

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO MARAGING 300 SUBMETIDO A DIFERENTES CONDIÇÕES DE SUPERENVELHECIMENTO

EVALUATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF MARAGING 300 STEEL SUBJECTED TO DIFFERENT OVERAGING CONDITIONS

EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO MARAGING 300 SOMETIDO A DIFERENTES CONDICIONES DE SOBREENVEJECIMIENTO



10.56238/edimpacto2025.090-056

Samir Ribeiro Salim

Engenheiro de Materiais

Instituição: Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP)

E-mail: samirrsalim@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/0353890748437973>

Bianca Costa Rodrigues

Engenheira de Materiais

Instituição: Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP)

E-mail: bianca.costa@unifesp.br

Orcid: <https://orcid.org/0009-0009-5989-4022>

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/6688140859526284>

Renata Jesuina Takahashi

Doutora em Engenharia e Ciência de Materiais

Instituição: Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP)

E-mail: renata.takahashi@unifesp.br

Orcid: <https://orcid.org/0000-0001-6262-014X>

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/7442172970995912>

Tiago Alegretti Zucarelli

Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais

Instituição: Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP)

E-mail: tiagoalegretti85@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/2105394824226325>

Danieli Aparecida Pereira Reis

Doutora em Engenharia e Tecnologia Espaciais

Instituição: Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP)

E-mail: danieli.reis@unifesp.br

Orcid: <https://orcid.org/0000-0002-1871-6475>

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/7058867464306125>

RESUMO

Os aços maraging constituem uma classe de aços de ultra-alta resistência caracterizados por elevada liga e baixo teor de carbono. Esses materiais são amplamente empregados nos setores aeroespacial e nuclear devido à combinação de propriedades como alta resistência mecânica, boa ductilidade e elevada tenacidade à fratura, podendo atingir limites de escoamento próximos de 2000 MPa após o tratamento térmico de envelhecimento. O superenvelhecimento é um fenômeno associado ao tratamento térmico de envelhecimento em temperaturas elevadas por longos períodos, resultando em redução da resistência mecânica. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da condição de superenvelhecimento no aço maraging 300, considerando as variáveis de temperatura (500, 550 e 600 °C) e tempo (3, 5 e 6 horas) de tratamento térmico. Foram comparadas diferentes condições de tratamento térmico por meio da caracterização das propriedades mecânicas, determinadas através de ensaios de dureza Rockwell C (HRC) e tração, e da identificação das fases presentes por difração de raios X (DRX). Os resultados indicaram que o menor limite de resistência à tração foi obtido na condição de 600 °C por 6 horas. Nessa faixa de temperatura, não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre os tempos de 5 e 6 horas, evidenciando maior suscetibilidade ao fenômeno de superenvelhecimento.

Palavras-chave: Aço Maraging 300. Tratamento Térmico. Superenvelhecimento. Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

Maraging steels constitute a class of ultra-high-strength steels characterized by high alloy and low carbon content. These materials are widely used in the aerospace and nuclear sectors due to the combination of properties such as high mechanical strength, good ductility, and high fracture toughness, and can reach yield strengths close to 2000 MPa after aging heat treatment. Overaging is a phenomenon associated with aging heat treatment at elevated temperatures for long periods, resulting in a reduction in mechanical strength. The objective of this work was to evaluate the effect of overaging on maraging steel 300, considering the variables of temperature (500, 550, and 600 °C) and time (3, 5, and 6 hours) of heat treatment. Different heat treatment conditions were compared through the characterization of mechanical properties, determined by Rockwell C hardness (HRC) and tensile tests, and the identification of the phases present by X-ray diffraction (XRD). The results indicated that the lowest tensile strength limit was obtained at 600 °C for 6 hours. In this temperature range, no statistically significant differences were observed between the 5 and 6 hour times, evidencing greater susceptibility to the overaging phenomenon.

Keywords: Maraging Steel 300. Heat Treatment. Overaging. Mechanical Properties.

RESUMEN

Los aceros maraging constituyen una clase de aceros de ultraalta resistencia caracterizados por su alta aleación y bajo contenido de carbono. Estos materiales se utilizan ampliamente en los sectores aeroespacial y nuclear gracias a la combinación de propiedades como alta resistencia mecánica, buena ductilidad y alta tenacidad a la fractura, pudiendo alcanzar límites elásticos cercanos a los 2000 MPa tras el tratamiento térmico de envejecimiento. El sobrevejecimiento es un fenómeno asociado al tratamiento térmico de envejecimiento a temperaturas elevadas durante largos períodos, lo que resulta en una reducción de la resistencia mecánica. El objetivo de este trabajo fue evaluar el efecto del sobrevejecimiento en el acero maraging 300, considerando las variables de temperatura (500, 550 y 600 °C) y tiempo (3, 5 y 6 horas) de tratamiento térmico. Se compararon diferentes condiciones de tratamiento térmico mediante la caracterización de las propiedades mecánicas, determinadas mediante



dureza Rockwell C (HRC) y ensayos de tracción, y la identificación de las fases presentes mediante difracción de rayos X (DRX). Los resultados indicaron que el límite inferior de resistencia a la tracción se obtuvo a 600 °C durante 6 horas. En este rango de temperatura, no se observaron diferencias estadísticamente significativas entre los tiempos de 5 y 6 horas, lo que evidencia una mayor susceptibilidad al sobrevejecimiento.

