
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

**Caracterização das diversas etapas de
processamento de aços maraging do tipo
Fe - 14,5% Co - 13,5% Ni - 7,5 a 15% Mo - Ti - Al**

Engenheirando: André de A. Vicente N° USP: 1737033
Orientador: Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha
Co-orientador: Dr. Hamilton Lelis Ito

São Paulo, Dezembro de 1995

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi desenvolvido no âmbito do Projeto PADCT-FINEP convênio nº 54.93.0448.00 denominado "Elaboração, homogeneização, conformação mecânica, tratamentos térmicos e soldagem de ligas de ultra-alta resistência (aços maraging de última geração)". Agradeço à FINEP pelo financiamento.

Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo - IPT -, que tornou possível a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha, pela orientação firme e precisa prestada durante a realização deste trabalho.

Ao Dr. Hamilton Lelis Ito, pelos grandes auxílios prestados e pelas valiosas discussões.

Aos colegas de trabalho do IPT, pelo apoio e incentivo.

Aos colegas de sala da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, pelo incentivo.

Ao Engenheiro Adriano de Albuquerque Vicente, pela eterna amizade.

Aos meus pais, pelo apoio e dedicação.

ÍNDICE

Agradecimentos	I
Lista de Figuras	IV
Lista de Tabelas	VIII
Resumo	IX
 1.INTRODUÇÃO	 1
1.1 Aços maraging	1
1.2 Alguns aspectos da metalurgia física dos aços maraging	4
1.3 Efeito dos elementos de liga nos aços maraging	8
1.4 Aplicações dos aços maraging	9
 2.OBJETIVOS DO TRABALHO	 10
 3.MATERIAIS E MÉTODOS	 11
3.1 Materiais	11
3.2 Metalografia	11
3.2.1 Polimento	11
3.2.2 Microestrutura e reagentes	11
3.2.3 Avaliação da macrosegregação	11
3.3 Difração de raios X	12
3.4 Ensaio de oxidação	12
3.5 Microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia	12
3.6 Levantamento das curvas de envelhecimento	12
 4.RESULTADOS E DISCUSSÃO	 13
4.1 Análise microestrutural	13
4.1.1 Microscopia óptica	13
4.1.2 Análise por difração de raios X	28
4.2 Avaliação da macrosegregação	39
4.2.1 Análise química	39
4.3 Efeito da composição química na resistência à oxidação	39
4.3.1 Ensaio de oxidação	39
4.3.1.1 Análise qualitativa	40
4.3.1.2 Análise quantitativa	46
4.4 Efeito da composição química no envelhecimento	48
4.4.1 Curvas de envelhecimento do material solubilizado	48
4.4.2 Curvas de envelhecimento do material encruado	54

5.CONCLUSÕES

61

6.BIBLIOGRAFIA

62

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagramas ferro-níquel metaestável e de equilíbrio	2
Figura 2 - Curvas de resfriamento contínuo	4
Figura 3 - Aço maraging T250 envelhecido a 482 °C por 1 hora	5
Figura 4 - Curvas de envelhecimento do aço maraging 18Ni(250)	6
Figura 5 - Aço maraging T250 envelhecido a 482 °C por 50 horas	7
Figura 6 - Amostra do lingote da liga 1 - bruto de fundição Kalling - 100X	13
Figura 7 - Amostra do lingote da liga 1 - bruto de fundição Kalling - 500X	13
Figura 8 - Amostra do lingote da liga 1 - homogeneizado Kalling - 100X	14
Figura 9 - Amostra do lingote da liga 1 - homogeneizado Kalling - 500X	14
Figura 10 - Amostra do lingote da liga 1 - forjado e laminado Kalling - 100X	14
Figura 11 - Amostra do lingote da liga 1 - forjado e laminado Kalling - 500X	14
Figura 12 - Amostra do lingote da liga 1 - relaminado Kalling - 100X	15
Figura 13 - Amostra do lingote da liga 1 - relaminado Kalling - 500X	15
Figura 14 - Amostra do lingote da liga 1 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 100X	15
Figura 15 - Amostra do lingote da liga 1 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 500X	15
Figura 16 - Amostra do lingote da liga 2 - bruto de fundição Kalling - 100	16
Figura 17 - Amostra do lingote da liga 2 - bruto de fundição Kalling - 500X	16
Figura 18 - Amostra do lingote da liga 2 - homogeneizado Kalling - 100X	16
Figura 19 - Amostra do lingote da liga 2 - homogeneizado Kalling - 500X	16
Figura 20 - Amostra do lingote da liga 2 - forjado e laminado Kalling - 100X	17
Figura 21 - Amostra do lingote da liga 2 - forjado e laminado Kalling - 500X	17

Figura 22 - Amostra do lingote da liga 2 - relaminado Kalling - 100X	17
Figura 23 - Amostra do lingote da liga 2 - relaminado Kalling - 500X	17
Figura 24 - Amostra do lingote da liga 2 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 100X	18
Figura 25 - Amostra do lingote da liga 2 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 500X	18
Figura 26 - Amostra do lingote da liga 3 - bruto de fundição Kalling - 100X	19
Figura 27 - Amostra do lingote da liga 3 - bruto de fundição Kalling - 500X	19
Figura 28 - Amostra do lingote da liga 3 - homogeneizado Kalling - 100X	19
Figura 29 - Amostra do lingote da liga 3 - homogeneizado Kalling - 500X	19
Figura 30 - Amostra do lingote da liga 3 - forjado e laminado Kalling - 100X	20
Figura 31 - Amostra do lingote da liga 3 - forjado e laminado Kalling - 500X	20
Figura 32 - Amostra do lingote da liga 3 - relaminado Kalling - 100X	20
Figura 33 - Amostra do lingote da liga 3 - relaminado Kalling - 500X	20
Figura 34 - Amostra do lingote da liga 3 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 100X	21
Figura 35 - Amostra do lingote da liga 3 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 500X	21
Figura 36 - Amostra do lingote da liga 4 - bruto de fundição Kalling - 100X	22
Figura 37 - Amostra do lingote da liga 4 - bruto de fundição Kalling - 500X	22
Figura 38 - Amostra do lingote da liga 4 - homogeneizado Kalling - 100X	22
Figura 39 - Amostra do lingote da liga 4 - homogeneizado Kalling - 500X	22
Figura 40 - Amostra do lingote da liga 4 - forjado e laminado Kalling - 100X	23

Figura 41 - Amostra do lingote da liga 4 - forjado e laminado Kalling - 500X	23
Figura 42 - Amostra do lingote da liga 4 - relaminado Kalling - 100X	23
Figura 43 - Amostra do lingote da liga 4 - relaminado Kalling - 500X	23
Figura 44 - Amostra do lingote da liga 4 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 100X	24
Figura 45 - Amostra do lingote da liga 4 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 500X	24
Figura 46 - Amostra do lingote da liga 5 - bruto de fundição Kalling - 100X	25
Figura 47 - Amostra do lingote da liga 5 - bruto de fundição Kalling - 500X	25
Figura 48 - Amostra do lingote da liga 5 - homogeneizado Kalling - 100X	25
Figura 49 - Amostra do lingote da liga 5 - homogeneizado Kalling - 500X	25
Figura 50 - Amostra do lingote da liga 5 - forjado e laminado Kalling - 100X	26
Figura 51 - Amostra do lingote da liga 5 - forjado e laminado Kalling - 500X	26
Figura 52 - Amostra do lingote da liga 5 - relaminado Kalling - 100X	26
Figura 53 - Amostra do lingote da liga 5 - relaminado Kalling - 500X	26
Figura 54 - Amostra do lingote da liga 5 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 100X	27
Figura 55 - Amostra do lingote da liga 5 - relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C - Kalling - 500X	27
Figura 56 - Difratoograma de amostra da liga 1 - bruta de fundição	28
Figura 57 - Difratoograma de amostra da liga 1 - homogeneizada	29
Figura 58 - Difratoograma de amostra da liga 2 - bruta de fundição	30
Figura 59 - Difratoograma de amostra da liga 2 - homogeneizada	31
Figura 60 - Difratoograma de amostra da liga 3 - bruta de fundição	32
Figura 61 - Difratoograma de amostra da liga 3 - homogeneizada	33
Figura 62 - Difratoograma de amostra da liga 4 - bruta de fundição	34
Figura 63 - Difratoograma de amostra da liga 4 - homogeneizada	35

Figura 64 - Difratoograma de amostra da liga 5 - bruta de fundição	36
Figura 65 - Difratoograma de amostra da liga 5 - homogeneizada	37
Figura 66 - Corpo de prova de oxidação da liga 1 50X	41
Figura 67 - Corpo de prova de oxidação da liga 1 100X	41
Figura 68 - Corpo de prova de oxidação da liga 2 50X	42
Figura 69 - Corpo de prova de oxidação da liga 2 100X	42
Figura 70 - Corpo de prova de oxidação da liga 3 50X	43
Figura 71 - Corpo de prova de oxidação da liga 3 100X	43
Figura 72 - Corpo de prova de oxidação da liga 4 50X	44
Figura 73 - Corpo de prova de oxidação da liga 4 100X	44
Figura 74 - Corpo de prova de oxidação da liga 5 50X	45
Figura 75 - Corpo de prova de oxidação da liga 5 100X	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição nominal dos aços maraging comerciais	3
Tabela 2 - Composição nominal dos aços maraging comerciais sem e de baixo cobalto	3
Tabela 3 - Composição química dos aços maraging estudados	11
Tabela 4 - Composição química detalhada da corrida SV136	39
Tabela 5 - Composição química dos corpos de prova de oxidação	40
Tabela 6 - Composição química dos C.P.s de envelhecimento	48

RESUMO

O presente trabalho apresenta resultados de caracterização microestrutural das diversas etapas de processamento de aços maraging do tipo Fe - 14,5% Co - 13,5% Ni - 7,5 a 15% Mo - Ti - Al. No total foram estudadas 5 corridas com teores variáveis de molibdênio, titânio e alumínio. As microestruturas foram caracterizadas após solidificação, homogeneização, forjamento e tratamentos térmicos. Várias técnicas complementares de análise microestrutural foram utilizadas: microscopia óptica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia e microdureza Vickers. A variação no teor de molibdênio na faixa de 7,5 a 15% teve acentuado efeito na temperatura Ms e no comportamento de oxidação. A pré-deformação a frio após a solubilização e antes da precipitação causou considerável efeito no posterior endurecimento por precipitação.

1. Introdução

1.1. Aços maraging

O termo maraging é uma abreviação de "martensite age hardening", ou seja, martensita endurecida por envelhecimento.

Os aços maraging são uma classe de aços de alta liga e baixo carbono que possui uma combinação de ultra alta resistência com moderada tenacidade. Eles diferem dos aços carbono convencionais no que diz respeito ao mecanismo de endurecimento. Nos aços carbono o endurecimento se dá através da transformação martensítica $\gamma \rightarrow \alpha'$. Neste caso a martensita α' tem alta relação c/a (distorção do reticulado). Nos aços maraging o endurecimento é atingido durante o envelhecimento, quando ocorre a precipitação de compostos intermetálicos. Estes compostos intermetálicos elevam sensivelmente a dureza do material. A matriz martensítica dos aços maraging é, ao contrário da dos aços carbono, tenaz e dúctil, devido ao seu baixo teor de carbono. Nos aços carbono ocorrem modificações microestruturais que envolvem carbono enquanto que nos aços maraging as reações de precipitação envolvem apenas elementos de liga como Ni, Ti e Mo (1 a 3).

Nos aços maraging o carbono é considerado uma impureza uma vez que leva à formação de carboneto de titânio (TiC) que afeta dureza, tenacidade e ductilidade. A temperabilidade bem como a soldabilidade destes aços são excelentes e a tenacidade é consideravelmente melhor do que nos aços convencionais de alta resistência. A martensita recém formada apresenta dureza entre 30 e 35 HRC, sendo considerada relativamente mole. Isto permite usinagem de peças com formas complexas na condição "mole", seguida de endurecimento com um mínimo de distorção (1,3).

Aços maraging comerciais apresentam seus limites de escoamento entre 150 e 350 Ksi (1030 a 2420 MPa). Alguns aços maraging experimentais apresentam limites de escoamento da ordem de 500 Ksi (3450 MPa). Estes aços apresentam altos teores de níquel, cobalto e molibdênio e teores de carbono bastante baixos (1 a 3).

O início das pesquisas para o desenvolvimento de aços maraging comerciais se deu nos anos cinquenta pela "International Nickel Company". As pesquisas realizadas na época resultaram no desenvolvimento de aços maraging com as seguintes composições: 20 a 25 % Ni; 0,3 % Al; 1,4 % Ti e 0,4 % Nb. Estes aços, após o envelhecimento entre 425 e 510 °C, apresentavam boa combinação de resistência e ductilidade para dureza na ordem de 55HRC, entretanto foram abandonados devido sua fragilidade (2).

A martensita escorregada e cúbica de corpo centrado, obtida no sistema ferro-níquel metaestável (fig.1) com simples resfriamento ao ar, é relativamente resistente e bastante tenaz. Tornava-se necessário obter um endurecimento de martensita sem que houvesse perda significativa na sua tenacidade.

Para efeitos práticos, entre 10 e 25 % de níquel, a formação de martensita sempre ocorre porque tempos excessivamente longos são necessários para obter-se as fases previstas pelo diagrama de equilíbrio que são ferrita e austenita (fig. 1) (4).

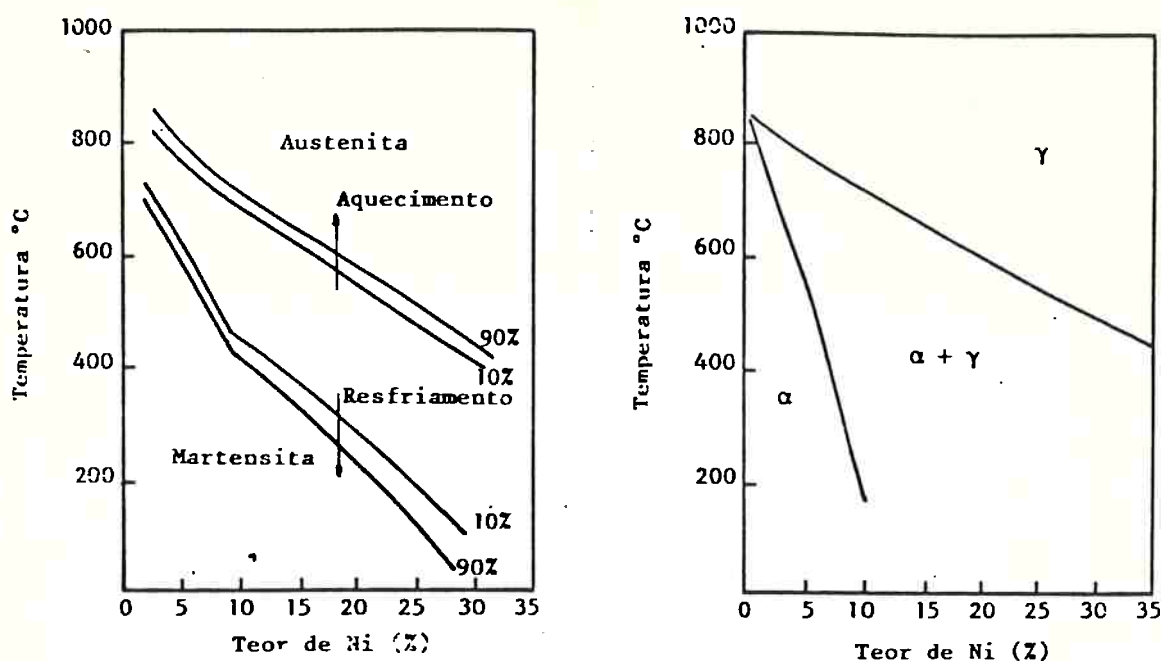


Fig.1 - Diagrama Fe-Ni Metaestável e Diagrama Fe-Ni de Equilíbrio (1 a 4)

O aço maraging com 20% de níquel possui uma temperatura M_s por volta de 200°C sendo, portanto, martensítico à temperatura ambiente. Com tratamento de envelhecimento entre 425-485°C, a martensita sofre um endurecimento significativo (3,4). Conforme já foi mencionado, este endurecimento é causado pela precipitação de compostos intermetálicos.

Estudos feitos no sistema Fe-Ni por Decker, Eash e Goldman, mostraram que a martensita formada neste sistema binário poderia ser endurecida até altos valores com adição de cobalto e molibdênio (2).

O titânio é empregado nos aços maraging 18%Ni como um endurecedor suplementar, uma vez que a maior parte do endurecimento provém da combinação cobalto e molibdênio (4).

No início dos anos sessenta, três novos tipos de aços maraging baseados no sistema Fe-18Ni-Co-Mo foram apresentados. Estes aços foram denominados como: 18Ni(200), 18Ni(250) e 18Ni(300). Como mostra a tabela 1, a nomenclatura estabelecida para estes aços é a seguinte: teor de níquel nominal seguido de limite de escoamento entre parênteses em Ksi. Por exemplo, o aço 18Ni(200) possui um teor de níquel igual a 18% e um limite de escoamento após envelhecimento de 200 Ksi (1380 MPa), além de excelente combinação de propriedades mecânicas (2).

Já no final dos anos sessenta a INCO (International Nickel Company) começou a produzir o aço 18Ni(350), que é um aço de ultra alta resistência sendo fabricado em quantidades limitadas para aplicações especiais (2 a 4).

Tabela 1: Composições nominais dos aços maraging comerciais (2).

Especificação	Composição				
	Ni	Mo	Co	Ti	Al
18Ni(200)	18	3.3	8.50	0.20	0.1
18Ni(250)	18	5.0	7.75	0.40	0.1
18Ni(300)	18	5.0	9.00	0.65	0.1
18Ni(350)	18	4.2	12.50	1.60	0.1
18Ni cast	17	4.6	10.00	0.30	0.1
Teor de carbono menor que 0.03%					

Na década de oitenta, os aços maraging sem cobalto ou com baixo teor de cobalto começaram a ser desenvolvidos principalmente devido ao alto preço do cobalto no mercado internacional (1,2).

Estes aços apresentam um ligeiro aumento nos teores de níquel (de 18 para 18.5%) e titânio, e um pequeno abaixamento no teor de molibdênio como mostra a tabela 2.

Tabela 2: Composições nominais dos aços maraging comerciais sem e de baixo cobalto (2).

