

Jean Jefferson Moraes da Silva

## ANÁLISE DE TEXTURA E PROPRIEDADES MAGNÉTICAS EM AÇOS MARAGING 300 E 350 EM VÁRIAS CONDIÇÕES DE TRATAMENTO

# Livros Grátis

http://www.livrosgratis.com.br

Milhares de livros grátis para download.



Jean Jefferson Moraes da Silva

## ANÁLISE DE TEXTURA E PROPRIEDADES MAGNÉTICAS EM AÇOS MARAGING 300 E 350 EM VÁRIAS CONDIÇÕES DE TRATAMENTO

Dissertação apresentada ao curso de mestrado acadêmico em Engenharia e Ciência de Materiais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para obtenção do grau de mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Orientador: Hamilton Ferreira Gomes de Abreu

Fortaleza – CE 2005

## Universidade Federal do Ceará Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais

Título do Trabalho: Análise de textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento.

Autor: Jean Jefferson Moraes da Silva

Defesa em: \_\_/\_\_/\_\_\_

Conceito obtido: \_\_\_\_\_\_ Nota obtida: \_\_\_\_\_

Banca examinadora

Prof. D.Sc. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu Orientador

Prof. Ph.D. Carlos Sérgio da Costa Viana

Prof. D.Sc. José Marcos Sasaki

#### AGRADECIMENTOS

À Deus.

Ao professor Hamilton Ferreira Gomes de Abreu pela amizade e orientação técnica

#### **RESUMO**

Aços maraging são ligas Ni-Co-Mo-Ti de ultra-alta resistência e vasta aplicação que vai desde a industria bélica e nuclear até componentes aeronáuticos, vasos de pressão e a industria esportiva. Atua5n04285 0 Td ()Tj25.04285 0 Td (o)T.

#### ABSTRACT

Maraging steels are Ni-Co-Mo-Ti ultra-high resistant steels used in special applications from military and nuclear applications to aircraft components, pressure vessels and sport equipment. Nowadays some investigations have being made in the application of these steels as high resistance magnetic materials. Maraging steels present some advantages when compared to other kinds of steels and alloys. They present extremely high mechanical strength, great conformability in the solution treated state and good capacity of strengthening by aging. The use in histeresys motors is one of the applications why magnetic properties of these steels are being investigated. For this purpose, the material must have, beyond high mechanical strength, typical characteristics of soft or semi-hard magnetic materials. The magnetic properties are presented and discussed with the aim of establishing the best mechanical and heat treatments for magnetic application. Texture analysis were performed and discussed with the aim of presenting the material texture that fits the easiest magnetization direction. The phase quantifications for all different conditions of termomechanical treatment were performed by X-ray diffraction. The results were used to determine the influence of austenite in texture, mechanical strength and magnetic properties of the material. Mechanical properties of the material were estimated by hardening tests. The analysis of the results showed that almost all samples have the same texture components and the <100> easy axes of magnetization are located in the sheet's plane at an angle of 45° to the rolling direction. The magnetic properties showed that all samples have minimum requisites for using in histeresys motors, being the intermediate solution annealed samples the worst condition and the nitrogen cooled samples the best indicated for this kind of application.

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
2.1 Aços Maraging	13
2.2 Textura	17
2.2.1 Métodos de Determinação de Textura	18
2.2.2 Métodos de Representação de Textura	21
2.2.2.1 Matriz de Rotação	21
2.2.2.2 Ângulos e Espaço de Euler	
2.2.2.3 Figuras de Pólo	25
2.2.2.4 Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)	
2.2.2.4.1 Calculo da FDOC	
2.2.2.4.2 Fator de Severidade da Textura	
2.2.3 Fatores que Provocam a Textura	
2.2.3.1 Textura de Deformação	
2.2.3.2 Textura de Recristalização	33
2.3 Quantificação de Fases	
2.4 Propriedades Magnéticas	
2.4.1 Domínios e Histerese	36
2.4.2 Anisotropia Magnética	
3 MATERIAL E MÉTODOS	41
3.1 MATERIAL	41
3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS	42
3.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização	42
3.2.2 Tratamento Térmico de Envelhecimento	43
3.3 LAMINAÇÃO	43
3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E ANÁLISE DE TEXTURA	43
3.4.1 Preparação das Amostras	44
3.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS	44
3.5.1 Medições de Dureza	44
3.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS	45
3.6.1 Preparação dos Corpos de Prova	45
4 RESULTADOS E DISCUSSOES	47
4.1 TEXTURA DE LAMINAÇAO	48
4.2 GRUPO I <sub>M35090Ear</sub>	49
4.2.1 Quantificação de Fases	49
4.2.2 Análise de Textura	50
4.2.3 Propriedades Magnéticas	53
4.2.4 Propriedades Mecânicas	56
4.3 GRUPO II <sub>M30090Ear</sub>	57
4.3.1 Quantificação de Fases	57
4.3.2 Análise de Textura	59
4.3.3 Propriedades Magnéticas	62

4.3.4 Propriedades Mecânicas	64
4.4 GRUPO III <sub>M35080Ear</sub>	65
4.4.1 Quantificação de Fases	64
4.4.2 Análise de Textura	67
4.4.3 Propriedades Magnéticas	70
4.4.4 Propriedades Mecânicas	72
4.5 GRUPO IV <sub>M35090SEar</sub>	73
4.5.1 Quantificação de Fases	73
4.5.2 Análise de Textura	75
4.5.3 Propriedades Magnéticas	78
4.5.4 Propriedades Mecânicas	80
4.6 GRUPO V <sub>M35090EN2</sub>	81
4.6.1 Quantificação de Fases	81
4.6.2 Análise de Textura	83
4.6.3 Propriedades Magnéticas	85
4.6.4 Propriedades Mecânicas	87
5 CONCLUSÕES	89
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	91
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	92

### LISTA DE FIGURAS

FIGURA 01 - Diagrama de equilíbrio Fe-Ni	16
FIGURA 02 - Material sem textura(a), material texturado(b)	20
FIGURA 03 - Representação esquemática da textura (001)[100] (textura de cubo)	21
FIGURA 04 - Posicionamento da amostra no difratômetro na geometria de reflexão	22
FIGURA 05 - Ângulos de Euler, segundo Roe.	26
FIGURA 06 - Ângulos de Euler, segundo Bunge.	26
FIGURA 07 - Representação esquemática do Espaço de Euler	28
FIGURA 08 - Esfera de referência (pólos {100} de um cristal cúbico).	28
FIGURA 09 - Projeção estereográfica	29
FIGURA 10 - Figura de pólo (111) para alumínio laminado a frio com 97% de redução	30
FIGURA 11 - Ábaco de $\varphi_2$ =45° para interpretar FDOCs	31
FIGURA 12 - Ciclo de histerese esquemática para um material ferromagnético.	38
FIGURA 13 - Representação esquemática da parede do domínio magnético.	39
FIGURA 14 - Representação esquemática do processo de saturação	40
FIGURA 15 - Representação esquemática dos tratamentos termomecânicos aplicados às amostras.	42
FIGURA 16 - Esquema do magnetômetro de amostra vibrante EGG-PAR	45
FIGURA 17 - Características dos discos para realização de ensaios magnéticos	45
FIGURA 18 - FDOCs das amostras do aço maraging 350 laminadas com 80% (a) e 90% (b) de redução.	47
FIGURA 19 - Percentual de austenita versus temperatura de envelhecimento	48
FIGURA 20 - Difratogramas em função da temperatura de envelhecimento mostrando a formação da fase austenitica	49
FIGURA 21 - Seções de φ <sub>2</sub> =45° da FDOC das amostras do grupo I <sub>M35090Ear</sub> envelhecidas a 450° (a), 480°C (b), 500°C (c), 600°C (d) e 650°C (e)	C
FIGURA 22 - Fibras $\alpha$ (a), $\gamma$ (b) e $\epsilon$ (c) em função da temperatura de envelhecimento	50
FIGURA 23 - Fator de severidade de textura em função da temperatura de envelhecimento	52
FIGURA 24 - Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento	52
FIGURA 25 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento	53
FIGURA 26 - Quadratura magnética em função da temperatura de envelhecimento	54
FIGURA 27 - Dureza mecânica em função da temperatura de envelhecimento	55
FIGURA 28 - Quantificação da austenita em função da temperatura de envelhecimento	56

FIGURA 29 -	Difratogramas das amostras em função da temperatura de envelhecimento5	6
FIGURA 30 -	Seções de $\varphi_2$ =45° da FDOC das amostras do grupo II <sub>M30090Ear</sub> envelhecidas a 450°C (a), 480°C (b), 500°C (c), 600°C (d) e 650°C (e)	57
FIGURA 31 -	Fibras $\alpha$ (a), $\gamma$ (b) e $\epsilon$ (c) em função da temperatura de envelhecimento5	;7
FIGURA 32 -	Magnetização de saturação versus temperatura de envelhecimento	;9
FIGURA 33 -	Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento6	50
FIGURA 34 -	Quadratura magnética das amostras do grupo $II_{M30090Ear}$ em função da temperatura de envelhecimento	50
FIGURA 35 -	Dureza mecânica das amostras de maraging 300 em função da temperatura de envelhecimento	51
FIGURA 36 -	Percentual de austenita em função da temperatura de envelhecimento para as amostras do grupo III <sub>M35080Ear</sub>	52
FIGURA 37 -	Difratogramas em função da temperatura de envelhecimento para as amostras do grupo III <sub>M35080Ear</sub>	52
FIGURA 38 -	Seções de $\varphi_2$ =45° da FDOC das amostras do grupo III <sub>M35080Ear</sub> envelhecidas a450°C (a), 480°C (b), 500°C (c), 600°C (d) e 650°C (e)6	53
FIGURA 39 -	Fator de severidade de textura versus temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 reduzidas em 80% e 90%	54
FIGURA 40 -	Fibras $\alpha$ (a), $\gamma$ (b) e $\varepsilon$ (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 reduzidas em 80%	54
FIGURA 41 -	Magnetização de saturação versus temperatura de envelhecimento das amostras do grupo III <sub>M35080Ear</sub>	56
FIGURA 42 -	Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento das amostras do grupo III <sub>M35080Ear</sub>	56
FIGURA 43 -	Quadratura magnética das amostras reduzidas em 80% em função da temperatura de envelhecimento	57
FIGURA 44 -	Dureza mecânica versus temperatura de envelhecimento	58
FIGURA 45 -	Difratogramas das amostras com solubilização prévia <i>versus</i> temperatura de envelhecimento	59
FIGURA 46 -	Quantificação da austenita pelo método da comparação direta em função da temperatura de envelhecimento	59
FIGURA 47 -	Seções de $\varphi_2$ =45° da FDOC das amostras do grupo IV <sub>M35090SEar</sub> envelhecidas a 450°C (a), 480°C (b), 500°C (c), 600°C (d) e 650°C (e)7	0'
FIGURA 48 -	Fibras $\alpha$ (a), $\gamma$ (b) e $\varepsilon$ (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 com solubilização prévia ao envelhecimento	0'
FIGURA 49 -	Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento para as amostras do grupo IV <sub>M35090SEar</sub> 7	/2

FIGURA 50 - Força coerciva das amostras do grupo IV <sub>M35090SEar</sub> em função da temperatura de envelhecimento.	73
FIGURA 51 - Quadratura magnética versus temperatura de envelhecimento	73
FIGURA 52 - Dureza mecânica em função da temperatura de envelhecimento	74
FIGURA 53 - Quantificação da austenita em função da temperatura de envelhecimento	75
FIGURA 54 - Difratogramas das amostras resfriadas em nitrogênio <i>versus</i> temperatura de envelhecimento.	76
FIGURA 55 - Seções de $\varphi_2$ =45° da FDOC das amostras do grupo V <sub>M35090EN2</sub> envelhecidas a 450°C (a), 480°C (b), 500°C (c), 600°C (d) e 650°C (e)	76
FIGURA 56 - Fibras α (a), γ (b) e ε (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 resfriadas em nitrogênio	77
FIGURA 57 - Magnetização de saturação das amostras do grupo V <sub>M35090EN2</sub> versus temperatura de envelhecimento.	78
FIGURA 58 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento	79
FIGURA 59 - Quadratura magnética versus temperatura de envelhecimento	79
FIGURA 60 - Dureza mecânica das amostras resfriadas em nitrogênio <i>versus</i> temperatura de envelhecimento.	80

