



# INFLUÊNCIA DAS ROTAS DE PROCESSAMENTO NA MESOTEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Melânea Almeida Ramalho Medeiros

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

Maior de 2017

INFLUÊNCIA DAS ROTAS DE PROCESSAMENTO NA MESOTEXTURA E  
PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

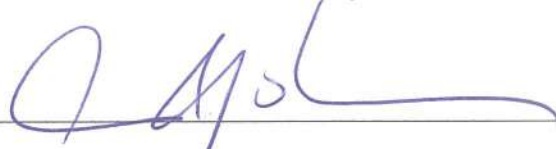
Melânea Almeida Ramalho Medeiros

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.

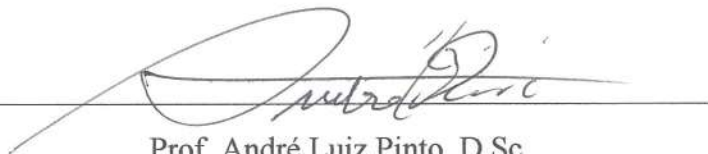
Examinada por:



Prof. Leonardo Sales Araújo, D.Sc.



Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.



Prof. André Luiz Pinto, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MAIO DE 2017

Medeiros, Melânea Almeida Ramalho

Influência das rotas de processamento na mesotextura e propriedades mecânicas da superliga de níquel 718 / Melânea Almeida Ramalho Medeiros. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

IX, 71 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 65-71.

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

*À Deus, por tudo que fez e proporcionou.  
Aos meus pais, Antonio e Marilene,  
pelo amor, carinho, ensinamentos e educação.  
Ao meu amado e querido esposo Hugo, pelo suporte,  
paciência e por sempre me apoiar e incentivar.  
À minha querida e amada filha Isabella,  
pelo amor e compreensão.*

***Eu dedico este trabalho***

## AGRADECIMENTOS

*Ao meu orientador, Prof. Dr. Leonardo Sales Araújo, pelas excelentes contribuições dadas, por toda a paciência, confiança, compreensão e a oportunidade de realizar esse trabalho de pesquisa de mestrado.*

*Ao Prof. André Pinto (CBPF) pelo interesse, confiança, realização de todas as análises de EBSD, além dos ensinamentos e conhecimento passado e da disponibilidade em orientar em qualquer questão.*

*Ao PEMM/COPPE/UFRJ, através de seu corpo docente, discente e de funcionários, pela infraestrutura de estudo, suporte e por todo o aprendizado. Aos técnicos Nelson, Oswaldo, Marcos, João e Robson pela ajuda imensurável na parte experimental deste projeto.*

*As minhas grandes amigas Clarissa, Elisa, Mariana, Rosa, Alessandra e Aline, que sempre estão ao meu lado me apoiando e ajudando no que for preciso.*

*Aos colegas, amigos e professores do Laboratório de Propriedades Mecânicas em especial a Sônia, Carla e Adriana.*

*A Capes, pela bolsa de Mestrado concedida durante os dois anos da pesquisa.*

*A todos que contribuíram, direta ou indiretamente, na minha formação.*

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

## INFLUÊNCIA DAS ROTAS DE PROCESSAMENTO NA MESOTEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Melânea Almeida Ramalho Medeiros

Maio/ 2017

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A superliga 718 é uma liga à base de níquel endurecida por precipitação comumente usada para componentes estruturais que trabalham sob temperaturas de até 650°C e ambientes hostis, tornando esta liga amplamente utilizada em componentes nucleares, aeroespaciais e petroquímicos. Essa liga é endurecida pela precipitação das fases  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . Outras fases também podem se precipitar, como carbeto primário e fase  $\delta$ . A rota de processamento pode influenciar a presença e a fração volumétrica dessas fases, a cristalografia dos contornos de grão e seu tamanho. O movimento de contorno do grão e o conseqüente crescimento do grão pode ser o fator limitante para aplicações em que o tamanho de grão é o requisito primordial. O objetivo deste trabalho foi estabelecer a dependência da rota de processamento para o controle do tamanho do grão e conseqüentemente um aumento na fração dos contornos  $\Sigma 3^n$ . Foram desenvolvidas rotas de processamento iterativo aliando deformação a frio e recozimento, induzindo a formação de contornos especiais ( $\Sigma < 29$ ) e a quebra de conectividade dos contornos gerais ( $\Sigma > 29$ ). A caracterização da distribuição característica dos contornos de grãos foi realizada por meio de análise por EBSD. O desenvolvimento microestrutural da liga, especialmente a precipitação da fase  $\delta$ , foi observado por MEV. Foram realizados ensaios de tração para avaliar a influência da microestrutura sobre propriedades mecânicas. Os resultados mostraram que uma elevada proporção de contornos  $\Sigma 3^n (> 60\%)$  foi alcançada mantendo uma microestrutura refinada, através de precipitação controlada da fase  $\delta$  durante o processamento. Em relação às propriedades mecânicas, observou-se uma relação positiva de ductilidade com a quantidade de contornos especiais.

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 PROCESSING ROUTES IN THE MESOTEXTURE AND  
MECHANICAL PROPERTIES OF NICKEL SUPERALLOY 718.

Melânea Almeida Ramalho Medeiros

May/ 2017

Advisor: Leonardo Sales Araújo

Department: Metallurgical and Materials Science Engineering

The superalloy 718 is a precipitation hardened nickel-base alloy, commonly used for structural components that work under temperatures up to 650°C and harsh environments, making this alloy widely used for airspace, offshore and nuclear components. This alloy is hardened mainly by precipitation of the phases  $\gamma''$  and  $\gamma'$ . Other phases can also precipitate, as primary carbides and  $\delta$  phase. The thermomechanical processing may influence the presence and the volumetric fraction of these phases, crystallography of grain boundaries and their size. The grain boundary movement and consequent grain growth can be a limiting factor for applications where a grain size is a prime requisite. The aim of this work is to establish the dependence the processing routes for the control of grain size and, consequently, an increase in the fraction of  $\Sigma 3^n$  boundaries. Iterative processing routes have been developed combining cold deformation and recrystallization, inducing the formation of “special” low-energy boundaries ( $\Sigma < 29$ ) and the break of the connectivity of random boundaries ( $\Sigma > 29$ ). The characterization of the grain boundary character distribution was performed via EBSD analysis. The microstructural development of the alloy, especially the  $\delta$  phase precipitation was observed by SEM. Tensile tests were performed in order to evaluate the influence of the microstructure on mechanical properties. The results show that a high proportion of  $\Sigma 3^n$  boundaries (> 60%) was achieved while maintaining a refined microstructure, via controlled precipitation of  $\delta$  phase during processing. Regarding the mechanical properties, a positive relation of ductility with the amount of special boundaries was observed.

## ÍNDICE

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>4</b>
2.1 A Superliga 718.....	4
2.1.1 Fases precipitadas na Liga 718.....	5
2.2 Processamento termomecânico.....	8
2.2.1 Fusão da Liga 718.....	8
2.2.2 Homogeneização da Liga 718 .....	9
2.2.3 Conformação mecânica .....	10
2.3 Tratamento térmico .....	11
2.3.1 Tratamento térmico de solubilização .....	12
2.3.2 Tratamento térmico de precipitação (envelhecimento).....	12
2.4 Mesotextura .....	14
2.4.1 Distribuição característica do contorno de grão (GBCD).....	14
2.4.2 Modelos de sítios de coincidência.....	16
2.4.3 Maclagem na Distribuição Característica do Contorno de Grão	17
2.4.4 Mecanismo de Interação.....	18
2.4.5 Distribuição Característica dos Contornos de Grãos em Ligas de Níquel.....	20
2.4.6 Distribuição de junções triplas dos contornos.....	23
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>26</b>
3.1 Materiais.....	26
3.2 Procedimentos Experimentais .....	26
3.2.1 Preparação Metalográfica.....	28
3.2.2 Preparação das amostras para análise de microscopia ótica MO	29
3.2.3 Preparação das amostras para análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	29
3.2.3.1 Medida de tamanho de partícula e fração de volume da fase $\delta$	30
3.2.4 Preparação das amostras para análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) .....	30
3.2.5 Ensaio de Tração.....	32
3.2.6 Calculo de Delta $\Delta$ .....	33



<b>4. RESULTADOS .....</b>	<b>35</b>
4.1 Análise Microestrutural.....	35
4.1.1 Análise quantitativa da precipitação da fase $\delta$ .....	40
4.1.2 Análise do Tamanho de Grão.....	42
4.2 Análise da Mesotextura.....	44
4.2.1 Análise dos Pontos triplos.....	54
4.3 Análise das Propriedades Mecânicas.....	56
4.3.1 Análise do Fator de Encruamento.....	61
<b>5. CONCLUSÕES.....</b>	<b>64</b>
<b>6. REFERÊNCIAS.....</b>	<b>65</b>

## 1. INTRODUÇÃO

As superligas à base de níquel são de grande importância em diferentes aplicações e foram especialmente desenvolvidas para atuar sob condições de alta sollicitação mecânica a elevadas temperaturas. Dessa forma, tornam-se ideais para as aplicações severas, tais como palhetas de turbinas, motores de foguetes, reatores nucleares, submarinos, usinas termoelétricas e equipamentos petroquímicos [1].

Entre as ligas de níquel, a mais utilizadas é a liga 718. Essa liga é resistente à corrosão e ao calor, apresenta boa soldabilidade e conformabilidade, resistência ao escoamento, resistência à tração e resistência à ruptura por fluência até 650°C [2,3,4]. Industrialmente é utilizada na condição endurecida por precipitação, das fases  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ) que se distribuem uniformemente na matriz austenítica  $\gamma$  [5,6]. Além dessas, outras fases também podem se precipitar, como carbeto primários ( $(\text{Nb,Ti})\text{C}$ ), fase  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) e fase de laves. A precipitação da fase  $\delta$  ocorre na faixa de temperaturas entre 650 e 1010°C e influi na estabilidade de  $\gamma''$  e nas propriedades mecânicas da liga 718 [2,6,7].

Um exemplo da aplicação da superliga 718 são as grades espaçadoras de elemento combustíveis dos reatores nucleares de água pressurizada (*Pressurized Water Reactor* – PWR). Devido à sua função de promover estabilidade e manter espaçamento das varetas do elemento combustível, o material precisa apresentar excelentes propriedades mecânicas, físicas e químicas [8]. Há constante busca pela melhoria da produtividade das usinas, tem levado a novos estudos com o objetivo de aumentar o desempenho dos componentes dos reatores nucleares, sendo uma das formas através do controle da distribuição característica do contorno de grão (*Grain Boundary Character Distribution* - GBCD).

Estudos aplicando a distribuição característica de contorno de grão nas ligas 718 sugerem o uso de tratamentos termomecânicos (*Thermomechanical Processing - TMP*), através de deformação em passe único ou em múltiplos passes e recozimento subsequente, a fim de aumentar a fração de contornos especiais e melhorar suas propriedades. Alguns autores [9-12] compararam o efeito de diferentes parâmetros de TMP, como o nível de deformação e a temperatura de recozimento no mecanismo de distribuição característica dos contornos de grão. A maioria destes estudos utilizou o conceito de processamento iterativo para obter material com alta fração de contornos  $\Sigma 3^n$ .

A precipitação da fase  $\delta$  pode ser usada para controle do tamanho de grão, mas, por outro lado, o aumento da sua quantidade durante o serviço implica na perda de propriedades mecânicas da liga 718. Porém, segundo os estudos realizados por Valle [3], a fase  $\delta$  precipitada na matriz não mostra influência sobre a resistência à tração, resistência à deformação, e os valores de dureza à temperatura ambiente. Essa particularidade permite considerar o uso da precipitação de  $\delta$  para controle do tamanho de grão após os tratamentos termomecânicos utilizados na GBCD. Entretanto, a precipitação desta fase pode impedir a mobilidade dos contornos, consequentemente limitando a atuação do mecanismo de formação de contornos especiais [6].

Dessa forma, o objetivo do presente trabalho é caracterizar a formação de contornos especiais  $\Sigma 3^n$  na presença de fase  $\delta$ . Foram utilizadas quatro rotas de processamento termomecânico, relacionando diferentes graus de deformação a frio seguidos de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, a fim de precipitar fase  $\delta$  e controlar o tamanho do grão. A partir daí, foram avaliados por EBSD os efeitos das quatro rotas de processamento na formação de contornos especiais do tipo  $\Sigma 3^n$  e na quebra de conectividade dos contornos gerais. Foi apresentada a correlação entre a fração desses contornos, a evolução da microestrutura e as propriedades mecânicas da liga. Com

isso, foi possível propor uma rota de processamento que promova uma alta proporção de contornos especiais  $\Sigma 3^n$ , concomitantemente a uma estrutura refinada. A precipitação controlada da fase  $\delta$  durante o processamento influenciou o refino do grão sem prejudicar o processo de interação dos contornos  $\Sigma 3^n$ . Foi observado que uma maior fração de contornos  $\Sigma 3^n$  resultou em uma maior ductilidade tanto na condição solubilizada quanto envelhecida.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 A Superliga 718

A liga 718 é uma superliga com matriz níquel-ferro-cromo, que foi desenvolvida na década de 1950 e tem sido impulsionada pelas indústrias petroquímicas, aeroespaciais e de energia. Atualmente está sendo utilizada em diversos seguimentos da engenharia, conferindo alta resistência mecânica, e boa resistência à trinca de reaquecimento no tratamento térmico pós soldagem. Além disso, mantêm alta resistência e ductilidade em temperaturas que variam de  $-250^{\circ}\text{C}$  até  $650^{\circ}\text{C}$ , concomitantemente a meios corrosivos ou fragilizantes [1, 5,13-16].

Essa liga contém elementos endurecedores da matriz por solução sólida como cromo, ferro e molibdênio. O raio atômico desses elementos não difere significativamente do solvente, que causa distorção na rede cristalina do metal e, em consequência, dificulta a movimentação de discordâncias, elevando sua resistência à deformação plástica [1,17]. Os elementos formadores de carbonetos, como titânio, molibdênio e nióbio podem ter efeitos benéficos ou deletérios às propriedades mecânicas da liga 718. O tipo de carboneto mais comuns na superliga 718 é o MC. O tipo MC geralmente é formado na solidificação da liga e se estiver distribuído de forma descontínua nos contornos, promove aumento no limite de resistência e fluência da liga 718.

O alumínio e o cromo aumentam a resistência à oxidação e, outros elementos como alumínio e titânio são formadores da fase  $\gamma'$ , que são responsáveis pelo endurecimento da liga, porém em menor intensidade que o  $\gamma''$ . A adição de altos teores de nióbio, da ordem de 5%, promove a precipitação da fase  $\gamma''$ , sendo o principal composto endurecedor da superliga 718 [1,18,19]. A melhora das propriedades mecânicas da liga

718 depende da composição química do material e dos tratamentos térmicos impostos em seu processamento, onde os precipitados são formados com sua rede cristalina coerente com a matriz e energia muito baixa associada à interface [22].

Em função da alta concentração de nióbio na liga 718, o mesmo tende a segregar em regiões interdendríticas durante o processo de solidificação, formando a fase de laves que é indesejável. Para evitar a formação dessa fase, é necessário manter um determinado teor de nióbio em solução, através do acoplamento e balanceamento do teor de Nb com Cr e Mo, especialmente em altas temperaturas [20,21].

### **2.1.1 Fases precipitadas na Liga 718**

As principais fases intermetálicas que precipitam na matriz de austenítica e compõem a liga 718 são: As fases metaestáveis  $\gamma'$ (Ni<sub>3</sub>(Ti,Al) e  $\gamma''$ (Ni<sub>3</sub>Nb), a fase de equilíbrio  $\delta$  (Ni<sub>3</sub>Nb), Carbetos MC e a fase de Laves [23].

Devido à presença de vários elementos químicos na liga 718, tem-se o aparecimento de várias fases durante seu processamento. Dentre as principais fases intermetálicas que se precipitam na matriz austenítica, se destacam as fases metaestáveis descritas abaixo:

A fase  $\gamma'$  (Ni<sub>3</sub>(Al,Ti), formada a partir de alumínio e titânio, reage com o níquel para se precipitar uma fase coerente com a matriz  $\gamma$  austenítica entre as temperaturas de 600 e 900°C. Esta fase é o principal agente endurecedor das superligas com a base de Ni-Fe-Cr, com estrutura cristalina CFC e apresenta morfologia esférica ao se precipitar na matriz. Esta fase também é endurecedora da liga 718, porém em menor intensidade que a fase  $\gamma''$  [3, 23].

A fase  $\gamma''$  também é um precipitado coerente com a matriz, que se forma entre 600 e 900°C, é metaestável, de composição  $Ni_3Nb$ , com estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC). Este precipitado é o principal responsável pelo endurecimento da liga 718 e possui uma morfologia de discos elipsoidais [3, 24].

As fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  se precipitam simultaneamente, ocorrendo primeiro a precipitação da fase  $\gamma'$  na matriz  $\gamma$  e, posteriormente, a nucleação heterogênea de  $\gamma''$  na interface  $\gamma'/\gamma$ , resultando em um co-precipitado  $\gamma'/\gamma''$  [3].

É possível observar nas Figuras 1a e 1b, as diferentes morfologias das fases  $\gamma'$  (esférica) e  $\gamma''$  (disco alongado) na liga 718.

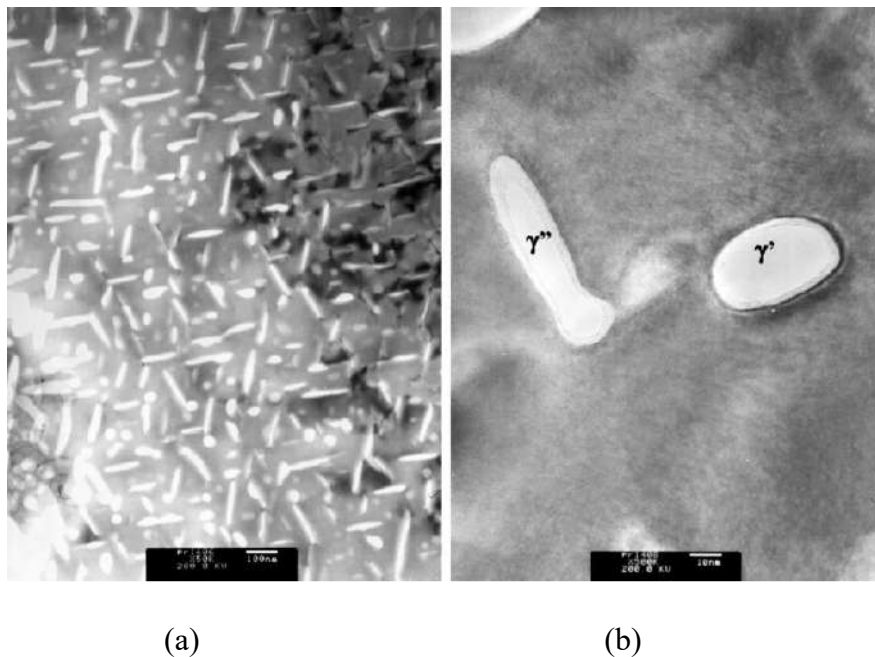


Figura 1: Micrografias em MET da liga 718: a) mostrando as fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  dispersas na matriz; b) em maior aumento, evidenciando as distintas morfologias de  $\gamma'$  (esférica) e  $\gamma''$  (disco alongado). [Adaptado de 25].

A fase  $\delta$  ( $Ni_3Nb$ ) é ortorrômbica, podendo apresentar morfologia de agulha ou glóbulos distribuídos ao longo dos contornos de grão ou intragranularmente. É um precipitado termodinamicamente estável e incoerente com a matriz  $\gamma$ , fazendo com que haja uma diminuição da sua resistência mecânica. Porém, a precipitação da fase  $\delta$  pode controlar o tamanho de grão além de bloquear o deslizamento do contorno do grão [26].

Na superliga 718, essa fase se precipita diretamente na matriz entre 900 e 1000°C e, na faixa de temperaturas entre 650 e 900°C, a fase metaestável  $\gamma''$  se transforma em fase estável  $\delta$  [16]. Isso implica que a formação da fase  $\delta$  (até ~900°C) resulta da dissolução da fase  $\gamma''$  e, conseqüentemente, em perdas de propriedades mecânicas da liga [27,28].

As Figuras 2a e 2b mostram imagens, obtidas por MET, da partícula de  $\delta$ , nas morfologias globulares e agulhas dispersas na matriz e no contorno de grão da liga 718.

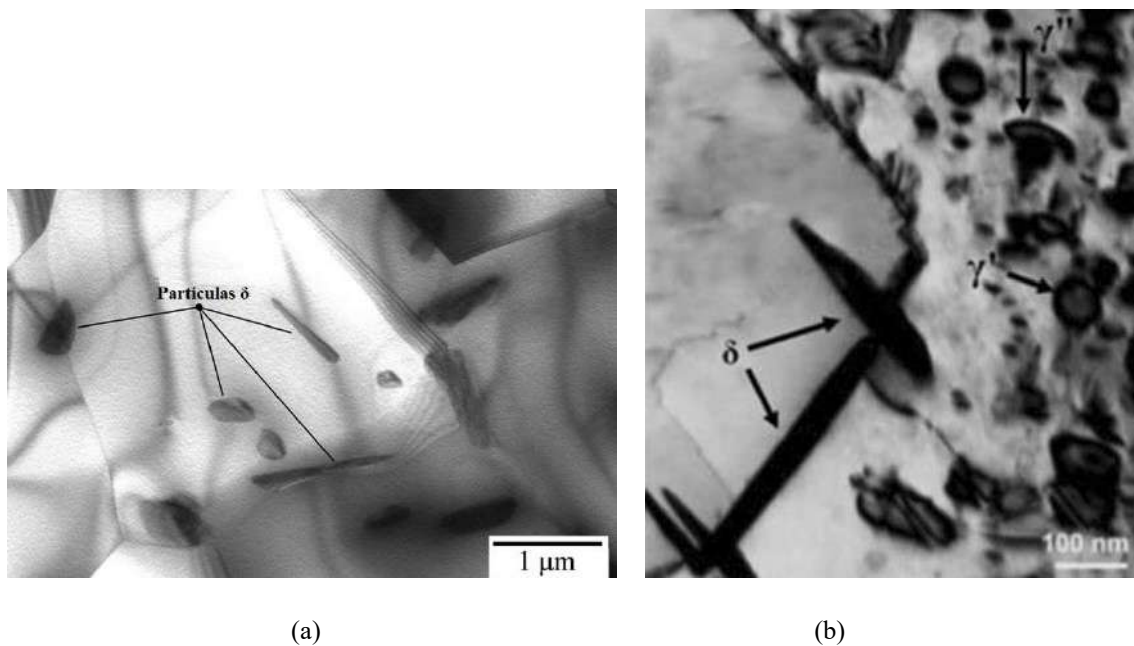


Figura 2: Precipitação da fase  $\delta$  (a) na forma de glóbulos e agulhas dispersas na matriz; (b) na forma de agulha no contorno de grão. [Adaptado de 6 e 27].

