



EFEITO DE MÚLTIPLOS CICLOS DE SOLUBILIZAÇÃO SUB-SOLVUS DELTA E
ENVELHECIMENTO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA
SUPERLIGA 718

Alexandre de Oliveira

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
Dezembro de 2017

EFEITO DE MÚLTIPLOS CICLOS DE SOLUBILIZAÇÃO SUB-SOLVUS DELTA E
ENVELHECIMENTO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA
SUPERLIGA 718

Alexandre de Oliveira

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. João da Cruz Payão Filho, D.Sc.

Profª Sinara Borborema, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL
DEZEMBRO DE 2017

Oliveira, Alexandre de

Efeito de múltiplos ciclos de solubilização sub-solvus delta e envelhecimento na microestrutura e propriedades mecânicas da superliga 718/ Alexandre de Oliveira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

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

Orientador: Leonardo Sales Araújo

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

Referências Bibliográficas: p. 74-81.

1. Liga 718. 2. Tratamentos Térmicos. 3. Microestrutura. 4. Propriedades Mecânicas I. Araújo, Leonardo Sales. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por me conceder a vida, saúde e sabedoria. Sem Ele nada posso fazer.

A todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização desse trabalho como:

Meus pais José e Célia, pelo amor e criação, me direcionando para o caminho correto;

Meu irmão Alex, como grande exemplo de pessoa, que ajudou na formação do meu caráter;

Minha esposa Rebeca, pelo amor e dedicação e auxílio nesse projeto;

Meu orientador Leonardo, pela boa vontade, conhecimento e disposição em ajudar;

Meu gestor Francisco, pelo entendimento, incentivo e apoio;

Luiz Martello e a equipe do laboratório pelo auxílio das tarefas;

André da Costa e Silva e Nadja Ávila pelo exemplo de profissionalismo e dedicação aos alunos;

Meu amigo Adeir, grande companheiro e ajudador nessa jornada do mestrado;

Os técnicos do PEMM Oswaldo, Robson e Nelson, pelo apoio nos procedimentos experimentais;

Melanea e Alessandra, pelo suporte nas etapas de caracterização microestrutural.

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

EFEITO DE MÚLTIPLOS CICLOS DE SOLUBILIZAÇÃO SUB-SOLVUS DELTA E ENVELHECIMENTO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA 718

Alexandre de Oliveira

Dezembro/2017

Orientador: Leonardo Sales Araújo

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A liga 718 foi desenvolvida para atender aos requisitos de componentes em motores aeronáuticos, pela sua excelente resistência à fluência até 650°C. Em uma revisão de motores aeronáuticos, os componentes podem passar por sucessivos procedimentos de reparos, porém as propriedades mecânicas são estimadas somente no desenvolvimento do projeto. Para compreender as incertezas durante os procedimentos de reparos, que podem onerar a cadeia produtiva, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a evolução da microestrutura e as propriedades de tração e microdureza, após ser submetida a sucessivos ciclos de tratamentos térmicos de solubilização sub-solvus (954°C/1h) e envelhecimento (760°C/5h + 649°C/1h). Os materiais forjados e fundidos, tiveram suas microestruturas observadas por microscopia ótica e de varredura, com identificação dos precipitados pela morfologia. Também foram realizadas medidas de tamanho de grão, ensaios de dureza e de tração. Foi observada precipitação da fase δ nos contornos de grão, o que manteve a estrutura refinada. Porém, houve uma crescente evolução das partículas de fase δ com o número de ciclos, tanto em volume quanto em tamanho médio. Conseqüentemente, houve uma redução da disponibilidade de Nb para a formação de γ'' , que é a principal fase endurecedora, evidenciada pela tendência de redução do limite de resistência, limite de escoamento e dureza.

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

EFFECT OF MULTIPLE CYCLES OF SUB-SOLVUS DELTA SOLUTION ANNEALING
AND AGING ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF
SUPERALLOY 718

Alexandre de Oliveira

December/2017

Advisor: Leonardo Sales Araújo

Department: Metallurgical and Material Engineering

The nickel based superalloy 718 was developed to meet the requisites of components for aircraft engines, due to its excellent creep resistance up to 650°C. During the maintenance of the engines, the components can be submitted to successive repair procedures, however the mechanical properties can be estimated solely during the project development. In order to understand the uncertainties during the repair procedures that can result in cost to the production chain, the present work aims to evaluate the evolution of the microstructure and the properties of tensile and hardness after being submitted to successive cycles of sub-solvus δ solution annealing (954°C/1h) and aging (760°C/5h + 649°C/1h). Forged and cast samples had its microstructures observed by optical and scanning electron microscopes with the identification of precipitates made by the morphologies. Grain size measurements, hardness measurements and tensile tests were performed. It was observed that δ precipitation at grain boundaries occurred, keeping a refined microstructure. However, there was a crescent evolution of the δ particles in volume and average size. As a consequence, a reduction of the Nb available to the formation of γ'' occurred, the main hardening phase, evidenced by the reduction of the ultimate tensile strength, yield strength and hardness.

Sumário

1	Introdução.....	1
2	Revisão Bibliográfica.....	5
2.1	Liga 718.....	5
2.1.1	Composição química e propriedades.....	5
2.1.2	Principais fases.....	10
2.1.3	Mecanismos de endurecimento.....	22
2.2	Principais tratamentos térmicos.....	23
2.2.1	Solubilização.....	27
2.2.2	Envelhecimento.....	28
2.3	Liga 718 fundida e forjada.....	30
2.3.1	Fundida.....	30
2.3.2	Forjada.....	34
3	Materiais e procedimentos experimentais.....	38
3.1	Materiais.....	38
3.2	Procedimentos experimentais.....	40
3.2.1	Preparação das amostras e tratamento térmico.....	40
3.2.2	Análise da composição química e microestrutura.....	42
3.2.3	Medidas de dureza.....	43
3.2.4	Ensaio de tração.....	44
4	Resultados e discussão.....	46
4.1	Análise da composição química e microestrutura.....	46
4.2	Medidas de dureza.....	63
4.3	Ensaio de tração.....	66
5	Conclusões.....	72
6	Trabalhos futuros.....	73
7	Referências bibliográficas.....	74

1. Introdução

As superligas de níquel emergiram como os principais materiais de trabalho em altas temperaturas, na necessidade de elevada resistência à fluência. O seu desenvolvimento está ligado à evolução de motores a jato sob necessidade de atingir e manter suas propriedades, com integridade e longevidade operacional. Como integrante da família das superligas de níquel, a liga 718 se destaca por apresentar uma microestrutura que favorece o comportamento mecânico sob fluência até 650°C, possuindo baixa dilatação volumétrica e elevada soldabilidade. As suas aplicações em motores aeronáuticos têm sido crescente desde a sua concepção em 1959, sendo evidente uma contínua participação em torno de até 50% no conjunto desses componentes, representando redução de custo na fabricação de peças, redução de peso e maior flexibilização dos processos de revisão e reparos (LIPPOLD, 2009, JONH, 2001).

A liga 718 apresenta uma matriz cúbica de faces centradas (CFC) com capacidade de adição de elementos como alumínio, cromo, ferro, molibdênio, nióbio e titânio. Mesmo que alguns elementos atuem no endurecimento por solução sólida, a precipitação das fases γ' e γ'' , que são metaestáveis e coerentes com a matriz, é o principal mecanismo de endurecimento da liga, conferindo alta resistência e ductilidade desde temperaturas criogênicas de -250°C, até altas temperaturas de até 650°C (LORIA, 1989).

Nos procedimentos de revisão e reparos de componentes aeronáuticos, o material pode ser submetido a sucessivos processos, como soldagem, tratamentos térmicos, usinagem convencional, por eletroerosão e a laser, conformação a frio e a quente, e limpezas químicas para remoção de óxidos, camadas cerâmicas de proteção térmica, que de certa forma podem modificar a microestrutura e as dimensões desses componentes. A liga 718 é muito versátil para atender tal demanda

onde, em muitos componentes de compressores, turbinas e combustores, a sua vida útil é limitada somente pelos requisitos dimensionais definidos em projeto, mesmo sendo submetida a cíclicos processos de soldagem, usinagem e tratamentos térmicos em reparo. Os ensaios mecânicos e microestruturais são obrigatórios somente na implementação e aprovação do projeto, posteriormente, salvo em casos específicos, não são especificados ensaios destrutivos nas revisões e reparos dos componentes. Este fato pode estar ligado ao ótimo comportamento da liga, sob o cumprimento de parâmetros dos processos de reparos e também por métodos eficazes de verificação, como inspeção por correntes parasitas, ultrassônica, líquido penetrante e raios-x, podendo evidenciar a condição do componente. O alto custo, a disponibilidade de fabricação e a complexidade de forma, também são fatores determinantes para não executar um ensaio destrutivo por amostragem do próprio componente. Por outro lado, a exposição sucessiva dos componentes sob condições de fluência e os excessivos reparos realizados, podem favorecer a perda de propriedades mecânicas não reveladas nos métodos de ensaios não-destrutivos, elevando os custos operacionais por retrabalhos, baixa produtividade ou até mesmo pelo descarte do componente, quando este deixa de atender os requisitos de projeto.

Neste cenário de incerteza, o presente trabalho tem o objetivo de avaliar o efeito de sucessivos tratamentos térmicos de solubilização (950°C/1h) e envelhecimento (760°C/5h + 650°C/1h) nas propriedades mecânicas e microestruturais da liga 718. Esses dois tratamentos térmicos são largamente utilizados nos reparos e, entender como eles influem nas propriedades dos componentes resulta em uma contribuição positiva pela redução de incertezas que aumentam os custos operacionais.

Para a realização dos tratamentos térmicos foram utilizadas amostras forjadas e fundidas de uma carcaça de combustor. Os procedimentos de soldagem e a microestrutura da ZTA desse componente não foram objetos de estudo para o presente trabalho.

O combustor está localizado na região mais crítica do motor, sob o ponto de vista de fluência em altas temperaturas. A função do combustor é realizar a queima de gases altamente comprimidos pelo compressor, gerando energia que auxilia na rotação dos rolamentos principais. A figura 1.1 representa um motor aeronáutico típico, mostrando o posicionamento do combustor e dos rolamentos principais, relacionando também os materiais com as temperaturas previstas de trabalho.

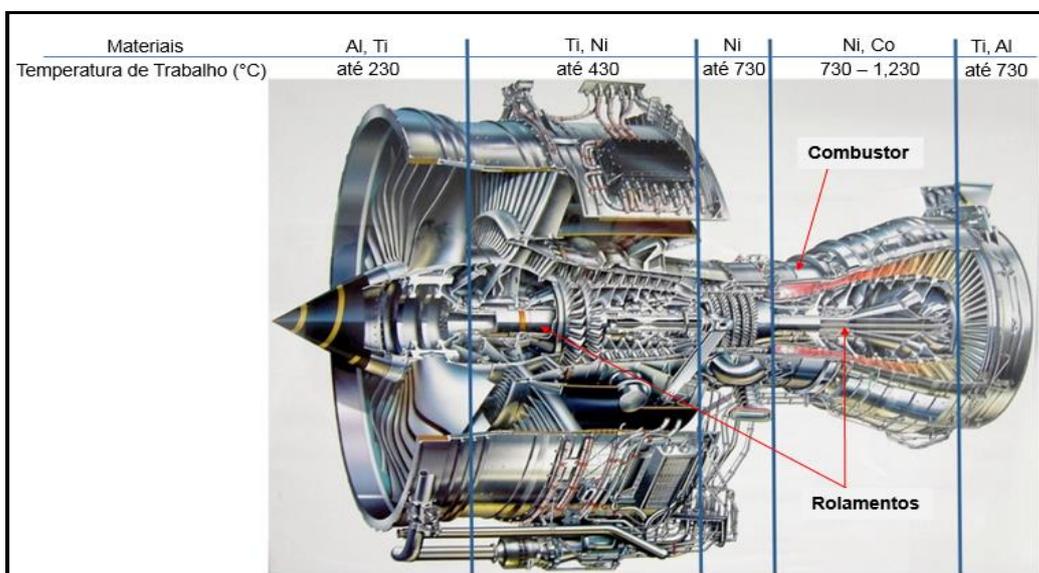


Figura 1.1: Motor aeronáutico (típico) em função das temperaturas de trabalho e materiais. Adaptado de (AMG, 2013).

Utilizou-se uma metodologia que compara os resultados da amostra como recebida com os das amostras tratadas termicamente. Os métodos de observação da microestrutura, visando entendimento da evolução de fases deletérias típicas da liga 718, foram por caracterização microestrutural em microscopia óptica e eletrônica de varredura. Para caracterizar o comportamento das propriedades mecânicas, foram realizados ensaios de tração e de microdureza.

Observou-se que, com os ciclos, não houve significativa variação do tamanho de grão, mas tanto a fração de δ quanto seu tamanho cresceram com o número de ciclos de tratamento térmico. O impacto da crescente fração de δ , na disponibilidade de

nióbio para formar γ'' , pode ser evidenciado na tendência de queda do limite de resistência, limite de escoamento e dureza, tanto das amostras forjadas quanto as fundidas, com maiores números de ciclos.

2. Revisão Bibliográfica

2.1 Liga 718

A liga 718 foi apresentada em 1959, porém patenteada por H.L. Eiselstein em 1963, cuja concepção foi em meio a uma urgente necessidade de melhorias em superligas de níquel para componentes de turbinas em motores aeronáuticos. O que diferenciou a liga 718 das demais foi a adição de Nb, elemento responsável por precipitar a fase γ'' , sendo este o principal endurecedor da liga. Pelo sistema de deslizamento e pelas deformações coerentes, a cinética de precipitação é mais lenta em resposta ao aquecimento da liga, sendo capaz de aliviar as tensões antes do endurecimento ocorrido na precipitação. Até os dias atuais a liga 718 é extensamente utilizada em componentes de motores aeronáuticos e derivados, destacando-se também na indústria nuclear pela sua resistência à fluência e a irradiação, combinada com resistência à corrosão e boa soldabilidade (DANDRE *et al.*, 2000, PING, 2007).

Essa liga foi considerada uma melhoria significativa nos problemas de trincas por envelhecimento pós-soldagem, proporcionando grande vantagem sobre outras ligas fundidas. De forma a aprimorar a utilização da liga, houve também uma melhoria na qualidade pelos avanços de novas tecnologias e controles nos processos de fabricação do material, resultando na redução de impurezas e microestrutura mais homogênea (BARKER, 1989, ASM V7, 1972).

2.1.1 Composição química e propriedades

Sendo uma superliga de Ni-Cr-Fe, a liga 718 foi desenvolvida contendo aproximadamente 52% de níquel, possui uma matriz austenítica (CFC) e permite a adição de outros elementos de liga para melhorar a resistência à corrosão e à fluência,

mantendo a tenacidade. Grande parte dos elementos são metais de transição, influenciando na capacidade de atuar pela diferença de raio atômico e pelo limite de solubilidade no níquel. O endurecimento por solução sólida pode ser resultante de raios atômicos similares e alta solubilidade dos elementos no níquel. A tabela 2.1 mostra a composição da liga 718 (PING, 2007, GOSH, 2008).

Tabela 2.1: Composição química da liga 718 (% em peso) conforme AMS 5662. Adaptado de (AMS, 2012).

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb	Mo	Al	Ti	Mn
mínimo	50	17	Bal	4,75	2,80	0,20	0,65	-
máximo	55	21		5,50	3,30	0,80	1,15	0,35
Elemento	Si	B	C	S	P	Co	Cu	
mínimo	-	-	-	-	-	-	-	
máximo	0,35	0,006	0,08	0,015	0,015	1,00	0,30	

A seguir, são apresentados os efeitos dos principais elementos químicos da liga (ORADEI-BASILE, 1991, MANKINS, TILLACK, 1993, PATEL, 2001, FELIX, 2011).

