

AValiação DAS PROPRIEDADES DE Fluência A 600°C DO Aço MARAGING 300 SOLUBILIZADO*

Adriano Gonçalves dos Reis ¹
Danieli Aparecida Pereira Reis ²
Antônio Jorge Abdalla ³
Jorge Otubo ⁴

Resumo

Aços maraging são ligas Ni-Co-Mo-Ti de ultra alta resistência e vasta aplicação, de fundamental interesse no setor aeroespacial em razão de elevada resistência mecânica, aliada a uma excelente tenacidade. Estes aços têm sido propostos para substituir o aço 300 M ou o aço 4340 em partes do veículo lançador de satélites brasileiro (VLS). O aço maraging é formado por uma estrutura martensítica metaestável que pode sofrer reversão para austenita quando aquecidos em temperaturas próximas à temperatura de envelhecimento, sendo esse efeito aumentado com a elevação da temperatura e tempo de tratamento. Sendo assim, o estudo do comportamento em fluência em temperaturas elevadas tem importância tecnológica para o desenvolvimento deste material. Neste trabalho o comportamento em fluência de um aço maraging 300 é avaliado por testes de fluência numa faixa de tensão entre 200 MPa e 500 MPa a 600°C. Os parâmetros de fluência, tais como taxa de fluência no estado secundário ($\dot{\epsilon}_s$), tempo final de fluência (t_f) e expoente de tensão na fluência secundária (n), são determinados. Estes parâmetros são muito importantes para determinação da resistência à fluência do material.

Palavras-chave: Aço maraging; Fluência; Comportamento mecânico em temperaturas elevadas.

CREEP PROPERTIES EVALUATION AT 600°C OF MARAGING 300 STEEL SOLUTION TREATED

Abstract

Maraging steels are alloys with Ni-Co-Mo-Ti with ultra-high resistance and broad application, with fundamental interest in the aerospace sector due to high mechanical resistance combined with a good fracture toughness. This steel has been proposed to replace the steels 300M and 4340 in the Brazilian rocket engine case for Satellite Launcher Vehicles. Maraging steels have a metastable martensitic structure that can revert to austenite when heated in temperatures close to the aging temperature, and this effect can be enhanced with the temperature increasing and time of treatment. Therefore, the study of creep behavior in elevated temperatures has technological importance to the development of this material. In this work the creep behavior of a 300 grade commercial maraging steel solution treated is evaluated by carrying out creep tests at 600°C and in a stress range of 200 MPa to 500 MPa. Creep parameters, such as steady state creep rate ($\dot{\epsilon}_s$), final creep time (t_f), and stress exponent from secondary creep (n) are determined, considering that they are important to evaluate the creep resistance of the material.

Keywords: Maraging steel; Creep; Mechanical behavior at high temperature.

*Dedicado à Memória do Prof. Carlos de Moura Neto

¹Engenheiro Químico, Mestre e Doutorando, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil. E-mail: areis@ita.br

²Engenheira Química, Professora Doutora, Universidade Federal de São Paulo, São José dos Campos, SP, Brasil. E-mail: danieli.reis@unifesp.br

³Engenheiro Mecânico, Pesquisador Doutor, Instituto de Estudos Avançados, São José dos Campos, SP, Brasil. E-mail: abdalla@ieav.cta.br

⁴Físico, Professor Doutor, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil. E-mail: jotubo@ita.br