Especificação	Composição					
	Ni	Mo	Co	Ti	Al	Nb
Cobalt-free 18Ni(200)	18.5	3.0	----	0.70	0.1	----
Cobalt-free 18Ni(250)	18.5	3.0	----	1.40	0.1	----
Low-Cobalt 18Ni(250)	18.5	2.6	2.0	1.20	0.1	0.1
Cobalt-free 18Ni(300)	18.5	4.0	----	1.85	0.1	----
Teor de carbono menor que 0.03%						

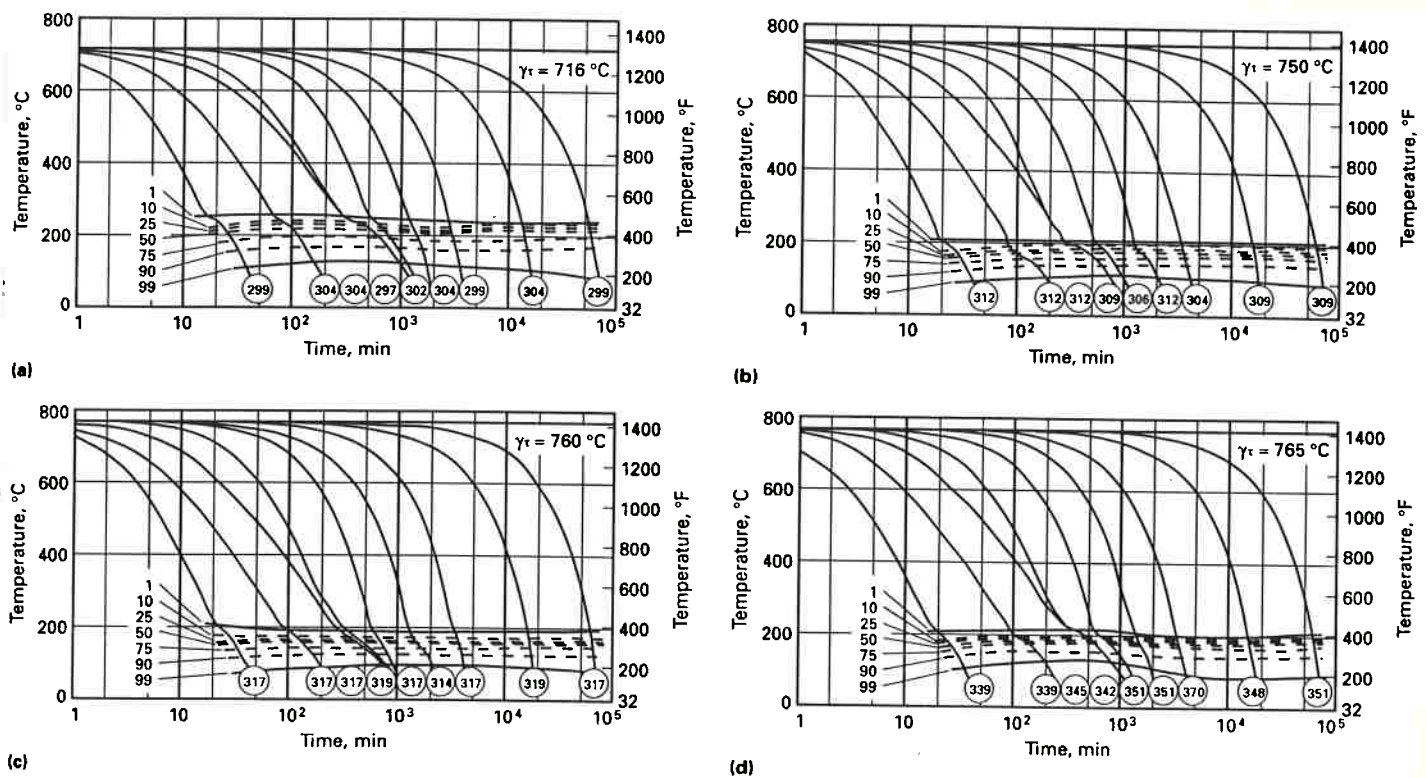
1.2. Alguns aspectos da metalurgia física dos aços maraging

Transformação Martensítica

A martensita formada nos aços maraging é típica de aços baixo carbono, ou seja, martensita escorregada na forma de ripas contendo alta densidade de discordâncias. Para teores elevados de níquel (acima de 25%) ocorre a formação de martensita maclada que apresenta menor tenacidade (2).

Nos aços maraging contendo 18% de níquel, a transformação martensítica é sempre completa quando eles são resfriados à temperatura ambiente, uma vez que estes aços apresentam temperaturas M_s entre 200 e 300°C (2).

Como já foi mencionado anteriormente, a temperabilidade dos aços maraging é excelente, e portanto, mesmo em resfriamento ao ar de peças com seções robustas obtém-se estrutura 100% martensítica (2).



**Fig.2 - Curvas de resfriamento contínuo de aços maraging solubilizados a 845°C por 20 min.
(a) 18Ni(200). (b) 18Ni(250). (c) 18Ni(300). (d) 18Ni(350) (2).**

A alta densidade e a distribuição uniforme de discordâncias na martensita escorregada promove uma maior resposta ao envelhecimento. Esta maior resposta ao envelhecimento deve-se ao alto número de sítios preferenciais para a nucleação dos precipitados intermetálicos que se formam durante o revenido dos aços maraging. A figura 3 mostra a nucleação de precipitados nas discordâncias e contornos da martensita em ripa (5).

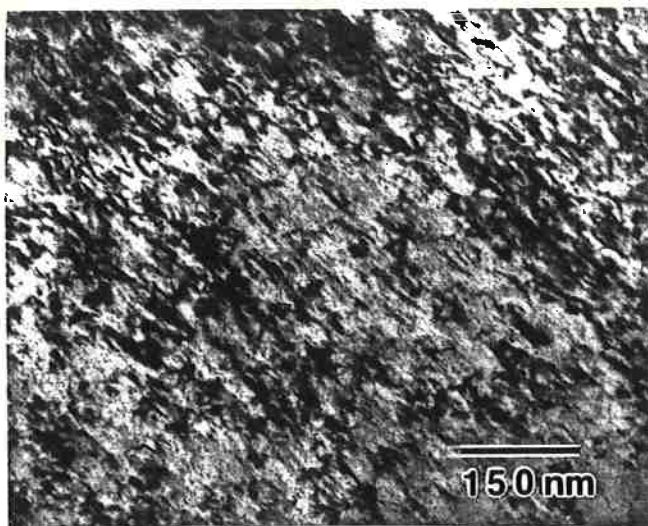


Fig. 3 - Aço maraging T250 envelhecido a 482°C por 1h (5)

Reações de Precipitação

As reações de precipitação que ocorrem nos aços maraging são bastante complexas devido a grande variedade de fases que precipitam durante o envelhecimento. Uma quantidade significativa de pesquisas vem sendo feita com o objetivo de identificar a natureza e o papel de cada composto intermetálico nas propriedades dos aços maraging obtidas após o tratamento térmico.

Os aços maraging são envelhecidos em temperaturas na faixa de 400 a 500°C, onde ocorre um sensível endurecimento por precipitação. A figura 4 mostra a variação da dureza do aço maraging 18Ni(250) em função do tempo para várias temperaturas de envelhecimento. É interessante notar a alta resistência ao super envelhecimento que este aço apresenta para a temperatura de 480°C.

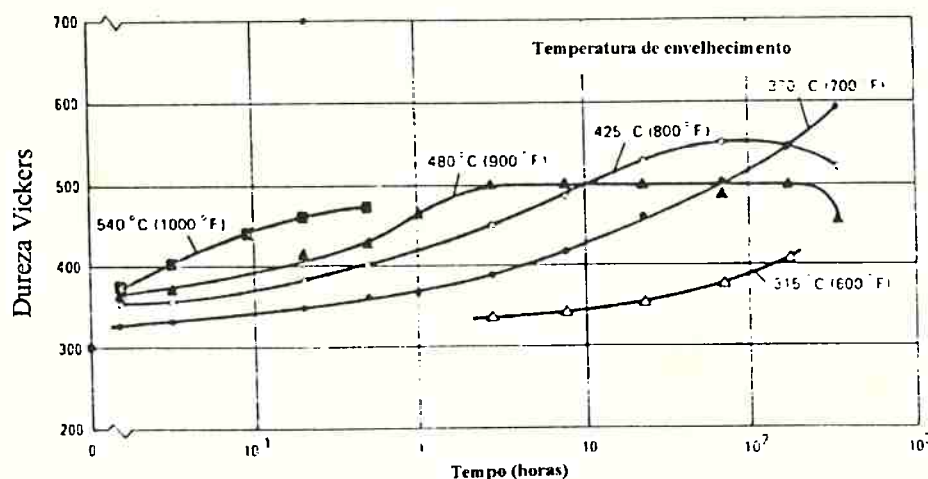


FIG. 4 - Variação da dureza do aço maraging 18Ni(250) em função do tempo para várias temperaturas de envelhecimento (1).

Devido aos vários tipos de elementos de liga presentes nos aços maraging, existe no meio científico uma diversidade de opiniões sobre a exata identidade (composição e estrutura) dos precipitados que causam o endurecimento durante o envelhecimento.

Através de difração de elétrons em área selecionada, evidenciou-se formação de zonas coerentes (GP) ricas em Ti e Mo nas discordâncias no início do envelhecimento dos aços maraging (6). Nestas zonas nucleariam dois tipos de precipitados, os quais seriam os responsáveis pelo endurecimento inicial da matriz. É aceito que estes precipitados são do tipo Ni_3Mo e Ni_3Ti sendo as suas estruturas ortorrômbica e hexagonal, respectivamente.

Recentemente foi mostrado que os átomos de níquel na célula unitária de Ni_3Ti podem ser substituídos por átomos de cobalto e ferro, enquanto os átomos de titânio podem ser substituídos por átomos de molibdênio (5,6).

Portanto, a fórmula geral para estes precipitados seria $(Ni,Fe,Co)_3(Ti,Mo)$ sendo que a concentração de Mo e Ti nestes precipitados seria controlada pelo teor destes elementos de liga no aço.

Sha, Cerezo e Smith mostram que o titânio está distribuído de forma mais uniforme que o molibdênio no início do envelhecimento, quando tanto o Ti como o Mo estão presentes no material. Logo, é razoável supor que em aços maraging contendo cobalto, o precipitado Ni_3Ti forma-se nos primeiros estágios de envelhecimento (cerca de 8 minutos) e é enriquecido pelo molibdênio durante o envelhecimento (10). A figura 5 mostra o aço maraging T250 (sem cobalto) tratado durante 50h a 482°C.

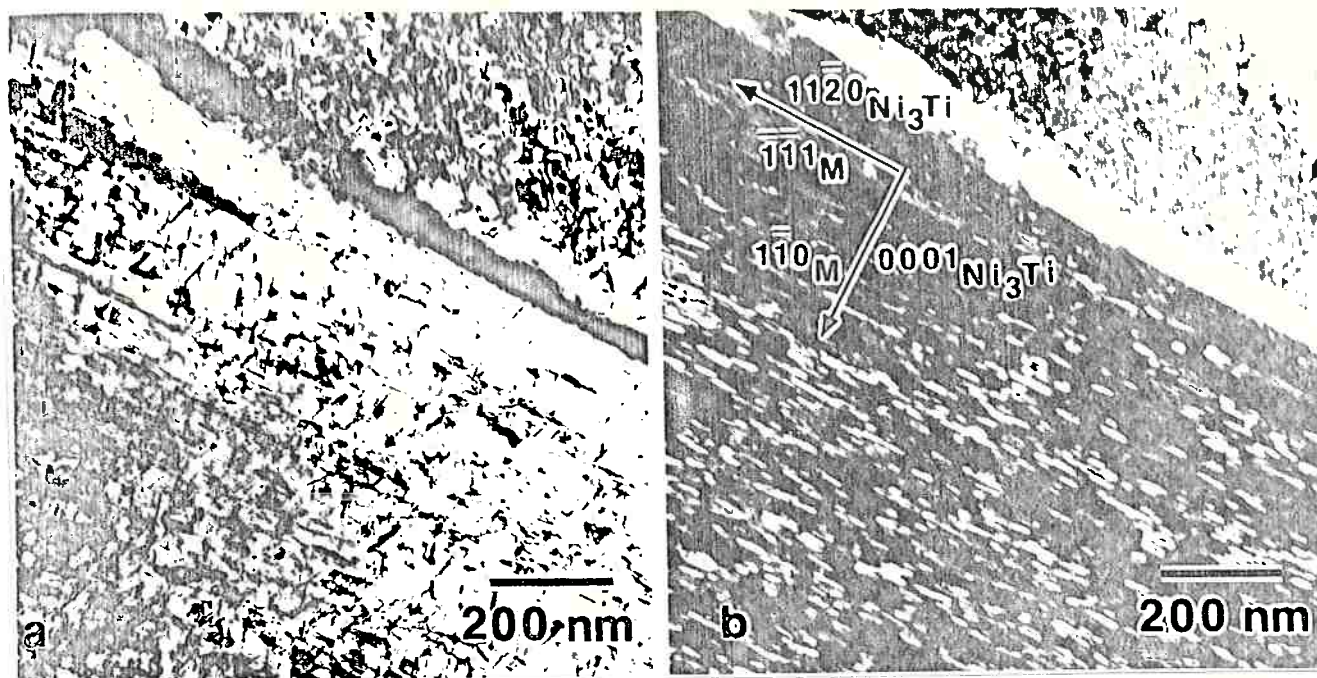


Fig. 5 - Aço maraging T250 envelhecido a 482°C por 50h (5)

Nos aços contendo cobalto, após algumas horas de envelhecimento ocorre a precipitação de um outro tipo de precipitado. Esse precipitado era, até pouco tempo atrás, identificado como sendo do tipo Fe_2Mo , sendo ele responsável pelo pico e manutenção da alta dureza destes aços durante o envelhecimento. Nos aços sem cobalto, este precipitado não aparece. Entretanto, a falta de cobalto é compensada pela adição de titânio, a qual promove um maior volume de Ni_3Ti precipitado que acaba atingindo níveis de dureza compatíveis com os aços contendo cobalto (5,6).

Sha, Cerezo e Smith mostraram em trabalhos de aços maraging C-300 e T-300 que a estequiometria correta do precipitado de ferro e molibdênio é do tipo Fe_7Mo_6 (fase μ) (7,8). Eles atribuíram esta discordância quanto ao tipo de precipitado como sendo consequência do método utilizado para identificar esta fase. Até então os precipitados eram identificados por microscopia eletrônica de transmissão (TEM), difração de elétrons em área selecionada (SAD) e difração de raios X em réplicas, sendo que neste trabalho utilizou-se APFIM (atom-probe field-ion microscopy), a qual possibilitou uma análise em escala atômica (7 a 10). A perda de resistência nestes aços, após longos períodos de envelhecimento, esta associada principalmente com a reversão da austenita (10).

Reversão da austenita

A reversão da austenita é causada pelo enriquecimento de níquel da matriz cúbica de corpo centrado. O volume formado de austenita aumenta com o aumento dos teores de Ni e Mo e diminui com o aumento dos teores de cobalto e titânio (2).

O papel do titânio é facilmente explicado uma vez que sua adição resulta na precipitação de Ni_3Ti que provoca uma perda de níquel da matriz. Por exemplo, 1,4%Ti empobrecerá a matriz de um aço maraging 18%Ni em cerca de 6% de Ni, reduzindo assim o teor de níquel para 12%. Logo, as temperaturas A_s e A_f aumentam. Portanto, diminui o teor de austenita revertida (2).

Adições de até 8% de cobalto aumentam a temperatura M_s e portanto diminuem o teor de austenita revertida. A partir de 8% de cobalto a temperatura M_s diminui e portanto aumenta o teor de austenita revertida (2).

O efeito mais importante do cobalto é diminuir a solubilidade do molibdênio e promover uma precipitação mais intensa de Fe_7Mo_6 . Esta precipitação aumenta o teor de níquel da matriz devido a perda de ferro durante a precipitação (5,10).

Para o níquel e molibdênio a explicação é lógica uma vez que altos teores de níquel diminuem as temperaturas M_s , M_f , A_s e A_f e maiores teores de molibdênio aumentam o volume de Fe_7Mo_6 e consequentemente aumentam o teor de níquel equivalente da matriz.

Para melhor entender todas as reações que ocorrem durante o tratamento térmico dos aços maraging é importante discutir o papel de cada elemento de liga entendendo assim o motivo de sua adição.

1.3. Efeito dos elementos de liga nos aços maraging

Titânio (Ti): O titânio aparece como um dos mais ativos elementos de liga nos aços maraging. Ele precipita intensivamente, rapidamente e completamente durante o envelhecimento e diminui a fração de austenita revertida. (10)

Molibdênio (Mo): A precipitação de molibdênio é extremamente influenciada pela presença de outros elementos de liga como Ti e Co. Existem várias evidências de que a presença de cobalto aumenta a atividade do molibdênio e consequentemente o potencial para que ocorra a precipitação. Em aços sem cobalto, a precipitação do Mo é muito mais lenta, e para tempos de tratamentos térmicos usuais, esta precipitação praticamente não ocorre. No caso do titânio, o efeito é mais sutil sendo possível verificá-lo apenas no início do envelhecimento. O titânio precipita

primeiro formando a fase Ni_3Ti e posteriormente o molibdênio segrega enriquecendo o precipitado (10).

Silício (Si): O silício é considerado uma impureza nos aços maraging pois afeta as propriedades mecânicas destes aços de forma negativa (10).

Manganês (Mn): O Manganês é usado para substituir o níquel no sistema Fe-Mn-Co-Mo, entretanto o precipitado que ele forma é extremamente diferente dos precipitados de níquel (10).

Níquel (Ni): O teor de níquel é extremamente importante no controle do processo de reversão da austenita. A austenita revertida possui um maior teor de níquel em relação à matriz, entretanto os precipitados ricos em níquel formam-se muito antes da austenita por questões cinéticas. Logo a reversão da austenita é controlada pelo teor de níquel da matriz após a precipitação e não pelo teor de níquel nominal do aço (10).

Cobalto (Co): O cobalto acaba agindo indiretamente sobre dois fenômenos: ativa a precipitação da fase μ (Fe_7Mo_6) aumentando a atividade do Mo, e influi na reversão da austenita, podendo tanto aumentá-la quanto diminuí-la dependendo do caso (10).

1.4. Aplicações dos aços maraging

Os aços maraging têm sido usados em muitos tipos de aplicações tais como mola de canhão, partes estruturais, mancais, tubos hidráulicos, parafusos e matriz para estampagem. Existem dois tipos de aplicações onde os aços maraging vêm sendo utilizados extensivamente:

- 1) Aeronaves e foguetes onde as ótimas propriedades mecânicas e a excelente soldabilidade são as propriedades mais importantes;
- 2) Ferramentas onde as excelentes propriedades mecânicas dos aços maraging são importantes.

Além disso, aços maraging de alta resistência encontram aplicação na tecnologia de enriquecimento de urânio por ultra-centrifugação.

Os aços maraging são mais caros que os aços convencionais no que diz respeito ao custo da liga, entretanto, partes acabadas de aços maraging muitas vezes são mais baratas devido ao seu menor custo de fabricação (1).

2. Objetivos do trabalho

O presente trabalho tem como objetivo a caracterização microestrutural das diversas etapas do processamento de aços maraging do tipo Fe - 14,5%Co - 13,5%Ni - 7,5 a 15%Mo - Ti - Al. Serão analisadas 5 corridas e as microestruturas serão estudadas após solidificação, homogeneização, forjamento e tratamentos térmicos. Várias técnicas complementares de análise microestrutural serão utilizadas tais como microscopia óptica, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia e microdureza Vickers.

Finalmente, deve-se mencionar que as corridas pesquisadas no presente trabalho são baseadas no aço alemão Ni Co Mo 13 15 10, no qual foram obtidos em trabalho anterior, após tratamentos termomecânicos adequados, limites de escoamento acima de 3GPa (11).