Ferro: elemento endurecedor por solução sólida. Aumenta a solubilidade do carbono no níquel elevando a resistência à fluência. A adição deste elemento reduz o custo da liga por substituir parcialmente o níquel. Favorece a degradação de propriedades da liga, por reduzir a resistência à corrosão;

Boro: forma boretos do tipo M_3B_2 nos contornos de grão aumentando a resistência à fluência, reage com cromo, molibdênio e tântalo;

Nióbio: formador do precipitado metaestável γ'' , principal fase endurecedora que aumenta a resistência à fluência. Fornece elevado limite de escoamento e endurecimento, entretanto, γ'' pode se transformar em fase δ , após longos períodos

acima de 650°C. Acima de 5% de nióbio pode ocorrer a formação de fase de Laves e fase δ , gerando perda de tenacidade e resistência à tração. Além disso, é um endurecedor por solução sólida e pode substituir em parte o alumínio na fase γ' , favorece a estabilização dessa fase e retarda o coalescimento dos precipitados;

Molibdênio: endurecedor por solução sólida, formador de carbeto, aumenta a resistência em atmosfera ácida e melhora a resistência à corrosão em altas temperaturas. Induz o aumento do módulo de elasticidade e reduz a taxa de fluência pela diminuição do coeficiente de difusão de elementos na matriz;

Titânio: age na formação de carbeto e carbonitretos, porém sua principal função é o endurecimento por solução sólida das fases γ' e γ'' . Substitui o alumínio na fase γ' e o nióbio na γ'' , resultando no aumento dessas fases na matriz e, como consequência, o aumento na resistência à fluência;

Alumínio: principal responsável pela precipitação com o níquel formando a fase γ' , aumentando a resistência à fluência. Atua com endurecimento por solução sólida e aumenta a fração volumétrica de γ' .

Cobalto: Age como endurecedor por solução sólida, aumenta a fração volumétrica de γ' e γ'' . Em consequência, eleva a resistência à fluência;

Carbono: adicionado para formar carbeto ou carbonitretos metálicos do tipo MC com titânio e nióbio, e $M_{23}C_6$ com ferro e cromo. Age na desoxidação, baixa a temperatura de fusão e aumenta a fluidez do metal líquido;

Cromo: forma uma camada protetora superficial de óxido Cr_2O_3 aumentando a resistência à corrosão.

A tabela 2.2 mostra um resumo do(s) efeito(s) dos elementos em superligas de níquel.

Tabela 2.2: Efeito dos elementos de liga em superligas a base de níquel. Adaptado de DUPONT (2000).

EFEITO(S)	ELEMENTO
Endurecimento por solução sólida	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re, Nb
Formadores de Carbeto do tipo:	
MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
M ₇ C ₃	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr, Mo, W
M ₆ C	Mo, W, Nb
Formadores de Carbonitretos M(CN)	W, Ta, Ti, Mo, Nb
Formadores de γ' Ni ₃ (Al, Ti)	Al, Ti
Formadores de γ'' Ni ₃ Nb	Nb
Endurecedores do γ' por solução sólida	Cr, Mo, Ti, Si, Nb
Resistência à oxidação	Al, Cr, Y, La, Ce
Melhoram a resistência a corrosão a quente	La, Th
Resistência a sulfidação	Cr, Co, Si
Melhoram propriedades de fluência	Mo, B, Ta
Aumentam a resistência à fratura	B
Refinadores de grão	B, C, Zr, Hf

A liga 718 possui alta resistência mecânica, com mecanismo de endurecimento pela precipitação da fase γ'' , que é metaestável e coerente com a matriz. Tal precipitação atua como barreira ao movimento das discordâncias e, conseqüentemente, dificulta a deformação plástica. A alta resistência e a ductilidade são mantidas em temperaturas de -250° até 650°C, com destaque para a resistência à fluência até 650°C. A liga 718 apresenta resistência à oxidação em altas temperaturas, além de resistência à corrosão em diferentes meios agressivos (PING, 2007, MANKINS, 2005). As propriedades físicas da liga 718 são apresentadas na tabela 2.3,

e na figura 2.1, o comportamento do limite de resistência e escoamento em diferentes temperaturas (a), com queda acentuada a partir de 650°C. A resistência à fluência é apresentada em (b).

Tabela 2.3: Propriedades Físicas da liga 718 como solubilizada e envelhecida. Adaptado de (MANKINS, 2005).

Densidade (mg/m ³)	8190
Temperatura de Fusão (°C)	1260 a 1336
Coef. de Expansão Térmica (µm/m.K)	13,0 (25°C)
Calor Específico (J/kg.K)	435
Condutividade Térmica (W/m.K)	11,4
Módulo de Elasticidade (GPa)	200 (20°C)

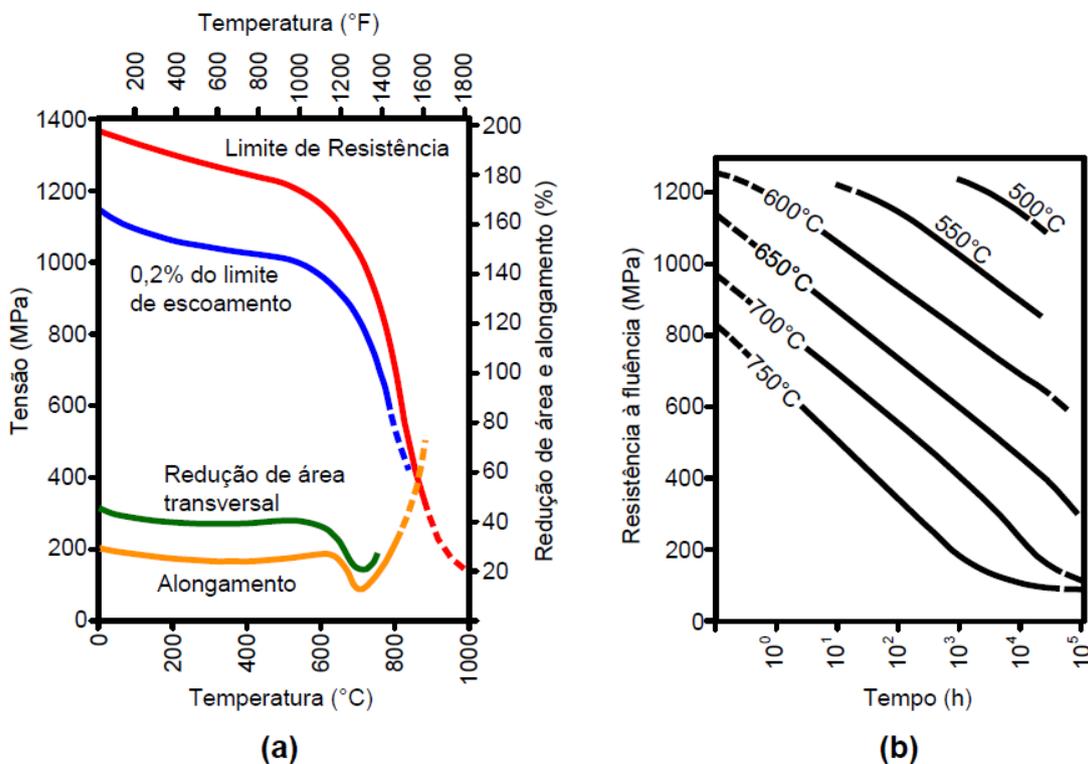


Figura 2.1: Variação das propriedades mecânicas da liga 718 solubilizada e envelhecida, (a) propriedades mecânicas (b) fluência. Adaptado de (THYSSENKRUPP VDM, 2003).

2.1.2 Principais Fases

As ligas fundidas possuem tamanho de grão grosseiro e segregação, enquanto as ligas forjadas granulação homogênea, refinada e uniforme, onde todas essas variáveis estão relacionadas com as fases presentes (SUNDARARAMAN, 1992). A seguir estão as principais fases da liga 718, que influem nas propriedades mecânicas.

γ : a fase gama é a matriz austenítica, possui elevados teores de ferro, cromo e molibdênio. Com boa conformabilidade e ductilidade, sua estrutura cúbica de faces centradas (CFC) permite múltiplos sistemas de deslizamentos (DECKER, 2006).

γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$): precipitado intermetálico e ordenado de estrutura cúbica de faces centradas ($L1_2$ ordenada), parâmetro de rede $a_0=0,3568$ nm (1,5% maior que a matriz γ) e relação de orientação $\{100\}_\gamma // \{100\}_{\gamma'}$ e $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_{\gamma'}$. Endurecedor por precipitação, eleva a resistência à fluência, mas em menor intensidade que a γ'' , pois sua fração em volume é próximo a 4%, contra 15% de γ'' . Sua precipitação pode ocorrer na solidificação ou em tratamentos térmicos com temperaturas entre 600 a 925°C. Possui morfologia esférica e se transforma em cúbica pelo aumento do desarranjo γ/γ'' com a matriz, conhecido como “mismatching”, cujo incremento no tamanho dessa fase é proporcional ao tempo de exposição e temperatura (AMS V2, 1990, NALAWADE, 2010). Na figura 2.2 são apresentadas as precipitações de γ' da liga PWA-1480.

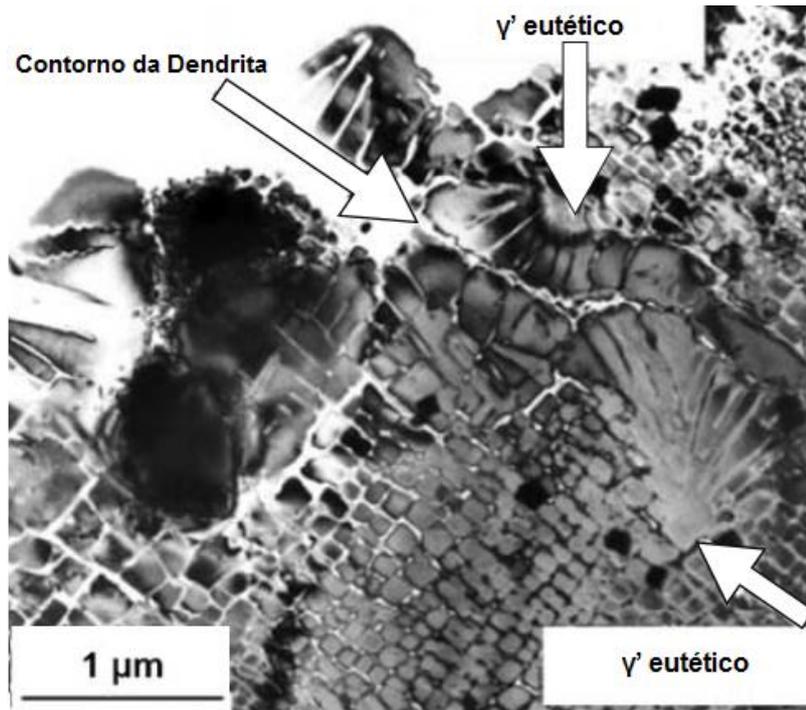


Figura 2.2: Micrografia por MET da liga PWA-1480 com γ/γ' eutético interdendrítico e γ' precipitada dentro das dendritas. Adaptado de (BABU *et al.*, 2001).

γ'' (Ni_3Nb): precipitado intermetálico metaestável de estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (D0_{22} ordenada) e é coerente com a matriz γ . A orientação com a matriz é dada por $\langle 100 \rangle_{\gamma''} // \langle 100 \rangle_{\gamma}$ e $\langle 100 \rangle_{\gamma''} // \langle 100 \rangle_{\gamma}$ e parâmetros de rede $a_0=0,3624$ nm e $c_0=0,7406$ nm, exibindo morfologia de discos alongados. O tratamento térmico de envelhecimento é utilizado para precipitar γ'' em temperaturas próximas a 720°C , entretanto em tempos prolongados pode precipitar em temperaturas próximas a 600°C . A fase γ'' é o principal responsável pelo endurecimento da liga, com maior eficiência que a γ' . Pelo sistema de deslizamento e pelas deformações coerentes, sua cinética de precipitação é mais lenta em resposta ao aquecimento da liga, veja na figura 2.3, conferindo boa soldabilidade e evitando incidências de trincas de envelhecimento. Isso permite que o material seja soldado e tratado termicamente sem endurecimento espontâneo, permitindo alívio de tensões antes do endurecimento pela precipitação. (SAUNDERS *et al.*, 2006).

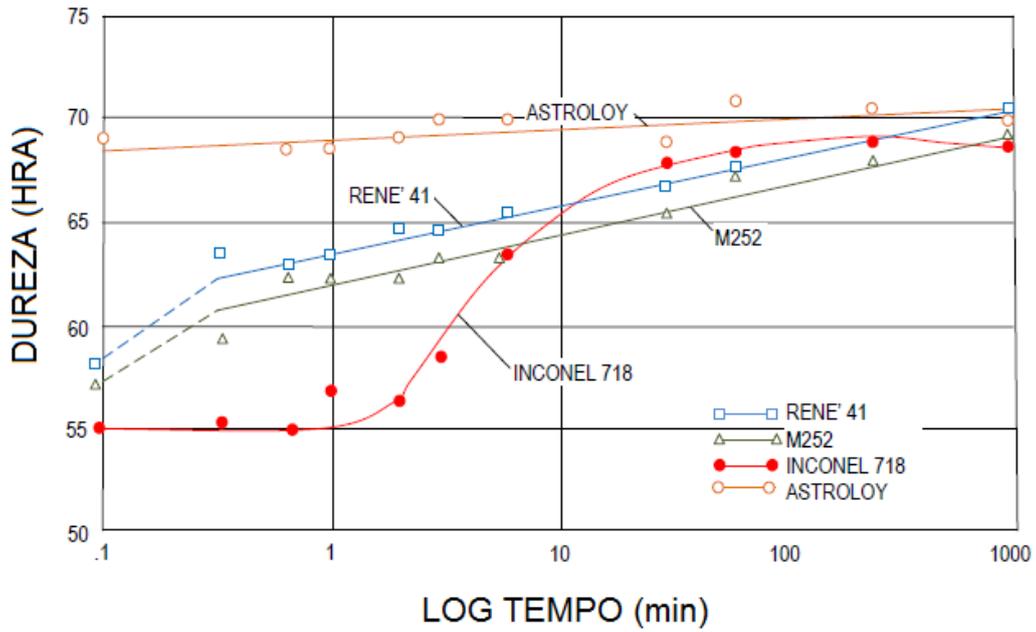


Figura 2.3: Curvas de envelhecimento pela dureza e tempo nas superligas de níquel. Adaptado de (LINGENFELTER, 1989).

A figura 2.4 mostra a imagem de uma microscopia eletrônica de transmissão (MET), realizada em uma liga 718 forjada, mostrando a fase γ'' precipitada em finas partículas (HONG, 2001).

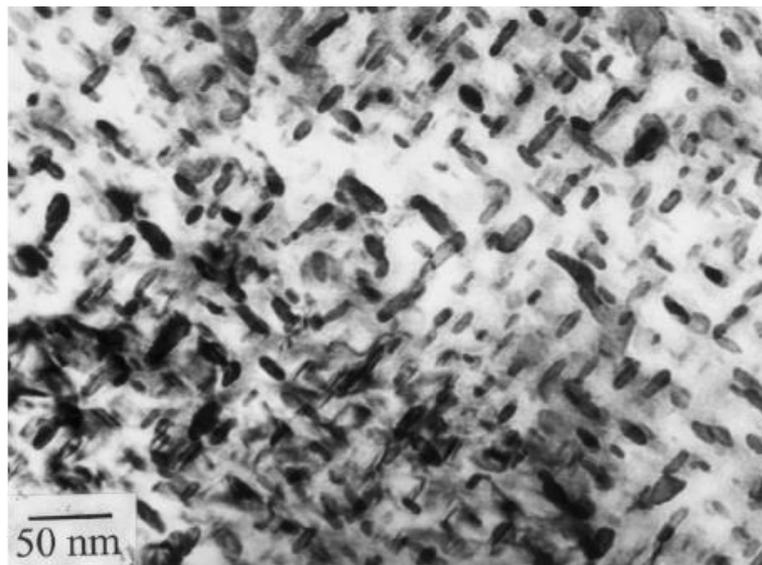


Figura 2.4: Imagem típica de MET da liga 718 forjada, mostrando a fase γ'' em finas partículas. Adaptado de (HONG, 2001).

δ (Ni_3Nb): a fase delta possui estrutura cristalina ortorrômbica (DO_{19}) com morfologia acicular, precipitada durante o envelhecimento, e precipitados coalescidos e esferoidizados durante a solubilização (NIANG, DAI, 2010). Veja um exemplo na figura 2.5 da liga 718.