Palabras clave: Acero Martensítico 300. Tratamiento Térmico. Sobrevejecimiento. Propiedades Mecánicas.

1 INTRODUÇÃO

Os aços maraging constituem uma classe de aços de ultra-alta resistência desenvolvidos a partir do sistema ferro-níquel, contendo em sua composição elementos de liga como níquel, cobalto, molibdênio e titânio, além de um teor extremamente baixo de carbono [1]. As ligas de aço maraging com aproximadamente 18% de níquel são classificadas conforme o limite de escoamento convencional (em ksi) atingido após o tratamento térmico de envelhecimento, o qual depende da composição específica de elementos de liga presentes no sistema ferro-níquel. As principais classes comerciais são designadas como 200, 250, 300 e 350 [2]. Esses aços combinam elevada resistência mecânica com boa tenacidade à fratura e excelente relação resistência/peso, características que os tornam adequados para componentes estruturais que demandam redução de massa sem comprometer a segurança operacional [2]. Em razão dessas propriedades, os aços maraging são amplamente empregados em aplicações estratégicas que exigem alta confiabilidade estrutural, especialmente nos setores aeronáutico, aeroespacial e nuclear [1,3].

O tratamento térmico do aço maraging é uma das principais vantagens do material. A solubilização e têmpera em ar atmosférico a temperatura ambiente é a etapa inicial e suficiente para garantir a estrutura martensítica característica [2]. O endurecimento por precipitação também é chamado de endurecimento por envelhecimento, e se estendido a longo período, inicia o processo de superenvelhecimento, onde ocorre o fenômeno em que os precipitados têm oportunidade de se unir em uma dispersão mais grosseira, que é menos eficaz como uma barreira de discordâncias [4].

O mecanismo de endurecimento desses aços baseia-se em dois processos principais: a solubilização, que promove a formação da martensita macia, e o envelhecimento, responsável pelo endurecimento via precipitação de fases intermetálicas, como $\text{Ni}_3(\text{Mo},\text{Ti})$ e Fe_2Mo . A faixa ótima de envelhecimento situa-se entre 480°C e 500°C, proporcionando o equilíbrio entre resistência e ductilidade. Entretanto, a exposição prolongada ou temperaturas superiores a essa faixa provocam o fenômeno de superenvelhecimento (*overaging*), no qual ocorre o crescimento e a coalescência dos precipitados, além da reversão parcial da martensita para austenita. Essa transformação resulta em redução do limite de escoamento e da resistência à tração, acompanhada de aumento da ductilidade e da tenacidade [2,5-6].

Dessa forma, o presente estudo teve como objetivo investigar o efeito do superenvelhecimento sobre as propriedades mecânicas e microestruturais do aço maraging classe 300. Para isso, o material foi submetido a diferentes temperaturas e tempos de tratamento térmico, avaliando-se o impacto do superenvelhecimento por meio de ensaios de tração e dureza.

Adicionalmente, a evolução microestrutural foi caracterizada por difração de raios X (DRX), visando identificar as fases formadas após o tratamento térmico e correlacionar suas transformações com as alterações no comportamento mecânico. Os resultados obtidos permitiram uma melhor

compreensão da influência do superenvelhecimento nas propriedades do aço maraging 300, contribuindo para a otimização dos parâmetros de tratamento térmico e para o avanço do conhecimento sobre a sua relação entre microestrutura e desempenho mecânico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os corpos de prova (CDPs) para o ensaio de tração foram usinados e confeccionados conforme a norma ASTM E-8 [7] a partir de chapas laminadas do aço maraging 300, cuja composição química foi previamente avaliada. As dimensões dos CDPs foram de espessura de 3,3 mm, comprimento total de 100,0 mm, comprimento útil para ensaio de 35,0 mm, largura da área útil de ensaio de 6,0 mm e largura da seção da alça (cabeça) de 10,0 mm.

O tratamento térmico de superenvelhecimento ocorreu nas temperaturas de 500°C, 550°C, 600°C por 3, 5 e 6 horas, seguido de resfriamento ao ar em temperatura ambiente. Os CDPs tratados a 500°C ocorreu em forno Brasimet KOe 25/15/40 (tipo câmara industrial), os tratados a 550°C em forno Brasimet KOe 40/25/65, e os tratados a 600°C em forno FORTLAB ML 1400.

