

Universidade Federal do Rio de Janeiro

PROCESSAMENTO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL X-750
PARA FABRICAÇÃO DE MOLAS HELICOIDAIS

Gabriela Regina Xavier de Souza

2010

PROCESSAMENTO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL X-750 PARA FABRICAÇÃO DE MOLAS HELICOIDAIS

Gabriela Regina Xavier de Souza

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro.

Orientador: Luiz Henrique de Almeida.
André Freitas Ribeiro.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
AGOSTO DE 2010

PROCESSAMENTO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL X-750 PARA FABRICAÇÃO DE MOLAS HELICOIDAIS

Gabriela Regina Xavier de Souza

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRA METALÚRGICA.

Examinado por:

Luiz Henrique de Almeida, D.Sc. (Orientador).

André Freitas Ribeiro, D.Sc.

Ericksson Rocha e Almendra, D.Sc.

Sinara Borborema Gabriel, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

AGOSTO de 2010

Agradecimentos

Ao meu orientador de Projeto Final Prof. Luiz Henrique de Almeida pelo apoio incondicional e pela oportunidade de aprendizado.

Aos meus co-orientadores André Freitas Ribeiro e Sinara Borborema Gabriel pelo acompanhamento e pelo apoio nas interpretações e revisões.

Ao meu orientador acadêmico Prof. Ericksson Rocha e Almendra por toda orientação durante a minha vida acadêmica.

A todos os professores do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro pela dedicação.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro, pela disponibilidade dos laboratórios de Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura e Propriedades Mecânicas, necessários para a caracterização da superliga de níquel X-750.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade de Lorena-USP/SP por disponibilizarem todos os equipamentos necessários para o estudo da superliga de níquel X-750.

Ao aluno de doutorado Leonardo Sales Araújo pelo apoio.

A Sonia Cristina dos Santos Lira, funcionária do Laboratório de Propriedades Mecânicas por todo apoio.

Aos técnicos Oswaldo, Nelson, Laércio, Roberto, Robson, Marcelo e Carla pelo apoio nas diferentes etapas da análise.

A COPPETEC e ao CNPq/PIBIC pela concessão de bolsas de iniciação científica.

Aos meus pais Águeda e Bernardo, minha irmã Daniela e meu namorado Adriano pelo incentivo, companheirismo e paciência durante a vida acadêmica.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheira Metalúrgica.

Processamento da Superliga de Níquel X-750 para Fabricação de Molas Helicoidais

Gabriela Regina Xavier de Souza

Agosto/2010

Orientadores: Luiz Henrique de Almeida.

André Freitas Ribeiro.

A superliga de níquel X-750 pertence à classe das ligas níquel-cromo-alumínio-titânio. A presença do titânio, em teores da ordem de 2,5% em peso, confere à liga elevada resistência mecânica pelo mecanismo de endurecimento por precipitação da fase coerente γ' e melhora igualmente a resistência à oxidação. Dessa forma, essa liga é indicada para aplicações em altas temperaturas e ambientes corrosivos. Pode ser utilizada como elemento estrutural de turbinas a gás e em reatores nucleares, bem como na fabricação de ferramentas de conformação, matrizes de extrusão e molas. Segundo a norma AMS 5698G, o fio da superliga X-750 a ser utilizado na fabricação de molas helicoidais deve ser submetido a um tratamento térmico de solubilização e em seguida deve sofrer uma redução a frio de aproximadamente 15% de sua área. Após a redução, a mola é conformada, submetida a um tratamento de precipitação e resfriada ao ar. O presente trabalho teve como objetivo determinar a rota de processamento mais adequada para se obter um fio de X-750 com 6,30 mm de diâmetro a partir de um fio de 7,94 mm de diâmetro de maneira a maximizar as propriedades para a aplicação na fabricação de molas helicoidais. A fim de analisar a influência do grau de pré-deformação e do tratamento térmico nas propriedades do fio, foram estudadas três rotas de processamento para se obter o diâmetro desejado, observando-se as microestruturas resultantes em cada etapa e as conseqüentes propriedades mecânicas. Neste trabalho é explicada a contribuição da deformação e do tratamento térmico para as propriedades de resiliência da liga.

Palavras-chave: superliga X-750; trefilação; mola; propriedades mecânicas.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. Níquel e suas aplicações	3
2.2. Evolução das Ligas de Níquel	3
2.3. As Superligas de Níquel	7
2.4. A Superliga X-750	8
2.4.1. Fases Presentes	10
2.5. Fusão da Superliga X-750	13
2.6. Tratamentos Térmicos	14
2.7. Mecanismos de Endurecimento	15
2.8. Conformação Mecânica	17
2.9. Processamento de Molas Helicoidas	17
3. MATERIAIS E MÉTODOS	19
3.1. Simulação das Fases Presentes pelo Software Thermo-Calc®	19
3.2. Fluxograma da seqüência experimental	19
3.3. Material de Partida	19
3.4. Processamento do Material	21
3.4.1. Trefilação	22
3.4.2. Tratamento Térmico de Solubilização	23
3.4.3. Tratamento Térmico de Envelhecimento	24
3.5. Caracterização Microestrutural	24
3.5.1. Microscopia Ótica e Microscopia Eletrônica de Varredura	24
3.5.2. Tamanho de Grão	25
3.6. Caracterização Mecânica	26
3.6.1. Medidas de Dureza	26
3.6.2. Ensaio de Tração	26
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	27
4.1. Fases Presentes	27
4.2. Análise Microestrutural	29
4.3. Análise das Propriedades Mecânicas	45
5. CONCLUSÃO	51
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	52
7. REFERÊNCIAS	53

1. INTRODUÇÃO

No início do século XX, já se tinha o domínio da teoria mecânica necessária para projetar turbinas de aviões a jato. Porém, nesta época, ainda não se conhecia materiais que atendessem a todos os requisitos de resistência mecânica, resistência à corrosão, bem como à degradação das propriedades causada pelas condições muito agressivas em altas temperaturas associadas a esse tipo de aplicação. [1-3]

Na década de 30, iniciou-se o desenvolvimento materiais capazes de resistir à elevadas temperaturas. Tais materiais receberam a denominação de superligas e podem ser à base de ferro, cobalto ou níquel, sendo que as ligas a base de níquel são as mais utilizadas. [1-3]

As superligas de níquel são cada vez mais utilizadas em aplicações de condições extremas de operação, como em motores de foguetes e veículos espaciais em geral, reatores nucleares, submarinos, usinas termoelétricas, equipamentos petroquímicos e turbinas de jatos de aviação, devido à capacidade desses materiais de apresentarem excelentes propriedades a temperaturas elevadas. Os avanços tecnológicos, principalmente a partir da década de 1980, são provenientes da otimização do processo de fabricação, da composição química e do processamento dessas ligas. [1-4].

Dentre as superligas de níquel, usadas comercialmente, encontra-se a superliga X-750, uma liga endurecida por precipitação pela adição de Al e Ti, que apresenta elevada resistência mecânica, resistência à fluência, resistência à corrosão e oxidação a temperaturas elevadas. Essa liga é largamente utilizada na fabricação de turbinas, motores de foguetes, aeronaves, componentes estruturais de reatores nucleares e molas helicoidais. [2-15]

A superliga de níquel X-750 pertence ao grupo de ligas níquel-cromo-alumínio-titânio e apresenta teores de titânio na ordem de 2,5% em peso, o que promove elevada resistência mecânica pela precipitação da fase γ' e contribui para a estabilidade da camada de óxido. A adição de nióbio tem como função o endurecimento por solução sólida das fases γ e γ' , além de contribuir para o aumento da desorientação γ - γ' (*mismatch*), promovendo aumento da resistência mecânica. [2-15]

A fase γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, é uma fase intermetálica de estrutura cristalina cúbica de face centrada, coerente com a matriz γ . O ganho de resistência mecânica da liga pelo mecanismo de endurecimento por precipitação é função da distribuição, da fração volumétrica e do tamanho das partículas de γ' , bem como da desorientação $\gamma-\gamma'$ (*mismatch*). [2-15]

Trata-se de uma liga ainda pouco processada no Brasil para a fabricação de componentes, particularmente para as indústrias do petróleo e nuclear. Dessa forma o domínio de sua metalurgia física é de interesse para a indústria brasileira.

O presente trabalho tem como objetivo determinar a rota de processamento mais adequada para se obter um fio de X-750 com 6,30 mm de diâmetro, a partir de um fio de 7,94 mm de diâmetro, de maneira a maximizar as propriedades para a aplicação na fabricação de molas helicoidais.

Segundo a norma AMS 5698G, o fio da superliga X-750 a ser utilizado na fabricação de molas helicoidais deve ser submetido a um tratamento térmico de solubilização e em seguida deve sofrer uma redução a frio de aproximadamente 15% de sua área. Após a redução, a mola é conformada e submetida a um tratamento de envelhecimento a 732°C por 16 horas, seguido de resfriamento ao ar. Entretanto, não existem outros dados na literatura que justifiquem a aplicação desse grau de deformação. [18]

Com o objetivo de correlacionar a influência do grau de deformação e do tratamento térmico nas propriedades do fio, o presente trabalho estudou três rotas de processamento para se obter o diâmetro desejado. Essa análise foi realizada relacionando as microestruturas resultantes e as conseqüentes propriedades mecânicas observadas em cada etapa do processamento, quais sejam trefilação, tratamento térmico de solubilização, segunda trefilação e tratamento térmico de envelhecimento.

Como resultado observou-se, como esperado, que o ganho de resistência devido à deformação foi proporcional ao grau de redução de área aplicado, porém a contribuição devido ao tratamento térmico de envelhecimento é reduzida com o aumento do grau de deformação e que para graus de redução de área maiores que 25%, esta contribuição deixa de ser importante, ocasionando em uma tensão limite de escoamento cada vez mais dependente do grau de encruamento.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. NÍQUEL E SUAS APLICAÇÕES

O níquel é um metal encontrado em diversos minerais como garnierita, millerita, pentlandita e pirrotita; em meteoritos formando liga metálica com o ferro e no núcleo da Terra. [2,3]

É um metal de transição de número atômico 28, de estrutura cristalina cúbica de face centrada, 58,71g/mol de massa molar, 8,9 g/cm³ de densidade (massa específica) e apresenta alto ponto de fusão (1453°C). [2,3]

Dentre as aplicações industriais do níquel, a mais importante é a sua utilização como elemento de adição em ligas ferrosas, como aços inoxidáveis, aços baixa liga, ferros fundidos e alguns aços especiais, com o objetivo de aumentar a resistência mecânica dos mesmos. [2,3]

A segunda aplicação mais importante é como metal base para a formação das superligas de níquel. Essas ligas são de vital importância para a indústria moderna devido à sua capacidade de resistir a condições severas como ambientes corrosivos, altas temperaturas, carregamento mecânico, e combinações desses fatores. Essas propriedades são conseqüências da composição química da liga, do processamento e do tratamento térmico ao qual a liga foi submetida. O presente trabalho irá destacar essa aplicação, estudando a superliga de níquel X-750. [2,3]

Outras utilizações industriais do níquel são como elemento de adição em ligas não ferrosas, revestimentos (por eletrodeposição), na metalurgia do pó, além de eletrodos de baterias e pilhas recarregáveis e reações de catálise. [2,3]

2.2. EVOLUÇÃO DAS LIGAS DE NÍQUEL

As ligas de níquel surgiram no início do século XX com o objetivo de atender as propriedades exigidas para aplicações em condições severas como ambientes corrosivos, altas temperaturas, altas tensões, e combinações desses fatores. [1-3]

Em 1928, nos Estados Unidos, iniciou-se a produção comercial do Monel[®], uma liga níquel-cobre endurecida por precipitação de γ' , de excelente resistência à corrosão. [1-3]

O desenvolvimento de ligas níquel-cromo-ferro, assim como de tratamentos térmicos para maximizar a resistência mecânica em alta temperatura iniciou-se na década de 30. As primeiras ligas desenvolvidas eram endurecidas por solução sólida, como o Inconel[®] 600. A adição de titânio e de alumínio deu origem às ligas endurecidas por precipitação, pela formação de precipitados γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), de estrutura cristalina cúbica de face centrada e coerentes com a matriz γ . A adição de 1% de nióbio criou a liga Inconel[®] X-750, amplamente usada na fabricação de componentes utilizados na indústria nuclear e de petróleo. [1-3]

Em 1941, na Grã-Bretanha, foi lançada no mercado a liga Nimonic[®] 75 e, pouco depois, a liga endurecida por precipitação denominada Nimonic[®] 80. Essas ligas eram modificações da liga já existente contendo 80% de níquel e 20% de cromo com adições de titânio e alumínio. [1-3]

No final dos anos 40, foram desenvolvidas as ligas Waspaloy[®] e M-252, utilizadas na fabricação de palhetas de turbina forjadas. Essas ligas se caracterizaram pela adição de molibdênio com duplo efeito de endurecimento por solução sólida e de formação de carbeto. Atualmente a liga M-252 permanece em uso na fabricação da estrutura de turbinas, enquanto a liga Waspaloy[®], desenvolvida inicialmente para essa aplicação, passou a ser usada, de modo bem sucedido, na fabricação de componentes para rodas e de chapas soldadas. [1-3]

Em seguida, outras ligas foram desenvolvidas para diferentes aplicações. A liga Hasteloy[®] X, endurecida por solução sólida, é usada como chapa para a fabricação de cilindros de combustão e revestimentos pós-queimadores numa grande variedade de turbinas. A liga René[®] 41, endurecida por precipitação, é utilizada como chapa na fabricação de componentes soldados, embora a soldagem seja complicada e possa apresentar problemas de trincamento no tratamento térmico pós-soldagem.

Na década de 1950, a liga Inconel[®] 718 foi desenvolvida, com adições de teores elevados de nióbio, e baixas concentrações de alumínio e titânio. Essa liga apresenta alta resistência mecânica em temperaturas moderadas, assim como boa resistência ao trincamento (trinca de reaquecimento ou de envelhecimento) no tratamento térmico pós-soldagem. Essa característica é consequência da adição de nióbio como elemento de liga, que possibilita uma cinética de envelhecimento do precipitado Ni_3Nb mais lenta do que a observada em ligas que contêm somente alumínio e titânio. Contudo, a tendência ao superenvelhecimento restringe o uso das ligas endurecidas pelo nióbio a aplicações em temperaturas inferiores a cerca de 705°C. [1-3]

Outras ligas trabalhadas à base de níquel importantes são a Waspaloy[®] e Astroloy[®]. Essas ligas são utilizadas na fabricação de discos forjados de turbinas, pois apresentam alta resistência mecânica nas temperaturas de serviço desses elementos. A aplicação de materiais com resistência mecânica ainda mais alta permitiria o uso de discos mais finos, reduzindo o peso dos componentes e melhorando o desempenho dos motores. [1-3]

Ao final dos anos 50, o aumento das temperaturas de serviço das turbinas era limitado pela capacidade das ligas trabalhadas disponíveis, que, além disso, apresentavam dificuldades no forjamento. Por este motivo, as ligas de mais alta resistência mecânica passaram a ser fabricadas por fundição (*investment casting*, ou seja, por cera perdida). Entre as ligas fundidas mais usadas estão a 713C, a Inconel[®] 100, a B-1900, a Udimet[®] 500, a René[®] 77, a René[®] 80 e a Inconel[®] 738. [1-3]

As ligas como a B-1900, a 713C e a Inconel[®] 100 foram desenvolvidas reduzindo os teores de cromo e aumentando os teores de titânio e alumínio, para promover o aumento da precipitação da fase γ' . Estas ligas oferecem uma excelente combinação de resistência mecânica em temperaturas intermediárias e elevadas, necessária para a aplicação em palhetas de turbinas. Além disso, apresentam boa ductilidade, resistência à oxidação e corrosão em alta temperatura, estabilidade microestrutural e fundibilidade. [1-3]

A liga Inconel[®] 792 foi desenvolvida com o objetivo de atingir valores aceitáveis de resistência mecânica e resistência à corrosão em altas temperaturas, minimizando os teores de cromo. Essa liga combina a alta resistência mecânica da liga Inconel[®] 100 com a excelente resistência à corrosão em alta temperatura da liga Udimet[®] 500. [1-3]

O uso do háfnio, em ligas como TRW-NASA VIA[®] e Mar-M[®] 247, melhora a ductilidade em temperaturas intermediárias, embora essas ligas, que apresentam elevada resistência mecânica, possuam resistência à corrosão relativamente baixa. [1-3]

A figura 2.1 apresenta o desenvolvimento das superligas de níquel em função dos elementos de liga adicionados.