### LISTA DE TABELAS

TABELA 01 - Influência dos elementos de liga nas propriedades dos aços maraging	18
TABELA 02 - Composição química usual dos aços maraging 200, 250, 300 e 350	19
TABELA 03 - Propriedades de difração das radiações utilizadas em medições de textura por difração, a luz está incluída para fins de comparação	22
TABELA 04 - Composição química do aço Maraging classes 300 e 350 em estudo	41
TABELA 05 - Características dos cinco grupos de amostras em estudo	46

## LISTA DE SÍMBOLOS

HRC	Dureza Rockwell C
(hkl)	Índices de Miller para um plano cristalográfico
[uvw]	Índices de Miller para uma direção cristalográfica
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction
MEV	Microscopia ou microscópio eletrônico de varredura
L	Fase liquida
δFe	Solução sólida – ferrita δ
γ	Solução sólida - austenita
α	Solução sólida – ferrita alfa
H <sub>C</sub>	Coercividade magnética ou força coerciva
Br	Remanência magnética
B <sub>s</sub>	Magnetização de saturação
B <sub>r</sub> /B <sub>s</sub>	Quadratura magnética
n	Número inteiro
λ	Comprimento de onda do feixe incidente
d <sub>hkl</sub>	Espaçamento interatômico
θ	Ângulo de Bragg
DL	Direção de laminação
DN	Direção normal à direção de laminação
DT	Direção transversal à direção de laminação
S	Sistema de coordenadas da amostra
С	Sistema de coordenadas cristalino
Cs	Coordenadas do cristal
Cc	Coordenadas da amostra
g	Matriz de orientação
α, β, γ	Ângulos dos eixos cristalinos
X, Y, Z	Eixos macroscópicos
FDOC	Função Distribuição de Orientação Cristalográfica
x', y', z'	Eixos cristalinos
$\psi, \theta, \phi$	Ângulos de Euler segundo Roe
$\phi_{1,}\Phi,\phi_{2}$	Ângulos de Euler segundo Bunge

α	Ângulo Azimutal
β	Ângulo radial
Fibra $\alpha$ , Fibra $\gamma$ , Fibra $\epsilon$	Fibras características para representação de textura
f(g)	Função para cálculo da FDOC
P <sub>lm</sub>	Polinômios de Legendre
Z <sub>lmn</sub>	Polinômios generalizados de Legendre
W <sub>lmn</sub>	Coeficientes da FDOC
W	Função para cálculo da FDOC segundo Roe
$P_l^{mn}$	Generalização das funções associadas de Legendre
$C_l^{mn}$	Coeficientes para cálculo da FDOC
FST	Fator de Severidade de Textura
Ι	Intensidade integrada por unidade de comprimento da linha de difração
Io	Intensidade do feixe incidente
е	Carga do elétron
m	Massa do elétron
с	Velocidade da luz
r	Raio do circulo do difratômetro
А	Área da seção transversal do feixe incidente
ν	Volume da célula unitária
F	Fator de estrutura
р	Fator de multiplicidade
<i>e</i> <sup>-2M</sup>	fator de temperatura
μ	Coeficiente de absorção linear
$C_{\gamma}$	Fração volumétrica da fase austenitica
Ca	Fração volumétrica da fase martensítica
$R_{\gamma}$	Constante para cálculo da quantificação da fase austenitica
$R_{\alpha}$	Constante para cálculo da quantificação da fase martensítica
BCC	Célula unitária Cúbica de Corpo Centrado
Н	Intensidade do campo
В	Densidade de campo
M <sub>S</sub>	Magnetização de saturação
T <sub>c</sub>	Temperatura Curie

POPLA	Los Alamos Texture Software Package
L <sub>máx</sub>	Número máximo de interações para o cálculo da FDOC
Wintex	Software para plotagem das figuras de pólo
I <sub>M35090Ear</sub> , II <sub>M30090Ear</sub> , III <sub>M35080Ear</sub>	Grupos de amostras
IV <sub>M35090SEar</sub> , V <sub>M35090EN2</sub>	Grupos de amostras
HV	Dureza Vickers
$M_i$	Martensita inicial
MFA	Microscópio ou Microscopia de Força Atômica

#### 1. INTRODUÇÃO

Aços maraging são ligas Ni-Co-Mo-Ti de ultra-alta resistência e vasta aplicação que vai desde a industria bélica, nuclear, componentes aeronáuticos, vasos de pressão até a industria esportiva. Atualmente estes aços vêm sendo estudados para utilização em rotores de alta velocidade de motores de histerese.

As grandes vantagens que os aços maraging apresentam em comparação a outros tipos de aços e ligas são de possuir níveis de resistência mecânica extremamente elevados, excelente conformabilidade no estado solubilizado e grande capacidade de endurecer por envelhecimento.

A utilização destes aços em motores de histerese é o motivo pelo qual se estudam suas propriedades magnéticas. Para este fim, o material deve apresentar, além de elevada resistência mecânica, características típicas de materiais magnéticamente macios. As propriedades magnéticas do material são mostradas e discutidas com o objetivo de determinar as melhores condições para utilização do aço nas condições requeridas.

Neste trabalho, análises de textura foram realizadas e discutidas com o objetivo de determinar a textura existente no material bem como sua direção de fácil magnetização. A quantificação das fases martensítica e austenitica para as diferentes condições de tratamento termomecânico foram realizadas por difração de raios-X, através do método de comparação direta com o objetivo de analisar a influência da austenita na textura, resistência mecânica e propriedades magnéticas do material. Ensaios de dureza foram realizados com o objetivo de analisar as propriedades mecânicas do material.

Esta dissertação é de grande relevância para o desenvolvimento da produção de componentes em aço maraging para aplicações magnéticas, pois determina as condições que oferecem as propriedades magnéticas desejadas, além de citar em que direção em relação as dimensões macroscópicas do material estas propriedades podem ser mais facilmente atingidas.

### 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 AÇOS MARAGING

Aços maraging são ligas quaternárias de Ni-Co-Mo-Ti de ultra-alta resistência [1] criados a partir da década de 50 pela companhia internacional de níquel através da combinação entre ferro e níquel na proporção de 75% de ferro e 25% de níquel ou 80% de ferro e 20% de níquel aproximadamente. Estes aços eram endurecidos por precipitação a temperaturas entre 425°C e 510°C. Valores de dureza de até 67 HRC eram então obtidos e boas combinações entre resistência e ductilidade a níveis de dureza de 53-56 HRC eram reportados. Porém estas composições foram abandonadas devido ao seu alto grau de fragilização. Passou-se então a utilizar ligas Ni-Co-Mo com 18% de níquel.

A figura 01 mostra o diagrama de equilíbrio Fe-Ni utilizado para os aços maraging. O diagrama apresenta as fases L (líquido),  $\delta$ Fe (solução sólida – ferrita  $\delta$ ),  $\gamma$  (Fe,Ni) (solução sólida – austenita),  $\alpha$  (solução sólida – ferrita alfa) e FeNi<sub>3</sub> (composto intermetálico). A fase martensítica surge com o resfriamento rápido a partir do campo  $\gamma$ .



FIGURA 01 - Diagrama de equilíbrio Fe-Ni [2].

Os tratamentos térmicos sugeridos para os aços maraging são a solubilização a 815°C por uma hora e o envelhecimento a 480°C por 3 a 6 horas [1], porém isto pode variar de acordo principalmente com o teor de níquel da liga. A taxa de resfriamento não é um fator significante na dureza do material quando da solubilização devido ao alto teor de níquel e baixo teor de carbono que o material possui.

Dentre outras características, os aços maraging podem ser soldados sem pré-aquecimento tanto na condição solubilizado quanto na condição envelhecido. Possui também resistência à fragilização por hidrogênio e à formação de trincas por corrosão sob tensão [1].

Os elementos de liga utilizados nos aços maraging estão diretamente relacionados ao seu mecanismo de endurecimento. Estes elementos podem ser classificados de acordo com sua influência neste endurecimento como fortes (Be, Ti), moderados (Al, Nb, Mn, Mo, Si, Ta, V e W) e fracos (Co, Cu, Zr). As influências dos elementos de ligas nas propriedades dos aços maraging com 18% de níquel são mostradas na tabela 01. A adição de níquel ao ferro garante a estrutura martensítica típica dos aços maraging, o que aumenta a resistência da matriz. Porém, este mesmo níquel promove a redução da resistência da rede cristalina ao movimento das discordâncias e reduz a energia de interação das discordâncias com os átomos intersticiais, o que produz alívio de tensão e, conseqüentemente, reduz a susceptibilidade do aço à ruptura por fragilização. Vale ressaltar que a matriz martensítica formada pode ter microestrutura tanto cúbica de corpo centrado quanto tetragonal de corpo centrado, ambas com baixíssimo teor de carbono. Outra vantagem da estrutura martensítica é a de criar condições favoráveis para a nucleação e distribuição uniforme de compostos intermetálicos, compostos estes que são os grandes responsáveis pela alta resistência mecânica que o aço maraging possui. A formação destes compostos se

Elemento	(%) em peso	Nível presente Efeito	
Níquel	17 – 19	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	$(\downarrow)$ resist. mecânica M <sub>S</sub> ( $\uparrow$ ),produz $\gamma_{resfr.} \rightarrow$ tenacidade e resist. $(\downarrow)$
Cobalto	7 – 9,5	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	<ul> <li>(↓) indiretamente resist. mecânica</li> <li>(↑) resist. (↓) tenacidade</li> </ul>
Molibdênio	3,0 - 5,2	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	<ul> <li>(↓) Resistência mecânica</li> <li>(↑) resist. (↓) tenacidade</li> </ul>
Titânio	0,1 - 0,8	Muito baixo (↓) Muito alto (↑)	<ul><li>(↓) resistência mecânica</li><li>(↓) tenacidade</li></ul>
Alumínio	0,05 - 0,15	Muito alto (†)	$(\uparrow)$ resist. $(\downarrow)$ tenacidade
Boro e	Teores muito		Retardam a aglomeração de carbonetos
Zircônio	baixos		nos contornos de grão
Carbono	0,03 máx	Muito alto (†)	Forma carbonetos grosseiros no bruto de fusão e partículas finas no contorno do grão que são redissolvidas durante o tratamento térmico. (↓) resist. (↓) tenacidade
Cálcio	0,05	Desoxidante	
Oxigênio	Residual	Muito alto ( $\uparrow$ )( $\downarrow$ ) tenacidade	
Enxofre	0,01 máx	Muito alto ( $\uparrow$ )Forma-se TiS( $\downarrow$ ) tenacidade ( $\downarrow$ ) duct. quente	
Silício	0,1 máx	Muito alto ( $\uparrow$ )( $\downarrow$ ) tenacidade	
Manganês	0,3 máx	Muito alto (↑)	(↓) tenacidade

TABELA 01 - Influência dos elementos de liga nas propriedades dos aços maraging [3].

Os aços maraging são utilizados em aplicações que vão desde a indústria bélica, nuclear, componentes aeronáuticos, vasos de pressão até a indústria esportiva. São classificados em função da sua tensão de ruptura (em Klb/pol<sup>2</sup>) em algumas classes como 200, 250, 300 e 350 entre outras de maior resistência. Porém apenas as classes 300 e 350 foram utilizadas neste

Г

estudo. A tabela 02 mostra a composição química usual das quatro classes de aços maraging anteriormente citadas.

