

INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE TRATAMENTO DE ENVELHECIMENTO NA DUREZA DO AÇO MARAGING 350*

Rogério Itaborahy Tavares¹
Simone Izabel Vieira de Santana²
Andersan dos Santos Paula³
Luiz Paulo Brandao⁴
Gabriel Augusto De Avila Santiago⁵

Resumo

O presente trabalho tem por objetivo determinar uma combinação ótima entre temperatura e tempo do tratamento de envelhecimento de um aço *maraging* 18Ni350, de forma a maximizar o valor da dureza do citado material. Os tratamentos térmicos foram realizados em amostras previamente solubilizadas a 820 °C por 1 hora e deformadas a frio por laminação sob 2 diferentes condições (80 e 90%). Foram avaliadas 3 temperaturas (480, 500 e 520 °C), e os tempos utilizados foram definidos em função da cinética de precipitação em um aço com composição química similar a daquele estudado nesse trabalho. Os mais altos valores de dureza Vickers resultaram dos tratamentos realizados a 480 °C por 5 horas, atingindo 753 HV (ou 62,4 Rockwell C) na amostra deformada 90% e 724 HV (ou 61,2 Rockwell C) na deformada 80% por laminação a frio.

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

INFLUENCE OF AGING TREATMENT VARIABLES ON HARDNESS OF 350 MARAGING STEEL

Abstract

The object of this work is to determine an optimum temperature - time combination for the age hardening treatment of 18Ni350 maraging steel in order to maximize its hardness. Heat treatments were carried out on samples previously solubilized at 820 °C for 1 hour and cold rolled for 2 different reductions, 80 and 90%. Three aging temperatures, 480, 500 and 520 °C, were evaluated for periods of time defined in accordance to the precipitation kinetics which was previous evaluated by Viswanathan e coautores [7] in steel with similar chemical composition. The highest Vickers hardness values resulted of heat treatments conducted at 480 °C for 5 hours, reaching 753 HV (or 62,4 Rockwell C) on the sample deformed 90%, and 724 HV (or 61,2 Rockwell C) on the sample cold rolled 80%.

Keywords: Maraging Steel; Precipitation hardening; Hardness.

¹ *Doutorando em Ciência dos Materiais, Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PGCM), Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

² *D.Sc., M.Sc., Física, Professora de Graduação, Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

³ *D.Sc., M.Sc., Eng. Metalurgista, Professora Adjunta do PGCM e Graduação, Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁴ *D.Sc., M.Sc., Eng. Metalurgista, Professor Titular do PGCM e Graduação, Seção de Engenharia de Materiais (SE-8), IME, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁵ *Aluno de Graduação em Eng. Metalúrgica e Materiais, VMT, UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* pertencem à classe dos de ultra-alta resistência mecânica, com limite de resistência superior a 1000 MPa. Sua designação normalmente informa o teor nominal de níquel e o valor mínimo do limite de escoamento em ksi, como no exemplo do material utilizado no presente trabalho, ou seja, *Maraging 18Ni350* [1]. A elevada resistência pode ser obtida com diferentes composições químicas, sendo usualmente empregados altos teores de liga, incluindo Ni, Co, Mo e Ti. Por outro lado, o teor de carbono é extremamente baixo (< 0,03% em peso), propiciando microestrutura martensítica com relativa capacidade de deformação plástica, obtida após solubilização e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. Após conformação ou usinagem, a alta resistência mecânica é alcançada através de tratamento de envelhecimento, responsável pela formação de finos precipitados de compostos intermetálicos. As características mecânicas dos citados aços incluem, além de alta dureza e resistência, boa soldabilidade, elevada tenacidade à fratura e alta relação resistência/densidade, proporcionando a sua aplicação especialmente nas indústrias aeronáutica, aeroespacial, nuclear e também em construção mecânica, plataformas petrolíferas e vasos de pressão [2].