2.3. AS SUPERLIGAS DE NÍQUEL

A estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) da matriz γ austenítica das superligas de níquel apresenta grande capacidade de manter resistência à tração, à ruptura e boas propriedades de fluência em temperaturas homólogas muito mais altas do que as ligas de matriz cúbica de corpo centrado (CCC) por causa de vários fatores, como o módulo de elasticidade. [1-3]

Os elementos em solução sólida promovem diferentes efeitos como aumento de resistência (molibdênio, tântalo e tungstênio), resistência à oxidação (cromo e alumínio) e aumento da fração volumétrica de precipitados secundários (cobalto). Outros são adicionados para formação de fases endurecedoras como a fase γ' , como é o caso do alumínio e do titânio. O carbono tem como função básica a formação de carbeto e o boro e o zircônio tem como função aumentar a resistência à fluência das superligas de níquel. Duas possibilidades podem explicar esse efeito desses dois elementos: uma seria a migração preferencial de boro e zircônio para os contornos de grãos, nos quais alterariam o processo de precipitação de carbeto de modo benéfico às propriedades do material, enquanto a outra seria a concentração desses dois elementos reduzindo a efetividade dos contornos de grãos como fontes de lacunas, reduzindo os processos difusionais que contribuem para a deformação por fluência. Do mesmo modo, a minimização da condensação de lacunas nos contornos de grãos resulta na diminuição da probabilidade de que concentradores de tensões formados nos contornos de grãos possam levar à fratura prematura dos componentes fabricados com superligas de níquel. [1-3]

A conformabilidade a quente das superligas de níquel pode ser bastante afetada pela adição de pequenas concentrações de determinados elementos, na ordem de ppm, como boro, zircônio e magnésio, cujos teores devem ser cuidadosamente controlados. No caso da superliga Waspaloy[®], a ductilidade melhora com a adição de magnésio. [1-3] O magnésio se combina com o enxofre residual, neutralizando seu efeito nocivo e o magnésio remanescente migra preferencialmente para locais de baixa energia como contornos de grãos e de maclas, onde atua no sentido de evitar o acúmulo de discordâncias empilhadas, aumentando a energia de falha de empilhamento, que poderia levar à fratura frágil, ao promover a formação de emaranhados de discordâncias.

Essas propriedades tornam as superligas de níquel adequadas para aplicações em turbinas de jato e motores de foguetes, que exigem alta resistência mecânica em

média e alta temperatura. A ductilidade nas condições de serviço também é importante, e a maioria das superligas apresenta boa ductilidade. As superligas em geral apresentam também boa resistência ao impacto, à fadiga de alto e de baixo ciclo e à fadiga térmica. [1-3]

A condutividade térmica do níquel puro é da ordem de $0,089 \text{ (W/mm}^2\text{)/(}^\circ\text{C/mm)}$, portanto superior à do ferro puro (CCC: cúbico de corpo centrado), que atinge somente $0,072 \text{ (W/mm}^2\text{)/(}^\circ\text{C/mm)}$. Porém a condutividade térmica das superligas é muito inferior, da ordem de 10% desses valores, devido à adição de muitos elementos de liga em elevados teores. O ideal seria obter superligas com maior condutividade térmica, já que isso seria importante para dissipar calor e assim minimizar os gradientes de temperatura, reduzindo então as tensões térmicas e assim a tendência de ocorrer falha por fadiga térmica. [1-3]

A expansão térmica nas superligas de níquel é menor do que nas ligas ferrosas austeníticas e isso é importante do ponto de vista da aplicação em turbinas de jatos, já que esses componentes são projetados com estreitas tolerâncias dimensionais para operar bem em serviço, além de um baixo coeficiente de expansão térmica contribuir para minimizar as tensões térmicas, minimizando assim a ocorrência de empenamento e fadiga térmica [1-3].

2.4. A SUPERLIGA X-750

A superliga de níquel X-750 (Inconel[®] X-750) é uma liga endurecida por precipitação, que foi desenvolvida na década de 30 a partir das ligas endurecidas por solução sólida, pela adição de alumínio e titânio que promovem a precipitação da fase intermetálica γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, de estrutura cúbica de face centrada e coerente com a matriz γ e pela adição de nióbio, que contribui para o aumento da fração volumétrica da fase γ' e da desorientação γ - γ' (*mismatch*), aumentando, em ambos os casos, a resistência da liga, embora contribua para aumentar a taxa de coalescimento de γ' em temperaturas muito altas. [2-15]

A fase γ' é uma fase endurecedora, responsável pelas excelentes propriedades mecânicas da superliga X-750 em altas temperaturas e sob condições severas de carregamento. [2-14]

A especificação da composição química da superliga X-750 é apresentada na tabela 2.1.

Tabela 2.1: Especificação da Composição Química da Superliga X-750 (% em peso). [18]

Elemento	min	max
Ni	70,00	-
Cr	14,00	17,00
Fe	5,00	9,00
Ti	2,25	2,75
Nb	0,70	1,20
Al	0,40	1,00
C	-	0,08
Mn	-	1,00
Co	-	1,00
Si	-	0,50
Cu	-	0,50
Ta	-	0,05
S	-	0,01

A superliga de níquel X-750 apresenta elevada resistência à ruptura e alta resistência à fluência para temperaturas até 800°C. Apresenta também resistência à corrosão sob tensão e íons cloreto, além de satisfatória resistência à ambientes oxidantes. Apresenta uma microestrutura complexa com alta resposta a diferentes tratamentos térmicos. Pode ser utilizada na fabricação de ferramentas de conformação, matrizes de extrusão, como elemento estrutural de turbinas e em reatores nucleares PWR e BWR como parafusos, pinos e molas. [2-14]

Essa liga ainda é pouco processada no Brasil para a fabricação de componentes, particularmente para as indústrias do petróleo e nuclear. Dessa forma o domínio de sua metalurgia física é de interesse para a indústria brasileira.

2.4.1. FASES PRESENTES

As fases presentes na superliga de níquel X-750 são apresentadas abaixo:

Fase γ – Matriz austenítica, cúbica de face centrada, composta predominantemente por Ni, Cr e Fe, possuindo elementos em solução sólida que contribuem para o endurecimento da liga, como o próprio Cr e o Fe, além de Cu, Co e Mo. [2-15]

Fase γ' - $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, cúbica de face centrada, formada pela adição de titânio e de alumínio e principal fase endurecedora da matriz austenítica. A fase γ' é coerente com a matriz γ , entretanto o parâmetro de rede da fase γ' não é idêntico ao da matriz. Sua forma varia de esferoidal a cúbica e seu tamanho depende do tempo e da temperatura de sua formação. [2-14]

A precipitação dessa fase ocorre a partir da matriz supersaturada, com o aumento da temperatura e o aumento da resistência é função da distribuição, da fração volumétrica e do tamanho das partículas de γ' . A quantidade de γ' formada é função dos elementos endurecedores formadores dessa fase presentes na composição da liga, como alumínio, titânio, nióbio e tântalo.

Na fase γ' , o Al pode ser substituído pelo Ti até a composição atômica crítica de 60%. Para maiores concentrações, a fase γ' pode se transformar em uma nova fase, eta (η), Ni_3Ti . [2-14]

Fase η – Ni_3Ti , hexagonal compacta, formada quando a liga está supersaturada em titânio. Essa fase pode apresentar morfologia intergranular em forma de células ou intragranular de forma acicular similar a estrutura Widmanstätten. [1-5,15] A energia de deformação a frio e a quente favorece a formação da fase η em ambas as morfologias. Além disso, a energia de deformação gerada pela precipitação da fase γ' pode contribuir como força motriz para sua formação. Entretanto, à sua presença é associada uma perda de ductilidade e uma redução da tensão limite de ruptura. [1]

Estudos realizados por Zhao *et al.* [15] para o Inconel[®] 740 mostram que a fase η se precipita em forma de agulhas nos contornos de grão, similar à estrutura Widmanstätten, após longos tempos de tratamento térmico e que a quantidade da fase η cresce com o tempo de envelhecimento. Além disso, foram observadas zonas livre

de γ' ao redor da fase η , próximo aos contornos de grão, o que indica que a fase η se forma a custa da fase γ' . As micrografias eletrônicas de varredura observadas nesse estudo são apresentadas na figura 2.2, onde as amostras foram submetidas a um tratamento térmico de envelhecimento por (a) 1000h e (b) 5000h.

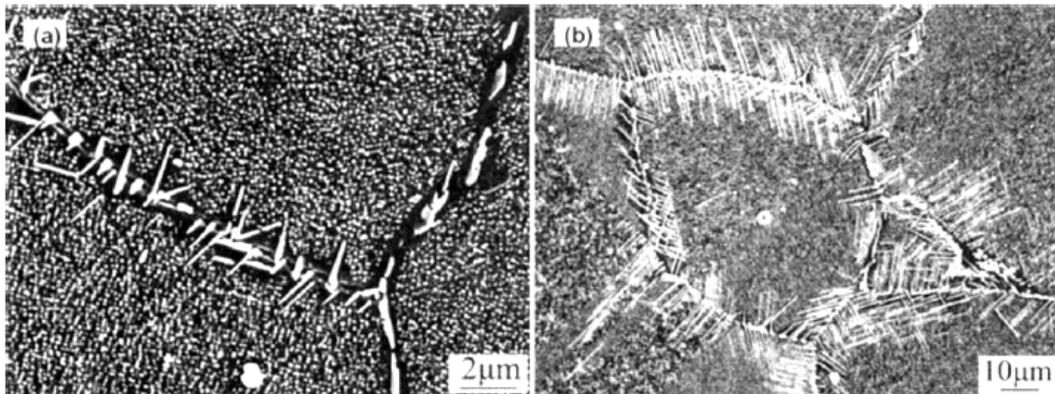


Figura 2.2: micrografias eletrônicas de varredura as amostras de Inconel[®] 740 após tratamento térmico de envelhecimento por (a) 1000h e (b) 5000h. [15]

Em estudos realizados por Miglin & Domian [5] foi observada a presença da fase η em forma de plaquetas e a distribuição não uniforme da fase γ' coalescida, após longo tempo de tratamento. A micrografia eletrônica de transmissão observada nesse estudo é apresentada na figura 2.3.

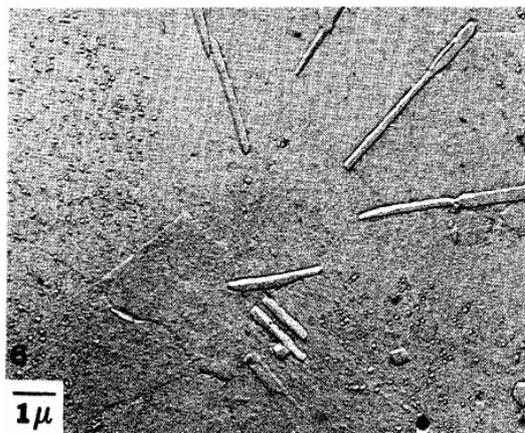


Figura 2.3: Réplica do Inconel[®] X-750 na condição VAR-X750-AH (acamento a quente a 982°C, alívio de tensões a 885°C por 24h, envelhecimento a 704°C por 20h e resfriamento ao ar) ilustrando a presença da fase η em forma de plaquetas e a distribuição não uniforme da fase γ' coalescida. [5]

Carbetos - Os carbeto formados na superliga X-750 são MC e $M_{23}C_6$, onde M representa o constituinte metálico, Ti ou Nb no carbeto MC e em grande parte Cr no carbeto $M_{23}C_6$. O carbeto MC pode ter forma globular ou irregular, se forma a temperaturas muito altas e apresenta pequeno ou nenhum efeito nas propriedades mecânicas da liga. O carbeto $M_{23}C_6$ se forma a baixas temperaturas e contribui para o aumento da resistência da liga, porém pode tornar o material susceptível à fratura intergranular por corrosão sob tensão, pois sua presença nos contornos de grão é um requisito importante para ocorrência desse fenômeno, entretanto, nessa liga essa forma de precipitação não é suficiente para provocar esse tipo de problema. Pode precipitar como filmes, glóbulos, plaquetas, lamelas e células, normalmente nos contornos de grão. A formação dos carbeto $M_{23}C_6$ ocorre segundo a transformação:



onde os carbeto tipo MC correspondem aos carbeto de titânio e nióbio (TiC, NbC e (Ti,Nb)C) e os carbeto tipo $M_{23}C_6$ correspondem ao carbeto de cromo ($Cr_{23}C_6$ ou $(Cr,Fe,W,Mo)_{23}C_6$). [2-14]

Estudos realizados por Mill *et al.* [9] para o Inconel® X-750 mostram a presença de carbeto $M_{23}C_6$ nos contornos de grão acompanhada do empobrecimento das zonas adjacentes em γ' . A micrografia eletrônica de transmissão observada nesse estudo é apresentada na figura 2.4.

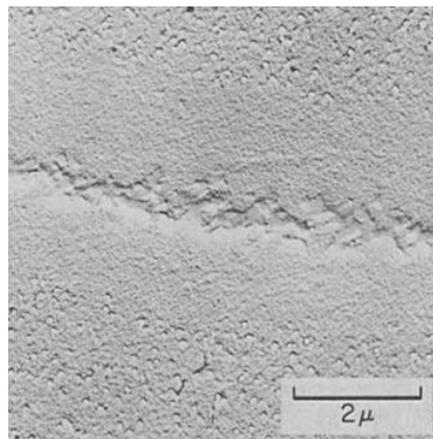


Figura 2.4: Microestrutura do Inconel® X-750 envelhecido, ilustrando a presença de $M_{23}C_6$ nos contornos de grão acompanhada do empobrecimento de γ' nas zonas adjacentes. [9]

Miglin & Domian [5] também observaram a presença dos cabetos $M_{23}C_6$ nos contornos de grão no Inconel® X-750 por microscopia eletrônica de transmissão. A micrografia eletrônica de transmissão observada nesse estudo é apresentada na figura 2.5.

