820 °C por 1 hora, durezas iguais a respectivamente: 294 HV, 318 HV e 345 HV. Portanto, a amostra 1,0-Nb(S820) foi aquela que apresentou o valor de dureza mais próximo do valor dessa propriedade para o aço maraging correspondente, isto é, o aço com concentração de Ti mais próximo da concentração do Nb.

Como é possível observar por meio da Figura 60, o aumento de dureza é menor quando o teor de Nb passa de 1,0 % para 1,5 % do que quando o teor passa de 0,5% para 1,0%. Isso é consequência da formação das inclusões apresentadas na seção anterior, o que limita a quantidade de nióbio na matriz para proporcionar o endurecimento por solução sólida.

No que diz respeito à dureza Vickers em baixa carga, a Figura 61 mostra que essa propriedade segue tendência similar à apresentada na Figura 60 para os grupos 0,5-Nb, 1,0-Nb e 1,5-Nb na condição solubilizada, ressaltando-se que a diferença entre as amostras 1,0-Nb(S820) e 1,5-Nb(S820) não é evidenciada pois a microdureza é mais sensível à presença das inclusões.

Figura 62 – Curvas de Dureza HV1 para os grupos 0,5-Nb, 1,0-Nb e 1,5-Nb submetidos aos tratamentos termomecânicos de solubilização, laminação e envelhecimento



Fonte: elaborado pelo autor.

Após a etapa de laminação, a Figura 61 mostra que os grupos 1,0-Nb e 1,5-Nb, visto que eles sofreram o mesmo grau de encruamento, apresentam valores de durezas próximos e superiores ao apresentado pela amostra 0,5-Nb(S820_R78).

Retomando o exposto na Seção 2.3, o comportamento dos aços maraging durante o envelhecimento é caracterizado, em geral, por três estágios: aumento da dureza com o tempo de envelhecimento, estágio de dureza máxima e o superenvelhecimento. Como apresentado na Figura 7, os aços maraging 18Ni(250), 18Ni(300) e 18Ni(350), quando envelhecidos a 480 °C apresentam valores de dureza nas seguintes faixas, respectivamente: 484 HV – 513 HV, 528 HV – 595 HV e 613 HV – 674 HV. Nesse contexto, as amostras 1,0-Nb(S820_R88_E480) e 1,5-Nb(S820_R88_E480), envelhecidas a 480 °C durante 3 horas, apresentaram valores médios de durezas dentro da faixa de dureza apresentada na Figura 7, enquanto a amostra 0,5-Nb(S820_R78_E480) apresentou dureza média superior ao valor máximo do intervalo citado. Isso indica que as amostras em estudo, para essa condição de envelhecimento, apresentam ainda a formação de precipitados coerentes com a matriz, porém não é possível afirmar se esses valores são os máximos possíveis.

Uma vez que o comportamento da dureza com o tempo de envelhecimento não foi investigado no presente trabalho, as Figuras 8, 9 e 10 podem ser usadas com o intuito de comparar os valores de dureza das amostras estudadas nesse trabalho com os aços maraging convencionais envelhecidos em temperaturas próximas ou iguais a 550 °C por 3 horas. Assim, a Figura 8 permite observar um valor de, aproximadamente, 471 HV para o aço maraging 18Ni(250) envelhecido a 538 °C por 3 horas. Esse valor está próximo do observado para a amostra 0,5-Nb(S820_R78_E550), como mostra a Figura 61.

A Figura 9 mostra que os valores de dureza para o aço 18Ni(300) envelhecido a 480 °C e a 560 °C por 3 horas são próximos, comportamento semelhante ao apresentado pelas amostras 1,0-Nb(S820_R88_E480) e 1,0-Nb(S820_R88_E550). Entretanto, os valores médios apresentados na Figura 61, aproximadamente 550 HV, são inferiores ao apresentado na Figura 9, aproximadamente 575 HV.

Já a Figura 10, que apresenta o comportamento de envelhecimento do aço maraging 18Ni(350), é possível observar que o envelhecimento a 550 ° por 3 horas resultou em uma dureza de aproximadamente 577 HV, valor superior ao apresentado na Figura 61, 450 HV, para a amostra 1,5-Nb(S820_R88_E550).

Destaca-se que as Figuras 8, 9 e 10 indicam que a temperaturas próximas de 550 °C, os valores máximos são obtidos respectivamente, após, aproximadamente, 1 hora, para o aço 18Ni(250), 1 hora, para o aço 18Ni(300) e 30 minutos, para o aço 18Ni(350). Consequentemente, o tempo empregado, 3 horas, pode estar associado com o superenvelhecimento.

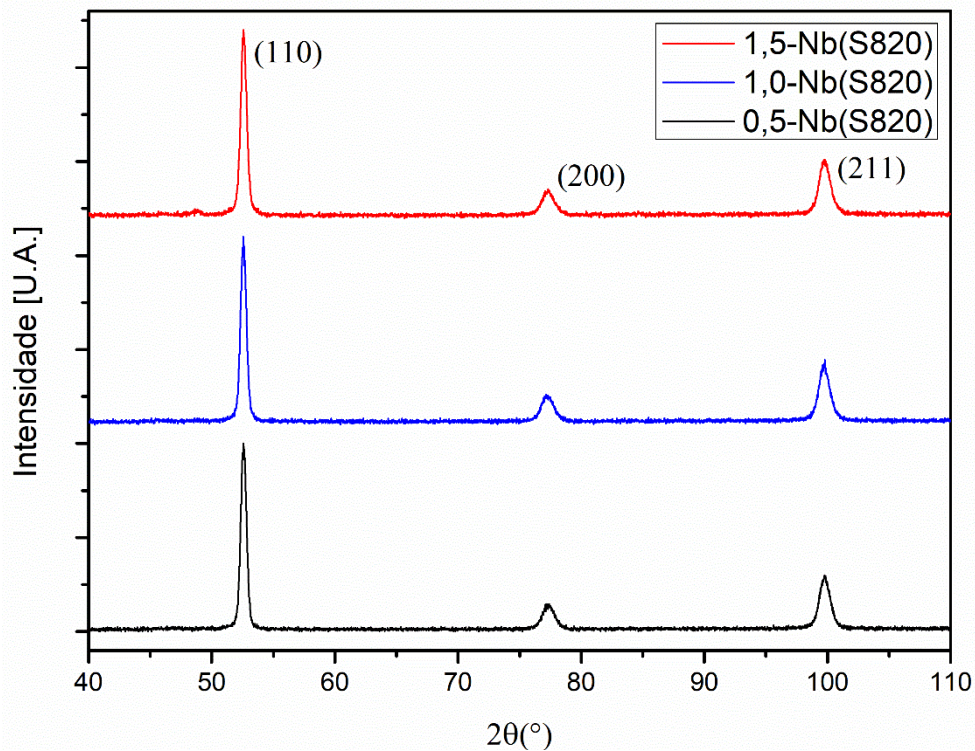
Com isso, é possível observar que o comportamento das amostras estudadas envelhecidas a 480 °C foi similar ao comportamento dos aços ligados ao Ti. Por outro lado, as amostras envelhecidas a 550 °C apresentaram, como indicado pelos menores valores médios de dureza, possivelmente um superenvelhecimento mais acentuado, o que deve estar associado ao coalescimento das inclusões observadas no material em estudo. Ressalvando-se que as amostras em estudo passaram por um processo de encruamento previamente ao tratamento de envelhecimento.

