



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

**SUYANNY ASSUNÇÃO FREIRE**

**A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO NO MARAGING 300  
PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA**

**FORTALEZA**

**2023**

SUYANNY ASSUNÇÃO FREIRE

A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO NO MARAGING 300  
PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA

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

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes  
de Abreu

FORTALEZA

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Sistema de Bibliotecas  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

- F935i Freire, Suyanny Assunção.  
A influência do tratamento de solubilização no maraging 300 produzido por manufatura aditiva /  
Suyanny Assunção Freire. – 2023.  
51 f. : il. color.
- Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia,  
Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2023.  
Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu .
1. Aços maraging. 2. Manufatura aditiva. 3. Solubilização. I. Título.

CDD 669

---

SUYANNY ASSUNÇÃO FREIRE

A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO DE SOLUBILIZAÇÃO NO MARAGING 300  
PRODUZIDO POR MANUFATURA ADITIVA

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

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes  
de Abreu

Aprovada em: / /

BANCA EXAMINADORA

---

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

---

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

---

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

A Deus

## **AGRADECIMENTOS**

A minha mãe Sueli Cavalcante Assunção por ter se mantido ao meu lado durante toda minha vida, sendo minha maior fonte de força.

Aos meus pais Elio Lima Cavalcante e Lindalva Cavalcante Assunção de Lima por terem me presenteado com seu afeto e escolhido ser meus pais.

A Thalya Torres, Thaynar Torres, Reinaldo Assunção e Isabelle Cavalcante por terem sido meus irmãos e os melhores que eu podia ter.

Ao meu marido Alexandre Mendes, por todo apoio, incentivo e por ser o meu lar.

Aos meus amigos Marjory Levy e Carlos Vinicius por terem sido companheiros exemplares em minha trajetória acadêmica e por todo o incentivo durante esses anos.

A todos os meus colegas do LACAM, em especial ao Pedro Henrique, Samille Kricia e Isabel Barros, cuja contribuição tornou esse trabalho possível.

Ao Dr. Luís Flavio Gaspar Herculano por todos os ensinamento e conselhos de pai dados durante meu tempo de Lacam.

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu por toda a sua ajuda e orientação durante meus anos de graduação.

Ao Dr. Sr. Jorge Luiz por todo o auxílio e ajuda prestada.

A Rafaella Silva por toda a ajuda e por ser uma das minhas maiores inspirações.

A Central analítica e aos laboratórios da UFC: LACAM e LPTS que permitiram a realização das etapas de caracterização deste trabalho.

A Petrobras, pelo apoio financeiro e a manutenção da bolsa de estudos durante vários semestres.

“Continue a nadar! Continue a nadar! nadar,  
nadar! Para achar a solução, nadar, nadar.”  
(Dory- Procurando o Nemo 2003 )

## RESUMO

Os aços maraging são aços de ultra-alta resistência que, devido ao baixo teor de carbono presente em sua composição, tornaram-se excelentes candidatos para fabricação por manufatura aditiva (MA). Entretanto, as peças fabricadas por MA tendem a apresentar comportamentos distintos dos materiais produzidos por processos convencionais, como fundição. Dito isso, torna-se importante analisar o comportamento dos aços maraging 300 produzidos por MA quando submetidos a tratamentos comumente aplicados para rotas convencionais de fabricação. Para analisar esse comportamento, o material foi estudado ao longo de duas rotas de processamentos, que diferem entre si pela presença do tratamento de solubilização. O material resultante foi estudado utilizando as seguintes técnicas: difração de raio-X, microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaios de dureza e de tração. Essas análises permitiram caracterizar a microestrutura resultante do processo de MA e avaliar as mudanças que ocorreram durante os tratamentos térmicos e de deformação. Dessa forma, foi possível verificar que o tratamento de solubilização, comumente aplicado em processos convencionais, produziu resultados semelhante no aço maraging produzido por MA, que foi submetido apenas a deformação a quente.

**Palavras-chave:** Aços maraging; Manufatura aditiva; Solubilização.

## ABSTRACT

Maraging steels are ultra-high-strength steels that have become excellent candidates for additive manufacturing (AM) due to their low carbon content. However, parts produced by AM tend to behave differently than materials produced by conventional processes such as casting. Therefore, it is important to analyze the behavior of additively manufactured Maraging 300 when subjected to treatments commonly applied to conventional manufacturing routes. In order to analyze this behavior, the material was studied along two processing routes that differ from each other due to the presence of the solution annealing treatment. The resulting material was studied using the following techniques: X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), hardness and tensile tests. These analyses made it possible to characterize the microstructure resulting from the AM process and to evaluate the changes that occurred during the heat and deformation treatments. In this way, it was possible to verify that the solution annealing treatment commonly used in conventional processes produced similar results to the maraging steel produced by AM, which was subjected only to hot deformation.

**Keywords:** Maraging steel; Additive manufacturing; Solution annealing.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos aços maraging com relação a outros ferrosos de alta resistência.....	17
Figura 2 - Diagrama de equilíbrio sistema Fe-Ni.....	18
Figura 3 - Diagrama de transformação metaestável sistema Fe-Ni.....	19
Figura 4 - Efeito da temperatura de envelhecimento nas propriedades mecânicas.....	20
Figura 5- A variação da dureza e do percentual de austenita em um aço maraging 350 submetido à deformação a frio.....	23
Figura 6 - Representação do processo.....	25
Figura 7 - Morfologia da microestrutura observada, revelando estrutura celular e, cortes longitudinais originando estrutura colunar.....	26
Figura 8 - Morfologia de solidificação em função da velocidade de resfriamento (V) e gradiente térmico (G).....	26
Figura 9- Ensaio de tração para o maraging produzido por manufatura aditiva nas condições solubilizado e envelhecido.....	27
Figura 10 - Fluxograma adotado no presente estudo.....	29
Figura 11- Dimensões corpos de prova de tração.....	33
Figura 12 - Difratoograma da amostra como recebida.....	33
Figura 13 - Difratoograma das Rotas 1 (laminada a quente) e 2 (laminada a quente e solubilizada).....	34
Figura 14 - Difratoograma comparativo de uma maraging 18Ni fabricado por MA nas condições como recebido e solubilizado.....	35
Figura 15 - Difratoograma obtido para as Rota 1 e 2 na terceira etapa.....	36
Figura 16 - Difratoograma das Rotas 1 e 2 pós laminação a frio.....	37
Figura 17 - Micrografias eletrônicas de varredura na condição como recebida.....	38
Figura 18 - Ilustração de crescimento epitaxial em materiais produzidos por manufatura aditiva.....	39
Figura 19 - Micrografias eletrônicas de varredura para as Rotas 1 (a) e Rota 2(b) na Etapa 2.....	40
Figura 20 - Avaliação do tamanho dos constituídos presentes na microestrutura das Rotas 1 e 2.....	41
Figura 21 - Micrografias eletrônicas de varredura nas Rotas 1(a) e Rota 2 (b) , Etapa 3.....	41
Figura 22 - Estimativa do tamanho dos microconstituintes da microestrutura e a morfologia da	

microestrutura após aplicação de contraste elevado através do ImageJ.....	42
Figura 23 - Durezas apresentadas em todas as etapas. Como recebida – Etapa 1 ; Não envelhecida -Etapa 2 e Envelhecida- Etapa 3.....	44
Figura 24 - Resultados dos ensaios de tração Rota 1 e 2 na Etapa 3.....	46
Figura 25 – Comparação entre o Limite de escoamento e limite de resistência a tração. ....	46

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição típica de aços Maraging.....	16
Tabela 2 - Propriedades mecânicas em aços 18Ni em estado solubilizado (820°C/ 1h).....	20
Tabela 3 - Características dos precipitados que surgem durante o envelhecimento.....	21
Tabela 4 - Propriedades mecânicas de aços maraging solubilizados a 815°C/1h. ....	22
Tabela 5 - Propriedades mecânicas apresentadas pelo aço maraging quando submetido a deformação a frio.....	23
Tabela 6 - Composição química em % de massa do material em estudo. ....	28
Tabela 7- Variação da espessura pós laminação a quente.....	30
Tabela 8- Variação da espessura pós laminação a frio.....	30
Tabela 9 - Área média apresentada pelos constituintes microestruturais das Rotas 1 e 2 nas etapas 1 e 2. ....	43
Tabela 10 - Medidas de dureza para o material como recebido (etapa 1), Rotas 1 e 2 na condição não deformada a frio e não envelhecida (etapa 2) e maraging produzido por método convencional.....	43
Tabela 11 - Resultado de dureza pós laminação a frio e pós envelhecimento.....	44

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	14
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	15
<b>2.1 Objetivo Geral</b> .....	15
<b>2.2 Objetivo Especifico</b> .....	15
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA</b> .....	16
<b>3.1 Aços maraging</b> .....	16
<b>3.2 Tratamentos térmicos no aço maraging</b> .....	17
3.2.1 Aços maraging em estado solubilizado .....	18
3.2.2 Aços maraging em estado solubilizado e envelhecido .....	20
<b>3.3 Aços maraging trabalhados a frio</b> .....	22
<b>3.4 Manufatura aditiva (MA)</b> .....	23
<b>3.4.1 Fusão seletiva a laser (FSL)</b> .....	24
<b>3.4.3 Aços maraging produzidos por manufatura aditiva</b> .....	26
<b>4 METODOLOGIA</b> .....	28
4.1 Material.....	28
<b>4.2 Laminação</b> .....	30
<b>4.3 Tratamentos térmicos</b> .....	31
<b>4.4 Preparação metalográfica</b> .....	31
4.4.1 Preparação metalográfica para difração de raio-X (DRX) e dureza.....	31
4.4.2 Preparação metalográfica para microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	31
<b>4.6 Difração de raios-x (DRX)</b> .....	32
<b>4.7 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b> .....	32
<b>4.5 Dureza</b> .....	32
<b>4.8 Ensaio de tração</b> .....	32
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	33
<b>5.1 Difração de raio-x (DRX)</b> .....	33
5.2 Análise da microestrutura através de microscopia eletrônica de varredura.....	38
<b>5.3 Propriedades mecânicas</b> .....	43
5.3.1 Ensaio de dureza.....	43
5.3.3 Comparação de propriedades mecânicas.....	47
<b>6 CONCLUSÕES</b> .....	49
<b>7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	50
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	51

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços maraging destacam-se como ligas ferrosas de ultra-alta resistência e boa tenacidade à fratura. Essa combinação de propriedades é possível devido ao baixo teor de carbono apresentado por esse material, aliado à capacidade de endurecimento por precipitação de intermetálicos durante o tratamento de envelhecimento. Dessa forma, os aços maraging apresentam uma boa conformabilidade em estado solubilizado e uma alta resistência quando envelhecidos. Essas características fazem com que esses aços sejam requisitados para diversas aplicações, tais como em componentes aeronáuticos, estojos de mísseis e até mesmo centrífugas para enriquecimento de urânio (Pardal et al., 2007).

O baixo teor de carbono faz com que os aços maraging apresentem boa estabilidade dimensional e geométrica, além da ausência de trincas a quente, tornando-os excelentes candidatos para novas técnicas de fabricação, como a Manufatura Aditiva (MA). Nesta técnica, as peças são projetadas em programas de modelagem computacional, e o projeto de fabricação se baseia na sucessiva deposição de camadas de material (Conde, 2023). Uma técnica de MA que vem se destacando na fabricação de aços maraging é a Fusão Seletiva Laser (FSL)

Atualmente, a produção por manufatura aditiva tem ganhado cada vez mais relevância na engenharia de materiais. Isso se deve ao fato de que este método de fabricação possui menores restrições de forma e complexidade, além de reduzir significativamente os prazos de produção e entrega de peças, uma vez que estas podem ser fabricadas localmente (Asgari et al., 2017). Entretanto, as peças fabricadas por MA tendem a apresentar comportamentos distintos daquelas provenientes de processos convencionais. Pesquisas recentes mostram que o maraging produzido por MA tende a exibir resistência mecânica superior quando comparada ao produzido convencionalmente em estado solubilizado. Tal fato justifica a importância de estudar as propriedades apresentadas por essa nova técnica de fabricação, verificando seu comportamento quando submetida a processos comumente aplicados ao maraging convencional. Como por exemplo, os processos de deformação plástica e os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento

Sabendo disso, o presente estudo buscou analisar e comparar o efeito produzido pelo tratamento de solubilização nas propriedades pós-envelhecimento de um aço maraging produzido por manufatura aditiva e deformado plasticamente a quente e a frio. Aliado a esse fator, pretendeu-se verificar a necessidade do tratamento de solubilização para aços maraging produzidos por esta rota

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho foi verificar a influência do tratamento de solubilização nas propriedades microestruturais e mecânicas de um aço maraging 300 produzido por manufatura aditiva em estado deformado

### **2.2 Objetivo Especifico**

- a) Caracterizar a microestrutura de um aço maraging produzido por manufatura aditiva.
- b) Avaliar as mudanças microestruturais apresentadas em um aço maraging produzido por manufatura aditiva quando submetido a processos termomecânicos.
- c) Verificar a influência de tratamentos termomecânicos nas propriedades de um aço maraging produzido por manufatura aditiva.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

#### 3.1 Aços maraging

Os aços maraging são ligas quaternárias de Ni-Co-Mo-Ti, cujo nome faz referência à sua microestrutura martensítica (mar) e ao tratamento térmico de envelhecimento (aging) comumente aplicado nessas ligas. A base principal desses aços é o sistema Fe-Ni, amplamente estudado pela Nickel LTd (Inco), sendo eles responsáveis pelo desenvolvendo das composições mais empregadas quando se trata de aços maraging (Conde, 2023). A classificação desse tipo de material varia de acordo com a composição química, conforme apresentado na Tabela 1."