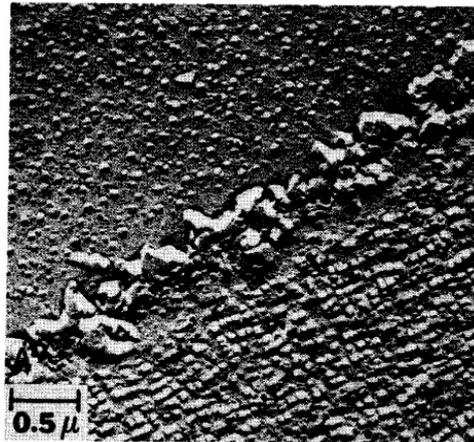


Figura 2.5: Réplica do Inconel® X-750 na condição VIR-X750-HOA (35% de redução de área, solubilização a $1107^{\circ}\text{C} \pm 14^{\circ}\text{C}$ por 1h, resfriamento rápido, envelhecimento a 760°C por 100h, resfriamento ao ar) ilustrando a presença de Cr_{23}C_6 nos contornos de grão. [5]

2.5. FUSÃO DA SUPERLIGA X-750

Os processos de fundição de superligas, bem como o controle dos parâmetros durante as etapas de fusão, homogeneização e solidificação, determinam as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão e oxidação em elevadas temperaturas, que devem satisfazer para que possam ser empregadas em aplicações tais como componentes de turbinas de aviões a jato. [2,3]

Por esse motivo, deve haver muito cuidado quanto a todos os materiais que entram em contato com o banho durante a fusão, assim como em relação às adições feitas às ligas, para refino ou para outras finalidades. A solidificação do banho metálico deve ser cuidadosamente controlada para assegurar que as propriedades ideais sejam obtidas a um custo viável. Adicionalmente, tratamentos térmicos de homogeneização são necessários para garantir distribuição adequada de fases na microestrutura das superligas de níquel. [2,3]

Vários tipos de processos aplicados aos aços inoxidáveis podem ser usados para a fusão das superligas de níquel. Entretanto, processo de fusão por indução à vácuo (VIM – *Vacuum Induction Melting*) é o mais utilizado. [2,3]

O processo VIM é composto por um forno em câmara, contendo um cadinho de fusão por indução e um sistema de bombeamento. Sua principal vantagem é a fusão e o vazamento de ligas metálicas sob atmosferas com baixa pressão parcial de oxigênio e outros gases, o que resulta em uma menor formação de escória em lingotes com baixíssimo nível de inclusões e faixas estreitas de composição química, viabilizando que maior e melhor reprodutibilidade dos teores de alumínio e titânio seja alcançada. [2,3]

As superligas são, geralmente, submetidas a um processo de fusão secundário para controlar a estrutura de solidificação e a composição (impurezas). Três processos são utilizados: refusão a arco (VAR - *Vacuum Arc Remelting*), eletroescória (ESR – *Electroslag Remelting*) e ESR-VAR. [2,3]

No processo VAR, um arco é aberto entre o eletrodo, proveniente do processo VIM, e o fundo do cadinho, refrigerado a água, sob vácuo. O controle da taxa fusão é feito pela potência aplicada. Para controlar a estrutura de solidificação, o processo VAR reduz o teor de elementos de alta pressão de vapor na liga. A flotação de óxidos e nitretos na superfície do metal fundido promove maior limpeza e reduz o teor de gases no mesmo. [2,3]

No processo de eletroescória, a fusão é feita em um sistema aberto para a atmosfera. A carga escória de fluoretos e óxidos também faz parte do sistema e é fundida pela passagem do arco sobre ela. Diferentemente do processo VAR, os elementos de alta pressão de vapor não são removidos. A principal característica do processo ESR é a formação de uma pele de óxidos, que promove melhor qualidade superficial para o lingote e impede que os óxidos se aglomerem na superfície do lingote. [2,3]

O processo ESR-VAR combina as vantagens dos processos independentes: a maior limpeza dos lingotes produzidos por ESR com a capacidade de o processo VAR produzir lingotes maiores, livres de defeitos de solidificação. [2,3]

2.6. TRATAMENTOS TÉRMICOS

O efeito de diferentes tratamentos térmicos na superliga X-750 tem sido estudado exaustivamente desde os anos 1940. Esses tratamentos têm como objetivo melhorar as propriedades da liga como resistência mecânica e à fluência. [2-4]

Os tratamentos normalmente consistem de um tratamento de solubilização em altas temperaturas e/ou um envelhecimento a temperaturas intermediárias. A temperatura e o tempo de tratamento têm como consequência as quantidades e os tipos de carbeto precipitados, bem como a distribuição, a fração volumétrica e o tamanho das partículas de γ' . [2-4]

O tratamento térmico de solubilização por 2 a 4 horas em 1150°C seguido de resfriamento ao ar antes do tratamento de envelhecimento tem como objetivo desenvolver máxima resistência à fluência, relaxamento e tensão de ruptura em temperaturas acima de 600°C. Essa combinação de tratamento térmico é considerada essencial para molas de alta temperatura e lâminas de turbina de Inconel® X-750. Aplicações aeroespaciais e nucleares requerem alta resistência à tração e fadiga, bem como excelentes propriedades de ruptura. [2]

Diferentes tratamentos térmicos são aplicados às superligas de níquel X-750 como objetivo melhorar a resistência mecânica da liga pela precipitação da fase endurecedora γ' . Os tratamentos compostos por uma etapa de solubilização seguida de um tratamento de envelhecimento em uma única etapa em temperaturas entre 704°C e 871°C objetivam a precipitação da fase γ' e a consequente precipitação de carbeto de cromo nos contornos que contribuem para o endurecimento. Já os tratamentos compostos por três etapas, ou seja, uma solubilização seguida de duplo envelhecimento tem como objetivo promover uma distribuição bi-modal da fase γ' . [2,7,8]

No caso particular da utilização da liga para a fabricação de molas helicoidais, o tratamento a ser utilizado segue a norma AMS 5698G. Essa norma diz que o fio deve ser submetido a um tratamento térmico de solubilização a uma faixa de temperatura entre 1093° e 1204°C e em seguida deve sofrer uma redução a frio de aproximadamente 15% de sua área. Após a redução, a mola é conformada e submetida a um tratamento de precipitação a 732°C±14, por 16 horas±0,5 e resfriada ao ar. [18]

2.7. MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

As superligas de níquel apresentam uma matriz γ que pode ser endurecida por solução sólida, pela precipitação de fase γ' (envelhecimento) e pela precipitação de carbeto. O endurecimento também pode ser otimizado pelo encruamento decorrente de uma deformação imposta, como por exemplo, por trefilação ou laminação. [2-16,19-24]

Portanto, a resistência da superliga de níquel pode ser expressa pela função abaixo:

$$\sigma = f(\sigma_o, \sigma_{SS}, \sigma_{\gamma'}, \sigma_c, \sigma_p, \sigma_{TG}) \quad (\text{Eq. 2.2})$$

onde σ_o corresponde a tensão de cisalhamento ou de fricção, que na prática equivale à tensão limite de escoamento, σ_{SS} ao endurecimento por solução sólida, $\sigma_{\gamma'}$ ao endurecimento pela precipitação de γ' , σ_c ao endurecimento pela precipitação de carbeto, σ_p ao encruamento devido ao bloqueio da movimentação das discordâncias proveniente da deformação imposta e σ_{TG} ao endurecimento por tamanho de grão. [2-17,19-26]

O endurecimento por solução sólida é proveniente da adição de elementos como cobalto, ferro, molibdênio, tungstênio, vanádio, nióbio, titânio e alumínio. O níquel e o cobre apresentam solubilidade completa e o ferro e o cobalto apresentam alto grau de solubilidade no níquel. O limite de solubilidade do cromo no níquel é de 35 a 40% e do molibdênio é de 20%. O endurecimento ocorre devido à expansão provocada pela diferença de diâmetro atômico de 1 a 13% entre os átomos de níquel e dos outros elementos. [2-15,19-24]

A precipitação da fase γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, é o mecanismo de endurecimento mais importante dessa liga, pois contribui para o aumento significativo da resistência mecânica. O aumento da resistência pela precipitação de γ' é reduzido a partir de $0,6T_m$ com o coalescimento das partículas. [2-15,19-24]

As propriedades de resistência e dureza das superligas podem ser melhoradas pelo processo de encruamento ou trabalho a frio. O encruamento é atribuído à interação de discordâncias com outras discordâncias e com outras barreiras que impediam o seu movimento através da rede. A deformação plástica provoca o aumento do número das discordâncias e, conseqüentemente, a interação entre elas: um metal recozido contém cerca de 10^6 a 10^8 discordâncias por centímetro quadrado,

enquanto um metal deformado plasticamente contém cerca de 10^{12} discordâncias por centímetro quadrado. [25,26]

O encruamento provoca alongação dos grãos na direção principal de trabalho e reorientação dos mesmos, que pode ocasionar mudanças em algumas propriedades físicas como uma pequena redução na densidade, uma diminuição apreciável da condutividade devido ao aumento de centros espalhadores e um pequeno aumento do coeficiente de expansão térmica. [25,26]

2.8. CONFORMAÇÃO MECÂNICA

A trefilação é um processo de conformação a frio que tem como objetivo reduzir as dimensões de uma barra metálica maciça resultando em barras, vergalhões ou arames. O processo de trefilação consiste em puxar o metal através de uma matriz, por meio de tração a ele aplicada na saída da matriz. A maior parte do escoamento plástico é causada por esforços de compressão resultantes da interação do metal com a matriz. [25,26]

Quando o grau de deformação necessário é excessivo, o metal fratura antes de alcançar o diâmetro desejado. Assim, para se evitar tais dificuldades, as operações de redução devem ser conduzidas em etapas, utilizando-se recozimentos intermediários com o intuito de reduzir a dureza do material e restituir sua ductilidade. Se o produto final tiver que ser mais resistente que o material totalmente recozido, a operação final deverá consistir de uma etapa de trabalho a frio com grau de redução próprio para produzir a resistência desejada, o que provavelmente exigirá uma etapa posterior de alívio de tensões para remover as tensões residuais. [25,26]

2.8.1. PROCESSAMENTO DE MOLAS HELICOIDAIS

A especificação do material a ser utilizado para a fabricação de uma mola helicoidal é baseada nas condições do ambiente de serviço onde irá operar. Primeiramente é necessário determinar se a mola irá operar em tração ou compressão, pois isso influenciará nos requisitos de propriedade e de acabamento da mesma. [18]

As superligas de níquel são utilizadas na fabricação de molas, pois atendem a todos os requisitos para essa utilização: são materiais não-magnéticos a temperaturas sub-zero, boa condutividade térmica e elétrica, elevada resistência a corrosão em diferentes atmosferas e elevada resistência à fluência e relaxação a temperaturas elevadas. [18]

A superliga de níquel X-750 é largamente utilizada na fabricação de molas helicoidais devido a suas excelentes propriedades em temperatura elevadas, ambientes corrosivos e condições severas de carregamento. [2-14,18]

Em elevadas temperaturas, as molas estão susceptíveis à fluência ou relaxação. O módulo de rigidez do material reduz com o aumento da temperatura. Em ambientes nucleares, a radiação de nêutrons causa efeitos deletérios às propriedades do material. O dano é causado através da rápida retirada dos átomos de suas posições de equilíbrio na estrutura cristalina e absorção de nêutrons. A intensidade do dano ao material é função de diversos fatores como a natureza da radiação, a temperatura de serviço, a composição da liga, o tamanho de grão, a presença de defeitos e tensões. [18]

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. SIMULAÇÃO DAS FASES PELO SOFTWARE THERMO-CALC

O diagrama da fração molar das fases presentes em função da temperatura da superliga de níquel X-750 para a composição da liga utilizada no presente estudo foi obtido através do software Thermo-Calc[®], utilizando o banco de dados específico para superligas de níquel (Ni-database), pertence ao Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP.

3.2. FLUXOGRAMA DA SEQUÊNCIA EXPERIMENTAL

As etapas de processamento da superliga de níquel X-750 são apresentadas no fluxograma da Figura 3.1. Os detalhes dos procedimentos serão apresentados no item 3.4.

3.3. MATERIAL DE PARTIDA

O material de partida consistiu em fio-máquina laminado da superliga X-750 com 7,94 mm de diâmetro, fornecidos pelo fabricante Alloy Wire International[®]. A figura 3.2 mostra uma imagem do fio da superliga X-750.

A composição química da superliga X-750 utilizada no presente trabalho é apresentada na tabela 3.1.

Tabela 3.1: Composição Química (% peso) da Superliga de Níquel X-750.

Ni	C	Cr	Fe	Ti	Nb	Al	Si	Mn	Co	Cu	B	P	S
71,5	0,065	15,6	8,53	2,44	0,88	0,54	0,17	0,07	0,02	0,01	0,005	0,006	0,001

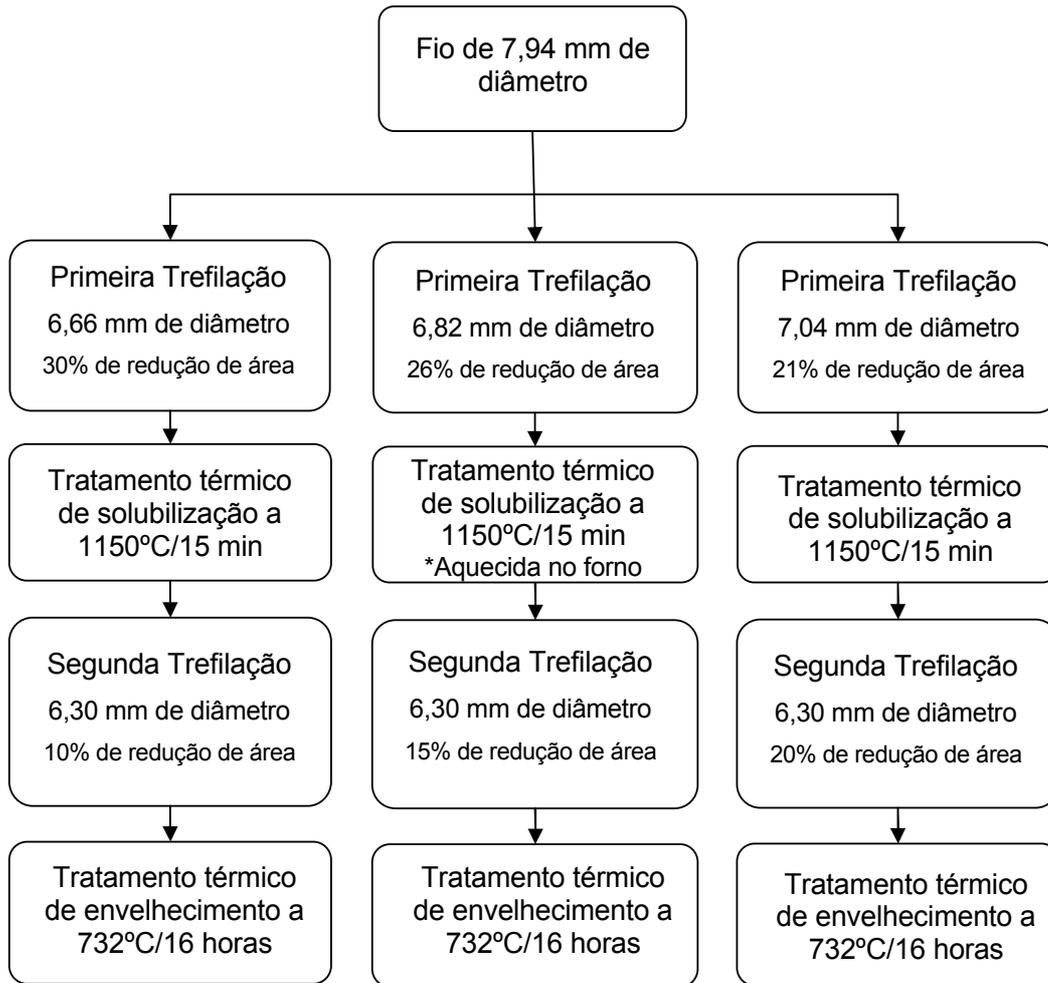


Figura 3.1: Fluxograma do processamento da superliga de níquel X-750.



Figura 3.2: Fio-máquina laminado da superliga X-750 de 7,94mm de diâmetro.

3.4. PROCESSAMENTO DO MATERIAL

Nesta seção serão descritos as etapas de processamento da superliga de níquel X-750 que inclui duas etapas de trefilação, tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento.