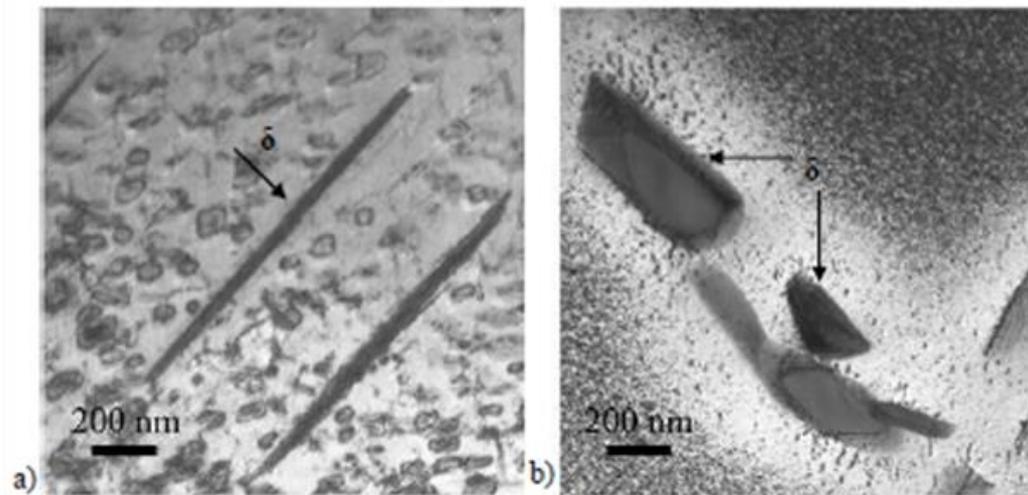


Figura 2.5: a) precipitação da fase δ acicular; b) precipitação da fase δ em glóbulos coalescidos. Utilizado MET para o campo mostrado. Adaptado de (NIANG, 2010).

A literatura sugere que sua temperatura solvus está em torno de 1010°C , essa varia em função dos elementos de liga, diretamente em função do teor de Nb. Na liga 718, a faixa de Nb varia entre 4,75 e 5,50% em peso, conforme a norma AMS 5562 (SAE, 2012), onde a temperatura solvus pode variar em torno de 1000 e 1045°C , resultados de simulações e medições apresentadas na literatura (AZADIAN, 2004, CAO, 2005).

A precipitação da fase δ pode ocorrer diretamente da matriz durante a solubilização a $900 - 1000^\circ\text{C}$, e também pode se formar a partir de γ'' , mas ocorre em menores temperaturas. Frequentemente a fase δ nucleia-se nos contornos de grão e, em temperaturas entre 850 e 900°C , é chamada de $\delta_{\text{alta-temperatura}}$ precipitando na forma intergranular. Outra forma de precipitação, com agrupamentos contínuos nos

contornos de grão, se dá durante o envelhecimento próximo a 750°C, chamada de $\delta_{\text{baixa-temperatura}}$. A exposição prolongada em temperatura próxima a 650°C, é outra possibilidade de precipitar δ .

À medida que a fração de δ aumenta, a ductilidade cai, tanto na condição forjada como na condição fundida, levando ao empobrecimento de Nb na matriz. Se a temperatura em serviço se mantiver abaixo de 650°C, mínimas frações de δ são formadas, reduzindo o empobrecimento de Nb na matriz e a dissolução de γ' (SUNDARARAMAN, 1992). A relação cristalográfica entre a matriz γ e os precipitados de δ é estabelecida como:

$\{111\}_{\gamma} \parallel (010)_{\delta}$; $\langle 110 \rangle_{\gamma} \parallel [100]_{\delta}$ onde as faces dos precipitados correspondem ao plano (100).

AZADIAN (2004) estudou a precipitação da fase δ na liga 718 por diferentes modos: recebida como fundida com controle de resfriamento, e como forjada pelo processo de deformação em anéis. A amostra fundida estava com baixa fração em volume de δ , a forjada com significativa fração em volume de δ . Diferentes tratamentos térmicos foram realizados para os seguintes estudos: a) solubilização seguida de envelhecimento, para estudo da cinética de precipitação da fase δ ; b) envelhecimento seguido de recozimento para estudar a cinética de dissolução da fase; c) solubilização seguida de recozimento para estudar o crescimento de grão. A precipitação de δ apresentou comportamento similar para a forjada e fundida. A maior taxa de precipitação ocorreu próximo a 900°C, e a fração máxima em volume foi atingida em 20h. Em temperaturas acima de 950°C, a precipitação foi mais lenta, e identificou-se que a espessura média das plaquetas aumentou com o incremento da temperatura. Uma parte representativa dos resultados, em termos de tempo e temperatura, pode ser verificada na figura 2.6.

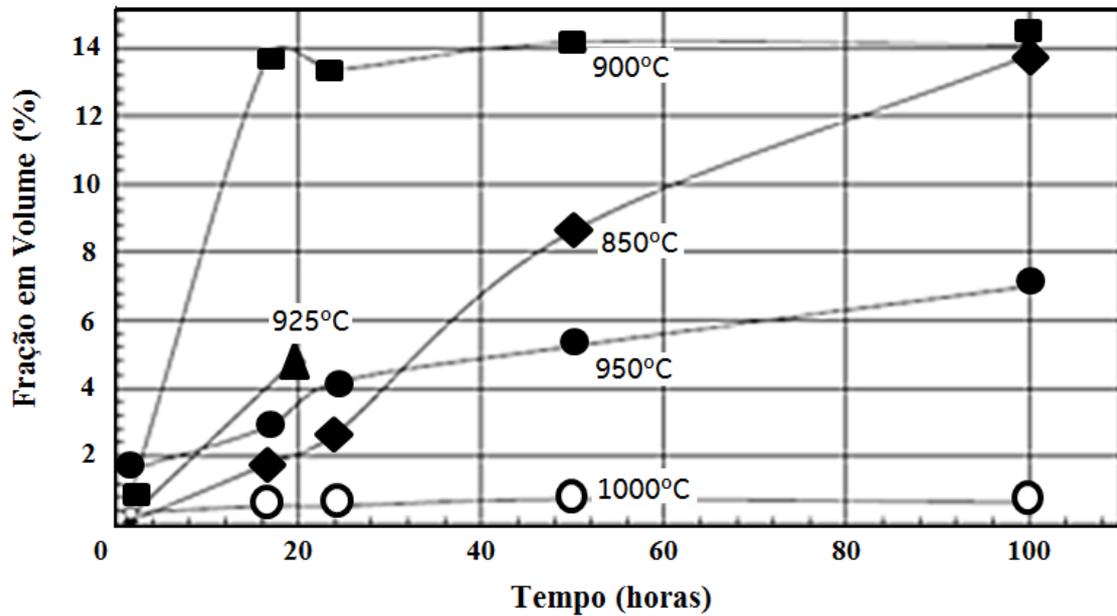


Figura 2.6: Precipitação da fase δ fundida na liga 718. Adaptado de (AZADIAN, 2007).

CAO (2005) estudou a precipitação de δ na liga 718 Plus, onde a relação dessa fase com a temperatura foi determinada por modelagem e por tratamento térmico. A figura 2.7 mostra o equilíbrio da quantidade de fase δ , que se dissolve à medida em que a temperatura é elevada. O experimento revelou também uma suave similaridade nas curvas entre a modelagem e o tratamento, porém com diferenças quantitativas significantes. Pelo experimento, a precipitação se inicia próxima a 6% em fração volumétrica a 900°C, e em temperaturas próximas a 1020°C, observou-se uma total dissolução de δ na matriz.

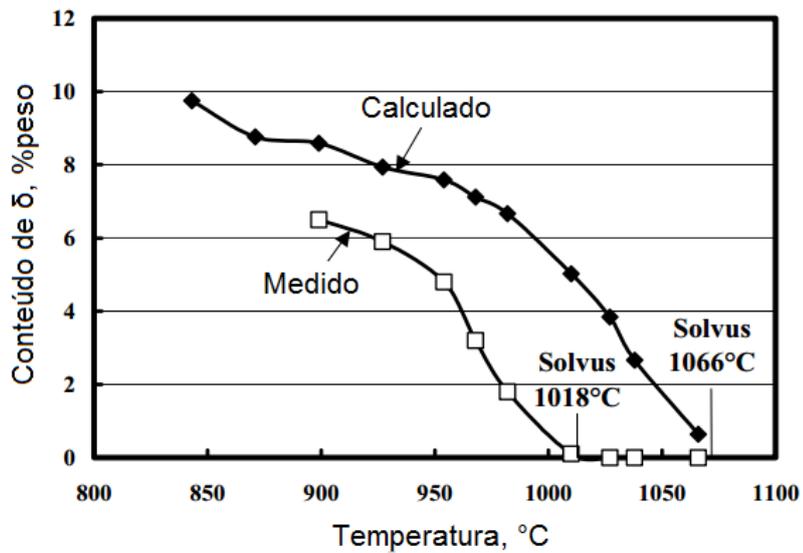


Figura 2.7: Conteúdo de fase δ em função do tratamento térmico. Adaptado de (CAO, 2005).

Em um processo de laminação a quente da liga 718 Plus, em temperaturas próximas a 1010°C, ocorre pouca precipitação de δ no estado inicial e maior presença durante a solubilização, precipitando primeiro nos contornos de grão, posteriormente nas maclas e, eventualmente, no interior dos grãos. Veja na figura 2.8.

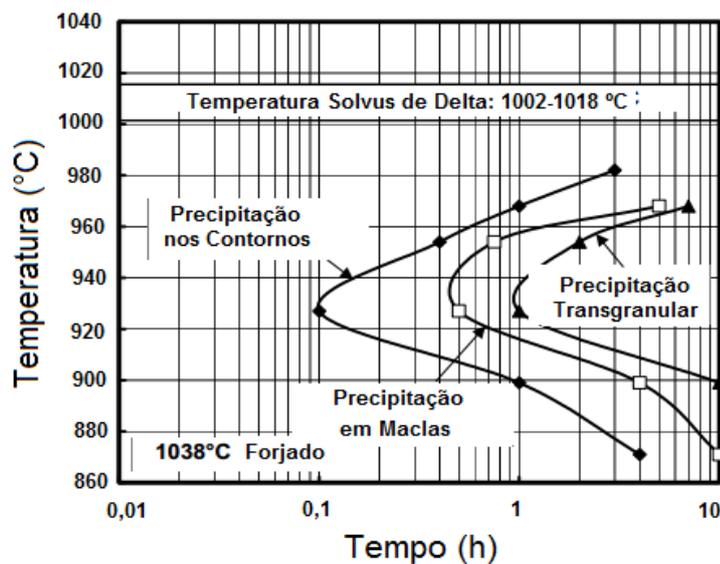


Figura 2.8: Curva TTT de precipitação de fase δ determinada por experimentos em liga 718Plus como forjada (CAO, 2005).

As propriedades mecânicas são afetadas quando δ acicular precipita-se em forma transgranular, conforme a figura 2.9 da liga 718.

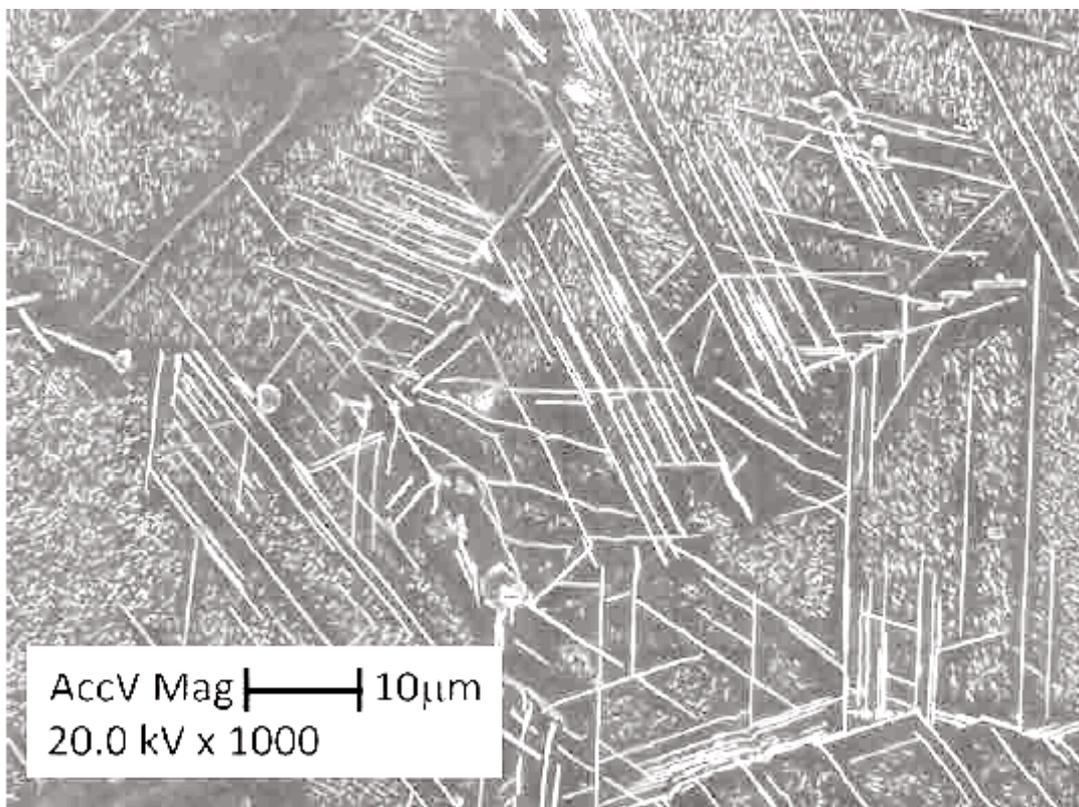


Figura 2.9: Precipitação de fase δ transgranular na liga 718 solubilizada a 900°C e envelhecida por 18h (NUNES *et al.*, 2015).

Pequenas partículas podem causar transtornos como redução da ductilidade a quente e redução da resistência à propagação de trincas. A 954°C ocorre precipitação transgranular com elevadas frações volumétricas de δ , reduzindo a resistência à tração à fadiga. A ductilidade e a resistência à fadiga são afetadas em temperaturas próximas a 982°C, possivelmente pela falta de precipitação de δ nessa temperatura. No forjamento entre 600 a 700°C, a fase δ acicular pode precipitar nos contornos dos grãos da liga 718, tal precipitação pode potencializar a fragilização por fluência, com crescimento de trinca intergranular, devido à presença de δ próximo aos limites das superfícies de fratura. Por outro lado, uma morfologia com placas estendendo-se para

os contornos, produzirá uma resistência maior ao trincamento. A fase δ reduz a capacidade de endurecimento da liga pela dissolução de γ'' , causada pelo empobrecimento do nióbio que ficou contido na formação de δ . Ela contribui para o controle do crescimento de grão em processos de forjamento, mas, na sua ausência, partículas que precipitaram como carbeto também atuam restringindo o crescimento de grãos (CAO, 2005).

Sucessivos tratamentos térmicos pós-soldagem aumentam a fração de δ , resultando em empobrecimento de nióbio para formar γ'' e redução da soldabilidade, podendo tornar a ZTA susceptível à trinca de envelhecimento. A fase δ pode ser evitada por solubilização acima da temperatura solvus (1025-1050°C), entretanto, em ligas forjadas pode se tornar um problema, uma vez que o controle de crescimento de grão se dá pela precipitação δ nos contornos, tal refino de grão é importante para aumentar a resistência à fadiga do material. A formação de δ em um forjado pode ser uniforme e contínua, precipitando-se nos contornos de grão, ou de forma intragranular e acicular. Em fundidos, δ é localizada nas regiões interdendríticas, devido à segregação de nióbio que ocorre na solidificação. Um evento típico observado, é a formação de zonas livres de precipitados em torno de δ em forma coalescida. A figura 2.10 mostra a zona livre em torno dos precipitados de δ (CHANG, AU *et al.*, 1992, PROBSTLE *et al.*, 2016).

A fase δ reduz a resistência por fadiga de baixo ciclo, principalmente a tenacidade à fratura em baixas temperaturas pela mesma razão vista anteriormente, por haver regiões com empobrecimento de nióbio (BEDDOES, 1980).

A precipitação de δ na liga GH4169 tem um efeito significativo nas propriedades de tração em temperatura ambiente, reduzindo resistência à tração e o aumentando o alongamento. Há também um pequeno efeito no aumento da resistência à fadiga, consequência de δ precipitar em forma coalescida nos contornos dos grãos, bloqueando a propagação de trinca intergranular (ZANG, HAI-C *et al.*, 2016).

