

CARACTERIZAÇÃO DE CAMADA DE ÓXIDO FORMADA NO AÇO MARAGING 300 DURANTE ENVELHECIMENTO EM FORNO A VAPOR

Hugo Ribeiro da Igreja

Juan Manuel Pardal

Andréia de Souza Martins Cardoso

Sérgio Souto Maior Tavares

Rodrigo Chales

Universidade Federal Fluminense, Rua Passo da Pátria 156, sala 108-C bloco E, CEP 24210-240

hugoigreja@id.uff.br

juanppardal@id.uff.br

asmcardoso@id.uff.br

ssmtavares@id.uff.br

rodrigochales@id.uff.br

Maria Margareth da Silva

Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, São José dos Campos, SP

meg@ita.br

Resumo. Os aços maraging 300 são ligas quaternárias (18Ni-Co-Mo-Ti) amplamente aplicadas na indústria estratégica e de defesa, especialmente na área de enriquecimento isotópico. Sua ultra alta resistência mecânica é atingida por tratamentos térmico de solubilização seguido de envelhecimento térmico. O enriquecimento isotópico, quando associado a alta temperatura e resíduos químicos como solução ácida, pode originar corrosão e fragilização por hidrogênio em aços martensíticos. Nestas situações, a deposição ou o crescimento de camadas de óxidos de ferro na superfície do material surgem como medida preventiva destes fenômenos indesejáveis. Durante o tratamento de envelhecimento em uma atmosfera a vapor torna-se possível obter camadas íntegras de magnetita e hematita aderente à superfície destes aços. Portanto, destaca-se a importância da caracterização da superfície onde estas camadas são formadas para o entendimento de sua cinética de crescimento. Para tal, técnicas como Microscopia Óptica (OM), Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM), Espectroscopia Ótica de Descarga Incandescente (GDOES) e Difração de Raios-X de Ângulo Rasante (GIXRD) foram usadas. Observou-se uma alta fração contida de hematita na camada mais externa do filme desenvolvido e, à medida em que se aumenta a profundidade, ocorre um decréscimo de sua quantidade acompanhada pelo surgimento de martensita e austenita.

Palavras chave: Maraging 300. Solubilização. Envelhecimento. Caracterização de superfície. GIXRD.

1. INTRODUÇÃO

Os aços maraging são notavelmente reconhecidos por sua elevada resistência mecânica, alta tenacidade à fratura, além de boa relação de peso e soldabilidade. Em condição solubilizada, sua matriz microestrutural consiste em uma estrutura martensítica relativamente macia (CCC- corpo centrado cúbico) (Vasudevan *et al.*, 1990; Viswanathan *et al.*, 1990) devido ao seu extra baixo percentual de C. O aumento de resistência mecânica ocorre por precipitação de fases intermetálicas como Ni₃ (Ti, Mo) e Fe₂Mo (Viswanathan *et al.*, 1990; Magnée *et al.*, 1974), geralmente na faixa de 400 – 700°C (Pardal *et al.*, 2006). O envelhecimento em altas temperaturas e/ou em períodos prolongados ocasiona a formação de austenita reversa, devido às zonas enriquecidas em Ni – precipitados intermetálicos contendo Ni.

Apesar das excelentes propriedades descritas anteriormente, quando submetidos a ambientes que possibilitam a difusão de hidrogênio, os aços maraging são propensos ao fenômeno de fragilização, alterando seu comportamento mecânico e, por fim, levando à fratura por fragilidade (B.G. Pound, 2000; Tsay *et al.*, 2006). Durante o envelhecimento térmico, sob uma atmosfera de vapor de água superaquecido, forma-se uma camada de óxido que pode ser usada como barreira para o hidrogênio e, consequentemente, aumentar a resistência em corrosão sob tensão. Nesse sentido, as camadas protetoras de óxido podem dificultar a captação de hidrogênio, ao mesmo tempo que atuam como uma barreira física para sua difusão em direção ao centro do material (M.R. Louthan, 2008; Rezek *et al.*, 1997).