Portanto, assim como o Ti, o Nb é um elemento que apresenta papel endurecedor secundário nessas classes de aço, sendo o comportamento da dureza justificado porque o efeito primário de endurecimento é causado pelo efeito sinérgico resultante da combinação de Cobalto e Molibdênio (FLOREEN, 1968).

4.3 Difração de Raios-x e Macrotextura Cristalográfica

Os difratogramas para as amostras solubilizadas apresentaram, como esperado, apenas os picos correspondentes à martensita, identificada utilizando o programa HighScore X'pert Plus e o CIF correspondente para estrutura cúbica de corpo centrado (código AMCSD – 0010867), como mostra a Figura 62.

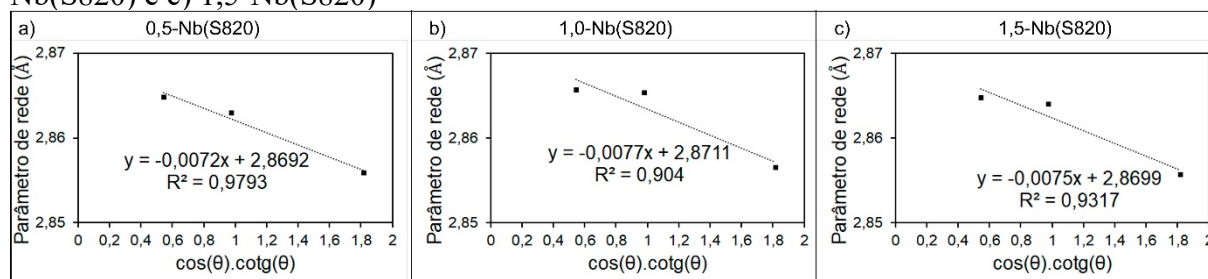
Figura 63 – Difratogramas das amostras na condição solubilizada a 820 °C por 15 minutos



Fonte: elaborada pelo autor.

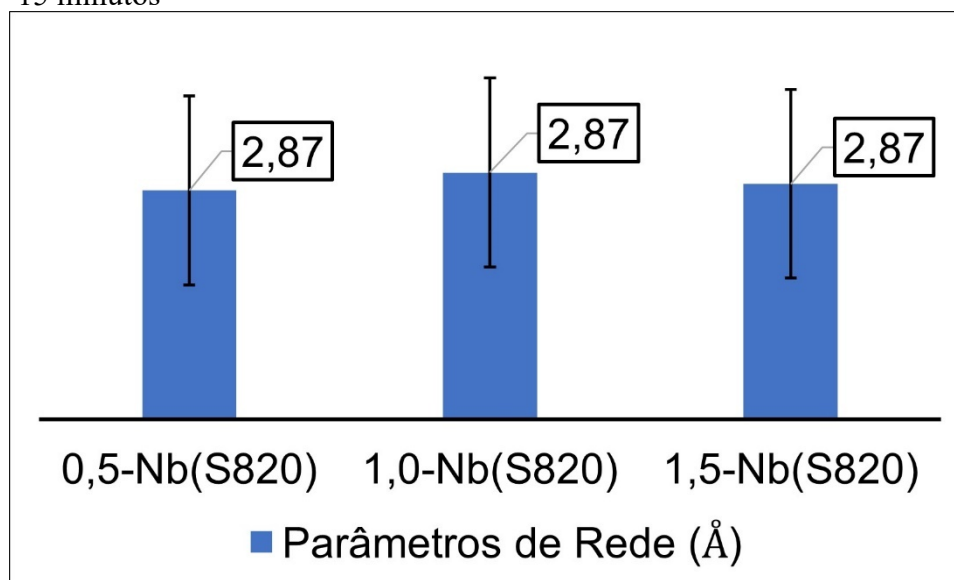
O procedimento por extrapolação para cálculo dos parâmetros de rede para cada amostra na condição solubilizada, realizado como descrito na Seção 2.6.3.1, é mostrado na Figura 64. Com isso, é possível calcular o parâmetro de rede quando θ tende a 90° , fornecendo uma precipitação da ordem de $0,01 \text{ \AA}$. O resultado é resumido na Figura 65.

Figura 64 – representação do procedimento utilizado para calcular o parâmetro de rede dos grupos estudados na condição solubilizada a 820 °C durante 15 min: a) 0,5-Nb(S820), b) 1,0-Nb(S820) e c) 1,5-Nb(S820)



Fonte: elaborado pelo autor.

Figura 65 – Parâmetros de rede das amostras solubilizadas a 820 °C por 15 minutos



Fonte: elaborada pelo autor.

Nas condições do presente trabalho, tendo em vista que não foi empregado Refinamento Rietveld, não foi possível avaliar se há tetragonalidade da estrutura cristalina em questão. Nesse contexto, a Figura 64 mostra que, nas condições em que as medidas foram determinadas, não houve variação no parâmetro de rede com a mudança no teor de Nb nos grupos estudados. Esses valores apresentam-se iguais, pois há a presença de inclusões e de precipitados nas amostras solubilizadas, como mostram os resultados apresentado na Seção 4.1.