1.1 O tratamento de envelhecimento nos aços *maraging*

O tratamento de envelhecimento nos citados aços visa formar finos precipitados de compostos intermetálicos sobre a microestrutura de martensita, obtida previamente por solubilização e resfriamento ao ar. Temperaturas ao redor de 480°C e tempos entre 4 e 12 horas são comumente adotados para a especificação 18Ni350 [3]. A literatura cita que os precipitados metaestáveis iniciais são formados em temperaturas a partir de 400°C, evoluindo para as fases estáveis em temperaturas próximas de 500°C, tais como Ni₃(Ti, Mo), Ni₃Mo e Fe₂Mo [4]. Tratamentos realizados em temperaturas acima de 500°C por tempos muito longos podem provocar a dissolução dos precipitados Ni₃(Ti, Mo), com consequente formação daqueles do tipo Fe-Mo e enriquecimento da região com Ni. Esse último pode, então, viabilizar a formação da “austenita revertida” [1], cuja presença tende a reduzir a dureza e a resistência mecânica do material, e aumentar sua ductilidade. Portanto, a presença da austenita revertida é considerada indesejável quando a prioridade é maximizar a dureza.

Em geral, o tratamento de envelhecimento é realizado em material previamente solubilizado e resfriado até a temperatura ambiente. No entanto, a aplicação de deformação plástica a frio entre a solubilização e o envelhecimento pode resultar em valores mais altos de dureza e resistência mecânica, assim como imprimir alguma anisotropia de propriedades mecânicas e redução da tenacidade [5].

Em trabalho realizado anteriormente [6], análises por calorimetria diferencial (DSC) permitiram identificar as faixas de temperaturas nas quais ocorre a formação dos precipitados, além de indicar uma adequada temperatura para o tratamento de solubilização (820°C). Tais análises, em conjunto com outras por difração de raios X (DRX), mostraram que tratamentos de envelhecimento realizados em temperaturas entre 450°C e 510°C durante tempos de até 8 horas poderiam garantir o endurecimento do material estudado, sem a indesejável formação de austenita revertida. Novos estudos ainda se fazem necessários para estabelecer a melhor condição de temperatura e tempo do tratamento de envelhecimento, de forma a maximizar a dureza do material.

1.2 Objetivo

O trabalho aqui relatado objetivou avaliar a influência de diferentes combinações de temperatura e tempo de tratamento térmico de envelhecimento nos valores de dureza de um aço *maraging* 18Ni350, procurando identificar aquela responsável pela maximização da citada propriedade mecânica. Foram avaliadas 3 temperaturas (480, 500 e 520°C), associadas aos tempos para máxima dureza final. Os tratamentos foram realizados em amostras previamente solubilizadas a 820°C por 1 hora, e posteriormente deformadas a frio em 2 condições diferentes (80 e 90%).

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

O aço *maraging* avaliado foi fornecido pela empresa Villares Metals S.A. Esse foi produzido pelo processo de fusão a vácuo por indução (VIM) e dupla refusão a arco e a vácuo (VAR + VAR). Posteriormente, foi laminado a quente, solubilizado a 810°C por 9 horas e resfriado em óleo. Sua composição química foi informada pela Villares, sendo aquela apresentada na Tabela 1.

O material originalmente foi recebido na forma de cilindro com diâmetro de 140 mm e comprimento de 210 mm, do qual foi cortada uma placa perpendicular à base com 10 mm de espessura. A citada placa gerou as amostras para laminação a frio, que posteriormente foram recortadas para os tratamentos térmicos de envelhecimento e para os ensaios de dureza Vickers.

Tabela 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

2.2 Definição dos tempos para os tratamentos de envelhecimento

Viswanathan e coautores [7] estudaram detalhadamente o envelhecimento de um aço com composição química similar ao do abordado no presente trabalho. O material foi previamente solubilizado a 825°C por 1 hora, gerando amostras que foram posteriormente envelhecidas nas temperaturas de 400, 450, 500 e 550°C, durante tempos que variaram de poucos minutos até 500 horas. Considerando cada temperatura de tratamento, as máximas durezas foram observadas com 120 horas para 400°C, 10 horas para 450°C, 3 horas para 500°C e 30 minutos para 550°C.

De maneira semelhante ao citado na referência [7], procurou-se relacionar no presente trabalho os tempos relativos às durezas máximas com as temperaturas de envelhecimento, ambos informados acima, através de uma equação do tipo Arrhenius, mostrada a seguir (Equação 1).

$$\ln(t) = \frac{Q}{RT} + \text{constante} \quad (1)$$

onde t é o tempo de envelhecimento em minutos 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.

A avaliação dos dados da referência [7] gerou a curva mostrada na Figura 1, cuja equação permitiu determinar os tempos para maximizar as durezas a serem obtidas nos tratamentos do presente trabalho, conforme mostrado na Tabela 2.