3. Materiais e métodos

3.1 Materiais

Os estudos foram realizados em cinco corridas de aço maraging com as seguintes composições químicas em % em peso:

Tabela 3 -Composições químicas dos aços maraging estudados

Corrida	SV144	SV139	SV140	SV141	SV142
	Liga 1	Liga 2	Liga 3	Liga 4	Liga 5
C	0.021%	0.014%	0.024%	0.021%	0.023%
Si	0.190%	0.060%	0.080%	0.060%	0.150%
Mn	0.220%	0.030%	0.050%	0.040%	0.160%
P	-----	-----	-----	-----	-----
S	-----	-----	-----	-----	-----
Co	14.49%	14.27%	15.35%	15.21%	14.96%
Ni	12.61%	14.11%	13.08%	14.06%	13.40%
Al	<0,01%	0.010%	0.050%	0.040%	0.060%
Mo	11.12%	11.40%	11.30%	15.02%	7.510%
Ti	0.060%	0.400%	0.880%	0.240%	0.250%

Foram obtidos lingotes de secção circular pesando aproximadamente 2 Kg.

Foi fabricado um sexto lingote para avaliar a segregação no material bruto de fundição.

3.2 Metalografia

3.2.1 Polimento

Foi empregado o polimento manual convencional utilizando-se lixas d'água (180, 240, 400 e 600) e pasta de diamante (6 µm e 1 µm).

Foram observadas amostras retiradas das corridas SV139, SV140, SV141, SV142 e SV144, nas diversas etapas de processamento dos lingotes.

3.2.2 Microestrutura e reagentes:

Para análise das microestruturas foi escolhido o reagente **Kalling** (150 ml H₂O + 50 ml HCl + 25 ml HNO₃ + 1g CuCl₂) que revelou de forma satisfatória a morfologia da martensita e a microsegregação, e parcialmente contornos de grão.

3.2.3. Avaliação da macrosegregação:

Para a corrida SV136 foi realizada uma análise química bastante detalhada. Com o intuito de determinar a variação de composição química no lingote, foram realizadas análises químicas na cabeça, no meio e no pé do mesmo para borda, meio raio e centro.

3.3 Difração de raios X

As fases presentes foram identificadas por difração de raios X. Para isto utilizou-se um difratômetro com radiação Cu K α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$).

As amostras foram polidas até o diamante 1 μm antes da análise.

Deve-se mencionar que fases presentes em frações volumétricas menores que 1% dificilmente são detectadas por esta técnica.

3.4 Ensaios de oxidação

Foram realizados ensaios a 1250°C por 5 horas visando estudar o efeito do tratamento térmico de homogeneização no comportamento de oxidação. As amostras eram colocadas em cadinhos de porcelana e apoiadas em placas de alumina.

3.5 Microscopia eletrônica de varredura com análise por dispersão de energia

Algumas amostras foram observadas no microscópio eletrônico de varredura. Tentou-se avaliar nestas amostras efeitos de microsegregação e a composição dos óxidos por análise por dispersão de energia.

3.6 Levantamento das curvas de envelhecimento

Foram preparados corpos de prova das 5 corridas a partir de material laminado nos estados encruado e solubilizado. A temperatura de envelhecimento foi de 480°C. Os tempos de envelhecimento foram 15 minutos, 30 minutos, 1 hora, 2 horas, 4 horas, 8 horas e 96 horas. Foram feitas 8 medidas de dureza Brinell com carga 187,5 kg e esfera de 2,5 mm por corpo de prova.

4. Resultados e discussão

4.1. Análise microestrutural

4.1.1. Microscopia óptica

Para as corridas SV139, SV140, SV141, SV142 e SV144 foram feitas micrografias com aumento de 100x e 500x, para cada etapa de processamento dos lingotes.

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV144.

SV144 - Liga 1	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.021	0.190	0.220	14.49	12.61	<0,01	11.12	0.060

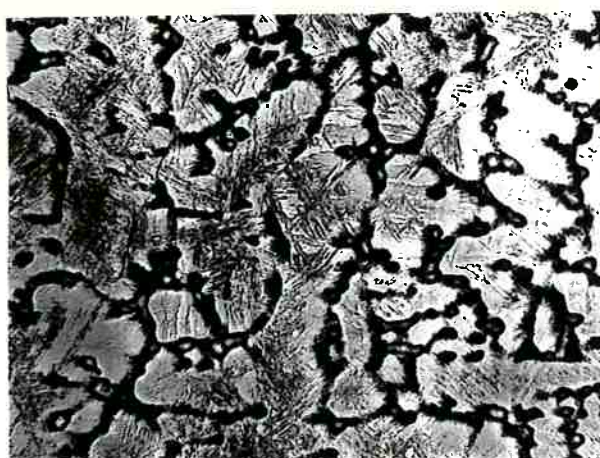


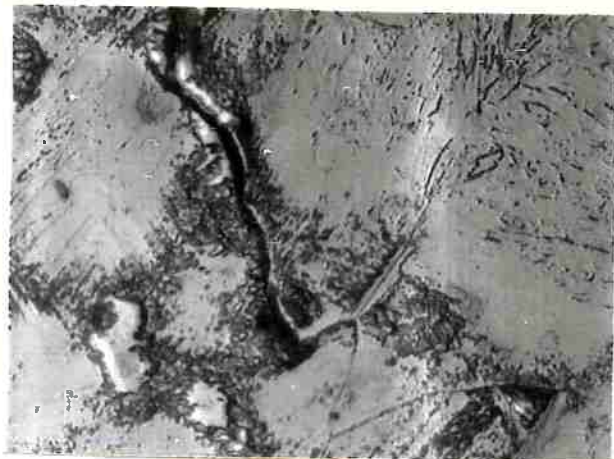
Fig. 6 -Bruto de fundição (100x)



Fig. 7 -Bruto de fundição (500x)



**Fig. 8 - Homogeneizado
por 5h a 1250°C (100x)**



**Fig. 9 -Homogeneizado
por 5h 1250°C (500x)**

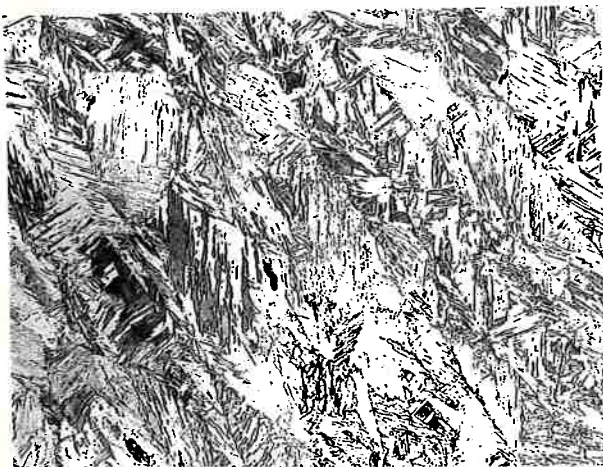


Fig. 10 -Forjado e laminado (100x)



Fig. 11 -Forjado e laminado (500x)



Fig. 12 - Relaminado (100x)

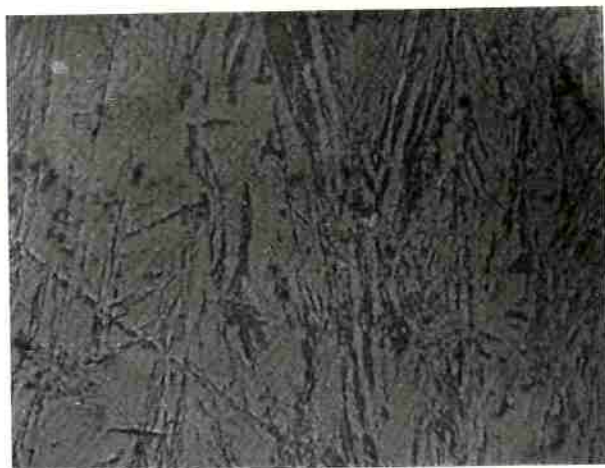
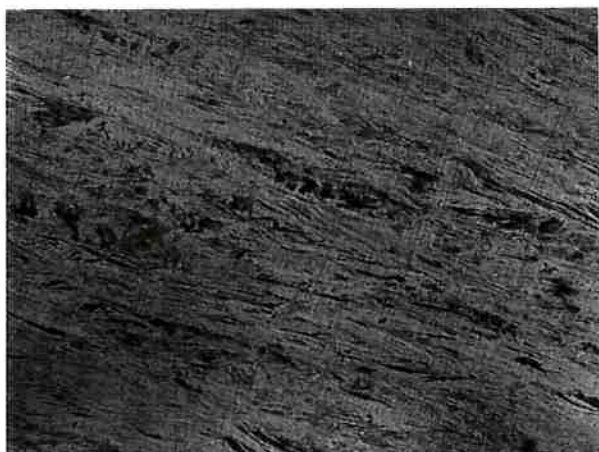


Fig. 13 - Relaminado (500x)



**Fig. 14 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (100x)**



**Fig. 15 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (500x)**

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV139.

SV139 - Liga 2	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.014	0.060	0.030	14.27	14.11	0.010	11.40	0.400

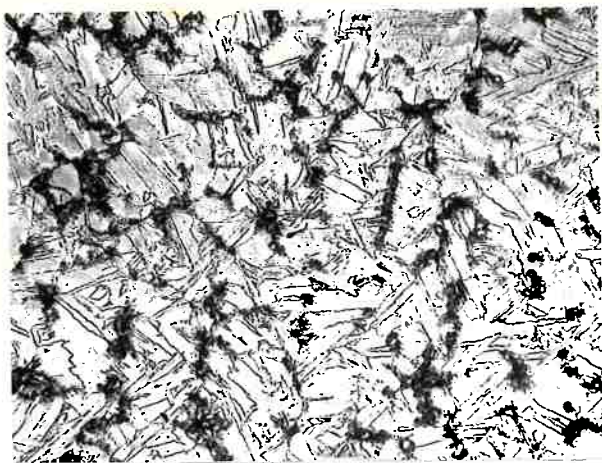


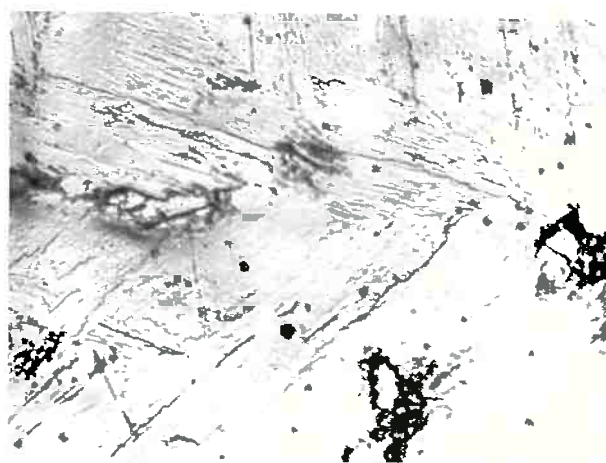
Fig. 16 - Bruto de fundição (100x)



Fig. 17 - Bruto de fundição (500x)



**Fig. 18 - Homogeneizado
por 5h a 1250°C (100x)**



**Fig. 19 - Homogeneizado
por 5h 1250°C (500x)**



Fig. 20 - Forjado e laminado (100x)



Fig. 21 - Forjado e laminado (500x)



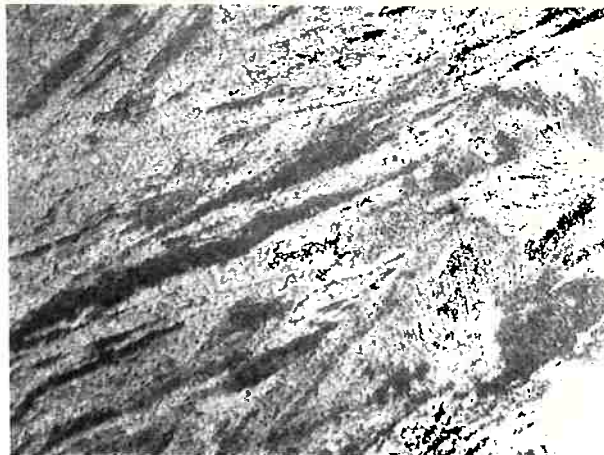
Fig. 22 - Relaminado (100x)



Fig. 23 - Relaminado (500x)



**Fig. 24 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (100x)**



**Fig. 25 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (500x)**

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV140.

SV140 - Liga 3	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.024	0.080	0.050	15.35	13.08	0.050	11.30	0.880

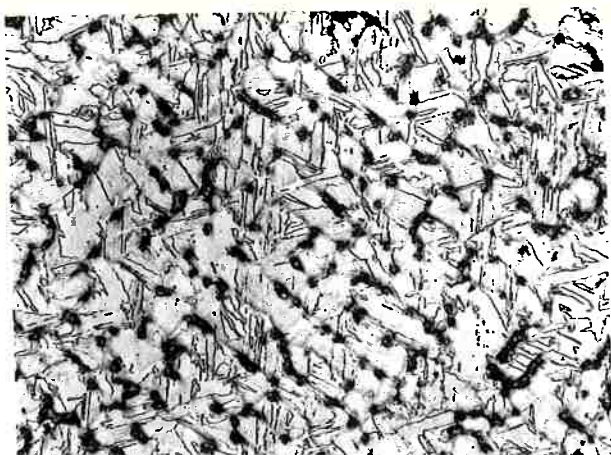


Fig. 26 - Bruto de fundição (100x)

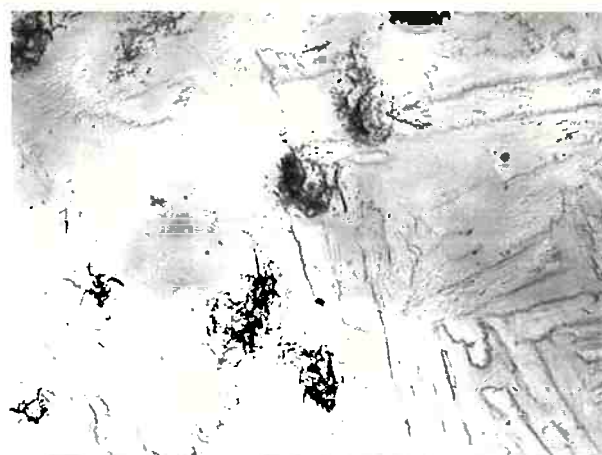


Fig. 27 - Bruto de fundição (500x)



Fig. 28 - Homogeneizado por 5h a 1250°C (100x)

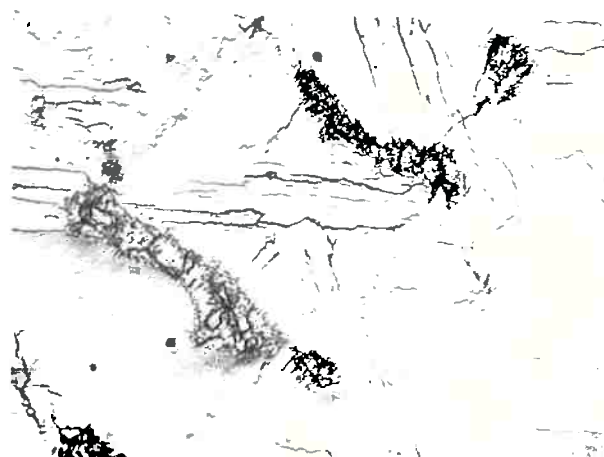


Fig. 29 - Homogeneizado por 5h 1250°C (500x)



Fig. 30 - Forjado e laminado (100x)



Fig. 31 - Forjado e laminado (500x)



Fig. 32 - Relaminado (100x)

Fig. 33 - Relaminado (500x)



**Fig. 34 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (100x)**



**Fig. 35 - Relaminado e solubilizado
por 1 hora a 820°C (500x)**

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV141.

SV141 - Liga 4	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.021	0.060	0.040	15.21	14.06	0.040	15.02	0.240

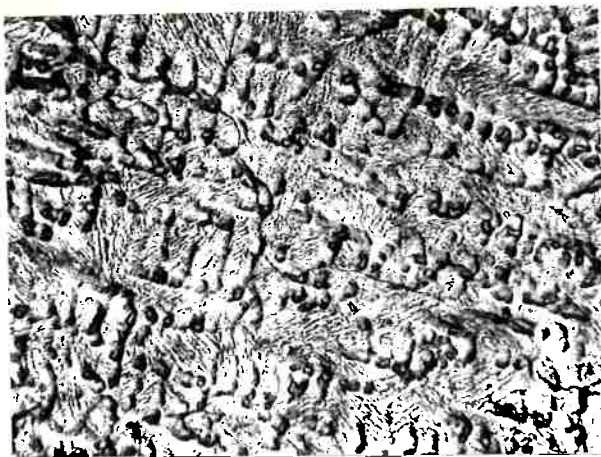


Fig. 36 - Bruto de fundição (100x)

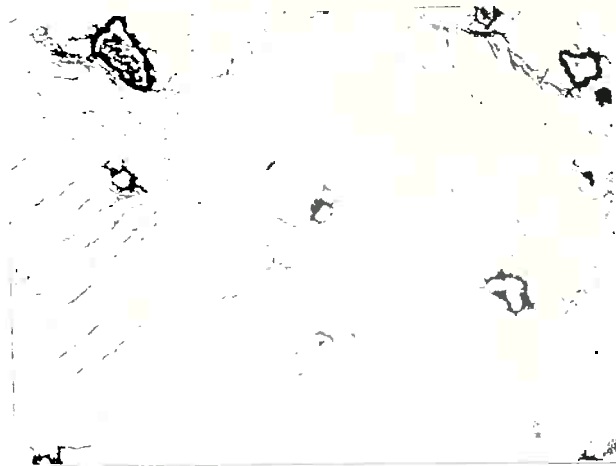
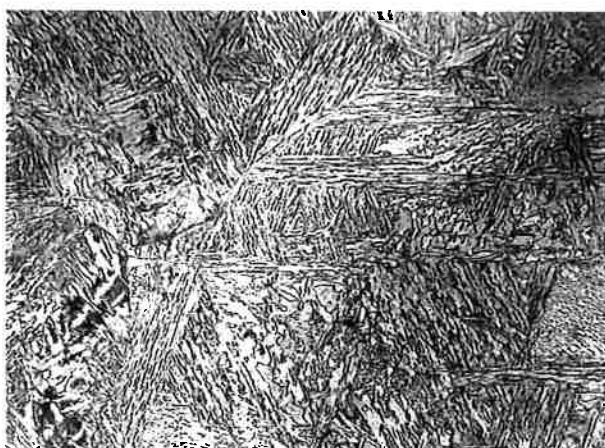


Fig. 37 - Bruto de fundição (500x)



**Fig. 38 - Homogeneizado
por 5h a 1250°C (100x)**



**Fig. 39 - Homogeneizado
por 5h 1250°C (500x)**



Fig. 40 - Forjado e laminado (100x)

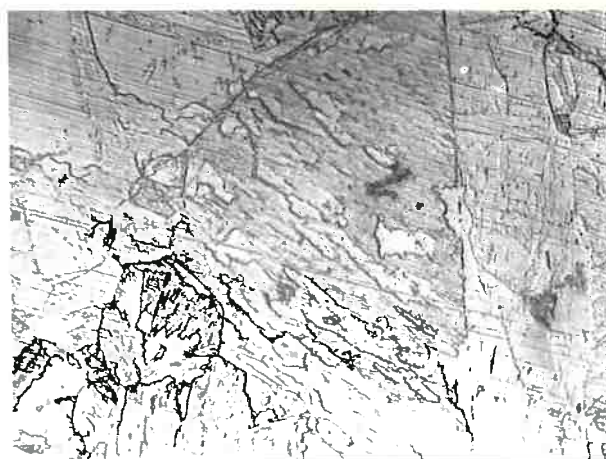


Fig. 41 - Forjado e laminado (500x)

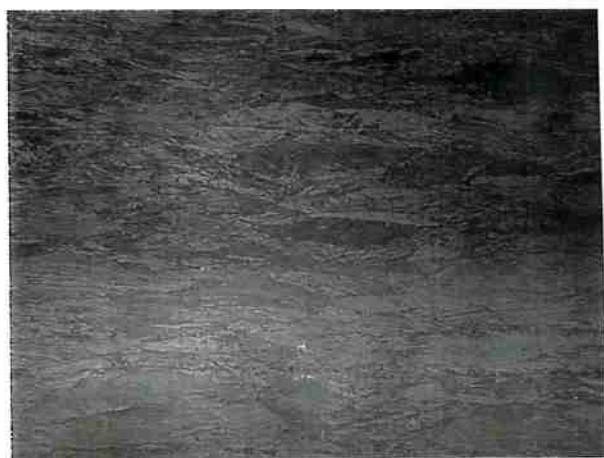


Fig. 42 - Relaminado (100x)

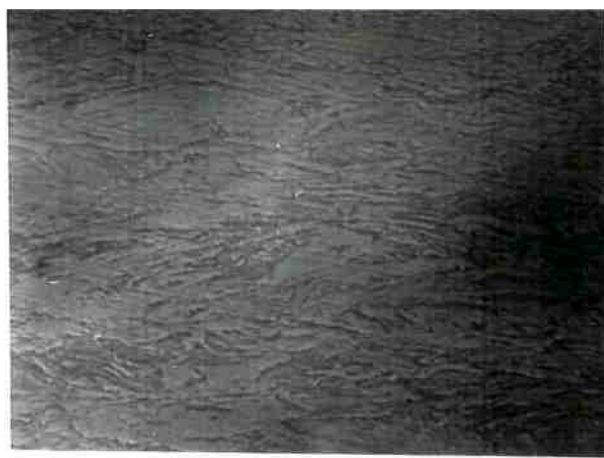


Fig. 43 - Relaminado (500x)

Liga 4-SV141



Fig. 44 - Relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C (100x)



Fig. 45 - Relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C (500x)

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV142.