Assim, torna-se importante estudar a cinética de oxidação envolvendo os elementos de liga, a fim de estimar a composição da camada. O estudo propõe a formação de três camadas heterogêneas sobrepostas: a mais externa, composta majoritariamente por hematita ou óxido de ferro II (Fe₂O₃ - compacto hexagonal e é considerada o mais alto estado de

oxidação do ferro, com quase 70% de ferro em sua composição, enquanto o oxigênio ocupa as outras 30 %), a central com presença de magnetita (Fe_3O_4 - CFC) e a interna por wustita (FeO - CFC) (G. Shreir *et al.*, 1994; Malafaia, A.M. de S., 2013). Essas três camadas atuam juntas como uma barreira ao progresso da oxidação e dificultam a de hidrogênio, desempenhando um papel vital na redução dos danos pela difusão de hidrogênio (X. Li *et al.*, 2019).

O mecanismo de crescimento do filme de óxido estudado por Klein *et al.* (1981) e I.E. Klein (1997), foi descrito como uma migração externa de cátions de ferro durante a oxidação térmica de ligas de Fe-Ni-Co, ocorrendo no ar, vapor de água e ambiente de dióxido de carbono. Resultados experimentais obtidos por espectroscopia de elétrons Auger e determinação do perfil de profundidade, análise SEM-XES e difração de raios-X apoiaram essas suposições, mas além do fato de que a formação de óxidos e migração de cátions foram provadas medindo suas energias de ligação, porém não foi calculada a espessura da camada de óxido. Por outro lado, Rezek *et al.* (1997) estudaram as mudanças na microestrutura e no comportamento mecânico ao produzir uma camada de óxido em aço *maraging* classe 250, por aquecimento em alta temperatura, em um ambiente contendo vapor de água. O revestimento consistia em uma camada mais interna de fase austenítica e uma camada externa de magnetita Fe_3O_4 . Os resultados mostraram menor alongamento e apenas uma redução limitada no coeficiente de difusão de hidrogênio medido para o *maraging* revestido quando comparado com o aço descoberto. Apesar desse fato, a avaliação do limite de tensão na avaliação por corrosão sob tensão foi significativamente maior para o aço revestido. Esse benefício é atribuído à presença da subcamada austenítica.

Outro estudo interessante foi promovido por Greyling *et al.* (1990), no qual investigaram a cinética de oxidação de um aço *maraging* 300 aquecido ao ar em temperaturas variando de 300 a 600°C. Os autores usaram a espectroscopia de elétrons Auger em conjunto com a pulverização catódica de íons de argônio e observaram apenas um tipo de crescimento de espessura limitada para temperaturas de até 480°C.

O propósito deste estudo foi realizar uma caracterização e quantificação dos aspectos estruturais e composicionais do crescimento da camada de óxido de ferro no *maraging* classe 300 após envelhecimento térmico em meio de vapor superaquecido. Assim, os métodos de caracterização empregados neste estudo consistiram em OM, SEM acoplado a EDS, GDOES e GIXRD.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A composição química do aço *maraging* empregado neste estudo é apresentada na Tab. 1.

Tabela 1. Composição Química (% em massa) fornecida do aço *Maraging* 300.

Ni	Co	Mo	Ti	C	S	P	Al	Cr	Mn
18,28	9,41	4,73	0,73	<0,01	<0,01	<0,01	<0,1	0,125	<0,1

Todas as vinte amostras (20 mm x 20 mm x 2 mm) foram obtidas por corte de precisão e tratadas por solubilização a 910°C por 1 h. Em seguida, dez amostras foram envelhecidas a 510°C por 6 h em um forno Lindberg MPH tipo 12-1416 Steam Homo Pit com atmosfera controlada, conforme metodologia apresentada por Coester *et al.* (1979). As amostras foram cortadas em *Isomet* com disco de diamante em baixa velocidade para possibilitar análises da seção transversal.

2.1. Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM)

A caracterização por microscopia ótica (MO) nas amostras solubilizadas (S) e nas amostras solubilizadas, envelhecidas e oxidadas (SEO) foi precedida por cuidadoso lixamento e polimento metalográfico, seguido de ataque químico de metabisulfito de potássio e reagente Marble. A MO foi realizada no microscópio modelo Axio Imager 2 Carl Zeiss enquanto a microscopia eletrônica de varredura (SEM) no modelo Vega 3 Tescan, operado com 20keV no modo de elétron secundário (SE). Adicionalmente ao SEM uma análise micro elementar de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) foi conduzida ao longo do perfil transversal – analisando grande parte da camada de óxido até o centro do material. Possibilitando análises microscópicas com aumento de até 30.000 vezes, com feixes de 5 a 30 keV com Espectroscópio por Energia Dispersiva de raios- X, modelo x-act SDD EDS e fabricante Oxford Instruments.

