



INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO EM CICLOS DE
DEFORMAÇÃO POR TREFILAÇÃO E SOLUBILIZAÇÃO NO
DESENVOLVIMENTO DA MESOTEXTURA E NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS NA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Luiz Maurício Barreto de Azevedo

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Rio de Janeiro
Fevereiro de 2019

INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO EM CICLOS DE
DEFORMAÇÃO POR TREFILAÇÃO E SOLUBILIZAÇÃO NO
DESENVOLVIMENTO DA MESOTEXTURA E NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS NA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Luiz Maurício Barreto de Azevedo

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE)
DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM
CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Leonardo Sales Araújo, D Sc.

Prof. Rafaella Martins Ribeiro, D Sc.

Prof. Matheus Campolina Mendes, D Sc.

Prof. Cilene Labre Alves da Silva, D Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
FEVEREIRO DE 2019

Azevedo, Luiz Maurício Barreto de

Influência do processamento termomecânico em ciclos de deformação por trefilação e solubilização no desenvolvimento da mesotextura e nas propriedades mecânicas na superliga de níquel 718 / Luiz Maurício Barreto de Azevedo. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

XIII, 81 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 71-76.

1. Mesotextura. 2. Liga de níquel 718. 3. Trefilação. I. Araújo, Leonardo Sales. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

*Aos meus pais e irmã, José Maurício, Mônica Helena e Sarah Helena
Por me fazerem entender que não há vitória sem luta.
À minha noiva Tatiana, pelo suporte emocional,
incentivo nas horas em que tudo parecia perdido e compreensão.*

Eu dedico este trabalho

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Professor Dr. Leonardo Sales Araújo pela oportunidade e confiança que me foi dada para realização desta pesquisa. Além disso, pelos desafios diários, os quais me fizeram perceber que posso chegar aonde nunca imaginei.

Aos professores Durval Rodrigues Jr. (USP), Matheus Campolina (CEFET/RJ), Luiz Henrique de Almeida e aos alunos Eleazar (mestrado/USP) e Matheus Porto (graduação/UFRJ) pelo apoio no desenvolvimento desta pesquisa.

Aos integrantes do laboratório de propriedades mecânicas da COPPE pela troca de conhecimento constante durante o período deste trabalho.

Ao PEEM/COPPE/UFRJ pelos docentes e funcionários, além da infraestrutura e todo aprendizado. Em especiais aos técnicos Seu Oswaldo e Robson pela ajuda na parte experimental.

Aos amigos da sala da pós-graduação: Alexandre, Arthur, Caíque, Davi, Erick, Emanuel, Mahyar, Mara, Marcelle, Paulinho, Pedro, Werley e Ketly pelas conversas de mais alto nível e pelas longas sessões intensivas de café.

À Capes pelo auxílio financeiro durante os dois anos de pesquisa.

À todos que contribuíram direta ou indiretamente para a viabilidade e realização deste trabalho.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

INFLUÊNCIA DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO EM CICLOS DE
DEFORMAÇÃO POR TREFILAÇÃO E SOLUBILIZAÇÃO NO
DESENVOLVIMENTO DA MESOTEXTURA E NAS PROPRIEDADES
MECÂNICAS NA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Luiz Maurício Barreto de Azevedo

Fevereiro/2019

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A superliga 718 é uma liga a base de níquel endurecida majoritariamente por precipitação das fases γ' e γ'' . Esta liga é normalmente utilizada pelas indústrias: aeroespacial, nuclear e petroquímica por apresentar a manutenção das propriedades mecânicas desde a temperatura ambiente até aproximadamente 650°C. A literatura reporta que, para mitigar defeitos intergranulares sem comprometer as propriedades mecânicas, utiliza-se tratamentos termomecânicos iterativos para otimizar a mesotextura, de forma que haja um aumento na fração de contornos $\Sigma 3^n$ aliado com o refino do grão. Contudo, as pesquisas são feitas em sua maioria com chapas laminadas. Portanto, o objetivo deste trabalho é estudar e propor uma rota termomecânica com trefilação de fios da superliga 718, e verificar se é possível atingir uma microestrutura com elevada fração de contornos $\Sigma 3^n$. Para isso foram propostas quatro rotas com a mesma escala de deformação seguidas de solubilização sub-solvus δ e super-solvus δ . A caracterização da mesotextura foi feita através da técnica de EBSD. A precipitação da fase δ foi observada por MEV e quantificada por análise de imagem e a caracterização mecânica foi feita através de ensaio de tração e medidas de dureza. Os resultados evidenciaram que é possível, através da trefilação, alcançar uma microestrutura com alta fração de contornos $\Sigma 3^n$. O modo de deformação da trefilação provocou uma heterogeneidade na distribuição destes contornos.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

INFLUENCE OF THE THERMOMECHANICAL PROCESSING BY WIRE
DRAWING AND ANNEALING CICLES IN MESOTEXTURE AND MECHANICAL
PROPRIERTIES OF NICKEL SUPERALLOY 718

Luiz Maurício Barreto de Azevedo

February/2019

Advisor: Leonardo Sales Araújo

Department: Metallurgical and Materials Science Engineering

Superalloy 718 is a precipitation hardened nickel-based alloy. This alloy is commonly used for aerospace, nuclear and offshore industries because it maintains the mechanical properties almost unaltered from room temperature to 650°C. Iterative thermomechanical treatments are used to enhance the fraction of $\Sigma 3^n$ allied with refined microstructure and consequently mitigate intergranular defects without compromising mechanical properties. Nevertheless, researches in this area are made mainly using cold rolling deformation for plates. Therefore, the aim of this work is to study and propose an iterative thermomechanical route using wire-drawing and annealing heat treatment and verify if it is possible to achieve a CSL microstructure. For this goal, four routes were proposed with the same strain level followed by sub-solvus δ and super-solvus δ annealing heat treatment. The characterization of grain boundary distribution was performed by EBSD analysis. The δ phase precipitation was observed by SEM and its quantification was performed by image analysis. Tensile tests at room temperature and hardness measurements were performed in order to evaluate the mechanical properties. The results show that, through processing route, was possible to achieve a high fraction of $\Sigma 3^n$ boundaries. The wire drawing induced a heterogeneous distribution of this boundaries.

ÍNDICE

1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 A SUPERLIGA DE NÍQUEL 718	3
2.1.1. Fases presentes	3
2.1.2- Processamento termomecânico	8
2.1.2.1- Homogeneização da liga	8
2.1.2.2-Processo de trefilação.....	8
2.1.2.3 Cálculo da deformação no fio.....	11
2.1.2.4 Parâmetro Δ	12
2.1.2.5 Microestrutura de materiais trefilados	13
2.1.2.6 Defeito central ponta de flecha (Chevrons).....	15
2.2 MESOTEXTURA	18
2.2.1 Contornos de grão	18
2.2.2 Distribuição característica dos contornos de grão (DCCG)	20
2.2.3 Modelo de sítios de coincidência (CSL)	21
2.2.4 Pontos triplos	23
2.4.5 Mecanismos na distribuição característica dos contornos de grão.	24
3 MATERIAS E MÉTODOS	28
3.1 MATERIAL COMO RECEBIDO	28
3.2 PROCESSAMENTO DO MATERIAL	28
3.2.1 Trefilação	29
3.2.2 Solubilização	31
3.2.3 Envelhecimento	32
3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS	33
3.3.1 Ensaio de tração	33
3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	34

3.4.1	Preparação metalográfica	34
3.4.2	Quantificação da fração de fase δ	34
3.4.3	Análise da superfície de fratura (longitudinal)	35
3.4.4	Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	35
3.4.5	Tamanho de grão	35
3.4.6	Pós Processamento dos dados de EBSD	36
3.4.7	Fração de pontos triplos	36
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
4.1	ANÁLISE DA HETEROGENEIDADE DA DEFORMAÇÃO NO MATERIAL. .	37
4.1.1	Análise do parâmetro Δ	37
4.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	38
4.2.2	Análise da precipitação de fase δ e sua influência no tamanho de grão	38
4.2.3	Análise da mesotextura	41
4.3	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	61
4.3.1	Propriedades mecânicas	61
4.3.2	Análise do defeito no processamento	67
5	CONCLUSÕES	69
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	70
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	71

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- a) Microestrutura da superliga de Níquel 718 com as fases γ'' e γ' b) Detalhe das morfologias das fases γ'' e γ' . Adaptado de [20].	4
Figura 2-Cristalografia da fase γ'' (a) célula unitária, (b) planos compactos [23].	5
Figura 3- Micrografias em MEV da superliga de Níquel 718 mostrando a presença de precipitados de a) γ'' e b) δ . Adaptado de [25].	6
Figura 4- Carbetos precipitados no contorno de grão de uma superliga de Níquel 718 Adaptado de [29].	7
Figura 5-a) Morfologia da fase de laves cercada das fases γ'' e γ' em uma superliga de níquel 718. b) morfologia da fase δ [30].	7
Figura 6-Principais rotas de processamento da superliga de níquel 718. Adaptado de [31].	8
Figura 7- Esquema das tensões atuantes durante a trefilação. Adaptado de [34].	9
Figura 8- Representação geométrica de uma fieira. Adaptado de [36].	10
Figura 9- distribuição da deformação com a variação do ângulo de trabalho. Adaptado de [40].	13
Figura 10- Maclas de deformação formadas na trefilação sendo utilizadas como indicativo de deformação. Adaptado de [41].	14
Figura 11- Comparação do tamanho de grão entre centro e superfície de um fio de cobre. Adaptado de [42].	15
Figura 12- Trinca ponta de flecha, adaptado de [44].	16
Figura 13- Condição para defeito ponta de flecha. Adaptado de [43].	16
Figura 14-Diagrama de precipitação-tempo-temperatura com tensão para a superliga de Níquel 718. Adaptado de [15].	17
Figura 15- Gráfico Energia do contorno de grão x Desorientação entre os grãos. Adaptado de [48].	19
Figura 16- a) Contorno de macla coerente, b) Incoerente e c) Relação entre a energia e a coerência entre os grãos. Adaptado de [48].	20
Figura 17- a) dois reticulados vizinhos b) Representação 2D de uma interpenetração de dois reticulados, mostrando como a desorientação de $36,9^\circ$ leva à criação de um $\Sigma 5$ CSL. Adaptado de [53].	22
Figura 18- Esquema da teoria da percolação e classificação dos pontos triplos a) 0 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (não especial) b) 1 contorno do tipo $\Sigma 3^n$ (não especial) c) 2 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (especial) d) 3 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (especial).	24

Figura 19- Aumento da fração de contornos $\Sigma 3^n$ coincidente com o aumento da fração de grãos recristalizados. Adaptado de [65].	26
Figura 20- Mecanismo de aumento da fração de contornos $\Sigma 3^n$ por recristalização. Adaptado de [50].	26
Figura 21- Esquema de interação entre os contornos. Adaptado de [63].	27
Figura 22- Rotas de processamentos termomecânicos efetuadas no presente trabalho.	29
Figura 23 - Trefila de bancada reta de único passe.	30
Figura 24- Fieiras utilizadas para a trefilação do material deste trabalho	30
Figura 25- Geometria das fieiras utilizadas nos passes de trefilação	31
Figura 26- Forno horizontal tubular utilizado para os tratamentos térmicos de solubilização deste trabalho.	32
Figura 27- Gráfico Temperatura x tempo do tratamento térmico de envelhecimento feito nos fios trefilados.	33
Figura 28- a) Imagem de MEV em modo retroespalhado para estimativa de fração de fase δ na Rota SD b) Histograma de 8 bits e imagem gerada pelo software image J c) Imagem binarizada após o tratamento de imagem.	38
Figura 29- relação entre precipitação de fase δ e tamanho de grão da matriz.	40
Figura 30- a) Distribuição característica dos contornos de grão da amostra como recebida e b) Figura de polo inverso da amostra como recebida	42
Figura 31 Figura de polo inverso da rota A a) Centro b) Borda	43
Figura 32- Figura de polo inverso da rota B a) Centro b) Borda	44
Figura 33- Figura de polo inverso da rota C a) Centro b) Borda	45
Figura 34 Figura de polo inverso da rota D a) Centro b) Borda	46
Figura 35- Distribuição característica dos contornos de grão da rota A a) Centro b) Borda	47
Figura 36- Distribuição característica dos contornos de grão da rota B a) Centro b) Borda	48
Figura 37- Distribuição característica dos contornos de grão da rota C a) Centro b) Borda	49
Figura 38- Distribuição característica dos contornos de grão da rota D a) Centro b) Borda	50
Figura 39- Fração de contornos especiais na borda.	51
Figura 40- Fração de contornos especiais no centro.	51

Figura 41 – KAM5° da rota EA a) No centro b) Na borda	55
Figura 42- KAM5° da rota EB a) No centro b) Na borda	56
Figura 43- KAM5° da rota EC a) No centro b) Na borda	57
Figura 44- KAM5° da rota ED a) No centro f) Na borda	58
Figura 45- GOS 2° das amostras a) EA centro b)EA borda c) EB centro d) EB borda e)EC centro f) EC borda g) ED centro h) ED borda.....	59
Figura 46- Relação entre média de fração de contornos especiais e média de fração de grãos recristalizados.	60
Figura 47- Limite de escoamento com o dobro do desvio padrão de todas as rotas.	64
Figura 48- Limite de resistência com desvio padrão de todas as rotas.....	64
Figura 49- MEV da região da fratura da amostra SA, evidenciando a presença de fase δ na fratura do material.....	65
Figura 50- MEV da região da fratura da amostra SB evidenciando a presença de carbetos de nióbio e fase δ próximos a fratura	65
Figura 51-MEV da região da fratura da amostra SC, evidenciando tanto a fase δ quanto NbC atuando como nucleadores de defeitos.....	66
Figura 52- MEV da região da fratura da amostra SD, evidenciando tanto a fase δ quanto NbC atuando como nucleadores de defeitos.....	66
Figura 53- Defeito ocorrido durante o processamento.	67
Figura 54- Critérios de segurança para nucleação do defeito Chevron aplicados para o processamento deste trabalho.	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1-Faixa de composição química da superliga 718 (% em peso). Adaptado de [15]	3
Tabela 2- Principais elementos formadores de carbetos e suas respectivas estequiometrias. Adaptado de [15]	6
Tabela 3- Composição química das amostras em % peso (fornecido pelo fabricante).	28
Tabela 4- Reduções dos diâmetros, Reduções das áreas e deformações dos fios durante o processamento	28
Tabela 5- Identificação das amostras retiradas após o processamento	29
Tabela 6- Cálculo do parâmetro Δ para as reduções feitas nas rotas	37
Tabela7- fração de fase δ e tamanho de grão discriminados entre borda e centro.	39
Tabela 8- Média das frações de contornos especiais e razão de pontos triplos	51
Tabela 9- Estimativa de grãos recristalizados através do GOS $<2^\circ$ pela fração de área.	60
Tabela 10-Propriedades mecânicas das amostras para as diferentes rotas.	61
Tabela11- Dureza Vickers das rotas envelhecidas	65

1 INTRODUÇÃO

As superligas são materiais que se destacam por sua capacidade de trabalhar em condições de temperaturas elevadas, meios corrosivos e esforços mecânicos durante longos períodos de tempo. São baseadas nas famílias VIII, IX e X dos elementos da tabela periódica e, usualmente, consistem de várias combinações entre níquel, ferro, cobalto e cromo. Também se encontram em menores proporções os elementos: tungstênio, molibdênio, tântalo, nióbio, titânio e alumínio. As três classes principais de superligas são a base de níquel, ferro e cobalto [1,2].

Dentre estas superligas, aquela conhecida como Inconel 718¹ é a mais utilizada. A sua fabricação pode ser feita pelos processos de: fundição, metalurgia do pó ou processos termomecânicos como: laminação, trefilação, extrusão, forjamento, dentre outros. Esta liga, que é endurecida por precipitação controlada, combina boa resistência à corrosão com alta resistência mecânica. Em função disto, a liga 718 possui um amplo conjunto de aplicações, sendo normalmente empregada em turbinas a gás, motores de foguetes, palhetas de turbina de avião, matriz de extrusão, dentre outros. Devido a estas demandas industriais, muitos dos componentes desta liga apresentam alta complexidade geométrica, com precisão nas tolerâncias dimensionais aliada a boas propriedades mecânicas [3-5].

Por outro lado, a liga 718 possui problemas relacionados a fenômenos de degradação intergranular. Segundo REZENDE *et al.* [6], essa liga apresenta perda de ductilidade quando sofre deformação em temperaturas acima de 600°C, relacionada ao mecanismo de *Oxidation Assisted Intergranular Cracking* (OAIC), que por sua vez, ocorre devido à afinidade do nióbio presente nos contornos de grão com o oxigênio. Além desse, outros trabalhos como os de TONGWEI *et al.* [7] e JOTHI *et al.* [8] também associam diminuições em propriedades mecânicas devido à atuação de mecanismos intergranulares.

Em razão destes problemas, algumas técnicas são propostas para minimizar as limitações desta liga. Dentre estas, está o controle da distribuição característica dos contornos de grão (DCCG). Esta técnica se baseia no processamento termomecânico em materiais com baixa energia de falha de empilhamento, que tendem à formação de maclas de recozimento, para aumentar a fração dos contornos do tipo $\Sigma 3^n$ ($n=1,2,3$). Este processo

¹Inconel 718 é marca registrada da Special Metals Corporation

consiste na substituição de contornos aleatórios, de alta energia, pelos contornos de baixa energia. À DCCG é atribuída melhoras na resistência a fenômenos deletérios, como: corrosão intergranular, fragilização por hidrogênio, dentre outros [3,8].

No entanto, LI *et al.* [9] reportam que, para a liga 718, o controle da DCCG tem associado à si, o crescimento dos grãos devido ao tratamento térmico de solubilização feito entre os passes de deformação. Os tempos de solubilização podem variar dependendo da técnica, sendo os mais comumente reportados na literatura entre 15 e 90 minutos. Portanto, segundo os autores, há uma complexidade no controle das variáveis que influenciam em parâmetros microestruturais dessa liga.

Devido a isto, MEDEIROS *et al.* [10] reportam que o controle da DCCG pode ser aliado à precipitação da fase δ . Este trabalho mostra uma melhora na ductilidade da liga 718 quando a mesma sofreu ciclos de laminação seguidos de reaquecimento, com temperaturas acima e abaixo da linha *solvus* δ . A precipitação interpasso desta fase nos contornos de grão indica um refino no tamanho de grão final, sem que ocorra notória diminuição da fração de contornos de baixa energia. Todavia, não é disseminado na literatura se, em processos com modos de deformação diferentes da laminação, como o de trefilação por exemplo, há o desenvolvimento da DCCG.

Portanto, o objetivo deste trabalho é estudar e propor uma rota que otimize as propriedades mecânicas deste material fazendo o controle da sua DCCG concomitante com precipitação da fase δ por meio de trefilação. Para isto, propõem-se quatro diferentes rotas de trefilação seguidas de tratamentos térmicos de solubilização abaixo e acima da linha *solvus* δ e envelhecimento de fios da superliga 718.

Para tal, foram realizados tratamentos termomecânicos de trefilação seguido de solubilização e, posteriormente, envelhecimento. Além disso, foram utilizadas as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e, associado a esta, a difração de elétrons retroespalhados (EBSD). As propriedades mecânicas à temperatura ambiente deste material foram determinadas por ensaio de tração uniaxial e dureza. Com este conjunto de técnicas, é possível observar que em apenas uma das rotas há um significativo aumento na fração de contornos especiais. Este aumento, portanto, não aparenta influenciar nas propriedades mecânicas na condição envelhecida (condição de trabalho). Contudo, não foi possível aliar uma microestrutura refinada com alta fração de contornos $\Sigma 3^n$. Além disso, há indícios de que o processo de trefilação induz uma heterogeneidade de deformação, sendo a borda do fio mais deformada quando comparada ao centro.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 A SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

A superliga 718 é a principal liga à base de níquel. Este material tem diversas aplicações na indústria do petróleo, nuclear, mas é usado predominantemente na indústria aeroespacial devido à grande resistência a corrosão e oxidação, alta resistência mecânica e longa vida à fluência [11,12].

Uma das propriedades que gera interesse na utilização desta superliga é manter a resistência mecânica quase inalterada por longos períodos em temperaturas até 650°C. Devido a isso, a mesma é comumente utilizada na seção quente dos motores à jato. Esta liga possui uma boa soldabilidade e apresenta boa ductilidade em baixas temperaturas [12-14]. Na Tabela 1 é apresentada a faixa de composição química da superliga 718.

Tabela 1-Faixa de composição química da superliga 718 (% em peso). Adaptado de [15]

	Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C
min	50	17	4,75	2,8	0,65	0,2	0	0
max	55	21	5,5	3	1,15	0,8	1	0,08
	Mn	Si	P	S	B	Cu	Fe	
min	0,35	0	0	0	0	0	11,7	
max	0,35	0,35	0,015	0,015	0,006	0,3	24,6	

A superliga 718 é marcada pelo maior teor de nióbio quando comparado com outras ligas. O nióbio promove ao material alta resistência mecânica e boa resistência ao trincamento devido a precipitação da fase intermetálica γ'' , que possui cinética de precipitação muito menor do que a fase rica em titânio e alumínio (γ'). Apesar de ser majoritariamente endurecida por precipitação, esta liga também possui elementos que a endurecem por solução sólida. O ferro adicionado em alta quantidade diminui o custo do material, enquanto o alumínio e cromo contribuem para o bom comportamento referente à corrosão desta liga [5].

2.1.1. Fases presentes

A fase γ é a matriz austenítica e tem alta solubilidade para quase todos os elementos. Esta matriz é isenta de transformações alotrópicas que podem desestabilizar a estrutura e propriedades do material [16].

A fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) tem a estrutura cúbica de face centrada coerente com a matriz γ e, segundo um estudo feito por OBLACK [17], esta fase tem uma menor contribuição para o endurecimento da liga quando comparado com γ'' . Isto se deve ao fato desta liga possuir uma menor fração dos elementos alumínio e titânio quando comparados ao nióbio. O precipitado de γ' está nessa liga em uma proporção de 40% de γ'' , e tem a morfologia esférica, a qual pode se observar na Figura 1, podendo variar para um cubóide quando é feito um envelhecimento por um tempo elevado. A cinética de precipitação desta fase é elevada em relação a γ'' devido à baixa energia de superfície entre a interface γ/γ' . [17-19].

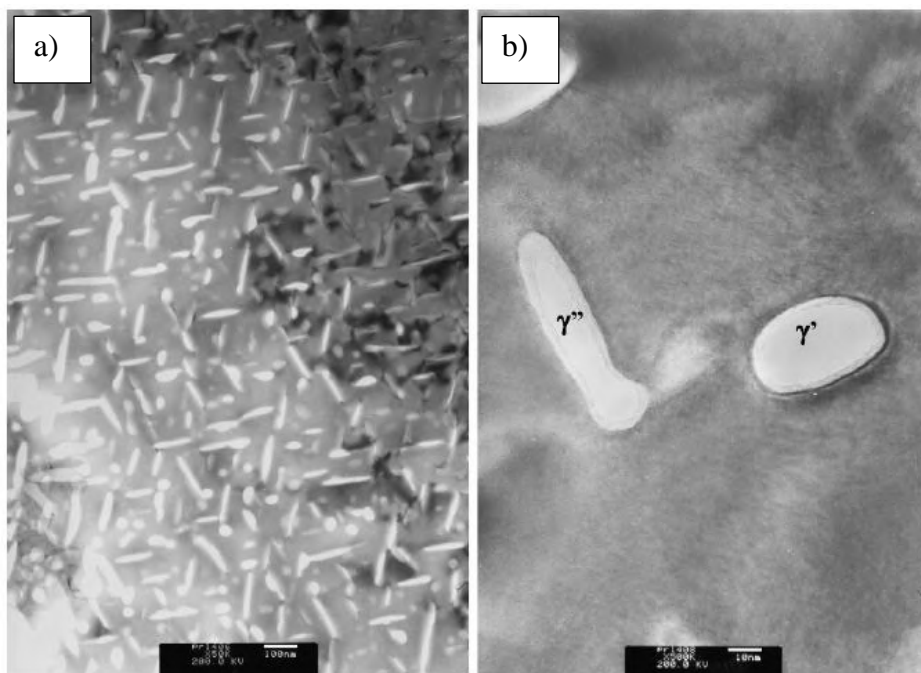


Figura 1- a) Microestrutura da superliga de Níquel 718 com as fases γ'' e γ' b) Detalhe das morfologias das fases γ'' e γ' . Adaptado de [20].

A fase γ'' (Ni_3Nb) é metaestável, podendo evoluir para fase δ em casos de superenvelhecimento em temperaturas próximas de 750°C , tem a estrutura tetragonal de corpo centrado (DO_{22}), coerente com a matriz e é a principal fase endurecedora desta liga devido a considerável quantidade de nióbio do material. Sua cristalografia pode ser observada na Figura 2. Duas morfologias variantes são normalmente observadas: elipsoidal ou em forma de disco alongado, podendo ser melhor observadas na Figura 3 a). A precipitação desta fase ocorre numa faixa de temperatura entre 600 e 900°C . A cinética de precipitação desta fase é lenta, no entanto, acima de 700°C o crescimento da

mesma ocorre de forma acelerada, suprimindo assim a precipitação de γ' . Quando exposta à altas temperaturas por tempo suficiente, representa normalmente de 15 a 20% da fração volumétrica da estrutura. A relação de orientação destes precipitados com a matriz γ é: $\langle 001 \rangle_{\gamma''} // \langle 001 \rangle_{\gamma}$ e $\langle 100 \rangle_{\gamma''} // \langle 100 \rangle_{\gamma}$ [17,18, 21,22].

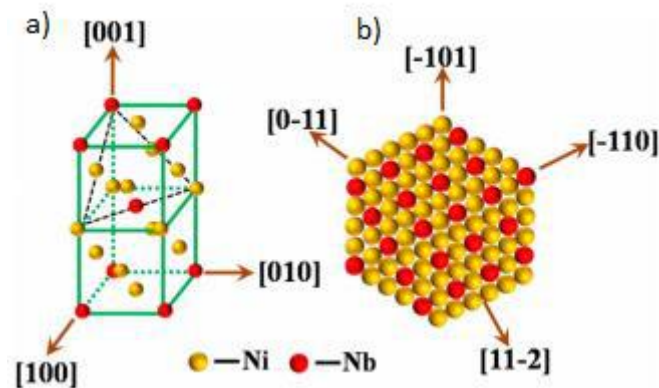


Figura 2-Cristalografia da fase γ'' (a) célula unitária, (b) planos compactos [23].

A fase δ é estável, incoerente, e tem estrutura cristalina ortorrômbica. Como esta fase tem a mesma composição da fase γ'' , a sua formação pode ocorrer em decorrência da transformação da mesma quando exposta a grandes tempos de envelhecimento. Por outro lado, quando o material atinge temperaturas que giram em torno de 900°C , a mesma se precipita diretamente na matriz, tendo a sua maximização ocorrendo em temperaturas na faixa de 910 a 920°C . A fase δ se precipita preferencialmente nos contornos de grãos e de maclas ou de forma intragranular com morfologia de placas ou globular. Quando esta fase se precipita nos contornos, pode ser benéfica no sentido de atuar como ponto de ancoramento ao crescimento do grão ou atuar como sítio nucleador para a recristalização, proporcionando uma microestrutura refinada ao material. A diferença da morfologia entre a fase γ'' e δ é ilustrada na Figura 3. A linha solvus da fase δ é reportada como sendo entre as temperaturas de 990 e 1030°C dependendo da composição da liga, em particular a quantidade de nióbio adicionado [22-27].

Outro fator que pode influenciar na precipitação da fase δ é a deformação. YUNPENG MEI *et al.*[28] reportam que a fração de fase δ aumenta até uma certa quantidade de deformação por laminação. Além disso, o autor reporta que a deformação também promove um aumento na cinética de transformação $\gamma'' \rightarrow \delta$, além da mudança de morfologia de placa para globular.

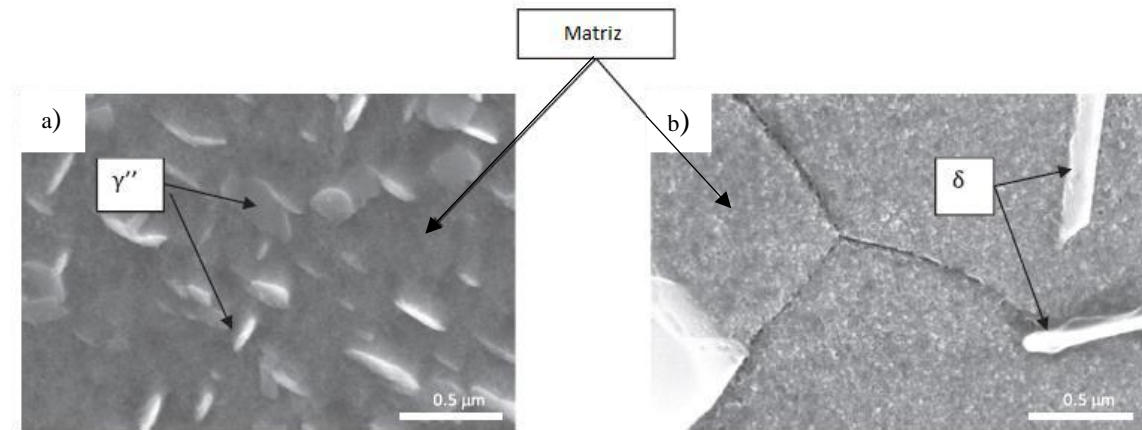


Figura 3- Micrografias em MEV da superliga de Níquel 718 mostrando a presença de precipitados de a) γ'' e b) δ . Adaptado de [25].

Carbetos podem ser formados dependendo da composição e processamento do material, porém, os mais comumente observados nesta superliga são: MC, M_6C , $M_{23}C_6$. Nestes casos, a letra M representa um ou mais tipos de metal. Em muitas oportunidades, os carbetos existem em conjunto, porém, normalmente eles são formados numa sequência de reações no estado sólido, seguindo a decomposição do MC, que é formado durante a solidificação desta liga. A Tabela 2 mostra os principais elementos formadores de carbetos [15].

Tabela 2- Principais elementos formadores de carbetos e suas respectivas estequiometrias. Adaptado de [15]

	MC	M_6C	$M_{23}C_6$
Cromo			X
Titânio	X		
Nióbio	X		
Ferro		X	X
Molibdenio		X	X

Os carbetos costumam aparecer nos contornos e atuam no controle do crescimento dos grãos, evitando assim os deslizamentos dos contornos. A Figura 4 retrata a morfologia de alguns carbetos e a região onde normalmente são encontrados [15,17].