I INTRODUÇÃO

Aços maraging foram desenvolvidos no início da década de 1960 e atualmente são amplamente utilizadas devido sua combinação de alta resistência, plasticidade, boa estabilidade térmica e resistência a frio, alta tenacidade, estabilidade dimensional durante tratamentos térmicos e boa maquinabilidade. Estes aços são baseados na liga binária Fe-18% Ni, com adição de vários elementos de liga como cobalto, molibdênio, titânio e alumínio. Os graus destes aços são denotados por números como 200, 250, 300 ou 350, sendo que estes números especificam o nível de limite de escoamento em ksi que podem ser obtidos no aço com tratamentos térmicos apropriados [1]. Aços maraging demandaram tremendo interesse, especialmente na área aeroespacial, quando seu desenvolvimento foi anunciado em 1959. O programa da NASA de míssil com propelente sólido iniciou uma considerável pesquisa e desenvolvimento que tem sido conduzida para se ter vantagem das muitas propriedades destes aços. Tratamentos térmicos dos aços maraging incluem solubilização na temperatura da ordem de 820°C durante um período de tempo suficiente para dissolver os precipitados e promover alívio das tensões residuais internas [2].

Embora um considerável trabalho tenha sido realizado no passado para gerar dados das propriedades mecânicas dos graus inferiores, apenas limitada informação está disponível na literatura das propriedades mecânicas do maraging 300 [3]. Dados disponíveis das propriedades mecânicas dos aços maraging a temperaturas elevadas são muito escassos e a maioria dos estudos nos graus inferiores estão limitados a propriedades de tração ou estudos de resistência a ruptura até 540°C [1,4]. Aplicações especializadas deste aço ocasionalmente poderão demandar exposições a temperaturas altas e é desejável ter dados do comportamento em fluência do material durante estas condições de serviço.

Neste trabalho, é avaliado o comportamento em fluência de um aço maraging 300 solubilizado a 820°C é avaliado por testes de fluência de acordo com a norma ASTM E-139-06, num intervalo de tensão entre 200 MPa e 500 MPa a 600°C. São determinados os parâmetros de fluência, tais como taxa de fluência no estado secundário ($\dot{\epsilon}_s$), tempo final de fluência (t_f) e expoente de tensão na fluência secundária (n), em virtude da sua importância para a avaliação da resistência à fluência do material.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material foi disponibilizado em barras em uma cooperação entre a Eletrometal (atualmente Gerdau)

e DCTA/IAE. A composição química do aço maraging 18Ni(300) está de acordo com a norma AMS 6521 A (1983), conforme resultado apresentado na Tabela 1, realizado por análise química.

O material foi tratado termicamente (solubilizado) a temperatura de 820°C por 1 hora (Figura 1) para formação da austenita no aquecimento e da martensita no resfriamento. O tratamento térmico foi conduzido empregando um forno Brasimet Koe 40/25/65 do DCTA/IAE.

Após o tratamento de solubilização, os corpos de prova para ensaio de fluência foram usinados nas dimensões e formato apresentado na Figura 2, de acordo com o requerido pela norma ASTM E139 [5].

Foram conduzidos testes de fluência numa máquina de fluência padrão, sob carga constante a 600°C, em um intervalo de tensão de 200 MPa a 500 MPa, seguindo a norma ASTM E139 [5].

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A microestrutura antes e depois da solubilização, bem como após a fluência é a martensítica, típica da família

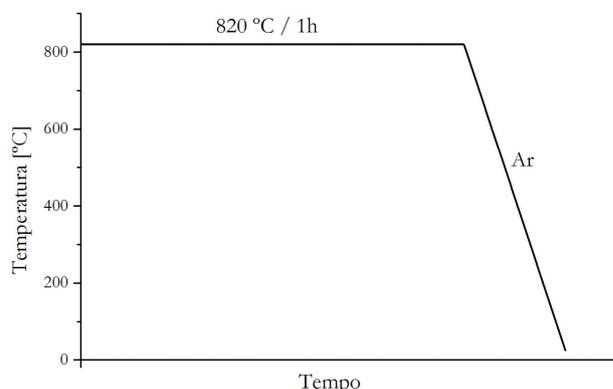


Figura 1. Rota do tratamento de solubilização do aço maraging 300.