Para a primeira trefilação utilizou-se três amostras do fio-máquina de 7,94 mm de diâmetro, as quais passaram por diferentes graus de redução de área: 30%, 26% e 21%.

Em seguida as amostras foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização, onde estas foram colocadas no interior de uma câmara de vácuo e foram levadas ao forno a 1150°C. A primeira amostra a ser tratada foi a de 6,82 mm de diâmetro, ou 26% de redução de área. Esta foi aquecida no interior da câmara de vácuo que se encontrava à temperatura ambiente, sendo necessárias 1 hora e 38 minutos para atingir a temperatura de ensaio. Para as demais amostras, foram necessários apenas 5 minutos para a estabilização da temperatura. Depois de atingida a temperatura programada, as amostras foram mantidas por 15 minutos, e em seguida foram resfriadas ao ar.

Após essa etapa, as amostras sofreram nova redução por trefilação para 6,30 mm de diâmetro obtendo-se, portanto, diferentes graus de encruamento finais, e consequentemente, diferentes percentuais de redução de área: 10%, 15% e 20%, respectivamente. A tabela 3.2 apresenta o diâmetro inicial e final de cada amostra, bem como os respectivos graus de redução de área. Após essa redução, as mesmas foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 732°C por 16 horas. [18]

Tabela 3.2: Esquema de redução de área nas etapas de trefilação.

Rota	Inicial	1ª Trefilação		2ª Trefilação	
	d ₀ (mm)	d ₁ (mm)	Redução de Área	d ₂ (mm)	Redução de Área
1	7,94	6,66	30%	6,30	10%
2	7,94	6,82	26%	6,30	15%
3	7,94	7,04	21%	6,30	20%

As amostras do fio da superliga de níquel X-750 nas condições como recebido, solubilizadas, após redução por trefilação para 6,30 mm de diâmetro e após tratamento térmico de envelhecimento foram caracterizadas por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, medida de dureza Vickers e ensaio de tração. As microestruturas resultantes, e conseqüentes propriedades mecânicas, foram analisadas comparando às características do material como recebido.

3.4.1. TREFILAÇÃO

A trefilação foi executada em um trefilador de bancada de único passe, equipamento do Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP, apresentada na figura 3.3.



Figura 3.3: Trefilador de bancada de único passe.

As feiras utilizadas, apresentadas na figura 3.4, foram fabricadas para este trabalho em aço duro com as seguintes bitolas: 7,05, 6,83, 6,64 e 6,30mm.



Figura 3.4: Fieiras utilizadas para a trefilação dos fios.

3.4.2. TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

O tratamento térmico de solubilização a 1150°C por 15 minutos foi executado num forno tubular de 5 metros de comprimento, apresentado na figura 3.5, com câmara de vácuo, equipamento do Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP.

A temperatura durante o tratamento térmico foi aferida através do uso de um voltímetro com a voltagem correspondente à temperatura de 1150°C, 47mV.



(a)



(b)

Figura 3.5: (a) Forno tubular de 5 metros de comprimento. (b) Imagem da amostra sendo retirada do tratamento térmico de solubilização.

3.4.3. TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO

O tratamento térmico de envelhecimento a 732°C por 16 horas foi executado em um forno Carbolite CWF 13/23 do Laboratório de Tratamentos Térmicos da COPPE/UFRJ – TERMIC, apresentado na figura 3.6. A temperatura do tratamento térmico foi aferida com o uso de um termopar colocado sobre as amostras.

Para este tratamento foram retiradas amostras do fio de aproximadamente 30 cm maneira que, após o tratamento, fosse possível retirar as amostras para as análises micrográficas e para os ensaio de tração e dureza.



Figura 3.6: Forno Carbolite CWF 13/23 usado no tratamento térmico de envelhecimento.

3.5. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.5.1. MICROSCOPIA ÓTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para as análises por Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) as amostras foram preparadas seguindo técnicas metalográficas usuais (embutimento, lixamento e polimento).

As amostras foram embutidas à frio em resina e lixadas utilizando-se lixas de carbetto de silício na seqüência de 100, 220, 320, 400, 600, 1200 e 2400 *mesh*, seguido de um polimento fino em pano com pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm.

Após o preparo das superfícies, as amostras foram atacadas com o reagente Marble (50g de CuCl_2 , 50mL de HCl e 50mL de H_2O) por pincelamento por aproximadamente 30 segundos.

As amostras foram fotografadas com o auxílio do microscópio óptico Olympus, do Laboratório de Microscopia Ótica da COPPE/UFRJ e com o Microscópio Eletrônica de Varredura JEOL-JSM modelo 6460LV, do Laboratório de Microscopia Eletrônica da COPPE/UFRJ. Além disso, foram realizadas análises por EDS's (Espectro de Energia Dispersiva de Raio-X) para identificar os elementos que compõem a matriz e os precipitados.

3.5.2. TAMANHO DE GRÃO

Para determinação do tamanho de grão utilizou-se o método dos interceptos, com o auxílio do software AnalySIS, licenciado por *Olympus Soft Imaging Solutions GmbH*, vinculado ao Microscópio Óptico Olympus, do Laboratório de Microscopia Ótica da COPPE/UFRJ. Este método consiste em sobrepor à micrografia do material analisado uma grade composta de círculos concêntricos, cujo comprimento total é conhecido e, em seguida, conta-se o número de interseções entre os contornos de grão e as linhas. O tamanho de grão, fornecido pelo software, é obtido através do cálculo abaixo:

$$d = \frac{L_T}{P \times M} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

onde:

d é o diâmetro médio do grão;

L_T é o comprimento total da linha teste;

P é o número de interseções com contornos de grão;

M é o aumento

Para as medidas, o comprimento total da linha teste foi de 3000 μm e foram utilizadas micrografias óticas com o aumento de 200 x. Em cada amostra foram realizadas 5 medidas, onde se considerou o valor médio.

3.6. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

3.6.1. MEDIDAS DE DUREZA

Para a realização dos ensaios de dureza, as amostras foram embutidas a frio de forma que as mesmas ficassem visíveis de ambos os lados para viabilizar a medida sem interferência do embutimento. Em seguida tiveram as suas superfícies lixadas até 600 *mesh* de forma a se obter uma superfície plana e espelhada.

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados no durômetro WPM do Laboratório de Propriedades Mecânicas da COPPE/UFRJ. A carga utilizada foi de 10 Kg. Em cada amostra foram realizadas 10 indentações, onde se considerou o valor médio.

3.6.2. ENSAIO DE TRAÇÃO

Para a realização dos ensaios de tração uniaxial foram utilizados corpos de prova padrão sub-size de 4 mm de diâmetros e comprimento nominal de 24 mm, de acordo com a norma ASTM-E8M [28].

Os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação de $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, a temperatura ambiente, utilizando o equipamento EMIC DL 10000, do Laboratório de Propriedades Mecânicas da COPPE/UFRJ.

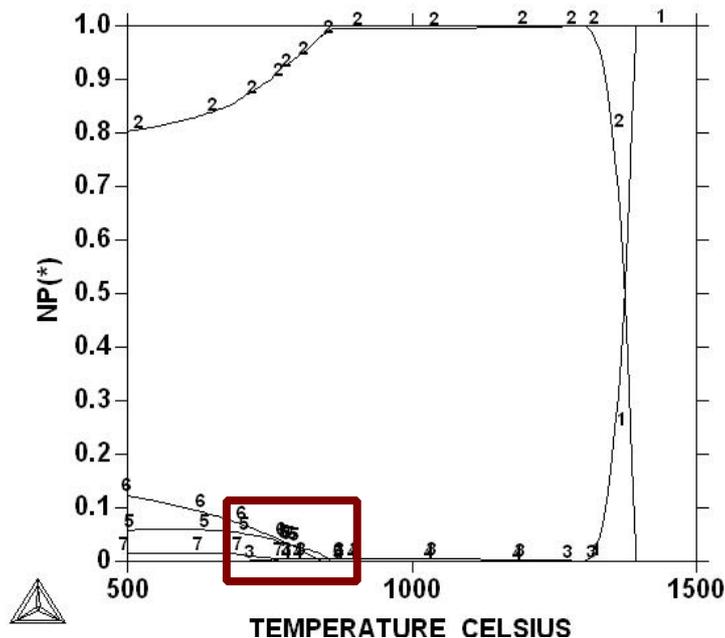
1. RESULTADOS E DISCUSSÃO

1.1. FASES PRESENTES

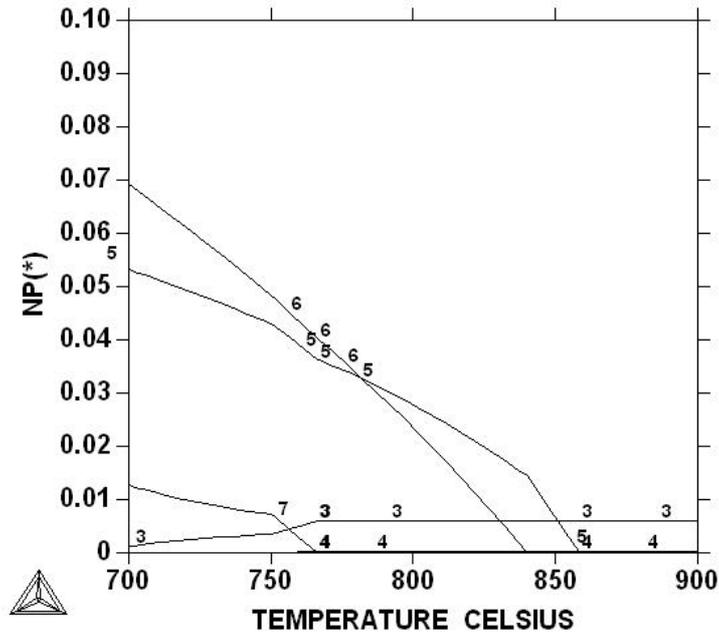
Os resultados da simulação através do software Thermo-Calc® do diagrama da fração molar das fases presentes em função da temperatura da superliga de níquel X-750 utilizada no presente estudo são apresentados nas figuras 4.1a e 4.1b. Este diagrama prevê as frações molares das fases estáveis, na condição de equilíbrio, para esta liga. Na figura 4.1a podemos observar as frações molares das fases previstas na faixa de temperatura entre 500°C e 1500°C e na figura 4.1b temos o intervalo entre 700°C e 900°C em maior detalhe.

O diagrama revela a temperatura de estabilidade das fases líquido, matriz γ , carbeto MC e $M_{23}C_6$, γ' e η , coerentemente com a literatura [2-15]. Além disso, prevê a presença de uma fase que não é descrita pela literatura, o boreto MB_2 , porém este não apresenta fração molar significativa.

Na literatura não há informações quanto à fração volumétrica da fase η na microestrutura da liga X-750. Com o diagrama podemos constatar que as fases η e γ' apresentam frações volumétricas muito próximas, uma vez que a massa molar das duas fases é parecida.



(a)



(b)

Figura 4.1: Diagrama da fração molar das fases presentes em função da temperatura da superliga de níquel X-750 obtida pelo software Thermo-Calc® (a) temperaturas entre 500°C e 1500°C e (b) entre 700°C e 900°C.

Legenda:

N.º Fase

- 1 Líquido
- 2 Matriz γ
- 3 Carbeto MC - (Nb,Ti)C
- 4 Boreto MB₂
- 5 η - Ni₃Ti
- 6 γ' - Ni₃(Al,Ti)
- 7 Carbeto M₂₃C₆

1.2. ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Material Como Recebido

As micrografias apresentadas nas figuras 4.2 e 4.3 mostram que a microestrutura da superliga X-750 na condição “como recebido” consiste em uma matriz γ de grãos aproximadamente equiaxiais com maclas de recozimento e precipitação de carbeto de titânio e nióbio dispersos na matriz. Os precipitados observados nas micrografias são carbeto de titânio e nióbio, pois as fases previstas na literatura, em estudos realizados para a superliga X-750 nesta condição [2-14], e no diagrama obtido com o software Thermo-Calc[®], as fases detectáveis pelas técnicas de microscopia utilizadas são a matriz γ e carbeto do tipo MC. Além disso, o EDS do precipitado, apresentado na figura 4.4, mostra os picos de titânio e nióbio, o que nos permite identificar este precipitado como um carbeto MC de Ti e Nb. O espectro de EDS da matriz γ é apresentado na figura 4.5 e é caracterizado pelos picos dos principais elementos que compõem esta fase.

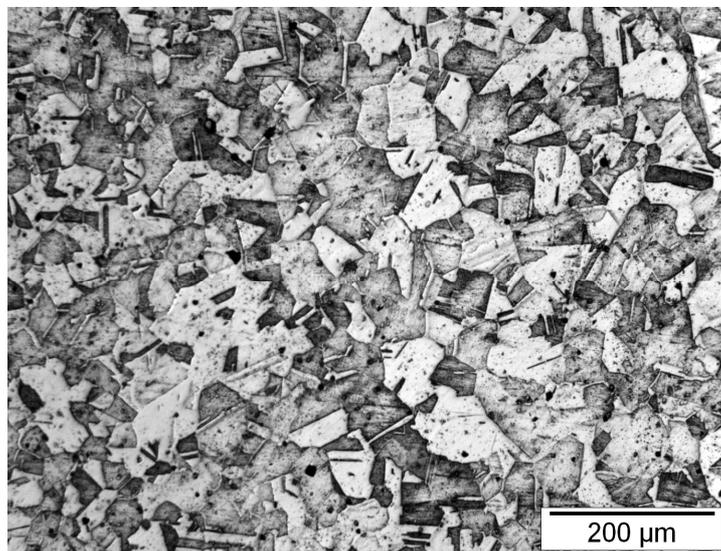


Figura 4.2: Micrografia ótica do fio de 7,94 mm de diâmetro na condição como recebido. Aumento nominal de 200x.

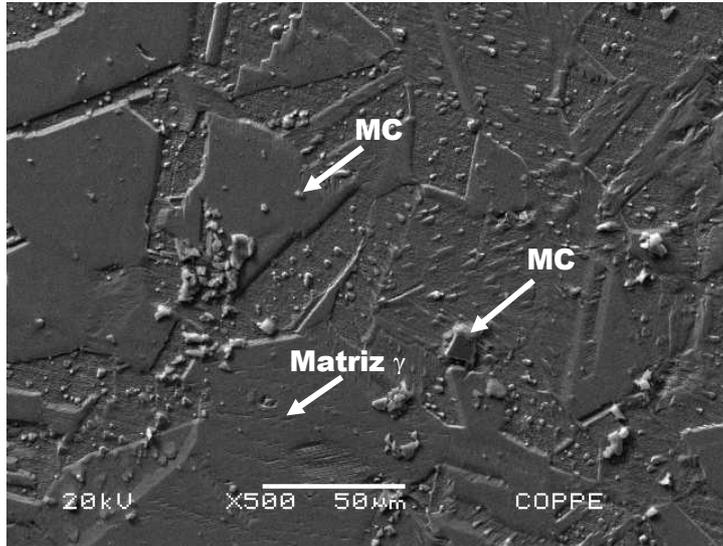


Figura 4.3: Micrografia eletrônica de varredura do fio de 7,94 mm de diâmetro na condição como recebido. Aumento nominal de 500x.

