



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

CARACTERIZAÇÃO DE UMA SUPERLIGA DE NÍQUEL SOB
TEMPERATURAS ELEVADAS

INGRID ALVES DOS SANTOS

Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para a obtenção do Grau De
"Mestre em Ciências" na Área de
Reatores Nucleares de Potencia e
Tecnologia do Combustível Nuclear

Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo
1993

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

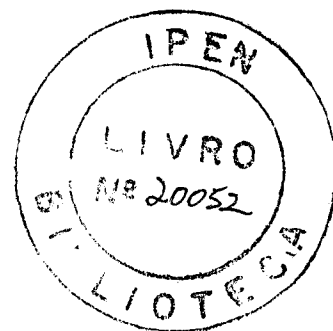
CARACTERIZAÇÃO DE UMA SUPERLIGA DE NÍQUEL SOB
TEMPERATURAS ELEVADAS

Ingrid Alves dos Santos

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de "Mestre na Área de Concentração em Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear".

Dr. Waldemar Alfredo Monteiro
Orientador

São Paulo
1993



À Eliza e Raphael

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação que tornou possível o desenvolvimento deste trabalho.

À Superintendência e Diretoria de Materiais Nucleares do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade e facilidade de pesquisa.

Ao CNPQ/RHAE pela bolsa de mestrado concedida durante parte do trabalho.

A Eletrometal S.A. - Metais Especiais, pelo fornecimento da liga EMVAC 718.

Ao Eng. Paulo Remi Guimarães Santos (VDR/CTA/SJC) pelo apoio e incentivo.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (S.J.C.), nas pessoas do Professor Dr. S. Frascino M. de Almeida, e dos técnicos Maria Margareth da Silva e Sérgio Bueno Gomes.

Ao Eng. Paulo Lélis de Oliveira pelas cópias das foto-micrografias (AIE/RFT/IAE/CTA).

Ao Wellington Matsumura (LSI/Engenharia Elétrica da Poli/USP) pelas análises por Microscopia de Varredura.

Aos colegas Chen Ying An e Antonio Frazan (LAS/INPE/SJC) pela utilização dos laboratórios de tratamentos térmicos.

Aos amigos do Departamento de Metalurgia Nuclear/IPEN e em especial ao Dr. Luís Filipe C.P. de Lima, engenheira Maria da Conceição B.V. Soares, Mariano Castagnet, Glauson Aparecido F. Machado e Cássio Arrizabalaga Rodrigues.

À Maria A. de Fátima A. Celenza (IEEC/ITA) pelo constante apoio.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram na elaboração deste trabalho.

RESUMO

CARACTERIZAÇÃO DE UMA SUPERLIGA DE NÍQUEL SOB
TEMPERATURAS ELEVADAS

A liga 718 é uma superliga de níquel, desenvolvida para serviços a temperaturas elevadas, apresentando excelentes resistências a corrosão e a oxidação, bem como boas propriedades mecânicas sob tração e fluência.

Neste trabalho, a liga 718 foi submetida a tratamentos térmicos com temperaturas acima da convencionalmente adotada (ASTM B 637), cujos efeitos foram avaliados por meio de ensaio de tração a quente (705°C).

Estas temperaturas mais altas, tanto nos tratamentos térmicos, como no ensaios de tração a quente, modificaram severamente a resistência da liga, tornando-a muito frágil.

A microscopia eletrônica de varredura e de transmissão foram utilizadas para caracterizar e correlacionar a microestrutura com os resultados obtidos.

ABSTRACT**CHARACTERIZATION OF A NICKEL BASED SUPERALLOY AT
HIGH TEMPERATURES**

The 718 alloy is considered a nickel superalloy developed for high temperature applications, showing excellent corrosion and resistance and also good tensile and creep properties.

In the present work, the 718 alloy was subjected to different heat treatment at temperatures above those established by convention (ASTM B 637). The effects by tensile strength testing at 705°C were evaluated.

The higher temperatures used during both the heat treatment and the tensile testing severely affected the strength, making the material more fragile, instead of more ductile.

Transmission and scanning electron microscopes were used to characterize and to correlate the microstructures with the tensile strength testing values.

ÍNDICE

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	01
I.1 - A liga INCONEL 718	02
CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	09
II.1 - Condições mínimas necessárias para precipitação DA FASE γ'' (DO_{22}).....	12
II.2 - Objetivo do trabalho.....	15
CAPÍTULO III - MATERIAL E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	16
III.1 - Material e tratamentos térmicos	18
III.2 - Ensaio de tração a temperaturas elevadas	21
III.3 - Microscopia óptica e medidas de microdureza Vickers (H_v).....	22
III.3.1 - Microscopia óptica (Mo).....	22
III.3.2 - Medidas de microdureza (H_v).....	22
III.4 - Microscopia de varredura e transmissão...24	
III.4.1 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	24
III.4.2 - Microscopia eletrônica de transmissão (MET).....	24
CAPÍTULO IV - RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO.....	26
IV.1 - Ciclos térmicos e ensaios de tração a quente.....	26
IV.2 - Caracterização microestrutural das amostras MP.....	28
IV.2.1 - Material padrão como recebido (MPA)...30	
IV.2.2 - Material padrão na condição B (MPB)...32	
IV.2.2 - Material padrão na condição C (MPC)...34	
IV.2.2 - Material padrão na condição D (MPD)...37	
IV.2.2 - Material padrão na condição E (MPE)...37	

IV.3 - Caracterização microestrutural das amostras	
MT.....	42
IV.3.1 - Material tracionado na condição A.....	42
IV.3.2 - Material tracionado na condição B.....	44
IV.3.3 - Material tracionado na condição C.....	46
IV.3.4 - Material tracionado na condição D.....	48
IV.3.5 - Material tracionado na condição E.....	51
IV.4 - Discussão.....	53
IV.4.1 - Tamanho de grão (TG) das amostras pa-	
drões.....	53
IV.4.2 - Midrodureza Vickers (H_v) das amostras	
padrões.....	53
IV.4.3 - Ensaio de tração.....	54
IV.4.4 - Microscopia eletrônica de transmissão	
das amostras MP.....	55
IV.4.4.1 - Amostras MPB.....	55
IV.4.4.2 - Amostras MPC.....	56
IV.4.4.3 - Amostras MPD.....	57
IV.4.4.4 - Amostras MPE.....	57
IV.5 - Superfícies de fratura das amostras MT.....	57
IV.6 - Microscopia de transmissão das amostras	
MT.....	58
CAPÍTULO V - CONCLUSÕES.....	60
CAPÍTULO VI - SUGESTÕES.....	62
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	63

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Com o sucesso das ligas de níquel-cromo (80% Ni e 20% Cr, porcentagem em peso), usadas como elementos de aquecimento elétrico, nos Estados Unidos da América (E.U.A.), em 1906 [1], iniciou-se a "história das superligas".

A medida que os requisitos tecnológicos de materiais que resistissem a temperaturas elevadas foram aumentando e tornando-se mais rigorosos, ocorreu um grande desenvolvimento com as ligas de níquel-cromo. Desta maneira, tanto nos Estados Unidos da América como na Inglaterra, exaustivos trabalhos foram feitos para aprimorar o desempenho "dessas ligas metálicas".

Em pouco tempo, as ligas metálicas para temperaturas elevadas, já estavam em uso nos Estados Unidos, em turbos superalimentadores de motores à pistão (motores aeronáuticos) [2], tendo em sua composição química, vários elementos da tabela periódica.

Com o advento da Segunda Guerra Mundial (1940), houve ainda maior interesse e necessidade no desempenho dessas "ligas" (E.U.A. e Inglaterra). A partir daí, elas se tornaram imbatíveis entre os materiais metálicos que tinham boa resistência quanto à degradação mecânica e química.

Assim, nas últimas décadas, essas ligas passaram a ser imprescindíveis nas mais variadas operações tecnológicas e receberam o nome de "superligas".

Para efeito de classificação, as superligas são divididas em três grupos:

- ligas à base de níquel;
- ligas à base de cobalto e
- ligas à base de níquel-ferro.

Superligas à base de níquel-ferro são algumas vezes consideradas sub-grupo das ligas de níquel e outras vezes, um grupo a parte [3]. São, geralmente, produtos trabalhados mecanicamente, enquanto que as ligas à base de cobalto e níquel são projetadas para fundição. Alguns processos especiais alternativos (solidificação rápida, metalurgia do pó, etc.) são empregados para os três grupos de superligas [3].

A tecnologia atual limita a temperatura de trabalho das superligas para aplicações estruturais em 950°C e, para quando não houver solicitação mecânicas, em 1200°C [3].

I.1 - A LIGA INCONEL 718

A liga Inconel 718 foi descoberta há 30 anos atrás, por H.L. Eiselstein, para ser usada como material do disco da turbina nos motores aeronáuticos, pela General Electric. É marca patenteada da International Nickel Corporation e pode ser classificada como liga da família níquel-ferro. Trata-se de uma liga metálica de alta resistência, endurecível por precipitação, formando compostos intermetálicos, apropriada para serviços em temperaturas na faixa de -250 a 649°C [2].

É uma liga que apresenta boa resistência à oxidação até cerca de 1000°C, além de boa resistência à corrosão em uma variedade de meios agressivos.

As aplicações da liga Inconel 718 nos dias de hoje são: componentes de motores aeronáuticos, estruturas nucleares (grades de espaçamento do elemento combustível), componentes rotativos e estáticos de motores de alta resistência, ferramentas de corte e extrusão por cisalhamento a temperaturas elevadas e veículos espaciais [2, 3 e 4].

Sabe-se que uma das características mais marcantes desta liga é a sua lenta resposta ao envelhecimento, o que permite que a mesma seja soldada e recozida sem que ocorram trincas devido a tensões provocadas

por precipitação na zona afetada pelo calor (ZAC) [2 e 3].

Outra característica que marca a superliga 718 é a sua composição química que propicia uma ampla variedade de microestruturas. Por causa disto, a metalurgia usa toda a sua engenhosidade para obter grandes aumentos de resistência nas mais variadas temperaturas de tratamento.

Os elementos químicos presentes na composição da liga 718, têm uma função a cumprir [2]. Desta forma, abaixo estão relacionados os principais elementos químicos e suas funções:

- Ni - A sua principal função é formar a matriz austenítica, permitindo a presença de outros elementos químicos, e acomodar precipitados coerentes na matriz em solução sólida.
- Fe - Este elemento também ajuda a formar a matriz, auxilia no processo de endurecimento por solução sólida, sendo fundamental para a precipitação de compostos endurecedores na matriz.
- Cr - Juntamente com Ni e Fe, forma a matriz e auxilia no processo de endurecimento por solução sólida garantindo a estabilidade superficial (resistência à oxidação e a corrosão a quente).
- Mo - Sua função é auxiliar no processo de endurecimento por solução sólida na matriz.
- Nb e Ti - Causam um pouco de endurecimento por solução sólida. São os principais formadores intermetálicos (Ni_3Nb e Ni_3Ti).
- Al - Tem como função principal, junto com o cromo auxiliar na resistência a oxidação, além de formar compostos endurecedores intermetálicos (Ni_3Al). A composição química típica da liga 718 está relacionada a seguir,

conforme especificação da norma ASTM B637 (porcentagem em peso).

Ni: 50 - 55%	Fe: balanço
Cr: 17 - 21%	Al: 0,02 - 0,08%
Mo: 2,8 - 3,3%	Mn, Si e Cu: máx. 0,4%
Nb: 4,75 - 5,5%	B: máx. 0,006%
Ti: 0,65 - 1,15%	S: máx. 0,015%

Devido à presença de vários elementos químicos na liga 718, tem-se o aparecimento de várias fases durante a sua elaboração, processamento ou uso. Algumas dessas fases podem ser obtidas a partir de envelhecimentos isotérmicos [2, 5 e 6]. Na Figura 1 (diagrama tempo, temperatura e transformação). São mostradas as fases δ e γ'' (início e término)

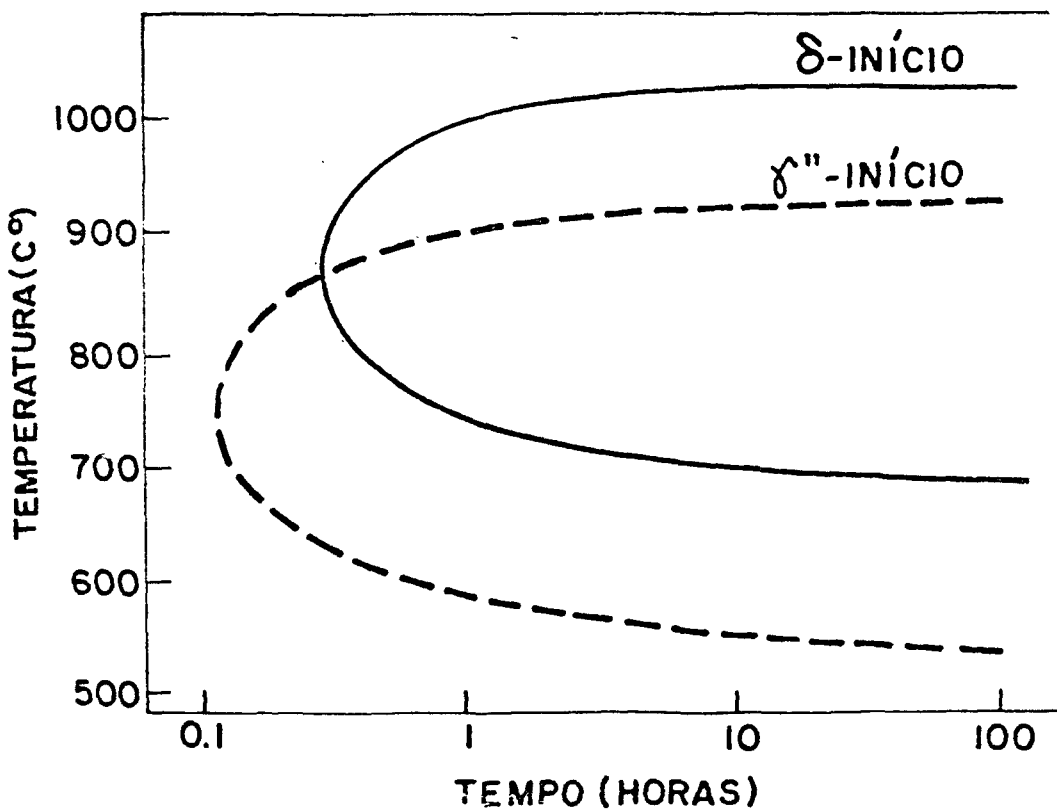


FIGURA 1 - DIAGRAMA T.T.T. DA LIGA 718 [2].

A seguir, são relacionadas as fases que se precipitam na liga 718 e suas principais características.

• Nitretos (TiN) e Carbonitretos [(C,N) Nb].

O aparecimento de nitretos e carbonitretos se deve-se a dificuldade na eliminação do nitrogênio durante a elaboração da liga.

Os nitretos e carbonitretos formam-se durante a solidificação e não se alteram durante as etapas posteriores de processamento.

Apesar da baixa fração volumétrica do nitrogênio, ocorre a formação do nitreto tipo TiN devido à forte afinidade do nitrogênio pelo titânio. Pouca informação está disponível com relação ao aspecto deletério da fase no material (tanto durante o processamento quanto no uso geral da liga) [5].

• Carbonetos do tipo MC, M_6C e $M_{23}C_6$

Estes carbonetos podem precipitar-se durante a solidificação, processamento ou uso da liga [2, 5 e 7].

- Carbonetos tipo MC:

São estáveis, sendo o "M" geralmente Nb e/ou Ti. Encontram-se distribuídos pela matriz. Estes carbonetos são dissolvidos completamente em temperaturas superiores à 1250°C. Precipitam-se durante a solidificação, trabalho à quente ou envelhecimento isotérmico na faixa de temperatura de 700 a 800°C.

- Carbonetos tipo M_6C e $M_{23}C_6$

Precipitam-se durante a solidificação, envelhecimento a baixas temperaturas ou sob tensões combinadas (ensaio de fluência) [7]. O Cromo é predominante na composição "M" e precipita-se preferencialmente nos contornos de grão.

• Fase de Laves

Foi detectada por Eiselstein [8], após permanência por cerca de 5 horas a 800°C. A fase de "Laves" encontra-se em regiões interdendríticas da liga no estado bruto de fusão.

Padilha e Nogueira [9] sugerem um tratamento térmico de homogeneização para eliminar a fase de "Laves" da liga no estado bruto de fundição.

Kirman [10] observou que essa fase só se precipita quando o teor de níquel é inferior a 30% nas ligas de Fe-Ni-Cr-Nb.

DeVries e Mumau [11] demonstraram que ela ocorre devido ao alto teor de nióbio nas regiões interdendríticas dos fundidos. É uma fase topologicamente empacotada, com a composição química $(Fe,Cr)_2(Nb,Ti)$ e fragiliza o material. Entretanto, podem ser eliminadas por meio de tratamentos térmicos de homogeneização que as dissolvem e restauram a ductilidade do material.

• Fase Gama Linha (γ')

Os precipitados da fase γ' são submicroscópicos, coerentes, ordenados do tipo $L1_2$, mostrados na Figura 2, atuando como barreiras que impedem a movimentação das discordâncias. Precipitam-se na matriz sob a forma esférica, com a orientação cristalográfica $\{100\}_\gamma // \{100\}_{\gamma'}$ e $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_{\gamma'}$. A composição química de γ' é $Ni_3(Al,Ti)$ sendo estável até aproximadamente 870°C [2, 6 e 12].

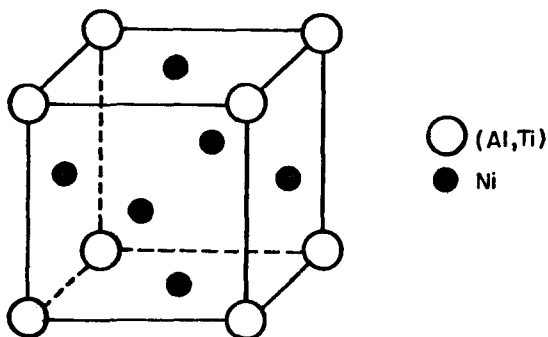


FIGURA 2 - ESTRUTURA $L1_2$, de γ' [2].

• Fase Gama Secundário (γ'')

É uma fase que ocorre quando o teor de nióbio é maior que 4%. Ela nucleia e cresce nas partículas de γ' e é coerente com pequeno desajuste [6].

Tem estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) do tipo DO_{22} , conforme Figura 3, sendo uma fase metaestável. Está presente na faixa de temperaturas de 550 a 915°C [9]. É a fase mais importante na liga 718 [2, 6, 13, 14, 15 e 16].

