

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

Plano de Doutorado

Estudo da propagação de trincas por fadiga no aço *Maraging* 18Ni300M processado por manufatura aditiva, nos estados como construído, envelhecido e recozido para reversão da martensita

Proponente: Gabriel Cotrim de Cesare Peinado

Orientador: Prof. Dr. Carlos Antonio Reis Pereira Baptista

Coorientador: Prof. Dr. Julián Arnaldo Ávila Diaz

Lorena

2022

RESUMO

Os aços *maraging* são ligas metálicas que apresentam uma matriz martensítica endurecida pela precipitação de compostos nanométricos. Entre as classes desse aço, aquela cujo principal elemento de liga responsável pela precipitação de intermetálicos endurecedores é o níquel (Ni), destaca-se em aplicações que envolvem carregamentos trativos e exigem a resistência do material na presença de uma trinca. O aço *maraging* 300, designado desta maneira em razão de sua tensão limite de escoamento, com 18% de níquel (18Ni300M), vem sendo muito utilizado pelas indústrias aeroespacial e aeronáutica, por conta de suas excelentes propriedades mecânicas e da capacidade de ser endurecido por tratamentos térmicos. A manufatura aditiva de metais consiste em uma técnica de fabricação de produtos “camada por camada”, a partir de uma matéria-prima que é fundida e, posteriormente, solidificada. A produção de componentes por manufatura aditiva cresceu significativamente nos últimos anos. Na indústria aeronáutica, esse aumento deveu-se, principalmente, à diminuição de custo e de tempo de fabricação, à inserção de novos materiais para soluções com *designs* exclusivos e ao desenvolvimento de estruturas leves e eficientes. Entre as sete categorias de processos de manufatura aditiva, sobressai-se para a fabricação de componentes estruturais a Fusão em Leito de Pó (sigla, em inglês: PBF – *Powder Bed Fusion*), devido à capacidade de produção de estruturas pequenas até médio porte, com elevada precisão e densidade, em tempos relativamente breves. Embora existam estudos acerca das propriedades monotônicas e microestruturais do aço 18Ni300M produzido por manufatura aditiva, pesquisas que abordem a propagação de trincas por fadiga em amplitudes constante e variável neste material são escassas. O trabalho de doutorado proposto a partir do presente plano terá como objetivo o estudo das propriedades mecânicas (tração e tenacidade à fratura) com ênfase na propagação de trincas por fadiga em amplitudes constante e variável de amostras de aço 18Ni300M processadas por Fusão em Leito de Pó (PBF), em seu estado como construído e tratadas termicamente em uma condição de reversão austenítica e em uma condição de envelhecimento. As caracterizações mecânicas e microestruturais do aço 18Ni300M serão desenvolvidas na instituição sede do projeto (EEL-USP), enquanto que a produção dos corpos de prova por manufatura aditiva será realizada no Instituto Nacional de C&T em Biofabricação da UNICAMP. Em função da disseminação de trabalhos acerca do processamento de materiais metálicos por manufatura aditiva e da caracterização de amostras produzidas por uma dessas técnicas, a pesquisa proposta apresenta considerável potencial de impacto científico e tecnológico.

1 INTRODUÇÃO, JUSTIFICATIVAS E OBJETIVOS

1.1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

1.1.1 Aço *maraging* 18Ni300M

Os aços *maraging* são ligas que apresentam uma matriz martensítica endurecida pela precipitação de compostos intermetálicos nanométricos. A principal vantagem microestrutural desta classe de aços de ultra-alta resistência é o baixo teor de carbono na matriz, o que dificulta a formação de carbeto fragilizadores. Por esse motivo, conformabilidade, soldabilidade e boa relação resistência/ductilidade são atributos de peças de aço *maraging* confeccionadas por métodos subtrativos ou aditivos (SHMULEVITSH *et al.*, 2015; CONDE *et al.*, 2021; HALL; SLUNDER, 1968; SONG *et al.*, 2022; CONDE *et al.*, 2019; SERVANT; LACOMBE, 1977).

Destaca-se, entre as classes de aços *maraging* existentes, aquela cujo principal elemento de liga responsável pela precipitação de intermetálicos endurecedores é o níquel (Ni). Geralmente, aços *maraging* que apresentam níquel também exibem os elementos molibdênio (Mo) e cobalto (Co) em sua composição, uma vez que esses aumentam a resistência mecânica da liga, quando submetida a tratamentos térmicos específicos (ROHRBACH; SCHMIDT, 1990).

O aço *maraging* 300, designado desta maneira em razão de sua tensão limite de escoamento, que é por volta de $300 \cdot 10^3 \text{ lbf/pol}^2 \cong 2000 \text{ MPa}$, com 18% de níquel em massa, (18Ni300M) vem sendo amplamente utilizado nas indústrias aeroespacial, aeronáutica, nuclear e bélica (TURK *et al.*, 2019; KEMPEN *et al.*, 2011), devido ao seu limite de resistência à tração ($LR = 2000 \text{ MPa}$), à sua tenacidade à fratura ($K_{Ic} = 80 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) e à capacidade de ser endurecido por meio de tratamentos térmicos pós-processamento (KEMPEN *et al.*, 2011; MIL-S-46850D, 1991).

Desde 1959, ano em que a primeira amostra de aço *maraging* foi concebida, até o presente momento (2022), inúmeros pesquisadores empreenderam esforços em estratégias para melhorar a tenacidade à fratura desta classe de aços de ultra-alta resistência (BLAUDEL; SMITH; SCHULZE, 1974; RACK, 1979). Entre as estratégias mais conhecidas que foram adotadas, na década de 1980, para o aço 18Ni300M, destacam-se os tratamentos à base de ciclos de aquecimento (850, 950 e 1050 °C) e a austenitização com posterior envelhecimento.

Embora distintas, as duas rotas de tratamento promovem resultados semelhantes: o aumento de K_{Ic} em detrimento de LR (ANTOLOVICH *et al.*, 1980; NAKAZAWA; KAWABE; MUNEKI, 1978). Todavia, no trabalho de Van Swam *et al.* (1975), amostras de aço 18Ni300M envelhecidas a 480 °C, por 3 horas, apresentaram melhorias na resistência mecânica e tenacidade à fratura, simultaneamente, conforme se mostra na Tabela 1.

Tabela 1. Propriedades mecânicas do aço 18Ni300M antes e após tratamento de envelhecimento.

Propriedades pré-tratamento	Propriedades pós-tratamento (480 °C, 3h.)
$LR = 1000 \text{ MPa}$	$LR = 1917 \text{ MPa}$
$E = 179 \text{ GPa}$	$E = 179 \text{ GPa}$
$n = 0,03$	$n = 0,02$
$*K_{Ic}$	$**K_{Ic} = 71,0 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$

* K_{Ic} não pôde ser determinado em estado plano de deformações.

** K_{Ic} foi determinado em amostras confeccionadas perpendicularmente à direção de laminação.

E e n representam o módulo de elasticidade e o coeficiente de encruamento determinado a partir da curva tensão vs. deformação verdadeira, respectivamente.