Tabela 1 - Composição típica de aços Maraging.

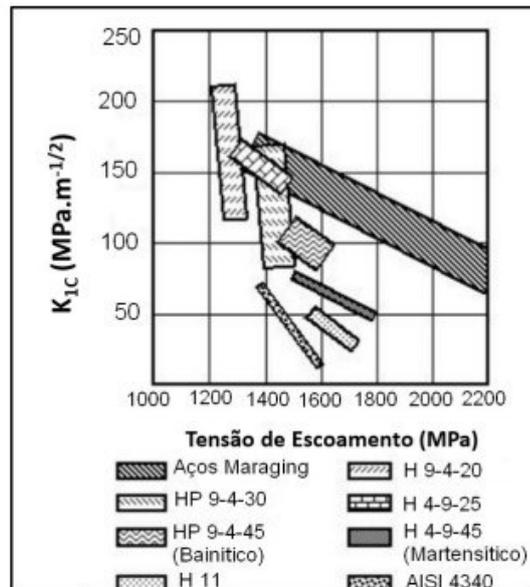
Aço	Ni [%]	Co [%]	Mo [%]	Al [%]	Ti [%]
<b>18 Ni (200)</b>	17 - 19	8 - 9	3 - 3,5	0,05 - 0,15	0,15 - 0,25
<b>18 Ni (250)</b>	17 - 19	7 - 8,5	4,6 - 5,2	0,05 - 0,15	0,3 - 0,5
<b>18 Ni (300)</b>	17 - 19	8,5 - 9	4,6 - 5,2	0,05 - 0,15	0,5 - 0,8
<b>18 Ni (350)</b>	17,5 - 18,5	12 - 12,5	3,8 - 4,6	0,10 - 0,15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

Fonte: Magnée et al, 1974.

Outro fator importante é o baixo teor de carbono apresentado nos aços maraging (<0,02%) (Pardal, 2012). Essa característica é de grande relevância, uma vez que a formação de carbeto de titânio (TiC) pode comprometer a resistência, a ductilidade e a tenacidade do material (Saraiva, 2021). De modo geral, a composição química dos aços maraging confere-lhes excelente conformabilidade no estado solubilizado ou temperado, além de uma alta resistência em estado envelhecido, devido à formação de precipitados em sua matriz martensítica (Pardal, 2012).

A Figura 1 permite comparar algumas propriedades dos aços maraging com relação a outros materiais metálicos.

Figura 1 - Comparação entre as propriedades mecânicas dos aços maraging com relação a outros ferrosos de alta resistência.



Fonte: (Magnée et al, 1974).

Em geral, a fase martensítica é predominante na microestrutura de aços maraging. No entanto, também é possível detectar a presença da fase austenita. Essa quando encontrada em aços maraging a temperatura ambiente, pode ser classificada como austenita retida ou austenita reversa (Pardal, 2012), e sua presença afeta diretamente as propriedades mecânicas do aço. Austenita retida refere-se à austenita que permanece na estrutura durante o resfriamento a partir do campo austenítico. Normalmente, sua presença está relacionada aos processos de fabricação do material. Por outro lado, a austenita reversa refere-se à decomposição da martensita em austenita quando a liga é exposta por tempos prolongados a uma temperatura abaixo daquela de transformação austenítica (Pardal, 2012).

### 3.2 Tratamentos térmicos no aço maraging

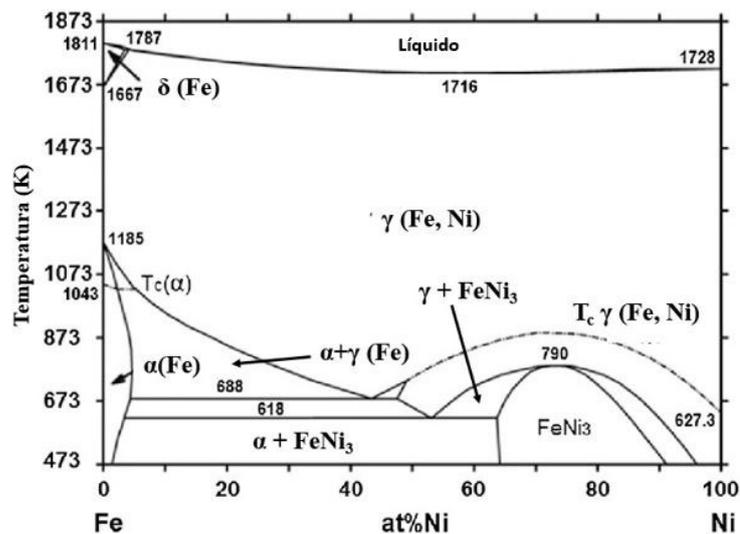
Os aços maraging 18% destacam-se por serem mais facilmente tratáveis; esta série é geralmente submetida a tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento (Pardal, 2012). Esses tratamentos são parametrizados em função do diagrama de equilíbrio e de

transformação do sistema ferro-níquel, bem como do diagrama Temperatura – Tempo Transformação (TTT) dos precipitados.

### 3.2.1 Aços maraging em estado solubilizado

O tratamento de solubilização consiste em submeter o maraging 18 Ni a temperaturas na faixa de 815 a 980°C (1088 – 1253 K) por cerca de 1 hora (ASM, 1991). Neste intervalo de temperatura, apenas a fase austenita ( $\gamma$ ) estará presente, conforme pode ser observado na Figura 2. Durante essa faixa de temperatura, as tensões residuais presentes no material tendem a ser aliviadas ou completamente removidas (ASM, 1991). Além disso, o tratamento de solubilização provoca uma homogeneização da estrutura, eliminando assim a segregação de elementos de liga (Schimitt, 2014).

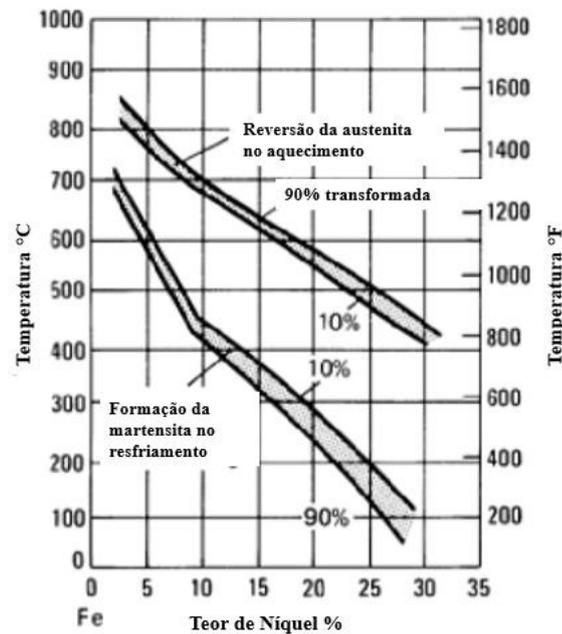
Figura 2 - Diagrama de equilíbrio sistema Fe-Ni.



Fonte: Adaptado de Cortez (2014).

O resfriamento a partir do campo austenítico, não produz o comportamento descrito pelo diagrama de equilíbrio, uma vez que a austenita não se decompõe nas composições prevista, mesmo quando submetida a tempos prolongados (Pardal, 2012). As transformações de fases que ocorrem durante o resfriamento a partir do campo austenítico são melhor previstas pelo diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni (Saraiva, 2021), apresentado na Figura 3.

Figura 3 - Diagrama de transformação metaestável sistema Fe-Ni.



Fonte: (Lang FH; Kenyon N, 1971).

Durante o resfriamento, o aço permanece tendo apenas a fase austenita até que se atinja a temperatura de início da Transformação Martensítica ( $M_s$ ), onde a austenita (CFC) transforma-se em martensita (CCC) (Conde, 2023). Observa-se pelo diagrama metaestável, que  $M_s$  diminui com o aumento de teor de níquel, o qual também exercerá influência quanto a microestrutura obtida. A pesquisa feita por Magnée et al (1974), mostrou que para ligas com teores de níquel entre 10 e 25 % a microestrutura apresenta seria a de martensita em forma de lâminas, sendo esta a morfologia mais desejável para aços maraging, uma vez que fornece uma melhor tenacidade quando comparada a outras morfologias (Magnée et al., 1974; Pardal, 2012).

A Tabela 2 mostra as propriedades mecânicas comumente encontradas em um aço maraging 18Ni na condição solubilizado.

Tabela 2 - Propriedades mecânicas em aços 18Ni em estado solubilizado (820°C/ 1h).

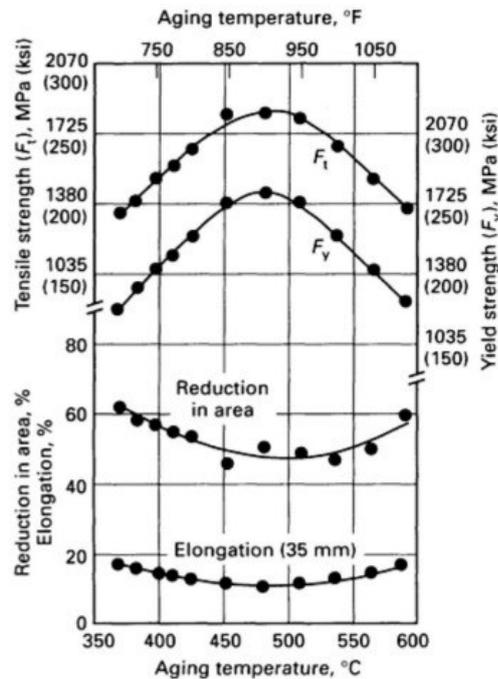
Aço	$\sigma_{esc}$ (MPa)	LRT (MPa)	Al (%)	Dureza (HRC)
18 Ni (200)	800	1000	17	27
18 Ni (250)	800	1010	19	29
18 Ni (300)	790	1010	17	32
18 Ni (350)	830	1150	18	35

Fonte: Adaptado de Nidi (1976).

### 3.2.2 Aços maraging em estado solubilizado e envelhecido

O tratamento térmico de envelhecimento consiste em submeter o aço maraging a uma temperatura na faixa de 455 a 510°C por um período entre 3 e 12 horas, seguido de resfriamento ao ar (ASM, 1991). Em geral, para as classes 200, 250 e 300, do maraging 18 Ni, o envelhecimento ocorre a uma temperatura de 480° C por um período de 3 a 8 horas (ASM, 1991). Tais parâmetros estão associados ao pico de resistência mecânica apresentado pela liga quando esta é submetida a essas configurações, conforme pode ser observado na Figura 4.

Figura 4 - Efeito da temperatura de envelhecimento nas propriedades mecânicas.



Fonte: ASM (1991).

O mecanismo de endurecimento nos aços maraging se dá devido ao fato de que a martensita se encontra supersaturada em níquel, titânio e molibdênio. Quando submetido a baixas temperaturas por um determinado período, há uma rejeição desses elementos de liga, o que faz com que ocorra a precipitação de compostos intermetálicos. Esses compostos serão os principais responsáveis pelo aumento da resistência mecânica nos aços maraging envelhecidos (Pardal, 2012). A Tabela 3 mostra os precipitados formados durante o envelhecimento.

Tabela 3 - Características dos precipitados que surgem durante o envelhecimento.

Fase	Estequiometria	Estrutura cristalina
$\gamma$		CFC
$\alpha$		CCC
$\mu$	$A_7B_6$	Romboédrico
$\omega$	$A_2B$	hexagonal
S	$A_8B$	hexagonal
X	$A_3B$	hexagonal
$Fe_2Mo$	$A_2B$	hexagonal
$Ni_3(Ti, Mo)$	$A_3B$	hexagonal
$Ni_3Mo$	$A_3B$	Ortorrômico

Fonte: Tewari et al (2000).

A alta densidade de discordâncias presentes, devido à estrutura martensítica ripada, também favorece a formação de precipitados, uma vez que as discordâncias atuam como locais preferenciais para a nucleação de precipitados intermetálicos (Vasudevan, 1990). Esses precipitados agem como uma barreira para a movimentação das discordâncias o que resulta em um aumento da resistência mecânica. A Tabela 4 resume algumas propriedades mecânicas características dos aços maraging 18Ni no estado envelhecido.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas de aços maraging solubilizados a 815°C/1h.