SV142 - Liga 5	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.023	0.150	0.160	14.96	13.40	0.060	7.510	0.250

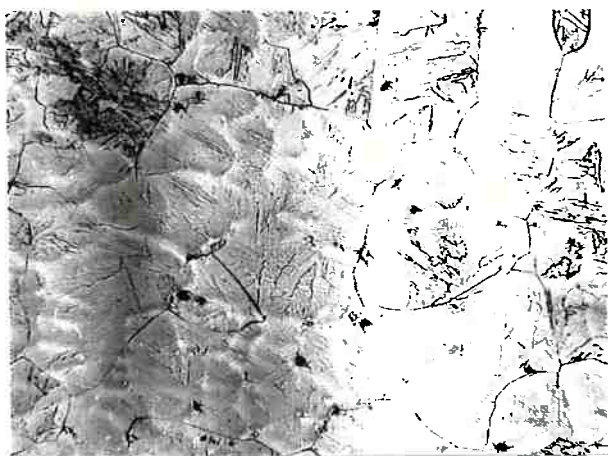


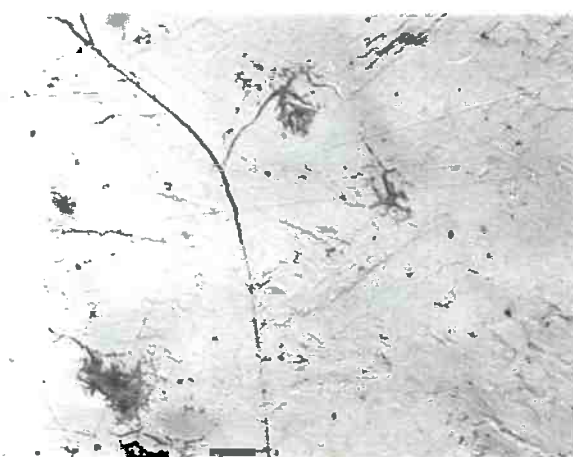
Fig. 46 - Bruto de fundição (100x)



Fig. 47 - Bruto de fundição (500x)



**Fig. 48 - Homogeneizado
por 5h a 1250°C (100x)**



**Fig. 49 - Homogeneizado
por 5h 1250°C (500x)**

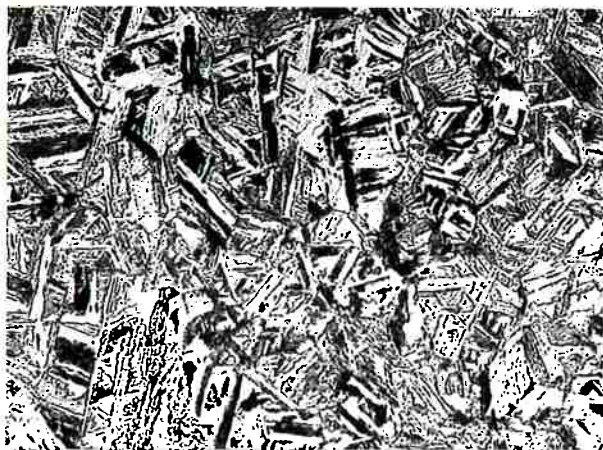


Fig. 50 - Forjado e laminado (100x)



Fig. 51 - Forjado e laminado (500x)

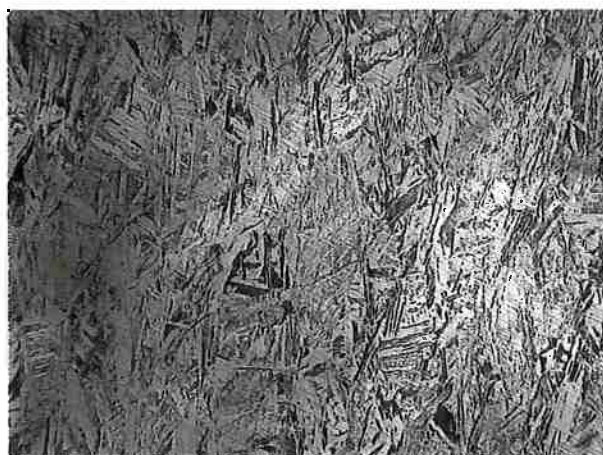


Fig. 42 - Relaminado (100x)



Fig. 43 - Relaminado (500x)



Fig. 44 - Relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C (100x)

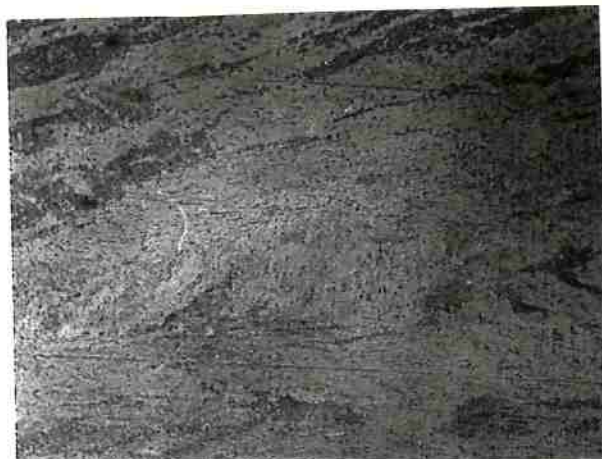


Fig. 45 - Relaminado e solubilizado por 1 hora a 820°C (500x)

Comentários sobre as micrografias:

Na escala de microscopia óptica as corridas não apresentaram diferenças muito significativas entre si.

No estado bruto de fundição, as micrografias sugerem que as ligas não apresentavam microestrutura totalmente martensítica, notando-se algumas evidências da presença de austenita.

Após o tratamento térmico de homogeneização as micrografias pareciam ser totalmente martensíticas. Estes resultados deverão ser confirmados por difração de raios X.

Durante o processamento termomecânico subsequente foi sendo observado um refinamento da microestrutura em todas as ligas.

A microscopia óptica não sugere a presença de acentuada microsegregação em nenhuma corrida, o que ocorre frequentemente em aços maraging. A utilização de pequenos lingotes no presente trabalho justifica a ausência de microsegregação acentuada.

4.1.2. Análise por difração de raios X

Foi feita a análise de amostras retiradas das corridas SV139, SV140, SV141, SV142 e SV144, nas condições bruta de fundição e homogeneizada. Em seguida são apresentados os difratogramas referentes à corrida SV144.

Liga 1 - SV144 - Bruta de fundição

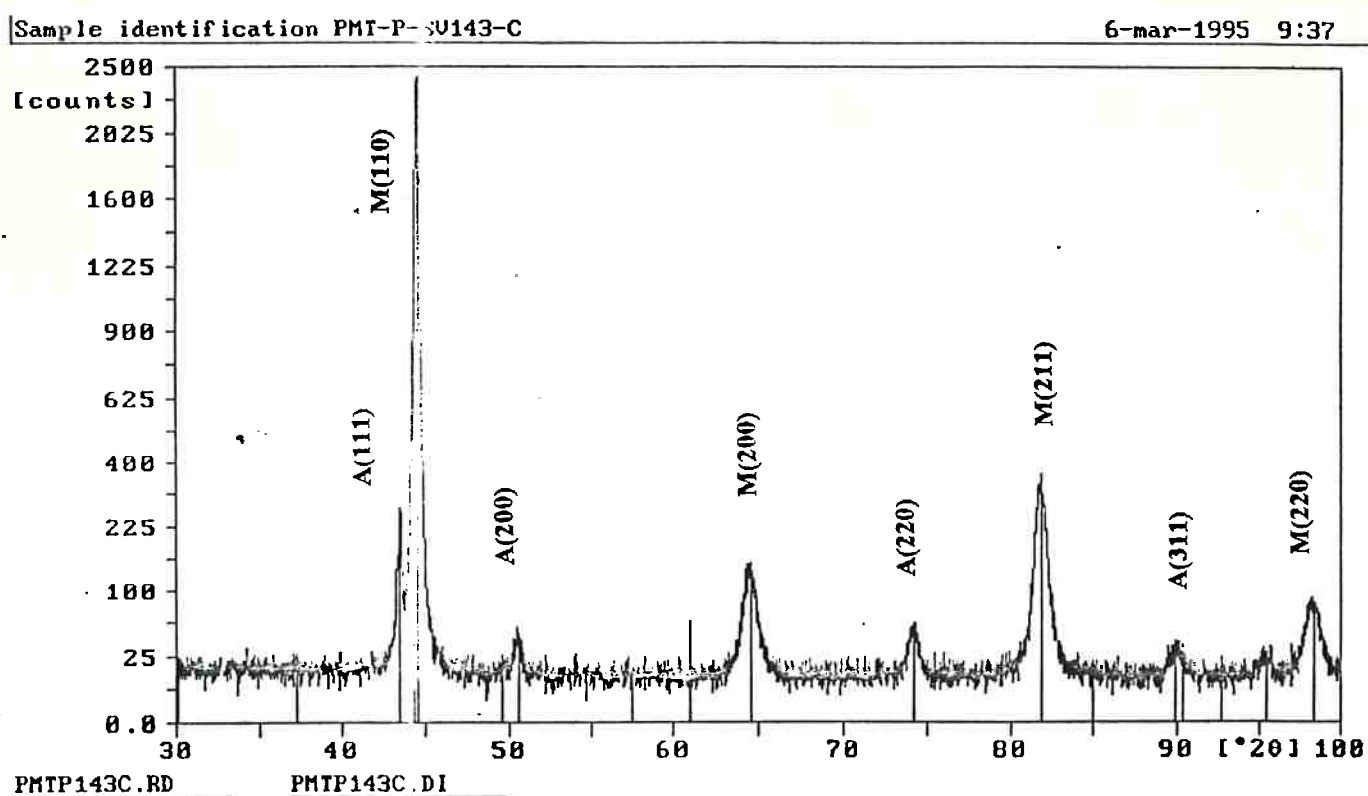


Fig. 56 - Difratograma da corrida SV144 bruta de fundição

Liga 1 - SV144 - Homogeneizada

Sample identification PMT-P-0143-SC

6-mar-1995 9:48

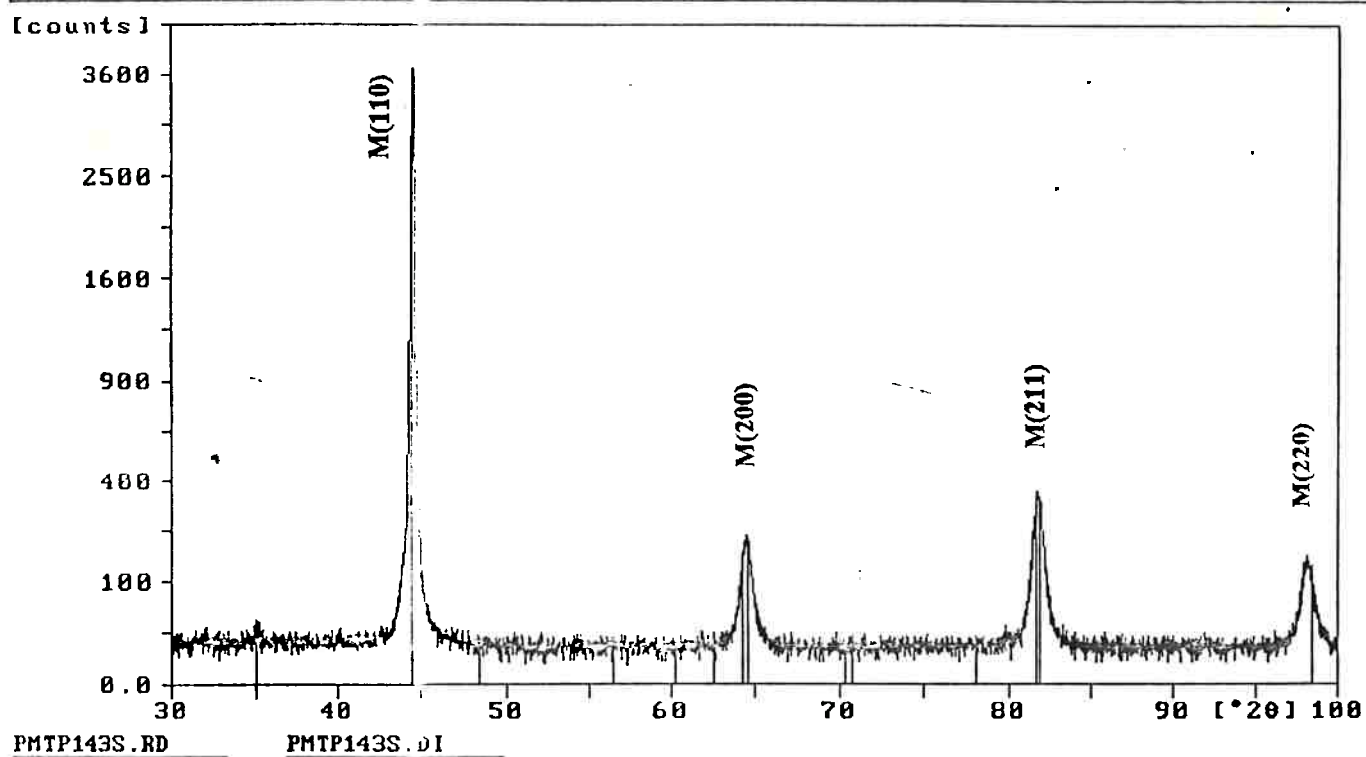


Fig. 57 - Difratoograma da corrida SV144 homogeneizada

Em seguida são apresentados os difratogramas referentes à corrida SV139.
Liga 2 - SV139 - Bruta de fundição