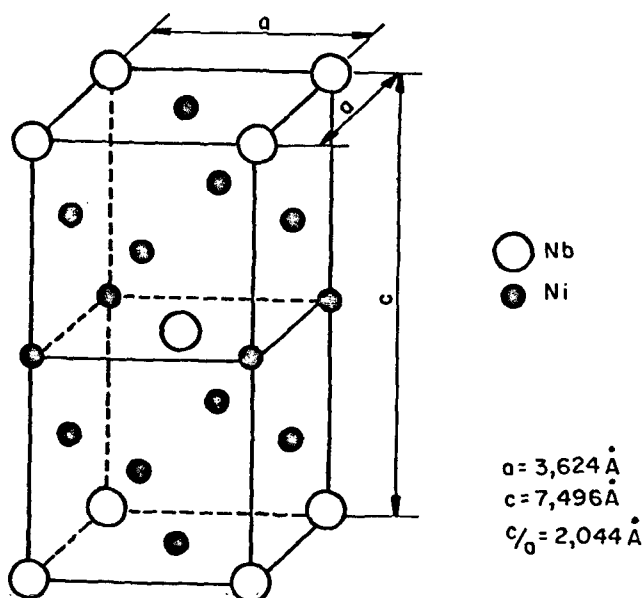


FIGURA 3 - ESTRUTURA DO_{22} de γ'' [6]

• Fase Delta (δ)

Esta fase tem composição química Ni_3Nb e é estável (com relação a fase γ''). Tem estrutura cristalina ortorrômbica, mostrada na Figura 4. Precipita-se de forma incoerente com formato de placas e bastonetes, no interior dos grãos ou orientada ao longo dos contornos de grão. Causa pouco endurecimento à matriz e ocorre na faixa de 700 a 1020°C [2, 6, 10, 17, 18, 19, 20 e 21].

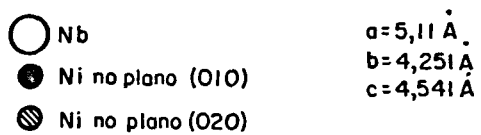
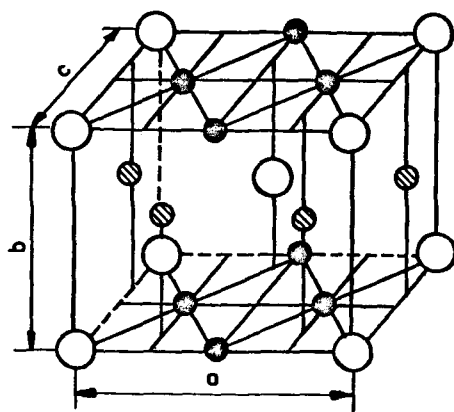


FIGURA 4 - ESTRUTURA ORTORRÔMBICA DE δ [21] (estrutura do tipo Cu_3Ti)

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Na década de 60 acreditava-se que o endurecimento da liga 718 era conseqüência da precipitação da fase γ' . Mas, em 1969 Paulonis et alii [6], por meio de análises por microscopia eletrônica de transmissão, mostraram que a fase endurecedora da liga 718 era γ'' e não γ' .

Alguns anos depois Kirmam, Warrington e Ramaswany [10 e 19] também confirmaram as investigações feitas por Paulonis et alii sobre a fase γ'' . Estas investigações, mostraram de vez, que a fase γ'' é a principal responsável pelo aumento de resistência da liga 718.

Assim sendo a Figura 1 que é o diagrama T.T.T. (tempo, temperatura e transformação) para a liga 718, mostra o início das precipitações nas curvas, das fases γ'' e δ , a partir de envelhecimentos isotérmicos [2, 5, 6, 8 e 19].

A seguir são feitas algumas considerações à respeito das faixas de temperaturas de transformações importantes para a liga 718.

Muzyka [18] e Ramaswany [19] investigaram a faixa de temperaturas de 700 a 750°C. Nesta faixa de temperaturas, o resultado do envelhecimento é a precipitação coerente da fase γ'' e γ' , distribuídas pela matriz. Precipitações de NbC e δ , em pequenas quantidades, foram encontradas nos contornos de grão e maclas. Quando longos tempos foram empregados nesta faixa de temperaturas, observou-se o crescimento dos precipitados γ'' (500 Å, a 750° por 20 h, passou para 3500Å a 750°C por 300 h). Quanto aos precipitados δ , estes cresceram nos contornos de grãos em formato de placas [18 e 19].

Kirmam [13] e Sundararaman [16] observaram em torno de temperatura de 800°C, γ'' precipitando-se heterogeneamente e associado à discordâncias, o que resultou num precipitado maior e menos distribuído pela matriz

(comparando-se com a temperatura de 750°C) [10 e 20].

O precipitado δ é observado nos contornos de grãos, de maclas e intragranularmente. A nucleação da fase δ no interior do grão está associada a falhas de empilhamento ao longo dos planos (112) da fase γ'' , gerando uma região local que estruturalmente é fase δ , que cresce na forma de placas, às custas do empobrecimento da fase γ'' [10 e 20].

Na faixa de temperaturas de 850-950°C, Boesch [5] e Sundararaman [20] ainda encontraram precipitação γ'' , embora a precipitação da fase δ fosse maior.

Para tempos de 500 horas, o resultado é a completa transformação da fase γ'' , em δ . A fase δ aparece intragranularmente e nos contornos de grão com morfologia de placas e bastonetes [20].

Para temperaturas maiores que 927°C [5], γ'' não foi observada e a fase δ precipita-se diretamente na matriz (estando nos contornos de grão e intragranularmente com morfologia de placas e bastonetes).

Boesch e Canada, não observaram mais a presença da fase δ , mesmo para tempos de envelhecimento de 2000 horas em temperaturas maiores que 1020°C [5].

A Figura 5 mostra a curva de dureza Vickers (Hv) em função da temperatura de envelhecimento para o tempo de 100 horas. O pico máximo de dureza é por volta de 700°C. Em temperaturas mais elevadas que 700°C, a dureza cai devido ao aumento de precipitação da fase δ . Para 915°C, aproximadamente, a fase γ'' já deixou de ser estável e a dureza apresenta uma grande queda [5].

O tratamento térmico convencional, indicado para a liga 718 (antes que ela entre em serviço), para se obter uma ótima resistência mecânica e tenacidade (além de minimizar a transformação para a fase δ [2]) é o seguinte:

- Solubilização na faixa de 924-1010°C x 30' + resfriamento ao ar + envelhecimento a 718 \pm 14°C x 8 horas + resfriamento ao forno até 621 \pm 14°C x 18 horas + resfriamento ao ar.

Este tratamento térmico convencional foi investigado também por Paulonis et alii [6]. É também recomendado pela norma ASTM B 637, com tamanhos de 250 Å para γ' e 600 Å para γ'' . Esses tamanhos de precipitados limitam a utilização da liga para a temperatura de 649°C.

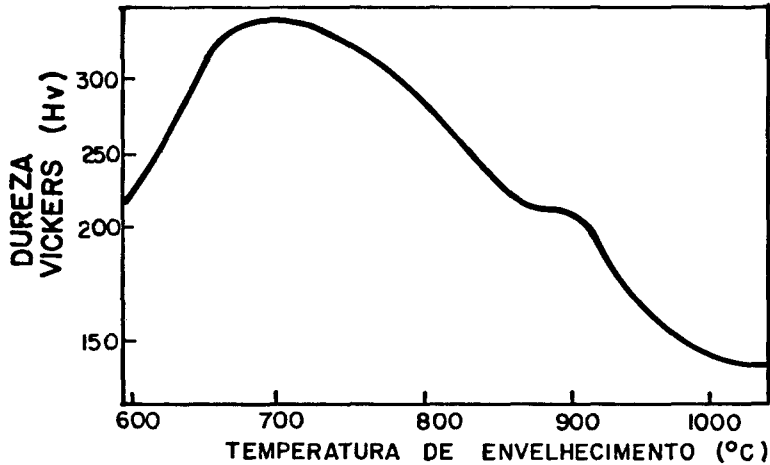


FIGURA 5 - CURVA DE DUREZA X TEMPERATURA DE ENVELHECIMENTO PARA O TEMPO DE 100 HORAS [5].

II.1 - CONDIÇÕES MÍNIMAS NECESSÁRIAS PARA A PRECIPITAÇÃO DA FASE γ'' (DO₂₂)

Sabe-se que o limite de solubilidade do nióbio no níquel em temperaturas inferiores a 1000°C é de aproximadamente 4%. Na liga 718 apenas 3,5% de nióbio é suficiente para provocar a precipitação de γ'' , embora esta fase não ocorra em ligas binárias Ni-Nb, mesmo que o teor de nióbio seja da ordem de 12,5%.

Quist, Taggart e Polonis [17] procuraram explicar a ocorrência da precipitação da fase metaestável Ni₃nióbio (γ'') no sistema Ni-Nb. Eles submeteram 12 ligas diferentes de Ni-Nb-Fe-Al a diversos tratamentos, a fim de verificar sob que condições ocorria a precipitação de γ' e γ'' .

A precipitação das fases γ' e γ'' é inibida quando a diferença entre os parâmetros de rede da matriz e do precipitado excede aproximadamente 1%. O parâmetro de rede do níquel puro é 3,524 Å, que é 2 a 3% menor que os valores do parâmetro de rede de γ' e γ'' (de 3,59 a 3,62 Å) [17].

A presença de mais de 18% de ferro na liga 718, expande o parâmetro de rede da matriz para cerca de 3,604 Å, o que permite a precipitação de γ'' quando se adiciona nióbio (quantidade maior ou igual a 3,5% Nb).

Assim sendo, estes pesquisadores concluíram que existem duas influências na precipitação da liga 718:

- a) a primeira influência seria a da adição do Al e Fe em ligas Ni-nióbio que expande o parâmetro de rede da matriz; e
- b) a outra influência seria a de reduzir o parâmetro de rede dos precipitados γ' e γ'' , pela substituição do nióbio por Al ou Fe, que possuem raio atômico menor, reduzindo assim a energia da interface entre a matriz e o precipitado.

Quist, et alii [7] além de estar de acordo com as considerações anteriores, também observou que a condição relacionada com a estabilidade eletrônica da liga 718 era satisfeita. As considerações de Engel-Brewer ocorrem devido a concentrações de elétrons de valência das camadas (s+p) por átomo do composto ($\frac{e}{a}$), isto é, se a relação $\frac{e}{a}$ da liga situar-se entre 2,5 e 2,62 favorecerá a precipitação da fase γ'' (DO_{22}). Se a relação ocorrer entre 2,75 e 3,0 favorecerá a precipitação da fase γ' (L12). Dessa forma, adições de Fe (ccc, $\frac{e}{a} = 1,5$), no sistema Ni-nióbio, promovem a formação de DO_{22} (γ''), enquanto que adições de alumínio (cfc, $\frac{e}{a} = 3,0$) estabilizam a estrutura L12 (γ') [17].

Portanto, é necessária a presença de altos teores de ferro na liga 718 para que ocorra a precipitação da fase metaestável γ'' .

As investigações dos tamanhos das partículas se devem às pesquisas de Oblack et alii, que discutiram a estabilidade das fases γ' e γ'' após tratamento térmico convencional e envelhecimentos a 650°C e 760°C por 100 horas, e a 840°C e 870°C por 16 horas. Nestas investigações, limitou-se a temperatura de trabalho da liga para 649°C, pois, acima desta temperatura, a liga perde sua resistência mecânica [6]. Cozar e Pineau investigaram a morfologia de γ' e γ'' , estudando também a sua estabilidade [22].

Sabe-se que as modificações na composição química, no processamento mecânico e no tratamento térmico influem diretamente sobre as propriedades de curto e longo alcance da liga 718. Portanto, nos últimos anos, muitas investigações, na liga 718, foram realizadas com relação a essas modificações supra citadas.

Mills [23] e Campo [24] investigaram efeitos dos tratamentos térmicos modificados (diferentes do ASTM B637) e propuseram estudos nas propriedades mecânicas da liga 718. Mills investigou a tenacidade à fratura, enquanto que Campo buscou novos valores na resistência e na vida útil da liga (tração e fluência, em temperaturas mais elevadas que 649°C).

Mas quem incentivou as pesquisas da liga 718, foi Loria [4], que chama a atenção dos pesquisadores para o aperfeiçoamento das propriedades mecânicas da liga por meio de novas técnicas de processamento e diferentes tratamentos térmicos. Loria ressalta que a liga 718 detém 35% da produção de superligas tendo um baixo custo efetivo. Por isso, torna-se importante estender a temperatura de trabalho até 760°C [4, 23 e 24].

II.2 - OBJETIVO DO TRABALHO

O trabalho busca correlacionar as microestruturas obtidas, por meio dos ciclos de tratamento térmicos diferenciados, com os valores do ensaio de tração a 705°C.

Desta forma, pretende-se levantar resultados que justifiquem a utilização ou não do material em temperaturas diferentes das utilizadas convencionalmente.

CAPÍTULO III

MATERIAL E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste trabalho utilizou-se uma superliga nacional fornecida pela Eletrometal SA - Metais Especiais, com especificação EMVAC 718. A liga utilizada estava na forma de barra extrudada com diâmetro de 14,5mm por 2000mm de comprimento, de onde foram extraídas amostras para análise microestrutural e para ensaio de tração (ensaio a 705°C). As amostras para análise microestrutural foram divididas em dois tipos, sendo que as do primeiro tipo foram os corpos de prova para metalografia convencional (microscopia óptica e medidas de microdureza). As do segundo tipo, foram os corpos de prova para microscopia eletrônica de transmissão (MET), as lâminas finas. Quanto as amostras para o ensaio de tração, foram usinadas conforme a fig. 6, em número de três corpos de prova para cada condição (ciclo térmico inovativo aplicado). O tamanho reduzido do corpo de prova (cdp) foi usado, para facilitar a análise microestrutural, após o ensaio de tração até a fratura.

A figura 7, mostra um fluxograma do procedimento experimental usado neste trabalho.

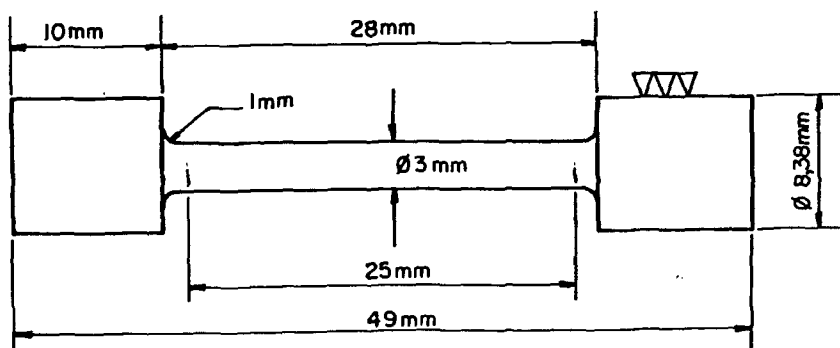


FIGURA 6 - CORPO DE PROVA PARA ENSAIO EM TRAÇÃO (TAMANHO REDUZIDO)

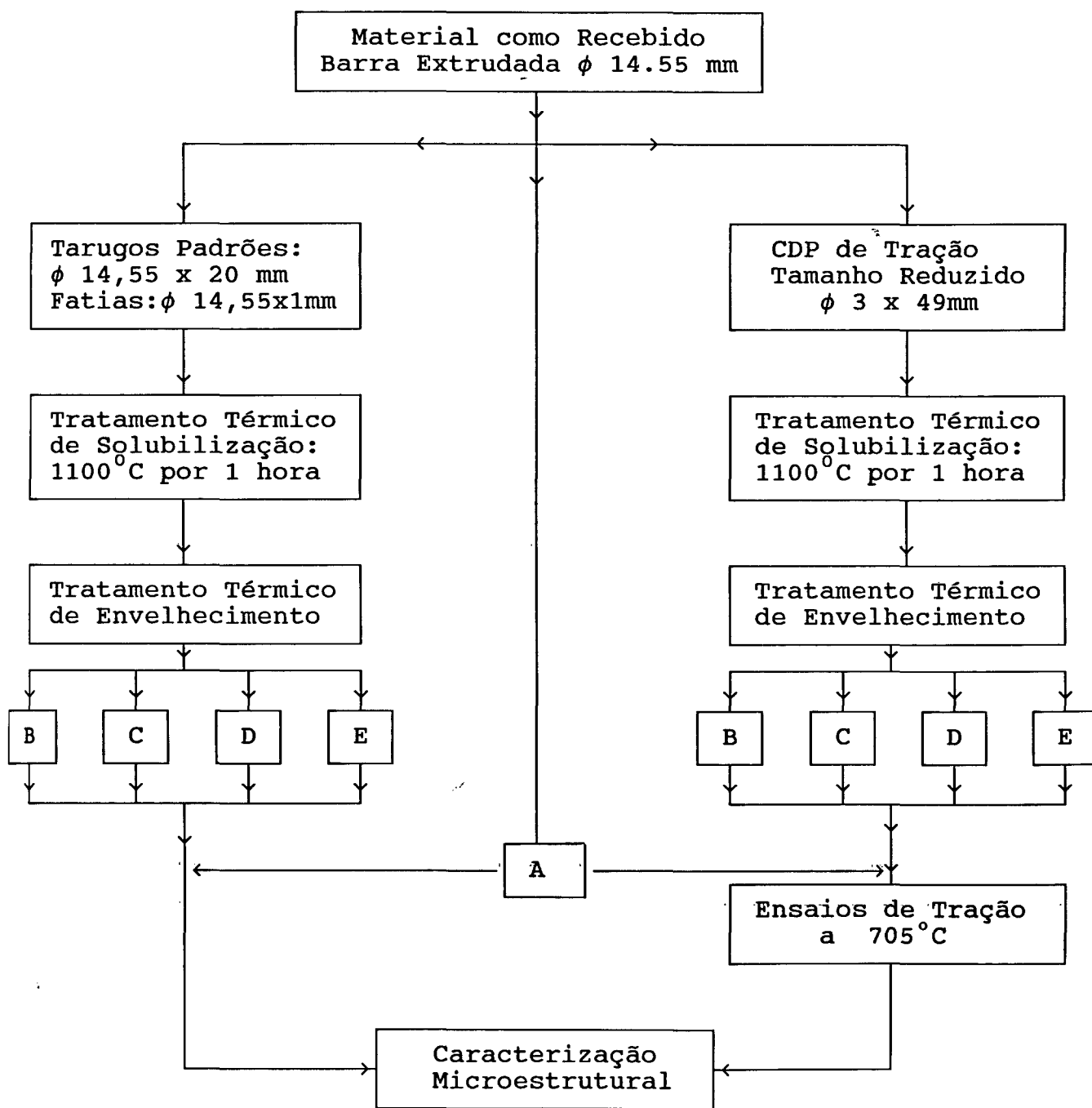


FIGURA 7 - FLUXOGRAMA DOS TRABALHOS REALIZADOS.