<b>Aço</b>	<b>Limite de escoamento (MPa)</b>	<b>Resistência a tração (MPa)</b>	<b>Alongamento [% em 2 pol]</b>
<b>18 Ni (200)</b>	1400	1500	10
<b>18 Ni (250)</b>	1700	1800	8
<b>18 Ni (300)</b>	2000	2050	7

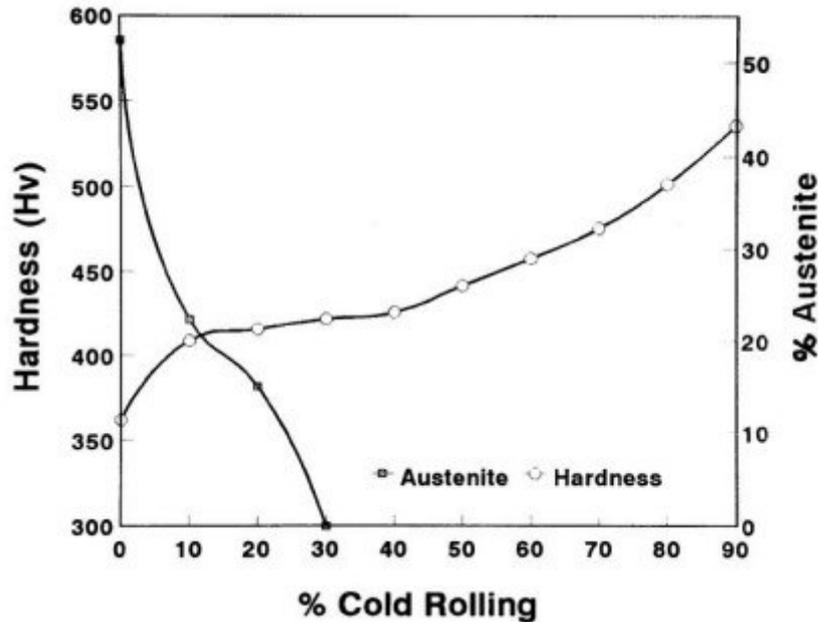
Fonte: Adaptada de ASM (1991).

### 3.3 Aços maraging trabalhados a frio

Os aços maraging podem alcançar valores ainda mais elevados de resistência e dureza se forem submetidos a uma etapa de deformação a frio antes do tratamento de envelhecimento, conforme mostrado na Figura 5. No entanto, o aumento da resistência vem acompanhado de uma redução na ductilidade do material (Callister, 2017). O mecanismo de aumento da resistência em aços maraging, devido ao trabalho a frio, pode estar relacionado a dois fatores, são eles:

- a) Encruamento: Isto porque durante a deformação plástica ocorre um aumento significativo no número de discordâncias. Tal fato, faz com que o movimento das discordâncias seja dificultado em função da existência de outras discordâncias em seu entorno e isto provoca um aumento na resistência mecânica (Callister, 2017).
- b) Transformação de fases: Este mecanismo refere-se à transformação da austenita residual em martensita. Isso resulta em um aumento da resistência mecânica, uma vez que a martensita é uma fase mais resistente do que a austenita (Conde, 2023)

Figura 5- A variação da dureza e do percentual de austenita em um aço maraging 350 submetido à deformação a frio.



Fonte: Ahmad (1997).

A Tabela 5 reúne algumas propriedades apresentadas por aços maraging quando submetidos a diferentes percentuais de deformação a frio.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas apresentadas pelo aço maraging quando submetido a deformação a frio.

Aço	Deformação a frio (%)	Limite de escoamento (MPa)	Resistência a tração (MPa)	Alongamento [% em 2 pol]
18 Ni (250)	0	1800	1820	8,6
	25	1875	1910	6,5
	50	2020	2055	5,2

Fonte: Adaptado de ASM (1991).

### 3.4 Manufatura aditiva (MA)

A manufatura aditiva é um método de fabricação que imprime diretamente componentes tridimensionais por meio da deposição camada a camada de material. Isto permite a obtenção de peças em formato quase final, aumentando assim a liberdade de projeto e reduzindo o tempo de produção (Debroy, 2018; Liu, 2022).

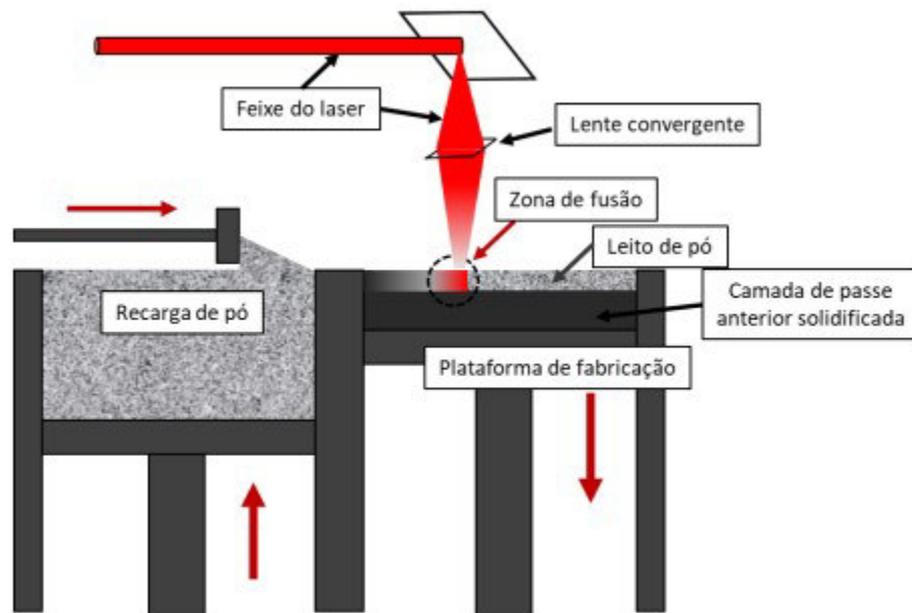
Existem diversos processos de manufatura aditiva de metais, os mais conhecidos são fusão seletiva a laser (FSL), fusão por feixe de elétrons (EBM) e a deposição de metal a laser (LMD). Estes processos possuem um mesmo ponto de partida que é a fabricação de um modelo CAD 3D criado em computador. O modelo é fatiado em pequenas camadas que podem possuir entre 20  $\mu\text{m}$  a 1 mm a depender da técnica de MA adotada (Dirk, 2016). Com base nessas informações, o modelo físico é construído a partir da fusão de camadas incrementais que são depositadas sucessivamente (Dirk, 2016).

### **3.4.1 Fusão seletiva a laser (FSL)**

A técnica de manufatura aditiva, através de fusão seletiva a laser, destaca-se entre as demais devido às altas densidades alcançadas, chegando a atingir 99,99% do valor teórico. Desta forma, houve há uma queda considerável na quantidade de poros e vazios presentes nas peças fabricadas por MA. Tal desempenho faz com que as propriedades mecânicas desta técnica de fabricação possam ser semelhantes às dos materiais produzidos por rotas convencionais, como a fundição (Guo, 2022; Conde, 2023).

O processo de FSL utiliza o pó metálico como matéria-prima, o qual é armazenado em um reservatório próximo à área de fusão. No momento da fabricação, o pó é disposto como uma camada de espessura típica que varia entre 20  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  na plataforma de fabricação. Posterior a esta etapa, é utilizado um sistema de nivelamento para garantir a uniformidade da camada de pó. Esta é então exposta, no eixo xy, a um laser que possui potência e velocidade de varredura determinadas previamente pelo projeto de construção. A exposição ao laser faz com que a camada de pó alcance temperaturas superiores à temperatura de fusão e passe para o estado fundido. Após isso, outra camada de pó metálico é depositada, e a sequência se repete até que a peça seja concluída (Dirk, 2016). A Figura 6 mostra o desenho esquemático deste processo.

Figura 6 - Representação do processo.



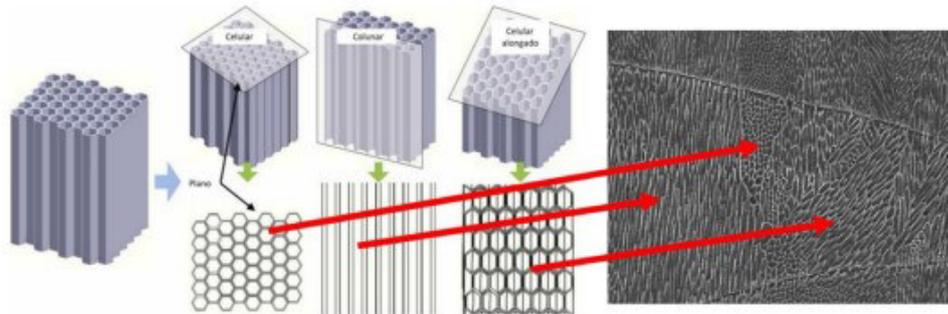
FONTE: Conde (2023) apud Murr (2012).

### 3.4.2 Microestrutura de aços fabricadas por manufatura aditiva através da técnica de FSL

O processo de fabricação por FSL faz com que muitos materiais apresentem microestruturas metaestáveis e composições fora do equilíbrio. Esse comportamento é resultado dos ciclos térmicos complexos aos quais a peça é submetida durante sua construção. A complexidade do histórico térmico é atribuída a vários fatores, dentre eles, destaca-se a rápida solidificação. Quando o laser incide sobre um pequeno volume de pó, aquece-o até a temperatura de fusão, mas esse aporte térmico é retirado quando a fonte de calor é movida. Além disso, ao fundir uma camada de material sobre uma camada anterior, a camada inferior será exposta a novos ciclos de aquecimento e resfriamento (Thijs, 2010; Dirk, 2016).

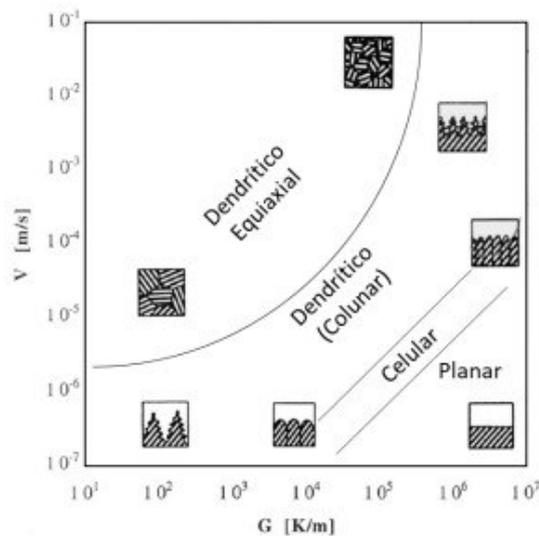
Observa-se que peças produzidas por MA, independentemente do material, apresentam granulação fina de padrão celular e dendrítico colunar, como mostrado na Figura 6. Isso é resultado do ciclo térmico descrito anteriormente. De fato, a microestrutura é diretamente afetada pela velocidade de resfriamento e pelo gradiente térmico ao qual o material é submetido, tal dependência é ilustrada na Figura 7. Por sua vez, o gradiente térmico depende dos parâmetros adotados no processo, como, por exemplo, densidade de energia e espessura da camada (Dirk, 2016; Qian et al, 2016; Conde, 2023).

Figura 7 - Morfologia da microestrutura observada, revelando estrutura celular e, cortes longitudinais originando estrutura colunar.



FONTE: Conde (2023) apud Bai et (2022).

Figura 8 - Morfologia de solidificação em função da velocidade de resfriamento ( $V$ ) e gradiente térmico ( $G$ ).



FONTE: Conde (2023) apud Bermingham (2020).

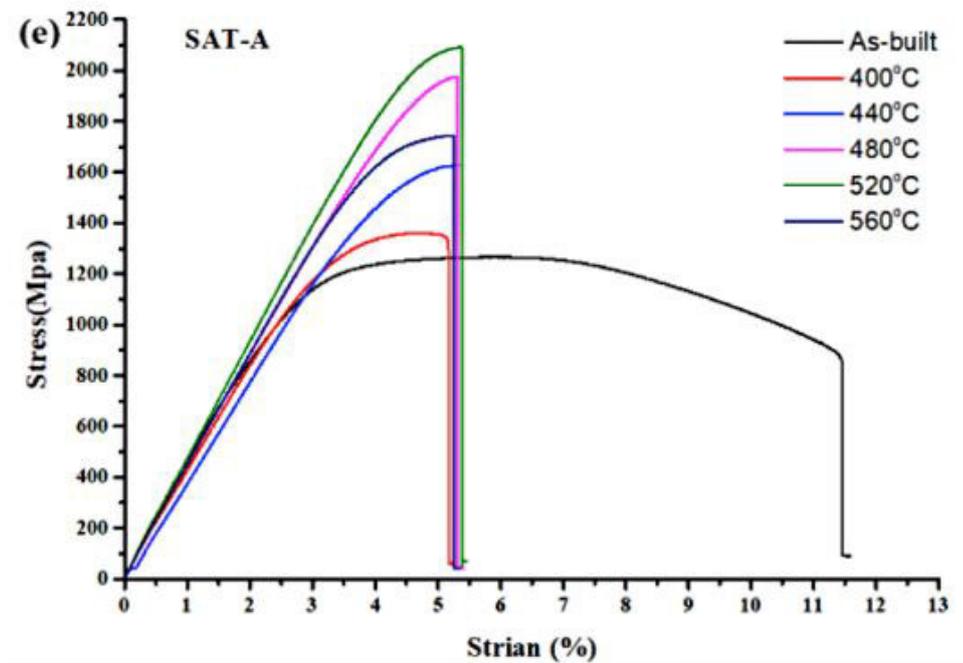
### 3.4.3 Aços maraging produzidos por manufatura aditiva

Os aços maraging produzidos por manufatura aditiva apresentam uma microestrutura de granulação fina, característica dessa técnica de fabricação. Como consequência, observa-se um aumento considerável na resistência mecânica do material, fenômeno evidente ao comparar um aço maraging produzido por manufatura aditiva com um produzido por rota convencional no estado solubilizado. Apesar de endurecêis por precipitação o aumento de sua resistência mecânica quando comparado ao convencional, não

estaria associado a precipitação de intermetálicos, uma vez que na MA a taxa de resfriamento é muito alta

A Figura 9 mostra o comportamento tensão x deformação de um aço maraging produzido por MA que foi submetido a tratamentos de solubilização e envelhecimento. Nota-se que assim como os aços maraging convencionais, os produzidos por manufatura aditiva têm sua resistência máxima alcançada após tratamento térmico de envelhecimento. De forma geral, os aços maraging produzidos por MA alcançam propriedades similares aos convencionais, tendo alcançado valores maiores quanto ao limite de resistência à tração e menores com relação ao alongamento (Dirk, 2016; Qian et al, 2016; Conde, 2023).

