

ATTENTION MICROFICHE USER,

The original document from which this microfiche was made was found to contain some imperfections that reduce full comprehension or some of the text despite the good technical quality of the microfiche itself. The failures may be:

- missing or illegible pages/figures;
- wrong pagination;
- poor overall printing quality, etc...

We normally refuse to microfiche such a document and request a replacement document (or page) from the national INIS Centre concerned. However, our experience shows that many months pass before such documents are replaced. Sometimes the Centre is not able to supply a better copy or, in some cases, the pages that were supposed to be missing correspond to a wrong pagination only. We feel that it is better to proceed with distributing the microfiche made of these documents than to withhold them till the imperfections are removed. If the removals are subsequently made then replacement microfiche can be issued. In line with this approach then, our specific practice for microfiching such documents is as follows:

1. A microfiche of an imperfect document will be marked with a special symbol (black circle) on the left of the title. This symbol will appear on all masters and copies of the document (1st fiche and trailer fiches) even if the imperfection is on one fiche of the report only.
2. If the incorrectnesses are not too general the reason will be specified on a sheet such as this, in the space below.
3. The microfiche will be considered as temporary, but sold at the normal price. Replacements, if they can be issued, will be available for purchase at the regular price.
4. A new document will be requested from the supplying Centre.
5. If the Centre can supply the necessary pages/document a new master fiche will be made to permit production of any replacement microfiche that may be required.

The original document from which this microfiche has been prepared has these imperfections:

- missing pages/figures numbered:
- wrong pagination
- poor overall printing quality
- combinations of the above
- other

INIS Clearinghouse
I.A.E.A.
P.O. Box 100
A-1400, VIENNA
AUSTRIA

Page 105, 106
and 179 missing

INIS - BR -- 2445.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA CINÉTICA DO ENVELHECIMENTO DE
AÇOS "MARAGING"

OLAVO BILAC DOS SANTOS VICTOR

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do
Grau de Mestre em Reatores de
Potência e Ciclo do Combustível
Nuclear

Orientador: Dr. Daniel Kao Sun Ting

SÃO PAULO
1990



E R R A T A

PÁGINA/LINHA	ONDE SE LÊ	LEIA-SE
28/7	parâmetros	parâmetros
40/8	duas vezes,	duas vezes:
41/12	após	após a
50/5	apresentavam havia	apresentaram
64/1	14.1.2.3)	14.1.2.3
88/19	figura 145 a 150	figuras 145 a 150
88/20	figura 155 e 156	figuras 155 e 156

- A Neide A. Pichelli pela competência, paciência e dedicação na tarefa de digitação das diversas revisões do presente trabalho.
- A Edson Ribeiro, Eliane A. Orlandi e Paulo Roberto Mendonça pelo auxílio na preparação dos desenhos.
- Ao Eng. José Eduardo Deboni pelo auxílio na utilização de computadores e terminais.
- A Célia Beatriz M. Figueiredo e Ivo de Oliveira pelo auxílio na preparação deste trabalho.
- Aos funcionários do Arquivo Técnico da COPESP, muito especialmente a Bibliotecária Lourdes C. Alves pela ajuda nas pesquisas Bibliográficas, na recuperação de referências e pela encadernação do presente trabalho.
- Ao Almirante Engenheiro Naval Othon Luiz Pinheiro da Silva, Presidente da COPESP, e ao Dr. Spero Penha Morato, Superintendente do IPEN, pelo incentivo e apoio.
- A COPESP e ao IPEN/CNEN-SP pelas condições oferecidas para realização do presente trabalho.

CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA CINÉTICA DO ENVELHECIMENTO DE AÇOS "MARAGING"

Olavo Bilac dos Santos Victor

RESUMO

Aços "Maraging" são materiais com teores muito baixos de C e adições de Ni, Mo, Co e Ti que podem atingir limites de resistência mecânica elevados pela combinação de tratamentos térmicos.

Foram investigados experimentalmente aspectos da cinética de envelhecimento de 3 tipos de aços "Maraging" da família de 18% Ni utilizando-se técnicas de medição de resistividade elétrica, atrito interno e dureza mecânica em amostras envelhecidas desde de 30 segundos até diversas horas. Nas amostras aquecidas lentamente distinguiu-se 3 fases:

a) Nos primeiros minutos a dureza aumenta bastante com decréscimos significativos de resistividade e com variação inicialmente crescente e depois decrescente do atrito interno, o que é atribuído à recuperação da rede de discordâncias atuando conjuntamente com a precipitação de compostos intermetálicos.

b) Na segunda fase há preponderância da precipitação de compostos intermetálicos e a resistividade sofre um decréscimo rápido, o atrito interno passa a crescer e a dureza continua seu crescimento porém com velocidade inferior.

c) Para tempos longos de envelhecimento, inicia-se a terceira fase com decréscimo de dureza causado pelo crescimento dos precipitados além de um tamanho crítico e reversão à Austenita (superenvelhecimento). Nesta fase o atrito interno e a resistividade decrescem.

Foi verificada a grande adequabilidade das técnicas utilizadas para as finalidades desejadas.

CONTRIBUTION TO THE STUDY OF THE KINETICS OF MARAGING STEEL
AGING

Olavo Bilac dos Santos Victor

ABSTRACT

Maraging steels are materials with very low contents of C and with Ni, Co, Mo and Ti additions, that can reach very high mechanical strength values by combinations of heat treatment operations.

Three 18% Ni Maraging steels have had some aspects of their aging kinetics investigated by experimental procedures using electrical resistivity, internal friction and hardness measurement techniques, in samples aged from 30 seconds to several hours. In samples aged at low heating rates, samples, it was possible to distinguish 3 phases:

a) In the first few minutes, hardness increases with an appreciable decrease in resistivity and a decrease in internal friction after an initial increase, which is caused by dislocation recovery acting together with intermetallic precipitation.

b) The second phase is dominated by intermetallic precipitation with a rapid decrease in resistivity and a gradual rise in internal friction and hardness.

c) At long aging times, the third phase begins with hardness starting to drop. This is caused by growth of precipitates beyond some critical size and by reversion to the Austenite phase (overaging). During this stage, internal friction and resistivity decrease.

Finally, it was verified that the techniques employed were very adequate to the purposes of the present kinetics studies.

SUMÁRIO

	Pag.
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
I.1 - Considerações Gerais	1
I.2 - Aços "Maraging"	2
I.3 - Objetivo do Trabalho	5
I.4 - Trabalhos Anteriores	6
I.4.1 - Trabalhos Principais	6
I.4.2 - Outros Trabalhos	7
CAPÍTULO II - TEORIAS DE COMPORTAMENTO MECÂNICO APLICÁVEIS E ESCOLHA DE TÉCNICAS ADEQUADAS AOS FENÔMENOS RELACIONADOS	10
II.1 - Teorias Relacionadas ao Ancoramento de Discordâncias por Defeitos Puntiformes ..	10
II.1.1 - Interações de Discordâncias com Defeitos Puntiformes e Propriedades Mecânicas de Cristais	10
II.1.1.1 - Introdução	10
II.1.1.2 - Modelo de Koehler/Grana- to & Lucke.....	11
II.1.1.3 - Preplasticidade e Limite de Escoamento	15
II.1.1.4 - Anelasticidade	15
II.1.1.5 - Atrito Interno	16

II.1.2 - Recuperação de Estruturas	
Martensíticas	17
II.1.2.1 - Recuperação a "Baixa	
Temperatura" de Metais	
Trabalhados a Frio	17
II.1.2.2 - Recuperação à Temperatura	
Ambiente de Aços com	
Estrutura Martensítica	
Recentemente Formada ...	18
II.1.2.3 - Aplicabilidade das Teorias	
sobre Recuperação a	
Aços "Maraging"	18
II.2 - Teorias Relacionadas com a Composição	
Química	19
II.2.1 - Teorias de Endurecimento de	
Cristais Aplicáveis a Aços Maraging	19
II.2.1.1 - Endurecimento por Solução	
Sólida	19
II.2.1.2 - Endurecimento pela Formação	
de Estrutura Martensítica	20
II.2.1.3 - Ordenamento de Curto	
Alcance	20
II.2.1.4 - Endurecimento por Fases	
Dispersas	20
II.2.2 - Efeitos de Elementos de Liga e	
Residuais	21
II.2.2.1 - Composições Típicas	21

II.2.2.2 - Efeito dos Elementos de Liga ..	22
II.2.2.3 - Efeito dos Elementos Residuais	26
II.2.3 - Efeitos Anelásticos da Precipitação	27
II.2.3.1 - Considerações Gerais	27
II.2.3.2 - Teoria Elástica	27
II.2.3.3 - Teoria Termodinâmica	28
II.2.3.4 - Teoria de Nowick	29
II.3 - Técnicas Adequadas ao Presente Estudo ...	30
II.3.1 - Escolha de Técnicas	30
II.3.2 - Atrito Interno	30
II.3.3 - Resfriamento Rápido	32
II.3.4 - Resistividade Elétrica	35
II.3.5 - Dureza	36
II.3.6 - Adequabilidade das Técnicas Escolhidas	36
CAPÍTULO III - MATERIAIS E MÉTODOS	39
III.1 - Procedimento Experimental	39
III.2 - Obtenção de Amostras	42
III.2.1 - Ligas Utilizadas e Sua Procedência	42
III.2.2 - Preparação de Amostras	43
III.3 - Tratamentos Térmicos	44
III.3.1 - Solubilização	44
III.3.2 - Envelhecimento	46
III.4 - Medição da Resistividade Elétrica	49

III.5 - Ensaio de Dureza	51
III.6 - Ensaio de Atrito Interno	52
CAPÍTULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
IV.1 - Apresentação dos Resultados	57
IV.1.1 - Resultados Gerais	57
IV.1.2 - Resultados Principais	57
IV.2 - Discussão dos Resultados	69
IV.2.1 - Introdução	69
IV.2.2 - Fases da Cinética de Envelhecimento	69
CAPÍTULO V - CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES	77
V.1 - Conclusões	77
V.2 - Recomendações	78
ANEXO A - RESULTADOS COMPLETOS	79
A.1 - Resultados Obtidos com a Liga 1	79
A.1.1 - Resultados dos Ensaio	79
A.1.2 - Gráficos Comparativos de Resultados	84
A.2 - Resultados Obtidos com a Liga 2	86
A.2.1 - Resultados dos Ensaio	86
A.2.2 - Gráficos Comparativos de Resultados	87
A.3 - Resultados Obtidos com a Liga 3	88
A.3.1 - Resultados dos Ensaio	88
A.3.2 - Gráficos Comparativos	89
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	184

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO

1.1 - Considerações Gerais

Até 1940, os aços com limites de resistência mais elevados, aços temperados e revenidos, atingiam 1250 MPa. Este valor é relativamente baixo pois o limite de resistência teórico de um cristal de ferro, livre de defeitos, é da ordem de 13000 MPa. Por tratamentos térmicos convencionais, obtiveram-se posteriormente materiais com limite de resistência da ordem de 2200 MPa, pela adição de elementos de liga adequados. Estas adições não somente aumentam a eficiência das transformações envolvidas, mas, também, criam resistência adicional à deformação, através de processos de precipitação. As ligas martensíticas Fe-Co-W endurecidas pela precipitação de compostos intermetálicos são conhecidas há mais de 50 anos. Mais recentemente deram lugar às ligas Fe-Co-Mo que utilizam o mesmo tipo de endurecimento e apresentam a vantagem adicional de possuírem densidades inferiores (8).

Ultimamente, novos tipos de tratamentos térmicos e termo-mecânicos fizeram surgir aços de resistência elevada. Um destes processos é conhecido como "Maraging" e permite obter aços com limite de resistência de até 3500 MPa. A maioria destes aços se enquadra na família Fe-Co-Mo modificada pela adição de Ni e Ti. Obtém-se, assim, uma estrutura CCC própria da Martensita de Fe-Ni, com elementos intersticiais em porcentagem mínima.

1.2 - Aços "Maraging"

Aços "Maraging" são aços com teores extremamente baixos de Carbono nos quais a combinação da composição química (concentração de elementos substitucionais Ni, Mo, Ti, Al, e etc.) com tratamentos térmicos de envelhecimento propicia reações metalúrgicas que elevam o limite de resistência dos mesmos. Estas reações ocorrem durante o tratamento térmico de envelhecimento a temperaturas próximas de 723 K e em intervalos de 1 a 8 horas, de acordo com a composição química. Elas provocam a precipitação de compostos intermetálicos que causam o endurecimento do aço e daí surge o nome "Maraging" que deriva de "Martensite Age Hardening". Os limites de resistência desses aços atingem valores surpreendentes, já tendo sido estudados aços de 3422 MPa, ou seja, 8 vezes mais resistentes do que os aços mais comumente usados em estruturas (34). Os aços "Maraging" mais utilizados são os que tem limites de escoamento de 1700 a 2000 MPa. Eles possuem excelente tenacidade, soldabilidade e trabalhabilidade a frio e a quente. Suas excelentes propriedades mecânicas mantêm-se até cerca de 620 K e justificam seu emprego em uma gama muito grande de aplicações (principalmente nas indústrias Aeroespacial, Mecânica e Nuclear) e na fabricação de ferramentas para trabalho a frio e a quente (16,20).

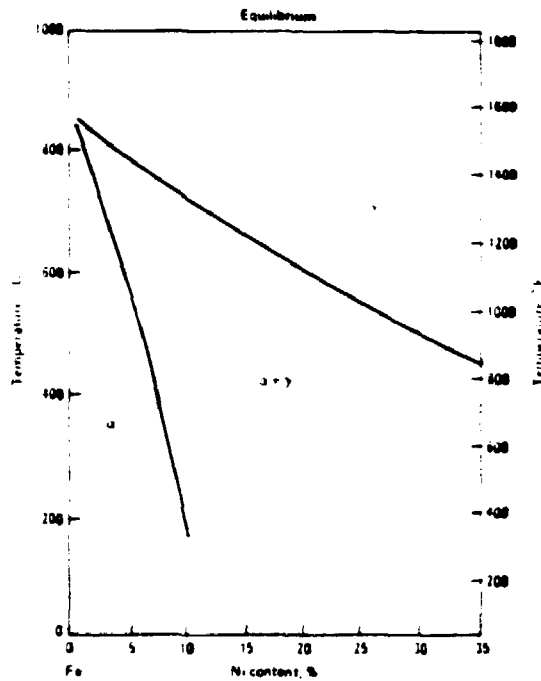


Figura 1: Diagrama de Equilíbrio (simplificado) das Ligas Fe-Ni conforme a referência (16).

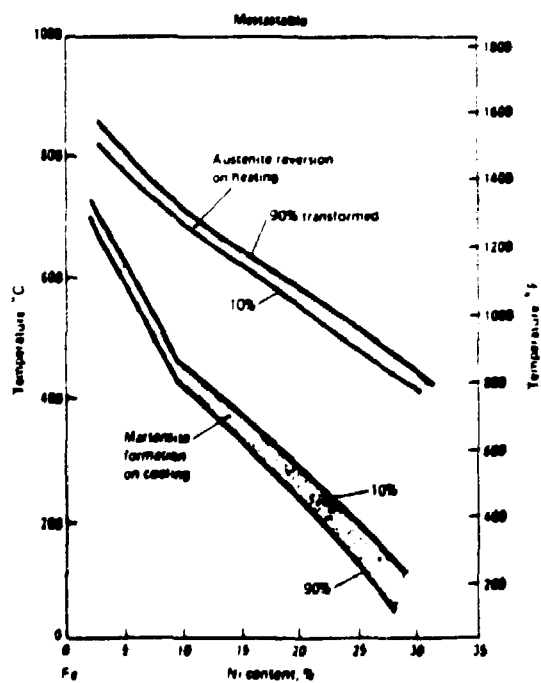


Figura 2: Diagrama Meta-estável das Ligas Fe-Ni conforme a referência (16).

Os diagramas de equilíbrio e meta-estável das ligas Fe-Ni na forma simplificada mostrada nas figuras 1 e 2, revelam existir histerese térmica nas transformações $\gamma \rightleftharpoons \alpha$ destas ligas que é a causa primordial de suas notáveis propriedades. Esta histerese térmica, ou seja, o fato da temperatura M_s diferir substancialmente da temperatura A_s , permite executar o tipo de envelhecimento característico desses aços. Assim, a liga Austenítica pode ser altamente saturada com elementos de liga substitucionais em temperaturas elevadas. Durante o resfriamento, há a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ e obtém-se a Martensita supersaturada em uma temperatura na qual não é possível ocorrer precipitação. Durante o reaquecimento a temperaturas intermediárias, inicia-se o processo de envelhecimento por precipitação sem reversão à fase Austenítica possibilitado pela histerese térmica mencionada (24).

As principais vantagens destes aços são:

a) No estado solubilizado, sua dureza é relativamente baixa (25 a 30 HRC), o que permite sua usinagem e trabalho a frio sem maiores problemas (16).

b) Durante o tratamento térmico de envelhecimento, as variações dimensionais são mínimas e facilmente controláveis. Este tratamento térmico é de baixo custo e de fácil realização, sem necessidade de banhos especiais. Desta forma, pode-se economizar na usinagem e no tratamento térmico (16).

c) Sua soldabilidade é excelente, sem termos de comparação com os aços de alta resistência equivalentes (16).

d) A resistência ao impacto é maior que a dos aços de alta resistência convencionais (16).

e) Apresenta boas propriedades a altas temperaturas, o que permite sua utilização para trabalho a quente (16).

f) Comparando-se com aços convencionais de alta resistência, os aços "Maraging" possuem resistência a corrosão geral igual ou melhor, mesmo sem se levar em consideração os aços "Maraging" inoxidáveis (10,52). Com relação a corrosão sob tensão e fragilização por Hidrogênio, os aços "Maraging" são muito superiores aos citados aços (5, 45).

1.3 - Objetivo do Presente Trabalho

O presente trabalho tem os seguintes objetivos principais:

a) Contribuir para o estudo da cinética das reações metalúrgicas que ocorrem durante o processo de envelhecimento dos aços "Maraging" através da quantificação experimental de variações características de propriedades físicas durante o processo, em intervalos de poucos segundos a várias horas, com a utilização de técnicas experimentais adequadas.

b) Verificar a validade de alguns modelos teóricos propostos na literatura, através da comparação dos resultados previstos por estes modelos e os dados experimentais obtidos neste trabalho.

Este estudo se engloba no contexto mais amplo que abrange o desenvolvimento de ligas apropriadas dentro do escopo relativo a "aços especiais para aplicação em reatores nucleares e utilização em instalações do ciclo do combustível nuclear".

I.4 - Trabalhos Anteriores

I.4.1 - Trabalhos Principais

No contexto do presente estudo, dois trabalhos foram considerados como básicos e são também citados por vários pesquisadores que se dedicaram ao desenvolvimento dos aços em questão ^(*) :

a) Miner e colaboradores (32) utilizaram a técnica de medição de atrito interno para o estudo da cinética do envelhecimento de aços "Maraging" e determinaram com sucesso o papel dos principais elementos de liga neste processo. Observaram duas fases bem distintas:

- Na primeira (com duração de alguns minutos) ocorre uma queda brusca de atrito interno e um endurecimento

 (*) É o caso de S. Floreen, pesquisador da empresa "International Nickel Co" e autor de, inúmeros trabalhos no assunto entre os quais o clássico artigo "The Physical Metallurgy of Maraging Steels" (15).

muito rápido. Os autores associaram este comportamento a um rearranjo de rede de discordâncias, interpretando-o como uma reação de recuperação rápida.

- A segunda fase, onde ocorre a elevação gradual do atrito interno, foi associada à precipitação de compostos intermetálicos, principalmente à base de Molibdênio.

b) Peters e Cupp (40) realizaram os estudos desta cinética utilizando como técnica principal a medição da resistividade elétrica. As amostras foram envelhecidas em banhos de sais, fazendo-se seu resfriamento rápido após determinados tempos de envelhecimento. Eram, então, efetuadas medidas de resistividade elétrica e dureza. Em algumas amostras foi utilizada a difração de raios-x para determinar a porcentagem de Austenita revertida em relação à Martensita. Estes autores observaram 3 etapas bem distintas.

- Inicialmente há a recuperação da Martensita com um pequeno decréscimo da resistividade.

- Em seguida ocorrem as reações de precipitação e a resistividade sofre um decréscimo rápido.

- Para tempos de envelhecimento maiores ocorre a etapa final com a formação de Austenita, rica em Níquel.

1.4.2 - Outros Trabalhos

Diversos outros pesquisadores utilizaram técnicas variadas para o estudo da cinética do envelhecimento de aços

"Maraging". Algumas destas técnicas não são adequadas para o estudo nos estágios iniciais do envelhecimento. Cita-se:

a) Bul e Dabosi (6) usaram as técnicas de microdureza, difração de raios-x, análise termo-diferencial e outros ensaios físicos e químicos para determinar propriedades eletroquímicas em soluções ácidas. Desta maneira pretendiam avaliar o progresso das reações de precipitação e a cinética de reversão à Austenita em aços com 18% Ni - 6% Co e pequenas adições de Titânio, Alumínio e Molibdênio, em quantidade variando de 2,8 a 6,9% em peso. Só foi feito o estudo para tempos de envelhecimento longos, a partir de uma hora de duração; as técnicas usadas não são próprias para investigar os estágios iniciais do envelhecimento.

b) Alekseeva e outros (1) utilizaram a técnica de aniquilação de positrons, aliada à técnicas mais tradicionais de medição da dureza, microscopia eletrônica e análise dilatométrica. A técnica de aniquilação de positrons baseia-se na detecção de radiação resultante da reação de aniquilação entre positrons e eletrons. Este método é sensível a pequenas variações na distribuição eletrônica em amostras, causadas por mudanças microestruturais.

Os autores concluíram que a microscopia eletrônica não é uma técnica eficiente para acompanhar a cinética nos estágios iniciais. O método de aniquilação de positrons, entretanto, se mostrou eficiente revelando o início da precipitação em diversas temperaturas; essas reações de

precipitação causam mudanças na distribuição de elétrons e portanto nas características de aniquilação do material.

c) Zaytseva e Perkas (54) estudaram a cinética de aços "Maraging" Fe-Ni-V e Fe-Ni-Co-V, através das técnicas de resistividade elétrica e medição da dureza. Detetaram a formação de aglomerados ricos em Vanádio, logo no início do processo de envelhecimento, causados pela migração de átomos deste elemento para discordâncias.

d) Shiraishi e Ateki (46) através das medições de atrito interno, estudaram a cinética de envelhecimento de diversos aços "Maraging". Ampliaram o estudo feito por Miner (32) com relação à composição química dos aços, temperatura de envelhecimento e tempo de envelhecimento. Detetaram vários estágios através da mudança no coeficiente de atrito interno e módulo de elasticidade.

e) Takaki e Tokunaga (48) estudaram as reações de envelhecimento de aços com 18% Ni, através da medição de calor específico.

Em nenhum dos trabalhos citados são estudadas as ligas de maior interesse para aplicações nucleares, lacuna que se pretende minimizar com o presente trabalho.

CAPÍTULO II - TEORIAS DE COMPORTAMENTO MECÂNICO APLICÁVEIS
E ESCOLHA DE TÉCNICAS ADEQUADAS À OBSERVAÇÃO
DOS FENÔMENOS RELACIONADOS

II.1 - Teorias Relacionadas ao Ancoramento de Discordâncias
por Defeitos Puntiformes

II.1.1 - Interações de Discordâncias com Defeitos
Puntiformes e Propriedades Mecânicas de Cristais

II.1.1.1 - Introdução

As interações de discordâncias com defeitos puntiformes e precipitados tem grande efeito nas propriedades mecânicas de materiais em geral e, particularmente, nos aços "Maraging", onde a precipitação de intermetálicos se dá em matriz martensítica com grande densidade de discordâncias.

Quando um componente sólido totalmente isolado de outros materiais é submetido a esforços ou solicitações mecânicas cíclicas, esta energia de vibração é dissipada na forma de calor causando o amortecimento das deformações resultantes no componente através de diversos mecanismos conhecidos globalmente como atrito interno.

A teoria de amortecimento mecânico devido a discordâncias tem a sua origem nos trabalhos de Koehler (26) publicados em 1952. A teoria estabelecida por Koehler foi posteriormente modificada por Granato & Lucke (19) em 1956. Estes dois trabalhos são a base de todos os estudos mais recentes a respeito do assunto.

II.1.1.2 - Modelo de Koehler/Granato e Lucke

Os processos de amortecimento de deformações mecânicas cíclicas impostas a materiais sólidos podem depender ou não da amplitude da solicitação (tensão) vibratória aplicada. A Teoria de atrito interno proposta por Koehler, Granato e Lucke pressupõe que os modos de amortecimento que são dependentes da amplitude das tensões aplicadas, resultam de um efeito de histerese entre tensão e deformação decorrente de interações entre discordâncias (defeitos lineares) e impurezas atômicas (defeitos puntiformes) existentes nos sólidos.

O comportamento mecânico de um cristal é determinado pelo movimento dos defeitos puntiformes e discordâncias neste cristal. O movimento das discordâncias, por sua vez, é determinado pela interação com outros defeitos, notadamente os defeitos puntiformes.

A resposta, e_{el} , de um cristal que não contenha defeitos, a uma tensão σ aplicada é dada pela conhecida fórmula da Teoria da Elasticidade.

$$e_{el} = \sigma/G \quad [1]$$

Se o cristal contém defeitos, há uma deformação adicional, e_p , devido aos defeitos puntiformes, e e_d , devido às discordâncias. Resulta:

$$e = e_{el} + e_p + e_d$$

Nos aços "Maraging" a densidade de discordâncias é elevada e é praticamente impossível separar o efeito individual dos defeitos puntiformes dos causados pela interação com as discordâncias. Desta forma, podem ser englobados em ϵ_d , ou seja:

$$\epsilon = \epsilon + \epsilon \quad [2]$$

$$\epsilon_d \quad d$$

ϵ_d é dada pela conhecida equação de Gowan:

$$\epsilon_d = \Lambda b y \quad [3]$$

$$d$$

onde:

- A - densidade de discordâncias expressa como o comprimento das discordâncias por unidade de volume
- b - módulo do vetor de Burgers
- y - deslocamento médio das discordâncias de comprimento unitário.

Todo cristal contém uma rede de discordâncias. Estas discordâncias tem seus movimentos travados por obstáculos fortes e fracos. Koehler assemelhou uma discordância a uma corda vibrante presa nas suas extremidades por obstáculos fortes e travada ao longo de seu comprimento, por obstáculos fracos que são suplantados pelas tensões aplicadas (figura 3a).

Quando uma tensão é aplicada, os segmentos de discordâncias se arqueiam (figura 3b), podendo se soltar dos obstáculos fracos (figura 3c). Um aumento adicional da tensão

podera' causar uma multiplicação da discordância, ou seja, ativar o conhecido como fonte de Frank-Read (figuras 3c e 3d), formando um anel de discordância. A deformação assim causada pela tensão é então irreversível e obtém-se uma deformação plástica (figura 3e).

O diagrama tensão deformação correspondente às figuras 3a, 3b, 3c, 3d e 3e é mostrado na figura 4. Durante o carregamento de tensões até o ponto "d" as deformações resultantes no material são reversíveis (não permanentes) e os mecanismos correspondentes de dissipação de energia mecânica são por atrito interno. Tensões aplicadas acima do ponto "d" já causam deformações irreversíveis (permanentes) e resultam os clássicos mecanismos de dissipação de energia por escoamento do material.

Tensões cíclicas aplicadas dentro do regime de deformações reversíveis (até o ponto "c", por exemplo) seguem, durante a etapa de carregamento, o trajeto a -> b -> c. No descarregamento, as tensões seguem a linha c -> a diretamente, sem passar por b. Resulta uma dissipação histerética de energia associada e representada pela área "abc". A linha cheia (figura 4) representa o caso hipotético em que as impurezas atômicas estão igualmente espaçadas na matriz metálica. Nos casos reais, há uma distribuição estatística em torno de um valor de espaçamento "L" (figura 3a) resultando na curva tracejada da figura 4.

As repetições cíclicas do trajeto a -> b -> c -> a -> b ->.... correspondem ao modelo de corda vibrante associado a discordâncias por Koehler e representado pelas

figuras 3a, 3b e 3c. A perda histerética de energia em cada ciclo é quantificada pelo parâmetro Decremento (Δ) definido por:

$$\Delta = \frac{\Delta W}{2W}$$

onde W é a energia vibracional total no início do ciclo e ΔW é a energia perdida em cada ciclo.

Outro índice importante é a variação do módulo do material calculado por $\Delta G/G$. Esta variação é conhecida como "defeito de módulo".

No modelo de Koehler em que o atrito interno é devido apenas à interações entre discordâncias e defeitos cristalinos puntiformes, tanto Δ como $\Delta G/G$ são dependentes da frequência ^(A) das tensões de solicitação variando também com o comprimento médio (" L ") das discordâncias (figura 3a) e com a amplitude da tensão oscilatória de solicitação. O decremento Δ é proporcional a L^4 e o defeito de módulo $\Delta G/G$ varia com L^2 (16).

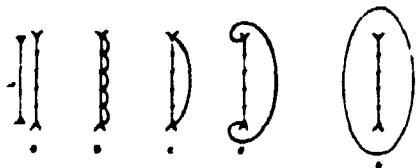


Figura 3. Mecanismo de tensão.

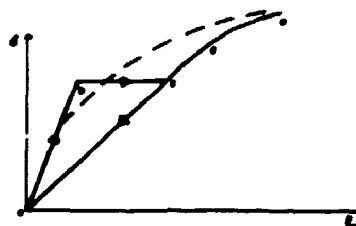


Figura 4. A linha cheia representa a relação entre tensão e deformação resultante da aplicação de tensão de acordo com Fig. 3. A linha tracejada resulta de um deslocamento de comprimento entre condições livres.

(A) Na faixa de frequência até 10^4 Hz parte das perdas de energia consideradas puramente histeréticas são independentes da frequência de acordo com Granato & Lücke (17).

II.1.1.3 - Preplasticidade e Limite de Escoamento

No modelo descrito, há uma fase (preplasticidade) em que o movimento das discordâncias é ainda reversível (movimento histerético) e outra quando não existe mais reversibilidade. O limite entre estes dois tipos de movimento é o limite de escoamento. Este limite não é bem definido algumas vezes porque, conforme indicado, o movimento das discordâncias pode ser ativado por tensões baixas. Portanto, o limite de escoamento varia fortemente sob o efeito de diferentes mecanismos de interações. Quando o material é policristalino, a deformação de cada grão tem que ser compatível com a deformação dos seus vizinhos. As discordâncias são bloqueadas pelos contornos dos grãos.

Quando as discordâncias são travadas por impurezas ou precipitados, um valor mais alto de escoamento é observado que corresponde à tensão de ruptura já referida. Após esta "quebra", as discordâncias se movem mais facilmente, dando origem ao limite inferior de escoamento.

II.1.1.4 - Anelasticidade

A evolução de um sistema termodinâmico de uma posição de equilíbrio para outra é denominada relaxação. Quando solicitações mecânicas cíclicas causam relaxação ou amortecimento independentes da amplitude da solicitação aplicada e quando a relação tensão-deformação não é única, o processo é dito anelástico. Assim embora a solicitação possa estar abaixo do limite elástico, existe uma dependência da deformação com a tensão e com o tempo para a maioria dos materiais.

O comportamento da deformação de um material com esta dupla dependência sem que haja deformação permanente, é denominado Anelasticidade (37).

II.1.1.5 - Atrito Interno

Os parâmetros de relaxação mecânica, notadamente o decremento ($\Delta W/2W$) e a mudança de módulo ($\Delta G/G$) foram mencionados em II.1.1.3. No presente trabalho, a medição destes parâmetros é feita por ensaios dinâmicos, onde uma tensão alternada periódica no tempo é imposta ao sistema, sendo medidos o ângulo de fase da deformação e a frequência de vibração. Este ângulo de fase é relacionado, em casos lineares, a razão $\Delta W/W$ pela fórmula abaixo (26):

$$\operatorname{tg} \phi = 1/2\pi \cdot \Delta W/W = Q^{-1}$$

Q^{-1} é conhecido como atrito interno do material e corresponde ao inverso da amplificação (ϕ) de um sistema ressonante.

Outro parâmetro de relaxação importante é chamado tempo de relaxação (τ) que é o tempo decorrido para haver a mudança do módulo G para o módulo relaxado G_R .

Os defeitos puntiformes e precipitados agem como pontos de travamento, reduzindo o comprimento L e, desta forma, o atrito interno de fundo e a mudança no módulo $\Delta G/G$.

II.1.2 - Recuperação de Estruturas Martensíticas

II.1.2.1 - Recuperação a "Baixa Temperatura" de Metais Trabalhados a Frio

A modificação das propriedades de um material trabalhado a frio por recozimento a uma temperatura abaixo da temperatura de recristalização é denominado no contexto do presente trabalho de recuperação.

A interpretação de fenômenos relacionados com a recuperação "a baixa temperatura" de materiais trabalhados a frio foi feita por Nowick (36) em 1955. Ele concluiu que a aniquilação de defeitos puntiformes e o rearranjo das discordâncias ocorrem logo no início do recozimento. Mesmo a temperatura ambiente, se verifica a recuperação das discordâncias logo após a deformação. Nowick verificou que a resistividade elétrica é altamente sensível à aniquilação de defeitos puntiformes enquanto que o atrito interno e o módulo de elasticidade são afetados pelo rearranjo das discordâncias. A recuperação provoca o decréscimo rápido do atrito interno pois o movimento das discordâncias para posições mais estáveis, provoca o decréscimo da distância "L" entre obstáculos fortes das discordâncias. Conforme mencionado em II.1.1, o atrito interno é fortemente dependente de "L" ($A \propto L^4$).

Em relação a valores medidos à temperatura ambiente, foi observado para o Ferro Arco um leve aumento da dureza e um aumento maior do módulo de elasticidade para 30 minutos de recozimento a 773 K. Para recozimento pelo mesmo

tempo em temperaturas mais elevadas, ocorreu um decréscimo da dureza, que se tornou mais acentuado com o aumento da temperatura, e um crescimento maior do módulo de elasticidade com a temperatura.

11.1.2.2 - Recuperação a Temperatura Ambiente de Aços com Estrutura Martensítica Recentemente Formada

As estruturas martensíticas próprias de aços logo após o tratamento térmico de tempera, à luz das teorias de discordâncias, se assemelham às estruturas de sólidos deformados a frio. Desta forma os dois tipos de estruturas possuem alta densidade de discordâncias e considerável parcela da alta dureza é originada na obstrução do movimento de discordâncias nos dois casos. Beaulieu e outros (3) pesquisaram a aplicabilidade dos mesmos conceitos descritos em 11.1.2.1. a aços martensíticos. Encontraram uma analogia muito próxima entre esses materiais e metais trabalhados a frio, do ponto de vista de defeitos estruturais. Com efeito, tanto o trabalho a frio como as transformações martensíticas causam o decréscimo do módulo de elasticidade e o aumento do atrito interno. A recuperação das duas propriedades segue as mesmas leis da cinética e as variações da resistividade elétrica a temperatura ambiente em aços recentemente temperados e aços deformados a frio são análogas.

11.1.2.3 - Aplicabilidade das Teorias de Recuperação a Aços Maraging

Os aços "Maraging" logo no início do envelhecimento

e antes da precipitação, de acordo com os resultados obtidos por diversos pesquisadores (32, 39), se comportam como os casos tratados em II.1.2.1. e II.1.2.2. Desta forma as variações do atrito interno ($\Delta \sigma L^4$) e do defeito do módulo, ($\Delta G/G_0 L^2$) conforme discutido nos itens anteriores, são aplicáveis.

II.2 - Teorias Relacionadas com a Composição Química.

II.2.1 - Teorias de Endurecimento de Cristais Aplicáveis a Aços "Maraging".

II.2.1.1 - Endurecimento por Solução Sólida.

A formação de soluções sólidas substitucionais ou intersticiais se dá pela adição ao Ferro de elementos de liga. As deformações causadas pelos átomos do soluto distorcem a matriz causando tensões de atrito que se opõem ao movimento das discordâncias. Quanto maior a distorção, maior será o endurecimento. Porém a região deformada da matriz em volta de um átomo é afetada pelos átomos solutos vizinhos. Desta forma a eficiência de endurecimento de átomos solutos é maior em concentrações relativamente baixas o que é uma limitação. Outra limitação encontrada é que os átomos solutos mais eficientes como endurecedores de aços, em geral, apresentam pouca solubilidade na matriz ferrosa justamente por causarem grandes distorções localizadas (24).

II.2.1.2 - Endurecimento pela Formação de Estrutura Martensítica

O endurecimento de estruturas martensíticas é devido a 3 fatores (24):

a) Solução sólida por Carbono intersticial. No caso em estudo este efeito é muito pequeno pela quantidade mínima de Carbono presente nos aços "Maraging".

b) Microestrutura própria da Martensita constituída de barreiras ao movimento das discordâncias.

c) Deformação plástica introduzida pela transformação de cisalhamento, característica da transformação da Austenita em Martensita.

Estima-se que metade do efeito do endurecimento dos aços "Maraging" provém de sua estrutura Martensítica (26).

II.2.1.3 - Ordenamento de Curto Alcance

Em ligas de Fe que contêm Cobalto é comum o endurecimento por ordenamento, ou seja, a passagem de uma discordância através de uma estrutura ordenada produz o deslocamento da ordem ao longo do caminho da discordância. Forma-se o denominado contorno de anti-fase que contribui para o aumento da resistência mecânica da liga (24).

II.2.1.4 - Endurecimento por Fases Dispersas

O endurecimento pela formação de uma fase dispersa pode ser causado pela oposição apresentada por esta fase ao

movimento das discordâncias. Porém, mesmo que a tensão para forçar as discordâncias através da fase dispersa seja a mesma utilizada para forçá-la através da matriz, há um efeito de endurecimento. Isto se dá pela formação, após a passagem da discordância, de mais ligações matriz-precipitado do que ligações matriz-matriz ou precipitado-precipitado (24).

O endurecimento depende do tipo de precipitado e da fração volumétrica do precipitado. No caso dos aços "Maraging", os precipitados são considerados deformáveis e são formados através da precipitação causada pela transformação alotrópica da matriz. O que se deseja neste tipo de endurecimento é alta fração volumétrica e precipitados resistentes. Isto é conseguido utilizando-se solutos com diferentes solubilidades nas duas formas alotrópicas da matriz, de forma que uma alta supersaturação é atingida depois da transformação ($\gamma \rightarrow \alpha$). A histerese térmica já referida no Capítulo I permite a obtenção de uma grande densidade de precipitados sem reversão à fase austenítica.

11.2.2 - Efeitos dos Elementos de Liga e Residuais

11.2.2.1 - Composições Típicas

A composição química dos aços "Maraging" incluía, logo no início do seu desenvolvimento, apenas os elementos de liga Níquel, Titânio e Alumínio. Mais tarde foram introduzidos o Cobalto e o Molibdênio (11). Originalmente havia três famílias básicas de aços, contendo 16%, 20% e 25% de Níquel. A série de 16%, por proporcionar tratamentos térmicos mais simples, foi consagrada como a mais promissora.

A composição química mais adequada foi determinada a partir dos estudos de Floreen (13,14). Foram efetuadas adições de teores variados de um terceiro elemento de uma série de 6 a uma liga binária Fe-18% Ni. Em seguida teores variados de um quarto elemento de uma série de 7 foram introduzidos na liga ternária Fe-18% Ni - 8% Co. Ficou comprovado que o Molibdênio era o elemento que causava melhores efeitos.

Decker e colaboradores (12) verificaram os efeitos da composição química no trabalho a frio e nos tratamentos térmicos de aços "Maraging" e determinaram os limites de composição desejáveis de diversos produtos metalúrgicos em aços com até 2177 MPa de limite de escoamento.

A tabela 1, retirada do trabalho de Floreen e publicada em edição do "Metals Handbook", (16) mostra os aços "Maraging" comerciais. Outras composições sem Cobalto surgiram mais recentemente, devido à elevação de custo deste metal. Já existem diversas ligas comerciais patenteadas (51). Há também uma liga "Maraging 400" com 13% de Níquel e com teores mais elevados de Co(15%) e Mo(18%) (31). A designação "Maraging 400" corresponde ao valor de limite de escoamento em Ksi (1 Ksi = 6,9 MPa).

Atualmente há a tendência de se usar Mn em substituição a uma parte do Níquel (47).

11.2.2.2 - Efeito dos Elementos de Liga

a) Molibdênio

Nos aços "Maraging" modernos, o Molibdênio é o principal agente endurecedor. Sabe-se que 0,5% de Mo eleva o limite de escoamento de 17 MPa (38).

Tabela 1 - Composições Químicas dos Aços "Maraging" Comerciais

GRAU	Ni	Mo	Co	Ti	Al	C	Cr
18 Ni(200)	18	3,3	8,5	0,2	0,1	0,03 (max)	-
18 Ni(250)	18	5,0	8,5	0,4	0,1	0,03 (max)	-
18 Ni(300)	18	5,0	9,0	0,7	0,1	0,03 (max)	-
18 Ni(350)	18	4,2	12,5	1,6	0,1	0,03 (max)	-
18 Ni(350) ALTERNATIVO	18	4,8	12,5	1,4	0,1	0,03 (max)	-
18 Ni(3000) (FUNDIDO)	18	4,6	10,0	0,3	0,1	0,03 (max)	-
12-5-3 (180)	12	3,0	-	0,2	0,3	0,03 (max)	5,0

Molibdênio é encontrado em diversos precipitados, principalmente na forma de Ni_3Mo , Fe_2Mo , Fe_7Mo_6 e outras formas mais raras.

D) Cobalto

Cobalto raramente é encontrado em precipitados (10). O efeito de ordenamento que aparece em ligas Fe-Co não foi detectado em aços "Maraging", embora haja a possibilidade de haver um baixo grau de ordenamento que escapa à detecção nas análises efetuadas (15).

Cobalto apresenta um efeito sinérgico na presença do Molibdênio. A adição de 8% de Cobalto numa liga Fe - 18% Ni, que contenha 3-5% de Molibdênio, aumenta o limite de

escoamento em 173 MPa. Este efeito diminui para 58 MPa quando se reduz o teor de Molibdênio para 1%. Através da microscopia eletrônica de transmissão, foi verificada a presença de um precipitado a base de Mo extremamente fino. A ação de reforçamento causada pelo Cobalto sozinho é pela formação de solução-sólida. Na presença do Molibdênio seu efeito principal é reforçar esses precipitados tornando-os mais resistentes à ação cisalhante de discordâncias em movimento. Outro efeito do Cobalto é, ao contrário dos demais elementos de liga, elevar a temperatura M_s da Liga Fe-Ni, permitindo, desta forma, a adição de maior quantidade de outros elementos de ligas (15).

c) Titânio

Titânio, nas ligas atuais, age como agente suplementar de endurecimento e agente de refino para o carbono residual. O maior problema causado pelo Titânio em teores elevados é provocar, nos contornos dos grãos, o aparecimento de filmes de $Ti(C,N)$ que fragilizam o aço.

Nos aços Mar 18 Ni(350) que contém 1,6% de Ti (tabela 1), pode ocorrer essa fragilização (fragilização térmica) quando o material é trabalhado ou resfriado na faixa de 1023 a 1373 K, com velocidades baixas e por tempos prolongados. Esta fragilização ocorre mesmo quando se reduz o teor de Titânio mas se submete o aço a um inadequado trabalho a quente que provoca a deposição de $Ti(C,N)$ nos contornos dos grãos. Isto foi constatado por diversos pesquisadores em diversas épocas (41,50). Obtem-se bons resultados reduzindo-se o teor de Titânio e empregando-se técnicas corretas de

tratamento térmico e trabalho a quente (53).

Apesar dos efeitos indesejáveis, o Titânio não pode ser omitido. Enquanto a adição de 1% de Mo ou Co a um aço "Maraging" com 18% Ni - 7% Co - 5% Mo provoca um aumento no limite de escoamento de 100 a 140 MPa, o aumento de 0,1% para 0,7% de Titânio eleva o limite de escoamento de 1517 MPa para 1931 MPa, ou seja, 690 MPa para cada 1% de Titânio (12).

O Titânio contribui com a precipitação de Ni_3Ti , que se confunde, muitas vezes, com Ni_3Mo (12).

d) Níquel

Níquel é introduzido nas composições de aços "Maraging" para propiciar-lhes as mesmas excelentes propriedades típicas das ligas Fe-Ni aliadas às vantagens que se obtêm em aços com teores de Carbono muito baixos. Esta associação permite a formação da Martensita cúbica centrada e a diminuição da temperatura M_s , reduzindo a temperabilidade do material. Entretanto se o teor de Níquel for muito elevado, favorecerá a formação de Austenita retida, que não é desejável em grande número de aplicações (15).

O aumento de 1% no teor de Níquel diminui a temperatura M_s de 4,5 K. Em virtude da formação da Austenita retida, não são produzidos aços com teores elevados de Níquel; 18% tem sido considerado, atualmente, como o teor ideal para se conseguir limites de resistência elevados e boa tenacidade.

e) Alumínio

Alumínio tem boa ação desoxidante e aumenta a

resistência ao impacto se adicionado até 0,1%. Quantidades maiores provocam um endurecimento maior, mas diminuem a resistência ao impacto (15). Conforme já foi referido, no início do desenvolvimento dos aços "Maraging", este elemento era usado com o Titânio como únicos elementos causadores do alto endurecimento desejado.

f) Boro e Zircônio

Boro e Zircônio, quando adicionados em teores de 0,003 a 0,02%, respectivamente, evitam a ocorrência de precipitação nos contornos de grão com melhoria das propriedades de resistência ao impacto e diminuição da susceptibilidade à corrosão sob tensão (15).

II.2.2.3 - Efeitos dos Elementos Residuais

a) Carbono, Nitrogênio e Oxigênio

Carbono, Nitrogênio e Oxigênio possuem ação fragilizante e devem ser mantidos em teores muito baixos. O limite de 0,03% para o Carbono não pode ser ultrapassado, pois, na presença de Titânio e Molibdênio, há a formação de carbonetos indesejáveis. Um aumento no teor de Carbono para 0,05% já mostrou, nos estudos feitos por Decker e colaboradores (11), uma redução apreciável nas propriedades desejadas dos aços "Maraging".

b) Silício e Manganês

Estes elementos também contribuem para a diminuição da resistência ao impacto se utilizados individualmente acima de 0,12%. A soma dos teores dos dois elementos não pode ultrapassar 0,20% para não deteriorar substancialmente as

propriedades do material, conforme constataram Decker e colaboradores (12).

c) Enxofre

Enxofre, como em outros aços, é o elemento mais pernicioso. Provoca uma acentuada anisotropia nas propriedades mecânicas. Seu valor máximo admissível é 0,01% em diversas especificações.

A diminuição dos elementos residuais e o próprio desenvolvimento de aços "Maraging" com propriedades adequadas estão aliados aos modernos processos de fabricação, utilizando fusão e refusão a vácuo que eliminam ao máximo os elementos considerados indesejáveis.

11.2.3 - Efeitos Anelásticos da Precipitação

11.2.3.1 - Considerações Gerais

Os fenômenos constatados por outros autores, durante o envelhecimento de aços "Maraging" estão resumidos em 1.4. Resultam do travamento das discordâncias e de efeitos anelásticos decorrentes da precipitação de compostos intermetálicos. Em 11.1 discutiu-se o primeiro fator e neste tópico são abordados os efeitos anelásticos que surgem da precipitação e estão intrinsecamente ligados aos efeitos da composição química desses aços. São apresentadas, entre outras, conclusões de Nowick (35), Schaller (42) e Schaller e Benoit (43).

11.2.3.2 - Teoria Elástica

De acordo com esta teoria, desenvolvida em 1969

por Schoeck (27), somente precipitados semi-coerentes ou não coerentes podem dar origem a picos de atrito interno. Partículas coerentes só contribuem para o atrito de fundo, que cresce monotonicamente com a temperatura.

Assumindo-se a partícula como uma inclusão em meio isotrópico, pode-se prever o seu efeito como uma perturbação em um campo elástico. Assim, parâmetros de atrito interno são calculados através de modelos que levam em conta as diferenças entre as constantes elásticas da matriz e dos precipitados e a possível alteração de volume das partículas não coerentes.

Esta teoria é muito restritiva com relação ao aparecimento de picos de atrito interno e é contrariada por casos de partículas coerentes que geram picos (42).

II.2.3.3 - Teoria Termodinâmica

Criada por Kohen e colaboradores (27), a teoria termodinâmica prevê que partículas semi-coerentes dão origem a fenômenos anelásticos devido à estrutura de suas diversas interfaces. Estes fenômenos são notáveis quando há interfaces com grande mobilidade. Esta teoria considera que, a uma temperatura constante, os precipitados são descritos por três variáveis termodinâmicas: a tensão de cisalhamento, a concentração de soluto nas interfaces e o diâmetro dos precipitados. A aplicação da tensão induz uma diferença de potencial termodinâmico nas interfaces. Os precipitados então evoluem para uma nova posição de equilíbrio por absorção ou dispersão dos átomos do soluto nas interfaces.

II.2.3.4 - Teoria de Nowick

Nowick, em trabalhos bem anteriores à divulgação da teoria elástica ou termodinâmica, foi o primeiro a dar uma explicação fenomenológica para a ocorrência de relaxação associada à precipitação (35).

O aumento do atrito interno de fundo em materiais (como ligas de Al-Zn) sem dar origem a picos de atrito interno é explicado pelo conceito de relaxações acopladas. Ou seja, as relaxações observadas são fruto de um sistema de relaxações interdependentes ou acopladas com a superposição de camadas relaxadas adjacentes. Desta forma, a ocorrência de um processo de relaxação devido à precipitação torna possível uma segunda relaxação e assim por diante. Tal mecanismo provoca o crescimento contínuo do atrito interno. A interação destas zonas relaxadas produz um efeito muito maior que a soma das zonas individuais.

É importante se distinguir a precipitação contínua da descontínua. A precipitação contínua é caracterizada por ser aproximadamente uniforme nos grãos, de forma que a matriz é empobrecida na mesma velocidade em cada ponto. A precipitação descontínua é caracterizada por uma precipitação preferencial em áreas de contorno de grão.

Em amostras sujeitas a um resfriamento rápido há uma precipitação contínua inicial com um grande aumento do atrito interno. Depois ocorre uma precipitação descontínua a partir dos contornos dos grãos para seu interior até tomar todo o grão. Quando os precipitados crescem além de um certo limite, a razão área/volume da distribuição de precipitados

começa a decrescer. Este efeito pode estar associado a um declínio do atrito interno após se atingir um valor máximo correspondente à razão área/volume máxima.

II.3 - Técnicas Adequadas ao Presente Estudo

II.3.1 - Escolha de Técnicas

O processo de envelhecimento de aços "Maraging" é muito complexo. Embora diversas técnicas, mencionadas no capítulo I, tenham sido utilizadas por diversos pesquisadores, o processo em si ainda não está totalmente esclarecido (46).

As técnicas de atrito interno ou resistividade elétrica conjugadas com ensaios mecânicos foram utilizadas por diversos autores com bastante sucesso. Neste trabalho optou-se por usar ambas as técnicas conjugadas com ensaios de dureza. O ideal seria a medição do atrito interno durante o processo de envelhecimento, o que tornaria mais fácil a análise de resultados. Não se teria a possibilidade de modificação da estrutura durante o resfriamento das amostras após o envelhecimento. Entretanto devido à limitações do pêndulo de atrito interno disponível para a execução deste trabalho, optou-se pela utilização da técnica de resfriamento rápido de forma a "congelar" a estrutura das amostras a temperatura do tratamento térmico para observação posterior a temperatura ambiente. A validade dessa técnica é discutida em II.3.3.

II.3.2 - Atrito Interno

A técnica de atrito interno consiste em se medir a defasagem entre a tensão cíclica aplicada à amostra e a

deformação decorrente. Esta técnica é utilizada extensivamente há longo tempo, principalmente para o estudo de fenômenos de relaxação devidos à redistribuição de átomos na rede cristalina induzida pela tensão que dá origem a um pico de atrito interno. A variação da concentração dos átomos participantes do processo como resultado de precipitação, por exemplo, é revelada pela diminuição da altura do referido pico. Este fenômeno tem sido estudado extensivamente (26). Os trabalhos relacionados com a cinética de precipitação de elementos substitucionais não são tão abundantes quanto os anteriores mas podem ser encontrados com facilidade na literatura técnica. Um exemplo clássico é o estudo feito por Damash e Novick (9) sobre o envelhecimento de ligas Al-Zn.

No estudo de Miner e colaboradores (32), o envelhecimento das amostras de aços "Maraging" foi realizado no próprio pêndulo, aquecendo-as por efeito Joule. Este procedimento já tinha sido utilizado por Ang e Wert (2) para estudo do amortecimento em certas ligas de Au-Ni. Como no pêndulo existente no laboratório de atrito interno do IPEN, a amostra é aquecida de maneira convencional (forno resistivo com capacidade de aquecimento até cerca de 578 K) optou-se por um procedimento especial que está descrito em II.3.3. A maior parte dos resultados obtidos neste trabalho resultou de amostras previamente envelhecidas em forno resistivo com resfriamento no ar ou na água. Vários dados, entretanto, foram obtidos com amostras envelhecidas com aquecimento interno (efeito Joule) e resfriadas em água.

11.3.3 - Resfriamento Rápido

O procedimento utilizado consistiu inicialmente em realizar o envelhecimento aquecendo-se separadamente as amostras por efeito Joule e fazendo-se o resfriamento rápido de forma a congelar a estrutura existente a temperatura do envelhecimento. Posteriormente o aquecimento interno direto foi substituído pelo envelhecimento em forno resistivo seguido do resfriamento em água.

O resfriamento rápido provoca a retenção de defeitos que estavam em equilíbrio a temperatura mais elevada. Esta técnica foi utilizada com pleno êxito para se determinar a energia de formação de defeitos em amostras de Ouro (36) e os resultados obtidos foram perfeitamente compatíveis com valores obtidos por outras técnicas. Também foram realizadas experiências bem sucedidas com Molibdênio e outros metais utilizando-se como refrigerante Hélio líquido (temperatura 2,93 K). Medidas de resistividade comprovaram o congelamento de um número de lacunas próximo ao valor de equilíbrio a altas temperaturas (36).

Em experiências realizadas com Ouro (99,999% puro), Takamura (49) mediu a diferença entre os comprimentos de duas amostras, uma resfriada rapidamente e outra recozida por um tempo suficientemente longo para anular o efeito do resfriamento; ou seja, com a concentração de defeitos em equilíbrio a temperatura do recozimento. Obteve, então, a partir do valor desta contração, a energia de migração de defeitos. O valor obtido por Takamura, partindo de uma temperatura de 1123 K, mostrou excelente concordância com os

valores obtidos por cinco outros autores que usaram outros métodos. A amostra que propiciou melhores resultados tinha 1mm de diâmetro. Houve divergências quando foram utilizadas amostras com 2 e 3mm nas quais as trocas de calor foram dificultadas e surgiram tensões térmicas durante o resfriamento. Essas tensões podem ter gerado discordâncias que agiram como fontes e sorvedouros de lacunas. O refrigerante utilizado por Takamura foi salmoura a 263 K na qual as amostras eram deixadas cair diretamente.

Morii e outros (33) realizaram experiências com Ouro de 99,999% de pureza e assumiram uma relação linear entre o número de lacunas e a resistividade elétrica. Investigaram o efeito da velocidade de resfriamento no valor da resistividade após o resfriamento rápido. A resistividade elétrica foi utilizada pela sua grande sensibilidade a defeitos puntiformes. Foram utilizadas amostras com diâmetro de 0,4mm para evitar as tensões térmicas durante o resfriamento. Foi constatado que a resistividade só atinge seu valor ótimo para a velocidade de resfriamento tendendo ao infinito. Para temperaturas de 973 K, 98% do valor teórico foi encontrado quando se utilizou uma velocidade de resfriamento de 10^7 K/seg. Esta alta velocidade pode ser atingida com água gelada e salmoura como refrigerantes.

Bueren (5) chama a atenção para a importância da velocidade de resfriamento nos primeiros 100 K. Segundo ele não há necessidade de se usar técnicas elaboradas para o resfriamento. Água ou até mesmo ar podem ser usados como

refrigerantes. O importante é que os primeiros 100 K sejam transcorridos em 10^{-2} segundos. O que acontece após este intervalo é de muito menor importância. Nos primeiros 100K, há a probabilidade de defeitos atingirem armadilhas que os aniquilem. Em Ouro, por exemplo, Bueren calculou a ocorrência de cerca de 10^7 saltos atômicos em amostras resfriadas de 1173 K para 300 K a uma taxa de resfriamento de 10^4 K/s. Portanto, com uma densidade de defeitos atômicos inferior a 10^{-6} %, há uma grande probabilidade de uma lacuna encontrar uma armadilha.

Neste trabalho, entretanto, as amostras foram envelhecidas em temperaturas próximas de 773 K. Esta temperatura é inferior a $T_0 = 0,44 T_m$, sendo T_m a temperatura de fusão do metal, considerada igual a 1809 K (temperatura de fusão do Ferro). Segundo Nowick (36), pode-se esperar que o tempo médio entre saltos atômicos seja maior ou igual a 10^3 segundos para resfriamentos a partir de temperaturas menores que T_0 . Com efeito, calculando-se o número de saltos por meio da expressão abaixo e através da integração aproximada de Gorbachev (7), obtém-se $N = 3 \times 10^{-6}$ saltos (*). Resulta o tempo de $3,4 \times 10^7$ s entre saltos.

$$N = \int_{T_0}^{T_{amb}} f_0 \exp(-E_m/KT) dt$$

Onde,

N: número de saltos

(*) Assumiu-se um decaimento exponencial de temperatura de modo a se ter uma diminuição de 100 K nos primeiros 10^{-2} s.

T_{amb} : temperatura ambiente = 300 K

T_0 : temperatura em que se inicia o resfriamento = 773 K

f_0 : fator de frequência que depende da frequência de Debye e de um fator de entropia que consideraremos igual a "e".

E_m : energia de ativação. Para metais cúbicos vale a expressão $E_m/T_m = 36 \text{ cal/mol/K}$ (36)

T, t : variáveis temperatura absoluta e tempo que foram relacionados por uma lei de decaimento exponencial da temperatura.

Do exposto acima, decidiu-se realizar, a exemplo da referência (40), resfriamento jogando-se as amostras em água para garantir um resfriamento rápido nos primeiros instantes. Foram empregadas amostras com 1,2mm de diâmetro por 50mm de comprimento. Como a velocidade de resfriamento nunca excedeu a 10^4 K/seg , pode-se desprezar os efeitos de deformação causados pelo resfriamento rápido segundo a referência (46).

II.3.4 - Resistividade Elétrica

A técnica de medição de resistividade elétrica em condições controladas foi utilizada por diversos pesquisadores para estudo da cinética do envelhecimento de aços "Maraging" (40, 54).

Esta técnica é uma ferramenta muito útil para o estudo de reações de precipitação com a formação de fases intermetálicas com propriedades elétricas diferentes da fase

matriz. Ferro, Níquel e Cobalto, entretanto, possuem as mesmas propriedades elétricas, de modo que variações na resistividade durante o envelhecimento podem ser devido a precipitação de intermetálicos envolvendo também outros elementos ou à formação de Austenita não magnética por reversão. Qualquer precipitação de Cobalto apenas passaria despercebida. Mesmo a formação de ordenamento de longo alcance do tipo FeCo não muda a resistividade apreciavelmente (40). Assim, a técnica é adequada para indicar a ocorrência de precipitação de intermetálicos para tempos não muito longos de envelhecimento, onde não haja a reversão à Austenita.

II.3.5 - Dureza

Naturalmente o efeito endurecedor de precipitados em aços "Maraging" envelhecidos é evidenciado por medidas de dureza. A técnica e os equipamentos são simples e, desde que se tomem os cuidados devidos, é perfeitamente adequada aos propósitos desejados. Foi utilizada por Peters e Cupp (40) com bastante propriedade. Preferiu-se a dureza, em vez da microdureza, por ser uma propriedade independente de pequenas heterogeneidades. Desta forma optou-se por este ensaio simples; ensaios de tração só foram usados quando houve necessidade de confirmar resultados.

II.3.6 - Adequabilidade das Técnicas Escolhidas

As técnicas escolhidas são adequadas para observação dos fatores que influenciam a cinética do envelhecimento dos aços "Maraging", pois são extremamente

sensíveis a mudanças estruturais em aços e utilizadas largamente para estudo de fenômenos similares (25).

Na Tabela 2 mostra-se o efeito esperado da variação dos principais elementos de liga nas propriedades relacionadas com as técnicas escolhidas. São apresentadas diversas concentrações e tempos de envelhecimento curtos (até 5 min), médios (~1 hora) e longos (acima de 3 horas).

Tabela 2 - Efeitos de Elementos de Ligas Principais

ELEMENTOS	PRIORIDADES	CONDIÇÕES	EFEITOS NOS PARÂMETROS ESCOLHIDOS		
			DUREZA	RESISTIVIDADE	ATRITO INTERNO
NÍQUEL	Estabilizador de Austenita. Abaixa Ms.	Baixa Conc. e Tempos Médios	+	?	?
		Altas Conc. e Tempos Médios	-	?	+
		Tempos Longos	-	+	+
COBALTO	Evita a Reversão à Austenita Em baixa conc. (8 %) reduz a solubilidade do Mo na matriz precipitando Ni ₃ Mo extrem. fino e em grande quantidade. Em altas conc. (18%) provoca uma combinação de ordenação de longo alcance e precipitação	Baixa Conc. e Tempos Médios	+	-	-
		Altas Conc. e Tempos Médios	+	?	-
		Tempos Longos	+	-	-
MOLIBDÊNIO	Endurecedor principal. Precipita como Fe ₂ Mo. Amplia a Reversão à Austenita.	Baixa Conc. e Tempos Médios	+	+	-
		Alta Conc. e Tempos Médios	+	+	-
		Tempos Longos	-	+	+
TITÂNIO	Endurecedor suplem. nas ligas mais recentes. Prolonga o tempo p/ haver abaixamento da Dureza.	Baixa Conc. e Tempos Médios	+	+	-
		Alta Conc. e Tempos Médios	+	+	-
		Tempos Longos	-	+	+

FONTES: Hosami e Allí (21)
 Floreen (15)
 Linnert (30)
 Peters & Cupp (40)
 Miner (32)

Símbolos + Tendência a crescer
 - Tendência a decrescer
 ? Não reportado

CAPÍTULO III - MATERIAIS E MÉTODOS

III.1 - Procedimento Experimental

O fluxograma constante da figura 5 mostra os diversos caminhos percorridos pelas amostras desde sua preparação até os ensaios de atrito interno (AI), resistividade elétrica (ρ) e dureza (HRC). Os caminhos indicados por letras minúsculas, são:

- "a": inicialmente, testou-se amostras sem a realização de qualquer tratamento térmico de solubilização ou envelhecimento, com a finalidade de se ter referências para comparações com as amostras tratadas.

- "b": testou-se, em seguida, amostras submetidas apenas ao tratamento de envelhecimento a 723 K nos tempos de meio, cinco, cinquenta e quinhentos minutos. A finalidade destes testes era avaliar os efeitos do trabalho mecânico utilizado na preparação das amostras, efeitos estes anulados após a solubilização.

- "c": realizou-se o tratamento térmico de solubilização a 1093 K por uma hora e ensaiaram-se as amostras; foi omitido o tratamento de envelhecimento, com a finalidade de se verificar o efeito isolado da solubilização.

- "d", "e" e "f": as amostras foram solubilizadas a 1093 K por uma hora e envelhecidas por meio, cinco, cinquenta e quinhentos minutos nas temperaturas de 723 K, 750 K e 823 K respectivamente.

- "g", "h" e "i": as amostras desta feita foram solubilizadas a 1198 K e envelhecidas pelos mesmos tempos acima e nas mesmas temperaturas de 723 K, 758 K e 823 K, respectivamente.

As composições químicas das amostras dos aços estudados estão na tabela 3. Para a liga 18-Ni(300) (denominada liga 1) repetiram-se os procedimentos tipo "d" duas vezes, na primeira vez o tratamento térmico de envelhecimento foi realizado por aquecimento direto (efeito Joule), seguido de resfriamento rápido; na segunda vez foi utilizado aquecimento convencional no interior de uma mufla, testando-se resfriamento ao ar e em água.

Para a liga 18-Ni(350) (denominada liga 2), foram usados os procedimentos "a", "c", "d" e "f" com o tratamento térmico de envelhecimento realizado apenas em forno, a partir de amostras solubilizadas a 1093 K.

Para a última liga testada (uma liga experimental denominada liga 3), foram percorridos apenas os caminhos "c", "d" e "f"; ou seja, com amostras solubilizadas a 1093 K, foram utilizadas as combinações de 3 temperaturas de envelhecimento (723 K, 758 K e 823 K) com 4 tempos (meio, cinco, cinquenta e quinhentos minutos).

Foram repetidos, com a utilização de novas amostras, todos os ensaios em que os resultados foram diferentes dos esperados, levando-se em conta os estudos teóricos realizados. Alguns conjuntos de ensaios foram realizados em até 5 amostras, com a finalidade de

confirmação de resultados.

Os ensaios de atrito interno foram realizados com um pêndulo invertido descrito em III.6. Todas as medidas foram feitas durante o aquecimento contínuo das amostras montadas no pêndulo entre as temperaturas 123K e 573K. A taxa de aquecimento utilizada foi constante (1.5 K/min).

Todos os ensaios de atrito interno foram feitos em duas condições. Na condição "após montagem" as medidas foram obtidas durante um primeiro aquecimento das amostras após sua fixação no pêndulo de atrito interno. Na condição "após recozimento linear", as medidas foram feitas durante um segundo aquecimento entre 123K e 573K realizado após conclusão da primeira etapa.

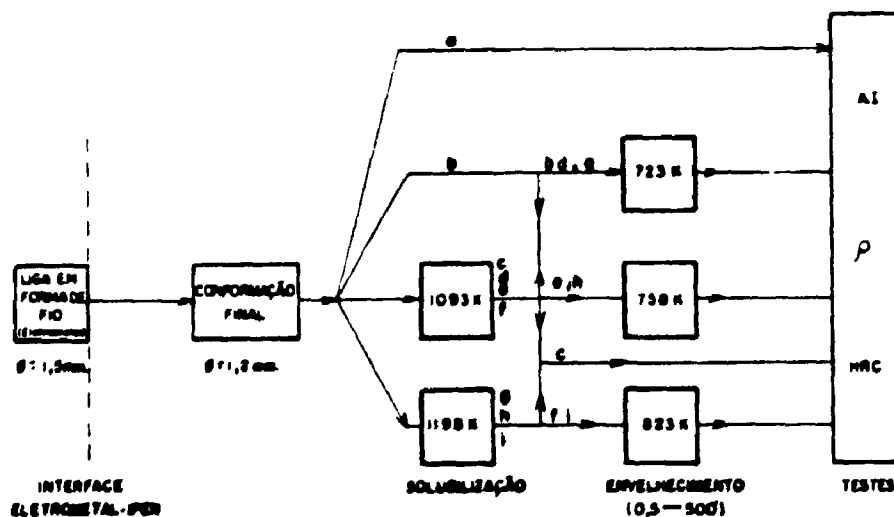


Figura 5: CAMINHOS PERCORRIDOS PELAS AMOSTRAS

III.2 - Obtenção de Amostras

III.2.1 - Ligas Utilizadas e sua Procedência.

Foram estudadas 3 ligas no presente trabalho. Duas delas são ligas constantes da Tabela 1: 18-Ni(300) e 18-Ni(350). Estas duas ligas são de interesse, para fins de pesquisa, na Área Nuclear. Fabricou-se uma terceira liga, na qual se adicionou mais Titânio em relação a composição básica da primeira liga. Pretende-se usar esta liga como metal de adição na soldagem de aços "Maraging", por processo em desenvolvimento. Limitou-se o escopo do presente trabalho a estas ligas de interesse mais imediato, embora se tenha fabricado outras ligas.

Todas as ligas foram produzidas na Eletrometal Metais Especiais em Sumaré - São Paulo, em fornos de indução sob vácuo, pelo processo VIM ("Vacuum Induction Melting"). A liga 18-Ni (300) sofreu também dupla refusão em forno de eletrodo consumível, pelo processo VAR ("Vacuum Arc Remelting"). A tabela 3 mostra a composição química das ligas estudadas.

Tabela 3 - Composição Química das Ligas

LIGAS	COMPOSIÇÃO QUÍMICA						
	Ni	Mo	Co	Ti	Al	C	Fe (aprox.)
1	18,10	4,78	9,43	0,70	0,10	0,003	restante
2	17,64	3,98	12,64	1,70	0,13	0,009	restante
3	18,01	4,02	9,5	1,70	0,10	0,002	restante

III.2.2 - Preparação de Amostras

As ligas foram forjadas, laminadas a quente, cortadas em tiras e partes destas tiras foram trefiladas, obtendo-se fios com diâmetro de 1,5mm. Esta etapa da preparação foi feita pela Eletrometal. Após o forjamento, os grãos, com tamanho médio determinado de acordo com a ASTM E112, eram martensíticos e correspondiam ao índice ASTM 5.

Para os ensaios de atrito interno, verificou-se que seria mais conveniente a utilização de corpos de provas com 1,2mm de diâmetro e 50mm de comprimento, com variação mínima no diâmetro. O estiramento adicional de 1,5mm para 1,2mm e a calibração dos fios foram feitos em dispositivo especialmente projetado para este fim, com furos calibrados variando de 0,05mm entre furos consecutivos, desde 1,45mm até 1,20mm.

Inicialmente, os fios foram cortados com aproximadamente 100mm de comprimento e submetidos aos tratamentos térmicos de acordo com os procedimentos descritos em III.3. As amostras com este comprimento maior foram utilizadas para a medição da resistividade elétrica, possibilitando maior precisão. Em seguida as amostras foram cortadas para o comprimento de aproximadamente 50mm e utilizadas para os ensaios de atrito interno.

Os corpos de prova para os ensaios de dureza foram cortados das tiras laminadas e usinados. Foram preparados paralelepípedos com seções de 2,0mm x 1,0mm e comprimentos de 100mm, tamanho adequado para medição da dureza em pelo menos 10 pontos. Testou-se a adequabilidade destas amostras para os testes de dureza ensaiando-se uma amostra da liga 1 na

condição solubilizada (dureza menor). Foram obtidas 10 leituras próximas a 20 Rc, com desvio padrão de 1 Rc, o que está dentro da precisão desejada. Os demais corpos de prova se mostraram igualmente adequados.

III.3 - Tratamentos Térmicos

III.3.1 - Solubilização

O tratamento térmico de solubilização no presente trabalho visou "apagar" os efeitos de trabalho mecânico e tratamentos térmicos realizados durante a fabricação das ligas. Dessa forma, após o resfriamento para a temperatura ambiente as ligas estudadas apresentaram estrutura totalmente martensítica.

Para a realização de tratamentos térmicos de solubilização na faixa de 1073 a 1223 K é essencial a utilização de atmosfera protetora para evitar os problemas de oxidação (7). A Tabela 4 mostra detalhes dos tratamentos térmicos realizados. As temperaturas (1093K e 1198K) e tempo de tratamento (1 hora) escolhidos estão na faixa utilizada por outros pesquisadores (3, 5, 10 e 12).

Tabela 4 - Especificação dos Tratamentos Térmicos Realizados

TRATAMENTO	T(K)	T(min)	ATMOSFERA	AQUECIMENTO	RESFRIAMENTO
SOLUBILIZAÇÃO	1093	60	Vácuo	Forno	Circulação de Argônio
	1198				
ENVELHECIMENTO	723	1/2, 5	Ar	Forno	Água, ar
	758				
	823	50, 500		Interno por Efeito Joule	

Realizou-se o tratamento colocando-se as amostras no interior de tubos de quartzo selados a vácuo com pressão interna de 10^{-3} Pa e aquecidos externamente. As amostras foram preliminarmente limpas com detergente neutro e água desmineralizada e submetidas a limpeza por ultra-som. Em seguida foram submetidas a limpeza em alto vácuo de forma a se promover a degaseificação prévia de qualquer resíduo.

O tratamento térmico foi realizado em instalação própria existente no Departamento de Processos Especiais do IPEN. O equipamento usado permitiu o resfriamento com Argônio em poucos segundos, após a solubilização das amostras por uma hora. Este resfriamento é suficientemente rápido para evitar a migração de Ti(C,N) para contornos de grão que poderia fragilizar o material (24, 35).

III.3.2 - Envelhecimento

O tratamento térmico de envelhecimento foi feito de duas formas. A primeira utilizou aquecimento direto por efeito Joule com uma fonte estabilizada modelo TCA-40-30A da Tectrol. O controle de temperatura dentro de uma faixa de $\pm 2K$, foi feito através de um sistema de controle fino existente na fonte. A temperatura foi medida no meio das amostras através de um termopar tipo Ferro-Constantan (DIN 43710) fabricado pela Engro, conjugado com um multímetro digital automático Phillips modelo PH 2521. Foi compensada a diferença entre a temperatura ambiente e a temperatura de referência (273 K) do termopar. O termopar foi soldado às amostras para garantir um bom contacto.

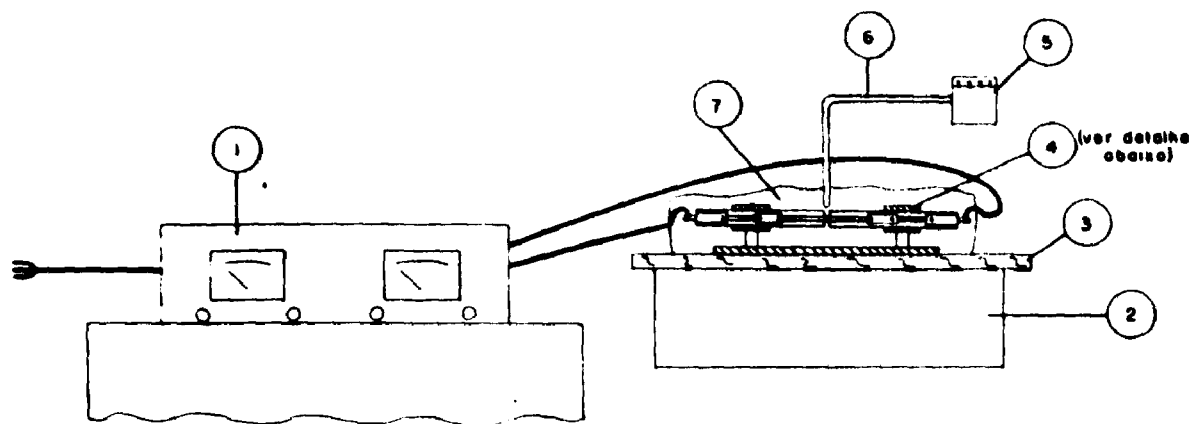
Foi projetado um dispositivo especial para evitar perdas térmicas por condução nas extremidades das amostras e perdas por radiação. Este sistema permitiu a elevação de temperatura das amostras até 823 K em 3 minutos, com 30 A de corrente de aquecimento. Tratando-se de um estudo de cinética empregando tratamentos térmicos de curta duração, a princípio julgou-se importante que a velocidade de aquecimento fosse alta.

Após os tratamentos térmicos de envelhecimento em cada temperatura escolhida, as amostras foram mergulhadas em água fria. O dispositivo foi projetado para permitir a liberação instantânea da amostra dentro de uma cuba de água no momento desejado. O sistema constou basicamente de 2 tubos de quartzo de 7mm de diâmetro interno, no interior dos quais foram montados 2 fios de aço "Marsging" 18-Ni(300) com 0,6mm

de diâmetro ligados a conectores de cobre. As amostras foram fixadas ao dispositivo com os tubos de quartzo dispostos de tal modo a permitir apenas a passagem do termopar. Desta forma, as perdas por convecção foram diminuídas e o calor gerado pelos fios de 0,6mm compensou as perdas por condução nas extremidades das amostras. O tamanho e o diâmetro de cada um dos fios compensadores foram escolhidos por tentativa e erro até se conseguir um arranjo adequado à finalidade desejada. Os tubos de quartzo foram envoltos com papel de alumínio, durante o aquecimento que funcionou como uma blindagem térmica.

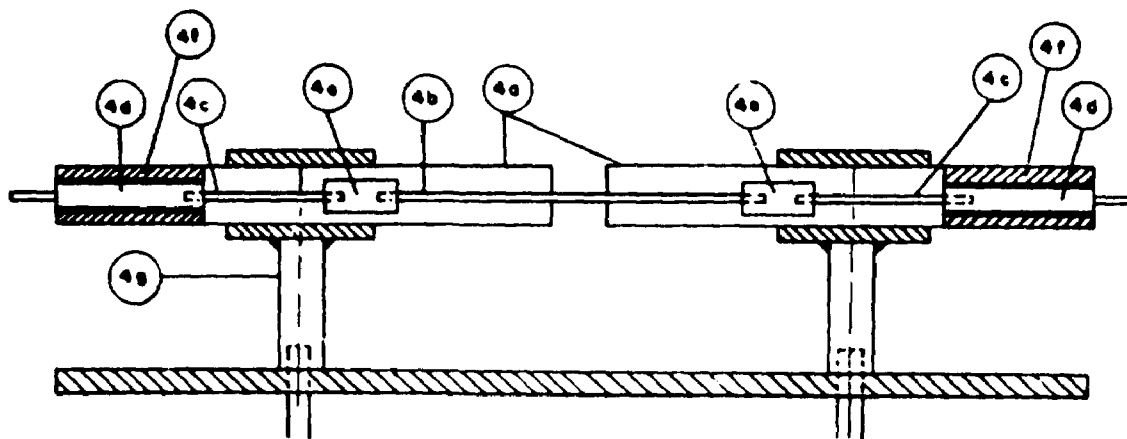
Inicialmente, o aquecimento direto envolvia a liberação instantânea somente das amostras, através da abertura de pincas, para se promover o resfriamento rápido. Verificou-se, no entanto, que melhores resultados eram obtidos quando todo o conjunto aquecido era jogado em água, ao mesmo tempo em que se desligava a corrente elétrica. Essa prática passou a ser adotada e o dispositivo final está esquematizado na figura 6.

O segundo método de aquecimento empregou um forno elétrico de laboratório tipo mufla com uma velocidade de aquecimento de cerca de 40K/min. O resfriamento, após o envelhecimento, foi feito ao ar ou em água. Durante a realização dos ensaios com amostras da liga 1, verificou-se que o aquecimento realizado por efeito Joule com grande velocidade de aquecimento apresentava alguns inconvenientes que não ocorriam nas amostras envelhecidas em forno pelo processo convencional. Para as amostras das Liga 2 e 3,



VISTA GERAL DO CONJUNTO

LISTA DE PARTES	
1-	Fonte estabilizada
2-	Cuba com água
3-	Prancha de madeira
4-	Dispositivo especial (ver detalhe abaixo)
5-	Multímetro digital
6-	Termopar
7-	Blindagem térmica



DETALHE DA PARTE 4

LISTA DE PARTES	
4a-	Tubos de quartz
4b-	Amostra
4c-	Fios compensadores
4d-	Conector do cabo de alimentação para o fio compensador
4e-	Conector do fio compensador para amostra
4f-	Guia de teflon
4g-	Estrutura suporte

Figura 6: Esquema Utilizado para o Envelhecimento por Aquecimento Interno Utilizando o Efeito Joule

utilizou-se apenas o segundo método.

Após o resfriamento, as amostras foram secas e lixadas para remover qualquer oxidação. A comparação dos resultados de amostras lixadas com amostras decapadas em solução de ácido cítrico mostrou que foi suficiente a remoção mecânica.

III.4 - Medição de Resistividade Elétrica

Após os tratamentos térmicos previstos, foram feitas medições de resistividade elétrica das amostras nos laboratórios eletrônicos da COPESP, em condições ambientais controladas (293 a 298 K e 50 a 75% de umidade relativa).

Foi utilizada uma ponte Kelvin modelo GR 1666 fabricada pela Genrad, modelo GR1666, com sensibilidade de 2 micro-ohm na medição de resistência elétrica. Isto equivale nas amostras ensaiadas a incertezas da ordem de 0,004 micro-ohm.cm, julgadas adequadas para o objetivo desejado. Todas as medições foram feitas com instrumento previamente aferido em laboratório habilitado da firma Engesa e de acordo com as instruções do fabricante do equipamento. Garantiu-se assim uma precisão de $\pm 0,01\%$ da medida + 3ppm do fundo de escala utilizado.

Medições de diâmetro e comprimento das amostras foram efetuadas com paquímetro digital Mitutoyo que permite a leitura de até 0,01mm. Foram efetuadas no mínimo 10 medições da resistência e do diâmetro das amostras, sendo este último medido em pelo menos 5 pontos e 2 direções defasadas de 90° .

As médias e desvios padrão das medidas foram calculados por métodos estatísticos. No caso da resistência elétrica, foram abandonadas quaisquer leituras fora de um desvio padrão para mais ou menos e medidas adicionais foram efetuadas para completar a série de 10. Amostras que apresentavam variações de mais de 0,05mm no diâmetro foram abandonadas. Isto ocorreu em poucos casos, em virtude do método de calibração dos diâmetros descrito em III.2.2.

Com os valores médios do diâmetro e da resistência elétrica de cada amostra, a resistividade elétrica foi calculada através da fórmula:

$$\rho = \frac{100.R.A}{L} = \frac{100.R \cdot d^2 \cdot \pi}{4 L}$$

Onde:

ρ - resistividade elétrica em micro-ohm.cm

R - resistência elétrica em mili-ohm

A - área de secção transversal em mm²

d - diâmetro médio da amostra em mm

L - comprimento da amostra em mm

III.5 - Ensaio de Dureza

Os Ensaio de dureza foram efetuados no Laboratório de Ensaio Mecânicos da COPESP utilizando-se um equipamento modelo 737 L da Microtest. O equipamento teve sua exatidão verificada periodicamente através dos padrões correspondentes e seguindo-se as instruções do fabricante. Foram realizadas pelo menos 10 medidas em cada amostra tirando-se a média aritmética e o desvio padrão.

Sempre que possível mediu-se dureza Rockwell C mas, devido a um comportamento anômalo descrito no próximo capítulo, foi necessário a utilização das escalas Rockwell A, D e B, mais adequadas para materiais mais moles.

Foram utilizadas as tabelas da norma ASTM E 140 para conversão de escalas. Para apresentação de resultados, no caso da Liga 1 envelhecida por aquecimento direto, utilizou-se a conversão para dureza Brinell.

A Tabela 4 mostra os diversos ensaios de dureza Rockwell e os parâmetros dos testes utilizados.

Tabela 4 - Parâmetro dos Ensaio de Dureza Rockwell

TIPO	PRE-CARGA (Kgf)	CARGA TOTAL (Kgf)	DURAÇÃO (Seg)	TIPO DE PENETRADOR
A	10	60	30	Cônico de diamante
B	10	100	30	Esfera 1,53mm
C	10	150	30	Cônico de diamante
D	10	100	30	Cônico de diamante

III.6 - Ensaio de Atrito Interno

Para os ensaios de atrito interno utilizou-se o pêndulo de torção e seus periféricos existentes no Laboratório de atrito interno do IPEN, cujo esquema é mostrado na figura 7.

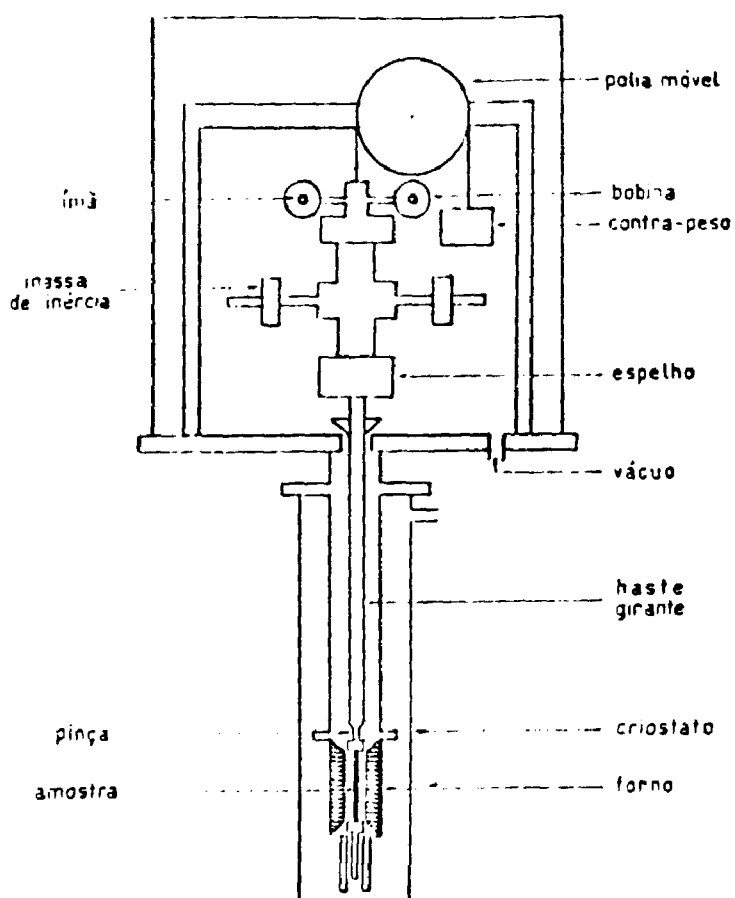


Figura 7 - Esquema de Pêndulo Invertido do Laboratório de Atrito Interno do IPEN

O pêndulo é do tipo invertido, ou seja, a massa de inércia que permite variar a frequência de vibração está situada acima da amostra, suspensa por um fio suficientemente fino para não provocar erros no momento de torção transmitido à amostra. Conforme ilustrado na figura 7, todo o conjunto (desde o porta-amostra até as massas de inércia) fica equilibrado através de roldanas e por contra-pesos. Este arranjo permite minimizar a tensão estática na amostra, reduzindo-a a valor inferior a 10 Kpa. O porta-amostra fica situado dentro de uma combinação de forno resistivo e criostato que permite variar a temperatura desde 120 K até o limite operacional de 573 K.

No conjunto suspenso estão solidários um espelho e dois ímãs introduzidos em bobinas. Através de variação da corrente elétrica nestas bobinas produz-se uma excitação que cria um momento de torção transmitido à haste girante. Desta forma a amostra é solicitada à torção, pois o seu extremo inferior está fixo, solidário ao suporte do forno, e seu extremo superior é conectado à haste girante. As conexões com a amostra são feitas através de pinças especiais. Quando a haste girante é solicitada, provoca o desvio de um feixe de luz que incide no espelho; ao ser refletido este feixe é captado por uma fotocélula de um seguidor de sinal luminoso SEFRAM.

Para minimizar os gradientes de temperatura as experiências são realizadas sob pressão de aproximadamente 1,5 Kpa de Hélio. O controle de temperatura da amostra é realizado através de um termopar de Chromel-Alumel colocado

no interior do forno na posição correspondente ao meio da amostra. A instrumentação eletrônica acoplada ao pêndulo (22) recebe as informações dos sensores e as transmite para uma unidade perfuradora de fita FACIT. Foram registrados os seguintes dados:

- a) Temperatura no início do primeiro ciclo.
- b) Temperatura no início do segundo ciclo.
- c) Q_0 - amplitude da primeira oscilação livre após a excitação.
- d) Q_n - amplitude da oscilação após n oscilações livres.
- e) Frequência.

Um regulador SETARAM RT 3000, acoplado a um sensor situado junto ao termopar, permitiu a variação linear e contínua da temperatura do forno até atingir a temperatura máxima. Este procedimento é denominado recozimento linear (22, 29).

Todas as amostras foram ensaiadas no intervalo de temperatura entre 123 e 573 K. As medidas do coeficiente de atrito interno (Q^{-1}) e de frequência foram realizadas em decaimento livre à frequência aproximada de 1 ciclo por segundo. O diâmetro de 1,2mm das amostras foi escolhido para possibilitar esta frequência, com ajustes mínimos no equipamento.

A amplitude de deformação máxima na superfície das amostras, foi ajustada para 2×10^{-6} regulando-se a corrente

na bobina de excitação e a velocidade de aquecimento para 1,5 K/min. Para cada amostra foram realizadas duas medidas: a primeira após a montagem e a segunda após o recozimento linear a 553 K, realizado durante a medida precedente.

Calculou-se a amplitude da deformação máxima em torção através da fórmula (28):

$$\epsilon = \frac{Q_0 r}{4 L l}$$

onde:

Q_0 = Amplitude da primeira oscilação livre após a excitação

r = Raio da amostra cilíndrica

L = Distância do espelho móvel ao seguidor do sinal luminoso que permite o registro das oscilações

l = Comprimento da amostra

A finalidade de se fixar a amplitude máxima da deformação em um valor relativamente baixo foi padronizar a execução do ensaio e eliminar efeitos decorrentes da variação da amplitude máxima inicial que poderiam dificultar a interpretação dos resultados.

Através de uma série de programas AYTECTAN escrita para o computador IBM 370/155 do IPEN, foram calculadas e impressas curvas de coeficiente de amortecimento e frequência para as diferentes amostras na condição após montagem e após o recozimento linear, obtendo-se também a superposição de diferentes curvas. Em um computador MICROTEC tipo PC-XT e

acoplado ao computador IBM/370/155 do IPEN foi possível manipular os dados e obter curvas e cálculos adicionais.

O coeficiente de atrito interno apresentado nos resultados é calculado por:

$$Q^{-1} = 1/\pi \eta \times (\ln Q_0/Q_n)$$

utilizando-se os valores de Q_0 e Q_n medidos. Normalmente Q_n foi medido após 50 ciclos mas, em casos especiais, foi medido após 20 ciclos; principalmente quando a frequência era muito baixa.

É importante citar que após a excitação no pêndulo de torção utilizado as amostras vibram com movimento livre amortecido de frequência aproximadamente proporcional à raiz quadrada do módulo de elasticidade transversal (51). Desta forma, a variação de frequência com a temperatura reflete qualitativamente a variação do módulo de elasticidade do material.