Após o tratamento térmico de superenvelhecimento todos os CDPs foram submetidos a medição de dureza Rockwell C (HRC; Durômetro Wilson 1JR), conforme a norma ASTM E18 [14]. Foram realizadas quatro medições de dureza em cada CDP.

O ensaio de tração seguiu a norma ASTM A370 [8], na máquina universal de testes MTS 810 com a aquisição de dados sendo realizada pelo MTS FlexTest 40 (MTS Systems Corporation, Eden Prairie, Minnesota, USA). Foram realizados 27 ensaios, sendo uma triplicata das 9 condições de temperatura e de tempo de tratamento térmico.

A análise estatística dos valores de limite de resistência à tração (LTR) foi realizada no software RStudio (versão 4.2.1, RStudio Team, Boston, MA, USA) com base nos exemplos de código R elaborados pela literatura [9]. A análise de variância (ANOVA) foi empregada como a análise primária, juntamente com testes de hipótese. Após a confirmação de um efeito significativo nos fatores tempo e temperatura, procedeu-se à aplicação do teste de Tukey, o qual é utilizado para comparação entre médias [10].

A caracterização das fases dos CDPs foram identificadas através da difração de Raios X (Rigaku, Ultima VI), com uma fonte de radiação CuK α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), operando com tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. O intervalo angular varreu de 30° a 90°, com passagem angular de 0,02° a cada 5 segundos. Esses parâmetros experimentais foram determinados com base na literatura [11]. O difratograma foi gerado por meio do software HighScore Plus.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO MARAGING 300

A Tabela 1 apresenta composição química (% em peso) obtidas. Todos os elementos de liga encontram-se dentro das faixas especificadas pela literatura [12].

Tabela 1 – Composição química do aço maraging 300.

Amostra	C	S	Si	Mn	Ni	Co	Mo	Al	Ti
CDP (%)	<0,004	<0,0016	0,03 ± 0,02	<0,010	18,65 ± 0,24	8,48 ± 1,43	4,58 ± 0,06	0,095 ± 0,004	0,56 ± 0,02
AMS6514(%)	0,03 máx.	0,010 máx.	0,10 máx.	0,10 máx.	18,00 – 19,00	8,50 – 9,50	4,60 – 5,20	0,05 – 0,15	0,50 – 0,80

Fonte: Autores.

Observa-se que o teor de carbono nos CDPs de aços maraging manteve-se em concentrações baixas (< 0,004 %). Esta concentração evita a formação de precipitados de carboneto de titânio (TiC), os quais são considerados impurezas e reduzem a resistência ao impacto, a ductilidade e a tenacidade [1].

O molibdênio é um dos principais elementos responsáveis pelo endurecimento desses aços, atuando na faixa de 2 a 5% em peso. Esse elemento promove o endurecimento por envelhecimento por meio da precipitação da fase Ni₃Mo. O cobalto, embora seja um dos elementos de liga que mais encarecem a liga, não contribui diretamente para o endurecimento por envelhecimento. Sua principal função é reduzir a solubilidade do molibdênio na matriz martensítica característica dos aços maraging. Essa diminuição da solubilidade favorece a formação de uma maior quantidade de precipitados Ni₃Mo durante o processo de envelhecimento [12].

3.2 ENSAIO DE DUREZA ROCKWELL C

A Tabela 2 apresenta a média e o desvio padrão das medições de dureza Rockwell C (HRC).

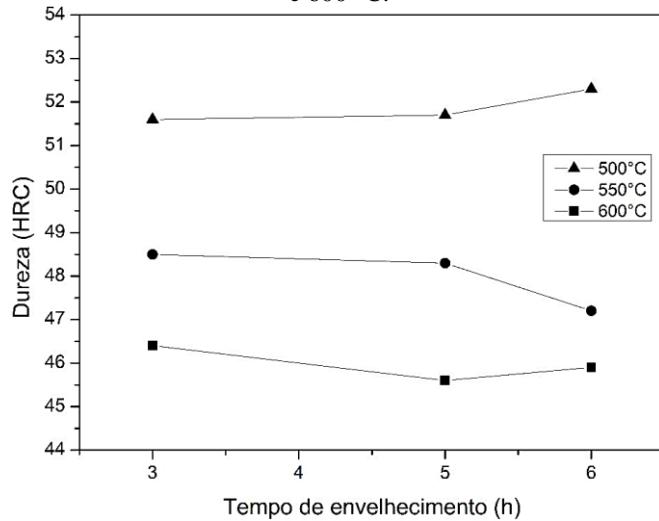
Tabela 2 – Média dos valores de dureza (HRC) nos CDPs de aço maraging 300 após tratamento térmico por 3, 5 e 6 horas nas temperaturas de 500, 550 e 600 °C.