Figura 9- Ensaio de tração para o maraging produzido por manufatura aditiva nas condições solubilizado e envelhecido



FONTE: Bai et al (2019)

Os aços maraging produzido por manufatura aditiva apresentam em sua estrutura um percentual de austenita retida como consequência do processo rápido de solidificação que ocorre durante a fabricação. A austenita retida está associada à velocidade de resfriamento, pois a rápida solidificação faz com que haja uma rejeição de elementos de liga austenitizantes, especialmente o Ni, nas fronteiras celulares/dendríticas. Esse fato faz com que ocorra a estabilização da austenita, resultando em sua presença ao fim do processo de fabricação (Allam, et al., 2020; Dirk, 2016; Conde, 2019).

## 4 METODOLOGIA

### 4.1 Material

A matéria prima utilizada neste trabalho foi o aço maraging da classe 300, fabricado por manufatura aditiva através do processo Fusão seletiva a laser (FSL). As amostras produzidas compartilham da mesma composição, que pode ser consultada na Tabela 6.

Tabela 6 - Composição química em % de massa do material em estudo.

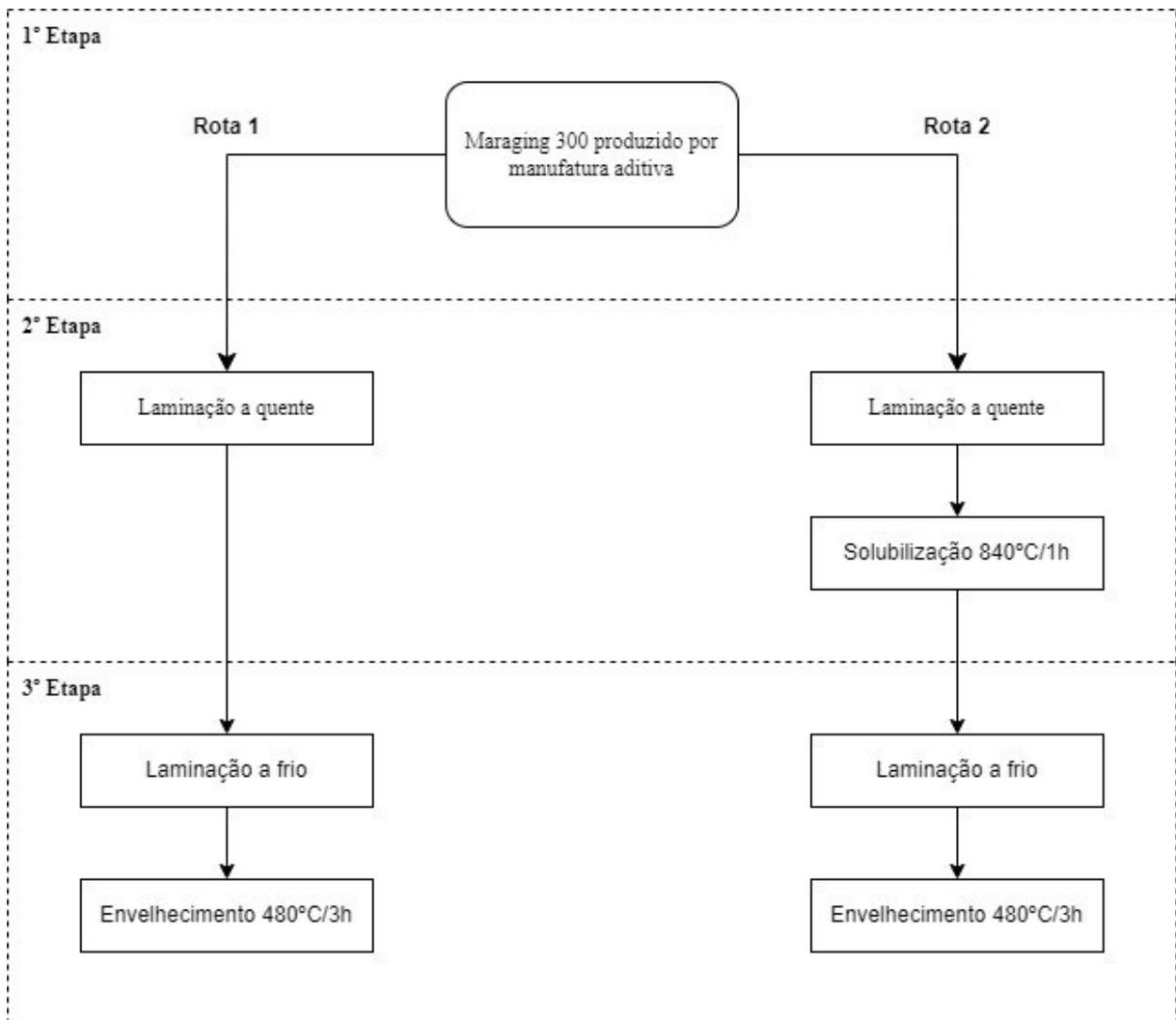
<b>Material</b>	<b>Ni [%]</b>	<b>Co [%]</b>	<b>Mo [%]</b>	<b>Cr [%]</b>	<b>Ti [%]</b>	<b>Fe [%]</b>
<b>Maraging 300</b>	18,38	8,69	4,832	0,129	1,01	65,84

Fonte: Elaborada pela Autora (2023).

As amostras foram fabricadas pelo laboratório Biofabris Unicamp, utilizando uma máquina EOSINT M-280. Foram utilizados os parâmetros de processamento que são definidos para aços maraging, no caso uma potência de 200 W, uma espessura de camada de pó de 50  $\mu\text{m}$ , diâmetro de feixe de 100  $\mu\text{m}$  com a utilização de gás argônio para efetuar a purga da câmara (Rodriguez, 2021).

O estudo abordou diversos processos termomecânicos como laminação a quente, laminação a frio, solubilização e envelhecimento. Foram estabelecidas duas rotas, onde uma se difere da outra devido a sequência de processamento a que foi submetida, conforme pode ser observado na Figura 10.

Figura 10 - Fluxograma adotado no presente estudo.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Ao fim de cada etapa, todas as Rotas foram caracterizadas através de difração de raio-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Foram realizados também ensaios de dureza ao término de cada etapa. Além disso, na terceira etapa as amostras foram submetidas a ensaio de tração para uma averiguação de outras propriedades mecânicas.

## 4.2 Laminação

As deformações plásticas foram induzidas no material através do processo de laminação. O material foi deformado tanto a quente quanto a frio, utilizando um laminador modelo LE180 da empresa maquinas coelho

Na laminação a quente o material foi posto em um forno tipo mufla (modelo 3000- EDG equipamento) e submetido a uma temperatura de 1000 °C por 3 minutos. Logo em seguida, as amostras foram levadas até o laminador onde tinham sua passagem forçada através de dois rolos. A cada três passes, a amostra retornava ao forno para um novo ciclo de aquecimento. Nesse processo, o objetivo era promover uma deformação de aproximadamente 50% na amostra quando comparada ao material como recebido. A Tabela 7 mostra a espessura das amostras antes e depois da laminação.

Tabela 7- Variação da espessura pós laminação a quente

<i>Amostras</i>	<i>Espessura inicial (mm)</i>	<i>Espessura final (mm)</i>
Amostra 1	6,9	3,45
Amostra 2	7,3	3,6

As amostras também foram submetidas ao processo de laminação a frio. Neste processo, a peça estava em temperatura ambiente enquanto era deformada. Nesta etapa, buscou-se uma deformação de 70% quando comparada a espessura inicial da amostra laminada a quente. Os dados referentes a variação de espessura da deformação a frio, podem ser observados na Tabela 8

Tabela 8- Variação da espessura pós laminação a frio.

<i>Amostras</i>	<i>Espessura inicial (mm)</i>	<i>Espessura final (mm)</i>
Amostra 1	3,45	1,00
Amostra 2	3,6	1,00

Fonte: Elaborada pela Autora (2023).

### 4.3 Tratamentos térmicos

Foram realizados dois tipos de tratamentos térmicos com uso de um forno tipo mufla (modelo 3000- EDG equipamento). O tratamento de solubilização cuja os parâmetros foram utilizados foram temperatura de 840°C por 1 hora. Outro tratamento térmico empregado foi o envelhecimento. Neste as amostras foram submetidas a uma temperatura de 480° C por 3 horas.

Os parâmetros de temperatura e tempo dos tratamentos térmicos deste trabalho foram adotados com base nos tratamentos convencionais e sugeridos realizados em aços maraging 300.

### 4.4 Preparação metalográfica

Para cada rota foram retiradas amostras para os ensaios de caracterização e propriedades mecânicas. A obtenção de cada amostra se deu através de corte manual utilizando uma serra fita. Após cortadas elas foram preparadas mediante o ensaio a ser realizado.

#### 4.4.1 Preparação metalográfica para difração de raio-X (DRX) e dureza

As amostras destinadas a esta preparação possuíam uma área mínima de 1 cm<sup>2</sup>. Para estes ensaios elas precisaram ser lixadas. Tal procedimento utilizou-se de politriz/lixadeira elétrica (Fabricante: AROTEC®/ Modelo: Aropol 2V-PU) e de lixas d'água até 600 mesh.

#### 4.4.2 Preparação metalográfica para microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras destinadas a estas imagens foram inicialmente embutidas em baquelite utilizando uma máquina de embutimento a quente da marca Arotec-modelo: PRE 30 Mi. Após o término desta etapa elas foram lixadas utilizando lixas d'água até 2500 mesh em uma politriz/lixadeira elétrica (Fabricante: AROTEC®/ Modelo: Aropol 2V-PU). O próximo passo foi o polimento manual utilizando-se de panos de polimento e pasta de diamante de 6, 3 e 1 µm (Fabricante: AROTEC) com o auxílio de uma politriz elétrica (Fabricante: AROTEC®/ Modelo: Aropol 2V-PU).

Para o ataque metalográfico, utilizou-se Nital 2% por 3 segundos em imersão para as Rotas 1 e 2 na primeira e terceira etapa deste trabalho. Já para as Rotas 1 e 2 na segunda etapa o ataque foi realizado com o reagente Marble por 3 segundos através de imersão. Estes ataques foram realizados buscando revelar a microestrutura do material.

#### **4.6 Difração de raios-x (DRX)**

Para esta medida foi utilizado um difratômetro da marca Rigaku, modelo SmartLab SE. A fonte de radiação utilizada foi  $\text{CoK}\alpha$  de comprimento de onda 0,1789 nm. A tensão de operação utilizada foi de 40 KV com corrente de 35,0 Ma. Todas as amostras submetidas a esta medida tiveram o mesmo intervalo angular de varredura ( $2\theta$ ), sendo este  $40^\circ$  a  $110^\circ$  com passe igual a  $0,02^\circ/\text{min}$ . A análise de fases cristalinas foi realizada através do software Panalytical Xpert Highscore Plus versão 3d.

#### **4.7 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

Para as análises de MEV foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura Quanta 450-FEG – FEI com tensão de 20 kV e spot size 3.

