



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

FÁBIO JORGE LEMOS SILVEIRA

**INFLUÊNCIA DE Ti E Nb NO COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MARAGING SUBMETIDOS A
TRATAMENTOS DE CICLAGEM TÉRMICA**

FORTALEZA

2026

FÁBIO JORGE LEMOS SILVEIRA

**INFLUÊNCIA DE Ti E Nb NO COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MARAGING SUBMETIDOS A
TRATAMENTOS DE CICLAGEM TÉRMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Graduação em
Engenharia Metalúrgica, do Campus Pici da
Universidade Federal do Ceará - UFC, na
modalidade de monografia, como requisito
parcial para a obtenção do grau de bacharel em
Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Engenharia
Metalúrgica.

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

FORTALEZA

2026

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)

S588i Silveira, Fábio Jorge Lemos.

Influência de Ti e Nb no comportamento microestrutural e propriedades mecânicas de aços maraging submetidos a tratamentos de ciclagem térmica / Fábio Jorge Lemos Silveira. – 2026.
71 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2026.

Orientação: Prof. Dr. Hamiltonn Ferreira Gomes de Abreu.

Coorientação: Prof. Me. Rodrigo de Carvalho Paes Loureiro.

1. Aço maraging. 2. Ciclos térmicos. 3. Nióbio. I. Título.

CDD 669

FABIO JORGE LEMOS SILVEIRA

**INFLUÊNCIA Ti E Nb NO COMPORTAMENTO MICROESTRUTURAL E
PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MARAGING SUBMETIDOS À
TRATAMENTOS DE CICLAGEM TÉRMICA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Graduação em
Engenharia Metalúrgica, do Campus Pici da
Universidade Federal do Ceará - UFC, na
modalidade de monografia, como requisito
parcial para a obtenção do grau de bacharel em
Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em: __ / __ / ____.

BANCA EXAMINADORA

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

Me. Rodrigo de Carvalho Paes Loureiro (Co-orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

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

A Deus.

À minha família e a todos que se fizeram presentes na minha caminhada.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me abençoar com as oportunidades que tive no decorrer da minha graduação e por me guiar me dar força e confiança nessa caminhada que se encerra. Agradeço a minha mãe, Silvana, por todo apoio que tive durante minha formação, por sempre priorizar minha educação e por ser minha base, serei sempre grato por tudo que fez por mim. Agradeço ao meu pai, Fábio, pelo companheirismo e pelo apoio que sempre tive durante toda minha vida, sei que posso contar com sua ajuda sempre.

Agradeço ao meu irmão, João, pelas vezes que me ajudou, seja com uma conversa descontraída ou seja com dificuldades da vida. Agradeço a toda minha família, ao meu avô Raimundo Nonato que sempre foi exemplo de sabedoria e dignidade, que Deus esteja ao seu lado. As minhas avós Nirvana Yala e Maria Rossiclé, a minha madrinha Telma, as minhas tias Sheila e Fabíola, ao meu tio Fernando, ao meu irmão Bruno, ao meu tio Roberto e a todos meus familiares que de alguma forma participaram da minha formação.

Não posso deixar de agradecer a minha companheira Larissa por todo incentivo e inspiração a ser sempre uma pessoa melhor e por estar do meu lado nos piores e nos melhores momentos da minha caminhada. Não estaria aqui se não fosse você, muito obrigado por todo afeto e amor que sempre esteve presente na nossa relação.

Agradeço ao prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes pela orientação e ensinamentos que adquiri durante os anos que passei no LACAM. Agradeço ao Dr. Jorge Luiz Cardoso por ter aberto as portas do LACAM para mim e por todas as vezes que me ajudou nesses anos. Agradeço ao Me. Rodrigo Loureiro pela orientação e pelos conselhos passados.

Devo agradecer também a todos os membros do LACAM que estiveram comigo durante esses anos. Em especial ao Dr. Luiz Flávio Gaspar Herculano por fazer do LACAM uma segunda casa para mim durante minha graduação.

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

“A preocupação com o homem e seu destino deve sempre constituir o objetivo principal de todos os esforços técnicos. Nunca esqueçam isso em meio aos seus diagramas e equações. ”
(Como vejo o mundo, Albert Einstein)

“A técnica não é um conjunto de objetos, mas uma consciência de mundo. A verdadeira ciência nacional nasce da capacidade de resolver nossos próprios problemas materiais, sem a dependência servil dos centros de poder estrangeiros. ”
(O conceito de tecnologia, Álvaro Vieira Pinto).

RESUMO

Este estudo investigou a influência da ciclagem térmica acima da temperatura de austenitização e das adições de Nióbio (Nb) e Titânio (Ti) no refinamento de grão e desempenho mecânico do aço maraging M300. Três variantes de liga (Ti, Ti+Nb e Nb) foram submetidas a ciclos térmicos repetidos a 900 °C (5 e 10 repetições). A caracterização microestrutural foi realizada via EBSD, DRX e EDS, enquanto a resposta mecânica foi avaliada por ensaios de tração, dureza e fractografia. Os resultados de EBSD revelaram que cinco ciclos térmicos promoveram o refinamento efetivo dos grãos de austenita prévia ($< 20 \mu\text{m}$) e o aumento de contornos de alto ângulo, embora as ligas com Nb tenham apresentado menor refinamento devido à ancoragem de contornos de grão. As medidas de DRX confirmaram o acúmulo de deformação e refino de cristalitos após cinco ciclos, seguido de recuperação parcial aos dez ciclos. Análises de EDS identificaram uma transição de precipitados de Ti para intermetálicos de Nb–Mo durante a ciclagem, com indícios de dissolução incompleta nas ligas contendo apenas Nb. Mecanicamente, as ligas com Ti mostraram ganho expressivo em ductilidade ($\approx 9\%$ de alongamento), enquanto a adição de Nb favoreceu a resistência. A variante Ti+Nb destacou-se pelo equilíbrio entre dureza, resistência e tenacidade. Coletivamente, esses resultados destacam que a ciclagem térmica controlada, combinada com adições de Nb e Ti, pode ajustar a microestrutura e o comportamento mecânico para ambientes de engenharia de alta exigência, oferecendo alternativas promissoras para aplicações aeroespaciais, offshore e em ferramentas de alto desempenho, onde grãos refinados e propriedades mecânicas equilibradas são essenciais.

Palavras-chave: aço maraging, ciclos térmicos, Nióbio.

ABSTRACT

This study investigated the influence of thermal cycling above the austenitization temperature and the addition of niobium (Nb) and titanium (Ti) on grain refinement and mechanical performance of maraging steel M300. Three alloy variants (Ti, Ti+Nb and Nb) were subjected to repeated thermal cycles at 900 °C (5 and 10 cycles). Microstructural characterization was carried out using EBSD, XRD, and EDS, while mechanical behavior was evaluated through tensile testing, hardness test and fractographic analysis. EBSD results showed that five thermal cycles promoted effective refinement of prior austenite grains ($< 20 \mu\text{m}$) and an increase in high-angle grain boundaries, although Nb-containing alloys exhibited reduced refinement due to grain boundary pinning. XRD confirmed strain accumulation and crystallite refinement after five cycles, followed by partial recovery after ten cycles. EDS analyses revealed a transition from Ti-based precipitates to Nb–Mo intermetallics during cycling, with indications of incomplete dissolution in alloys containing only Nb. From a mechanical standpoint, Ti-containing alloys exhibited a significant increase in ductility ($\approx 9\%$ elongation), whereas Nb additions favored higher strength. The Ti+Nb variant stood out by providing a superior balance between hardness, strength, and toughness. Overall, these results demonstrate that controlled thermal cycling combined with Nb and Ti additions is an effective strategy to tailor microstructure and mechanical behavior for demanding engineering environments, offering promising alternatives for aerospace, offshore, and high-performance tooling applications, where refined grains and balanced mechanical properties are essential.

Keywords: maraging steel, thermal cycling, niobium.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - LIMITE DE RESISTÊNCIA X TENACIDADE A FRATURA DOS AÇOS <i>MARAGING</i> COMPARADOS AOS AÇOS CARBONO CONVENCIONAIS DE ALTA RESISTÊNCIA.	21
FIGURA 2 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DAS CURVAS TTT CORRESPONDENTES AO INÍCIO DAS TRANSFORMAÇÕES DE VÁRIAS FASES.	24
FIGURA 3 - TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS DOS AÇOS <i>MARAGING</i> COM 20% DE NÍQUEL.	27
FIGURA 4 - DIAGRAMA DE EQUILÍBRIO SISTEMA FE-NI.	28
FIGURA 5 - DIAGRAMA DE TRANSFORMAÇÃO METAESTÁVEL DO SISTEMA FE-NI.	29
FIGURA 6 - EFEITO DA TEMPERATURA DE ENVELHECIMENTO SOBRE A RESISTÊNCIA E A DUCTILIDADE (PERCENTUAL DE ALONGAMENTO ATÉ A FRATURA) DE UM AÇO <i>MARAGING</i>	30
FIGURA 7 - ESQUEMA DA FORMAÇÃO E EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA MARTENSÍTICA EM UM	32
FIGURA 8 - ESTUDOS DE CICLAGEM TÉRMICA EM AÇO <i>MARAGING</i> . (A) CICLAGEM ENTRE A TEMPERATURA AMBIENTE (RT) E $T > A_f$ E (B) CICLAGEM ENTRE A TEMPERATURA AMBIENTE (RT) E APROXIMADAMENTE A_f	33
FIGURA 9 - O EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NO LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DO AÇO <i>MARAGING</i> 250.	33
FIGURA 10 - A) PADRÃO DE KIKUCHI POR RETROESPALHAMENTO DE CÁDMIO A 20 KEV, ADQUIRIDO COM UMA CÂMERA DE VÍDEO ANALÓGICA. B) ESQUEMA DOS CONES DE DIFRAÇÃO EM RELAÇÃO AO PLANO.	36
FIGURA 11 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PROCESSO DE TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO SEGUIDO DE ENVELHECIMENTO.	39
FIGURA 12 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS PROCESSOS DE TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO SEGUIDOS DE CICLOS TÉRMICOS E ENVELHECIMENTO: A) ROTA COM 5 CICLOS TÉRMICOS. B) ROTA COM 10 CICLOS TÉRMICOS	40
FIGURA 13 - ORGANOGRAMA DA PESQUISA	45
FIGURA 14 - MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS QUE FORAM SUBMETIDAS A ROTA SOLUBILIZAÇÃO 1100 °C + ENVELHECIMENTO: A) M300_Ti_S; B) M300_Ti+NB_S; C) M300_Nb_S.	47
FIGURA 15 - MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS QUE FORAM SUBMETIDAS A ROTA SOLUBILIZAÇÃO + CICLO TÉRMICO 5X + ENVELHECIMENTO: A) M300_Ti_5x; B) M300_Ti+NB_5x; C) M300_Nb_5x.	47
FIGURA 16 - MICROGRAFIAS DAS AMOSTRAS QUE FORAM SUBMETIDAS A ROTA SOLUBILIZAÇÃO + CICLO TÉRMICO 10X + ENVELHECIMENTO: A) M300_Ti_10x; B) M300_Ti+NB_10x; C) M300_Nb_10x.	47

FIGURA 17 - ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X DAS AMOSTRAS DE <i>MARAGING</i> 300 MODIFICADAS .	48
FIGURA 18 - ANÁLISE DA VARIAÇÃO DE PARÂMETROS DE REDE APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS.	50
FIGURA 19 - ANÁLISE DA LARGURA À MEIA ALTURA DOS PICOS (FWHM). A) PICO {110}; B) PICO {200}; PICO {211}.	51
FIGURA 20 - MAPAS DE FIGURA DE POLO INVERSA (IPF) PARA AMOSTRA NA CONDIÇÃO SOLUBILIZADA + ENVELHECIDA: A) VARIANTE M300_Ti_S; B) VARIANTE M300_Ti+Nb_S; C) VARIANTE M300_Nb_S.	52
FIGURA 21 - MAPAS DE FIGURA DE POLO INVERSA (IPF) PARA AMOSTRA NA CONDIÇÃO SOLUBILIZADA + 5 CICLOS + ENVELHECIDA: A) VARIANTE M300_Ti_5x; B) VARIANTE M300_Ti+Nb_5x; C) VARIANTE M300_Nb_5x.	52
FIGURA 22 - MAPAS DE FIGURA DE POLO INVERSA (IPF) PARA AMOSTRA NA CONDIÇÃO SOLUBILIZADA + 10 CICLOS + ENVELHECIDA: A) VARIANTE M300_Ti_10x; B) VARIANTE M300_Ti+Nb_10x; C) VARIANTE M300_Nb_10x.	52
FIGURA 23- MAPAS IPF (INVERSE POLE FIGURE) OBTIDOS POR EBSD, MOSTRANDO AS ESTRUTURAS DOS GRÃOS DE AUSTENITA PRÉVIA (PAGs) DAS VARIANTES DE AÇO <i>MARAGING</i> SUBMETIDAS A DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS. AS LINHAS CORRESPONDEM ÀS COMPOSIÇÕES DAS LIGAS E AS COLUNAS REPR REPRESENTAM OS ESTADOS SOLUBILIZADO: A) M300_Ti_S; B) M300_Ti_5x; C) M300_Ti_10x; D) M300_Ti+Nb_S; E) M300_Ti+Nb_5x; F) M300_Ti+Nb_10x; G) M300_Nb_S; H) M300_Nb_5x; I) M300_Nb_10x.	54
FIGURA 24: (A) RECONSTRUÇÃO MÉDIA DOS GRÃOS DE AUSTENITA PRÉVIA (GAPs) APÓS DIFERENTES CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO; (B) DISTRIBUIÇÕES DE KAM (KERNEL AVERAGE MISORIENTATION); (C) DISTRIBUIÇÕES DO ÂNGULO DE DESORIENTAÇÃO ENTRE VIZINHOS, (D) DISTRIBUIÇÃO DO CARÁTER DOS CONTORNOS DE GRÃO.	56
FIGURA 25 - MICROGRAFIAS DE MEV COM ANÁLISES PONTUAIS POR EDS MOSTRANDO A COMPOSIÇÃO DOS PRECIPITADOS NAS VARIANTES DE AÇO <i>MARAGING</i> APÓS A CICLAGEM TÉRMICA. A) E B) VARIANTE M300_Ti+Nb_5x; C) E D) VARIANTE M300_Ti+Nb_10x; E) E F) VARIANTE M300_Nb_S; G) E H) VARIANTE M300_Nb_S; G) E H) VARIANTE M300_Nb_5x; I) E J) VARIANTE M300_Nb_10x.	58
FIGURA 26 - MICRODUREZA VICKERS (HV) DAS LIGAS DE AÇO <i>MARAGING</i> M300_Ti, M300_Ti+Nb E M300_Nb APÓS OS CICLOS DE TRATAMENTO TÉRMICO.	59
FIGURA 27 - CURVAS DE TENSÃO–DEFORMAÇÃO DAS VARIANTES DE AÇO <i>MARAGING</i> AVALIADAS SOB DIFERENTES ROTAS TÉRMICAS. A CURVA PRETA CORRESPONDE À CONDIÇÃO CONVENCIONAL (SOLUBILIZAÇÃO SEGUIDA DE ENVELHECIMENTO), ENQUANTO A CURVA VERMELHA REPRESENTA	

AS AMOSTRAS SUBMETIDAS A CINCO CICLOS TÉRMICOS ANTES DO ENVELHECIMENTO E A CURVA AZUL REFERE-SE ÀS AMOSTRAS TRATADAS COM DEZ CICLOS PRÉVIOS AO ENVELHECIMENTO. SÃO APRESENTADAS AS RESPOSTAS MECÂNICAS PARA: A) M300_Ti,; B) M300_Ti+Nb; C) M300_Nb.

..... 61

FIGURA 28 - FRATOGRÁFIAS DE MEV EM BAIXA AMPLIAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA TRACIONADOS APÓS OS RESPECTIVOS TRATAMENTOS TÉRMICOS. A) M300_Ti_S; B)

M300_Ti_5x; C) M300_Ti_10x; D) M300_Ti+Nb_S; E) M300_Ti+Nb_5x; F)

M300_Ti+Nb_10x; G) M300_Nb_S; H) M300_Nb_5x; I) M300_Nb_10x. 63

FIGURA 29 - FRATOGRÁFIAS DE MEV EM ALTA MAGNIFICAÇÃO DE CORPOS DE PROVA DE TRAÇÃO DO AÇO *MARAGING*. A) M300_Ti_S; B) M300_Ti_5x; C) M300_Ti_10x; D) M300_Ti+Nb_S; E)

M300_Ti+Nb_5x; F) M300_Ti+Nb_10x; G) M300_Nb_S; H) M300_Nb_5x; I)

M300_Nb_10x. 64

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA EM WT. % AÇOS MARAGING 18% NI DAS CLASSES 200, 250, 300, E 350.....	22
TABELA 2 - PROPRIEDADES TÍPICAS DE ALGUNS AÇOS MARAGING EM FUNÇÃO DA CONDIÇÃO DE TRATAMENTO TÉRMICO.	31
TABELA 3 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS MARAGING 300 (% MASSA).	38
TABELA 4 - NOMENCLATURA ATRIBUÍDA ÀS AMOSTRAS APÓS OS TRATAMENTOS TÉRMICOS.	40
TABELA 5 - DADOS OBTIDOS A PARTIR DA ANÁLISE POR DRX.....	49
TABELA 6 - DADOS OBTIDOS A PARTIR DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO.	61

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
DRX	Difração de Raios-X
EBSD	Electron Backscatter Diffraction (Difração de Elétrons Retroespalhados)
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy (Espectroscopia de Energia Dispersiva)
FWHM	Full Width at Half Maximum (Largura à Meia Altura)
GAP	Grão de Austenita Prévia (ou PAG - Prior Austenite Grain)
HAGB	High Angle Grain Boundary (Contorno de Grão de Alto Ângulo)
HRC	Hardness Rockwell C (Dureza Rockwell C)
HV	Hardness Vickers (Dureza Vickers)
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
IPF	Inverse Pole Figure (Figura de Polo Inversa)
KAM	Kernel Average Misorientation
LACAM	Laboratório de Caracterização de Materiais
LAGB	Low Angle Grain Boundary (Contorno de Grão de Baixo Ângulo)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
NBR	Norma Brasileira Regulamentar
PAG	Prior Austenite Grain (Grão de Austenita Prévia)
TAG	Têmpera em Água com Gelo
TEM	Transmission Electron Microscopy (Microscopia Eletrônica de Transmissão)
UFC	Universidade Federal do Ceará
UTS	Ultimate Tensile Strength (Resistência Máxima à Tração)
YS	Yield Strength (Limite de Escoamento)

LISTA DE SÍMBOLOS

α'	Fase martensítica
γ	Fase austenítica
ω	Fase ômega (precipitado)
λ	Comprimento de onda
μm	Micrômetro
2θ	Ângulo de difração
Af	Temperatura final de formação da austenita
KIC	Tenacidade à fratura
Mf	Temperatura final de transformação martensítica
Ms	Temperatura inicial de transformação martensítica
°C	Graus Celsius

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	OBJETIVOS	19
2.1	OBJETIVO GERAL	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1	AÇOS <i>MARAGING</i>: CARACTERÍSTICAS GERAIS	20
3.2	INFLUÊNCIA DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS <i>MARAGING</i>	22
3.2.1	<i>Influência do Titânio (Ti)</i>	23
3.2.2	<i>Influência do Nióbio (Nb)</i>	24
3.2.3	<i>Efeitos Sinérgicos de Ti e Nb</i>	25
3.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS E CICLAGEM TÉRMICA	26
3.3.1	<i>Tratamento térmico de solubilização</i>	27
3.3.2	<i>Tratamento térmico de envelhecimento</i>	29
3.3.3	<i>Ciclagem Térmica</i>	32
3.4	CARACTERIZAÇÃO: CARACTERÍSTICAS GERAIS EM AÇOS <i>MARAGING</i>	34
3.4.1	<i>Caracterização mecânica nos aços maraging</i>	34
3.4.2	<i>Caracterização: microscopia eletrônica de varredura e técnica EBSD</i>	35
4	MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.1	MATERIAIS	38
4.2	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	38
4.2.1	<i>Tratamentos térmicos</i>	38
4.2.2	<i>Preparação metalográfica</i>	40
4.2.2.1	<i>Preparação metalográfica para amostras de difração de raio-X (DRX) e microdureza</i>	41
4.2.2.2	<i>Preparação metalográfica para amostras de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) e EBSD</i>	41
4.2.3	<i>Ensaio mecânicos</i>	42
4.2.3.1	<i>Ensaio de microdureza</i>	42
4.2.3.2	<i>Ensaio de tração</i>	42
4.2.4	<i>Caracterização microestrutural</i>	43
4.2.4.1	<i>Análise de difração de raios-X (DRX)</i>	43
4.2.4.2	<i>Análises de microscopia</i>	43

4.3	FLUXOGRAMA	44
5	RESULTADOS.....	46
5.1	MICROSCOPIA ÓTICA.....	46
5.2	ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X	48
5.3	ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD) E ESTUDO DE GRÃOS DE AUSTENITA PRÉVIA	51
5.4	MEV E EDS	56
5.5	MICRODUREZA.....	59
5.6	ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	60
5.7	ANÁLISE DE FRATOLOGIA	62
5.8	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	65
6	CONCLUSÃO	68

1 INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* constituem uma classe de aços de alta resistência amplamente reconhecida. Eles possuem como característica apresentar teores extremamente baixos de carbono e apresentam elementos de liga, como níquel, cobalto, molibdênio e titânio, para promover endurecimento por envelhecimento (*age-hardening*) em martensitas. O termo *maraging* é derivado da junção das palavras “*martensite*” e “*age-hardening*”, refletindo o mecanismo fundamental de obtenção de suas propriedades (Floreen, 1968). A utilização do aço *maraging* é voltada para aplicações na indústria aeronáutica, nuclear, aeroespacial, entre outras (Pardal et al., 2007).

