

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DO TEMPO DE ENVELHECIMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MAGNÉTICAS DE UM AÇO MARAGING CLASSE 300

Sérgio Souto Maior Tavares¹

Juan Manuel Pardal¹

Maria da Penha Cindra Fonseca¹

Manoel Ribeiro da Silva²

Julio Maria Neto³

Hamilton Ferreira Gomes Abreu⁴

¹UFF – Universidade Federal Fluminense, PGMEC – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rua Passo da Pátria, 156, Sala 302, CEP 24210-240, São Domingos, Niterói-RJ, Brasil, ssmtavares@terra.com.br; ²UNIFEI-Instituto de Ciências, Itajubá-MG, Brasil; ³Instituto de Física-UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil; ⁴Depto. de Engenharia Mecânica – UFC, Fortaleza- CE, Brasil.

Resumo. As propriedades magnéticas, tais como, força coerciva, magnetização de saturação e quadratura (B_r/B_s), além das mecânicas (tenacidade ao impacto e dureza) de um aço *maraging* ao Ni-Co-Mo-Ti classe 300 foram medidas em diferentes condições de envelhecimento. O efeito do tempo e da temperatura de envelhecimento, levando em consideração a deformação plástica efetuada previamente ao tratamento de envelhecimento, foram também estudadas. A quantificação das fases austenítica e martensítica existentes em diferentes condições de tratamento foi realizada por difração de raios-X pelo método de comparação direta. Os resultados obtidos foram analisados com o objetivo de estabelecer as condições que fornecem o melhor compromisso entre resistência mecânica, tenacidade ao impacto e propriedades magnéticas.

Palavras-chave: Aço *maraging*, Raios-X, Propriedades mecânicas, Propriedades magnéticas.

1. INTRODUÇÃO

Os aços *maraging* são materiais metálicos de alta resistência mecânica e tenacidade ao impacto desenvolvidos para aplicações especiais que incluem: vasos de pressão, equipamentos de processo em usinas nucleares, componentes aeronáuticos e até equipamentos esportivos. Os aços *maraging* também têm sido estudados para aplicações em motores elétricos em rotores de alta velocidade de rotação. Para este tipo de aplicação, são necessárias uma alta resistência mecânica e tenacidade, além de propriedades magnéticas apropriadas. Segundo Belozarov ⁽¹⁾, o aumento da velocidade de rotação dos rotores para cerca de 10^5 rpm requer um limite de escoamento mínimo na faixa de 1300 a 1500 MPa. A força coerciva (H_c) deve ser baixa, a indução residual (B_r) e indução de saturação (B_s) devem ser elevadas em campos baixos e a quadratura (B_r/B_s) deve ser de pelo menos 0,7.

A grande vantagem que estes aços oferecem é uma excelente conformabilidade no estado solubilizado e uma grande capacidade de endurecer por meio do tratamento térmico de envelhecimento. No estado solubilizado (ou como temperado) o aço *maraging* apresenta uma estrutura de martensita macia e deformável, com dureza na faixa de 280 a 320HV ⁽²⁾. Estas propriedades se devem ao baixo teor de carbono e ao alto teor de níquel na martensita do aço *maraging*.

Apesar de ter uma densidade um pouco maior que os aços convencionais (8,0 - 8,1 g/cm³), devido ao alto teor dos elementos de liga, os níveis de resistência atingidos através de um tratamento térmico de envelhecimento são extremamente elevados em comparação com outros tipos de aços e ligas. Esta é uma das razões pela qual os aços *maraging* são muito utilizados em estruturas de pouco peso, onde a resistência mecânica é essencial e o custo não é a maior limitação.

O tratamento térmico de envelhecimento é realizado na faixa de 400 a 650°C. O envelhecimento abaixo de 450°C produz as fases μ , S e/ou π , ordenadas e coerentes. O envelhecimento entre 450°C e 600°C é mais rápido e intenso, sendo atribuído à precipitação dos compostos intermetálicos Ni₃(Mo,Ti) e Fe₂Mo nas discordâncias⁽²⁻⁴⁾. O envelhecimento entre 500°C e 700°C provoca a formação de austenita por uma reação de decomposição controlada por difusão: $\alpha_1 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, sendo: α_1 a martensita, α_2 uma fase ccc de baixo teor de níquel e γ a austenita rica em níquel⁽⁵⁻⁶⁾. De acordo com Li⁽⁷⁾ a formação da austenita ocorre ao mesmo tempo e em consequência da dissolução parcial do Ni₃(Ti, Mo) e precipitação de Fe₂Mo. A austenita formada em altas temperaturas é total ou parcialmente retida na temperatura ambiente, dependendo do teor de níquel.