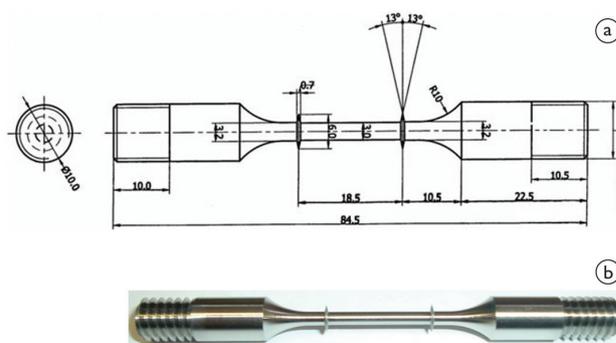


Figura 2. Corpo de prova para fluência: (a) dimensões e formato e (b) figura de um maraging 300 solubilizado.

Tabela 1. Composição química do aço maraging 300 em estudo

Elemento	Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	S	P	Si	Mn	Fe
% p.	19,00	9,37	4,94	0,63	0,08	0,008	0,002	0,004	0,06	0,01	Balanço

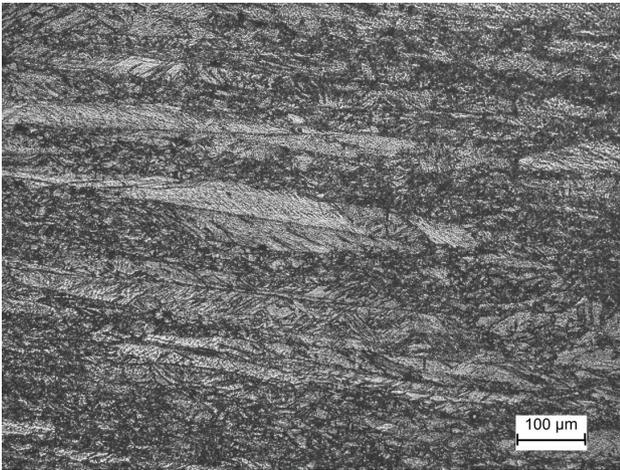


Figura 3. Microestrutura martensítica do maraging 300 solubilizado observado por microscopia óptica.

de aços maraging 18Ni [6-9], conforme apresentado na Figura 3.

Curvas representativas de fluência a 600°C obtidas dos ensaios no intervalo de tensão de 200 MPa a 500 MPa e variação da taxa de fluência $d\epsilon/dt$ calculadas são apresentadas nas Figuras 4-6.

A Figura 7 mostra a dependência da tensão pela taxa de fluência no estágio secundário (n) para as condições ensaiadas. Por técnicas de regressão linear padrão, os valores de n podem ser descritos em termos da equação da lei de Norton [10]:

$$\dot{\epsilon}_s = B\sigma^n \quad (1)$$

onde B é uma constante dependente da estrutura e σ é a tensão aplicada.

