

Estudo de parâmetros que controlam a nucleação da austenita revertida nos aços Maraging 350

Simone I V Santana, Luiz Paulo Branda
Instituto Militar de Engenharia (IME) –
Praça General Tibúrcio, 80, 22290-270, Praia Vermelha,
Rio de Janeiro, RJ, Brasil
*simoneizabel@ime.eb.br

RESUMO: Este trabalho identifica as condições mais adequadas para o tratamento de envelhecimento de um aço maraging 350o evitando a formação de austenita revertida. As características utilizadas foram a análise por calorimetria exploratória diferencial (DSC) e a difração de raios X (DRX.), o tratamento de envelhecimento foi conduzido em temperaturas de 450 °C a 600 °C por tempos até 8 horas. Tais condições impedem a formação de austenita revertida durante o tratamento de envelhecimento.

PALAVRAS-CHAVE: Aço maraging. Austenita revertida. DRX.

ABSTRACT: This work identifies the most suitable conditions for the aging treatment of a 350 maraging steel avoiding the formation of reversed austenite. The characteristics used were differential scanning calorimetry (DSC) and X-ray diffraction (XRD). The aging treatment was conducted at temperatures of 450 °C to 600 °C for times up to 8 hours. Such conditions prevent the formation of reversed austenite during the aging treatment.

KEYWORDS: Maraging steel. Reversed Austenite. XRD. DSC

1. INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* têm alto teor de liga, elevada tenacidade de fratura, limite de escoamento superior a 1000 MPa. A família dos aços *maraging* atinge elevados níveis de resistência mecânica sem a típica contribuição do carbono, que é explorada em quase todos os aços. Nesses materiais, as propriedades mecânicas decorrem de microestrutura martensítica de baixíssimo teor de carbono, com estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) associada a precipitados de compostos intermetálicos formados em tratamento térmico de envelhecimento. O termo “*maraging*” tem origem na combinação de “*martensite*” e “*age hardening*”, que indica o tratamento empregado nesses aços [1].

A liga é composta de Ni, Co, Mo e Ti, sendo que a designação mais usada para esses aços informa o teor nominal de Ni e o limite mínimo de escoamento no ensaio de tração [2] em MPa (Sistema Internacional) ou em ksi (quilo libras por polegada quadrada, mais usada nos EUA).

A quase ausência de carbono, em conjunto com os demais elementos de liga, promove características especiais aos aços *maraging*. O elevado teor de níquel permite a formação de martensita através de tratamento térmico de solubilização, seguido de resfriamento até a temperatura ambiente, sendo tal fase macia, o que viabiliza processos de conformação e usinagem do material. Após tais processos, o material aumenta de resistência mecânica através do tratamento de envelhecimento, não apresentando significativas distorções ou alterações dimensionais.

O envelhecimento pode ser realizado no material deformado a frio previamente solubilizado ou após o tratamento de solubilização, permitindo atingir altos níveis de resistência e anisotropias mecânicas, com redução da tenacidade [1].

O aquecimento da microestrutura martensítica até temperaturas acima das usuais ou por tempos excessivamente longos pode causar a formação gradual de austenita abaixo da temperatura A_s (temperatura de início de formação da austenita – 666 °C) para o aço *maraging* de grau 18Ni350 [3, 4]. Essa condição é conhecida por “superenvelhecimento”, e a austenita formada é da “austenita revertida” [2, 4], a qual influencia as propriedades mecânicas do material [5, 6].

Crescentes frações volumétricas de austenita revertida geram menores valores de dureza, de limite de escoamento e

de limite de resistência, e maiores valores de deformação total no ensaio de tração. A formação inicial da austenita revertida é atribuída ao enriquecimento localizado de Ni na matriz martensítica, já que o Ni é o principal elemento estabilizador da austenita [7]. Esses fenômenos ocorrem acima de 500 °C, especialmente para longos tempos de tratamento térmico.

Tendo em vista que o principal objetivo do tratamento de envelhecimento nos aços *maraging* é maximizar a sua resistência mecânica, a ocorrência das reações de reversão da martensita metaestável para austenita deve ser evitada ou pelo menos minimizada [1], com a adequada combinação das variáveis do tratamento térmico de envelhecimento.