Os principais fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos aços *maraging* são os tratamentos térmicos e os elementos de liga. No que diz respeito aos tratamentos térmicos, a rota comum aos aços *maraging* é o tratamento de solubilização a 820 °C por uma hora, seguido por um tratamento de envelhecimento a 480 °C por três horas. Essa rota determina as propriedades mecânicas finais, principalmente pelo endurecimento por precipitação de intermetálicos (Floreen, 1968).

O controle microestrutural, em especial do tamanho do grão austenítico prévio, é determinante para o desempenho mecânico, pois grãos mais finos possuem a tendência de aumentar a resistência mecânica, a ductilidade e a tenacidade, além de retardar a propagação de trincas nos aços *maraging* (Nakazawa; Kawabe; Muneki, 1978).

Os elementos de liga presentes no aço *maraging* e suas quantidades também são fatores cruciais, influenciando tanto propriedades microestruturais como a ancoragem dos contornos de grão da austenita prévia promovida pelo Nb, que retarda o crescimento do grão da austenita prévia e, como resultado, favorece uma tendência de tamanho de grãos da austenita prévia menores para aços contendo esse elemento de liga em sua composição (Kawabe; Kanao; Muneki, 1977), quanto propriedades mecânicas, pois um dos principais fatores que promovem o endurecimento dos aços *maraging* é a formação de precipitados intermetálicos, principalmente Ni₃Ti, Ni₃Mo e Ni₃Nb (Moshka et al., 2015).

Este trabalho teve como objetivo investigar a influência da ciclagem térmica no refinamento do grão austenítico prévio em três aços *maraging* da série 300, que se distinguem principalmente pelas variações em seus teores de Ti e Nb. O processo de ciclagem será conduzido em temperaturas acima da austenitização completa, buscando compreender a relação

entre a composição da liga, a evolução do tamanho de grão e as propriedades mecânicas obtidas. Serão analisadas três composições distintas: uma com Ti, outra com Nb e uma terceira com a combinação de ambos (Ti + Nb), a fim de identificar os efeitos individuais e possíveis interações sinérgicas desses elementos no refinamento microestrutural.

Por se tratar de uma pesquisa com novas ligas de aço *maraging* 300 modificadas nos teores de Ti e Nb, este estudo é inédito quanto à análise do comportamento mecânico e microestrutural sob ciclos térmicos de refino de grão. A investigação traz esclarecimentos sobre a influência do tamanho do grão austenítico prévio, em conjunto com os elementos de ligas (Nb e Ti), nas propriedades resultantes dos aços *maraging* avaliados. Além disso, apresenta potencial para ampliar a compreensão dos mecanismos de controle do tamanho de grão, oferecendo subsídios ao desenvolvimento de ligas avançadas com propriedades otimizadas para aplicações de engenharia de alta performance.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Este trabalho tem como objetivo estudar a influência do refino de grão da austenita prévia induzido pelo tratamento de ciclagem térmica de três aços *maraging* 300 modificados em seus teores de Ti e Nb, bem como investigar o comportamento das propriedades mecânicas e características microestruturais desses aços.

2.2 Objetivos específicos

- a) Avaliar os efeitos individuais e combinados de Nb e Ti sobre a estabilização e o refinamento microestrutural durante tratamentos térmicos cíclicos em temperaturas acima da austenitização completa.
- b) Caracterizar microestruturalmente as ligas estudadas por meio de técnicas como microscopia óptica, EBSD e difração de raios X (DRX), identificando mudanças na morfologia martensítica, tamanho de grão da austenita prévia e textura cristalográfica.
- c) Analisar a formação, composição e distribuição de precipitados após diferentes condições de tratamento térmico, correlacionando-os com o papel de Nb e Ti no endurecimento por precipitação.
- d) Determinar as propriedades mecânicas, incluindo dureza e resistência à tração, das amostras tratadas, correlacionando os resultados com as alterações microestruturais observadas.
- e) Comparar o comportamento microestrutural e mecânico das três diferentes composições de liga (Ti, Nb, Ti+Nb) para identificar possíveis efeitos sinérgicos no controle do tamanho de grão e na otimização das propriedades.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

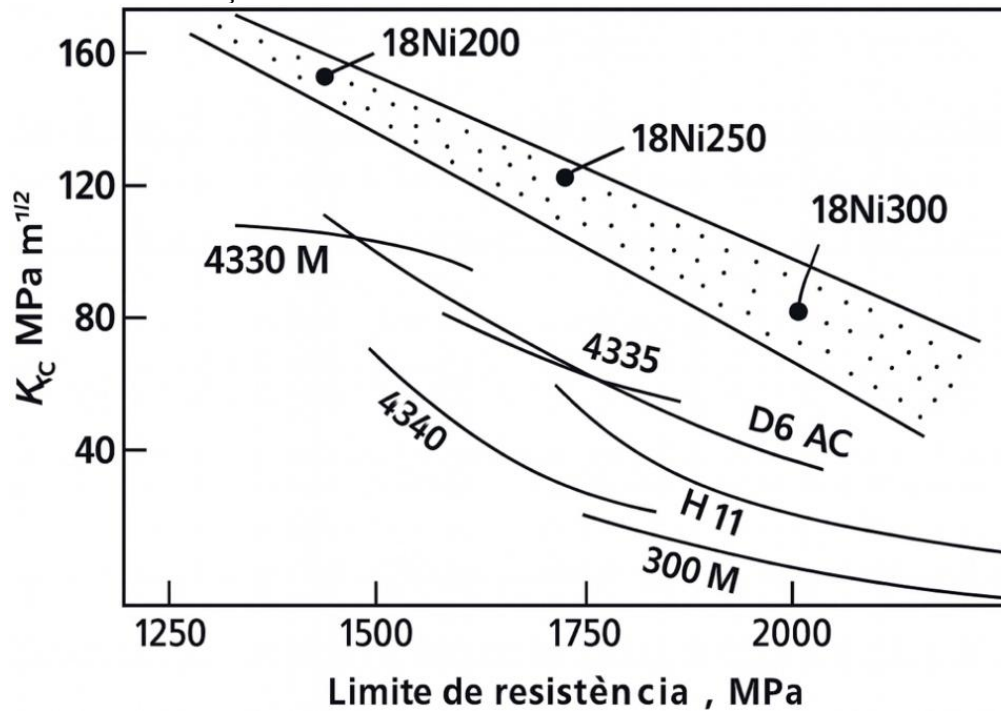
3.1 Aços *maraging*: características gerais

Os aços *maraging* compõem uma classe especial de aços de ultra-alta resistência desenvolvida a partir do final da década de 1950 pela International Nickel Company, Inc. (INCO), destacando-se por apresentarem elevada combinação de resistência mecânica e tenacidade. Diferentemente dos aços de alta resistência convencionais, que dependem essencialmente da presença de carbono e da formação de martensita carbonosa ou da precipitação de carbonetos para alcançar suas propriedades, os aços *maraging* possuem baixo teor de carbono (geralmente inferior a 0,03%) e obtêm seu endurecimento por meio da precipitação de compostos intermetálicos durante o processo de envelhecimento (*age hardening*). Essa característica confere a esses materiais, excelente soldabilidade e maior ductilidade no estado inicial, o que os diferencia de outros aços de mesma faixa de resistência (Da Fonseca et al., 2021).

A microestrutura formada após a solubilização e resfriamento ao ar é composta por martensita de baixo carbono. Diferentemente da martensita tradicional, essa fase é relativamente macia e dúctil, o que facilita processos de usinagem e conformação antes do tratamento final. A elevada dureza característica desses aços é obtida apenas após o tratamento de envelhecimento, realizado em temperaturas da ordem de 450 a 510 °C, quando ocorre a formação de precipitados intermetálicos extremamente finos e coerentes com a matriz (como Ni₃Ti e Fe₂Mo). Esses precipitados dificultam o movimento das discordâncias, resultando em um significativo aumento da resistência mecânica, com durezas que podem alcançar cerca de 55–60 HRC e limites de resistência entre 1400 e 2400 MPa (Sha; Guo, 2009).

A Figura 1 mostra a comparação desses aços são projetados para atingir elevados limites de resistência, na faixa de 1400 a 2400 Mpa

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



Fonte: HAMAKER; BAYER (1968).

Os aços *maraging* comumente são classificados pelo seu limite de escoamento tendo como principais representantes desses aços os aços *maraging* da classe 200, 250, 300 e 350. A Figura 1 mostra o limite de resistência desses aços que atingem na faixa de 1400 a 2400 Mpa comparados a aços convencionais de alta resistência. É válido ressaltar que os aços *maraging* também se destacam nos valores de tenacidade à fratura (K_{IC}), onde, para aços com o mesmo limite de resistência, se destacam com os maiores valores alcançados, reforçando o potencial que essa classe de aços possui no que diz respeito às propriedades mecânicas. O principal fator que afeta o limite de resistência de diferentes aços *maraging* é a sua composição. Dentre os elementos presentes nos aços *maraging* temos como principais o Ni, Co, Mo, Al, Ti e como balanço Fe. Na tabela 1 temos as composições das principais ligas de aço *maraging*.

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

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

Fonte: (Magnee et al., 2024) adaptado.

3.2 Influência dos elementos de liga nos aços *maraging*

Os elementos de liga desempenham papel crucial no desenvolvimento das propriedades dos aços *maraging*, uma vez que determinam tanto a estabilidade microestrutural quanto os mecanismos de endurecimento. O níquel é o principal responsável pela formação da martensita de baixo carbono e pela solubilização dos demais elementos, criando a matriz necessária para o processo de envelhecimento. O molibdênio, o titânio e o nióbio participam ativamente do endurecimento, promovendo a precipitação de compostos intermetálicos durante o envelhecimento, o que resulta em um expressivo aumento da resistência mecânica. O cobalto, por sua vez, atua de forma sinérgica, acelerando a cinética de precipitação e intensificando o efeito de endurecimento, enquanto o alumínio pode contribuir de maneira secundária para a formação de fases intermetálicas.

A interação entre esses elementos gera microestruturas refinadas, compostas por precipitados nanométricos uniformemente distribuídos, o que garante a excelente combinação de resistência, tenacidade e estabilidade térmica característica dos aços *maraging*. Essa particularidade torna tais ligas de grande interesse para aplicações estratégicas em engenharia, especialmente nos setores aeronáutico, aeroespacial e nuclear (Sha; Guo, 2009).

No que se refere à natureza dos precipitados, estes podem ser classificados em coerentes e incoerentes. Precipitados coerentes são aqueles que mantêm continuidade cristalográfica com a matriz, apresentando baixo desajuste de rede. Isso os torna altamente eficazes na obstrução ao movimento das discordâncias, promovendo grande endurecimento. Já os precipitados incoerentes não mantêm essa continuidade cristalina e, geralmente, surgem em

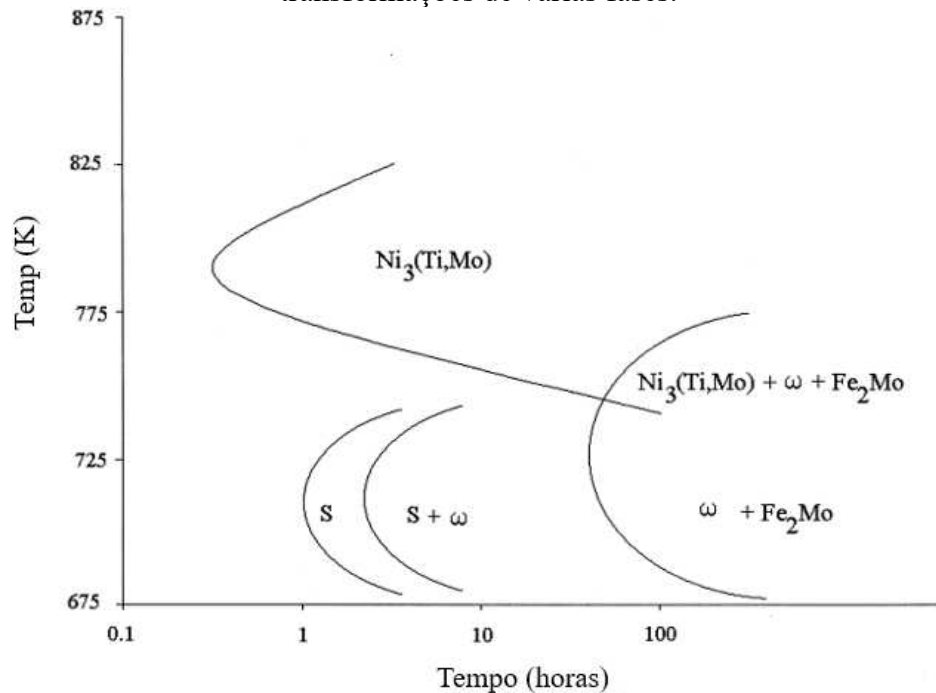
estágios mais avançados do envelhecimento. Embora ainda contribuam para o endurecimento, podem reduzir a tenacidade do material quando se tornam grosseiros ou excessivos (Porter; Easterling, 1992).

3.2.1 *Influência do Titânio (Ti)*

O titânio exerce papel central no endurecimento por precipitação dos aços *maraging*. Durante o tratamento de envelhecimento, o Ti promove a formação de compostos intermetálicos finamente dispersos, responsáveis por um expressivo aumento da dureza e da resistência mecânica. Entre esses precipitados, o mais relevante é a fase Ni_3Ti , que apresenta estrutura hexagonal e geralmente se forma de maneira coerente com a matriz martensítica de baixo carbono. Essa coerência é fundamental, pois dificulta o movimento das discordâncias e, conseqüentemente, eleva a resistência mecânica da liga (Schober; Schnitzer; Leitner, 2009).

Trabalhos experimentais demonstram que a temperatura de envelhecimento também influencia diretamente o papel do Ti. Em temperaturas abaixo de 723 K, ocorrem transformações precursoras envolvendo fases do tipo ômega (ω), comuns em ligas pobres em Ti. Já em temperaturas acima de 723 K, a precipitação predominante é de compostos do tipo $Ni_3(Ti,Mo)$, que apresentam interfaces bem definidas e comportamento típico de precipitados coerentes (TEWARI et al., 2000, p. 1188–1192). Na Figura 2 podemos visualizar um diagrama TTT que corresponde ao início de transformação de diversas fases formadas durante o envelhecimento do aço *maraging* 350.

Figura 2 - Representação esquemática das curvas TTT correspondentes ao início das transformações de várias fases.



Fonte: adaptado (Tewari et al., 2000).

De forma geral, a adição de Ti está associada a um ganho significativo em resistência devido à formação de precipitados coerentes. Contudo, teores elevados ou tratamentos prolongados podem favorecer a transformação para precipitados incoerentes, maiores e menos eficazes no reforço, comprometendo a tenacidade. Por essa razão, a quantidade de Ti nas ligas *maraging* deve ser cuidadosamente balanceada, de forma a otimizar a combinação entre resistência e ductilidade (Pardal et al., 2007)

3.2.2 Influência do Nióbio (Nb)

O nióbio tem se mostrado um elemento de liga de grande relevância no estudo e desenvolvimento dos aços *maraging*. Sua adição, mesmo em pequenas quantidades, pode modificar de maneira significativa a microestrutura e as propriedades mecânicas desses aços, atuando tanto no refino de grão quanto na estabilidade das fases durante o envelhecimento.

Estudos avaliaram a adição de 2% de Nb em aço *maraging* 350 obtido por refundição em forno a vácuo, observando que o elemento promoveu aumento de dureza e resistência mecânica, sem comprometer drasticamente a tenacidade (Ahmed et al., 1994). Os autores

verificaram que o Nb contribui para a estabilização da austenita revertida durante o envelhecimento, funcionando como estabilizador da fase austenítica e promovendo o surgimento de precipitados ricos em Nb na matriz martensítica. Esses precipitados, com dimensões próximas a 100 nm, foram identificados por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) e observados como uniformemente distribuídos, o que sugere um papel adicional no endurecimento por precipitação (Ahmed et al., 1994).

Em estudos mais recentes, foram registradas evidências que mostraram que o Nb atua no refino de blocos martensíticos, reduzindo o tamanho médio de blocos de 3,4 μm no material base para cerca de 2,4 μm quando adicionado Nb. Esse efeito foi atribuído ao arrasto de contornos de grão exercido pelos precipitados ricos em Nb, além de sua interação com outros elementos, como Ti e Mo. Além disso, verificou-se que o Nb, isoladamente ou combinado ao B, retarda o crescimento de precipitados e a formação de austenita revertida durante o envelhecimento a 500 °C, resultando em maior estabilidade microestrutural do estado envelhecido e retenção da resistência durante períodos prolongados de exposição ao tratamento de envelhecimento (Parvinian et al., 2021a).

3.2.3 *Efeitos Sinérgicos de Ti e Nb*

A sinergia entre titânio (Ti) e nióbio (Nb) em aços *maraging* emerge da combinação entre endurecimento por precipitação coerente e refino/estabilização microestrutural. O Ti é reconhecido como agente primário de endurecimento em ligas 18 % Ni, sendo o principal agente de reforço (Lee et al., 2005). Essa função está associada à formação de precipitados Ni_3Ti finos e distribuídos, que ancoram discordâncias e elevam a resistência. Em paralelo, pequenas adições de Nb exercem papel microestrutural e cinético crucial: (Parvinian et al., 2021a) demonstraram que microalojamentos com Nb retardaram o engrossamento de precipitados e mantiveram o pico de resistência por mais tempo. Esse atraso na coalescência preserva a densidade de partículas ativas e, portanto, a resposta de escoamento sob envelhecimento prolongado.

Sob a ótica termo-cinética e de projeto de liga, Pérez et al., 2025, mostram que a adição de Nb favorece Ni_3Nb /Laves e retarda as cinéticas de precipitação em comparação ao Ni_3Ti , concomitante ao refino da martensita e à redução do grão austenítico prévio. Na liga Ti+Nb (substituição parcial), o compromisso resistência-tenacidade, melhora: a liga com Ti+Nb

apresentou a maior energia Charpy, sinalizando que o Nb, combinado ao Ti, pode elevar a capacidade de dissipação de energia sem degradar significativamente a resistência. Resultados clássicos também sustentam o ganho de resistência com Nb: o escoamento máximo ocorreu com 0,06 % Nb (Lee et al., 2005), evidenciando contribuição direta do Nb à resposta mecânica.

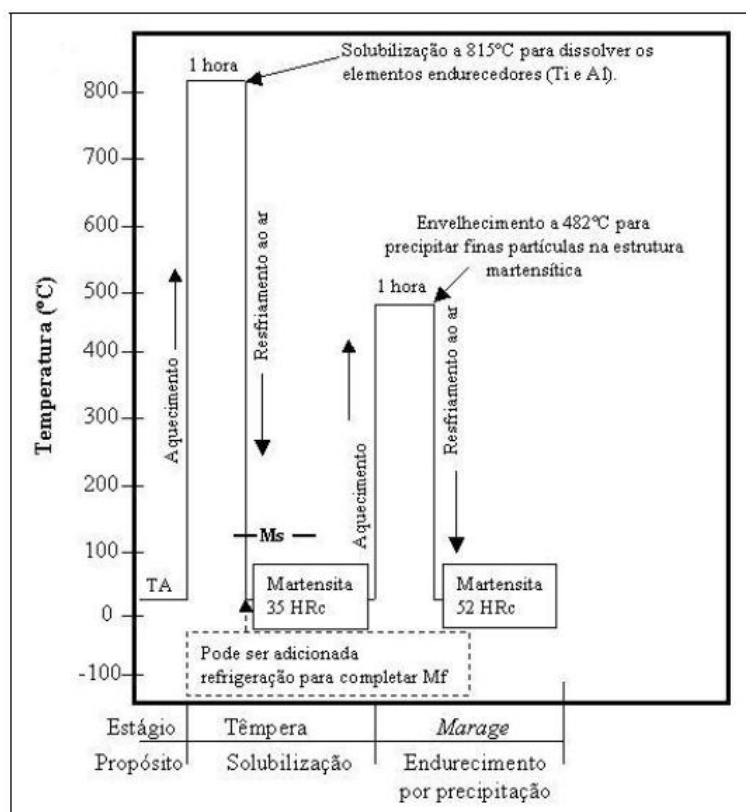
Do ponto de vista de estabilidade microestrutural e textura, (Masoumi et al., 2025) destacam que o Nb impacta as propriedades e a estabilidade microestrutural e investigam uma liga *Nb-enhanced, Ti-reduced*, isto é, liga *maraging* com mais Nb e menos Ti, mostrando que tratamentos adequados (solubilização/aging) podem minimizar defeitos cristalográficos e evitar planos de clivagem mais frágeis.