	500 °C	550 °C	600 °C
3 h	51,6 ± 1,9	48,5 ± 2,4	46,4 ± 2,0
5 h	51,7 ± 2,4	48,3 ± 1,2	45,6 ± 1,7
6 h	51,7 ± 2,4	47,2 ± 1,4	45,9 ± 3,4

Fonte: Autores.

Verifica-se que os maiores valores de dureza foram obtidos na condição de tratamento térmico a 500 °C, enquanto os menores valores médios foram observados nos CDPs submetidos à temperatura de 600 °C. A Figura 1 apresenta a variação dos valores médios de dureza Rockwell C em função do tempo de tratamento térmico.

Figura 1 - Durezanos CDPs de aço maraging 300 após tratamento térmico por 3, 5 e 6 horas nas temperaturas de 500, 550 e 600 °C.



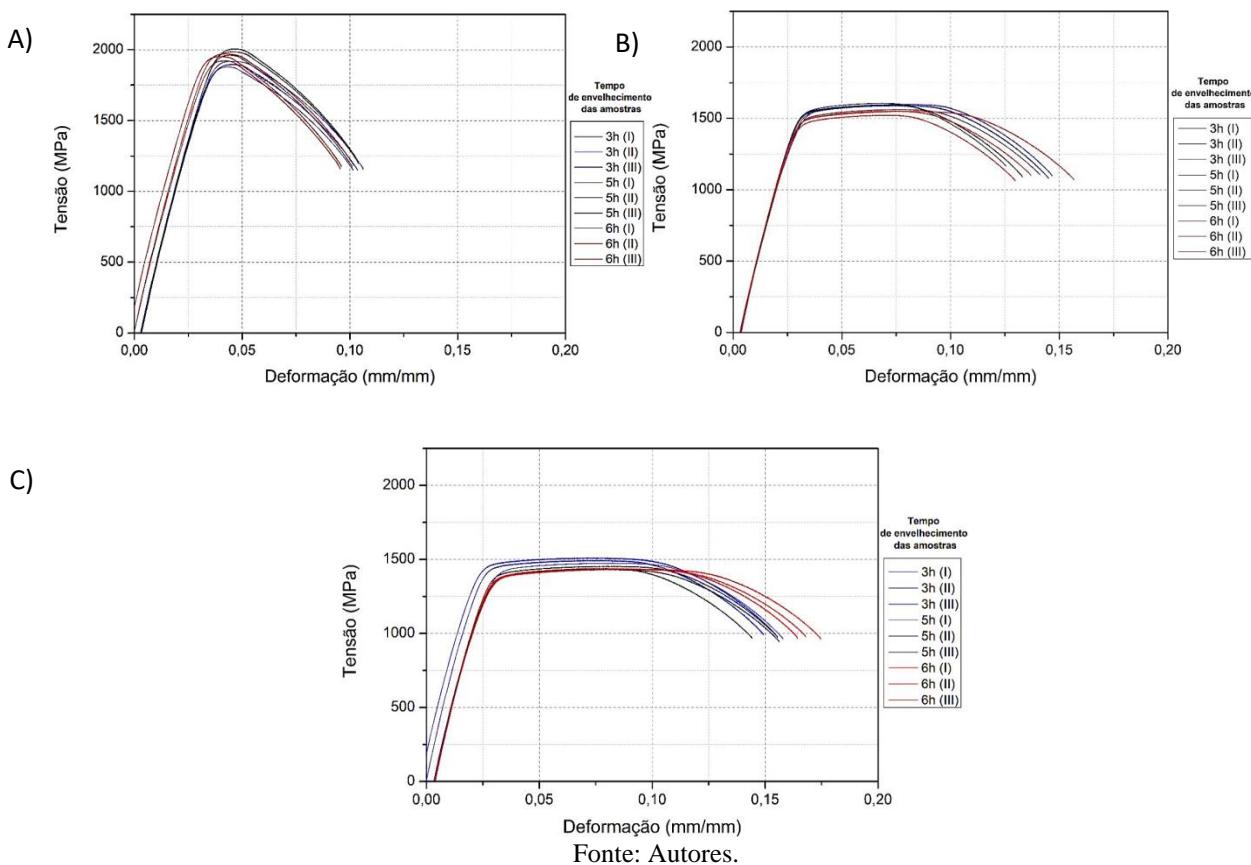
Fonte: Autores.

