

ESTUDO DA ESTABILIDADE DA AUSTENITA REVERTIDA EM UM AÇO MARAGING 18%Ni GRAU 300*

Hamilton Ferreira Gomes de Abreu¹
Antônio Henrique das Virgens Neto²
Luis Paulo Mourão dos Santos³
Darley da Silva Lima⁴

Resumo

Os aços *maraging* apresentam baixo teor de carbono e possuem uma estrutura cristalina martensítica tetragonal de corpo centrado (TCC). Estes aços oferecem uma combinação única de alta resistência mecânica e boa tenacidade à fratura. Nesse trabalho, foi realizado um estudo *in situ* de radiação síncrotron na busca de avaliar a estabilidade da austenita revertida no aço *maraging* 18%Ni grau 300. Um corpo de prova do aço em estudo com dimensões padronizadas foi solubilizado a 840°C por 1 hora e resfriada ao ar. Em seguida foi aquecida a uma taxa de 10°C/s até 630°C, mantendo-se então nesta temperatura pelo tempo de 12 minutos. Posteriormente a este tratamento, a amostra foi resfriada até a temperatura ambiente a taxa de 15°C/s. Em cada estágio de ciclo térmico foi realizada medidas de radiação síncrotron com comprimento de onda ($\lambda = 1.0332 \text{ \AA}$). As frações volumétricas das fases austenita revertida e martensita presentes em cada etapa do ciclo térmico foram calculadas utilizando o método de comparação direta e através da área integrada relativa aos picos das fases. A estabilidade mecânica da austenita revertida sob carga externa foi estudada usando radiação *in situ* síncrotron.

Palavras-chave: Aços *Maraging* - Austenita revertida - Tratamento termomecânico.

STUDY OF THE STABILITY AUSTENITE REVERSED IN A STEEL MARAGING 18%Ni 300 DEGREE

Abstract

Maraging steels have low carbon and have a body-centered cubic martensitic (BCC) crystalline structure. These steels offer a unique combination of high mechanical strength and good fracture toughness. In this work, a study in situ synchrotron radiation in seeking to assess the stability of reversed austenite in *maraging* steel grade 18%Ni 300. A flat bar sample with standard dimensions was solution treated at 840°C for 1 h and cooled in air. Then heated at a rate of 10°C per second to 630°C, keeping this temperature for 12 minutes. Subsequent to this treatment the sample was cooled to room temperature at a rate of 15°C per second. Measurements of synchrotron radiation with a wavelength ($\lambda = 1.0332 \text{ \AA}$) were performed at each stage of the heating cycle. The volume fraction of martensite and austenite phases present in each stage of the thermal cycle were calculated using the method of direct comparison and through the integrated area of the peak for the phases. The mechanical stability of the reverted austenite under external load was studied using synchrotron radiation-situ.

Keywords: *Maraging* steels, Reverted austenite, Thermomechanical treatment.

¹ Engenharia Naval, Doutor, Professor, Laboratório de Caracterização de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

² Engenharia Metalúrgica, Engenheiro, Bolsista, Laboratório de Caracterização de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

³ Licenciatura Plena Química, Doutorando, Bolsista, Laboratório de Caracterização de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

⁴ Engenharia Metalúrgica, Graduando, Bolsista voluntário, Laboratório de Mecânica da Fratura e Fadiga, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, Brasil.

1. INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* apresentam baixo teor de carbono e possuem uma estrutura cristalina martensítica tetragonal de corpo centrado (TCC). Estes aços oferecem uma combinação única de alta resistência mecânica e boa tenacidade à fratura. As excelentes propriedades mecânicas dos aços *maraging* são obtidas a partir da precipitação de compostos intermetálicos na matriz durante o tratamento térmico de envelhecimento [1]. O envelhecimento realizado acima de 500°C induz a reversão da austenita a partir da martensita, conhecida como austenita revertida. A precipitação da austenita ocorre preferencialmente nos contornos das ripas de martensita passando nuclear dentro das ripas conforme o tempo de envelhecimento aumenta [2]. A presença de austenita revertida na microestrutura dos aços *maraging* altera significativamente as propriedades magnéticas [3], elétricas e mecânicas desses aços [4]. Estudos anteriores têm mostrado que a estabilidade da austenita revertida depende da concentração de Ni e Mo e do grau de trabalho a frio [5].

1.1. Objetivos

O presente trabalho teve como principal objetivo investigar a estabilidade mecânica da austenita revertida num aço 18%Ni *maraging* grau 300 a partir de um ensaio de termomecânico utilizando radiação síncrotron *in situ*;
Fazer a quantificação da fração volumétrica de austenita revertida nas várias etapas de aplicação do ciclo térmico e mecânico usando radiação síncrotron *in situ*.

