

ANÁLISE DO EFEITO DO ENVELHECIMENTO À 450°C E 500°C NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO MARAGING C300

Max Kakue Sasaki, maxsasaki.mks@gmail.com¹

Diogo Silva Mendonça, diogom96@hotmail.com²

Thiago José Dos Santos, thiagodossantos@hotmail.com³

Carlos Augusto Silva de Oliveira, Carlos.@ufsc.br⁵

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Reitor João David Ferreira Lima, s/n - Trindade, Florianópolis - SC, 88040-900

Resumo: Os aços Maraging são ligas de ultra alta resistência mecânica que são utilizadas em aplicações de alta exigência mecânica, como na indústria aeroespacial e militar. Estes aços são endurecidos por precipitação, onde há uma formação fina e dispersa de intermetálicos em uma matriz martensítica, obtida do processo de solubilização e posterior envelhecimento. Neste trabalho, o aço maraging C300 teve suas propriedades mecânicas analisadas através dos ensaios de tração à frio, onde se utilizou duas temperaturas de envelhecimento, 450 e 500°C e ensaio de microdureza Vickers. Sua microestrutura foi estudada por microscopia óptica, com o objetivo de se medir o tamanho de grão austenítico prévio médio. A análise foi feita nos estados solubilizado, anterior ao pico de dureza, no pico de dureza e superenvelhecido, onde foi possível observar o processo de precipitação dos intermetálicos pelo correspondente aumento da dureza do material além da possível formação da austenita reversa nas condições superenvelhecidas. Foi observado um aumento significativo das propriedades mecânicas a medida que o aço foi envelhecido, apresentando valores de resistência maiores para os envelhecimentos à 450°C em relação a 500°C e posteriormente o decréscimo da resistência e dureza devido possível a formação da austenita reversa na condição superenvelhecida.

Palavras-chave: Maraging C300, Tratamento térmico, Ensaio de Tração.

Abstract: Maraging steels are ultra high mechanical strength alloys that are used in highly demanding mechanical applications, such as in the aerospace and military industries. These steels are hardened by precipitation, where there is a fine and dispersed formation of intermetallic in a martensitic matrix, obtained from the process of solution annealing and subsequent direct aging. In this work, the maraging steel C300 had its mechanical properties analyzed by tension tests, where two aging temperatures were used 450 and 500 ° C, Vickers microhardness test were used. Its microstructure was studied by optical microscopy, in order to measure the prior austenitic grain size. The analysis was performed in the solution annealed condition, prior to the hardness peak, at the peak of hardness and overaged, where it was possible to observe the precipitation process of the intermetallics by the corresponding increase in the hardness of the material besides the possible formation of the reverse austenite in the overaged conditions. A significant increase of the mechanical properties was observed as the steel were aging, presenting higher resistance values for the aging at 450°C in relation to 500°C and later the decrease of the resistance and hardness due to the formation of the reverse austenite in the super-aged condition.

Key-word: Maraging C300, Heat treatment, Tension test.

1. INTRODUÇÃO

De acordo com Sha (2009) os aços maraging são uma classe de aços de base quaternária Ni-Co-Mo-Ti, de alta liga com teor de carbono abaixo de 0,03% que se diferem dos outros aços por apresentarem uma combinação de alta resistência e tenacidade. Esta classe de aços, possui uma matriz martensítica que é formada por um tratamento térmico de solubilização e têmpera, partindo de uma fase austenítica para martensítica, apresentando-se dúctil e razoavelmente trabalhável a frio. O sistema cristalino desta martensita é cúbico de corpo centrado, formado por cisalhamento, e não tetragonal como nos aços convencionais, ainda há outro fator que destaca os aços maraging, que é o endurecimento por precipitação de compostos intermetálicos. Esse processo ocorre durante o envelhecimento da matriz metálica formada de martensita, que é facilmente obtida devido ao alto teor de elementos de liga presente na composição química dos aços maraging.

Estes aços, surgiram na década de 1960, com objetivo de se desenvolver um material apropriado para aplicação em cascos de submarino. Posteriormente com a “corrida espacial dos anos 1960” e o desenvolvimento de materiais para

foguetes ultraleves, o desenvolvimento dos aços maraging cresceu rapidamente e novas aplicações foram encontradas como em motores de pequenos foguetes, componentes de plataformas de lançamentos, e em partes de veículos lunares.