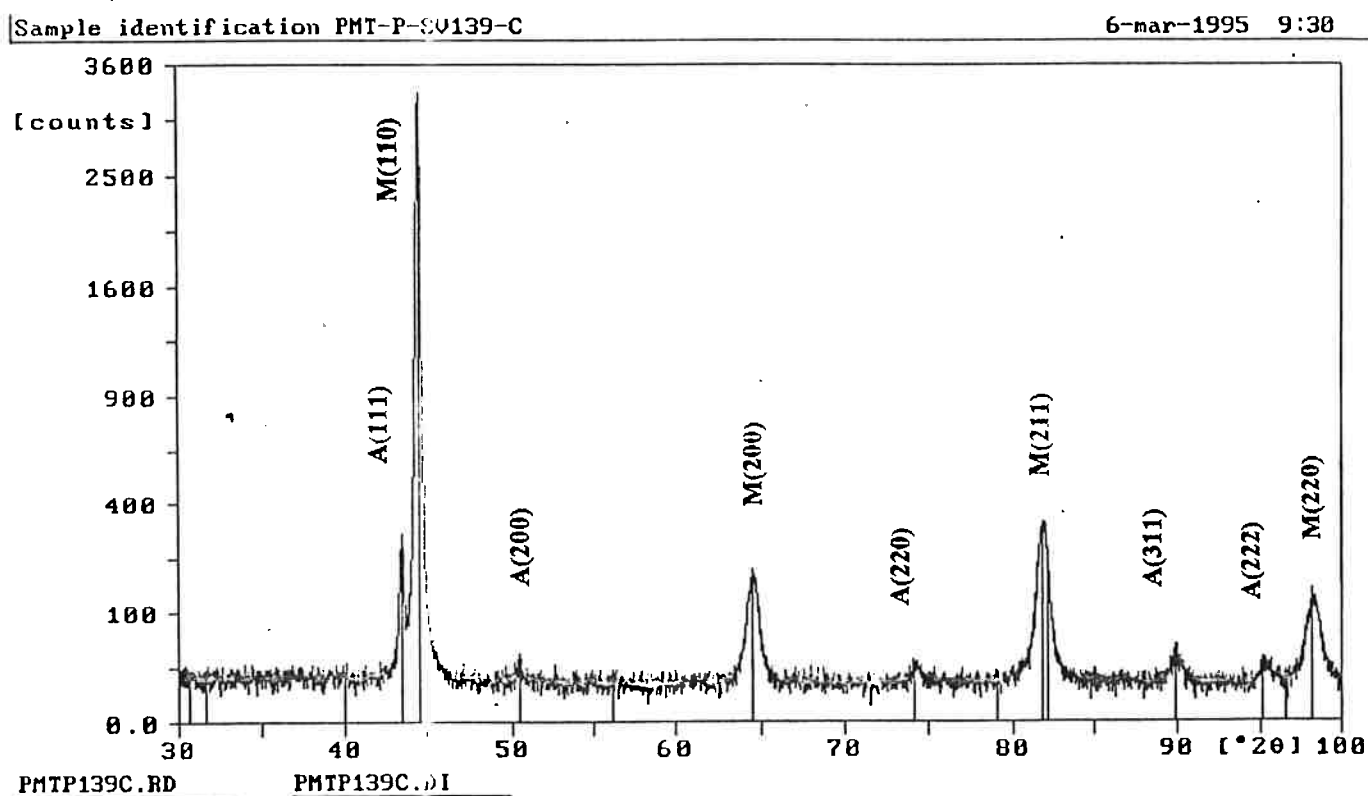


Fig. 58 - Difratograma da corrida SV139 bruta de fundição

Liga 2 - SV139 - Homogeneizada

Sample identification PMT-P-SV139-SC

6-mar-1995 9:39

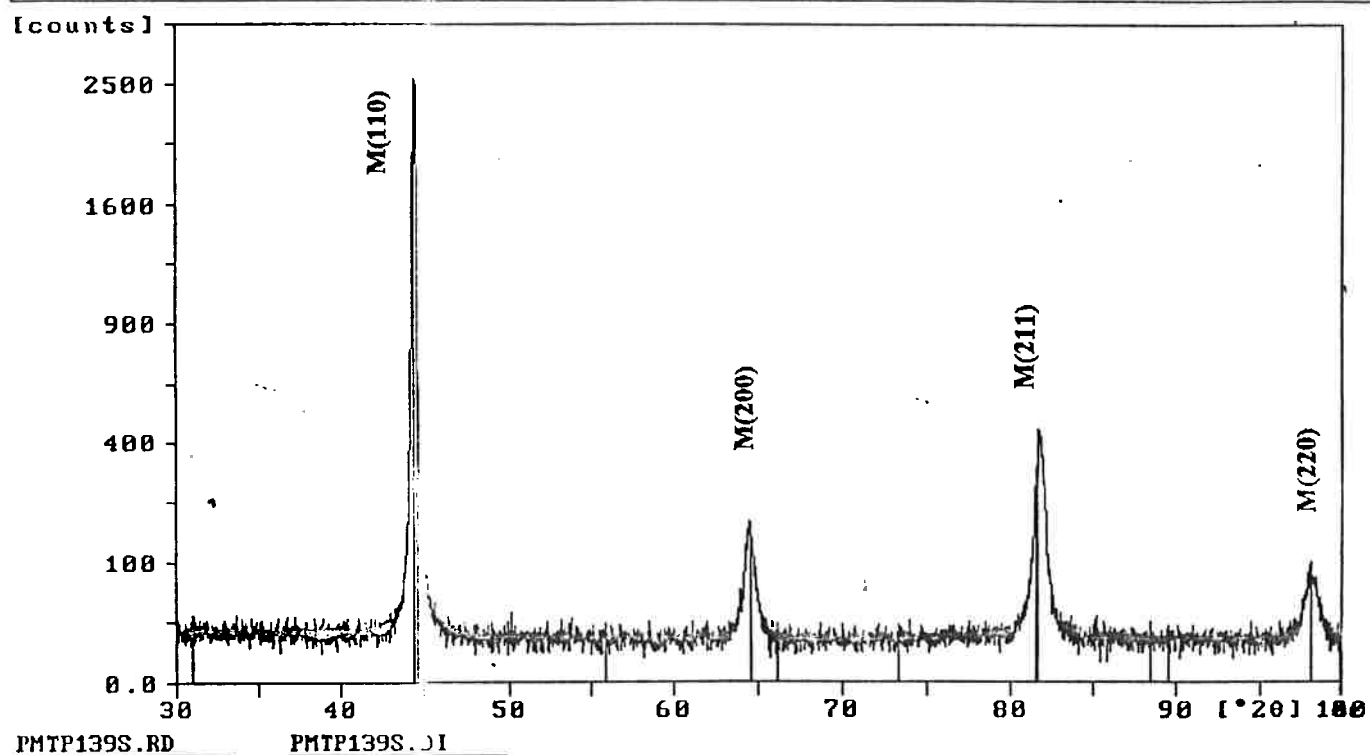


Fig. 59 - Difratoograma da corrida SV139 homogeneizada

Em seguida são apresentados os difratogramas referentes à corrida SV140.
Liga 3 - SV140 - Bruta de fundição

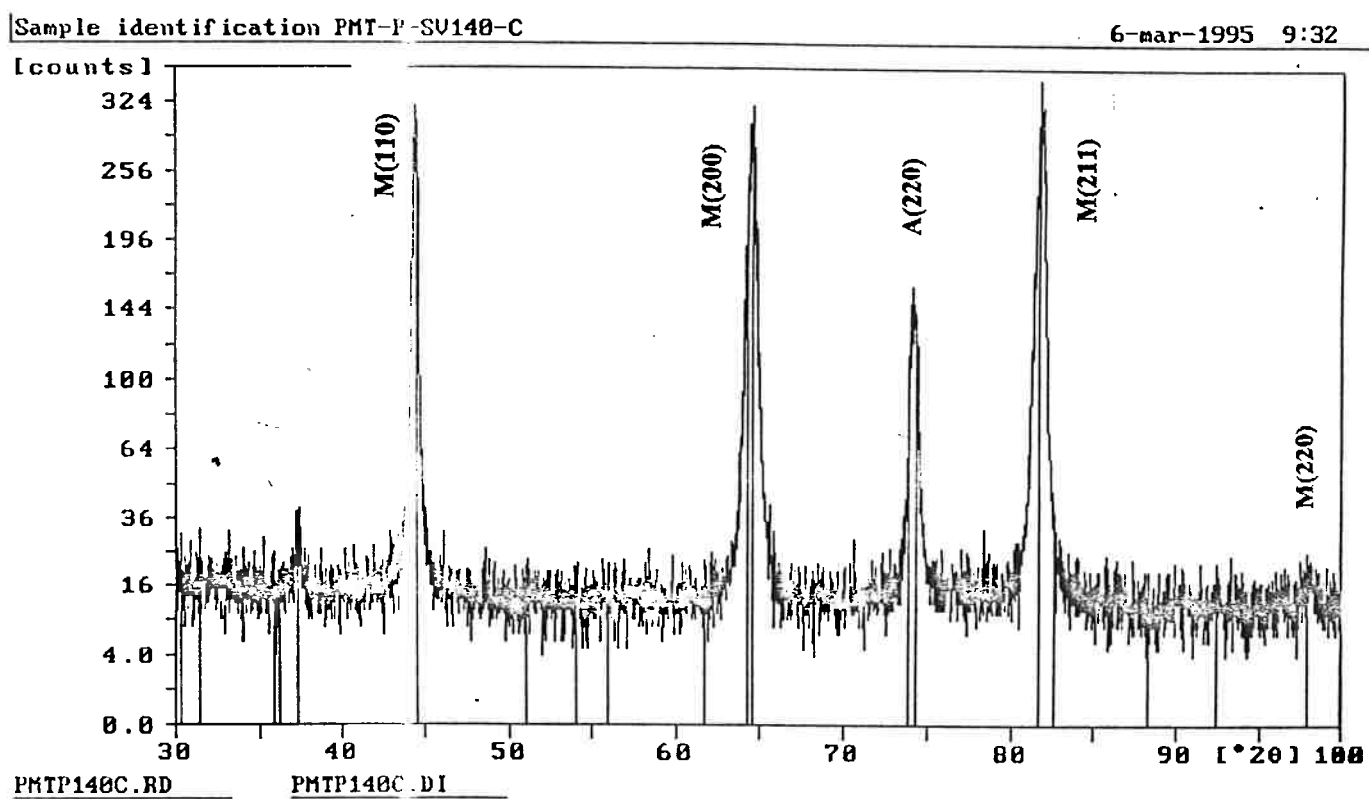


Fig. 60 - Difratograma da corrida SV140 bruta de fundição

Liga 3 - SV140 - Homogeneizada

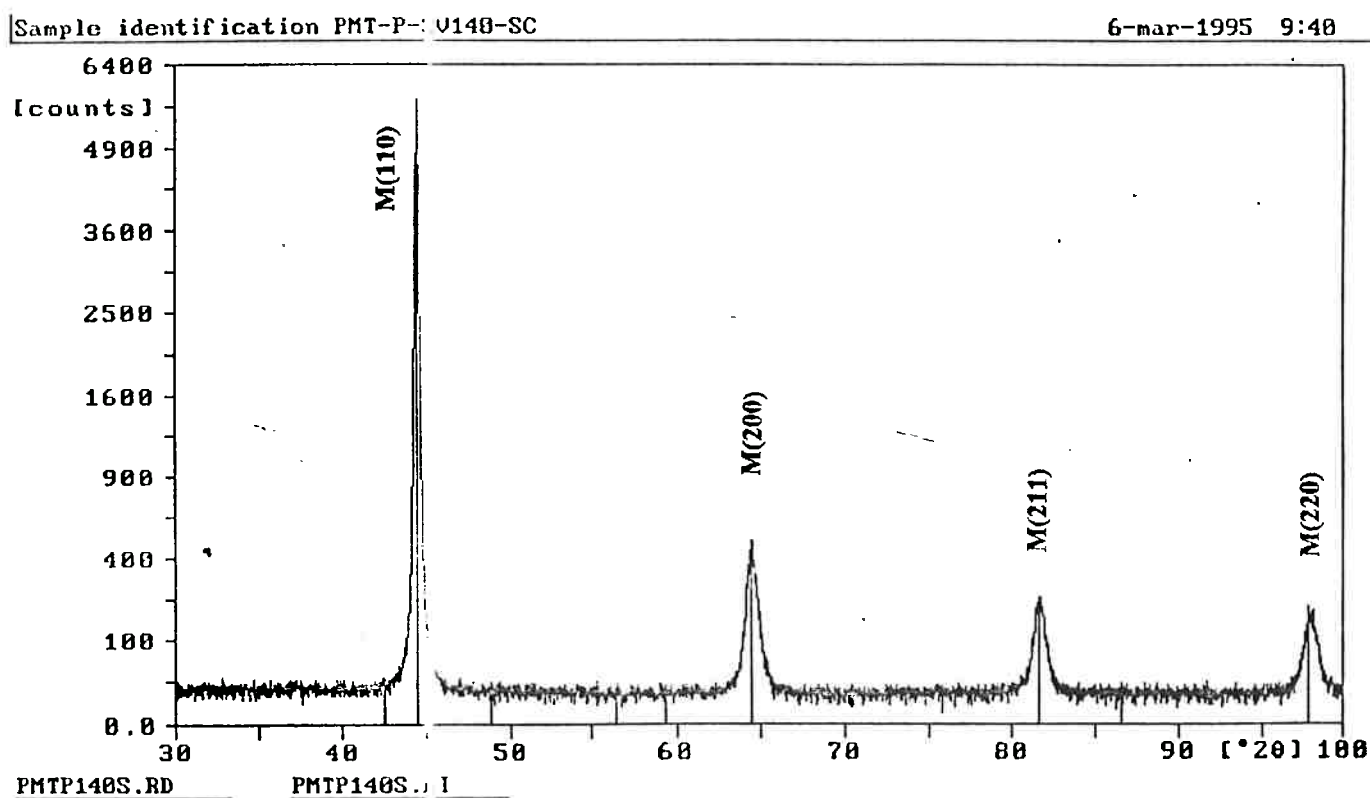


Fig. 61 - Difractograma da corrida SV140 homogeneizada

Em seguida são apresentados os difratogramas referentes à corrida SV141.
Liga 4 - SV141 - Bruta de fundição

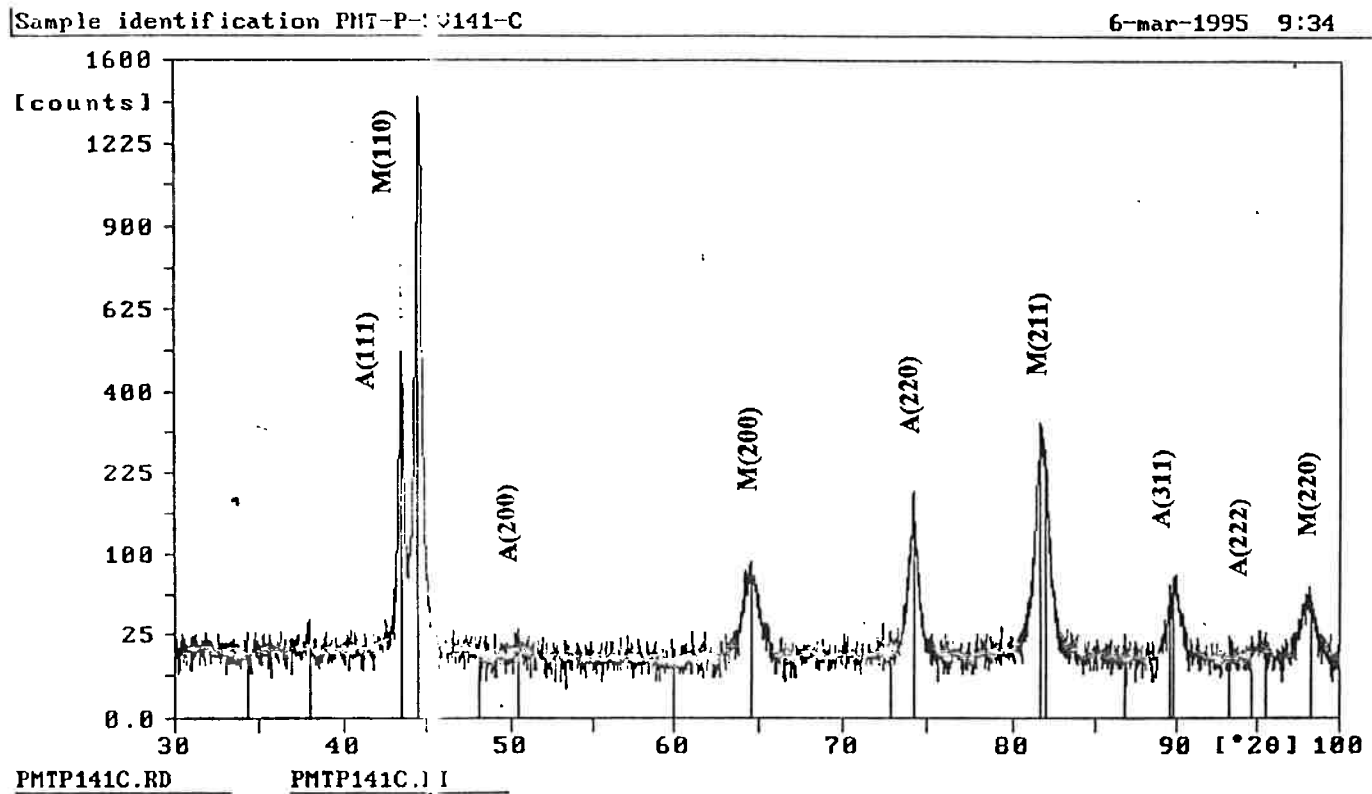


Fig. 62 - Difratograma da corrida SV141 bruta de fundição

Liga 4 - SV141 - Homogeneizada

Sample identification PMT-P-SV141-SC

6-mar-1995 9:45

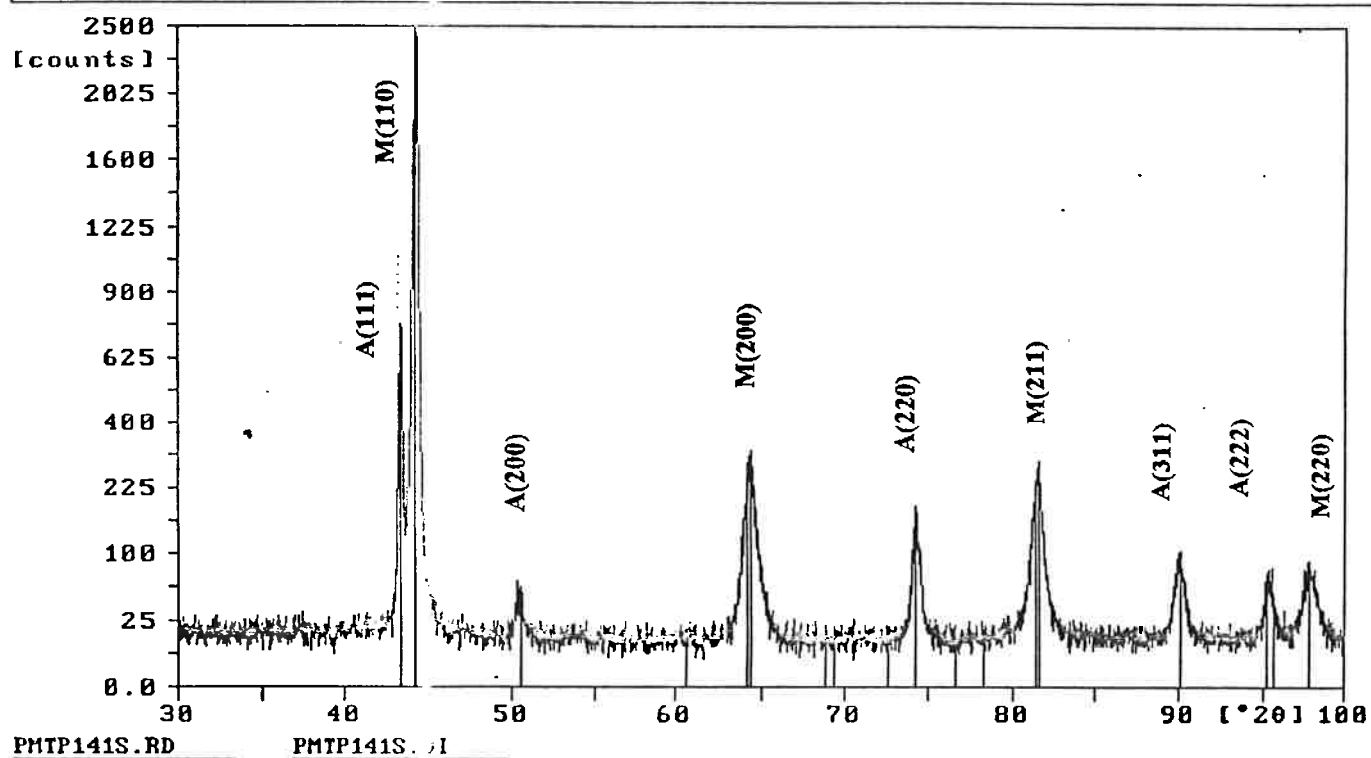


Fig. 63 - Difratoograma da corrida SV141 homogeneizada

Em seguida são apresentados os difratogramas referentes à corrida SV142.