CAPITULO IV - RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÕES

IV.1 - Apresentação dos Resultados

IV.1.1 - Resultados Gerais

A série completa de resultados nas diversas condições de solubilização, aquecimento e resfriamento para as três ligas estudadas, envelhecidas em 3 temperaturas e 4 tempos diferentes, encontram-se no Anexo A. No texto principal deste trabalho só foram incluídos os resultados típicos ou mais relevantes.

IV.1.2 - Resultados Principais

IV.1.2.1 Nas amostras envelhecidas com a utilização de aquecimento interno por efeito Joule e velocidade de aquecimento elevada (150K/min), os resultados não foram satisfatórios e alguns valores de dureza ficaram abaixo do valor correspondente à amostra simplesmente solubilizada. Os espectros de atrito interno e frequência em função de temperatura obtidos com estas amostras revelaram que as curvas na condição "após montagem" e "após recozimento linear a 573 K" diferiram substancialmente. Estes resultados sugerem que o citado recozimento produzido no primeiro ensaio induziu mudanças estruturais nas amostras, visto que a variação de frequência para a mesma temperatura é indicativa da mudança no módulo de elasticidade transversal do material conforme mencionado em III.6. Um caso típico é mostrado nas figuras 8 e 9 que representam, respectivamente os espectros

de atrito interno e frequência de amostra da liga 1 solubilizada a 1093 K por 1 hora e envelhecida por aquecimento interno por 5 minutos com velocidade de aquecimento de 150 K/min, seguido de resfriamento rápido.

A variação de estrutura do material foi comprovada também por um aumento de dureza registrado após o primeiro ensaio de atrito interno. Na amostra sem solubilização e envelhecida por aquecimento direto durante 30 segundos seguido de resfriamento rápido, a dureza variou de 232 HB antes do primeiro ensaio de atrito interno para 316 HB após este ensaio. O mesmo aumento de dureza foi verificado quando se submeteram amostras a um aquecimento lento independente, com a mesma taxa de aquecimento (1,5 K/min) utilizada no pêndulo.

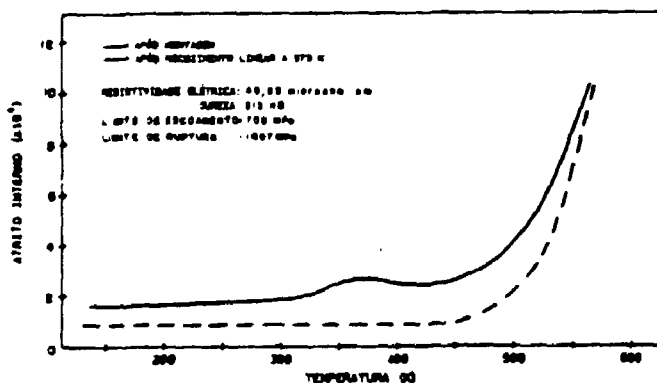


Figura 8: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 750 K por 5 minutos por aquecimento direto, com indicação da resistividade, dureza e limites de escoamento e de ruptura. (Liga 1)

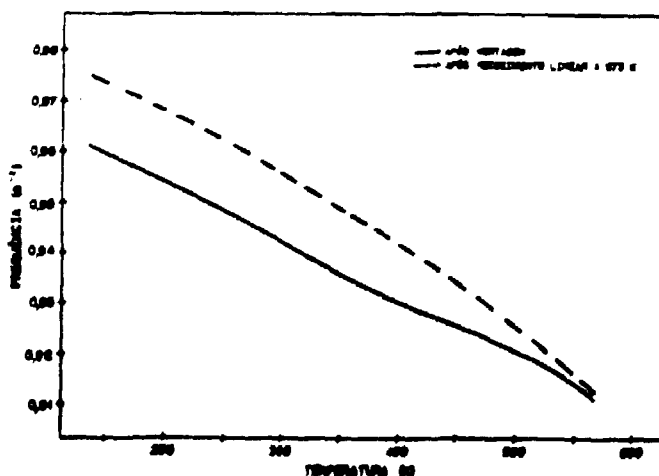


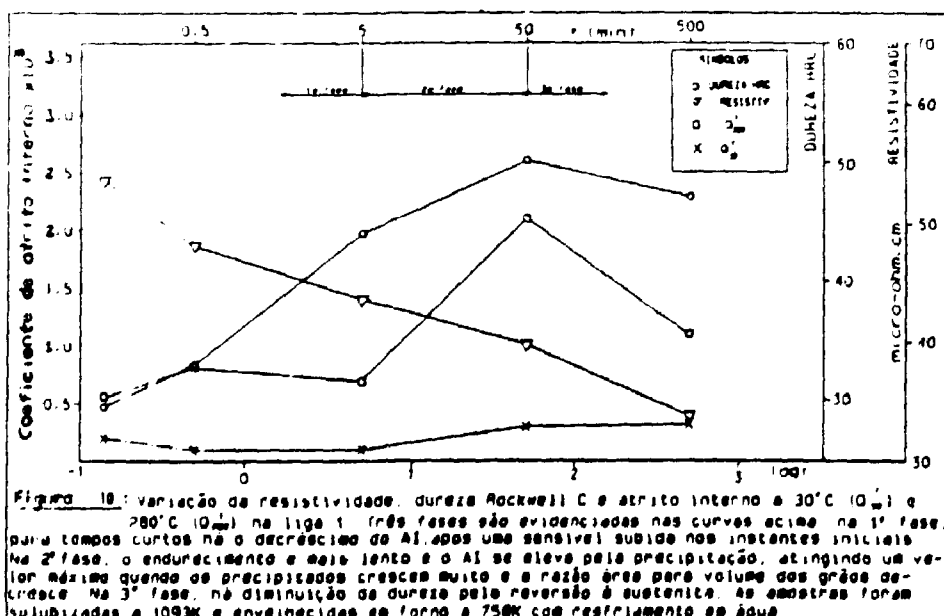
Figura 9: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 750 K por aquecimento direto por 5 minutos. (Liga 1)

IV.1.2.2 As amostras envelhecidas em forno, com taxa de aquecimento bem inferior (aproximadamente 40 K/min), apresentaram resultados previsíveis de acordo a literatura. A figura 10, por exemplo, sintetiza os resultados obtidos em amostras da liga 1 solubilizadas a 1093 K por 1 hora, envelhecidas a 750 K por diversos tempos e resfriadas em água. Três fases são distinguidas claramente:

- 1a. fase: o atrito interno cai após uma sensível elevação nos instantes iniciais; a dureza aumenta substancialmente e a resistividade decresce. Esta fase vai até 5 minutos de envelhecimento.

- 2a. fase: o atrito interno aumenta muito, a dureza cresce mais lentamente atingindo um máximo de 50 HRC e a resistividade decresce. Esta fase na Figura 10 vai até 50 minutos.

- 3a. fase: todos os 3 parâmetros, atrito interno, dureza e resistividade elétrica, decrescem após 50 minutos.



Uma parte da 1a. fase foi inferida a partir dos parâmetros medidos nas amostras simplesmente solubilizadas e está indicada com linha tracejada na Figura 10.

De acordo com as teorias de recuperação apresentadas em II.1.2, nos primeiros minutos durante o aquecimento isotérmico de envelhecimento, ocorre a recuperação da rede de discordâncias que tende a provocar a redução da dureza da estrutura martensítica. Entretanto, esta redução de dureza não foi verificada, pois, simultaneamente, iniciou-se o processo de precipitação de compostos intermetálicos que, segundo Peters e Cupp (40), tem tempo de nucleação praticamente nulo. Conseqüentemente, nesta primeira fase há dois fenômenos atuando que produzem efeitos antagônicos em alguns parâmetros. A resistividade elétrica é mais sensível à densidade de defeitos puntiformes. A recuperação das discordâncias causa apenas pequenas alterações de resistividade. Porém a precipitação provoca um grande decréscimo nesta propriedade. A resultante da ação dos dois fenômenos é a grande variação de resistividade observada nesta primeira fase.

Quanto à dureza, o seu crescimento é devido principalmente a ocorrência de precipitação. O decréscimo do atrito interno na primeira fase deixa claro que há um mecanismo de recuperação atuante, pois os precipitados formados nesta etapa, pela teoria das relaxações acopladas vista em II.2.3.4, tendem a aumentar o atrito interno.

Na segunda fase, o mecanismo dominante é, sem dúvida, a precipitação pois o atrito interno cresce pela intera-

ção de relaxações causadas por precipitados adjacentes. Esta precipitação é responsável pelo decréscimo da resistividade e aumento da dureza.

Na terceira fase há 2 mecanismos atuantes: a variação da relação média área/volume dos precipitados e a reversão à Austenita. Quando os precipitados crescem muito a relação média área/volume tende a decrescer. Consequentemente diminuem as interfaces nas quais ocorrem os mecanismos de relaxações acopladas introduzidas por Nowick e descritos em II.2.3.4. A tendência resultante é de diminuição do atrito interno. A reversão à Austenita ocorre pelo aquecimento da Martensita instável por tempo prolongado e tem como efeito a redução nos três parâmetros de controle

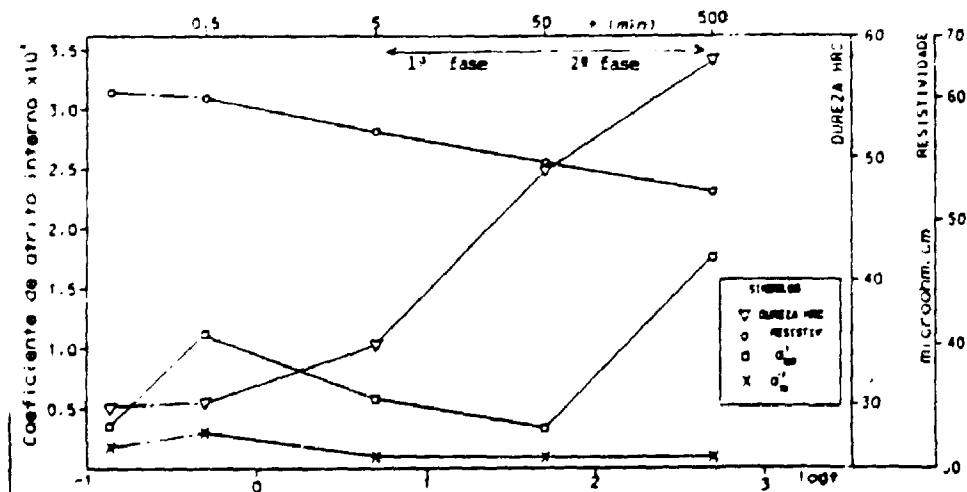


Figura 11 : Variação na resistividade elétrica, em microhm.cm na dureza HRC e nos coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K), Q_{100} e Q_{30} , em amostras de liga 2 solubilizadas a 1093 e envelhecidas no forno a 758K

utilizados. Desta forma a dureza e atrito interno, após atingirem valores máximos, passam a decrescer.

No caso da liga 2, a Figura 11, sintetiza os resultados de amostras preparadas e ensaiadas da mesma forma aplicada às amostras da figura 10. Nesta liga não se atingiu a 3a. fase durante o tempo máximo empregado (500 min). Portanto, a dureza e o atrito interno crescentes na 2a. fase não atingiram os valores máximos. Os mesmos comentários feitos para as duas primeiras fases relativas a liga 1 são perfeitamente aplicáveis à liga 2.

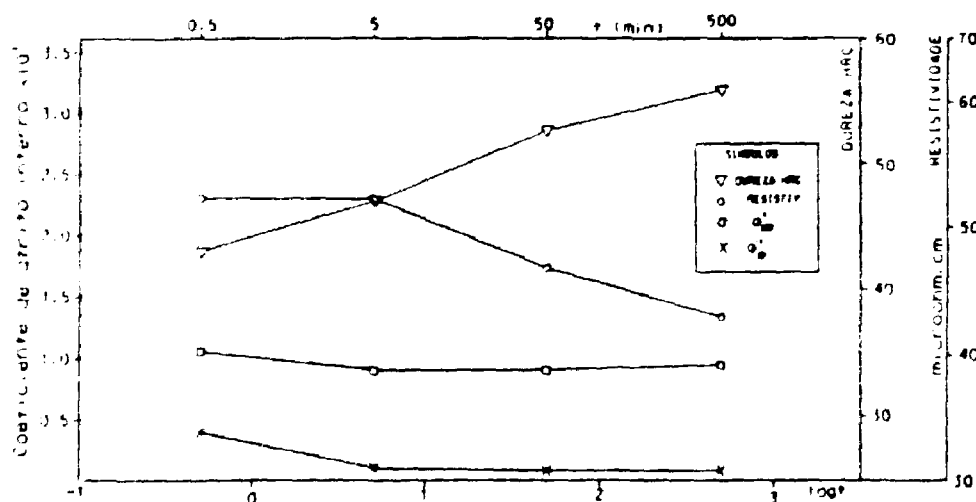
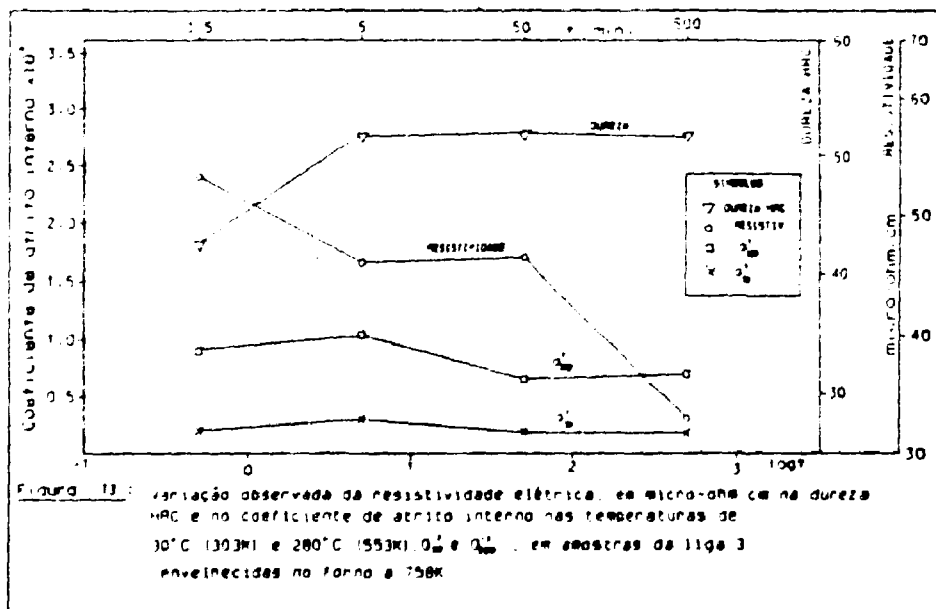


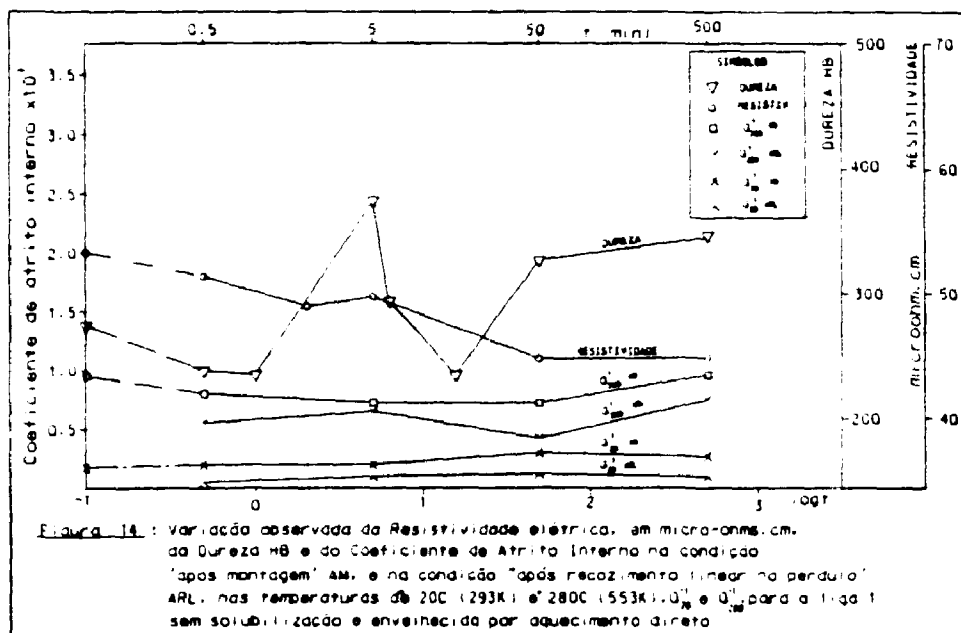
Figura 12 - Variação observada da resistividade elétrica, em microhm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K) Q_{20}^{10} e Q_{20}^{20} em amostras da liga 3 envelhecidas a 723K

A Figura 12 apresenta dados de amostras da liga 3 envelhecidas à temperatura de 723 K e por diversos tempos semelhantes aos casos das figuras 10 e 11. Nesta figura não está clara a distinção entre as duas primeiras fases acima descritas. Nas temperaturas de envelhecimento mais elevadas (figura 13) foi observada para esta liga uma preponderância muito maior do fenômeno de precipitação sobre a recuperação mesmo para os tempos curtos iniciais. Na figura 13 (temperatura de envelhecimento 758 K) há um patamar onde a dureza e a resistividade permanecem constantes, entre 5 e 50 minutos de tempos de envelhecimentos. É relacionado provavelmente com o maior teor de Ti na liga 3 em relação a liga 1.



IV.1.2.3) Para tempos de envelhecimento curtos, principalmente em amostras que não sofreram o tratamento térmico de solubilização após sua preparação, foram obtidos valores de dureza elevados. Esses valores não foram acompanhados por medidas de resistividade elétrica correspondentemente baixas que indicassem precipitação de compostos contendo elementos de liga que pudessem afetar esta propriedade.

A figura 14 apresenta resultados obtidos em amostras envelhecidas a 723K, por aquecimento interno, sem solubilização. É um caso típico da ocorrência deste fenômeno. O valor máximo de dureza na figura 14 (375 HB) foi registrado com 5 minutos de envelhecimento e é a média de resultados obtidos em 10 amostras diferentes. Em cada uma foram feitas pelo menos 10 indexações para a obtenção da dureza média. Quanto à resistividade com 5 minutos de envelhecimento, o valor assinalado de 49 micro-ohm-cm também corresponde à média de 6 valores medidos. Com o ensaio de amostras suplementares envelhecidas a 3, 10 e 30 minutos, ficou caracterizada a existência de um pico de endurecimento a cinco minutos que desaparece quando o tempo de envelhecimento aumenta. Aparentemente, trata-se do tipo de precipitado instável na matriz reportado por Peters (39) que desaparece à medida que surgem precipitados estáveis na rede de discordâncias. Peters & Cupp (40) atribuem este pico de endurecimento à precipitação de carbonetos que ocorre antes do endurecimento principal.



IV.1.2.4) Com aquecimento direto (efeito Joule) ou indireto (forno), em diferentes temperaturas e tempos, foram observados picos de atrito interno correspondente a variações descontínuas de frequência. Estas descontinuidades sugerem que as amostras sofreram mudanças estruturais de forma quase instantânea durante os ensaios. Observa-se ainda que após as ocorrências desses picos, os espectros de atrito interno e de frequência mostraram tendência a coincidir nos testes realizados "após montagem" e "após recozimento linear". Tudo se passa como se o efeito produzido pelo recozimento lento ocorresse, nestes casos, a uma temperatura intermediária e instantaneamente. As figuras 15 e 16 mostram um dos casos observados. Nestas figuras amostras da liga 1 foram solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 756 K por aquecimento direto durante 1/2 minuto.

É preciso diferenciar os picos relatados acima do fenômeno observado durante diversos ensaios de atrito interno com amostras envelhecidas por tempos curtos. Nas mesmas figuras 15 e 16 há a ocorrência de um pico suave entre 153 e 310 K. Neste caso a variação de frequência é contínua, não havendo modificação estrutural discreta do material. Esta variação pode ter sido causada por impurezas atômicas ou mais provavelmente pelo carbono em solução sólida.

IV.1.2.5 O efeito da velocidade de aquecimento foi testado nas experiências realizadas para confirmar resultados. Foi verificado que, para taxas de aquecimento mais baixas tanto os espectros de atrito interno como os de frequência nas condições AM e ARL tenderam a coincidir (figuras 17 e 18). Ou seja, o comportamento das amostras aquecidas por efeito Joule com velocidades menores (até atingirem as temperaturas de envelhecimento) se aproximou do comportamento das amostras envelhecidas em forno, que será tratado em IV.1.2.6. Nas figuras 17 e 18 a velocidade de aquecimento foi de 22,5 K/min e nota-se claramente o aspecto acima relatado. Nestas figuras as amostras da liga 1 sem solubilização foram envelhecidas a 723 K por aquecimento interno durante 5 minutos.

O efeito do resfriamento rápido também foi testado. Nas figuras 19 e 20 amostras da liga 1 foram ensaiadas simulando um resfriamento "rápido" imperfeito que transcorreu parcialmente ao ar. O resultado foi um valor de dureza muito baixo; aliás, o valor mais baixo encontrado nesta série (37,8 HRD = 17 HRC).

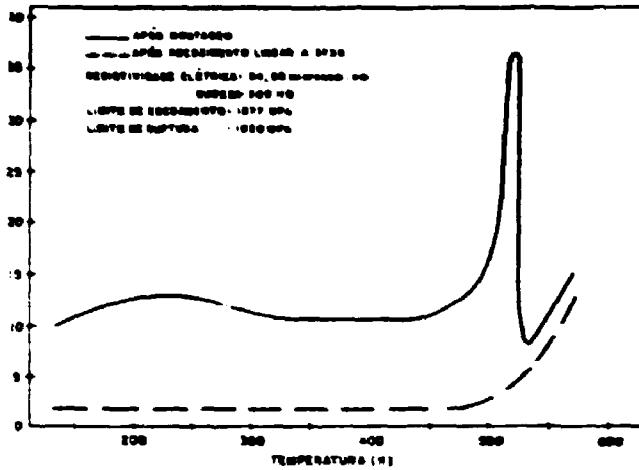


Figura 15: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 2 minutos, com indicação de resistividade, dureza, limite de escoamento e limite de ruptura. (Ligo 1)

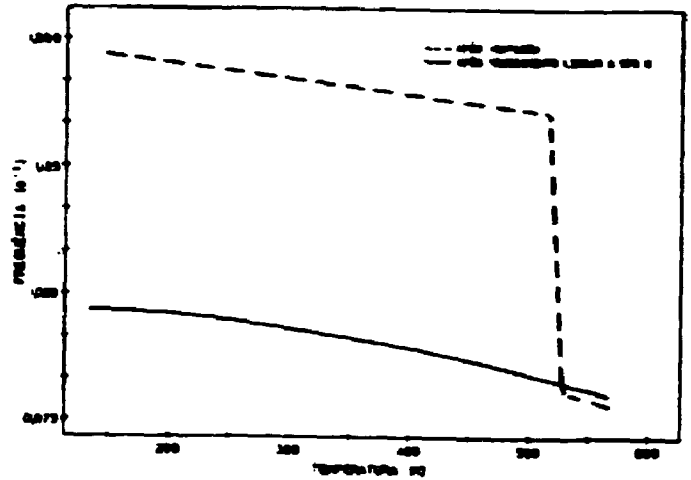


Figura 16: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 2 minutos. (Ligo 1)

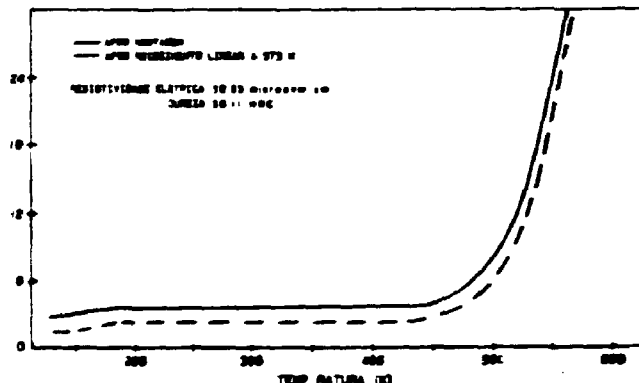


Figura 17: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento interno com velocidade de aquecimento de 22,5 K/min, temperatura e tempo de envelhecimento de 721 K e 5 minutos e resfriamento rápido. (Ligo 1)

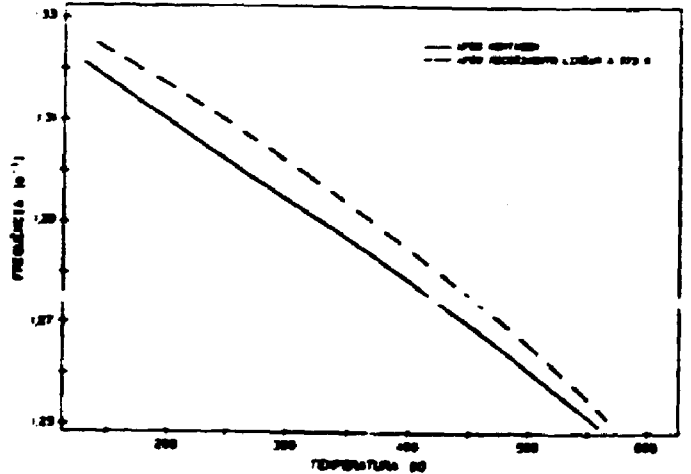


Figura 18: Espectro de frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 17. (Ligo 1)

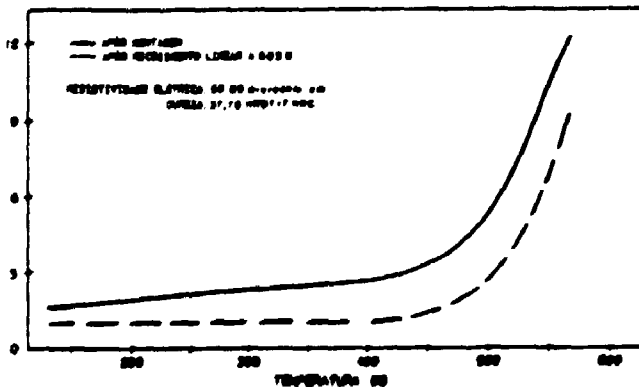


Figura 19: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 5 minutos seguida de resfriamento rápido. (Ligo 1)

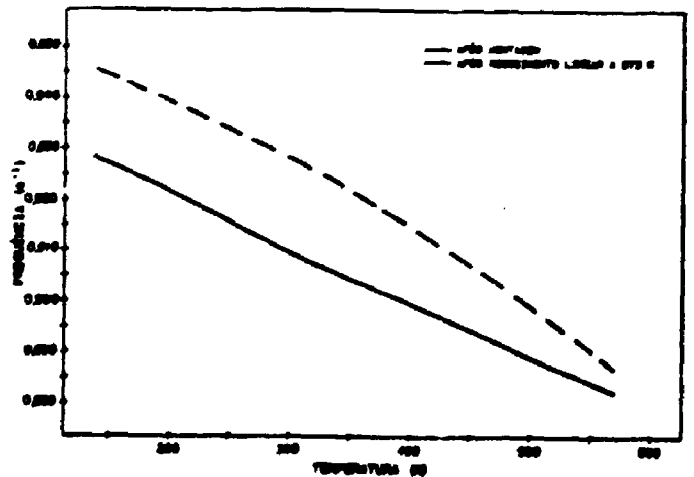


Figura 20: Espectro de frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 19. (Ligo 1)

IV.1.2.6) Com relação aos espectros de atrito interno e frequência para as amostras envelhecidas em forno, as curvas para os dois ensaios realizados geralmente coincidem, conforme mostrado nas Figuras 21 e 22, para a amostra da liga 1 solubilizada a 1093 K e envelhecida em forno a 758 K por 5 minutos.

Amostras da liga 3 envelhecidas a 723 K e 758 K, durante 0,5 e 5 minutos também foram afetadas pelo reaquecimento no pêndulo. Entretanto, 50 e 500 minutos de envelhecimento resultaram em espectros para as condições "após montagem" e "após recozimento linear" bastantes próximos. As figuras 23 e 24 mostram um exemplo em que amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora e envelhecidas a 723 K por 5 minutos não exibiram a coincidência das curvas.

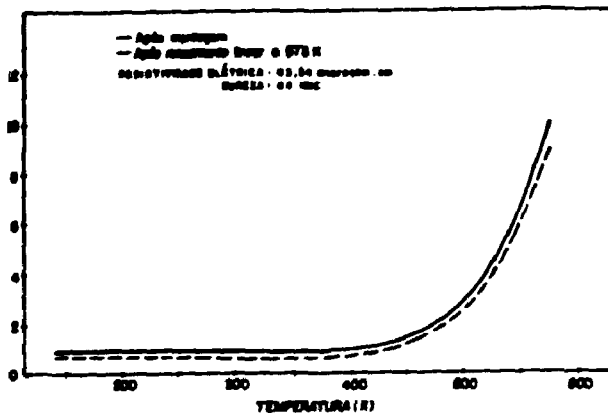


Figura 21: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 5 minutos com resfriamento no água, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

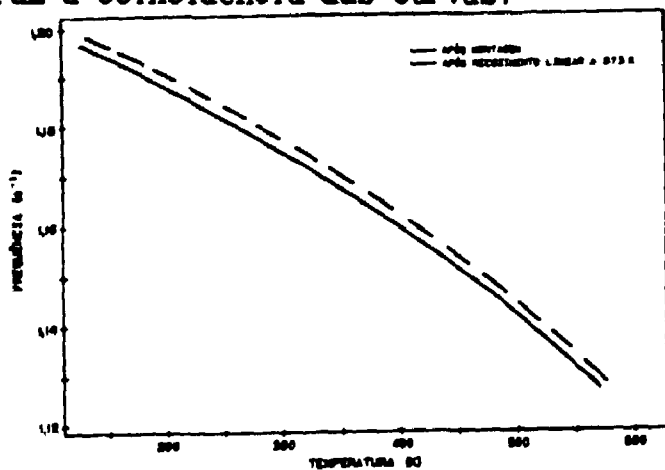


Figura 22: Espectro de frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 100. (Liga 1)

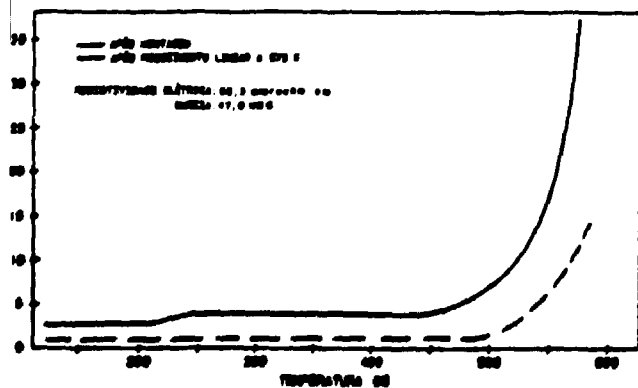


Figura 23: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 723 K por 5 minutos com resfriamento no água, e indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 3)

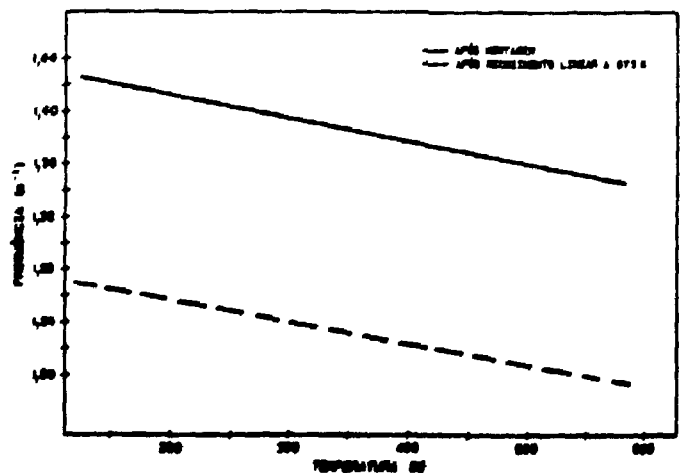


Figura 24: Espectro de frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 156. (Liga 3)

IV.2 - Discussão dos Resultados

IV.2.1 - Introdução

A principal constatação feita em IV.1 foi a existência de fases distintas na cinética de envelhecimento das amostras tratadas em forno, para as 3 ligas estudadas. Dependendo da composição química da liga, não se conseguiu atingir a 3a. fase no tempo máximo utilizado (500 minutos). Nestes casos, a dureza permaneceu crescente durante todos os tempos de envelhecimento empregados. Na liga 3, por exemplo, praticamente só foi observada a fase 1; esta liga entretanto possui composição química atípica, pois é uma variação da liga 1. Mas, de uma forma geral, os resultados mostraram-se correntes com as teorias apresentadas no capítulo II.

IV.2.2 - Fases da Cinética de Envelhecimento

As três fases ou etapas observadas no envelhecimento dos aços "Maraging" são caracterizadas de forma mais marcante pelas medidas de atrito interno e dureza. A resistividade elétrica, embora sensível às transformações, apresenta uma variação sempre decrescente nos intervalos de tempo testados e torna a distinção entre estas fases menos aparente.

A primeira etapa é caracterizada por uma flutuação inicialmente crescente e depois decrescente do atrito interno, acompanhada de aumentos moderados ou patamares de dureza (figura 10). Esses dados são consistentes com transformações estruturais inicialmente dominadas pela for-

mação de fases endurecedoras (provavelmente, contendo Molibdênio) em precipitados finos e homogêneos dispersos. Essa precipitação provoca um aumento inicial de atrito interno. Posteriormente, a ativação dos processos de recuperação de discordâncias e crescimento dos precipitados iniciais passam a determinar a queda de atrito interno observada. A variação resultante da dureza reflete o balanço entre esses mecanismos opostos, gerando patamares aproximadamente constantes ou aumentos moderados.

A duração dessa primeira fase é, portanto, largamente dependente dos teores de elementos de liga que favoreçam ou não a formação de precipitados. A liga 1 (4,79% Mo - 9,43% Co - 0,7% Ti) apresentou tempos da ordem de até 5 minutos para a primeira fase (figura 10). A liga 2 (3,96% Mo - 12,64% Co - 1,7% Ti) registrou até 50 minutos de duração na primeira fase (figura 11). A liga 3 (4,02% Mo - 9,5% Co - 1,7% Ti) praticamente só apresentou a primeira fase durante os períodos máximos de 500 minutos empregados nos ensaios. Portanto, é aparente o efeito das adições de Titânio (liga 3) em prolongar a primeira etapa de envelhecimento de aços "Maraging". Esse efeito foi parcialmente anulado na liga 2 pelo aumento do teor de Cobalto.

A segunda etapa de envelhecimento foi observada apenas nas ligas 1 (entre 5 e 50 minutos) e na liga 2 (entre 50 e 500 minutos). Caracteriza-se pelos aumentos significativos do atrito interno e dureza das amostras até atingirem valores máximos (figura 10). Correspondentemente, a

resistividade decai substancialmente. Essas variações devem resultar do crescimento dos precipitados formados na etapa inicial. O aumento dessas partículas causa um endurecimento substancial até que comece o processo de superenvelhecimento. Neste ponto, os valores de atrito interno e dureza são máximos.

A continuação do processo de envelhecimento na etapa 3 provoca uma diminuição da razão média área superficial/volume e aumento da distância média entre partículas. Há, então, uma maior facilidade para o movimento de discordâncias entre os precipitados (veja figura 3) e atrito interno e dureza decrescem. Amostras envelhecidas além do valor máximo de dureza são ditas superenvelhecidas. Apenas a liga 1 atingiu esse estágio nos ensaios descritos (figura 10). Em amostras envelhecidas a temperaturas mais elevadas, é admissível que, nesta fase, ocorra também reversão parcial à estrutura Austenítica (40).

A distinção de etapas durante o envelhecimento de aços "Maraging" também foi reportada por Miner e colaboradores (32) e por Peters & Cupp (40).

Conforme mencionado no Capítulo I, Miner e seu grupo utilizaram medidas de atrito interno para estudar a cinética de envelhecimento de diversos tipos de aços "Maraging" com método de aquecimento interno (por efeito Joule). As amostras previamente solubilizadas (1066 K/3h/resfriamento em água) foram aquecidas rapidamente (em menos de 90 segundos) e mantidas a temperaturas constantes durante as medições de atrito interno.

A figura 25 reproduz dados obtidos (32) dessa forma, em diversos experimentos isotérmicos com amostras de aço com 17,51% Ni; 5,86% Co; 4,82% Mo; 0,22% Ti e 0,013% C.

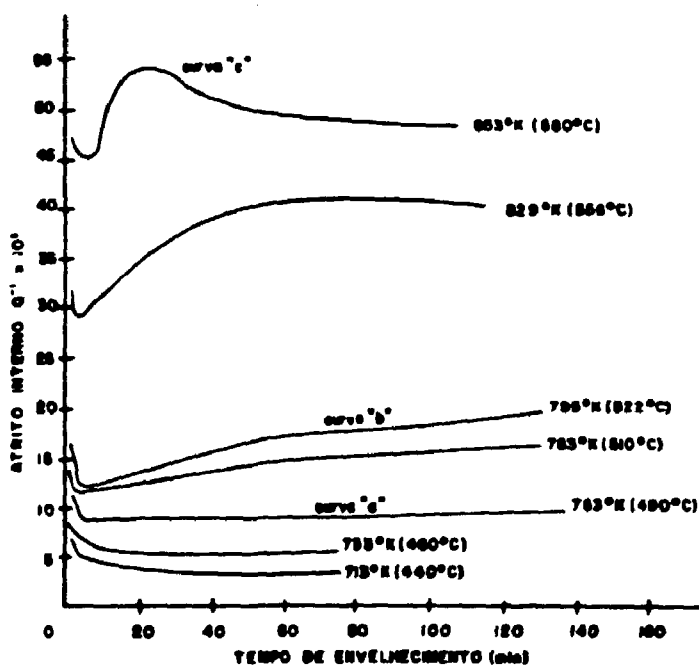


Figura 25: Curvas de atrito interno isotérmico obtidas por Miner e colaboradores (32) em amostras de aço "Maraging", solubilizadas a 1066 K por 3 horas

Dois estágios de envelhecimento foram identificados nos ensaios realizados entre 763 K e 853 K:

- Estágio I, correspondente ao rápido decaimento inicial do atrito interno durante os primeiros minutos de envelhecimento; e

- Estágio II, relativo à variação subsequente e gradual do atrito interno.

A comparação desses resultados com os dados apresentados neste trabalho deve levar em conta, entre outros, dois fatores básicos:

(i) a composição química do aço utilizado para gerar as curvas da figura 25 diverge bastante da composição das ligas 1, 2 e 3, e

(ii) o método de envelhecimento empregado neste estudo (tratamento em forno aquecido à taxa de 40K/minuto) causou transformações estruturais nas amostras, durante os períodos de aquecimento até que as temperaturas de envelhecimento desejadas fossem atingidas. Essas mudanças e seus efeitos sobre o atrito interno não puderam, portanto, ser detectados no presente trabalho de uma forma tão aparente como apresentada no estágio I da figura 25. Significa que as transformações observadas por Miner e pesquisadores durante o estágio I, provavelmente ocorreram nas amostras das ligas testadas durante os períodos de aquecimento que antecederam o início do envelhecimento isotérmico nas temperaturas escolhidas.

Considerados os fatores expostos acima, verifica-se que a etapa de envelhecimento relativa ao estágio II identificado por Miner e seu grupo corresponde, em larga escala, às fases apontadas neste trabalho. As curvas "a", "b" e "c" na figura 25 são representativas das variações de atrito interno nas fases 1, 2 e 3 respectivamente. Compare, por exemplo, a curva "a" com os dados de atrito interno da figura 10 (primeira fase) ou a curva "b" com a figura 10 (segunda fase).

O trabalho de Peters & Cupp (40) apresenta estudos da cinética de envelhecimento de aços "Maraging" aquecidos isotermicamente em banhos de sais e refrigerados em água.

Utilizando medidas de resistividade elétrica e dureza mecânica, estes pesquisadores também identificaram 3 etapas no processo de envelhecimento de diversos tipos de aços. As figuras 26 e 27 reproduzem resultados obtidos em amostras de aço com 18,39% Ni; 4,52% Mo; 7,53% Co; 0,35% Ti; 0,07% Al e 0,02% C, solubilizadas a 1059 K por 1 hora e envelhecidas em diversas temperaturas.

As etapas distinguem-se por:

- decréscimos moderados de resistividade durante os primeiros minutos de envelhecimento,
- diminuição substancial de resistividade coincidente com um aumento correspondente de dureza em intervalos de até dezenas de horas dependendo da temperatura, e
- aumento de resistividade e diminuição de dureza no período final de superenvelhecimento.

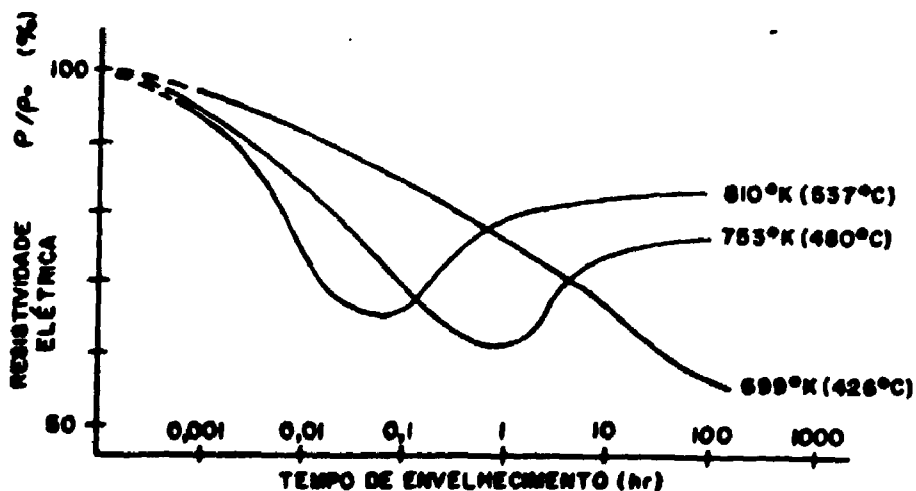


Figura 26: Relação entre a resistividade (ρ) de aço 'Maraging' envelhecido a diversas temperaturas e tempos e a resistividade (ρ_0) do mesmo aço após o tratamento de solubilização, segundo Peters & Cupp (40).

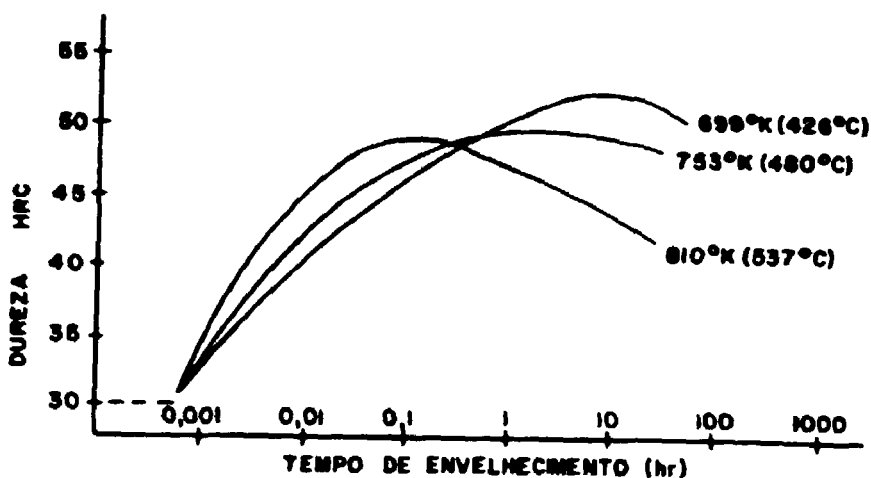


Figura 27: Dureza Rockwell C de aço "Maraging" envelhecido a diversas temperaturas e tempos segundo Peters & Cupp (40).

É marcante a correspondência entre os resultados apresentados por Peters & Cupp e os valores obtidos neste trabalho, apesar das diferenças em materiais e técnicas experimentais adotadas. As figuras 26 e 29 mostram resultados de dureza e resistividade obtidos neste trabalho com amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas no forno a 753 K comparados com curvas das figuras 26 e 27 para 753 K de temperatura de envelhecimento.

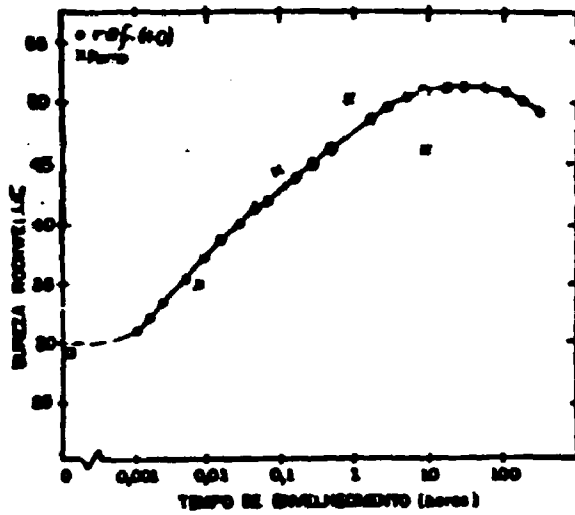


Figura 28 Medidas da dureza em função do tempo de envelhecimento para amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 758 K (Liga 1) comparadas com valores obtidos por Peters & Cupp (40).

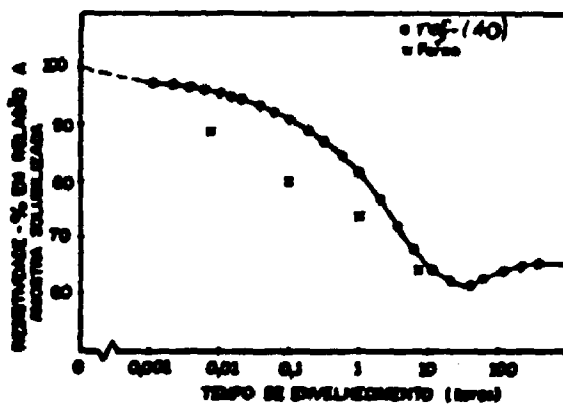


Figura 29 Medidas de resistividade em função do tempo de envelhecimento para amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 758 K (Liga 1) comparadas com valores obtidos por Peters & Cupp (40).

CAPITULO V - CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

V.1 - Conclusões

A principal conclusão deste trabalho é que o estudo experimental da cinética de envelhecimento de três tipos de aços "Maraging" permitiu constatar a existência de 3 etapas bem caracterizadas que resultam das interações de fenômenos relacionados com a recuperação da estrutura martensítica aquecida a temperatura do envelhecimento, a precipitação de compostos intermetálicos, o crescimento destes precipitados e a reversão à Austenita. A duração dessas etapas mostrou-se particularmente dependente dos teores de elementos de liga que determinam a cinética das reações de precipitação nesses aços; em especial, os teores de Titânio, Cobalto e Molibdênio.

A segunda conclusão importante é que os resultados obtidos para os aços em questão mostraram boa coerência com as teorias aplicáveis, relacionadas aos fenômenos supracitados e com trabalhos anteriores de outros pesquisadores.

Concluiu-se também que os aços "Maraging", apesar de serem especificados e utilizados para trabalho a quente até 1023 K (conforme citado em 1.1.2), podem sofrer modificações estruturais a temperaturas bem abaixo deste valor, dependendo de sua composição química e do tratamento térmico de envelhecimento utilizado.

Concluiu-se finalmente que as técnicas experimentais adotadas são bastante adequadas para estudos da cinética de envelhecimento de aços "Maraging" durante períodos de alguns

segundos até horas de tratamento térmico.

V.2 - Recomendações

Há pelo menos 3 possíveis continuações para este trabalho:

a) Investigações sobre a natureza dos picos de atrito interno verificados nos diversos ensaios de atrito interno no decorrer deste trabalho. Trata-se de um estudo vasto que demandará bastante experimentação mas que poderá contribuir para o aprimoramento de processos de fabricação envolvendo trabalho a quente e a frio e tratamentos térmicos de aços "Maraging". Esse estudo deverá procurar identificar correlações entre os picos de atrito interno e o teor de impurezas e processos de aquecimento das amostras de aços.

b) Ampliação do estudo presente visando o aprimoramento das técnicas de medição de atrito interno e a obtenção de correlações numéricas com propriedades mecânicas dos aços "Maraging" em questão.

c) Finalmente, a realização de estudo semelhante com aços "Maraging" sem Cobalto no sentido de contribuir para o desenvolvimento de ligas mais baratas e potencialmente aplicáveis na fabricação de componentes de usinas termo-nucleares. Nestas instalações a presença de materiais contendo este elemento deve ser reduzida ao mínimo (visto que podem aumentar muito as doses de radiação absorvidas pelo pessoal envolvido na manutenção destas usinas).

ANEXO A - RESULTADOS COMPLETOS

A.1 - Resultados Obtidos com a Liga 1

A.1.1 - Resultados dos Ensaio

Os gráficos constantes deste Anexo apresentam os resultados dos ensaios de atrito interno, na condição "após montagem" superpostos aos resultados na condição "após recozimento linear no pêndulo". São também indicados os valores da resistividade elétrica da mesma amostra testada antes do ensaio de atrito interno e, em alguns casos, após os dois ensaios de atrito interno. É apresentado ainda o valor da dureza de amostra tratada termicamente ao mesmo tempo em que a amostra utilizada para os ensaios de resistividade e atrito interno era preparada.

No caso das amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora e tratados por aquecimento resistivo por 1/2, 5, 50 e 500 minutos seguido de resfriamento rápido (figura 27 a 34), são também indicados os limites de escoamento e de ruptura das amostras utilizadas nos ensaios de atrito interno.

Em todos os gráficos apresentados, estão indicadas as unidades utilizadas para a resistividade elétrica (Micro-ohm.cm), para a dureza (escalas Rockwell -HRC ou convertidas para a escala Brinell -HB), para coeficientes de atrito interno (adimensional, conforme definido em III.6) e para a frequência (Hertz: s^{-1}). A temperatura é indicada em Kelvins variando de 123 K a 573 K. Finalmente, os tempos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento

são expressos em horas e minutos respectivamente, exceto nas figuras 85 a 90 onde os tempos de envelhecimento estão expressos em horas. São sempre apresentados primeiro o espectro de atrito interno, contendo também a indicação da resistividade e da dureza, seguido pelo espectro de frequência da mesma amostra e nos mesmos ensaios, conforme abaixo:

a) As figuras 1 e 2 representam referências para comparações, pois a amostra não foi sujeita a nenhum tratamento adicional (rota "a" da figura 5 do Capítulo III). Nestas figuras só se dispõe do espectro de atrito interno e frequência na condição "após montagem".

b) Nas figuras 3 a 14 as amostras seguiram a rota "b" da referida figura 5. Apresentam os resultados de amostras envelhecidas a 723 K por 30 minutos (figuras 9 e 10), além dos tempos usuais de 1/2, 5 (2 amostras), 50 e 500 minutos (correspondentes às figuras 3 e 4, 5 e 8, 11 e 12 e 13 e 14 respectivamente). Nestas amostras o envelhecimento foi realizado por efeito Joule seguido de resfriamento rápido.

c) Nas figuras 15 e 16 as amostras seguiram a rota "e" da figura 5 do Capítulo III, sendo ensaiadas após a solubilização a 1093 K por 1 hora.

d) Nas figuras 17 a 26 são apresentados os ensaios das amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora, que seguiram a rota "c" e foram envelhecidas a 723 K (aquecimento resistivo seguido de resfriamento rápido) durante 1/2, 5, 50

e 500 minutos. Para 500 minutos, em virtude da ocorrência de um pico de atrito interno, foi ensaiado um segundo conjunto de amostras para verificar se haveria a repetição do pico registrado nas figuras 23 e 24. Esta repetição não foi observada.

e) Nas figuras 27 a 34 a temperatura de envelhecimento foi elevada para 756 K mantendo as demais condições anteriores e os tempos de envelhecimento de 1/2, 5, 50 e 500 minutos (rota e).

f) Nas figuras 35 a 42 a temperatura de envelhecimento passou para 823 K mantendo as demais condições (rota f).

g) Nas figuras 43 a 50 a temperatura de solubilização foi alterada para 1198 K; as amostras foram envelhecidas por aquecimento resistivo a 723K seguido de resfriamento rápido (rota j) pelos tempos de envelhecimento de 1/2, 5, 50 e 500 minutos.

h) Nas figuras 51 a 58 a temperatura de envelhecimento foi alterada para 756 K, correspondendo a rota "h" da referida figura 5 do Capítulo III.

i) Nas figuras 59 a 68 a temperatura de envelhecimento foi alterada para 823 K, mantendo as demais condições; correspondem a rota "i" da figura 5 do Capítulo III. Um segundo conjunto de amostras tratadas por 1/2 minuto foi ensaiado (figuras 61 a 62) para verificar os resultados atípicos das figuras 59 e 60.

J) Nas figuras 69, 70, 71 e 72 foi mantido o tratamento de solubilização a 1195 K por 1 hora; as amostras foram envelhecidas a 773 K por 500 minutos e apresentaram um pico de atrito interno em torno de 473 K no primeiro conjunto de ensaios.

Além dos ensaios em que se utilizou a técnica de envelhecimento no forno com resfriamento em água ou ao ar, foram feitos ensaios adicionais para confirmação dos resultados obtidos com o tratamento térmico de envelhecimento por aquecimento interno (efeito Joule), com resfriamento rápido. As figuras 73 a 86 apresentam estes ensaios de confirmação enquanto as figuras 87 a 104 referem-se a amostras envelhecidas pelo segundo método. A seguir descreve-se cada uma das figuras:

a) Nas figuras 73, 74, 75, 76, 77 e 78 foram alteradas as velocidades de aquecimento interno modificando-se a corrente elétrica passada através das amostras. Os resultados são apresentados para velocidades de aquecimento de 22,5 K/min (fig. 73 e 74), 45 K/min (fig. 75 e 76) e 150 K/min (fig. 77 e 78) utilizadas para aquecer as amostras até a temperatura de 723 K. Esta temperatura foi mantida por 5 minutos de envelhecimento e seguiu-se o resfriamento rápido.

b) Nas figuras 79 e 80, a taxa de aquecimento interno foi 150 K/min. A amostra foi aquecida a 723 K. Permaneceu por 5 minutos nesta temperatura e foi mergulhada

em água sem a preocupação de se realizar o resfriamento de maneira extremamente rápida. Desta forma, após o desligamento da corrente elétrica, a amostra ficou exposta ao ar durante cerca de 1 minuto antes de ser resfriada em água. A finalidade foi simular resfriamentos imperfeitos em que os primeiros 100 K não transcorressem no tempo de 10^{-2} s.

c) Nas figuras 81, 82, 83 e 84, repetiu-se os ensaios de amostras solubilizados a 1093 K e envelhecidos a 758 K por 5 e 50 minutos, utilizando-se novas amostras.

d) Nas figuras 85, 86, 87 e 88, apresenta-se os resultados dos testes de amostras solubilizadas a 1093 K, envelhecidas a temperatura de 758 K por 1 hora e resfriadas ao ar. Nas figuras 85 e 86, a amostra foi envelhecida por efeito Joule (aquecimento interno) e nas figuras 87 e 88, a amostra foi envelhecida em forno tipo mufla com aquecimento externo.

e) Nas figuras 89 e 90 verificou-se o efeito do envelhecimento de amostras solubilizadas a 1093 K, envelhecidas em forno por 3 horas a 758 K e resfriadas ao ar.

f) Nas figuras 91 a 98 são mostrados os resultados de uma série de ensaios em que amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora foram envelhecidas em forno a temperatura de 758 K por 1/2, 5, 50 e 500 minutos, com resfriamento posterior em água.

g) Nas figuras 99 a 104 mostram-se os resultados obtidos quando o meio de resfriamento usado nos ensaios precedentes - água - foi substituído pelo ar. Foram empregadas amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora e envelhecidas a 756 K em forno, por 1/2, 5 e 500 minutos.

A.1.2 - Gráficos Comparativos de Resultados

Os gráficos mostrados nas figuras 105 a 113 sintetizam os resultados principais apresentados em A.1.1. Nestas curvas foram excluídos casos especiais em que ocorreram picos de atrito interno ou outras ocorrências não esperadas. Em todos estes gráficos são utilizados valores de resistividade elétrica em micro-ohm.cm, medidas de dureza na escala Rockwell C (figuras 112 e 113) ou convertidas para a escala Brinell (HB) e coeficientes de atrito interno nas temperaturas 293 K e 553 K, conforme definido em III.6. Os dados foram obtidos com amostras envelhecidas durante 1/2, 5, 50 e 500 minutos e em alguns pontos intermediários indicados. É mostrada também a tendência de variação dos parâmetros medidos. A seguir descreve-se as condições válidas para cada gráfico:

a) Figura 105: a amostra não sofreu solubilização após sua preparação; foi envelhecida a 723 K por aquecimento interno e submetida ao resfriamento rápido em água.

b) Figura 106: amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas por aquecimento direto a 723 K, seguido de resfriamento rápido.

c) Figura 107: amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas por aquecimento direto a 758 K, seguido de resfriamento rápido.

d) Figura 108: amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas por aquecimento direto a 823 K, seguido de resfriamento rápido.

e) Figura 109: amostras solubilizadas a 1198 K e envelhecidas por aquecimento direto a 723 K, seguido de resfriamento rápido.

f) Figura 110: amostras solubilizadas a 1198 K e envelhecidas por aquecimento direto a 758 K, seguido de resfriamento rápido.

g) Figura 111: amostras solubilizadas a 1198 K e envelhecidas por aquecimento direto a 823 K, seguido de resfriamento rápido.

h) Figura 112: amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas em forno tipo mufla a 758 K com resfriamento em água a temperatura ambiente.

i) Figuras 113 a 114: variação da dureza (figura 119) e da resistividade elétrica (figura 120) em função do tempo de envelhecimento (em minutos) de amostras solubilizadas a 1093 K por 1 hora e envelhecidas a 758 K em forno ou por aquecimento direto. É apresentada uma comparação com resultados obtidos por Peters & Cupp (40) para aço de composição semelhante, solubilizado a 1098 K e envelhecido a 755 K.

A.2 - Resultados obtidos com a Liga 2

A.2.1 - Resultados dos Ensaio

Da mesma forma apresentada em A.1.1 para a Liga 1, as figuras 115 a 140 apresentam os resultados dos ensaios de atrito interno para a Liga 2. São apresentados também os valores obtidos para a resistividade elétrica obtidos antes do ensaio de atrito interno e os valores da dureza de amostra preparada utilizando-se os mesmos procedimentos e tratamentos térmicos. A dureza é agora expressa na escala Rockwell C (HRC). Todos os tratamentos térmicos de envelhecimento foram realizados em forno com resfriamento em água.

A seguir descreve-se as condições válidas para cada figura:

a) Nas figuras 115 e 116 a amostra não foi solubilizada nem envelhecida. É a base para comparação com as demais amostras. Estas figuras são as únicas relativas à Liga 2 onde não há coincidência total dos espectros de atrito interno e frequência nas condições "após montagem" e "após recozimento linear".

b) Nas figuras 117 a 124 as amostras seguiram a rota "c" da figura 5 do Capítulo III; foram solubilizadas a 1093 K e envelhecidos a 723 K por 1/2 minuto (figuras 117 e 118), 5 minutos (figuras 119 e 120), 50 minutos (figuras 121 e 122) e 500 minutos (figuras 123 e 124).

c) Nas figuras 125 a 132 as amostras seguiram a rota "d" da figura 5 do Capítulo III e foram

envelhecidas a 758 K por 1/2 minuto (figuras 125 e 126), 5 minutos (figuras 127 e 128), 50 minutos (figuras 129 e 130) e 500 minutos (figuras 131 e 132).

d) Nas figuras 133 a 140 seguiu-se a rota "f" da referida figura 5: o envelhecimento foi realizado a 823 K durante tempos de 1/2 minuto (figuras 133 e 134), 5 minutos (figuras 135 e 136), 50 minutos (figuras 137 e 138) e 500 minutos (figuras 139 e 140).

A.2.2 - Gráficos Comparativos de Resultados.

Os gráficos apresentados nas figuras 141, 142, 143 e 144 resumem os resultados apresentados em A.2.1 de forma a facilitar comparações. São apresentados 4 gráficos:

a) Na figura 141, as amostras foram solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 723 K. São apresentados valores de dureza Rockwell C (HRC), de resistividade elétrica em micro-ohm.cm e do coeficiente de atrito interno nas temperaturas 303 K e 553 K. Como os espectros de atrito interno nas condições "após montagem" e "após recozimento linear" coincidiram, não há indicação nos gráficos para estas duas condições. A parte tracejada constitui uma projeção teórica baseada no que foi discutido no Capítulo II.

b) Na figura 142, a temperatura de envelhecimento foi alterada para 758 K e as amostras foram solubilizadas a 1093 K.

c) Na figura 143, a temperatura de envelhecimento é 823 K: a solubilização foi mantida a 1093 K.

d) Na figura 144 são comparados apenas os resultados de dureza e resistividade extraídos das figuras 141, 142 e 143.

A.3 - Resultados obtidos com a Liga 3

A.3.1 - Resultados dos Ensaios

Nas figuras 145 a 170 são apresentados os resultados dos ensaios de atrito interno (nas condições "após montagem" e "após recozimento linear") com indicação da resistividade das amostras (medida antes da execução dos ensaios de atrito interno) e da dureza Rockwell C (HRC) de amostras preparadas e tratadas nas mesmas condições. Todas as amostras foram solubilizadas a 1093 K por uma hora e envelhecidas em forno com resfriamento em água.

As condições específicas de cada figura são:

a) As figuras 145 a 156 refletem os resultados dos ensaios em amostras envelhecidas a 723 K por 1/2 minuto (figura 145 a 150), 5 minutos (figuras 151 a 152) 50 minutos (figuras 153 e 154) e 500 minutos (figura 155 e 156). Para 1/2 minuto, são apresentados os resultados comparativos dos espectros de atrito interno e frequência nas condições "após montagem" e "após o 10. recozimento linear" (figuras 145 e 146), "após o 20. recozimento linear" (figuras 147 e 148) e "após o 30. recozimento linear" (figuras 149 e 150).

D) As figuras 157 a 164 registram os resultados com amostras envelhecidas a 758 K por 1/2 minuto (figuras 157 e 158), 5 minutos (figuras 159 e 160), 50 minutos (figuras 161 e 162) e 500 minutos (figuras 163 e 164).

c) As figuras 165 a 170 são os resultados dos ensaios de amostras envelhecidas a 823 K por 1/2 minuto (figuras 165 e 166), 5 minutos (figuras 166 e 167) e 50 minutos (figuras 168 e 169).

A.3.2 - Gráficos Comparativos

Os resultados apresentados em A.3.1 foram sintetizados em gráficos comparativos com valores de dureza Rockwell C (HRC), resistividade elétrica (micro-ohm.cm) e coeficiente de atrito interno (\bar{Q}^{-1}) medidos a 303 K e 553 K na condição "após recozimento linear". No caso da amostra envelhecida a 723 K por 1/2 minuto, foi considerado o último recozimento linear. A seguir descreve-se as condições válidas para cada gráfico:

- a) Figura 171 - Envelhecimento a 723 K.
- b) Figura 172 - Envelhecimento a 758 K.
- c) Figura 173 - Envelhecimento a 823 K.

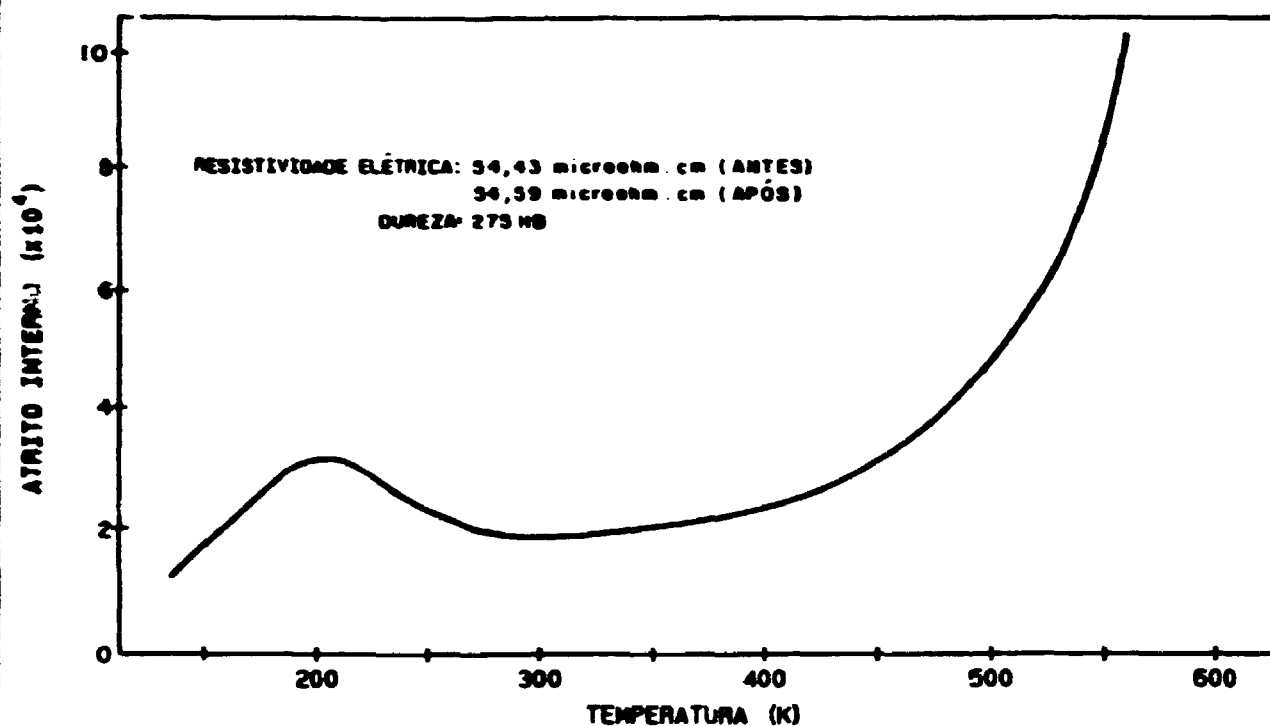


Figura 1: Espectro de Atrito Interno de amostra da Liga 1 sem solubilização e sem envelhecimento com indicação do valor da Resistividade Elétrica em microhm um antes e depois do ensaio e da Dureza HB. (Liga 1)

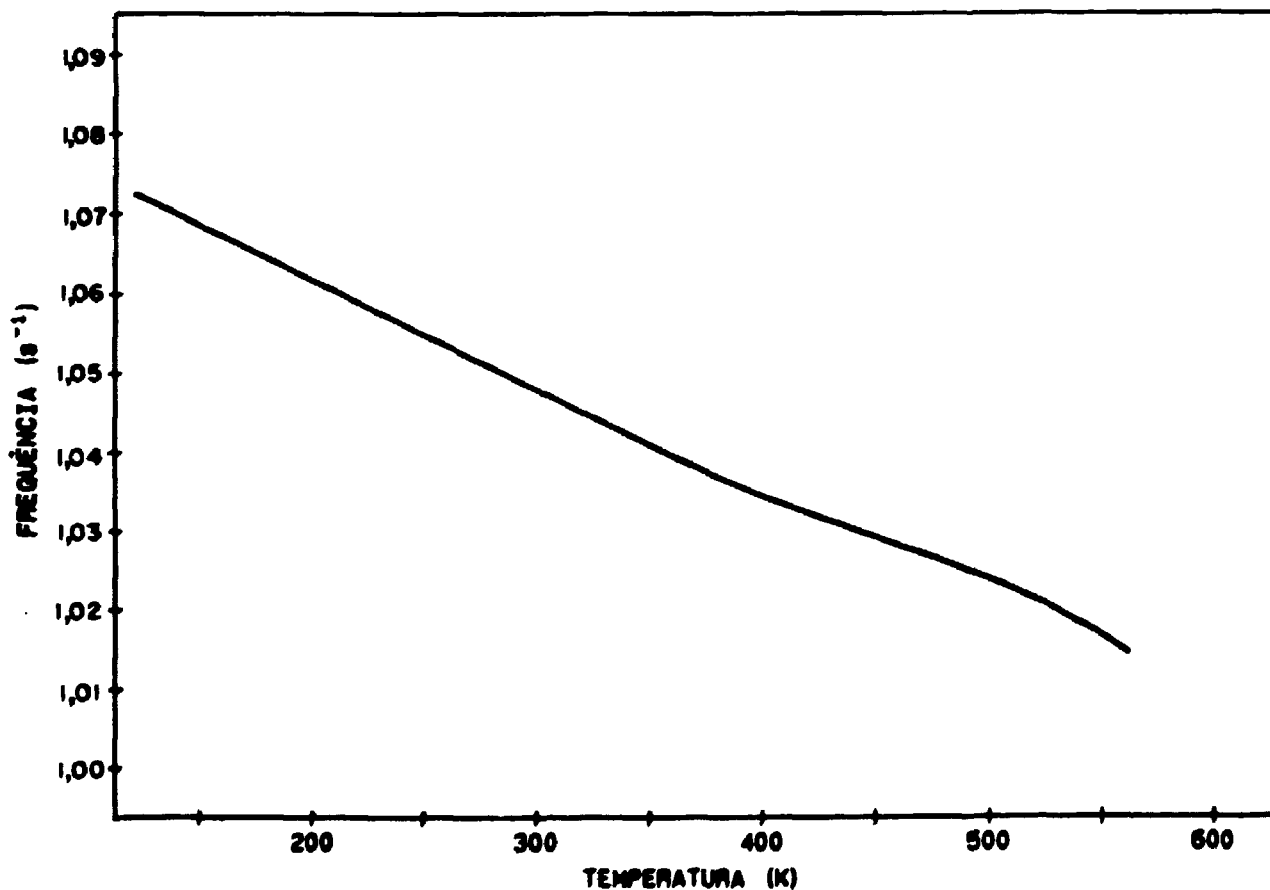


Figura 2: Espectro da frequência de amostra da Liga 1 sem solubilização e sem envelhecimento.

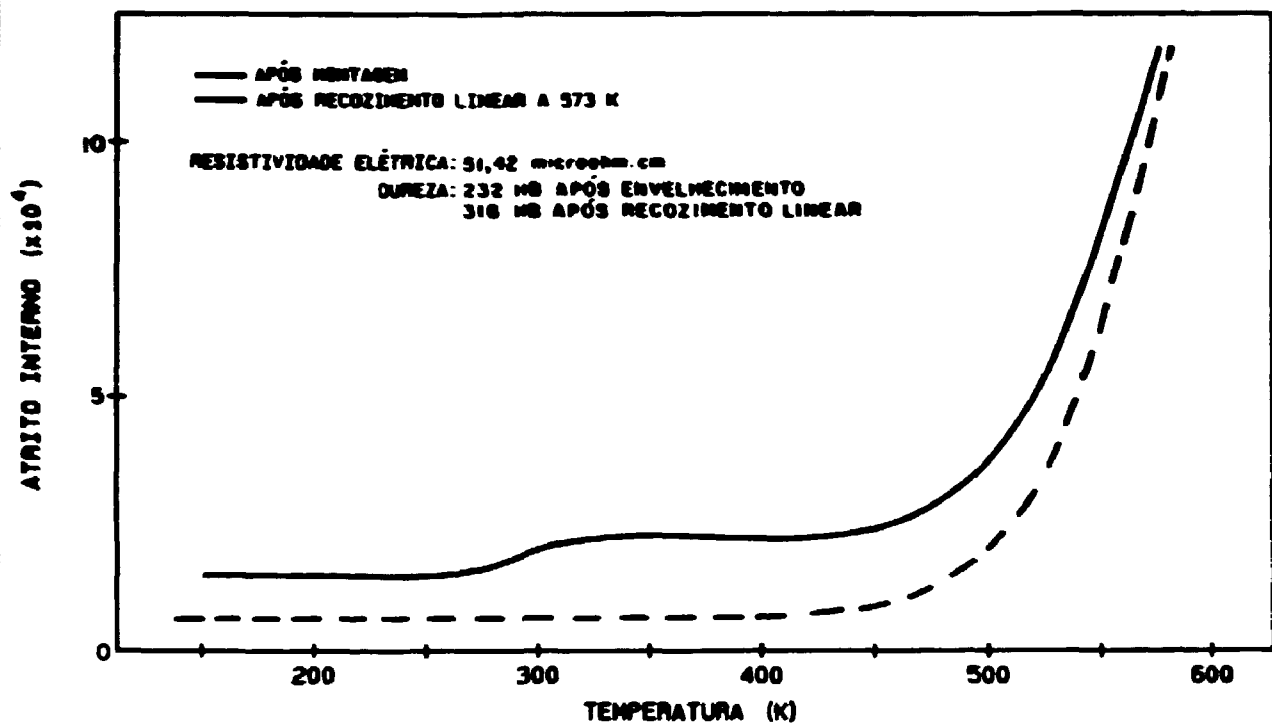


Figura 3: Espectro de atrito interno de amostra da liga 1 sem solubilização e com envelhecimento por aquecimento direto por 1/2 minuto, com indicação da resistividade em microhm.cm e da dureza HB, a temperatura de 723 K. (Liga 1)

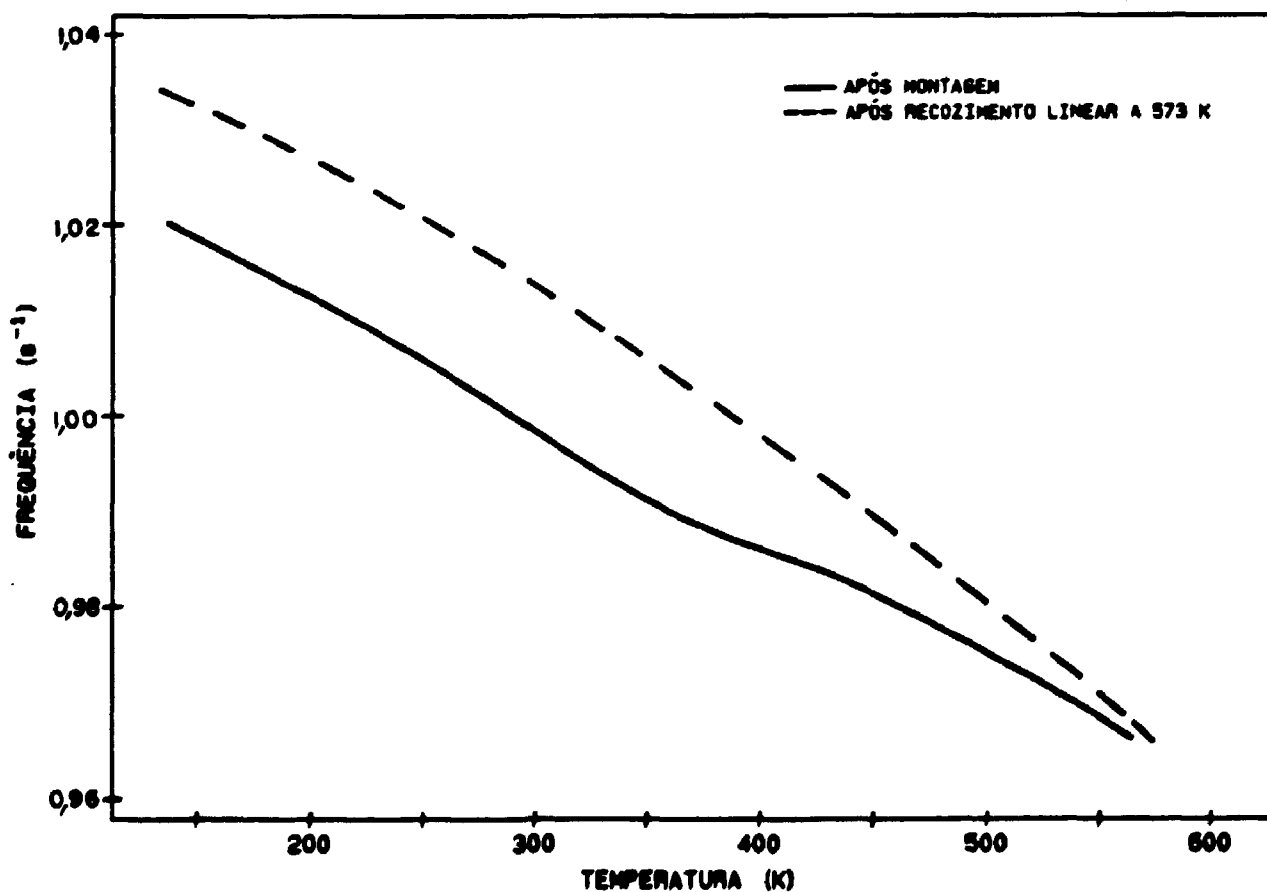


Figura 4: Espectro da frequência de amostra da liga 1 sem solubilização e com envelhecimento por aquecimento direto por 1/2 minuto, a temperatura de 723 K (Liga 1)

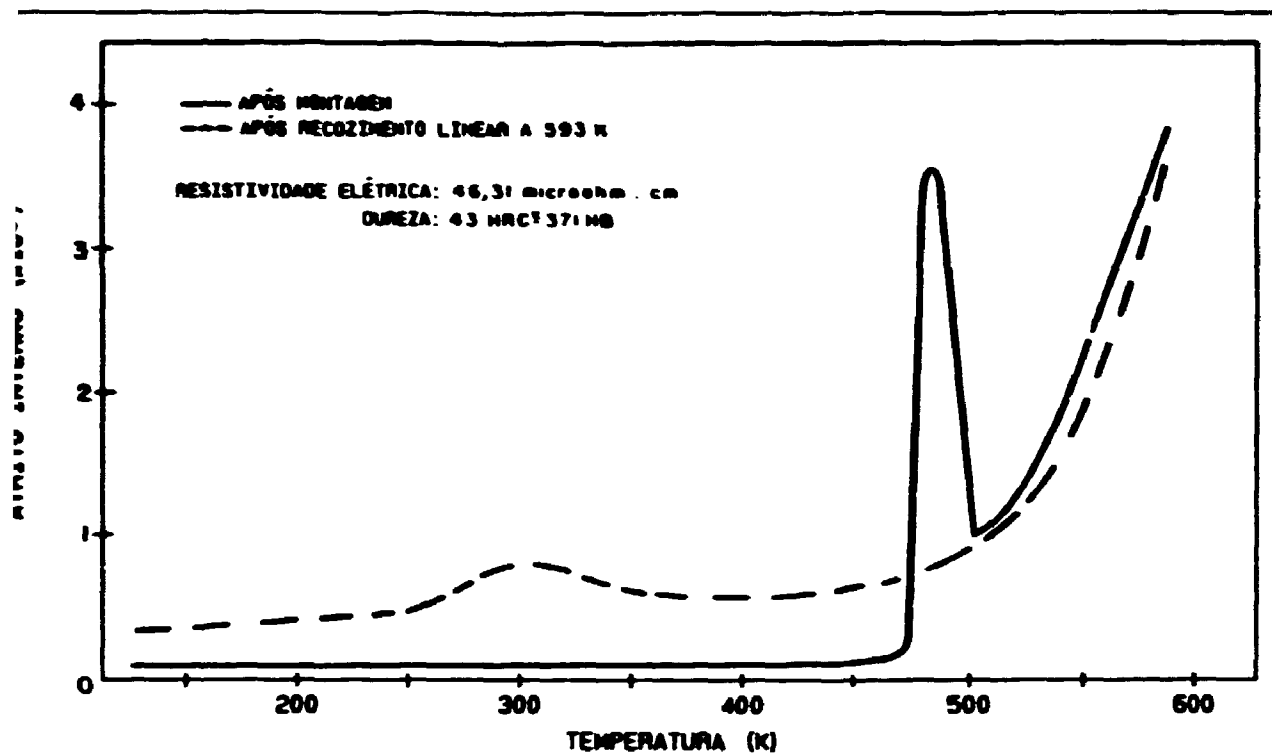


Figura 5: Espectro de Atrito Interno de amostra sem solubilização e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 5 minutos, com indicação da Resistividade e Dureza (1ª Amostra - Liça 1)

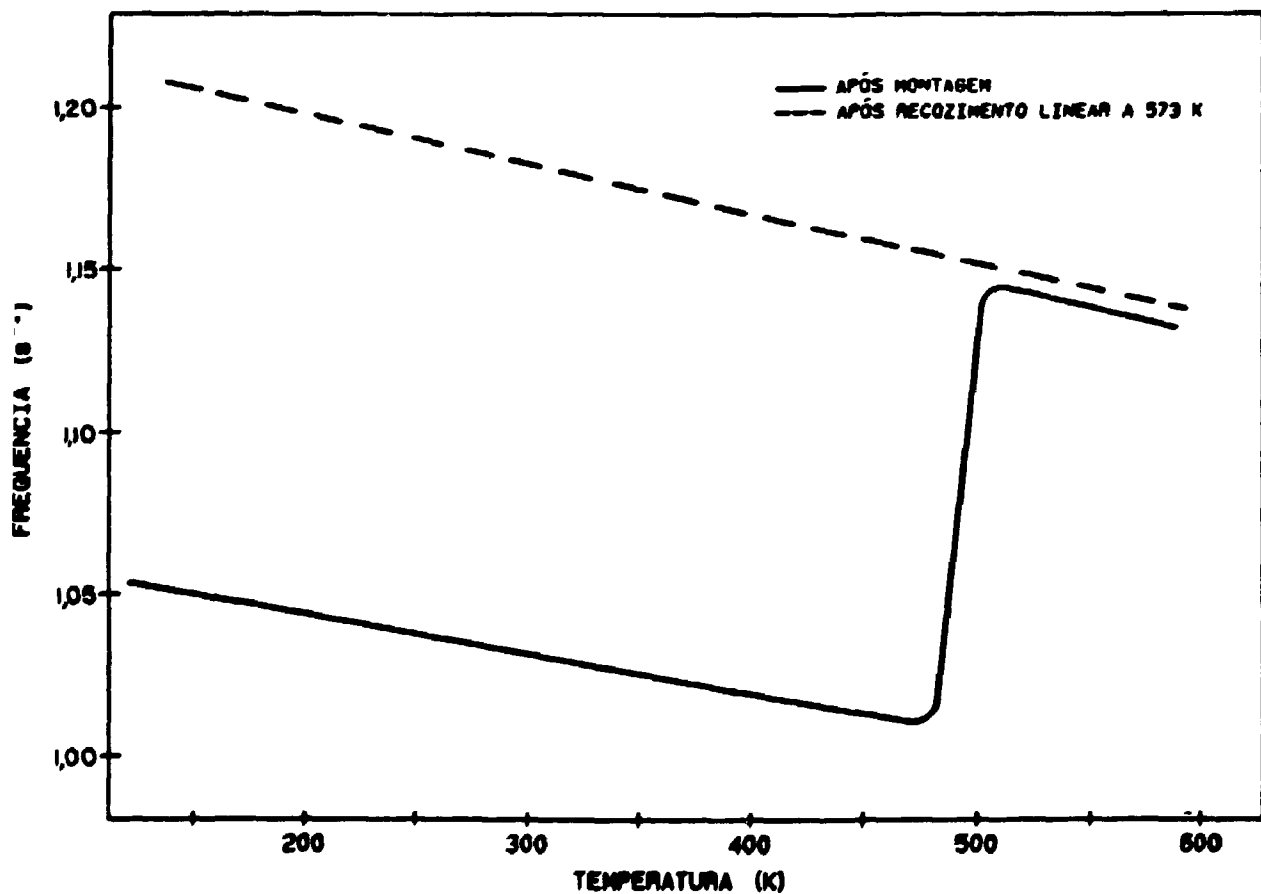


Figura 6: Espectro da frequência sem solubilização e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 5 minutos (1ª Amostra - Liça 1)

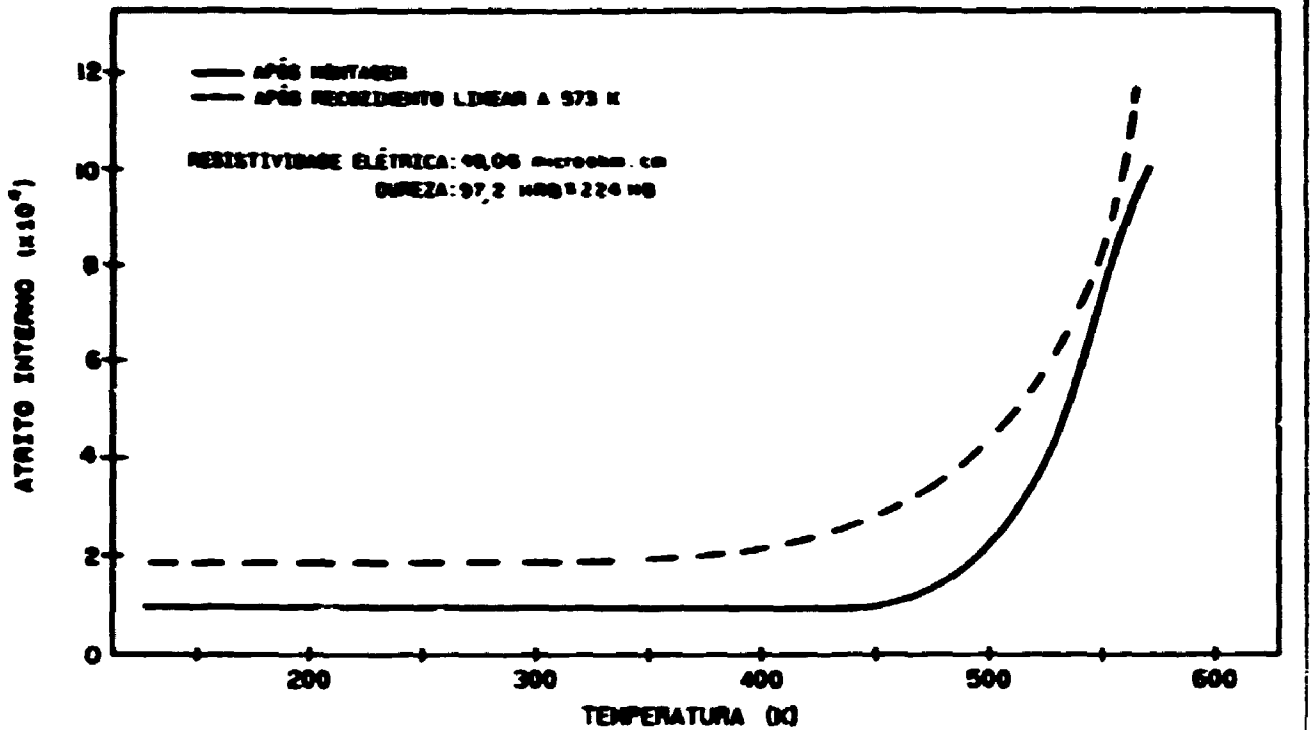


Figura 7: Espectro de Atrito Interno de amostra da liga 1 sem solubilização e com envelhecimento por aquecimento direto a 723K por 5 minutos, com indicações da resistividade e dureza (2ª amostra - Liga 1)

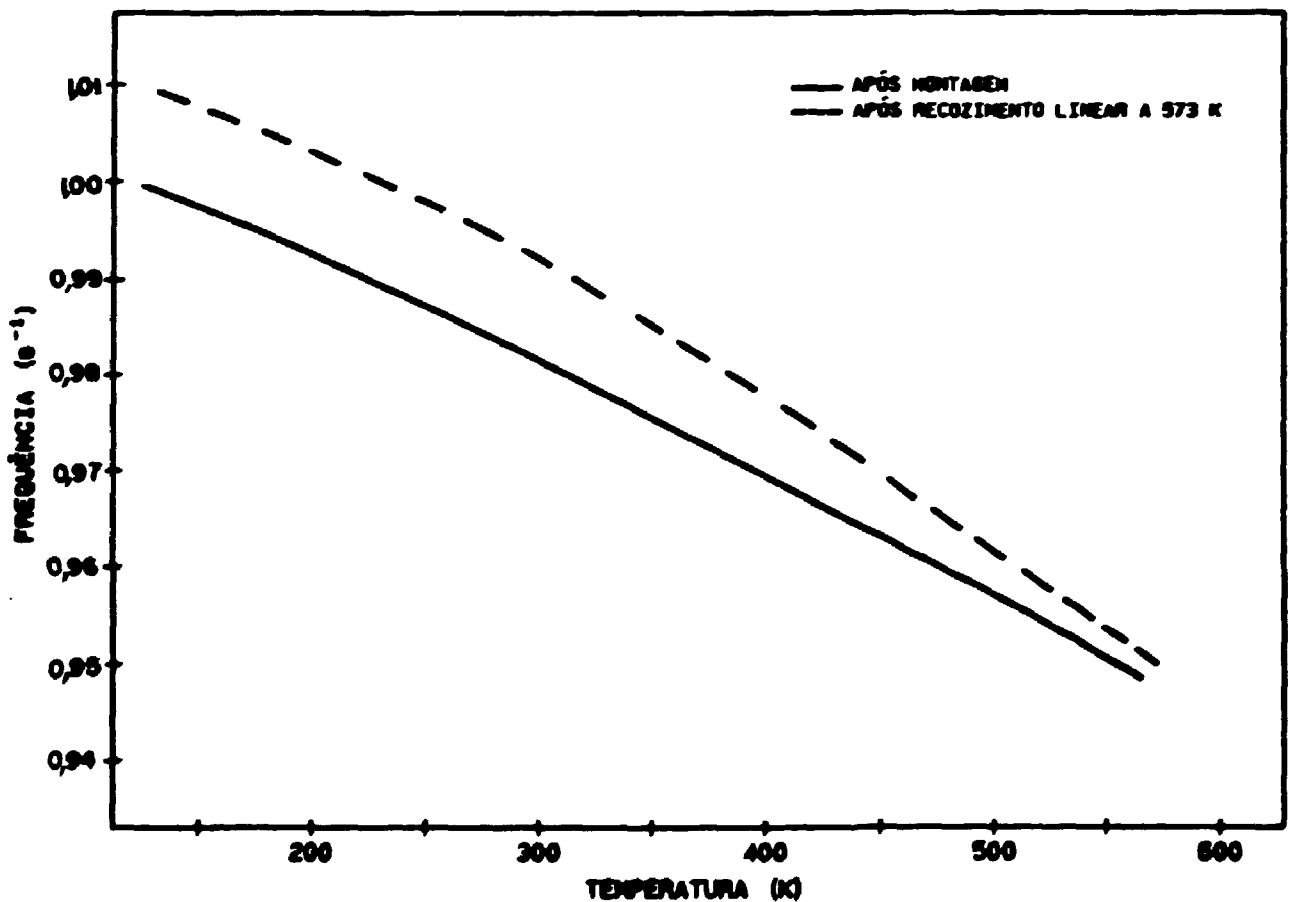


Figura 8: Espectro de Frequência de amostra da liga 1 sem solubilização e com envelhecimento por aquecimento direto a 723 K por 5 minutos (2ª amostra - liga 1)