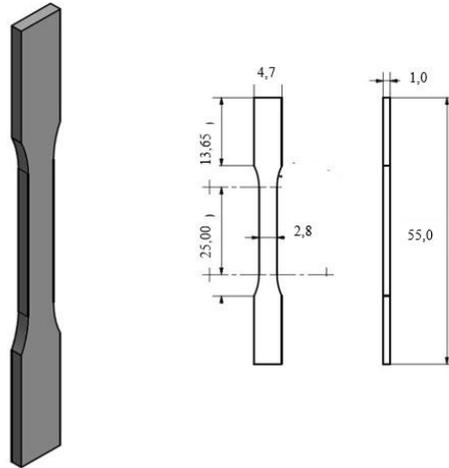
#### **4.5 Dureza**

O ensaio de dureza foi realizado com o durometro, da marca Mitutoyo-HR300, onde as amostras foram submetidas a uma força total de 1471 N. Foram feitos um total de 5 medidas para cada amostra. Foi calculada a média e o desvio padrão para ambas as rotas em cada etapa

#### **4.8 Ensaio de tração**

Os ensaios de tração foram realizados de acordo com a norma ASTM E8 em uma máquina universal – MTS Landmark. Foram feitos 6 corpos de prova de subtamanho, sendo 3 para cada condição. As medidas dos corpos de prova podem ser observadas na Figura 11. Os testes foram então conduzidos a uma taxa  $0,5\text{mm}/\text{min}$ .

Figura 11- Dimensões corpos de prova de tração



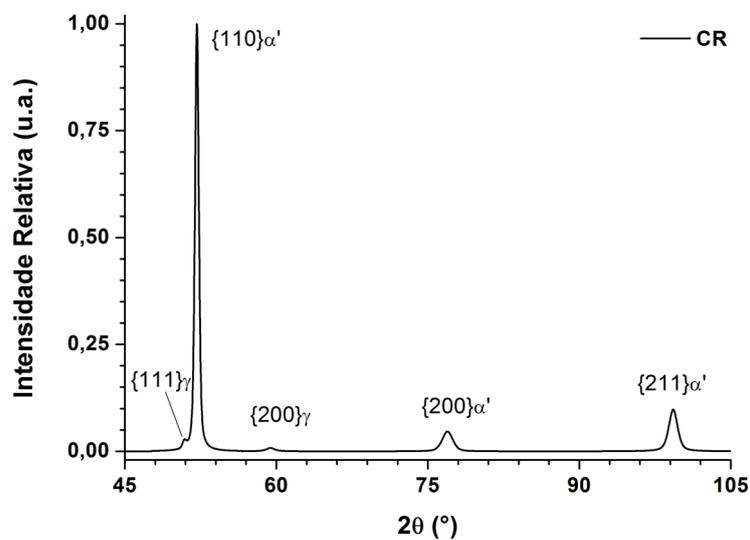
FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Difração de raio-x (DRX)

Através da técnica de difração de raio-X, foi constatado que a amostra recebida (CR), proveniente apenas do processo de produção FSL, apresenta duas fases em sua microestrutura: a martensita CCC ( $\alpha'$ ) e a austenita CFC ( $\gamma$ ), conforme pode ser observado na Figura 12.

Figura 12 - Difratoograma da amostra como recebida.

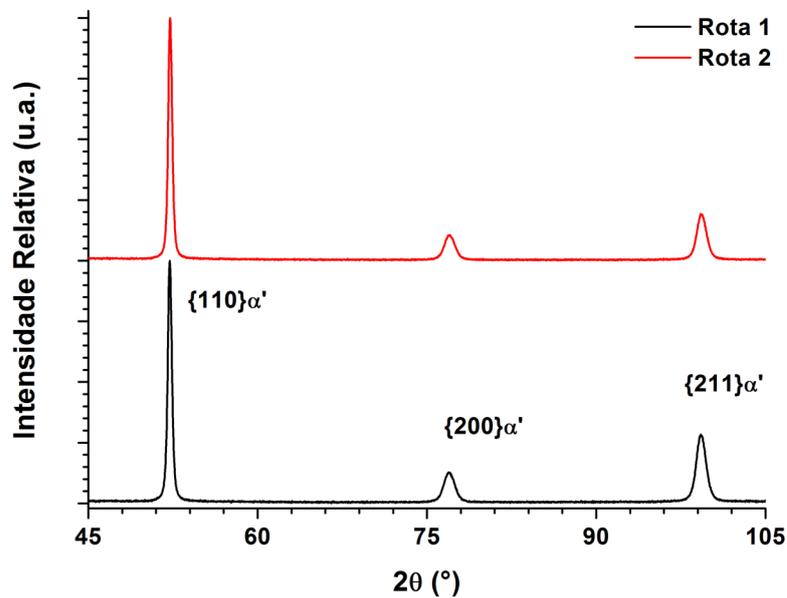


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Nota-se que há austenita, embora os tamanhos dos picos sugiram que essa esteja presente em baixa quantidade. A microestrutura é formada predominantemente pela fase martensita CCC ( $\alpha'$ ). A austenita retida é comumente relatada em aços maraging produzidos por MA, e sua formação pode estar associada à segregação de elementos austenitizantes durante a solidificação (Guo, 2022). A austenita retida é detectada principalmente nos limites das poças de fusão e das estruturas celulares, conforme relatado por Guo (2022). Um estudo realizado por Asala, Ola, & Ojo, (2023) mostrou que nessas regiões, o percentual de elementos austenitizantes, como o níquel, é maior do que no núcleo dendrítico. Esses fatores sustentam a possível explicação dada acima.

Em relação a segunda etapa deste trabalho, foram analisadas as duas rotas estudadas antes da laminação a frio e do envelhecimento. Tais resultados podem ser vistos na Figura 13.

Figura 13 - Difratograma das Rotas 1 (laminada a quente) e 2 (laminada a quente e solubilizada).



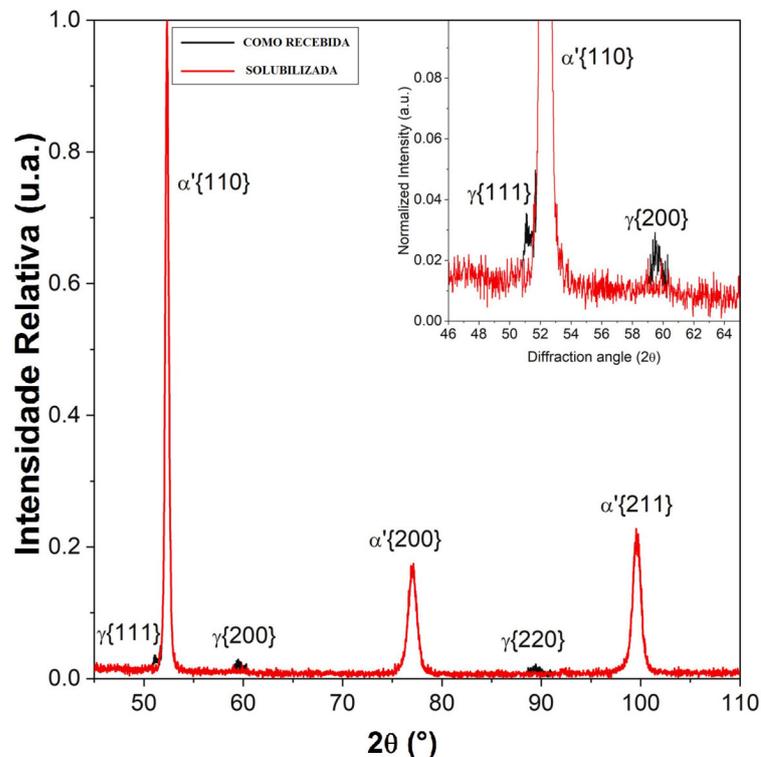
Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Observa-se que, em ambas as rotas, apenas a fase martensita é detectada. Isso é um indicativo de que os processos termomecânicos empregados nessas rotas reduziram o teor de austenita retida oriundo do processo de fabricação.

Uma análise da Rota 1 mostra que apenas a conformação a quente já seria suficiente para reduzir o percentual de austenita retida. Isso está associado ao fato de que a deformação a quente reduz o grau de segregação, sendo que a segregação de elementos austenitizantes é um dos principais fatores para a formação da austenita. Entretanto, é importante salientar que apenas a deformação a quente não é suficiente para eliminar totalmente a segregação (SILVA e MEI, 2010).

Quanto à solubilização aplicada na Rota 2, não se pode afirmar, com base apenas nos resultados deste trabalho, se essa seria suficiente para reduzir o teor de austenita retida. Isso porque a solubilização só foi aplicada após a laminação a quente, a qual, como explicado anteriormente, já reduziria o teor de austenita retida. No entanto, um estudo feito por Conde (2019) mostrou que o tratamento de solubilização consegue reduzir a austenita retida em aços maraging 18 Ni fabricados por FSL, conforme pode ser observado na Figura 14. Este resultado é coerente, uma vez que o tratamento de solubilização provoca homogeneização da estrutura, reduzindo a presença de segregações, conforme foi explicado na Seção 3.2.1.

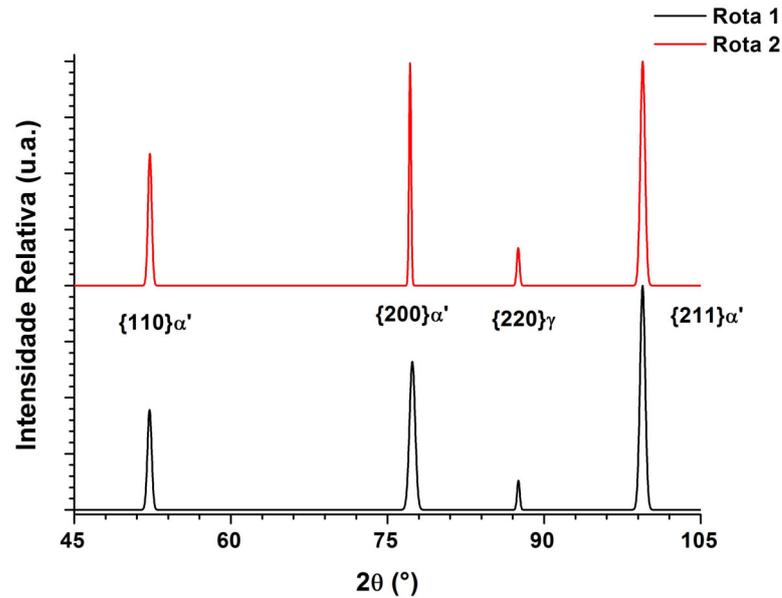
Figura 14 - Difratograma comparativo de uma maraging 18Ni fabricado por MA nas condições como recebido e solubilizado.



FONTE: Conde (2019).

A terceira e última etapa deste trabalho consistiu em submeter as Rotas 1 e 2 a deformação a frio e ao tratamento de envelhecimento. O difratograma obtido nesta etapa pode ser visto na Figura 15.

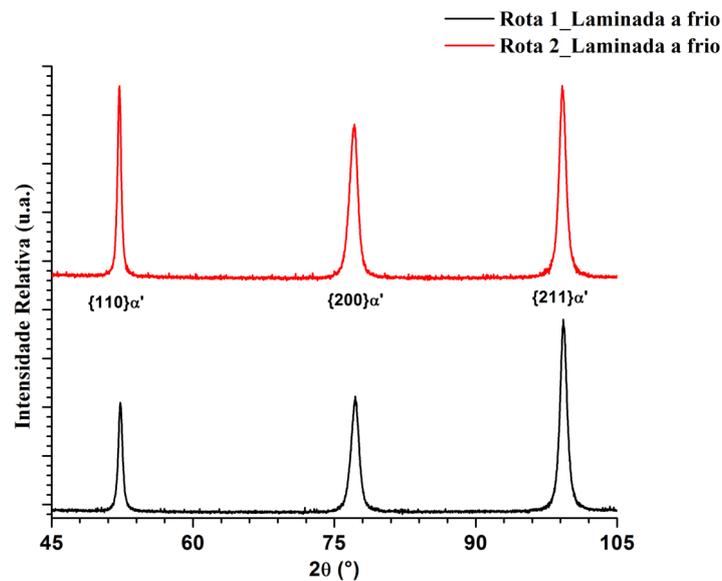
Figura 15 - Difratograma obtido para as Rota 1 e 2 na terceira etapa.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Conforme pode ser observado, foi detectada a presença da fase austenita no plano (220) em ambas as rotas. A presença da fase austenita pode ser atribuída ao tratamento de envelhecimento, isso porque, conforme pode ser observado na Figura 16, após o processo de deformação a frio, apenas a fase martensita foi identificada em ambas as rotas.

Figura 16 - Difratoograma das Rotas 1 e 2 pós laminação a frio.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Outro ponto observável no difratograma das rotas pós-laminação a frio é que, diferente do difratograma produzido na segunda etapa, os três picos de martensita possuem intensidade levemente semelhantes. Isso é um indicativo de que boa parte dos grãos estão orientados em direções específicas, em outras palavras, o material possui textura.

Já com relação ao difratograma da terceira etapa, a presença da fase austenita após o tratamento de envelhecimento é bem retratada nos estudos de aços maraging 18 Ni e recebe a denominação de austenita reversa (AR). Essa ocorre quando o maraging é exposto a temperaturas abaixo da temperatura de início de transformação austenítica por tempos prolongados, ocorrendo um acúmulo de elementos austenitizantes que tornam a austenita estável à temperatura ambiente (Pardal, et al., 2007).

Entretanto, sua aparição para as condições de envelhecimento empregadas no presente estudo, ou seja, 480°C/3h, não é comum em aços maraging produzidos por rotas convencionais. Para um aço maraging produzido por rota convencional, nas condições de solubilização e envelhecimento a 480 °C, apenas a fase martensita é detectada, conforme foi observado no estudo feito por Oliveira (2022).