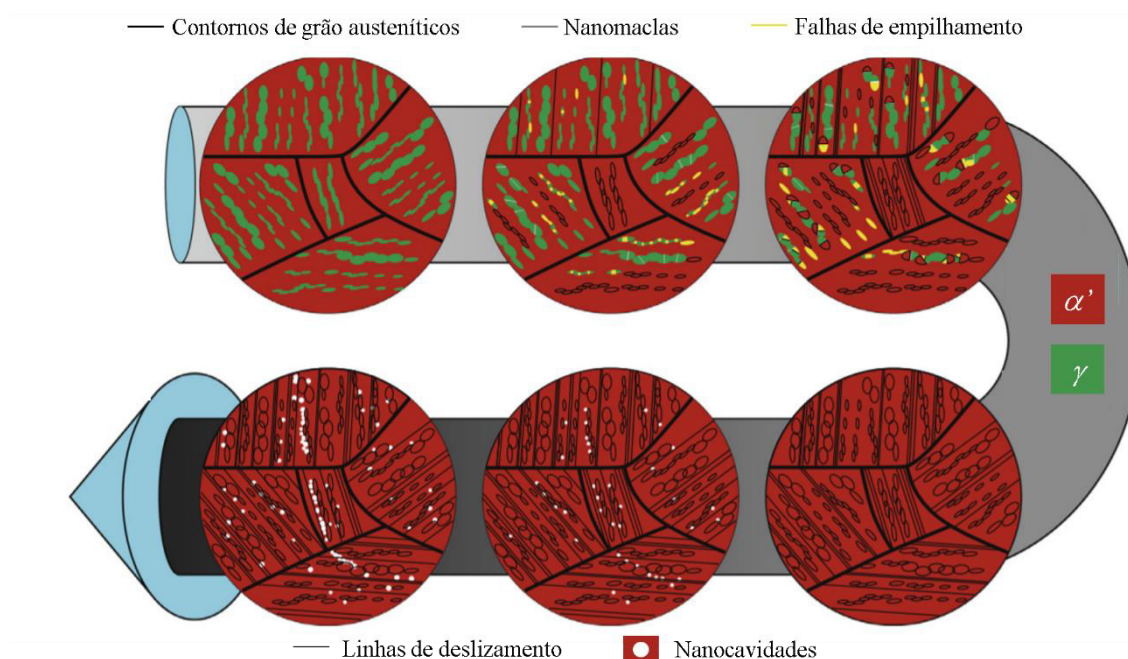
Fonte: (Van Swam *et al.*, 1975).

Apesar de apresentar boa resistência mecânica, o aço 18Ni300M ainda carece de melhorias em sua tenacidade à fratura e ductilidade. Diante deste cenário, estudos recentes têm investigado a influência do fenômeno de reversão de martensita à austenita na relação resistência/ductilidade de aços *maraging*. Os principais resultados obtidos com amostras tratadas evidenciam um aumento no limite de resistência à tração, na ductilidade e na capacidade de absorção de deformação plástica do material, à medida que se aumenta o percentual de austenita reversa, bem como ocorre a formação de precipitados endurecedores nanométricos finamente dispersos pela matriz (WANG *et al.*, 2016; RAABE *et al.*, 2009; WANG *et al.*, 2015).

A reversão austenítica atua no aumento do teor de austenita na matriz, o que promove aumento da ductilidade sem que haja deterioração da resistência mecânica. Isso se deve, principalmente, ao efeito conhecido como “Plasticidade Induzida por Transformação” (sigla,

em inglês: TRIP – *Transformation Induced Plasticity*), que é iniciado, no material, a partir da aplicação de um carregamento. A ação do efeito TRIP, de precipitados nanométricos e dos defeitos (contornos de grão austeníticos, nanomacclas, falhas de empilhamento e nanocavidades) faz com que o material endureça, mas também apresente maior resistência a danos (aumento da ductilidade) (WANG *et al.*, 2015). A Figura 1 traz a evolução gradual da deformação e os bloqueios microestruturais promovidos a partir do tratamento de reversão austenítica aplicado a um aço *maraging* que exibe efeito TRIP e apresenta precipitados endurecedores.

Figura 1. Representação esquemática da microestrutura de um aço *maraging*, que apresenta efeito TRIP, submetido a um carregamento, ao qual os defeitos presentes nas fases α' (martensita) e γ (austenita) reagem.

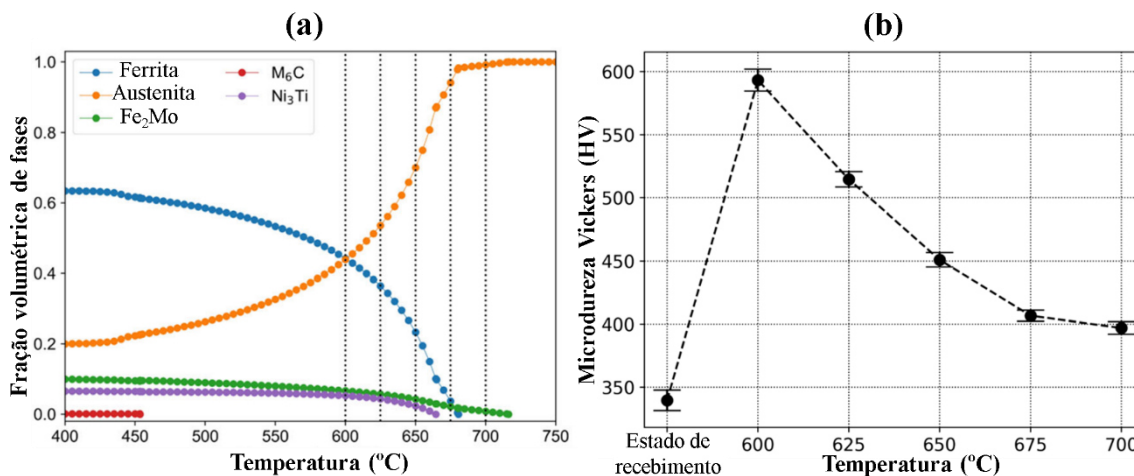


Fonte: (Adaptada de Wang *et al.*, 2015).

No estudo de Feitosa *et al.* (2022), os autores investigaram os efeitos do tratamento de reversão austenítica, em quatro temperaturas (600, 650 675 e 700 °C), durante 30 minutos, na microestrutura e na dureza de amostras do aço 18Ni300M. Os pesquisadores

relataram que a fração de austenita reversa aumentou à medida que se elevou a temperatura do tratamento; no entanto, esta fase mostrou-se parcialmente instável em temperaturas superiores a 675 °C, devido à sua transformação em martensita, após o resfriamento (Figura 2(a) – note que o teor de austenita permaneceu constante a partir de 675 °C). Além do aumento da fração de austenita reversa, os tratamentos promoveram, concomitantemente, os fenômenos de coalescência e dissolução de precipitados. A diminuição da microdureza Vickers das amostras tratadas (Figura 2(b)), a partir de 600 °C, é um indício de que o processo de coalescimento dos precipitados ocorreu em maior extensão do que sua dissolução, conforme o aumento da temperatura.

Figura 2. (a) Simulação da variação da fração volumétrica de fases em função da temperatura de tratamento (aço 18Ni300M); (b) variação da microdureza Vickers (HV) em função da temperatura de tratamento de reversão austenítica.



Fonte: (Adaptada de Feitosa *et al.*, 2022).

1.1.2 Manufatura aditiva

Com a disseminação de pesquisas na área de manufatura aditiva, vários pós metálicos à base de ferro, nos quais inclui-se o aço *maraging*, começaram a ser utilizados para produzir componentes estruturais particionados. A grande vantagem inerente à composição do aço *maraging* para aplicação em métodos de manufatura aditiva baseados em um feixe de laser

é o baixo teor de carbono presente na matriz, o que dificulta a nucleação e o crescimento de trincas térmicas, durante a etapa de resfriamento (CONDE *et al.*, 2021; CONDE *et al.*, 2019; KEMPEN *et al.*, 2011; GU, 2015).