Os carbeto podem atuar no controle do crescimento do grão e ajudar nos mecanismos de resistência mecânica presentes nas ligas de níquel. Atuam no aumento da resistência em elevadas temperaturas como barreiras ao deslizamento dos contornos de grão. Como limitação, os carbeto podem ser fontes de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga. Os principais carbeto encontrados nas superligas são MC,  $M_6C$  e o  $M_{23}C_6$ . Na liga 718, os carbeto primários são do tipo (Nb,Ti)C que se formam durante a solidificação e são muito estáveis até temperaturas na faixa de 1200°C, quando estes se dissolvem. São globulares e formados como agrupamentos nos materiais forjados



ou laminados [3,24]. Os carbeto secundários são formados no tratamento térmico de envelhecimento ou termo-mecânico, precipitando-se preferencialmente nos contornos de grão, tendendo a ser menor que o primário, na forma de partículas mais finas ao longo dos contornos de grão, apresentando estrutura tetragonal [57].

A fase intermetálica de Laves pode ser formada em regiões interdendríticas durante o processamento quando a liga é exposta por longo tempo em altas temperaturas ou durante a solidificação da liga. Possui estrutura hexagonal e é indesejada devido a sua natureza frágil, se tornando fonte preferencial de iniciação e propagação de trincas [3,28]. Na Figura 3, é possível observar a fase de laves formada em regiões interdendríticas e carbeto de nióbio precipitadas na matriz da liga 718 [29].

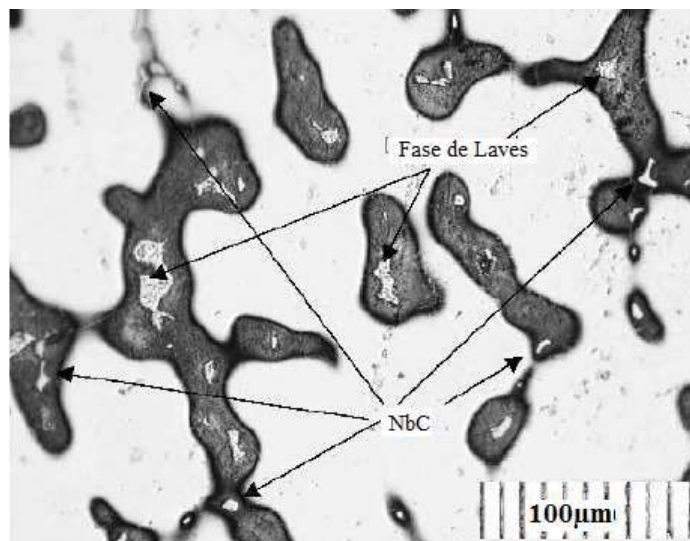


Figura 3 – Fase de laves e carbeto de nióbio (NbC) precipitados na liga 718. [Adaptado de 29]

## 2.2 Processamento Termomecânico

### 2.2.1 Fusão da Liga 718

Uma técnica utilizada para fabricação da liga 718 é a rota de tripla fusão que visa maximizar as propriedades da liga, permitindo uma solidificação mais homogênea e

menor teor de inclusões. A tripla fusão é composta pela fusão por indução à vácuo (VIM - *Vacuum Induction Melting*), refusão por eletroescória (ESR - *Electroslag Remelting*) e fusão a arco em vácuo (VAR - *Vacuum Arc Remelting*) [6,10].

A fusão por indução à vácuo (VIM) minimiza a reação do oxigênio e do nitrogênio com os elementos mais reativos a elevadas temperaturas [30]. Já o processo de refusão por eletroescória (ESR) ocorre sob pressão atmosférica e possibilita refundir um eletrodo sólido através do aquecimento da escória eletrocondutora e por meio das reações químicas que removem inclusões, produzindo uma estrutura homogênea e refinada, além de controlar a solidificação e gerar um lingote com reduzido nível de segregação e uma excelente microestrutura bruta de fusão [10]. A última etapa desta rota é a refusão a arco em vácuo (VAR), que consiste em uma refusão contínua a vácuo que garante, ao longo da fusão, a purificação do material e o controle da solidificação quanto à sua homogeneidade química e estrutural. A grande vantagem do VAR para superliga 718 está na possibilidade de maiores taxas de resfriamento dos lingotes, resultando em menor segregação. Isto é muito importante já que a solidificação da superliga 718 apresenta dificuldades no seu processo de fusão devido às diferenças de densidade entre sólido e líquido, favorecendo problemas de segregação, por esse motivo os tratamentos térmicos de homogeneização da liga são de grande importância [3,10].

### **2.2.2 Homogeneização da Liga 718**

O tratamento térmico de homogeneização após a fusão e refusão da liga, é extremamente importante para dissolver a fase de Laves e reduzir gradientes locais de composição, principalmente pela difusão do nióbio para as áreas interdendríticas. A homogeneização incompleta do material, no estado fundido ou conformado, produzirá

precipitação não uniforme das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  durante o trabalho mecânico ou tratamentos térmicos de envelhecimento [10,17].

### 2.2.3 Conformação mecânica

O forjamento de um metal consiste na deformação por martelamento ou prensagem, podendo ser a quente ou a frio. Um processo bem semelhante ao estiramento por forjamento é a laminação de metais no caso de chapas e placas, bastante utilizado na liga 718 [31].

A laminação a quente é um processo de deformação primária, realizada na faixa de temperatura entre 900 e 1120°C. É um processo complexo, pois os equipamentos utilizados durante o processamento são submetidos a altas tensões durante a laminação [10].

A laminação a frio normalmente sucede o processo de laminação a quente, com o objetivo de controlar o acabamento superficial, obter um melhor controle dimensional e, caso necessário, encruar o material [32].

A deformação induzida pela laminação a frio pode determinar o desenvolvimento, crescimento e a orientação dos núcleos que originarão os grãos durante o recozimento. Um dos fatores que determinam esse comportamento é a energia de falha de empilhamento (EFE) [37].

A laminação a frio da liga 718 também pode ser utilizada em conjunto com os tratamentos térmicos usuais para alteração das características de recozimento e da formação dos precipitados, não induzindo apenas a precipitação de  $\gamma''$  como também a transformação de  $\gamma'' \rightarrow \delta$  [10,15].

Segundo Liu *et al.* [33], a laminação a frio na liga 718 altera a morfologia da fase  $\delta$  devido à maior redução da deformação, que perde a forma de agulha e se torna globular. As Figuras 4a e 4b mostram que o mesmo foi observado por Rongbin *et al.* [15] quando submeteram a liga 718 a laminação a frio com deformação de 25 e 50% e observaram que além de alterar a morfologia da fase  $\delta$  na microestrutura, de agulha para esferóide, o aumento do grau de laminação a frio altera o local de precipitação da fase  $\delta$ , do interior do grão para os contornos dos grãos.

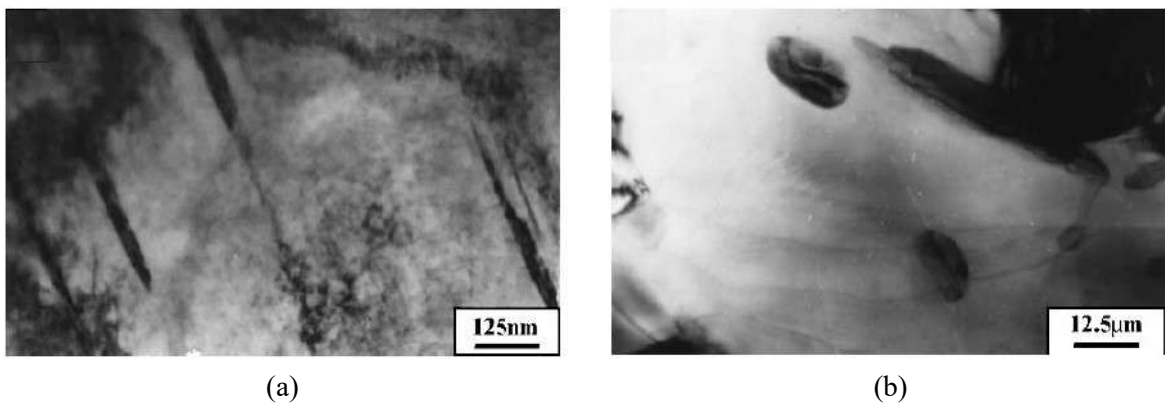


Figura 4: MET mostrando o efeito da redução da laminação na fase  $\delta$  (a) 25% de redução (b) 50% de redução. [Adaptado de 15]

### 2.3 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos são dados às superligas para desenvolver propriedades, podendo ser combinados ou não com processamento mecânico do material, estes têm sido estudados com objetivo de melhorar as propriedades mecânicas [1].

Os tratamentos térmicos mais comuns para a liga 718 são a solubilização e a precipitação (envelhecimento).

### **2.3.1 Tratamento térmico de solubilização**

A primeira etapa para o tratamento térmico das ligas de níquel é usualmente a solubilização. Esse tratamento acontece através do aquecimento da liga a uma determinada temperatura, mantendo-a por tempo suficiente para induzir um ou mais constituintes a entrar em solução sólida e homogeneizar a microestrutura, para então resfriá-la rapidamente e manter esses constituintes em solução sólida supersaturada [17,34].

A temperatura de solubilização tem como finalidade a dissolução de precipitados, para que os átomos constituintes dessas fases difundam-se e se dissolvam na matriz, fazendo com que em uma futura precipitação as fases endurecedoras sejam precipitadas em maior número [24].

Para a liga 718, em alguns casos o tratamento de solubilização é realizado a uma temperatura abaixo da temperatura solvus  $\delta$ , induzindo a precipitação desta fase, dificultando o crescimento de grão e, conseqüentemente, refinando o grão [6]. Caso contrário, a solubilização acima da temperatura solvus de  $\delta$ , o crescimento do grão é significativo.

### **2.3.2 Tratamento térmico de precipitação (envelhecimento)**

Os tratamentos térmicos de precipitação destinam-se a formar os precipitados endurecedores da matriz.

As temperaturas de precipitação determinam não só o tipo, mas também tamanho, morfologia e distribuição da fase precipitada e, conseqüentemente, na combinação resultante de ductilidade e resistência [1].

Durante tratamento térmico de envelhecimento da liga 718, ocorre a precipitação das fases metaestáveis  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . A precipitação da fase  $\delta$  se forma na liga durante o processamento em altas temperaturas ou sob um tempo de exposição longo.

Em estudos realizados por Slama e Abdellaoui [16], observou-se que as fases precipitadas  $\gamma'$  e  $\gamma''$  são fortemente dependentes da temperatura e do tempo de envelhecimento. Para a temperatura e tempo de envelhecimento de 680°C/4h, foi observado um primeiro endurecimento com partículas de  $\gamma'$  e, em 50h foi observado a precipitação da  $\gamma''$  perfeitamente coerente com a matriz de  $\gamma$ . Já para a condição de envelhecimento a 750°C/4h, a fase  $\gamma''$  se precipitou mais rápido em forma de disco e após 100h, a fase  $\delta$  precipita em forma de placas e blocos atingindo um maior tamanho de partícula e fração volumétrica, levando a uma diminuição na microdureza, como apresentado nas Figuras 5 e 6.

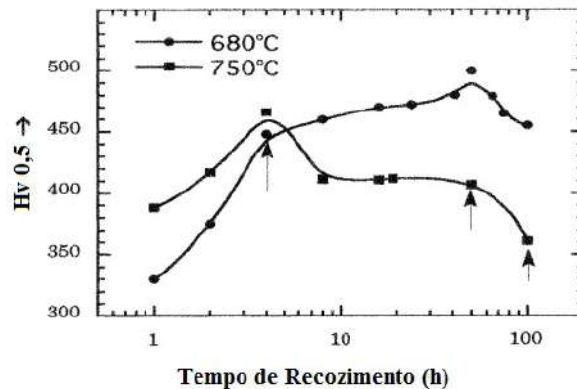


Figura 5- Variação da microdureza em função do tempo de solubilização. [Adaptado de 16]

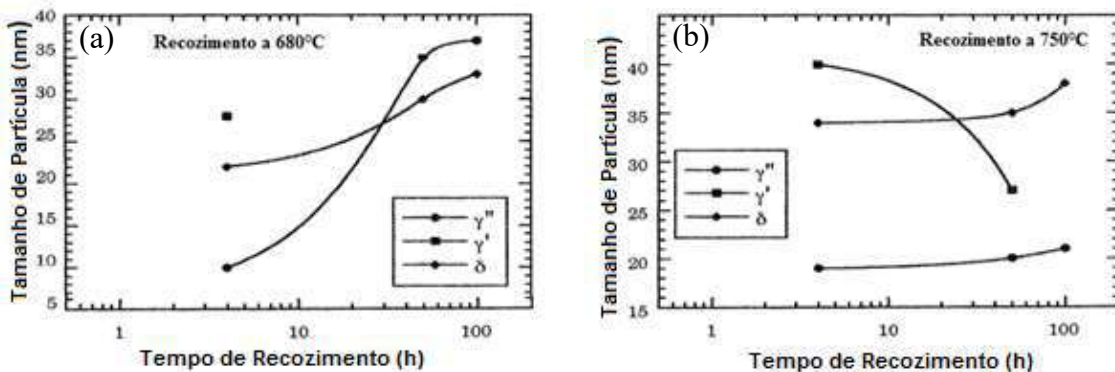


Figura 6- Variação do tamanho dos precipitados  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  e  $\delta$  em função do tempo de solubilização para (a) 680°C e (c) 750°C. [Adaptado de 16]

Valle et al. [35] estudaram os efeitos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga 718, e observaram que após a solubilização a 1050°C, por 5 e 10 min, seguido de tratamento térmico de envelhecimento a 800°C/6h, houve um aumento significativo dos níveis de resistência mecânica e redução da ductilidade. Segundo os autores, esse aumento significativo na resistência à tração e na dureza, nestas condições de envelhecimento, está diretamente relacionado com o mecanismo de precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . Embora a literatura informe que a precipitação da fase  $\delta$  seja responsável pela perda na resistência mecânica da liga 718, Valle et al. [35] afirmam que esta fase não mostra influência sob a resistência à tração e à deformação, bem como sob dureza à temperatura ambiente.

## **2.4 Mesotextura**

### **2.4.1 Distribuição característica do contorno de grão (GBCD)**

Há mais de 30 anos foram iniciados estudos em relação ao projeto de contorno de grão, com objetivo de melhorar propriedades suscetíveis a fenômenos intergranulares, que envolve uma distribuição característica de um contorno de grão desejável e alta fração de contornos especiais [36]. Alguns anos depois, visando aumentar a densidade de contornos especiais, e conseqüentemente, melhorar a resposta da liga à degradação intergranular de materiais CFC, o projeto de contorno de grão tornou-se conhecido como “engenharia de contorno de grão” (*Grain Boundary Engineering - GBE*) [36,37].

Ao longo da última década, a engenharia de contorno de grão foi utilizada para melhorar propriedades dos materiais alterando a cristalografia dos contornos de grão através de ciclos de processamento, aliando deformação a frio e recozimento, com o

objetivo de melhorar as propriedades mecânicas e químicas de metais policristalinos e ligas [9 e 38].

Dois resultados importantes foram a atenuação de corrosão sob tensão intergranular na liga 600 para tubos do gerador de vapor nuclear [39] e o ganho do ciclo de vida de baterias de chumbo-ácido [40]. Em ambos os casos, houve uma notável melhoria, atribuída a um aumento na proporção de contornos CSL de baixo  $\Sigma$ , as quais foram referidos de contornos especiais. Ambos os casos foram patenteados em meados da década de 1990 [38].

A distribuição característica do contorno de grão (GBCD) pode ser descrita pelo modelo de sítios de coincidência (CSL) e é composta por três categorias de contorno de grão que são classificados da seguinte forma [41].

- Contorno CSL  $\Sigma 1$  ou Contornos de baixo ângulo
- Contorno CSL baixo- $\Sigma$  (CSLBs,  $3 \leq \Sigma \leq 29$ )
- Contorno CSL aleatório-  $\Sigma$  (CSLBs,  $\Sigma > 29$ )

Os CSLs baixo- $\Sigma$  incluindo contornos de baixo ângulo são frequentemente chamados de “contornos especiais”, devido às suas "propriedades especiais", o que resulta em menos segregação de impureza, maior resistência à oxidação e nucleação e propagação de trinca [8].

Dentre os CSLs baixo-  $\Sigma$ , o  $\Sigma 3$  é geralmente o contorno mais comum em ligas com baixa/média energia de falha de empilhamento, devido a sua propensão de formar maclas. As maclas de recozimento caracterizam a grande maioria dos contornos CSL do tipo  $\Sigma 3^n$  ( $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$ ).



## 2.4.2 Modelos de sítios de coincidência

A desorientação cristalográfica de uma estrutura tridimensional pode ser construída com pontos de rede comum para ambos os cristais adjacentes. O modelo de sítios de coincidência (*Coincidence site lattice - CSL*) é uma classificação baseada em desorientação e como tal não especifica um plano de interface [38].

O conceito CSL evoluiu a partir das descobertas de certos contornos de grãos especiais, caracterizados pelo parâmetro  $\Sigma$ . O valor de  $\Sigma$  é a razão entre o volume da célula unitária do CSL e a rede cristalina, ou equivalentemente,  $\Sigma$  é descrito como a densidade recíproca de sítios coincidentes [41,42]. Quanto menor o valor de  $\Sigma$ , mais ordenado estará o contorno de grão [38,43]. Quanto mais ordenado estiver o contorno de grão, maior o número de sítios coincidentes e menor o valor de  $\Sigma$ . A Figura 7, mostra uma situação onde ocorre a interpenetração de duas redes cristalinas vizinhas formando um contorno do tipo  $\Sigma 5$ .

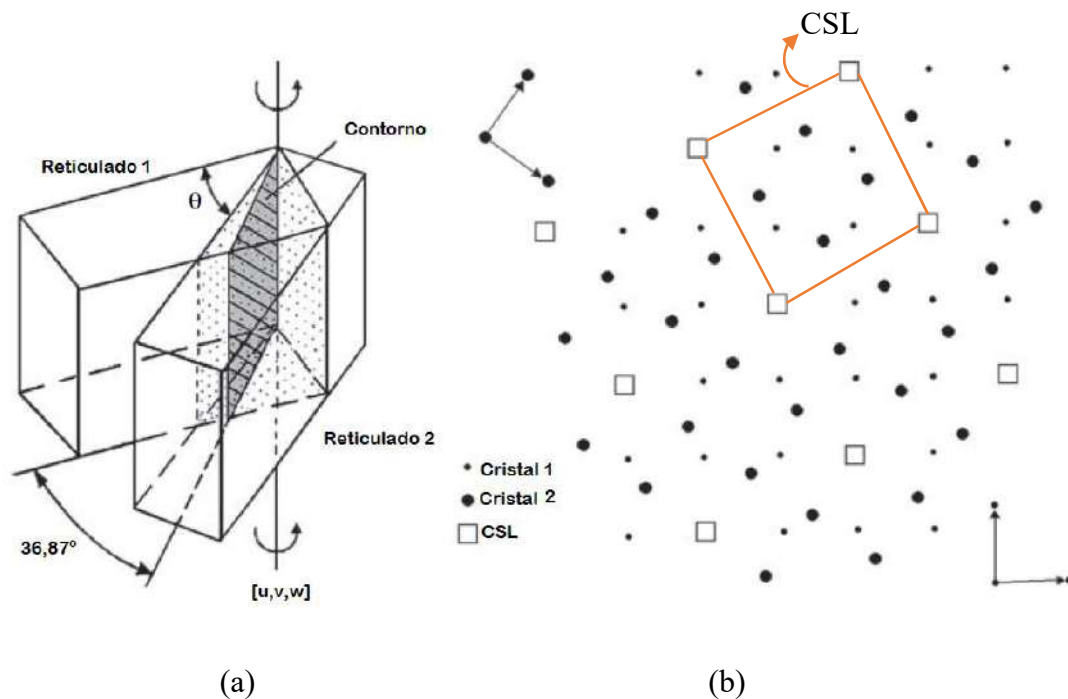


Figura 7- (a) Esquema de dois reticulados vizinhos (b) Formação de um limite de site coincidência (CSL) com  $\Sigma=5$ . [Adaptado de 38]

Pequenos desvios da desorientação perfeita de um contorno CSL podem ser acomodados pela rede, mas quando o desvio ( $\Delta\theta$ ) é grande, a estrutura pode ser alterada. O critério de Brandon, segundo a equação (1), é utilizado para calcular essa tolerância,  $\Delta\theta$ , em torno da desorientação ideal sem que altere a estrutura CSL [41].

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

Porém, Palumbo e Aust, 1990, avaliaram uma amostra de níquel e concluíram que o desvio máximo ( $\Delta\theta$ ) deveria ser calculado de acordo com a equação (2) [41]:

$$\Delta\theta \leq 15^\circ \Sigma^{-5/6} \quad \text{Equação (2)}$$

Ou seja, mesmo com esses desvios aceitáveis, somente determinados ângulos especiais que originarão os contornos CSL. A descrição completa da geometria e cristalografia de um contorno de grão depende, além do grau de desajuste ou misorientação entre as redes cristalinas, da inclinação entre elas, configurando um problema 5 graus com de liberdade [44].

### **2.4.3 Maclagem na Distribuição Característica do Contorno de Grão**

As maclas de recozimento são um subconjunto de interfaces  $\Sigma 3$  podendo ser maclas coerentes ou incoerentes. A macla coerente possui uma orientação de  $\Sigma 3$  e plano  $\{111\}$  em contraste com a macla incoerente que tem uma misorientation  $\Sigma 3$  e plano  $\{112\}$  [42, 44]. As propriedades dos tipos contornos  $\Sigma 3$  coerentes e incoerentes são marcadamente diferentes (por exemplo, maclas coerentes são imóveis, maclas incoerentes são muito móveis) [44]. Devido a energia de contorno  $\Sigma 3$  ser muito baixa, eles contribuem de maneira significativa para melhoria das propriedades [9,44].

A macla de recozimento ocorre para diminuir a energia interfacial total do núcleo do material ou para reorientar os contornos de grãos e facilitar a absorção e mobilidade da discordância durante o recozimento [44]. Em geral, quanto menor a energia de falha de empilhamento, maior a proporção de  $\Sigma 3$ . Os contornos do tipo  $\Sigma 3$  interagem entre si, levando à “múltipla maclagem”. Isto é regido pela seguinte regra relativa à junção ou dissociação de CSLs [44]

$$\Sigma A + \Sigma B \leftrightarrow \Sigma(A \times B) \quad \text{Equação (3)}$$

Ou

$$\Sigma A + \Sigma B \leftrightarrow \Sigma(A/B) \quad \text{Equação (4)}$$

Onde, a equação 4 só deve ser aplicada se A/B for número inteiro e, se A>B. Logo, a união de dois  $\Sigma 3$ s conduz a um  $\Sigma 9$  e, se dois contornos em uma junção tripla são do tipo  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 9$ , a terceira junção é  $\Sigma 3$  ou  $\Sigma 27$ . Por esta razão, foi proposto o modelo de interação  $\Sigma 3$ , que se baseia num encontro entre um contorno de grão móvel e uma macla, para melhoria da rede dos contornos de grãos através do aumento de  $\Sigma 3$ s durante e imediatamente após o recozimento[36,44].

