

## **Análise Microestrutural do aço maraging 400 após tratamentos térmicos e termomecânicos**

Padial, A. G. F., Monteiro, W. A., Andrade, A. H. P., Silva, L.C.E.

Deptº de Eng. de Materiais - IPEN-CP 11049-CEP-05422-970, São Paulo

### **Resumo**

Os aços maraging 400 foram desenvolvidos com intuito de se atingir altos níveis de resistência mecânica com uma boa tenacidade. Sendo os aços maraging altamente ligados, eles tem uma tendência de segregar alguns elementos no seu estado bruto de fusão. Essa microsegregação é reduzida quanto o material é homogeneizado em altas temperaturas por longo tempo. Os elementos que mais segregam são, o Ti e o Mo. A microsegregação foi investigada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com microanálise por EDS. Por outro lado, por meio da resistividade elétrica observou-se que quanto mais dissolvidos estão os elementos de liga maior é a resistividade elétrica. No forjamento a resistividade tende a aumentar e um posterior tratamento térmico a 835°C reduz acentuadamente a resistividade elétrica e aumenta a microdureza. Tratamento térmico de envelhecimento posterior mostra que quanto mais precipitados são formados menor a resistividade. Através do microscópio eletrônico de transmissão (MET) observou-se uma intensa precipitação. Os tratamentos térmicos posteriores à temperaturas mais altas, mostraram que a solubilização ideal do aço maraging 400 é de 1050°C.

### **Abstract**

Maraging steels 400 were developed targeting to reach high levels of mechanical resistance with good toughness. Since maraging steels are highly alloyed materials, they have the tendency to segregate some elements in its as-cast condition. This microsegregation is reduced when the material is homogeneized at high temperatures for long time. Elements that are more segregate are Ti and Mo. Microsegregation was investigated by means of scanning electron microscopy (SEM) with microanalysis by EDS. On the other hand, by means of electrical resistivity it was observed that the more dissolved are the alloying elements the higher is the electrical resistivity. In forging, the resistivity tends to increase and an additional thermal treatment for 835°C strongly reduces the electrical resistivity increasing simultaneously the microhardness. The aging thermal treatment showed that, as the aging time increases, the electrical resistivity decreases. Through transmission electron microscopy (TEM) an intense precipitation was observed. Subsequent thermal treatments to higher temperatures, showed that the ideal solubilization of the maraging steel 400 occurs at 1050°C.

*Keywords:* microsegregation; macrosegregation; maraging steel, resistivity; precipitates

## Introdução

No anos 60 e início dos anos 70 foram desenvolvidos os aços maraging, pertencentes a uma classe de aços de altíssima resistência. Esses aços apresentam níveis de resistência mecânica superior a 1700MPa aliado a uma excelente tenacidade <sup>[1]</sup>. Esses aços normalmente contêm 18% Níquel e outros elementos substitucionais, tais como, Co, Mo e Ti. Normalmente os aços maraging tradicionais são solubilizados na região austenítica, em torno de 830°C, e resfriados até a temperatura ambiente para se obter uma estrutura totalmente martensítica <sup>[2-4]</sup>. A característica desses aços com alto teor de níquel é que são moles e ducteis na condição temperada e endurecíveis por meio de um tratamento térmico de envelhecimento a 480°C por tempos de 3 a 4 horas, atingindo altos níveis de resistência mecânica (microdureza Vickers) <sup>[2]</sup>.

Os aços com alto teor de Mo e Ti tendem a segregá-las durante a solidificação. Este trabalho tem o objetivo de determinar as características durante os tratamentos térmicos e termomecânicos, tais como, segregação no material bruto de fusão, homogeneização, resistividade elétrica e microdureza Vickers.

## Métodos Experimentais

O material utilizado neste trabalho foi uma bolacha com dimensões de 150mm de diâmetro e 34 mm de espessura de aço maraging 400 retirado de um lingote fabricado por fusão sob vácuo (VIM) e refundido em uma escória eletrocondutora (ESR) com intuito de se obter propriedades mecânicas satisfatórias. A composição química desta liga é apresentada na tabela I.

Foram tiradas três amostras do lingote, P<sub>1</sub> (amostra da região superficial do lingote), P<sub>2</sub> (amostra da região intermediária ou meio raio) e P<sub>3</sub> (amostra da região central), nas quais foram utilizadas várias técnicas para se determinar o grau de segregação, propriedades mecânicas e resistividade elétrica do material. A macrosegregação foi determinada utilizando-se a técnica de fluorescência de raios X (FRX); e a microsegregação no material foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplado com a microanálise por EDS e a resistividade elétrica. Para avaliar-se a resistência mecânica do material utilizou-se a técnica de microdureza Vickers.