A manufatura aditiva tem como objetivo a deposição de múltiplas camadas de material, a partir de um modelo 3D-CAD (*Computer-Aided Design*), que é fundido e, posteriormente à solidificação, dá forma a um componente particionado ou único. Embora o funcionamento seja relativamente simples, há vários parâmetros de processo que afetam a qualidade do produto final e que, portanto, devem ser muito bem controlados, *e.g.*: potência de feixe do laser, velocidade e percurso de passe, distância focal e fluxo de massa de pó são algumas das variáveis mais importantes (AMIRABDOLLAHIAN *et al.*, 2021; BLAKEY-MILNER *et al.*, 2021; MURUGAN *et al.*, 2021).

As principais vantagens da manufatura aditiva voltada à produção de insumos aeronáuticos são: diminuição de custo (mais de 50%) e de tempo de fabricação (de 2 a 10 vezes menos tempo); inclusão de novos materiais para soluções com *designs* exclusivos; desenvolvimento de estruturas altamente leves e eficientes e consolidação do uso de componentes integrados para aprimoramento ou gerenciamento de solicitações de risco, *e.g.*: dispositivos para arrefecimento interno de estruturas submetidas a carregamentos termomecânicos (BLAKEY-MILNER *et al.*, 2021; MOLAEI; FATEMI, 2021; YUAN *et al.*, 2019).

Entre as sete categorias de processos de manufatura aditiva, regulamentadas pela norma ISO/ASTM 52900, destaca-se a Fusão em Leito de Pó (sigla, em inglês: PBF – *Powder Bed Fusion*) para aplicações aeronáuticas. Por ser a técnica de manufatura aditiva mais difundida na indústria metalúrgica, a Fusão em Leito de Pó tem sido utilizada em ligas de alumínio, cobre e titânio, superligas de níquel e ferro e metais refratários, os quais se fazem presentes em múltiplos componentes de aeronaves. As vantagens desse processo em relação aos demais residem na capacidade de produção de estruturas pequenas (da ordem de 10^{-1} mm) até médio porte (da ordem de 10^2 mm), com elevada precisão dimensional e densidade, em tempos relativamente pequenos (BLAKEY-MILNER *et al.*, 2021; PASTRE; QUINSAT; LARTIGUE, 2022). Na Figura 3, uma representação esquemática de um sistema para PBF é exibida.

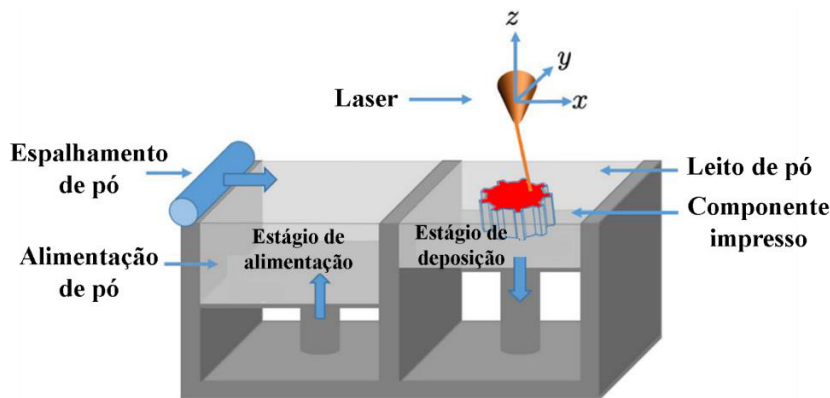
A produção de peças de aço 18Ni300M por PBF pode ser realizada, tomando-se como parâmetros iniciais de processo aqueles mostrados na Tabela 2 (CONDE *et al.*, 2021). Caso o leitor deseje conhecer a janela experimental de parâmetros utilizada para confeccionar componentes de aço 18Ni300M por PBF, sugere-se a leitura do trabalho de Guo *et al.* (2022).

Tabela 2. Variáveis de processo para produção de peças de aço 18Ni300M por PBF.

Potência (W)	Espessura da camada de pó (μm)	Diâmetro do feixe (μm)	Atmosfera (<i>inertização</i>)
190	50	110	Argônio

Fonte: (Conde *et al.*, 2021).

Figura 3. Esquema de um sistema de manufatura aditiva do tipo PBF.



Fonte: (Adaptada de Pastre; Quinsat; Lartigue, 2022).

1.1.3 Tenacidade à fratura e o método CTOD

Em decorrência das principais aplicações às quais destina-se o aço 18Ni300M, a compreensão dos fenômenos de nucleação e crescimento de trincas por carregamentos estáticos e cíclicos é de extrema importância para as indústrias aeroespacial, aeronáutica, bélica, naval e nuclear (RIBEIRO *et al.*, 2021).

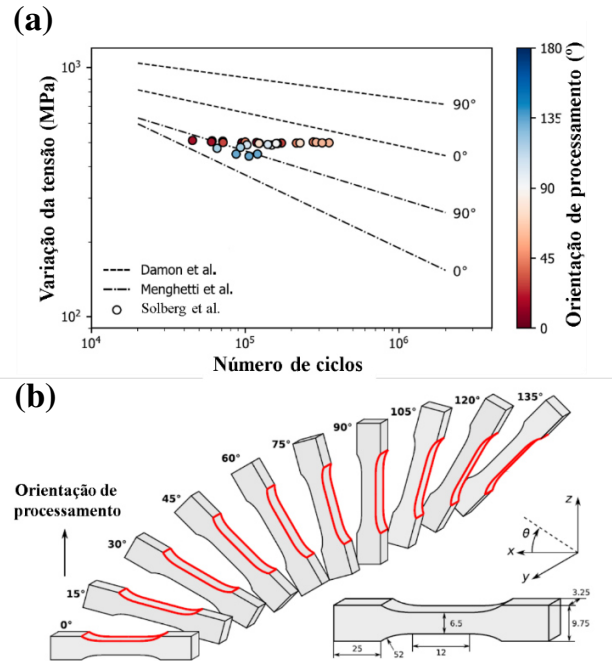
Um dos métodos que possibilita o entendimento dos fenômenos citados previamente, bem como a quantificação da tenacidade à fratura a partir de um parâmetro designado δ_c é conhecido como CTOD (*Crack-Tip Opening Displacement*). Simplificadamente, os registros da carga aplicada ao corpo de prova em função da abertura de trinca correspondente (monitorada por um *clip-gage*) possibilitam a obtenção de uma curva de carga *vs.* deslocamento do *clip-gage*, a partir da qual calcula-se o valor do δ_c (RIBEIRO *et al.*, 2021).

O estudo da tenacidade à fratura do aço 18Ni300M pelo método CTOD é relevante para este trabalho de doutorado, pois envolve a investigação das regiões de crescimento da trinca por fadiga (carregamento cíclico), de propagação da trinca (carregamento estático) e de fratura final (região de instabilidade). Na prática, os resultados e discussões provenientes desses ensaios podem vir a enriquecer a análise dos dados de fadiga e abastecer a literatura com valores de δ_c ainda não determinados para o aço *maraging* 18Ni300M produzido por PBF.

1.1.4 Resistência à fadiga

A resistência à fadiga do aço 18Ni300M produzido por PBF foi investigada por Solberg *et al.* (2021). Verificou-se que as trincas de fadiga iniciam o seu crescimento, a partir da superfície das amostras, devido à elevada rugosidade decorrente do processo de manufatura aditiva. Ademais, os corpos de prova produzidos com a orientação vertical ($\theta = 90^\circ$, vide Figura 4) apresentaram uma maior vida em fadiga, se comparados aos demais. Este resultado pode ser justificado de maneiras diferentes, sendo uma delas a presença de “vazios” decorrentes do processo de fusão (em inglês, *Lack of Fusion*), os quais, por serem planares, têm sua ação concentradora de tensões potencializada sob carregamentos paralelos à orientação de processamento (orientação horizontal, $\theta = 0^\circ$). Como afirmado pelos próprios autores do trabalho, no entanto, não há um consenso na literatura acerca da influência da orientação de fabricação de corpos de prova por manufatura aditiva na vida em fadiga do aço 18Ni300M. No trabalho de Meneghetti *et al.* (2017), por exemplo, corpos de prova de aço 18Ni300M processados na orientação horizontal ($\theta = 0^\circ$) apresentaram melhores resultados em fadiga quando comparados às amostras produzidas com outras orientações.