	Elemento-(%peso)				
Classe	Ni (%)	Co (%)	Mo (%)	Ti (%)	Al (%)
M 200	17 - 19	8,0 - 9,0	3 - 3,5	0,15 - 0,25	0,05 - 0,15
M 250	17 - 19	7 - 8,5	4,6 - 5,2	0,3 - 0,5	0,05 - 0,15
M 300	17 - 19	8,5 - 9,5	4,6 - 5,2	0,5 - 0,8	0,05 - 0,15
M 350	17,5 - 18,5	12 - 12,5	3,8 - 4,6	1,4 - 1,7	0,1 - 0,15

TABELA 02 - Composição química usual dos aços maraging 200, 250, 300 e 350 [1].

A aplicação de interesse dos aços maraging neste trabalho se dá em rotores de motores de histerese. A aplicabilidade deste aço neste tipo de operação é adequada devida a excelente relação entre boas propriedades magnéticas e alta resistência mecânica que este apresenta. Segundo Belozerov [4], a força coerciva (H<sub>c</sub>) deve ser próxima ao campo de excitação do estator, sua indução de saturação (B<sub>s</sub>) e remanência magnética (B<sub>r</sub>) devem ser altas em campos tão baixos quanto de 20-60 A/cm e a quadratura magnética  $B_r/B_s$  deve ser de pelo menos 0,7 ou 0,8.

#### 2.2 TEXTURA

Em materiais cristalinos, a distribuição dos grãos (cristais), na maioria das vezes se dá em direções preferenciais. Quando isso ocorre, pode-se dizer que o material possui textura como mostrado na figura 02b, ou seja, a textura pode ser definida como a forma de distribuição das orientações dos cristais constituintes do material metálico. Logo, um material no qual a distribuição dos grãos se dá de forma aleatória pode ser considerado sem textura como mostrado abaixo na figura 02a.



FIGURA 02 - Material sem textura (a), material texturado (b).

A textura cristalográfica é um fator que está diretamente relacionado a anisotropia de propriedades do material. Quando um material possui uma orientação preferencial das direções cristalográficas, algumas de suas propriedades físicas tais como módulo de elasticidade, condutividade elétrica e índice de refração podem ter valores diferentes em algumas direções [5]. A importância prática de se estudar a textura cristalográfica está no fato de se poder obter melhor utilização do material como função das direções nas quais se obtém as melhores propriedades físicas do material.

Vale a pena ressaltar que a textura não se refere a forma dos grãos, mas sim a forma como a rede cristalina desses grãos é arranjada esp 99ET j 5.16293e0/ifrde(iii)E ja5p3/d326e0/i7dih(a;3k)is4grãa35f8 0 Td () A textura cristalográfica em um material hipotético (uma chapa, por exemplo) pode ser representada por dois índices, um correspondendo ao plano (hkl) e o outro correspondendo a direção [uvw]. De acordo com esta notação, o plano cristalográfico (hkl) se encontra paralelo ao plano da chapa e a direção [uvw] é a direção paralela à direção de laminação. Tomando como exemplo o caso de uma chapa com textura (001) [100], tem-se a maioria dos cristais possuindo o plano cristalográfico (001) paralelo ao plano da chapa e a direção [001] paralela à direção de laminação. Essa textura é considerada ideal para materiais ferromagnéticos e denominada textura de cubo.



FIGURA 03 - Representação esquemática da textura (001)[100] (textura de cubo).

#### 2.2.1 Métodos de Determinação de Textura

A análise de textura cristalográfica de um material pode ser dividida em dois grandes grupos: microtextura e macrotextura. Uma das técnicas, senão a mais conhecida, de análise de microtextura se dá através do uso da difração de elétrons retro-espalhados ou EBSD ("Electron Back Scatter Diffraction") associado à microscopia eletrônica de varredura (MEV). Esta técnica possui como vantagem a determinação da orientação individual de cada grão de modo muito rápido, porém, a análise por EBSD é limitada por alguns fatores. Além de exigir uma excelente preparação metalográfica do material, dentre outros fatores, a redução de laminação sofrida pelo material determina a não utilização desta técnica neste trabalho, já que as amostras estudadas possuem 80% ou 90% de redução por laminação e a técnica de EBSD permite a análise de amostras com redução de laminação de até 40%.

Outras formas bastante utilizadas de determinação de textura são a difração de raios-x e difração de nêutrons. Estas técnicas analisam a macrotextura do material, ou seja, são medidas frações volumétricas do material associadas a uma dada orientação cristalográfica, a partir da intensidade que difratam [6]. A tabela 03 ilustra algumas propriedades de várias radiações que são comumente utilizadas em análises de textura. A determinação de que tipo de radiação deverá ser utilizada depende da relação entre o comprimento de onda da radiação utilizada e o espaçamento interatômico do material.

	Tipo de radiação			
Propriedade	Luz	Nêutrons	Raios-x	Elétrons
Comprimento de				
onda (nm)	400 - 700	0,05 - 0,3	0,05 - 0,3	0,001 - 0,01
Energia (eV)	1	10-2	$10^{4}$	10 <sup>5</sup>
Carga (C)	0	0	0	$-1,602 \times 10^{-19}$
Penetração (mm)	-	10 - 100	0,01 – 0,1	10 <sup>-3</sup>

TABELA 03 – Propriedades de difração das radiações utilizadas em medições de textura por difração, a luz está incluída para fins de comparação [7].

A técnica utilizada neste trabalho foi a difração de raios-x, devido ao fato de que a profundidade da penetração deste tipo de radiação já é suficiente para o material em questão. Nesta técnica o corpo-de-prova é posicionado em um difratômetro de tal forma que o sistema de coordenadas macroscópicas do corpo coincida com o sistema de coordenadas cristalográficas de acordo com a figura 04.



FIGURA 04 - Posicionamento da amostra no difratômetro na geometria de reflexão [7].

Desta forma o feixe de raios-x, ao incidir sobre a amostra, se desvia de determinados ângulos devido a reflexão que ocorre em certos planos cristalográficos. Esta reflexão obedece a lei de Bragg definida por:

$$n\lambda = 2d_{hkl}sen\theta \qquad \qquad 2.1$$

Onde *n* é um número inteiro,  $\lambda$  é o comprimento de onda do feixe incidente,  $d_{hkl}$  é o espaçamento interatômico e  $\theta$  é o ângulo de Bragg. Porém, para que a difração ocorra, três condições devem ser obedecidas [7]:

- Deve existir um arranjo atômico ordenado, ou seja, a amostra não deve ser amorfa;
- A radiação deve ser monocromática;
- O comprimento de onda da radiação utilizada deve ser da mesma ordem de magnitude (ou menor) que o espaçamento interatômico do material.

Através de uma varredura feita sobre a amostra, é possível determinar quais planos possuem maior intensidade de raios refletidos. Por exemplo, se o dispositivo indicar para uma dada posição da amostra uma elevação da intensidade de raios refletidos, significa que a amostra possui muitos planos (hkl) em condições de provocar esta reflexão ou que os elementos que compões esses planos possuem um poder de espalhamento maior.

#### 2.2.2 Métodos de Representação de Textura

#### 2.2.2.1 Matriz de Rotação

Para especificar uma orientação no material, faz-se necessário fixar um método para relacionar o sistema de coordenadas macroscópico da amostra com o sistema de coordenadas microscópico do cristal. Neste caso vamos trabalhar apenas com coordenadas cartesianas e que obedeçam à regra da mão direita.

Os eixos do sistema de coordenadas da amostra  $S=\{s_1s_2s_3\}$  são escolhidos de acordo com superfícies e direções importantes associadas com o formato externo da amostra. Para o caso de amostras laminadas, que é o nosso caso, as direções escolhidas são a direção de laminação (DL), a direção normal ao plano de laminação (DN) e a direção transversal à direção de laminação (DT) conforme indicado na figura 04. O segundo sistema de coordenadas a ser escolhido é o sistema de coordenadas cristalino  $C=\{c_1c_2c_3\}$  que é especificado pelas direções do cristal. Em sistemas cúbicos é conveniente escolher este sistema de coordenadas coincidindo com os eixos [100], [010] e [001] que são ortogonais.

Tendo sido escolhidos os sistemas de coordenadas, uma orientação pode ser definida como a posição do sistema de coordenadas cristalino em relação ao sistema de coordenadas macroscópico da amostra, ou seja:

$$C_c = g \cdot C_s \tag{2.2}$$

Onde  $C_c$  e  $C_s$  são o sistema de coordenadas do cristal e da amostra respectivamente e g é a orientação. A orientação g pode ser expressa de várias formas, porém a mais comum é a matriz de rotação ou matriz de orientação. A matriz de orientação é uma matriz quadrada de nove elementos dada por:

$$g = \begin{pmatrix} \cos_{\alpha 1} & \cos_{\beta 1} & \cos_{\gamma 1} \\ \cos_{\alpha 2} & \cos_{\beta 1} & \cos_{\gamma 1} \\ \cos_{\alpha 3} & \cos_{\beta 1} & \cos_{\gamma 1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix}$$
2.3

Onde  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\gamma$  são os ângulos que cada um dos três eixos cristalinos [100], [010] e [001] formam com os eixos macroscópicos X, Y e Z.

Tendo sido definida a matriz de rotação, deve-se agora escolher o método através do qual a orientação (textura) será representada. Dentre os vários métodos disponíveis (espaço de Rodrigues, espaço de Euler, par ângulo/eixo, etc) o espaço de Euler foi o escolhido neste trabalho.

### 2.2.2.2 Ângulos e Espaço de Euler

Os ângulos de Euler referem-se as três rotações que, quando realizadas na seqüência correta, transformam o sistema de coordenadas da amostra no sistema de coordenadas cristalino [7].

## ANALISE DE TEXTURA E PROPRIEDA



FIGURA 05 - Ângulos de Euler, segundo Roe.



FIGURA 06 - Ângulos de Euler, segundo Bunge.

Seguindo a formulação de Bunge, as três rotações podem ser descritas na forma de três matrizes, a serem:

$$g_{\varphi 1} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_{1} & sen \varphi_{1} & 0 \\ -sen \varphi_{1} & \cos \varphi_{1} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$g_{\Phi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & sen \Phi \\ 0 & -sen \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}$$

$$g_{\varphi 2} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_{2} & sen \varphi_{2} & 0 \\ -sen \varphi_{2} & \cos \varphi_{2} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$
2.5

Através da multiplicação das três matrizes, em ordem, é obtida uma expressão que relaciona a matriz de rotação aos ângulos de Euler:

$$g = g_{\varphi 2} \cdot g_{\Phi} \cdot g_{\varphi 1} \tag{2.8}$$

Os elementos da matriz de rotação em termos dos ângulos de Euler são então dados por:

$$g = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1 \cdot \cos\varphi_2 - sen\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 \cdot \cos\Phi & sen\varphi_1 \cdot \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 \cdot \cos\Phi & sen\varphi_2 \cdot sen\Phi \\ -\cos\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 - sen\varphi_1 \cdot \cos\varphi_2 \cdot \cos\Phi & -sen\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cdot \cos\varphi_2 \cdot \cos\Phi & \cos\varphi_2 \cdot sen\Phi \\ sen\varphi_1 \cdot sen\Phi & -\cos\varphi_1 \cdot sen\Phi & \cos\Phi \end{pmatrix} 2.9$$

Qualquer orientação g expressa em termos dos ângulos de Euler pode ser representada como um ponto num sistema de coordenadas tri-dimensional cujos eixos são dados pelos três ângulos de Euler como mostrado na figura 07. Este espaço é denominado espaço de Euler e será utilizado ao longo de toda esta dissertação.



FIGURA 07 - Representação esquemática do Espaço de Euler [9].