Da mesma forma os aços maraging também foram destinados a inúmeras aplicações industriais onde processos de fabricações e tratamentos térmicos já estavam aprimorados como na fabricação de ferramentas e matrizes. Por necessitarem de elevadas adições de elementos de liga, e de complexos processos de homogeneização da composição química nos estágios prévios a conformação mecânica e ao tratamento térmico, estes aços são produzidos a um elevado custo.

Assim ao longo dos últimos anos muitas pesquisas foram feitas com o intuito de se aumentar a resistência mecânica dos aços maraging, sem perder a tenacidade à fratura e não elevar o custo com adição de elementos de liga, para este fim têm-se avaliado diversas alternativas, onde a utilização de processos de conformação mecânica durante a fase austenítica ou martensítica para alterar as propriedades dos aços maraging está sendo estudada, levando em consideração as variáveis microestruturais da martensita como a densidade de discordâncias, tamanho e textura da estrutura martensítica, a quantidade e distribuição de precipitados intermetálicos vão influenciar nas propriedades mecânicas desses aços.

2. OBJETIVOS

Este trabalho pretende estudar as propriedades mecânicas do aço maraging 18Ni C300, por ensaios de tração a frio e microdureza em amostras envelhecidas a 450 e 500°C analisando a microestrutura para medição de tamanho de grão em função da temperatura de envelhecimento.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Com a finalidade de avaliar os efeitos nas propriedades mecânicas por tração a frio na microestrutura da martensita, duas variáveis experimentais foram selecionadas, sendo essas a temperatura de envelhecimento, tempo de envelhecimento.

A temperatura de solubilização das amostras foi de 950°C por 35 minutos.

A temperatura de envelhecimento das amostras, foram de 450°C e 500°C. Esta temperatura é comum nos estudos sobre o envelhecimento dos aços maraging, já que abrange o regime de precipitação e endurecimento das ligas na faixa de tratamento usualmente empregada.

Os tempos de envelhecimento utilizados nas amostras de trações a frio foram projetados para estudar os regimes de sub-envelhecimento, pico de dureza e super-envelhecimento para as duas temperaturas estudadas. Assim, os tempos empregados para cada temperatura foram: 50h, 100h e 150h para a temperatura de 450°C; e 2h, 5h e 15h para a temperatura de 500°C.

Para a medição da evolução da microdureza do aço maraging durante os estágios de envelhecimento será utilizado técnicas de dureza Vickers (HV) segundo a norma ASTM E384-11, realizando dez medições nas amostras utilizadas para a caracterização microestrutural, utilizando uma carga de 1HV durante 15 segundos.

Além destes experimentos, foram feitos uma caracterização por microscopia óptica, difração de raios x para determinar as propriedades e microestrutura do estado solubilizado à 950°C. Neles, foram avaliadas as seguintes variáveis: O comportamento mecânico do material, a microestrutura, quantificação de fase e a composição química

3.1. Material Fornecido e Fabricação das Amostras

O aço maraging que será utilizado neste trabalho foi fornecido, em forma de segmentos de barra cilíndrica de 331 mm de diâmetro, com uma espessura entre 15 e 22 mm, o material foi segmentado por corte a jato de água em pequenas hastes retangulares em seguida todas as amostras foram solubilizadas há uma temperatura de 950°C durante 35 minutos no forno mufla da marca JUNG modelo 7013, depois foram temperadas em água em seguida foram usinadas para a geração dos corpos de prova de tração.

As amostras foram retiradas de um mesmo lote de produção do aço, cuja a composição química média do material foi analisada por espectroscopia óptica de massa no centro de tecnologia e inovação em fabricação situado na fundação educacional de Brusque – Centro universitário de Brusque – UNIFEDE e está na tabela (1), a média foi retirada de uma base de 10 medições, vale ressaltar que o teor de titânio está cerca de 22,5% acima do intervalo estabelecido do limite da norma MIL-S-46850D

Tabela 1. Composição química (% em peso) do material fornecido e norma MIL-S-46850D.