Figura 4. (a) Curvas de tensão vs. número de ciclos construídas com os dados do trabalho Solberg *et al.* (2021) e de mais outros dois trabalhos; (b) orientações dos corpos de prova (dimensões em mm) de aço 18Ni300M em relação à direção de processamento.

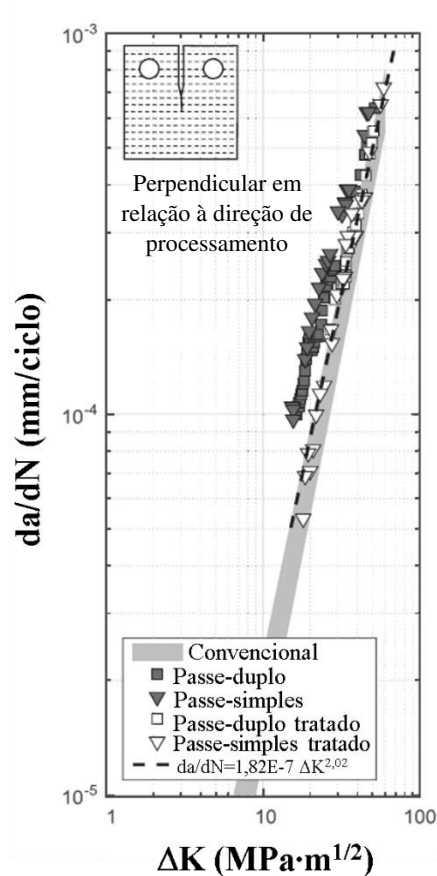


Fonte: (Adaptada de Solberg *et al.*, 2021).

1.1.5 Propagação de trincas por fadiga

A propagação de trincas por fadiga no aço 18Ni300M produzido por PBF foi estudada por Becker; Dimitrov (2016). A taxa de crescimento de trincas por fadiga em corpos de prova produzidos por manufatura aditiva foi comparada à do material produzido convencionalmente. Os autores deste estudo identificaram que o crescimento de trincas por fadiga foi mais acelerado em amostras processadas por PBF; no entanto, após a realização do tratamento térmico de endurecimento por precipitação (490 °C por 6h.), os resultados obtidos para corpos de provas produzidos pelos métodos aditivo e subtrativo foram semelhantes, como se mostra na Figura 5.

Figura 5. Curvas de propagação de trincas por fadiga para o aço 18Ni300M produzido convencionalmente e por manufatura aditiva (passes simples ou duplo), com ou sem tratamento de precipitação.



Fonte: (Adaptada de Becker; Dimitrov, 2016).

Embora o processo de manufatura aditiva do tipo PBF apresente-se como um forte candidato para atender às demandas da indústria aeronáutica nos próximos anos, poucos trabalhos debruçaram-se sobre a propagação de trincas por fadiga em componentes produzidos por esta técnica submetidos a carregamentos com amplitude variável (NEZHADFAR *et al.*, 2019; YE *et al.*, 2021; MÖLLER *et al.*, 2020; HU *et al.*, 2020; CARERI *et al.*, 2020; PFÄHLER; MORAR; KEMPER, 2019). Para o aço 18Ni300M, há pesquisas voltadas à compreensão de sua(s) características microestruturais e termodinâmicas (CONDE *et al.*, 2021; CONDE *et al.*, 2019; FEITOSA *et al.*, 2022), resistência à corrosão (HAGHDADI *et al.*, 2021), propriedades monotônicas (CONDE *et*

al., 2021; CONDE *et al.*, 2019), tenacidade à fratura (SANTOS *et al.*, 2022) e resistência à fadiga (SOLBERG *et al.*, 2021). Contudo, estudos sobre a propagação de trincas por fadiga no aço 18Ni300M produzido por manufatura aditiva têm se concentrado em carregamentos de amplitude constante (BECKER; DIMITROV, 2016).

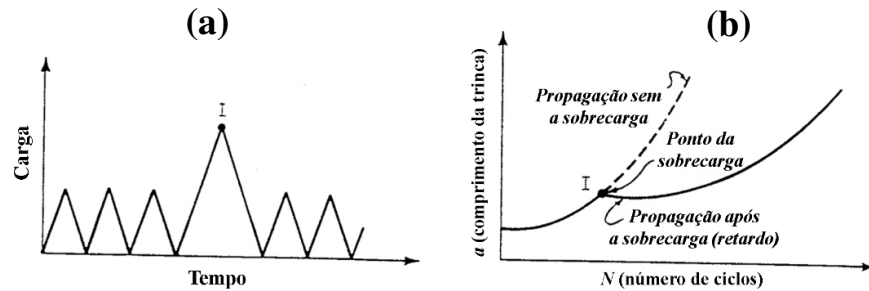
1.1.6 Propagação de trincas por fadiga em amplitude variável

Quando um componente estrutural se encontra submetido a um carregamento com amplitude variável, observam-se diferenças notórias entre as previsões de crescimento de trinca calculadas a partir de dados com amplitude constante e dados da propagação real. A discrepância verificada deve-se aos efeitos de interação entre sequências de carregamento no crescimento da trinca (DRAGT; HENGVELD; MALJAARS, 2020).

O efeito de interação mais pronunciado, que é gerado pela aplicação de sobrecargas, é conhecido como retardo. Este efeito é identificado em uma curva de comprimento da trinca (a) vs. número de ciclos (N) quando ocorre uma desaceleração na propagação da trinca, conforme se mostra na Figura 6. A ocorrência e sobretudo a compreensão do efeito de retardo são importantes para a indústria aeronáutica, porque se relacionam ao ganho de vida de um componente (VOORWALD; TORRES; PINTO, 1991).

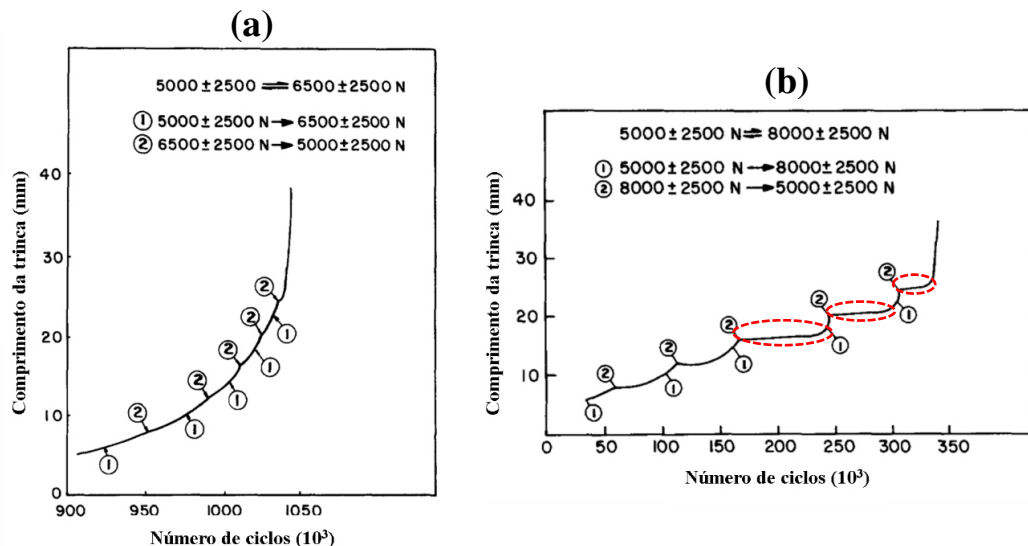
No trabalho de Voorwald; Torres; Pinto (1991), o efeito de retardo foi investigado na liga de alumínio AA2024-T3. Para tal, foram realizados ensaios com uma carga de referência de 5000 ± 2500 N, a partir da qual foram aplicadas sobrecargas de 6500 ± 2500 N, 7000 ± 2500 N, 7500 ± 2500 N e 8000 ± 2500 N (razão de carregamento, $R = 0,44$; $R = 0,47$; $R = 0,50$ e $R = 0,52$, respectivamente). Verificou-se que a aplicação de sobrecargas mais altas ($R = 0,52$) promove paradas temporárias da trinca, durante a sua propagação, enquanto que sobrecargas menores ($R = 0,44$) não promovem retardo (vide Figura 7). Mesmo que o referido trabalho aborde o efeito do retardo em uma liga de alumínio fabricada por uma rota convencional, a metodologia empregada pode servir como ponto de partida para a investigação deste fenômeno no aço 18Ni300M produzido por PBF, no estado como construído e tratamento termicamente.