Liga 5 - SV142 - Bruta de fundição

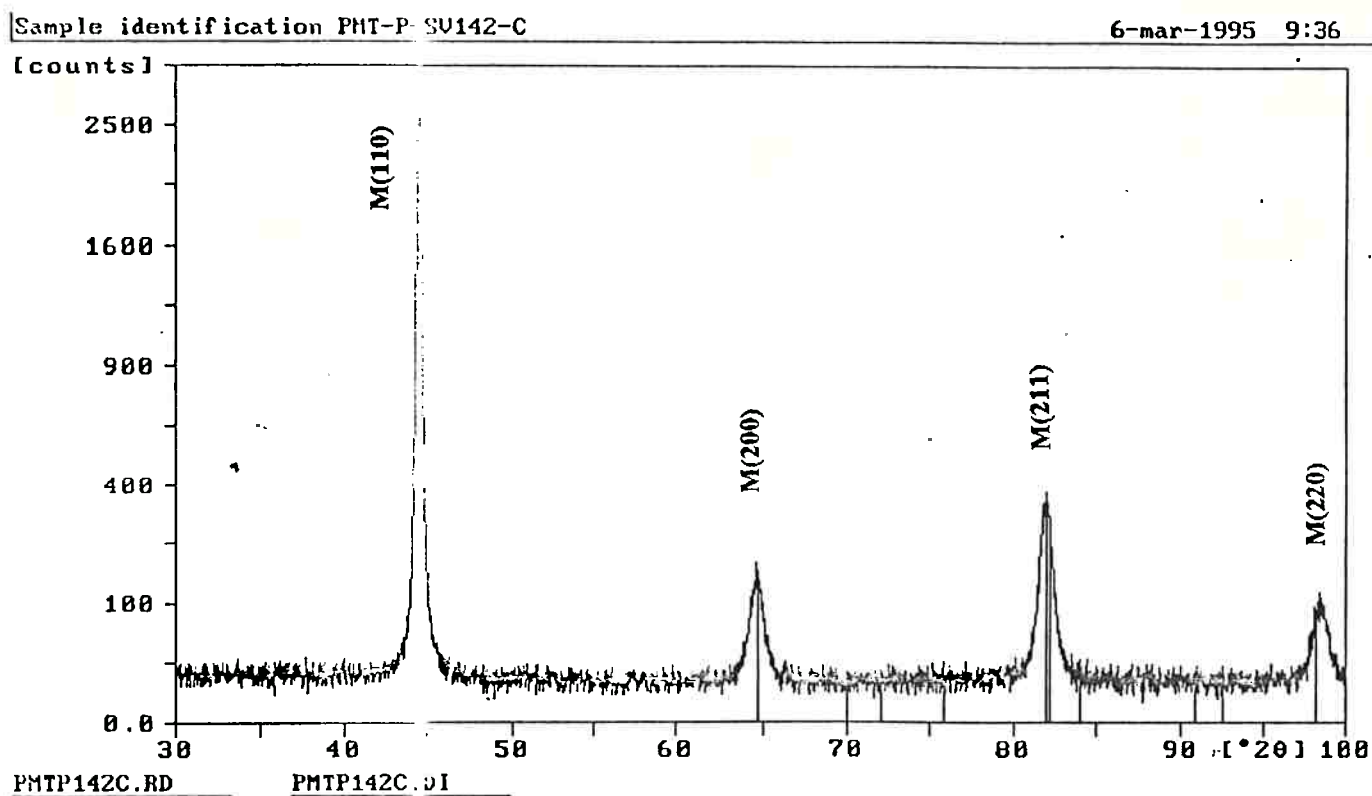


Fig. 64 - Difratograma da corrida SV142 bruta de fundição

Liga 5 - SV142 - Homogeneizada

Sample identification PMT-P- SV142-SC

6-mar-1995 9:46

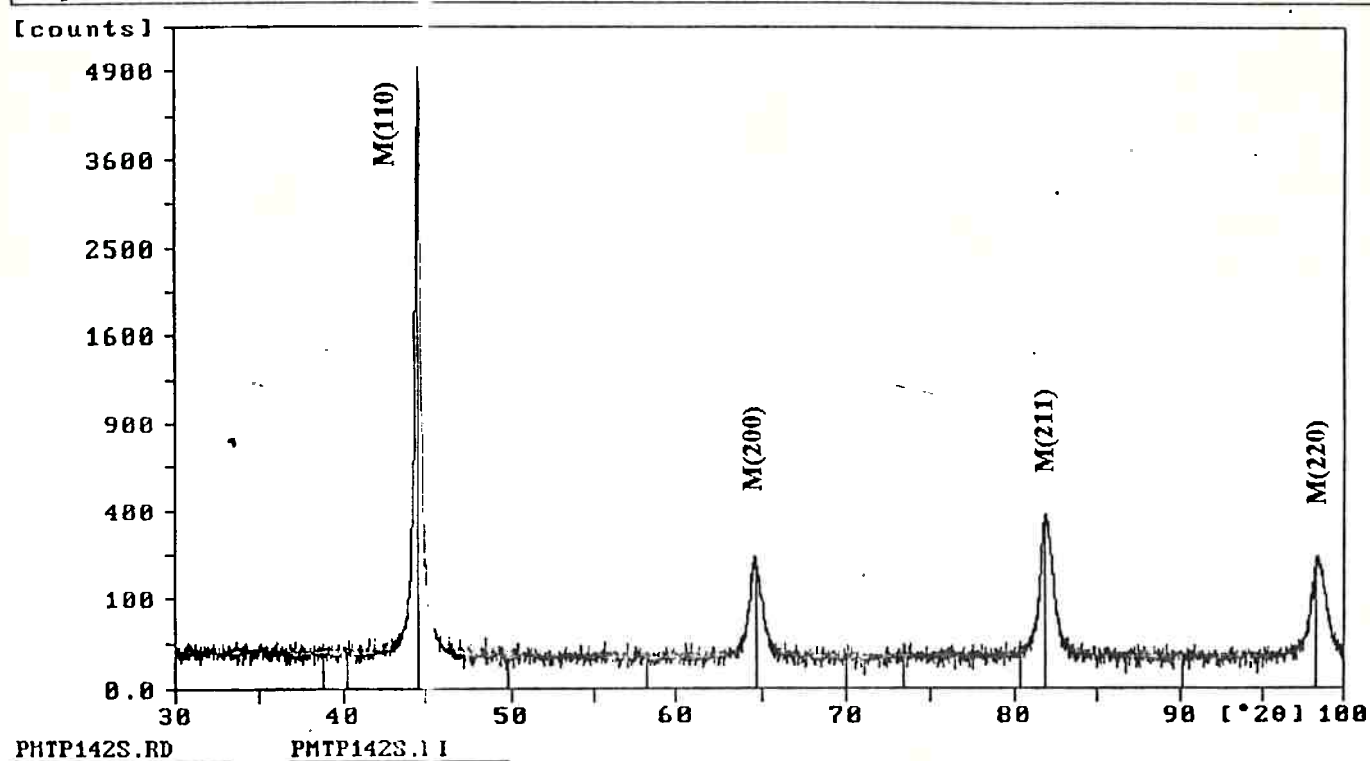


Fig. 65 - Difratoograma da corrida SV142 homogeneizada

Comentários sobre os difratogramas

No estado bruto de fundição apresentaram austenita as corridas SV144, SV139, SV140 e SV141. Em outras palavras, apenas a corrida SV142 apresentou-se totalmente martensítica no estado bruto de fundição.

Após o tratamento térmico de homogeneização, apenas a corrida SV141 não apresentou microestrutura totalmente martensítica.

A presença de austenita no estado bruto de fundição em maior quantidade ou frequência do que após homogeneização é evidência da presença de microsegregação.

As presenças mais acentuadas de martensita na liga SV142 e de austenita na liga SV141 se devem ao efeito do molibdênio na temperatura Ms.

Sabe-se da literatura que o molibdênio apresenta o efeito de baixar a temperatura Ms segundo a equação:

$$Ms = 539 - 423(C) - 30,4(Mn) - 17,7(Ni) - 12,1(Cr) - 7,5(Mo) \quad (12)$$

A liga SV141, com mais molibdênio, tem temperatura Ms mais baixa que as outras. A liga SV142, com menos molibdênio, tem temperatura Ms mais alta que as outras.

Ensaio posteriores de dilatométrica, não incluídos neste trabalho, confirmaram o acentuado efeito do molibdênio na temperatura Ms.

4.2. Avaliação da macrosegregação

4.2.1 Análise química

Em vista das evidências de microsegregação já mencionadas, foram realizadas análises químicas em várias posições do lingote de uma corrida visando detectar a presença de eventual macrosegregação. Conforme mostra a tabela 4 os resultados foram negativos, ou seja, não constatou-se evidência de macrosegregação. Mais uma vez, a utilização de lingotes pequenos pode explicar este comportamento

Os resultados da análise química da corrida SV136 são mostrados na tabela 4.

Tabela 4 -Composição química detalhada da corrida SV136

Posição	CFS-B	CFS-M	CFS-C	MFS-B	MFS-M	MFS-C	PFS-B	PFS-M	PFS-C
C	0.020%	0.020%	0.020%	0.018%	0.018%	0.020%	0.023%	0.021%	0.023%
Si	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%	0.040%
Mn	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%	0.050%
P									
S									
Co	15.02%	15.05%	15.20%	15.03%	15.23%	15.08%	15.06%	14.90%	15.00%
Ni	13.22%	13.47%	13.19%	13.36%	13.42%	13.21%	13.09%	13.35%	13.18%
Al	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%	0.020%
Mo	5.360%	5.310%	5.380%	5.000%	5.020%	5.020%	5.130%	5.100%	5.230%
Ti	0.210%	0.230%	0.220%	0.220%	0.230%	0.230%	0.210%	0.240%	0.210%

4.3. Efeito da composição química na resistência à oxidação

Durante o tratamento térmico de homogeneização, os lingotes ficam expostos ao ar em temperaturas muito altas por tempo longo. Isto causa considerável oxidação dos mesmos. A camada oxidada deve ser retirada para o posterior processamento, pois existem algumas menções na literatura de que esta oxidação superficial comprometa a posterior soldabilidade das chapas (13). Por esta razão, a oxidação que ocorre durante o tratamento térmico de homogeneização foi estudada com certo grau de detalhe.

4.3.1. Ensaio de oxidação

Foram preparados corpos de prova, a partir de amostras das corridas, na condição forjada e laminada. Os corpos de prova foram pesados e suas dimensões foram medidas. A seguir, foram colocados em cadinhos de porcelana e levados à temperatura de 1250°C por 5 horas, em forno resistivo sem controle de atmosfera.

Foram feitas micrografias dos corpos de prova, observando-se a região oxidada (superficial). O trabalho permite analisar, de formas qualitativa e quantitativa, a camada oxidada.

4.3.1.1. Análise qualitativa (metalografia)

A tabela de composições químicas dos corpos de prova de oxidação é apresentada a seguir:

Tabela 5: Composições químicas dos C.P. de oxidação

Corrida	SV144	SV139	SV140	SV141	SV142
	Liga 1	Liga 2	Liga 3	Liga 4	Liga 5
C	0.021%	0.014%	0.024%	0.021%	0.023%
Si	0.190%	0.060%	0.080%	0.060%	0.150%
Mn	0.220%	0.030%	0.050%	0.040%	0.160%
P					
S					
Co	14.49%	14.27%	15.35%	15.21%	14.96%
Ni	12.61%	14.11%	13.08%	14.06%	13.40%
Al	<0,01%	0.010%	0.050%	0.040%	0.060%
Mo	11.12%	11.40%	11.30%	15.02%	7.510%
Ti	0.060%	0.400%	0.880%	0.240%	0.250%

Foram feitas micrografias das camadas oxidadas nos corpos de prova de oxidação das diversas corridas. Procurou-se mostrar em detalhe a camada oxidada, preparando-se micrografias com aumentos de 50 e 100x, para cada corrida.

As micrografias de todos os corpos de prova de oxidação são apresentadas neste capítulo.

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV144.

SV144 - Liga 1	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.021	0.190	0.220	14.49	12.61	<0,01	11.12	0.060



Fig. 66 - Região Oxidada (50x)

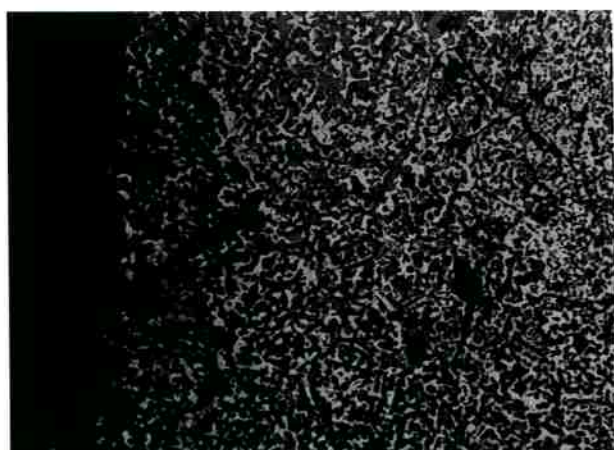


Fig. 67 - Região Oxidada (100x)

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV139.

SV139 - Liga 2	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.014	0.060	0.030	14.27	14.11	0.010	11.40	0.400

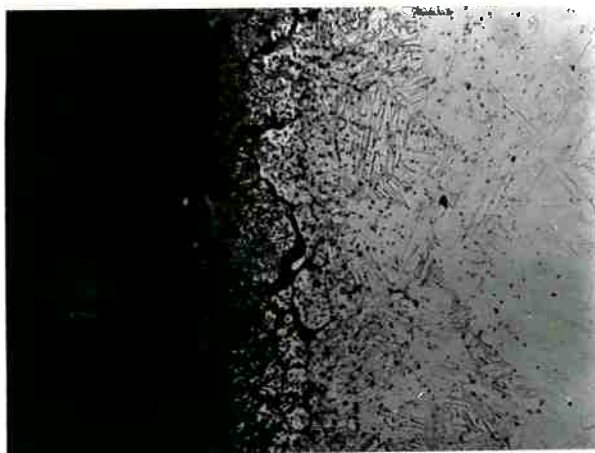


Fig. 68 - Região Oxidada (50x)



Fig. 69 - Região Oxidada (100x)

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV140.

SV140 - Liga 3	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.024	0.080	0.050	15.35	13.08	0.050	11.30	0.880

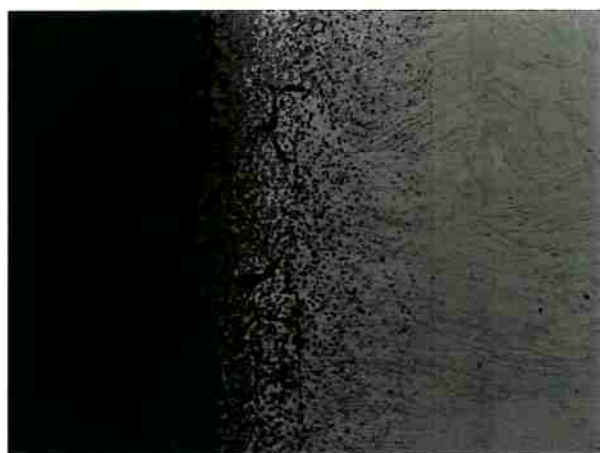


Fig. 70 - Região Oxidada (50x)

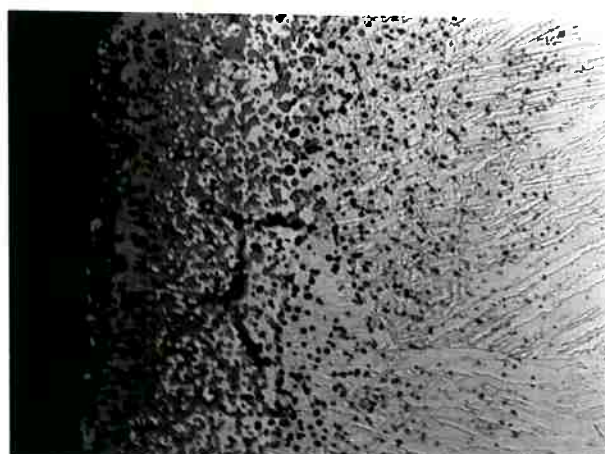


Fig. 71 - Região Oxidada (100x)

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV141.

SV141 - Liga 4	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.021	0.060	0.040	15.21	14.06	0.040	15.02	0.240

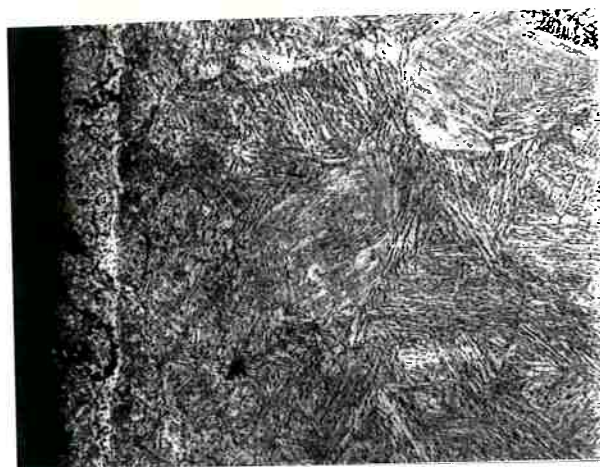


Fig. 72 - Região Oxidada (50x)

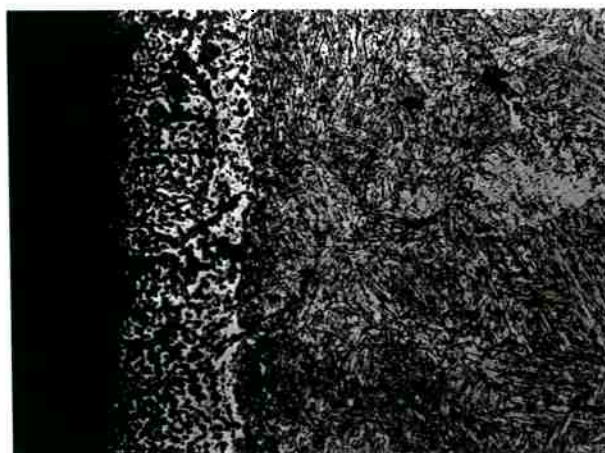


Fig. 73 - Região Oxidada (100x)

Em seguida são apresentadas as micrografias referentes à corrida SV142.

SV142 - Liga 5	C	Si	Mn	Co	Ni	Al	Mo	Ti
Composição (%)	0.023	0.150	0.160	14.96	13.40	0.060	7.510	0.250



Fig. 74 - Região Oxidada (50x)

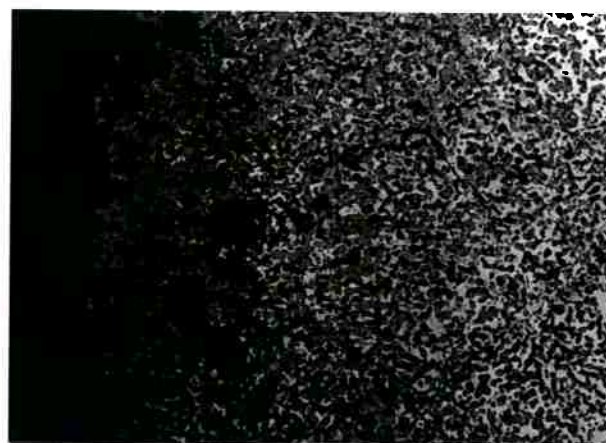


Fig. 75 - Região Oxidada (100x)

4.3.1.2 Análise quantitativa:

Corpos de prova de oxidação antes do ensaio

Corrida	Dimensões(mm)	Peso(g)	Volume (cm³)	Densidade(g/cm³)
SV 139	9.72*9.44*6.52	4.8002	0.598	8.027
SV 140	9.72*9.36*6.68	4.834	0.608	7.951
SV 141	9.70*9.44*6.72	5.0415	0.615	8.198
SV 142	9.74*9.42*6.54	4.7258	0.6	7.876
SV 144	9.70*9.38*6.68	4.8699	0.608	8.01

Conjunto CP+Cadinho+placa de alumina antes do ensaio

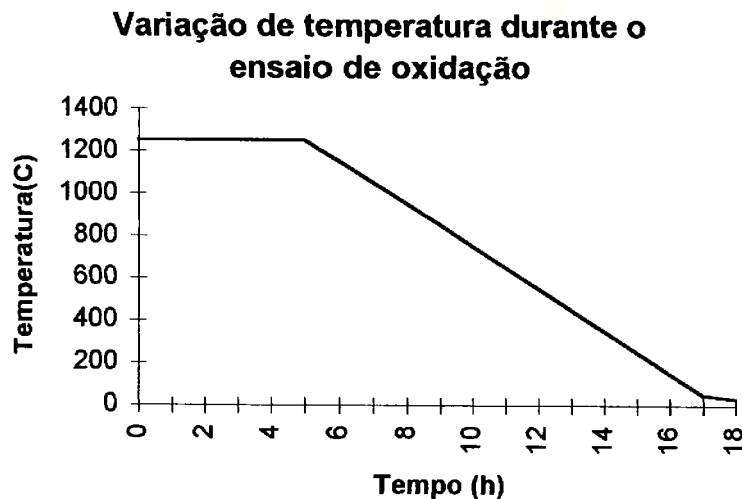
Corrida	Peso(g)
SV 139	23.2312
SV 140	22.5406
SV 141	22.146
SV 142	22.945
SV 144	22.0619

Conjunto CP+Cadinho+placa de alumina depois do ensaio

Corrida	Peso(g)	Var. de massa (g)	Var. de massa (%)
SV 139	23.5967	0.3655	7.6143
SV 140	22.9442	0.4036	8.3492
SV 141	22.4696	0.3236	6.4187
SV 142	23.6635	0.7185	15.204
SV 144	22.5855	0.5236	10.752

OBS:
variação de massa(%)
considerando que o
cadinho não sofreu
variação.
(apenas C.P.)

