



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

**FRANCISCO JOSÉ DOS SANTOS OLIVEIRA**

**INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA,  
TEXTURA E PROPRIEDADES DE HISTERESE MAGNÉTICA DO AÇO MARAGING**

**300**

**FORTALEZA**

**2022**

FRANCISCO JOSÉ DOS SANTOS OLIVEIRA

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA,  
TEXTURA E PROPRIEDADES DE HISTERESE MAGNÉTICA DO AÇO MARAGING 300

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

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira  
Gomes de Abreu

FORTALEZA

2022



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)

---

- O47i Oliveira, Francisco José dos Santos.  
Influência da temperatura de solubilização na microestrutura, textura e propriedades de histerese magnética do aço maraging 300 / Francisco José dos Santos Oliveira. – 2022.  
142 f. : il. color.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2022.  
Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.
1. Maraging 300. 2. Solubilização. 3. Microestrutura. 4. Propriedades magnéticas. I. Título.  
CDD 620.11
-

FRANCISCO JOSÉ DOS SANTOS OLIVEIRA

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA,  
TEXTURA E PROPRIEDADES DE HISTERESE MAGNÉTICA DO AÇO MARAGING 300

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

Aprovada em: 31 / 05 / 2022.

BANCA EXAMINADORA

---

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

---

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

---

Prof. Dr. Elineudo Pinho de Moura  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

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

---

Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares  
Universidade Federal Fluminense (UFF)

---

Prof. Dr. Francisco Nélio Costa Freitas  
Instituto Federal do Ceará (IFCE)

À minha família, por ser a minha estrutura de sustentação. À minha esposa Janaína, pelo grande apoio em todos os aspectos. Aos meus filhos, Eduardo e Alice, que preenchem a minha vida com alegrias. À minha mãe, pelas palavras de incentivo e cuidado.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela saúde.

A minha esposa Janaína e aos meus filhos Eduardo e Alice pelo apoio em todos os momentos.

À minha mãe Maria Rosa e aos meus irmãos Cláudio, Valter, Mário e Rosângela, pelo apoio e preocupação.

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu por me orientar em minha tese de doutorado, além dos conselhos e amizade.

Ao Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE pela liberação de minhas atividades docentes.

Ao Eng<sup>o</sup> Flávio Herculano e ao pós-doc Jorge Cardoso pela ajuda nos procedimentos do laboratório, contribuições na elaboração de trabalhos científicos e pela amizade.

Ao Professor Visitante Miloslav Beres pelas discussões e contribuições no desenvolvimento do trabalho;

Ao meus colegas professores do departamento de Indústria do IFCE campus Maracanaú, em especial àqueles mais próximos, Ciro, Venceslau, Nélio, José Daniel, Venício, Luiz Daniel, Adriano, Fred e Barbosa, que ajudaram direta ou indiretamente no meu processo de afastamento.

Aos colegas de doutorado Natan, Rodrigo, Pablo, João, Mauro, Tathiane, Pedro, Mohammad, Jean e Waydson, e a todos os bolsistas do LACAM.

Aos bolsistas do Laboratório de Materiais – LMAT/IFCE Rodrigo Tavares e João Batista e do LACAM/UFC João Vitor, Breno e Henry, pela ajuda na preparação das amostras deste trabalho.

Ao Laboratório de Tecnologia em Processos de Soldagem – LTPS/UFC, pela disponibilização dos equipamentos usados e aos professores Dr. Cleiton Silva, Dr. Hélio Miranda, Dr. Marcelo Mota e Dr. Willys Machado pelas trocas de experiências indispensáveis na análise dos resultados.

Ao laboratório de Pesquisa em Corrosão - LPC/UFC nas pessoas do Prof. Dr. Walney Araújo e a Ursula, pela disponibilização dos equipamentos usados.

Ao Laboratório de Materiais Avançados nas pessoas do Prof. Igor Frota e ao Samuel, pela disponibilização dos equipamentos usados.

Aos professores participantes da banca examinadora deste trabalho, Prof. Dr. Marcelo Gomes - UFC, Prof. Dr. Elineudo Pinho - UFC, Prof. Dr. Juan Pardal - UFF, Prof. Dr. Sérgio Souto - UFF e Prof. Dr. Nélio Freitas - IFCE, pelas valiosas contribuições e sugestões.

Ao SENAI Maracanaú, na pessoa do Prof. Paulino pela disponibilização dos equipamentos usados.

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

Ao Doutorando em Engenharia Elétrica, Ednardo Moreira Rodrigues, e seu assistente, Alan Batista de Oliveira, aluno de graduação em Engenharia Elétrica, pela adequação do *template* utilizado neste trabalho para que o mesmo ficasse de acordo com as normas da biblioteca da Universidade Federal do Ceará (UFC).

Aos bibliotecários da Universidade Federal do Ceará: Eliene Maria Vieira de Moura, Francisco Edvander Pires Santos, Izabel Lima dos Santos, Juliana Soares Lima, Kalline Yasmin Soares Feitosa pela revisão e discussão da formatação utilizada neste *template*.

Ao aluno Thiago Nascimento do curso de ciência da computação da Universidade Estadual do Ceará que elaborou o *template* do qual este trabalho foi adaptado para Universidade Federal do Ceará.

Ao colega de doutorado Yuri, por me apresentar a plataforma *ShareLatex* que depois migrou para a plataforma *OverLeaf*.

À Central Analítica - Física (UFC) pela disponibilização dos equipamentos de microscopia na geração de imagens do aço maraging.

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

“Faça as coisas o mais simples que você puder,  
porém não se restrinja às mais simples.”

(Albert Einstein)

## RESUMO

Os aços Maraging são ligas de ultra-alta resistência mecânica e são caracterizados por um baixo teor de carbono, alto teor de níquel (cerca de 18%) e presença em níveis mais baixos de cobalto, molibdênio e titânio. Esses aços também têm boa tenacidade e usinabilidade na condição de solubilizado, sendo adequados para a fabricação de ferramentas como matrizes e punções. Também são aplicados nas indústrias aeroespacial e nuclear. Nesta última em rotores de motores de elevada rotação, sendo necessário um pacote de boas propriedades mecânicas e magnéticas. Seu endurecimento e elevada resistência mecânica ocorrem pela precipitação de compostos intermetálicos em uma matriz martensítica de baixo carbono durante um tratamento de envelhecimento, porém sua tenacidade sofre considerável queda. Estudos recentes tem mostrado que a adoção de temperaturas de solubilização mais elevadas que aquela de uso comum podem melhorar a tenacidade do aço Maraging 18%Ni. Este trabalho realizou tratamentos térmicos de solubilização entre 820 °C e 1100 °C e envelhecimentos entre 480 °C e 600 °C por 3 horas no aço maraging 300. As propriedades magnéticas foram medidas através de um magnetômetro de amostra vibrante (VSM). Dureza, microscopia ótica e eletrônica, medição do tamanho de grão austenítico prévio, textura cristalográfica e quantificação de fases (Martensita e austenita) por difração de raios X também foram realizados para explicar a resposta magnética do aço Maraging 300 submetido aos diversos tratamentos. Os resultados mostraram que a taxa de crescimento de grão da austenita prévia é maior para as solubilizações a partir de 1000 °C, promovendo significativo aumento dos pacotes e blocos da martensita. A microestrutura de grãos grosseiros após a solubilização e envelhecimento apresentou influência na magnetização de saturação, força coerciva e razão de quadratura do aço em estudo. Com os resultados avaliou-se o comportamento das propriedades magnéticas diante dos tratamentos térmicos que melhoram a tenacidade do aço maraging 300.

**Palavras-chave:** Maraging 300. Solubilização. Microestrutura. Propriedades magnéticas.

## ABSTRACT

Maraging steels are ultra-high-strength alloys characterized by low carbon content, high nickel content (about 18%), and lower cobalt, molybdenum, and titanium levels. These steels also have good toughness and machinability in the annealing solution condition, suitable for manufacturing tools such as dies and punches. They are also applied in the aerospace and nuclear industries. In the latter, a package of mechanical and magnetic properties is required in high-rotation motor rotors. Hardening and increased mechanical strength occur due to the precipitation of fine intermetallic compounds in the low-carbon martensitic matrix during the heat treatment known as aging. Aging, however, reduces the tenacity of the alloy. Recent studies have shown that using solubilization temperatures higher than those in everyday use can improve the toughness of Maraging 18%Ni steel. This work carried out solution annealing heat treatments between 820 °C and 1100 °C and aging between 480 °C and 600 °C for 3 hours on maraging steel 300. The magnetic properties were measured using a vibrating sample magnetometer (VSM). Hardness, optical and electron microscopy, previous austenitic grain size measurement, crystallographic texture, and phase quantification (martensite and austenite) by X-ray diffraction were also performed to explain the magnetic response of Maraging 300 steel submitted to the different treatments. The results showed that the grain growth rate of the previous austenite is higher for solution annealing treatments from 1000 °C, promoting a significant increase in martensite packages and blocks. The microstructure of coarse grains after solubilization and aging influenced the saturation magnetization, coercive force, and quadrature ratio of the steel under study. This study also evaluated the behavior of the magnetic properties in the face of heat treatments that improve the toughness of maraging 300 steel.

**Keywords:** Maraging 300. Annealing solution. Microstructure. Magnetic properties.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de transformação Fe-Ni . . . . .	28
Figura 2 – Curva dilatométrica maraging 350 . . . . .	29
Figura 3 – Curva de análise termomagnética do maraging 350 . . . . .	30
Figura 4 – Diagrama de equilíbrio – sistema Fe-Ni . . . . .	31
Figura 5 – Martensita em ripas a) Microscopia ótica da estrutura pacote-bloco, b) Ilustração esquemática pacote-bloco-ripas . . . . .	32
Figura 6 – Precipitados de $Ni_3(Ti, Mo)$ na matriz do aço maraging 350 . . . . .	33
Figura 7 – Distorções na rede a) Desajuste atômico ao longo do eixo cristalino do precipitado, b) Distorção no plano (011) da matriz martensítica CCC . . . . .	34
Figura 8 – Evolução da dureza em função do tempo de envelhecimento após diferentes percentuais de deformação plástica, aço maraging experimental 18% Ni . . . . .	35
Figura 9 – Curva Transformação tempo-temperatura (TTT) para precipitação no aço Maraging 18%Ni 350 . . . . .	35
Figura 10 – Efeito da deformação no volume percentual da austenita formada a várias temperaturas de envelhecimento . . . . .	38
Figura 11 – Percentual volumétrico de austenita versus tempo a 560, 600 e 650 °C, por Difração de Raios-X (DRX) . . . . .	39
Figura 12 – Quantificação da fase austenita por DRX para amostras laminadas a frio (90%) , envelhecidas por 1 h, resfriadas ao ar e nitrogênio líquido . . . . .	40
Figura 13 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço maraging 300 envelhecido a 570 ° por 3 h, a) solubilizado 840 °C, b) solubilizado 820 °C . . . . .	40
Figura 14 – Material sem textura . . . . .	41
Figura 15 – Material com textura . . . . .	41
Figura 16 – Exemplo de componente de textura . . . . .	42
Figura 17 – Exemplo de componente de textura de cubo girado . . . . .	42
Figura 18 – FDOCs para seção $\phi_2 = 45^\circ$ de um aço inoxidável ferrítico a) laminado a frio b) recozido . . . . .	44
Figura 19 – Ábacos para interpretar FDOCs em a) $\phi_2 = 45^\circ$ b) $\phi_2 = 0^\circ$ . . . . .	44
Figura 20 – EBSD - Mapa de orientação para o alumínio puro . . . . .	45
Figura 21 – EBSD - Mapas KAM de diferentes regiões com e sem trincas . . . . .	46
Figura 22 – Dipolo magnético e seu campo em a) e em b) representação simplificada . . . . .	47

Figura 23 – Ilustração de domínios magnéticos . . . . .	48
Figura 24 – Crescimento e rotação dos domínios magnéticos de um material ferromagnético submetido a um campo externo . . . . .	49
Figura 25 – Curva de histerese da indução magnética B versus campo aplicado H para um material ferromagnético . . . . .	50
Figura 26 – Curva de histerese para materiais magnéticos duros e moles . . . . .	51
Figura 27 – Curvas de magnetização para monocristais de a) ferro, b) cobalto e c) níquel em várias direções cristalográficas . . . . .	52
Figura 28 – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento para o Maraging 18%Ni . . . . .	53
Figura 29 – Força coerciva em função das temperaturas de envelhecimento para o Maraging 18%Ni . . . . .	53
Figura 30 – Percentual de austenita revertida versus temperatura de envelhecimento para o Maraging 18%Ni (350) . . . . .	54
Figura 31 – Desenho esquemático de um <i>Vibration Sample Magnetometer</i> / Magnetômetro de amostra vibrante ( <i>VSM</i> ) . . . . .	56
Figura 32 – Fluxograma dos tratamentos térmicos . . . . .	60
Figura 33 – Disco para realização de ensaios magnéticos . . . . .	64
Figura 34 – Esquema do VSM EGG-PARC. 1 – Fonte de alimentação; 2 – Vibrador; 3 – Eletroimã; 4 – Ponta Hall; 5 – Comtrolador; 6 – Computador . . . . .	65
Figura 35 – Sonda do equipamento de bancada para propriedades de histerese magnética . . . . .	67
Figura 36 – Amostras para medições de propriedades magnéticas . . . . .	67
Figura 37 – Fluxograma da metodologia realizada no aço maraging 300 . . . . .	68
Figura 38 – Difração de raios - X para o aço maraging 300 solubilizado a 860 °C . . . . .	70
Figura 39 – Microscopia eletrônica de varredura para o aço maraging 300 como recebido (solubilizado a 860 °C) a) 341x b) 1381x . . . . .	71
Figura 40 – Fração volumétrica das fases em equilíbrio em função da temperatura . . . . .	72
Figura 41 – Fração de TiC em equilíbrio em função da temperatura . . . . .	74
Figura 42 – Curva DSC para o aço maraging 300 solubilizado a 820 °C . . . . .	75
Figura 43 – Comparação de curvas obtidas por <i>DSC</i> para o aço maraging 300 solubilizado a diferentes temperaturas . . . . .	76

Figura 44 – Reações no maraging a) Primeira reação de envelhecimento b) Segunda reação de envelhecimento c) Reversão da austenita por difusão d) Transformação da austenita por cisalhamento, para solubilizações entre 820 °C e 1100 °C .	77
Figura 45 – Efeito da temperatura de solubilização no tamanho de grão da austenita prévia do aço maraging 300 . . . . .	79
Figura 46 – Curva de crescimento exponencial do grão austenítico prévio em função da temperatura de solubilização, aço maraging 300 . . . . .	80
Figura 47 – Comparação do crescimento de grão austenítico prévio em amostras solubilizadas e envelhecidas, aço maraging 300 . . . . .	80
Figura 48 – Microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas de a) 820 °C b) 900 °C c) 950 °C d) 1000 °C e) 1050 °C e f) 1100 °C, seguidos de envelhecimento a 480 °C . . . . .	82
Figura 49 – DRX a) Maraging como recebido x Maraging solubilizado, b) Maraging Laminado com redução de 80 % e 90% . . . . .	83
Figura 50 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas . . . . .	84
Figura 51 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 480 °C . . . . .	85
Figura 52 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriado em água . . . . .	86
Figura 53 – DRX - destaque dos picos $\alpha'$ (200) e $\gamma$ (220) . . . . .	86
Figura 54 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriado em N <sub>2</sub> . . . . .	87
Figura 55 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriado em água . . . . .	88
Figura 56 – DRX para o aço maraging 300 a) envelhecimento a 600 °C, resfriado em N <sub>2</sub> b) envelhecimento duplo 600 °C em N <sub>2</sub> + 550 °C em água, ambos solubilizados previamente nas mesmas temperaturas . . . . .	89
Figura 57 – Percentual de austenita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido nas temperaturas de 480 °C e 550 °C . . . . .	90
Figura 58 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 550 °C e 600 °C, ambos resfriados em água	91

Figura 59 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, resfriados em N <sub>2</sub> . . . . .	92
Figura 60 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 600 °C resfriado em N <sub>2</sub> e envelhecimento duplo 600 °C em N <sub>2</sub> + 550 °C em água . . . . .	92
Figura 61 – Percentual de austenita para o aço maraging 300 solubilizado a 820 °C, 1050 °C e 1100 °C, seguido de envelhecimento em várias temperaturas . . . . .	93
Figura 62 – Microscopia ótica de amostras solubilizadas em a) 820 °C, b) 1000 °C, c) e d) 1100 °C . . . . .	94
Figura 63 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1000°C, ampliação em a) 500x b) 1000x . . . . .	95
Figura 64 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1000°C, ampliação em a) 5000x b) 10000x . . . . .	96
Figura 65 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1050°C, ampliação em a) 1000x b) 5000x . . . . .	97
Figura 66 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1100 °C, ampliação em a) 500x b) 1000x . . . . .	98
Figura 67 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C e envelhecida a 480 °C, ataque em a) ácido crômico b) Marble . . . . .	99
Figura 68 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 820 °C e envelhecida a 480 °C, ataque em ácido crômico a) 5000x b) 10000x . . . . .	100
Figura 69 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 550 °C e resfriada em água, ataque em a) ácido crômico b) marble . . . . .	101
Figura 70 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 550 °C e resfriada em nitrogênio líquido, ataque em ácido crômico e nital 4% . . . . .	102
Figura 71 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 600 °C e resfriada em água, ataque em a) ácido crômico b) ácido crômico seguido de marble . . . . .	103
Figura 72 – Microscopia ótica de amostras solubilizadas a a) 1000 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, e envelhecidas a 480 °C, ataque ácido crômico . . . . .	104

Figura 73 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1050 °C, envelhecida a 480 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico e marble a) 200x b) 500x . . . . .	105
Figura 74 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1100°C, envelhecida a 480 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico e marble a) 200x b) 500x . . . . .	106
Figura 75 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1100°C, envelhecida a 600 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico a) Ilhas de austenita b) Agulhas brancas de austenita . . . . .	107
Figura 76 – MEV mostrando austenita revertida em amostras solubilizadas a 1100°C, envelhecidas a a) 550°C b) 600°C . . . . .	108
Figura 77 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização . . . . .	109
Figura 78 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização seguido de envelhecimentos em 480 °C e 550 °C . . . . .	110
Figura 79 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização a) envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, resfriamento em água b) envelhecimentos a 550 °C e 600 °C resfriados em N <sub>2</sub> . . . . .	110
Figura 80 – ODFs em $\varphi_2 = 45^\circ$ para o aço maraging 300 laminado com redução de a) 80 % b) 90 % . . . . .	111
Figura 81 – ODFs em $\varphi_2 = 45^\circ$ para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C . . . . .	112
Figura 82 – ODFs em $\varphi_2 = 45^\circ$ para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, resfriamento em água . . . . .	113
Figura 83 – ODFs em $\varphi_2 = 45^\circ$ para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C , seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriamento em água . . . . .	113
Figura 84 – ODFs em $\varphi_2 = 45^\circ$ para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C , seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriamento em N <sub>2</sub> . . . . .	113
Figura 85 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, fase martensita ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ), e d) 820 °C e) 1050 °C f) 1100 °C, fase austenita ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ), seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em água	114

Figura 86 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, fase martensita ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ), e d) 820 °C e) 1050 °C f) 1100 °C, fase austenita ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ), seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em N <sub>2</sub>	115
Figura 87 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, fase martensita ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ), e d) 820 °C e) 1050 °C f) 1100 °C, fase austenita ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ), seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em N <sub>2</sub> e 550 °C em água	116
Figura 88 – Mapas de qualidade obtidos por EBSD para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C e d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C	118
Figura 89 – Figuras de polo inversa para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C e d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C	119
Figura 90 – Contraste de banda obtido por EBSD mostrando a estrutura de contornos no aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em e) a distribuição dos contornos de baixo, médio e alto ângulo	120
Figura 91 – Contraste de banda obtido por EBSD mostrando a estrutura de contornos no aço maraging 300 solubilizado a a) 1050 °C b) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em c) a distribuição dos contornos de baixo, médio e alto ângulo	121
Figura 92 – Mapas de Kernel Average Misorientation (KAM) para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em e) a variação do KAM para as condições anteriores	122
Figura 93 – EBSD - mapa de fases martensita e austenita para o aço maraging 300 a) solubilizado a 1100 °C e envelhecido a 550 °C b) solubilizado a 820 °C e envelhecido a 600 °C c) gráfico percentual de fases	123
Figura 94 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 480 °C a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva	124
Figura 95 – Força coerciva $BH_c$ versus o inverso do tamanho de grão para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C	125

Figura 96 – Curvas de histerese para o aço Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 480 °C . . . . .	126
Figura 97 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 550 °C, 600 °C e 600 °C + 550 °C a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva . . .	128
Figura 98 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 550 °C, resfriamento em água e nitrogênio líquido a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva . . . . .	129
Figura 99 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 600 °C, resfriamento em água e nitrogênio líquido a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva . . . . .	130
Figura 100 – Magnetização de saturação para o aço maraging 300 com redução de 80 e 90 % em função da temperatura de envelhecimento a) solubilizado a 820 °C, b) 1050 °C, c) 1100 °C . . . . .	131
Figura 101 – Razão de quadratura para o aço maraging 300 em função da temperatura de solubilização a) Envelhecimentos em 480 °C e 550 °C, b) 600 °C . . . . .	132
Figura 102 – a) Indução máxima b) Força coerciva, para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C e apenas solubilizado . . . . .	133
Figura 103 – a) Razão de quadratura magnética b) Área da curva de histerese, para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C e apenas solubilizado . .	133

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química (%peso) dos aços Maraging 18%Ni . . . . .	26
Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos aços Maraging 18% Ni solubilizado a 820 °C – 1h	27
Tabela 3 – Estrutura cristalográfica dos compostos intermetálico - maraging 18% Ni . .	33
Tabela 4 – Composição química da austenita revertida (%peso) . . . . .	36
Tabela 5 – Classificação magnética de alguns materiais selecionados . . . . .	54
Tabela 6 – Composição química do aço Maraging 300 (%massa) . . . . .	58
Tabela 7 – Parâmetros de medição para as curvas de histerese. . . . .	67
Tabela 8 – Identificação das amostras . . . . .	69
Tabela 9 – Dureza do aço Maraging 300 CR . . . . .	71
Tabela 10 – Composição da martensita do aço maraging 300 como recebido (% peso) . .	71
Tabela 11 – Frações de fases em função da temperatura . . . . .	73
Tabela 12 – Composição química de equilíbrio para as fases encontradas no Maraging 300	74
Tabela 13 – Valores de temperaturas de início ( $T_i$ ), fim ( $T_f$ ), de pico ( $T_p$ ) e entalpia das reações exotérmicas em função da temperatura de solubilização . . . . .	78
Tabela 14 – Valores de temperaturas de início ( $T_i$ ), fim ( $T_f$ ), de pico ( $T_p$ ) e entalpia das reações endotérmicas em função da temperatura de solubilização . . . . .	78
Tabela 15 – Redução na magnetização de saturação e aumento na força coerciva compara- dos com os valores do aço maraging 300 solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C . . . . .	127



## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

<i>DSC</i>	Calorimetria Exploratória Diferencial / <i>Differential Scanning Calorimetry</i>
<i>EBS</i>	Difração de Elétrons Retro-espalhados / <i>Electron Backscatter Diffraction</i>
<i>EDS</i>	Espectroscopia por energia dispersiva / <i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
<i>HABs</i>	Contornos de alto ângulo / <i>High Angle Boundary</i>
<i>IPF</i>	Figura de Polo Inversa / <i>Inverse Pole Figure</i>
<i>KAM</i>	Desorientação Média de Kernel / <i>Kernel Average Misorientation</i>
<i>LABs</i>	Contornos de baixo ângulo / <i>Low Angle Boundary</i>
<i>MABs</i>	Contornos de médio ângulo / <i>Medium Angle Boundary</i>
<i>PAGB</i>	Contorno de Grão da Austenita Prévia / <i>Prior austenite grain boundary</i>
<i>RA</i>	Austenita Revertida / <i>Reverted austenite</i>
<i>TMA</i>	Análise Termomagnética / <i>Thermomagnetic analysis</i>
<i>VAR</i>	Refinamento a arco em vácuo / <i>Vacuum Arc Refining</i>
<i>VIM</i>	Fundição à vácuo por indução / <i>Vacuum Induction Melting</i>
<i>VSM</i>	<i>Vibration Sample Magnetometer</i> / Magnetômetro de amostra vibrante
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CGPA	contornos de grão prévio da austenita
CP	contornos de pacote
CR	como recebido
DRX	Difração de Raios-X
FDOC	Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas
LACAM	Laboratório de Caracterização de Materiais
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
TTT	Transformação tempo-temperatura
UFC	Universidade Federal do Ceará
UFF	Universidade Federal Fluminense
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

## LISTA DE SÍMBOLOS

$A_f$	Temperatura de transformação final da austenita
$Al\%$	Alongamento percentual
$A_s$	Temperatura de transformação inicial da austenita
$B$	Indução magnética
$B_r$	Indução magnética remanente
$B_s$	Indução magnética de saturação
${}_bH_c$	Força coercitiva extraída da curva de indução magnética
$H$	Campo magnético
$H_c$	Força coercitiva
$H_d$	Campo desmagnetizante
$H_{ef}$	Campo magnético efetivo
$HRC$	Escala de dureza Rockwell C
$HV$	Escala de dureza Vickers
$L$	Fase Líquido
$LRT$	Limite de resistência à tração
$m$	Massa da amostra
$m_s$	Magnetização de saturação
$M250$	Aço maraging classe 250
$M300$	Aço maraging classe 300
$M350$	Aço maraging classe 350
$M400$	Aço maraging classe 400
$M$	Magnetização
$M_f$	Temperatura final da transformação martensítica
$M_s$	Temperatura de início da transformação martensítica
$N_a$	Fator de desmagnetização na direção axial ao plano da amostra
$N_c$	Fator de desmagnetização

$P_s$	Temperatura de início de precipitação
$RA\%$	Redução de área percentual
$T_i$	Temperatura de início da reação
$T_f$	Temperatura de fim da reação
$T_p$	Temperatura de pico da reação
$TG$	Tamanho de grão da austenita prévia
$\alpha$	Fase ferrita
$\alpha'$	Fase martensita CCC
$\gamma$	Fase austenita
$\delta Fe$	Fase ferrita delta
$\delta$	Densidade da liga
$\varepsilon$	Deformação plástica
$\Phi$	Ângulo de Euler Phi
$\phi 1$	Ângulo de Euler phi 1
$\phi 2$	Ângulo de Euler phi 2
$\sigma_{esc}$	Tensão de escoamento
$\lambda$	Comprimento de onda

## SUMÁRIO

1	<b>INTRODUÇÃO</b>	23
2	<b>OBJETIVOS</b>	25
2.1	<b>Objetivo Geral</b>	25
2.2	<b>Objetivos Específicos</b>	25
3	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	26
3.1	<b>Os aços maraging</b>	26
3.1.1	<i>Classificação e composição química dos aços maraging</i>	26
3.1.2	<i>Tratamentos térmicos dos aços Maraging</i>	27
3.1.2.1	<i>A solubilização dos aços Maraging</i>	27
3.1.2.2	<i>O envelhecimento dos aços maraging</i>	32
3.1.3	<i>A reversão da austenita nos aços maraging</i>	36
3.2	<b>Textura cristalográfica</b>	40
3.2.1	<i>Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)</i>	43
3.2.2	<i>Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)</i>	45
3.2.2.1	<i>Desorientação Média de Kernel ou Kernel Average Misorientation (KAM)</i>	46
3.3	<b>Propriedades magnéticas dos materiais</b>	46
3.3.1	<i>Propriedades magnéticas dos aços Maraging</i>	52
3.3.2	<i>Aplicações magnéticas dos aços Maraging</i>	55
3.4	<b>Técnica de análise</b>	56
3.4.1	<i>Magnetômetro de amostra vibrante</i>	56
4	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b>	58
4.1	<b>Material</b>	58
4.2	<b>Métodos</b>	58
4.2.1	<i>Simulação termodinâmica</i>	58
4.2.2	<i>Tratamento térmico de solubilização inicial</i>	58
4.2.3	<i>Deformação plástica - Laminação</i>	59
4.2.4	<i>Tratamento térmico de solubilização intermediário</i>	59
4.2.5	<i>Tratamento térmico de envelhecimento</i>	59
4.2.6	<i>Ensaio de Calorimetria exploratória diferencial - DSC</i>	60
4.2.7	<i>Medição de dureza</i>	61

4.2.8	<i>Microscopia Ótica</i> . . . . .	61
4.2.9	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV</i> . . . . .	61
4.2.10	<i>Difração de raios X e macrotextura</i> . . . . .	62
4.2.11	<i>Difração de elétrons retroespalhados – EBSD</i> . . . . .	62
4.2.12	<i>Quantificação de fases martensita e austenita</i> . . . . .	62
4.2.13	<i>Propriedades Magnéticas</i> . . . . .	63
4.2.14	<i>Propriedades magnéticas por equipamento de bancada</i> . . . . .	66
4.3	<b>Fluxograma Metodológico</b> . . . . .	68
4.3.1	<i>Identificação das amostras</i> . . . . .	68
5	<b>RESULTADOS</b> . . . . .	70
5.1	<b>Caracterização do aço maraging 300 como rebebido</b> . . . . .	70
5.2	<b>Análise termodinâmica</b> . . . . .	72
5.2.1	<i>Simulação termodinâmica</i> . . . . .	72
5.2.2	<i>Calorimetria exploratória diferencial - DSC</i> . . . . .	75
5.3	<b>Caracterização microestrutural</b> . . . . .	78
5.3.1	<i>Tamanho de grão da austenita prévia</i> . . . . .	78
5.3.2	<i>Difração de raios-X</i> . . . . .	83
5.3.2.1	<i>Análise dos difratogramas</i> . . . . .	83
5.3.2.2	<i>Quantificação de austenita</i> . . . . .	89
5.3.3	<i>Microscopia ótica e eletrônica de varredura</i> . . . . .	94
5.3.3.1	<i>Amostras solubilizadas</i> . . . . .	94
5.3.3.2	<i>Amostras envelhecidas</i> . . . . .	98
5.4	<b>Dureza</b> . . . . .	108
5.5	<b>Macrotextura cristalográfica</b> . . . . .	111
5.6	<b>Análise de EBSD</b> . . . . .	117
5.7	<b>Propriedades magnéticas</b> . . . . .	123
5.7.1	<i>Propriedades magnéticas por equipamento de bancada</i> . . . . .	132
6	<b>CONCLUSÕES</b> . . . . .	134
6.1	<b>Conclusões secundárias</b> . . . . .	134
6.2	<b>Trabalhos Futuros</b> . . . . .	136
	<b>REFERÊNCIAS</b> . . . . .	137

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços Maraging são ligas que apresentam ultra alta resistência e caracterizam-se por possuir baixo teor de carbono (0,03 % no máximo), alto teor de níquel (entre 16 e 26 %) e ainda presença em teores mais baixos de cobalto, molibdênio e titânio. Na condição solubilizada, essas ligas apresentam boa tenacidade, fácil usinabilidade, sendo adequados para a fabricação de ferramental, como matrizes e punções, estrutura de equipamentos e componentes aeroespaciais. Seu endurecimento ocorre após um tratamento térmico de envelhecimento, pela precipitação de compostos intermetálicos em uma matriz martensítica de baixo carbono.

Criados na década de 50, os aços Maraging já sofreram modificações relevantes na sua composição química a fim de melhorar seu processamento e desempenho. Hoje sua classificação é baseada em classes, como M350, M300, M250 e M200, e vem despertando o interesse do Brasil desde a década de 90, principalmente pela possibilidade desse aço atender às demandas da indústria nuclear por materiais mais resistentes em condições de forte severidade. Assim sendo, diversas universidades e instituições de pesquisa desenvolvem pesquisas nestas ligas com a finalidade de promover melhorias em suas propriedades. A Universidade Federal do Ceará (UFC) através do seu Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) em parceria com a Universidade Federal Fluminense (UFF) vem desenvolvendo pesquisas nos aços Maraging 300 e 350 desde 2003 em temas como tratamentos térmicos, textura cristalográfica, propriedades mecânicas e magnéticas. A maioria destes estudos se concentrou nas variáveis tempo e temperatura de envelhecimento das ligas maraging.

Além do vasto campo de aplicações mecânicas do aço Maraging 18 %Ni, pesquisas voltadas para o aprimoramento de suas propriedades e aplicações magnéticas vem sendo realizadas. Os aços Maraging são comumente classificados como material magnético “semiduro” e são adequados para aplicações em rotores de motores de alta velocidade, por apresentarem um pacote de boas propriedades mecânicas e magnéticas. A principal limitação encontrada nos aços maraging 18 %Ni tem sido a sua tenacidade na condição de envelhecido, que diferentemente da resistência mecânica, apresenta valores baixos. Pesquisas recentes (LIMA FILHO *et al.*, 2021; LIMA FILHO *et al.*, 2016; MASOUMI *et al.*, 2016) avaliaram positiva a influencia do aumento da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas do aço maraging, mais especificamente, melhorando a tenacidade sem perda considerável de resistência mecânica.

Diante do exposto, este trabalho pretende realizar diversos processamentos térmicos no aço Maraging 300, dentre eles se destacam as solubilizações em elevadas temperaturas a fim

de promover mudanças estruturais, como forte crescimento de grão da austenita prévia, alteração na distribuição de contornos de grão de baixo e alto ângulo, além de mudanças na morfologia da Martensita resultante. Serão realizadas solubilizações entre 820 e 1100 °C e envelhecimentos entre 480 e 600 °C. Medições de dureza, difração de raios X, macrotextura, microscopia ótica e eletrônica de varredura serão realizadas. Propriedades magnéticas serão levantadas através de um magnetômetro de amostra vibrante.

O estudo tem por propósito contribuir para um entendimento mais sólido da relação entre as mudanças microestruturais e as propriedades de histerese magnética de um aço maraging grau 300 submetido a tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, que de acordo com pesquisas anteriores promovem a melhora de sua tenacidade.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

No geral, esta pesquisa tem por finalidade avaliar a influência da temperatura de solubilização na microestrutura, textura e propriedades de histerese magnética do aço Maraging 300 solubilizado e envelhecido visando investigar o comportamento magnético nas mesmas condições que promovem melhoria de tenacidade.

### 2.2 Objetivos Específicos

1. Estimar por meio de simulação termodinâmica computacional as frações de fases no aço maraging 300 e as temperaturas de dissolução de precipitados;
2. Caracterizar a microestrutura e determinar a dureza do aço Maraging 300 solubilizado e envelhecido;
3. Determinar as propriedades magnéticas: magnetização de saturação, força coerciva, remanência e quadratura magnética do aço Maraging 300 nas diversas condições de tratamento;
4. Investigar a influência da microestrutura nas propriedades magnéticas do aço maraging 300 nas condições de tratamento;
5. Determinar a Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC) e avaliar sua influência nas propriedades de histerese magnética do aço maraging 300 nas diversas condições de tratamento;
6. Avaliar os efeitos do percentual de austenita retida e/ou reversa nas propriedades magnéticas do aço Maraging 300 nas condições de tratamento.
7. Indicar, dentre aquelas estudadas neste trabalho, as melhores condições de tratamento para o aço maraging 300 visando aplicações em rotores de máquinas rotativas de alta velocidade.



### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Os aços maraging

##### 3.1.1 Classificação e composição química dos aços maraging

Os aços Maraging são ligas que apresentam ultra alta resistência e caracterizam-se por possuir baixo teor de carbono (0,03 % no máximo), alto teor de níquel (entre 16 e 26 %) e ainda presença em teores mais baixos de cobalto, molibdênio e titânio. Esses aços, quando solubilizados apresentam boa tenacidade e fácil usinabilidade, após envelhecidos são adequados para a fabricação de ferramental, como matrizes e punções, estrutura de equipamentos e componentes aeroespaciais. Seu endurecimento ocorre após um tratamento térmico de envelhecimento, pela precipitação de compostos intermetálicos em uma matriz martensítica de baixíssimo teor de carbono (MAGNÉE *et al.*, 1974). Esses aços possuem combinações de resistência e tenacidade que estão entre as mais altas atingíveis em ligas comerciais.

O termo Maraging foi criado para indicar que as reações de precipitação responsáveis pela ultra alta resistência mecânica desses aços ocorrem pelo envelhecimento da condição martensítica. Esses aços foram criados no final da década de 1950, e inicialmente foram criadas duas classes com 20 % e 25 % de níquel (BIEBER, 1960) . Apesar das boas propriedades de resistência e dureza, essas classes foram logo abandonadas por causa da sua fragilidade em níveis de ultra alta resistência (HALL, 1964). Eles foram substituídos por novas classes do aço Maraging com 18Ni-Co-Mo, e concluído que teores maiores de níquel levavam a um aumento da austenita retida em função da temperatura  $M_s$  se encontrar abaixo da temperatura ambiente. Na tabela 1 é mostrada a composição química dos aços Maraging 18Ni classes 200, 250, 300 e 350.

Tabela 1 – Composição química (%peso) dos aços Maraging 18%Ni

Classe	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: adaptado de Magnée *et al.* (1974).

As classes dos aços Maraging 18% Ni foram identificados pelo valor do seu limite de escoamento expresso em ksi, ou seja, o aço Maraging 300 apresenta aproximadamente 300 ksi (2068 Mpa). Os níveis de resistência mecânica alcançados pelas diferentes classes é proveniente

do teor de seus elementos de liga (Co, Mo, Ti, Al), e dependem principalmente da combinação de cobalto e molibdênio, embora quantidades crescentes de titânio sejam usadas como endurecedor suplementar (MAGNÉE *et al.*, 1974).

### 3.1.2 Tratamentos térmicos dos aços Maraging

Os aços Maraging 18% Ni são normalmente solubilizados para obtenção de uma matriz martensítica Fe-Ni de baixa dureza e supersaturada de elementos de liga, posteriormente são envelhecidos para geração de finos precipitados que ficam dispersos na matriz e promovem o aumento de dureza e resistência.

#### 3.1.2.1 A solubilização dos aços Maraging

O tratamento térmico de solubilização dos aços Maraging consiste em um aquecimento a 820 °C por uma hora, embora outras temperaturas ou solubilizações múltiplas possam ser realizadas em casos específicos (LIMA FILHO *et al.*, 2016). Independente da taxa de resfriamento até a temperatura ambiente, a liga se transforma completamente em Martensita de estrutura cúbica de corpo centrado por um processo de cisalhamento, resultando numa matriz supersaturada de elementos de liga com elevado volume de discordâncias (MAGNÉE *et al.*, 1974; SHA W.; GUO, 2009). Por causa do alto teor de níquel e do carbono residual o aço Maraging solubilizado não sofre grande endurecimento, apresentando valores da ordem de 30 Rockwell na escala C, nesta condição a liga pode ser facilmente conformada ou usinada (LIMA FILHO *et al.*, 2016; TIAN *et al.*, 2019). Na Tabela 2 são apresentadas as propriedades dos aços Maraging 18% Ni na condição de solubilizado, e observa-se que os valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração (LRT) são bem inferiores àqueles na condição de envelhecimento padrão.

Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos aços Maraging 18% Ni solubilizado a 820 °C – 1h

Aço	$\sigma_{esc}$ (MPa)	LRT (MPa)	Al %	RA %	Dureza (HRC)
Mar 200	800	1000	17	79	27
Mar 250	800	1010	19	72	29
Mar 300	790	1010	17	76	32
Mar 350	830	1150	18	70	35

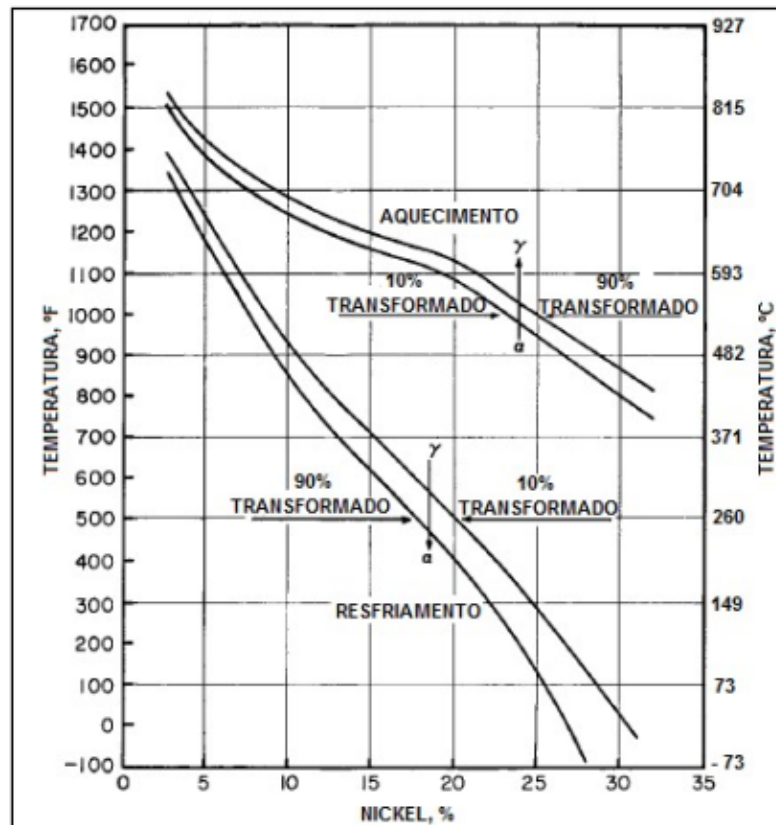
Fonte: adaptado de NiDI (1976).

A temperatura de transformação martensítica é uma função do teor de níquel, ou seja, a  $M_s$  diminui com o aumento desse elemento na liga. Aços maraging com teor elevado (> 25%)

desse elemento apresentavam temperatura  $M_s$  baixa e conseqüentemente percentual considerável de austenita retida, comprometendo a resistência mecânica (AHMED *et al.*, 1995), essas ligas estão em desuso conforme comentado na seção 3.1.1. A Figura 1 apresenta o diagrama de transformação Fe-Ni, que mostra, além da diminuição da temperatura  $M_s$ , uma histerese térmica que se expande com o aumento do teor de níquel. Essa histerese é o princípio metalúrgico dos aços Maraging que permite que a liga se transforme em Martensita no resfriamento, mas no aquecimento localizado na faixa da histerese não reverta (ou reverta lentamente) em austenita, ao invés disso a ocorrência do envelhecimento por precipitação de compostos intermetálicos. Ressalta-se que os aços maraging são compostos ainda por outros elementos como Co, Mo e Ti. O cobalto atua elevando a temperatura  $M_s$ , enquanto molibdênio e titânio acarretam na sua diminuição (MAGNÉE *et al.*, 1974) Diversos ensaios são capazes de fornecer as temperaturas de transformação martensítica e austenítica.

O ensaio de dilatometria, que consiste no aquecimento e resfriamento de uma amostra a uma taxa controlada permite identificar contrações ou expansões e associá-las com reações de transformações de fases. A Figura 2 mostra uma curva dilatométrica para o aço maraging 350 solubilizado. No aquecimento foram identificadas quebras de linearidade nos pontos  $P_3$  (500

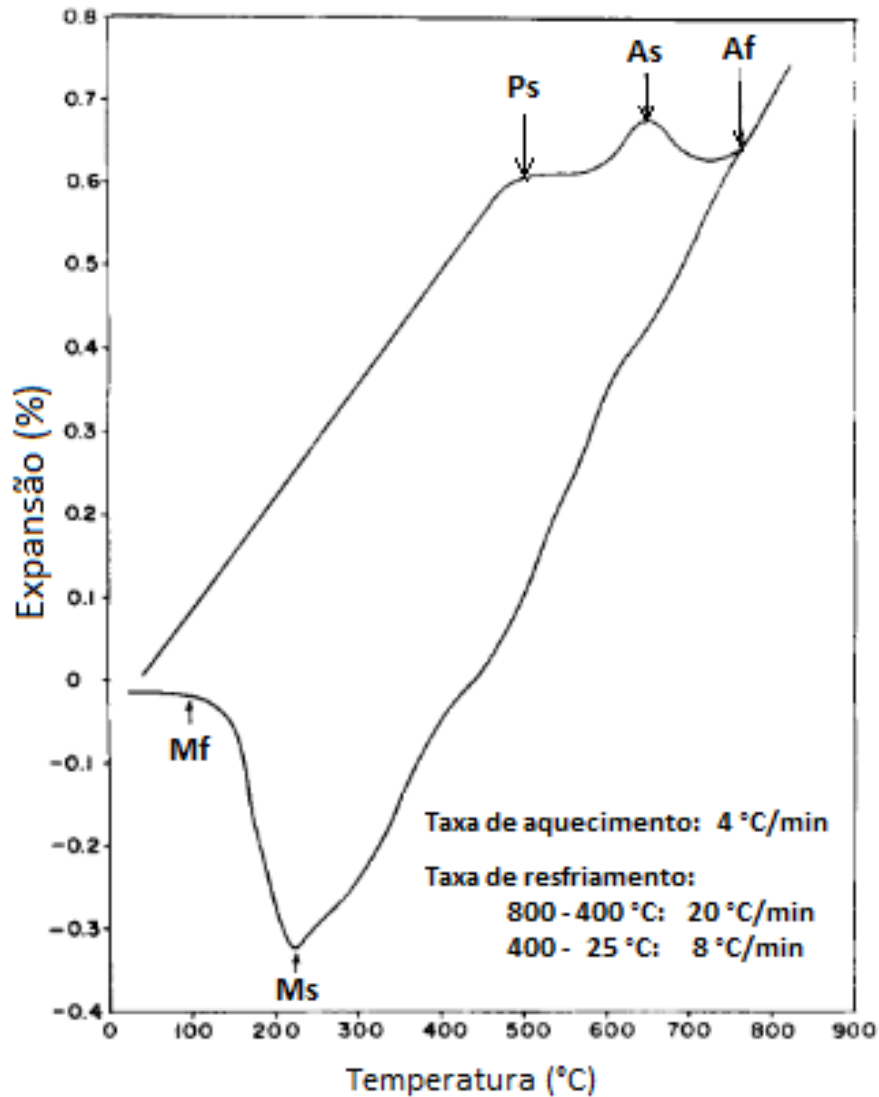
Figura 1 – Diagrama de transformação Fe-Ni



Fonte: Adaptado de Magnée *et al.* (1974).

$^{\circ}\text{C}$ ),  $A_s$  ( $650^{\circ}\text{C}$ ) e  $A_f$  ( $750^{\circ}\text{C}$ ) que representam as temperaturas de início de precipitação, início da reversão da austenita e final de reversão da austenita, respectivamente. No resfriamento foi observado uma contração linear até a temperatura de  $225^{\circ}\text{C}$  (temperatura  $M_s$ ) e então a partir daí uma expansão, que mostra o início da transformação martensítica (VISWANATHAN *et al.*, 1993)

Figura 2 – Curva dilatométrica maraging 350

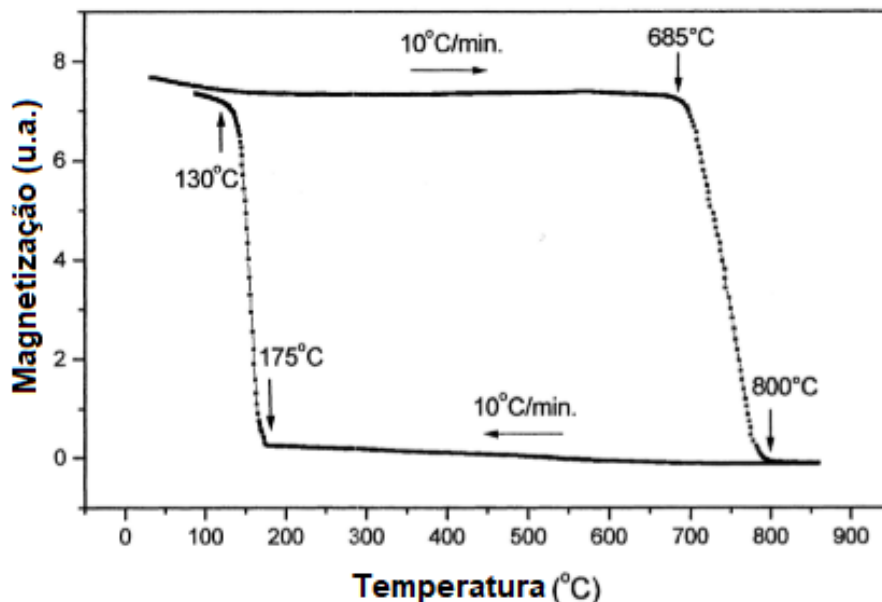


Fonte: Adaptado de Viswanathan *et al.* (1993).

Uma outra técnica capaz de identificar as temperaturas de transformações de fases é a Análise Termomagnética / *Thermomagnetic analysis (TMA)*. Trata-se de um ensaio onde a amostra é aquecida e resfriada a uma determinada taxa e a magnetização é então medida para cada instante. Tavares *et al.* (2003) realizaram ensaios de *TMA* para o aço maraging 350 a uma taxa de 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  conforme Figura 3. No aquecimento é possível observar pela

figura que a magnetização permanece constante até atingir a temperatura de 685 °C quando começa a diminuir e atinge seu mínimo a 800 °C. Essas temperaturas indicam os pontos  $A_s$  e  $A_f$  respectivamente, pois a austenita é uma fase paramagnética. No resfriamento a magnetização permanece praticamente constante até atingir 175 °C, quando a magnetização volta a subir, e atinge seu máximo em 130 °C, esses pontos são identificados como  $M_s$  e  $M_f$  respectivamente. As temperaturas de transformações de fases dependem fortemente da composição química da liga, Ahmed (1988) encontrou temperaturas  $M_s$  de 175, 155 e 200 °C para os aços maraging série 250, 300 e 350, respectivamente.

Figura 3 – Curva de análise termomagnética do maraging 350

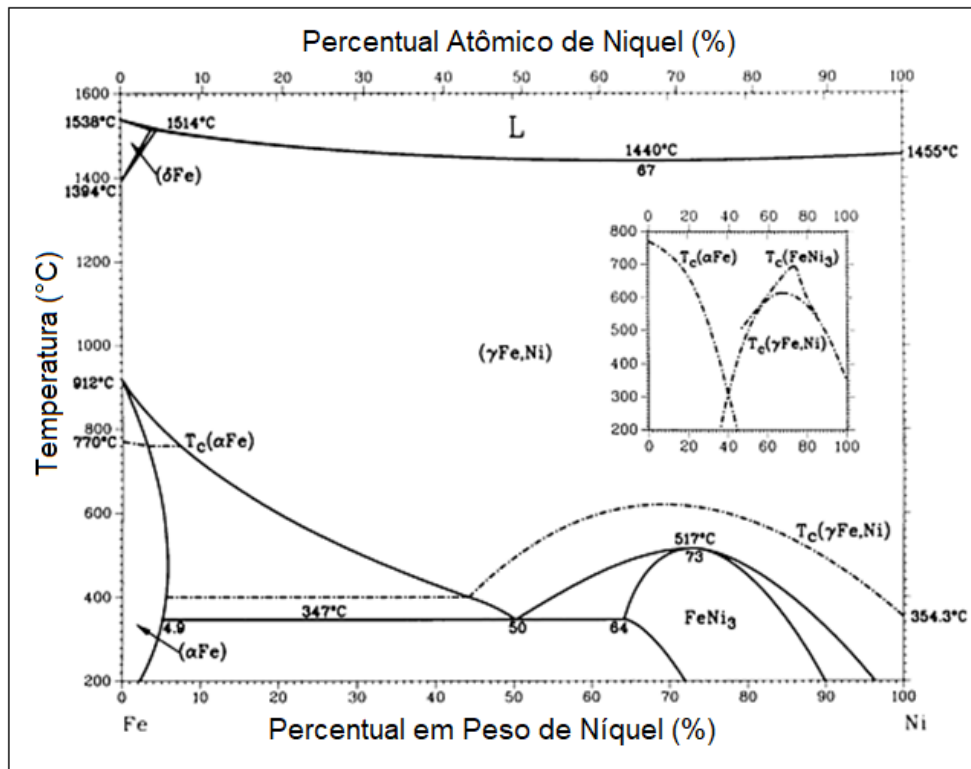


Fonte: Adaptado de Tavares *et al.* (2003).

Mostrado na Figura 4, o diagrama de equilíbrio Fe-Ni apresenta as fases estáveis no equilíbrio, como L (líquido),  $\delta$ Fe (ferrita delta),  $\gamma$  (austenita),  $\alpha$  (ferrita) e  $FeNi_3$  (composto intermetálico). De acordo com o diagrama de equilíbrio, a baixas temperaturas as fases em equilíbrio são a ferrita e a austenita, porém no resfriamento de ligas contendo entre 10 e 25 %Ni diretamente do campo austenítico, esta austenita não irá se decompor em ferrita e austenita, mesmo permanecendo longos tempos na região bifásica. Ao invés disso, com mais resfriamento, a austenita irá se transformar em Martensita de microestrutura Cúbica de Corpo Centrado (CCC) através de cisalhamento e sem difusão, ou seja, semelhante aos aços convencionais (MAGNÉE *et al.*, 1974).