Em síntese, o Ti aporta precipitação coerente (Ni_3Ti) e eleva a resistência; o Nb refina grão, retarda o crescimento de grão e estabiliza a microestrutura (inclusive por Ni_3Nb /Laves em condições específicas). Juntos, Ti+Nb produzem uma dispersão mais estável e fina de precipitados, preservam o pico de resistência por mais tempo e podem elevar a tenacidade sem perda substancial de resistência — um claro efeito sinérgico observado experimentalmente nas ligas com adição conjunta de ambos os elementos (Lee et al., 2005; Masoumi et al., 2025; Pérez et al., 2025).

3.3 Tratamentos térmicos e ciclagem térmica

Um dos principais responsáveis pelas excelentes propriedades mecânicas encontradas nos aços *maraging* é o tratamento térmico aplicado a esses aços. A rota mais comum envolve, primeiramente, um tratamento térmico de solubilização, realizado geralmente em temperaturas entre de 820 e 850 °C por cerca de 60 minutos, seguido de resfriamento ao ar, o que gera uma microestrutura predominantemente martensítica, de baixo carbono e alta tenacidade para os padrões desse tipo de estrutura. Após o tratamento de solubilização, a rota segue com o tratamento de envelhecimento, conduzido tipicamente entre 450 e 500 °C. Durante esse processo ocorre a precipitação de fases intermetálica finamente dispersas e, após esse tratamento, o aço *maraging* atinge seu pico de resistência mecânica (Pardal et al., 2007). Na figura 3 ilustra a rota térmica comumente utilizada em aços *maraging*.

Figura 3 - Tratamentos termomecânicos dos aços *maraging* com 20% de Níquel.



Fonte: (Pardal et al., 2007)

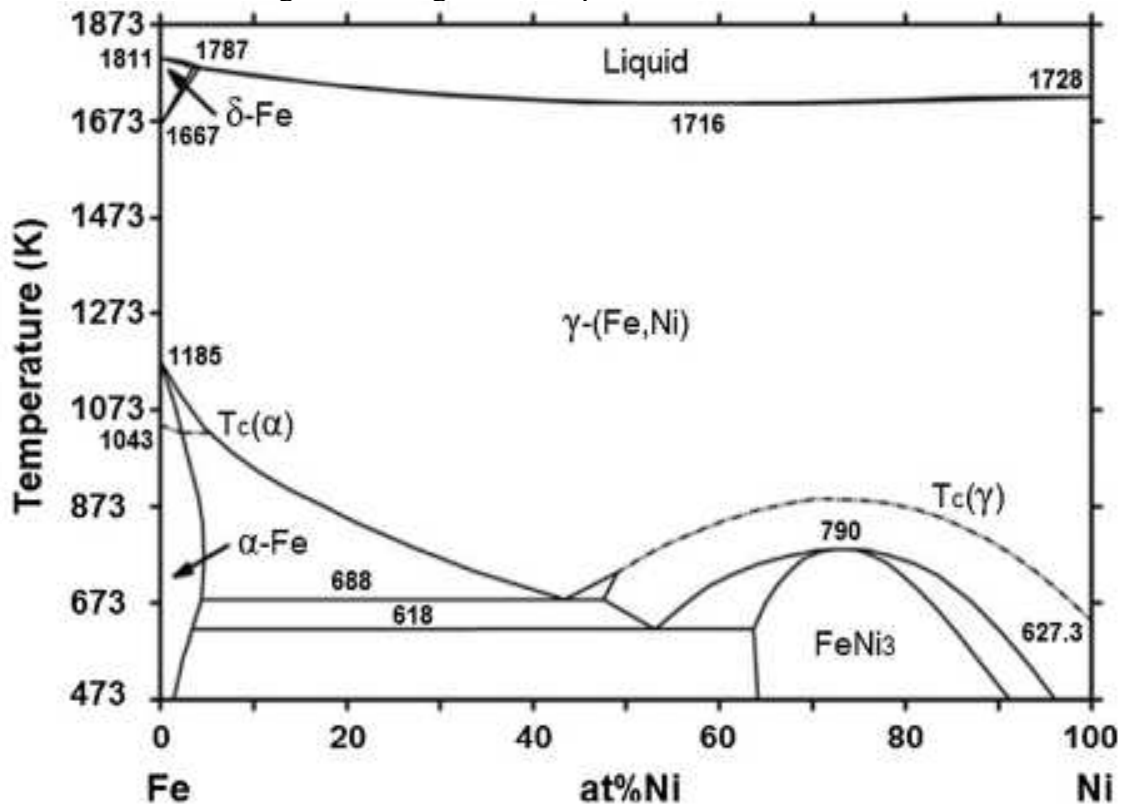
Outra rota de tratamento térmico possível para os aços *maraging* é a que inclui, entre a solubilização e o envelhecimento, tratamentos de ciclagem térmica, com ciclos realizados entre, aproximadamente, 750 °C e temperatura ambiente, podendo ser repetido quantas vezes forem necessárias para obter o refino de grão da austenita prévia (Nakazawa; Kawabe; Muneki, 1978).

3.3.1 Tratamento térmico de solubilização

O tratamento térmico de solubilização constitui a primeira etapa fundamental na rota de tratamentos térmicos dos aços *maraging*. Esse processo é realizado tipicamente em temperaturas na faixa de 815 a 980 °C, por aproximadamente uma hora, seguido de resfriamento ao ar. Durante a fase de tratamento isotérmico, está presente apenas a fase de austenita (γ), como ilustrado no diagrama de fases Fe-Ni da Figura 4. Após essa etapa, o resfriamento, independentemente de sua taxa, resultará em uma estrutura martensítica (Schmitt, 2014). O

objetivo da solubilização nos aços *maraging* é a dissolução das fases presentes no aço e a homogeneização da distribuição dos elementos, a martensita obtida após esse processo, diferentemente da que se forma em aços convencionais, não depende do teor de carbono para sua formação. Trata-se de uma martensita cuja baixa densidade de discordâncias garante elevada tenacidade e excelente soldabilidade no estado solubilizado. Embora o material apresente dureza relativamente baixa após a solubilização, esse estado é crucial para permitir a posterior etapa de envelhecimento, na qual ocorre a precipitação de intermetálicos que conferem o endurecimento característico dos aços *maraging* (Costa e Silva; Mei, 2006).

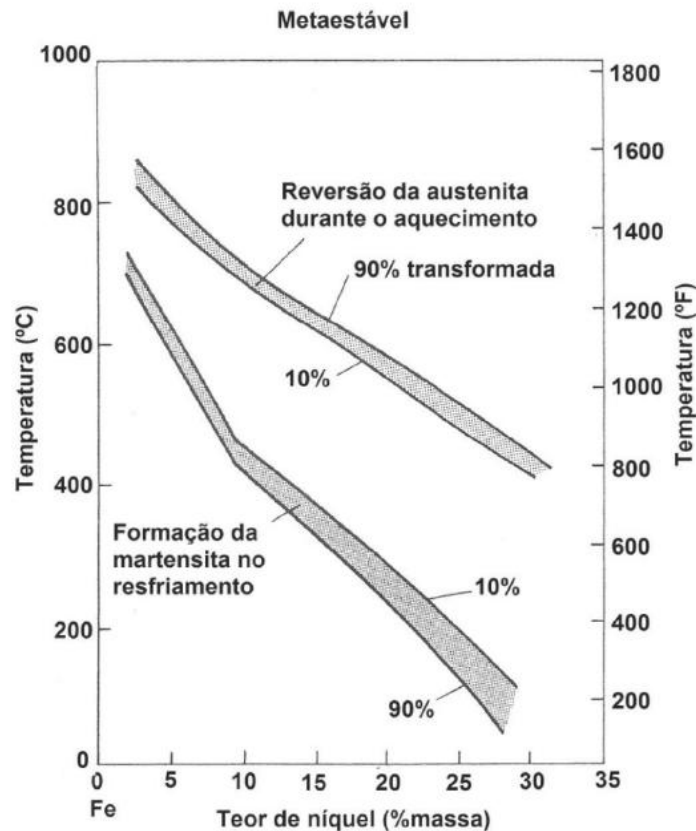
Figura 4 - Diagrama de equilíbrio sistema Fe-Ni.



Fonte:(Cortez et al., 2014).

O diagrama presente na Figura 4 trata-se de um diagrama no equilíbrio termodinâmico e não compreende as transformações de fases que ocorrem durante o resfriamento do aço *maraging* pós-solubilização, mesmo em taxas de resfriamento lentas. As transformações de fase que ocorrem durante o resfriamento podem ser melhor compreendidas por meio da visualizando o diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni, apresentado na Figura 5, o qual fornece a previsão mais próxima do processo real.

Figura 5 - diagrama de transformação metaestável do sistema Fe-Ni.



Fonte:(Floreen, 1968).

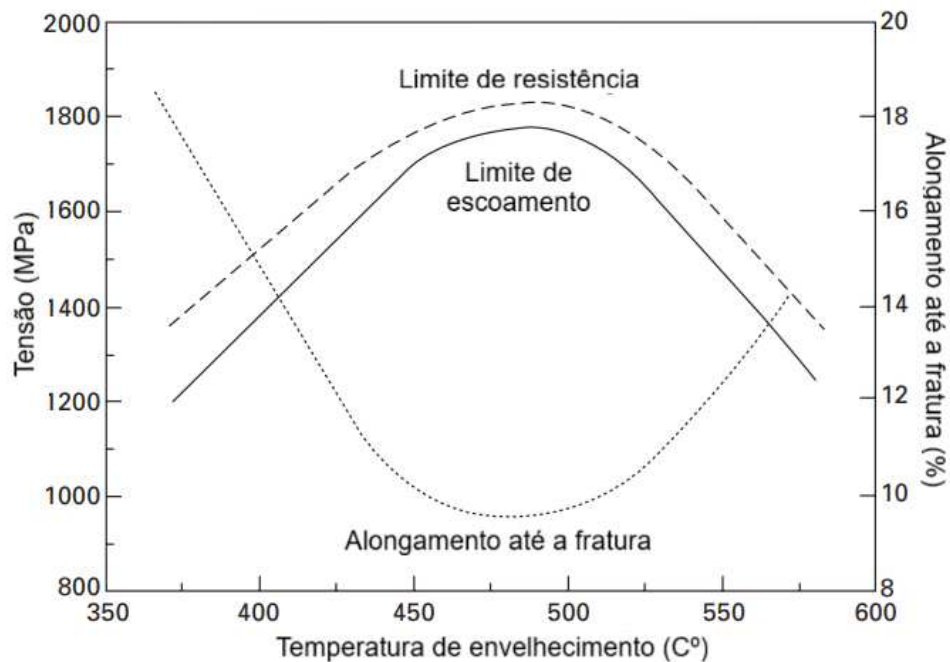
Na Figura 5, observa-se que, para o aço *maraging* que 18 wt% Ni, durante o tratamento isotérmico a 815°C, há uma estrutura predominantemente austenítica. Com o resfriamento, atinge-se a temperatura de início de transformação martensítica (M_s), na qual a austenita (CFC) se transforma em martensita (CCC) (Conde, 2023).

3.3.2 Tratamento térmico de envelhecimento

O tratamento de envelhecimento é a etapa responsável pelo endurecimento dos aços *maraging*, uma vez que promove a precipitação de compostos intermetálicos nanométricos, como Ni_3Ti , Ni_3Mo e Ni_3Nb , que atuam como principais agentes de reforço ao bloquearem o movimento de discordâncias. Esse processo, geralmente conduzido em temperaturas entre 455 e 510 °C, por períodos de 3 a 8 horas, seguido de resfriamento ao ar, resulta no chamado pico

de resistência mecânica, quando a liga atinge sua máxima dureza e limite de escoamento, Figura 6 (Costa e Silva; Mei, 2006).

Figura 6 - Efeito da temperatura de envelhecimento sobre a resistência e a ductilidade (percentual de alongamento até a fratura) de um aço *maraging*.



Fonte: Adaptado (Mouritz, 2012)

Durante esse processo, conforme visto no diagrama de transformação metaestável (Figura 5), não ocorre a formação de austenita, mas sim a precipitação de fases intermetálicas. Isso se deve ao fato de que a microestrutura martensítica, obtida após a solubilização, encontra-se supersaturada em elementos de liga como Ni, Mo e Ti, o que favorece a nucleação e o crescimento de compostos intermetálicos nanométricos, notadamente $Ni_3(Ti, Mo)$ e $FeMo$ (Tewari et al., 2000). A Tabela 2 apresenta propriedades típicas, como resistência à tração (RT), limite de escoamento (LE), alongamento (A), redução de área (RA) e dureza (HRC) de alguns aços *maraging* no estado solubilizado e no estado solubilizado e envelhecido.

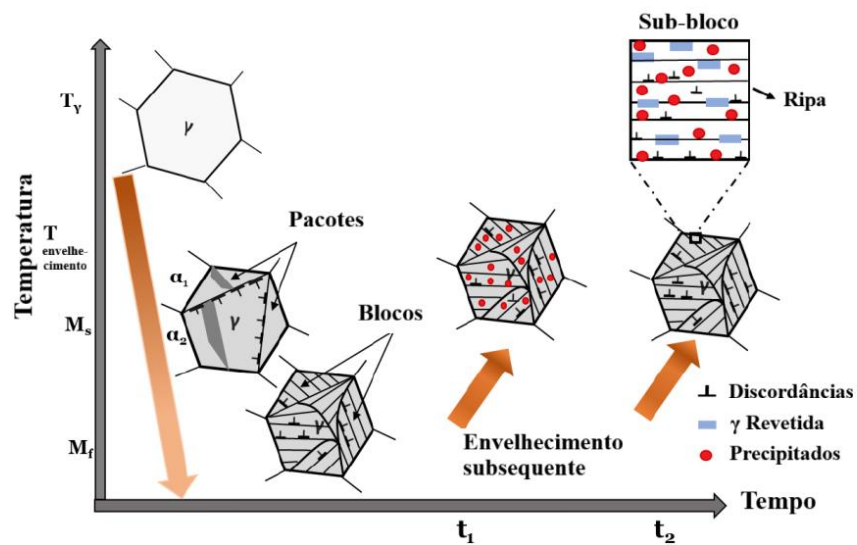
Tabela 2 - Propriedades típicas de alguns aços maraging em função da condição de tratamento térmico.

	<i>Solubilizado</i>					<i>Solubilizado e envelhecido</i>				
	RT (MPa)	LE (MPa)	A (%)	RA (%)	Dureza (HRC)	RT (MPa)	LE (MPa)	A (%)	RA (%)	Dureza (HRC)
MAR 250	1010	799	19	72	29	1690	1660	11	50	49
MAR 300	1020	795	17	76	32	1815	1785	8	40	53
MAR 350	1140	825	18	70	35	2400	2350	6	25	58

Fonte: adaptado (Costa e Silva; Mei, 2006).

A Figura 7 ilustra a transformação martensítica e a evolução microestrutural dos aços *maraging*, após o resfriamento da fase austenítica e durante o envelhecimento subsequente. A martensita formada apresenta uma morfologia hierárquica organizada em até cinco níveis: grãos de austenita prévia, pacotes contidos nesses grãos, blocos dentro dos pacotes, sub-blocos nos blocos e, por fim, as ripas finas que os compõem. Essa complexa subdivisão gera uma elevada densidade de interfaces, aliada a uma concentração significativa de discordâncias (em torno de 10^{15} m^{-2}), que funcionam como sítios preferenciais de nucleação. Tais características favorecem a precipitação de compostos intermetálicos durante o envelhecimento, bem como a reversão da martensita metaestável em austenita após tempos prolongados de tratamento. Como as reações de precipitação ocorrem mais rapidamente que a reversão, observa-se um expressivo aumento de dureza antes que se forme quantidade significativa de austenita revertida (Parvinian et al., 2021b).

Figura 7 - Esquema da formação e evolução da microestrutura martensítica em um grão de austenita prévia após a têmpera e o subsequente envelhecimento.

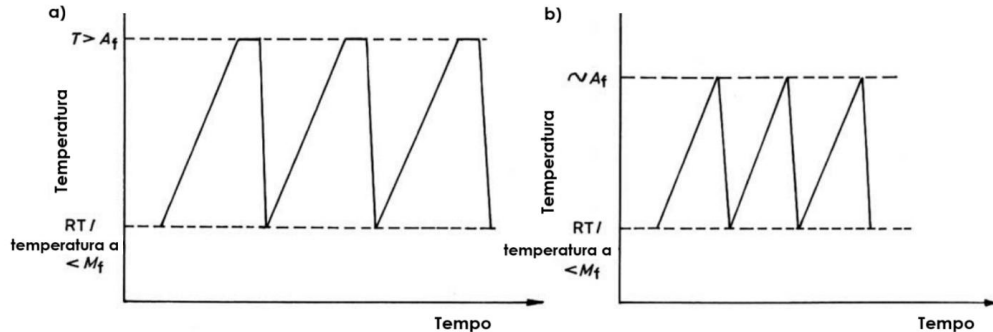


Fonte: adaptado (Parvinian et al., 2021b).

3.3.3 Ciclagem Térmica

A técnica de ciclagem térmica em aços *maraging* consiste em submeter o material a sucessivos ciclos de aquecimento até a região de reversão da martensita em austenita, seguindo-se de resfriamento até a temperatura ambiente ou abaixo de M_f . Esse processo promove transformações repetidas de fase, resultando em refinamento do grão da austenita prévia, podendo reduzir o tamanho de grão para valores menores que $50 \mu\text{m}$ (Nakazawa; Kawabe; Muneki, 1978). A técnica de ciclagem térmica pode ser dividida em duas modalidades. A primeira consiste em aplicar um ciclo de tratamento térmico entre a temperatura ambiente e a temperatura de início de formação da austenita (A_f); já a segunda técnica consiste em aplicar um ciclo de tratamentos térmicos entre a temperatura ambiente e a região do campo austenítico, acima de A_f (Nageswara Rao, 2006).

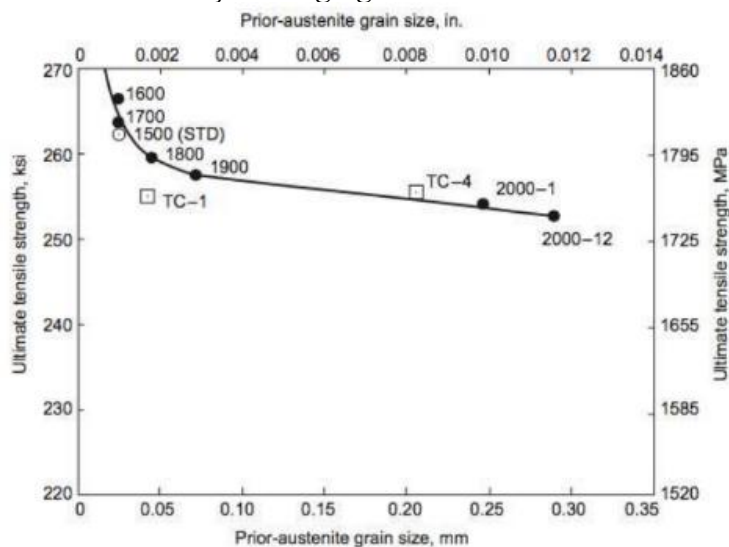
Figura 8 - Estudos de ciclagem térmica em aço *maraging*. (a) Ciclagem entre a temperatura ambiente (RT) e $T > A_f$ e (b) ciclagem entre a temperatura ambiente (RT) e aproximadamente A_f .



Fonte: adaptado (Nageswara Rao, 2006).