1.2. Revisão da Literatura

1.2.1. Aços Maraging

Os aços *maraging* da série 18%Ni (200), 18%Ni (250) e 18%Ni (300) foram desenvolvidos a partir do sistema endurecedor Co-Mo. O sistema de endurecimento Co-Mo ocorre devido ao efeito sinérgico que ambos possuem de aumentar a dureza da martensita durante o envelhecimento. O endurecimento provocado pelo cobalto e pelo molibdênio é bem maior do que a soma do endurecimento provocado por cada um deles, separadamente [6]. Os números entre parênteses referem-se ao limite de escoamento dessas ligas em unidades "ksi" após o tratamento térmico de envelhecimento.

Os elementos de ligas utilizados nos aços *maraging* estão diretamente relacionados ao seu mecanismo de endurecimento. A adição de níquel ao ferro garante a estrutura martensítica típica dos aços *maraging*, o que aumenta a resistência da matriz. Porém, este mesmo níquel promove a redução da resistência da rede cristalina ao movimento das discordâncias e reduz a energia de interação das discordâncias com os átomos intersticiais, o que produz alívio de tensão e, conseqüentemente, reduz a susceptibilidade do aço à ruptura por fragilização [7].

O endurecimento por envelhecimento dos aços *maraging* é produzido pelo tratamento térmico entre 3 e 6 horas a temperaturas de 450°C a 510°C. O endurecimento por envelhecimento dos aços *maraging* resulta inicialmente de uma precipitação de compostos intermetálicos. A precipitação ocorre, preferencialmente sobre as discordâncias e dentro das ripas de martensita produzindo uma precipitação fina e uniforme de partículas coerentes [2].

1.2.2. Reversão da Martensita para a Austenita

O interesse da pesquisa pela reversão da austenita está associado às mudanças que esta transformação de fase pode acarretar nas propriedades mecânicas dos aços *maraging* após tempos prolongados de tratamento térmico de envelhecimento, também conhecida como superenvelhecimento. A presença de austenita revertida na microestrutura dos aços *maraging* altera significativamente as propriedades magnéticas, elétricas e mecânicas desses aços, mesmo essa fase sendo muito instável. A reversão da austenita nos aços é comumente atribuída ao enriquecimento de níquel da matriz cúbica de corpo centrado. Esse enriquecimento geralmente está associado à dissolução de precipitados do tipo Ni_3X ($X = Mo, Ti$) e a formação de compostos intermetálicos Fe-Mo (Fe_7Mo_6 ou Fe_2Mo) [4].

Nas Figuras 1(a) e 1(b) estão mostradas imagens de uma amostra de aço *maraging* 350 estudado por Vishwanathan [4] que foram envelhecidas a 510°C por um período de 3 horas, 640°C por 8 horas e depois resfriadas ao ar.

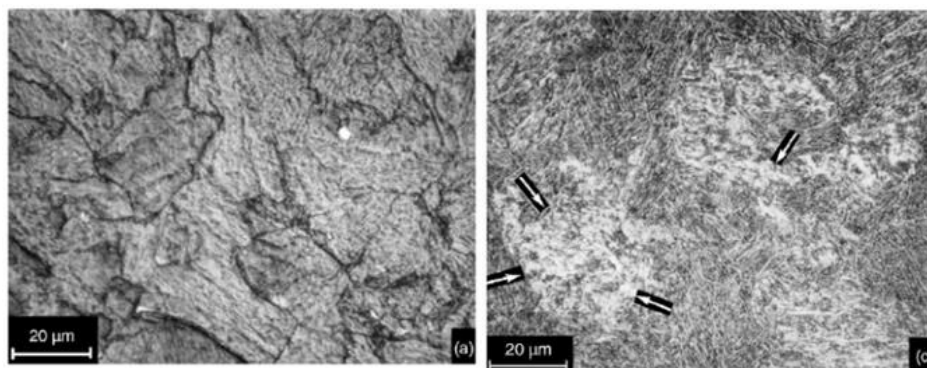


Figura 1. (a) Aço maraging envelhecido a 510°C; (b) Aço maraging envelhecido a 640°C por 8 horas

No estudo realizado, não se observou a presença de austenita revertida na amostra envelhecida a 510°C. Porém, na amostra envelhecida a 640°C pode-se observar a presença da fase austenítica (indicadas pelas setas) na microestrutura do material no tempo de tratamento adotado. O trabalho de Vishwanathan concluiu que a austenita reversa aumenta em quantidade diretamente proporcional ao tempo de envelhecimento, o que se pode constatar nas micrografias apresentadas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Material

O material utilizado nesse trabalho foi um disco com 170 mm de diâmetro e 10 mm de espessura de um aço *maraging* 18%Ni grau 300. Esse disco foi tirado a partir de um tarugo de 170 x 80 mm². A composição química deste aço é apresentada na Tabela 1.