Observa-se que a dureza Rockwell C é influenciada pela temperatura. A variação da dureza em função do tempo de envelhecimento, para um mesmo patamar de temperatura, mostra-se relativamente pequena quando considerado o desvio padrão das medições. A redução dos valores de dureza nas amostras tratadas termicamente a 550 °C e 600 °C pode ser atribuída ao fenômeno de superenvelhecimento. De acordo com a literatura [6], após esse estágio, ocorre o crescimento das partículas de precipitados, resultando em uma estrutura mais grosseira e, consequentemente, na diminuição da dureza do material.

3.3 ENSAIOS DE TRAÇÃO

A Figura 2 apresenta as curvas tensão–deformação obtidas nos ensaios de tração realizados em CDPs de aço maraging 300 submetidos a diferentes tempos de tratamento térmico de envelhecimento, nas temperaturas de 500 °C, 550 °C e 600 °C. Enquanto a Tabela 3 apresenta os principais parâmetros mecânicos retirados dos ensaios.

Figura 2 - Curva de tensão (MPa) em função da deformação (mm) após os ensaios de tração nos CDPs de aço maraging 300 após tratamento térmico por 3, 5 e 6 horas em diferentes temperaturas. A) 500 °C. B) 550 °C. C) 600 °C.



Fonte: Autores.

Tabela 3 - Propriedades mecânicas medidas após a realização do ensaio de tração nos CDPs de aço maraging 300 após tratamento térmico por 3, 5 e 6 horas nas temperaturas de 500, 550 e 600 °C.

Temperatura	Tempo	Limite Escoamento (MPa)	de Limite de Resistência à Tração(MPa)	Limite Ruptura(MPa)	de Tenacidade teórica(MPa)
500°C	3h	1792,59±31,70	1897,68±20,32	1150,78±4,14	144,17±5,61
	5h	1857,44±3,84	1985,98±22,10	1193,68±25,34	147,77±4,40
	6h	1849,79±18,64	1950,10±24,20	1171,30±15,37	143,47±7,25
550°C	3h	1433,65±40,19	1596,62±3,62	1088,37±10,09	188,00±11,46
	5h	1437,77±25,97	1586,95±22,27	1140,28±32,78	173,10±9,94
	6h	1406,63± 11,30	1543,36±16,43	1076,40±20,10	182,13±21,89
600°C	3h	1318,36±29,85	1493,60±18,85	980,09±14,80	198,40±6,52
	5h	1281,52±27,21	1443,44±11,81	959,93±15,40	185,37±9,59
	6h	1262,80±9,70	1437,67±1,37	969,03±9,21	208,70±6,95

Fonte: Autores.

Observa-se uma mudança no comportamento das curvas tensão-deformação, em que os maiores limites de resistência foram obtidos nas amostras tratadas a 500 °C, enquanto os menores valores foram verificados nas amostras submetidas à temperatura de 600 °C. As curvas referentes aos

tratamentos térmicos de 550 °C e 600 °C apresentam características típicas do processo de superenvelhecimento do aço maraging 300. Com o aumento da temperatura de tratamento térmico, nota-se um incremento na tenacidade, acompanhado pela redução do limite de escoamento e do limite de resistência à tração. Essa relação constitui um importante indicativo de modificações microestruturais associadas ao fenômeno de superenvelhecimento.

As amostras tratadas a 500 °C apresentaram menor influência do superenvelhecimento, mantendo valores de limite de escoamento e limite de resistência dentro da faixa esperada para aplicações que requerem aços maraging de alta resistência. Em contrapartida, as amostras submetidas ao tratamento térmico a 600 °C por 6 h exibiram o menor limite de resistência, indicando que foram as mais afetadas pelas alterações microestruturais decorrentes do superenvelhecimento [5].

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA DO LIMITE DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO

O tratamento estatístico dos dados foi realizado com base nos valores do limite de resistência à tração (LRT), o qual representa a carga máxima suportada pelo material durante o ensaio de tração. Embora o limite de escoamento seja comumente utilizado em projetos estruturais de materiais dúcteis, optou-se por empregar o limite de resistência à tração devido à sua relevância como parâmetro determinante na especificação do material [13].

3.4.1 Teste de hipótese e análise de variância (ANOVA)

A análise estatística dos dados considerou inicialmente duas hipóteses:

- **H₀:** Não há interação entre o tempo de tratamento (número de horas) e a temperatura nos resultados do limite de resistência à tração;
- **H_a:** Há interação entre o tempo de tratamento e a temperatura nos resultados do limite de resistência à tração.

Adotando-se um nível de significância de $\alpha = 0,05$ para a avaliação da hipótese de interação, e aplicando a Análise de Variância (ANOVA), verificou-se que o valor de p obtido para a relação entre o tempo e a temperatura foi de 0,0000139. Como esse valor é inferior ao nível de significância estabelecido ($\alpha = 0,05$), rejeita-se a hipótese nula (H_0). Dessa forma, aceita-se a hipótese alternativa (H_a), indicando a existência de evidências estatísticas de interação entre o tempo de tratamento térmico e a temperatura sobre o limite de resistência à tração.