III.1 - MATERIAL E TRATAMENTOS TÉRMICOS

O material utilizado nos ensaios subseqüentes deste trabalho foi a superliga INCONEL 718 (marca patenteada da INTERNATIONAL NICKEL Co), [25] designada desde a introdução deste trabalho, como superliga ou liga 718.

A composição química da superliga 718 foi fornecida pela Eletrometal e encontra-se na tabela 1 junto com a especificação da norma ASTM B637.

TABELA 1
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA 718, COM A PORCENTAGEM (%)
EM PESO DA CORRIDA UTILIZADA NESTE TRABALHO EM
COMPARAÇÃO COM A ESPECIFICAÇÃO ASTM B637

ELEMENTO QUÍMICO	CONCENTRAÇÃO EM PESO (%)	
	ELETROMETAL	NORMA ASTM B637
Ni	balan.	balan.
Cr	17,70	17-21
Fe	18,52	18-21
Nb	5,04	4,75-5,50
Al	0,50	0,20-0,80
Ti	0,98	0,65-1,15
Mo	3,02	2,8-3,30
Si	0,11	0,35 (máx)
Mn	0,04	0,35 (máx)
P	> 0,003	0,015 (máx)
S	0,004	0,015 (máx)
Co	0,02	1,0 (máx)
Cu	> 0,01	0,30 (máx)
Zr	0,010	-
C	0,057	0,8 (máx)
*		

* Gases: N₂ = 47ppm; O₂ = 13ppm

Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, foram realizados em forno elétrico tubular para temperaturas elevadas, com prévia calibração.

Os cdp's da liga 718, tanto para análise microestrutural (MP) como os de ensaio de tração (MT), foram encapsulados em tubos de quartzo, em vácuo secundário (0,00133 Pa) para o tratamento térmico de solubilização.

O tratamento térmico de solubilização foi realizado a 1100°C por 1 hora e resfriado em água.

Os ciclos térmicos de envelhecimento adotados nesses tratamentos térmicos foram os seguintes:

CICLO 1 - Solubilização + envelhecimento a 800°C por 35 minutos e resfriamento ao ar;

CICLO 2 - Solubilização + envelhecimento a 800°C por 8 horas + resfriamento ao ar + 650°C por 16 horas + resfriamento ao ar;

CICLO 3 - Solubilização + envelhecimento a 750°C por 8 horas + resfriamento ao ar + 650°C por 16 horas + resfriamento ao ar;

CICLO 4 - Solubilização + envelhecimento a 750°C por 1 hora + resfriamento ao ar.

* Obs.: O tratamento térmico de solubilização constou de 1 hora a 1100°C, depois resfriamento em água.

** Obs.: Os ciclos térmicos 1, 2, 3 e 4, posteriormente (capítulo IV) receberão as letras B, C, D e E respectivamente para facilitar as interpretações dos resultados obtidos.

A figura 8 esquematiza os ciclos térmicos adotados neste trabalho.

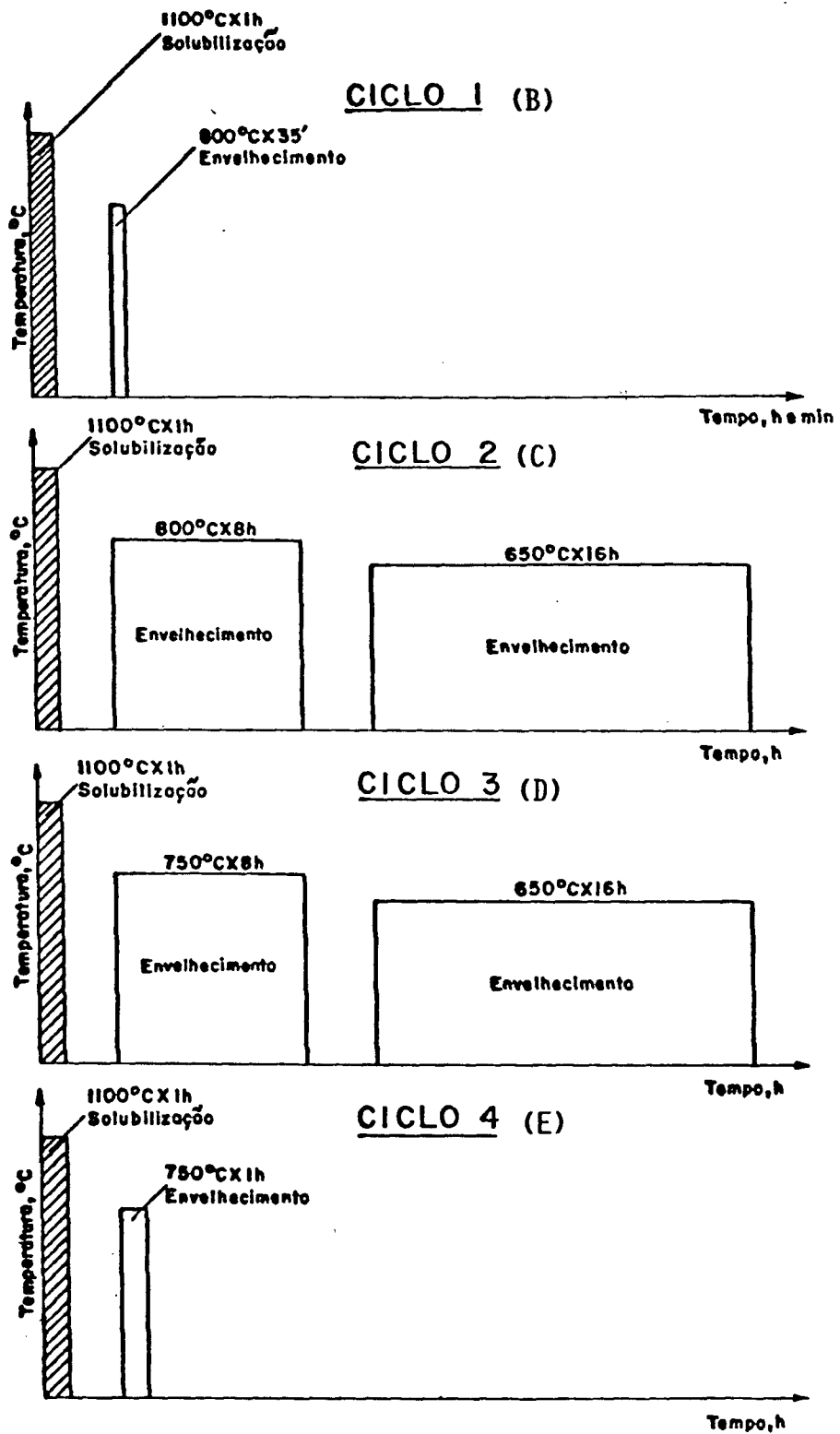


FIGURA 8 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS.

- CICLO 1 - SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO.
 CICLO 2 - SOLUBILIZAÇÃO E DUPLO ENVELHECIMENTO.
 CICLO 3 - SOLUBILIZAÇÃO E DUPLO ENVELHECIMENTO.
 CICLO 4 - SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO.

III.2 - ENSAIO DE TRACÇÃO EM TEMPERATURAS ELEVADAS

Na caracterização ou controle de qualidade de materiais utilizados em temperaturas elevadas, o ensaio de tração a quente é executado como medida inicial na determinação de resultados iniciais de propriedades mecânicas de curto alcance [26, 27, 28, 29, 30, 31, 32 e 33].

Os ensaios de tração a temperaturas elevadas (tração a quente) foram executados em uma máquina de ensaio universal, marca INSTRON modelo 1125 de 10 toneladas, com taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$) de $8 \times 10^{-5} \text{ S}^{-1}$ com forno elétrico (previamente calibrado) operando a 705°C ($\pm 3\%$).

Durante os ensaios a quente, toda a câmara do forno ficou envolvida em atmosfera de argônio, para evitar deteriorização das garras da máquina de tração (o material das garras é de molibdênio, sendo este frágil sob temperaturas superiores à 400°C).

O tempo de encharque do ensaio ficou otimizado em uma hora e a temperatura de ensaio foi monitorada com três termopares do tipo K, com as leituras feitas em multímetro digital.

As medidas de limite convencional de escoamento para 0,2% de deformação plástica ($\sigma_{e_{0,2}}$), o limite de resistência a tração (σ_t), o alongamento (A), foram feitas por meio das cartas obtidas no ensaio de tração.

A geometria do cdp usado nos ensaios de tração a quente está mostrado na figura 6.

III.3 - MICROSCOPIA ÓPTICA E MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS (H_v)

III.3.1 - MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

A microscopia óptica (MO) constitui uma importante técnica inicial para a caracterização microestrutural dos materiais.

A faixa útil de resolução do microscópio óptico é de 1 μm (de ponto a ponto) e serve para avaliar os micro-constituintes dos materiais (fases e suas quantidades, tamanho e morfologia), as inclusões (sua quantidade, tamanho e morfologia) e os defeitos (trincas, porosidades e contornos de grão) [34].

As amostras para microscopia óptica foram extraídas da barra extrudada de EMVAC 718, por eletro-erosão, seções longitudinais e transversais, usando o método tradicional de preparação metalográfica.

O ataque eletrolítico utilizado foi com 10% de ácido oxálico por 10 segundos a 5 volts. Em seguida, as amostras padrões foram fotografadas em um microscópio ZEISS-PHOTO MICROSCOPE III com um aumento de 100 x (vezes) (para caracterizar o tamanho de grão).

As medidas de tamanho de grão (obtidas pela metalografia) foram feitas em um analisador de imagens MINIMOP, marca KONTRON, conforme a norma ASTM E 112 [34].

III.3.2 - MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS (H_v)

Uma das técnicas indiretas de análise microestrutural mais utilizada é a escala de microdureza Vickers (H_v). Isto por se tratar de uma técnica fácil e rápida de se realizarem as medições.

Em trabalhos científicos, a preferência por esta escala de microdureza, em relação as demais escalas de dureza (Rockwell e Brinell) se deve ao fato de que a mesma cobre toda a faixa de dureza dos materiais e faz medições em micro-regiões [29 e 34].

As amostras para medição de microdureza Vickers (H_v) foram as mesmas utilizadas na microscopia óptica. As impressões foram realizadas num aparelho OTTO-VOLPERT, com uma carga de 200g, por um tempo de 20 segundos.

III.4 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E DE TRANSMISSÃO

III.4.1 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é uma técnica ideal para analisar superfícies [34 e 35]. Sua resolução está na faixa de 80 Å. Esta resolução e a excelente profundidade de foco (aliada a facilidade de operação do equipamento) que permite análises quase que perfeita de superfícies irregulares, como por exemplo, as superfícies de fratura de materiais.

Assim sendo, utilizou-se o MEV para analisar as superfícies de fratura neste trabalho.

As superfícies de fraturas obtidas dos cpd's no ensaio de tração a quente foram submetidas à limpeza com réplicas (acetato de celulose), seguidas de banho ultrasônico (detergente + água e, no final, acetona comercial) e montadas em suportes de amostras para observação em MEV.

Essas superfícies de fraturas foram observadas, analisadas e fotografadas a uma tensão de 25kV em um MEV de marca PHILIPS, modelo SEM-515.

III.4.2 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

A Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) é uma técnica que permite a visualização da estrutura interna dos materiais. Ela é utilizada quando se tem na microestrutura analisada partículas bem pequenas, menores do que 1µm.

Através de elétrons difratados ou transmitidos, geram-se as imagens de campo claro (CC) ou campo escuro (CE), que identificam os defeitos e os microconstituintes (fases) dos materiais.

Neste trabalho foram utilizadas as imagens de elétrons difratados e transmitidos para satisfazer às condições desejadas da análise [34, 36, 37, 38, 39, 40 e 41].

As amostras (lâminas finas) para observação em MET foram obtidas das fatias dos materiais padrões e dos cdp's ensaiados em tração a quente.

Essas lâminas finas foram obtidas por cortes e estampagem por eletro-erosão. Em seguida, estas amostras foram polidas e perfuradas eletroliticamente pelo método do jato duplo de marca STRUERS, modelo TENUPO 3, sendo o eletrólito usado no polimento 80% de etanol (CH_5COH) e 20% de ácido perclórico (HClO_4), com densidade de corrente de $0,5 \text{ A/cm}^2$ a -20°C [16].

As amostras polidas (lâminas finas dos padrões e cdp's), foram examinadas num MET, marca JEOL, modelo 200C, operando com tensão de 200kV.

Todas as amostras, depois de analisadas no MET, foram documentadas em micrografias eletrônicas.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

IV.1 - CICLOS TÉRMICOS E ENSAIOS DE TRACÃO A QUENTE

Como mencionado anteriormente, no capítulo II, a liga 718 é endurecida pela precipitação das fases intermetálicas, obtidas por meio de tratamentos térmicos de envelhecimento. Por isso, neste trabalho, a liga 718 foi submetida a quatro ciclos de tratamentos térmicos inovativos. Estes ciclos geraram microestruturas diferenciadas que foram caracterizadas microestruturalmente e tiveram as propriedades mecânicas de tração (a quente) avaliadas. Eles foram sugeridos com intenção de criar condições mais severas para o material, diferentes das condições sugeridas por Mills [23] e Campo [24] e pela norma ASTM B637 (referência citada no capítulo II).

Para facilitar as interpretações dos resultados obtidos e as discussões, as amostras da liga 718 receberam a designação MP (material padrão, servindo de referência) e MT (material deformado). As amostras MP foram submetidas aos ciclos térmicos inovativos e caracterizadas microestruturalmente. As amostras MT foram tratadas termicamente (mesmo tratamento da MP), ensaiadas em tração (a 705°C) e caracterizadas microestruturalmente. A seguir, estão descritos os ciclos térmicos inovativos e as designações recebidas pelas amostras MP e MT.

- Amostra A - Material sem tratamento térmico (o material encontra-se na condição de como recebido do fabricante, conformado (barra extrudada));

- Amostra B - Material tratado termicamente
 - tratamento térmico de solubilização a 1100°C x 1 hora + resfriamento em água;

- tratamento térmico de envelhecimento a 800°C x 35 minutos + resfriamento ao ar.

- Amostra C - Material tratado termicamente
 - tratamento térmico de solubilização a 1100°C x 1 hora + resfriamento em água;
 - tratamento de envelhecimento a 800°C x 8 horas + resfriamento ao ar + 650°C x 16 horas, seguida de resfriamento ao ar.

- Amostra D - Material tratado termicamente
 - tratamento térmico de solubilização a 1100°C x 1 hora + resfriamento em água;
 - tratamento térmico de envelhecimento a 750°C x 8 horas + resfriamento ao ar + 650°C x 16 horas, seguida de resfriamento ao ar.

- Amostra E - Material tratado termicamente
 - tratamento térmico de solubilização a 1100°C x 1 hora + resfriamento em água;
 - tratamento térmico de envelhecimento a 750°C x 1 hora, seguida de resfriamento ao ar.

As amostras MT, da liga 718 em forma de corpos de prova para ensaio de tração (Fig. 6), foram tratadas termicamente conforme as condições mencionadas anteriormente (ciclos B, C, D e E). Em seguida, três amostras de cada condição (A, B, C, D e E) foram ensaiadas em tração a 705°C .

Os resultados obtidos nos ensaios de tração a quente, realizados na liga 718, sob as condições A, B, C, D e E estão apresentados na tabela 2.

A Fig. 9 mostra a relação dos valores obtidos nos ensaios de tração com a condição de cada tratamento térmico. Os valores encontrados nos ensaios de tração mostram a tendência do material à fragilidade,

exceto pela condição A, onde o material apresentou um valor de 11% de alongamento.

TABELA 2
CARACTERÍSTICAS ESTÁTICAS DA LIGA 718

C.M	LE _{0,2} (MPa)*	LR (MPa)*	A (%)*
A	530	614	11
B	637	637	-
C	732	836	8
D	729	736	8
E	553	591	6

C.M - Condição do material, conforme designação anterior

LE_{0,2} - Limite de escoamento a 0,2%

LR - Limite de resistência máxima do material

A - Alongamento do material até a ruptura (%)

* - A precisão dos valores de LE_{0,2}, LR e A ficaram em ± 3%.

IV.2 - CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS MP

As amostras MP, nas condições A, B, C, D e E, foram submetidas à análise microestrutural que constou de:

- microscopia óptica (determinação do tamanho de grão ASTM, TG);
- medidas de microdureza Vickers (H_v) (mostrando o ciclo térmico com maior valor de dureza); e
- microscopia eletrônica de transmissão (mostrando a microestrutura da liga com as fases [42] e defeitos [43]).

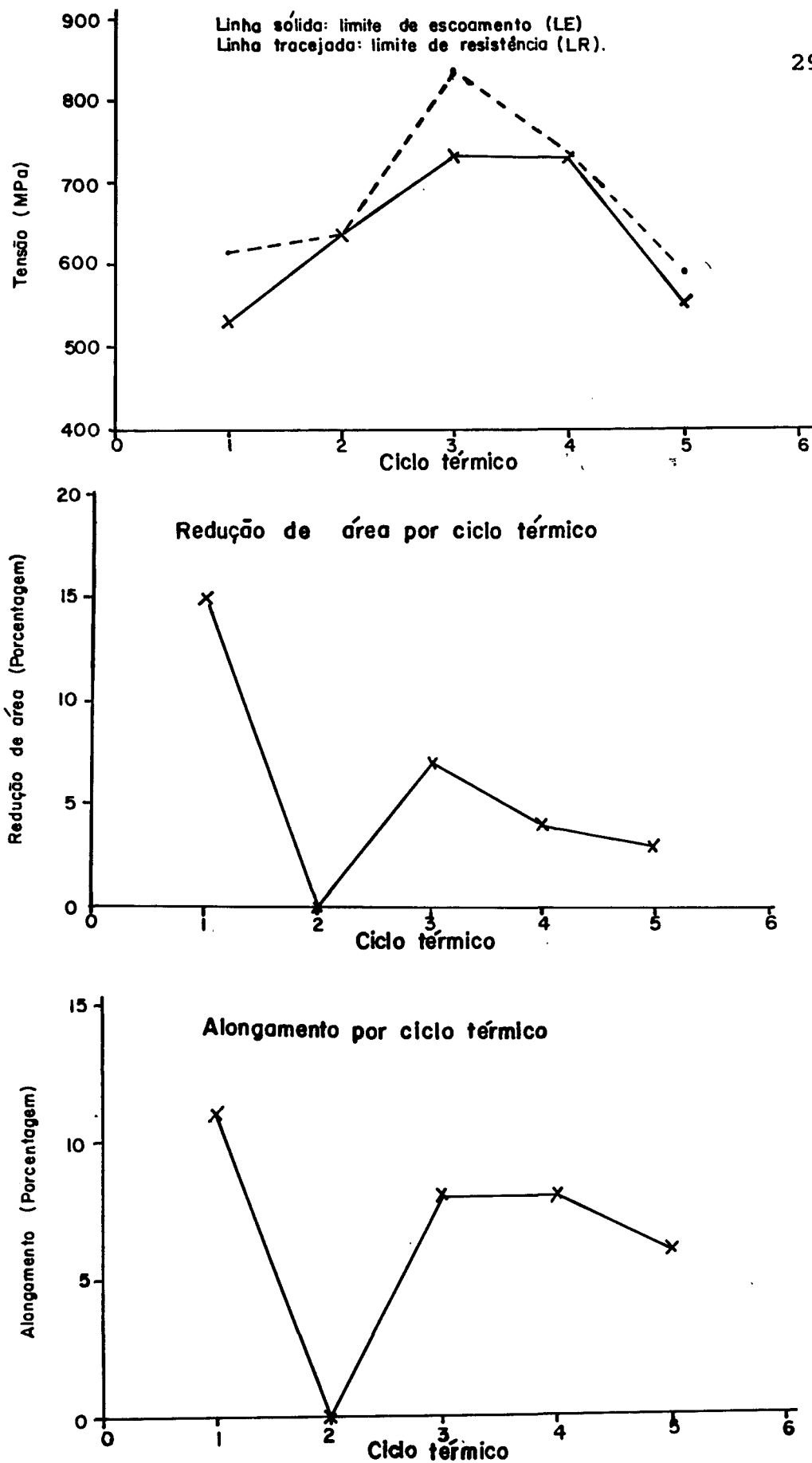


FIGURA 9 - EFEITO DOS CICLOS TÉRMICOS NAS PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DA LIGA 718 A 705°C.