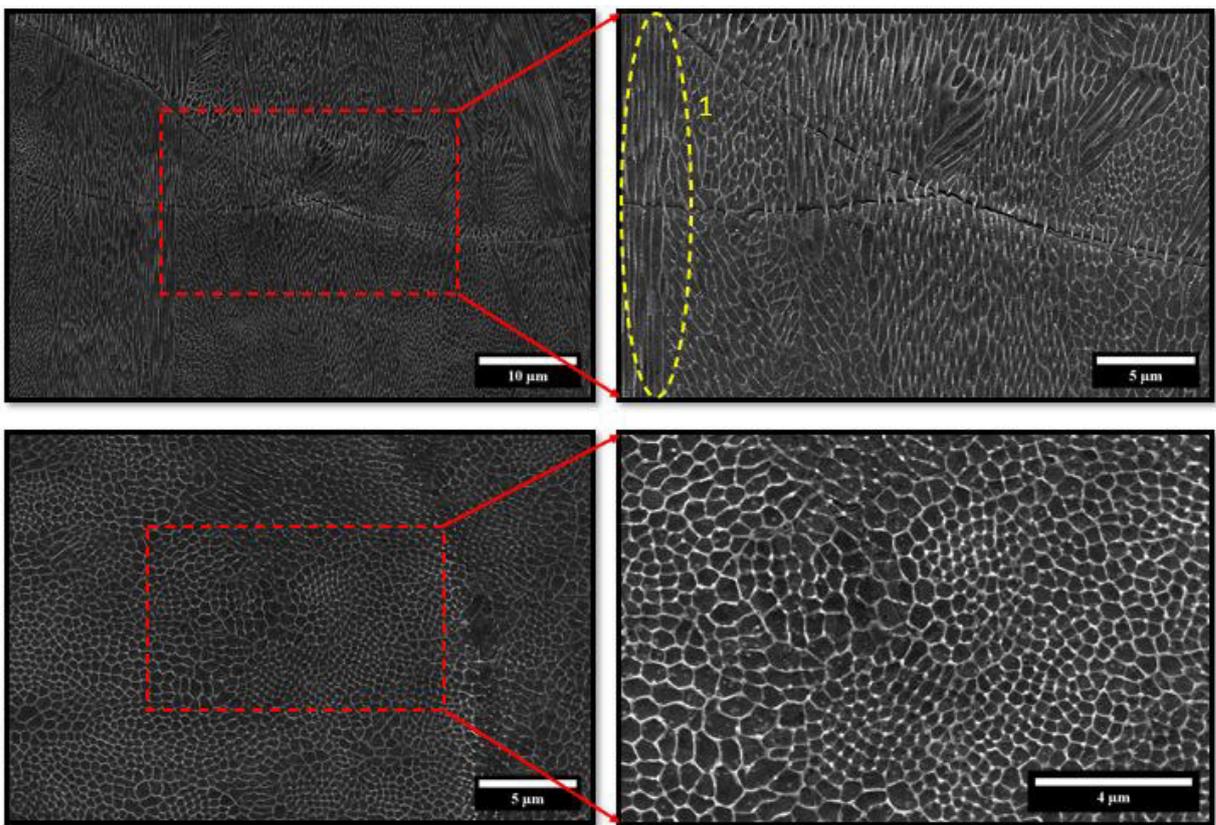
A aparição da austenita após o envelhecimento pode estar associado ao trabalho mecânico realizado anteriormente. Estudos feitos por Ali et al (1994), Rohit e Mukhtinutalapati (2018) mostraram que a quantidade de austenita reversa aumenta com o grau de deformação do material. Tal fato está relacionado com o aumento na densidade de defeitos, uma vez que

estes elevam a cinética da reação de envelhecimento, fazendo com que precipitação da austenita reversa ocorra antes do esperado para estruturas não deformadas.

## 5.2 Análise da microestrutura através de microscopia eletrônica de varredura

A Figura 17 mostra as características microestruturais do aço maraging produzido por manufatura aditiva na condição como recebido (Etapa 1 apresentada na Figura 8).

Figura 17 - Micrografias eletrônicas de varredura na condição como recebida.



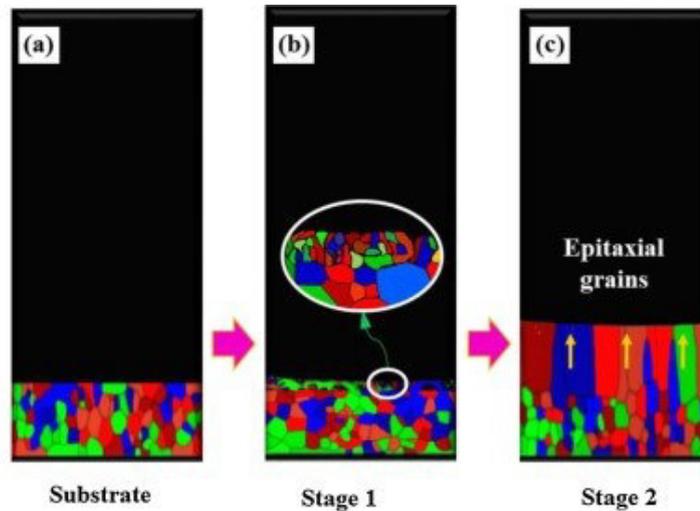
FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

A microestrutura das amostras na Figura 17 é comum a materiais produzidos por MA através da técnica FSL, pois nota-se a presença de poças de fusão formadas por estruturas de morfologia celular e colunar. Tais características sugerem que a solidificação ocorreu de forma direcional e foi assistida, de forma geral, por uma rápida velocidade de resfriamento e um alto gradiente térmico, conforme foi observado na Figura 8 na seção 3.4.2

Outro ponto observável é a presença de grãos epitaxiais, conforme destacado em amarelo-1, que cruzam os limites das poças de fusão. O processo de crescimento de grãos

epitaxiais pode ser explicado de forma simplificada considerando a deposição de algumas camadas de material, conforme observado na Figura 18

Figura 18 - Ilustração de crescimento epitaxial em materiais produzidos por manufatura aditiva.

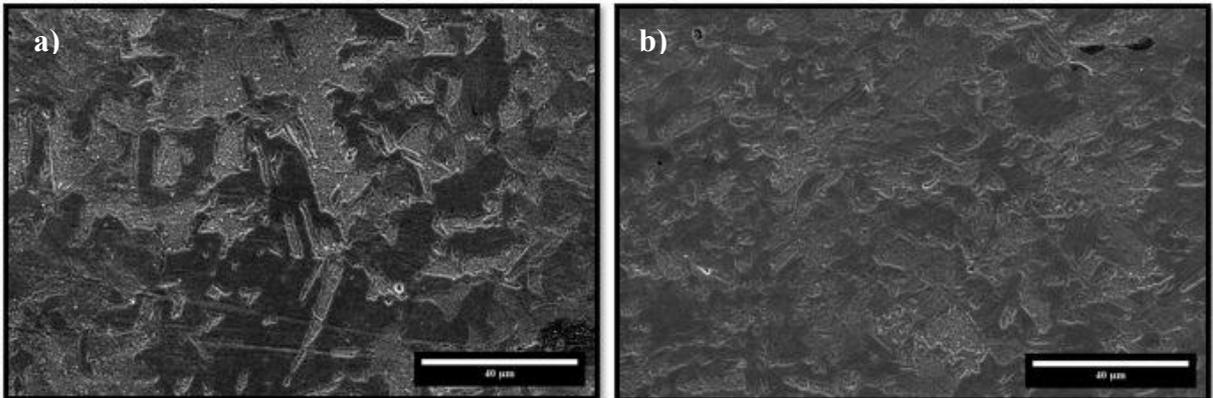


FONTE: Adaptado de Liu P. W., (2018)

Inicialmente, quando a camada entra em contato com o substrato ocorre uma alta perda de calor por condução, provocando uma alta taxa de solidificação e um baixo gradiente térmico que favorece a formação de grãos equiaxiais, vistos no primeiro estágio. No segundo estágio, o gradiente térmico se eleva e a taxa de resfriamento diminui, favorecendo assim a formação de grãos epitaxiais que se desenvolvem a partir dos grãos existentes e orienta-se na direção de construção (Liu P. W., 2018).

Na segunda etapa, o material como recebido foi inteiramente submetido à laminação a quente, de modo que uma parte foi tratada termicamente por solubilização e outra não. As micrografias dessas condições podem ser vistas na Figura 19.

Figura 19 - Micrografias eletrônicas de varredura para as Rotas 1 (a) e Rota 2(b) na Etapa 2.

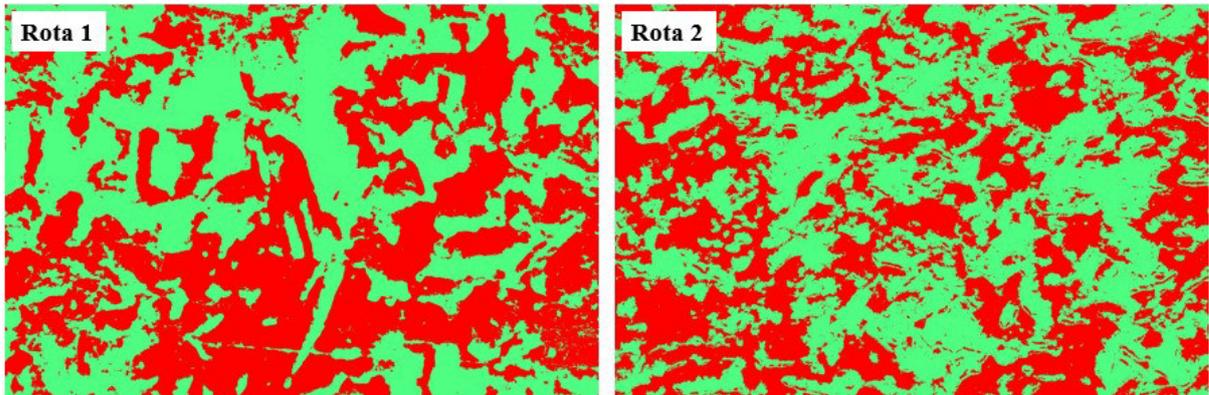


FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

Nota-se que em ambas as rotas houve uma mudança significativa da microestrutura quando comparada ao material como recebido. Com relação à Rota 1, a mudança na microestrutura está relacionada ao processo de laminação a quente. Uma vez que este processo de conformação pode promover alterações tanto no tamanho de grão quanto na microestrutura em geral. Além disso, as temperaturas elevadas empregadas neste processo favorecem a difusão e ajudam a reduzir heterogeneidades químicas (Silva e Mei, 2010), que são bem comuns em materiais fabricados por manufatura aditiva. A mudança na microestrutura provocada pela conformação a quente se dá por meio de recristalização, que ocorre quando a energia de deformação alcança um determinado pico e passa a estabilizar a nucleação de novos grãos não deformados (Silva e Mei, 2010).

A Rota 2 foi submetida igualmente a um processo de laminação a quente, o que como evidenciado pela Rota 1, provoca alterações na microestrutura por recristalização. No entanto, a Rota 2 também foi submetida ao tratamento de solubilização, proporcionando uma microestrutura mais refinada do que a apresentada pela Rota 1. Tal afirmação pode ser constatada a partir do tamanho dos constituintes da microestrutura. Utilizando o software ImageJ, implementou-se um alto contraste que tornou possível definir os tamanhos dos constituintes, conforme pode ser observado na Figura 20.

Figura 20 - Avaliação do tamanho dos constituídos presentes na microestrutura das Rotas 1 e 2.

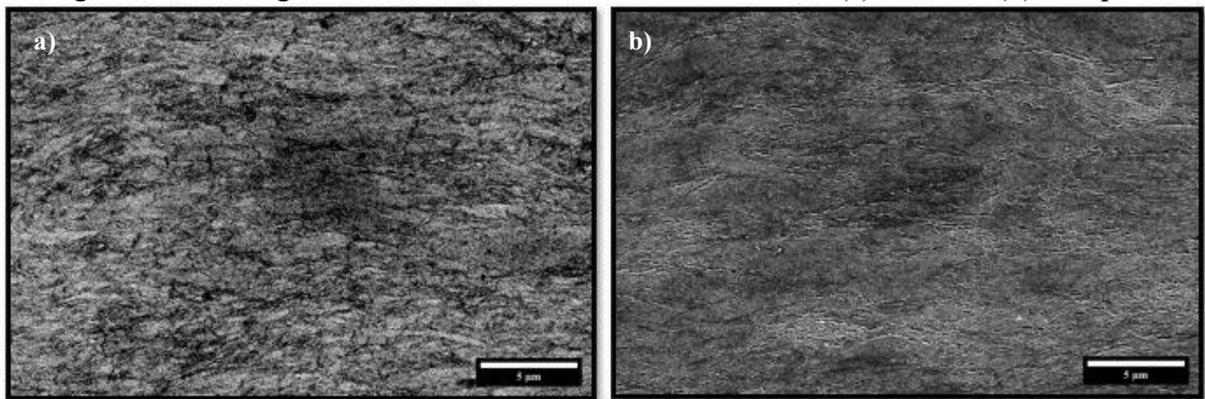


FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

Uma análise quantitativa da Figura 20, a partir do software ImageJ, evidenciou que a área média dos constituintes presentes na Rota 1 supera em cerca de 20% a da Rota 2, sendo a média da Rota 1 igual  $5,41 \mu\text{m}^2$  e da Rota 2 igual a  $4,33 \mu\text{m}^2$ . Tais fatos sustentam a hipótese de que a solubilização pós-laminação a quente proporcionou refino na microestrutura.

