

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE DOUTORADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

ROGÉRIO ITABORAHY TAVARES

**ANÁLISE DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE UM AÇO
MARAGING 350 SUBMETIDO A DIFERENTES
TRATAMENTOS TÉRMICOS E MECÂNICOS.**

**Rio de Janeiro
2019**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ROGÉRIO ITABORAHY TAVARES

ANÁLISE DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE UM AÇO *MARAGING* 350
SUBMETIDO A DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS E
MECÂNICOS

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc.
Coorientadora: Prof.^a Andersan dos Santos Paula – D.Sc.

Rio de Janeiro
2019

©2019
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha
Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Tavares, Rogério Itaborahy

Análise da resistência mecânica de um aço *maraging* 350 submetido a diferentes tratamentos térmicos e mecânicos / Rogério Itaborahy Tavares. – Rio de Janeiro, 2019.

134 f.:

Orientador: Luiz Paulo Mendonça Brandão.

Coorientadora: Andersan dos Santos Paula.

Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais, 2019.

1. Aço *maraging*. 2. Endurecimento por precipitação. 3. DRX. 4. Textura. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça, orient. II. Paula, Andersan dos Santos, coorient. III. Título.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

ROGÉRIO ITABORAHY TAVARES

**ANÁLISE DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DE UM AÇO *MARAGING*
350 SUBMETIDO A DIFERENTES TRATAMENTOS TÉRMICOS E
MECÂNICOS**

Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Doutorado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc.

Coorientadora: Prof^a. Andersan dos Santos Paula – D.Sc.

Aprovada em 03 de dezembro de 2019 pela seguinte Banca Examinadora:

(Orientador) Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.Sc. (IME)

(Orientadora) Andersan dos Santos Paula – D.Sc. (IME)

Carlos Nelson Elias – D.Sc. (IME)

Simone Izabel Vieira de Santana – D.Sc. (IME)

Luciano Pessanha Moreira – D.Sc. (UFF)

Sérgio Souto Maior Tavares – D.Sc. (CEFET-RJ)

AGRADECIMENTOS

Devo agradecer primeiramente à minha fé em Deus, que me encoraja a buscar continuamente o meu aprimoramento como ser humano.

À minha família, especialmente à minha querida irmã Rogéria, cujo apoio e amor foram fundamentais para a condução do presente trabalho; às minhas queridas filhas Júlia e Paula por todo o incentivo e companheirismo ao longo dessa jornada.

Aos meus amados pais Yole e Zélia, já falecidos, mas constantemente presentes na minha memória e sempre me inspirando nos momentos mais difíceis.

Aos meus dedicados e amigos professores Luiz Paulo Mendonça Brandão e Andersan dos Santos Paula pela valiosa orientação no curso de doutorado, contribuindo com sua experiência, profundo conhecimento técnico e sabedoria.

Ao professor Rodrigo do CBPF, pelo importante apoio na fase inicial de corte e preparação das amostras para laminação, e ao colega Édio Pereira Lima Júnior do IME pela ajuda nas análises via DSC.

Aos diversos amigos do Centro de Pesquisas da CSN, especialmente Nilza, Pimentel, Vinicius, Daniel, Gerson, Robson e Pedro, pelo inestimável apoio na realização do processo de laminação e dos ensaios de tração.

À empresa Villares Metals S.A. pelo fornecimento do material avaliado no presente trabalho, e em especial ao Raimundo Cabral de Medeiros pela ajuda nas análises metalográficas.

Ao professor Luciano Pessanha Moreira da UFF, pelas importantes discussões técnicas ao longo do trabalho, especialmente relacionadas ao comportamento mecânico do material aqui estudado.

Aos colegas da UFF Célio Marcelo, Isabela, Gabriel, Jonathan e Lucas pelas contribuições na preparação de amostras, confecção de corpos de prova e execução de tratamentos térmicos e ensaios mecânicos.

Aos queridos amigos Talita, Juciane, Eustáquio, Igor, Bárbara, Fábio Lima, Carolline, Rodolfo, Renato, Bruna e Simone pelo companheirismo e convívio ao longo de todo o tempo de doutorado e pela sua ajuda em diversos momentos quando foi preciso.

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	7
LISTA DE TABELAS	15
LISTA DE EQUAÇÕES	17
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	18
LISTA DE SIGLAS	20
RESUMO	21
ABSTRACT	22
1 INTRODUÇÃO	23
1.1 OBJETIVOS	26
1.1.1 OBJETIVO PRINCIPAL	26
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	27
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	28
2.1 Aços <i>Maraging</i>	28
2.1.1 Introdução	28
2.1.2 Composição química	29
2.1.3 Propriedades mecânicas	32
2.1.4 Transformações de fases e tratamentos térmicos	35
2.1.4.1 Formação da martensita	36
2.1.4.2 Endurecimento por precipitação nos aços <i>maraging</i>	39
2.1.4.3 Reversão da martensita para austenita	46
2.1.5 Textura cristalográfica	50
2.1.6 Textura em aços <i>maraging</i>	57
2.2 Análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC)	62
2.3 Avaliação da resistência mecânica biaxial	65
2.3.1 Introdução – Lugar geométrico de escoamento	65
2.3.2 Ensaio de compressão plana em chapas (Ensaio Ford)	67
2.4 Avaliação da anisotropia plástica	70
2.4.1 Ensaio de tração	70

2.4.2 O parâmetro B via DRX	71
3 MATERIAL E MÉTODOS	74
3.1 Posicionamento do trabalho	74
3.2 Material	74
3.3 Métodos experimentais	75
3.3.1 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	75
3.3.2 Tratamento térmico de solubilização	76
3.3.3 Laminação a frio piloto	78
3.3.4 Tratamento térmico de envelhecimento	80
3.3.5 Caracterização	80
3.3.5.1 Ensaio de dureza	80
3.3.5.2 Ensaio de tração	81
3.3.5.3 Ensaio de compressão plana	83
3.3.5.4 Difração de raios X	84
3.3.5.5 Análise micrográfica	86
3.3.5.6 Quadro resumo experimental	87
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	89
4.1 Calorimetria exploratória diferencial	89
4.2 Ensaio de dureza	95
4.3 Ensaio de tração	100
4.4 Ensaio de compressão plana	105
4.5 Difração de raios X	111
4.6 Análise micrográfica	119
5 CONCLUSÕES	125
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	127
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	128

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1: Lugar geométrico de escoamento. Elipse central para um material isotrópico, e elipse alongada para material anisotrópico com $R > 1$	25
Figura 1.2: Representação esquemática do ensaio de compressão plana em material metálico na forma de chapa	25
Figura 2.1: Endurecimento pelo molibdênio e pelo cobalto nas ligas Fe-(18,5 a 20,1% Ni) - (a) ligas sem cobalto, recozidas por 1 h a 700 °C e resfriadas ao ar; (b) ligas com (7%) e sem cobalto, envelhecidas de 3 a 10 h entre 420 °C e 480 °C.....	29
Figura 2.2: Limite de resistência à tração versus tenacidade à fratura de aços <i>maraging</i> e de outros aços de alta resistência	35
Figura 2.3: Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Fe-Ni.....	35
Figura 2.4: Diagrama de fases metaestável Fe-Ni.....	37
Figura 2.5: (a) Micrografia óptica de aço <i>maraging</i> 18% Ni; (b) Ilustração esquemática da micrografia	39
Figura 2.6: Curva de envelhecimento a 455 °C para aços <i>maraging</i> com (o) e sem (●) cobalto.....	40
Figura 2.7: Diagrama TTT para a precipitação de compostos intermetálicos em aços <i>maraging</i>	42
Figura 2.8: Curvas de dureza após envelhecimento de um aço <i>maraging</i> 350..	43
Figura 2.9: Modelo de Orowan para a movimentação de discordâncias entre precipitados.....	44
Figura 2.10: Curva obtida por dilatométrica para o aço <i>maraging</i> 350, com taxa de aquecimento de 1 °C/s	49

Figura 2.11: (a) material sem textura, (b) material com textura cristalográfica e (c) material com textura morfológica	50
Figura 2.12: Definição dos ângulos de Euler φ_1 , Φ e φ_2 , segundo a convenção de Bunge	53
Figura 2.13: Representação do espaço de Euler por meio de valores fixos de φ_2	53
Figura 2.14: Ábaco do espaço de Euler para $\varphi_2 = 45^\circ$ com as principais orientações para análise das FDOC	54
Figura 2.15: (a) Secção para $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC de um aço IF laminado a frio; (b) ábaco do espaço de Euler com as principais componentes de textura	56
Figura 2.16: (a) Secção para $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC de um aço <i>maraging</i> 350 com 80% de redução a frio; (b) Idem, com 90% de redução a frio	57
Figura 2.17: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ de um aço <i>maraging</i> 18Ni350 com 90% de deformação a frio e envelhecidas: (a) 450 °C; (b) 480 °C; (c) 500 °C; (d) 600 °C; (e) 650 °C.	58
Figura 2.18: Difratograma das amostras de aço 18Ni350 envelhecidas a 550 °C por 1 hora e resfriadas ao ar ou em nitrogênio líquido.	59
Figura 2.19: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio. (a) 40%, (b) 60%, (c) 80%, (d) 90% de redução de espessura	60
Figura 2.20: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio e envelhecidas a 480 °C. (a) 3 horas, (b) 6 horas.	61
Figura 2.21: FDOC do aço 18Ni350 laminado a frio 80% e austenitizado a 820 °C (a); envelhecido a 480 °C por 3 horas (b); por 6 horas (c)	62
Figura 2.22: (a) Diagrama de blocos de um instrumento de DSC. (b) Elementos essenciais de uma célula de DSC.....	63
Figura 2.23: ...Análise térmica via DSC de um aço <i>maraging</i> 250.....	64

Figura 2.24: Lugar geométrico de escoamento para um metal dúctil isotrópico sujeito a estados de tensão plana	65
Figura 2.25: Lugar geométrico de escoamento para materiais com diferentes graus de anisotropia.....	66
Figura 2.26: Desenho esquemático do ensaio de compressão plana.....	67
Figura 2.27: Estado biaxial de tração resultante da superposição de um estado hidrostático a um estado plano de deformações.	68
Figura 2.28: Indicação esquemática das posições dos corpos de prova para ensaios de tração destinados à determinação da anisotropia plástica	71
Figura 2.29: Definição do parâmetro B_y de um cristal: ângulo mínimo entre o vetor da direção normal (DN) e uma direção $\langle 111 \rangle$ do cristal	72
Figura 3.1: Condição geométrica das amostras recebidas da Villares Metals S.A., após o corte do cilindro original: (a) 3 placas longitudinais e (b) 2 semicilindros.	75
Figura 3.2: Equipamento DSC 404 F1 Pegasus de marca NETZSCH.....	76
Figura 3.3: Equipamento Minitom de marca Struers, usado no corte das amostras para análise em DSC.....	76
Figura 3.4: Forno Mufla Microprocessado. Laboratório de Tratamentos Térmicos da Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda.....	78
Figura 3.5: Laminador FENN MFG. Co., modelo: K-7463: 1973. Laboratório de Laminação e Tratamentos Térmicos do Centro de Pesquisas da CSN	79
Figura 3.6: ...Plano de corte das chapas laminadas a frio.....	79
Figura 3.7: Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaios de tração	81
Figura 3.8: Aspecto geral da máquina de tração INSTRON usada nos ensaios	82

Figura 3.9: Detalhe de um corpo de prova de tração pronto para ser ensaiado	83
Figura 3.10: Fotografias do dispositivo para ensaios de compressão plana. (a) vista geral do dispositivo posicionado na máquina de compressão, (b) detalhe de uma amostra sendo comprimida pelos punções	84
Figura 3.11: Difratômetro de Raios-X X'PERT PRO MRD, PANalytical. Laboratório de Difração de Raios X do IME	85
Figura 3.12: .. Ábacos do Espaço de Euler segundo Bunge (1982).....	86
Figura 3.13: Microscópio óptico da Villares Metals usado nas análises micrográficas.....	87
Figura 3.14: Quadro resumo experimental, indicando as atividades planejadas.....	88
Figura 4.1: Curva obtida via análise de DSC da amostra como recebida (código CR)	89
Figura 4.2: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 60% por laminação a frio (código W60)....	90
Figura 4.3: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 75% por laminação a frio (código W75)....	91
Figura 4.4: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 90% por laminação a frio (código W90)....	91
Figura 4.5: Análise via DSC de um aço <i>maraging</i> 250.....	92
Figura 4.6: Análise via DSC de um aço <i>maraging</i> 350.....	94

Figura 4.7: Resultados de dureza nas diversas amostras ensaiadas; valor médio (▲), limite inferior para 95% de confiança (-) e limite superior para 95% de confiança (+).....	96
Figura 4.8: Resultados de dureza nas amostras sem tratamento de envelhecimento.....	99
Figura 4.9: Resultados de dureza nas amostras com tratamento de envelhecimento.....	99
Figura 4.10: Resultados de LE nas amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).....	100
Figura 4.11: Resultados de LR nas amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).....	101
Figura 4.12: Resultados de Alongamento nas amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).....	102
Figura 4.13: Exemplo de curva tensão de engenharia em função da deformação de engenharia, obtida via ensaio de tração do material analisado.....	103
Figura 4.14: Detalhe da curva obtida pelo mesmo CP da Figura 4.13, mostrando a determinação do limite de escoamento a 0,2% de deformação.....	103
Figura 4.15: Exemplo de curva força em função do deslocamento do punção, obtida em ensaio de compressão plana de CP laminado a frio com 90% de redução de espessura.....	106
Figura 4.16: Mesma curva mostrada na Figura 4.15, após tratamento dos dados para determinação de σ_1 0,2%.....	106
Figura 4.17: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 80% de redução de espessura.....	108
Figura 4.18: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 90% de redução de espessura.....	108

Figura 4.19: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 80% de redução de espessura e em seguida solubilizado a 820 °C por 1 hora.....	109
Figura 4.20: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 90% de redução de espessura e em seguida solubilizado a 820 °C por 1 hora.....	110
Figura 4.21: Difratomogramas das amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).....	111
Figura 4.22: Difratomogramas das amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	111
Figura 4.23: Difratomogramas das amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).....	112
Figura 4.24: Difratomogramas das amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	112
Figura 4.25: FDOC para $\varphi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).....	113
Figura 4.26: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).....	113
Figura 4.27: FDOC para $\varphi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	114
Figura 4.28: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	114
Figura 4.29: FDOC para $\varphi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).....	115
Figura 4.30: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).....	115

Figura 4.31: FDOC para $\phi_2 = 0^\circ$ nas amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	116
Figura 4.32: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ nas amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).....	116
Figura 4.33: Comparação entre as FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ do <i>maraging</i> 350 do presente trabalho e de um <i>maraging</i> 300, ambos laminados a frio.....	117
Figura 4.34: Comparação entre as FDOC do <i>maraging</i> 350 do presente trabalho e de um aço IF, ambos laminados a frio.....	117
Figura 4.35: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ de um aço IF Ti-Nb deformado 70 e 85 % por laminação a frio.....	118
Figura 4.36: Comparação entre as FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ do <i>maraging</i> 350 do presente trabalho e de um <i>maraging</i> 350 (SILVA, J.J.M., 2005), ambos laminados a frio e envelhecidos a 480 °C.....	118
Figura 4.37: Material como recebido (código 1). Microestrutura martensítica. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	120
Figura 4.38: Material após a primeira solubilização (código 2). Microestrutura martensítica. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	120
Figura 4.39: Micrografia do material de código 3. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	121
Figura 4.40: Micrografia do material de código 4. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	121
Figura 4.41: Micrografia do material de código 5. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	122
Figura 4.42: Micrografia do material de código 6. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	122

Figura 4.43: Micrografia do material de código 7. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	123
Figura 4.44: Micrografia do material de código 8. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	123
Figura 4.45: Micrografia do material de código 9. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	124
Figura 4.46: Micrografia do material de código 10. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.....	124

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Composição química nominal (% em peso) dos aços <i>maraging</i> comerciais.....	33
Tabela 2.2: Propriedades mecânicas típicas de graus comerciais de aços <i>maraging</i>	33
Tabela 2.3: Fases endurecedoras dos aços <i>maraging</i>	42
Tabela 2.4: Fração volumétrica de austenita e propriedades mecânicas de um aço <i>maraging</i> 18Ni350 envelhecido sob diferentes condições.....	47
Tabela 2.5: Componentes de textura de deformação típicas das ligas CCC e respectivos ângulos de Euler.....	56
Tabela 2.6: Principais componentes de textura de deformação e suas intensidades em aço <i>maraging</i> 350 laminado a frio.....	60
Tabela 2.7: Principais componentes de textura e suas intensidades em aço <i>maraging</i> 350 laminado a frio e envelhecido a 480 °C.....	61
Tabela 2.8: Componentes de textura e suas intensidades em aço <i>maraging</i> 350 laminado a frio 80%, austenitizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C.....	62
Tabela 3.1: Composição química do material estudado.....	74
Tabela 3.2: Tratamentos de envelhecimento adotados no aço <i>maraging</i> 350.....	80
Tabela 3.3: Dimensões dos corpos de prova do tipo “reduzido” para ensaios de tração.....	82
Tabela 4.1: Temperaturas (°C) de início (T_I), de pico (T_P) e de fim (T_F) dos eventos observados nas curvas de DSC das amostras analisadas no presente trabalho.....	92
Tabela 4.2: Interpretação dos resultados da curva de DSC de um aço <i>maraging</i> 18Ni250 com cobalto, aquecido a taxa de 50 K/min.....	93
Tabela 4.3: Valores de dureza das amostras analisadas e seus códigos.....	96

Tabela 4.4: Valores médios das propriedades em tração das amostras e seus códigos.....	100
Tabela 4.5: Valores médios de anisotropia plástica obtidos em tração (R_0) e através do Parâmetro B (R_B) via DRX.....	105
Tabela 4.6: Valores médios obtidos em compressão plana das amostras ensaiadas e seus códigos..	107
Tabela 4.7: Comparação entre LE em tração, em compressão plana real (ensaio Ford) e em compressão plana teórico do isotrópico nas amostras ensaiadas e seus códigos.....	107
Tabela 4.8: Resultados obtidos nas análises micrográficas.....	119

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 2.1	43
Equação 2.2	44
Equação 2.3	45
Equação 2.4	45
Equação 2.5	54
Equação 2.6	55
Equação 2.7	59
Equação 2.8	65
Equação 2.9	66
Equação 2.10	68
Equação 2.11	69
Equação 2.12	69
Equação 2.13	69
Equação 2.14	69
Equação 2.15	70
Equação 2.16	71
Equação 2.17	72
Equação 2.18	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

Al (%)	-	alongamento percentual; deformação de engenharia total percentual no ensaio de tração; ductilidade percentual
DL	-	direção de laminação da chapa
DN	-	direção normal à superfície da chapa
DT	-	direção transversal à direção de laminação da chapa
HRC	-	dureza Rockwell C
HV	-	dureza Vickers
ksi	-	<i>kilo pounds per square inch</i> (quilo libras por polegada quadrada)
LE	-	limite de escoamento no ensaio de tração
LR	-	limite de resistência no ensaio de tração
MPa	-	mega Pascal (10^6 Pascal)
TF	-	trabalho a frio

SÍMBOLOS

A_i	-	Temperatura de início de formação de austenita no aquecimento
A_f	-	Temperatura de fim de formação de austenita no aquecimento
b	-	Vetor de Burgers da discordância na matriz
“b”	-	Dimensão dos punções para ensaio de compressão plana
E480	-	Envelhecimento a 480 °C por 5 horas
f	-	Fração volumétrica de precipitados
G	-	Módulo de elasticidade em cisalhamento da matriz
G'	-	Módulo de elasticidade em cisalhamento dos precipitados
LF80	-	Laminado a frio com 80% de redução de espessura
LF90	-	Laminado a frio com 90% de redução de espessura
M_i	-	Temperatura de início de formação de martensita no resfriamento

M_f	-	Temperatura de fim de formação de martensita no resfriamento
r_0	-	Raio médio de precipitados
r^2	-	Coeficiente de determinação de uma equação que correlaciona duas diferentes variáveis
R	-	Anisotropia plástica
R_0	-	Anisotropia plástica obtida por ensaio de tração na direção de laminação de uma chapa
R_{45}	-	Anisotropia plástica obtida por ensaio de tração na direção diagonal em relação à direção de laminação de uma chapa
R_{90}	-	Anisotropia plástica obtida por ensaio de tração na direção transversal em relação à direção de laminação de uma chapa
\bar{R}	-	Coeficiente de anisotropia normal de uma chapa
R_B	-	anisotropia plástica obtida pelo Parâmetro B via DRX
S1	-	Primeira solubilização a 820 °C por 1 hora
S2	-	Segunda solubilização a 820 °C por 1 hora
T_F	-	Temperatura de fim de evento observado na curva de DSC
T_I	-	Temperatura de início de evento observado na curva de DSC
T_P	-	Temperatura de pico de evento observado na curva de DSC
W60	-	Solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água até a temperatura ambiente e deformada 60% por laminação a frio (condição da amostra)
W75	-	Solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água até a temperatura ambiente e deformada 75% por laminação a frio (condição da amostra)
W90	-	Solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água até a temperatura ambiente e deformada 90% por laminação a frio (condição da amostra)
Y	-	Limite de escoamento em tração; o mesmo que LE e σ_Y
°C	-	Graus centígrados
%p	-	Porcentagem em peso
α	-	Forma alotrópica do Ferro (Ferrita com estrutura cristalina CCC)
α'	-	Martensita metaestável na temperatura ambiente (CCC)
γ	-	Forma alotrópica do Ferro (Austenita com estrutura CFC)
δ	-	Forma alotrópica do Ferro (Ferrita delta com estrutura CCC)
ν	-	Coeficiente de Poisson
σ_1	-	Tensão principal maior, atuando na direção 1

σ_2	-	Tensão principal intermediária, atuando na direção 2
σ_3	-	Tensão principal menor, atuando na direção 3
σ_Y	-	Tensão correspondente ao limite de escoamento em tração
$\sigma_{1\ 0,2\%}$	-	Tensão principal na direção 1 correspondente ao início da deformação plástica em compressão plana
$\sigma_{2\ 0,2\%}$	-	Tensão principal na direção 2 no início da deformação plástica em compressão plana
τ_Y	-	Tensão cisalhante de escoamento da matriz
τ_m	-	Tensão de escoamento da matriz na ausência de precipitados

LISTA DE SIGLAS

AISI	-	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ASTM	-	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CCC	-	Cúbica de corpo centrado
CR	-	Como recebida (condição da amostra)
CEFET	-	Centro Federal de Educação Tecnológica
CP	-	Corpo de prova
DRX	-	Difração de Raios X
DSC	-	Calorimetria exploratória diferencial (<i>differential scanning calorimetry</i>)
FDOC	-	Função de distribuição de orientações cristalinas
IME	-	Instituto Militar de Engenharia
UFF	-	Universidade Federal Fluminense
VIM	-	Fusão a vácuo por indução (<i>vacuum induction melting</i>)
VAR	-	Refusão a arco elétrico em vácuo (<i>vacuum arc remelting</i>)

RESUMO

Os aços *maraging* pertencem à classe dos aços de ultra-alta resistência mecânica, martensíticos de muito baixo teor de carbono e altamente ligados, nos quais a elevada resistência mecânica decorre principalmente da precipitação de compostos intermetálicos através de tratamento de envelhecimento. Suas características os credenciam para uso em projetos aeroespaciais, vasos de pressão e outras aplicações estruturais que exigem elevada resistência mecânica. Este trabalho teve como objetivo principal identificar uma combinação de tratamentos térmicos e mecânicos de um aço *maraging* 350 para otimizar as propriedades mecânicas e a textura, de forma a resultar em elevada resistência biaxial. A análise por calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi usada para definir a temperatura do tratamento de solubilização. Amostras previamente solubilizadas foram laminadas a frio com reduções de espessura de 80 ou 90%, sendo identificado o tratamento de envelhecimento a 480 °C por 5 horas para maximizar a dureza. O envelhecimento foi realizado após laminação a frio, e após uma segunda solubilização das amostras laminadas. As condições resultantes dos processamentos foram avaliadas por ensaios de dureza, de tração, de compressão plana, microscopia óptica e análises via difração de raios X. O melhor balanço das propriedades mecânicas foi obtido por envelhecimento após segunda solubilização do material laminado 80%. As análises via difração de raios X indicaram que a textura de deformação obtida por laminação, assim como a textura após o segundo tratamento de solubilização não resultaram em intensas componentes de fibra gama, capazes de proporcionar anisotropia plástica superior a 1. Também ficou evidenciado que o tratamento de envelhecimento não alterou significativamente a textura do material em relação ao material sem tal tratamento. Os ensaios de compressão plana indicaram que o material como laminado apresentou resistência biaxial menor do que a condição isotrópica, enquanto que o laminado e solubilizado revelou maior resistência biaxial do que se fosse isotrópico.

Palavras-chave: Aço *maraging*; Endurecimento por precipitação; DRX; Textura.

ABSTRACT

Maraging steels belong to the ultra-high strength class, martensitic with very low carbon and high alloy content, in which the high mechanical strength results mainly from the precipitation of intermetallic compounds during age hardening treatment. Their characteristics accredit them for use in aerospace projects, pressure vessel and other structural applications requiring high mechanical strength. The main objective of this work is to identify a combination of heat and mechanical treatments of a *maraging* 350 steel to optimize mechanical properties and texture to result in high biaxial strength. Differential scanning calorimetry analysis was used to set the solution treatment temperature. Previous solubilized samples were cold rolled with thickness reductions of 80 or 90% and aging treatment at 480 °C for 5 hours has been identified to maximize hardness. Aging treatment was performed after cold rolling and also after a second solution treatment of rolled samples. The conditions resulting from the processing were evaluated by hardness, tension and plane strain compression tests, optical microscopy and X-ray diffraction (XRD) analysis. The best balance of mechanical properties was obtained by aging after second solution treatment of the 80% cold rolled material. XRD analysis indicated that deformation texture from cold rolling, just like the texture after the second solution treatment, did not result in intense gamma fiber components to provide plastic anisotropy greater than 1 ($R > 1$). It was also evidenced that the aging treatment did not significantly alter the texture of the material. Plane strain compression tests indicated that the as rolled material presented lower biaxial strength than isotropic condition, while rolled and solution treated material showed higher biaxial strength than if it was isotropic.

Keywords: Maraging Steel; Precipitation hardening; XRD; Texture.

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a sociedade vem experimentando o acesso a uma enorme quantidade de novas especificações de materiais e como eles são usados em produtos, com incessante procura por melhor desempenho e/ou menor custo (ASHBY, M.F., 2012). A ciência e a engenharia de materiais são as responsáveis pelo conhecimento técnico necessário para embasar a citada procura, e desenvolvem continuamente técnicas para medir, avaliar, controlar e relacionar a estrutura com as propriedades dos materiais. A estrutura deve ser considerada no sentido amplo, e não apenas a quantidade, o tamanho, a distribuição e a composição das fases presentes na microestrutura e visíveis por microscopia óptica, mas também a sua estrutura cristalina e a textura cristalográfica que eventualmente possam apresentar.

O aço é o material metálico mais usado no mundo, correspondendo a cerca de 80% do total. O volume atual de produção atinge mais de 1 bilhão de toneladas por ano. O principal motivo desse grande volume é o seu baixo custo de produção, além da ampla gama de especificações/propriedades obtidas com variações na composição química, nos tratamentos térmicos e nas condições de processamento empregados na sua fabricação. Existe uma vasta lista de diferentes tipos de aços, os quais podem ser classificados por critérios que considerem algumas de suas características, facilitando a sua identificação, como é o caso das suas propriedades mecânicas.

Os aços de ultra-alta resistência, ou ultra-resistentes, são aqueles com resistência mecânica superior a 1.000 MPa. Tais aços são frequentemente empregados em projetos aeroespaciais, mas podem ser usados também em máquinas pesadas, máquinas agrícolas, automóveis, plataformas petrolíferas, vasos de pressão e outras aplicações estruturais severas e de elevada responsabilidade. Um sub-grupo dos aços ultra-resistentes é a família dos aços *maraging*, sendo seu nome decorrente do acrônimo formado a partir de *martensite* e *age hardening*. Eles são classificados pelo valor mínimo do limite de escoamento (LE), sendo geralmente indicado tal valor em ksi (250, 300, 350, 400 e 450). São aços martensíticos de muito baixo teor de carbono, altamente ligados (principalmente Ni, Co, Mo e Ti), em que a alta resistência mecânica resulta principalmente da precipitação de compostos

intermetálicos via tratamento de envelhecimento. Além da elevada resistência mecânica, eles possuem excelente tenacidade à fratura, alta relação resistência/densidade (ou resistência específica), boa soldabilidade, são facilmente trabalhados após solubilização e resfriamento até a temperatura ambiente, apresentando ainda elevada estabilidade dimensional durante o envelhecimento. Vale destacar que os aços em questão permitem temperaturas de trabalho de até 400°C, sem alteração significativa das suas propriedades mecânicas (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993; KANG, Y.H. *et al.*, 2013; HABIBY, F. *et al.*, 1996), o que pode ser considerado como vantagem em relação a outros materiais, tais como ligas de alumínio e materiais compósitos com matriz polimérica.

As características dos aços *maraging* acima citadas os tornam especialmente indicados para aplicações em componentes aeronáuticos e aeroespaciais, como trens de pouso de aviões e na estrutura de mísseis e foguetes (SHA, W.; GUO, Z., 2009), ou seja, como carcaças (*cases*) para os motores. Tais carcaças são peças tubulares produzidas no passado por calandragem seguida de soldagem, sendo agora obtidas pelo processo de conformação *flow forming* (RAO, M.N., 2006; WONG, C.C. *et al.*, 2003), viabilizando a fabricação de tubos sem costura.

Esses tubos funcionam como vasos de pressão cilíndricos, geralmente de paredes finas, nos quais a presença de pressão interna positiva gera um estado de tensão biaxial de tração, com a tensão principal maior (σ_1 , circunferencial) sendo o dobro da tensão principal menor (σ_2 , longitudinal). A combinação das tensões principais de um estado biaxial, que promove o início de deformação plástica no material, pode ser representada através do lugar geométrico de escoamento na forma de elipse, conforme mostrado na Figura 1.1.

Determinado material com textura cristalográfica, que resulte em anisotropia plástica (R) maior do que a unidade, tem sua elipse mais alongada do que no caso do mesmo material sem textura (isotrópico). As duas elipses, porém, cortam os eixos 1 e 2 nos mesmos pontos, que correspondem ao limite de escoamento nas direções 1 e 2, sendo iguais no caso de o material apresentar anisotropia apenas na direção 3, perpendicular a 1 e a 2. Assim, fica evidenciado o aumento da resistência biaxial do material, ou seja, das tensões σ_1 e σ_2 necessárias para o início da deformação plástica do material, caso ele apresente textura que promova valores de R superiores a um.

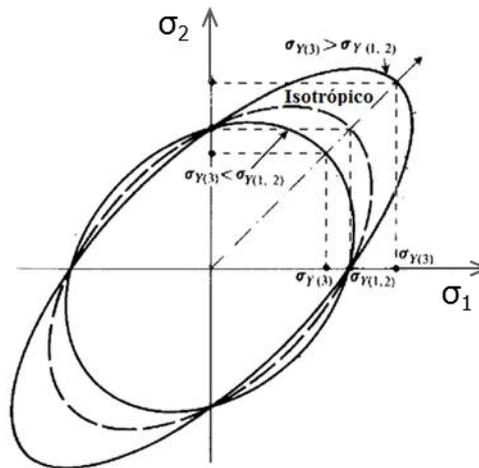


Figura 1.1: Lugar geométrico de escoamento. Elipse central para um material isotrópico, e elipse alongada para material anisotrópico com $R > 1$ (BACKOFEN, W.A., 1972).

A resistência biaxial de um material metálico na forma de chapa pode ser determinada através do ensaio de compressão plana, também conhecido como Ensaio Ford, conforme mostrado esquematicamente na Figura 1.2. O estado de tensão de compressão plana é mecanicamente equivalente (com relação ao início da deformação plástica) a um estado de tração biaxial, já que este último é obtido pela superposição de um estado hidrostático de tensões de tração ao estado de compressão plana (BACKOFEN, W.A., 1972).

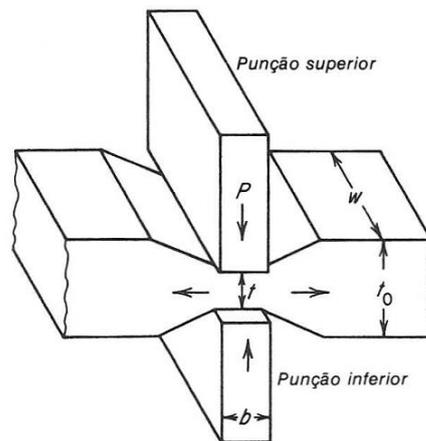


Figura 1.2: Representação esquemática do ensaio de compressão plana em material metálico na forma de chapa (DIETER, G.E., 1988).

A maior resistência biaxial do material texturado pode ser explorada de forma a proporcionar a produção da mesma peça tubular com uma espessura menor, portanto mais leve, da que seria possível a partir de um material isotrópico. Isso é de

interesse para a fabricação de mísseis. A base dos foguetes engloba uma carcaça ou tubeira (*case*) onde fica o material propelente, cuja combustão promove a impulsão (deslocamento) dos foguetes. Esta carcaça, portanto, funciona como um vaso de pressão cilíndrico, e deve possuir a maior relação resistência/densidade possível. Um aço ultra-resistente com elevada temperatura máxima de trabalho, como é o caso do *maraging*, é uma alternativa para tal aplicação, sendo o seu desempenho otimizado se for possível desenvolver uma textura cristalográfica que resulte em anisotropia plástica maior do que a unidade. A peça mais leve, produzida a partir de uma espessura menor, pode proporcionar menor consumo de combustível, maior alcance do míssil, e melhor capacidade de manuseio/manobra do mesmo.

A proposta do presente trabalho é de avaliar as propriedades mecânicas, especialmente limite de escoamento, dureza e anisotropia plástica, resultantes de diferentes alternativas de tratamentos termomecânicos adotados em aço *maraging* 350. Tais tratamentos visam desenvolver a microestrutura e a alta resistência típicas desse aço, e simultaneamente desenvolver textura cristalográfica que proporcione o aumento da resistência biaxial do material em relação ao material isotrópico. O material em estudo será o aço designado por VART350, fornecido pela empresa Villares Metals, sendo obtido pelos processos VIM (*vacuum induction melting*) e VAR (*vacuum arc remelting*). Trata-se de uma liga Fe-Ni-Co-Mo-Ti com baixíssimo teor de carbono.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 OBJETIVO PRINCIPAL

Este estudo tem como objetivo principal identificar um tratamento termomecânico que permita otimizar a resistência biaxial de um aço *maraging* 350, através da geração de textura cristalográfica que maximize a anisotropia plástica do material. Assim, pretende-se obter uma microestrutura com propriedades mecânicas potencialmente vantajosas para a produção de vasos de pressão.

1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 1) Especificar as temperaturas dos tratamentos de solubilização e de envelhecimento com base em resultados de análise térmica do material via Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC);
- 2) Realizar tratamento térmico de solubilização, promover diferentes quantidades de deformação plástica através do processo de laminação a frio piloto, efetuar em parte das amostras um segundo tratamento de solubilização, e conduzir tratamentos de envelhecimento do material em estudo;
- 3) Caracterizar as propriedades mecânicas do material como recebido e após tratamentos termomecânicos através de ensaios de dureza, tração e compressão plana;
- 4) Caracterizar a microestrutura do material como recebido e após tratamentos termomecânicos através de análise metalográfica via microscopia óptica;
- 5) Avaliar a textura cristalográfica das amostras geradas com os diferentes tratamentos utilizando a técnica de Difração de Raios X;
- 6) Analisar a correlação entre os tratamentos termomecânicos, a microestrutura gerada, a textura cristalográfica resultante no material, e as propriedades mecânicas apresentadas pelo mesmo, especialmente a anisotropia plástica, o limite de escoamento e a resistência biaxial;
- 7) Apresentar a previsão do melhor desempenho do material estudado quanto à resistência biaxial a partir das condições de processamento termomecânico avaliadas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços *Maraging*

2.1.1 Introdução

Os aços *maraging* têm alto teor de liga, elevada tenacidade à fratura e ultra-alta resistência mecânica, ou seja, limite de escoamento igual ou superior a 1380 MPa. A família dos aços *maraging* atinge elevados níveis de resistência mecânica sem a típica contribuição do carbono, que é explorada em quase todos os aços. Nestes materiais, as propriedades mecânicas decorrem de microestrutura martensítica de baixo teor de carbono (< 0,03% em peso), com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), associada aos precipitados de compostos intermetálicos formados em tratamento térmico de envelhecimento. Esta martensita CCC é característica do sistema Fe-Ni, diferente da tetragonal de corpo centrado (TCC) do sistema Fe-C. O termo “*maraging*” tem origem na combinação de “*martensite*” e “*age hardening*”, que indica o tratamento empregado nestes aços (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993).

Os elementos de liga principais são níquel, cobalto, molibdênio e titânio, e a designação mais usada para esses aços informa o teor nominal de níquel e o valor mínimo do limite de escoamento no ensaio de tração (RAO, M.N., 2006), ou em MPa (Sistema Internacional) ou em kpsi (quilo libras por polegada quadrada, mais usada nos EUA). Exemplo: 18Ni2400 ou 18Ni350.

O ultrabaixo teor de carbono, em conjunto com os demais elementos de liga, promove características especiais aos aços *maraging*. O elevado teor de níquel permite a formação de martensita através de tratamento térmico de solubilização seguido de resfriamento ao ar até a temperatura ambiente, sendo tal fase relativamente macia (dureza entre 30 e 35 Rockwell C), o que viabiliza processos de conformação e usinagem do material com facilidade. Após tais processos, o material pode então sofrer considerável aumento de resistência mecânica através de tratamento de envelhecimento, sem significativas distorções ou alterações dimensionais. Além disso, o baixo teor de carbono resulta em boa soldabilidade e elevada tenacidade à fratura desses aços, tornando os mesmos especialmente indicados para diversas aplicações nas quais é importante uma alta relação

resistência/densidade, especialmente nas indústrias aeronáutica, aeroespacial, militar e nuclear.

2.1.2 Composição química

A origem do desenvolvimento dos aços *maraging* é frequentemente atribuída a C. G. Bieber (1963), na *The International Nickel Company*, durante os últimos anos da década de 1950 (FLOREEN, S., 1968).

A típica composição química consolidada na atualidade, porém, resultou do trabalho executado por Decker e Eash, pesquisadores da mesma empresa citada acima, e por Goldman, aluno de pós-graduação da Yale University (DECKER, R.F. *et al.*, 1962). O trabalho em questão investigou a adição conjunta de molibdênio e de cobalto nas ligas Fe-(18,5 a 20,1% Ni), e verificou uma intensa capacidade de promover endurecimento após o envelhecimento, como observado na Figura 2.1.