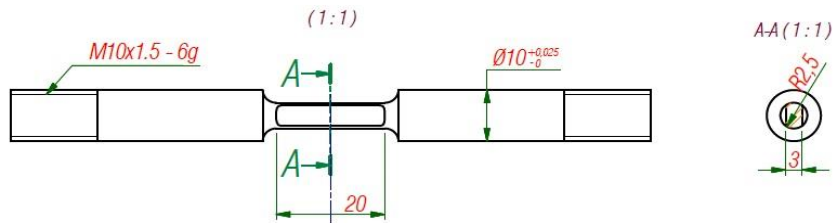
Tabela 1. Composição química em peso do aço 18% Ni *maraging* grau 300

Elemento	Ni	Mo	Co	Ti	Al	C	Mn	Si
%peso	18	4,9	9	0,65	0,1	<0,03	<0,01	<0,01

Esse disco foi solubilizado a 840°C por 1 hora com o objetivo de dissolver possíveis precipitados e assim obter uma microestrutura o mais homogênea possível. A solubilização foi feita num forno tipo Mufla no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da Universidade Federal do Ceará (UFC). A partir do material

solubilizado foi produzido um corpo de prova circular com 10 mm de diâmetro. Um desenho do corpo de prova usado neste trabalho pode ser visto na Figura 2. Tais dimensões são padrões de trabalho do simulador termomecânico Gleeble 3S50, equipamento necessário ao ciclo térmico.

Figura 2. Dimensões do corpo de prova



2.2. Difração de luz Síncrotron

Os padrões de difração a partir da luz Síncrotron foram coletados entre 20° e 80° em cinco pontos durante o ciclo termomecânico. O primeiro padrão foi coletado a temperatura ambiente, no início do ciclo térmico, o segundo ao atingir a temperatura de patamar 630°C, o terceiro após 12 minutos na temperatura de patamar 630°C, o quarto padrão foi coletado ao final de um resfriamento até a temperatura ambiente e o quinto, e último padrão, foi coletado após o início do ensaio de tração, para 3% e 6% de deformação.

Um detector linear com resolução angular de 0,05° foi usado para coletar a difração proveniente da região do espectro entre 20 e 80°. Para reduzir a oxidação das amostras durante os testes *in situ*, foi usada uma pressão de 10⁻³ torr na câmara de vazio. A energia do feixe incidente usado foi 8 keV, com comprimento de onda utilizado de $\lambda = 1.0332 \text{ \AA}$.

2.3. Ensaio Termomecânico

O ensaio foi conduzido em um simulador termomecânico Gleeble 3S50™ usando um dilatômetro de contato. O ciclo térmico foi controlado mediante o método de aquecimento por resistividade, regulado por termopares. Para estudar a cinética de transformação de fases durante o aquecimento, patamar, resfriamento, e da deformação a frio do corpo de prova, foi acoplado ao simulador termomecânico Gleeble uma fonte de luz Síncrotron.

O corpo de prova foi submetido ao seguinte ciclo térmico: A amostra foi aquecida a partir da temperatura ambiente até a 630°C a uma taxa de 10°C/s, em seguida o corpo de prova foi mantido nessa temperatura pelo período de 12 min. Então o material foi resfriado a uma taxa de 15°C/s até a temperatura ambiente, como mostrado na Figura 3. Após o resfriamento até a temperatura ambiente o material foi deformado em 3 e 6%. Após esses estágios o corpo de prova foi fraturado, como pode ser visto na Figura 3. Durante o esforço mecânico o corpo de prova foi submetido a uma taxa constante de 1,0 × 10⁻³ [s⁻¹].

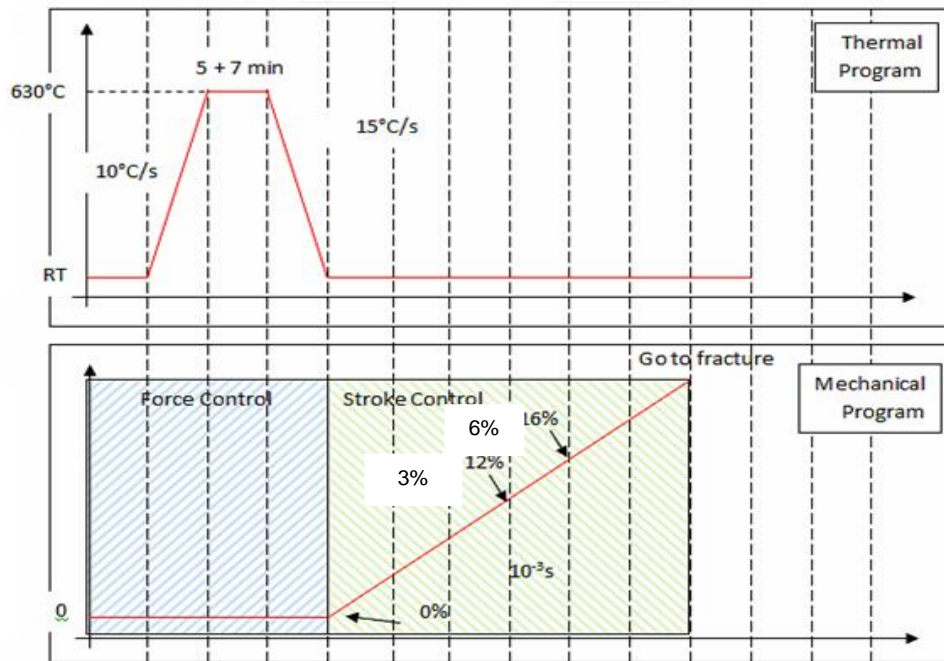


Figura 3 – Desenho esquemático mostrando o ensaio termomecânico, o ciclo térmico e o ciclo mecânico utilizado neste trabalho.