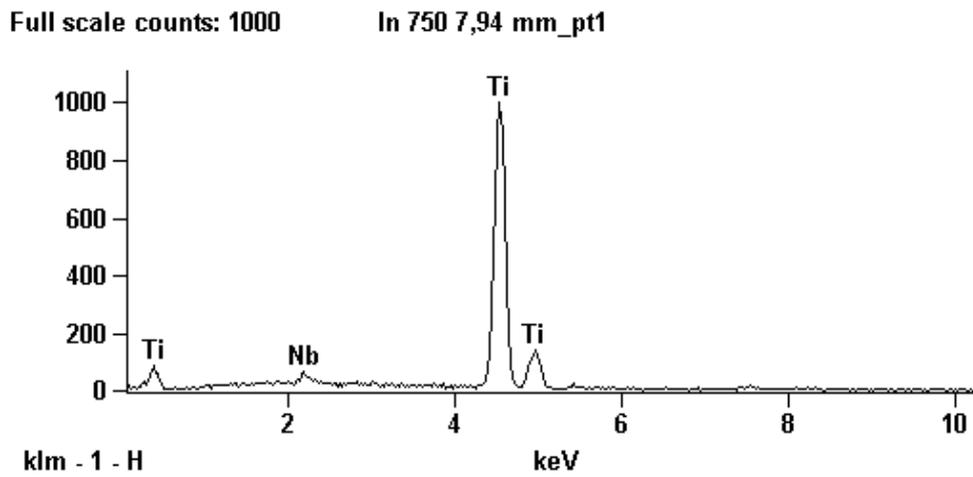


Figura 4.4: Espectro de EDS do precipitado, carbetos de Ti e Nb, da amostra do fio de 7,94 mm de diâmetro na condição como recebido.

Full scale counts: 1000

In 750 7,94 mm_pt2

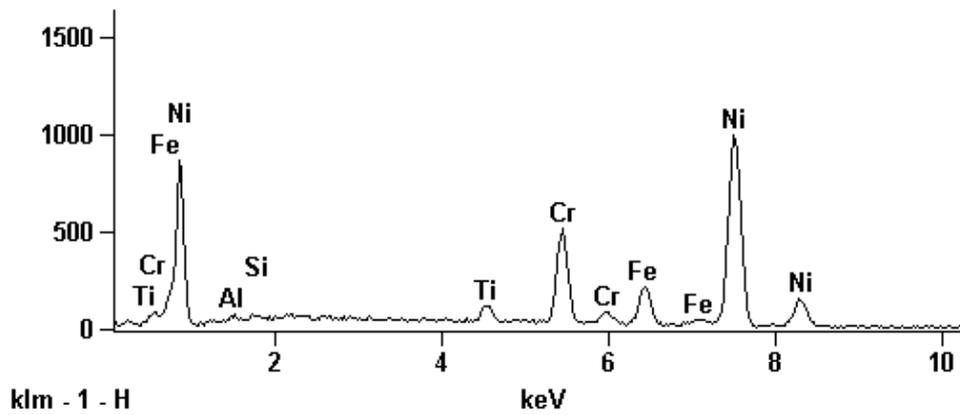
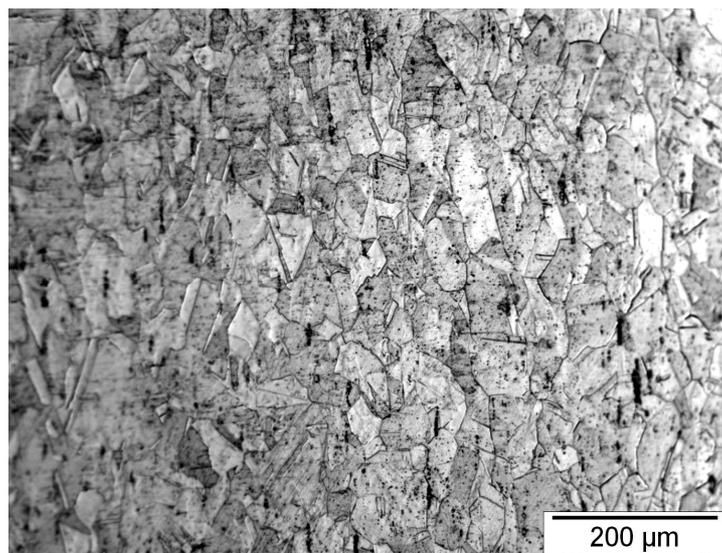


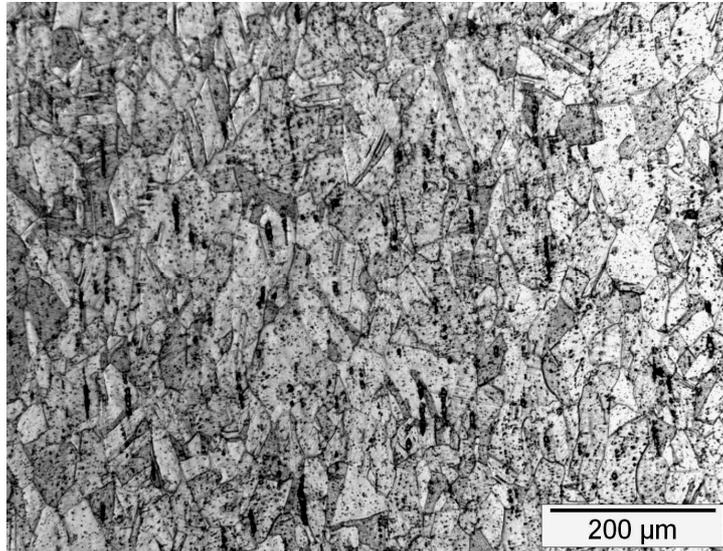
Figura 4.5: Espectro de EDS da matriz da amostra do fio de 7,94 mm de diâmetro na condição como recebido.

Material Após Primeira Trefilação

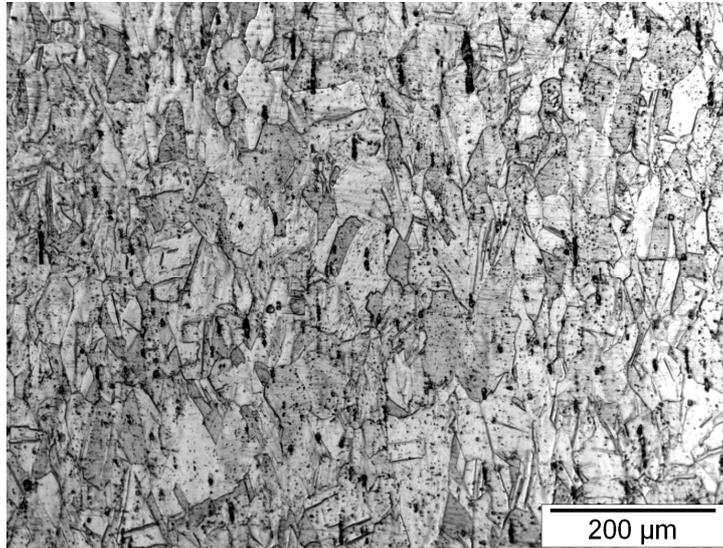
As micrografias óticas das amostras após a primeira redução por trefilação para os diâmetros de 7,04, 6,82 e 6,66 mm são apresentadas na figura 4.6. Nelas podemos observar os grãos alongados na direção de deformação.



(a)



(b)



(c)

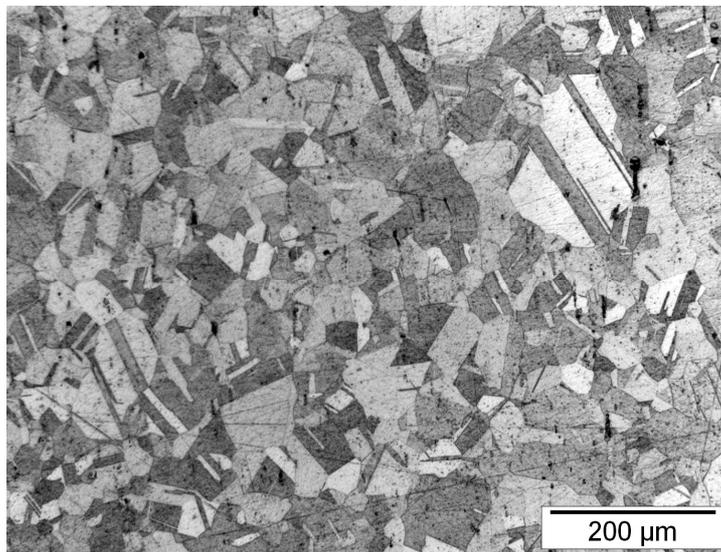
Figura 4.6: Micrografias óticas das amostras trefiladas para (a) 7,04 mm, (b) 6,82 mm e (c) 6,66 mm de diâmetro. Aumento nominal de 200x.

Material Solubilizado

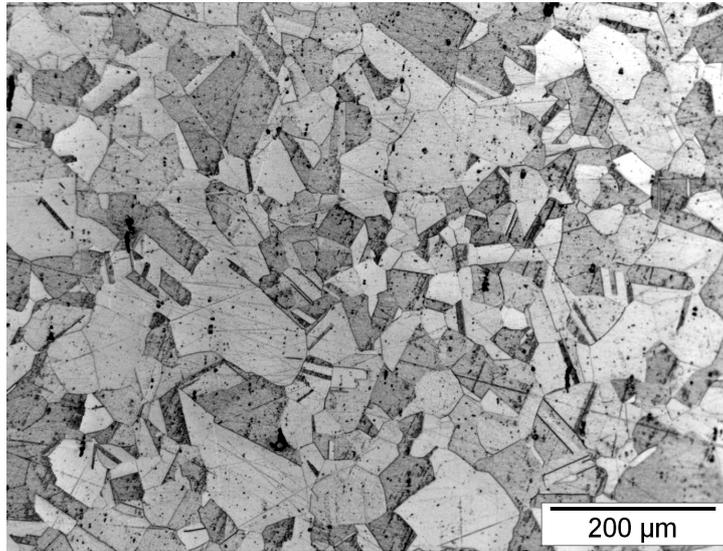
Após a primeira trefilação, as amostras foram submetidas ao tratamento térmico de solubilização com o objetivo de recuperar as propriedades da liga, para que os graus de deformação pré-determinados (10%, 15% e 20% de redução de área) pudessem ser alcançados pela próxima etapa de trefilação.

As figuras 4.7a, b e c mostram as micrografias óticas da liga na condição solubilizada, onde podemos observar que o tratamento térmico foi eficiente, pois a microestrutura apresenta novamente grãos aproximadamente equiaxiais. Além disso, esse tratamento dissolve os carbeto MC inicialmente grandes, promovendo uma fina precipitação dispersa no interior do grão.

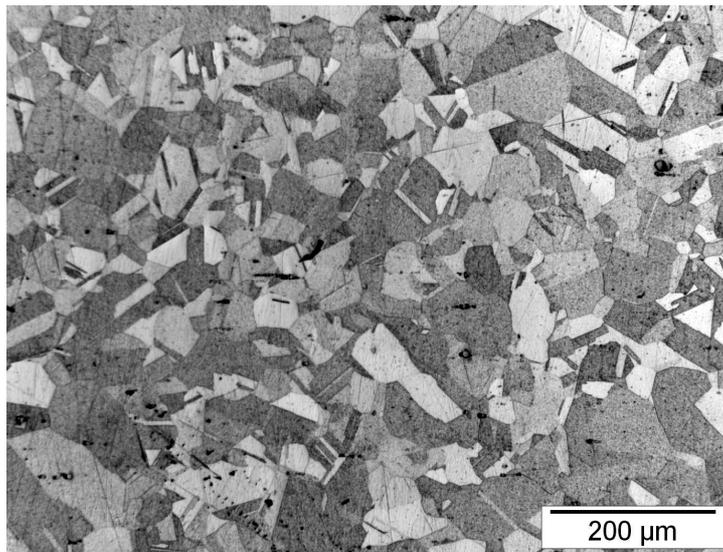
Segundo estudos realizados por Ferreño *et al.* [4] para a superliga X-750, o tratamento térmico de solubilização a temperaturas superiores a 1066°C dissolve uma grande fração dos carbeto MC, que após o tratamento térmico de envelhecimento promoverá a precipitação de carbeto $M_{23}C_6$. Dessa forma, a temperatura e o tempo de solubilização irão determinar a fração de carbeto MC e $M_{23}C_6$ que se formarão e, conseqüentemente, a resistência mecânica e à corrosão sob tensão da liga.



(a)



(b)

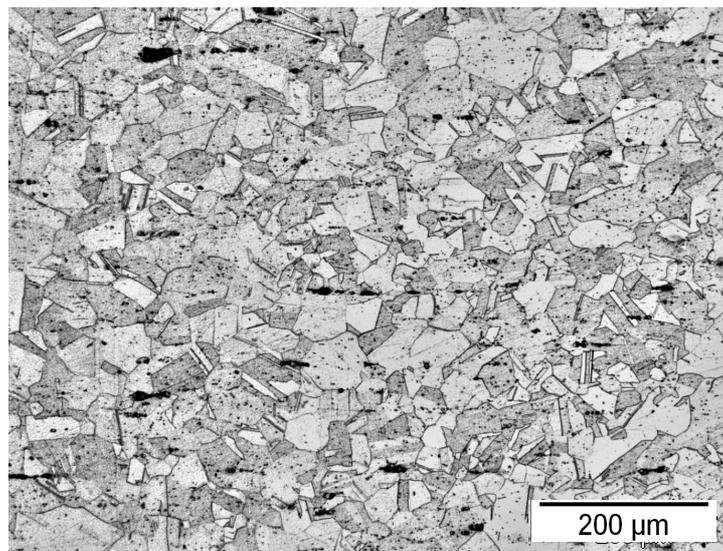


(c)

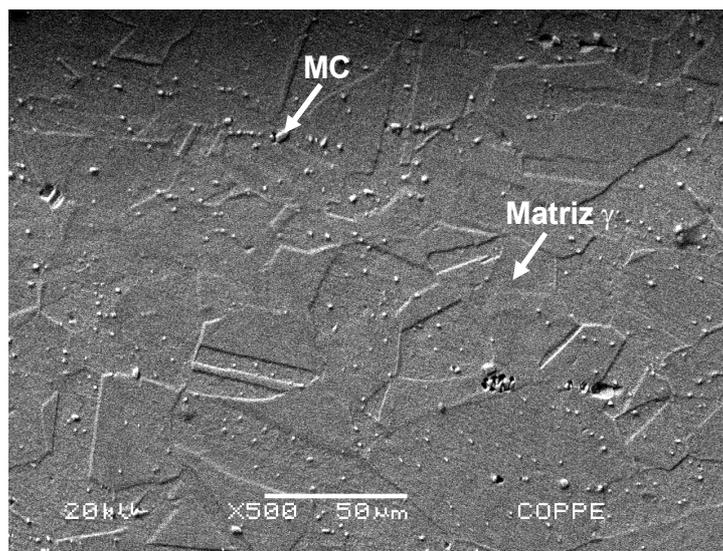
Figura 4.7: Micrografias óticas das amostras solubilizadas com (a) 7,04 mm, (b) 6,82 mm e (c) 6,66 mm de diâmetro. Aumento nominal de 200x.

Material Após Segunda Trefilação

Dando continuidade à rota de processamento, as amostras, após sofrerem a segunda trefilação para 6,30 mm de diâmetro, apresentam grãos mais finos e precipitados mais finamente dispersos na matriz, com relação ao material com recebido, consequência do tratamento térmico de solubilização, como pode ser observado pelas micrografias apresentadas nas figuras 4.8, 4.9 e 4.10.