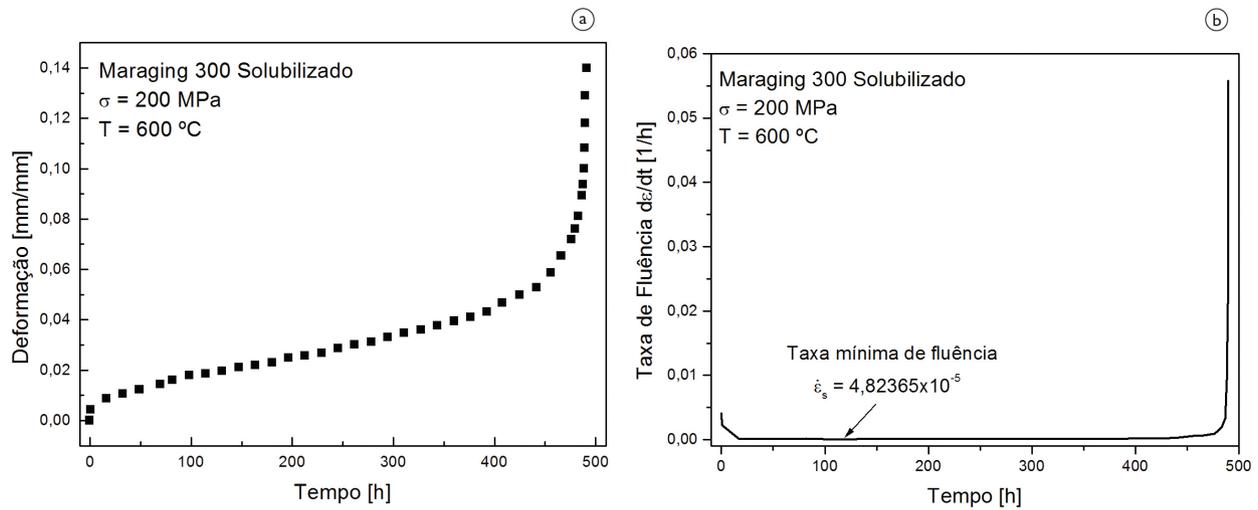


Figura 4. Curvas obtidas para o ensaio de fluência a 600°C e 200 MPa do aço maraging 300 solubilizado: (a) curva de fluência e (b) taxa de fluência $d\epsilon/dt$ calculada.

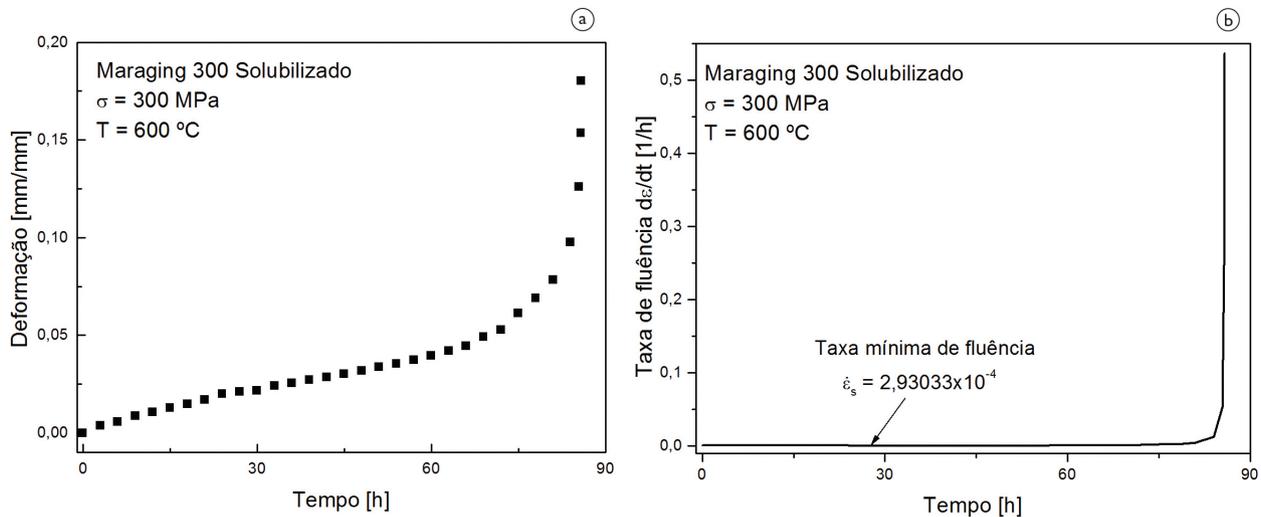


Figura 5. Curvas obtidas para o ensaio de fluência a 600°C e 300 MPa do aço maraging 300 solubilizado: (a) curva de fluência e (b) taxa de fluência $d\epsilon/dt$ calculada.