Neste trabalho, as propriedades magnéticas, a dureza e a tenacidade ao impacto de um aço *maraging* com 18%Ni, contendo Co, Mo e Ti foram medidas em função da temperatura de envelhecimento na faixa de 440°C a 750°C. Duas condições iniciais foram comparadas: solubilizada e deformada a frio. O efeito do tempo de envelhecimento também foi avaliado nas temperaturas de 440°C, 510°C, 560°C, 600°C e 650°C. Quantificações por raios-X pelo método de comparação direta foram realizadas em diversas condições para avaliar a influência da austenita nas propriedades mecânicas e magnéticas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Um aço *maraging* 300 laminado de composição química apresentada na Tabela 1 foi submetido a um tratamento térmico de solubilização realizado a 900°C \pm 10°C durante 40 minutos, em um forno tubular. Para evitar a oxidação do material as amostras foram tratadas dentro de um tubo espesso de quartzo no vácuo. Momentos antes do resfriamento introduziu-se argônio no tubo e procedeu-se o resfriamento do mesmo na água para aumentar a condutividade térmica deste processo. Cabe observar que o tubo de quartzo utilizado foi selado em uma das extremidades e conectado na outra, por meio de uma válvula de três vias, a um sistema contendo uma bomba de vácuo e uma garrafa de argônio de elevada pureza.

Ensaio de dureza Vickers (carga de 30 Kgf) foram realizadas em amostras solubilizadas e posteriormente envelhecidas para todas as condições de tratamento térmico.

Tabela 1 – Composição química do aço *maraging* classe 300 (% em peso).

Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Fe
17,86	9,31	4,96	0,79	0,14	0,01	Balanço

Foram usinados os corpos-de-prova Charpy de tamanho reduzido (espessura de 2,5 mm). A usinagem final foi realizada após o tratamento térmico de solubilização. Os corpos-de-prova foram posteriormente encapsulados em tubos de quartzo, com atmosfera de argônio e envelhecidos nas diversas condições de tratamento. Os ensaios Charpy foram realizados em um pêndulo universal com capacidade máxima de 300 J e precisão de \pm 0,5 J, na temperatura ambiente, sendo ensaiadas as amostras solubilizadas e envelhecidas nas temperaturas de 440°C, 480°C, 510°C, 560°C, 600°C e 650°C por diversos tempos entre 15 minutos e 24 horas.

As análises por difração de raios-X foram efetuadas em um difratômetro Phillips® X-Pert, utilizando fonte de cobalto em amostras extraídas dos corpos-de-prova Charpy, após serem ensaiados nas diferentes condições de tratamento. Posteriormente uma das faces de cada amostra foi lixada manualmente com lixa d'água 1200 em álcool. O ensaio de difração de raios-X foi efetuado

em ambas as faces de cada amostra para avaliar o efeito da deformação produzida pelo lixamento nos resultados obtidos.

As amostras deformadas, utilizadas para medição das propriedades magnéticas, foram submetidas a um tratamento de laminação a frio e solubilização a $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ durante 40 minutos por várias vezes até formar lâminas de 0,5 mm e 1 mm de espessura. Posteriormente, foi realizada uma etapa final de laminação a frio até atingir 0,2 mm de espessura para obter deformações verdadeiras iguais a 0,85 e 1,61, respectivamente.

Foram usinados cuidadosamente discos finos de aproximadamente 3 mm de diâmetro para medição das propriedades magnéticas em um magnetômetro de amostra vibrante (VSM). Os pequenos discos solubilizados e deformados (deformação verdadeira 0,85 e 1,61) foram envelhecidos sob vácuo na faixa de 440°C a 750°C por diferentes intervalos de tempos. As medidas magnéticas foram feitas à temperatura ambiente, com campo magnético aplicado variando até 5 KOe (400 KA/m), o tempo total do ensaio foi de 30 minutos e a constante de tempo de 1ms. Os dados obtidos foram corrigidos para o campo desmagnetizante utilizando as equações sugeridas por Chikazumi ⁽⁸⁾.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 mostra as curvas de dureza vs. tempo de envelhecimento para as amostras solubilizadas e envelhecidas a 440°C , 480°C , 510°C e 560°C .