Estudos (Saul; Roberson; Adair, 1970) mostraram que a ciclagem térmica é altamente eficaz para promover refino de grão em aços *maraging* 18% Ni (Saul; Roberson; Adair, 1970). Os autores verificaram que um único ciclo já reduz grãos grosseiros, mas apenas múltiplos ciclos (três a seis) levam a um refino uniforme, com tamanhos próximos a ASTM 7. Cada liga apresenta uma faixa ótima de temperatura, cerca de 927 °C para o aço 250 e 1027 °C para o aço 300; temperaturas muito acima desses limites favorecem crescimento indesejado de grão. Além disso, os autores observaram que o tamanho do grão austenítico prévio exerce influência direta sobre a resistência à tração, especialmente em altas temperaturas, como ilustrado na Figura 8, que relaciona a resistência última à tração com o tamanho de grão no aço *maraging* 250.

Figura 9 - O efeito do tamanho de grão da austenita prévia no limite de resistência à tração do aço *maraging* 250.



Fonte: (Saul; Roberson; Adair, 1970)

Viswanathan e colaboradores (1996), (Viswanathan; Kishore; Asundi, 1996) avaliou os efeitos da ciclagem térmica no aço *maraging* classe 350 e demonstrou que o tratamento promove a formação de austenita retida, distinta da austenita revertida obtida por envelhecimento prolongado (Viswanathan; Kishore; Asundi, 1996). O ciclo foi realizado entre 750 °C ($\sim A_f$) e temperatura ambiente. Os resultados indicaram que, embora a presença dessa fase reduza o limite de escoamento e a resistência à tração, ela proporciona ganhos expressivos em ductilidade e energia absorvida em ensaios Charpy. Observou-se ainda que a fração de austenita retida aumenta com o número de ciclos térmicos aplicados e é influenciada pela taxa de aquecimento, sendo maior em condições de aquecimento mais lento. Esses resultados evidenciam a ciclagem térmica, antes do envelhecimento, como uma estratégia eficaz de engenharia microestrutural, permitindo ajustar o balanço entre resistência, ductilidade e tenacidade conforme as demandas da aplicação.

3.4 Caracterização: características gerais em aços *maraging*

A caracterização dos aços *maraging* busca compreender a relação entre composição, microestrutura e propriedades mecânicas, cujos comportamentos são fortemente influenciados pelos tratamentos térmicos. Para tanto, diferentes técnicas de análise microestrutural e mecânica são empregadas, o que permite avaliar desde a formação e evolução da martensita até os processos de precipitação e de reversão de fases durante o envelhecimento.

3.4.1 Caracterização mecânica nos aços *maraging*

Nos aços *maraging*, a caracterização mecânica é tradicionalmente realizada por meio de ensaios de dureza, tração e impacto, que fornecem parâmetros fundamentais para correlacionar os efeitos do envelhecimento e do superenvelhecimento com as propriedades globais do material.

O ensaio de dureza, geralmente realizado nas escalas *Rockwell C* ou *Vickers*, é um dos métodos mais utilizados para monitorar a resposta ao tratamento de envelhecimento. A dureza inicial dos aços *maraging*, no estado solubilizado, é relativamente baixa (≈ 30 HRC), mas aumenta expressivamente durante o envelhecimento, atingindo valores entre 50 e 55 HRC. Esse comportamento está associado à precipitação de fases intermetálicas como $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Mo})$ e Fe_2Mo , que reforçam a matriz martensítica. Entretanto, tempos excessivos de envelhecimento resultam em superenvelhecimento, fase em que ocorre a coalescência e o crescimento dos precipitados, esse processo leva a uma queda gradual da dureza e da resistência (Costa e Silva; Mei, 2006).

Nos ensaios de tração, os aços *maraging* se destacam por apresentarem valores de limite de resistência à tração superiores a 2000 MPa, mantendo ao mesmo tempo alongamentos na faixa de 8–12%, o que reflete a baixa concentração de carbono e a ausência de carbonetos frágeis. Essa combinação de alta resistência com razoável ductilidade diferencia os aços *maraging* de outras ligas de alta resistência, nas quais o aumento da resistência geralmente compromete de maneira mais acentuada a deformabilidade (Sha; Guo, 2009).

A tenacidade, avaliada em ensaios de impacto Charpy, também se destaca. No estado envelhecido, os aços *maraging* apresentam boa absorção de energia, resultado do refino microestrutural e da possível presença de pequenas frações de austenita revertida, que contribuem para aumentar a resistência à propagação de trincas. Em contrapartida, o super envelhecimento tende a reduzir a energia absorvida, reforçando a importância do controle preciso dos ciclos térmicos.

3.4.2 Caracterização: microscopia eletrônica de varredura e técnica EBSD

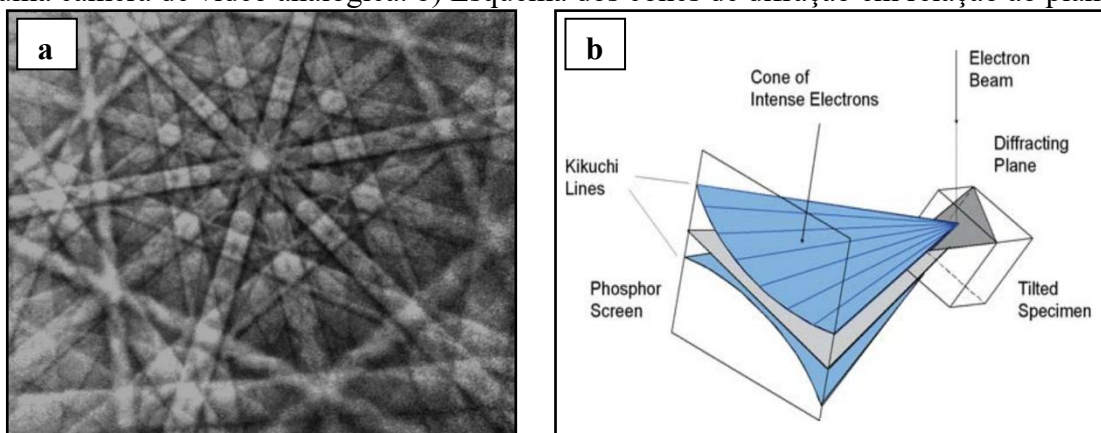
A microanálise é parte fundamental para o entendimento dos fenômenos que compreendem os mecanismos responsáveis pelas propriedades dos aços *maraging*. Dentre as ferramentas de microanálise, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) se destaca por permitir a observação de detalhes fundamentais na compreensão das características da estrutura cristalina do material, sendo uma das técnicas mais importantes na caracterização microestrutural de materiais. O MEV possibilita a obtenção de imagens com elevada resolução e grande profundidade de campo. Seu princípio de funcionamento baseia-se na interação do feixe de elétrons primários, acelerados por alta tensão, com a superfície da amostra. Essa interação gera diferentes sinais, como elétrons secundários, elétrons retroespalhados e raios X

característicos, os quais são coletados e processados para formar imagens e análises químicas (Goldstein et al., 2018).

As imagens obtidas por elétrons secundários fornecem informações sobre a topográficas da superfície, enquanto aquelas geradas por elétrons retroespalhados permitem distinguir regiões de diferentes composições químicas ou contrastes de fase, em razão da variação do número atômico dos elementos presentes. Além disso, quando acoplado a um detector EDS, o MEV possibilita a identificação e a quantificação dos elementos de liga, permitindo mapear sua distribuição e avaliar heterogeneidades químicas no material.(Moreira et al., 2023).

Entre os métodos analíticos acoplados ao MEV, destaca-se a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*), amplamente utilizada para determinar a orientação cristalográfica, as fronteiras de grão, as fases cristalinas e as texturas de materiais policristalinos. Durante a análise EBSD, o feixe de elétrons incide sobre a amostra inclinada a aproximadamente 70° em relação ao feixe primário. Parte dos elétrons retroespalhados sofre difração nos planos cristalinos próximos à superfície e forma padrões de difração característicos, denominados padrões de Kikuchi, que são projetados em um detector sensível, geralmente uma tela de fósforo acoplado ao microscópio. Esses padrões são compostos por faixas claras e escuras que correspondem aos planos cristalográficos do material analisado (Schwartz; Kumar; Adams, 2000). Figura 10 mostra um exemplo de padrão de Kikuchi e apresenta um esquema da formação desses.

Figura 10 - a) Padrão de Kikuchi por retroespalhamento de cádmio a 20 keV, adquirido com uma câmera de vídeo analógica. b) Esquema dos cones de difração em relação ao plano



Fonte: (Schwartz; Kumar; Adams, 2000).

A técnica EBSD também permite identificar contornos de grão de baixa e alta desorientação, zonas de deformação plástica, bem como regiões de recristalização, mostrando-

se essencial em estudos de processos termomecânicos, tratamentos térmicos, crescimento de grão e análise de texturas cristalográficas (Goldstein et al., 2018). Em ligas metálicas como o aço *maraging*, o EBSD é frequentemente utilizado, para correlacionar a microestrutura com propriedades mecânicas, como resistência e ductilidade, e compreender os mecanismos de endurecimento e recuperação.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Para o estudo foram utilizados três aços *maraging* da classe 300, diferenciados principalmente pelos teores de Nióbio (Nb) e Titânio (Ti). Os aços foram nomeados de acordo com sua composição química para melhor entendimento, sendo eles M300 Ti, M300 Ti + Nb, M300 Nb. As composições químicas das amostras podem ser consultadas na Tabela 3.

Tabela 3 - Composição química dos aços *maraging* 300 (% Massa).

Amostra	C	Co	Mo	Ni	Ti	Nb	Al	Fe
M300 Ti	0,004	9,54	5,07	18,39	0,76	0,02	0,045	Bal
M300 Ti + Nb	0,004	9,57	5,13	18,60	0,39	0,64	0,045	Bal
M300 Nb	0,004	9,35	5,07	18,68	0,01	1,40	0,069	Bal

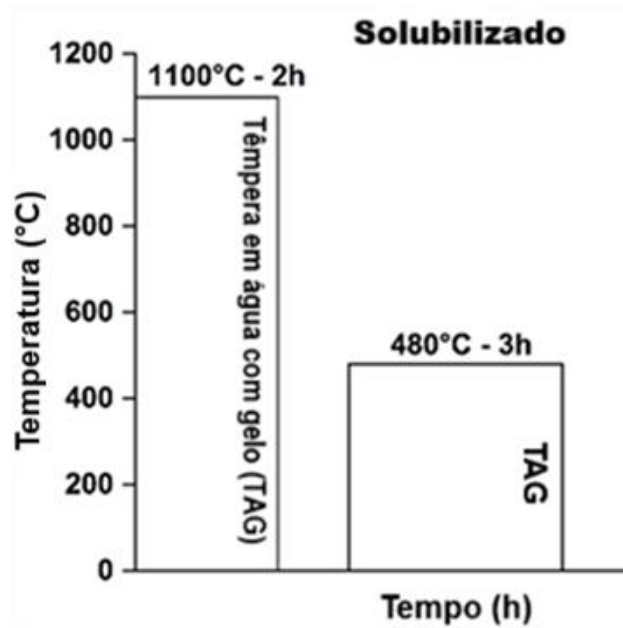
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

4.2 Metodologia experimental

4.2.1 Tratamentos térmicos

Para a obtenção da microestrutura inicial, anterior ao ciclo térmico, todas as amostras foram submetidas a tratamento de solubilização a 1100 °C por 2 h, seguido de resfriamento rápido em água com gelo, com o objetivo de formar uma estrutura totalmente martensítica. Em seguida, as amostras que seguiram a rota de tratamento térmico padrão foram envelhecidas a 480 °C por 3 h, etapa destinada a promover o endurecimento por precipitação, como mostra a Figura 11.

Figura 11 - Representação esquemática do processo de tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento.

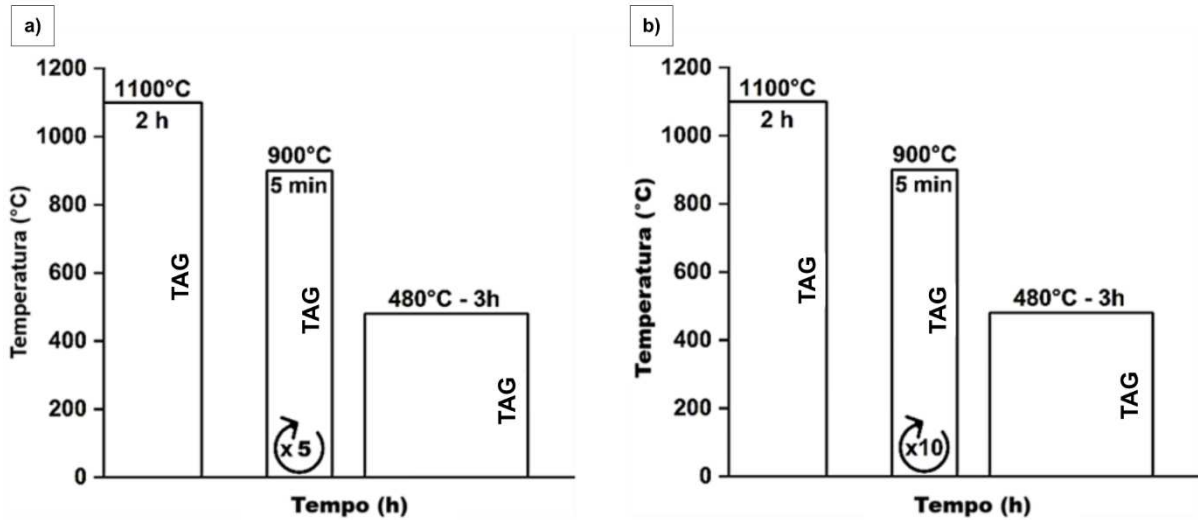


Fonte: Elaborado pelo Autor (2025).

No processo de ciclagem térmica, após a solubilização inicial a 1100 °C por 2 h, as amostras foram submetidas a ciclos térmicos repetidos a 900 °C por 5 minutos, seguidos de têmpera em água com gelo, com o objetivo de promover transformações reversíveis de fase e refino do grão austenítico prévio. O ciclo térmico foi repetido 5 e 10 vezes em amostras distintas, para fins de comparação.

Após a conclusão dos ciclos térmicos, todas as amostras foram envelhecidas a 480 °C por 3 horas, sob condições idênticas, como ilustrado esquematicamente na Figura 12.

Figura 12 - Representação esquemática dos processos de tratamento térmico de solubilização seguidos de ciclos térmicos e envelhecimento: a) rota com 5 ciclos térmicos. b) rota com 10 ciclos térmicos



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025).

Para facilitar a nomenclatura das amostras e contribuir com o entendimento, as amostras foram nomeadas de acordo com a Tabela 4. A nomenclatura levou em consideração suas respectivas condições de tratamento térmico e composições químicas correspondentes. Vale ressaltar que todas as amostras, incluindo aquelas rotuladas como “solubilizadas”, foram submetidas a um processo de envelhecimento.

Tabela 4 - Nomenclatura atribuída às amostras após os tratamentos térmicos.

Variante	Solubilizada	Ciclo 5x	Ciclo 10x
M300_Ti	M300_Ti_S	M300_Ti_5x	M300_Ti_10x
M300_Ti+Nb	M300_Ti+Nb_S	M300_Ti+Nb_5x	M300_Ti+Nb_10x
M300_Nb	M300_Nb_S	M300_Nb_5x	M300_Nb_10x

Fonte: Elaborado pelo Autor (2025).

4.2.2 Preparação metalográfica

Foram separadas amostras correspondentes a cada rota de tratamento térmico para a realização dos ensaios de caracterização microestrutural e propriedades mecânicas. As amostras foram obtidas por meio de corte manual em serra metalográfica. Após o corte, as

amostras foram preparadas conforme os requisitos de cada ensaio a ser realizado. Ressalta-se que toda a preparação foi conduzida em equipamentos oferecidos pelo Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM). Abaixo segue a lista das informações técnicas (fabricante/ modelo) dos equipamentos e insumos utilizados:

- Embutidora: TECLAGO/ EM30D;
- Politriz e Lixadeira: AROTEC/ Aropol 2V-PU;
- Pasta de diamante: AROTEC;
- Politriz semi-automática: MINIMET 1000.

4.2.2.1 Preparação metalográfica para amostras de difração de raio-X (DRX) e microdureza

Após o tratamento térmico e o corte, as amostras designadas aos ensaios de microdureza e de difração de raios-X (DRX) foram submetidas ao lixamento superficial, a fim de eliminar irregularidades e garantir a planicidade necessárias às análises. O procedimento foi realizado em politriz/lixadeira, utilizando lixas d'água de carbetto de silício (SiC) com granulometria crescente, variando entre 80 a 600 mesh.

4.2.2.2 Preparação metalográfica para amostras de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) e EBSD

As amostras foram preparadas seguindo os procedimentos metalográficos padrão, iniciando-se com o lixamento em lixas de SiC com granulometria crescente, entre 80 a 1200 mesh, e finalizando com o polimento em pasta de diamante de gramatura decrescente de 3 μm a 1 μm .

Para o ataque metalográfico, utilizou-se Nital 2% por 10 segundos em imersão com o objetivo revelar a microestrutura do material.

A preparação metalográfica das amostras para EBSD foi semelhante às amostras destinadas à MO e à MEV. Acrescentou-se, contudo, uma etapa adicional de polimento final com sílica coloidal de 0,02 μm , com o objetivo de otimizar a superfície para a análise por EBSD.

4.2.3 Ensaios mecânicos

4.2.3.1 Ensaio de microdureza

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em um microdurômetro da marca Mitutoyo modelo HM-220 fornecido pelo LACAM. Aplicando-se uma carga de 100 g e um tempo de permanência de 10 segundos, conforme os procedimentos descritos na norma ASTM E92 (ASTM, 2023). Para cada condição experimental, foram efetuadas cinco indentações, a fim de garantir a precisão e a reprodutibilidade dos resultados.

4.2.3.2 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios Shimadzu, modelo AGX050kNV2D, equipada com um extensômetro óptico TRViewX120S, utilizado para registrar as deformações das amostras, sendo o sistema controlado pelo software TRAPEZIUMX-V. As amostras apresentavam geometria retangular de 3 mm \times 1,8 mm e comprimento útil de 16 mm.

Os ensaios foram conduzidos com velocidade constante de 0,5 mm/min, sendo cada condição experimental testada em triplicata para assegurar a repetibilidade e a confiabilidade dos resultados. As curvas de tensão nominal (σ_N) em função da deformação nominal (ϵ_N) foram traçadas a partir dos dados obtidos, permitindo determinar as principais propriedades mecânicas do material, tais como o limite de escoamento, a resistência máxima à tração e o alongamento até a fratura, fornecendo assim uma avaliação quantitativa da resistência e ductilidade de cada amostra.

4.2.4 Caracterização microestrutural

4.2.4.1 Análise de difração de raios-X (DRX)

As análises de difração de raios-X (DRX) foram realizadas com o objetivo de identificar e quantificar as fases presentes no material. As medições foram conduzidas em um difratômetro Rigaku, modelo SmartLab Se, cedido pelo LACAM, equipado com tubo de cobalto (Co) e radiação $K\alpha_1$, com comprimento de onda $\lambda = 1,78901 \text{ \AA}$.

O sistema operou com passo angular de $0,02^\circ$, corrente de 35 mA e tensão de 40 kV. A aquisição dos dados foi realizada na faixa de 2θ entre 45° e 105° , com velocidade de varredura de $5^\circ/\text{min}$, de modo a assegurar boa resolução e confiabilidade na identificação das fases cristalinas presentes nas amostras.

4.2.4.2 Análises de microscopia

Para a obtenção das imagens por microscopia ótica foi utilizado um microscópio ótico fornecido pelo LACAM da marca Zeiss (modelo Axio Imager M2m) com câmera digital acoplada.

Para as análises de microscopia eletrônica de varredura foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura disponibilizado pela central analítica da UFC, da marca FEI (modelo Quanta 450-FEG). No mesmo estudo, também foi empregada a técnica de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) utilizando o mesmo equipamento, permitindo a identificação e quantificação qualitativa dos elementos presentes nas regiões analisadas.

A análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi realizada no Microscópio Eletrônico de Varredura disponibilizado pela central analítica da UFC da marca FEI (modelo Quanta 450-FEG) em um sistema Thermo Scientific Scios 2 DualBeam, com o objetivo de examinar a orientação cristalográfica e a morfologia dos grãos das amostras tratadas termicamente. As aquisições foram realizadas considerando uma largura de campo horizontal

(HFW) de 1 mm, aplicando-se uma tensão de aceleração de 20 kV e um passo de varredura (step size) de 0,04 μm , alcançando um índice de indexação mínimo de 92%, o que assegura a confiabilidade dos resultados obtidos.

Na análise dos mapas de orientação, contornos de grão de baixo ângulo (LAGB) foram definidos para ângulos de desorientação entre 2° e 15° , enquanto contornos de alto ângulo (HAGB) corresponderam a ângulos superiores a 15° , possibilitando a distinção entre subestruturas internas e fronteiras efetivas de grão.