2.2. Espectroscopia Ótica de Descarga Incandescente (GDOES)

A espectroscopia ótica de descarga incandescente (GDOES) foi conduzida pela técnica de íons de argônio acelerados, usando a faixa de 600 a 1500V. Os átomos de gás inerte colidem – a alta energia cinética – com a superfície da amostra, causando pulverização de suas partículas atômicas. A energia transmitida a essas partículas é tal que as excita por alguns eV. Este estado excitado é revertido pela emissão de fótons, que carrega uma quantidade específica de energia para cada

elemento diferente. Essas emissões são medidas por um espectrômetro ótico, que determina a intensidade da linha emitida e por conseguinte, a quantidade dos determinados elementos naquela superfície.

2.3. Difração de Raios-X por ângulo rasante (GIXRD) e Método de Refinamento de Estruturas (MR)

A técnica de caracterização por difração de raios-X por ângulo rasante (GIXRD) foi preferida em relação à técnica de difração de raios-X convencional (XRD) por permitir uma análise mais superficial do volume da amostra (X. Li *et al.*, 2019; Greyling *et al.*, 1990; Coester *et al.*, 1979). A técnica GIXRD foi realizada com o equipamento Rigaku, modelo Ultima IV, equipado com fonte CuK α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). O passo angular utilizado foi de $0,02^\circ$, sob voltagem de 40kV e corrente de 30 mA. Neste caso, como foi utilizada a fonte de Cu, o ângulo crítico calculado que permite a reflexão externa total do feixe incidente de raios-X foi $0,32^\circ$ (Y. Cai *et al.*, 2009). Baseado neste valor, os ângulos de incidência determinados para o estudo foram iguais a: $0,5^\circ$, 1° , $1,5^\circ$, 2° , 3° e 5° , em modo contínuo de varredura na faixa de 20° a 90° .

Para a caracterização das fases presentes em cada ângulo de incidência utilizou-se o software X'PertHighScore Plus (Panalytical Phillips) e as bases de dados COD (Crystallography Open Database) e ICDD (International Centre for Diffraction Data). A Tab. 2 ilustra as fases presentes com maior aderência ao difratograma experimental.

Tabela 2. Fases observadas na técnica GIXRD no *maraging* 300 SEO estudado

Fase	Estequiometria	Estrutura Cristalina	Grupo Espacial	Parâmetros de rede	Código
Hematita	Fe ₂ O ₃	Romboédrico	R-3c	$a = b = 5,0370 \text{ \AA}$ $c = 13,7710 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	ICDD 01-089-0596
Magnetita	Fe ₃ O ₄	c.f.c.	Fd-3m	$a = b = c = 8,3100 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	ICDD 01-075-0449
Austenita	FeNi ₃	c.f.c.	Pm-3m	$a = b = c = 3,5523 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	ICDD 03-065-3244
Martensita	Fe _{15,7} Co	c.c.c.	Im-3m	$a = b = c = 2,8676 \text{ \AA}$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	ICDD 06-065-7519

Para a quantificação de fases utilizou-se o método de Rietveld através do mesmo software de caracterização – X'PertHighScore Plus (Panalytical Phillips). O método se baseia em todo o padrão para refinamento do difratograma e quantificação das fases, no qual uma curva teórica é ajustada de forma iterativa, minimizando as diferenças entre os pontos experimentais obtidos e aqueles calculados pelo ajuste. Como o método requer o conhecimento da estrutura aproximada do cristal e de todas as fases de interesse presentes na mistura, utilizou-se os resultados da caracterização como ponto de partida para a quantificação.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Microscopia Ótica (OM) e Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM)

A micrografia do aço *maraging* classe 300 obtida por análise de MO com ampliação de 1000X é mostrada na Fig. 1 – amostra solubilizada, envelhecida e oxidada (SEO) – e com o auxílio do software ImageJ fez-se possível uma estimativa da extensão da camada de filme de óxido apresentada no aço estudado, baseado apenas na diferença de cor entre a camada de óxido e o substrato. De acordo com os resultados apresentados na Fig. 1, em média, a camada apresentou $1,524 \pm 0,08 \mu\text{m}$ de profundidade.