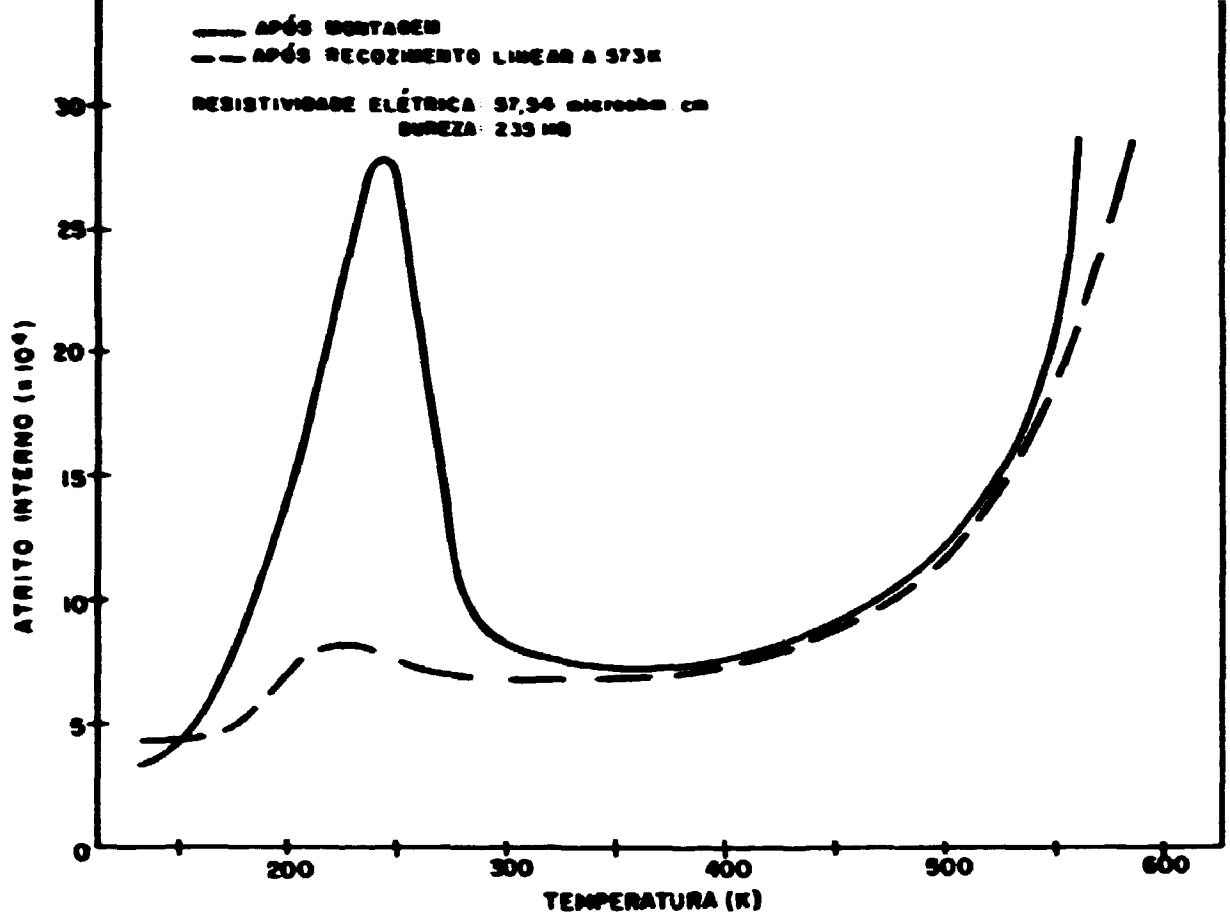


Figura 9: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 30 minutos, com a indicação da resistividade e dureza. (Liga 1)

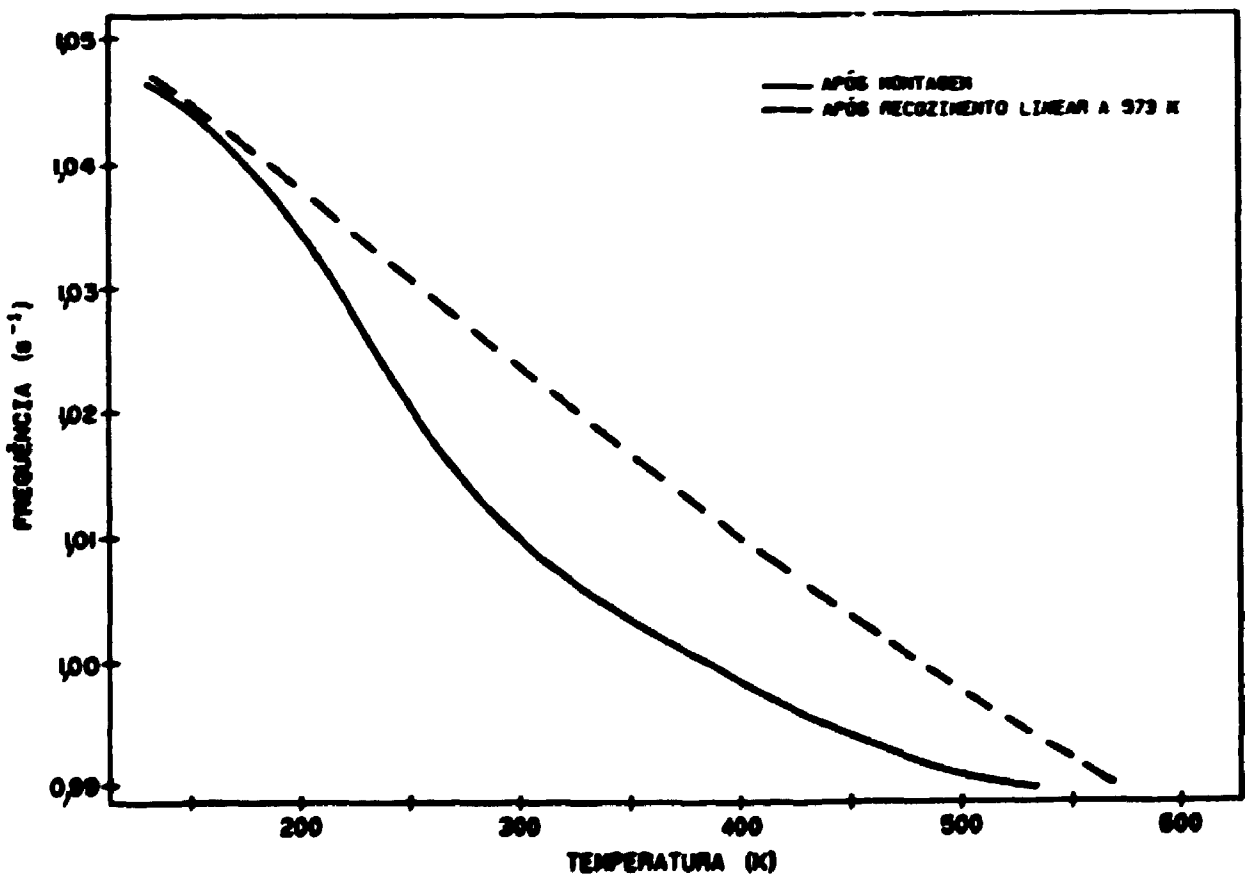


Figura 10: Espectro de frequência de amostra sem solubilização e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 30 minutos. (Liga 1)

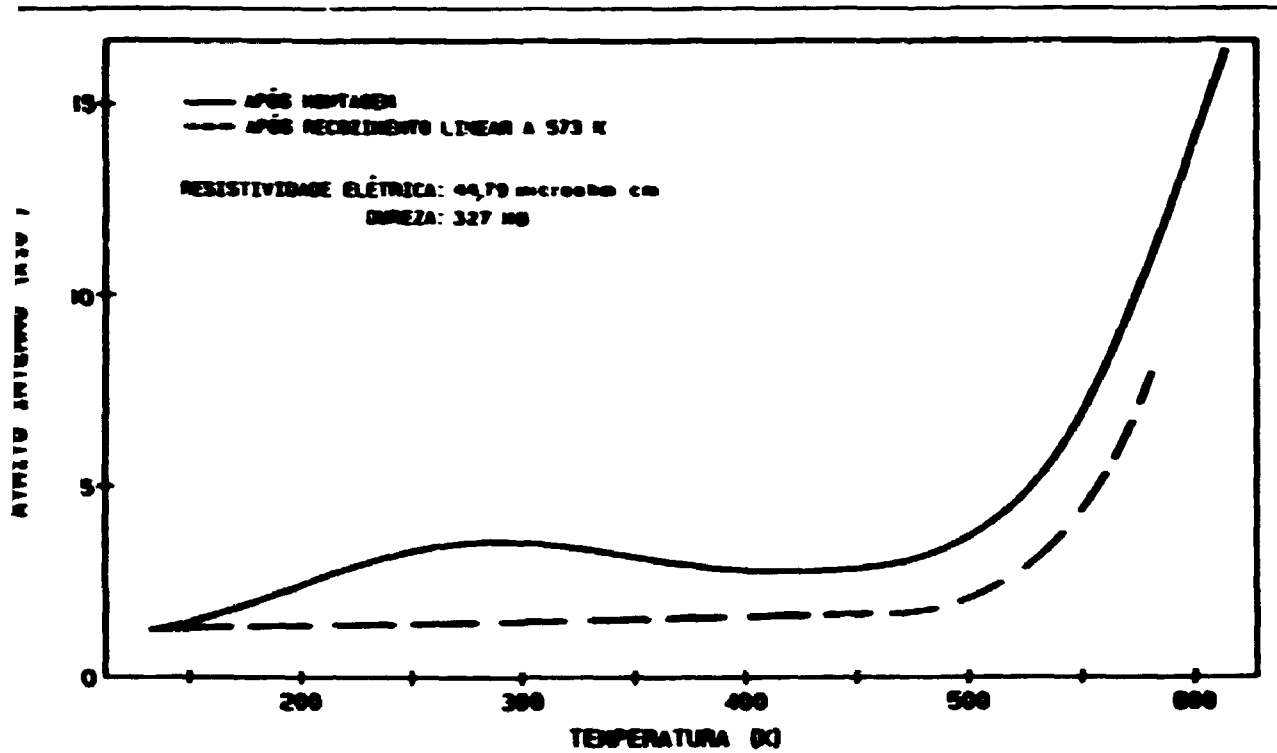


Figura 11: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização e envelhecimento por 50 minutos, com indicação da resistividade e dureza. (Liga 1)

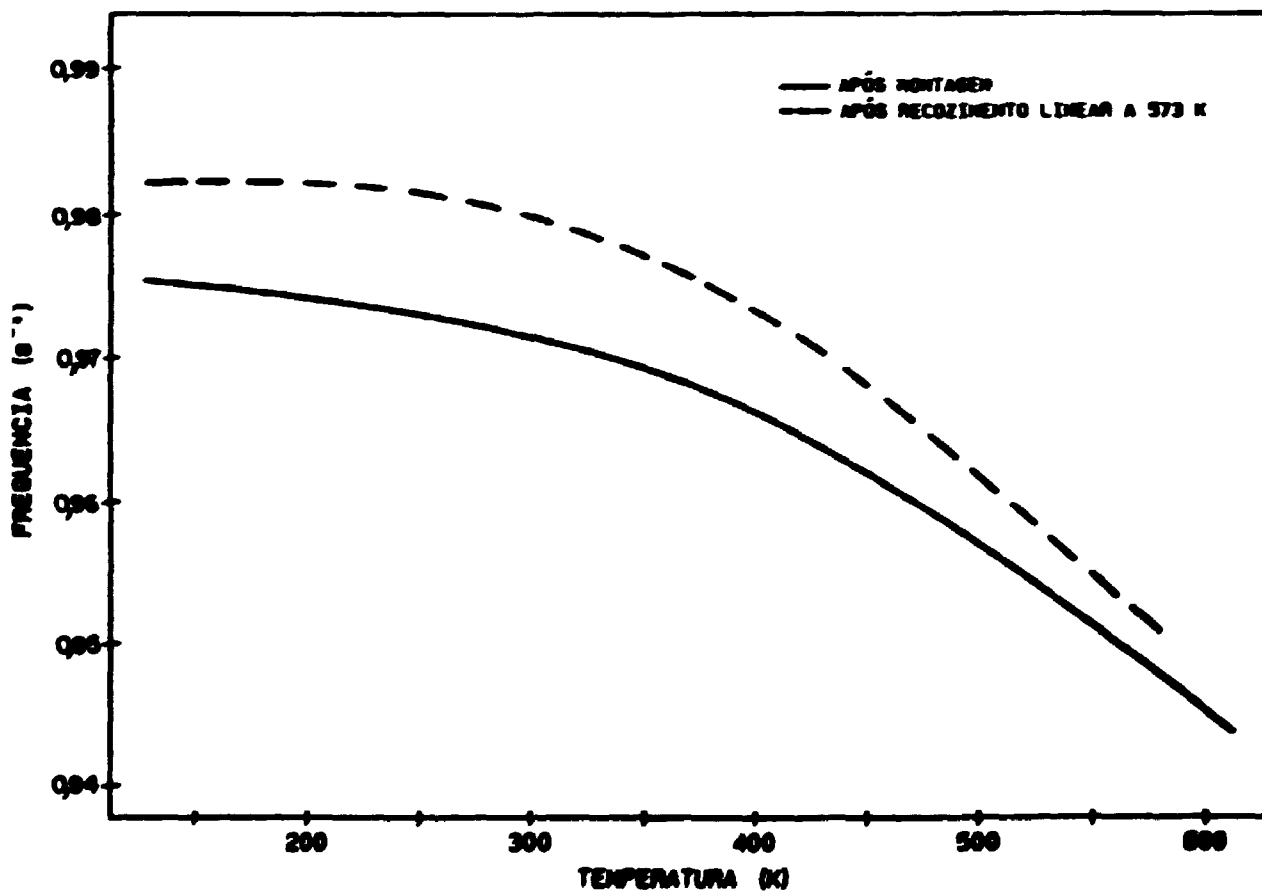


Figura 12: Espectro de frequência de amostra sem solubilização e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 50 minutos. (Liga 1)

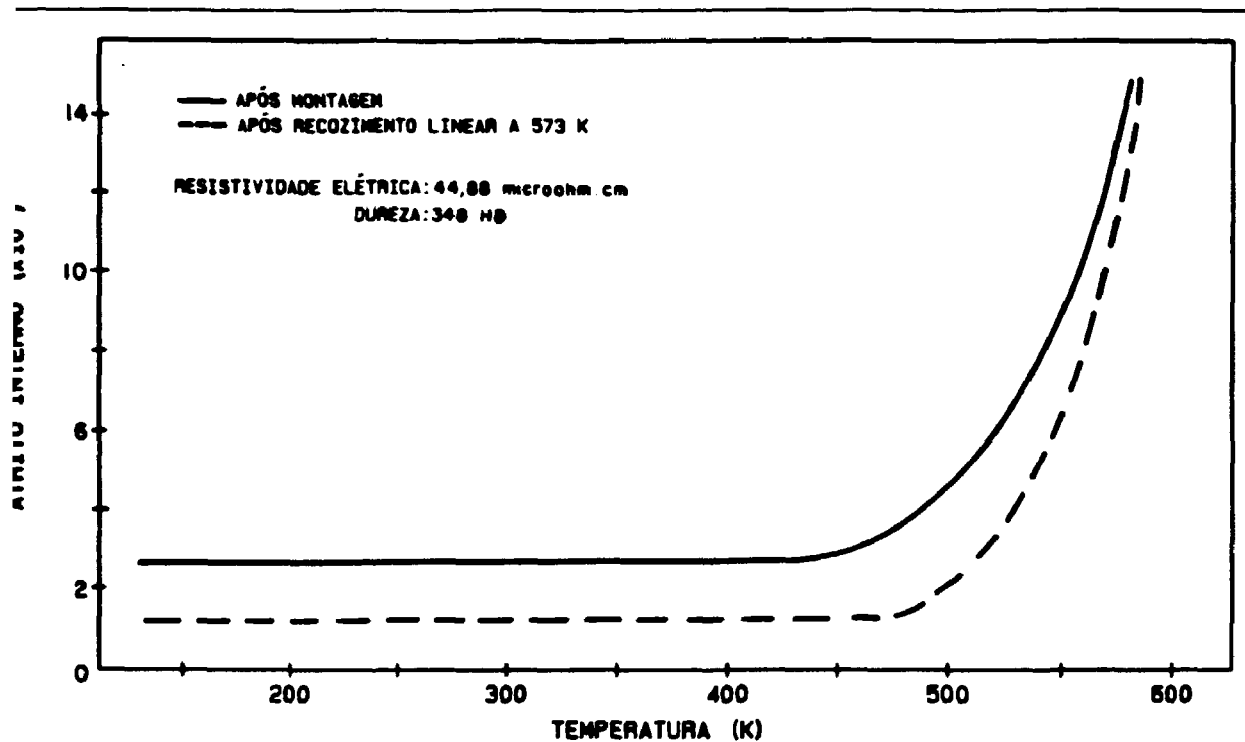


Figura 13: Espectro de Atrito Interno de amostra sem solubilização e envelhecida a 723 K por 500 minutos, com indicação da Resistividade e Dureza, por Aquecimento Direto (Liga 1)

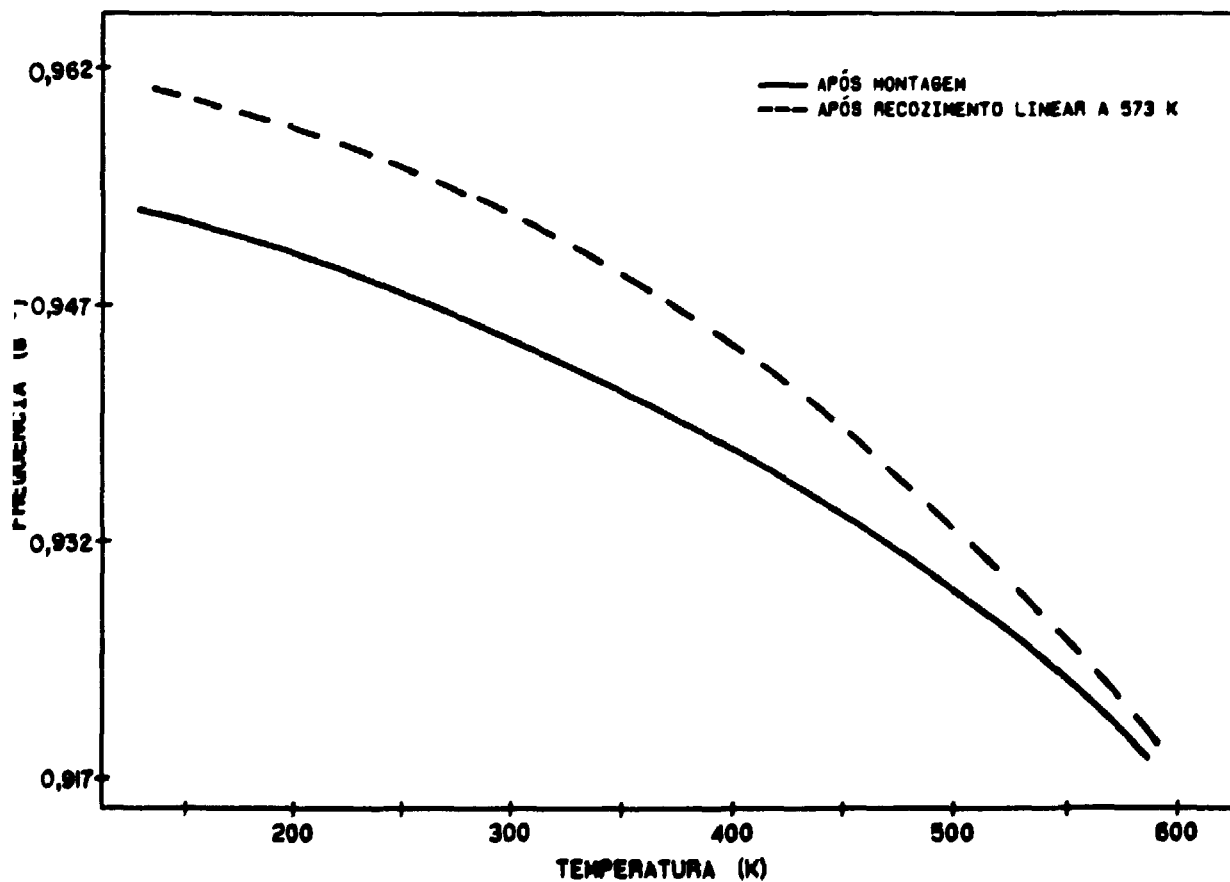


Figura 14: Espectro de frequência de amostra sem solubilização e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 500 minutos (Liga 1)

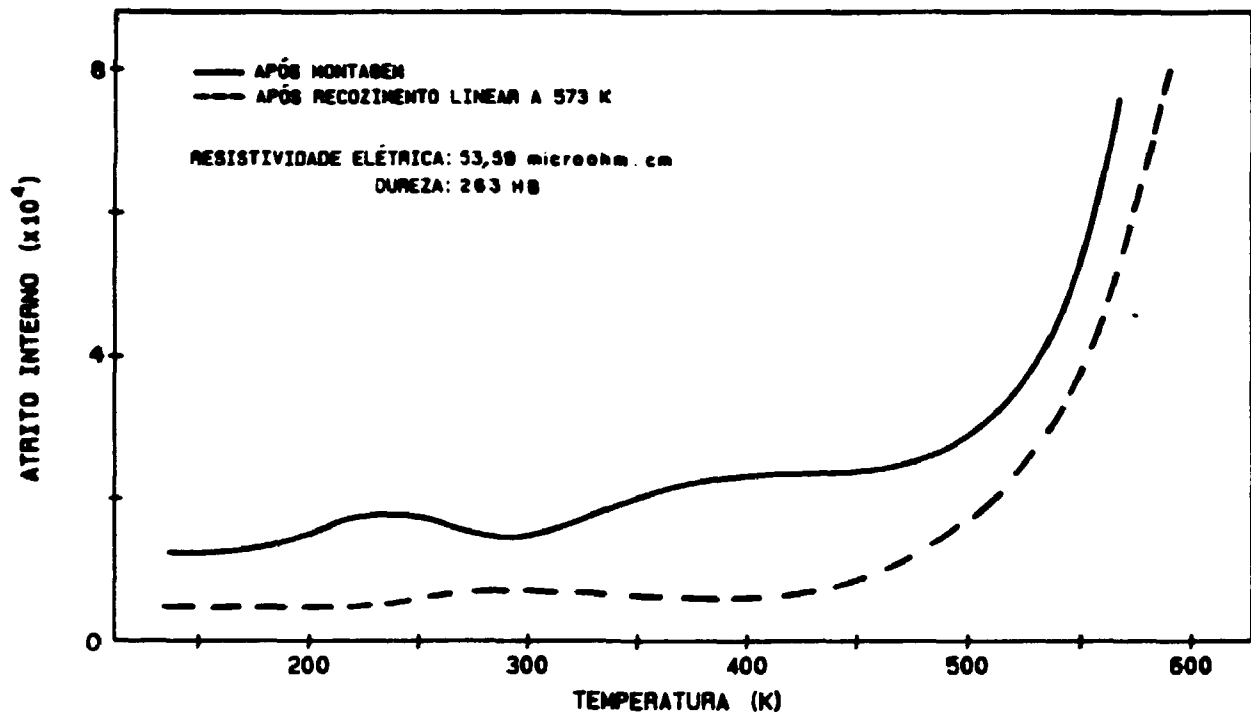


Figura 15: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K por 1 hora com indicação de resistividade e de dureza. (Liga 1)

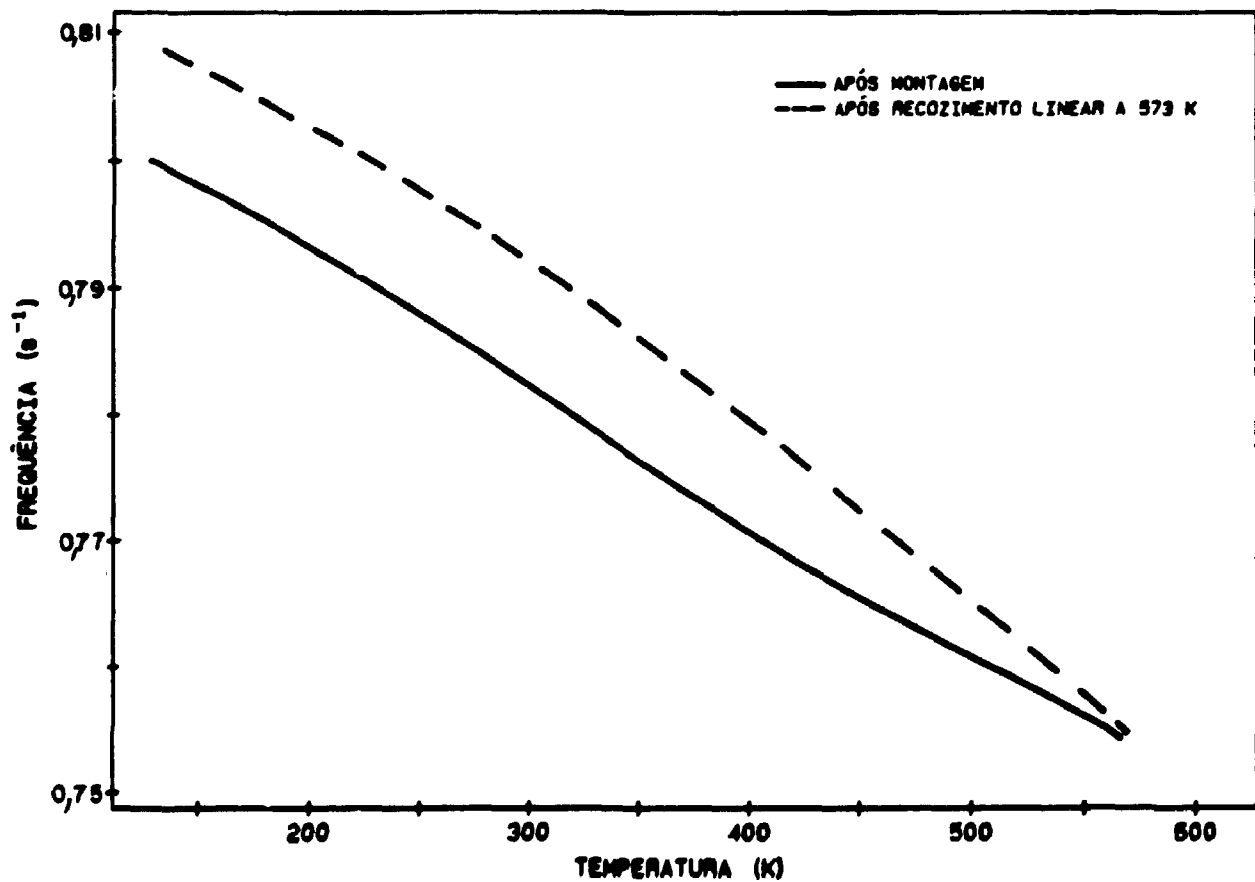


Figura 16: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K por 1 hora. (Liga 1)

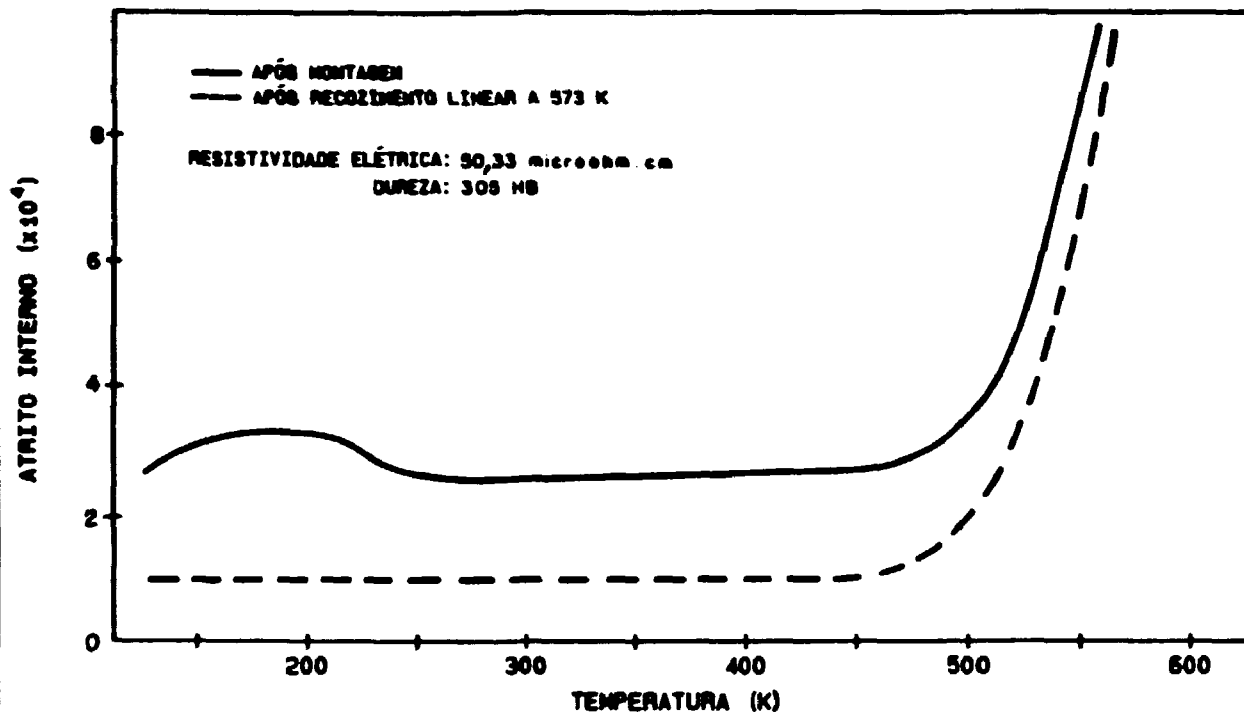


Figura 17: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 723 K por 1/2 minuto, com indicação da resistividade e dureza. (Liga 1)

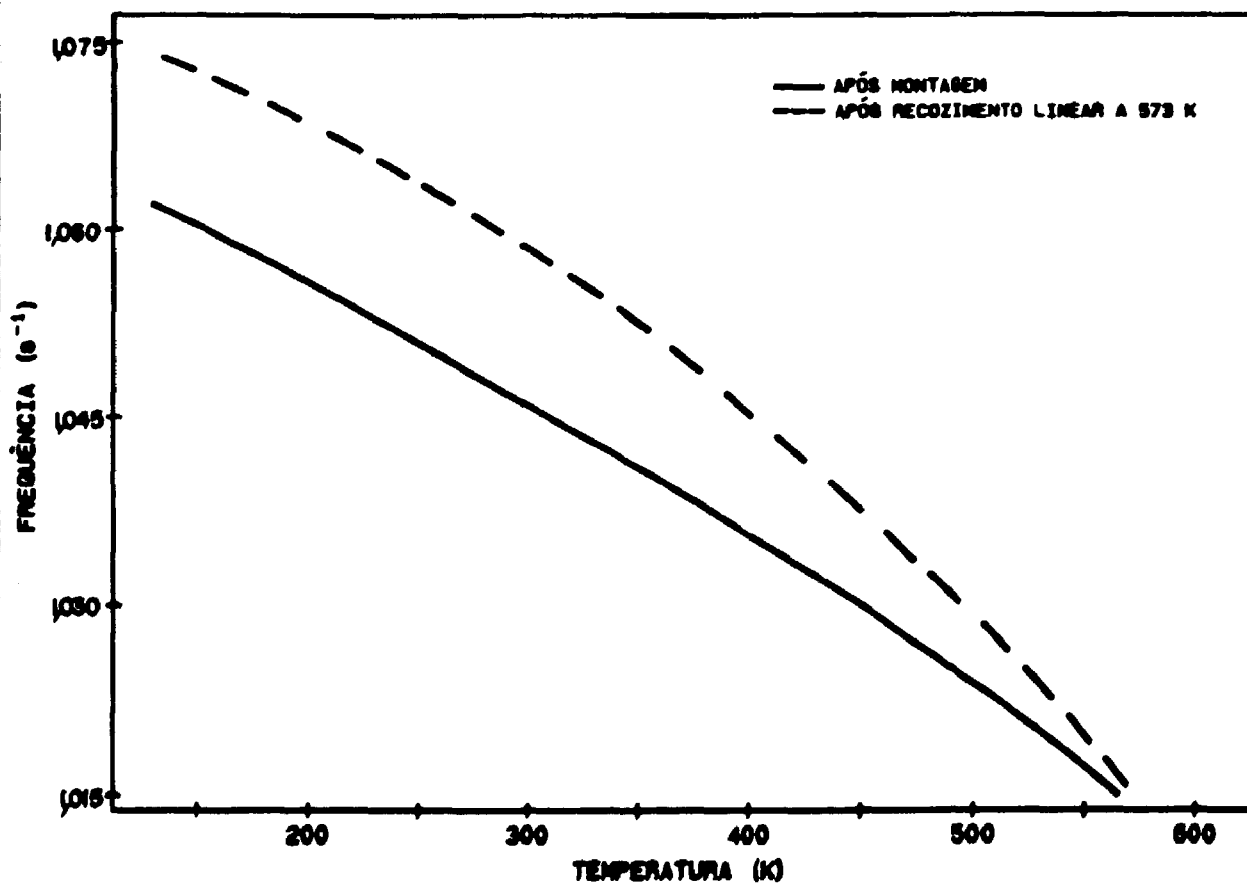


Figura 18: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

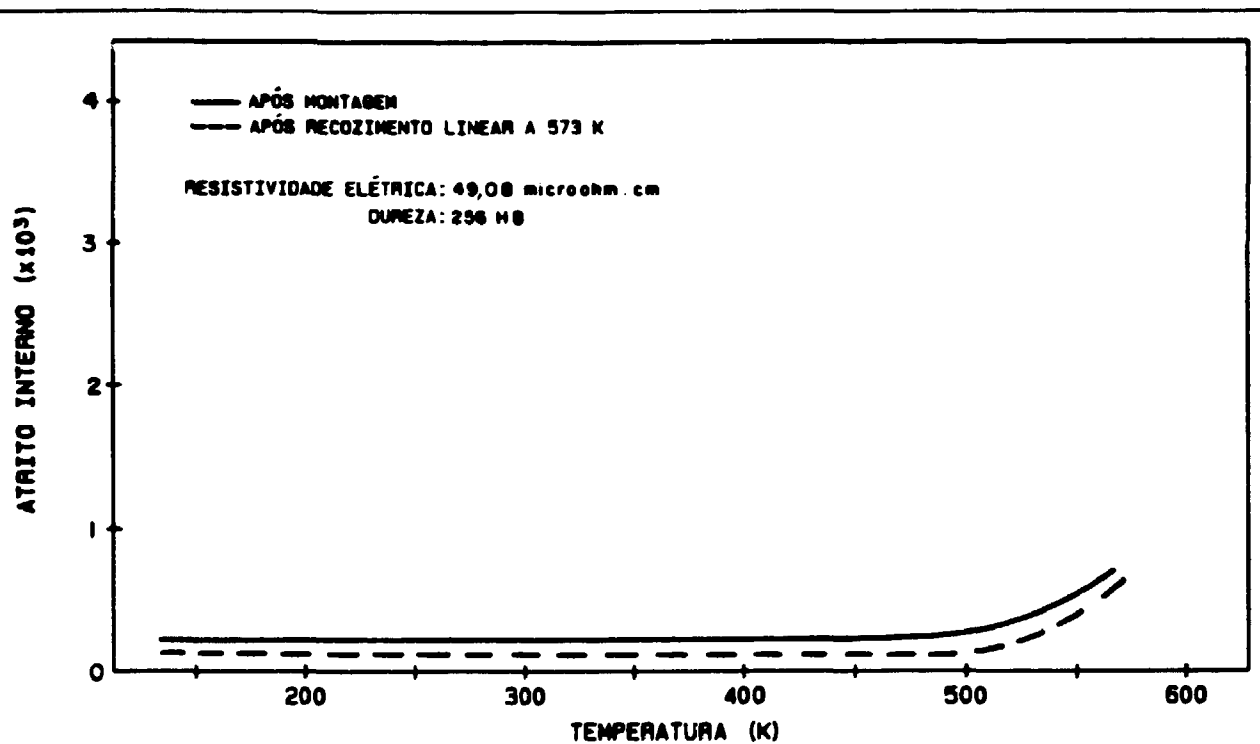


Figura 19: Espectro de Atrito Interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecido por Aquecimento Direto a 723 K por 5 minutos e indicação da Resistividade e Dureza.

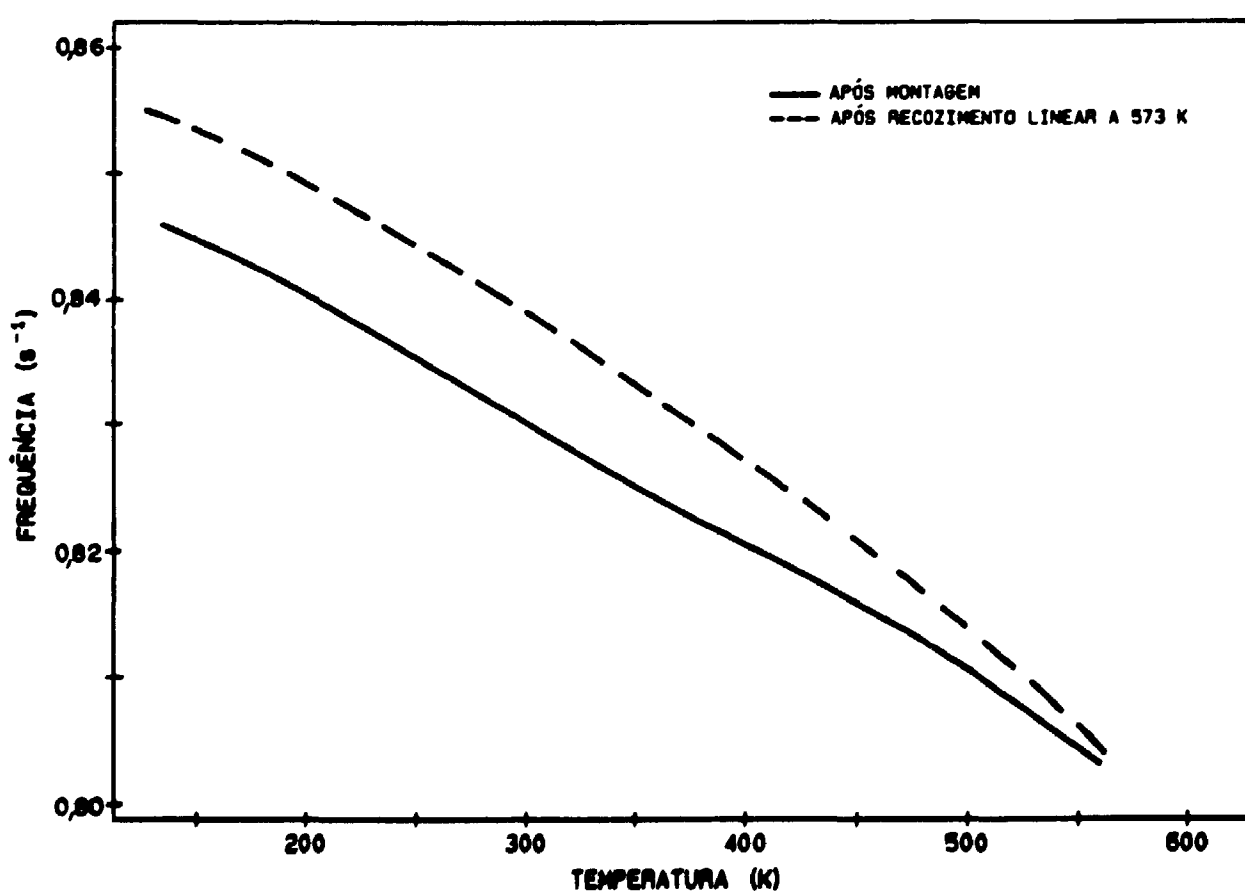


Figura 20: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 5 minutos (Liga 1)

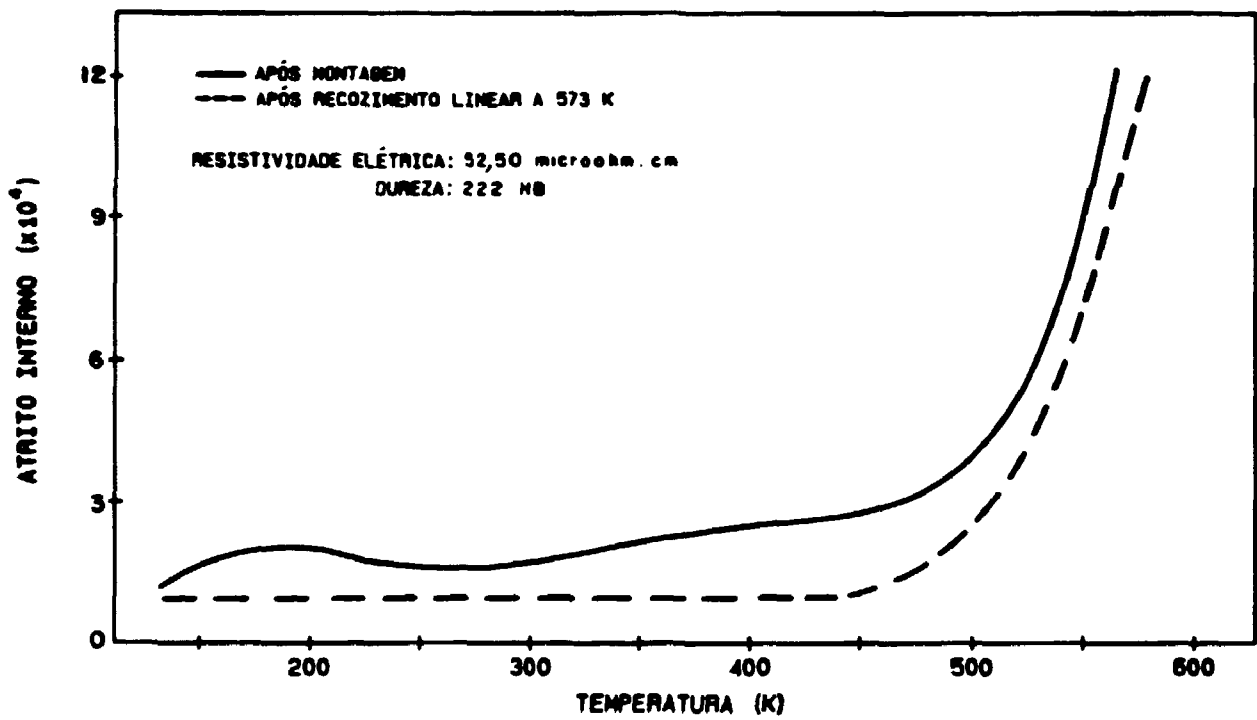


Figura 21: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos e indicação da resistividade e dureza (2ª amostra - Liga 1)

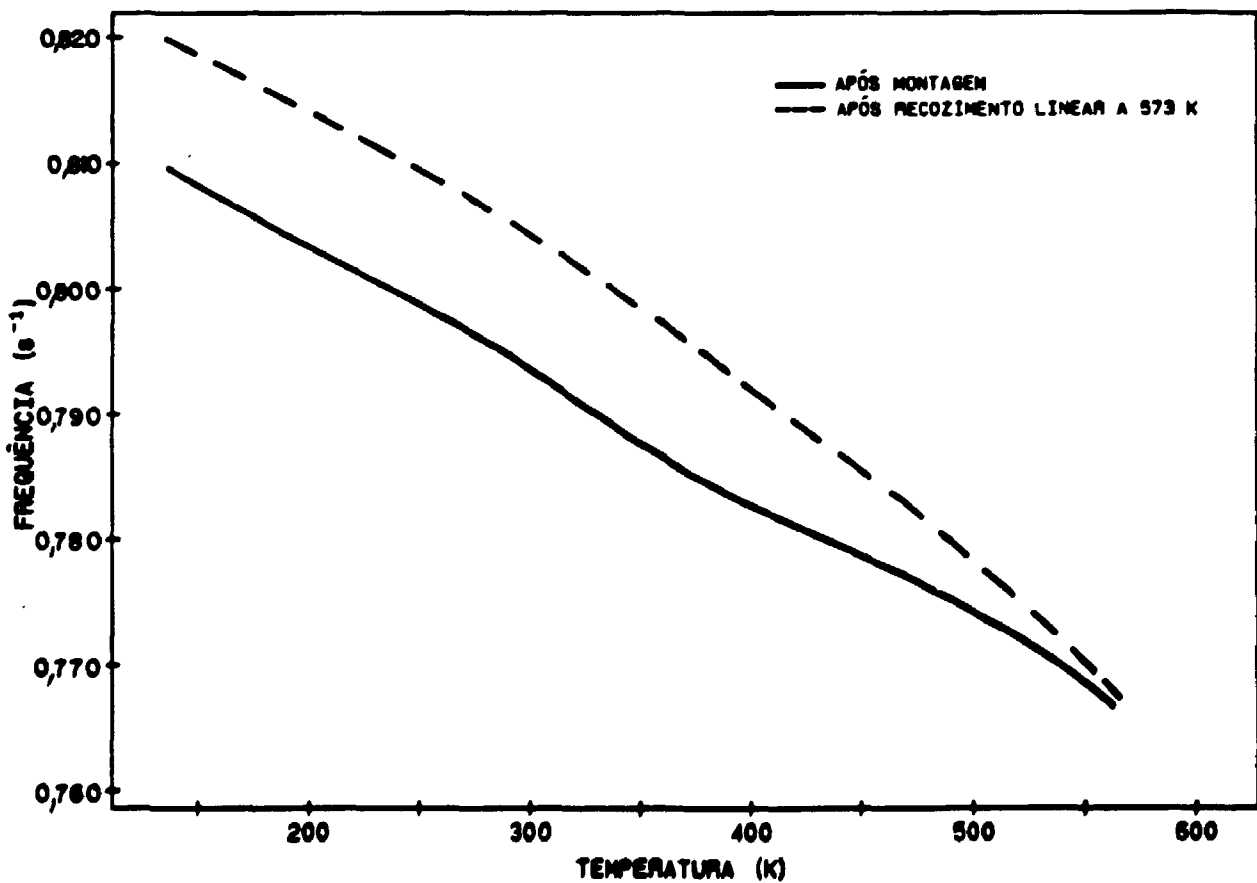


Figura 22: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos. (Liga 1)

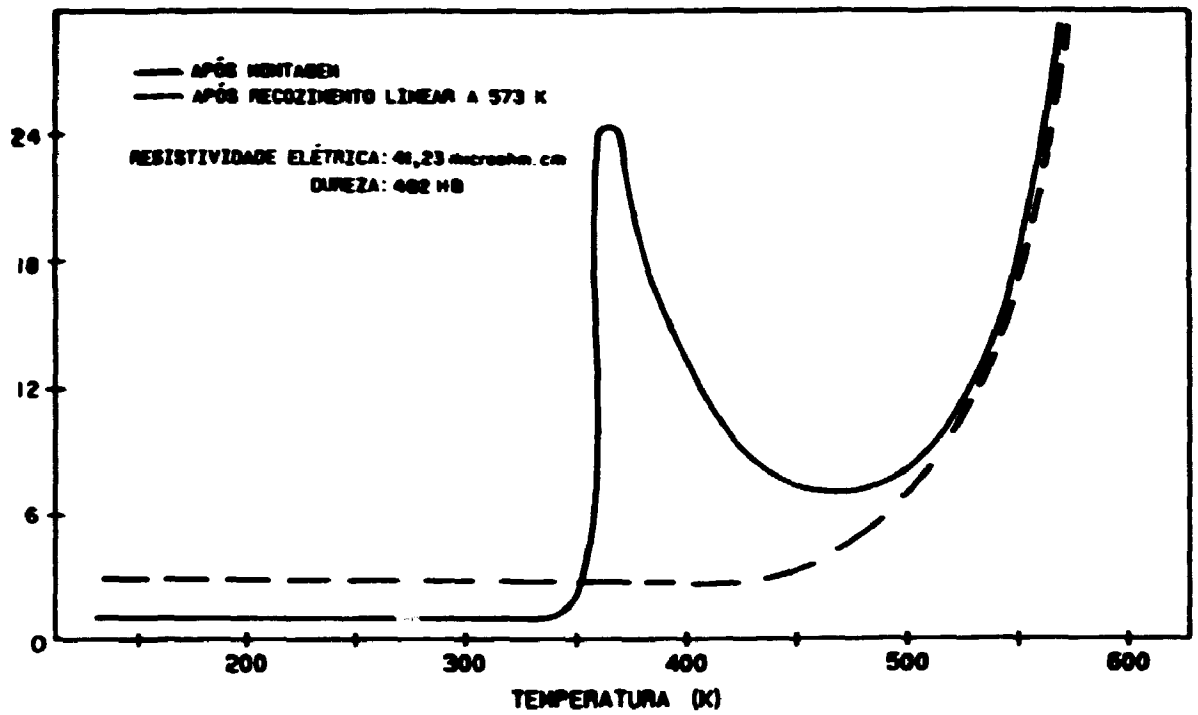


Figura 23: Espectro de Atrito Interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 500 minutos, com indicação dos valores de Resistividade e Dureza. (Liga 1)

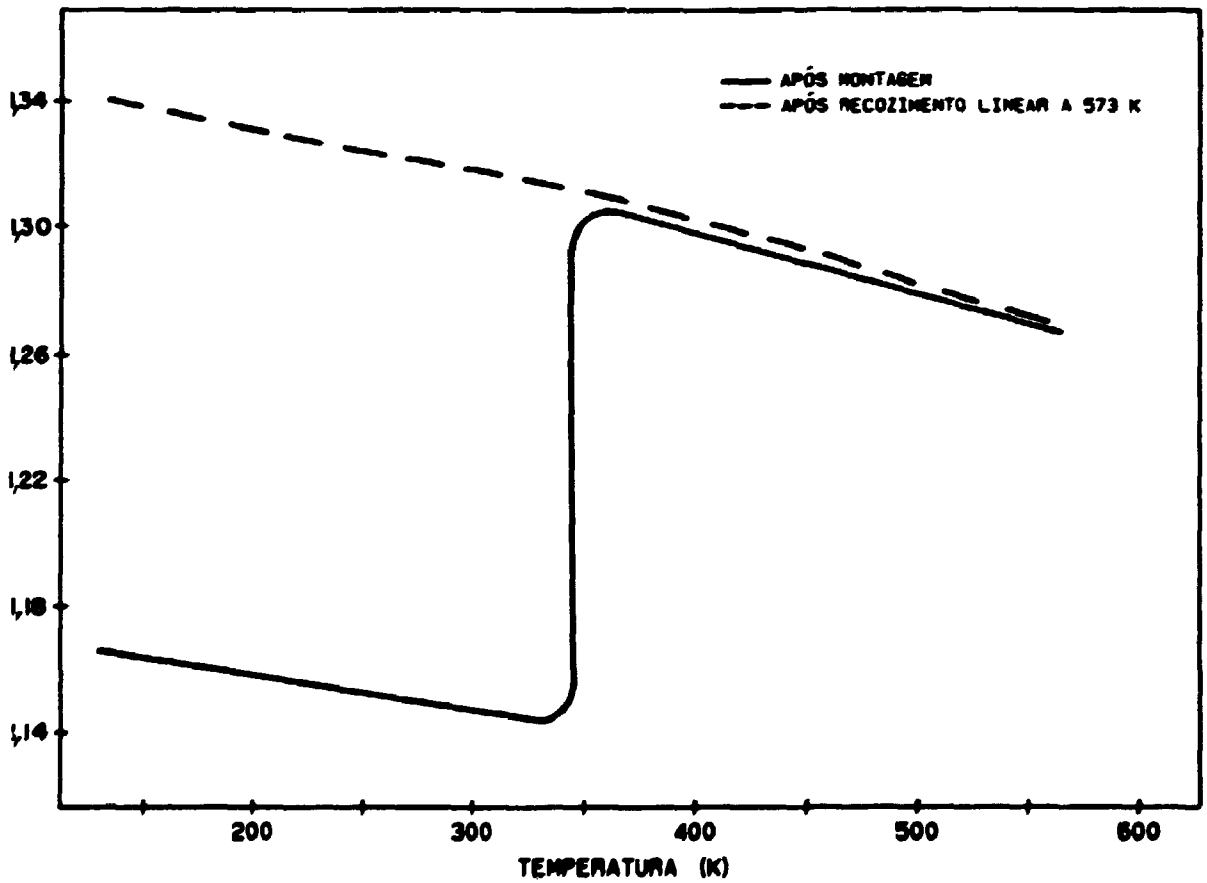


Figura 24: Espectro da frequência da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por Aquecimento Direto a 723 K por 500 minutos. (Liga 1)

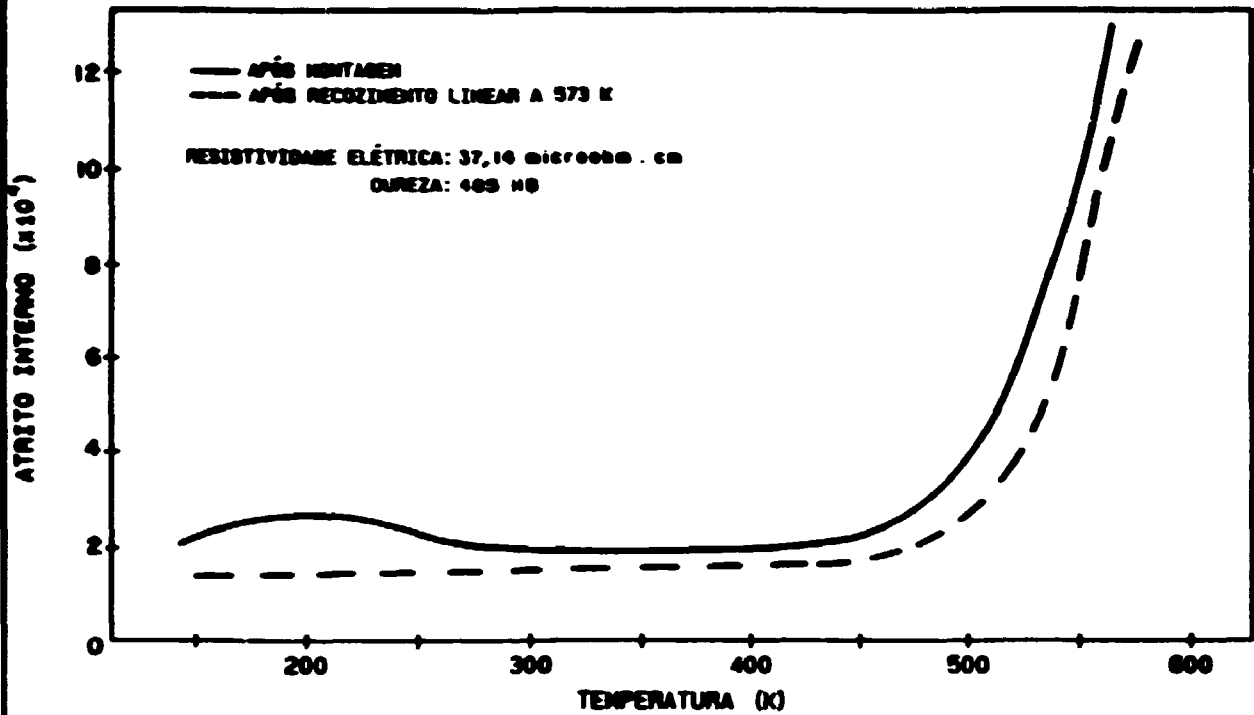


Figura 25: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos e indicação da resistividade e dureza (2ª amostra - Liga 1)

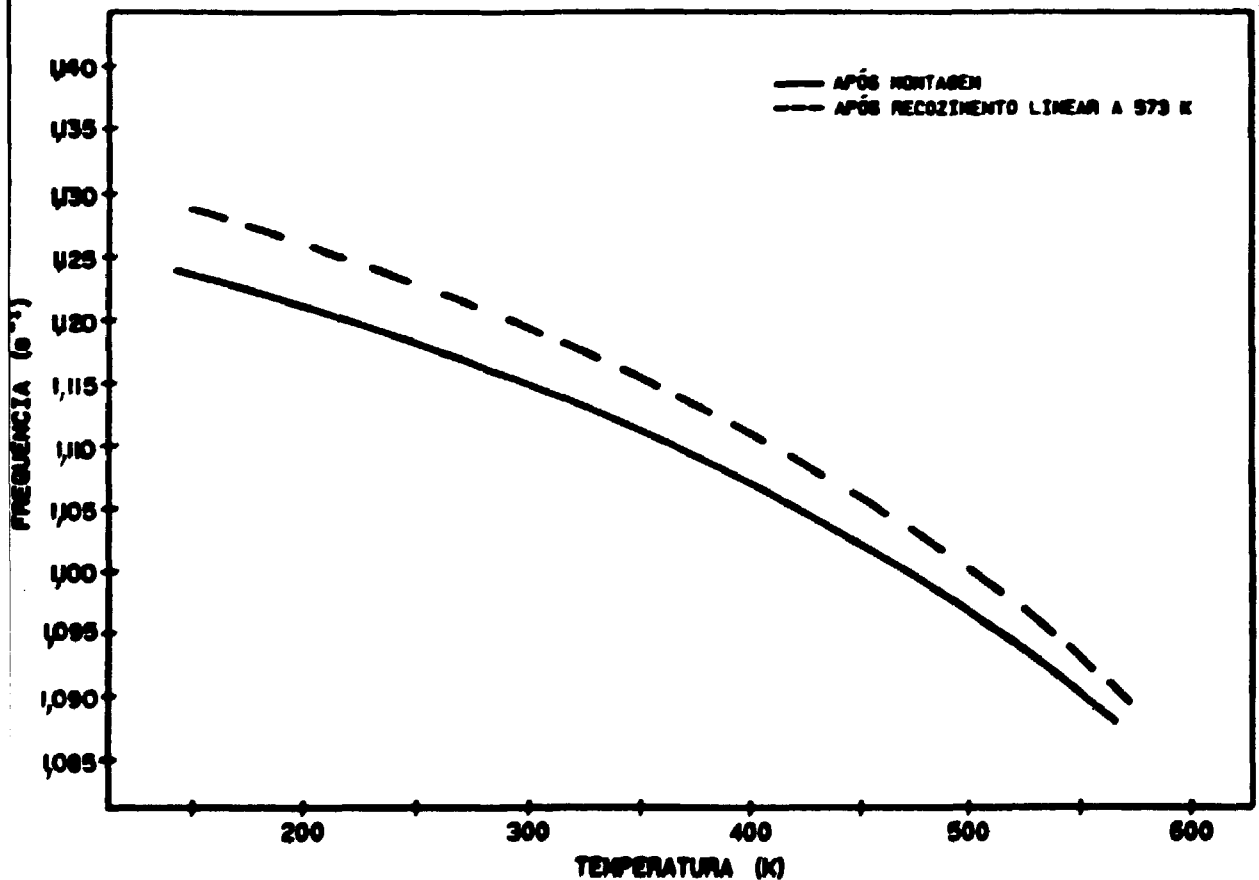


Figura 26: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos (2ª amostra - Liga 1)

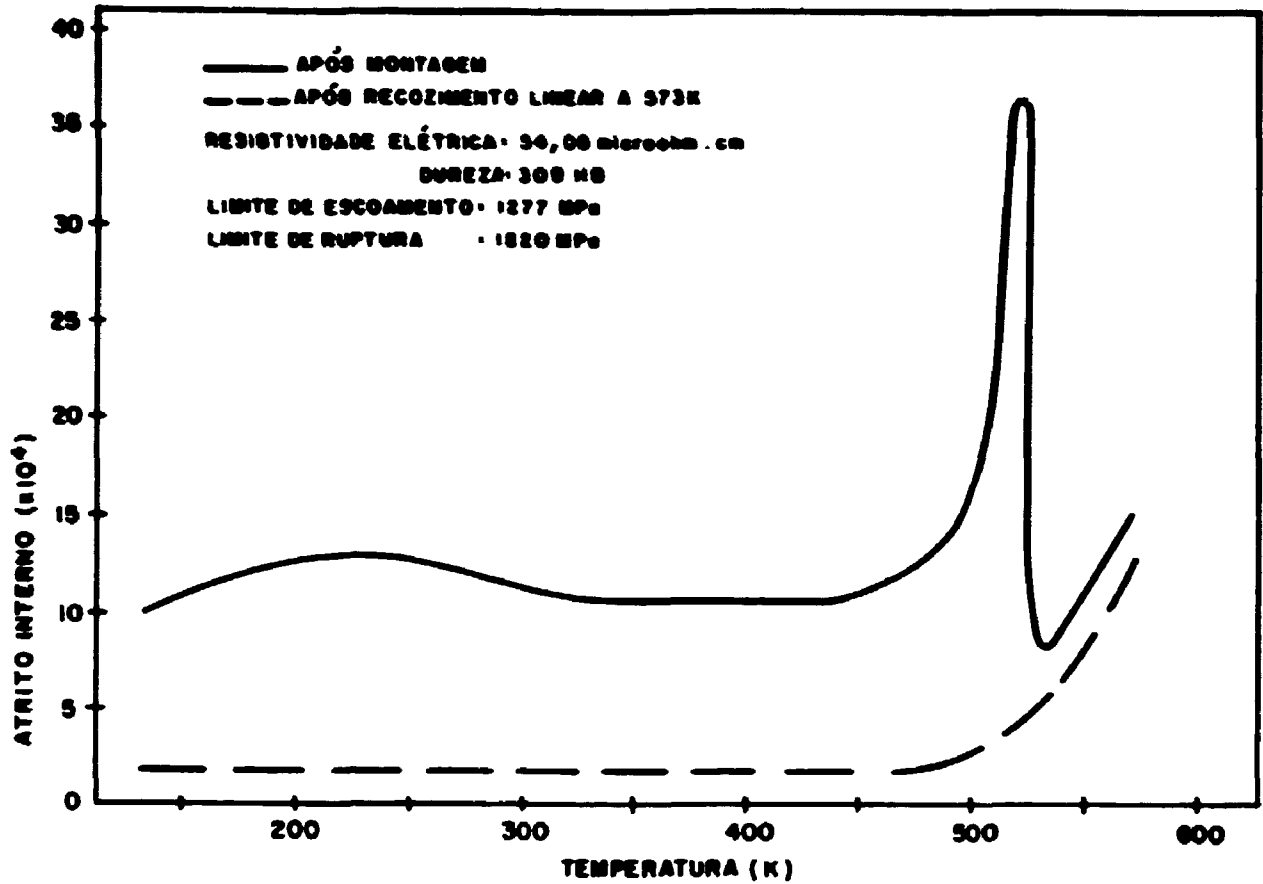


Figura 27: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 1/2 minuto, com indicação da resistividade, dureza, limite de escoamento e limite de ruptura. (Liga 1)

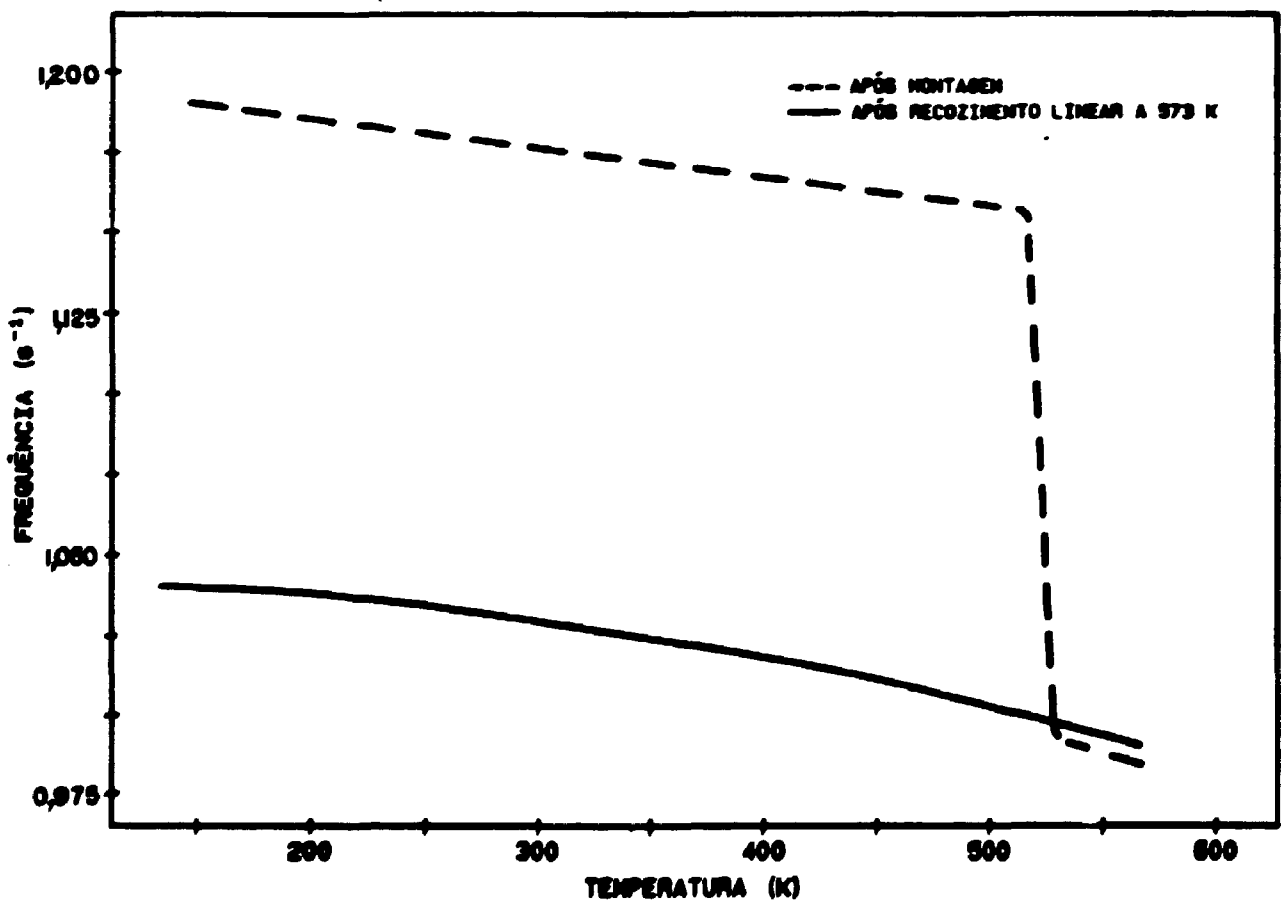


Figura 28: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

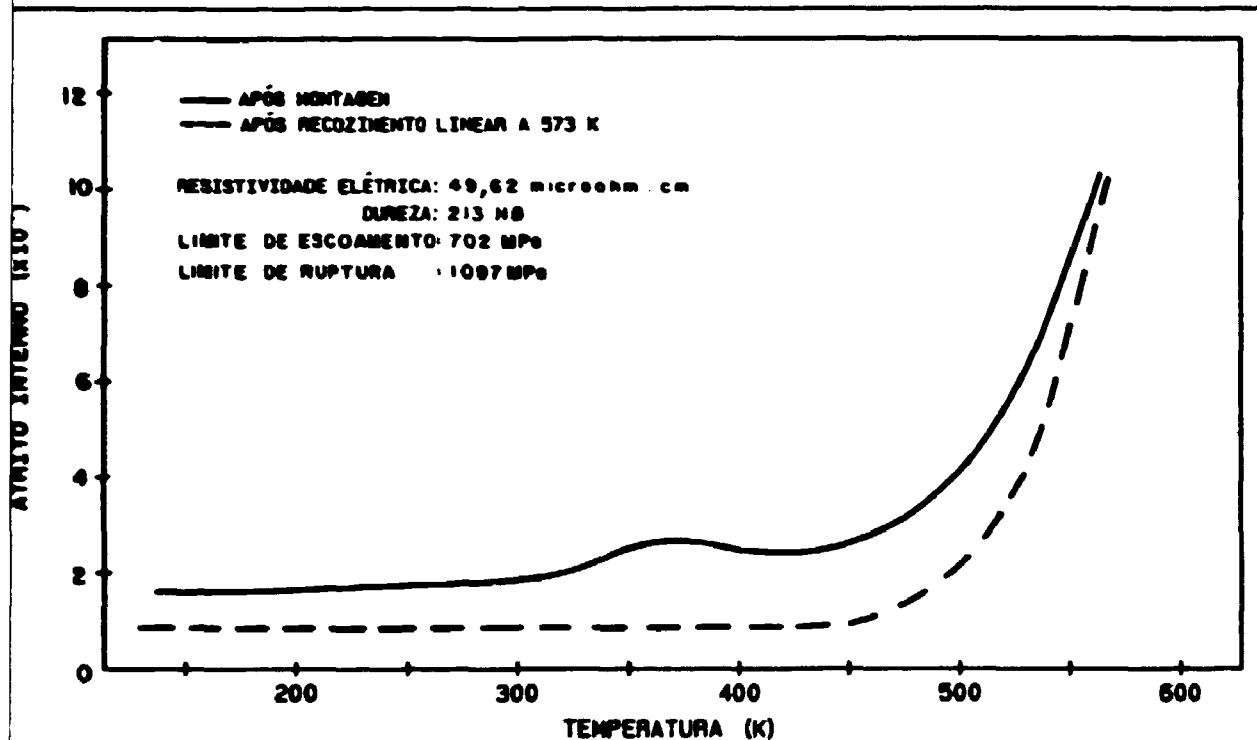


Figura 29: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 5 minutos por aquecimento direto, com indicação da resistividade, dureza e limites de escoamento e de ruptura. (Liga 1)

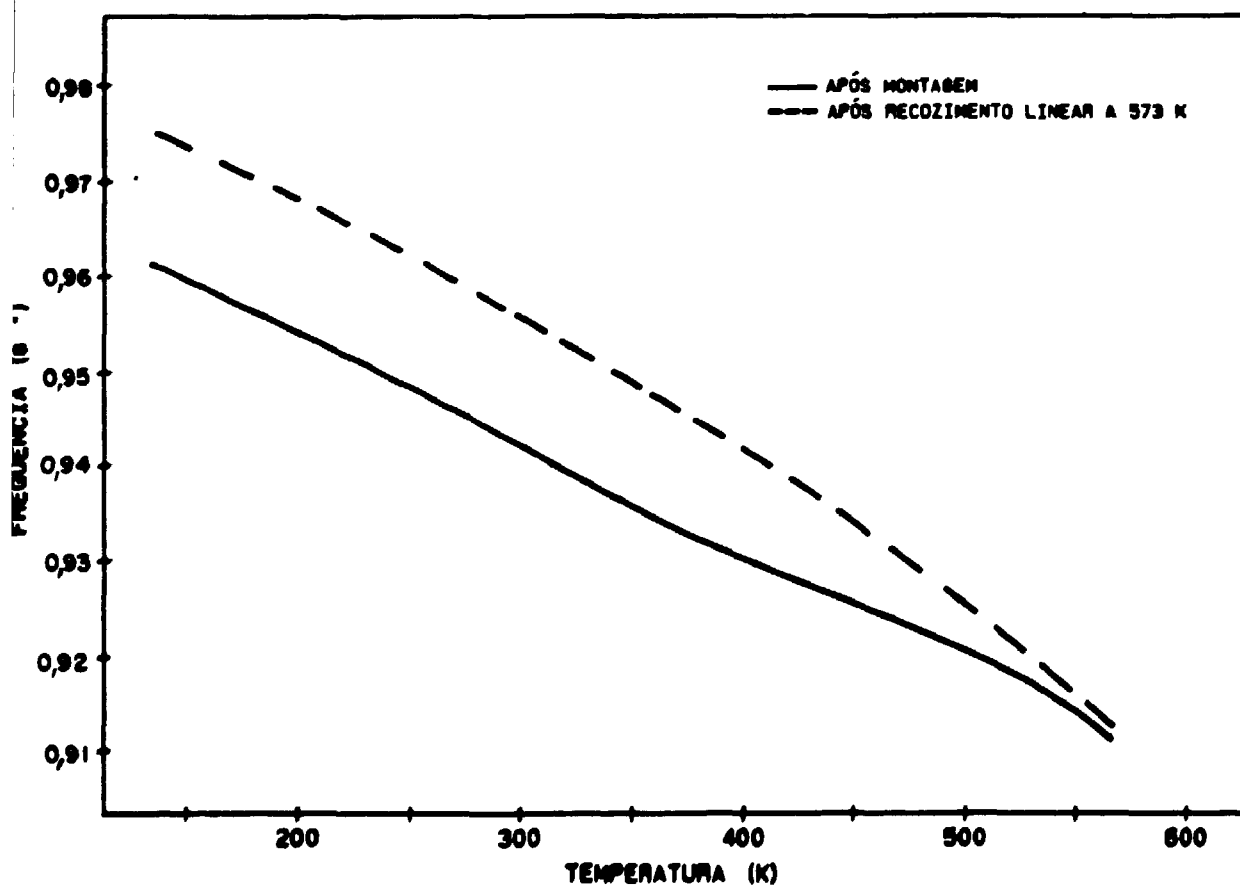


Figura 30: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por aquecimento direto por 5 minutos. (Liga 1)

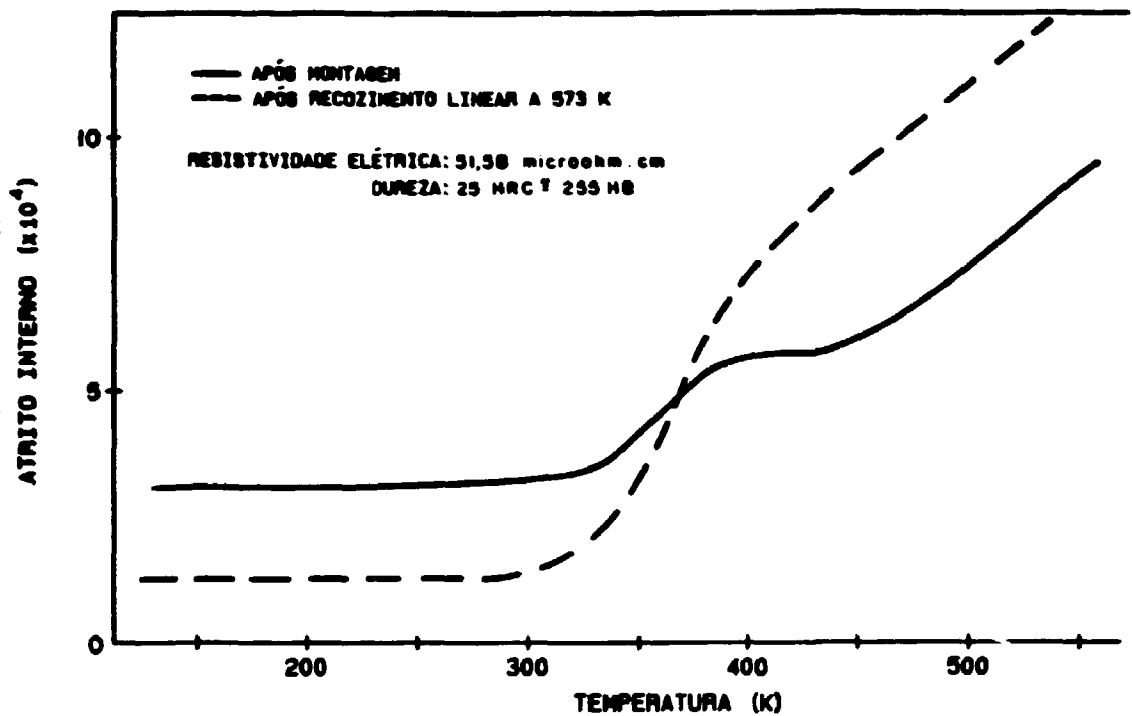


Figura 35: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelh por aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto, com indicação da res dade e dureza. (Liga 1)

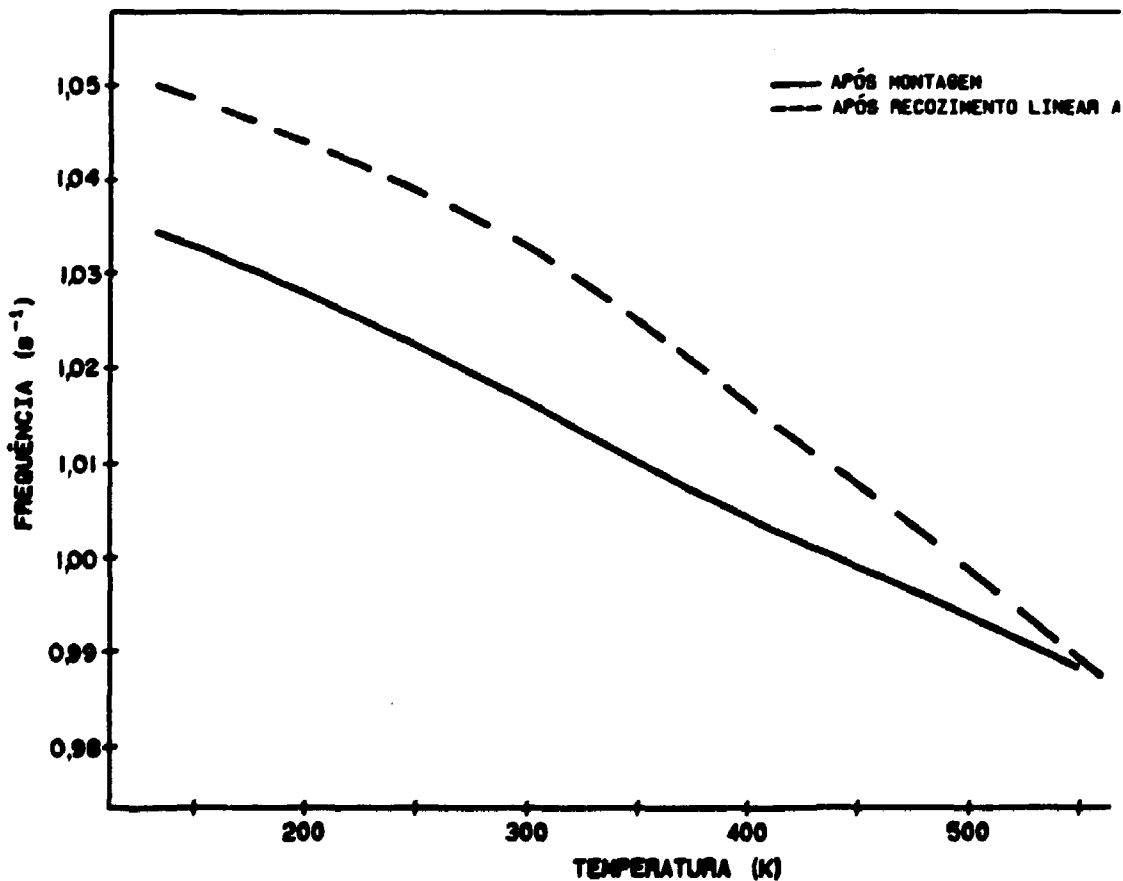


Figura 36: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K envelhecida aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

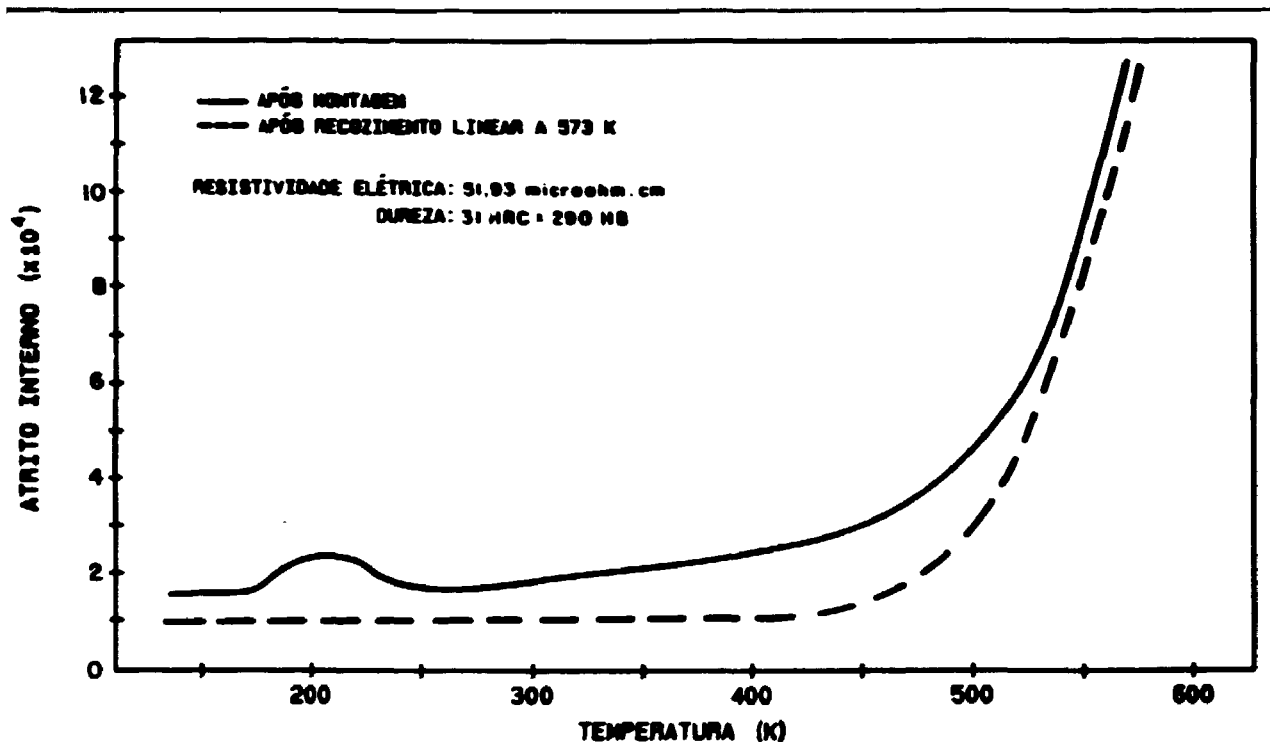


Figura 37: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 5 minutos, com indicação da resistividade e dureza. (Liga 1)

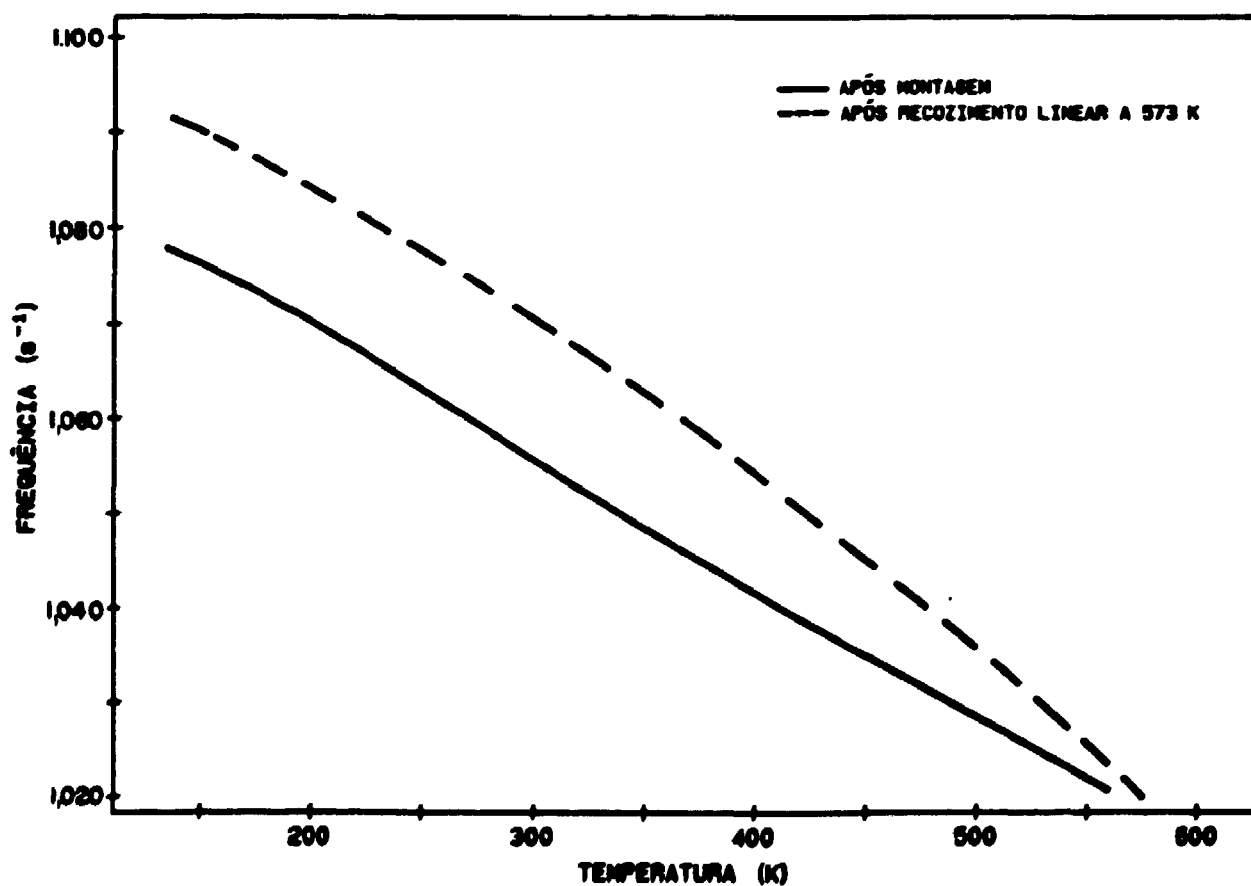


Figura 38: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 5 minutos (Liga 1)

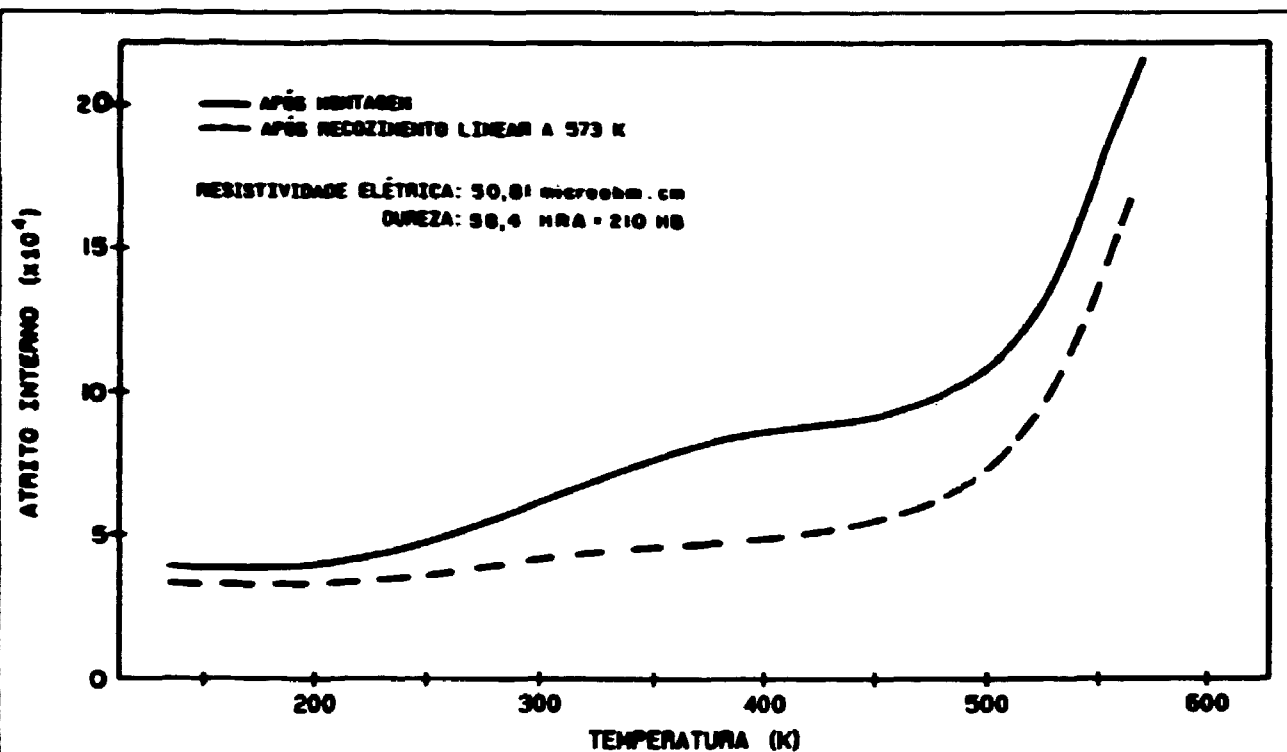


Figura 39: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento interno a 823 K por 50 minutos com indicação da resistividade e dureza. (Liga 1)

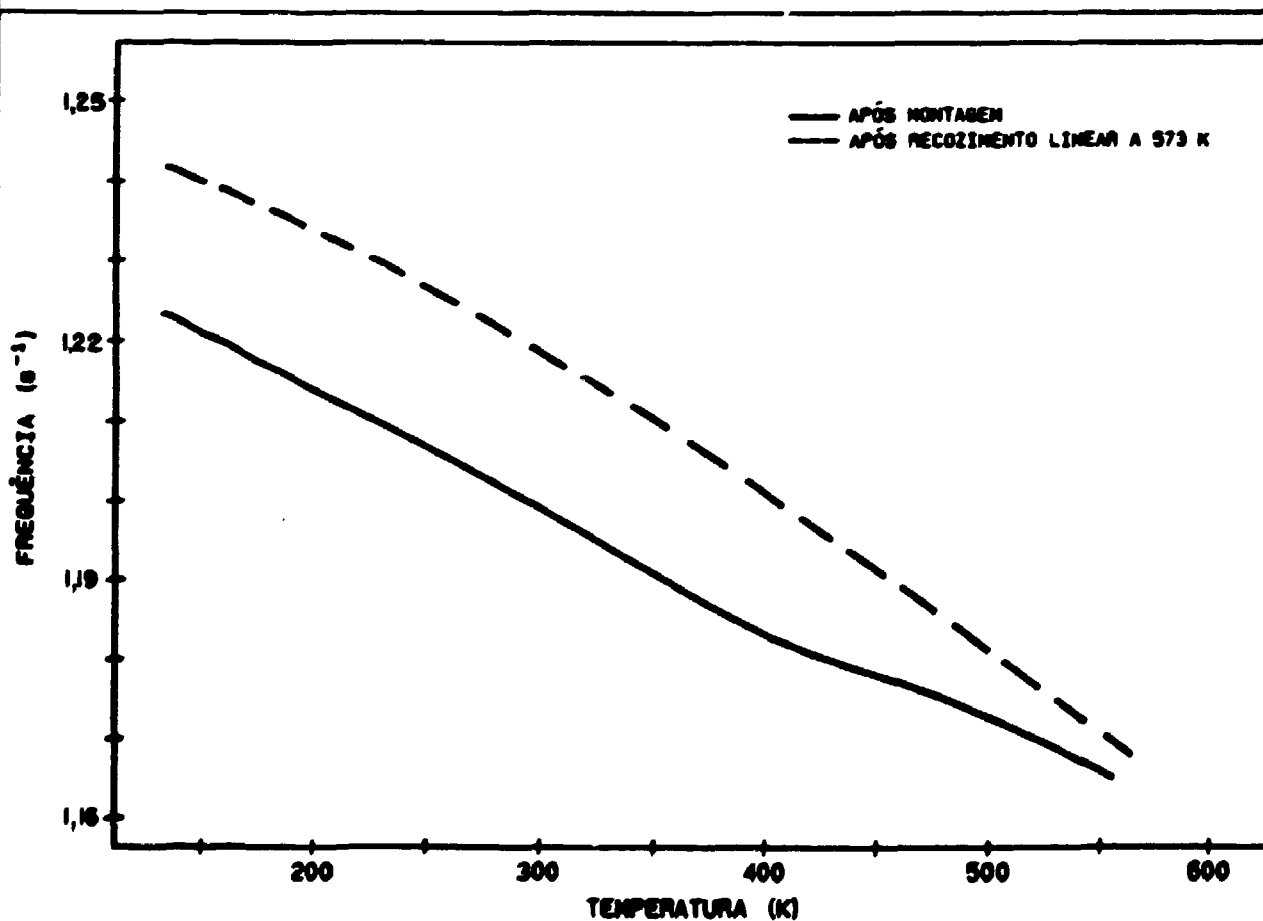


Figura 40: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 50 minutos. (Liga 1)

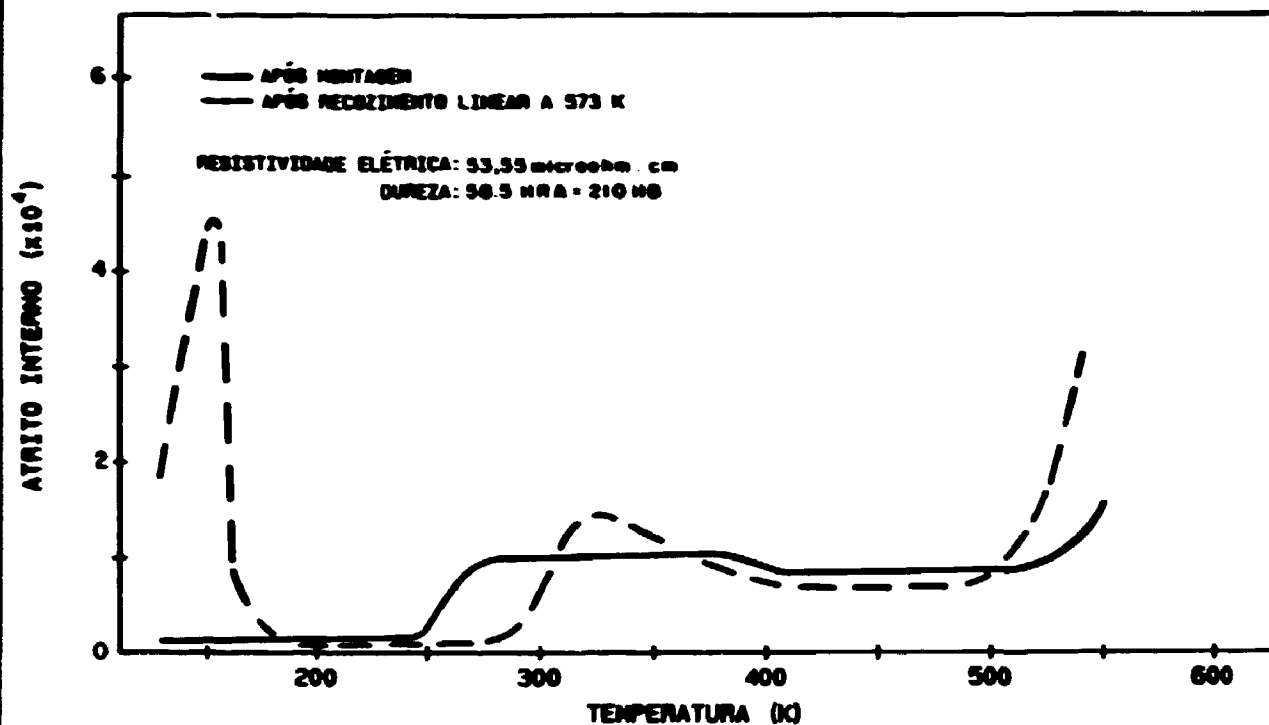


Figura 41: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 500 minutos, com a indicação da resistividade e dureza.