Essa Martensita formada para teores de 10 a 25 % Ni é conhecida como Martensita em ripas, e ela está presente nos aços Maraging 18 %Ni (TIAN *et al.*, 2019; LIMA FILHO,

Figura 4 – Diagrama de equilíbrio – sistema Fe-Ni

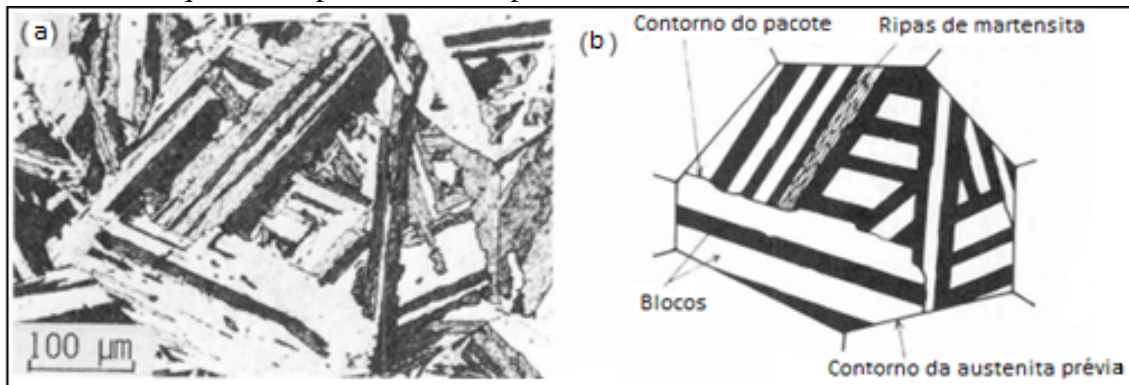


Fonte: Adaptado de Magnée *et al.* (1974).

2018; MASOUMI *et al.*, 2016; TEWARI *et al.*, 2000). Se o teor de níquel é aumentado para teores acima de 25 % a estrutura martensítica em ripas é substituída por uma Martensita maclada. Geralmente uma estrutura martensítica em ripa é preferível, porque seguindo ao envelhecimento, esta estrutura é mais resistente do que uma estrutura martensítica maclada (MAGNÉE *et al.*, 1974; HANDBOOK, 1991).

Martensita em ripas consiste de três estruturas de subgrãos, duas das quais são visíveis usando técnicas metalográficas padrão e uma que requer Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para resolução adequada. A estrutura martensítica em ripas dos aços Maraging consiste de vários pacotes de Martensita dentro de cada grão prévio austenítico e de numerosos blocos dentro de cada pacote (TAMURA *et al.*, 1982; MASOUMI *et al.*, 2016; FLOREZ *et al.*, 2021). Uma estrutura típica em pacote / bloco de um aço Maraging 18 %Ni é mostrada na Figura 5 (a). A subestrutura de cada bloco individual da Martensita em ripa consiste de uma série de ripas finas e paralelas como mostra a ilustração esquemática na Figura 5 (b). Essas ripas martensíticas são caracterizadas por uma alta densidade de emaranhados de discordâncias.

Figura 5 – Martensita em ripas a) Microscopia ótica da estrutura pacote-bloco, b) Ilustração esquemática pacote-bloco-ripas



Fonte: Adaptado de Tamura *et al.* (1982).

### 3.1.2.2 O envelhecimento dos aços maraging

Os aços Maraging 18% Ni alcançam melhores propriedades mecânicas após um tratamento térmico de solubilização a 820 °C por 1 hora para obtenção de uma matriz martensítica CCC supersaturada de elementos de liga (Ni, Mo e Ti), seguido de tratamento térmico de envelhecimento a 480 °C por 3 horas. O envelhecimento da matriz martensítica é o responsável pelo aumento de dureza e resistência mecânica e se dá através de dois mecanismos (MAGNÉE *et al.*, 1974; HANDBOOK, 1991):

1. Precipitação fina e uniforme de vários compostos intermetálicos;
2. Reação de ordenação na solução sólida contendo cobalto;

Os precipitados formados durante o envelhecimento provocam distorções na rede cristalina da matriz martensítica e também agem como obstáculos ao movimento de discordâncias, resultando em significativo aumento de dureza e resistência. Os precipitados que tem sido identificados são:  $Ni_3Mo$ ,  $\eta-Ni_3Ti$ ,  $Fe_2Mo$ ,  $Fe_2Ti$ ,  $\sigma-FeMo$ ,  $\sigma-FeTi$  e  $\mu-Fe_7Mo_6$  (MAGNÉE *et al.*, 1974). Nos envelhecimentos em faixas de temperatura entre 450 °C e 600°C, os precipitados mais comuns são  $Ni_3(Ti,Mo)$ ,  $Ni_3Mo$ ,  $Ni_3Ti$ ,  $Fe_2Mo$  e  $FeMo$  (TEWARI *et al.*, 2000). A Tabela 3 apresenta os dados da estrutura cristalográfica desses compostos.

Em temperaturas de envelhecimento na faixa citada,  $Ni_3(Ti,Mo)$  é a primeira fase de precipitação a aparecer, e seu mecanismo se dá por nucleação e crescimento. Nos primeiros estágios de envelhecimento, zonas coerentes, presumivelmente contendo Ti e Mo, se formam em discordâncias, a partir do qual se desenvolvem precipitados de  $Ni_3(Ti,Mo)$  (VASUDEVAN *et al.*, 1990). Esse precipitado apresenta morfologia elipsoidal, a Figura 6 mostra precipitados de  $Ni_3(Ti,Mo)$  em imagem de campo escuro (MET), no aço maraging 350 envelhecido a 510

°C por 30 minutos (TEWARI *et al.*, 2000). Em estudo do aço maraging 250, Vasudevan *et al.* (1990) observaram precipitados de  $Ni_3Ti$  em forma de bastão medindo 5 nm de largura e 22 nm de comprimento, para a condição de envelhecido a 480 °C por 3 horas.

Tabela 3 – Estrutura cristalográfica dos compostos intermetálico - maraging 18% Ni

Fase	Estequiometria	Estrutura cristalina	Parâmetros cristalinos
$Fe_2Mo$	$A_2B$	Hexagonal	$a= 4,74 \text{ \AA}$ , $c= 7,73 \text{ \AA}$ $a= 4,745 \text{ \AA}$ , $c= 7,754 \text{ \AA}$
$FeMo$	$AB$	Tetragonal	$a= 9,218 \text{ \AA}$ , $c= 4,813 \text{ \AA}$
$Ni_3 (Ti, Mo)$	$A_3B$	Hexagonal	$a= 5,101 \text{ \AA}$ , $c= 8,307 \text{ \AA}$
$Ni_3Mo$	$A_3B$	Ortorrômbico	$a= 5,064 \text{ \AA}$ , $b= 4,224 \text{ \AA}$ $c= 4,448 \text{ \AA}$

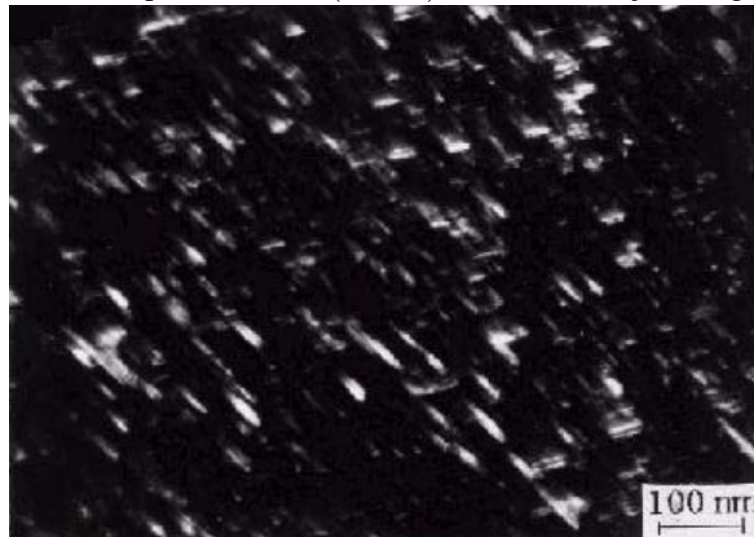
Fonte: Tewari *et al.* (2000), Viswanathan *et al.* (1993), Magnée *et al.* (1974).

Segundo Vasudevan *et al.* (1990) as relações de orientação observadas entre a martensita e o precipitado  $Ni_3Ti$  são:

$$(011)_M // (0001)_{Ni_3Ti}$$

$$[1\bar{1}1]_M // [11\bar{2}0]_{Ni_3Ti}$$

Figura 6 – Precipitados de  $Ni_3(Ti, Mo)$  na matriz do aço maraging 350



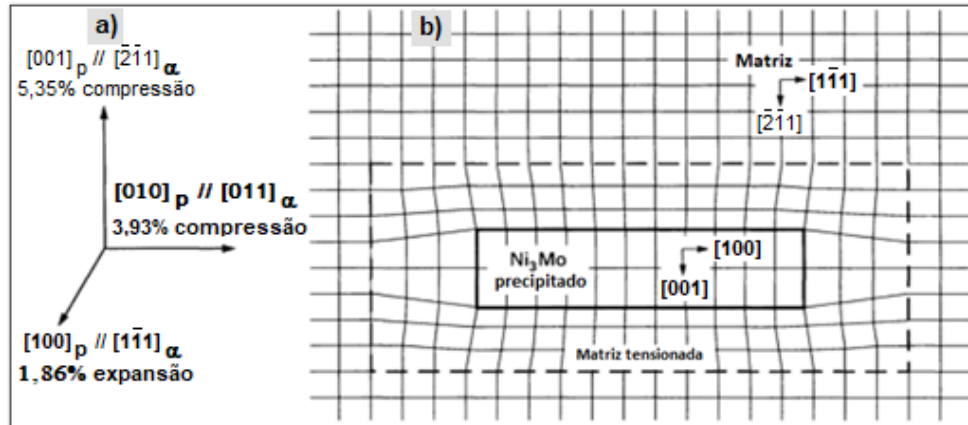
Fonte: Adaptado de Tewari *et al.* (2000).

Dos compostos intermetálicos contendo molibdênio, o mais comumente encontrado nos aços Maraging 18% Ni é o  $Ni_3Mo$ , as partículas precipitadas, que são em forma de bastão, têm cerca de 25 Å de largura e 500 Å de comprimento na condição de dureza de pico, com seus eixos mais longos paralelos às direções  $\langle 111 \rangle$  da matriz. As relações de orientação e distorção



produzida na rede da matriz martensítica pelos compostos de  $Ni_3Mo$  podem ser observadas na Figura 7 (MAGNÉE *et al.*, 1974; HANDBOOK, 1991).

Figura 7 – Distorções na rede a) Desajuste atômico ao longo do eixo cristalino do precipitado, b) Distorção no plano (011) da matriz martensítica CCC



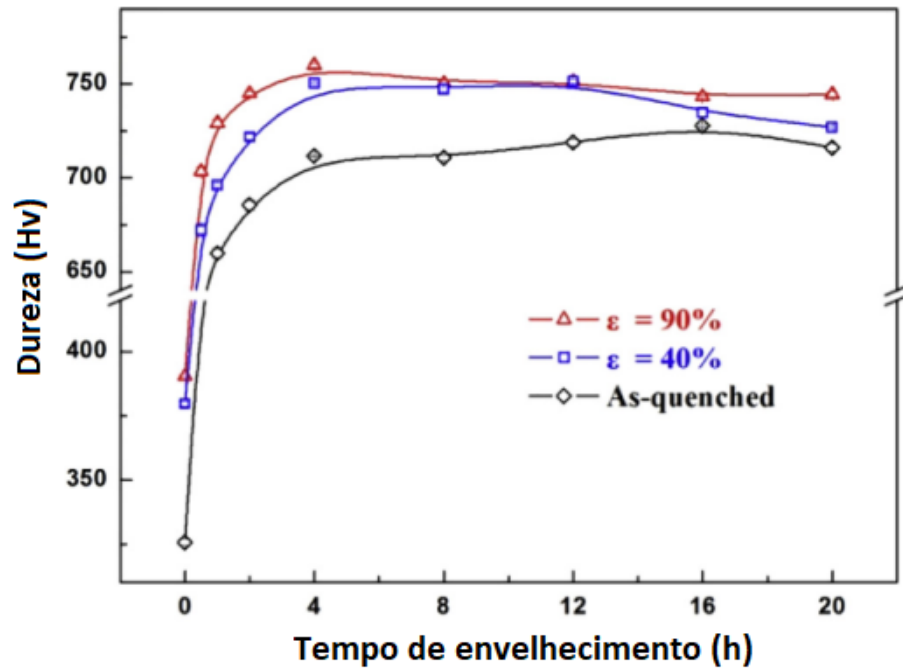
Fonte: Adaptado de HANDBOOK (1991).

Tempos longos de envelhecimento do aço maraging 18 %Ni acarretam no engrossamento dos precipitados de  $Ni_3Ti$  e no surgimento de precipitados esféricos de  $Fe_2Mo$ , Vasudevan *et al.* (1990) observaram para o aço maraging 250 envelhecido a  $482\text{ }^\circ\text{C}$  por 50 horas a presença desses dois precipitados, com o primeiro em forma de bastão medindo 50 nm de diâmetro e 380 nm de comprimento e o segundo, esférico, com diâmetro médio de 20 nm. Além disso, reações de envelhecimento no mesmo aço, em temperaturas mais altas ( $538\text{ }^\circ\text{C}$ ) progredem um pouco mais rápido, resultando em precipitados mais grosseiros e a austenita revertida sendo formada mais cedo.

Além do tempo e da temperatura de envelhecimento, um processo de deformação plástica realizado antes do envelhecimento pode influenciar na cinética de precipitação. Tian *et al.* (2019) em estudo com um aço maraging experimental 18% Ni, observaram que as discordâncias geradas pelo processo de deformação plástica pode aumentar a taxa de difusão dos elementos (Ni, Ti, Mo) e acelerar ainda mais a reação de precipitação do  $Ni_3(Ti, Mo)$ , promovendo o aumento de dureza da liga. A Figura 8 mostra a influencia da deformação plástica na evolução da dureza vickers em função do tempo de envelhecimento, e pode-se constatar que as amostras deformadas atingem os maiores picos.

Para uma previsão da formação dos precipitados nos aços Maraging 18%Ni 350, a Figura 9 apresenta seu diagrama de transformação tempo-temperatura TTT, onde é possível observar a predominância do  $Ni_3(Ti, Mo)$  na faixa de tempo e temperatura normalmente utilizadas

Figura 8 – Evolução da dureza em função do tempo de envelhecimento após diferentes percentuais de deformação plástica, aço maraging experimental 18% Ni

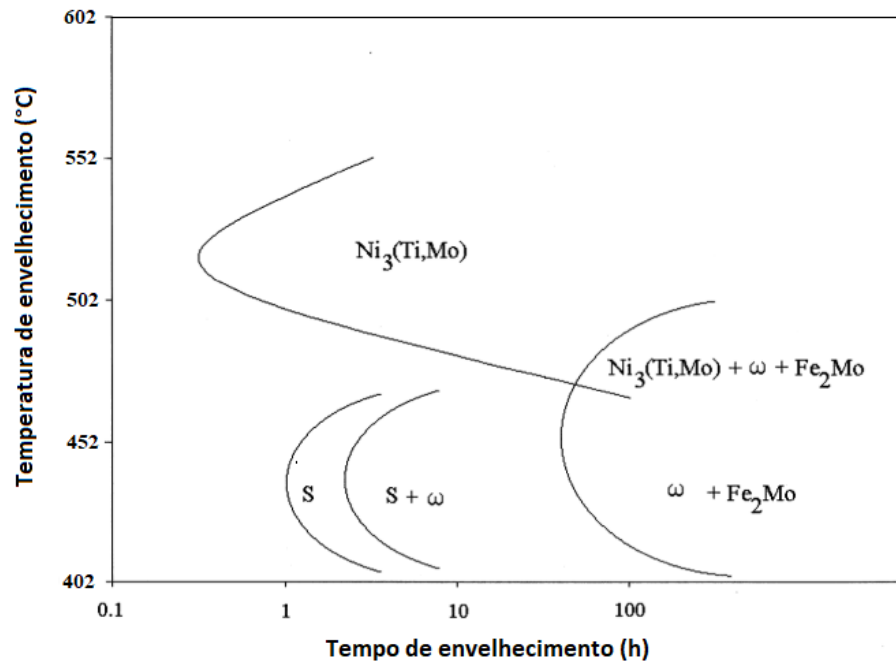


Fonte: Adaptado de Tian *et al.* (2019).

no envelhecimento. Para formação de  $Fe_2Mo$  são necessários tempos muito longos, que não são contemplados neste trabalho.

Um outro resultado do envelhecimento, neste caso denominado superenvelhecimento,

Figura 9 – Curva TTT para precipitação no aço Maraging 18%Ni 350



Fonte: Adaptado de Tewari *et al.* (2000).

ocorre quando este processo é realizado por longos períodos, favorecendo o crescimento e coalescência dos precipitados e até possíveis alterações na subestrutura martensítica levando a uma diminuição relativa da dureza e resistência (MAGNÉE *et al.*, 1974). Aumento adicional nos tamanhos de precipitados e no espaçamento interpartícula, fazem com que as discordâncias sejam forçadas entre os precipitados, ao invés de através deles, levando a uma diminuição da resistência. Uma contribuição significativa para a resistência dos aços maraging 18% Ni vem da alta resistência ao cisalhamento dos precipitados. Perda de resistência nesses aços também está fortemente relacionado com a reversão da austenita (VASUDEVAN *et al.*, 1990).

### 3.1.3 A reversão da austenita nos aços maraging

Quando a liga de Maraging 18% Ni é reaquecida para realização de envelhecimento, mesmo a temperaturas abaixo daquela de transformação da Martensita em austenita ( $A_s$ ), ou seja, entre 500 e 650 °C ocorre um fenômeno de reversão da martensita em austenita (PARDAL *et al.*, 2006). O estudo da reversão da austenita é de suma importância nos aços Maraging 18% Ni em função da influência que a fase austenítica exerce sobre as propriedades mecânicas e magnéticas desses aços (PARDAL *et al.*, 2007).

Em estudos com o Maraging grau 350, Li e Yin (1995) mostraram que no envelhecimento a 430 °C por 64 horas não houve reversão da austenita, enquanto que a 500 °C por 8h, 570 °C por 4 h e a 640 °C por 2 h foi encontrado austenita revertida. Através de uma microanálise de Espectroscopia por energia dispersiva / *Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)*, Li e Yin (1995) encontraram alto teor de níquel na austenita revertida, a Tabela 4 mostra esses teores em função da temperatura de envelhecimento. É possível observar na tabela que o teor de níquel da austenita revertida diminui com o aumento da temperatura de envelhecimento, isso ocorre porque a força motriz para transformação da Martensita em austenita aumenta com o aumento da temperatura, e o teor de níquel requerido para esta transformação diminui.

Tabela 4 – Composição química da austenita revertida (%peso)

Temperatura de envelhecimento (°C)	Fe	Co	Ni	Mo	Ti
500	51,18	3,32	39,24	3,66	2,60
570	57,74	5,12	32,16	3,02	1,82
640	62,70	9,23	24,21	2,42	1,44

Fonte: Adaptado de Li e Yin (1995).

Li e Yin (1995) mostraram que a formação de austenita durante o envelhecimento a

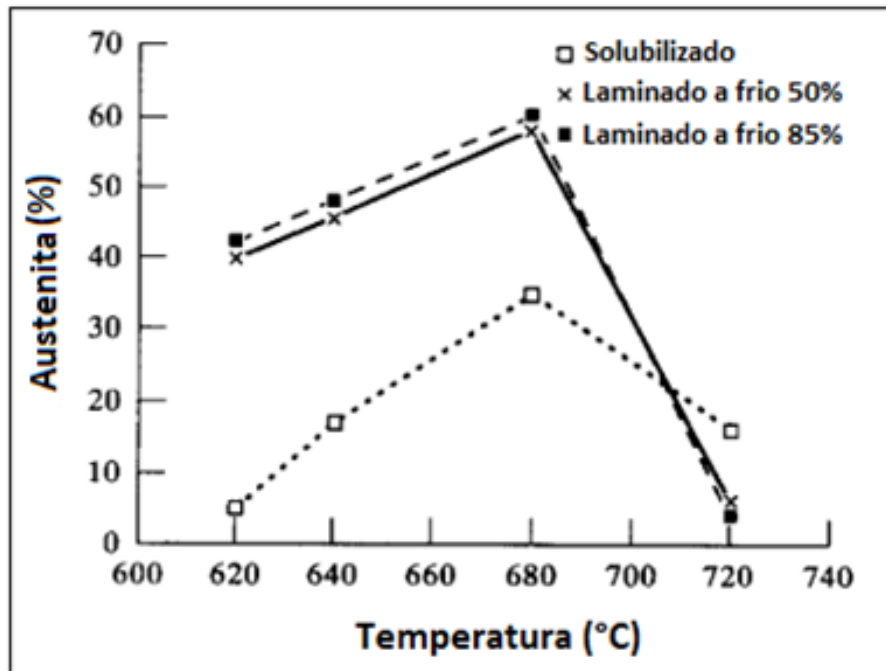
500 °C é devido à segregação de átomos de níquel para o contorno de grão prévio e contorno de ripa da Martensita, e uma vez que essa austenita é enriquecida com níquel que é um elemento estabilizador desta, então não transforma para Martensita no resfriamento até a temperatura ambiente. Também verificaram que a formação da austenita e precipitados de Fe<sub>2</sub>Mo ocorrem aproximadamente ao mesmo tempo, indicando que alguns precipitados de Ni<sub>3</sub>(Mo,Ti) dissolvidos são responsáveis pelo crescimento do próprio Ni<sub>3</sub>(Mo,Ti) não dissolvido, e ainda pelo níquel da formação da austenita revertida e pelo molibdênio dos precipitados de Fe<sub>2</sub>Mo, em resumo, os elementos químicos do Ni<sub>3</sub>(Mo,Ti) dissolvidos formam ou migram para as fases citadas.

Vários pesquisadores tem estudado o efeito da temperatura, tempo, deformação prévia e meio de resfriamento na reversão da austenita e sua influência nas propriedades mecânicas e magnéticas do aço maraging 18% Ni (ABREU *et al.*, 2015; PARDAL *et al.*, 2007; VISWANATHAN *et al.*, 2005; AHMED *et al.*, 1994).

Ahmed *et al.* (1994) constataram que a deformação prévia ao envelhecimento influencia no processo de reversão da austenita do aço maraging 18% Ni, implicando num incremento percentual desta quando se compara com o material apenas solubilizado, a Figura 10 apresenta tal comparação. Segundo os mesmos autores é bastante provável que o trabalho a frio em virtude do excesso de densidade de defeito resultante inicie a reação de precipitação em temperaturas mais baixas e permita que ela prossiga a uma taxa muito mais rápida em comparação com as amostras solubilizadas. A distribuição mais fina de precipitados, após envelhecimento subsequente, resulta em dissolução relativamente rápida e um maior volume percentual de austenita é obtida. Para temperaturas de envelhecimento acima de 700 °C a austenita reversa se mostrou menor para amostras deformadas. Também observaram que em amostras laminadas a frio, a microestrutura refinada e a densidade de defeitos mais alta reduzem a temperatura de recristalização e ocorre uma solubilização rápida. Após o resfriamento subsequente do envelhecimento em alta temperatura (~ 700 °C) a matriz se transforma em martensita e muito pouca austenita revertida permanece. Isso leva à eliminação da austenita em temperaturas mais baixas em comparação com as amostras solubilizadas.

Pardal *et al.* (2007) estudaram a influencia da temperatura e do tempo de envelhecimento no percentual de austenita revertida em aço maraging 18% Ni e observaram um aumento dessa fase com o aumento da temperatura, constatando um máximo volume percentual a 650 °C, conforme Figura 11. Mostraram também que a austenita revertida aumentou com o acréscimo do tempo de envelhecimento para as temperaturas de 560 °C e 600 °C, atingindo uma estabilidade

Figura 10 – Efeito da deformação no volume percentual da austenita formada a várias temperaturas de envelhecimento

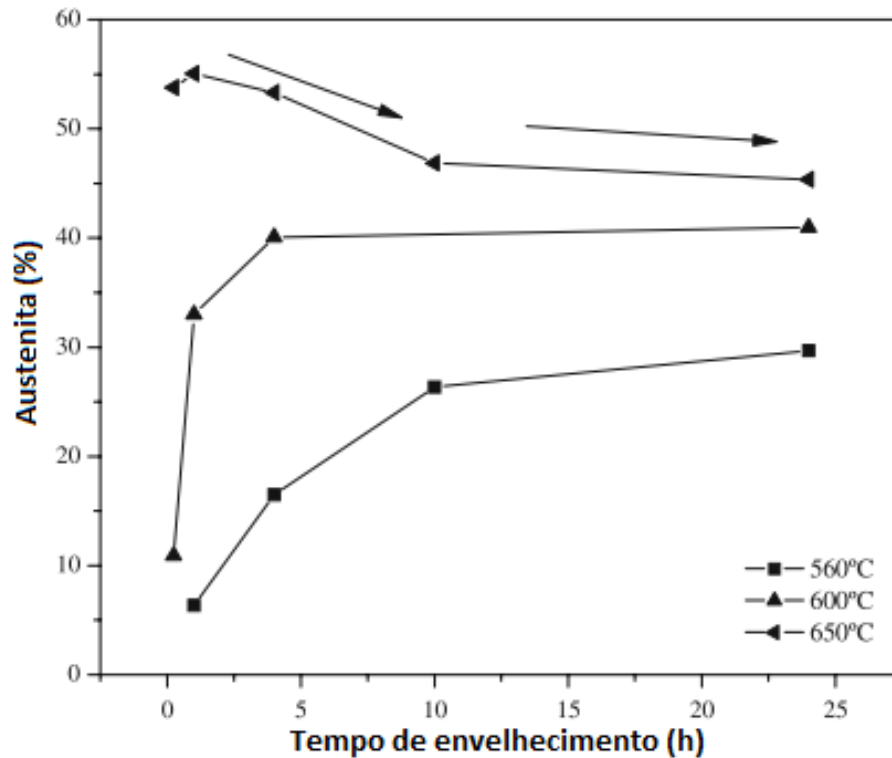


Fonte: Adaptado de Ahmed *et al.* (1994).

para 10 h e 5 h, respectivamente. Já para a temperatura de 650 °C, observaram um decréscimo da austenita reversa com o aumento do tempo de envelhecimento, alcançando uma estabilidade com 10 h de tratamento. Segundo os autores, nos envelhecimentos a 560 e 600 °C há uma diminuição do parâmetro de rede com o aumento do tempo, causado pela redução dos elementos de liga na matriz devido ao aumento da fase austenita rica em níquel. Por outro lado, o aumento do parâmetro de rede a 650 °C após 1 hora é devido ao enriquecimento de elementos de liga na fase martensita como uma consequência da dissolução da austenita (PARDAL *et al.*, 2006; HABIBY *et al.*, 1996).

Alguns pesquisadores tem estudado a temperatura  $M_s$  da austenita revertida e o efeito do nitrogênio líquido como meio de resfriamento do aço maraging 18 %Ni após o envelhecimento. Abreu *et al.* (2015) em sua pesquisa com o aço maraging 18 % Ni calcularam as temperaturas de início da transformação martensítica ( $M_s$ ) da austenita revertida para várias temperaturas de envelhecimento, obtendo -43 °C para 550 °C e 52 °C para 600 °C. Os mesmos autores compararam o percentual de austenita revertida no aço maraging envelhecido entre 450 e 650 °C para resfriamento ao ar e em nitrogênio líquido. A Figura 12 apresenta o comparativo do percentual de austenita revertida para os dois meios de resfriamento por Difração de Raios-X (DRX), e fica evidente os menores percentuais para o nitrogênio líquido, com destaque para a temperatura de 550 °C que não mais exibiu a presença de austenita revertida. Vale ressaltar que

Figura 11 – Percentual volumétrico de austenita versus tempo a 560, 600 e 650 °C, por DRX



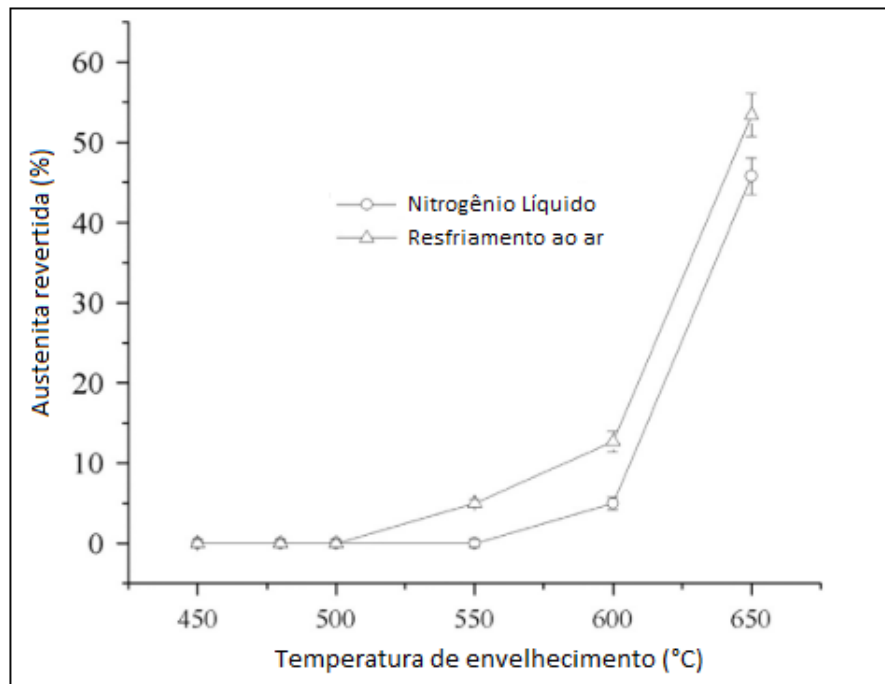
Fonte: Adaptado de Pardal *et al.* (2007)

o resfriamento por nitrogênio líquido não transforma toda a austenita revertida, mas apenas uma parte, vide as temperaturas de 600 e 650 °C. Ahmed *et al.* (1994) relataram em seu estudo com o aço maraging 18% Ni solubilizado e envelhecido a 680 °C por 1 h, uma redução em cerca de 4 % na austenita revertida quando resfriado em nitrogênio líquido.

Santos *et al.* (2020), Santos *et al.* (2015) caracterizaram o aço maraging 300 através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com o objetivo de revelar a austenita revertida. A Figura 13 traz a imagem da microestrutura da liga solubilizada por 1 hora a 840 °C em (a) e 820 °C em (b), ambas envelhecidas a 570 °C por 3 horas. A figura mostra a austenita revertida em finas camadas na forma de agulhas brancas precipitadas nos contornos de pacote e de ripa da martensita e ainda parcialmente no contorno de grão da austenita prévia.

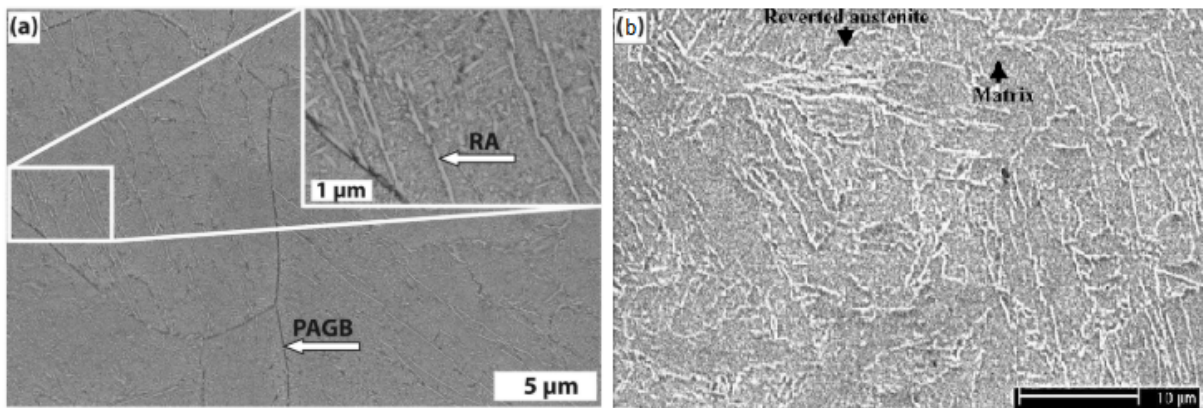
A siglas na Figura 13 são oriundas de termos em língua inglesa, a primeira Contorno de Grão da Austenita Prévia / *Prior austenite grain boundary (PAGB)* e a segunda Austenita Revertida / *Reverted austenite (RA)*.

Figura 12 – Quantificação da fase austenita por DRX para amostras laminadas a frio (90%), envelhecidas por 1 h, resfriadas ao ar e nitrogênio líquido



Fonte: Adaptado de Abreu *et al.* (2015).

Figura 13 – MEV do aço maraging 300 envelhecido a 570 ° por 3 h, a) solubilizado 840 °C, b) solubilizado 820 °C



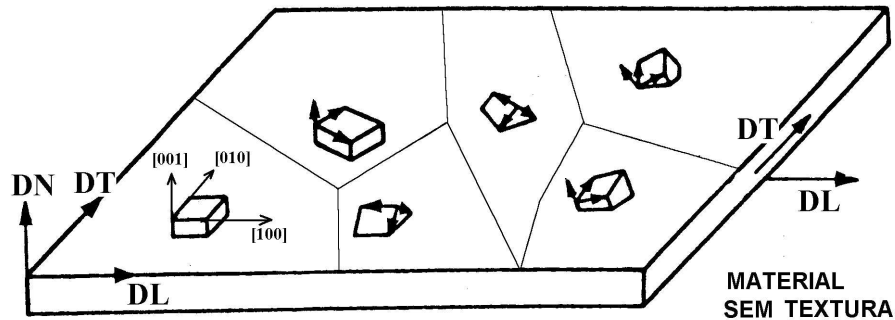
Fonte: Adaptado de a) Santos *et al.* (2020), b) Santos *et al.* (2015).

### 3.2 Textura cristalográfica

Os materiais policristalinos são constituídos de pequenos cristais, denominados grãos ou cristalitos, os quais são separados uns dos outros por fronteiras denominadas contornos de grão. A grande maioria dos materiais policristalinos existentes tem grãos com tamanho médio na faixa de 10 µm a 1mm, ou seja, as peças e componentes policristalinos são constituídos de um enorme número de grãos. Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente das dos seus vizinhos e essas diferenças de orientação são habitualmente da ordem de

dezenas de graus. As propriedades do policristal dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos (VIANA; PAULA, 2001; PADILHA; SICILIANO, 2005; VIANA, 2014). A Figura 14 mostra um material sem textura ou aleatório.

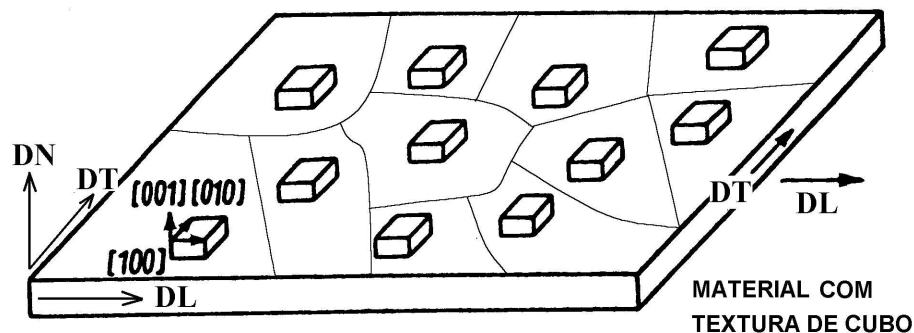
Figura 14 – Material sem textura



Fonte: Adaptado de Viana e Paula (2001).

A orientação preferencial pode ser introduzida no material por diversos modos: pela solidificação direcional (gradientes de temperatura durante a solidificação), pela deformação plástica, pela recristalização, pela transformação de fase. Ela pode ser eventual ou produzida intencionalmente (VIANA; PAULA, 2001; PADILHA; SICILIANO, 2005). A Figura 15 apresenta um exemplo de amostra com textura ou com orientação preferencial.

Figura 15 – Material com textura



Fonte: Adaptado de Viana e Paula (2001).

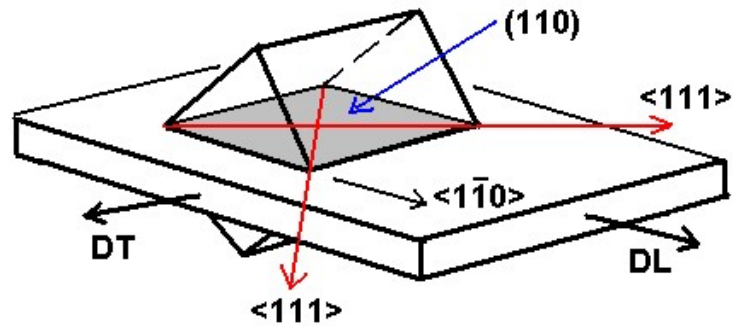
Em geral, diz-se que a textura é formada por componentes. Uma componente é representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual as orientações de um razoável volume do material (número de grãos) se agrupam. No caso de tratar-se de uma chapa laminada, a componente é representada pelo plano cristalino  $\{hkl\}$  que é paralelo ao plano da chapa e pela direção  $\langle uvw \rangle$ , pertencente ao plano  $\{hkl\}$ , que é paralela à direção de laminação (DL). Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal),



DN (direção normal) da chapa. Na Figura 15 por exemplo, a componente que representa a textura de cubo é  $\{001\}\langle 100\rangle$ . Outro exemplo é mostrado na Figura 16.

Figura 16 – Exemplo de componente de textura

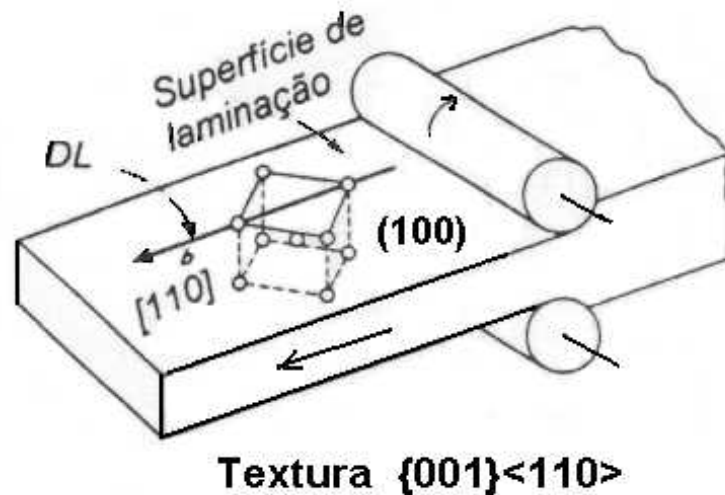
### Orientação $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$



Fonte: Adaptado de Viana e Paula (2001).

Outro exemplo de textura é apresentada na Figura 17 que mostra uma chapa laminada, a componente formada é a  $(001)[110]$  também conhecida como textura de cubo girado.

Figura 17 – Exemplo de componente de textura de cubo girado



Fonte: Adaptado de Viana e Paula (2001).

Dos métodos para determinação da textura cristalográfica, as duas técnicas mais conhecidas são a Difração de raios X (DRX) e a Difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Por DRX se obtém a macrotextura do material, isto é, mede-se as frações volumétricas de material associadas a uma dada orientação cristalina, a partir da intensidade que difratam (PADILHA; SICILIANO, 2005). Para se determinar a microtextura de um material usa-se a técnica de EBSD, que associado à microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite a determinação da

orientação individual de cada grão, de modo muito rápido. A quantidade de grãos com cada orientação, existente no policristal, é, assim, levantada diretamente por um processo automatizado (VIANA; PAULA, 2001). Esta técnica requer uma excelente preparação metalográfica, sendo uma desvantagem com relação à DRX que necessita da amostra apenas lixada ou com polimento simples.

### 3.2.1 Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)

Para uma descrição completa da textura em um material, as informações de distribuição de orientações dos cristais são necessárias. Para obtenção de tais informações se faz uso da FDOC. Seu cálculo permite especificar a frequência de ocorrências (ou probabilidades) de orientações  $(hkl)[uvw]$  em um determinado material (VIANA; PAULA, 2001). Esta probabilidade num material sem textura é igual a 1. As FDOCs são calculadas a partir de figuras de polo (obtidas por DRX ou EBSD), sendo necessárias no mínimo três.

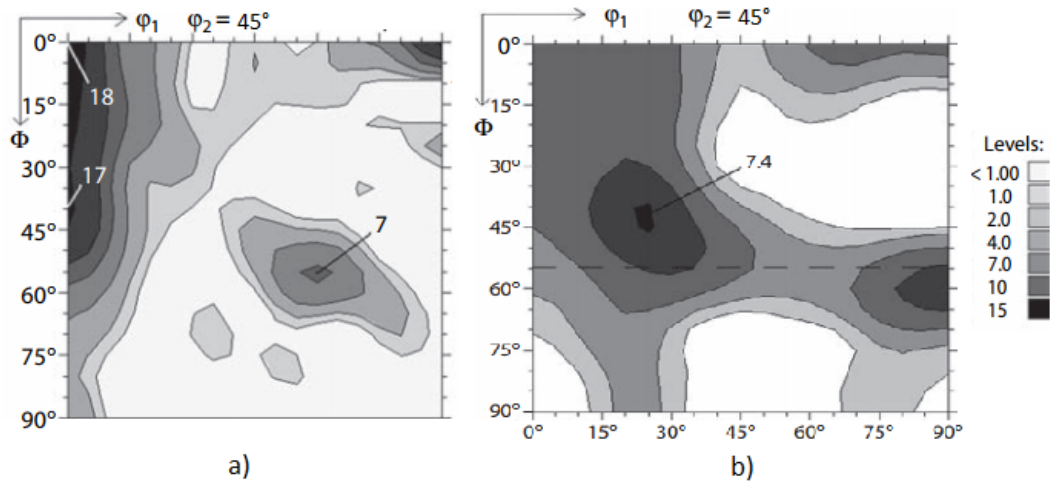
A figura de polo é um mapa onde registra-se as densidades dos pólos de um plano  $\{hkl\}$  específico sobre uma projeção estereográfica que tem como referência as direções dos eixos macroscópicos do material.

Para o cálculo da FDOC o mais utilizado são os métodos de séries desenvolvidos por Roe e Bunge (BARROS NETO, 2013). Neste estudo serão utilizados as convenções desenvolvidas por Bunge que adota os ângulos de Euler ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ). Na FDOC, a orientação de um cristal é representada de acordo com os três ângulos de Euler ( $\phi_1, \Phi, \phi_2$ ). Esses ângulos se referem a três rotações que, quando realizados, transformam o sistema de coordenadas da amostra no sistema de coordenadas do cristal. A Figura 18 mostra a representação de FDOCs para um aço inoxidável ferrítico, no item (a) na condição de laminado a frio apresentando textura de cubo girado  $(011)[1\bar{1}0]$  com intensidade 18. O item (b) mostra o mesmo aço na condição de recozido com uma textura de recristalização. Para a maioria dos aços a seção  $\phi_2 = 45^\circ$  contém os principais planos e direções para análise desses materiais no que diz respeito à textura cristalográfica (RANDLE; ENGLER, 2010).

Para a interpretação dos gráficos de FDOCs realiza-se uma comparação com ábacos de mesmo ângulo  $\phi_2$ . A Figura 19 apresenta dois modelos desses ábacos.

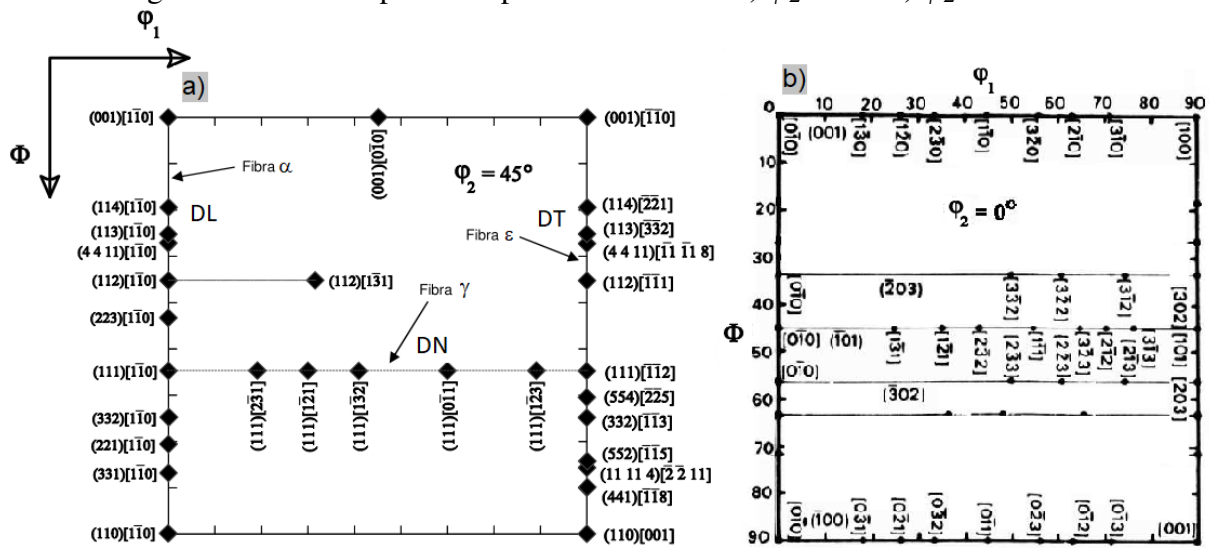
De forma a facilitar a análise das FDOCs de aços de estrutura cúbica, é comum se utilizar de três importantes fibras, são elas:

Figura 18 – FDOCs para seção  $\phi_2 = 45^\circ$  de um aço inoxidável ferrítico a) laminado a frio b) recozido



Fonte: Adaptado de RANDLE e ENGLER (2010).

Figura 19 – Ábacos para interpretar FDOCs em a)  $\phi_2 = 45^\circ$  b)  $\phi_2 = 0^\circ$



Fonte: Adaptado de Viana e Paula (2001).

- Fibra  $\alpha$  – Família de direções  $\langle 110 \rangle$  paralela à direção de laminação (DL), abrangendo de  $\{001\}\langle 110 \rangle$  a  $\{111\}\langle 110 \rangle$ ;
- Fibra  $\gamma$  – família de planos 111 paralela à direção normal ao plano da chapa (DN), abrangendo de  $\{111\}\langle 110 \rangle$  a  $\{111\}\langle 112 \rangle$ , no ábaco esta fibra localiza-se em  $\Phi = 54,7^\circ$ ;
- Fibra  $\epsilon$  - Família de direções  $\langle 110 \rangle$  paralela à direção transversal à direção de laminação (DT), abrangendo de  $\{001\}\langle 110 \rangle$  a  $\{110\}\langle 001 \rangle$ .

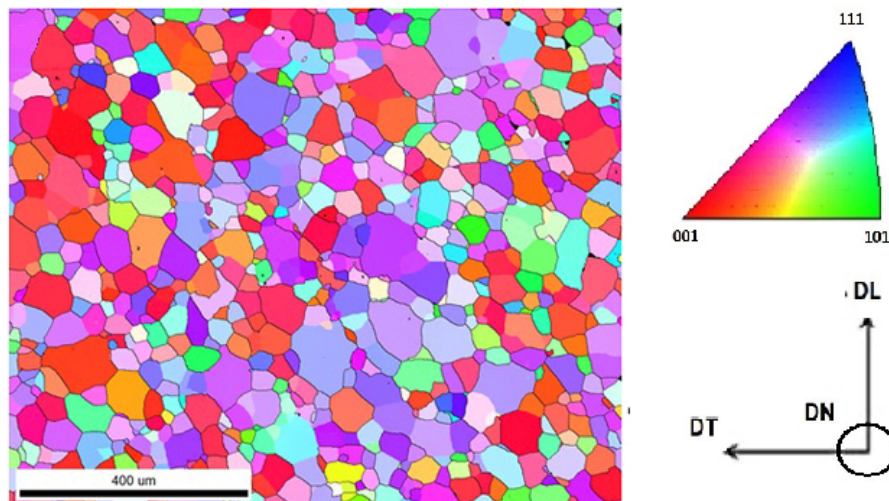
### 3.2.2 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

A difração de elétrons retroespalhados tem sido frequentemente utilizada em estudos de textura e microtextura (RANDLE; ENGLER, 2010). A difração de elétrons com a formação das chamadas linhas de Kikuchi foi observada pela primeira vez por S. Kikuchi em 1928, quando ele pesquisava a transmissão de elétrons através de lâminas finas de cristais de mica (PADILHA; SICILIANO, 2005).

A emissão de elétrons retroespalhados depende de três fatores: o número atômico (Z), o ângulo ( $\theta$ ) entre a normal à amostra e o feixe incidente de energia e da energia (E) dos elétrons do feixe incidente. Frequentemente, as medidas de EBSD são realizadas no MEV com uma diferença de potencial de 20 kV e ângulo de inclinação  $\theta = 70,5^\circ$ .

As aplicações do EBSD são em medidas de orientação de grãos (microtextura), identificação de fases e medidas de tensões internas. Nas determinações de microtextura utilizando EBSD é medida a orientação de cada grão um a um. Neste caso, os resultados também podem ser representados por figuras de polo. A Figura 20 mostra um mapa de orientação obtido por EBSD para o alumínio puro, e observa-se a orientação de cada grão.

Figura 20 – EBSD - Mapa de orientação para o alumínio puro



Fonte: Adaptado de Naghdy *et al.* (2016).

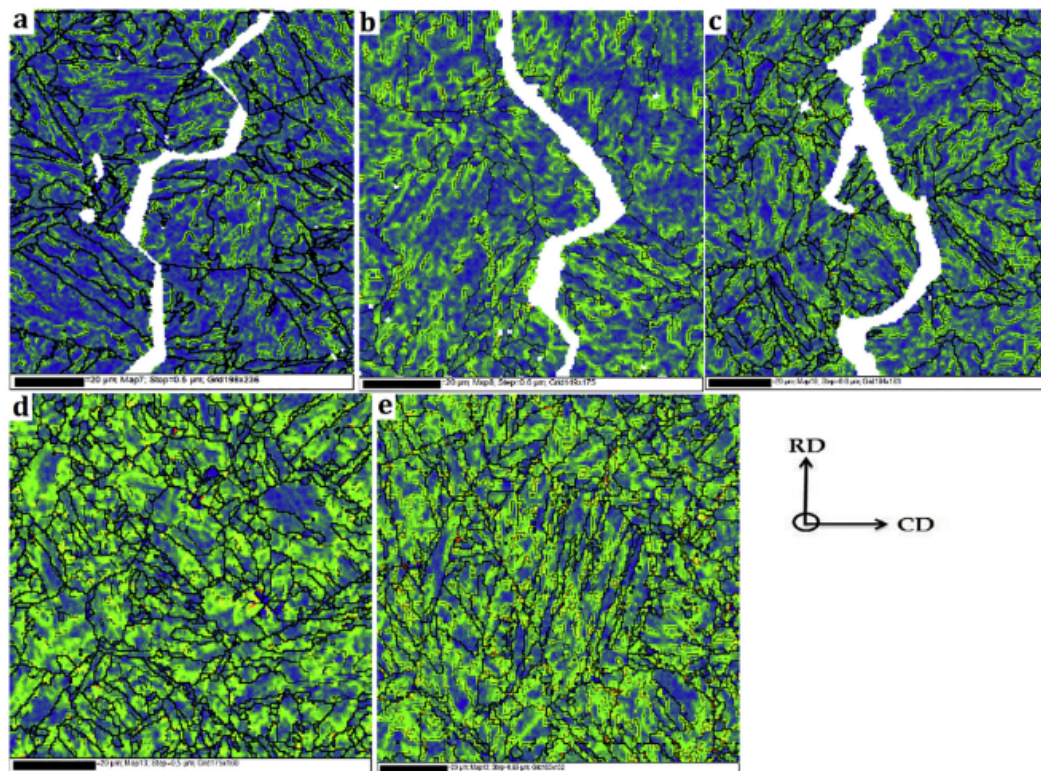
Através dos resultados de EBSD também é possível identificar o ângulo dos contornos de grãos e subgrãos na estrutura do material, permitindo classificar o volume de contornos de alto ângulo, de médio ângulo e de baixo ângulo. Masoumi *et al.* (2016) usaram os resultados de EBSD para mensurar a distribuição dos tipos de contornos de grão e relacionar com a tenacidade de uma liga maraging.

### 3.2.2.1 Desorientação Média de Kernel ou Kernel Average Misorientation (KAM)

Kernel Average Misorientation (KAM) é uma técnica utilizada em mapeamentos de EBSD. Através dela é possível estimar a distribuição de deformação e a variação da distorção na rede via desorientação ponto a ponto, indicando a densidade de discordâncias (MASOUMI *et al.*, 2016; WRONSK *et al.*, 2012).

Masoumi *et al.* (2019) utilizaram a técnica de KAM para investigar a deformação local nas proximidades de uma trinca, e identificou que a deformação plástica se concentrou nos defeitos cristalinos levando à aceleração da propagação da trinca. A Figura 21 mostra o mapa de KAM obtido por Masoumi *et al.* (2019), nos itens (a), (b) e (c) a região da trinca e em (d) e (e) as regiões livres de trinca. Os locais em verde representam as áreas com distorção e ou deformação.

Figura 21 – EBSD - Mapas KAM de diferentes regiões com e sem trincas



Fonte: Adaptado de Masoumi *et al.* (2019).