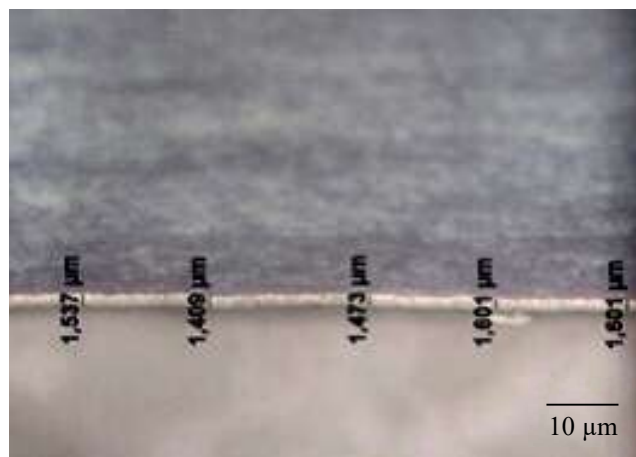
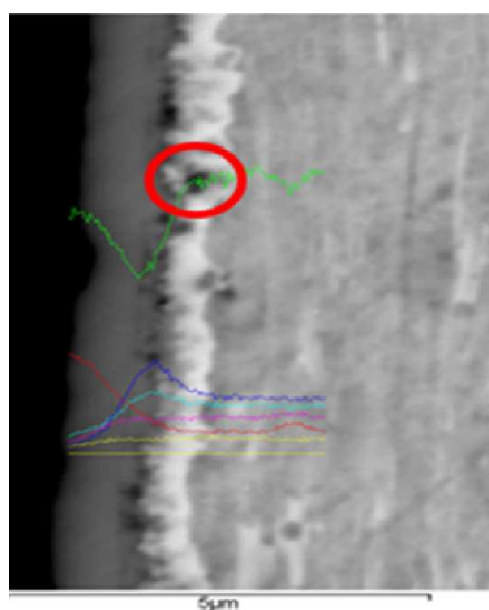
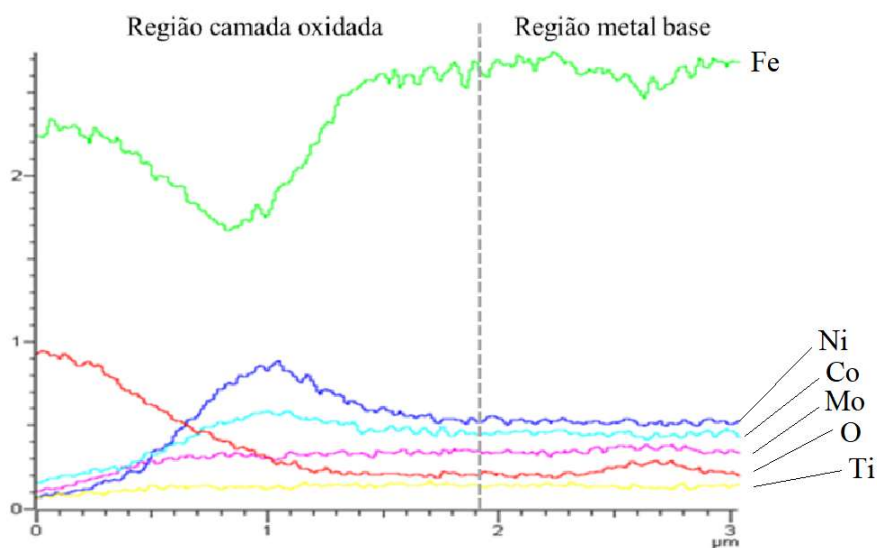


Figura 1. Micrografia Ótica da superfície da amostra solubilizada, envelhecida a 510°C por 6 horas e oxidada em atmosfera de vapor superaquecido (SEO).