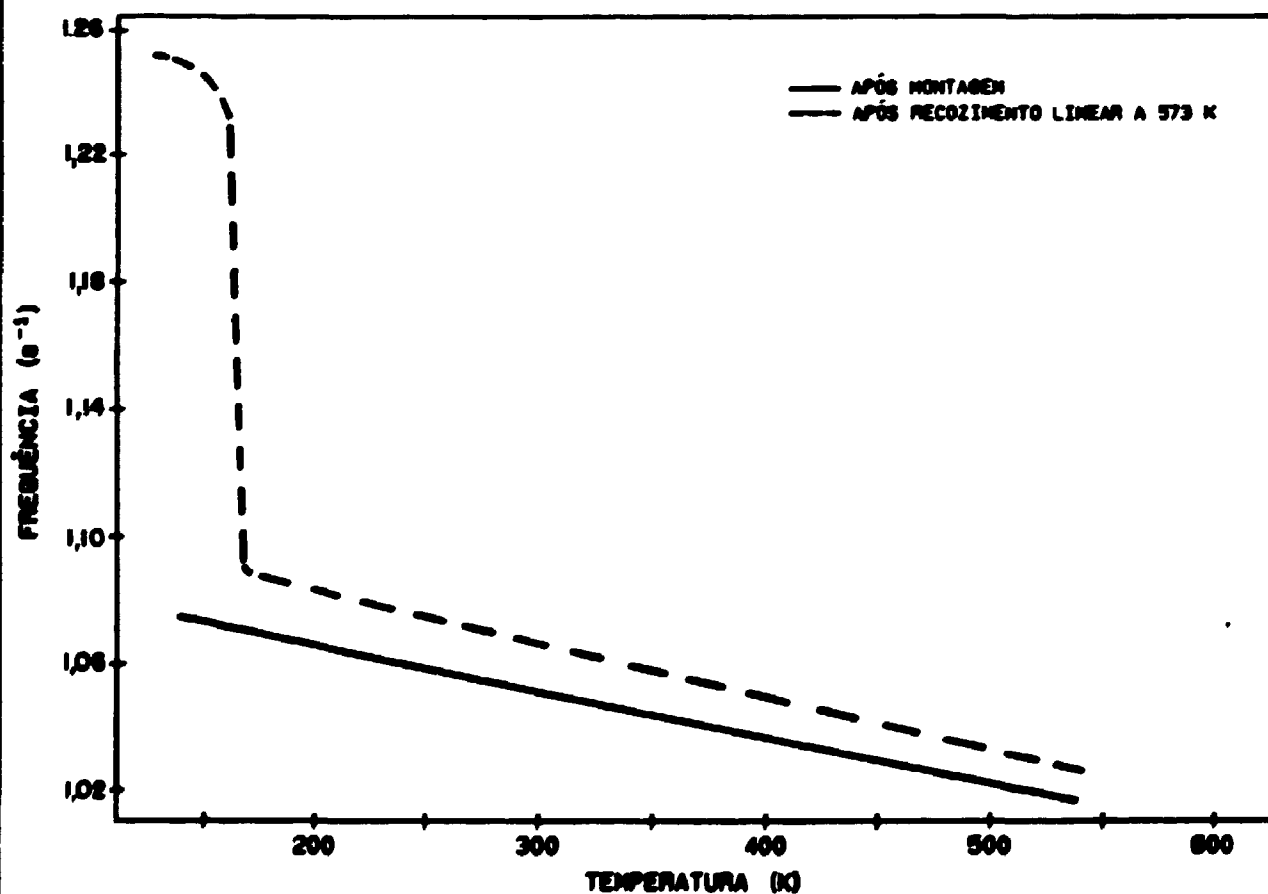


Figura 42: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 500 minutos. (Liga 1)

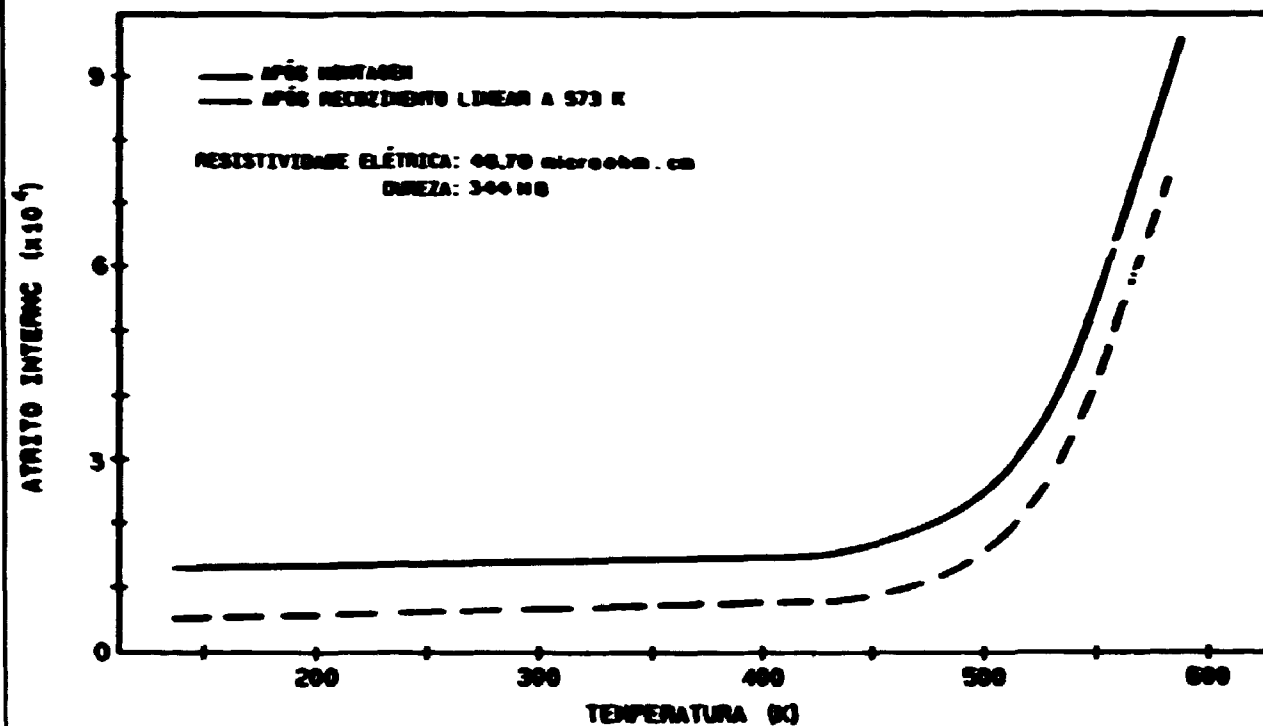


Figura 43: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 1/2 minuto, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

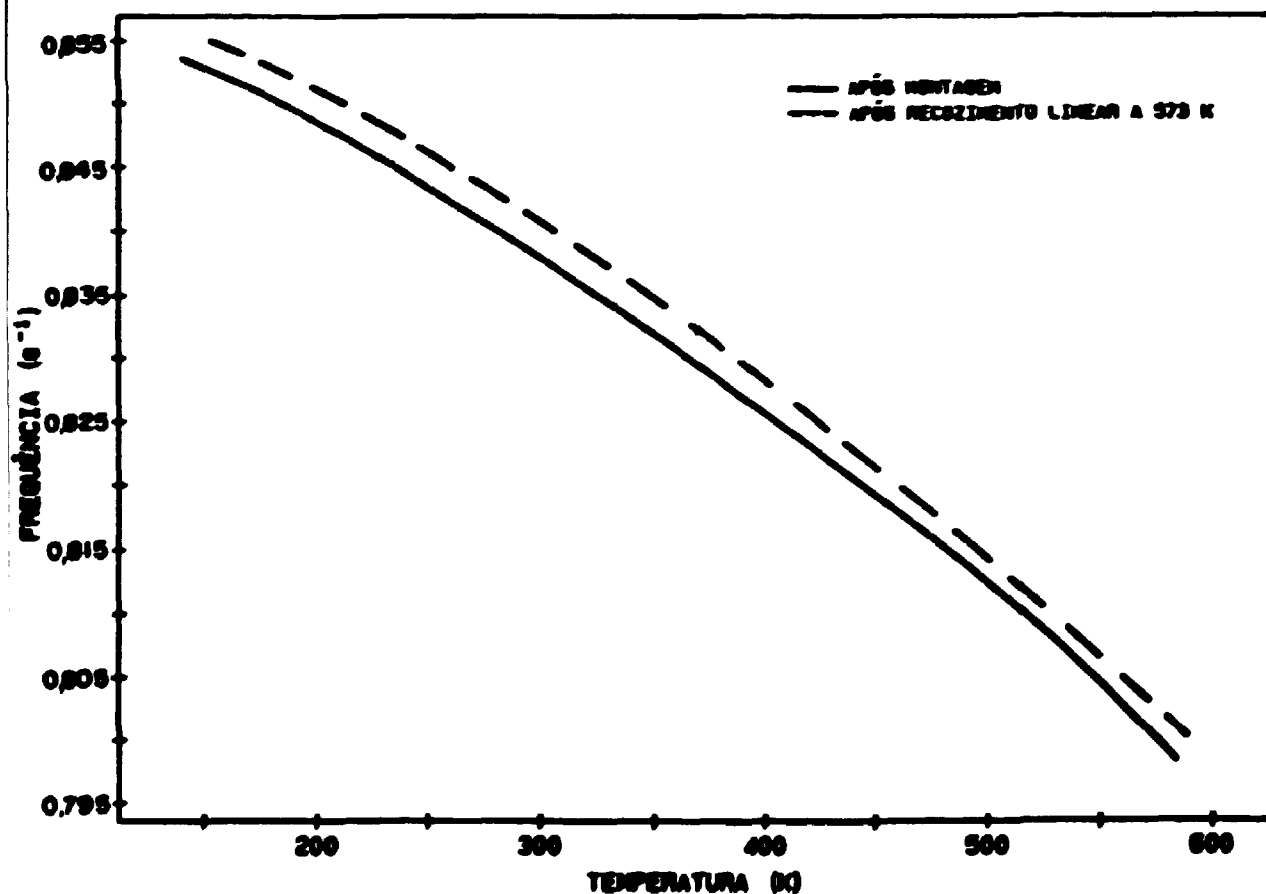


Figura 44: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K por 1/2 minuto por aquecimento direto a 723 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

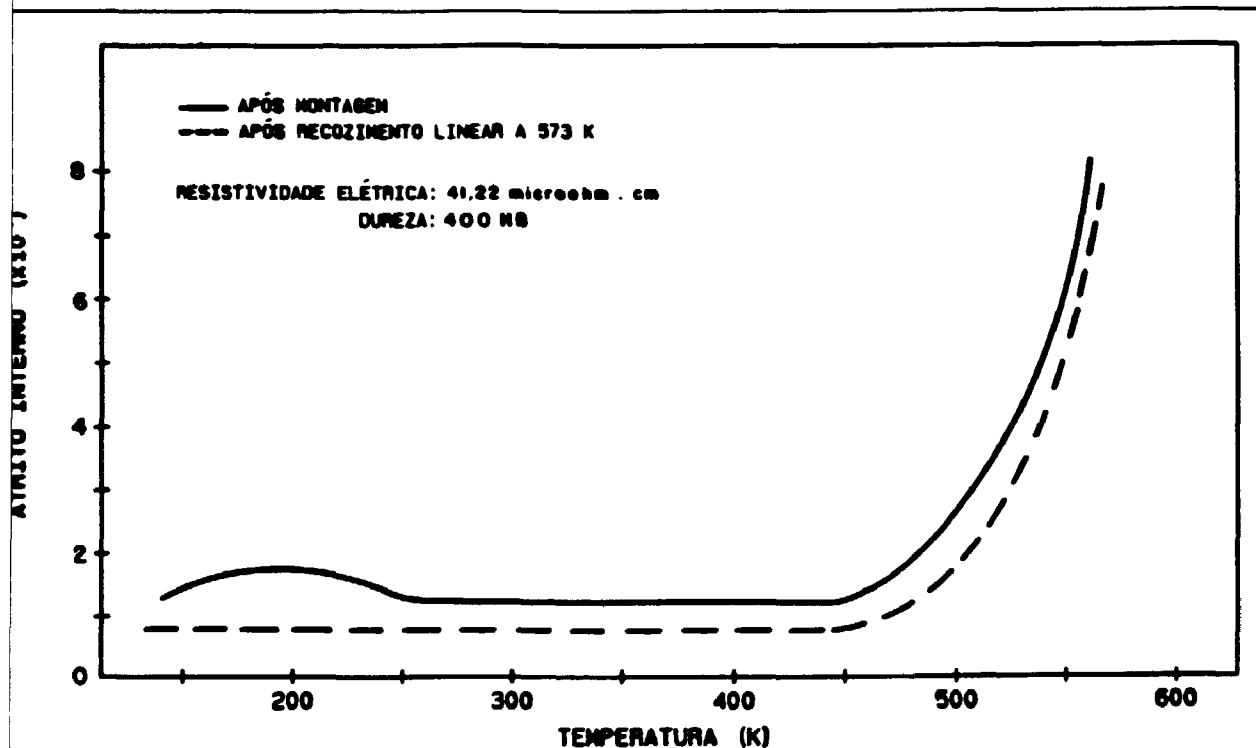


Figura 45: Espectro de atrito interno da amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 5 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

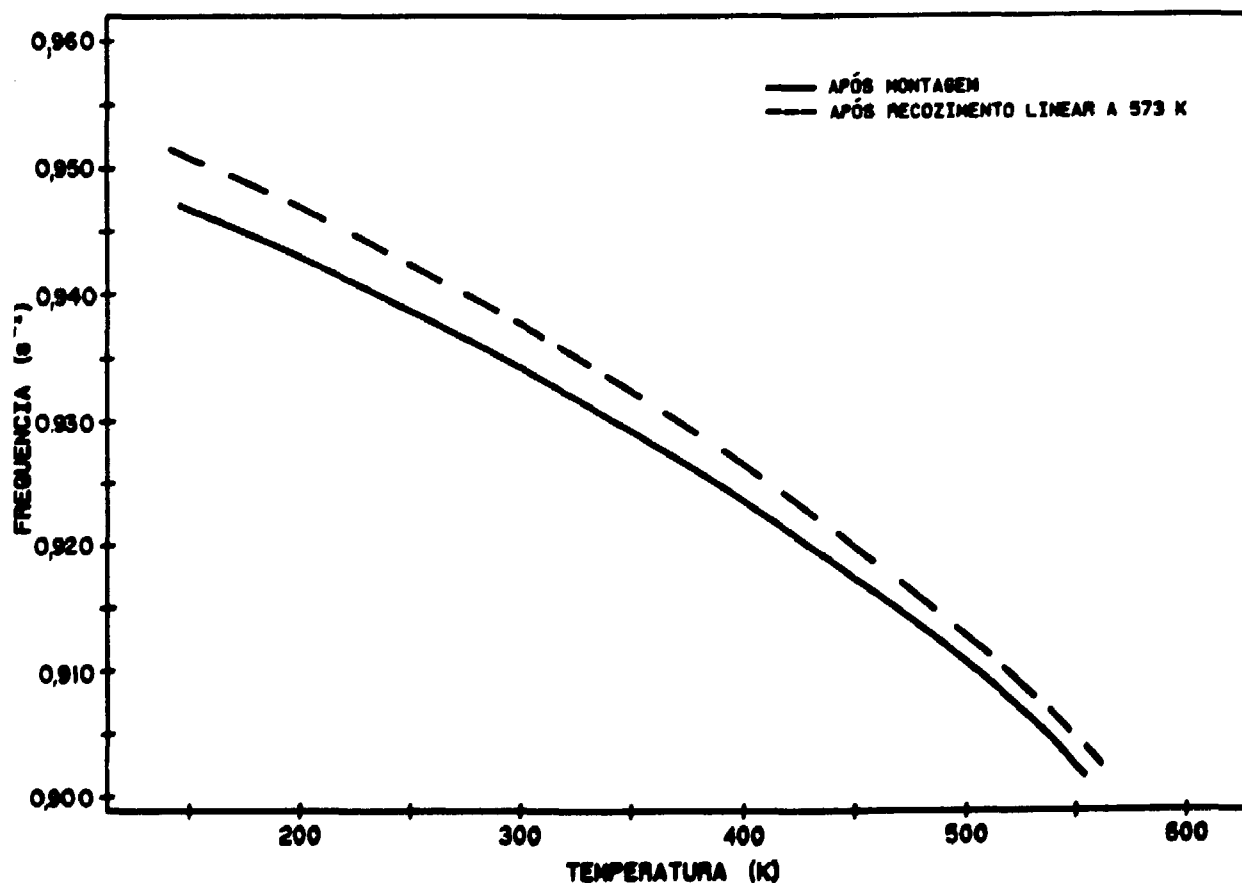


Figura 46: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 5 minutos. (Liga 1)

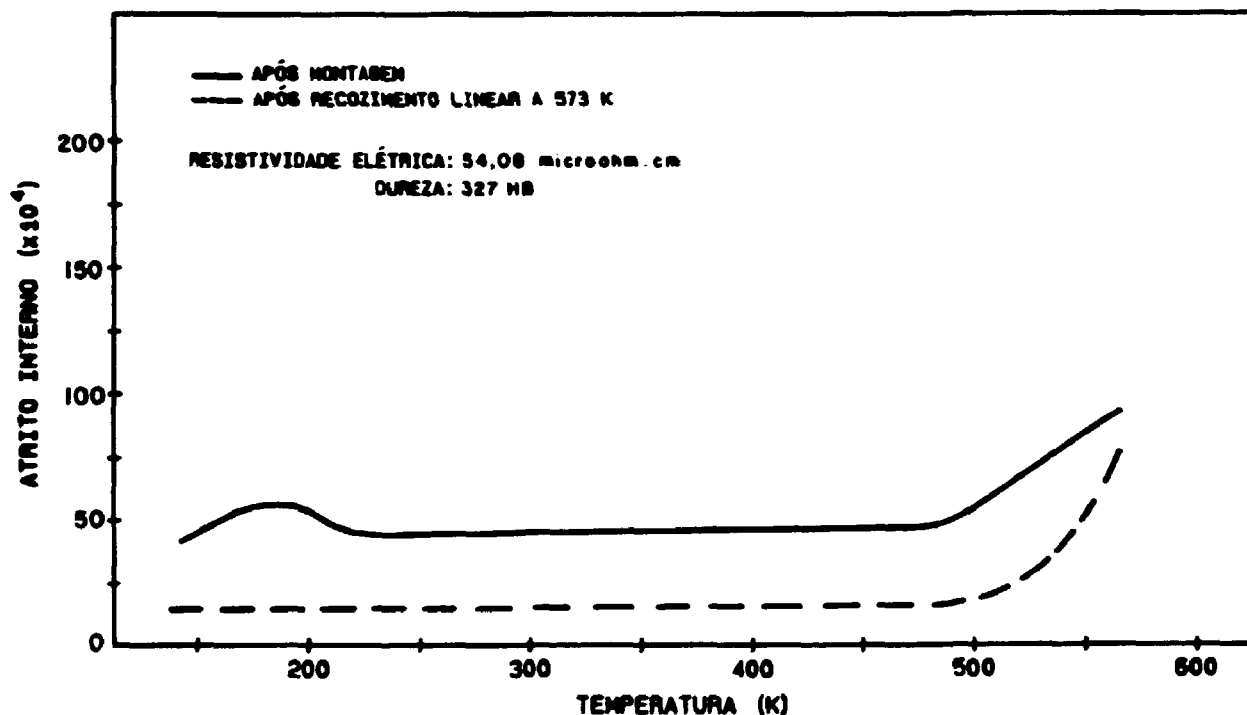


Figura 47: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 50 minutos, com indicação dos valores obtidos da resistividade e dureza. (Liga 1)

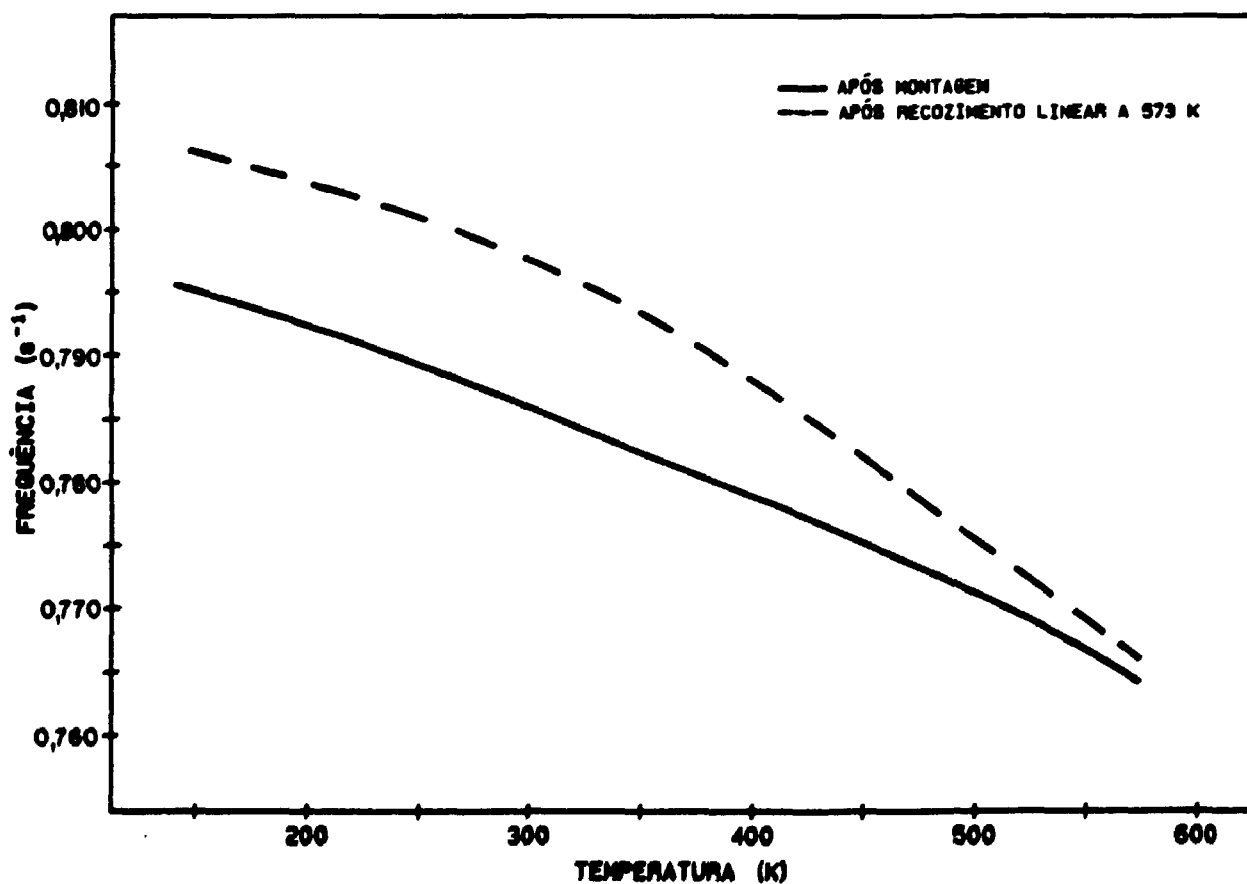


Figura 48: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 50 minutos. (Liga 1)

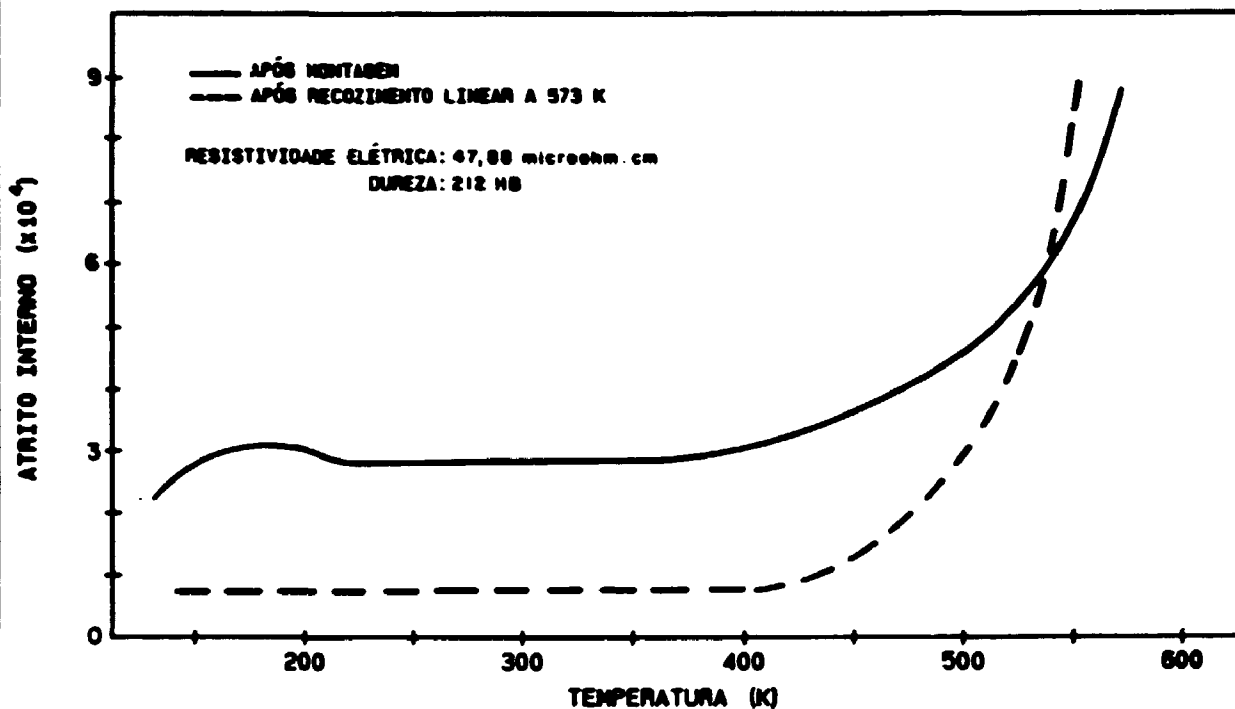


Figura 49: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

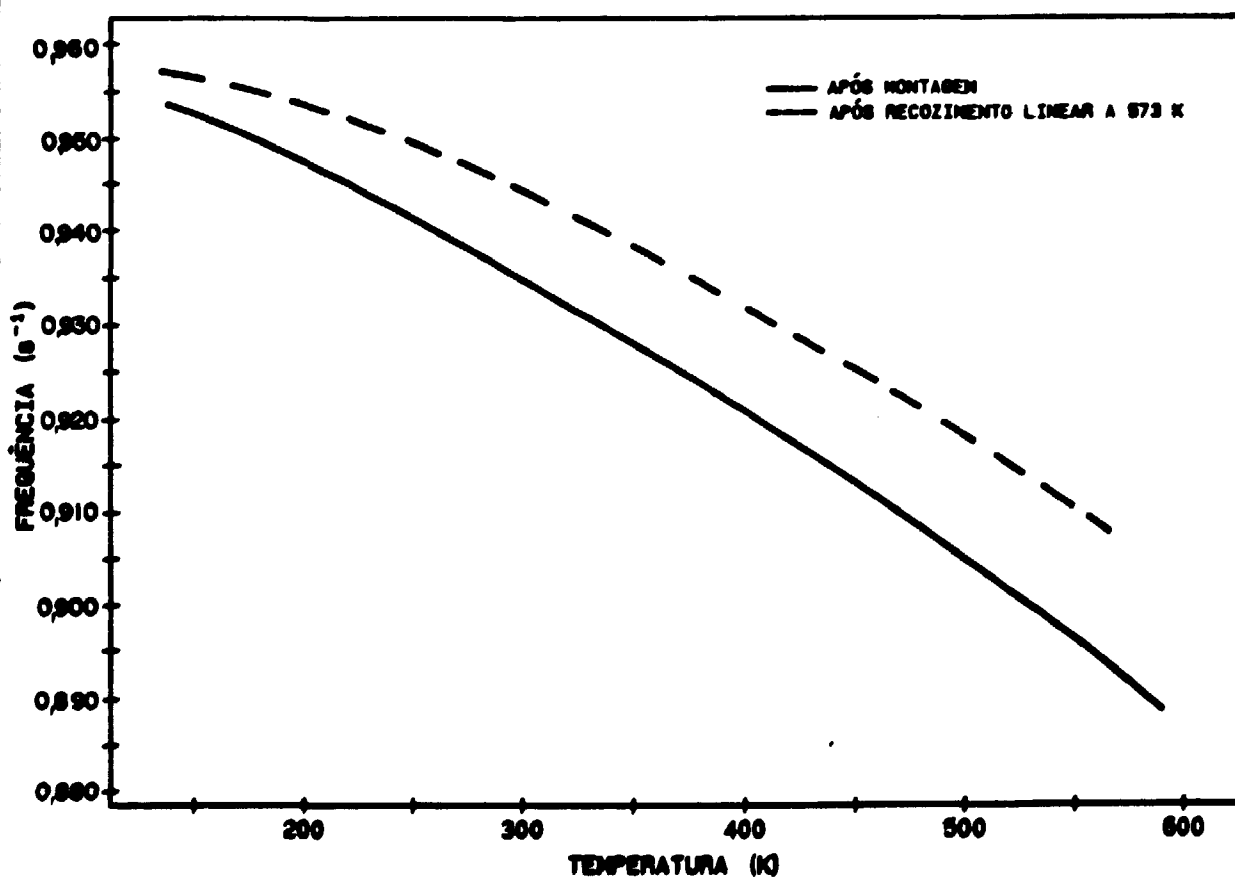


Figura 50: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 723 K por 500 minutos. (Liga 1)

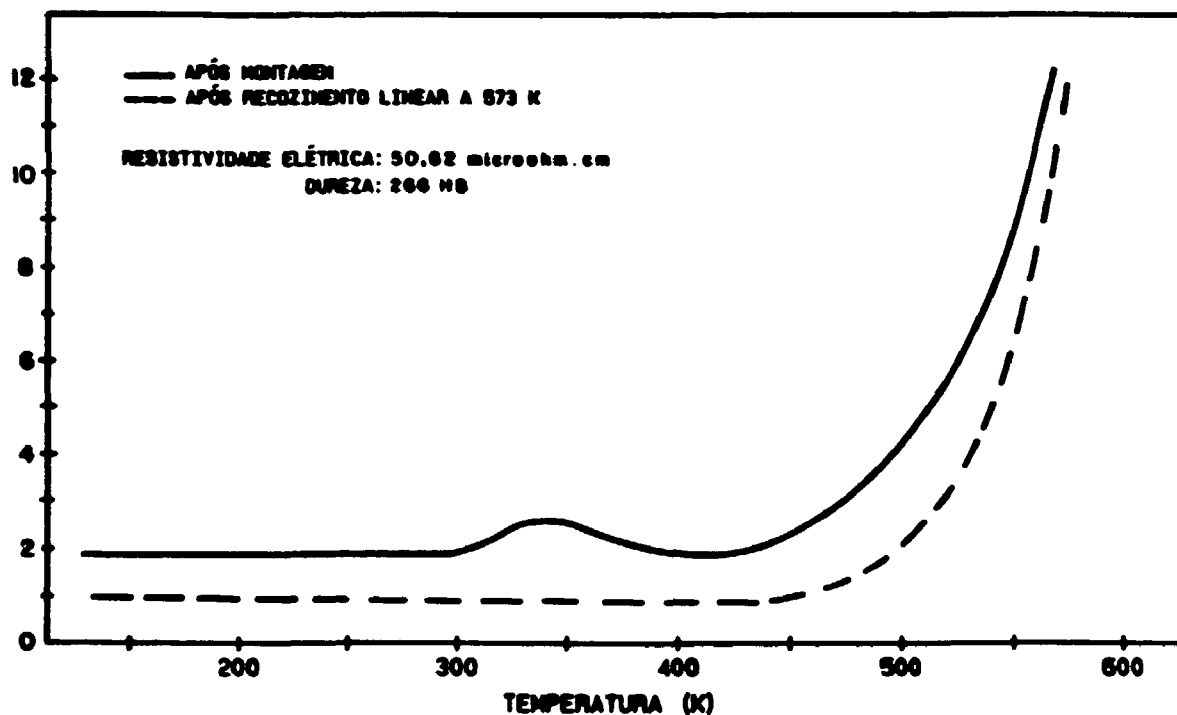


Figura 51: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida a 758 K por 1/2 minuto, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

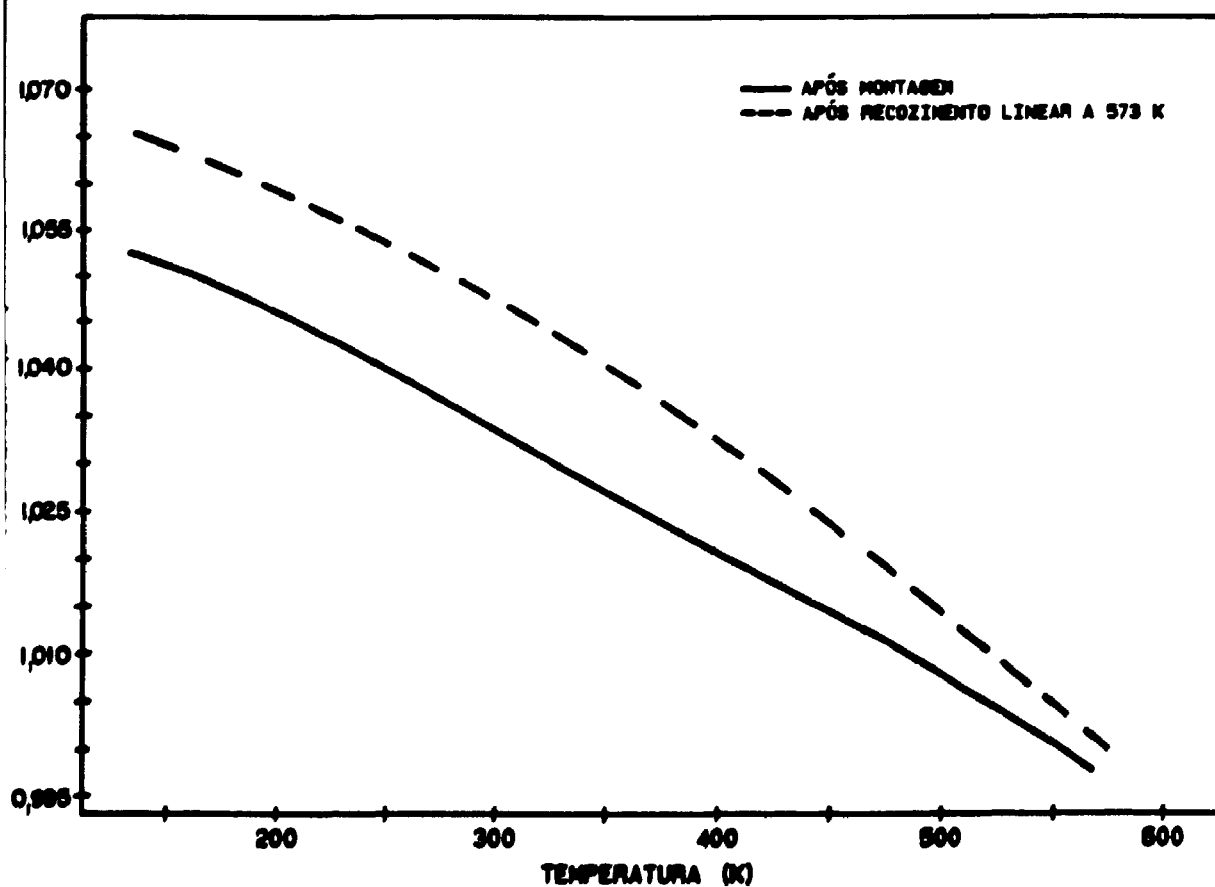


Figura 52: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida a 758 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

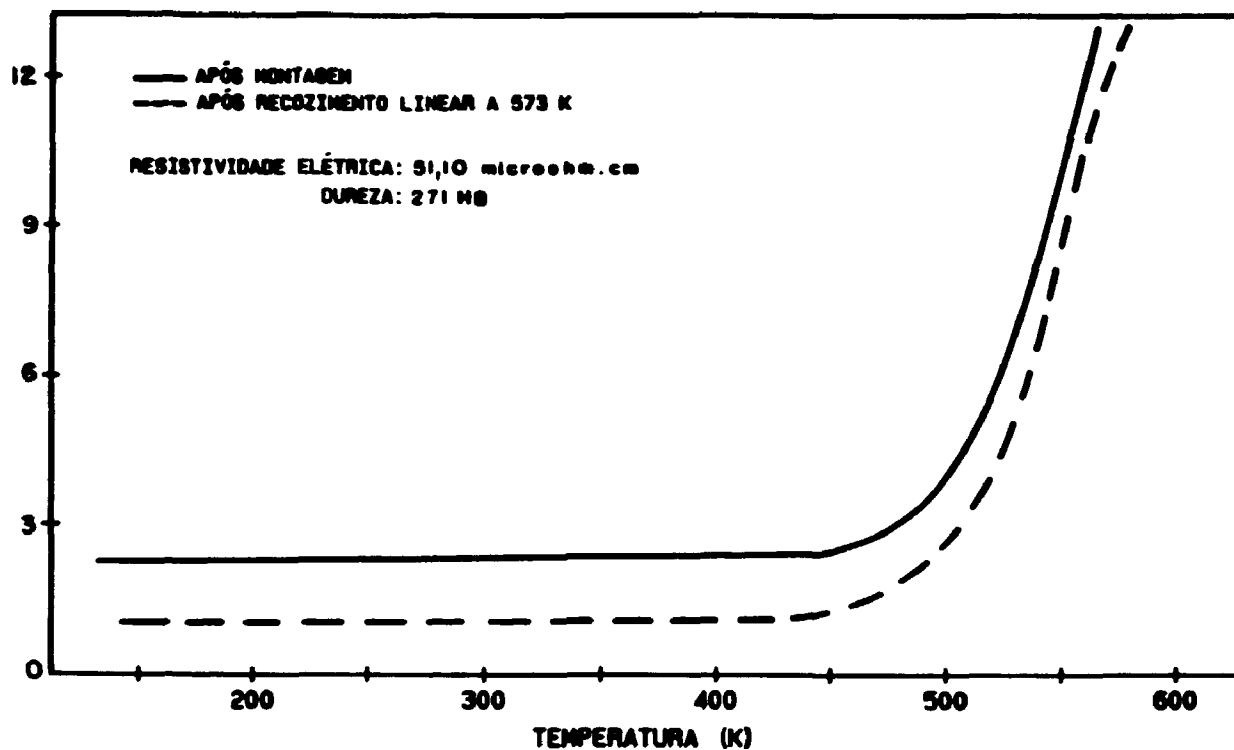


Figura 53: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 5 minutos, com indicação dos valores de resistividade e dureza.

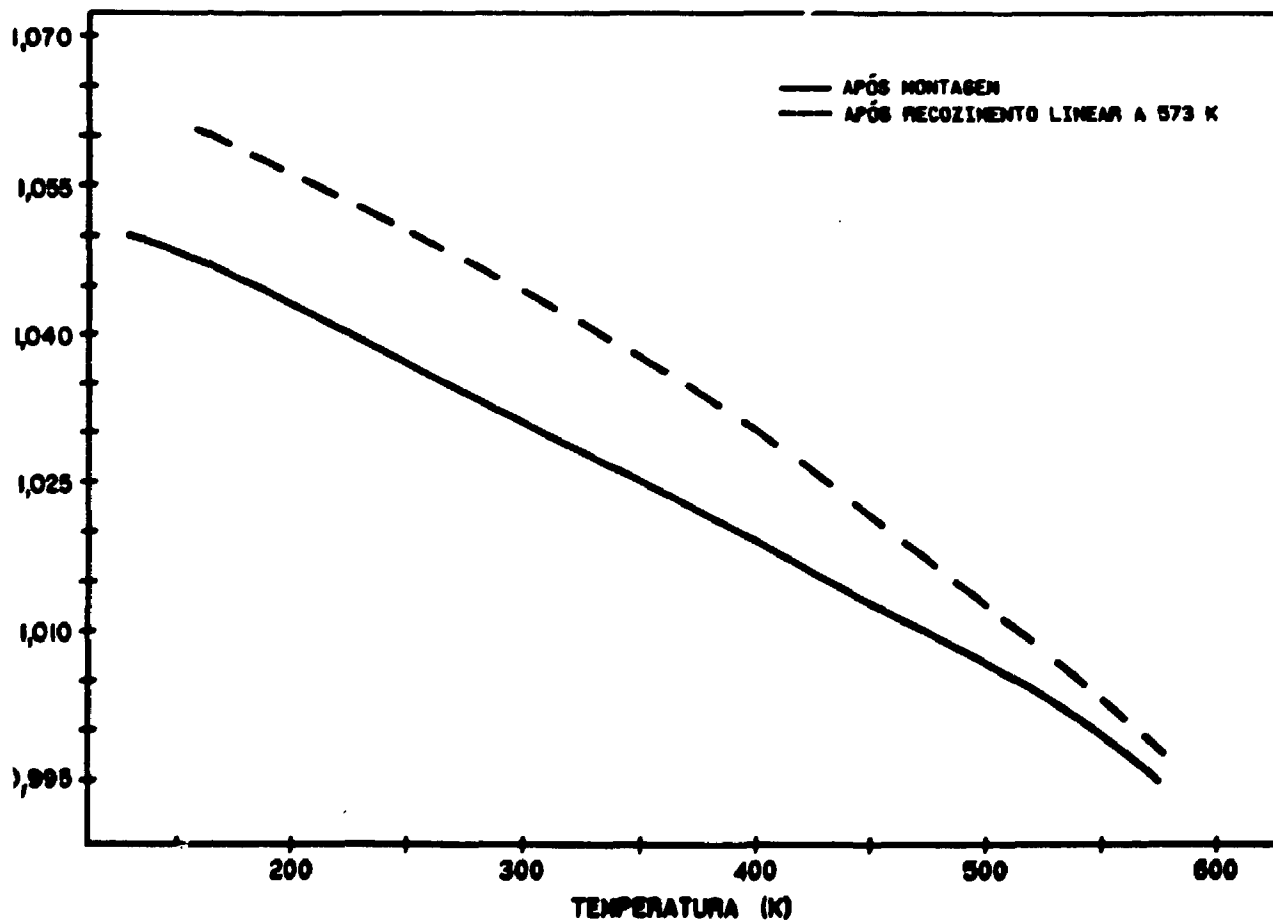


Figura 54: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida a 758 K por 5 minutos. (Liga 1)

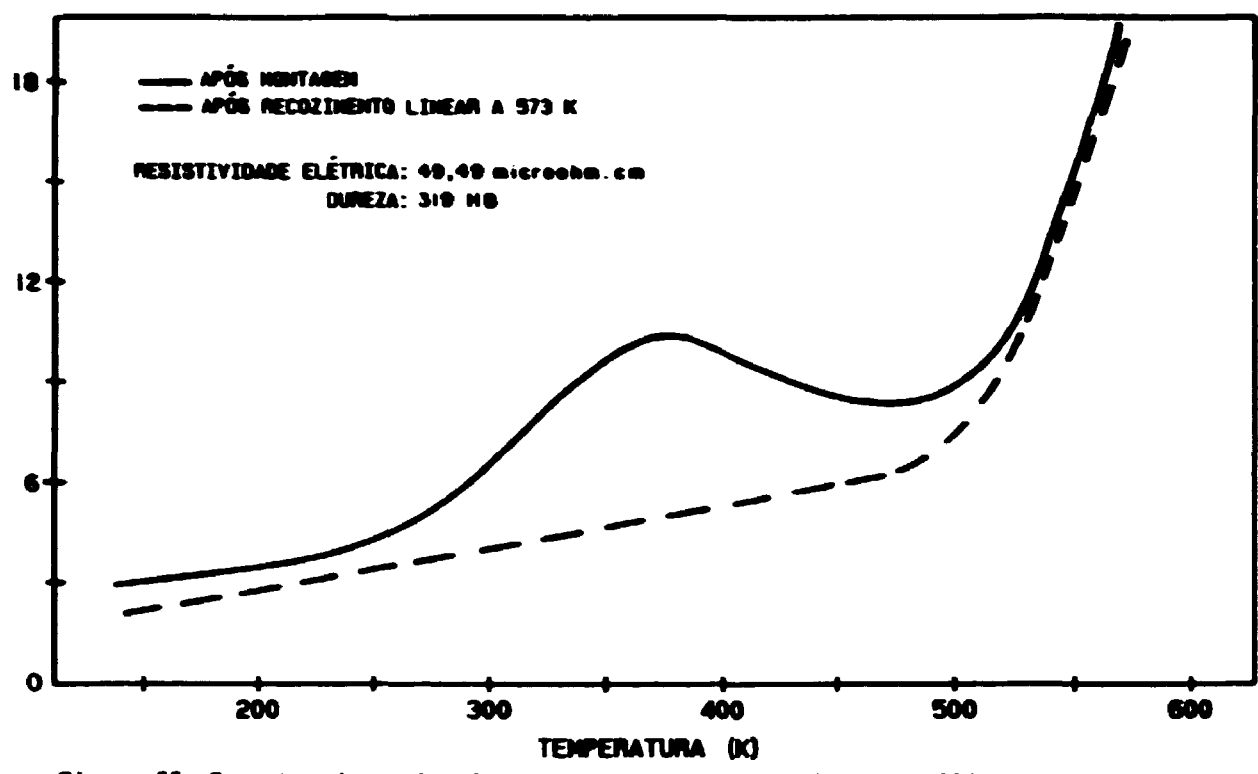


Figura 55: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 50 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

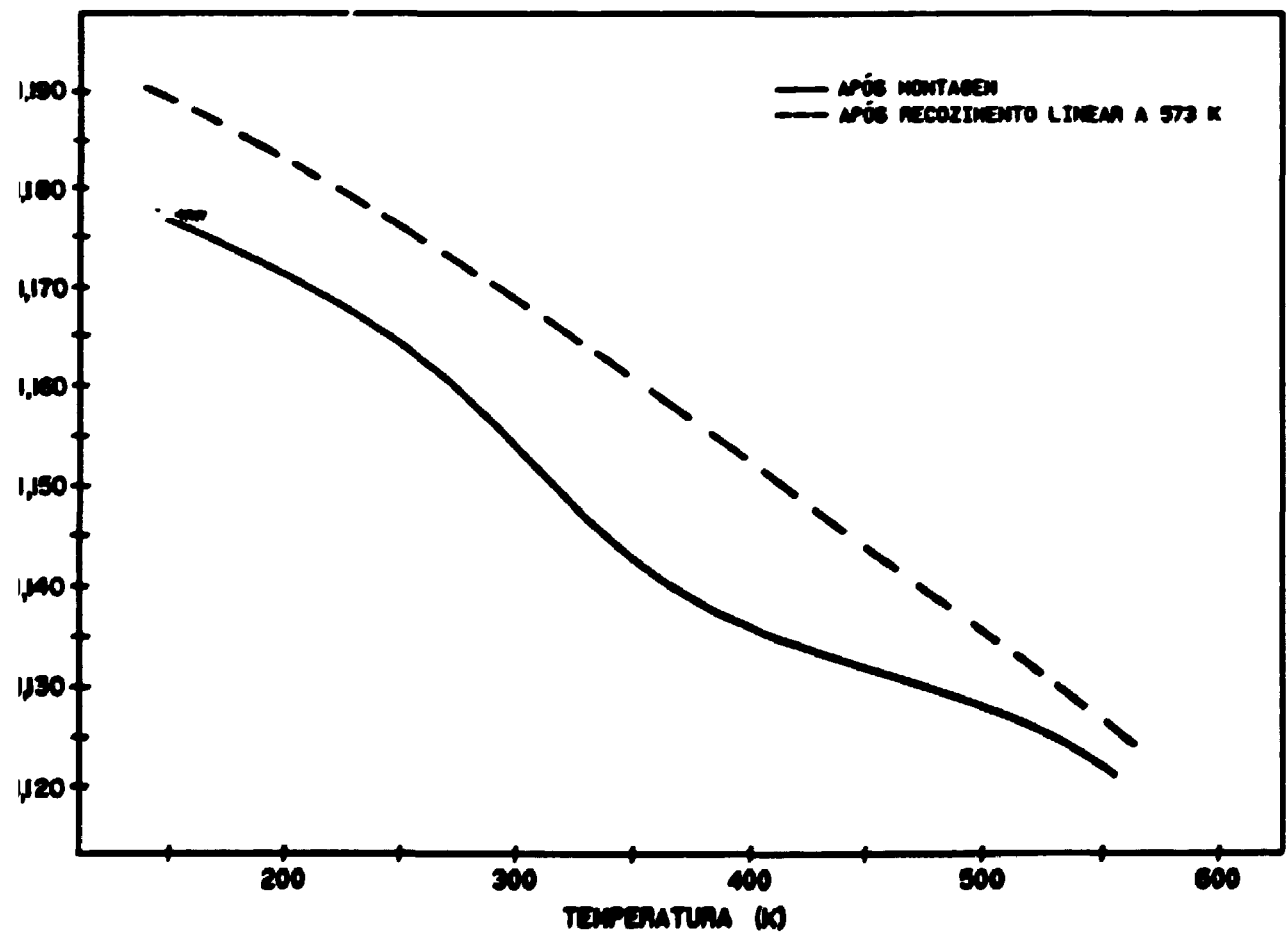


Figura 56: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 50 minutos. (Liga 1)

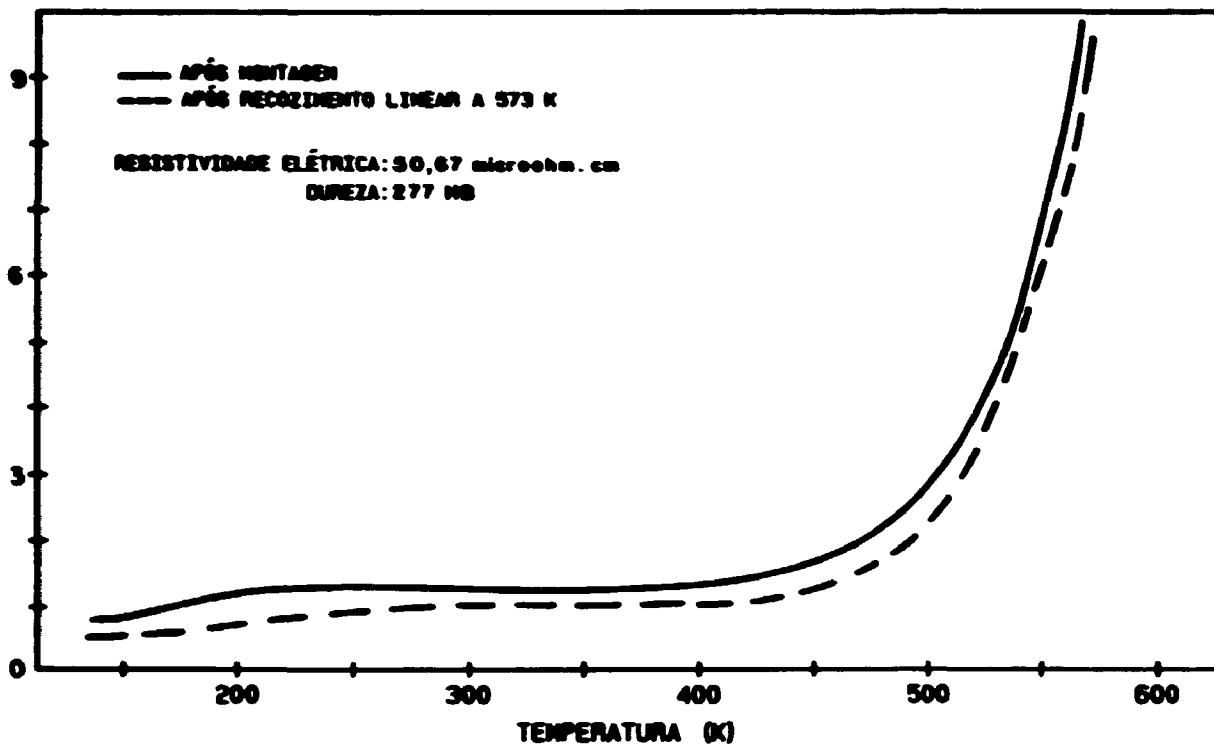


Figura 57: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 500 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza.

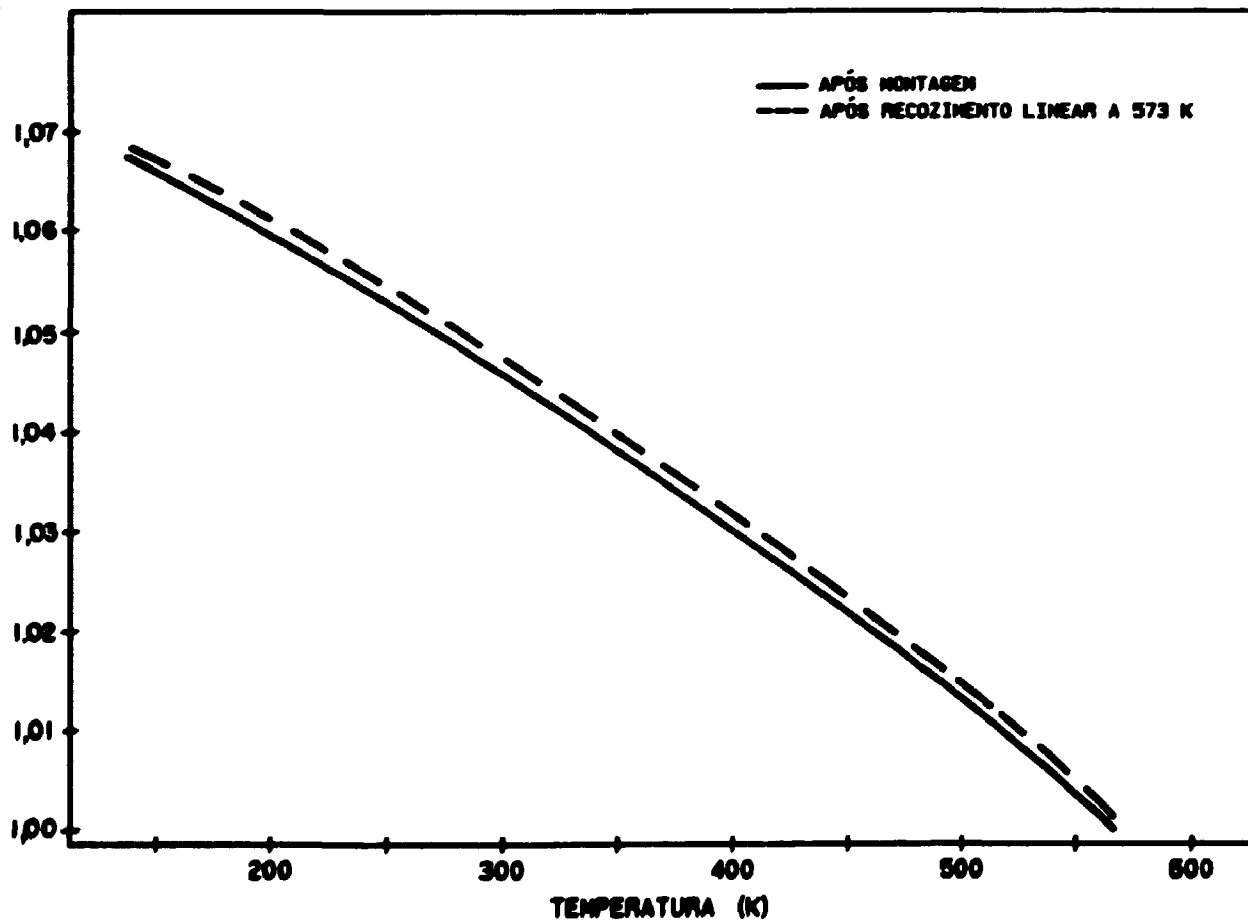


Figura 58: Espectro de frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 500 minutos. (Liga 1)

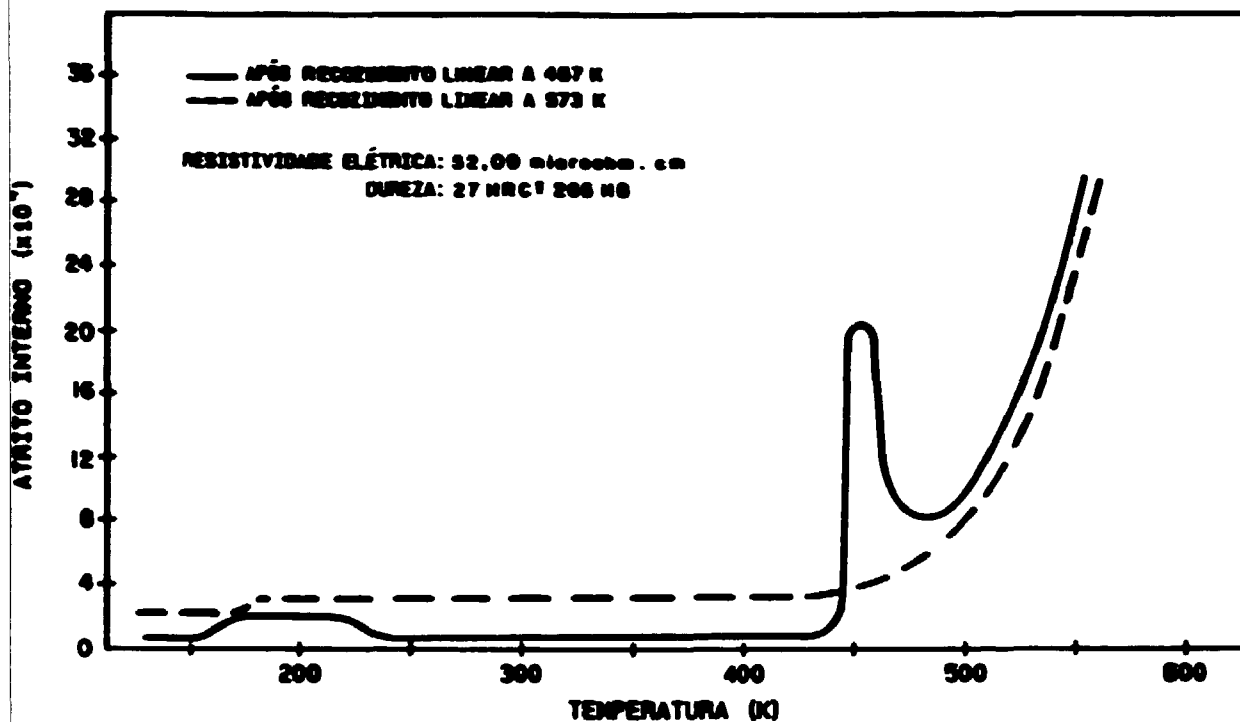


Figura 59: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto. A curva na condição "após montagem" foi substituída por uma curva "após recozimento linear até 184°C (457 K) em virtude da experiência ter sido interrompida a essa temperatura e reiniciada a partir do ponto inicial. (Liga 1)

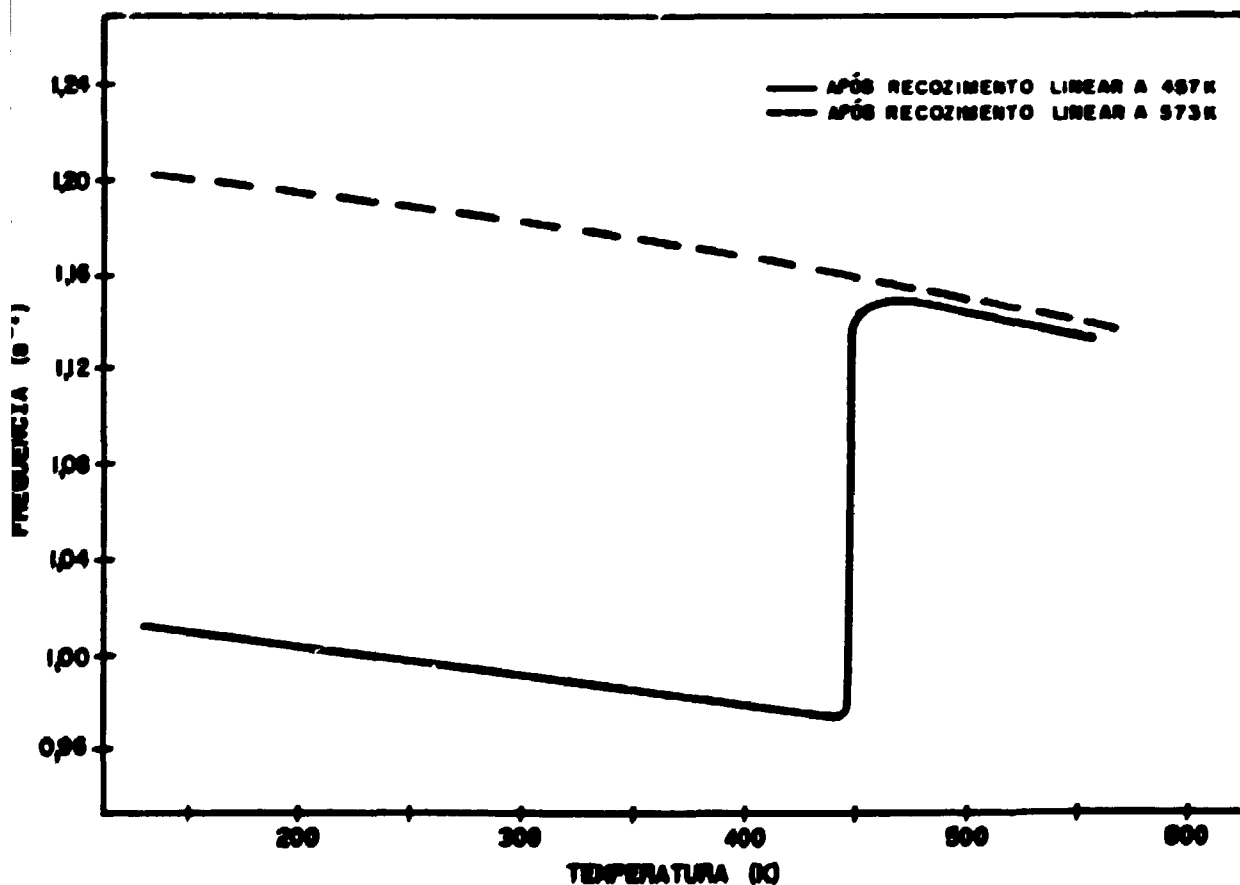


Figura 60: Espectro da frequência da amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto. (Liga 1)

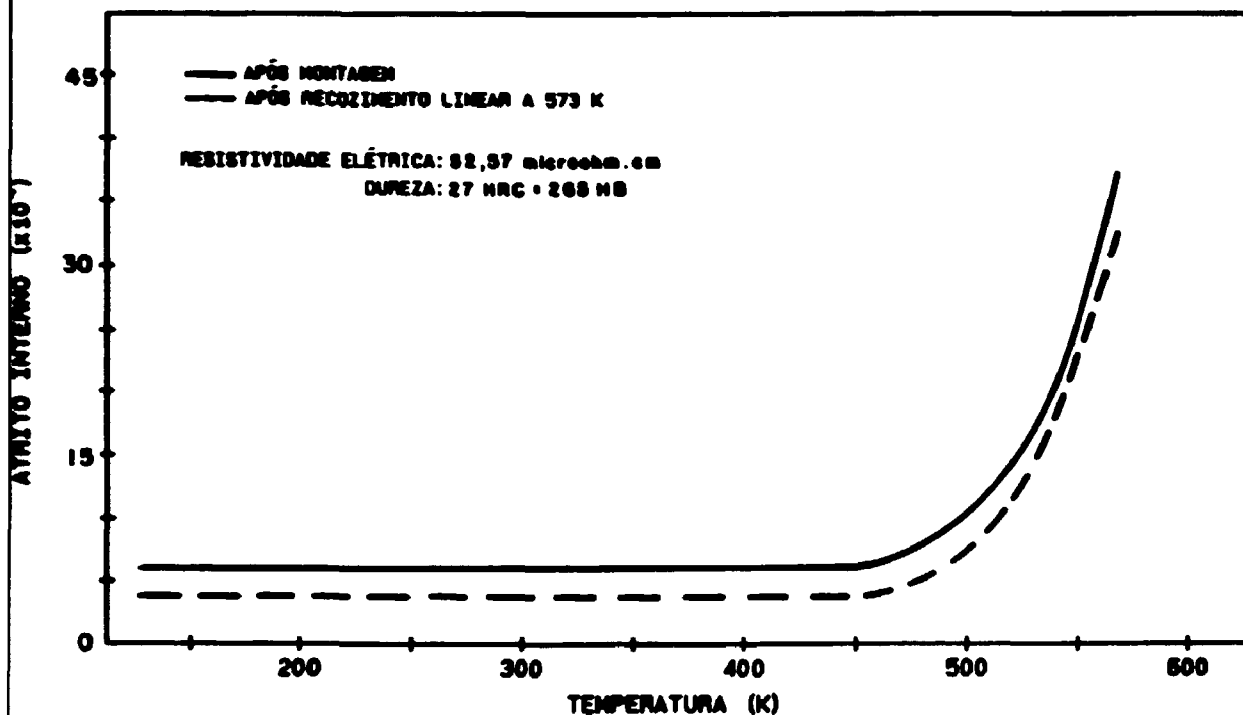


Figura 61: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto, com indicação dos valores da resistividade e dureza (2ª amostra - Liga 1)

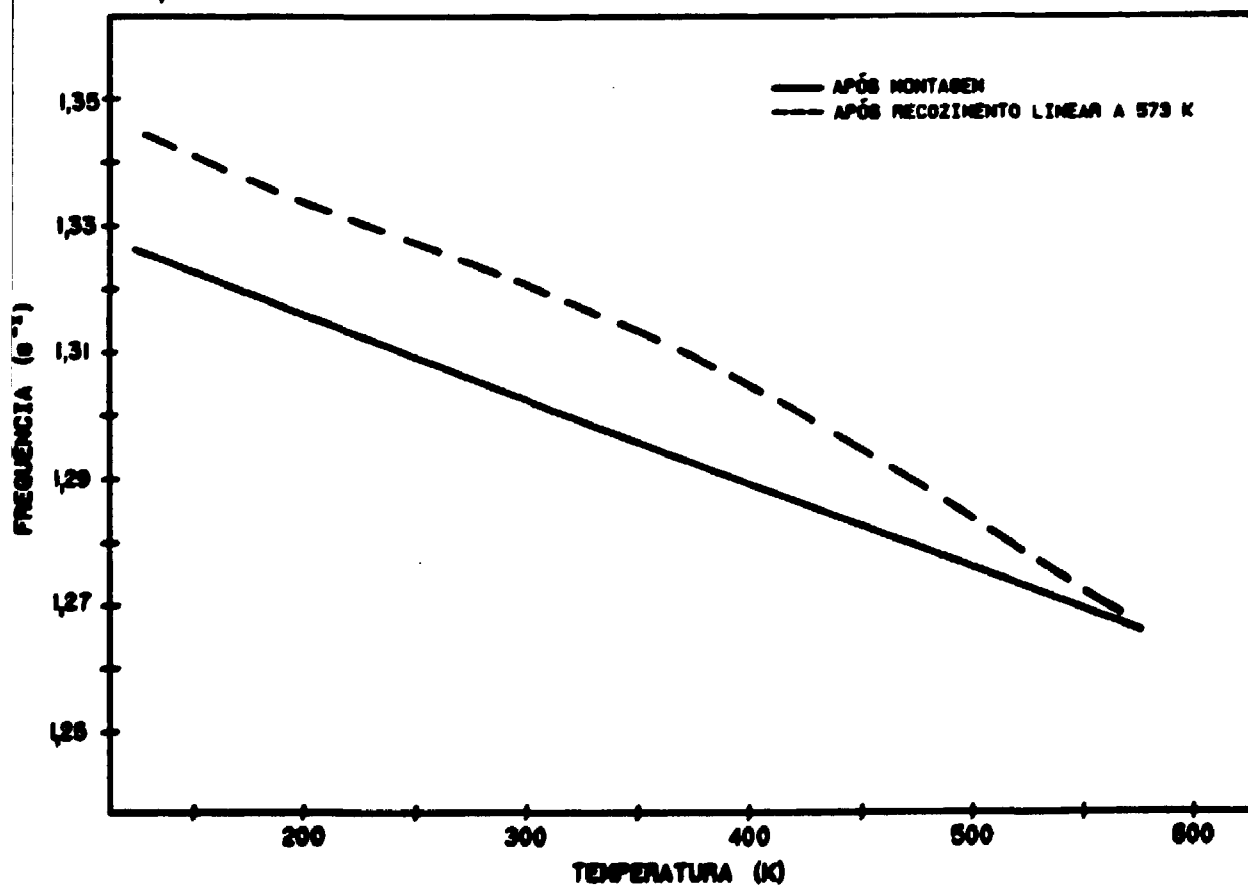


Figura 62: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 1/2 minuto. (2ª amostra - Liga 1)

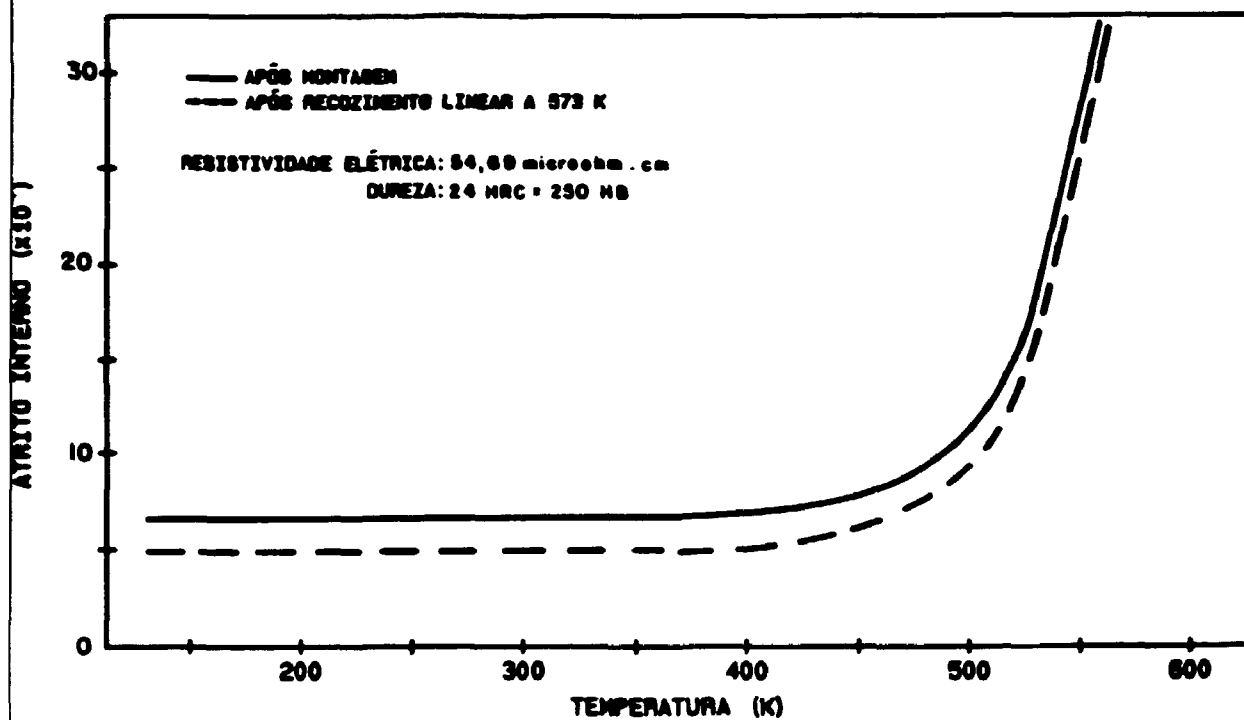


Figura 63: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K por 1 hora e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 5 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

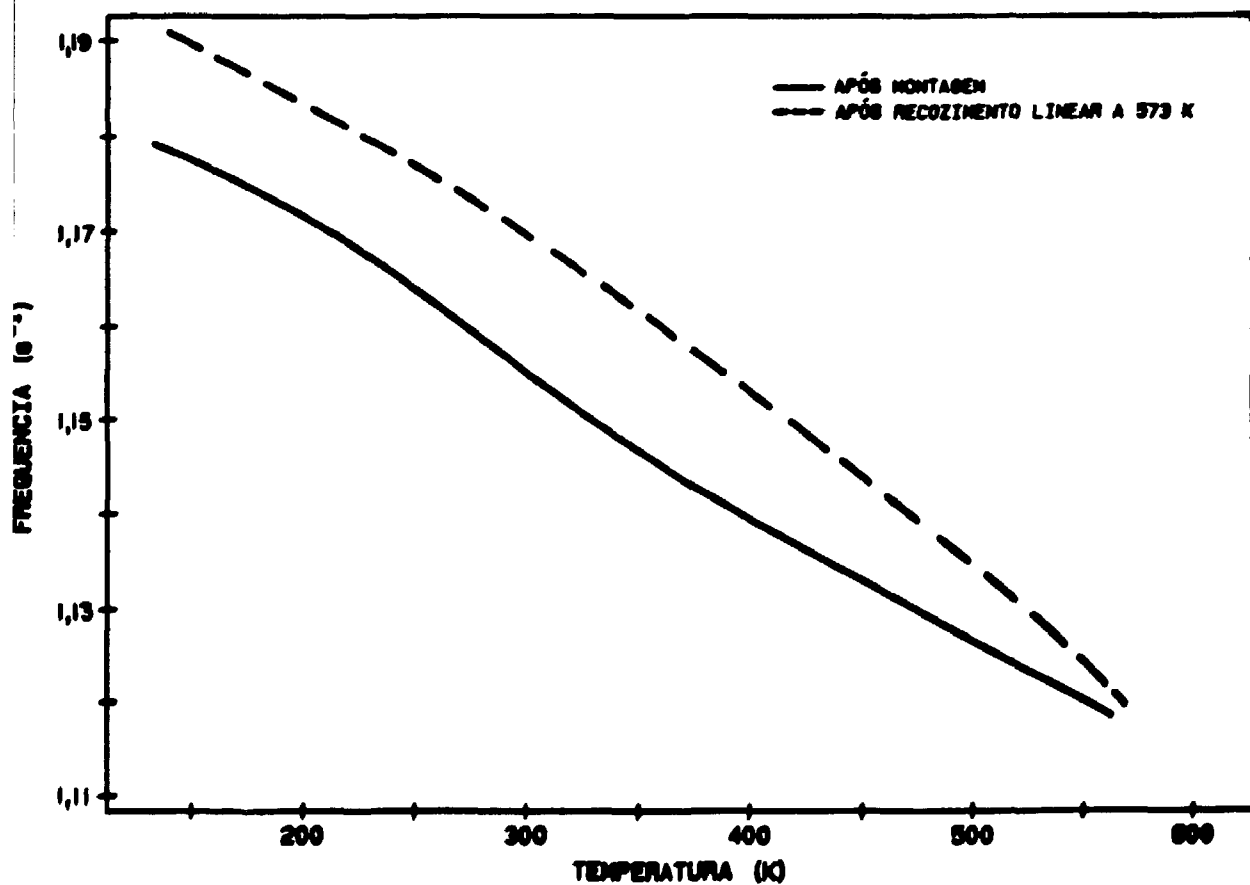


Figura 64: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 5 minutos. (Liga 1)

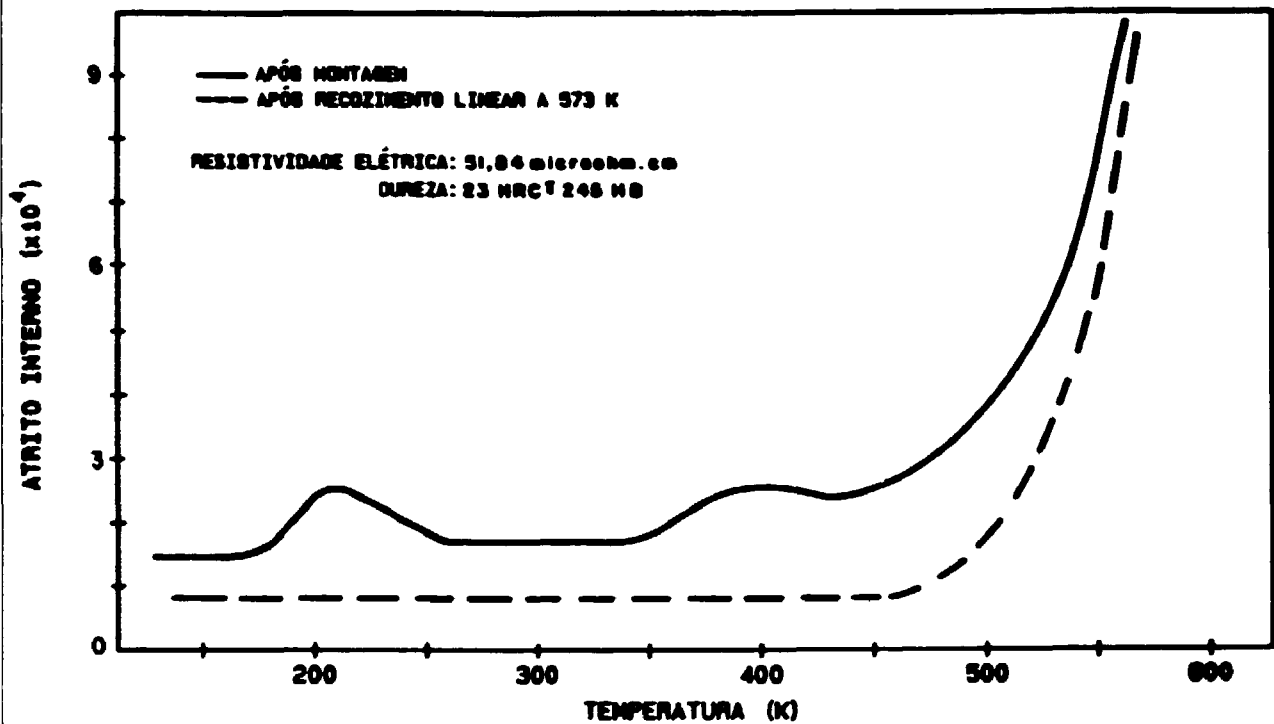


Figura 65: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 50 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

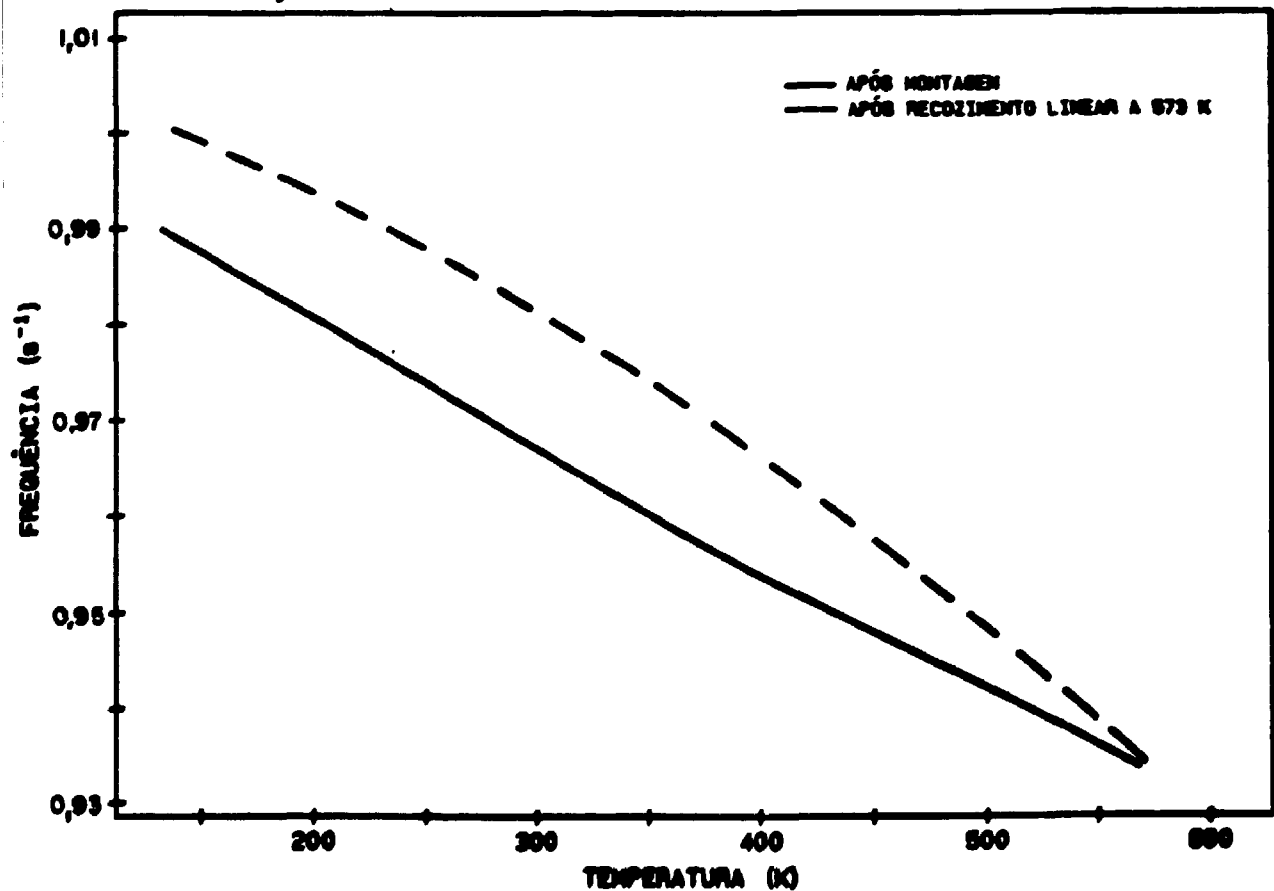


Figura 66: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 50 minutos. (Liga 1)

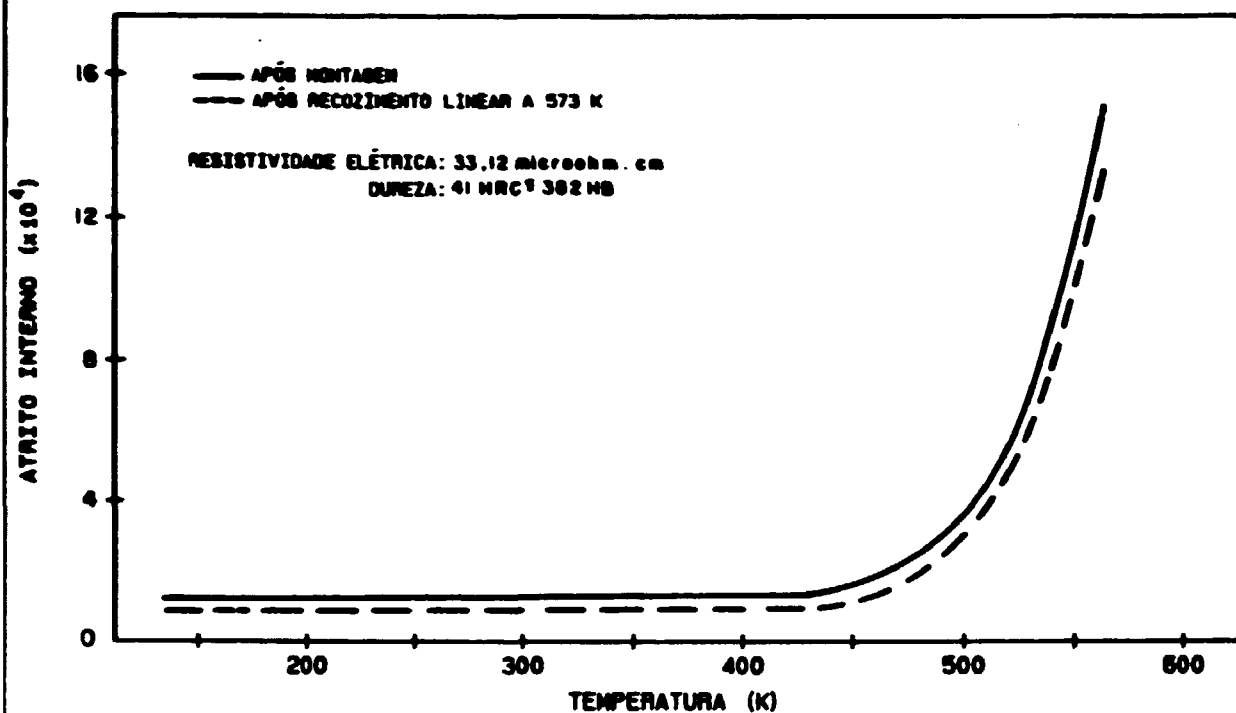


Figura 67: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 500 minutos, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