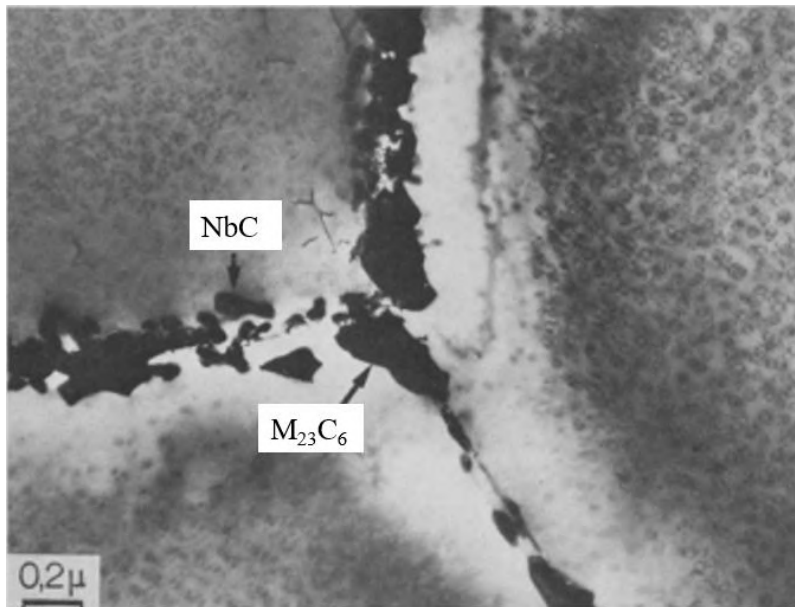


Figura 4- Carbetos precipitados no contorno de grão de uma superliga de Níquel 718 Adaptado de [29].

Fases normalmente frágeis e deletérias também se formam neste material. Dentre estas, estão: μ , σ e laves. Estas fases são chamadas de topologicamente compactas (TCP). Apesar de serem consideradas prejudiciais para as propriedades mecânicas, em pequenas quantidades, estas fases podem ajudar na resistência à fadiga. Os efeitos deletérios das fases topologicamente compactas dependem de uma série de fatores como: morfologia e fração volumétrica. As fases TCP podem não se formar em uma determinada superliga, porém uma pequena mudança na composição química pode iniciar a formação destas fases, o que sugere uma alta sensibilidade para a nucleação. Na Figura 5 é possível observar e comparar a morfologia da fase de laves com a fase δ em uma superliga 718 [2].

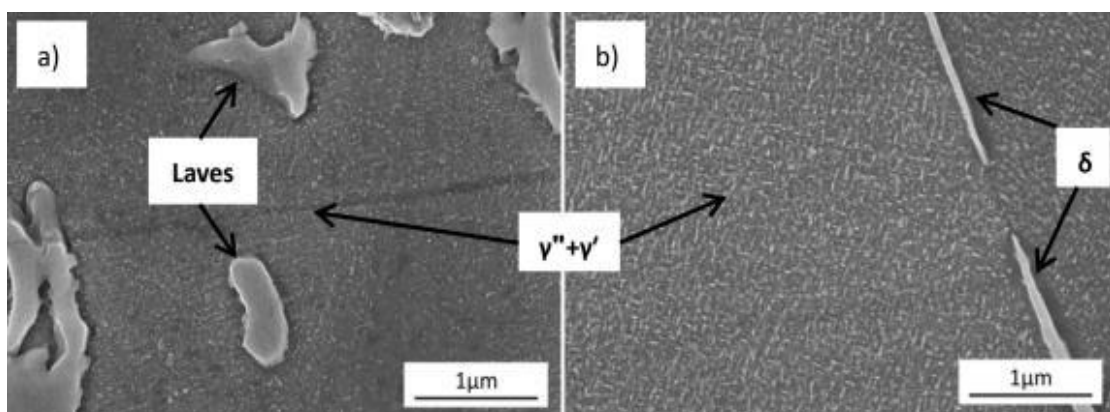


Figura 5-a) Morfologia da fase de laves cercada das fases γ'' e γ' em uma superliga de níquel 718. b) morfologia da fase δ [30].

2.1.2- Processamento termomecânico

Para a superliga 718 existem vários meios de fabricação dependendo da necessidade geométrica e propriedades mecânicas. O material pode ser simplesmente fundido ou passar por processos termomecânicos como: laminação, extrusão e trefilação. Além destes processos, esta liga também pode ser fabricada por metalurgia do pó. Na Figura 6 são mostradas as principais rotas de fabricação da liga 718 [31].

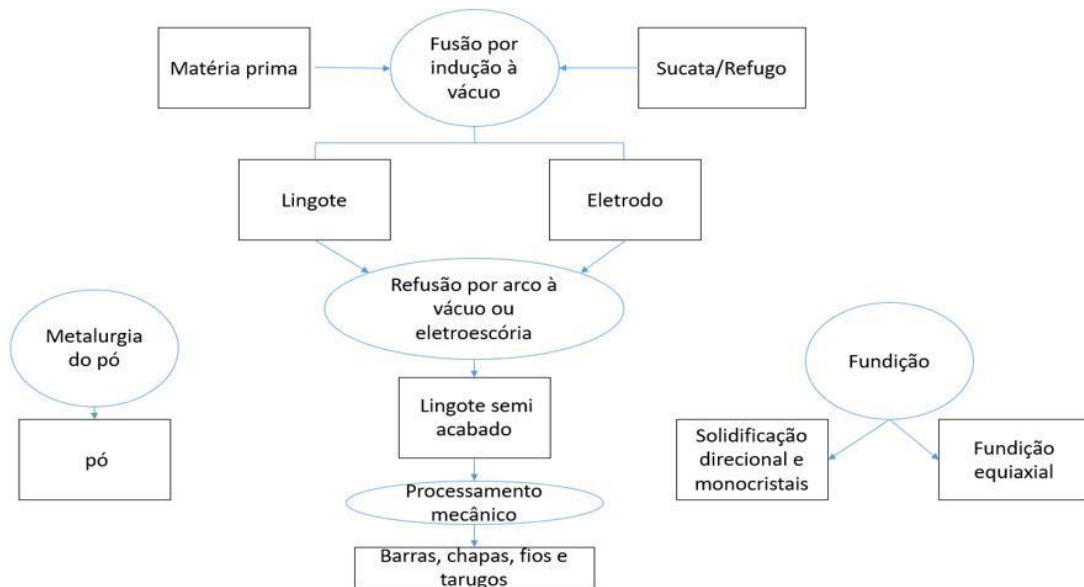


Figura 6-Principais rotas de processamento da superliga de níquel 718. Adaptado de [31].

2.1.2.1- Homogeneização da liga

Após a fusão, o tratamento térmico de homogeneização é requerido para materiais que possuem muitos elementos de liga como a superliga 718. Este tratamento térmico é feito para dissolver as fases que tem efeitos deletérios nas propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Este processo também tem o intuito de reduzir gradientes locais de composição, principalmente pelo aumento da difusão do nióbio das regiões interdendríticas, além homogeneizar a microestrutura. [2,31].

2.1.2.2-Processo de trefilação

A trefilação consiste em puxar o metal através de uma matriz, por meio de uma força de tração a ela aplicada na saída da mesma. A maior parte do escoamento plástico é causada por esforços de compressão resultantes da reação do metal com a matriz como

é retratado na Figura 7. Os processos de trefilação são realizados à temperatura ambiente, e como os níveis de deformações são elevados, ocorre um aumento considerável de temperatura durante a operação. As barras, vergalhões e tubos que não podem ser bobinados, são produzidos sobre uma bancada de trefilação. A barra é apontada por torneamento ou martelamento rotativo, inserida através da matriz e presa por tenazes do cabeçote de tração, o qual se movimenta por um mecanismo hidráulico ou por um de transmissão por corrente. As velocidades de trefilação, em escala industrial, variam de cerca de 10 a 100 metros/minuto [32-34].

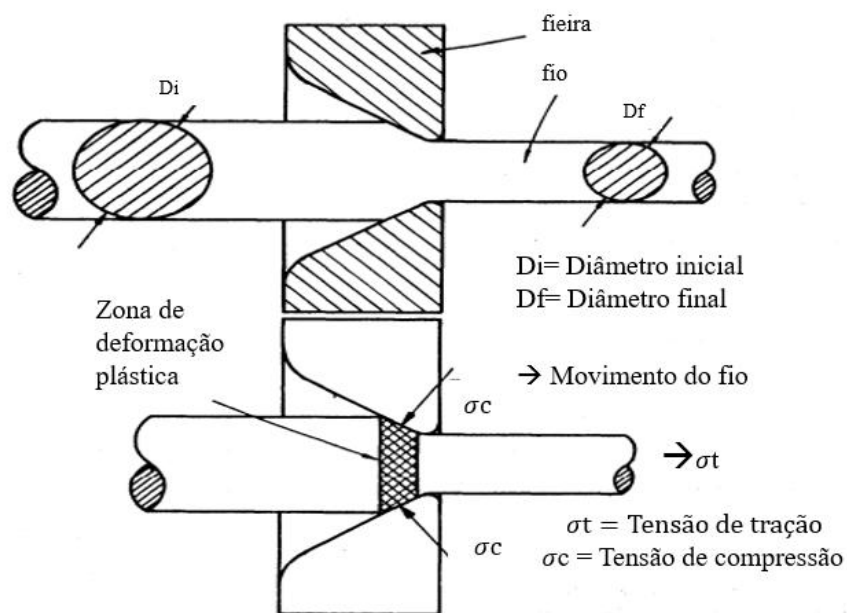


Figura 7- Esquema das tensões atuantes durante a trefilação. Adaptado de [34]

A ferramenta utilizada para a conformação plástica na trefilação é chamada de fieira. Nela existem diferentes regiões e alguns fatores geométricos importantes que são apresentados na Figura 8 [35].

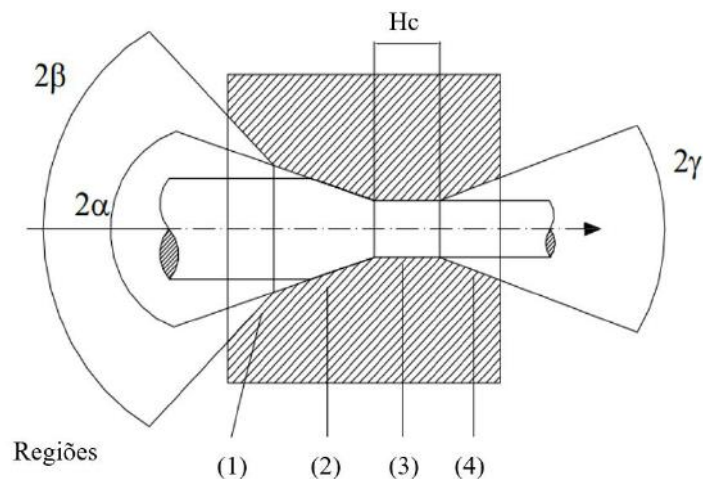


Figura 8- Representação geométrica de uma fiação. Adaptado de [36]

Região de entrada (1): Tem como principal objetivo guiar o material através de um ângulo de entrada de 2β . Este ângulo é normalmente duas vezes maior que o ângulo da região de trabalho para facilitar a lubrificação do material durante o processamento

Região de trabalho (2): Tem como principal objetivo a deformação plástica do material. A deformação acontece devido à redução do ângulo de entrada 2β e do ângulo de trabalho 2α , sendo este o principal responsável pela força necessária para trefilação. O ângulo de trabalho normalmente fica entre 5° e 35° dependendo do material e da redução desejada.

Região de calibração (3): Tem como principal objetivo a definição das dimensões do material. Esta região é paralela ao fio que é conformado, tem o tamanho definido como H_c e é fundamental para assegurar a estabilidade dimensional do produto.

Região de saída (4): Tem como principal objetivo facilitar a saída do material. Nesta região, o ângulo de saída 2γ tem sentido contrário ao ângulo de entrada devido ao retorno elástico que o material sofre após sair da região (3).

2.1.2.3 Cálculo da deformação no fio

Apesar de apresentar uma deformação heterogênea ao longo da seção radial do fio, uma boa aproximação para o cálculo da deformação média em um processo de trefilação pode ser aplicada pelo método da deformação homogênea verdadeira.

Em deformações plásticas, onde o aumento no comprimento do material é grande, são necessárias medidas de tensão e deformação que levam em conta as dimensões a cada instante. Ludwik propôs a definição de deformação verdadeira (ϵ), a qual a variação no comprimento do material é relacionada ao comprimento (L) instantâneo do corpo de prova ao invés do comprimento original [35,37].

$$\epsilon = \sum \frac{L_1 - L_0}{L_0} + \frac{L_2 - L_1}{L_1} + \frac{L_3 - L_2}{L_2} + \dots \quad (1)$$

Havendo, portanto, um somatório das parcelas da divisão entre ΔL e L . Este somatório pode ser escrito pela equação:

$$\epsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} \quad (2)$$

Resolvendo esta integral, tem-se que:

$$\epsilon = \ln \frac{L}{L_0} \quad (3)$$

Se considerarmos a conservação do volume (V) do material durante a deformação, temos este parâmetro em função da área transversal (A) do mesmo.

$$V_0 = V_1 \quad (4)$$

$$A_0 L_0 = A_1 L_1 \quad (5)$$

$$\frac{L_1}{L_0} = \frac{A_0}{A_1} \quad (6)$$

Portanto, substituindo (6) em (3) temos:

$$\varepsilon = \ln \frac{A_0}{A_1} \quad (7)$$

2.1.2.4 Parâmetro Δ

Na trefilação, a geometria da fieira é um dos principais responsáveis para a determinação da heterogeneidade na deformação deste processo, especialmente para pequenas reduções. Para estimar a homogeneidade da trefilação foi incluído o parâmetro Δ , que é definido por uma relação entre o ângulo de trabalho, o diâmetro médio da porção cônica da fieira e o tamanho da região de contato entre o metal deformado e a ferramenta. Com um erro associado de 3%, este parâmetro pode ser descrito pela equação (8) [38].

$$\Delta = \frac{4\alpha}{\ln(A_0/A_1)} \quad (8)$$

Na prática, o parâmetro Δ normalmente varia entre 0,8 e 2,5. Quanto mais alto for este parâmetro, menos homogênea é a deformação. Segundo os experimentos de Wistreich [39], quando Δ é menor que 0,9 a homogeneidade é máxima.

Com a diminuição do ângulo de trabalho 2α , há um aumento na distribuição da deformação plástica ao longo do fio, como é possível observar na Figura 9, sendo a deformação normalmente mais acentuada na superfície do material devido ao contato direto com a ferramenta [36,40].

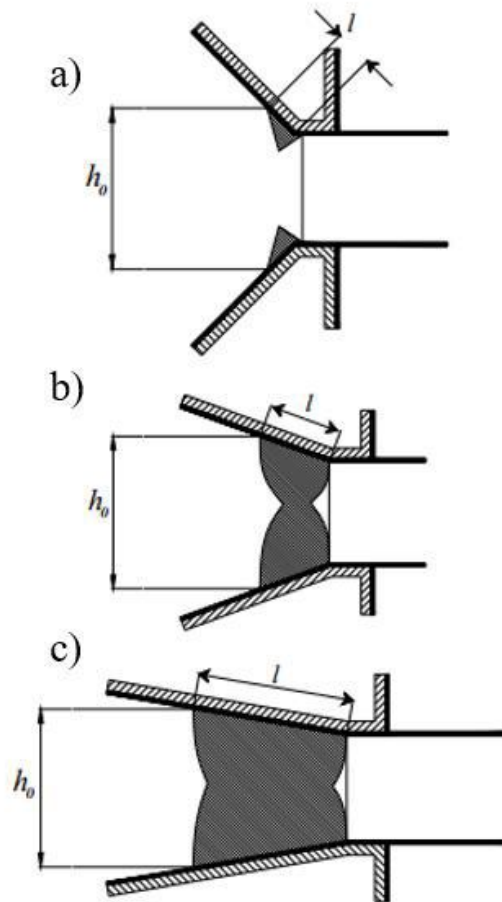


Figura 9- distribuição da deformação com a variação do ângulo de trabalho. Adaptado de [40]

2.1.2.5 Microestrutura de materiais trefilados

Para materiais que utilizam a deformação plástica como um fator importante para a definição da microestrutura final, a trefilação pode apresentar algumas características indesejadas. Isto se deve ao fato da heterogeneidade do processo ser acentuada, aumentando assim a probabilidade de grandes diferenças em parâmetros importantes como: tamanho de grão, maclagem por deformação e distribuição característica dos contornos de grão [41,42].

Em seu trabalho, Hwang *et al.*[41] mostram que para um aço TWIP nas mesmas condições de processamento, há mais deformação nas bordas do material trefilado, indicando assim uma heterogeneidade relacionada ao processo. A identificação deste parâmetro é possível devido a quantificação de maclas de deformação por unidade de área formadas no processo. Na Figura 10 é possível observar este fenômeno.

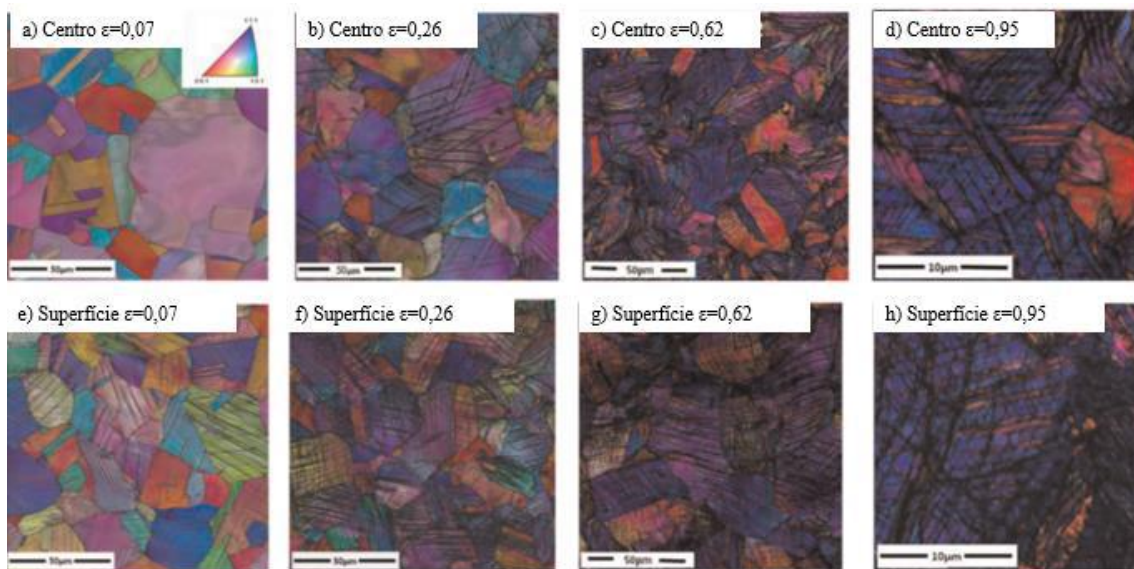


Figura 10- Maclas de deformação formadas na trefilação sendo utilizadas como indicativo de deformação. Adaptado de [41].

Outro parâmetro que pode ser influenciado pela heterogeneidade do processo de trefilação é o tamanho de grão. Akpari *et al.* [42] relatam que há uma diferença significativa nesse aspecto quando se compara diferentes pontos na seção radial do fio trefilado de uma liga de cobre. Na Figura 11 pode-se observar a diferença no tamanho de grão da superfície do material quando comparado com o centro do material.

Como o tamanho de grão se relaciona com as propriedades mecânicas seguindo a lei de Hall-Petch, é proposta a equação (9) que também estima a heterogeneidade do processo de trefilação em função da dureza das regiões do fio [42].

$$IF = \frac{HS-HC}{HC} \quad (9)$$

Onde IF significa Fator de heterogeneidade, quando traduzido do inglês, e HS e HC são dureza Vickers na superfície e no centro, respectivamente.

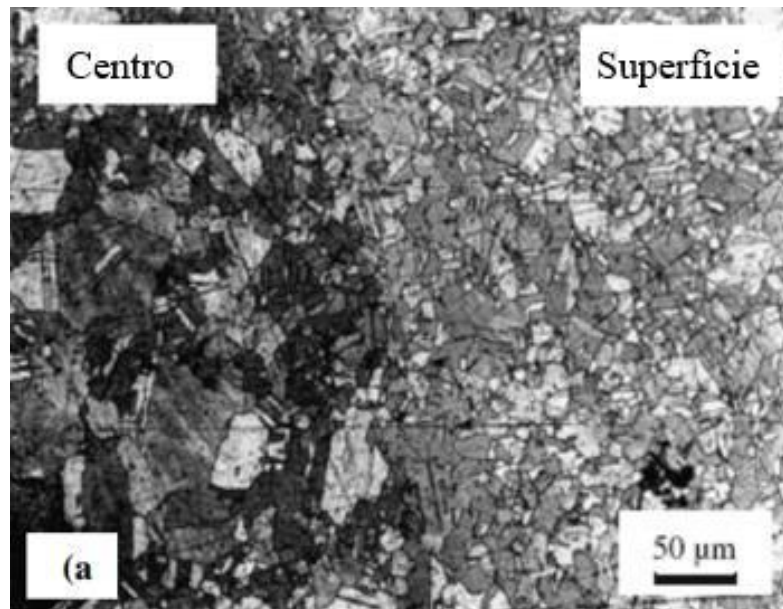


Figura 11- Comparação do tamanho de grão entre centro e superfície de um fio de cobre. Adaptado de [42].

2.1.2.6 Defeito central e ponta de flecha (Chevrans)

Os materiais trefilados apresentam alguns defeitos característicos de natureza mecânica. Dentre eles, os mais comuns são: trinca ponta de flecha e *central blister*. Estes defeitos têm origem devido a uma combinação de parâmetros do processo mecânico, incluindo: geometria da fieira, força de trefilação, velocidade do processo e lubrificação.

Além disso, eles também podem ser causados por influência de precipitados na microestrutura. O formato, a posição e a quantidade dos precipitados tem influência na nucleação de defeitos, acelerando o processo de quebra durante o processamento[43].

Estes defeito são nucleados justamente quando a zona plástica se estreita na região de trabalho, formando um vazio no centro do fio que, com a deformação, toma a forma de uma ponta de flecha como é visto na Figura 12. [44]

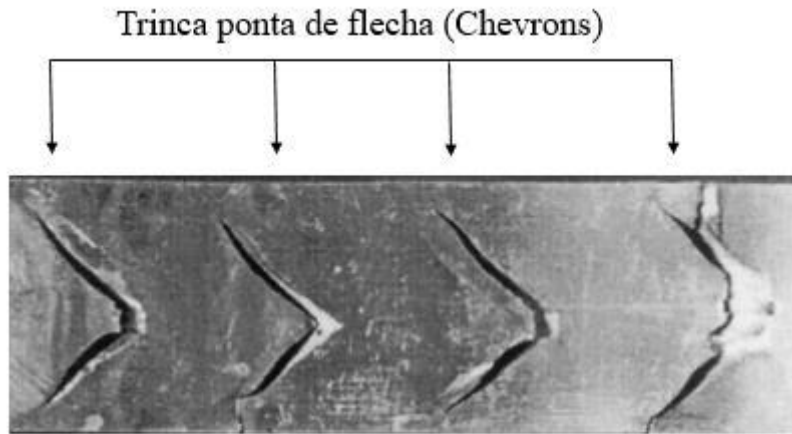


Figura 12- Trinca ponta de flecha, adaptado de [44]

No entanto, em uma abordagem do processamento mecânico, AVITZUR [45] propõe diagramas que preveem o aparecimento deste defeito, relacionando às condições de processamentos, tais como: semi-ângulo de trabalho da fieira, redução da área transversal do fio e força de trefilação. Este modelo foi adaptado no trabalho de KO *et al.* [43] utilizando 3 diferentes critérios para trefilação, como é visto na Figura 13.

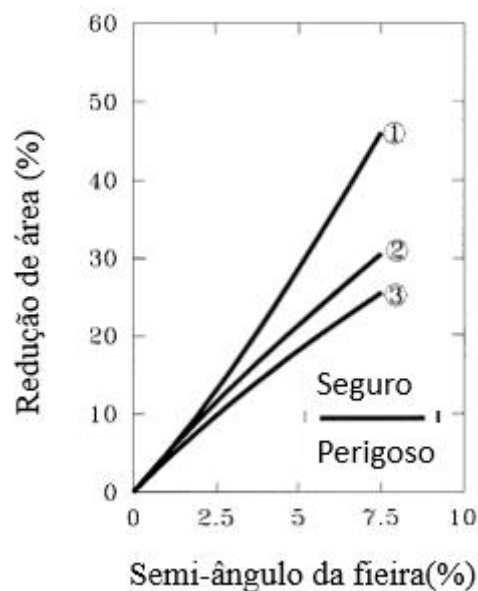


Figura 13- Condição para defeito ponta de flecha. Adaptado de[43]

Portanto, se a combinação de fatores estiver acima da linha, é provável que o defeito não aconteça. De maneira adversa, se ficar abaixo da linha, é possível do defeito ocorrer.

2.2.2.5 Tratamentos térmicos

É sabido que, para as superligas, os tratamentos térmicos são de fundamental importância tanto para preparar o material para um processamento mecânico quanto para atingir as propriedades mecânicas e microestruturas desejadas. Para a superliga 718, são aplicados dois tipos de tratamentos térmicos: solubilização e envelhecimento/precipitação.

A solubilização tem o objetivo de dissolver as partículas de segunda fase presentes na liga. Na superliga 718 a temperatura a qual normalmente são dissolvidas todas as fases endurecedoras se encontra acima de aproximadamente 1030 °C como observa-se no diagrama de precipitação-tempo-temperatura retratado na Figura 14. Normalmente este tratamento térmico é seguido de um resfriamento rápido. Para a superliga 718 o resfriamento é feito ao ar [46].

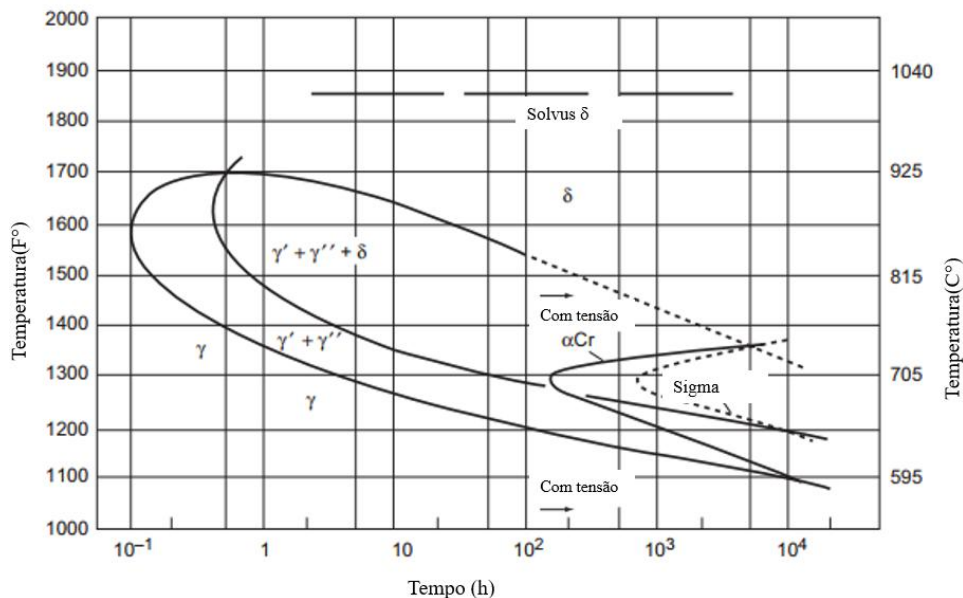


Figura 14-Diagrama de precipitação-tempo-temperatura com tensão para a superliga de Níquel 718. Adaptado de [15].

O envelhecimento tem o intuito de formar precipitados endurecedores, a fim de atingir as propriedades requeridas do material. Na superliga 718, este tratamento é feito em diferentes temperaturas, dependendo da aplicação. É comum que o mesmo seja feito a uma temperatura dentro da faixa de 650°C e 860°C [23,46,47].

Segundo Valle *et al.* [47], a solubilização à 1050°C por tempos entre 5 e 10 minutos faz com que haja a total dissolução das fases γ'' e γ' e uma minimização da fase

δ , quando comparado com o material como recebido. Este estudo também mostra que o tratamento de envelhecimento a 800°C por 6 horas aumenta consideravelmente as propriedades mecânicas deste material, estando este aumento diretamente ligado com a precipitação das fases γ'' e γ' . Por outro lado, a fase δ neste caso não indica influência sobre as propriedades como: limite de resistência, limite de escoamento e dureza na temperatura ambiente.

2.2 MESOTEXTURA

2.2.1 Contornos de grão

Para materiais policristalinos, os contornos de grão são normalmente regiões de descontinuidade, pois existe uma abrupta mudança de orientação cristalográfica entre os grãos. Estes são classificados mediante ao grau de desordem dos grãos que os constituem e pela orientação do plano do contorno relativo a eles. Os contornos que possuem um ângulo $\theta < 10-15^\circ$ de desorientação, são considerados de baixo ângulo e, conseqüentemente, os que possuem $\theta > 10-15^\circ$ são designados de alto ângulo [35,48].

Em uma análise energética dos mesmos, nos contornos de baixo ângulo, a maioria dos átomos dão continuidade à orientação das redes adjacentes, fazendo com que exista pouco volume atômico livre e que as ligações sofram poucas distorções. No entanto, nos contornos de alto ângulo, existem vastas áreas com pouco ajuste entre os átomos, formando uma região com baixo fator de empacotamento, menor número de coordenação entre os átomos e altas distorções elásticas nas ligações atômicas. Na Figura 15 é possível ver a relação entre a energia interna dos contornos e o grau de desorientação entre os grãos.