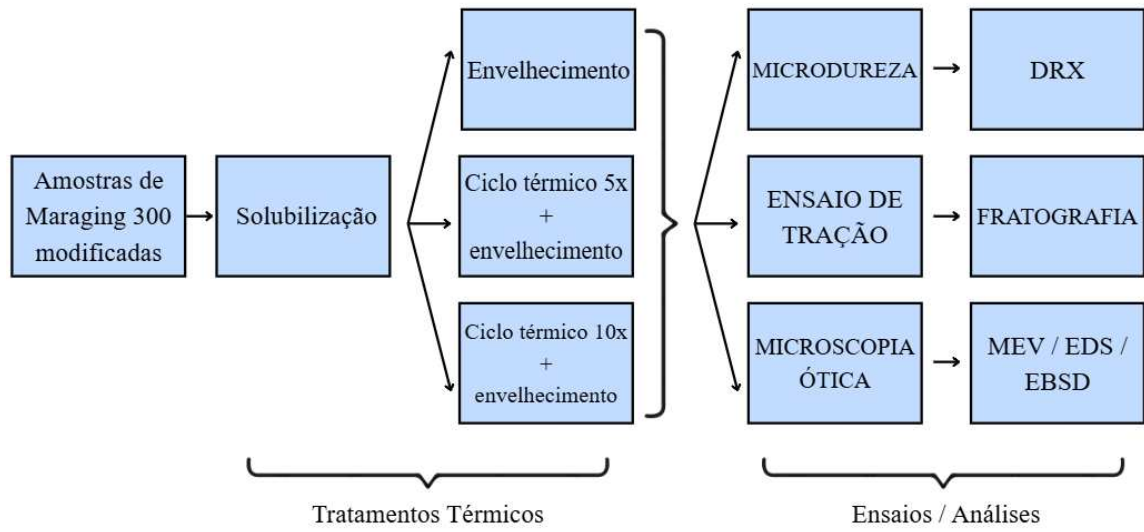
Os dados obtidos por EBSD foram processados por meio do software MTEX, em ambiente MATLAB, para a reconstrução dos grãos de austenita prévia. Esse procedimento foi conduzido de forma interativa, aplicando-se a relação de orientação Kurdjumov–Sachs (K–S).

4.3 Fluxograma

O fluxograma (Figura 13), que representa os processos realizados nesta pesquisa, apresenta a sequência das etapas experimentais conduzidas. Inicialmente, foram realizados os tratamentos térmicos nas amostras de aço *maraging* 300, conforme descrito anteriormente. Todas as amostras passaram pelo tratamento de solubilização e, posteriormente, foram distribuídas em três grupos: um grupo submetido apenas ao envelhecimento, outro a cinco ciclos térmicos seguidos de envelhecimento e um terceiro a dez ciclos térmicos seguidos do mesmo processo.

Concluída essa etapa, procedeu-se à fase de testes e análises, na qual as amostras foram separadas e direcionadas aos respectivos ensaios. Cabe ressaltar que todos os ensaios foram realizados com amostras representativas de cada grupo experimental, garantindo a confiabilidade e a comparabilidade dos resultados obtidos.

Figura 13 – Fluxograma da pesquisa



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025).

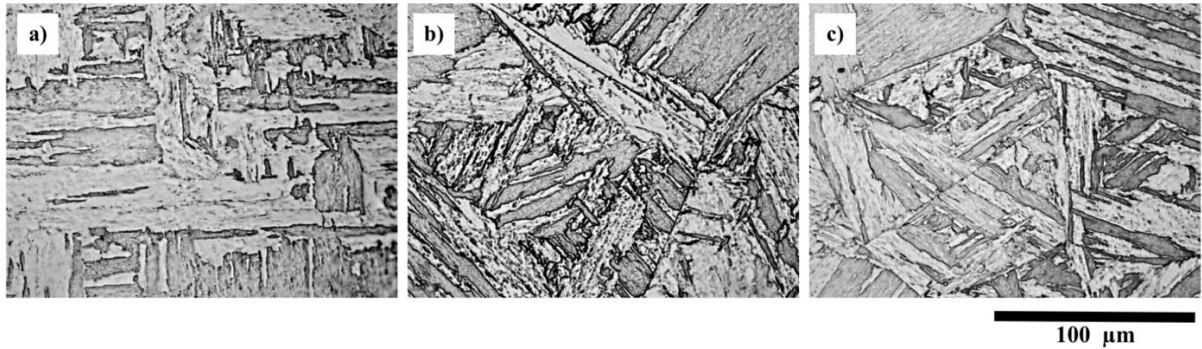
5 RESULTADOS

5.1 MICROSCOPIA ÓTICA

A microscopia óptica presente na Figura 14 revela a evolução da morfologia martensítica em função da adição de elementos de liga para o tratamento térmico de solubilização a 1100 °C seguida de envelhecimento. Nessas condições todas as ligas exibem a hierarquia ripas–blocos–pacotes típicos da martensita, delimitada pelo contraste de ataque e consistente com um tamanho de grão pré-austenítico grosseiro. Essas microestruturas definem a condição base anterior aos tratamentos de ciclos térmicos.

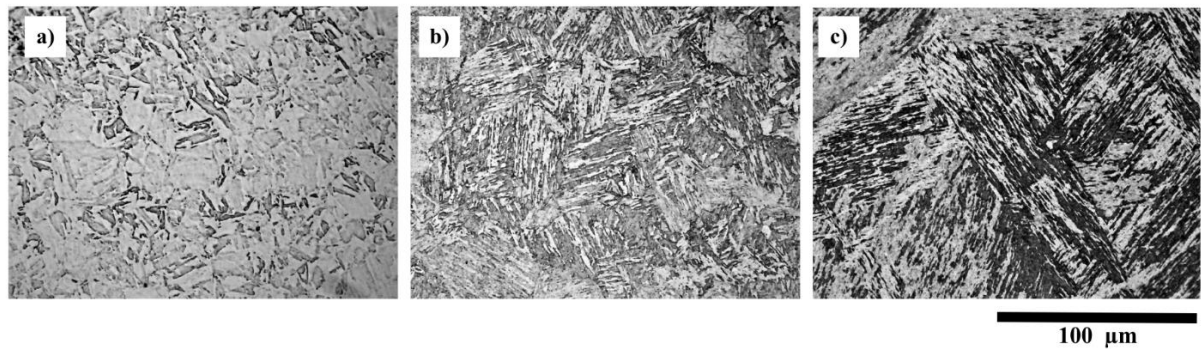
As Figuras 15 e 16 evidenciam as micrografias após cinco ($\times 5$) e dez ($\times 10$) ciclos a 900 °C seguidos de envelhecimento, respectivamente. As imagens presentes na Figura 15 mostram que a exposição cíclica de reversão da martensita em austenita reduz as escalas de tamanho da martensita em todas as amostras promovendo o maior refinamento e a maior uniformidade espacial, porém nas variantes M300_Ti+Nb e M300_Nb, nota-se uma microestrutura com martensita mais agulhada se comparada as amostras somente solubilizadas. Na Figura 16 observa-se o refinamento e a reorganização da subestrutura martensítica. Feixes de ripas se fragmentam, contornos de pacotes se desagregam, e a fração de área ocupada por domínios finos aumenta, indicando reversão e retransformação progressiva e migração de contornos durante o ciclo. A magnitude do refinamento depende fortemente da composição química. As variantes M300_Nb_5x, M300_Nb_10x, M300_Ti+Nb_5x e M300_Ti+Nb_10x exibem as matrizes de ripas mais densas, em formato de agulha, e o contraste mais homogêneo, consistente com a inibição do engrossamento dos contornos por arraste de solução sólida e ancoragem por partículas assim como observado por Lima Filho, 2018. Em comparação, as variantes M300_Ti_5x e M300_Ti_10x apresentaram um refinamento perceptível em relação a M300_Ti_S, mas ainda mantém dimensões maiores de ripas/pacotes, implicando uma estabilização mais fraca dos contornos migrantes quando o Ti atua predominantemente por endurecimento por precipitação.

Figura 14 - Micrografias das amostras que foram submetidas a rota solubilização 1100 °C + envelhecimento: a) M300_Ti_S; b) M300_Ti+Nb_S; C) M300_Nb_S.



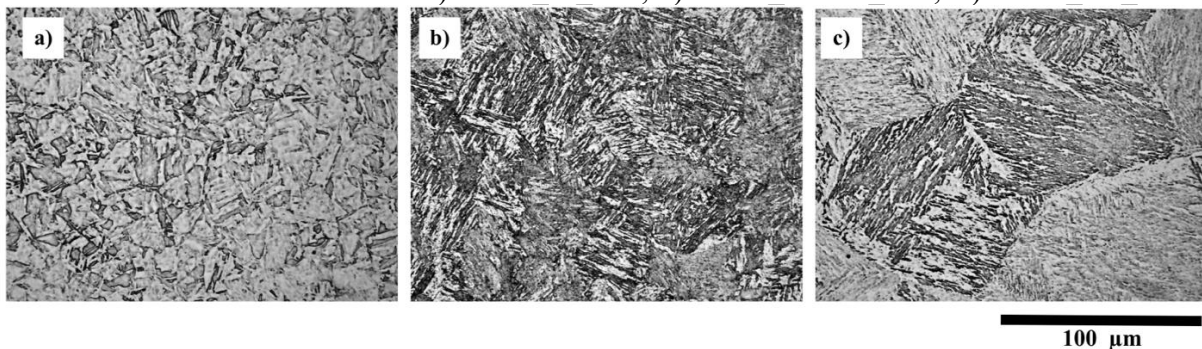
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Figura 15 - Micrografias das amostras que foram submetidas a rota solubilização + ciclo térmico 5x + envelhecimento: a) M300_Ti_5x; b) M300_Ti+Nb_5x; C) M300_Nb_5x.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Figura 16 - Micrografias das amostras que foram submetidas a rota solubilização + ciclo térmico 10x + envelhecimento: a) M300_Ti_10x; b) M300_Ti+Nb_10x; C) M300_Nb_10x.



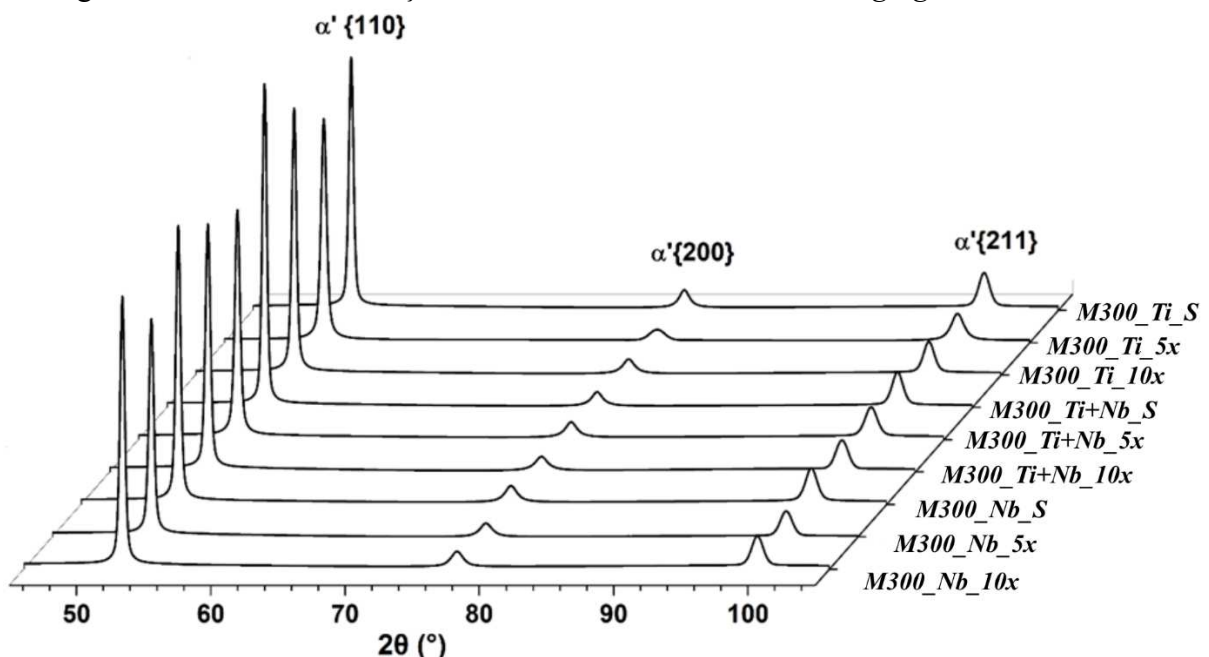
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

5.2 Análise de difração de raios x

Os padrões de difração de raios X presentes na Figura 17 fornecem uma visão direta da resposta cristalográfica dos aços *maraging* aos tratamentos térmicos de solubilização e dos tratamentos cíclicos e às variações de composição dos elementos de liga do Ti e Nb. Em todas as condições, as reflexões características da fase martensítica α' , especificamente α' (110), α' (200) e α' (211), foram detectadas de forma consistente. No entanto, sua intensidade relativa, nitidez e largura variaram significativamente com a composição química e o histórico térmico, destacando o papel crítico das adições de Ti e Nb na evolução estrutural.

No estado solubilizado (M300_Ti_S, M300_Ti+Nb_S, M300_Nb_S), os perfis de difração são dominados por picos estreitos e bem definidos, especialmente a reflexão $\{110\}$, indicando tamanho de cristalitos relativamente grosseiro e baixa distorção de rede. Os resultados sugerem uma textura cristalográfica pronunciada e uma matriz martensítica estável, servindo como referência inicial confiável. Em contraste, as amostras submetidas aos tratamentos térmicos cíclicos exibiram um alargamento sistemático dos picos e redução de intensidade. Esse alargamento reflete os efeitos combinados da subdivisão dos cristalitos, aumento da densidade de discordâncias e micro deformações de rede geradas durante os ciclos repetidos de reversão–retransformação.

Figura 17 - Análise de difração de raios X das amostras de *maraging* 300 modificadas .



.Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Tabela 5 - Dados obtidos a partir da análise por DRX.

Variante	Condição	Intensidade {110}	FWHM {110}	Parâmetro de rede
		(%)	(°)	(Å)
M300_Ti	Solubilizado	79,70	0,407	2,871
	Ciclo x5	71,51	0,484	2,868
	Ciclo x10	83,50	0,590	2,868
M300_Ti+Nb	Solubilizado	100	0,450	2,870
	Ciclo x5	71,79	0,460	2,869
	Ciclo x10	76,17	0,422	2,870
M300_Nb	Solubilizado	87,03	0,416	2,873
	Ciclo x5	68,56	0,435	2,867
	Ciclo x10	85,00	0,422	2,868

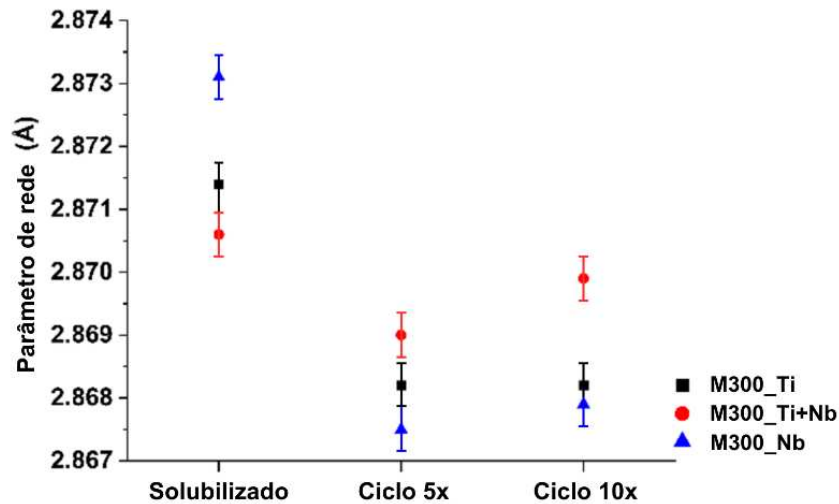
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Os dados de parâmetro de rede, presentes na Figura 18, reforçam ainda mais esses efeitos. No estado solubilizado, as ligas contendo Nb (M300_Nb_S) apresentam a maior expansão da célula unitária, atribuída ao raio atômico relativamente grande do Nb em comparação ao Fe ou Ni. O Ti induz uma expansão mais moderada (M300_Ti_S), enquanto a liga Ti+Nb (M300_Ti+Nb_S) exibe valores intermediários, consistentes com a partição em solução sólida de ambos os solutos. Após cinco ciclos térmicos, todas as variantes apresentam contração do parâmetro de rede, refletindo redistribuição de solutos, acúmulo de discordâncias e localização de deformação dentro da matriz martensítica. A magnitude da contração foi mais pronunciada na variante M300_Nb_5x, sugerindo forte distorção e estabilização dos contornos induzidas pela segregação de Nb e pela ancoragem desses solutos nos contornos. Em contraste, a variante M300_Ti_5x apresentou uma contração mais moderada, enquanto a variante M300_Ti+Nb_5x exibiu uma resposta intermediária equilibrada, consistente com o efeito combinado de arraste por soluto e precipitação.

Após dez ciclos, observa-se uma relaxação parcial. A amostra M300_Ti_10x apresentou uma pequena recuperação no parâmetro de rede, provavelmente associada ao alívio de tensões e à homogeneização. De modo semelhante, M300_Ti+Nb_10x mostrou uma recuperação discreta, destacando a capacidade do sistema com duplo soluto de equilibrar o refinamento estrutural com processos de recuperação. M300_Nb_10x exibiu a recuperação mais pronunciada, sugerindo que os múltiplos ciclos favoreceram a estabilização por meio do

engrossamento de intermetálicos ricos em Nb–Mo.

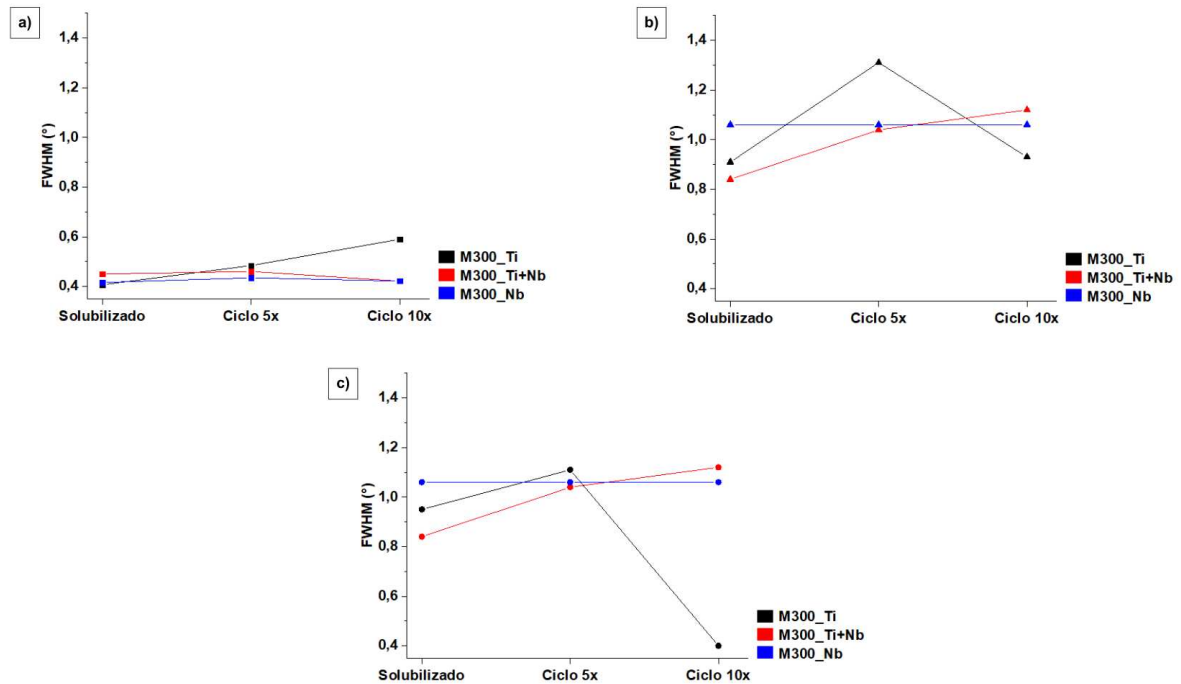
Figura 18 - Análise da variação de parâmetros de rede após tratamentos térmicos.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

A análise da largura à meia altura dos picos (FWHM), presente na Figura 19, complementa essas tendências. Valores baixos nas amostras solubilizadas indicam cristalitas grandes e mínima deformação de rede. Após cinco ciclos, o FWHM aumentou acentuadamente, especialmente para os planos $\alpha'(200)$ e $\alpha'(211)$, sinalizando refinamento e elevada microdeformação. Após dez ciclos, o FWHM estabilizou ou diminuiu ligeiramente, refletindo recuperação parcial. Notavelmente, a variante M300_Ti+Nb_10x apresentou o menor FWHM entre as ligas cicladas, confirmando que a combinação Ti+Nb proporciona a estabilização mais eficaz contra distorções excessivas, enquanto M300_Nb_10x manteve valores elevados de FWHM, consistentes com campos de deformação persistentes em microestruturas dominadas por Nb. Coletivamente, os resultados de DRX confirmam que o tratamento térmico cíclico promove refinamento substancial da rede cristalina e aumento da microdeformação, com o Nb exercendo a maior influência sobre a distorção e Ti+Nb oferecendo a estabilização mais equilibrada.