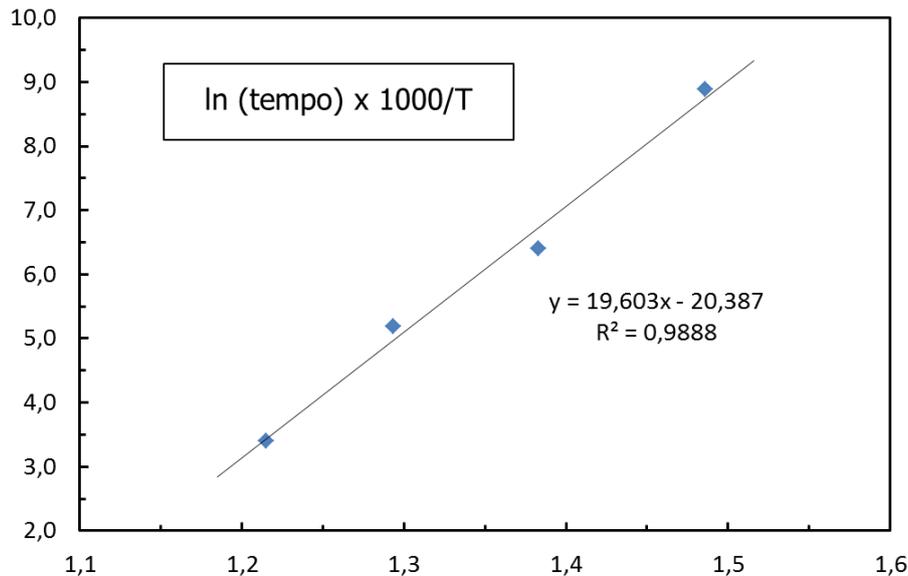


Figura 1. Curva de correlação entre tempos para máxima dureza e temperaturas de envelhecimento citadas na referência [7].

Tabela 2. Tratamentos de envelhecimento para máxima dureza em aço *Maraging 350*

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

2.3 Tratamentos térmicos de envelhecimento

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno com aquecimento por resistência elétrica de marca Brasimet, dotado de controle digital da temperatura e ventoinha para ventilação forçada do ar na câmara, no Laboratório de Tratamentos Térmicos da Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda. A temperatura na amostra foi monitorada em todos os tratamentos através de termopar do tipo K (Cromel/Alumel) soldado na mesma e conectado ao aparelho *Spider 8 HBM* com o software *Catman*. As temperaturas de tratamento nas amostras variaram +/- 5 °C em torno das nominais especificadas.

As temperaturas nominais e tempos de tratamento adotados foram já informados na Tabela 2.

2.4 Ensaio de Dureza

Os ensaios de dureza Vickers foram feitos em um equipamento de bancada da marca Heckert, localizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos da Escola de Engenharia da UFF em Volta Redonda. As amostras foram preparadas através de lixamento sequencial da superfície até lixa P800. Foram feitas 10 medições ao longo de cerca de 400 mm² de superfície em cada amostra, das quais foram determinados o valor médio e os limites inferior e superior do intervalo de confiança para um nível de confiança de 95%. O valor médio de dureza Vickers de cada amostra foi também convertido para a escala Rockwell C, de modo a permitir comparações com resultados muitas vezes informados na literatura usando tal escala.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Medidas de dureza

As diversas amostras ensaiadas foram identificadas por códigos, em função da condição de tratamento de cada uma, conforme descrito na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados de dureza obtidos nas diversas amostras analisadas e seus códigos

Código	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	Solubilizada e laminada 80%	388	39,7	387	390
4	Solubilizada e laminada 90%	406	41,4	404	409
5	S., lam. 80% e envelhecida 480 x 5 h	724	61,2	722	725
6	S., lam. 90% e envelhecida 480 x 5 h	753	62,4	751	754
7	S., lam. 80% e env. 500 x 2 h 30 min	715	60,9	711	718
8	S., lam. 90% e env. 500 x 2 h 30 min	741	61,9	735	746
9	S., lam. 80% e env. 520 x 1 h 20 min	714	60,8	711	717
10	S., lam. 90% e env. 520 x 1 h 20 min	737	61,8	734	740