#### 2.2.2.3 Figuras de Pólo

A direção de qualquer vetor tri-dimensional em um cristal, ou seja, uma direção cristalográfica ou uma reta normal a um plano cristalino pode ser descrita como um ponto numa esfera de referência unitária, que é uma esfera de raio 1 definida ao redor de um cristal [7] como mostrado na figura 08. A partir disso podemos definir a figura de pólo como um mapa de distribuição estatística de determinadas famílias de planos {hkl} de uma amostra policristalina. O método de construção de figuras de pólo se dá através de uma projeção estereográfica que pode ser definida como um meio de representação de relações angulares tri-dimensionais em duas dimensões.



FIGURA 08 - Esfera de referência (pólos {100} de um cristal cúbico) [8].

A projeção estereográfica provém de uma projeção esférica onde devemos assumir um cristal no centro de uma esfera imaginária (esfera de referência), fazendo coincidir o centro da esfera com o centro do cristal. A partir do centro, retas normais são traçadas até as faces do cristal e extendidas até a superfície da esfera, como também é mostrado na figura 08. Os pontos de interseção das retas com a superfície da esfera são denominados pólos das faces e constituem a projeção esférica do cristal.

A partir da projeção esférica temos a projeção estereográfica representada na figura 09 onde o ponto P é a projeção esférica de um pólo do cristal representado em C. Tendo como ponto de projeção o ponto B, temos que o ponto P' é a projeção estereográfica do pólo P. Esta projeção estereográfica pode ser representada tanto no plano N'W'S'E' quanto no plano NWSE.



FIGURA 09 - Projeção estereográfica [10].

Uma figura de pólos é formada por curvas de nível fechadas com indicação de valores de intensidades também chamadas de curvas de isovalor, ou seja, curvas que representam um

conjunto de pontos de igual intensidade. A figura 10 mostra um exemplo de figura de pólo (111) para alumínio laminado à frio com 97% de redução com a definição dos ângulos azimutal ( $\alpha$ ) e radial ( $\beta$ ) que são ângulos de rotação da amostra a partir dos quais é plotada a figura de pólo.



FIGURA 10 - Figura de pólo (111) para alumínio laminado a frio com 97% de redução.

A descrição de texturas através de figuras de pólo diretas é amplamente utilizada, porém, as informações contidas nestas figuras são incompletas, já que representam apenas os planos (hkl) difratados pelo material.

#### 2.2.2.4 Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)

Uma descrição completa da textura deve informar a distribuição das orientações dos cristais dadas, ou seja, um plano e uma direção (hkl)[uvw], e a fração volumétrica de cada orientação presente. Esta descrição completa da textura pode ser obtida com o auxílio da Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC). A FDOC especifica a freqüência de ocorrências de (ou probabilidade de encontrar) determinadas orientações (hkl)[uvw] em uma determinada amostra do material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura é igual a unidade [6]. A orientação de um cristal, na FDOC, é definida no espaço de Euler através da plotagem dos três ângulos de Euler anteriormente vistos.

É usual apresentar a textura de aços austeníticos usando as seções de  $\varphi_1=0^\circ$  e  $\varphi_1=90^\circ$ . Já para aços ferríticos ou martensíticos (caso em estudo) utiliza-se apenas a seção de  $\varphi_2=45^\circ$  já que ela contém os planos e direções importantes para análise desses materiais. Esta forma de

representação da textura é bastante útil quando se comparando genericamente texturas de diferentes amostras. No entanto, quando se necessita comparar com mais precisão diferentes texturas, a plotagem da função f(g) em função de apenas um ângulo é mais adequada. Para facilitar as análises das FDOCs plotadas, no caso de aços de estrutura cúbica de corpo centrado, utilizam-se três fibras características (também mostradas na figura 07):

- a) Fibra α Família de direções <110> paralela à direção de laminação (DL), abrangendo de {001}<110> a {111}<110>.
- b) Fibra  $\gamma$  família de planos {111} paralela à direção normal ao plano da chapa (DN), abrangendo de {111}<110> a {111}<112>, no ábaco esta fibra localiza-se em  $\Phi$ =54,7°;
- c) Fibra ε Família de direções <110> paralela à direção transversal à direção de laminação
   (DT), abrangendo de {001}<110> a {110}<001>

A Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas f(g) é normalmente representada graficamente por seções de  $\varphi_2$  constante (para aços martensíticos) com curvas de nível de isovalor. Estas figuras de FDOC são interpretadas através da comparação com ábacos existentes e particulares para cada valor de  $\varphi_2$  como o que é apresentado a seguir:



#### 2.2.2.4.1 Calculo da FDOC

A Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica f(g) é a ferramenta que, diferentemente das figuras de pólo, nos dá uma avaliação quantitativa da textura do material. Esta função não pode ser diretamente medida, mas necessita ser calculada a partir dos dados da figura de pólo original. Vale ressaltar que o calculo da FDOC não pode ser determinado a partir de apenas uma figura de pólo, mas necessita de pelo menos 3 a 4 delas no caso de materiais de estrutura cúbica. No caso deste trabalho foram utilizadas 3 figuras de pólo para cada calculo de FDOC apresentado.

O calculo da FDOC nada mais é que a inversão da figura de pólo. Matematicamente falando, a FDOC é a resolução da equação fundamental da textura descrita abaixo:

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \cdot \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \qquad 2.10$$

Onde  $\gamma = \{\alpha, \beta\}$  e  $g = \{\psi, \theta, \phi\}$ .

Alguns métodos podem ser utilizados para resolver a equação anterior, nesta dissertação nos atearemos a resolvê-la pelo método da expansão em série, também chamado método harmônico devido à utilização de funções esféricas harmônicas.

Seja dV a fração do volume V que possui grãos com orientação  $(\psi, \theta, \phi)$  segundo Roe dentro do intervalo  $(d\psi, d\theta, d\phi)$ , a Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica f(g) pode ser definida como:

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{8\pi^2} w(\psi, \theta, \phi) sen \theta. d\theta. d\psi. d\phi \qquad 2.11$$

A FDOC para materiais de estrutura cúbica de corpo centrado pode ser calculada através de três figuras de pólo diretas. As figuras de pólo devem ser normalizadas e podem ser representadas pela função  $q(\alpha,\beta)$  mostrada abaixo. O calculo da FDOC tanto pelo método de Roe quanto de Bunge consiste em aproximar essas funções por somatório de séries tais que:

$$q(\alpha,\beta) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-1}^{l} Q_{lm} P_{lm} \cos(\alpha) \exp(-im\beta)$$
 2.12

Onde  $P_{lm}$  são polinômios de Legendre. A expressão proposta por Roe para a função w ( $\psi$ ,  $\theta$ ,  $\phi$ ) é:

$$w(\psi, \theta, \phi) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-1}^{1} \sum_{n=-1}^{1} W_{lmn} Z_{lmn} \cos \theta \exp(-im\psi) \exp(-in\phi)$$
 2.13

onde  $Z_{lmn}$  são os polinômios generalizados de Legendre e  $W_{lmn}$  são coeficientes da FDOC e dependem do material e tratamentos termomecânicos aplicados

A função  $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  proposta por Bunge equivalente à função  $w(\Psi, \theta, \phi)$  é dada por:

$$f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l=1}^{n+1} \sum_{l=-1}^{n+1} C_l^{mn} e^{im\varphi_2} P_l^{mn}(\Phi) e^{in\varphi_1}$$
 2.14

onde  $P_l^{mn}(\phi)$  é uma generalização das funções associadas de Legendre e os coeficientes  $C_l^{mn}$  são equivalentes aos coeficientes  $W_{lmn}$  propostos por Roe.

#### 2.2.2.4.2 Fator de Severidade da Textura

O Fator de Severidade da Textura (FST), proposto por Kallend [11], é outro parâmetro importante na definição da textura. Ele consiste no desvio padrão médio da FDOC em relação a uma amostra sem textura. O FST é definido pela expressão:

$$(FST)^{2} = 4\sqrt{2}\pi^{2} \left\{ \sum_{l=1}^{\infty} \sum_{m=-ln=-1}^{+1} \sum_{m=-ln=-1}^{+1} W_{lmn}^{2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$
2.15

O valor de FST é zero para uma amostra sem textura, ou seja, com uma distribuição aleatória de grãos, e aumenta quanto mais texturado for o material.

#### 2.2.3 Fatores que Provocam a Textura

A textura cristalográfica depende de alguns fatores tais como o tipo de processamento termomecânico sofrido pelo material. De acordo com o tipo de processamento termomecânico, as texturas finais obtidas podem ser classificadas como: textura resultante da solidificação, textura resultante da deformação e textura de recristalização.

As texturas de interesse para este trabalho são as texturas de deformação e texturas de recristalização.

#### 2.2.3.1 Textura de Deformação

Com a deformação plástica, a rede cristalográfica adquire uma orientação preferencial, e surge a textura de deformação. A textura de deformação depende do tipo e das condições do tratamento de deformação, em particular do modo principal de deformação. Depende também do tipo de rede cristalográfica e da energia de falha de empilhamento.

A textura de laminação caracteriza-se por planos e direções cristalográficas paralelos ao plano e à direção de laminação.

Para a maioria das aplicações dos materiais magnéticos, o material como laminado a frio não tem utilização prática. Sendo assim a textura de deformação é importante apenas como um passo intermediário para a textura de recristalização [8].

#### 2.2.3.2 Textura de Recristalização

A partir de determinada temperatura de recozimento do metal deformado a frio, há uma forte modificação na microestrutura do material, ocorrendo um processo denominado recristalização primária por nucleação e crescimento. Existem três possibilidades para a textura de recristalização primária de um material:

- a) A textura de recristalização é a mesma textura de deformação;
- b) A textura de recristalização é influenciada pela textura de deformação. Há um processo de nucleação e/ou crescimento orientado, o qual depende da textura de deformação;
c) Os grãos após recristalização são orientados de maneira aleatória apesar de uma textura de deformação antes do recozimento que permitiu a recristalização.

O caráter e o grau de perfeição da textura de recristalização primária dependem não só da textura de deformação, mas também do tipo de tratamento de deformação, do grau e temperatura da última deformação ocorrida no material, da temperatura e do tempo do ultimo recozimento ocorrido no material, do grau de deformação intermediário, da temperatura de recozimento intermediário, da composição, das impurezas, entre outros [8].

### 2.3 QUANTIFICAÇÃO DE FASES

A quantificação de fases foi realizada através do método da comparação direta sugerido por Cullity [10]. Este método é válido e bastante utilizado para materiais bifásicos. A quantificação de fases através da difração de raios-x, de forma geral, se baseia no fato de que a intensidade dos padrões de difração de uma fase em particular em uma mistura de fases depende da concentração daquela fase na mistura. A relação entre a intensidade e a concentração da fase geralmente é não-linear, desde que a intensidade da difração depende muito do coeficiente de absorção da mistura, e isto varia de acordo com a concentração.

Partindo da equação para a intensidade difratada por uma amostra de pó monofásica, temos:

$$I = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^4}\right) \left(\frac{\lambda^3 \cdot A}{32\pi r}\right) \frac{1}{v^2} \left(\left|F\right|^2 p\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{sen^2 \theta \cos \theta}\right)\right) \left(\frac{e^{-2M}}{2\mu}\right)$$
2.16

Onde I é a intensidade integrada por unidade de comprimento da linha de difração, I<sub>0</sub> é a intensidade do feixe incidente, *e* e m são a carga e a massa do elétron, c é velocidade da luz,  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação incidente, r é o raio do circulo do difratômetro, A é a área da seção transversal do feixe incidente, v é o volume da célula unitária, F é o fator de estrutura, p é o fator de multiplicidade,  $\theta$  o ângulo de Bragg,  $e^{-2M}$  é o fator de temperatura e  $\mu$  o coeficiente de absorção linear.