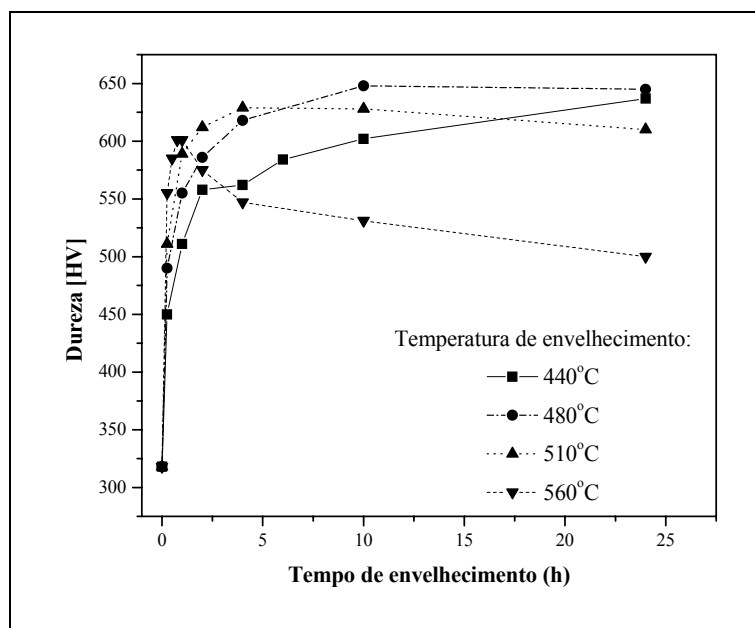


Figura 1 - Curvas de envelhecimento por precipitação. Amostras tratadas a 440, 480, 510 e 560°C .

As curvas a 440°C e 480°C não mostraram superenvelhecimento até 24 horas. A máxima dureza para essas duas condições foi obtida para tempos de 24 horas (637 HV) e 10 horas (648 HV), respectivamente. As amostras envelhecidas a 510°C para diferentes condições de tempo apresentaram um pico máximo de dureza de 629 HV após 4 horas de envelhecimento, e segundo a Figura 1, tempos superiores a 10 horas de envelhecimento a 510°C produzem uma leve queda na dureza. No envelhecimento a 560°C o pico de dureza (601 HV) ocorre para o tempo de 1 hora, sendo observado um superenvelhecimento após este período.

Os resultados obtidos nas condições de envelhecimento a baixas temperaturas, 440°C e 480°C , permitem concluir que em pequenos tempos de envelhecimento a dureza aumenta lenta e continuamente, em comparação com envelhecimentos em temperaturas maiores. O endurecimento em estágios iniciais é devido à formação de precipitados S, que posteriormente dão lugar à precipitação ordenada da fase ω conforme o reportado por diversos autores ^(2, 3, 4, 9).

No caso do envelhecimento a 510°C o pico na dureza é atribuído à precipitação por nucleação e crescimento de precipitados elipsoidais de $Ni_3(Ti, Mo)$ nas discordâncias da matriz martensítica ^(2, 4). Para o caso do envelhecimento a 560°C este fenômeno acontece mais rapidamente. No que concerne ao superenvelhecimento, principalmente para envelhecimentos a 560°C, a precipitação de Fe_2Mo mantém altas durezas em prolongados tempos de envelhecimento ⁽¹¹⁾, entretanto, uma das razões da queda na dureza, além do crescimento do raio dos precipitados, é a dissolução parcial do intermetálico $Ni_3(Ti, Mo)$ para dar lugar à formação do Fe_2Mo mencionado e da austenita (rica em Ni) ⁽⁷⁾.

A Figura 2 apresenta as curvas de envelhecimento por precipitação das amostras solubilizadas e tratadas a 560, 600 e 650°C.

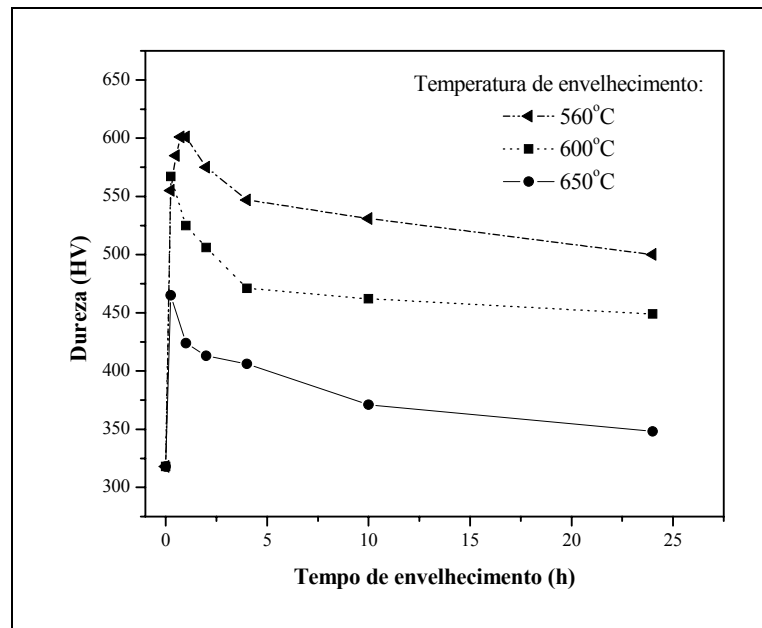


Figura 2 - Curvas de envelhecimento por precipitação. Amostras tratadas a 560, 600 e 650°C.

Na Figura 2 é possível observar que nas amostras tratadas a 600°C e 650°C o pico de dureza é atingido para 15 minutos de envelhecimento, tendo valores de 567 e 465 HV, respectivamente.