Tempo (h)	Temperatura (C)
0	1250
1	1250
2	1250
3	1250
4	1250
5	1250
6	1150
7	1050
8	950
9	850
10	750
11	650
12	550
13	450
14	350
15	250
16	150
17	50
18	30



Comentários sobre os resultados dos ensaios de oxidação

Embora os ensaios de oxidação tenham apresentado alguns problemas, tais como reatividade entre o cadinho (e o apoio de alumina) e as amostras, pode-se notar claramente que o aumento no teor de molibdênio de 7,5 para 15% melhora sensivelmente a resistência à oxidação. A liga com 15% de molibdênio, corrida SV141, foi a que menos oxidou. Tal liga apresentou uma camada externa de óxido com aspecto mais protetor.

4.4. Efeito da composição química no envelhecimento

Em seguida foram determinadas as curvas de envelhecimento (endurecimento por precipitação) das amostras inicialmente solubilizadas.

4.4.1. Curvas de envelhecimento do material solubilizado

Corridas SV139, SV 140, SV 141, SV 142 e SV 144 - Solubilizadas

Tempo (h)	SV139	SV140	SV141	SV142	SV144
0	354	380	288	316	352
0.25	431	425	341	368	445
0.5	471	476	374	410	513
1	535	520	452	445	526
2	543	562	461	476	571
4	556	585	473	549	607
8	574	612	467	585	610
96	581	560	482	591	622

Curvas de envelhecimento:
SV 139, SV 140, SV 141, SV 142 e SV 144

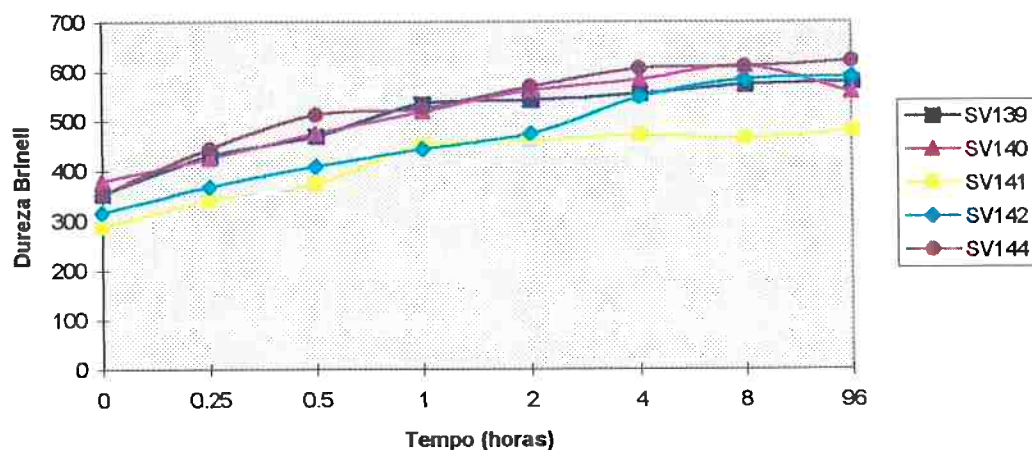


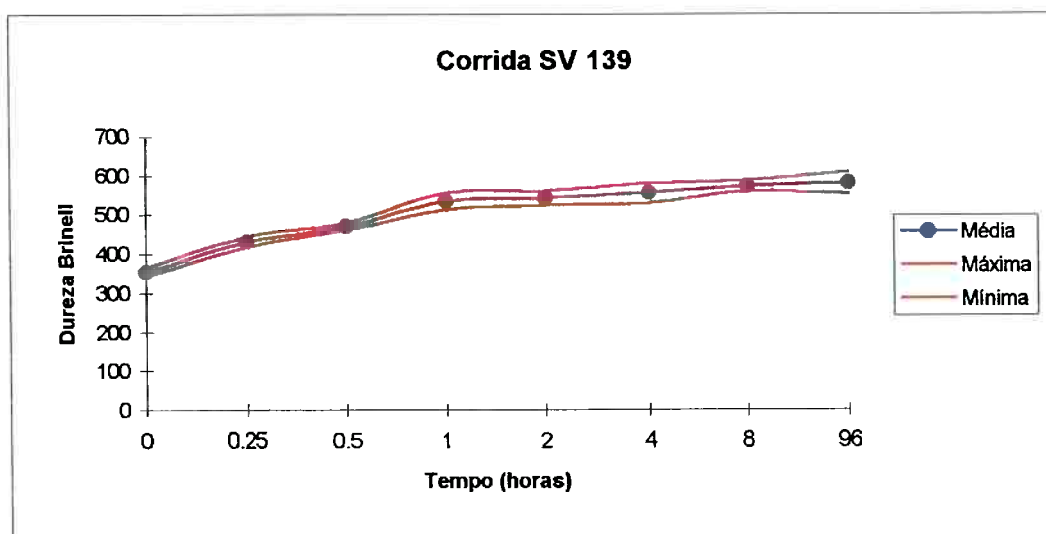
Tabela 6 -Composição química dos aços Maraging estudados

Corrida	SV144	SV139	SV140	SV141	SV142
	Liga 1	Liga 2	Liga 3	Liga 4	Liga 5
C	0.021%	0.014%	0.024%	0.021%	0.023%
Si	0.190%	0.060%	0.080%	0.060%	0.150%
Mn	0.220%	0.030%	0.050%	0.040%	0.160%
P					
S					
Co	14.49%	14.27%	15.35%	15.21%	14.96%
Ni	12.61%	14.11%	13.08%	14.06%	13.40%
Al	<0,01%	0.010%	0.050%	0.040%	0.060%
Mo	11.12%	11.40%	11.30%	15.02%	7.510%
Ti	0.060%	0.400%	0.880%	0.240%	0.250%

Corrida SV 139 -Solubilizada

Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	Tempo de envelhecimento a 480 C							
	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
	345	451	492	555	522	573	538	538
	363	415	477	555	522	538	555	522
	337	438	477	555	522	522	573	611
	373	404	477	477	538	573	592	611
	363	426	464	522	538	522	573	592
	354	438	464	522	573	538	592	573
	363	426	451	538	555	592	592	611
	337	451	464	555	573	592	573	592
média	354	431	471	535	543	556	574	581
desvio	11	13	10	21	18	26	14	28

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	354	366	343	11
0.25	431	444	418	13
0.5	471	481	461	10
1	535	556	514	21
2	543	561	525	18
4	556	582	530	26
8	574	588	560	14
96	581	609	553	28

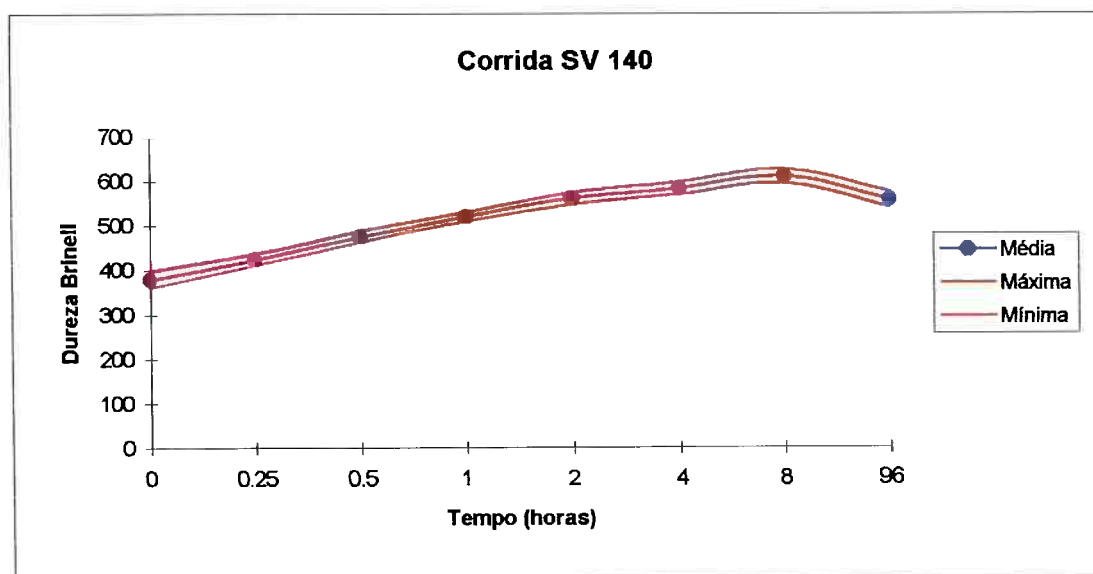


Corrida SV 140 -Solubilizada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	404	451	464	492	555	592	632	573
	373	426	464	522	573	555	611	538
	415	426	492	538	573	573	611	592
	354	426	492	538	555	592	653	538
	383	404	492	522	573	592	611	573
	345	404	477	507	522	592	592	555
	373	451	477	522	573	611	611	573
	393	415	451	522	573	573	573	538
média	380	425	476	520	562	585	612	560
desvio	19	13	12	10	14	14	15	18

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	380	399	361	19
0.25	425	439	412	13
0.5	476	488	464	12
1	520	531	510	10
2	562	576	549	14
4	585	599	572	14
8	612	627	596	15
96	560	578	542	18

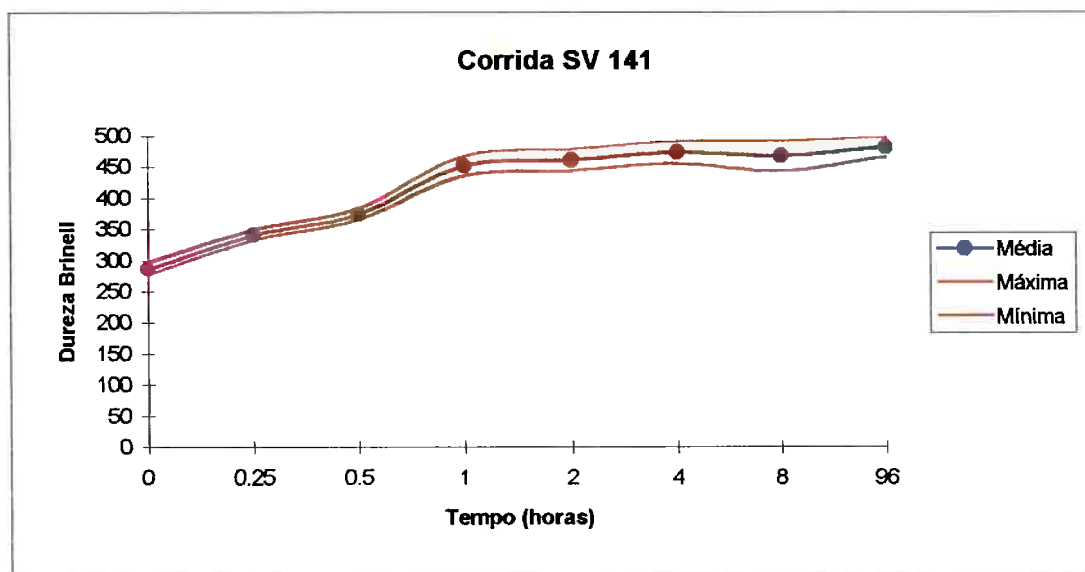


Corrida SV 141 -Solubilizada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	313	321	373	415	438	464	464	477
	298	337	363	451	426	477	477	464
	285	337	383	477	464	507	415	507
	272	337	363	464	451	451	492	507
	285	345	393	451	464	507	426	477
	278	354	363	464	492	451	507	492
	292	345	383	426	477	464	477	477
	278	354	373	464	477	464	477	451
média	288	341	374	452	461	473	467	482
desvio	10	8	9	16	17	18	24	15

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	288	298	278	10
0.25	341	350	333	8
0.5	374	383	365	9
1	452	467	436	16
2	461	478	444	17
4	473	491	455	18
8	467	491	443	24
96	482	497	466	15

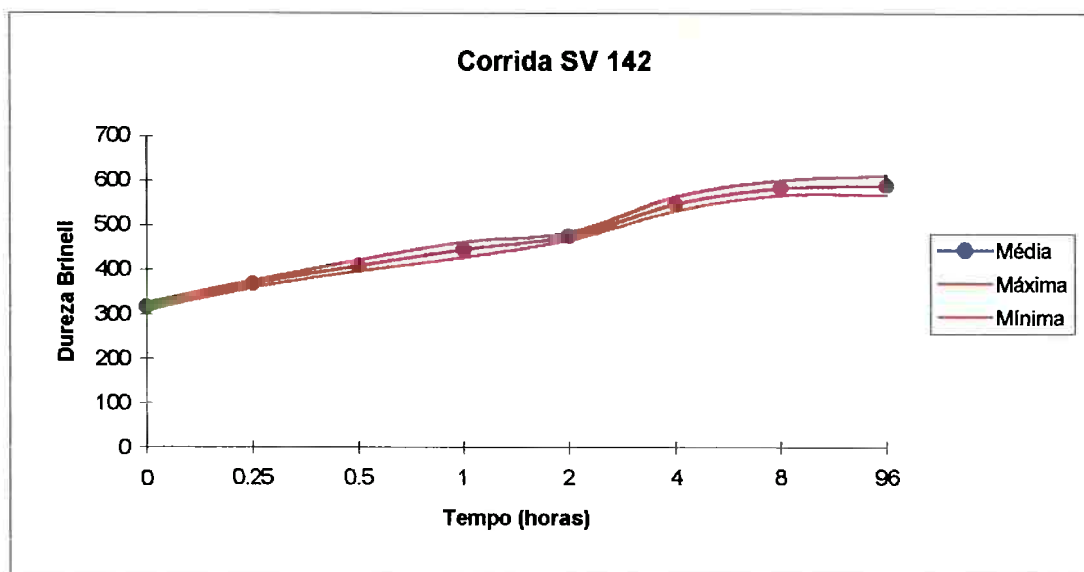


Corrida SV 142 -Solubilizada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	321	363	415	451	464	555	573	632
	298	363	393	464	492	538	555	592
	313	354	393	415	477	507	611	632
	306	373	415	426	477	538	592	592
	329	373	393	426	492	555	573	592
	313	363	415	464	464	573	573	592
	329	373	415	464	464	555	592	555
	321	383	438	451	477	573	611	538
média	316	368	410	445	476	549	585	591
desvio	9	7	12	17	9	16	17	22

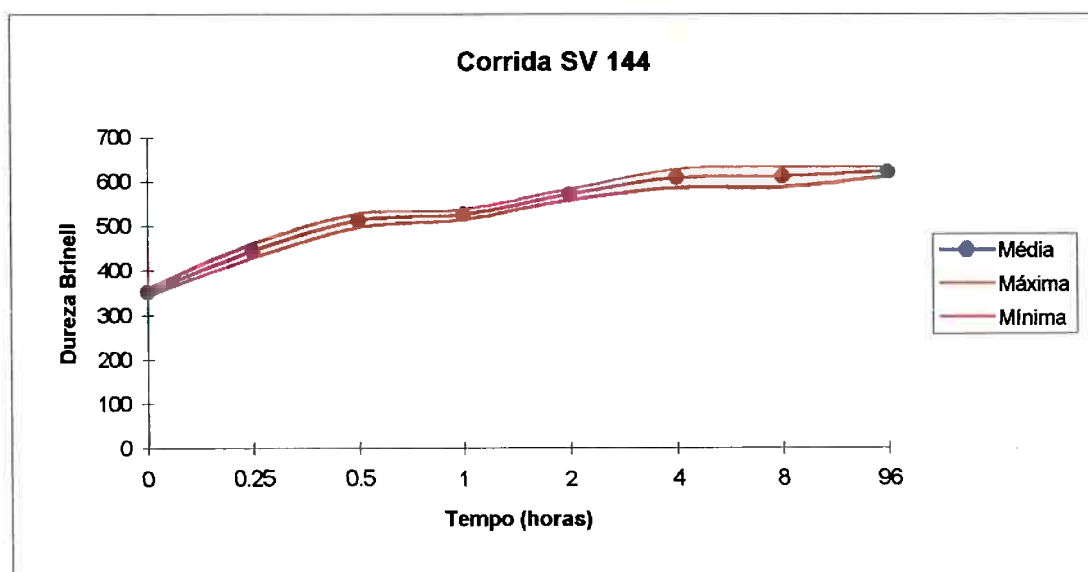
Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	316	325	308	9
0.25	368	376	361	7
0.5	410	422	397	12
1	445	462	428	17
2	476	485	467	9
4	549	565	533	16
8	585	602	569	17
96	591	613	569	22



Corrida SV 144 -Solubilizada

Tempo de envelhecimento a 480 C								
	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	354	464	522	538	573	573	653	611
	363	426	507	538	573	611	632	611
	354	426	492	522	611	592	592	632
	354	477	492	538	538	573	573	632
	363	451	538	507	573	632	611	611
	354	451	507	522	555	611	573	632
	354	426	538	538	573	632	611	632
	321	438	507	507	573	632	632	611
média	352	445	513	526	571	607	610	622
desvio	8	16	15	12	12	21	23	11

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	352	360	344	8
0.25	445	461	429	16
0.5	513	528	498	15
1	526	538	515	12
2	571	583	559	12
4	607	628	586	21
8	610	632	587	23
96	622	632	611	11



4.4.2. Curvas de envelhecimento do material encruado:

Em seguida foram determinadas as curvas de envelhecimento das amostras solubilizadas e encruadas.