Em seguida, foram formuladas hipóteses específicas para cada nível do fator tempo, considerando a resposta média em função do fator temperatura, e essas hipóteses foram validadas por meio dos resultados da ANOVA para o desdobramento correspondente. A Tabela 4 apresenta os resultados da análise de variância, enquanto os Quadros 1, 2 e 3 descrevem as hipóteses testadas.

Tabela 4 -Quadro de análise de variância (ANOVA): Desdobramento do fator temperatura dentro de cada nível do fator tempo.

Fonte de variação	Graus de Liberdade(GL)	Soma de Quadrados(SQ)	Quadrado Médio(QM)	Razão F	Valor p
FatorTempo	2	3767,61	1883,80	6,14	0,0093
FatorTemperatura/3h	2	264541,61	132270,81	430,93	0
FatorTemperatura/5h	2	474163,43	237081,72	772,40	0
FatorTemperatura/6h	2	439198,44	219599,22	715,44	0
Resíduo	18	5524,93	306,94	-	-
Total	26	1187196,03	45661,38	-	-

Fonte: Autores.

Quadro 1 – Teste de hipótese para o primeiro nível do fator tempo (3h) para respostas médias do fator temperatura.

1ºnível do fator tempo(3h) para respostas médias do fator temperatura	
H_0	$\mu_{500^{\circ}C/3h} = \mu_{550^{\circ}C/3h} = \mu_{600^{\circ}C/3h}$
H_a	Pelomenos, duas médias diferentes resi.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor=0)<($\alpha=0,05$), ou seja, a temperatura interferiu no LTR quando ele é realizado em 3 horas.

Fonte: Autores.

Quadro 2 -Teste de hipótese para o segundo nível do fator tempo (5h) para respostas médias do fator temperatura.

2ºnível do fator tempo(5h) para respostas médias do fator temperatura	
H_0	$\mu_{500^{\circ}C/5h} = \mu_{550^{\circ}C/5h} = \mu_{600^{\circ}C/5h}$
H_a	Pelomenos, duas médias diferentes resi.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor=0)<($\alpha=0,05$), ou seja, a temperatura interferiu no LTR quando ele é realizado em 5 horas.

Fonte: Autores.

Quadro 3 -Teste de hipótese para o terceiro nível do fator tempo (6h) para respostas médias do fator temperatura.

3ºnível do fator tempo(6h) para respostas médias do fator temperatura	
H_0	$\mu_{500^{\circ}C/6h} = \mu_{550^{\circ}C/6h} = \mu_{600^{\circ}C/6h}$
H_a	Pelomenos, duas médias diferentes resi.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor=0)<($\alpha=0,05$), ou seja, a temperatura interferiu no LTR quando ele é realizado em 6 horas.

Fonte: Autores.

O mesmo procedimento foi aplicado ao desdobramento do fator tempo dentro de cada nível do fator temperatura. A Tabela 5 apresenta os resultados da análise de variância (ANOVA), enquanto os Quadros 4, 5 e 6 descrevem as hipóteses testadas.

Tabela 5 – Quadro de análise de variância (ANOVA): Desdobramento do fator tempo dentro de cada nível do fator temperatura.

Fonte de variação	Graus de Liberdade (GL)	de Soma Quadrados (SQ)	de Quadrado Médio (QM)	Razão F	Valor p
Fator Temperatura	2	1159332,57	579666,29	1888,53	0
Fator Tempo/500°C	2	11830,24	5915,12	19,271	0
Fator Tempo/550°C	2	4830,67	2415,34	7,87	0,0035
Fator Tempo/600°C	2	5677,60	2838,80	9,25	0,0017
Resíduo	18	5524,93	306,94	-	-
Total	26	1187196,03	45661,38	-	-

Fonte: Autores.

Quadro 4 – Teste de hipótese para o primeiro nível do fator temperatura (500°C) para respostas médias do fator tempo.

1º nível do fator temperatura (500 °C) para respostas médias do fator tempo	
H_0	$\mu_{500°C/3h} = \mu_{500°C/5h} = \mu_{500°C/6h}$
H_a	Pelo menos, duas médias diferentemente.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor = 0) < (α = 0,05), ou seja, a temperatura interfere no LTR quando ele é realizado em 500 °C.

Fonte: Autores.

Quadro 5 – Teste de hipótese para o primeiro nível do fator temperatura (550°C) para respostas médias do fator tempo

1º nível do fator temperatura (550 °C) para respostas médias do fator tempo	
H_0	$\mu_{550°C/3h} = \mu_{550°C/5h} = \mu_{550°C/6h}$
H_a	Pelo menos, duas médias diferentemente.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor = 0,003) < (α = 0,05), ou seja, a temperatura interfere no LTR quando ele é realizado em 550 °C.