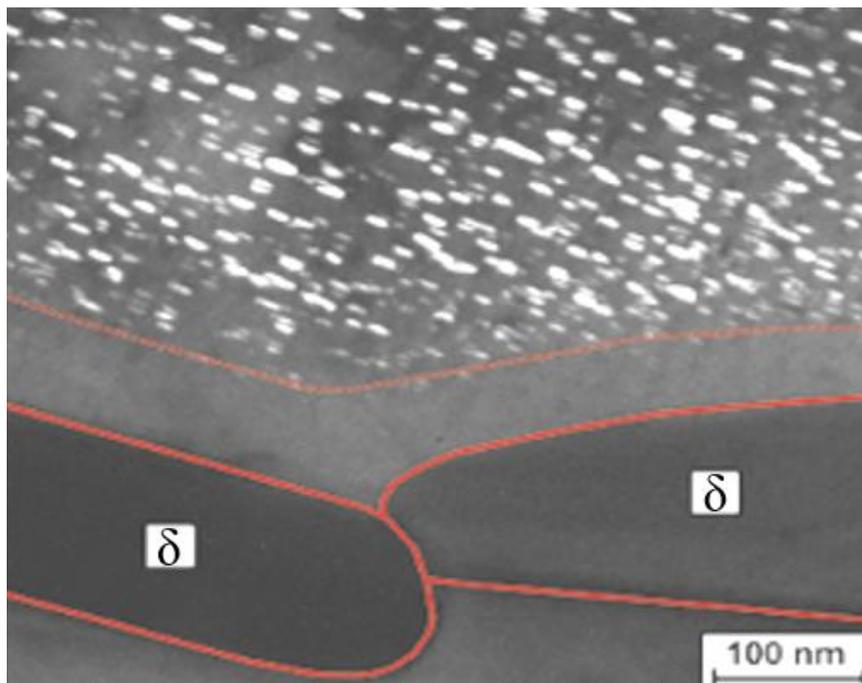


Figura 2.10: Zonas livres de precipitados de fase δ em forma de placas. Adaptado de (PROBSTLE *et al.*, 2016).

Com elevada precipitação de δ os valores de tensão de ruptura e o alongamento reduzem, e a taxa de propagação de trincas pode ser aumentada. Em um estudo sobre propagação de trincas realizado a 550°C, em amostras da liga 718 previamente solubilizadas e envelhecidas, evidenciaram que trincas intergranulares crescem devido à presença de δ na superfície da fratura (SHUQI, LI *et al.*, 1994, JOHAN, 2011).

Um estudo realizado na liga 718, na qual a fase δ foi avaliada pela precipitação em alta temperatura de envelhecimento (955 °C) e diferentes tempos. A quantidade de δ é proporcional ao tempo de envelhecimento, tornando-se distribuída uniformemente ao longo dos contornos de grão. Sem a presença de δ , a resistência à fadiga pode dobrar e também pode aumentar o alongamento sob fluência em até 5 vezes. A ausência de δ causa um padrão de fratura dúctil, enquanto que na presença ocorre fratura intergranular pela interface incoerente entre δ e o contorno de grão (KUO, YANG *et al.*, 2009)

Carbetos: como efeito positivo para a liga, eles aumentam a resistência da matriz quando sua precipitação é intergranular. Podem também favorecer a resistência à fluência em altas temperaturas, servindo como barreira ao deslizamento dos contornos de grão. Podem influir negativamente na liga quando precipitam nos contornos como um filme contínuo, atuando como fontes de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga. Os principais são: MC, $M_{23}C_6$ e o M_6C . (DECKER, 2006). Veja, na figura 2.11, um exemplo de carbeto precipitado nos contornos de grão.

O MC (TiC, NbC), estável até 1205°C, tem o titânio e o nióbio como principais formadores. Possui estrutura cúbica e morfologia irregular, pode ser dissolvido formando o carbeto do tipo $M_{23}C_6$ quando exposto termicamente e, em consequência, precipitar γ' . Esse comportamento pode ser descrito conforme a reação a seguir:

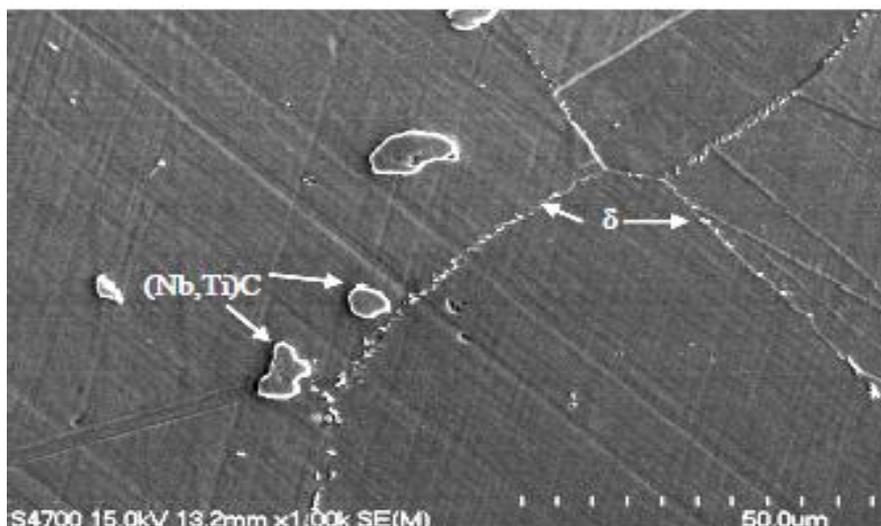
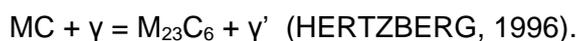


Figura 2.11: Micrografia evidenciando carbeto do tipo (Nb,Ti)C nos contornos de grão. Adaptado de (AZADIAN, 2004).

Na liga 718 os carbeto de nióbio são denominados primários e secundários. Os primários são formados na solidificação, são maiores e estáveis. Eles precipitam

alinhados na direção de solidificação ou em pontos triplos dos contornos de grão. Os secundários são formados no tratamento térmico de envelhecimento ou termomecânico, precipitando preferencialmente nos contornos de grão. Esse carbeto secundário pode ser formado em temperaturas superiores a 700°C e, se dissolvido, precipita carbeto tipo Cr_{23}C_6 (GAO, 1997).

Fases Topologicamente Compactas (TCP- Topologically Close-Packed):

são compostos intermetálicos formados por elementos de liga como cobalto, molibdênio, tungstênio, rênio e cromo, que apresentam um efeito nocivo às propriedades mecânicas e, em alguns casos, afeta a resistência à corrosão do material (ANIJDAN, 2005).

A fase σ é intermetálica com morfologia de agulhas, ou também precipita como um filme nos contornos de grão, degradando as propriedades mecânicas. Caso precipite com morfologia globular, pode melhorar a resistência à fluência. As fases σ e $\alpha\text{-Cr}$ se formam quando a liga é exposta a longos tempos e temperaturas próximas a 700°C, sendo que a fase $\alpha\text{-Cr}$ é formada próxima a δ nos contornos de grão (DAVIS, 2000, REED, 2006).

WLODEK (1994) caracterizou a liga 718, expondo-a a longos tempos de 50.000h entre temperaturas de 538 a 704°C. Foi observada, além das fases δ , γ' , γ'' e carbetos, a presença de fases TCP como a fase de Laves com alto teor de cromo e molibdênio.

A fase de Laves é formada na solidificação como um produto de segregação. Ela diminui a capacidade de resfriamento da liga, devido à fragilidade reduz a resistência à fadiga e diminui a soldabilidade. Na soldagem, a fase de Laves é formada pela microsegregação de elementos de liga como nióbio, titânio e molibdênio, em regiões interdendríticas durante a solidificação. Esta fase também é formada próxima a fase δ , e é fonte preferencial de iniciação e propagação de trincas. Veja na figura 2.12 a presença da fase de Laves na liga 718 (RADHAKRISHNA, 1997, CLARK, 2008).

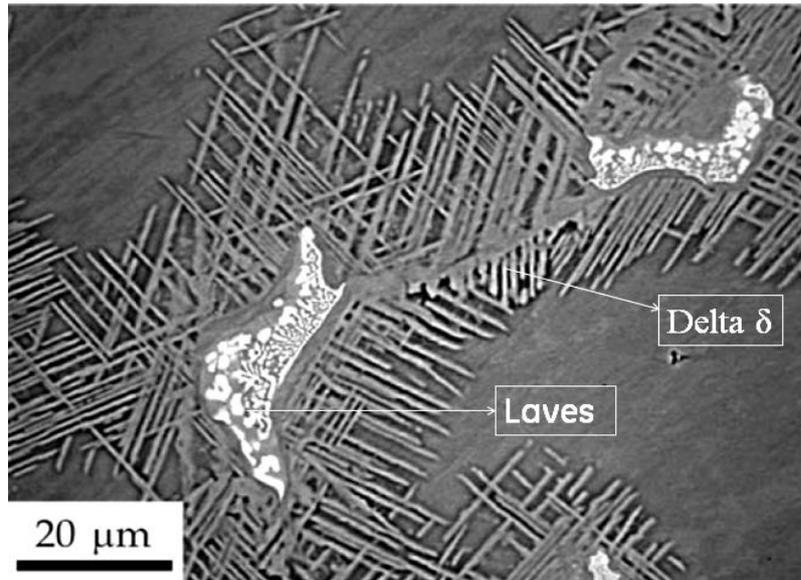


Figura 2.12: Fase de Laves e δ no do contorno de grão da liga 718 fundida. Adaptado de (LIPPOLD, 2009).

2.1.3 Mecanismos de endurecimento

Os principais mecanismos de endurecimento da liga 718, são apresentados a seguir.

Refino de grão: o tamanho do grão pode ser controlado na solidificação, nos tratamentos térmicos e termo-mecânicos adequados. A presença de contornos de grão pode endurecer a liga, atuando como barreira ao movimento das discordâncias. Tal endurecimento é causado pela diferença de orientação cristalográfica dos grãos adjacentes, dificultando o deslizamento. A equação de Hall-Petch define como o tamanho de grão pode afetar o limite de escoamento do material. De forma inversamente proporcional, quanto menor o tamanho de grão, maior o limite de escoamento (HERTZBERG, 1996).

Solução sólida: é um mecanismo de endurecimento resultante da relação entre os átomos dos elementos da rede cristalina e os elementos de liga. Reduz a energia de falha de empilhamento da rede cristalina inibindo o deslizamento cruzado, que é

responsável por deformações em altas temperaturas. Na liga 718, elementos como Al, Co, Fe, Mo e Nb apresentam melhor relação na diferença de tamanho atômico com o níquel, tornando-os excelentes endurecedores (HEUBNER, 1998).

Partículas de segunda fase: mecanismo de endurecimento mais efetivo na liga 718, que por ordenação e coerência a matriz γ é endurecida pela precipitação das fases γ' e γ'' , sendo a γ'' a principal e representa cerca de 4 vezes mais em fração volumétrica que a γ' . Por outro lado, pode ocorrer a transformação de γ'' em δ , reduzindo o endurecimento da liga através de tratamentos térmicos ou exposição a alta temperatura em serviço. Em processos de forjamentos, controla o crescimento de grão, bloqueando o movimento dos contornos. A precipitação de carbeto de titânio e de nióbio, e carbonitreto $Ti(C,N)$ em elevadas temperaturas, também colabora na estabilização dos contornos de grão (OBLAK, 1974, DEVAUX *et al.*, 2008).

As relativas estabilidades, frações volumétricas e a sequência de precipitação das fases γ' e γ'' são governadas pelas concentrações de alumínio, titânio e nióbio da liga. A fase γ'' quando comparada à fase γ' , além de apresentar morfologia e estrutura cristalina distinta, se precipita de forma mais lenta favorecendo a soldabilidade da liga 718. A fase γ'' possui um valor mais elevado de energia de contorno de anti-fase, significando maior energia necessária para a discordância cruzar a fase, o que aumenta o endurecimento (ZHAO, 2000).

2.2 Principais tratamentos térmicos

Com o objetivo de otimizar a microestrutura da liga e torná-la adequada para as suas diferentes aplicações, os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento estão entre os mais utilizados nos reparos de componentes aeronáuticos da liga 718. Esses tratamentos térmicos geram uma microestrutura homogênea e melhoram as propriedades mecânicas, como resistência e tenacidade à fratura em elevadas

temperaturas. O rejuvenescimento, também chamado de supersolvus δ , é utilizado para dissolver a fase δ e tornar a microestrutura mais homogênea, onde na liga forjada pode evitar a formação de grãos anormais. Este tratamento térmico pode ser largamente utilizado em reparos que contemplam processos de soldagem.

JUNIOR (2017) verificou que o rejuvenescimento, a $1052^{\circ}\text{C}/1\text{h}$, teve êxito em eliminar grande quantidade de fase δ acumulada, porém com intenso crescimento de grão, mesmo que permanecendo dentro dos limites aceitáveis de uma carcaça de combustor de um motor aeronáutico.

A figura 2.13 mostra alguns dos tratamentos térmicos utilizados na liga 718 e as faixas de precipitação das fases, para as diferentes faixas de temperaturas (CARLSON, 1989, ASM V4, 1991).

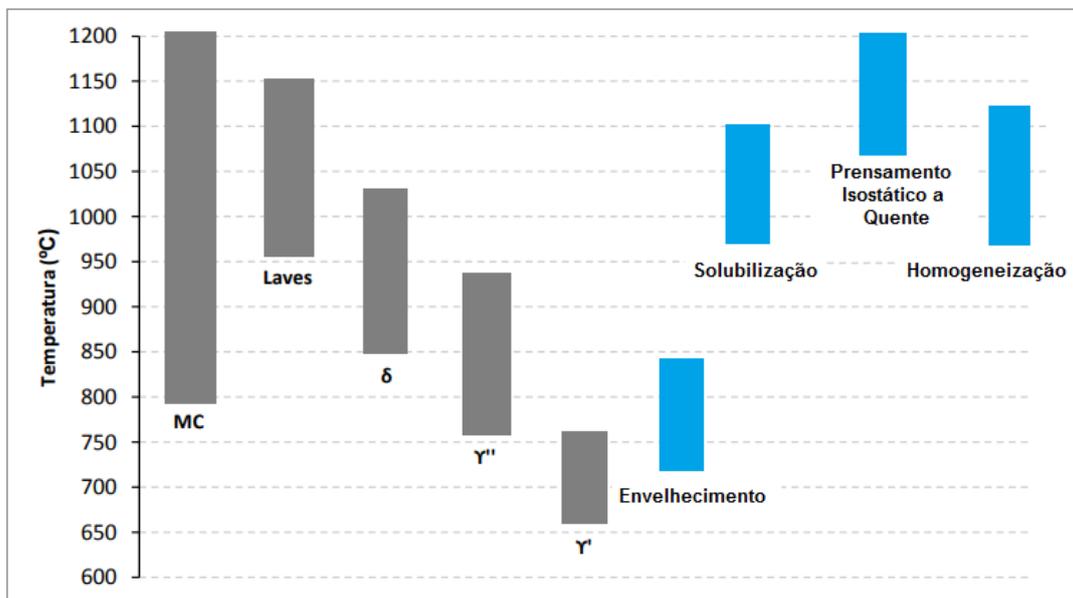


Figura 2.13: Estabilidade de fases e os tratamentos térmicos da liga 718. Adaptado de (CARLSON, 1989).

Para garantir as propriedades mecânicas conforme a norma AMS 5662 (SAE, 2012), faz-se um tratamento térmico de solubilização a $980^{\circ}\text{C}/1\text{h}$, com resfriamento ao ar, seguido de envelhecimento a $720^{\circ}\text{C} /6\text{h}$, com resfriamento no forno até 620°C ,

mantendo no forno por 18h a esta temperatura até o completo envelhecimento, com posterior resfriamento ao ar. A liga 718, mesmo com suas excelentes propriedades, também apresenta algumas dificuldades em reparos de turbinas aeronáuticas. Isso se deve às sucessivas recuperações por soldagem do componente, aumentando a susceptibilidade à fadiga e ao trincamento por envelhecimento. Resultado possivelmente causado pelo acúmulo de δ , fase que reduz a resistência mecânica da liga sob procedimentos de soldagem (VAN DER VOORT, ASM V4, 1991).

As fases endurecedoras γ' e γ'' se precipitam em partículas no intervalo de temperatura entre 600 a 900°C, sendo que em temperaturas entre 700 a 900°C, a precipitação dessas fases ocorre em tempos curtos, conforme mostra o diagrama tempo-temperatura da liga 718 na figura 2.14 (BEHRENS, 2005).