Principais elementos de liga	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Limite de Escoamento (Mpa)
Norma MIL-S-46850D	18-19	8,5-9,5	4,6-5,2	0,5-0,8	0,05-0,15	1930
Material Fornecido	18,23	9,57	4,89	0,98	0,1	

As amostras utilizadas foram projetadas levando em consideração fatores como, a maximização do número de corpos de prova obtidos a partir do material fornecido, e a geometria adequada para a firme fixação dos corpos de prova durante os experimentos no ensaio de tração a frio. Com estes critérios, as amostras foram usinadas em corpos de prova cilíndricos no tamanho M10, com diâmetro de 6 mm e comprimento útil de 30 mm de acordo com a norma E8/E8M que diz que a base de medição do alongamento deve ser 4 vezes o diâmetro útil para a E8, e 5 vezes para a E8M. As amostras para a totalidade dos experimentos, foram obtidas a partir do material fornecido mediante corte por jato de água, solubilizadas e depois usinadas, segundo as características mostradas na figura (1) das amostras de tração

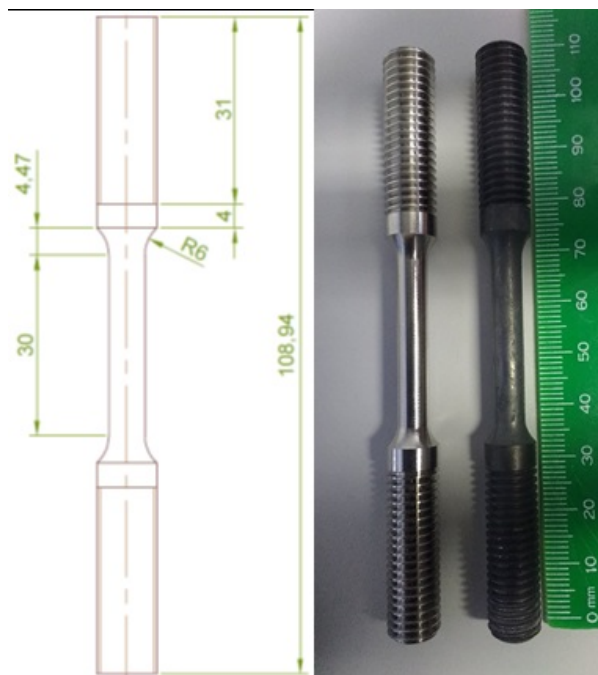


Figura 1. Desenho do corpo de prova .

Após o envelhecimento as amostras foram resfriadas ao ar e foi realizado o ensaio de tração a frio, para a obtenção das propriedades mecânicas do aço maraging 18Ni C300 tais como limites de escoamento (LE), de resistência (LR) e alongamento total, com a representação esquemática das propriedades mecânicas em uma curva típica de tensão *versus* deformação. Foram ensaiados dois corpos de prova para cada condição de tratamento térmico, obtendo-se médias e desvios-padrão.

Os ensaios foram realizados empregando uma máquina universal de ensaios mecânicos Instron 300LX-J3, conforme figura (2), com célula de carga de 300 kN.



Figura 2. Máquina de ensaio de tração marca INSTRON modelo LX300.

4. RESULTADOS

4.1. Propriedades e Microestrutura do Aço Maraging C300

As propriedades mecânicas de tração das amostras solubilizadas da figura (3), mostram uma alta ductilidade e boa resistência a tração, o que correspondem com os valores típicos dos aços maraging C300 solubilizados (PICKERING, 1978) na tabela (2).

Tabela 2. Propriedade mecânica do aço maraging solubilizado.

Propriedades Mecânicas do aço maraging C300	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento %
Valores típicos	650 - 800	950 - 1050	17 - 19
Valor médio da amostra solubilizada	917	984	17

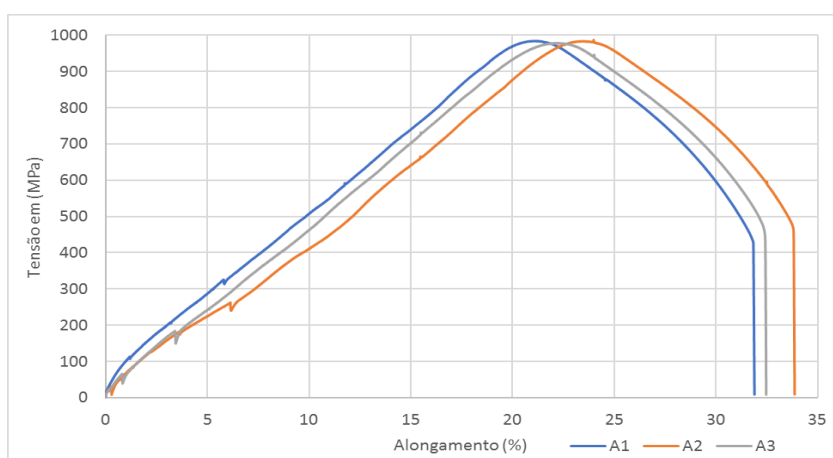


Figura 3. Gráfico tensão deformação das amostras solubilizadas a 950°C durante 35 minutos.