Em seguida realizou-se no lingote um tratamento térmico de homogeneização a 1200°C por 30 horas objetivando a dissolução de elementos segregados. Após a homogeneização o material foi tratado termomecanicamente (forjamento) a 1200°C obtendo-se as dimensões de 100mm de largura, 15 mm de espessura e 400 mm de comprimento.

Para a verificação do grau de microsegregação e a influência do tratamento térmico de homogeneização foi utilizado o índice de segregação (Is) definido conforme a fórmula abaixo:

$$I_s = CM/C_m$$

Onde:

CM é a concentração máxima

Cm é a concentração mínima

O material forjado foi submetido a tratamentos térmicos nas temperaturas de 835, 900, 950, 1000 e 1050C por 1 hora.

A caracterização das amostras supracitados foi feita utilizando-se as técnicas de, microscopia eletrônica de transmissão (MET) e de varredura (MEV) com EDS para se observar a estrutura e a microsegregação. Utilizaram-se as técnicas de microdureza Vickers e a resistividade elétrica, para se investigar como a microsegregação influência estas propriedades.

Tabela I – Composição química do aço maraging 400

Aço	Elementos de Liga (Porcentagem em pêso)									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Co	Ti	Al
M400	0,012	0,2	0,07	<0,01	<0,002	12,4	10	13,9	0,27	0,06

## Resultados e Discussão

### A) Determinação da Macrosegregação

Os resultados da análise de fluorescência de raios X do material no estado bruto de fusão, nas regiões P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub> e P<sub>3</sub> do lingote são mostrados na tabela II.

Por meio dos resultados verifica-se que o material não tem tendências de macrosegregação dos elementos de liga. As pequenas oscilações estão de acordo com a precisão da técnica da análise utilizada, que está na faixa de 1 a 2%.

Tabela II – Análise do material bruto de fusão através da FRX

M400	Composição dos elementos de liga (Porcentagem em pêso)							
Posição	S	P	Mn	Ni	Mo	Co	Al	Ti
P <sub>1</sub>	0,07	0,03	0,06	12,31	9,61	13,81	0,18	0,35
P <sub>2</sub>	0,08	0,03	0,06	12,27	9,58	13,82	0,16	0,39
P <sub>3</sub>	0,07	0,03	0,06	12,36	9,57	13,76	0,16	0,44

## B) Determinação da microsegregação

Os resultados obtidos por meio do cálculo do índice de segregação (tabela III), do material bruto de fusão, mostram que os elementos de liga que mais segregam são Mo e Ti; verifica-se que esta segregação é mais pronunciada quanto mais próxima ao centro do lingote.

Tabela III – Índice de segregação (Is) dos elementos de liga mais segregáveis no material bruto de fusão (maraging 400)

Posição da Amostra	Is			
	Ni	Ti	Mo	Co
P <sub>1</sub>	1,052	2,140	1,500	1,046
P <sub>2</sub>	1,051	2,826	1,731	1,071
P <sub>3</sub>	1,061	3,000	1,649	1,080

Com a finalidade de minimizar esta microsegregação, realizou-se o tratamento térmico de homogeneização para acelerar o processo de difusão no material. A tabela IV mostra os valores do índice de segregação referentes as três regiões estudadas. Esses resultados comparando-se com os dados da tabela III, indicam que houve uma redução significativa da microsegregação após o tratamento de homogeneização a 1200°C por 30 horas. O tratamento de homogeneização não foi satisfatório para obter-se uma estrutura plenamente homogeneizada.

Tabela IV – Índice de segregação (Is) dos elementos de liga mais segregáveis no material homogeneizado (maraging 400)

Posição da Amostra	Is			
	Ni	Ti	Mo	Co
P <sub>1</sub>	1,065	1,536	1,053	1,044
P <sub>2</sub>	1,075	1,480	1,065	1,027
P <sub>3</sub>	1,071	1,600	1,096	1,053

### C) Determinação da microsegregação do material forjado

A análise da microsegregação do material forjado (tabela V) teve como objetivo verificar se o forjamento contribui para reduzir o índice de segregação. Observa-se que a redução da microsegregação é mais evidente com relação ao elemento Ti; com relação aos outros elementos essa microsegregação praticamente não existe; e esse índice mostra que a diferença entre a máxima e mínima segregação é quase nula. Nota-se que houve um pequeno aumento na cinética de homogeneização durante o forjamento a quente, que pode ser verificado no índice de segregação do titânio.