Assumindo que o material possui apenas duas fases, martensita e austenita, o problema resume-se então em determinar a composição da mistura quando as duas fases têm a mesma composição, mas estruturas cristalinas diferentes. Façamos então a seguinte consideração:

$$K = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^4}\right) \left(\frac{\lambda^3 \cdot A}{32\pi r}\right)$$
 2.17

$$R = \frac{1}{v^2} \left( \left| F \right|^2 p \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{sen^2 \theta \cos \theta} \right) \right) \left( \frac{e^{-2M}}{2\mu} \right)$$
 2.18

A intensidade integrada é então dada por:

$$I = \frac{K \cdot R}{2\mu}$$
 2.19

Onde K é uma constante que independe do ângulo de reflexão, da estrutura e da composição das fases.

A intensidade integrada para as fases austenítica ( $\gamma$ ) e martensítica ( $\alpha$ ) são dadas por:

$$I_{\gamma} = \frac{K \cdot R_{\gamma}}{2\mu_m} C_{\gamma}$$
 2.20

$$I_{\alpha} = \frac{K \cdot R_{\alpha}}{2\mu_m} C_{\alpha}$$
 2.21

Sendo que  $C_{\gamma}$  e  $C_{\alpha}$  são as frações volumétricas das duas fases em questão,  $\mu_m$  é o coeficiente de absorção linear da mistura e  $R_{\gamma}$  e  $R_{\alpha}$  dependem de fatores já descritos no inicio desta seção.

Dividindo-se as equações 2.20 e 2.21 membro a membro, temos:

$$\frac{I_{\gamma}}{I_{\alpha}} = \frac{R_{\gamma}C_{\gamma}}{R_{\alpha}C_{\alpha}}$$
 2.22

Pode-se encontrar o valor de  $C_{\gamma}/C_{\alpha}$  medindo a intensidade integrada de uma reflexão de cada fase e calculando os valores de  $R_{\gamma}$  e  $R_{\alpha}$ . Uma vez obtido o valor da razão  $C_{\gamma}/C_{\alpha}$ , o valor de  $C_{\gamma}$  pode ser obtido através da equação:

$$C_{\gamma} + C_{\alpha} = 1 \tag{2.23}$$

### 2.4 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Os materiais magnéticos são classificados em algumas categorias, dentre elas os materiais ferromagnéticos, paramagnéticos e diamagnéticos. Os aços maraging fazem parte da família dos materiais ferromagnéticos por possuírem um momento magnético permanente na ausência de um campo externo e manifestarem magnetizações muito grandes e permanentes [5]. Essas características são exibidas pelos metais de transição ferro (como ferrita  $\alpha$  BCC), cobalto, níquel e alguns dos metais terras-raras, como o gadolínio [5].

#### 2.4.1 – Domínios e Histerese

Quando sujeitos a um campo magnético externo H, os materiais ferromagnéticos apresentam dois fenômenos peculiares: saturação e histerese. Estes fenômenos podem ser observados na figura 12 que também mostra as propriedades  $H_c$ ,  $B_r$  e  $B_s$ .



FIGURA 12 - Ciclo de histerese esquemática para um material ferromagnético [5].

O fenômeno da saturação ocorre quando, aplicado o campo externo H, o valor da indução magnética B (ou M) cresce e se aproxima de um limite finito, denominado magnetização de saturação ( $M_s$ ). A partir deste valor se esgota a capacidade do material de concentrar linhas de fluxo. A indução magnética B representa a magnitude da força do campo interno no interior de uma substância que é submetida a um campo H [5]. O valor de B correspondente à magnetização de saturação é chamado indução de saturação ( $B_s$ ). A relação existente entre B e H é dada por:

$$B = \mu.H \tag{2.24}$$

Onde a constante de proporcionalidade  $\mu$  representa a permeabilidade magnética, uma característica intrínseca do material.

O fenômeno de histerese ocorre quando, a partir da saturação, a medida que o campo H é reduzido pela reversão da direção do campo, a curva não retorna seguindo seu trajeto original, ou seja, o campo B se defasa em relação ao campo H que é aplicado ou diminui a uma taxa mais baixa [5]. Ao atingir zero no valor do campo H, existe um campo B residual que é chamado de remanência ou  $B_r$ ; o material permanece magnetizado na ausência de um campo externo. O campo H necessário para que o valor da indução magnética B atinja o valor zero é denominado força coerciva ( $H_c$ ) e representa a dureza magnética do material.

O processo de magnetização e o fenômeno de histerese podem ser melhor entendidos através dos movimentos das paredes dos domínios magnéticos. Qualquer material ferromagnético que se encontre abaixo da temperatura Curie ( $T_c$ ) pode ser dividido em pequenas regiões em seu interior da ordem de  $10^{-9}$  cm<sup>2</sup> denominadas domínios magnéticos. Em cada uma destas regiões existe o alinhamento mutuo de todos os momentos de dipolo magnéticos na mesma direção. Os domínios magnéticos são separados por fronteiras denominadas paredes do domínio através das quais a direção de magnetização varia gradualmente como mostrado na figura 13.



FIGURA 13 - Representação esquemática da parede do domínio magnético [5].

A medida que um campo H é aplicado, os domínios mudam de forma e de tamanho mediante o movimento dos contornos do domínio. Os domínios que estão orientados em direções favoráveis em relação ao campo aplicado crescem a custa daqueles que estão orientados de maneira desfavorável. Este processo prossegue até que a amostra toda se torne um único domínio. A saturação ocorre no momento em que este domínio, através de rotação, torna-se orientado com o campo H como mostrado na figura 14. Acompanhando o ciclo, a histerese ocorre quando um campo contrário de magnitude  $-H_c$  é aplicado. O processo ocorre agora no sentido inverso com a rotação do único domínio existente na direção do novo campo. Em seguida, domínios que possuem momentos magnéticos alinhados com o novo campo se formam e crescem a custa dos domínios originais [5]. A resistência ao movimento de paredes de domínio em resposta ao aumento do campo magnético na direção oposta é a grande responsável pelo fenômeno de histerese.



FIGURA 14 - Representação esquemática do processo de saturação [5].

### 2.4.2 – Anisotropia Magnética

Alguns materiais exibem diferentes valores de uma propriedade em diferentes direções cristalográficas. Em se tratando de propriedades magnéticas, este fenômeno é denominado anisotropia magnética. Considerando-se um monocristal isolado, percebe-se que este possui uma maior ou menor tendência a magnetizar-se de acordo com a direção cristalina na qual o campo é aplicado. Este é um fator de grande importância neste trabalho já que deseja-se descobrir, através de análises de textura, em que direções em relação a textura existente no material se encontram as direções de fácil magnetização do ferro e níquel que são os principais componentes dos aços maraging. Vale ressaltar que as direções de fácil magnetização do ferro e do níquel são as famílias de direções <100> e <111> respectivamente.

A anisotropia magnética de um material pode ser mensurada através dos valores de quadratura magnética apresentados por este. Segundo Belozerov [4], para que possa ser utilizado em rotores de motores de histerese, o material deve possuir valores de quadratura magnética de no mínimo 0,7 ou 0,8. A quadratura magnética é dada pela razão  $B_r/B_s$  cujos valores variam de 0 a 1 sendo que quanto mais próximo de 1 mais anisotrópico será o material. Abreu [8] sugere o valor de quadratura magnética mínimo de 0,8 para que o material seja considerado anisotrópico.

# **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

## **3.1 MATERIAL**

O material utilizado no presente trabalho foi o aço maraging nas classes 300 e 350. A composição química do material em questão é apresentada na tabela 04.

		Elemento-(%peso)							
Classe	Ni	Со	Mo	Ti	Al	С	Mn	Fe	
M 300	17,86	9,31	4,96	0,79	0,14	0,01	0,01	Bal.	
M 350	19,77	10,74	4,7	1,47	0,98	0,073	0,01	Bal.	

TABELA 04 – Composição química do aço Maraging classes 300 e 350 em estudo.

### 3.2 TRATAMENTOS TÉRMICOS

## 3.2.1 Tratamento Térmico de Solubilização

Os tratamentos térmicos de solubilização foram realizados em dois momentos a 870 °C  $\pm$  5 °C por um tempo de 1 hora em forno tipo mufla e com resfriamento em água obtendo assim uma matriz martensítica. Num primeiro momento a solubilização foi aplicada com o objetivo de tornar o material mais maleável para que o mesmo pudesse sofrer maiores reduções durante a laminação a frio. A segunda solubilização foi realizada apenas em algumas amostras de aço maraging 350 reduzidas em 90% logo após a etapa de laminação. A figura 15 apresenta os tratamentos termomecânicos aplicados às amostras (os números entre parênteses representam a quantidade de amostras).



FIGURA 15 – Representação esquemática dos tratamentos termomecânicos aplicados às amostras.

#### 3.2.2 Tratamento Térmico de Envelhecimento

Os tratamentos térmicos de envelhecimento por precipitação foram realizados a 450°C, 480°C, 500°C, 600°C e 650 °C em forno tipo mufla durante 1 hora com resfriamento ao ar e em  $N_2$ . Cabe mencionar que, ao contrário da solubilização, o envelhecimento foi aplicado a todas as amostras em uma das temperaturas anteriormente citadas.

## 3.3 LAMINAÇÃO

A laminação ocorreu em dois momentos durante o processo. Num primeiro momento deu-se a quente com o objetivo único de tornar a amostra menos espessa para que esta pudesse ser trabalhada a frio. Posteriormente, após a primeira etapa de solubilização, as amostras foram laminadas a frio em passos sucessivos num laminador laboratorial sofrendo reduções de 90% para a classe 300 e de 80% e 90% para a classe 350.

## 3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E ANÁLISE DE TEXTURA

As difrações de raios-X e análises de textura foram realizadas num difratômetro PHILLIPS<sup>®</sup> modelo X'PERT PRO da Universidade Federal do Ceará (UFC) com fonte de radiação Cok de comprimento de onda =1,7890 sem monocromador. O intervalo angular 2 utilizado para a difração em todas as amostras foi de 40°-115°. As medições foram realizadas a temperatura ambiente no modo contínuo de varredura. O passo angular utilizado foi de 0,02° por varredura e o tempo de contagem foi de 3 segundos. A configuração utilizada tanto para a difração quanto para a análise de textura foi a ATC-3 sendo que somente durante a difração foi aplicado o modo de oscilação linear de 5 mm na amostra. A tensão e corrente utilizadas nas medições foram 40 KV e 40 mA respectivamente. Foi utilizado o filtro de ferro para o feixe incidente.

Três figuras de pólo (111), (200) e (220) para a fase martensítica foram medidas Os parâmetros de medida foram:  $\alpha$  variando de 0° a 80° com "step" de 5°;  $\beta$  variando de 0° a 360° com "step" de 5° e 3 segundos de constante de tempo por passo. A Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC) foi calculada usando o programa POPLA (Los Alamos texture software package) a partir destas três figuras de pólo usando o método da expansão em série ou método harmônico com L<sub>max</sub>=22. A correção de Background foi medida no próprio equipamento e a de Defocusing foi calculada utilizando o programa WinTex.

#### 3.4.1 Preparação das Amostras

Logo após a laminação as amostras foram cortadas em formato retangular com disco de corte apropriado nas dimensões mínimas de 10 x 15 mm. Após a aplicação dos tratamentos térmicos, as amostras foram lixadas progressivamente em lixas d'água de granulometrias 220, 320, 400 e 600 até que fosse atingida a meia espessura do material para garantir que os resultados de textura obtidos para o material fossem os mais criteriosos possíveis. As amostras foram então progressivamente polidas em pasta de diamante de 3 e 1  $\mu$ m. Após este passo as amostras sofreram ataque químico de uma solução de 5% de ácido fluorídrico (HF) + 95% de água oxigenada (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) com o objetivo de eliminar qualquer deformação existente na superfície, o que poderia alterar os resultados obtidos na textura.

## 3.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

#### 3.5.1 Medições de Dureza

As análises de dureza foram realizadas em todas as amostras em durômetro Shimadzu. A carga utilizada para todas as amostras foi de 0,1 kgf e o tempo de penetração utilizado foi de 30 segundos. Para cada amostra foram realizadas cinco medidas sendo eliminados o maior e o menor valor e feita a média dos três valores restantes.