#### 2.4.4 Mecanismo de Interação dos contornos $\Sigma 3^n$

O mecanismo de interação é um processo em que tratamentos termomecânicos podem alterar tanto a orientação cristalográfica quanto a forma do grão. O modelo de interação  $\Sigma 3^n$  interage 2 grãos recristalizados em um material com baixa energia de falha de empilhamento, os quais foram maclados para produzir contornos mais móveis. A Figura 8 apresenta, esquematicamente, as características do modelo de interação  $\Sigma 3$  em um material de baixa energia de falha de empilhamento recentemente recristalizado. A

Figura 8a apresenta a migração do contorno mais móvel para direita até chegar na primeira macla coerente neste grão. O contorno móvel vai migrando até que a macla do grão esquerdo atinja a macla do grão direito formando a junção  $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$  identificada como J1 na figura 8b, onde  $\Sigma 3$  é coerente e o  $\Sigma 9$  é o mais móvel. Portanto, este continua a migrar até encontrar a segunda macla coerente no grão direito, formando agora a junção  $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ , identificada como J2 na figura 8c. Nesse caso, o  $\Sigma 3$  é incoerente e por ser o mais móvel nessa junção, e continua a migrar enquanto houver força motriz disponível ou até encontrar outros contornos. Através dessas interações, mais contornos  $\Sigma 3$  móveis são gerados [36]

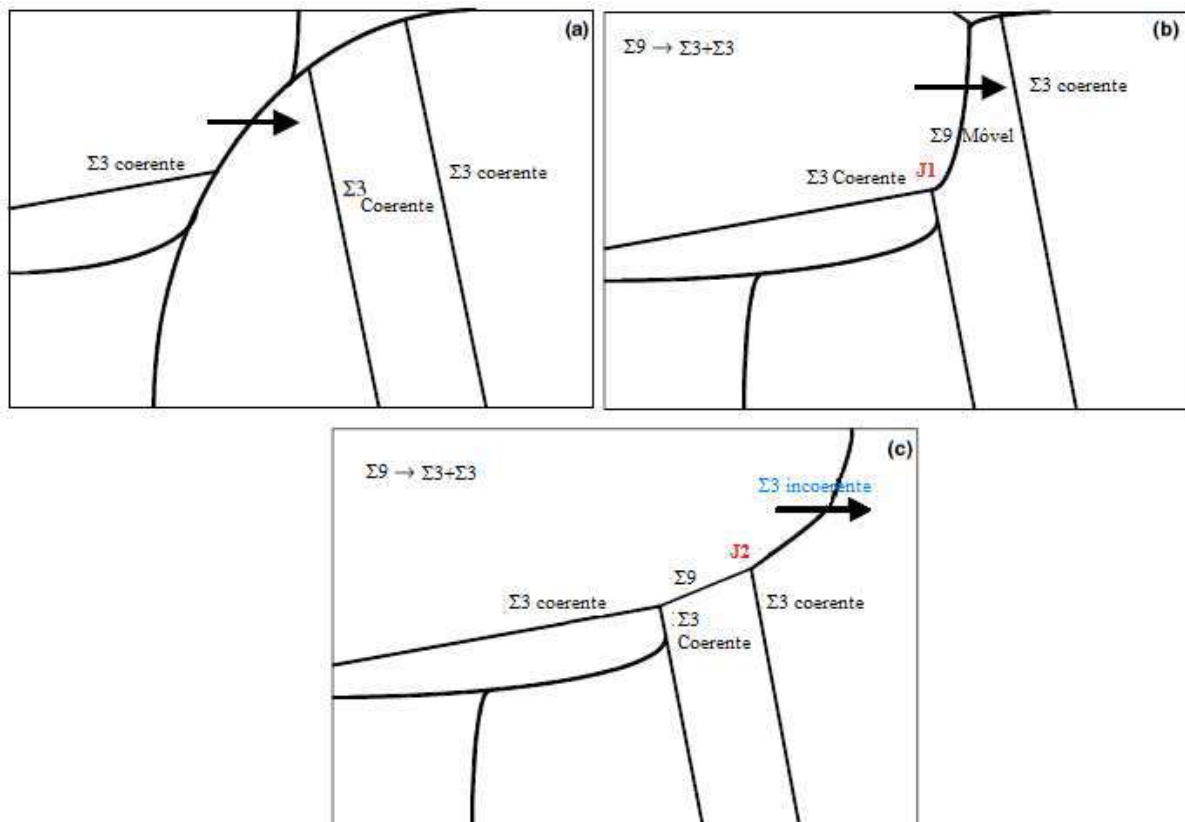


Figura 8: Ilustração esquemática do modelo de interação  $\Sigma 3$  [Adaptado de 36].

#### 2.4.5 Distribuição Característica dos Contornos de Grão em Ligas de Níquel

Devido à baixa energia de falha de empilhamento (EFE) da liga e a propensão à formação de maclas de recozimento, introduzidas durante o processamento termomecânico, técnicas de processamento para o controle da distribuição característica de contorno de grão vem sendo bastante utilizada em ligas à base de níquel, com o objetivo de melhorar as propriedades dos materiais através do aumento da fração de contornos de grãos especiais com fator  $\Sigma \leq 29$ , principalmente contornos  $\Sigma 3$  e interromper a conectividade dos contornos gerais [8, 9,11,45].

Pinto [46] relata em seu trabalho que tratamentos termomecânicos podem alterar a distribuição de contornos especiais de alta simetria cristalina. Entre os materiais CFC estudados pelo autor, além de ter conseguido um aumento em sua resistência à fluência, obteve através do tratamento termomecânico maiores quantidades de contornos CSL (em torno de 70%) por meio de deformação de laminação de 41% seguida de recozimento a 850°C/30min e uma etapa de 8% de deformação de recozimento a 1.000°C/5min.

Segundo Trindade *et al.* [47], para a liga 718 a resistência à oxidação a elevadas temperaturas pode ser melhorada através da mesma técnica iterativa. Nesse estudo foi observada a relação da quantidade de ciclos sequenciais de laminação a frio, com redução de 20%, seguido de tratamento térmico a 1050°C/1h. Os resultados obtidos mostraram que o valor dos contornos de macla ( $\Sigma 3$  coerente) após 4 ciclos aumentaram consideravelmente e que a medida que a fração de contornos de grão especiais aumentaram, a taxa de oxidação diminuiu, devido à menor energia de ativação para a difusão ao longo dos mesmos.

Um estudo similar foi realizado por Krupp *et al.* [11], que relacionou o aumento da fração de contornos com a fratura frágil induzida por oxigênio na liga 718. Os autores

também realizaram várias etapas de laminação a frio com redução de 20% seguido por um recozimento 1050°C/1h, levando também ao aumento da fração de contornos especiais  $\Sigma$ 1-29, de 20,9% para 41%. Através do ensaio flexão a 600°C, verificou-se a redução de sensibilidade à fratura frágil intergranular induzida por oxigênio.

Li *et al.* [12] também realizaram um estudo na liga 718 processada termomecanicamente através da laminação a frio, porém em ciclos sequenciais com percentuais de redução menores, de 2,5%, 5%, 7,5%, seguido por recozimento a 1020°C/10min. Eles observaram que existem diferenças significativas nas relações entre frações de contornos especiais (*fraction of special boundaries* - Fsp), dureza e tamanho de grão para os três diferentes níveis de deformação utilizados. A Tabela 1 mostra que a maioria dos contornos especiais no material processado foi o contorno  $\Sigma$ 3, com cerca de 84% dos valores Fsp em média. Os autores observaram também que as amostras laminadas com redução de 5,0% além de exibirem aumentos acentuados de Fsp para 65,5%, apresentaram um aumento no tamanho de grão e diminuição da dureza devido à redução em contornos de grão disponíveis para resistir à deformação. Com base nesse resultado, os autores acreditam que a distribuição de tensão no interior do material é essencial para o processo de controle do contorno do grão.

Tabela 1- Frações dos contornos de grão do material processado. [Adaptado de 12]

Amostras	$\Sigma$ 3 (%)	$\Sigma$ 9 (%)	$\Sigma$ 27 (%)	Outros $\Sigma$ (%)	Fsp (%)
Como recebido	18.5	1.2	0.6	5.5	25.8
1 x 2.5%	50.4	5.3	2.3	2.2	60.2
2 x 2.5%	54.2	5.6	2.0	2.5	64.3
3 x 2.5%	15.4	1.0	0.2	1.0	17.6
1 x 5%	26.3	2.1	0.5	2.2	31.1
2 x 5%	54.2	5.0	3.3	3.0	65.5
3 x 5%	54.2	6.7	3.2	0.9	65.0
4 x 5%	37.9	5.0	1.6	4.0	48.5
5 x 5%	32.8	2.0	1.2	1.6	37.6
1 x 7.5%	33.7	3.4	1.1	3.0	41.2
2 x 7.5%	27.1	2.7	1.3	1.6	32.7
3 x 7.5%	45.2	3.3	2.1	3.3	53.9
4 x 7.5%	15.0	1.0	0.2	1.3	17.5

Boehlert *et al.* [48] estudaram também o efeito do processamento termomecânico na liga 718, através de sequencias de laminação a frio com redução de 0 a 80%, seguido por recozimento entre 954°C a 1050°C e envelhecimento. Os resultados mostraram que, para o recozimento a 1050°C, foi observado um comportamento contrário às outras temperaturas de recozimento. Neste caso, houve aumento das frações de contornos de maclas e CSLs com maiores quantidades de deformação a frio. Os autores afirmam que esse aumento dos contornos foi proveniente do aumento significativo do tamanho de grão a temperaturas mais elevadas e que, independentemente da condição de processamento, as amostras apresentaram nos testes de tração e fluência uma fratura dúctil.

Entretanto, Araújo *et al.* [6], estudaram como os contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  se desenvolvem após as etapas de laminação a quente e a frio e após sofrerem tratamentos térmicos de solubilização e precipitação para a liga 718. Eles observaram que é possível atingir uma alta proporção de contornos de baixos- $\Sigma$  e uma microestrutura refinada com precipitação de fase  $\delta$  através de laminação a quente seguida de laminação a frio e recozimento a 975°C/70min, como apresentado na Tabela 2. A fase  $\delta$  contribuiu para uma microestrutura mais refinada sem prejudicar o mecanismo de maclagem e consequentemente a formação dos contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$ , como pode ser observado na Tabela 2.

Tabela 2: Evolução da fração dos contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  após processamento de cada etapa. [Adaptado de 6]

<b>Etapas de Processamento</b>	<b><math>\Sigma 3</math></b>	<b><math>\Sigma 9</math></b>	<b><math>\Sigma 27</math></b>	<b><math>\Sigma 3 + \Sigma 9 + \Sigma 27</math></b>
1.1 mm espessura, laminada a quente	20.8 ± 2.8	0.8 ± 0.2	0.4 ± 0.1	22.0 ± 0.27
1.1 mm espessura, recozimento	52.2 ± 1.9	1.1 ± 0.5	0.4 ± 0.1	53.7 ± 2.2
0.34 mm espessura, laminada a frio, recozimento	37.4 ± 2.6	0.8 ± 0.2	0.4 ± 0.2	38.6 ± 2.9
0.34 mm espessura, laminada a frio, recozimento e endurecimento por precipitação	46.9 ± 2.2	1.4 ± 0.3	0.5 ± 0.1	48.7 ± 2.1

#### 2.4.6 Distribuição das junções triplas dos contornos

Nos últimos anos, além da importância do estudo do controle das propriedades dos contornos de grão, tem-se percebido a importância de estudar a constituição e distribuição de junções triplas, por descreverem melhorias microestruturais decorrentes controle da distribuição característica de contorno de grão [49].

A junção tripla é resultado da intersecção dos grãos, de acordo com a regra da adição do  $\Sigma$ -valor, e a distribuição desses pontos na microestrutura baseia-se na quantidade de contornos  $\Sigma 3^n$  ( $\Sigma 3, \Sigma 9$  e  $\Sigma 27$ ) que estão no ponto triplo. Estes podem ser medidos utilizando a técnica de EBSD utilizando o modelo de CSL [49].

As junções são classificadas de acordo com o número de contornos especiais que as coordenam. Portanto, sendo um indicador de resistência à falha. Junção tripla tipo 0-CSL consistem em 3 contornos aleatórios, já as junções triplas dos tipos 1-CSL, 2-CSL e 3-CSL compreendem, respectivamente, 1, 2 e 3 contornos especiais.

Caracterizando os tipos de junções triplas é possível relacionar a melhoria nas propriedades do material, tais como o comportamento mecânico, ductilidade, a susceptibilidade à degradação intergranular e fratura [49]. Uma razão para isso é a diminuição de junções 0 ou 1-CSL, além do aumento de junções 3-CSL e saturação de junções triplas 2-CSL.

Em estudos realizados por Schuh *et al.* [50] na liga de Inconel 600, as amostras foram submetidas a ciclos de processamento termomecânico sequenciais e cada ciclo de processamento consistia na laminação à temperatura ambiente até uma redução de 25%, e recozimento a 1025°C/18min (seguindo uma rampa de aquecimento de 42 min) com resfriamento em água. Este ciclo foi repetido quatro vezes, de modo que as amostras foram analisadas em cinco condições de processamento (incluindo o estado recebido). A



Figura 9 mostra o resultado das distribuições de tripla junção desse estudo. Os autores [50] observaram que a fração de junções triplas com 0-CSL e 1-CSL diminuíram a medida que o número de ciclos aumentava no processamento, enquanto que simultaneamente aumentava as junções do tipo 2-CSL e 3-CSL, refletindo um aumento na interconectividade de contornos especiais e uma diminuição concomitante na conectividade de contornos aleatórios.

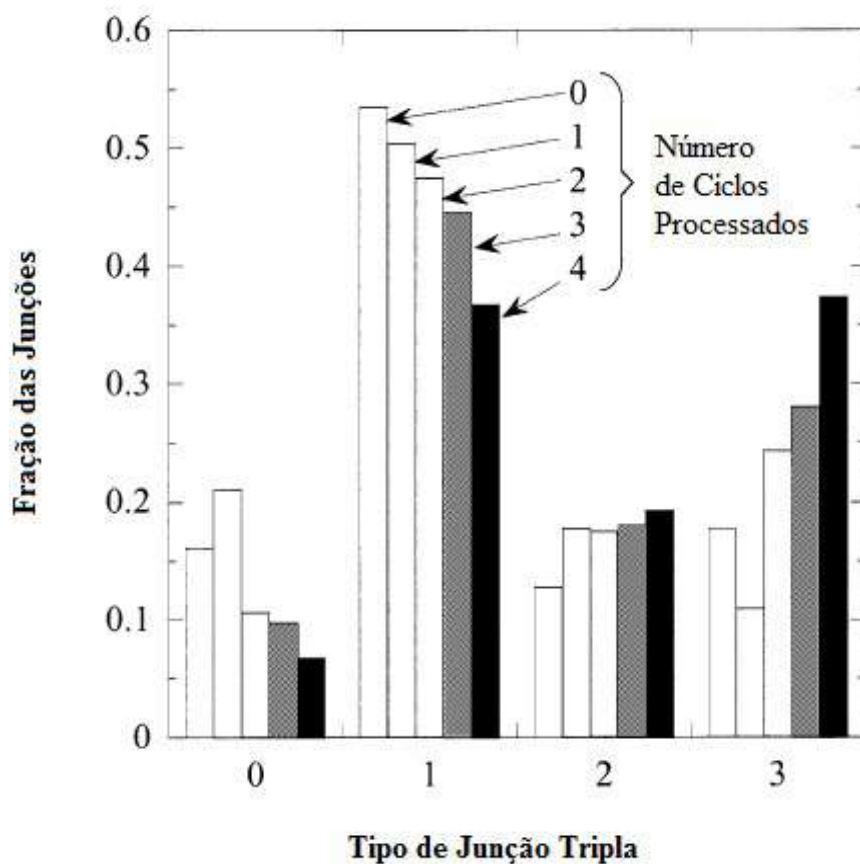


Figura 9- Distribuições de tripla junção em Inconel 600. Adaptado de [50]

Entretanto, Kumar *et al.* [51], numa tentativa de quantificar os efeitos da melhoria da GBCD sobre a conectividade contornos de grão, utilizaram tratamentos termomecânicos em uma amostra de Cu e Inconel 600 em níveis moderados de deformações (entre 20 e 30%), seguido de recozimentos de média a alta temperatura. Os

resultados foram representados graficamente para amostra de Cu e Inconel 600 nas Figuras 10a e 10b, respectivamente, em função da sequência do processamento.

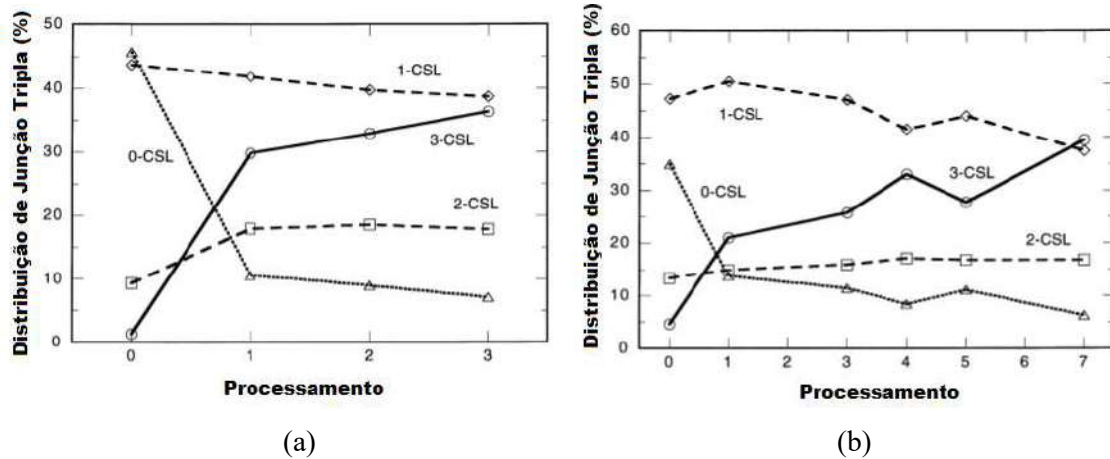


Figura 10- Distribuição de junção tripla (a) ofe-Cu recristalizado de forma sequencial a 400°C e (b) Inconel 600 recristalizado de forma sequencial a 1000°C [Adaptado de 51].

A partir dos resultados obtidos, os autores [51] observaram que foi possível aumentar para quase 70% a fração de contornos especiais, através da combinação de deformação e recozimento. Eles relataram que as distribuições das junções triplas 0-CSL mostraram uma queda acentuada a partir do primeiro ciclo do processamento, representando um valor de cerca de 5% do número total de junções triplas em todos os ciclos de processamento. Foi observado uma diminuição discreta para a fração de junções 1-CSL, e para a distribuição 2-CSL, os valores se mantiveram quase estáveis, indicando cerca 20%. As junções 3-CSL mostraram um aumento significativo, em ambos os casos, com o valor máximo de cerca de 40% para a GBCD deste estudo. Kumar *et al.* [51], afirmaram que macla de recozimento e distribuição característica dos contornos são necessárias, mas que não é suficiente para explicar a otimização da microestrutura.

### 3. MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

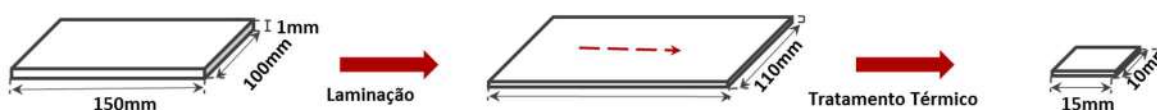
#### 3.1 Material

O material utilizado neste trabalho consiste de uma chapa da liga 718, fornecida pela Special Metals, com espessura de 1mm e composição química apresentada na Tabela3.

Tabela 3 – Composição química da chapa da liga 718 em (% peso).

<b>Elemento</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Fe</b>	<b>Nb</b>	<b>Ta</b>	<b>Mo</b>	<b>Al</b>	<b>Ti</b>
<b>% Peso</b>	52,73	18,45	18,71	5,06	0,02	2,92	0,56	1,01
<b>Elemento</b>	<b>Co</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>S</b>	<b>P</b>	<b>Cu</b>
<b>% Peso</b>	0,11	0,06	0,09	0,004	0,04	0,002	0,007	0,02

Foram realizadas rotas de processamento específicas, de forma que a chapa foi laminada a frio sob diferentes graus de deformação, seguido de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento a fim de precipitar fase  $\delta$  e controlar o tamanho do grão.



#### 3.2 Procedimentos Experimentais

A chapa de liga 718, como recebida foi cortada em dimensões de cerca de 100 x 150mm usando uma serra de disco. Quatro rotas de processamento foram definidas, variando o grau de redução e a temperatura de recozimento, com o objetivo de verificar se a precipitação da fase  $\delta$  foi favorável para melhoria da resistência mecânica da liga através da engenharia de contorno de grão.

A laminação a frio foi realizada em um laminador de bancada duo reversível de marca FENN da COPPE/UFRJ. A direção de laminação escolhida para as amostras foi semelhante à utilizada pelo fabricante/fornecedor, para permitir a clara identificação das direções de processamento da peça. É de grande importância essa informação para a correta análise por EBSD.

A laminação ocorreu em diversos passes sucessivos até a redução da espessura desejada para cada rota em estudo. A Figura 11 apresenta as diferentes rotas planejadas, considerando a quantidade de deformação por passe e a temperatura de recozimento.