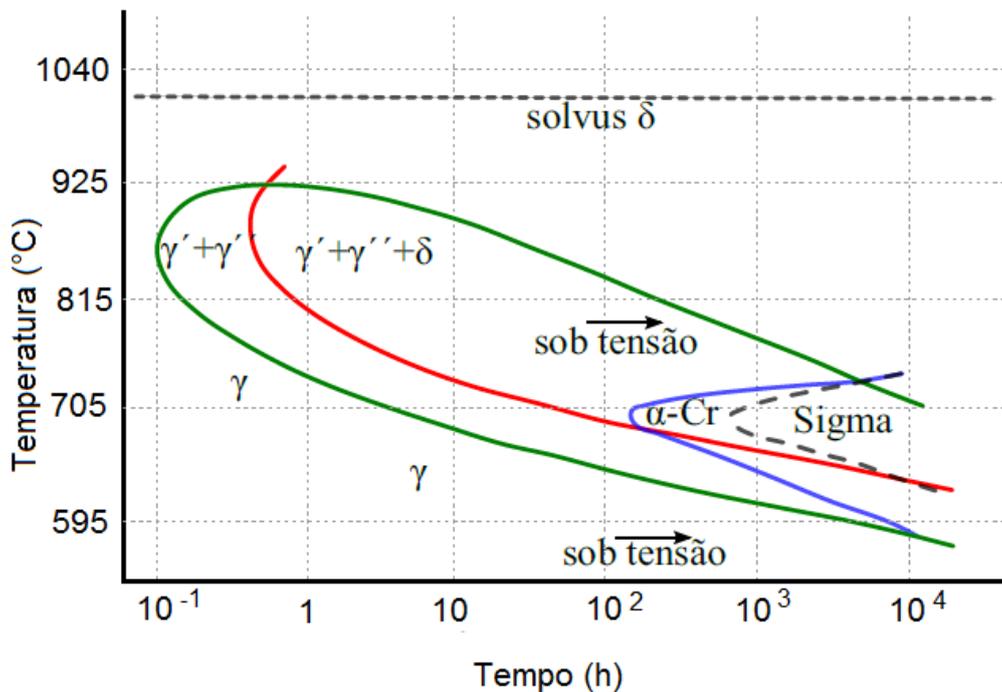


Figura 2.14: Diagrama tempo-temperatura-precipitação da liga 718. Adaptado de (VAN DER VOORT, 1991).

Os tamanhos dos precipitados podem influir nas propriedades mecânicas sob diferentes tratamentos térmicos utilizados. Resultados evidenciam que, precipitados a partir de 10 nm de diâmetro médio influem melhor nas propriedades. Pelo ensaio de tração, os valores mais altos do coeficiente de encruamento ($n=0,85$) estão relacionados à distribuição fina de partículas na matriz supersaturada, com diâmetro médio abaixo de 10 nm. Em outra condição, para os precipitados maiores que 10 nm, os coeficientes de encruamento são menores ($n = 0,57$) (DEVAUX *et al.*, 2008). Para entender a influência de δ na propagação de trincas, CHANG, AU *et al.* (1992) aplicaram diferentes tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. Pelos resultados, pode haver uma dependência da vida em fadiga pela morfologia de δ . Veja na tabela 2.4 os diferentes modos de precipitação de δ em relação ao ciclos de tratamento térmico.

Tabela 2.4: Relação entre tratamento térmico e morfologia de δ na liga 718. Adaptado de (CHANG, AU *et al.*,1992).

Tratamentos Térmicos	Morfologia	
	Filme	Placa
Solubilização de δ	1100°C/0,5h/ Resfriamento ao ar até temperatura ambiente	
Precipitação de δ em filme no contornos de grão	800°C/016h/ Resfriamento ao ar até temperatura ambiente	
Solubilização de γ'' e estabilização da morfologia de δ	930°C/1h/ Resfriamento ao ar até temperatura ambiente	930°C/62h/ Resfriamento ao ar até temperatura ambiente
Primeiro Envelhecimento	760°C/5h/ Resfriamento controlado 1°C/min	
Segundo Envelhecimento	649°C/1h	

2.2.1 Solubilização

A solubilização é utilizada para dissolver partículas de segunda fase, como as fases γ' , γ'' e δ , facilitando o processamento termomecânico da liga, podendo elevar a resistência à corrosão. Temperaturas de solubilização maiores podem resultar em crescimento dos grãos e na dissolução de carbeto. Temperaturas menores de solubilização dissolvem as principais fases, sem crescimento do grão ou solubilização significativa de carbeto (ASM V4, 1991).

Em componentes forjados, onde a resistência à fadiga é importante, o refino de grão deve ser obtido por solubilização em temperaturas de 900 a 950°C. Entretanto, a manutenção em tempos prolongados nessa faixa de temperatura pode resultar em fragilização da liga, pela forma e volume dos precipitados de δ . Nos procedimentos de reparos de componentes, sucessivos ciclos de solubilização, relacionados à soldagem, podem afetar a ductilidade pela formação de δ . A soldabilidade também é afetada, tornando a liga suscetível à trincas de liquefação na zona termicamente afetada (DUPPONT, 2000).

Para obtenção de propriedades específicas em fundidos, onde o tamanho de grão já é maior, a solubilização deve ser realizada acima da solvus de δ . O tratamento térmico de rejuvenescimento pode ser uma das soluções para melhorar o desempenho do componente em reparo, pelas temperaturas acima da solvus de δ (1025-1050 °C), possibilitando a dissolução total dessa fase. Cuidados devem ser tomados para evitar crescimento demasiado de grão, pois nessa temperatura há um reduzido número de barreiras ao crescimento de grão. Entretanto, temperaturas entre 980 a 1010°C mostraram bons resultados em dissolver δ , ao mesmo tempo que evita o crescimento anormal de grão. Este tratamento foi um dos primeiros a ser utilizado na liga 718, em temperaturas bem acima da solvus de δ entre 1038 a 1065°C, porém o crescimento de grão anormal afetava as propriedades da liga. A prática atual é

assegurar a presença de δ e de carbeto tipo MC, usando o tratamento sub-solvus da fase δ entre 930 a 1000°C para dificultar o movimento dos contornos e evitar o crescimento de grão (VAN DER VOORT, 1991, WLODEK, 1994, CAMPBELL, 2008).

A variação do tamanho de grão médio da liga 718 é apresentada na figura 2.15, sob tratamentos térmicos com patamar de 1h, em diferentes temperaturas.

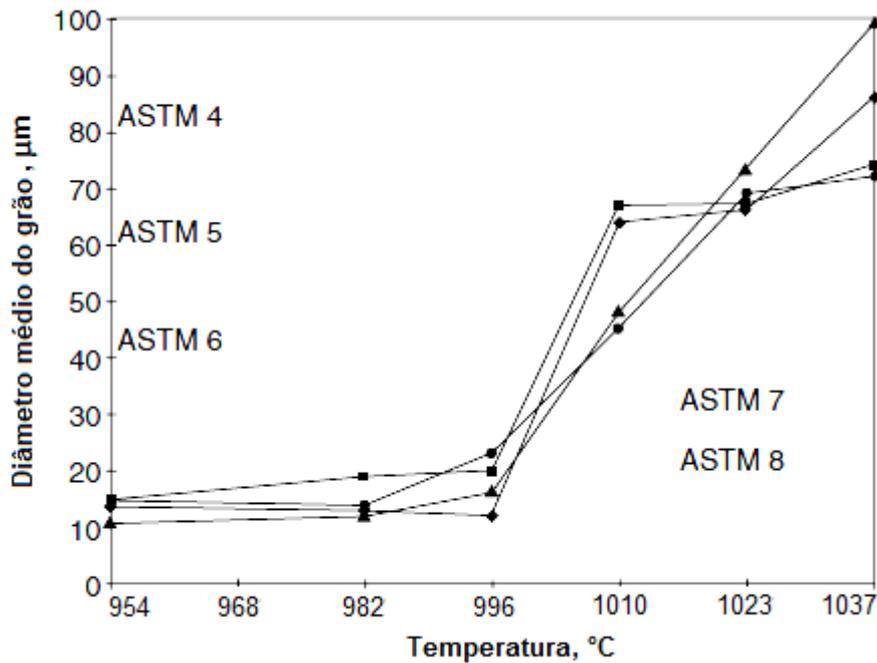


Figura 2.15: Tamanho de grão por 1h de tratamento térmico em diferentes temperaturas para a liga 718 forjada. Adaptado de (WLODEK, 1994).

2.2.2 Envelhecimento

Este é um tratamento térmico de grande relevância na liga 718, com finalidade de precipitar as principais fases endurecedoras como γ' e γ'' , aumentando a resistência à tração e à fluência. A temperatura de envelhecimento pode determinar o tipo, o tamanho e a distribuição dos precipitados, a combinação de resistência com ductilidade e a temperatura em serviço. Com duplo envelhecimento controla-se a

formação de γ' e γ'' e a morfologia dos carbeto nos contornos de grão, para melhorar a dispersão dos precipitados ao longo da matriz. No forjamento da liga 718, as temperaturas utilizadas no envelhecimento estão a partir de 700°C, entre 3 a 32h, seguido de resfriamento (CAHN, 1996, CAMPBELL, 2008, CALIARI, 2012).

WANG (2004) aplicou três tipos de envelhecimento na liga 718 entre 690 a 750°C, em duplos ciclos de 8h. Constatou-se que houve precipitação descontínua de δ nos contornos de grão, γ' em forma esférica e γ'' em forma de disco, ambos nas temperaturas mais baixas. A forma do precipitado de δ tende mudar com o aumento da temperatura de envelhecimento, saindo de acicular para uma morfologia coalescida nos contornos de grão.

Após um envelhecimento a 800°C/6h, foi evidenciada a presença de δ , γ' e γ'' , com significativo aumento da dureza, limite de resistência e escoamento, e da redução na ductilidade. Observou-se que, o envelhecimento aplicado em uma amostra já envelhecida, e que não passou previamente por uma solubilização, não influenciou significativamente na variação da dureza. Essas estabilidades nos valores da dureza foram similares em amostras envelhecidas com diferentes solubilizações prévias, com temperatura mantida em 1050°C e patamares variando em 5 e 10min. Tanto solubilizado quanto envelhecido, o material apresentou a presença de carbeto do tipo (Nb,Ti)C, conforme a figura 2.16 (VALLE, 2010).

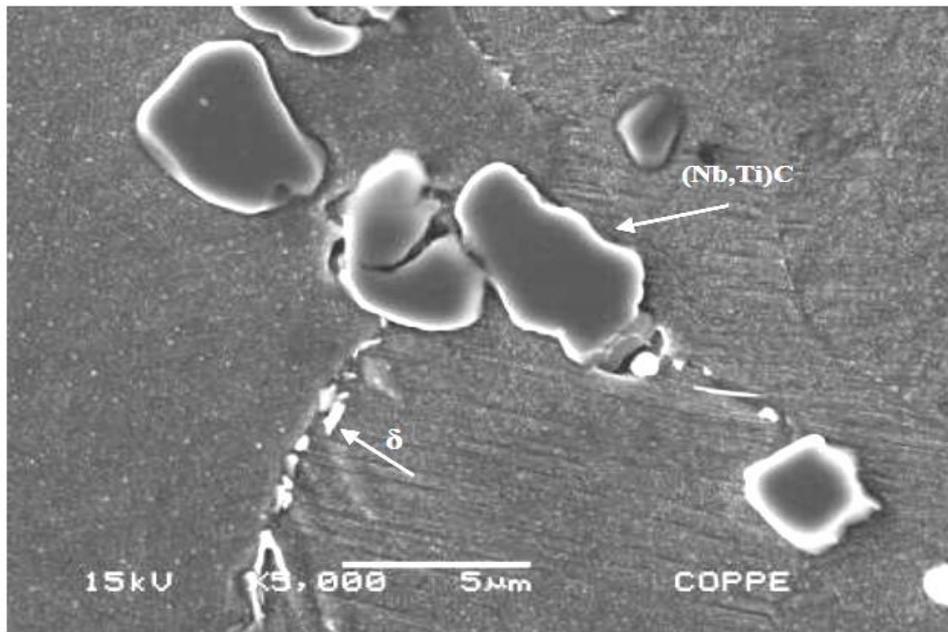


Figura 2.16: MEV da liga 718 solubilizada a 1050°C/10min e envelhecida, com δ nos contornos de grão e carbeto na forma de (Nb,Ti)C. Adaptado de (VALLE, 2010).

2.3 Liga 718 fundida e forjada

2.3.1 Fundida

As variáveis que definem a seleção de componentes fundidos da liga 718, podem estar diretamente relacionadas com a alta complexidade geométrica, elevado volume de produção, fácil automatização, tamanho dos componentes e microestrutura. Alguns projetos utilizam a solidificação direcional e também uma estrutura monocristalina para atingir propriedades específicas, o que pode limitar o forjamento como processo principal de fabricação (TROSCH, 2016). Em componentes aeronáuticos, a liga 718 fundida possui aplicação em regiões de elevadas temperaturas, principalmente em aerofólios. A estrutura granular é dividida em policristalina equiaxial, monocristalina e por solidificação direcional. (DONACHIE, 2002). O gráfico apresentado na figura 2.17, evidencia a estrutura monocristalina se

destacando por possuir melhor resistência no aumento de vida dos componentes fundidos (SMITH, 1993).

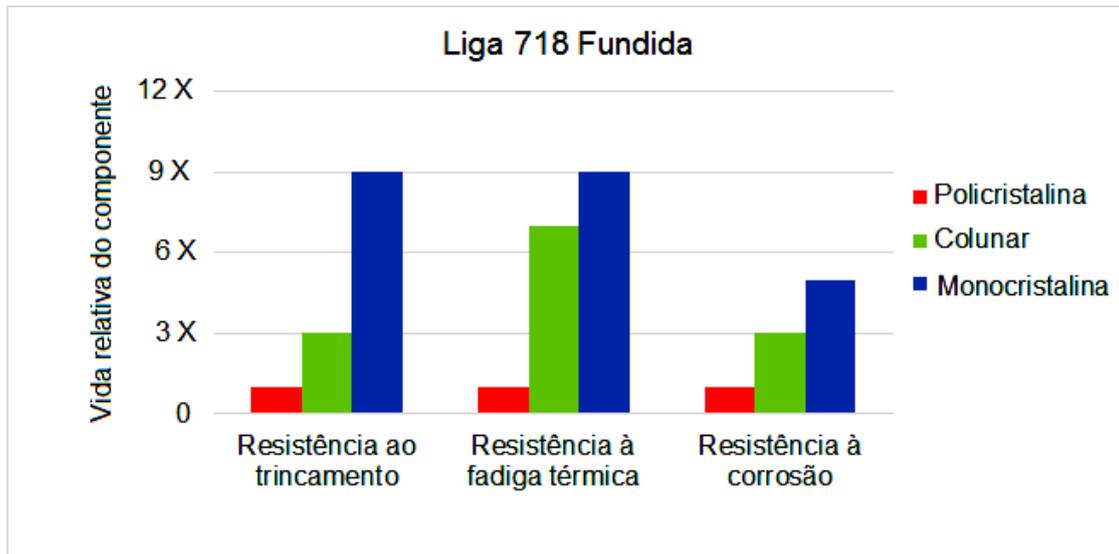


Figura 2.17: Influência da estrutura cristalina na resistência da liga 718.

Adaptado de (SMITH, 1993).

As condições críticas de aplicação da liga 718 fundida em tais componentes, exigem processos de fabricação avançados, com destaque para a tripla fusão. Primeiro, a fusão à vácuo por indução (VIM – Vacuum Induction Melting) é utilizada para evitar a formação de inclusões de óxidos não-metálicos. Em sequência, a refusão por eletroescória (ESR – Eletroslag Remelting) tem como objetivo remover impurezas e reduzir o nível de segregação e, por último, a refusão a vácuo em forno a arco (VAR – Vacuum Arc Remelting) é utilizada para eliminar gases e uniformizar a composição química (REED, 2006, PATEL, 2001).

Posteriormente aos processos de fusão, tratamentos térmicos de homogeneização são utilizados para dissolver a fase de Laves e reduzir segregação de nióbio. Neste tratamento térmico, a porosidade pode surgir entre as regiões interdendríticas e as dendritas, causada pela difusão dos átomos presentes à diferentes taxas, criando lacunas que formam a porosidade. O prensamento hidrostático a quente (HIP – Hot Isostatic Press) é utilizado para minimizar a

porosidade e, posteriormente, o tratamento térmico de solubilização é aplicado no material para dissolver algumas fases deletérias que surgiram no resfriamento pós HIP (RADAVIDICH, 1989, DONACHIE, 2008). As figuras 2.18 e 2.19 mostram as principais fases e a formação dendrítica presentes na liga 718 fundida.