2.4. Quantificação Volumétrica da Austenita Revertida

A quantificação das fases foi feita utilizando método direto proposto por Van Dijk e Cullity (1978). A fração volumétrica da fase austenita revertida pode ser dada pela equação (1) abaixo:

$$f_{\gamma} = \frac{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{I_{\gamma,i}}{R_{\gamma,i}} \right)}{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left(\frac{I_{\gamma,i}}{R_{\gamma,i}} \right) + \frac{1}{M} \sum_{i=1}^M \left(\frac{I_{\alpha,i}}{R_{\alpha,i}} \right)} \quad (1)$$

Onde f_{γ} é a fração de volumétrica da fase austenita, $I_{\gamma,i}$ é intensidade integrada dos picos da austenita e $I_{\alpha,i}$ é intensidade integrada dos picos de martensita, N e M são os números da reflexão da austenita e da martensita, respectivamente. O índice $\{hkl\}$ que é a reflexão de estudo, respectivamente. O índice i refere-se a $\{hkl\}$ que é a reflexão de estuda. $R_{\gamma,i}$ é o fator de normalização para os picos de intensidade da austenita e da martensita $R_{\alpha,i}$. O fator de normalização para ambas as fases é dado pela equação (2), dada abaixo:

$$R = I \phi_0 V \mu \quad (2)$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Estudo da Austenita Revertida *in situ*

O estudo da formação da austenita revertida *in situ* pode ser dividido em cinco etapas em função da temperatura: a primeira como a etapa de temperatura ambiente; a segunda ao se atingir a temperatura de 630°C, a terceira ao finalizar o tempo de 12 minutos na temperatura de 630°C; a quarta como a etapa de resfriamento até temperatura ambiente; a quinta quando o ensaio de tração no corpo

de prova atinge 3% de deformação e 6% de deformação. Todas as amostras foram analisadas a partir da radiação síncrona.

1ª Etapa – Temperatura ambiente

Nessa etapa nossa análise é sobre a amostra solubilizada, visto que o aquecimento ainda não foi iniciado. Podemos observar pela Figura 4 que a fração volumétrica de austenita revertida é irrelevante antes do envelhecimento, onde só observamos picos de martensita.