## 3.3 Propriedades magnéticas dos materiais

Todos os materiais apresentam algum tipo de magnetismo, e por métodos apropriados pode-se medir as propriedades magnéticas principais de qualquer substância e classificá-la como diamagnética, paramagnética, ferromagnética, antiferromagnética ou ferrimagnética. As



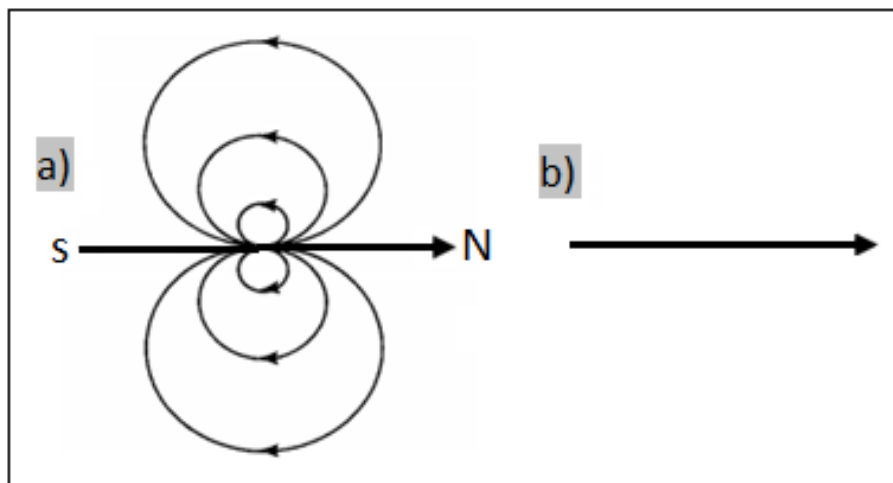
propriedades magnéticas são inteiramente devido aos elétrons do átomo, que apresentam um momento magnético em virtude do seu movimento. O núcleo também tem um pequeno momento magnético, mas ele é insignificante quando comparado ao dos elétrons, e não afeta as propriedades magnéticas totais (CULLITY; GRAHAN, 2009). Existem dois tipos de movimento dos elétrons, orbital e spin, e cada um tem um momento magnético associado.

Os átomos contém muitos elétrons, cada um girando em torno do seu próprio eixo e movendo-se em sua órbita. O momento magnético associado a cada tipo de movimento é uma grandeza vetorial paralela ao eixo de rotação e normal ao plano da órbita, respectivamente. O momento magnético do átomo é a soma vetorial de todos os momentos eletrônicos, e duas possibilidades surgem (CULLITY; GRAHAN, 2009):

- Os momentos magnéticos de todos os elétrons são orientados de forma que cancelam um ao outro, e o átomo como um todo não tem um momento magnético final, esta condição leva ao diamagnetismo.
- O cancelamento dos momentos eletrônicos é apenas parcial e o átomo apresenta um momento magnético final. Substâncias compostas por átomos deste tipo são paramagnética, ferromagnética, antiferromagnética ou ferrimagnética.

Em geral, o magnetismo é um fenômeno bipolar, há sempre dois polos magnéticos separados por uma distância finita, e este comportamento bipolar se estende aos pequenos dipolos magnéticos encontrados em alguns átomos, a Figura 22 apresenta a representação do dipolo.

Figura 22 – Dipolo magnético e seu campo em a) e em b) representação simplificada



Fonte: Adaptado de Cullity e Grahan (2009).

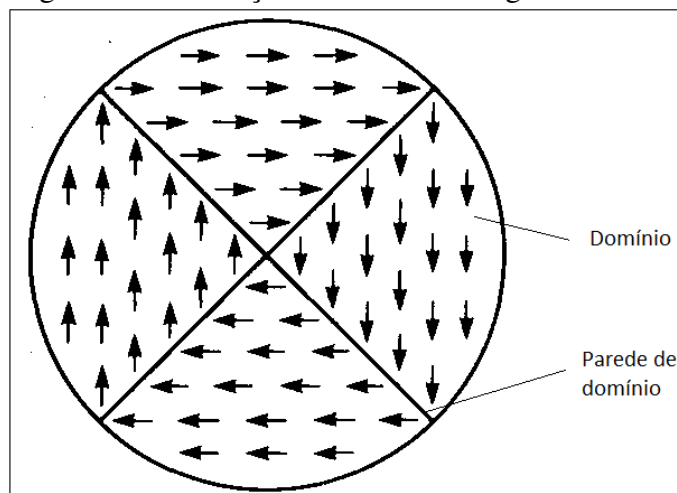
Materiais considerados diamagnéticos apresentam forma fraca de magnetismo, que

não é permanente e persiste somente enquanto um campo magnético externo é aplicado. Os dipolos ficam orientados na direção oposta à do campo. Paramagnéticos são materiais que apresentam momento dipolo permanente mas orientações aleatórias e um magnetismo muito fraco. Ambos, diamagnéticos e paramagnéticos são considerados não magnéticos e não tem aplicações neste contexto (CALLISTER, 2001).

Materiais ferromagnéticos apresentam momento magnético permanente na ausência de um campo magnético, e manifestam magnetizações muito grandes e permanentes. Os elementos ferromagnéticos mais importantes industrialmente são o ferro, o cobalto e o níquel, além de algumas terras raras (SMITH; HASHEMI, 2012). Os aços Maraging 18%Ni apresentam em sua composição altos percentuais de Fe, Co e Ni, sendo considerados ferromagnéticos, porém, a magnetização encontrada nessas ligas também está diretamente relacionada à condição do material e às fases que se formam.

O alinhamento paralelo dos dipolos magnéticos atômicos ocorre somente em regiões microscópicas chamadas domínios magnéticos. Se os domínios forem orientados aleatoriamente, então não haverá magnetização líquida resultante em uma amostra finita do material. A Figura 23 apresenta uma representação simbólica de quatro domínios de um material ferromagnético.

Figura 23 – Ilustração de domínios magnéticos

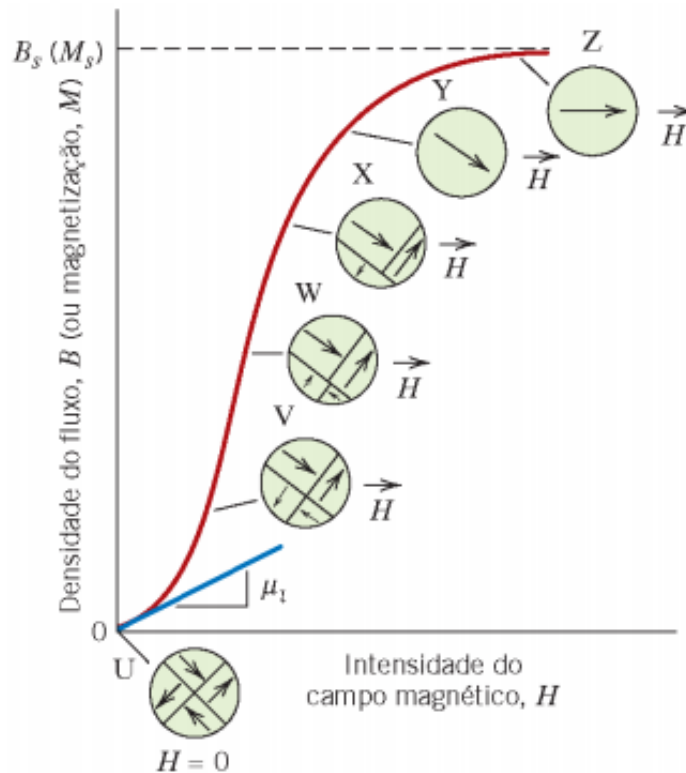


Fonte: Adaptado de Chikazumi (1997).

Quando um campo magnético ( $H$ ) externo é aplicado a um material ferromagnético desmagnetizado, os domínios magnéticos cujos momentos estejam inicialmente alinhados paralelamente ao campo magnético aplicado crescem à custa de domínios orientados menos favoravelmente (Figura 24). O crescimento dos domínios ocorre pelo movimento de suas fronteiras (ou paredes) e a magnetização ( $M$ ) ou indução magnética ( $B$ ) cresce rapidamente à medida que o

campo ( $H$ ) aumenta. Quando o crescimento dos domínios cessa, para que ocorra a rotação destes para a direção do campo aplicado se faz necessário o aumento substancial desse campo.

Figura 24 – Crescimento e rotação dos domínios magnéticos de um material ferromagnético submetido a um campo externo

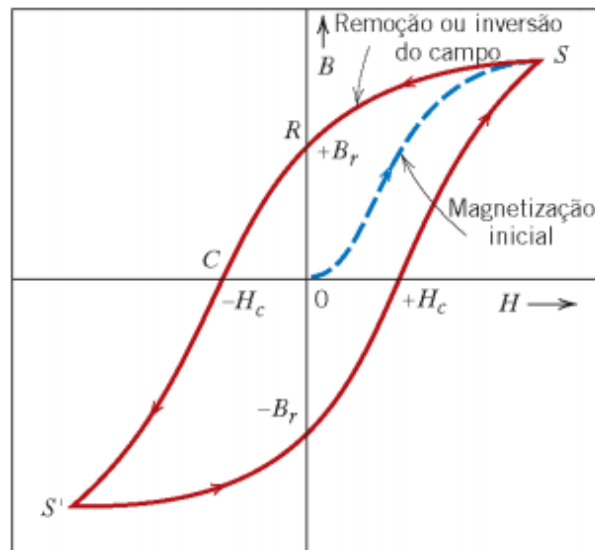


Fonte: Adaptado de CALLISTER (2001).

Num processo de magnetização e desmagnetização de um material ferromagnético, este apresenta o fenômeno da indução de saturação ( $B_s$ ), atingindo um máximo com o campo magnético externo, conforme visto anteriormente, e na desmagnetização apresenta uma histerese magnética, ou seja, a curva de magnetização não é seguida e apresenta magnetização mesmo após a retirada do campo externo, chamada indução remanescente ( $B_r$ ). A fim de diminuir a indução magnética a zero, deve-se aplicar um campo magnético reverso (negativo) de intensidade ( $H_c$ ), denominado força coerciva. Se o campo negativo for aumentado ainda mais, o material atingirá finalmente a indução de saturação no campo reverso. Quando o campo reverso é removido, a indução magnética retorna à indução remanescente. Sob a ação de um campo positivo novamente o ciclo é então completado. Este ciclo de magnetização é denominado curva de histerese e sua área interna é uma medida da energia perdida no ciclo de magnetização e desmagnetização, e pode ser observado na Figura 25.



Figura 25 – Curva de histerese da indução magnética  $B$  versus campo aplicado  $H$  para um material ferromagnético

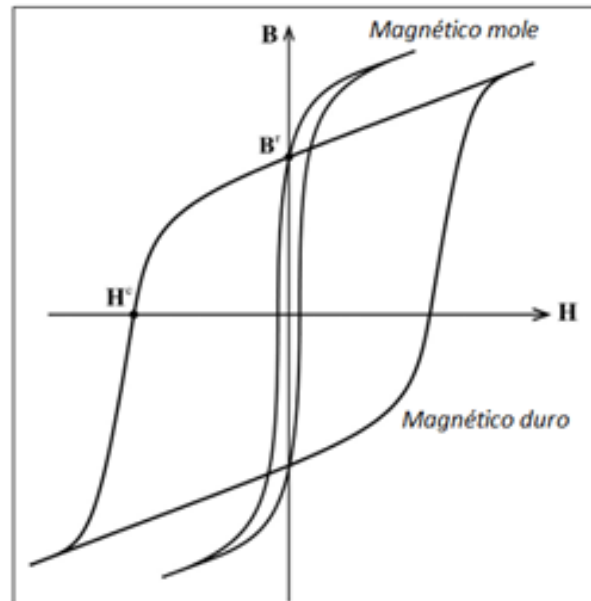


Fonte: Adaptado de CALLISTER (2001).

Os materiais magnéticos são classificados em magnéticos moles ou duros, de acordo com a curva de histerese do material. Para um material magnético ser mole, sua curva de histerese deve possuir a menor força coerciva possível, ou seja, sua curva de histerese deve ser a mais delgada possível de modo que o material seja facilmente magnetizado e desmagnetizado, Figura 26. As ligas de Ferro-Silício (Si-Fe) são exemplos de materiais magnéticos moles e tem aplicações em núcleos de transformadores, motores elétricos e geradores. Impurezas, imperfeições na estrutura cristalina, precipitados e deformação plástica agem como barreiras ao movimento das paredes de domínio durante o ciclo de magnetização nos materiais moles, e aumentam as perdas de energia por histerese (SMITH; HASHEMI, 2012). O contorno de grão também representa uma descontinuidade e fornece resistência ao movimento das paredes de domínio, portanto uma estrutura com grãos grosseiros diminui a força coerciva ( $H_c$ ) e conseqüentemente reduz as perdas por histerese, porém existe uma faixa de tamanho ótimo (HANDBOOK, 1992). Materiais magnéticos duros ou permanentes são caracterizados por uma alta força coerciva ( $H_c$ ) e uma alta indução magnética remanescente ( $B_r$ ), resultando em grandes perdas de energia por histerese, conforme figura 26. Uma vez magnetizados, estes são difíceis de serem desmagnetizados. As ligas alnico (alumínio-níquel-cobalto) e neodímio-ferro-boro (Nd-Fe-B) são exemplos de materiais magnéticos duros, e representam dois dos mais importantes ímãs comerciais no mercado.

Um comportamento que pode ser visto nos materiais ferromagnéticos é uma de-

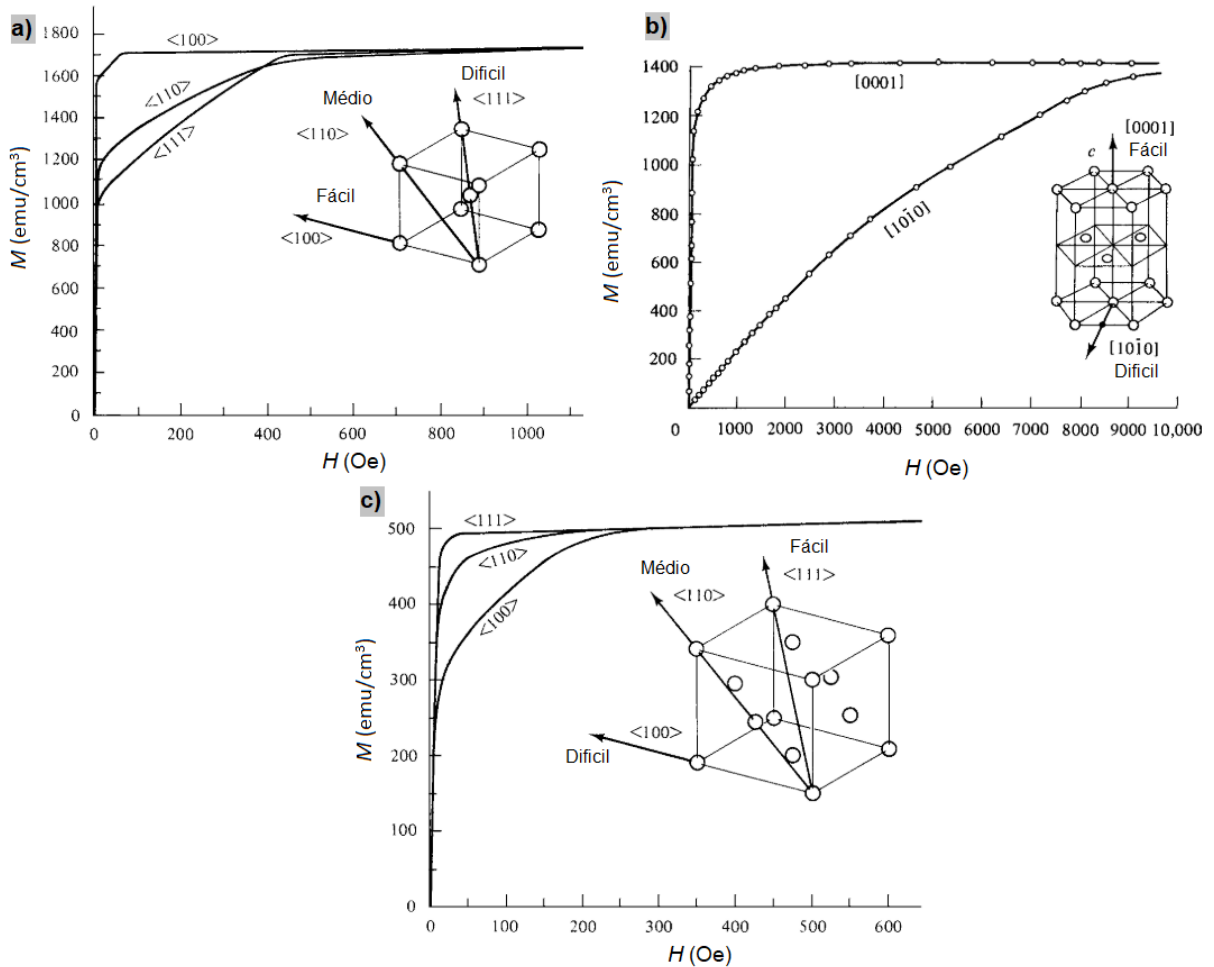
Figura 26 – Curva de histerese para materiais magnéticos duros e moles



Fonte: Adaptado de Zhao *et al.* (2019).

pendência da orientação cristalográfica, ou seja, o material pode apresentar direções de fácil e direções de difícil magnetização. A esse comportamento dá-se o nome de anisotropia magnética. A direção de fácil magnetização de um material ferromagnético corresponde àquela na qual a sua magnetização de saturação ( $m_s$ ) é atingida para o menor campo magnético  $H$ . De maneira contrária, uma direção cristalográfica dura é aquela direção para a qual a magnetização de saturação é a mais difícil (CALLISTER, 2001). Na Figura 27 são mostradas as curvas de magnetização do Ferro, do Cobalto e do Níquel em diferentes direções cristalográficas. O Ferro apresenta fácil magnetização em  $[100]$  e direção cristalográfica dura em  $[111]$ , enquanto o cobalto e o níquel tem magnetização fácil em  $[0001]$  e  $[111]$ , respectivamente.

Figura 27 – Curvas de magnetização para monocristais de a) ferro, b) cobalto e c) níquel em várias direções cristalográficas



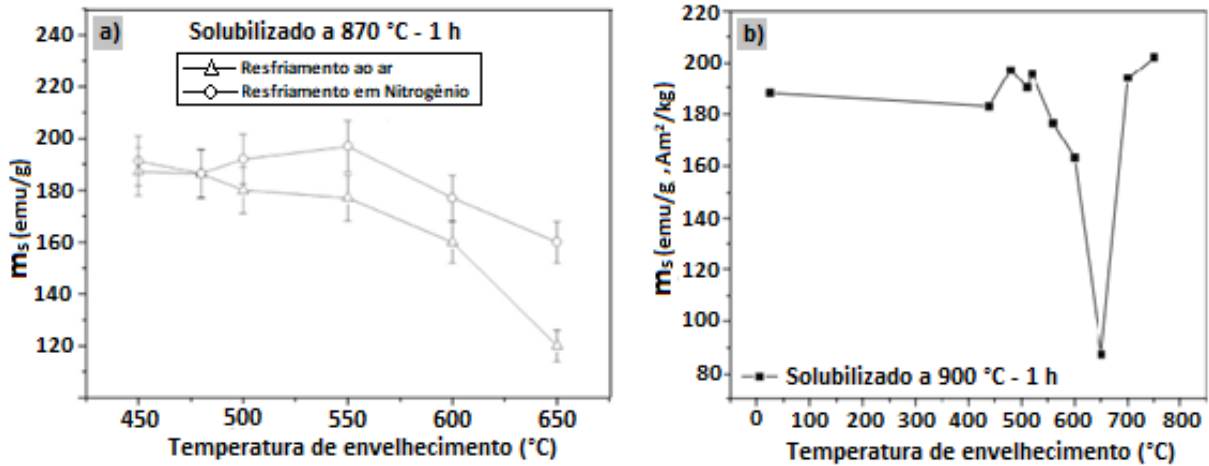
Fonte: Adaptado de Cullity e Grahan (2009).

### 3.3.1 Propriedades magnéticas dos aços Maraging

Os aços Maraging 18%Ni são ligas que tem em sua composição química os três elementos ferromagnéticos mais importantes no contexto de aplicações magnéticas na indústria, são o ferro, o cobalto e o níquel, conforme apresentado na seção anterior. Em consequência disso os aços Maraging 18% Ni em determinadas condições de tratamento experimentam elevada magnetização de saturação ( $m_s$ ) quando submetidos a campos magnéticos relativamente baixos. Isso pode ser observado nos trabalhos desenvolvidos por Ahmed *et al.* (1994), Pardal *et al.* (2007) e Abreu *et al.* (2015). Na Figura 28 é possível constatar os valores de  $m_s$  na condição de solubilizado e envelhecido a várias temperaturas por uma hora, podendo atingir valores acima de 190 emu/g entre 480 e 550 °C.

Outra propriedade estudada pelos autores citados acima foi a força coerciva  $H_c$ , que diz respeito à energia necessária para desmagnetizar o material. Além disso, com essa

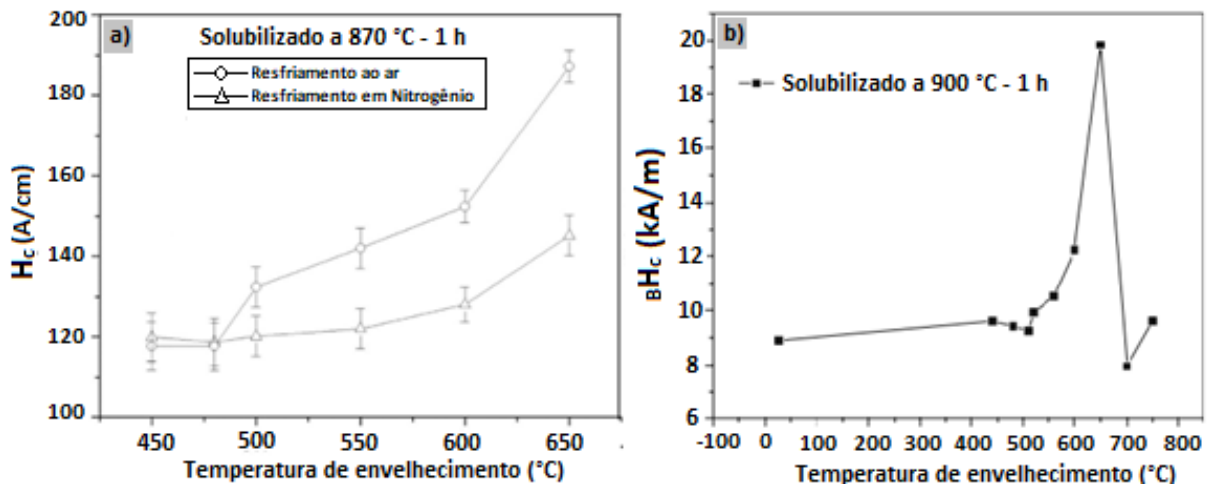
Figura 28 – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento para o Maraging 18%Ni



Fonte: Adaptado de a) Abreu *et al.* (2015) e b) Pardal *et al.* (2007).

propriedade é possível classificar o material em magnético duro ou mole. Na Figura 29 é mostrada a força coerciva em função do tratamento térmico realizado no Maraging 18%Ni.

Figura 29 – Força coerciva em função das temperaturas de envelhecimento para o Maraging 18%Ni

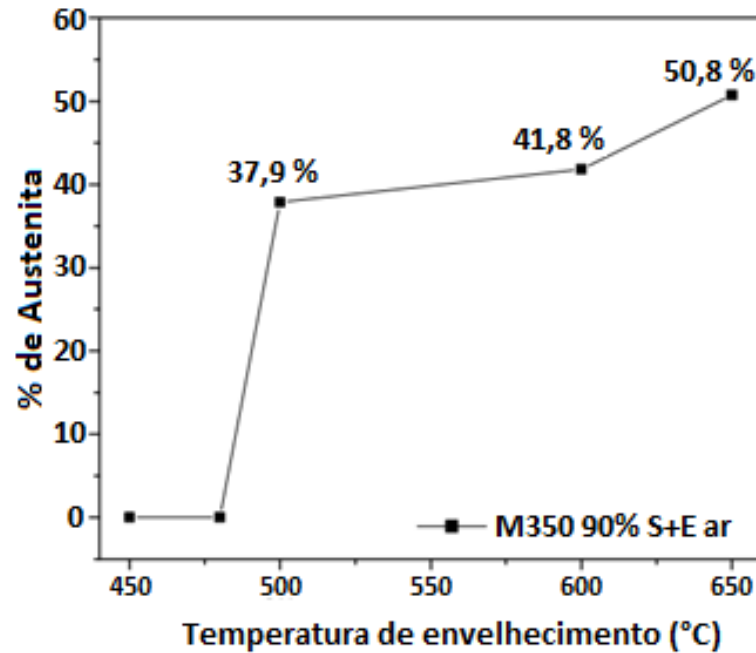


Fonte: Adaptado de a) Abreu *et al.* (2015) e b) Pardal *et al.* (2007).

Esses e outros autores tem relacionado essas propriedades ( $m_s$  e  $H_c$ ) ao percentual de austenita revertida formada durante os tratamentos de envelhecimento, fase conhecida não magnética, em que seu aumento tende a diminuir a  $m_s$  e elevar a  $H_c$ , promovendo o endurecimento magnético do aço Maraging 18% Ni. A Figura 30 mostra o percentual de austenita revertida versus a temperatura de envelhecimento para um aço Maraging 18% Ni (350) solubilizado a 870 °C, deformado por laminação a 90%, solubilizado novamente a 870 °C e envelhecido nas várias temperaturas apresentadas no gráfico.

O aço Maraging 18% Ni tem sido classificado como um material magnético “se-

Figura 30 – Percentual de austenita revertida versus temperatura de envelhecimento para o Maraging 18%Ni (350)



Fonte: Adaptado de SILVA (2005).

miduro” (BELOZEROV *et al.*, 1995) por apresentar uma força coerciva que não é tão baixa quanto para os materiais magnéticos moles e nem tão alta quanto para os materiais magnéticos duros. Na Tabela 5 são mostrados alguns materiais magnéticos moles e duros, bem como seus respectivos valores de indução magnética e força coerciva, o aço Maraging 18% Ni na condição de solubilizado e envelhecido a 480 °C se apresenta numa posição intermediária.

Tabela 5 – Classificação magnética de alguns materiais selecionados

Material	Indução de saturação (T), *Indução remanescente (T)	Força Coercitiva Hc (kA/m)	Classificação
Ferro magnético, folha de 0,2 cm	2,15	0,088	Magnético mole
M36 Si-Fe laminado a frio (aleatório)	2,04	0,036	Magnético mole
M6 (110)[001], 3,2 % Si-Fe (orientado)	2,03	0,006	Magnético mole
<b>Maraging 18% Ni solub. e env. a 480 °C</b>	<b>1,90</b>	<b>2,5</b>	<b>Magnético “semiduro”</b>
Cunife 20 Fe, 20 Ni, 60 Cu	0,54*	44	Magnético duro
Alnico 8 sinterizado 34 Fe, 7 Al, 15 Ni, 35 Co, 4 Cu, 5 Ti	0,76*	125	Magnético duro
Neodímio-ferro-boro sinterizado Nd <sub>2</sub> Fe <sub>14</sub> B	1,16*	848	Magnético duro

Fonte: Smith e Hashemi (2012), BelozeroV *et al.* (1995), CALLISTER (2001).

### 3.3.2 Aplicações magnéticas dos aços Maraging

É conhecido na literatura a ampla faixa de aplicações mecânicas do aço Maraging 18% Ni em função da sua boa conformabilidade, usinabilidade e soldabilidade na condição de solubilizado, e da elevada resistência à tração na condição de solubilizado e envelhecido (LIMA FILHO *et al.*, 2021; MASOUMI *et al.*, 2016; HANDBOOK, 1992; MAGNÉE *et al.*, 1974), porém estudos já realizados e outros ainda em andamento buscam consolidar tal liga como um material magnético para aplicações industriais (TAVARES *et al.*, 2004a; PARDAL *et al.*, 2007; WUN-FOGLE *et al.*, 2009; ABREU *et al.*, 2015; NUNES *et al.*, 2017).

Belozarov *et al.* (1995) enfatizaram em seu trabalho o desafio de se obter não só um material de boas propriedades magnéticas, mas que também apresentasse propriedades mecânicas adequadas para aplicações em motores elétricos de altas rotações (acima de  $10^5$  rpm). Esse tipo de aplicação, em rotores de motores de alta velocidade, sujeita o material a altas forças centrífugas, demandando pelo menos 1300 – 1500 MPa de resistência ao escoamento, além de altos valores de indução de saturação e indução remanescente em campos tão baixos quanto 20 – 60 A/cm, taxa de quadratura (razão entre a indução remanescente e indução de saturação) de pelo menos 0,7, ou seja, materiais magnéticos “semiduros” com alta magnetização de saturação e elevada resistência mecânica. Ligas magnéticas devidamente tratadas são capazes de apresentar os requisitos de propriedades magnéticas, porém não atingem a resistência mecânica necessária, entretanto, um material promissor para suprir esse pacote de propriedades é o aço Maraging livre de carbono (BELOZEROV *et al.*, 1995). Em máquinas rotativas de alta velocidade, a tensão de escoamento do material do rotor magnético pode ser o fator decisivo na seleção de ligas (HANDBOOK, 1992).

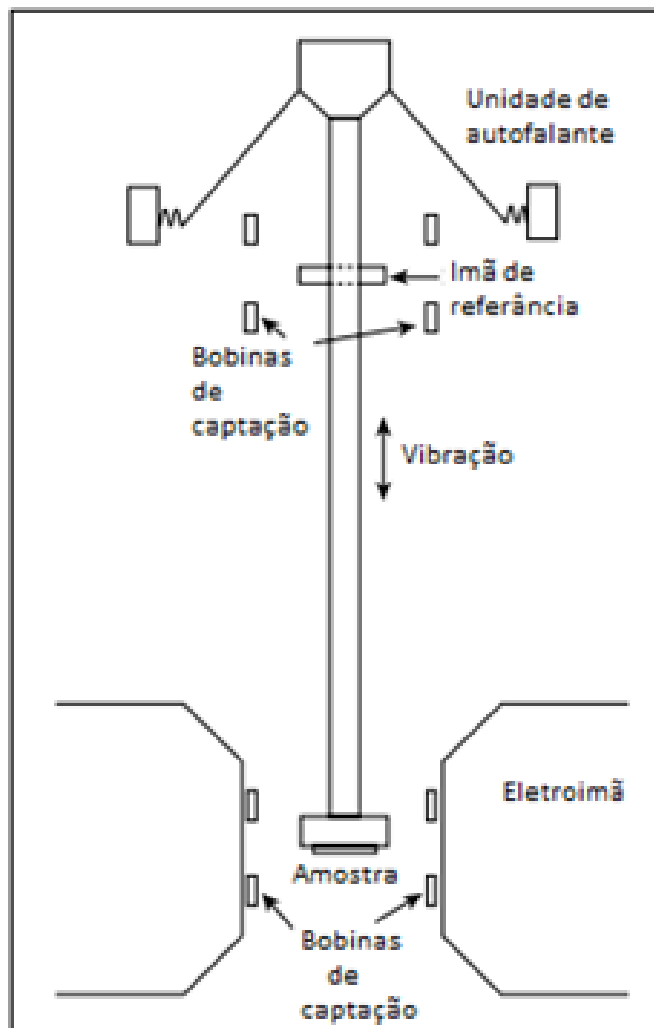
Diante do exposto acima, vale ressaltar que hoje a demanda por uma razão de quadratura elevada se dá muito mais para aplicações em transformadores. Quando se trata de componentes magnéticos rotativos, não é desejável que o material apresente orientação cristalográfica de plano e direção, visto que a direção do campo se altera ao longo do movimento. A melhor condição seria uma textura apenas no plano.

### 3.4 Técnica de análise

#### 3.4.1 Magnetômetro de amostra vibrante

As medições de propriedades magnéticas podem ser realizadas por diversas técnicas e instrumentos, porém um dos mais populares e que também será utilizado neste trabalho é o Magnetômetro de amostra Vibrante, também conhecido pelo termo na língua inglesa por *Vibration Sample Magnetometer (VSM)*. Ele é baseado na mudança de fluxo em uma bobina quando uma amostra magnetizada é vibrada próximo a ela. A amostra, comumente um disco pequeno, é fixada na extremidade de uma haste não magnética, a outra extremidade em um cone de autofalante, Figura 31.

Figura 31 – Desenho esquemático de um VSM



Fonte: Adaptado de Cullity e Graham (2009).

O campo magnético oscilante da amostra móvel induz uma tensão alternada nas

bobinas de detecção, cuja magnitude é proporcional ao momento magnético da amostra. A pequena tensão alternada é amplificada, usualmente com amplificador que é sensível apenas a sinais na frequência de vibração. O amplificador deve ser provido com um sinal de referência na frequência de vibração, que pode ser medido por um sensor ótico, magnético, ou capacitivo acoplado a um sistema de acionamento. O arranjo da bobina de detecção mostrado na Figura é um dos possíveis descritos por Foner (1959), todos os quais envolvem pares de bobinas balanceadas que cancelam sinais devido à variação no campo aplicado. O aparelho *VSM* é calibrado com uma amostra de momento magnético conhecido, que deve ser do mesmo tamanho e forma das amostras a serem medidas, e também deve ter permeabilidade similar. O sistema de acionamento pode ser mecânico, através de um came ou manivela e um pequeno motor síncrono, ou em um instrumento comercial recente, com um motor linear. Neste caso a frequência de vibração é geralmente inferior a 40 Hz, e a amplitude de vibração de alguns milímetros. A amplitude é fixada pela geometria do sistema mecânico ou pelo sinal do conversor para o motor linear. O *VSM* mede o momento magnético ( $m$ ) da amostra, e portanto a magnetização ( $M$ ). É um equipamento muito versátil e sensível, e pode ser usado para substâncias magnéticas fracas e fortes, e os modelos padrão podem detectar um momento magnético de cerca de  $10^{-5}$  emu = erg/Oe ou  $10^{-8}$  A m<sup>2</sup>. Os *VSMs* convencionais são limitados a amostras pequenas, geralmente inferiores a 1 g.



## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Material

O material utilizado nesta pesquisa trata-se de um aço alta liga denominado aço Maraging 18% Ni classe 300, inicialmente fornecido na forma de tubo com 200 mm de diâmetro externo, fabricado pelo processo de Fundição à vácuo por indução / *Vacuum Induction Melting* (VIM), seguido de Refinamento a arco em vácuo / *Vacuum Arc Refining* (VAR), posteriormente forjado a quente e solubilizado a 860 °C. A Tabela 6 mostra a sua composição química.

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

C	*N	*H	Ni	Co	Mo	Ti	Al	V	Si	Cu	Cr	Fe
0,0032	2,15	0,07	17,96	9,05	4,66	0,715	0,104	0,098	0,025	0,016	0,019	Bal

Fonte: o fabricante. (\*Expresso em ppm)

### 4.2 Métodos

Nesta seção são descritos os procedimentos realizados no material, desde a Laminação e tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, até as técnicas de análise como microdureza, metalografia, difração de raios X e propriedades magnéticas, dentre outras.

#### 4.2.1 Simulação termodinâmica

Foi realizada simulação termodinâmica através do software *ThermoCalc*® combinado com uma base de dados TCFE6. A fração volumétrica das fases em equilíbrio para o aço maraging 300 foi calculada a partir da composição química apresentada na Tabela 6 e no intervalo de temperatura de 400 - 1600 °C. Além do cálculo das frações de fases, também foram determinadas as temperaturas de dissolução dos precipitados e de solubilização completa da liga.

#### 4.2.2 Tratamento térmico de solubilização inicial

Após cortado em duas peças com dimensões de 55 mm de comprimento, 25 mm de largura e 7,1 mm de espessura o material foi solubilizado a 820 °C por 1 hora em um forno tipo mufla e resfriado em água. Essa é a temperatura convencional de solubilização e visa tornar o material dúctil para o processo de deformação seguinte. As peças foram colocadas no forno após atingir a temperatura e posteriormente resfriadas em água.

#### **4.2.3 Deformação plástica - Laminação**

Após solubilizado, o aço Maraging 300 foi laminado a frio à temperatura ambiente com o objetivo de redução de espessura visando tornar mais prático a confecção de amostras para medições das propriedades magnéticas através do VSM. As reduções de 80 e 90 % foram atingidas através de diversos passes em um laminador elétrico modelo LE 200B da marca COELHO pertencente ao Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (SENAI) de Maracanaú. O material atingiu as espessuras de 1,35 e 0,70 mm para as reduções de 80 e 90 %, respectivamente.

#### **4.2.4 Tratamento térmico de solubilização intermediário**

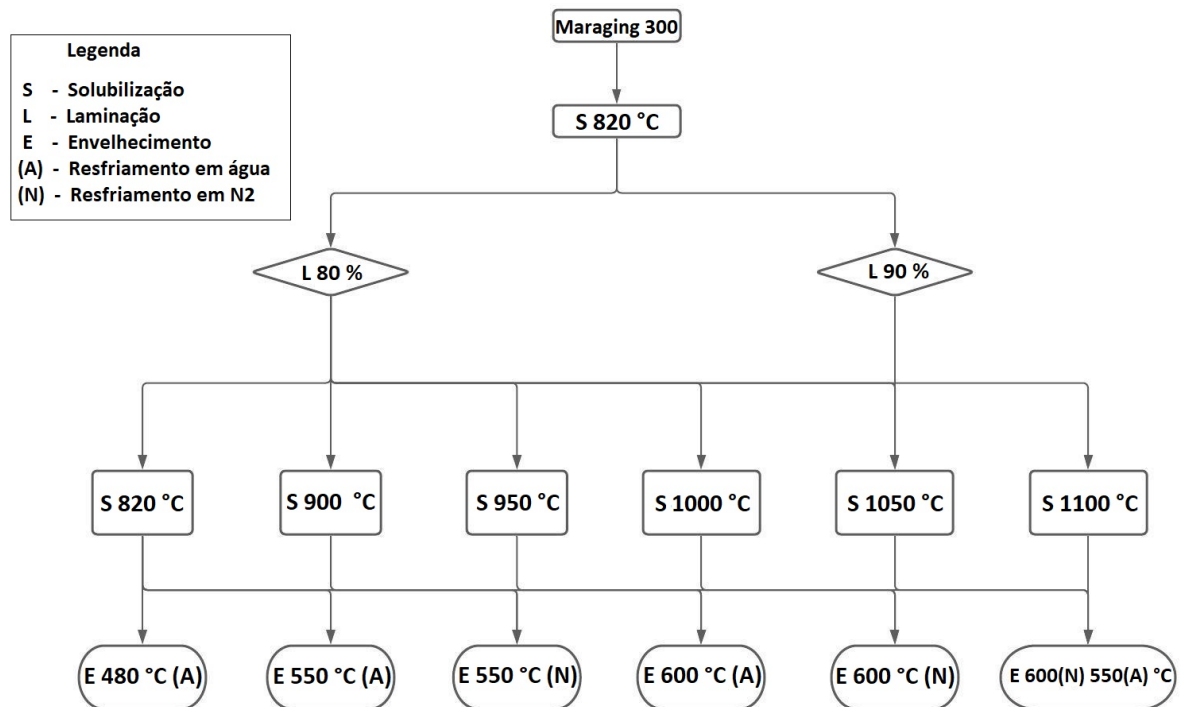
Foram realizados tratamentos térmicos de solubilização intermediário a 820, 900, 950, 1000, 1050 e 1100 °C com o objetivo de comparar a solubilização padrão do Maraging 300 a 820 °C com valores mais elevados de temperatura que favorecem a um forte crescimento de grão austenítico prévio e também um aumento das dimensões da estrutura martensítica, como pacotes e blocos (LIMA FILHO, 2018; HE *et al.*, 2003). Um Forno a vácuo tipo mufla modelo CPU-10P-LCD mult rampas marca EDG equipamentos do laboratório de caracterização de materiais – LACAM da Universidade Federal do Ceará foi utilizado, com tempo de solubilização de 1 hora e posterior resfriamento em água. As amostras foram colocadas no forno após atingir a temperatura de tratamento.

#### **4.2.5 Tratamento térmico de envelhecimento**

Os tratamentos térmicos de envelhecimento por precipitação foram realizados em amostras medindo aproximadamente 10 x 10 mm (amostras para propriedades magnéticas, metalografia e microdureza) e 15 x 20 mm (amostras para DRX e textura). Para cada temperatura de solubilização foram realizados envelhecimentos por 3 horas a 480 °C, 550 °C, 600°C e 600 °C + 550 °C, sendo para 480 °C resfriamento em água e para as demais temperaturas, uma condição de resfriamento em água e outra no nitrogênio líquido. Foi utilizado o mesmo forno da solubilização intermediária, e introduzidas as amostras após atingir a temperatura de tratamento. Essas temperaturas de envelhecimento foram selecionadas com base em revisão de literatura que mostram que nos aços Maraging 18% Ni os melhores resultados de magnetismo tem sido observados na faixa de 480 – 560 °C (ABREU *et al.*, 2015; PARDAL *et al.*, 2007; TAVARES *et al.*, 2004b; AHMED *et al.*, 1994), e também em duplos envelhecimentos (BELOZEROV *et*

*al.*, 1995). Apesar do envelhecimento a 600 °C formar quantidade considerável de austenita revertida (PARDAL *et al.*, 2006), esta temperatura foi utilizada visando investigar a formação de austenita revertida para resfriamento em nitrogênio líquido, pois, há estudos na literatura que mostram a redução de tal fase nesse meio de resfriamento (ABREU *et al.*, 2015). Na figura 32 é apresentado um fluxograma dos tratamentos térmicos realizados no Maraging 300.

Figura 32 – Fluxograma dos tratamentos térmicos



Fonte: O autor.

#### 4.2.6 Ensaio de Calorimetria exploratória diferencial - DSC

Para os experimentos de análise térmica de *DSC*, foram preparadas amostras solubilizadas na forma de retângulos com dimensões aproximadas de 2 x 4 x 0,5mm. As amostras foram analisadas no Laboratório de Materiais Avançados do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFC, utilizando um equipamento TG-DSC STA 449F3 Jupiter do fabricante NETZSCH. As análises foram realizadas em atmosfera de Nitrogênio (50mL/min), utilizando um cadinho de alumina e em taxa de 10°C/min. Para as análises, foram feitas calibrações de temperatura e entalpia, bem como baselines para cada experimento com o cadinho a vazio.

#### **4.2.7 Medição de dureza**

Amostras em todas as condições de processamento foram preparadas através de lixamento até 600 mesh e então submetidas à medição de dureza Rockwell na escala C em um durômetro Microtest modelo 737 com penetrador cônico de diamante do Laboratório de Ensaios Mecânicos da UFC. A pré-carga e a carga principal aplicadas foram de 10 e 150 kgf, respectivamente, tomando como base a Norma *Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials* ASTM E18-19. Sete medições foram tomadas, sendo descartados os valores extremos e então calculado a média dos cinco valores restantes. A adoção de ensaio de dureza ao invés de microdureza se fez necessário pela necessidade de se conhecer a influência dos contornos de grão da austenita prévia.

#### **4.2.8 Microscopia Ótica**

Amostras de aproximadamente 10 x 10 mm nas condições de solubilizadas e envelhecidas foram embutidas em baquelite e preparadas através de lixamento utilizando uma lixadeira rotativa e lixas d'água com granulação de 100, 220, 400, 600 e 1200. Após o lixamento foram realizados polimentos com pastas de diamante de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ . O ataque químico com reagentes ácido crômico 20 % eletrolítico ( $U = 10 \text{ V}$ , tempo = 10 s / 10 s / 10 s), marble e nital 4% foram utilizados para observação do contorno de grão da austenita prévia e da estrutura martensítica (FAROOQ *et al.*, 1987).

As imagens foram geradas e analisadas através de um microscópio ótico da marca Zeiss modelo imager M2m com auxílio do software AxioVs40x64 V 4.9.1.0®, pertencente ao LACAM da Universidade Federal do Ceará.

As medições de tamanho médio de grão da austenita prévia foram realizadas através do mesmo microscópio e software usado na microscopia ótica e tomando como base a Norma ASTM E112-13 (2013).

#### **4.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV**

As amostras e preparação metalográfica utilizadas para MEV foram as mesmas da microscopia ótica. Para o levantamento das imagens foram utilizados dois microscópios eletrônicos de varredura, um Phillips XL 30 do LACAM e outro Quanta 450 FEG - FEI da Central Analítica, ambos da Universidade Federal do Ceará.

#### 4.2.10 Difração de raios X e macrotextura

Amostras com dimensões de 15 x 20 mm foram lixadas de forma progressiva em lixas d'água com granulometrias de 220, 320, 400 e 600. Após o lixamento as amostras foram submetidas a ataque químico em uma solução de 5 % de ácido fluorídrico (HF) + 95% de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) para eliminação da camada superficial deformada pelo lixamento, que pudesse implicar em alguma alteração de resultado. As difrações de raios X e macrotextura foram realizadas em um Difratorômetro PHILLIPS modelo X'PERT PRO do LACAM da Universidade Federal do Ceará, utilizando uma fonte de radiação CoK $\alpha$  com comprimento de onda  $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$  com monocromador. As DRX foram realizadas em modo contínuo de varredura, passo angular 0,02°, tempo de contagem de 1 segundo e intervalo angular em  $2\theta$  de 45° – 125°. A base foi a do tipo ATC-3, o ângulo de abertura da janela do feixe incidente de 1° e os parâmetros de tensão e corrente, 40 kV e 45 mA respectivamente. Para a geração e análise dos difratogramas foi utilizado o *software X' Pert Highscore* da Universidade Federal do Ceará fornecido pela PHILLIPS®.

Após a obtenção dos planos difratados, foram então determinadas três figuras de polo (110), (200) e (211), medidas no plano transversal à laminação até uma inclinação de 75°. A macrotextura foi levantada a partir do cálculo da Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC) usando o programa MTEX 5.1.1, software livre e de código aberto.

#### 4.2.11 Difração de elétrons retroespalhados – EBSD

As amostras foram preparadas por lixamento clássico até 1200 e polimento até 1  $\mu\text{m}$ , seguido de um polimento mecânico em uma micro polidora Buehler minimet 1000 com solução de sílica coloidal. A difração de elétrons retro espalhados (EBSD) foi realizado em um MEV Quanta 250 FEI equipado com um sistema de EBSD Oxford-HKL. Para análise dos dados foi utilizado o *software Channel 5 Oxford HK*.

#### 4.2.12 Quantificação de fases martensita e austenita

Pelo *software X' Pert Highscore* foram identificados e ajustados os picos encontrados por raios X e em seguida determinados o ângulo de Bragg ( $\theta$ ), a altura do pico de difração, a distância interplanar (d) e a área integrada de cada pico. A quantificação de martensita e austenita foi calculada pelo método da comparação direta entre picos existentes de cada fase,

abaixo encontram-se as equações usadas para o cálculo das respectivas frações (PARDAL *et al.*, 2006; CULLITY; COHEN, 1978).

$$C_{\gamma} = \frac{1}{\frac{I_{\alpha} \cdot K_{\gamma}}{I_{\gamma} \cdot K_{\alpha}} + 1} \quad (4.1)$$

E sabendo que:

$$C_{\alpha} + C_{\gamma} = 1 \quad (4.2)$$

Onde:

$C_{\alpha}$  - fração de fase martensita

$C_{\gamma}$  - fração de fase austenita

$I_{\alpha}$  - Intensidade integrada para a fase martensita

$I_{\gamma}$  - Intensidade integrada para a fase austenita

$K_{\alpha}$  e  $K_{\gamma}$  - são constantes

$K_{\alpha}$  e  $K_{\gamma}$  foram calculados a partir do volume da célula unitária ( $v$ ), do fator de estrutura ( $F$ ), do fator de multiplicidade ( $p$ ), do fator de polarização de Lorentz ( $FPL$ ), do fator de temperatura ( $e^{-2M}$ ) e do fator de absorção ( $\frac{1}{2\mu}$ ), respectivamente para as fases martensita e austenita. A Equação 4.3 apresenta o cálculo de  $K$ , devendo-se entrar com os fatores para cada fase específica.

$$K = \frac{1}{v^2} |F|^2 \cdot p \cdot FPL \cdot \frac{e^{-2M}}{2\mu} \quad (4.3)$$

Conforme visto na seção 3.1.2.2, os aços maraging 18% Ni solubilizados e envelhecidos apresentam além da martensita e possível austenita, outras fases provenientes da precipitação, tais como compostos intermetálicos de  $Fe_2Mo$  e  $Ni_3Ti$ , e o carboneto  $TiC$ . Nos difratogramas não foram detectados picos das citadas fases porquê os percentuais se apresentaram menores que 5% (CULLITY; COHEN, 1978), isso pode ser reforçado pelos resultados das simulações termodinâmicas apresentados no capítulo 5.

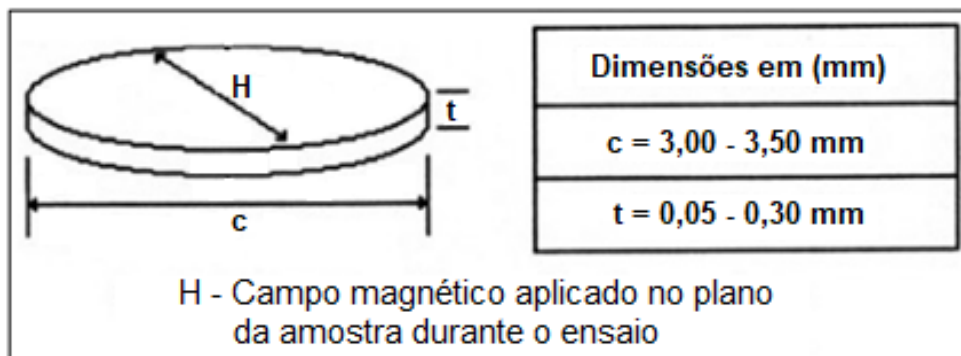
#### 4.2.13 Propriedades Magnéticas

As amostras para medição de propriedades magnéticas foram em forma de disco, medindo cerca de 3 mm de diâmetro e espessura na faixa de 0,05 a 0,30 mm conforme Figura

33. Peças medindo aproximadamente 6 x 6 mm foram lixadas em lixas d'água de 220, 400 e 600 até uma espessura de cerca de 0,150 mm e então coladas em uma haste circular de 3 mm de diâmetro, em seguida lixadas até que assumissem a forma circular da haste.

O diâmetro e a espessura das amostras foram medidos com um paquímetro digital de resolução de 0,01 mm e um micrômetro digital de resolução 0,001 mm, respectivamente. Uma balança digital com precisão de 0,0001 g foi usada para medir a massa das amostras. Estes dados foram usados no cálculo do fator de desmagnetização.

Figura 33 – Disco para realização de ensaios magnéticos



Fonte: Adaptado de Pardal (2004).