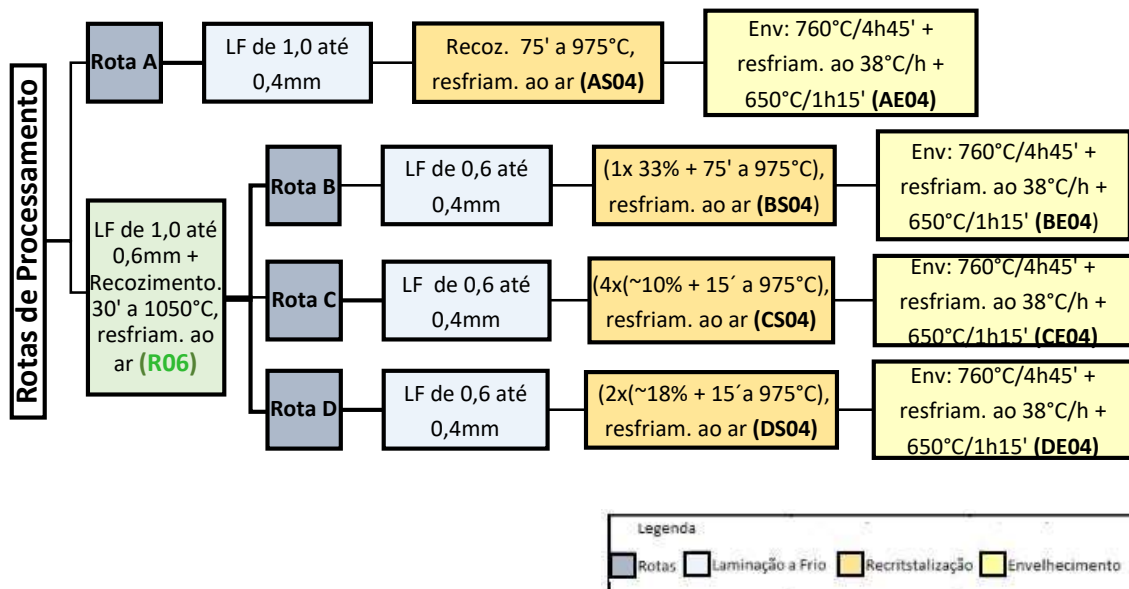


Figura 11: Detalhamento das rotas de processamento.

Após a laminação a frio e tratamentos térmicos de solubilização, as amostras foram tratadas termicamente por envelhecimento, em diferentes temperaturas e tempos característicos para aplicações em indústria nuclear, seguido por resfriamento ao ar. O forno utilizado nesse trabalho é da marca Carbolite CWF 1300 da COPPE/UFRJ.

As amostras foram colocadas no forno somente após a temperatura do mesmo atingir o nível desejado, e o tempo começou a ser contabilizado quando a temperatura

estava estabilizada. Para um controle mais preciso da temperatura foi usado um termopar, da marca “Digital Termometer- Minipo MT-405”.

As amostras resultantes após cada etapa de tratamento foram analisadas e foram identificadas de acordo com a Tabela 4:

Tabela 4: Identificação das amostras resultantes em cada rota de processamento.

<b>Rotas</b>	<b>Código das amostras Solubilizadas</b>	<b>Condição de processamento termomecânico</b>	<b>Código das amostras Envelhecida</b>	<b>Condição de processamento termomecânico</b>
<b>A</b>	<b>AS04</b>	Laminada a frio de 1,0 até 0,4mm e recristalizada a 975°C/75'	<b>AE04</b>	Envelhecimento: 760°C/4h45' + resfriamento 38°C/h + 650°C/1h15'
-	<b>R06</b>	Laminada a frio de 1,0 até 0,6mm e recristalizada a 1050°C/30'	-	-
<b>B</b>	<b>BS04</b>	Laminada a frio de R06 até 0,4mm e recristalizada a 975°C/75'	<b>BE04</b>	Envelhecimento: 760°C/4h45' + resfriamento 38°C/h + 650°C/1h15'
<b>C</b>	<b>CS04</b>	Laminada a frio de R06 até 0,4mm em 4 ciclos de 10% [4 x (~10% + 975°C/15')]	<b>CE04</b>	Envelhecimento: 760°C/4h45' + resfriamento 38°C/h + 650°C/1h15'
<b>D</b>	<b>DS04</b>	Laminada a frio de R06 até 0,4mm em 2 ciclos de 18% [2 x (~18% + 975°C/15')]	<b>DE04</b>	Envelhecimento: 760°C/4h45' + resfriamento 38°C/h + 650°C/1h15'

### 3.2.1. Preparação Metalográfica

Após o tratamento térmico as amostras foram cortadas em tamanhos menores (~1,0 x 1,5cm) e preparadas para o polimento mecânico da seguinte forma: Foram lixadas em uma sequência de lixas de granulometria de 320, 600 e 1200 mesh e em seguida o polimento com pasta de diamante 6 e 1µm.

### **3.2.2. Preparação das amostras para análise de microscopia ótica (MO)**

As amostras para microscopia ótica foram preparados por polimento mecânico seguido por ataque químico sobre o plano longitudinal. A solução de glicerégia foi preparada na proporção de 3:HCL, 2:Glicerol, 1: HNO<sub>3</sub> e as amostras foram atacadas para revelação da microestrutura. As imagens foram obtidas em um microscópio ótico Olympus GX-70 da COPPE/UFRJ, em microscópio eletrônico de Varredura JEOL-JSM modelo 6460LV do laboratório de microscopia eletrônica da COPPE/UFRJ.

### **3.2.3. Preparação das amostras para análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

As amostras preparadas para análise de microscopia eletrônica de varredura foram realizadas, para dois tipos de análises: Observação da microestrutura e para a quantificação da fase  $\delta$ .

Para observação da microestrutura, as amostras foram preparadas por polimento mecânico seguido por ataque químico sobre o plano longitudinal. A solução de glicerégia foi preparada na proporção de 3:HCL, 2:Glicerol, 1: HNO<sub>3</sub> e as amostras foram atacadas para revelação da microestrutura. As imagens foram obtidas em modo secundário com diferentes aumentos.

Para a quantificação da fase  $\delta$ , as amostras foram preparadas por polimento mecânico e após a última fase de polimento com pasta de diamante de 1 $\mu$ m, a amostra passou por uma etapa de polimento em sílica coloidal, por 30 minutos. A sílica coloidal por apresentar partículas de tamanhos menores do que a pasta de diamante, concede um acabamento final mais delicado e revelando os grãos levemente. Foram realizadas dez varreduras em diferentes regiões e as imagens foram obtidas em modo retroespalhado,

com o mesmo aumento. Os campos foram obtidos de maneira aleatória, de forma a evitar uma tendência na análise.

Para ambas situações, as amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de Varredura Vega 3LMU de marca Tescan do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise do COPPE/UFRJ.

### **3.2.3.1. Medida de tamanho de partícula e fração de volume da fase $\delta$**

A partir das imagens adquiridas pelo MEV, o estudo foi baseado em análise do histograma de 8 bits, com binarização (para separação das partículas de  $\delta$  da matriz), utilizando o software Image J®. Com isso, as frações de fase e tamanho médio de partículas foram determinados. Foram realizadas dez varreduras em diferentes regiões.

### **3.2.4. Preparação das amostras para análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD)**

Para a difração de elétrons retroespalhados (EBSD), após o polimento metalográfico as amostras foram submetidas ao polimento eletrolítico no equipamento Struers Tenupol-5, do laboratório de microscopia eletrônica da COPPE/UFRJ. A solução utilizada foi de 91% de Etanol e 9% de ácido perclórico ( $\text{HClO}_4$ ), a uma temperatura de  $-20^\circ\text{C}$  e tensão de 20,5V. Todas as amostras foram submetidas ao mesmo tempo de 30 segundos e fluxo de 30, porém as amostras AS04, DS04 e BE04 não obtiveram padrão necessário para a análise de EBSD, portanto, o tempo e a fluxo variaram nessas rotas, conforme apresentado na Tabela 5.

Tabela 5- Dados utilizados no polimento eletrolítico das amostras solubilizadas, envelhecidas e como recebida.

Amostra	Tempo (s)	Temperatura(C°)	Fluxo	Tensão (V)	Corrente (mA)
<b>Amostras Solubilizadas</b>					
AS04	45	-20	30	20,5	168
R06	30	-20	30	20,5	154
BS04	30	-20	30	20,5	193
CS04	30	-20	30	20,5	220
DS04	30	-20	25	20,5	156
<b>Amostras Envelhecidas</b>					
AE04	30	-20	30	20,5	221
BE04	15	-20	30	20,5	200
CE04	30	-20	30	20,5	206
DE04	30	-20	30	20,5	194
<b>Amostras Como recebida</b>					
CR	30	-20	30	20,5	203

A análise por EBSD foi realizada em um microscópio Eletrônico de Varredura de Alta Resolução Jeol 7100FT, com fonte de elétrons do tipo FEG e acessório Oxford (Detector Nordlys Max2), no Laboratório Multiusuário de Nanociências e Nanotecnologia (LABNANO), pertencente ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF).

A fixação das amostras em base específica para o EBSD foi realizada com cola condutora de carbono e durante todo o processo de preparação e fixação da amostra, cuidados foram tomados para permitir a clara identificação das direções de processamento da peça, como a direção de laminação para uma correta análise por EBSD.

As análises por EBSD foram realizadas com uma configuração do MEV com voltagem de aceleração de 20 kV, modo de visualização com elétrons secundários e distância de trabalho de cerca de 15 mm. O *step size* foi definido em função do tamanho de grão da amostra, tendo em conta uma solução de compromisso, dado que um menor valor de tal parâmetro - o que permite maior precisão na análise - resulta em maior tempo de análise e, dada a limitação do tempo de utilização, uma consequente menor



amostragem ou número de amostras analisadas. Portanto, os valores de *step size* variaram entre 0,2 e 0,70 $\mu$ m.

Após o processo de aquisição, as imagens foram reconstruídas e sua qualidade verificada. Os ruídos provenientes do processo de aquisição foram mitigados por meio de limpeza da imagem. Para cada amostra foram realizadas quatro varreduras em diferentes regiões e cada varredura foi feita com o mesmo aumento. Foi calculada a média e desvio das quatro imagens colhidas.

As análises por EBSD permitiram a coleta das informações de mesotextura: caracterização dos contornos de grão e maclas, tamanho de grão e determinação da fração e distribuição de contornos de baixa energia, primordialmente do tipo  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$ . O tamanho de grão foi calculado pelo EBSD em todas as imagens coletadas, e os resultados das análises foram transferidos para o excel sendo calculado o desvio padrão

Foram identificados também os pontos triplos com zero, um, dois e três contornos CSL em cada um dos campos analisados. Foram estabelecidas as cores para cada tipo de contorno a ser analisado. Os contornos do tipo  $\Sigma 3$  foi determinado de vermelho, o  $\Sigma 9$  de azul,  $\Sigma 27$  de verde e os contornos aleatórios de preto. As imagens foram visualizadas pelo Image J® e a contagem dos pontos triplos do tipo CSL-0, CSL-1, CSL-2 e CSL-3, foi feita manualmente. Com os resultados obtidos, calculou-se a média para cada tratamento em todos campos analisados por EBSD

### **3.2.5. Ensaio de tração**

As propriedades mecânicas das amostras foram medidas meio de ensaios de tração, realizados na máquina de tração Instron, modelo 33R5567, com célula de carga de 500kg do laboratório de propriedades mecânicas da COPPE/UFRJ. Os corpos de provas foram cortados por processo de eletro-erosão e tomados na direção paralela à

direção de laminação. A Figura 12 mostra o desenho do corpo de prova de tração. Foram realizados três ensaios para cada rota com taxa de deformação  $6,7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . As dimensões da região útil dos corpos de provas foram medidas com medidor de perfis e paquímetro digital.

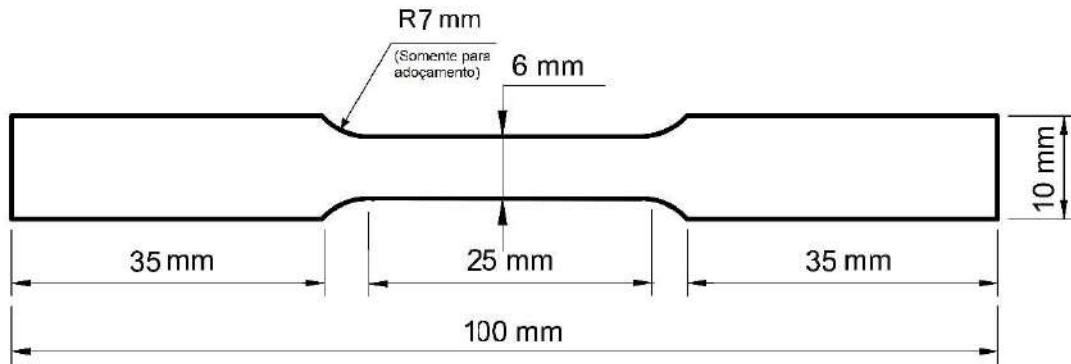


Figura 12: Dimensões do corpo de prova de tração.

### 3.2.6. Cálculo de Delta $\Delta$

Os fatores mecânicos de redução total e geometria da zona de deformação podem ter fortes efeitos tanto na deformação quanto nas texturas de recozimento da chapa.

As texturas cristalográficas dos metais são geralmente classificadas de acordo com os processos pelos quais são produzidos. Por exemplo, a laminação, a trefilação, e a estampagem profunda. Na laminação a frio, a fricção no espaçamento entre os rolos pode contribuir para gradientes de textura. Contudo, a fricção não deve influenciar a textura laminada a frio em uma profundidade maior que 5% da espessura, mesmo sem lubrificação [52].

A geometria de deformação no processamento é dada pela proporção da espessura da zona média,  $h$ , pelo comprimento da zona,  $L$ , onde:  $\Delta = \frac{h}{L}$ . Quando a altura para a zona

é menor que o seu comprimento, ou a razão  $\Delta$  é  $<1$ , a textura é uniforme através da espessura mas sofre uma inversão, em grande parte na intensidade de  $\{111\}$  no plano de rolamento, após uma redução de cerca de 98 %. À medida que  $\Delta$  se torna  $> 1$ , gradientes de textura aparecem e a inversão ocorre a uma redução total menor, começando na superfície onde o esforço é mais avançado [52].

Para o presente estudo foi realizado o cálculo em todas as rotas solubilizadas e obteve-se uma deformação homogênea em todas as rotas com textura uniforme e valores bem menores que 1, como mostra a tabela 6.

Tabela 6 – Valores de  $\Delta$  obtidos para as rotas solubilizadas

<b>ROTAS</b>	<b>AS04</b>	<b>R06</b>	<b>BS04</b>	<b>CS04</b>	<b>DS04</b>
<b>DELTA <math>\Delta</math></b>	0,093	0,122	0,106	0,134	0,134

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Análise Microestrutural

As Figuras 13 a 18 apresentam as micrografias óticas obtidas na etapa de solubilização de cada rota de processamento, além da liga 718 como recebida.

Na Figura 13, na condição como recebida (CR), foi possível observar grãos equiaxiais, e carbeto (Nb,Ti)C dispersos na matriz, além da presença de maclas de recozimento, tipicamente encontradas na liga 718.

Na Rota A (AS04), após a laminação até 0,4mm e recozida a 975°C/75min, observou-se uma microestrutura bem refinada com diminuição do tamanho do grão e aumento considerável na quantidade de precipitados em relação a liga 718 como recebida. Segundo Deleume *et al.* [53] a fase  $\delta$  é precipitada na faixa de temperatura entre 900 e 1010°C na forma de precipitados coalescidos e globulares durante o tratamento térmico de solubilização, como o observado na Figura 14.

A amostra R06 foi utilizada como ponto de partida para as rotas B, C e D. Nessa etapa, a chapa foi laminada a frio de 1,0 até 0,6mm e recozida a 1050°C/30min seguida de resfriamento ao ar. Na Figura 15, foi observado que o tamanho do grão aumentou consideravelmente. Podemos perceber que para temperaturas acima da linha solvus  $\delta$ , o tamanho do grão aumenta muito em relação às outras amostras. Sabe-se pela literatura [54, 55] que vários pesquisadores obtiveram tamanhos de grãos grandes quando empregaram temperaturas de solubilização acima da temperatura solvus de  $\delta$ .

A amostra BS04 foi laminada a partir da amostra R06 até 0,4mm e recozida a 975°C/75min. A Figura 16, mostra que o material foi totalmente recristalizado e que a precipitação de  $\delta$  atuou refinando a microestrutura.

As amostras CS04 e DS04 também foram laminadas a partir da amostra R06 e, após o resfriamento ao ar, a amostra CS04 foi laminada com 4 ciclos de deformação de 10% (4x[~10% + 975°C/15min]), enquanto a amostra DS04 foi laminada com 2 ciclos de deformação de 18% (2x[~18% + 975°C/15min]) até se obter a espessura de 0,4mm. Para ambas as amostras, os grãos mantiveram a sua forma original equiaxial. As fases precipitadas na amostra CS04 foram observadas em maior intensidade do que na amostra DS04.

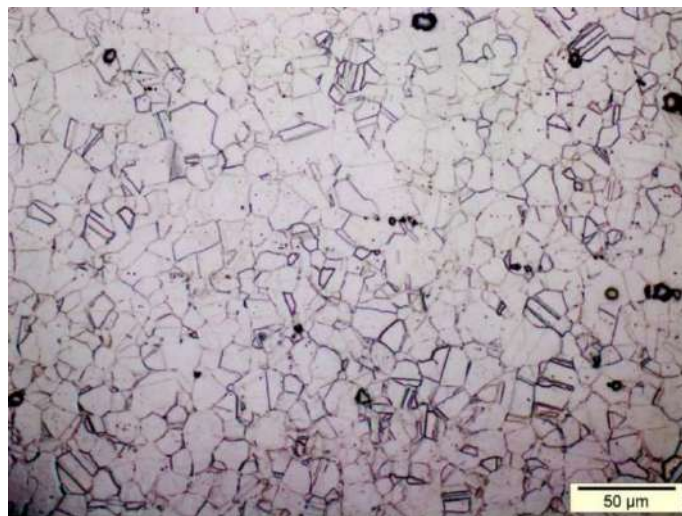


Figura 13: Micrografia ótica da liga 718 como recebida CR.

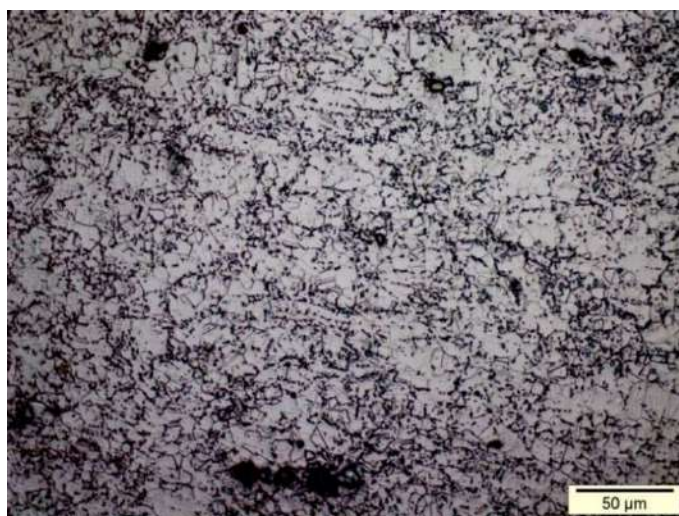


Figura 14: Micrografia ótica da amostra AS04, Rota A.

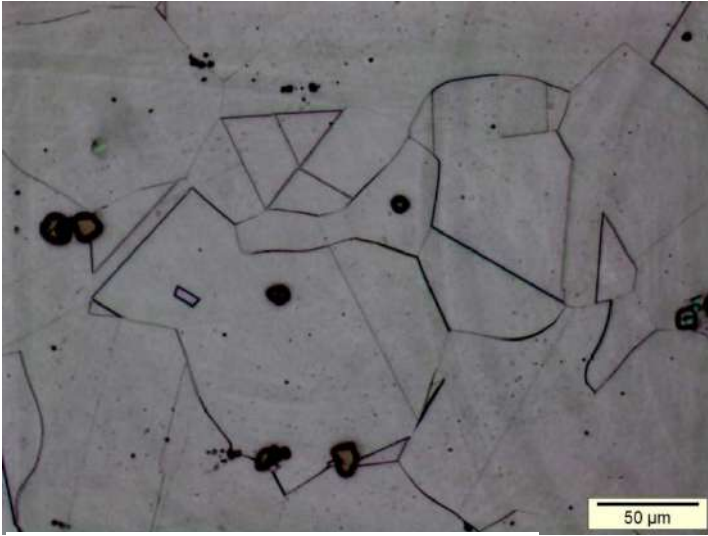


Figura 15: Micrografia ótica da amostra R06.

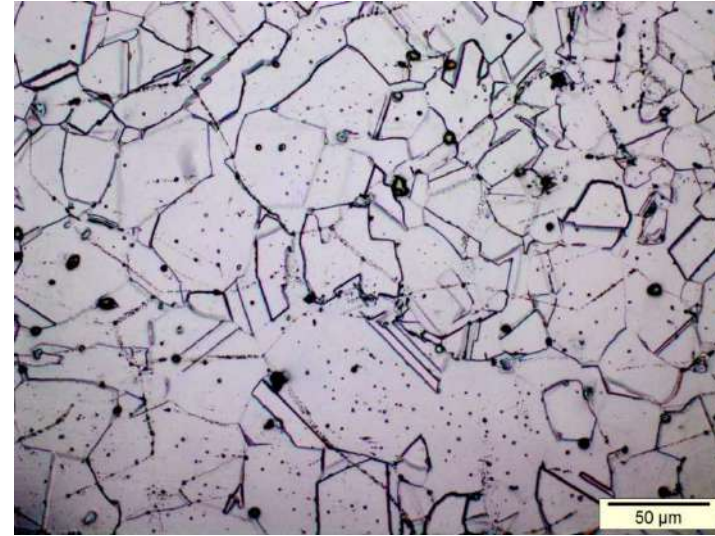


Figura 16: Micrografia ótica da amostra BS04, rota B.

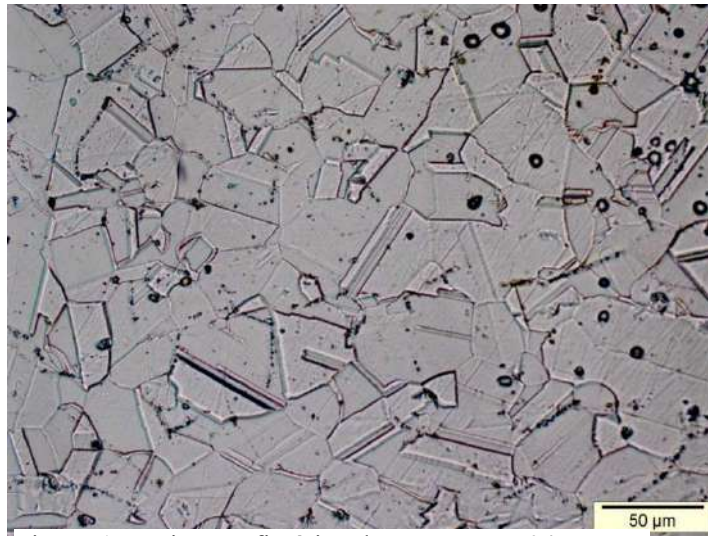


Figura 17: Micrografia ótica da amostra CS04, rota C.