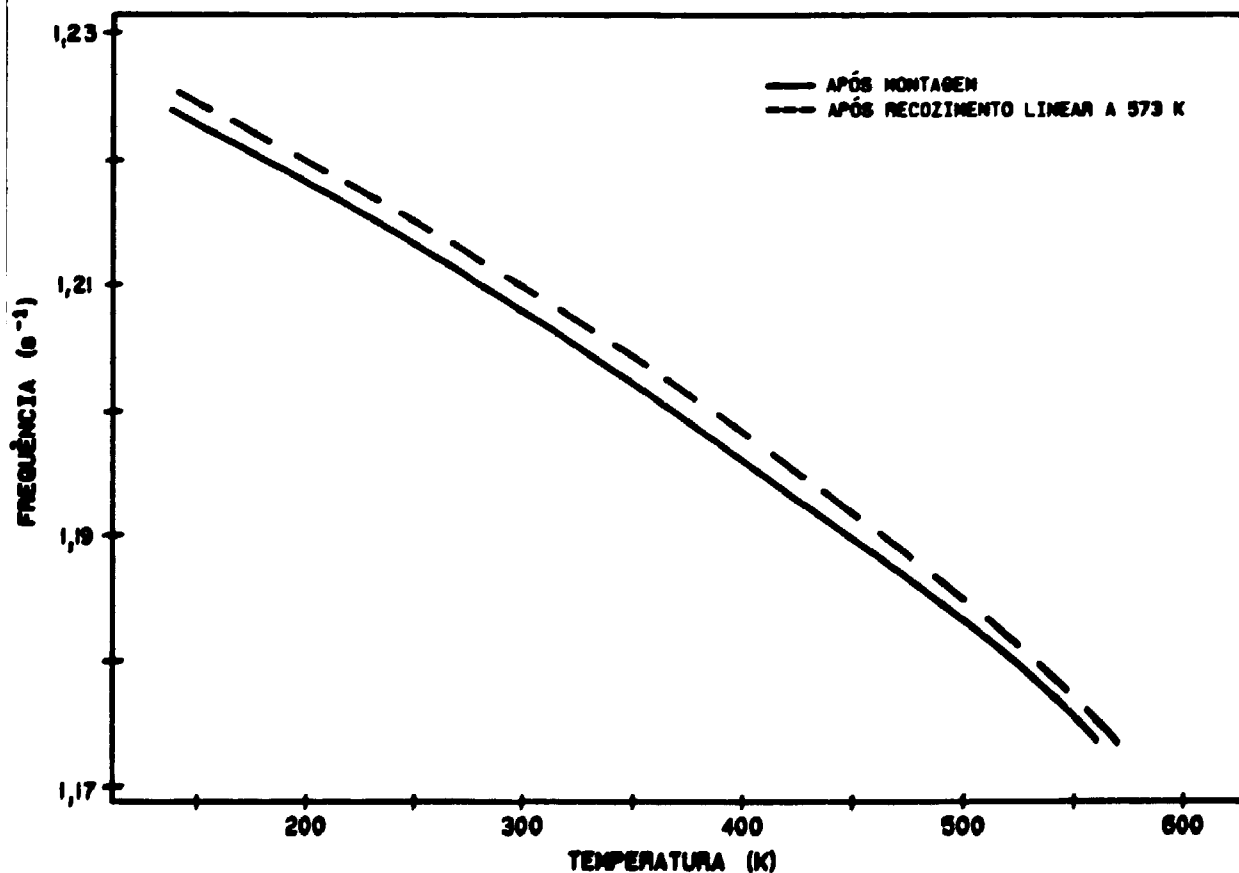


Figura 68: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por aquecimento direto a 823 K por 500 minutos. (Liga 1)

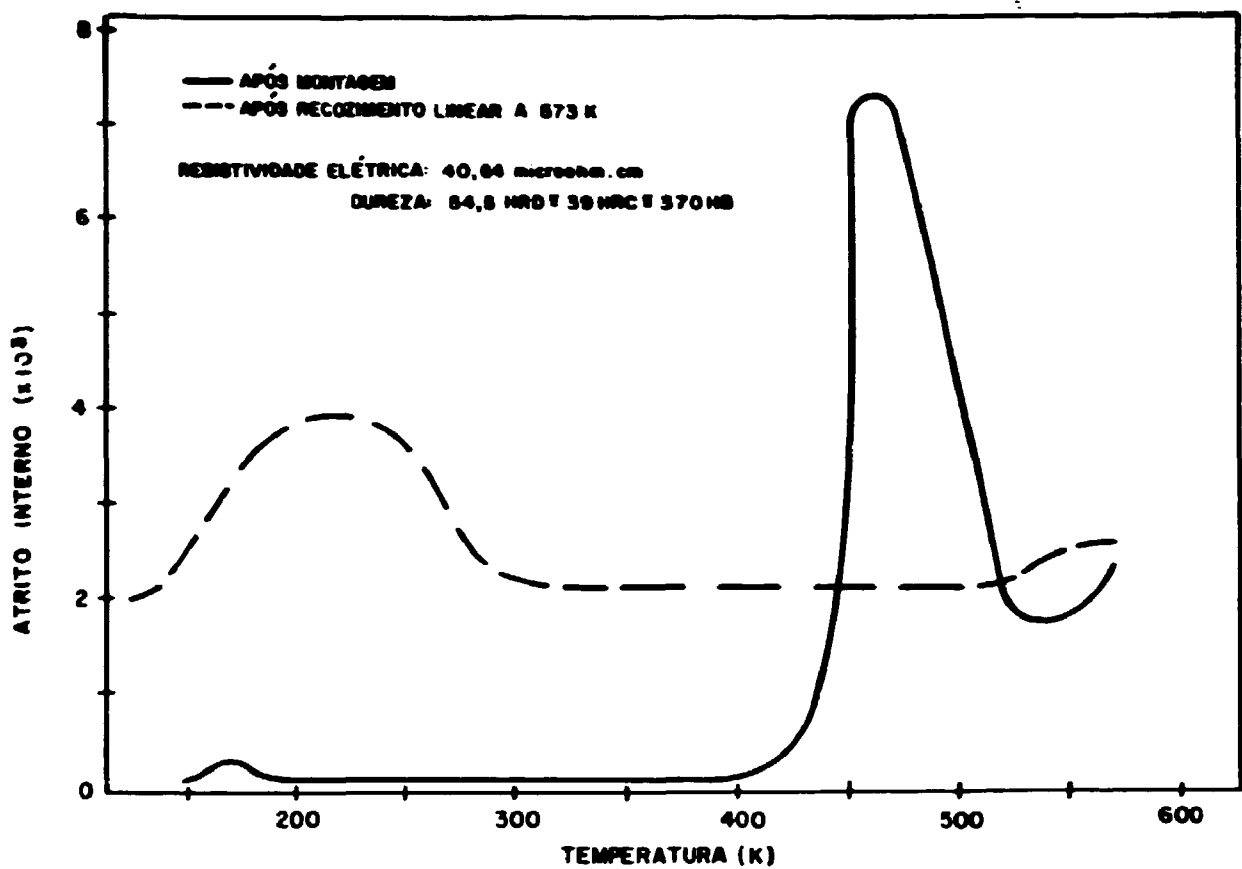


Figura 69: Espectro de Atrito Interno de amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por Aquecimento Direto a 773 K por 500 minutos, com indicação dos valores de Resistividade e Dureza. (Liga 1)

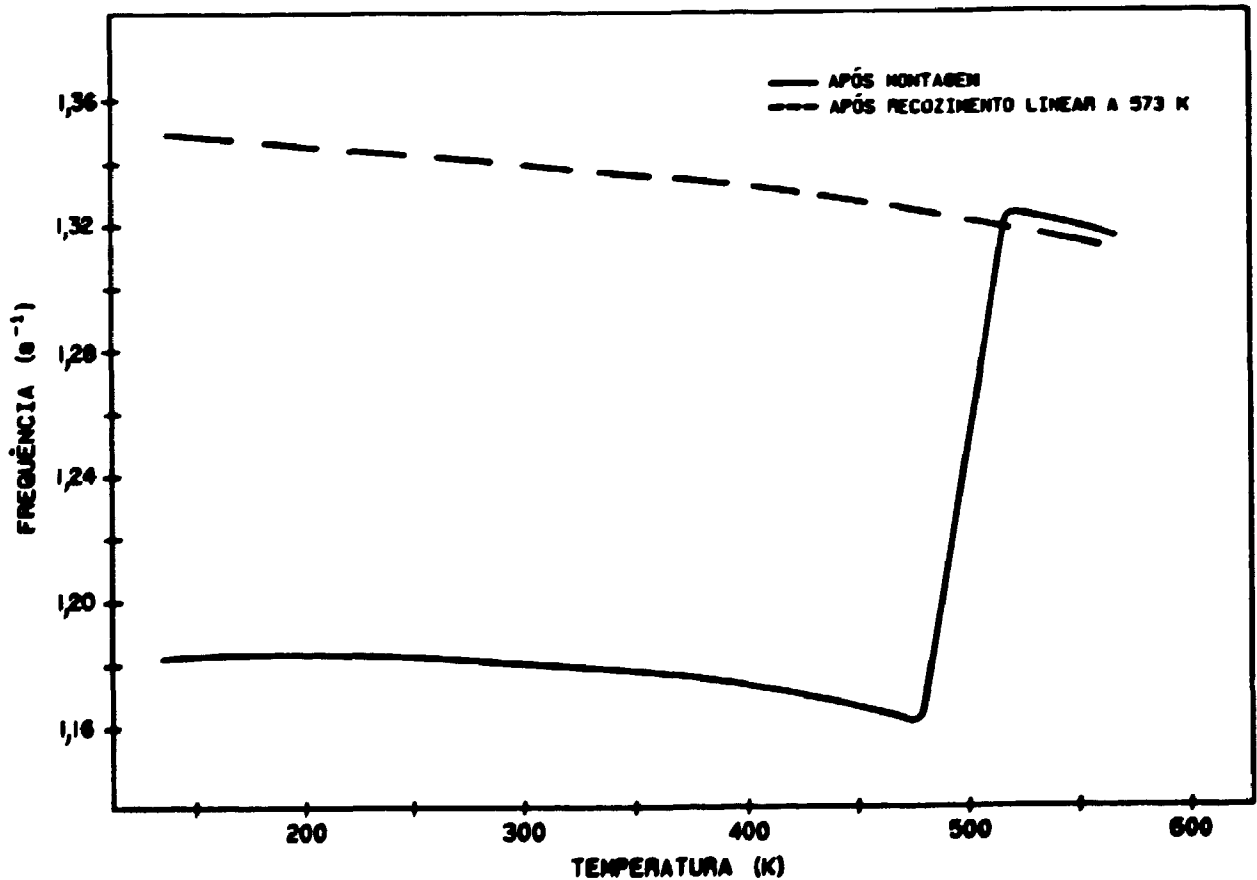


Figura 70: Espectro da frequência da amostra solubilizada a 1198 K e envelhecida por Aquecimento Direto a 773 K por 500 minutos. (Liga 1)

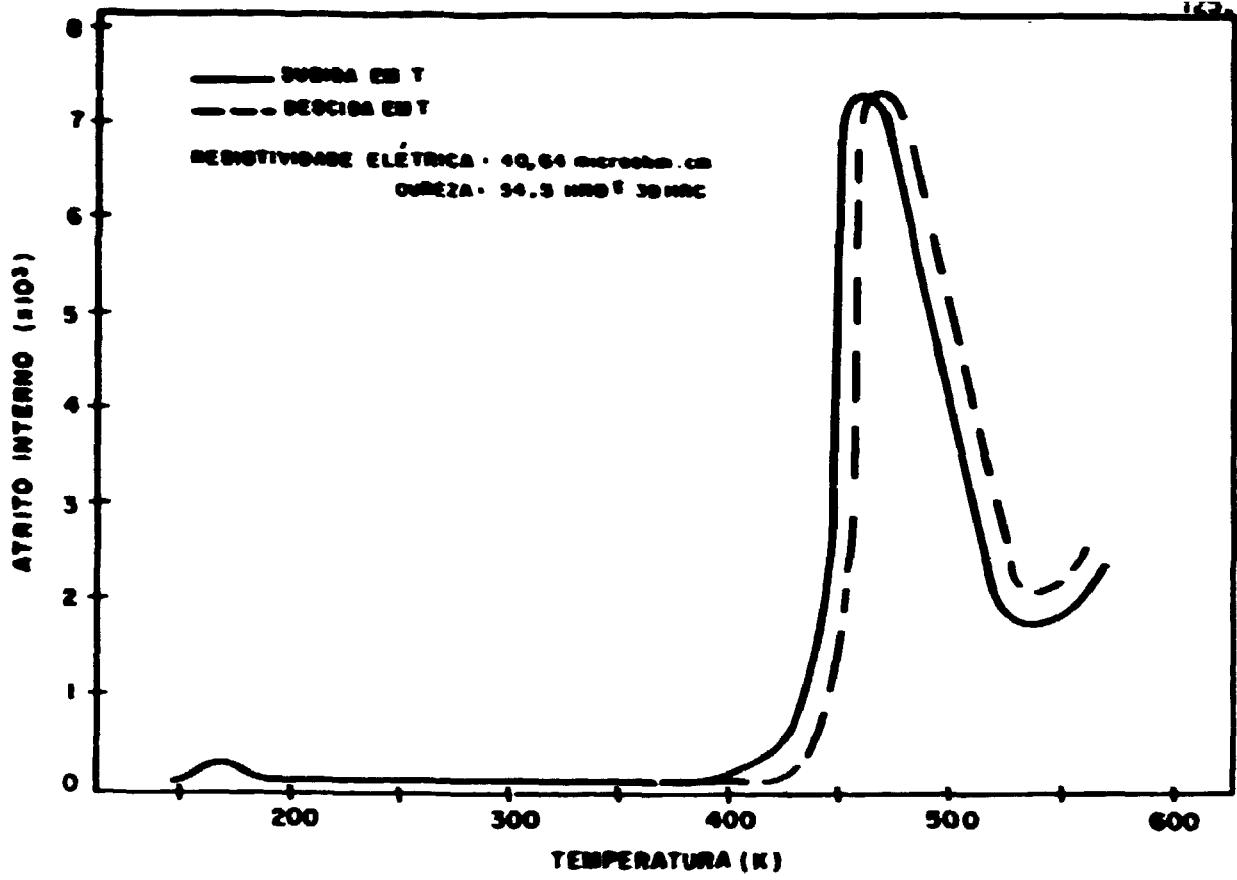


Figura 71: Comparação entre os espectros de Atrito interno da amostra anterior (Figura 69) na elevação e no decréscimo de temperatura no ensaio de Atrito Interno. (Liga 1)

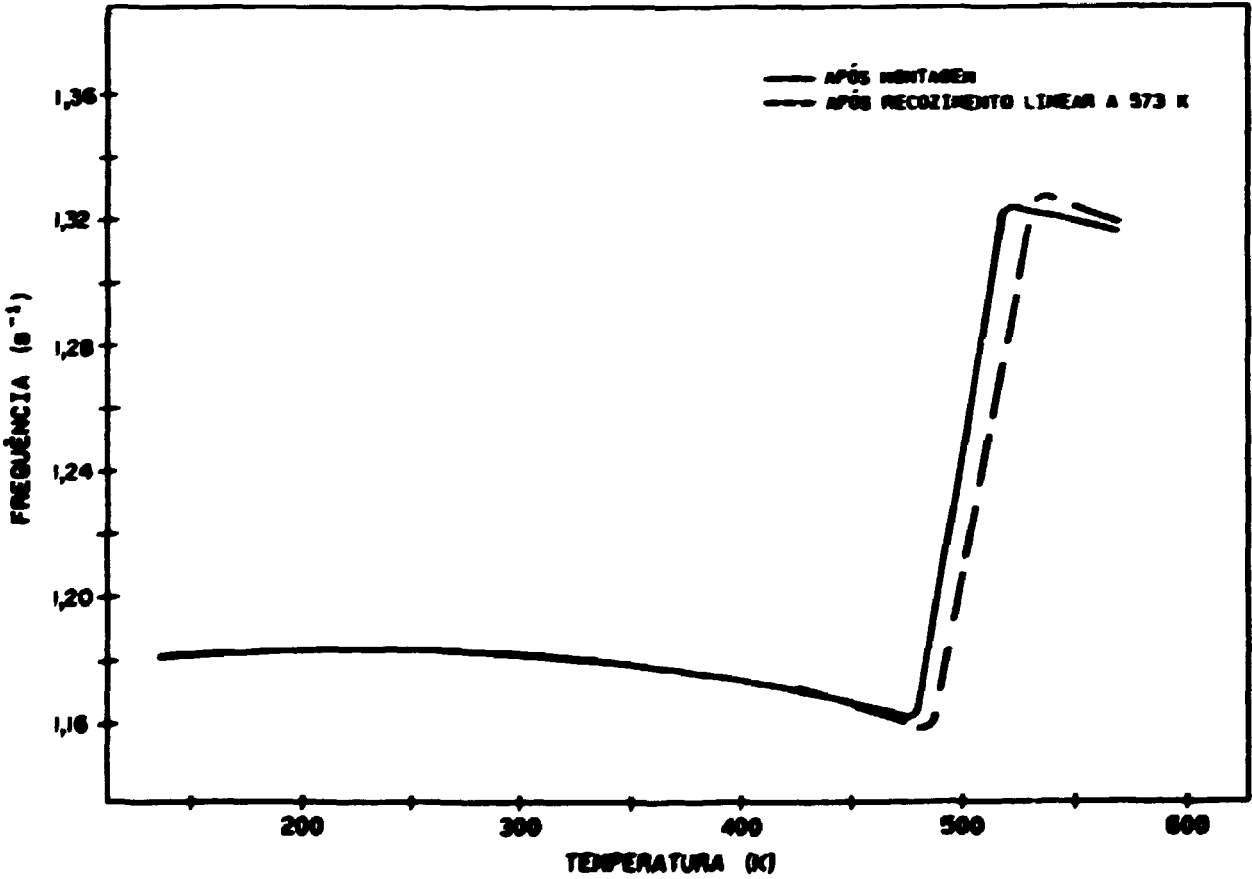


Figura 72: Comparação entre os espectros de frequência da amostra anterior (Figura 69) na elevação e no decréscimo de temperatura no ensaio de Atrito Interno. (Liga 1)

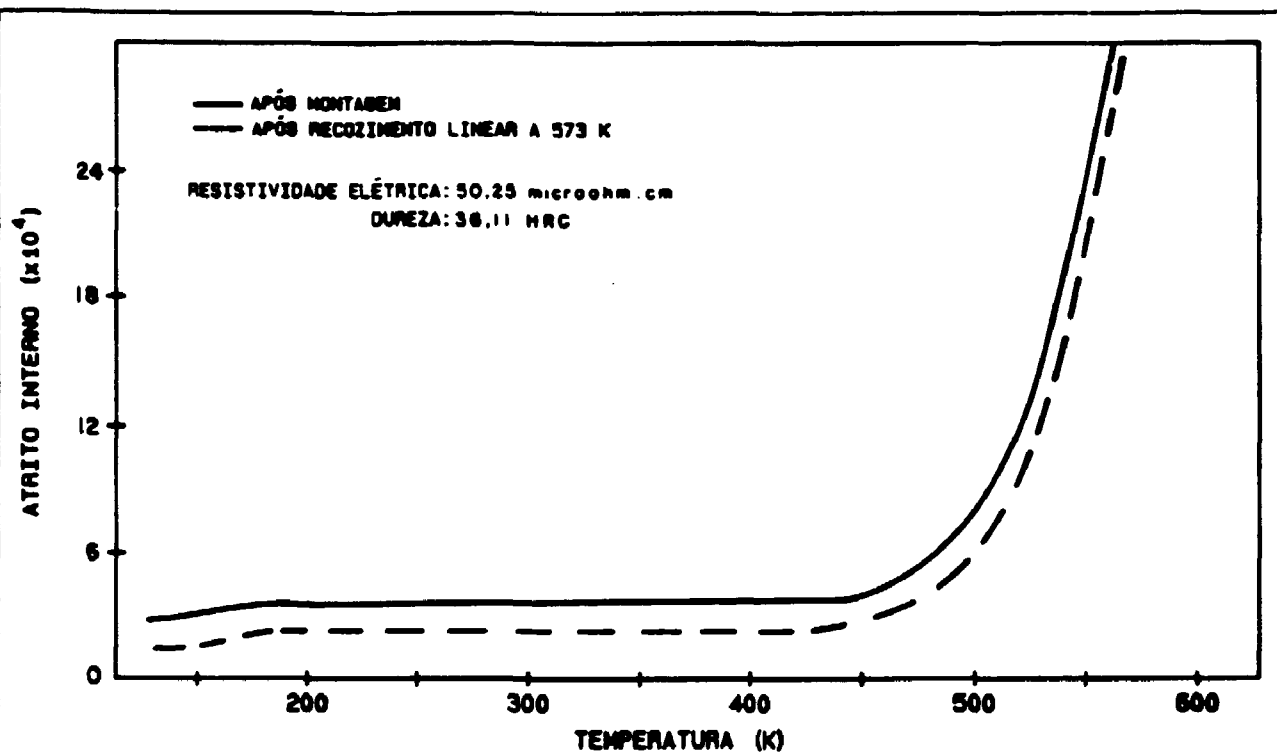


Figura 73: Espectro do atrito interno da amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento interno com velocidade de aquecimento de 22,5 K/min, temperatura e tempo de envelhecimento de 723 K e 5 minutos e resfriamento rápido. (Liga 1)

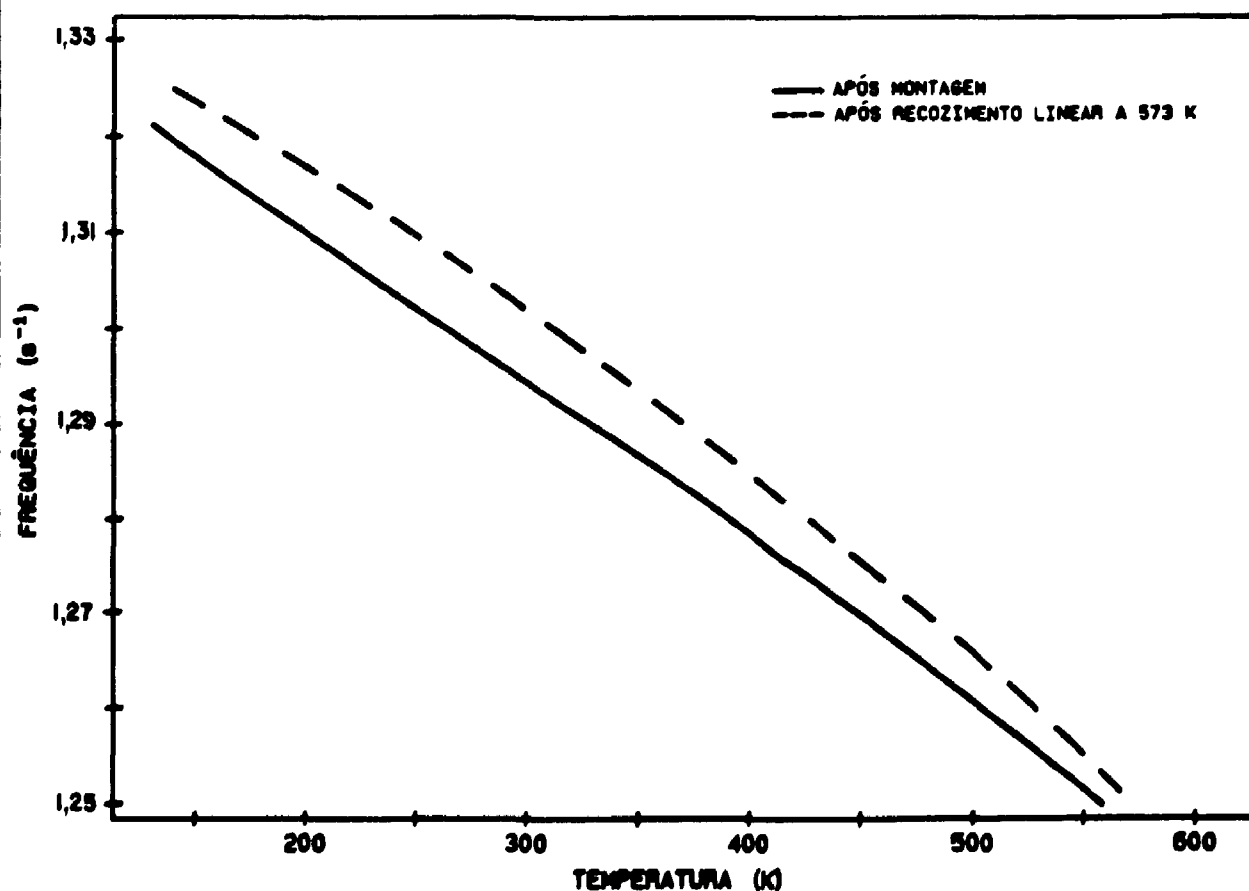


Figura 74: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 80. (Liga 1)

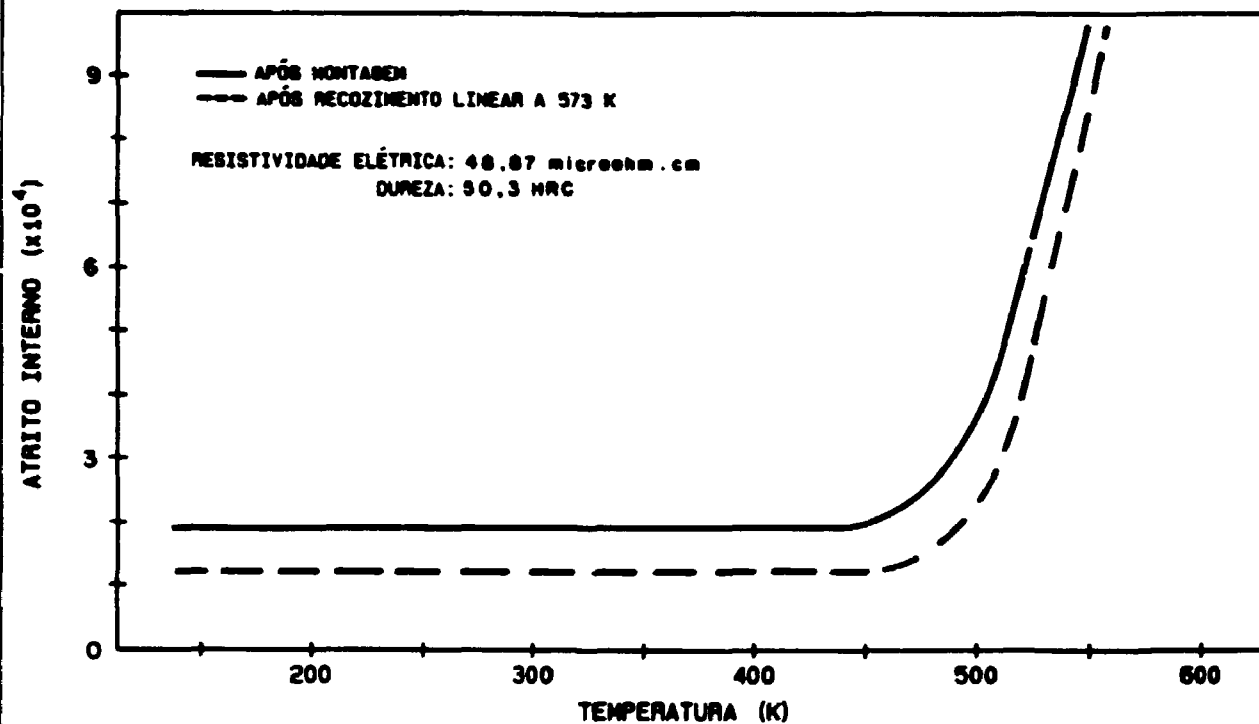


Figura 75: Espectro do atrito interno da amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento direto com velocidade de aquecimento de 45 K/min, temperatura e tempo de envelhecimento de 723 K e 5 minutos e resfriamento rápido. (Liga 1)

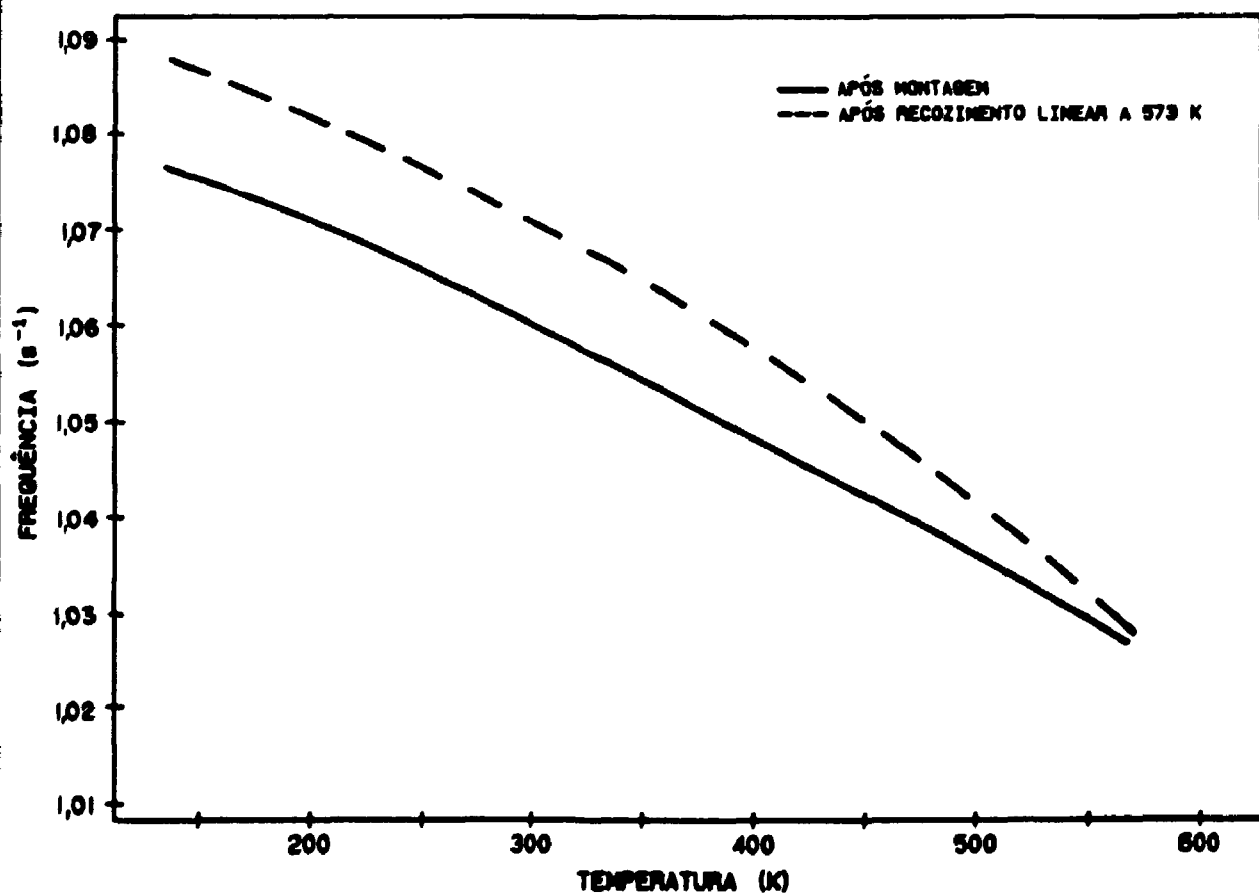


Figura 76: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 82. (Liga 1)

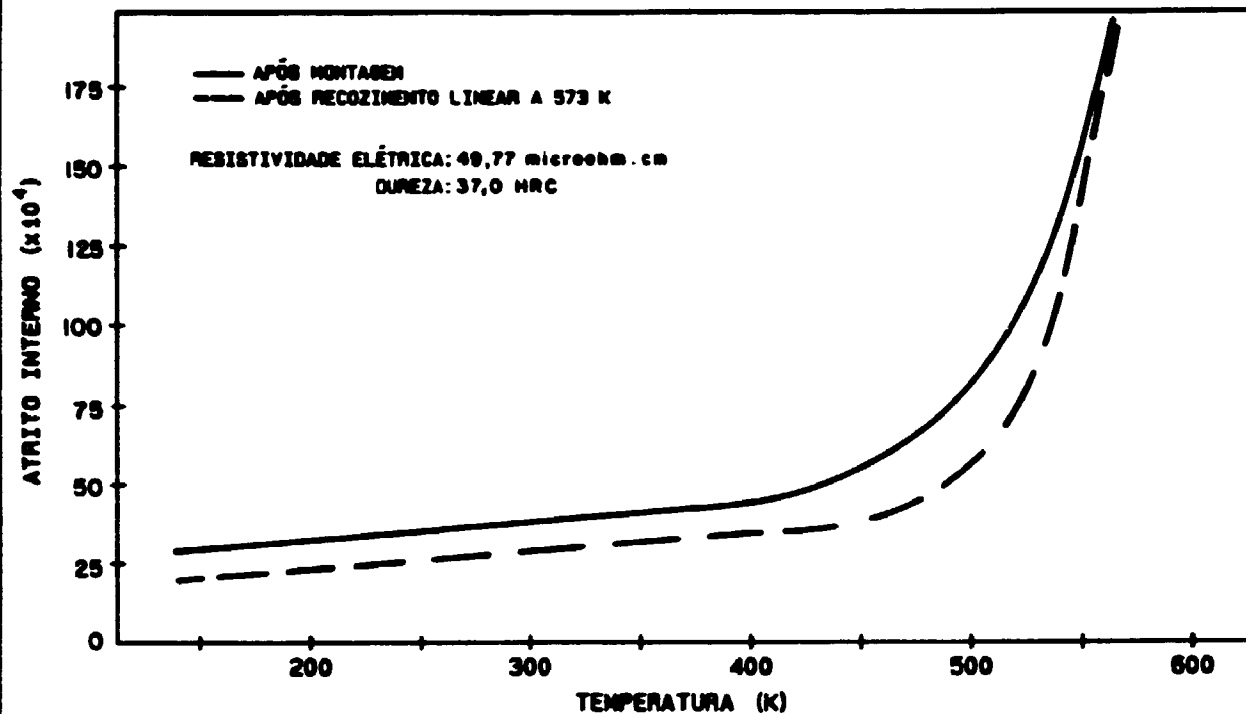


Figura 77: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento interno com velocidade de aquecimento de 150 K/min, temperatura e tempo de envelhecimento de 728 K e 5 minutos e resfriamento rápido. (Liga 1)

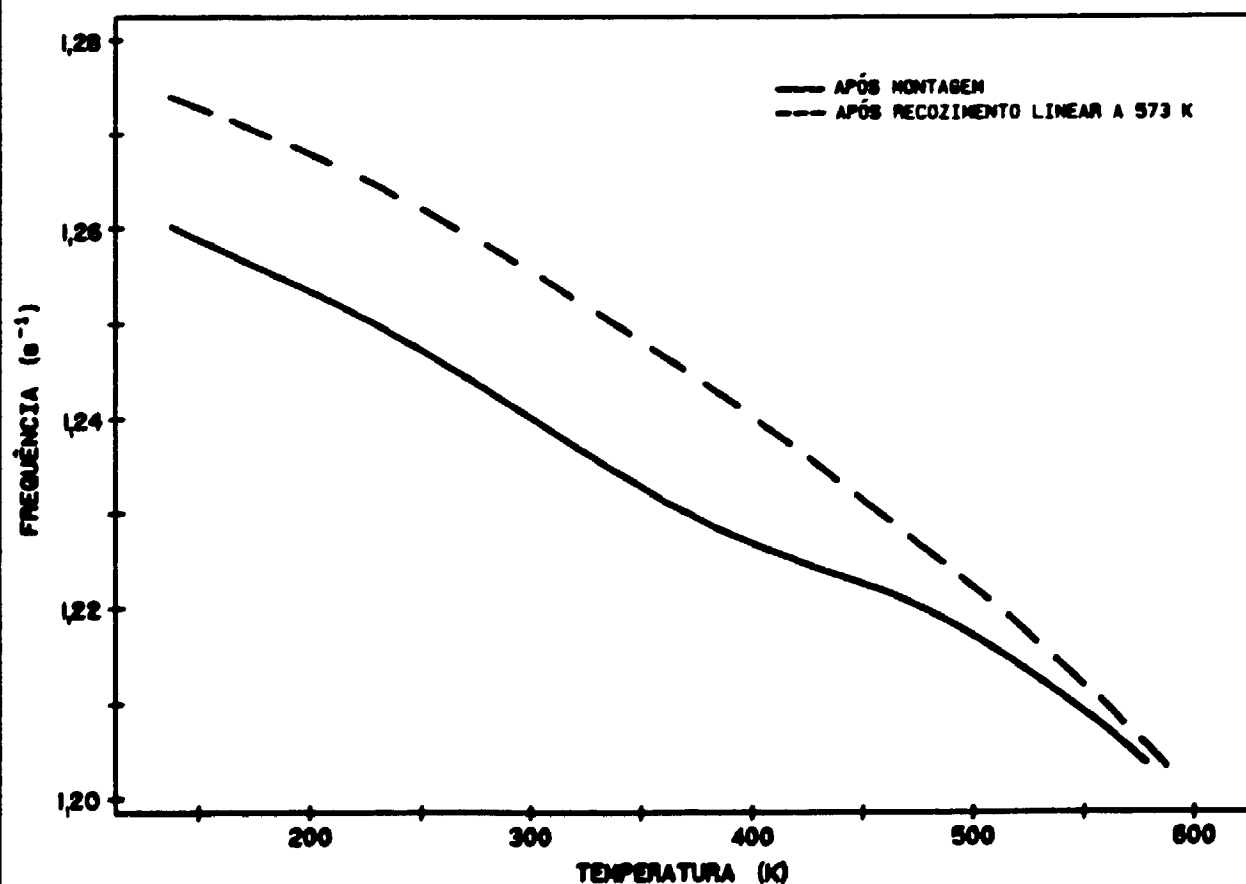


Figura 78: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 84. (Liga 1)

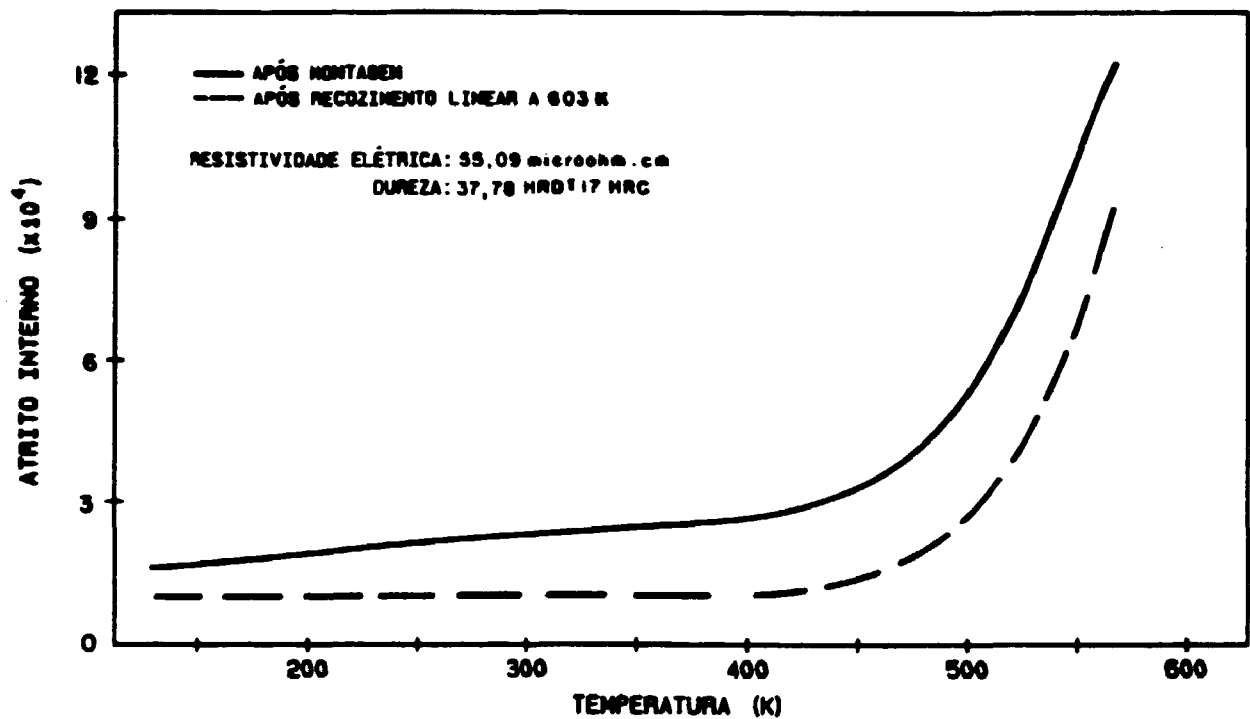


Figura 79: Espectro de atrito interno de amostra sem solubilização envelhecida por aquecimento direto a 758 K por 5 minutos seguindo de resfriamento imperfeito. (Liga 1)

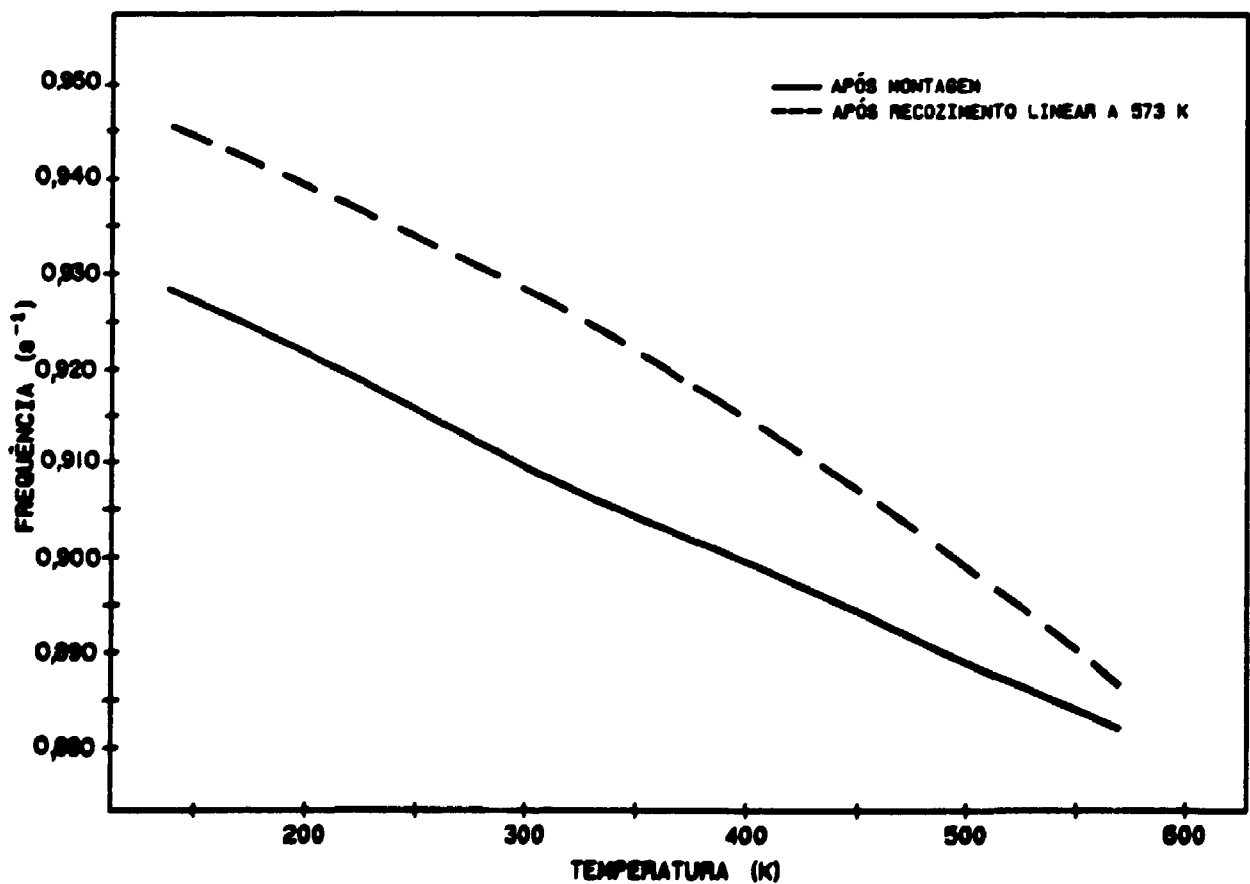


Figura 80: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 86. (Liga 1)

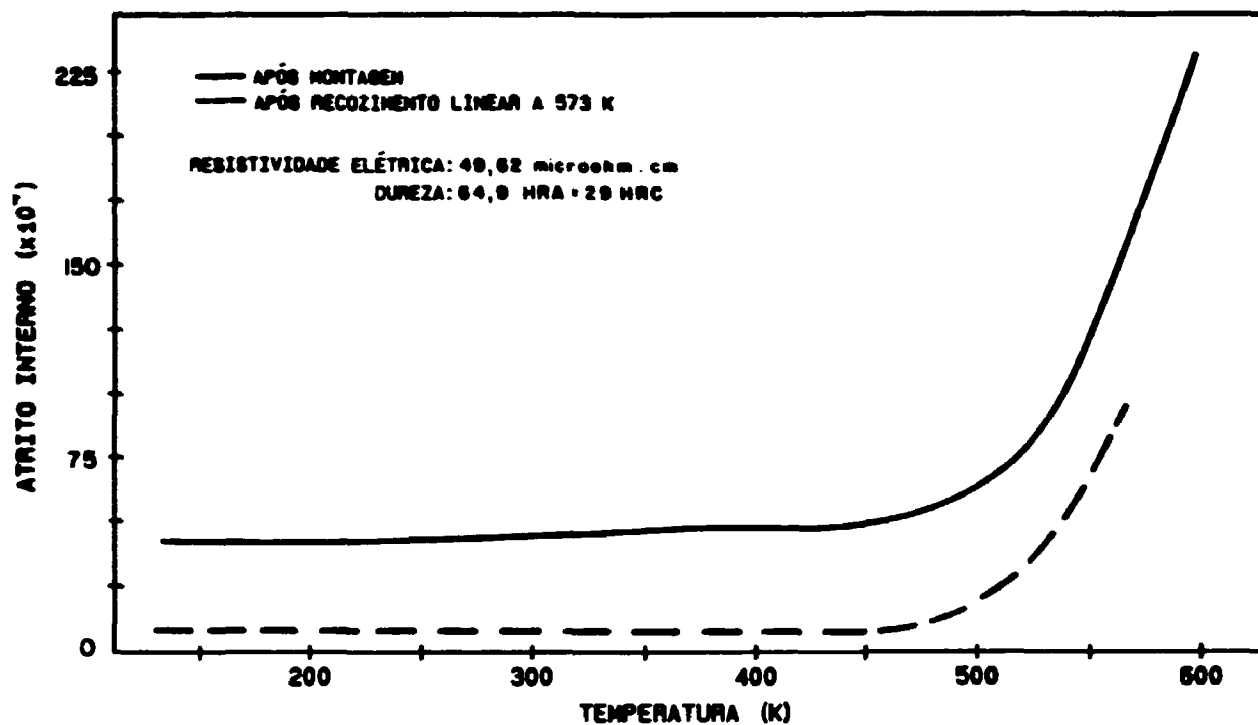


Figura 81: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento interno a 758 K por 5 minutos seguida de resfriamento rápido. (Liga 1)

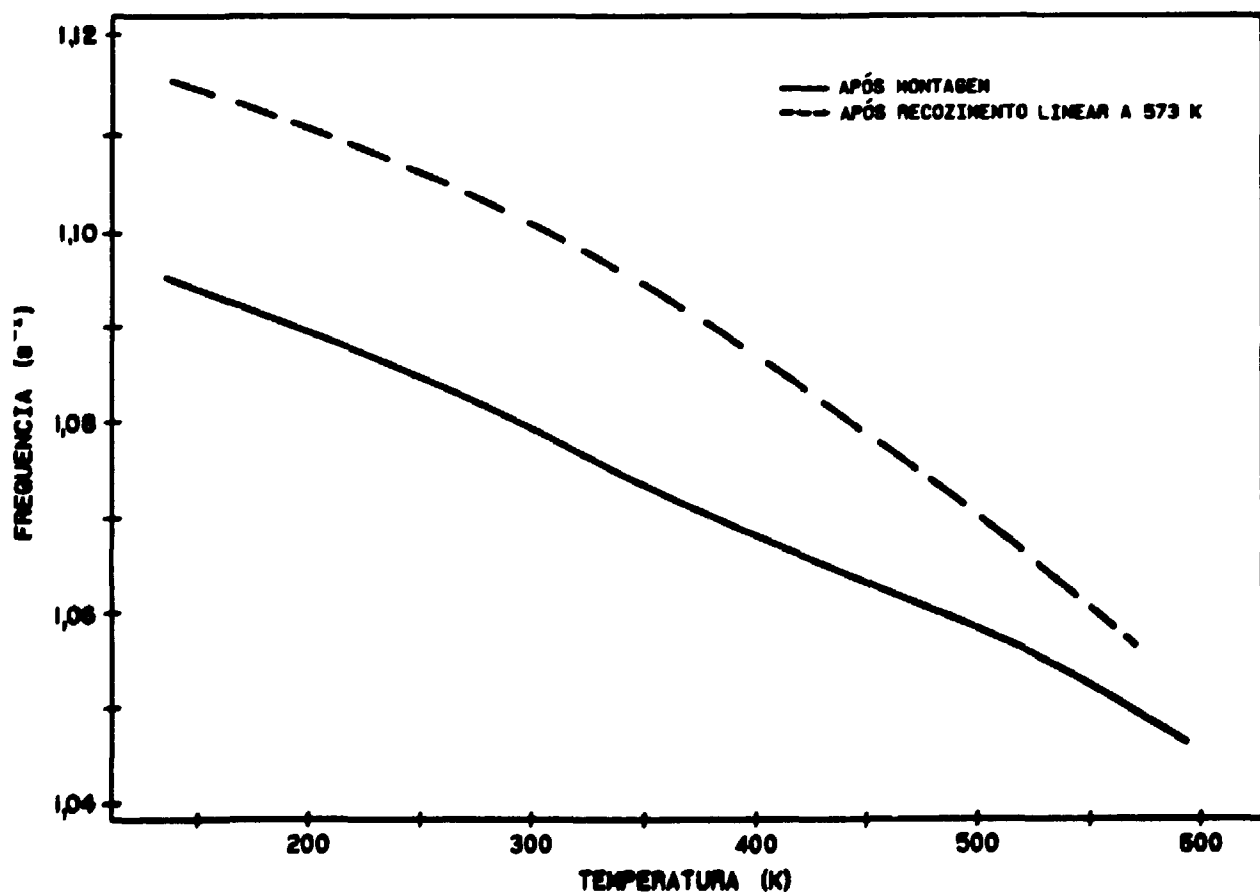


Figura 82: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 88. (Liga 1)

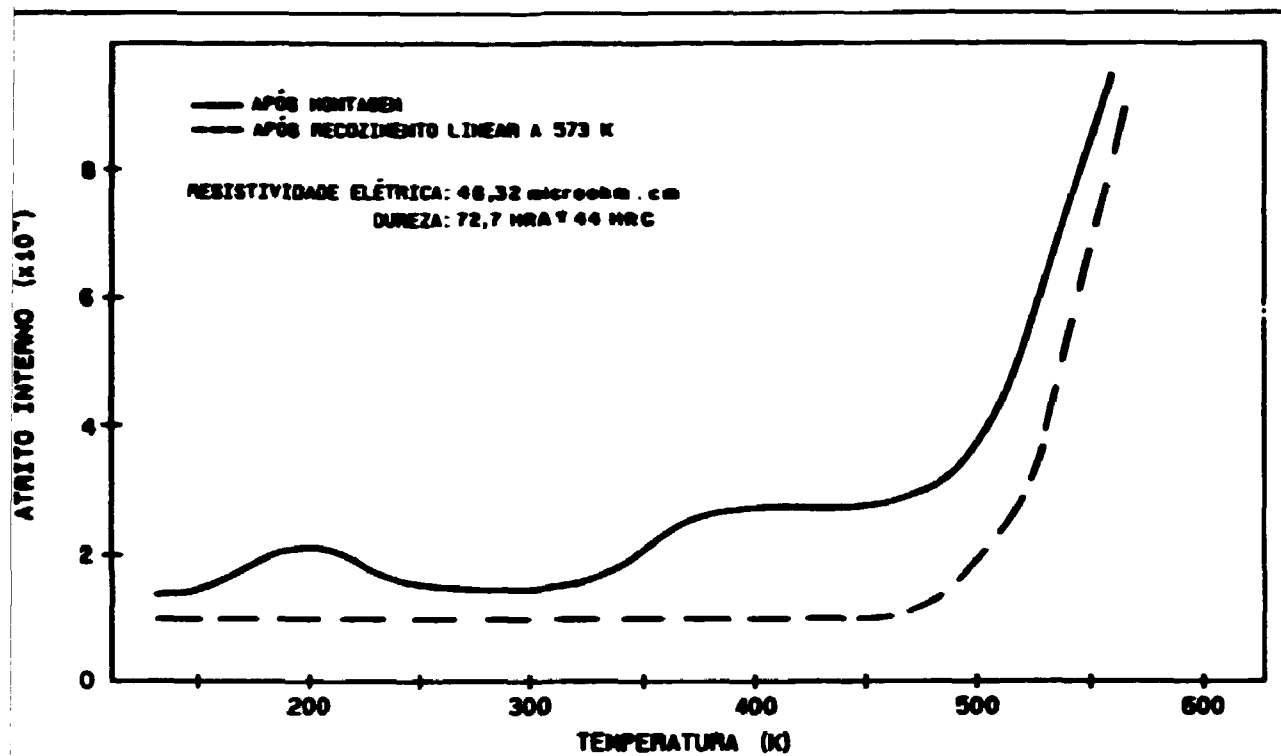


Figura 83: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 50 minutos seguido de resfriamento rápido. (Liga 1)

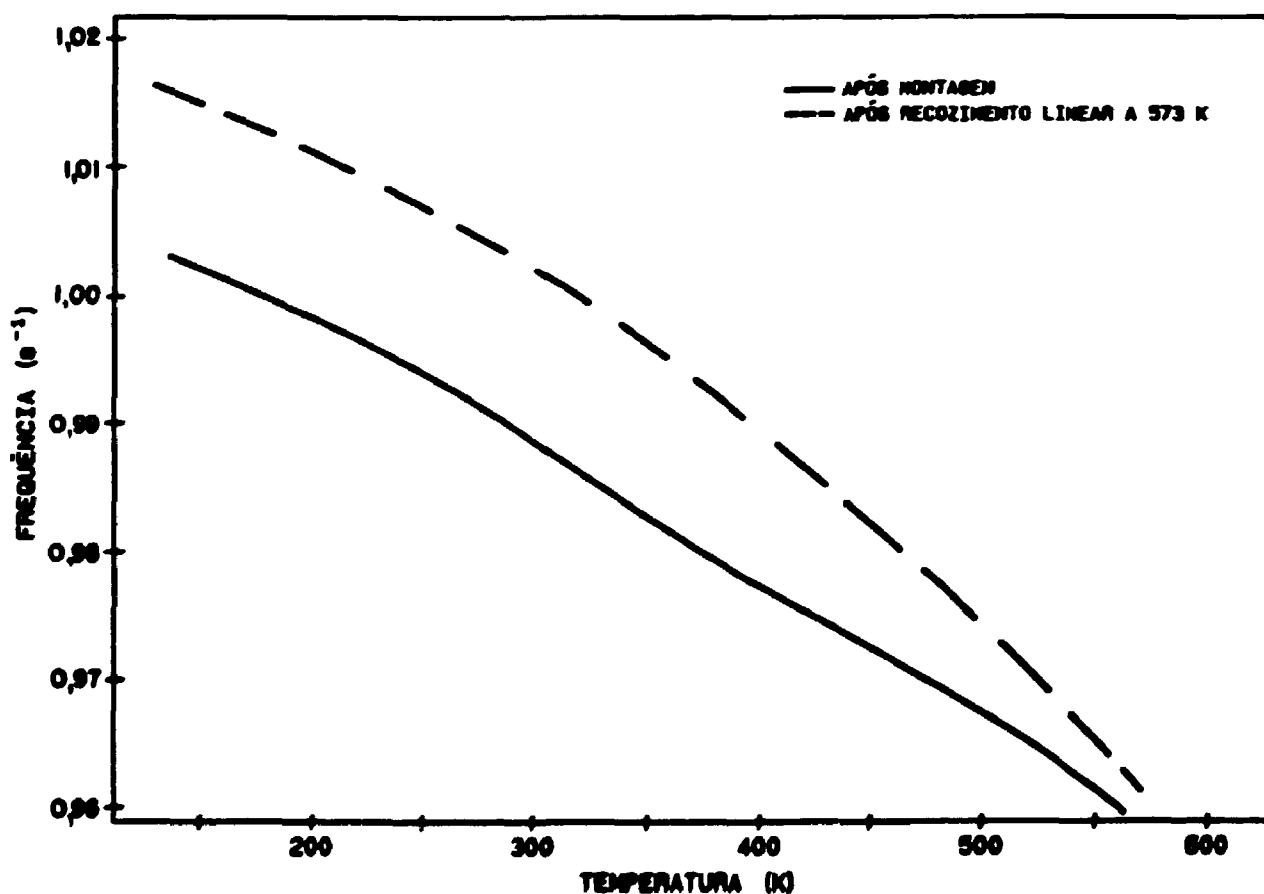


Figura 84: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 90. (Liga 1)

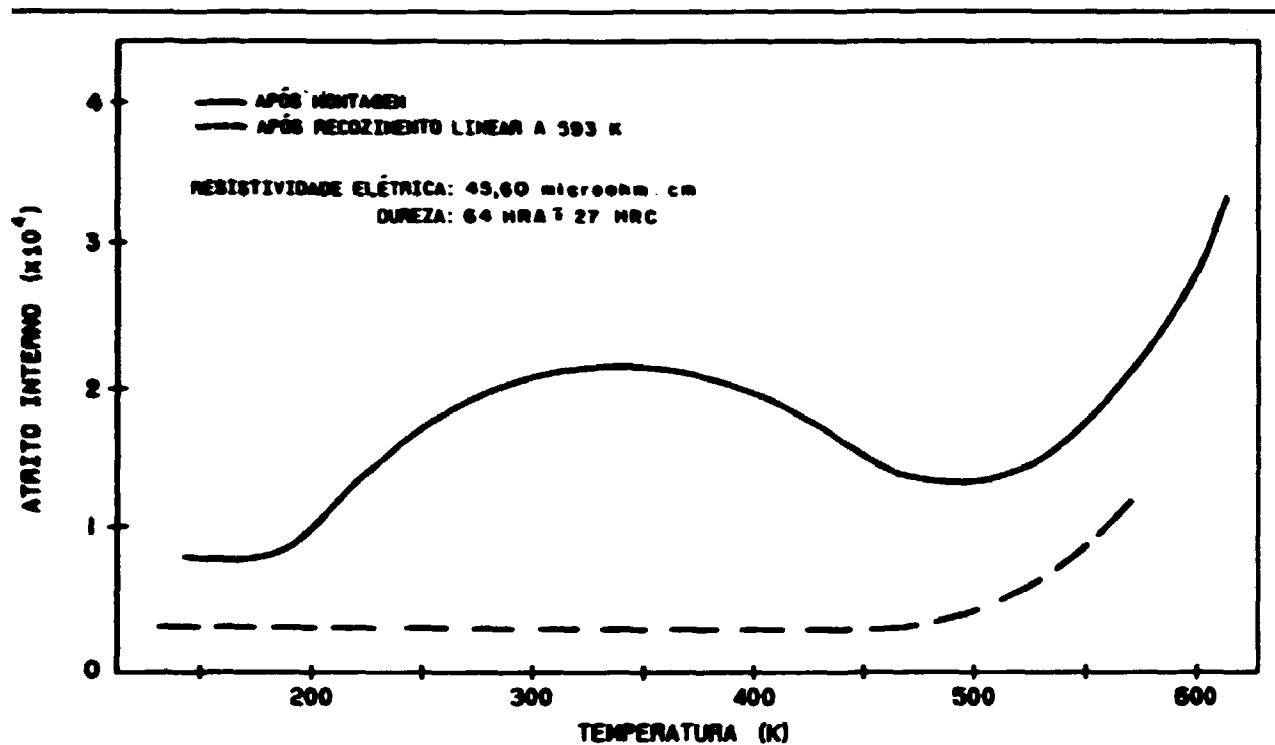


Figura 85: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida por aquecimento interno a 758 K por 1 hora seguida de resfriamento ao ar (Liga 1)

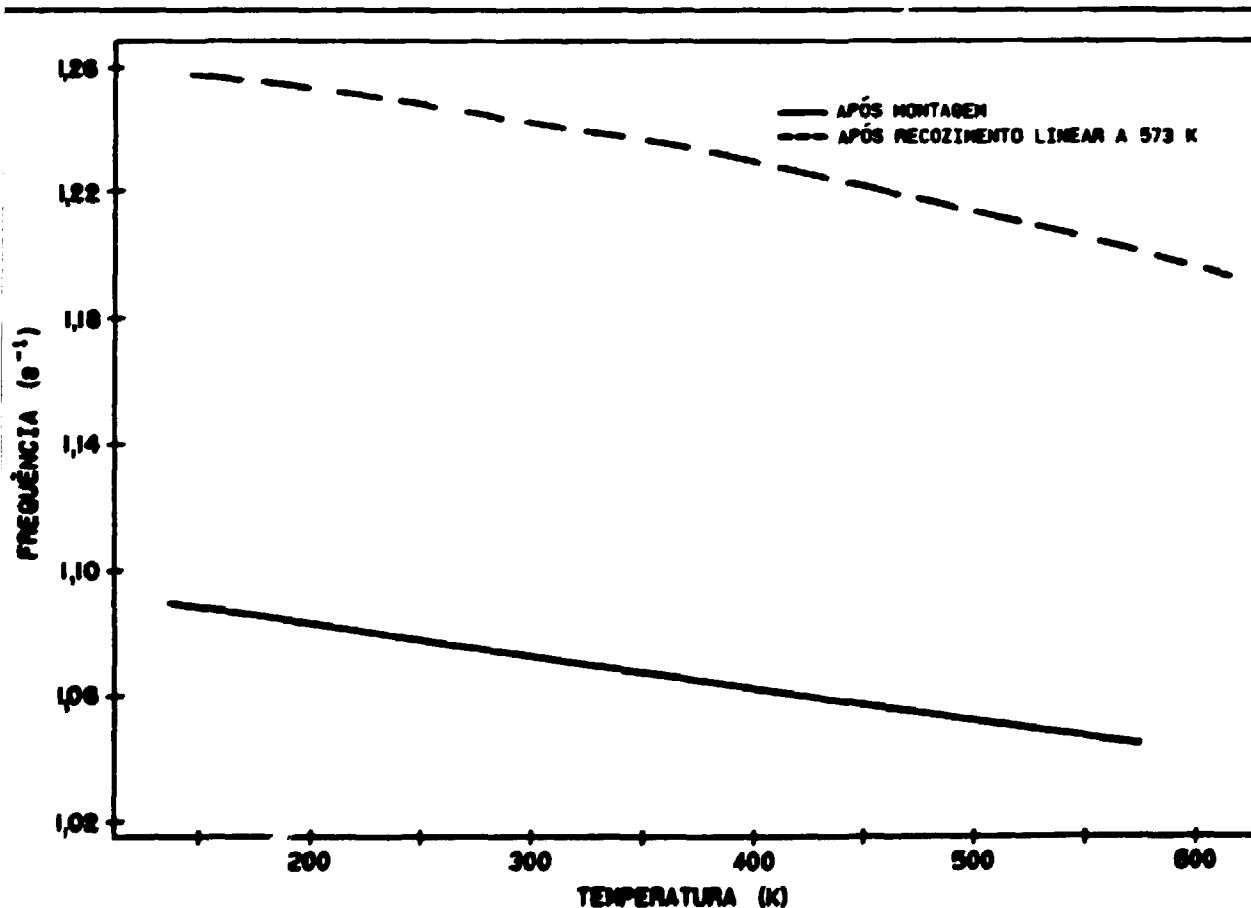


Figura 86: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 92. (Liga 1)

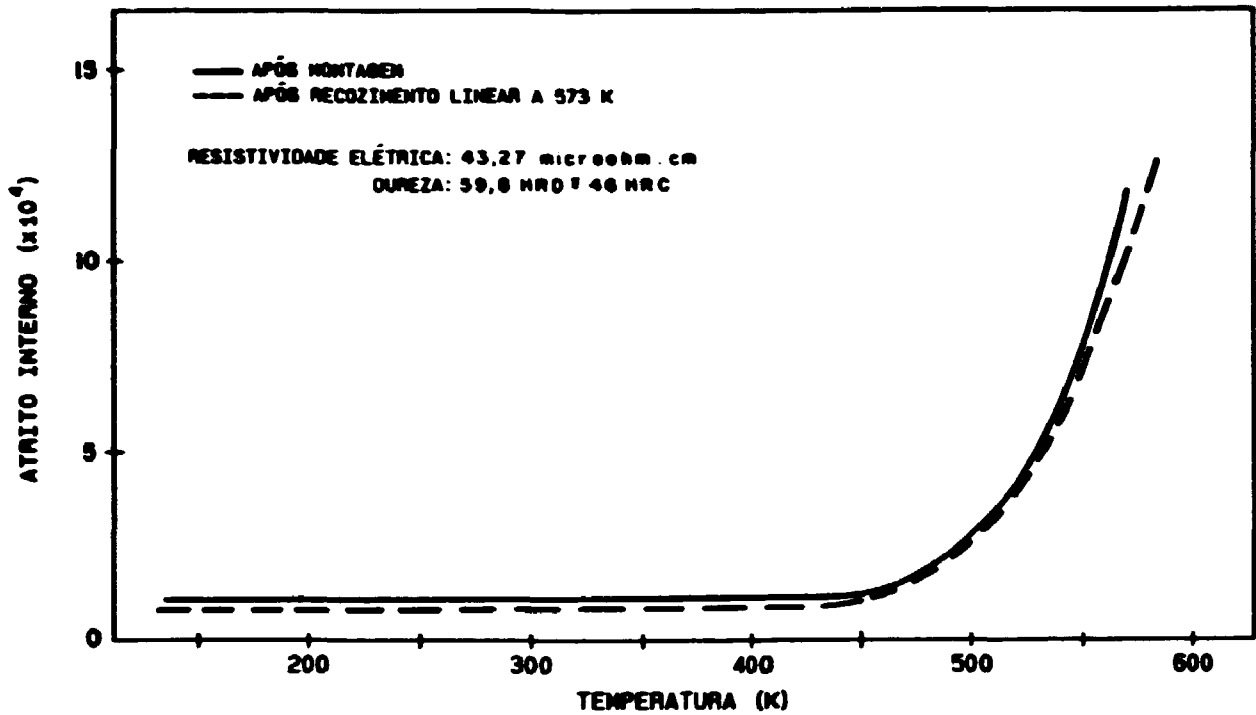


Figura 87: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 1 hora seguida de resfriamento ao ar. (Liga 1)

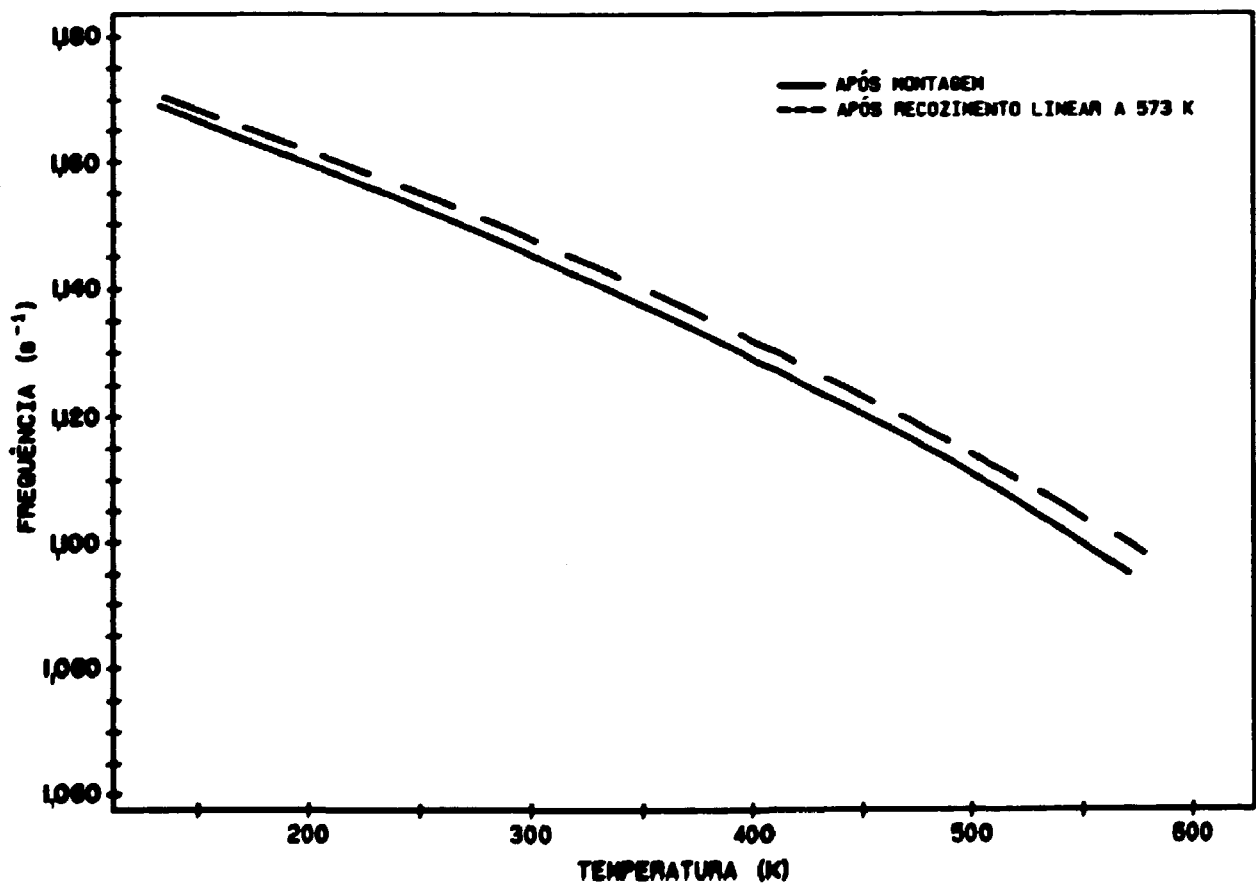


Figura 88: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 94. (Liga 1)

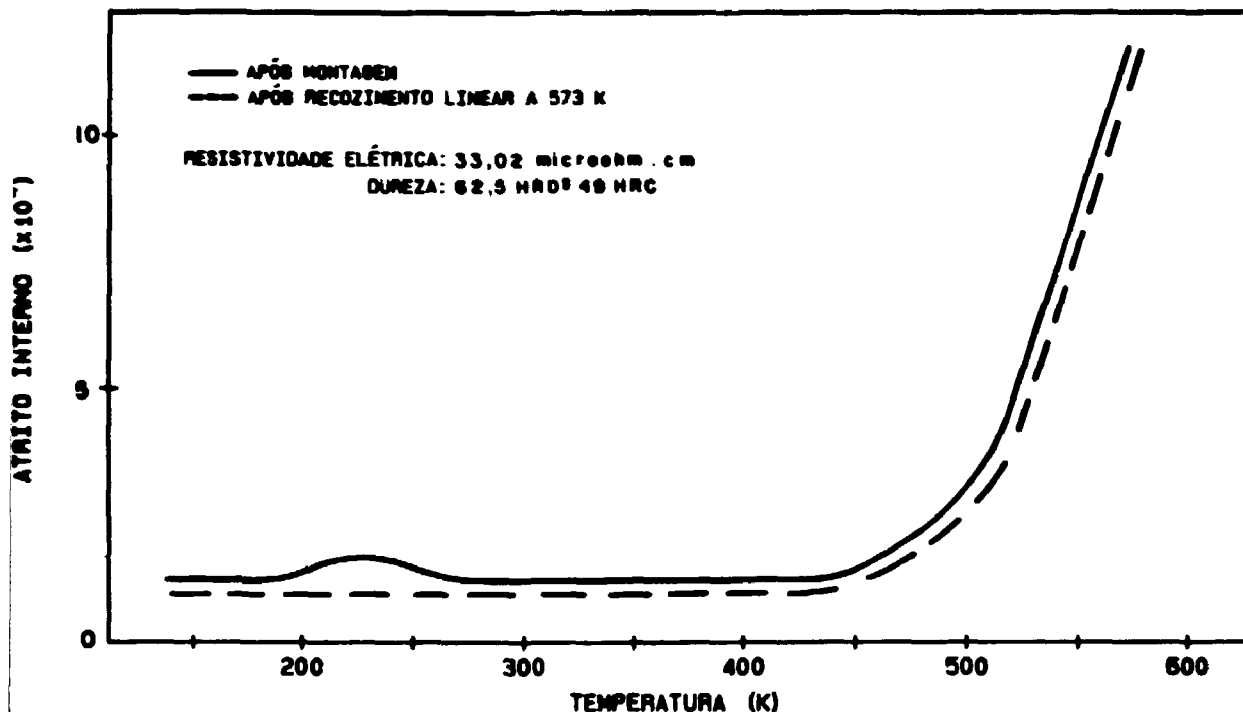


Figura 89: Espectro do atrito interno de amostra solubilizado a 1093 K e envelhecidos no forno a 758 K por 3 horas seguido de resfriamento ao ar, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

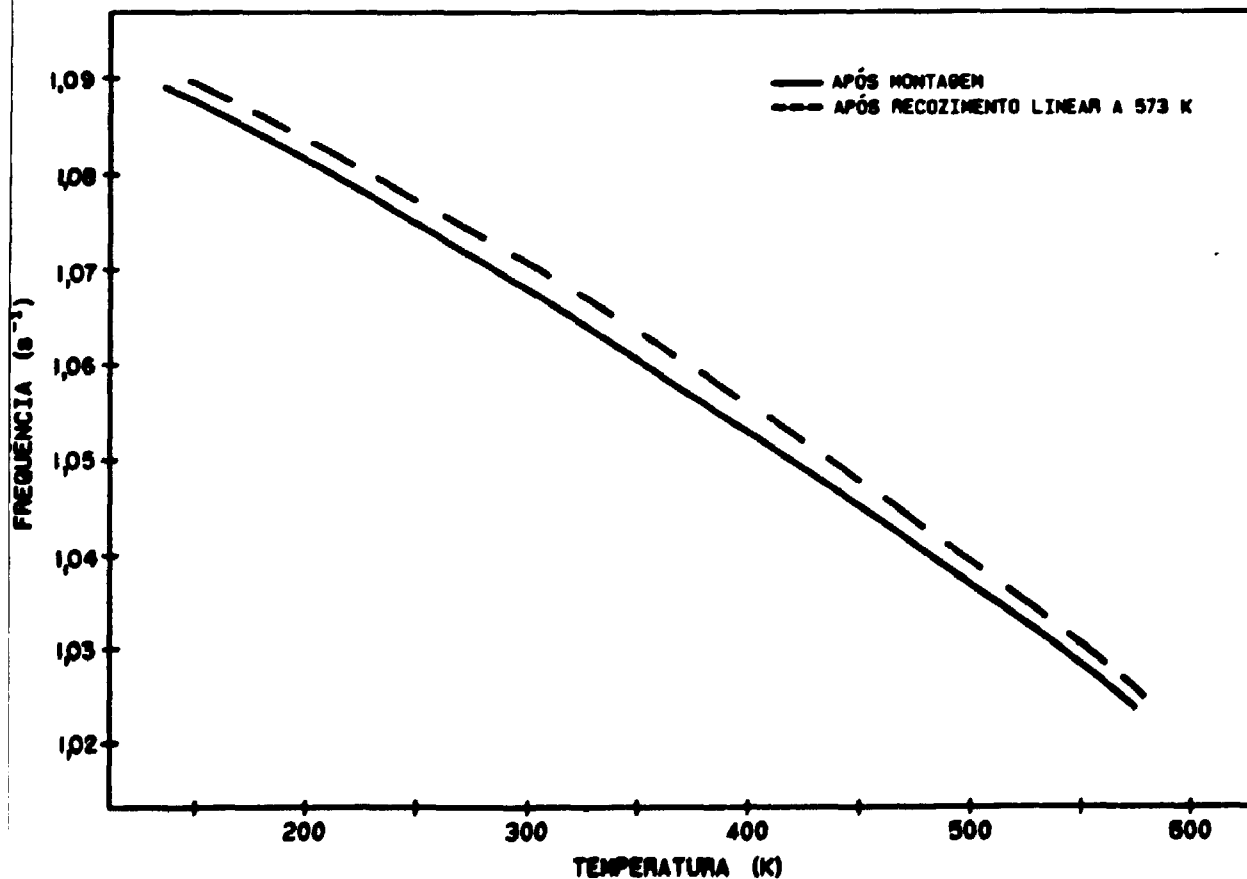


Figura 90: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 96. (Liga 1)

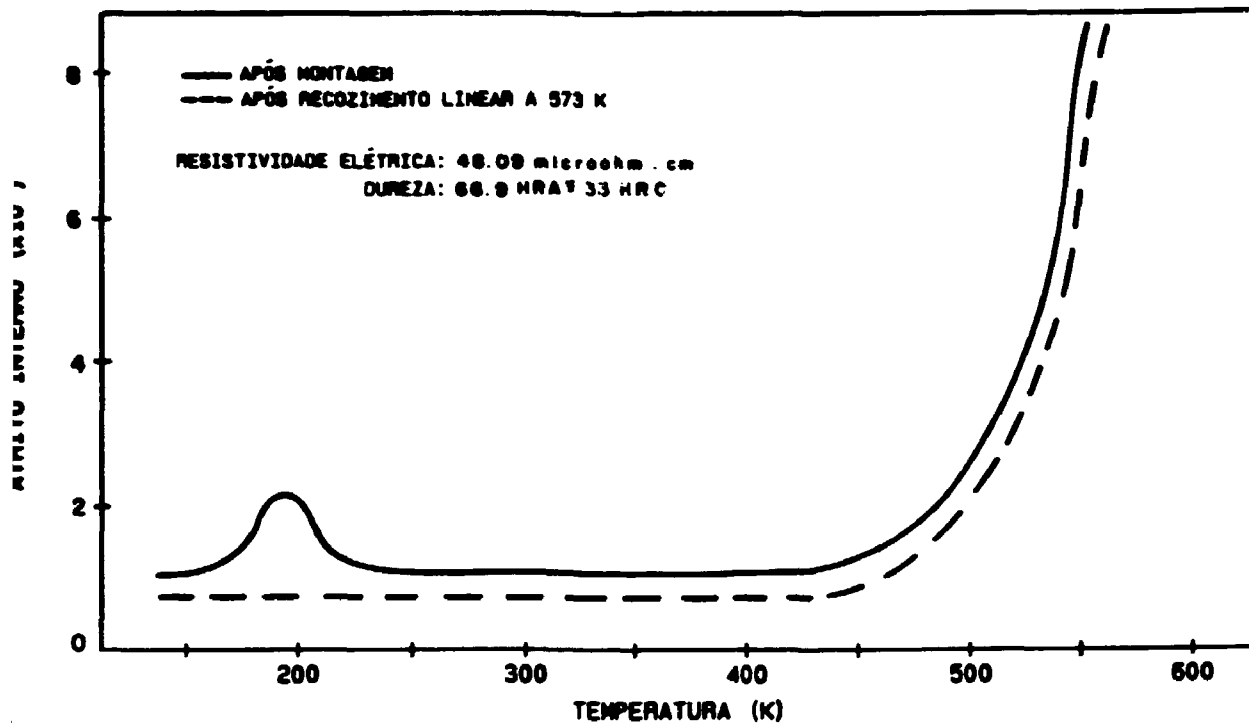


Figura 91: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

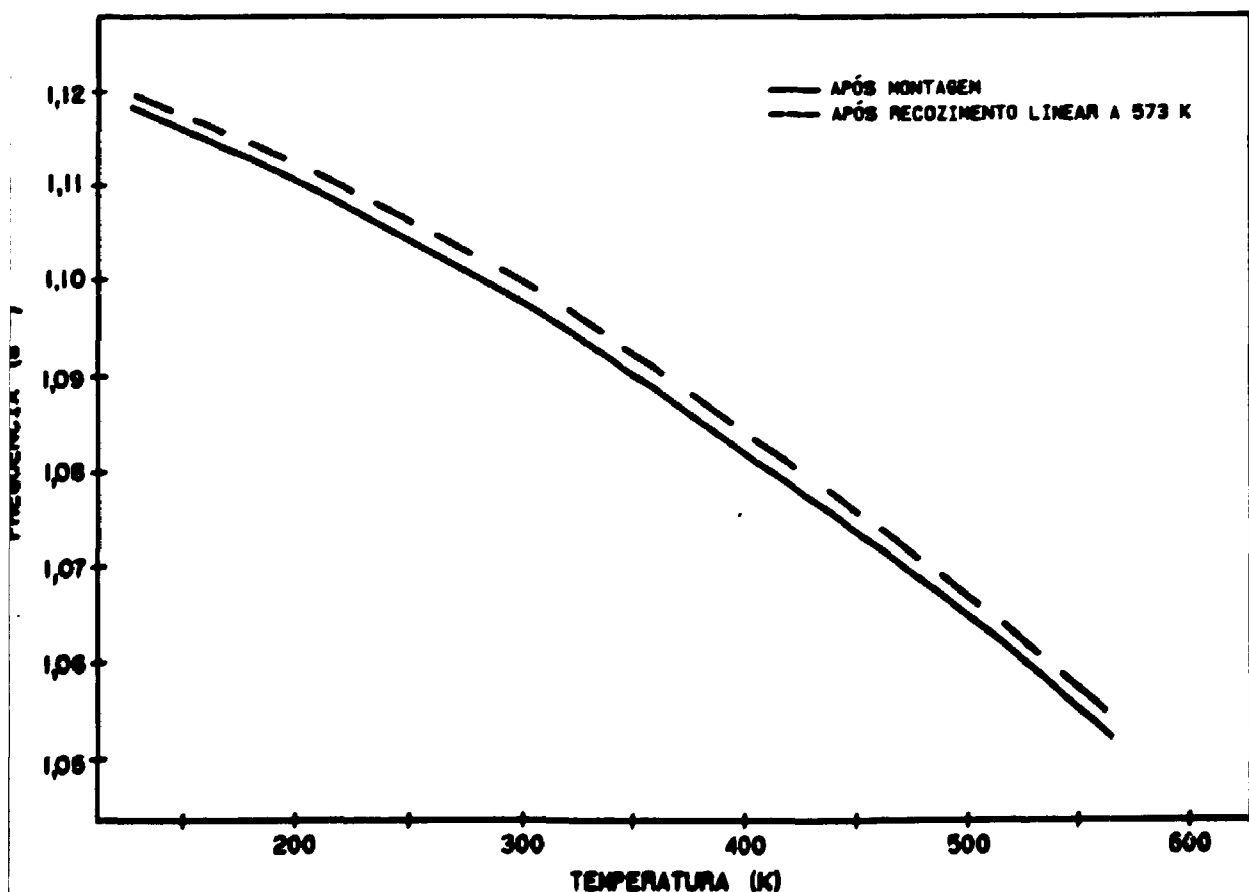


Figura 92: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 98. (Liga 1)

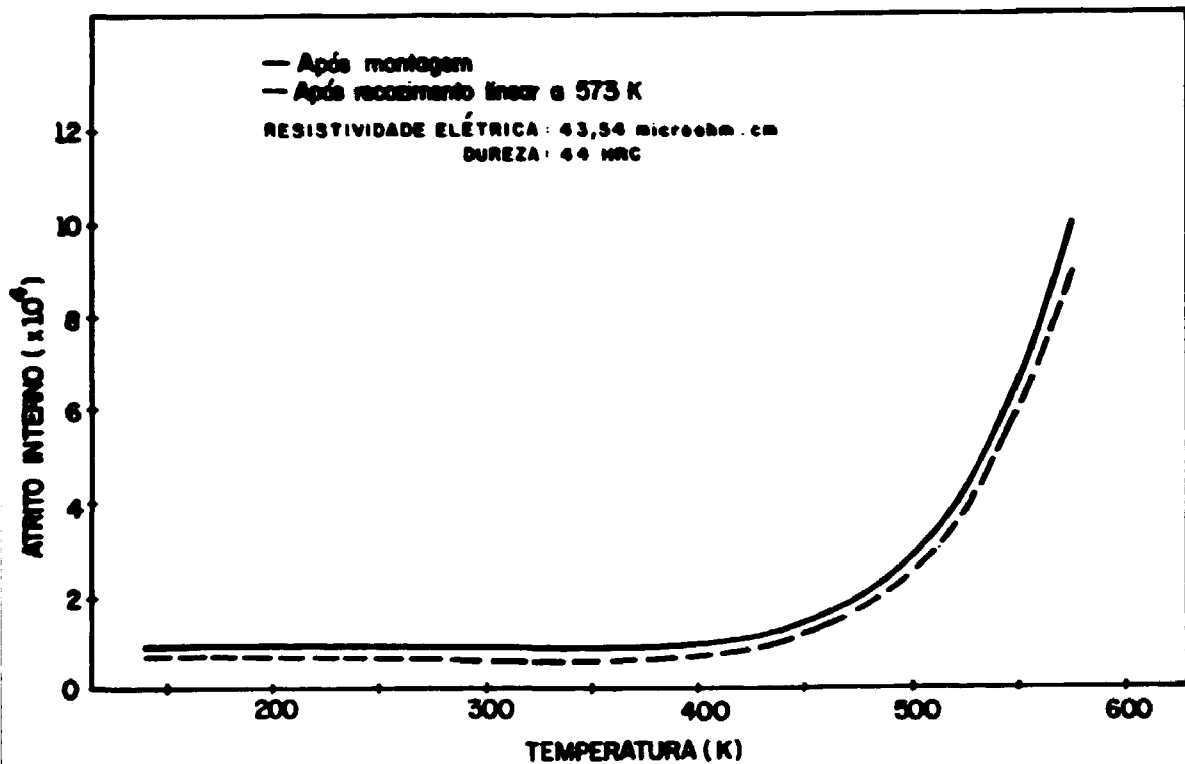


Figura 93: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecido no forno a 758 K por 5 minutos com resfriamento na água, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

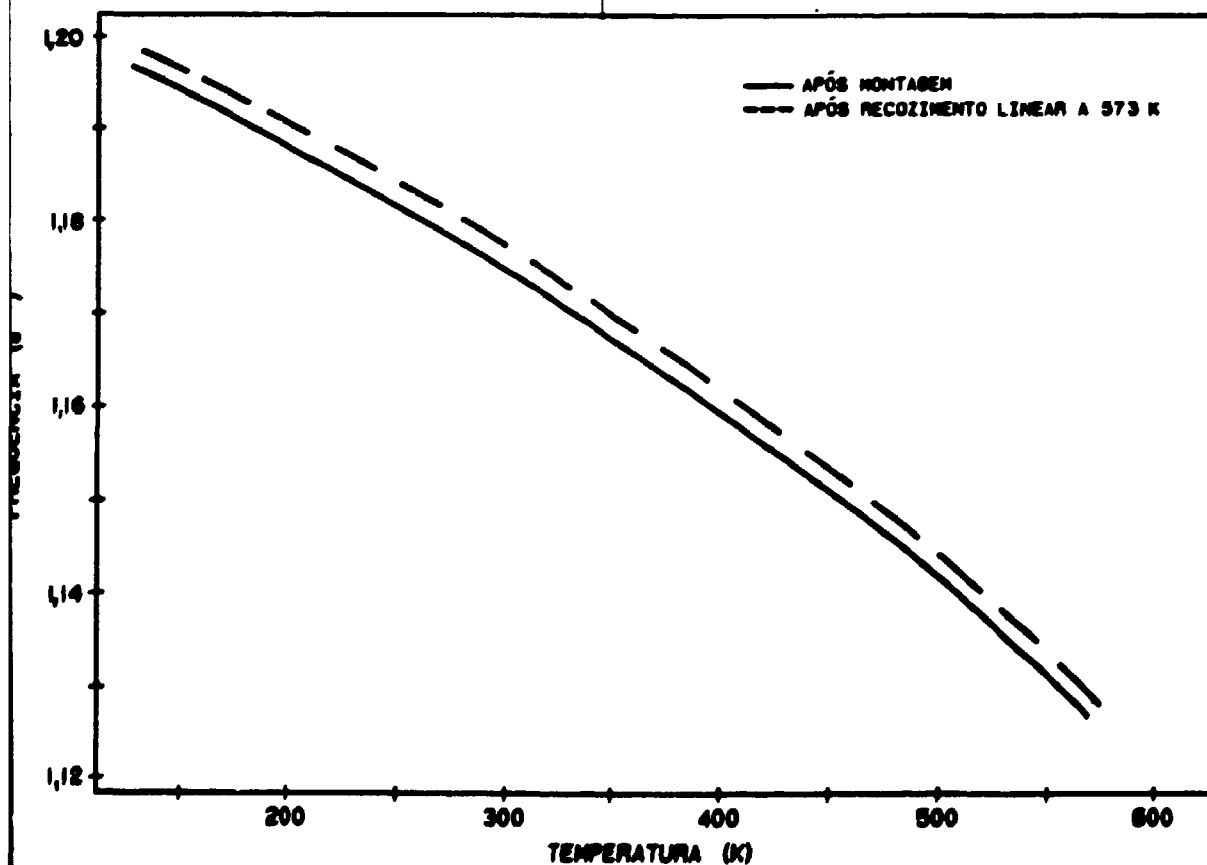


Figura 94: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 100. (Liga 1)