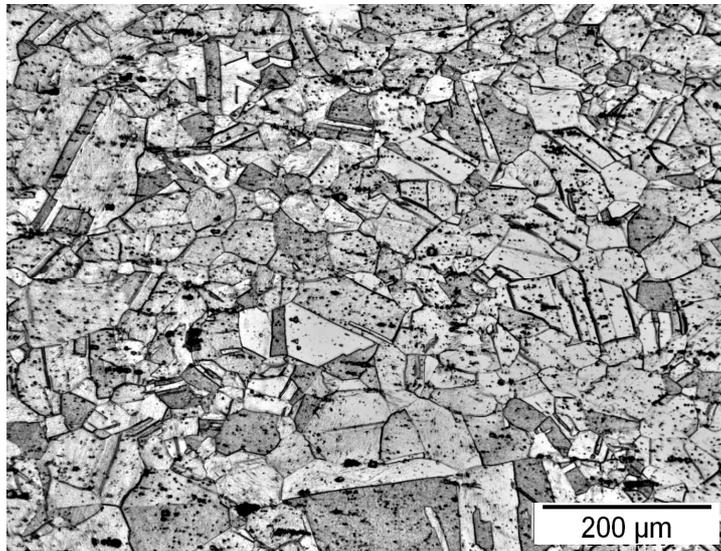


(a)

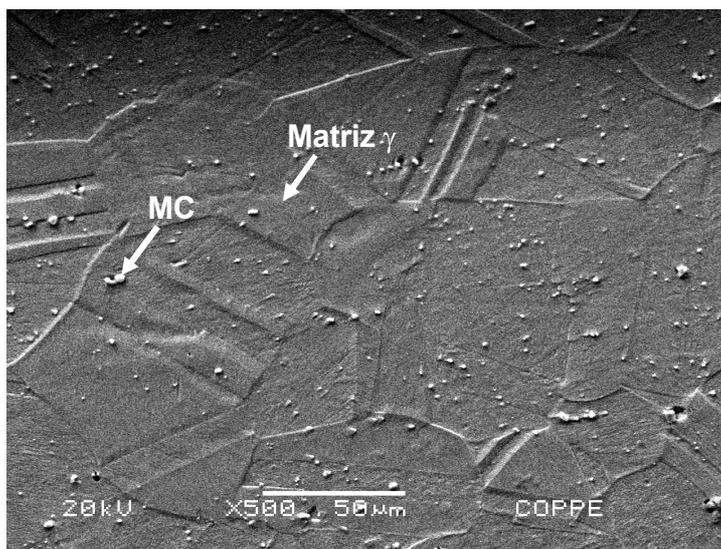


(b)

Figura 4.8: Micrografias (a) ótica (aumento nominal de 200x) e (b) eletrônica de varredura (aumento nominal de 500x) da amostra com 10% de redução de área.

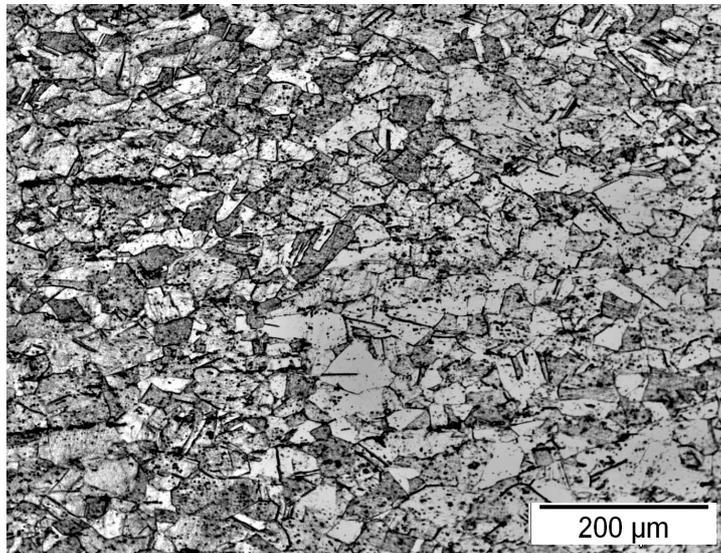


(a)

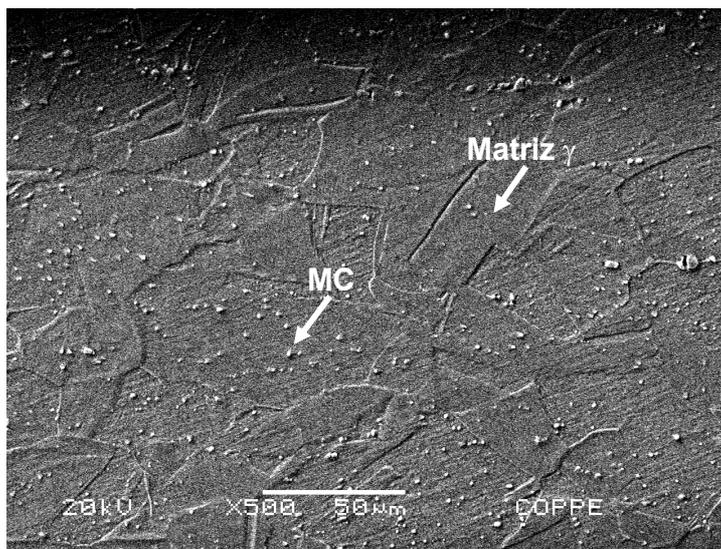


(b)

Figura 4.9: Micrografias (a) ótica (aumento nominal de 200x) e (b) eletrônica de varredura (aumento nominal de 500x) da amostra com 15% de redução de área.



(a)



(b)

Figura 4.10: Micrografias (a) ótica (aumento nominal de 200x) e (b) eletrônica de varredura (aumento nominal de 500x) da amostra com 20% de redução de área.

O espectro de EDS de um precipitado observado na amostra com 20% de redução de área é apresentado na figura 4.11. O mesmo espectro foi encontrado para as amostras com 10% e 15% de redução de área.

Foi observado que o espectro de EDS do precipitado dessa amostra apresenta picos de titânio e nióbio em diferentes proporções com relação ao espectro observado no material como recebido apresentado na figura 4.4. Isso ocorre porque os carbeto de titânio e nióbio obedecem a relação estequiométrica $Nb_xTi_{1-x}C$, portanto os carbeto podem apresentar diferentes frações de titânio e de nióbio.

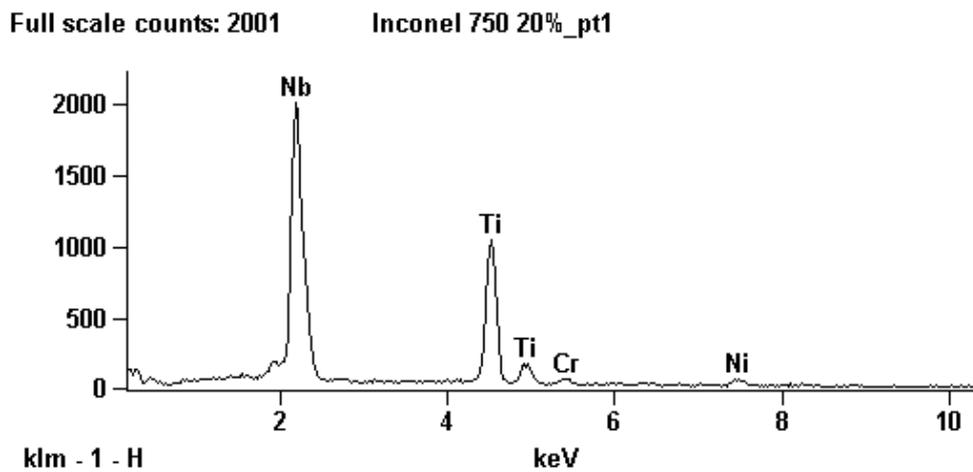
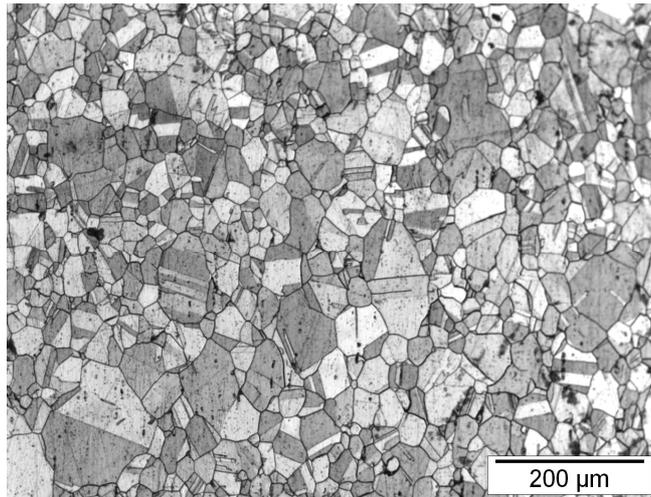


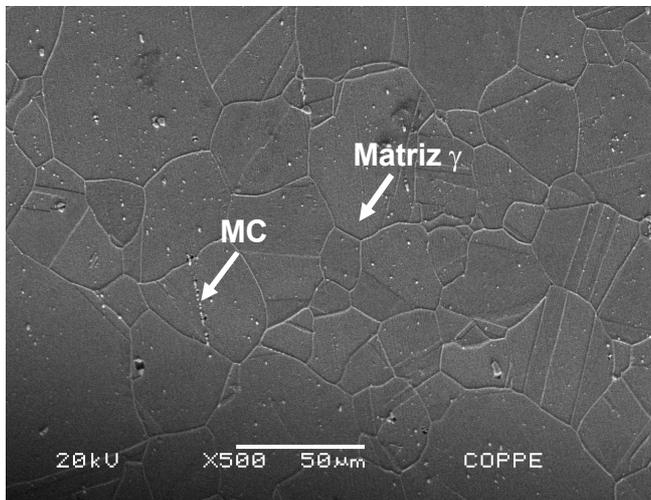
Figura 4.11: Espectro de EDS de um precipitado, carbeto de Ti e Nb, da amostra com 20% de redução de área.

Após Tratamento Térmico de Envelhecimento

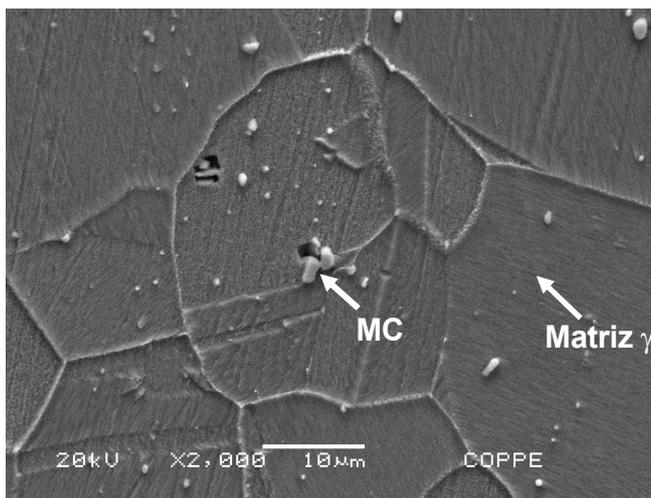
Após a última etapa de processamento, ou seja, o tratamento térmico de envelhecimento foi observado a recristalização parcial dos grãos deformados, finos precipitados dispersos na matriz e uma fina precipitação nos contornos de grão. As micrografias correspondentes a esta etapa são apresentadas nas figuras 4.12, 4.13 e 4.14.



(a)

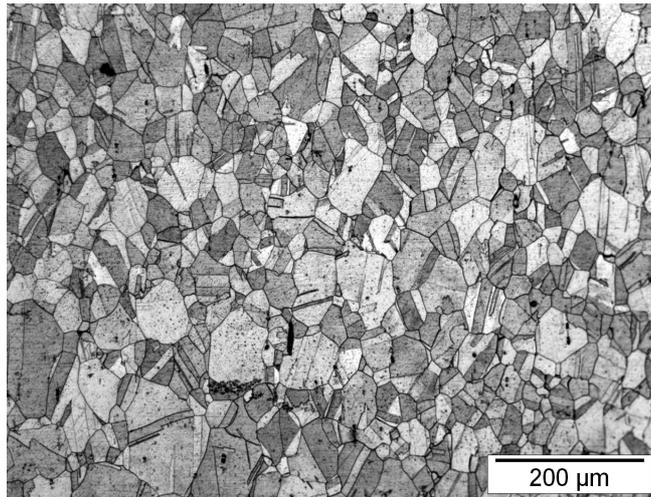


(b)

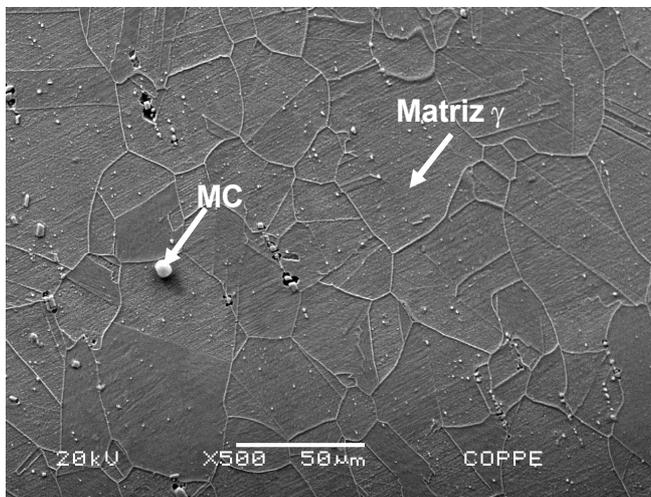


(c)

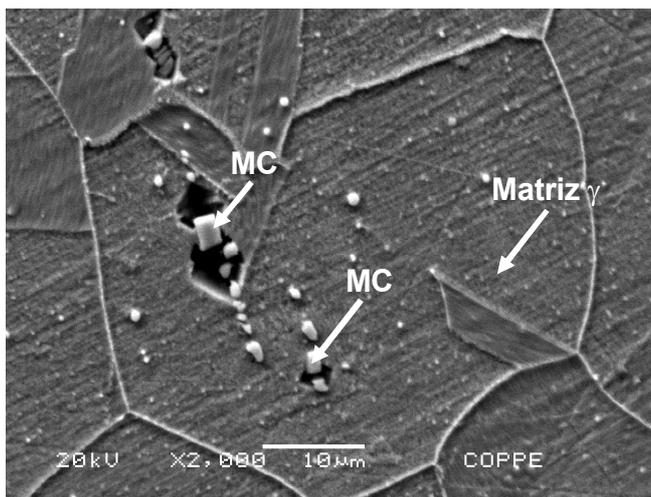
Figura 4.12: Micrografias (a) ótica (aumento nominal de 200x) e eletrônica de varredura (b) aumento nominal de 500x e (c) 2000x da amostra com 10% de redução de área, seguido de tratamento térmico.