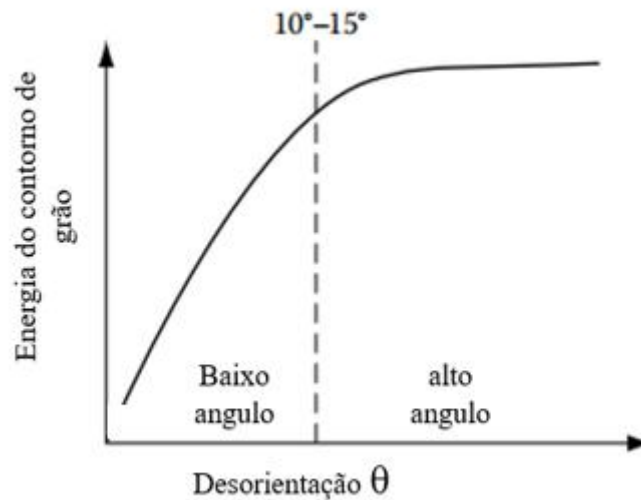


Figura 15- Gráfico Energia do contorno de grão x Desorientação entre os grãos.
Adaptado de [48]

Contudo, nem todos os contornos de alto ângulo possuem uma estrutura desordenada. Existem alguns contornos especiais de alto ângulo que contêm menor energia do que os aleatórios. Estes contornos só aparecem em desorientações e planos de contornos particulares. Quando bem alinhados, estes permitem às redes adjacentes possuírem baixa distorção das ligações interatômicas [48].

Um caso simples deste tipo de contorno, é o que fica entre duas maclas. Se o contorno da macla é paralelo ao plano de maclagem, os átomos no contorno se encaixam perfeitamente em ambos os grãos. O resultado deste fenômeno é um contorno de macla coerente com baixa energia. Na Figura 16 é possível observar a relação da energia com a formação tanto do contorno de macla coerente, quando o incoerente [48].

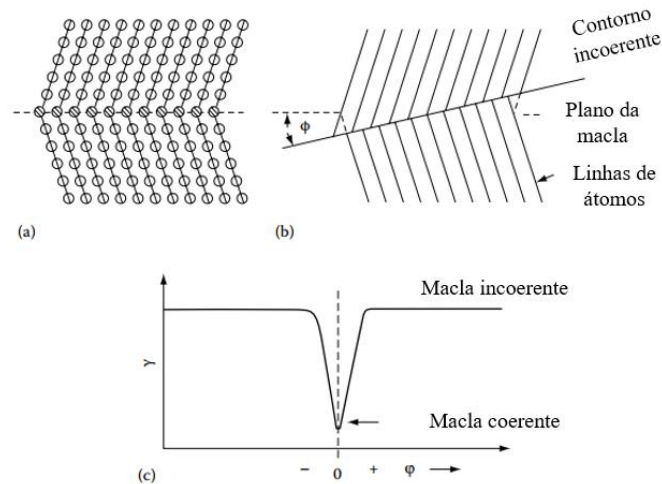


Figura 16- a) Contorno de macla coerente, b) Incoerente e c) Relação entre a energia e a coerência entre os grãos. Adaptado de [48].

2.2.2 Distribuição característica dos contornos de grão (DCCG)

Em meados dos anos 80 foi proposta uma rota para mitigar os efeitos indesejáveis da degradação intergranular de alguns materiais. Foi demonstrado que era possível obter um aumento significativo em sua resistência à fratura. Neste período, estas melhoras nas propriedades foram atribuídas ao aumento na proporção de sítios de coincidência. Nos anos seguintes, à esta análise foi dado o nome de engenharia de contorno de grão (*Grain boundary engineering –GBE*) [49].

Segundo RANDLE [49], os primeiros trabalhos que ganharam destaque utilizando o conceito de DCCG indicaram uma considerável redução na corrosão intergranular da liga 600 usada em tubos de gerador de vapor e o aumento na vida útil das baterias de chumbo. Em ambos os casos, os sítios de coincidência quase dobraram devido ao controle da DCCG.

PRITHIV *et al.* [50] reportam que este conceito geralmente se baseia em deformações seguidas de reaquecimento (em um ou mais passos), a fim de modificar a DCCG. A melhoria nas propriedades do material é atingida através da substituição de contornos aleatórios de alto ângulo por contornos especiais de baixa energia como as maclas de recozimento. Como este processo depende da geração e interação dessas maclas e suas variantes, este fica restrito à materiais com baixa ou média energia de falha de empilhamento, que são mais propensos à formação destes contornos.

Outro aspecto que pode influenciar na DCCG é a temperatura de solubilização do processo. BOEHLERT *et al.* [51] analisaram, em um dos tópicos do trabalho, o efeito da

mesma e concluem que, apesar do aumento da fração de contornos especiais com o aumento da temperatura de solubilização, houve também um significativo aumento no tamanho do grão, o que pode significar uma perda de resistência mecânica.

Em processos similares ao de BOEHLERT et al. [51], ARAUJO *et al.* [52] relatam que para a mesma liga é possível obter razoável fração de contornos especiais aliado com controle do tamanho de grão. Isto se deve à formação de fase δ durante o processamento termomecânico de laminação seguido por solubilização. Os autores [52] afirmam que na solubilização interpassa a 975°C por 70 minutos, esta fase se precipita nos contornos de grãos e forma pontos de ancoramento ao movimento dos mesmos.

2.2.3 Modelo de sítios de coincidência (CSL)

A distribuição característica do contorno de grão pode ser mais facilmente ilustrada pelo modelo CSL. Este conceito possui um apelo muito grande por ser uma análise basicamente geométrica, a qual consiste na interpenetração e rotação teórica de duas redes de mesma estrutura cristalina, como é visto na Figura 14. Para determinada desordem das redes sobrepostas é apresentada alguma proporção de sítios onde haverá coincidência atômica, formando uma ordenação tridimensional [53].

O parâmetro Σ traduz a proporção dos sítios de coincidência existentes e é, por definição, a densidade recíproca de sítios de coincidência, ou seja, a razão entre o volume das células unitárias dos sítios de coincidência e o volume das células unitárias dos átomos da rede cristalina dos grãos vizinhos. Portanto, quando Σ é alto, a desordem é alta e conseqüentemente o número de sítios de coincidência é baixo. Já quando o Σ é baixo, acontece o oposto e os contornos são chamados assim de contornos especiais. Na Figura 17, um de cinco sítios de rede é coincidente, sendo assim descrito como uma relação $\Sigma 5$ [53,54].

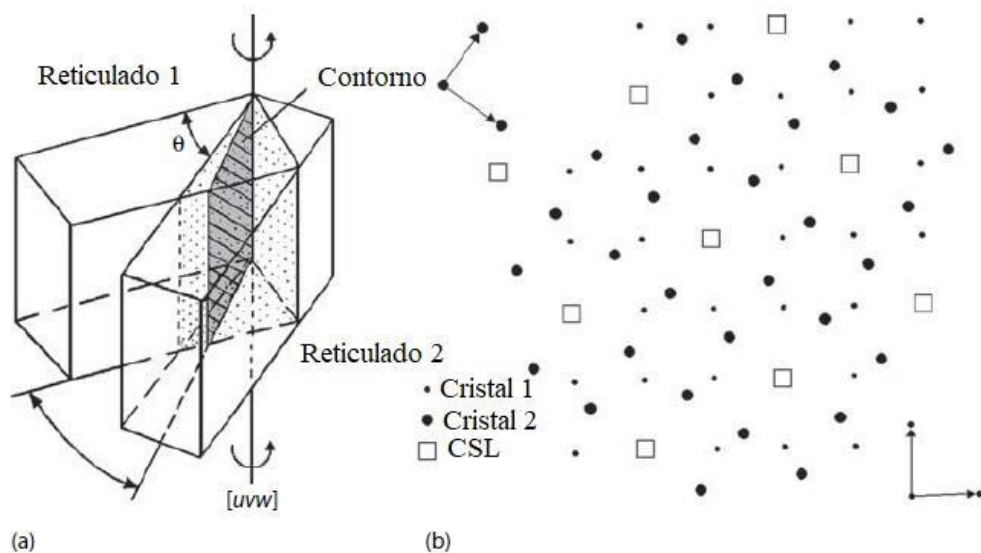


Figura 17- a) dois reticulados vizinhos b) Representação 2D de uma interpenetração de dois reticulados, mostrando como a desorientação de $36,9^\circ$ leva à criação de um $\Sigma 5$ CSL. Adaptado de [53]

Em uma abordagem clássica, a classificação dos contornos é feita através da distribuição característica dos contornos de grão (DCCG), a qual é mensurada pelo parâmetro Σ [55]:

- Contornos CSL $\Sigma 1$ - contornos de baixo ângulo
- Contornos CSL baixo- Σ ($3 \leq \Sigma \leq 29$)
- Contornos aleatórios ($\Sigma > 29$)

Contudo, já é sabido que os principais contornos “especiais” contribuintes para a melhoria das propriedades nos materiais são aqueles da família $\Sigma 3^n$ sendo $n = 1, 2$ ou 3 [48]. Dentre os contornos CSL, os que normalmente predominam são os $\Sigma 1$ e $\Sigma 3$. Alguns exemplos de melhorias de propriedades devido ao aumento na fração de contornos $\Sigma 3^n$ são:

- Resistência mecânica [56]
- Ductilidade [10]
- Fluência [57]
- Soldabilidade [58]

2.2.4 Pontos triplos

Além da distribuição geométrica dos contornos, é importante entender a distribuição espacial e a conectividade entre os mesmos. Para isso, são estudados os pontos triplos. Estes, por sua vez, são as linhas em que se encontram 3 grãos e seus contornos [49].

Os pontos triplos são caracterizados pelos tipos de contornos que os constituem. Assim como os contornos de baixa energia proporcionam melhorias em algumas propriedades do material, se as juntas triplas forem constituídas dos mesmos, elas também proporcionarão este efeito. Portanto, a denominação das juntas triplas vai de acordo com o seguinte critério:

- 3 contornos $\Sigma 3^n \rightarrow$ especial
- 2 contornos $\Sigma 3^n \rightarrow$ especial
- 1 contorno $\Sigma 3^n \rightarrow$ não especial
- 0 contornos $\Sigma 3^n \rightarrow$ não especial

Esta classificação se baseia na teoria da percolação. Esta teoria, segundo RANDLE[60], explica a evolução de um fenômeno intergranular através dos contornos aleatórios de alto ângulo. Portanto quando se tem um ponto triplo formado por 2 ou 3 contornos $\Sigma 3^n$ a probabilidade do defeito percolar pela microestrutura diminui devido a menor energia associada a estes contornos. Na Figura 18, é possível observar nas imagens a) e b) pontos triplos compostos por 0 e 1 contornos $\Sigma 3^n$ respectivamente. Nestes casos, o fato de ainda ter um ou mais contornos aleatórios compondo o ponto triplo, aumenta as chances de um fenômeno intergranular continuar a se propagar pela microestrutura. Já nas imagens c) e d) observa-se pontos triplos compostos por 2 e 3 contornos $\Sigma 3^n$ respectivamente, os quais dificultam o avanço do fenômeno intergranular. [60]

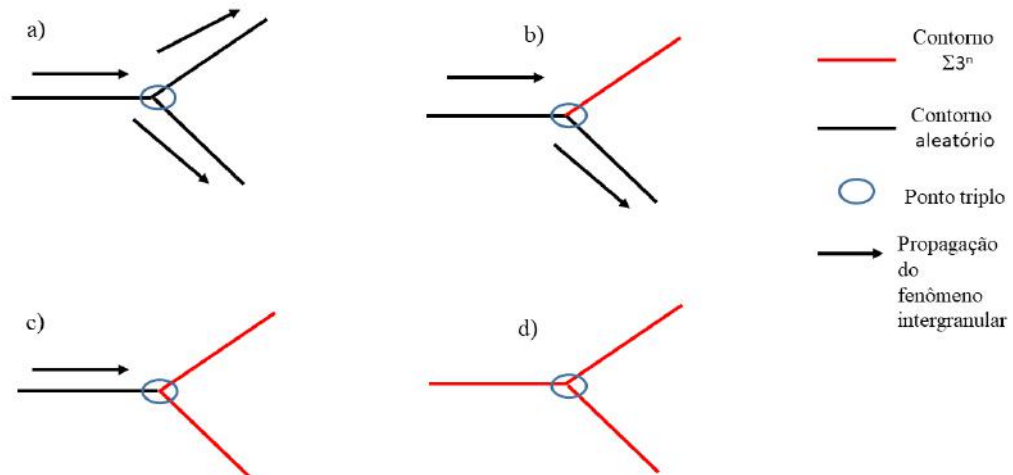


Figura 18- Esquema da teoria da percolação e classificação dos pontos tripos a) 0 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (não especial) b) 1 contorno do tipo $\Sigma 3^n$ (não especial) c) 2 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (especial) d) 3 contornos do tipo $\Sigma 3^n$ (especial).

Segundo DAVIES *et al.* [61] às junções consideradas especiais são atribuídas melhorias em propriedades como: ductilidade, movimentação dos contornos, resistência à degradação intergranular e resistência à corrosão sob tensão.

2.4.5 Mecanismos na distribuição característica dos contornos de grão

As maclas de recozimento podem induzir a formação de uma população de contornos de grãos otimizados. Em condições favoráveis, uma macla pode dividir um contorno em três novos contornos, incluindo duas maclas coerentes e eventualmente uma incoerente. Estas maclas são subconjuntos da interface $\Sigma 3$. As maclas coerentes possuem contornos do tipo “*tilt*” simétrico e plano $\langle 111 \rangle$. Já as maclas incoerentes possuem contornos do tipo “*tilt*” simétrico e plano $\langle 112 \rangle$ [61-63].

Para materiais com baixa energia de falha de empilhamento como o níquel, cobre e aços inoxidáveis austeníticos, as maclas de recozimento ocorrem frequentemente. As maclas coerentes possuem propriedades diferentes das maclas incoerentes. As coerentes por exemplo são imóveis e possuem comportamento especial sob quase todas as condições [62-64].

Atualmente se discute quais, de fato, são os mecanismos responsáveis para a formação de uma microestrutura com alta fração de contornos especiais de baixa energia. Durante muitos anos, alguns autores indicaram que a recristalização deve ser evitada para que esta alta fração seja atingida através da movimentação dos contornos de grão induzida pela deformação [65]. Neste caso, o reaquecimento pós-deformação faz com que haja uma movimentação e interação dos contornos, criando regiões livres de deformação com mesma orientação do grão da matriz [64]. Para que esse mecanismo seja efetivo, normalmente utilizam-se ciclos de baixas deformações por curto tempo seguidos de solubilização em alta temperatura para que não haja força motriz para a recristalização [65] [69]

No entanto, recentemente, alguns autores sugerem que uma microestrutura com alta fração de contornos especiais pode ser atingida através da ativação do mecanismo de recristalização. BAI *et al.* [66] discutem justamente esses mecanismos e concluem, segundo a Figura 19, que a fração de grãos recristalizados para tubos da liga 825 deformados 5% e solubilizados à temperatura de 1050°C acontece entre 60 s e 240 s, sendo nesse intervalo onde houve um aumento significativo nos contornos $\Sigma 3^n$. Diferentemente do mecanismo de movimentação induzido por deformação, a recristalização tem associada a nucleação e formação de novos grãos que possuem orientações diferentes do grão da matriz. Para que esse mecanismo seja efetivo, utiliza-se passes iterativos de média de formação (entre 15% e 25%) seguidas de solubilização em alta temperatura por tempos curtos. Em alguns estudos recentes, como os de PRITHIV *et al.* [50] e KUMAR *et al.* [67] é utilizado o parâmetro do *Grain Orientation Spread* (GOS) para se estimar a fração de grãos recristalizados. Este parâmetro traduz a média de diferença de orientações no interior de um determinado grão. Portanto, quando um grão recristalizado é nucleado, em teoria, ele deve ter um GOS menor do que 1° ou 2°, pois, ele está livre de deformação e praticamente sem distorções na rede.

Na Figura 20 é possível observar um esquema proposto por PRITHIV *et al.* [50], de como a formação de novos grãos pode influenciar na distribuição característica de contornos de grão. Na Figura a) é mostrado a matriz austenítica ainda não recristalizada com maclas. Na Figura b) é observado que novos grãos livres de deformação são nucleados nos contornos de grão da matriz, estes novos grãos possuem maclas, que por sua vez tem associadas contornos de baixa energia. A Figura c) mostra o crescimento desses novos grãos e a interação dos contornos para que haja a regeneração dos mesmos.

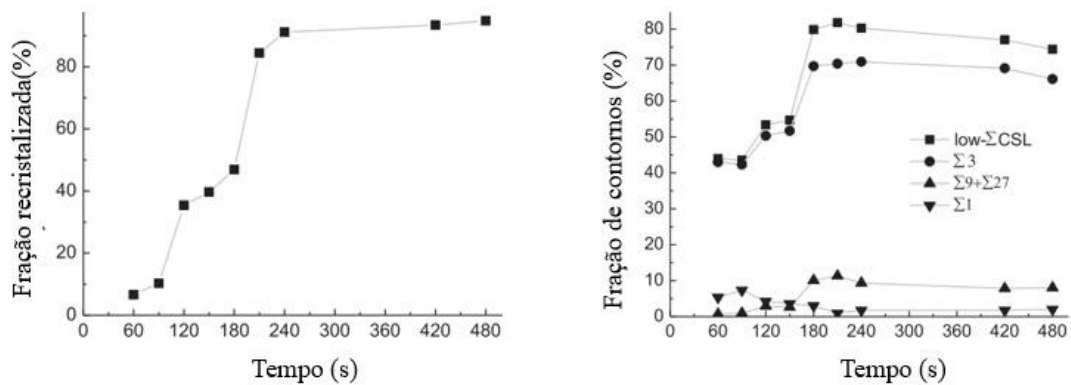


Figura 19- Aumento da fração de contornos $\Sigma 3^n$ coincidente com o aumento da fração de grãos recristalizados. Adaptado de [65].

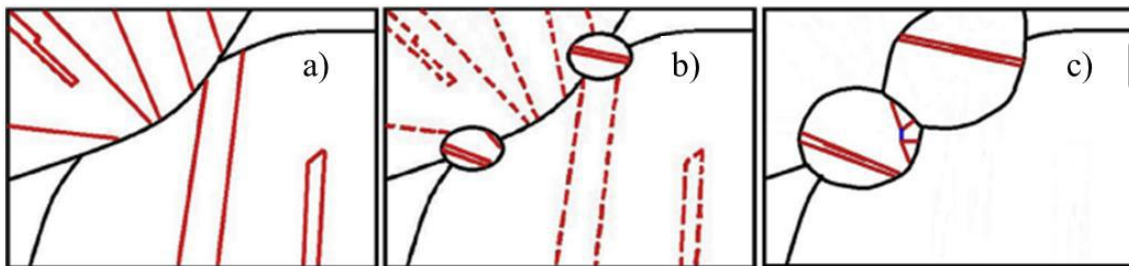


Figura 20- Mecanismo de aumento da fração de contornos $\Sigma 3^n$ por recristalização. Adaptado de [50].

Segundo RANDLE [63], para que haja o aumento da fração de contornos $\Sigma 3^n$, estes devem interagir entre si. Essa interação entre os contornos, o que também se chama de múltipla maclagem, pode ser descrito pelas equações (10) e (11)

$$\Sigma A + \Sigma B \rightleftharpoons \Sigma(A \times B) \quad (10)$$

Ou

$$\Sigma A + \Sigma B \rightleftharpoons \Sigma(A / B) \quad (11)$$

A equação (11) só se aplica se a relação A/B for um número inteiro e A for maior que B. Então, se dois contornos do tipo $\Sigma 3$ se encontrarem, será formado um contorno $\Sigma 9$, e se este contorno $\Sigma 9$ se encontrar com outro contorno $\Sigma 3$, haverá duas opções segundo as equações (10) e (11): ou este contorno forma um $\Sigma 3$ ou um $\Sigma 27$. Da mesma

forma pode haver interações sobre contornos do tipo $\Sigma 3^n$ com valores mais altos, sendo o valor de n limitado a 9 [63].

A Figura 20 mostra um esquema de interações de contornos $\Sigma 3^n$ sem que haja recristalização, ou seja, apenas com a movimentação induzida pela deformação. Na Figura a), um contorno $\Sigma 3$ coerente e móvel interage com o contorno $\Sigma 3$ esquerdo de uma macla também coerente formando um contorno $\Sigma 9$, que pode ser visto na Figura b). Nesta mesma Figura observa-se a formação de uma junção tripla $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ denominada de A. Na Figura c), este contorno $\Sigma 9$ agora é o contorno mais móvel e continua se locomovendo até encontrar o contorno $\Sigma 3$ direito e coerente da macla, formando assim outra junção tripla $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ chamado de B. Porém, neste caso o $\Sigma 3$ formado é incoerente. O $\Sigma 3$ incoerente formado é o mais móvel e continua se movimentando até encontrar outro contorno $\Sigma 3^n$ com o qual possa interagir [63].

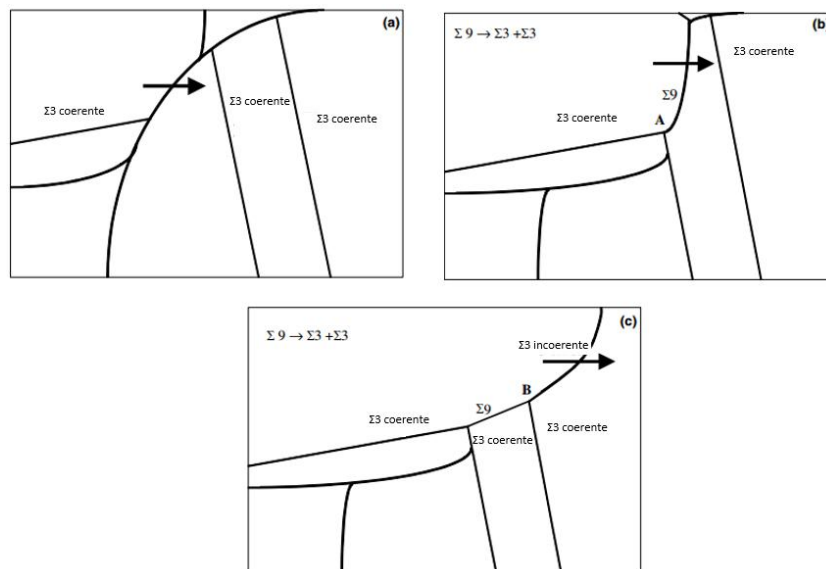


Figura 21- Esquema de interação entre os contornos. Adaptado de [63].

3 MATERIAS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL COMO RECEBIDO

O material como recebido consistiu num fio laminado da superliga de níquel 718 com diâmetro de 6,7 mm e comprimento de 3,65 m. O material foi fornecido pela MAGELLAN METALS. A composição química do material como recebido é apresentada na Tabela 3.

Tabela 3- Composição química das amostras em % peso (fornecido pelo fabricante).

Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C
52,86	18,44	5,16	3,02	0,94	0,54	0,19	0,03
Mn	Si	P	S	B	Cu	Fe	
0,06	0,06	0,007	<0,0005	0,004	0,006	18,36	

3.2 PROCESSAMENTO DO MATERIAL

O material como recebido passou por quatro rotas de processamento. Os fios foram trefilados em passes iterativos com reduções de diâmetro intermediárias, indicadas na Tabela 4, para alcançar o diâmetro final de aproximadamente 5 mm. A deformação verdadeira em cada passe foi calculada segundo a equação (7). Entre esses passes foram feitos tratamentos térmicos de solubilização super e subsolvus δ , com resfriamento ao ar, e por fim foi feito o tratamento térmico de envelhecimento, que será melhor descrito no tópico 3.2.3. Estas rotas são descritas na Figura 22.

Tabela 4- Reduções dos diâmetros, Reduções das áreas e deformações dos fios durante o processamento

	D_0 (mm)	D_f (mm)	A_0 (mm ²)	A_f (mm ²)	Deformação ϵ (%)
Fieira 1	6,7	5,9	35	27,3	25,4
Fieira 2	5,9	5,4	27,3	22,9	17,7
Fieira 3	5,4	5	22,9	19,6	15,4

Onde:

D_0 = Diâmetro do fio antes do passe de trefilação

D_f = Diâmetro do fio depois do passe de trefilação

A_0 = Área da secção transversal antes do passe de trefilação

A_f = Área da secção transversal depois do passe de trefilação

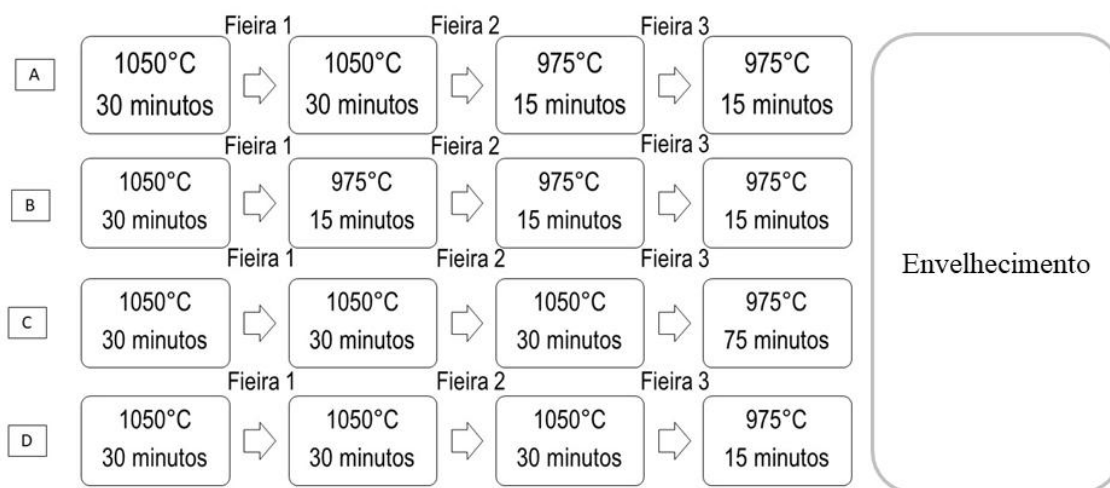


Figura 22-Rotas de processamentos termomecânicos efetuadas no presente trabalho.

Foram retiradas amostras de cada rota nas condições solubilizada, envelhecida e como recebida (depois da primeira solubilização inicial de 1050°C por 30 minutos) para que fossem usinados corpos de provas de tração, além de análise metalográfica e difração de elétrons retroespalhados. Estas amostras foram nomeadas segundo a tabela 5. A amostra como recebida, foi nomeada de CR.

Tabela 5- Identificação das amostras retiradas após o processamento

Rotas	Identificação das amostras solubilizadas	Identificação das amostras envelhecidas
A	SA	EA
B	SB	EB
C	SC	EC
D	SD	ED

3.2.1 Trefilação

A trefilação foi efetuada em uma trefila de bancada reta de único passe, na Universidade de São Paulo campus Lorena – Escola de engenharia de Lorena-USP/SP. Na Figura 23 é possível observar a trefila. A trefila possui um sistema de acionamento elétrico manual e não possui aquisição de dados de força. A lubrificação foi feita através graxa.



Figura 23 - Trefila de bancada reta de único passe.

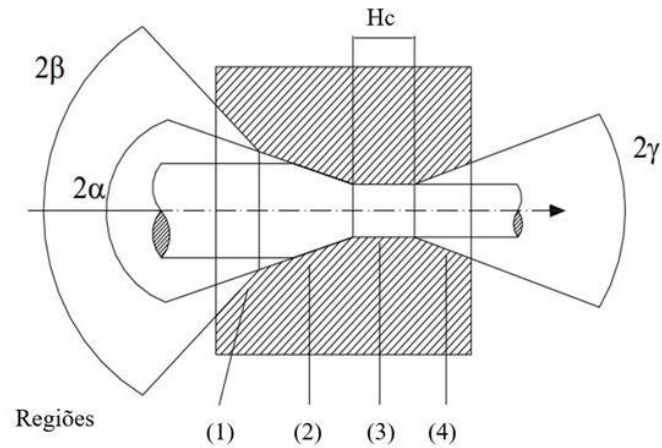
Para apontar o material foi utilizado um equipamento de forjamento rotativo da marca FEMM. Este equipamento também se encontra na Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP.

As feiras utilizadas têm os diâmetros de saída de 5,9 mm, 5,4 mm e 5 mm e são mostradas na Figura 24.



Figura 24- Feiras utilizadas para a trefilação do material deste trabalho

A geometria da feira foi disponibilizada pelo fabricante DURLAIT e segue o esquema da Figura 25.



$$2\beta = 75^\circ$$

$$2\alpha = 9^\circ$$

$$2\gamma = 75^\circ$$

$$Hc = 3 \text{ mm}$$

Figura 25- Geometria das feiras utilizadas nos passes de trefilação

3.2.2 Solubilização

As solubilizações foram feitas em um forno tubular, como visto na Figura 26, que também pertence à Escola de engenharia de Lorena- USP-SP. Quando o material era introduzido ao forno, este demorava de 5 a 7 minutos para estabelecer a temperatura desejada, e a partir deste momento era começado a contagem dos tempos determinados. A temperatura durante o tratamento térmico foi aferida através de um termopar instalado ao sistema eletrônico de aquisição do forno. Nos passes intermediários, após a solubilização os fios eram lixados com lixa d'água para retirada da camada superficial de óxido e facilitar o passe seguinte na trefila.



Figura 26- Forno horizontal tubular utilizado para os tratamentos térmicos de solubilização deste trabalho.

3.2.3 Envelhecimento

O tratamento térmico de envelhecimento que segue a Figura 27, foi executado em um forno mufla da marca Quimis no Laboratório de Tratamentos Térmicos da COPPE/UFRJ. A temperatura do tratamento térmico foi aferida utilizando-se um termopar colocado através de um canal externo do forno. O termopar externo foi colocado próximo às amostras para melhor aferir a temperatura.

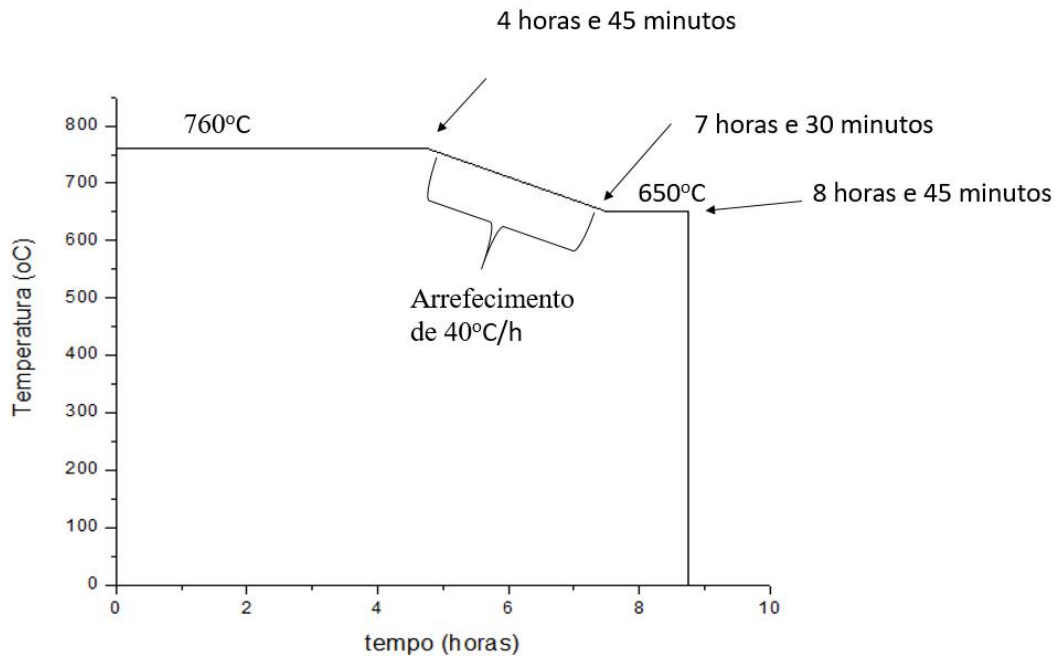


Figura 27- Gráfico Temperatura x tempo do tratamento térmico de envelhecimento feito nos fios trefilados.