2. MATERIAL E MÉTODOS

O material em estudo foi fornecido pela Villares Metals S.A., com nome comercial VART350. A composição química do material é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química do material estudado.
Elemento (% em peso)

Ni	Co	Mo	Ti	C
18,15	11,98	5,02	1,297	0,003
S	Al			
0,0012	0,091			

O processamento envolveu três etapas dando origem ao material disponível para o presente estudo: solubilização a 950 °C com resfriamento em água; laminação a frio, com as reduções de 60, 75 e 90%; e envelhecimento ao tempo de 8 h nas temperaturas de 450, 510 e 600 °C.

As análises de DSC foram realizadas no aparelho DSC 404 F1 Pegasus, de marca NETZSCH. Foram cortadas amostras com a forma de cubo, com aresta de 2 mm, e massa em torno de 60 mg. A massa inicial das amostras foi reduzida em mais de 50%. As amostras foram aquecidas entre 50 °C e 1.000 °C com taxa de 10 °C/min. Foi usada atmosfera protetora de nitrogênio e as curvas obtidas com as diferentes amostras analisadas foram padronizadas com fluxo térmico zero no início e no fim.

Para as análises por DRX, foi usado o Difratorômetro de Raios X, modelo X'PERT PRO MRD da PANalytical. O

anodo utilizado foi o de cobalto com filtro de ferro e com um comprimento de onda $K\alpha$ médio de 0,179 nm, e a medição feita através de um detector PIXcel.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A amostra do material como recebido apresentou a curva observada na Fig.1, na qual podem ser vistos dois eventos exotérmicos nas temperaturas mais baixas (inferiores a 600 °C), sendo o primeiro mais suave (menor área entre a curva e a linha base) e o segundo, mais pronunciado. Entre 600 °C e 800 °C, ocorreu um forte evento endotérmico, englobando três picos sobrepostos nessa faixa de temperaturas. As temperaturas de início e fim do evento endotérmico (Evento 3), assim como as temperaturas de pico dos mesmos, estão registradas na Tabela 2.

Tab 2. Temperaturas (°C) de início (TI), de pico (TP) e de fim (TF) dos eventos observados nas curvas de DSC das amostras analisadas no presente trabalho.

Amostra	Evento 3				
	TI	TP	TP	TP	TF
CR	661	690	743	766	782
LAM 60%	654	688	738	-	781
LAM 75%	649	692	732	-	778
LAM 90%	640	678	733	-	767

Os mesmos eventos foram observados nas curvas geradas pelas análises das demais amostras, que foram solubilizadas, resfriadas em água até a temperatura ambiente e laminadas a frio. Esses eventos são apresentados na Fig. 2, cujos aspectos são semelhantes aos da curva do material como recebido. Foi verificado que o evento endotérmico do material como recebido apresentou três picos sobrepostos, enquanto que as amostras laminadas a frio só apresentaram dois picos no evento em questão. Além disso, o segundo pico do evento endotérmico da amostra com 90% de redução a frio se mostrou um pouco mais alto do que o pico vizinho, quando comparados aos das amostras com 60% e 75% de redução a frio.

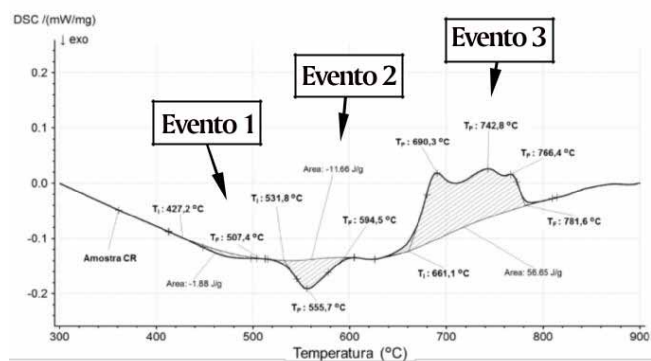


Fig.1 – Curva obtida via análise de DSC da amostra como recebida (código CR).