Figura 6. (a) Aplicação de uma sobrecarga I que gera (b) o efeito de retardo.



Fonte: (Adaptada de Bannantine; Comer; Handrock, 1990).

Figura 7. (a) Curva a vs. N para $R = 0,44$ e (b) curva a vs. N para $R = 0,52$ (liga AA2024-T3). Os retardos mais pronunciados foram destacados na curva a vs. N .



Fonte: (Adaptada de Voorwald; Torres; Pinto, 1991).

Há vários modelos na literatura desenvolvidos a partir de trabalhos consagrados do início da década de 1970 (*e.g.*: Wheeler, Elber e Willenborg) que estimam o número de ciclos de retardo após um pico de sobrecarga, a partir de conceitos relacionados à zona plástica da ponta da trinca, à variação do fator intensidade de tensão (ΔK) e ao fechamento da trinca (ZAKARIA; ABDULLAH; GHAZALI, 2016; MACHNIEWICZ; 2013). Caso o efeito de retardo seja verificado no aço 18Ni300M produzido por PBF, no estado como construído e tratamento termicamente (assim como é verificado na maioria dos aços

produzidos por rotas tradicionais) a viabilidade de utilização dos modelos supracitados poderá ser testada (GONG; YANG; CHEN, 2022).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo principal

O trabalho de doutorado proposto a partir do presente plano terá como objetivo principal avaliar os efeitos dos tratamentos de envelhecimento e recozimento para reversão da martensita nas propriedades mecânicas estáticas e na taxa de propagação de trincas por fadiga em amostras de aço 18Ni300M processadas por Fusão em Leito de Pó (PBF).

1.2.2 Objetivos específicos

A seguir, encontram-se elencados os objetivos específicos, que possibilitarão o cumprimento do objetivo principal do trabalho de doutorado derivado deste plano.

- Investigar a microestrutura e a microdureza Vickers das seções (I) longitudinal e (II) transversal em relação à direção de processamento e da (III) seção representativa de uma região entre camadas (interlaminar) de amostras de aço 18Ni300M produzidas por PBF, no estado como construído.
- Determinar as propriedades de tração do aço 18Ni300M, no estado como construído, em uma condição de reversão austenítica e em uma condição de envelhecimento.
- Realizar ensaios de tenacidade à fratura em amostras de aço 18Ni300M, no estado como construído, em uma condição de reversão austenítica e em uma condição de envelhecimento.
- Estudar a propagação de trincas por fadiga em amplitudes constante e variável, em amostras de aço 18Ni300M produzidas por Fusão em Leito de Pó (PBF), em seu estado como construído e tratadas termicamente em uma condição de reversão austenítica e em uma condição de envelhecimento.
- Analisar a superfície de fratura de corpos de prova submetidos aos ensaios de tenacidade à fratura e propagação de trincas por fadiga em amplitudes constante e

variável, por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura com difração de elétrons retroespalhados.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1 MATERIAL

O trabalho de doutorado a ser realizado a partir do presente plano terá como material de análise o aço *maraging* 18Ni300M. A composição química da matéria-prima, em percentual mássico, aproxima-se da que é mostrada na Tabela 3, o que está de acordo com a norma MIL-S-46850D (CONDE *et al.*, 2019).

Tabela 3. Composição química, em percentual mássico, do aço 18Ni300M.

<i>Maraging</i>	Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Mn	Si	V	Fe
18Ni300	18,3	9,2	5,15	0,51	0,056	0,004	0,05	0,11	0,15	*

*O percentual mássico remanescente é atribuído ao elemento ferro.

Fonte: (Conde *et al.*, 2019).

2.2 MÉTODOS

2.2.1 Fusão em Leito de Pó (PBF), caracterizações mecânica e microestrutural das amostras no estado como construído e tratamentos térmicos pós-processamento

A produção das amostras de aço 18Ni300M por PBF vem sendo realizada no Instituto Nacional de C&T em Biofabricação de caráter multidisciplinar, localizado na Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), sob supervisão do professor doutor André Luiz Jardini Munhoz. O equipamento utilizado para a manufatura aditiva das peças é o EOSINT M280, no qual se realiza o processo de Fusão em Leito de Pó (PBF), em uma câmara com atmosfera inerte de gás nitrogênio para prevenir a oxidação do

material. Na Tabela 4, encontra-se indicada a quantidade de cada uma das amostras em etapa de fabricação.

Tabela 4. Tipos e quantidades de amostras de aço 18Ni300M.

Amostras de aço 18Ni300M	Blocos para ensaios de microdureza e análise microestrutural	CPs para ensaios de tração	CPs para ensaios de CTOD	CPs para ensaios de propagação
Em fabricação	2	27	25	15

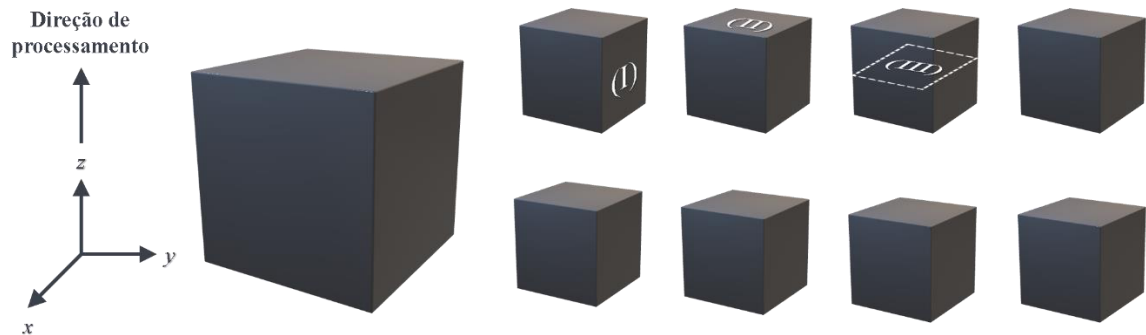
Fonte: (Acervo pessoal).

Previamente à realização dos tratamentos térmicos de reversão austenítica e envelhecimento, blocos de aço 18Ni300M, no estado como construído, serão caracterizados microestrutural e mecanicamente (ensaios de microdureza Vickers). Para tanto, um bloco deste material será dividido em oito cubos menores, em uma cortadeira de precisão, Isomet 1000 – Buehler com disco diamantado (frequência de corte: 250 rpm) e, em seguida, as amostras obtidas serão embutidas a frio em resina polimérica.