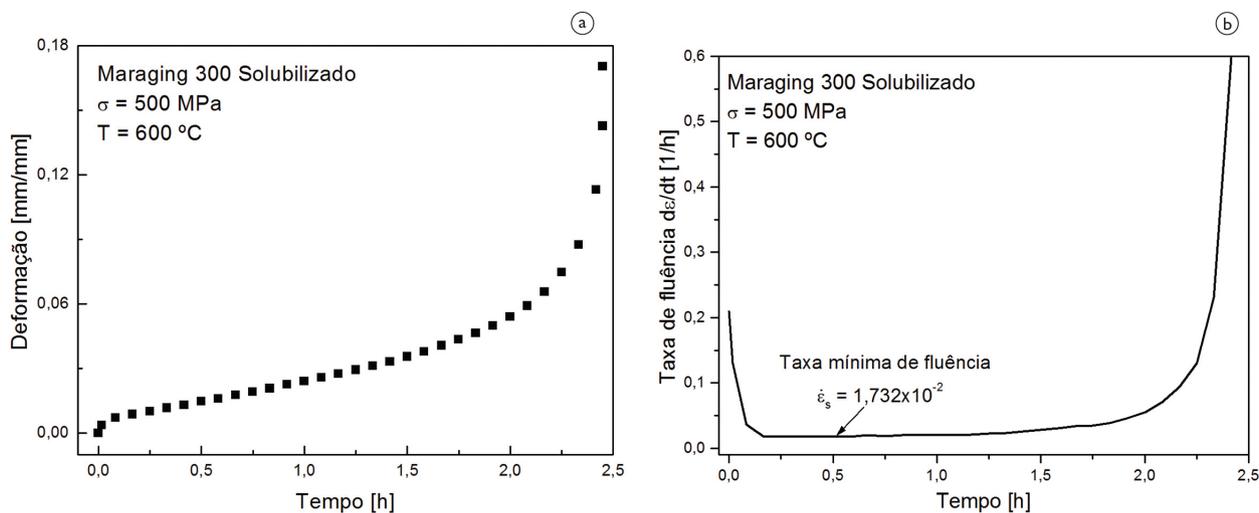


Figura 6. Curvas obtidas para o ensaio de fluência a 600°C e 500 MPa do aço maraging 300 solubilizado: (a) curva de fluência; e (b) taxa de fluência $d\epsilon/dt$ calculada.

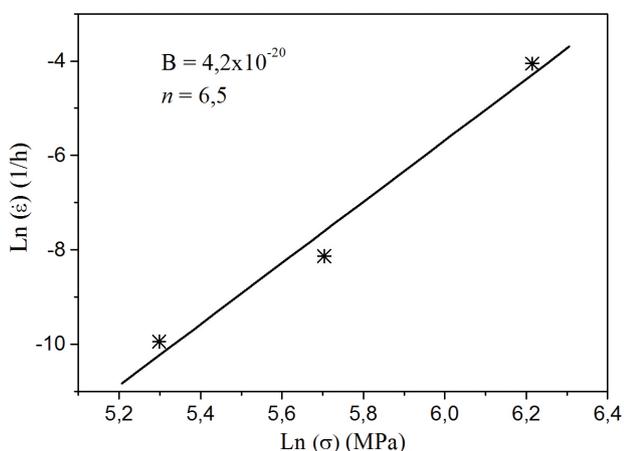


Figura 7. Curva representativa do expoente de tensão da taxa de fluência secundária (n) a 600°C do aço maraging 300 solubilizado.

A Tabela 2 sumariza os resultados obtidos dos ensaios de fluência a 600°C, onde se encontram os valores de tensão (σ), tempo final de fluência (t_f), taxa de fluência secundária ($\dot{\epsilon}_s$) e expoente de tensão da fluência secundária (n).