(a)

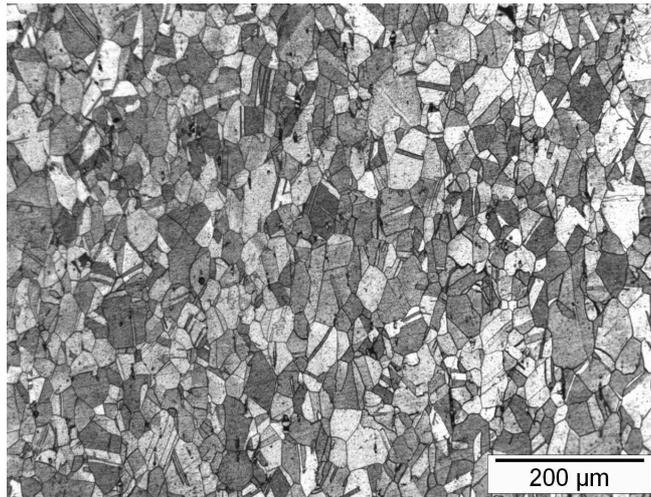


(b)

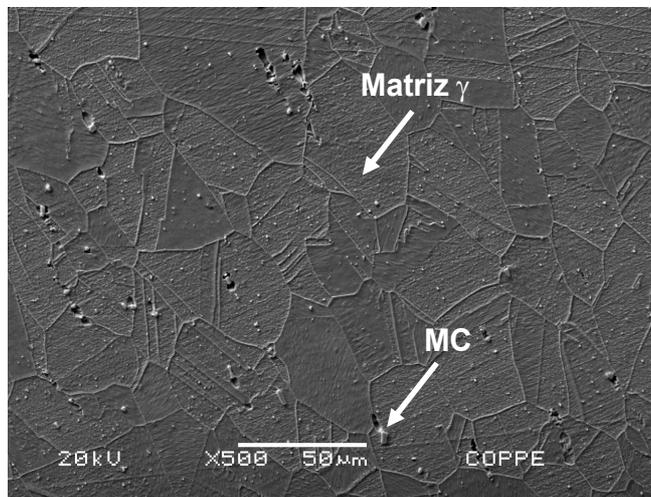


(c)

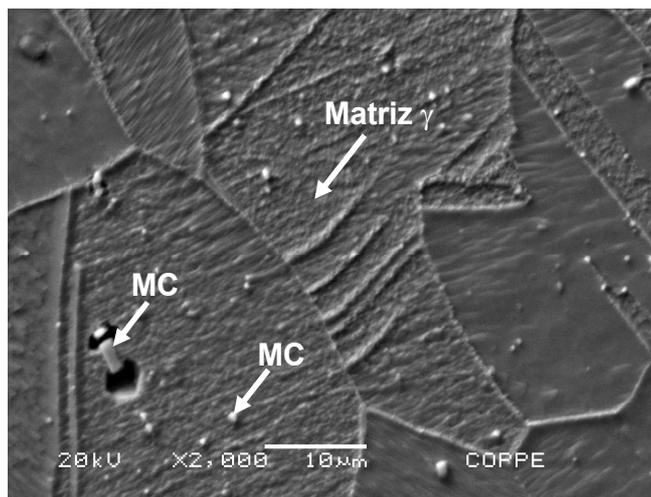
Figura 4.13: Micrografias (a) ótica e eletrônica de varredura (b) aumento nominal de 500x e (c) 2000x da amostra com 15% de redução de área, seguido de tratamento térmico.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.14: Micrografias (a) ótica e eletrônica de varredura (b) aumento nominal de 500x e (c) 2000x da amostra com 20% de redução de área, seguido de tratamento térmico.

Nas micrografias eletrônicas de varredura da amostra com 20% de redução de área, seguido de tratamento térmico, apresentadas nas figuras 4.14b e c foram observadas estruturas alongadas a partir do contorno de grão. Sugere-se que os mesmos correspondem a fase η , pois de acordo com estudos realizados por Zhao *et al.* [16] para o Inconel[®] 740, a fase η precipita em forma de agulhas nos contornos de grão após longos tempos de tratamento térmico. Além disso, o diagrama obtido com o software Thermo-Calc[®] prevê a presença da fase η na temperatura de trabalho, ou seja, 732°C.

Estudos realizados por Mishra *et al.* [8] para o Inconel[®] X-750 sugerem que a fase η se forma a partir da fase γ' após longos tempos de envelhecimento, devido a difusão do nióbio presente nas partículas MC, segundo:



Os espectros de EDS da matriz, de um carbeto presente no interior de em grão e dos precipitados nos contornos, comum às três amostras com diferentes graus de deformação nessa condição, são apresentados nas figuras 4.15, 4.16 e 4.17. O espectro de EDS do carbeto presente no interior do grão apresenta picos característicos de titânio e nióbio, o que permite identifica-los como carbeto MC de titânio e nióbio.

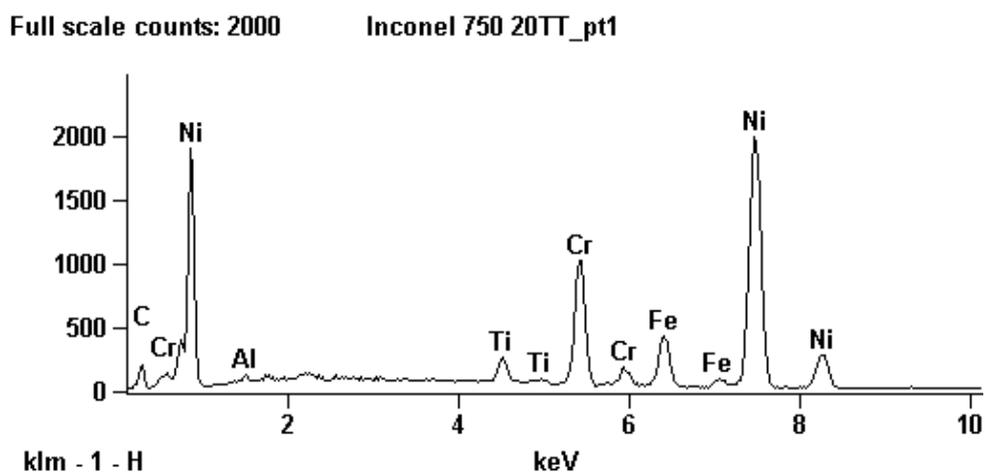


Figura 4.15: Espectro de EDS da matriz da amostra após redução de área, seguido de tratamento térmico.

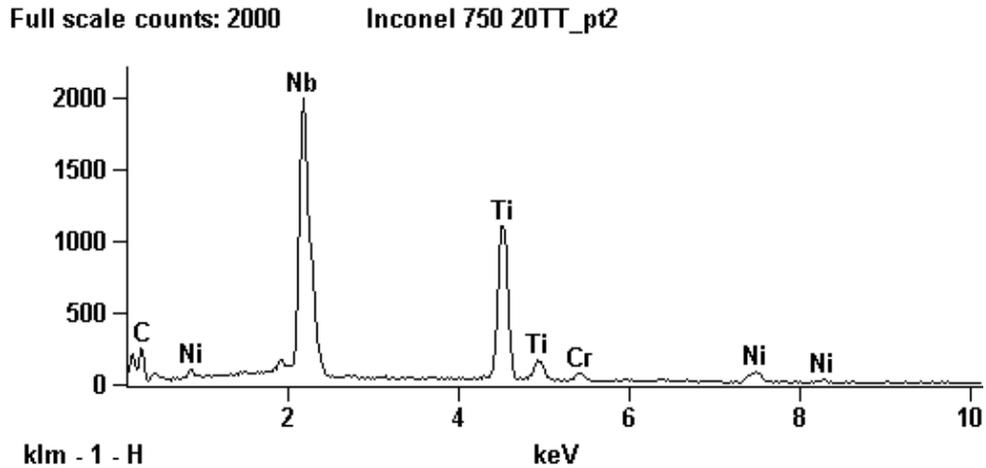


Figura 4.16: Espectro de EDS de um carbeto no interior do grão da amostra após redução de área, seguido de tratamento térmico.

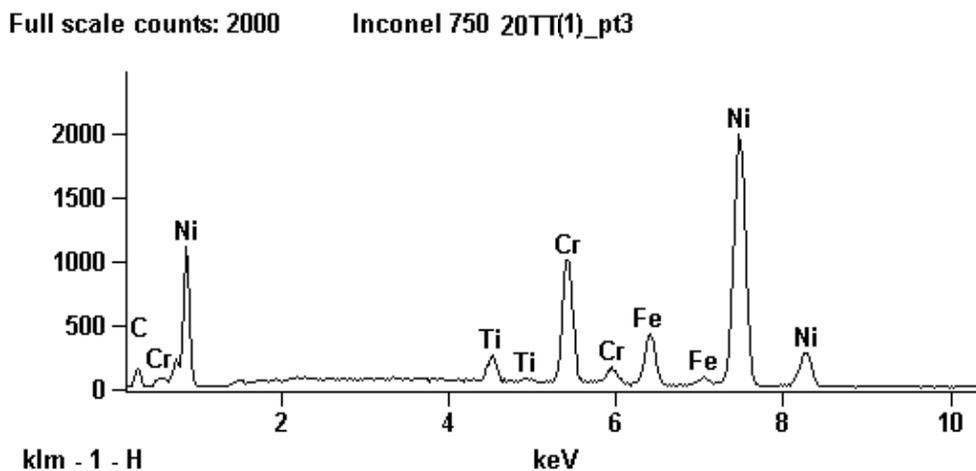


Figura 4.17: Espectro de EDS dos precipitados nos contornos de grão da amostra Após redução de área, seguido de tratamento térmico.

Apesar de o espectro de EDS realizado sobre os finos precipitados nos contornos de grão não apresentar o pico característico de cromo esperado, sugere-se que os mesmos se tratam de carbetos $M_{23}C_6$ ($Cr_{23}C_6$), pois segundo estudos realizados por e Miglin & Domian [5] e Mills [7,9], estes carbetos precipitam após o tratamento térmico de envelhecimento, porém o tamanho dos mesmos não permite a sua detecção por EDS.

Tamanho de Grão

A tabela 4.1 apresenta os resultados das medidas de tamanho de grão das amostras nas condições como recebido, solubilizadas e após o tratamento térmico de envelhecimento.

Tabela 4.1: Tamanho de grão das amostras em diferentes condições.

Condição		Tamanho de Grão (μm)
Como Recebido	7,94 mm	$56,64 \pm 3,71$
1ª etapa de trefilação seguida de solubilização	7,94 → 6,66 mm (30%)	$30,62 \pm 0,81$
	7,94 → 6,82 mm (26%)	$63,40 \pm 4,19$
	7,94 → 7,04 mm (21%)	$30,30 \pm 0,78$
2ª etapa de trefilação seguida de envelhecimento	6,66 → 6,30 mm (10%)	$34,48 \pm 1,70$
	6,82 → 6,30 mm (15%)	$33,62 \pm 1,55$
	7,04 → 6,30 mm (20%)	$31,70 \pm 1,18$

Através da análise dos tamanhos de grãos medidos pode-se constatar que as amostras submetidas a reduções de área de 30% (7,94 mm para 6,66 mm) e de 21% (7,94 mm para 7,04 mm) na primeira etapa de trefilação, apresentaram refino de grão após o tratamento de solubilização, pois a energia acumulada pela deformação induz uma intensa taxa de nucleação para recristalização.

Entretanto, a amostra que sofreu redução de 7,94 mm para 6,82 mm, ou seja, aproximadamente 26% de redução de área, foi aquecida no interior do forno no tratamento de solubilização, resultando em um tempo total de tratamento de aproximadamente 1 hora e 50 minutos. Este tempo foi suficiente para promover uma intensa recuperação, o que reduziu a força motriz para a recristalização, e um crescimento significativo do tamanho de grão, resultando na redução da resistência mecânica.

Embora a primeira etapa do processamento para adequar o diâmetro de partida para obter os graus de deformação finais planejados tenha resultado em diferentes tamanhos de grão, esta não possui influência no resultado final, pois as três amostras, após a segunda etapa de trefilação seguida de tratamento térmico de envelhecimento, apresentaram refino do tamanho de grão.

1.3. ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

As tabelas 4.2, 4.3 e 4.4 apresentam os resultados dos ensaios de dureza Vickers e tração.

Tabela 4.2: Resultados dos ensaios de tração e dureza Vickers para o arame que sofreu redução de área de 10%.

Condição	Dureza (HV)	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência a Tração (MPa)	Alongamento (%)
Como Recebido	208,75 ± 4,55	334,09 ± 6,15	800,94 ± 20,49	55,97 ± 1,31
Trefilação (1ª etapa)	358,90 ± 14,14	1162,67 ± 1,65	1170,18 ± 5,43	6,32 ± 0,14
Solubilizada	197,24 ± 6,75	337,72 ± 2,76	802,08 ± 1,01	53,86 ± 2,21
Trefilação (2ª etapa)	257,30 ± 9,46	642,26 ± 8,09	879,10 ± 4,67	31,08 ± 1,45
Envelhecida	364,50 ± 17,50	944,33 ± 4,96	1217,84 ± 2,80	18,83 ± 0,15

Tabela 4.3: Resultados dos ensaios de tração e dureza Vickers para o arame que sofreu redução de área de 15%.

Condição	Dureza (HV)	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência a Tração (MPa)	Alongamento (%)
Como Recebido	208,75 ± 4,55	334,09 ± 6,15	800,94 ± 20,49	55,97 ± 1,31
Trefilação (1ª etapa)	346,00 ± 10,90	1062,17 ± 6,04	1071,53 ± 3,56	6,89 ± 0,10
Solubilização	203,31 ± 18,80	309,49 ± 1,97	693,48 ± 21,89	54,37 ± 2,29
Trefilação (2ª etapa)	279,70 ± 17,23	746,00 ± 3,11	925,19 ± 3,74	26,31 ± 0,19
Envelhecida	378,90 ± 16,77	988,64 ± 2,30	1237,53 ± 1,18	18,32 ± 0,04

Tabela 4.4: Resultados dos ensaios de tração e dureza Vickers para o arame que sofreu redução de área de 20%.

Condição	Dureza (HV)	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência a Tração (MPa)	Alongamento (%)
Como Recebido	208,75 ± 4,55	334,09 ± 6,15	800,94 ± 20,49	55,97 ± 1,31
Trefilação (1ª etapa)	313,70 ± 21,96	1005,32 ± 56,83	1037,88 ± 35,51	10,02 ± 3,28
Solubilização	243,27 ± 13,91	359,10 ± 1,21	805,60 ± 4,11	50,17 ± 9,30
Trefilação (2ª etapa)	322,40 ± 26,30	962,65 ± 11,75	1021,58 ± 8,13	14,30 ± 1,33
Envelhecida	379,22 ± 16,94	1119,61 ± 5,77	1304,26 ± 0,46	15,11 ± 0,56

Na primeira etapa de trefilação, como esperado, os níveis de dureza, limite de escoamento e limite de resistência aumentaram com os graus de deformação, causando, conseqüentemente, uma ligeira redução de ductilidade.

Após o tratamento de solubilização, a microestrutura e as propriedades da liga foram recuperadas, alcançando-se o percentual de ductilidade, representado pelo alongamento, superior a 50%.

Da mesma forma, a segunda etapa de trefilação promoveu aumento dos níveis de dureza, limite de escoamento, limite de resistência e redução da ductilidade proporcionais aos graus de deformação.

Com o tratamento térmico de envelhecimento, é esperada a precipitação da fase endurecedora γ' que não é resolvida por microscopia ótica ou por microscopia eletrônica de varredura, portanto seria necessária a observação das amostras por microscopia eletrônica de transmissão para revelá-la. Porém, sua presença é evidenciada pelo ganho de resistência mecânica e dureza observados após este tratamento.

A análise das etapas de processamento envolvendo solubilização, segunda trefilação e envelhecimento permite particularizar a contribuição de cada uma delas para o ganho de resistência da liga, ou seja, a propriedade intrínseca do material após solubilização, o ganho devido ao encruamento proveniente da trefilação e o ganho devido ao tratamento térmico, o que pode ser descrito pela equação abaixo:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_\epsilon + \sigma_{\gamma'} \quad (\text{Eq. 4.2})$$

Logo, tomando os valores das tabelas 4.2 a 4.4, podemos escrever:

$$\sigma_{10\%} = 337,72 + 304,54 + 302,07 = 944,33 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. 4.3})$$

$$\sigma_{15\%} = 309,49 + 436,51 + 242,64 = 988,64 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. 4.4})$$

$$\sigma_{20\%} = 359,10 + 603,55 + 156,96 = 1119,61 \text{ MPa} \quad (\text{Eq. 4.5})$$

Observa-se que os valores de tensão limite de escoamento não obedecem a uma relação direta com o grau de deformação aplicado, porém esse fato é justificado pelo aquecimento da amostra que sofreu 15% de redução de área no interior do forno, o que promoveu uma redução da tensão limite de escoamento e do limite de resistência maior que a desejada.