3.3 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Para a avaliação e comparação das propriedades mecânicas dos fios, foram confeccionados 3 corpos de provas de tração segundo a norma ASTM E-8M [68], onde considerou-se o valor médio e desvio padrão, para cada rota do processamento e realizados ensaios de tração. Além disso, foram feitas medidas de dureza vickers 30 nos corpos de prova envelhecidos

3.3.1 Ensaio de tração

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de tração EMIC DL 10.000 com célula de carga de 98.000 N, que fica no laboratório de propriedades mecânicas da COPPE/UFRJ. Os ensaios foi realizados em temperatura ambiente com uso de extensômetro e uma taxa de deformação de $7,06 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Para melhor avaliar a ductilidade do material foi medida a área da região rompida (pescoço) do corpo de prova, e assim utilizada a equação (13) para calcular a diminuição da área do corpo de prova.

$$RA = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \quad (13)$$

3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Ao final de cada rota, foram retiradas amostras para a observação da microestrutura. Para tal, foram utilizadas microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Nos corpos de prova rompidos dos ensaios de tração, também foram feitas fractografias por MEV, a fim de observar o aspecto da fratura e as principais causas para tal.

3.4.1 Preparação metalográfica

Para a preparação das amostras para o MEV, as mesmas foram cortadas, embutidas em resina especial condutora, lixadas de 100 até 1200 *mesh* e polidas com pasta de diamante de 3 e 1 μm .

Na preparação das amostras para o EBSD, as amostras das rotas EA, EB, EC e ED foram cortadas por eletroerosão com o intuito de se conseguir superfícies paralelas e espessura de 1 mm. As amostras foram lixadas de 100 até 1200 *mesh* e polidas por jateamento eletrolítico com o equipamento Struers Tenupol 5 utilizando solução de 9% de ácido perclórico (HClO_4) e 91% de etanol, a uma temperatura de -20°C e com tensão de 20,5V. O tempo de exposição da amostra à solução foi de 45 segundos. Já a amostra CR polida com sílica coloidal (0,2 μm) por uma hora.

3.4.2 Quantificação da fração de fase δ

Com as imagens adquiridas pelo MEV Vega 3LMU da marca Tescan do Laboratório Multiusuário de Microscopia da COPPE/UFRJ no modo retroespalhado, com voltagem de 20 kV e aumento nominal de 2000 vezes, foi possível a determinação da fração de fase δ . A análise foi feita utilizando histograma de 8 bits e binarização dessas imagens através do software Image J. Foram realizadas quatro varreduras em regiões aleatórias, da borda e do centro dos fios para todas as condições solubilizadas. Como nas imagens também era possível observar carbeto de nióbio (com o mesmo tom de cor), que é identificado por ter o tamanho consideravelmente maior do que a fase δ , foi utilizado uma média de 0,45% como sendo desta fase, ou seja. Se a contagem total das fases ficasse

em 1,45%, a fração de δ seria 1%. O anexo I deste trabalho explica mais a fundo a aquisição da fração de δ pelo Image J.

3.4.3 Análise da superfície de fratura (longitudinal)

Os corpos de prova rompidos do ensaio de tração, que apresentaram a menor ductilidade, foram analisados no MEV Vega 3LMU da marca Tescan do Laboratório Multiusuário de Microscopia da COPPE/UFRJ, no modo secundário, com voltagem de 20 kV. Também foram analisadas, no modo retroespalhado, as regiões próximas a fraturas sem ataque na seção longitudinal do fio com aumentos de 1000 a 5000 vezes.

3.4.4 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

O EBSD foi feito em todas as rotas na condição envelhecida. Duas varreduras foram realizadas em todas as amostras, no centro e na borda do material.

As análises das amostras EA, EB e ED foram realizadas no laboratório de materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET/CSF-RJ), enquanto as análises EC e CR, no Instituto militar de engenharia (IME). Os equipamentos (MEV+EBSD) utilizados no CEFET e IME foram respectivamente: CAMSCAN 3200 LV com Câmera de EBSD Oxford e sistema HKL e QUANTA 250 FEG com detectores da Bruker, controlados pelo software CrystAlign. Os parâmetros utilizados na varredura do EBSD do CEFET foram: step size de 1 μm , distância de trabalho de 17 mm e tensão de 20 kV e os do IME foram: step size de 1 μm distância de trabalho de 20 mm e tensão de 25 kV.

3.4.5 Tamanho de grão

O tamanho de grão das amostras foi definido utilizando o método do intercepto linear com uma malha de 10x10 através do software de tratamento de imagem Image J. As imagens para tal foram adquiridas utilizando o pacote de análise de textura MTEX 5.1.1 que utiliza o software Matlab como base para o tratamento dos dados do EBSD.

3.4.6 Pós-Processamento dos dados de EBSD

Os contornos especiais foram determinados seguindo o critério de Brandon [68], que utiliza a equação (14) como base:

$$\Delta\theta \leq 15^\circ \Sigma^{-1/2} \quad (14)$$

As identificações dos contornos, aquisições das imagens, quantificações das frações de contornos especiais e figuras de polo invertido foram feitas através do pacote de análise de textura MTEX do software Matlab. Para as FPI foram utilizados dois filtros para melhor apresentação das imagens. O primeiro filtro utilizado foi o *smooth* para suavizar os contornos de grão, já para o interior do grão foi utilizado o filtro *half quadratic*, o qual consiste numa extrapolação ponto à ponto para estimar as orientações dos pontos não indexados da matriz austenítica. Este segundo filtro, devido às extrapolações, minimiza as distorções reais do material. Além disso, com essa análise foi possível se obter a fração recristalizada através do GOS (*grains orientation spread*). Onde os grãos considerados recristalizados são aqueles com o GOS < 2°. O código utilizado para esta aquisição é demonstrado com mais detalhes no anexo II deste trabalho.

3.4.7 Fração de pontos triplos

Os pontos triplos foram identificados manualmente. Para tal, utilizou-se o pacote de análise de textura MTEX para gerar a figura com identificação dos contornos Σ^3 e limitar uma área aleatória que contivesse no mínimo 115 pontos triplos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DA HETEROGENEIDADE DA DEFORMAÇÃO NO MATERIAL.

4.1.1 Análise do parâmetro Δ

O parâmetro Δ é um indicativo para a heterogeneidade no processo de trefilação. Este parâmetro leva em consideração os fatores geométricos da fieira e a redução da área transversal. Portanto, em cada um dos passes haverá um valor de Δ diferente, como é visto na tabela 6.

Tabela 6- Cálculo do parâmetro Δ para as reduções feitas nas rotas

	Passe1	Passe2	Passe3
ângulo α (°)	4,5	4,5	4,5
Área inicial(mm ²)	35	27,3	22,9
Área final(mm ²)	27,3	22,9	19,6
Δ	1,26	1,79	2,02

É possível notar que, como o ângulo de entrada é constante para todas as fieiras, o fator preponderante para a determinação do parâmetro Δ foi a redução do fio em cada passe.

Segundo esta indicação, há um aumento considerável no parâmetro Δ , o qual em todos os casos ultrapassa o valor de 0,9(valor de deformação homogênea). Estes valores sugerem um aumento na heterogeneidade da deformação. Portanto, é esperado, que ao final do processo, haja uma diferença em alguns parâmetros que dependem da quantidade de deformação entre pontos distintos do material.

4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.2.2 Análise da precipitação de fase δ e sua influência no tamanho de grão

A quantificação da fase δ foi determinada pela análise de imagem para todas as rotas solubilizadas. Os resultados da fração de δ foram calculados a partir de imagens de MEV. Um exemplo da aquisição e tratamento dessas imagens está presente na Figura 28, a qual retrata a rota D. Na tabela 7 é possível observar os resultados da quantificação desta fase, assim como o tamanho de grão da matriz.

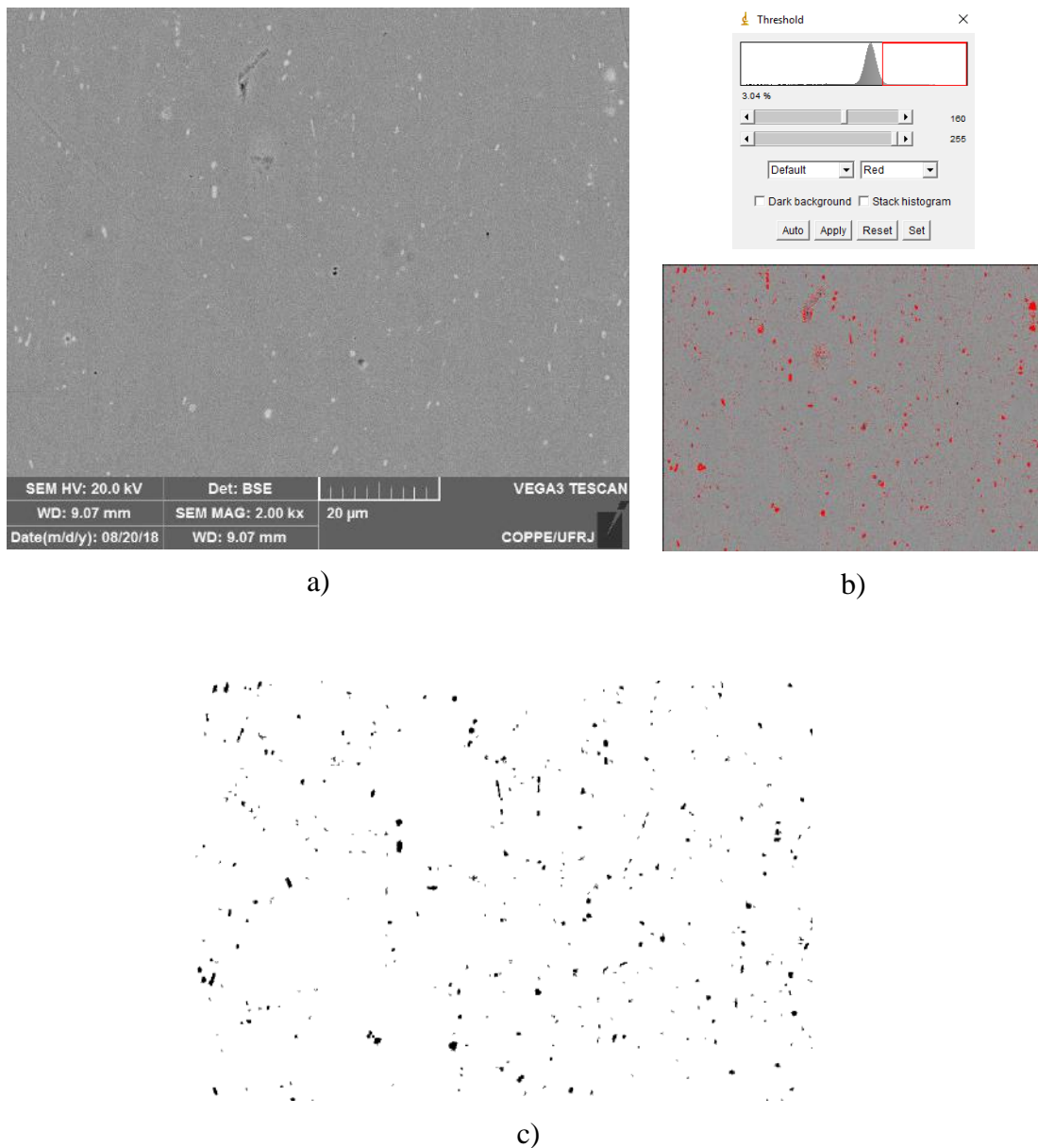


Figura 28- a) Imagem de MEV em modo retroespalhado para estimativa de fração de fase δ na Rota SD b) Histograma de 8 bits e imagem gerada pelo software image J c) Imagem binarizada após o tratamento de imagem.

Tabela7- fração de fase δ e tamanho de grão discriminados entre borda e centro.

Aumento nominal	2000x			
Amostra	SA	SB	SC	SD
Fração média de fase delta (%)	1,23±0,14	1,83±0,45	1,21±0,41	1,11±0,17
Fração de fase delta no centro(%)	0,90±0,17	1,60±0,43	1,16±0,48	1,06±0,11
Fração de fase delta na borda(%)	1,58±0,40	2,07±0,33	1,40±0,10	1,17±0,17
δ Borda/ δ Centro	1,76	1,29	1,21	1,10
Tamanho de grão médio (μm)	15,51±1,22	10,65±0,18	58,70±1,94	23,33±0,71
Tamanho de grão no centro (μm)	16,37±3,57	10,77±0,85	60,07±3,19	22,83±1,71
Tamanho de grão na borda (μm)	14,65±1,00	10,52±0,05	57,33±9,07	23,83±2,20

Como a temperatura de solubilização sub-solvus δ foi a mesma para todas as rotas, a quantidade de precipitados desta fase aparenta variar de acordo com dois fatores integrados: tempo de precipitação e deformação prévia à precipitação. Nas amostra SB, a qual apresenta precipitação de δ entre todos os passes de trefilação, houve uma maior fração desta fase. Isto provavelmente ocorreu devido à combinação entre a precipitação de fase δ e a deformação prévia à esta. Segundo LIU *et al.* [71], há, de fato, um aumento na cinética de precipitação de fase δ decorrente da deformação prévia do material. Portanto, a amostra SB, a qual apresenta mais tempo de precipitação aliada à deformação prévia apresentou uma maior fração do que as demais rotas. Em contrapartida, a amostra SD, a qual não apresentam precipitação interpasso de δ , tem a seu favor apenas o tempo de solubilização após último passe de trefilação. Portanto, apresentou a menor fração desta fase.

É válido ressaltar que há, de fato, indícios de que a deformação prévia a precipitação de δ interfere na cinética de precipitação desta fase, visto que as amostras SA e SC têm as frações médias de fase δ semelhantes e tempos de precipitação de fase δ diferentes. Enquanto a amostra SA apresenta um tempo de 30 minutos, SC apresenta 75.

Outro fator importante observado é a variação de precipitação de δ entre o centro e a borda dos fios. Devido a isso, foi calculado o fator $\delta_{\text{borda}}/\delta_{\text{centro}}$, o qual representa a razão entre a fração de fase δ na borda e a fração do centro. Portanto, quanto mais este fator se afasta de 1, há indícios de uma maior disparidade entre a quantidade de fase δ entre a borda e o centro. Esta análise permite concluir que nas amostras que foram solubilizadas abaixo da linha solvus δ (SA e SB) entre os passes intermediários de trefilação, houve uma maior heterogeneidade na precipitação desta fase. Esta

heterogeneidade pode estar associada ao processo de trefilação, o qual neste caso provavelmente apresenta maior deformação na borda do que no núcleo do fio.

Algumas pesquisas reiteram a influência da precipitação da fase δ no tamanho de grão na liga de níquel. MEDEIROS *et al.* [10], por exemplo, relatam uma relação exponencial entre estes parâmetros. Segundo ARAUJO *et al.* [52] a relação entre o aumento da fração de fase δ e o refino do grão é justificada pela atuação desta fase como barreira ao crescimento do grão da matriz, além da fase δ atuar como sítio preferencial para a recristalização. No presente trabalho é possível observar na Figura 29 que este fenômeno realmente ocorre. Na rota B, a qual se obteve a maior fração de fase δ , o tamanho de grão foi menor. No entanto, a rota C não segue este padrão. Ao que tudo indica, nesta rota, a não precipitação de δ nos passes intermediários, fizeram com que apenas o último passe, o qual induz a menor deformação (15,4%), potencializasse a precipitação desta fase. Isto provavelmente diminuiu a cinética de precipitação desta fase e, conseqüentemente, retardou a sua atuação como barreira ao crescimento do grão.

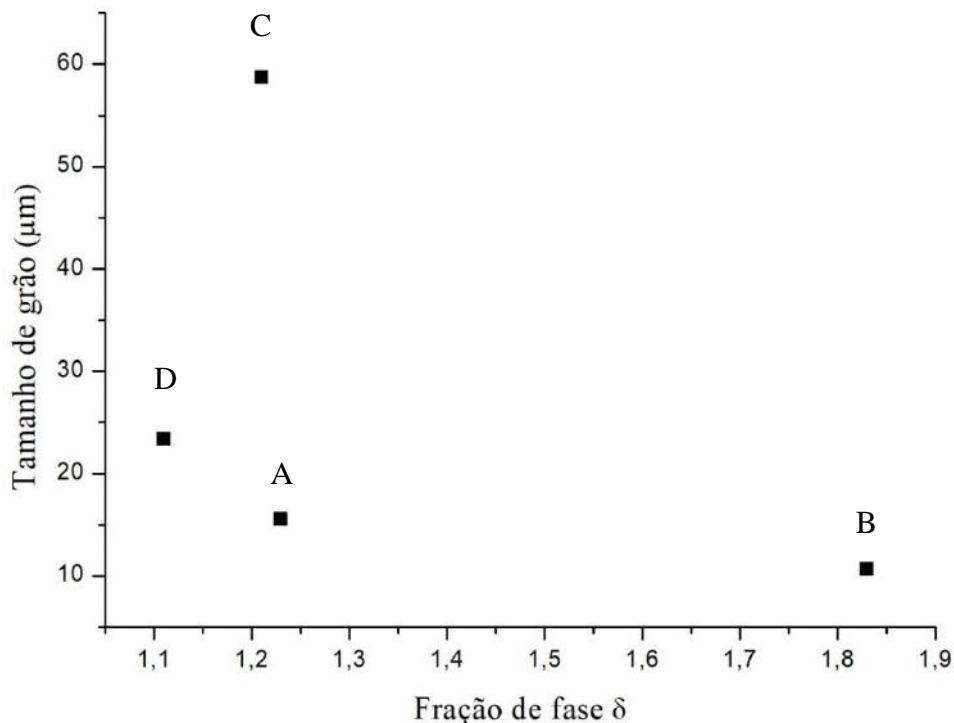
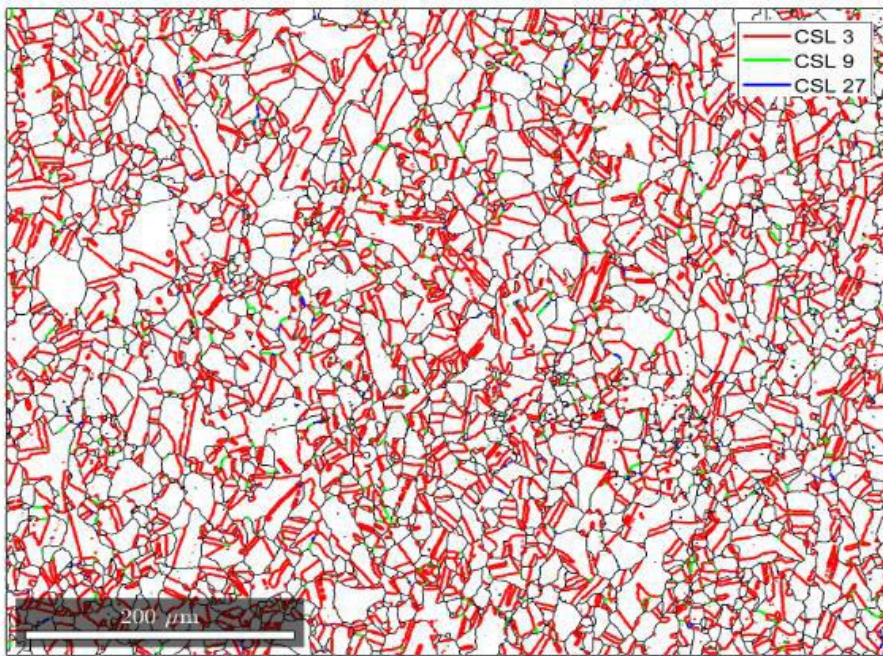


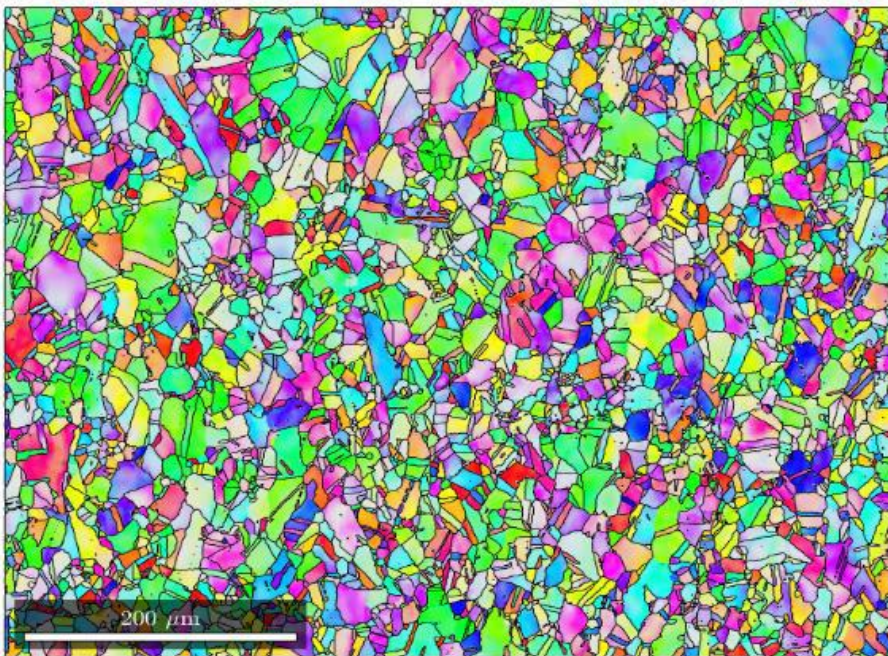
Figura 29- relação entre precipitação de fase δ e tamanho de grão da matriz

4.2.3 Análise da mesotextura

Para a avaliação da mesotextura foram realizadas análises por EBSD em todas as rotas na condição envelhecida e no material como recebido. A Figura 30 mostra a figura de polo inverso e os contornos $\Sigma 3^n$ do material como recebido. Nas Figuras 31-34 observa-se as figuras de polo inverso das rotas A, B, C, D no centro e na borda. Já as Figuras 35-38 mostram a distribuição dos contornos especiais nas rotas A, B, C e D, respectivamente. Nas Figuras 39 e 40 pode-se observar a fração de contornos $\Sigma 3, \Sigma 9$ e $\Sigma 27$ discriminadas, no centro e na borda respectivamente. A tabela 8 mostra a fração total de contornos $\Sigma 3^n$ e a média e desvio padrão entre borda e centro.



a)



b)

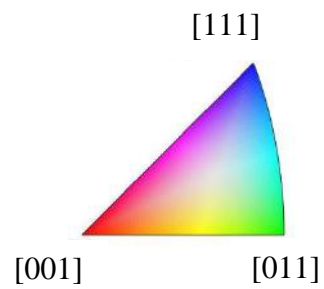
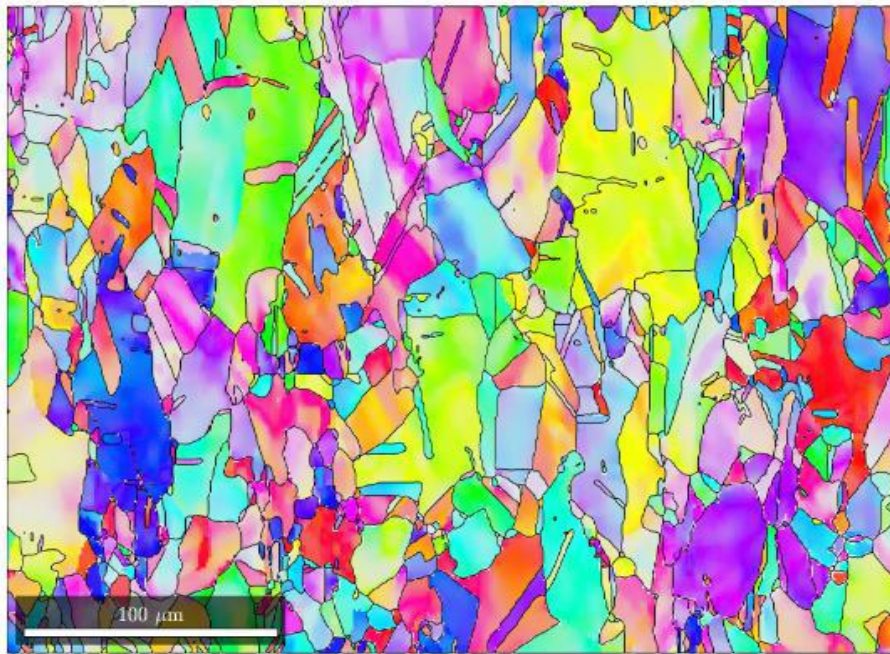
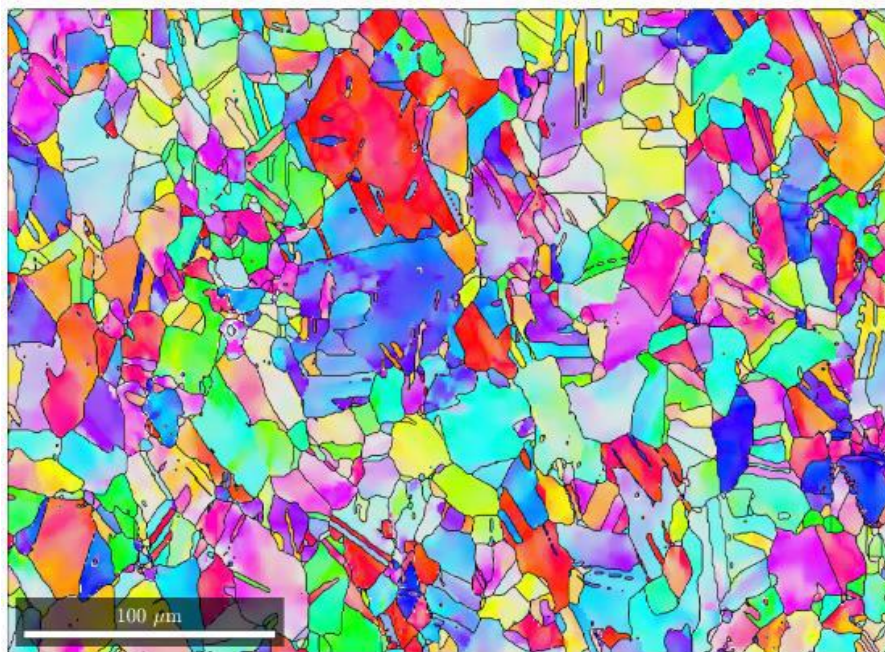


Figura 30- a) Distribuição característica dos contornos de grão da amostra como recebida e b) Figura de polo inverso da amostra como recebida



a)



b)

Direção de trefilação

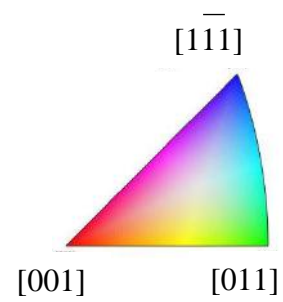
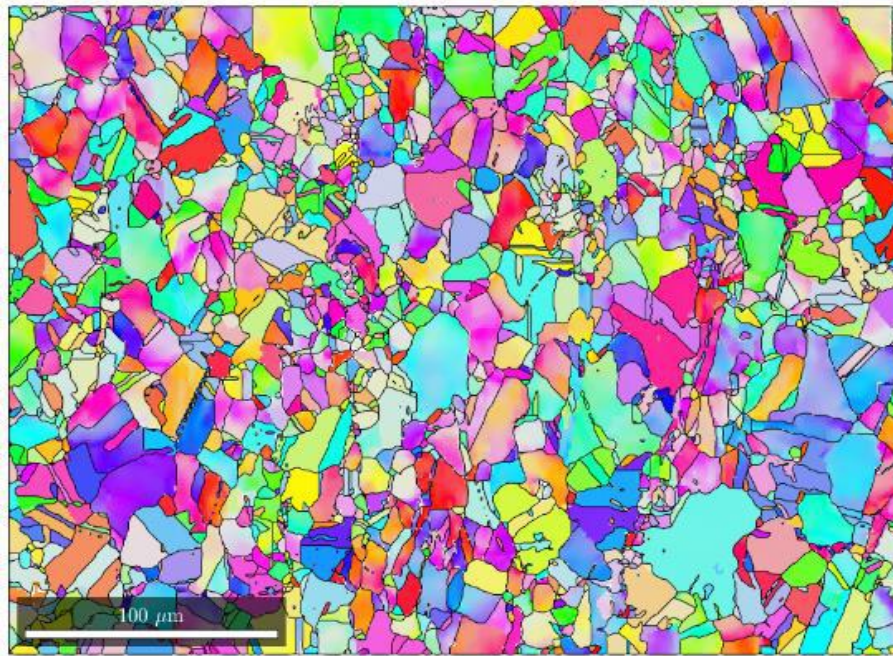
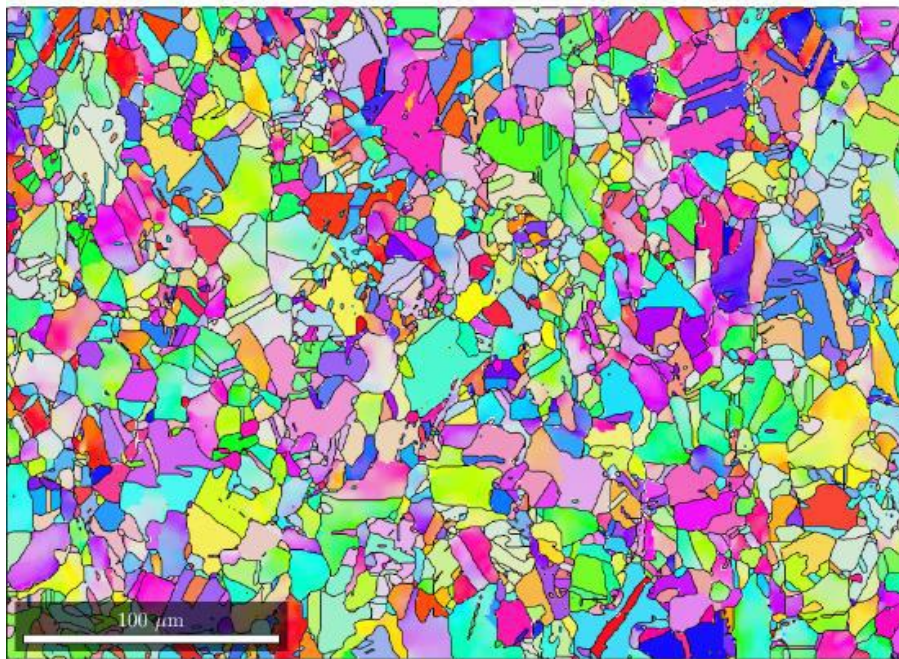