A microestrutura do aço maraging C300 depois de solubilizado a 950°C durante 35 minutos e temperado se mostrou com uma matriz totalmente martensítica, com morfologia de ripas, blocos e pacotes, figura (4).

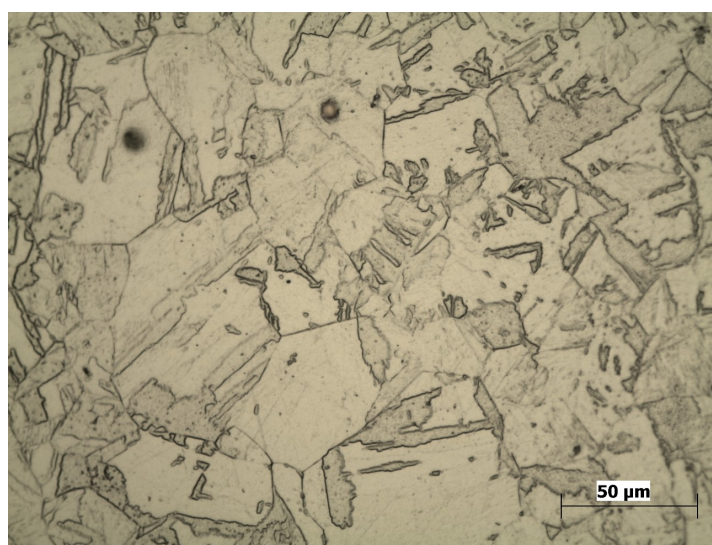


Figura 4. Microestrutura do aço maraging C300 solubilizado a 950°C durante 35 minutos.

O tamanho médio de grão austenítico prévio da amostra solubilizada foi medida utilizando-se o método dos interceptos linear pelo software *IMAGEJ*, onde foram medidos 745 grãos resultando no valor médio de 41,19 µm, além

disso o material utilizado foi analisado após a solubilização por difração de raios x, usando um difratômetro da marca RIGAKU, modelo MINIFLEX II, que fica localizado no laboratório do departamento da engenharia civil na UFSC, esta máquina, figura (5) utiliza um tubo de cobre com comprimento de onda $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$, incidindo por um espaço angular de $35^\circ < 2\theta < 120^\circ$, com um passo de $0,02^\circ$.



Figura 5. Difratometro de Raios x RIGAKU modelo MINIFLEX II.

O padrão de difração gerado foi refinado utilizando o método de Rietveld, implementado nos softwares GSAS (LARSON; VON DREELE, 1994) e EXPGUI (TOBY, 2001), figura (6), a partir do padrão se confirmou que a matriz é 100% martensítica cúbica de corpo centrado, e os dados como parâmetros de rede e densidade estão na tabela (3), o tamanho médio de cristalito foi medido pela equação (1), de Sherrer, que relaciona o tamanho de cristalito com a largura meia altura do pico do padrão de difração.

$$D = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

Onde k é o fator de dimensão que possui valor de 0,91 e λ é o comprimento de onda do feixe de raios x do cobre, que é igual a $1,5418 \text{ \AA}$, e o pico mais intenso corresponde ao plano (110) da martensita, onde o ângulo 2θ é $45,0934^\circ$ e a largura meia altura $\beta = 0,3875^\circ$