Faces específicas serão investigadas: (I) seção longitudinal em relação à direção de processamento, (II) seção transversal em relação à direção de processamento e (III) seção representativa de uma região entre camadas (interlaminar). Na Figura 8, mostra-se um esquema dos cortes a serem feitos e das seções (I), (II) e (III), que serão analisadas.

As caracterizações microestruturais e mecânica das seções (I), (II) e (III) serão realizadas no Departamento de Engenharia de Materiais da EEL-USP. As micrografias serão obtidas a partir da técnica de microscopia eletrônica de varredura (Microscópio HITACHI TM 3000), enquanto que a microdureza Vickers (ASTM E384-17) das amostras será aferida em um microdurômetro Buehler, modelo Micromet 2004 – Microhardness Tester.

Figura 8. Amostras cúbicas obtidas a partir de um bloco de aço 18Ni300M com ênfase nas seções (I), (II) e (III).



Fonte: (Acervo pessoal).

A condição de reversão austenítica que será utilizada nas amostras de aço 18Ni300M (670 °C, por 30 minutos) foi escolhida a partir dos trabalhos de Feitosa *et al.* (2022) e Conde *et al.* (2021). Nos trabalhos citados, esta condição de tratamento proporcionou ao aço 18Ni300M melhorias em sua ductilidade, sem comprometer sua resistência mecânica.

Por outro lado, a condição de envelhecimento (480 °C, por 3 horas) foi selecionada a partir dos trabalhos de Van Swam *et al.* (1975) e Conde *et al.* (2021), para que se possa estudar as propriedades mecânicas e as características microestruturais do aço 18Ni300M em um estado de maior ductilidade (provavelmente atingido com o tratamento de reversão austenítica, de acordo com a literatura) e em um estado de maior dureza (provavelmente obtido a partir do tratamento de envelhecimento, como indica também a literatura).

Os tratamentos supracitados serão realizados em um forno mufla da marca Quimis, modelo q318m21, disponível no Departamento de Engenharia de Materiais da EEL-USP. Em ambos os tratamentos (reversão austenítica e envelhecimento), o resfriamento será feito ao ar.

2.2.2 Ensaaios de tração

Serão realizados três ensaios de tração com os corpos de prova citados na Tabela 4 para cada uma das três condições de trabalho (estado como construído, reversão austenítica e envelhecimento). Tais testes serão conduzidos em uma máquina de ensaios mecânicos EMIC INSTRON /DL 3.000 (última calibração: 2018, NBR ISO/IEC 17025), com capacidade para 30 kN, à temperatura ambiente, existente no Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEL-USP.

2.2.3 Ensaaios de tenacidade à fratura (CTOD)

Os ensaios de tenacidade à fratura pelo método CTOD (ASTM E1820-21) serão conduzidos, à temperatura ambiente, em uma máquina servo-hidráulica MTS, modelo 810.23M, que se encontra no Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEL-USP. A nucleação da pré-trinca por fadiga também será realizada neste equipamento. Os corpos de prova a serem empregados foram citados na Tabela 4. Para cada uma das três condições de trabalho (estado como construído, reversão austenítica e envelhecimento), serão reproduzidos de 3 a 5 ensaios válidos para determinação do δ_c . A metodologia de execução dos ensaios e de análise dos dados será baseada em um trabalho publicado pelo grupo de pesquisa em que o proponente deste plano está inserido (RIBEIRO *et al.*, 2021).

2.2.4 Ensaaios de propagação de trincas por fadiga

Os ensaios de propagação de trincas por fadiga (ASTM E647-15e1) serão conduzidos, à temperatura ambiente, em uma máquina servo-hidráulica MTS, modelo 810.23M, que se encontra no Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEL-USP.

Serão realizados testes com amplitude constante ($R = 0,3$ e tensão de referência: 500 ± 250 MPa) (BRANCO *et al.*, 2019; ANTUNES *et al.*, 2019) para cada uma das três condições de trabalho (estado como construído, reversão austenítica e envelhecimento). Para cada condição reservar-se-ão 2 corpos de prova do tipo flexão em três pontos e 3 amostras serão destinadas a pré-testes. A condição de trabalho que propiciar ao aço 18Ni300M a maior

resistência à propagação de trincas em amplitude constante será selecionada para os ensaios em amplitude variável.

Os ensaios com amplitude variável serão realizados em duas condições de sobrecarga, que serão determinadas a partir de pré-testes (2 amostras ficarão reservadas para esta etapa). Serão destinados à cada condição de sobrecarga 2 corpos de prova. As sobrecargas serão aplicadas em dois diferentes comprimentos de trinca determinados na região de propagação estável (II).

2.2.5 Análise fractográfica dos corpos de prova de tenacidade à fratura e fadiga

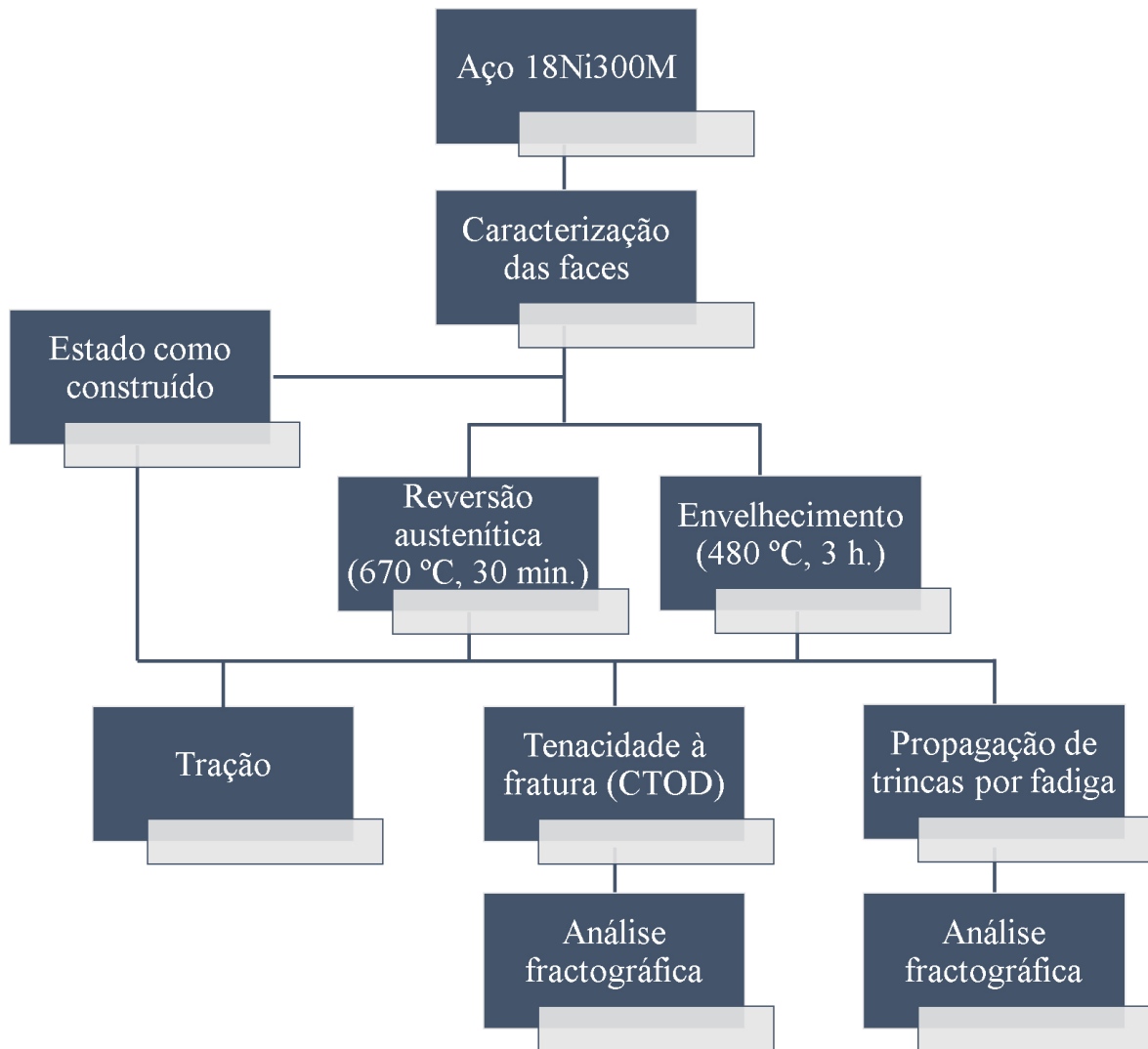
Posteriormente à execução dos ensaios de tenacidade à fratura e propagação de trincas, amostras paralelepípedicas serão extraídas de corpos de prova testados, em uma cortadeira de precisão, Isomet 1000 – Buehler com disco diamantado (frequência de corte: 250 rpm) e as superfícies devidamente preparadas. Em seguida, a análise fractográfica será conduzida em um microscópio eletrônico de varredura com modo de difração de elétrons retroespalhados (MEV/EBSD), a ser instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica da EEL-USP, no segundo semestre de 2022.