Fonte: Autores.

Quadro 6 - Teste de hipótese para o primeiro nível do fator temperatura (600°C) para respostas médias do fator tempo.

1º nível do fator temperatura (600 °C) para respostas médias do fator tempo	
H_0	$\mu_{600°C/3h} = \mu_{600°C/5h} = \mu_{600°C/6h}$
H_a	Pelo menos, duas médias diferentemente.
Resultado	Rejeita-se a hipótese H_0 , pois, (p -valor = 0,002) < (α = 0,05), ou seja, a temperatura interfere no LTR quando ele é realizado em 600 °C.

Fonte: Autores.

A análise estatística confirmou a existência de interação significativa entre os fatores tempo e temperatura sobre o limite de resistência à tração dos corpos de prova de aço maraging 300. A presença dessa interação indica que o efeito de um fator depende do nível em que o outro se encontra. Diante dessa interação, não é possível comparar diretamente os valores do limite de resistência à tração entre

as diferentes temperaturas sem considerar o tempo de tratamento, e vice-versa. Para aprofundar a compreensão dessa relação, faz-se necessária a aplicação de testes de comparações múltiplas. Assim, foi empregado o teste de Tukey, com o objetivo de identificar quais níveis dos fatores apresentam diferenças significativas entre si [14].

3.4.2 Teste de comparações múltiplas de Tukey

Nas diferentes durações de tratamento térmico (3h, 5h e 6h), as médias do limite de resistência à tração obtidas para as temperaturas de 500 °C, 550 °C e 600 °C apresentaram diferenças significativas quando comparadas duas a duas. A Tabela 6 apresenta os resultados do teste de Tukey. Para evidenciar essas diferenças estatísticas, utilizou-se a notação de médias seguidas pela mesma letra, dentro de uma mesma coluna (CLD), para cada tempo de tratamento. Médias que compartilham a mesma letra não diferem significativamente entre si, de acordo com o nível de significância adotado no teste de Tukey.

Tabela 6 - Tratamento em diferentes tempos para fator temperatura fixado em 500, 550 e 600°C.

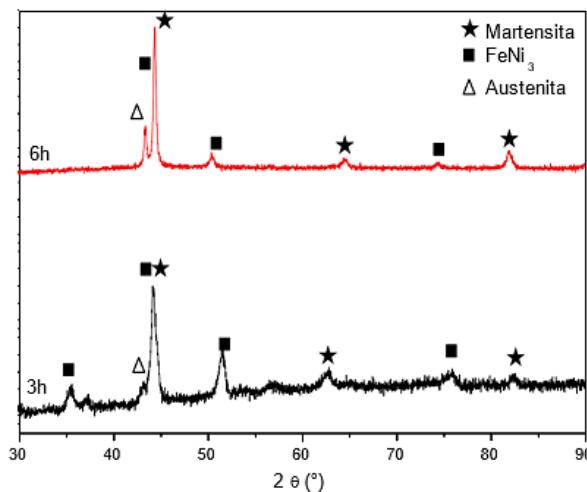
Tratamento	Médias LRT (MPa)	Resultados para o fator temperatura fixado em		
		3h	5h	6h
500°C	1897,69	A	A	A
550°C	1596,62	B	A	B
600°C	1493,60	C	B	B

Fonte: Autores.

3.4 ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A Figura 3 apresenta os difratogramas dos CDPs submetidos aos tratamentos térmicos a 500 °C por 3 h e a 600 °C por 6 h, após o ensaio de tração. Portanto, deve-se também considerar a influência da deformação a frio.

Figura 3 - Difratogramados CDPs de aço maraging300 após tratamento térmico de 500°C/3h e 600°C/6h.



Fonte: Autores.

Ambas as amostras evidenciaram a presença das fases martensita, FeNi_3 e austenita. Os picos de martensita observados nas amostras tratadas a $500\text{ }^{\circ}\text{C}/3\text{ h}$ e $600\text{ }^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$ são característicos e estão em concordância com resultados reportados na literatura [11], que analisaram o aço maraging 300 submetido apenas ao tratamento térmico de solubilização ($820\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 h).

Após o superenvelhecimento, na condição de $600\text{ }^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$, observou-se alteração na intensidade dos picos correspondentes à fase FeNi_3 . A presença de austenita pode indicar um possível fenômeno de reversão da martensita para a austenita, conforme relatado na literatura como um comportamento característico do superenvelhecimento do aço maraging 300 [15,16].