As Figuras de 3-5 mostram que o material apresenta claramente os três estágios de fluência - primário, secundário e terciário, sendo que a maior parte da vida em fluência desta liga é dominada por uma taxa de fluência constante (estágio secundário). Este fenômeno é associado a uma configuração estável de discordâncias devido aos processos de recuperação e endurecimento [10]. A liga em estudo apresenta boa resistência à fluência nas tensões de 200 MPa e 300 MPa, que pode ser inferido do formato quase horizontal das curvas apresentadas nas Figuras 3 e 4, além da baixa taxa de fluência secundária. Por outro lado, a 500 MPa, o material exibe uma menor resistência à fluência, com fratura após 2,45 h. A taxa

Tabela 2. Dados de fluência a 600°C do aço maraging 300 solubilizado

Temp. (°C)	σ (MPa)	t_f (h)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	n
600	200	491,00	$4,82 \times 10^{-5}$	6,5
	300	85,83	$2,93 \times 10^{-4}$	
	500	2,45	$1,73 \times 10^{-2}$	

de fluência secundária ($\dot{\epsilon}_s$) aumenta e o tempo de vida em fluência (t_f) diminui com o aumento da tensão e/ou temperatura, uma vez que a dependência destas variáveis com a taxa de fluência é normalmente bem representada pela equação da lei de potência [10]. O impacto em fluência da variação da temperatura na faixa de 550°C à 650°C numa tensão de 200 MPa para esta mesma liga já foi estudado [11], corroborando também a equação da lei de potência. Outros estudos com os aços maraging da família 18Ni [1,4,12] também demonstram o impacto de aumento de temperatura e/ou tensão na redução à resistência à fluência. O resultado de tempo de vida em fluência também está coerente com o encontrado na literatura. Aço maraging 300 submetido a um ensaio de fluência à 537°C e 517 MPa apresentou um tempo final de fluência de 226 horas, e quando submetido à temperatura de 427°C e 1.240 MPa, o t_f foi de 277 horas [13]. Estudos comparativos de comportamento em fluência entre aços maraging e outros aços têm demonstrado resultados de maior resistência à fluência pelo aço maraging. Beccaria *et al.* [14] demonstrou num estudo comparativo de resistência a fluência à 80°C entre aço maraging 250 e o aço AISI 1070 que as taxas de fluência foram reduzidas em muitas ordens de magnitude quando utilizado o aço maraging 250. Resultados da literatura de fluência a 600°C e 200 MPa do aço AISI 4340 para diferentes tratamentos térmicos apresentam uma taxa de fluência no estágio secundário de 0,05919 h⁻¹ (Normalizado), 0,08760 h⁻¹ (Isotérmico) e 0,12650 h⁻¹ (Temperado e Revenido) [15],

apresentando portanto uma taxa de fluência na ordem de pelo menos 10^3 vezes maior que nas mesmas condições para o aço maraging 300 estudado. Esta maior resistência à fluência do aço maraging 300 em comparação ao aço AISI 4340 pode ser atribuída ao fato de que os precipitados nanométricos do maraging funcionam como vários pontos de travamento de deslocamento das discordância dentro do grão, retardando portanto a deformação plástica do material [14].

4 CONCLUSÕES

Ensaio de fluência a tensão constante foram conduzidos em aço maraging previamente solubilizado. Os ensaios foram conduzidos a 600°C numa faixa de tensão de 200 MPa a 500 MPa. A liga exibe um comportamento típico de fluência apresentando os seus três estágios. A maior parte da vida em fluência desta liga é dominada

por uma taxa de fluência constante que está associada a uma configuração estável de discordâncias devido aos processos de recuperação e endurecimento. O valor estimado do expoente de tensão (n) do material é 6,5 a 600°C e a taxa de fluência secundária ($\dot{\epsilon}_s$) aumenta com o aumento da tensão no ensaio, seguindo a equação da lei de potência. Resultados comparativos nas mesmas condições de temperatura e tensão demonstram que o aço maraging apresenta uma taxa de fluência da ordem de grandeza de 10^3 vezes menor que o aço AISI 4340, o que pode ser atribuído ao fato dos precipitados presentes no aço maraging atuarem como barreira ao movimento de discordâncias.