Corridas SV139, SV 140, SV 141, SV 142 e SV 144 - Encruadas

Tempo (h)	SV139	SV140	SV141	SV142	SV144
0	455	479	481	404	433
0.25	584	555	538	462	513
0.5	549	530	556	469	568
1	576	576	556	504	551
2	544	573	569	509	558
4	574	562	576	528	579
8	585	629	624	535	591
96	643	635	640	625	647

Curvas de envelhecimento:
SV 139, SV 140, SV 141, SV 142 e SV 144

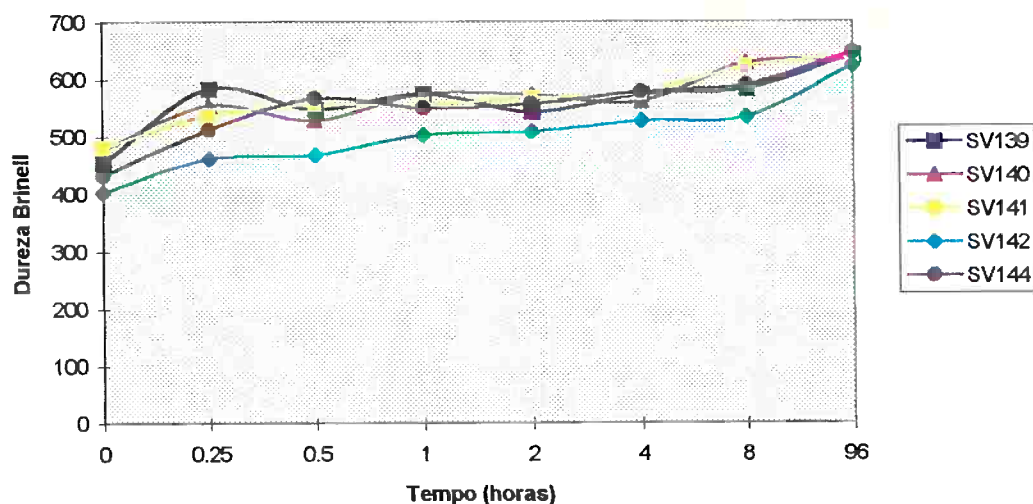


Tabela 6 -Composição química dos aços Maraging estudados

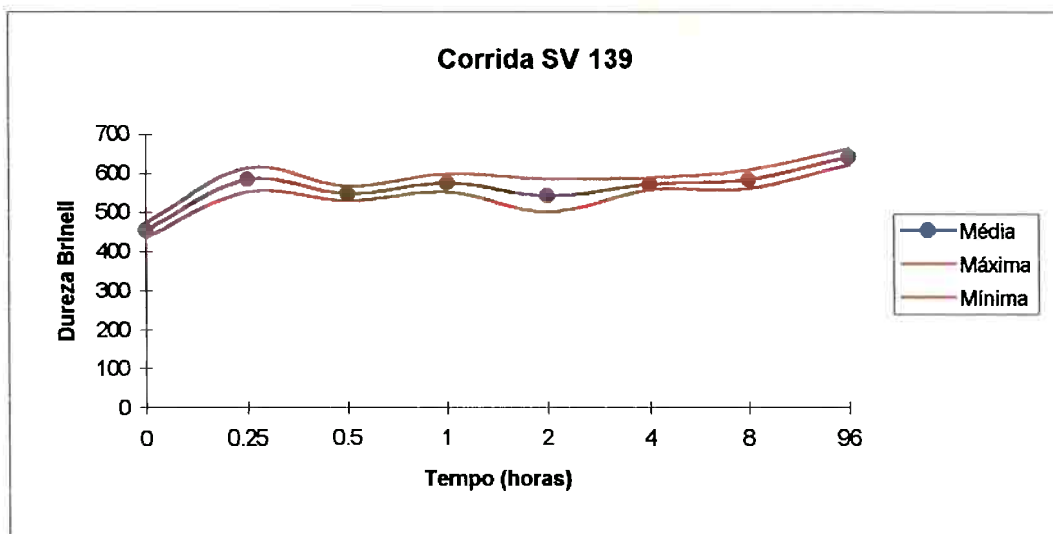
Corrida	SV144 Liga 1	SV139 Liga 2	SV140 Liga 3	SV141 Liga 4	SV142 Liga 5
C	0.021%	0.014%	0.024%	0.021%	0.023%
Si	0.190%	0.060%	0.080%	0.060%	0.150%
Mn	0.220%	0.030%	0.050%	0.040%	0.160%
P					
S					
Co	14.49%	14.27%	15.35%	15.21%	14.96%
Ni	12.61%	14.11%	13.08%	14.06%	13.40%
Al	<0,01%	0.010%	0.050%	0.040%	0.060%
Mo	11.12%	11.40%	11.30%	15.02%	7.510%
Ti	0.060%	0.400%	0.880%	0.240%	0.250%

Corrida SV 139 - Encruada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	464	632	573	653	538	555	632	676
	415	573	522	555	632	573	573	653
	477	632	573	555	611	555	555	653
	451	611	538	555	555	555	573	653
	464	573	573	573	538	573	555	653
	464	555	555	592	464	632	611	653
	426	538	538	555	507	573	611	592
	477	555	522	573	507	573	573	611
média	455	584	549	576	544	574	585	643
desvio	18	31	19	23	42	15	24	21

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	455	473	437	18
0.25	584	615	553	31
0.5	549	568	530	19
1	576	599	553	23
2	544	586	502	42
4	574	589	559	15
8	585	609	561	24
96	643	664	622	21

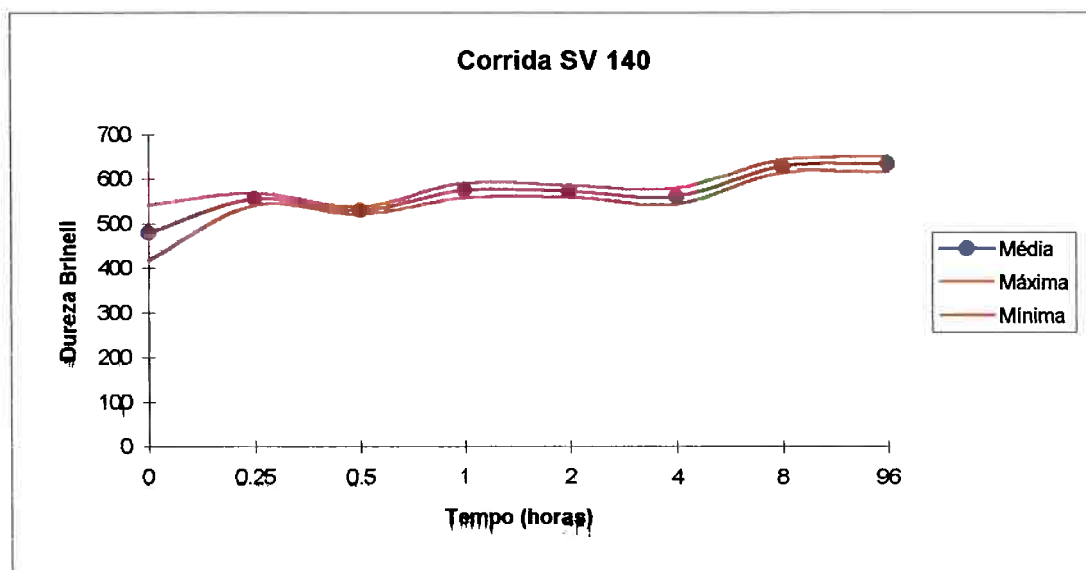


Corrida SV 140 - Encruada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	438	573	538	611	522	573	611	653
	363	538	538	592	555	611	611	653
	477	538	538	573	538	555	632	611
	726	555	522	555	555	555	653	611
	451	555	522	573	522	573	653	653
	464	573	522	555	555	538	632	632
	438	538	538	592	555	555	611	611
	477	573	522	555	538	538	632	653
média	479	555	530	576	573	562	629	635
desvio	62	13	8	17	13	18	14	18

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	479	541	418	62
0.25	555	569	542	13
0.5	530	538	522	8
1	576	593	559	17
2	573	586	561	13
4	562	580	545	18
8	629	643	616	14
96	635	653	616	18

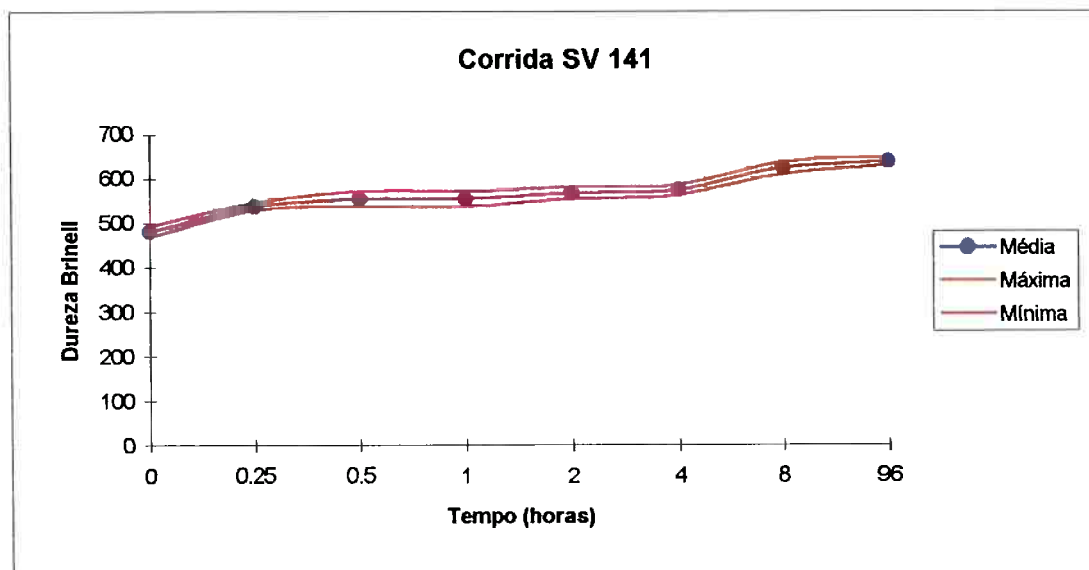


Corrida SV 141 - Encruada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	507	538	573	573	592	573	611	653
	477	538	573	573	555	573	611	632
	477	538	538	522	555	592	632	632
	451	538	538	538	573	592	653	632
	477	555	538	573	592	555	632	653
	477	555	573	555	573	555	611	653
	492	522	538	573	555	573	632	632
	492	522	573	538	555	592	611	632
média	481	538	556	556	569	576	624	640
desvio	12	8	18	17	14	12	13	10

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	481	493	469	12
0.25	538	547	530	8
0.5	556	573	538	18
1	556	573	538	17
2	569	583	555	14
4	576	588	563	12
8	624	637	611	13
96	640	650	630	10

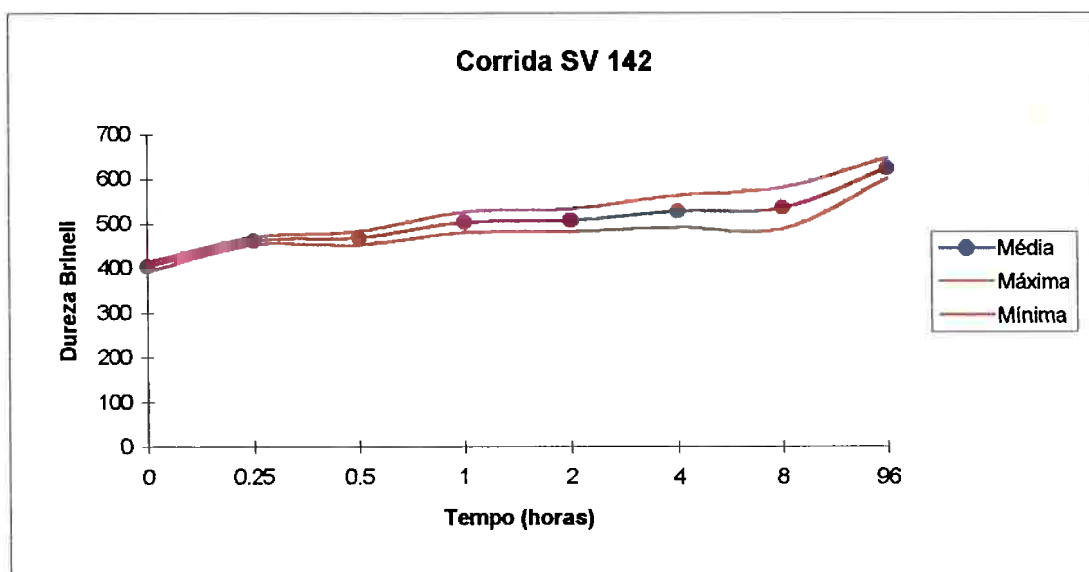


Corrida SV 142 - Encruada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	415	464	492	507	611	592	573	653
	404	451	477	477	492	492	492	653
	415	464	426	538	507	573	573	653
	393	477	477	477	477	492	492	592
	415	464	477	464	507	538	592	611
	393	451	477	555	477	477	492	632
	415	451	477	507	507	507	592	611
	383	477	451	507	492	555	477	592
média	404	462	469	504	509	528	535	625
desvio	11	9	15	24	26	36	47	23

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	404	415	393	11
0.25	462	471	454	9
0.5	469	485	454	15
1	504	528	481	24
2	509	534	483	26
4	528	565	492	36
8	535	583	488	47
96	625	648	602	23

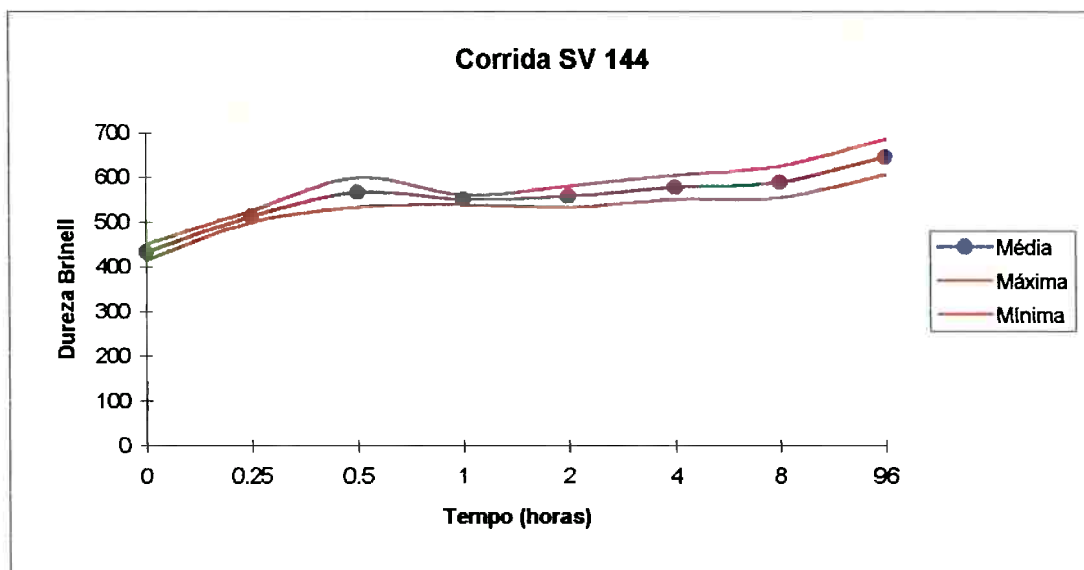


Corrida SV 144 - Encruada

Tempo de envelhecimento a 480 C

	0 min	15 min	30 min	1 hora	2 horas	4 horas	8 horas	96 horas
Dureza Brinell 187,5 kg 2,5 mm	415	507	592	573	592	632	611	592
	415	507	653	522	538	538	538	632
	415	507	538	555	573	611	611	700
	415	538	538	555	573	555	611	611
	451	492	538	538	573	573	611	725
	451	507	592	555	522	592	538	611
	451	507	538	555	573	592	653	676
	451	538	555	555	522	538	555	632
média	433	513	568	551	558	579	591	647
desvio	18	13	33	11	23	28	36	40

Tempo (h)	Média	Máxima	Mínima	Desvio
0	433	451	415	18
0.25	513	525	500	13
0.5	568	601	535	33
1	551	562	541	11
2	558	581	535	23
4	579	607	551	28
8	591	627	556	36
96	647	687	608	40



Comentários sobre as curvas de envelhecimento

As curvas de envelhecimento não apresentaram comportamento clássico com máximo bem definido. Em alguns casos notou-se algumas evidências de mais de um máximo. A ausência de pronunciado superenvelhecimento ("overaging") foi uma constante para praticamente todas as corridas.

O comportamento descrito acima evidencia que as reações de precipitação nos aços maraging são complexas e seu estudo exige técnicas experimentais sofisticadas **(5 a 10)**.

Por outro lado, a deformação a frio após solubilização e antes da precipitação apresentou efeito claro e acentuado. O material encruado endurece mais rápido e atinge valores de dureza mais altos que o material solubilizado. Os defeitos cristalinos introduzidos durante a deformação a frio aceleram a difusão e oferecem mais sítios para a nucleação de precipitados, levando à distribuições mais finas e efetivas quanto ao endurecimento das ligas.

5. Conclusões

O aumento do teor de molibdênio na faixa de 7,5 a 15% abaixou significativamente a temperatura Ms levando à presença de austenita retida na corrida SV141, mesmo após tratamento térmico de homogeneização.

O aumento no teor de molibdênio na faixa de 7,5 a 15% melhora significativamente a resistência à oxidação.

O material encruado endurece mais rápido e atinge níveis de dureza mais elevados durante o envelhecimento que o material apenas solubilizado.

Não foi detectada a presença de macrosegregação. Embora existissem evidências de microsegregação no estado bruto de fundição, ela não se manifestou de maneira *acentuada* nas micrografias, como ocorre frequentemente nos aços maraging. Isto pode ser explicado pelo uso de lingotes pequenos

6. Bibliografia:

- 1) K. Rohrbach e M. Schmidt: "Maraging Steels", Metals Handbook, 10ª edição, vol. 1, pag. 793-800;
- 2) M. Schmidt e K. Rohrbach: "Heat Treatment of Maraging Steels", Metals Handbook, 10ª edição, vol. 4, pag. 219-228;
- 3) S. Floreen: "Maraging Steels", Metals Handbook, 9ª edição, vol. 1, pag. 445-452;
- 4) M. B. Orsini: "Efeito de um Tratamento Térmico de Homogeneização na Microestrutura e Resistência ao Impacto do Aço Forjado Maraging 18%Ni, Grau 1900MPa", Dissertação de mestrado apresentada à Escola Politécnica da USP, São Paulo, 1987.
- 5) V. K. Vasudevan, S. J. Kim e C. M. Wayman: "Precipitation Reactions and Strengthening Behavior in 18 Wt Pct Nickel Maraging Steels", Metallurgical Transactions A, 1990, vol 21A, pag. 2655-2668;
- 6) U. K. Viswanathan, G.K. Dey e M. K. Asundi: "Precipitation Hardening in 350 Grade Maraging Steel", Metallurgical Transactions A, 1993, vol 24A, pag. 2429-2442;
- 7) W. Sha, A. Cerezo e G.D.W. Smith: "Phase Chemistry and Precipitation Reactions in Maraging Steels: Part1. Introduction and Study of Co-Containing C-300 Steel", Metallurgical Transactions A, 1993, vol 24A, pag. 1221-1232;
- 8) W. Sha, A. Cerezo e G.D.W. Smith: "Phase Chemistry and Precipitation Reactions in Maraging Steels: Part2. Co-Free T-300 Steel", Metallurgical Transactions A, 1993, vol 24A, pag. 1233-1239;
- 9) W. Sha, A. Cerezo e G.D.W. Smith: "Phase Chemistry and Precipitation Reactions in Maraging Steels: Part3. Model alloys", Metallurgical Transactions A, 1993, vol 24A, pag. 1241-1249;
- 10) W. Sha, A. Cerezo e G.D.W. Smith: "Phase Chemistry and Precipitation Reactions in Maraging Steels: Part4. Discussion and Conclusion", Metallurgical Transactions A, 1993, vol 24A, pag. 1251-1256;
- 11) E. Hornbogen and K. Rittner: "Development of thermo-mechanical treatments of a maraging steel for yield strengths above 3 GPa", Steel Research, vol 58, pag. 172-177, 1987;
- 12) W. Hume-Rothery: "Estrutura das Ligas de Ferro", Ed. Edgard Blücher, São Paulo, Brasil, 1968;
- 13) S. D. Brandi, comunicação pessoal, EPUSP, 1995.