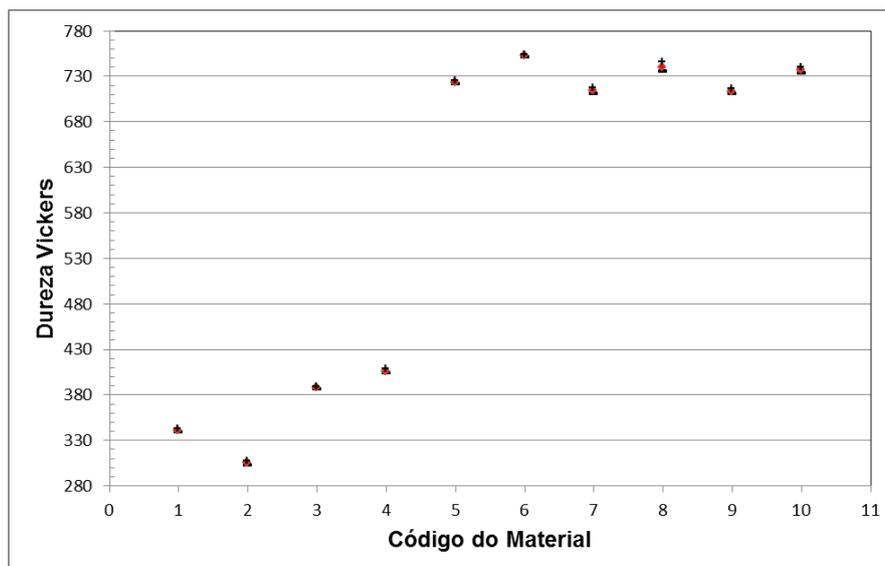


Figura 2. Valores médios de dureza Vickers e limites do intervalo de confiança.

Os resultados das medidas de dureza Vickers apresentados na Tabela 3 foram também registrados em gráfico, de modo a facilitar a visualização e comparação, conforme mostrado na Figura 2.

O primeiro comentário corresponde ao fato do tratamento de solubilização (código 2 na Tabela 3) ter promovido uma redução da dureza, quando comparada com a do material como recebido, embora ambas sejam compatíveis com as apresentadas na literatura para a citada condição, ou seja, entre 28 e 35 HRC [5,8,9]. Isto pode ser explicado por um eventual envelhecimento natural do material após a solubilização realizada em fábrica.

Outra observação de destaque é o aumento da dureza após deformação a frio do material solubilizado, equivalente a cerca de 9 pontos na escala Rockwell C para o material com 80% de redução de espessura por laminação, e de 11 pontos para o deformado 90%. Tais resultados dos códigos 3 e 4 em relação ao 2 indicam a significativa contribuição que a deformação a frio pode proporcionar ao valor final de dureza do material após o tratamento de envelhecimento. Além disso, a deformação prévia a precipitação também pode contribuir para uma distribuição de precipitados mais fina o que pode aumentar a dureza do produto final em relação ao material apenas solubilizado.

O maior destaque observado na Figura 2 é o extraordinário aumento de dureza provocado pelos tratamentos de envelhecimento em relação aos valores apresentados pelo material solubilizado ou mesmo pelos deformados a frio após solubilização. A dureza do material solubilizado (305 HV) mais do que dobrou de valor nas amostras laminadas e envelhecidas, superando 700 HV em todos os tratamentos efetuados. A martensita de estrutura cristalina CCC dos aços *maraging* é praticamente livre de carbono e bem diferente daquela tetragonal de corpo centrado (TCC) do sistema Fe-C [5], sendo considerada relativamente macia e capaz de viabilizar processos de conformação e usinagem do material solubilizado com facilidade [9]. Fica assim evidenciada a adequação dos aços *maraging* para a produção de componentes de alta resistência, pois permitem boa trabalhabilidade como solubilizados, mas alcançando elevado nível de dureza com posterior e simples tratamento de envelhecimento em temperatura relativamente baixa.

Outra observação importante é que os valores de dureza gerados nas amostras envelhecidas (códigos 5 a 10 na Tabela 3) superaram a faixa normalmente citada na literatura para o grau 18Ni350, ou seja, entre 56 e 59 HRC [5,8]. Essas mais altas durezas certamente ocorreram em função das deformações a frio impostas antes dos tratamentos térmicos de envelhecimento, chegando a atingir mais de 62 Rockwell C (ou 753 Vickers) na amostra com código 6.