Figura 19 - Análise da largura à meia altura dos picos (FWHM). a) Pico {110}; b) Pico {200}; Pico {211}.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

5.3 Análise por difração de elétrons retroespalhados (ebsd) e estudo de grãos de austenita prévia

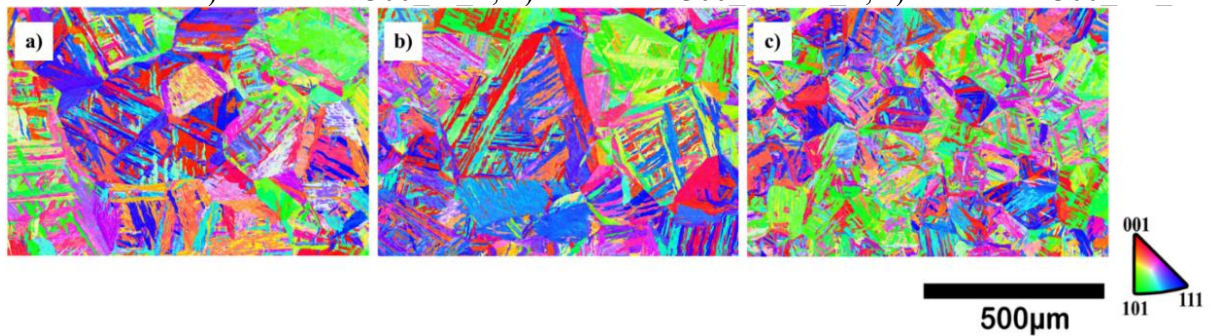
A análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi empregada para avaliar a evolução microestrutural das ligas investigadas em função da ciclagem térmica e das adições de elementos de liga. Os mapas de Figura de Polo Inversa (IPF), apresentado nas Figuras 20, 21 e 22, permitem a visualização comparativa da orientação cristalográfica e da morfologia martensítica nas condições solubilizada, ciclada $\times 5$ e ciclada $\times 10$ para as ligas contendo somente Ti (M300_Ti), Ti+Nb (M300_Ti+Nb) e somente Nb (M300Nb).

No estado solubilizado e envelhecido, Figura 20, as microestruturas são caracterizadas pela presença de pacotes e ripas martensíticas grosseiras, com distribuições de orientação sem textura preferencial marcante. Mesmo nessa condição inicial, observam-se diferenças associadas à composição química. A amostra contendo Nb (M300_Nb_S) apresenta pacotes ligeiramente mais finos em comparação as variantes M300_Ti_S e M300_Ti+Nb_S, indicando maior resistência ao do crescimento do grão austenítico, associada à atuação do Nb

na ancoragem parcial dos contornos, sobretudo nas etapas iniciais para a solubilização..

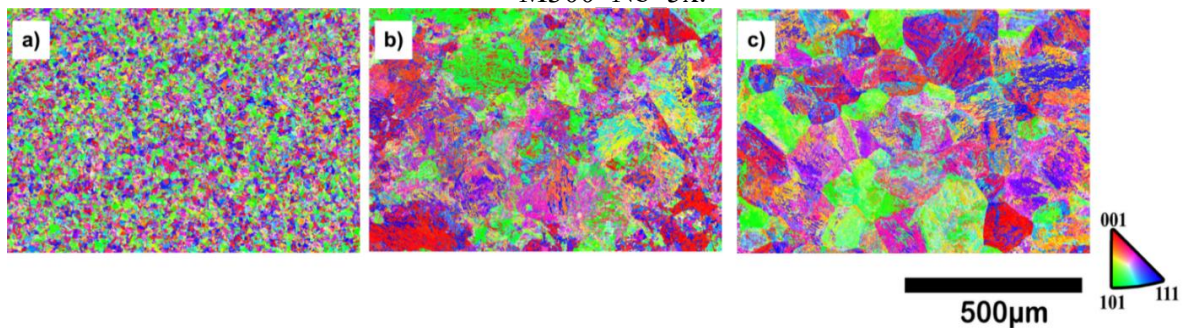
Por outro lado, a variante contendo apenas Ti (M300_Ti_S) mantém uma morfologia de ripas mais organizadas em blocos, comportamento consistente com o fato de o Ti atuar predominantemente por endurecimento por precipitação, e não por mecanismo de ancoragem efetiva de contornos de grão.

Figura 20 - Mapas de Figura de Polo Inversa (IPF) para amostra na condição Solubilizada + envelhecida: a) variante M300_Ti_S; b) variante M300_Ti+Nb_S; c) variante M300_Nb_S.



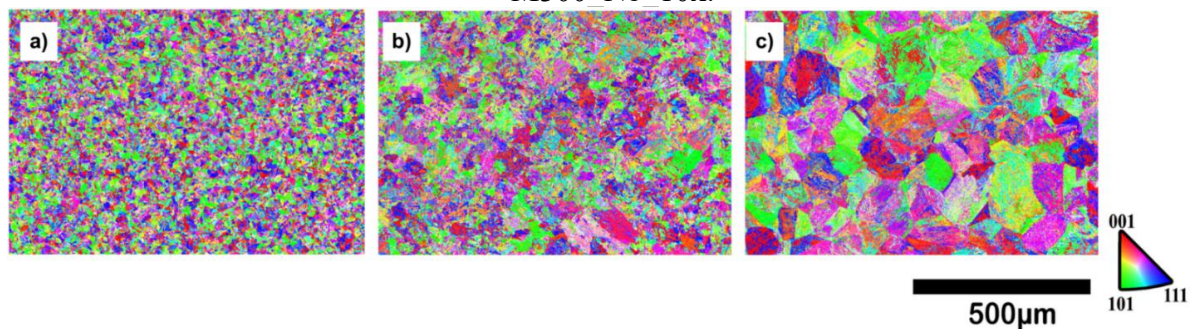
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Figura 21 - Mapas de Figura de Polo Inversa (IPF) para amostra na condição Solubilizada + 5 ciclos + envelhecida: a) variante M300_Ti_5x; b) variante M300_Ti+Nb_5x; c) variante M300_Nb_5x.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Figura 22 - Mapas de Figura de Polo Inversa (IPF) para amostra na condição Solubilizada + 10 ciclos + envelhecida: a) variante M300_Ti_10x; b) variante M300_Ti+Nb_10x; c) variante M300_Nb_10x.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Após cinco ciclos térmicos, Figura 21, é observa-se um refinamento microestrutural substancial. A fragmentação dos pacotes e a subdivisão das ripas martensíticas tornam-se evidentes em todas as ligas, embora o grau de refinamento seja fortemente dependente da composição química. A variante M300_Ti_5x apresenta dimensões de ripas reduzidas e maior subdivisão de pacotes em relação a condição solubilizada M300_Ti_S, demonstrando que a reversão e retransformação repetidas promovem homogeneização estrutural mesmo na ausência de fortes estabilizadores de contorno.

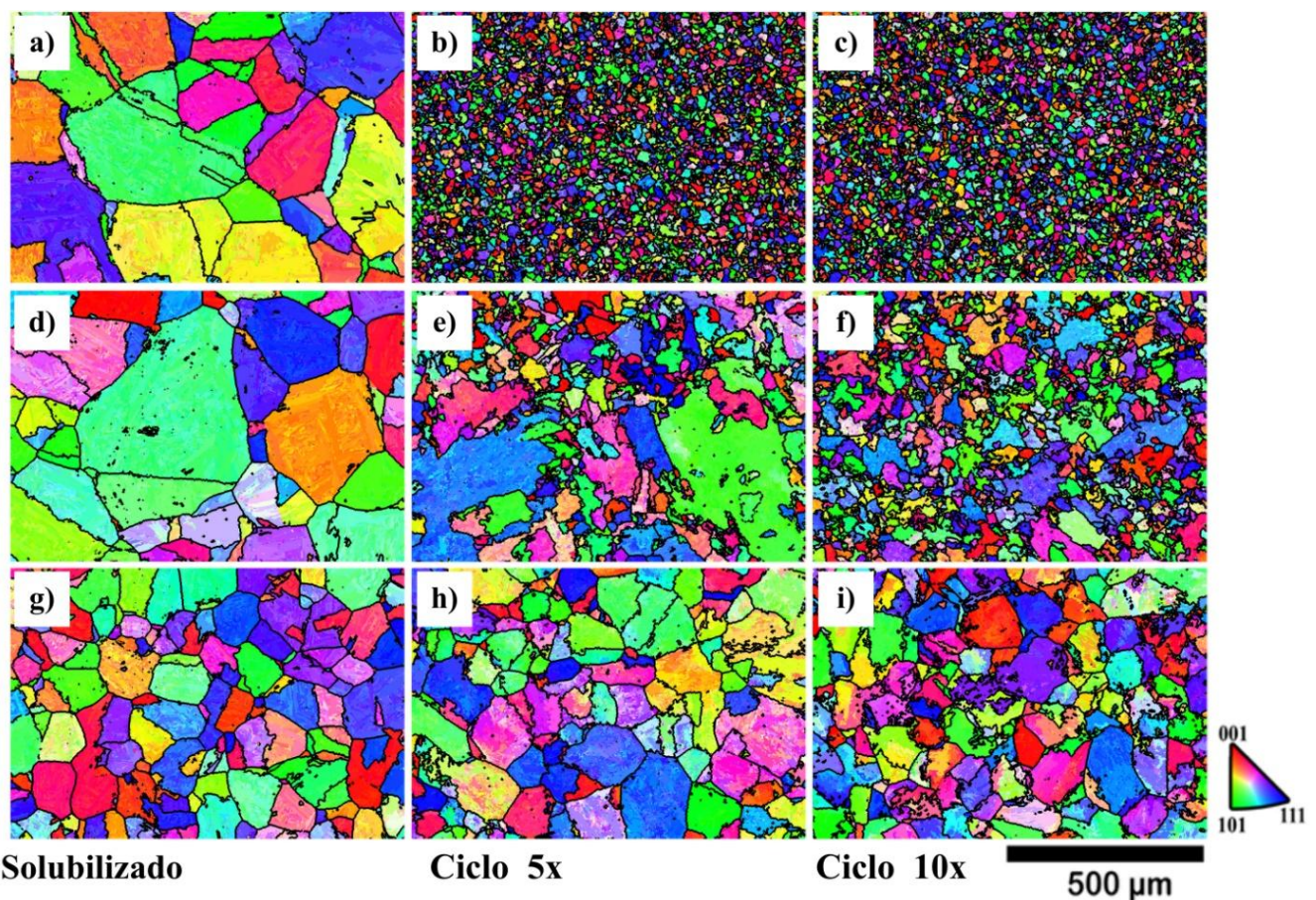
Na variante M300_Ti+Nb_5x, o refinamento também é claramente observado, porém com intensidade intermediária, refletindo a interação entre Ti e Nb ao promover simultaneamente ancoragem parcial de contornos e endurecimento por precipitação. Em contraste, M300_Nb_5x revela o refinamento mais intenso, com martensita densa, de morfologia agulhadas e organizada em uma rede de escala submicrométrica a micrométrica. Esse comportamento indica que o Nb é particularmente eficaz na ancoragem dos contornos e na estabilização domínios de austenita revertida durante a exposição térmica cíclica.

Com dez ciclos, Figura 22, o processo de refinamento se aproxima da saturação. As microestruturas se estabilizam-se em arranjos mais finos e mais equiaxiais de ripas, embora diferenças entre as ligas persistam. A variante M300_Ti+Nb_10x apresenta ripas altamente uniformes e refinadas em comparação com M300_Ti+Nb_5x, sugerindo um possível efeito sinérgico associado à presença combinada de Ti e Nb. M300_Nb_10x mantém pacotes finos de martensita, porém o refinamento adicional em relação a M300_Nb_5x é marginal, caracterizando um efeito de platô no qual a subdivisão dos grãos deixa de progredir de forma significativa. Em M300_Ti_10x, o refinamento continua além de M300_Ti_5x, porém a microestrutura permanece relativamente mais grosseira, indicando capacidade limitada de ancoragem quando o Ti atua isoladamente.

A reconstrução quantitativa dos grãos de austenita prévia (PAG's), apresentada na Figura 23, reforça essas observações. No estado solubilizado, os PAG's apresentam tamanhos entre 60100 μm , com M300_Ti_S apresentando consistentemente tamanhos menores do que M300_Ti+Nb_S e M300_Nb_S. Após cinco ciclos, o tamanho dos PAG's diminui drasticamente para valores abaixo de 20 μm em todas as ligas, confirmando a elevada eficiência do tratamento de ciclagem térmica na promoção do refinamento. Essa transição de grãos grosseiros para finos é particularmente abrupta nas variantes contendo Nb (M300_Nb). Após dez ciclos, na variante M300_Ti, o tamanho dos grãos se estabiliza-se, refletindo a saturação do processo de refinamento, com redução mínima adicional. Nas variantes, M300_Ti+Nb_10x e M300_Nb_10x, observa-se uma redução de tamanho de grão da austenita prévia, porém

menos acentuada quando comparada a redução de tamanho de grão entre as variantes solubilizadas e as variantes cicladas 5 vezes.

Figura 23 - Mapas IPF (Inverse Pole Figure) obtidos por EBSD, mostrando as estruturas dos grãos de austenita prévia (PAGs) das variantes de aço *maraging* submetidas a diferentes tratamentos térmicos. As linhas correspondem às composições das ligas e as colunas representam os estados solubilizado: a) M300_Ti_S; b) M300_Ti_5x; c) M300_Ti_10x; d) M300_Ti+Nb_S; e) M300_Ti+Nb_5x; f) M300_Ti+Nb_10x; g) M300_Nb_S; h) M300_Nb_5x; i) M300_Nb_10x.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

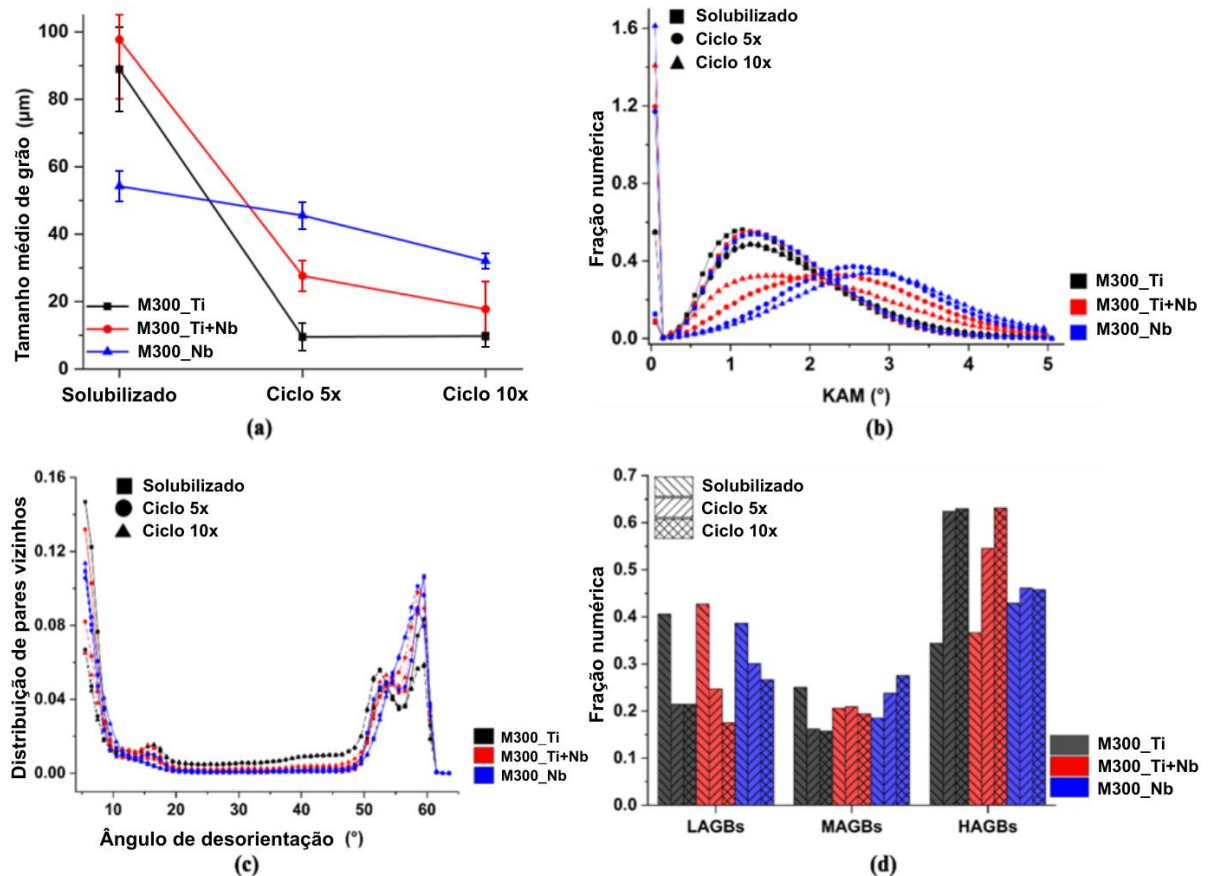
As distribuições de Desorientação Média do Kernel (KAM), presentes no gráfico da figura 24 b, evidenciam a evolução da deformação intragranular. Amostras no estado solubilizado apresentam distribuições estreitas, com valores concentrados abaixo de 2° , indicando baixa densidade de discordâncias. Após cinco ciclos, as distribuições tornam-se mais amplas e os picos se deslocam para valores mais elevados de desorientação, indicando aumento da densidade de discordâncias e da deformação de rede local induzida pelas transformações

repetidas. As amostras M300_Ti+Nb_5x e M300_Nb_5x apresentam os maiores níveis de acumulação de deformação, comportamento coerente com a forte interação do Nb com os contornos e com o efeito sinérgico Ti+Nb. Observa-se que, mesmo após dez ciclos, a amostra M300_Ti mantém um perfil de KAM semelhante ao estado solubilizado, ressaltando a capacidade limitada do Ti em promover acúmulo de deformação quando comparado ao Nb.

A evolução do caráter dos contornos de grão é ilustrada na Figura 24c e d. As amostras solubilizadas contêm predominantemente contornos de baixo ângulo (LAGBs, 2–15°), refletindo a natureza subestruturada da martensita. Após cinco ciclos térmicos, observa-se um aumento expressivo das frações de contornos de médio e alto ângulo, indicando fragmentação dos pacotes e rotação progressiva da rede cristalina durante as transformações repetidas. Após dez ciclos, as frações de contornos à estabilização, com os contornos de alto ângulo HAGBs dominando a microestrutura, o que pode contribuir para o aumento da tenacidade. Essa transição é mais pronunciada nas amostras contendo Nb, nas quais o arraste por soluto e a ancoragem por precipitados favorecem a conversão de LAGBs em HAGBs mais estáveis.

Esses resultados demonstram que a exposição térmica cíclica é uma estratégia altamente eficaz para o refinamento das estruturas martensíticas e para a redução do tamanho dos grãos de austenita prévia (PAG's). As adições de elementos de liga mediavam fortemente esse efeito: o Nb exerce a influência mais significativa ao promover a estabilização dos contornos de grão e o refinamento; o Ti isolado oferece benefício limitado, atuando principalmente por meio do endurecimento por precipitação; e a combinação Ti+Nb proporciona o refinamento mais uniforme, equilibrando o acúmulo de deformação com a estabilização estrutural. Essas observações estabelecem um vínculo entre a química da liga, a dinâmica dos contornos de grão e a evolução da orientação cristalográfica durante os tratamentos térmicos cíclicos.