Tabela V – Índice de segregação (Is) dos elementos de liga mais segregáveis no material forjado

Material no estado forjado	Is			
	Ni	Ti	Mo	Co
Aço M400	1,075	1,400	1,087	1,047

### D) Efeito dos tratamentos térmicos sobre as propriedades mecânicas (dureza) e resistividade elétrica no aço maraging 400

Os dados apresentados no gráfico da figura 1 mostra as medidas de microdureza Vickers e resistividade elétrica do material em várias condições.

Observa-se que quanto mais dissolvidos estão os elementos de liga maior é a resistividade e menor é a dureza. No material bruto de fusão (I) observa-se que a resistividade elétrica é baixa devido a microsegregação dos elementos de liga nos espaços dendríticos. Quando o material é homogeneizado (II), os elementos de liga são dissolvidos na matriz fazendo com que a resistividade elétrica aumente e a microdureza diminui ( figura 1). O material forjado (III) apresentou um ligeiro aumento na resistividade, indicando que este tratamento contribui para a dissolução dos elementos de liga. No material forjado e tratado

termicamente a 835°C (IV) verificou-se uma queda acentuada na resistividade e um aumento da microdureza, indicando que ocorreu uma precipitação. De acordo com Habib, F. [5] e Vasudevan, V.K. [6] essa queda na resistividade é devido ao acúmulo dos elementos de soluto, tais como, Ni, Ti e Mo a partir da solução sólida.

Nos tratamentos térmicos seguintes, ou seja, de 900° (V), 950° (VI), 1000° (VII) e a 1050°C(VIII) observa-se (figura 1) um aumento na resistividade devido a dissolução dos elementos de liga na matriz e uma queda na microdureza Vickers. Na temperatura de 1050°C nota-se a máxima resistividade e a mínima dureza, indicando a solubilização total do material.

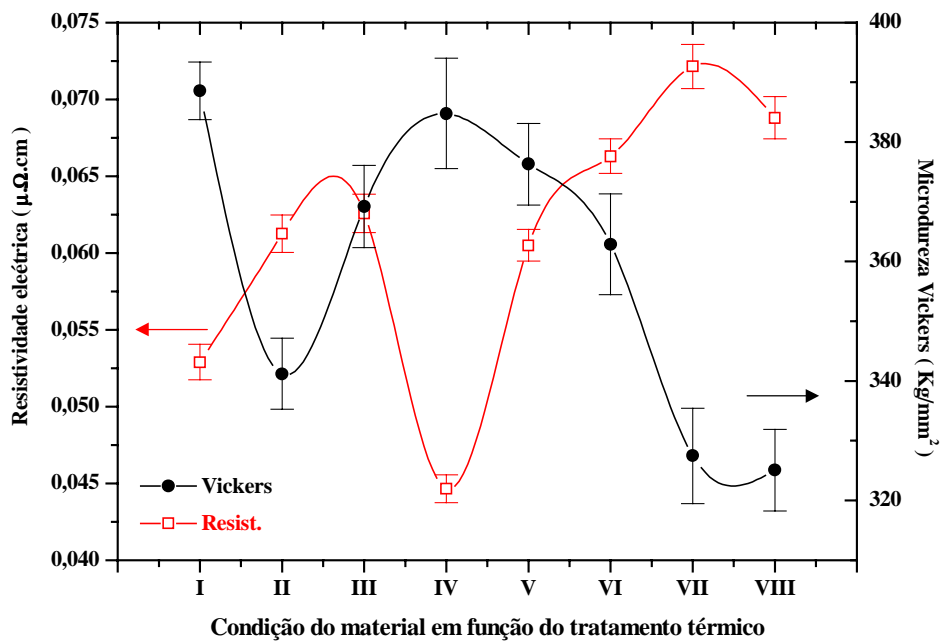


Figura 1 Gráfico da resistividade e microdureza em função do tratamento térmico do material.

No material tratado termicamente a 835°C por 1 hora fez posteriormente o tratamento térmico de envelhecimento nas temperaturas de 480, 500, 550 e 600°C em tempos variados, onde observou-se que quanto maior o tempo de envelhecimento do material menor era a resistividade. Isso ocorre devido a formação dos precipitados (figura 2).