Também foram analisadas micrografias eletrônicas de varredura para terceira etapa deste trabalho. Os resultados obtidos podem ser vistos na Figura 21.

Figura 21 - Micrografias eletrônicas de varredura nas Rotas 1(a) e Rota 2 (b), Etapa 3.



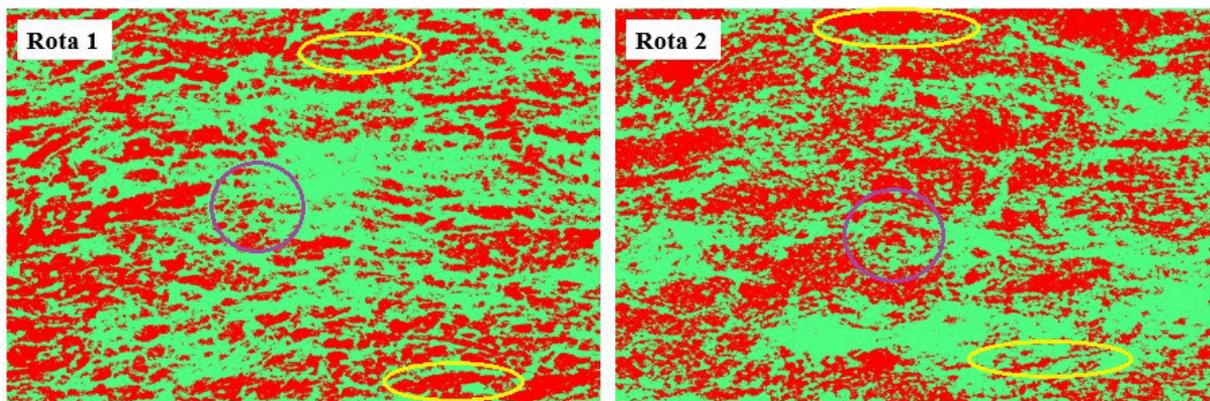
FONTE: Elaborado pela autora (2023).

Observa-se que, em ambas as rotas, é possível notar uma certa orientação da microestrutura. Tal resultado é coerente com os resultados apresentados nos difratogramas pós laminação a frio. Isso indica, como esperado, que o processo de deformação a frio modificou a morfologia da microestrutura. Essa nova morfologia faz com que os contornos dos

constituintes presentes na estrutura martensítica, sejam de difícil visualização, tal observação está de acordo com o que foi reportado por Lian et al (2018) e por Melo (2020).

Utilizando o software ImageJ, foi aplicado contraste elevado, permitindo estimar o tamanho dos microconstituintes da microestrutura e a morfologia deles, conforme pode ser observado na Figura 22.

Figura 22 - Estimativa do tamanho dos microconstituintes da microestrutura e a morfologia da microestrutura após aplicação de contraste elevado através do ImageJ.



FONTE: Elaborado pela Autora (2023)

Na Figura 22 os círculos em amarelos evidenciam os microconstituintes que apresentam maior grau de deformação, enquanto que os círculos roxos no centro mostram um grau de deformação menor.

Uma análise quantitativa evidenciou que a área média dos constituintes da Rota 1 é aproximadamente  $0,29\mu\text{m}^2$ , enquanto que os da Rota 2 possuem aproximadamente  $0,25\mu\text{m}^2$ . Tal resultando mostra uma diferença de cerca de 13,8% entre as Rotas e deve estar associado ao fato de que a Rota 2 apresentava uma microestrutura mais refinada que a Rota 1 na etapa anterior.

Analisando o tamanho médio dos constituintes nas Etapas 2 e 3, observa-se que ocorreu uma redução da área em ambas as rotas, conforme pode ser observado Tabela 9. A mudança de tamanho tende a estar associada a quebra dos constituintes provocada pela aplicação da deformação a frio. O refino da microestrutura também está relacionado com a melhoria das propriedades mecânicas.

Tabela 9 - Área média apresentada pelos constituintes microestruturais das Rotas 1 e 2 nas etapas 1 e 2.

<b>Área média dos constituintes em <math>\mu\text{m}^2</math></b>					
<b>Rota 1</b>			<b>Rota 2</b>		
<b>Etapa 2</b>	<b>Etapa 3</b>	<b>Variação (%)</b>	<b>Etapa 2</b>	<b>Etapa 3</b>	<b>Variação (%)</b>
5,41	0,29	94,64	4,33	0,25	94,22

Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

### 5.3 Propriedades mecânicas

#### 5.3.1 Ensaio de dureza

A Tabela 10 apresenta a média da dureza na escala Rockwell C obtida por cada uma das Rotas antes do envelhecimento e compara seus resultados com o material como recebido e com o aço maraging fabricado por método convencional em estado solubilizado.

Tabela 10 - Medidas de dureza para o material como recebido (etapa 1), Rotas 1 e 2 na condição não deformada a frio e não envelhecida (etapa 2) e maraging produzido por método convencional.

<b><i>Dureza das amostras não envelhecidas (HRC)</i></b>			
<b>Maraging MA</b>			<b>Maraging convencional solubilizado<sup>1</sup></b>
<b>Como recebido</b>	<b>Rota 1</b>	<b>Rota 2</b>	
38,24	31,56	30,36	30

Fonte: Própria da autora (2023);

<sup>1</sup> valores referentes à pesquisa realizada por (Adriano Júnior, 2019)

Observa-se que o material como recebido, isto é resultante apenas do processo de manufatura, apresenta dureza superior, quando comparado ao maraging produzido por rota convencional, ao laminado a quente (Rota 1) e ao laminado a quente e solubilizado (Rota 2). Tal comportamento pode estar associado aos ciclos térmicos contínuos ao qual o material é exposto durante sua fabricação, conforme foi relatado na seção 3.4.2. Esses ciclos térmicos ao qual foi submetido induziu tensões residuais devido aos gradientes térmicos. Além disso, a microestrutura do material como recebido apresenta diversas interfaces, que dificulta a movimentação de discordâncias, aumentando assim a dureza do material.

Foram obtidos resultados referentes a dureza após a deformação a frio e após o envelhecimento, conforme pode ser observado na Tabela 11. Com base nisso, estima-se que a deformação foi responsável por um aumento de 16,25% na dureza da Rota 1 e de 18,1 % na dureza na Rota 2. O aumento da Rota 2 deve ter sido maior em função do fato de que a Rota 1 já se encontrava em um estado de tensão superior, uma vez que não foi solubilizada.

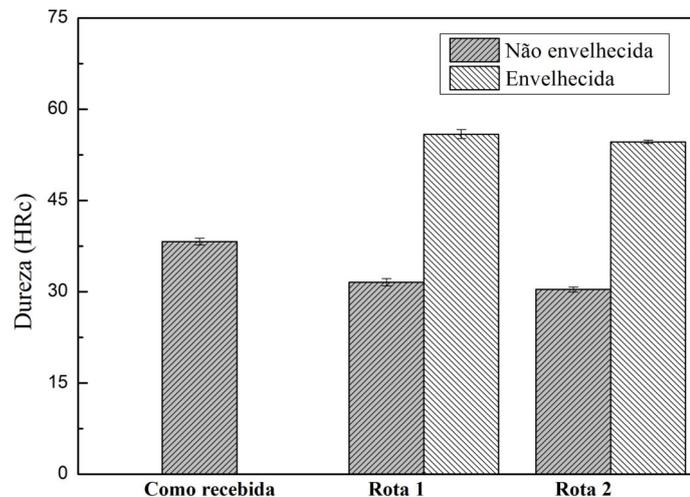
Tabela 11 - Resultado de dureza pós laminação a frio e pós envelhecimento.

<i>Dureza HRC</i>				
Rota	Deformada a frio 70%		Deformada a frio 70% e envelhecida	
	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão
1	37,80	0,141	55,90	0,740
2	37,08	0,408	54,64	0,265

FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

Com relação ao tratamento de envelhecimento, conclui-se que este foi o principal responsável pelo aumento de dureza, elevando-a cerca de 32,37% e 32,14% na dureza das Rotas 1 e 2 respectivamente. Estes resultados possibilitaram uma comparação entre as durezas apresentadas na etapa 1, 2 e 3, conforme pode ser observado na Figura 23.

Figura 23 - Durezas apresentadas em todas as etapas. Como recebida – Etapa 1 ; Não envelhecida -Etapa 2 e Envelhecida- Etapa 3



Fonte: Elaborado pela Autora (2023).

Como esperado, notou-se que em ambas as rotas, o tratamento de envelhecimento proporcionou um aumento significativo da dureza. Tal comportamento é observado para o maraging convencional e repete-se para o fabricado por manufatura aditiva.

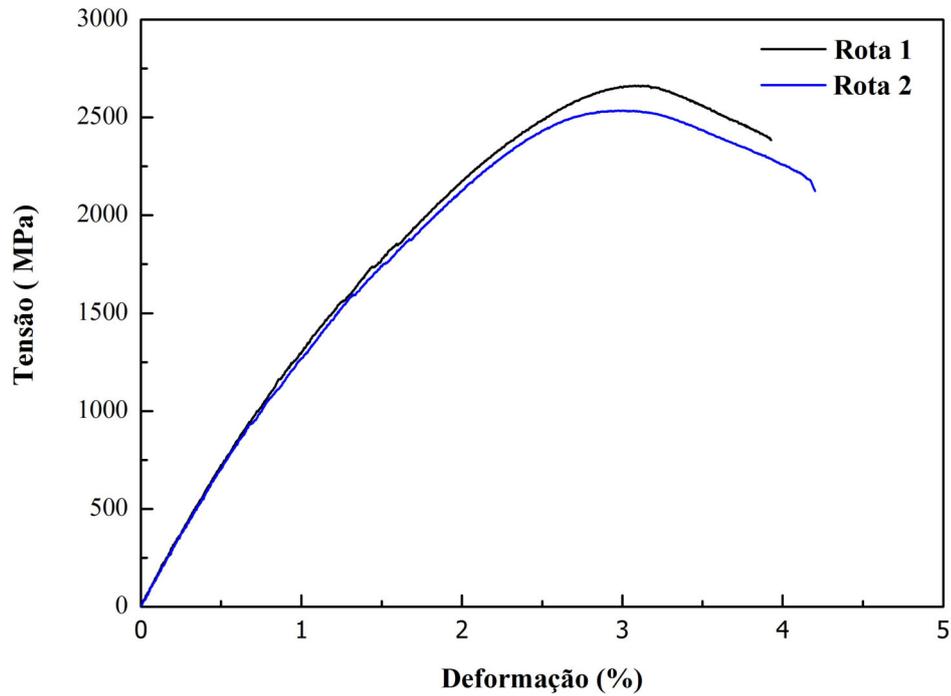
Outro ponto a ser observado é que as Rotas 1 e 2 apresentaram ligeira diferença entre elas nas condições antes e depois do envelhecimento. Isso pode ser um indicativo que o tratamento de solubilização não interferiu de maneira significativa na dureza do material.

Sabe-se que o processo de laminação a quente, realizado em ambas as rotas, modificou a microestrutura produzida pelo processo de manufatura aditiva e alterou a dureza apresentada. Tal fator enuncia a queda da dureza apresentada na Rota 1 - Etapa 2 (laminada a quente). A Rota 2 – Etapa 2 além de passar pela laminação a quente, também foi exposta a um tratamento de solubilização, sendo este responsável para essa condição apresentar a menor dureza dentre as demais. Isso ocorreu porque esse tratamento adicional atuou na dissolução das tensões residuais e das descontinuidades presentes na microestrutura da Rota 2. Os processos de deformação e envelhecimento aumentaram a dureza de ambas as rotas, mas como explicada acima, a que foi sujeita à solubilização teve uma homogeneização mais efetiva, o que reduziu os níveis de tensões, resultando em uma menor dureza ao fim do envelhecimento

### 5.3.2 Ensaio de tração

A Figura 24 mostra os resultados do ensaio de tração para as duas rotas na condição envelhecida. Através deste gráfico, foi possível adquirir informações acerca de diversas propriedades mecânicas como o limite de escoamento, limite de resistência a tração e ductilidade.