### 3.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

As propriedades magnéticas e os ciclos de histerese foram obtidos em um magnetômetro de amostra vibrante EGG-PARC modelo 4500 do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). O mesmo se encontra esquematizado na figura 16.



FIGURA 16 – Esquema do magnetômetro de amostra vibrante EGG-PAR. 1 – Fonte de alimentação; 2 – Vibrador; 3 – Eletroímã; 4 – Ponta Hall; 5 – Controlador; 6 – Computador.

### 3.6.1 Preparação dos Corpos de Prova

As amostras para os ensaios magnéticos possuíam cerca de 3mm de diâmetro e espessura a menor possível (entre 0,05 e 3mm). A confecção dos discos se deu a partir das mesmas amostras utilizadas para os ensaios de textura, sendo que estas foram então cortadas em formato retangular numa tesoura guilhotina, coladas a uma haste metálica de 3mm de diâmetro e desbastadas através de lixamento até atingirem o formato de disco. As características dos discos encontram-se esquematizadas na figura 17.



FIGURA 17 - Características dos discos para realização de ensaios magnéticos.

### 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para melhor analisar os resultados, as vinte e cinco amostras foram divididas em cinco grupos:  $I_{M35090Ear}$ ,  $II_{M30090Ear}$ ,  $III_{M35080Ear}$ ,  $IV_{M35090SEar}$  e  $V_{M35090EN2}$ . Para fins de comparação dos resultados, o grupo de amostras de maraging 350 que sofreu 90% de redução à frio e foi somente envelhecido com resfriamento ao ar foi considerado padrão e denominado grupo  $I_{M35090Ear}$ . Partindo deste principio outros quatro grupos foram criados, os quais variam em relação ao primeiro em um dos quatro aspectos (material, redução, tratamento térmico e resfriamento). O grupo  $I_{M30090Ear}$  difere do grupo  $I_{M35090Ear}$  apenas em relação ao material. O grupo  $II_{M30090Ear}$  difere em relação à redução sofrida na laminação à frio. O grupo  $IV_{M35090SEar}$  sofreu o processo de solubilização anterior ao envelhecimento. O grupo  $V_{M35090EN2}$  difere por ter sofrido resfriamento em nitrogênio líquido a -196°C. A tabela 05 mostra as especificações dos quatro grupos.

Grupo	Material	Redução	Tratamento térmico	Resfriamento
I <sub>M35090Ear</sub>	M350	90%	Envelhecimento	Ar
II <sub>M30090Ear</sub>	M300	90%	Envelhecimento	Ar
III <sub>M35080Ear</sub>	M350	80%	Envelhecimento	Ar
IV <sub>M35090SEar</sub>	M350	90%	Sol + Env	Ar
V <sub>M35090EN2</sub>	M350	90%	Envelhecimento	N <sub>2</sub>

TABELA 05 - Características dos cinco grupos de amostras em estudo.

### 4.1 TEXTURA DE LAMINAÇÃO

A fim de analisar a influência dos tratamentos térmicos na textura do aço maraging 350 foram realizadas análises nas amostras laminadas a 80% e 90% de redução. A textura formada durante o processo de laminação é denominada textura de deformação como mostrado na seção 2.2.3.1. As FDOCs das amostras no estado laminado são mostradas na figura 18. As principais componentes de textura formadas na amostra laminada a 80% são: {001}<110>, {111}<uvw>. Na amostra laminada a 90% observam-se as mesmas componentes, porém com maiores intensidades devido ao maior grau de encruamento aplicado. Estes resultados estão de acordo com os resultados encontrados por Ahmad et al [12]. que também estudou a evolução da textura da fase martensitica em vários graus de redução por laminação.



FIGURA 18 - FDOCs das amostras do aço maraging 350 laminadas com 80% (a) e 90% (b) de redução.

#### 4.2.1 – Quantificação de Fases

A figura 19 mostra a quantificação de fases realizada através do método da comparação direta com diferentes fatores de espalhamento atômico descrito por Cullity [10] e apresentado na seção 2.3. Observa-se que a fase austenitica começa a se formar no envelhecimento a 600°C com 12,7%, passando para o percentual de 53,4% com envelhecimento a 650°C. Habiby et al. [13] encontraram valores máximos de austenita também no envelhecimento a 650°C após tratamentos denominados ausaging (42%) e duplo-envelhecimento (45%), porém com percentuais menores que os encontrados no presente estudo. Em outro estudo, Habiby et al. [14] encontraram cerca de 55% de austenita em amostras usinadas com posterior tratamento de ausaging a 650°C. Nesta mesma temperatura, Ahmed et al. [15] também encontraram o máximo valor de austenita reversa. A evolução da formação das duas fases em estudo pode ser acompanhada na figura 20 que mostra os difratogramas para as amostras deste grupo de acordo com a temperatura de envelhecimento.



FIGURA 19 - Percentual de austenita versus temperatura de envelhecimento.



FIGURA 20 – Difratogramas em função da temperatura de envelhecimento mostrando a formação da fase austenitica.

### 4.2.2 – Análise de Textura

A figura 21 apresenta as FDOCs, de acordo com a temperatura de envelhecimento, em seções de  $\varphi_2$ =45° para as amostras de maraging 350 com redução de 90%, envelhecidas e resfriadas ao ar.



 $\label{eq:FIGURA 21-Second} \begin{array}{l} FIGURA 21-Second equation $$ POOC$ (a), 480°C$ (b), $$ 500°C$ (c), 600°C$ (d) e 650°C$ (e). $$ 500°C$ (c), 600°C$ (e]. $$ The equation $$ Pool and $$ P$ 

A fim de observar melhor a evolução da textura nas cinco amostras, fez-se necessário a plotagem das fibras  $\alpha$ ,  $\gamma \in \varepsilon$  para as cinco temperaturas de envelhecimento. A figura 22 mostra como se comportam estas fibras.





(b)



FIGURA 22 – Fibras  $\alpha$  (a),  $\gamma$  (b) e  $\epsilon$  (c) em função da temperatura de envelhecimento.

De forma geral, após o envelhecimento, observa-se a formação de quatro componentes principais de textura: {hkl}<110>, {111}<112>, {114}<221> e {332}<113> sendo que a componente {hkl}<110> apresenta as maiores intensidades de textura e é a mais representativa. As intensidades destas componentes de textura se mantêm praticamente constantes para todas as temperaturas de envelhecimento estudadas, porém, percebe-se que ocorre uma diminuição na intensidade das texturas {hkl}<110> e {111}<121> quando o envelhecimento se dá a 650°C. Provavelmente, a esta temperatura, devido ao alto percentual de austenita formado, estas componentes de textura da martensita se transformam em novas componentes de textura da austenita. De forma geral, a temperatura de envelhecimento parece não afetar significativamente a intensidade das componentes de textura formadas na faixa de temperaturas de 450°C a 600°C.

A partir da componente de textura {001}<110>, pode-se concluir que a direção de fácil magnetização do ferro <100> apresenta-se no plano da chapa rotacionada de 45° em relação à direção de laminação.

O fator de severidade da textura em função da temperatura de envelhecimento é mostrado na figura 23. O valor de 1,92 é associado à amostra envelhecida a 650°C, confirmando que esta amostra está menos texturada que as demais amostras deste grupo.



FIGURA 23 - Fator de severidade de textura em função da temperatura de envelhecimento.

#### 4.2.3 – Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas do material também são influenciadas de forma acentuada pela quantidade de austenita formada no envelhecimento. As figuras 24 e 25 mostram como variam as propriedades magnéticas do aço maraging 350 nestas condições.



FIGURA 24 - Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento.



FIGURA 25 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento.

Observa-se que o valor da magnetização de saturação se mantém praticamente constante em temperaturas de envelhecimento entre 450°C e 500°C. Porém, o valor de  $m_s$ começa a cair repentinamente a partir de 600°C atingindo o valor mínimo de 124 emu/g. Tavares et al [16] encontraram resultados semelhantes para a magnetização de saturação na faixa de temperaturas entre 450°C e 600°C. Simultaneamente também há o aumento brusco da força coerciva (endurecimento magnético) nesta mesma temperatura com seu valor máximo de 14,9 kA/m. Valores de força coerciva semelhantes ao do presente estudo também foram encontrados por Tavares et al. [16] nas amostras envelhecidas entre 450°C e 600°C. O aumento da força coerciva, segundo Magnée [1], é consistente com o fato de que grandes mudanças desta propriedade são esperadas apenas quando partículas das dimensões das paredes do domínio estão presentes. As partículas dos precipitados são geralmente muito pequenas para afetar as propriedades significativamente, mas as partículas de austenita formadas pela reação de reversão são do tamanho ideal para promover este aumento. O fato de os valores mínimo e máximo de m<sub>s</sub> e H<sub>c</sub> respectivamente serem encontrados no envelhecimento a 650°C está de acordo com os resultados obtidos por Tavares et al [16,17] e Ahmed et al [15].

Os valores de  $B_r/B_s$  em função da temperatura de envelhecimento são apresentados na figura 26. Ao contrário dos resultados obtidos por Tavares et al [16], que encontrou valores de quadratura magnética abaixo de 0,7 para as amostras envelhecidas na faixa de temperatura de

 $600^{\circ}$ C a  $650^{\circ}$ C e abaixo de 0,8 quando da amostra envelhecida a  $500^{\circ}$ C, todos os valores da razão de quadratura se encontram acima de 0,8 caracterizando que o material nestas condições de laminação, em qualquer destas cinco temperaturas de envelhecimento, é magneticamente anisotrópico, ou seja, apresenta direções de fácil magnetização. O máximo valor de B<sub>r</sub>/B<sub>s</sub> verificado foi de 0,91 correspondente à amostra envelhecida a 500°C.



FIGURA 26 - Quadratura magnética em função da temperatura de envelhecimento.

#### 4.2.4 – Propriedades Mecânicas

A fim de observar a relação existente entre a dureza magnética e dureza mecânica, foram realizados ensaios de dureza em todas as amostras. O resultado destes ensaios é mostrado na figura 27. Observa-se que a dureza mecânica das amostras cresce com o envelhecimento na faixa de temperaturas de 450°C a 480°C, atingindo o valor máximo de 802HV, fato que pode ser atribuído à formação dos precipitados (Fe<sub>2</sub>Mo,  $\eta$ -Ni<sub>3</sub>Ti, Ni<sub>3</sub>Mo,...). Porém, os valores de dureza decrescem continuamente a partir de 500°C, atingindo o mínimo de 535HV no envelhecimento a 650°C. Este fato também está associado aos 53,4% de austenita presentes na amostra envelhecida a 650°C.



FIGURA 27 - Dureza mecânica em função da temperatura de envelhecimento.

Percebe-se então que os fenômenos de endurecimento mecânico e magnético possuem comportamentos inversos, ambos são atribuídos à formação de austenita. Segundo Tavares et al. [16], a redução dos valores de dureza mecânica com a temperatura de envelhecimento também pode ser atribuída à dissolução dos compostos intermetálicos.

### 4.3 GRUPO II<sub>M30090Ear</sub>

### 4.3.1 – Quantificação de Fases

Assim como no grupo  $I_{M35090Ear}$ , o grupo  $II_{M30090Ear}$  começa a formar austenita no envelhecimento a 600°C, possuindo 10,8% de austenita reversa quando envelhecido nesta temperatura. O valor máximo de austenita para este grupo é de 52,7% (semelhante ao valor encontrado na mesma amostra do grupo  $I_{M35090Ear}$ ), encontrado para a amostra envelhecida a 650°C. Pardal [18] realizou estudos de quantificação semelhantes no aço maraging 300 envelhecido a 600°C e 650°C e encontrou valores bem semelhantes aos obtidos no presente estudo. Habiby et al. [13] realizaram estudos de ausaging em amostras de maraging 300 e encontraram pico de austenita de apenas 38% no envelhecimento a 650°C. A figura 28 apresenta a quantificação da austenita em função da temperatura de envelhecimento para este grupo de amostras. O acompanhamento da evolução da formação da fase austenítica com a temperatura de envelhecimento é mostrado na figura 29.