O decréscimo da dureza nas amostras superenvelhecidas é relacionado principalmente à precipitação de austenita. O crescimento, coalescimento e incoerência dos precipitados com relação à matriz também influenciam a queda desta propriedade ⁽¹⁰⁾. A Figura 3 apresenta a influência da porcentagem de austenita na dureza para 560°C, 600°C e 650°C em diferentes tempos de tratamento. Nesta figura pode ser observados que o aumento da austenita precipitada produz uma queda substancial na dureza do material para as amostras envelhecidas a 560°C e 600°C em diversas condições de tempo devido à dissolução de precipitados intermetálicos. Menores valores de dureza podem ser encontrados para a máxima quantidade de austenita a 650°C por 1 hora. Nesta temperatura, ao contrário do que ocorre a 560°C e 600°C, a quantidade de austenita diminui para tempos de envelhecimento superiores a 1 hora. Não obstante, a dureza do material continua a cair com o tempo de envelhecimento, devido ao crescimento e coalescimento de precipitados.

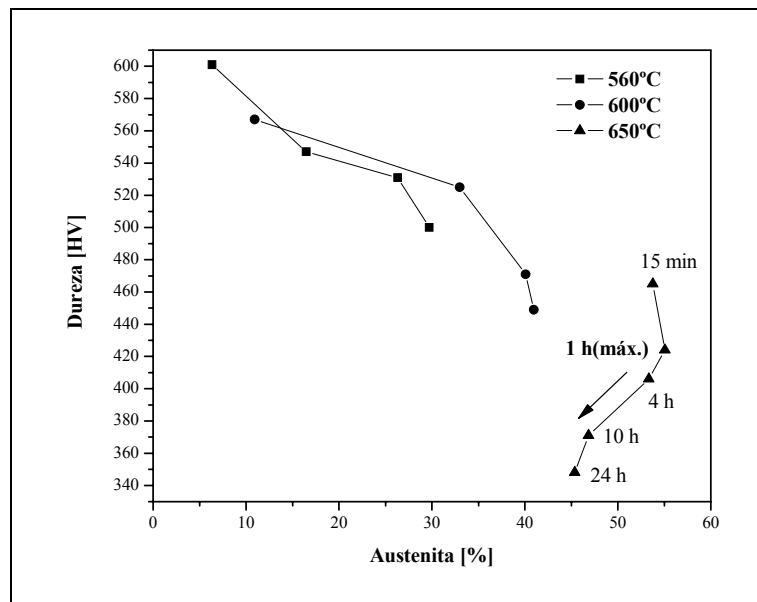


Figura 3 – Dureza em função da quantidade de austenita precipitada.

A Tabela 2 apresenta os resultados obtidos nos ensaios de tenacidade ao impacto Charpy da amostra solubilizada e das amostras envelhecidas por uma hora em diversas temperaturas de tratamento.

Tabela 2 – Resultados do ensaio ao impacto Charpy, em amostras de tamanho reduzido, para diferentes condições de envelhecimento.

Amostra	Tenacidade ao impacto [J]
Solubilizada	55,0
Envelhecida a 440°C por 1 hora	11,5
Envelhecida a 480°C por 1 hora	11,0
Envelhecida a 510°C por 1 hora	6,5
Envelhecida a 560°C por 1 hora	33,5
Envelhecida a 600°C por 1 hora	28,0
Envelhecida a 650°C por 1 hora	14,5

O maior valor de tenacidade foi obtido na amostra envelhecida a 560°C, possivelmente devido a um processo de instabilidade à deformação plástica da austenita formada nessas temperaturas, como pode ser analisado nos difratogramas da Figura 4 de amostras tratadas com e sem lixamento. Nestes diagramas pode ser observada uma diferença na intensidade dos picos de difração, assim como também o desaparecimento da fase austenítica na amostra submetida ao tratamento de lixamento. Este fenômeno sugere uma transformação da austenita para martensita ($\gamma \rightarrow M$), como a descrita por Gladkovskii et al.⁽¹¹⁾. A quantificação do percentual da fase austenítica pelo método de comparação direta foi de 6,35 % sem lixamento e 0 % com lixamento.

Os valores de tenacidade encontrados diferem dos valores obtidos por Tavares et al.⁽¹²⁾ nas diferentes condições de tratamento para o aço *maraging* 350. Estas diferenças podem ser atribuídas à classe do aço *maraging* contendo maior teor de titânio, o que produz uma queda acentuada na tenacidade e também às condições de resfriamento estabelecidas no tratamento de solubilização.