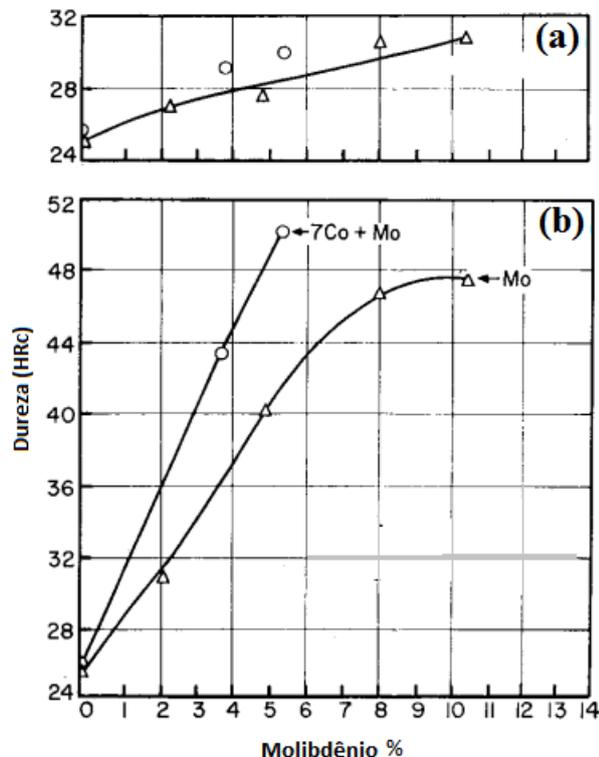


Figura 2.1: Endurecimento pelo molibdênio e pelo cobalto nas ligas Fe-(18,5 a 20,1% Ni) - (a) ligas sem cobalto, solubilizadas por 1 h a 700 °C e resfriadas ao ar; (b) ligas com (7%) e sem cobalto, envelhecidas de 3 a 10 h entre 420 e 480 °C. Adaptado de (DECKER, R.F. *et al.*, 1962).

Um discreto endurecimento por solução sólida gerado pelo molibdênio nas ligas solubilizadas, cuja microestrutura é martensítica, é observado na parte superior da Figura 2.1. O posterior tratamento de envelhecimento, porém, produz elevados valores de dureza, especialmente com a presença simultânea de cobalto e molibdênio. O efeito sinérgico dos dois elementos no envelhecimento das ligas quaternárias Fe-Ni-Co-Mo decorre da ação do cobalto na redução da solubilidade do molibdênio na matriz martensítica, maximizando a formação de precipitados do tipo Ni_3Mo . Outra importante constatação do trabalho de Decker, Eash e Goldman (1962) foi o pequeno efeito conjunto da presença do cobalto e do molibdênio na dureza do material recozido, e a manutenção da ductilidade do material após o envelhecimento. Trabalhos posteriores ajustaram o teor de níquel em 18%, visando impedir a retenção de austenita após o recozimento, pelo fato do níquel atuar como estabilizador da citada fase.

Decker, Eash e Goldman (1962) estudaram também a atuação de outros elementos na composição dos aços *maraging*. Ficou evidenciada a importância da contribuição do titânio como endurecedor por precipitação, promovendo o aumento de 690 MPa no limite de escoamento ao participar da composição da liga com 1% em peso. Além disso, o titânio permite remover resíduos de carbono e de nitrogênio que estejam em solução sólida na matriz martensítica, evitando efeitos indesejáveis na tenacidade do material. O alumínio atua como desoxidante com teores limitados em torno de 0,1%, pois pode prejudicar a ductilidade quando presente com teores da ordem de 0,5%. A presença do silício e do manganês também deve ser restrita a valores residuais, já que podem afetar negativamente a tenacidade do material. Por fim, verificou-se que a adição de boro (0,003%) e de zircônio (0,01%) retarda a formação de precipitados nos contornos de grão, melhorando a tenacidade e a resistência à corrosão sob tensão.

O principal elemento de liga nos aços *maraging* é o níquel, com teores entre 18% e 25%, que possibilita a obtenção de martensita com resfriamento ao ar a partir da temperatura de solubilização/austenitização até a temperatura ambiente, mesmo no caso de peças com espessas seções (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993). Os mesmos autores citam que o principal papel do cobalto é aumentar a temperatura de início de formação da martensita no resfriamento (M_i), de modo a compensar o efeito do molibdênio ou do titânio, que reduzem a M_i . Assim, é possível garantir que se

tenha completa transformação martensítica antes de atingir a temperatura ambiente. A maioria dos aços *maraging* tem M_i entre 200°C e 300°C, e temperatura de fim de formação da martensita no resfriamento (M_f) acima da temperatura ambiente. A função primordial do molibdênio é o aumento da resistência do material pela formação de precipitados durante o envelhecimento, o que será abordado mais detalhadamente adiante. Outro efeito importante do molibdênio consiste em reduzir o coeficiente de difusão de outros elementos de liga, evitando a formação de precipitados nos contornos de grãos, o que poderia prejudicar a tenacidade do material.

Ao contrário da maioria dos aços, o carbono é considerado uma impureza e deve ser mantido nos mais baixos teores possíveis, já que é responsável pela formação das fases TiC (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993) ou Ti(C,N) (VOORT, G.F.V., 1993). Estes carbonetos e carbonitretos podem ser formados por difusão do carbono e do nitrogênio até os contornos de grão da austenita, após a conformação a quente (>1095°C) e resfriamento lento ou manutenção por tempo excessivo na faixa de 980 a 815°C, resultando em fratura intergranular de baixa energia de impacto. Este fenômeno é chamado de *fragilização térmica*, sendo uma das justificativas para que os aços *maraging* sejam produzidos em fornos a vácuo pelos processos VIM (*vacuum induction melting*) e VAR (*vacuum arc remelting*).

No fim da década de 1960, já estavam disponíveis para venda os primeiros aços *maraging* com 18% de níquel, representados pelos graus 200, 250 e 300. Tais materiais apresentavam limites de escoamento da ordem de 1380, 1725 e 2000 MPa (200, 250 e 290 ksi), respectivamente, aliando elevada resistência mecânica e alta tenacidade. A composição química nominal destas ligas é apresentada na Tabela 2.1, com unidade de tensão em MPa, incluindo também o grau 350 ou 18Ni2400. O aumento do preço do cobalto no final dos anos 1970 (SHA, W.; GUO, Z., 2009) estimulou o desenvolvimento de aços *maraging* sem este elemento de liga, gerando um novo grupo, também mostrado na Tabela 2.1.

Formulações alternativas de aços *maraging* têm sido desenvolvidas nos últimos anos, inclusive com características de resistência à corrosão similares às dos aços inoxidáveis tradicionais (MENG, F. *et al.*, 2013). O aço 17-4 PH¹ é um exemplo

¹ Os números referem-se aos percentuais médios de cromo e níquel, respectivamente, e PH significa *precipitation-hardening*.

desses materiais, com microestrutura martensítica na temperatura ambiente, e apresentando a seguinte composição química: 0,07% C (máx.); 1,0% Si (máx.); 1,0% Mn (máx.); 0,04% P (máx.); 0,03% S (máx.); 15-17,5% Cr; 3-5% Ni; 3-5% Cu e 0,15-0,45% (Nb+Ta). A presença do cromo permite a passivação da superfície, com a formação de um filme de óxido protetor aderente à superfície do material, responsável pela sua resistência à corrosão. O níquel equivalente² varia de 3,9 a 7,0%, proporcionando completa austenitização na temperatura de solubilização, e transformação martensítica durante o resfriamento. A consequente supersaturação de elementos de liga possibilita a posterior formação de precipitados no tratamento de envelhecimento. Assim, o aço 17-4 PH apresenta limite de escoamento mínimo de 1170 MPa, enquanto que o aço inoxidável martensítico 431 (15 a 17% de cromo) atinge 930 MPa após revenido (WASHKO, S.D.; AGGEN, G., 1993). Vale destacar que o aço 17-4 PH possui uma composição química bem diferente dos tradicionais *maraging*, sem cobalto, molibdênio e titânio, formando precipitados diferentes daqueles presentes nos aços mostrados na Tabela 2.1.

2.1.3 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas dos aços *maraging* dependem da condição apresentada pelo material, decorrente do tratamento térmico sofrido pelo mesmo. Valores típicos das propriedades obtidas via ensaio de tração, assim como valores de dureza Rockwell C, são apresentadas na Tabela 2.2, para os graus usuais de aços *maraging* com Co e 18% de Ni.

Fica evidenciada a relativa alta ductilidade dos materiais após tratamento de solubilização, quando são observadas a deformação total e a redução de área no ensaio de tração, o que revela sua capacidade de sofrer deformações plásticas em processos de conformação e de acabamento das peças produzidas com esses aços nesta condição.

É possível verificar o expressivo aumento dos valores de limite de escoamento e de limite de resistência, ao se comparar os materiais após tratamento de envelhecimento com aqueles apenas solubilizados, especialmente no caso do grau

² Ni equivalente = (Ni) + (Co) + 0,5(Mn) + 0,3(Cu) + 25(N) + 30(C) (BADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K., 2006).

Tabela 2.1: Composição química nominal (% em peso) dos aços *maraging* comerciais. Adaptado de (RAO, M.N., 2006).

Elementos	18Ni1400	18Ni1700	18Ni2000	18Ni2400	18Ni1400	18Ni1700	18Ni2000
	Com Co	Com Co	Com Co	Com Co	Sem Co	Sem Co	Sem Co
Níquel	18,5	18,5	18,5	18,0	18,5	18,5	18,5
Cobalto	8,5	7,5	9,0	12,0	-	-	-
Molibdênio	3,25	4,8	4,8	5,0	3,0	3,0	4,0
Titânio	0,2	0,4	0,6	1,35	0,7	1,4	1,85
Alumínio	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Silício	0,1 máx						
Manganês	0,1 máx						
Carbono	0,03 máx						
Enxofre	0,01 máx						
Fósforo	0,01 máx						
Zircônio	0,01	0,01	0,01	-	-	-	-
Boro	0,003	0,003	0,003	-	-	-	-
Ferro	balanço						

Tabela 2.2: Propriedades mecânicas típicas de graus comerciais de aços *maraging*. Adaptado de (INCO, 1976).

Propriedade	Tratamento*	Graus de Aços <i>Maraging</i>			
		18Ni1400	18Ni1700	18Ni1900	18Ni2400
Limite de Escoamento (MPa)	A	800	800	790	830
	B	1310-1550	1650-1830	1790-2070	2390
Limite de Resistência (MPa)	A	1000	1010	1010	1150
	B	1340-1590	1690-1860	1830-2100	2460
Deformação Total (%)	A	17	19	17	18
	B	6-12	6-10	5-10	8
Redução de Área (%)	A	79	72	76	70
	B	35-67	35-60	30-50	36
Dureza Rockwell C (HRC)	A	27	29	32	35
	B	44-48	48-50	51-55	56-59

* Tratamento A: solubilização a 820 °C por 1 h; Tratamento B: envelhecimento a 480 °C por 3 h nos graus 1400, 1700 e 1900; a 480 °C por 12 h no grau 2400.

18Ni2400 (ou grau 350 ksi), quando tais valores mais que dobram. O mesmo pode ser constatado para o acréscimo de dureza neste grau de aço, quando passa de 35 HRC para mais de 56 HRC após envelhecimento. O envelhecimento também pode ser feito diretamente no material deformado a frio, permitindo atingir níveis ainda mais altos de resistência mecânica e anisotropia de propriedades mecânicas, mas com redução da tenacidade (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993).

Os comentários feitos acima permitem deduzir a conveniência dos aços *maraging* para a produção de componentes de alta resistência, já que permitiriam adequada trabalhabilidade como solubilizados e alcançando, posteriormente, elevados níveis de resistência com simples tratamentos de envelhecimento em temperaturas relativamente baixas.

Alta tenacidade em conjunto com elevada resistência mecânica constitui uma das vantagens que diferenciam os aços *maraging* de outros aços de alta resistência, conforme pode ser observado na Figura 2.2. A superior combinação entre resistência e tenacidade acima citada decorre de algumas características específicas dos aços *maraging*, que serão abordadas com maior detalhe adiante, especialmente o tipo de martensita presente nestes aços e os finos precipitados de compostos intermetálicos gerados com o tratamento de envelhecimento. Merecem também destaque os processos de produção incluindo fusão a vácuo por indução e posterior refusão a vácuo e a arco (VIM/VAR), que proporcionam excelente limpeza interna nos *maraging*, ou seja, pouca quantidade e pequeno tamanho de inclusões não-metálicas (AHMED, M. *et al.*, 1994), tais como sulfetos e óxidos, o que resulta em superior tenacidade dos materiais. Além dos baixos teores de impurezas (enxofre, fósforo e oxigênio, por exemplo), outra positiva consequência dos processos a vácuo é que os atuais aços *maraging* podem ser considerados livres de intersticiais, com teores de carbono e nitrogênio em torno de 30 ppm e 10 ppm, respectivamente. Esses baixos teores contribuem para minimizar a tendência à fragilização térmica (RAO, M.N., 2006), decorrente da precipitação de carbonetos e carbonitretos de titânio nos contornos de grãos de austenita prévia, durante o resfriamento entre 980 e 815 °C após a conformação a quente.

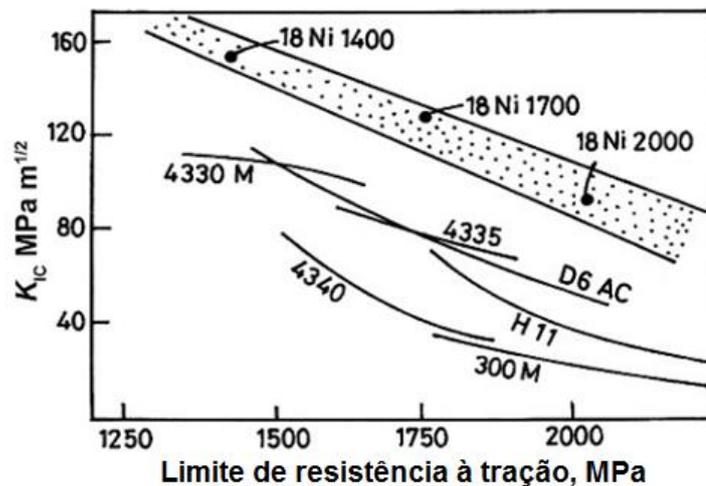


Figura 2.2: Limite de resistência à tração versus tenacidade à fratura de aços *maraging* e de outros aços de alta resistência (RAO, M.N., 2006).

2.1.4 Transformações de fases e tratamentos térmicos

Tendo em vista que o níquel é o principal elemento de liga nos aços *maraging*, a avaliação do diagrama de equilíbrio do sistema Fe-Ni (Figura 2.3) é importante para entender as transformações de fase nos aços em questão.

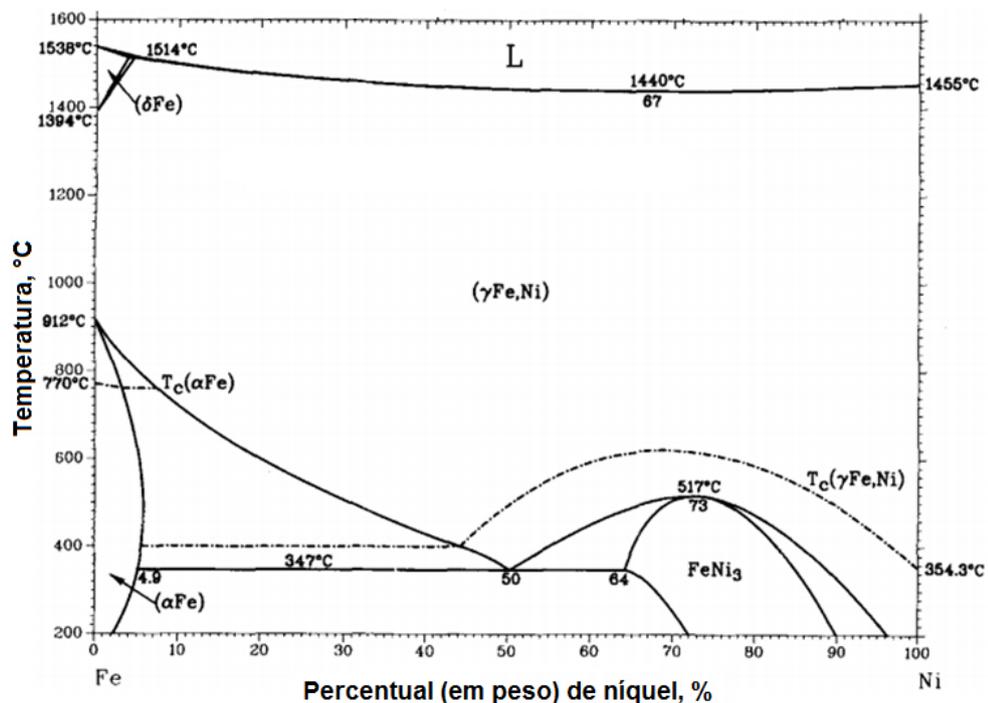


Figura 2.3: Diagrama de equilíbrio de fases do sistema Fe-Ni (SWARTZENDRUBER, L.J. et al., 1991).

É observado no diagrama um vasto campo austenítico para todos os percentuais de níquel, indicando que ele e o ferro formam soluções sólidas substitucionais a elevadas temperaturas (LESLIE, W.C.; HORNBOGEN, E., 1996). O diagrama também mostra as formas alotrópicas CCC do ferro (Fe- α e Fe- δ) e o composto intermetálico FeNi₃, decorrente de uma transformação ordem-desordem abaixo de 517 °C e com alta regularidade (SWARTZENDRUBER, L.J. *et al.*, 1991). No lado esquerdo do diagrama estão presentes as regiões bifásicas austenita-ferrita (acima de 347 °C) e Fe- α /FeNi₃, abaixo desta temperatura. O baixo coeficiente de difusão do níquel no ferro dificulta a determinação da fronteira entre as regiões de equilíbrio das fases no diagrama, para temperaturas abaixo de 800 °C (SILMAN, G.I., 2012). Em função do exposto, o diagrama da Figura 2.3 tem importância prática limitada.

Após a fusão/solidificação e o processamento mecânico a quente, os aços *maraging* passam pelo tradicional tratamento térmico, de modo a obter as otimizadas propriedades mecânicas finais. A primeira fase do tratamento térmico consiste no recozimento/solubilização do material em temperatura de cerca de 820 °C, durante um tempo de 1 hora para cada 25 mm de espessura da seção do material, garantindo completa solubilização dos elementos de liga em estrutura totalmente austenítica (SINHA, A.K., 2003). Em seguida, o material é resfriado ao ar até a temperatura ambiente, resultando em microestrutura integralmente martensítica, com alta densidade de discordâncias, dureza entre 28 e 35 Rockwell C. Essa estrutura é suficientemente dúctil, permitindo fácil deformação e usinagem na temperatura ambiente para a produção de peças no seu formato e dimensões finais. Na segunda fase do tratamento térmico é efetuado o envelhecimento, usualmente em temperaturas entre 480 e 500 °C por várias horas, visando promover o endurecimento por precipitação do material. Maiores detalhes das transformações de fase que ocorrem no tradicional tratamento térmico dos aços *maraging* são apresentadas a seguir.

2.1.4.1 Formação da martensita

A martensita nos aços *maraging* é metaestável e obtida pelo resfriamento da austenita, através de uma transformação de fase militar (ou adifusional), com energia menor do que a austenita de origem e maior do que as fases previstas no

diagrama de equilíbrio. A chamada transformação “militar” ocorre pelo movimento em bloco (cooperativo) de milhares de átomos do cristal-matriz para gerar o cristal-produto, ao invés de movimentos independentes de átomos individuais (BURKE, J., 1965).

A martensita começa a se formar a partir de uma determinada temperatura (M_i) e continua até uma temperatura inferior (M_f). A transformação martensítica é atérmica, ou seja, não existe uma barreira de energia (energia de ativação) a ser ultrapassada para o início da transformação. Portanto, a força-motriz para a transformação martensítica é o grau de resfriamento em relação a M_i . A composição química da martensita é a mesma da austenita de origem, já que a transformação é adifusional, mudando apenas a estrutura cristalina de CFC para CCC. Outra característica importante da transformação martensítica nos aços *maraging* é que esta ocorre mesmo com baixa taxa de resfriamento (ao ar), inclusive para peças de secção mais espessa, sendo que M_i é da ordem de 200 a 300 °C para a maioria das ligas comerciais (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993). O diagrama metaestável da Figura 2.4 apresenta as transformações sofridas pelas ligas Fe-Ni durante o resfriamento ou aquecimento, sendo mais útil na prática do que o diagrama de equilíbrio da Figura 2.3.

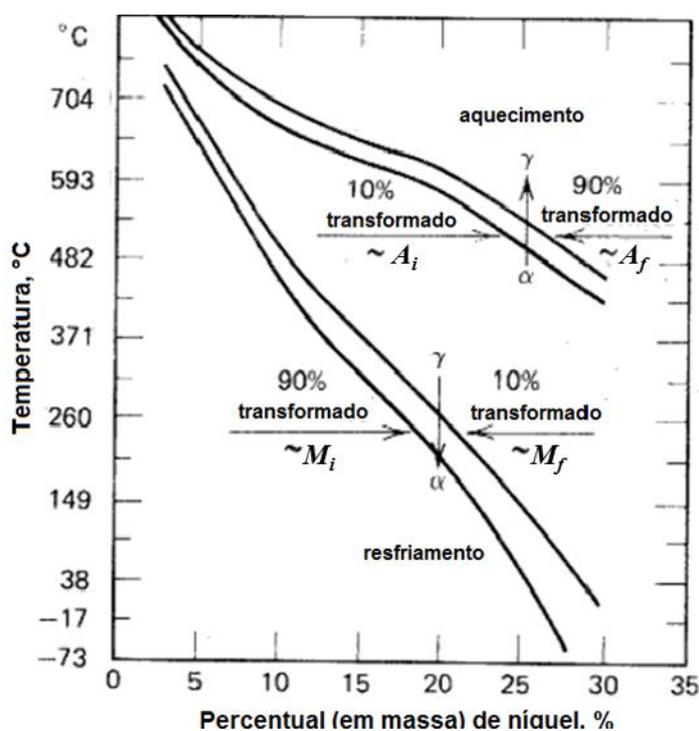


Figura 2.4: Diagrama de fases metaestável Fe-Ni (VERHOEVEN, J.D., 1975).

O diagrama da Figura 2.4 mostra a reversão da martensita em austenita durante o aquecimento, com temperaturas de início (A_i) e de fim (A_f) da transformação. Tais temperaturas são bem superiores às temperaturas de início (M_i) e de fim (M_f) de formação da martensita no resfriamento, caracterizando uma histerese no ciclo térmico. Esse intervalo de temperaturas entre as faixas de transformação no resfriamento e no aquecimento tem especial importância nas propriedades finais dos aços *maraging* tratados termicamente. O tratamento de envelhecimento para as reações de precipitação na martensita é realizado justamente neste intervalo de temperaturas, sendo possível efetuar a precipitação durante tempo suficiente para sua conclusão antes que ocorra reversão da martensita para austenita (HALL, A.M.; SLUNDER, C.J., 1968; ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M., 1993).

A transformação martensítica transcorre por cisalhamento entre a martensita e a austenita, resultando em deformação plástica no decorrer da transformação (KRAUSS, G., 2005). Em consequência, a martensita gerada possui densidade de discordâncias superior à austenita de origem, resultando em maior disponibilidade de sítios preferenciais para a nucleação de precipitados durante o envelhecimento (ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M., 1993).

O sistema Fe-Ni admite dois tipos de martensita, em função do teor de níquel. Teores entre 10 e 26% de níquel promovem a formação de martensita do tipo "ripa" (*lath*), havendo uma gradual mudança da morfologia para o tipo lenticular ou "placa" (*plate*), com o aumento da concentração de níquel (SERVANT, C.; LACOMBE, P., 1977). Por ser mais tenaz que a martensita em placas, a martensita em ripas é a morfologia preferencial da matriz de vários aços ultra-resistentes, estando também presente nos aços *maraging* com 18% Ni. O aspecto estrutural da martensita em ripas é mostrado na Figura 2.5.

Três estruturas de sub-grão estão presentes na martensita em ripas, além dos contornos de grão da austenita primária. Duas são facilmente observáveis por microscopia óptica: blocos (*blocks*) e pacotes (*packets*), cada pacote constituído por blocos paralelos. A terceira estrutura, que está contida nos blocos, são as finas e paralelas ripas de martensita, somente visualizadas por microscopia eletrônica de transmissão (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1991). Tais ripas possuem alta densidade de discordâncias emaranhadas. Os blocos e os pacotes são delineados em regiões claras e escuras por conta do ataque que ocorre em função de

diferenças nas orientações cristalográficas das ripas de martensita (KRAUSS, G., 2005). Outra característica marcante é a ausência de maclagem na martensita em ripas, ao contrário da martensita lenticular ou tipo “placa”. A relação de orientações cristalográficas entre as ripas de martensita e a austenita que as originou corresponde à de Kurdjumov-Sachs (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1991), ou seja: $\{111\}_\gamma // \{011\}_{\alpha'}$ e $[110]_\gamma // [111]_{\alpha'}$.

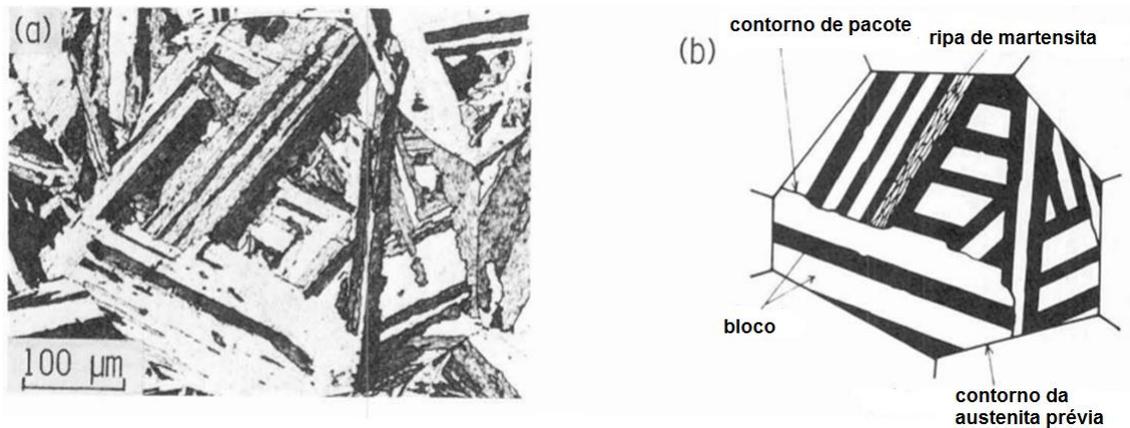


Figura 2.5: (a) Micrografia óptica de aço *maraging* 18% Ni; (b) Ilustração esquemática da micrografia (TAMURA, I. *et al.*, 1982).

2.1.4.2 Endurecimento por precipitação nos aços *maraging*

O envelhecimento é um tratamento térmico efetuado para o aumento da resistência mecânica de algumas ligas metálicas. Tal tratamento promove a formação de precipitados metaestáveis e estáveis, de dimensões nanométricas e, portanto, invisíveis no microscópio óptico, a partir de uma matriz supersaturada em elementos de liga. Estes precipitados atuam como barreiras ao movimento de discordâncias, aumentando dureza e a resistência à deformação do material. Tratamentos realizados em certa temperatura fixa produzem evolução de dureza com o tempo como a mostrada no gráfico da Figura 2.6.

A dureza aumenta até que se atinja um pico para um determinado tempo de permanência na temperatura de tratamento, decrescendo com tempos excessivamente longos de envelhecimento. Nesta última condição, a liga encontra-se em estado super-envelhecido. Por ser um processo que envolve nucleação e crescimento (difusivo), existe uma temperatura a partir da qual os primeiros núcleos

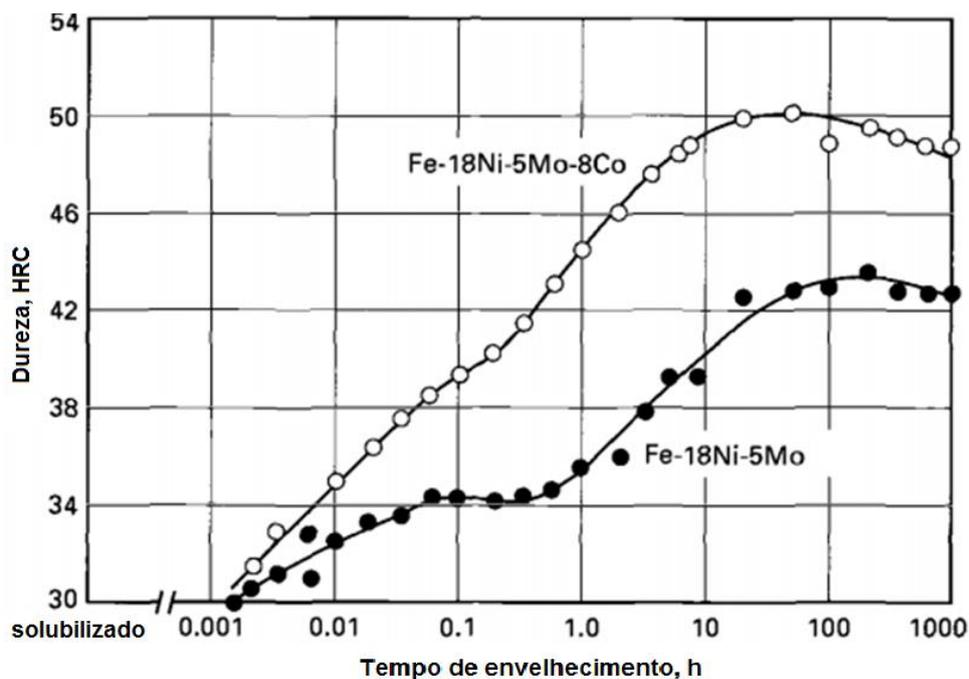


Figura 2.6: Curva de envelhecimento a 455°C para aços *maraging* com (o) e sem (•) cobalto (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1991).

são viáveis para a formação de precipitados. Além disso, a conjunção de tempo e temperatura é responsável pela distribuição e pelo tamanho dos mesmos. Maior o tempo e/ou a temperatura de envelhecimento, maior o tamanho dos precipitados e a distância média entre eles. Portanto, existe uma combinação ótima de tempo e temperatura para as propriedades mecânicas finais do material envelhecido.

O endurecimento por precipitação (ou envelhecimento da martensita) nos aços *maraging* é tradicionalmente realizado em temperaturas em torno de 480 °C. O tempo de tratamento depende da temperatura empregada e da composição química do material, sendo usual de 3 a 8 horas para as séries 18Ni200, 18Ni250 e 18Ni300, e de 6 a 12 horas para a série 18Ni350, quando considerada a temperatura padrão de 480 °C. O objetivo primordial do tratamento em questão é o de gerar uma distribuição uniforme de muito finos precipitados intermetálicos na matriz martensítica (KHAN, S.H. *et al.*, 2009), proporcionando elevadas resistência mecânica e tenacidade à fratura do material, simultaneamente (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1991).

A típica e desejável precipitação nos aços *maraging*, com alta densidade de partículas finamente dispersas, é decorrente da elevada densidade de discordâncias (em torno de 10^{12} cm^{-2}) da estrutura martensítica em ripas (SERVANT, C. *et al.*, 1975). Tais discordâncias funcionam como locais preferenciais para a nucleação dos

precipitados de compostos intermetálicos, cujo crescimento posterior também é favorecido pela alta densidade de discordâncias. Elas atuam como “linhas coletoras” de solutos da matriz, ou seja, caminhos preferenciais para a difusão (*pipe diffusion*), alimentando o crescimento dos precipitados (VASUDEVAN, V.K. *et al.*, 1990).

A evolução das técnicas e dos equipamentos de análise microestrutural tem permitido avanços no entendimento das reações de precipitação nos aços *maraging* (RAO, M.N., 2006), embora ainda seja considerada bastante complexa a interpretação da natureza das várias fases formadas com o envelhecimento da martensita (KAPOOR, R. *et al.*, 2013). O trabalho realizado por Tewari e coautores (2000) listou as possíveis fases endurecedoras geradas pelos tratamentos térmicos de precipitação, juntamente com algumas das suas características estruturais, conforme mostrado na Tabela 2.3. As fases μ , S, X e ω são formadas nos primeiros estágios de envelhecimento em baixas temperaturas (entre 400 e 450 °C), sendo consideradas metaestáveis e precursoras das fases estáveis desenvolvidas nos estágios posteriores ou em maiores temperaturas, em torno de 500 °C. Tais fases estáveis são $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Mo})$, Ni_3Mo e Fe_2Mo , sendo formadas por processos de nucleação e crescimento. Também merece destaque a conclusão que a fase ω só ocorre para ligas sem titânio, e que a sua evolução é prevista por curva TTT separada daquela correspondente à precipitação dos compostos intermetálicos do tipo $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Mo})$, conforme mostrado na Figura 2.7.

As diferenças em composição química dos materiais estudados, as variadas temperaturas e tempos de envelhecimento adotados, assim como a semelhança entre os padrões de difração, as estruturas e os espaçamentos interplanares das fases formadas, parecem justificar as várias opiniões dos pesquisadores sobre os resultados dos tratamentos de precipitação nas ligas Fe-Ni-Co-Mo-Ti (RAO, M.N., 2006). Existem, porém, algumas conclusões convergentes, por exemplo, a de que os precipitados Ni_3Ti ou Ni_3Mo são formados durante o início do envelhecimento, enquanto que as fases mais estáveis do tipo Fe-Mo (Fe_2Mo ou Fe_7Mo_6) são formadas após um longo tempo de exposição do material às temperaturas de envelhecimento (SPITZIG, W.A. *et al.*, 1979; VASUDEVAN, V.K. *et al.*, 1990; SHA, W. *et al.*, 1993; KAPOOR, R. *et al.*, 2013). Entretanto, Viswanathan e coautores (1993) relataram a presença de Fe_2Mo no aço *maraging* C18Ni2400 após envelhecimento por apenas 3 horas a 510 °C, conforme citado por Rao (2006).

Tabela 2.3: Fases endurecedoras dos aços *maraging* (TEWARI, R. *et al.*, 2000).

Fases	Estequiometria	Estrutura cristalina	Parâmetros de rede	Relações de Orientação
μ	A_7B_6	Romboédrica	$a = 4,751 \text{ \AA}$ $\alpha = 30,38^\circ$	-
ω	A_2B	Hexagonal	$a = 3,900 - 4,050 \text{ \AA}$ $c = 2,390 - 2,480 \text{ \AA}$	$(0001)_\omega // \{111\}_\alpha$ $\langle 1120 \rangle_\omega // \langle 110 \rangle_\alpha$
S	A_8B	Hexagonal	$a = 7,040 \text{ \AA}$ $c = 2,480 \text{ \AA}$	-
X	A_3B	Hexagonal	$a = 2,550 \text{ \AA}$ $c = 8,300 \text{ \AA}$	$(0001)_X // \{111\}_\alpha$ $\langle 2110 \rangle_X // \langle 110 \rangle_\alpha$
Fe_2Mo	A_2B	Hexagonal	$a = 4,745 \text{ \AA}$ $c = 7,754 \text{ \AA}$	$(0001)_{Fe_2Mo} // \{110\}_\alpha$ $\langle 2110 \rangle_{Fe_2Mo} // \langle 110 \rangle_\alpha$
$Ni_3(Ti, Mo)$	A_3B	Hexagonal	$a = 5,101 \text{ \AA}$ $c = 8,307 \text{ \AA}$	$(0001)_{Ni_3Ti} // \{001\}_\alpha$ $\langle 2110 \rangle_{Ni_3Ti} // \langle 111 \rangle_\alpha$
Ni_3Mo	A_3B	Ortorrômbica	$a = 5,064 \text{ \AA}$ $b = 4,224 \text{ \AA}$ $c = 4,448 \text{ \AA}$	-

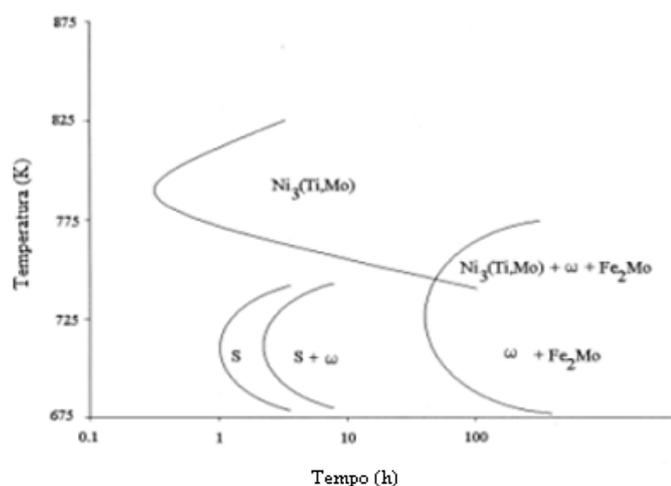


Figura 2.7: Diagrama TTT para a precipitação de compostos intermetálicos em aços *maraging* (TEWARI, R. *et al.*, 2000).

Viswanathan e coautores (1993) apresentaram relevante contribuição para a definição dos parâmetros de tratamento térmico de precipitação (temperatura e tempo) em aços *maraging* 350. Foi estudado um aço com a seguinte composição: 18,39Ni; 12,32Co; 3,99Mo; 1,63Ti e 0,005C. O material foi solubilizado a 825 °C por

1 hora, com taxa de aquecimento de 4 °C/min e posterior resfriamento até a temperatura ambiente com taxas de 20 °C/min até 400 °C e de 8 °C/min de 400 °C até a temperatura ambiente. A dureza do material solubilizado foi de 32 Rockwell C, cujas amostras passaram então por tratamentos de envelhecimento nas temperaturas de 400, 450, 500 e 550 °C, variando o tempo desde poucos minutos até 500 horas. As curvas de dureza após envelhecimento para cada temperatura são apresentadas na Figura 2.8, das quais podem ser obtidos os tempos para dureza máxima: 120 horas para 400 °C; 10 horas para 450 °C; 3 horas para 500 °C; 30 minutos para 550 °C. Tempos superiores aos citados para os picos de dureza correspondem às regiões das curvas que indicam o superenvelhecimento do material. Os tempos relativos às durezas máximas foram relacionados com as temperaturas de envelhecimento através de uma equação do tipo Arrhenius, Equação 2.1, permitindo estimar a energia de ativação do mecanismo de precipitação dos compostos intermetálicos (164 ± 4 kJ/mol). Tal informação pode ser útil para definir a melhor combinação entre temperatura e tempo do tratamento de envelhecimento para maximizar a dureza final do material.

$$\ln(t) = \frac{Q}{RT} + \text{constante}, \quad \text{Equação 2.1}$$

onde t é o tempo de envelhecimento para dureza máxima, Q é a energia de ativação do mecanismo de precipitação, R é a constante universal dos gases, e T é a temperatura de envelhecimento em Kelvin.

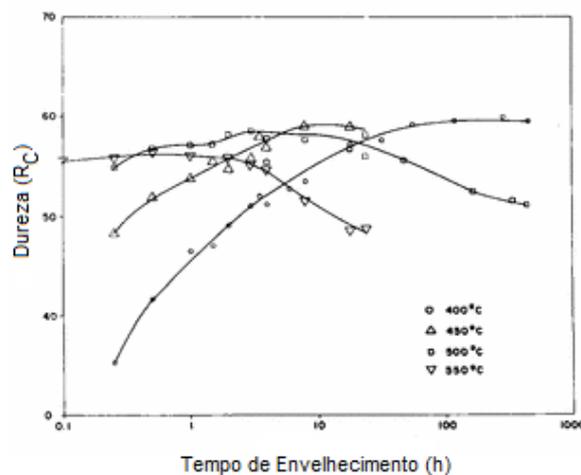


Figura 2.8: Curvas de dureza após envelhecimento de um aço *maraging* 350 (VISWANATHAN, U.K. *et al.*, 1993).