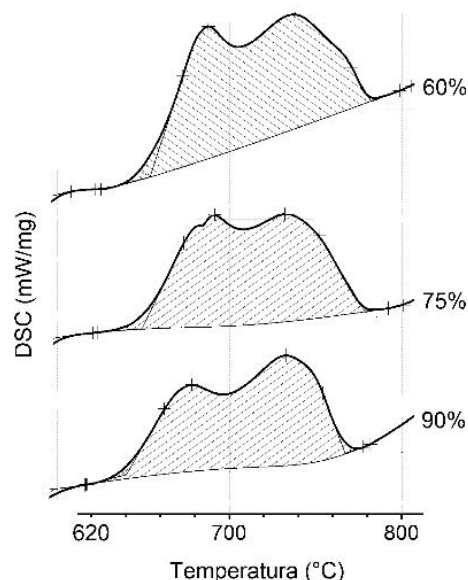


Fig.2 – Evento 3 presente nas curvas obtidas via análise de DSC das amostras solubilizadas, resfriadas em água para as deformações a 60, 75 e 90%

Os resultados obtidos através das análises via DSC do aço maraging 350 estudado no presente trabalho são compatíveis e muito semelhantes aos apresentados por Guo e autores [8], referentes a um aço maraging 250 com cobalto sem deformação. As curvas brutas de DSC adaptadas do citado trabalho, obtidas com diferentes taxas de aquecimento, estão sobrepostas e vistas na Fig.3.

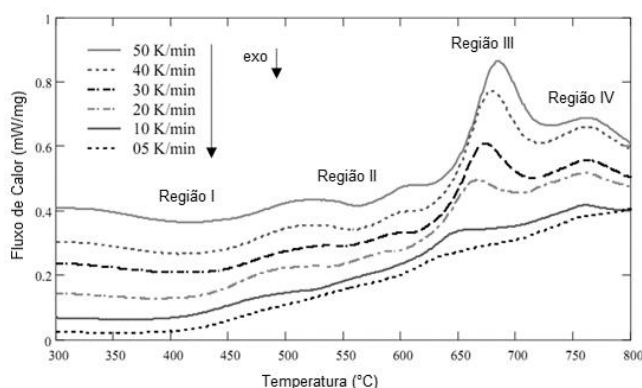


Fig.3 – Análise térmica por DSC de um aço maraging 250. Adaptado de [8].

Um resumo da interpretação dos eventos observados nas regiões da Fig.3 é apresentado na Tabela 3.

Tab 3. Interpretação dos resultados da curva de DSC de um aço maraging 18Ni250 com cobalto, aquecido a taxa de 50 K/min. Adaptado de [8].

Região	Tipo de evento DSC	Intervalo de temperatura	Possíveis transformações
III	Endotérmico	635-730	• Reversão demartensita para austenita • Reversão de martensita para austenita por difusão, que ficará retida após resfriamento
IV	Endotérmico	730-800	• Reversão de martensita para austenita por cisalhamento

O primeiro pico do Evento 3 da Fig.1, observado neste trabalho, é muito parecido com a Região III da Fig.3, cuja explicação mais provável é que represente a reversão de martensita para austenita através de um mecanismo controlado por difusão. Essa hipótese é reforçada pelo pequeno aumento das temperaturas dos picos da Região III para crescentes taxas de aquecimento. Também é considerado que essa austenita se forme nas regiões de segregação de Ni, e poderia gerar austenita retida após resfriamento até a temperatura ambiente.

A causa mais provável para o segundo pico sobreposto do Evento 3 da Fig.1 é a reversão de martensita para austenita através de um mecanismo de cisalhamento. Também é citada como provável causa a recristalização da austenita. Um desses fenômenos poderia ser a causa da ocorrência do terceiro pico sobreposto do Evento 3, apresentado na curva do material como recebido (Fig. 1).

A ocorrência de dois picos sobrepostos durante o Evento 3 da Fig.2 é explicada pelo fato da transformação da martensita para a austenita, durante o aquecimento acima da temperatura A_s , ter a tendência de ocorrer em duas etapas, especialmente para baixas taxas de aquecimento, com a transformação ocorrendo por mecanismos de difusão ou por cisalhamento, que podem inclusive operar simultaneamente.