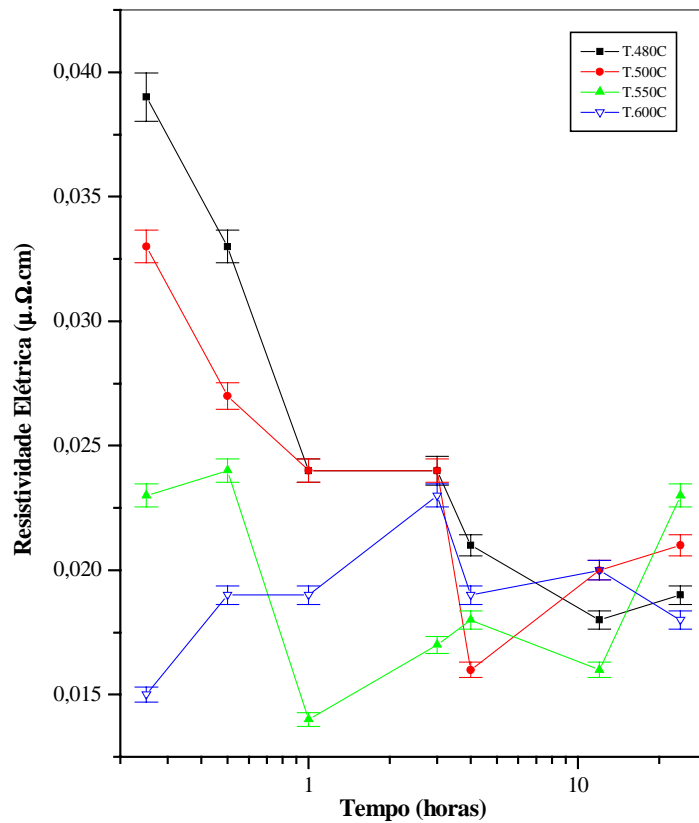
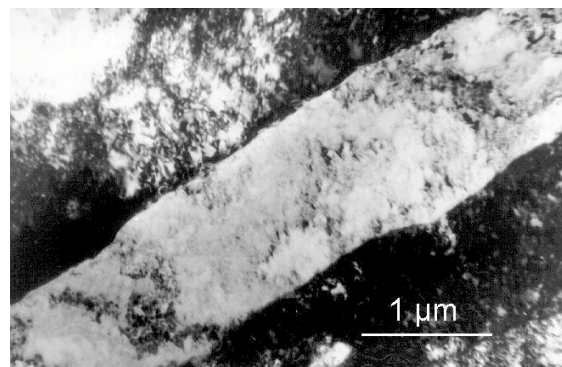
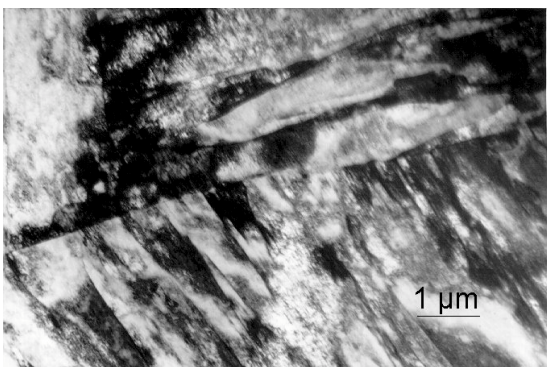


Figura 2 – Variação da resistividade elétrica em função do tempo de envelhecimento nos diversos tratamentos térmicos empregados.

### E) - Estudo Microestrutural

As figuras 3a e 3b mostram as micrografias eletrônicas de transmissão do material forjado onde observa-se a estrutura martensítica em forma de ripas com uma alta densidade de discordâncias, sem a presença de precipitação.



(a) (b)  
Figuras 3a e 3b - Micrografias eletrônicas de transmissão do material forjado; ripas de martensita com alta densidade de discordâncias.

A figura 4 mostra a micrografia eletrônica de transmissão do material forjado que foi tratado termicamente a 835°C por 1 hora. Observa-se nesta micrografia a presença de precipitados finos no interior dos grãos do tipo Ni<sub>3</sub>Mo e Ni<sub>3</sub>Ti.