A comparação dos resultados de dureza obtidos após envelhecimento indica que maiores temperaturas de tratamento promovem valores ligeiramente menores de dureza no material estudado, mesmo considerando que as 3 temperaturas usadas tenham sido associadas a tempos para maximizar o endurecimento. Uma possível explicação para tais resultados seria a geração de maiores tamanhos dos precipitados e/ou maiores distâncias entre eles quando formados em temperaturas mais altas [10], tornando-os menos eficientes como endurecedores do material. A formação de austenita revertida, que poderia ser outra causadora de tal comportamento, certamente não ocorreu nas amostras tratadas segundo as diferentes condições de temperatura e tempo aqui adotadas, em função das análises realizadas e conclusões geradas em trabalho anterior [6].

Apesar das pequenas diferenças entre as durezas geradas nos tratamentos efetuados nas 3 temperaturas testadas, as amostras tratadas a 480°C por 5 horas

foram as que revelaram os mais elevados níveis de dureza, tanto naquela com 80% de deformação a frio como na laminada com 90% de redução de espessura. Estudos complementares através de ensaios de tração e análise de textura via difração de raios X poderiam aprimorar o entendimento do comportamento mecânico do material com a dureza maximizada por encruamento e envelhecimento.

4. CONCLUSÃO

O tratamento inicial de solubilização a 820°C por 1 hora proporcionou ao material estudado uma dureza compatível com as citadas na literatura para a mesma condição, garantindo boas características de trabalhabilidade. Isso foi evidenciado pelas grandes deformações impostas por laminação a frio no material solubilizado, ou seja, 80% e 90% de redução de espessura.

O encruamento efetuado com a deformação a frio provocou o endurecimento do material, porém muito inferior ao observado após a realização dos tratamentos de envelhecimento. De qualquer forma, o acréscimo de cerca de 10 pontos de dureza Rockwell C com as deformações impostas ao material solubilizado permitiu obter valores finais de dureza superiores aos relatados na literatura para o mesmo material envelhecido logo após solubilização.

Os elevados valores de dureza após os tratamentos de envelhecimento foram relativamente próximos entre si, considerando as temperaturas de 480, 500 e 520°C, associadas com os seus tempos para máxima dureza. As amostras previamente deformadas 90% apresentaram valores de dureza ligeiramente superiores aos das laminadas com 80% de redução de espessura.

Os mais altos valores de dureza foram obtidos nas amostras envelhecidas a 480°C por 5 horas, sendo tal tratamento considerado o mais indicado para o objetivo de se maximizar dureza e resistência mecânica do aço *maraging* 18Ni350.

Agradecimentos

Os autores agradecem a empresa Villares Metals S.A. pelo fornecimento do material avaliado no presente trabalho.

O agradecimento também é feito ao colega Célio de Jesus Marcelo pelo apoio na realização dos tratamentos térmicos de envelhecimento.

REFERÊNCIAS

- 1 Rao MN. Progress in understanding metallurgy of 18% nickel maraging steels. International Journal of Materials Research. 2006; 97(11): 1-14.
- 2 Sha W, Guo Z. Introduction to maraging steels. In: Maraging steels – Modelling of microstructure, properties and applications. Cambridge: Woodhead Publishing Limited. 2009; p. 1-16.
- 3 Khan SH, Nusair Khan A, Ali F, Iqbal MA, Shukaib HK. Study of precipitation behavior at moderate temperatures in 350 maraging steel by eddy current method. Journal of Alloys and Compounds. 2009; 474: 254-256.
- 4 Tewari R, Mazumder S, Batra IS, Dey GK, Banerjee S. Precipitation in 18 wt% Ni maraging steel of grade 350. Acta Materialia. 2000; 48: 1187-1200.
- 5 Rohrbach K, Schimidt M. Maraging steels. In: ASM Handbook, v. 1, Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee. 1993; p. 1869-1887.
- 6 Tavares RI, De Santana SIV, Paula AS, Brandão LPM, Da Silva FL. Estudo de parâmetros que afetam o envelhecimento do aço maraging 350. 72º Congresso Anual da ABM. 2017.
- 7 Viswanathan UK, Dey GK, Asundi MK. Precipitation hardening in 350-grade maraging steel. Metallurgical Transactions A. 1993; 24: 2429-2442.
- 8 INCO. 18 per cent nickel maraging steels: engineering properties. In: Source book on maraging steels, ASM, 1976.
- 9 Sinha AK. Physical Metallurgy Handbook. New York: McGraw-Hill Company. 2003; p. 14.113.
- 10 Schmidt M, Rohrbach K. Heat treatment of maraging steels. In: ASM Handbook, v. 4, Heat treating. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee. 1991; p. 219-228.