As análises de DRX foram realizadas na amostra do material como recebido e nas amostras solubilizadas e laminadas com 60% de redução de espessura a frio, e nas amostras laminadas e envelhecidas a diferentes temperaturas e tempos.

O difratograma da amostra como recebida apresentou predominantemente picos de martensita, conforme apresentado na Fig.4, nas mesmas posições reportadas por outros trabalhos [3, 9]. O material apresentou os picos característicos para a estrutura cúbica martensítica nas posições $52,83^\circ$ $(110)_M$, $77,71^\circ$ $(200)_M$, $99,83^\circ$ $(211)_M$ e $123,47^\circ$ $(220)_M$. Também ocorreu um pico de austenita para a posição $57,44^\circ$ $(200)_A$, que pode ser atribuído à austenita retida, surgida por causa do tratamento térmico empregado na empresa fornecedora do material.

As amostras solubilizadas e resfriadas em água, e posteriormente laminadas a frio com diferentes reduções de espessura, revelaram os difratogramas mostrados conjuntamente na Fig.5. O pico característico da austenita não foi detectado em tais amostras, estando presentes apenas os picos de martensita.

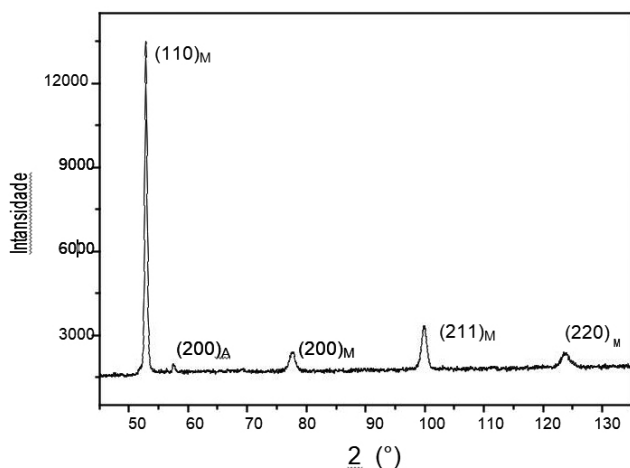


Fig.4 – Difratograma da amostra como recebida.

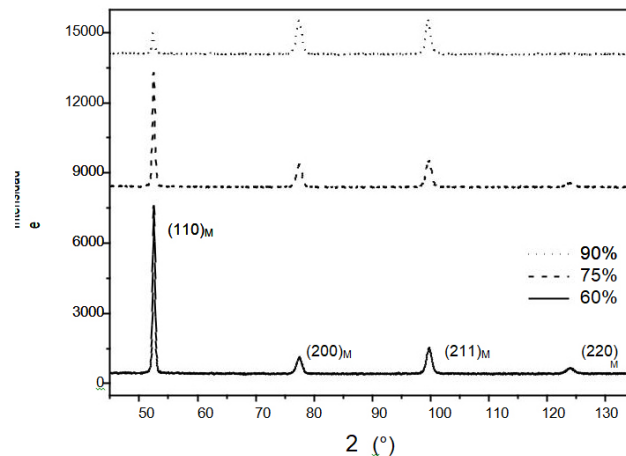


Fig.5 - Difratogramas das amostras solubilizadas e resfriadas em água e ao ar, e depois laminadas a frio com 60, 75 e 90% de redução de espessura.

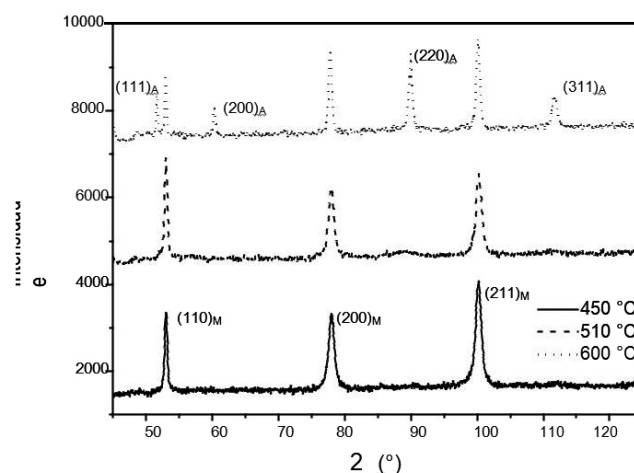


Fig.6 – Difratogramas das amostras solubilizadas e resfriadas em água, laminadas a frio com 60% de redução de espessura e envelhecidas por 8 h a 450, 510 e 600 °C.