A técnica de mapeamento em linha, Fig. 2 (a-b), permitiu a observação superficial semiquantitativa dos elementos Fe, Ni, Co, Mo, Ti e O presentes na seção analisada; porém, a quantificação elemental só foi possível após a utilização da técnica de análise pontual, realizada da borda para o centro da amostra a fim de comparar, em % de massa, a concentração dos elementos supracitados nas áreas de transição. O destaque em vermelho na Fig. 2 (a) deve-se à presença de porosidade na camada de óxido.



(a)



(b)

Figura 2. Mapeamento de raios- X para os elementos Fe, Ni, Co, Mo, Ti e O ao longo da posição horizontal da linha demarcada na figura (a) do MA-SEO (LineScan).

Os resultados de apresentados do estudo por SEM são ilustrados na Fig. 3, onde é possível verificar claramente a extensão da camada de óxido. A estimativa de sua extensão feita pela microscopia ótica parece bem razoável quando comparado com a imagem de SEM. Adicionalmente, escolheram-se pontos estratégicos para a análise de composição por EDS. Assim, caminhando da face externa do material até seu *bulk* nomeou-se de 6 a 1, em ordem decrescente, os pontos de interesse.

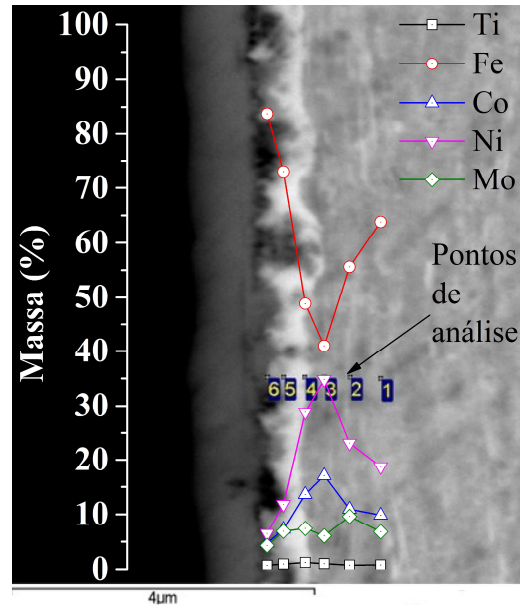


Figura 3. Seção transversal da amostra SEO com os pontos de microanálises de EDS identificados

Em avaliação dos resultados obtidos pela microanálise pontual de EDS através do SEM constatou-se que ocorre um aumento gradativo da concentração dos elementos: Ti, Co, Ni e Mo no sentido da camada externa até o centro do material. Para todos esses elementos, é observado um aumento da concentração até que seja atingido um pico, logo após havendo uma leve diminuição seguida de estabilidade. O Co, por exemplo, apresenta pico de concentração em região próxima a 3, seguida de diminuição e concentração aproximadamente igual à da composição química do material como recebido. Por outro lado, o Fe apresenta comportamento oposto aos dos elementos mencionados anteriormente. Sua concentração na camada mais externa é alta e segue um gradativo decaimento, atingindo o mínimo em região próxima a três. Logo após essa região, sua concentração volta a subir, como visto na região 1. Este fenômeno é explicado pela ocorrência de oxidação que induz a migração do ferro até a camada de óxido formada. No caso do Ni, sua concentração mais alta é apresentada na região 3 onde, possivelmente, esta região apresenta a austenita ou precipitados $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Mo})$. Na região 1, sua concentração é aproximadamente igual à da composição química do material como recebido.

3.2. Espectroscopia Ótica de Descarga Incandescente (GDOES)

De forma complementar aos resultados de EDS, a técnica de GDOES apresentada na Fig. 4 analisa a concentração de Fe e O junto dos outros elementos do *maraging* estudado.