Figura 24 - (a) Reconstrução média dos grãos de austenita prévia (GAPs) após diferentes condições de tratamento térmico; (b) Distribuições de KAM (Kernel Average Misorientation); (c) Distribuições do ângulo de desorientação entre vizinhos, (d) Distribuição do caráter dos contornos de grão.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

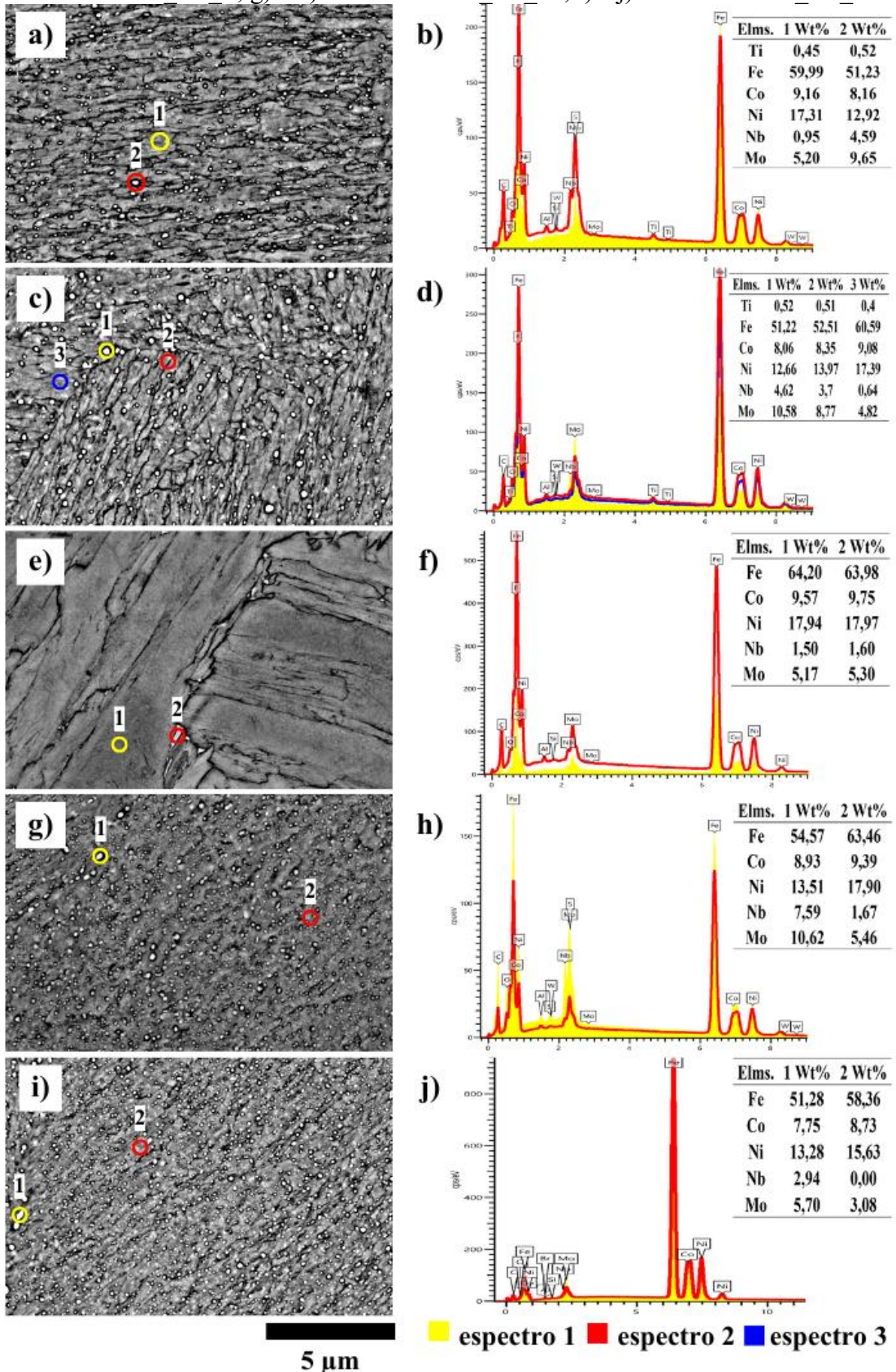
5.4 MEV e EDS

As análises por espectroscopia por dispersão de energia (EDS), presentes na Figura 25, fornecem informações sobre a evolução composicional tanto da matriz quanto dos precipitados em função do histórico térmico e das adições de elementos de liga. Em todas as amostras, a matriz é dominada por Fe, com teores estáveis de Co e Ni, consistentes com sua solubilidade uniforme em aços *maraging*. Em contraste, Nb e Mo apresentam variação acentuada na matriz após os tratamentos cíclicos indicando segregação preferencial para as fases precipitadas. Por exemplo, o teor de Nb na matriz diminui de 0,95 % em massa na condição M300_Ti+Nb_5x para 0,64 % em massa na condição M300_Ti+Nb_10x, com o Mo

seguindo tendência semelhante de redução.

Os precipitados encontram-se distintamente enriquecidos em Nb e Mo, atingindo concentrações de até 7,6 % em massa de Nb e 10,6 % em massa de Mo na condição M300_Nb_5x, valores consideravelmente superiores aos observados na matriz circundante. Essa partição química evidencia a forte afinidade desses solutos pela formação de fases intermetálicas estáveis durante os ciclos repetidos de reversão e envelhecimento. Em contraste, os teores de Co e Ni permanecem consistentemente mais baixos nos precipitados, confirmando sua retenção preferencial na matriz martensítica. O Ti é observado com maiores valores de porcentagem em massa nos precipitados do que na matriz das amostras M300_Ti+Nb_5x e M300_Ti+Nb_10x, o que reflete uma afinidade do elemento à formação de precipitados intermetálicos em conjunto com outros elementos que possuem a mesma tendência como o Nb e o Mo. Os resultados confirmam que o tratamento térmico cíclico promove a evolução progressiva de precipitados finos contendo Ti para fases intermetálicas mais grosseiras e ricas em Nb–Mo. Esses precipitados são críticos para a ancoragem e estabilização dos contornos de grão, assim como para o fenômeno de endurecimento por precipitação, influenciando diretamente os mecanismos de refino microestrutural e a resposta mecânica das ligas.

Figura 25 - Micrografias de MEV com análises pontuais por EDS mostrando a composição dos precipitados nas variantes de aço *maraging* após a ciclagem térmica. a) e b) variante M300_Ti+Nb_5x; c) e ,d) Variante M300_Ti+Nb_10x; e) e f) Variante M300_Nb_S; g) e h) Variante M300_Nb_S; g) e h) Variante M300_Nb_5x; i) e j) Variante M300_Nb_10x.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

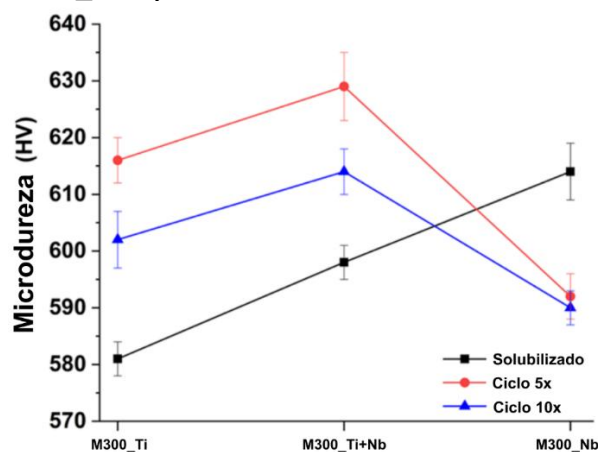
5.5 Microdureza

As medidas de microdureza Vickers na Figura 25 mostram respostas distintas das ligas ao tratamento térmico cíclico. Para a liga contendo apenas Ti, observa-se um aumento da dureza de 580 HV no estado solubilizado e envelhecido (M300_Ti_S) para aproximadamente 620 HV após cinco ciclos (M300_Ti_5x), comportamento atribuído ao refinamento das ripas martensíticas e à precipitação de partículas finas de Ni_3Ti . Após dez ciclos (M300_Ti_10x), a dureza reduz-se ligeiramente para 602 HV, indicando início de perda de eficiência do endurecimento por precipitação e relaxação parcial de tensões internas.

Tendência semelhante é observada na liga Ti+Nb, cuja dureza aumenta de aproximadamente 598 HV no estado solubilizado e envelhecido (M300_Ti+Nb_S) para cerca de 632 HV após cinco ciclos (M300_Ti+Nb_5x), seguida de redução para cerca de 615 HV após dez ciclos (M300_Ti+Nb_10x). A dureza consistentemente superior das variantes M300_Ti+Nb_5x e M300_Ti+Nb_10x em relação as variantes M300_Ti_5x e M300_Ti_10x evidencia o papel sinérgico do Nb na manutenção da eficiência do endurecimento por precipitação durante os ciclos de reversão–retransformação.

Em contraste, a liga contendo apenas Nb (M300_Nb) apresentou a maior dureza no estado solubilizado (M300_Nb_S) aproximadamente 618 HV, entretanto, os valores diminuem após o tratamento cíclico aproximadamente 590 HV para M300_Nb_5x e M300_Nb_10x. Esse comportamento sugere a ocorrência de coalescência e relaxação de intermetálicos provavelmente ricos em Nb–Mo, de caráter não cisalhável, na ausência de Ti.

Figura 26 - Microdureza Vickers (HV) das ligas de aço *maraging* M300_Ti, M300_Ti+Nb e M300_Nb após os ciclos de tratamento térmico.



5.6 Ensaio de tração

As curvas de tensão–deformação de engenharia apresentadas na Figura 26 e os dados de tração Tabela 5 corroboram as observações discutidas nos tópicos anteriores. Na liga contendo apenas Ti, cinco ciclos térmicos reduziram o limite de escoamento (YS) e a resistência à tração (UTS) de 1952/2035 MPa para 1763/1894 MPa, mas aumentaram significativamente o alongamento (de aproximadamente 6,0 para 9,0%). Após dez ciclos, observa-se recuperação parcial da resistência a tração (1836/1941 MPa), enquanto o alongamento permaneceu elevado (~9,2%), confirmando a relação resistência–ductilidade promovida pelo refinamento microestrutural.

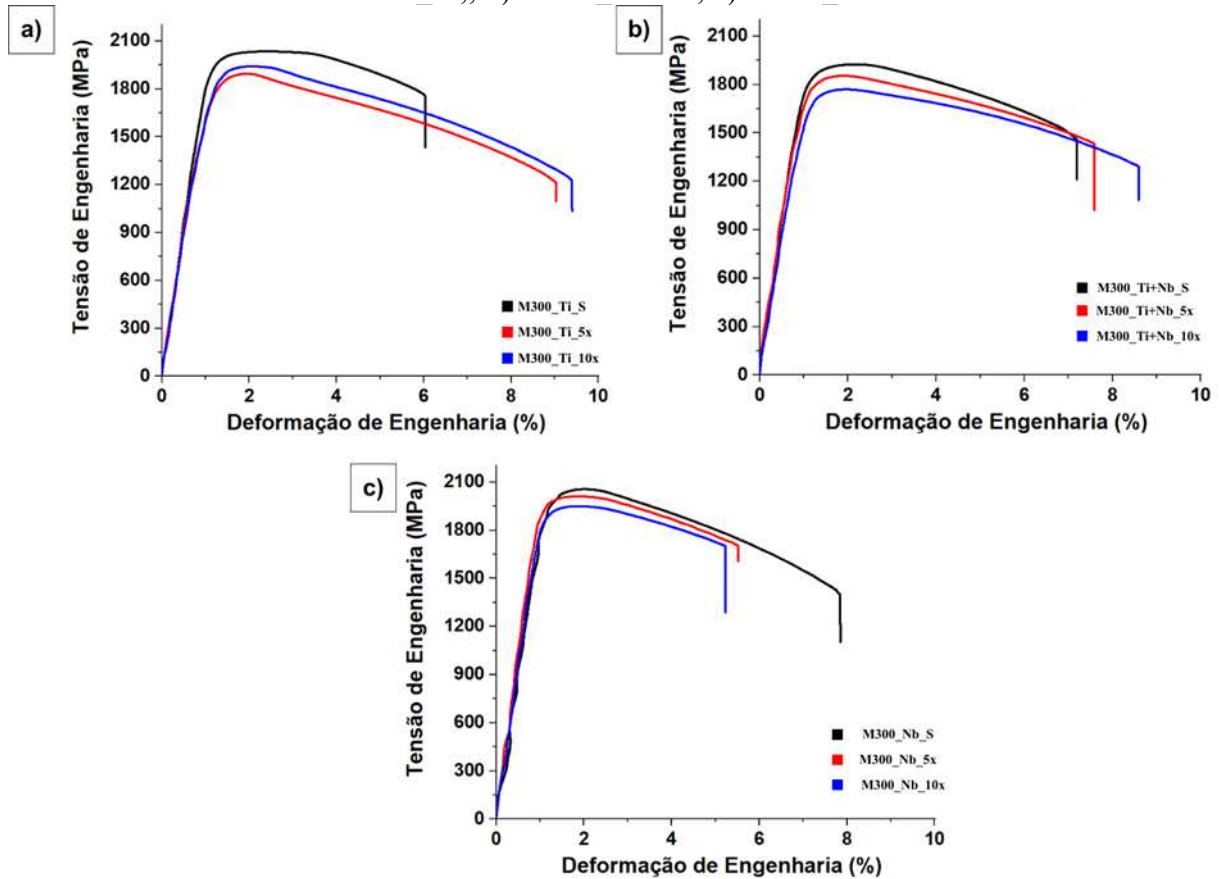
A liga Ti+Nb apresentou uma evolução mais equilibrada: os valores de YS/UTS diminuíram moderadamente de 1830/1925 MPa para 1695/1786 MPa após dez ciclos, enquanto o alongamento manteve-se praticamente constante na faixa de 7,0–7,7%, indicando maior estabilidade estrutural sob exposição térmica cíclica.

Em contraste, a liga contendo apenas Nb manteve elevada resistência após cinco ciclos (1951/2010 MPa), porém apresentou perda de ductilidade (7,8 para 5,5%). Após dez ciclos, a resistência diminuiu levemente (1890/1950 MPa), enquanto o alongamento permaneceu baixo (~5,2%), refletindo comportamento de fragilização, provavelmente associado à formação de precipitados ricos em Nb–Mo, de caráter grosseiro e não cisalhável.

É notável o aumento nos valores de tenacidade após os tratamentos de ciclagem térmica para as variantes M300_Ti e M300_Ti+Nb. Tal efeito já era esperado pois o tratamento de ciclagem térmica, como pôde ser observado em resultados anteriores, induz o refino de grão da austenita prévia e aumenta a fração numérica de contornos de alto ângulo fatores esses que influenciam diretamente na tenacidade do material (Viswanathan; Kishore; Asundi, 1996). Para a variante M300_Nb tivemos a presença do mesmo efeito, porém em conjunto com o refino de grão da austenita prévia e aumenta a fração numérica de contornos de alto ângulo a ciclagem térmica induziu a formação de precipitados grosseiros incoerentes com a matriz que podem ter influenciado a diminuição nos valores de tenacidade do material após o ciclo térmico.

Esses resultados confirmam que o Ti favorece o ganho de ductilidade à custa de resistência, o Nb preserva níveis elevados de resistência com penalização da ductilidade, e a combinação Ti+Nb proporciona o equilíbrio mais favorável entre dureza, resistência e alongamento sob tratamentos térmicos cíclicos.

Figura 27 - Curvas de tensão–deformação das variantes de aço *maraging* avaliadas sob diferentes rotas térmicas. A curva preta corresponde à condição convencional (solubilização seguida de envelhecimento), enquanto a curva vermelha representa as amostras submetidas a cinco ciclos térmicos antes do envelhecimento e a curva azul refere-se às amostras tratadas com dez ciclos prévios ao envelhecimento. São apresentadas as respostas mecânicas para: a) M300_Ti; b) M300_Ti+Nb; c) M300_Nb.



Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

Tabela 6 - Dados obtidos a partir dos ensaios de tração.

Variante	Condição	Limite de escoamento (YS) (MPa)	Tensão máxima (UTS) (MPa)	Alongamento (%)	Tenacidade ($\frac{J}{m^3}$)
M300_Ti	Solubilizado	1952 ± 02	2034 ± 04	6.02 ± 0.1	6460,52
	Ciclo x5	1762 ± 08	1894 ± 14	8,97 ± 0.7	9041,36
	Ciclo x10	1835 ± 17	1940 ± 26	9.16 ± 0.6	10085,91
M300_Ti+Nb	Solubilizado	1830 ± 22	1924 ± 13	7.14 ± 0.7	7565,57
	Ciclo x5	1770 ± 15	1853 ± 12	7.6 ± 0.9	8243,68
	Ciclo x10	1694 ± 01	1785 ± 11	7.7 ± 0.6	8334,77
M300_Nb	Solubilizado	1974 ± 27	2055 ± 19	7.83 ± 0.9	9005,53
	Ciclo x5	1951 ± 57	2010 ± 71	5.51 ± 0.2	5189,91
	Ciclo x10	1890 ± 65	1949 ± 61	5.21 ± 0.5	5451,07

Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

5.7 Análise de fractografia

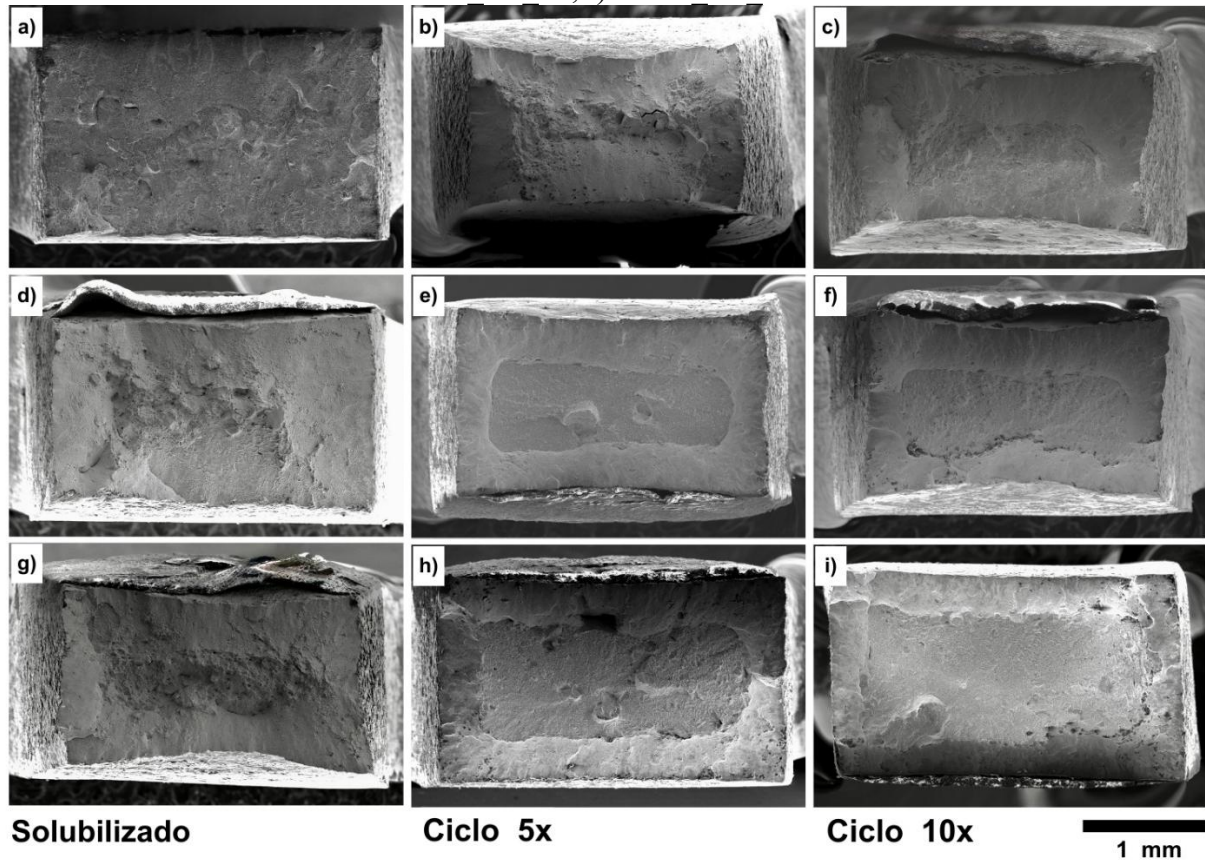
As análises fractográficas fornecem evidências adicionais dos distintos mecanismos de fratura induzidos pela composição da liga e pelo histórico térmico. Em baixa magnificação, presente na Figura 27, os corpos de prova solubilizados e envelhecidos (M300_Ti_S, M300_Ti+Nb_S, M300_Nb_S) exibem superfícies de fratura relativamente planas, com apenas pequenas regiões de cisalhamento, indicando fratura predominantemente frágil e mínima acomodação plástica.