Agradecimentos

Os autores agradecem às agências de pesquisa: CNPq (Proc. nº 141274/2013-1), Capes (Proj. Pró-Defesa 014/08) e Fapesp pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 Viswanathan UK, Kutty TRG, Keswani R, Ganguly C. Evaluation of hot hardness and creep of a 350 grade commercial maraging steel. *Journal of Materials Science*. 1996;31:2705-09. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00687304>
- 2 Slunder CJ, Hall AM. The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels – A survey. Washington: Battelle Memorial Institute to NASA SP-5051; 1968.
- 3 Rack HJ. Age hardening-grain size relationships in 18Ni maraging steels. *Materials Science and Engineering*. 1978;34:263-70. [http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416\(78\)90058-7](http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416(78)90058-7)
- 4 Gurewitz G, Atzmon N, Rosen A. Creep and stress relaxation in 18% Ni (250) maraging steel. *Metals Technology*. 1977;4:62-65. <http://dx.doi.org/10.1179/030716977803291962>
- 5 American Society of Testing and Materials International. ASTM3-01-E139: Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials. Philadelphia: ASTM, 1995.
- 6 Shetty K, Kumar S, Raghobhama Rao P. Effect of ion nitriding on the microstructure and properties of Maraging steel (250 Grade). *Surface & Coatings Technology*. 2009;203:1530-36. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.11.034>
- 7 Carvalho LG. Estudo dilatométrico das transformações de fase em aços maraging M300 e M350 [tese de doutorado]. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; 2012.
- 8 Selg H, Meka SR, Kachel M, Schacherl RE, Waldenmaier T, Mittemeijer EJ. Nitriding behaviour of maraging steel: experiments and modelling. *Journal of Materials Science*. 2013;48:4321-35. <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-013-7248-2>
- 9 Fanton L. Estudo do comportamento mecânico e microestrutural de um aço maraging após soldagem a laser e tratamentos térmicos [dissertação de mestrado]. Guaratinguetá: Universidade Estadual Paulista; 2013.
- 10 Evans RW, Wilshire B. Introduction to Creep. United Kingdom: Oakdale Printing Company LTD; 1993.
- 11 Reis AG, Reis DAP, Moura Neto C, Abdalla AJ. Creep evaluation at 200 MPa of maraging 300 alloy. In: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Anais do 68º Congresso ABM International; 30 maio a 02 agosto 2013; Belo Horizonte, Brazil. São Paulo: ABM; 2013. p. 509-514.
- 12 Pollock JTA, Barton SG, Clissold RC. The derivation of creep properties from stress relaxation in steels and non-ferrous metals. *Materials Science and Engineering*. 1981;49:155-71. [http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416\(81\)90150-6](http://dx.doi.org/10.1016/0025-5416(81)90150-6)
- 13 Campbell JE, Barone FJ, Moon DP. The mechanical properties of the 18-percent nickel maraging steels - Report 198. Battelle Memorial Institute. Washington: Defense Metals Information Center; 1964.
- 14 Beccaria M, Bernardini M, Braccinia S, Bradascchia C, Cagnoli G, Casciano C. et al. The creep problem in the VIRGO suspensions: a possible solution using Maraging steel. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*. 1998;404:455-469. [http://dx.doi.org/10.1016/S0168-9002\(97\)01123-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0168-9002(97)01123-6)
- 15 Abdalla AJ, Carrer IR, Barboza MJR, Baggio-Scheid VH, Moura Neto C, Reis DAP. Estudo de fluência em aços 4340 com diferentes microestruturas e tratamento de carbonitretação a plasma. In: Anais do 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais; 21-25 Nov. 2010; Campos do Jordão, Brasil. Campos do Jordão: CBECiMat; 2010. p. 7139-7146.

Recebido em: 01/11/2013

Aceito em: 12/02/2014