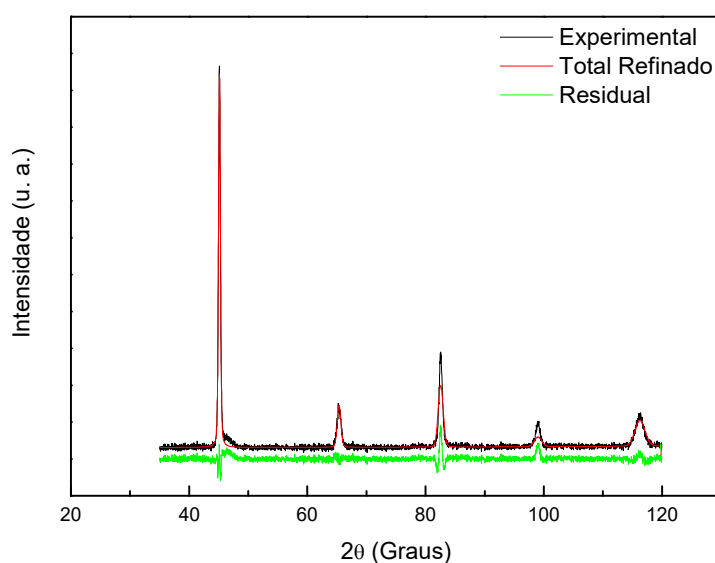


Figura 6. Padrão de raios X refinado para as amostras solubilizadas: Linha preta – padrão experimental, linha vermelha – total refinado, linha verde - diferenças entre valores medidos e refinados..

Tabela 3 Parâmetro de rede, encontrado através do padrão refinado da amostra no estado solubilizado.

Parâmetro de rede	Tamanho de Cristalito	Densidade	wRp	Rp	X ²	a=b=c
2,875 Å	224 Å	7,917gm/cm ³	0,1761	0,1356	1,38	90°

Foi observado o aumento da dureza do aço maraging C300 obtido, do estado solubilizado em função do envelhecimento nas duas temperaturas de envelhecimento, de 450°C e 500°C, figura (7), no estágio inicial do envelhecimento entre 0 e 1 hora, tanto em 450°C como em 500°C se tem um rápido aumento da dureza.

Os resultados de dureza obtidos pelo envelhecimento a 450°C são similares aos encontrados por Pardal (2004) em baixas temperaturas de 440°C e 480°C que aumenta de forma gradual e lenta quando comparados a temperaturas de envelhecimentos maiores, em seu estudo com o envelhecimento a temperatura de 510 e 560°C o pico de dureza é causado pela precipitação de partículas elipsoidais de Ni₃(Ti,Mo) nas discordâncias da matriz martensítica e a queda da dureza nos estágios finais causado pelo superenvelhecimento é dado pelo crescimento dos raios dos precipitados e a dissolução parcial do intermetálico Ni₃(Ti,Mo) que dá lugar a formação de Fe₂Mo e a austenita rica em níquel.

O pico de dureza para a temperatura de 450°C foi de 656±13 Vickers para 100 horas de envelhecimento e com 500°C o pico encontrado foi de 642±11 Vickers para 7 horas de envelhecimento, tabela (4).