FIGURA 28 - Quantificação da austenita em função da temperatura de envelhecimento.



FIGURA 29 - Difratogramas das amostras em função da temperatura de envelhecimento.





FIGURA 31 - Fibras  $\alpha$  (a),  $\gamma$  (b) e  $\varepsilon$  (c) em função da temperatura de envelhecimento.

Neste grupo de amostras observa-se a formação das mesmas componentes de textura {hkl}<110>, {111}<112>, {114}<221> e {332}<113> apresentadas nas amostras do grupo I<sub>M35090Ear</sub>. A diferença que existe é que dentro da componente de textura {hkl}<110> destacam-se duas componentes com planos particulares: {001}<110> e {223}<110>. Outra grande diferença existente dá-se no aumento da intensidade das componentes {hkl}<110>, com destaque para a componente {001}<110> na amostra envelhecida a 650° que dobra de intensidade passando de 6 para 12 vezes a aleatoriedade. De forma geral a amostra envelhecida a 650° possui as maiores intensidades de textura, fato que não ocorre quando o material utilizado passa a ser o aço maraging 350. Pode-se concluir que a composição química

do aço em questão é fator de fundamental importância em seus resultados de textura, já que esta é a única diferença existente entre os grupos  $I_{M35090Ear}$  e  $II_{M30090Ear}$ .

Novamente a direção <100> de fácil magnetização do ferro encontra-se a 45° da direção de laminação.

## 4.3.3 – Propriedades Magnéticas

As figuras 32 e 33 apresentam, respectivamente, a magnetização de saturação  $m_s$  e a força coerciva  $H_c$  para as cinco amostras do grupo  $II_{M30090Ear}$ . Como pode ser observado, o envelhecimento na faixa de 600°C a 650°C produz variações bruscas tanto no valor de  $m_s$  quanto de  $H_c$  o que pode estar diretamente relacionado com o aumento repentino da quantidade de austenita nesta faixa de temperatura, passando de 10,8% a 52,7%. Novamente os valores mínimo e máximo respectivamente de  $m_s$  e  $H_c$  são encontrados na temperatura de envelhecimento de 650°C, temperatura na qual ocorre a formação do maior percentual de austenita (52,7%). Pardal [18] também encontrou valores máximo e mínimo para  $H_c$  e  $m_s$  respectivamente no envelhecimento a 650°C porém com redução de laminação a frio diferente da aplicada neste trabalho. Os resultados apresentados por Pardal [18] foram bem mais acentuados que os do presente estudo.



FIGURA 32 - Magnetização de saturação versus temperatura de envelhecimento.



FIGURA 33 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento.

Assim como nas amostras do grupo  $I_{M35090Ear}$ , todas as amostras do grupo  $II_{M30090Ear}$ também possuem valores de quadratura magnética acima de 0,8, ao contrário do que pode ser visto nos estudos de Pardal [18] que encontrou valor de quadratura magnética abaixo de 0,7 quando analisando a amostra envelhecida a 650°C, porém com redução de laminação diferente da aplicada neste trabalho. Valores de quadratura magnética tão elevados quanto 0,92 foram encontrados para a amostra envelhecida a 450°C como mostrado na figura 34.



FIGURA 34 – Quadratura magnética das amostras do grupo II<sub>M30090Ear</sub> em função da temperatura de envelhecimento.

#### 4.3.4 – Propriedades Mecânicas

Os resultados de dureza obtidos para as amostras deste grupo podem ser observados na figura 35. Novamente o máximo valor de dureza encontrado se dá no envelhecimento a 480°C, porém com valor relativamente mais baixo que o encontrado para a amostra envelhecida a mesma temperatura no grupo I<sub>M35090Ear</sub>. Provavelmente o formato e distribuição dos precipitados têm bastante influência nestes resultados já que não existe austenita formada nos dois grupos nesta temperatura.



FIGURA 35 - Dureza mecânica das amostras de maraging 300 em função da temperatura de envelhecimento.

## 4.4 GRUPO III<sub>M35080Ear</sub>

### 4.4.1 - Quantificação de Fases

Apesar do menor grau de encruamento sofrido pelas amostras deste grupo em relação a todas as outras amostras em estudo, a quantidade máxima de austenita encontrada para as amostras reduzidas em 80% é apenas um pouco mais baixa que para as amostras reduzidas em 90%. Através das figuras 36 e 37 percebe-se que o percentual de austenita reversa cresce continuamente e começa a se formar a partir de 600°C de envelhecimento.







FIGURA 39 – Fator de severidade de textura versus temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 reduzidas em 80% e 90%.

Ao contrário dos resultados obtidos para o grupo  $II_{M30090Ear}$ , pode-se perceber que a amostra envelhecida a 650°C neste grupo possui agora valores de intensidade de textura mais baixos que os encontrados para as outras amostras neste mesmo grupo, exceto para a amostra envelhecida a 500°C que também apresenta fator de severidade da textura relativamente baixo.





FIGURA 40 - Fibras  $\alpha$  (a),  $\gamma$  (b) e  $\epsilon$  (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 reduzidas em 80%.

### 4.4.3 – Propriedades Magnéticas

O percentual de austenita reversa existente nas amostras envelhecidas a partir de 600°C provavelmente é o responsável pelas alterações repentinas sofridas pela magnetização de saturação e força coerciva, chegando a atingir valores equivalentes àqueles apresentados pelo grupo  $I_{M35090Ear}$ . Tavares et al. [16] também encontraram valores semelhantes de m<sub>s</sub> na faixa de temperaturas de 600°C a 650°C para amostras de maraging 350.



FIGURA 41 – Magnetização de saturação versus temperatura de envelhecimento das amostras do grupo III<sub>M35080Ear.</sub>



FIGURA 42 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento das amostras do grupo III<sub>M35080Ear.</sub>

Valores de quadratura magnética tão elevados quanto 0,91 são encontrados nas amostras deste grupo envelhecidas a 450°C e 500°C. Estes resultados são semelhantes aos encontrados para a amostra envelhecida a 450°C do grupo  $II_{M30090Ear}$  e a 500°C do grupo  $I_{M35090Ear}$ .



FIGURA 43 – Quadratura magnética das amostras reduzidas em 80% em função da temperatura de envelhecimento.

### 4.4.4 – Propriedades Mecânicas

As análises de dureza realizadas são mostradas na figura 44. Observa-se que em resposta ao inicio da formação da austenita a 600°C, a dureza mecânica, após atingir 777HV no envelhecimento a 500°C, sofre queda brusca no envelhecimento a 600°C e 650°C chegando ao valor mínimo de 512HV. Segundo Tavares et al. [16], no envelhecimento a 500°C o endurecimento se deve à existência das fases Ni<sub>3</sub>(Mo, Ti) e Fe<sub>2</sub>Mo. O percentual de austenita reversa formada no envelhecimento a partir de 600°C provavelmente é o principal responsável pelos resultados de dureza encontrados a partir desta temperatura.



FIGURA 44 - Dureza mecânica versus temperatura de envelhecimento.

## 4.5 GRUPO IV<sub>M35090SEar</sub>

#### 4.5.1 – Quantificação de Fases

As amostras deste grupo são as únicas em estudo que começam a formar austenita na temperatura de 500°C com 37,9% como visto nas figuras 45 e 46. O percentual de austenita cresce continuamente até atingir o valor máximo de 50,8% no envelhecimento a 650°C como é comum a todos os grupos estudados neste trabalho. As amostra envelhecidas a 500°C e 600°C são as que possuem a maior quantidade de austenita dentre todas as outras envelhecidas nestas mesmas temperaturas, o que não é indicado para o uso em motores de histerese. As amostras de todos os grupos em estudo nesta dissertação, ao serem solubilizadas inicialmente a 870°C possuem uma estrutura completamente martensítica. O que acontece com as amostras do grupo IV<sub>M35090SEar</sub> é que, uma segunda solubilização aplicada logo após a deformação, recristaliza o material, formando uma martensita mais mole e deformável que a martensita formada por deformação. Por isso este tratamento é indicado quando se deseja atingir níveis de redução de laminação muito altos.



### 4.5.2 – Análise de Textura

As FDOCs das amostras de maraging 350, com 90% de redução à frio, solubilizadas e envelhecidas com resfriamento ao ar são mostradas na figura 47. Mesmo antes de plotar as fibras  $\alpha$ ,  $\gamma$  e  $\varepsilon$ , percebe-se que a solubilização prévia aplicada em relação ao envelhecimento parece ser um fator que influencia bastante, tanto nas componentes de textura formadas quanto na severidade da textura deste grupo de amostras. De fato, como visto na seção 2.2.3, uma textura de deformação é formada através da laminação e, com a solubilização, uma nova textura (textura de recristalização) é formada.




FIGURA 48 - Fibras  $\alpha$  (a),  $\gamma$  (b) e  $\epsilon$  (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 com solubilização prévia ao envelhecimento.

De forma geral as intensidades são bem mais baixas que as formadas pelos outros quatro processos estudados nesta dissertação. As componentes de textura formadas neste grupo são apenas duas: {223}<110> e {554}<225>. A componente de textura {223}<110> é uma componente que está rotacionada de cerca de 10 graus em relação à componente {111}<110> e a componente {554}<225> está rotacionada de apenas 5 graus em relação à componente {111}<112>. Pode-se então concluir que a solubilização aplicada previamente ao envelhecimento, além de não permitir a formação das componentes {114}<221> e {332}<113>, faz também com que, devido a recristalização, não mais as componentes

{111}<110> e {111}<112> sejam formadas, mas sim componentes de textura aproximadas. Outra característica peculiar aqui apresentada é a de que a amostra envelhecida a 450°C se destaca como aquela que possui as maiores intensidades de textura. Este fenômeno pode estar associado ao fato de que a 450°C inicia-se a formação de compostos intermetálicos, como proposto por Tewari et al [20].

#### 4.5.3 – Propriedades Magnéticas

Os valores de força coerciva ( $H_c$ ) e magnetização de saturação ( $m_s$ ) são mostrados nas figuras 49 e 50. Novamente  $H_c$  e  $m_s$  apresentam valores máximo e mínimo respectivamente para a amostra envelhecida a 650°C. Vale ressaltar que a amostra envelhecida a 500°C se destaca quando comparada as outras quatro amostras envelhecidas a esta mesma temperatura nos outros grupos por possuir a maior força coerciva e menor magnetização de saturação. Isto provavelmente está ligado ao fato de que este grupo é o único a formar austenita nesta temperatura.



FIGURA 49 – Magnetização de saturação em função da temperatura de envelhecimento para as amostras do grupo IV<sub>M35090SEar.</sub>



FIGURA 50 - Força coerciva das amostras do grupo IV<sub>M35090SEar</sub> em função da temperatura de envelhecimento.

Os resultados de quadratura magnética apresentados pelas amostras deste grupo são mostrados na figura 51. Estes valores são bastante inferiores aos encontrados nas amostras dos outros quatro grupos em estudo, o que leva a concluir que estas amostras são as menos anisotrópicas e as que apresentam maior perda por histerese dentre todas. As amostras com solubilização prévia, apesar de atingir os critérios de anisotropia estabelecidos por Belozerov [4] para utilização em motores de histerese, são as menos indicadas para este tipo de aplicação.



FIGURA 51 - Quadratura magnética versus temperatura de envelhecimento.

#### 4.5.4 – Propriedades Mecânicas

A dureza mecânica do aço maraging nestas condições atinge seu valor máximo no envelhecimento a 500°C e cai continuamente até atingir 590HV a 650°C. O percentual de 37,9% de fase austenitica formada a 500°C não é o principal responsável pelo pico de dureza atingido nesta temperatura. Provavelmente a solubilização prévia retarda a formação dos precipitados que se formam durante o envelhecimento. Estes precipitados, segundo Magnée [1] são responsáveis por cerca de metade a dois terços da resistência apresentada pelos aços maraging.