A interação discordância-precipitado explica a elevada resistência mecânica resultante dos tratamentos de envelhecimento nos aços *maraging*. Dependendo do tamanho e da dureza dos precipitados e das relações de cristalografia entre os precipitados e a matriz, dois modelos são considerados para a citada interação: (1) o contorno dos precipitados pelas discordâncias no plano de deslizamento (modelo de Orowan) e (2) o corte dos precipitados pelas discordâncias (MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K., 2009).

O modelo de Orowan é aplicável ao aumento de resistência através da dispersão de precipitados incoerentes de segunda fase dura em matriz dúctil. Quando tais precipitados interceptam os planos de deslizamento das discordâncias, uma tensão adicional é necessária para curvá-las entre dois precipitados, durante a deformação plástica. Com o encurvamento, anéis de discordâncias são formados em torno dos precipitados, mostrados esquematicamente na Figura 2.9 (MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K., 2009).

Se a tensão necessária para seccionar o precipitado for maior que a tensão para curvar a discordância, então ocorrerá o encurvamento da mesma. Neste caso, a tensão de escoamento τ_y , que o material apresenta com a presença dos precipitados, é dada pela Equação 2.2, a qual representa o modelo de Orowan.

$$\tau_y = \tau_m + \frac{Gb}{x} , \quad \text{Equação 2.2}$$

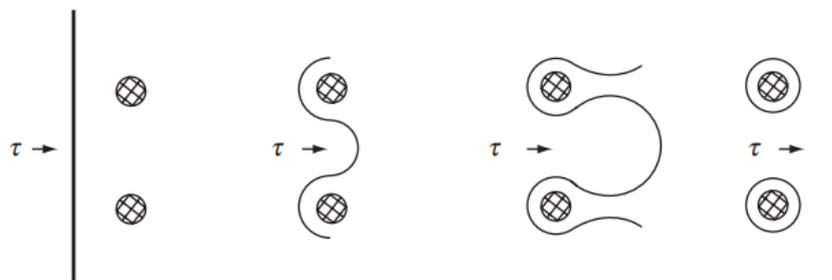


Figura 2.9: Modelo de Orowan para a movimentação de discordâncias entre precipitados (MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K., 2009).

onde τ_m é a tensão de escoamento da matriz na ausência de precipitados (condição não envelhecida), G é o módulo de cisalhamento da matriz, b é o vetor de Burgers da discordância, e x é a distância média entre precipitados.

Ashby (1966) propôs uma correção para a Equação 2.2, a qual considera o coeficiente de Poisson da matriz (ν) e o raio médio dos precipitados (r_0):

$$\tau_y = \tau_m + \left[\frac{Gb}{2,38\pi(1-\nu)^{1/2}} \ln\left(\frac{r_0}{b}\right) \right] / x, \quad \text{Equação 2.3}$$

A Equação 2.3 é conhecida como equação de Orowan-Ashby ou modelo de Orowan corrigido. Existe concordância satisfatória entre os dados experimentais e a equação de Orowan-Ashby. Embora, numa primeira análise, o limite de escoamento aumente com o raio médio dos precipitados, a distância média entre os precipitados também aumenta por coalescimento dos precipitados menores, provocando a redução de τ_y para a condição de superenvelhecimento.

No caso da tensão para seccionar o precipitado ser menor do que aquela para encurvar a linha de discordância, então o precipitado é cortado pela discordância durante o seu movimento. Este mecanismo está relacionado com a resistência ao cisalhamento do precipitado e com a natureza da interface matriz-precipitado. Ou seja, precipitados muito duros e incoerentes em relação à matriz favorecem o mecanismo de Orowan, enquanto que as zonas dos estágios iniciais de envelhecimento, por serem altamente coerentes em relação à matriz, são preferencialmente seccionadas no escoamento (NABARRO, F.R.N., 1975).

Ansell e Lenel (1960) apresentaram o seguinte modelo, que prevê o corte dos precipitados pelo movimento de discordâncias:

$$\tau_y = \tau_m + \frac{G'}{4C} \left(\frac{f^{1/3}}{0,82 - f^{1/3}} \right), \quad \text{Equação 2.4}$$

onde C é uma constante, G' é o módulo de cisalhamento dos precipitados e f a fração volumétrica dos mesmos.

Nos estágios iniciais de envelhecimento os precipitados são pequenos, coerentes e ocupam pequena fração volumétrica, implicando em pequena tensão para que as discordâncias os cortem, logo baixa tensão para a deformação plástica

por esse mecanismo. Crescentes tempos de envelhecimento causam maiores frações volumétricas de precipitados, gerando maiores tensões de escoamento, até alcançar o volume de equilíbrio. Esse aumento da tensão de corte pode torná-la superior à tensão do mecanismo de Orowan, que passaria a controlar a deformação plástica do material. Portanto, pode-se considerar que existe um raio crítico de precipitado, que define a transição da melhor adequação de um ou de outro mecanismo de endurecimento (corte do precipitado ou formação do arco de discordância).

Medidas de dureza Vickers em um aço *maraging* com 15% Ni e variadas quantidades de Mo, Co e Ti foram usadas por Hosomi e coautores (1982) para verificar a validade da equação de Orowan-Ashby (Equação 2.3). Assumindo que $\tau_y = HV/3$ e medindo a distância média entre os precipitados via MET, sob diferentes condições de envelhecimento, o citado trabalho encontrou uma razoável correlação entre os dados experimentais e o modelo de Orowan corrigido. O mesmo não ocorreu com a equação de Ansell e Lenel.

Sinha e coautores (1998) calcularam a tensão de escoamento de acordo com os modelos de Orowan, Orowan corrigido e Ansell-Lenel, para um aço *maraging* sem cobalto (grau 250), atingindo o máximo limite de escoamento previsto para a liga. Os valores calculados foram 1522, 1630 e 1550 MPa, respectivamente, enquanto que o valor experimental foi de 1690 MPa, indicando que a melhor estimativa foi aquela realizada pelo modelo de Orowan corrigido.

2.1.4.3 Reversão da martensita para austenita

O aquecimento da microestrutura martensítica até temperaturas acima das usuais ou por tempos excessivamente longos para o tratamento de precipitação pode causar a formação gradual de austenita, ainda abaixo da temperatura A_i . Essa condição é também conhecida por “superenvelhecimento”, e a austenita assim formada é denominada “austenita revertida” (RAO, M. N., 2006), a qual exerce marcante influência sobre as propriedades mecânicas do material (SCHNITZER, R. *et al.*, 2010; LI, X.; YIN, Z., 1995; VISWANATHAN, U.K. *et al.*, 2005), conforme mostrado na Tabela 2.4.

Tabela 2.4: Fração volumétrica de austenita e propriedades mecânicas de um aço *maraging* 18Ni350 envelhecido sob diferentes condições (VISWANATHAN, U.K. *et al.*, 2005).

Condição de envelhecimento	Austenita (%)	Limite de resistência à tração (MPa)	Tensão de escoamento 0,2% (MPa)	Alongamento total (%)
510 °C–3 h	-	2227	2195	5,3
640 °C–1 h	8	1715	1504	10,7
640 °C–2 h	13	1615	1414	11,3
640 °C–4 h	22	1534	1308	12,2
640 °C–6 h	23	1474	1211	12,2
640 °C–8 h	24	1458	1203	13,1

Tendo em vista que, normalmente, o principal objetivo do tratamento de envelhecimento nos aços *maraging* é maximizar a sua resistência mecânica, a ocorrência das reações de reversão da martensita metaestável para austenita deve ser evitada ou pelo menos minimizada (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1990).

A formação inicial da austenita revertida é atribuída ao enriquecimento localizado de níquel na matriz martensítica, através da dissolução dos precipitados Ni₃(Ti, Mo) e concomitante geração daqueles do tipo Fe-Mo, já que o níquel é o principal elemento estabilizador da austenita (TAVARES, S.S.M. *et al.*, 2004). Vários trabalhos têm sido realizados para melhor entender os mecanismos controladores da formação da austenita revertida, alguns dos quais são comentados a seguir.

A composição química da liga tem marcante influência na ocorrência da reação de reversão de martensita para austenita (RAO, M.N., 2006). Carvalho e coautores (2013) também comentam a influência dos principais elementos de liga dos aços *maraging* (níquel, cobalto, molibdênio e titânio) na cinética de formação da austenita revertida. Teores mais elevados de níquel e de molibdênio aceleram a reversão, enquanto que os maiores teores de cobalto e de titânio retardam a reação de reversão (PETERS, D.T., 1968; AHMED, M. *et al.*, 1994).

O trabalho realizado por Li e Yin (1995) estudou a formação de austenita revertida em um aço *maraging* 350 sob variadas condições de envelhecimento. Tratamentos realizados a 430 °C não produziram tal reversão, mesmo após 64 horas. O envelhecimento a 500 °C gerou ripas de austenita revertida nos contornos de grão da austenita primária e também nos contornos das ripas de martensita. Esses dois tipos de austenita formaram-se em tempos bem menores a 570 °C, e

depois de 4 horas foram também geradas por difusão placas de austenita (austenita de Widmanstätten) no interior das ripas de martensita. A mais elevada temperatura avaliada (640 °C) gerou os três tipos de austenita citados acima, com maior quantidade da austenita em ripas do que em placas. Ambas apresentaram maclas em certos locais, indicando algum grau de cisalhamento na sua formação. Portanto, o superenvelhecimento a 640 °C produz austenita por cisalhamento, mas com alguma contribuição prévia ou simultânea de difusão. O citado trabalho considera que o Ti retarda a reversão em função da formação de Ni₃Ti, enquanto que o Mo acelera a reversão, pois favorece a dissolução de Ni₃Mo para produzir Fe₂Mo. Ou seja, o Ti tende a reduzir o Ni em solução na matriz martensítica, e o Mo disponibiliza localmente mais Ni em solução na martensita, durante o tratamento de envelhecimento do material.

A faixa de temperatura ideal do tratamento térmico de envelhecimento já foi identificada por muitos trabalhos, no caso do aço *maraging* 350, sendo normalmente considerada aquela entre 430 e 500 °C (VASUDEVAN, V.K. *et al.*, 1990; VISWANATHAN, U.K. *et al.*, 1993; LI, X; YIN, Z., 1995). Temperaturas inferiores à faixa citada não causam a reversão da martensita em austenita, mesmo nos casos de tempos muito longos de exposição do material (TAVARES, S.S.M. *et al.*, 2003), porém são muito baixas para otimizar a dureza e a resistência mecânica do material. A austenita formada no envelhecimento acima de 500 °C, mas abaixo da temperatura A_i, é devida à segregação de átomos de níquel nos contornos de grão da austenita primária e nos contornos das ripas da martensita. Li e Yin (1995) opinaram que parte do níquel disponibilizado com a dissolução dos precipitados de Ni₃(Ti, Mo) é responsável pela citada segregação, e parte é consumida para promover o crescimento dos mesmos precipitados não dissolvidos. Portanto, a austenita formada nos locais com segregação de níquel apresenta concentração bem maior (até o dobro) desse elemento do que o valor médio da liga, causando a estabilização da fase γ. Assim, parte dessa austenita não se transforma novamente em martensita ao ser resfriada até a temperatura ambiente, gerando austenita retida no material.

Carvalho e coautores (2013) estudaram por dilatométrica a influência da composição química e da taxa de aquecimento nas transformações de fase durante o aquecimento e o resfriamento de um aço *maraging* 350. A curva mostrada na

Figura 2.10 registra três diferentes transformações no material: precipitação e reversão da martensita em austenita durante o aquecimento, e transformação martensítica no resfriamento. As temperaturas de início e de fim de tais transformações foram determinadas, sendo que as temperaturas A_i e A_f foram 666 e 796 °C para o caso mostrado na Figura 2.10.

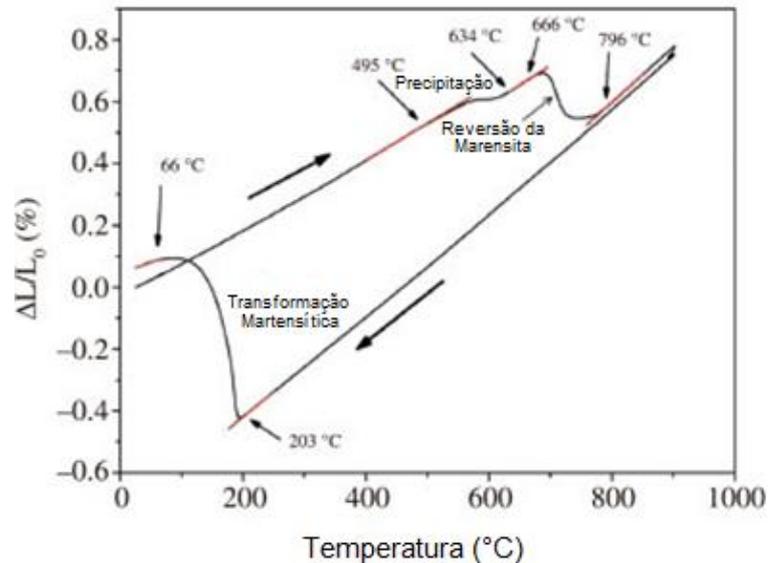


Figura 2.10: Curva obtida por dilatométrica para o aço *maraging* 350, com taxa de aquecimento de 1 °C/s (CARVALHO, L.G. *et al.*, 2013).

A transformação da martensita para a austenita durante o aquecimento do aço *maraging* 350 acima da temperatura A_i tem a tendência de ocorrer em duas etapas, especialmente para baixas taxas de aquecimento. Os maiores tempos decorrentes de um aquecimento lento favorecem a primeira etapa da transformação através de um processo de difusão, complementado em seguida por um processo de cisalhamento, o qual também prevalece quando são adotadas maiores taxas de aquecimento (KAPOOR, R. *et al.*, 2003). Os mecanismos de transformação da martensita para austenita acima da temperatura A_i , ou seja, por difusão ou por cisalhamento, podem operar simultaneamente, segundo alguns autores (LI, X; YIN, Z., 1995; KAPOOR, R. *et al.*, 2003).

2.1.5 Textura cristalográfica

Um material policristalino monofásico engloba uma infinidade de grãos, cada um com orientação cristalográfica diferente da dos seus vizinhos. A orientação do grão pode ser referenciada a um sistema fixo de coordenadas, por exemplo, a direção de laminação (DL, direção longitudinal), a direção da largura (DT, direção transversal) e a direção da espessura (DN, direção normal) de uma amostra de chapa (VIANA, C.S.C.; PAULA, A.S., 2001). Assim, a orientação do grão fica determinada pelo índice (hkl) do plano que se encontra paralelo ao plano da chapa, e pela direção [uvw] pertencente ao plano (hkl), que é paralela à direção de laminação DL da chapa.

Quando os grãos do material apresentam distribuição aleatória de orientações, diz-se que o material é cristalograficamente isotrópico (sem textura). Contudo, a maioria dos materiais tem os seus grãos com uma ou mais orientações preferenciais, as quais podem concentrar considerável volume do material, ou seja, eles possuem textura cristalográfica. Uma orientação preferencial representa uma “componente de textura” e corresponde à combinação (hkl)[uvw] da mesma. Quando os grãos, inclusões ou precipitados de segunda fase encontram-se alongados (não equiaxiais) em relação a uma orientação preferencial, diz-se que o material possui textura morfológica (VERLINDEN, B. *et al.*, 2007). Porém, a existência de grãos alongados não significa, necessariamente, que o material possua textura cristalográfica (PADILHA, A.F.; JÚNIOR, F.S., 2005). As citadas situações são mostradas na Figura 2.11.

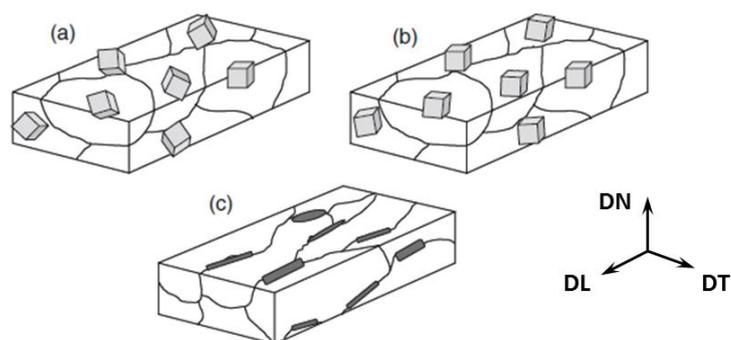


Figura 2.11: (a) material sem textura, (b) material com textura cristalográfica e (c) material com textura morfológica (VERLINDEN, B. *et al.*, 2007).

No caso dos metais e suas ligas, a textura pode se desenvolver durante as etapas de processamento, tais como a solidificação, a conformação mecânica e os tratamentos térmicos, como no caso do recozimento. De uma forma geral, a textura pode ser afetada pela composição química, estrutura cristalina, textura anterior do material e histórico termomecânico, incluindo quantidade de deformação imposta, taxa de deformação, temperatura e tempo de exposição à mesma, e restrições físicas.

A importância de se conhecer a existência ou não de textura cristalográfica nos materiais decorre do fato de muitas das suas propriedades dependerem da orientação cristalina dos grãos, podendo causar até 50% de variação em função da presença de texturas predominantes (ENGLER, O.; RANDLE, V., 2010). Alguns exemplos de propriedades dos materiais que dependem da sua textura cristalográfica são o módulo de elasticidade, a tensão de escoamento, a resistência à tração, a ductilidade, a tenacidade, entre outras, assim como o seu desempenho em processos de conformação mecânica. Dessa forma, certas orientações cristalográficas preferenciais são benéficas para determinada propriedade, a qual também pode ser prejudicada pela ocorrência frequente de outra orientação. Um exemplo bem conhecido nos aços de baixo carbono é o seu bom desempenho em estampagem profunda quando ocorre predominância das componentes (111)[uvw] na sua textura cristalográfica. O conhecimento e o domínio das variáveis que proporcionam a presença intensa de determinada componente de textura, favorável à propriedade de interesse, podem ser explorados positivamente pelos cientistas e engenheiros de materiais, otimizando desempenho e custo com a seleção adequada de material para certa aplicação.

A técnica tradicional de determinação da textura cristalográfica dos materiais é a difração de raios X (DRX), que possibilita avaliar uma região/volume com elevado número de grãos (milhares), sendo assim chamada análise da “macrotextura”. Tal análise é compatível com o objetivo de relacionar a textura do material com propriedades ligadas ao seu comportamento macroscópico (resistência mecânica e estampabilidade, por exemplo).

Os principais métodos de representação de textura nos materiais utilizam a Figura de polos direta, a Figura de polos inversa e a função de distribuição de orientações cristalinas (FDOC). A Figura de polos direta, que foi bastante popular

até meados dos anos 1980, corresponde à projeção estereográfica da distribuição espacial das normais aos planos de uma única família $\{hkl\}$. A Figura de polos inversa apresenta as densidades dos polos de várias orientações do material policristalino em um triângulo unitário de uma projeção estereográfica padrão, por exemplo, no triângulo $[001]$ $[101]$ $[111]$ da projeção estereográfica padrão (001). Com a ajuda de curvas de nível, é possível saber a frequência dos cristais com determinada orientação dos seus planos, em relação àqueles com orientação randômica.

A representação da textura por meio de Figuras de polos é incompleta e limitada, uma vez que há perda de informação durante a projeção estereográfica, na passagem do espaço para o plano (representação 3D para 2D). Além disso, é muito difícil ou mesmo impossível obter informações sobre as frações volumétricas que contribuem para determinadas orientações. Sendo assim, somente texturas muito simples podem ser representadas pelas Figuras de polos, tais como as texturas de recristalização do alumínio e do cobre, ou ainda a representação de direções e planos de monocristais (ENGLER, O.; RANDLE, V., 2010).

A melhor e mais completa representação tridimensional da textura de um material policristalino é obtida através da função de distribuição de orientações cristalinas (FDOC). A FDOC indica a frequência (probabilidade) de ocorrência dos grãos com cada orientação cristalina $(hkl)[uvw]$ presente no material. Naturalmente, a soma das frequências de todas as orientações possíveis é igual a 1, e a FDOC de um material isotrópico é constante para todas as orientações presentes. A orientação do cristal é determinada através de um conjunto de 3 ângulos, chamados ângulos de Euler, representados pelos símbolos φ_1 , Φ , φ_2 , de acordo com a notação adotada por Bunge (1982). Os citados ângulos correspondem a 3 rotações aplicadas ao sistema de eixos de referência do material laminado (DL, DT, DN), de modo que ele passe a coincidir com o sistema de eixos do cristal ($[100]$, $[010]$, $[001]$), conforme é mostrado na Figura 2.12. Assim, os ângulos φ_1 , Φ e φ_2 podem ser definidos como:

$\varphi_1 \rightarrow$ ângulo de rotação em torno do eixo DN \Rightarrow 1ª rotação

$\Phi \rightarrow$ ângulo de rotação em torno do novo eixo DL (DL') \Rightarrow 2ª rotação

$\varphi_2 \rightarrow$ ângulo de rotação em torno do novo eixo DN (DN') \Rightarrow 3ª rotação

Os ângulos de Euler plotados em um sistema cartesiano de eixos definem o Espaço de Euler. Portanto, cada ponto no espaço de Euler representa uma orientação $(hkl)[uvw]$ de cristal no material. Por razão de simetria no sistema cúbico, os ângulos $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ são representados apenas para o intervalo de 0 a 90° , gerando o chamado espaço de Euler reduzido. Para tornar mais fácil a visualização,

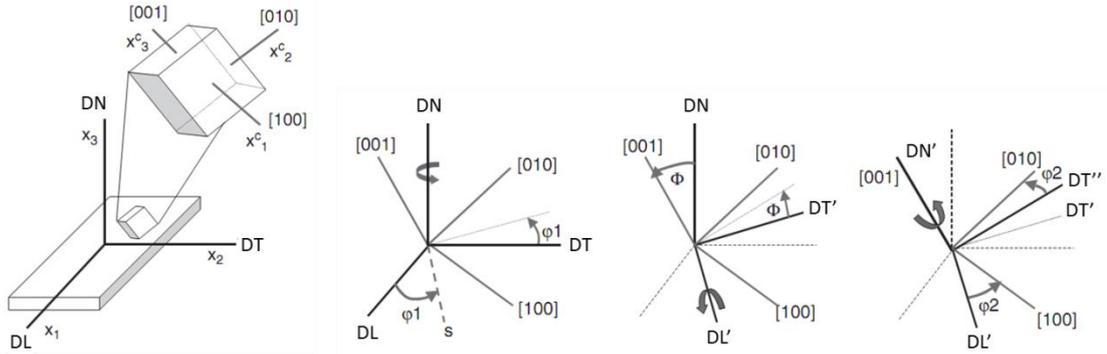


Figura 2.12: Definição dos ângulos de Euler φ_1 , Φ e φ_2 , segundo a convenção de Bunge (VERLINDEN, B. *et al.*, 2007).

é comum representar o espaço de Euler por fatias com valores de φ_2 fixos (ábacos) e com incrementos de 5° (Figura 2.13).

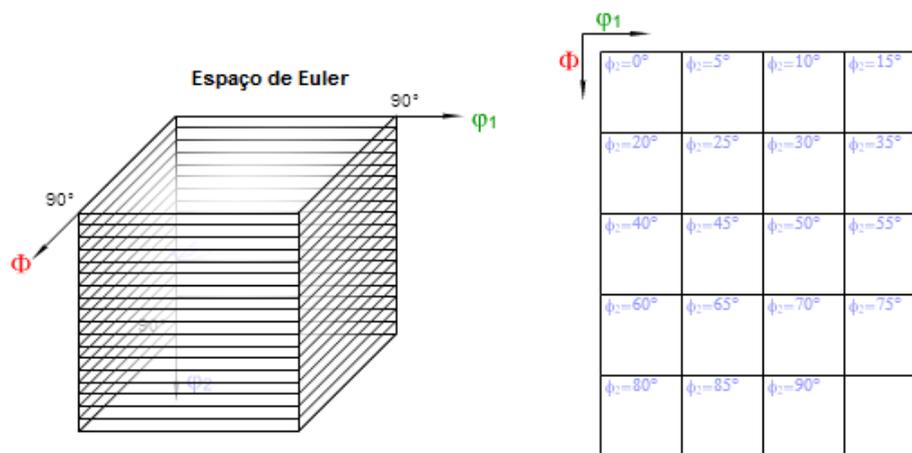


Figura 2.13: Representação do espaço de Euler por meio de valores fixos de φ_2 .

No caso dos metais e ligas CCC, incluindo os aços *maraging* martensíticos, costuma-se mostrar a FDOC apenas na secção do espaço de Euler para φ_2 igual a 45° , pois ela apresenta todas as componentes de textura relevantes para o material (ROLLETT, A.D.; WRIGHT, S.I., 1998). O ábaco da citada secção, usado para a análise da FDOC, é mostrado na Figura 2.14.

No ábaco correspondente a $\varphi_2 = 45^\circ$, os pontos de uma mesma linha horizontal representam as várias direções $[uvw]$ de um único plano (hkl) , ou seja, valores de φ_1 variando de 0 a 90° com Φ constante e $\varphi_2 = 45^\circ$. É o caso da fibra γ , também chamada de fibra DN, que engloba as orientações relacionadas ao plano (111) . Já os pontos da linha vertical para $\varphi_1 = 0$ simbolizam as orientações cristalinas da fibra α (ou fibra DL), definidas por vários planos (hkl) com a mesma direção $[1\bar{1}0]$.

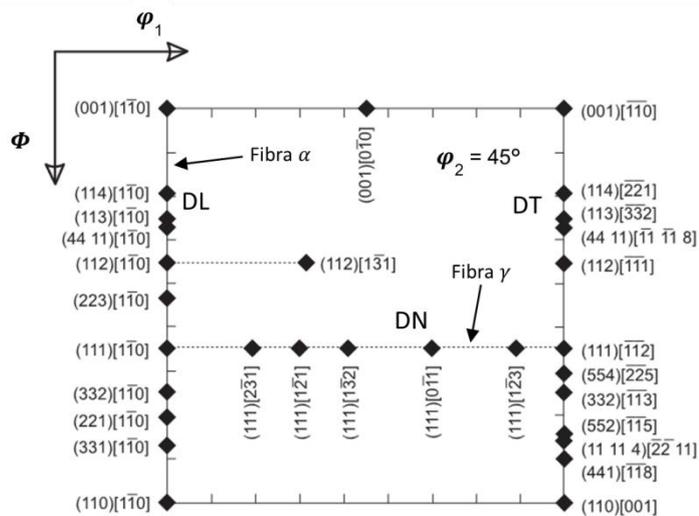


Figura 2.14: Ábaco do espaço de Euler para $\varphi_2 = 45^\circ$ com as principais orientações para análise das FDOC (HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M., 2004).

A definição de FDOC está ligada à probabilidade de ocorrência de uma determinada orientação cristalina $g = g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, e tal probabilidade é descrita pela Equação 2.5 (ENGLER, O.; RANDLE, V., 2010).

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg, \quad \text{Equação 2.5}$$

onde dV/V é a fração volumétrica do material com uma determinada orientação g , e $f(g)$ é a função de distribuição de orientações cristalinas. É prática comum estabelecer, por normalização, $f(g) \equiv 1$ para a ausência de textura (material isotrópico).

A função de distribuição de orientações cristalinas é calculada a partir de Figuras de polos obtidas por difração de raios x ou de nêutrons. Existem alguns métodos para o cálculo da FDOC (método harmônico, métodos diretos ou discretos por meio

dos algoritmos WIMV e ADC). No método harmônico, a FDOC é representada por uma série de harmônicos esféricos $T_l^{\mu\nu}$ com coeficientes $C_l^{\mu\nu}$ associados à textura (KALLEND, J.S., 1998):

$$f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} T_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad \text{Equação 2.6}$$

A extensão da série de harmônicos está diretamente relacionada ao número de Figuras de polos usadas para a determinação da FDOC. Também a resolução da FDOC depende desse fator. O grau de simetria do sistema cristalino em análise determina o número mínimo de Figuras de polos que devem ser usadas para o cálculo da FDOC. Para sistemas altamente simétricos, este número pode ser pequeno: 3 a 4 para o sistema cúbico e 5 a 6 para o hexagonal (ENGLER, O.; RANDLE, V., 2010).

Dependendo da história termomecânica do material em estudo, a textura final por ele apresentada pode ser classificada como textura de solidificação, textura de deformação ou textura de recristalização. No caso do presente trabalho, o principal interesse recai sobre a textura de deformação de ligas com estrutura CCC, já que serão avaliadas as texturas obtidas em aço *maraging* martensítico com estrutura CCC, envelhecido a partir de variadas quantidades de deformação por laminação a frio.

Uma típica representação de FDOC para um aço IF laminado a frio (CCC) é mostrada na Figura 2.15, para $\varphi_2 = 45^\circ$. A mesma Figura apresenta o ábaco correspondente do espaço de Euler, permitindo identificar as principais componentes de textura presentes no citado material. É possível notar que as componentes mais frequentes formam um “L” na Figura, com a parte vertical variando do ponto (001) $[1\bar{1}0]$ até próximo de (110) $[1\bar{1}0]$ (fibra α ou DL) e a parte horizontal cobrindo todas as direções do plano (111), ou seja, a chamada fibra γ ou fibra DN. Também mostra alta frequência a componente (001) $[\bar{1}\bar{1}0]$ no canto superior direito, da mesma família de (001) $[1\bar{1}0]$ (canto superior esquerdo), que é característica de aços ferríticos laminados a frio e tende a ser consumida durante a recristalização (VIANA, C.S.C.; PAULA, A.S., 2001). Os mesmos autores citam que tal comportamento também é esperado para outros materiais cúbicos de corpo

centrado. A densidade de orientação da fibra α aumenta gradualmente com reduções de espessura por laminação a frio de até 70%, porém maiores deformações acentuam mais as componentes $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$. A fibra γ mantém densidade relativamente uniforme com reduções de até 80%, mas a partir daí é fortalecida a componente $\{111\}\langle 110\rangle$ (HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M., 2004).

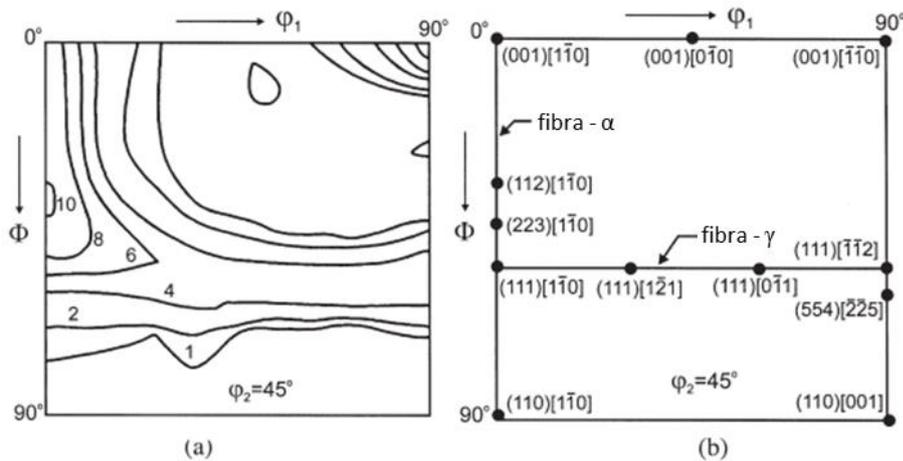


Figura 2.15: (a) Secção para $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC de um aço IF laminado a frio; (b) ábaco do espaço de Euler com as principais componentes de textura (HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M., 2004).

Os valores dos ângulos de Euler das principais componentes de textura de deformação dos metais e ligas CCC são mostrados na Tabela 2.5.

Tabela 2.5: Componentes de textura de deformação típicas das ligas CCC e respectivos ângulos de Euler (VIANA, C.S.C.; PAULA, A.S., 2001).

$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	ϕ_1	Φ	ϕ_2
0 0 1	1 1 0	0 (90)	0	45
2 1 1	0 1 1	0	35	45
1 1 1	0 1 1	0 (60)	55	45
1 1 1	1 1 2	30 (90)	55	45
11 11 8	4 4 11	90	63	45
3 3 2	1 1 0	0	64	45
1 1 3	1 1 0	0	25	45
1 1 0	1 1 0	0	90	45

2.1.6 Textura em aços *maraging*

A textura cristalográfica dos aços *maraging* tem sido investigada por certos autores, e algumas das suas principais observações são relatadas adiante, pois podem ser consideradas neste trabalho para favorecer o objetivo de aumentar a resistência biaxial de um aço 18Ni350.

As texturas de deformação nos materiais em questão são semelhantes às aquelas observadas nos aços de baixo carbono ferríticos, como no caso já mostrado na FIG 2.15 para um aço IF laminado a frio. As FDOC apresentadas na Figura 2.16 confirmam a citada semelhança.

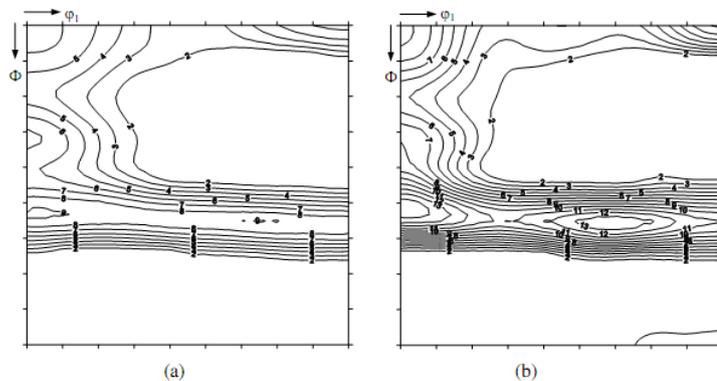


Figura 2.16: (a) Secção para $\phi_2 = 45^\circ$ da FDOC de um aço *maraging* 350 com 80% de redução a frio; (b) Idem, com 90% de redução a frio (SILVA, J.J.M., 2005).

Também fica evidente na Figura 2.16 o aumento das intensidades de textura, especialmente da fibra γ , quando a deformação a frio passa de 80% para 90%.

O mesmo autor (SILVA, J.J.M., 2005) apresenta as FDOC do material com redução de espessura a frio de 90%, posteriormente envelhecido sob diferentes temperaturas, e finalmente resfriado ao ar. Os tratamentos de envelhecimento promoveram a formação de quatro principais componentes de textura: $\{hkl\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{114\}\langle 221\rangle$ e $\{332\}\langle 113\rangle$, com intensidades pouco alteradas com temperaturas de envelhecimento entre 450 °C e 600 °C. Ensaios de dureza mostraram um pico de 802 Vickers para a temperatura de 480 °C, e gradual queda de dureza a partir de 500 °C, em função da crescente quantidade de austenita revertida.

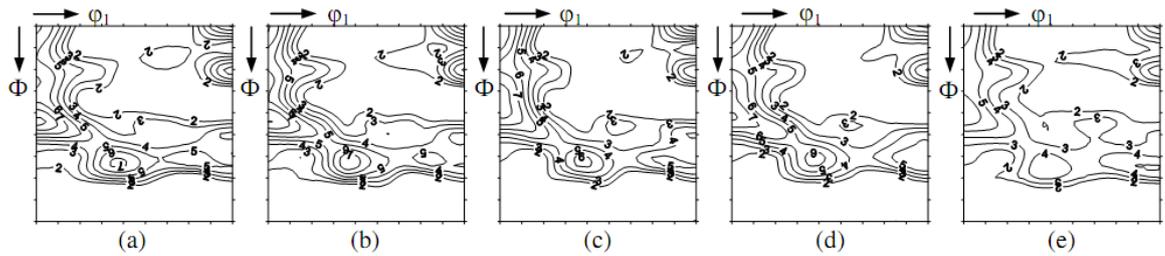


Figura 2.17: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ de um aço *maraging* 18Ni350 com 90% de deformação a frio e envelhecidas: (a) 450 °C; (b) 480 °C; (c) 500 °C; (d) 600 °C; (e) 650 °C (SILVA, J.J.M., 2005).

Um resultado interessante citado no trabalho em questão foi a ausência de austenita revertida nas amostras envelhecidas em temperaturas de até 600 °C, quando as mesmas foram resfriadas em nitrogênio líquido após o tratamento de envelhecimento. Provavelmente, a austenita revertida, formada durante o envelhecimento, teria menor temperatura M_i (abaixo da ambiente), mas o resfriamento sub-zero promoveria sua transformação para martensita. Outro resultado a destacar é que, embora as FDOC das amostras com resfriamento sub-zero sejam muito parecidas com as das amostras resfriadas ao ar (Figura 2.17), a componente de textura $\{111\}\langle 121\rangle$ se mostrou mais intensa na amostra envelhecida a 500 °C e resfriada em nitrogênio líquido. A dureza máxima (852 HV) foi obtida na amostra envelhecida a 480 °C por uma hora e posterior resfriamento sub-zero.

Resultados semelhantes foram obtidos por Menezes (2008), confirmando a transformação da austenita revertida, gerada em tratamentos de envelhecimento, ao ser resfriada em nitrogênio líquido. Também foram observadas as texturas típicas de materiais com estrutura CCC no aço *maraging* 350 envelhecido a 480 °C, com fibra γ e textura acentuada em $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$. Amostras tratadas a 550 °C e 600 °C, além dessas componentes, também mostraram alguma textura $\{001\}\langle 110\rangle$.

O trabalho de Abreu e coautores (2015) também verificou a ausência de austenita revertida no aço 18Ni350 envelhecido a 550 °C por uma hora, após o resfriamento feito em nitrogênio líquido, como indicado no difratograma da Figura 2.18.

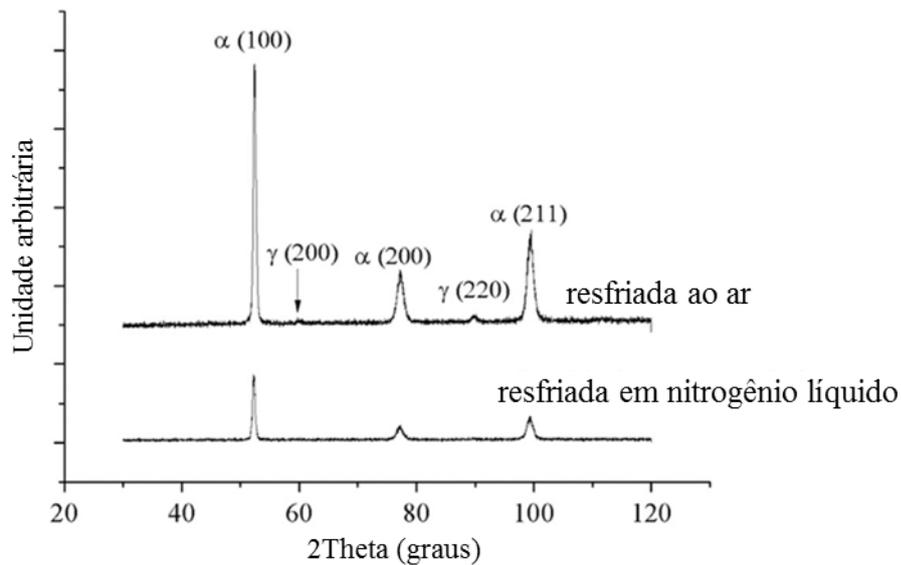


Figura 2.18: Difratograma das amostras de aço 18Ni350 envelhecidas a 550 °C por 1 hora e resfriadas ao ar ou em nitrogênio líquido (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2015).