Em contraste, os corpos de prova submetidos a cinco ciclos térmicos (M300_Ti_5x, M300_Ti+Nb_5x, M300_Nb_5x) apresentaram morfologias mais complexas. As amostras M300_Ti_5X e M300_Ti+Nb_5X revelaram características do tipo “taça-cone”, com regiões de cisalhamento bem desenvolvidas, em consonância com a ductilidade aumentada registrada nos ensaios de tração. A amostra M300_Nb_5X, por sua vez, apresenta uma morfologia mista, coexistência de regiões dúcteis e frágeis, em concordância com seu menor alongamento.

Após dez ciclos, as amostras contendo Ti e Ti+Nb (M300_Ti_10x, M300_Ti+Nb_10x) mantêm morfologias dúcteis, com regiões de cisalhamento uniformes. Em contrapartida, a amostra M300_Nb_10X desenvolve superfícies de fratura heterogêneas, com indícios de fratura de caráter intergranular, refletindo a ductilidade limitada da liga.

A presença de microcavidades contendo precipitados nas ligas com Nb confirma que a fratura foi influenciada pela heterogeneidade microestrutural. Por outro lado, a observação de microcavidades mais uniformes nas ligas com apenas Ti reflete maior plasticidade associada à acomodação homogênea da deformação.

Figura 28 - Fratografias de MEV em baixa ampliação dos corpos de prova tracionados após os respectivos tratamentos térmicos. a) M300_Ti_S; b) M300_Ti_5x; c) M300_Ti_10x; d) M300_Ti+Nb_S; e) M300_Ti+Nb_5x; f) M300_Ti+Nb_10x; g) M300_Nb_S; h) M300_Nb_5x; i) M300_Nb_10x.



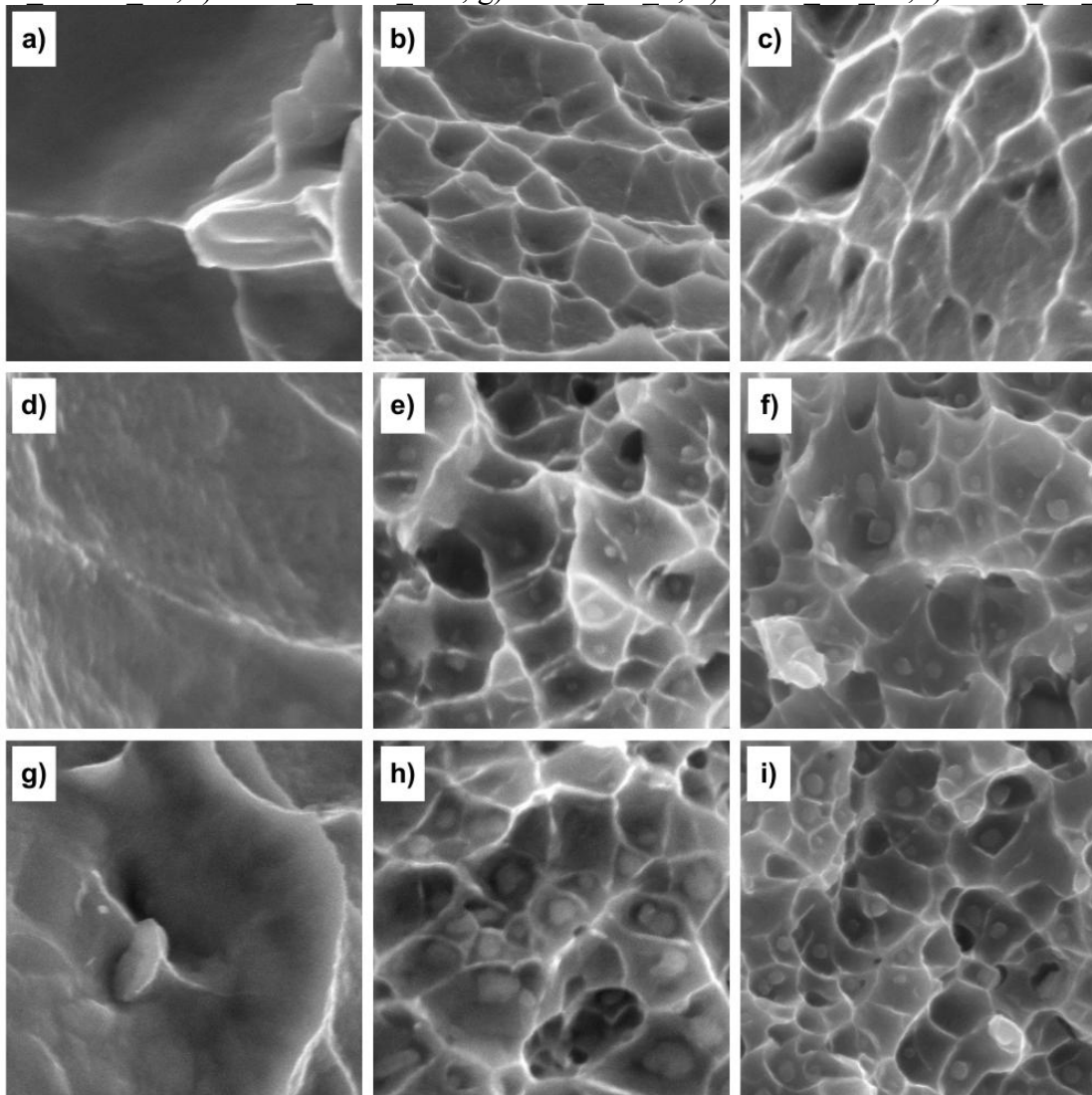
Fonte: Elaborado pelo Autor (2025)

A análise em MEV de alta magnificação ,Figura 28, corroborou as tendências observadas nas análises macroscópicas de fratura. As amostras solubilizadas exibiram microcavidades rasas; entretanto, a textura grosseira da microestrutura limitou a resolução clara de características associadas aos contornos de grão. Na amostra M300_Nb_S, observa-se a presença de precipitados remanescentes, indicando possível dissolução incompleta de fases ricas em Nb–Mo durante a etapa de solubilização.

Após os tratamentos cíclicos, microcavidades contendo precipitados tornam-se mais frequentes, especialmente nas amostras M300_Ti+Nb_5x, M300_Ti+Nb_10x, M300_Nb_5x e M300_Nb_10x, comportamento compatível com a segregação de soluto e a precipitação durante os processos de reversão e envelhecimento. As ligas contendo apenas Ti (M300_Ti_5x, M300_Ti_10x) apresentaram distribuições de microcavidades mais finas e homogêneas, sem a presença de precipitados embutidos, o que se correlaciona diretamente com seus maiores valores de alongamento e resposta predominantemente dúctil.

Por outro lado, as ligas contendo apenas Nb (M300_Nb_5x, M300_Nb_10x) exibiram microcavidades menos uniformes e com a presença de precipitados grosseiros, restringindo a acomodação plástica e favorecendo a instabilidade local da fratura. Esses achados reforçam as tendências observadas nas propriedades mecânicas: o Ti promove fratura mais dúctil ao evitar a formação de precipitados incoerentes de grande porte, enquanto o Nb contribui para o aumento da resistência mecânica, mas favorece características mais frágeis por meio da formação de fases ricas em Nb–Mo. A adição combinada de Ti e Nb fornece a resposta mais equilibrada, sustentando níveis adequados de ductilidade enquanto mantém contribuições relevantes de reforço sob exposição térmica cíclica.

Figura 29 - Fratografias de MEV em alta magnificação de corpos de prova de tração do aço *maraging*. a) M300_Ti_S; b) M300_Ti_5x; c) M300_Ti_10x; d) M300_Ti+Nb_S; e) M300_Ti+Nb_5x; f) M300_Ti+Nb_10x; g) M300_Nb_S; h) M300_Nb_5x; i) M300_Nb_10x.



5.8 Discussão dos resultados

O refinamento de grão em aços *maraging* foi claramente atingido por meio de ciclos térmicos repetidos, conforme revelado pelas reconstruções via EBSD e pelos mapas de KAM. A redução do tamanho dos grãos de austenita prévia (PAG's) para valores inferiores a 20 μm após cinco ciclos, bem como o aumento significativo na fração de contornos de alto ângulo (HAGBs), confirmam que a reversão cíclica promove a fragmentação das ripas martensíticas e o rearranjo das subestruturas, conforme mostrado nas Figuras 23 e 24d. Esse comportamento está de acordo com estudos clássicos, que relataram que a nucleação de pequenos grãos equiaxiais de austenita ao longo dos contornos originais e no interior dos grãos de austenita prévia durante os estágios iniciais da transformação reversa sob controle difusional (Matsuda; Okamura, 1974). A presença abundante de HAGBs após dez ciclos térmicos sugere que a ciclagem repetida acelera rotações cristalográficas e os processos de recuperação, estabilizando, ao final, uma microestrutura refinada.

O papel dos elementos de liga tornou-se evidente pelo comportamento contrastante das amostras contendo apenas Ti (M300_Ti), Ti+Nb (M300_Ti+Nb) e apenas Nb (M300_Nb). As amostras contendo Nb exibiram martensita acicular, refletindo sua influência sobre as temperaturas e a cinética de transformação. Estudos anteriores sobre aços *maraging* microligados com Nb e B também relataram supressão do crescimento de grão e estabilização de pacotes refinados por meio de arraste por soluto e ancoragem de contornos (Parvinian et al., 2021b). As amostras contendo apenas Ti mantiveram uma morfologia martensítica mais organizada em blocos, coerente com a função primário do Ti como elemento de endurecimento por precipitação via formação de Ni_3Ti , e não como inibidor direto do crescimento de grão.

Os resultados de difração de raios X corroboram essas tendências microestruturais. O aumento acentuado dos valores de FWHM após cinco ciclos indica maior microdeformação e redução do tamanho de cristalito decorrentes da fragmentação das ripas e do acúmulo de discordâncias. As ligas contendo Nb, especialmente a variante M300_Nb_5x, exibiram as maiores distorções de rede, atribuídas ao maior raio atômico do Nb em comparação com Fe ou Ni. Após dez ciclos, os valores de FWHM estabilizaram ou diminuíram ligeiramente, sugerindo recuperação parcial das tensões e rearranjos de contornos, comportamento semelhante ao relatado em estudos anteriores, que observaram que o crescimento por difusão de contorno (*pipe diffusion*) de precipitados Ni_3Ti e o rearranjo de discordâncias podem equilibrar o acúmulo de deformação em estágios tardios de envelhecimento (Tewari et al., 2000; Vasudevan; Kim;

Wayman, 1990)

Os resultados mecânicos reforçam essas interpretações. A microdureza Vickers aumentou significativamente após cinco ciclos para as ligas contendo Ti e Ti+Nb, mas diminuiu nas amostras contendo apenas Nb. Isso indica que o Ti favorece a precipitação de partículas Ni_3Ti finas e cisalháveis, elevando a dureza, enquanto o excesso de Nb promove o engrossamento de precipitados incoerentes, reduzindo a eficiência do endurecimento por precipitação. Após dez ciclos, a dureza das ligas contendo Ti e Ti+Nb diminuiu ligeiramente, refletindo superenvelhecimento parcial e recuperação de tensões, enquanto as ligas contendo apenas Nb mantiveram dureza mais baixa, indicando menor contribuição de endurecimento tendo em vista que o tratamento térmico de envelhecimento pode ter sido insuficiente para gerar maiores valores de dureza, pois pesquisas recentes mostram que para ligas de aço *maraging* modificado com Nb o tempo ótimo de envelhecimento, para a temperatura convencional de tratamento (480°C), é de cerca de 6 horas (Pérez et al., 2025).

Os dados de tração reforçam essas tendências. As ligas contendo apenas Ti exibiram o maior aumento de ductilidade, com alongamento variando de aproximadamente ~6 % para ~9 % após ciclagem térmica, enquanto o limite de escoamento (YS) e a resistência à tração (UTS) diminuíram cerca de 10–15 %. Esse compromisso resistência-ductilidade está de acordo com relatos de que tratamentos cíclicos de resfriamento podem dobrar a tenacidade sem comprometer significativamente a resistência, devido ao aumento da fração de HAGBs (Zhou et al., 2025). Em contraste, as ligas contendo apenas Nb mantiveram elevada resistência após cinco ciclos, porém apresentaram perda de ductilidade (alongamento de 7,8 % para 5,5 %), indicando que o Nb estabiliza uma subestrutura refinada, porém mais frágil. A liga Ti+Nb apresentou comportamento intermediário, com retenção moderada de resistência e alongamento relativamente estável (~7–7,7 %), confirmando o papel sinérgico da dupla adição.

O equilíbrio observado entre acúmulo de deformação e recuperação após dez ciclos destaca a natureza dinâmica da ciclagem térmica. Ciclagem excessiva pode induzir superenvelhecimento e coalescimento de precipitados, refletindo-se na redução de resistência mecânica das ligas Ti+Nb (M300_Ti+Nb_10x) e Nb (M300_Nb_10x). Em contrapartida, ciclagem térmica moderada, como cinco ciclos, refinamento microestrutural eficiente e elevação da dureza nas ligas contendo Ti, mantendo ductilidade adequada. Esses achados reforçam a importância de otimização simultânea da composição química e dos parâmetros de ciclagem térmica para obtenção de propriedades mecânicas direcionadas.

Por fim, esses resultados também possuem implicações para aplicações de alto desempenho. A combinação Ti+Nb mostra-se promissora, pois oferece propriedades mecânicas

equilibradas e estáveis sob múltiplos ciclos térmicos, enquanto as ligas contendo apenas Nb podem apresentar maior risco de fragilidade, a menos que os parâmetros de processamento térmico sejam rigorosamente controlados.

6 CONCLUSÃO

Utilizando como métrica os objetivos específicos apresentados nesse trabalho, podemos concluir que:

- a) Avaliar o efeito isolado e combinado de Ti e Nb no refinamento microestrutural.
 - A ciclagem térmica foi altamente eficaz no refinamento microestrutural.
 - O Nb isolado provou ser o elemento mais potente no controle do crescimento de grão e ancoragem de contornos.
 - O Ti isolado teve influência limitada no refino, atingindo a saturação de refinamento com 5 ciclos.
- b) Caracterizar a evolução da morfologia e tamanho de grão (via MO, EBSD e DRX).
 - As análises confirmaram a redução drástica do grão da austenita prévia após 5 ciclos e o aumento significativo da fração de contornos de alto ângulo (HAGB).
- c) Analisar a precipitação e seu papel no endurecimento das ligas.
 - Ti: Promoveu endurecimento por precipitação coerente, elevando a dureza da matriz.
 - Nb: Formou precipitados incoerentes (Nb-Mo) que, embora refinem o grão, podem fragilizar o material.
- d) Correlacionar a microestrutura refinada com as propriedades mecânicas (Dureza, Tração e Impacto).
 - O refino de grão resultou num aumento simultâneo de dureza e tenacidade (especialmente nas ligas Ti e Ti + Nb).
 - A liga com Nb puro apresentou queda na ductilidade e fratura frágil (clivagem) devido aos precipitados grosseiros.
 - Limite de eficiência: 5 ciclos representam o ponto ideal; 10 ciclos iniciam processos de formação de precipitados incoerentes
- e) Comparar as três ligas para identificar sinergias no desempenho.
 - Em comparação com as demais, a variante Ti + Nb com 5 ciclos térmicos apresentou o melhor equilíbrio: o Nb garantiu boa ductilidade e tenacidade após os tratamentos e o Ti endurecimento eficiente.

REFERÊNCIAS

AHMED, M. *et al.* Reclamation and additional alloying of 18Ni(350) maraging steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 3, n. 3, p. 386–392, 1994.

ASTM. *Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials*. West Conshohocken, PA: [S.n.].

CONDE, Fábio Faria. Aspectos da transformação austenítica de um aço maraging 18Ni fabricado por manufatura aditiva: mecanismo de reversão e seu impacto nas propriedades mecânicas. São Carlos: [S.n.].

CORTEZ, Orfelinda Avalo *et al.* Fe-Ni Alloy Synthesis Based on Nitrates Thermal Decomposition Followed by H₂ Reduction. *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 45, n. 6, p. 2033–2039, 2014.

COSTA E SILVA, André Luiz V; MEI, Paulo Roberto. *Aços e Ligas Especiais*. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2006.

DA FONSECA, D. P. M. *et al.* A short review on ultra-high-strength maraging steels and future perspectives. *Materials Research*, v. 24, n. 1, 2021.

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

GOLDSTEIN, Joseph I. *et al.* Scanning Electron Microscope (SEM) Instrumentation. *In: GOLDSTEIN, Joseph I. et al. (Orgs.). Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. New York, NY: Springer New York, 2018. p. 65–91.

KAWABE, Yoshikuni; KANAO, Masao; MUNEKI, Seiichi. EFFECTS OF AGED STRUCTURE AND AUSTENITE GRAIN SIZE ON TENSILE PROPERTIES OF 18% NICKEL MARAGING STEEL. *Trans Natl Res Inst Met (Tokyo)*, v. 19, n. 1, p. 1–11, 1977.

LEE, D. G. *et al.* The influence of niobium and aging treatment in the 18% Ni maraging steel.

Journal of Materials Processing Technology, v. 162–163, p. 342–349, 2005.

LIMA FILHO, Venceslau Xavier de. Influência da temperatura de solubilização nas propriedades mecânicas do aço Maraging 300. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais)—Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, 2018.

MAGNEE, A. *et al.* Cobalt-containing high-strength steels. , dez. 2024.

MASOUMI, Mohammad *et al.* Influence of Solution Annealing Temperature on Crystallographic Texture and Grain Disorientation of Nb-Enhanced Maraging Steel: An EBSD Analysis. Materials Research, v. 28, 2025.

MATSUDA, Shoichi; OKAMURA, Yoshihiro. MICROSTRUCTURAL AND KINETIC STUDIES OF REVERSE TRANSFORMATION IN A LOW-CARBON LOW ALLOY STEEL. Trans Iron Steel Inst Jap, v. 14, n. 5, p. 363–368, 1974.

MOREIRA, Silvino *et al.* CAPÍTULO 5 -MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA. In: [S.l.: S.n.]. p. 94–108.

MOSHKA, O. *et al.* Addressing the issue of precipitates in maraging steels – Unambiguous answer. Materials Science and Engineering: A, v. 638, p. 232–239, 2015.

MOURITZ, Adrian P. (ORG.). 11 - Steels for aircraft structures. In: Introduction to Aerospace Materials. Adrian P. Mouritz ed. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2012. p. 232–250.

NAGESWARA RAO, M. Progress in understanding the metallurgy of 18 % nickel maraging steels. International Journal of Materials Research, v. 97, n. 11, p. 1594–1607, 2006.

NAKAZAWA, K.; KAWABE, Y.; MUNEKI, S. Grain refinement of high-strength maraging steels through cyclic heat treatment. Materials Science and Engineering, v. 33, n. 1, p. 49–56, 1978.

PARDAL, J. M. *et al.* Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300. Journal of Materials Science, v. 42, n. 7, p. 2276–

2281, 2007.

PARVINIAN, S. *et al.* The effect of Nb and B microalloying on the microstructure and mechanical properties of 18%Ni maraging steels. SSRN Electronic Journal, 2021a.

PARVINIAN, Sepideh *et al.* Evaluation of the influence of B and Nb microalloying on the microstructure and strength of 18% Ni maraging steels (C350) using hardness, spherical indentation and tensile tests. Acta Materialia, v. 215, p. 117071, 2021b.

PÉREZ, Gerardo Jesus Aracena *et al.* Increase in Toughness of 300-Grade Maraging Steel with Nb Addition. Materials Research, v. 28, 2025.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. Phase Transformations in Metals and Alloys, Third Edition (Revised Reprint). [S.l.]: Taylor & Francis, 1992.

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

SCHMITT, Vanessa Milhomem. INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA, TENACIDADE E MICRODUREZA DE UM AÇO MARAGING CLASSE 300. Niterói: UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE, 2014.

SCHOBBER, M.; SCHNITZER, R.; LEITNER, H. Precipitation evolution in a Ti-free and Ti-containing stainless maraging steel. Ultramicroscopy, v. 109, n. 5, p. 553–562, 2009.

SCHWARTZ, Adam; KUMAR, Mukul; ADAMS, Brent. Electron Backscatter Diffraction in Material Science. [S.l.: S.n.].

SHA, Wei; GUO, Zhanli. 1 - Introduction to maraging steels. *In*: SHA, Wei; GUO, Zhanli (Orgs.). Maraging Steels. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2009. p. 1–16.

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

VASUDEVAN, Vijay K.; KIM, Sung J.; WAYMAN, C. Marvin. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 Wt Pct nickel maraging steels. *Metallurgical transactions. A, Physical metallurgy and materials science*, v. 21 A, n. 10, p. 2655–2668, 1990.

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

ZHOU, X. *et al.* Cyclic quenching treatment doubles the Charpy V-notch impact energy of a 2.3 GPa maraging steel. *Journal of Materials Science and Technology*, v. 209, p. 311–328, 2025.