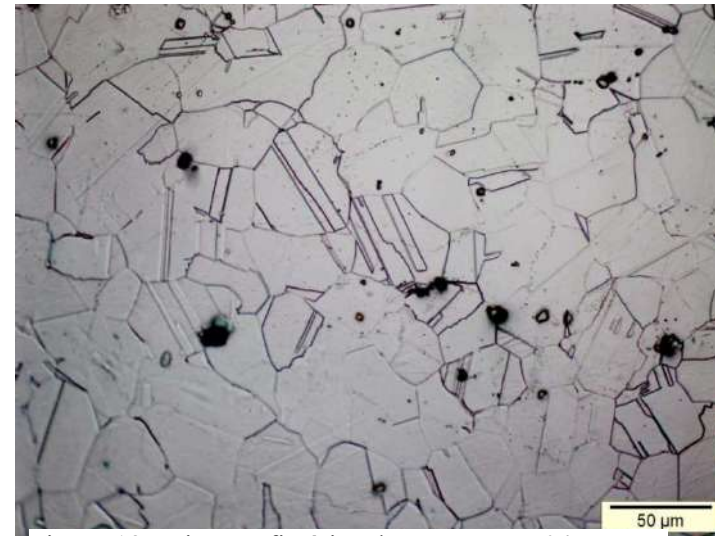


Figura 18: Micrografia ótica da amostra DS04, rota D.



A morfologia dos precipitados pode ser melhor observada quando a amostra é submetida a análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As Figuras 19 a 22 mostram as imagens obtidas por MEV das amostras solubilizadas mostrando a precipitação da fase  $\delta$  e dos carbetos de nióbio (Nb,Ti)C em maior detalhe.

Na rota A (AS04), Figura 19, mostra a precipitação da fase  $\delta$  bastante intensa na matriz e nos contornos dos grãos. Essa intensidade dos precipitados foi amplamente influenciada pela quantidade prévia de deformação, resultando em elevada precipitação da fase  $\delta$  e um tamanho de grão refinado. Entretanto, nas Figuras 20 a 22, as amostras BS04, CS04 e DS04, que sofreram deformação subsequente seguida de recozimento, resultaram em uma menor quantidade de precipitação da fase  $\delta$ .

Na amostra BS04 observa-se uma pequena quantidade de precipitados dispersos no interior do grão. Já as amostras CS04 e DS04 apresentaram uma quantidade de precipitados maior que a rota B, porém localizados com maior intensidade nos contornos dos grãos. Contudo, podemos observar que os tratamentos térmicos utilizados se mostram eficientes, por manter grãos equiaxiais na microestrutura.

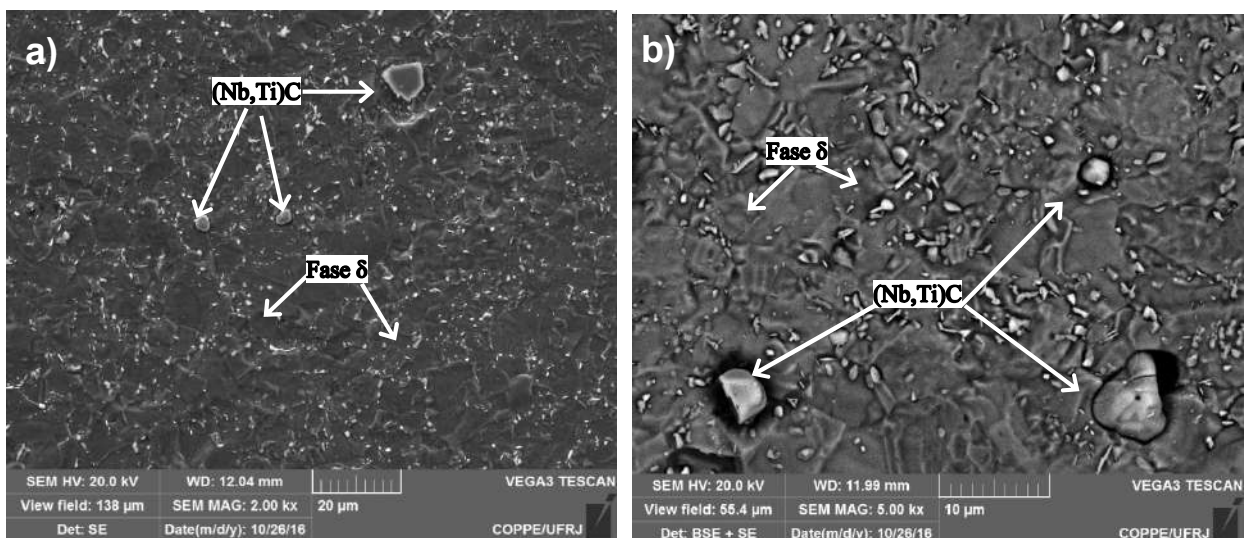


Figura 19. Micrografia obtida por MEV em elétrons secundários da amostra solubilizada AS04 atacada com glicerégia.

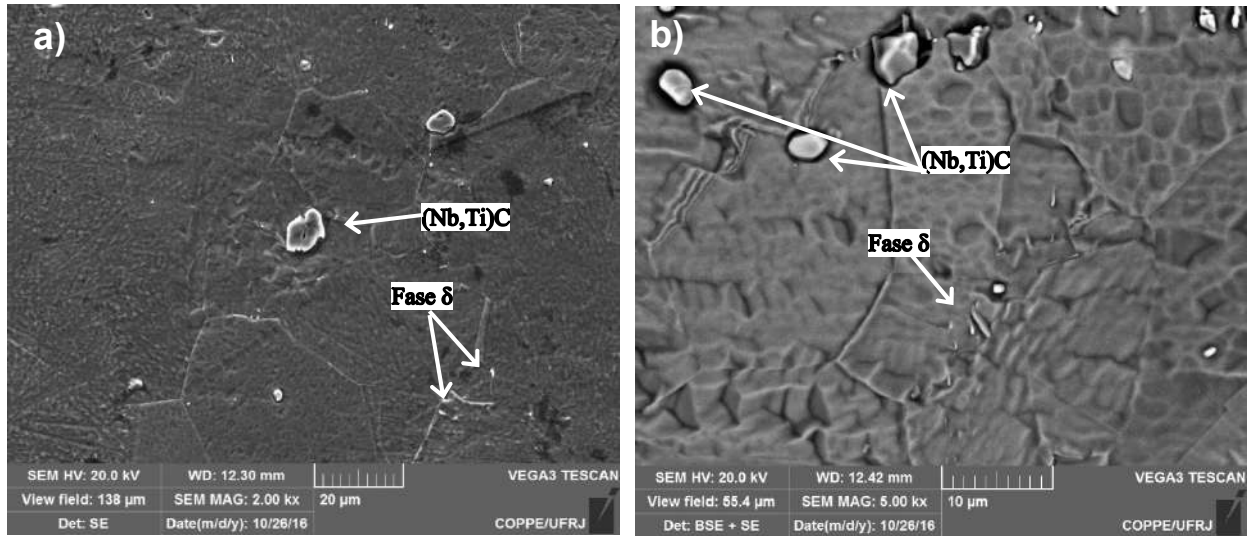


Figura 20. Micrografia obtida por MEV em elétrons secundários da amostra solubilizada BS04 atacada com gliceréia.

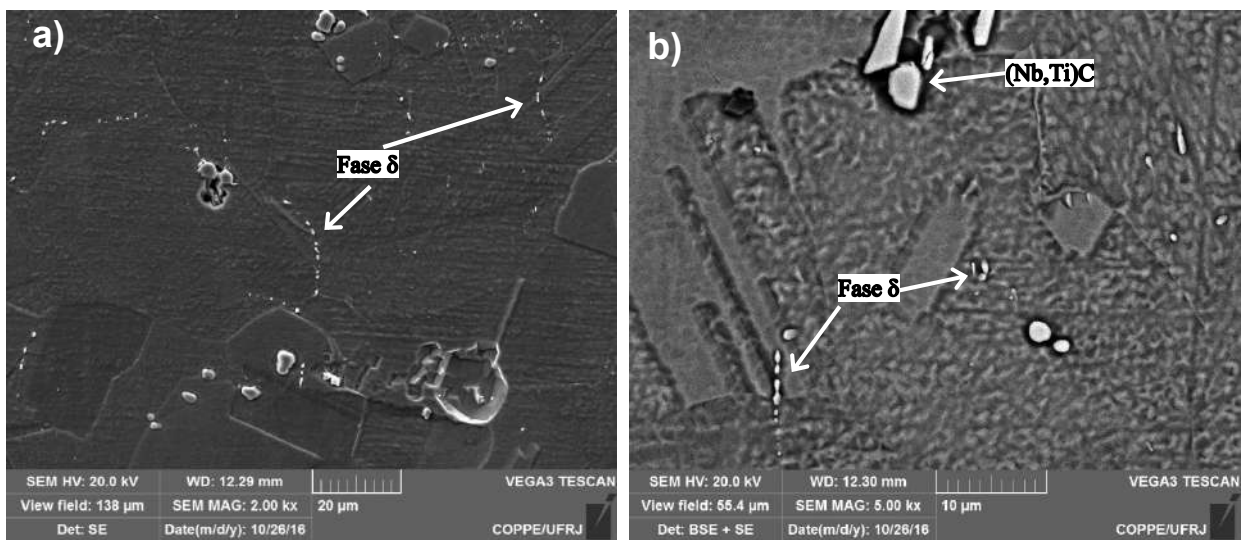


Figura 21. Micrografia obtida por MEV em elétrons secundários da amostra solubilizada CS04 atacada com gliceréia.



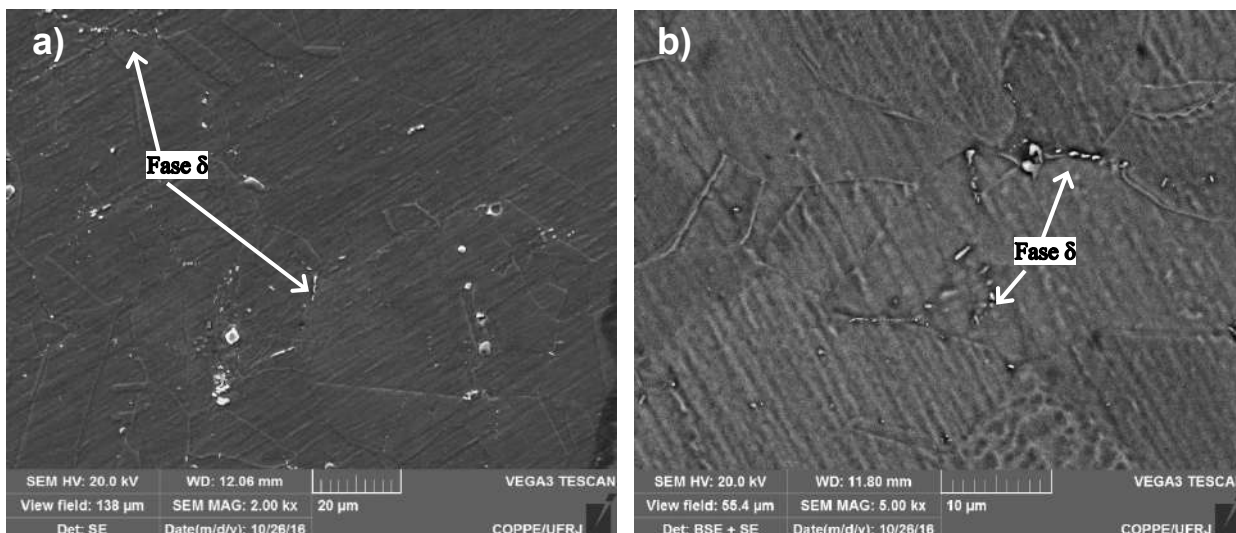


Figura 22. Micrografia obtida por MEV em elétrons secundários da amostra solubilizada DS04 atacada com glicerégia.

#### 4.1.1. Análise quantitativa da precipitação da fase $\delta$

A quantificação da fase  $\delta$  foi determinada por análise de imagem para todas as amostras envelhecidas, e os resultados dos tamanhos de partículas e a fração de área são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Tamanho de partícula e fração de área da fase  $\delta$  para as amostras envelhecidas.

Amostra	Tamanho Médio da Partícula ( $\mu\text{m}$ )	Fração de área da Fase $\delta$ (%)	Ciclos de Deformação	Tempo de Recozimento (min)
AE04	$0,165 \pm 0,035$	$2,895 \pm 1,982$	1	75
BE04	$0,205 \pm 0,607$	$0,078 \pm 0,268$	1	75
CE04	$1,034 \pm 3,008$	$0,060 \pm 0,198$	4	60
DE04	$6,357 \pm 7,562$	$0,371 \pm 0,441$	2	30

A quantidade total de precipitados  $\delta$  variou com a quantidade de passes de deformação e tempo de recozimento. A rota A, foi deformada em um único passe de 60% e obteve maior fração de volume da fase  $\delta$  e maior tamanho de partícula, com 90min de recozimento. A rota B foi deformada com 1 passe de 33% com 75 minutos de recozimento e, obteve tamanho de partícula bem próximo a rota A, porém a fração de volume da fase  $\delta$  foi significativamente menor. Em relação as rotas C e D, que foram processadas em

ciclos sequenciais, foi observado que, com 4 passes de 10% de deformação, a rota C apresentou um menor tamanho de partícula e menor fração de volume da fase  $\delta$ , em relação a todas as rotas. O menor tamanho de partícula obtido nas rotas C e D, possivelmente foi induzido pela maior quantidade de ciclos por deformação, causando a fragmentação do precipitado  $\delta$  e resultando em um menor tamanho de partícula.

Um resultado semelhante foi observado nos estudos do Singh *et al.* [56]. Os autores verificaram que a precipitação da fase  $\delta$  foi mais predominante no material laminado a frio com 50% de deformação do que no material laminado a frio em 30% de deformação, ambos com mesma temperatura de recozimento de 940°C/4h. Para temperaturas de solubilização abaixo da linha solvus de  $\delta$  a precipitação de  $\delta$  será induzida, inibindo o crescimento do grão, como foi observado também nas rotas realizadas no presente trabalho. Gao e Wei [57] afirmaram que, com o aumento da deformação a frio, a segregação de nióbio nas bandas de deformação aumenta, causando a diminuição do tempo de precipitação da fase  $\delta$  e, portanto, aumentando a quantidade desta fase no material.

O trabalho de Rongbin *et al.* [15] também mostra que a variação do grau de deformação influenciou na quantidade de precipitados da fase  $\delta$  em uma liga 718. Neste estudo, os autores solubilizaram as amostras a 970°C/1h e em seguida realizaram duas rotas de processamento. Na primeira rota, cada amostra foi laminada a frio em um único passe de deformação de 25, 40, 50 e 65% de redução de espessura, respectivamente, seguido de envelhecimento direto. Já na segunda rota, as amostras foram laminadas a frio em dois ciclos sequenciais, onde a primeira laminação foi de 25, 40, 50 e 65% de redução de espessura, respectivamente, seguido de solubilização a 970°C/1 h. Enquanto a segunda laminação a frio foi realizada em 25, 40, 50, e 65% de redução na espessura, respectivamente, seguido de envelhecimento direto. No tratamento térmico de

envelhecimento utilizou-se 720°C/8h, mais resfriamento no forno a 55°C/h, seguido por 620°C/8h resfriamento ao ar. Os autores observaram que, para a rota de processamento em que foram realizados 2 passes de deformação, foi obtido uma maior precipitação da fase  $\delta$  à medida que se aumentava o grau de deformação. Para Rongbin et al. [15], a segunda laminação a frio (rota B) aumentou a densidade de discordâncias e fez com que os átomos de Nb segregassem com maior intensidade em relação a laminação a frio de passagem simples (rota A) com envelhecimento direto, conduzindo a um aumento prolongado na precipitação da fase  $\delta$ .

#### 4.1.2. Análise do Tamanho de Grão

A Tabela 8 apresenta os dados de tamanho de grão, tempo e temperatura de recozimento, além da quantidade de ciclos por deformação para o material como recebido e para todas as rotas solubilizadas.

Tabela 8 - Tamanho de grão, tempo e temperatura de recozimento e quantidade de ciclos por deformação para o material como recebido e para todas as rotas solubilizadas.

Amostras	Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )	Ciclos de Deformação	Quantidade de Deformação (%)	Temperatura de Recozimento ( $^{\circ}\text{C}$ )	Tempo de Recozimento (min)
<b>CR</b>	11,02 $\pm$ 0,61	-	-	-	-
<b>R06</b>	32,25 $\pm$ 4,74	1	40	1050	30
<b>AS04</b>	4,46 $\pm$ 0,14	1	60	975	75
<b>BS04</b>	16,90 $\pm$ 2,04	1	33	975	75
<b>CS04</b>	26,84 $\pm$ 1,43	4	10	975	60
<b>DS04</b>	14,85 $\pm$ 1,29	2	18	975	30

Na Tabela 8 pode-se observar que a amostra como recebida, CR, apresentou um tamanho de grão refinado, 11,02 $\mu\text{m}$  e que, após um ciclo de deformação de 60% e

recozimento a 975°C/75min, os grãos foram mais refinados, reduzindo o tamanho do grão para 4,46µm, como apresentado na amostra AS04. Essa redução está relacionada à intensa precipitação de  $\delta$  provocada pela temperatura abaixo da linha solvus de  $\delta$  além da elevada deformação, o que resulta em intensa nucleação de novos grãos.

A amostra R06 foi laminada com deformação de 40% e um recozimento de 1050°C, acima da linha solvus  $\delta$ , o que resultou em aumento significativo do tamanho do grão para 32,25µm. Essa condição da amostra R06 foi realizada nas rotas B, C e D e, após o recozimento a 1050°C/30min, houve laminação a frio intermediária com quantidade de ciclos de deformação variada. Para a rota B houve 1 passe de deformação (33%) com 75 minutos de recozimento, resultando na redução do tamanho de grão de 32,25 para 16,9µm. Para a rota C, foram realizados 4 passes de 10% com 15 minutos de recozimento a 975°C, resultando em 60 minutos. Essa rota obteve uma redução do tamanho de grão de 32,25 para 26,84µm. Já na rota D, foram realizados 2 passes de 18% com 15 minutos cada, resultando em mais de 50% na redução do tamanho de grão, cerca de 14,85µm. Logo, verifica-se que as rotas B, C e D exibiram crescimento de grãos significativamente reduzido, sendo que na rota D, 2 ciclos de deformação e 30 minutos de solubilização foi suficiente para inibir o crescimento do tamanho do grão. Já a rota C, o tamanho do grão não diminuiu de forma significativa, em função da menor quantidade de deformação por passe ter induzido menor fração de  $\delta$ , a qual atua em processo de nucleação durante o recozimento.

## 4.2. Análise da Mesotextura

Para a avaliação da evolução da mesotextura foram realizadas análises por EBSD em todas as amostras: como recebida, solubilizadas e envelhecidas. A Tabela 9 apresenta a soma da fração dos contornos de  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$ ,  $\Sigma 27$  e o tamanho de grão calculado após o processamento das quatro rotas em estudo.

Na Tabela 9, para as rotas solubilizadas, observa-se que a rota A, deformada em um único ciclo de 60% e seguida de recozimento, resultou em elevada precipitação de fase  $\delta$  e menor tamanho de grão, porém apresentou 45% da fração de contornos do tipo  $\Sigma 3^n$ . Segundo Wang *et al.* [58], para um material com maior deformação e menor tamanho de grão, aumenta-se a fração dos contornos aleatórios e diminui a fração de contornos  $\Sigma 3^n$ . No presente trabalho, foi observado o mesmo para a amostra AS04.

Segundo Owen e Randle [9], níveis menores de deformação podem ser utilizados para controlar a distribuição característica dos contornos através do mecanismo de migração dos contornos de grão induzido por deformação. Durante as interações iniciais, a deformação é retida devido ao acúmulo de discordância nos contornos de maclas, aumentando assim a tensão interna e a força motriz para a migração de contornos, resultando em proporções elevadas de  $\Sigma 3^n$ .

No presente trabalho, as rotas B, C e D, apresentaram tamanhos de grãos refinados, porém quando comparados com as frações de contornos obtidas pode-se observar que para as rotas C e D, que utilizaram interações de processamento (10% e 18%, respectivamente) e menores tempos de recozimento (60min e 30min, respectivamente), houve um aumento significativo da fração de contornos especiais  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  (com 64,9% e 61,3%, respectivamente), quando comparado as rotas A e B, que foram processadas em uma única etapa. Trabalhos recentes [9,58] mostram que o uso de processamento iterativo também produz uma estrutura com maior quantidade de

contornos CSL,  $\Sigma 3^n$  em relação ao processamento com um único passe. Segundo Pande *et al.* [59], esta dependência do tamanho de grão e formação de  $\Sigma 3$  depende de dois fatores: o tamanho do grão e a força motriz do crescimento do grão.

Tabela 9- Evolução da fração de contornos e tamanho de grão para todas as amostras: Como recebida, solubilizadas e envelhecidas.

ROTAS	Fração de contornos				Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )
	$\Sigma 3$	$\Sigma 9$	$\Sigma 27$	$\Sigma 3 + \Sigma 9 + \Sigma 27$	
<b>Amostra Como Recebida</b>					
<b>CR (IN718)</b>	45,53 $\pm$ 1,23	1,03 $\pm$ 0,15	0,26 $\pm$ 0,06	46,86 $\pm$ 1,45	11,02 $\pm$ 0,61
<b>Amostras Solubilizadas</b>					
<b>R06</b>	39,28 $\pm$ 12,14	0,74 $\pm$ 0,32	0,28 $\pm$ 0,22	40,30 $\pm$ 12,69	32,25 $\pm$ 4,74
<b>AS04</b>	41,41 $\pm$ 2,09	1,26 $\pm$ 0,10	0,39 $\pm$ 0,11	43,07 $\pm$ 2,30	4,46 $\pm$ 0,14
<b>BS04</b>	43,83 $\pm$ 4,84	1,01 $\pm$ 0,27	0,42 $\pm$ 0,17	45,28 $\pm$ 5,3	16,90 $\pm$ 2,04
<b>CS04</b>	59,66 $\pm$ 3,02	3,51 $\pm$ 0,27	1,77 $\pm$ 0,15	64,9 $\pm$ 3,45	26,84 $\pm$ 1,43
<b>DS04</b>	55,64 $\pm$ 0,35	3,66 $\pm$ 0,84	2,01 $\pm$ 0,79	61,32 $\pm$ 1,89	14,85 $\pm$ 1,29
<b>Amostras Envelhecidas</b>					
<b>AE04</b>	43,23 $\pm$ 0,35	1,48 $\pm$ 0,14	0,54 $\pm$ 0,06	45,27 $\pm$ 0,55	4,74 $\pm$ 0,06
<b>BE04</b>	46,99 $\pm$ 0,78	1,57 $\pm$ 0,24	0,85 $\pm$ 0,28	49,42 $\pm$ 1,30	17,86 $\pm$ 0,39
<b>CE04</b>	57,84 $\pm$ 1,58	3,47 $\pm$ 0,93	1,73 $\pm$ 0,47	63,14 $\pm$ 2,98	19,89 $\pm$ 4,89
<b>DE04</b>	55,36 $\pm$ 2,47	2,84 $\pm$ 0,29	1,42 $\pm$ 0,22	59,63 $\pm$ 2,98	16,87 $\pm$ 2,27

Para as amostras envelhecidas, observa-se que os valores obtidos são similares às rotas solubilizadas. A rota A também apresentou uma microestrutura bem refinada com menor fração de contornos CSL em relação às outras rotas. Nesse caso, para as rotas C e D, houve um aumento na fração de contornos especiais para 63,14% e 59,63%, respectivamente, sem prejudicar o mecanismo de maclagem. Observa-se que os valores estão bem próximos das amostras solubilizadas, não havendo uma variação estatística significativa. Portanto, foi possível obter fração elevada de contornos especiais mesmo com a precipitação da fase  $\delta$  e limitação do crescimento de grão.