Em um magnetômetro de amostra vibrante (*VSM*) EGG-PARC modelo 4500 do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) foram obtidos os ciclos de histerese para várias condições de tratamento a partir da medição do momento magnético  $m$  (emu) em função de um campo magnético  $H$  (Gauss) aplicado. A Figura 34 ilustra esquematicamente o modelo de *VSM* utilizado nas medições de magnetismo. As propriedades de magnetização de saturação ( $m_s$ ) e força coerciva ( $M H_c$ ) foram extraídos do respectivo ciclo de histerese  $M$  [emu/g] x  $H$  [Oe] de cada amostra. Os valores de indução de saturação ( $B_s$ ), remanência ( $B_r$ ) e força coerciva ( $B H_c$ ) foram obtidos a partir da construção do gráfico  $B$  [G] x  $H_{ef}$  [Oe] para cada condição e aplicando-se a Equação 4.5, que é uma modificação da Equação 4.4 (KRISHNAN, 2016):

$$B = H [Oe] + 4 \cdot \pi \cdot M [emu/cm^3] \quad (4.4)$$

Considerando que são induzidos campos desmagnetizantes nas extremidades dos discos (CULLITY; GRAHAN, 2009; PARDAL, 2004) e que estes influenciam uma distorção na curva de histerese, os valores de  $H$  foram então corrigidos para  $H_{ef}$ , portanto a Equação 4.4 foi modificada para:

$$B = H_{ef} [Oe] + \frac{4 \cdot \pi \cdot \delta}{m} \cdot M [emu] \quad (4.5)$$

Onde:

B - Indução magnética [G]

$\delta$  - Densidade da liga (8,00 g / cm<sup>3</sup>)

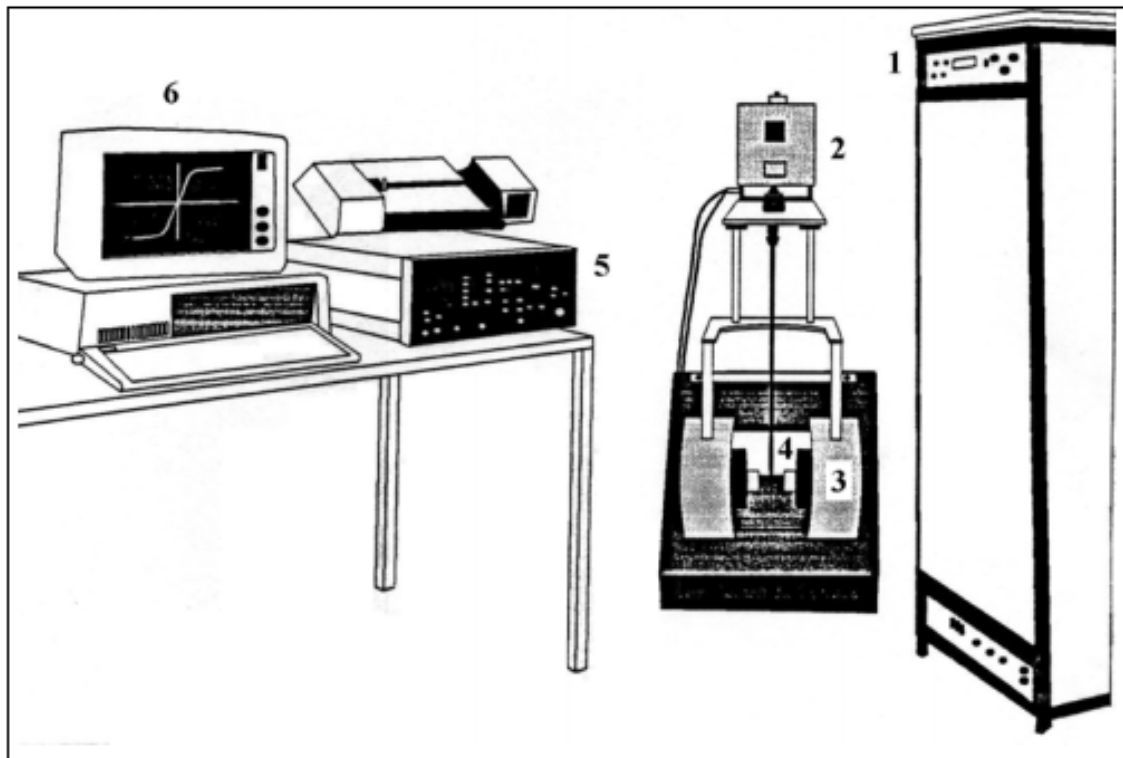
m - Massa da amostra [g]

M - Magnetização [emu]

H - Campo magnético [Oe]

$H_{ef}$  - Campo magnético efetivo [Oe]

Figura 34 – Esquema do VSM EGG-PARC. 1 – Fonte de alimentação; 2 – Vibrador; 3 – Eletroimã; 4 – Ponta Hall; 5 – Controlador; 6 – Computador



Fonte: Adaptado de SILVA (2005).

Para o cálculo do  $H_{ef}$  foi usada a Equação 4.6, onde  $H_d$  é o campo desmagnetizante que deve ser subtraído do campo aplicado H (CULLITY; GRAHAN, 2009):

$$H_{ef} = H - H_d \quad (4.6)$$



O campo desmagnetizante  $H_d$  é proporcional à magnetização  $M$ :

$$H_d = N_c \cdot M \quad (4.7)$$

Onde  $N_c$  é o fator de desmagnetização no plano da amostra (geometria de disco) e foi calculado através da Equação 4.8

$$N_c = \frac{4 \cdot \pi - N_a}{2} \quad (4.8)$$

Sendo  $N_a$  o fator de desmagnetização na direção axial ao plano da amostra (disco) e calculado por:

$$N_a = \frac{4 \cdot \pi \cdot r^2}{r^2 - 1} \cdot \left( 1 - \sqrt{\frac{1}{r^2 - 1}} \cdot \arcsen \left( \frac{\sqrt{r^2 - 1}}{r} \right) \right) \quad (4.9)$$

Onde  $r = c/t$ , razão diâmetro/espessura da amostra (disco). Se esta razão for muito grande ( $r > 20$ ), então o fator de desmagnetização  $N_c$  é simplificado para (CULLITY; GRAHAN, 2009):

$$N_c \approx \frac{\pi^2}{r} \quad (4.10)$$

#### **4.2.14 Propriedades magnéticas por equipamento de bancada**

Com o objetivo de se avaliar as propriedades de histerese magnética em amostras com maiores áreas e um maior número de grãos, foram confeccionadas amostras com dimensões maiores e medida sua histerese magnética em um equipamento de bancada composto por um módulo BarkTech, desenvolvido integralmente no laboratório de Dinâmica e Instrumentação do Departamento de Engenharia Mecânica da POLIUSP. As medidas foram tomadas usando uma sonda similar à da Figura 35 composta de um yoke eletromagnético que produz um campo magnético alternado sobre a amostra, e também uma bobina para detectar o sinal de fluxo. A resposta da bobina é proporcional a um campo  $B$  variável no tempo que é produzido usando um campo alternante  $H$  com frequência  $f$ . Os parâmetros utilizados no ensaio são apresentados na Tabela 7.

Figura 35 – Sonda do equipamento de bancada para propriedades de histerese magnética



Fonte: adaptado de CARVALHO (2019).

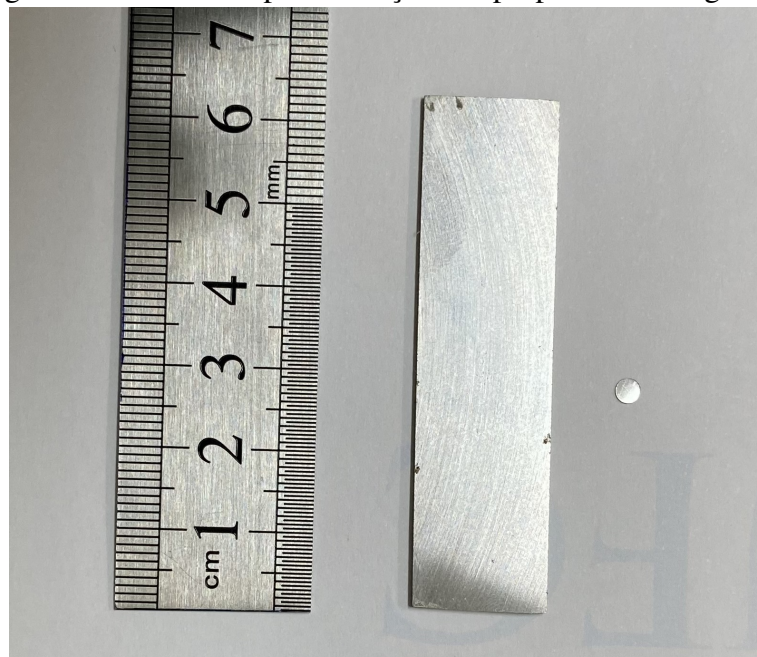
Tabela 7 – Parâmetros de medição para as curvas de histerese.

Parâmetros de medição	Valor
Frequência de amostragem	400 kHz
Número de medidas na amostra	400000
Frequência de excitação	1 Hz
Amplitude de excitação	1 V
Repetições	6

Fonte: o autor.

A Figura 36 mostra os corpos de prova utilizados nas medições de propriedades magnéticas. O menor em forma de disco para *VSM* e o maior, de geometria retangular medindo 60 x 15 mm e espessura de 1 mm.

Figura 36 – Amostras para medições de propriedades magnéticas

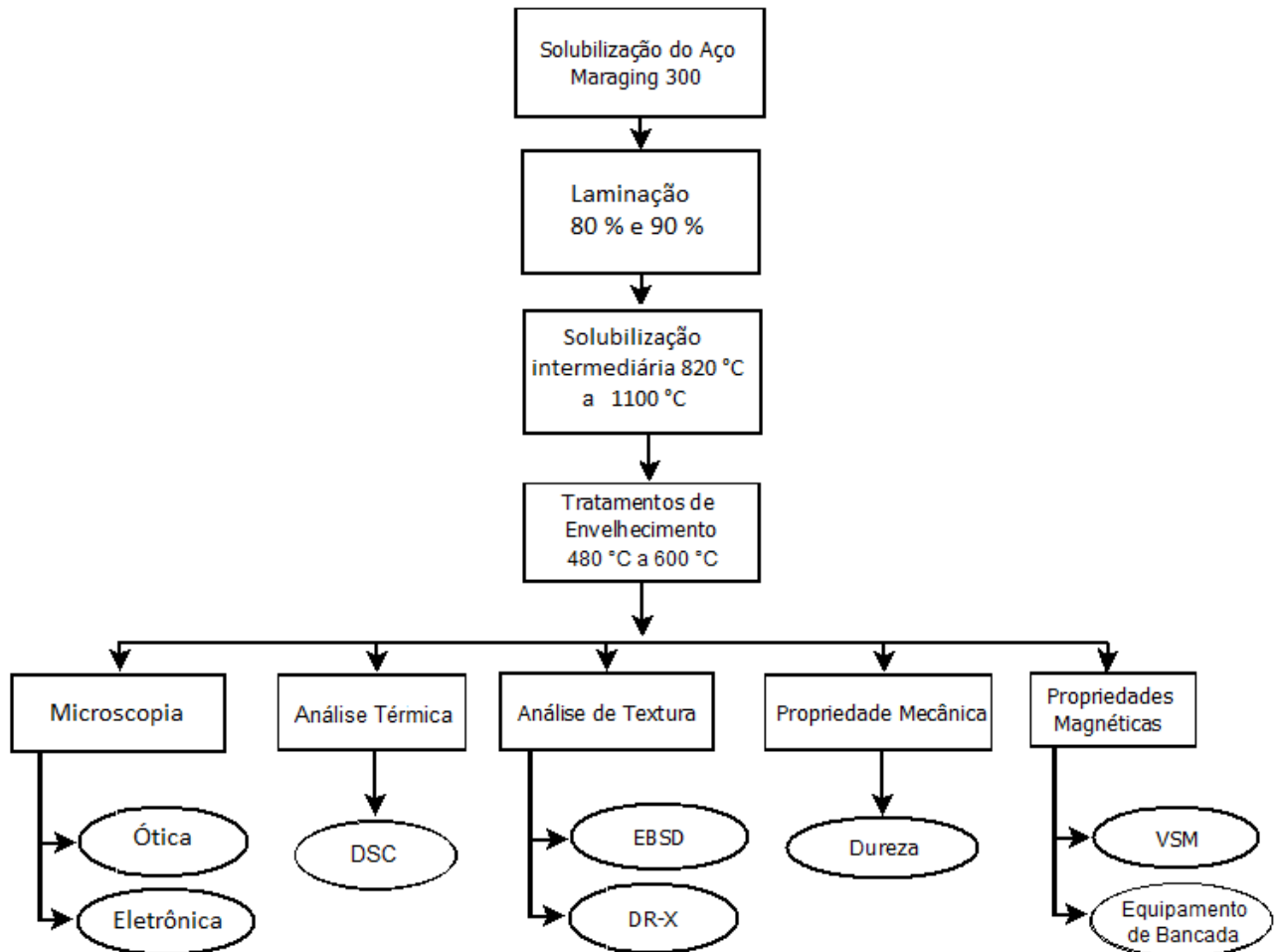


Fonte: autor.

### 4.3 Fluxograma Metodológico

Na Figura 37 é apresentado o fluxo de procedimentos e ensaios pelo qual o aço maraging 300 foi submetido.

Figura 37 – Fluxograma da metodologia realizada no aço maraging 300



Fonte: O autor.

#### 4.3.1 Identificação das amostras

Para facilitar a discussão dos resultados, as amostras foram identificadas com a sequência de tratamentos térmicos pela qual foram submetidas. Apesar da metodologia contemplar dois percentuais de redução na laminação, 80 e 90%, estes não aparecem na identificação, pois, como será mostrado nos resultados, esta variável não acarretou mudanças significativas nas propriedades magnéticas. Mas, a título de informação, foram usadas as amostras com redução de 80 %.

Desta forma, as amostras foram nomeadas com a letra "S" seguida da temperatura de

solubilização intermediária e da letra "E" seguida da temperatura de envelhecimento, além das letras "A" para água ou "N" para nitrogênio, em referência ao meio de resfriamento. A Tabela 8 exemplifica para alguns casos as respectivas identificações, sendo que as demais amostras seguem a mesma lógica.

Tabela 8 – Identificação das amostras

<b>Identificação da amostra</b>	<b>Solubilização</b>	<b>Envelhecimento</b>	<b>Resfriamento</b>
S820-E480A	820 °C	480 °C	água
S820-E550A	820 °C	550 °C	água
S820-E550N	820 °C	550 °C	nitrogênio
S1000-E600A	1000 °C	600 °C	água
S1000-E600N	1000 °C	600 °C	nitrogênio
S1100-E550A	1100 °C	550 °C	água
S1100-E600N-550A	1100 °C	600 °C , 550 °C	nitrogênio , água

Fonte: O autor.

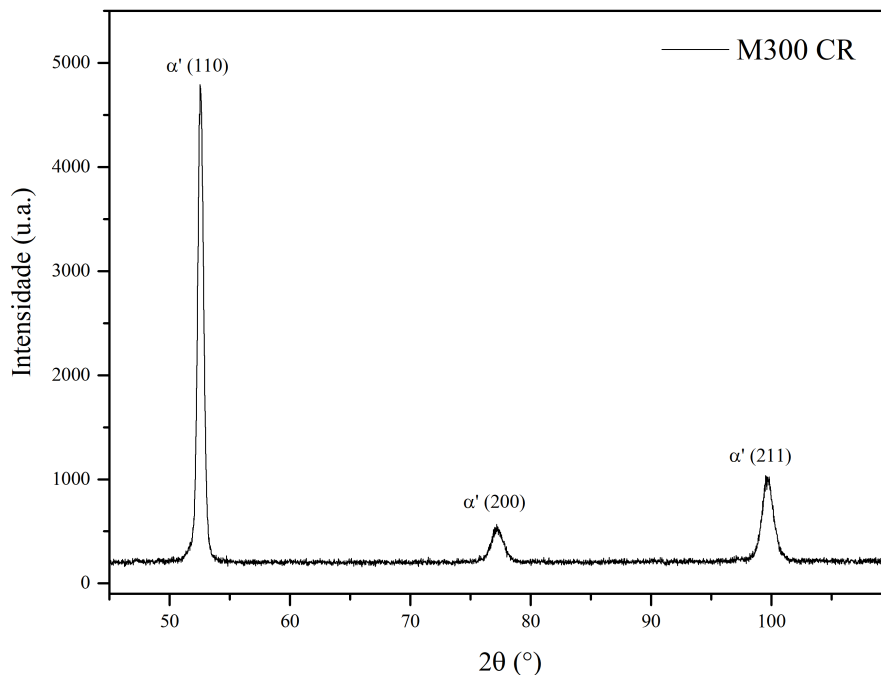
## 5 RESULTADOS

### 5.1 Caracterização do aço maraging 300 como rebebido

O aço maraging 300 utilizado foi fornecido pelo fabricante na condição de solubilizado a 860 °C. Aqui são apresentados alguns resultados de uma caracterização inicial do material, a fim de se comprovar o estado da liga e usá-lo como ponto de partida para os demais tratamentos.

A difração de raios X do aço maraging 300 como recebido (CR) é apresentada na Figura 38. O difratograma mostra que o material é completamente cúbico de corpo centrado (CCC), ou seja, somente picos de fase martensita foram identificados. Os planos e ângulos de difração ( $2\theta$ ) foram (110) a 52,331°, (200) a 77,178 e (211) a 99,486°. Esse resultado está de acordo com o que outros autores observaram para o maraging 300 solubilizado (FLOREZ *et al.*, 2021; TIAN *et al.*, 2019; MASOUMI *et al.*, 2016).

Figura 38 – Difração de raios - X para o aço maraging 300 solubilizado a 860 °C

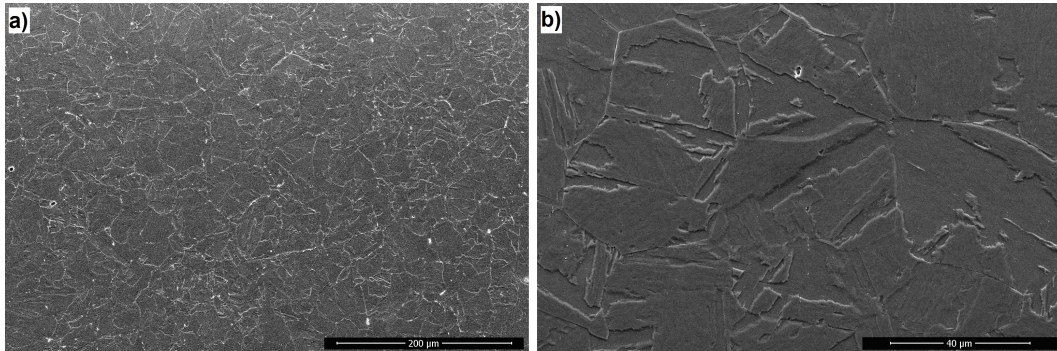


Fonte: o autor.

A Figura 39 apresenta duas imagens de MEV que caracterizam a microestrutura para o aço maraging 300 como recebido. No item (a), com uma magnificação de 345x, são mostrados os grãos da austenita prévia com tamanhos diversos. Já a imagem do item (b) com ampliação de 1381x, é possível identificar a estrutura martensítica em ripas, sendo observados os pacotes e

blocos.

Figura 39 – Microscopia eletrônica de varredura para o aço maraging 300 como recebido (solubilizado a 860 °C) a) 341x b) 1381x



Fonte: o autor.

A Tabela 9 apresenta o resultado de dureza na escala Rockwell C para o aço maraging 300 CR. Foram realizadas cinco medições e calculada a média aritmética no valor de 33 HRC, resultado dentro do esperado para o material em estudo na condição de solubilizado (TIAN *et al.*, 2019; KLAPUT, 2015; NIDI, 1976).

Tabela 9 – Dureza do aço Maraging 300 CR

Medida	1	2	3	4	5	Média
Dureza (HRC)	32	34	32	33	34	33

Fonte: o autor.

Análise de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (*EDS*) foi realizada através de um microscópio eletrônico de varredura na estrutura martensítica do aço maraging 300. A Tabela 10 apresenta a composição encontrada.

Tabela 10 – Composição da martensita do aço maraging 300 como recebido (% peso)

Fe (%)	Ni (%)	Co (%)	Mo (%)	Al (%)	Ti (%)
65,6	17,9	9,6	6,0	0,2	0,8

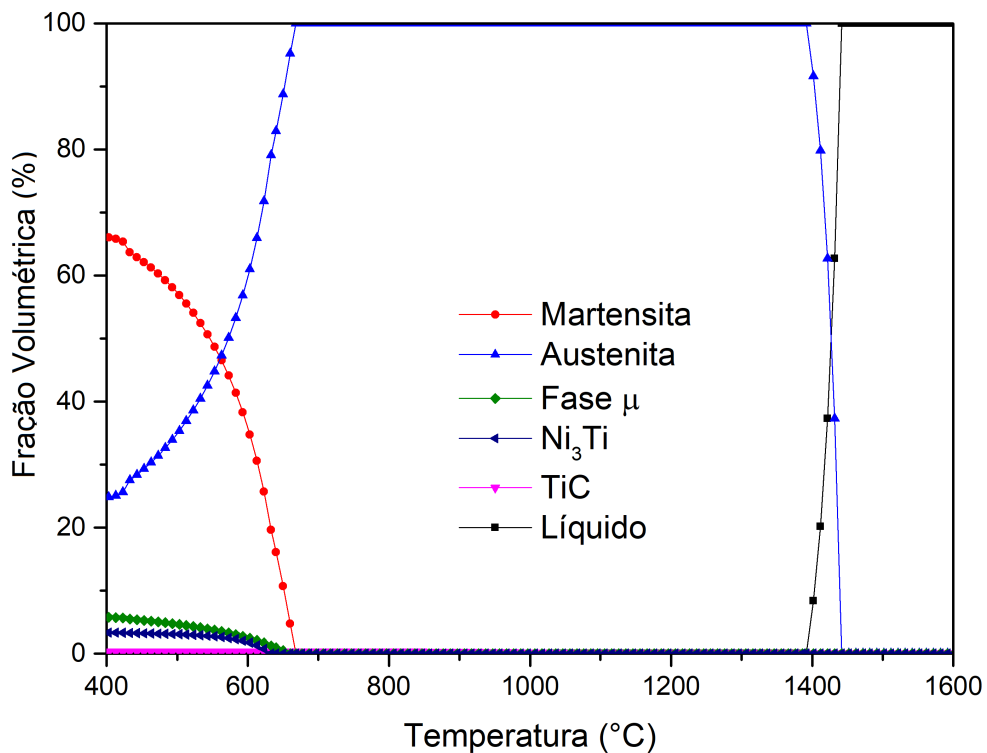
Fonte: o autor.

## 5.2 Análise termodinâmica

### 5.2.1 Simulação termodinâmica

Utilizando o *software ThermoCalc®* foram levantadas as frações volumétricas das fases em equilíbrio a partir da composição química e temperatura de envelhecimento para o Maraging 300. A figura 40 apresenta a evolução das frações volumétricas de fases estáveis no aço em estudo, e é possível observar que a fração de austenita aumenta com o aumento da temperatura de envelhecimento, enquanto a martensita e demais fases diminuem. As fases  $\mu$  e  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  tem sua dissolução completa por volta dos 650 °C. A transformação quase total (99,60 %) em austenita ocorre por volta de 660°C, isso porque, ainda persiste uma fase residual de carboneto de titânio (TiC), e que sua dissolução somente ocorre por volta de 1065 °C. Esta fase residual será mostrada mais adiante.

Figura 40 – Fração volumétrica das fases em equilíbrio em função da temperatura



Fonte: o autor.

As frações volumétricas das fases presentes nas temperaturas adotadas neste estudo são apresentadas na Tabela 11. De acordo com a tabela é possível observar que para o aumento de temperatura de 480 para 550 °C a martensita tem uma redução de cerca de 20 %, enquanto a austenita tem um aumento de aproximadamente 37 %, já as demais fases apresentam reduções,

porém menores. Para a variação 480 - 600 °C as fases martensita, Ni<sub>3</sub>Ti e fase- $\mu$  apresentam redução de cerca de 50 %, por outro lado a austenita aumenta em 85 %. A fase TiC se mantém constante para as temperatura adotadas.

Tabela 11 – Frações de fases em função da temperatura

Temperatura (°C)	Fração volumétrica (% vol)				
	Martensita	Austenita	Ni <sub>3</sub> Ti	Fase $\mu$	TiC
480	54,83	35,39	2,64	6,98	0,16
550	43,79	48,47	2,37	5,21	0,16
600	29,87	65,08	1,28	3,61	0,16

Fonte: o autor.

Os resultados de simulação termodinâmica para as frações volumétricas das fases são para condições de equilíbrio, ou seja, demandam tempos excessivamente longos de tratamento nas temperaturas definidas, e dificilmente se vê na prática. A grande maioria dos pesquisadores não encontra austenita como resultado do tratamento de envelhecimento a 480 °C por 3 horas nos aços Maraging 18 %Ni (FLOREZ *et al.*, 2021; LIMA FILHO *et al.*, 2016; ABREU *et al.*, 2015). No entanto, concordando com o que foi dito acima, para tratamentos de longos períodos, Rajkumar *et al.* (2007) em seu trabalho de pesquisa com o Maraging 18 %Ni solubilizado a 820 °C e envelhecido a 482 °C por 70 h e 100 h observou 5 % e 32 % de austenita revertida, respectivamente.

A composição química das fases em equilíbrio presentes no Maraging 300 foi calculada para as temperaturas de envelhecimento de 550 e 600 °C, a Tabela 12 apresenta esses resultados. A partir da tabela pode ser observado que a fase austenita é rica em Ni e Mo, oriundos também da dissolução dos precipitados Ni<sub>3</sub>Ti e fase- $\mu$  que ocorre nessa faixa de temperatura conforme Tabela 11. Segundo Li e Yin (1995) a formação de austenita revertida durante o envelhecimento a 500 °C é devido à segregação de átomos de níquel nos contornos de grão prévio e de ripa da martensita, através de um processo de difusão. De acordo com os mesmos autores, o aumento da temperatura de envelhecimento para 570 °C tende a formar austenita revertida com menor teor de níquel, isso porquê com o aumento da temperatura de envelhecimento a força motriz para transformação da martensita para austenita aumenta, e um menor percentual de níquel é requisitado. Isso explica a redução no teor de níquel da austenita revertida formada no envelhecimento a 550 °C (30,57% Ni) em relação a 600 °C (25,03% Ni).

Os resultados de composição química de equilíbrio para as fases no maraging 300, apresentados na Tabela 12, se mostram consistentes com resultados experimentais encontrados



Tabela 12 – Composição química de equilíbrio para as fases encontradas no Maraging 300

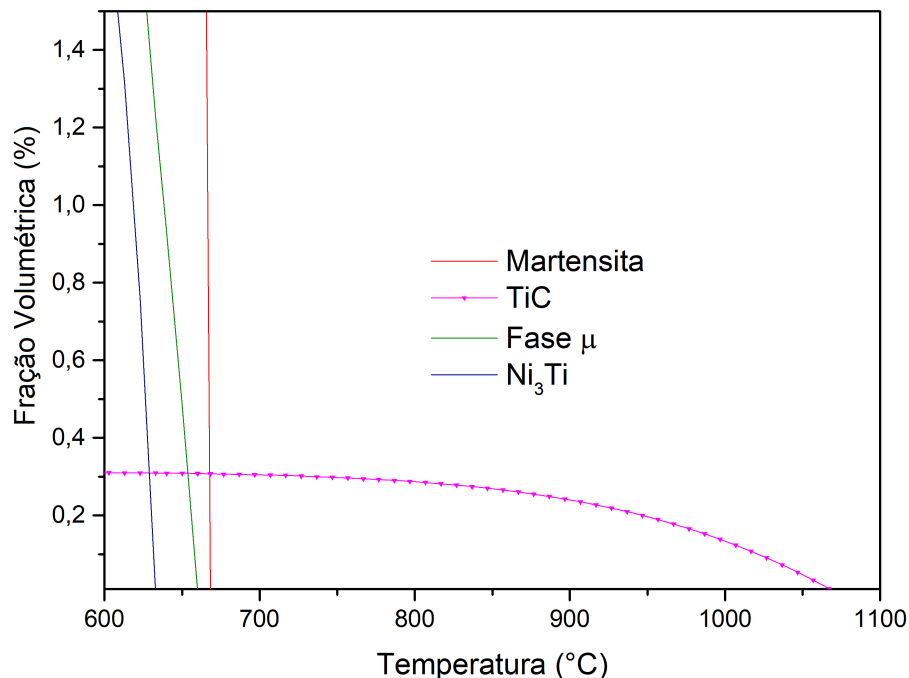
Temp.(°C)	Fase	Composição química (%)						
		Fe	Ni	Co	Mo	Ti	C	Al
550	Martensita	79,83	4,32	15,21	0,62	0,02	-	0,03
	Austenita	60,15	30,57	4,98	3,52	0,25	-	0,52
	Ni <sub>3</sub> Ti	-	78,64	-	-	21,36	-	-
	Fase- $\mu$	35,16	2,92	3,31	58,60	-	-	-
	TiC	-	-	-	-	81,54	18,26	-
600	Martensita	79,10	4,18	15,76	0,87	0,07	-	0,06
	Austenita	63,27	25,03	6,21	4,20	0,47	-	0,79
	Ni <sub>3</sub> Ti	-	78,63	-	-	21,37	-	-
	Fase- $\mu$	35,52	2,42	3,94	58,13	-	-	-
	TiC	-	-	-	0,02	81,97	18,01	-

Fonte: o autor.

na literatura por outros autores (FAROOQUE *et al.*, 1998; LI; YIN, 1995; SHA *et al.*, 1993)

A Figura 41 apresenta uma fase rica em carbono e titânio (TiC) com dissolução completa na temperatura de 1065 °C. Os carbonetos de titânio ocorrem preferencialmente nos contornos de grão da austenita prévia, implicando na restrição do crescimento desses grãos através da ancoragem dos contornos (LIMA FILHO, 2018; SINHA *et al.*, 1992).

Figura 41 – Fração de TiC em equilíbrio em função da temperatura



Fonte: o autor.

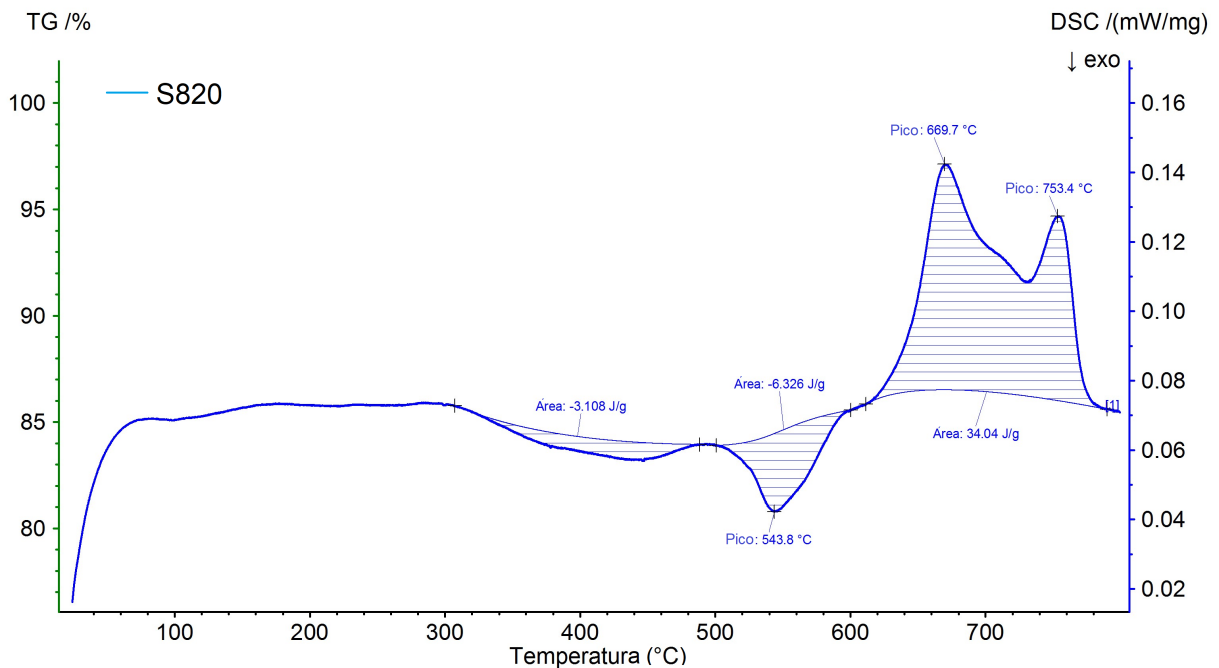
Isso explica o forte crescimento de grão da austenita prévia, observado neste trabalho para temperaturas de 1050 e 1100 °C. Na solubilização a 1000 °C é observado um moderado

crescimento do grão prévio austenítico, o que pode ser explicado pelo deslocamento das partículas de TiC (não dissolvidas) para dentro do grão (SINHA *et al.*, 1992). Os resultados de tamanho médio de grão da austenita prévia é apresentado na subseção 5.3.1

### 5.2.2 Calorimetria exploratória diferencial - DSC

Os ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial / *Differential Scanning Calorimetry (DSC)* permitiram identificar as faixas de temperatura de ocorrência dos fenômenos de maior interesse no aço maraging 18 % Ni. A Figura 42 apresenta a curva DSC para a liga em estudo na condição de solubilizado a 820 °C. Através da figura é possível observar quatro eventos, os dois primeiros, exotérmicos em temperaturas mais baixas, no intervalo de 303 °C a 597 °C. Os dois últimos eventos, fortemente endotérmicos, em temperaturas na faixa de 616 °C a 786 °C. De acordo com Guo *et al.* (2004) as reações exotérmicas são típicas de formação de precipitados, enquanto que as endotérmicas representam a formação de austenita revertida.

Figura 42 – Curva DSC para o aço maraging 300 solubilizado a 820 °C

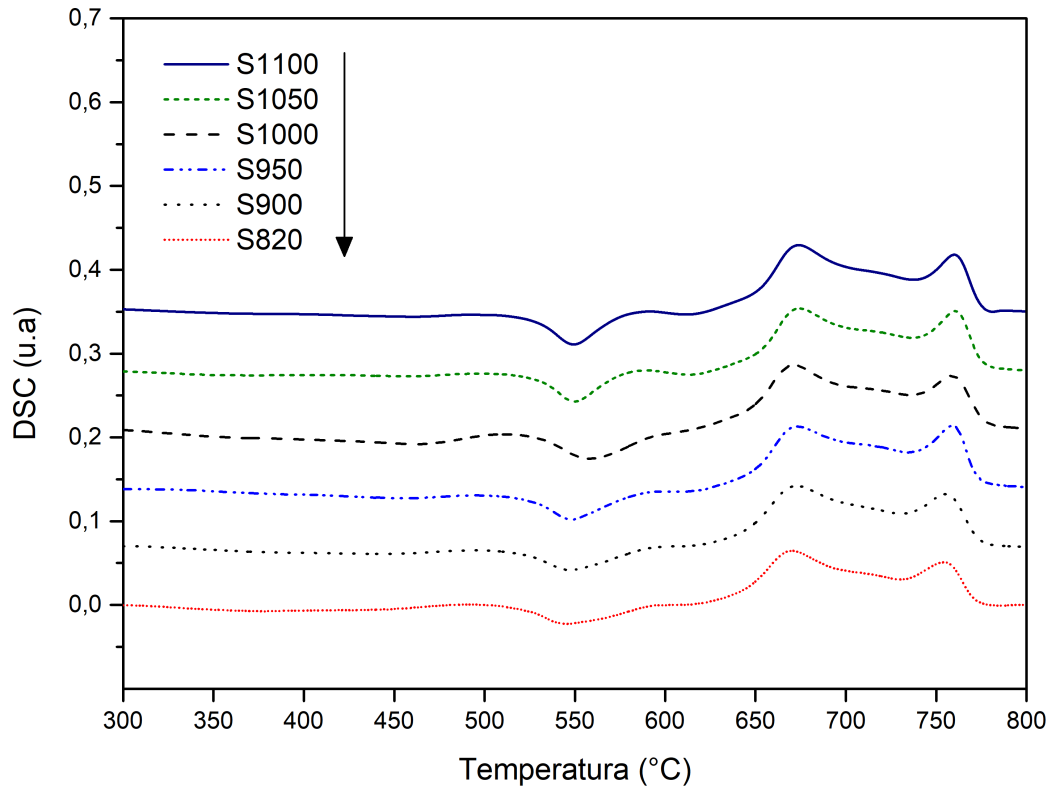


Fonte: o autor.

A Figura 43 apresenta um comparativo das várias curvas DSC para o aço maraging 300 em diversas temperaturas de solubilização, e é possível constatar a semelhança entre os picos e temperaturas de ocorrência das reações de precipitação e reversão da austenita, no entanto, quando se observa cada conjunto de picos referentes a cada reação de forma ampliada, percebe-se uma tendência de afastamento do pico para a direita com o aumento da temperatura

de solubilização. A primeira reação de envelhecimento ficou praticamente imperceptível devido à plotagem das diversas curvas no mesmo gráfico (Figura 43).

Figura 43 – Comparação de curvas obtidas por DSC para o aço maraging 300 solubilizado a diferentes temperaturas

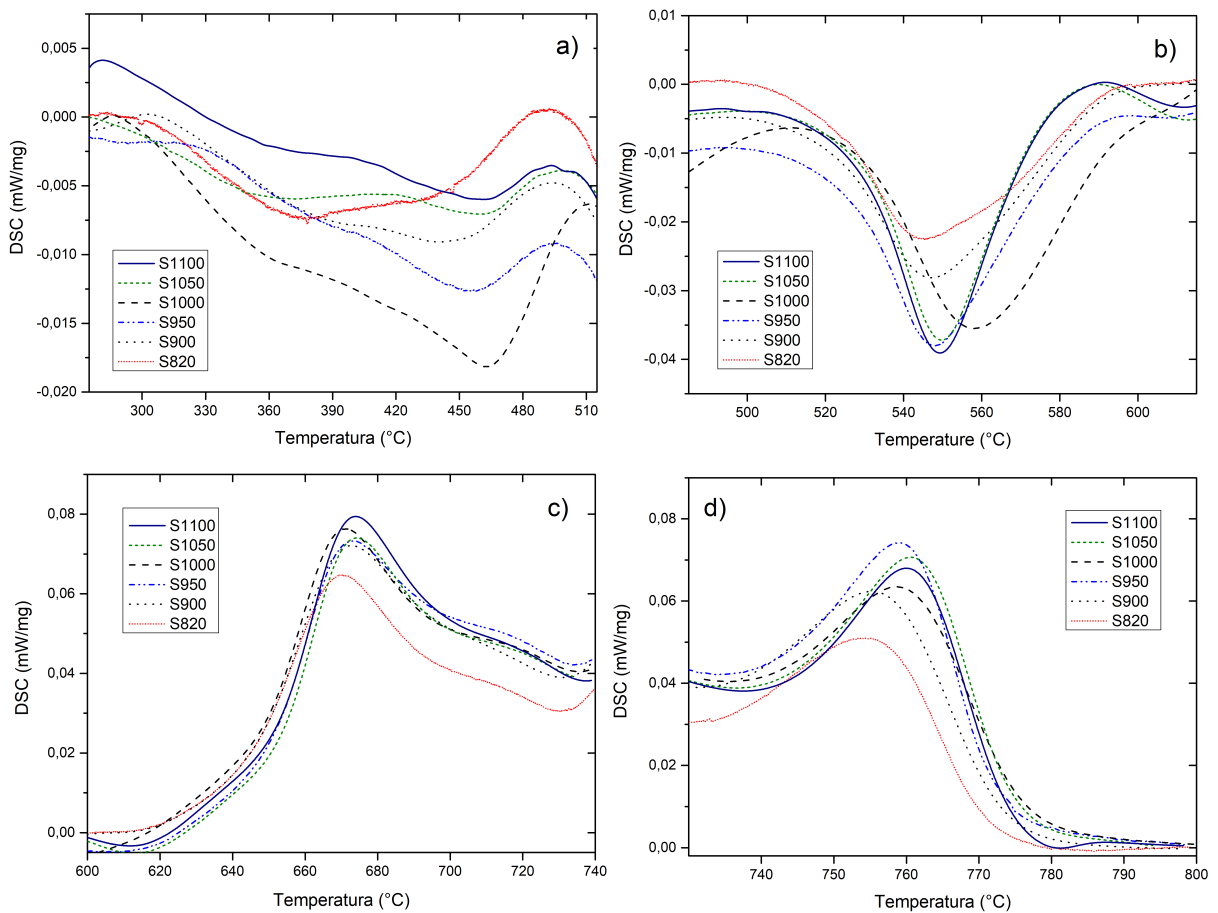


Fonte: o autor.

Na Figura 44 é apresentada cada reação em destaque nas diversas solubilizações para o aço maraging 300, em (a) a formação de zonas de precipitação coerente, em (b) a formação dos principais precipitados endurecedores, (c) a reversão da martensita para austenita por difusão e (d) a transformação de martensita para austenita por cisalhamento (GUO *et al.*, 2004). Nos itens (a) e (b) da Figura 44 é possível observar que as reações demandam uma temperatura mais alta para atingir seu máximo conforme se aumenta a solubilização, com destaque para a condição a 1000 °C que apresenta maior temperatura para atingir os picos das reações. No item (c) que representa a formação de austenita reversa, novamente se observa a mesma tendência vista na reação de precipitação, porém, com menores diferenças da temperatura de pico, destaca-se a solubilização a 1100 °C com uma curva mais pronunciada e afastada para a direita. No item (d) a transformação de martensita para austenita por cisalhamento volta a se observar a tendência já citada, de a curva se tornar mais pronunciada e com maior temperatura de pico da reação para solubilizações mais altas, exceto para a solubilização a 1050 °C que quebra tal ordem.

A hipótese para a tendência de maior temperatura de pico para atingir o ponto máximo da reação nas condições de solubilização em temperaturas mais altas, se deve a um maior crescimento de grão nessas condições, tornando o material menos reativo que aqueles com menor tamanho de grão e maior área de contornos. Isso pode estar indicando uma redução na cinética das reações à medida que o grão prévio austenítico aumenta. Contudo, somente com um estudo cinético para as várias temperaturas de solubilização de modo a comparar as energias de ativação é que seria possível concluir as hipóteses levantadas.

Figura 44 – Reações no maraging a) Primeira reação de envelhecimento b) Segunda reação de envelhecimento c) Reversão da austenita por difusão d) Transformação da austenita por cisalhamento, para solubilizações entre 820 °C e 1100 °C



Fonte: o autor.

As temperaturas de início ( $T_i$ ), de pico ( $T_p$ ) e de fim ( $T_f$ ), além da área (entalpia) entre a linha de base e a curva estão registradas na Tabela 13 para as reações exotérmicas e na Tabela 14 para as reações endotérmicas.

Tabela 13 – Valores de temperaturas de início ( $T_i$ ), fim ( $T_f$ ), de pico ( $T_p$ ) e entalpia das reações exotérmicas em função da temperatura de solubilização

Solubilização (°C)	Evento 1				Evento 2			
	$T_i$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_f$ (°C)	Ent. (J/g)	$T_i$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_f$ (°C)	Ent. (J/g)
820	303,2	445,9	481,5	-3,11	499,4	543,8	597,5	-6,33
900	305,8	451,3	487,5	-2,03	498,8	546,8	595,4	-6,46
950	314,2	452,6	493,4	-2,23	497,8	548,1	596,4	-6,61
1000	294,4	461,6	508,6	-7,23	512,5	558,1	606,4	-7,05
1050	268,3	459,1	483,1	-3,14	505,8	549,8	586,4	-7,09
1100	280,5	458,8	486,7	-2,30	503,1	549,4	586,1	-6,37

Fonte: o autor.

Tabela 14 – Valores de temperaturas de início ( $T_i$ ), fim ( $T_f$ ), de pico ( $T_p$ ) e entalpia das reações endotérmicas em função da temperatura de solubilização

Solubilização (°C)	Evento 3				Evento 4		
	$T_i$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_f$ (°C)	Entalpia (J/g)	$T_i$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_f$ (°C)
820	615,8	669,7	730,5	34,04	730,5	753,4	786,3
900	612,2	672,9	731,2	41,56	731,2	755,2	791,2
950	612,9	672,6	734,2	41,62	734,2	759,1	800,3
1000	613,2	671,2	735,8	39,04	735,8	758,7	800,1
1050	628,5	674,1	736,7	44,18	736,7	760,4	802,6
1100	624,2	674,2	737,6	40,58	737,6	760,1	781,1

Fonte: o autor.

### 5.3 Caracterização microestrutural

Nesta seção, o aço maraging 300 sob diversas condições de tratamento foi caracterizado através de difração de raios-X e de microscopia ótica e eletrônica. O objetivo é identificar as fases formadas, como a martensita e provável austenita, além de observar e levantar informações referentes à sua microestrutura.

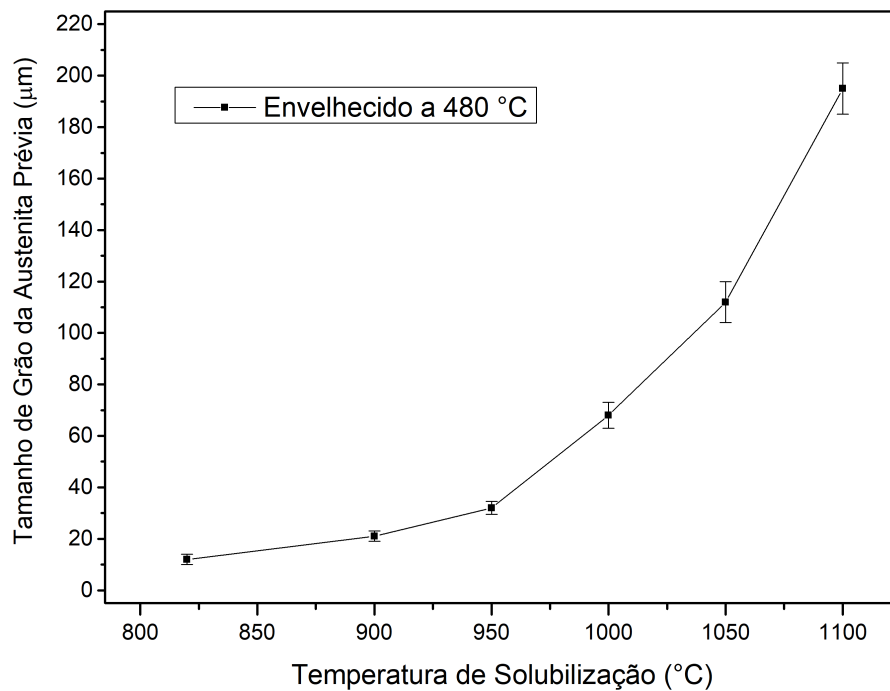
#### 5.3.1 Tamanho de grão da austenita prévia

Os resultados das medições de tamanho de grão da austenita prévia em função da temperatura de solubilização são apresentados na figura 45. A curva mostra que o grão prévio cresce com o aumento da temperatura de solubilização, e indica uma taxa lenta entre as temperaturas de 820 °C a 950 °C, e aumenta consideravelmente a partir de 1000 °C, chegando a atingir 195  $\mu\text{m}$  de tamanho médio para a temperatura de 1100 °C. O comportamento de crescimento rápido do grão, observado no gráfico a partir de 1000 °C é explicado pela dissolução dos carbonetos de titânio (TiC), que ocorre em temperatura relativamente próxima (seção 5.2.1), sendo essas partículas, responsáveis pela ancoragem dos contornos de grão e restrição ao

crescimento.

Esses resultados de tamanho médio de grão da austenita prévia concordam com valores encontrados na literatura (HE *et al.*, 2003; SINHA *et al.*, 1991), porém outros, como Masoumi *et al.* (2016), LIMA FILHO *et al.* (2016) observaram menores tamanho de grão para o aço maraging 300 submetidos a tratamentos similares.

Figura 45 – Efeito da temperatura de solubilização no tamanho de grão da austenita prévia do aço maraging 300



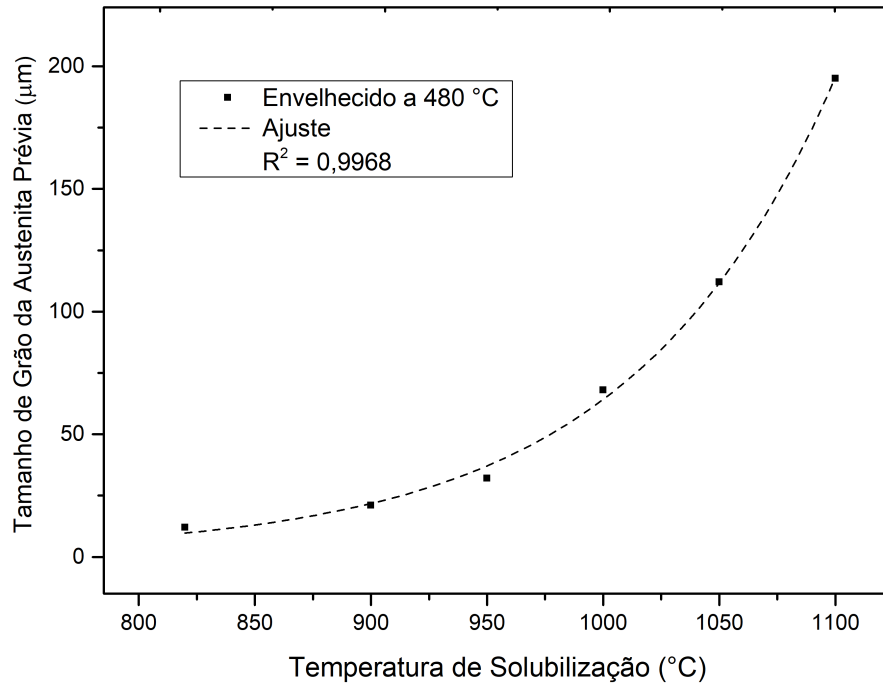
Fonte: o autor.

A Figura 46 apresenta a curva de ajuste em relação aos dados experimentais de tamanho médio de grão da austenita prévia para o aço maraging 300, submetido a diversas solubilizações e envelhecido a 480 °C. A partir da curva de ajuste pode-se constatar que o crescimento de grão para o aço maraging 300 obedece a uma função exponencial (5.1), onde 'TG' representa o tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ ) e 'T' a temperatura de solubilização (°C)."

$$TG = 7,77218 \cdot 10^{-4} \cdot \exp(0,0113 \cdot T) + 1,51789 \quad (5.1)$$

A Figura 47 compara o tamanho médio de grão da austenita prévia para o aço maraging 300 em duas temperaturas de envelhecimento, a 480 °C e 550 °C, ambas previamente solubilizadas nas mesmas temperaturas. O resultado confirma que a mudança na temperatura de envelhecimento não acarreta em crescimento do grão prévio da austenita, pois, de acordo com o

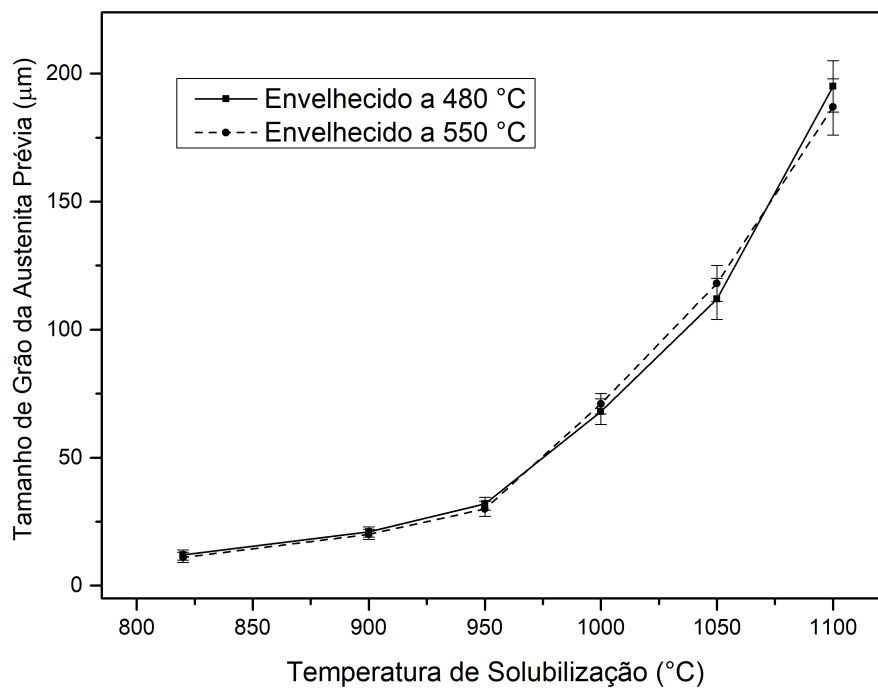
Figura 46 – Curva de crescimento exponencial do grão austenítico prévio em função da temperatura de solubilização, aço maraging 300



Fonte: o autor.

gráfico, as curvas praticamente coincidem, apresentando pequenas diferenças de comportamento estatístico.

Figura 47 – Comparação do crescimento de grão austenítico prévio em amostras solubilizadas e envelhecidas, aço maraging 300



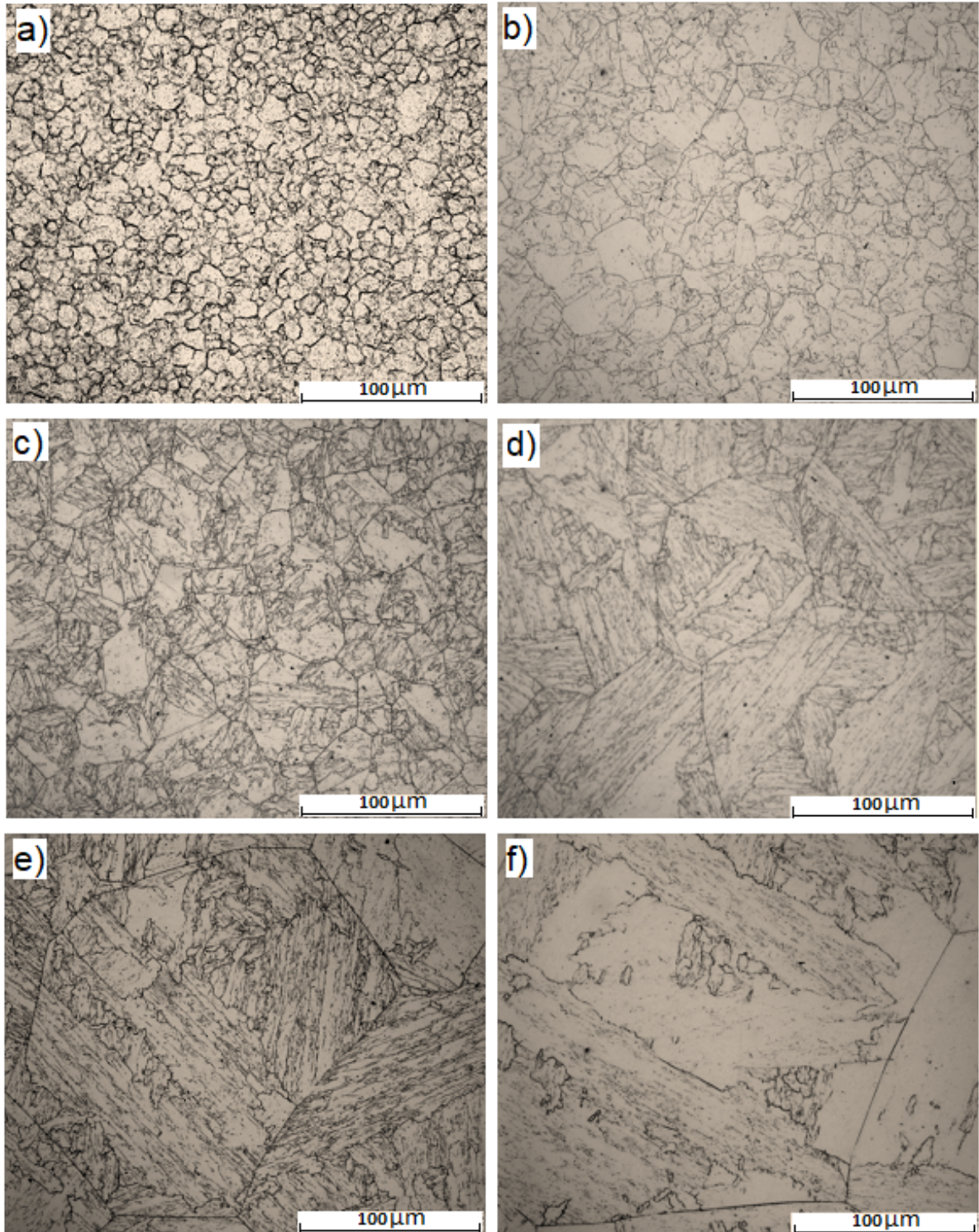
Fonte: o autor.