De posse das fractografias, pretende-se identificar na superfície das amostras submetidas ao ensaio de CTOD as regiões de crescimento da trinca por fadiga, de propagação da trinca por carregamento estático e de fratura final (instabilidade); por outro lado, na superfície dos corpos de prova de propagação de trincas por fadiga pretende-se identificar o percurso da trinca no material (*crack path*) com o intuito de associá-lo aos mecanismos transgranular e/ou intergranular de fratura. Além disso, a eventual formação de estrias de fadiga durante o crescimento estável da trinca será investigada, avaliando e comparando sua forma e espaçamento nas três condições de trabalho do aço 18Ni300M.

2.2.6 Fluxograma metodológico

O fluxograma da Figura 9 resume as atividades propostas neste plano de doutorado.

Figura 9. Fluxograma das atividades práticas a serem realizadas.



Fonte: (Acervo pessoal).

3 EXEQUIBILIDADE DO TRABALHO PROPOSTO

O presente projeto será apoiado pelo Instituto Nacional de C&T em Biofabricação, localizado na UNICAMP, conforme a carta de apoio do coordenador do INCT-Biofabris, Prof. Dr. Rubens Maciel Filho, anexa a este documento. A produção das amostras vem sendo realizada sob a supervisão do Prof. Dr. André Luiz Jardini Munhoz, que atua no Laboratório Biofabris. Como descrito na seção anterior, pretende-se realizar a análise fractográfica empregando-se o microscópio eletrônico de varredura adquirido pela Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, com instalação prevista para o segundo semestre do ano de 2022.

A restauração da operacionalidade do equipamento de ensaios mecânicos MTS, modelo 810.23M, pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEL-USP, foi finalizada por meio de Auxílio à Pesquisa (Projeto N° 2018/16438-9) financiado pela FAPESP e coordenado pelo orientador do presente projeto.

A participação do professor doutor Julián Arnaldo Ávila Diaz como coorientador do trabalho de doutorado proposto justifica-se pela sua experiência no processo de manufatura aditiva (PBF) aplicado ao aço *maraging* 18Ni300M, conforme algumas de suas publicações neste tema, que foram citadas neste plano, elucidam:

Conde *et al.*, 2021; Conde *et al.*, 2019; Feitosa *et al.*, 2022 e Conde *et al.*, 2019.

É importante destacar também que o professor doutor Julián Arnaldo Ávila Diaz é livre-docente na área de Mecânica da Fratura e Fadiga pela Escola de Engenharia de São Carlos (EESC-USP). Sua tese de livre-docência foi intitulada: “Avaliação microestrutural e mecânica do aço *Maraging* 300 fabricado por manufatura aditiva submetido a diferentes tratamentos térmicos”.

4 CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

O presente projeto de pesquisa está previsto para ser executado em um período de 48 meses. As atividades teóricas e práticas a serem cumpridas e o tempo de duração de cada uma delas, em semestres, são exibidos no Quadro 1.

Quadro 1. Tempo estimado de duração das atividades teóricas e práticas que serão executadas para cumprimento do presente plano.

Tempo (ano)		1°		2°		3°		4°	
Atividades	Tempo (semestre)	1°	2°	3°	4°	5°	6°	7°	8°
<i>Disciplinas</i>									
<i>Revisão da literatura</i>									
<i>Caracterização das amostras no estado como construído</i>									
<i>Preparação dos corpos de prova</i>									
<i>Tratamentos térmicos</i>									
<i>Ensaaios de tração</i>									
<i>Ensaaios de tenacidade à fratura (CTOD)</i>									
<i>Ensaaios de propagação de trincas por fadiga</i>									
<i>Análise fractográfica das amostras de CTOD e fadiga</i>									
<i>Tratamento dos dados e discussão dos resultados</i>									
<i>Produção de artigos científicos</i>									
<i>Redação da tese</i>									

Fonte: (Acervo pessoal).

REFERÊNCIAS

- AMIRABDOLLAHIAN, S. *et al.* Towards controlling intrinsic heat treatment of maraging steel during laser directed energy deposition. **Scripta materialia**, v. 201, p. 113973, 2021.
- ANTOLOVICH, S. D. *et al.* The effect of microstructure on the fracture toughness of 300 and 350 grade maraging steels. **Engineering fracture mechanics**, v. 13, n. 4, p. 717-739, 1980.
- ANTUNES, F. *et al.* Fatigue crack growth in maraging steel obtained by selective laser melting. **Applied sciences**, v. 9, n. 20, p. 4412, 2019.
- BANNANTINE, J.; COMER, J.; HANDROCK, J. **Fundamentals of metal fatigue analysis**. Research supported by the University of Illinois. Englewood Cliffs, NJ, Prentice Hall, 286, 1990.
- BECKER, T. H.; DIMITROV, D. The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components. **Rapid prototyping journal**, 2016.
- BLAKEY-MILNER, B. *et al.* Metal additive manufacturing in aerospace: A review. **Materials and design**, v. 209, p. 110008, 2021.
- BLAUDEL, J. G.; SMITH, H. R.; SCHULZE, G. Fracture toughness study of a grade 300 maraging steel weld joint. **Weld J Res Suppl**, v. 53, p. 211, 1974.
- BRANCO, R. *et al.* Fatigue behaviour of maraging steel samples produced by SLM under constant and variable amplitude loading. **Procedia structural integrity**, v. 22, p. 10-16, 2019.
- CARERI, F. *et al.* Finite element modeling of machining nickel superalloy produced by direct energy deposition process. **Procedia manufacturing**, v. 47, p. 525-529, 2020.
- CONDE, F. F. *et al.* Austenite reversion kinetics and stability during tempering of an additively manufactured maraging 300 steel. **Additive manufacturing**, v. 29, p. 100804, 2019.
- CONDE, F. F. *et al.* Effect of combined tempering and aging in the austenite reversion, precipitation, and tensile properties of an additively manufactured maraging 300 steel. **Journal of materials engineering and performance**, v. 30, n. 7, p. 4925-4936, 2021.
- CONDE, F. F. *et al.* Effect of thermal cycling and aging stages on the microstructure and bending strength of a selective laser melted 300-grade maraging steel. **Materials science and engineering: A**, v. 758, p. 192-201, 2019.
- DRAGT, R. C.; HENGVELD, S. T.; MALJAARS, J. A new analytical approach for describing fatigue load sequence effects. **Heron**, v. 65, n. 1/2, p. 109-149, 2020.
- FEITOSA, A. L. M. *et al.* Direct observation of austenite reversion during aging of 18Ni (350 grade) maraging steel through in-situ synchrotron X-ray diffraction. **Metallurgical and materials transactions A**, p. 1-12, 2022.
- GONG, H.; YANG, F. P.; CHEN, T. An improved prediction model on fatigue crack growth rate under variable amplitude loads for metallic materials. **Journal of materials engineering and performance**, p. 1-11, 2022.
- GU, D. **Laser additive manufacturing of high-performance materials**. Springer, 2015.
- GUO, L. *et al.* Additive manufacturing of 18% nickel maraging steels: defect, structure and mechanical properties: A review. **Journal of materials science & technology**, 2022.
- HAGHDADI, N. *et al.* Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges. **Journal of materials science**, v. 56, n. 1, p. 64-107, 2021.
- HALL, A. M.; SLUNDER, C. J. **The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels**. Battelle Memorial Inst Columbus OH Columbus Labs, 1968.
- HU, Y. N. *et al.* The effect of manufacturing defects on the fatigue life of selective laser melted Ti-6Al-4V structures. **Materials and design**, v. 192, p. 108708, 2020.
- KEMPEN, K. *et al.* Microstructure and mechanical properties of selective laser melted 18Ni-300 steel. **Physics procedia**, v. 12, p. 255-263, 2011.