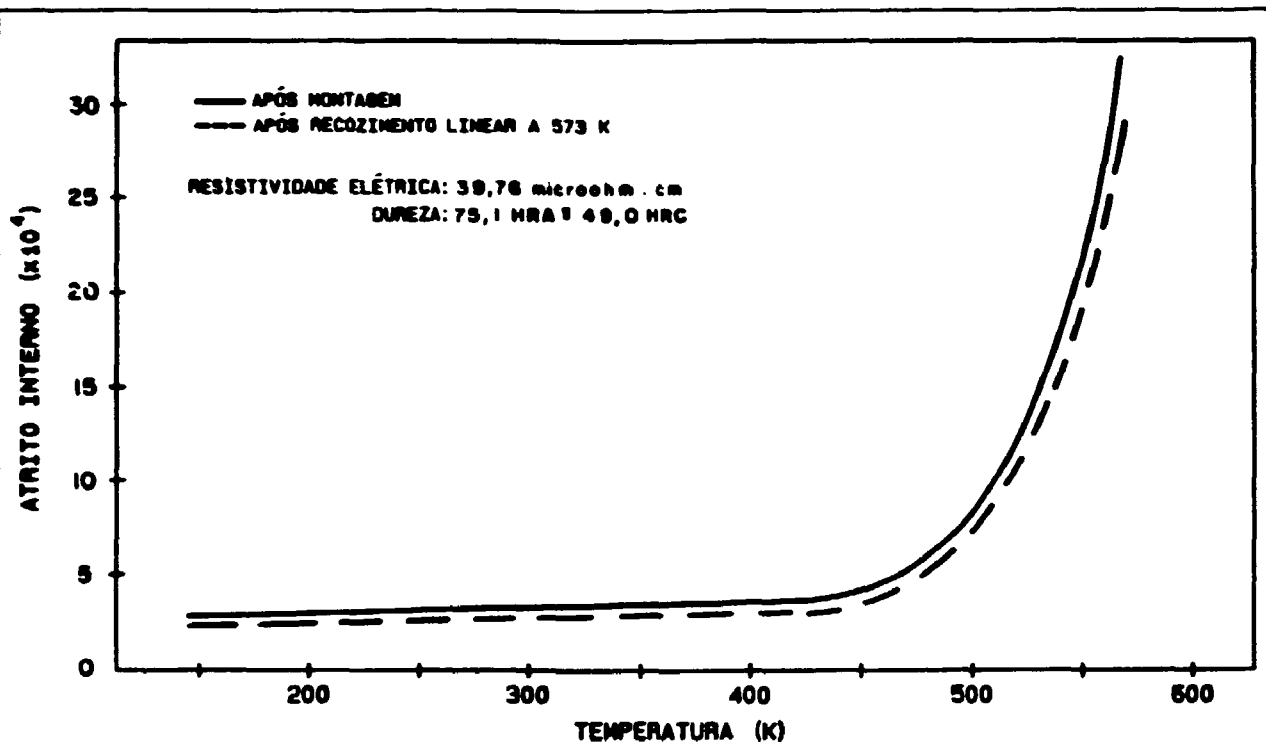


Figura 95: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 50 minutos com resfriamento na água, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

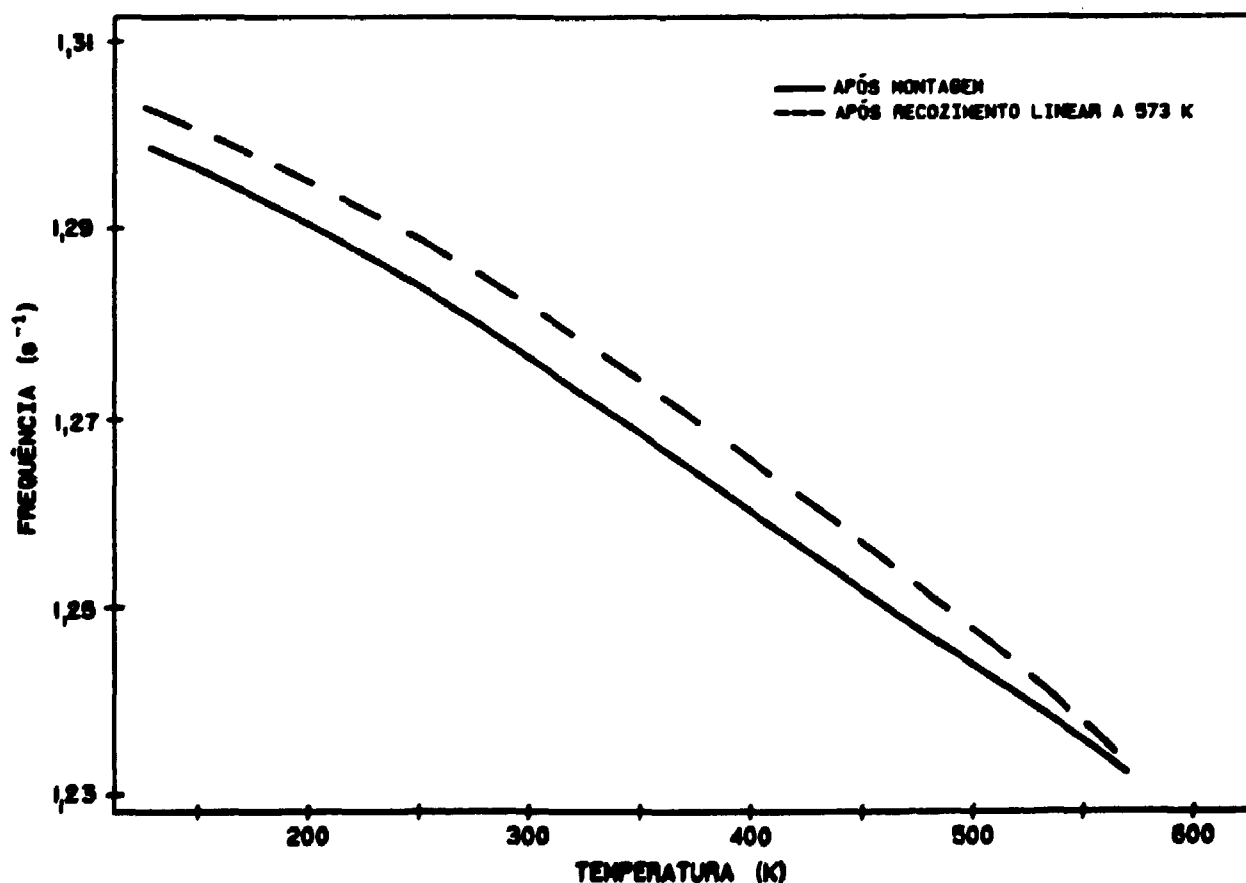


Figura 96: Espectro da frequência de amostra preparada e ensaiada conforme figura 103. (Liga 1)

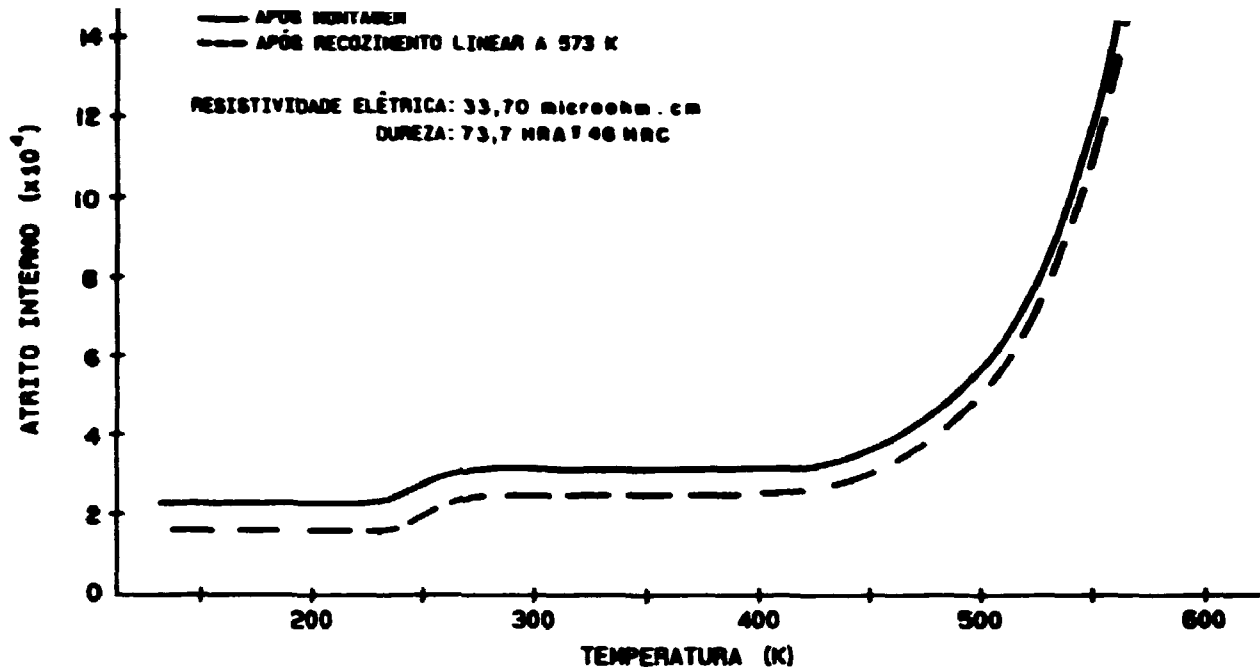


Figura 97: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 500 minutos com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

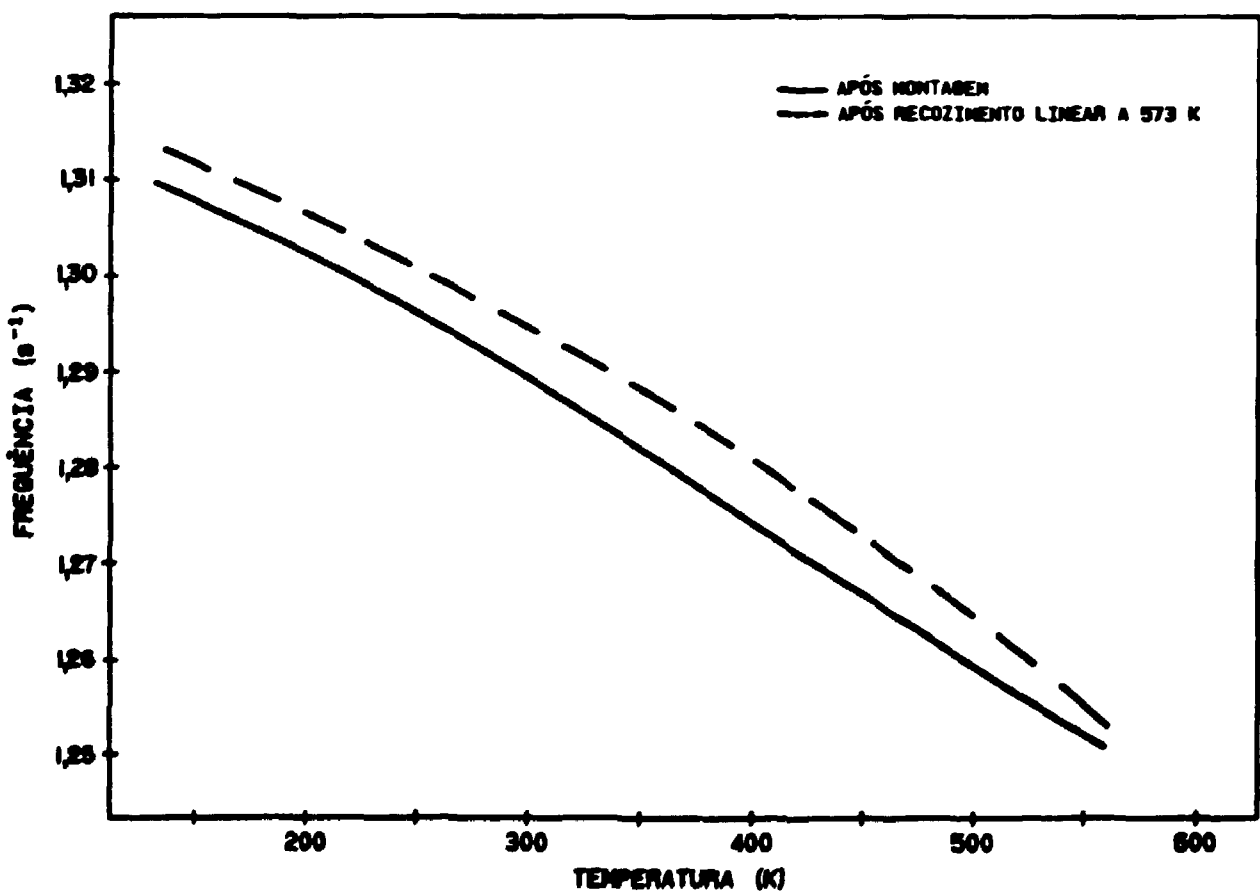


Figura 98: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 104. (Liga 1)

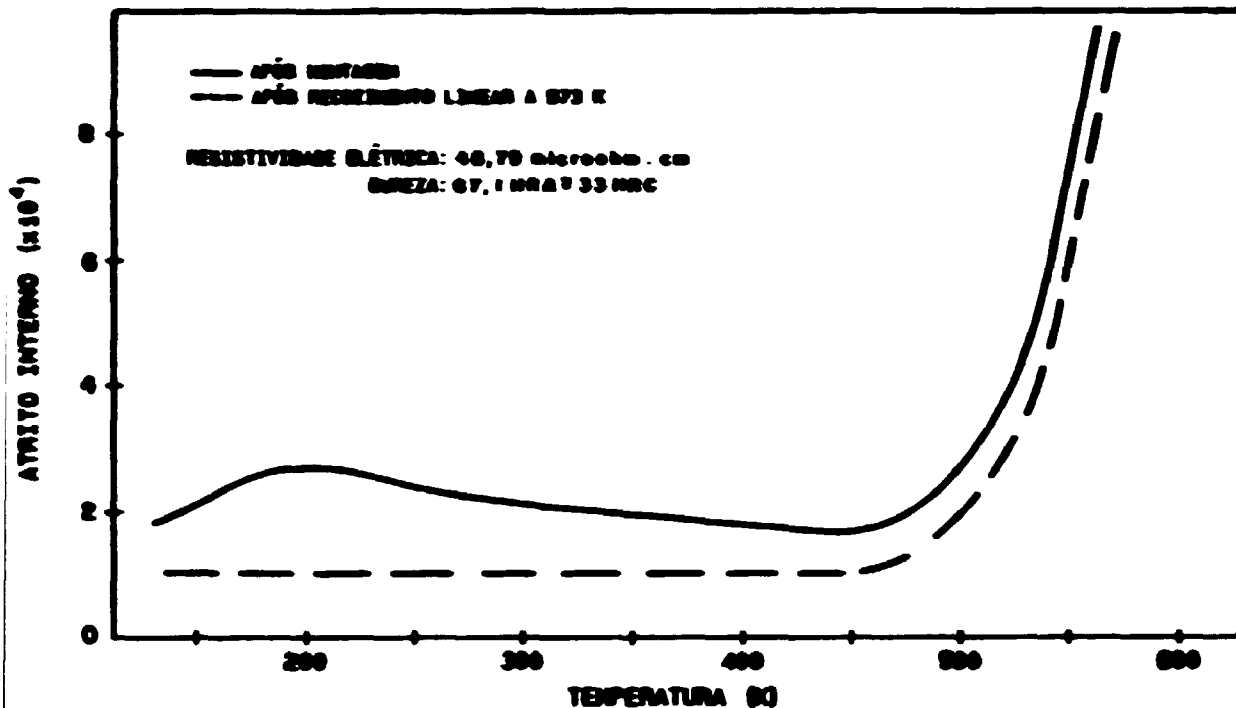


Figura 99: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 1/2 minuto seguido de resfriamento ao ar, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

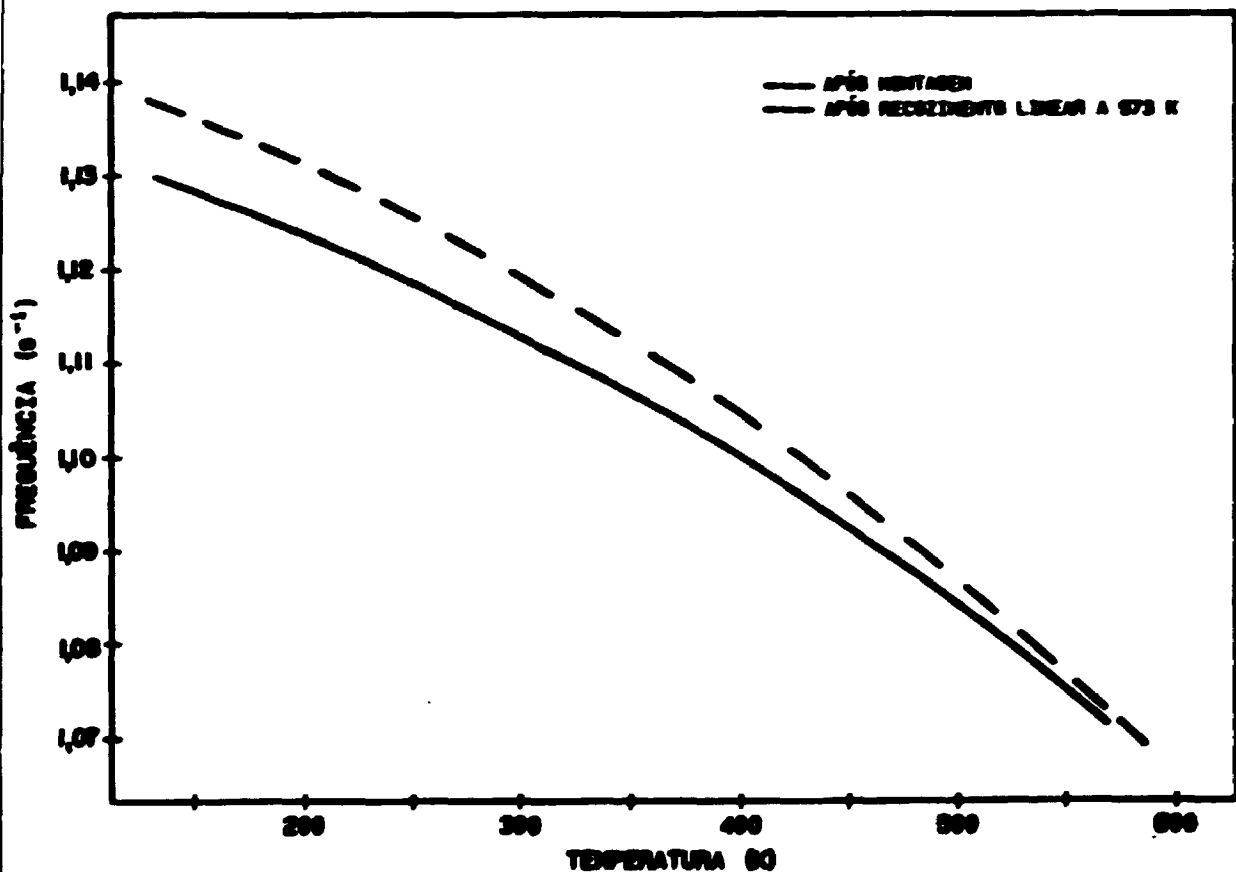


Figura 100: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 1/2 minuto seguido de resfriamento ao ar. (Liga 1)

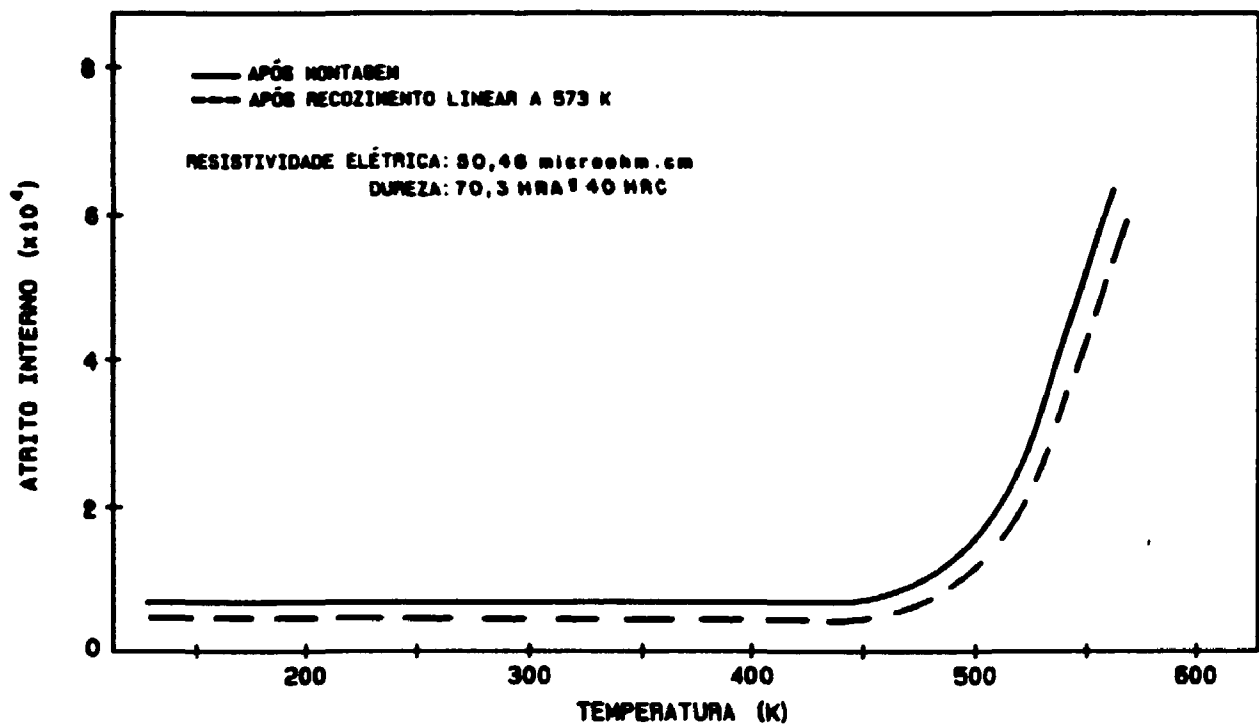


Figura 101: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 5 minutos seguido de resfriamento ao ar, com indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 1)

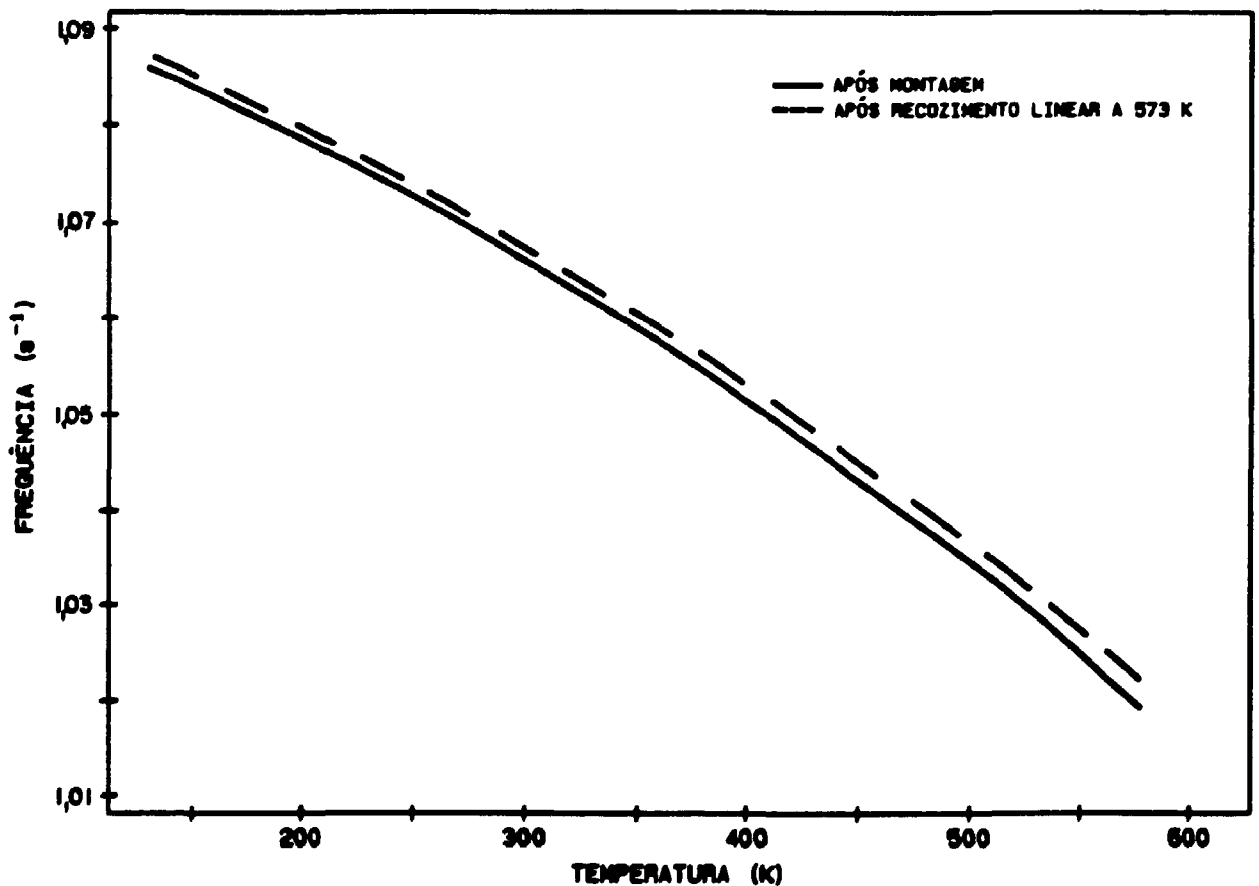


Figura 102: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 5 minutos, seguido de resfriamento ao ar. (Liga 1)

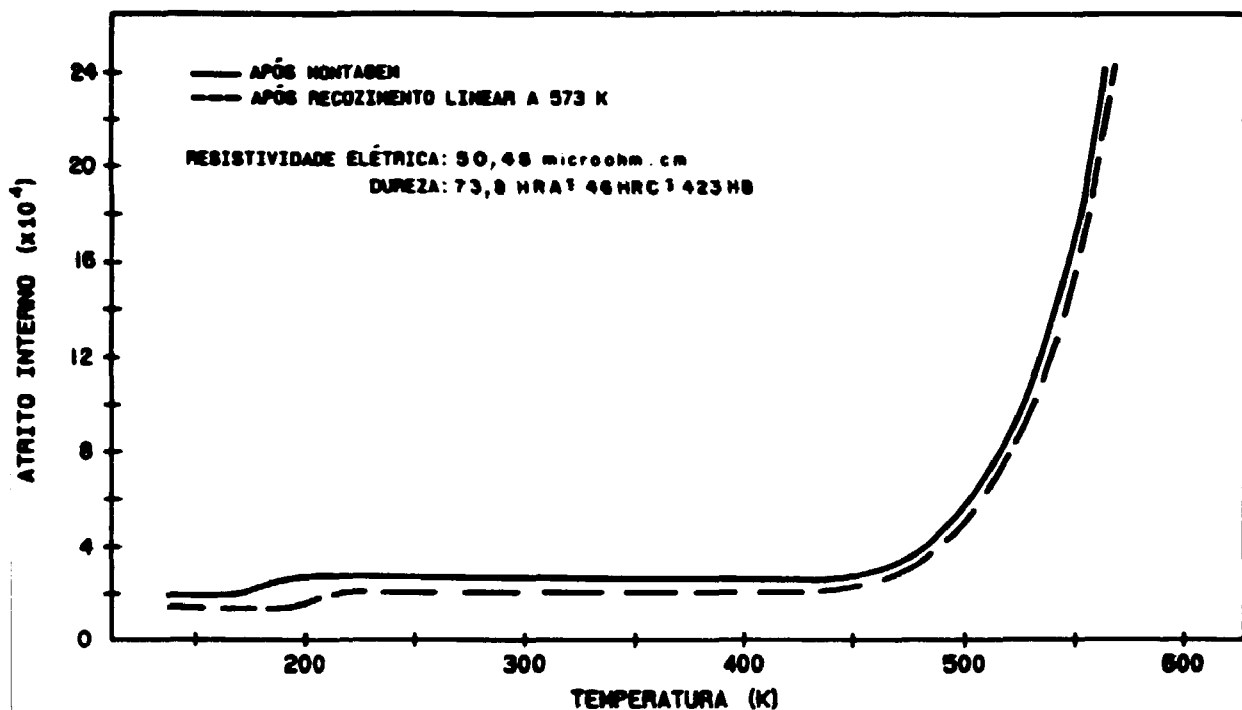


Figura 103: Espectro de atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 500 minutos seguido de resfriamento ao ar, com indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 1)

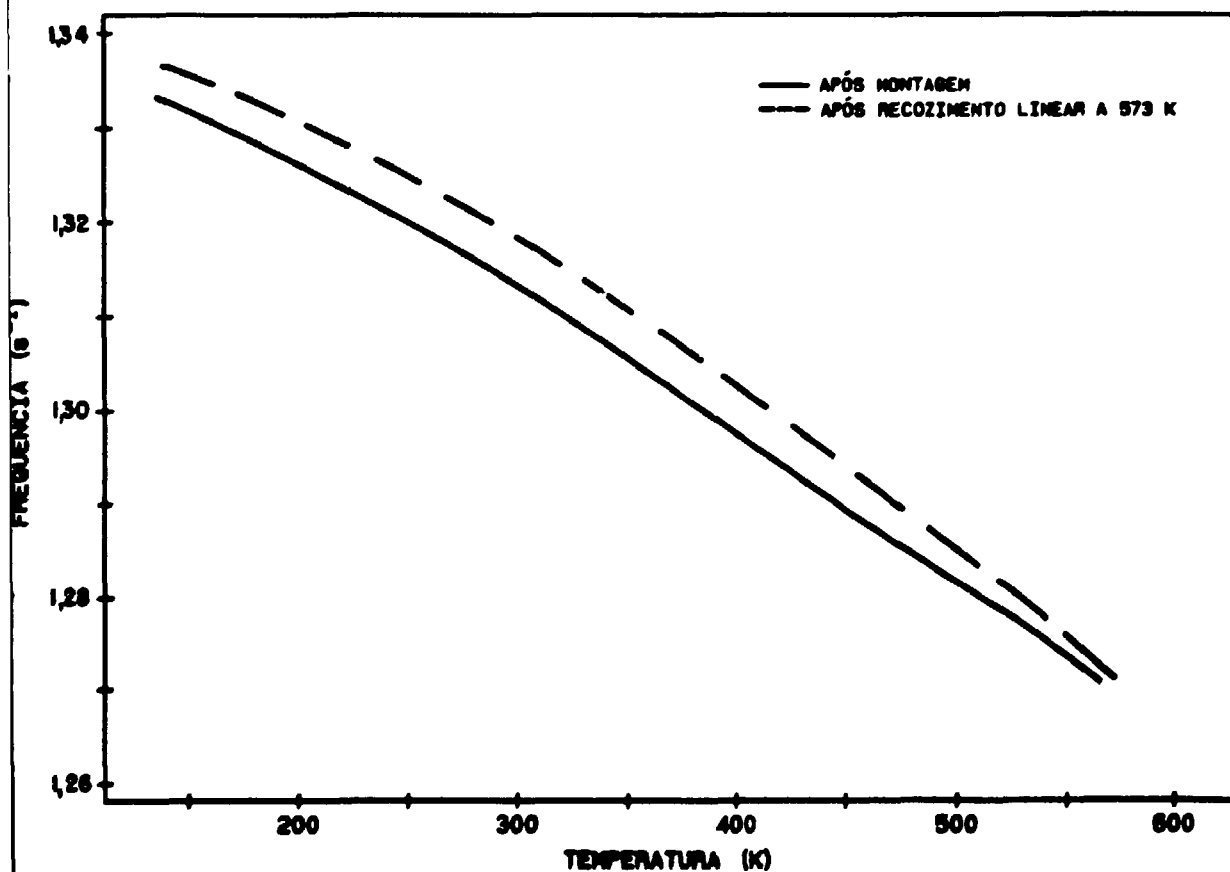


Figura 104: Espectro da frequência de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 500 minutos seguido de resfriamento ao ar. (Liga 1)

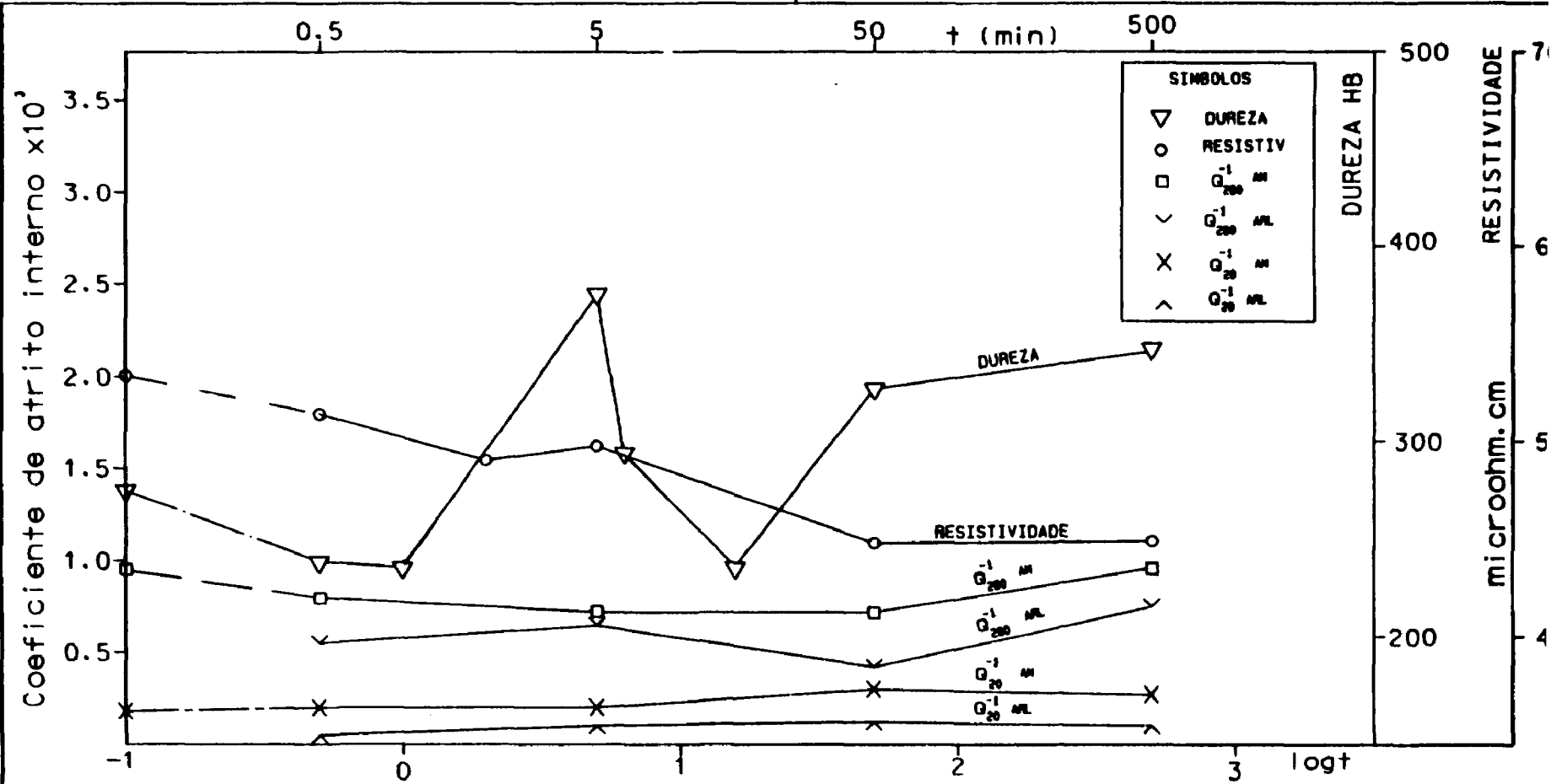


Figura 105 : Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e do Coeficiente de Atrito Interno na condição "após montagem" AM, e na condição "após recozimento linear no pendulo" ARL, nas temperaturas de 20C (293K) e 280C (553K), ρ_{20}^{-1} e ρ_{280}^{-1} para a liga 1 sem solubilização e envelhecida por aquecimento direto

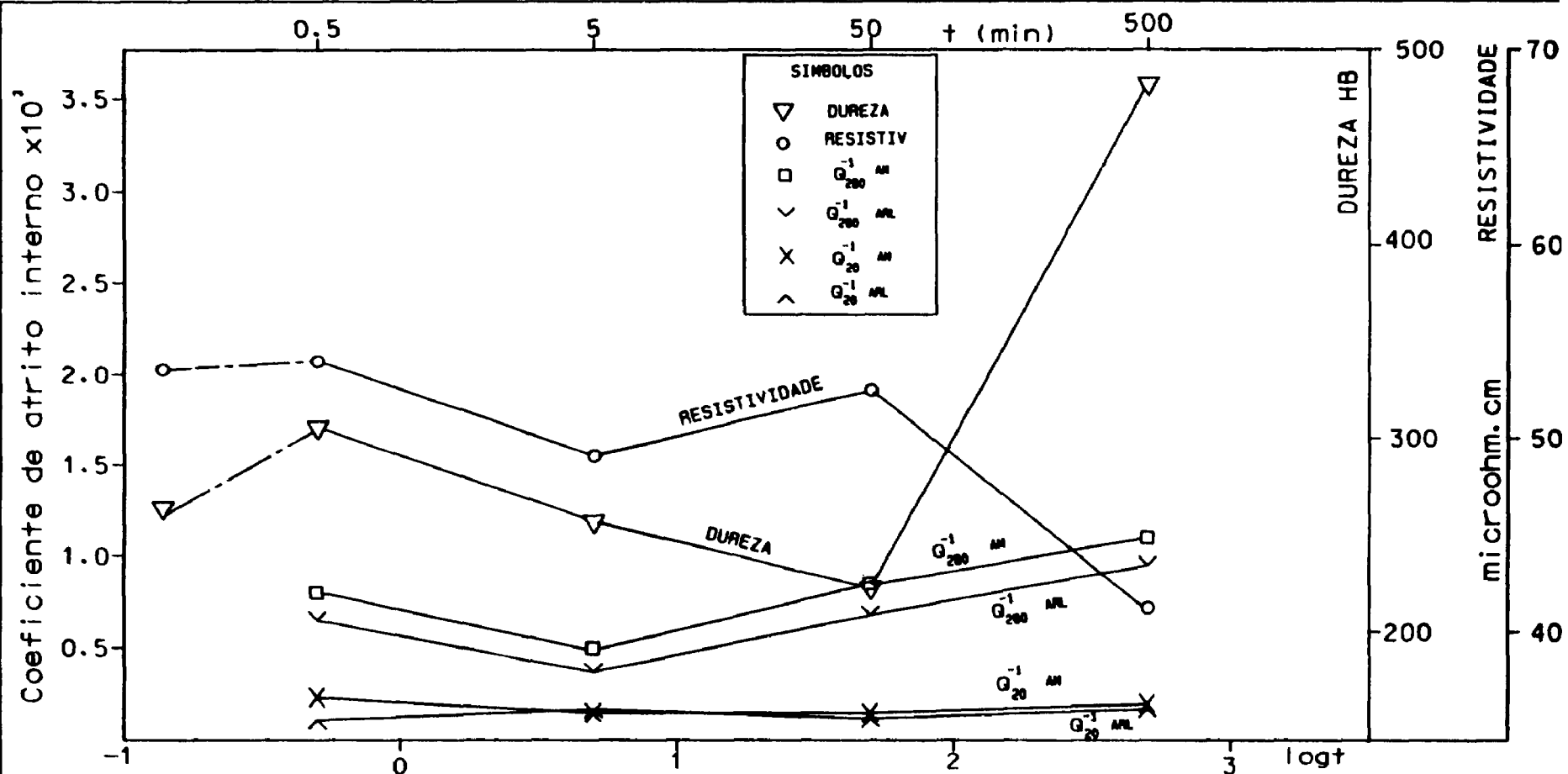


Figura 106 : Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e do Coeficiente de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{280}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostra da liga 1 solubilizada a 1093K e envelhecidas por aquecimento interno a 723K

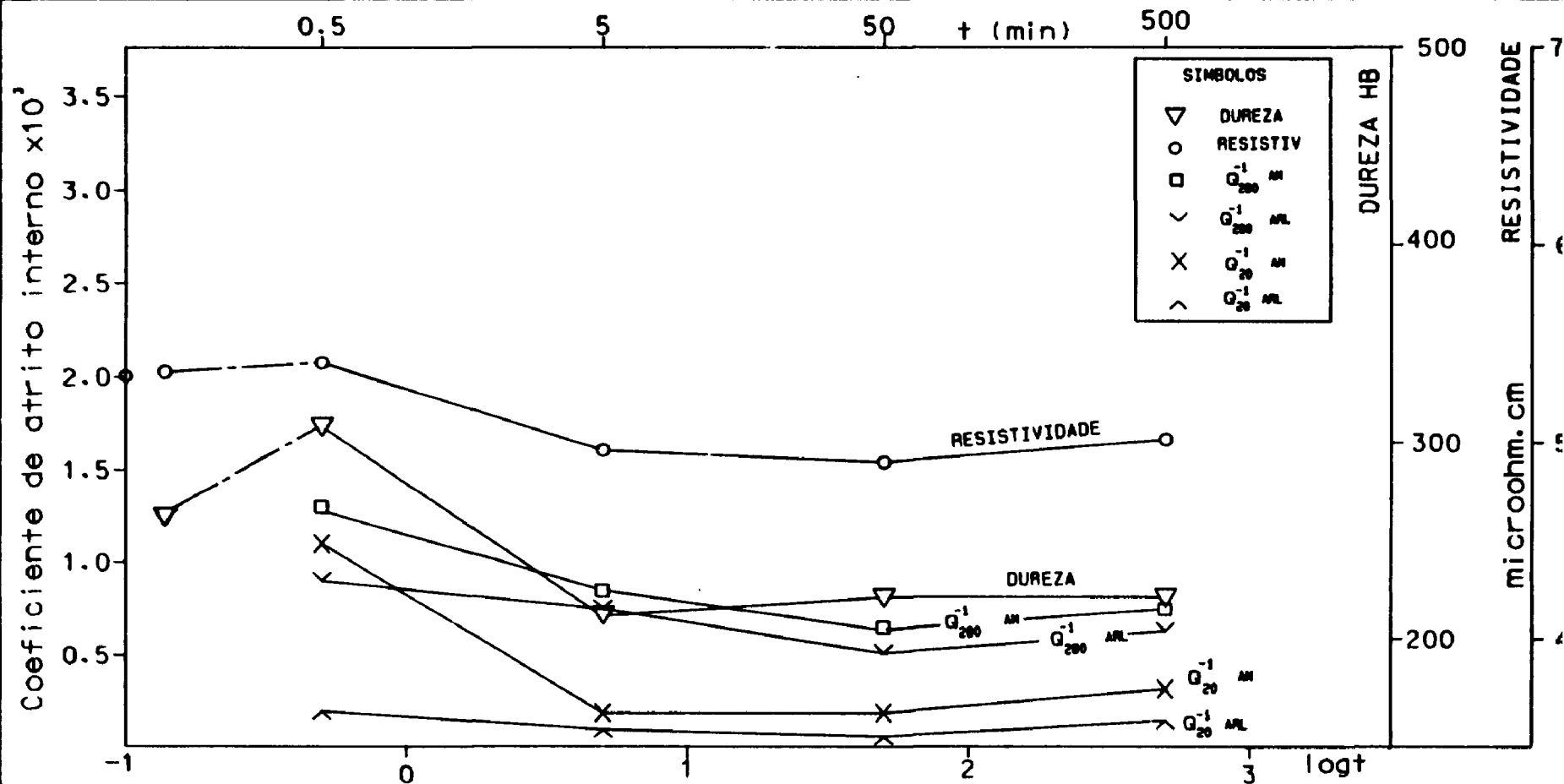


Figura 107 : Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e do Coeficiente de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{280}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostras da liga 1 solubilizada a 1093K e envelhecidas por aquecimento interno a 758K

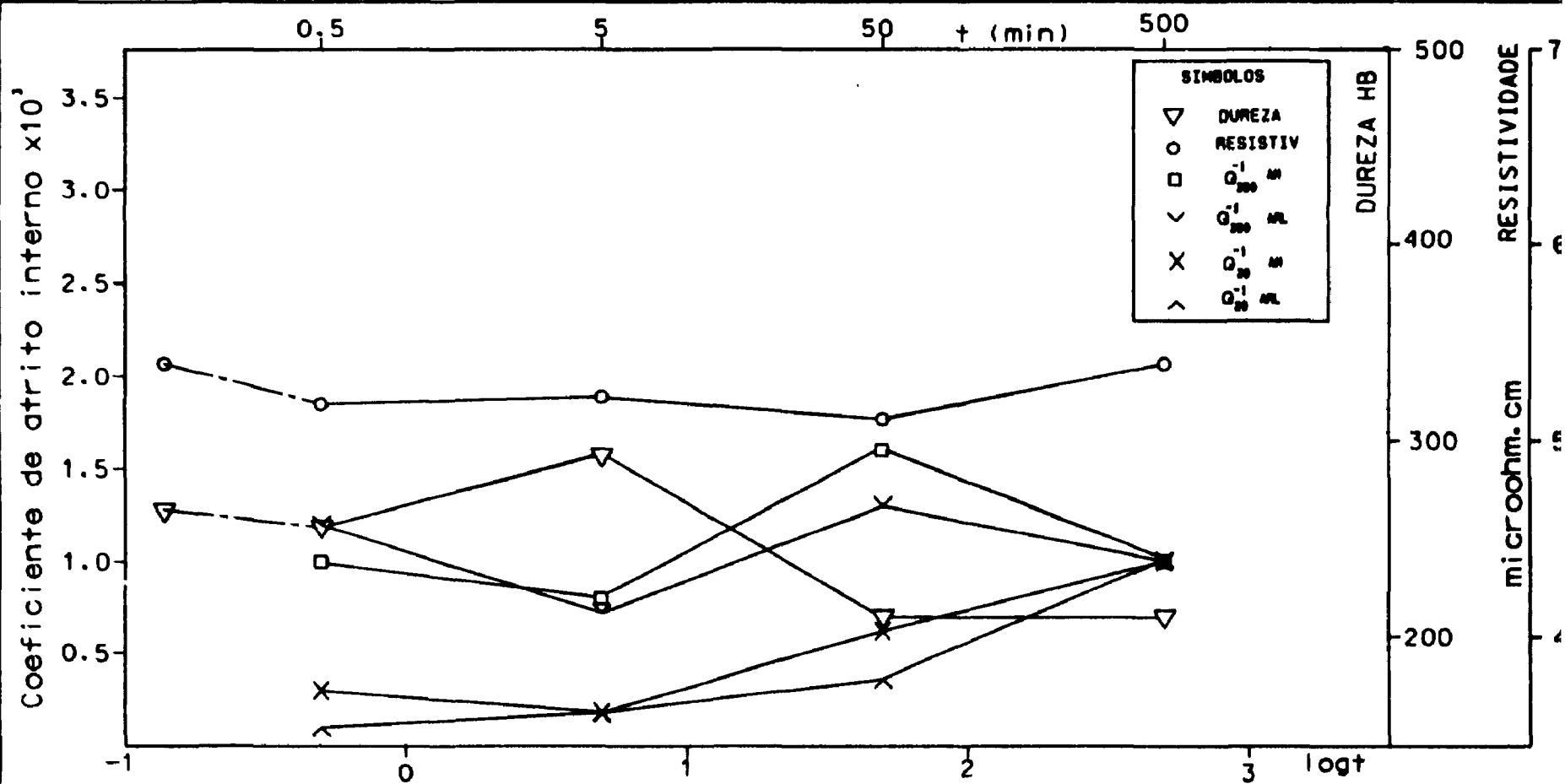


Figura 108 : Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e nos Coeficientes de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{200}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostra da liga 1 solubilizada a 1093K e envelhecidas por aquecimento interno a 823K

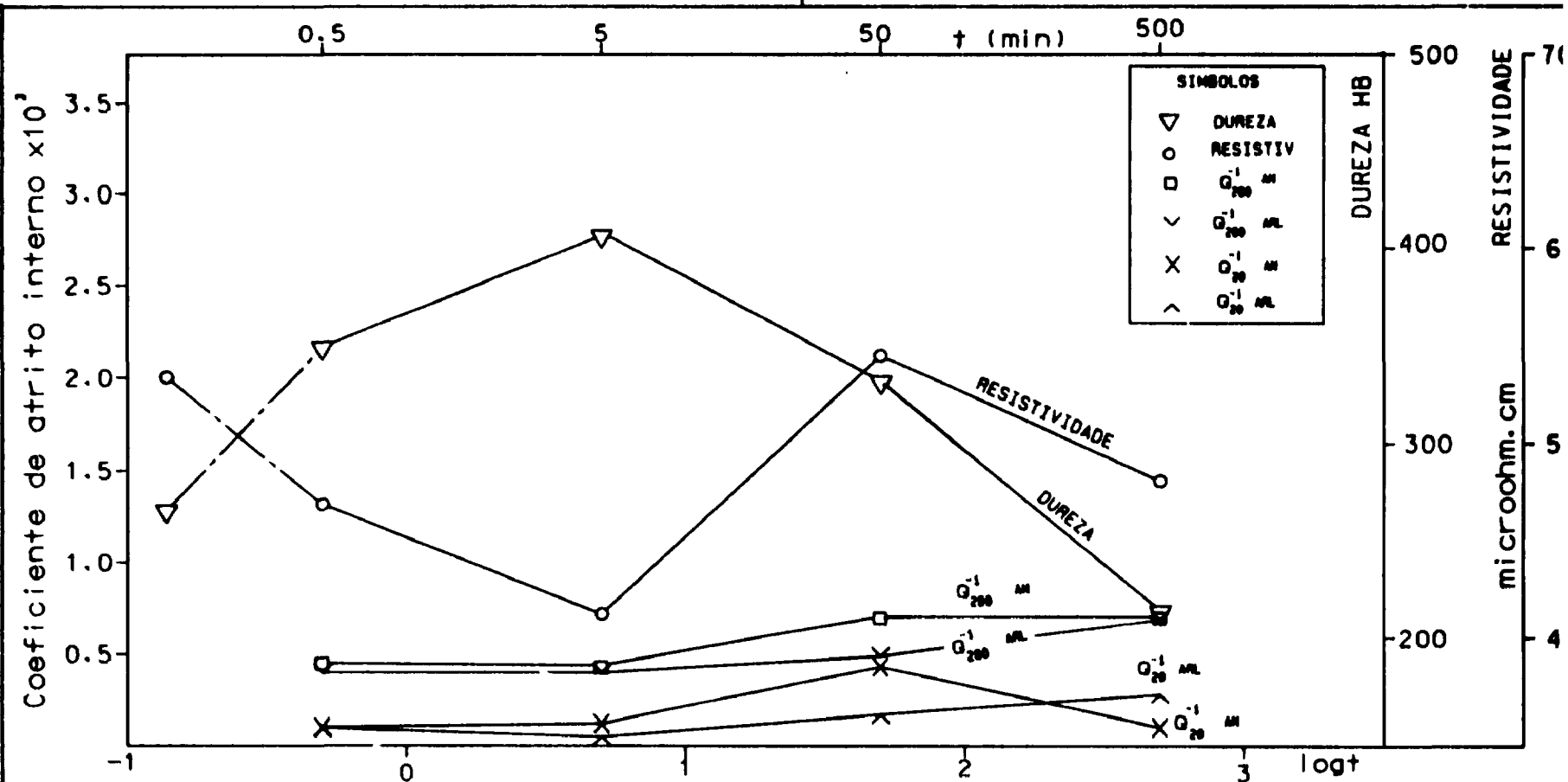


Figura 109: Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e nos Coeficientes de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{200}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostra da liga 1 solubilizada a 1198K e envelhecidas por aquecimento interno a 723K

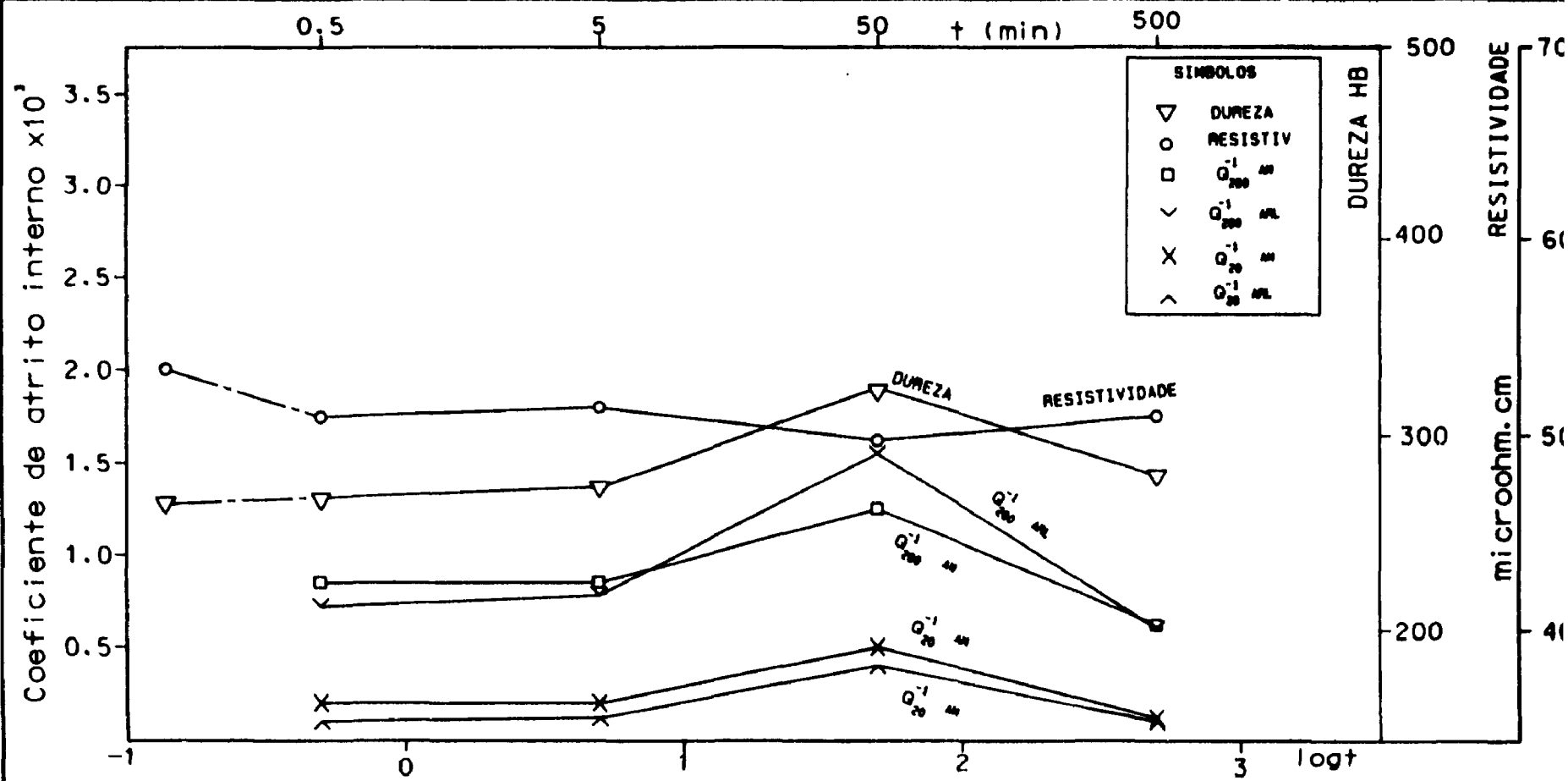


Figura 110: Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e no Coeficiente de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{280}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostra da liga 1 solubilizada a 1198K e envelhecidas por aquecimento direto a 758K

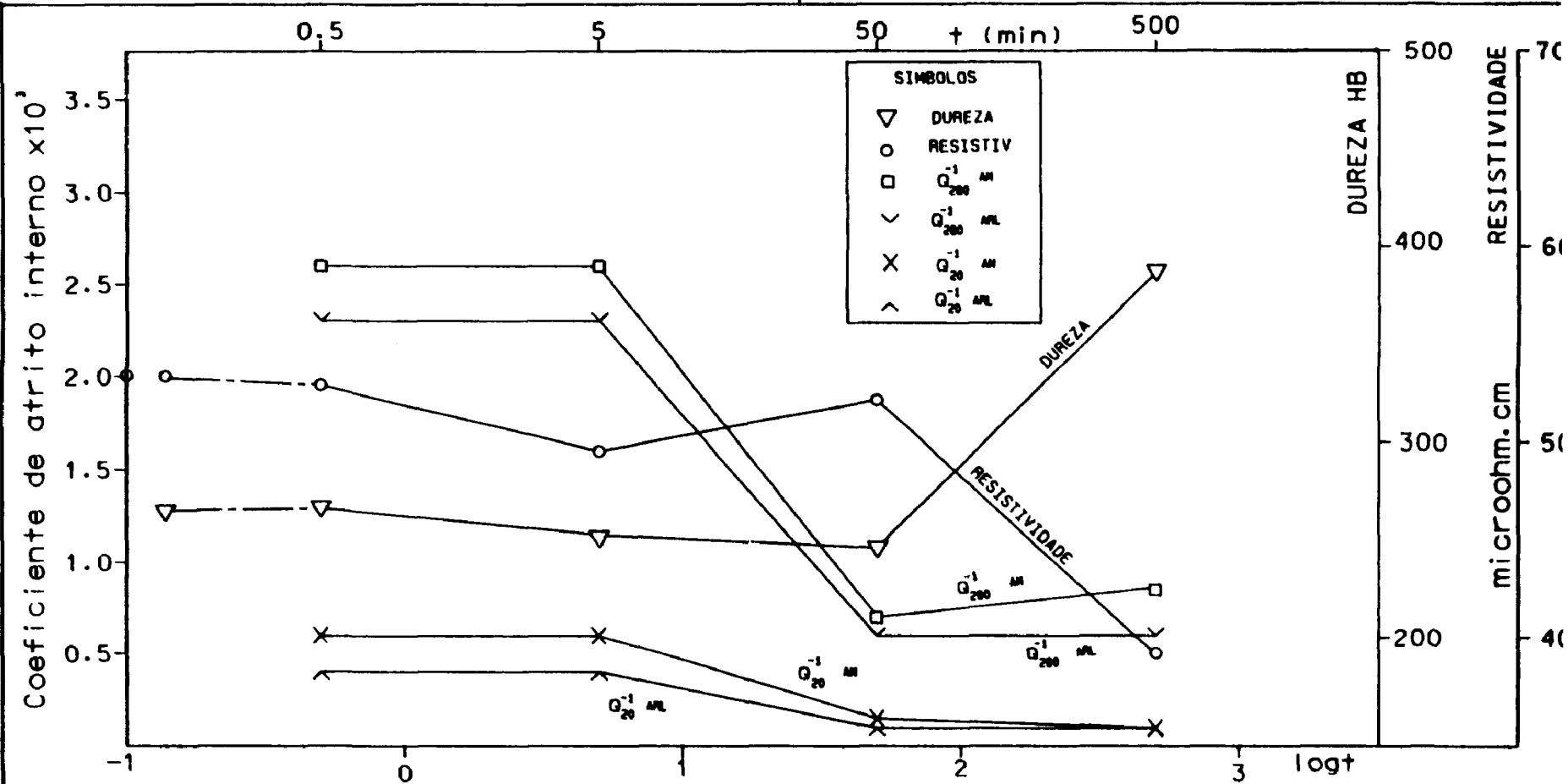


Figura 111: Variação observada da Resistividade elétrica, em micro-ohms.cm, da Dureza HB e do Coeficiente de Atrito Interno nas temperaturas de 20°C (293K) e 280°C (553K), Q_{20}^{-1} e Q_{200}^{-1} , nas condições "após montagem" (AM) e após recozimento linear no pendulo" (ARL) em amostras da liga 1 solubilizada a 1198K e envelhecidas por aquecimento interno a 823K

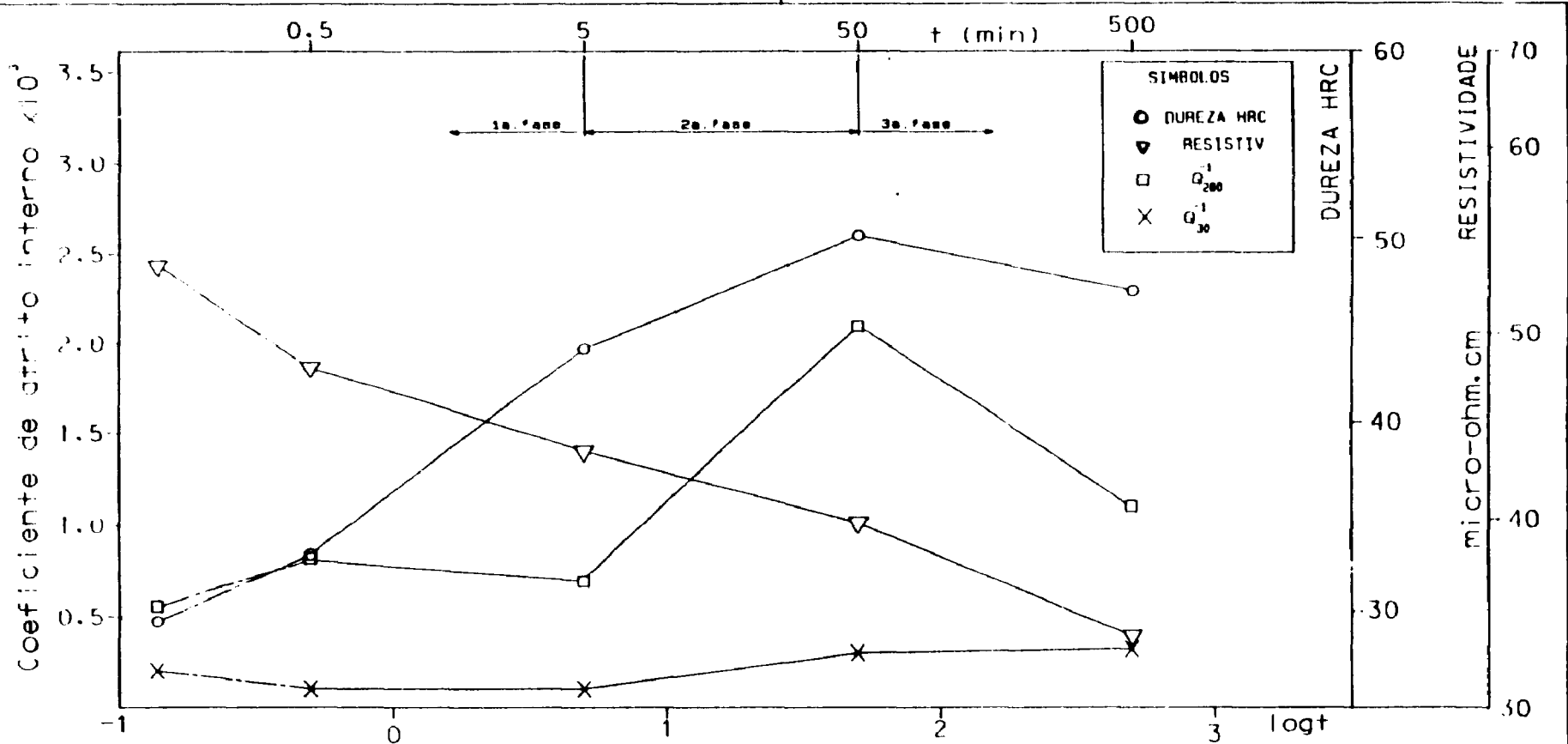


Figura 112: Variação da resistividade, dureza Rockwell C e atrito interno a 30°C (Q_{30}^{-1}) e 290°C (Q_{290}^{-1}) na liga 1. Três fases são evidenciadas nas curvas acima. Na 1ª fase, para tempos curtos há o decréscimo do AI, após uma sensível subida nos instantes iniciais. Na 2ª fase, o endurecimento é mais lento e o AI se eleva pela precipitação, atingindo um valor máximo quando os precipitados crescem muito e a razão área para volume dos grãos decresce. Na 3ª fase, há diminuição da dureza pela reversão à austenita. As amostras foram solubilizadas a 1093K e envelhecidas em forno a 758K com resfriamento em água.

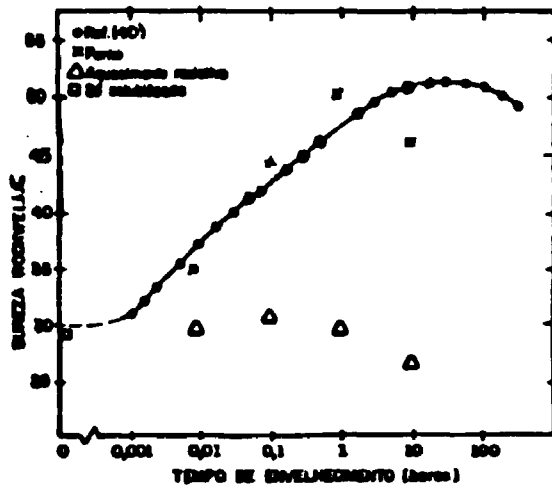


Figura 113 Medidas da dureza em função do tempo de envelhecimento para amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 758 K (Liga 1) comparadas com valores obtidos por Peters & Cupp (40).

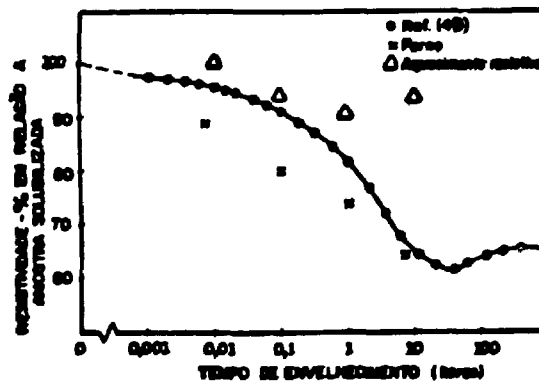


Figura 114 Medidas de resistividade em função do tempo de envelhecimento para amostras solubilizadas a 1093 K e envelhecidas a 758 K. (Liga 1) comparadas com valores obtidos por Peters & Cupp (40).

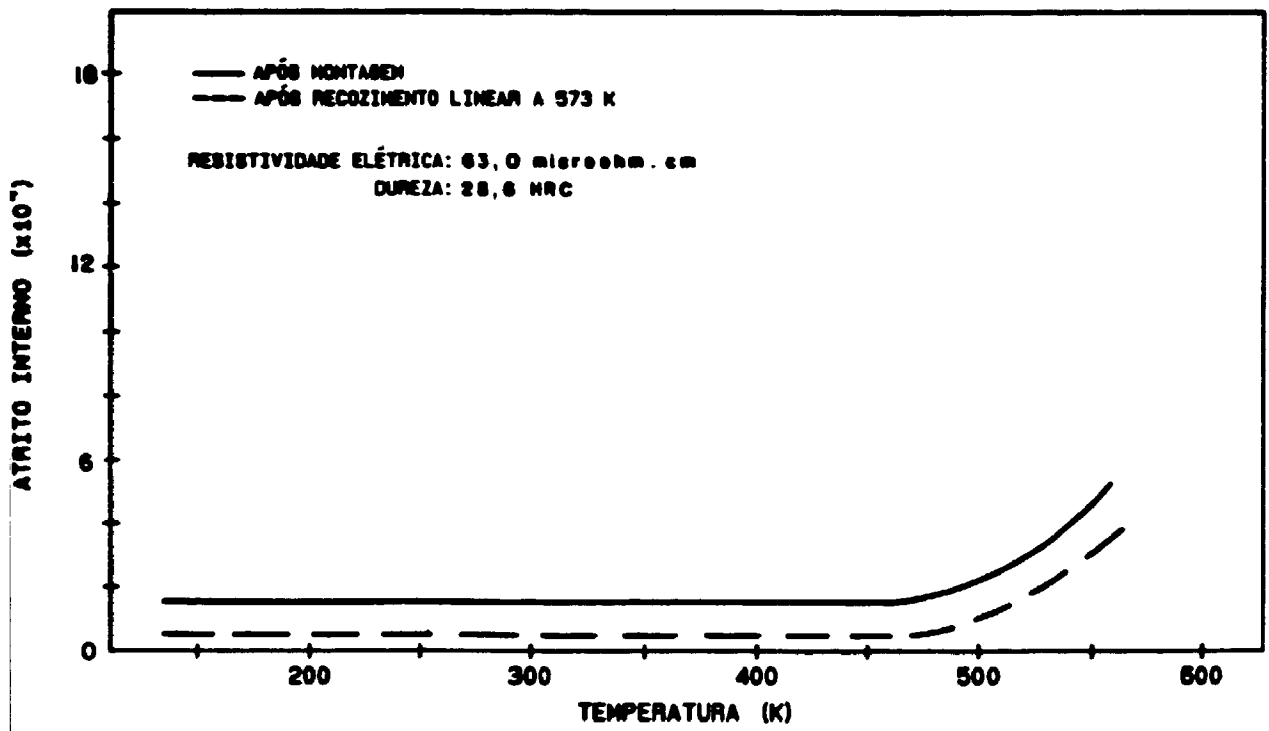


Figura 115: Espectro do atrito interno de amostra da Liga 2 sem solubilização e sem envelhecimento.

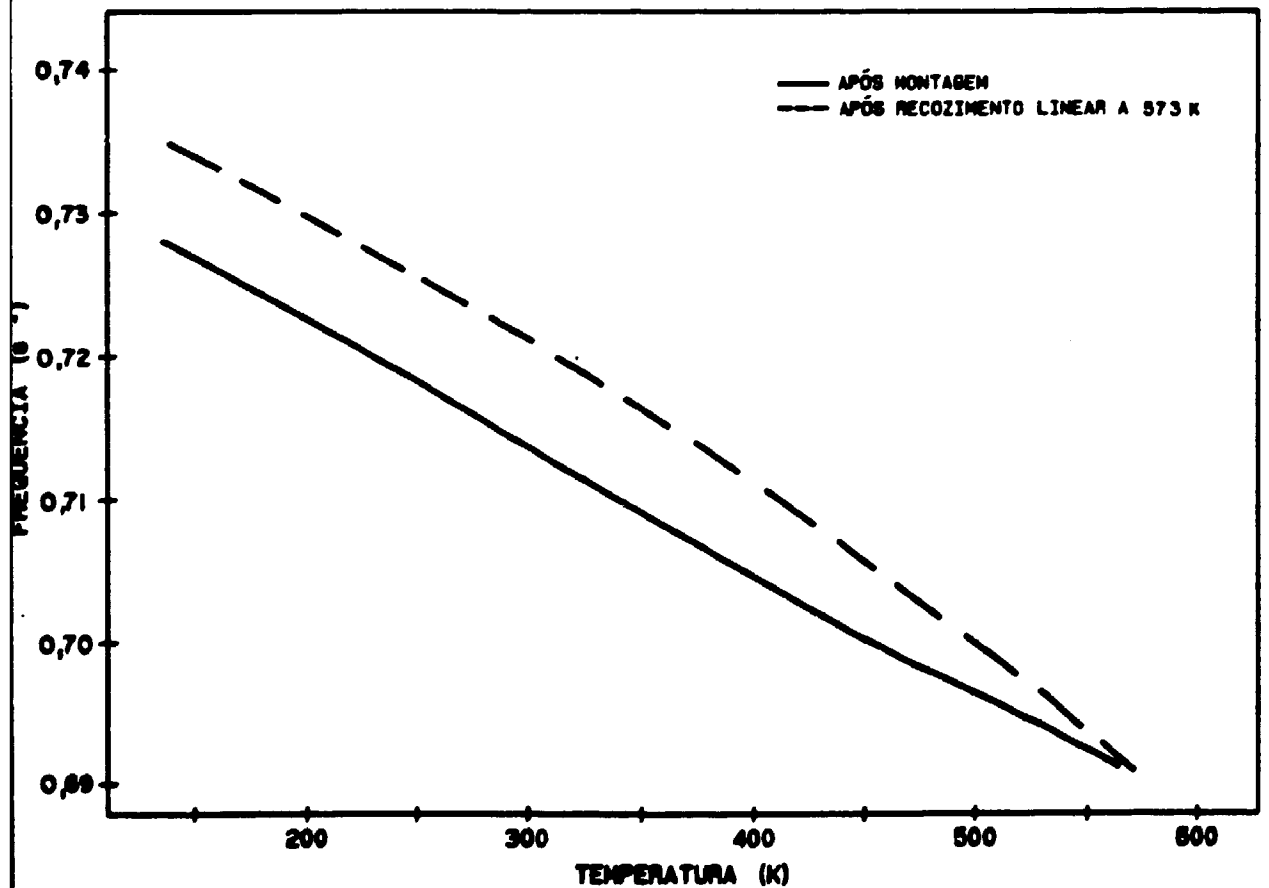


Figura 116: Espectro da frequência da amostra ensaiada conforme figura 122. (Liga 2)

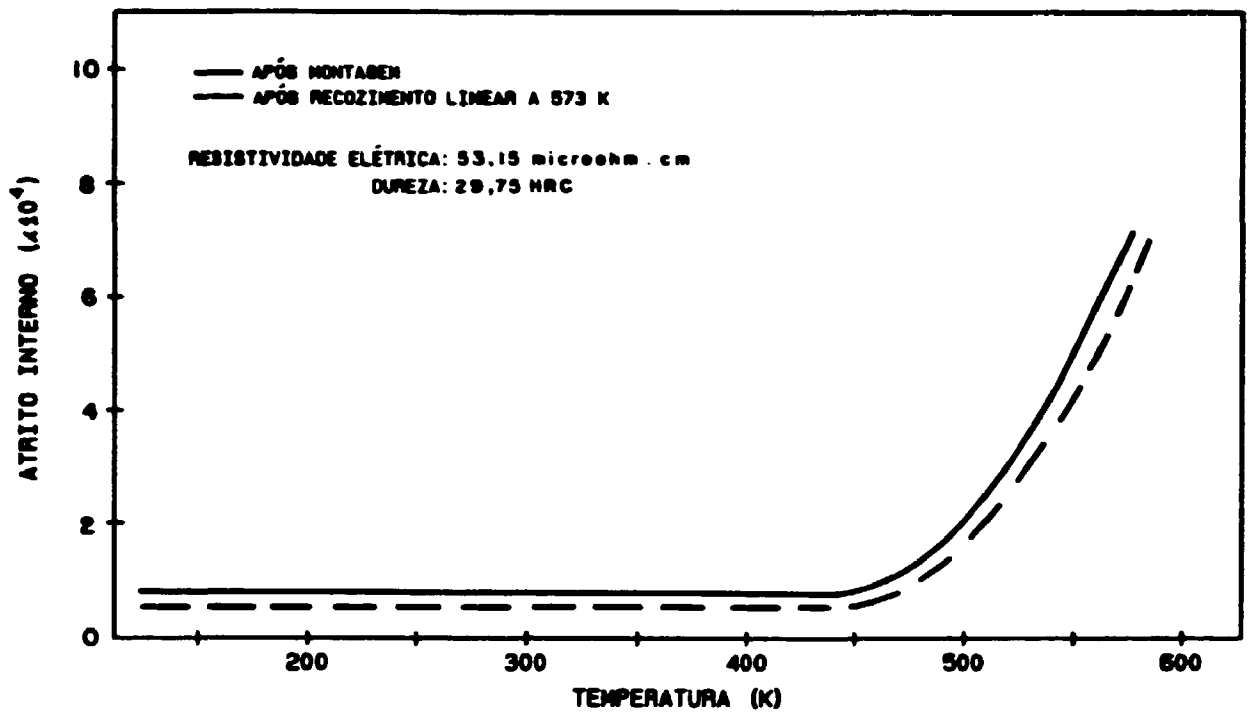


Figura 117: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação de resistividade e dureza. (Liga 2)

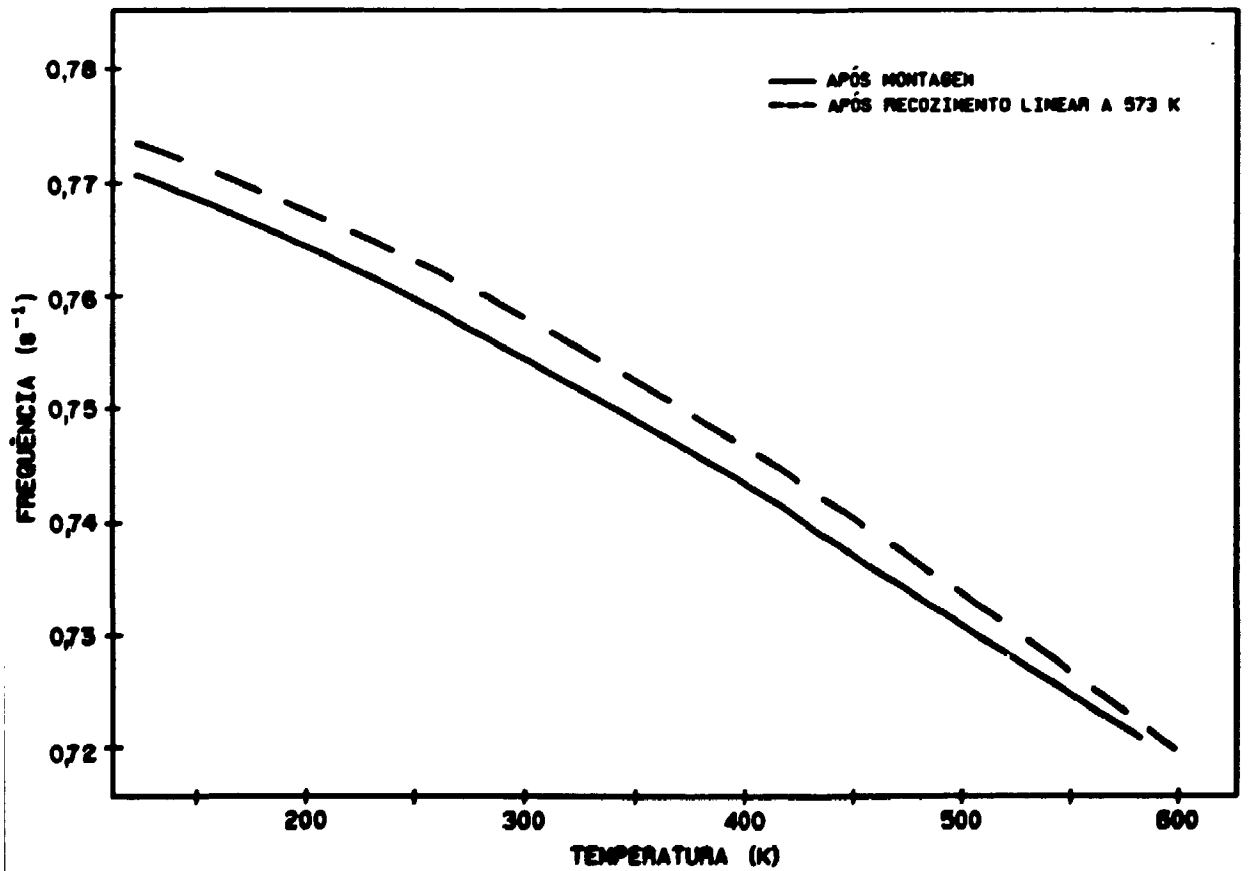


Figura 118: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 124. (Liga 2)

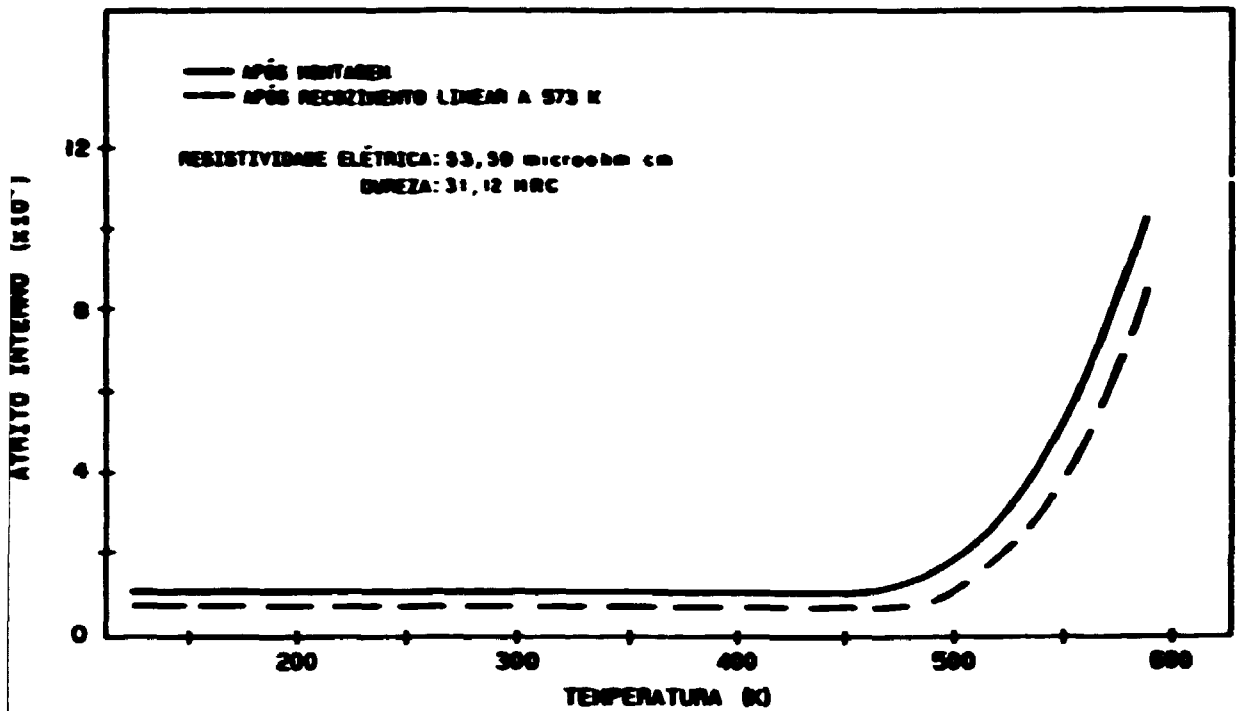


Figura 119: Espectro de atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 723 K por 5 minutos com resfriamento na água e indicação dos valores da resistividade elétrica e dureza. (Liga 2)

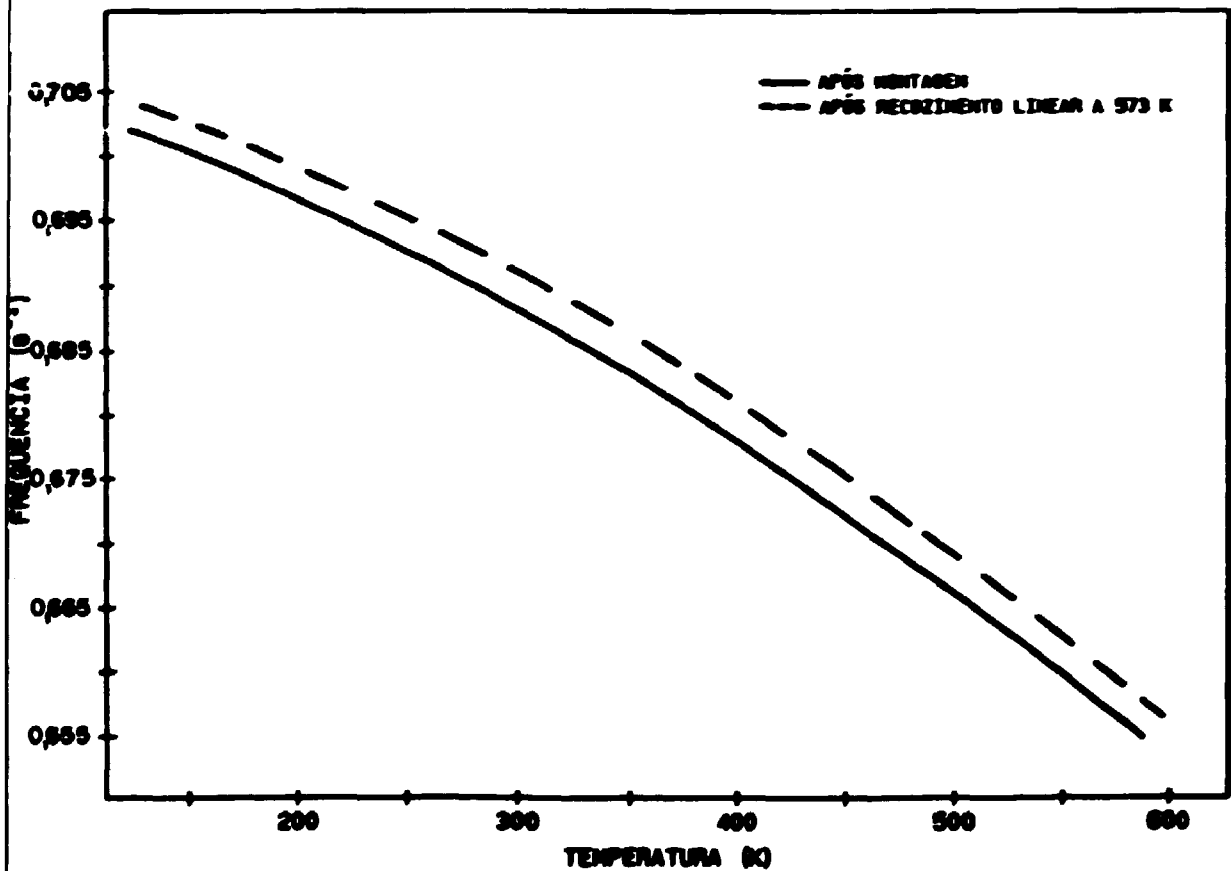


Figura 120: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 126. (Liga 2)

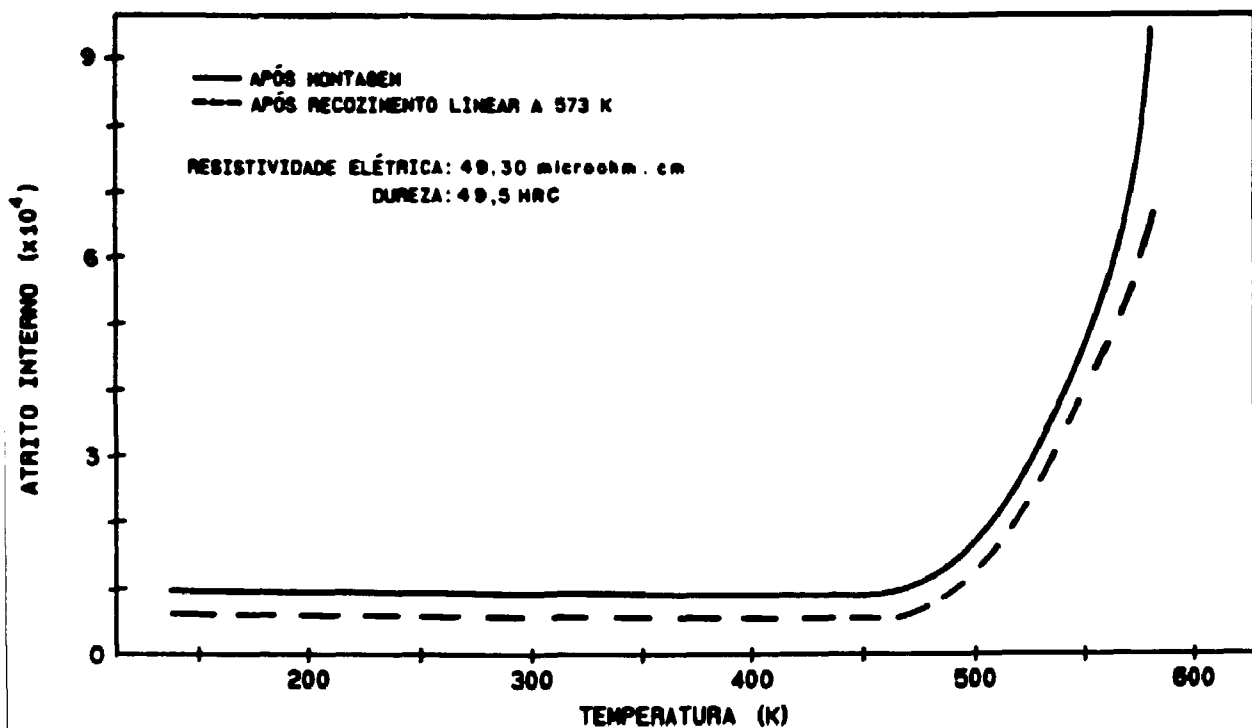


Figura 121: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 723 K por 50 minutos com resfriamento na água, e indicação da resistividade e dureza. (Liga 2)