A composição química da austenita revertida foi calculada para diferentes temperaturas de envelhecimento, e revelou maiores teores de níquel para as menores temperaturas, chegando a 31,4% de Ni para 550 °C. Assim, foi possível determinar a temperatura M_i segundo a Equação 2.7 (SHA, W.; GUO, Z., 2009), com valor de -28,3 °C para a austenita revertida no tratamento a 550 °C, justificando o emprego de tratamento sub-zero.

$$M_i \text{ (}^\circ\text{C)} = 549 - 500 C + 15,9 Al - 3,8 Co - 18,3 Cr - 6 Cu - 22 Mn + 0,2 Mo - 1,6 Nb - 17,5 Ni - 10 Si - 29 Ti - 54 V \quad \text{Equação 2.7}$$

Uma conclusão a destacar no trabalho de Abreu e coautores (2015) foi que a presença de austenita revertida reduz a intensidade da fibra γ na matriz martensítica.

Outro trabalho de Abreu e coautores (2004) apresenta relevante contribuição para o entendimento da influência de diferentes tratamentos termomecânicos na textura cristalográfica de aços *maraging* 350. Amostras do material, previamente laminado a quente a 1000 °C (60% de redução) e resfriado ao ar, foram deformados 40%, 60%, 80% e 90% por laminação a frio. Algumas amostras sofreram envelhecimento a 480 °C por 3 ou 6 horas, enquanto que outras amostras passaram por austenitização a 820 °C durante 10 minutos com resfriamento em água antes

dos mesmos tratamentos de envelhecimento citados. A análise de textura via DRX indicou significativo aumento nas intensidades das principais componentes de textura quando comparados os valores obtidos com 80% e 90% de deformação (Tabela 2.6), com destaque para as componentes $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$. As FDOC das amostras na Figura 2.19 evidenciam o fortalecimento da fibra γ .

Tabela 2.6: Principais componentes de textura de deformação e suas intensidades em aço *maraging* 350 laminado a frio (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

Componente	Laminado a frio 40%	Laminado a frio 60%	Laminado a frio 80%	Laminado a frio 90%
$\{001\}\langle 110\rangle$	4,0	3,0	4,5	9,0
$\{112\}\langle 110\rangle$	3,0	5,5	5,5	8,0
$\{111\}\langle 110\rangle$	4,0	5,5	6,0	13,0
$\{111\}\langle 112\rangle$	4,0	6,0	5,0	11,0

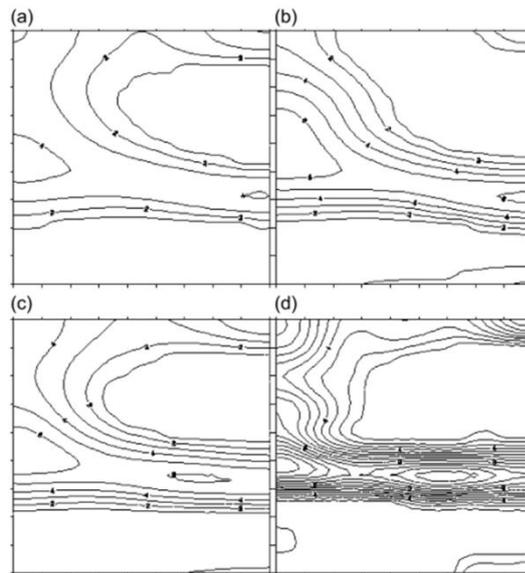


Figura 2.19: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio. (a) 40%, (b) 60%, (c) 80%, (d) 90% de redução de espessura (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

Amostras laminadas a frio com 80% de redução e envelhecidas a 480 °C por 3 ou 6 horas também tiveram as intensidades aumentadas para as principais componentes de textura (Tabela 2.7). As mesmas amostras apresentaram as FDOC da Figura 2.20, que revelam o fortalecimento das componentes de textura após o tratamento de envelhecimento ao compará-las com a FDOC da Figura 2.19 (c). Os autores, porém, não explicam como ocorreria este fortalecimento.

Tabela 2.7: Principais componentes de textura e suas intensidades em aço *maraging* 350 laminado a frio e envelhecido a 480 °C (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

Componente	Laminado a frio 80%	Laminado a frio 80% e envelhecido por 3 horas	Laminado a frio 80% e envelhecido por 6 horas
{001}<110>	4,5	6,0	7,0
{112}<110>	5,5	7,5	7,0
{111}<110>	6,0	9,0	9,0
{111}<112>	5,0	7,0	8,0

Complementando os resultados do trabalho em questão, as intensidades das principais componentes de textura das amostras com 80% de deformação, solubilizadas a 820 °C por 10 minutos e em seguida envelhecidas são apresentadas na Tabela 2.8. Tais intensidades indicam o considerável fortalecimento das componentes {111}<110> e {111}<112> após envelhecimento.

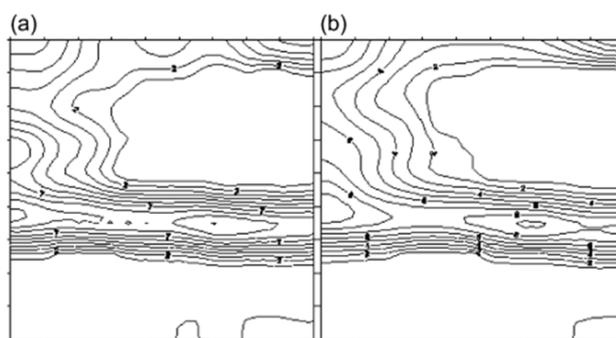


Figura 2.20: FDOC para $\varphi_2 = 45^\circ$ das amostras de aço 18Ni350 após laminação a frio e envelhecidas a 480 °C. (a) 3 horas, (b) 6 horas (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

As FDOC segundo a notação de Bunge para $\varphi_2 = 45^\circ$ das mesmas amostras são vistas na Figura 2.21. A solubilização eliminou parcialmente a textura de deformação gerada após laminação a frio, mas o envelhecimento posterior voltou a intensificar as componentes {111}<110> e {111}<112>. A mudança de martensita para austenita no aquecimento e o retorno para martensita no resfriamento, quando da solubilização, certamente promoveram a alteração da textura de deformação obtida anteriormente por laminação a frio. Abreu e coautores (2004) não opinaram sobre como a precipitação decorrente do envelhecimento atuou para intensificar novamente as componentes de textura da fibra γ .

Tabela 2.8: Componentes de textura e suas intensidades em aço *maraging* 350 laminado a frio 80%, austenitizado a 820 °C e envelhecido a 480 °C (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

Componente	Laminado a frio 80%	Após solubilização	Envelhecido por 3 horas	Envelhecido por 6 horas
{001}<110>	4,5	2,0	3,0	3,0
{112}<110>	5,5	1,0	2,0	2,0
{111}<110>	6,0	2,0	5,0	6,0
{111}<112>	5,0	3,0	6,0	6,0

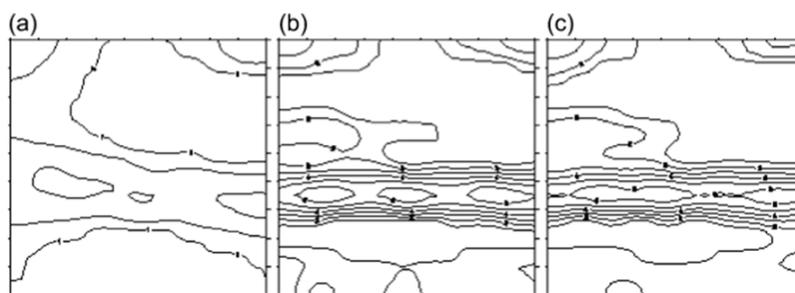


Figura 2.21: FDOC do aço 18Ni350 laminado a frio 80% e austenitizado a 820 °C (a); envelhecido a 480 °C por 3 horas (b); por 6 horas (c) (ABREU, H.F.G. *et al.*, 2004).

Sumarizando este tópico sobre textura em aços *maraging*, alguns pontos são destacados abaixo com potencial para favorecer a geração simultânea de alta resistência e anisotropia nos citados materiais, com conseqüente resistência biaxial elevada:

- Incluir na avaliação a realizar no presente trabalho condições de pelo menos 80% de deformação a frio após solubilização (martensita);
- Evitar a geração de austenita revertida durante o envelhecimento, pois reduz dureza e resistência, e ainda enfraquece as componentes de textura da fibra γ ;
- Testar temperaturas de precipitação entre 480 °C e 520 °C com e sem resfriamento sub-zero;
- Testar solubilização após laminação a frio e anterior ao tratamento de envelhecimento.

2.2 Análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A calorimetria exploratória diferencial é a mais poderosa, mais simples e mais usada técnica de análise térmica de materiais sólidos e líquidos nos dias atuais (BRITAIN, H.G.; BRUCE, R.D., 2006). A técnica em questão permite determinar

eventos/reações termicamente induzidos, inclusive em metais (SMALLMAN, R.E.; NGAN, A.H.W., 2007), tais como transformações de fase, recristalização, fusão/solidificação e precipitação de compostos intermetálicos.

Os equipamentos para análise via DSC empregam, em geral, o método de medição por fluxo térmico, no qual a amostra e uma referência são submetidas separadamente a um ciclo térmico previamente programado, sendo usual um aquecimento lento com taxa constante. A amostra e a referência são posicionadas em cadinhos (alumina, por exemplo) e aquecidas em unidades de calor individuais, nas quais podem ser usadas atmosferas controladas, como argônio, nitrogênio ou mesmo vácuo. Um exemplo de calorímetro exploratório diferencial é mostrado esquematicamente na Figura 2.22.

Normalmente, a referência consiste de um cadinho vazio, igual ao usado com a amostra a analisar. Amostras pequenas com poucas dezenas de miligramas são suficientes para a análise por DSC.

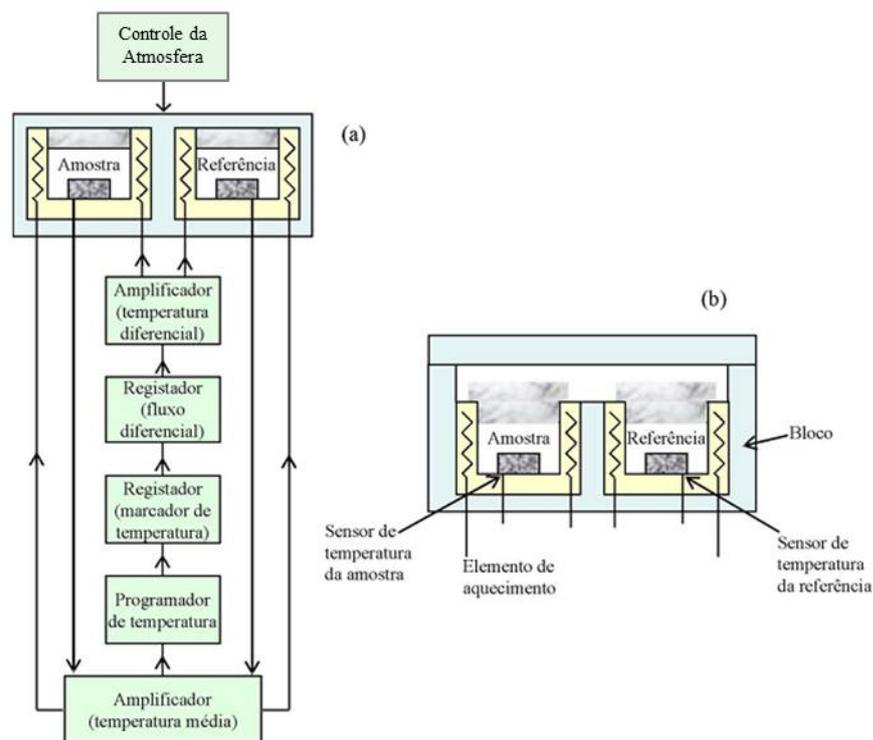


Figura 2.22: (a) Diagrama de blocos de um instrumento de DSC. (b) Elementos essenciais de uma célula de DSC (PAULA, A.S., 2006).

As potências fornecidas às duas unidades de aquecimento são ajustadas automática e continuamente, de modo a manter a amostra e a referência com temperaturas iguais. A diferença de energia fornecida para a amostra e para a referência, ou seja,

o fluxo de calor por unidade de massa (mW/mg) gerado por qualquer evento endotérmico ou exotérmico na amostra é registrado em gráfico, em função da evolução da temperatura ($^{\circ}\text{C}$) ao longo do ciclo térmico adotado. A área abaixo de um pico ou sobre um vale da curva obtida é proporcional ao calor absorvido ou liberado (ΔH , variação de entalpia) durante o evento térmico correspondente. Reações endotérmicas (ΔH positivos) geram picos na curva, enquanto que reações exotérmicas (ΔH negativos) correspondem aos vales da mesma. Os equipamentos de análise por DSC podem adotar diferentes padrões de curva, considerando uma reação exotérmica como pico ou como vale, sendo importante indicar o padrão usado no gráfico apresentado. Um exemplo de gráfico obtido através da análise térmica via DSC é mostrado na Figura 2.23, que apresenta curvas geradas com diferentes taxas de aquecimento de um aço *maraging* 250.

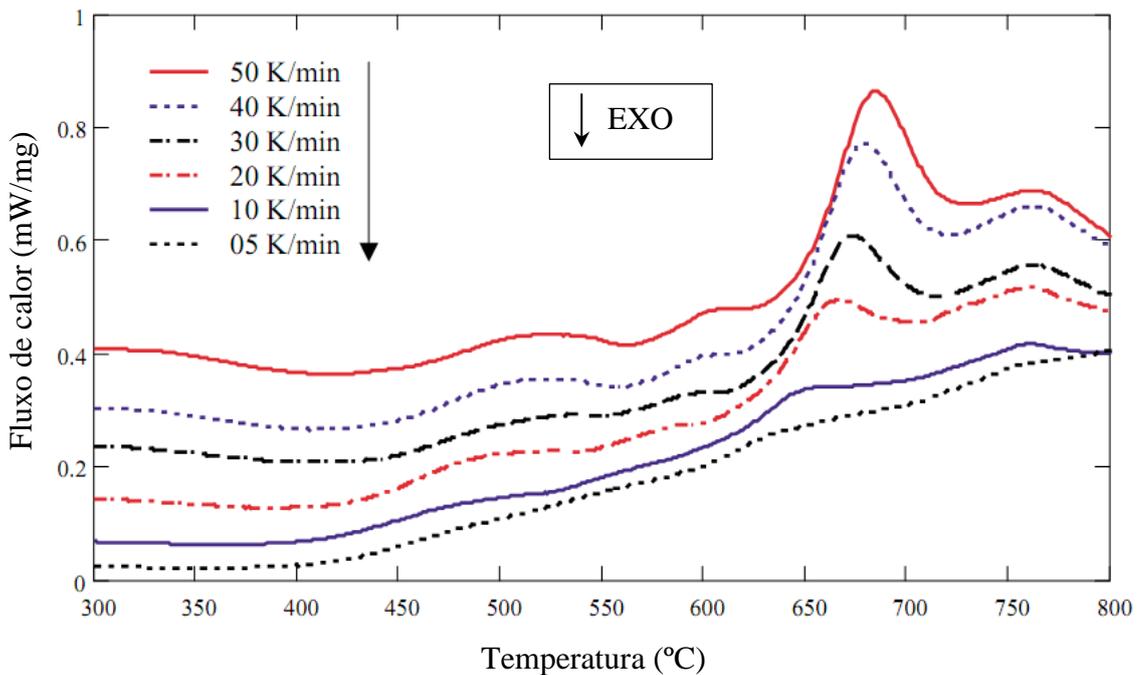


Figura 2.23: Análise térmica via DSC de um aço *maraging* 250. Adaptado de (GUO, Z. *et al.*, 2004).

As curvas presentes na Figura 2.23 indicam que maiores taxas de aquecimento deslocam ligeiramente para a direita (maiores temperaturas) os picos e vales relativos aos eventos que ocorrem ao longo do ciclo térmico empregado. Além disso, a amplitude de tais picos e vales também são maiores com crescentes taxas de

aquecimento, facilitando a identificação da ocorrência dos eventos e das temperaturas de início e fim dos mesmos.

Alguns equipamentos para análise por DSC englobam *softwares* com diversos recursos para o tratamento e análise dos resultados obtidos nos ensaios, incluindo a identificação das temperaturas de início, de pico e de fim dos eventos térmicos, assim como o cálculo das áreas dos picos e vales das curvas.

2.3 Avaliação da resistência mecânica biaxial

2.3.1 Introdução – Lugar geométrico de escoamento

O critério de Von Mises para o início da deformação plástica de um metal dúctil submetido a um estado de tensão plana ($\sigma_3=0$) considera que o material é completamente isotrópico, ou seja, ele apresenta as mesmas propriedades em todas as direções. Tal critério é representado pela Equação 2.8, que corresponde à equação de uma elipse, mostrada na Figura 2.24.

$$\sigma_1^2 + \sigma_2^2 - \sigma_1\sigma_2 = Y^2, \quad \text{Equação 2.8}$$

onde σ_1 e σ_2 são as tensões principais maior e menor no plano da chapa, e Y é o limite de escoamento do material em tração uniaxial (ensaio de tração).

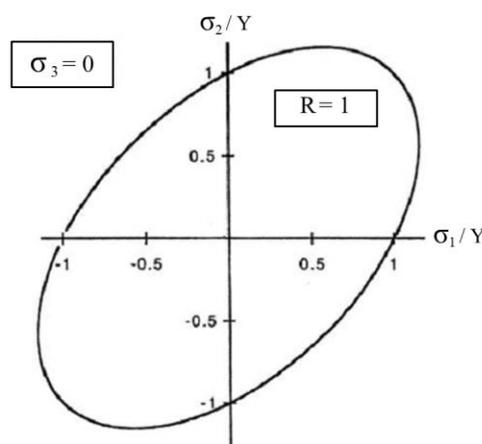


Figura 2.24: Lugar geométrico de escoamento para um metal dúctil isotrópico sujeito a estados de tensão plana (HOSFORD, W.F., 2010).

Quando o material apresenta algum grau de anisotropia, como no caso da sua resistência ao escoamento ser maior na direção da espessura do que no plano da chapa, a Equação 2.8 se apresenta alterada, incluindo a anisotropia plástica (R), conforme indicado na Equação 2.9. A citada condição é conhecida como isotropia planar com anisotropia normal. A Equação 2.9 também corresponde à equação de uma elipse, porém ela é mais alongada para valores de R superiores a 1, ou seja, mais alongada do que a elipse do material isotrópico (R=1). Essas elipses mais alongadas são mostradas na Figura 2.25, onde também são mostrados os pontos das elipses nos quais está presente a condição de deformação plana. Tal condição ocorre onde a normal à curva é uma horizontal, e resulta do chamado “Princípio da Normalidade” (HOSFORD, W.F., 2010).

$$\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + R(\sigma_1 - \sigma_2)^2 = (R + 1)Y^2, \quad \text{Equação 2.9}$$

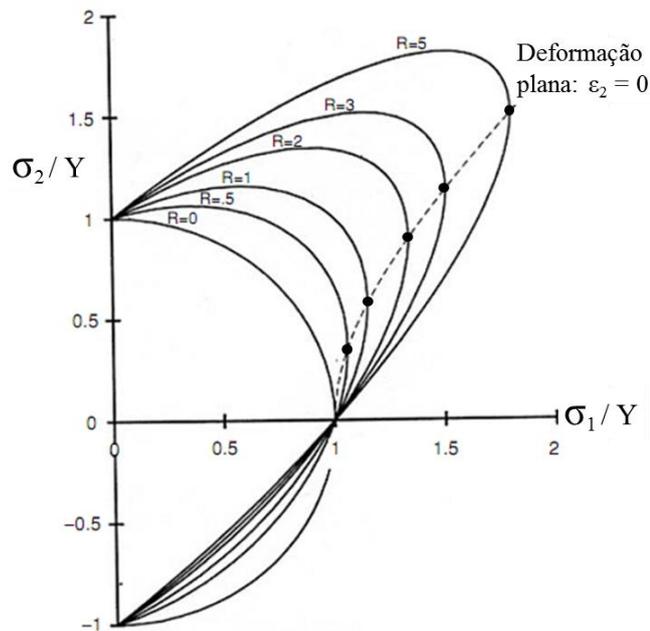


Figura 2.25: Lugar geométrico de escoamento para materiais com diferentes graus de anisotropia (HOSFORD, W.F., 2010).

A análise das elipses da Figura 2.25 indica que crescentes valores de R, decorrentes de maiores graus de anisotropia, proporcionam maior resistência do material para o início de deformação plástica, tanto na direção principal 1 como na direção principal 2. Ou seja, maiores valores de σ_1 e σ_2 para o início da deformação plástica. O ponto de intersecção das elipses com o eixo horizontal corresponde ao

limite de escoamento Y em estado uniaxial de tração, obtido facilmente através do ensaio de tração em corpo de prova com sua direção longitudinal coincidente com a direção 1. Já a abscissa (σ_1) do ponto da elipse que está sujeito ao estado de deformação plana pode ser medida através do ensaio de compressão plana (ensaio Ford), ou seja, é o limite de escoamento do material na forma de chapa testada pelo ensaio Ford. Caso seja conhecido o valor médio da anisotropia plástica no plano da chapa, ou seja, o valor do coeficiente de anisotropia normal \bar{R} , é possível determinar o valor da ordenada (σ_2) daquele mesmo ponto através da Equação 2.9. Resumindo, a resistência biaxial do material pode ser representada pelas tensões σ_1 e σ_2 necessárias para nele provocar deformação plástica. Vale destacar que as considerações feitas acima são válidas com a simplificação de que o material apresenta suas propriedades mecânicas aproximadamente uniformes no plano da chapa.

2.3.2 Ensaio de compressão plana em chapas (Ensaio Ford)

O ensaio de compressão plana, ou ensaio Ford, é considerado um dos métodos mais precisos para a determinação da curva tensão-deformação de chapas metálicas no estado plano de deformação, tipicamente presente no processo de laminação a frio (ROBERTS, W.L., 1978). O ensaio em questão foi sugerido por Nadai (1950), estudado por Orowan e aprimorado posteriormente por Ford (1963), sendo esquematicamente mostrado na Figura 2.26.

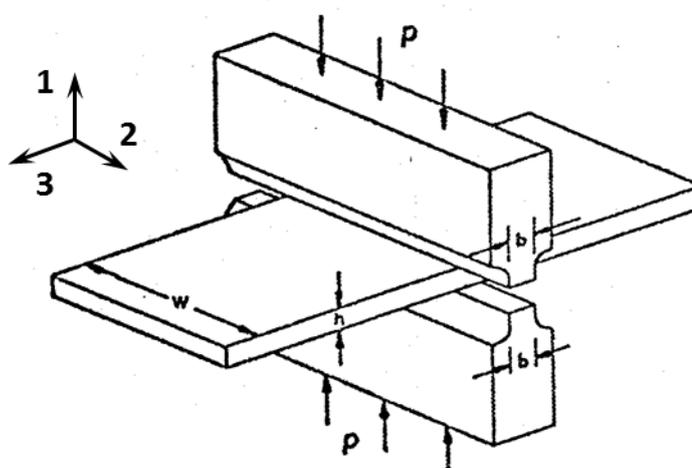


Figura 2.26: Desenho esquemático do ensaio de compressão plana (ROBERTS, W.L., 1978).

O ensaio em questão também pode ser útil para avaliar a resistência biaxial de chapas, uma vez que o estado de tensões nele reinante é mecanicamente equivalente a um estado biaxial de tensões, conforme citado na literatura técnica (BACKOFEN, W.A., 1972) e ilustrado na Figura 2.27. De fato, um estado biaxial de tensões pode ser obtido pela superposição de um estado hidrostático triaxial de tensões a um estado plano de deformações (ensaio Ford). Como o estado hidrostático tem as suas tensões principais iguais, a tensão efetiva de Von Mises é nula, logo ele não provoca qualquer deformação plástica no material, gerando apenas deformação volumétrica. Com isso, a tensão efetiva do estado plano de deformações é igual àquela do estado biaxial de tensões, portanto, os dois estados são mecanicamente equivalentes no que diz respeito à deformação plástica por eles gerada.

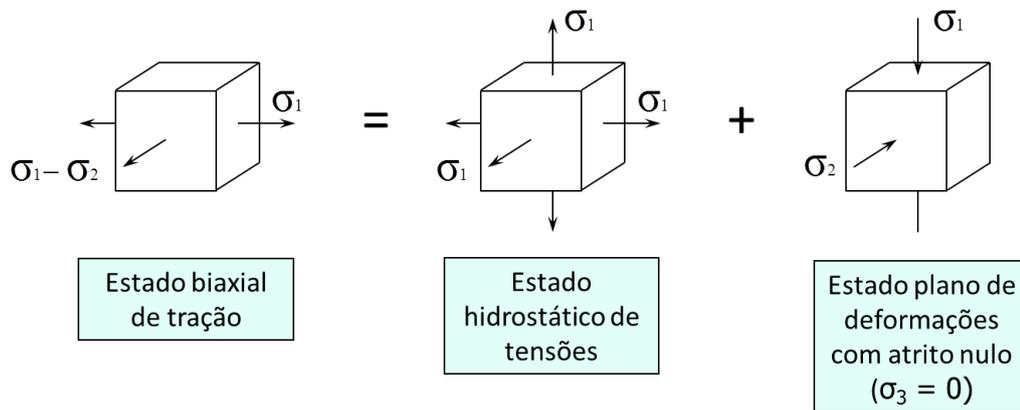


Figura 2.27: Estado biaxial de tração resultante da superposição de um estado hidrostático a um estado plano de deformações. Adaptado de (BACKOFEN, W.A., 1972).

As variáveis medidas e registradas ao longo do ensaio são a força aplicada (P) e a espessura instantânea da chapa (h) na região deformada entre os punções. Considerando que a chapa tem largura “ w ”, e o punção tem a dimensão “ b ”, a área de contato entre o punção e a chapa é dada por $w.b$, e a tensão verdadeira de compressão (σ_1) aplicada ao material é calculada pela Equação 2.10. Se a espessura inicial da chapa é representada por “ h_0 ”, então a deformação verdadeira instantânea na direção da espessura (ϵ_1) é dada pela Equação 2.11.

$$\sigma_1 = \frac{P}{wb} \quad \text{Equação 2.10}$$

$$\epsilon_1 = \ln \frac{h_0}{h} \quad \text{Equação 2.11}$$

Uma condição importante na realização do ensaio é que a interface entre a chapa e o punção apresente coeficiente de atrito o mais próximo de zero possível. Assim, as superfícies da chapa e do punção devem ser polidas, e a interface deve ser lubrificada eficientemente. É comum o uso de lubrificante a base de bissulfeto de molibdênio, graxa grafitada, ou ainda película de teflon. Garantindo essa condição de atrito praticamente nulo, é possível desprezar a tensão na direção longitudinal da chapa ($\sigma_3 = 0$), pois o material situado abaixo do punção pode expandir-se nesta direção sem qualquer restrição, quando aplicada a força de compressão P.

Por outro lado, o material da chapa fora da região de contato com o punção não permite que a região deformada abaixo do punção possa expandir na direção transversal (direção 2), resultando em alargamento praticamente nulo da chapa ($\epsilon_2 \approx 0$). Essa condição pode ser considerada válida quando a largura da chapa “w” é maior ou igual a 6 vezes a dimensão “b” do punção.

Outra condição que deve ser respeitada ao longo do ensaio é a manutenção da relação b/h entre 2 e 4, para que a tensão σ_3 medida represente de fato a resistência à deformação do material.

Considerando válidas as condições de atrito nulo ($\sigma_3 = 0$) e de alargamento nulo da chapa ($\epsilon_2 \approx 0$), a tensão principal σ_2 é aquela correspondente ao estado plano de deformações para um material isotrópico, ou seja:

$$\sigma_2 = \frac{\sigma_1}{2} \quad \text{Equação 2.12}$$

A tensão verdadeira (σ_1) e a deformação verdadeira (ϵ_1) medidas no ensaio podem ser relacionadas com a tensão efetiva e a deformação efetiva pelas Equação 2.13 e Equação 2.14.

$$\sigma_{ef} = \frac{\sqrt{3}}{2} \sigma_1 \quad \text{Equação 2.13}$$

$$\epsilon_{ef} = \frac{2}{\sqrt{3}} \epsilon_1 \quad \text{Equação 2.14}$$

No presente trabalho, a curva σ_1 em função de ε_1 será obtida com pequena deformação plástica, apenas o suficiente para determinar o limite de escoamento na direção 1.

2.4 Avaliação da anisotropia plástica

2.4.1 Ensaio de tração

O ensaio de tração pode ser realizado para a determinação da anisotropia plástica (R) do material, definida como a relação entre a deformação plástica verdadeira em alguma direção do plano da chapa (ε_w) e a deformação plástica verdadeira na direção da espessura da chapa (ε_t), o que pode ser visto na Equação 2.15. É comum adotar-se a direção da largura do corpo de prova como a direção representativa do plano da chapa de onde ele foi retirado. Outra convenção adotada pela norma ASTM para a determinação de R (ASTM E517, 2010) é considerar uma deformação de engenharia final de 10 a 20%, sendo usual considerar o valor de 18% para os ensaios realizados em aços para estampagem. No caso de aços de alta resistência, que normalmente apresentam baixa ductilidade, pode ser necessário convencionar um valor mais baixo para a deformação final a ser usada no cálculo da anisotropia plástica.

$$R = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t} = \frac{\ln(W_0/W_f)}{\ln(W_f \cdot L_f / W_0 \cdot L_0)}, \quad \text{Equação 2.15}$$

onde W_0 e W_f são as larguras inicial e final do corpo de prova, enquanto que L_0 e L_f são os comprimentos inicial e final da parte útil do corpo de prova, ao ser aplicada uma certa deformação padrão ao material.

A anisotropia plástica R assim medida representa apenas a direção do corpo de prova retirado da chapa. Para que seja avaliada uma anisotropia média que represente todas as direções do plano da chapa, é definido o parâmetro \bar{R} , conhecido como “coeficiente de anisotropia normal”. Tal parâmetro é calculado pela Equação 2.16 a partir das anisotropias plásticas dos corpos de prova tirados a 0° , 45° e 90° da direção de laminação da chapa, conforme indicado na Figura 2.28.

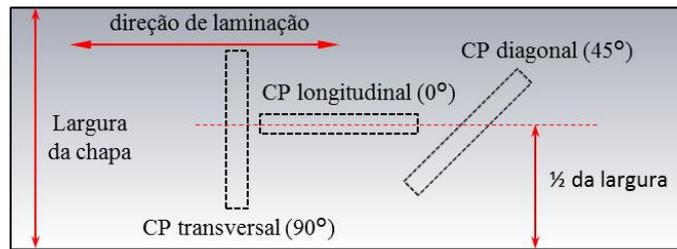


Figura 2.28: Indicação esquemática das posições dos corpos de prova para ensaios de tração destinados à determinação da anisotropia plástica.

$$\bar{R} = \frac{R_0 + 2 R_{45} + R_{90}}{4} , \quad \text{Equação 2.16}$$

onde R_0 , R_{45} e R_{90} correspondem às anisotropias plásticas dos corpos de prova longitudinal, diagonal e transversal, respectivamente.

Um material com $\bar{R} = 1$ deve apresentar deformações iguais na direção da espessura e na superfície da chapa, quando solicitado até o campo plástico. Ou seja, a sua resistência ao escoamento plástico é igual tanto na espessura como na superfície da chapa, sendo então classificado como “isotrópico”.

Materiais com $\bar{R} > 1$ são anisotrópicos, e apresentam maior deformação na superfície do que na espessura da chapa, isto é, a sua resistência ao escoamento plástico é menor nas direções do plano da chapa do que na direção da espessura. Tais materiais tem a capacidade de acomodar consideráveis deformações no plano da chapa sem que ocorra o afinamento da mesma, como é o caso dos aços IF de baixo limite de escoamento e ótimo desempenho em processos de conformação de chapas por estampagem. Por outro lado, materiais anisotrópicos com $\bar{R} > 1$ também apresentam maior resistência ao escoamento quando expostos a um estado biaxial de tensões do que se fossem isotrópicos, conforme já comentado no item 2.3.1.

2.4.2 O parâmetro B obtido via DRX

O trabalho desenvolvido por Santos (2015) aprimorou um método para avaliar a estampabilidade de aços, que utiliza a análise de textura cristalográfica via difração de raios X ao invés de ensaios mecânicos, como o ensaio de tração ou o ensaio Swift simulativo de conformação de chapas.

O citado método tomou por base o conceito do chamado parâmetro A, proposto por Kestens (2008), que relaciona a textura cristalográfica de aços para fins elétricos

com as suas propriedades magnéticas. No caso da aplicação do conceito para a avaliação de estampabilidade, foi definido o “Parâmetro B”, que é função da orientação dos cristais de uma chapa em relação à componente de textura considerada a melhor para estampagem dos aços, isto é, $\{111\}\langle uvw \rangle$. Um cristal do material com uma determinada orientação “g” apresenta o ângulo $B_\gamma(g)$, que é o ângulo mínimo entre a direção normal da chapa (DN) e uma direção $\langle 111 \rangle$ do cristal, conforme ilustrado na Figura 2.29.

Portanto, o parâmetro de textura B_γ é definido como sendo o valor da média ponderada de $B_\gamma(g)$ para as diferentes componentes de textura, considerando a fração de volume de cada componente. Se todos os cristais do material tivessem as orientações das componentes $\{111\}\langle uvw \rangle$, ou seja, das componentes pertencentes à fibra γ , o parâmetro B_γ seria zero. Detalhando o cálculo de B_γ , o seu valor pode ser expresso pela integral do produto de $B_\gamma(g)$ de cada componente de textura presente no material com a função distribuição de orientações cristalinas (FDOC ou $f(g)$), conforme mostrado na equação abaixo:

$$B_\gamma = \int f(g)B_\gamma(g)dg \quad \text{Equação 2.17}$$

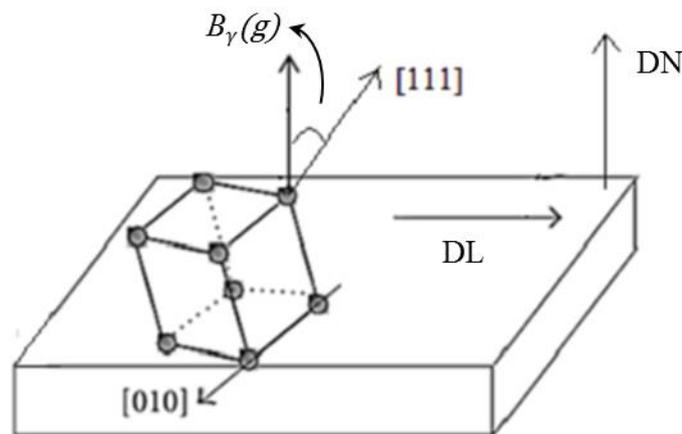


Figura 2.29: Definição do parâmetro B_γ de um cristal: ângulo mínimo entre o vetor da direção normal (DN) e uma direção $\langle 111 \rangle$ do cristal (SANTOS, I.C., 2015).

Tomando por base a definição descrita acima, pode-se deduzir que os valores de B_γ devem ficar compreendidos entre 0° e $54,7^\circ$. $B_\gamma = 0^\circ$ indica que todos os cristais do material analisado teriam a orientação das componentes $\{111\}\langle uvw \rangle$, e estariam alinhados com DN. Por outro lado, $B_\gamma = 54,7^\circ$ significa que todos os cristais

do material analisado teriam a orientação das componentes $\{hkl\}\langle 100\rangle$, e estariam alinhados com DN.

Em função do exposto acima, é possível concluir que baixos valores do ângulo B_γ (g) do material analisado proporcionam melhor estampabilidade, pois mais cristais estão orientados de forma que seus planos da família $\{111\}$ são paralelos ao plano da chapa. Santos (2015) encontrou boa correlação ($r^2 = 0,8425$) entre os valores do parâmetro B e os do coeficiente de anisotropia normal (\bar{R}), obtidos por ensaios de tração, para amostras de um aço IF laminado a frio e recozido sob diferentes condições de processamento. A equação determinada pelo citado autor é a mostrada na Equação 2.18.

$$\bar{R} = 12,053 - 0,7884 B$$

Equação
2.18

Outra característica do parâmetro B é que ele pode ser correlacionado com a intensidade da componente de textura chamada “fibra γ ” e, portanto, com a anisotropia normal do material. Maior intensidade da fibra γ , maior a resistência ao escoamento do material na direção da espessura, menor a sua deformação plástica nesta direção, maior a anisotropia plástica R, e menor o parâmetro B.

Concluindo o presente tópico, o parâmetro B é calculado através de um programa computacional, que trata os dados gerados na obtenção da FDOC através da análise de textura via difração de raios X, conforme descrito detalhadamente por Santos (2015).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Posicionamento do trabalho

O presente trabalho visou avaliar diferentes alternativas de tratamentos termomecânicos para otimizar a resistência mecânica biaxial de um aço *maraging* 350 através de textura cristalográfica desenvolvida no material. Tal otimização pode ser explorada na produção de tubos com menor espessura, para emprego em vasos de pressão, como no caso da produção de carcaça de míssil.

O processo de deformação plástica usado foi a laminação a frio, e os tratamentos térmicos foram o de solubilização, resfriamento até a temperatura ambiente e tratamento de envelhecimento. A caracterização das propriedades mecânicas foi realizada com base nos resultados dos ensaios de dureza, de tração e compressão plana. A textura cristalográfica foi avaliada por difração de raios X e a microestrutura foi caracterizada por análise micrográfica via microscopia óptica.

3.2 Material

O material analisado neste trabalho foi fornecido pela Villares Metals S.A., com nome comercial VART350, obtido pelo processo de fusão VIM + VAR + VAR (VIM = *vacuum induction melting*; VAR = *vacuum arc remelting*), laminado a quente, com posterior tratamento de solubilização a 810°C por 9 horas e resfriamento em óleo. A composição química do material é mostrada na Tabela 3.1, conforme informado pela empresa fornecedora.

Tabela 3.1: Composição química do material estudado.

Elemento (% em peso)								
C	Si	Mn	P	S	Co	Cr	Mo	Ni
0,003	0,04	0,02	<0,005	0,0012	11,98	0,05	5,02	18,15
Cu	Ti	Al	B	V	Nb	H	W	N
0,02	1,297	0,091	0,0007	0,020	<0,0010	<0,0002	<0,010	<0,0010

O material foi fornecido na forma de barra redonda com diâmetro de 140 mm e comprimento de 210 mm, o qual sofreu cortes longitudinais (perpendiculares à base) para gerar 3 placas com 10 mm de espessura. O material cortado ficou com a forma mostrada na Figura 3.1.

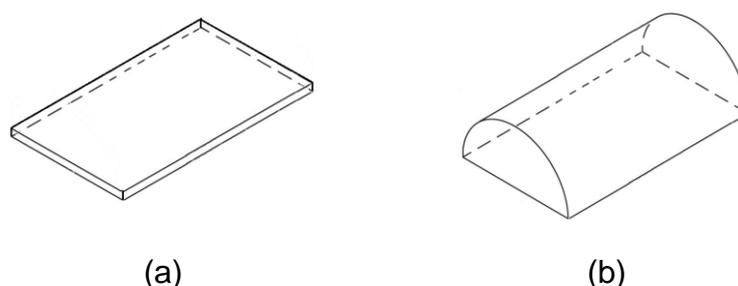


Figura 3.1: Condição geométrica das amostras recebidas da empresa Villares Metals S.A., após o corte do cilindro original: (a) 3 placas longitudinais e (b) 2 semicilindros.