LIMA FILHO *et al.* (2016) em seu trabalho de pesquisa com o aço maraging 300, mostrou ser irrelevante a diferença de tamanho de grão da austenita prévia entre amostras solubilizadas e envelhecidas e apenas solubilizadas, concluindo que apenas o processo de solubilização promove o crescimento do grão prévio da austenita, reforçando o resultado deste estudo.

Microscopia ótica de amostras solubilizadas a diferentes temperaturas por 1 hora, seguido de envelhecimento a 480 °C por 3 h, são mostradas na Figura 48. O item (a) da Figura, tratado a 820 °C apresenta grãos de austenita prévia equiaxiais e uniformes, mostrando que aparentemente já ocorreu completa recristalização, processo que, acredita-se tenha sido potencializado pelo estado do material, laminado previamente e fortemente deformado. O que se vê em seguida, nas solubilizações entre 900 e 1000 ° são grãos equiaxiais uniformes que cresceram de forma mais discreta. A partir de 1000 °C até 1100 °C, é observado um crescimento bastante pronunciado, partindo de 68  $\mu\text{m}$  e atingindo 195  $\mu\text{m}$ . Além do contorno de grão da austenita prévia, os itens (e) e (f) da Figura 48 revelaram subestruturas de pacotes dentro dos grãos, típicas da martensita formada no aço maraging 18% Ni (FLOREZ *et al.*, 2021; MASOUMI *et al.*, 2016; LIMA FILHO *et al.*, 2016).



Figura 48 – Microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado nas temperaturas de a) 820 °C b) 900 °C c) 950 °C d) 1000 °C e) 1050 °C e f) 1100 °C, seguidos de envelhecimento a 480 °C



Fonte: o autor.

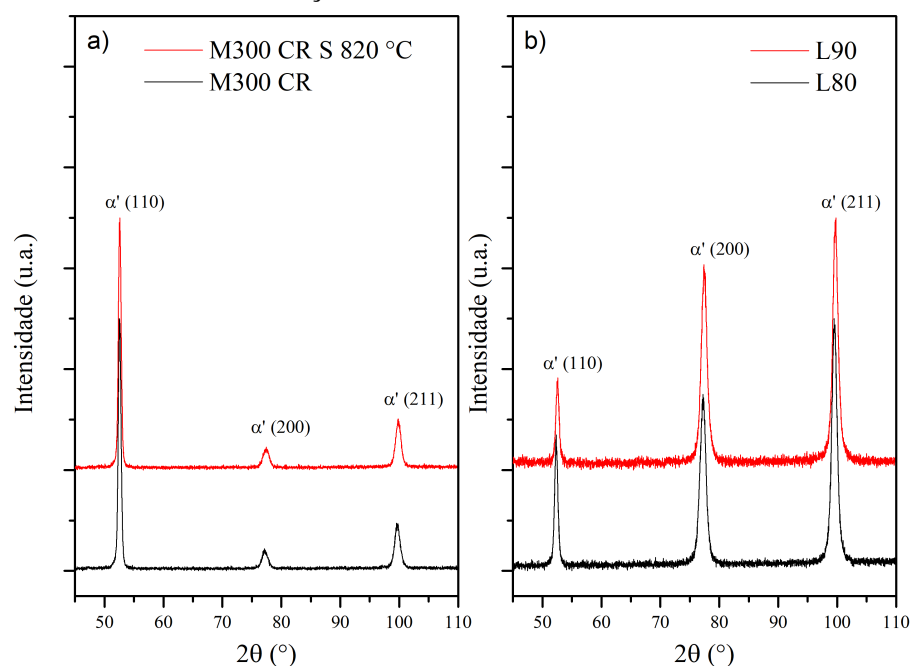
### 5.3.2 Difração de raios-X

Nesta seção serão apresentadas as difrações de raios-X para o aço maraging 300. O propósito é conhecer as estruturas que se formaram a partir da evolução dos diversos tratamentos térmicos realizados no material, além de identificar a presença de austenita reversa.

#### 5.3.2.1 Análise dos difratogramas

Conforme a seção 4.2 o aço maraging foi inicialmente solubilizado e em seguida laminado, a Figura 49 apresenta no item (a) uma comparação entre o material como recebido e após solubilizado a 820 °C, ambas as difrações mostram picos e ângulos de difração característicos da martensita cúbica de corpo centrado (FLOREZ *et al.*, 2021; MASOUMI *et al.*, 2016; SANTOS *et al.*, 2015). O item (b) compara o aço maraging 300 laminado a 80 % e a 90 % de redução, os difratogramas se mostram diferentes daqueles como recebido e solubilizado, apresentando significativa mudança nas intensidades difratadas e leves alterações no ângulo  $2\theta$ . O material laminado a 90 % teve picos difratados em ângulos  $2\theta$  levemente defasados em relação a 80 %. Essas diferenças encontradas se devem provavelmente a alterações no parâmetro de rede e surgimento de textura cristalográfica, ambas, consequência direta da deformação imposta pelo processo de laminação.

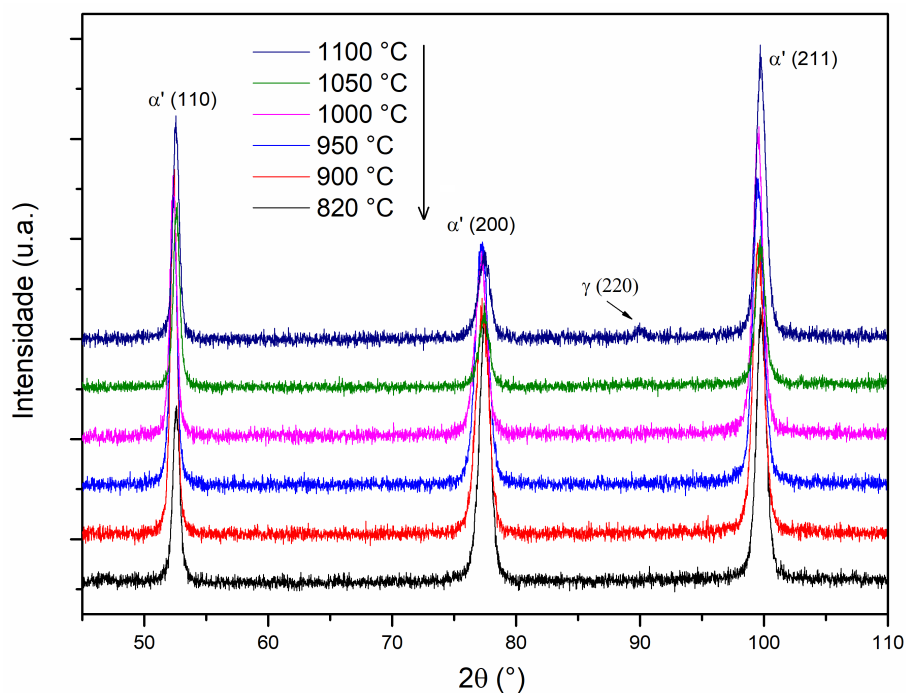
Figura 49 – DRX a) Maraging como recebido x Maraging solubilizado, b) Maraging Laminado com redução de 80 % e 90%



Fonte: o autor.

Após a laminação, o aço maraging foi submetido ao tratamento térmico de solubilização em diversas temperaturas (820 a 1100 °C), proporcionando recristalização e crescimento de grão (subseção 5.3.1). Na Figura 50 são apresentadas as difrações de raios-X para o aço maraging 300 solubilizado em diferentes temperaturas, e pode-se perceber que para as temperaturas de 820 °C até 1050 °C somente a martensita de estrutura CCC está presente. Na solubilização a 1100 °C é evidenciado a presença do pico difratado a 89,91 ° e no plano (220), correspondendo à fase austenita, retida após o resfriamento até a temperatura ambiente. Resultado similar obtiveram Masoumi *et al.* (2016) quando observaram 20 % de austenita retida após a solubilização do aço maraging 300 na temperatura de 1150 °C. De acordo com os mesmos autores, o enriquecimento da fase austenita de Ni, C e outros elementos, altera a temperatura  $M_s$  para abaixo da temperatura ambiente, implicando em transformação incompleta da austenita para martensita. Segundo Podder e Bhadeshia (2010) a solubilização acima de uma temperatura crítica leva a uma redistribuição dos elementos de liga entre as ripas de martensita e a fase de austenita dispersa.

Figura 50 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas

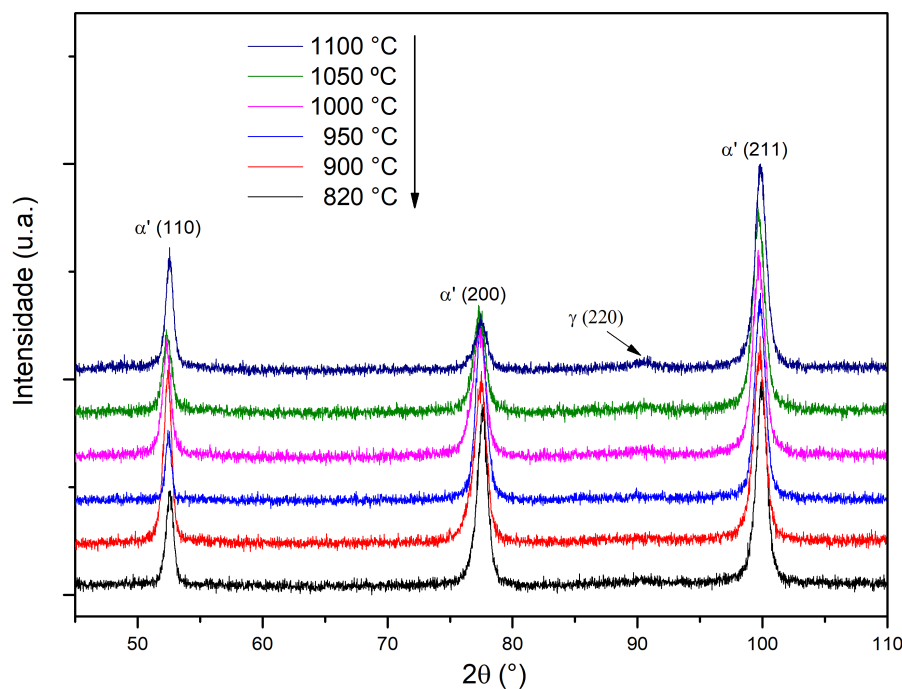


Fonte: o autor.

Os padrões de DRX para as amostras solubilizadas e envelhecidas a 480 °C são mostrados na Figura 51. Entre as solubilizações de 820 a 1050 °C somente se observa a presença de martensita cúbica, e a 1100 °C constata-se a presença de um pico de austenita. Neste caso pode-se afirmar que trata-se de austenita retida, proveniente da solubilização prévia ao

envelhecimento, conforme discutido anteriormente, ficando descartada austenita reversa. A presença de fase austenita no aço maraging 18 %Ni tem influência direta nas suas propriedades mecânicas e magnéticas (PARDAL, 2004). Além das observações já comentadas, destaca-se também uma redução do primeiro pico difratado (110) da martensita quando comparado ao difratograma do maraging 300 apenas solubilizado (Figura 50). Uma hipótese para essa mudança é a formação de textura cristalográfica após o envelhecimento, porém, uma discussão sobre esse tema somente será discorrida em seção posterior.

Figura 51 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 480 °C



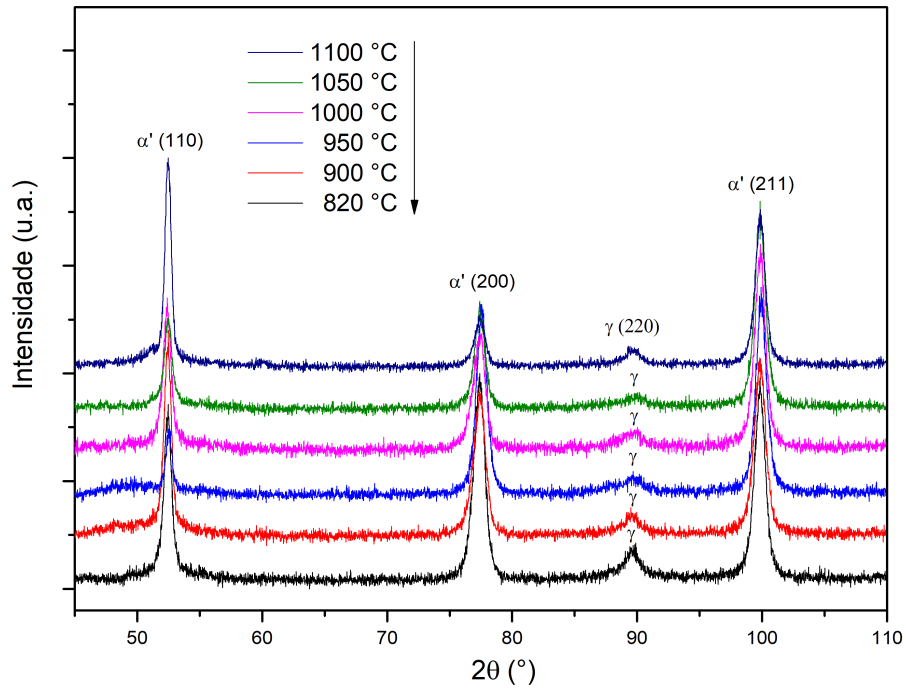
Fonte: o autor.

Os difratogramas para o aço maraging 300 solubilizado a varias temperaturas, envelhecido a 550 °C e resfriado em água são mostrados na Figura 52. É observado que para todas as temperaturas de solubilização, além dos picos referentes à martensita cúbica tem-se um pico da austenita, difratado no plano (220) e ângulo  $2\theta$  de 89,5° aproximadamente. À medida que a temperatura de solubilização aumenta é possível observar uma redução na intensidade do pico (220) até 1050 °C, e isso, pode indicar uma redução na reversão da austenita para o envelhecimento a 550 °C. Porém, somente pode-se afirmar, após a quantificação da austenita em seção posterior. Na temperatura de 1100 °C o pico (220) se apresenta um pouco mais intenso, isso pode estar relacionado com a austenita retida na solubilização, observada na Figura 50.

A Figura 53 mostra em destaque os picos (200) e (220), da martensita e austenita,



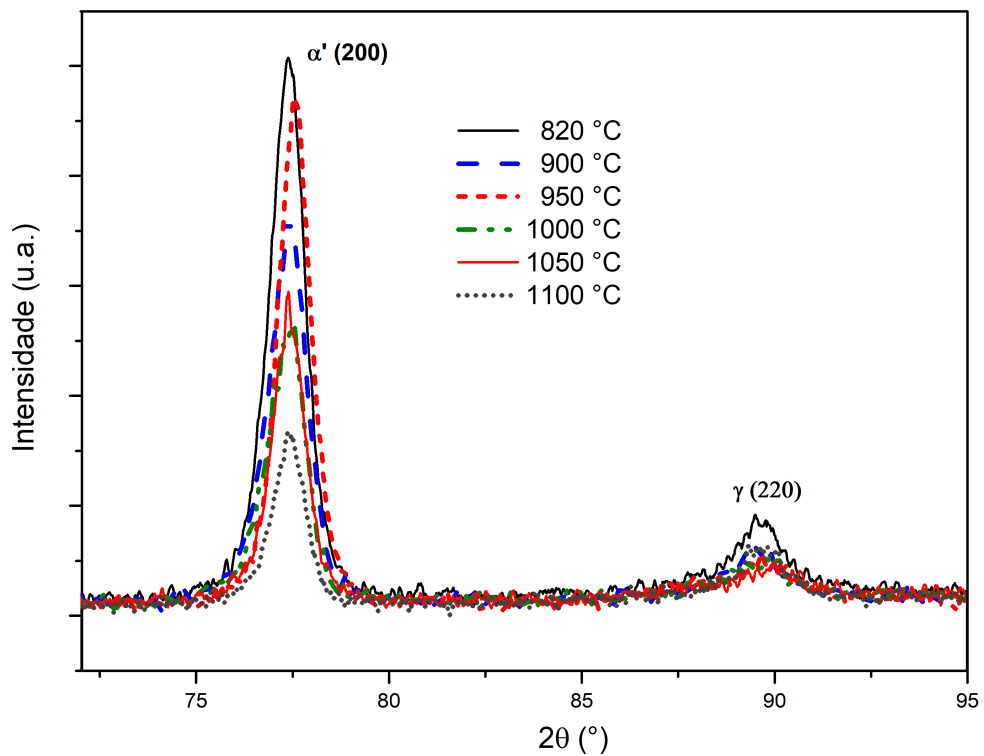
Figura 52 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriado em água



Fonte: o autor.

respectivamente, e fica mais aparente a redução de intensidade destes picos com o aumento da temperatura de solubilização.

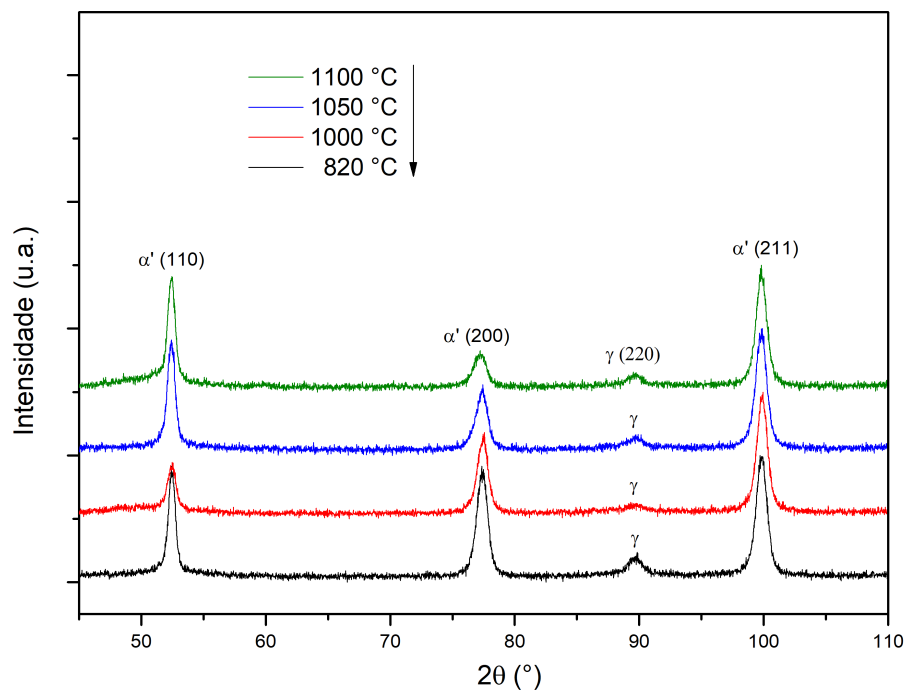
Figura 53 – DRX - destaque dos picos  $\alpha'$  (200) e  $\gamma$  (220)



Fonte: o autor.

Os resultados de difração de raios-X para o aço maraging 300 nas diversas solubilizações, envelhecido a 550 °C e resfriado em nitrogênio líquido são apresentados na Figura 54. O propósito do resfriamento em nitrogênio líquido era transformar a austenita reversa em martensita novamente ao atingir a temperatura  $M_s$  (criogênica), no entanto, observando os difratogramas constata-se o pico (220) da austenita, indicando que a transformação não ocorreu ou se deu apenas parcialmente. Isso será discutido na seção de resultados da quantificação da austenita. Com o aumento da temperatura de solubilização é possível observar uma redução no pico (220) da austenita e uma alteração na intensidade dos picos da martensita, crescimento do (110) e queda do (200). Isso pode indicar uma redução da austenita reversa e alteração na textura cristalográfica da martensita com o aumento da temperatura de solubilização, porém esses temas serão discutidos nas seções subsequentes.

Figura 54 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriado em N<sub>2</sub>

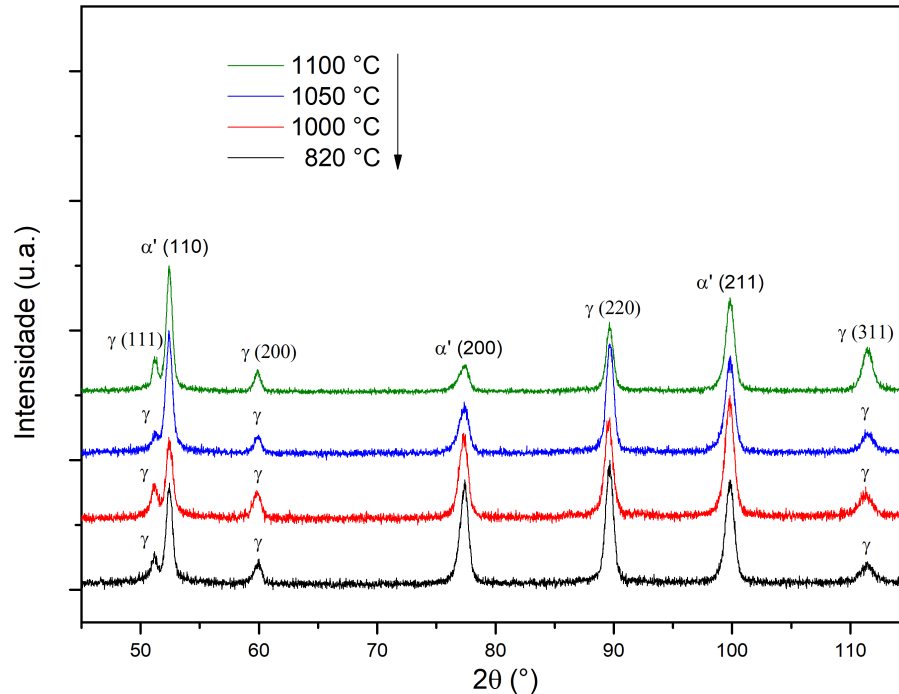


Fonte: o autor.

A difração de raios-X para aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas, envelhecido a 600 °C e resfriado em água é mostrada na Figura 55. Pelo difratograma observa-se a presença de vários picos da fase austenita, caracterizando um superenvelhecimento, que além da intensa precipitação de austenita reversa, também apresenta o coalescimento e dissolução de precipitados, implicando em redução de dureza e resistência mecânica (PARDAL *et al.*, 2005; VISWANATHAN *et al.*, 2005). A forte presença de austenita também acarreta em redução na

magnetização e aumento das perdas por histerese (ABREU *et al.*, 2015; HABIBY *et al.*, 1992).

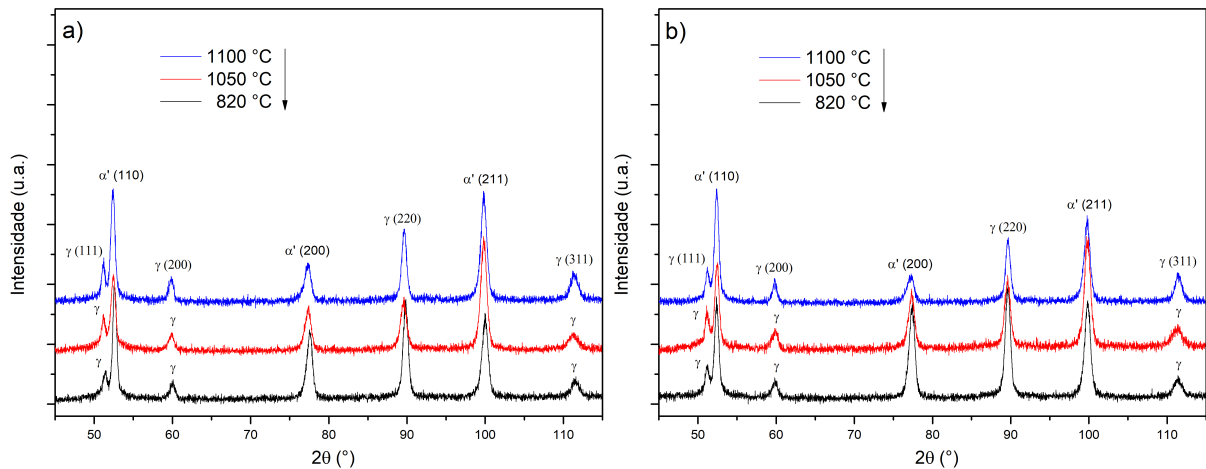
Figura 55 – DRX para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriado em água



Fonte: o autor.

A Figura 56 apresenta os difratogramas para o aço maraging 300 envelhecido a 600 °C, resfriado em  $N_2$  no item (a), e envelhecido duplamente a 600 °C e 500 °C no item (b), ambos solubilizados previamente nas mesmas temperaturas. O difratograma do item (a) mostra que apesar do resfriamento ter sido realizado em nitrogênio líquido, não houve diferença significativa em comparação com o mesmo envelhecimento resfriado em água (Fig. 55), ou seja, a austenita precipitada, após atingir temperaturas criogênicas ( $\sim -196$  °C) não transformou em martensita. O resultado da DRX para o aço maraging 300 após duplo envelhecimento (item (b)) se mostrou bastante semelhante àquele com envelhecimento simples (item (a)), isto é, picos tanto da martensita quanto da austenita difratando com intensidades e posições  $2\theta$  aproximadas. Quando se compara os resultados da Figura 56 com relação à solubilização, pode-se concluir que os picos da austenita se apresentam similares, com exceção do pico  $\gamma$  (220) que tem leve queda de intensidade com o aumento da temperatura do tratamento citado, mas não é possível afirmar se há redução no percentual da austenita revertida. Isso será melhor discutido na seção de quantificação de austenita, seção 5.3.2.2.

Figura 56 – DRX para o aço maraging 300 a) envelhecimento a 600 °C, resfriado em N<sub>2</sub> b) envelhecimento duplo 600 °C em N<sub>2</sub> + 550 °C em água, ambos solubilizados previamente nas mesmas temperaturas



Fonte: o autor.

### 5.3.2.2 Quantificação de austenita

A quantificação da austenita, eventualmente retida após a solubilização e revertida nos tratamentos de envelhecimento em temperaturas acima de 500 °C foi realizada através do método da comparação direta (seção 4.2.12) com os dados das difrações de raios-X (seção 5.3.2.1).

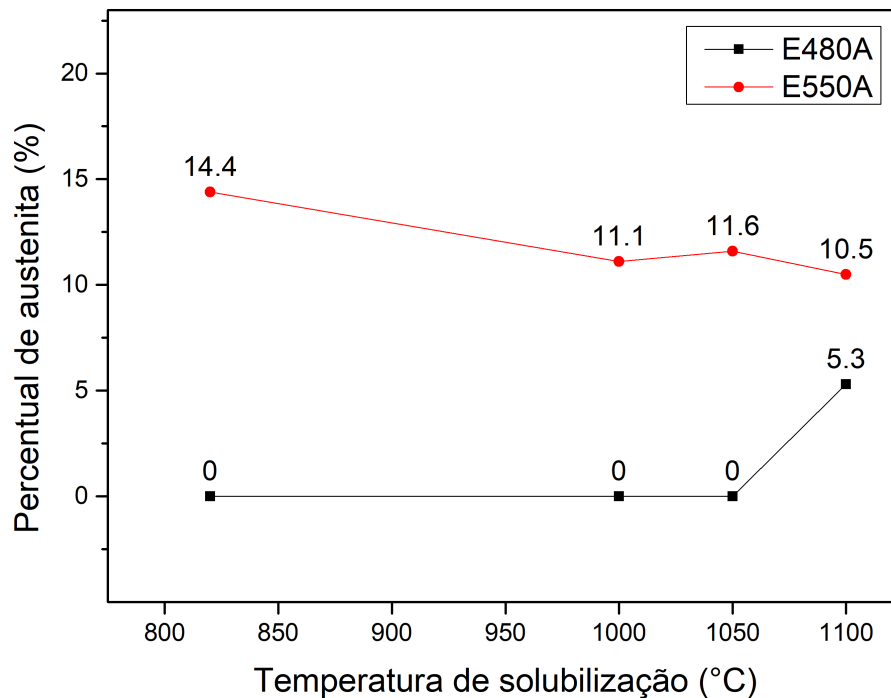
A literatura tem mostrado que o aço maraging 18% Ni após o tratamento de solubilização se apresenta completamente martensítico com estrutura cúbica de corpo centrado (FLOREZ *et al.*, 2021; LIMA FILHO *et al.*, 2016; SANTOS *et al.*, 2015), porém, neste estudo foi observado cerca de 5,3 % de austenita retida para a solubilização a 1100 °C. Em concordância com tal resultado, Masoumi *et al.* (2016) constataram a presença de cerca de 20 % de austenita retida após solubilização a 1150 °C.

A Figura 57 apresenta os percentuais de austenita em função da temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C e 550 °C, resfriados em água. Através da figura pode-se observar que para o envelhecimento a 480 °C apenas fase martensita está presente nas solubilizações entre as temperaturas de 820 °C e 1050 °C, porém a 1100 °C foi encontrado 5,3 % de austenita. A fase austenítica foi observada antes mesmo do envelhecimento, indicando que não se trata de austenita revertida, mas sim retida no tratamento de solubilização. Para o envelhecimento a 550 °C foi observado cerca de 14 % de austenita revertida para a solubilização a 820 °C, valor um pouco inferior àqueles que outros autores encontraram em temperaturas de envelhecimento aproximada (SANTOS *et al.*, 2020; LIAN *et al.*, 2019). Com o



aumento da temperatura de solubilização para 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C há uma queda na austenita reversa, para 11,1 % , 11,6 % e 10,5 %, respectivamente. Lian *et al.* (2019) observaram um decréscimo da austenita revertida com o aumento da temperatura de solubilização entre 800 °C e 950 °C, e estabilidade entre 950 °C e 1100 °C para um aço maraging inoxidável envelhecido a 510 °C. Na solubilização a 1100 °C (Fig. 57), do percentual de 10,5 % de austenita, apenas cerca de 5 % é reversa, o teor excedente se deve à presença de austenita retida antes do envelhecimento, conforme seção 5.3.2.1. Para a solubilização a 1050 °C, acredita-se que possa ter existido austenita retida antes do envelhecimento, assim como ocorreu para 1100 °C, porém, com percentual abaixo de 5 %, que não é detectado pela difração de raios-X. Essa suspeita se dá pelo fato de a literatura relatar uma redução da precipitação de austenita revertida com o aumento da temperatura de solubilização e crescimento de grão prévio da austenita, porém tal suposição não foi comprovada.

Figura 57 – Percentual de austenita para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido nas temperaturas de 480 °C e 550 °C

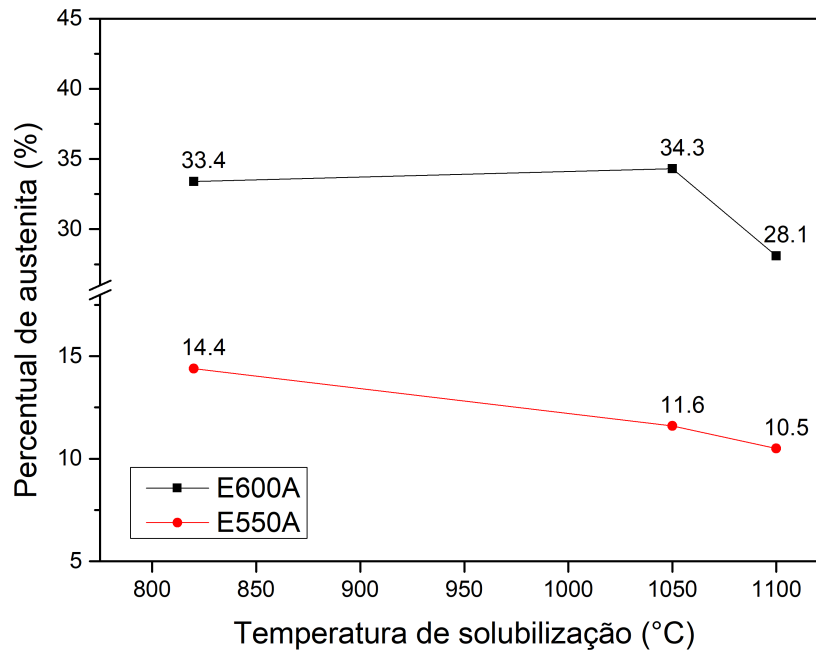


Fonte: o autor.

A Figura 58 compara o percentual de austenita revertida em envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, e pode-se notar percentuais bem superiores para 600 °C, evidenciando um processo de superenvelhecimento, atingindo percentuais superiores a 30 %, com exceção da solubilização a 1100 °C que apresentou 28 %. Diferente dos resultados para o envelhecimento na temperatura

de 550 °C, não foi observada uma queda contínua da austenita reversa no envelhecimento a 600 °C, mas sim um leve aumento percentual a 1050 °C e uma queda a 1100 °C. Os resultados referentes à temperatura usual de solubilização estão em concordância com Pardal *et al.* (2006).

Figura 58 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 550 °C e 600 °C, ambos resfriados em água

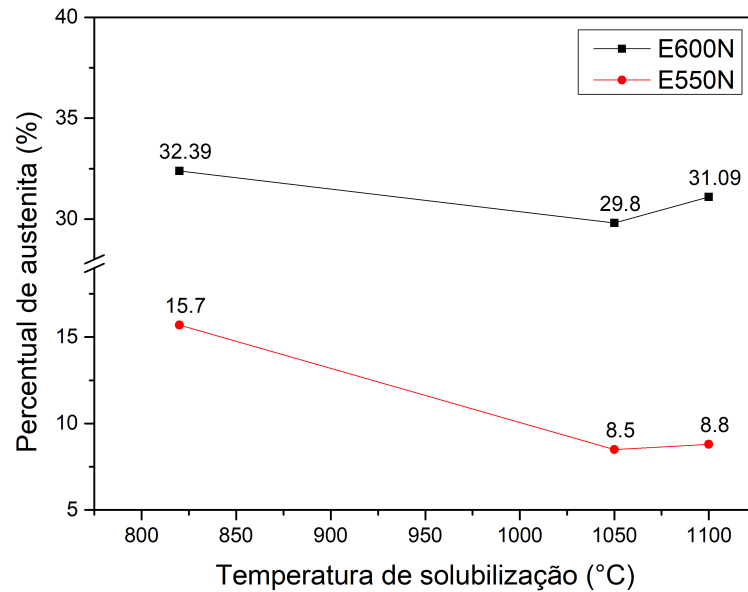


Fonte: o autor.

Os resultados para os envelhecimentos a 550 °C e 600 °C seguidos de resfriamento em nitrogênio líquido são apresentados na Figura 59. O gráfico mostra uma tendência de queda do percentual de austenita revertida com o aumento da temperatura de solubilização e uma leve recuperação a 1100 °C, isso para ambas temperaturas de envelhecimento. O resfriamento em nitrogênio líquido com objetivo de transformar a austenita reversa novamente em martensita, se mostrou com baixa eficácia, reduzindo apenas percentuais entre 1 e 4,5 %, sendo as maiores reduções para temperaturas de solubilização mais altas. Além disso, para as condições S820 E550N e S1100 E600N se observou um leve aumento no percentual de austenita revertida, quando comparado ao resfriamento em água. Ahmed *et al.* (1994) relataram reduções de cerca de 3 a 4 % para o aço maraging 350 envelhecido a 680 °C por 1 h seguido de resfriamento em N<sub>2</sub> por 15 minutos. Os autores não explicaram o porquê do baixo percentual transformado. Este trabalho não encontrou explicação para a baixa eficácia do resfriamento em nitrogênio líquido.

O envelhecimento duplo a 600 °C resfriado em nitrogênio líquido e 550 °C resfriado em água é apresentado na Figura 60 em conjunto com o envelhecimento simples a 600 °C

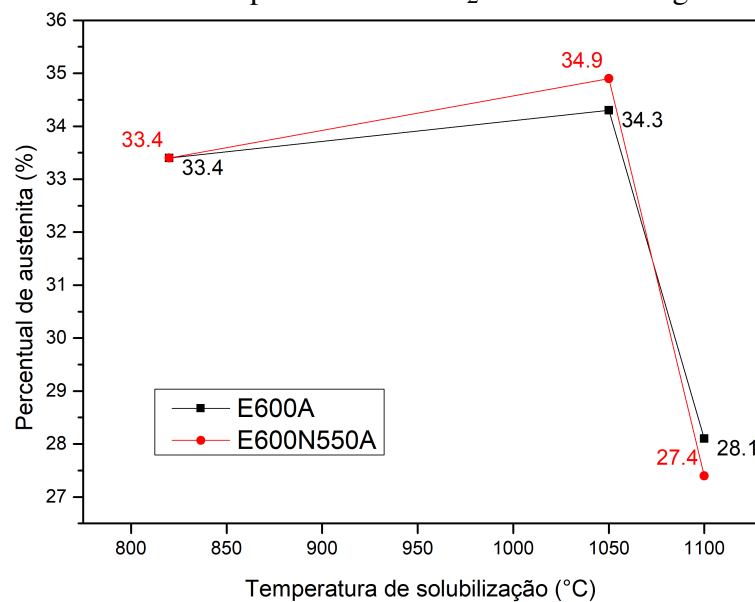
Figura 59 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, resfriados em N<sub>2</sub>



Fonte: o autor.

seguido de resfriamento em água, e pode-se constatar que nem o resfriamento em nitrogênio e nem o segundo envelhecimento a 550 °C influenciaram no percentual de austenita revertida do duplo envelhecimento, ou seja, o resfriamento em nitrogênio líquido teve baixa eficácia na transformação da austenita reversa em martensita.

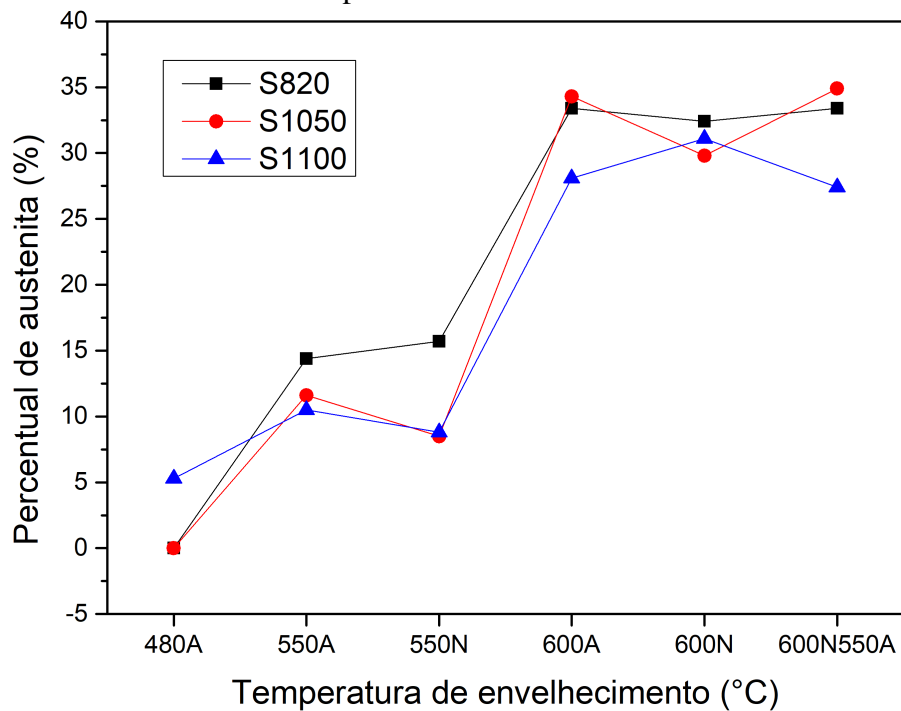
Figura 60 – Percentual de austenita revertida para o aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas seguido de envelhecimento a 600 °C resfriado em N<sub>2</sub> e envelhecimento duplo 600 °C em N<sub>2</sub> + 550 °C em água



Fonte: o autor.

A Figura 61 apresenta os percentuais de austenita revertida em relação à temperatura de envelhecimento, e como já é de pleno conhecimento na literatura (seção 3.1.3), essa fase cresce com o aumento da temperatura de tratamento. A figura compara três temperaturas de solubilização, 820 °C, 1050 °C e 1100 °C, e a tendência é de redução na formação de austenita revertida para as temperaturas de solubilização mais elevadas.

Figura 61 – Percentual de austenita para o aço maraging 300 solubilizado a 820 °C, 1050 °C e 1100 °C, seguido de envelhecimento em várias temperaturas



Fonte: o autor.

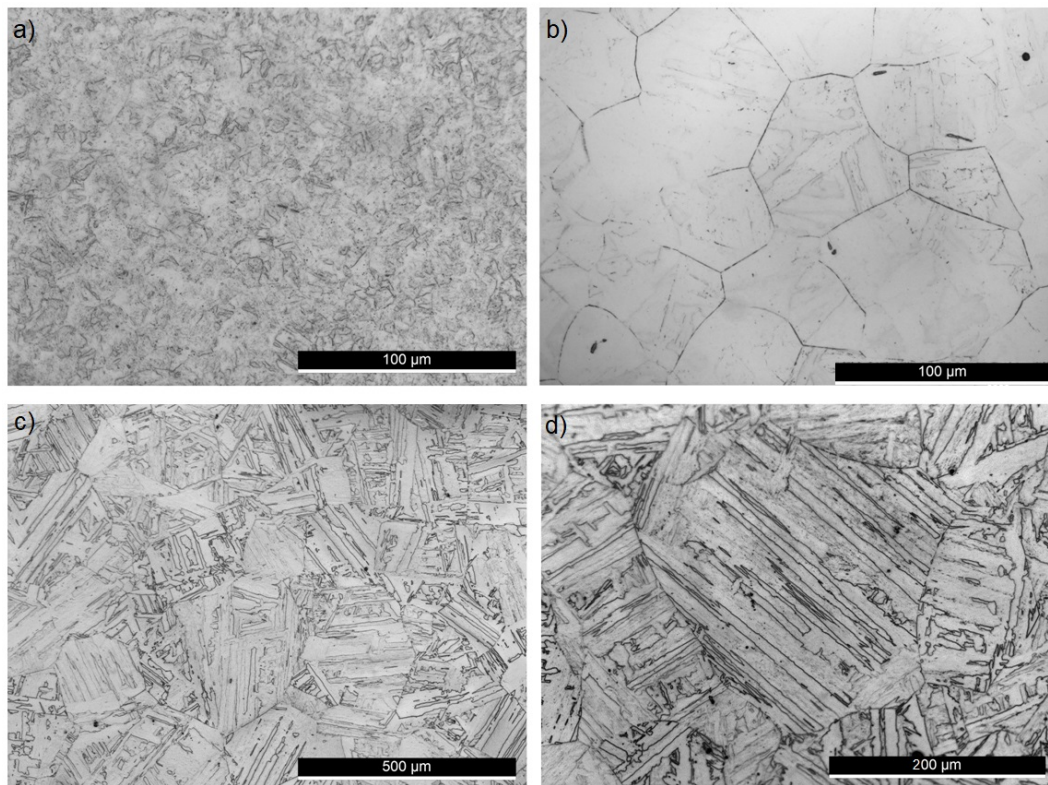
Para o envelhecimento (Fig. 61), conforme comentado acima, é possível constatar o aumento na reversão da austenita quando a temperatura é aumentada de 480 °C para 550 °C e 600 °C.

### 5.3.3 Microscopia ótica e eletrônica de varredura

#### 5.3.3.1 Amostras solubilizadas

As micrografias óticas de amostras do aço maraging 300 na condição de solubilizadas a 820 °C, 1000 °C e 1100 °C são apresentadas na Figura 62. O item (a) mostra a condição a 820 °C e pode-se observar uma estrutura de grãos de austenita prévia muito pequenos, sendo que através do microscópio ótico não foi possível evidenciar a subestrutura dentro desses grãos. O item (b) traz a condição de solubilização a 1000 °C, e fica muito claro o contorno de grão da austenita prévia e de forma mais sutil, no grão central, observam-se pacotes de martensita. Os itens (c) e (d) apresentam a condição a 1100 °C em ampliações de 200x e 500x, respectivamente. Nestes últimos itens é possível observar subestruturas de pacotes e blocos dentro do grão prévio da austenita, caracterizando a martensita tipo ripa.

Figura 62 – Microscopia ótica de amostras solubilizadas em a) 820 °C, b) 1000 °C, c) e d) 1100 °C

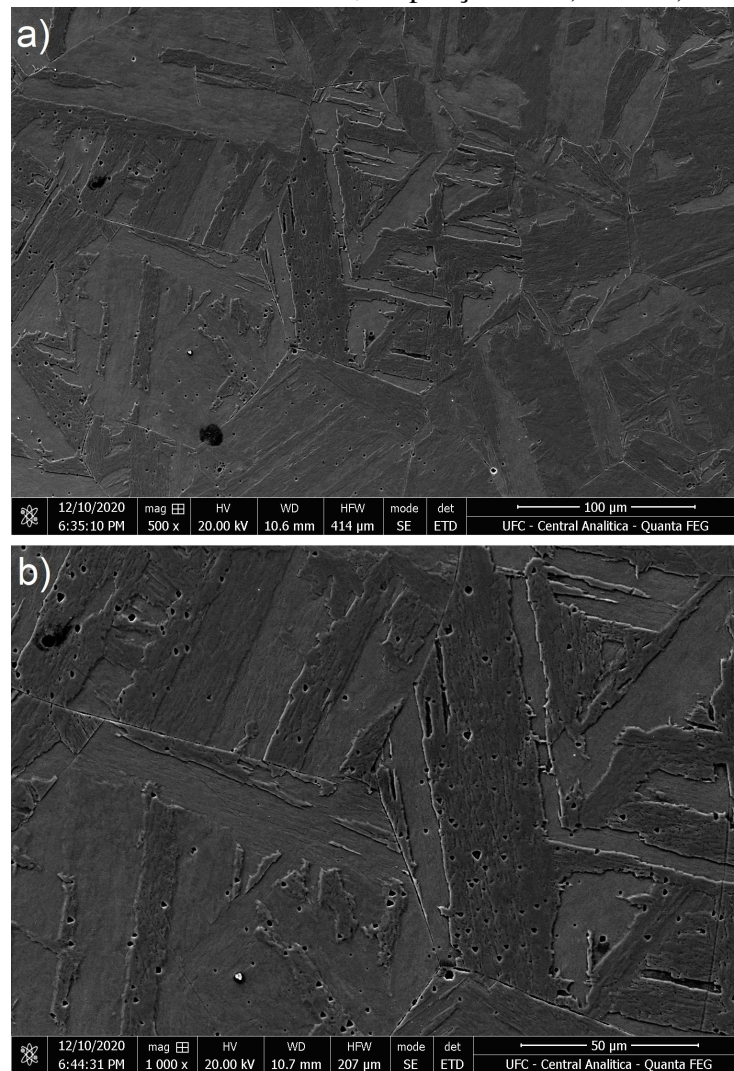


Fonte: o autor.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV) é mostrada na Figura 63 para o maraging 300 solubilizado a 1000 °C. Através da figura pode-se constatar a microestrutura martensítica tipo ripa, sendo possível identificar os contornos de grão da austenita prévia, além de subestruturas

de pacotes e blocos dentro do grão. A subestrutura de ripas dentro dos blocos não pôde ser observada, pois, conforme seção 3.1.2.1 seria necessário o microscópio eletrônico de transmissão (MET). A Figura 64 mostra a imagem de MEV para o aço maraging solubilizado novamente a 1000 °C, mas com ampliações de 5000x e 10000x, contudo não foi observada a presença de outras fases, além da martensita tipo ripa.

Figura 63 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1000°C, ampliação em a) 500x b) 1000x

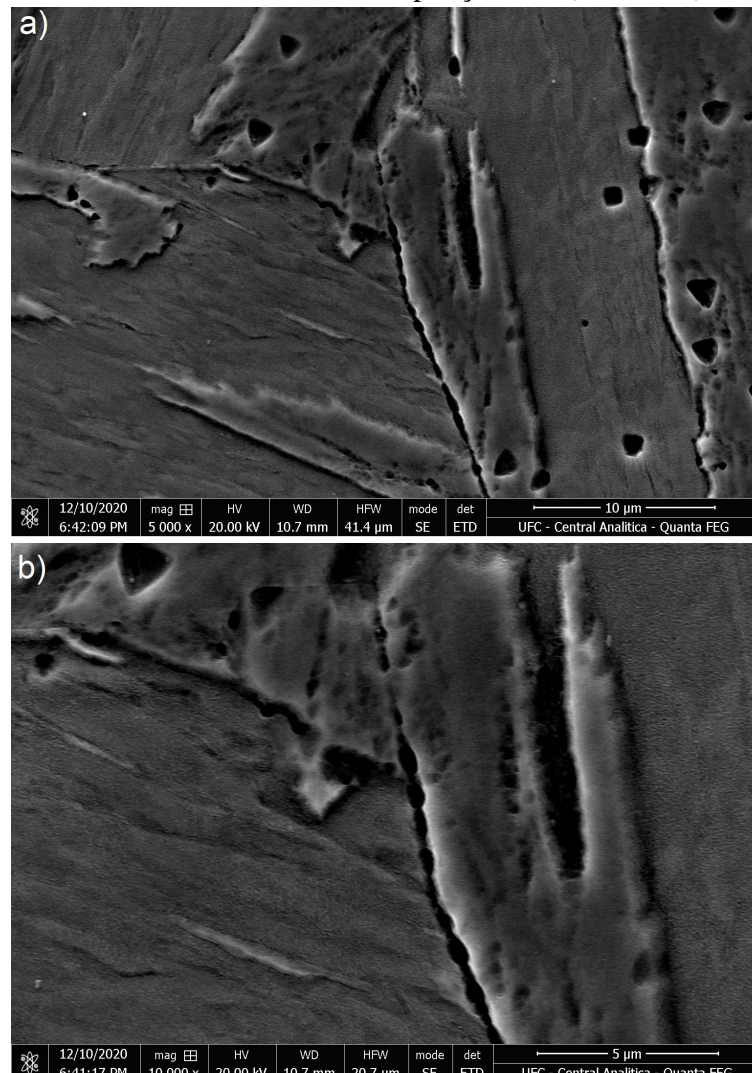


Fonte: o autor.

Para o aço maraging 300 na condição de solubilizado a 1050 °C a Figura 65 mostra micrografias através de MEV com ampliações de 1000x e 5000x nos itens (a) e (b), respectivamente. Novamente a estrutura se apresentou completamente martensítica do tipo ripa, com a diferença que esta exibiu maiores dimensões, desde grão prévio austenítico, até os pacotes e blocos. Apesar da suspeita de austenita retida em baixo teor, em virtude dos resultados de



Figura 64 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1000°C, ampliação em a) 5000x b) 10000x

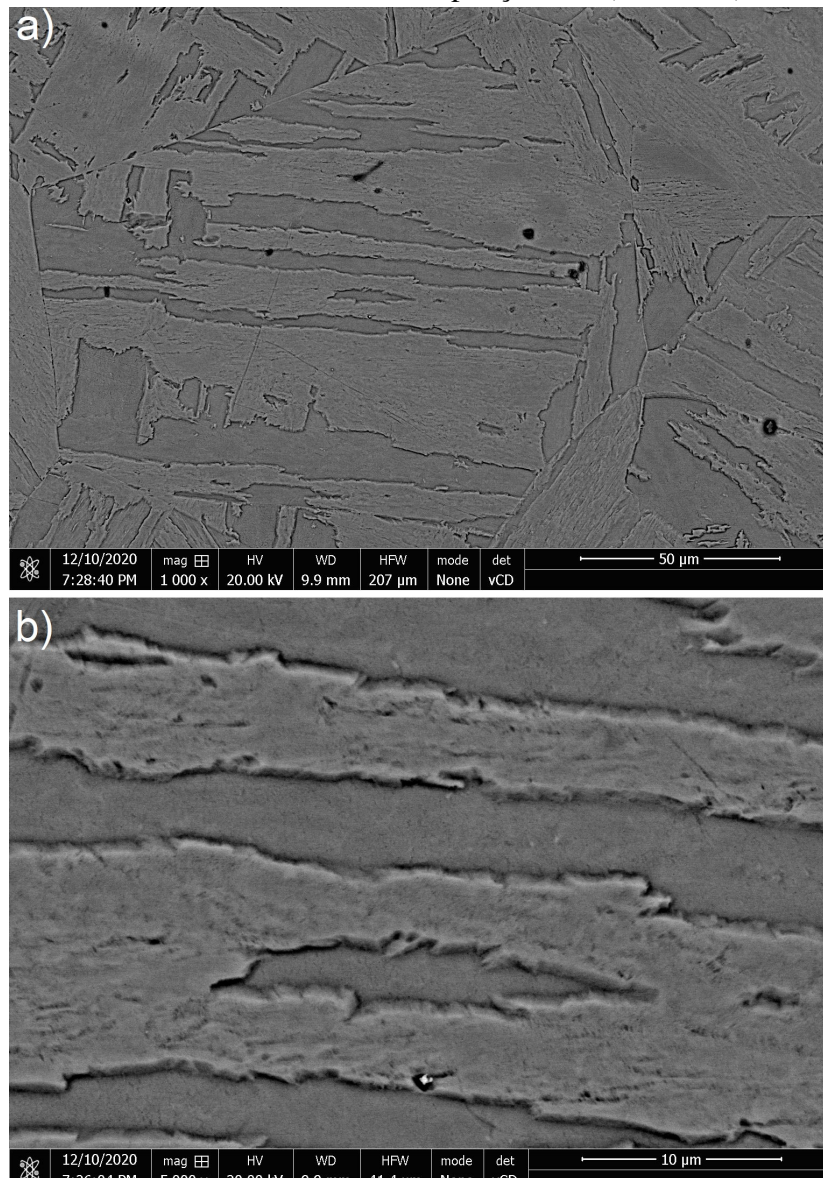


Fonte: o autor.

percentual de austenita em amostras solubilizadas a 1050 °C e envelhecidas a 550 °C, não foi observada a presença dessa fase na amostra apenas solubilizada a 1050 °C (Fig. 65), porém, isso não descarta totalmente a hipótese, visto que se trata de teor muito baixo, e além disso as microscopias representam regiões muito pequenas.