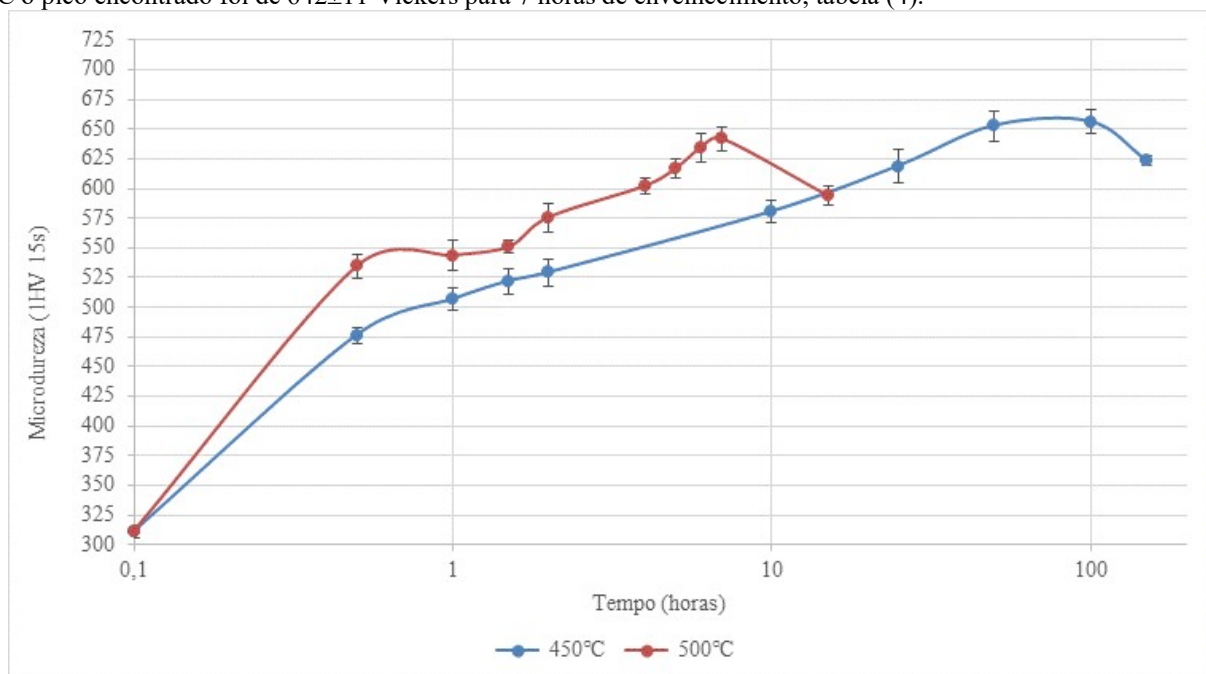


Figura 7. Microdureza do Aço Maraging C300 Envelhecido a 450°C e 500°C sem deformação a morno.

Tabela 4. Resultados experimentais para as propriedades de microdureza Vickers aço maraging C300 envelhecido em 450°C e 500°C. Valores médios obtidos em 10 medições.

Solubilizado	(1/2 hora) a 450°C	(1 hora) a 450°C	(1,5 hora) a 450°C	(2 horas) a 450°C	(10 horas) a 450°C	(25 hora) a 450°C	(50 horas) a 450°C	(100 horas) a 450°C	(150 horas) a 450°C
311±4,9	476±6,6	507±13	522±11	529±12	580±10	619±14	653±13	656±13	624±4,3
	(1/2 hora) a 500°C	(1 hora) a 500°C	(1,5 hora) a 500°C	(2 hora) a 500°C	(4 hora) a 500°C	(5 hora) a 500°C	(6 hora) a 500°C	(7 hora) a 500°C	(15 hora) a 500°C
	534±10	543±13	551±5,3	576±12	602±7	617±8	634±13	642±11	594±8

Nos ensaios de tração das amostras envelhecidas a 450°C apresentaram resistência maior que as envelhecidas a 500°C, sendo que para 450°C o maior valor encontrado foi na amostra envelhecida por 50 horas e a menor resistência para a temperatura de 450°C foi o da amostra envelhecida durante 150 horas, o que pode indicar que para este tempo o tamanho do precipitado já tenha perdido coerência com a matriz martensítica, decaindo a resistência e diminuindo a ductilidade, também é possível observar pela figura (8) um comportamento de duas curvas lineares no início e no meio

do gráfico ainda no regime elástico do material para todas as amostras envelhecidas independente da temperatura de envelhecimento.