Figura 31 Figura de polo inverso da rota A a) Centro b) Borda



a)



b)

Direção de trefilação

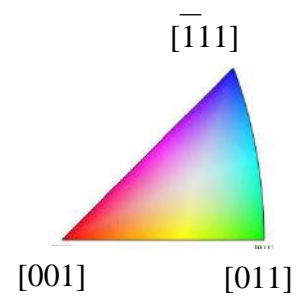
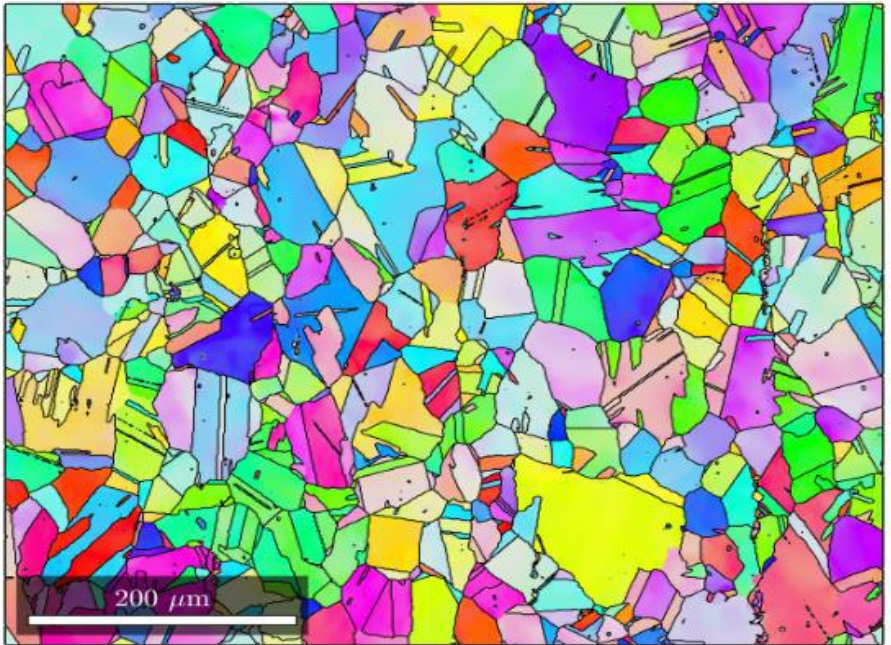
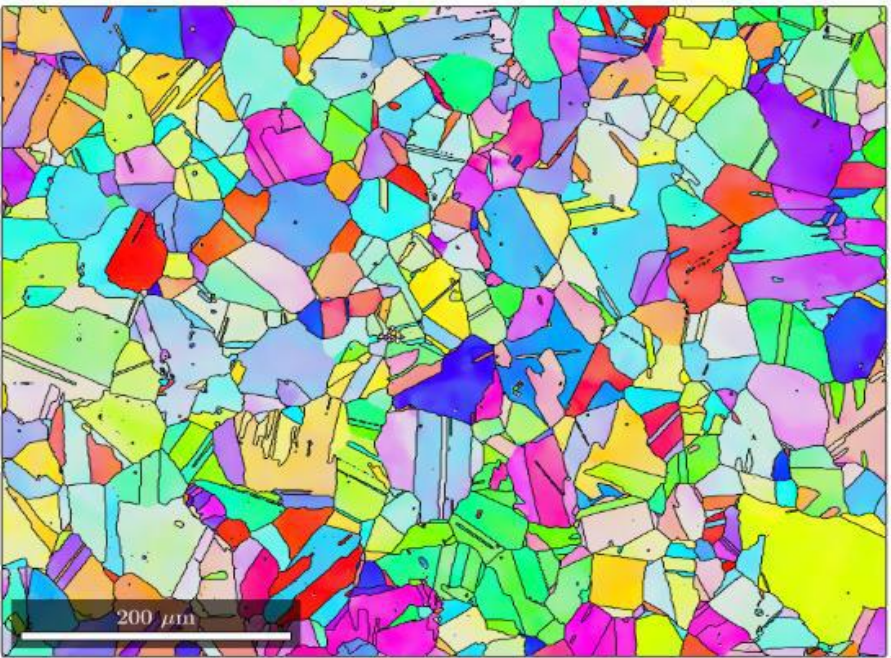


Figura 32-Figura de polo inverso da rota B a) Centro b) Borda



a)



b)

Direção de trefilação

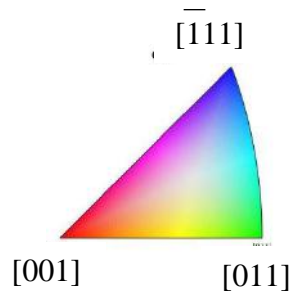
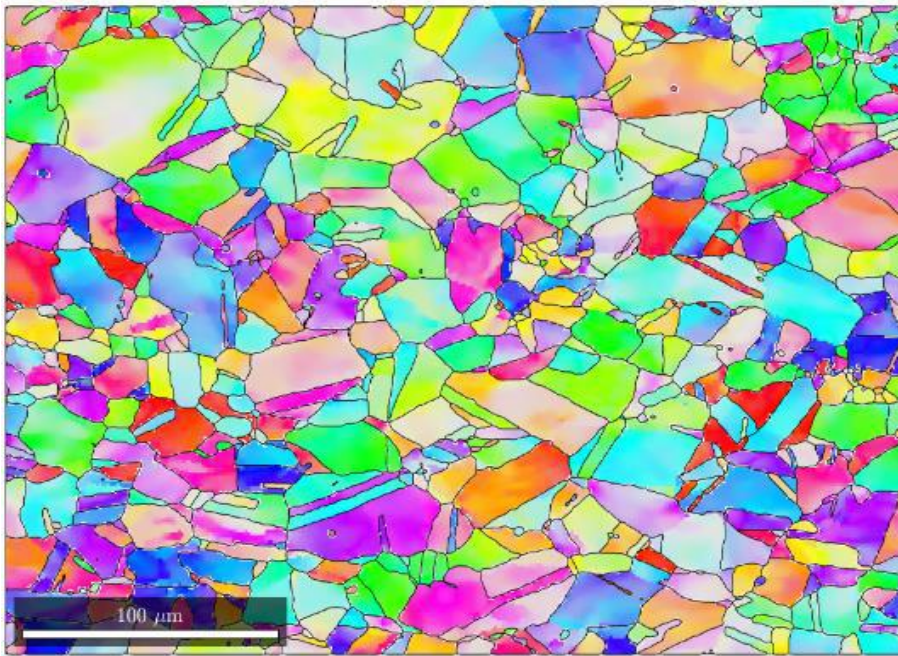
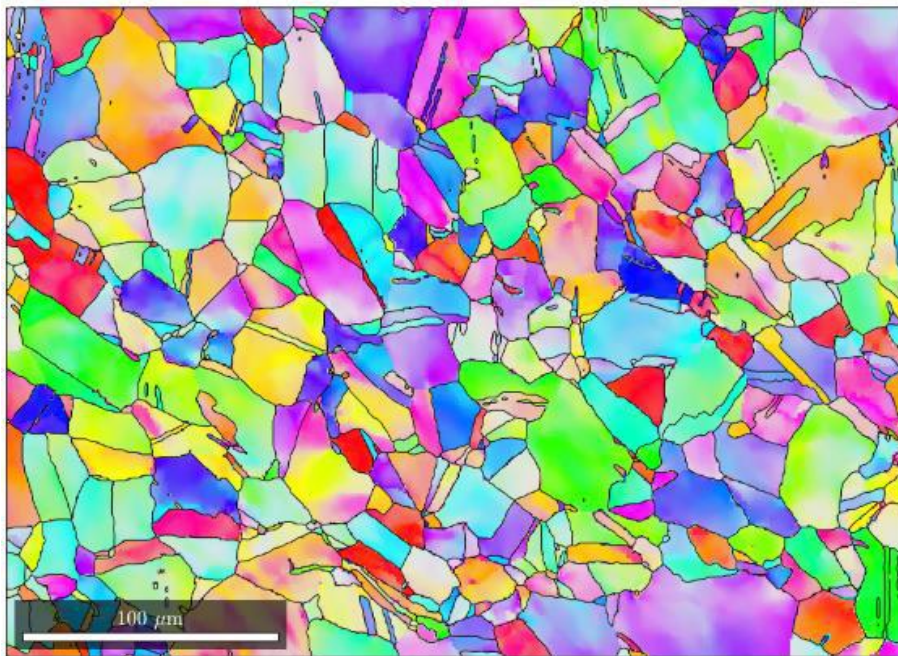


Figura 33- Figura de polo inverso da rota C a)Centro b) Borda



a)



b)

Direção de trefilação

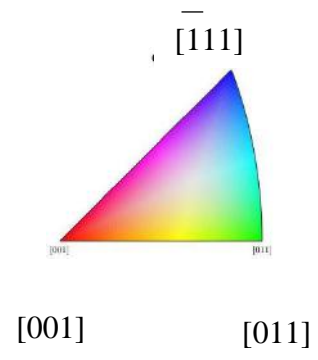
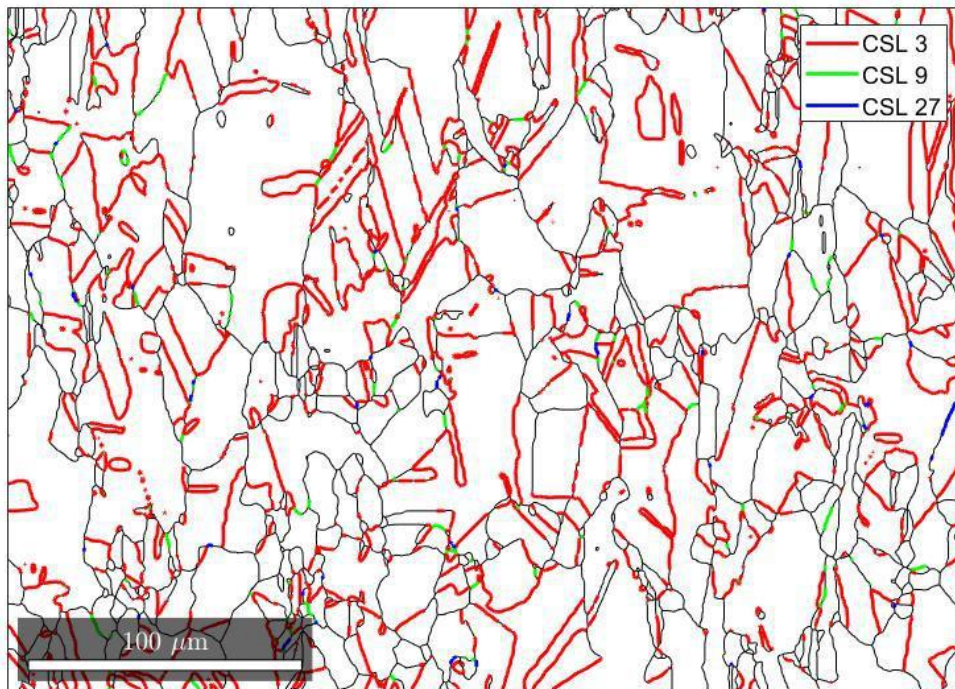
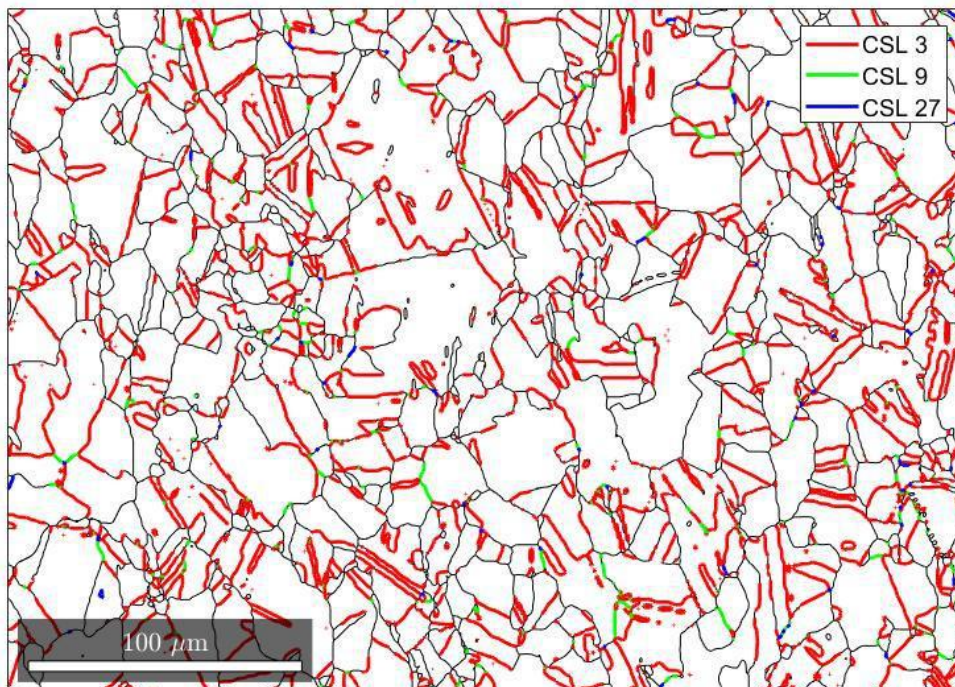


Figura 34 Figura de polo inverso da rota D a) Centro b) Borda

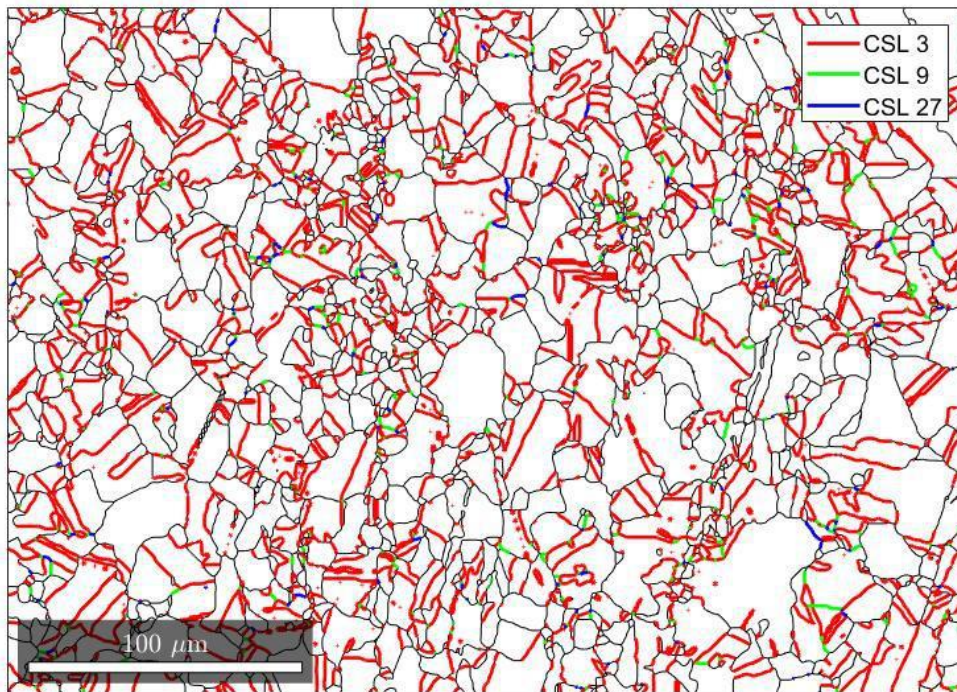


a)

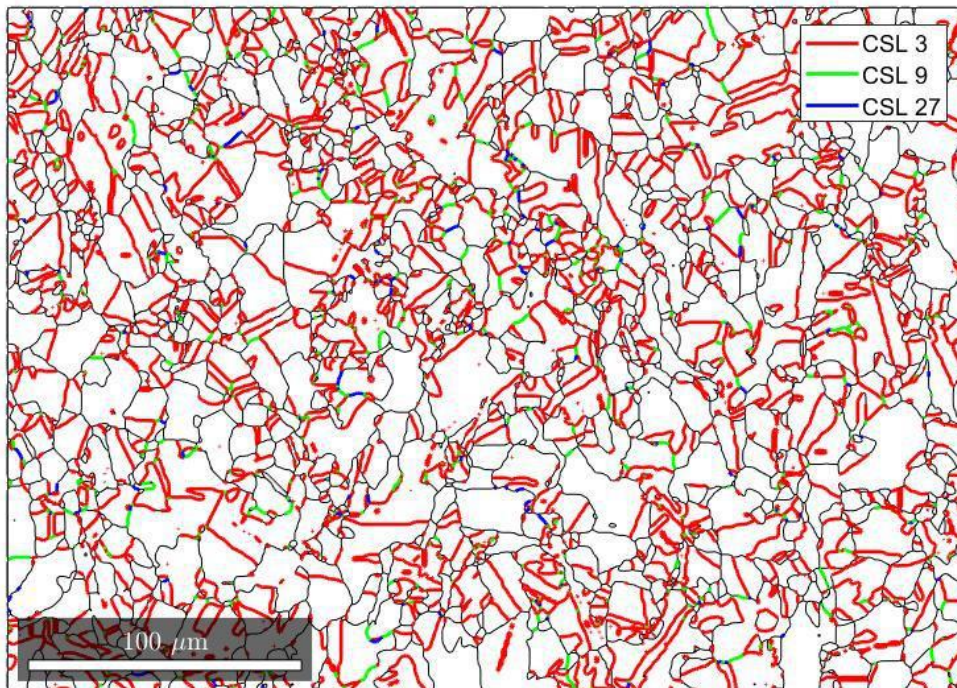


b)

Figura 35- Distribuição característica dos contornos de grão da rota A a)Centro b)Borda

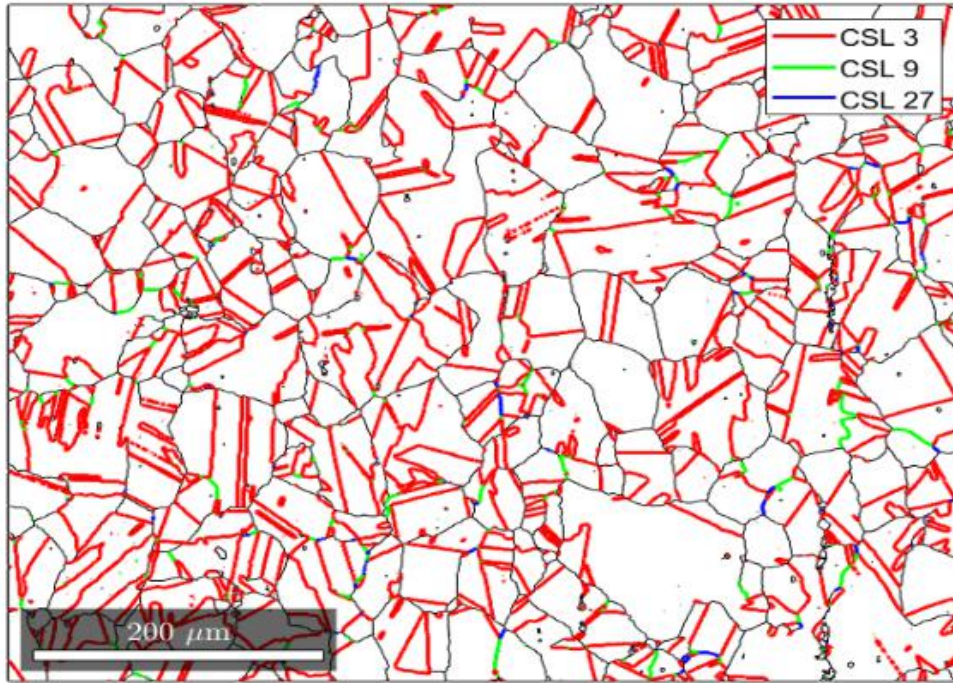


a)

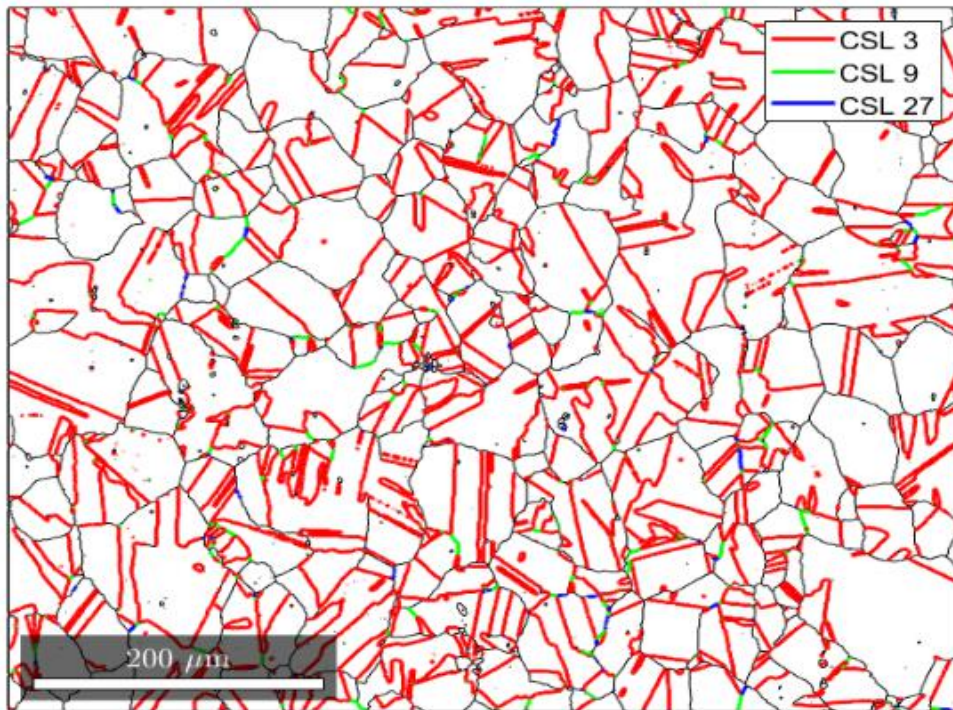


b)

Figura 36- Distribuição característica dos contornos de grão da rota B a) Centro b)Borda

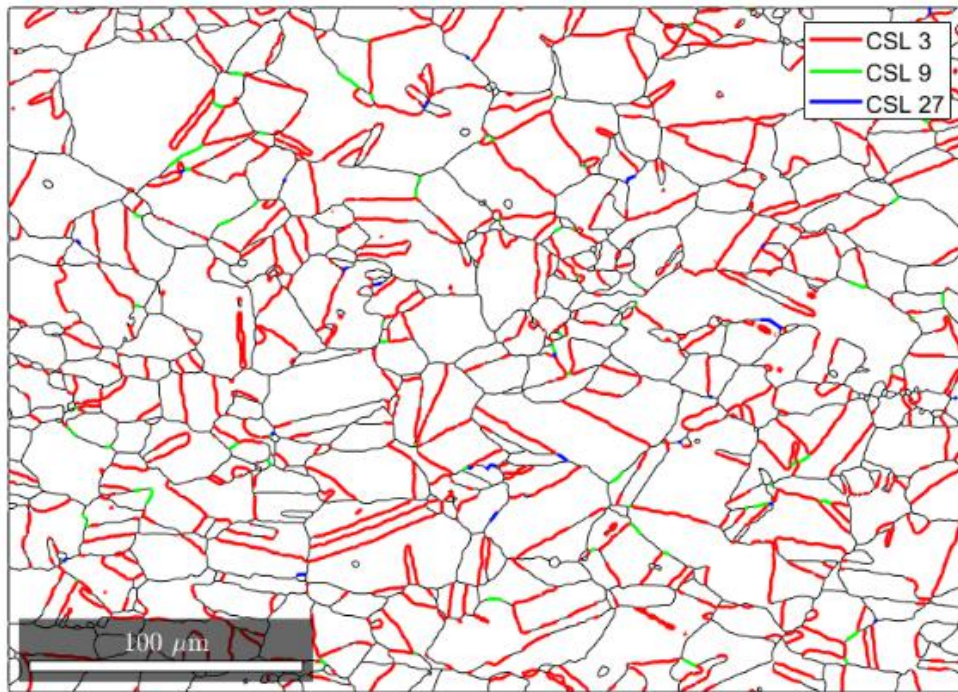


a)

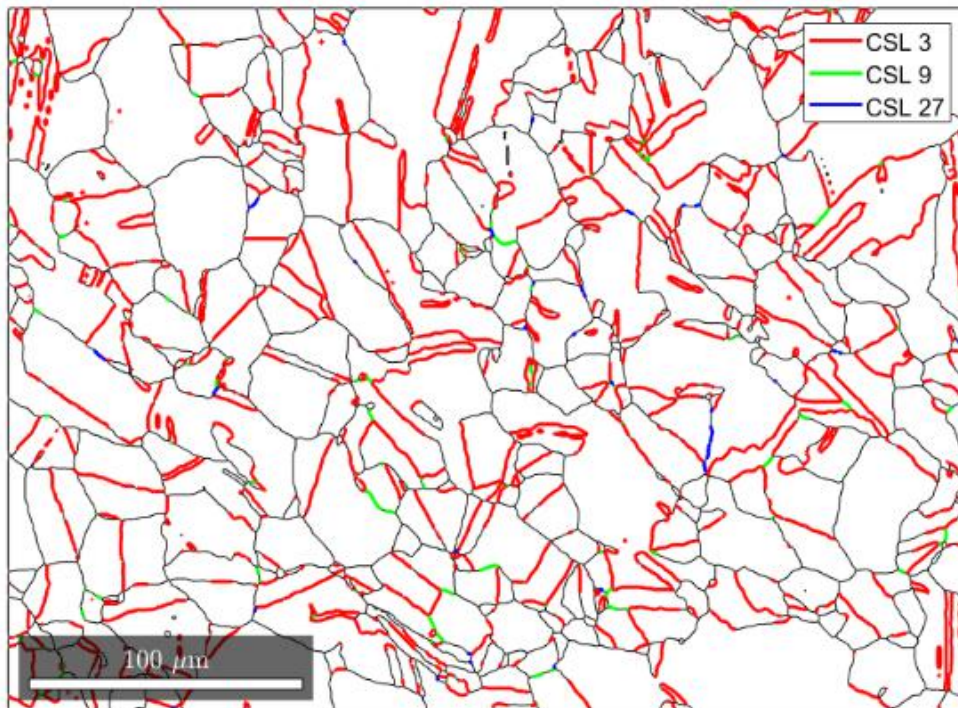


a)

Figura 37- Distribuição característica dos contornos de grão da rota C a) Centro b)Borda



a)



b)

Figura 38- Distribuição característica dos contornos de grão da rota D a) Centro
b) Borda

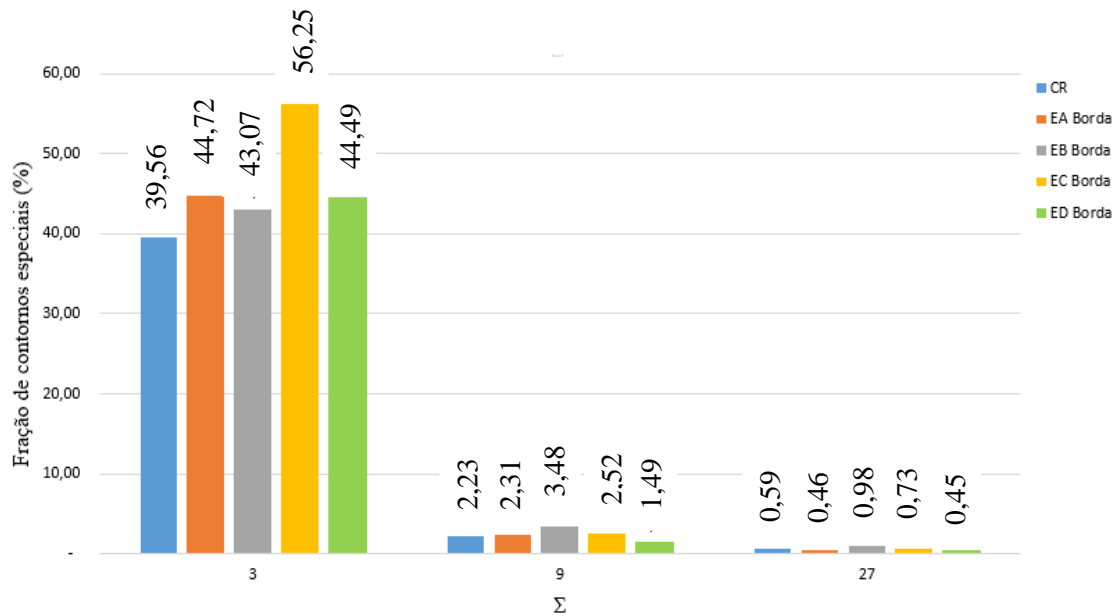


Figura 39- Fração de contornos especiais na borda

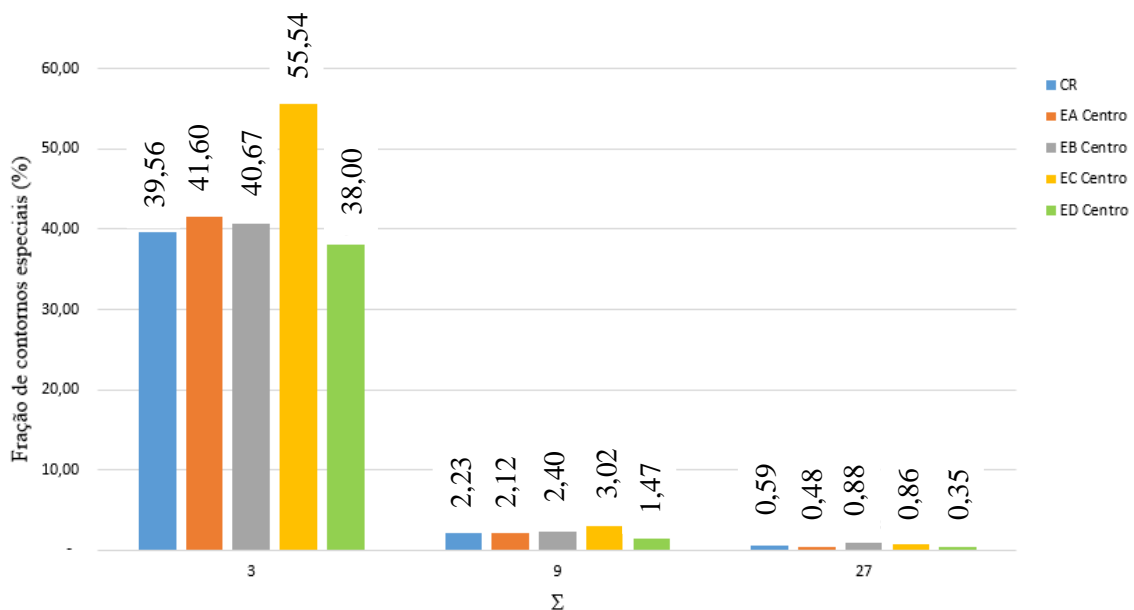


Figura 40- Fração de contornos especiais no centro.