FIGURA 52 - Dureza mecânica em função da temperatura de envelhecimento.

#### 4.6 GRUPO V<sub>M35090EN2</sub>

## 4.6.1 – Quantificação de Fases

A quantificação da fase austenitica para este grupo de amostras é mostrada na figura 53. Não foram observados picos de austenita para as amostras envelhecidas entre 450°C e 600°C como visto na figura 54. O resfriamento em nitrogênio retarda o inicio da formação da austenita para a temperatura de 650°C, fato incomum, já que nos aços maraging a formação da austenita geralmente se dá em temperaturas a partir de 500°C.



FIGURA 53 - Quantificação da austenita em função da temperatura de envelhecimento.

Segundo Magnée [1], dependendo da temperatura e composição, a austenita formada pode ser tão rica em níquel que sua temperatura de inicio de formação da martensita ( $M_i$ ) encontra-se bem abaixo da temperatura ambiente e a austenita formada se mantém na microestrutura mesmo após o resfriamento. Porém, com o resfriamento sub-zero, a temperatura  $M_i$  é atingida de qualquer forma, contribuindo para a formação da fase martensítica em detrimento à fase austenítica. Isto provavelmente é o que acontece nas amostras envelhecidas na faixa de 450°C a 600°C resfriadas em nitrogênio.



$\phi_1$	$\phi_1$	$\phi_1$	$\phi_1$	$\phi_1$
Φ	Φ	Φ	Φ	Φ





FIGURA 56 - Fibras  $\alpha$  (a),  $\gamma$  (b) e  $\epsilon$  (c) em função da temperatura de envelhecimento para as amostras de maraging 350 resfriadas em nitrogênio.

## 4.6.3 – Propriedades Magnéticas

De todas as amostras em estudo, as amostras com resfriamento sub-zero foram aquelas que apresentaram valores mais constantes de  $H_c$  e  $m_s$ . Percebe-se através das figuras 57 e 58 que a temperatura de envelhecimento não afeta significativamente as propriedades magnéticas do material nestas condições.



FIGURA 57 – magnetização de saturação das amostras do grupo V<sub>M35090EN2</sub> versus temperatura de envelhecimento.



FIGURA 58 - Força coerciva em função da temperatura de envelhecimento.

De forma geral, as amostras resfriadas em nitrogênio são as mais anisotrópicas de todas. Nesta condição de tratamento, o aço maraging apresenta remanência magnética alta em relação à magnetização de saturação e seus valores de quadratura magnética vão de 0,90 a 0,93 como mostrado abaixo:



FIGURA 59 - Quadratura magnética versus temperatura de envelhecimento.

#### 4.6.4 – Propriedades Mecânicas

A dureza mecânica do aço maraging nestas condições atinge um pico quando envelhecido a 480°C, fato esperado e comum na literatura. Porém, a 650°C, mesmo com 45,8% de austenita presente, a dureza não cai significativamente, chegando ainda a ser maior que nas amostras envelhecidas a 450°C e 500°C. Para obter respostas mais precisas em relação a estes valores, deve-se realizar o estudo da morfologia da martesita e da austenita formadas bem como da forma e distribuição dos precipitados formados nestas condições.



FIGURA 60 - Dureza mecânica das amostras resfriadas em nitrogênio versus temperatura de envelhecimento.

### **5. CONCLUSÕES**

Todas as amostras estudadas apresentam quadratura magnética  $(B_r/B_s)$  acima de 0,7, condição indispensável para utilização em motores de histerese.

As amostras resfriadas em nitrogênio, por serem totalmente martensíticas quando envelhecidas até 600°C, são as mais indicadas para utilização em aplicações magnéticas.

A textura influencia na quadratura magnética B<sub>r</sub>/B<sub>s</sub>.

A textura das amostras com solubilização intermediária é diferente da textura das amostras laminadas e envelhecidas. A solubilização resulta em um material menos texturado após o envelhecimento.

As componentes de textura {hkl}<110>, {111}<112>, {114}<221> e {332}<113> são comuns a todas as amostras, exceto nas amostras solubilizadas que formam as componentes {223}<110> e {554}<225>.

A solubilização aplicada préviamente ao envelhecimento, além de não permitir a formação das componentes  $\{114\}<221>$  e  $\{332\}<113>$  forma as duas novas componentes de textura  $\{223\}<110>$  e  $\{554\}<225>$  que estão bem próximas às componentes  $\{111\}<110>$  e  $\{111\}<112>$ . As intensidades das componentes formadas nesta condição também são bem inferiores as das outras vinte amostras.

O grau de redução no aço maraging 350 não influencia na quantidade de austenita formada nem na temperatura de inicio de formação da austenita.

A quantidade de austenita formada no aço maraging 300 é praticamente a mesma do aço maraging 350 nas mesmas condições.

A deformação sofrida pelo material e a textura são diretamente proporcionais.

A solubilização prévia ao envelhecimento faz com que a austenita comece a se formar em temperaturas mais baixas (500°C), sendo assim, as amostras com solubilização intermediária são as menos indicadas para aplicações magnéticas.

O resfriamento em nitrogênio após o envelhecimento mantém o material completamente martensítico até 600°C, fazendo com que a fase austenitica comece a se formar apenas a partir da temperatura de 650°C.

As amostras resfriadas em nitrogênio são as que apresentam maior anisotropia em relação às propriedades magnéticas quando comparadas com as outras amostras em estudo.

As amostras com solubilização aplicada imediatamente antes ao envelhecimento são as menos anisotrópicas de todas em relação às propriedades magnéticas.

# 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar os mesmos ensaios e análises aqui realizados em amostras com grau de redução maior que 90%.

Investigar melhor o envelhecimento com resfriamento em nitrogênio.

Realizar estudos em MFA (Microscopia de Força Atômica) para analisar a forma dos precipitados formados e como este fator influência em suas propriedades.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- MAGNÉE A., DRAPIER J.M., DUMONT J., COUTSOURADIS D., HABRAKEN L., *Cobalt Containing High-Strength Steels.* Bruxelles – Belgique: Centre D'information du Cobalt, 1974. 128p.
- [2] THE MATERIALS INFORMATION SOCIETY. *Binary alloys phase diagrams*. USA: ASM International 2nd Edition Plus Update, 1996. CD-ROM.
- [3] LINNERT G.E. Welding metallurgy. USA: American Welding Society, 1967. 674 p.
- [4] BELOZEROV E.V., SAGARADZE V.V., POPOV A.G., PASTUKHOV A.M., PECHERKINA N.L., *Formation of Magnetic Texture in a High-Strength Maraging Steel*; The Physics of Metals and Metallography 79 (1995) 606-613.
- [5] CALLISTER JR W.D., Ciencia e Engenharia de Materiais: Uma Introdu ao, 5ª edição, Rio de Janeiro, LTC Editora, 2002.
- [6] VIANA, C.S.C., PAULA, A.S., "Textura de Deformação". In: Textura e Rela oes de Orienta ao: Deforma ao Plastica, Recristaliza ao, Crescimento de Grao, pp. 23-37, São Paulo, Dezembro/2001.
- [7] RANDLE V., ENGLER O., Introduction to Texture Analysis Macrotexture, Microtexture & Orientation Mapping, 1<sup>st</sup> edition, Gordon and Breach Science Publishers, Inc 2000.
- [8] ABREU, H.F.G., Influencia da Textura Cristalografica na Anisotropia Magnetica das Ligas Fe-Mo-Ni-C. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 1998.
- [9] HOLSCHER M., RAABE D., LUCKE K., Rolling and Recrystallization Textures of bcc Steels; Steel research 62 (1991) 567-575.
- [10] CULLITY B.D., *Elements of X-Ray Diffraction*. Massachusetts USA: Addison-Wesley Publishing Company, 514p, 1956.

- [11] KALLEND J.S., MORRIS P.P. AND DAVIES, *Texture Transformations-The Misorientation Distribution Function*, Acta Metallurgica, (1976) 361-370.
- [12] AHMAD Z., FAROOQUE M., HAQ A.U., KHAN A.Q., *Texture development in dual-phase cold-rolled 18 pct Ni maraging steel*; Metallurgical and Materials Transactions 28A (1997) 2459-2465.
- [13] HABIBY F., HAQ A.U., KHAN A.Q., Influence of Austenite on the Coercive Force, Electrical Resistivity and Hardness of 18% Ni Maraging Steels; Materials & Design 13 (1992) 259-264.
- [14] HABIBY F., SIDDIQUI T.N., HUSSAIN H., KHAN M.A., HAQ A.U., KHAN A.Q., *Machine-Induced Phase Transformation in a Maraging Steel*; Materials Science and Engineering 159 (1992) 261-265.
- [15] AHMED M., ALI A., HASNAIN S.K., HASHMI F.H., KHAN A.Q., Magnetic Properties of Maraging Steel in Relation to Deformation and Structural Phase Transformations; Acta Metal. Mater 42 (1994) 631-638.
- [16] TAVARES S.S.M., SILVA M.R., NETO J.M., PARDAL J.M., FONSECA M.P.C., Magnetic Properties of a Ni-Co-Mo-Ti Maraging 350 Steel; Journal of Alloys and Compounds OLHAR (2003) OLHAR.
- [17] TAVARES S.S.M., ABREU H.F.G., NETO J.M., SILVA M.R., POPA I., A Magnetic Study of the Maraging 350 Steel; Journal of Magnetism and Magnetic Materials 272-276 (2004) 785-787.
- [18] PARDAL J.M., Propriedades Mectanicas e Magneticas do A o Maraging Classe 300 em Diversas Condi oes de Tratamento Termico. Dissertação de M.Sc., UFF, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 1998.

- [19] ABREU H.F.G., TAVARES S.S.M., SILVA J.J.M., MENEZES J.W.A., BRUNO A.D.S., The Influence of an Intermediate Austenitization Heat Treatment in the Texture of Cold-Rolled and Aged 18% Ni Maraging Steel; Materials Characterization 52 (2004) 203-207.
- [20] TEWARI R., MAZUMDER S., BATRA I.S., DEY G.K., BANERJEE S., Precipitation in 18 WT% Ni Maraging Steel of Grade 350; Acta Materialia 48 (2000) 1187-1200.

# Livros Grátis

(<u>http://www.livrosgratis.com.br</u>)

Milhares de Livros para Download:

Baixar livros de Administração Baixar livros de Agronomia Baixar livros de Arquitetura Baixar livros de Artes Baixar livros de Astronomia Baixar livros de Biologia Geral Baixar livros de Ciência da Computação Baixar livros de Ciência da Informação Baixar livros de Ciência Política Baixar livros de Ciências da Saúde Baixar livros de Comunicação Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE Baixar livros de Defesa civil Baixar livros de Direito Baixar livros de Direitos humanos Baixar livros de Economia Baixar livros de Economia Doméstica Baixar livros de Educação Baixar livros de Educação - Trânsito Baixar livros de Educação Física Baixar livros de Engenharia Aeroespacial Baixar livros de Farmácia Baixar livros de Filosofia Baixar livros de Física Baixar livros de Geociências Baixar livros de Geografia Baixar livros de História Baixar livros de Línguas

Baixar livros de Literatura Baixar livros de Literatura de Cordel Baixar livros de Literatura Infantil Baixar livros de Matemática Baixar livros de Medicina Baixar livros de Medicina Veterinária Baixar livros de Meio Ambiente Baixar livros de Meteorologia Baixar Monografias e TCC Baixar livros Multidisciplinar Baixar livros de Música Baixar livros de Psicologia Baixar livros de Química Baixar livros de Saúde Coletiva Baixar livros de Servico Social Baixar livros de Sociologia Baixar livros de Teologia Baixar livros de Trabalho Baixar livros de Turismo