IV.2.1 - MATERIAL PADRÃO COMO RECEBIDO (MPA)

Pela metalografia óptica, observou-se que os grãos do MPA são pequenos, com tamanho de $16 \mu\text{m}$ (especificado como ASTM 9), bem homogêneo, sendo um pouco mais alongado na seção longitudinal. Não há evidência de carbonetos distribuídos aleatoriamente pela matriz. As medidas de microdureza Vickers (H_v) indicaram valores da ordem de $207,1 \pm 3,4 H_v$ para a seção transversal e $207,6 \pm 2,3 H_v$ para a seção longitudinal.

As Figuras 10-11 indicam a fotomicrografia do material sem tratamento térmico, na condição extrudado.

A microestrutura obtida das amostras MPA, examinadas por microscopia eletrônica de transmissão (MET), estão mostradas na Fig. 12, em imagem de campo claro. Esta microestrutura é constituída de uma matriz limpa, apenas com algumas discordâncias e falhas de empilhamento. Não foi observada nenhuma precipitação ao longo dos contornos de grão e matriz.

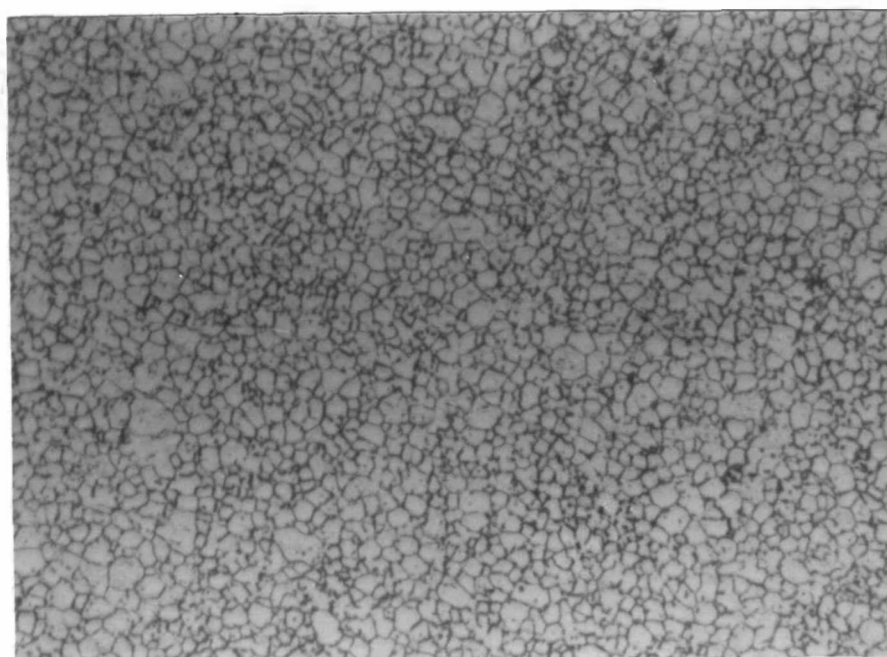


FIGURA 10 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO LONGITUDINAL DA MPA. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HOMOGÊNEOS, PEQUENOS E POUCOS CARBONETOS NA MATRIZ. AUMENTO DE 100 X.

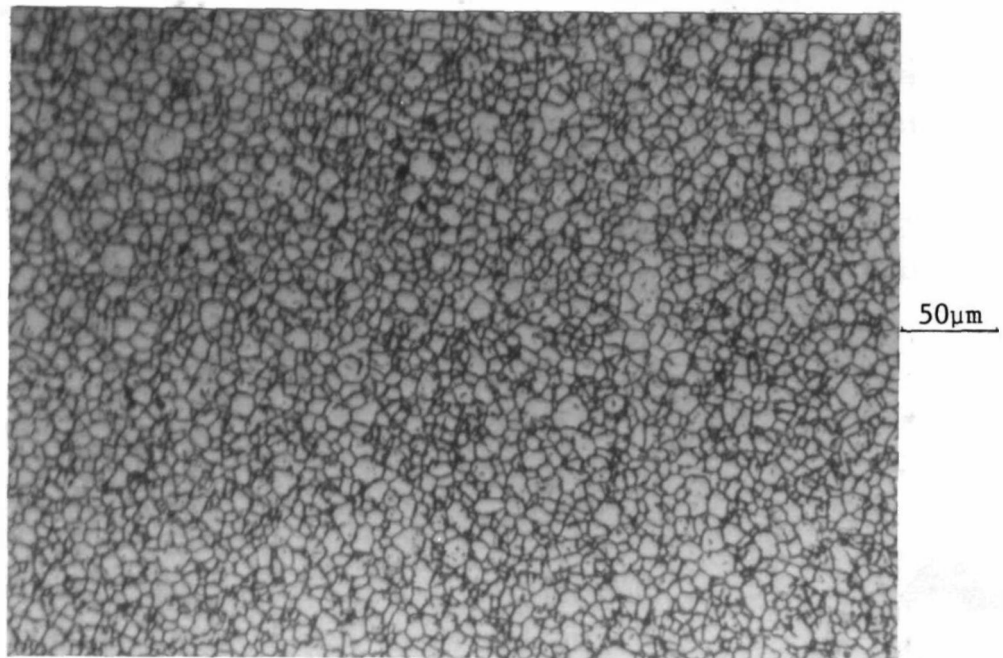


FIGURA 11 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO TRANSVERSAL MPA ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. MICROESTRUTURA COMO NA FIGURA ANTERIOR. AUMENTO DE 100 X.

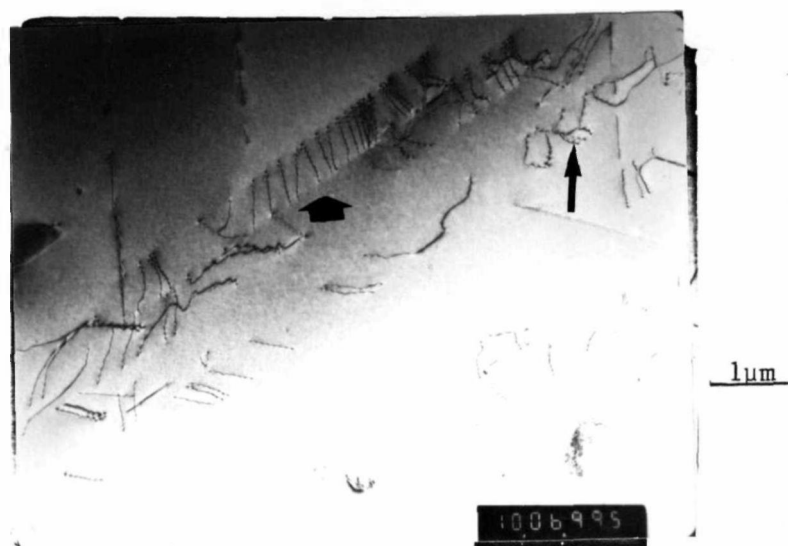


FIGURA 12 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MPA, MATRIZ LIMPA, COM FALHAS DE EMPILHAMENTO E DISCORDÂNCIAS. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO DE 10.000 X.

IV.2.2 - MATERIAL PADRÃO NA CONDIÇÃO B (MPB)

As amostras MPB foram solubilizadas a 1100°C (por 1 hora) e depois envelhecidas a 800°C (por 35 minutos).

O tamanho de grão obtido pela metalografia óptica, foi de aproximadamente 180µm (ASTM 2). Isto se deveu à elevada temperatura de solubilização (1 hora a 1100°C).

Os valores de microdureza ficaram em $358 \pm 6,9$ Vickers na seção longitudinal e $331,8 \pm 6,3$ na seção transversal.

As figuras 13 e 14 mostram a fotomicrografia óptica da seção longitudinal e transversal. A matriz é caracterizada por grãos heterogêneos, com alguns precipitados claros e outros menores mais escuros, distribuídos aleatoriamente.

Na figura 15, obtida por MET, estão alguns precipitados γ'' (identificados pela indexação do padrão de difração eletrônica) distribuídos pela matriz.

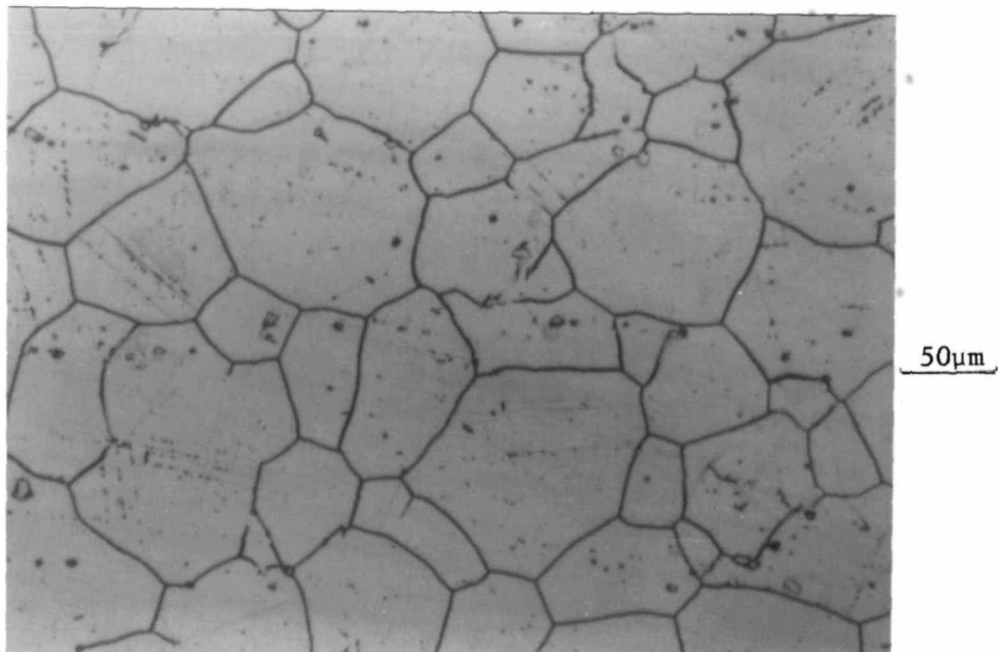


FIGURA 13 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO LONGITUDINAL DA AMOSTRA MPB. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS. AUMENTO DE 100 X.

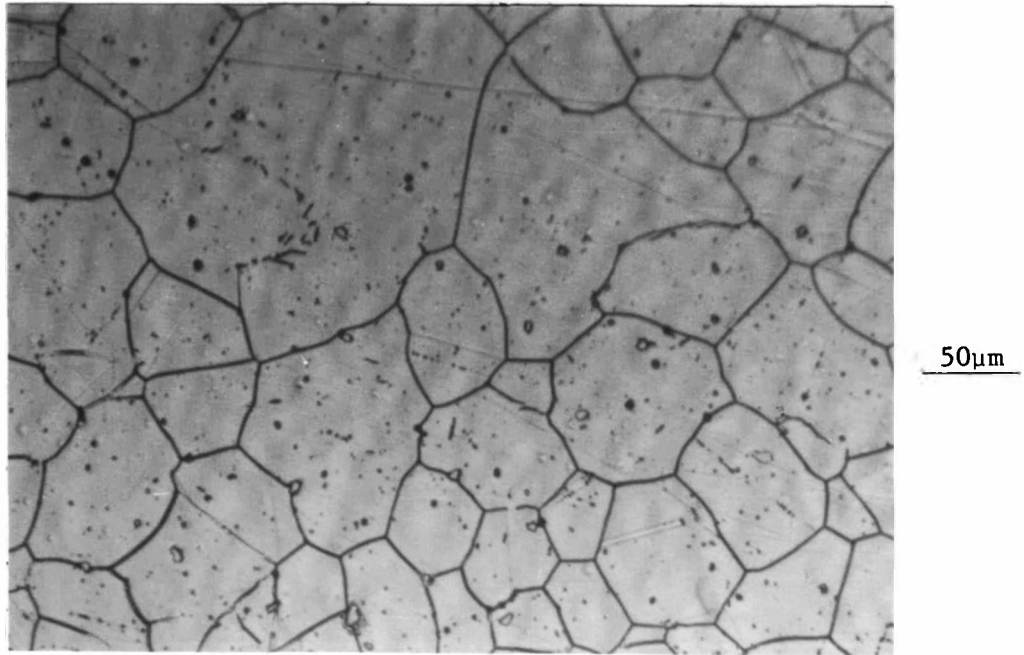


FIGURA 14 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO TRANSVERSAL DA AMOSTRA MPB. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS. AUMENTO DE 100 X.



FIGURA 15 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MPB MOSTRANDO OS PRECIPITADOS FINOS DE γ'' NA MATRIZ. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO 40.000 X.

IV.2.3 - MATERIAL PADRÃO NA CONDIÇÃO C (MPC)

Nesta condição, como nas demais, a elevada temperatura do tratamento térmico de solubilização favoreceu o aumento do tamanho de grão para $180\mu\text{m}$ (ASTM 2), para as seções longitudinal e transversal.

A metalografia óptica apresentou uma matriz limpa, com precipitados claros (semelhantes a carbonetos) mostrado nas figuras 16 e 17.

Medidas de microdurezas Vickers tiveram os seguintes valores: $356 \pm 8,6$ Vickers para a seção longitudinal e $343,4 \pm 5,4$ para a seção transversal.

As análises feitas por MET, nas amostras MPC, mostraram as fases γ'' e δ , que estão nas figuras 18, 19 e 20.

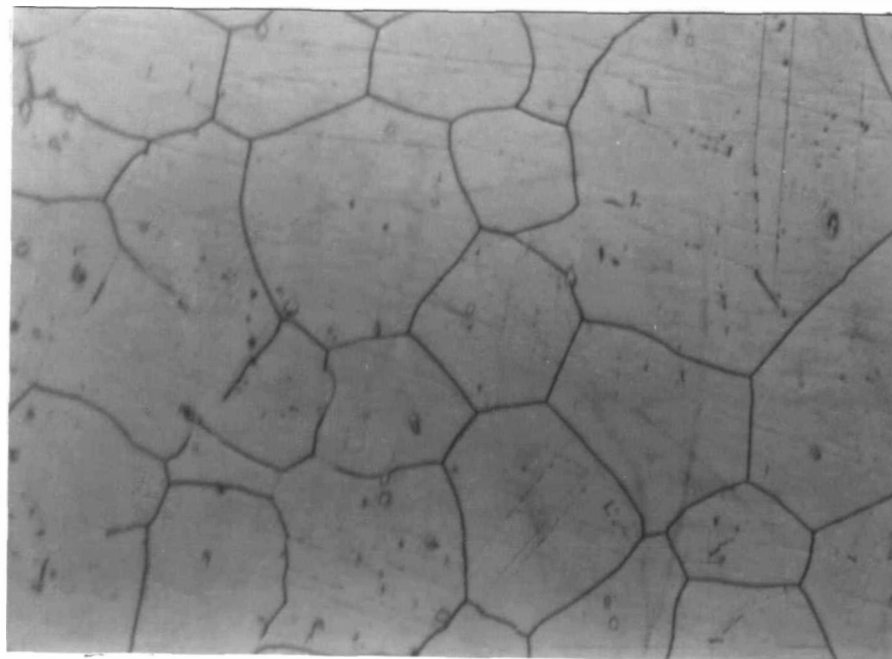


FIGURA 16 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO LONGITUDINAL DA AMOSTRA MPC. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS. AUMENTO DE 100 X.

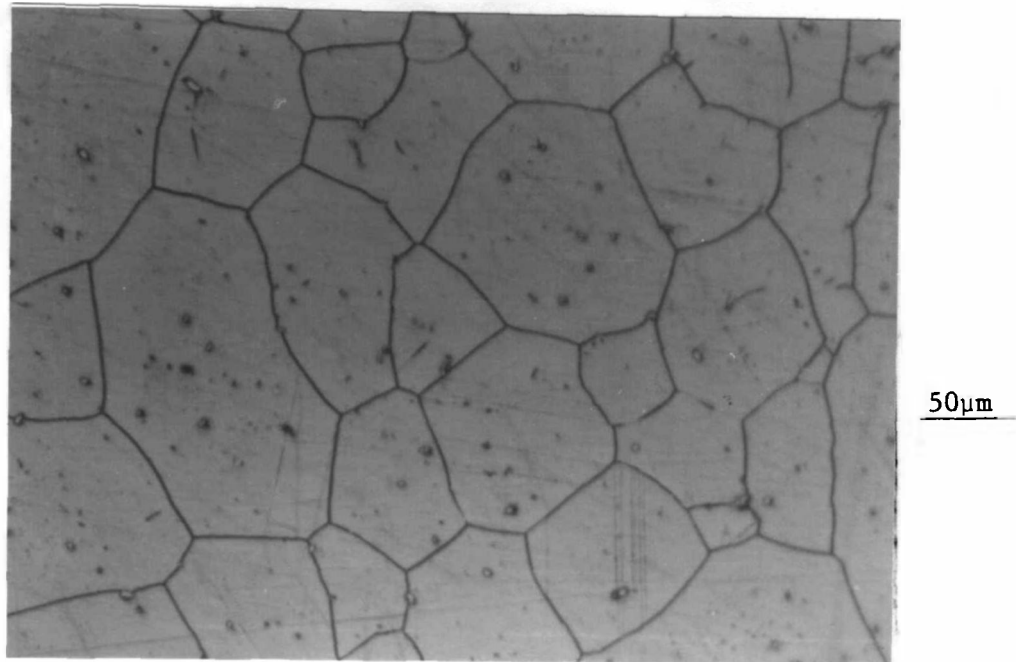


FIGURA 17 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO TRANSVERSAL DA AMOSTRA MPC. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS (CARBONETOS). AUMENTO DE 100 X.