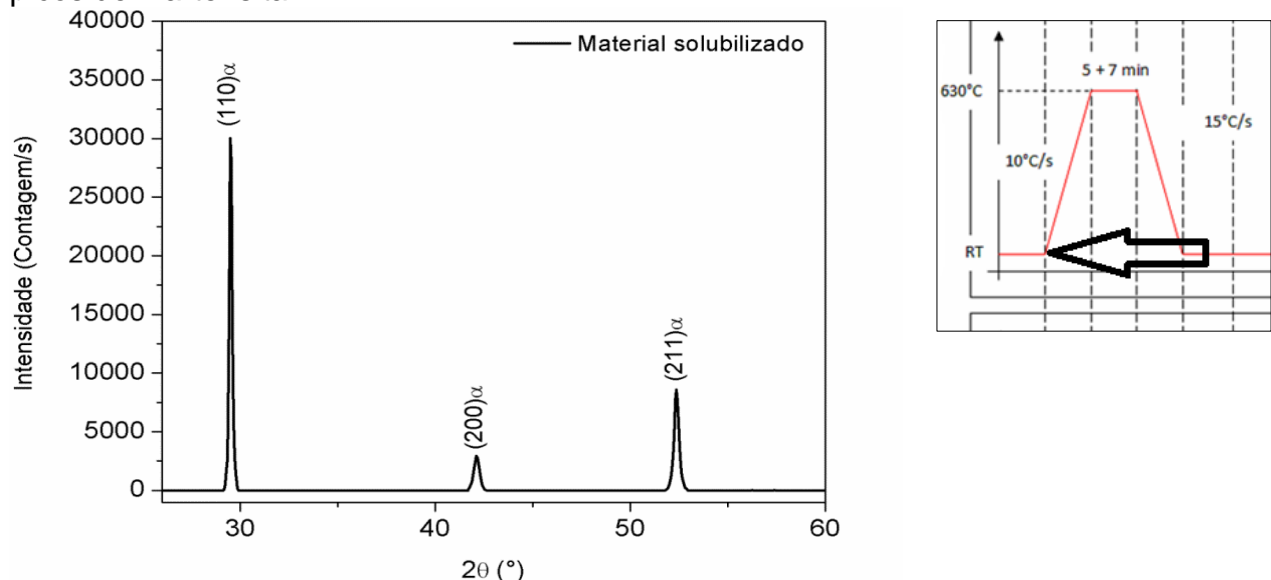


Figura 4 - Picos de fases no corpo de prova solubilizado

2ª Etapa - Temperatura de 630°C

Nesta etapa a medição foi realizada com a chegada da temperatura em 630°C, a uma taxa de aquecimento de 10°C/s. Nessa análise podemos observar, a partir Figura 5, a presença de picos de austenita revertida, indicando que com o aumento de temperatura haverá a reversão da martensita. Realizando a quantificação das fases podemos obter $f_\gamma = 39.60$ vol.% e $f_\alpha = 60.40$ vol.%.

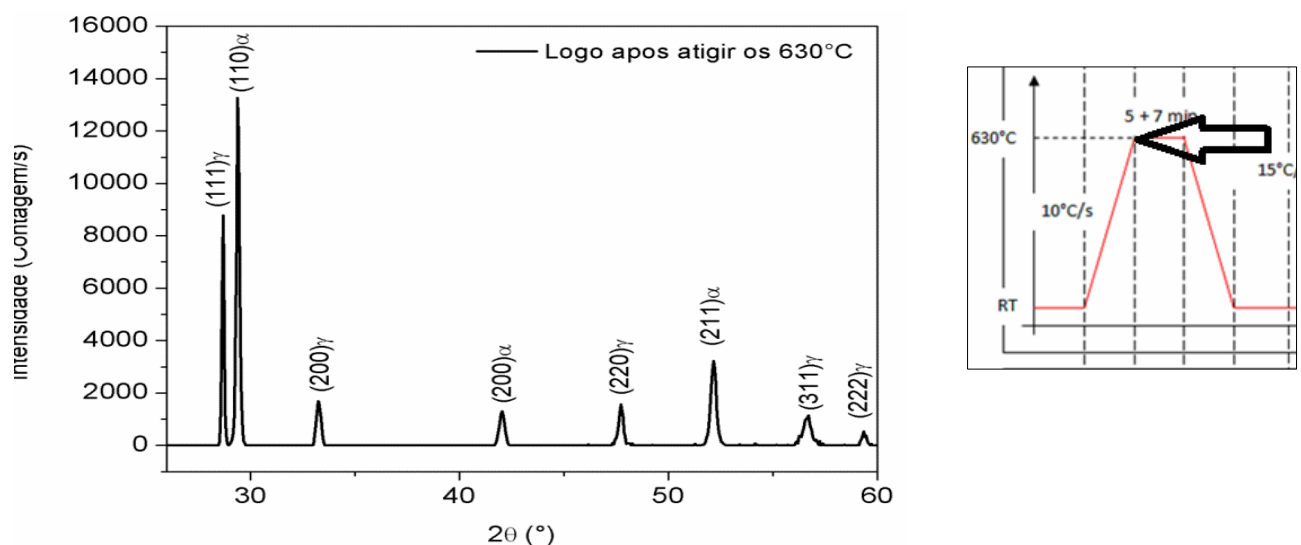


Figura 5 - Picos de fases no corpo de prova na temperatura de 630°C

3ª Etapa – Temperatura de 630°C após 12 minutos

Como mostrado na Figura 1, é possível observar o efeito do tempo e da temperatura na transformação isotérmica em função do tempo. Temperaturas relativamente altas para o envelhecimento, como 630°C, mostram cinéticas de transformação mais rápidas. Pode-se observar que para a transformação anterior, na chegada a 630 °C temos uma etapa de crescimento inicial rápida e quando comparada com a cinética de transformação isotérmica do final do patamar percebemos a desaceleração da cinética de transformação. Observando-se os picos podemos quantificar as fases em $f_{\gamma} = 44.83 \text{ vol.}\%$ e $f_{\alpha} = 55.17 \text{ vol.}\%$.