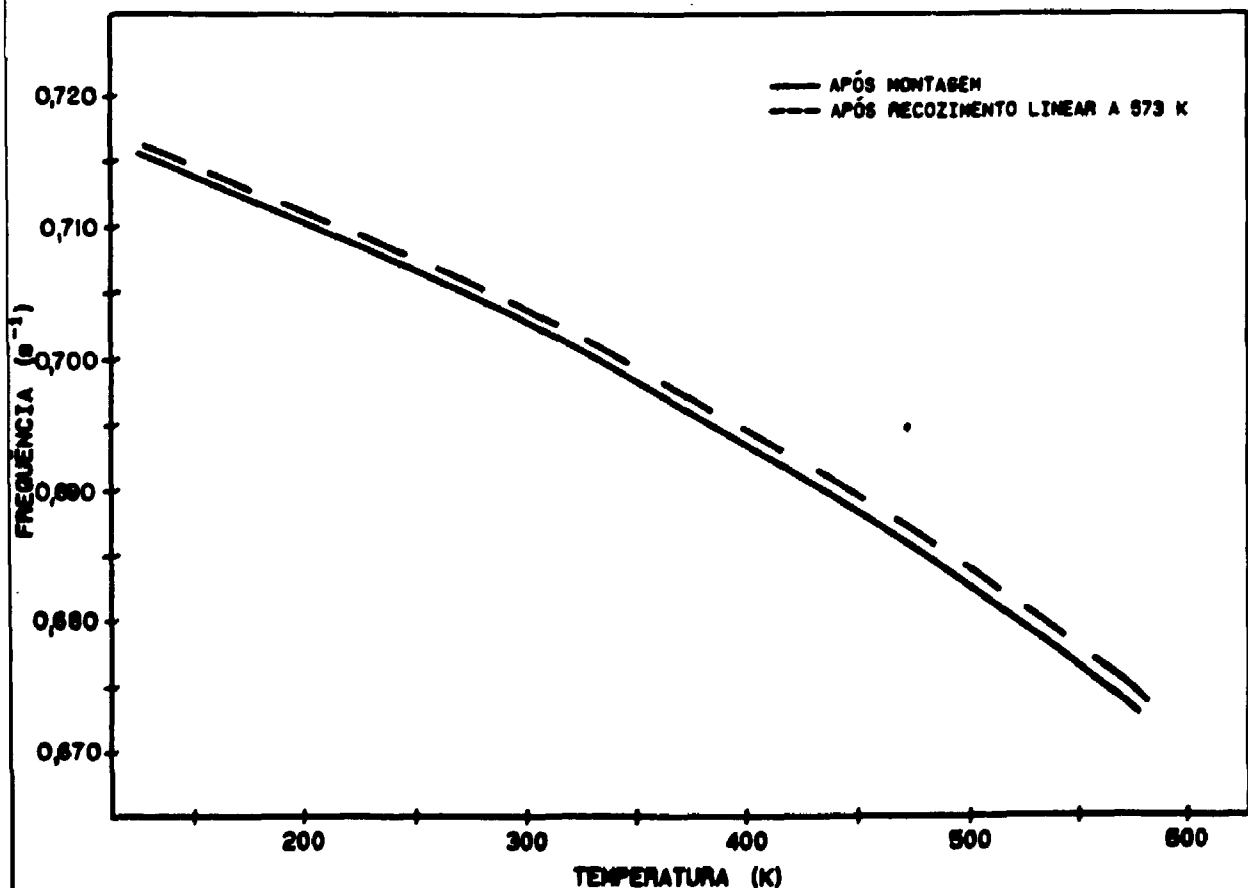


Figura 122: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 128. (Liga 2)

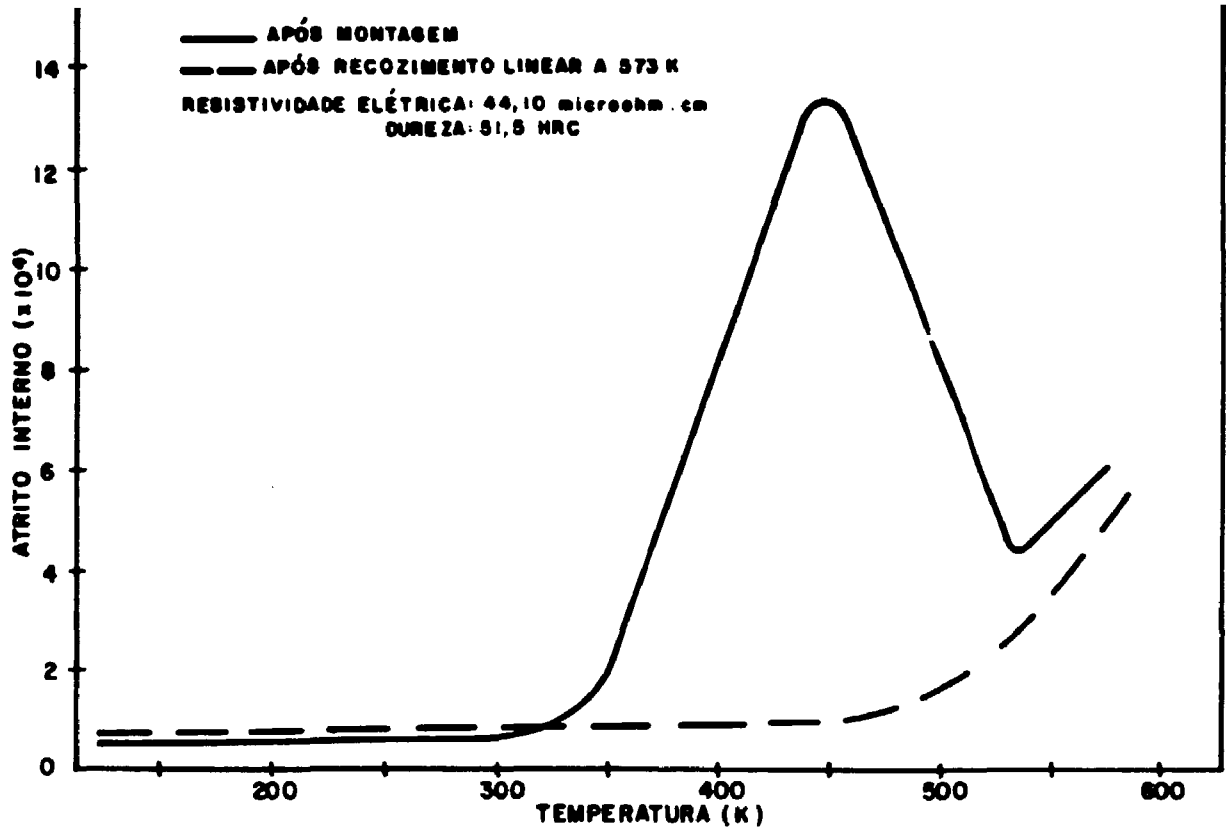


Figura 123: Espectro de atrito interno da amostra solubilizada a 1098 K e envelhecida no forno a 723 K por 500 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

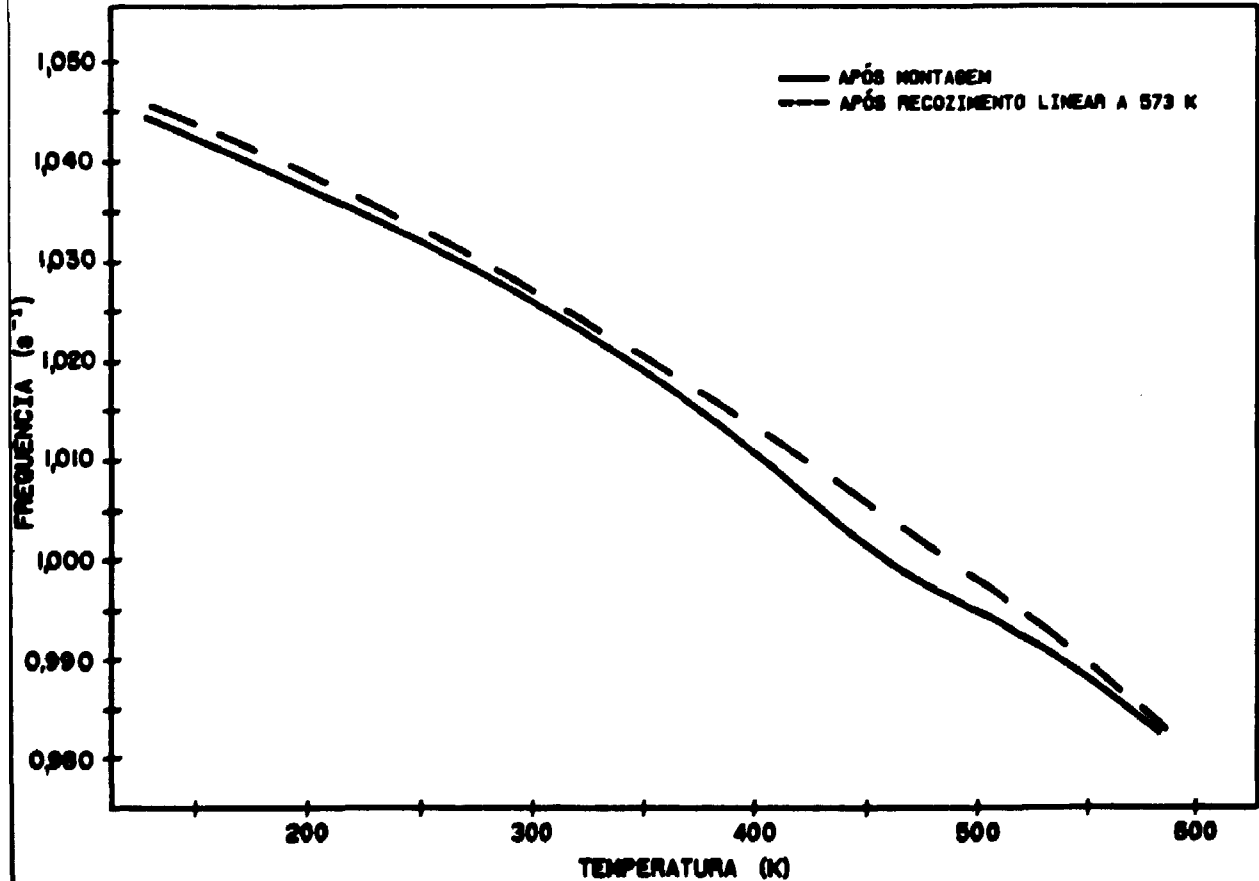


Figura 124: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 130. (Liga 2)

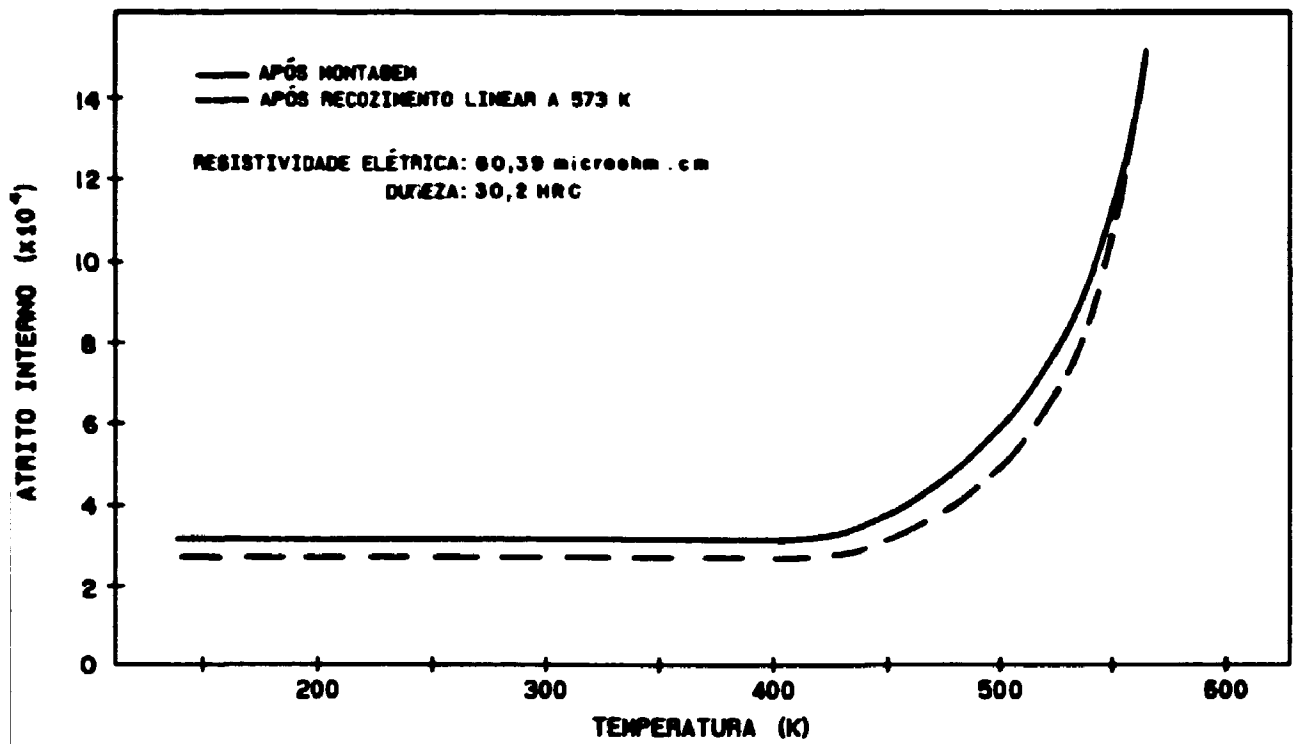


Figura 125: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida em forno a 758 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

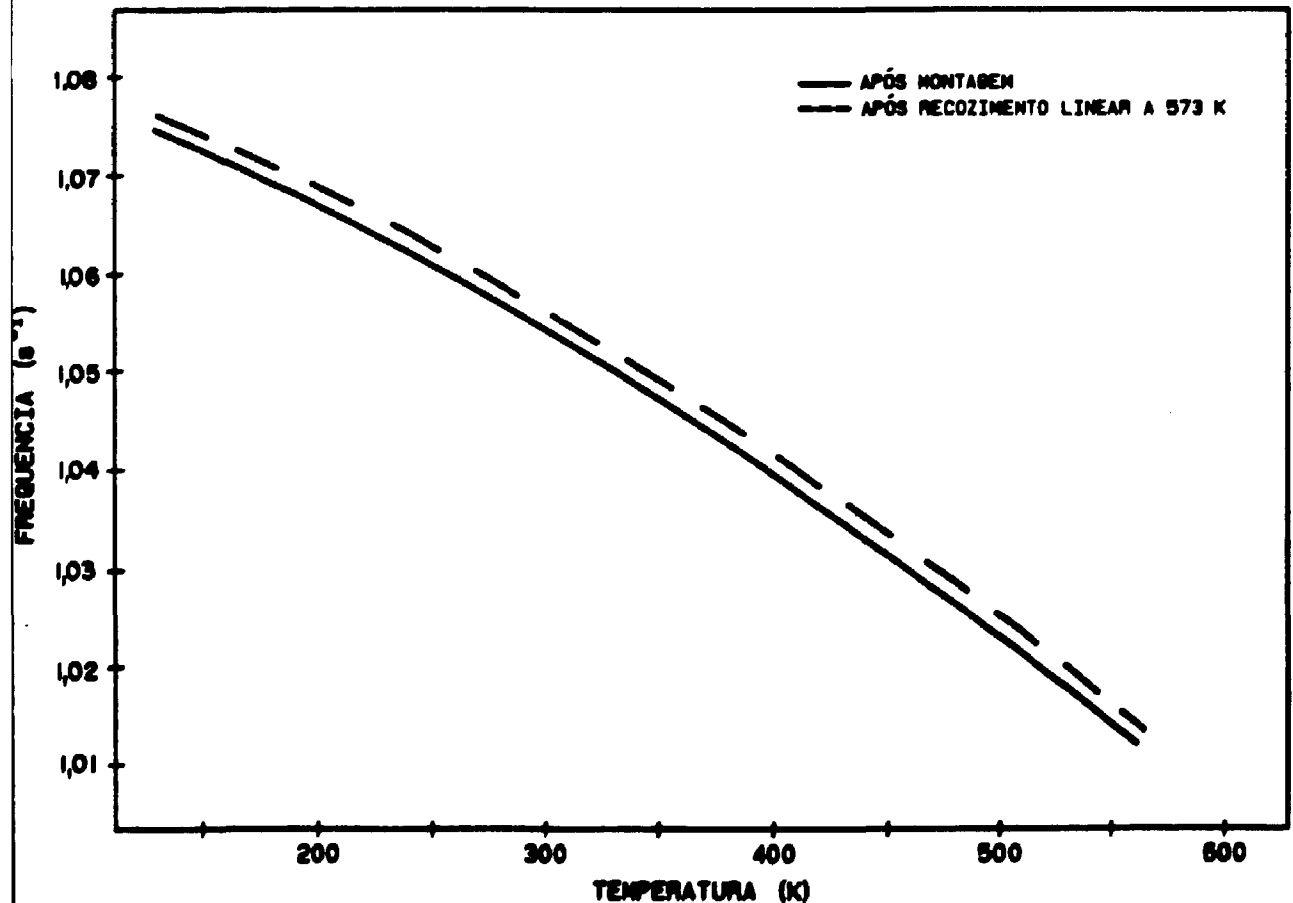


Figura 126: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 132. (Liga 2)

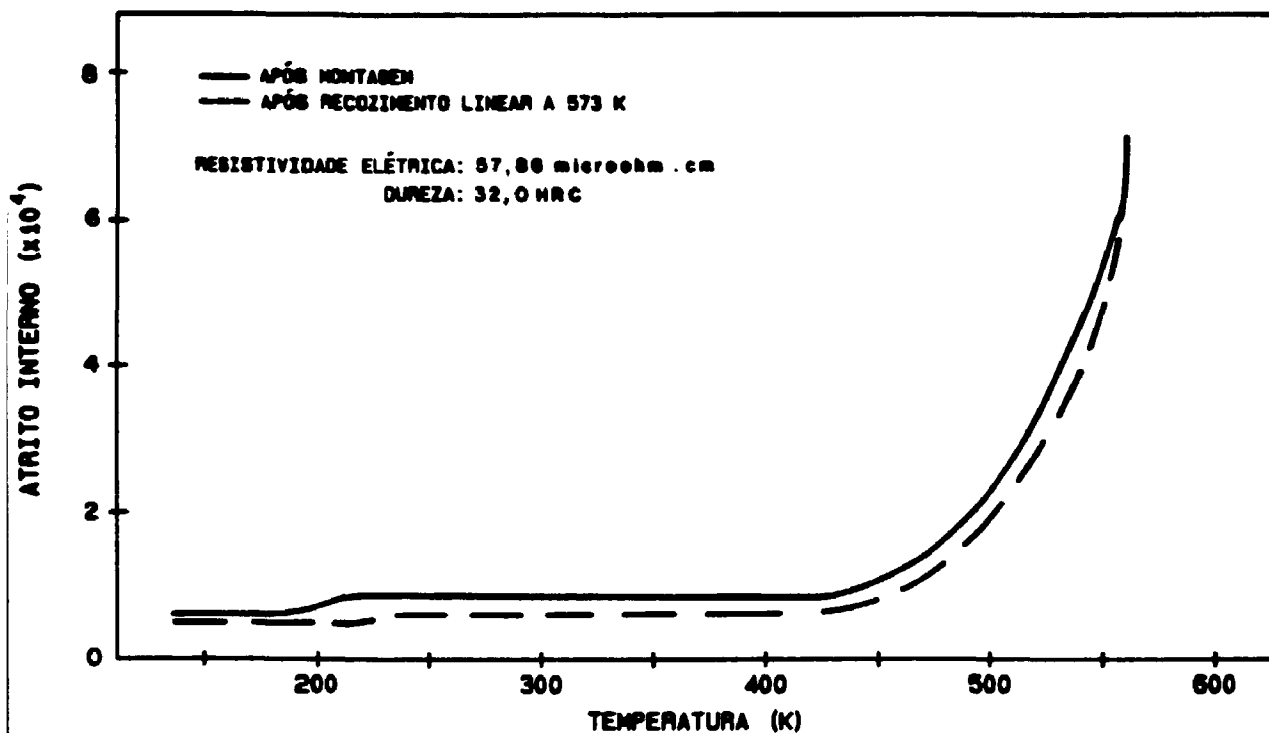


Figura 127: Espectro de atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 5 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

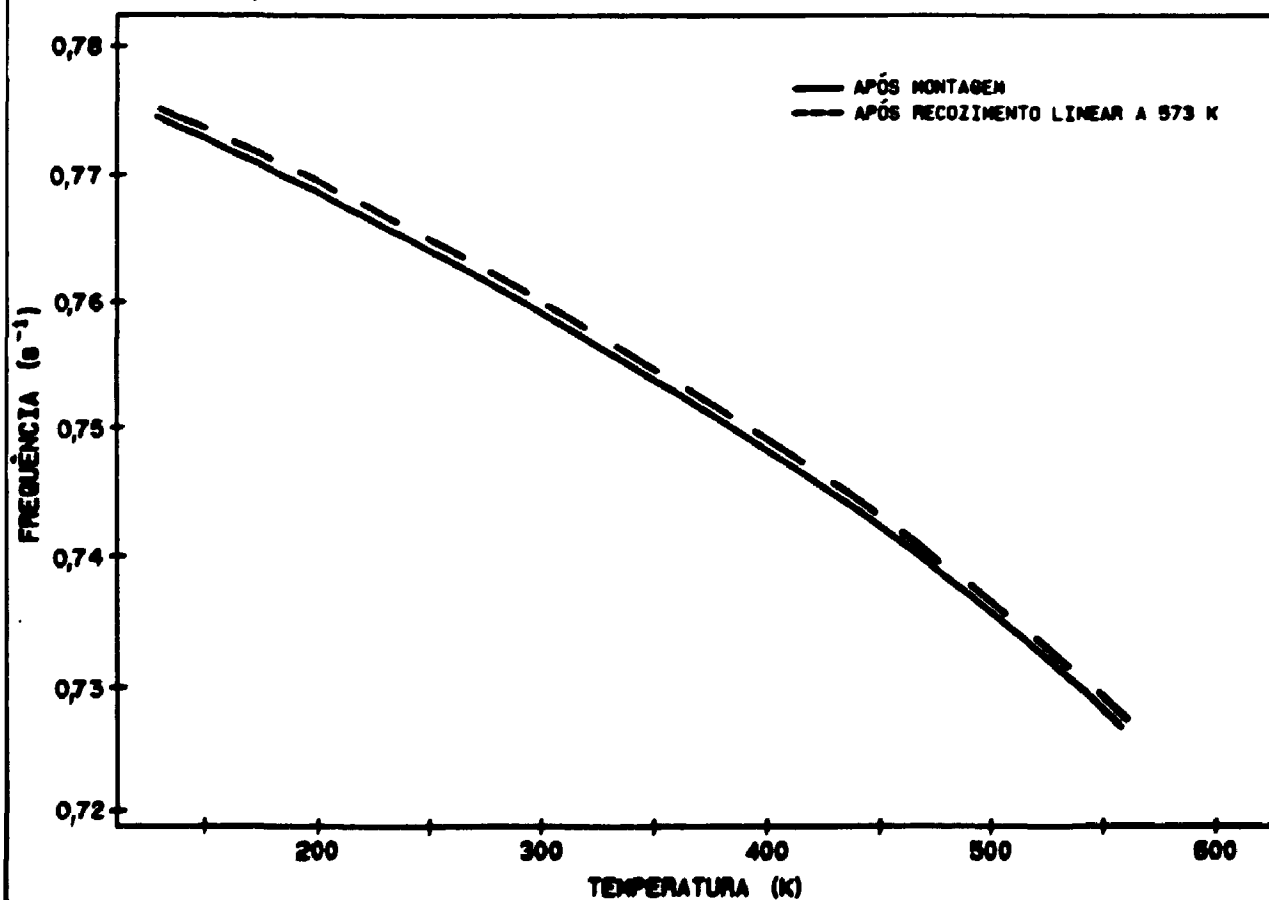


Figura 128: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 134. (Liga 2)

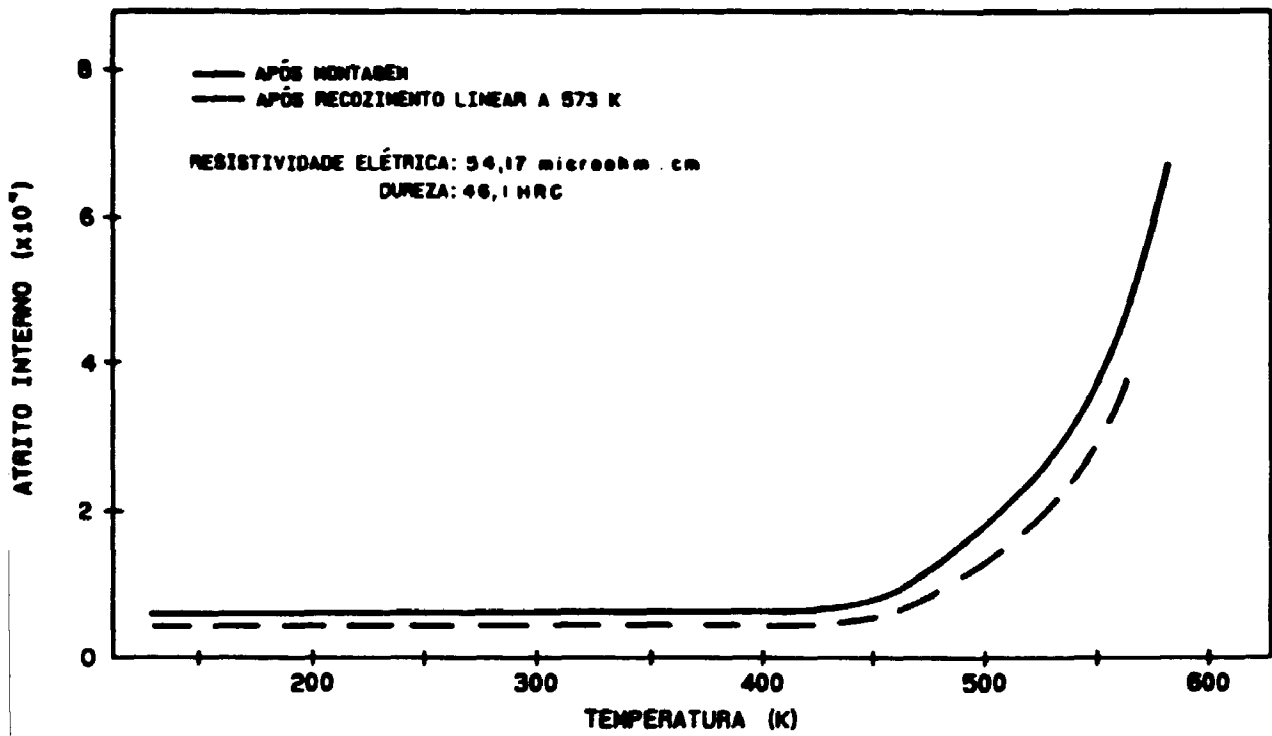


Figura 129: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 50 minutos com resfriamento na água, e indicação nos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

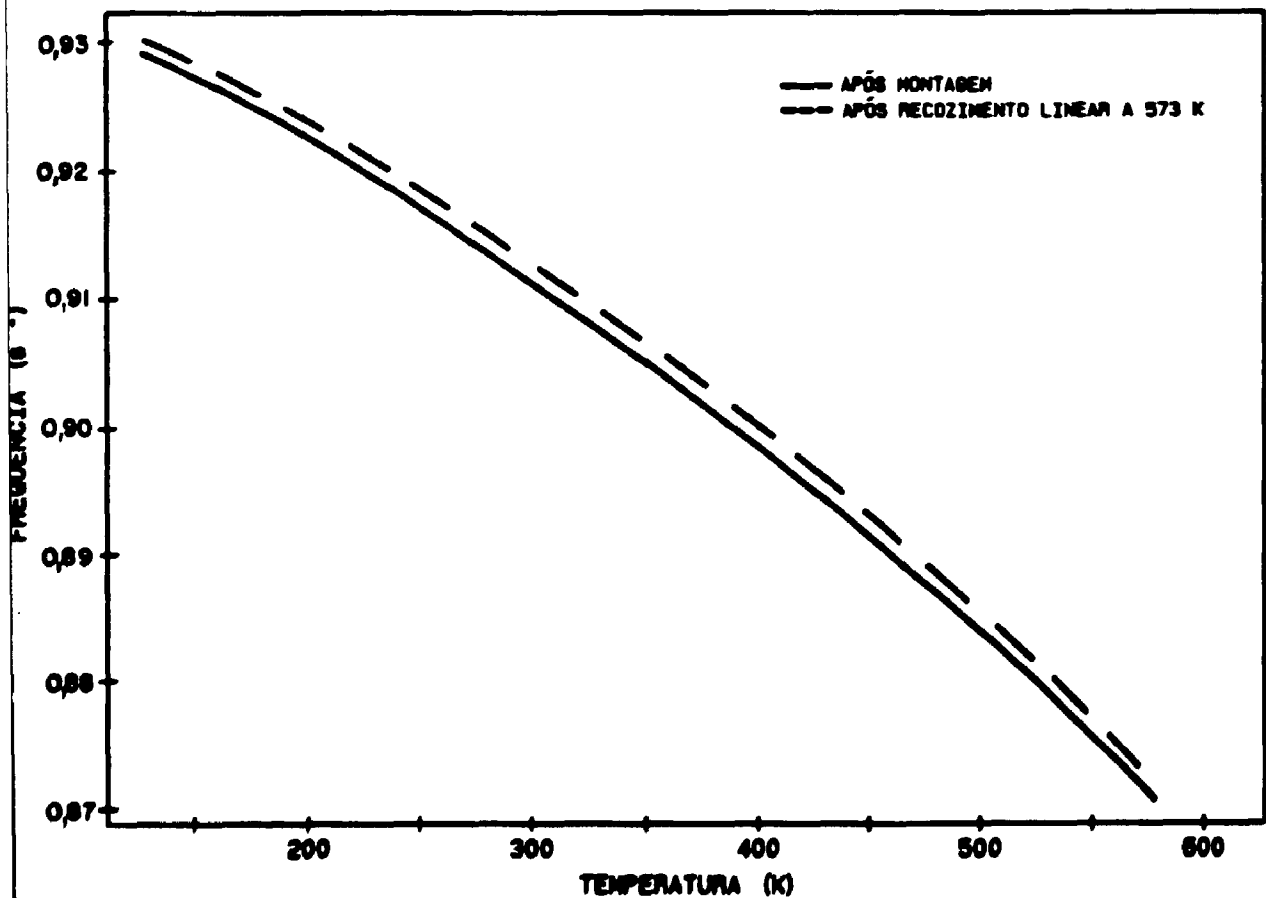


Figura 130: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 136. (Liga 2)

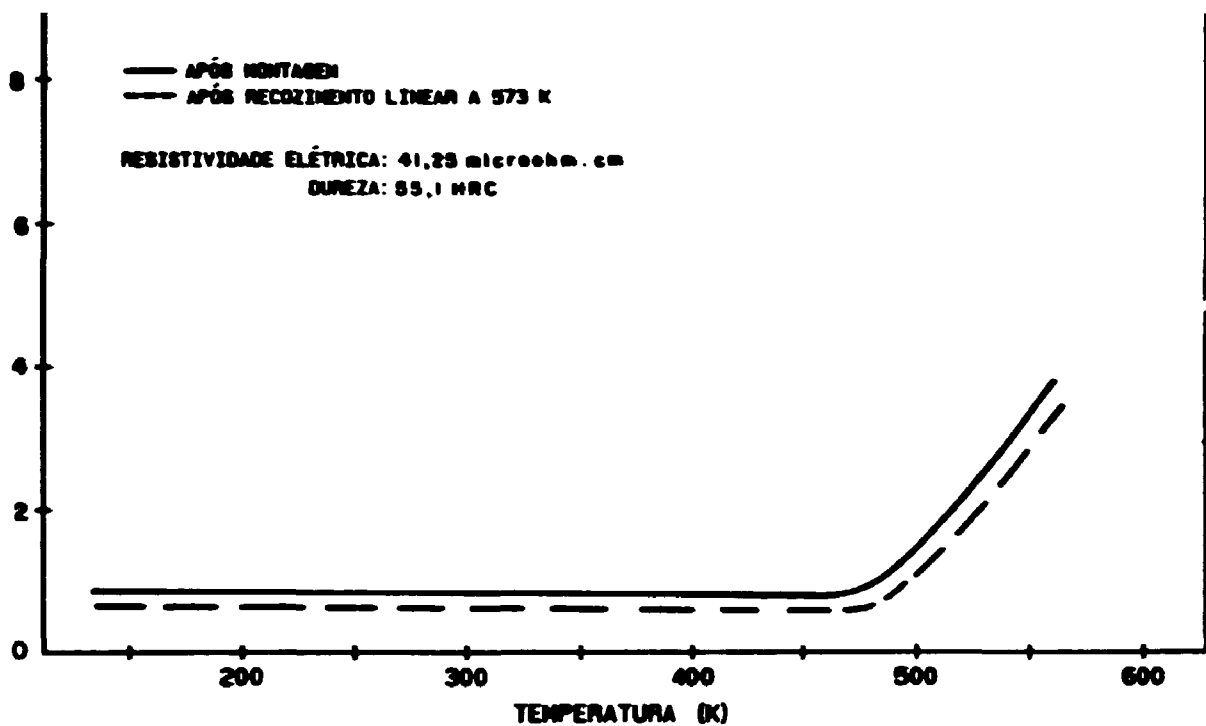


Figura 131: Espectro do Atrito Interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 500 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

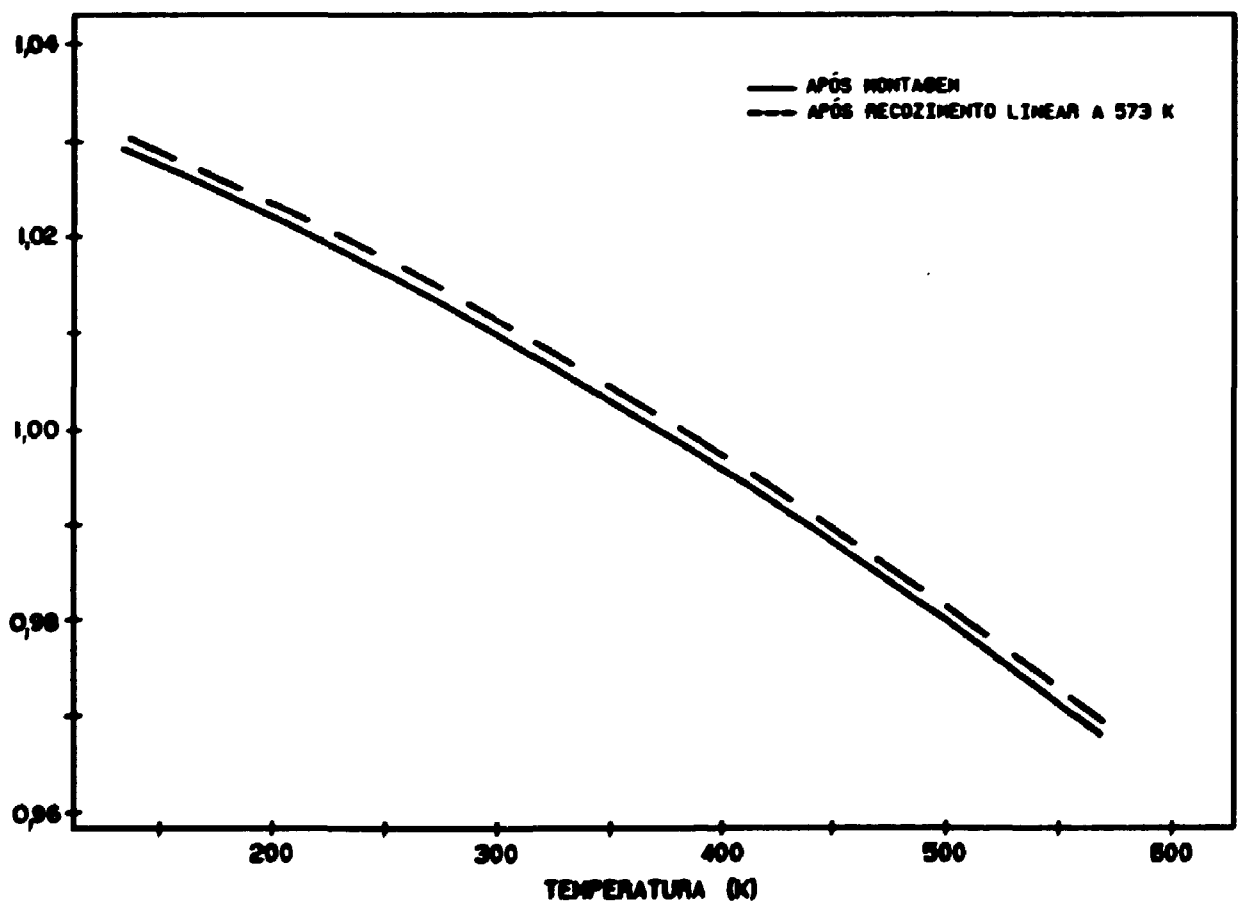


Figura 132: Espectro da frequência da amostra e ensaiada conforme Figura 138. (Liga 2)

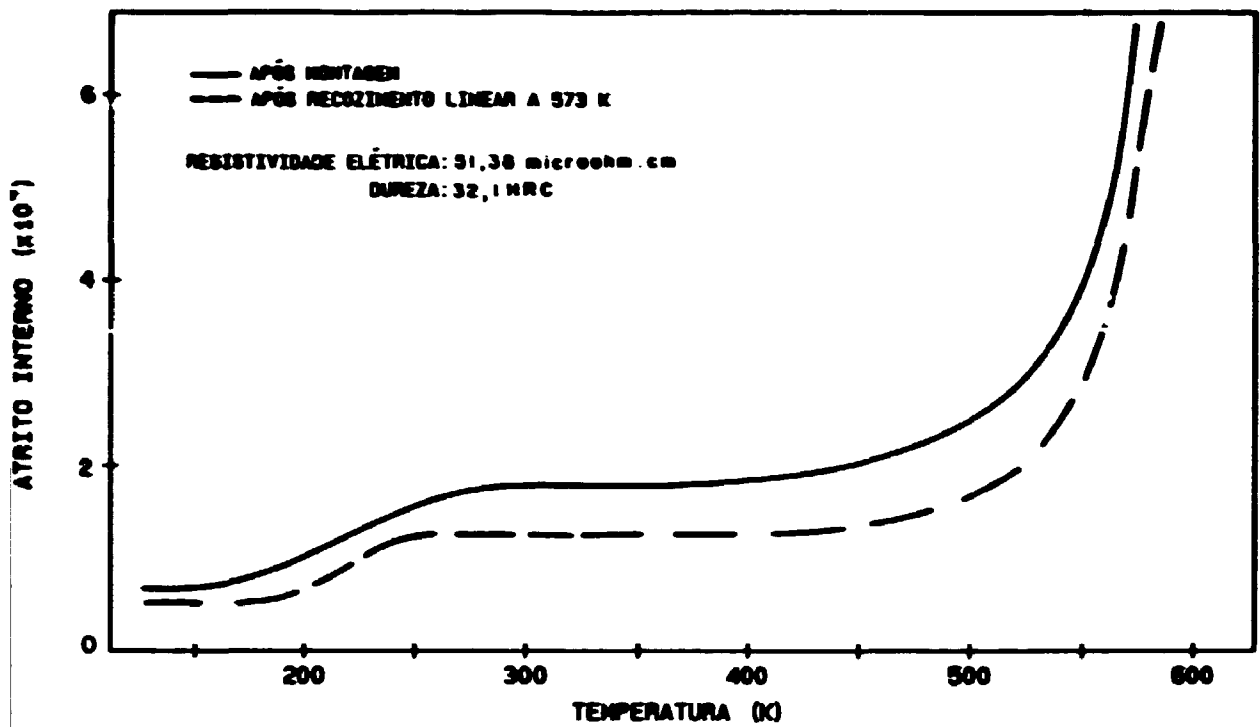


Figura 133: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

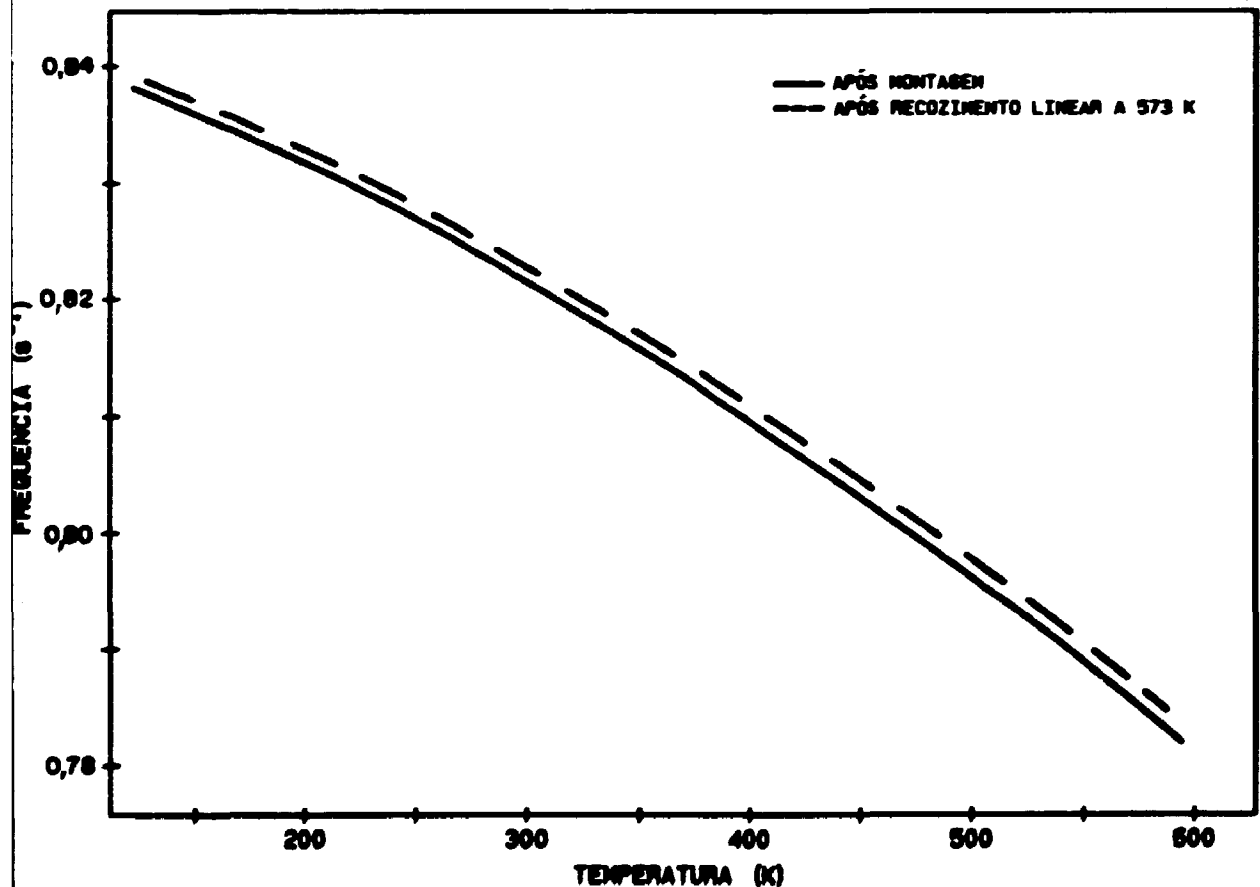


Figura 134: Espectro da amostra preparada e ensaiada conforme figura 140. (Liga 2)

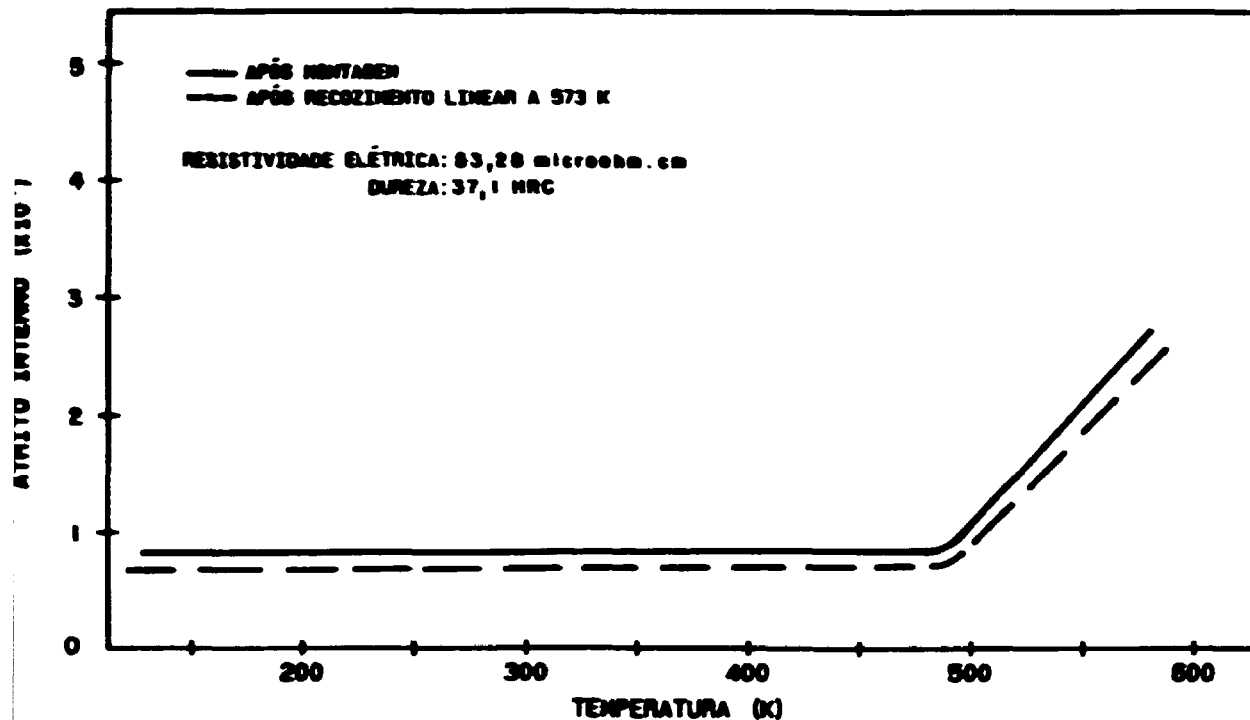


Figura 135: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 5 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

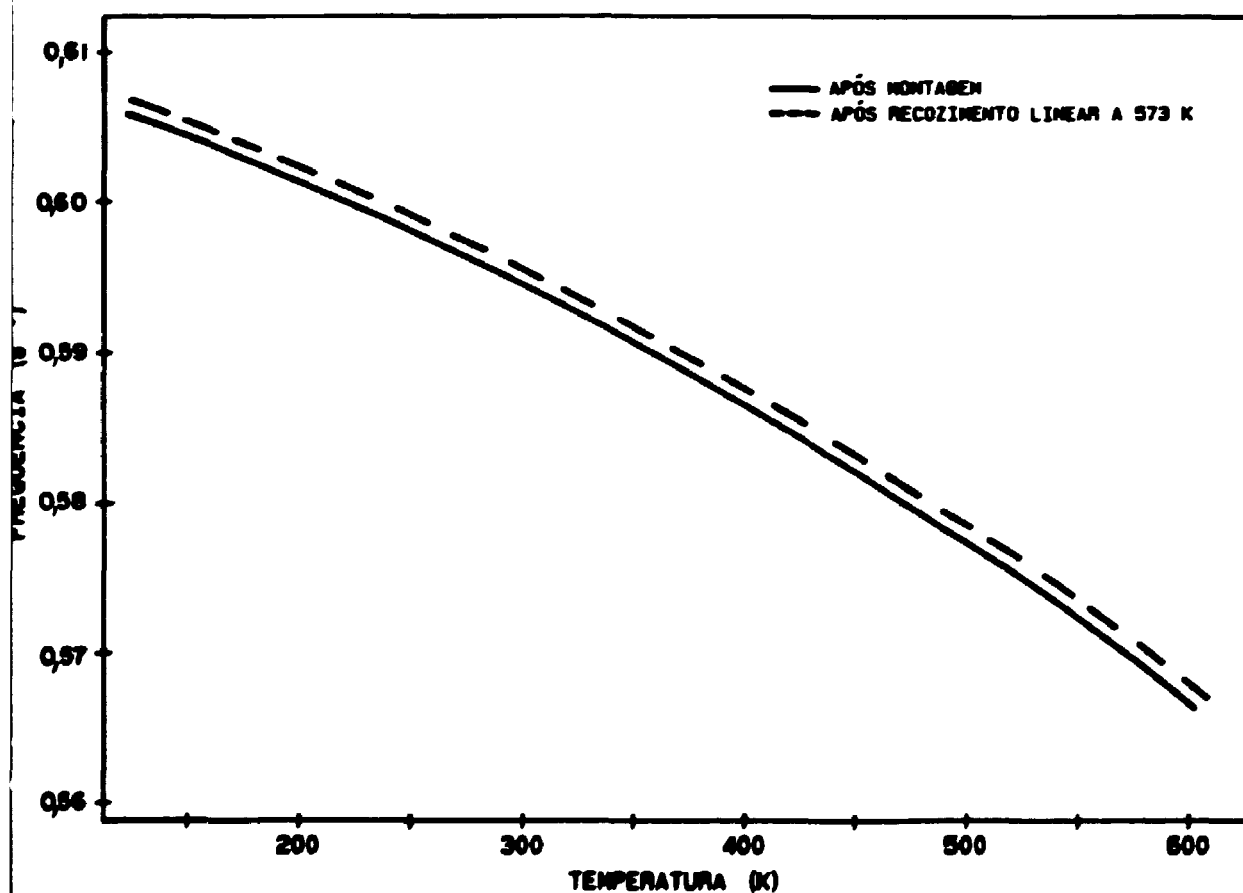


Figura 136: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 142. (Liga 2)

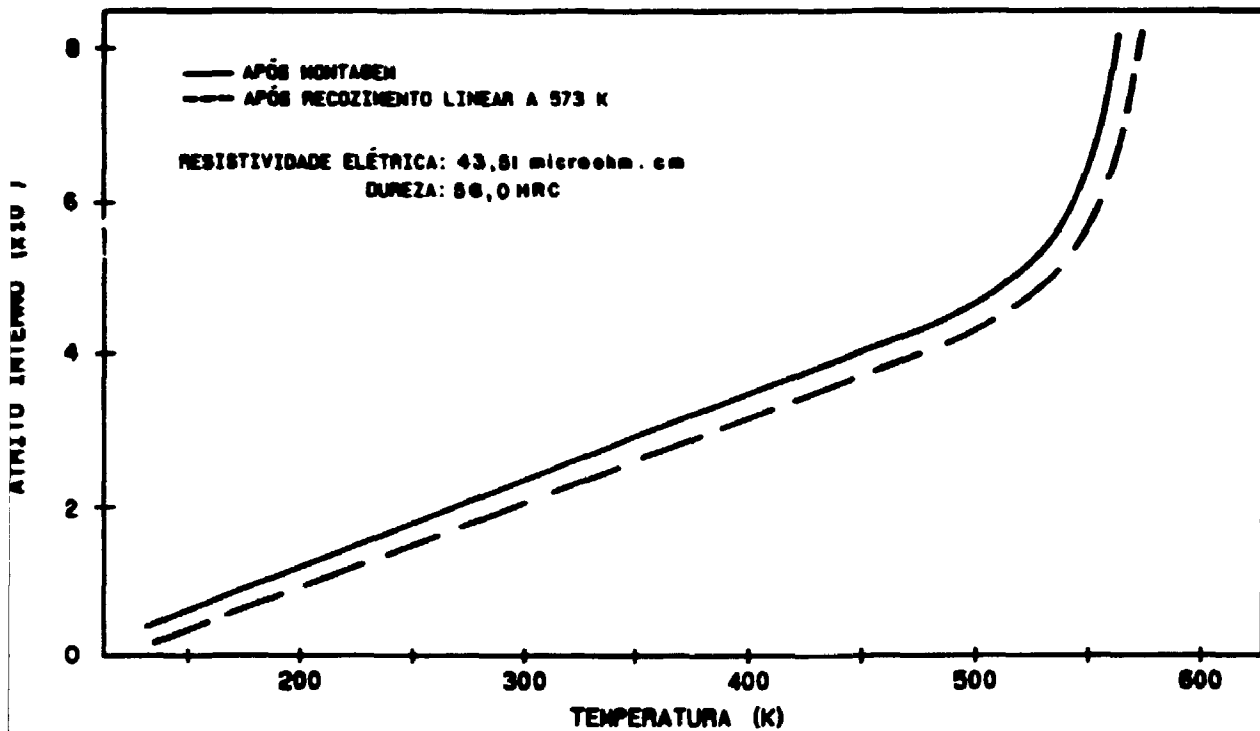


Figura 137: Espectro de atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 50 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividades e dureza. (Liga 2)

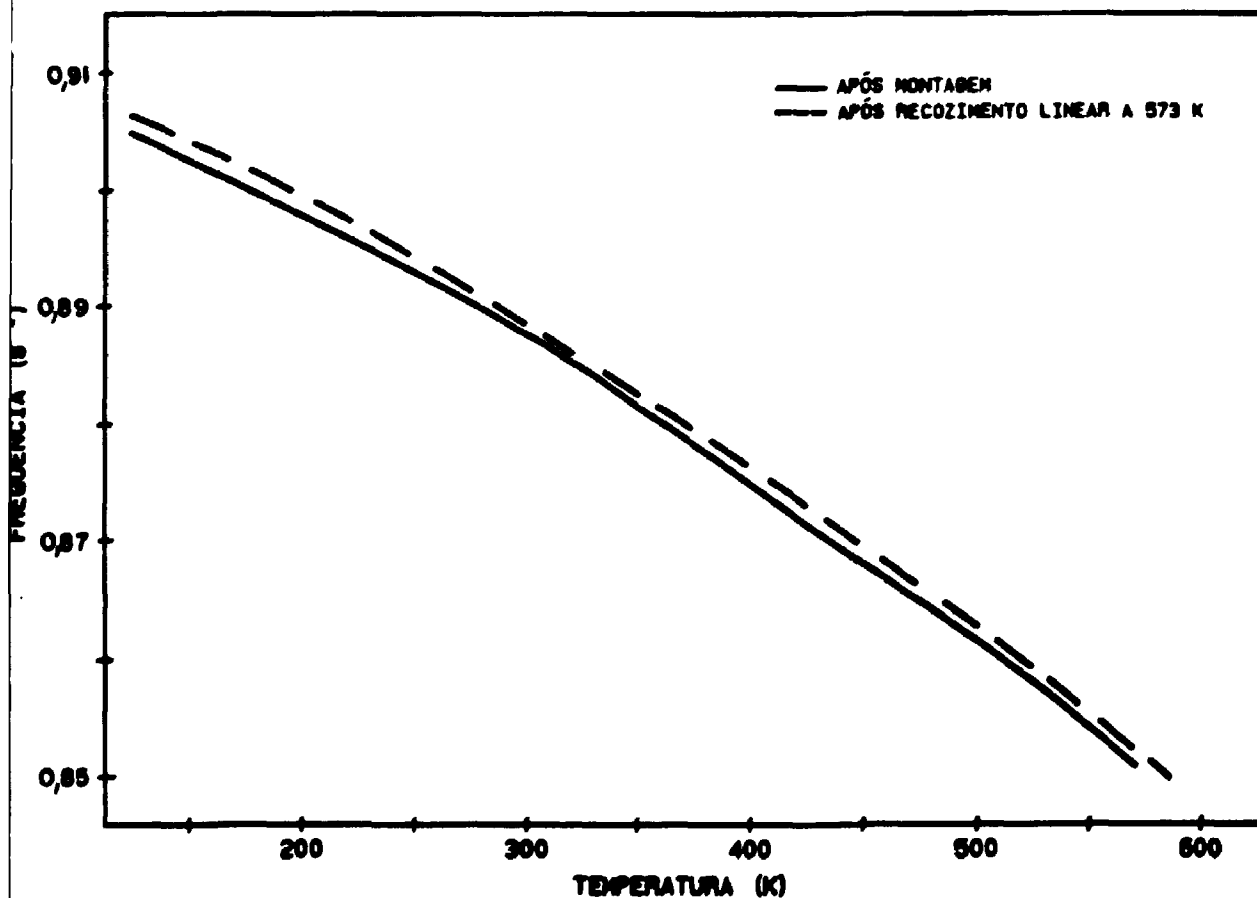


Figura 138: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 144. (Liga 2)

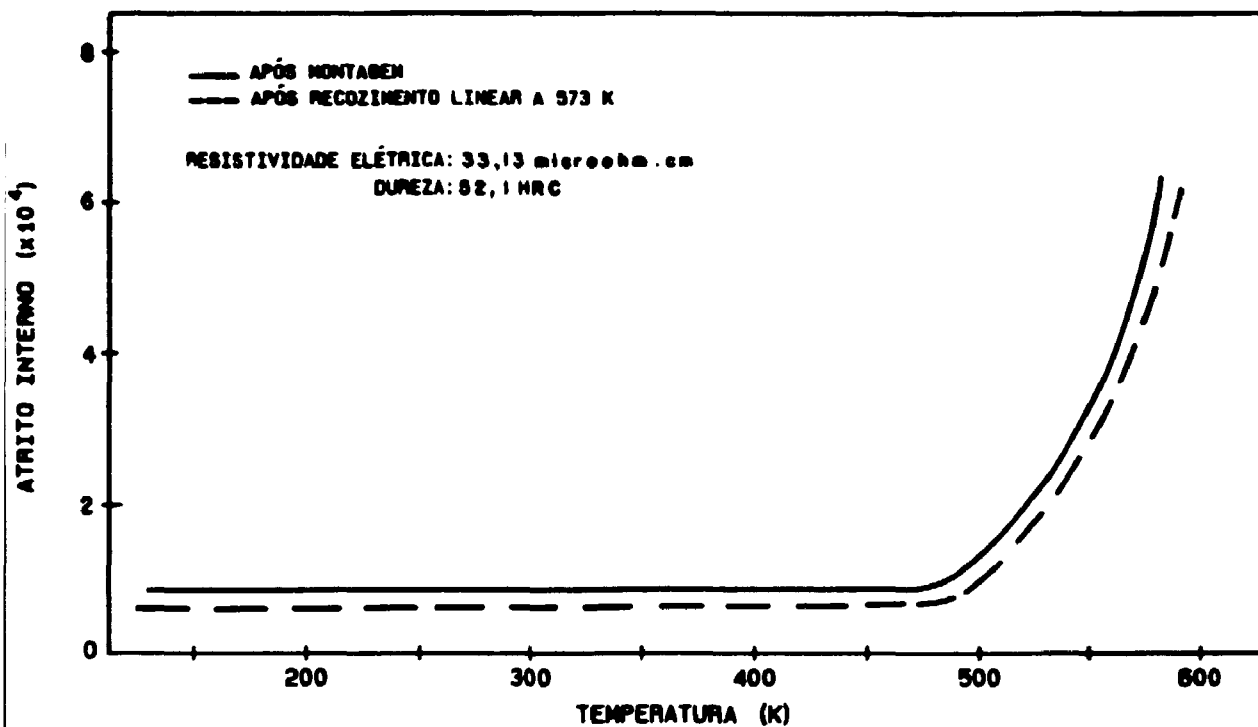


Figura 139: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 500 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 2)

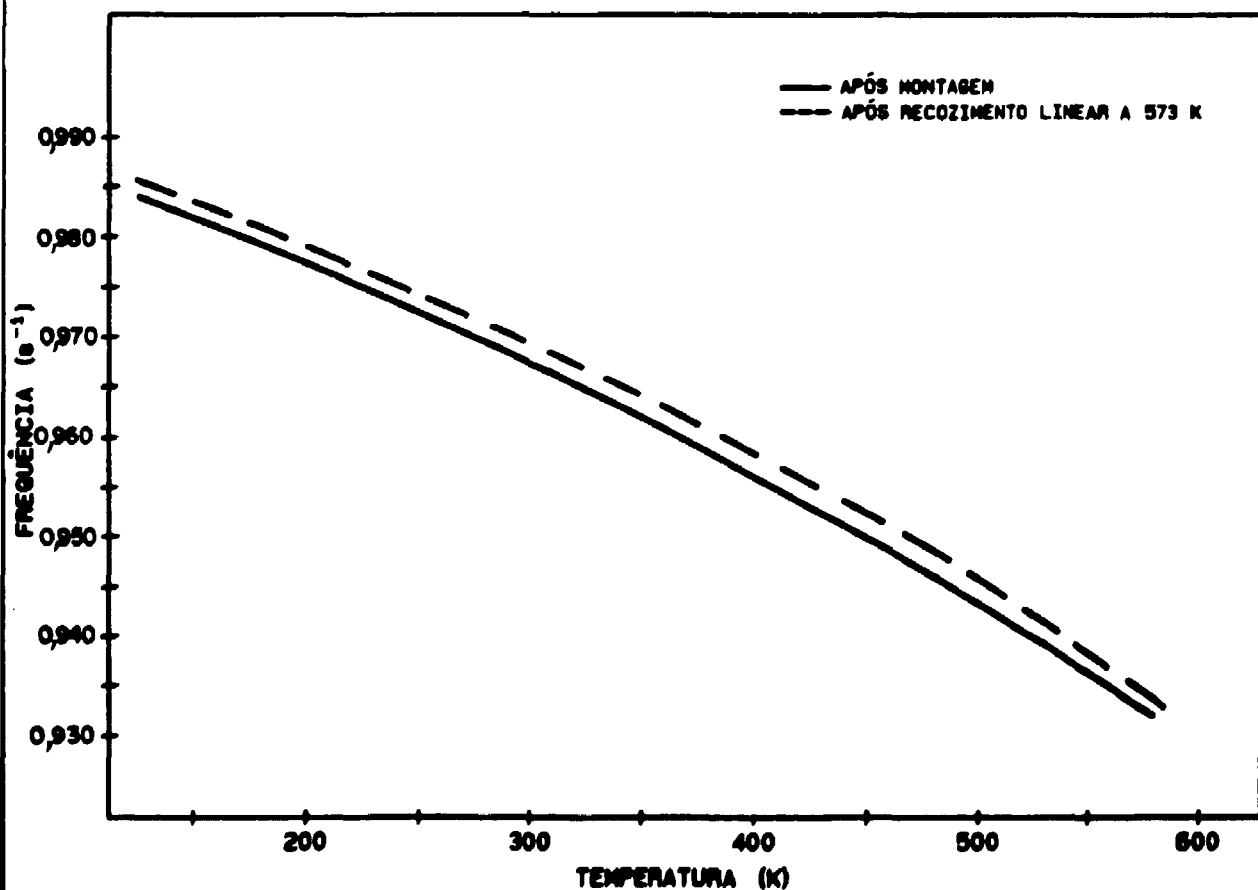


Figura 140: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 146. (Liga 2)

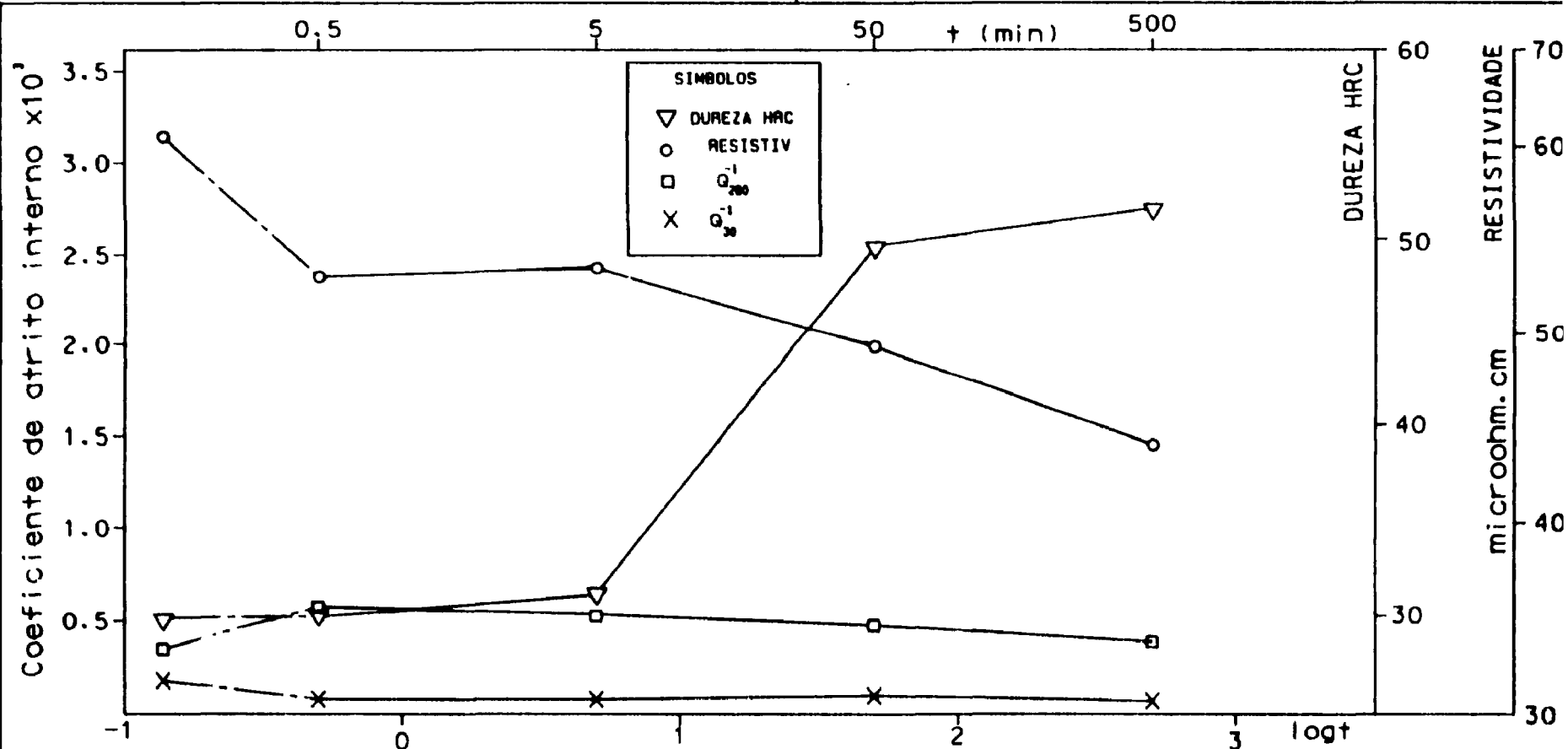


Figura 141 : Variação observada da resistência elétrica, em microhm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K), em amostras da liga 2 solubilizadas a 1093 e envelhecidas no forno a 723K

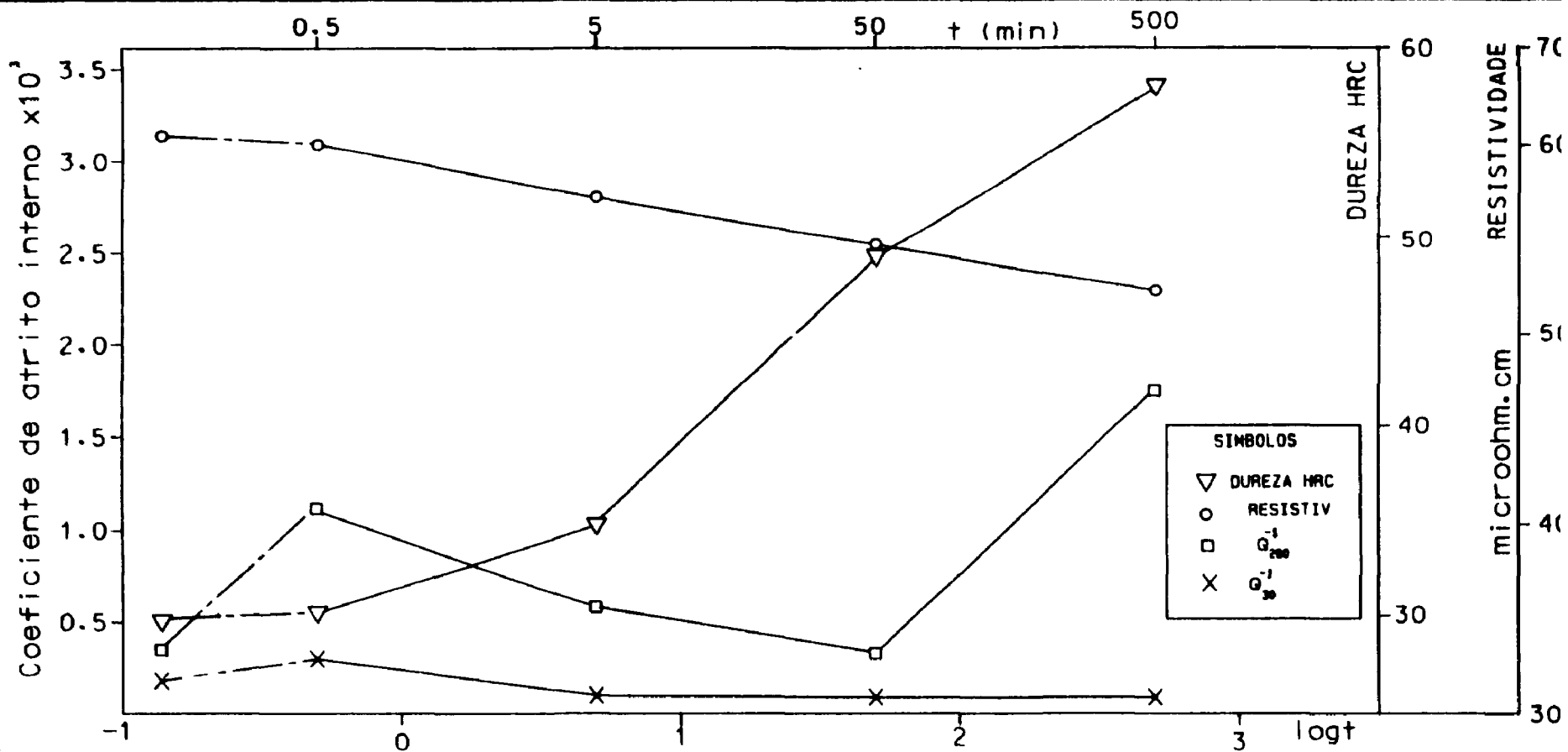


Figura 142 : Variação na resistividade elétrica, em microohm.cm na dureza HRC e nos coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K), Q_{30}^{-1} e Q_{280}^{-1} , em amostras da liga 2 solubilizadas a 1093 e envelhecidas no forno a 758K

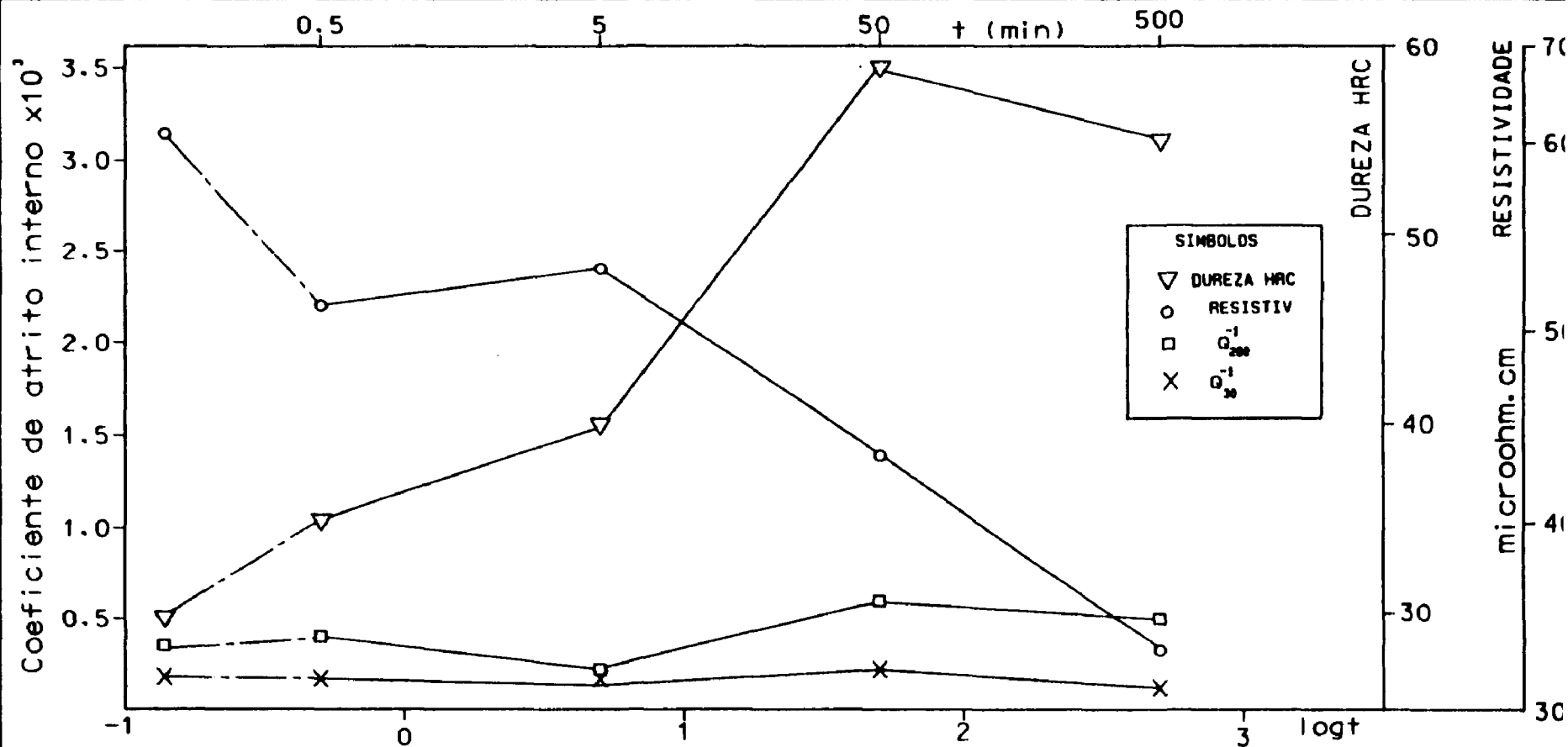


Figura 143 : Variação observada da resistividade elétrica, em microhm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K) Q_{30}^{-1} e Q_{280}^{-1} , em amostras da liga 2 envelhecidas a 823K

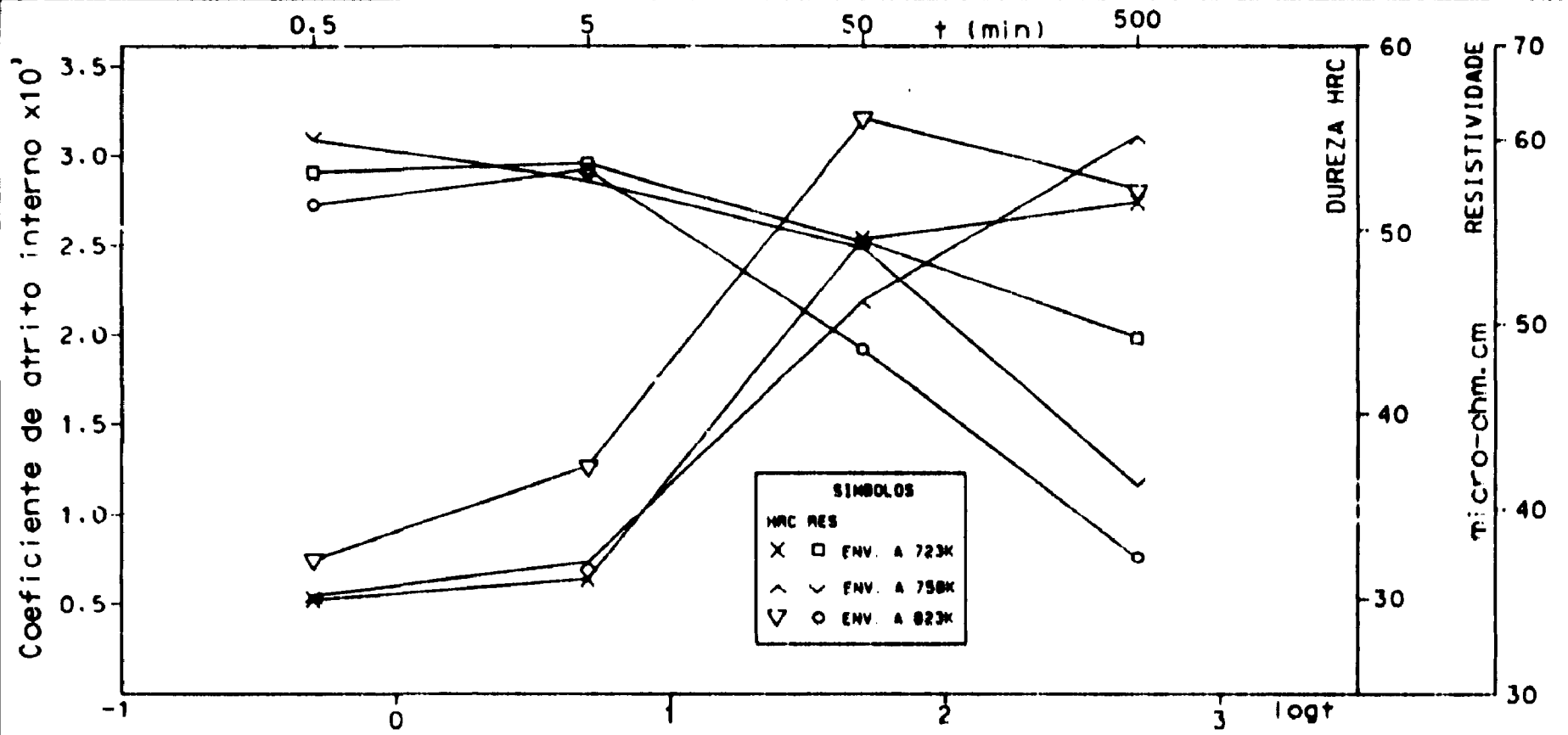


Figura 144 : Comparação dos resultados da dureza e resistividade para a liga 2 envelhecida no forno com resfriamento em água.