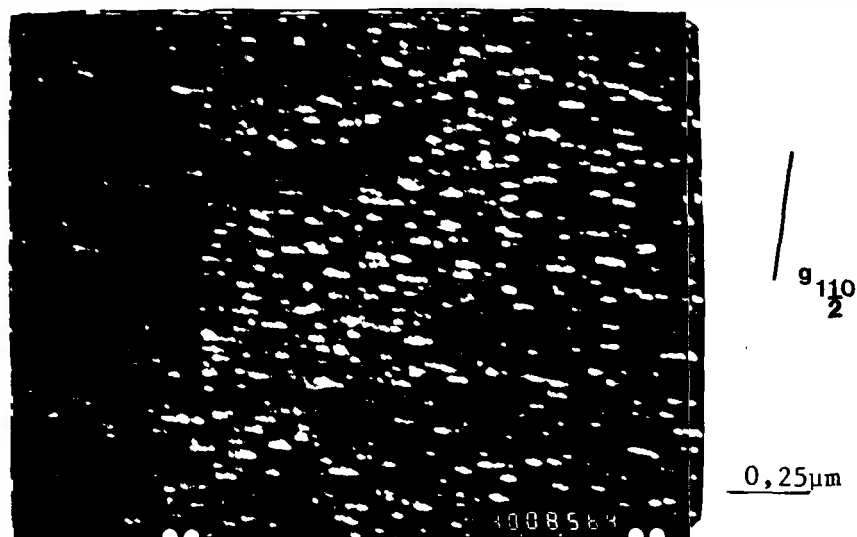


FIGURA 18 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MPC COM PRECIPITADOS γ'' (DO_{22}). IMAGEM DE CAMPO ESCURO. AUMENTO DE 40.000 X. VARIAÇÕES DOS PLANOS (010) DE γ'' COM $\vec{g} = \begin{bmatrix} 1 & \frac{1}{2} & 0 \end{bmatrix}$.

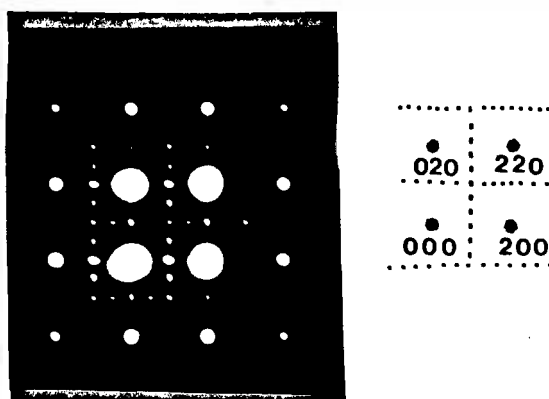


FIGURA 19 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MPC PADRÃO DE DIFRAÇÃO CARACTERÍSTICO DE γ'' (DO_{22}). REFLEXÕES DE SUPER-REDES INDEXADA EM RELAÇÃO À MATRIZ CFC [001].

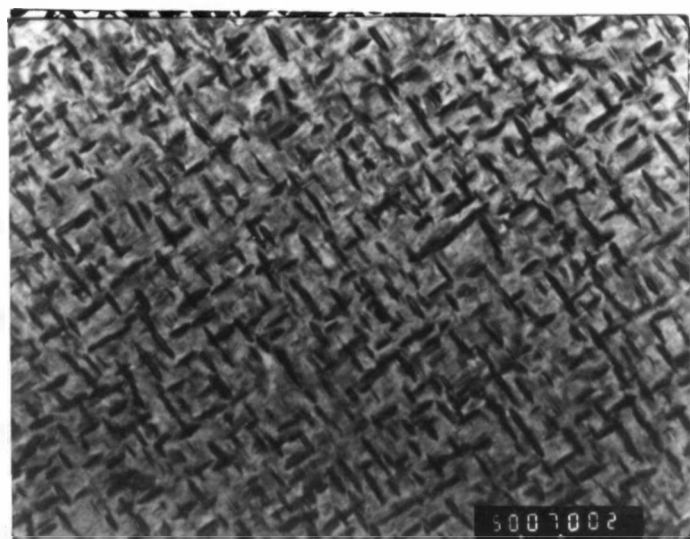


FIGURA 20 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MPC PRECIPITADOS δ (Ni_3Nb) COM MORFOLOGIA DE PLAQUETAS. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO DE 50.000 X.

IV.2.4 - MATERIAL PADRÃO NA CONDIÇÃO D (MPD)

As amostras obtidas na condição de tratamento térmico D, designação MPD, foram submetidas a um ciclo térmico de envelhecimento, também de duas etapas, isto é, duas isotérmicas.

A temperatura de solubilização deste ciclo também proporcionou grãos grandes. O tamanho de grão neste ciclo foi de $180\mu\text{m}$ (ASTM 2), para as seções transversal e longitudinal.

Nas figuras 21 e 22 estão mostrados os grãos grandes e heterogêneos. Observa-se também precipitados em forma de blocos e em cor clara, distribuídos por toda a matriz.

O endurecimento causado pelo tratamento térmico é evidenciado pelos altos valores obtidos pela dureza Vickers (H_v). Esses valores foram de $364,7 \pm 3,2 H_v$ para a seção transversal e $383,5 \pm 7,4 H_v$ para a seção longitudinal.

Nas análises feitas por MET, das amostras MPD, evidenciaram-se partículas de γ'' (com formas grosseiras e finas) e carbonetos (no contorno de grão e na matriz). Esses carbonetos são do tipo MC (NbC). Com relação às partículas δ , estas foram encontradas bem dispersas pela matriz.

As figuras 23 e 24 mostram micrografias eletrônicas da amostra MPD.

IV.2.5 - MATERIAL PADRÃO NA CONDIÇÃO E (MPE)

A metalografia óptica da amostra do padrão E, evidenciou grãos heterogêneos com $180\mu\text{m}$ (ASTM 2) na seção transversal e longitudinal. A microestrutura óptica mostrou grãos com precipitados grosseiros por toda a matriz (em formas de blocos, as figuras 25 e 26).

As medidas de microdureza Vickers ficaram entre $306,8 \pm 4,1 H_v$ na seção longitudinal e $294 \pm 7,8 H_v$ para a seção transversal.

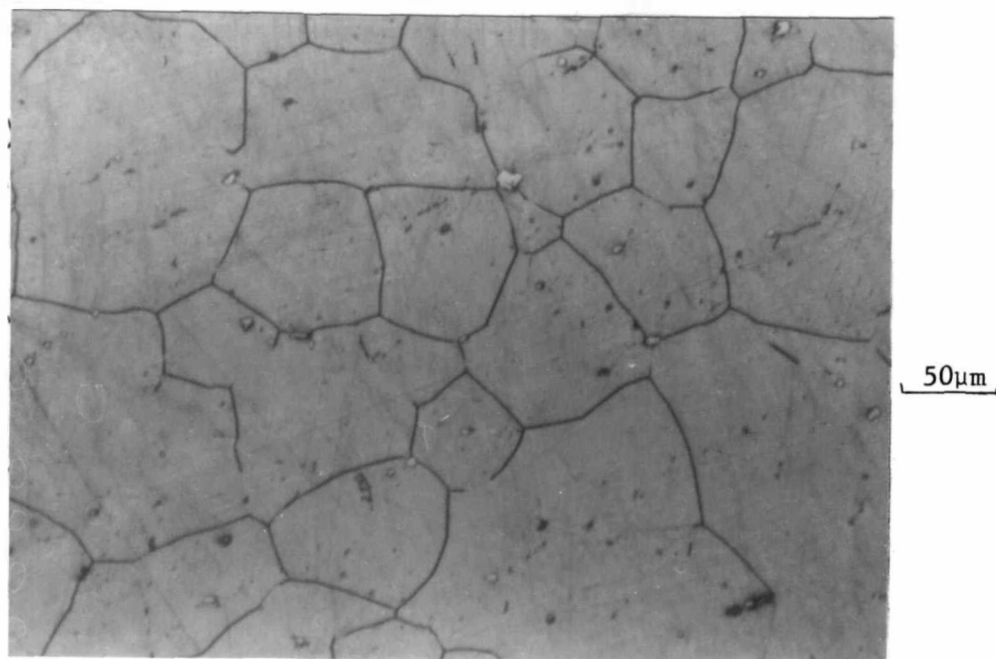


FIGURA 21 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO LONGITUDINAL DA AMOSTRA MPD. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS POR TODA A MATRIZ. AUMENTO DE 100 X

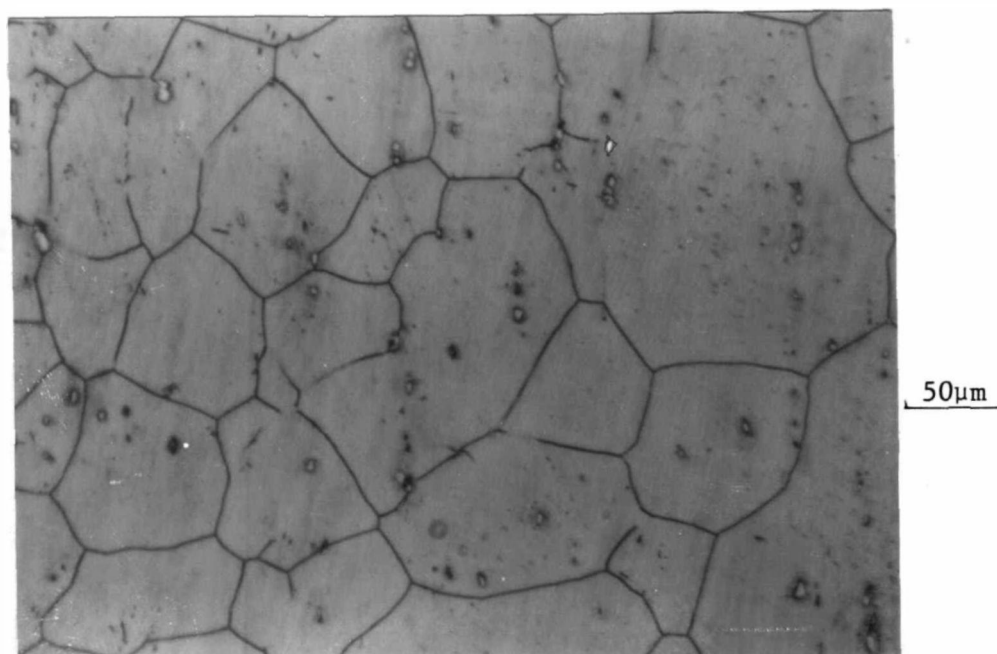


FIGURA 22 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. SEÇÃO TRANSVERSAL DA AMOSTRA MPD. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS POR TODA A MATRIZ. AUMENTO DE 100 X

A microestrutura observada por MET, mostrou precipitação por toda a matriz, estando os precipitados (γ'') bem finos e distribuídos.

As figuras 27 e 28 mostram as microestruturas obtidas por MET.

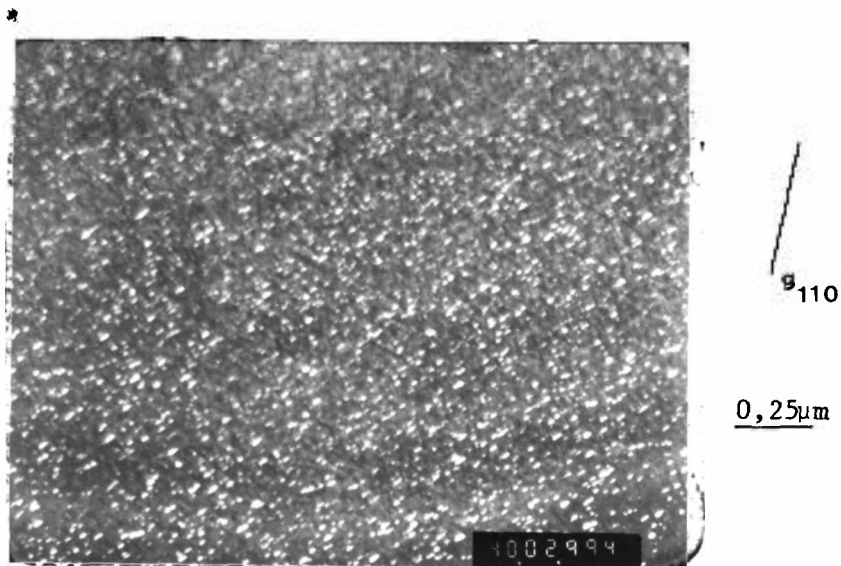


FIGURA 23 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MPD. PRECIPITADOS DE γ'' (DO_{22}) POR TODA A MATRIZ. IMAGEM DE CAMPO ESCURO. AUMENTO DE 40.000 X.



FIGURA 24 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MPD. PRECIPITADOS GROSSEIROS (M_{23}C_6). IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO DE 6.000 X.

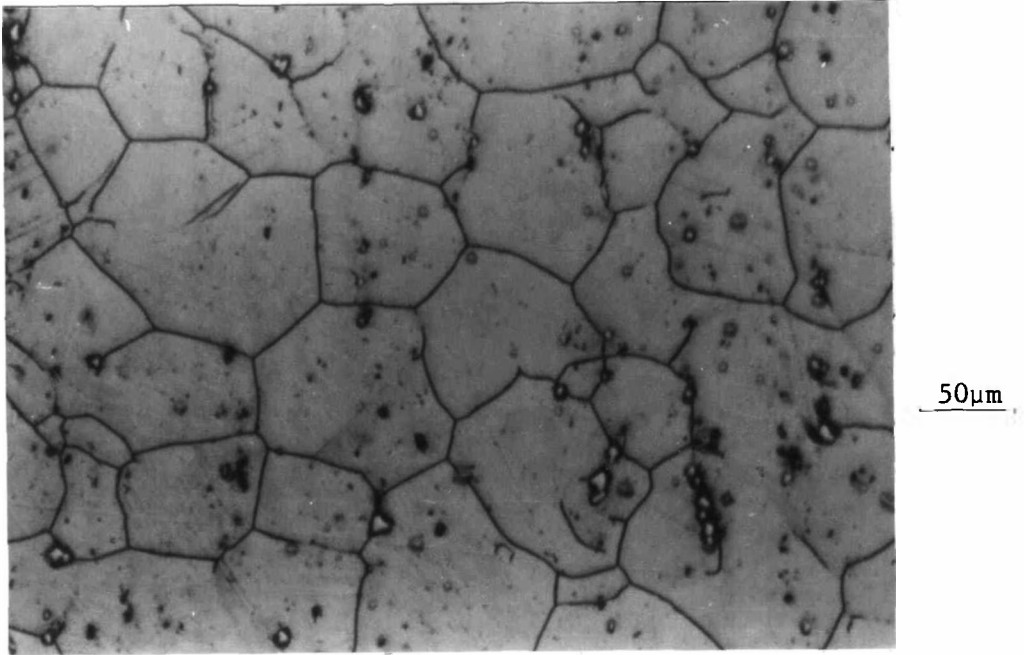


FIGURA 25 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. AMOSTRA MPE. SEÇÃO LONGITUDINAL. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS GROSSEIROS. AUMENTO DE 100 X.

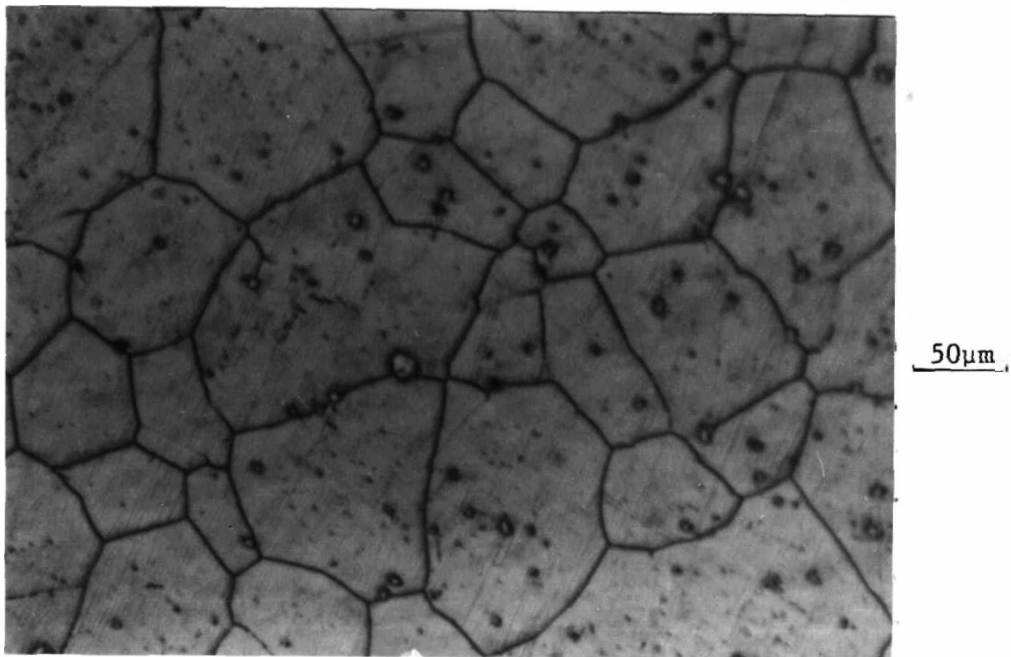


FIGURA 26 - FOTOMICROGRAFIA ÓPTICA. AMOSTRA MPE. SEÇÃO TRANSVERSAL. ATAQUE ELETROLÍTICO COM 10% DE ÁCIDO OXÁLICO EM ÁGUA. GRÃOS HETEROGÊNEOS E PRECIPITADOS GROSSEIROS. AUMENTO DE 100 X.