As placas, como a mostrada na Figura 3.1, foram subdivididas em outras menores com 100 mm de comprimento e 40 mm de largura, com a mesma orientação da placa de origem, ou seja, com a dimensão maior correspondente ao eixo longitudinal do cilindro. Estas placas menores foram posteriormente usadas para gerar as amostras das análises de DSC, para os tratamentos térmicos e para laminação a frio, sendo também a origem das amostras para os ensaios de dureza, tração, compressão plana e difração de raios X.

3.3 Métodos experimentais

3.3.1 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A técnica de DSC foi usada para identificar as faixas de temperaturas das reações de precipitação ou de transformações de fase, que eventualmente possam ocorrer no aquecimento do material como recebido e no laminado a frio com diferentes quantidades de deformação acumulada. Desta forma, os experimentos em DSC permitiram definir as temperaturas adequadas para os tratamentos térmicos de solubilização e para os tratamentos de envelhecimento. As análises de DSC foram realizadas no equipamento DSC 404 F1 Pegasus, de marca NETZSCH, localizado nas dependências do IME, e mostrado na Figura 3.2.



Figura 3.2: Equipamento DSC 404 F1 Pegasus, de marca NETZSCH (NETZSCH, 2016).

As amostras para a citada análise foram cortadas com disco de diamante da marca AROTEC, de espessura 0,3 mm, no equipamento mostrado na Figura 3.3, com velocidade de 150 rpm e força de 150 gf. Estas amostras tinham a forma aproximada de cubo com aresta de 2 mm, volume de cerca de 8 mm³ e massa em torno de 60 mg, e foram em seguida decapadas em solução de ácido sulfúrico a 30% e temperatura de 80°C. O objetivo de tal decapagem foi eliminar o material próximo das faces cortadas, o qual apresenta deformação plástica decorrente do processo de corte. A massa inicial das amostras foi reduzida em cerca de 50%, de aproximadamente 60 mg para a faixa entre 20 e 30 mg, sendo esta faixa adequada para garantir precisão e confiabilidade nas medições feitas nas análises via DSC.



Figura 3.3: Equipamento Minitom, de marca Struers, usado no corte das amostras para análise em DSC (STRUERS, 2016).

3.3.2 Tratamento térmico de solubilização

Conceitualmente, um tratamento térmico de solubilização visa obter, após aquecimento e manutenção durante certo tempo na temperatura de tratamento, uma microestrutura monofásica com completa dissolução de segunda fase e manter essa microestrutura após resfriamento. Nos aços *maraging*, a austenita gerada na temperatura de tratamento é transformada para martensita com o resfriamento até a temperatura ambiente, o que caracteriza um tratamento de têmpera. Neste trabalho, porém, é usado o termo “solubilização”, pois a literatura sobre esses aços emprega essa mesma nomenclatura.

O tratamento térmico de solubilização foi usado também para padronizar a condição inicial do material, com resfriamento ao ar até a temperatura ambiente, de modo a gerar microestrutura totalmente martensítica.

Procurou-se adotar condições semelhantes às do tratamento padrão informado pelo fornecedor do material e às relatadas na literatura para o aço *maraging* 350, ou seja, aquecimento até 820 °C e manutenção por 1 hora. Estas condições foram escolhidas também em função dos resultados preliminares obtidos através das análises de DSC, que mostraram total austenitização a partir de 800 °C, sendo o aquecimento feito com taxa de 10 °C/min.

Os tratamentos foram realizados em um forno da marca Brasimet, aquecido por resistência elétrica e com controle digital da temperatura, mostrado na Figura 3.4. O forno possui ventoinha para a circulação forçada do ar na câmara, o que proporciona distribuição mais uniforme do ar no seu interior. Os tratamentos foram controlados através de termopar do tipo K (Cromel/Alumel) soldado na amostra e conectado ao aparelho *Spider 8* HBM com o software *Catman*. A temperatura de tratamento oscilou +/- 5 °C em torno da temperatura nominal especificada (820 °C).



Figura 3.4: Forno Mufla Microprocessado. Laboratório de Tratamentos Térmicos da Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda.

3.3.3 Laminação a frio piloto

As informações de literatura, já apresentados no item 2.1.6 sobre textura em aços *maraging*, influenciaram na definição de dois níveis de deformação a serem adotados no material experimental previamente solubilizado e resfriado até a temperatura ambiente: 80% e 90% de redução de espessura através de laminação a frio.

A laminação a frio foi realizada em um laminador piloto de marca FENN, trabalhando como “DUO”, cujo motor tem potência máxima de 14,9 HP, mostrado na Figura 3.5. Outros parâmetros relativos ao equipamento são descritos abaixo:

- Face dos cilindros 203,2 mm (8")
- Diâmetro dos cilindros 133,4 mm (5 ¼ ")
- Velocidade dos cilindros 20 r.p.m. (8,38 m/min)



Figura 3.5: Laminador FENN MFG. Co., modelo: K-7463: 1973. Laboratório de Laminação e Tratamentos Térmicos do Centro de Pesquisas da CSN.

Os esboços com espessura inicial de 10 mm geraram chapas após laminação a frio com espessuras nominais de 2,00 mm (80% de redução) ou 1,00 mm (90% de redução), sendo recortadas como indicado na Figura 3.6, para a geração das amostras a serem tratadas termicamente e/ou caracterizadas por dureza, tração, compressão plana e DRX.

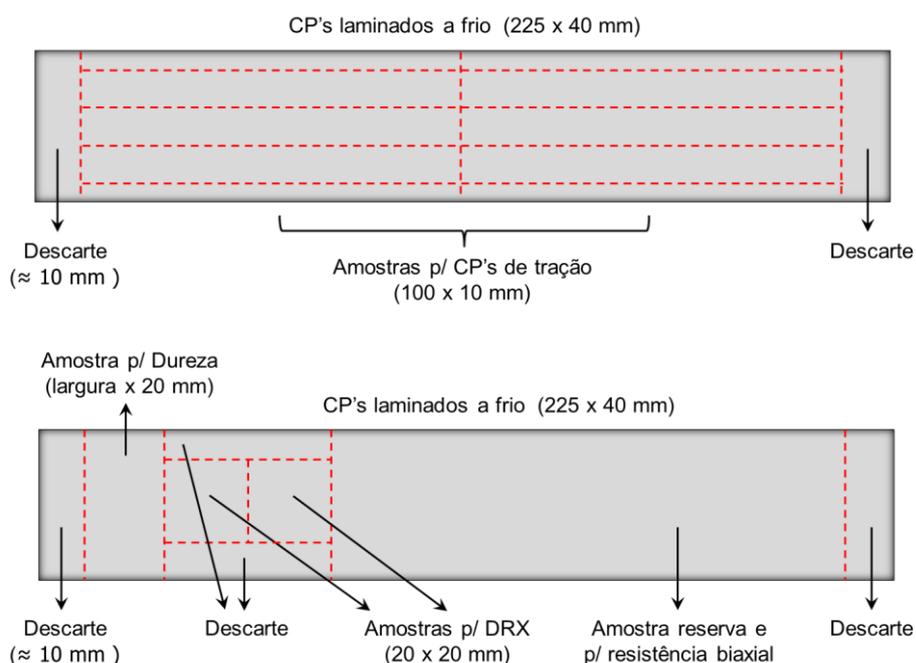


Figura 3.6: Plano de corte das chapas laminadas a frio.

3.3.4 Tratamento térmico de envelhecimento

Os tratamentos de envelhecimento foram realizados em 3 temperaturas: 480 °C, 500 °C e 520 °C, sendo usado o mesmo forno mostrado na Figura 3.4. Os tempos de exposição às citadas temperaturas foram obtidos a partir dos dados de Viswanathan e coautores (1993), para um aço com composição química similar a do presente trabalho. Os tempos foram definidos de modo a maximizar as propriedades mecânicas do material, tomando como referência a propriedade “dureza”, sendo apresentados na Tabela 3.2. As amostras tratadas a 520 °C sofreram duas condições de resfriamento: ao ar e em nitrogênio líquido.

Tabela 3.2: Tratamentos de envelhecimento adotados no aço *maraging* 350.

Temperatura de envelhecimento (°C)	Tempo para dureza máxima
480	5 horas
500	2 horas e 30 minutos
520	1 hora e 20 minutos

3.3.5 Caracterização

3.3.5.1 Ensaio de dureza

Ensaio de dureza Vickers foram realizados no material experimental como recebido e após cada etapa dos tratamentos térmicos e mecânicos utilizados no presente trabalho. Cada amostra foi caracterizada pela média de 10 medidas, realizadas conforme as instruções da norma ASTM E384 – 11. Foi adotada a carga de 100 kgf, aplicada durante 15 segundos, sendo usado o penetrador padrão da dureza Vickers, ou seja, a pirâmide de diamante com base quadrada e ângulo de 136° entre as faces opostas. A superfície de cada amostra, com dimensões 20 mm por 20 mm, foi lixada sequencialmente até a lixa P800, sendo feitas as medidas ao longo dos 400 mm². Foram calculados os valores médios das 10 medidas, assim como os limites inferior e superior do intervalo de confiança para um nível de 95%. Os valores médios de dureza Vickers obtidos nas diversas amostras foram também convertidos para a escala Rockwell C, segundo a norma ASTM E140-02 para

facilitar a comparação com resultados apresentados na literatura na citada escala. A máquina de dureza utilizada nos ensaios foi um equipamento de bancada da marca Heckert, disponível no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda.

3.3.5.2 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado para determinar as propriedades mecânicas normalmente obtidas pelo mesmo, ou seja, o limite de escoamento (LE), o limite de resistência (LR) e a deformação total até a fratura (e_{total}). Além delas, o ensaio de tração também foi usado para determinar a anisotropia plástica (R) dos corpos de prova na direção longitudinal da chapa (R_0), conforme indicado anteriormente na Figura 2.28. Foram realizados 3 ensaios para cada condição experimental adotada, de modo a garantir valores médios representativos e confiáveis.

Os corpos de prova adotados foram do tipo “reduzido” (*subsize*), previsto pela Norma ASTM E8/E8M (2013), cujo desenho e dimensões podem ser vistos na Figura 3.7 e na Tabela 3.3. Vale destacar que os corpos de prova normalmente usados para determinação da anisotropia plástica são os indicados pela norma ASTM E517, de maiores dimensões do que os da ASTM E8/E8M (2013). Porém, em função das limitações de tamanho das amostras laminadas do material experimental, optou-se pelos corpos de prova com as dimensões detalhadas na Tabela 3.3, os quais foram produzidos por usinagem em equipamento com controle numérico computadorizado (CNC) na Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda.

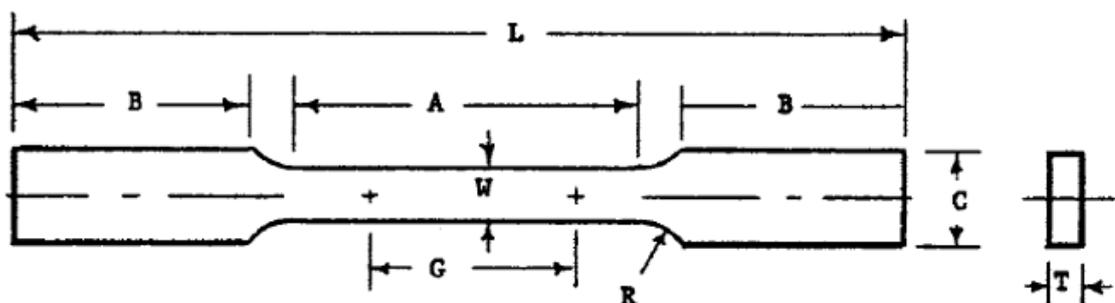


Figura 3.7: Desenho esquemático dos corpos de prova para ensaios de tração (ASTM E8/E8M, 2013).

Tabela 3.3: Dimensões dos corpos de prova do tipo “reduzido” para ensaios de tração (ASTM E8/E8M, 2013).

Região	Dimensões (mm)
G – comprimento da parte útil (base de medida)	$25,0 \pm 0,1$
W – largura	$6 \pm 0,1$
T – espessura	espessura do material
R – raio da zona de concordância (mínimo)	6
L – comprimento total	100
A – comprimento da região paralela (mínimo)	32
B – comprimento da região da garra ou cabeça (mínimo)	30
C – largura da região da garra (aproximada)	10

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Centro de Pesquisas da CSN, utilizando máquina de tração de marca INSTRON, modelo 5585H, mostrada na Figura 3.8. A citada máquina estava equipada com célula de carga de 100 KN, extensômetro óptico INSTRON AVE (*Advanced Video Extensometer*), e *software* INSTRON Bluehill para controle e tratamento dos dados dos ensaios. Um corpo de prova fixado nas garras da máquina e iluminado com o extensômetro óptico é mostrado em detalhe na Figura 3.9.



Figura 3.8: Aspecto geral da máquina de tração INSTRON usada nos ensaios.



Figura 3.9: Detalhe de um corpo de prova de tração pronto para ser ensaiado.

3.3.5.3 Ensaio de compressão plana

Para o ensaio de compressão plana foi utilizado um dispositivo para o posicionamento da amostra a ensaiar e dos punções mostrados esquematicamente na Figura 2.26. O dispositivo em questão foi projetado pelo autor e construído no Centro de Pesquisas da Companhia Siderúrgica Nacional, que gentilmente o cedeu por empréstimo para a realização dos ensaios de compressão plana aqui descritos. Vale destacar que os punções foram confeccionados com o aço ferramenta para trabalho a frio com especificação AISI D2, temperado e revenido, com dureza final de 59 Rockwell C. Estão disponíveis cinco pares de punções, todos com largura de 50 mm e dimensão “b” de 1,20 mm, 2,50 mm, 4,10 mm, 5,50 mm e 7,50 mm, respectivamente. A utilização do dispositivo foi feita em conjunto com uma máquina universal de ensaios no modo compressão da marca EMIC, com célula de carga de 600 KN, no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Escola de Engenharia da UFF, em Volta Redonda. Uma vista geral do dispositivo posicionado na máquina de compressão é apresentada na Figura 3.10, assim como detalhes do dispositivo com uma amostra sendo comprimida entre os punções.



(a)



(b)

Figura 3.10: Fotografias do dispositivo para ensaios de compressão plana. (a) vista geral do dispositivo posicionado na máquina de compressão, (b) detalhe de uma amostra sendo comprimida pelos punções.

O ensaio foi usado para determinar o limite de escoamento na direção da espessura (direção 1 na Figura 2.26), ou seja, a tensão que promova um certo valor mensurável de deformação plástica na chapa ensaiada. Tais valores foram determinados para algumas condições de processo/tratamento empregados no presente trabalho, ou seja, no material como laminado a frio, assim como no laminado a frio e posteriormente solubilizado. Já os materiais após tratamento de precipitação atingiram durezas superiores às dos punções, impossibilitando o ensaio de compressão nos mesmos.

Os ensaios foram realizados com velocidade de 0,5 mm/min, e as amostras na forma de chapas laminadas foram revestidas com fita de Teflon[®] na região deformada em compressão pelos punções para a lubrificar a interface punção/chapa. Vale informar que foram testados também outros lubrificantes, como a graxa grafitada e a graxa com bissulfeto de molibdênio, mas o melhor desempenho foi conseguido com a fita de Teflon[®].

3.3.5.4 Difração de raios X

As análises de textura cristalográfica e determinação de difratograma foram realizadas no laboratório de Difração de Raios X do IME. Foram analisadas amostras com dimensões 20 x 20 mm do material experimental nas diferentes condições: como recebido, após solubilização, após laminação a frio, após segunda

solubilização e após tratamento térmico de envelhecimento. As análises foram feitas a meia espessura, sendo assim necessário o seu desbaste. As amostras passaram por lixamento superficial obedecendo a seguinte sequência de lixas P: 80, 120, 220, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500 e 2000. O acabamento superficial assim obtido foi considerado adequado para as citadas análises, dispensando posterior polimento mecânico ou químico.

As análises por Difração de Raios X foram feitas no equipamento modelo X'Pert PRO MRD fornecido pela empresa PANalytical, mostrado na Figura 3.11. Esse equipamento permite movimentar o porta-amostras nos eixos x, y e z, além dos ângulos psi, theta e phi (notação Roe), em função dos recursos do seu goniômetro modelo PW3050/60 (Theta/2Theta). A geração de raios X foi realizada com anodo de cobalto, e com filtro de ferro.



Figura 3.11: Difratorômetro de Raios-X X'PERT PRO MRD, PANalytical. Laboratório de Difração de Raios X do IME.

Inicialmente, foram identificados os ângulos dos planos de difração das fases presentes nas amostras, os quais seguem a lei de Bragg, utilizando a técnica *Absolute Scan*. Tal determinação de difratogramas empregou a configuração foco linha, tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 40 mA, faixa angular de 40 até 135°, tamanho do passo de 0,060°, tempo por passo de 400 s. O objetivo foi verificar se a martensita CCC seria a única fase presente na microestrutura das amostras, ou se também poderia conter alguma austenita retida ou revertida durante os tratamentos de envelhecimento.

As análises da textura cristalográfica empregaram a configuração foco ponto, tensão e corrente do equipamento de 40 kV e 40 mA, assim como o filtro de ferro para o anodo de cobalto. Dessa forma, foram determinadas as Figuras de polo dos planos (110), (200) e (211). A análise de textura com base nestes três planos cristalográficos é suficiente para a determinação da FDOC da amostra.

As Figuras de polo dos citados planos cristalográficos foram obtidas pelo software X'Pert Data Collector, integrante do equipamento, e posteriormente corrigidas pelo software popLA. Tais Figuras de polo foram em seguida tratadas pelos softwares popLA e Philconv, gerando então a função de distribuição de orientações cristalinas (FDOC).

A identificação das componentes de textura presentes nas FDOC foi feita com o auxílio dos ábacos mostrados na Figura 3.12, os quais seguem a convenção de Bunge (1982) para os ângulos do espaço de Euler.

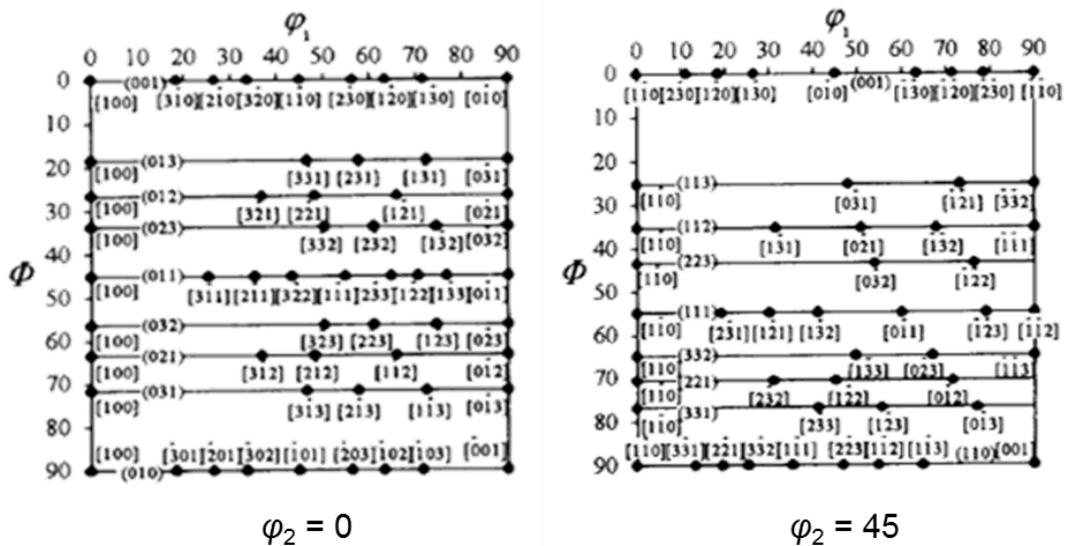


Figura 3.12: Ábacos do Espaço de Euler segundo Bunge (1982).

3.3.5.5 Análise micrográfica

O procedimento adotado na preparação das amostras para a análise micrográfica iniciou com o corte das mesmas na secção longitudinal e o seu embutimento em resina fenólica de alta dureza a 180 °C, de forma a evitar abaulamento e riscos na borda da superfície a ser analisada. A sequência de lixamento superficial adotada foi com as lixas P: 100, 180, 320, 400 e 600,

alternando a direção de preparação em 90° entre lixamentos. O polimento manual foi realizado com feltro e pastas de diamante de 6 µm e 1 µm. O ataque metalográfico foi feito com imersão total das amostras em reagente Villela.

A caracterização microestrutural foi realizada em microscópio óptico de marca Zeiss, modelo Observer Z1m, com o auxílio do software AxioCam MR3, conforme mostrado na Figura 3.13. Os tamanhos de grão austenítico foram determinados conforme a norma ASTM E112 pelo método de comparação com padrões visuais.

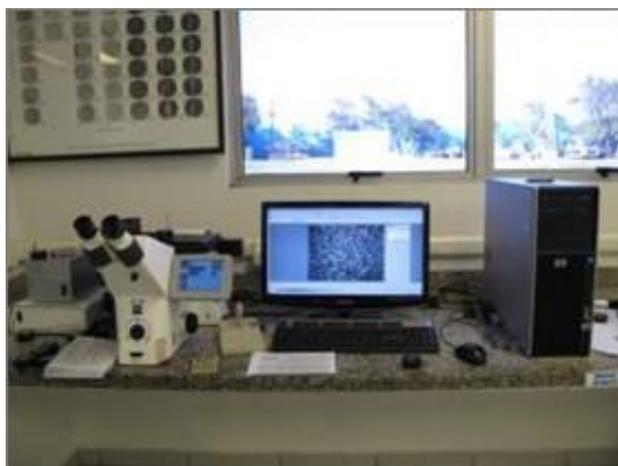


Figura 3.13: Microscópio óptico da Villares Metals usado nas análises micrográficas.

3.3.5.6 Quadro resumo experimental

Um quadro que resume as diversas atividades planejadas é visto na Figura 3.14. Inicialmente, as análises via DSC possibilitaram a definição das temperaturas para os tratamentos de solubilização e de envelhecimento. A primeira solubilização foi seguida dos processos de laminação a frio com duas diferentes reduções de espessura (80 e 90%). As amostras laminadas sofreram a seguir os 3 diferentes tratamentos de envelhecimento, sendo ao final resfriadas ao ar. Parte das amostras envelhecidas a 520 °C foram resfriadas ao ar, e parte foi resfriada em nitrogênio líquido. Dois lotes de amostras laminadas (80 e 90%) passaram por um segundo tratamento de solubilização antes de serem envelhecidas a 480 °C por 5 horas. Em cada etapa de tratamentos térmicos ou mecânicos (laminação a frio), procurou-se caracterizar as amostras do material através de ensaios de dureza, tração, difração de Raios-X e análise micrográfica. Os ensaios de compressão plana somente foram

feitos nas amostras sem envelhecimento, cujas durezas foram inferiores à dureza dos punções.

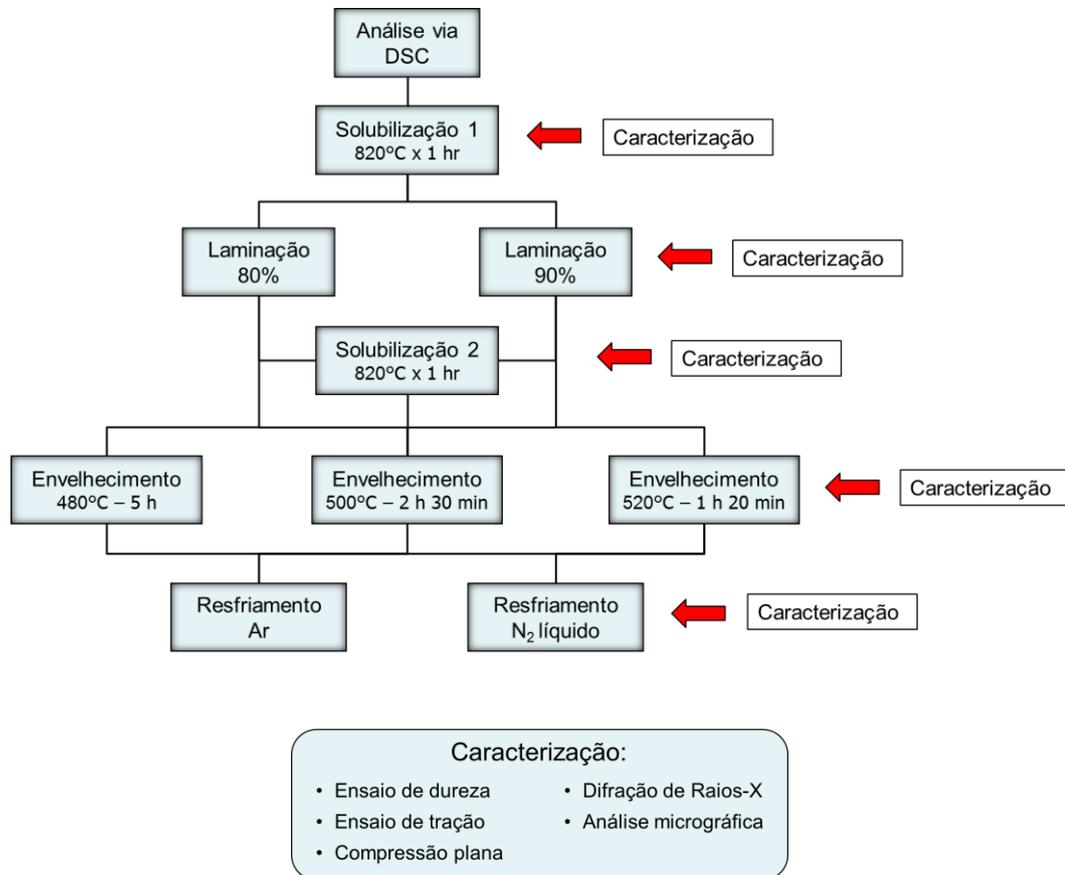


Figura 3.14: Quadro resumo experimental, indicando as atividades planejadas.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na fase preliminar do trabalho, procurou-se realizar uma avaliação do material em estudo, aço *maraging* 350, que permitisse definir, com segurança, as variáveis para os posteriores tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento. O material como recebido foi analisado por DSC, ou seja, partes de uma barra redonda com 140 mm de diâmetro, laminada a quente e solubilizada a 810 °C por 9 horas. Também foram analisadas por DSC amostras do material solubilizado a 950 °C por 1,5 horas, resfriado em água até a temperatura ambiente e posteriormente laminado a frio com 60%, 75% e 90% de redução de espessura.

4.1 Calorimetria exploratória diferencial

As amostras foram preparadas conforme descrito no item 3.3.1. O ciclo térmico adotado constou de aquecimento entre 50 °C e 1000 °C com taxa de 10 °C/min, com as amostras posicionadas em cadinhos de alumina e atmosfera protetora de nitrogênio. A referência usada nas análises foi um cadinho vazio. As curvas obtidas com as diferentes amostras analisadas, que foram padronizadas com fluxo térmico zero no início e no fim, são mostradas a seguir.

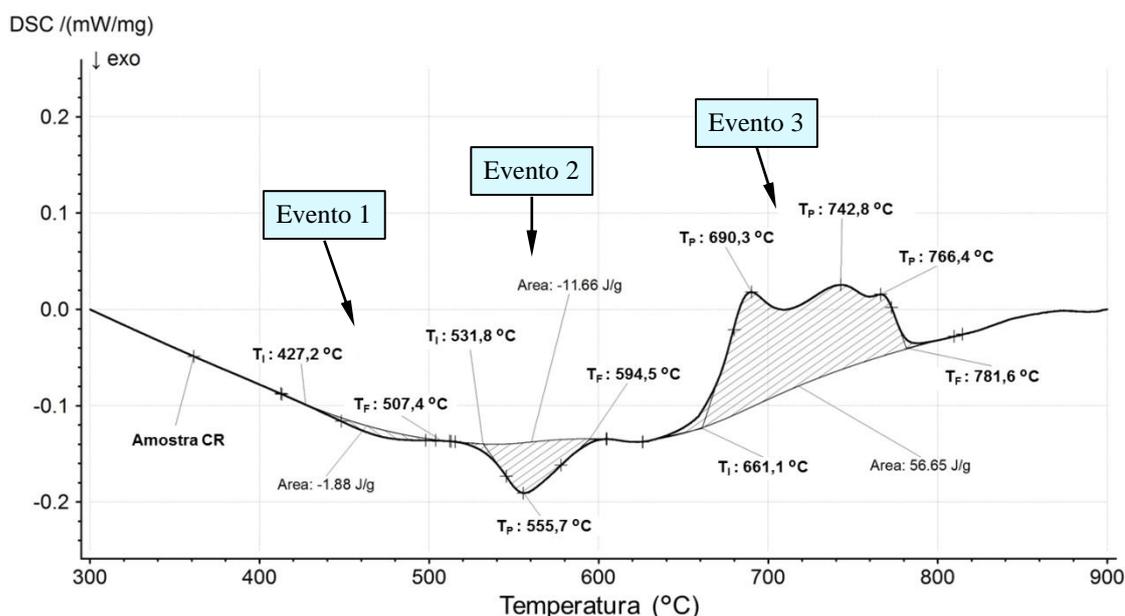


Figura 4.1: Curva obtida via análise de DSC da amostra como recebida (código CR).

Na Figura 4.1 é mostrada a curva obtida para a amostra do material como recebido, onde podem ser vistos dois eventos exotérmicos nas temperaturas mais baixas (inferiores a 600 °C), sendo o primeiro mais suave (menor área entre a curva e a linha base) e o segundo mais pronunciado. Entre 600 °C e 800 °C ocorreu um forte evento endotérmico, englobando três picos sobrepostos nessa faixa de temperaturas. As temperaturas de início e fim dos eventos, assim como as temperaturas de pico dos mesmos, estão listadas na Tabela 4.1.

As curvas geradas nas análises das demais amostras, solubilizadas a 950 °C, resfriadas em água até a temperatura ambiente e laminadas a frio, são vistas nas Figuras 4.2, 4.3 e 4.4. Os aspectos apresentados por tais curvas são semelhantes ao da curva do material como recebido, revelando os mesmos eventos observados na Figura 4.1. Foi verificada pequena e gradual redução de área do segundo evento exotérmico, para as amostras com crescentes reduções a frio. Outro ponto a destacar é que o evento endotérmico do material como recebido apresentou três picos sobrepostos, enquanto que as amostras laminadas a frio só apresentaram dois picos no evento em questão. Além disso, o segundo pico do evento endotérmico da amostra com 90% de redução a frio foi mais alto do que o pico vizinho, quando comparados aos das amostras com 60% e 75% de redução a frio.

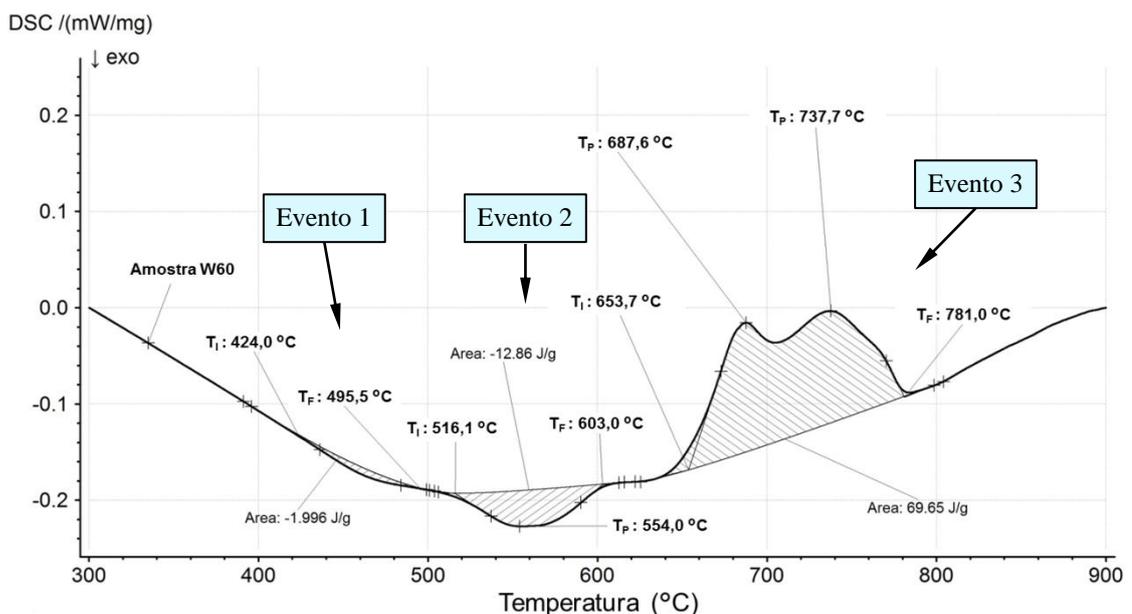


Figura 4.2: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 60% por laminação a frio (código W60).

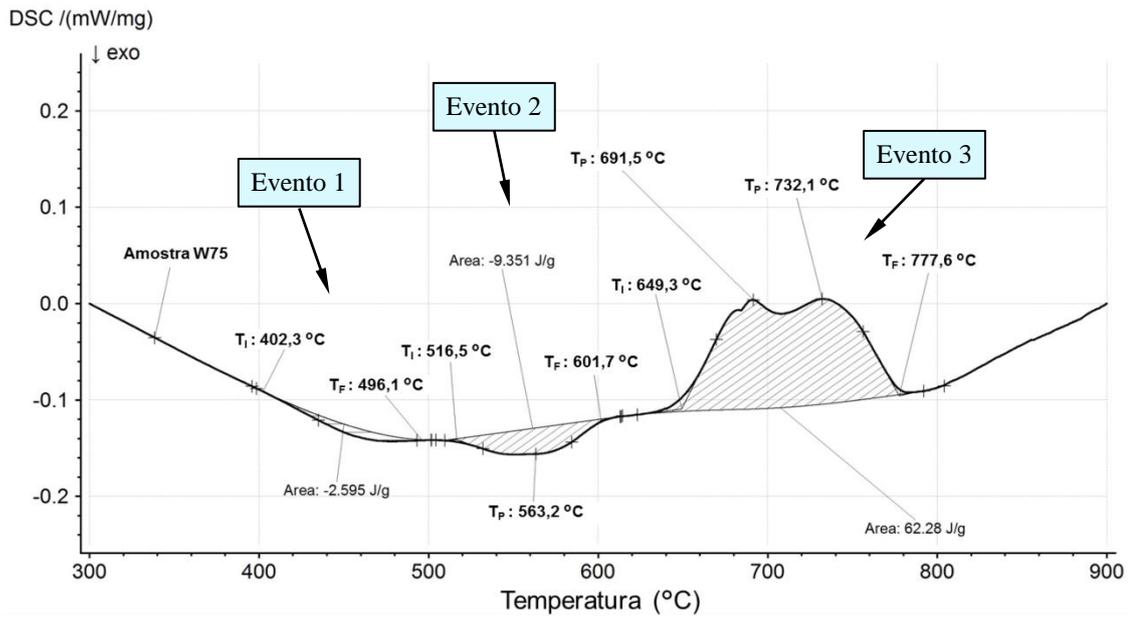


Figura 4.3: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 75% por laminação a frio (código W75).

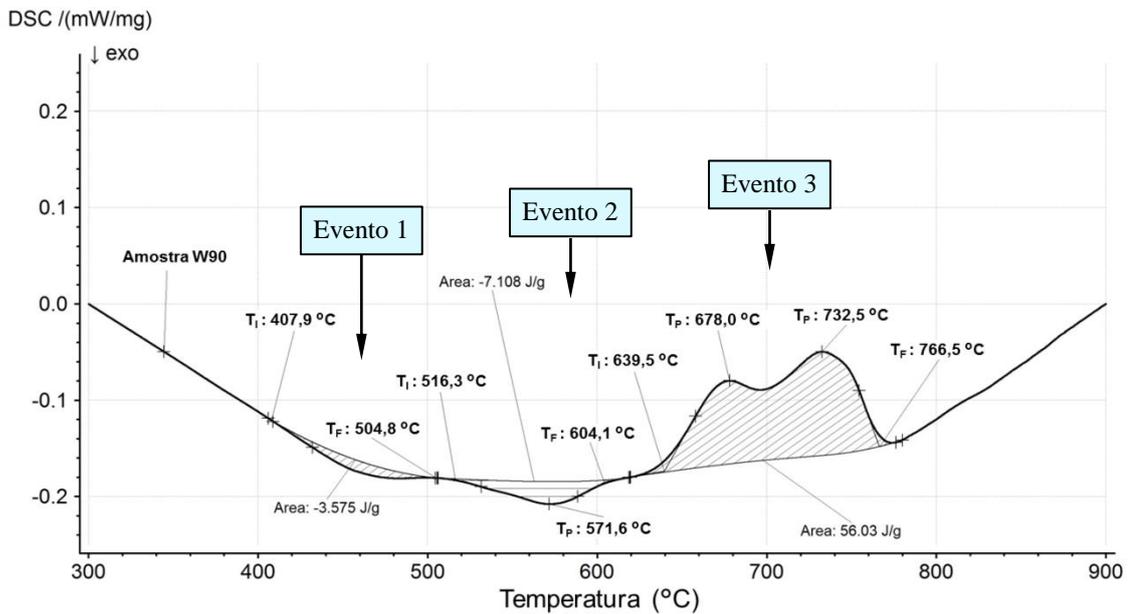


Figura 4.4: Curva obtida via análise de DSC da amostra solubilizada a 950 °C por 1,5 horas, resfriada em água e deformada 90% por laminação a frio (código W90).

Tabela 4.1: Temperaturas (°C) de início (T_I), de pico (T_P) e de fim (T_F) dos eventos observados nas curvas de DSC das amostras analisadas no presente trabalho.

Amostra	Evento 1		Evento 2			Evento 3				
	T_I	T_F	T_I	T_P	T_F	T_I	T_P	T_P	T_P	T_F
CR	427	507	532	556	595	661	690	743	766	782
W60	424	496	516	554	603	654	688	738	-	781
W75	402	496	517	563	602	649	692	732	-	778
W90	408	505	516	572	604	640	678	733	-	767

Os resultados obtidos nas análises via DSC do aço *maraging* 350 estudado no presente trabalho são compatíveis e semelhantes aos apresentados por Guo e coautores (2004), referentes a um aço *maraging* 250 com cobalto. As curvas de DSC obtidas pelo citado trabalho são mostradas na Figura 2.23, e são novamente consideradas na Figura 4.5 para facilitar a discussão dos resultados. As curvas brutas, obtidas com diferentes taxas de aquecimento, estão sobrepostas na Figura 4.5.

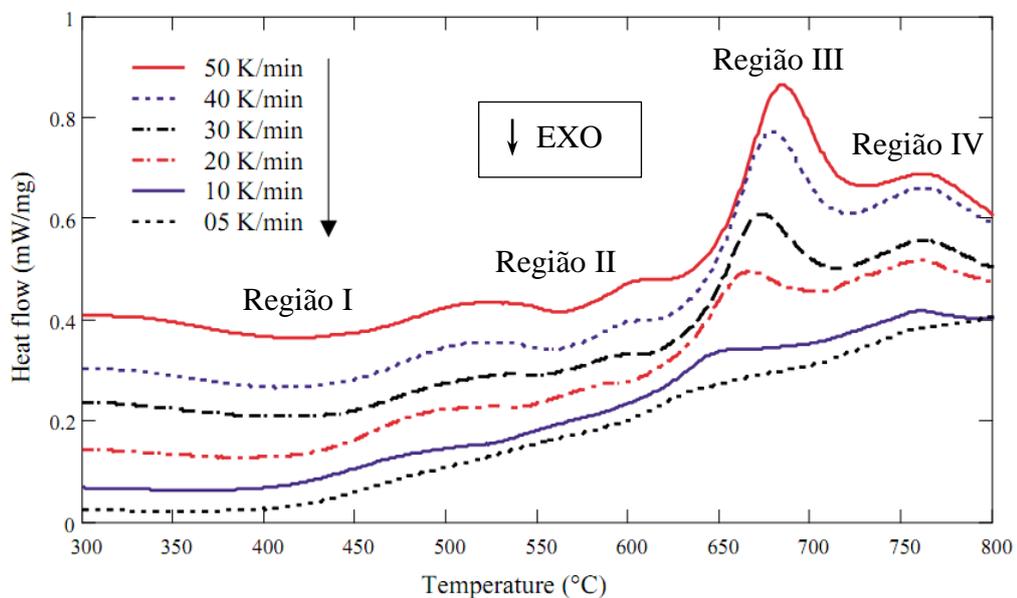


Figura 4.5: Análise via DSC de um aço *maraging* 250 (GUO, Z. *et al.*, 2004).