A precipitação e a formação de inclusões alteram os parâmetros de rede porque os elementos, nesse caso principalmente o Nb, deixa a matriz para formar as partículas de segunda fase, alterando a composição da solução sólida e o parâmetro de rede da matriz.

Considerando o aço maraging 18Ni300, Pardal(2012), utilizando o mesmo procedimento aqui descrito, encontrou um valor de 2,8692 Å para 1 hora de envelhecimento a 650 °C. Ressalva-se que o referido trabalho apresenta o valor com maior número de algarismos significativos que a precisão permitida pelo método utilizado no presente trabalho.

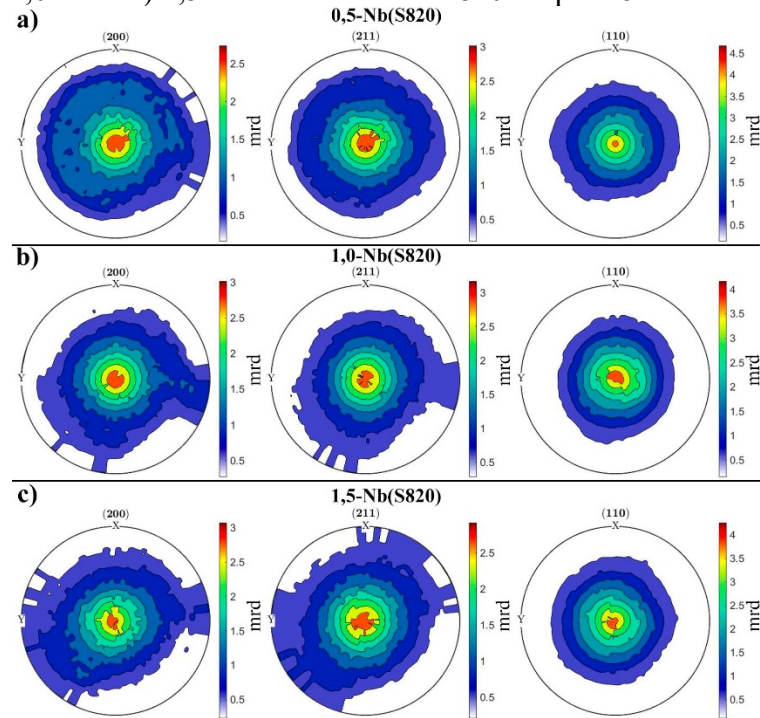
Para o aço maraging 18Ni350, foi observado valor mínimo do parâmetro de rede da martensita para o envelhecimento a 650 °C, valor da ordem de 2,871 Å, esse valor é associado com aumento gradual das tensões coerentes na matriz martensítica e com a substituição de precipitados do tipo Ni₃Mo e Ni₃Ti por precipitados mais estáveis contendo Mo, como Fe₂Mo e FeMo (HABIBY et al., 1996). Com isso, a matriz se torna pobre em elementos como Ni, Ti e Mo e o parâmetro de rede é reduzido.

Outro ponto importante a destacar é o fato de os valores apresentados serem obtidos considerando matriz martensítica CCC, entretanto, outros trabalhos, que utilizam método de Refinamento Rietveld, apresentam aumento da razão c/a da matriz do aço 18Ni350 para envelhecimentos entre 0 e 6 horas a 650 °C (NUNES et al., 2017). Ou seja, a matriz martensítica para os aços em questão é tetragonal de corpo centrado (TCC) e não CCC, como considerado no presente trabalho.

As figuras de polos correspondentes aos grupos na condição solubilizada foram medidas experimentalmente porque a deformação a quente é um parâmetro que afeta a evolução da textura dos materiais com estrutura CCC posteriormente laminados a frio. Portanto, a determinação da textura antes dos processos de conformação a frio e de envelhecimento é importante porque a textura resultante da fundição não pode ser desconsiderada mesmo após as etapas de tratamento termomecânico mencionadas. Nesse contexto, as figuras de polos das composições estudadas foram medidas após os processos de fabricação e de solubilização, isto é, na condição solubilizada. Essas figuras são apresentadas na Figura 66.

Figura 66 – Figuras de polos para as amostras a) 0,5-Nb, b)

1,0-Nb e c) 1,5-Nb solubilizadas a 820 °C por 15 minutos

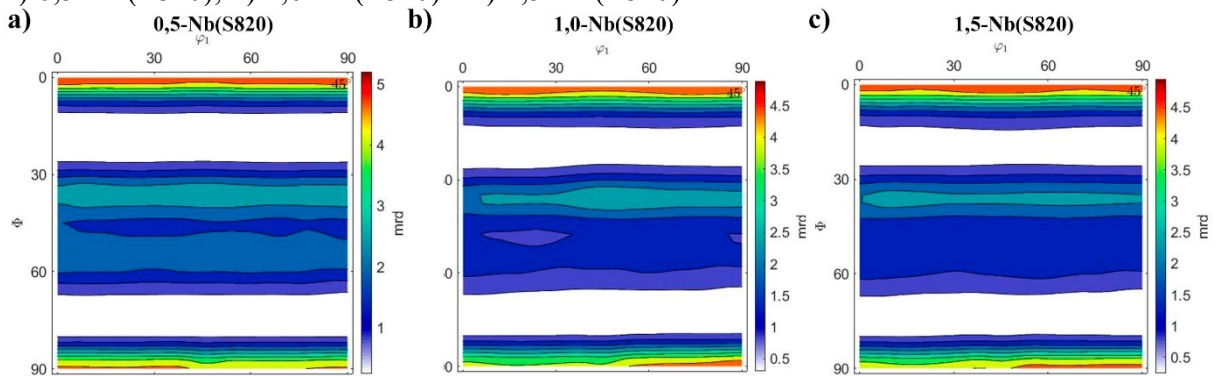


Fonte: elaborada pelo autor.

Como mostra a Figura 66, as intensidades medidas são consistentes, analisando de forma qualitativa, com as intensidades relativas dos picos apresentados na Figura 62. Além disso, a Figura 66 é característica de um material que apresenta três fibras: $\langle 110 \rangle // ND$, $\langle 211 \rangle // ND$ e $\langle 200 \rangle // ND$. Portanto, a condição prévia ao processo de laminação é um material com textura cristalográfica devido aos processos de solidificação e solubilização. As FODC's foram determinadas para possibilitar análise mais aprofundada da textura cristalográfica desses materiais e são mostradas na Figura 66, a seguir.