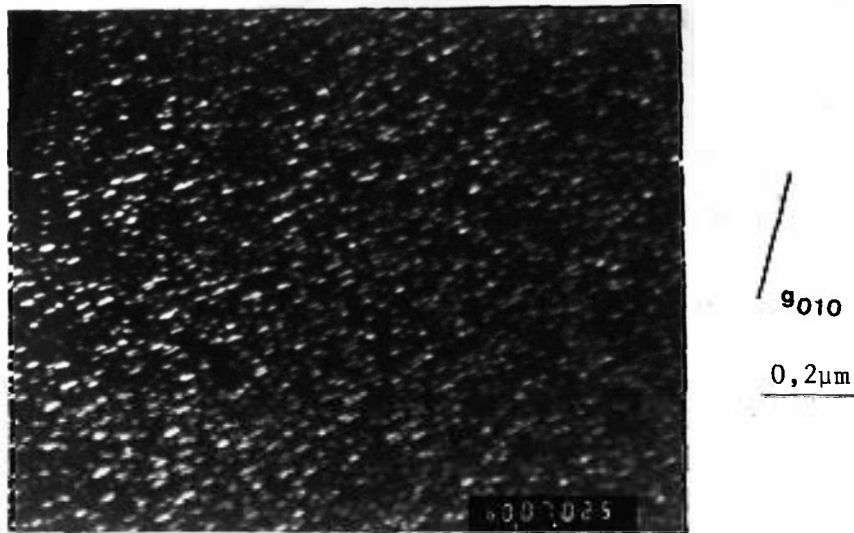


FIGURA 27 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MPE. PRECIPITADOS POR TODA A MATRIZ. IMAGEM DE CAMPO ESCURO.
AUMENTO DE 60.000 X.

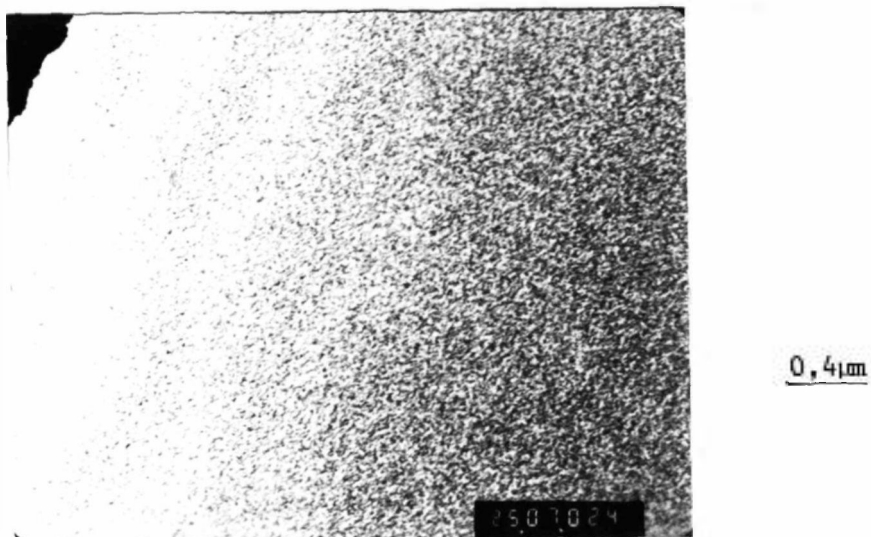


FIGURA 28 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MPE PRECIPITADOS γ'' . IMAGEM DE CAMPO CLARO.
AUMENTO 25.000 X.

IV.3 - CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS AMOSTRAS MT

As amostras tracionadas a quente (MT) (Fig. 6), foram submetidas a caracterização microestrutural por meio de dois exames:

- observação das superfícies de fratura, por microscopia eletrônica de varredura (MEV); e
- observação das microestruturas do material tracionado, por microscopia eletrônica de transmissão (MET).

IV.3.1 - MATERIAL TRACIONADO NA CONDIÇÃO A (MTA)

A figura 29 representa a microestrutura obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET), próxima da região onde foram analisadas as fraturas. Nesta micrografia obtida em campo claro, notam-se muitas discordâncias e bandas de escorregamento.

As figuras 30 e 31 representam os aspectos observados das superfícies de fratura da amostra MTA. Essas superfícies de fratura mostram as microcavidades ("dimples") no centro do corpo de prova (amostra), evidenciando o aspecto dúctil do material. Nessa mesma amostra são observadas superfícies de fratura intergranular, na região de cisalhamento do corpo de prova.

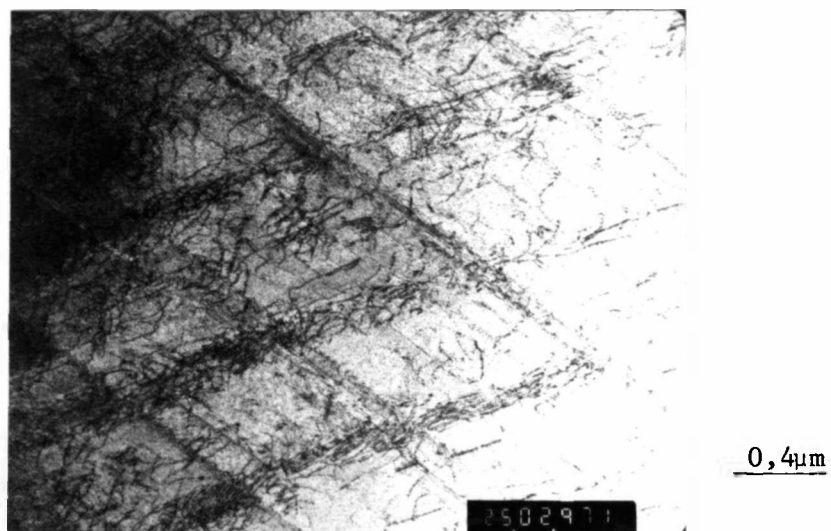


FIGURA 29 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) AMOSTRA MTA, MOSTRANDO DISCORDÂNCIAS E BANDAS DE ESCORREGAMENTO {111}. AUMENTO 25.000 X

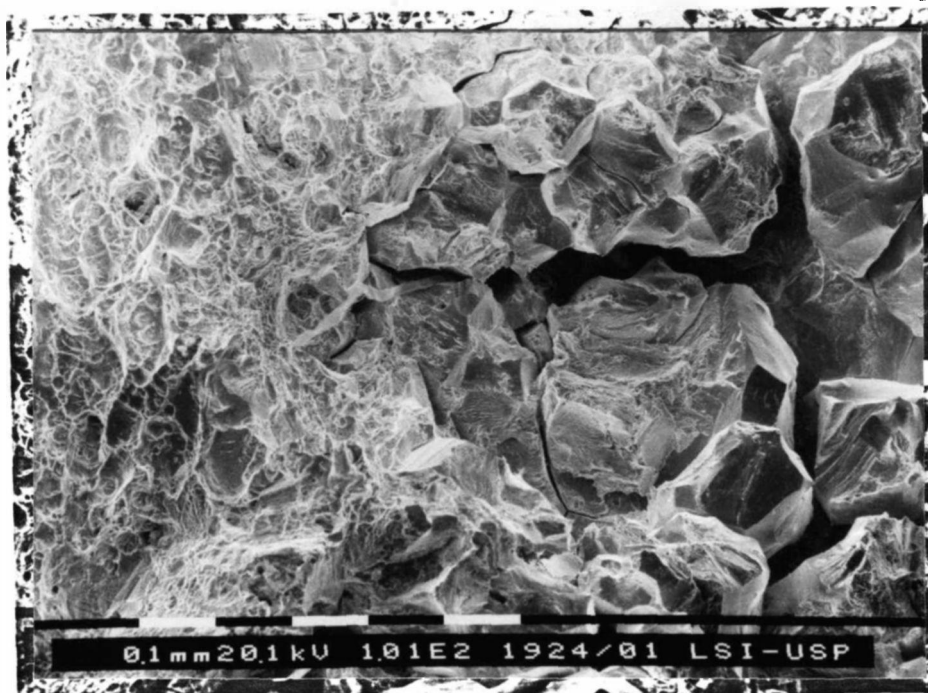


FIGURA 30 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA AMOSTRA MTA. PRESENÇA DE MICROCAVIDADES E FRATURA INTERGRANULAR. AUMENTO 101 X.

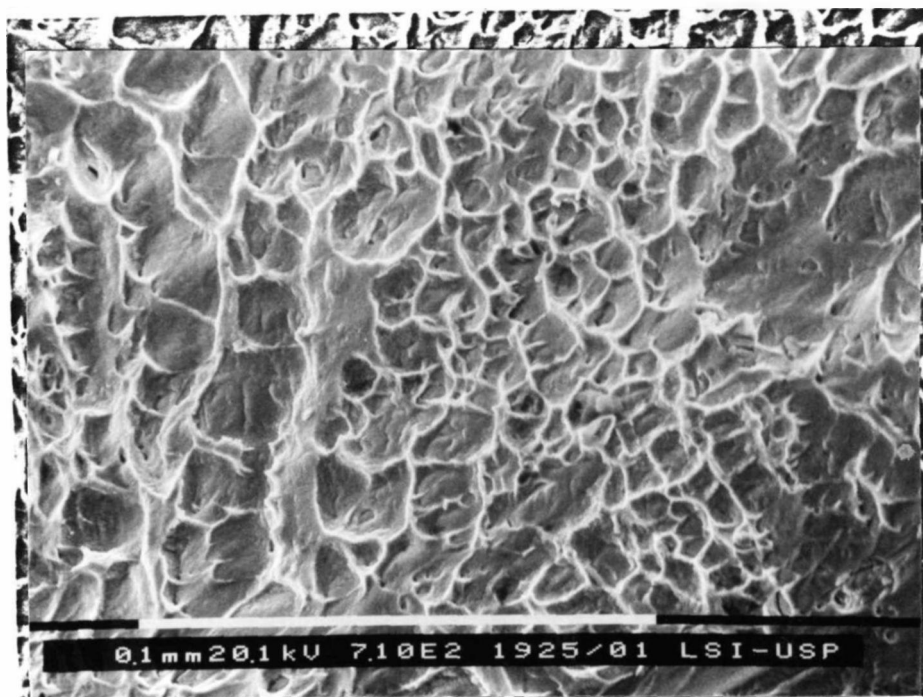


FIGURA 31 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DO CENTRO DA AMOSTRA MTA. PRESENÇA DE MICROCAVIDADES. AUMENTO 710 X.

IV.3.2 - MATERIAL TRACIONADO NA CONDIÇÃO B (MTB)

A superfície de fratura da amostra MTB é diferente do caso anterior (MTA). Nesta condição, o material apresentou bastante fratura intergranular. Este cdp foi tratado termicamente pelo ciclo B. Foram observadas algumas regiões com microcavidades (próximo ao centro do cdp) sobrepostas às superfícies da fratura intergranular. Isto pode ser visto nas figuras 32 e 33 obtidas pelas observações feitas em MEV.

Com relação às observações feitas por MET, a imagem obtida da lâmina fina mostra um contorno de grão com precipitados finos e bandas de escorregamento (figura 34) [44].

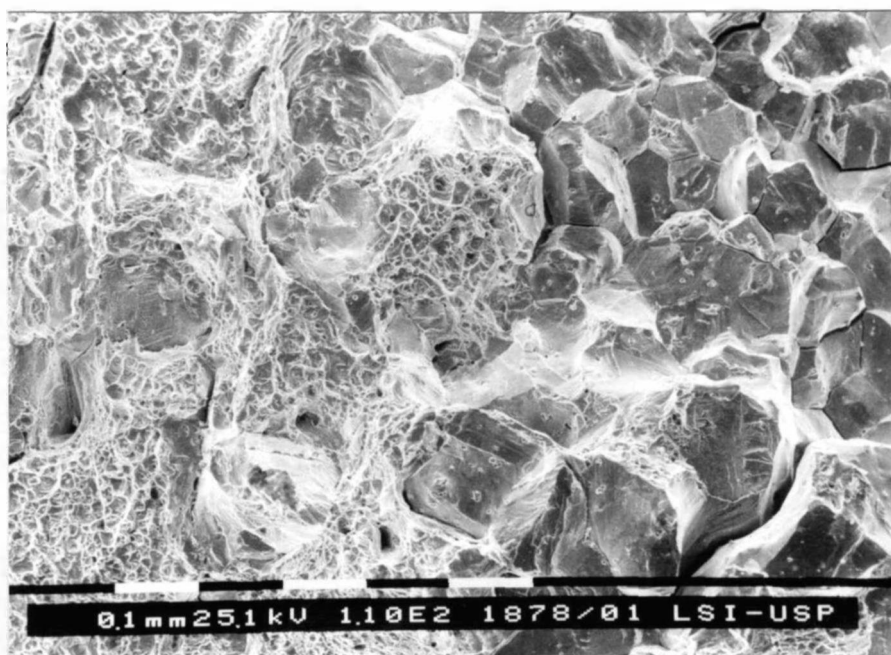


FIGURA 32 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTB, MOSTRANDO FRATURA INTERGRANULAR COM ALGUMAS REGIÕES DE MICRO-CAVIDADES. AUMENTO 110 X.

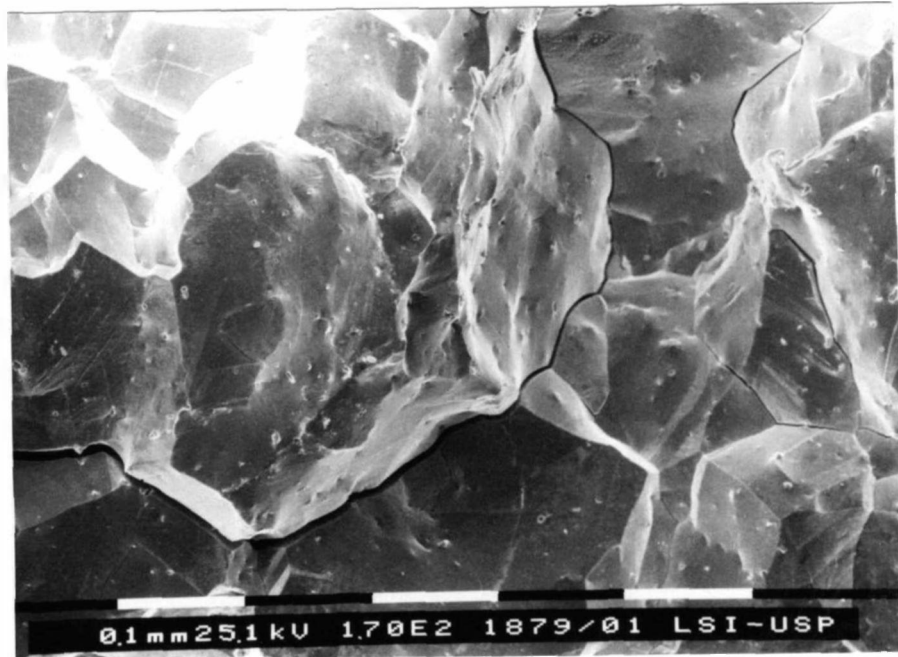


FIGURA 33 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTB, ASPECTO INTERGRANULAR E PRECIPITADOS GROSSEIROS NO C.G. AUMENTO 170 X.

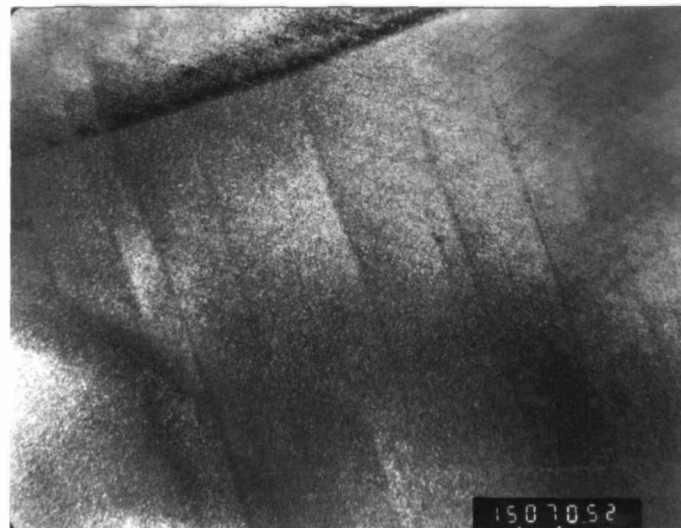


FIGURA 34 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MTB, MOSTRANDO CONTO RNO DE GRÃO COM PRECIPITADOS FINOS E BANDAS DE ESCORREGAMENTO. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO DE 15.000 X.

IV.3.3 - MATERIAL TRACIONADO NA CONDIÇÃO C (MTC)

Nas figuras 35 e 36, obtidas por MEV, nota-se uma superfície de fratura semelhante à da amostra anterior, isto é, o comportamento predominante é intergranular com as evidências das bandas de escorregamento (periferia da amostra) e cavidades (um pouco mais do que em relação a amostra MTB) no centro da fratura.

A observação por MET (figura 37 e 38) mostrou os precipitados interagindo com as discordâncias, evidenciando a precipitação grosseira e bandas de escorregamento no contorno de grão.

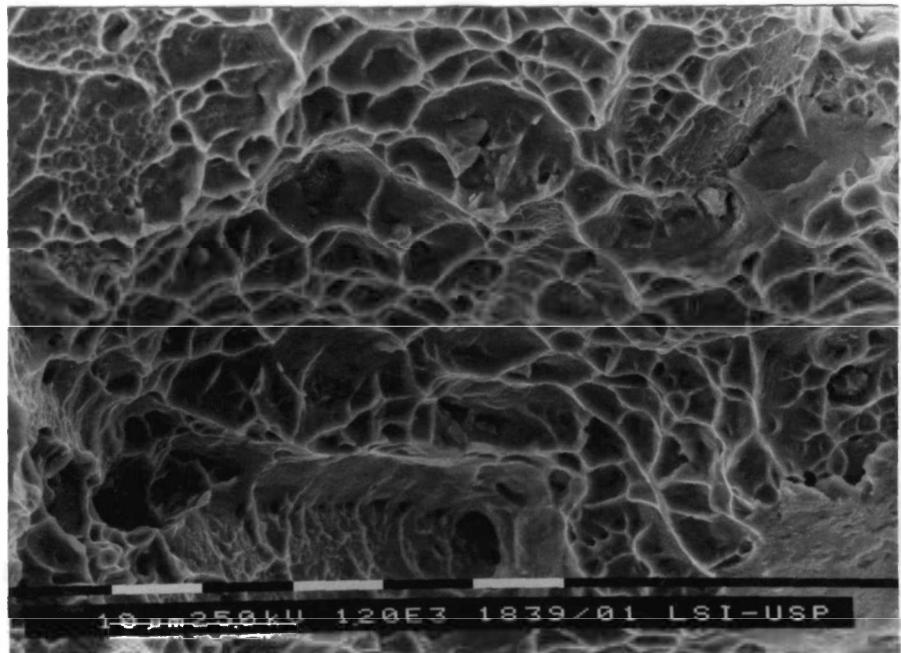


FIGURA 35 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV) SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTC. ASPECTO SUPERFICIAL COM MICROCAVIDADES ("DIMPLES") E PRECIPITADOS. AUMENTO 1.200 X.