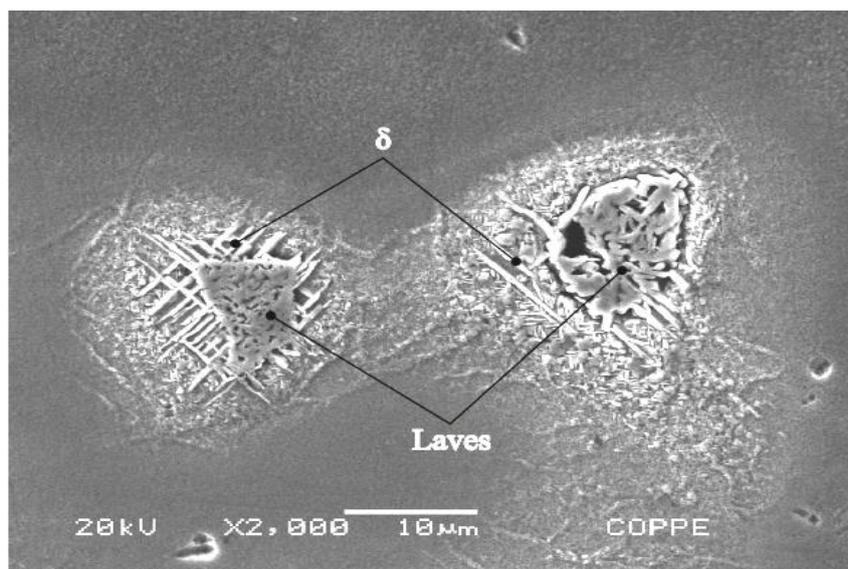


Figura 2.18: microestrutura fundida, apresentando δ e fase de Laves. Adaptado de (ARAUJO, 2012).

O maior objetivo é reduzir os defeitos de solidificação para favorecer a produção de peças com maiores diâmetros e espessuras. Dentre os problemas de solidificação da liga 718, destaca-se a segregação de nióbio com constituinte eutético, potencializado pela diferença de densidade entre sólido e líquido. Reduzir segregação significa reduzir esforços nos processos termomecânicos, pois a força envolvida para deformar o lingote é proporcional à distribuição da microestrutura. Outro problema em destaque é a lenta resposta à difusão, causada pela precipitação, em grandes quantidades, de fases primárias acima da faixa de solidificação, tornando alguns casos economicamente inviável (RADAVIDICH, 1997, MITCHELL, 1998).

Durante a solidificação, o nióbio e titânio tendem a se acumular no líquido interdendrítico, induzindo a solidificação de fases eutéticas. O níquel, o ferro e o cromo

tendem a permanecer no núcleo das dendritas. Em relação às fases presentes, primeiramente há a nucleação de γ , posteriormente são formados os carbeto do tipo (Nb,Ti)C e as fases de Laves nas regiões interdendríticas (figura 2.17). Os carbeto formados nessa fase, são chamados de primários, apresentando estrutura cristalina CFC e reações eutéticas no final da solidificação. Ainda no estado líquido, partículas de TiN são formadas pouco acima da liquidus, tais nitretos agem como sítios de nucleação dos carbeto primários, encontrados com núcleos de nitreto, chamados de carbonitretos. A forma comum do carbonitreto é do tipo M(CN), similares ao MC, onde o carbono pode ser substituído pelo nitrogênio (MITCHELL *et al.*, 1994, STRONDL *et al.*, 2008).

A quantidade e tamanho dessas fases, dependem da taxa de resfriamento e do teor de nióbio, tendo forte tendência de segregar ao líquido durante a solidificação, resultando em carbeto MC distribuídos na região interdendrítica e nas regiões de solidificação dos contornos de grão (DUPONT, 2000).

Em seguida, precipita-se δ próxima ou ligada às fases de Laves. Continuando o processo de solidificação, precipitam as fases γ' e γ'' caso o resfriamento seja lento o suficiente, com formação em forma de placas (MURATA *et al.*, 1994, CARLSON, 1989, NADER, 2005).

Trabalhos como o de CARLSON (1989) e RADAVIDICH (1989), mostram que o tempo de processo de solidificação impacta diretamente nos níveis de segregação, quanto maior o tempo maior a segregação, podendo afetar os processos que utilizam material de maior espessura. Veja na figura 2.19, a formação dendrítica de uma liga 718 fundida.



Figura 2.19: Microestrutura transversal do lingote. Parte Clara: dendritas. Adaptado de (ARAUJO, 2012).

2.3.2 Forjada

Em um componente aeronáutico forjado, as variáveis que favorecem sua seleção estão relacionadas com a geometria simples, grandes dimensões, o alto volume de produção e a microestrutura com grãos refinados (TROSCH, 2016).

O controle térmico nas deformações, deve assegurar temperaturas que possam ocorrer a recristalização, porém com crescimento de grão controlado. A faixa de temperatura é muito estreita pelo elevado limite de escoamento, o refinamento e a homogeneidade de grãos estão em faixas cada vez mais críticas. A liga 718 é uma de muitas ligas com refinamento de grão controlado, garantindo a obtenção de forma em temperaturas elevadas. A figura 2.20 mostra a relação entre o tamanho de grão com a temperatura, evidenciando a estabilidade granulométrica entre temperaturas de 925 a 955°C (DONACHIE, 2002).

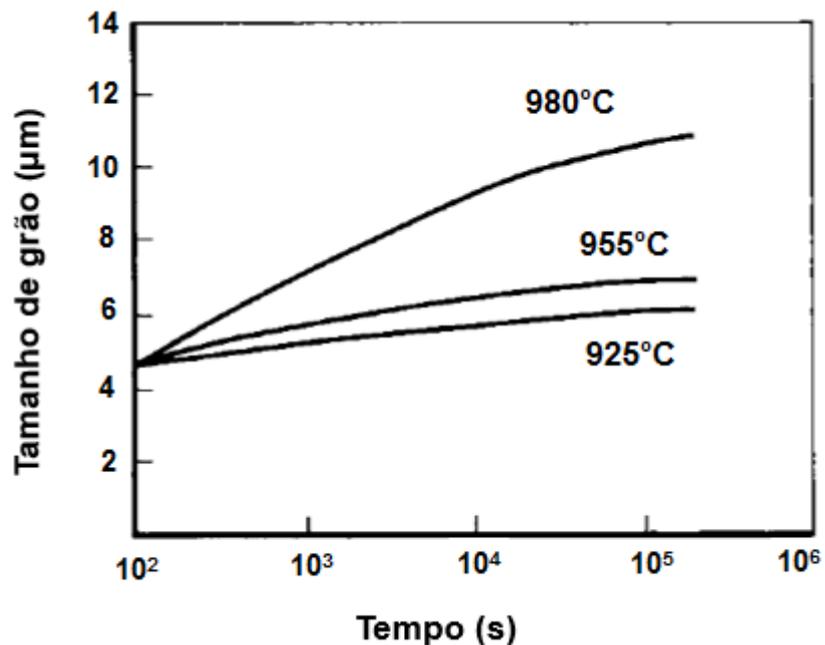


Figura 2.20: Crescimento de grão com o tempo da liga 718. Adaptado de (DONACHIE, 2002).

Quando comparadas às superligas fundidas, as forjadas são mais dúcteis, favorecendo os processos de usinagem e demais processos de conformação subsequentes. Discos de turbinas aeronáuticas forjadas são produzidos com controles de variáveis que afetam o tamanho final da peça e, por serem produtos de conformação, são capazes de produzir formas maiores (DONACHIE, 2002).

Em ligas endurecíveis por precipitação, o principal tratamento térmico pós-forjamento é a solubilização seguida de duplo envelhecimento. Além de precipitar fases como γ' e γ'' , o segundo envelhecimento é realizado em temperatura mais baixa que a primeira para refinamento de grão (CHET, 2016).

Após a homogeneização e dissolução de fases deletérias, por tratamento térmico de solubilização em torno de 1163°C, são iniciados os processos de redução com forja e, entre essas etapas, as peças são reaquecidas. A temperatura de reaquecimento é em torno de 1.120°C, provendo máxima energia térmica para recristalização, e está acima da solubilidade das fases γ' , γ'' e δ . Nas etapas de

acabamento, a temperatura é reduzida para 1010°C, que é a solubilidade da fase δ , atuando como barreira à movimentação de contornos de grão e restringindo o seu crescimento. O refino de grão não é desejável em aplicações que exigem resistência à fluência, pois a microestrutura esperada para tal é de grãos recristalizados e grandes (BROOKS, 2000, DONACHIE, 2008). Entretanto, nas etapas de forjamento para a liga 718, predominam as temperaturas que favoreçam a precipitação de δ . Grãos previamente refinados resultam em maior ductilidade à quente e reduz esforços no equipamento (MATAYA, 1989, CAMUS, JARAMILLO *et al.*, 1997).

A utilização de laminação a frio com tratamento térmico é um método usual, onde o grau de deformação altera a morfologia das fases γ'' e δ , acelerando sua precipitação e também a transformação de γ'' para δ . A liga 718 possui elevada taxa de encruamento quando comparada a outras ligas metálicas (LIU, XIAO *et al.*, 1997, ASM, 2000, RONGBIN, MEI *et al.*, 2002).

O refino de grão é uma preocupação na liga 718, e é comum ocorrer por envelhecimento e precipitação em alto volume de δ acicular. Durante a recristalização dinâmica, δ inibe o crescimento de grãos recristalizados e gera uma estrutura refinada. Por outro lado, alto volume de δ reduz a disponibilidade de nióbio para a formação de γ'' , reduzindo sua resistência à tração e à fluência. A microestrutura da liga 718 forjada, não pode ser refinada usando os mesmos tratamentos térmicos convencionais, δ pode ser formada entre 760 a 980°C, e estabilizar como residual em temperatura ambiente. Solubilização acima da temperatura solvus de δ resulta em liberação do nióbio na matriz e imediato crescimento de grão. Vários estudos (SJÖBERG, YUAN, RUSSELL, 2005) tem investigado um método de produzir grãos refinados uniformemente distribuídos, no entanto é difícil manter essa condição evitando a dissolução de δ e garantir a recristalização dinâmica no forjamento. Para uma eficaz recristalização dinâmica, deve ser realizada com energia de deformação adequada e uma taxa de deformação lenta. Limitar a temperatura de forjamento entre

a solubilidade de δ e da recristalização dinâmica é muito importante para o tamanho de grão resultante. Temperaturas mais baixas que a de solubilidade podem favorecer a redução do tamanho de grão, porém pode reduzir a porcentagem de recristalização. No esquema seguinte da figura 2.21, verifica-se a diferença da estrutura granular entre um processo convencional e um método de refino de grão (SPECIAL METALS, 2007, LEE, 2012).

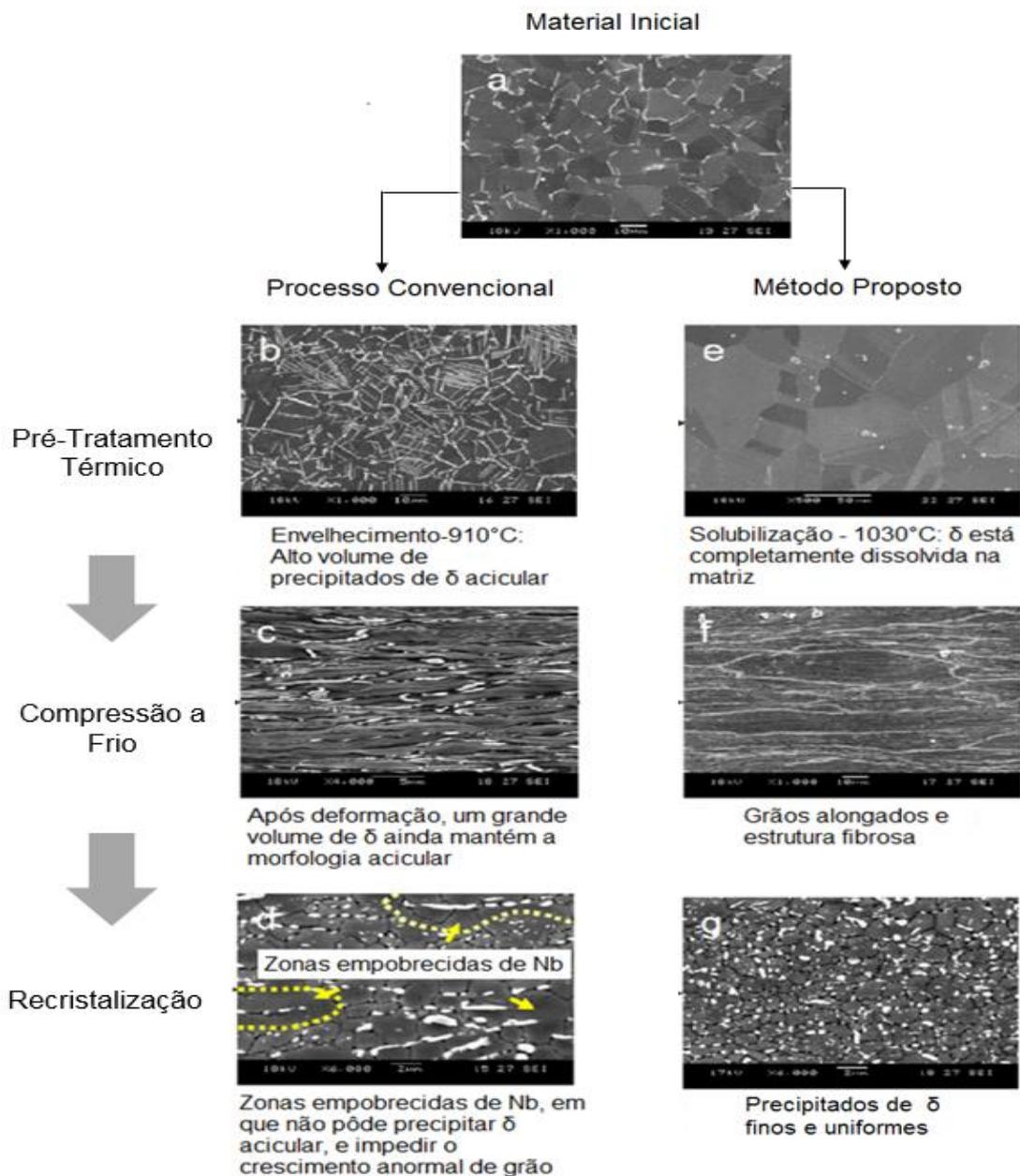


Figura 2.21: Refino em forjamento da liga 718. Adaptado de (LEE, 2012).

3. Materiais e procedimentos experimentais

3.1 Materiais

Neste trabalho, foram cortadas amostras da liga 718 de uma carcaça de combustores de motor aeronáutico, conforme a figura 3.1, onde a mesma já havia sido utilizada em serviço e foi disponibilizada para desenvolvimento de reparos.

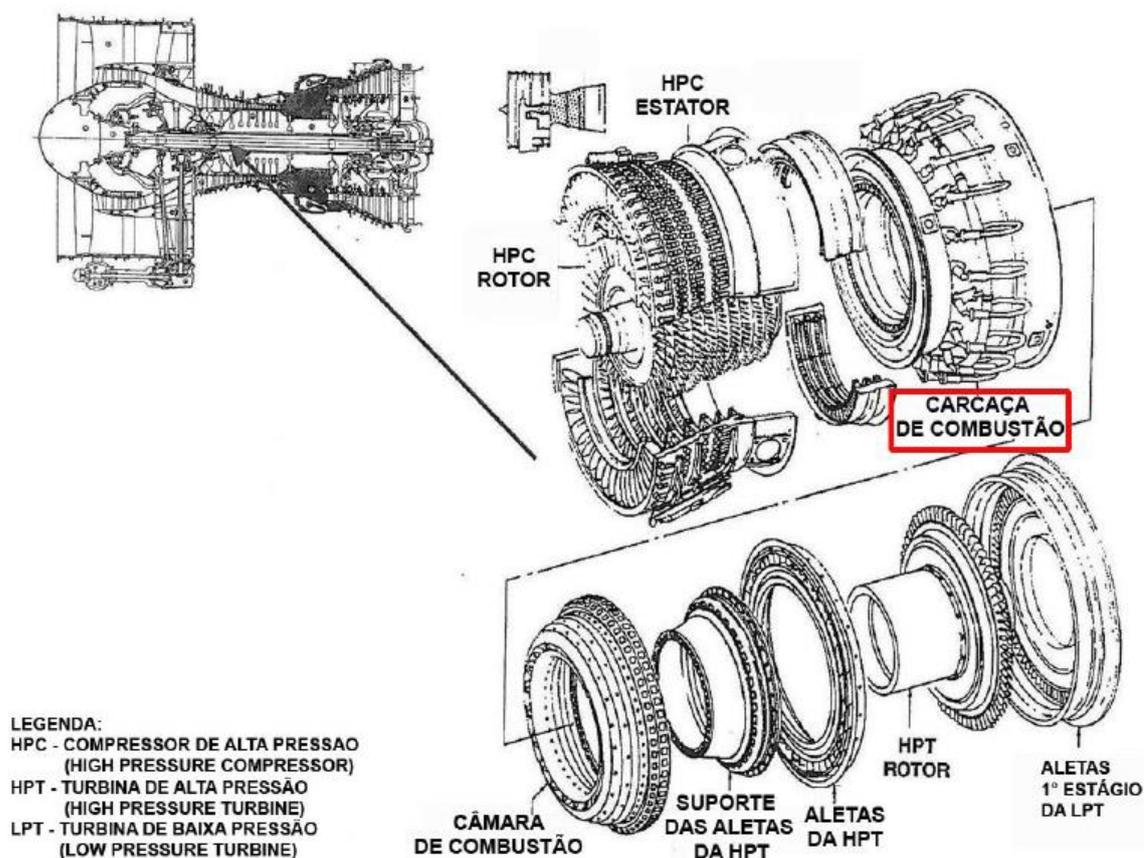


Figura 3.1: Componentes de um motor CFM56-3 destacando a carcaça de combustão. Adaptado de (GEOCHACHING, 2016).