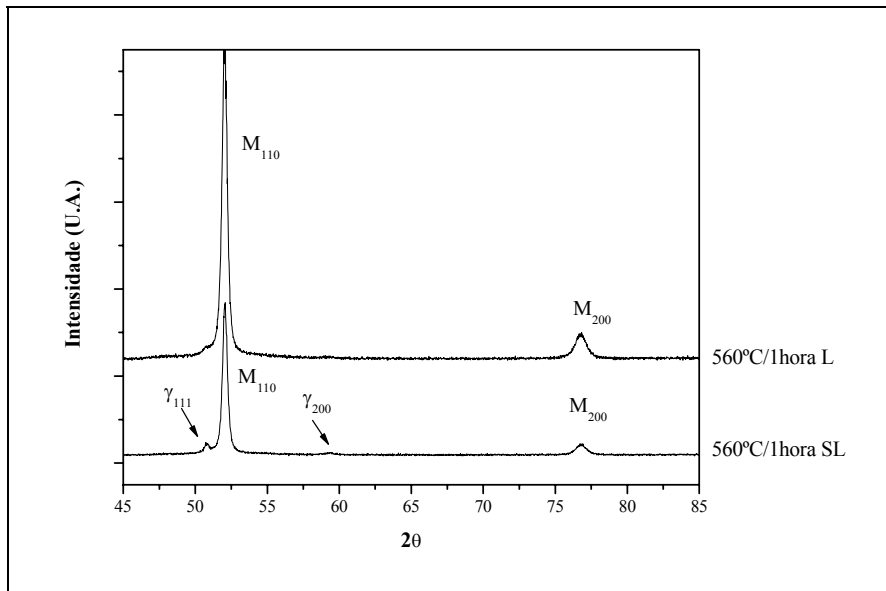


Figura 4 – Difratomogramas das amostras tratadas a 560°C com lixamento (L) e sem lixamento prévio (SL).

As Figuras 5 e 6 apresentam, respectivamente, a magnetização de saturação (m_s) e a força coerciva (H_c) das amostras envelhecidas durante 1 hora em diferentes temperaturas de tratamento. Como pode ser observado nestas figuras o envelhecimento na faixa de 560°C a 700°C produz variações bruscas nos valores de H_c e de m_s , como consequência da formação de austenita reversa rica em níquel nesta faixa de temperatura. Os valores mínimo e máximo da m_s e H_c foram encontrados para a temperatura de envelhecimento de 650°C.

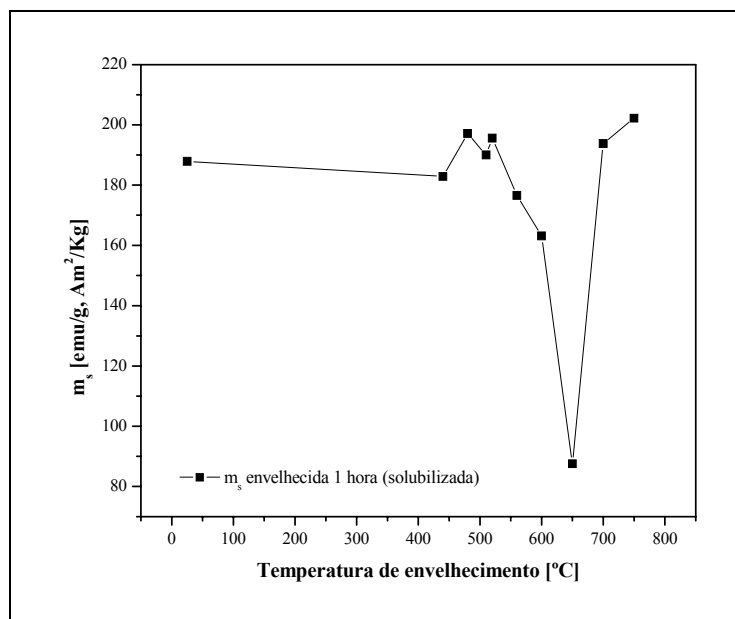


Figura 5 – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento.

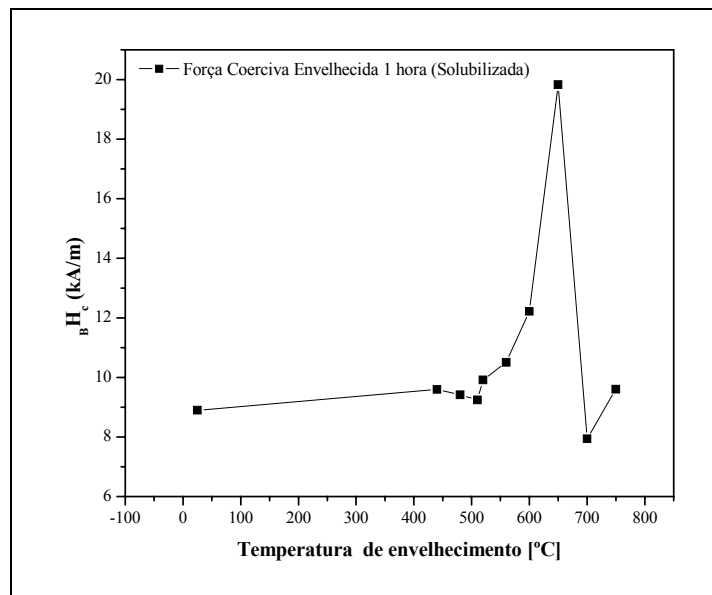


Figura 6 – Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento.