Autores como Araújo [6], Kruup [11], Boehlert [48] e Li [12], comparam o efeito de diferentes rotas de processamento termomecânico com o mecanismo de controle da distribuição característica de contornos e, entre os resultados obtidos pode-se observar que, concomitante ao aumento da fração de contornos especiais, houve um aumento do tamanho do grão, exceto para o estudo de Araújo. A Figura 23 relaciona o tamanho de grão e a soma dos contornos especiais do presente trabalho em comparação aos resultados obtido por Li *et al.* [12] e Boehlert *et al.* [48] e Araújo *et al.* [6].

Li *et al.* [12] realizaram um estudo na liga 718 combinando laminação a frio e recozimento a 1020°C/10min. O melhor resultado obtido em seu trabalho foi para uma redução de 2,5% de deformação com fração de contornos entre 16 e 61,8% porém com tamanho de grão acima de 30µm. Para Boehlert *et al.* [48], obtiveram-se os melhores resultados para deformações a frio de passe único de 20 e 60%, seguidos de recozimento a 1050°C. Os tamanhos de grão obtidos foram de 89,1 e 101,8µm, respectivamente. Para Araújo *et al.* [6], no caso de uma chapa com 1,1m de espessura combinando laminação a quente e recozimento, obteve-se uma soma da fração de contornos especiais de cerca de 54%, com um tamanho de grão de 41µm. Porém para a chapa com 0,34mm de espessura obteve uma soma de contornos especiais com 48,7% e um tamanho de grão bastante refinado, com 5,1 µm. Para o presente trabalho, observa-se no gráfico da Figura 23 que foi possível alcançar elevada proporção de contornos especiais com uma microestrutura refinada, quando comparado aos estudos citados acima. As amostras CS04 e DS04, obtiveram a maior fração de contornos e um tamanho de grão refinado com cerca de 14 e 26 µm, mostrando que para obter maior soma da fração de contornos especiais é necessário o uso de rotas interativas, com ciclos de deformação subsequentes.

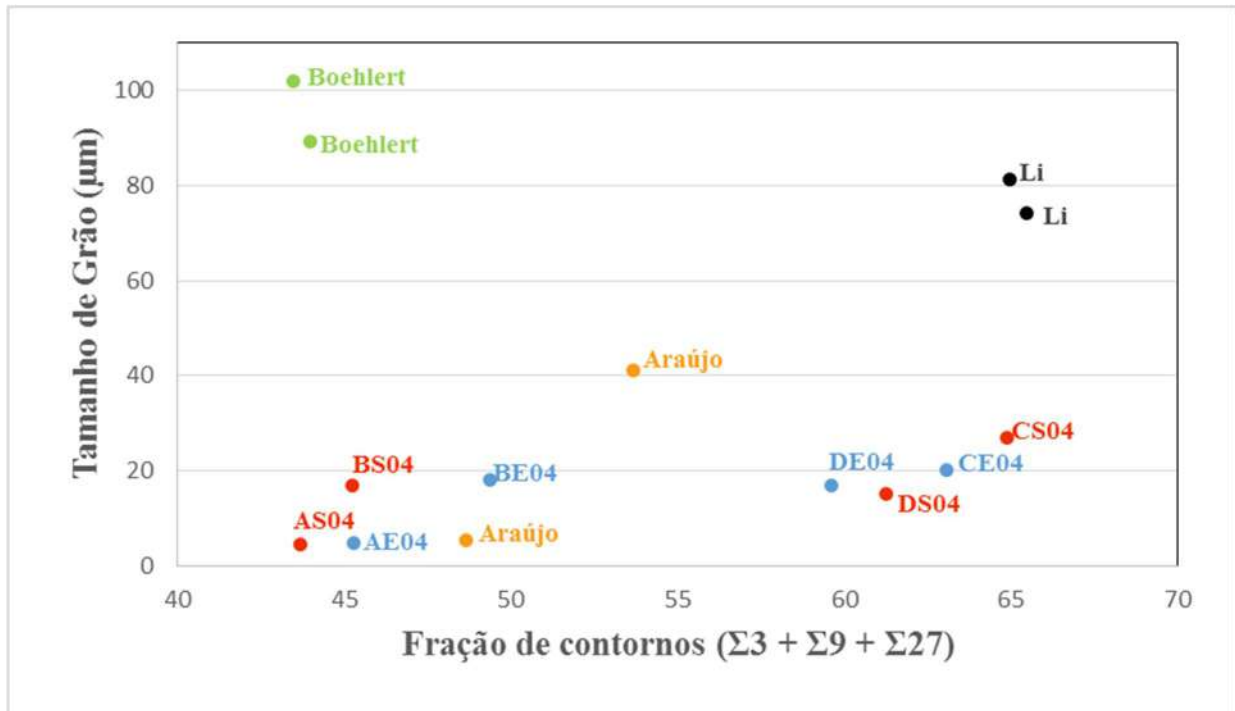


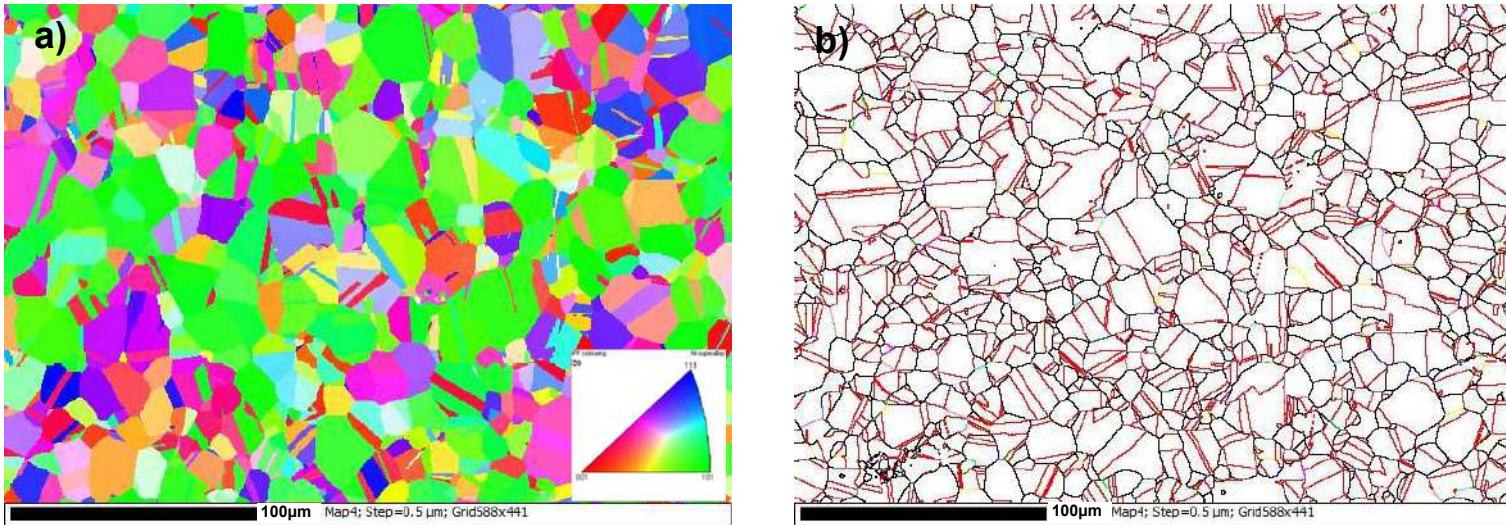
Figura 23. Comparação entre tamanho de grão e soma da fração de contornos  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  para os diferentes autores: Araújo et al. [6]; Li et al. [12]; Boehlert et al.[48].

Um outro ponto importante a ser analisado é a relação da precipitação de partículas com o mecanismo da engenharia de contorno de grão. Segundo Hellman and Hillert [60], quando o contorno de grão interage com muitas partículas, o ancoramento é a soma das forças exercidas por cada partícula, dependendo da posição de cada uma em relação ao contorno. Miodownik [61] afirma que partículas precipitadas têm um impacto indireto na distribuição característica do contorno de grão, como por exemplo, durante o recozimento e crescimento do grão e em alguns casos durante o crescimento do grão após um tratamento térmico de envelhecimento. No presente trabalho, observou-se que a rota A obteve maior volume de precipitação da fase  $\delta$ , porém menor fração de contornos especiais  $\Sigma 3^n$ . Já as rotas B, C e D, obtiveram menores frações de volume da fase  $\delta$  e maiores frações de contornos  $\Sigma 3^n$ , em relação a rota A.

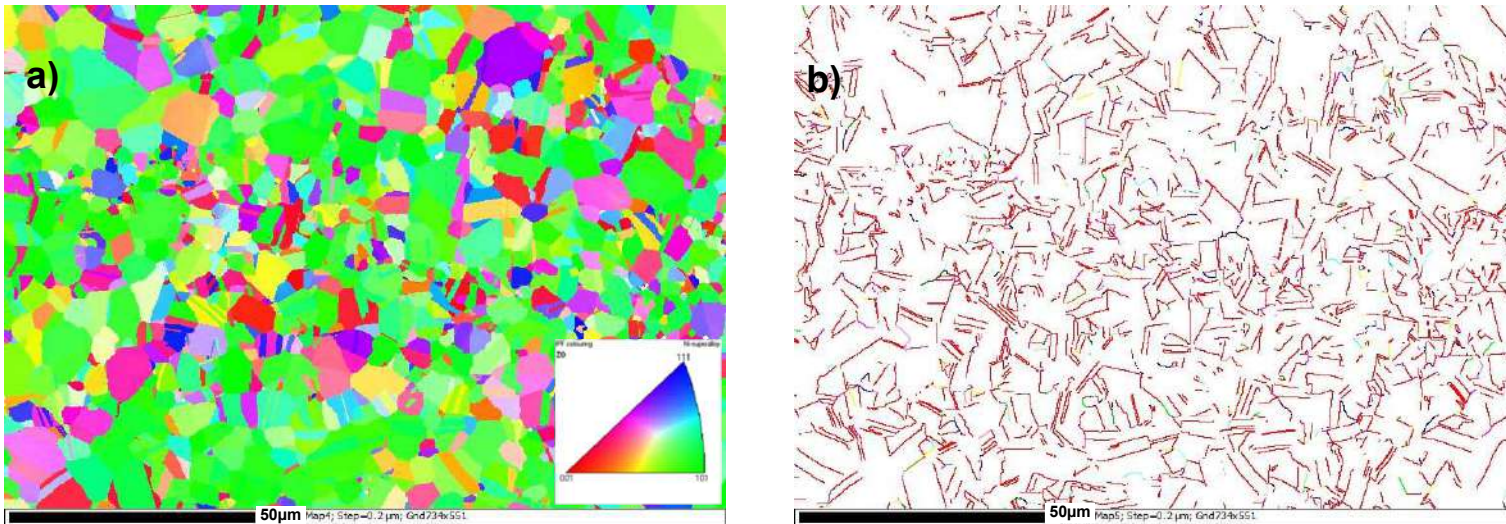
As Figuras 24 a 33 mostram mapeamentos dos contornos de grão realizados para cada uma das rotas de processamento, de onde os dados das Tabelas 8 e 9 foram coletados.



As figuras mostram a imagem após o processo de limpeza por dilatação do grão e a identificação dos contornos. Foi possível observar maclas de recozimento, além de uma microestrutura refinada e grãos equiaxiais.

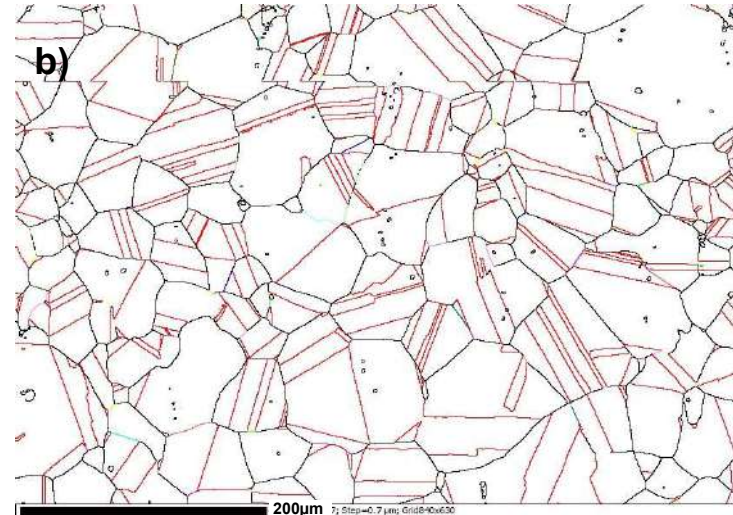
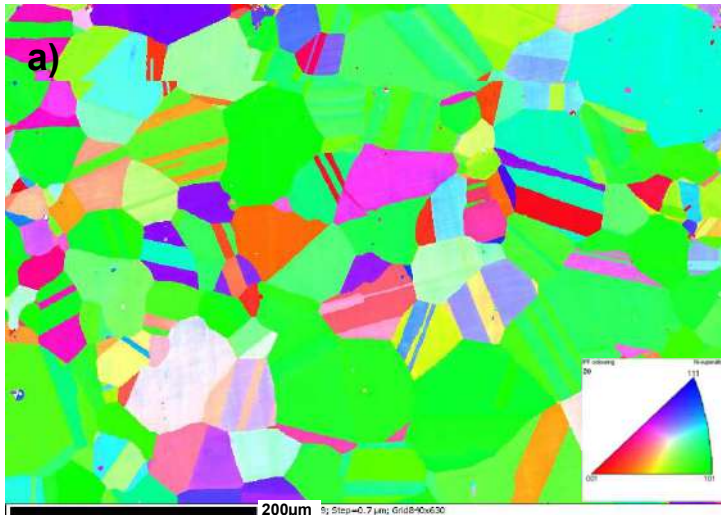


**Figura 24:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra como recebida CR: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.

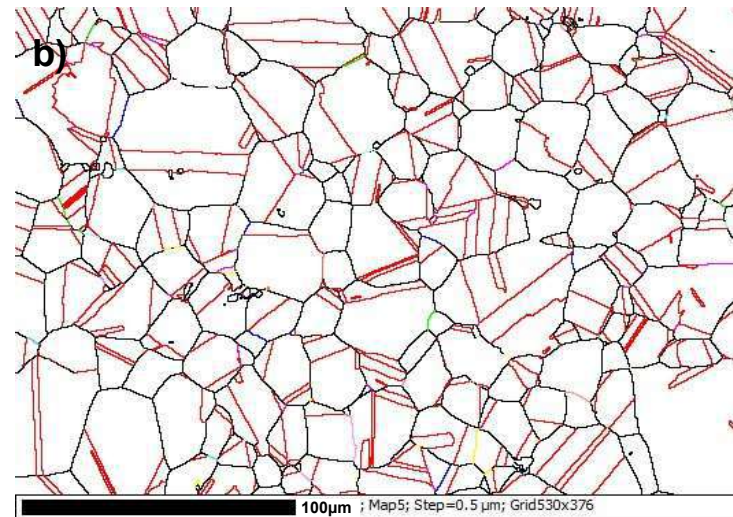
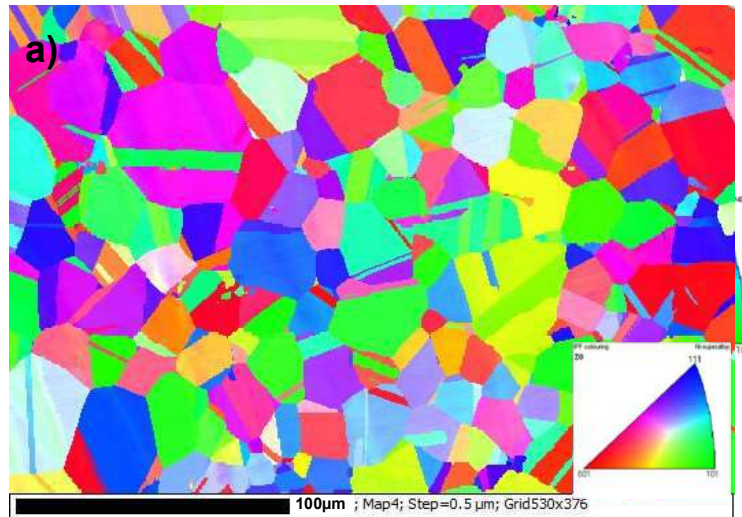


**Figura 25:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra AS04: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.



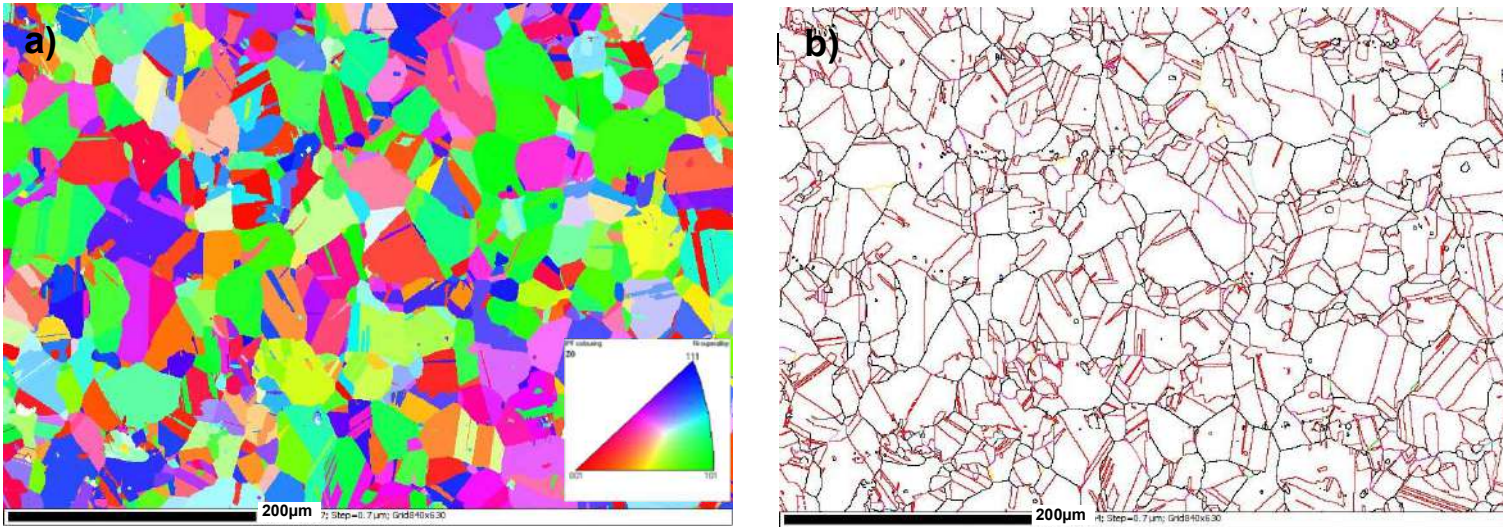


**Figura 26:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **R06**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.

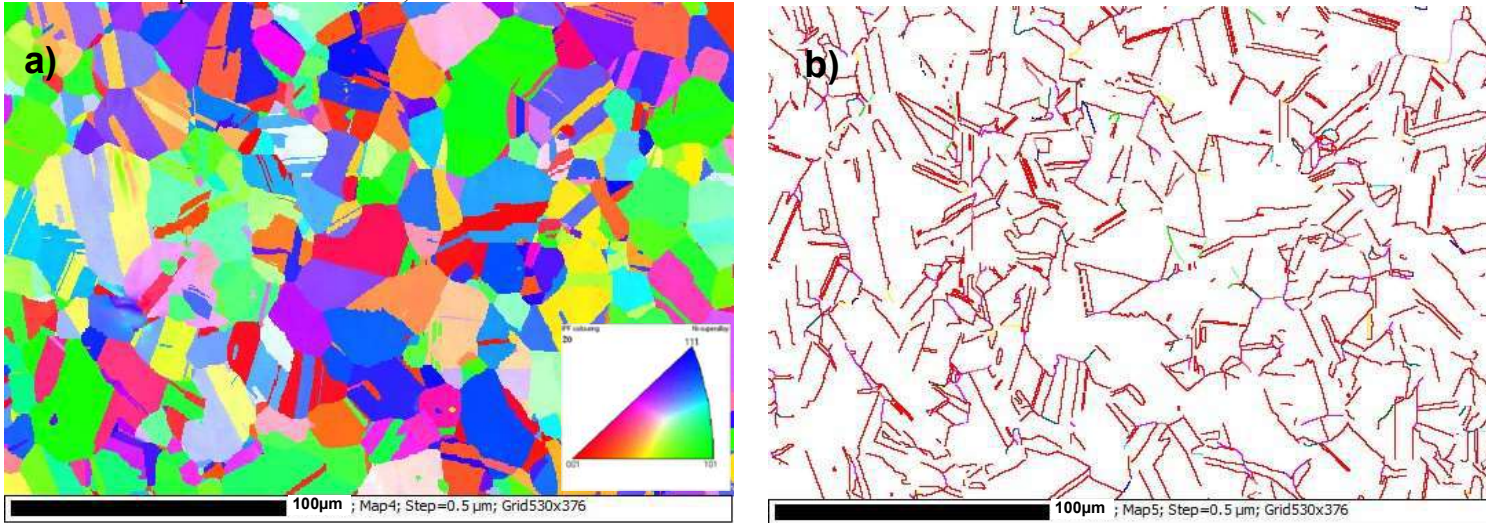


**Figura 27:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **BS04**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.