Figura 67 - Seções em $\varphi_2 = 45^\circ$ da FODC's das amostras solubilizadas a 820 °C por 15 minutos:

a) 0,5-Nb(S820), b) 1,0-Nb(S820) e c) 1,5-Nb(S820)



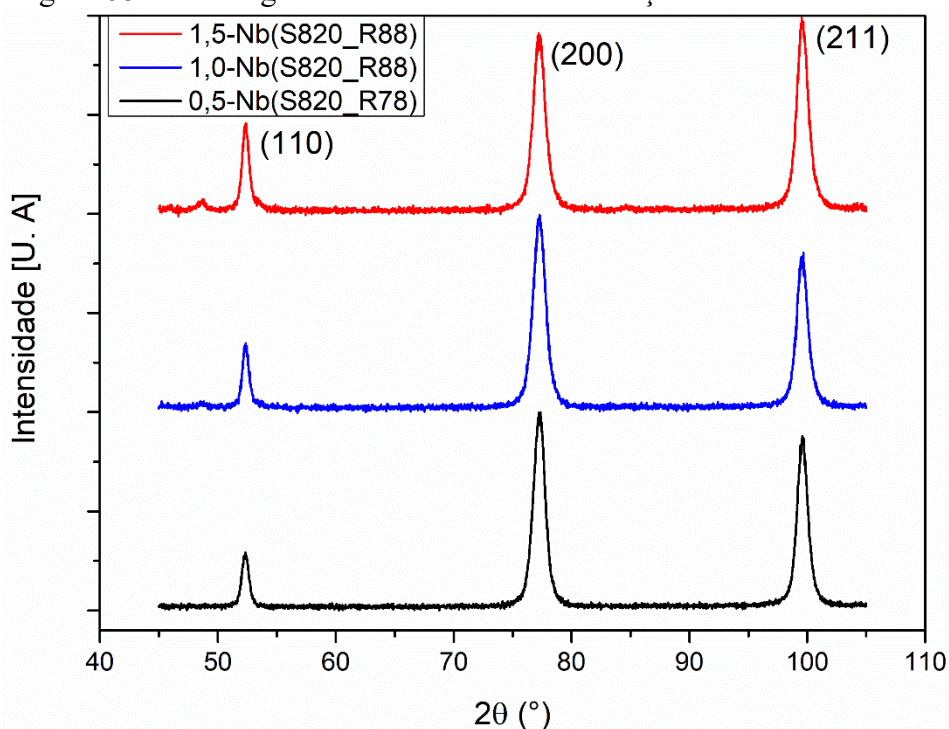
Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 67 mostra uma textura composta pelos componentes $\{001\}\langle uv0 \rangle$ e $\{111\}\langle uvw \rangle$, este com menor intensidade. Esses dois componentes são característicos de aços que solidificaram durante lingotamento contínuo (SUWAS; RAY, 2014). A fibra é característica da zona colunar dos aços devido ao crescimento dendrítico preferencial na direção $\langle 100 \rangle$ (SUWAS; RAY, 2014). Além disso, essa figura apresenta os componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$, já citado, $\{110\}\langle 110 \rangle$ e $\{110\}\langle 110 \rangle$ com intensidades, aproximadamente, iguais a 4,5. Esses componentes são característicos de aços cuja estrutura da austenita prévia sofreu recristalização durante o processo de deformação a quente (KESTENS; PIRGAZI, 2016).

Portanto, como já indicado na Seção 4.1, notadamente por meio da Figura 58, o tratamento térmico de solubilização empregado não foi suficiente para eliminar completamente a estrutura resultante do processo de fabricação.

Posteriormente ao processo de laminação, o padrão de difração foi novamente medido experimentalmente, Figura 68. Essa figura mostra a alteração das intensidades relativas dos picos associados à martensita, comparativamente à Figura 63, indicando alteração da textura cristalográfica do material.

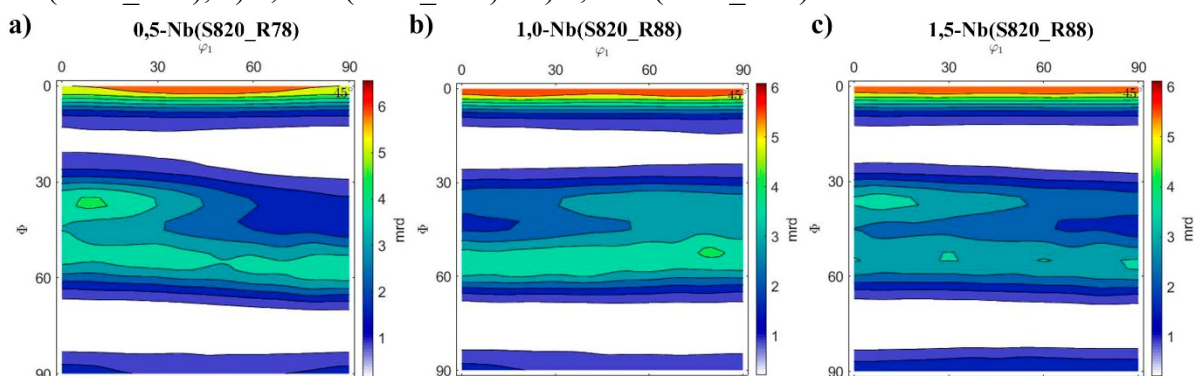
Figura 68 – Difractogramas das amostras na condição laminada a frio



Fonte: elaborada pelo autor.

As FDOC's, calculadas como descrito na Seção 3.8, determinadas para as amostras laminadas são apresentadas na Figura 69.

Figura 69 – Seções em $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC das amostras laminadas a frio: a) 0,5-Nb(S820_R78), b) 1,0-Nb(S820_R88) e c) 1,5-Nb(S820_R88)



Fonte: elaborada pelo autor.