A Figura 66 apresenta as micrografias por MEV para o aço maraging 300 na condição de solubilizado a 1100 °C. É possível constatar a estrutura de martensita em ripas observado nas condições anteriores, porém com forte crescimento do grão prévio da austenita e de suas subestruturas de pacotes e blocos. Na Figura 66 (b) estão indicadas por setas brancas as regiões com indícios de austenita retida, conforme mostrada sua presença através da difração de raios-X, seção 5.3.2.1. As estruturas indicadas são similares à austenita observada na literatura (SANTOS *et al.*, 2020; FAROOQ *et al.*, 1987)

Figura 65 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1050°C, ampliação em a) 1000x b) 5000x

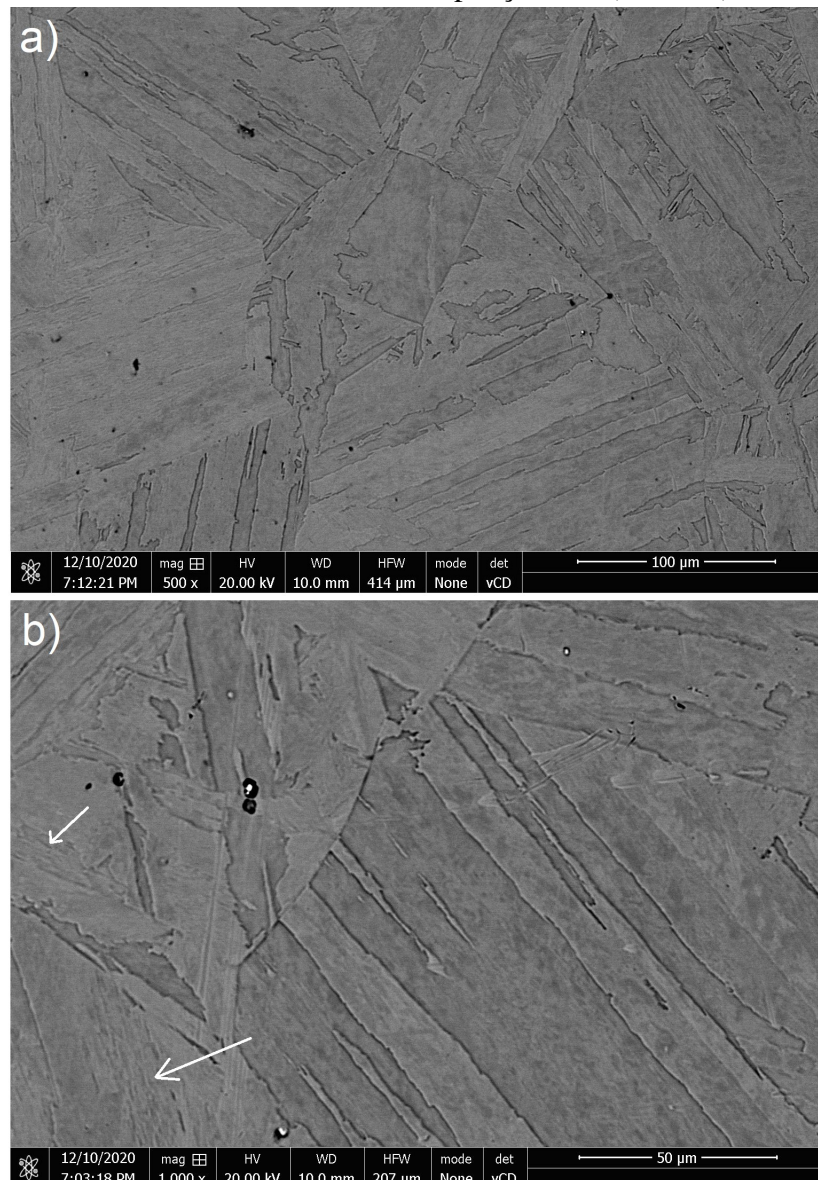


Fonte: o autor.

As micrografias mostraram que com a solubilização, as amostras se apresentaram completamente martensíticas do tipo ripa, com estruturas hierárquicas de grãos / pacotes / blocos / ripas, porém não foi possível a observação das ripas em virtude da limitação da técnica. A exceção foi para a condição a 1100 °C que foi encontrado indício de fase austenítica. Esses resultados são consistentes com os obtidos por outros autores (FLOREZ *et al.*, 2021; KLAPUT, 2015; TAMURA *et al.*, 1982; SAUL *et al.*, 1970). Para revelar as microestruturas mostradas nessa seção, tanto por microscopia ótica quanto por MEV foi utilizado reagente Nital 4% por períodos de tempo entre 2 a 8 minutos.



Figura 66 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 1100 °C, ampliação em a) 500x b) 1000x



Fonte: o autor.

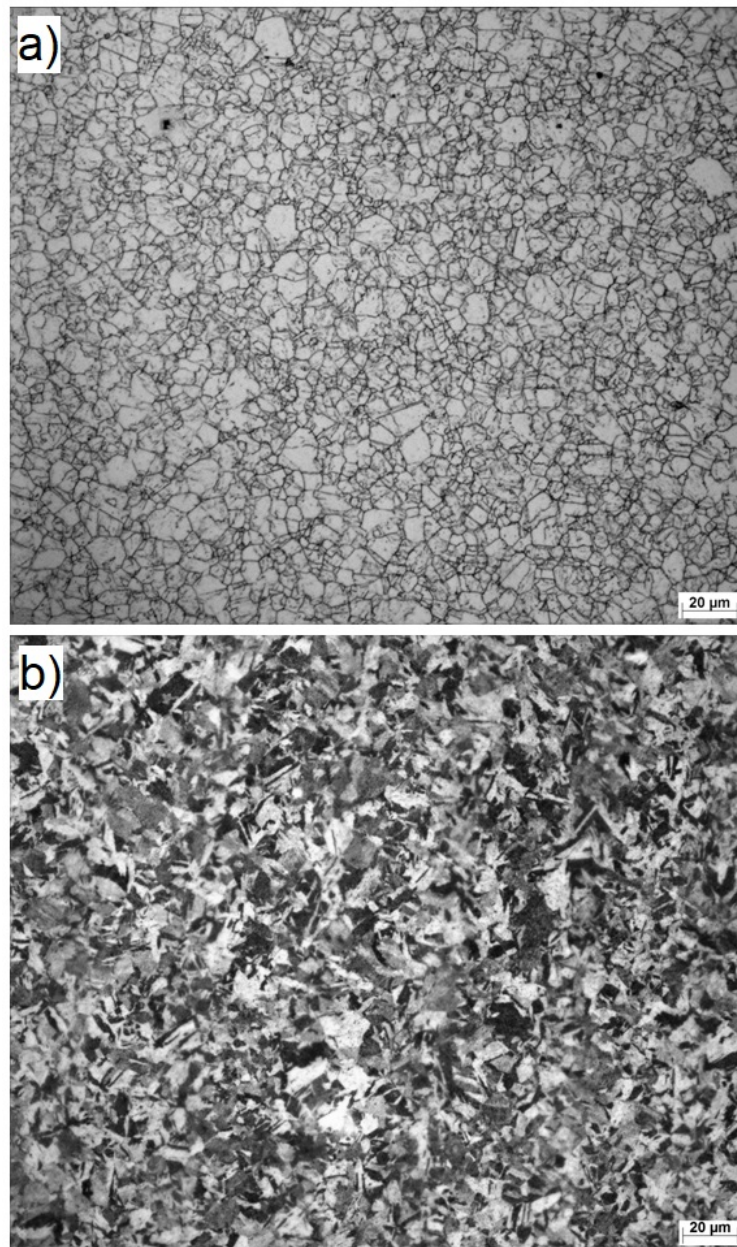
### 5.3.3.2 Amostras envelhecidas

Nesta seção são mostrados os resultados de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura para o aço maraging 300, solubilizado e envelhecido em várias temperaturas. O propósito é observar as microestruturas formadas, bem como sua morfologia com a evolução dos tratamentos, além de buscar identificar a presença de austenita revertida.

A Figura 67 apresenta a microscopia ótica do maraging 300 solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C, a imagem (a) mostra uma estrutura de grãos pequenos e uniformes, já na imagem (b) com ataque por marble, a provável estrutura martensítica em ripas, porém pela baixa ampliação não se consegue identificar os pacotes e blocos. Microscopia eletrônica de

varredura para a mesma condição é mostrada na Figura 68, e com ampliações mais significativas, se observa além dos contornos de grão prévio da austenita (CGPA) os contornos de pacote (CP) indicados por setas brancas em (a), e supostos blocos indicados por setas pretas em (b). Não foi encontrada austenita revertida para essa condição. Esses resultados são consistentes com os de outros autores (FLOREZ *et al.*, 2021; MASOUMI *et al.*, 2016).

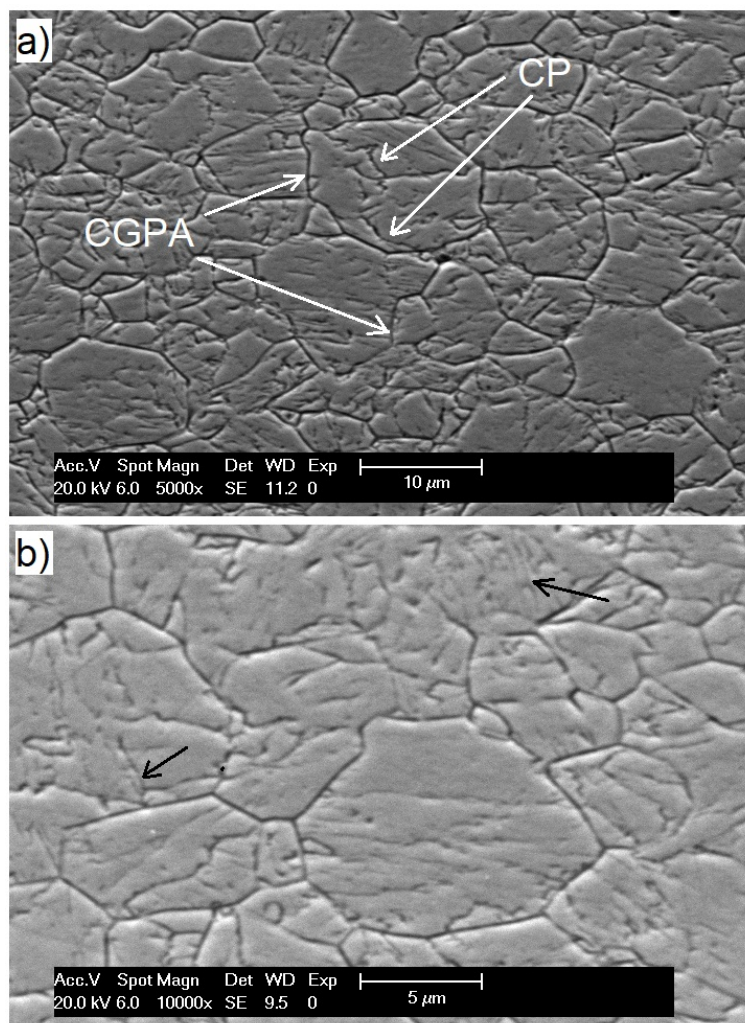
Figura 67 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C e envelhecida a 480 °C, ataque em a) ácido crômico b) Marble



Fonte: o autor.

Microscopias óticas do aço maraging 300 solubilizado a 820 °C e envelhecido a 550 ° e 600 °C são mostradas nas Figuras 69 e 71, respectivamente, e do ponto de vista do tamanho

Figura 68 – Microscopia eletrônica de varredura de amostra solubilizada a 820 °C e envelhecida a 480 °C, ataque em ácido crômico  
a) 5000x b) 10000x



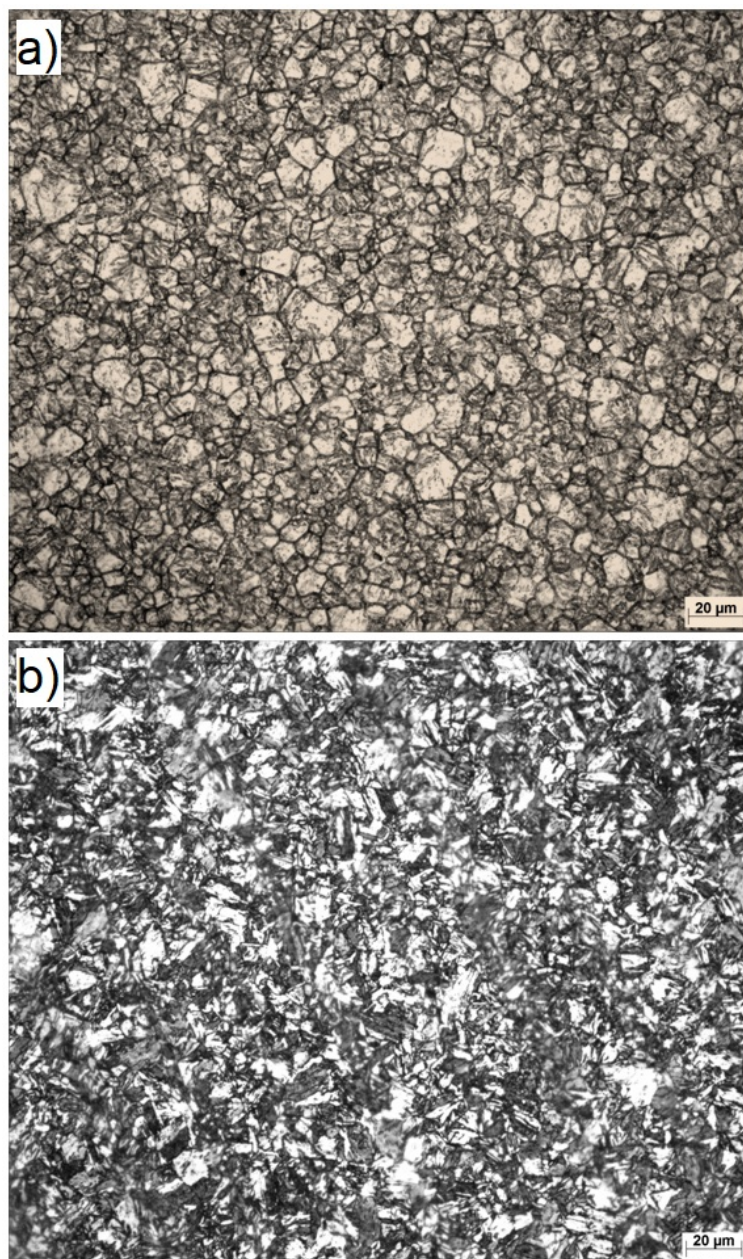
Fonte: o autor.

de grão se apresentam bem semelhantes, esse comportamento foi também exibido na seção 5.3.1 através da Figura 47.

As microscopias mostradas até aqui foram reveladas com ácido crômico, que é muito indicado para contorno de grão da austenita prévia, já a Figura 70 apresenta o aço maraging 300 na condição de solubilizado a 820 °C, envelhecido a 550 °C e resfriamento em N<sub>2</sub>, revelado com ácido crômico e nital, sendo possível observar algumas regiões claras. Duas regiões delimitadas por círculos brancos e identificadas por 1 e 2 foram ampliadas e exibidas logo abaixo, e observa-se pequenas estruturas na forma de agulhas brancas, ou seja, possível fase austenita precipitada no interior do grão. Essa suspeita é reforçada pelos resultados de difração de raios-X, que também mostraram presença de fase austenita nestas condições. Pardal *et al.* (2006), Farooq *et al.* (1987) apresentaram em suas pesquisas resultados similares aos encontrados neste estudo.



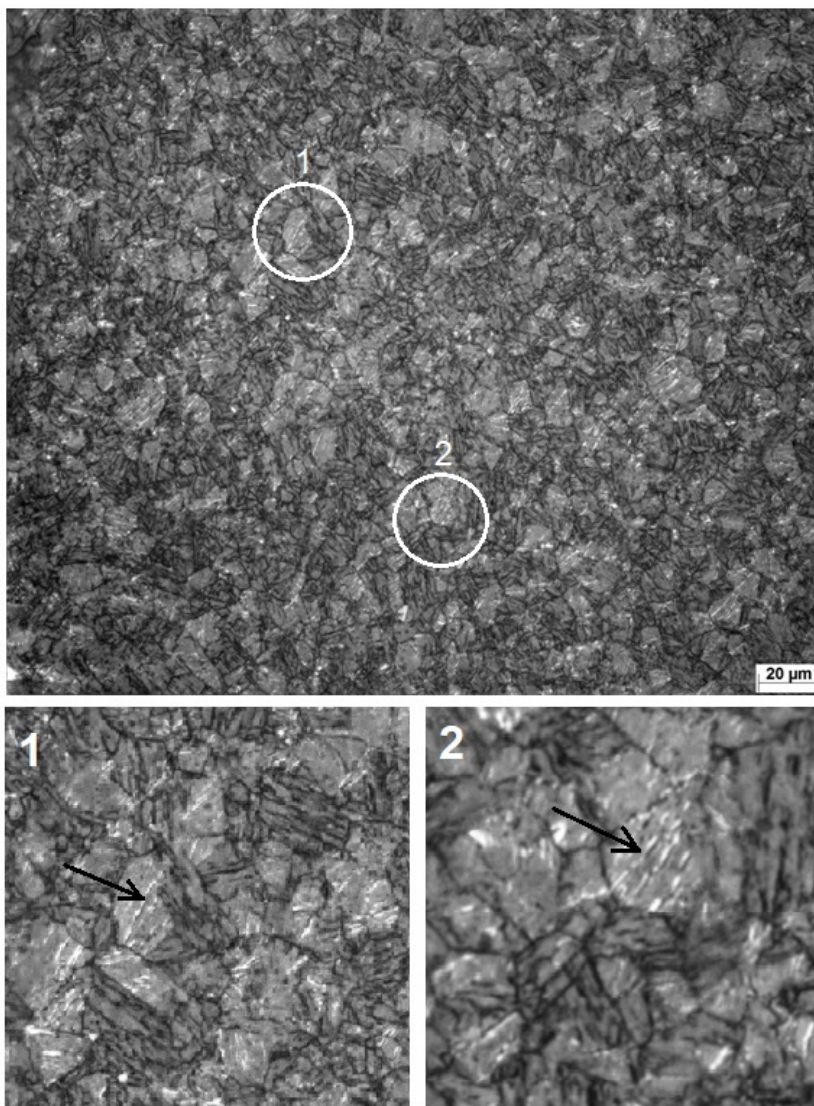
Figura 69 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 550 °C e resfriada em água, ataque em a) ácido crômico b) marble



Fonte: o autor.

Microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1000 °C, 1050 °C e 1100 °C, todos envelhecidos a 480 °C são exibidas na Figura 72 (a), (b) e (c), e conforme mostrado em seção anterior, o grão prévio da austenita sofre forte crescimento a partir da solubilização a 1000 °C. A imagem mostra que a estrutura da martensita em ripas, tais como pacotes e blocos, também acompanham o intenso crescimento do grão prévio, e são claramente identificados, mesmo através do microscópio ótico.

Figura 70 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 550 °C e resfriada em nitrogênio líquido, ataque em ácido crômico e nital 4%

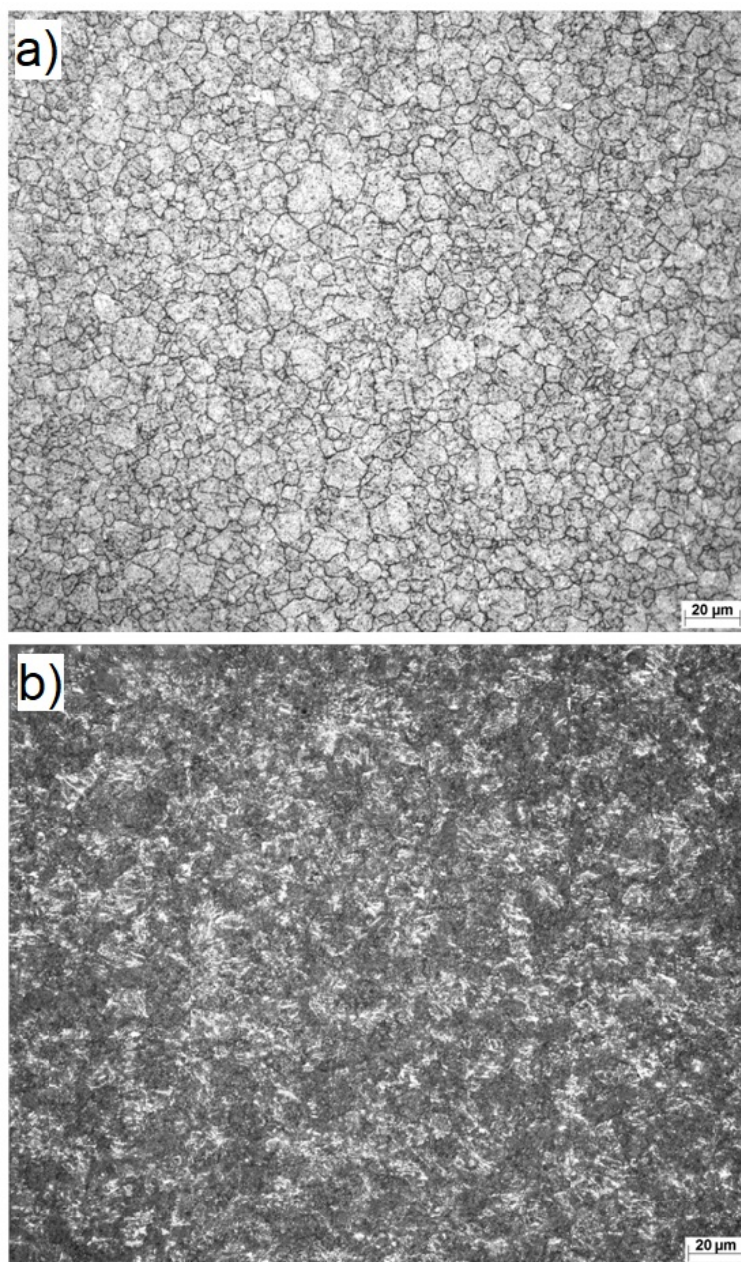


Fonte: o autor.

As Figuras 73 e 74 apresentam microscopias óticas de condições solubilizadas a 1050 °C e 1100 °C, envelhecidas a 480 °C, mas com ataque final em marble. Este reagente promove a revelação da estrutura da martensita ao invés do contorno de grão da austenita prévia, mostrando de forma mais evidente a delimitação dos pacotes de martensita pelos blocos dispostos em posições paralelas. Esses resultados estão alinhados com a literatura (LIMA FILHO *et al.*, 2021; TAMURA *et al.*, 1982; SAUL *et al.*, 1970).



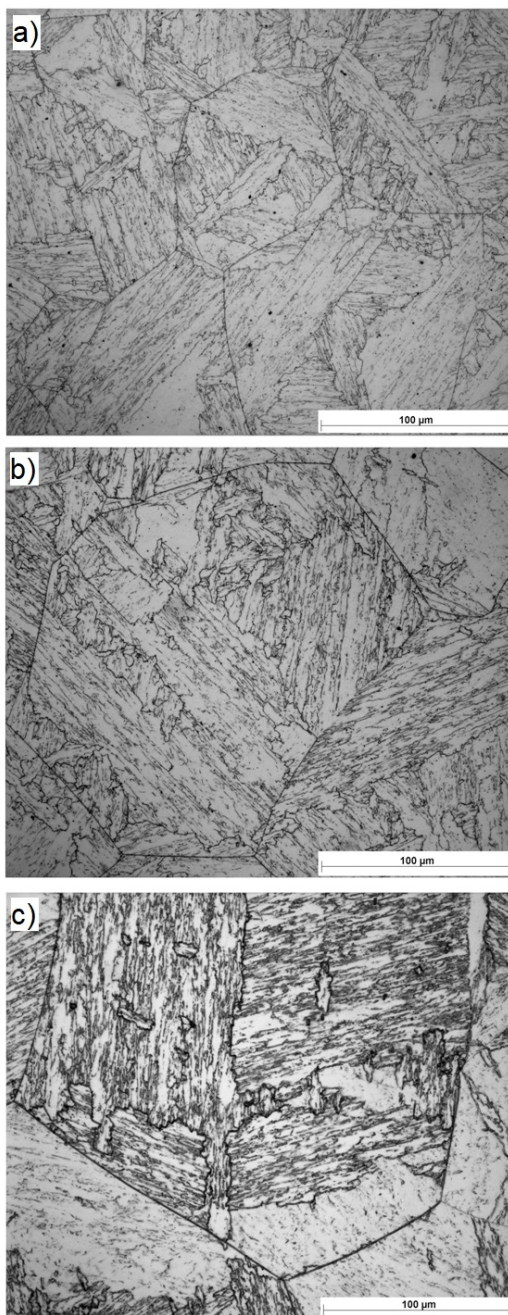
Figura 71 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 820 °C, envelhecida a 600 °C e resfriada em água, ataque em a) ácido crômico b) ácido crômico seguido de marble



Fonte: o autor.

A Figura 75 apresenta imagens de microscopia ótica do aço maraging 300 solubilizado a 1100 °C e envelhecido a 600 °C. Através das imagens constata-se o forte crescimento do grão prévio da austenita, consequência do tratamento de solubilização em alta temperatura. O item (a) da Figura 75 também indica a precipitação de austenita reversa em regiões localizadas (retângulos brancos), ou seja, a ocorrência de ilhas de austenita, típicas de um superenvelhecimento. No item (b) observa-se a austenita revertida em formato de agulhas brancas, indicadas por setas. Pardal *et al.* (2006), Farooq *et al.* (1987) encontraram resultados em acordo com o

Figura 72 – Microscopia ótica de amostras solubilizadas a a) 1000 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, e envelhecidas a 480 °C, ataque ácido crômico



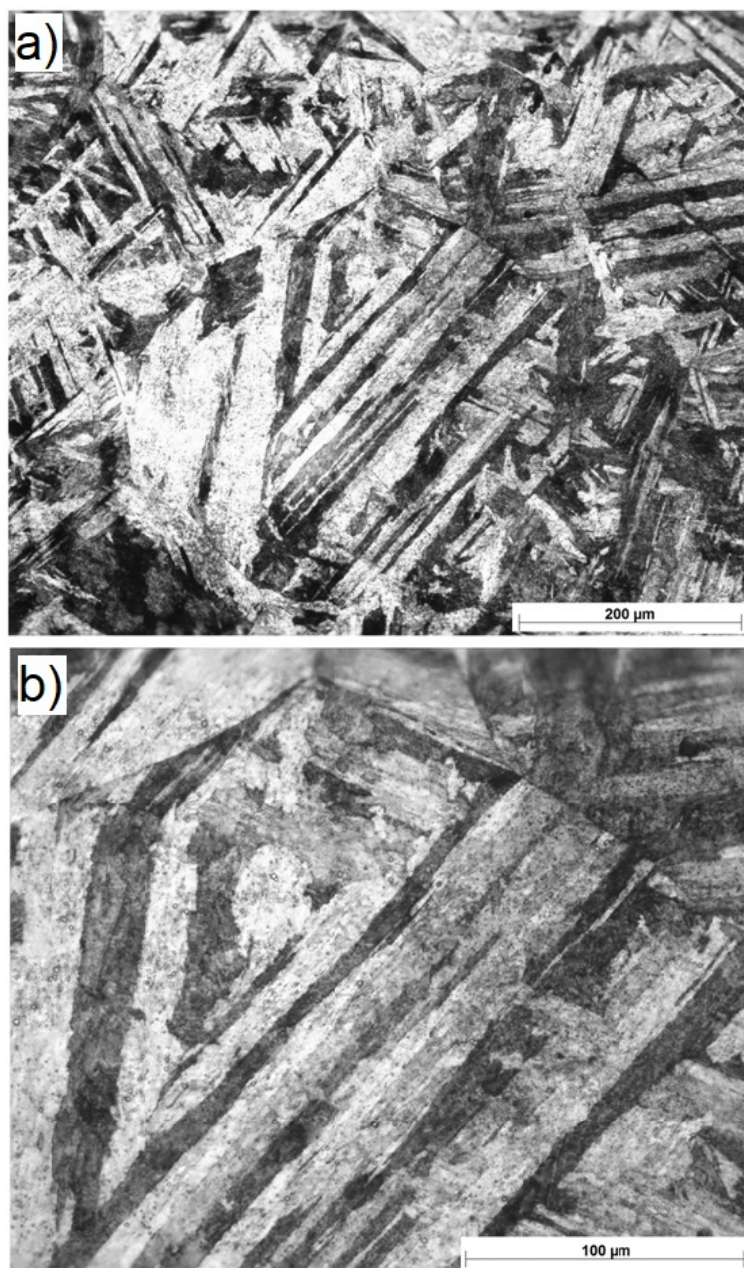
Fonte: o autor.

presente estudo para o aço maraging 18 %Ni superenvelhecido.

Microscopia eletrônica de varredura do aço maraging 300 solubilizado a 1100 °C e envelhecidos a 550 °C e 600 °C são mostrados na Figura 76 itens (a) e (b), respectivamente. Em ambas as imagens constata-se a presença de camadas de uma segunda fase indicadas por setas brancas, que trata-se de austenita revertida, proveniente do tratamento de envelhecimento. Santos *et al.* (2020), Santos *et al.* (2015) observaram resultado semelhante para o aço maraging 18% Ni



Figura 73 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1050 °C, envelhecida a 480 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico e marble a) 200x b) 500x

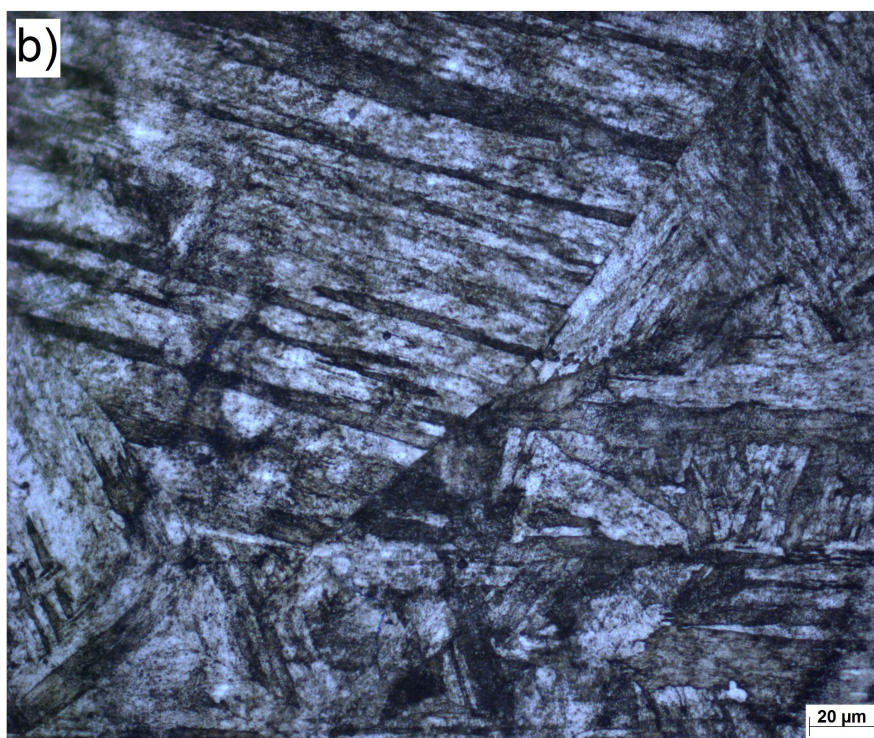
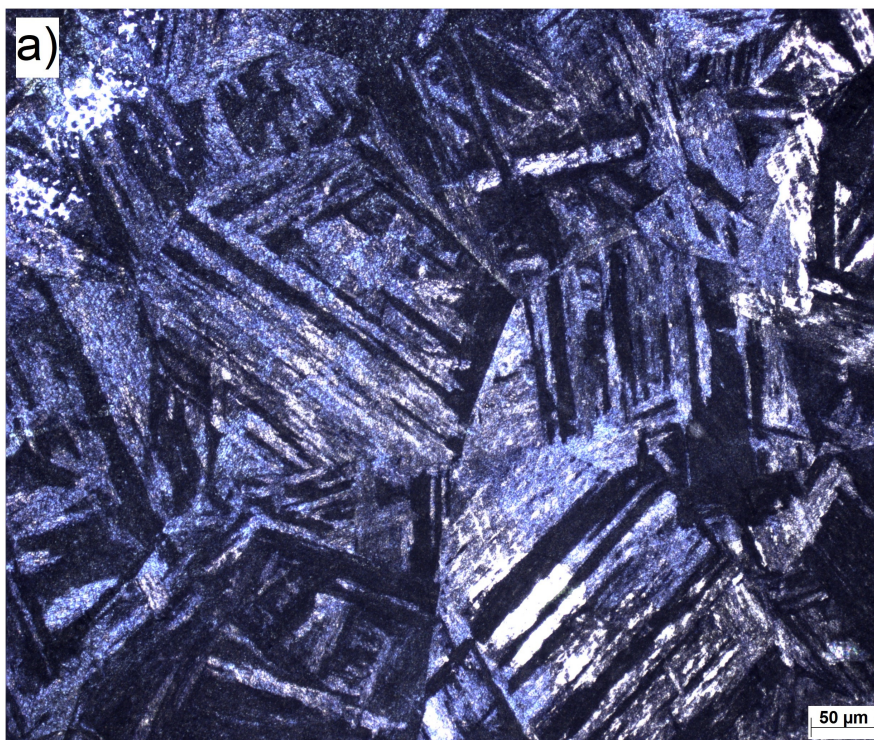


Fonte: o autor.

envelhecido a 570 °C. Fica evidente a grande diferença de volume percentual desta segunda fase, conforme se observa nas imagens de MEV para amostras envelhecidas a 550 °C e 600 °C. O aumento da temperatura e do tempo de envelhecimento provocam um acréscimo no volume de austenita revertida nos aços maraging 18% Ni, impactando de forma negativa as propriedades mecânicas e magnéticas dessas ligas (ABREU *et al.*, 2015; PARDAL *et al.*, 2007)



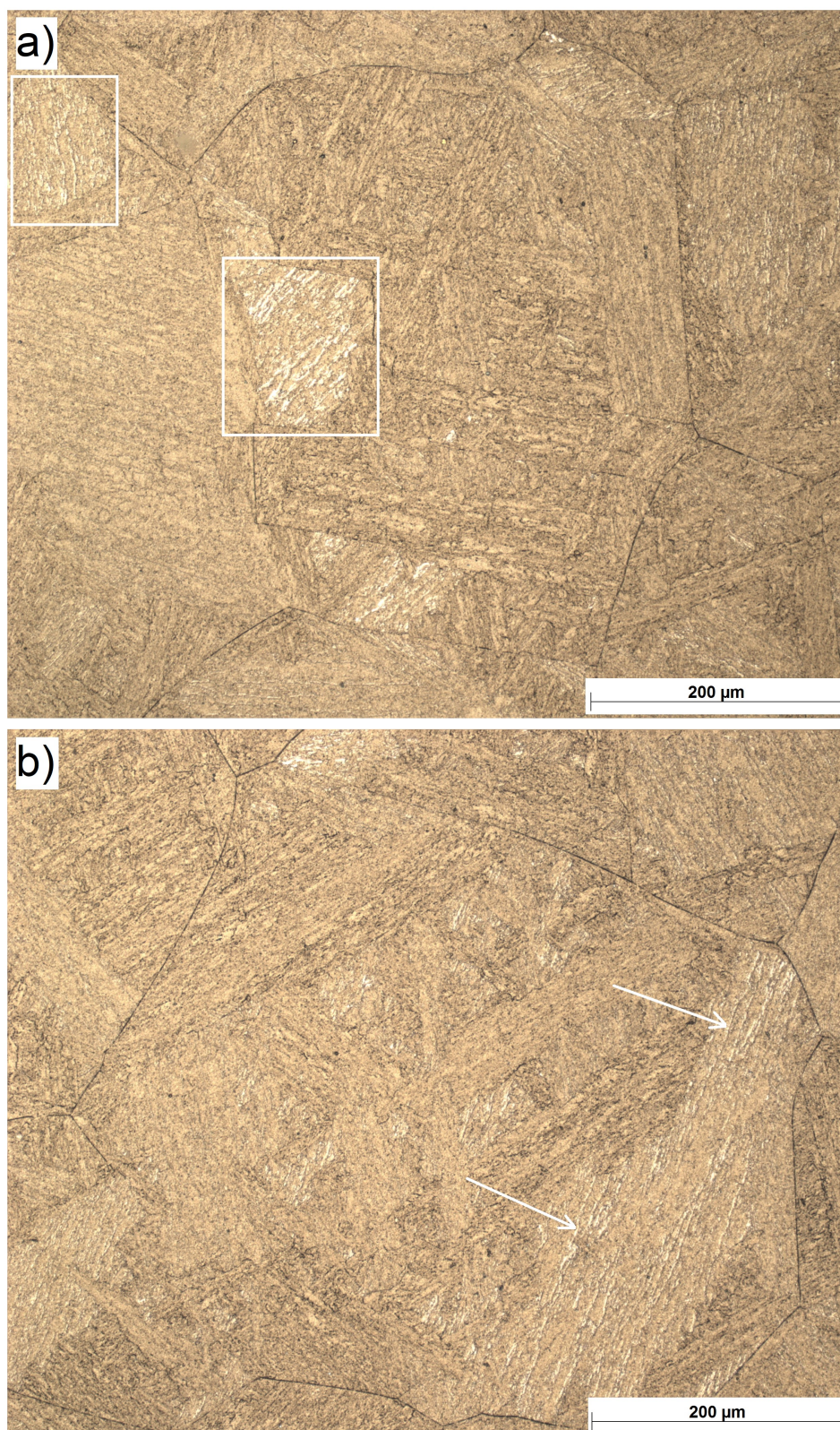
Figura 74 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1100°C, envelhecida a 480 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico e marle  
a) 200x b) 500x



Fonte: o autor.



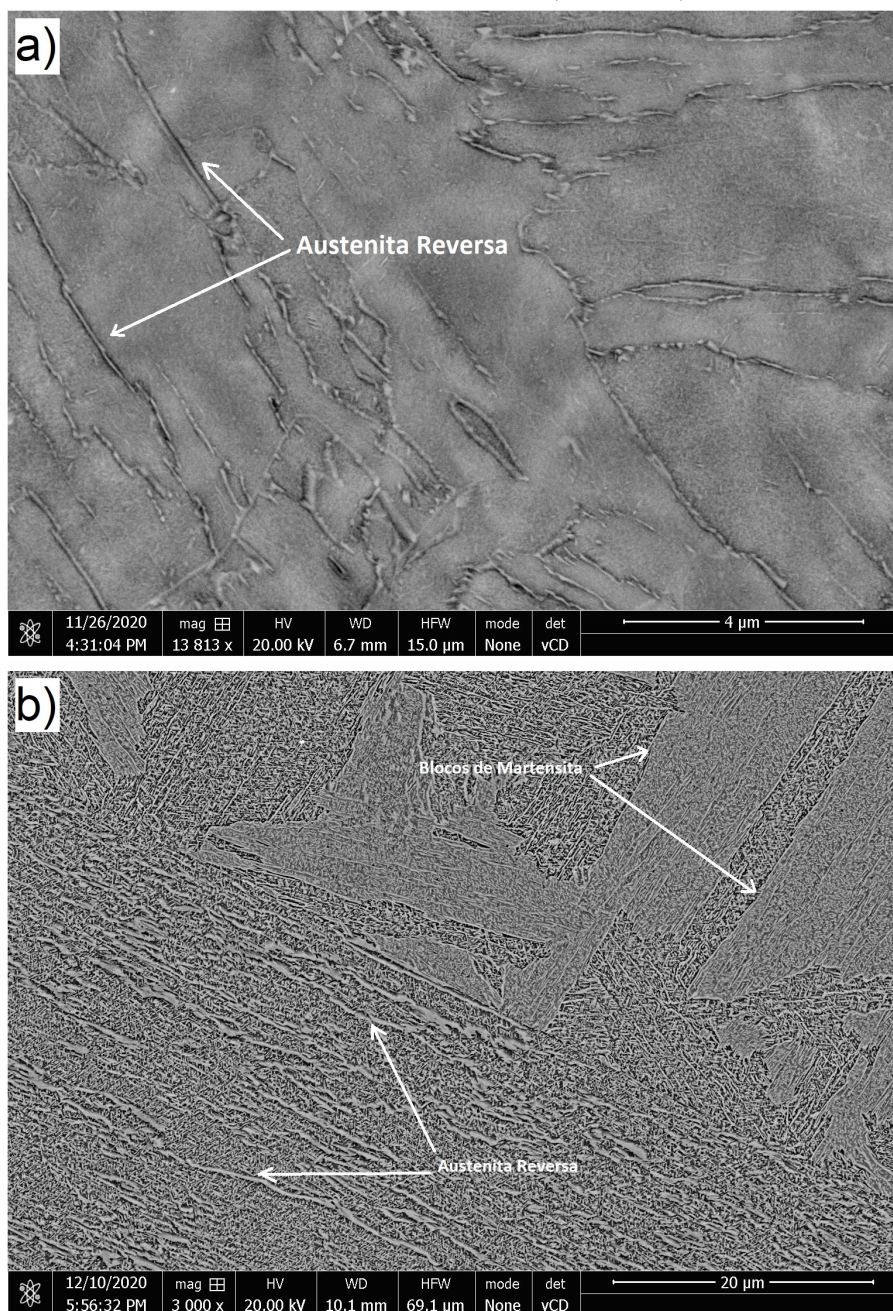
Figura 75 – Microscopia ótica de amostra solubilizada a 1100°C, envelhecida a 600 °C e resfriada em água, ataque em ácido crômico a) Ilhas de austenita b) Agulhas brancas de austenita



Fonte: o autor.



Figura 76 – MEV mostrando austenita revertida em amostras solubilizadas a 1100°C, envelhecidas a a) 550°C b) 600°C



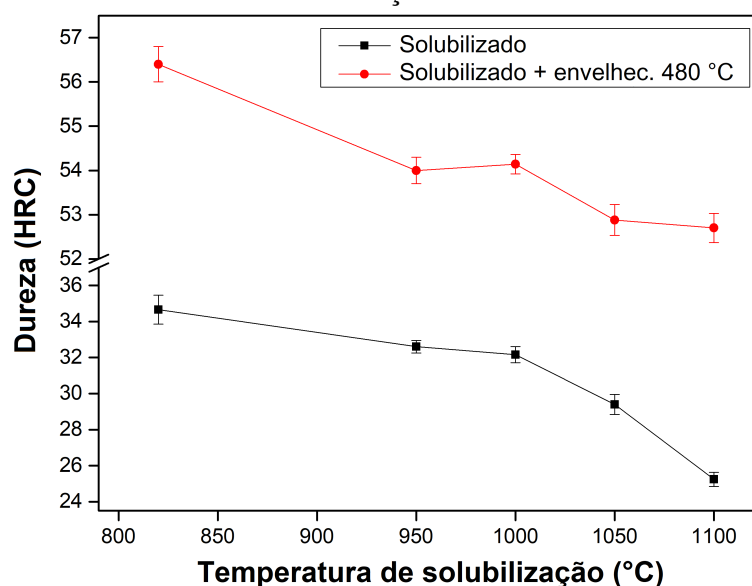
Fonte: o autor.

## 5.4 Dureza

A dureza foi medida para avaliar o efeito da temperatura de solubilização e do consequente crescimento de grão da austenita prévia, bem como do aumento das estruturas da martensita do aço maraging 300. A Figura 77 apresenta os resultados de dureza para o aço em estudo nas condições de apenas solubilizado e solubilizado e envelhecido a 480 °C. Os resultados mostraram que tanto as amostras com tratamento térmico de envelhecimento quanto aquelas que

foram apenas solubilizadas apresentaram uma tendência de queda de dureza com o aumento do tamanho de grão da austenita prévia, concordando com a relação de Hall-Petch, onde o movimento das discordâncias é restringido pelos contornos de grão (BHANSALI *et al.*, 2020). Amostras não envelhecidas apresentaram dureza de 34 HRC e 25 HRC para solubilizações de 820 °C e 1100 °C, respectivamente. Uma redução de quase 30 % provocada pelo aumento do tamanho de grão e presença de fase austenita em baixo percentual na segunda condição, conforme Figura 51. Amostras na condição solubilizada e envelhecida a 480 °C também apresentaram tendência de queda de dureza com o aumento do grão austenítico prévio, porém com reduções mais suaves, tendendo a uma estabilidade entre as condições de 1050 °C e 1100 °C. Isso indica que as reações de precipitação de compostos intermetálicos  $Ni_3(Ti,Mo)$  do processo de envelhecimento não sofreram alterações significativas na sua cinética, mas compensaram parcialmente a queda de dureza pela relação de Hall-Petch.

Figura 77 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização

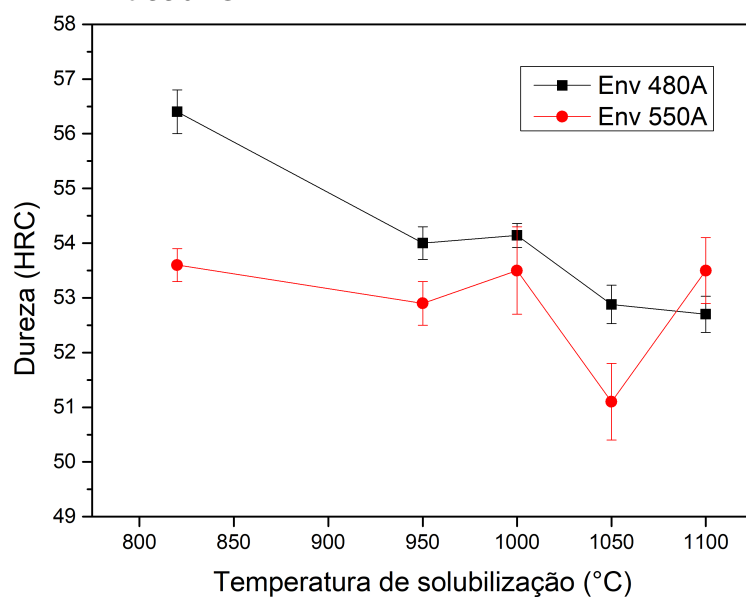


Fonte: o autor.

Comparando-se a dureza do aço maraging 300 solubilizado em várias temperaturas e envelhecido a 480 °C e 550 °C, Figura 78, percebe-se que a 820 °C tem-se a maior diferença, mas à medida que a temperatura de solubilização aumenta essa discrepância diminui. Isso ocorre porque há uma tendência de queda na formação de austenita reversa a 550 °C à medida que a temperatura de solubilização é aumentada, conforme mostrado na Figura 57.

A Figura 79 compara no item (a) os envelhecimentos a 550 °C, 600 °C e 600 °C em  $N_2 + 550$  °C em água, e percebe-se uma tendência semelhante de queda de dureza na

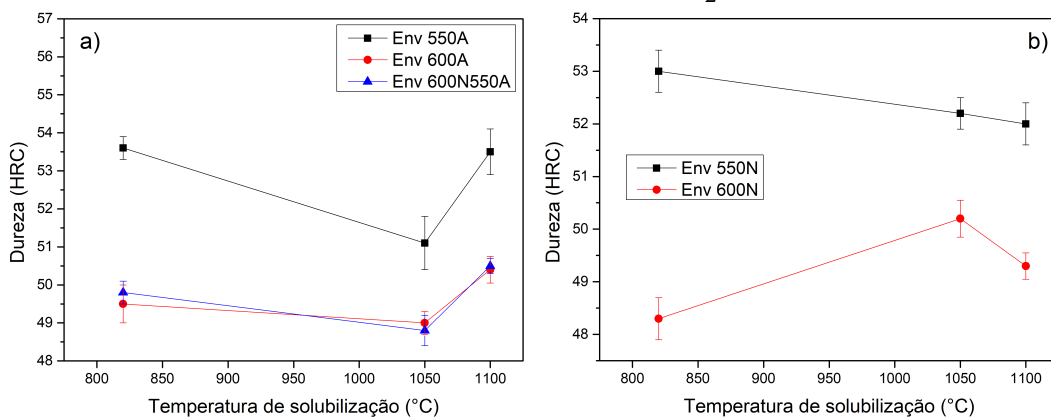
Figura 78 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização seguido de envelhecimentos em 480 °C e 550 °C



Fonte: o autor.

solubilização a 1050 °C e uma recuperação a 1100 °C. A dureza para essas temperaturas de envelhecimento do item (a) parece ser mais influenciada pelo percentual de austenita reversa, visto que as curvas se apresentam com mesma tendência (seção 5.3.2.2). No item (b) a condição a 550 °C seguido de resfriamento em N<sub>2</sub> apresenta uma leve queda de dureza, porém, levando-se em conta o desvio padrão o resultado denota certa estabilidade. Já a 600 °C em N<sub>2</sub>, a dureza volta a apresentar influência direta da austenita reversa.

Figura 79 – Evolução da dureza com o aumento da temperatura de solubilização a) envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, resfriamento em água b) envelhecimentos a 550 °C e 600 °C resfriados em N<sub>2</sub>

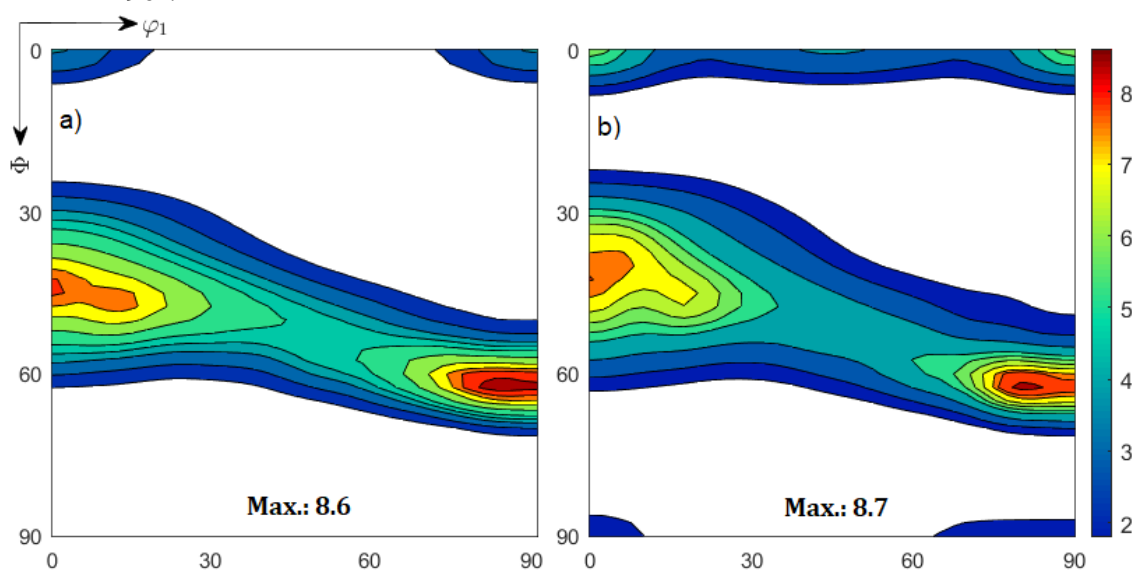


Fonte: o autor.