Tabela 8- Média das frações de contornos especiais e razão de pontos triplos

Amostra	EA	EB	EC	ED
Fração média de contornos especiais (%)	45,84 ± 2,31	45,74 ± 2,53	59,46 ± 0,06	43,13 ± 4,67
Fração de contornos especiais na borda(%)	47,49	47,53	59,5	42,38
Fração de contornos especiais no centro(%)	44,2	43,95	59,42	39,82
$\Sigma 3^n$ Borda/ $\Sigma 3^n$ Centro	1,07	1,08	1,00	1,06
Pontos triplos especiais/Pontos triplos não especiais no centro	0,26	0,28	0,36	0,22
Pontos triplos especiais/Pontos triplos não especiais na borda	0,38	0,42	0,53	0,23

Apesar de todas as rotas apresentarem um aumento na fração de contornos especiais em relação à condição recebida, como é observado nas Figuras 39 e 40, a amostra C foi a única que obteve um aumento significativo. Nesta rota não foi precipitada fase δ entre os passes de trefilação, o que pode traduzir em uma maior mobilidade dos contornos, haja visto que δ se precipita preferencialmente nos contornos e age como uma barreira a movimentação dos grãos. No entanto, a amostra D, que também não teve a precipitação desta fase entre os passes, não apresenta esse aumento substancial.

Ao que tudo indica, a diferença entre os tempos na última etapa de solubilização das rotas teve um papel marcante no mecanismo de regeneração dos contornos. Enquanto a rota C foi solubilizada por 75 minutos, a rota D foi solubilizada por apenas 15 minutos, indicando que, para a deformação prévia fornecida ao material, o tempo de reaquecimento à 975°C para a amostra D foi insuficiente para ativar mecanismos que atuam na movimentação de contornos, como: recristalização ou movimentação induzida por deformação.

Nota-se, segundo a Tabela 8, que nas rotas A, B e D, há um pequeno aumento da fração de contornos na borda em relação ao centro do material. Este comportamento foi traduzido pelo parâmetro Σ^3 Borda/ Σ^3 Centro, onde todos estão maiores ou igual a 1. Isto evidencia uma influência da deformação no mecanismo de regeneração dos contornos do material, onde sugere-se que a borda sofre maior deformação do que o centro. Segundo as Figuras 31 à 34, a amostra C foi a única que apresenta uma figura de polo inverso sem gradiente de cores no interior dos grãos ao longo da microestrutura, o que pode indicar que independentemente da quantidade de deformação fornecida ao centro e à borda, 75 minutos foram suficientes para ativar um mecanismo de diminuição da regeneração dos contornos ao longo de toda microestrutura. Este fato explica o porquê desta rota não apresentar diferença significativa entre a fração de contornos especiais na borda e no centro, ficando com o Σ^3 Borda/ Σ^3 Centro aproximadamente igual a 1.

Em análise sobre a conectividade dos contornos, é possível observar que na rota C, a qual atingiu a maior fração de contornos especiais, houve também uma maior relação entre Pontos triplos especiais/Pontos triplos não especiais. Esse aumento significa que há uma quebra na conectividade dos contornos de alto ângulo, a qual pode influenciar numa barreira para a propagação de algum defeito intergranular. Em trabalho com análise similar, MEDEIROS *et al.*[10] também concluíram que quanto maior a fração de contornos especiais existentes, maior a chance de quebra da conectividade entre os

contornos passíveis de propagação de defeitos intergranulares, que é explicada pela teoria da percolação. Além disso, em todas as rotas houve uma maior quebra de conectividade na borda em relação ao centro, o que, mais uma vez, sugere que a heterogeneidade de deformação influencia na movimentação de contornos e conseqüentemente na razão de pontos triplos.

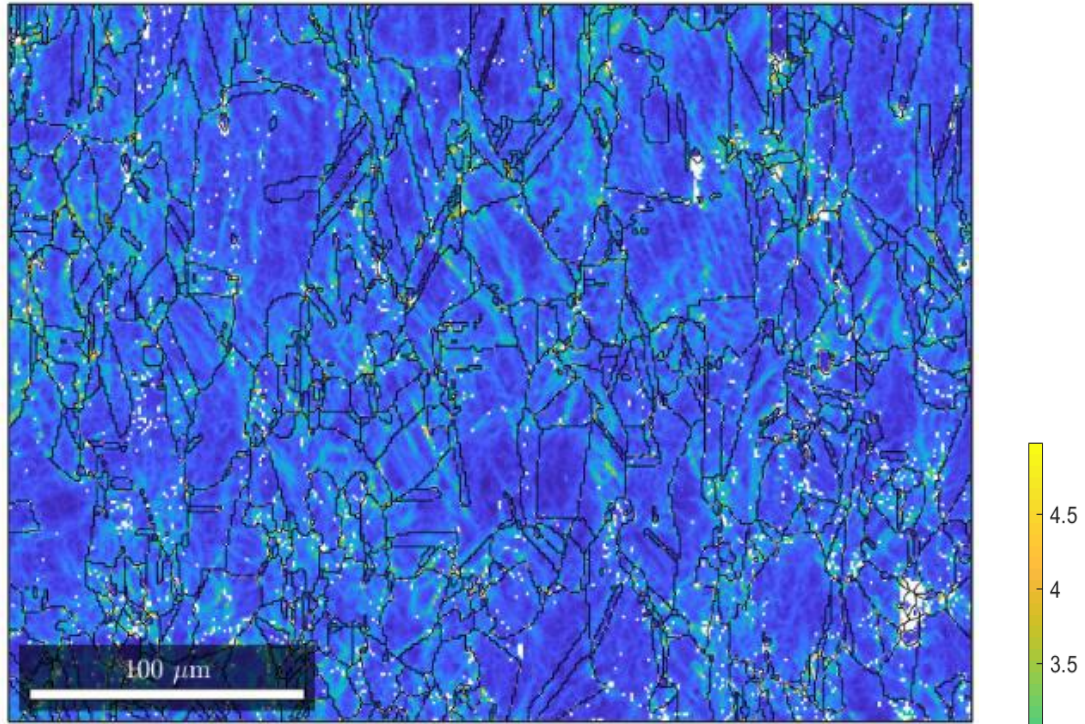
É possível fazer uma análise qualitativa sobre as deformações remanescentes e mecanismos de regeneração dos contornos através do KAM (*kernel average misorientation*). Segundo SARAF 2011 [72], o KAM quantifica a desorientação média de um ponto em relação aos seus vizinhos, ou seja, esta análise representa uma medida local de desorientação. Normalmente, o KAM é alto em grãos deformados devido à alta densidade de discordância local. Nas Figuras 41-44 é possível observar que a amostra EA, a qual passou por uma solubilização sub-solvus δ entre os passes de trefilação por 15 minutos, tem uma alta desorientação majoritariamente distribuída ao longo de toda a microestrutura. Esta análise indica que a solubilização por 15 minutos não foi suficiente para ativar o mecanismo de recristalização. Já na amostra EB, que apresenta uma solubilização sub-solvus δ a mais do que EA, é possível notar que uma parte dos grãos apresenta variação de tonalidade de cor com KAM alto e o restante dos grãos apresentam um KAM baixo com tonalidade de cor única. Há indícios que a substituição da solubilização super-solvus δ por 30 minutos da amostra EA pela sub-solvus δ na rota EB gerou um acúmulo de deformação capaz de ativar o mecanismo de recristalização na solubilização seguinte. Contudo, não foi suficiente para obter uma recristalização completa. Quando se analisa a rota C, observa-se que o KAM, ao longo da microestrutura, está baixo e não há heterogeneidade de cores. Esta análise mostra que, apesar de não haver solubilização sub-solvus δ nos primeiros passes desta rota, a última solubilização à 975°C por 75 minutos foi suficiente para ativar um mecanismo que diminuísse a energia interna, provavelmente a recristalização, ao longo de quase toda a microestrutura. Ao se analisar o KAM da amostra D nota-se que, assim como a amostra A, essa apresenta alta desorientação ao longo da microestrutura, o que sugere um acúmulo de deformação. Como a amostra D, até a última solubilização, sofreu as mesmas deformações e tratamentos térmicos da amostra C, conclui-se que 15 minutos de solubilização sub-solvus δ não foi suficiente para ativar a recristalização.

Além da análise qualitativa pelo KAM, alguns autores, como: PRITHIV *et al.* [50] e KUMAR *et al.* [67], sugerem uma análise quantitativa dos grãos recristalizados através

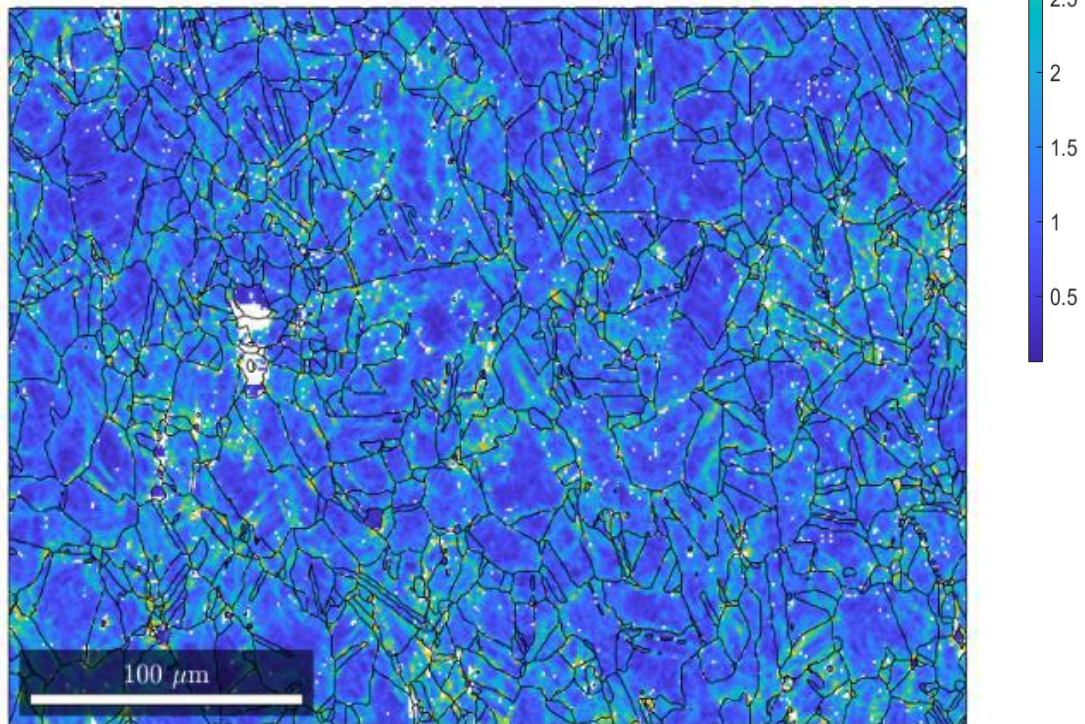
do GOS (*grains orientation spread*). A rigor, o GOS traduz a diferença média de orientação entre a orientação média dos grãos e todas as medidas da varredura dentro do grão. Segundo os autores citados neste parágrafo, para um grão ser considerado recristalizado, o seu GOS deve estar abaixo de 2° . Portanto, a Figura 45 mostra, para todas as rotas, os grãos com o $GOS < 2^\circ$. Para se obter uma estimativa de fração destes grãos recristalizados, foi medido a área dos mesmos e comparada com a área de todos os grãos (recristalizados + não recristalizados). A Tabela 9 indica a estimativa de grãos recristalizados.

A análise quantitativa do GOS corrobora a análise qualitativa do KAM. Os resultados indicam, segundo a tabela 9, que as amostras A e D, que apresentam um KAM elevado, possuem uma fração de grãos recristalizados baixa, ou seja, há indícios de deformação acumulada ao longo da microestrutura. A amostra B, que apresenta o KAM elevado em parte da microestrutura, apresenta a recristalização em torno de 47%. Por fim, a amostra C, que apresenta o KAM baixo ao longo da microestrutura, apresenta uma alta fração de grãos recristalizados, indicando que foi dado tempo suficiente para a atuação do mecanismo de recristalização. A diferença de recristalização entre a borda e o centro foi mensurada pelo fator FR_{Borda}/FR_{Centro} , o qual se encontra na Tabela 9. De forma similar à análise da fração de contornos especiais, este fator mede a intensidade da diferença entre a fração recristalizada na borda do material em relação ao centro. Em todas as rotas, com exceção da C, a recristalização foi mais intensa na borda em relação ao centro, o que sugere uma influência da maior deformação na borda do material.

Portanto, como visto na Figura 46, é possível associar o mecanismo de recristalização medido pelo $GOS < 2^\circ$ com o aumento na fração de contornos $\Sigma 3^n$. No entanto, na amostra B, a recristalização parcial parece não ter ativado de maneira significativa os mecanismos de movimentação de contornos de grão. Este fato pode indicar que exista uma fração ótima de grãos recristalizados para o aumento efetivo dos contornos $\Sigma 3^n$. Testes aumentando o tempo de solubilização entre 30 e 60 minutos devem ser feitos para confirmar esta hipótese. Outra hipótese é que a maior fração de fase δ esteja impedindo a movimentação dos contornos, sendo a recristalização, neste caso, ineficaz para o aumento da fração de contornos especiais.

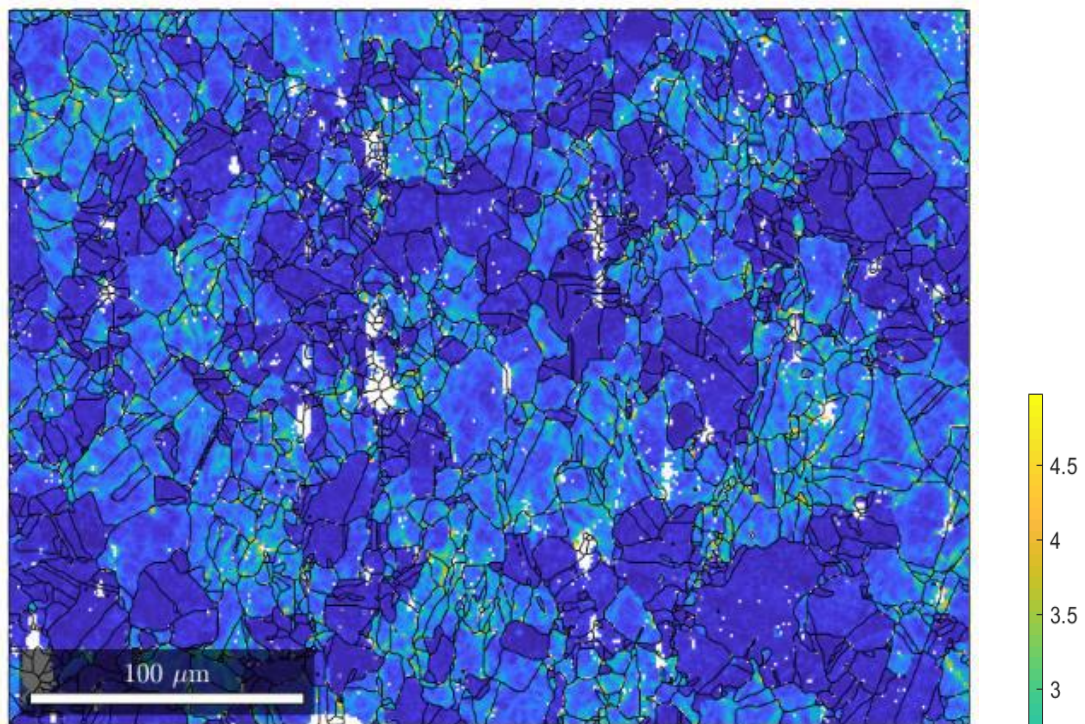


a)

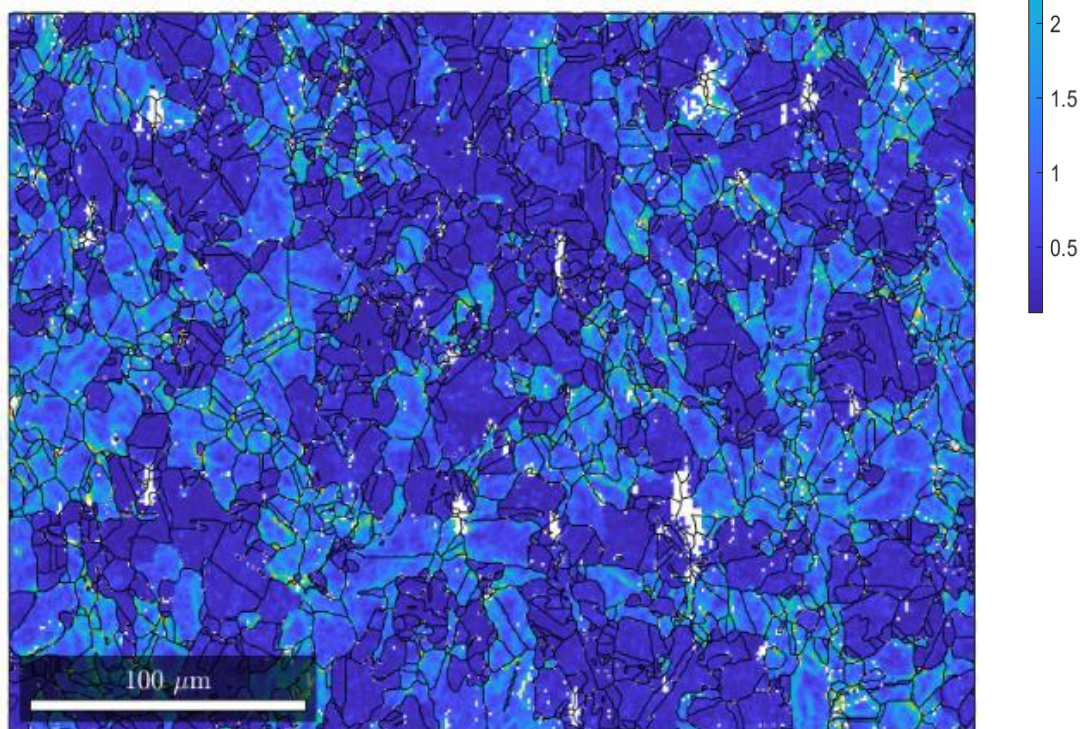


b)

Figura 41 – KAM5° da rota EA a) No centro b) Na borda

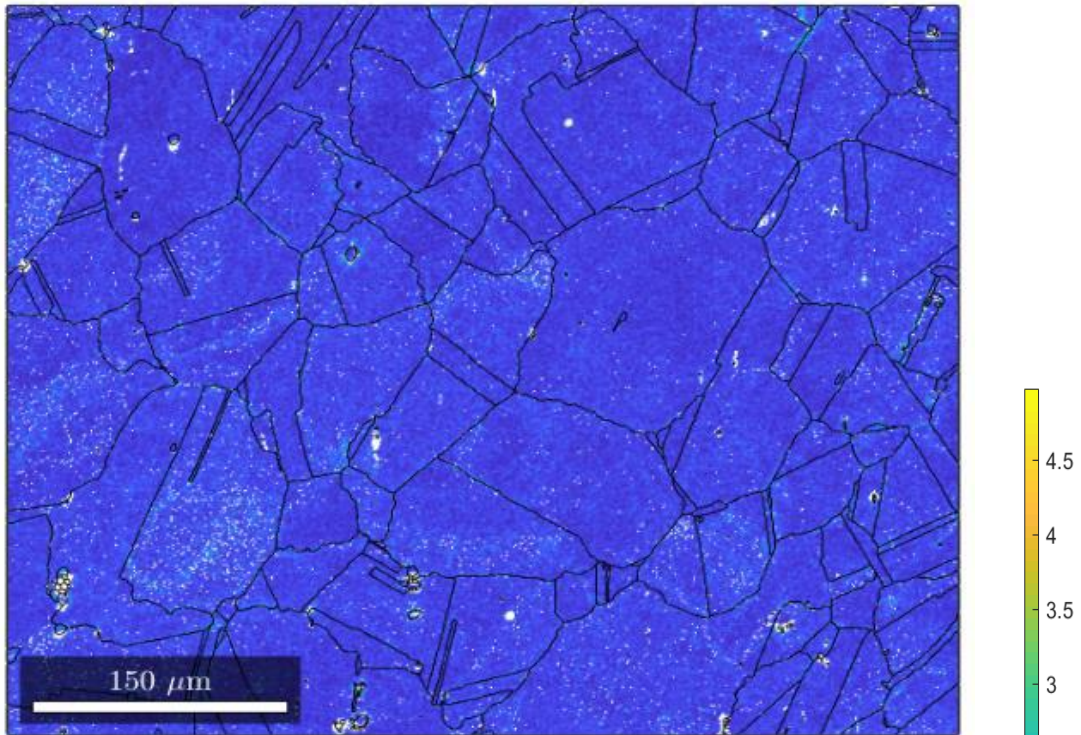


a)

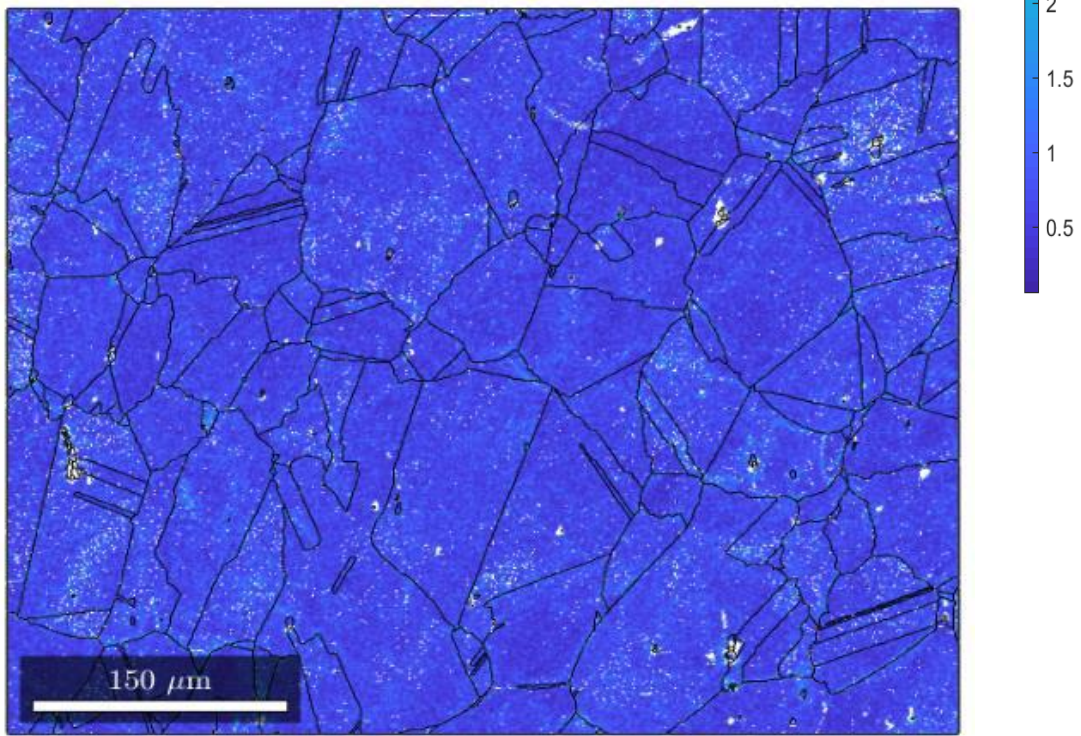


b)

Figura 42- KAM<5° da rota EB a) No centro b) Na borda

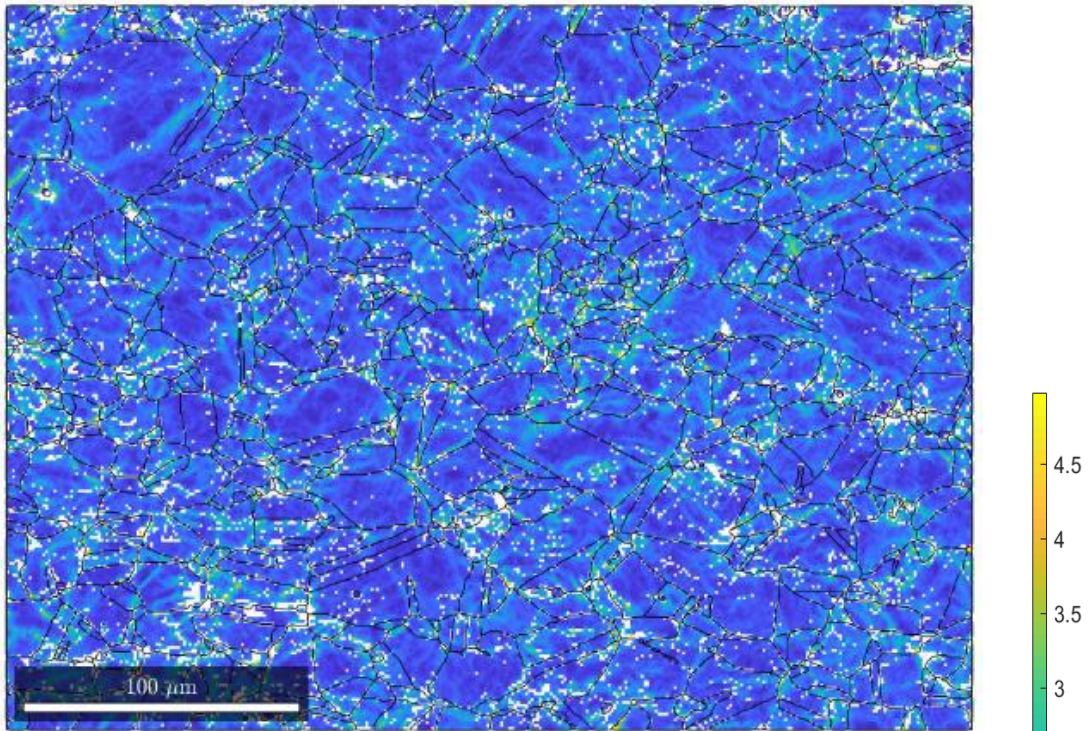


a)

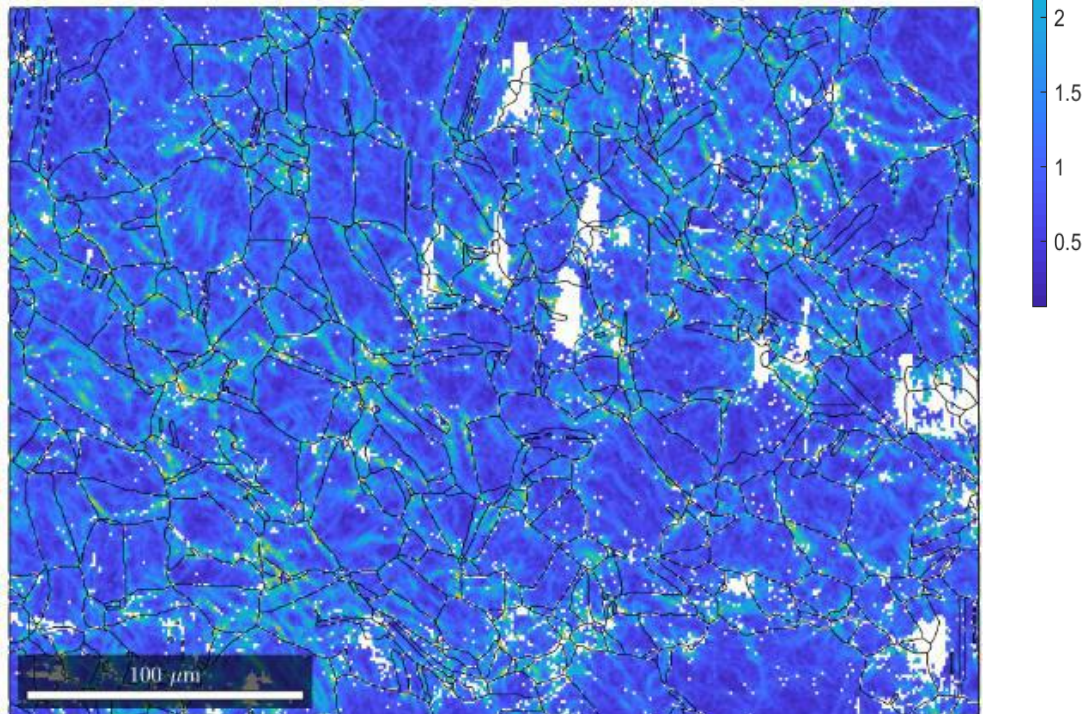


b)

Figura 43- KAM<math><5^\circ</math> da rota EC a) No centro b) Na borda



a)



b)

Figura 44- KAM5° da rota ED a) No centro f) Na borda

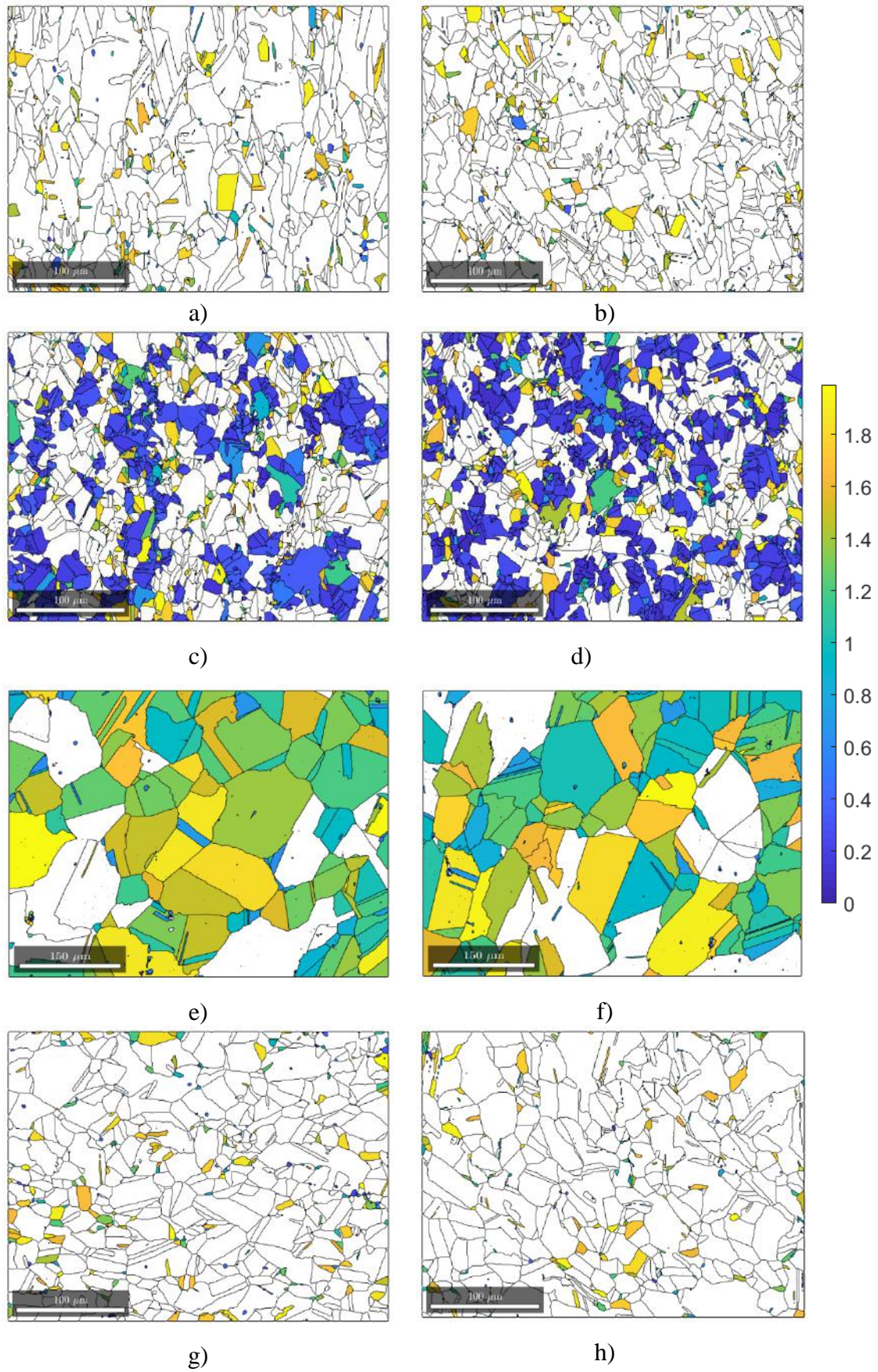


Figura 45- GOS $< 2^\circ$ das amostras a) EA centro b)EA borda c) EB centro d) EB borda e)EC centro f) EC borda g) ED centro h) ED borda

Tabela 9- Estimativa de grãos recristalizados através do GOS<2° pela fração de área.