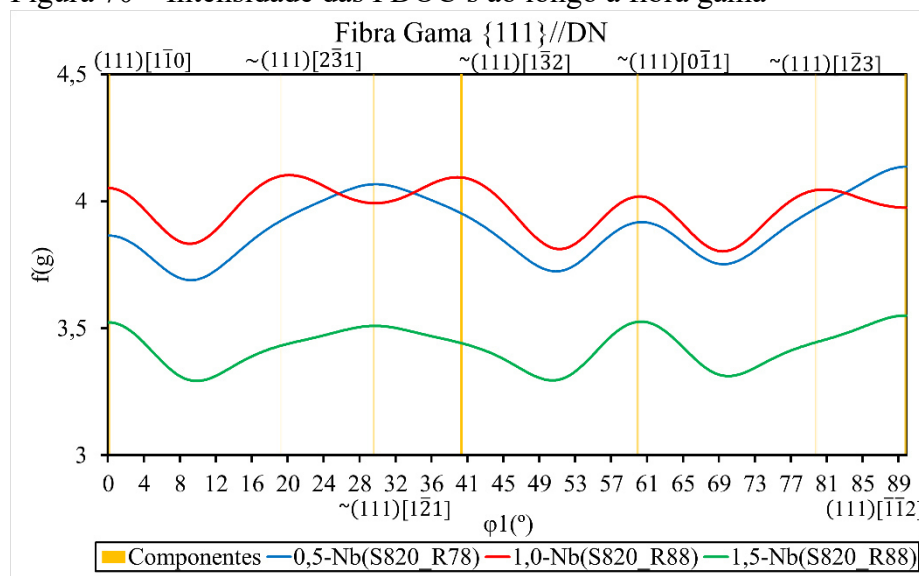
Como mostra a Figura 69, é possível observar que houve formação dos componentes característicos da fibra alfa $(001)[1\bar{1}0]$, $(112)[1\bar{1}0]$, $(223)[1\bar{1}0]$ e $(111)[1\bar{1}0]$. Esse resultado é consistente com o observado para materiais com graus de deformação semelhantes e estrutura CCC, como mostrado na Seção 2.3.2, notadamente na Figura 20 e na Figura 21. Por

outro lado, a característica fibra gama (Fibra γ : $\{111\}\langle uvw \rangle$) é observada nas três composições estudadas.

Comparando-se as Figura 67 e 69, é possível observar que a fibra $\langle 100 \rangle // ND$ foi preservada, a fibra $\langle 211 \rangle // ND$ concentrou-se no componente $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ e a fibra $\langle 110 \rangle // ND$ foi reduzida. Assim, partindo-se de materiais com textura cristalográfica apresentada na Figura 67, obteve-se, por laminação a frio, textura cristalográfica na qual a Fibra $\langle 100 \rangle // ND$ é a característica principal de textura.

A intensidade ao longo da fibra gama é mostrada na Figura 70, onde estão destacados os principais componentes presentes nessa fibra. A intensidade dessa fibra é menor em todos os componentes para o material com 1,5% em massa de Nb, destacando-se que a única diferença entre as amostras de 1,0 %Nb e de 1,5%Nb é a composição, enquanto a diferença entre as amostras de 1,0 %Nb e de 0,5%Nb está na composição e no grau de deformação a frio.

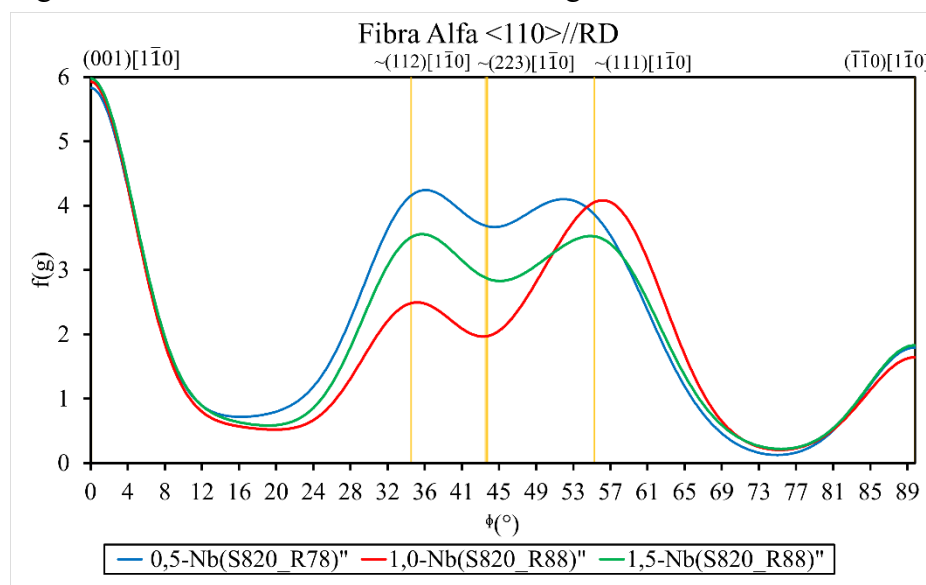
Figura 70 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra gama



Fonte: elaborada pelo autor.

No que diz respeito à fibra alfa, a Figura 71 mostra as intensidades dos componentes $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$, $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$, $(223)[\bar{1}\bar{1}0]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ para as três composições estudadas. Essa figura indica que a fibra alfa apresenta, aproximadamente, a mesma característica para as três composições estudadas.

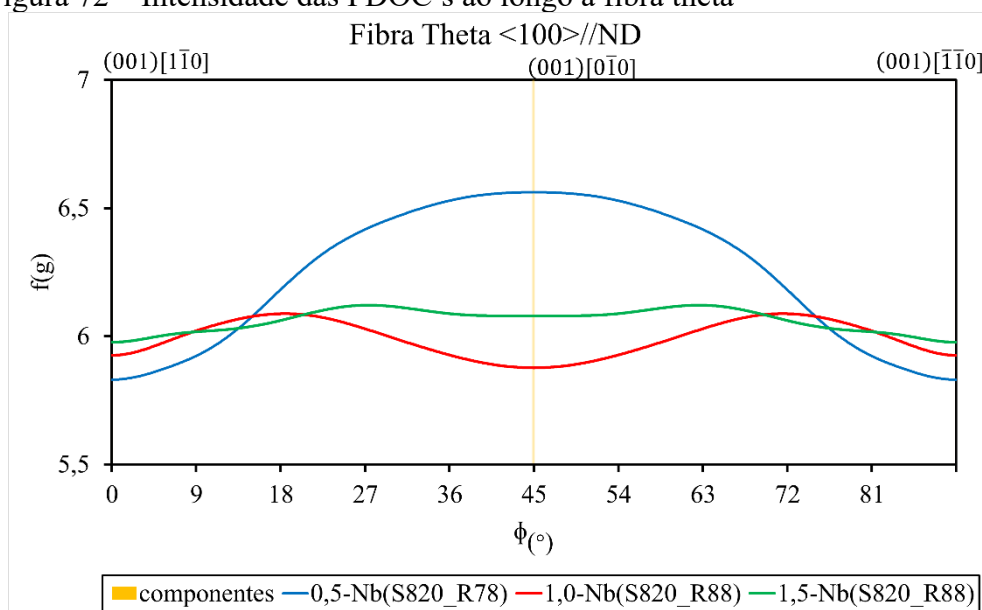
Figura 71 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra alfa



Fonte: elaborada pelo autor.