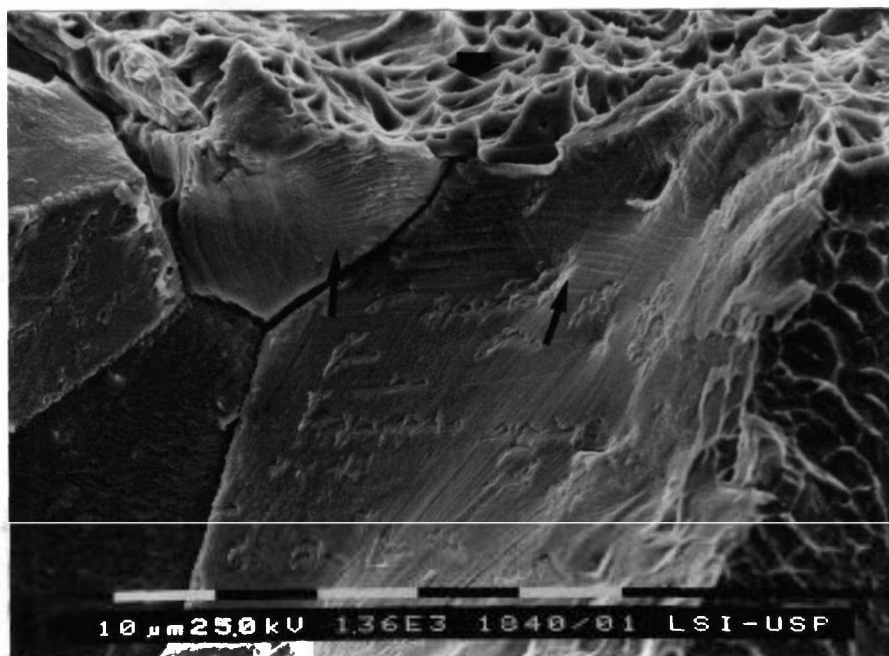


FIGURA 36 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV) SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTC. ASPECTO INTERGRANULAR, BANDAS DE ESCORREGAMENTO E MICROCAVIDADES. AUMENTO 1.360 X.

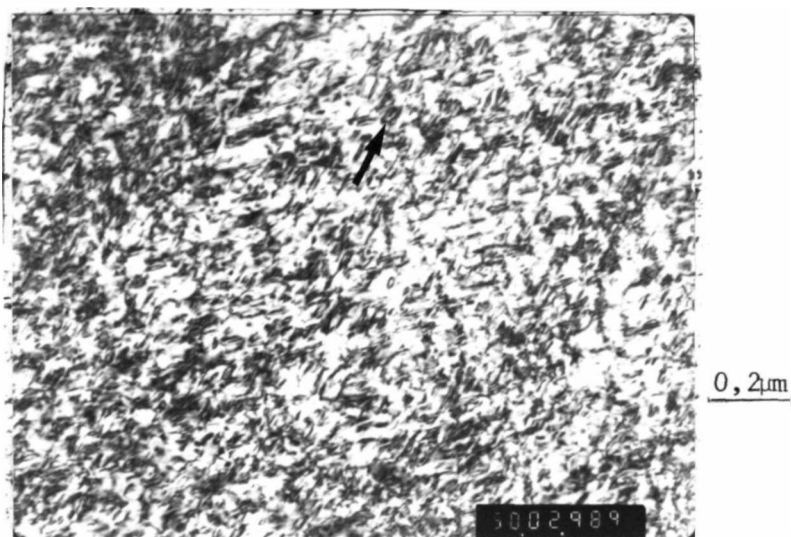


FIGURA 37 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MTC. INTERAÇÃO DE DISCORDÂNCIAS COM PRECIPITADOS POR TODA A MATRIZ. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO 50.000 X.



1,7 μ m

FIGURA 38 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MTC. CONTORNO DE GRÃO COM PRECIPITAÇÃO GROSSEIRA E BANDAS DE ESCORREGAMENTO. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO 6.000 X.

IV.3.4 - MATERIAL TRACIONADO NA CONDIÇÃO D (MTD)

A superfície de fratura da amostra MTD é bem semelhante à amostra anterior MTC. Nessa superfície observa-se que a fratura intergranular é predominante (localizada com mais intensidade na periferia da amostra). As microcavidades ("dimples") e os precipitados grosseiros circundaram quase todas as regiões de fratura intergranular. As bandas de escorregamento foram encontradas em quase todos os grãos. Esses aspectos são mostrados nas figuras 39 e 40.

As figuras 41 e 42 foram obtidas das lâminas finas, observadas por MET. Pode-se ver os precipitados finos em campo escuro e as bandas de deformação em campo claro.

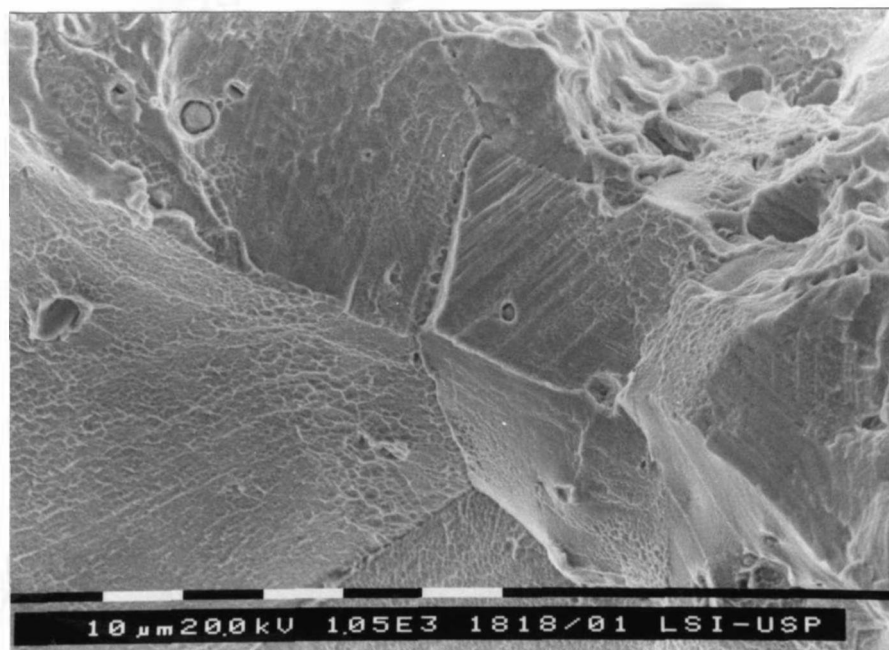


FIGURA 39 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTD. ASPECTO INTERGRANULAR, MICROCAVIDADES E PRECIPITADOS GROSSEIROS (CARBONETOS). AUMENTO 1.005 X.

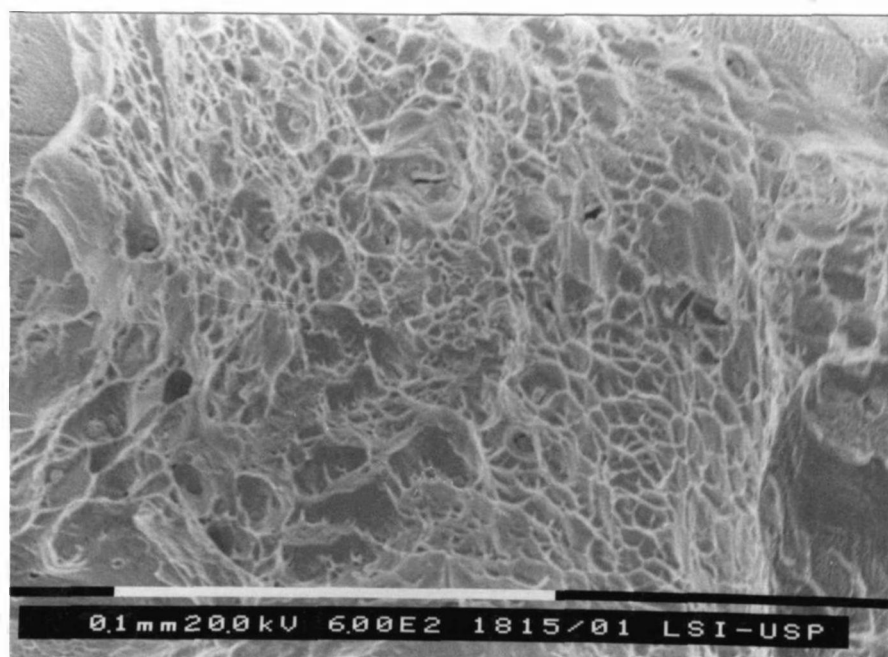


FIGURA 40 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA AMOSTRA MTD. ASPECTO DE MICROCAVIDADES. AUMENTO 600 X.

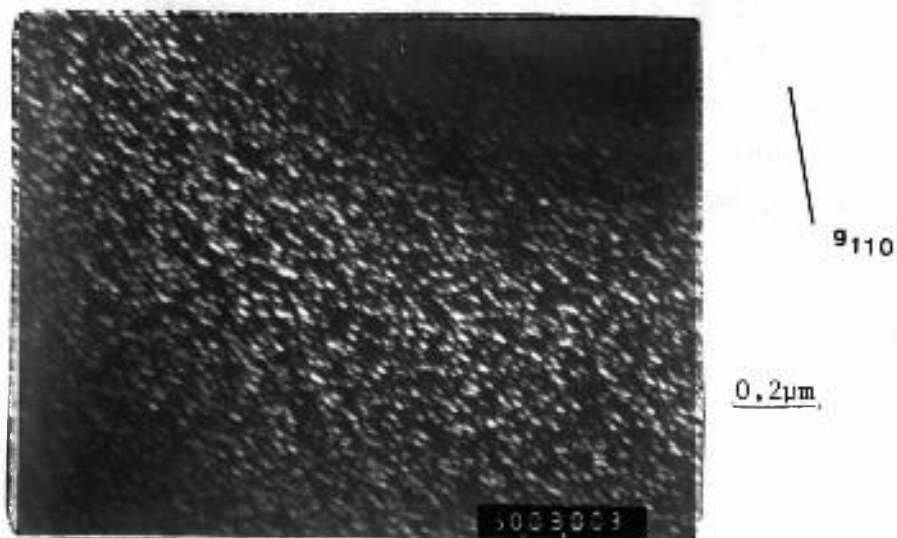


FIGURA 41 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA TD, PRECIPITADO FINO. IMAGEM DE CAMPO ESCURO. AUMENTO 50.000 X.



FIGURA 42 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET). AMOSTRA MTD, BANDAS DE ESCORREGAMENTO. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO 8.000 X.

IV.3.5 - MATERIAL TRACIONADO NA CONDIÇÃO E (MTE)

Nas figuras 43 e 44, o aspecto é semelhante as amostras anteriores, isto é, predominância de fratura intergranular na periferia e poucas regiões espalhadas com cavidades. Na fratura intergranular são observados precipitados grosseiros e bandas de escorregamentos e no interior das cavidades muitos precipitados.

A microestrutura mostrada pela figura 45 evidencia um baixo número de discordâncias, precipitados e bandas de escorregamento.



FIGURA 43 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA MTE. ASPECTO INTERGRANULAR COM CARBONETOS E BANDAS DE ESCORREGAMENTO. AUMENTO 406 X.

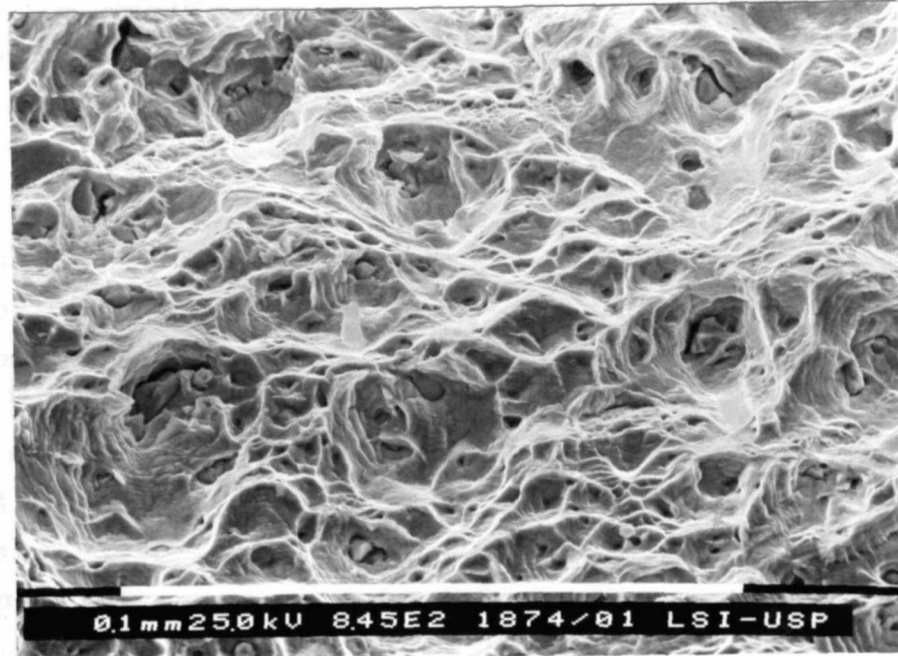


FIGURA 44 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MEV). SUPERFÍCIE DE FRATURA DA MTE. ASPECTO DE CAVIDADES E PRECIPITADOS. AUMENTO 845 X.

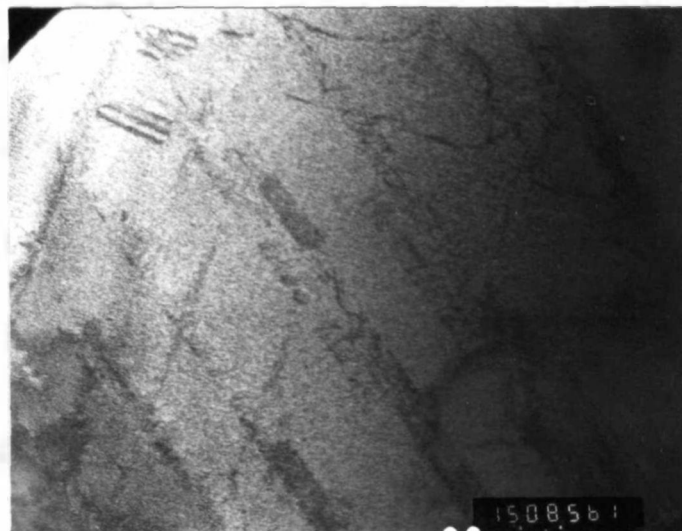


FIGURA 45 - FOTOMICROGRAFIA ELETRÔNICA (MET) DA AMOSTRA MTE. PRECIPITADOS FINOS E BANDAS DE ESCORREGAMENTO. IMAGEM DE CAMPO CLARO. AUMENTO 15.000 X.

IV.4 - DISCUSSÃO

IV.4.1 - TAMANHO DE GRÃO (TG) DAS AMOSTRAS PADRÕES

Nas superligas à base de Ni-Fe, as fases δ geralmente servem como ancoradouro de contornos de grão, tanto nas operações de conformação a quente, como nos tratamentos térmicos (para aumento de resistência). O crescimento do tamanho de grão (TG) das amostras, MP, da liga 718 após os ciclos térmicos inovativos, é evidente. Dos resultados mostrados pela metalografia quantitativa, tem-se o tamanho de grão 9 ASTM ($16\mu\text{m}$) considerado fino para a amostra MPA e 2 ASTM ($180\mu\text{m}$) para as amostras submetidas aos ciclos térmicos inovativos. Esta variação no tamanho de grão de $16\mu\text{m}$ para $180\mu\text{m}$ pode ser explicada analisando as temperaturas de aquecimento empregadas durante os ciclos térmicos inovativos. A elevada temperatura de aquecimento usada no tratamento térmico de solubilização (1100°C) foi responsável pelo crescimento do tamanho de grão. Sabe-se pela literatura [23 e 24] que vários pesquisadores encontraram tamanhos de grãos grandes, quando empregaram temperaturas de solubilização acima do limite de estabilidade das fases γ'' e δ (temperatura solvus de 915°C e 995°C respectivamente). Por isso neste trabalho, a temperatura de aquecimento do tratamento térmico de solubilização foi responsável pelo crescimento dos grãos. Isto trouxe conseqüências prejudiciais para as propriedades de tração sob temperatura elevada da liga 718.

IV.4.2 - MICRODUREZA VICKERS (H_v) DAS AMOSTRAS PADRÕES

A elevação dos valores de dureza na liga 718 após os ciclos térmicos de envelhecimento é esperada. Isto acontece por causa da precipitação das fases γ'' . Mas nas temperaturas de 750°C e 800°C ocorre o superenvelhecimento dessa fase. Nessas temperaturas não se tem quantidades suficientes de precipitação γ'' para que ocorram elevados valores de dureza, como acontece a temperaturas mais baixas

de envelhecimento ($\approx 650^{\circ}\text{C}$). Para as temperaturas de envelhecimento de 750°C e 800°C (dependendo do tempo), quantidades significativas de fase δ são observadas, o que também causa decréscimo dos valores de dureza.

Os ciclos térmicos de envelhecimento (simples e duplos) com temperaturas de 800°C tiveram valores de dureza bem próximos. Os valores de dureza do ciclo B e C foram de $357 H_v$ para as seções longitudinais (média) e $337,6 H_v$ para as seções transversais (média). Quanto ao ciclo térmico de envelhecimento duplo D, gerou o valor mais elevado de dureza de todos os ciclos térmicos inovativos, isto é, $374,1 H_v$ (média das seções transversal e longitudinal), e o ciclo de envelhecimento E, o valor mais baixo, sendo o valor de $300 H_v$ (média da seção transversal e longitudinal).

IV.4.3 - ENSAIOS DE TRACÃO

Os ensaios de tração a quente podem ser considerados como uma medida comparativa e muito questionável da resistência e ductilidade, principalmente quando comparado para tempos de milhares de horas de ensaio ou serviço. Nesses ensaios, com a elevação de temperatura, geralmente as ligas tornam-se menos resistentes e a ductilidade aumenta. Mas, neste trabalho, o comportamento ductilidade-temperatura para a liga 718 não seguiu esse conceito. A queda brusca do alongamento (A), pode ter sido influenciada por fatores metalúrgicos (tais como: tamanho de grão e precipitador) que afetaram o modo de falha do material.