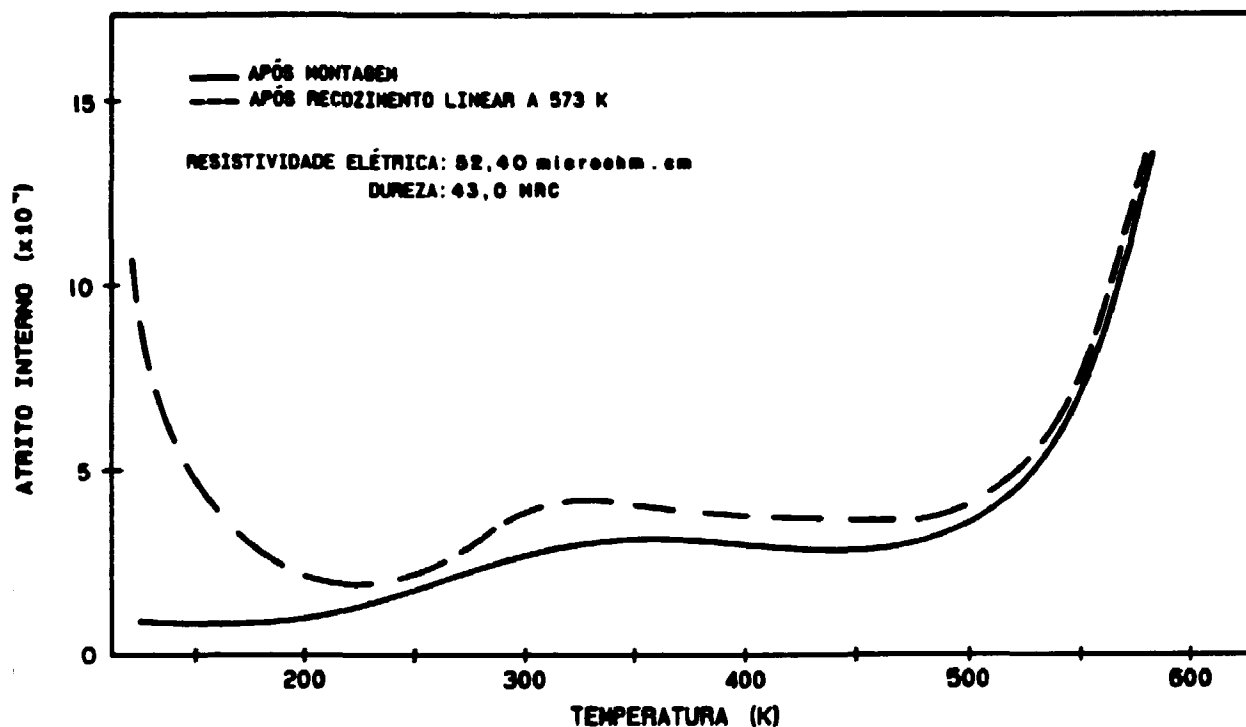


Figura 145: Espectro do atrito de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida em forno a 723 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

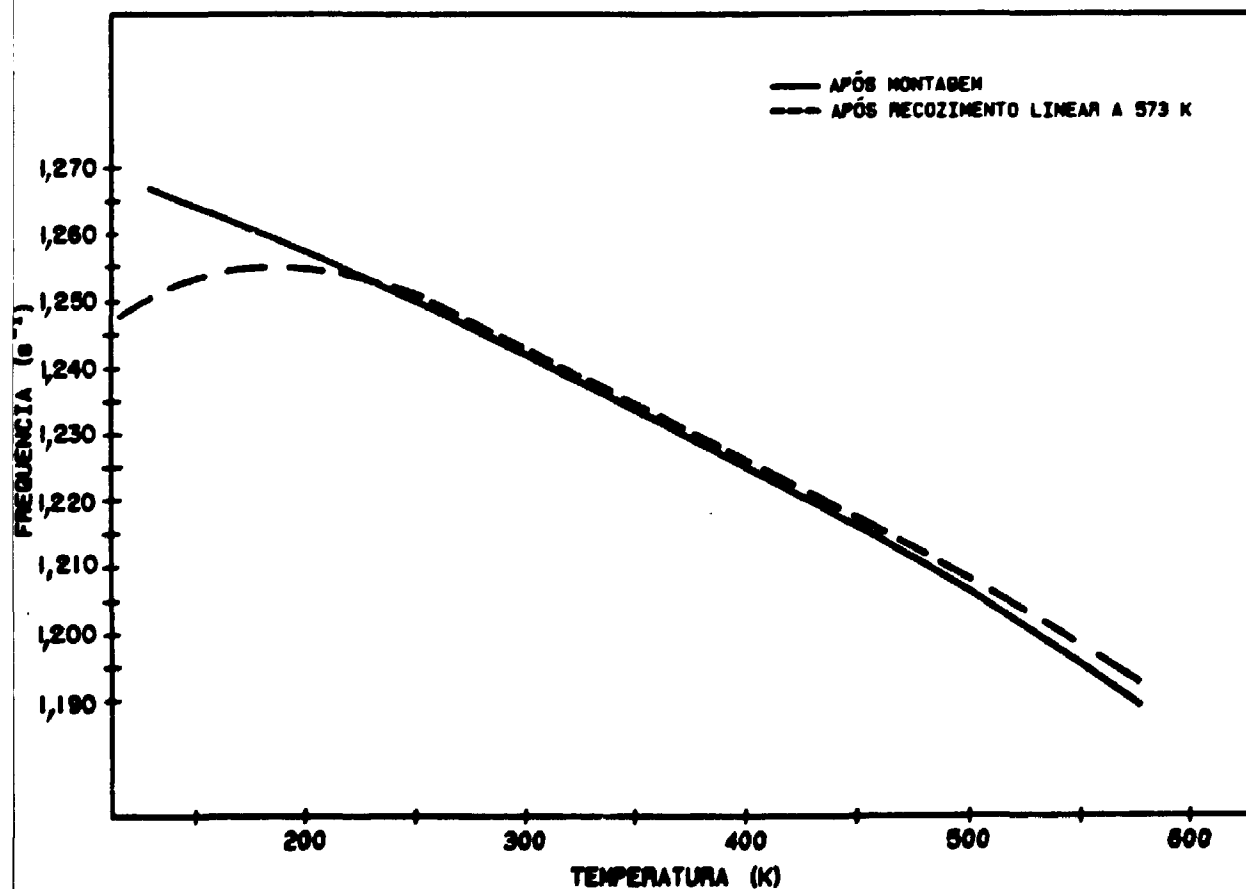


Figura 146: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 152. (Liga 3)

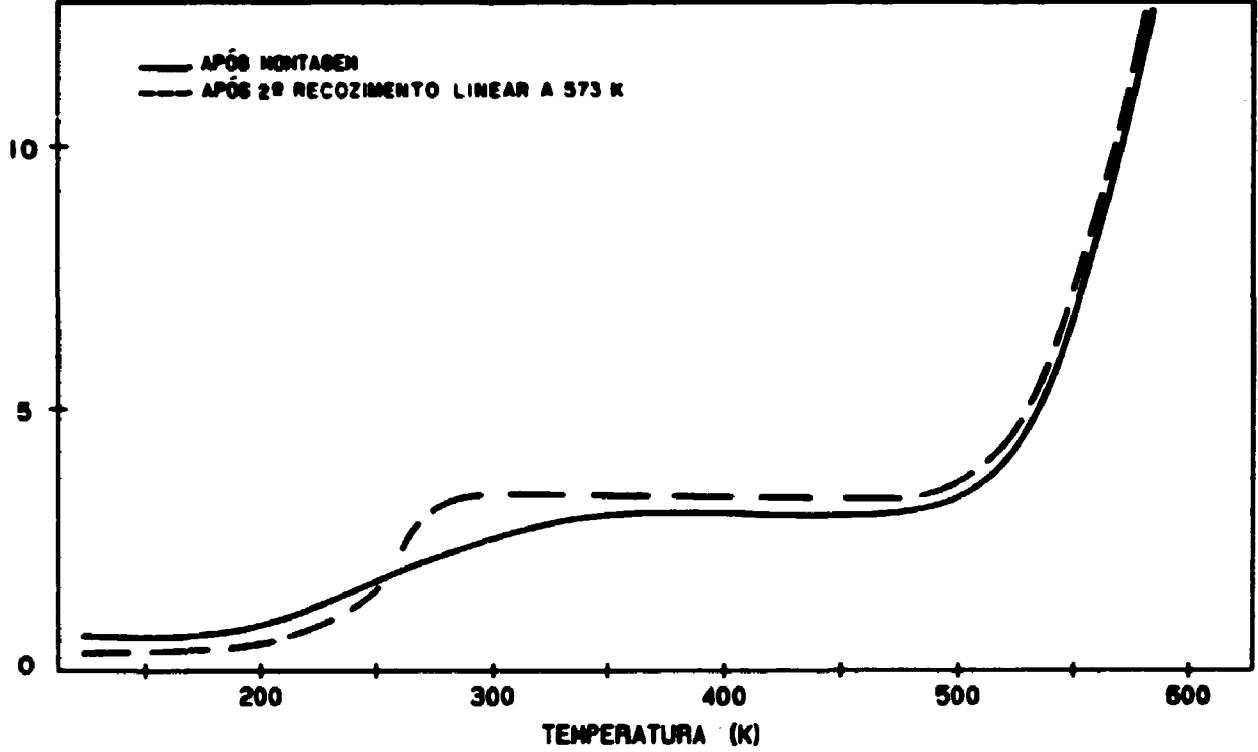


Figura 147: Espectro de Atrito Interno referente a mesma amostra da Figura 152 comparando-se os espectros "após montagem" com "após o 2º recozimento linear" no pêndulo. (Liga 3)

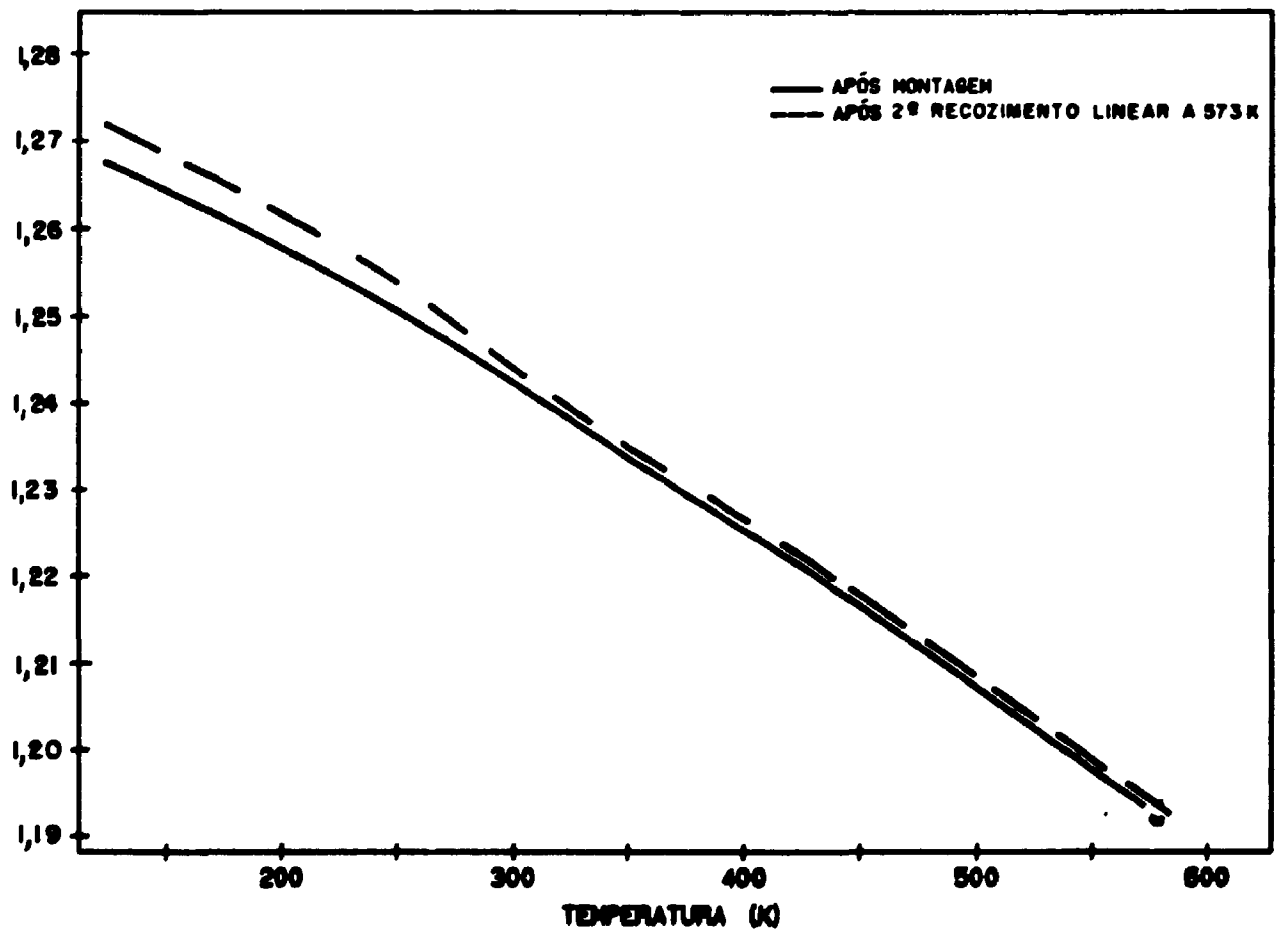


Figura 148: Comparação entre os espectros de frequência "após montagem" e após 2º recozimento linear" no pêndulo com a amostra da Figura 152. (Liga 3)

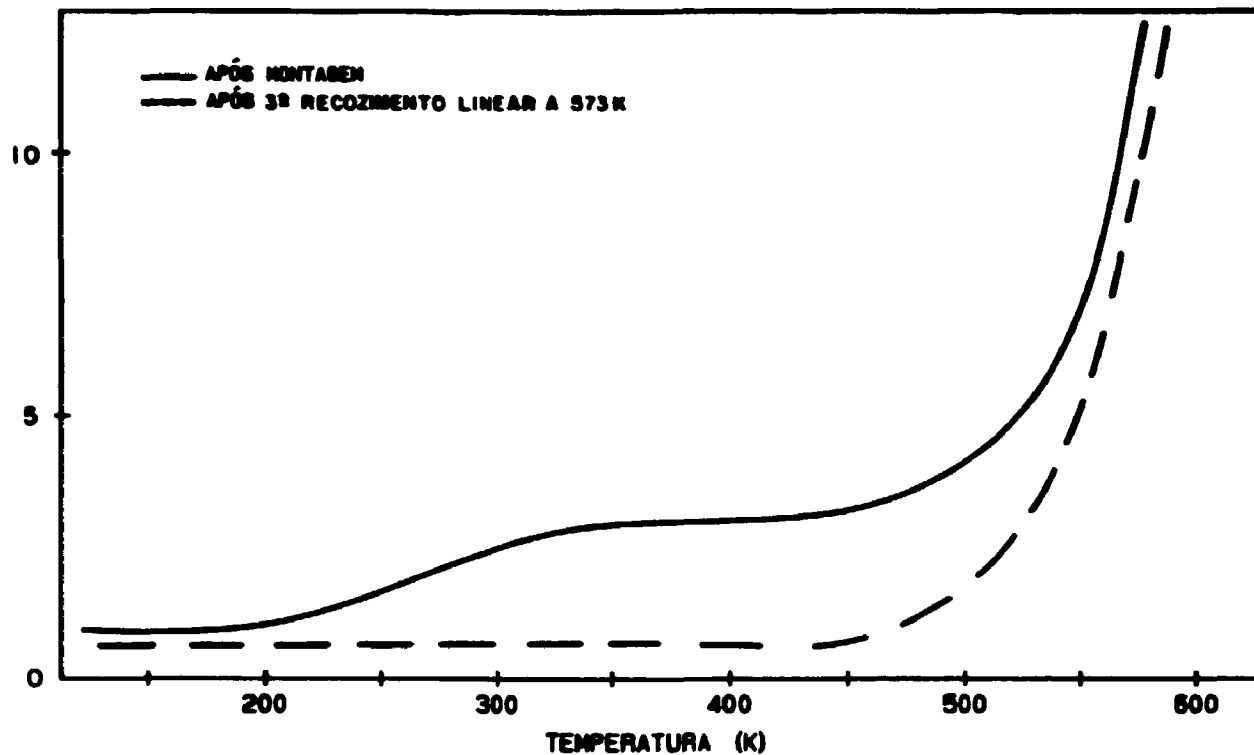


Figura 149: Comparação entre os espectros "após montagem" e "após o 3º recozimento linear" no pêndulo com a amostra da figura 152. (Liga 3)

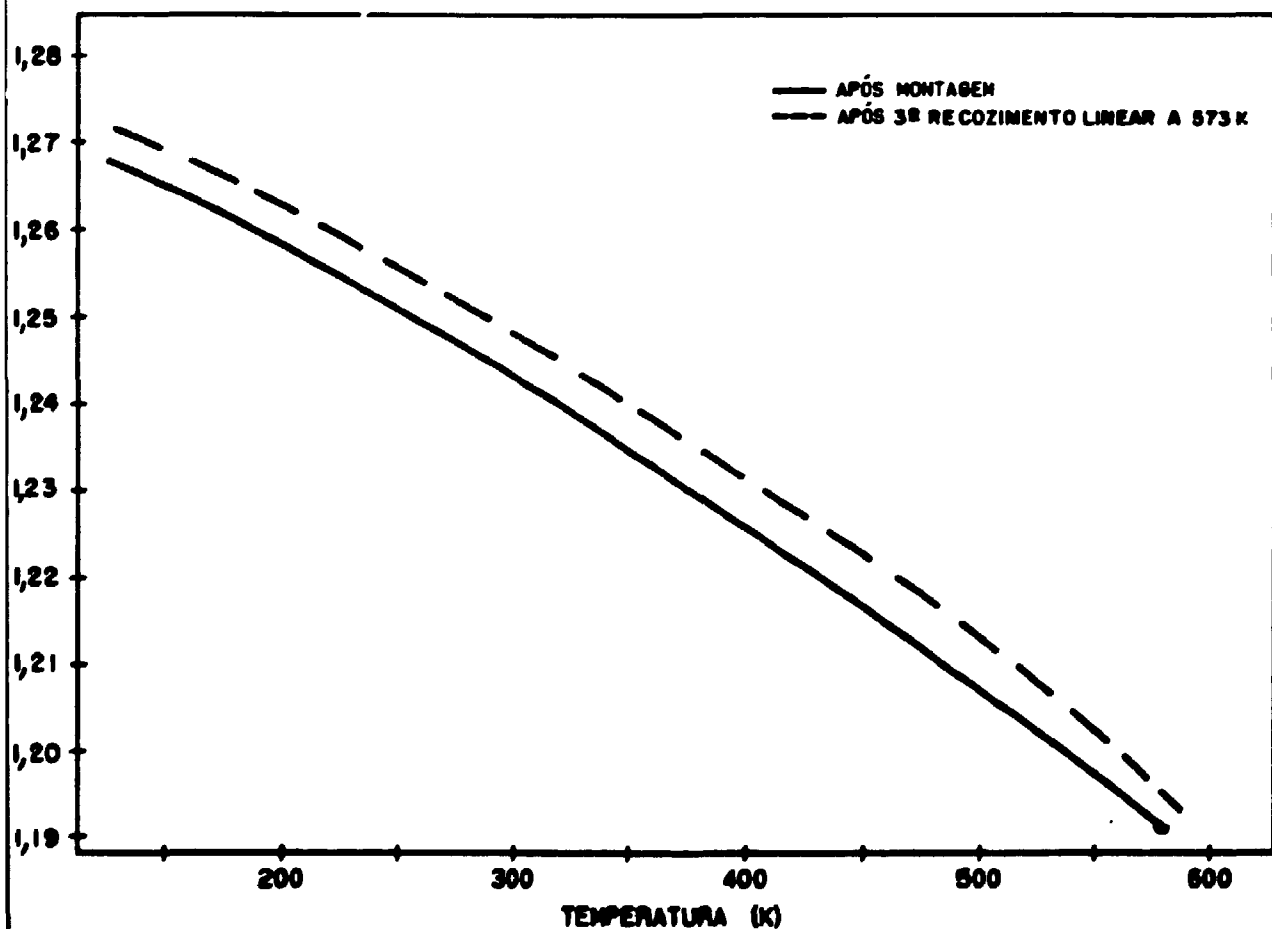


Figura 150: Comparação entre os espectros de frequência "após montagem" e "após o 3º recozimento linear" no pêndulo com a amostra da Figura 152. (Liga 3)

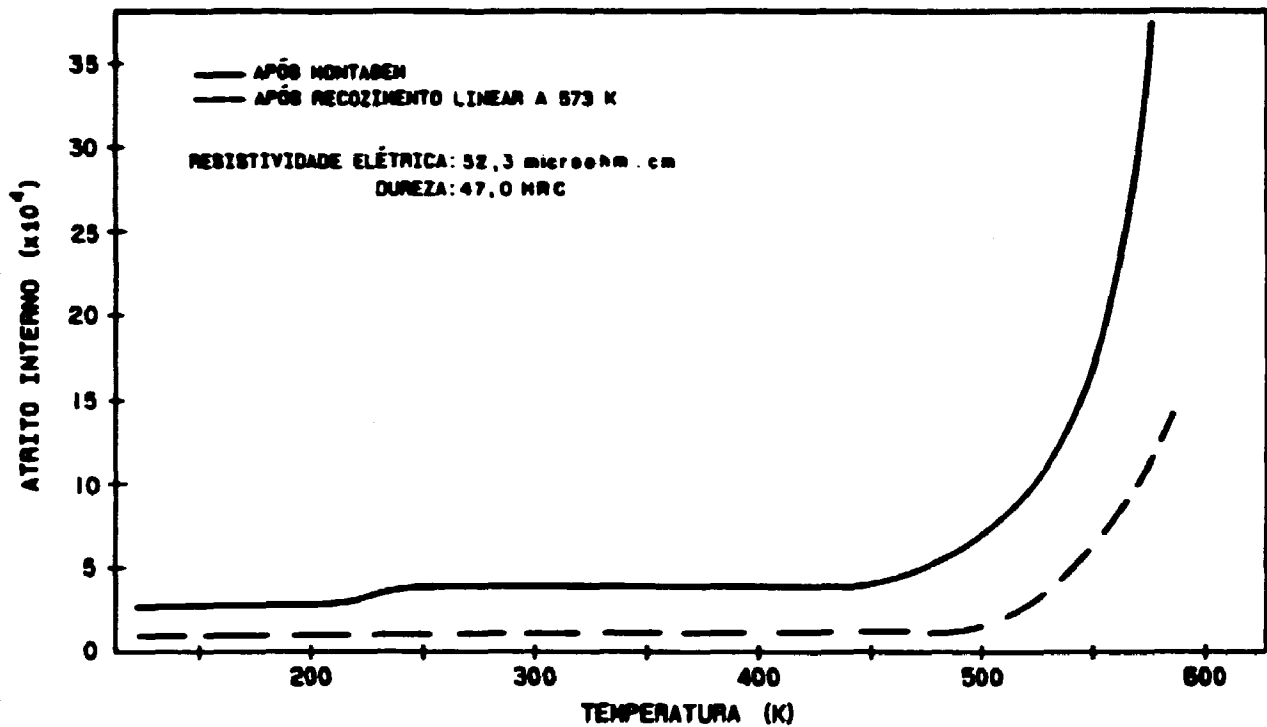


Figura 151: Espectro do atrito interno de amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 723 K por 5 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

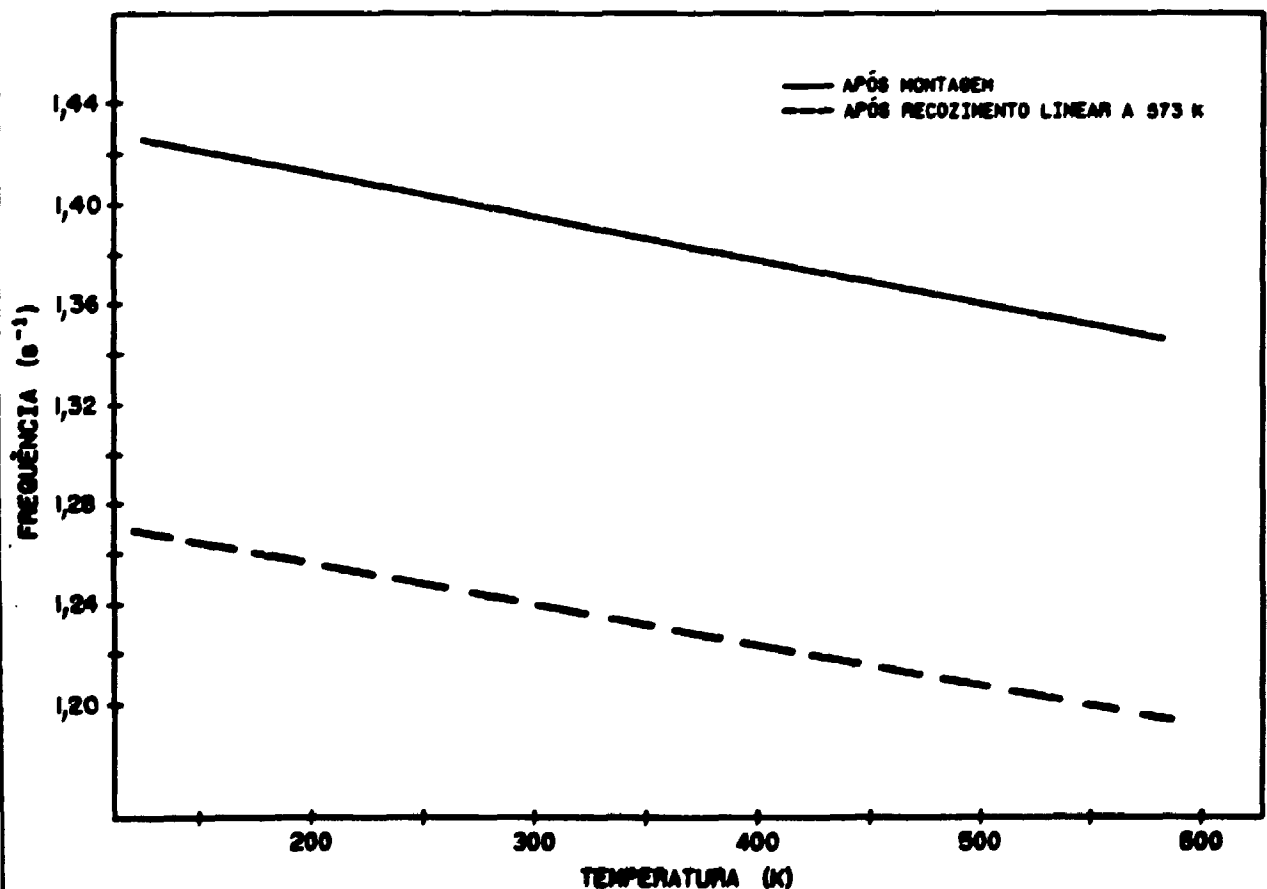


Figura 152: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 158. (Liga 3)

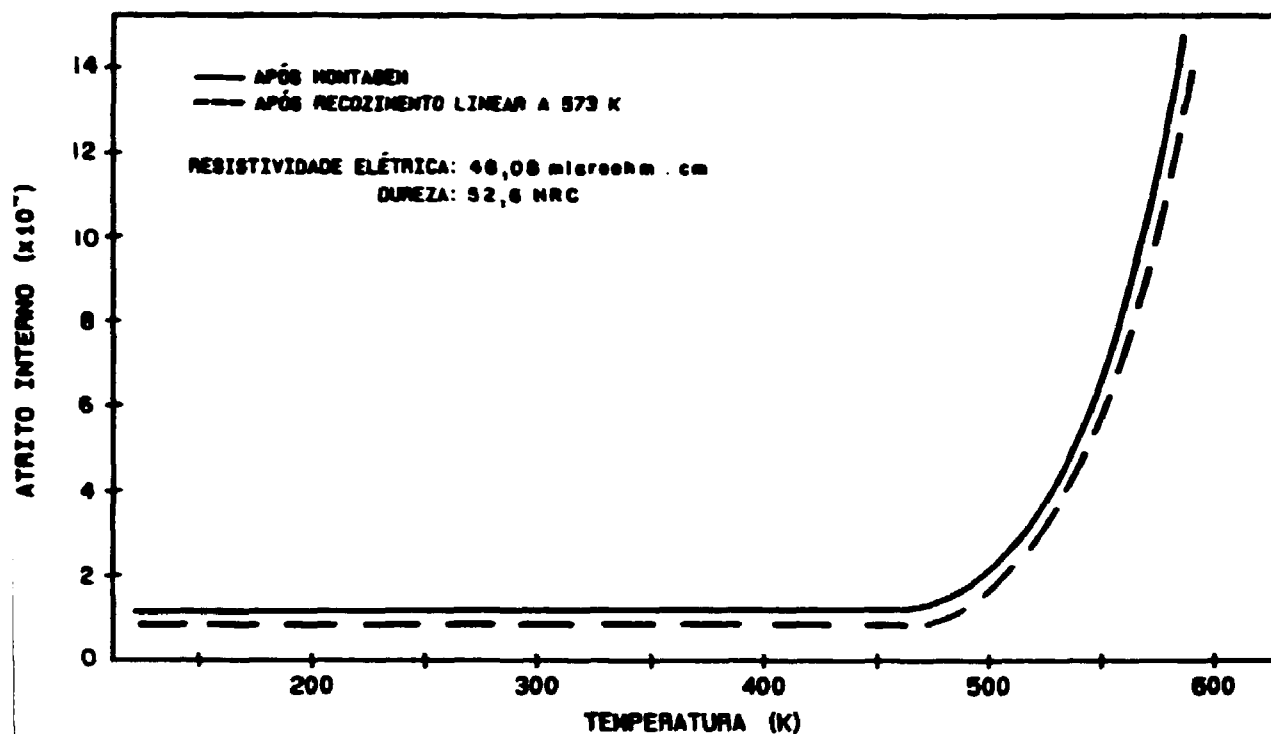


Figura 153: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 723 K por 50 minutos com resfriamento rápido, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

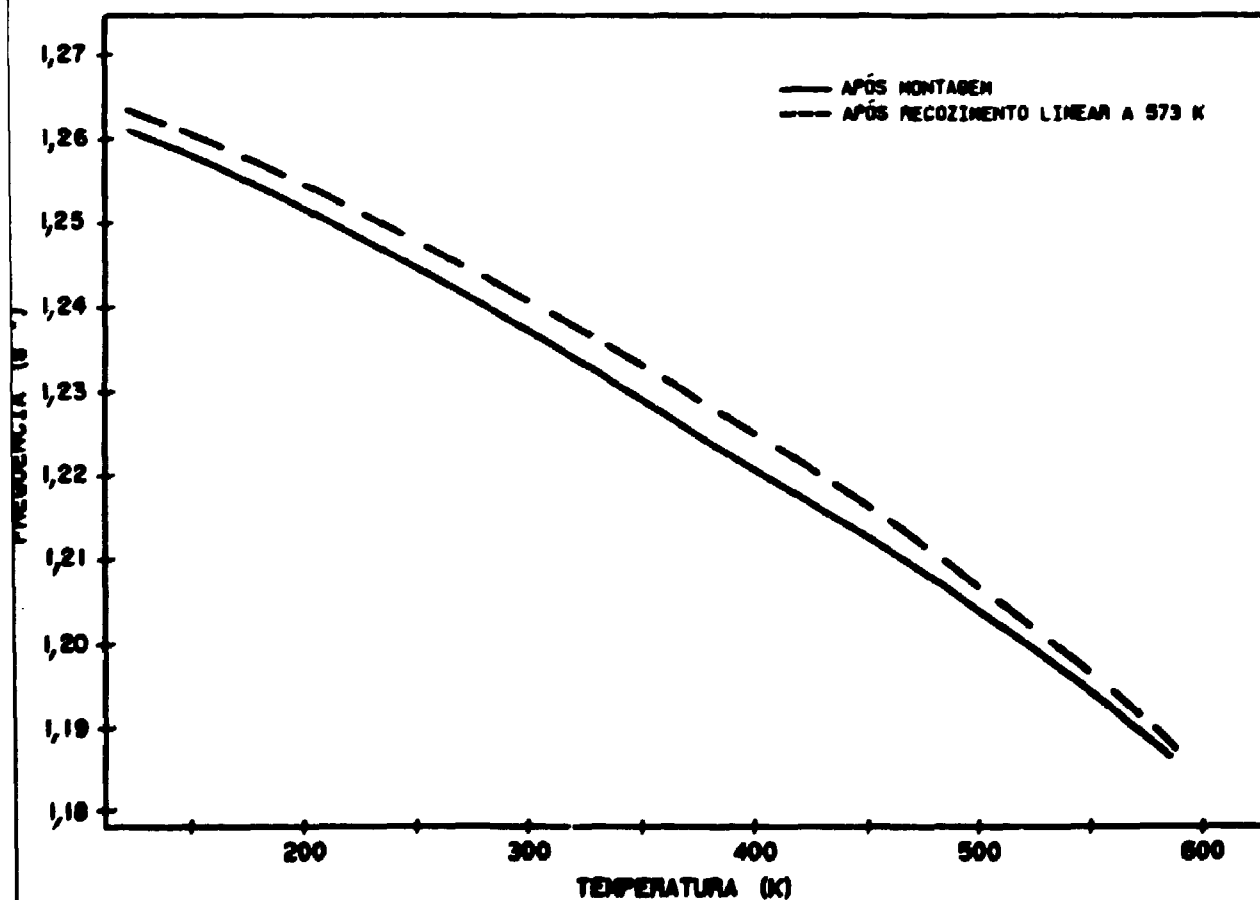


Figura 154: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 160. (Liga 3)

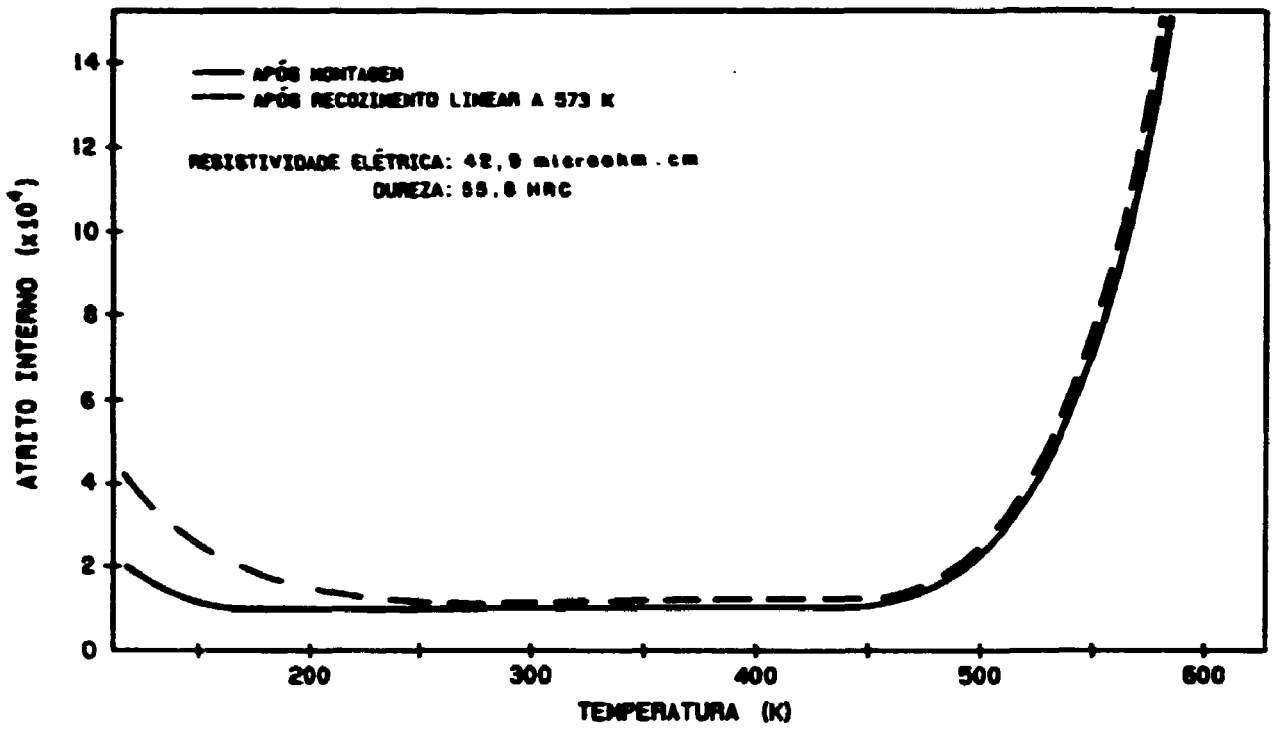


Figura 155: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 723 K por 500 minutos com resfriamento rápido, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

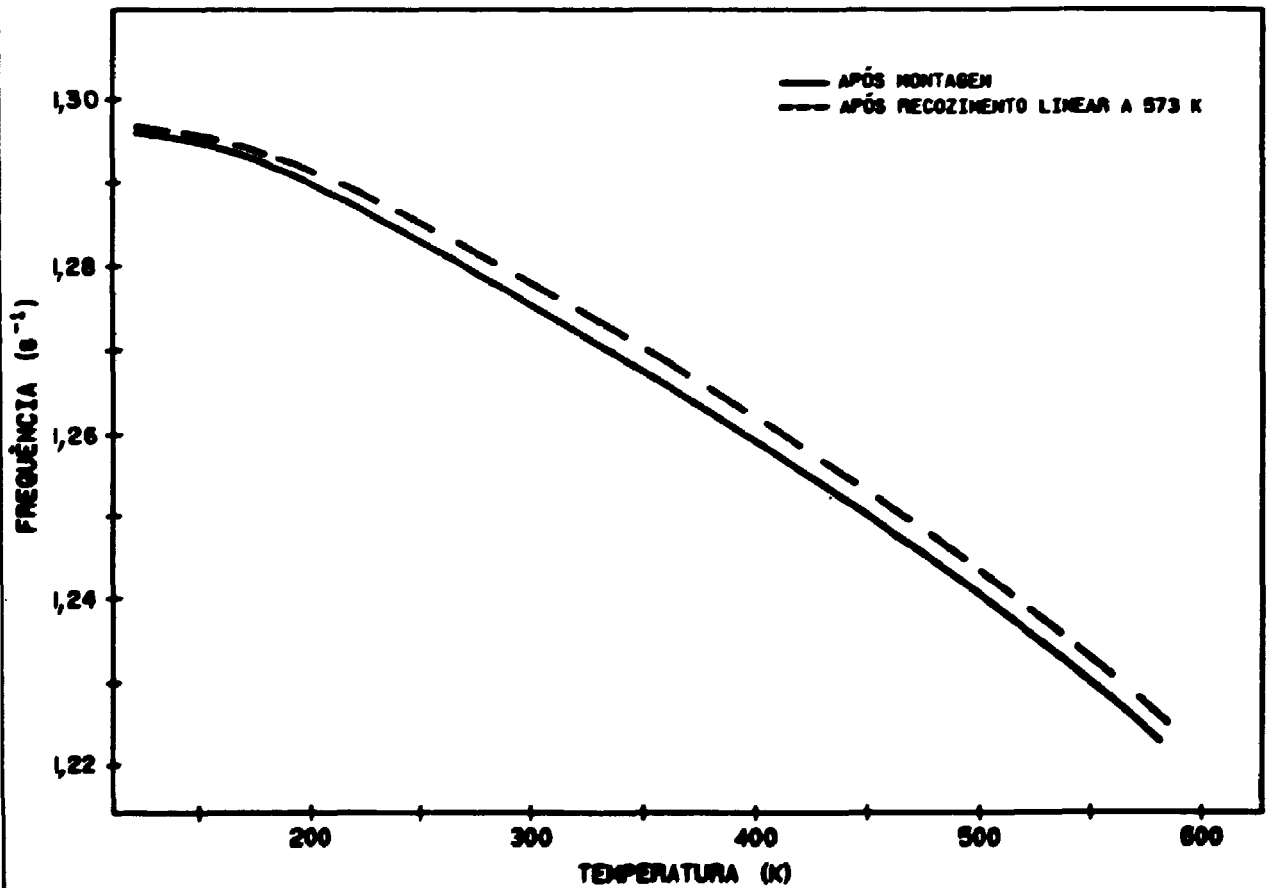


Figura 156: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 162. (Liga 3)

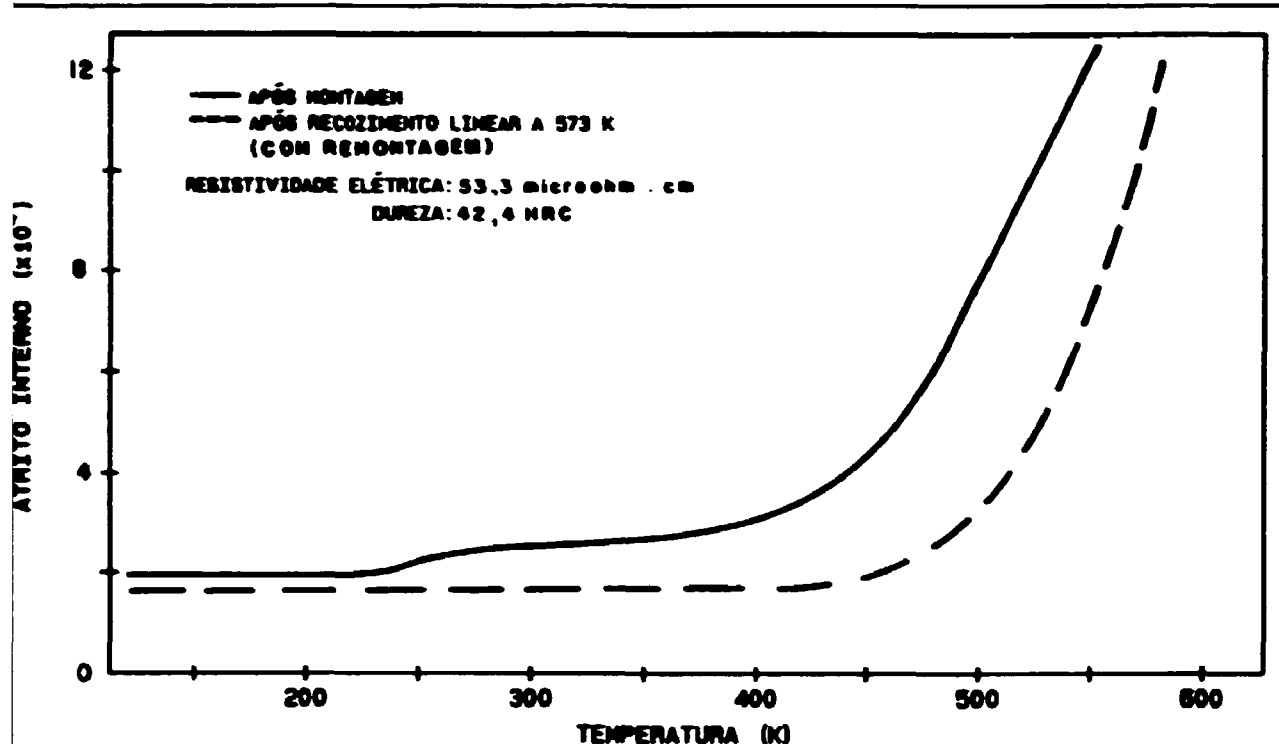


Figura 157: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação dos valores de resistividade e dureza. Após o 1º ensaio a amostra foi remontada para o 2º ensaio. (Liga 3)

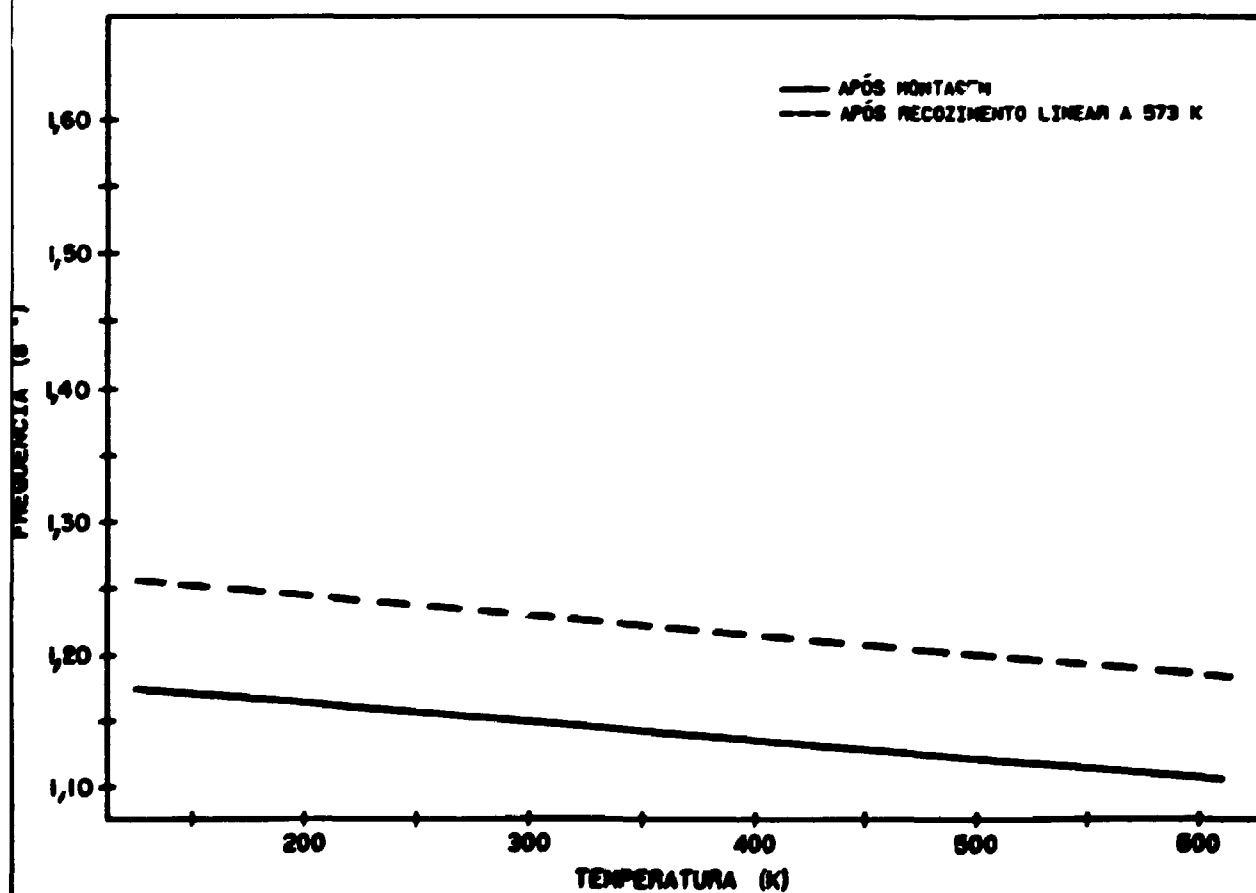


Figura 158: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme Figura 164. (Liga 3)

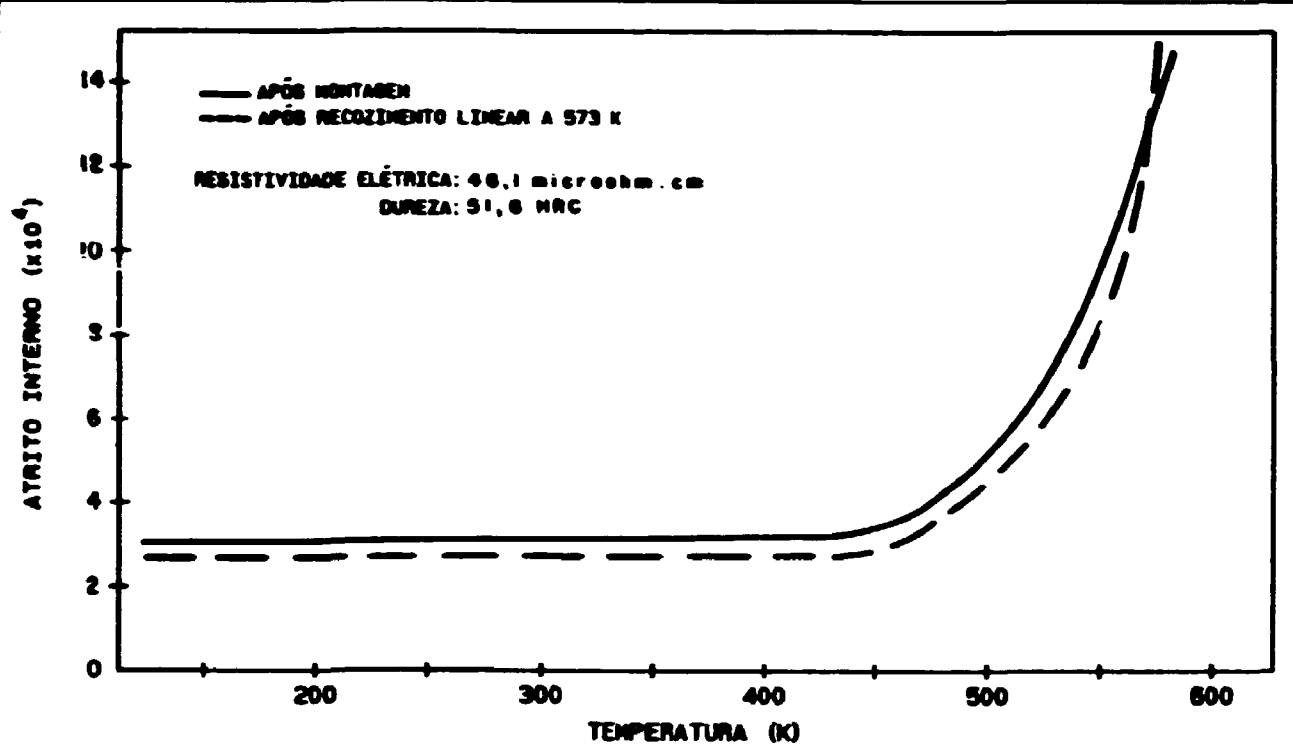


Figura 159: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 758 K por 5 minutos, e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

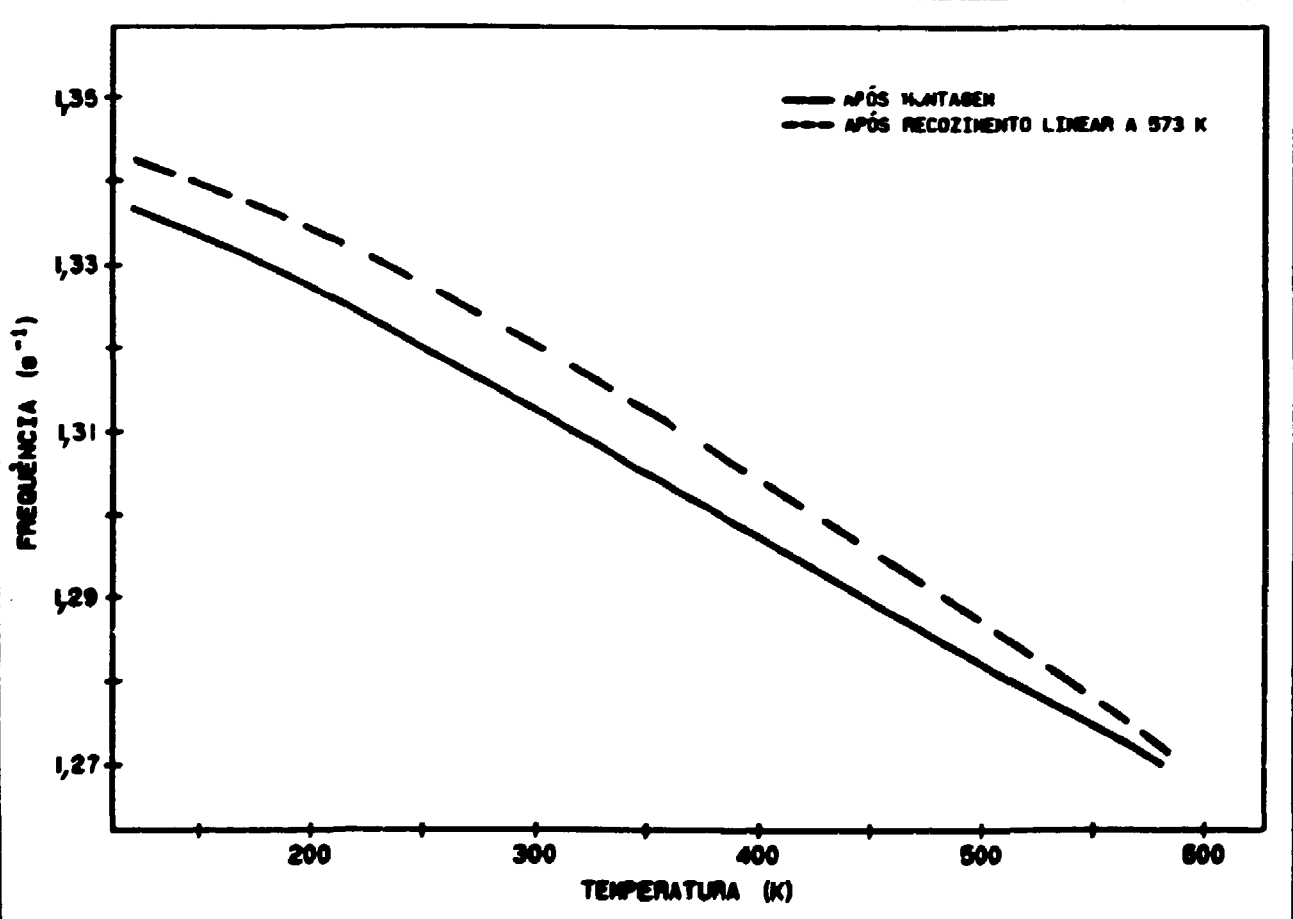


Figura 160: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 166. (Liga 3)

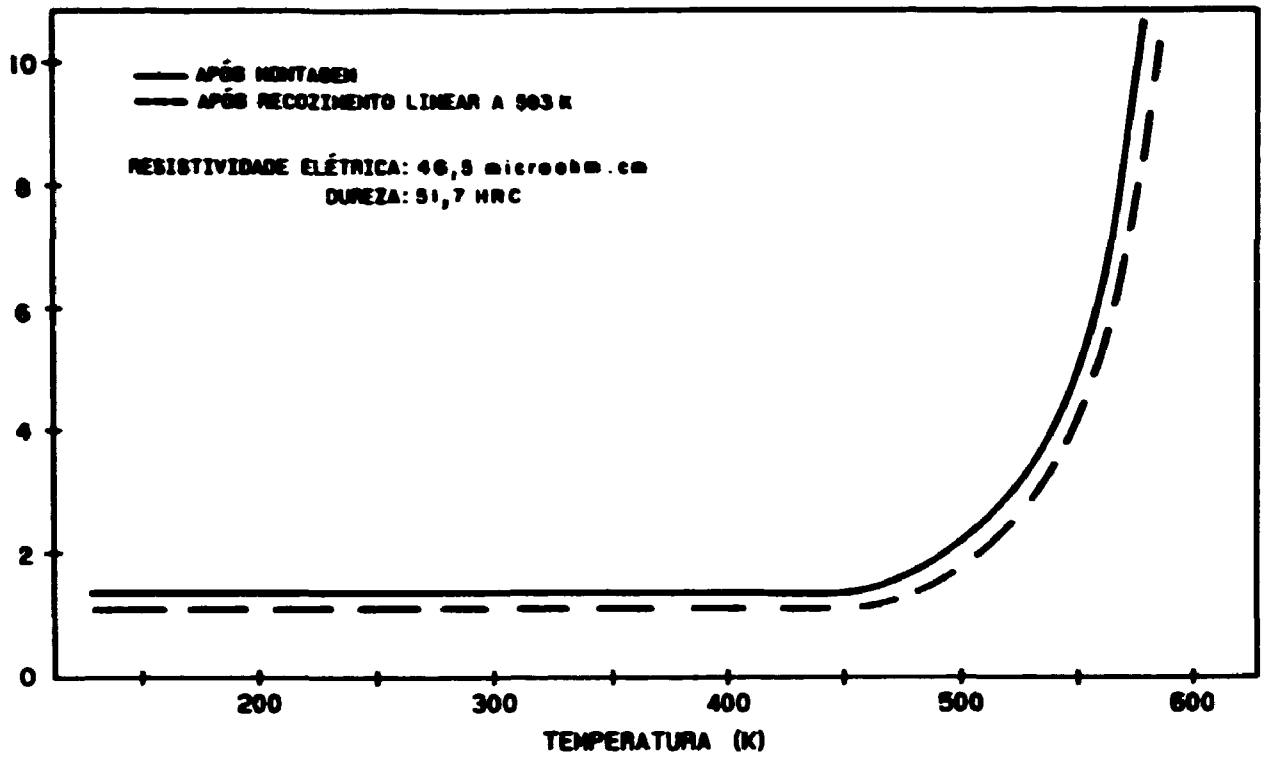


Figura 161: Espectro de Atrito Interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida a 758 K por 50 minutos com resfriamento na água, e indicação dos valores da Resistividade e Dureza. (Liga 3)

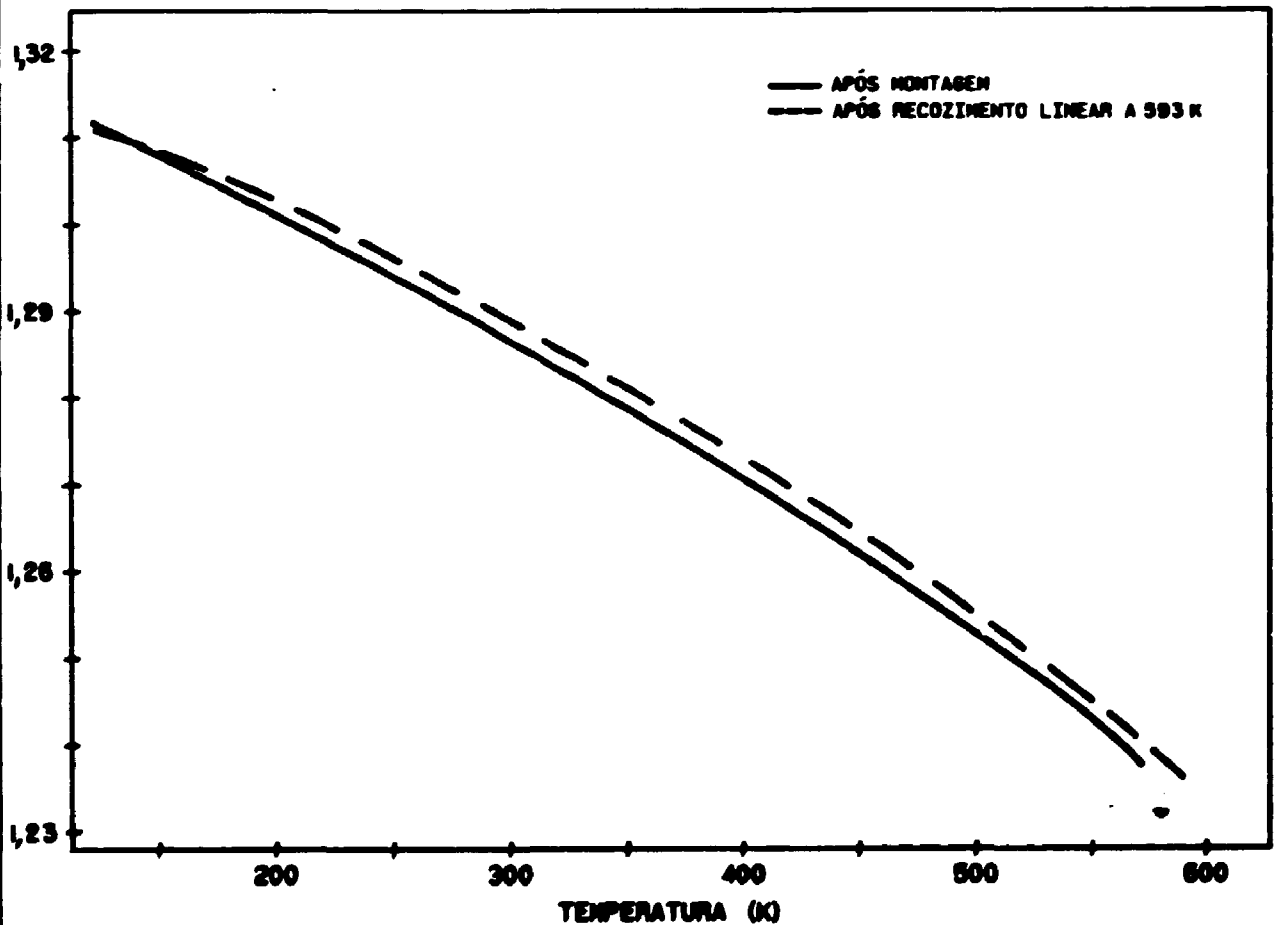


Figura 162: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme Figura 168 (Liga 3)

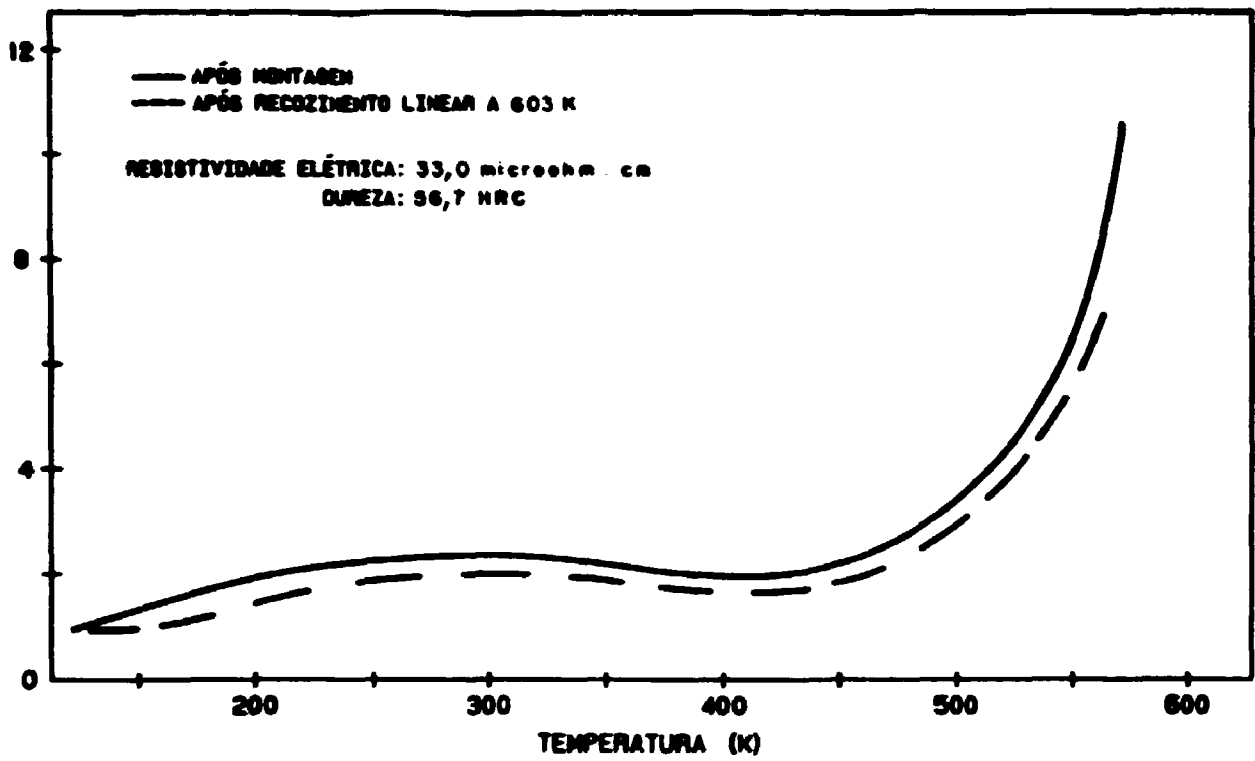


Figura 163: Espectro do Atrito Interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida em forno a 758 K por 500 minutos, e indicação dos valores da Resistividade e Dureza. (Liga 3)

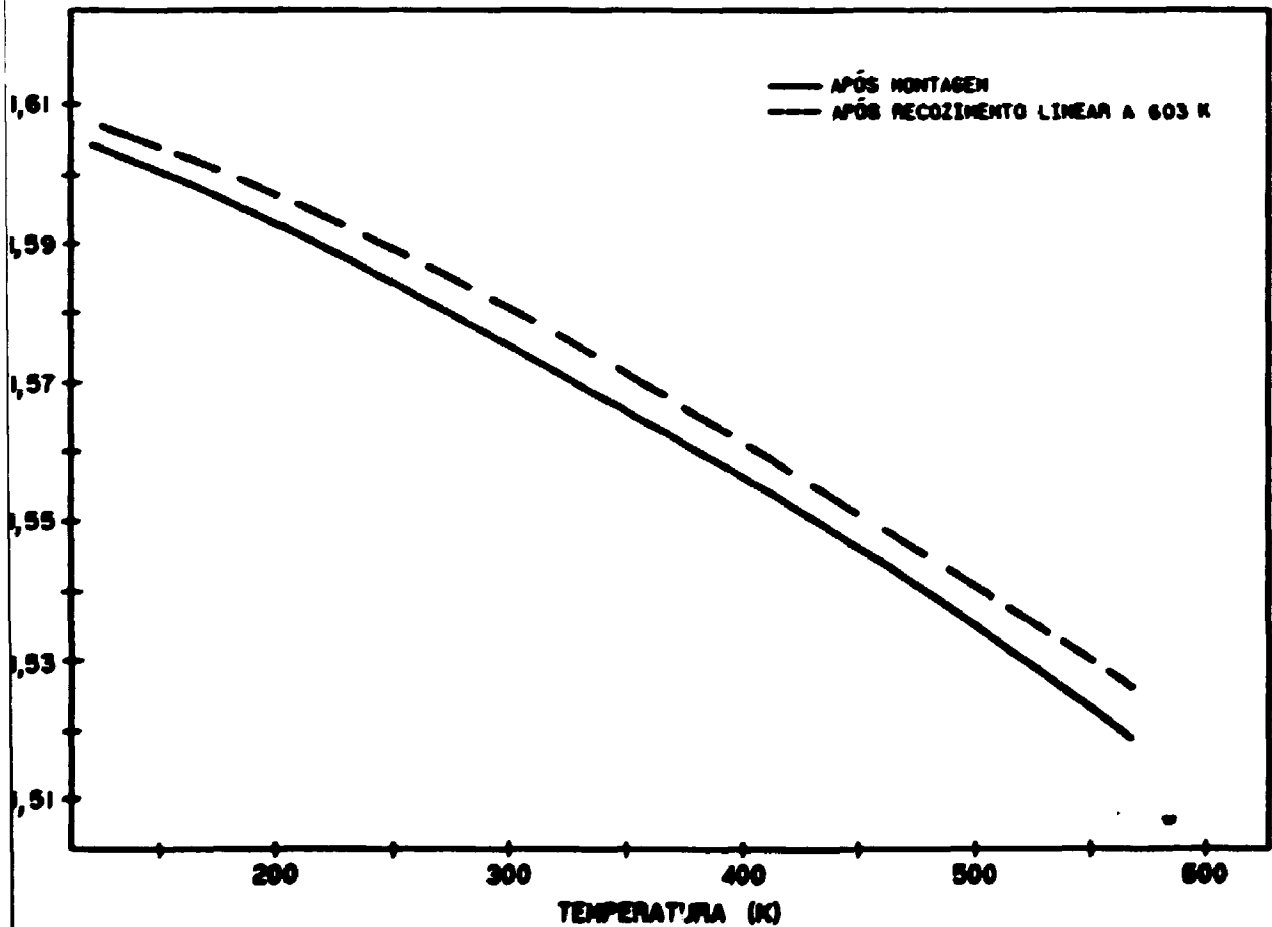


Figura 164: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme Figura 170. (Liga 3)

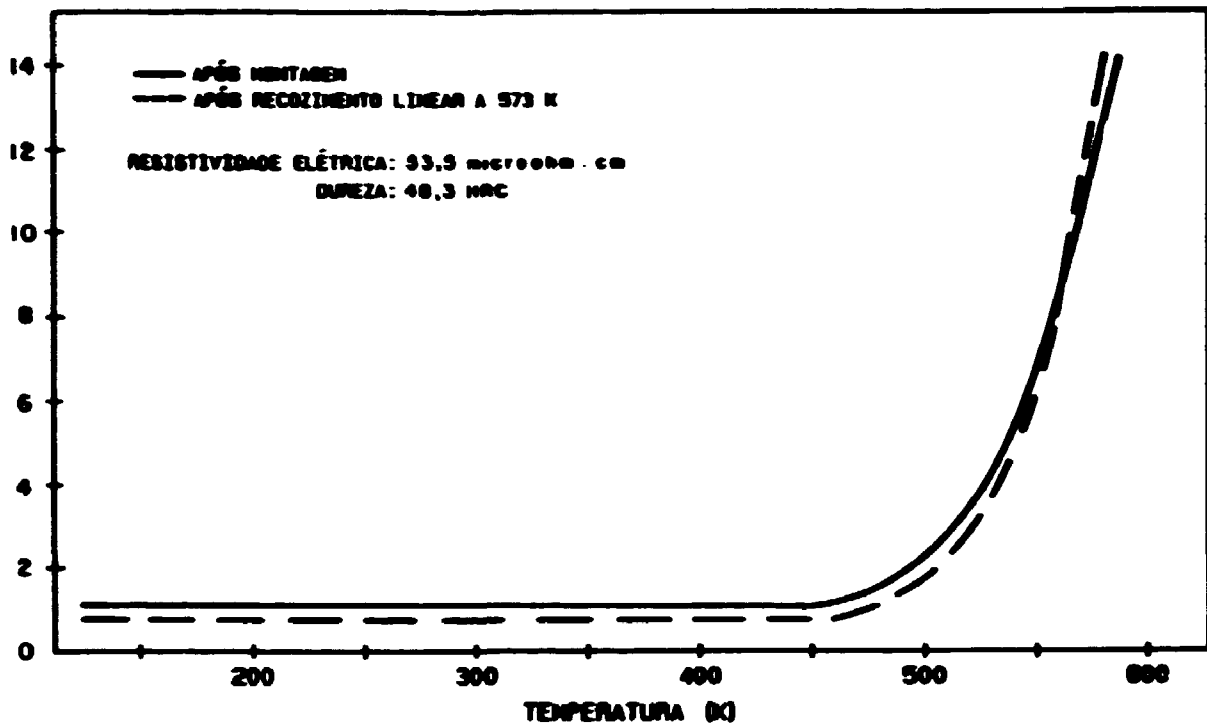


Figura 165: Espectro do atrito interno da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 1/2 minuto com resfriamento na água, e indicação dos valores de resistividade e dureza. (Liga 3)

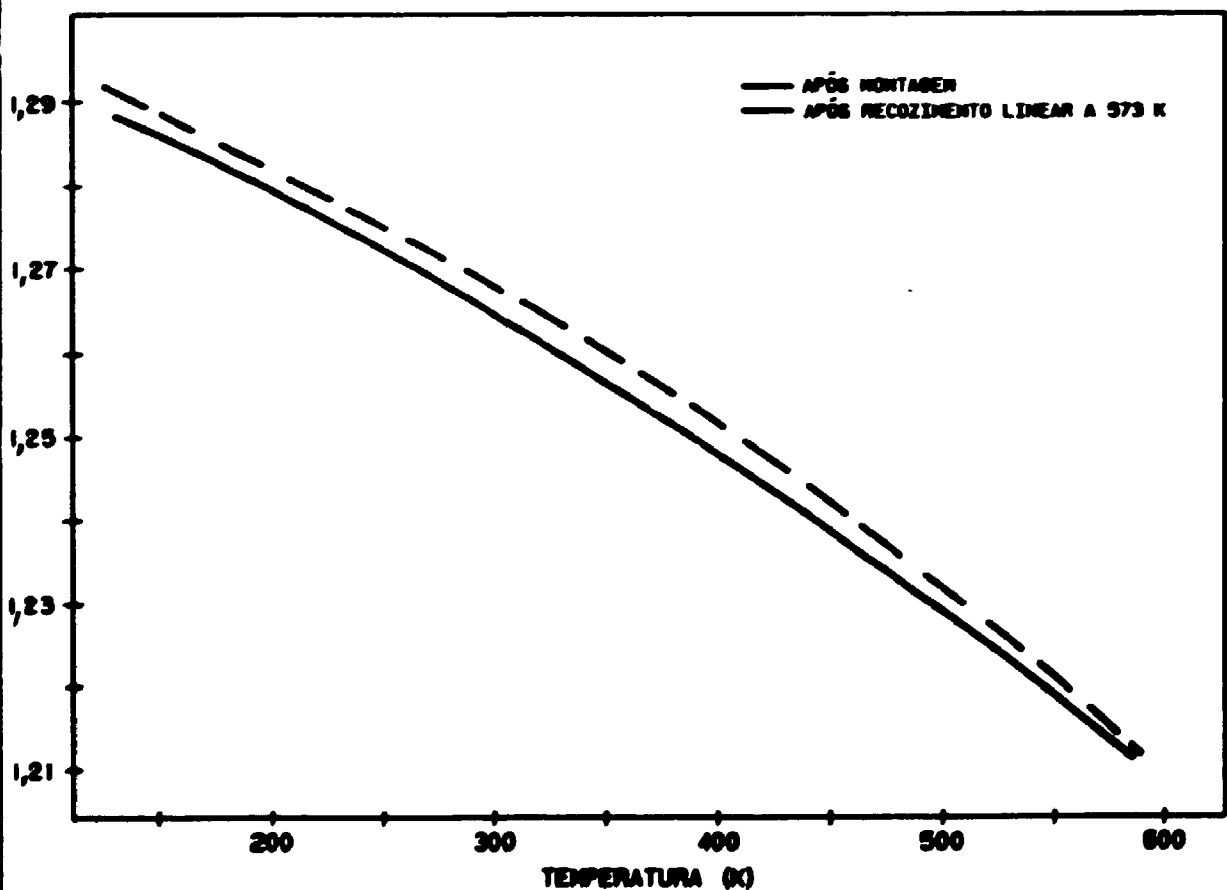


Figura 166: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 172. (Liga 3)

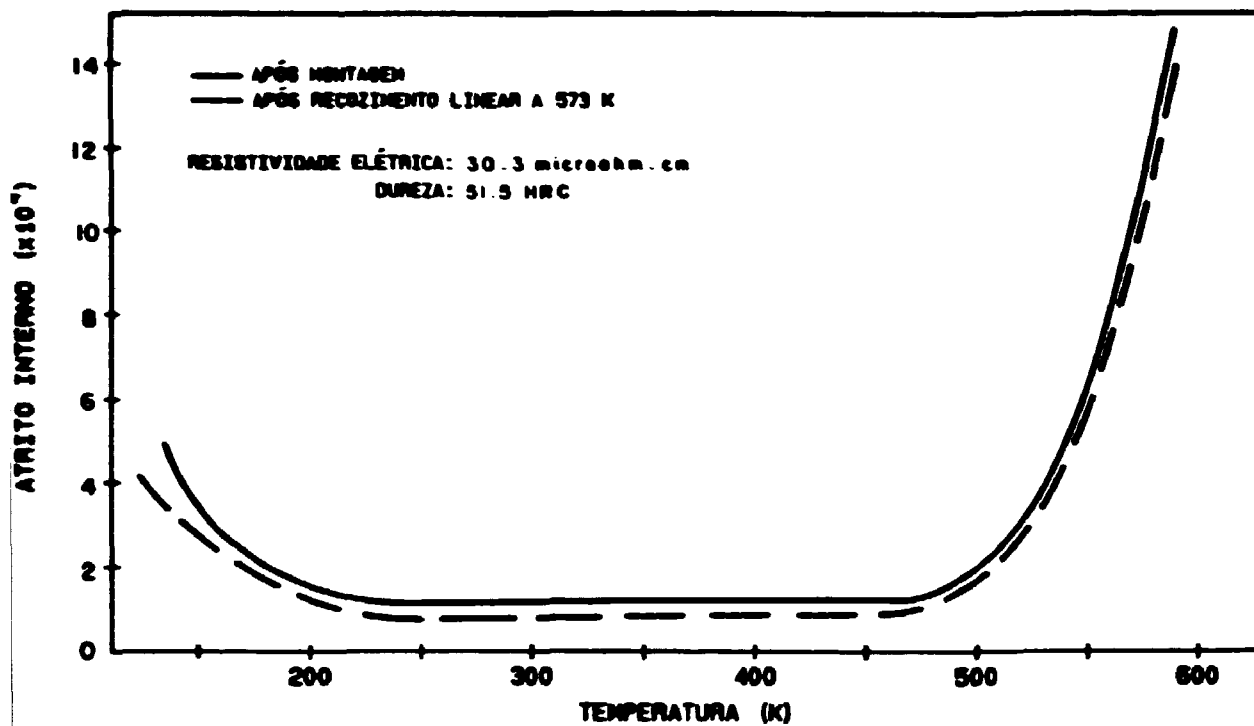


Figura 169: Espectro da frequência da amostra solubilizada a 1093 K e envelhecida no forno a 823 K por 50 minutos com resfriamento na água e indicação dos valores da resistividade e dureza. (Liga 3)

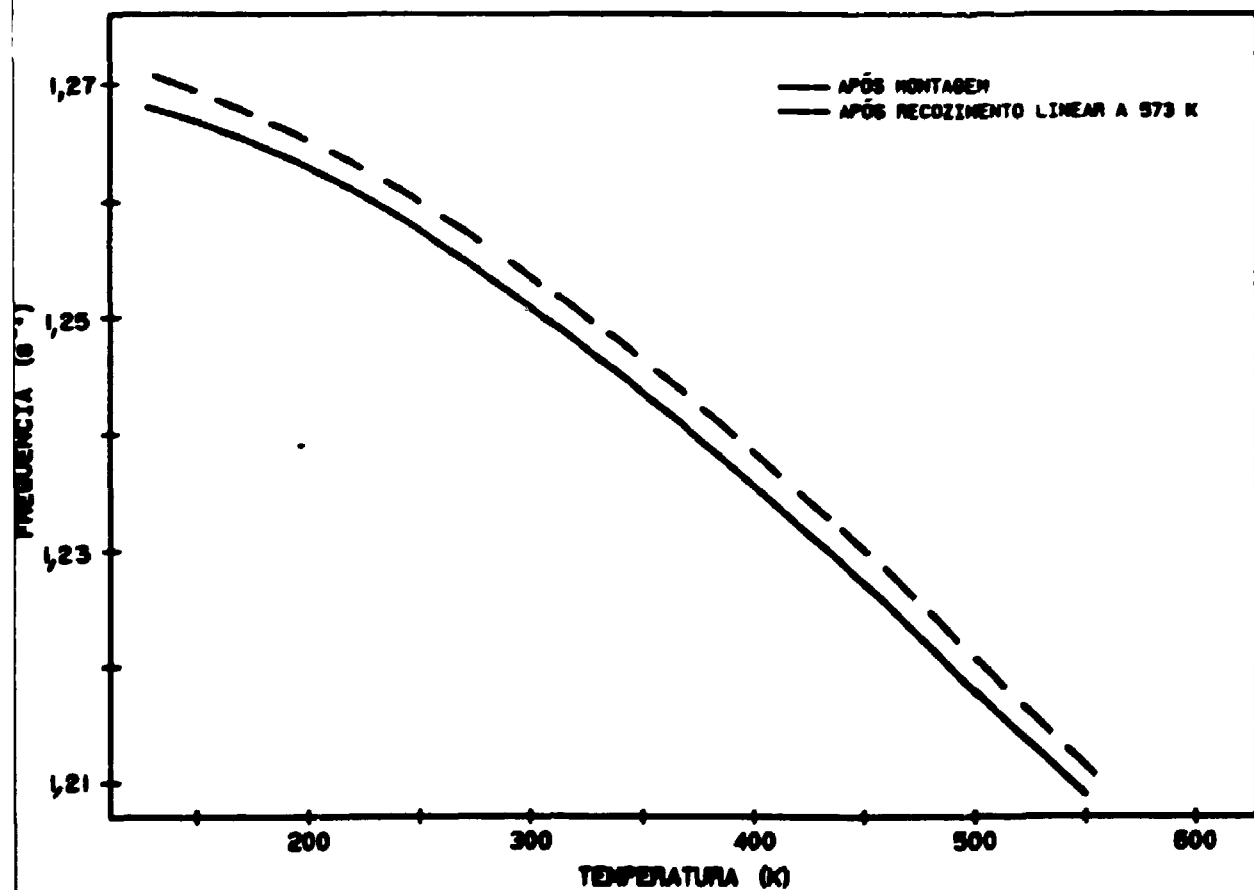


Figura 170: Espectro da frequência da amostra preparada e ensaiada conforme figura 176. (Liga 3)

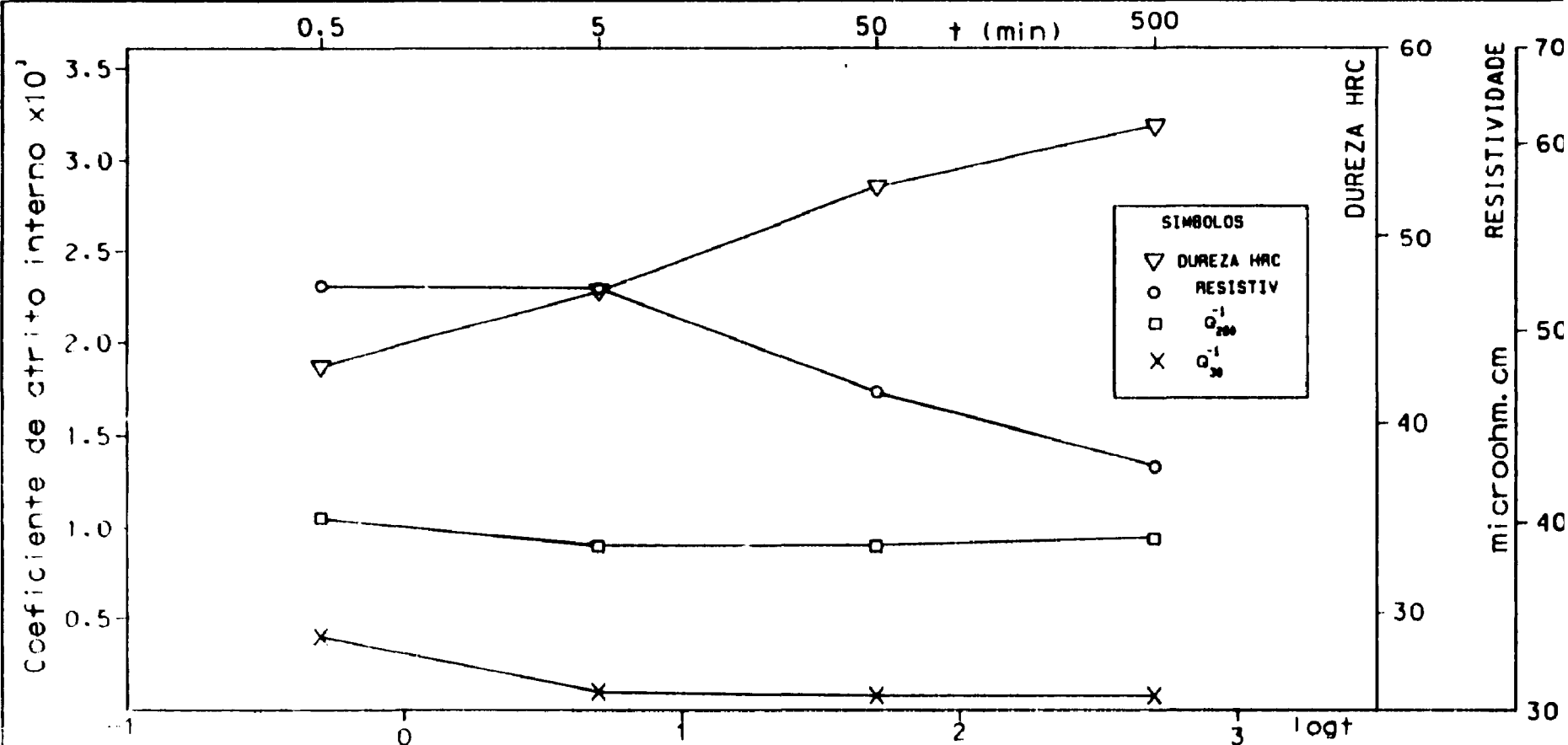


Figura 171: Variação observada da resistividade elétrica, em microohm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K) Q_{30}^{-1} e Q_{280}^{-1} em amostras da liga 3 envelhecidas a 723K

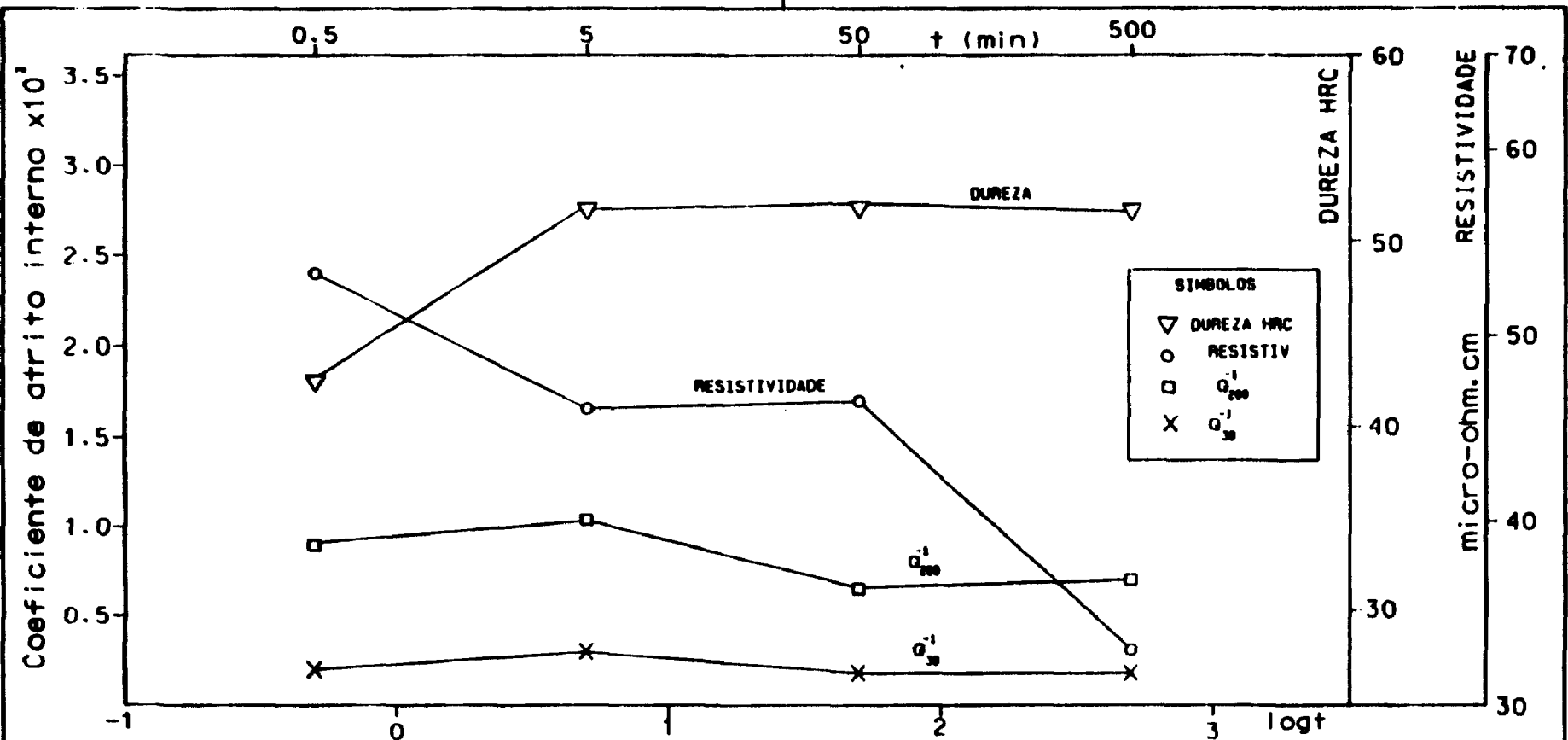


Figura 172 : Variação observada da resistividade elétrica, em micro-ohm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K). ρ_{30}^{-1} e ρ_{280}^{-1} . em amostras da liga 3 envelhecidas no forno a 758K

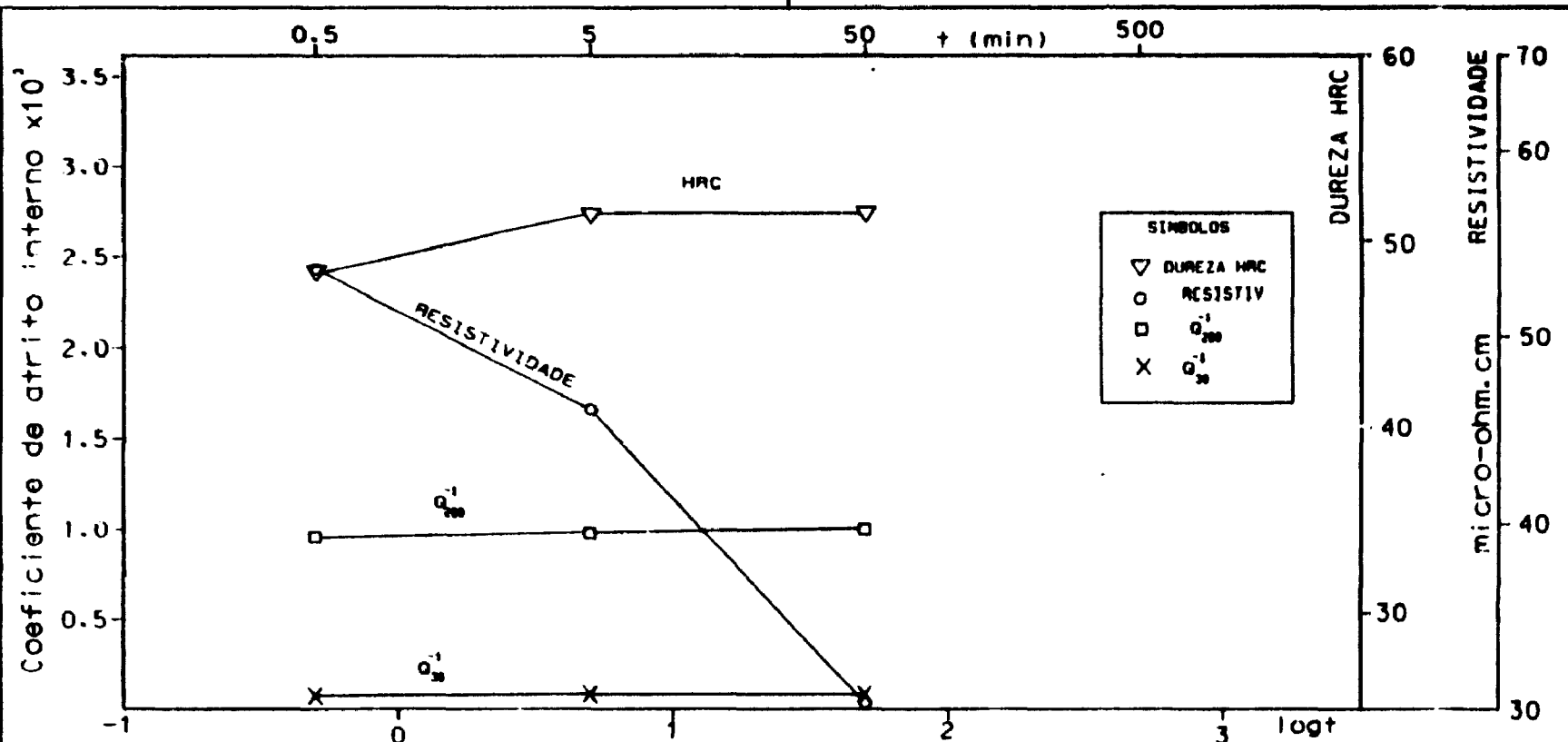


Figura 173 : Variação observada da resistividade elétrica, em micro-ohm.cm na dureza HRC e no coeficiente de atrito interno nas temperaturas de 30°C (303K) e 280°C (553K), Q_{30}^{-1} e Q_{280}^{-1} , em amostras da liga 3 envelhecidas em torno de 823K

REFERÊNCIAS

- 1) ALEKSEEVA, G. K. et alii. An Investigation of Early Stages of Decomposition in Maraging Steel O3NITKIOVIOT by the Positron Annihilation Method. Translated from *Metallovedenie i Termiches Kaya Obrabotka Metallov* 11: 27-8, November, 1979.
- 2) ANG C. & WERT C. A Torsional Pendulum of Low Thermal Inertia. *J. Applied Physics*, 25: 1061, 1954.
- 3) BEAULIEU, C. E. et alii. Room - Temperature Recovery of Internal Friction and Elastic Constants in Freshly Quenched Steels. *Trans. Met. Soc. A.I.M.E.* 218: 558-66, June 1960.
- 4) BENOIT, W., GRENAUD G. and SCHALLER, R. *Anelasticity and Dislocation Damping*. Institute de Génie Atomique, Swiss Federal Institute of Technology, PHB Ecublens, CH - 1015 Lousanne, Switzerland, s. d.
- 5) BUEREN, M. G. *Imperfection in Crystals* - Amsterdam, North - Holland Publishing Company - 1961. p.276-81.
- 6) BUI, N. & DABOSI, F. Contribution to the Study of the Effect of Molybdenum on the Ageing Kinetics of Maraging Steels. *Cobalt*, 57: 192-201, December, 1972.

- 7) CHEN, Z. & KIRSH, Z. *Analyses of Thermally Stimulated Processes*. New York, Pergamon Press, Appendix, S. G.
- 8) GIAS, W. W. Phase Transformations Kinetics of Four 18% Ni Maraging Steels on Continuous Cooling. *Metallurgia and Metal Forming*, 38: 356-359, December, 1971.
- 9) DANASK, A. C. & NOWICK, A. S. Internal Friction Peak Associated with Precipitation in an Al-Ag Alloy. *J. Applied Physics*, (26): 1165-1172, 1955.
- 10) DEAN, S. W. & COPSON, H. R. Stress Corrosion Behaviour of Maraging Nickel Steels in Natural Environments. *Corrosion*, 21 (3): 95-103, Mar, 1965.
- 11) DECKER, R. F. Notes on the Development of Maraging Steels. in: *Maraging Source Book*, ASM, 1979.
- 12) DECKER, R. F., LASH, J. T. and GOLDMAN, A. J. 18% Nickel Maraging Steel. *Trans. ASM*, 55: 58-77, 1962.
- 13) FLOREEN, S. Hardening Behaviour of Ternary Alloys Based on Iron - 18% Nickel *Trans. ASM* 57: 38-47, 1964.
- 14) FLOREEN, S. and SPEICH, G. R. Some Observations on the Strength and Toughness of Maraging Steels. *Trans. ASM* 56: 714-26, 1964.

- 15) FLOREZZI, S. *The Physical Metallurgy of Maraging Steels.*
Met. Reviews, 13: 115-28, 1968 (Review 126).
- 16) FLOREZZI, S. *Maraging Steels* in: *Metals Handbook,*
 9th ed., Vol. 1, *Properties and Selection: Iron and*
Steels, 444-452, ASM, 1978.
- 17) GOLDBERG, A. & O'CONNOR, D. G. *Influence of Heating Rate*
on Transformations in an 18 per cent Nickel Maraging
Steel. Nature (Jan 14): 170-1 - 1967.
- 18) GRANATO, A. V. *Dislocations-Defect Interaction and*
Mechanical Properties of Crystals. in: Proceedings of
an International Conference held at Gatlinburg
Tennessee, Vol. II p. 932-956, 1975.
- 19) GRANATO, A. and LUCKE, K. *Theory of Mechanical Damping*
Due to Dislocations. J. Appl. Phys 27, 1956.
- 20) HALL, A. M. and SLONDER, C. J. *The Metallurgy, Behaviour*
and Applications of the 18 Percent Nickel Maraging
Steels. Washington (D.C.), NASA, 1968 (Nasa SP 5031).
- 21) HOSOMI et alii. *Effects of Co, Mo and Ti contents as*
Age-Hardening in 15% Ni Maraging Steels. in: Proceedings of Conference Strength of Metals and
Alloys, Vol. I p. 193-198, August, 1982.
- 22) IWASAKI, KUNIHICO. *An Automatic Measuring System of*
Internal Friction at Low Frequency - Publicação IPEN 5
- Novembro, 1979.

- 23) KALISH, E. and RACK, H. J. *Thermal Embrittlement of 18 Ni (35C) Maraging Steels*, *Met. Trans.*, 2: 2665-72, 1971.
- 24) KELLY A. S. and HICCOLSON, R. B. in: *Strengthening Methods in Crystals*. London, Applied Science Publishers Ltd. p.553-613. 1971.
- 25) KING, H. W. and GLOVER, S. G. *A Resistometric Study of First Stage of Tempering in Plain Carbon Steels - JISI*. s.v: 123-132, October, 1971.
- 26) KOEHLER, J. S. *"Imperfections in Nearly Perfect Crystals"*, New York, John Wiley and Sons, Inc., 1952, p.197.
- 27) KOHEN X. et alii. in: *Internal Friction and Ultrasonic Attenuation in Crystalline Solid*. Springered. B. LONE e K. LUCKE, vol.1, 1975, p.276-82.
- 28) LAMBERT, N. et alii. *Mecanismos de Durcissement des Aciers du Type "Maraging"*. *Mem. Sci. Rev. Metallurg.*, LXVII IVr. 7/8, p.459-69, 1970.
- 29) LIMA, L. F. C. P. de. *Contribuição ao Estudo dos Defeitos Produzidos por Irradiação e por Dopagem em Monocristais de LiF*. *Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo*, 1975.
- 30) LINNERT, G. E. *Welding Metallurgy*, 20. Vol., EWA, AWS, 1967.

- 31) MAGUIZ, A. et alii. Microstructure, Strength and Toughness of 13 Ni (400) Maraging Steel. *Cobalt*, (1): 3-10, 1973.
- 32) MINER, R. E., JACKSON, J. K. and GIBSONS, D. F. Internal Friction in 18 Pct Ni Maraging Steels. *Trans. Met. Soc. A.I.M.E.*, 236: 1565-70, 1966.
- 33) MORI T., MESNII, M. & KAUFMAN, J. W. Quenching Rate and Quenched-in Lattice Vacancies in Gold. *J. Applied Physics*, 33: 2776-80, 1962.
- 34) MUNEKI, S. & TETSU-TO. Maganê. Strengthening of 350 Kgf/cm² Grade Maraging Steel Through Special Thermomechanical Treatment. *J Iron Steel Inst. Jpn.* 69, (8): 983-989, 1963.
- 35) NOWICK, A. S. Anelastic Effects Arising from Precipitation in Aluminium-Zinc Alloys. *J. Physics*, 925-33, July, 1951.
- 36) NOWICK, A. S. On the Interpretation of Low Temperature Recovery Phenomena in Cold-worked Metals. *Acta Met.*, 3: 312-21, 1965.
- 37) NOWICK, A. S. & BERRY, B. S. *Anelastic Relaxation in Crystalline Solids*. Academic Press, New York, 1972.
- 38) PAPALEO, R. & RIVAS, V. G. Aços Maraging com 18% de Níquel - Contribuição Técnica número 138 - XVII CONGRESSO ANUAL DA AZM - Publicação IPT 849, 1968.

- 39) **PETERS D. T.** *Precipitate Reversion in 18 Pct Ni-50-Pb Steels.* *Trans. Met. Soc. A.I.M.E.* (239): 197-88, December, 1967.
- 40) **PETERS, D. T. and GUTZ, G. R.** *The Kinetics of Aging Reactions in 18 Pct Ni Maraging Steels.* *Trans. Met. Soc. A.I.M.E.*, (236): 1420-9, 1966.
- 41) **RACK, H. J. & HOLLOWAY, P. H.** *Grain Boundary Precipitation in 18 Ni Maraging Steels.* *Metallurgical Transactions B*, August, 1977.
- 42) **SCHALLER, R.** *Etude de la Precipitation dans Les Allages Al-Ag par Mesures de Frottement Interieur*, These No. 353 (1980), Lausanne EPFL, 1980.
- 43) **SCHALLER, R. and ZVOIT, W.** *Internal Friction Associated with Precipitation and Recrystallization.* *Journal de Physique, Coloque C-9, Supplement No. 12, Tome 44, December, 1983.*
- 44) **SCHOECK, G.** *Internal Friction due Precipitation* *Phys State Sol.* 32, 651, 1969.
- 45) **SETTERLUND, R. B.** *Stress Corrosion Cracking of Maraging Steels.* *Material Protection*, 4:27-9, 1965.
- 46) **SHIRAISHI, H. and ARAKI, T.** *Study on Aging Processes of Maraging Steels by Internal Friction Measurement.* *Transaction of National Research Institute for Metals*, 18 (5): 161-67, 1978.

- 47) SOGATES, D. R. and WILSON, Z. A. Kinetics of Aging in Fe - 18 Ni - 0 Mn Maraging Alloy. *Metallurgical Transactions A*. (15 A), October, 1984.
- 48) TAKAKI, S. and TOKIYAGA, Y. Calorimetric Analysis of Aging Reactions in 18% Ni Maraging Steel by Measurement of Specific Heat. *J. Jap. Inst. Met.*, (6): 696-703, June, 1980.
- 49) TAKAHARA, J. Point Defects. In: _____ CRON, R. W. *Physical Metallurgy*. Amsterdam, North Publishing Company, p.681-733.
- 50) THIRTIETH ANNUAL REPORT 1981-82. Australian Atomic Energy Commission, p.26-7.
- 51) VASCOMAX T-250. New 18% Nickel Maraging Steels Alloy Digest (OCT), 1982.
- 52) VICTOR, O. B. S. Aços Maraging-Corrosão em Meios Aquosos e Não-Aquosos. *Seminário na disciplina "Corrosão e Oxidação de Materiais Nucleares" - IPEN, 1983.*
- 53) VICTOR, O. B. S. Fragilização Térmica de Aços Maraging com Elevado Teor de Titânio. *Seminário na disciplina "Influência dos Elementos de Liga nas Propriedades de Aços, Departamento de Metalurgia - EPUSP, 1983.*
- 54) ZAYTSEVA, R. D. and PERKAS, M. D. Investigation of the Maraging Kinetics of Fe-Ni-V and Fe-Ni-Co-V Alloys. *Russ. Metall (in English)*, Part 2: 106-10, 1981.