No que diz respeito à fibra $\langle 110 \rangle // ND$, a Figura 72 mostra, por meio dos perfis de intensidade, que essa é a principal fibra nos materiais em estudo. Além disso, o componente de cubo $((001)[0\bar{1}0])$ está presente nas três composições e apresenta maior intensidade para a amostra 0,5-Nb(S820_R78).

Figura 72 – Intensidade das FDOC's ao longo a fibra theta



Fonte: elaborada pelo autor.

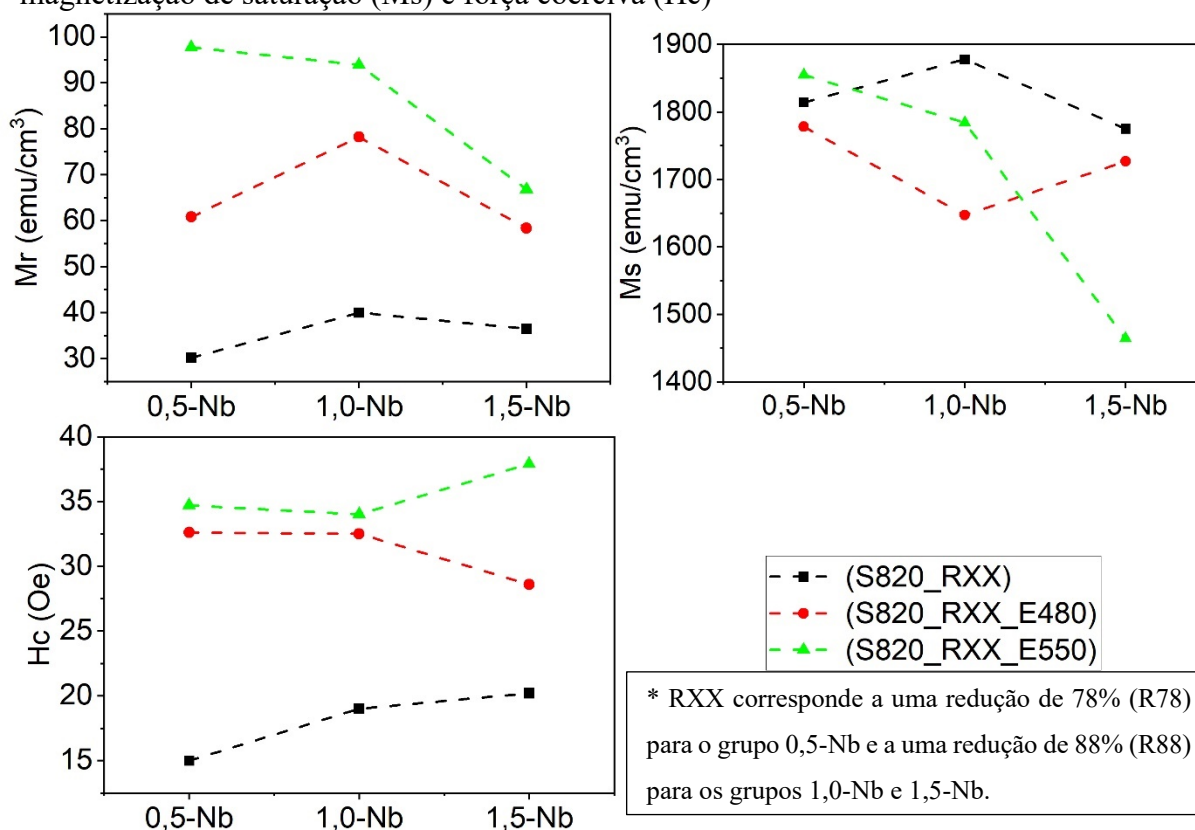
Após a laminação à frio, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento. Entretanto, devido às pequenas dimensões das amostras e devido à pequena

quantidade de material, a macrotextura cristalográfica não foi determinada para essa condição. Porém, segundo o exposta até esse momento, a textura cristalográfica, como também indicado, na Seção 2.3.2, por meio da Figura 21 e da Figura 22, tem apresentado as mesmas características gerais independentemente da composição. Além disso, como não é realizado envelhecimento em temperaturas elevadas, no sentido de que não deve haver reversão de austenita, a temperatura de envelhecimento não deve alterar as intensidades das componentes de textura formadas.

4.4 Propriedades magnéticas

Segundo descrito na Seção 3.9, as curvas de histerese para as amostras foram medidas e, a partir delas, as propriedades apresentadas na Figura 73 foram determinadas.

Figura 73 – Propriedades magnéticas obtidas a partir das curvas de histerese: remanência (M_r), magnetização de saturação (M_s) e força coerciva (H_c)



Fonte: elaborada pelo autor.

A Figura 73 mostra que o aumento do teor de Nb, para as amostras 0,5-Nb(S820_R78), 1,0-Nb(S820_R88) e 1,5-Nb(S820_R88), foi acompanhado por um aumento

na força coerciva, sendo essa a única das três propriedades a apresentar um padrão com o teor de nióbio, uma vez que a magnetização de saturação e a remanência aumentam quando o teor de Nb passa de 0,5%_m para 1,0%_m, mas diminuem quando a concentração mássica de nióbio passa para 1,5%.