Um resumo da interpretação dos eventos observados nas diferentes regiões da Figura 4.5 é apresentado na Tabela 4.2.

O Evento 1 do presente trabalho, presente nas Figuras 4.1 a 4.4, se assemelha com a Região I citada por Guo e coautores (2004), mostrado na Figura 4.5. O Evento 1 é a indicação do início da formação de zonas de precipitação coerentes, provavelmente de Ni₃Ti, já que tais precipitados são formados em pouco tempo, em função da rápida difusão dos átomos de titânio. Outras hipóteses menos prováveis para a Região I é que ela poderia ser causada pela recuperação da martensita ou ainda pela formação de carbonetos. De qualquer forma, o Evento 1 tem efeito limitado no endurecimento do material.

O Evento 2 corresponde à Região II descrita na Tabela 4.2, representando o principal processo de formação dos precipitados intermetálicos de maior relevância no endurecimento do material. Tal explicação é um consenso entre diversos autores, incluindo Viswanathan e coautores (1993).

O primeiro pico do Evento 3 observado neste trabalho é semelhante ao da Região III da Figura 4.5, cuja explicação mais provável é que represente a reversão de martensita para austenita através de um mecanismo controlado por difusão. Essa hipótese é reforçada pelo pequeno aumento das temperaturas dos picos da Região III para crescentes taxas de aquecimento. Também é considerado que essa austenita se forme nas regiões de segregação de níquel, e poderia gerar austenita retida após resfriamento até a temperatura ambiente.

Tabela 4.2: Interpretação dos resultados da curva de DSC de um aço *maraging* 18Ni250 com cobalto, aquecido a taxa de 50 K/min. Adaptado de (GUO, Z. *et al.*, 2004).

Região	Tipo de evento DSC	Intervalo de temperatura (°C)	Possíveis transformações
I	Exotérmico	310-510	- Recuperação da martensita - Formação de carbonetos (menor dureza) - Formação de zonas de precipitação coerentes
II	Exotérmico	535-603	- Formação dos principais precipitados endurecedores
III	Endotérmico	635-730	- Reversão de martensita para austenita - Reversão de martensita para austenita por difusão, que ficará retida após resfriamento
IV	Endotérmico	730-800	- Reversão de martensita para austenita por cisalhamento - Dissolução de precipitados ou recristalização

A causa mais provável para o segundo pico sobreposto do Evento 3 é a reversão de martensita para austenita através de um mecanismo de cisalhamento, ou ainda a nova dissolução dos precipitados formados anteriormente. Também é citada como provável causa a recristalização da austenita. Uma dessas duas últimas explicações poderia ser a causa da ocorrência do terceiro pico sobreposto do Evento 3, apresentado na curva do material como recebido (Figura 4.1).

Portanto, a ocorrência de dois picos sobrepostos durante o Evento 3 confirmam o que já tinha sido abordado no item 2.1.4.3 sobre a reversão da martensita para austenita no aço *maraging*. Ou seja, a transformação da martensita para a austenita durante o aquecimento acima da temperatura A_i tem a tendência de ocorrer em duas etapas, especialmente para baixas taxas de aquecimento. Esse comportamento tem sido relatado por diversos autores, com a transformação ocorrendo por mecanismos de difusão ou por cisalhamento, que podem, inclusive, operar simultaneamente.

Os resultados obtidos por Carvalho (2016) também confirmam os comentários feitos anteriormente, como mostrado na Figura 4.6. Análises realizadas via DSC com diferentes taxas de aquecimento em aço *maraging* 350 indicaram duas etapas de formação de precipitados, assim como a reversão da martensita para austenita em duas etapas, para a taxa de aquecimento usada na presente tese (10 °C/min).

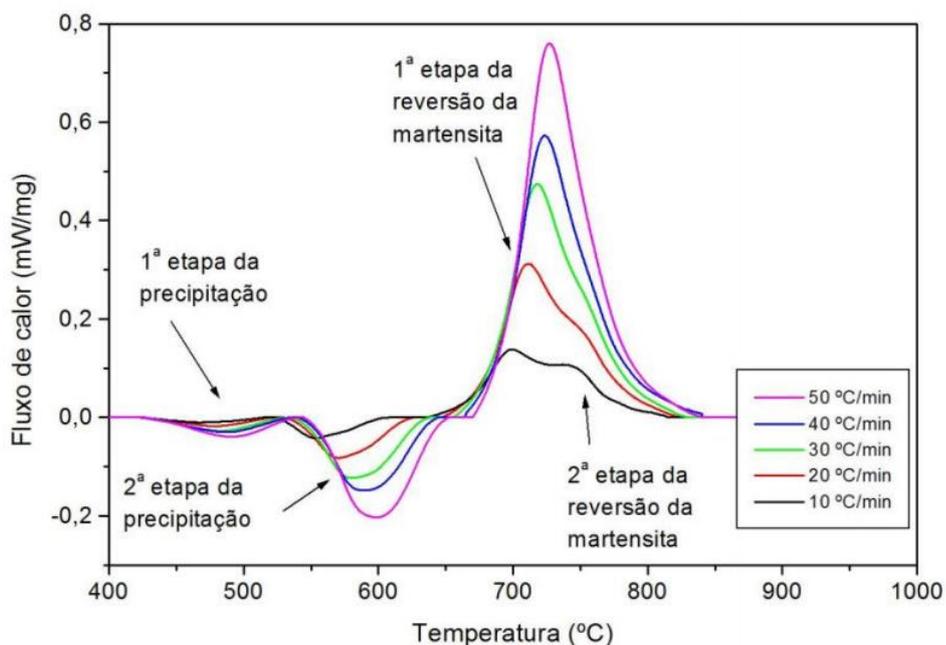


Figura 4.6: Análise via DSC de um aço *maraging* 350 (CARVALHO, L.G., 2016).

Uma observação relevante decorrente dos resultados das análises por DSC é que todas as amostras apresentaram completa transformação da martensita para austenita até 800 °C, ao serem aquecidas com a taxa de 10 °C/min. Portanto, a temperatura de encharque a ser usada em tratamentos de solubilização no campo austenítico não precisa, a princípio, ser muito maior do que 800 °C.

Outro aspecto interessante a comentar é a utilização da técnica de análise via DSC para determinar parâmetros das cinéticas das transformações de fases por ela detectadas, como a precipitação dos compostos intermetálicos e a reversão martensita-austenita. Análises realizadas com diferentes taxas de aquecimento, por exemplo, permitem a obtenção de dados calorimétricos para modelar a cinética de precipitação segundo a teoria de Johnson-Mehl-Avrami (JMA), e assim calcular os tempos equivalentes para tais reações em tratamentos isotérmicos (GUO, Z. *et al.*, 2004). Um exemplo desse tipo de análise é apresentado por Primig e Leitner (2010) para um aço *maraging* PH 15-5. Os autores em questão determinaram que uma reação de precipitação concluída até 590°C através de um aquecimento contínuo com taxa de 15 K/min também estaria concluída com um tratamento isotérmico a 480 °C por 364 minutos. Tais informações podem ser muito úteis na definição das variáveis temperatura e tempo dos tratamentos de envelhecimento nos aços *maraging*.

4.2 Ensaio de dureza

Os resultados obtidos nos ensaios de dureza das amostras nas diversas condições avaliadas são mostrados na Tabela 4.3, onde também estão listados os códigos para cada condição. Os valores médios de 10 medidas individuais de dureza Vickers são apresentados (HV média), sendo ainda mostrados os limites inferior e superior do intervalo de confiança para 95% de confiabilidade (HV inferior e HV superior). O procedimento adotado foi o descrito no item 3.3.5.1.

Os valores de dureza Vickers determinados nas amostras ensaiadas e mostrados na Tabela 4.3 também podem ser observados em gráfico na Figura 4.7, permitindo mais fácil visualização e comparação entre eles.

Uma primeira observação importante é constatar que o tratamento de solubilização (código 2 na Tabela 4.3) reduziu a dureza em relação ao material como

recebido, apesar das duas serem semelhantes às citadas na literatura para a mesma condição de tratamento térmico, isto é, entre 28 e 35 HRC (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993; INCO, 1976; SINHA, A.K., 2003). Este resultado provavelmente se deve a um possível envelhecimento natural do material, posteriormente ao tratamento de solubilização efetuado na fábrica.

Tabela 4.3: Valores de dureza das amostras analisadas e seus códigos.

Código dureza	Condição da amostra	HV média	HRC média	HV inferior	HV superior
1	Material como recebido	341	34,8	339	343
2	Após solubilização a 820 °C por 1 hora	305	30,5	303	308
3	Solubilização 1 (S1) e laminada 80%	388	39,7	387	390
4	Solubilização 1 (S1) e laminada 90%	406	41,4	404	409
5	S1, laminada 80% e solubilização 2 (S2)	352	36,0	350	354
6	S1, laminada 90% e solubilização 2 (S2)	351	35,9	349	353
7	S1, lam. 80% e envelhecida 480 x 5 h	724	61,2	722	725
8	S1, lam. 90% e envelhecida 480 x 5 h	753	62,4	751	754
9	S1, lam. 80% e env. 500 x 2 h 30 min	715	60,9	711	718
10	S1, lam. 90% e env. 500 x 2 h 30 min	741	61,9	735	746
11	S1, lam. 80% e env. 520 x 1 h 20 min	714	60,8	711	717
12	S1, lam. 90% e env. 520 x 1 h 20 min	737	61,8	734	740
13	S1, lam. 80%, env. 520 e resfriada em N ₂	712	60,8	711	714
14	S1, lam. 90%, env. 520 e resfriada em N ₂	727	61,4	725	729
15	S1, lam. 80%, S2 e envelhecida 480	725	61,3	720	729
16	S1, lam. 90%, S2 e envelhecida 480	725	61,3	721	729

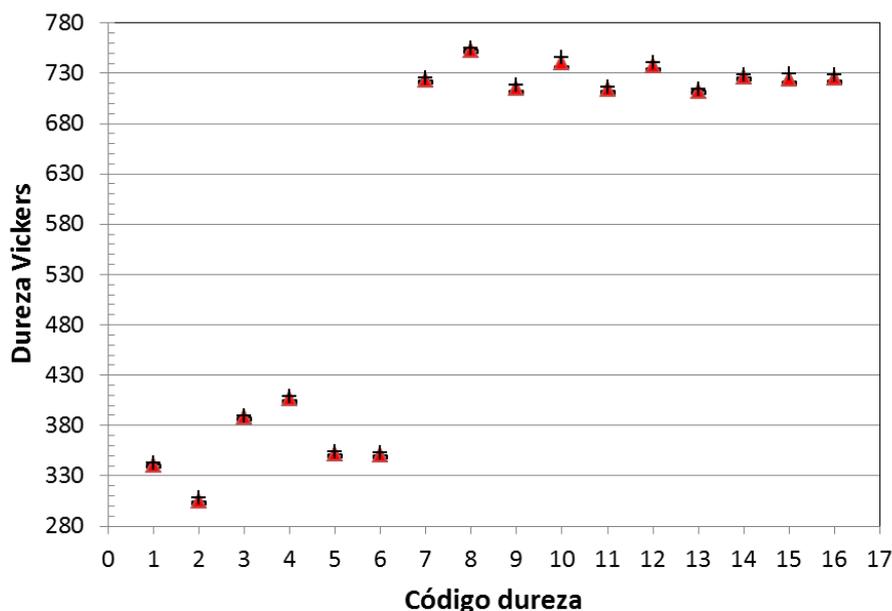


Figura 4.7: Resultados de dureza nas diversas amostras ensaiadas; valor médio (▲), limite inferior para 95% de confiança (-) e limite superior para 95% de confiança (+).

Merece ainda destaque o acréscimo de dureza decorrente da laminação a frio do material solubilizado, correspondente a aproximadamente 9 unidades da escala Rockwell C no material com 80% de redução de espessura, e de cerca de 11 unidades naquele deformado 90%. Esses valores de dureza mais elevados nas amostras com os códigos 3 e 4, quando comparados com a de código 2, revelam a importante participação da deformação a frio na elevada dureza final que o material pode alcançar depois do tratamento de envelhecimento. Outro provável efeito benéfico da deformação anterior ao tratamento de envelhecimento seria a formação e distribuição de mais finos precipitados na matriz martensítica, resultando em dureza ainda maior no produto final ao ser comparado com aquele envelhecido a partir do tratamento de solubilização. Os resultados das amostras sem tratamento de envelhecimento são ainda apresentadas isoladas das demais na Figura 4.8, de modo a facilitar a comparação entre elas.

O principal comentário a ser feito sobre a Figura 4.7 é o acentuado acréscimo de dureza gerado pelos tratamentos de envelhecimento no material analisado, ao se comparar com as durezas das amostras solubilizadas ou laminadas a frio. A dureza do material apenas solubilizado (305 HV) atingiu valores superiores ao dobro (cerca de 700 HV) após a deformação por laminação a frio seguida do tratamento de envelhecimento. Os aços *maraging* apresentam martensita com estrutura cristalina CCC, com teores de carbono muito baixos e dureza relativamente baixa, possibilitando o emprego de processos de conformação mecânica e usinagem na fabricação de peças a partir do material com tratamento de solubilização prévio (SINHA, A.K., 2003). Tal martensita é diferente da tradicional do sistema Fe-C, essa última com estrutura tetragonal de corpo centrado (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993). Portanto, é possível afirmar que os aços *maraging* são apropriados para a confecção de componentes de alta resistência, já que possuem características de boa trabalhabilidade após solubilização, atingindo posteriormente altas dureza e resistência mecânica ao sofrer tratamento térmico de envelhecimento em temperatura considerada razoavelmente baixa.

Também merece destaque o fato das amostras com tratamento de envelhecimento, representadas na Tabela 4.3 com os códigos 7 a 16, apresentarem durezas superiores aos usualmente relatados para a aço *maraging* 18Ni350 na literatura (ROHRBACH, K.; SCHIMIDT, M., 1993; INCO, 1976), estes na faixa de 56

a 59 HRC. A deformação a frio, resultante do processo de laminação anterior aos tratamentos térmicos de envelhecimento, aumentaram significativamente a dureza, sendo superior a 62 Rockwell C (753 Vickers) na amostra com código 8.

As durezas das amostras submetidas ao tratamento de envelhecimento foram apresentados separados dos demais na Figura 4.9, para permitir adequada comparação entre eles. Os valores de dureza após os tratamentos de envelhecimento em temperaturas menores foram ligeiramente maiores, apesar dos tempos especificados terem sido para maximização do endurecimento. Este fato se deve, provavelmente, à formação de precipitados com maiores dimensões e/ou com maiores espaçamentos entre eles, após os tratamentos em maiores temperaturas (SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K., 1991), reduzindo a eficiência no endurecimento do material. Outra possível explicação seria a presença de austenita revertida nas amostras tratadas nas temperaturas mais elevadas, hipótese que foi descartada nas amostras obtidas após diferentes tratamentos efetuados, a partir dos ensaios e conclusões presentes em outro trabalho do autor (TAVARES, R.I. *et al.*, 2017).

Embora os valores de dureza das amostras tratadas nas 3 temperaturas sejam semelhantes entre si, o tratamento realizado a 480 °C por 5 horas foi o que proporcionou o maior endurecimento, seja no material laminado com 80% de redução de espessura, seja no com 90% de deformação a frio. Portanto, o citado tratamento foi escolhido como padrão para as avaliações posteriores aos ensaios de dureza, como os ensaios de tração e as análises de textura por difração de raios X.

Outro importante aspecto observado nas Figuras 4.7 e 4.9 é que as amostras que sofreram o tratamento de envelhecimento a 520 °C por 1 hora e 20 minutos e posteriormente resfriadas em nitrogênio líquido (códigos 13 e 14 na Tabela 4.3) também apresentaram valores de dureza inferiores aos obtidos no tratamento padrão de 480 °C por 5 horas. Com isso, aquela condição de tratamento também não foi considerada para as posteriores avaliações do material estudado.

As amostras que passaram pelo tratamento de solubilização 2 após serem deformadas a frio em laminação e antes de serem envelhecidas a 480 °C por 5 horas (códigos 15 e 16 na Tabela 4.3) apresentaram o mesmo valor de dureza, tanto a deformada 80% como a 90%. Ou seja, o tratamento de solubilização uniformizou a condição inicial das citadas amostras para o posterior tratamento de envelhecimento. Ficou definido que essas amostras continuariam a ser avaliadas

nas análises posteriores, para comparação com as envelhecidas após a deformação a frio.

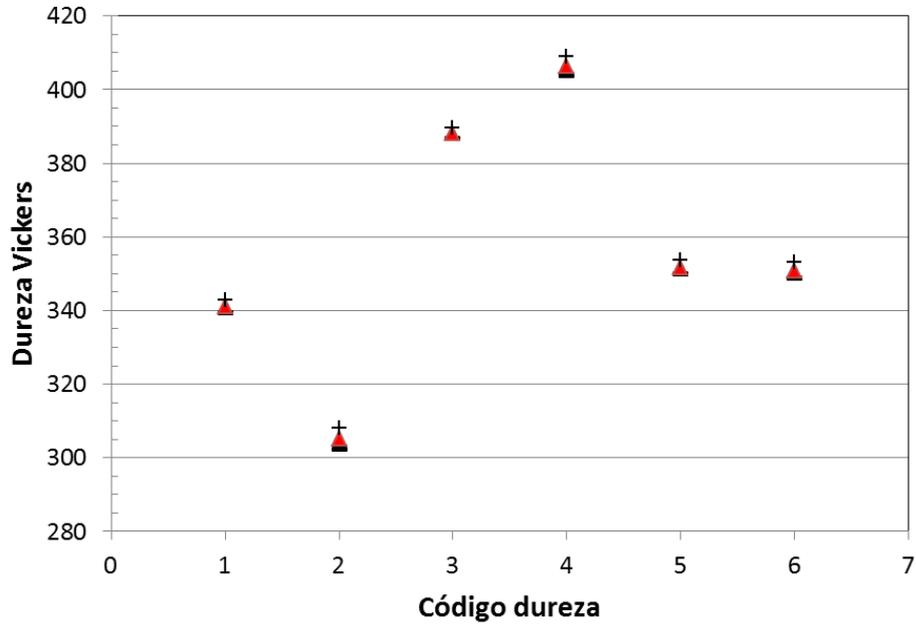


Figura 4.8: Valores das durezas das amostras sem tratamento de envelhecimento.

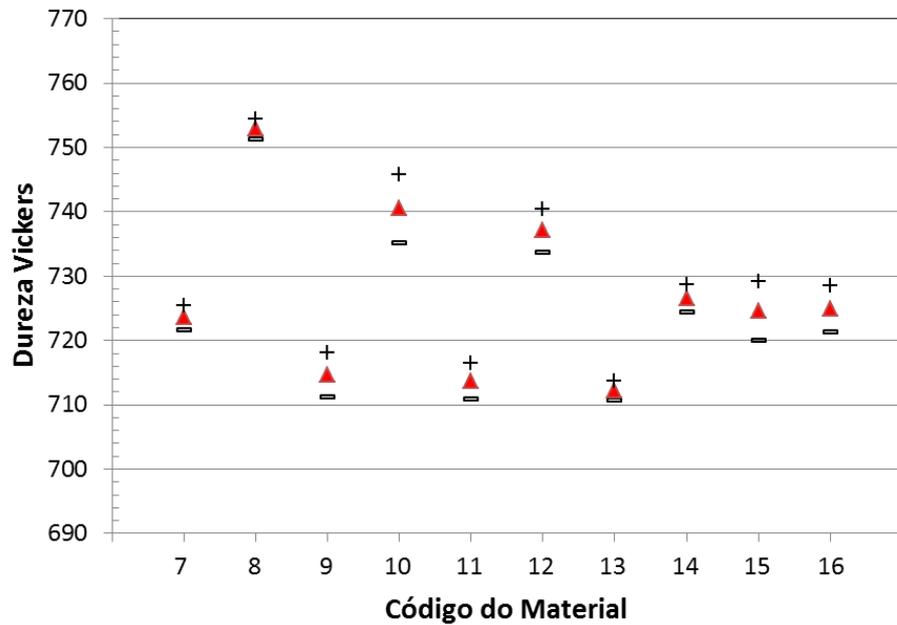


Figura 4.9: Valores das durezas das amostras com tratamento de envelhecimento.

4.3 Ensaio de tração

As propriedades mecânicas determinadas nos ensaios de tração das amostras nas diversas condições são apresentadas na Tabela 4.4, onde também estão listados os códigos para cada condição. O procedimento adotado foi o descrito no item 3.3.5.2. Os mesmos resultados são apresentados nos gráficos das Figuras 4.10, 4.11 e 4.12, para facilitar a visualização e comparação entre os valores das diversas amostras ensaiadas.

Tabela 4.4: Valores médios das propriedades em tração das amostras e seus códigos.

Código tração	Condição da amostra	LE (MPa)	LR (MPa)	AI(%)
1	Solubilização 1 (S1) e laminada 80%	1218	1306	5,8
2	Solubilização 1 (S1) e laminada 90%	1327	1384	3,9
3	S1, laminada 80% e solubilização 2 (S2)	795	1080	10,7
4	S1, laminada 90% e solubilização 2 (S2)	796	1061	9,2
5	S1, lam. 80%, S2 e envelhecida 480	2276	2363	5,3
6	S1, lam. 90%, S2 e envelhecida 480	2182	2320	2,1
7	S1, lam. 80% e envelhecida 480 x 5 h	2531	2531	1,4
8	S1, lam. 90% e envelhecida 480 x 5 h	2669	2682	1,8

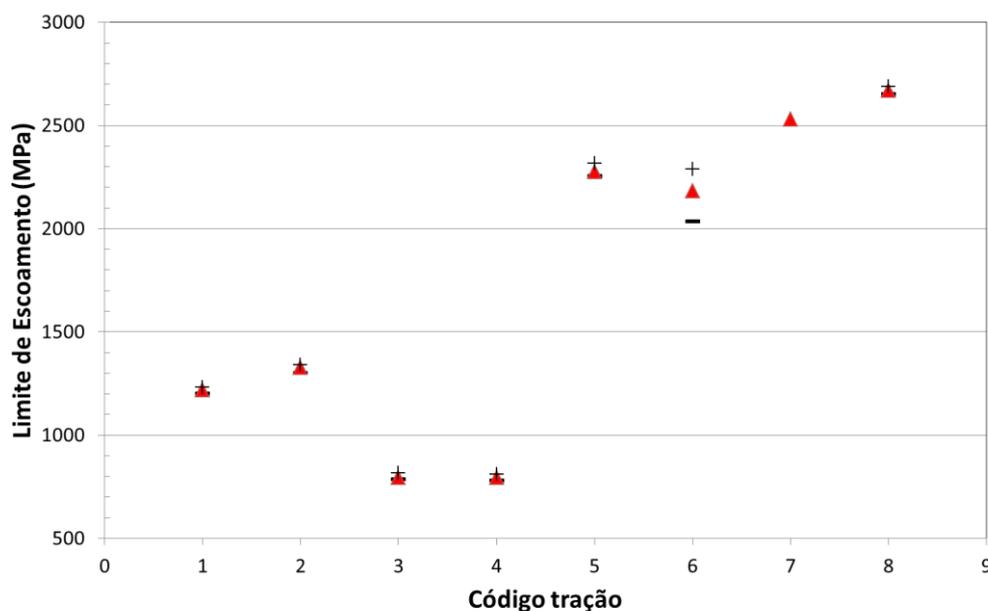


Figura 4.10: Resultados de LE das amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).

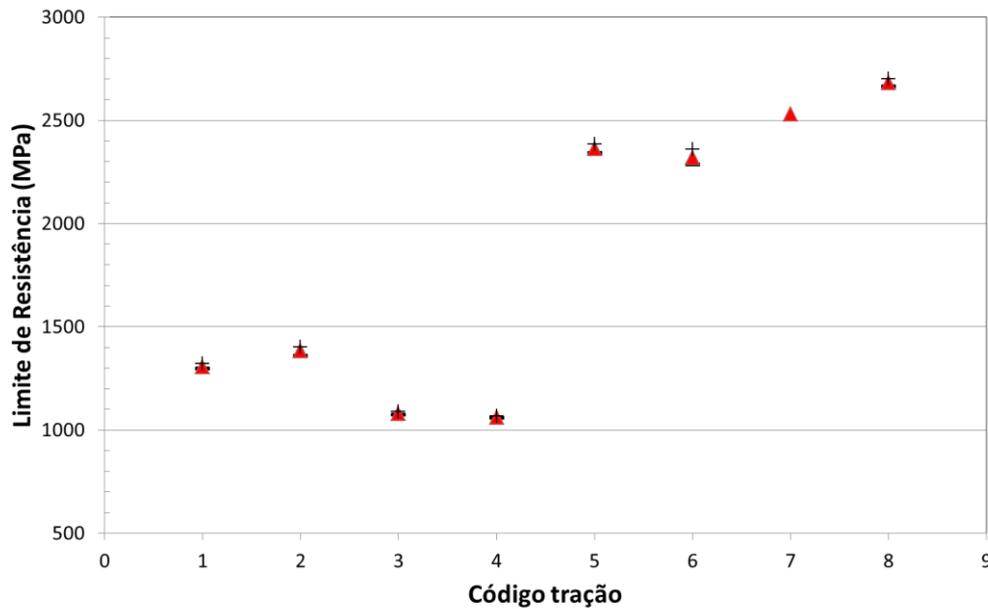


Figura 4.11: Resultados de LR das amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).

Os resultados obtidos para limite de escoamento e limite de resistência, vistos nas Figura 4.10 e Figura 4.11, são compatíveis com aqueles já comentados para a propriedade dureza. As amostras laminadas com 90% de redução de espessura apresentaram maiores níveis de resistência mecânica do que aquelas com 80%, enquanto que o segundo tratamento de solubilização (S2) reduziu e uniformizou o LE e o LR, quando comparados com os das amostras apenas laminadas. Já as amostras laminadas e posteriormente envelhecidas mostraram níveis de LE e de LR superiores aos daquelas solubilizadas (S2) antes do tratamento de envelhecimento. Aliás, merecem destaque os resultados de LE e LR nas amostras laminadas e depois envelhecidas (códigos 7 e 8), atingindo valores em torno de 2500 MPa e de 2600 MPa, respectivamente. Vale ressaltar que as amostras solubilizadas e depois envelhecidas apresentaram valores de limite de escoamento e de limite de resistência semelhantes aos indicados na literatura (INCO, 1976). Portanto, se o objetivo for maximizar os valores de resistência mecânica (LE e LR), o envelhecimento a partir do material previamente deformado a frio é o mais eficaz.

Os resultados obtidos para a deformação de engenharia percentual total até a fratura dos corpos de prova (Alongamento), vistos na Figura 4.12, mostram coerência ao serem comparados entre si para as diferentes condições de tratamento avaliadas: maior alongamento para o laminado com 80% de redução de espessura do que o do laminado 90%, inclusive após a segunda solubilização e também após

envelhecimento; já as amostras envelhecidas logo após laminação mostraram valores de alongamento bem pequenos (inferiores a 2 %) e próximos entre si. Fica assim evidenciado que o tratamento de envelhecimento logo depois de severa deformação a frio, igual ou superior a 80 % de redução de espessura, pode resultar em ductilidade e tenacidade bem limitadas, embora maximize a resistência.

A análise conjunta das diversas propriedades determinadas pelos ensaios de tração indica que a melhor combinação das mesmas foi a resultante dos tratamentos de envelhecimento após a segunda solubilização das amostras previamente laminadas, correspondentes aos códigos 5 e 6 da Tabela 4.4. Isso se deve aos valores mais elevados de alongamento (ductilidade), especialmente nas amostras laminadas com 80% de redução de espessura (código 5), ao mesmo tempo que foram alcançados números de LE e LR notadamente elevados.

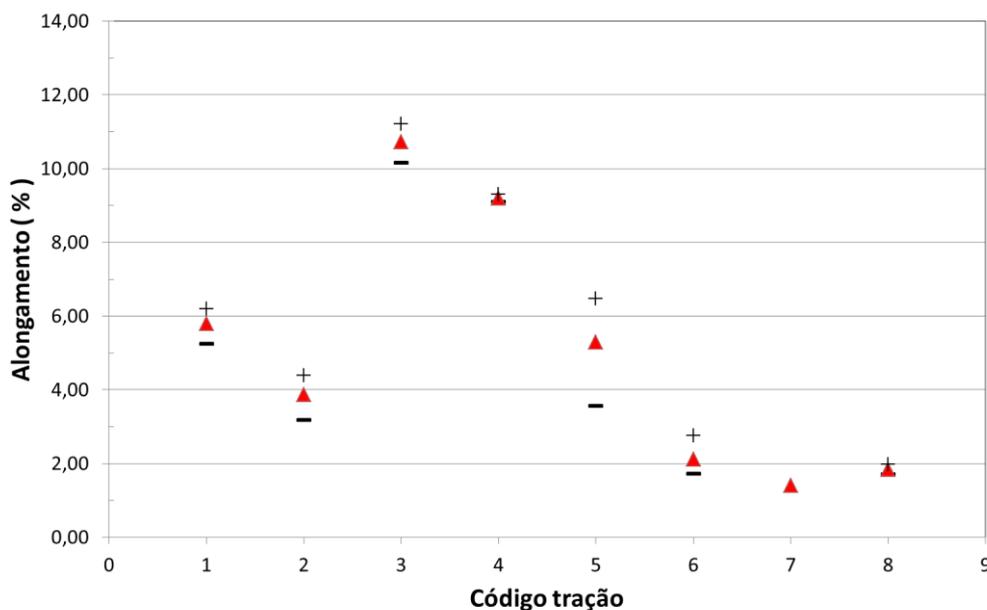


Figura 4.12: Resultados de Alongamento nas amostras ensaiadas em tração; valor médio (▲), valor mínimo obtido (-) e valor máximo obtido (+).

As curvas de tensão de engenharia em função da deformação de engenharia, obtidas a partir de ensaios realizados com a utilização de vídeo extensômetro apresentaram o aspecto mostrado como exemplo na Figura 4.13, sendo possível o seu correto registro até a fratura, mesmo após o início da estricção (após o limite de resistência).

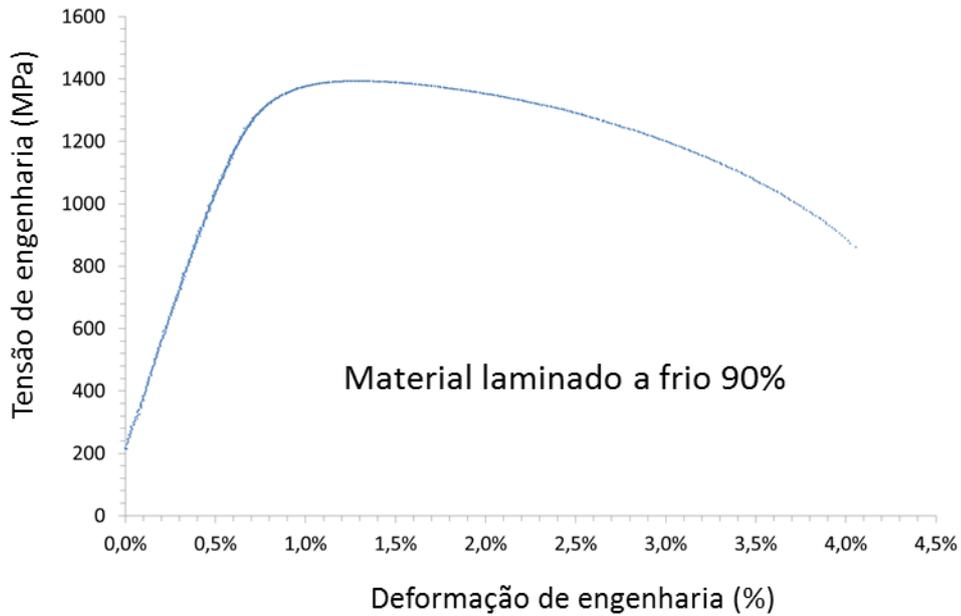


Figura 4.13: Exemplo de curva tensão de engenharia em função da deformação de engenharia, obtida via ensaio de tração do material analisado.

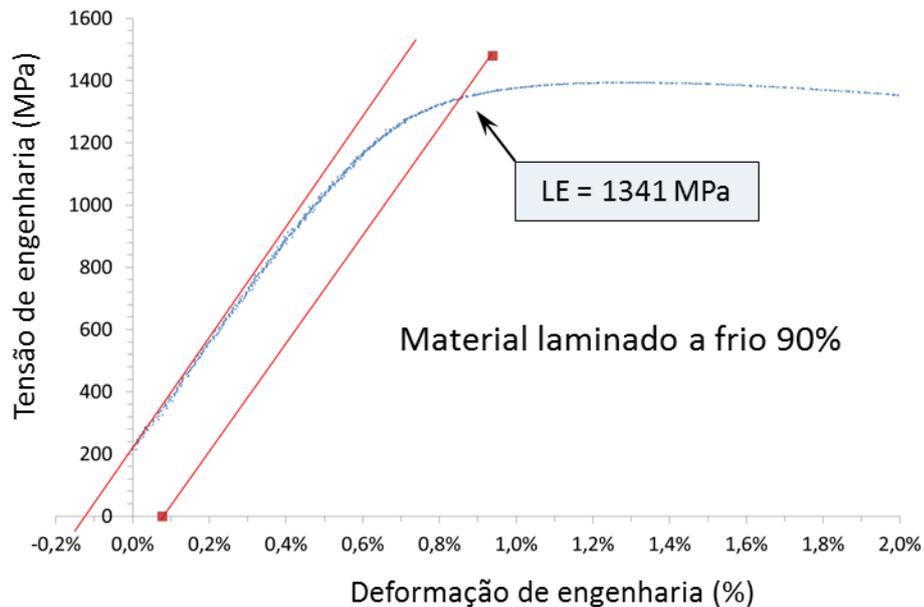


Figura 4.14: Detalhe da curva obtida pelo mesmo CP da Figura 4.13, mostrando a determinação do limite de escoamento a 0,2% de deformação.

O procedimento adotado para a determinação do limite de escoamento é visualizado na Figura 4.14, sendo indicada a correção da origem da curva e o emprego da deformação plástica padrão de 0,2% para revelar o limite de escoamento do material ensaiado. Os pontos da curva referentes à região linear elástica foram ajustados por regressão linear, possibilitando encontrar a origem

corrigida da curva, assim como o coeficiente angular da região elástica. Em seguida, uma nova reta, paralela à anteriormente citada, é considerada a partir da deformação plástica padrão, e a sua interseção com a curva indica o valor da tensão correspondente ao limite de escoamento.

Os ensaios de tração realizados com o vídeo extensômetro permitem medir continuamente não apenas a deformação na direção longitudinal do corpo de prova, mas também a deformação na direção da sua largura. Assim, é possível ainda determinar continuamente ao longo do ensaio a deformação na direção da espessura do corpo de prova, já que a soma das 3 deformações principais é nula (constância de volume). Portanto, é possível determinar a relação entre as deformações verdadeiras nas citadas direções, o que permite calcular continuamente os valores da anisotropia plástica (R) ao longo de todo o regime plástico, entre o LE e o LR. No caso de materiais de elevada ductilidade destinados a operações de estampagem, como no caso dos aços de baixo carbono recozidos, a anisotropia plástica é usualmente calculada pela relação entre as deformações verdadeiras na direção da largura e na direção da espessura do corpo de prova, para o ponto correspondente à deformação de engenharia de 18 % (ABNT NBR 16282, 2014; ASTM E517, 2010), conforme já mostrado no item 2.4.1. Porém, no caso de materiais de ultra-alta resistência, como o aço *maraging* 350 da presente tese, a deformação total no ensaio de tração não atinge 18 %, sendo necessário um critério diferente para a determinação da anisotropia plástica. Foi definido no trabalho aqui relatado adotar o valor médio da anisotropia plástica computada nos 20 pontos mais próximos e anteriores ao LR, sendo designada como R_0 na Tabela 4.5. Esses valores foram determinados apenas para as amostras laminadas a frio e nas laminadas e posteriormente solubilizadas (S2), isto é, para as amostras sem tratamento de envelhecimento (códigos 1 a 4 da Tabela 4.4). Isso se deve por tais amostras serem as únicas ensaiadas em compressão plana, já que as envelhecidas apresentaram dureza superior às dos punções do dispositivo de compressão plana.

Também foram determinados os valores de anisotropia plástica através do Parâmetro B via DRX, cujo conceito teórico foi apresentado no item 2.4.2, e calculado segundo o procedimento detalhadamente descrito por Santos (2015). Essa anisotropia plástica é representada pela sigla R_B na TAB 4.5, e os seus valores foram calculados através da Equação 2.18. A metodologia em questão foi

desenvolvida para o cálculo da anisotropia plástica de aços IF destinados à estampagem, mas foi aqui empregada para se ter mais uma opção de estimativa da citada anisotropia do material avaliado no presente trabalho.

Os resultados vistos na Tabela 4.5 indicam que todas as amostras analisadas apresentaram anisotropia plástica inferior a 1, tanto considerando os valores obtidos por ensaio de tração como aqueles determinados a partir do Parâmetro B via DRX. Ou seja, as amostras possuem menor resistência à deformação plástica na direção da espessura da chapa do que no plano da chapa. Tais resultados são confrontados posteriormente com os decorrentes dos ensaios de compressão plana.

Tabela 4.5: Valores médios de anisotropia plástica obtidos em tração (R_0) e através do Parâmetro B (R_B) via DRX.

Código tração	Condição da amostra	R_0	Parâmetro B	R_B
1	Solubilização 1 (S1) e laminada 80%	0,4344	15,0239	0,2082
2	Solubilização 1 (S1) e laminada 90%	0,4253	15,1318	0,1231
3	S1, laminada 80% e solubilização 2 (S2)	0,7430	14,1757	0,8769
4	S1, laminada 90% e solubilização 2 (S2)	0,8513	14,0750	0,9563

4.4 Ensaio de compressão plana

Os ensaios de compressão plana (Ensaio Ford) foram executados segundo o procedimento descrito no item 3.3.5.3. As curvas obtidas através desses ensaios apresentaram o aspecto do exemplo mostrado na Figura 4.15. Foi adotado um procedimento para desconsiderar a região inicial das curvas, a qual está relacionada com a acomodação das folgas do sistema dispositivo/chapa. Os pontos da curva referentes à região linear elástica foram ajustados por regressão linear, possibilitando encontrar a origem corrigida da curva, assim como o coeficiente angular da região elástica. Em seguida, uma nova reta, paralela à anteriormente citada, é considerada a partir da abscissa referente à deformação plástica padrão de 0,2%, e a sua interseção com a curva indica o valor da força usada para o cálculo da tensão correspondente ao início de deformação plástica em compressão plana, aqui representada pelo símbolo $\sigma_{1,0.2\%}$. A mesma curva, após o tratamento dos dados da Figura original, é mostrada na Figura 4.16.