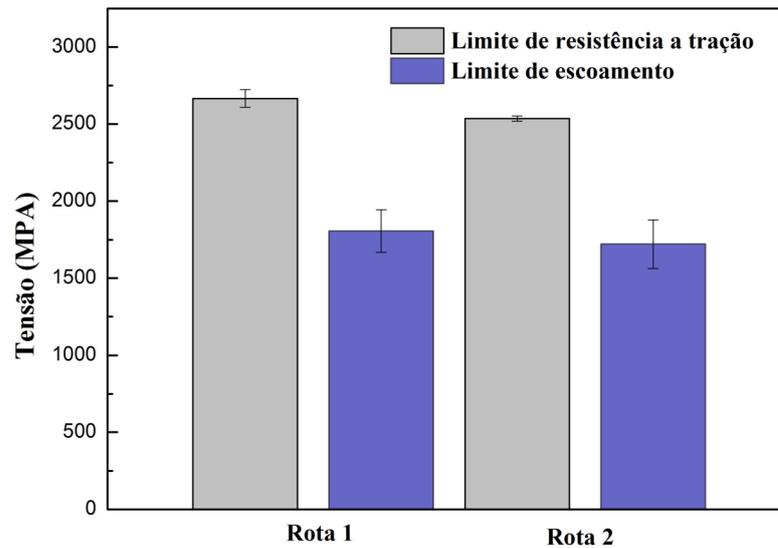
Figura 24 - Resultados dos ensaios de tração Rota 1 e 2 na Etapa 3.



FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

Observa-se que a Rota 1 e a Rota 2 apresentam limite de escoamento semelhantes. Já com relação ao limite de resistência a tração, a Rota 1 apresenta valores um pouco superiores aos apresentados pela Rota 2. Tais dados podem ser melhor comparados no gráfico exibido pela Figura 25.

Figura 25 – Comparação entre o Limite de escoamento e limite de resistência a tração.



FONTE: Elaborado pela Autora (2023).

As propriedades mecânicas averiguadas pelo ensaio de tração são coerentes com os resultados obtidos no ensaio de dureza. O fato de que a Rota 2 apresenta uma resistência inferior à da Rota 1 está relacionado ao tratamento de solubilização realizado, pois apesar de este ter provocado um refino na microestrutura, também atuou na dissolução das descontinuidades presentes, de forma a homogeneizar a microestrutura. Como resultado, mesmo apresentando uma microestrutura mais refinada, quando comparada a da Rota 1, sua resistência mecânica é levemente inferior.

A presença das descontinuidades que elevaram a resistência da Rota 1 estão relacionadas tanto ao processo de fabricação do material, uma vez que a laminação a quente não é suficiente para que ocorra a dissolução completa das tensões residuais inerentes ao processo de fabricação, como também às descontinuidades induzidas durante o processo de laminação a quente. Isso ocorre porque, apesar da deformação a quente induzir uma recristalização da microestrutura, os estudos feitos por Maki, Tsuzaki, & Tamura (1980) sugerem que a ocorrência de recristalização dinâmica nesse processo tende a produzir grãos recristalizados cujo interior possui células de discordâncias. Essas células de discordâncias induzem no material um acréscimo na resistência mecânicas devido ao aumento da densidade de discordâncias.

Com relação a ductilidade, observa-se na Figura 22 que a ductilidade apresentada pela Rota 2 supera da Rota 1. Tal comportamento é esperado, tendo em vista que a resistência mecânica e a ductilidade tendem a ser inversamente proporcionais, ou seja, a que possui maior resistência mecânica, nesse caso Rota 1, irá apresentar a menor ductilidade.

### 5.3.3 Comparação de propriedades mecânicas

Um estudo realizado Bai et al (2019), submeteu um aço maraging produzido por manufatura aditiva a um processo de solubilização e envelhecimento. Feito isso ele realizou um ensaio de tração para averiguar o comportamento mecânico apresentado, conforme foi observado na Figura 9 da seção 3.4.3

Se analisarmos os resultados obtidos por Bai et al (2019), para a condição mais semelhante a utilizado neste trabalho, isso é solubilizada e envelhecida a 480°C e comparamos com os resultados obtidos na Figura 24, vemos que a deformação a frio, que é o principal diferencial entre as pesquisas, apresenta uma influência significativa nas propriedades finais.

As Rotas 1 e 2 conseguiram alcançar valores de resistência a tração próximos a 2500 MPa, enquanto que a condição sem deformação estudada por Bai et al (2019), encontrou

valores próximos a 2000 Mpa. Uma possibilidade é que a diferença entre a resistência mecânica dos dois estudos esteja relacionada a microestrutura resultante do processo de deformação a frio que foi aplicado nas Rota 1 e 2 deste trabalho. Isso porque a deformação a frio provoca um encruamento do material, aumentando a densidade de defeitos e reduzindo a mobilidade das discordâncias. Como consequências, materiais submetidos a deformações a frio tendem a ter sua resistência aumentada (Silva, 2010)

Já com relação a ductilidade, verifica-se ao comparar os gráficos, que apesar das Rotas 1 e 2 serem inferiores com relação a essa propriedade a diferença apresentada não é muito expressiva. A complexibilidade desse resultado é que o aumento da resistência mecânica promovida pelo trabalho a frio deveria ser acompanhado de uma queda, mais acentuada do que a observada, da ductilidade. Uma possível explicação para esse comportamento esteja relacionada as fases presentes no material. Isso porque, na pesquisa de Bai et al (2019), quando analisada as fases presentes, para a condição solubilizada e envelhecida 480°, apenas a fase martensítica é detectada. Entretanto, no presente estudo, conforme visto na figura 13, tem-se a presença de austenita e martensita. A presença da fase austenita pode ser uma explicação para o comportamento de ductilidade apresentado, uma vez que austenita reversa formada em aços maraging tende a aumentar a ductilidade do material conforme observado Rohit & Muktinutalapati, (2018)

## 6 CONCLUSÕES

O presente trabalho evidenciou considerações importantes para a literatura listadas a seguir:

- A laminação a quente no maraging 300 obtido pelo processo de manufatura aditiva mostrou-se efetivo na dissolução da austenita retida formada durante o processo de produção;
- A laminação a frio acelerou a formação de austenita reversa durante a etapa de envelhecimento;
- O tratamento de solubilização promoveu refino adicional na microestrutura quando comparada à amostra laminada a quente;
- O tratamento térmico de solubilização no material de estudo não apresentou influência considerável nas propriedades mecânicas se comparada a um material que foi deformado a quente;
- A presença de austenita reversa fez com que o material não apresentasse uma queda na ductilidade mesmo com o aumento da resistência

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar estudo nas mudanças da textura e microtextura por EBSD, avaliando a presença das fases e quantificando a austenita reversa;
- Estudo do efeito das temperaturas de envelhecimento na formação da austenita reversa em maraging deformado;
- Analisar o comportamento da austenita retida quando submetida a deformação a frio;

## REFERÊNCIAS

- Adriano Júnior, J. C. Trabalho de Conclusão de Curso. Estudo do pré-envelhecimento na dureza do aço Maraging C300. Blumenau, Brasil: Universidade Federal de Santa Catarina, 2019.
- AHMAD, Z. Texture development in dual-phase cold-rolled 18 pct Ni maraging steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 28., pp. 2459-2465, 1997.
- ALI, A. e. Austenite reversion in cold formed 18 wt-%Ni 350 grade maraging steel. *Materials Science and Technology*, v. 10, n. 2, pp. 97–101, 1994.
- ALLAM, T., PRADEEP, K., KÖHNEN, P., MARSHAL, A., SCHLEIFENBAUM, J., & HAASE, C. Tailoring the nanostructure of laser powder bed fusion additively manufactured maraging steel. *Addit. Manuf.* . *Addit. Manuf.*, 2020.
- ASALA, G., OLA, O. T., & OJO, O. A. Effects of process variables on the quality and mechanical properties of 18% Ni-M350 maraging steel produced by direct energy deposition laser additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A*, v. 866, p. 144646., 2023.
- Asgari, H., Baxter, C., Hosseinkhani, K., & Mohammadi, M. On microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg\_200C using recycled powder. *Materials Science & Engineering A*, pp. 148-158, 2017.
- ASM, A. H. Heat Treatment. *ASM Handbook*., 1991.
- BAI, Y., ZHAO, C., ZHANG, J., & WANG, H. Abnormal thermal expansion behaviour and phase transition of laser powder bed fusion maraging steel with different thermal histories during continuous heating. *Addit. Manuf.* 2022
- BAI, Y., WANG, D., YANG, Y., & WANG, H. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of maraging steel by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 760, 105-117. 2019.
- BERMINGHAM, M. e. Revealing the Mechanisms of Grain Nucleation and Formation During Additive Manufacturing. . *Jom*, v. 72, n. 3., pp. 1065–1073. 2020.
- CALLISTER, J. W. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 8ª Edição. LTC Editora. 2017.
- CONDE, 2. Aspectos da transformação austenítica de um aço maraging 18Ni fabricado por manufatura aditiva: mecanismo de reversão e seu impacto nas propriedades mecânicas. São Carlos, São Paulo, Brasil: Universidade de São Paulo. 2023.
- CONDE, F. F. Austenite reversion kinetics and stability during tempering of an additively manufactured maraging 300 steel. . *Additive Manufacturing*, v. 29. 2019.
- CORTEZ, O. M. Fe-Ni Alloy Synthesis Based on Nitrates Thermal Decomposition Followed by H<sub>2</sub> Reduction. *Metallurgical and Materials Transactions B*, pp. 2033–2039. 2014.
- DEBROY, T. e. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. , v. 92. *Progress in Materials Science*, pp. 112-224, 2018.

- FH, L., & N, K. Welding of maraging steels. . Welding Research Council Bulletin, 1971.
- GUO, L. e. Additive manufacturing of 18% nickel maraging steels: Defect, structure and mechanical properties: A review., v. 120. Journal of Materials Science & Technology, pp. 227-252. 2022.
- DIRK, S. V. H. Additive manufacturing of metals. Acta Mater , pp. 117:371–92. 2016.
- PARDAL, J.M. Dissertação de Mestrado. Propriedades Mecânicas e Magnéticas do Aço Maraging Classe 300 em Diversas Condições de Tratamento Térmico. Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil: Universidade Federal Fluminense. 2012.
- LIAN, Y. Effects of cold rolling on the microstructure and properties of Fe-CrNi-Mo-Ti maraging steel. Materials Science and Engineering A, v. 712, , pp. 663–670. 2018.
- LIU, P. W. Investigation on evolution mechanisms of site-specific grain structures during metal additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology, v. 257, pp. 191-202. 2018.
- LIU, Z. e. (2022). Additive manufacturing of metals: Microstructure evolution and multistage control. v. 100. Journal of Materials Science & Technology, pp. 224-236.
- MAGNÉE, A., DRPIER, J., DUMONT, J., COUTSOURADIS, D., & L, H. Cobalt containing high-strength steels. Cobalt Monograph. 1974.
- MAKI, T., TSUZAKI, K., & TAMURA, I. The morphology of microstructure composed of lath martensites in steels. . Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, v. 20, n. 4, pp. 207-214. 1980.
- MELO, R. V. Tese de doutorado. Efeito de ciclos de deformação nas propriedades mecânicas e cinética de transformação em aços maraging C300 com alto teor de Ti. Santa Catarina: Universidade Federal de Santa Catarina. 2020.
- MURR, L. E. Fabrication of metal and alloy components by additive manufacturing: Examples of 3D materials science. Journal of Materials Research and Technology, v. 1, n. 1, pp. 42–54. 2012.
- NIDI. 18 per cent nickel maraging steels. Engineering properties, p. 29. 1976.
- OLIVEIRA, F. J. Influência da temperatura de solubilização na microestrutura, textura e propriedades de histerese magnética do aço maraging 300. Tese de Doutorado. Fortaleza, Ceará, Brasil: Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará. 2022.
- PARDAL, J., TAVARES, S., CINDRA FRONSECA, M., SILVA, M., NETO, J., & ABREU, H. Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300. Journal of Materials Science, pp. 2276-2281. 2007.
- QIAN, M., XU, W., M., B., & TANG, H. P. Additive manufacturing and postprocessing of Ti-6Al-4V for superior mechanical properties. v. 41. MRS Bulletin, pp. 1-9. 2016.
- ROHIT, B. &. Austenite reversion in 18% Ni maraging steel and its weldments. Materials Science and Technology, 34(3), pp. 253-260. 2018.
- SARAIVA, B. R. Trabalho de Conclusão de Curso. Caracterização microestrutural e magnética de aços maraging ligados com nióbio. Fortaleza, Ceará, Brasil: Universidade

Federal de Ceará. 2021.

SCHIMITT, V. M. Influência da temperatura de solubilização na microestrutura, tenacidade e microdureza de um aço maraging classe 300. Dissertação de Mestrado. Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil: Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense. 2014.

SILVA, A. L.; MEI, P. Aços e Ligas Especiais. São Paulo. 2010

TEWARI, R., MAZUMDER, S., BATRA, I., DEY, G., & BANERJEE, S. Precipitation in 18 Wt% Ni Maraging Steel of Grade 350. *Acta Mater*, pp. 1187-1200. 2000.

THIJS, L. e. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V. *Acta materialia*, v. 58, n. 9., pp. 3303-3312. 2010.

VASUDEVAN, V. K. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. *Metallurgical Transactions A*, pp. 2655-2668. 1990.