Altas taxas de deformação também são importantes nos ensaios de tração. Essas taxas (neste trabalho é $\dot{\epsilon} = 8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) proporcionam deformação por deslizamento de discordâncias. Assim, mudanças na resistência e ductilidade com a temperatura podem estar relacionadas ao efeito da temperatura no deslizamento.

Em temperaturas de serviço e/ou trabalho

suficientemente altas ($TH > 0,5$)¹, tornam-se importantes os processos de difusão bem como os mecanismos de recuperação, escalagem de discordâncias, recristalização e crescimento de grão que podem reduzir a densidade de discordâncias, impedindo o processo de ancoramento das mesmas reduzindo a resistência. Também para essas temperaturas os contornos de grão são mais enfraquecidos do que o seu interior do mesmo e assim a fratura intergranular ocorre com alongamentos relativamente baixos. Entretanto, é muito difícil, muitas vezes, identificar claramente estes mecanismos. Neste trabalho foi feita apenas a caracterização e correlação dos mesmos.

Os valores obtidos do ensaio de tração a 705°C, apresentados na tabela 2, indicam uma queda brusca da ductilidade do material, quando submetido aos ciclos térmicos inovativos (B, C, D e E). Na condição MTB os valores apresentados não mostraram ductilidade, sendo a medida de alongamento igual a zero. O material com um pouco mais de ductilidade, se comparado à condição anterior, é o MTC, que teve mais deformação plástica que o caso anterior (e também o valor mais elevado de ductilidade entre os quatro ciclos térmicos). Na amostra MTD, obtiveram-se resultados semelhantes de ductilidade com relação à condição MTC. Quanto às amostras MTE, elas tiveram ductilidade mais baixa que as amostras MTC e MTD. Apesar dos valores de ductilidade fornecidos pelos ciclos térmicos inovativos serem baixos, é significativa a diferença apresentada por eles. Os ciclos térmicos duplos (C e D) apresentaram valores mais elevados de ductilidade (através da medida de alongamento A) do que os ciclos simples (B e E).

Esta queda da ductilidade está intimamente ligada às diferentes precipitações ocorridas nas ligas, devido aos ciclos térmicos inovativos.

¹TH = temperatura homóloga

IV.4 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO DAS AMOSTRAS MP

IV.4.1 - AMOSTRAS MPB

Observa-se na micrografia da amostra MPB (figura 15) que a quantidade do precipitado γ'' não é suficiente para alcançar dureza mais elevada. Os precipitados estão finos e distribuídos heterogeneamente pela matriz [42]. Nesta temperatura (800°C), a precipitação da segunda fase deveria estar mais grosseira; mas por causa da pouca permanência nessa temperatura (35'), não houve tempo suficiente para que isso ocorresse. Não foi possível obter-se o tamanho médio da partícula; apenas identificou-se o precipitado γ'' .

IV.4.2 - AMOSTRAS MPC

Nesta temperatura, a fase γ'' está com o formato mais grosseiro e espalhado por toda a matriz, juntamente com a fase γ' e a fase δ (em formato de plaquetas). A fase δ à temperatura de 800°C (8h) ocorre na forma de plaquetas, às custas do empobrecimento da fase γ'' . Quanto à fase γ' só não é mais grosseira porque o tempo de 8h (800°C) também é insuficiente e a temperatura do 2º estágio de envelhecimento (650°C x 16h) não permite que isso ocorra, pois trata-se de uma temperatura mais "ideal" (observar a figura 1) para a formação da fase γ'' .

O tamanho médio de partícula encontrado nesse tratamento foi de 957 \AA para γ'' . A partícula γ' não teve o seu tamanho medido por ser muito pequena e sua intensidade muito fraca.

IV.4.3 - AMOSTRAS MPD

As amostras da liga 718, MPD, tiveram precipitação intensa no interior do grão. A identificação rotineira da partícula por MET caracterizou a maior parte das partículas como sendo γ'' . Nestas condições de tempo e temperatura do 1º estágio do envelhecimento, as partículas

cresceram e obscureceram os defeitos (geralmente no início, as plaquetas de γ'' são associadas à falhas de empilhamento), isto é não há uma separação nítida entre precipitados e defeitos cristalinos presentes. No 2º estágio de envelhecimento manteve-se a precipitação de γ' , não alterando o seu tamanho. Nestas amostras não se observou quantidades significativas de δ . Quanto aos carbonetos, estes foram observados nas microestruturas ópticas e eletrônicas. Nestas, as amostras apresentaram formação inicial de NbC e, posteriormente se transformaram-se em precipitados do tipo $M_{23}C_6$. O tamanho médio de γ'' é 808 Å.

IV.4.4 - AMOSTRAS MPE

Com a permanência tão curta a 750°C (1h), observou-se uma precipitação muito fina e distribuída heterogeneamente. Por análises de difração de elétron (MET) identificou-se a partícula como γ'' . Não foram observados muitos defeitos (lugar preferido para a nucleação das partículas γ''), e nem tampouco as partículas δ . A distribuição dessa precipitação foi mais para o interior do grão. As partículas das amostras MPE não tiveram seu tamanho médio medido por serem muito pequenas e sua intensidade muito fraca (como as partículas γ' das amostras MPC).

IV.5 - SUPERFÍCIES DE FRATURA DAS AMOSTRAS MT

As ligas metálicas de um modo geral sofrem uma transição de fratura transgranular para intergranular à medida que a temperatura de ensaio (ou serviço) aumenta. A fratura transgranular ocorre porque a energia de ativação nos planos de deslizamento é menor do que os contornos de grão, enquanto que na fratura intergranular ocorre o inverso.

Acima de uma certa temperatura, dita equicoesiva (TEC), que depende do material, ocorre a fratura intergranular. Neste caso, a TEC para a liga 718 pode ser a mesma utilizada para as ligas de níquel (resistente ao

calor) que é aproximadamente 700°C.

As superfícies de fratura das amostras MTB, MTC, MTD e MTE, são predominantemente intergranulares. Nessas amostras foram também encontradas as bandas de escorregamentos que podem ser vistas nas superfícies dos contornos de grão após separação. Este modo de escorregamento nos contornos de grão geralmente é favorecido por altas tensões e tempos curtos de ruptura. Ao mesmo tempo que ocorreram estes escorregamentos em contornos de grão, formaram-se microcavidades nos mesmos contornos (isto ocorreu em algumas superfícies de fratura tais como a MTC e MTD, mostrada claramente nas figuras 35 e 40).

Portanto, pela análise da superfície de fratura, ficou caracterizada a falta de ductilidade da liga (submetida aos ciclos térmicos inovativos), evidenciada pela superfície de fratura intergranular.

IV.6 - MICROSCOPIA DE TRANSMISSÃO DAS AMOSTRAS MT

A análise das amostras deformadas (MT), torna-se muito difícil. A combinação de grandes quantidades de partículas, contraste de deformação coerente e contraste de deformação das discordâncias, resultaram em micrografias de difícil observação e entendimento.

A deformação sob temperaturas elevadas é heterogênea e está de um certo "modo" limitada às bandas de escorregamento [44], por sinal bem grosseiras neste trabalho. Essas bandas de escorregamento estão mostradas claramente nas micrografias eletrônicas das amostras MTA, MTB, MTC, MTD e MTE (figuras n^{os} 29, 34, 36, 38, 42, 43 e 45). Quanto ao efeito dessas bandas nos precipitados pode-se dizer pelas micrografias que, devido à interação discordância-precipitados finos, houve formação de anéis de discordância [43] (figura n^o 37). Assim, não se sabe se foi uma ocorrência sistemática ou não, isto é, se houve cisalhamento ou não dos precipitados. A característica notória de escorregamento das bandas estão presentes nos planos [111] (modo característico de superligas de níquel)

[31].

A presença de bandas de escorregamento grosseiras, encontradas na maioria das amostras MT, sugere um processo de deformação secundário nas mesmas [31].

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos com os ensaios de tração além da caracterização microestrutural, neste trabalho, evidenciam-se as seguintes conclusões:

- 1 - O tamanho de grão grande (2 ASTM) fornecido pelos ciclos térmicos inovativos é prejudicial para as propriedades mecânicas de tração a 705°C (este tamanho de grão é fornecido pela alta temperatura do tratamento de solubilização).
- 2 - Os ciclos térmicos inovativos simples (B e E) não são recomendados, pois proporcionam uma grande susceptibilidade à precipitação descontínua e conseqüente queda na ductilidade e resistência da liga.
- 4 - Os ciclos térmicos inovativos duplos (C e D), exceto pela alta temperatura de solubilização, garantem uma precipitação de γ'' mais adequada e com uma dureza máxima. Isto ocorre principalmente no ciclo D.
- 4 - Os ensaios de tração a quente demonstraram a pouca resistência e ductilidade da liga e esse efeito pode ser atribuído aos ciclos térmicos inovativos.
- 5 - A falta de ductilidade da liga 718 ensaiada a 705°C foi demonstrada pela fratura intergranular (mostrada nas figuras 30,31, 32, 33, 36, 39 e 43).
- 6 - A baixa ductilidade e resistência da liga podem ser atribuídas a:
 - altas temperaturas do 1º estágio de envelhecimento (ciclos duplos) que causaram o crescimento de γ'' .

- solubilização de parte de γ'' e γ' , formando a fase δ (estável e ortorrômbica).

7 - Observações realizadas por MEV e MET em amostras deformadas, evidenciam que:

- o principal processo de deformação ocorrido nesse trabalho foi o escorregamento por contorno de grão;
- as bandas de escorregamentos grosseiras indicam a presença de um processo secundário de deformação.

CAPÍTULO VI

SUGESTÕES

Em face do que foi realizado no presente trabalho e tendo em vista o que foi concluído no capítulo anterior, sugere-se que haja uma continuidade nas pesquisas sobre a liga 718, em particular nos pontos que são referenciados a seguir:

- 1 - Alterar a temperatura de solubilização do ciclo térmico inovativo, para se obter um tamanho de grão menor, que não seja prejudicial para as propriedades do material ($975 \leq T \leq 1000^{\circ}\text{C}$).
- 2 - Utilizar a metalografia quantitativa, principalmente a técnica de extração de precipitados (Raios-X) para se obter a fração volumétrica das fases endurecedoras. Com isso, acredita-se que confirmará se houve ou não a solubilização de γ' e γ'' .
- 3 - Realizar uma investigação microestrutural (MEV) mais sistemática da superfície de fratura dos corpos de prova de maneira que se possa compreender melhor a ocorrência da pouca ductilidade do material.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] - BETTERIGE, W. & HESLOP, P.J. - The nimonic alloys. London, Edwards Arnold Publishers, 1974, p. 25-27, 167.
- [2] - SIMS, C.T. & HAGEL, W.C. - The superalloys. New York, John Willey & Sons, 1972, p. 3-134. [p. 3, 113-142]
- [3] - SILVA, A.L.C. & MEI, P.R. - Aços e ligas especiais. Sumaré, SP: Eletrometal S.A. Metais Especiais, 1988, p. 320-322.
- [4] - LORIA, E.A. - The status and prospects of alloy 718. J. Met., 7: 37-41, 1988.
- [5] - BOESCH, W.J. & CANADA, H.B. - Precipitation reactions and stability of Ni₃Nb in Inconel alloy 718. J. Metals, 21(10): 34-38, 1969.
- [6] - PAULONIS, D.F., OBLAK, M.; DUVALL, D.S. - Precipitation in nickel base alloy 718. Trans. ASM, 62: 611-622, 1969.
- [7] - FOX, S.; BROOKS, J.W.; LORETTO, M.H.; SMALLMAN, R.E. - Influence of carbides on the mechanical properties on Inconel 718 - Strength of metals and alloys. In: Conference National Canada, 12-16 Aug., 1985. Proceedings. Oxford, Pergamon, 1985, Vol. 1, p. 399-404
- [8] - EISELSTEIN, H.L. - Metallurgy of a columbium hardened nickel - chromium - iron alloy. Philadelphia,

1985, p. 62-79. (ASTM Special Technical Publication n° 369).

- [9] - PADILHA, A.F. & NOGUEIRA, R.A. - Microestrutura e ductilidade da liga Inconel 718 no estado bruto de fundição. In: Congresso Anual da ABM, 42, Salvador, 1987. Anais São Paulo, 1987, Vol. 1, p. 651-658.
- [10] - KIRMAN, I. & WARRINGTON, D.H. - The precipitation of Ni_3Nb phases in Ni-Fe-Cr-Nb alloy. Met. Trans., 1(10): 2667-2675, 1979.
- [11] - DEVRIES, R.P. & MUMAU, G.R. - Importance of a relation between dendrite formation and solidification in highly alloyed materials. J. Metals, 20: 33-36, 1968.
- [12] - KOTVAL, P.S. - Identification of the strengthening phase in Inconel alloy 718. TMS AIME, 242:1764, 1968.
- [13] - KIRMAN, I. - Identification of the strengthening phase in Fe-Ni-Cr-Nb alloys. IISI, 1264, 1967.
- [14] - KOTVAL, P.S. - Strengthening of a Ni-base superalloy by precipitation of a bct γ'' phase. In: Second International Conference on the Strength of Metals and Alloys. ASTM, 1970 Conference on the Strengthening of Metals and alloys. ASM, 1970.
- [15] - OBLAK, J.M., PAULONIS, D.F. & DUVALL, D.S. - Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by DO_{22} γ'' precipitates. Metall. Trans., 5(1): 143-

153, 1973.

- [16] - SUNDARARAMAN, M.; MURHOPADHYAY, P. & BANERJEE, S. - Deformation behaviour of γ'' strengthened Inconel 718. Acta Metall., 36(4): 847-864, 1988.
- [17] - QUIST, W.E.; TAGGART, R.; POLONIS, D.H. - The influence of iron and aluminum on the precipitation of metastable Ni_3Nb system. Metall. Trans., 2(3): 825-832, 1971.
- [18] - MUZYKA, D.R. - Controlling microstructures and properties of superalloys via rise of precipitated phases. Met. Eng. Quart., 11: 12-20, 1971.
- [19] - RAMASWAMY, V.; SWANN, P.R.; MEST, D.R.F. - Observation on intermetallic compound and carbide precipitation in two commercial nickel - base superalloys. J. Less - Common Metals, 27(1): 17-26, 1972.
- [20] - SUNDARARAMAN, M.; MUKHOPADHYAY, P.; BANERJEE, S. - Precipitation of the $\delta\text{-Ni}_3\text{Nb}$ phase in two commercial nickel base superalloys. Metall. Trans. A, 19(3): 453-465, 1988.
- [21] - CHATURVEDI, M.C. & CHANG, D.W. - Effect of iron addition on the precipitation behavior of Co-Ni-Cr alloys containing Nb. Met. Trans. A, 10(11): 1579-1585, 1979.
- [22] - COZAR, R. & PINEAU, A. - Morphology of γ' and γ'' precipitates and thermal stability of Inconel 718 type alloys. Metall. Trans., 4(1): 47-59, 1973.

- [23] - MILLS, W.J. - The effect of heat treatment on the room temperature and elevated temperature fracture toughness response of alloy 718. Trans. ASME, 102: 118-126, 1980.
- [24] - CAMPO, E. & TURCO, C. - The correlation between heat treatment, structure and mechanical characteristics in Inconel 718. Metall. Sci. Technol., 3(1): 16-21, 1985.
- [25] - INTERNATIONAL NICKEL. Huntington Alloys. West Virginia, 1973.
- [26] - AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Superalloys source book. Metals. Park, 1984 (conteúdo: Physical Metallurgy, p. 10-105, p. 112-123).
- [27] - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard practice for elevated temperature tension test of metallic materials. julho, 1968 (ASTM E21-88). In: 1988 Annual Book of ASTM Standards, section 3, Metals Test Methods and Analytical Procedures, v. 03.01, p. 190-196.
- [28] - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard test methods of tension testing of metallic materials. julho, 1989 (ASTM E8-896). In: 1989 Annual Book of ASTM Standard, section 3 (Metals Test Methods and Analytical Procedures) Vol. 03.01, p. 310-145.
- [29] - SOUZA, S.A. - Ensaaios mecânicos de materiais metálicos. São Paulo, Edgan Blücher, 1982, p.76-78.
- [30] - MEYERS, M.A. & CHAWLA, K.R. - Mechanical Metallurgy. Englewood Cliffs, Prentice-Hall, 1984, p. 274-275,

406-409, 413-420.

- [31] - DIETER, G.E. - Mechanical Metallurgy. New York, N.Y., McGraw-Hill, 1976, p. 282-311, 385-393, 402-405.
- [32] - MILLS, W.J. - On the room temperature and elevated temperature deformation characteristics of Inconel X-750. Richland, W.A., Handford Engineering Development Lab, 1979 (HEDL-TME-79-10).
- [33] - CREMISIO, R.S.; BUTLER, H.M. & RADAVIDICH, J. - The effect of thermomechanical history on the stability of alloys 718. J. Metal, 21(11): 55-61, 1969.
- [34] - PADILHA, A.F. & AMBRÓZIO F⁰, F. - Técnicas de análise microestrutural. São Paulo, Hemus, 1989, p. 22-32, 113-140.
- [35] - CETLIN, P.R. & PEREIRA DA SILVA, P.S. - Análise de fraturas. São Paulo, ABM, 1979, p. 181-194.
- [36] - BALANCIN, O.; CONCEIÇÃO, J.N.; PERDIGÃO, M.N.R.; RIGÓ, O.D. - Elaboração e caracterização de superligas (INCONEL 718) em escala de laboratório. In: Congresso Anual da ABM, 42. Salvador, 1987. Anais, São Paulo, 1987, Vol. 1, p. 7-22
- [37] - HIRSH, P.B.; HOWIE, A.; NICHOLSON, R.B.; PASHEY, D.W.; WHELAN, M.J. - Electron microscopy of thin crystals. London, Butterworths, 1969, p. 317-327.
- [38] - EDINGTON, J.W. - Typical electron microscope investigation. Monographs in practical electron microscopy in Materials Science. Cambridge,

Philips, 1975.

- [39] - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. Manual on electron metallography techniques. Philadelphia, PA, 1973. (ASTM-STP 547).
- [40] - MURR, L.E. - Electron optical applications in Materials Science. New York, McGraw-Hill, 1970, p. 282-284.
- [41] - AMERICAN SOCIETY FOR METALS. Metals handbook, 9^a ed. Metals Park, 1985, V. 10 (conteúdo: Materials Characterization, p. 468-470).
- [42] - FINE, M.E. The Strengthening of Metals. New York, N.Y., Peckner, 1964, p. 141-161.
- [43] - HULL, D. - Introduction to dislocations. Oxford, Pergamon 1965, p. 50-70.
- [44] - LOTHAR, E. & HERMANN, K. - An atlas of metal damage. Munique, Wolfe Science Books, Carl Hanser Veitagle, 1981, p. 3.