Amostra	EA	EB	EC	ED
Fração média da área recristalizada (%)	7,49 ± 0,12	48,09 ± 4,94	74,45 ± 0,13	5,48 ± 1,32
Fração de área recristalizada na borda (%)	7,57	51,58	74,54	6,41
Fração de área recristalizada no centro(%)	7,4	44,59	74,36	4,54
FR Borda/FR Centro	1,02	1,16	1,00	1,41

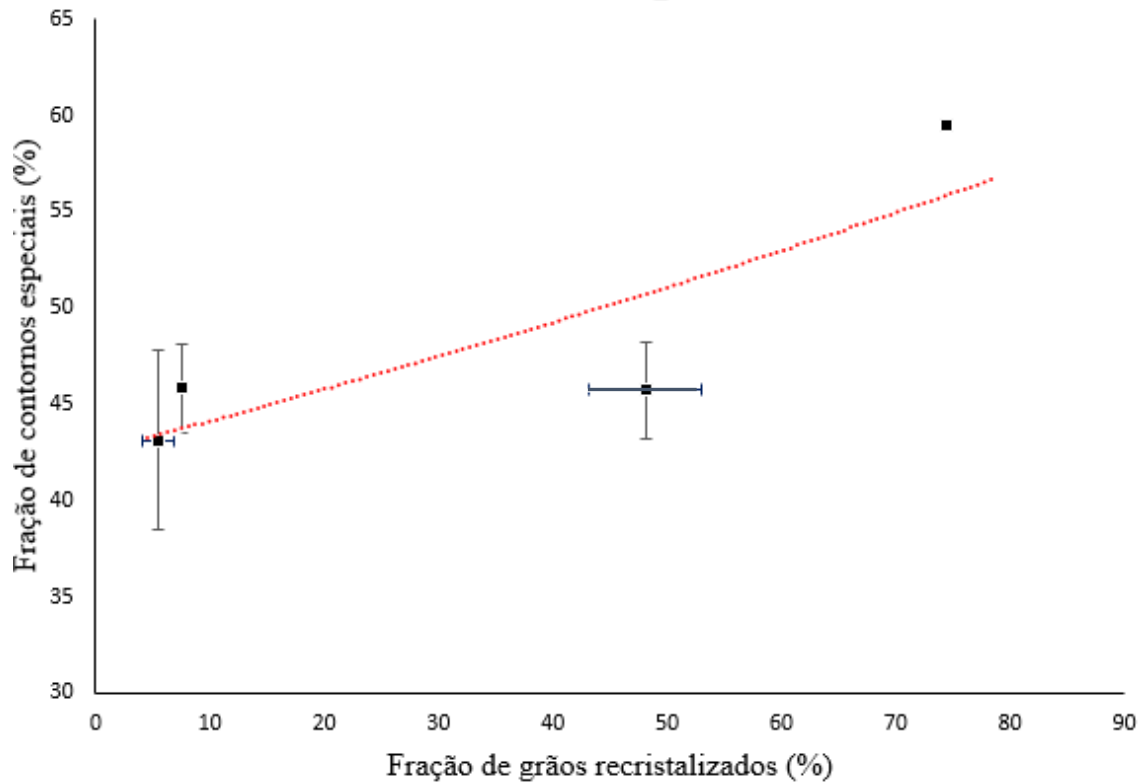


Figura 46- Relação entre média de fração de contornos especiais e média de fração de grãos recristalizados.

4.3 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

4.3.1 Propriedades mecânicas

A Tabela 10 mostra os resultados das propriedades mecânicas obtidas pelo ensaio de tração.

Tabela 10-Propriedades mecânicas das amostras para as diferentes rotas.

Amostras	Condição	LE(Mpa)	LR(Mpa)	Redução de área (%)
CR	Solubilizada	604±1	1059±6	48,4±4,5
SA	Solubilizada	467±27	1010±29	51,2±3,4
SB	Solubilizada	518±34	1001±30	52,2±1,2
SC	Solubilizada	421±2	914±44	56,6±2,3
SD	Solubilizada	400±5	881±18	57,7±4,9
EA	Envelhecida	1188±16	1496±6	33,7±9,3
EB	Envelhecida	1172±6	1458±3	36,3±0,5
EC	Envelhecida	1311±90	1546±37	39,3±8,4
ED	Envelhecida	1188±27	1476±18	42,3±2,9

Esta análise será dividida em 3 partes. A primeira parte é referente às amostras com precipitação de fase δ interpasse (Rotas A e B), a segunda parte diz respeito às rotas sem precipitação interpasse de δ (rotas C e D) e a terceira parte refere-se à uma comparação entre todas as rotas.

Na condição solubilizada, as rotas A e B apresentam valores médios semelhantes de limite de escoamento, limite de resistência e ductilidade. Contudo, a amostra B apresenta um valor médio, tanto de limite de escoamento, quanto de ductilidade levemente maior apesar da dispersão. Partindo da premissa de que o tamanho de grão não se altera significativamente ao final do envelhecimento como é citado por, MEDEIROS *et al.* [10], este comportamento pode ser explicado devido ao menor tamanho médio de grão da amostra B em relação à amostra A, visto que a amostra B sofre influência direta da maior precipitação de fase δ .

Na condição envelhecida há um aumento no LE e LR devido a atuação do mecanismo de endurecimento de precipitação de γ' e γ'' , as semelhanças nas propriedades mecânicas entre as rotas A e B se mantiveram, com exceção da ductilidade, que de uma maneira geral diminui quando comparada com a condição solubilizada. Como o envelhecimento foi igual para as duas rotas, é esperado que o LE e LR, de fato, sejam semelhantes, visto que este mecanismo de endurecimento se sobrepõe aos demais atuantes. No entanto, a amostra A apresenta um leve aumento no LE e LR quando

comparado à B. Este aumento pode ser explicado devido a maior precipitação de fase δ (Ni_3Nb) na rota B, fazendo com que haja menos nióbio disponível para a formação de γ' (Ni_3Nb), que nesta liga é a principal fase endurecedora. A diferença na ductilidade destas rotas, assim como na condição solubilizada, também pode ser explicada devido ao menor tamanho de grão da rota B.

As amostras C e D, quando comparadas na condição solubilizada, também possuem propriedades mecânicas semelhantes. Todavia, a amostra C apresenta maiores LE e LR. Em teoria, o principal mecanismo endurecedor nessa condição é o refino de grão, portanto é esperado que a amostra D, que possui tamanho de grão menor, possua propriedades mecânicas superiores a C. Neste caso, a amostra C apresentou um aumento nas propriedades mecânicas provavelmente devido à sua fração de $\Sigma 3^n$ ser maior que a amostra D, segundo SINHA *et al.* [56] é possível atingir um aumento nas propriedades mecânicas em um aço inoxidável solubilizado, mesmo com maior tamanho de grão, desde que a sua microestrutura apresente alta fração de contornos. A ductilidade da amostra C é levemente inferior à de D, apesar de MEDEIROS *et al.* [10] afirmarem que o aumento na fração de contornos especiais aumenta também a ductilidade. Neste caso, este mecanismo se torna competitivo com o refino de grão, portanto, como o tamanho de grão de C é maior em relação à D, este fenômeno provavelmente induz essa diminuição da ductilidade.

Na condição envelhecida, a amostra C possui propriedades mecânicas superiores à amostra D. Contudo, a sua dispersão nos valores de limite de escoamento e limite de resistência estão altas, o que diminui a confiabilidade dos resultados. Portanto, apesar de de SINHA *et al.* [56] afirmarem que é possível obter aumento nas propriedades mecânicas com o aumento da fração de contornos especiais em um aço inoxidável austenítico solubilizado, para a superliga de níquel 718 na condição envelhecida, é esperado que não haja esta diferença tão acentuada, pois, a precipitação das fases endurecedoras é o principal mecanismo de endurecimento. Nas Figuras 47 e 48 são mostrados os limites de escoamento e resistência de todas as rotas com o dobro do valor do limite de desvio padrão. Esta abordagem aumenta a confiabilidade dos dados de 68% (desvio padrão simples) para 95% [71]. Esta análise mostra que, considerando o dobro do desvio padrão, a amostra C se aproxima consideravelmente dos valores das outras rotas, o que indica que não houve esse aumento observado pela média. Para confirmar esta hipótese foram feitas medidas de dureza (Vickers 30) nas roscas dos corpos de prova de tração envelhecidos

(Pós-ensaiados). Os resultados desta análise estão na tabela 11 e indicam que, apesar de a rota C apresentar a maior dureza, não há uma diferença marcante quando comparada às outras rotas. Portanto, sugere-se alguma interferência da fabricação dos corpos de prova de tração da amostra C para a alta dispersão.

Portanto, ao compararmos todas as rotas é possível observar que na condição solubilizada o principal mecanismo de endurecimento atuante é o refino do grão, visto que a rota B, a qual possui o menor tamanho de grão, é a que possui o maior limite de escoamento. No entanto, a rota C, que tem o maior tamanho de grão, não tem o menor limite de escoamento. Este fato sugere que o aumento dos contornos especiais interfere nas propriedades mecânicas como concluído por SINHA *et al.* [56].

Já na condição envelhecida, considerando o alto desvio da rota C e as durezas medidas, não há diferença marcante nas propriedades mecânicas entre as rotas, o que indica que a precipitação das fases endurecedoras sobrepõe todos os mecanismos de endurecimento. No entanto, quando se observa o alongamento das rotas A e B em comparação com as rotas C e D é possível observar que há um aumento tanto na condição solubilizada, quanto na condição envelhecida. Este aumento pode ser explicado pela presença de fase δ atuando como nucleador de trincas. Como é possível observar nas Figuras 50-53, onde foram feitas imagens de MEV na região da fratura dos corpos de prova de tração na posição transversal ao comprimento de todas as rotas na condição solubilizada, nota-se a presença da fase δ e de carbeto de nióbio (NbC) induzindo estes defeitos. Portanto, esta diminuição no alongamento na rota A e B pode estar ligada com a presença de fase δ . Contudo, a rota C, que possui valores similares à rota A de fração desta fase, não apresentou perda na ductilidade, o que provavelmente ocorre por não haver passe de trefilação com presença de fase δ nesta rota.

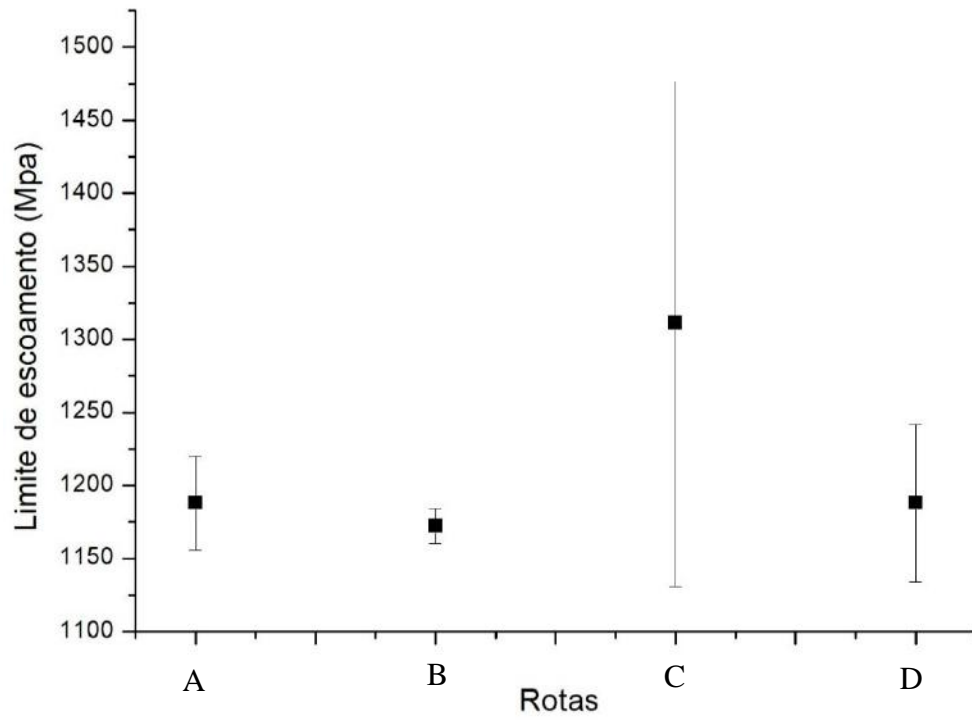


Figura 47- Limite de escoamento com o dobro do desvio padrão de todas as rotas.

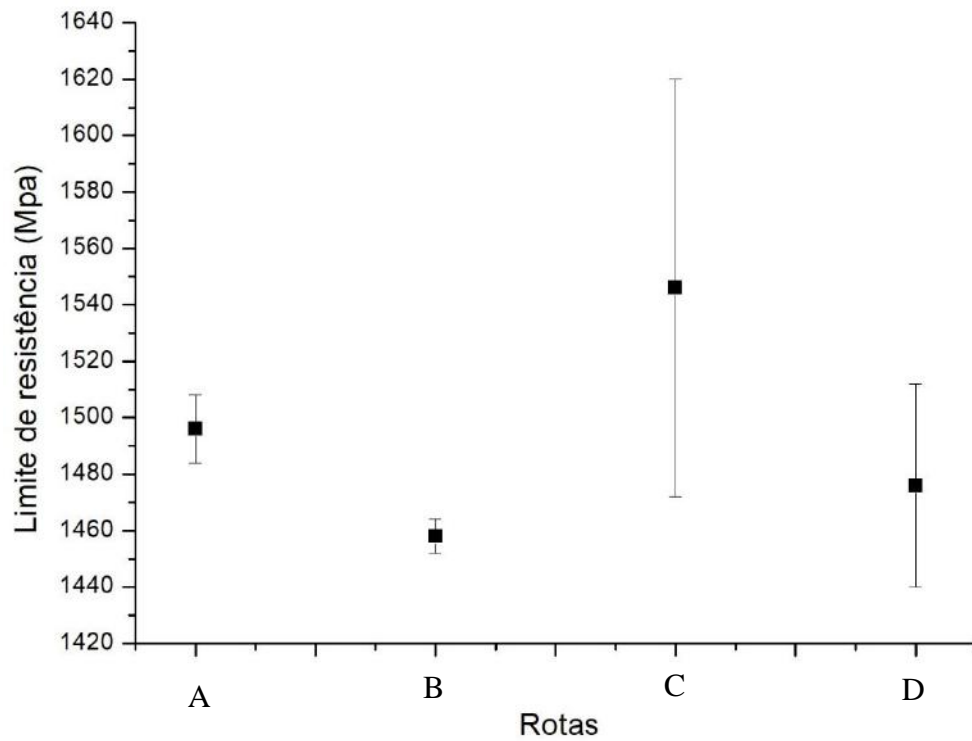


Figura 48- Limite de resistência com desvio padrão de todas as rotas.

Tabela 11- Dureza Vickers das rotas envelhecidas

Rota	A	B	C	D
HV(30)	445±8	441±16	455±5	451±10

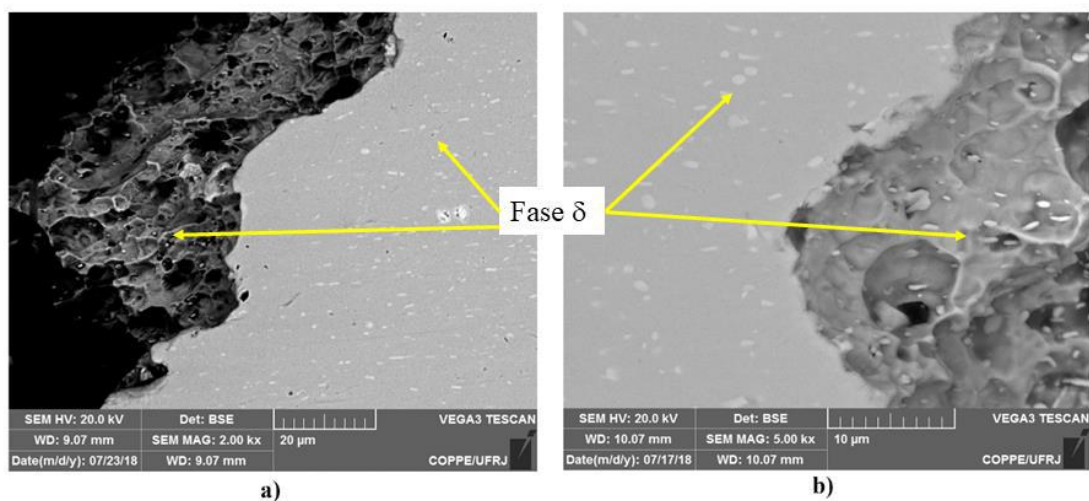


Figura 49- MEV da região da fratura da amostra SA, evidenciando a presença de fase δ na fratura do material

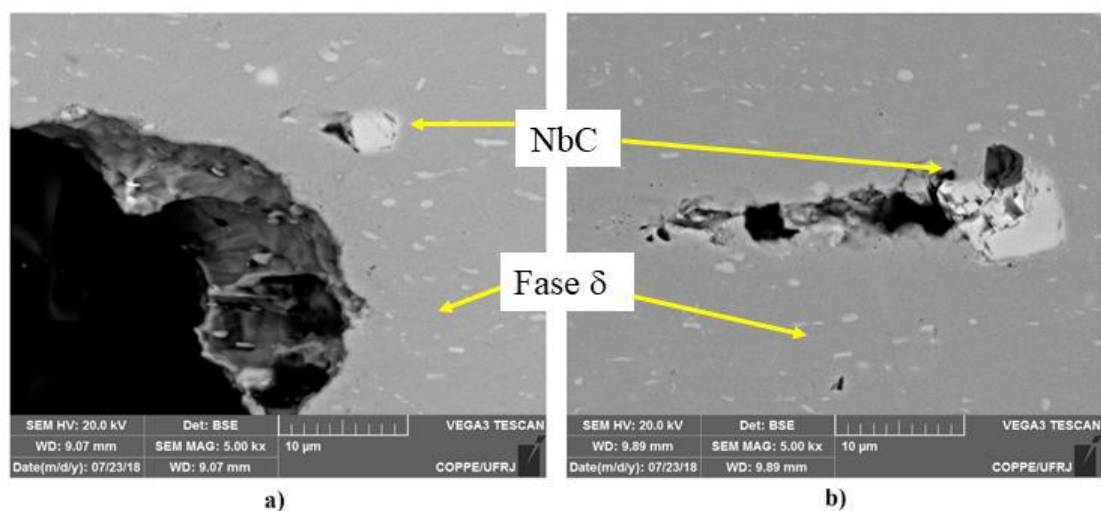


Figura 50- MEV da região da fratura da amostra SB evidenciando a presença de carbeto de nióbio e fase δ próximos a fratura

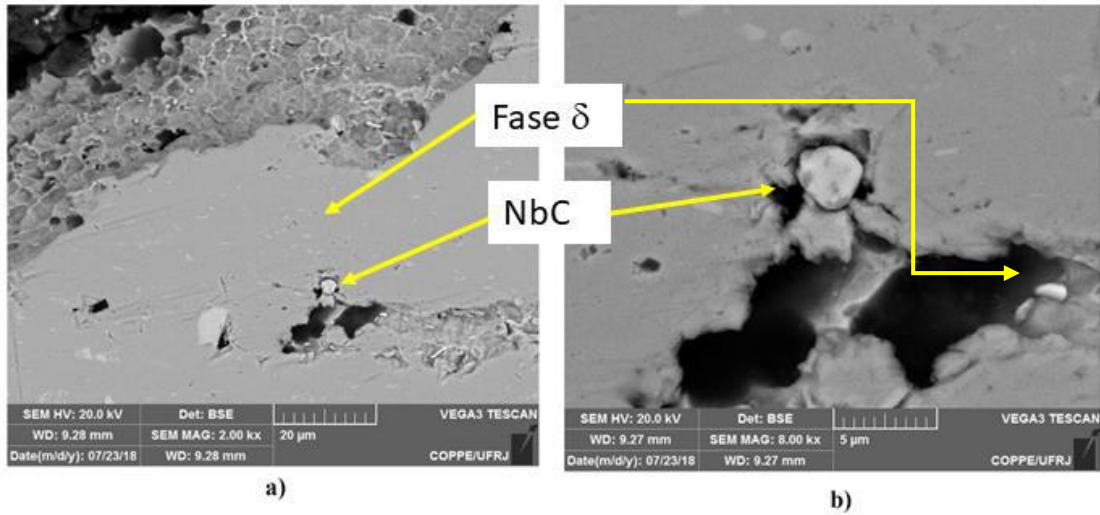


Figura 51-MEV da região da fratura da amostra SC, evidenciando tanto a fase δ quanto NbC atuando como nucleadores de defeitos

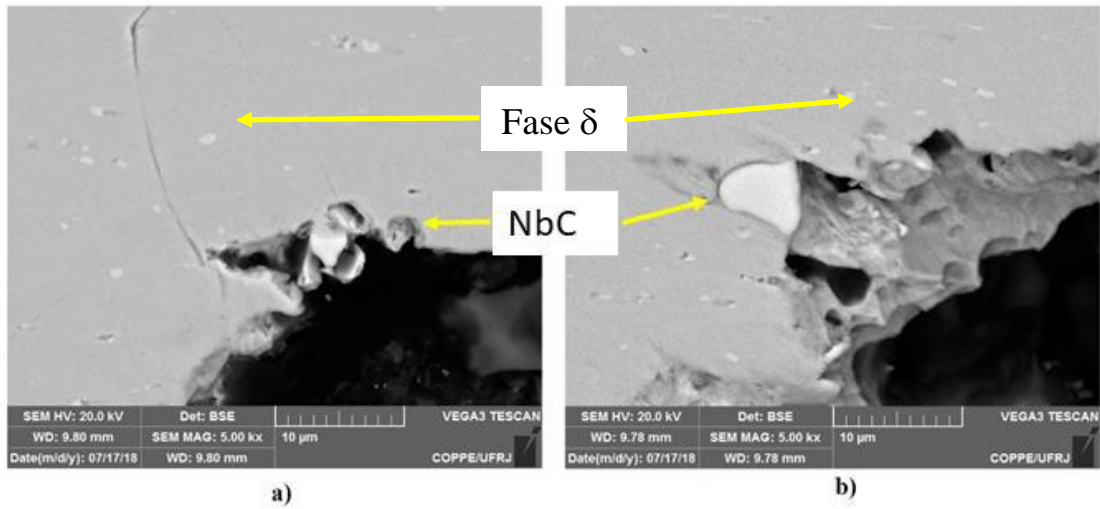


Figura 52- MEV da região da fratura da amostra SD, evidenciando tanto a fase δ quanto NbC atuando como nucleadores de defeitos.

4.3.2 Análise do defeito no processamento

Durante o processamento, as Rotas A e B apresentaram quebras, como é observado na Figura 55. Notou-se que as quebras ocorreram frequentemente nos passes de trefilação que sucediam a precipitação de fase δ , indicando assim uma influência desta fase na ductilidade do fio. Para solucionar o problema, a velocidade do processo foi diminuído de 6 metros/minuto para 3 metros/minuto. Outra hipótese deste tipo de defeito é referente ao processo de trefilação. Este defeito, conhecido como “*central blister*” pode ser estimado através de alguns fatores de segurança de acordo com a geometria da fieira e redução do fio. Portanto, como visto na Figura 56 para o primeiro passe, não há grande risco de acontecer este defeito, ficando este abaixo apenas da curva do critério mais rigoroso. No entanto, para os passes 2 e 3, os quais aconteceram este defeito, o gráfico aponta uma maior probabilidade de acontecimento do defeito.

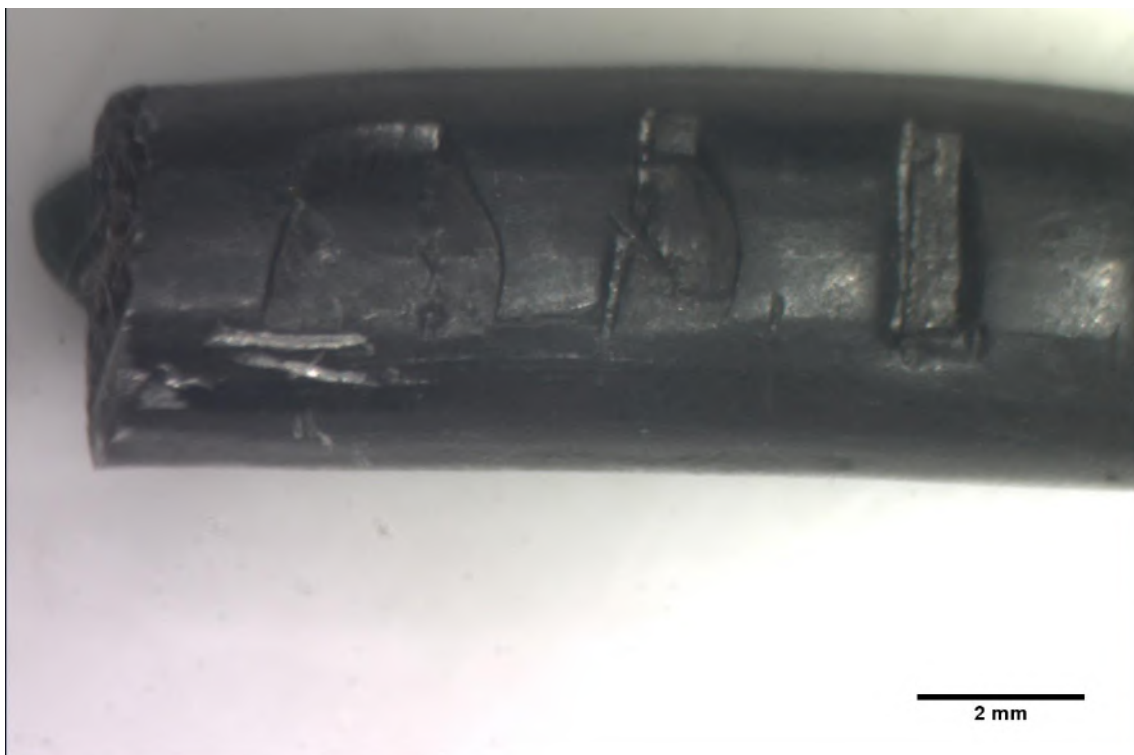


Figura 53- Defeito ocorrido durante o processamento.

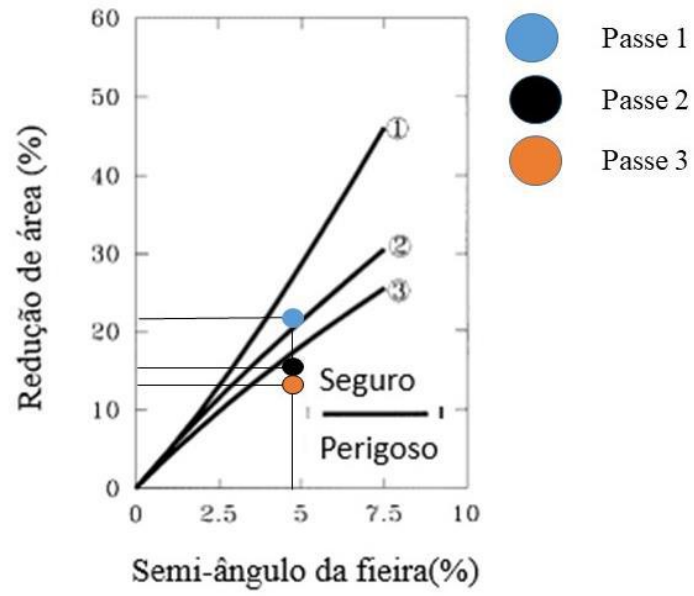


Figura 54- Critérios de segurança para nucleação do defeito Chevron aplicados para o processamento deste trabalho.