Os valores da razão de quadratura (B_r/B_s) em função da temperatura de envelhecimento, em amostras envelhecidas por 1 hora, estão apresentados na Figura 7. Na mesma figura pode ser observado que somente nas amostras envelhecidas a 650°C e a 750°C foram encontrados valores inferiores a 0,7 de B_r/B_s , sendo o valor mínimo de 0,609 encontrado para o envelhecimento a 650°C. Na faixa de temperaturas compreendida entre 520°C e 600°C os valores da razão de quadratura se encontram acima de 0,8.

No concernente às amostras ensaiadas com deformações verdadeiras de 0,85 e 1,61, não foram detectadas diferenças significativas nos valores de m_s e H_c em relação ao estado solubilizado. Por outro lado, a razão de quadratura B_r/B_s parece ser levemente incrementada pela deformação plástica mais severa (1,61) anterior ao envelhecimento. Resultados similares foram obtidos por Tavares et al. ⁽¹³⁾ no estudo das propriedades magnéticas do aço maraging 350.

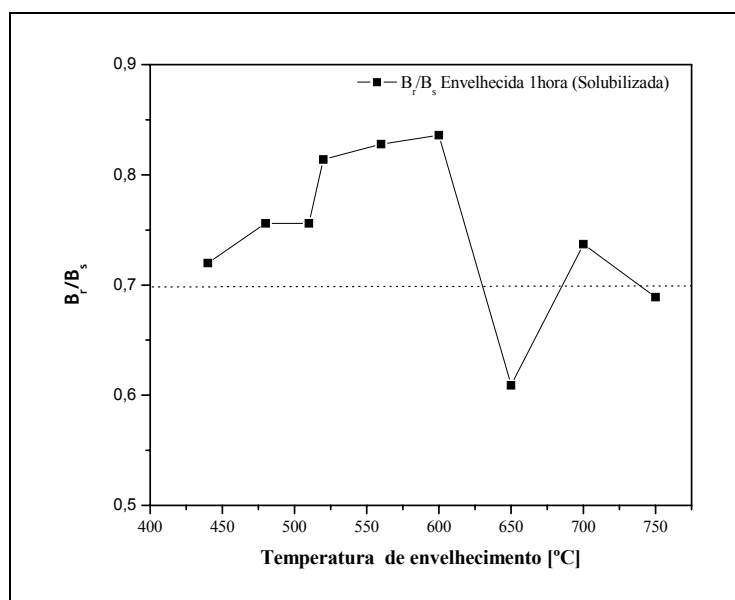


Figura 7 – Razão de quadratura em função da temperatura de envelhecimento.

O comportamento da força coerciva (H_c) em função do tempo de envelhecimento está apresentado na Figura 8. Um pequeno efeito de endurecimento magnético (aumento da força coerciva) é observado a 510°C, mas não a 440°C. Percebe-se, portanto, que o fenômeno de endurecimento mecânico é muito mais pronunciado do que o endurecimento magnético nessas duas

temperaturas. Durante o envelhecimento a 560°C um pequeno endurecimento magnético é produzido, embora a dureza mecânica diminua levemente com o tempo a partir de uma 1 hora de envelhecimento. Nas amostras envelhecidas a 600°C o valor de H_c aumenta na primeira hora de tratamento, devido à intensa precipitação da austenita em relação à condição de tratamento a 560°C. No caso do envelhecimento a 650°C por 1 hora a precipitação de austenita é máxima e observa-se um aumento substancial na força coerciva. Em intervalos de tempo maiores que 1 hora a 650°C a força coerciva diminui, assim como aumenta a magnetização de saturação, conforme mostrado nas Figuras 8 e 9.

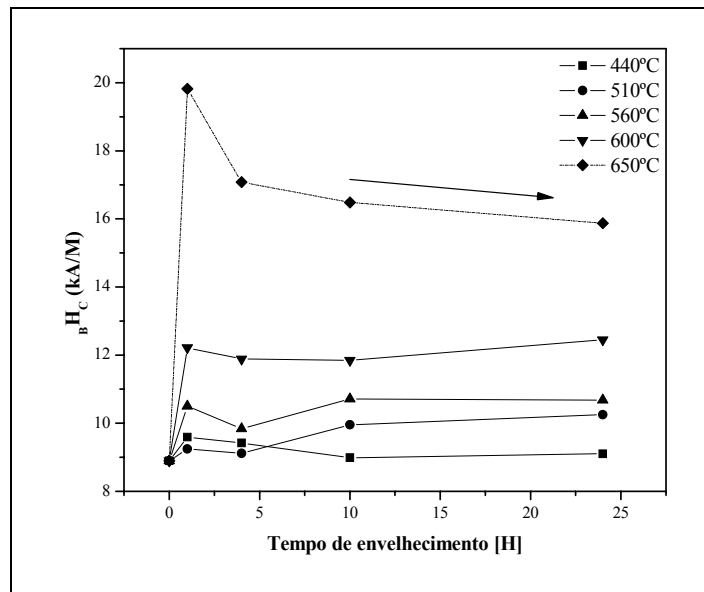


Figura 8 – Força coerciva em função do tempo de envelhecimento.