Como observado a partir das Figuras 39 e 40, operações de encruamento realizadas entre as etapas de solubilização e de envelhecimento não alteram a magnetização de saturação e a força coerciva. Então, tendo em vista esse fato, as curvas de histerese no presente trabalho para as amostras apenas solubilizadas não foram medidas experimentalmente. Além disso, é possível associar o comportamento das amostras encruadas com as microestruturas apresentadas na Seção 4.1. Nesse sentido, é possível observar que as amostras, ainda na condição solubilizada, apresentam microestrutura caracterizada pela presença de inclusões, que refletem o empobrecimento da matriz em elementos de liga e que criam obstáculos para o movimento das paredes dos domínios magnéticos. Esse fato pode ser utilizado para justificar o comportamento magnético dos materiais estudados, isto é, aumento de H_c com o aumento do teor de Nb e endurecimento magnético consequente do envelhecimento.

Nesse contexto, o material em estudo apresenta comportamento diferente daquele reportado para os aços maraging 18Ni(300) e 18Ni(350). Como mostram as Figuras 41 e 42, os valores de H_c e de M_s permanecem praticamente constantes durante o envelhecimento em temperaturas próximas de 480 °C e de 550 °C. Por outro lado, a Figura 73 mostra que os envelhecimentos em questão, para todas as amostras, foram associados com endurecimento magnético, sendo esse fenômeno mais intenso para a temperatura de 550 °C e, notadamente, para a amostra 1,5-Nb(S820_R88_E550), que apresentou o endurecimento magnético mais intenso.

No que diz respeito ao parâmetro de rede e à textura cristalográfica, variáveis que também influenciam o comportamento de histerese dos aços maraging ligados com Ti (PARDAL, 2012; BELOZEROV, E.V.; SAGARADZE, V.V.; POPOV, A.G.; PASTUKHOV, A.M.; PECHERKINA, 1995), as Figuras 65 e 69, juntamente à discussão acerca do efeito da temperatura de envelhecimento na textura cristalográfica, feita na Seção 2.3.2; indicam que essas variáveis são aproximadamente constantes para as amostras estudadas. Nesse contexto, os grupos 0,5-Nb, 1,0-Nb e 1,5-Nb apresentam parâmetros de rede aproximadamente iguais e o processo de laminação a frio produziu texturas cristalográficas semelhantes nessas amostras. Portanto, o comportamento das propriedades magnéticas, como discutido nessa seção, deve estar associado as características microestruturais apresentadas na Seção 4.1.

5 CONCLUSÃO

O presente trabalho realizou o estudo de aços maraging 18Ni ligados com 0,5, 1,0 e 1,5 por cento em massa de Nb, elemento que substituiu o Ti presente nos aços maraging convencionais. Após o processo de fundição do material em estudo, realizou-se tratamentos termomecânicos e investigação da influência do teor de Nb em algumas etapas do tratamento. Isso foi realizado por meio de microscopia óptica e eletrônica, difração de raios-x, medição de dureza e de propriedades magnéticas.

Os três grupos estudados na condição solubilizada apresentaram uma microestrutura formada por uma matriz martensítica com outras fases dispersas nela. Essa microestrutura apresentou-se heterogênea, composta por inclusões, por segregações e por poros. Isso foi resultado do processo de fundição empregado para a obtenção dos grupos estudados no presente trabalho. Além disso, a microestrutura não foi totalmente homogeneizada pelo tratamento térmico utilizado, havendo a formação de precipitados durante o processo de resfriamento no forno a vácuo.

Apesar da heterogeneidade da microestrutura, o material estudado apresentou comportamento de dureza (HV) semelhante aos aços maraging 18Ni(250), 18Ni(300) e 18Ni(350).

Observa-se, qualitativamente, que o teor de Nb influenciou a fração de inclusões presentes no material, ocorrendo aumento dessa fração com o aumento do percentual em massa de nióbio. Essas inclusões, com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, devem ser evitadas.

A textura cristalográfica, por sua vez, mostrou-se diferente da observada nos materiais com estrutura CCC laminados a frio, sendo observado intenso componente de cubo. Contudo, não se observou influência do teor de Nb na textura.

No que diz respeito às propriedades magnéticas, foi possível observar que a substituição do Ti pelo Nb levou a uma diferença no comportamento das propriedades magnéticas, isto é, ao invés de os valores de M_s e H_c permanecerem praticamente inalterados para envelhecimentos em temperaturas na faixa de 480 °C a 550 °C, houve endurecimento magnético. Destaca-se que o aumento da temperatura implicou em maior tendência ao endurecimento magnético e que a amostra 1,5-Nb(S820_R88_E550) apresentou o endurecimento magnético, qualitativamente, mais intenso.

Portanto, para as condições de obtenção e de processamento termomecânico utilizadas, a presença de nióbio em três diferentes teores pode ser associada com o surgimento

de características microestruturais e magnéticas não desejadas (endurecimento magnético e surgimento de inclusões) do ponto de vista das aplicações dos aços maraging que exigem alta resistência mecânica associada com o ajuste de propriedades magnéticas.