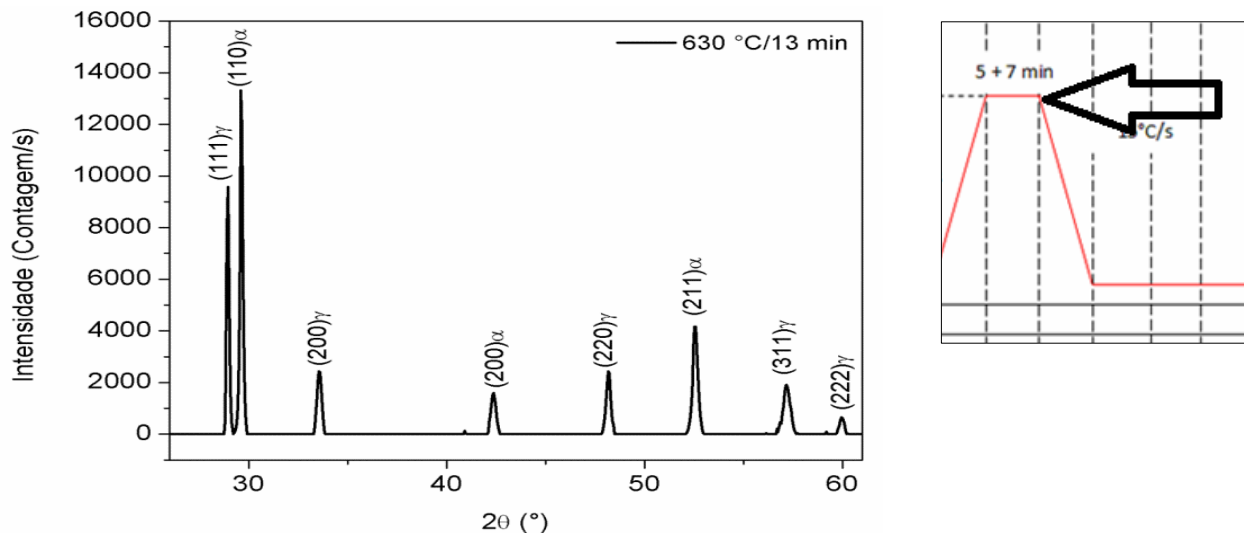


Figura 6 - Picos de fases no corpo de prova após 12 minutos na temperatura de 630°C.

4ª Etapa - Resfriamento

Para o resfriamento desde 630°C ocorre um leve aumento dos teores de austenita revertida, podendo ser explicado pelas temperaturas relativamente altas que o corpo de prova é submetido ainda durante o resfriamento dentro da Gleeble 3S50™. Podemos perceber esses valores pela quantificação volumétrica dos picos da Figura 7, onde obtemos $f_{\gamma} = 45.62 \text{ vol.}\%$ e $f_{\alpha} = 54.38 \text{ vol.}\%$.

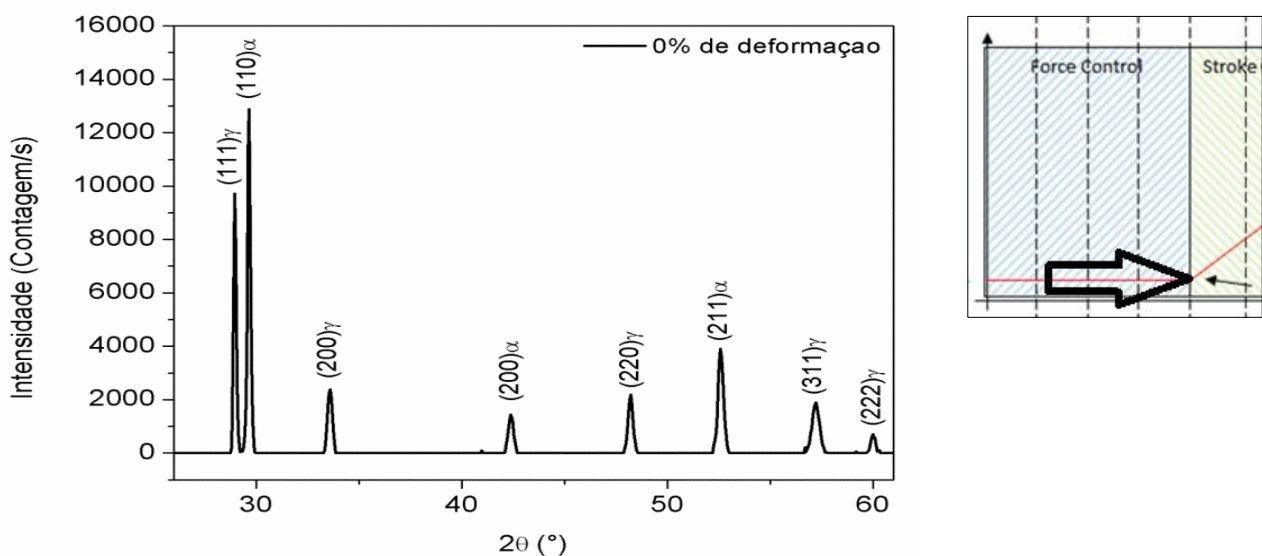


Figura 7 - Picos de fases no corpo de prova após 12 minutos na temperatura de 630°C.

5ª Etapa - Ensaio de tração a 3% e 6% de deformação

Nas Figuras 8 e 9 pode ser observado o efeito da deformação sobre a austenita revertida do corpo de prova submetido ao teste de tração. Nota-se que para as duas deformações, 3% e 6%, a dissolução da austenita revertida para martensita é mínima. Podemos observar pela quantificação da fração volumétrica para a deformação de 3% - $f_{\gamma} = 45.36 \text{ vol.}\%$ e $f_{\alpha} = 54.64 \text{ vol.}\%$ - e de 6% - $f_{\gamma} = 44.12 \text{ vol.}\%$ e $f_{\alpha} = 55.88 \text{ vol.}\%$.