Quando são comparados os difratogramas obtidos para a laminação a 60% efetuada na amostra solubilizada e resfriada em água, e envelhecida por 8 h nas três temperaturas utilizadas, verifica-se a presença dos picos de austenita na amostra tratada a 600 °C. A citada comparação é apresentada na Fig.6.

Conforme comentado anteriormente, a presença de austenita revertida deve ser evitada quando se tem como objetivo maximizar a dureza e a resistência mecânica do material [10]. A análise das figuras anteriores permite concluir que as temperaturas de envelhecimento entre 450 °C e 510 °C atuando por tempos de até 8 horas não causam a formação de austenita revertida. Por outro lado, o tratamento de precipitação feito na temperatura de 600 °C por 8 horas já apresenta a formação de austenita na microestrutura final do aço estudado.

3. CONCLUSÃO

As análises via DSC das amostras, como recebida e laminadas, indicaram que a transformação de martensita para austenita foi realizada em temperaturas no intervalo de 640 °C a 782 °C, com taxa de aquecimento de 10 °C/min. Mas as análises de DRX para as amostras laminadas submetidas a

temperaturas no entorno de 600 °C e a tempos de exposição grandes (acima de 8 h) mostram o surgimento de austenita revertida.

Esses resultados permitem deduzir que a ocorrência de austenita revertida depende, além da temperatura de exposição, do tempo que a amostra fica submetida à temperatura.

Os resultados das análises via DRX mostraram que tratamentos de envelhecimento realizados entre 450 °C e 510 °C por até 8 horas não geram austenita revertida nas amostras do material avaliado.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à empresa Villares Metals S.A. pelo fornecimento do material avaliado no presente trabalho. O agradecimento também é estendido ao colega Édio Pereira Lima Júnior pelo apoio nas análises via DSC.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Rohrbach K, Schimidt M. Maraging steels. In: ASM Handbook, v. 1, Properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys. Materials Park, Russell Township: ASM International Handbook Committee; 1993. p. 1869-1887.
- [2] Rao MN. Progress in understanding metallurgy of 18% nickel maraging steels. *International Journal of Materials Research*. 2006; 97(11): 1-14.
- [3] Carvalho LG, Andrade MS, Plaut RL, Souza FM, Padilha AF. A dilatometric study of the phase transformations in 300 and 350 maraging steels during continuous heating rates. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials*. 2013; 16: 740-744.
- [4] Nunes GCS, Sarvezuk PWC, Alves TJB, Biondo V, Ivashita FF, Paesano Jr A. Maraging-350 steel: Following the aging through diffractometric, magnetic and hyperfine analysis. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2017; 421: 457-461.
- [5] Li X, Yin Z. Reverted austenite during aging in 18Ni(350) maraging steel. *Materials Letters*. 1995; 24: 239-242.
- [6] Viswanathan UK, Dey GK, Sethumandhavan V. Effects of austenite reversion during overageing on the mechanical properties of 18Ni (350) maraging steel. *Materials Science and Engineering A*. 2005; 398: 367-372.
- [7] Tavares SSM, Da Silva MR, Neto JM, Pardal JM, Cindra Fonseca MP. Magnetic properties of a Ni-Co-Mo-Ti maraging 350 steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2004; 373: 304-311.
- [8] Guo Z, Sha W, Li D. Quantification of phase transformation kinetics of 18 wt.% Ni C250 maraging steel. *Materials Science and Engineering A*. 2004; 373: 10-20.
- [9] Abreu HFG, Silva JJ, Silva MR, Silva MJG. Influence of reverted austenite on the texture and magnetic properties of 350 maraging steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2015; 393: 99-104.
- [10] Makhneva TM, Sukhikh AA, Dement'ev VB. Inverse martensitic → transformation in nanostructured maraging steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2017; 59: 7-8.