Esse componente está localizado entre o compressor de alta pressão e a turbina de baixa pressão, com função de transmitir a carga axial do motor e permitir a passagem dos gases entre a turbina de alta pressão e a turbina de baixa pressão.

Nela são instalados os bicos injetores de combustível e é composta de um anel forjado, unido através de soldagem por feixe de elétrons a uma câmara fundida. Porém, a junta soldada não foi objeto do presente estudo, somente o material base.

Pelo controle de informação da amostra, a parte forjada não passou por reparos, que é fornecida na condição envelhecida. Na fundida, realizou-se 4 ciclos de reparos que incluem tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento quando a peça já está composta do anel fundido soldado com o forjado. A figura 3.2 mostra uma parte da carcaça de combustores e o modelo da amostra.

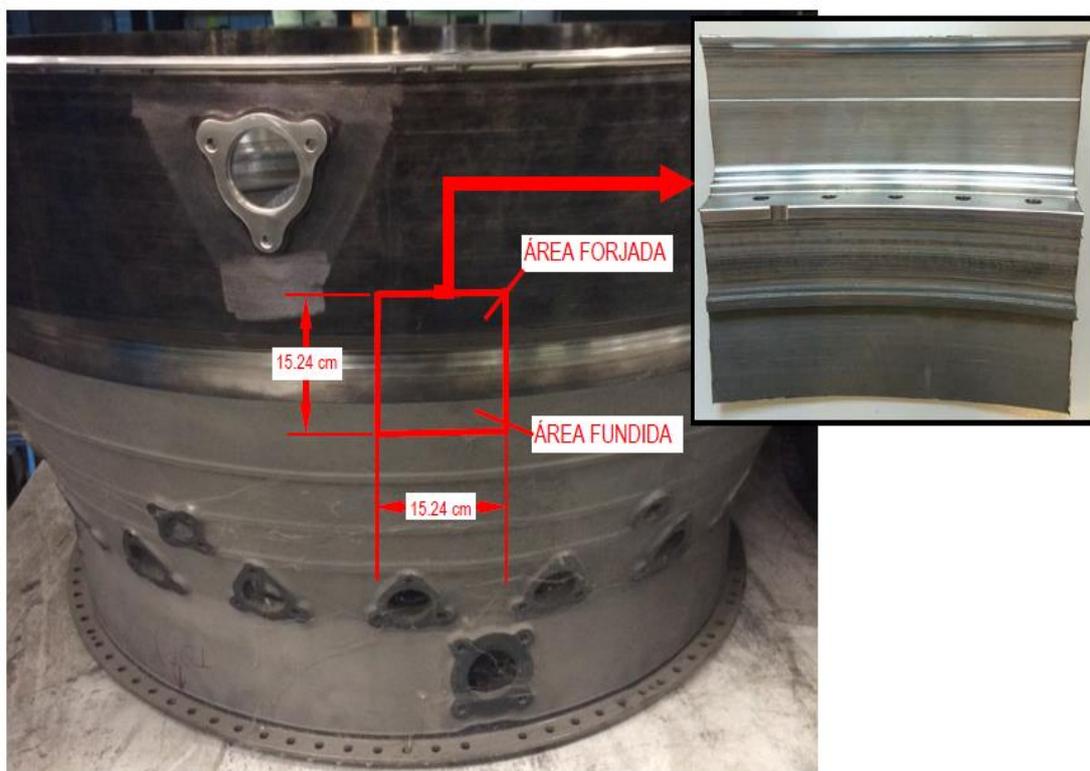


Figura 3.2: Carcaça de um combustor de liga 718.

3.2 Procedimentos experimentais

3.2.1 Preparação das Amostras e Tratamento Térmico

As amostras foram cortadas com serra de fita refrigerada, em dimensões aproximadas de 150mm x 30mm. É apresentada na figura 3.3 uma das amostras seccionadas, destacando a região fundida da forjada.

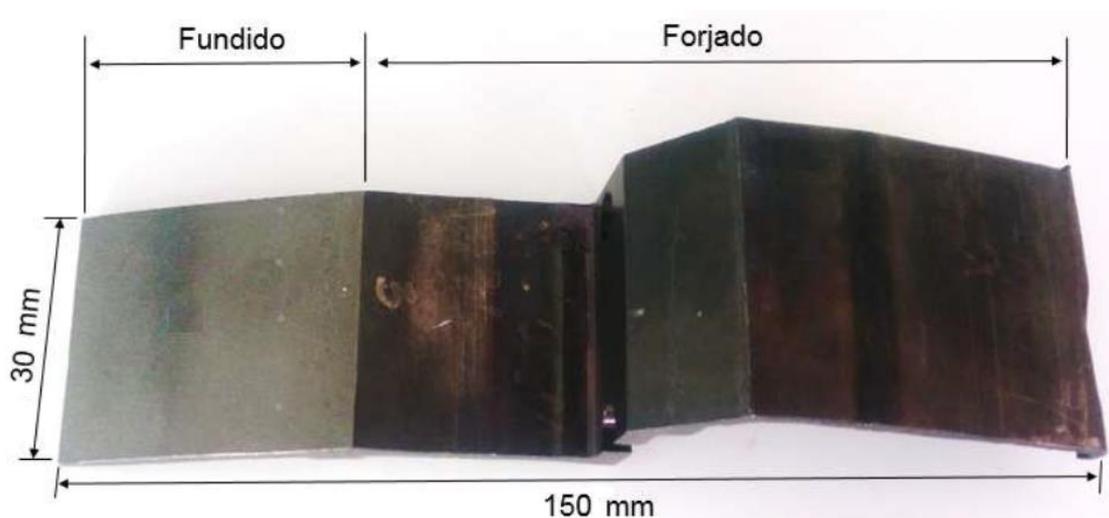


Figura 3.3: Amostra seccionada de liga 718 de um combustor de motor aeronáutico.

Em seguida foram enumeradas de 1 a 8 para controle e rastreabilidade dos resultados. Posteriormente foram tratadas termicamente por solubilização a 954°C/1h, com taxa de resfriamento de 17°C/min até 538°C em gás inerte, seguido de resfriamento com taxa equivalente ao resfriamento em ar. Este processo é seguido de envelhecimento, com aquecimento de 538°C até 760°C/5h e resfriamento (sem taxa definida) até 649°C/1h, com taxa de resfriamento equivalente ao resfriamento em ar.

Os tratamentos térmicos foram realizados em fornos a vácuo, marca Ipsen-Combustol modelo VVFC (BL) 60/60, com requisito mínimo 10^{-3} Torr de pressão.

A numeração 1 a 8 nas amostras, representa a identificação dos sucessivos ciclos e, cada ciclo, corresponde a uma solubilização seguida de envelhecimento. Veja na figura 3.4 a sequência utilizada, representando os sucessivos ciclos de solubilização e envelhecimento aplicados nas amostras.

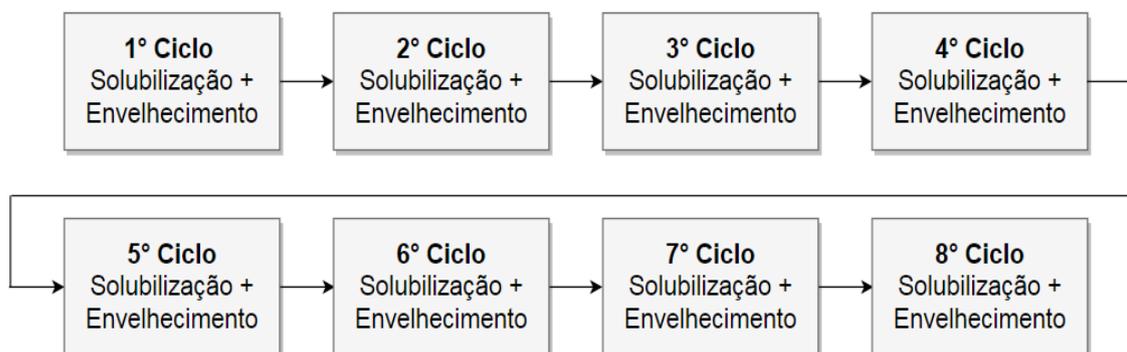


Figura 3.4: Sequência dos ciclos de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento.

A solubilização nos reparos deste componente tem o objetivo de dissolver partículas de segunda fase, tais como γ' , γ'' e parcialmente δ , por utilizar temperatura subsolvus δ . Também é utilizado como alívio de tensões resultantes dos processos de soldagem e como pré-requisito de envelhecimento pela homogeneização da microestrutura. O envelhecimento é utilizado para precipitar as fases endurecedoras γ' e γ'' , acrescentando resistência mecânica e dureza para aumento da vida útil sob fadiga térmica. A figura 3.5 apresenta um ciclo esquemático utilizado no presente estudo.

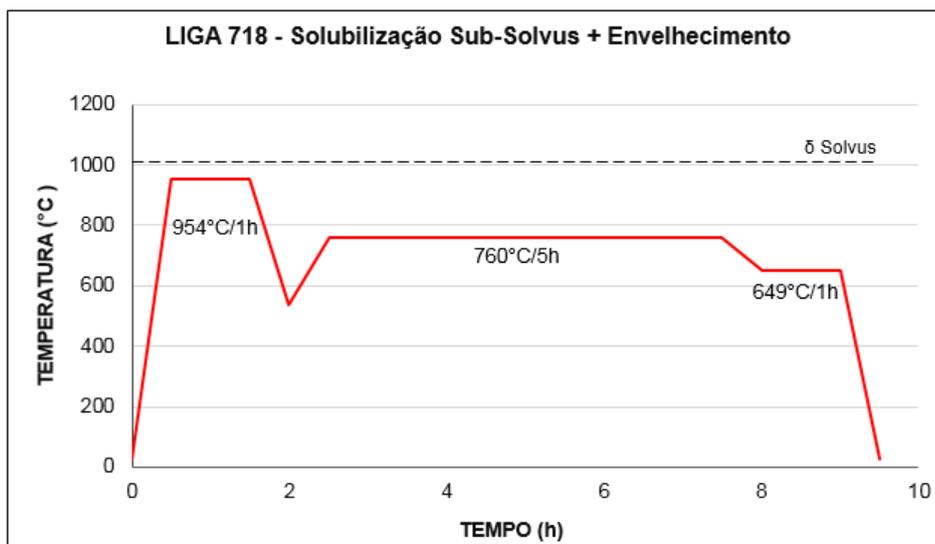


Figura 3.5: Ciclo esquemático de solubilização e envelhecimento.

3.2.2 Análise da composição química e microestrutura

Foram analisadas as composições químicas das amostras fundidas e forjadas, por espectroscopia de emissão ótica, utilizando o equipamento SPECTROMAXx. A análise foi realizada pela empresa Tecmetal Soluções Tecnológicas em Materiais LTDA / Vargem Grande -RJ.

A preparação metalográfica foi realizada com embutimento das amostras em baquelite e lixamento com lixa de SiC utilizando as granulações 100, 220, 320, 400, 600 e 1200. Em seguida foi feito polimento com pasta de diamante de 6 μm , 3 μm , e 1 μm respectivamente. Após, foi realizado ataque químico com reagente contendo 5 ml de glicerina, 10 ml de ácido nítrico (HNO_3), 15 ml de ácido clorídrico (HCl) e 10 ml de ácido acético (CH_3COOH), ataque conhecido por glicerégia acética.

No caso da observação dos precipitados ao MEV, foi realizado um ataque com solução de HCl e HNO_3 (água régia) para dissolução parcial da matriz, deixando visíveis os precipitados δ , Laves, carbeto de nióbio e titânio. Através dos microscópios VERSA 3D e JEOL-JSM-6460LV, equipamentos disponíveis no Laboratório de Microscopia Eletrônica da COPPE/UFRJ e no laboratório de

metalografia e microscopia do CEFET/RJ, utilizou-se a técnica de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) para identificação das fases, permitindo o MEV a visualização em modo de elétrons secundários ou retroespalhados. Para identificação dos precipitados utilizou-se espectroscopia de energia dispersiva (EDS). O embutimento das amostras foi feito em baquelite condutora e na preparação utilizaram-se as técnicas de lixamento e polimento tradicionais citadas anteriormente.

As amostras foram analisadas em microscópio ótico da marca Olympus, modelo X71, no laboratório de microscopia ótica da COPPE/UFRJ. As micrografias foram obtidas com software de análise *analySIS* e algumas das imagens tratadas no software *ImageJ*, por binarização e análise do histograma, determinando a fração em área da fase δ e tamanho médio de partículas. Para a caracterização microestrutural, foram analisadas as amostras submetidas a 1, 4 e 7 ciclos.

A medição do tamanho de grão foi realizada no laboratório de microscopia da COPPE/UFRJ, conforme a norma (ASTM E112, 2016). Utilizou-se o método por interceptos, onde o tamanho de grão foi definido a partir do método usando o microscópio ótico OLYMPUS BX60M. A medida foi realizada nas amostras forjadas.

3.2.3 Medidas de dureza

No ensaio de microdureza Vickers, se utilizou o microdurômetro Zwick/Roell Indentec do laboratório de propriedades mecânicas da COPPE/UFRJ, com cargas de 0,5 kg durante 30 segundos. Nos corpos de prova seccionados, foram realizadas 10 impressões de microdureza com a distância de aproximadamente 2 mm entre as impressões, regidos pelas normas (ASTM E92, 2016), método de teste padrão de dureza Vickers para materiais metálicos e (ASTM E384, 2016), método de teste padrão de dureza por microidentação de materiais, que definem a necessidade de um espaçamento mínimo entre as indentações para que a deformação e consequente

encruamento do material proveniente da impressão anterior, não influencie na medida subsequente. Esta distância mínima deve ser de 2,5 vezes o comprimento da diagonal do losango da impressão e o maior valor de diagonal obtido, entre as amostras, foi 75,2 μm , sendo assim o espaçamento utilizado de 0,5 mm, foi mais do que suficiente para evitar o efeito de encruamento nos resultados. As amostras utilizadas para estes ensaios foram dos ciclos 1, 4 e 7, forjadas e fundidas, onde as identificações foram realizadas somente no material base.

3.2.4 Ensaios de tração

Nos ensaios de tração foi utilizada a máquina Emic DL 10000, do laboratório de propriedades mecânicas da COPPE/UFRJ, com taxa de deformação de 10^{-4}s^{-1} . A resistência à ruptura, o limite de escoamento, e os valores de alongamento foram obtidos pela curva tensão-deformação para as amostras dos ciclos 2, 5 e 8. As configurações dos corpos de prova para os ensaios estão conforme a tabela 3.1. A figura 3.6 apresenta o corpo de prova reduzido, o que gerou uma dificuldade de fabricação, sendo necessário o corte por eletro-erosão seguido de retífica e, dada a limitação do material, apenas 1 corpo de prova para cada condição foi confeccionado. Essa condição se deve à complexidade geométrica da carcaça, que possui diferentes espessuras ao longo de sua estrutura.