5 CONCLUSÕES

No presente trabalho chegou-se nas seguintes conclusões:

- Foi possível, através do modo de deformação gerado pela trefilação, obter uma microestrutura com alta fração de contornos $\Sigma 3^n$ por iterações de deformação seguida de solubilização.
- Para esta liga, a recristalização tem um papel marcante para ativar o mecanismo de movimentação de contornos.
- A heterogeneidade da deformação gerada pela trefilação causa também heterogeneidade na mesotextura do material, onde a borda do material sofreu mais deformação do que o centro.
- Para as deformações aplicadas ao material no presente trabalho, 15 minutos de solubilização à 975°C não foi suficiente para a recristalização completa.
- A rota C, apesar do tamanho de grão elevado, conseguiu aliar boas propriedades mecânicas, boa ductilidade e elevada fração de contornos especiais. Portanto, essa é a rota mais promissora.
- A precipitação de fase δ se mostra eficiente no refino do grão quando precipitada durante os passes intermediários de trefilação. Contudo, a mesma influencia de forma negativa na ductilidade do material devido a nucleação de trincas, induzindo assim a fratura.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Substituir o modo de deformação de trefilação por martelamento rotativo e avaliar se é possível atingir uma alta fração de contornos especiais com rotas similares a deste trabalho.
- Realizar solubilizações com tempos intermediários com e sem a precipitação de δ para mapear o comportamento da relação entre a recristalização e fração de contornos.
- Realizar ensaio de tração à quente para avaliar a efetividade do controle da mesotextura na resistência ao fenômeno de OAIC na rota C
- Estudar a fragilização pelo hidrogênio na rota C e avaliar a efetividade do controle da mesotextura na resistência a este fenômeno.
- Estudar a influência da precipitação de fase δ precipitada entre os passes de trefilação no controle da mesotextura.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BOWMAN, R., "Superalloys: A primer and History", Acessado em 5 de julho de 2017, <http://www.tms.org/Meetings/Specialty/Superalloys2000/SuperalloysHistory.html>.
- [2] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J., *Superalloys: A Technical Guide*, ASM international, Second Edition, USA, 2002.
- [3] ARAUJO, L.S., 2012, "Processamento e caracterização de superliga de níquel 718 para aplicações nucleares. ". 2012.157f. Tese (Doutorado em Engenharia metalúrgica e de materiais) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro.
- [4] CHOI, J., SHIN, G., YANG, S., et al., 2017, "Densification and microstructural investigation of Inconel 718 parts fabricated by selective laser melting". In: *Powder Technology*. v. 310, pp. 60–66.
- [5] THOMAS, A., EL-WAHABI, M., CABRERA, J.M., et al., 2006, "High temperature deformation of Inconel 718". In: *Journal of materials processing technology*. v. 177, pp. 469–472.
- [6] REZENDE, M.C., ARAÚJO, L.S., GABRIEL, S.B., et al., 2015, "Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain aging temperatures in Inconel 718 superalloy". In: *Journal of Alloys and Compounds*. v. 643, pp. S256–S259.
- [7] NI, T., DONG, J., 2017, "Creep behaviors and mechanisms of Inconel718 and Allvac718plus". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 700, pp. 406–415.
- [8] RANDLE, V., 2004, "Twinning-related grain boundary engineering". In: *Acta Materialia*. v. 52, pp. 4067–4081.
- [9] LI, Q., GUYOT, B.M., RICHARDS, N.L., 2007, "Effect of processing parameters on grain boundary modifications to alloy Inconel 718". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 458, pp. 58–66.
- [10]. RAMALHO MEDEIROS, M.A., DE MELO, C.H., PINTO, A.L., et al., 2018, "The δ phase precipitation during processing and the influence on grain boundary character distribution and mechanical properties of superalloy 718". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 726, pp. 187–193.
- [11] SMITH, G.D., PATEL, S.J., 2005, "The role of Niobium in wrought superalloys", In: *International symposium niobium 2001*, TMS, Orlando, Florida, pp. 1081–1102, 2–5 December 2001.
- [12] ITURBE, A., GIRAUD, E., HORMAETXE, E., et al., 2017, "Materials Science & Engineering A Mechanical characterization and modelling of Inconel 718 material

- behavior for machining process assessment". In: *Material science & engineering A*. v. 682, pp. 441–453.
- [13] KUO, C., YANG, Y., BOR, H., et al., 2009, "Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy". In: *Material science & engineering A*. v. 511, pp. 289–294.
- [14] BYUN, T.S., FARRELL, K., 2008, "Tensile properties of Inconel 718 after low temperature neutron irradiation". In: *Journal of nuclear materials*. v. 318, pp. 292–299.
- [15] ASM Specialty Handbook, *Nickel, Cobalt, and Their Alloys*, First Edition, ASM International, New York, USA, 2000.
- [16] DECKER, R.F., 2006, "Nickel : A Century of Innovation The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys, *JOM*, pp 32-36, 2006".
- [17] OBLAK, J.M., PAULONIS, D.F., DUVALL, D.S., 1974, "Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by D022 Precipitates". In: *Metallurgical and materials transactions*. v. 5. pp. 143-153
- [18] ZHANG, H., LI, C., LIU, Y., et al., 2017, "Effect of hot deformation on γ'' and δ phase precipitation of Inconel 718 alloy during deformation & isothermal treatment". In: *Journal of alloys and compounds*. v. 716, pp. 65–72.
- [19] NALAWADE, S.A., SUNDARARAMAN, M., SINGH, J.B., et al., 2010, "Precipitation of γ' phase in δ -precipitated Alloy 718 during deformation at elevated temperatures". In: *Materials Science & Engineering A*. v. 527, pp. 2906–2909.
- [19] ANIJ DAN, S.H.M., BAHRAMI, A., 2005, "A new method in prediction of TCP phases formation in superalloys". In: *Material science & engineering A*. v. 396, pp. 138–142.
- [20] DU, J.H., LU, X.D., DENG, Q., et al., 2007, "High-temperature structure stability and mechanical properties of novel 718 superalloy". In: *Materials Science & Engineering A*. v. 453, pp. 584–591.
- [21] PINEAU, A., DEVAUX, A., NAZ, L., 2008, "Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718". In: *Materials Science & Engineering A* v 486, pp. 117-122.
- [22] JAMBOR, M., BOK, O., NOVÝ, F., et al., 2017, "Phase Transformations in Nickel base Superalloy Inconel 718 during Cyclic Loading at High Temperature". In: *Production engineering archives*. v. 15, pp. 2013–2016.

- [23] YOU, X., TAN, Y., SHI, S., et al., 2017, "Materials Science & Engineering A Effect of solution heat treatment on the precipitation behavior and strengthening mechanisms of electron beam smelted Inconel 718 superalloy". In: *Materials Science & Engineering A*. v. 689, pp. 257–268.
- [24] BEAUBOIS, V., HUEZ, J., COSTE, S., et al., 2004, "Short term precipitation kinetics of delta phase in strain free Inconel * 718 alloy". In *Materials science and technology*: . v. 20.
- [25] ANDERSON, M., THIELIN, A., BRIDIER, F., et al., 2017, "delta phase precipitation in inconel 718 and associated mechanical properties" In: *Materials Science & Engineering A* . v. 679, pp. 48–55.
- [26] REZENDE, M. C., 2015, "Estudo sobre o efeito de diferentes tratamentos térmicos na ocorrência de envelhecimento dinâmico no inconel 718 ". 2015.199f. Tese (Doutorado em Engenharia metalúrgica e de materiais) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro.
- [27] AZADIAN, S., WEI, L.Y., WARREN, R., 2004, "Delta phase precipitation in inconel 718". In: *Materials Characterization*. v. 53, pp. 7–16.
- [28] MEI, Y., LIU, Y., LIU, C., et al., 2015, "Effects of cold rolling on the precipitation kinetics and the morphology evolution of intermediate phases in Inconel 718 alloy". In: *Journal of Alloys and Compounds*. v. 649, pp. 949–960.
- [29] PINEAU, D.A., 1973, "Morphology of Y' and Y" Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys". In: *Metallurgical transactions*. v. 4, pp.47-59
- [30] SUI, S., CHEN, J., FAN, E., et al., 2017, "Materials Science & Engineering A The influence of Laves phases on the high-cycle fatigue behavior of laser additive manufactured Inconel 718". In: *Materials- Science & Engineering A*. v. 695, pp. 6–13.
- [31] CAMPBELL, F., *Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials*. Elsevier, 2006, ISBN: 1-85-617495-6.
- [32] CETLIN, P.R., HELMAN, H.; *Fundamentos da conformação mecânica dos metais* 2ª edição, Artliber editora, 2013.
- [33] DIETER, GEORGE E.; *Metalurgia Mecânica*. 2ª Edição, Ed. Guanabara Koogan S.A., 1981.
- [34] BRESCIANI, E., DA SILVA, I.B., BATALHA, G.F., BUTTON S.T., *Conformação plástica dos metais*, 6ª edição, Ed. Da UNICAMP, são Paulo -2011.
- [35] DIETER, G.E, *Handbook of Workability and Process Design* , *Bulk Workability of Metals* . . ASM International,2003

- [36] NUNES, M.R., 2008, "Análise de tensões residuais no processo de trefilação combinada do aço AISI 1048 visando minimizar distorções no pós processamento. ”. 2008.110f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de minas,metalúrgica e de materiais) – PPGEM, Universidade Federal do Rio grande do sul.
- [37] TSCHAETSCH, H., *Metal Forming Practise*, 1^a ed Springer,2006
- [38] HARRIS,N.J., *Mechanical Working of Metals* . 1^a ed PERGAMON, 1983
- [39] J.G. WISTREICH, "The fundamental of wire drawing" *Met. Rev.*, v. 3, 1958, pp. 97–142
- [40] AKIKAZU,N.; TAKAAKI,Y.; MASAMUZI, K.; MOTOO,A.;WATARU,S; 2001, "Behavior of residual stress and drawing stress in conical-type die and circle-type die drawing by FEM simulation and experiment". In: *Wire Journal International*, v.12 pp.72.
- [41] HWANG, J.K., YI, I.C., SON, I.H., et al., 2015, "Microstructural evolution and deformation behavior of twinning-induced plasticity (TWIP) steel during wire drawing". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 644, pp. 41–52.
- [42] AKPARI, A., HASANI, G.H., JAM, M.J., 2010, "An Experimental Investigation of the Effect of Annealing Treatment on Strain Inhomogeneity in the Cross-Section of Drawn Copper Wires". In: *Metal, Roznov pod Radhostem, Czech republic, EU*. pp. 18–20.
- [43] NORASETHASOPON, S., 2008, "Prediction of chevron crack initiation in inclusion copper shaped-wire drawing". In: *Engineering Failure Analysis*. v. 15, pp. 378–393.
- [44] KO, D.C., KIM, B.M., 2000, "Prediction of central burst defects in extrusion and wire drawing". In: *Journal of Materials Processing Technology*. v. 102, pp. 19–24.
- [45] AVITZUR, B., 1968, "Analysis of central bursting defects in extrusion and wire drawing". In: *Trans. ASME: J. Engng Indust.* v. 90, pp. 79–91.
- [46] VOORT, G.F. VANDER, *Atlas of Time-Temperature Diagrams for Nonferrous Alloys*. *ASTM International*, 1991
- [47] VALLE, L.C.M.; ARAÚJO, L.S; GABRIEL, S.B.; DILLE,J; ALMEIDA, L.H.; "The Effect of d Phase on the Mechanical Properties of an Inconel 718 Superalloy" In: *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volume 22:1512–1518, 2013.
- [48] PORTER, D. A., EASTERLING, K. E., SHERIF, M. Y., *Transformations in Metals and Alloys*, 3rd Edition, CRC Press, 2009.
- [49] RANDLE, V., 2010, "Grain boundary engineering: an overview after 25 years". In: *Materials Science and Technology*. v. 26, pp. 253–261.

- [50] PRITHIV, T.S., BHUYAN, P., PRADHAN, S.K., et al., 2018, "A critical evaluation on efficacy of recrystallization vs. strain induced boundary migration in achieving grain boundary engineered microstructure in a Ni-base superalloy". In: *Acta Materialia*. v. 146, pp. 187–201.
- [51] BOEHLERT, C.J., DICKMANN, D.S., EISINGER, N.N.C., 2006, "The effect of sheet processing on the microstructure, tensile, and creep behavior of INCONEL alloy 718". In: *Metallurgical and Materials Transactions A*. v. 37, pp. 27–40.
- [52] ARAUJO, L.S., DOS SANTOS, D.S., GODET, S., et al., 2014, "Analysis of Grain Boundary Character in a Fine-Grained Nickel-Based Superalloy 718". In: *Journal of Materials Engineering and Performance*. v. 23, pp. 4130–4135, 2014.
- [53] ENGLER, O.; RANDLE, V., "Introduction to texture analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping". Taylor and Francis Group, LLC, 2010.
- [54] DAVIES, P., RANDLE, V., WATKINS, G., et al., 2002, "Triple junction distribution profiles as assessed by electron backscatter diffraction". In: *Journal of Materials Science*. v. 37, pp. 4203–4209.
- [55] SUTTON, A.P., BALLUFFI, R.W., 1987, "Overview On geometric criteria for low interfacial energy". In: *Acta Metallurgica*. v. 35, pp. 2177–2201.
- [56] SINHA, S., KIM, D.I., FLEURY, E., et al., 2015, "Effect of grain boundary engineering on the microstructure and mechanical properties of copper containing austenitic stainless steel". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 626, pp. 175–185.
- [57] DAS, C.R., ALBERT, S.K., LAHA, K., et al., 2014, "Influence of coincidence site lattice boundary on creep resistance of P91 steel weldments". In: *Procedia Engineering*. v. 86, pp. 80–87
- [58] SPIGARELLI, S., CABIBBO, M., EVANGELISTA, E., et al., 2003, "Analysis of the creep strength of a low-carbon AISI 304 steel with low- Σ grain boundaries". In: *Materials Science and Engineering A*. v. 352, pp. 93–99.
- [59] LEHOCKEY, E.M., PALUMBO, G., LIN, P., 1998, "Improving the Weldability and Service Performance of Nickel and Iron-Based Superalloys by Grain Boundary Engineering". In: *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. v. 29, pp. 3069–3079.
- [60] RANDLE, V., 2006, "'Five-parameter' analysis of grain boundary networks by electron backscatter diffraction". In: *Journal of Microscopy*. v. 222, pp. 69–75.

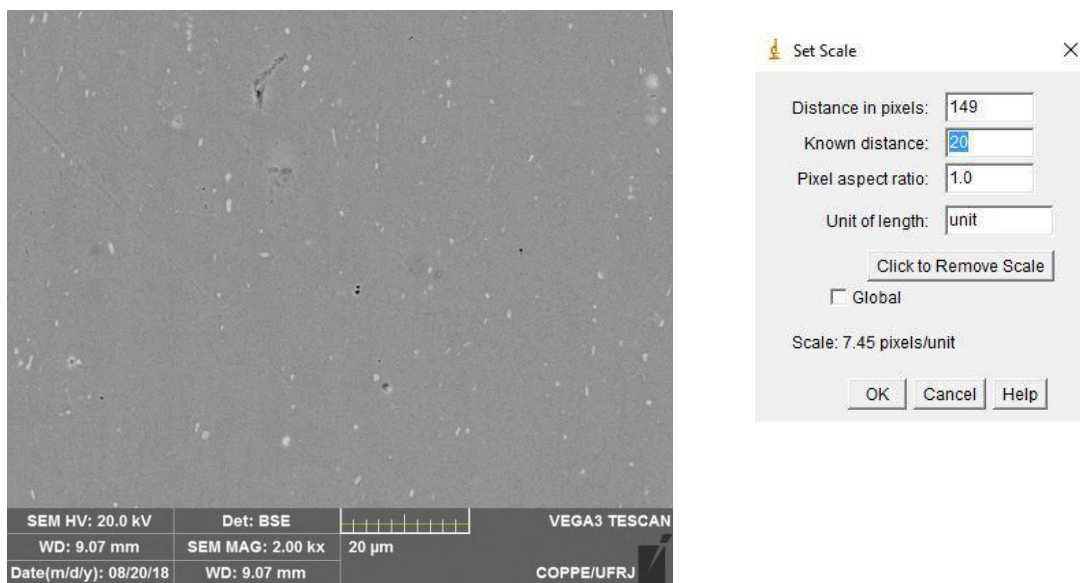
- [61] DAVIES, P., RANDLE, V., WATKINS, G., et al., 2002, "Triple junction distribution profiles as assessed by electron backscatter diffraction". In: *Journal of Materials Science*. v. 37, pp. 4203–4209.
- [62] THOMSON, C.B., RANDLE, V., 1997, "'Fine tuning' at $\Sigma 3n$ boundaries in nickel". In: *Acta Materialia*. v. 45, pp. 4
- [63] RANDLE, V., 1999, "Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials". In: *Acta Materialia*. v. 47, pp. 4187–4196.
- [64] PINTO, A.L., 2004, "Engenharia de contornos de grão em ligas metálicas CFC. ". 2004.234f. Tese (Doutorado em Ciências dos materiais) – IME, Instituto militar de engenharia.
- [65] RANDLE, V., 2004, "Twinning-related grain boundary engineering". In: *Acta Materialia*. v. 52, pp. 4067–4081.
- [66] BAI, Q., ZHAO, Q., XIA, S., et al., 2017, "Evolution of grain boundary character distributions in alloy 825 tubes during high temperature annealing: Is grain boundary engineering achieved through recrystallization or grain growth?". In: *Materials Characterization*. v. 123, pp. 178–188.
- [67] KUMAR, S., AASHRANTH, B., SAMANTARAY, D., et al., 2016, "Hot Deformation and Microstructural Characteristics of Nitrogen Enhanced 316L Stainless Steel". In: *Key Engineering Materials*. v. 716, pp. 317–322.
- [68] AMERICAN STANDARD TEST METHODS (ASTM E8M). Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric), 2008.
- [69] HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 1st Edition, Pergamon, 1995.
- [70] BRANDON, D. G., 1966, "The structure of high-angle grain boundaries" In: *Acta Metallurgica*. v. 14, pp 1479-1484.
- [71] LIU, W.C., XIAO, F.R., YAO, M., et al., 1997, "The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy". In: *Scripta Materialia*. v. 37, pp. 53–57.
- [72] SARAF, L., 2011, "Kernel Average Misorientation Confidence Index Correlation from FIB Sliced Ni-Fe-Cr alloy Surface". In: *Microscopy and Microanalysis*. v. 17, pp. 424–425.
- [73] HOLCOMB ZEALURE, Fundamentals of Descriptive Statistics, 1st Edition, Routledge, 1997.

ANEXO I

QUANTIFICAÇÃO DE FASE δ

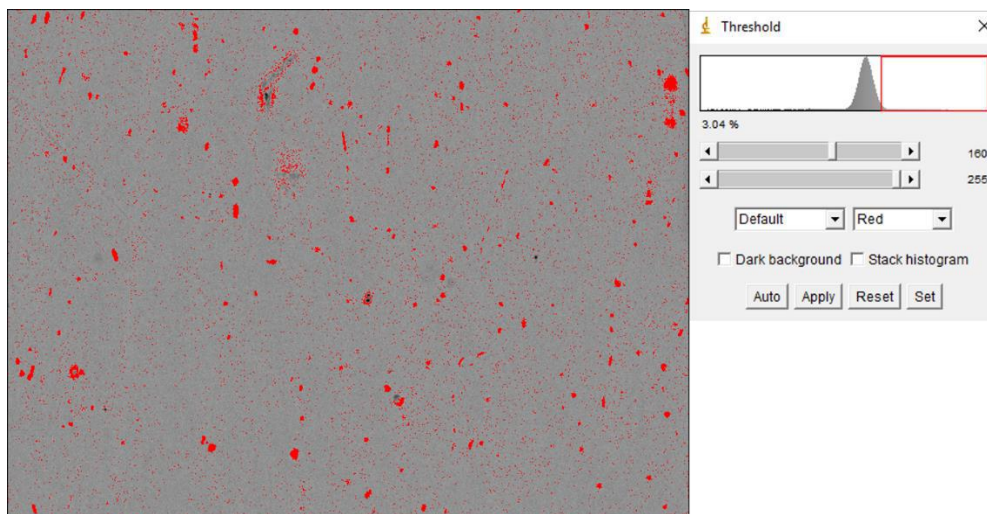
Para o cálculo de fração de área foi utilizado o software ImageJ, obtendo os resultados após as seguintes etapas: ajuste de escala, binarização, aplicação de filtros (Analyze particle). Esse resultado inclui a contagem de outras fases além da fase de interesse, no caso NbC. Isso foi resolvido subtraindo a fração de área média encontrada na literatura, a qual equivale a 45%.

- Ajuste de escala

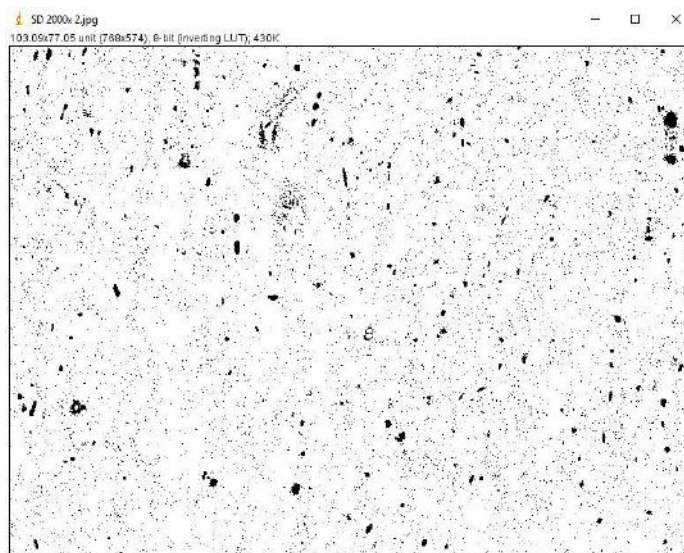


Essa etapa é necessária para tornar compatíveis as medidas utilizadas no programa (pixels) às dimensões reais da amostra (μ m).

- Binarização



A imagem é inserida no software em uma escala de cinza, mostrada na imagem acima na caixa Threshold. Devido a sua composição química a fase de interesse é mais clara. Assim, essa etapa é importante para separar as faixas de intensidade presentes na imagem. Como resultado obtém-se uma imagem em que os pixels dentro do intervalo de interesse são pretos e o restante é branco.



- Aplicação de filtro por tamanho de partícula (Analyze particle)



A exclusão de partículas muito pequenas é realizada com o recurso Analyze Particles. O valor utilizado como limite inferior é um pouco maior que zero a fim de eliminar apenas o ruído proveniente da própria obtenção da imagem no MEV.

Para obter os resultados aplica-se novamente esse recurso, acionando as opções Display results e Summarize, que gerarão planilhas com os resultados de cada partícula (display results) e com um resumo de todos os dados (sumarize). Por fim, o valor

calculado é subtraído do valor de referência para evitar a contagem de outras fases. No caso do carbeto de nióbio, se subtrai de 0,45.

Slice	Count	Total Area	Average Size	%Area	Mean	Feret	FeretX	FeretY	FeretAngle	MinFeret
Mask of SD 2000x 2.tif	362	88.572	0.245	1.116	255	0.786	55.514	35.927	96.969	0.447

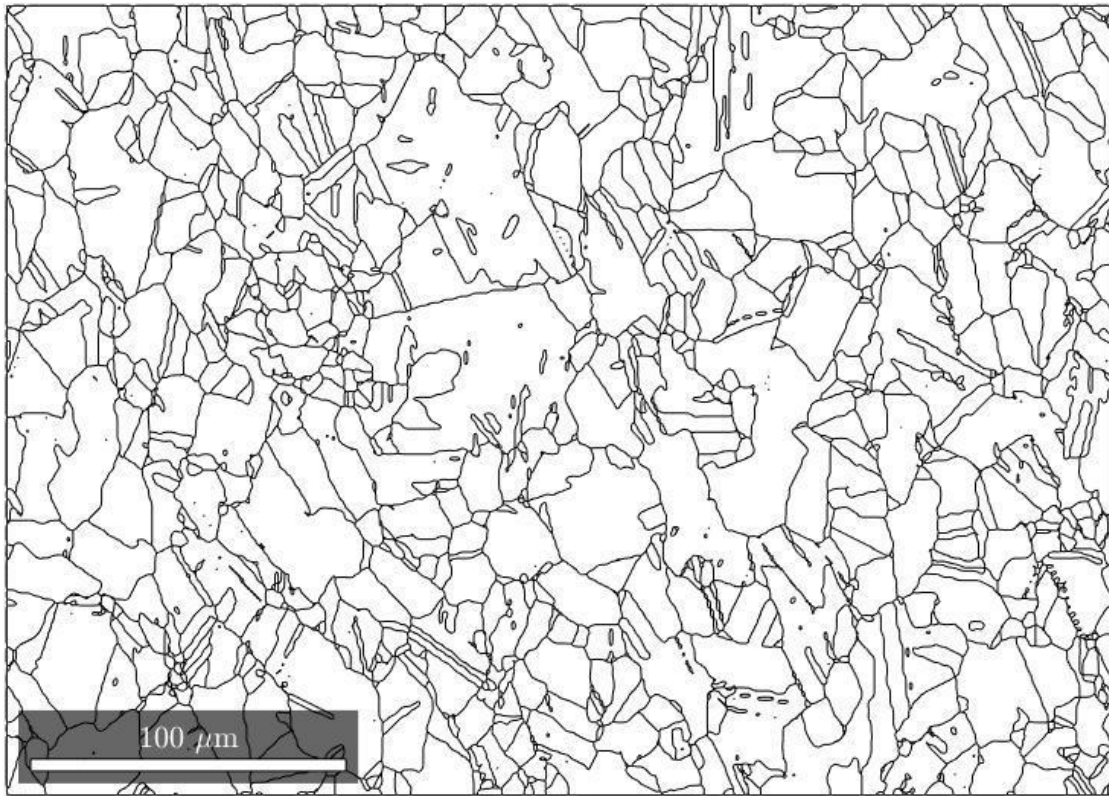
ANEXO II

CALCULO DA FRAÇÃO RECRISTALIZADA

Utilizando o software Mtex versão 5.1.1 associado ao Matlab 2018b gera-se primeiramente os grãos com contornos de alto ângulo acima de 15° com o seguinte código.

```
ebsd=ebsd('indexed')
grains = calcGrains(ebsd,'angle',15*degree) ;
[grains,ebsd.grainId] = calcGrains(ebsd('indexed'));
plot (grains.boundary)
```

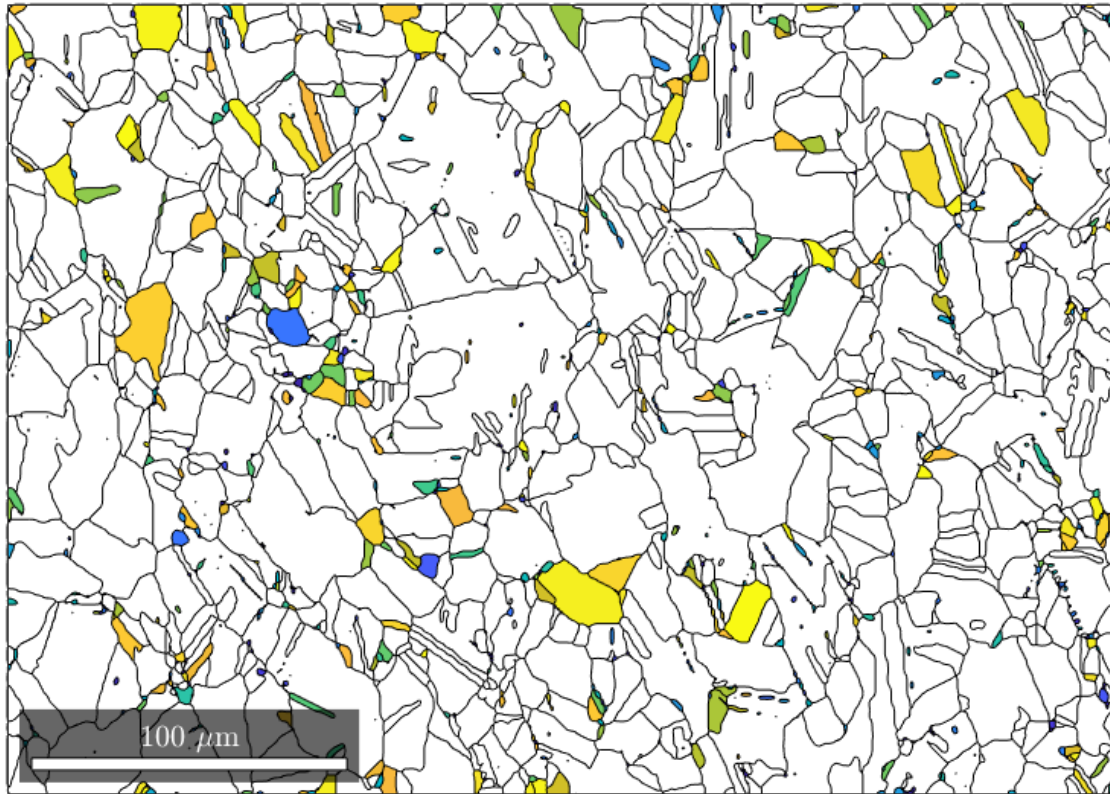
esse código gera a seguinte imagem:



Na sequência identifica-se os grãos com o GOS menor que 2° e se sobrepõe as imagens com o seguinte código:

```
hold on
grains1=grains (grains.GOS/degree<2)
plot (grains1,grains1.GOS/degree)
```

esse código gera a seguinte imagem:



Com isso, os grãos coloridos são considerados, segundo este critério, recristalizados. Para se estimar a fração de grãos nesta condição. Calcula-se uma fração de área com o seguinte código:

```
fracarecristalizada=sum(grains1.grainSize)/sum(grains.grainSize)*100;  
frasel = ['A fração de graos recristalizados,em porcentagem, é:'  
num2str(fracarecristalizada)];disp(frasel)
```

e o software retorna a fração de grãos recristalizados:

A fração de graos recristalizados,em porcentagem, é:7.4064