4 CONCLUSÕES

O presente trabalho investigou o efeito da condição de superenvelhecimento no aço maraging 300, considerando diferentes parâmetros de tratamento térmico, com variação de temperatura ($500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $600\text{ }^{\circ}\text{C}$) e tempo (3 h, 5 h e 6 h). Pelos resultados obtidos, conclui-se que:

- A resposta mecânica do aço maraging 300 foi predominantemente influenciada pelos parâmetros de temperatura e tempo de tratamento térmico nas condições avaliadas.
- Observou-se uma redução da resistência mecânica em decorrência do superenvelhecimento do material.
- O maior limite de resistência à tração foi obtido na condição de $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 5 horas. Nesta temperatura, não houve diferença estatisticamente significativa entre as médias de resistência à tração para 5 e 6 horas de tratamento, indicando que ambos os tempos são eficazes para alcançar elevada resistência.
- O menor valor de resistência à tração foi verificado após o tratamento a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 6 horas, evidenciando o efeito negativo do superenvelhecimento sobre as propriedades mecânicas.
- Nas condições de $600\text{ }^{\circ}\text{C}/5\text{ h}$ e $600\text{ }^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$, não foram observadas diferenças significativas entre os limites de tração médios, sugerindo que essa faixa de temperatura é mais suscetível ao fenômeno de superenvelhecimento.
- A condição de superenvelhecimento analisada resultou em aumento da tenacidade estimada, possivelmente devido à reversão parcial de martensita para austenita.
- As análises de difração de raios X (DRX) confirmaram a presença das fases martensita, FeNi_3 e austenita nas amostras tratadas a $500\text{ }^{\circ}\text{C}/3\text{ h}$ e $600\text{ }^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$ após o ensaio de tração, corroborando os efeitos microestruturais associados ao superenvelhecimento.



AGRADECIMENTOS

CNPq, Capes, FINEP e FAPESP.



REFERÊNCIAS

- [1] MOURITZ, A. P. **Introduction to aerospace materials.** Woodhead Publishing Limited, 2012.
- [2] International Nickel Company (Inco). **18 per cent nickel maraging steels: Engineering Properties.** Tech. Rep. No. 4419, Belgium: Nickel Development Institute, 1976.
- [3] ASSUNÇÃO, F.C.R. **Materiais avançados 2010-2022.** Brasília: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2010.
- [4] SHACKELFORD, J.F. **Introdução à ciência dos materiais para engenheiros.** 6ºEd. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.
- [5] RAO, Muktinatalapati Nageswara. **Progress in understanding the metallurgy of 18% nickel maraging steels.** International Journal of Materials Research, v.97, n.11, 2006. Disponível em: <https://doi.org/10.3139/146.101418>
- [6] SHA, W., & GUO, Z. **Maraging steels: Modelling of microstructure, properties and applications.** Woodhead Publishing Limited, 2009.
- [7] ASTM E8/E8M. **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.** Annual Book of ASTM Standards, 2010.
- [8] ASTM A370-20, **Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.** ASTM International, 2020.
- [9] OLIVEIRA, L. P. **Planejamento de experimentos utilizando o R-Studio para análise de dados.** Desenvolvimento de material didático ou instrucional. Universidade Federal de São Paulo, 2022.
- [10] WALPOLE, R. E. et al. **Probabilidade e estatística: para engenharia e ciências.** 8. ed. Pearson, 2008.
- [11] SCHIAVO, C. P.; ZUCARELLI, T. A.; REIS, D. A. P. Maraging 300 Steel Plasma Welding Characterization for Aerospace Application. *Materials Research*, v. 26, p. e20220532, 2023.
- [12] PADIAL, A. G. F. **Caracterização microestrutural do aço maraging de grau 400 de resistência mecânica ultra-elevada.** Tese (Doutorado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia de Combustível Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2002.
- [13] SOUZA, S. A. **Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos Teóricos e Práticos.** 5ª ed. Blucher, 1982.
- [14] WALPOLE, R. E. et al. **Probabilidade e estatística: para engenharia e ciências.** 8. ed. Pearson, 2008.
- [15] DE CARVALHO, Leandro Gomes et al. Kinetics of martensite reversion to austenite during overaging in a maraging 350 steel. *ISIJ International*, [s. l.], v. 59, n. 6, p. 1119–1127, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-610>
- [16] PARDAL, J. M., TAVARES, S. S. M., TERRA, V. F., DA SILVA, M. R., DOS SANTOS, D. R. Modeling of precipitation hardening during the aging and overaging of 18Ni–Co–Mo–Ti maraging



300 steel. Journal of Alloys and Compounds, v. 393, n. 1-2, p. 109-113, 2005. DOI: 10.1016/j.jallcom.2004.09.049

Conhecimento em Rede: Explorando a Multidisciplinaridade 3^a Edição

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AÇO MARAGING 300 SUBMETIDO A DIFERENTES CONDIÇÕES DE SUPERENVELHECIMENTO