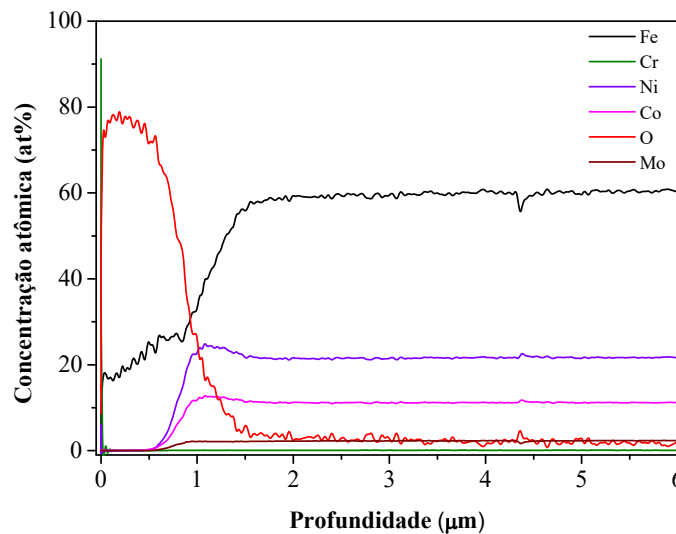


Figura 4. Resultados de GDOES ao longo do perfil da seção transversal da amostra.

A concentração de O permanece em patamares próximos a 80% at. até 0,6 μm de profundidade, seguido de decréscimo acentuado até aproximadamente 1,5 μm de profundidade. Por outro lado, a concentração de Fe aumenta de 20% at. até 60% at. da camada mais externa até 1,5 μm de profundidade, sendo compatível com a microscopia ótica. O Ni, por sua vez, possui maior concentração em profundidades próximas a 1 μm , fato que corrobora a análise química semiquantitativa realizada por EDS.

3.2. Difração de Raios-X por ângulo rasante (GIXRD) e Método de Refinamento de Estruturas (MR)

Ainda objetivando a caracterização da camada de óxido formada, para uma análise da superfície com maior precisão foi realizada através da Difração de Raios-X por ângulo rasante (GIXRD), apresentada na Fig. 5. A medida em que o ângulo de incidência aumenta, aumenta-se a profundidade de camada analisada. Comparativamente, fez-se a difração de raios-X de maneira convencional (XRD), onde a profundidade de camada analisada não é constante. As legendas H, M, γ e α representam a hematita, magnetita, austenita e martensita, respectivamente.

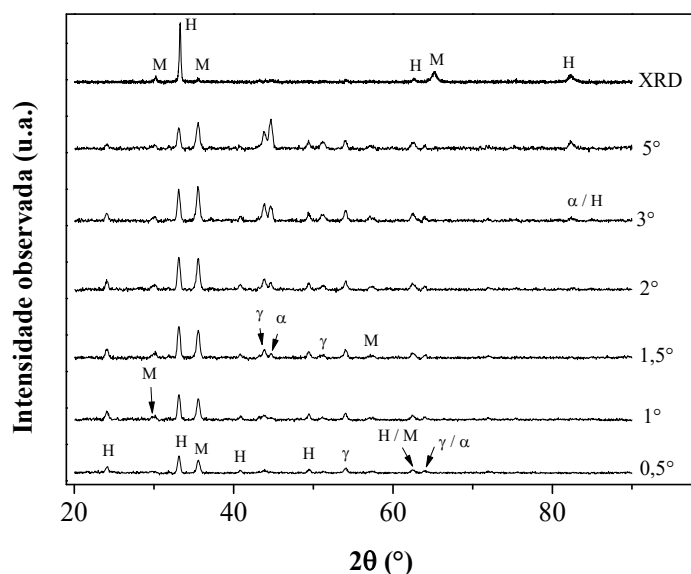


Figura 5. Difratogramas gerados para ângulos de incidência α de 0,5°, 1°, 1,5°, 2°, 3° e 5°, XRD convencional

O surgimento pronunciado de austenita e martensita dá-se quando o ângulo de incidência é 1,5°. A medida em que o ângulo de incidência α aumenta, os picos de austenita e martensita tornam-se mais intensos. O oposto ocorre com os picos de hematita e magnetita, que diminuem.

Com a caracterização das fases e compostos presentes no material estudado, fez-se possível a quantificação da fração contida através do método de refinamento de estruturas de Rietveld (MR), cujos resultados são mostrados na Fig. 6.