- MACHNIEWICZ, T. Fatigue crack growth prediction models for metallic materials: Part I: Overview of prediction concepts. **Fatigue and fracture of engineering materials and structures**, v. 36, n. 4, p. 293-307, 2013.
- MENEGHETTI, G. *et al.* Influence of build orientation on static and axial fatigue properties of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. **Procedia structural integrity**, v. 7, p. 149-157, 2017.
- MOLAEI, R.; FATEMI, A. Fatigue performance of additive manufactured metals under variable amplitude service loading conditions including multiaxial stresses and notch effects: experiments and modelling. **International journal of fatigue**, v. 145, p. 106002, 2021.
- MÖLLER, B. *et al.* Fatigue assessment of additively manufactured AlSi10Mg laser beam welded to rolled EN AW-6082-T6 sheet metal. **International journal of fatigue**, v. 140, p. 105805, 2020.
- MURUGAN, P. D. *et al.* A current state of metal additive manufacturing methods: A review. **Materials today: proceedings**, 2021.
- NAKAZAWA, K.; KAWABE, Y.; MUNEKI, S. Grain refinement of high-strength maraging steels through cyclic heat treatment. **Materials science and engineering**, v. 33, n. 1, p. 49-56, 1978.
- NEZHADFAR, P. D. *et al.* Fatigue crack growth behavior of additively manufactured 17-4 PH stainless steel: Effects of build orientation and microstructure. **International journal of fatigue**, v. 123, p. 168-179, 2019.
- PASTRE, M.A.; QUINSAT, Y.; LARTIGUE, C. Effects of additive manufacturing processes on part defects and properties: a classification review. **International journal on interactive design and manufacturing**, p. 1-26, 2022.
- PFÄHLER, K.; MORAR, D.; KEMPER, H. G. Exploring application fields of additive manufacturing along the product life cycle. **Procedia CIRP**, v. 81, p. 151-156, 2019.
- RAABE, D. *et al.* Nanoprecipitate-hardened 1.5 GPa steels with unexpected high ductility. **Scripta materialia**, v. 60, n. 12, p. 1141-1144, 2009.
- RACK, H. J. Role of prior austenite grain size on the tensile ductility and fracture toughness of 18Ni maraging steels. **Scr. Metall.** v. 13, n. 7, 1979.
- RIBEIRO, H. V. *et al.* Effect of laser welding heat input on fatigue crack growth and CTOD fracture toughness of HSLA steel joints. **Journal of materials research and technology**, v. 11, p. 801-810, 2021.
- ROHRBACH, K.; SCHMIDT, M. **Maraging steels - properties and selection: irons, steels, and high-performance alloys**, Vol 1, ASM Handbook, ASM International, 1990, p 793-800, <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v01.a0001043>.
- SANTOS, P. L. L. *et al.* Plane-strain fracture toughness of thin additively manufactured maraging steel samples. **Additive manufacturing**, v. 49, p. 102509, 2022.
- SERVANT, C.; LACOMBE, P. Structural transformations produced during tempering of Fe-Ni-Co-Mo alloys. **Journal of materials science**, v. 12, n. 9, p. 1807-1826, 1977.
- SHMULEVITSH, M. *et al.* Elastic consideration of the precipitation in model alloys of maraging steels: theory and experimental validation. **Journal of materials science**, v. 50, n. 14, p. 4970-4979, 2015.
- SOLBERG, K. *et al.* Directional fatigue behaviour of maraging steel grade 300 produced by laser powder bed fusion. **International journal of fatigue**, v. 149, p. 106229, 2021.
- SONG, J. *et al.* Effect of remelting processes on the microstructure and mechanical behaviours of 18Ni-300 maraging steel manufactured by selective laser melting. **Materials characterization**, v. 184, p. 111648, 2022.
- TURK, C. *et al.* Advances in maraging steels for additive manufacturing. **BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte**, v. 164, n. 3, p. 112-116, 2019.

- VAN SWAM, L. F. *et al.* Fatigue behavior of maraging steel 300. **Metallurgical transactions A**, v. 6, n. 1, p. 45-54, 1975.
- VOORWALD, H. J. C.; TORRES, M. A. S.; PINTO, C. C. E. Modelling of fatigue crack growth following overloads. **International journal of fatigue**, v. 13, n. 5, p. 423-427, 1991.
- WANG, M. M. *et al.* Nanolaminate transformation-induced plasticity–twinning-induced plasticity steel with dynamic strain partitioning and enhanced damage resistance. **Acta materialia**, v. 85, p. 216-228, 2015.
- WANG, M. M. *et al.* Spectral TRIP enables ductile 1.1 GPa martensite. **Acta materialia**, v. 111, p. 262-272, 2016.
- YE, H. *et al.* Fatigue crack growth behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated via laser metal deposition: Effects of building orientation and heat treatment. **Journal of alloys and compounds**, v. 868, p. 159023, 2021.
- YUAN, K. *et al.* Thermomechanical behavior of laser metal deposited Inconel 718 superalloy over a wide range of temperature and strain rate: Testing and constitutive modeling. **Mechanics of materials**, v. 135, p. 13-25, 2019.
- ZAKARIA, K. A.; ABDULLAH, S.; GHAZALI, M. J. A review of the loading sequence effects on the fatigue life behaviour of metallic materials. **Journal of engineering science & technology review**, v. 9, n. 5, 2016.



Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP
Faculdade de Engenharia Química - FEQ
Instituto Nacional de C&T Biofabricação - BIOFABRIS

Campinas, 26 de julho de 2022.

DECLARAÇÃO

Vimos por intermédio desta declarar apoio ao projeto de doutoramento intitulado *“Estudo da propagação de trincas no aço 18Ni300M processado por manufatura aditiva, nos estados como construído, envelhecido e recozido para reversão da martensita”*, a ser realizado pelo aluno Gabriel Cotrim de Cesare Peinado, na Escola de Engenharia de Lorena, da Universidade de São Paulo, sob orientação do Prof. Dr. Carlos Antonio Reis Pereira Baptista e coorientação do Prof. Dr. Julian Arnaldo Avila Diaz.

Atenciosamente,

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "Rubens Maciel Filho".

Prof. Dr. Rubens Maciel Filho
Professor Titular da FEQ/UNICAMP
Coordenador do Instituto de Biofabricação (INCT-Biofabris)