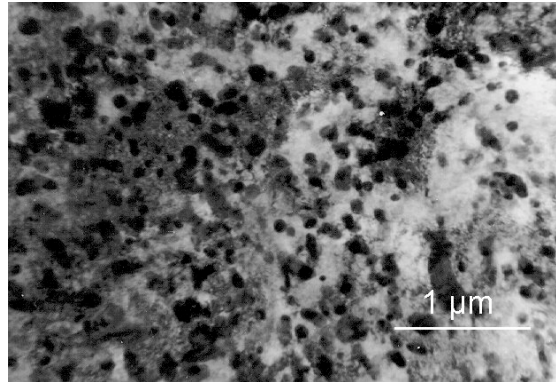


Figura 4 - Micrografia eletrônica de transmissão do material forjado e tratado termicamente a 835°C por 1 hora, observa-se finos precipitados no interior dos grãos do tipo Ni<sub>3</sub>Ti e Ni<sub>3</sub>Mo.

A figura 5 mostra a micrografia eletrônica de transmissão do material forjado que foi tratado termicamente a 1050°C por 1 hora. Essa micrografia apresenta uma estrutura martensítica em forma de ripas, com uma alta densidade de discordância, sem a presença de precipitado.

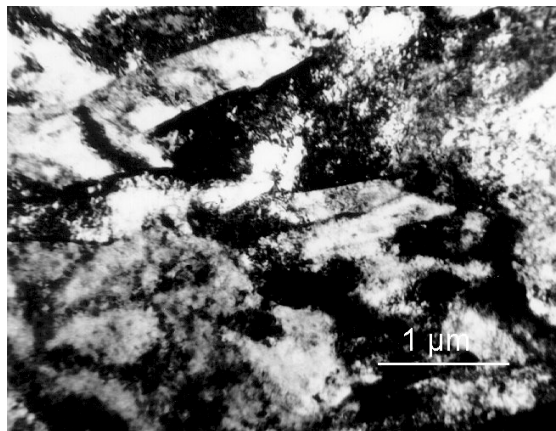


Figura 5 - Micrografia eletrônica de transmissão do material forjado e tratado termicamente a 1050°C por 1 hora, observa-se uma estrutura com ripas de martensita e uma alta densidade de discordâncias

Por intermédio dos resultados verificou-se que o material forjado apresentava uma estrutura martensítica em forma de ripas sem a presença de precipitados, porém quando é

tratado termicamente a 835°C tende a formar precipitados no interior dos grãos, fazendo com que o material tenha uma menor resistividade e um aumento da dureza.

Os tratamentos térmicos em altas temperaturas ocasionam uma precipitação intensa a 835°C, precipitação e início de coalescimento a 900°C, precipitação e coalescimento a 950°C, dissolução e coalescimento dos precipitados a 1000°C e finalmente a solubilização a 1050°C, mostrando que o aço maraging 400 apresenta uma temperatura de solubilização bem superior aos aços maraging tradicionais, que ocorre a 830°C.

## **F) – Conclusão**

Neste trabalho concluímos que:

- 1) O material bruto de fusão apresenta intensa segregação interdendrítica dos elementos Mo e Ti;
- 2) A homogeneização ocorre a 1200°C por 30 horas mas não muito efetiva;
- 3) O tratamento térmico a 835°C ocasiona, precipitação, aumento da microdureza e uma queda na resistividade elétrica;
- 4) Quando o material é envelhecido entre 480 e 600°C observa-se uma queda muito acentuada na resistividade;
- 5) O tratamento térmico a 1050°C ocasiona a solubilização do material, havendo com isso diminuição na microdureza e um aumento na resistividade.

## **Referencias bibliográficas**

- [1] R.F Decker,. and S. Floreen, Recent Development and Applications, R.K. Wilson, ed., TMS-AIME, PA, 1988, p.1-38.
- [2] S. Floreen: Met.Rev., 13 (1968) 115-128.
- [3] S. Floreen, Maraging Steels. Metal Handbook, v.1. 9ed. Metals Park, OH, (1978) 445-52.
- [4] M. Schmidt, K. Rohrbach, Metals Handbook, v.4 10ed. Metals Park, OH, (1991) 219-228.
- [5] F. Habiby, T.N. Siddiqui,H.Hussain, A.Ul Haq, A.Q. Khan, J. Mater. Sci. 31 (1996) 305-309.
- [6] V.K. Vasudevan, S.J. Kim, C.M. Wayman, Metall.Trans. A 21A (1990) 2655-2668.