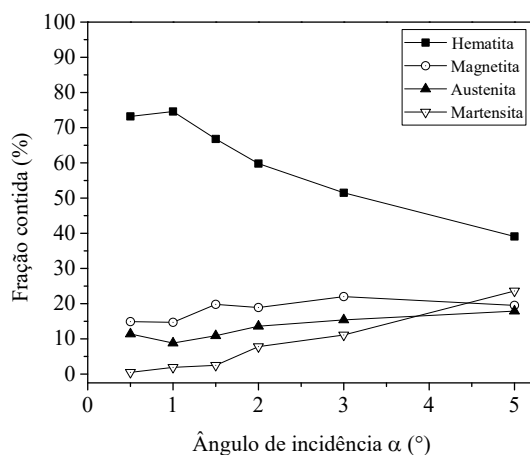


Figura 6. Resultados das quantificações das amostras SEO em função do ângulo de incidência dos raios-X

Observa-se uma elevada concentração de hematita para a profundidade referente a $\alpha = 0,5^\circ$ - camada mais externa analisada. Isto confirma-se com a elevada concentração de Fe apresentada no EDS da mesma maneira que o mostrado para o Fe e O na análise por GDOES. Assim como o esperado, a sua fração contida é gradualmente diminuída a medida em que se caminha para o seio do material. No caso da magnetita, sua concentração é levemente aumentada até $\alpha = 3^\circ$ em que possui por volta de 25% de fração contida. A austenita, assim como a martensita, apresentaram rápido crescimento em função do ângulo de incidência. Para a austenita, em ângulos $\alpha = 3^\circ$ e $\alpha = 5^\circ$ sua fração contida é a máxima – isso referente a faixa de ângulos de incidência escolhidos. Portanto, a profundidade que esses ângulos de incidência atingem na análise do material possivelmente condiz com os pontos de análise 2 e 3 da Fig. 3 dos resultados de EDS. Espera-se que para ângulos de incidência maiores que $\alpha = 5^\circ$ ocorra um acentuado aumento da fração contida de martensita, acompanhado de decréscimo e subsequente anulação da fração contida de hematita e magnetita.