Como esperado, a contribuição do ganho de resistência pela trefilação é proporcional ao grau de encruamento aplicado, ou seja, ao grau de redução de área. Em contrapartida, a contribuição do envelhecimento ao ganho de resistência reduz com o grau de pré-deformação.

Considerando que o endurecimento por deformação obedece uma relação linear do tipo $\sigma = \sigma_0 + \alpha G b \rho^{1/2}$ e que o endurecimento devido ao envelhecimento é uma relação exponencial do tipo $\sigma = K \epsilon^n$, os valores de tensão limite de escoamento das duas etapas *versus* a deformação aplicada foram plotados para ambas as relações. Os gráficos são apresentados nas figuras 4.18 e 4.19.

Observa-se que a contribuição do envelhecimento é cada vez menor, ocasionado em uma tensão limite de escoamento cada vez mais dependente do grau de encruamento, o que certamente não é bom para a tenacidade e para as propriedades de fadiga. Para graus de redução de área superiores a 25% a contribuição do envelhecimento para o ganho de resistência deixa de ser importante.

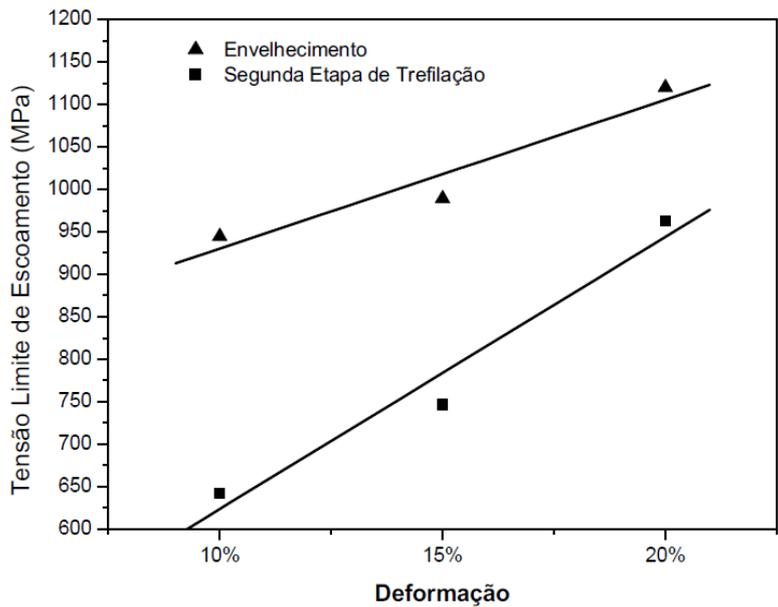


Figura 4.18: Gráfico de tensão limite de escoamento das etapas de segunda trefilação e tratamento de envelhecimento *versus* a deformação, obedecendo a relação linear.

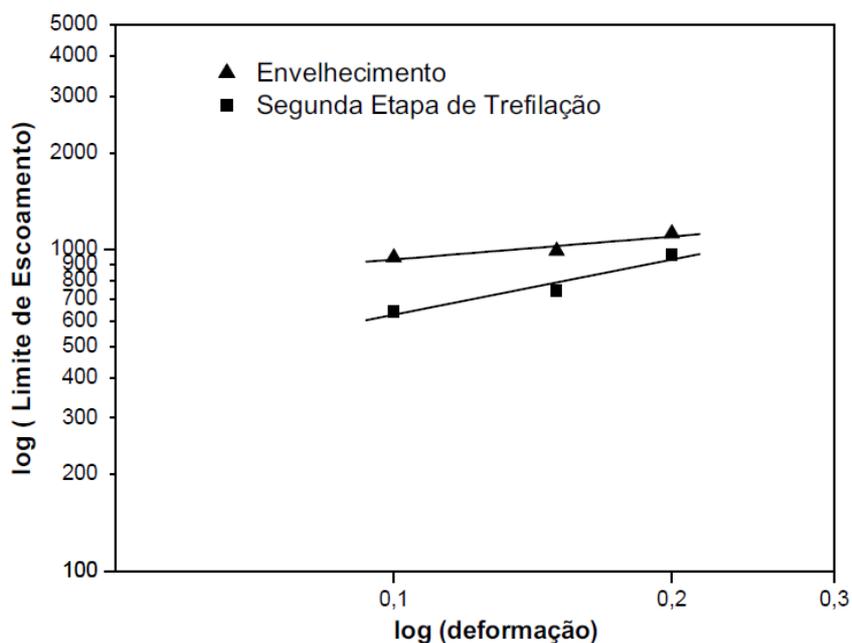


Figura 4.19: Gráfico de $\log \sigma \times \log \epsilon$ das etapas de segunda trefilação e tratamento de envelhecimento.

Além disso, foi observada uma redução significativa da ductilidade da amostra após ser submetida à rota de 20% de redução de área. Este fato pode estar associado à presença da fase η , pois sua formação é favorecida pela energia gerada pela deformação a frio e à sua presença é associada uma perda de ductilidade e uma redução da tensão limite de ruptura. [1]

A figura 4.20 apresenta o fluxograma que reúne os resultados do ensaio de tração e as medidas de dureza e de tamanho de grão das amostras do fio nas diferentes condições do processamento, de forma a facilitar a comparação dos resultados.

Sumário

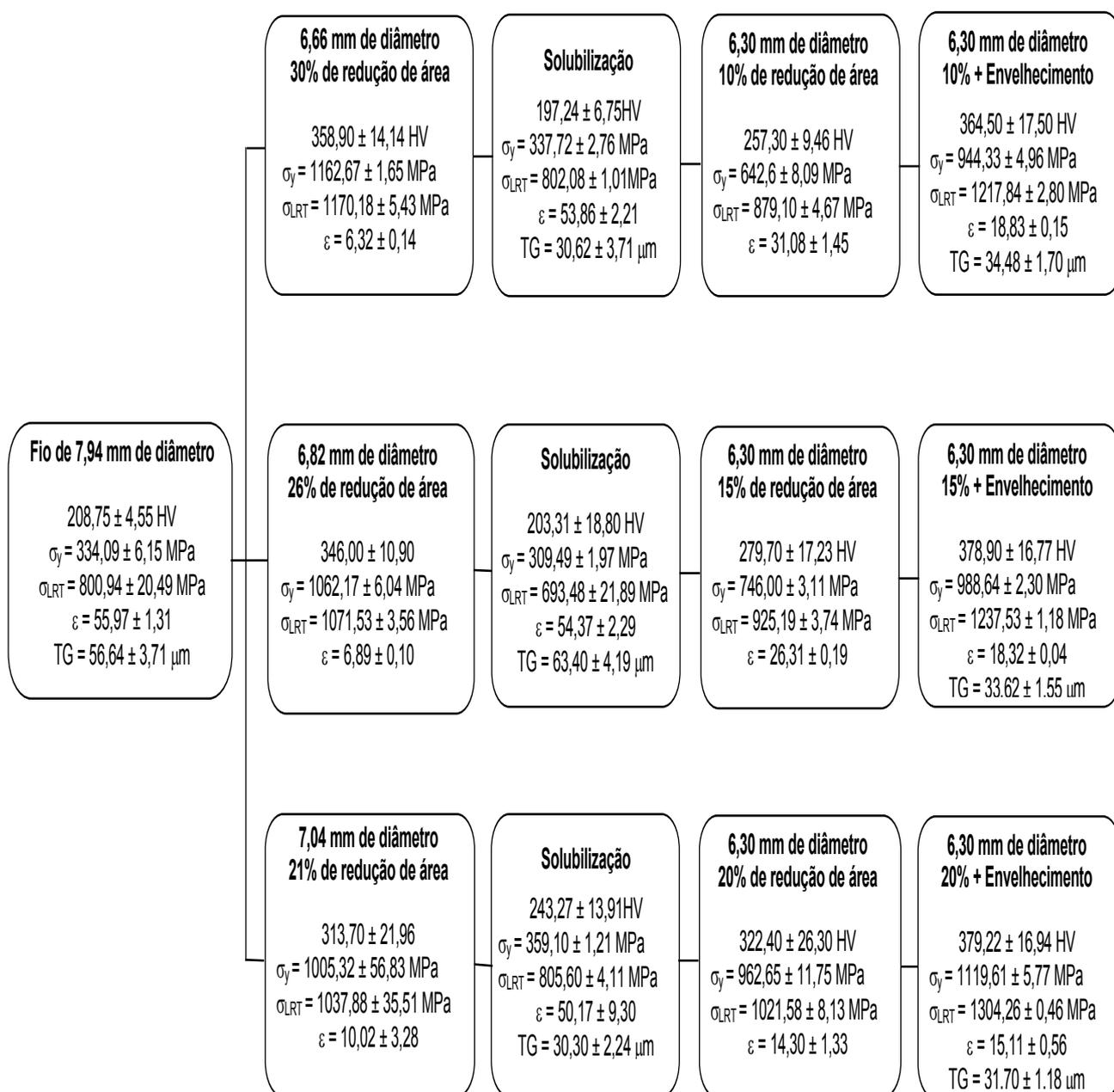


Figura 4.20: Fluxograma reunido os resultados do ensaio de tração e as medidas de dureza e de tamanho de grão das amostras do fio nas diferentes condições do processamento.

5. CONCLUSÃO

A norma AMS 5698G [18] apresenta como requisito da etapa de solubilização uma tensão limite de resistência mínima de 896MPa e máxima de 1138MPa para que após o tratamento térmico de envelhecimento seja alcançada uma tensão limite de resistência mínima de 1138MPa. Com os resultados apresentados podemos concluir que tal requisito não é necessário, pois apesar de a tensão mínima não ter sido alcançada na etapa de solubilização, todas as amostras alcançaram o requisito após segunda etapa de trefilação e envelhecimento.

Para fabricação de molas helicoidais é objetivada máxima resiliência, que, neste caso, é proporcional ao grau de deformação prévio ao tratamento de envelhecimento. Entretanto, é observado que a contribuição do tratamento térmico para o ganho de resistência mecânica da liga é reduzido com o grau de deformação e que para graus de redução de área superiores a 25% a contribuição do tratamento térmico deixa de ser importante, acarretando no prejuízo das propriedades de resistência à fluência e a ductilidade da liga.

Logo a recomendação da norma de um grau de redução em torno de 15% tem como objetivo aproveitar a melhor contribuição da deformação somada a contribuição do envelhecimento para ganho de resistência mecânica, mantendo níveis adequados de ductilidade.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros, sugere-se a utilização da técnica de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para a comprovação da existência da fase endurecedora γ' e a melhor identificação dos carbeto $M_{23}C_6$ ($Cr_{23}C_6$), pois a fase γ' não é resolvida por microscopia ótica ou por microscopia eletrônica de varredura e as dimensões dos carbeto não permitem a identificação por espectro de EDS do MEV.

Além disso, seria interessante a confecção das molas com os arames de diferentes graus de redução de área para estudar a influência do grau de deformação e do tratamento térmico na constante elástica da mola e em sua vida em fadiga.

7. REFERÊNCIAS

1. SIMS, C.T.; HAGEL, W.C.; The Superalloys; John Wiley & Sons, New York, 1972.
2. ASM SPECIALITY HANDBOOK – Nickel, Cobalt and their alloys, Materials Park, Ohio, ASM international, 2000.
3. www.infomet.com.br/metais-e-ligas/niquel, acesso em 07.06.2010.
4. D. FERREÑO, I. GORROCHATEGUI, L. SÁNCHEZ, F. GUTIÉRREZ-SOLANA; Optimization of heat treatment for improvement of IGSCC properties of X-750 alloy, 2004.
5. M. T. MIGLIN, H. A. DOMIAN, Microstructure and Stress Corrosion Resistance of Alloy X750, 718, and A286 in Light Water Reactor Environments, 1987.
6. W. J. MILLS, M. R. LEBO, J. J. KEARNS, Inhibition of Stress Corrosion Cracking of Alloy X-750 by Prestrain, 1997.
7. W. J. MILLS; The Deformation and Fracture Characteristics of Inconel X-750 at Room Temperature and Elevated Temperatures, 1979.
8. B. MISHRA, A. K. SINHA, J. J. MOORE; Effect of Single Aging on Microstructure and Impact Property of Inconel X-750, 1984.
9. W. J. MILLS; Effect of Temperature on the Fracture Toughness Behavior of Inconel X-750, 1981.
10. DOUGLAS M. SYMONS; The Effect of Hydrogen on the Fracture Toughness of Alloy X-750 at Elevated Temperatures, 1998.
11. XIAOWEI WU, ROOP SINGH CHANDEL, SEOW HONG PHEOW, HANG LI; Brazing of Inconel X-750 to stainless steel 304 using induction process, 2000.

12. J. A. DEL VALLE, A. C. PICASSO, I. ALVAREZ, R. ROMERO; Age-hardening Behavior of Inconel X-750 Superalloy, 1999.
13. J. A. DEL VALLE, A. C. PICASSO, R. ROMERO; Work-hardening in Inconel X-750: Study of Stage II, 1988.
14. XIAOWEI WU, R. S. CHANDEL, HAND LI, H. P. SEOW, SHICHUN WU; Induction Brazing of Inconel 718 to X-750 using Ni-Cr-Si-B Amorphous Foil, 2000.
15. BROOKS, R. CHARLIE; Heat Treatment Structure and Properties of nonferrous Alloys, 2nd Edition, 1984.
16. S.Q. ZHAO, Y. JIANG, J.X. DONG AND X.S. XIE; Experimental Investigation and Thermodynamic Calculation on Phase Precipitation of Inconel 740, 2006.
17. D. WANG, J. ZHANG, L. H. LOU; Formation and Stability of Nano-scaled $M_{23}C_6$ Carbide in a Directionally Solidified Ni-based Superalloy, 2009.
18. AEROSPACE MATERIAL SPECIFICATION (AMS 5698G). Nickel Alloy, Corrosion and Heat-Resistant, Wire 72Ni – 15.5Cr – 0.95Cb – 2.5Ti – 0.70Al – 7.0Fe, N°1 Temper, Precipitation Hardenable, 2003.
19. THE SPRING RESEARCH ASSOCIATION, Helical Springs, Oxford University Press.
20. A. PICASSO, A. SOMOZZA, A. TOLLEY; Nucleation, growth and coarsening of γ' -precipitates in a Ni-Cr-Al-based commercial superalloy during artificial aging, Journal of Alloys and Compounds, 2009.
21. Y.Y.QIU; The splitting behavior of γ' particules in Ni-based alloys; 1998.
22. SGNIESZKA M. WUSATOWSKA-SARNEK, MARTIN J. BLACKBURN, MARK AINDOW; Techniques for Microstructural Characterization of Powder-processed Nickel-based Superalloys, 2003.

23. J. A. DEL VALLE, R. ROMERO, A. C. PICASSO; Stress Saturation in a Nickel-base Superalloy, Under Different Aging Treatments, 2001.
24. H. K. D. H. BHADESHIA; Nickel Based Superalloys; University of Cambridge.
25. UI TONG, WANG JI-JIE, GUAN REN-GUO, CHEN LI-QING, ZHAO GUANG-PU, YANG HONG-CAI; Microstructures Evolution of a Ni-Base Superalloy After Long-Term Aging at 750°C, 2007.
26. GEORGE E. DIETER; Metalurgia Mecânica. 2ª Edição, Ed. Guanabara Koogan S.A., 1981.
27. WILLIAN D. CALLISTER; Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução; 5ª edição; 2002.
28. MERICAN STANDARD TEST METHODS (ASTM E8M). Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric), 2008.