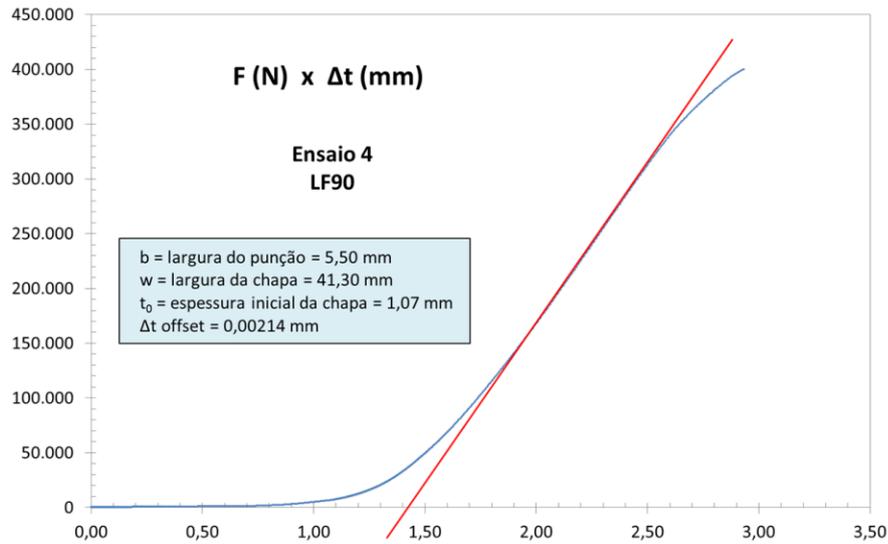


Figura 4.15: Exemplo de curva força em função do deslocamento do punção, obtida em ensaio de compressão plana de CP laminado a frio com 90% de redução de espessura.

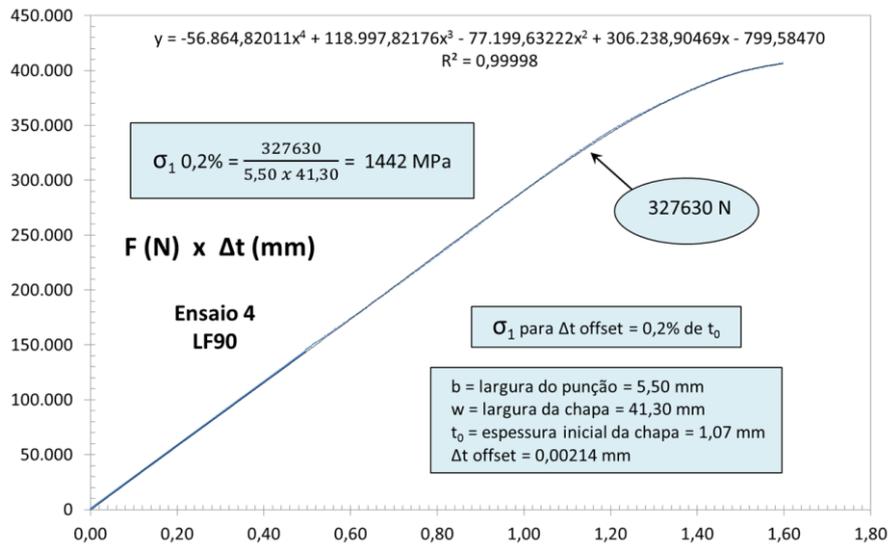


Figura 4.16: Mesma curva mostrada na Figura 4.15, após tratamento dos dados para determinação de σ_1 0,2%.

Os resultados obtidos nas diferentes amostras ensaiadas estão presentes na Tabela 4.6, onde também foram incluídos os valores da tensão σ_2 0,2%, correspondente à metade da tensão principal σ_1 0,2% determinada no ensaio de compressão plana.

Tabela 4.6: Valores médios para início de deformação plástica obtidos em compressão plana das amostras ensaiadas e seus códigos.

Código compressão	Condição da amostra	$\sigma_{1\ 0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_{2\ 0,2\%}$ (MPa)
1	Solubilização 1 (S1) e laminada 80%	1358	679
2	Solubilização 1 (S1) e laminada 90%	1442	721
3	S1, laminada 80% e solubilização 2 (S2)	1231	616
4	S1, laminada 90% e solubilização 2 (S2)	1274	637

Vale lembrar que apenas as amostras sem envelhecimento foram ensaiadas em compressão plana, uma vez que aquelas envelhecidas atingiram valores de dureza superiores às dos punções, inviabilizando a sua avaliação no citado ensaio.

Os resultados determinados nos ensaios de compressão plana foram agrupados com o limite de escoamento em tração e com os valores teóricos em compressão plana se o material fosse perfeitamente isotrópico ($R=1$). Nesse último caso, a tensão principal maior (σ_1 isotrópico) seria o limite de escoamento em tração multiplicado pelo fator $2/\sqrt{3}$, ou 1,1547. Esses vários resultados estão listados na Tabela 4.7, e também foram plotados nos gráficos mostrados nas Figura 4.17 a 4.20.

Tabela 4.7: Comparação entre LE em tração, em compressão plana real (ensaio Ford) e em compressão plana teórico do isotrópico nas amostras ensaiadas e seus códigos.

Código compressão	LE tração σ_Y (MPa)	$\sigma_{1\ 0,2\%}$ (MPa)	$\sigma_{2\ 0,2\%}$ (MPa)	σ_1 isotrópico $1,1547 \sigma_Y$ (MPa)	σ_2 isotrópico $(1,1547/2) \sigma_Y$ (MPa)
1	1218	1358	679	1406	703
2	1327	1442	721	1532	766
3	795	1231	616	918	459
4	796	1274	637	919	460

A análise das Figura 4.17 e Figura 4.18, referentes às amostras laminadas a frio (códigos 1 e 2 das Tabela 4.6 e Tabela 4.7), indica que a tensão para início da deformação plástica em compressão plana $\sigma_{1\ 0,2\%}$ é menor do que a tensão teórica em compressão plana se o material fosse isotrópico (σ_1 isotrópico). Essa relação comparativa entre as citadas tensões corresponde a prever que a resistência biaxial dessas amostras seria inferior ao valor normalmente calculado a partir do limite de

escoamento do material em tração. Esse último caso seria o equivalente ao mostrado na Figura 2.25 para a anisotropia plástica $R < 1$, conforme abordado por Hosford (2010) e Backofen (1972).

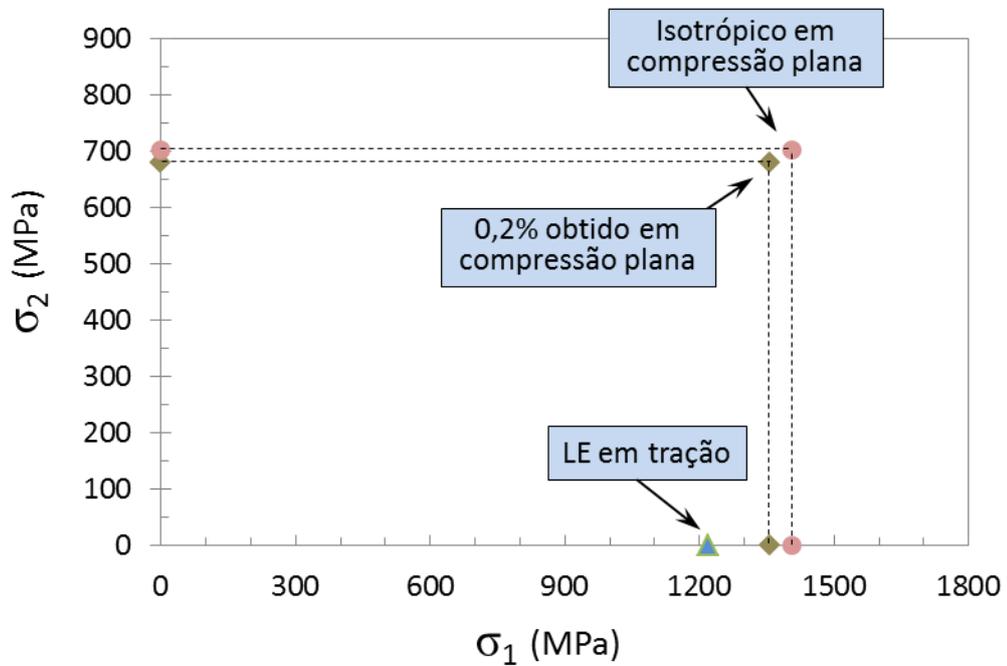


Figura 4.17: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 80% de redução de espessura.

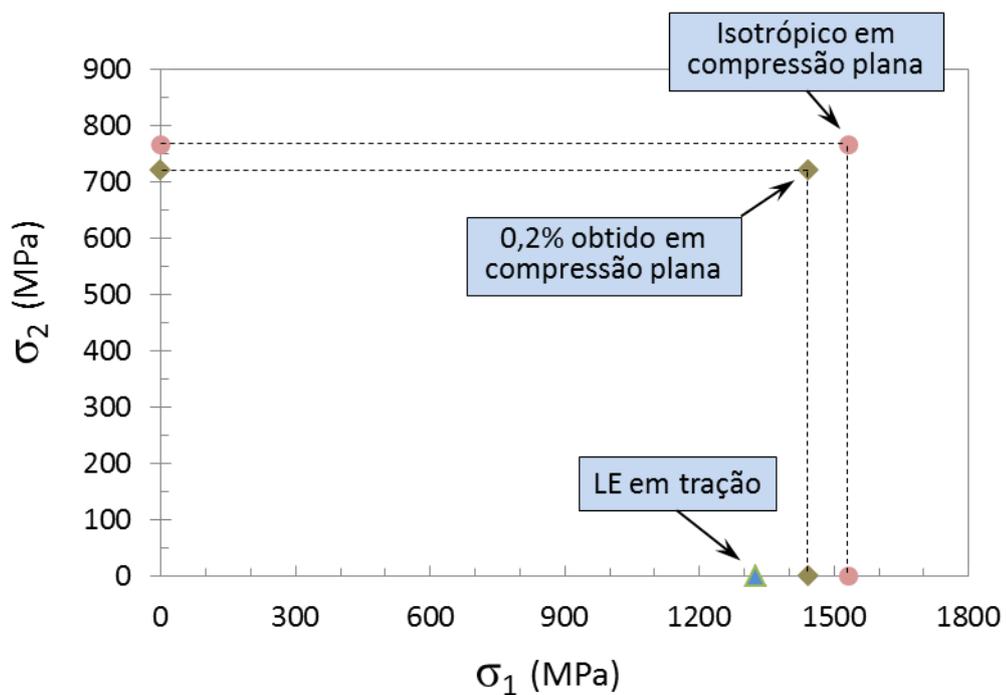


Figura 4.18: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 90% de redução de espessura.

Os resultados obtidos nas amostras laminadas a frio e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (códigos 3 e 4 das Tabela 4.6 e Tabela 4.7) são vistos nos gráficos das Figura 4.19 e Figura 4.20. Essas amostras revelaram um comportamento diferente daquelas apenas laminadas a frio, pois a tensão real para início de deformação plástica medida no ensaio de compressão plana σ_1 0,2% foi superior à tensão teórica para início da deformação plástica em compressão plana se o material fosse isotrópico (σ_1 isotrópico). O caso dessas duas amostras dos códigos 3 e 4, corresponde ao apresentado por Hosford (2010) e Backofen (1972) para materiais com anisotropia plástica $R > 1$, também mostrado na Figura 2.25 para as elipses mais alongadas. Tal condição significa que o material apresenta uma resistência biaxial superior ao que seria previsto normalmente a partir do limite de escoamento no ensaio de tração, ou seja, a partir do LE ou σ_Y .

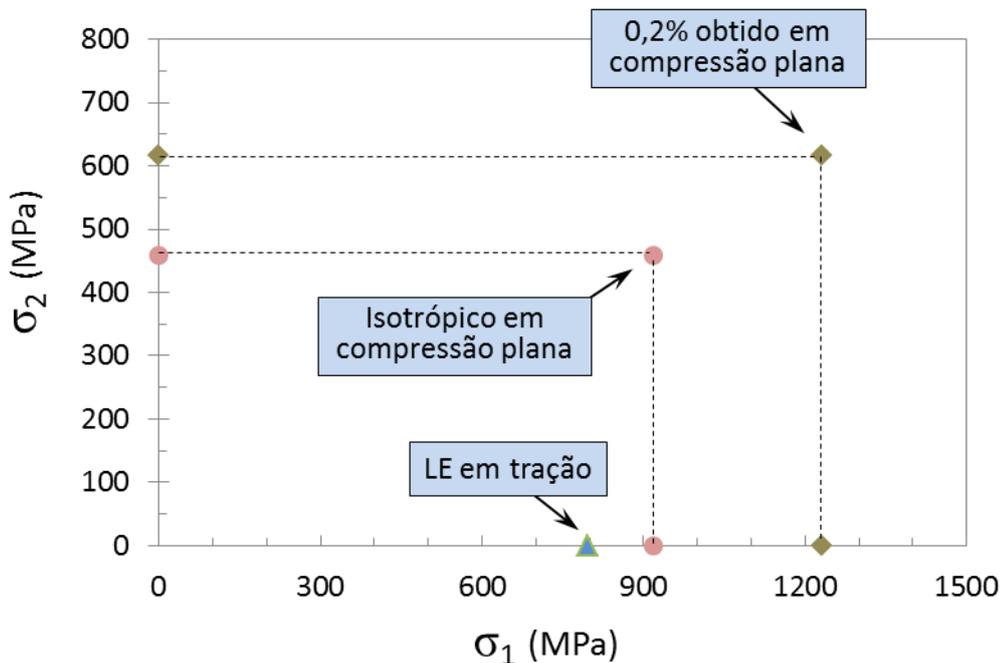


Figura 4.19: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 80% de redução de espessura e em seguida solubilizado a 820 °C por 1 hora

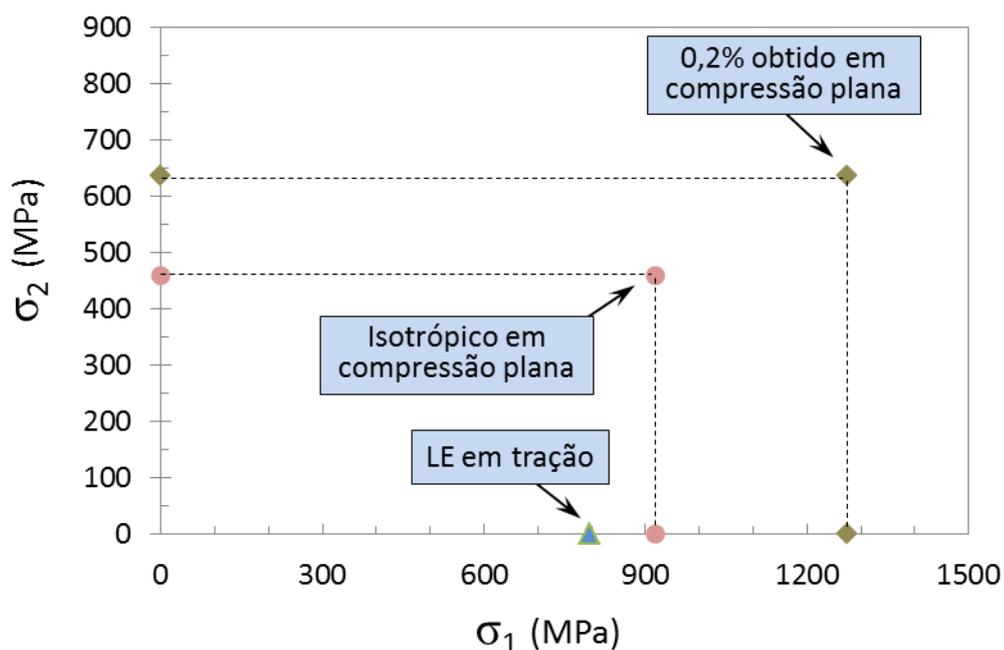


Figura 4.20: Lugar geométrico de escoamento para o material laminado a frio com 90% de redução de espessura e em seguida solubilizado a 820 °C por 1 hora.

Os resultados apresentados para os códigos 3 e 4, ou seja, teoricamente relacionados a valores de anisotropia plástica superior a 1 ($R > 1$), são conflitantes com aqueles apresentados na Tabela 4.5 para as mesmas amostras. Porém, é importante ressaltar que os valores de anisotropia plástica R obtidos nos ensaios de tração do aço *maraging* 350 do presente trabalho (R_0) seguiram um procedimento diferente do usual para aços destinados à estampagem, devendo ser considerados estimativas de R . O mesmo raciocínio deve ser adotado para os valores de anisotropia plástica determinados via DRX (R_B), também presentes na Tabela 4.5. O método usado via DRX poderá ser aprimorado no futuro com o acúmulo de resultados para um maior universo de amostras analisadas. Tais estimativas servem, porém, para avaliar de forma comparativa os resultados apresentados pelas amostras de códigos 1 a 4. A sua comparação indica claramente que as amostras laminadas e posteriormente solubilizadas possuem anisotropia plástica bem superior às das amostras apenas laminadas, e tal constatação de tendências para R pode justificar o melhor desempenho nos ensaios de compressão plana para as amostras de códigos 3 e 4.

4.5 Difração de raios X

Os espectros de difração das amostras submetidas aos diferentes tratamentos são mostrados na Figura 4.21 até a Figura 4.24. Tais difratogramas indicam claramente apenas os picos característicos da estrutura cúbica da martensita nas abscissas aproximadas de 52° (110)_M, 77° (200)_M e 99° (211)_M, e em alguns casos também é possível notar o pico em torno de 123° dos planos (220)_M.

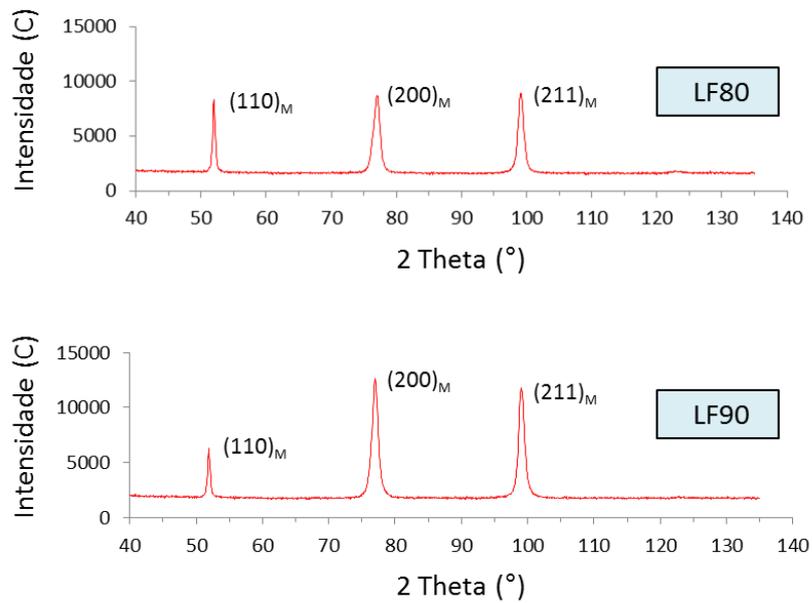


Figura 4.21: Difratogramas das amostras previamente solubilizadas a 820°C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).

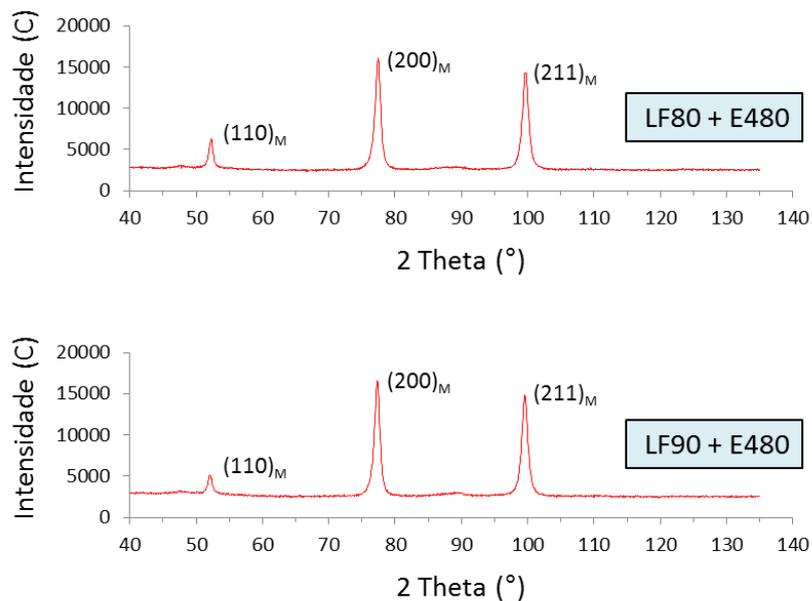


Figura 4.22: Difratogramas das amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480°C por 5 horas (E480).

As amostras que sofreram o tratamento de envelhecimento a 480 °C por 5 horas, cujos difratogramas são vistos na Figura 4.22 e na Figura 4.24, mostraram um pequeno vestígio de pico para o ângulo 2 Theta em torno de 89°. Uma possível explicação para esse caso seria a detecção de precipitados formados no tratamento de envelhecimento. Outra hipótese seria a formação de pequenas quantidades de austenita revertida, com a detecção dos seus planos (220)_A.

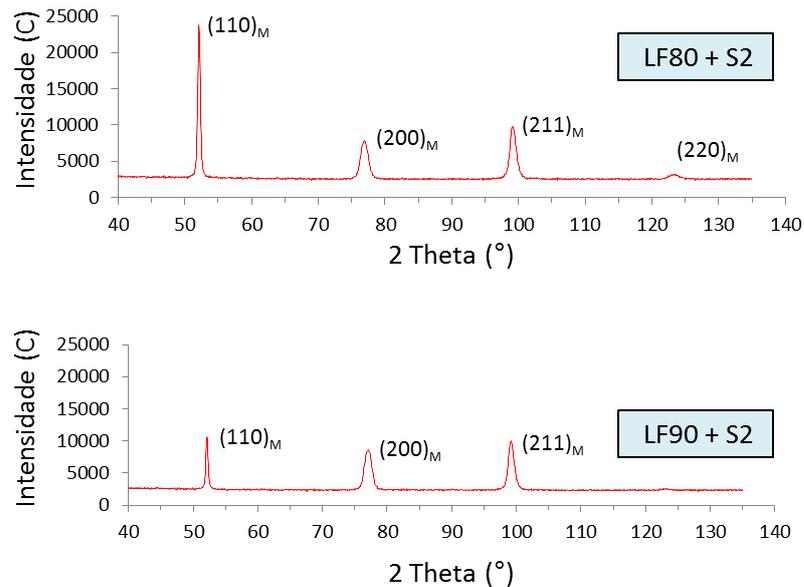


Figura 4.23: Difratogramas das amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).

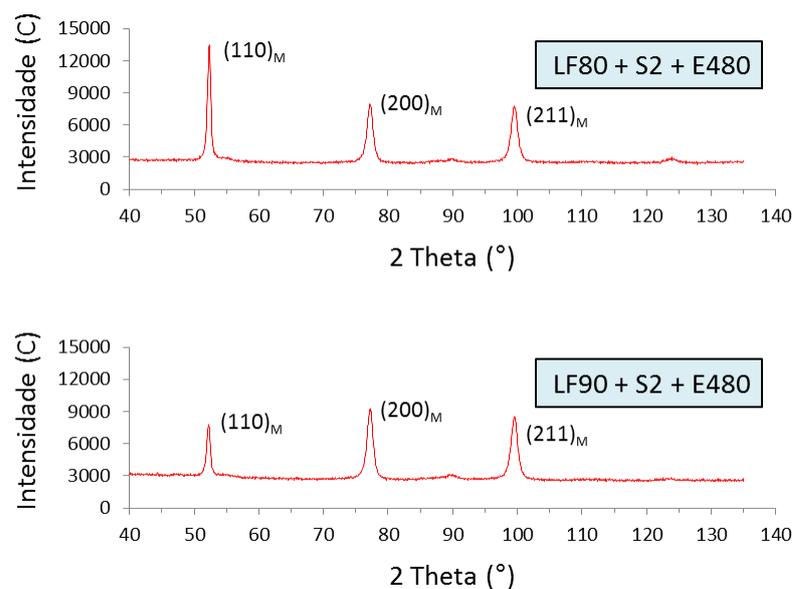


Figura 4.24: Difratogramas das amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).

As amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S1) e em seguida laminadas a frio geraram as FDOC mostradas na Figura 4.25 e na Figura 4.26. Essas amostras revelaram textura de deformação com componentes de elevada intensidade, destacando as componentes (100)[110] ou “cubo girado”, melhor visualizada para $\phi_2 = 0^\circ$, e as componentes (hkl)[110] da chamada “fibra alfa” e (332)[113], vistas na Figura 4.26 para $\phi_2 = 45^\circ$. A amostra laminada com 90% de redução de espessura mostrou maiores intensidades das citadas componentes de textura do que a amostra deformada 80% por laminação a frio.

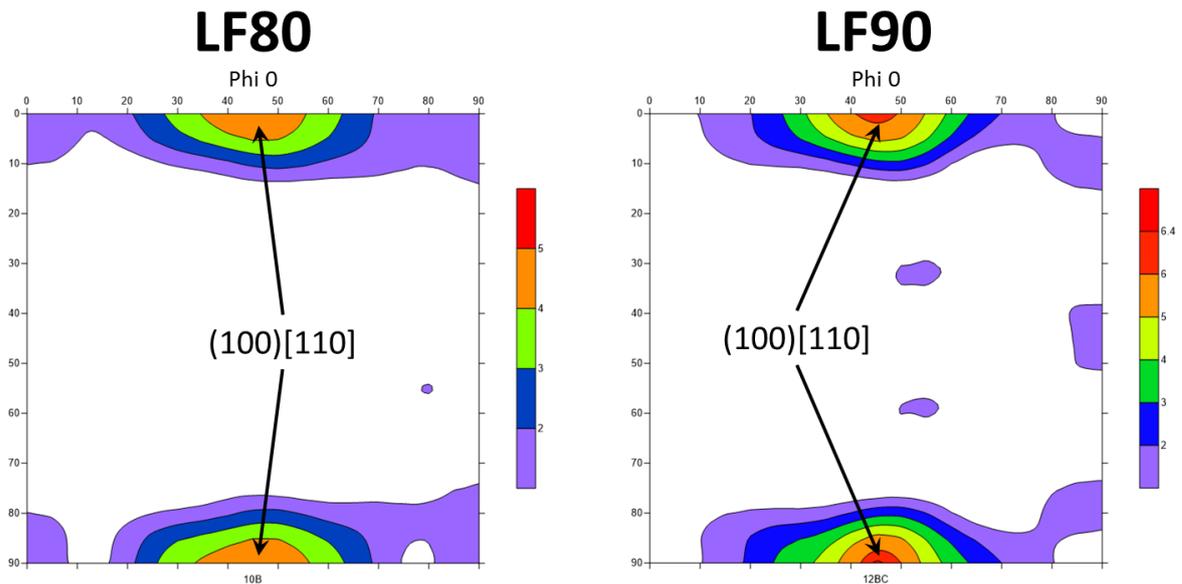


Figura 4.25: FDOC para $\phi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).

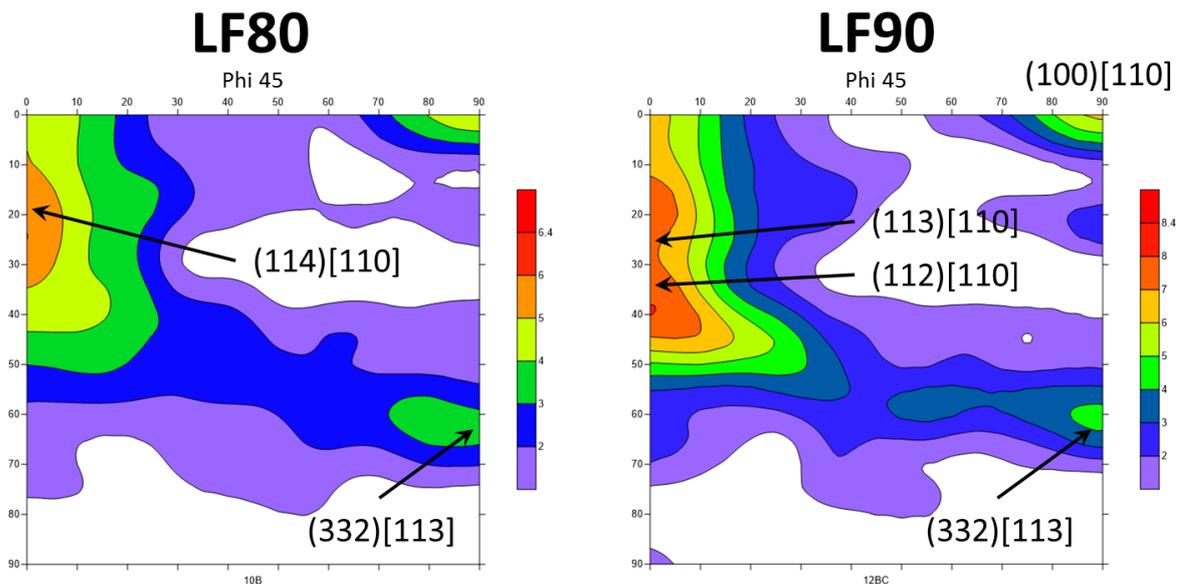


Figura 4.26: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e posteriormente laminadas a frio (80% e 90%).

As amostras laminadas a frio e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas produziram as FDOC mostradas na Figura 4.27 e na Figura 4.28. Essas amostras revelaram texturas muito semelhantes às daquelas apenas laminadas, inclusive com intensidades bem parecidas das componentes presentes. Novamente, foi percebido que a amostra laminada com 90% de redução de espessura mostrou maiores intensidades das componentes de textura presentes do que a amostra deformada 80% por laminação a frio.

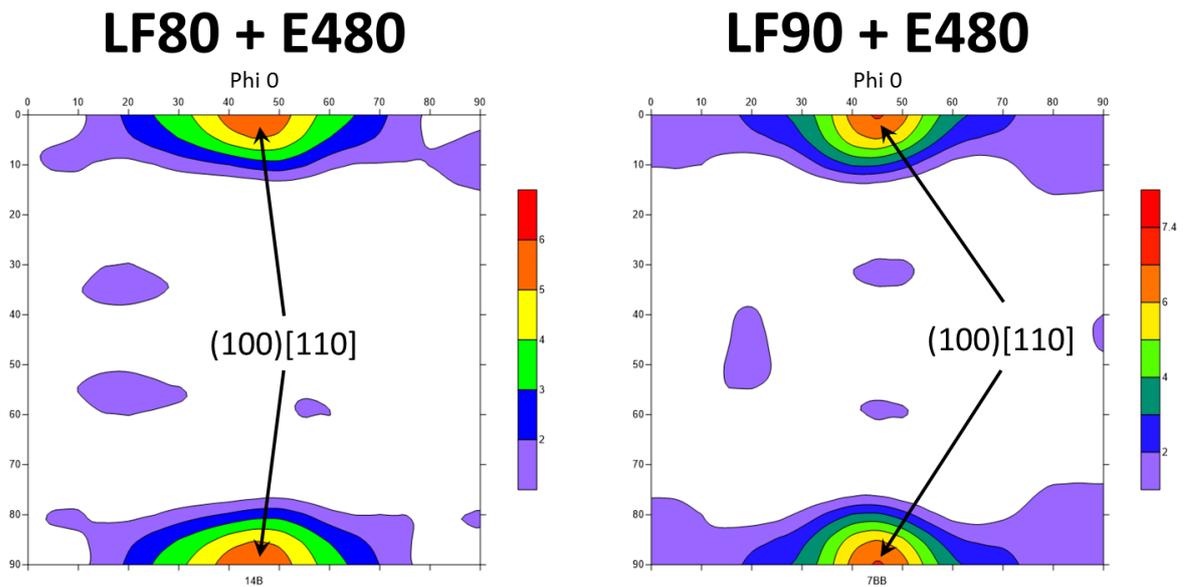


Figura 4.27: FDOC para $\phi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).

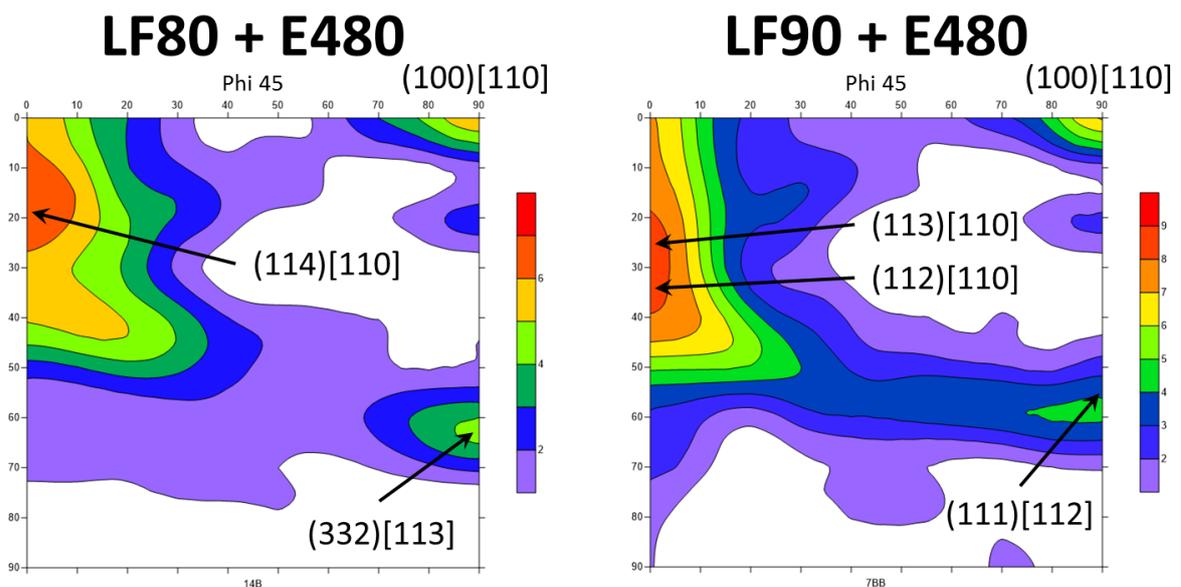


Figura 4.28: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).

As amostras laminadas a frio e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) forneceram as FDOC mostradas na Figura 4.29 e na Figura 4.30. Essas amostras revelaram texturas muito diferentes daquelas apenas laminadas, indicando que a textura de deformação anteriormente presente foi completamente alterada. As componentes de textura (223)[uvw] e (221)[uvw] foram observadas um pouco mais intensas na FDOC do material deformado 90% e com solubilização S2, mas com intensidades não tão altas como as das componentes apenas laminadas.

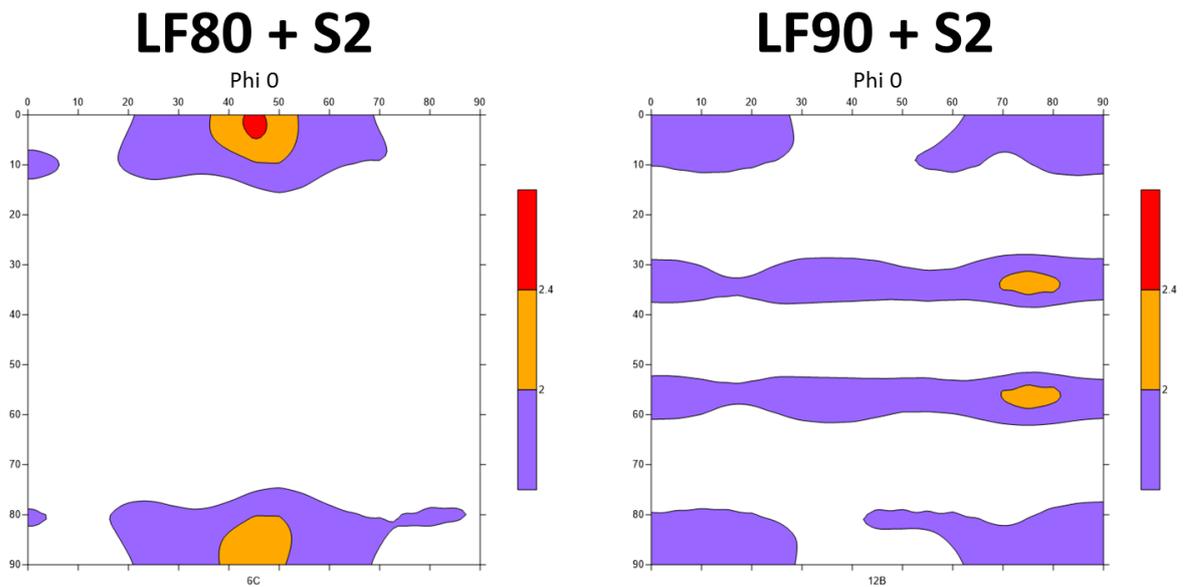


Figura 4.29: FDOC para $\phi_2 = 0^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).

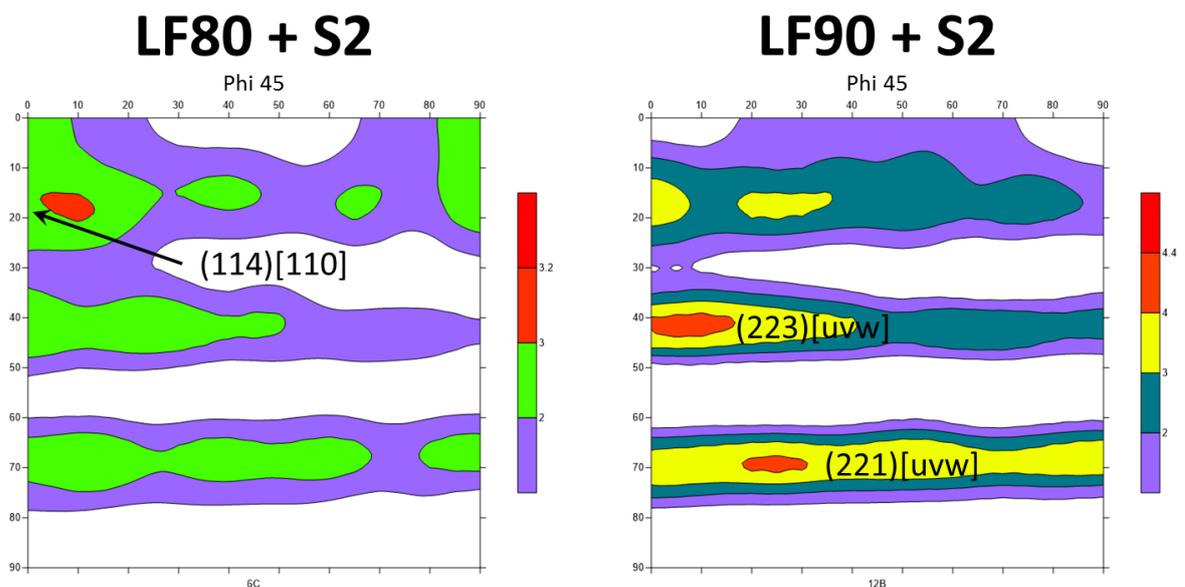


Figura 4.30: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ nas amostras previamente laminadas a frio, e posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2).

As amostras laminadas a frio, solubilizadas S2 e posteriormente envelhecidas a 480 °C por 5 horas produziram as FDOC mostradas na Figura 4.31 e na Figura 4.32. Essas amostras revelaram texturas muito semelhantes às daquelas laminadas e solubilizadas S2, inclusive com intensidades consideradas baixas. Novamente, foi percebido que o tratamento de envelhecimento não proporcionou qualquer mudança relevante na textura do material anterior ao citado tratamento.