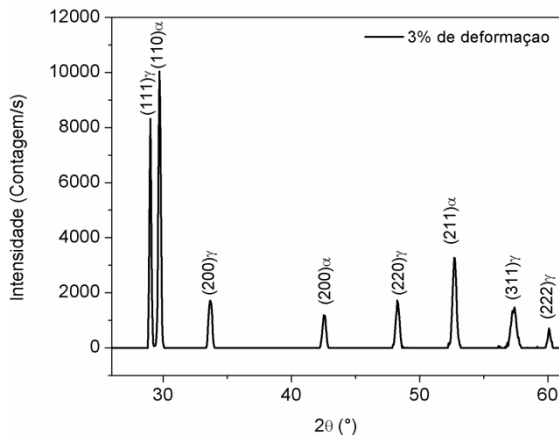


Figura 8 - Picos com 3% de deformação

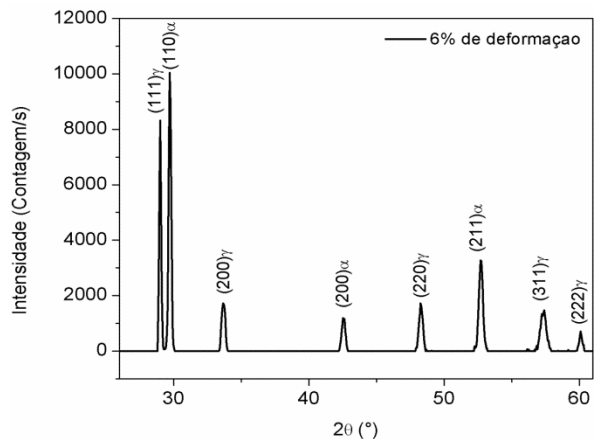


Figura 9 - Picos com 6% de deformação

3.2. Avaliação da Dureza

Foi comparada a dureza de duas amostras, uma solubilizada e outra envelhecida a 630°C por 12 minutos. Apesar da amostra solubilizada conter uma matriz praticamente martensítica, o material solubilizado obteve resultados de microdureza inferiores a amostra envelhecida com alto teor de fase austenítica. Isso ocorre pois, devido a formação de precipitados durante o envelhecimento, a rede atômica irá comprimir e, assim, dificultar o movimento de discordâncias [5].

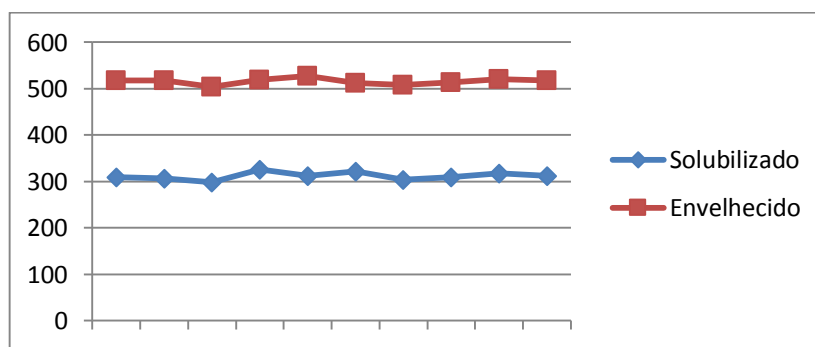


Figura 10 - Gráfico das microdurezas em HV (Dureza Vickers) para a amostra solubilizada e envelhecida a 630 °C por 12 minutos (Ordenada: Dureza Vickers ; Abscissa: Tempo)

3.3. Caracterização Microestrutural

Como pode ser evidenciado na quantificação de fases nas termoanálises, o aumento da temperatura com o tempo produz um aumento da quantidade de austenita revertida. Para a amostra solubilizada e para a amostra envelhecida a 630°C durante 12 minutos temos as imagens de suas respectivas microestruturas por microscopia eletrônica evidenciadas nas Figuras 11 e 12. Na amostra solubilizada

pode-se perceber a presença de martensita na forma de placas e para a amostra envelhecida é possível observar pequenas placas de martensita com um grande número de austenita revertida formada entre os contornos na forma de ripas e no interior do grão na forma de placas [5].