## 5.5 Macrotextura cristalográfica

Com o propósito de analisar a influência dos tratamentos térmicos na textura cristalográfica, análises foram realizadas nas amostras laminadas a 80 e 90 % de redução do aço maraging 300. A Figura 80 apresenta as FDOCs para ambas as deformações, em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$ , e mostra uma intensidade de textura atingindo 8,7 para o estado mais deformado. As principais componentes de textura cristalográfica formadas no aço maraging 300 laminado a 80 % (item (a)) são:  $(223)[1\bar{1}0]$ ,  $(111)[\bar{1}12]$  e  $(001)[1\bar{1}0]$ , esta última também conhecida como textura de cubo girado e com intensidade mais fraca. A amostra laminada a 90 % (item (b)) apresenta componentes de textura idênticas à amostra laminada a 80 %, porém com intensidade máxima levemente superior e uma textura de cubo girado mais intensa, em virtude do seu maior grau de encruamento. Esses resultados concordam com aqueles encontrados por (AHMAD *et al.*, 1997), que também estudaram o aço maraging 300 18% Ni em vários percentuais de redução por laminação.

Figura 80 – ODFs em  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 laminado com redução de a) 80 % b) 90 %

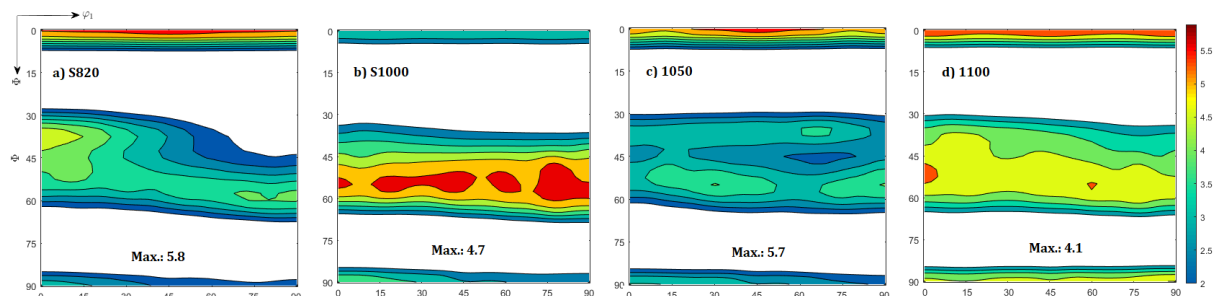


Fonte: o autor.

Após deformadas por laminação, as amostras do aço maraging 300 foram solubilizadas em diferentes temperaturas. A Figura 81 destaca as FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$ , e se observa a redução da máxima intensidade da textura cristalográfica, onde a maior diminuição ocorreu para a solubilização a 1100 °C, item (d). Vale ressaltar também que a textura de cubo girado, observada na condição laminada, não mais aparece aqui, tendo sido extinta pelo processo de solubilização. As principais componentes de textura observadas foram  $(001)\langle uvw \rangle$

e  $(111)\langle uvw \rangle$ . Na condição de solubilização a 1050 °C percebe-se a formação da componente de textura  $(001)[0\bar{1}0]$ , também conhecida como textura de cubo.

Figura 81 – ODFs em  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C



Fonte: o autor.

A Figura 82 apresenta as FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 em várias temperaturas de solubilização seguido de envelhecimento a 480 °C. Para as temperaturas de 820 °C (item (a)) e 1000 °C (item (b)) percebe-se que após o envelhecimento, as componentes  $(223)[1\bar{1}0]$  e  $(111)[\bar{1}12]$  voltaram a apresentar as maiores intensidades, cerca de 6,5 e 4,9, respectivamente. Textura de cubo  $(001)[0\bar{1}0]$  também pode ser observado nestas duas condições, porém a 1000 °C a componente se mostra mais intensa. Solubilizações a 1050 °C e 1100 °C também apresentaram a componente  $(223)[1\bar{1}0]$  e textura na fibra- $\gamma$   $\{111\}/\text{DN}$ . Esses resultados, com as componentes mais intensas na fibra- $\gamma$  não coincidem com a direção de fácil magnetização do aço maraging  $\{001\}\langle 110 \rangle$ , que implica ausência de textura magnética nestas condições. É possível que a textura de cubo observada em algumas condições influencie na quadratura magnética. Esta discussão será realizada mais adiante na seção 5.7.

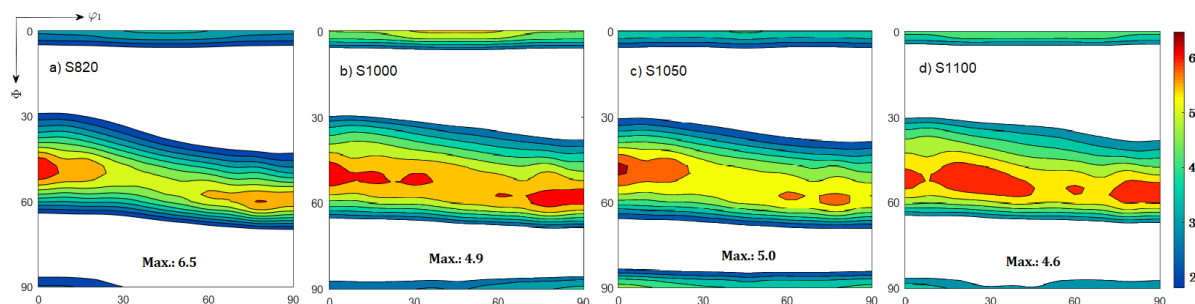
O aumento da solubilização também provocou uma tendência de queda na intensidade máxima da textura, que a 820 °C apresentou 6.5, enquanto a 1100 °C atingiu apenas 4.6 de máxima.

As FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 em várias condições de solubilização seguido de envelhecimento a 550 °C são mostradas na Figura 83. As principais componentes de textura são praticamente iguais àquelas do envelhecimento a 480 °C,  $(223)[1\bar{1}0]$  e textura na fibra- $\gamma$   $\{111\}/\text{DN}$ , porém a componente de cubo não é observada aqui. Nas solubilizações a 1000 e 1050 °C surgiram componentes de cubo girado  $\{001\}\langle 110 \rangle$  com média intensidade ( $\approx 4$ ), que pode ser um fator responsável por aumentar a razão de quadratura nesta condição de tratamento, conforme será mostrado na seção referente a propriedades magnéticas.

A Figura 84 apresenta as FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300

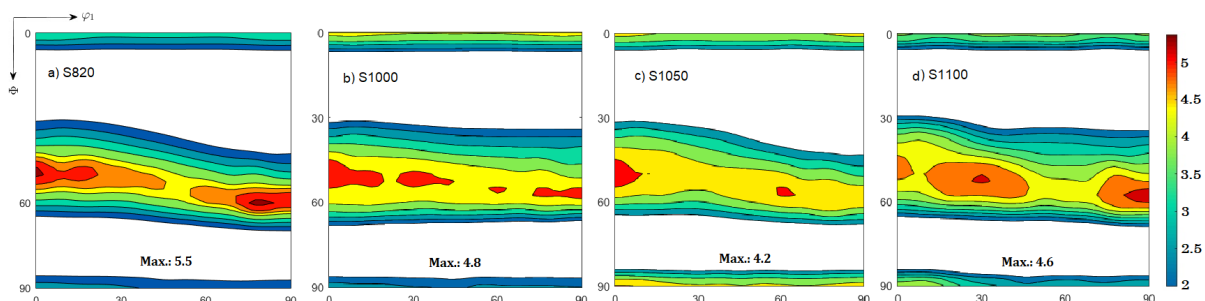


Figura 82 – ODFs em  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, resfriamento em água



Fonte: o autor.

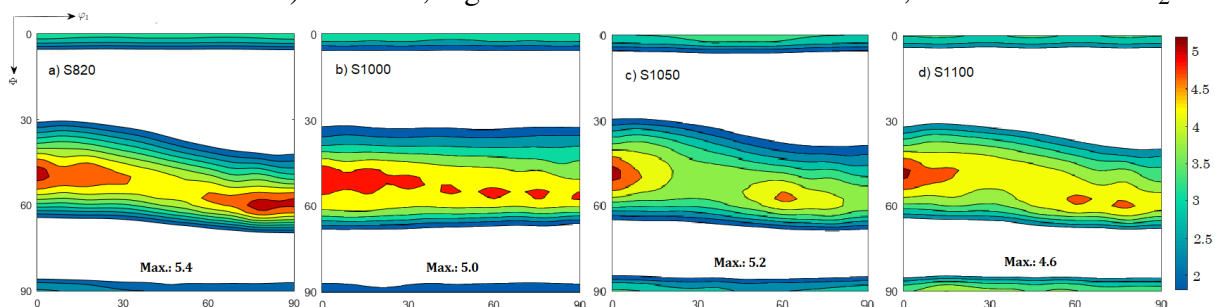
Figura 83 – ODFs em  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriamento em água



Fonte: o autor.

nas mesmas condições de temperatura de solubilização e envelhecimento da amostra anterior, mas com resfriamento em nitrogênio líquido. Os resultados se mostraram similares àqueles com resfriamento em água, com exceção da condição solubilizada a 1100 °C, que não apresentou a componente  $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ , além disso, surgiram  $(111)[0\bar{1}1]$  e  $(111)[1\bar{2}3]$ . Destaca-se que na condição de solubilização a 1050 °C, foi desenvolvida textura de cubo,  $(001)[0\bar{1}0]$  com média intensidade. Destaca-se novamente que a presença de tal componente, pode causar a elevação da razão de quadratura nesta condição.

Figura 84 – ODFs em  $\varphi_2 = 45^\circ$  para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 550 °C, resfriamento em  $N_2$



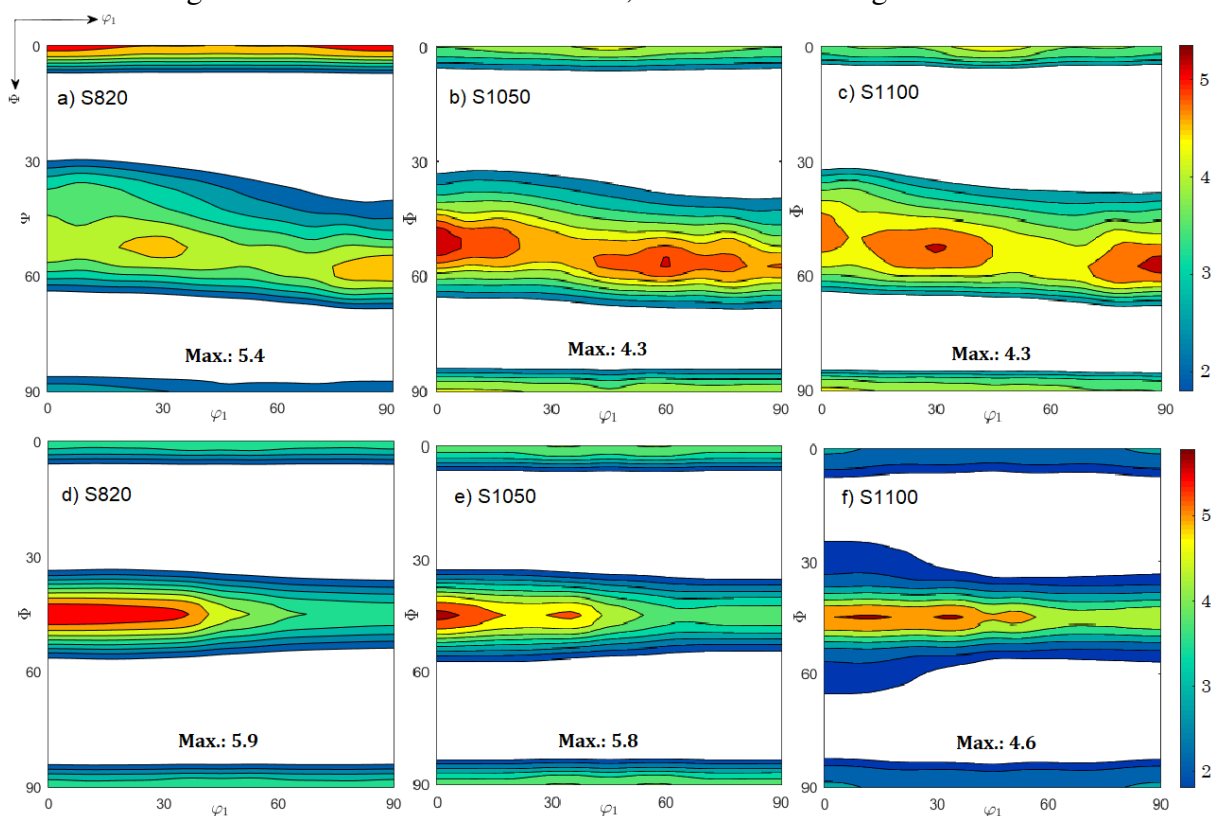
Fonte: o autor.

As FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$  (martensita) e  $\varphi_2 = 0^\circ$  (austenita) para o aço



maraging 300 em várias temperaturas de solubilização seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em água, são mostradas na Figura 85. Observa-se pela figura, que na condição a 820 °C (item (a)), a textura da martensita sofreu redução de intensidade na fibra- $\gamma$  e se apresentou mais forte na componente de cubo girado (001)[1 $\bar{1}$ 0]. Nas demais condições para a mesma fase, textura na fibra- $\gamma$  {111}//DN se mostrou mais intensa e com presença também da componente de cubo (001)[0 $\bar{1}$ 0] com intensidades mais fracas. As FDOCs para a fase austenita (itens (d), (e), (f)) apresentaram textura mais intensa na componente (223)[1 $\bar{1}$ 0] e ao longo da fibra  $\gamma$ , com a máxima intensidade diminuindo com o aumento da temperatura de solubilização, sendo 5.9 a 820 °C e 4.6 a 1100 °C.

Figura 85 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, fase martensita ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ), e d) 820 °C e) 1050 °C f) 1100 °C, fase austenita ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ), seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em água

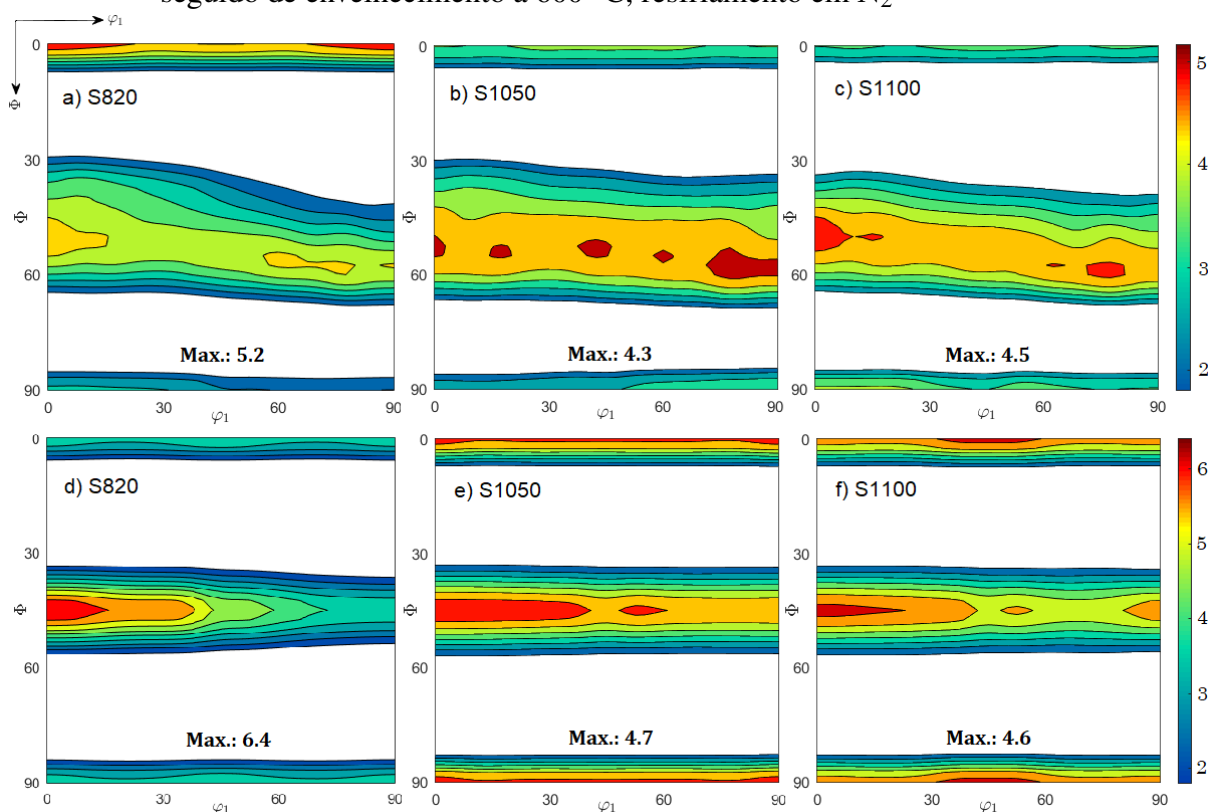


Fonte: o autor.

A Figura 86 apresenta as FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^\circ$  (martensita) e  $\varphi_2 = 0^\circ$  (austenita) para o aço maraging 300 em várias solubilizações seguido de envelhecimento a 600 °C, com resfriamento em nitrogênio líquido. A textura e intensidades formadas para a fase martensita (itens (a), (b), (c)) se apresentaram similares àquelas da amostra envelhecida a 600 °C com resfriamento em água. Já na fase austenita (itens (d), (e), (f)) foram observadas as

componentes  $(223)[1\bar{1}0]$  e ao longo da fibra  $\gamma$ , mesmas da amostra resfriada em água, porém, além destas, também se observou textura  $(001)[uvw]$  e  $(110)[uvw]$  na condição solubilizada a  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $(001)[0\bar{1}0]$  na condição a  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Figura 86 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a)  $820\text{ }^{\circ}\text{C}$  b)  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  c)  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , fase martensita ( $\varphi_2 = 45^{\circ}$ ), e d)  $820\text{ }^{\circ}\text{C}$  e)  $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$  f)  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , fase austenita ( $\varphi_2 = 0^{\circ}$ ), seguido de envelhecimento a  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , resfriamento em  $\text{N}_2$

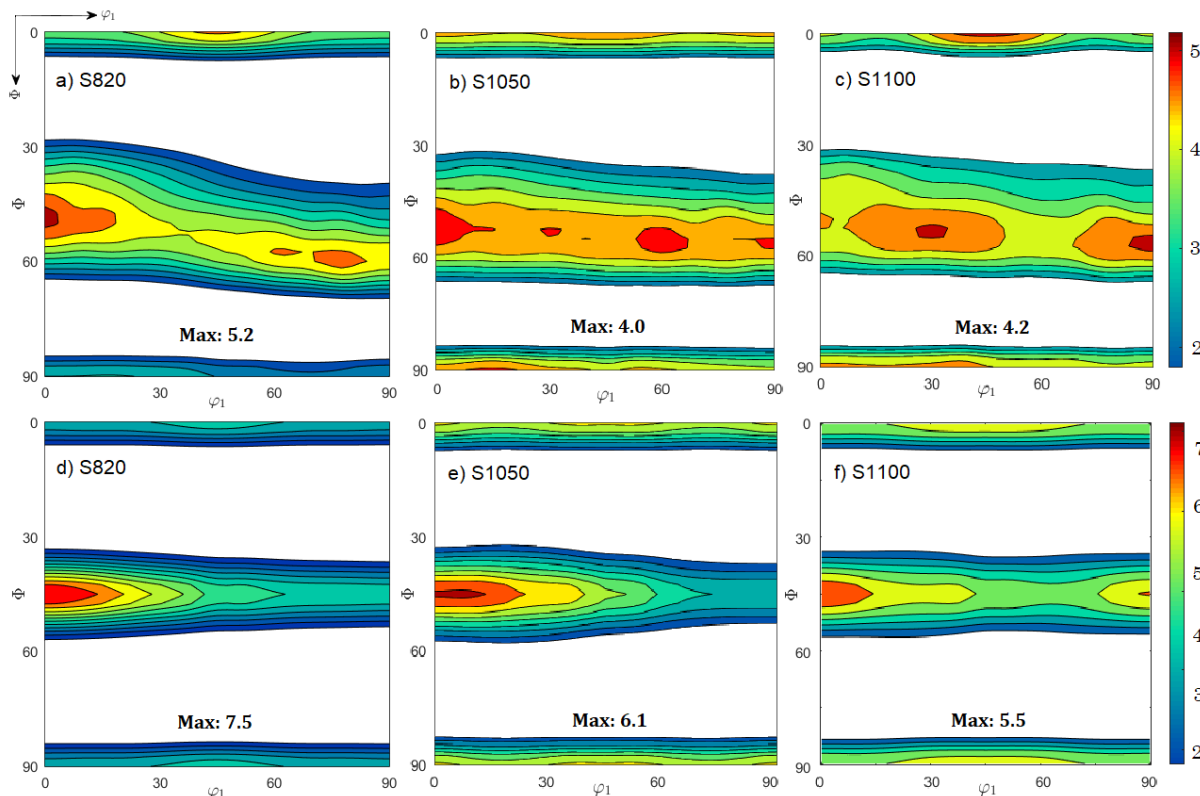


Fonte: o autor.

FDOCs em seções de  $\varphi_2 = 45^{\circ}$  (martensita) e  $\varphi_2 = 0^{\circ}$  (austenita) para o aço maraging 300 em várias solubilizações seguido de envelhecimento duplo,  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  resfriado em nitrogênio líquido e  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  com resfriamento em água são apresentadas na Figura 87. A fase martensita se apresentou com intensidades e componentes de textura similares àquelas observadas na condição de envelhecimento a  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , mas com a componente de cubo  $(001)[0\bar{1}0]$  mais intensa, principalmente nas condições solubilizadas a  $820\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A fase austenita também apresentou componentes similares às condições de envelhecimento simples a  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , porém as intensidades se apresentaram mais elevadas, isso indica que o segundo envelhecimento a  $550\text{ }^{\circ}\text{C}$  não alterou a textura do primeiro tratamento, mas é o provável responsável pelo aumento das intensidades máximas. A condição de duplo envelhecimento, assim como as demais condições de envelhecimento, não induziu à formação de textura magnética, no entanto, é provável que

resulte em aumento da razão de quadratura quando comparada aos envelhecimentos de 480 °C e 550 °C.

Figura 87 – ODFs para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1050 °C c) 1100 °C, fase martensita ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ), e d) 820 °C e) 1050 °C f) 1100 °C, fase austenita ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ), seguido de envelhecimento a 600 °C, resfriamento em N<sub>2</sub> e 550 °C em água



Fonte: o autor.

A macrotextura mostrou que após o tratamento de solubilização, a textura advinda da deformação a frio foi extinta, e assim, algumas componentes deixaram de existir ou sofreram redução de intensidade, principalmente a componente de cubo girado, porém, depois de ser submetido ao processo de envelhecimento, o aço maraging 300 voltou a apresentar a componente (001)[1 $\bar{1}$ 0], além também do surgimento da textura de cubo, sendo isso mais recorrente para os tratamentos a 600 °C. Em temperaturas mais baixas, como a 480 e 550 °C, a textura se intensificou mais na fibra  $\gamma$ . Esses resultados são consistentes com aqueles observados por Abreu *et al.* (2004). Os pesquisadores mostraram em seu estudo com um aço maraging 350 laminado a frio, que a solubilização subsequente destrói a textura de laminação, mas um posterior envelhecimento induz textura similar à da laminação a frio.

Nas condições de envelhecimento a 550 °C não foi possível calcular as FDOCs para a fase austenita, pois, como pode ser constatado na seção 5.3.2.1, o difratograma apresentou

apenas um pico para tal fase, inviabilizando tal resultado.

As componentes de cubo e cubo girado apareceram mais frequentemente em amostras do aço maraging 300 envelhecido a 600 °C, textura cristalográfica que pode influenciar na razão de quadratura e gerar textura magnética. Belozarov *et al.* (1995) relacionaram a formação de textura magnética com o envelhecimento em temperaturas mais altas, cerca de 570 °C, por causa da reversão e precipitação da austenita, que provoca na martensita uma deformação por tração elástica na direção de suas ripas e também uma quebra dos grãos orientados da martensita.

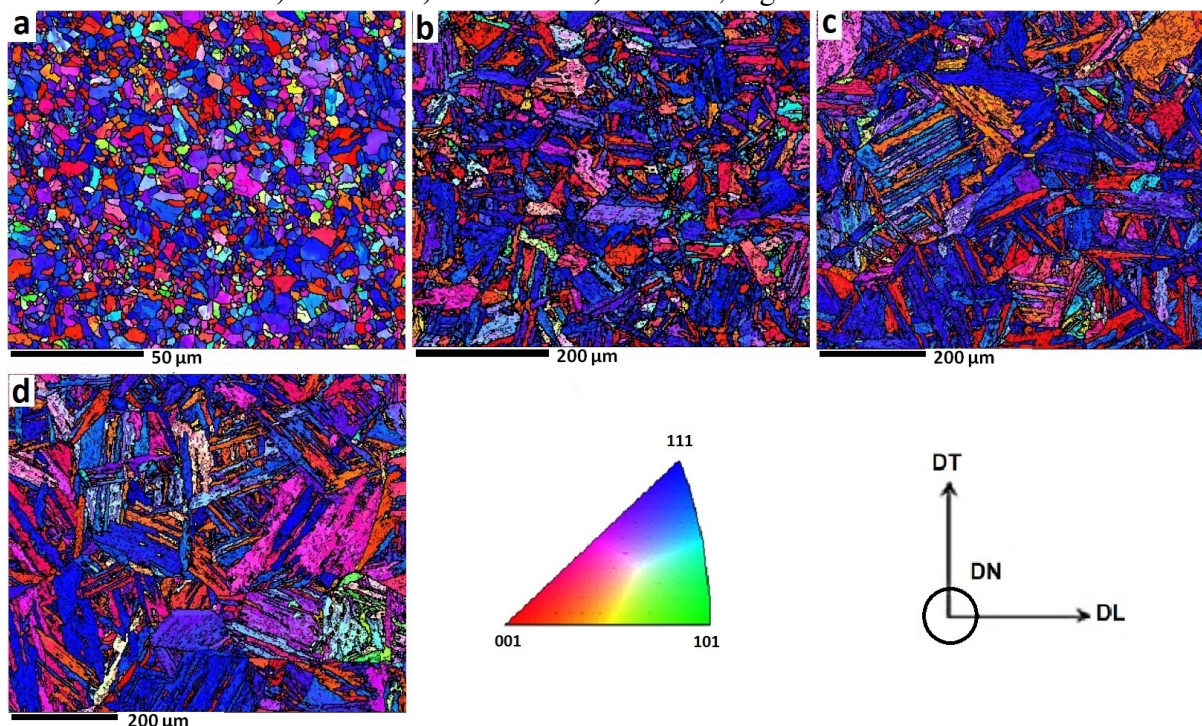
Uma discussão buscando relacionar a textura cristalográfica às propriedades magnéticas será realizada mais adiante na seção 5.7.

## 5.6 Análise de EBSD

A Figura 88 apresenta os mapas de qualidade obtidos por análise de Difração de Elétrons Retro-espalhados / *Electron Backscatter Diffraction (EBSD)* para o aço maraging 300 nas condições de solubilizado entre 820 °C e 1100 °C seguido de envelhecimento a 480 °C. Através dos mapas é possível observar a evolução microestrutural com o aumento da temperatura de solubilização e a orientação individual de cada grão. O item (a) da Figura 88 mostra com mais clareza aquilo que já se havia observado em outras técnicas como Microscopia Ótica e MEV, que é o grão austenítico prévio bastante refinado com alta densidade de contornos de alto ângulo. No outro extremo, para a solubilização na temperatura de 1100 °C, item (d), se constata o forte crescimento do grão prévio da austenita, resultando em um crescimento de quase 20x em relação à solubilização na temperatura de 820 °C.

Os mapas de orientação por EBSD corroboram com os resultados de macrotextura e mostram que a maior ocorrência de textura cristalográfica se concentra na fibra  $\gamma$  {111} representado por regiões de cor azul. Em seguida aparecem as componentes localizadas na fibra  $\theta$  {001}, regiões na cor vermelha.

Figura 88 – Mapas de qualidade obtidos por EBSD para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C e d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C



Fonte: o autor.

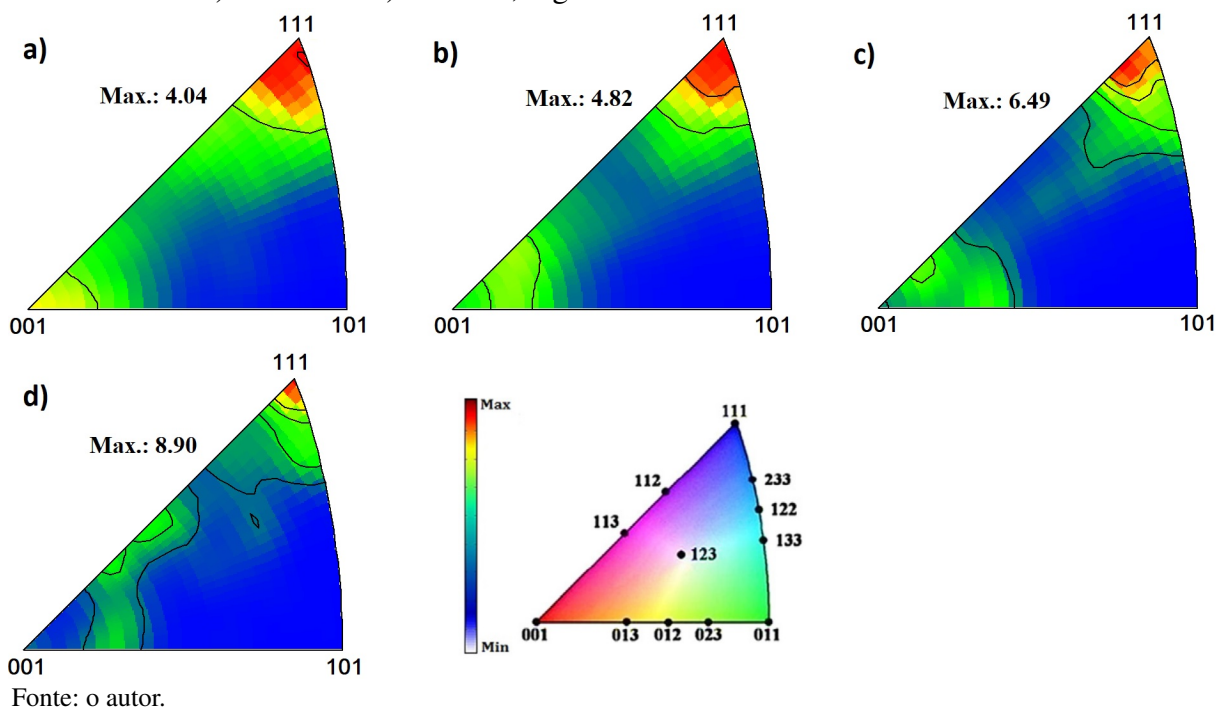
Nas amostras em que o crescimento do grão prévio austenítico foi considerável, condições a 1050 °C e 1100 °C, é possível identificar no interior de um mesmo grão várias orientações cristalográficas diferentes, correspondendo às variantes da martensita.

A Figura 89 mostra a Figura de Polo Inversa / *Inverse Pole Figure (IPF)* para temperaturas de solubilização entre 820 °C e 1100 °C seguido por envelhecimento a 480 °C. Constata-se o desenvolvimento de componentes de textura {111} e {001}//DN, resultados que estão de acordo com o que foi encontrado anteriormente em estudos de macrotextura (Fig. 82). A condição de maior crescimento do grão austenítico prévio, item (d), mostrou a presença da textura {113} com intensidade mediana. Essa componente parece ser um resultado do desvio da textura (001), presente nas *IPF*s para condições de temperatura inferior.

Um outro ponto a se destacar é a máxima intensidade que sobe à medida que a temperatura de solubilização aumenta, resultado contrário ao observado na macrotextura. Deve-se levar em conta que a análise por EBSD se concentra em áreas muito pequenas da amostra, diferente da difração de raios X, realizada em regiões relativamente grandes, e que podem levar a divergência em alguns resultados. Enquanto na amostra a 820 °C a área analisada por EBSD abrange centenas de grãos, na condição a 1100 °C são analisados poucas unidades.

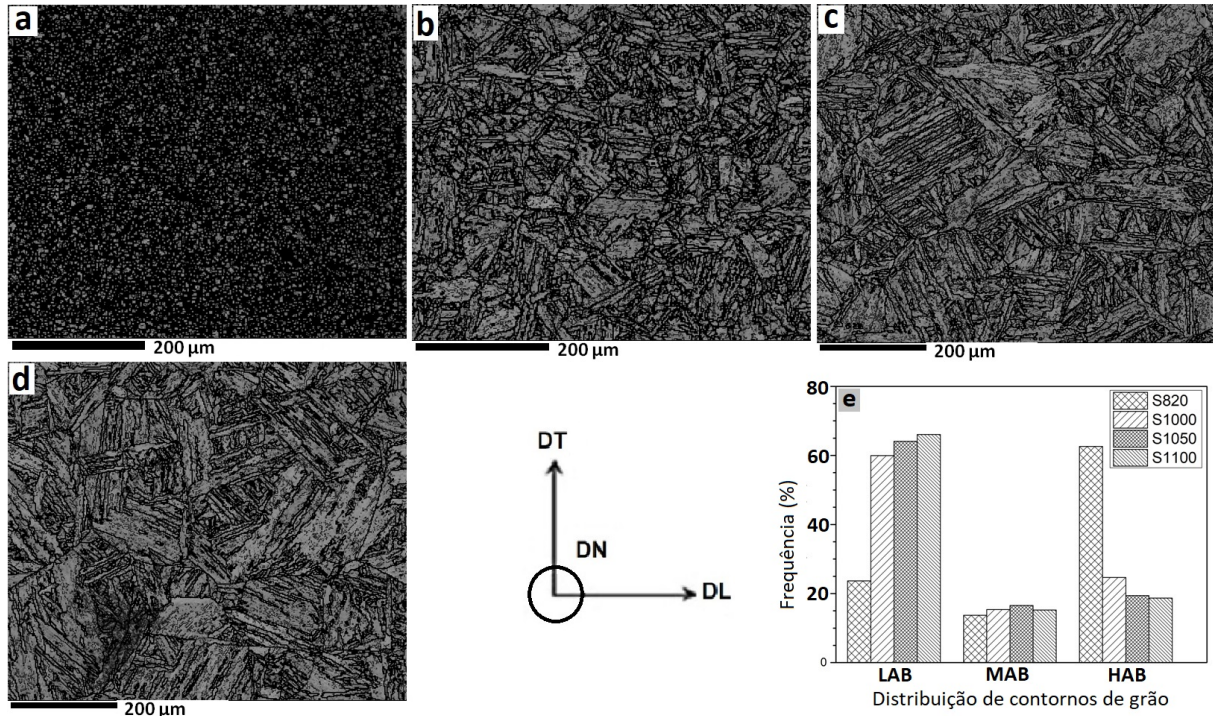


Figura 89 – Figuras de polo inversa para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C e d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C



A distribuição de contornos de grão desempenha um importante papel não só nas propriedades mecânicas, mas também nas propriedades magnéticas. A presença de defeitos cristalinos, o acúmulo de discordâncias e descontinuidades influenciam diretamente a força coerciva e a saturação magnética, pois tendem a dificultar o movimento da parede dos domínios e sua rotação para alinhamento com o campo magnético. A técnica de Difração de elétrons retroespalhados não é capaz de detectar tais defeitos, porém permite identificar seus efeitos na distorção da rede. Contornos de baixo ângulo / *Low Angle Boundary (LABs)* são identificados por desorientações ponto a ponto de cristais vizinhos entre 2 e 5°. Contornos de médio ângulo / *Medium Angle Boundary (MABs)* ou limites de subgrãos, desorientações ponto a ponto entre 5° e 15° e Contornos de alto ângulo / *High Angle Boundary (HABs)* desorientações ponto a ponto > 15° (MASOUMI *et al.*, 2019). A Figura 90 apresenta imagens de contraste de banda obtidos por EBSD para o aço maraging 300 solubilizado entre 820 °C e 1100 °C seguido de envelhecimento a 480 °C. A partir das imagens foi calculada a distribuição de contornos de grão. O item (e) da Figura 90 apresenta um gráfico de barras mostrando que à medida que se aumenta a temperatura de solubilização o volume de *LABs* aumenta.

Figura 90 – Contraste de banda obtido por EBSD mostrando a estrutura de contornos no aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em e) a distribuição dos contornos de baixo, médio e alto ângulo



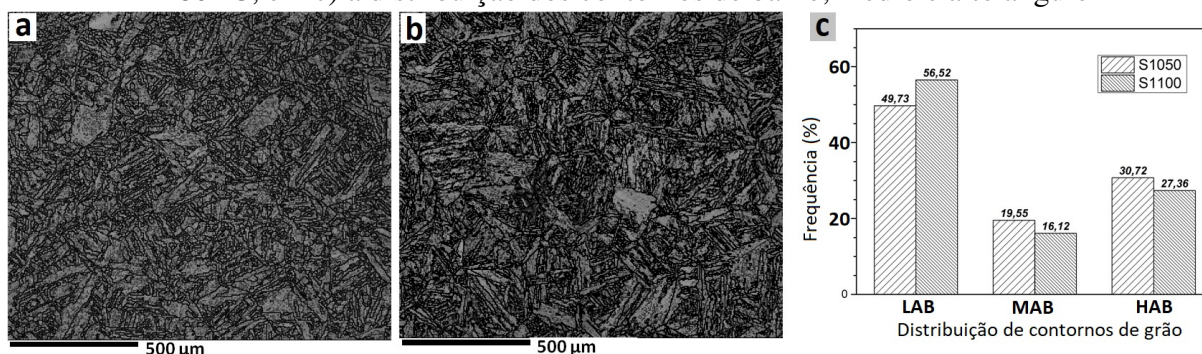
Fonte: o autor.

Já a distribuição dos contornos de alto ângulo se comporta de forma inversa, e diminui com aumento do grão prévio austenítico, ou com o aumento da temperatura de solubilização. Vale destacar o aumento brusco de *LABs* e a redução brusca de *HABs* entre as temperaturas de 820 °C e 1000 °C. Contornos de alto ângulo apresentam maiores densidades de discordância e maior energia armazenada (MASOUMI *et al.*, 2019), fatores que influenciam as propriedades magnéticas conforme comentado anteriormente.

A Figura 91 apresenta imagens de contraste de banda e a distribuição de contornos de grão para o aço maraging 300 solubilizado a 1050 °C e 1100 °C seguidos de envelhecimento a 480 °C. Na figura anterior se observou um percentual de *HABs* muito próximo para as condições de solubilização em temperaturas mais altas. Contudo, numa comparação com apenas essas duas temperaturas de solubilização e uma maior área de análise (Fig. 91) se percebe uma variação maior na distribuição de contornos, tanto de *HABs* quanto de *LABs*. Esse resultado confirma que apesar do tamanho de grão da austenita prévia na condição de solubilização a 1100 °C se apresentar consideravelmente maior que a 1050 °C, 195 μm contra 112 μm, os impactos na distribuição de contornos de grão ficaram próximos, e conforme será mostrado na seção 5.7 referente a propriedades magnéticas, os efeitos foram similares.



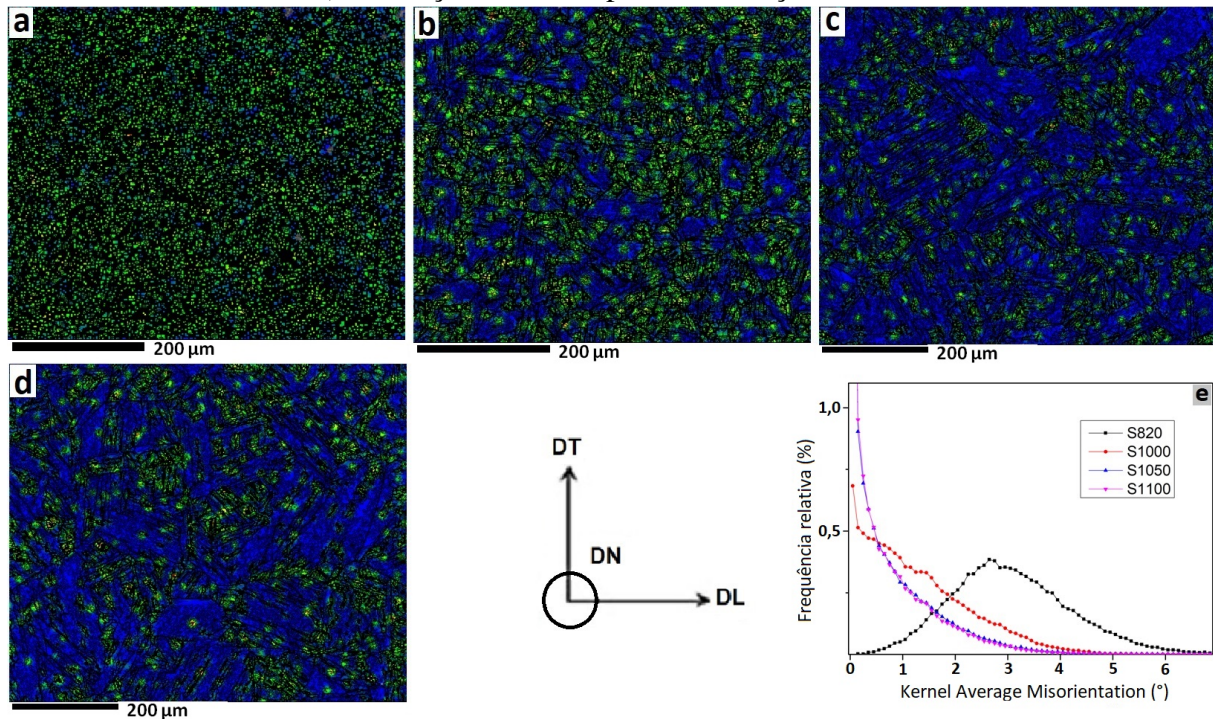
Figura 91 – Contraste de banda obtido por EBSD mostrando a estrutura de contornos no aço maraging 300 solubilizado a a) 1050 °C b) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em c) a distribuição dos contornos de baixo, médio e alto ângulo



Fonte: o autor.

Mapas de Desorientação Média de Kernel / *Kernel Average Misorientation (KAM)* para o aço maraging 300 em diversas temperaturas de solubilização e envelhecido a 480 °C são mostrados na Figura 92. Esta técnica permite estimar a distribuição de deformação e a variação de distorção da rede via desorientação ponto a ponto (CÂNDIDO *et al.*, 2018). A partir da Figura 92 é possível constatar que a distorção na estrutura martensítica do aço maraging nas diferentes condições de solubilização se revela bem distribuída ao longo da rede. No entanto, a intensidade da desorientação média diminui à medida que a temperatura de solubilização aumenta. Isso indica que as solubilizações em temperaturas mais elevadas estão eliminando o acúmulo de discordâncias e resultando numa menor distorção na microestrutura. O gráfico do item (e) exibe a frequência relativa em função do ângulo de desorientação média. Cândido *et al.* (2018) mostraram que valores de KAM baixos ( $KAM < 1^\circ$ ) indica grãos com baixa energia interna devido ao número muito baixo de discordâncias. Contudo, KAM alto ( $KAM > 3^\circ$ ) revela a presença de significativa distorção na rede, representando alta densidade de discordâncias. De acordo com o exposto, a condição à 820 °C ( $KAM \approx 3^\circ$ ) sinaliza alta densidade de discordâncias, enquanto as demais condições (1000 °C, 1050 °C e 1100 °C) com  $KAM < 1^\circ$ , o indicativo é de baixa distorção na rede.

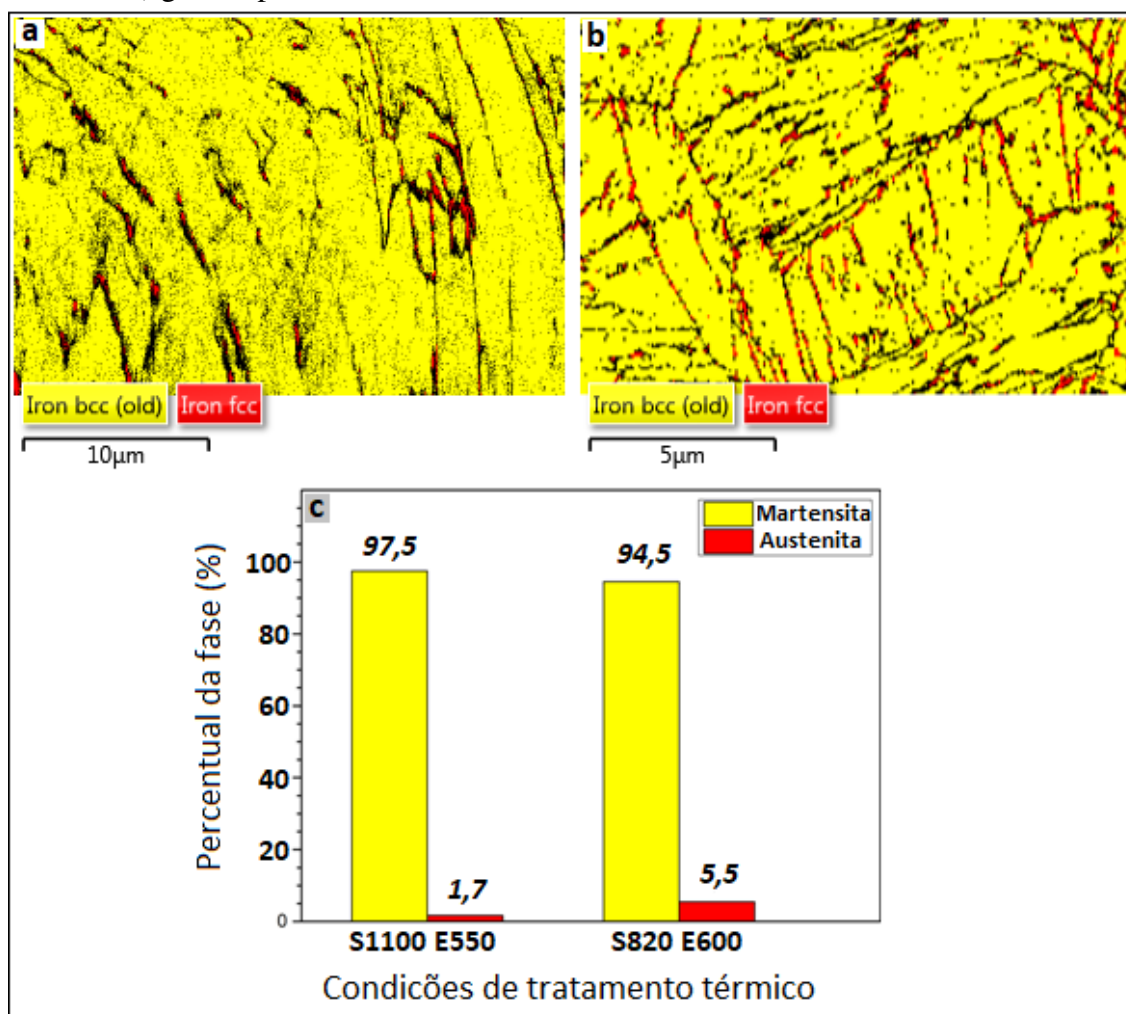
Figura 92 – Mapas de Kernel Average Misorientation (KAM) para o aço maraging 300 solubilizado a a) 820 °C b) 1000 °C c) 1050 °C d) 1100 °C, seguido de envelhecimento a 480 °C, em e) a variação do KAM para as condições anteriores



Fonte: o autor.

As imagens da Figura 93 representam mapas de fase obtidos por EBSD. No item (a) o aço maraging se encontra solubilizado a 1100 °C e envelhecido a 550 °C e se observa a fase martensítica CCC na cor amarela e a austenita FCC em vermelho com percentual de 1,7 %. Já no item (b) solubilizado a 820 °C e envelhecido a 600 °C a austenita também é encontrada, mas em um percentual maior, 5,5 %. É possível constatar, sobretudo na condição envelhecida a 600 °C, que a austenita se precipita nos contornos de grão da austenita prévia e nos contornos de pacotes e blocos da martensita tipo ripa. Os percentuais de austenita reversa aqui encontrados são bem menores que aqueles observados por difração de raios X, porém a proporção desta fase nas duas condições para as duas técnicas se mantém em 3 vezes aproximadamente. Acredita-se que essa discrepância ocorreu em virtude da técnica EBSD, que para este estudo se limitou a regiões muito reduzidas. Portanto, a quantificação de austenita por Difração de Raios-X se mostrou mais representativa.

Figura 93 – EBSD - mapa de fases martensita e austenita para o aço maraging 300 a) solubilizado a 1100 °C e envelhecido a 550 °C b) solubilizado a 820 °C e envelhecido a 600 °C c) gráfico percentual de fases



Fonte: o autor.

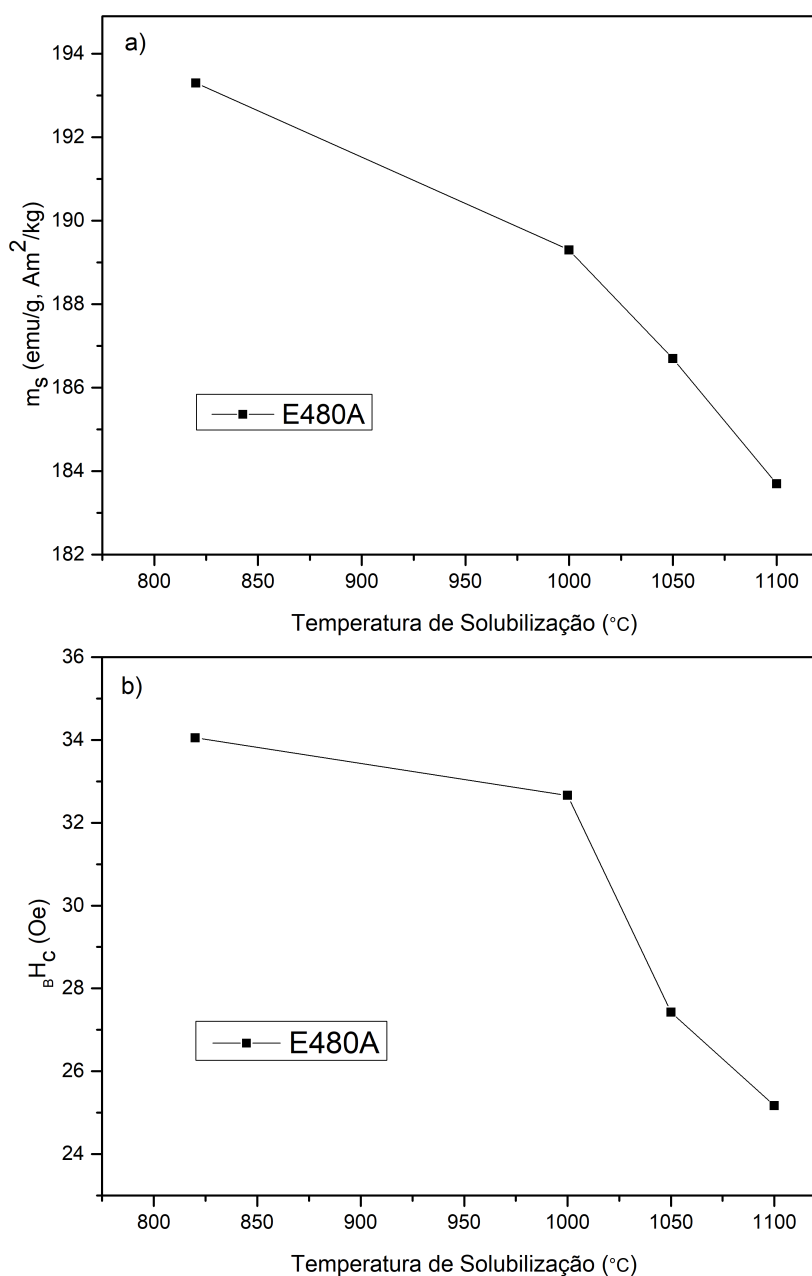
## 5.7 Propriedades magnéticas

Nesta seção são apresentados e discutidos os resultados de propriedades magnéticas, medidas através do magnetômetro de amostra vibrante (VSM). A partir dos dados fornecidos pelo VSM foram construídas as curvas de histerese magnética para cada condição de solubilização e envelhecimento, e então extraídas a magnetização de saturação, a força coerciva e a remanência magnética.

A Figura 94 apresenta para o aço maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 480 °C, a magnetização de saturação no item (a) e a força coerciva no item (b). Através da figura é possível identificar uma tendência de queda na magnetização de saturação com o aumento da temperatura de solubilização, ou seja, a 820 °C a  $m_s$  atingiu valor máximo de 193,3 emu/g, enquanto a 1100 °C caiu para 183,7 emu/g, uma redução de 5 %. A mesma

propriedade a 1000 °C apresentou leve redução, atingindo 189,3 emu/g, que representa queda de 2 %, caracterizando estabilidade. A magnetização de saturação do aço maraging 18% Ni solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C está em concordância com os resultados de Pardal *et al.* (2017) e Abreu *et al.* (2015). A magnetização de saturação diminui com o aumento do tamanho de grão da austenita prévia porquê o número de domínios e paredes que podem se mover é muito maior para amostras de grãos finos do que em amostras de grãos grossos (ANGLADA-RIVERA *et al.*, 2001).