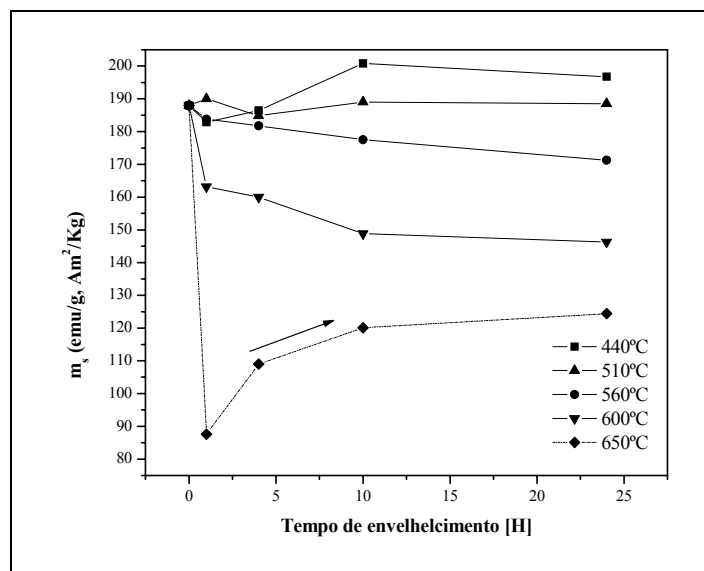


Figura 9 – Magnetização de saturação em função do tempo de envelhecimento.

A Figura 10 apresenta as curvas de variação do percentual de austenita em função do tempo de envelhecimento a 560°C, 600°C e 650°C. A curva obtida com as amostras envelhecidas a 650°C difere das duas outras por apresentar o decréscimo da quantidade de austenita com o tempo de envelhecimento após 1 hora. Este fato pode ser explicado da seguinte maneira: o aumento do tempo de envelhecimento torna a composição química da austenita mais homogênea, progredindo para o equilíbrio. Neste processo o teor de níquel da austenita é cada vez mais baixo, o que torna a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) mais elevada com o tempo de

envelhecimento. Porém, o aumento da m_s em amostras envelhecidas a 650°C por tempos superiores a 1 hora é devido, entre outras razões, à diminuição da austenita precipitada.

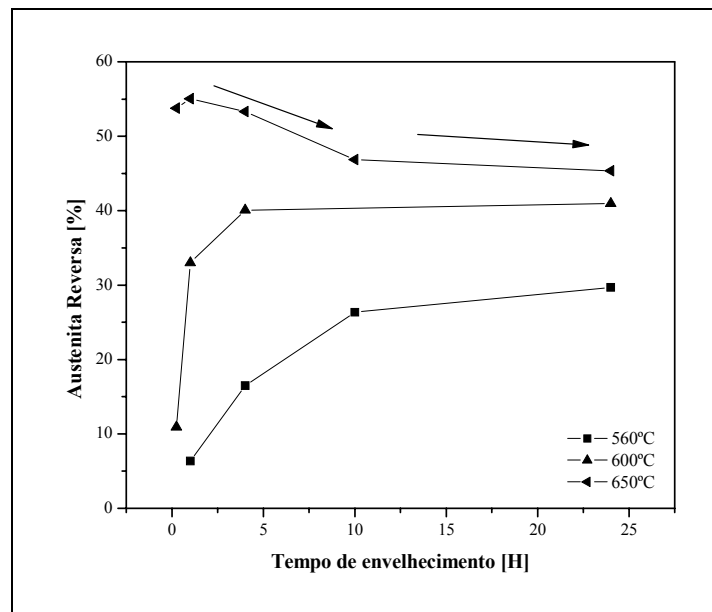


Figura 10 – Austenita reversa em função do tempo de envelhecimento.