Contudo, o Nb pode vir a ser um potencial candidato a substituir o Ti como elemento de liga nos aços maraging. Assim, faz-se necessária uma maior compreensão do comportamento das composições estudadas, a fim de que seja possível o desenvolvimento, por meio do ajuste dos processos de fabricação e de tratamentos termomecânicos, de material com características microestruturais e magnéticas mais semelhantes aos aços maraging 18Ni(250), 18Ni(300) e 18Ni(350), por exemplo, com microestruturas mais homogêneas, livre de inclusões, segregações e poros.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABREU, H. F. G. et al. The influence of an intermediate austenitization heat treatment in the texture of cold-rolled and aged 18% Ni maraging steel. **Materials Characterization**, v. 52, n. 3, p. 203–207, 2004.
- ABREU, H. F. G. et al. Influence of reverted austenite on the texture and magnetic properties of 350 maraging steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 393, p. 99–104, 2015.
- AHMAD, Z. et al. Texture development in dual-phase cold-rolled 18 pct Ni managing steel. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 28, n. 12, p. 2459–2465, 1997.
- AHMED, M. et al. Reclamation and additional alloying of 18Ni(350) maraging steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 3, n. 3, p. 386–392, 1994a.
- AHMED, M. et al. Magnetic properties of maraging steel in relation to deformation and structural phase transformations. **Acta Metallurgica Et Materialia**, v. 42, n. 3, p. 631–638, 1994b.
- AHMED, M. et al. Influence of annealing on texture and magnetic properties of 18% nickel, 2400 MN m⁻² grade maraging steel. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 11, n. 12, p. 1281–1286, 1995.
- ARABI, H.; DIVANDARI, M.; HOSSEINI, A. H. M. THE EFFECT OF Ti CONTENTS ON THE AMOUNTS OF INCLUSIONS FORMATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF C300 HIGH STRENGTH STEEL. **Iranian Journal of Materials Science and Engineering**, v. 3, n. 2, p. 1–8, 2006.
- B.D. CULLITY AND S.R.STOCK. **Elements of X-RAY DIFFRACTION Second Edition**. [s.l: s.n.].
- BACHMANN, F.; HIELSCHER, R.; SCHAEBEN, H. Texture analysis with MTEX- Free and open source software toolbox. **Solid State Phenomena**, v. 160, p. 63–68, 2010.
- BELOZEROV, E.V.; SAGARADZE, V.V.; POPOV, A.G.; PASTUKHOV, A.M.; PECHERKINA, N. L. Magnetic texture formation in high-strength maraging steel. **The Physics of Metal and Metallography**, v. 79, n. 6, p. 606–613, 1995.
- CONE, E. Carbon and Low-Alloy Steels. **Symposium on High-Strength Constructional Metals**, p. 1-1–25, 2009.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. Second ed. [s.l.] Wiley, 2009.

- DEARDO, A. J. Niobium in modern steels. **International Materials Reviews**, v. 48, n. 6, p. 371–402, 2003.
- ELLIOTT, R. The story of magnetism. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, v. 384, n. 1, p. 44–52, 1 out. 2007.
- ELMI HOSEINI, S. R.; ARABI, H.; RAZAVIZADEH, H. Improvement in mechanical properties of C300 maraging steel by application of VAR process. **Vacuum**, v. 82, n. 5, p. 521–528, 2008.
- ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis**. [s.l: s.n.].
- FLOREEN, S. The physical metallurgy of maraging steels. **Metallurgical Reviews**, v. 13, n. 1, p. 115–128, 1968.
- FONER, S. **Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer*THE REVIEW OF SCIENTIFIC INSTRUMENTS**. [s.l: s.n.]. Disponível em: <http://rsi.aip.org/about/rights_and_permissions>. Acesso em: 1 set. 2020.
- GARSHELIS, I. J. Magnetic and magnetoelastic properties of 18% nickel maraging steels. **IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS**, v. 26, n. 5, p. 1981–1983, 1990.
- HABIBY, F. et al. Lattice changes in the martensitic phase due to ageing in 18 wt% nickel maraging steel grade 350. **Journal of Materials Science**, v. 31, n. 2, p. 305–309, 1996.
- HARA, K.; FUJITA, E. (12) Patent Application Publication (10) Pub. No.: US 2004/0093983 A1. v. 1, n. 19, 2004.
- HOELSCHER, M.; RAABE, D.; LUECKE, K. Rolling and recrystallization textures of bcc steels. **Steel Research**, v. 62, n. 12, p. 567–575, 1991.
- KESTENS, L. A. I.; PIRGAZI, H. Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 32, n. 13, p. 1303–1315, 2016.
- LANG FH; KENYON N. Welding of maraging steels. **Welding Research Council Bulletin**, 1971.
- LEE, H. et al. Influence of Segregation on Microstructure and Hot Workability of Grade 250 Maraging Steel. **Metals and Materials International**, n. 0123456789, 2020.
- LINNERT, G. E. Welding Metallurgy, Carbon and Alloy Steels, Vol. 1. Fundamentals. **American Welding Society, Welding Metallurgy, Carbon and Alloy Steels**, v. 1, p. 940, 1994.
- MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, L. **Cobalt-containing high-strength steels**. [s.l: s.n.].
- METALARY. **Cobalt Price**. Disponível em: <<http://www.metalary.com/cobalt-price/>>. Acesso

em: 22 fev. 2020.

MOURITZ, A. P. (ED.). Steels for aircraft structures. In: **Introduction to Aerospace Materials**. [s.l.] Elsevier, 2012. p. 232–250.

NUNES, G. C. S. et al. Maraging-350 steel: Following the aging through diffractometric, magnetic and hyperfine analysis. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 421, p. 457–461, 2017.

PADILHA, A. F. **Textura e relações de orientação**. [s.l.: s.n.]. v. 62

PARDAL, J. M. **Aço Maraging Classe 300: Propriedades mecânicas e magnéticas em diversas condições de tratamento térmico**. [s.l.: s.n.].

PETERS, D. T.; CUPP, C. R. THE KINETICS OF AGING REACTIONS IN 18 PER CENT NI MARAGING STEELS. **Transactions of AIME**, v. 236, p. 1420–1429, 1966.

ROOLAND. **VSM schematic**. Disponível em: <<https://commons.wikimedia.org/w/index.php?curid=12958389>>. Acesso em: 1 set. 2020.

SANTANA, S. I. V. **MICROESTRUTURA DE UM AÇO MARAGING 350 SUBMETIDO A TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS**. [s.l.: s.n.].

SCHULZ, L. G. A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a geiger counter x-ray spectrometer. **Journal of Applied Physics**, v. 20, n. 11, p. 1030–1033, 1949.

SHA, W.; GUO, Z. **Maraging steels: Modelling of microstructure, properties and applications**. [s.l.] Woodhead Publishing, 2009.

SILVA, J. **Análise de textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento**. [s.l.: s.n.].

SUWAS, S.; RAY, R. K. **Crystallographic Texture of Materials**. [s.l.: s.n.].

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.

TEWARI, R. et al. Precipitation in 18 wt% Ni maraging steel of grade 350. **Acta Materialia**, v. 48, n. 5, p. 1187–1200, 14 mar. 2000.

VISWANATHAN, U. K.; DEY, G. K.; ASUNDI, M. K. Precipitation hardening in 350 grade maraging steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 24, n. 11, p. 2429–2442, 1993.

WEVER, F.; SCHMID, W. E. Investigations on the texture of cold-worked metals. **Mitt Kaiser-Wilhelm-Inst Eisenforsch Duesseldorf**, v. 11, p. 109–122, 1929.