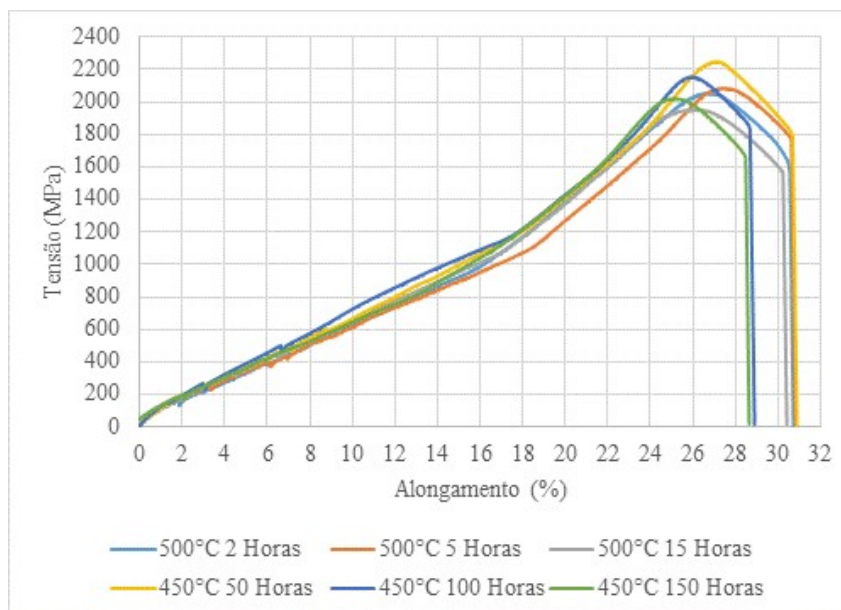


Figura 8. Gráfico tensão deformação das amostras envelhecidas em 450°C e 500°C

Este comportamento atípico da curva tensão deformação pode ter sido causado quando somente um plano de escorregamento é tensionado, no começo da deformação, de forma mais intensa que todas as outras, então a primeira reta indica que o encruamento é menor quando o escorregamento age em um único plano cristalográfico, e a segunda reta formada, que surgiu para maiores deformações tem uma inclinação mais íngreme e o cristal encrua rapidamente com o aumento da deformação, e no último estágio, há uma região onde a velocidade de encruamento diminui gradativamente pois a velocidade de aumento da densidade de discordâncias faz se menor com o aumento da deformação Abbaschian e Reed-Hill (2009).

5. CONCLUSÃO

Os resultados experimentais permitiram concluir que:

A microestrutura do aço maraging após a solubilização de 950°C durante 35 minutos é 100% martensítica e dúctil com resistência no valor de 984 Mpa

O aço maraging C300 envelhecido a temperatura de 450°C possui resistência maior que a envelhecida a 500°C.

O tempo de envelhecimento para se atingir o pico de resistência a 500°C é bem menor que o de 450°C, sendo de 7 horas e para 450°C foi de 100 horas.

6. REFERÊNCIAS

- Sha, W. and Z. Guo, *Maraging Steels: Modelling of Microstructure, Properties and Applications*. 2009: CRC Press
- US Department of Defense, MIL-S-46850D - Steel: Bar, Plate, Sheet, Strip, Forgings, and Extrusion, 18 Percent Nickel Alloy, Maraging, 200 ksi, 250 ksi, 300 ksi, and 350 ksi, High Quality, 1991
- PICKERING, F.B. *Physical metallurgy and the design of steels*. London - England: Applied Science Publishers, 1978. 275 p.
- LARSON, A. C.; VON DREELE, R. B. GSAS - General Structure Analysis System. LANSCE, MS-H805, Los Alamos, New Mexico, 1994.
- Pardal, J.M., 2004, Propriedades Mecânicas E Magnéticas Do Aço Maraging Classe 300 Em Diversas Condições De Tratamento Térmico, Niteroi, Rio de Janeiro, Brazil
- Abbaschian, R.; Abbaschian, L.; Reed-Hill, R. E. *Physical Metallurgy Principles*, Fourth Edition 2009.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores Max Kakue Sasaki, Diogo Silva Mendonça, Thiago José Dos Santos e Carlos Augusto Silva de Oliveira são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído neste trabalho.

ANALYSIS OF THE EFFECT OF AGING AT 450 ° C AND 500 ° C IN THE MICRO-STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF MARAGING C300 STEEL

Max Kakue Sasaki, maxsasaki.mks@gmail.com¹

Diogo Silva Mendonça, diogom96@hotmail.com²

Thiago José Dos Santos, thiagodosanttos@hotmail.com³

Carlos Augusto Silva de Oliveira, Carlos.@ufsc.br⁵

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Reitor João David Ferreira Lima, s/n - Trindade, Florianópolis - SC, 88040-900

Abstract: Maraging steels are ultra high mechanical strength alloys that are used in highly demanding mechanical applications, such as in the aerospace and military industries. These steels are hardened by precipitation, where there is a fine and dispersed formation of intermetallic in a martensitic matrix, obtained from the process of solution annealing and subsequent direct aging. In this work, the maraging steel C300 had its mechanical properties analyzed by tension tests, where two aging temperatures were used 450 and 500 ° C, Vickers microhardness test were used. Its microstructure was studied by optical microscopy, in order to measure the prior austenitic grain size. The analysis was performed in the solution annealed condition, prior to the hardness peak, at the peak of hardness and overaged, where it was possible to observe the precipitation process of the intermetallics by the corresponding increase in the hardness of the material besides the possible formation of the reverse austenite in the overaged conditions. A significant increase of the mechanical properties was observed as the steel were aging, presenting higher resistance values for the aging at 450°C in relation to 500°C and later the decrease of the resistance and hardness due to the formation of the reverse austenite in the super-aged condition.

Key-word: Maraging C300 , Heat treatment , Tension test .