4. CONCLUSÕES

O presente trabalho, realizado em um aço *maraging* ao Ni-Co-Mo-Ti classe 300, permite concluir que:

1. O melhor compromisso entre resistência mecânica e propriedades magnéticas ($B_r/B_s, H_c, m_s$) é obtido com o envelhecimento a 560°C por 1 hora.
2. O envelhecimento a 560°C por 1 hora provoca a formação e retenção de uma pequena quantidade de austenita na microestrutura. Entretanto, esta fase não provoca uma queda significativa da magnetização de saturação e da dureza do material e nem um aumento significativo da força coerciva, o que torna esta condição de tratamento térmico bastante apropriada para aplicações elétricas e magnéticas.
3. A formação de austenita residual nos envelhecimentos acima de 560°C provoca a queda da magnetização de saturação, o aumento da força coerciva e a queda da dureza do material.
4. O envelhecimento a 650°C produz baixa dureza e uma tenacidade apenas razoável. As propriedades mecânicas obtidas nessa temperatura estão abaixo do requerido para o material na utilização em rotores de ultra-alta rotação.
5. Não foram detectadas diferenças significativas nas propriedades magnéticas analisadas (m_s, H_c) das amostras deformadas a frio, de modo que influenciem no comportamento magnético destes materiais em relação ao estado solubilizado.
6. Com a introdução de uma deformação verdadeira equivalente a 1,61 antes do envelhecimento, a razão de quadratura B_r/B_s parece ser levemente superior àquela das amostras solubilizadas.
7. O aumento da m_s em amostras envelhecidas a 650°C por tempos superiores a 1 hora é devido, entre outras variáveis, à diminuição da quantidade de austenita precipitada.

5. AGRADECIMENTOS

À CAPES e ao CNPq pelo suporte financeiro para a realização deste trabalho.

6. REFERÊNCIAS

- 1 E. V. Belozerov, V.V. Sagaradze, A. G. Popov, A.M. Pastukhov, N.L.Pecherkina, *Physics of Metals and Metall.* 79 (6) (1995) 606.
- 2 A. Magnée, J.M. Drapier, J. Dumont, D. Coutsouradis, L. Habraken, “Cobalt-containing high-strength steels”, Centre d’Information du Cobalt, Brussels, 1974.
- 3 J.B. Lecomte, C. Servant, G. Cizeron, *J. of Mater. Sci.*, 20 (1985) 3339.
- 4 R. Tewari, S. Mazumder, I. S. Batra, G. K. Dey, S. Banerjee, *Acta Mater.* 48 (2000) 1187.
- 5 D.T. Peters, *Trans. of the ASM* 61 (1968) 62.
- 6 F. Habiby, A. ul Haq, A. Q. Khan, *Mater. and Design* 13 (1992) 259.
- 7 Xiaodong Li, Zhongda Yin, *Mater. Letter* 24 (1995) 239.
- 8 S.Chikazumi, “Physics of Magnetism”, J. Willey, New York, 1964.
- 9 C. Servant, N. Bouzid, *Acta Metall.* Vol. 36No. 10 (1988) 2771.
- 10 U.K. Viswanathan, G. K. Dey, M. K. Asundi, *Metal. Trans.* 24A (1993) 2429.
- 11 S.V. Gladkovskii, Yu. V. Kaletina, A.M. Filippov, A. Yu. Kaletin, V.M. Schastlivtsev, E.A. Ishina, I.N. Veselov, *The physics of metals and metal.* Vol. 87 No. 3 (1999) 253.
- 12 S.S.M. Tavares, J.M. Neto, M.R. da Silva, H.F.G. Abreu, J.M. Pardal, “Propriedades magnéticas e mecânicas de um aço *maraging* 18Ni-Co-Mo-Ti classe 350”. 59º Congresso anual da ABM, São Paulo, Julho 2004.
- 13 S.S.M. Tavares, M.R. da Silva, J.M. Neto, J.M. Pardal, M.P. Cindra Fonseca, H.F.G. Abreu, *J. of Alloys and Compounds*, 373 (2004), 304-311.

INFLUENCE OF TEMPERATURE AND TIME AGING ON MECHANICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF A CLASS 300 MARAGING STEEL

Sérgio Souto Maior Tavares¹

Juan Manuel Pardal¹

Maria da Penha Cindra Fonseca¹

Manoel Ribeiro da Silva²

Julio Maria Neto³

Hamilton Ferreira Gomes Abreu⁴

¹UFF – Universidade Federal Fluminense, PGMEC – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rua Passo da Pátria, 156, Sala 302, CEP 24210-240, São Domingos, Niterói-RJ, Brasil, ssmtavares@terra.com.br; ²UNIFEI-Instituto de Ciências, Itajubá-MG, Brasil; ³Instituto de Física-UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil; ⁴Depto. de Engenharia Mecânica – UFC, Fortaleza- CE, Brasil.

Abstract. The magnetic properties (coercivity, magnetization saturation and squareness ratio) and mechanical properties (impact toughness and hardness) of a Ni-Co-Mo-Ti maraging class 300 steel were measured in different aging conditions. The effect of time, temperature and previous plastic deformation were also analysed. The phase’s quantifications were performed by X-ray diffraction by the direct comparison method. The results were analysed with the objective of find the better treatment conditions for optimum strength, toughness and magnetic properties.

Keywords: maraging steel, X-ray diffraction, mechanical properties, magnetic properties.