Figura 94 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 480 °C a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva

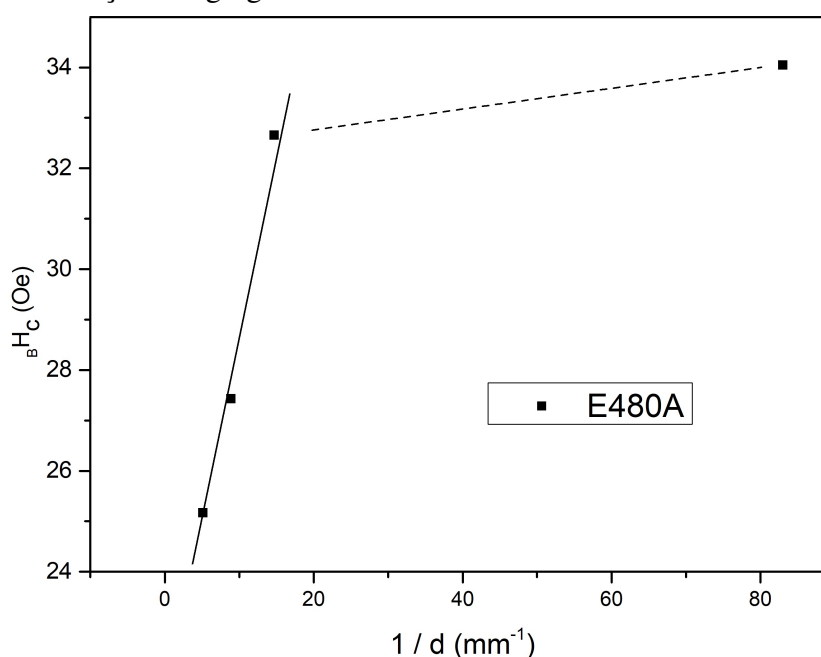


Fonte: o autor.

A força coerciva também mostrou tendência de queda com o aumento da temperatura de solubilização, atingindo 34,05 Oe, 27,43 Oe e 25,17 Oe para as temperaturas de 820 °C, 1050 °C e 1100 °C, respectivamente. Os valores de força coerciva a 1050 e 1100 °C apresentaram redução de 20 % e 26 %, respectivamente, já para 1000 °C a redução foi de 4 %, todos com relação à mesma propriedade na solubilização a 820 °C. A força coerciva é uma propriedade magnética que está intimamente ligada à presença de fase paramagnética e de defeitos na microestrutura, como contorno de grão e discordâncias, daí então se explica a redução dessa propriedade com o aumento do tamanho de grão, pois há uma redução na densidade de contornos e densidade de discordâncias conforme seção 5.6. Também vale ressaltar a mesma tendência apresentada para durezas mecânica e magnética observada nas Figuras 77(b) e 94(b).

A Figura 95 apresenta o gráfico da força coerciva em função do inverso do tamanho de grão, e uma relação linear pode ser observada, exceto para o menor tamanho de grão (12  $\mu\text{m}$ ). Por meio do gráfico pode-se concluir que a força coerciva é diretamente proporcional à densidade de contornos de grão, que concorda com o resultado observado por Degauque *et al.* (1982).

Figura 95 – Força coerciva  $BH_c$  versus o inverso do tamanho de grão para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C



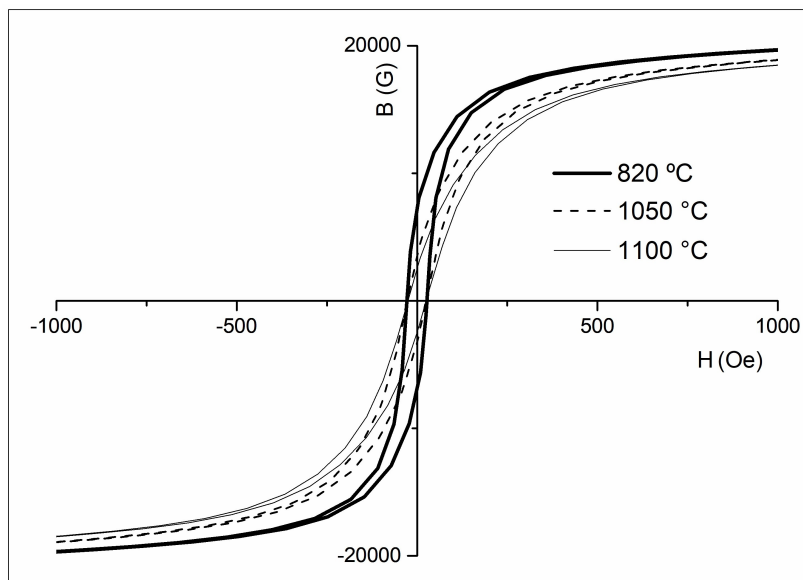
Fonte: o autor.

Curvas de histerese para o aço maraging 300 solubilizado a 820 °C, 1050 °C e 1100 °C seguido de envelhecimento a 480 °C são apresentadas na Figura 96, e observa-se uma redução na indução magnética ( $B$ ) e na inclinação (permeabilidade magnética) para as



curvas de temperaturas mais elevadas. Esses resultados são consistentes com o observado por Anglada-Rivera *et al.* (2001).

Figura 96 – Curvas de histerese para o aço Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 480 °C



Fonte: o autor.

A magnetização de saturação versus a temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a várias temperaturas é comparado na Figura 97(a). As curvas apresentam tendência semelhante, com queda de magnetização na solubilização a 1050 °C e leve recuperação a 1100 °C, no entanto a curva de envelhecimento a 550 °C exibe patamares superiores de  $m_s$ , em virtude do menor percentual de austenita revertida, calculada pela Difração de Raios-X (seção 5.3.2.2), já as demais curvas se mostram praticamente iguais. A Figura 97(b) exibe para as mesmas condições anteriores a relação entre a força coerciva e a temperatura de solubilização, tendo esta, apresentado comportamento contrário ao da magnetização de saturação, ou seja, tendência de aumento em 1050 °C e leve queda em 1100 °C. Esses resultados reforçam a suspeita de que a presença de austenita revertida promove uma atenuação dos efeitos do crescimento de grão prévio austenítico nas propriedades magnéticas. Nos envelhecimentos a 600 °C fica evidente a predominância da influência da austenita revertida no comportamento magnético, além disso, em solubilizações a 1100 °C, a precipitação de austenita tem se mostrado menos intensa, por isso o leve aumento na magnetização de saturação e queda na força coerciva. Pardal *et al.* (2017) observaram resultado semelhante em sua pesquisa com o aço maraging 18% Ni.

Traçando um comparativo das propriedades magnéticas para o aço maraging 300

solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C com aqueles solubilizados em 820 °C, 1050 °C e 1100 °C e envelhecidos a 550 °C e 600 °C, é possível concluir que a liga se torna magneticamente mais dura, com redução de até 8% na  $m_s$  e aumento de até 17% na  ${}_B H_c$  para 550 °C, e consideravelmente mais dura para 600 °C, com redução de até 25% na magnetização de saturação e aumento de até 136% na força coerciva. Esses dados podem ser conferidos na Tabela 15.

Tabela 15 – Redução na magnetização de saturação e aumento na força coerciva comparados com os valores do aço maraging 300 solubilizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C

Temp. de envelhec. (°C)	Temperatura de solubilização (°C)					
	820		1050		1100	
	$\downarrow m_s$ (%)	$\uparrow {}_B H_c$ (%)	$\downarrow m_s$ (%)	$\uparrow {}_B H_c$ (%)	$\downarrow m_s$ (%)	$\uparrow {}_B H_c$ (%)
550	3	17	8	14	7	3
600	23	96	25	136	22	118

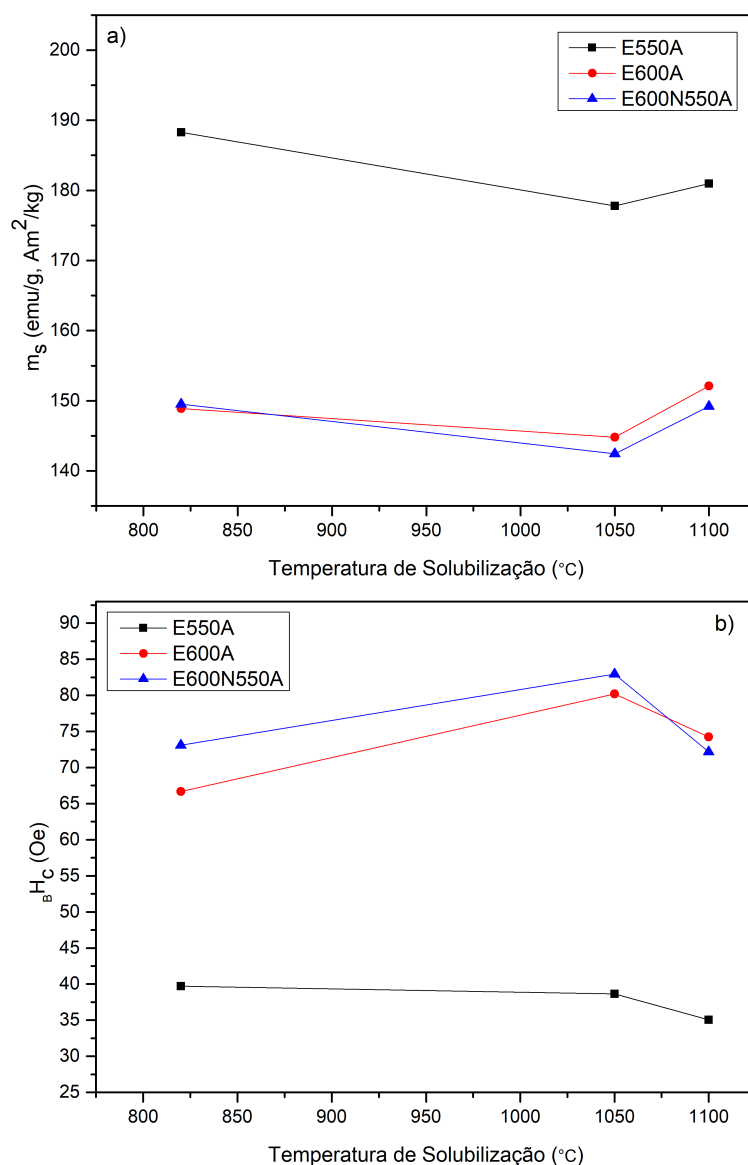
Fonte: o autor.

Ressalta-se que na comparação de durezas mecânica e magnética para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido nas temperaturas de 550 °C e 600 °C não se observa similaridade na tendência da curva, mas sim um comportamento oposto, conforme Figuras 79(a) e 97(b). Isso ocorre devido à presença de austenita, que reduz a dureza mecânica e aumenta a dureza magnética (força coerciva).

A Figura 98 apresenta a magnetização de saturação para o aço maraging 300 envelhecido a 550 °C, onde, uma condição segue com resfriamento em nitrogênio líquido e outra em água. É possível identificar comportamentos opostos, já que na condição resfriada em  $N_2$  há uma tendência de aumento da magnetização com a temperatura de solubilização, e na amostra resfriada em água o comportamento é de queda da magnetização. Esses resultados mostram que o efeito do resfriamento em  $N_2$  tem sido mais efetivo em temperaturas de solubilização mais altas. Também fica claro que a austenita revertida apresenta influência direta no resultado, pois sua curva (Figura 59) exibe posição espelhada com a magnetização de saturação. O item (b) da Figura 98 expõe para as mesmas condições anteriores, a força coerciva com relação à temperatura de solubilização, e diferentemente do resultado de magnetização, a  ${}_B H_c$  para ambas condições de envelhecimento, se apresentaram com tendência de queda. A hipótese é que neste caso, a força coerciva foi mais influenciada pelo tamanho de grão prévio da austenita, exibindo redução da propriedade magnética com o aumento da temperatura de solubilização e consequente redução na área de contornos.



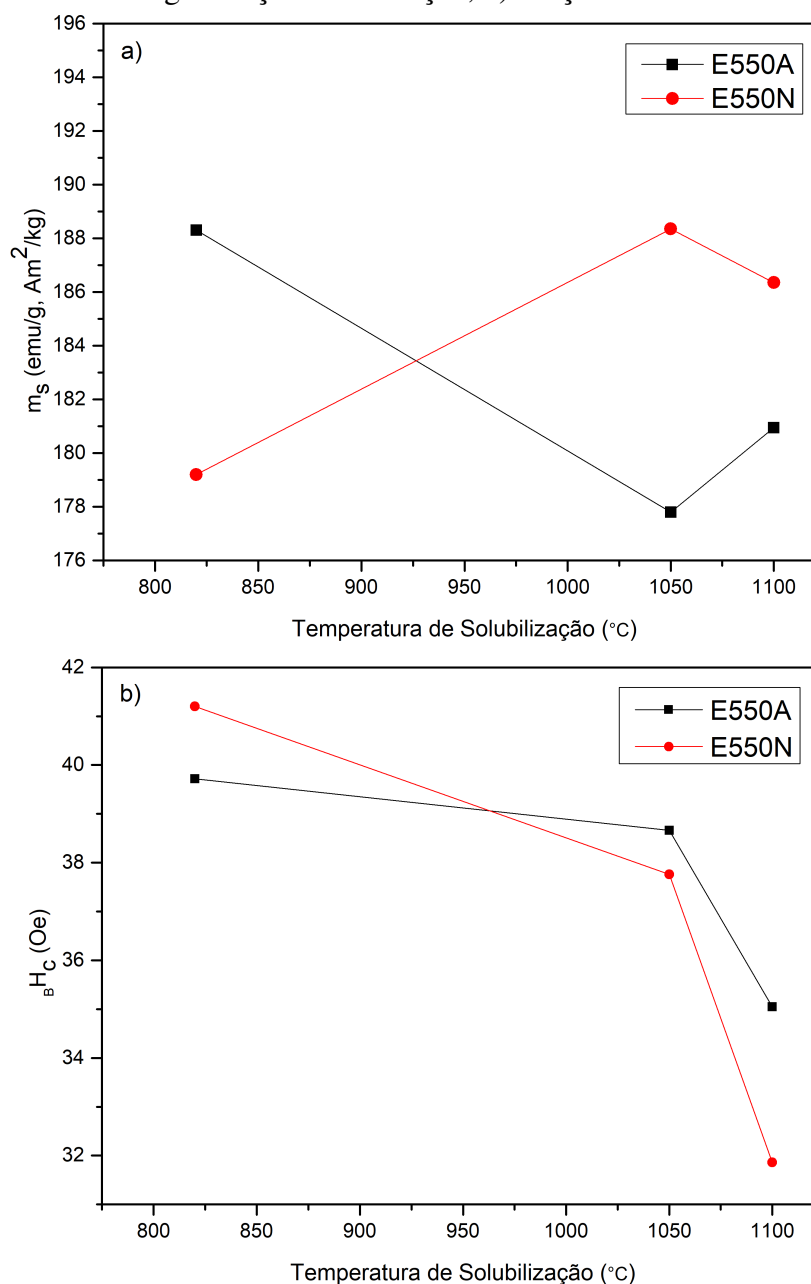
Figura 97 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 550 °C, 600 °C e 600 °C + 550 °C a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva



Fonte: o autor.

A magnetização de saturação versus temperatura de solubilização para o aço maraging 300 envelhecido a 600 °C seguido de resfriamento em água e em N<sub>2</sub> é mostrado no item (a) da Figura 99. É possível identificar um comportamento similar àquele observado para os envelhecimentos a 550 °C, ou seja, valores levemente opostos. Também pode-se observar aumentos modestos na magnetização de saturação em solubilização a 1100 °C, consequência de uma menor reversão de austenita. No item (b) da mesma figura é apresentado a força coerciva versus a temperatura de solubilização, e apesar de na temperatura de 1100 °C o percentual de austenita revertida se apresentar mais baixo, essa condição se mostrou magneticamente mais dura. Uma hipótese para esse resultado pode estar relacionado com uma cinética de precipitação mais

Figura 98 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 550 °C, resfriamento em água e nitrogênio líquido a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva

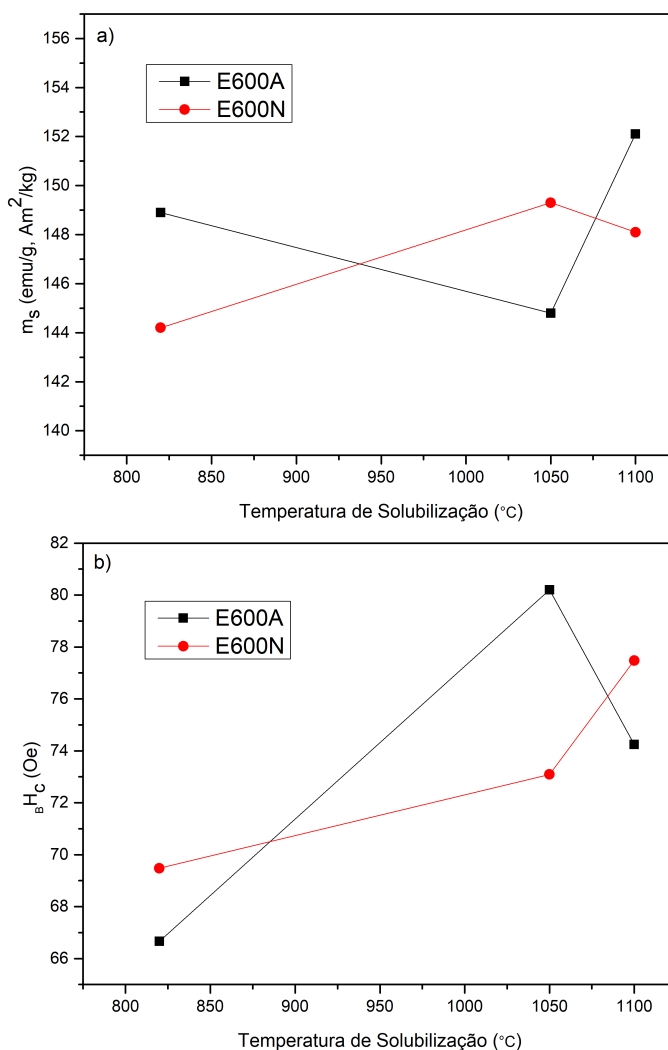


Fonte: o autor.

intensa para essa condição (Figura 44), mas esta não foi confirmada, pois não foram realizados ensaios para tal propósito.

Amostras deformadas previamente com reduções de 80 e 90 % e em seguida solubilizadas e envelhecidas, tiveram sua magnetização de saturação medida. A Figura 100 compara a propriedade magnética para as diferentes deformações em função da temperatura de envelhecimento. Os itens (a), (b) e (c) representam solubilizações a 820  $^{\circ}\text{C}$ , 1050  $^{\circ}\text{C}$  e 1100  $^{\circ}\text{C}$ , respectivamente. É possível observar através da figura que há uma tendencia de queda da mag-

Figura 99 – Maraging 300 solubilizado a várias temperaturas e envelhecido a 600 °C, resfriamento em água e nitrogênio líquido a) Magnetização de saturação, b) Força coerciva

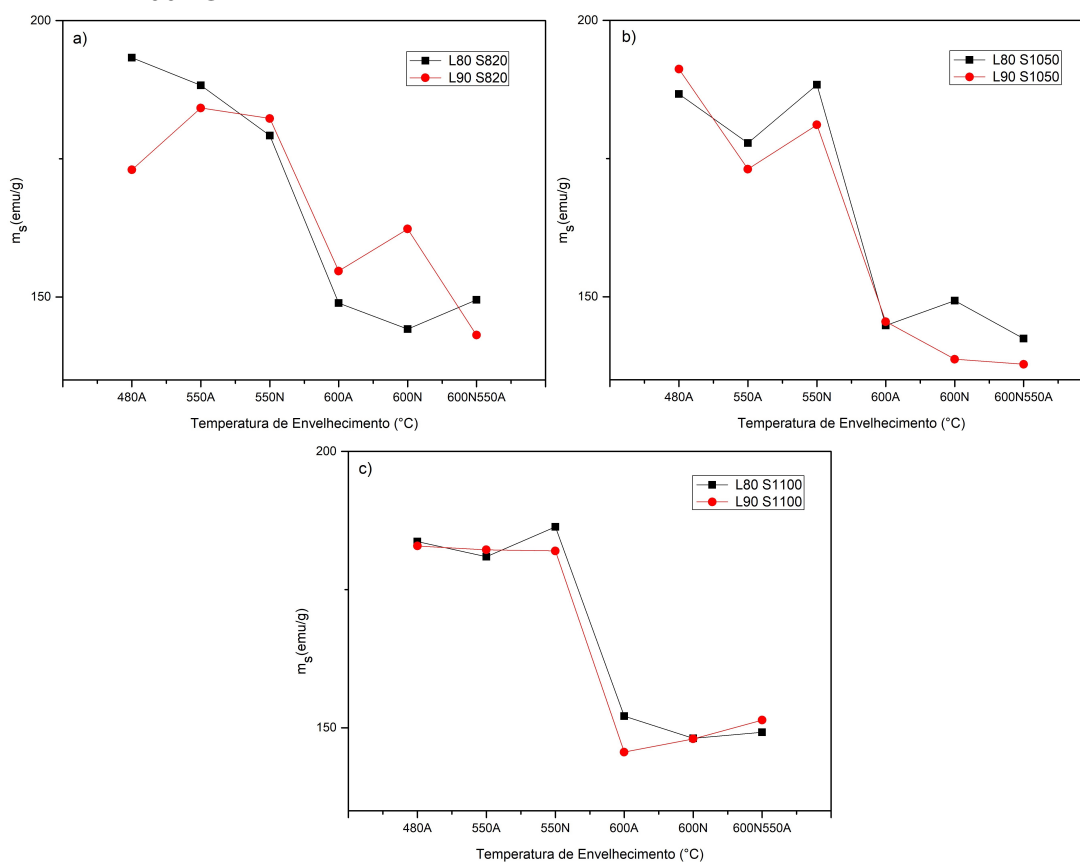


Fonte: o autor.

netização de saturação com o aumento da temperatura de envelhecimento, resultado observado também por outros autores (PARDAL *et al.*, 2007; AHMED *et al.*, 1994). Também pode-se concluir que a diferença de deformação tem pequena influência na magnetização de saturação, além disso, à medida que a solubilização aumenta, essa diferença se torna ainda menor, como no item (c) a 1100 °C. Em pesquisa com o aço maraging 350, Tavares *et al.* (2004b) constataram que a deformação prévia não alterou de forma significativa o comportamento da magnetização de saturação em relação à amostra não deformada.

Os valores da razão de quadratura ( $B_r/B_s$ ) em função da temperatura de solubilização, para amostras envelhecidas entre 480 °C e 600 °C, são mostrados na Figura 101. Observa-se que nas amostras envelhecidas em 480 °C e 550 °C, item (a), os valores variaram de 0,20 a 0,47, enquanto para as amostras envelhecidas a 600 °C, item (b), a faixa se apresentou em patamares

Figura 100 – Magnetização de saturação para o aço maraging 300 com redução de 80 e 90 % em função da temperatura de envelhecimento a) solubilizado a 820 °C, b) 1050 °C, c) 1100 °C

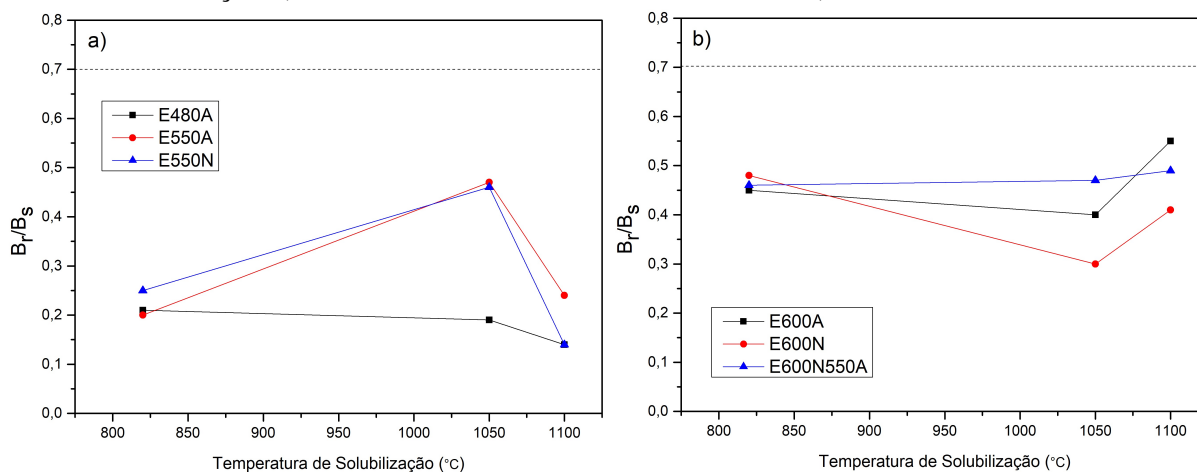


Fonte: o autor.

mais altos, de 0,3 a 0,55. Nas condições de solubilização a 1050 °C e envelhecimento a 550 °C observa-se uma razão de quadratura mais alta, isso provavelmente se deve às texturas de cubo e cubo girado encontradas nesta condição (seção 5.5). Todos os valores de razão de quadratura ficaram posicionados abaixo de 0,7, portanto o material pode ser classificado como isotrópico, ou seja, nas condições de tratamento não há direção preferencial de magnetização, segundo Belozarov *et al.* (1995).

Belozarov *et al.* (1995) em pesquisa com o aço maraging 18% Ni, observaram razões de quadratura mais elevadas para amostras nas condições de solubilizadas, laminadas a frio (40%) e envelhecidas na faixa de temperatura entre 550 °C e 570 °C, e apontaram como causas a rápida precipitação e o crescimento de cristais lamelares  $\gamma$ . Os mesmos destacam a precipitação da fase lamelar  $\gamma$  como maior responsável pela formação de textura magnética. A anisotropia da razão de quadratura para amostras envelhecidas está relacionada à contribuição da componente de textura (001)[110], que produz textura magnética nos grãos. Os resultados de Belozarov *et al.* (1995) explicam as maiores razões de quadratura magnética ocorrerem para as condições de

Figura 101 – Razão de quadratura para o aço maraging 300 em função da temperatura de solubilização a) Envelhecimentos em 480 °C e 550 °C, b) 600 °C



Fonte: o autor.

envelhecimento a 600 °C neste trabalho.

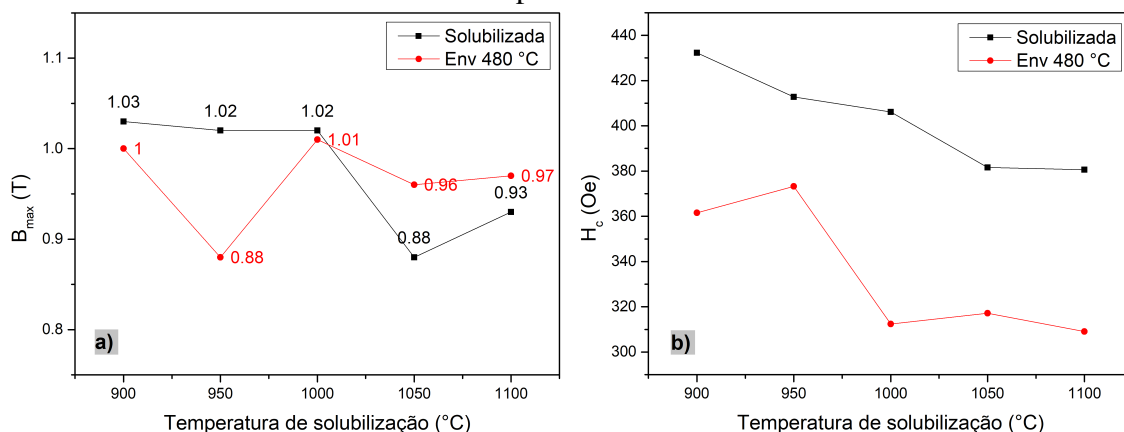
### 5.7.1 Propriedades magnéticas por equipamento de bancada

Com o objetivo de investigar as propriedades magnéticas em amostras com área superior àquelas usadas para o ensaio *VSM*, um equipamento de bancada foi utilizado para obtenção das medidas de histerese magnética. As medições foram tomadas em amostras apenas solubilizadas entre 900 °C e 1100 °C, e também em solubilizadas na mesma faixa e envelhecidas a 480 °C.

A Figura 102 mostra os resultados de indução magnética máxima no item (a) e de força coerciva em (b) para amostras solubilizadas e envelhecidas e amostras apenas solubilizadas. Os resultados foram semelhantes àqueles obtidos por *VSM*, ou seja, queda leve da indução magnética máxima (Tesla) e queda mais acentuada da Força coerciva (Oersted). Vale mencionar que o equipamento não tem capacidade de saturar magneticamente a amostra, portanto, o resultado é útil no sentido de identificar uma tendência com o aumento da temperatura de solubilização. Apenas parte da amostra foi magnetizada, cerca de 10 mm<sup>2</sup>, fornecendo valores inferiores àqueles por *VSM* que de fato saturou a amostra.

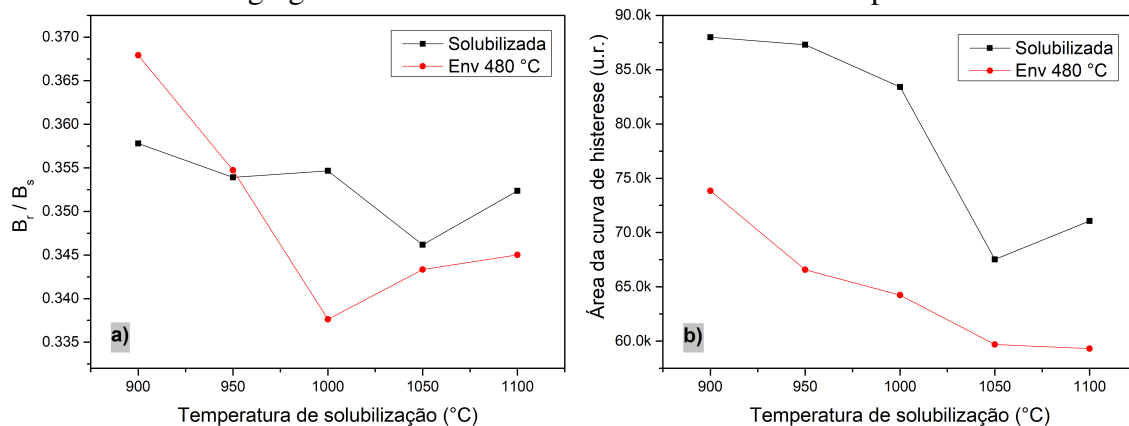
A razão de quadratura ( $B_r/B_s$ ) e a área interna das curvas de histerese foram calculadas e são apresentadas na Figura 103 itens (a) e (b), respectivamente. A razão de quadratura para o aço maraging 300 apresentou tendência de queda com o aumento da temperatura de solubilização, principalmente para amostras solubilizadas e envelhecidas a 480 °C (similar aos resultados por *VSM*).

Figura 102 – a) Indução máxima b) Força coerciva, para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C e apenas solubilizado



Fonte: o autor.

Figura 103 – a) Razão de quadratura magnética b) Área da curva de histerese, para o aço maraging 300 solubilizado e envelhecido a 480 °C e apenas solubilizado



Fonte: o autor.

A área da curva de histerese também diminuiu com o aumento da temperatura de solubilização, o que já era esperado, visto que a força coerciva apresentou comportamento semelhante. A redução da força coerciva e da área da curva de histerese indicam menos perdas por histerese à medida que a temperatura de solubilização aumenta.

## 6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos pode-se concluir que:

A distribuição de contornos de grãos de alto ângulo a 480 °C de envelhecimento é inversamente proporcional à temperatura de solubilização, e portanto a redução de *HBAs* implicou na redução da força coerciva, chegando a uma queda de 20 % a 1050 °C e 26 % a 1100 °C. O crescimento do tamanho de grão da austenita prévia com o aumento da temperatura de solubilização nos envelhecimentos a 550 °C e 600 °C promoveu uma queda na cinética de reversão da austenita, explicada pelo menor número de defeitos e discordâncias em sua estrutura.

O aumento no tamanho de grão da austenita prévia em amostras solubilizadas e envelhecidas a 480 °C promoveu uma queda sutil na magnetização de saturação, chegando a 5 % de redução para o maior aumento, configurando quase estabilidade. Para as várias solubilizações seguidas de envelhecimentos a 550 °C e 600 °C, a austenita reversa exerceu maior influência nas propriedades magnéticas quando comparada ao crescimento de grão

A melhor relação entre perda de magnetização e redução de força coerciva se deu para a solubilização em 1050 °C e envelhecimento a 480°C por 3 horas, com perda de 4 % na magnetização de saturação e redução de 20 % na força coerciva, comparado à condição padrão de solubilização a 820 °C e envelhecimento a 480 °C por 3 horas.

### 6.1 Conclusões secundárias

1. De acordo com o estudo termodinâmico as fases em equilíbrio no aço maraging 300 nas temperaturas de 480 °C, 550 °C e 600 °C são: martensita, austenita, Ni<sub>3</sub>Ti, fase  $\mu$  e TiC. A temperatura de dissolução do Ni<sub>3</sub>Ti e da fase  $\mu$  é de 650 °C, já para o carboneto de titânio (TiC) é cerca de 1065 °C;

2. A microestrutura para o aço maraging 300 envelhecido a 480 °C se apresentou de martensita em ripas para todas as solubilizações. A 550 °C e 600 °C também apresentaram austenita reversa na forma de agulhas brancas;

3. A dureza a 480 °C de envelhecimento apresentou redução com o aumento da temperatura de solubilização, concordando com a relação de Hall-Petch. Nas demais temperaturas a dureza se apresentou mais sensível à presença da austenita reversa;

4. A textura cristalográfica se apresentou na maioria das condições (480 °C) com componentes na fibra  $\gamma \{111\} \langle uvw \rangle$ ; Além disso, em temperaturas mais altas de envelhecimento



surgiram também componentes de cubo e cubo girado, que tenderam a elevar a razão de quadratura magnética;

5. A textura cristalográfica gerada não proporcionou textura magnética, resultando em razões de quadratura baixas, principalmente em elevadas temperaturas de solubilização (1050 e 1100 °C) e baixo envelhecimento (480 °C).

## 6.2 Trabalhos Futuros

1. Realizar estudo cinético não isotérmico, utilizando a técnica de *DSC* para várias temperaturas de solubilização de modo a comparar as energias de ativação para cada condição;
2. Estudar os efeitos de grandes deformações por torção nas propriedades magnéticas do aço maraging 18% Ni;
3. Investigar a influencia da deformação por laminação a 90%, realizada após a solubilização em várias temperaturas seguido de envelhecimento, nas propriedades magnéticas do aço maraging 18% Ni;
4. Avaliar os efeitos de elevadas temperaturas de solubilização nas propriedades magnéticas do aço maraging 18% Ni fabricado por manufatura aditiva.

## REFERÊNCIAS

- ABREU, H. F.; SILVA, J. J.; SILVA, M. R.; Gomes Da Silva, M. J. Influence of reverted austenite on the texture and magnetic properties of 350 maraging steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Elsevier, v. 393, p. 99–104, 2015. ISSN 03048853. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.05.037>>.
- ABREU, H. F.; TAVARES, S. S.; SILVA, J. J.; MENEZES, J. W.; BRUNO, A. D. 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. ISSN 10445803.
- AHMAD, Z.; FAROOQUE, M.; HAQ, A. U.; KHAN, A. Q. Texture Development in Dual-Phase Cold-Rolled 18 pct Ni maraging steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 28A, n. August 2017, p. 2459–2465, 1997.
- AHMED, M. An in situ study of phase transformation in maraging steel. In: WILSON, R. K. (Ed.). **Maraging steels: recent developments and applications**. Warrendale: TMS, 1988. p. 269–282.
- AHMED, M.; ALI, A.; HASNAIN, S. K.; HASHMI, F. H.; KHAN, A. Q. Magnetic Properties of Maraging Steel in Relation to Deformation and Structural Phase Transformations. **Acta metall. mater**, v. 42, n. 3, 1994. ISSN 00380121.
- AHMED, M.; NASIM, I.; AYUB, H.; HASHMI, F. H.; KHAN, A. Q. Mechanical stability and magnetic properties of austenite. **Journal of Materials Science**, v. 30, n. 24, p. 6257–6266, 1995. ISSN 00222461.
- ANGLADA-RIVERA, J.; PADOVESE, L. R.; CAPÓ-SÁNCHEZ, J. Magnetic Barkhausen Noise and hysteresis loop in commercial carbon steel : influence of applied tensile stress and grain size. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 231, p. 299–306, 2001.
- ASTM E112-13. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. [S.l.]: ASTM international, 2013. 26 p.
- BARROS NETO, J. R. **Evolução da microestrutura e da textura cristalográfica durante a etapa de aquecimento do recozimento de um aço IF**. 88 p. Tese (Dissertação) — Universidade Federal do Ceará, 2013.
- BELOZEROV, E. V.; SAGARADZE, V. V.; POPOV, A. G.; PASTUKHOV, A. M.; PECHERKINA, N. L. Formation of Magnetic Texture in a High-Strength Maraging Steel. **The Physics of Metals and Metallography**, v. 79, n. 6, p. 606–613, 1995.
- BHANSALI, K.; KECHE, A. J.; GOGTE, C. L.; CHOPRA, S. Materials Today : Proceedings Effect of grain size on Hall-Petch relationship during rolling process of reinforcement bar. **Materials Today: Proceedings**, Elsevier Ltd., v. 26, p. 3173–3178, 2020. ISSN 2214-7853. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.655>>.
- BIEBER, C. Progress with 25 % Nickel Steel for High-Strength Applications. **Metal Progr.**, v. 78 (5), p. 99, 1960.
- CALLISTER, W. **Fundamentals of Materials Science and Engineering**. Utah: John Wiley & Sons, 2001. 900 p. ISBN 047139551X.

CÂNDIDO, N.; AUGUSTO, C.; OLIVEIRA, S. D.; MASOUMI, M.; FERREIRA, H.; ABREU, G. D. Microstructural variations at different distance from the surface in forged 18 Ni C300 maraging steel. **Journal of Materials research and technology**, Brazilian Metallurgical, Materials and Mining Association, v. 8, n. 1, p. 284–291, 2018. ISSN 2238-7854. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.01.007>>.

CARVALHO, D. D. S. **Avaliação das propriedades mecânicas e magnéticas de aços maraging graus 300 e 350 de ultra-alta resistência: relação entre propriedades e tamanho de grão da austenita prévia**. 125 p. Tese (Dissertação) — Universidade Federal do Ceará, 2019.

CHIKAZUMI, S. **Physics of Ferromagnetism**. New York - USA: Oxford University Press, 1997. 655 p.

CULLITY, B. D.; COHEN, M. **Elements of X-RAY DIFFRACTION**. 2. ed. Massachusetts - USA: Addison-Wesley Publishing Company, 1978. 555 p. ISSN 03207102. ISBN 0201011743.

CULLITY, B. D.; GRAHAN, C. **Introduction to magnetic materials**. 2. ed. New Jersey – USA: John Wiley & Sons, 2009. 544 p. ISSN 03207102. ISBN 0201011743.

DEGAUQUE, J.; ASTIE, B.; PORTESEIL, J. L.; VERGNE, R. Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 26, n. 1-3, p. 261–263, 1982. ISSN 03048853.

FAROOQ, M.; HAQ, A. ul; HASHMI, F. H.; KHAN, A. Q. Microscopic determination of austenite in 18% Ni maraging steel. **Metallography**, v. 20, n. 3, p. 377–383, 1987. ISSN 00260800.

FAROOQUE, M.; AYUB, H.; HAQ, A. U.; KHAN, A. Q. The formation of reverted austenite in 18 % Ni 350 grade maraging steel. **Journal of Materials Science**, v. 33, p. 2927–2930, 1998.

FLOREZ, M. A. C.; PEREIRA Úrsula C.; CARDOSO, J. L.; dos Santos Oliveira, F. J.; ARAÚJO, W. S.; RIBAS, G. F.; de Abreu, H. F. G.; Gomes da Silva, M. J. Microstructural characterization of grade 300 and grade 350 maraging steels and electrochemical study in hydrofluoric solution. **Journal of Fluorine Chemistry**, v. 243, p. 109738, 2021. ISSN 0022-1139. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022113921000166>>.

FONER, S. Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer. **The Review of Scientific Instruments**, v. 30, n. 7, p. 548–557, 1959.

GUO, Z.; SHA, W.; LI, D. Quantification of phase transformation kinetics of 18 wt.% Ni C250 maraging steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 373, n. 1-2, p. 10–20, 2004. ISSN 09215093.

HABIBY, F.; SIDDIQUI, T. N.; HUSSAIN, H.; KHAN, M. A.; HAQ, A. ul; KHAN, A. Q. Machine-induced phase transformation in a maraging steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 159, n. 2, p. 261–265, 1992. ISSN 09215093.

HABIBY, F.; SIDDIQUI, T. N.; HUSSAIN, H.; HAQ, A. U. L.; KHAN, A. Q. Lattice changes in the martensitic phase due to ageing in 18 wt % nickel maraging steel grade 350. **Journal of Materials Science**, v. 31, p. 305–309, 1996.

HALL, A. Review of Maraging Steel. **Cobalt**, v. 24, p. 138, 1964.

HANDBOOK, A. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. 10. ed. USA: American Society for Metals, 1992. 3470 p.

HANDBOOK, M. **Heat Treating of Steels**. 10. ed. Ohio: American Society for Metals, 1991. 3470 p. ISSN 08170379. ISBN 0871700077. Disponível em: <<http://books.google.com.hk/books?id=eC-Zt1J4oCgC>>.

HE, Y.; YANG, K.; QU, W. S.; KONG, F. Y.; SU, G. Y. Effects of solution treatment temperature on grain growth and mechanical properties of high strength 18 **Materials Science and Technology**, v. 19, n. 1, p. 117–124, 2003. ISSN 02670836.

KLAPUT, J. Influence of aging temperature on mechanical properties of the precipitation hardened martensitic MARVAC 300 steel. **Technical transactions mechanics**, p. 61–69, 2015.

KRISHNAN, K. M. **Fundamentals and Applications of Magnetic Materials**. 1. ed. Seattle - USA: Oxford, OUP, 2016. 816 p. ISBN 9780199570447.

LI, X.; YIN, Z. Reverted austenite during aging in 18Ni( 350) maraging steel. **Materials Letter**, v. 24, n. 6, p. 239–242, 1995. ISSN 0167-577x.

LIAN, Y.; MA, M.; ZHANG, J.; HUANG, J.; GAO, W.; ZHANG, Z.; ZHAO, C. Influence of Austenitizing Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of an Fe-Cr-Ni-Mo-Ti Maraging Stainless Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Springer US, v. 28, n. 9, p. 5466–5475, 2019. ISSN 1544-1024. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/s11665-019-04279-6>>.

LIMA FILHO, V. X. de. **Influência da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas do aço maraging 300**. 146 p. Tese (Tese) — Universidade Federal do Ceará, 2018. Disponível em: <<http://publicacoes.cardiol.br/portal/ijcs/portugues/2018/v3103/pdf/3103009.pdf>> <[http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0121-75772018000200067&lng=en&tlng=en&SID=5BQIj3a2MLaWUV4OizE](http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0121-75772018000200067&lng=en&tlng=en&SID=5BQIj3a2MLaWUV4OizE)> <<http://scielo.iec.pa.gov.br/s>>.

LIMA FILHO, V. X. de; BARROS, I. F.; ABREU, H. F. G. de. Influence of Solution Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of Maraging 300 Steel. **Materials Research**, v. 20, n. 1, p. 10–14, 2016. ISSN 1516-1439.

LIMA FILHO, V. X. de; LIMA, T. N.; GRIZA, S.; SARAIVA, B. R. C.; ABREU, H. F. G. d. The Increase of Fracture Toughness with Solution Annealing Temperature in 18Ni Maraging 300 Steel. **Materials Research**, scielo, v. 24, 00 2021. ISSN 1516-1439. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S1516-14392021000300224&nrm=iso](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392021000300224&nrm=iso)>.

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

MASOUMI, M.; ABREU, H. F. G.; HERCULANO, L. F. G.; PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; SILVA, M. J. G. EBSD study of early fractured phenomena in a 350 grade Maraging steel elbows exposed to hydrofl uoric acid. **Engineering Failure Analysis**, Elsevier, v. 104, n. December 2018, p. 379–387, 2019. ISSN 1350-6307. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.05.031>>.

MASOUMI, M.; BARROS, I. F. de; HERCULANO, L. F. G.; COELHO, H. L. F.; ABREU, H. F. G. de. Effect of microstructure and crystallographic texture on the Charpy impact test for maraging 300 steel. **Materials Characterization**, Elsevier Inc., v. 120, p. 203–209, 2016. ISSN 10445803. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2016.09.003>>.

NAGHDY, S.; KESTENS, L.; HERTELÉ, S.; VERLEYSSEN, P. Evolution of microstructure and texture in commercial pure aluminum subjected to high pressure torsion processing. **Materials Characterization**, Elsevier Inc., v. 120, p. 285–294, 2016. ISSN 1044-5803. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2016.09.012>>.

NIDI. 18 per cent nickel maraging steels. Engineering properties. Publication No. 4419. n. 4419, p. 29, 1976.

NUNES, G.; SARVEZUK, P.; ALVES, T.; BIONDO, V.; IVASHITA, F.; PAESANO, A. Maraging-350 steel: Following the aging through diffractometric, magnetic and hyperfine analysis. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 421, p. 457–461, 2017. ISSN 03048853.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. J. **Encruamento, Recristalização, Crescimento De Grão E Textura**. [S.l.: s.n.], 2005. 232 p.

PARDAL, J. M. **Propriedades mecânicas e magnéticas do Aço maraging classe 300 em diversas condições de tratamento térmico**. 231 p. Tese (Dissertação) — Universidade Federal Fluminense, 2004.

PARDAL, J. M.; SCHMITT, V. M.; SZLEJF, J. F. V.; MARTINS, T. R. d. B.; TAVARES, S. S. M. Influence of Austenitizing on the Mechanical Properties of Maraging 300 and Sae 4340 Steels - Comparative Study. **Materials Research**, v. 20, n. suppl 2, p. 39–46, 2017. ISSN 1516-1439.

PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; Cindra Fonseca, M. P.; ABREU, H. F. G.; SILVA, J. J. M. Study of the austenite quantification by X-ray diffraction in the 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. **Journal of Materials Science**, Kluwer Academic Publishers-Plenum Publishers, v. 41, n. 8, p. 2301–2307, apr 2006. ISSN 00222461. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10853-006-7170-y>>.

PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; Cindra Fonseca, M. P.; SILVA, M. R. da; NETO, J. M.; ABREU, H. F. G. Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 7, p. 2276–2281, mar 2007. ISSN 0022-2461. Disponível em: <<http://link.springer.com/10.1007/s10853-006-1317-8>>.

PARDAL, J. M.; TAVARES, S. S. M.; TERRA, V. F.; SILVA, M. R. D.; SANTOS, D. R. D. Modeling of precipitation hardening during the aging and overaging of 18Ni – Co – Mo – Ti maraging 300 steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 393, p. 109–113, 2005.

PODDER, A. S.; BHADSHIA, H. K. Thermal stability of austenite retained in bainitic steels. **Materials Science and Engineering A**, Elsevier B.V., v. 527, n. 7-8, p. 2121–2128, 2010. ISSN 09215093. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2009.11.063>>.

RAJKUMAR, K. V.; VAIDYANATHAN, S.; KUMAR, A.; JAYAKUMAR, T.; RAJ, B.; RAY, K. K. Characterization of aging-induced microstructural changes in M250 maraging steel using magnetic parameters. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 312, n. 2, p. 359–365, 2007. ISSN 03048853.

RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to Texture Analysis Macrotecture, Microtexture Orientation Mapping**. Second. Boca Raton, FL: Taylor Francis Group, 2010. 456 p. ISBN 9781420063653.

SANTOS, L.; BASTOS, I.; TAVARES, S.; Gomes da Silva, M.; BÉREŠ, M.; ABREU, H. Hydrogen embrittlement of ultra high strength 300 grade maraging steel. **Corrosion Science**, v. 101, p. 12–18, 2015. ISSN 0010938X.

SANTOS, L.; BÉRES, M.; CASTRO, M.; SARVEZUK, P.; WU, L.; HERCULANO, L.; Paesano Jr., A.; SILVA, C.; MASOUMI, M.; ABREU, H. Kinetics of Reverted Austenite in 18 wt.% Ni Grade 300 Maraging Steel: An In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Texture Study. **JOM**, v. 72, p. 3502–3512, 2020.

SAUL, G.; ROBERSON, J.; ADAIR, A. The Effects of Thermal Treatment on the Austenitic Grain Steels and Mechanical Properties of 18 Pct Ni Maraging. **METALLURGICAL TRANSACTIONS**, v. 1, n. February, p. 383–387, 1970.

SHA, W.; CEREZO, A.; SMITH, G. D. W. Phase Chemistry and Precipitation Reactions in Maraging Steels : Part I. Introduction and Study of Co-Containing C-300 Steel. **METALLURGICAL TRANSACTIONS A**, v. 24A, n. June, p. 1221–1232, 1993.

SHA W.; GUO, Z. **Maraging Steels - Modelling of Microstructure , Properties and applications**. USA: Boca Raton: Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, 2009. 195 p.

SILVA, J. J. M. **Análise de textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento**. 85 p. Tese (Dissertação) — Universidade Federal do Ceará, 2005.

SINHA, P. P.; SREEKUMAR, K.; BABU, N. S.; PANT, B.; NATARAJAN, A.; NAGARAJAN, K. V. Development of Heat Treatment Parameters to Improve Fracture Toughness and Grain Size of an Embrittled Maraging Steel. **Journal of heat treating**, v. 9, p. 125–131, 1992.

SINHA, P. P.; SREEKUMAR, K.; NATARAJAN, A.; NAGARAJAN, K. V. Grain growth in 18Ni 1800 MPa maraging steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 26, p. 4155–4159, 1991.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais**. Porto Alegre - RS: AMGH Editora Ltda, 2012. 712 p.

TAMURA, I.; TSUZAKI, K.; MAKI, T. Morphology of lath martensite formed from deformed austenite in 18% Ni maraging steel. **journal of physique**, v. 43, p. 551–556, 1982.

TAVARES, S. S.; ABREU, H. F.; NETO, J. M.; Da Silva, M. R.; POPA, I. A thermomagnetic study of the martensite-austenite phase transition in the maraging 350 steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 358, n. 1-2, p. 152–156, 2003. ISSN 09258388.

TAVARES, S. S.; ABREU, H. F.; NETO, J. M.; Da Silva, M. R.; POPA, I. A magnetic study of the maraging 350 steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 272-276, p. 785–787, 2004. ISSN 03048853.

TAVARES, S. S.; Da Silva, M. R.; NETO, J. M.; PARDAL, J. M.; Cindra Fonseca, M. P.; ABREU, H. F. 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. ISSN 09258388.



TEWARI, R.; MAZUMDER, S.; BATRA, I. S.; DEY, G. K.; BANERJEE, S. Precipitation in 18 wt% Ni maraging steel of grade 350. **Acta Materialia**, v. 48, n. 5, p. 1187–1200, 2000. ISSN 13596454.

TIAN, J.; WANG, W.; LI, H.; SHAHZAD, M. B.; SHAN, Y.; JIANG, Z. Effect of deformation on precipitation hardening behavior of a maraging steel in the aging process. **Materials Characterization**, Elsevier, v. 155, n. April, p. 109827, 2019. ISSN 1044-5803. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109827>>.

VASUDEVAN, V. K.; KIM, S. J.; WAYMAN, C. M. Precipitation Reactions and Strengthening Behavior in 18 Wt Pct Nickel Maraging Steels. **METALLURGICAL TRANSACTIONS A**, v. 21, n. October, p. 2655–2668, 1990.

VIANA, C. S. C.; PAULA, A. S. Textura de Deformação. In: **Workshop de Textura e Relações de Orientação**. [S.l.: s.n.], 2001. p. 23–37.

VIANA, N. F. **Efeito da Deformação Prévia na Seleção de Variantes na Transformação Martensítica no Aço Maraging 350**. 120 p. Tese (Tese) — Universidade Federal do Ceará, 2014.

VISWANATHAN, U.; DEY, G.; ASUNDI, M. Precipitation Hardening in 350 Grade Maraging Steel. **METALLURGICAL TRANSACTIONS A**, v. 24A, n. November, p. 2429–2442, 1993.

VISWANATHAN, U. K.; DEY, G. K.; SETHUMADHAVAN, V. Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18 Ni (350) maraging steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, n. 1-2, p. 367–372, 2005. ISSN 09215093.

WRONSK, S.; TARASIUK, J.; BACROIX, B.; BACZMA, A.; BRAHAM, C. Investigation of plastic deformation heterogeneities in duplex steel by EBSD. **Materials Characterization**, v. 3, p. 1–9, 2012.

WUN-FOGLE, M.; RESTORFF, J. B.; CUSEO, J. M.; GARSHELIS, I. J.; BITAR, S. Magnetostriction and magnetization of common high strength steels. **IEEE Transactions on Magnetism**, v. 45, n. 10, p. 4112–4115, 2009. ISSN 00189464.

ZHAO, R.; KIM, Y.; CHESTER, S. A.; SHARMA, P.; ZHAO, X. Mechanics of hard-magnetic soft materials. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, Elsevier Ltd, v. 124, p. 244–263, 2019. ISSN 00225096. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2018.10.008>>.