4. CONCLUSÕES

As análises por microscopia óptica possibilitaram a evidência da camada de óxido e uma estimativa inicial de sua extensão (1,5 μm , aproximadamente). A espectroscopia de energia dispersiva (EDS) possibilitou verificar a existência de regiões superficiais distintas, como: a camada mais externa rica em Fe e, caminhando ao centro do material, regiões de pico de concentração de outros elementos como Ni, Co, Mo e Ti. A técnica de GDOES permitiu a análise de concentração at. dos elementos do material e incluiu o O. A análise por difração de raios-X por ângulo rasante (GIXRD) permitiu corroborar a presença majoritária de hematita na camada mais externa da superfície e sua subsequente diminuição em direção ao centro do material. A austenita e martensita aumentaram sua fração na mesma direção. Todas as técnicas correlacionadas mostram que o revestimento de óxido consiste em uma camada heterogênea, formada a partir da superfície do substrato por difusão reversa do Fe e redução de oxigênio. O substrato próximo à camada é significativamente mais rico em Níquel, também com maior teor de Co e Mo, o que leva à formação de austenita estável.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às agências de pesquisa brasileiras (CAPES 001, FAPERJ e CNPq) pelo apoio financeiro, em especial ao projeto Pró Defesa IV.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Y. Cai, Y. Pan, J. Xue, G. Su, Surficial phase-identification and structural profiles from weathered natural pyrites: A grazing-incidence X-ray diffraction study, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 4066–4073. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2008.10.080>.
- E. Coester, H. Krapf, M. Pfistermeister, B. Srtor, H. Mohrhauer, METHOD FOR FORMING AN ANTICORROSIVE OXIDE LAYER ON STEELS, 1979.
- C.J. Greyling, I.A. Kotzé, P.E. Viljoen, The kinetics of oxide film growth on Maraging steel as described by space-charge effects, *Surf. Interface Anal.* 16 (1990) 293–298. <https://doi.org/10.1002/sia.740160161>
- I.E. Klein, A.E. Yaniv, J. Sharon, The oxidation mechanism of Fe-Ni-Co alloys, *Oxid. Met.* 16 (1981) 99–106. <https://doi.org/10.1007/BF00603746>.
- I.E. Klein, Electrochemical Properties of Protective I, -, 39 (1997).
- X. Li, L. Chen, H. Liu, Z. Mi, C. Shi, L. Qiao, Atom doping in $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ thin films to prevent hydrogen permeation, *Int. J. Hydrogen Energy.* 44 (2019) 3221–3229. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.11.181>.
- M.R. Louthan, Hydrogen embrittlement of metals: A primer for the failure analyst, *J. Fail. Anal. Prev.* 8 (2008) 289–307. <https://doi.org/10.1007/s11668-008-9133-x>.
- A.M. de S. Malafaia, Oxidação cíclica em alta temperatura de ligas de alta entropia, (2013) 150.
- L. MAGNÉE, A; DRPIER, J.M; DUMONT, J; COUTSOURADIS, D; HABRAKEM, Cobalt Monograph Series, (1974).
- Pardal, J.M., Tavares, S.S.M., Cindra Fonseca, M.P. et al. Study of the austenite quantification by X-ray diffraction in the 18Ni-Co-Mo-Ti maraging 300 steel. *J Mater Sci* 41, 2301–2307 (2006). <https://doi.org/10.1007/s10853-006-7170-y>
- B.G. Pound, The effect of aging on hydrogen trapping in precipitation-hardened alloys, *Corros. Sci.* 42 (2000) 1941–1956. [https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(00\)00036-6](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(00)00036-6).
- J. Rezek, I.E. Klein, J. Yahalom, Structure and corrosion resistance of oxides grown on maraging steel in steam at elevated temperatures, *Appl. Surf. Sci.* 108 (1997) 159–165. [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(96\)00587-9](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(96)00587-9).
- G. Shreir, L.L; Jarman, R.A.; Burstein, Corrosion: Metal/Environment Reactions, 3rd ed., Butterworth-Heinemann, 1994.
- L. Tsay, M. Chi, J. Wu, D. Lin, Hydrogen embrittlement susceptibility and permeability of two ultra-high strength steels, *Corros. Sci.* 48 (2006) 1926–1938. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.05.042>.
- V.K. Vasudevan, S.J. Kim, C.M. Wayman, Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 Wt Pct nickel maraging steels, *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.* 21 A (1990) 2655–2668. <https://doi.org/10.1007/BF02646061>.

5. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE OXIDE LAYER FORMED IN THE MARAGING 300 AGED IN STEAM ATMOSPHERE

Hugo Ribeiro da Igreja

Juan Manuel Pardal

Andréia de Souza Martins Cardoso

Sérgio Souto Maior Tavares

Rodrigo Chales

Universidade Federal Fluminense, Rua Passo da Pátria 156, sala 108-C bloco E, CEP 24210-240

hugoigreja@id.uff.br

juanppardal@id.uff.br

asmcardoso@id.uff.br

ssmtavares@id.uff.br

rodrigochales@id.uff.br

Maria Margareth da Silva

Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA, São José dos Campos, SP

meg@ita.br

Abstract. Maraging 300 steels are quaternary alloys (18Ni-Co-Mo-Ti) widely applied in the strategic and defense industry, especially in the area of isotopic enrichment. Its ultra-high mechanical resistance is achieved by thermal treatments of annealing followed by thermal aging. Isotopic enrichment, when associated with high temperature and chemical residues as an acidic solution, can lead to corrosion and hydrogen embrittlement in martensitic steels. In these situations, the deposition or growth of iron oxide layers on the material's surface appears as a preventive solution of these undesirable phenomena. During the aging treatment in a steam atmosphere, it is possible to obtain intact layers of magnetite and hematite adhering to the surface of these steels. Therefore, the importance of characterizing the surface where these layers are formed is highlighted for understanding its growth kinetics. For this, techniques such as Optical Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Optical Incandescent Discharge Spectroscopy (GDOES), and Grazing Incidence Angle X-ray Diffraction (GIXRD) were used. A high fraction of hematite was observed in the outermost layer of the developed film and, as the depth increases, there is a decrease in its quantity followed by the increase of martensite and austenite.

Keywords: Maraging 300, Annealing, Aging, Surface characterization, GIXRD

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only ones responsible for the printed material included in this paper.