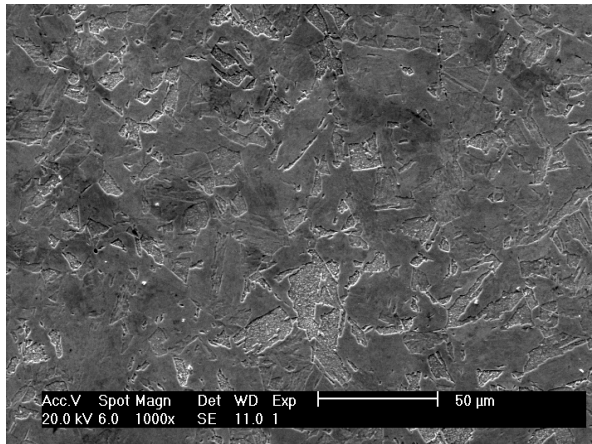


Figura 11 - Amostra solubilizada

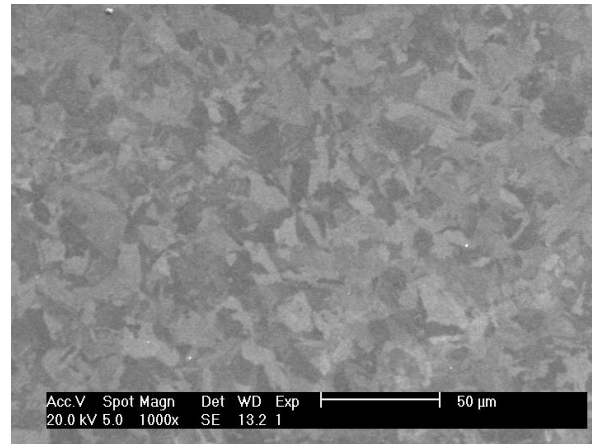


Figura 12 - Amostra envelhecida por 12 minutos a 630°C

A preparação metalográfica foi realizada utilizando lixas de carvão de silício com granulometrias 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh seguido de um polimento com pasta de diamante com granulometria de 6, 3 e 1 µm. Após o polimento as amostras foram lavadas com água destilada e secas com ar quente. A solução de *marble* (10g de CuSO_4 + 50ml HCl + 50ml de água destilada) foi utilizada para revelar as microestruturas das amostras.

4. CONCLUSÃO

A austenita revertida formada a partir do tratamento térmico de envelhecimento é estável quando submetida à tensões mecânicas acompanhadas de deformações, considerando a carga de tração utilizada. Portanto a deformação tem um efeito estabilizador sobre a austenita revertida formada.

A fração de austenita revertida formada varia com a temperatura e com o tempo de envelhecimento, sendo diretamente proporcional a esses dois fatores, ou seja, quanto maior a temperatura e o tempo de envelhecimento, maior a fração de austenita revertida a ser formada.

Foram determinadas as frações de austenita revertida a partir dos ensaios *in situ* com radiação síncrotron para diversos patamares durante o tratamento de envelhecimento e durante as solicitações mecânicas, podendo então afirmar que a análise com radiação síncrotron é uma técnica precisa para avaliar a estabilidade da austenita revertida em um aço *maraging* 18% Ni grau 300. Essa precisão é devido a radiação síncrotron trabalhar com um comprimento de onda menor, comparado a outras análises.

Pode-se observar, também, que mesmo com um elevado teor de austenita revertida, a amostra envelhecida tem maior dureza do que a amostra solubilizada com matriz martensítica. Evidenciando, assim, a melhora na resistência mecânica devido à formação de precipitados que irão dificultar o movimento das discordâncias.

REFERÊNCIAS

- 1 Magnée, A.; Drapier, J.M.; Dumont, J.; Coutsouradis, D.; Habraken, L. Cobalt-Containing High-Strength Steels. Centre d'Information du Cobalt, Brussels, 1974.
- 2 LI, X.; YIN, Z. Reverted austenite during in 18Ni(350) *maraging* steel. *Materials Letters*, v. 24, p.239-242, 1995.
- 3 Tavares, S. S. M.; Silva, M. R.; Neto, J. M.; Abreu, H. F. G.; Popa, I. A magnetic study of the *maraging*350 steel, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 272–276 (2004) 785–787.
- 4 Viswanathan, U.K.; Dey, G. K.; Sethumadhavan, V. Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18 Ni (350) *maraging* steel, *Mater. Sci. Eng. A*. 398 (2005) 376–372.
- 5 Farooque, M.; Ayub, H.; Ul Haq, A.; Khan, A. Q. The formation of reverted austenite in 18% Ni 350 grade *maraging* steel, v. 33, p. 2927-2930, 1998.
- 6 Viswanathan, U.K.; Kishore, R.; Asundi, M.K. Effect of Thermal Cycling on the Mechanical Properties of 350- Grade *Maraging* Steel. *Metallurgical and Materials Transactions*. Vol. 27A. 757-761, 1996.
- 7 Silva, Jean J. J. M. Análise de textura e propriedades magnéticas em aços *maraging*300 e 350 em várias condições de tratamento. Dissertação (Mestre) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2005. Disponível em: <http://www.repositorio.ufc.br/bitstream/riufc/3666/1/2005_dis_jjmsilva.pdf> Acesso em: 29 Out. 2014.