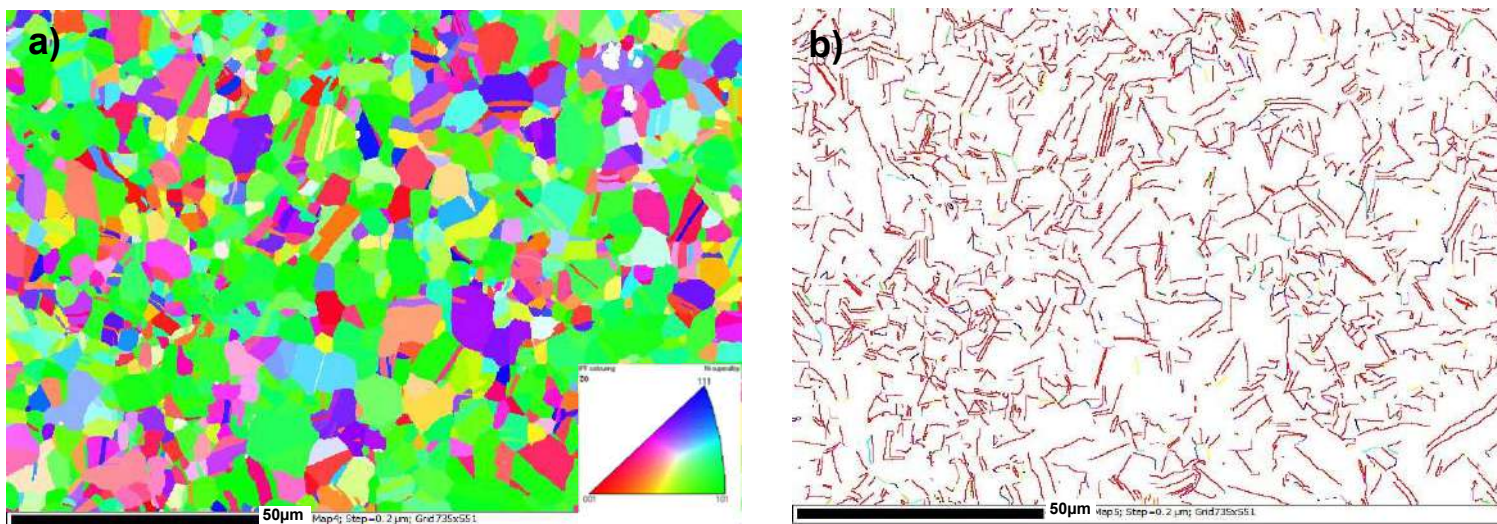


**Figura 28:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra CS04: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde. 200µm

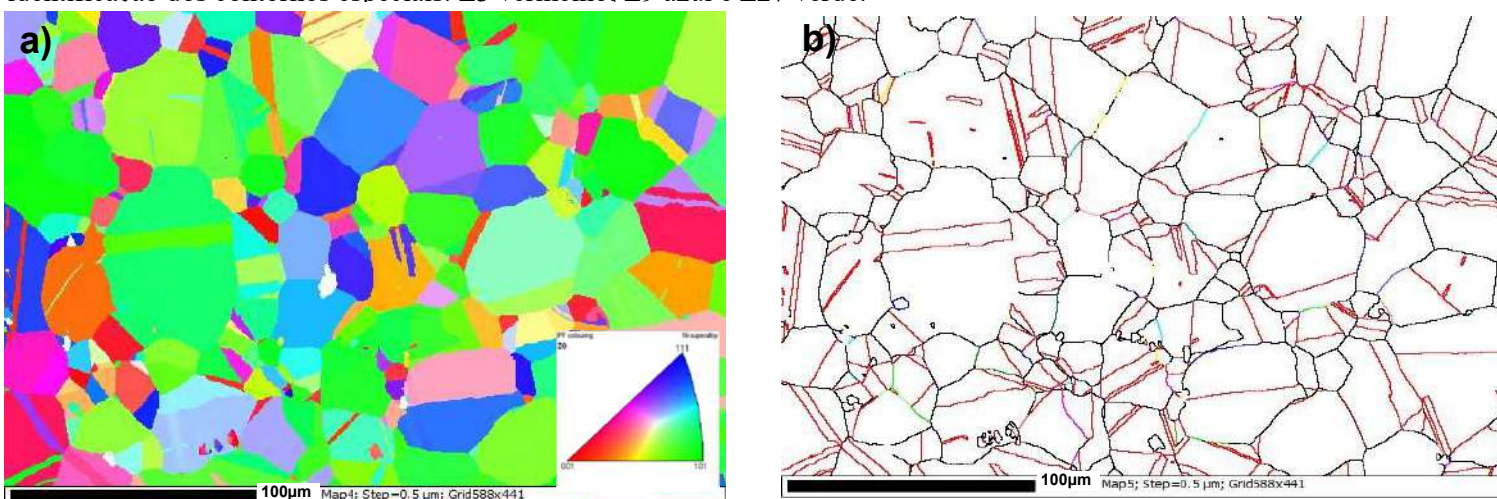


**Figura 29:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra DS04: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.



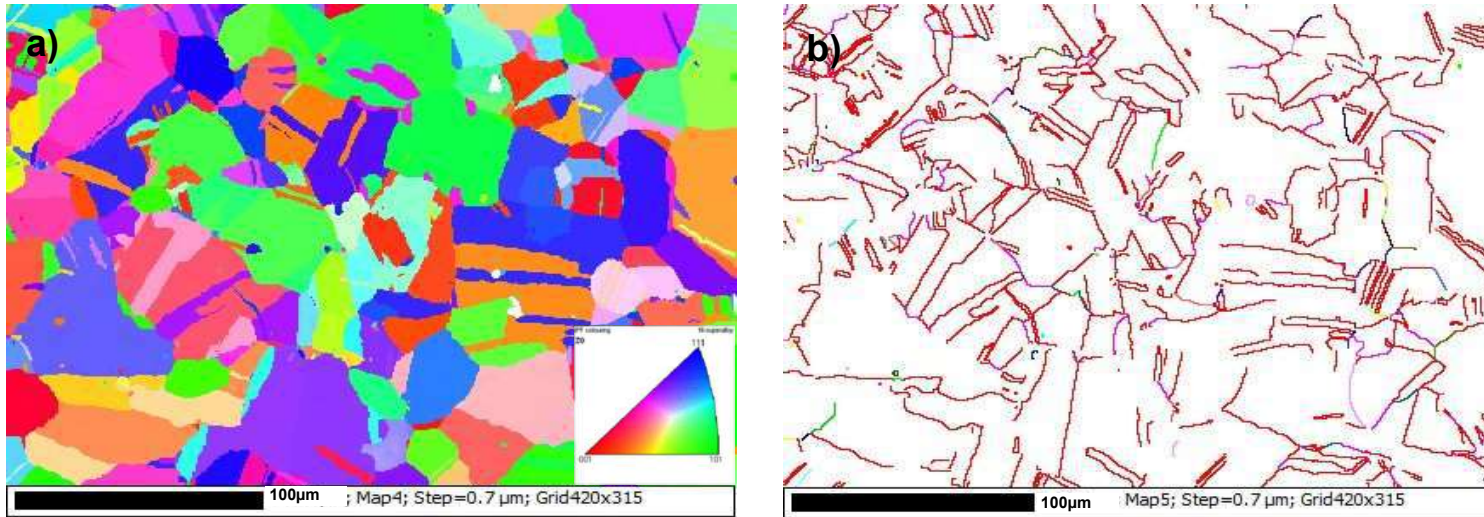


**Figura 30:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **AE04**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.

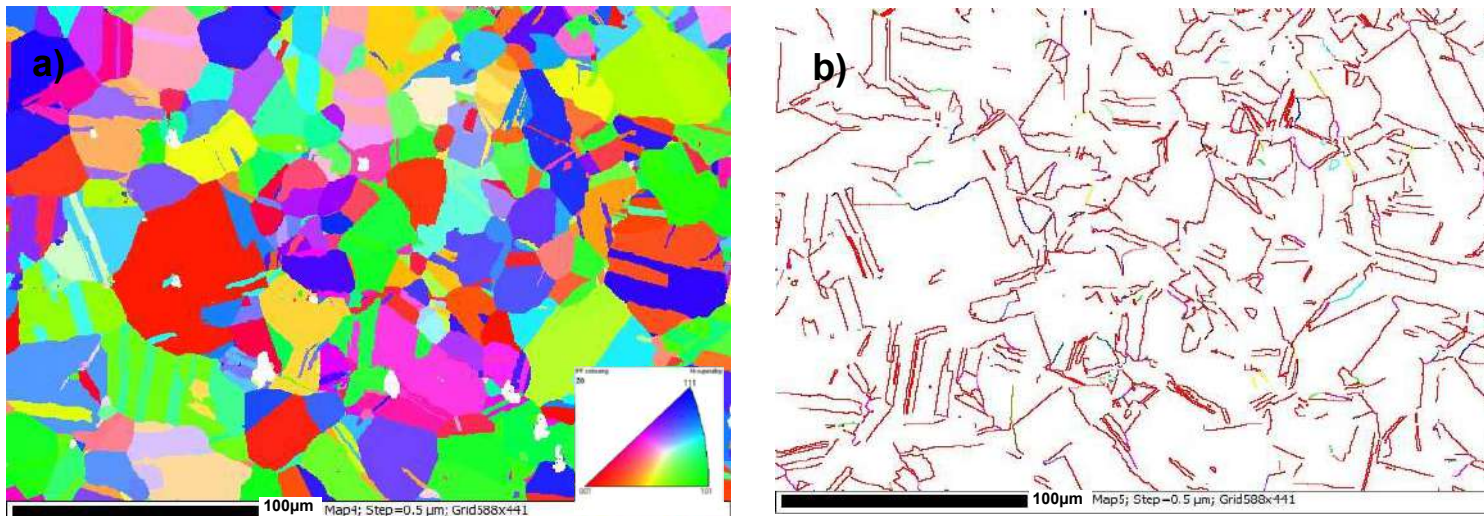


**Figura 31:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **BE04**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.





**Figura 32:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **CE04**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.



**Figura 33:** Mapeamento dos contornos de grão da amostra **DE04**: (a) imagem após processo de limpeza por dilatação do grão (b) identificação dos contornos especiais:  $\Sigma 3$  vermelho;  $\Sigma 9$  azul e  $\Sigma 27$  verde.

#### 4.2.1. Análise dos Pontos Triplos

A distribuição característica dos contornos de grão e a distribuição de junções triplas descrevem melhorias microestruturais decorrentes da engenharia de contorno de grão. É aceitável que, mesmo um material com uma fração de contornos especiais muito elevada ou principalmente junções triplas do tipo 3-CSL, possa conter uma cadeia isolada de contornos aleatórios atravessando a amostra. Para caracterizar os contornos de grãos, realizou-se a contagem dos pontos triplas do tipo CSL-0, CSL-1, CSL-2 e CSL-3 em cada um dos campos analisados por EBSD. A Tabela 10 apresenta a fração de contornos CSL obtidos em cada rota envelhecida e a Figura 34 apresenta a distribuição dos pontos triplas obtidos nessas quatro rotas.

Tabela 10- Quantidade média dos contornos CSL obtidos nas rotas processadas.

ROTAS	Fração dos Pontos Triplos %			
	CSL-0	CSL-1	CSL-2	CSL-3
AE04	34	53	3	10
BE04	21	64	3	12
CE04	12	57	4	27
DE04	14	65	3	18

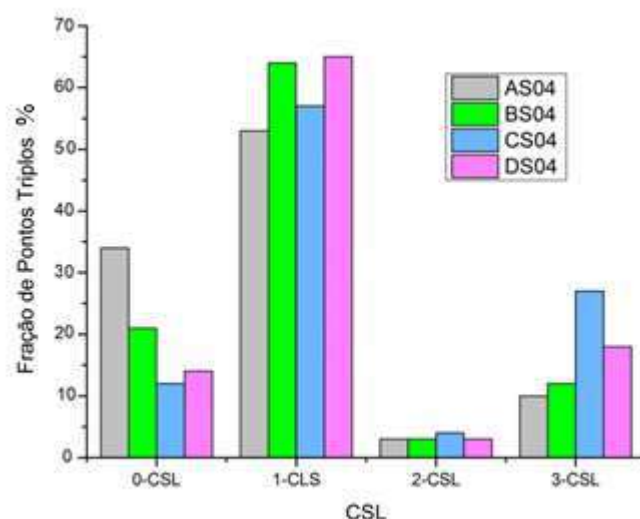


Figura 34- Gráfico comparativo de pontos triplas do tipo CSL-0, CSL-1, CSL-2 e CSL-3 para as quatro rotas envelhecidas.

Ao analisarmos a distribuição dos pontos triplos na Figura 34, observa-se que as rotas de processamento que apresentaram maior fração de contornos CSL proporcionaram uma menor quantidade de pontos triplos CSL-0 e maior quantidade de pontos triplos CSL-3, o que pode vir a ser útil na melhoria de propriedades suscetíveis a fenômenos intergranulares.

O desempenho da fração dos pontos triplos para o estudo realizado por Lin *et al.* [62] foi semelhante aos resultados do presente trabalho. A fim de aumentar a fração de contornos especiais da liga de níquel Allvac®718 Plus®, Lin *et al.* [62] realizaram uma série de passos de processamentos termomecânicos com temperaturas de tratamento térmico específicas de 950°C, 1000°C, 1025°C e 1050°C e intervalo de deformação a frio de 5%, 10%, 20% 30% e 50%, respectivamente. Os tempos de tratamento térmico foram de 2 e 5 minutos. Os autores não deixaram claro como foi realizado cada processamento, mas à partir dos resultados obtidos eles observaram que estes tratamentos aumentam significativamente a fração contornos especiais, bem como a conectividade dos contornos de grão na microestrutura da liga. Eles observaram que, para as amostras que não foram processadas para o controle da distribuição característica de contornos a fração obtida foi de 35%, enquanto para as amostras que se utilizaram tal processamento, a faixa foi de 60 e 70%. À medida que a fração de CSL-3 aumentou o CSL-0 diminuiu e os valores de CSL-2, apesar de serem pontos triplos de caráter especial, não apresentaram uma porcentagem maior que os CSL-0 e CSL-1.

Schuh *et al.* [50] também realizaram estudos com ciclos de processamento termomecânico sequencial, porém em amostras de Inconel 600. Cada ciclo de processamento consistia em laminar a temperatura ambiente com uma redução de 25%, seguida de recozimento a 1025°C durante 18min (seguido uma rampa de aquecimento de 42min) e resfriamento em água. Este ciclo foi repetido até quatro vezes, de modo que



as amostras foram analisadas num total de cinco condições de processamento (incluindo o estado recebido). Os autores [53] observaram que, ao longo de vários ciclos de deformação e recozimento, obteve-se um aumento na fração de contornos especiais. Para as amostras que sofreram 4 ciclos, obteve-se cerca de 60% na soma dos contornos especiais, enquanto que nas amostras com 1, 2 e 3 ciclos, foram obtidos em 40, 50 e 55%, respectivamente. As amostras com 3 e 4 ciclos apresentaram maior fração de pontos triplos dos tipos CSL-3 (27% e 38%, respectivamente) e CSL-2 (19% e 20%, respectivamente). Para os pontos triplos do tipo CSL-1 (43% e 35%, respectivamente) e CSL-0 (10% e 7%, respectivamente), as amostras com 3 e 4 ciclos apresentaram valores menores da fração de pontos triplos em relação as outras amostras.

Relacionando o aumento considerável na fração de contornos especiais com os tipos de pontos triplos, observa-se que mesmo para uma alta fração de pontos triplos do tipo CSL-1 e baixa fração do tipo CSL-2, o aumento do tipo CSL-3 foi suficiente para aumentar de forma representativa a soma dos contornos especiais do tipo  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$ .

### 4.3. Análise das Propriedades Mecânicas

A Tabela 11 apresenta as propriedades mecânicas obtidas após os ensaios de tração das amostras solubilizadas.

Tabela 11. Resultados do ensaio de tração das amostras solubilizadas.

Rota	Limite de Escoamento (Mpa)	Limite de Resistência (Mpa)	Alongamento (%)
R06	305,53 ± 14,58	798,07 ± 6,43	63,49 ± 3,89
AS04	442,53 ± 7,74	921,93 ± 7,27	40,65 ± 0,49
BS04	322,67 ± 8,08	822,04 ± 4,72	59,43 ± 2,30
CS04	297,56 ± 8,58	786,96 ± 10,16	63,30 ± 0,97
DS04	329,55 ± 1,62	830,82 ± 5,03	60,35 ± 0,38

Na tabela 11, observa-se que a rota A, amostra AS04, foi bastante refinada e apresentou um tamanho de grão menor que as outras rotas, cerca de 4,46 $\mu$ m. De acordo com a literatura [63], a superliga 718 com alta fração de volumétrica de precipitados  $\delta$  durante o recozimento, inibe o crescimento do grão recristalizado e forma uma estrutura refinada. O tamanho de grão pequeno melhora a resistência mecânica. Esse comportamento pôde ser observado no presente trabalho, onde a rota A resultou em valores maiores de resistência à tração e limite de escoamento, porém a maior fração de volume da fase  $\delta$  resultou em menores valores de ductilidade em relação às outras rotas.

Na amostra R06 houve uma diminuição da resistência a tração e um aumento da ductilidade após tratamento térmico de solubilização acima da linha solvus de  $\delta$ , e isso pode ser atribuído à dissolução  $\delta$  e ao tamanho de grão crescente. As rotas B e D obtiveram valores de resistência a tração e limite de escoamento menores que a rota A, contudo com alongamento cerca 20% a mais que a rota A. Já a rota C, que apresentou maior tamanho de grão (26,84 $\mu$ m) e menor resistência a tração e limite de escoamento, e apresentou maior ductilidade. Pode-se notar que a relação entre os valores de resistência e o tamanho de grão seguiu uma relação do tipo Hall-Petch, como mostrada na Equação 1, e ilustrada na Figura 35.

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad \text{Equação (1),}$$

onde:

$\sigma$ = resistência mecânica (tensão de escoamento);

$\sigma_0$ = resistência intrínseca;

$k$ = constante para cada material específico;

$d$  = diâmetro médio do grão.

A Figura 35 apresenta a relação de Hall-Petch obtida para as amostras solubilizadas. Pode-se afirmar que a fase  $\delta$  não influenciou nas propriedades mecânicas de forma marcante, sendo o limite de escoamento e o limite de resistência fortemente dependentes da redução do tamanho de grão.

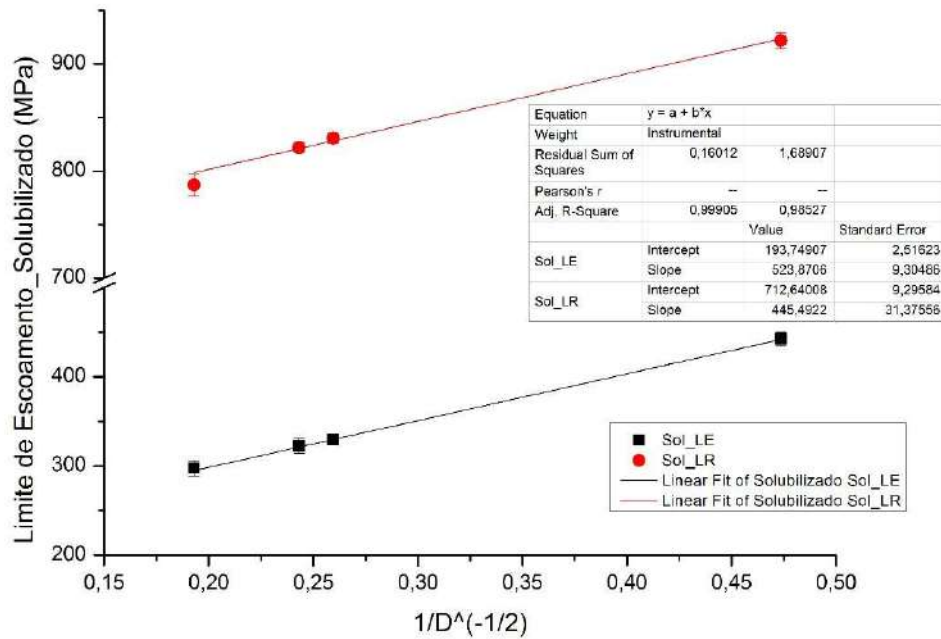


Figura 35. Relação entre resistência e tamanho de grão das amostras solubilizadas.

A Tabela 12 apresenta as propriedades mecânicas obtidas após os ensaios de tração para as amostras envelhecidas.

Tabela 12. Resultados do ensaio de tração das amostras envelhecidas.

Rota	Limite de Escoamento (Mpa)	Limite de Resistência (Mpa)	Alongamento (%)
AE04	1140,73 ± 7,98	1478,52 ± 7,93	12,95 ± 0,33
BE04	1067,17 ± 30,17	1391,26 ± 26,56	14,76 ± 5,27
CE04	1053,50 ± 27,37	1372,89 ± 17,6	18,95 ± 1,06
DE04	1119,33 ± 9,71	1425,13 ± 15,11	18,87 ± 0,21

Na Rota A, por exemplo, a elevada deformação induziu o refino do grão e uma intensa precipitação da fase  $\delta$ . Porém observa-se que na condição envelhecida, a sensibilidade à variação do tamanho de grão é menor do que na condição solubilizada, devido a precipitação de  $\gamma''$  e  $\gamma'$  ser amplamente dominante. Também observou-se que o tratamento térmico de envelhecimento não alterou significativamente o tamanho de grão obtido para as amostras, mostrados na tabela 12.

A Figura 36 apresenta a relação de Hall-Petch para análise das propriedades mecânicas das amostras envelhecidas. Também foram analisados o limite de escoamento e o limite de resistência, e ambas propriedades apresentaram uma tendência linear crescente, porém o ajuste da reta foi menor que nas amostras solubilizadas.

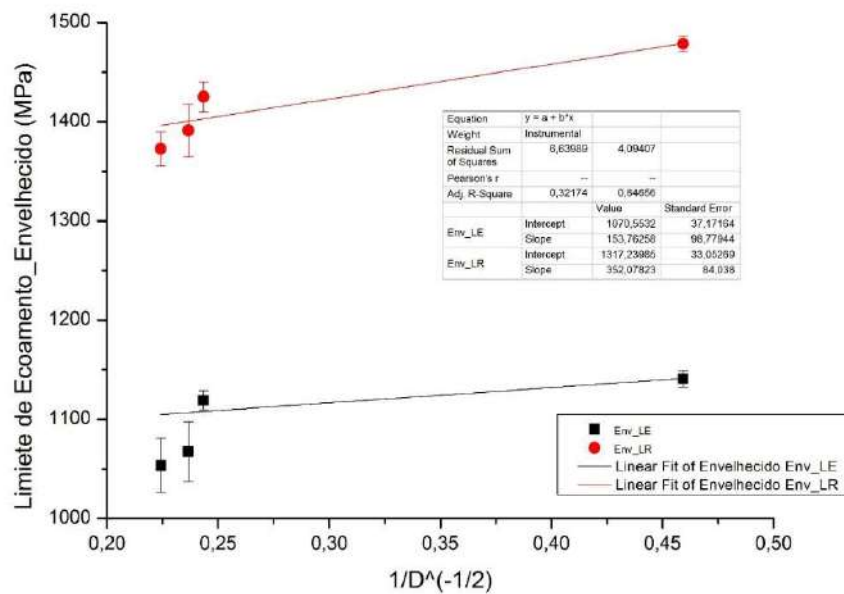


Figura 36. Relação entre resistência e tamanho de grão das amostras envelhecidas.