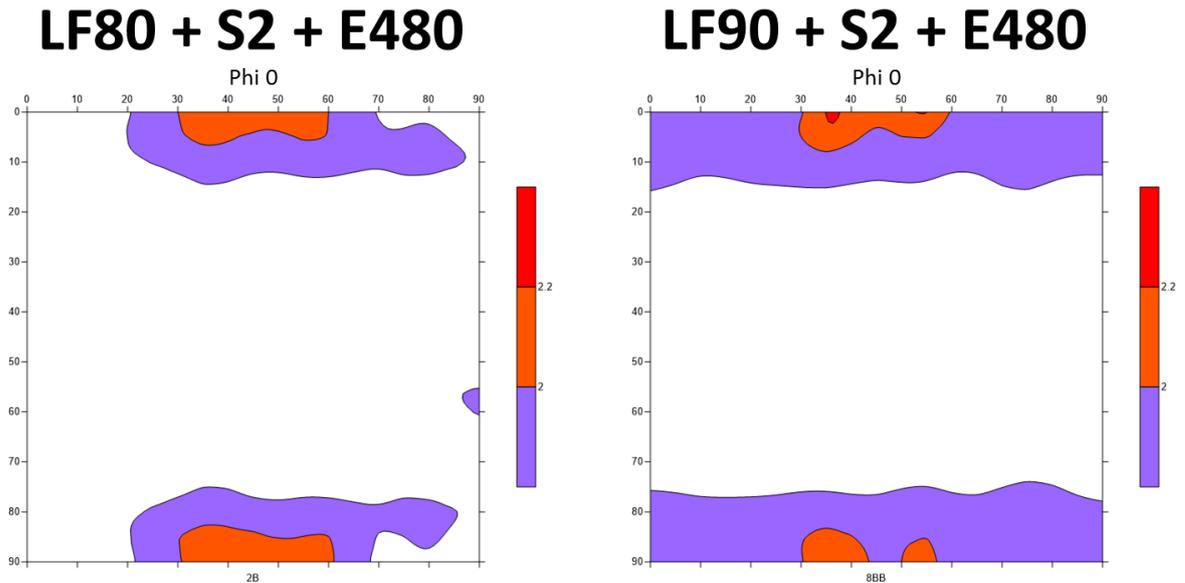


Figura 4.31: FDOC para $\phi_2 = 0^\circ$ nas amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).

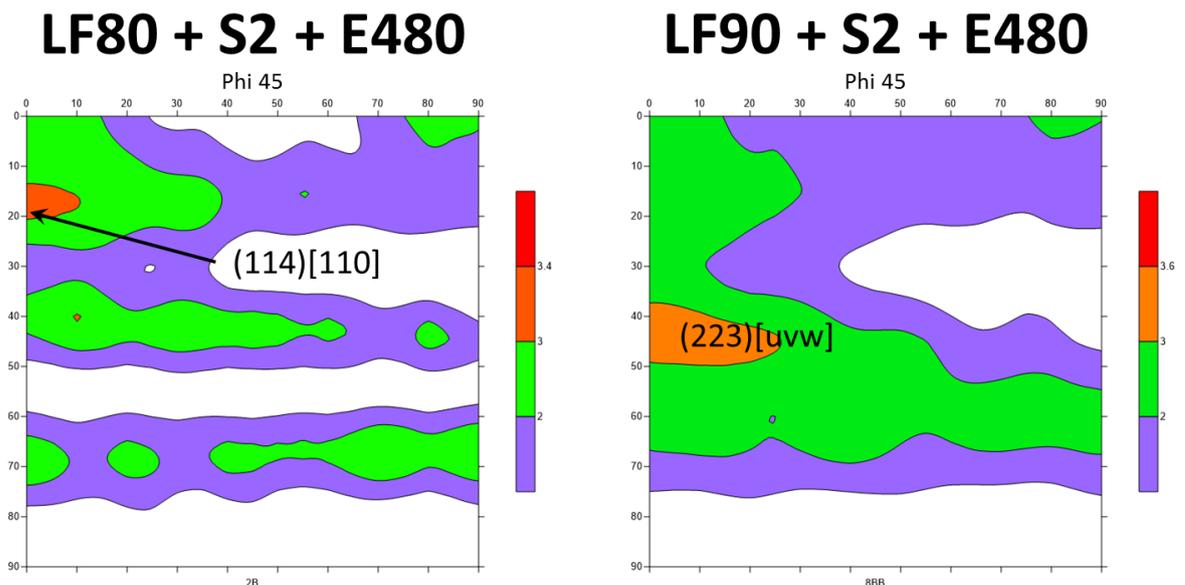


Figura 4.32: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ nas amostras laminadas a frio, posteriormente solubilizadas a 820 °C por 1 hora (S2) e por fim envelhecidas a 480 °C por 5 horas (E480).

A FDOC do material laminado 90% é comparada com outras FDOC apresentadas na literatura na Figura 4.33 e na Figura 4.34, nas quais fica evidente a grande semelhança da textura de deformação do aço *maraging* 350 com aquela do *maraging* 300 obtida por Barrio (2019), e também com a textura de deformação de um aço IF apresentada por HUMPHREYS e HATHERLY (2004). Tal semelhança é justificada pelo fato desses materiais apresentarem a mesma estrutura cristalina CCC deformada a frio, promovendo texturas de deformação bem parecidas.

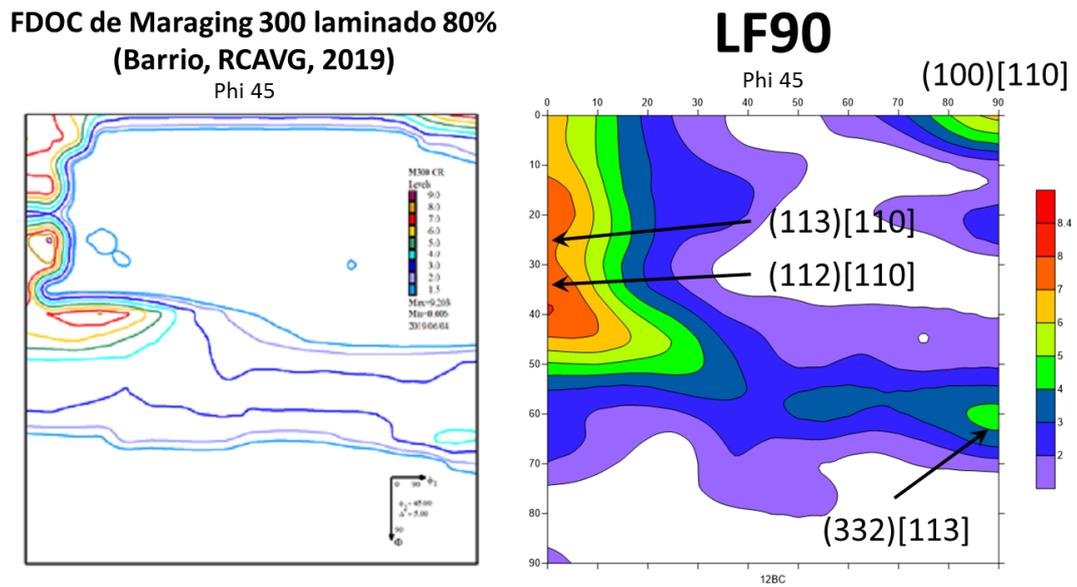


Figura 4.33: Comparação entre as FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ do *maraging* 350 do presente trabalho e de um *maraging* 300, ambos laminados a frio.

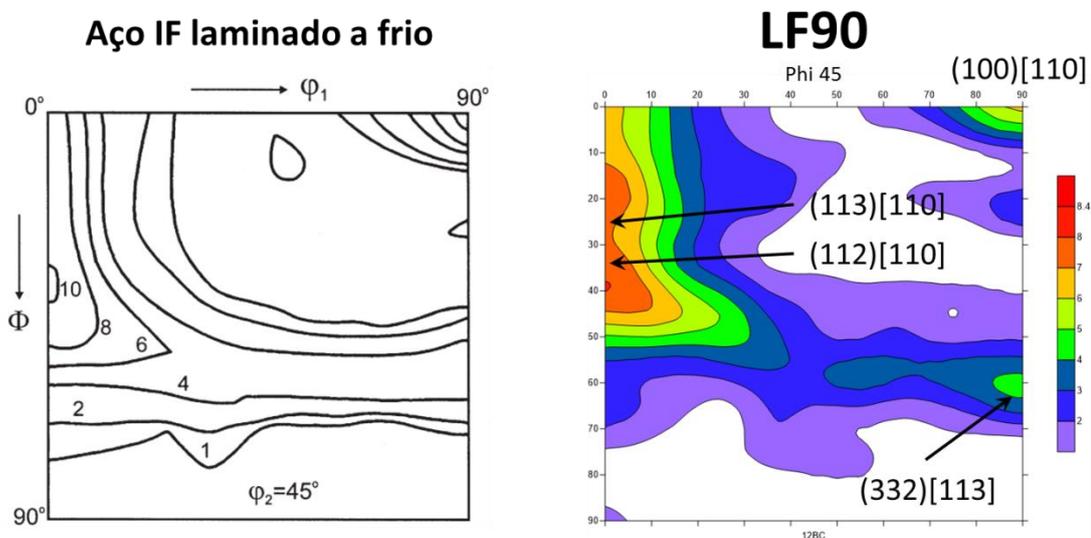


Figura 4.34: Comparação entre as FDOC do *maraging* 350 do presente trabalho e de um aço IF (HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M., 2004), ambos laminados a frio.

Outra semelhança é observada ao comparar a FDOC do *maraging* 350 laminado a frio com as FDOC da Figura 4.35, para um aço IF com diferentes quantidades de deformação a frio apresentadas por JONAS e URABE (1994). Apenas merece destaque o fato do aço IF da Figura 4.35 mostrar maiores intensidades das componentes da fibra gama (111)[uvw] do que o material do presente trabalho.

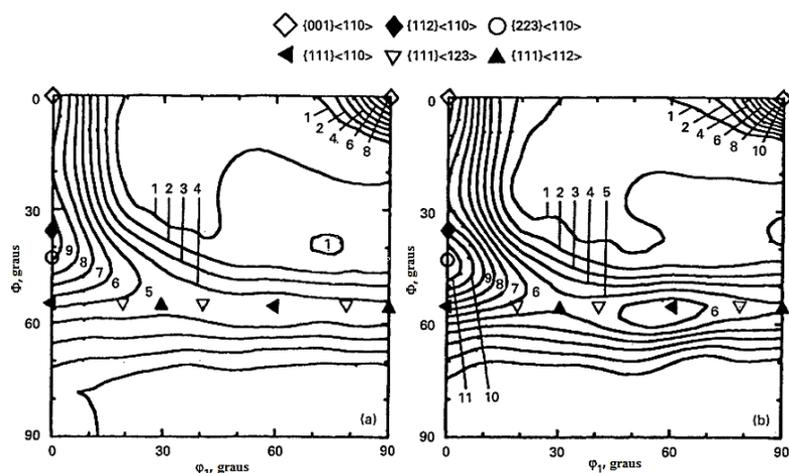


Figura 4.35: FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ de um aço IF Ti-Nb deformado 70 e 85 % por laminação a frio (JONAS, J.J., URABE, T., 1994)

A FDOC do *maraging* 350 laminado 90% e posteriormente envelhecido a 480 °C por 5 horas dessa tese é comparada com a apresentada por Silva (2005) para outro *maraging* 350, também envelhecido a 480 °C. A semelhança entre as duas é evidente, a menos das intensidades das componentes da fibra gama.

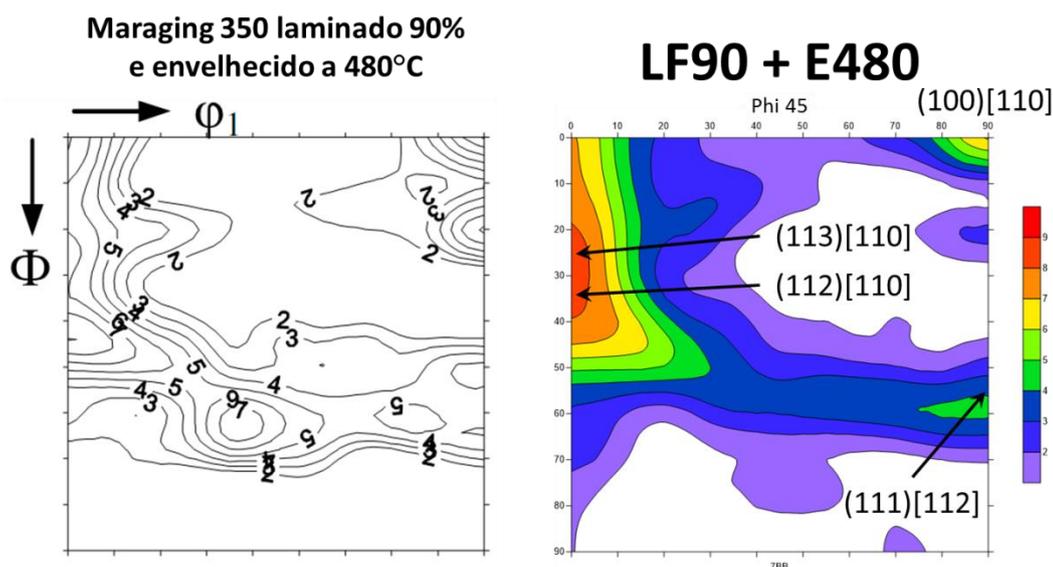


Figura 4.36: Comparação entre as FDOC para $\phi_2 = 45^\circ$ do *maraging* 350 do presente trabalho e de um *maraging* 350 (SILVA, J.J.M., 2005), ambos laminados a frio e envelhecidos a 480 °C.

4.6 Análise micrográfica

As amostras do aço *maraging* 350 passaram por análise metalográfica, gentilmente realizada na Villares Metals, cujos resultados podem ser observados na Tabela 4.8 e na Figura 4.37 até a Figura 4.46.

Tabela 4.8: Resultados obtidos nas análises micrográficas.

Código microestrutura	Condição da amostra	Tamanho de grão ASTM	Microdureza Vickers
1	Material como recebido	5	344
2	Após solubilização a 820 °C por 1 hora	7	323
3	Solubilização 1 (S1) e laminada 80%	Grãos alongados	386
4	Solubilização 1 (S1) e laminada 90%	Grãos alongados	411
5	S1, laminada 80% e solubilização 2 (S2)	9	346
6	S1, laminada 90% e solubilização 2 (S2)	9	343
7	S1, lam. 80% e envelhecida 480 x 5 h	Grãos alongados	729
8	S1, lam. 90% e envelhecida 480 x 5 h	Grãos alongados	715
9	S1, lam. 80%, S2 e envelhecida 480	9	696
10	S1, lam. 90%, S2 e envelhecida 480	9	702

Todas as amostras apresentaram microestrutura martensítica, sendo mais grosseira no material como recebido, conforme mostrado na Figura 4.37.

O primeiro tratamento de solubilização realizado a 820 °C por 1 hora no material proporcionou o refinamento da microestrutura inicial, que passou a apresentar tamanho de grão ASTM 7, sendo possível constatar o citado refinamento ao comparar a Figura 4.38 com a anterior.



Figura 4.37: Material como recebido (código 1). Microestrutura martensítica. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

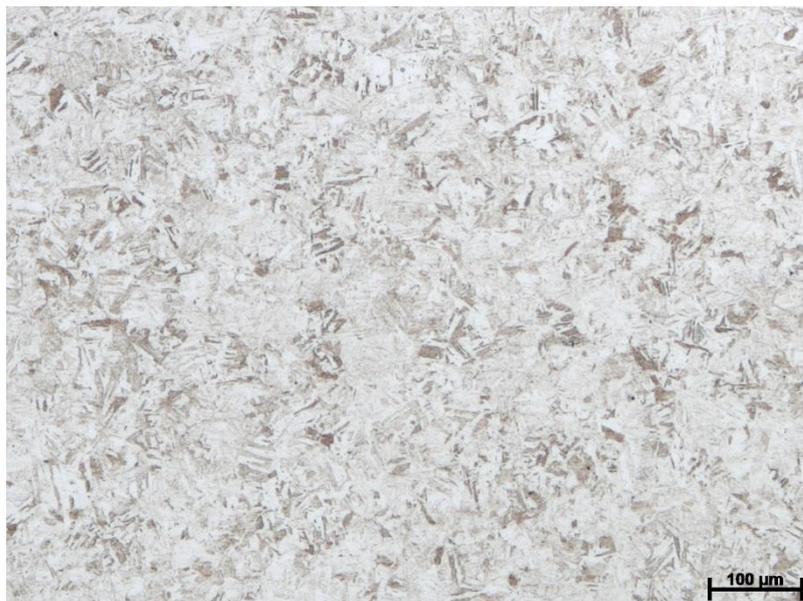


Figura 4.38: Material após a primeira solubilização (código 2). Microestrutura martensítica. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

As amostras laminadas após a primeira solubilização S1, representadas pelos códigos 3 e 4 na Tabela 4.7, revelaram a microestrutura alongada mostrada na Figura 4.39 e na Figura 4.40. Também pode ser constatado na Tabela 4.7 o aumento de dureza nessas amostras, decorrente da deformação a frio imposta ao material com a redução da espessura em 80% e 90%.



Figura 4.39: Micrografia do material de código 3. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

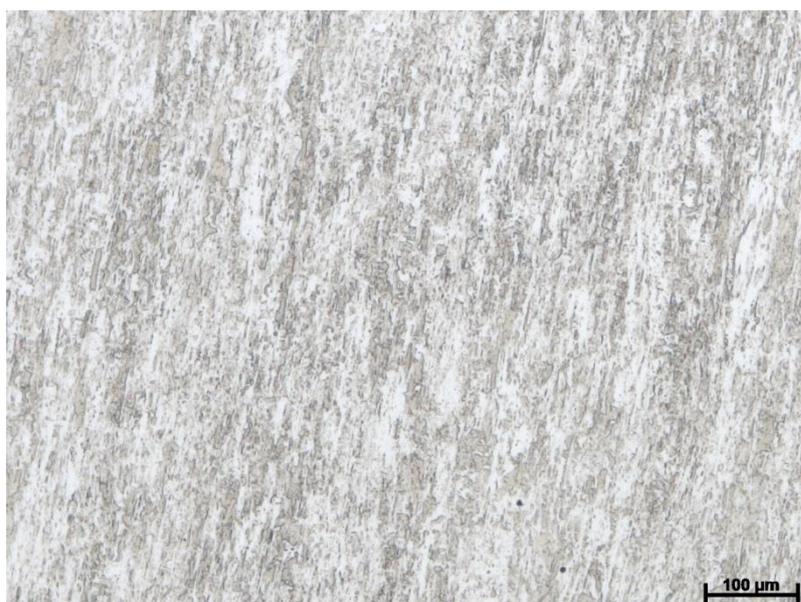


Figura 4.40: Micrografia do material de código 4. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

O segundo tratamento de solubilização (S2), efetuado nas amostras previamente laminadas a frio, promoveu um novo refinamento microestrutural no material, caracterizado com tamanho de grão ASTM 9, conforme mostrado na Figura 4.41 e na Figura 4.42.



Figura 4.41: Micrografia do material de código 5. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.



Figura 4.42: Micrografia do material de código 6. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

O material que foi envelhecido após laminação a frio (códigos 7 e 8 da Tabela 4.7) continuou a apresentar microestrutura alongada (Figura 4.43 e Figura 4.44), muito similar às microestruturas das amostras com códigos 3 e 4 (Figura 39 e Figura 40). De fato, os finíssimos precipitados formados no tratamento de envelhecimento do aço *maraging* 350 não são visíveis através de microscopia

óptica, exigindo análise por microscopia eletrônica de transmissão para sua identificação.



Figura 4.43: Micrografia do material de código 7. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.



Figura 4.44: Micrografia do material de código 8. Microestrutura martensítica alongada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

O tratamento de envelhecimento após a segunda solubilização (códigos 9 e 10 da Tabela 4.7) também resultou em microestruturas refinadas (Figura 4.45 e Figura 4.46), muito parecidas com as microestruturas das amostras com códigos 5 e 6 (Figura 41 e Figura 42). Embora os precipitados gerados no tratamento de

envelhecimento não sejam visíveis na micrografia óptica, os elevados valores de microdureza apresentados na Tabela 4.7 acusam a sua presença na microestrutura do material.



Figura 4.45: Micrografia do material de código 9. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.



Figura 4.46: Micrografia do material de código 10. Microestrutura martensítica refinada. Ataque de Vilela. Aumento 100X.

5 CONCLUSÕES

Os diversos ensaios e análises realizados no aço *maraging* 350 avaliado na presente tese permitem registrar as seguintes conclusões:

- As análises via DSC indicaram que a temperatura do tratamento térmico de solubilização não precisa ser muito superior a 800 °C, de modo a garantir a total austenitização da microestrutura do material avaliado na presente tese.

- O primeiro tratamento térmico de solubilização (S1) efetuado no material como recebido reduziu ligeiramente a sua dureza e refinou a microestrutura, proporcionando elevada capacidade de deformação do mesmo, o qual chegou a sofrer severas reduções de espessura por laminação a frio.

- As amostras do material após laminação a frio apresentaram endurecimento não muito acentuado, porém revelaram intensas componentes de textura da fibra alfa e “cubo girado”. As componentes de textura da fibra gama e similares mostraram pequena intensidade.

- O segundo tratamento de solubilização (S2) eliminou o aspecto alongado das microestruturas previamente deformadas a frio (80% e 90%), mantendo as mesmas uniformes e refinadas, durezas relativamente baixas e consideráveis ductilidades nos ensaios de tração. As análises via DRX indicaram que o tratamento S2 alterou significativamente a textura do material, reduzindo sensivelmente as intensidades das componentes anteriormente observadas.

- O tratamento térmico de envelhecimento que se mostrou mais eficiente no endurecimento e aumento de resistência mecânica do material avaliado foi o realizado a 480 °C durante 5 horas. O acréscimo de dureza resultante é verdadeiramente impressionante, especialmente no material previamente deformado a frio. Porém, a ductilidade de tais amostras nos ensaios de tração é muito baixa, indicando que sua aplicação deve ser evitada quando a tenacidade da peça fabricada for relevante. A textura do material após envelhecimento permaneceu praticamente inalterada, ao compará-la com a do material previamente laminado a frio.

- O mesmo tratamento de envelhecimento realizado no material após a segunda solubilização (S2) proporcionou o melhor balanço de propriedades

mecânicas, com elevadas dureza e resistência mecânica, mantendo ainda razoável ductilidade, com destaque para as amostras laminadas com 80% de redução de espessura. Novamente, a textura do material envelhecido permaneceu muito semelhante àquela do material anterior ao tratamento de envelhecimento, ou seja, bem parecida com a do material após a segunda solubilização.

- Os ensaios de compressão plana permitiram verificar a resistência biaxial do material, representada pelas tensões σ_1 e σ_2 responsáveis pelo início de deformação plástica mensurável (0,2%). Os resultados obtidos evidenciaram que o material como laminado a frio apresenta resistência biaxial menor do que no caso do material isotrópico. Já o material com solubilização após laminação a frio apresenta resistência biaxial superior ao do material que se apresente isotrópico, sugerindo que a textura cristalográfica desse material poderia estar propiciando anisotropia plástica superior a 1.

- Os resultados encontrados nos ensaios de compressão plana mostraram a mesma tendência do que os valores de anisotropia plástica, estimados através dos ensaios de tração e também pelo Parâmetro B via DRX. Embora as diferentes técnicas usadas indicassem estimativas de anisotropia plástica inferiores a 1, os valores encontrados para o material laminado foram inferiores aos obtidos para o material solubilizado após laminação. Os mesmos resultados comparativos foram observados para a resistência biaxial determinada por compressão plana, com valores menores no material laminado do que no material solubilizado após laminação.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a caracterização através de ensaios de tração em corpos de prova com maiores dimensões, por exemplo, com comprimento útil de 50 mm, se houver disponibilidade suficiente de material experimental. Tais corpos de prova poderiam propiciar maior precisão nas medidas das propriedades mecânicas, especialmente na determinação da anisotropia plástica. Além disso, é recomendável confeccionar corpos de prova capazes de serem fixados nas garras da máquina de ensaio de modo a evitar o escorregamento do material em relação à garra.

- Efetuar análises através de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) visando determinar precisamente a natureza dos precipitados formados na matriz martensítica através do tratamento térmico de envelhecimento considerado mais eficaz (480 °C durante 5 horas).

- Avaliar amostras do aço *maraging* 350 deformadas por outros processos de conformação, por exemplo, através do processo de produção de tubos sem costura conhecido por *flow forming* . O objetivo seria verificar a influência desse processo alternativo na textura de deformação e na textura do material posteriormente tratado com solubilização e com envelhecimento.

- Correlacionar no futuro novamente o Parâmetro B obtido por DRX com a anisotropia plástica do aço *maraging* 350 em diferentes condições de tratamento, quando estiverem disponíveis equações de correlação com maior grau de confiabilidade estatística, obtidas a partir de um conjunto com maior quantidade de amostras.

- Desenvolver novos trabalhos explorando o ensaio de compressão plana (ensaio Ford) aplicado a materiais de elevado valor do coeficiente de anisotropia normal destinados a processos de estampagem, como no caso de aços IF.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR 16282: 2014: **Folhas e chapas de aço de baixo carbono – Determinação da anisotropia plástica e do expoente de encruamento – Método de ensaio**, 2014.

ABREU, H.F.G.; SILVA, J.J.; SILVA, M.R.; SILVA, M.J.G.. Influence of reverted austenite on the texture and magnetic properties of 350 maraging steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 393, p. 99-104, 2015.

ABREU, H.F.G.; TAVARES, S.S.M.; SILVA, J.J.M.; MENEZES, J.W.A.; BRUNO, A.D.. The influence of an intermediate austenitization heat treatment in the texture of cold-rolled and aged 18% Ni maraging steel. **Materials Characterization**, v. 52, p. 203-207, 2004.

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

ANSELL, G.S.; LENEL, F.V.. Criteria for yielding of dispersion-strengthened alloys. **Acta Metallurgica**, v. 8, p. 612-616, 1960.

ASHBY, M.F.. **Seleção de materiais no projeto mecânico**. 4ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012.

ASHBY, M.F.. Results and consequences of a recalculation of the Frank-Read and the Orowan stress. **Acta Metallurgica**, v. 14, n. 5, p. 679–681, 1966.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM E8/E8M – 13a: **Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials**, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM E112 – 96: **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**, 1996.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM E140 – 02: **Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, and Scleroscope Hardness**1, 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM E384 – 11: **Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**, 2011.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). ASTM E517 – 00: **Standard Test Method for Plastic Strain Ratio r for Sheet Metal**, 2010.

BACKOFEN, W.A.. **Deformation processing**. Addison-Wesley Pub. Co., 1972.

BADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K.. **Steels: microstructure and properties**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006.

BARRIO, R.C.A.V.G.. **Efeito da temperatura de solubilização na microestrutura, dureza, início da transformação martensítica e textura de um aço MAR300.** Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais. Universidade Federal do Ceará (UCE). Fortaleza, CE, 2019.

BIEBER, C.G., inventor; The International Nickel Company Inc., assignee. Nickel alloy. **United States patent US 3093518.** 11 de agosto de 1963.

BRITTAIN, H.G.; BRUCE, R.D.. Thermal Analysis. In: AHUJA, S.; JESPERSEN, N. (editores). **Comprehensive Analytical Chemistry.** Elsevier, v. 47, p. 63-109, 2006.

BUNGE, H.J.. General outline and series expansion method. In: BUNGE, H. J.; ESLING, C. (editores). **Quantitative texture analysis.** DGM Informationsgesellschaft, p. 1-72, 1982.

BURKE, J.. **The kinetics of phase transformations in metals.** Pergamon Press, 1965.

CARVALHO, L.G.; ANDRADE, M.S.; PLAUT, R.L.; SOUZA, F.M.; PADILHA, A.F.. A dilatometric study of the phase transformations in 300 and 350 maraging steels during continuous heating rates. In: **Materials Research-Ibero-American Journal of Materials,** v. 16, p. 740-744, 2013.

CARVALHO, L.G.. **Um estudo cinético da precipitação de compostos intermetálicos e da reversão da martensita em aços maraging 300 e 350.** Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo (USP). São Paulo, SP. 2016.

DECKER, R.F.; EASH, J.T.; GOLDMAN, A.J.. 18% Nickel maraging steel. **Transactions of the ASM,** v. 55, p. 58-76, 1962.

DIETER, G.E.. **Mechanical metallurgy.** Singapore: McGraw-Hill Company, 1988.

ENGLER, O.; RANDLE, V.. **Introduction to Texture Analysis, Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping.** 2ª ed. New York: CRC Press, 2010.

FELIX, R.A.C.; BRANDÃO, L.P.; da CUNHA, M.A.; PAIVA, C.H.P.; AMARO, J.R.L.; TELES, L.S.; da ROSA, R.L.O.; JÚNIOR, R.P.G.; SALDANHA, T.A.; BEZERRA, V.H.G.. Evaluation of the relationship between crystallographic texture and magnetic properties through the magnetocrystalline anisotropy coefficient. **Anais do 20º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais,** Joinville, SC, 2012.

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

FORD, H.. **Advanced mechanics of materials.** London: Longmans, 1963.

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

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

HALL, A.M.; SLUNDER, C.J.. **The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels. Report SP5051**. Washington: National Aeronautics and Space Administration, 1968.

HOSFORD, W.F.. **Mechanical behavior of materials**. 2nd ed. New York: Cambridge University Press, 2010.

HOSOMI, K. *et al.* **Effects of cobalt, molybdenum, and titanium contents on age hardening in 15% nickel maraging steels**. 6th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, 1982, Melbourne. Strength of Metals and Alloys. Oxford: Pergamon Press, v. 1, p. 193-198, 1982.

HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M.. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. 2^a ed. Amsterdam: Elsevier, 2004.

INCO. 18 per cent nickel maraging steels: engineering properties. **Source book on maraging steels**, ASM, 1976.

JONAS, J.J.; URABE, T.. Modeling texture change during the recrystallization of an IF steel. **ISIJ International**, v. 34, n. 5, p. 435-442, 1994.

KALLEND, J.S.. Determination of the orientation distribution from pole figure data. In: KOCKS, U. F.; TOMÉ, C. N.; WENK, H. -R. (autores e editores). **Texture and Anisotropy. Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties**. Cambridge: Cambridge University Press, p. 102-125, 1998.

KANG, Y.H.; FU, L.C.; MA, J.Q.; LI, F.; QIAO, Z.H.; YANG, J.; BI, Q.L.; LIU, W.M.. Strengthening of a high strength Fe85Ni15 alloy by tempering treatment. **Materials Science and Engineering A**, v. 576, p. 316-319, 2013.

KAPOOR, R.; BATRA, I.S.. On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 371, p. 324-334, 2004.

KAPOOR, R.; KUMAR, L.; BATRA, I.S. A dilatometric study of the continuous heating transformations in 18wt.% Ni maraging steel of grade 350. **Materials Science and Engineering A**, v. 352, p. 318-324, 2003.

KESTENS, L.; JACOBS, S.. **Texture Control During the Manufacturing of Non-oriented Electrical Steels**. Hindawi Publishing Corporation: Texture, Stress and Microstructure, v. 2008, article ID: 173083, 2008.

KHAN, S.H.; NUSAIR KHAN, A.; ALI, F.; IQBAL, M.A.; SHUKAIB, H.K.. Study of precipitation behavior at moderate temperatures in 350 maraging steel by eddy current method. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 474, p. 254-256, 2009.

KRAUSS, G.. Martensite. **Steels: processing, structure, and performance**. Materials Park, Russell Township: ASM International, p. 55-86, 2005.

LESLIE, W.C.; HORNBOGEN, E.. Physical metallurgy of steels. CAHN, R. W.; HAASEN, P. (editores). **Physical metallurgy**. Amsterdã: Elsevier Science, v. 2, p. 1555-1620, 1996.

LI, X.; YIN, Z.. Reverted austenite during aging in 18Ni(350) maraging steel. In: **Materials Letters**, v. 24, p. 239-242, 1995.

MENEZES, H.T.F.. **Influência do resfriamento sub-zero após o envelhecimento na formação de austenita revertida em um aço maraging 350**. Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais. Universidade Federal do Ceará (UCE). Fortaleza, CE, 2008.

MENG, F. *et al.* **Microstructure and mechanical properties of stainless maraging steel laser weldments after ageing at different temperatures**. In: Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L. Journal of Materials Design and Applications, n. 227, p. 16-25, 2013.

MEYERS, M.A.; CHAWLA, K.K.. **Mechanical behavior of materials**. 2^a ed. New York: Cambridge University Press, 2009.

NABARRO, F.R.N. **Solution and precipitation hardening**. The physics of Metals - 2. Defects. Cambridge: Cambridge University Press, p. 152-188, 1975.

NADAI, A.. **Theory of flow and fracture of solids**. New York: McGraw-Hill, 1950.

NETZSCH. **Differential Scanning Calorimetry – DSC 404 F1/F3 Pegasus® – Method, Technique, Applications**. Prospecto disponível em: <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products-solutions/differential-scanning-calorimetry/dsc-404-f1-pegasus/>, 2016.

PADILHA, A.F.; JÚNIOR, F.S.. Textura cristalográfica. In: **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, p. 181-216, 2005.

PAULA, A.S.. Tratamentos termomecânicos de ligas do sistema Ni-Ti. Tese de Doutorado. UNL/FCT. Lisboa, 2006.

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

PRIMIG, S.; LEITNER, H.. Transformation from continuous-to-isothermal aging applied on a maraging steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 4399-4405, 2010.

RAO, M.N.. Progress in understanding metallurgy of 18% nickel maraging steels. **International Journal of Materials Research**, v. 97, n.11, p. 1-14, 2006.

- ROBERTS, W.L.. **Cold rolling of steels**. New York: Marcel Dekker, 1978.
- ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M.. **Maraging steels**. ASM Handbook, v. 1, Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee, p. 1869-1887, 1993.
- ROLLETT, A.D.; WRIGHT, S.I.. Typical textures in metals. In: KOCKS, U.F.; TOMÉ, C.N.; WENK, H.R. (autores e editores). **Texture and Anisotropy. Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties**. Cambridge: Cambridge University Press, p. 178-239, 1998.
- SANTANA, S.I.V.. **Microestrutura de um aço maraging 350 submetido a tratamentos termomecânicos**. Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, RJ. 2017.
- SANTOS, I.C.. **Modelo computacional de previsão de embutibilidade em um aço livre de intersticiais**. Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, RJ. 2015.
- SCHMIDT, M.; ROHRBACH, K.. **Heat treatment of maraging steels**. ASM Handbook, v. 4, Heat treating. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee, p. 219-228, 1991.
- SCHNITZER, R.; RADIS, R.; NÖHRER, M.; SCHOBER, M.; HOCHFELLNER, R.; ZINNER, S.; *et al.* Reverted austenite in PH 13–8 Mo maraging steels, **Materials Chemistry and Physics**, v. 122, p. 138-145, 2010.
- SERVANT, C.; LACOMBE, P.. Structural transformations produced during tempering of Fe-Ni-Co-Mo alloys. **Journal of Materials Science**, v. 12, p. 1807-1826, 1977.
- SERVANT, C.; MAEDER, G.; CIZERON, G. A small-angle x-ray-scattering investigation of zone formation of maraging type alloys. **Metallurgical Transactions**, v. A6, p. 981-990, 1975.
- SHA, W.; CERESO, A.; SMITH, G.D.W.. Phase chemistry and precipitation reactions in maraging steels: 4. Discussion and Conclusions. **Metallurgical Transactions A - Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 24, p. 1251-1256, 1993.
- SHA, W.; GUO, Z.. **Introduction to maraging steels**. Maraging steels - Modelling of microstructure, properties and applications. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, p. 1-16, 2009.
- SILMAN, G.I.. Compilative Fe-Ni phase diagram with author's correction. **Metal Science and Heat Treatment**, v. 54, n. 3–4, p. 105-112, 2012.
- SILVA, J.J.M.. **Análise de textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento**. Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais. Universidade Federal do Ceará (UCE). Fortaleza, CE. 2005.

SINHA, A.K.. **Physical Metallurgy Handbook**. New York: McGraw-Hill Company, 2003.

SINHA, P.P.; THARIAN, K.T.; SREEKUMAR, K.; NAGARAJAN, K.V.; SARMA, D.S.. Effect of aging on microstructure and mechanical properties of cobalt free 18%Ni (250 grade) maraging steel. **Materials Science and Technology**, v. 14, n. 1, p. 1–9, 1998.

SMALLMAN, R.E.; NGAN, A.H.W.. **Physical Metallurgy and Advanced Materials**. 7^a ed. Oxford: Elsevier Ltd., 2007.

SPITZIG, W.A.; CHILTON, J.M.; BARTON, C.J.. **Structure and strengthening mechanisms in 300-grade 18Ni-Co-Mo-Ti**. Source book on maraging steels, ASM, p. 1-19, 1979.

STRUERS. **Minitom**. Prospecto disponível em: <http://www.struers.com/en-GB/Products/Cutting/Cutting-equipment/Minitom#minitom-facts>, 2016.

SWARTZENDRUBER, L.J.; ITKIN, V.P.; ALCOCK, C.B.. The Fe-Ni (iron-nickel) system. **Journal of Phase Equilibria**, v. 12, n. 3, p. 288-312, 1991.

TAMURA, I.; TSUZAKI, K.; MAKI, T.. Morphology of lath martensite formed from deformed austenite in 18% Ni maraging steel. **Journal de Physique**, v. 43, ed. NC-4, p. 551-556, 1982.

TAVARES, R.I.; DE SANTANA, S.I.V.; PAULA, A.S.; BRANDÃO, L.P.M.; DA SILVA, F.L.. Estudo de parâmetros que afetam o envelhecimento do aço maraging 350. 72^o Congresso Anual da ABM. 2017.

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

TAVARES, S.S.M.; DA SILVA, M.R.; NETO J.M.; PARDAL, J.M.; CINDRA FONSECA, M.P. Magnetic properties of a Ni-Co-Mo-Ti maraging 350 steel. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 373, p. 304-311, 2004.

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

VASUDEVAN, V.K., KIM, S.J., WAYMAN, C.M.. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 wt pct nickel maraging steels. **Metallurgical Transactions A**, v.21, p. 2655-2668, 1990.

VERHOEVEN, J.D.. Some applications of physical metallurgy. **Fundamentals of physical metallurgy**. Nova Iorque: John Wiley & Sons, p. 513-555, 1975.

VERLINDEN, B. *et al.*. Textural developments during thermo-mechanical processing. In: CAHN, R. W (editor). **Thermo-mechanical processing of metallic materials**. Amsterdã: Elsevier, p. 153-183, 2007.

VIANA, C.S.C.; PAULA, A.S.. Texturas de deformação. **Textura e Relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão**, p. 23-37, São Paulo, 2001.

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

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

VOORT, G.F.V.. **Thermal embrittlement of maraging steels**. ASM Handbook, v. 1, Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee, p. 1626-1628, 1993.

WASHKO, S.D.; AGGEN, G.. **Wrought stainless steels**. ASM Handbook, v. 1, Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee, p. 2004-2194, 1993.

WONG, C.C.; DEAN, T.A.; LIN, J.. A review of spinning, shear forming and flow forming processes. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, v. 43, p. 1419–1435, 2003.