Estudos realizados por Desvallées *et al.* [64] mostram o papel significativo da fase  $\delta$  na evolução da microestrutura e propriedades mecânicas da liga 718, quando observaram que a  $\delta$  teve um efeito prejudicial sobre a resistência ao escoamento, porém sem efeito sobre a resistência à tração final à temperatura ambiente e a 550°C.

Analisando a relação entre a fração de contornos  $\Sigma 3^n$  e as propriedades mecânicas, o aumento da fração destes contornos não resultou em um perceptível aumento dos valores de resistência, tanto para as amostras envelhecidas quanto para as solubilizadas, o que denota que os processos de refino de grão, para o caso solubilizado, e precipitação, em relação ao envelhecimento são os mecanismos de endurecimento dominantes. Contudo, com relação ao alongamento percentual medido, notou-se que as amostras com maiores proporções de contorno  $\Sigma 3^n$  apresentaram os maiores valores, tanto para as amostras solubilizadas quanto para as amostras envelhecidas. Dentre vários trabalhos [63,65,66] em que tal comportamento foi observado, têm-se o estudo realizado Sinha *et al.* [65], em que se obteve propriedades melhoradas através do controle da distribuição característica dos contornos de grão em um aço inoxidável austenítico contendo cobre. Os autores utilizaram 3 tipos de processamentos diferentes e foi possível obter frações elevadas de contornos CSL. A temperatura de recozimento foi 1000°C em todos os casos, e houve variação dos passes de deformação (5, 10, 20, 30 e 80%) e tempo de recozimento variando entre 1 e 30min e 24horas. Foi observado que a alteração no tempo de recozimento de 1min para 30min levou a um aumento de 50% para 63% na fração de contornos CSL para a deformação por passe de 5%. Os autores observaram também que, para essa condição, foi observado maior alongamento (56%) e resistência (468MPa) em comparação com a amostra que foi deformada em passe único de 80% resultando em menores valores de alongamento (47%), resistência (385MPa) e de fração CSL (53%).

Os resultados obtidos no ensaio de tração para as amostras solubilizadas e envelhecidas, apresentadas nas Tabelas 11 e 12 foram comparados aos requisitos necessários para aplicação em chapas finas, utilizadas para confecção de grades espaçadoras para o elemento combustível do reator nuclear PWR. A Tabela 13 [10]

apresenta os requisitos esperados para esse material, segundo o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento nuclear.

Foi observado que os requisitos necessários foram atendidos para os materiais processados pelas rotas nuclear, assim como o tamanho de grão, o qual ficou menor que o valor máximo especificado de 28,3  $\mu\text{m}$ .

Tabela 13- Requisitos de propriedades mecânicas e microestruturais das grades Espaçadoras [Adaptado de 10].

Requisito	Valor	CE04	DE04
Limite de escoamento	Mínimo de 1034,3 Mpa	1053,5 Mpa	1119,3 Mpa
Limite de Resistência	Mínimo de 1241,1 Mpa	1372,9 Mpa	1425,1 Mpa
Alongamento	Mínimo de 12% em 50,8mm	18,95%	18,90%
Tamanho de Grão	Máximo ASTM 7 (28,3 $\mu\text{m}$ pelo método intercepto)	19,89 $\mu\text{m}$	16,87 $\mu\text{m}$

#### 4.3.1. Análise do Expoente de Encruamento

Uma das formas de avaliar o comportamento da liga durante a deformação plástica uniforme é através de seu expoente de encruamento (n), o qual nos indica o quanto o material é suscetível ao encruamento. Sabe-se que, para metais com estrutura cristalina CFC e materiais austeníticos com baixas energias de falha de empilhamento, como a superliga 718, a relação proposta por Ludwigson é amplamente utilizada [67]. A curva de fluxo de alguns metais na região de deformação plástica uniforme pode ser expressa pelo modelo de Ludwik,  $\sigma = K\varepsilon^n$ . Porém, Ludwigson modificou a relação de Ludwik para explicar o comportamento plástico dos materiais, demonstrada por:

$$\sigma = K_1\varepsilon^{n_1} + \exp(K_2+n_2\varepsilon) \quad \text{Equação (2),}$$

onde  $K_1$  e  $n_1$  são equivalentes a  $K$  e  $n$  na relação de Ludwik. Os termos  $K_2$  e  $n_2$  são os constituintes de um termo que descreve a saída positiva da curva de fluxo da relação de Ludwik em baixas tensões [67]. Essa relação modificada descreve o escoamento plástico desses materiais e os valores obtidos em cada rota estudada estão apresentadas na tabela 14.

Tabela 14- Parâmetros da curva de fluxo das amostras solubilizadas e envelhecidas.

<b>Rota</b>	<b>K1</b>	<b>n1</b>	<b>K2</b>	<b>n2</b>
<b>Amostras Solubilizadas</b>				
<b>R06</b>	1691,27	0,75	5,93	0,91
<b>AS04</b>	1397,89	0,67	5,99	1,29
<b>BS04</b>	1362,50	0,82	5,82	0,49
<b>CS04</b>	1680,18	0,87	5,74	0,48
<b>DS04</b>	1193,17	0,83	5,75	0,81
<b>Amostras Envelhecidas</b>				
<b>AE04</b>	1366,50	0,08	1,24	12,90
<b>BE04</b>	1225,10	0,08	0,88	14,36
<b>CE04</b>	1783,49	0,08	0,88	14,36
<b>DE04</b>	1768,72	0,07	1,76	9,36

Segundo Ludwigson [67], valores muito altos ( $> 0,99$ ) do coeficiente de determinação  $R^2$ , indicam que a relação modificada é um bom modelo empírico de comportamento plástico do material. Os valores dos parâmetros de ajuste e correspondente coeficiente de valores de determinação ( $R^2$ ) para o presente estudo situam-se na faixa de  $0,998 < R^2 < 0,999$ . Isto indica um ajuste adequado de dados da equação da curva de fluxo.

A relação de Ludwik corresponde a um fluxo planar de deslocamentos que gradualmente dá lugar ao deslizamento cruzado e conseqüente formação de células com tensão crescente. Materiais com maiores valores de expoente de encruamento possuem

maior capacidade de encruar-se, aumentando sua resistência e, conseqüentemente, havendo a redução em sua ductilidade [67]. Kumar *et al.* [66] observaram que o aumento no alongamento do aço inox 304L foi influenciado pela presença de contornos especiais  $\Sigma 3^n$ , enquanto que o aumento no expoente de encruamento (n) resultou da presença de orientação preferencial dos grãos, auxiliando a deformação plástica pela operação simultânea de múltiplos sistemas.

Os valores de  $n_1$  e  $n_2$  apresentados na tabela 12 correspondem aos expoentes de encruamento em regimes de tensão mais alta e mais baixa. Analisando os expoentes de encruamento das amostras solubilizadas e envelhecidas observa-se que o expoente de encruamento das amostras com maiores frações de  $\Sigma 3^n$  foi maior no caso do material solubilizado. Sabe-se que na condição envelhecida a liga apresenta elevada resistência frente à solubilizada e que o expoente de encruamento tende a ser menor devido à precipitação de  $\gamma''$ .



## 5. CONCLUSÃO

O presente trabalho resultou nas seguintes conclusões:

- Por meio de rotas de processamento iterativo aliando deformação a frio e solubilização em  $T < T_{\text{solvus } \delta}$ , foi possível alcançar um aumento na proporção de contornos com baixo- $\Sigma$  ( $\Sigma 3^n$ ) em até 40% em relação ao material como recebido (CR), mantendo o tamanho do grão  $< 28,3\mu\text{m}$ .
- A fase  $\delta$ , se precipitada de maneira controlada, ajuda a controlar o tamanho de grão sem prejudicar o mecanismo de interação de contornos  $\Sigma 3^n$ .
- Para as amostras solubilizadas, o refino do grão foi o mecanismo dominante para o aumento da resistência mecânica. Porém, tal contribuição foi pouco efetiva nas amostras envelhecidas, dada a ampla preponderância do endurecimento por precipitação.
- As frações de contornos  $\Sigma 3^n$  mais elevadas ( $> 60\%$ ) foram obtidas nas rotas com processamento iterativo de 2 e 4 ciclos de deformação subsequentes seguido de tratamento de recozimento.
- O aumento da fração de contornos  $\Sigma 3^n$  não influenciou de maneira significativa na resistência mecânica, tanto do material solubilizado quanto do envelhecido, mas resultou no aumento da ductilidade, representado pelo alongamento. Com relação ao expoente de encruamento, houve um aumento deste com o tamanho de grão para as amostras solubilizadas.
- Considerando-se o aspecto econômico e fabril de chapas finas, a rota D, que utilizou duas iterações, obteve resultados mais promissores, onde uma solução de compromisso entre a fração  $\Sigma 3^n$ , propriedades mecânicas, tamanho de grão e número de iterações, foi otimizada em relação as outras rotas.

## 6. REFERÊNCIAS

- [1] GEDDES, B., LEON, H., HUANG, X., Superalloys: Alloying and Performance. 1st ed. ASM International, Novembro 2010.
- [2] RESENDE, D.L.; NETO, C.M.; REIS, D. A.P; HIRSCHMANN, A.C.O., “Estudo do comportamento mecânico da superliga inconel 718 em temperaturas elevadas”. Anais do 15º Encontro de Iniciação Científica e Pós Graduação de ITA-XVENCITA, SP, Brasil, 2009.
- [3] VALLE, L.C.M.; “Influência da Fase Delta no Comportamento Mecânico e na Resistência à Corrosão da Superliga Inconel 718”. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2014.
- [4] ASM, Metals Handbook, vol 4. “Heat Treating”, Materials Park, Ohio, 2000.
- [5] SUNDARARAMAN, M., MUKHOPADHYAY, P., BANERJEE, S., “Carbide Precipitation in Nickel Base Superalloys 718 and 625 and Their Effect on Mechanical Properties”. In: Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, 1997.
- [6] ARAUJO, L. S.; SANTOS, D. S.; GODET, S. ; DILLE, J. ; PINTO, A. L. ; ALMEIDA, L. H.” Analysis of Grain Boundary Character in a Fine-Grained Nickel-Based Superalloy 718”. Journal of Materials Engineering and Performance, Vol.23(11), pp.4130-4135, 2014.
- [7] CALIARI, F.R.; CANDIOTO, K.C.G.; REIS, D. A.P.; COUTO, A.A.; NETO, C.M.; NUNES, C.A., “Efeito do tratamento de envelhecimento na superliga Inconel 718: aplicação em temperaturas elevadas”. VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, SP, Brasil, 2012.
- [8] TAN, L. ; ALLEN, T.R. ; BUSBY, J.T., “Grain boundary engineering for structure materials of nuclear reactors”. Journal of Nuclear Materials, Vol.441(1-3), pp.661-666, 2013.

- [9] OWEN, G.; RANDLE, V. “On the Role of Iterative Processing in Grain Boundary Engineering”. *Scripta Materialia*, Vol.55(10), pp.959-962, 2006.
- [10] ARAUJO, L.S., “Processamento e Caracterização de Superliga de Níquel 718 para Aplicações Nucleares”. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2012.
- [11] KRUPP, U.; KANE, W.; LIU, X.; DEUEBNER, O.; LAIRD, C.; MCMAHON, C. “The Effect of Grain-Boundary-Engineering-Type Processing on Oxygen-Induced Cracking in IN718”, *Mater. Sci. Eng. A*, 319, p 213–217, 2003.
- [12] LI, Q.; GUYOT, B.; RICHARDS, N., “Effect of Processing Parameters on Grain Boundary Modifications to Alloy Inconel 718, *Mater. Sci. Eng. A*, 458, p 58–66, 2007.
- [13] KUO, C., YANG, Y., BOR, H., *et al.* ., “Aging Effects on the microstructure and creep behaviour of Inconel 718 superalloy”, *Materials Science and Engineering A*, v. 510-511, pp. 289–294, 2009.
- [14] YUAN, Y.; GU, Y.; CUI, C.; OSADA, T.; YOKOKAWA, T.; HARADA, H., “A novel strategy for the design of advanced engineering alloys-strengthening turbine disk superalloys via twinning structures”. *Advanced Engineering Materials*, April, Vol.13(4), pp.296-300, 2011.
- [15] RONGBIN, L., MEI, Y., WENCHANG, L., *et al.* ., “Effects of cold rolling on precipitates in inconel 718 alloy”, *Journal of Materials Engineering Performance*, v. 11, pp. 504–508, 2002.
- [16] SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M., “Structural characterization of the aged Inconel 718”. *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.306(1), pp.277-284, 2000.
- [17] DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. “Superalloys - A Technical Guide”. Second Edition. [s.l.] ASM International, 2002a.
- [18] MANKINS, W.; LAMB, S.; *Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials*, *ASM Met. Handb.* 2 (1990) 1300. doi:10.1016/S0026-0576(03)90166-8.

- [19] The Materials Information Society, Heat-Resistant Materials, ASM Handb. 591. 1997.
- [20] EISELSTEIN, H.L. “Age Hardenable Nickel Alloy”. US 3,046,108 United States, 24 de July de 1962.
- [21] ASM Specialty Handbook, Nickel, Cobalt and their alloys, ASM Handb. 2000.
- [22] COSTE, S., ANDRIEU, E.; HUEZ, J.; “Effect of a Heterogeneous Distribution of Particles on the Formation of Banded Grain Microstructure in Wrought Alloy 718”, Mater. Sci. Eng. A, 396, p 92–98, 2005.
- [23] NALAWADE, S.A.; *et al.*; “Precipitation of  $\gamma$ ” phase in  $\delta$ -precipitated Alloy 718 during deformation at elevated temperatures”. Materials Science and Engineering- A 527 2906–2909, 2010.
- [24] MARTINS, I.C.P.; “Avaliação Microestrutural e Mecânica da Incoloy 945 Após Tratamentos Térmicos”. Dissertação (Mestrado) – Em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia associada à Universidade de São Paulo, 2015.
- [25] DU, J. H.; LU, X. D.; DENG, Q. E. A. “High-temperature stability and mechanical properties of novel 718 superalloy”. Materials Science and Engineering, v. 452-453, p. 584-591, 2007.
- [26] AZADIAN, S., WEI, L., WARREN, R., “Delta phase precipitation in Inconel 718”, Materials Characterization, v. 53, n. 1, pp. 7–16, 2004.
- [27] REZENDE M.C.; ARAUJO L.S.; GABRIEL S.B.; SANTOS, D.S.; ALMEIDA, L.H.; “Hydrogen embrittlement in nickel-based superalloy 718: Relationship between  $\gamma'$  +  $\gamma$ ” precipitation and the fracture mode”. International journal of hydrogen energy 40,17075- 17083, 2015.
- [28] OLIVEIRA, E.M.; “Comportamento Microestrutural da Liga Inconel 718 em Aplicações por Soldagem TIG”. Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET, Rio de Janeiro, 2011.

- [29] ANTONSSON, T.; FREDRIKSSON, H. “The effect of cooling rate on the solidification of Inconel 718”. *Metallurgical and materials transactions B*, vol 36B: 85-96, 2005.
- [30] CHOUDHURY, A., *Vacuum Metallurgy*. ASM International, 1990
- [31] CETLIN, P.R.; HELMAN, H.; “Fundamentos da conformação mecânica dos metais”. 2ed. Artibler editora, São Paulo, 2013.
- [32] DIETER, G., *Metalurgia Mecânica*. Guanabara Dois, 1981.
- [33] LIU, W., XIAO, F., YAO, M., *et al.*, “The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 Alloy”, *Scripta Materialia*, v. 37, pp. 53–57, 1997.
- [34] CALLISTER, W., *Materials Science and Engineering: An Introduction*. John Wiley & Sons, Inc, 1996.
- [35] 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”. *Journal of Materials Engineering and Performance*, Volume 22:1512–1518, 2013.
- [36] RANDLE, V.; *Twinning-Related Grain Boundary Engineering*. *Acta Materialia*, Vol.52(14), pp.4067-4081, 2004.
- [37] PALUMBO, G.; KING, P.J.; AUST, K.T; ERB,U.; Lichtenberger, P.C.; Grain boundary design and control for intergranular stress-corrosion resistance, *Scr. Metall. Mater.* 25 (1991) 1775–1780. doi:10.1016/0956-716X(91)90303-I.
- [38] ENGLER, O.; RANDLE, V., “Introduction to texture analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping”. Taylor and Francis Group, LLC, 2010.
- [39] LIN, P.; PALUMBO, G.; ERB3,U.; AUST, K.T. Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600. *Scripta Metall. Mater*, 33, p. 1387, 1995.

- [40] LEHOCKEY, E.M.; LIMOGES, D.; PALUMBO, G.; SKLARCHUK, J.; TOMANTSCHGER, K.; VINCZC, A.; J. Power Sources, 78, p. 79, 1999.
- [41] TAN, L.; SRIDHARAN, K.; ALLEN, T.R.; “Effect of Thermomechanical Processing on Grain Boundary Character Distribution of a Ni-Based Superalloy”. Journal of Nuclear Materials, Vol.371 (1), pp.171-175, 2007.
- [42] AUST, K.T.; “Grain Boundary Engineering”. Canadian Metallurgical Quarterly, 01 October, Vol.33(4), pp.265-274, 1994.
- [43] LÖW, M.; “Estudo do Desenvolvimento da Textura Durante a Recristalização Primária de Aços Ferríticos Por Difração De Raios X e Difração de Elétrons Retroespalhados”.Tese (Doutorado)- Em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia associada à Universidade de São Paulo, 2015.
- [44] RANDLE,V.; Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials, Acta Mater. 47 (1999) 4187–4196. doi:10.1016/S1359-6454(99)00277-3.
- [45] RANDLE, V., HU, Y., “The Role of vicinal  $\Sigma_3$  boundaries and  $\Sigma_9$  boundaries in grain boundary engineering”, Journal of Materials Science, v. 40, pp. 3243–3246, 2005.
- [46] PINTO, A., Engenharia de Contorno de Grão em Ligas Metálicas CFC. Tese (Doutorado), no curso de Ciências dos Materiais no Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2004.
- [47] TRINDADE, V.B; KRUPP, U.; *et al.*; “Studying the role of the alloy-grain-boundary character during oxidation of Ni-base alloys by means of the electron back-scattered diffraction technique”. Christ, Mater. High Temp. 22, 207-212, 2005.
- [48] BOEHLERT, C.; DICKMANN, D.; EISINGER, N. The Effect of Sheet Processing on Microstructure, Tensile and Creep Behaviour of Inconel Alloy 718, Metall. Mater. Trans. A, 37A, p 27–40, 2006.
- [49] DAVIES, P. Triple junction distribution profiles as assessed by electron backscatter diffraction. Journal of Materials Science, V. 37, p. 4203 –4209, 2002.

- [50] SCHUH, C.A.; KUMAR, M.; KING, W. E.; Analysis of grain boundary networks and their evolution during grain boundary engineering. *Acta Materialia* 51, 687–700, 2003.
- [51] KUMAR, M.; KING, W. E; SCHWARTZ, A.J. Modifications to the microstructural topology in FCC materials through thermomechanical processing. *Acta mater.* 48, 2081-2091, 2000.
- [52] MATHUR, P.S. AND BACKOFEN, W.A. Mechanical Contributions to Plane-Strain Deformation and Recrystallization Textures of Aluminum-Killed Steel. *Metallurgical Transactions*, V.4, p.643-651, 1973.
- [53] DELEUME, J.; CLOUÉ, J.; ANDRIEU, E. "Influence of delta phase precipitation on the stress corrosion cracking resistance of alloy 718 in PWR primary water". *Journal of Nuclear Materials*, v. 382, p. 70-75, 2008.
- [54] MILLS, W.J. - The effect of heat treatment on the room temperature and elevated temperature fracture toughness response of alloy 718. *Trans. ASME*, 102: 118-126, 1980.
- [55] CAMPO, E. & TURCO, C. – “The correlation between heat treatment, structure and mechanical characteristics in Inconel 718”. *Metall. Sci. Technol.*, 3(1): 16-21, 1985.
- [56] SINGH, R.P.; HYZAK, J.M.; HOWSON, T.E.; BIEDERMAN, R.R.; *Recrystallization Behavior of Cold Rolled Alloy 718, Superalloys 718,625 and Various Derivatives* Edited by Edward A. Lmia The Minerals, Metals & Materials Society, 1991.
- [57] GAO, M.; WEI, R.P.; Grain boundary  $\gamma''$  precipitation and niobium segregation in inconel 718. *Scripta Metallurgica et Materiala*, V 32, Issue 7, Pages 987-990, 1995.
- [58] WANG, W.; BRISSET, F. ; HELBERT, A.L. ; SOLAS, D. ; DROUELLE, I. ; MATHON, M.H. ; BAUDIN, T., Influence of stored energy on twin formation during primary recrystallization. *Materials Science & Engineering A*, Vol.589, pp.112-118, 2014.
- [59] PANDE, C.S., IMAM, M.A. & RATH, B.B. Study of annealing twins in fcc metals and alloys. *Metallurgical Transactions A*, Volume 21, Issue 11, pp 2891–2896,1990.

- [60] MIODOWNIK, M. A, Grain boundary engineering with particles. *Scripta Materialia*, Vol.54(6), pp.993-997, 2006.
- [61] HELLMAN P, HILLERT M: 'On the effect of second-phase particles on grain growth', *Scand. J. Metall.*, 4, 211–219, 1975.
- [62] LIN, P.; PROVENZANO, V.; PALUMBO, G.; GABB, T.; TELESMAN, Grain boundary engineering of Allvac 718Plus® for aerospace engine applications. The Minerals, Metals & Materials Society, 2010.
- [63] LEE, H.-T. ; HOU, W.-H .Development of fine-grained structure and the mechanical properties of nickel-based Superalloy 718. *Materials Science and Engineering A*, 15 October 2012, Vol.555, pp.13-20.
- [64] DESVALLEES, Y; BOUZIDI, M; BOIS, F.; BEAUDE, N DESVALLEES, Y.; Delta Phase in Inconel 718: Mechanical Properties and Forging Process Requirements. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. pp.281-291, 1994.
- [65] SINHA, S.; KIM, D.-I.; FLEURY, E.; SUWAS, S.; Effect of grain boundary engineering on the microstructure and mechanical properties of copper containing austenitic stainless steel. *Materials Science & Engineering A*, V.626, p.175(11), 2014.
- [66] KUMAR, B.R.;, CHOWDHURY, S.G.; N. ; B. NARASIAH,; S.K. MAHATO,; DAS, S.K. Role of Grain Boundary Character Distribution on Tensile Properties of 304L Stainless Steel . *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.38(5), pp.1136-1143, 2007.
- [67] LUDWIGSON, D.C., Modified Stress-Strain Relation for FCC Metals and Alloys, *Metalurgical Transactions*, 1971.