Tabela 3.1: Amostras para ensaio de tração

Estrutura	Ciclos (Solubilização + Envelhecimento)	Comprimento inicial do CP (mm)	Espessura do CP (mm)	Largura do CP (mm)
Forjada	2	9,87	1,00	3,1
	5	10,15	1,07	3,15
	8	10,18	1,09	3,2
Fundida	2	10,15	2,5	3,1
	5	10,29	2,53	3,1
	8	9,65	2,52	3,2
Velocidade de ensaio: 1 mm/min				

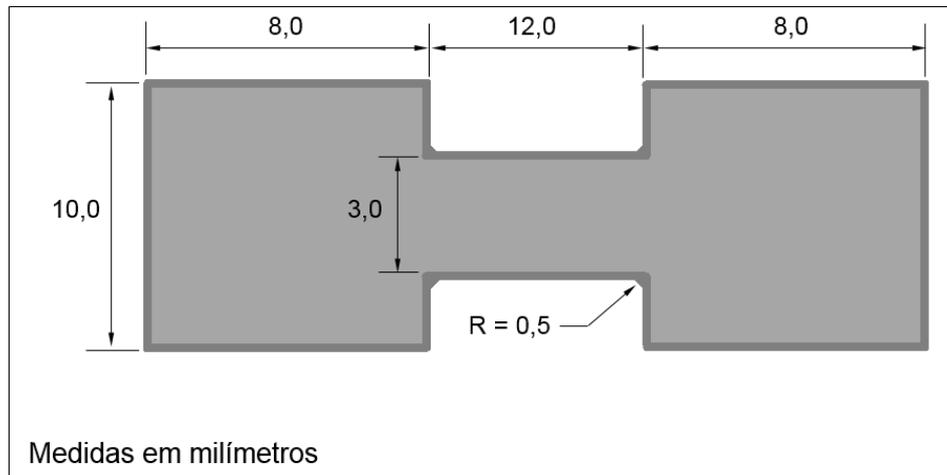


Figura 3.6: Corpo de prova reduzido.

A tabela 3.2 resume os procedimentos utilizados neste trabalho, relacionando os métodos e os ciclos aplicados, para as amostras forjadas e fundidas.

Tabela 3.2: Ciclos e métodos utilizados nos procedimentos.

CICLOS	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	TAMANHO DE GRÃO (somente forjada)	MEV e EDS	ENSAIO DE DUREZA	ENSAIO DE TRAÇÃO
1, 4, 7	X	X	X	X	
2, 5, 8	X				X

4. Resultados e discussão

4.1 Análise da composição química e microestrutura

Na tabela 4.1, são observados teores dos elementos Ni, Nb, Mo, Ti, Co da forjada, e Nb e C da fundida, fora da faixa de especificação da norma de referência AMS 5562 (SAE, 2012), onde essa modificação composicional pode ter uma relação com a possível modificação da liga para um fim específico. Uma consequência para tal modificação é, durante a solidificação, a variação na precipitação de carbeto primários do tipo MC ou na forma, no tamanho e na quantidade (RADAVICH, 1989).

Tabela 4.1: Composição química da amostra forjada, fundida e da norma AMS 5562 (SAE, 2012).

Elemento	Forjada	Fundida	AMS 5562
Ni	46,6	51,5	50-55
Cr	19,52	17,97	17-21
Fe	18,81	20,7	Bal.
Nb	6,08	4,43	4,75-5,50
Mo	2,26	2,96	2,80-3,30
Al	0,453	0,499	0,20-0,80
Ti	3,86	0,84	0,65-1,15
Mn	0,331	0,153	0,35 máx.
Si	0,221	0,335	0,35 máx.
B	0,0038	0,0056	0,006 máx.
C	0,065	0,093	0,08 máx.
S	0,001	0,0011	0,015 máx.
P	0,0012	0,0042	0,015 máx.
Co	1,49	0,214	1,00 máx.
Cu	0,277	0,182	0,30 máx.
W	0,005	0,084	-
V	0,001	0,045	-
Sn	0,001	0,0056	-
Mg	0,0047	0,005	-
Zr	0,01	0,013	-

Observa-se por microscopia ótica na figura 4.1, um aumento no tamanho e no número de precipitados de δ nas regiões interdendríticas do material fundido, resultante da aplicação dos ciclos 1, 4 e 7, com maior significância de precipitados de δ no ciclo 7. Esse comportamento está relacionado com a temperatura sub-solvus de δ , onde não há dissolução total dessa fase, causando sua dissolução parcial na matriz sob os sucessivos ciclos de solubilização (954°C/1h).

Conforme observado na literatura, as precipitações de δ ocorreram nas regiões interdendríticas pela segregação de nióbio disponível, segregado nessa região durante a solidificação da liga (CARLSON, 1989, MURATA *et al.*, 1994, NADER, 2005).

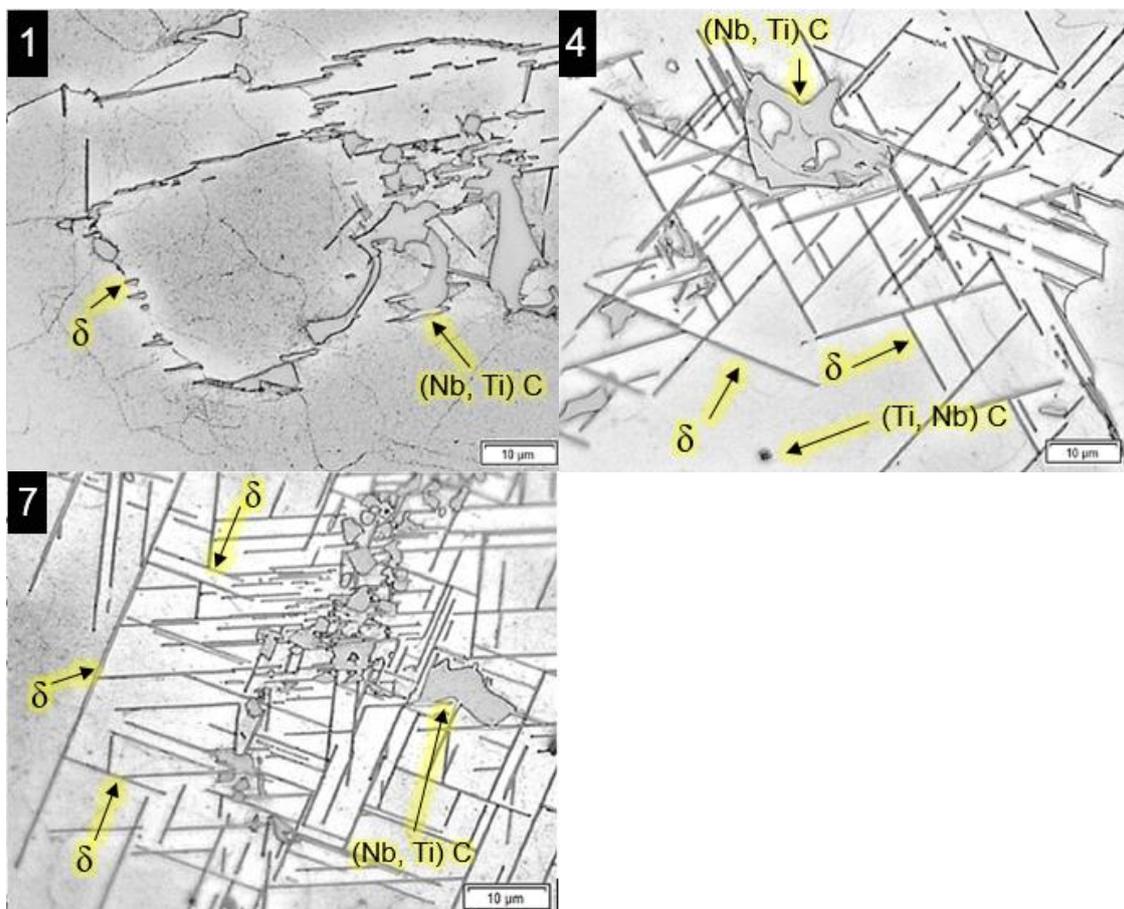


Figura 4.1: Liga fundida tratada em 1, 4 e 7 ciclos. Aumento de 100x.

Uma forma de identificar os carbetois foi pelas diferenças entre o (Nb,Ti)C e o (Ti,Nb)C , pelo formato coloração, onde os carbetois de nióbio apresentam formatos coalescidos, e/ou alongados com tonalidades claras. Os carbetois de titânio foram identificados com formatos globulares e tonalidades escuras.

A figura 4.2 apresenta, por microscopia ótica, a evolução da microestrutura na liga forjada, resultante das aplicações dos ciclos 1, 4 e 7. A precipitação de δ aumenta em tamanho e quantidade com aumento do número de ciclos. Na amostra do ciclo 7 é evidenciada a presença de grãos anormais, precipitação de δ e carbetois de nióbio. A fase δ apresenta precipitação intensa nos contornos de grão, nos contornos de maclas e baixa incidência de forma intragranular, com aumento gradual em volume de particulados e em fração de área, conforme o aumento do número de ciclos.

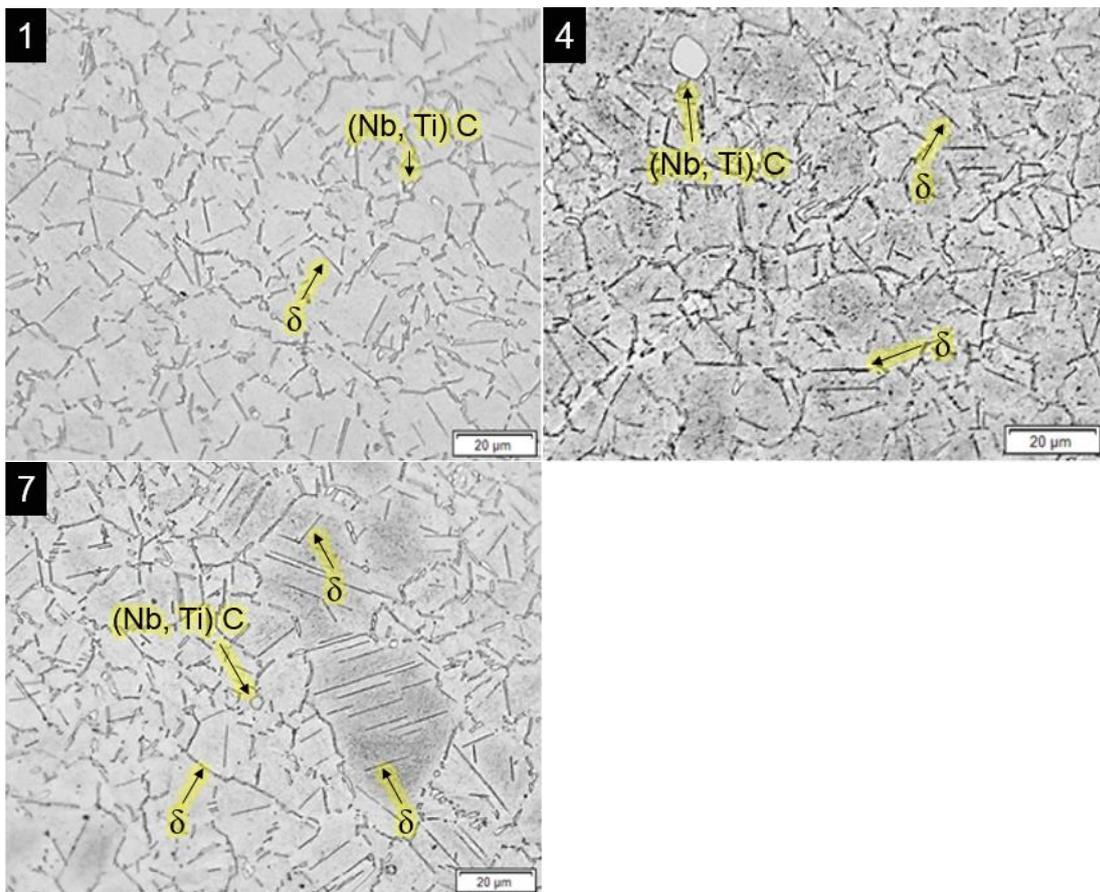


Figura 4.2: Liga forjada tratada em 1, 4 e 7 ciclos. Aumento de 100x.

Segundo AGNOLI *et al.* (2015), o crescimento anormal de grãos ocorre durante a solubilização sub-solvus de δ na liga 718, quando as forças de movimento dos contornos são capazes de superar o efeito de restrição do grão, tal efeito causado por partículas de segunda fase. As deformações causadas por processos mecânicos, que antecedem aos tratamentos térmicos sub-solvus de δ , geram heterogeneidade microestrutural devido à presença de grãos anormais e grãos menores imobilizados. Este fenômeno está relacionado com a distribuição de energias induzidas pelas deformações, onde grãos de baixa energia superficial crescem ao custo de grãos menores de alta energia, restringidos ao crescimento por partículas de δ .

Grãos grosseiros podem estar presentes nos forjamentos convencionais, onde nos contornos desses grãos, formam-se zonas empobrecidas de nióbio, podendo reduzir a resistência à fadiga da liga. FLAGEOLET *et al.* (2010) verificou que a vida em fadiga pode ser reduzida em uma ordem de 1000K para 100K ciclos.

Para UGINET (1997), na liga 718 forjada, as áreas que apresentam grãos anormais em uma faixa de 40 a 80% de fração, há um decréscimo de 10 a 15% no limite de escoamento.

Para eliminar essas condições, utilizam-se métodos não convencionais de forjamento, conforme visto na figura 2.21, resultando em uma estrutura de grãos refinados e uniformes (SPECIAL METALS, 2007, LEE, 2012).

Tratamentos térmicos adequados podem reduzir ou eliminar a ocorrência de crescimento anormal de grãos, conforme verificado por MARINHO (2017), na figura 4.3, o tratamento em temperatura de 1052°C/30min, acima da solvus δ na liga 718 forjada, resultou em uma estrutura livre de δ , ocorrendo crescimento de grãos com estrutura mais homogênea e sem a presença de grãos anormais, tanto na zona termicamente afetada quanto no metal base.

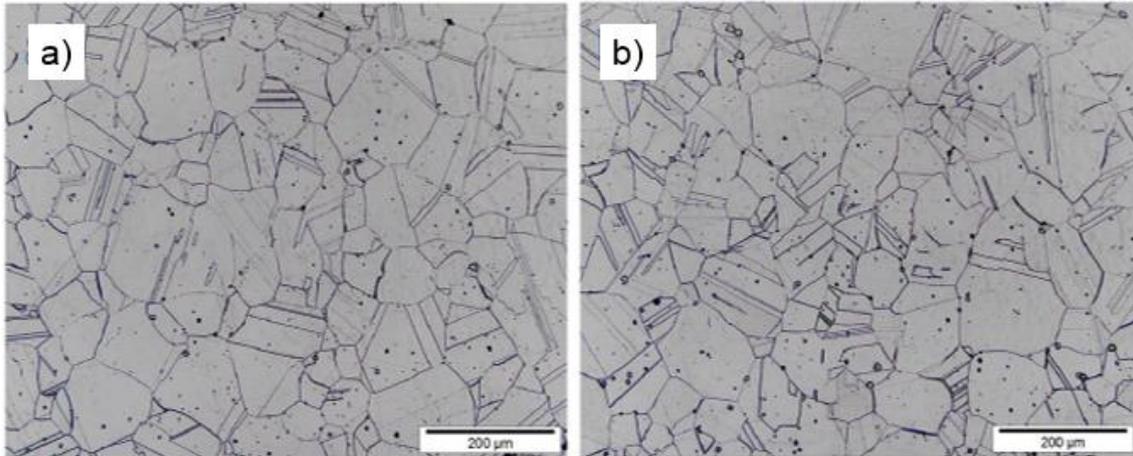


Figura 4.3: Micrografia da liga 718 forjada, tratada termicamente por rejuvenescimento a 1052°C/30min, evidenciando homogeneidade e ausência de precipitados de δ e grãos anormais: (A) ZTA e (B) metal base. Adaptado de Marinho (2017).

Na figura 4.4, amostra forjada analisada por MEV, na condição como recebida, são evidenciados precipitados de carbeto (Nb,TiC , $(\text{Ti,Nb})\text{C}$, fase δ e crescimento anormal de grão. Para o caso do grão com crescimento anormal, não há evidências de fases do tipo δ em seu interior. Na figura 4.5, amostra como recebida e fundida, analisada por MEV, são evidenciadas fases típicas da liga 718, como carbeto do tipo $(\text{Nb,Ti})\text{C}$, $(\text{Ti,Nb})\text{C}$, fase δ e fase Laves.

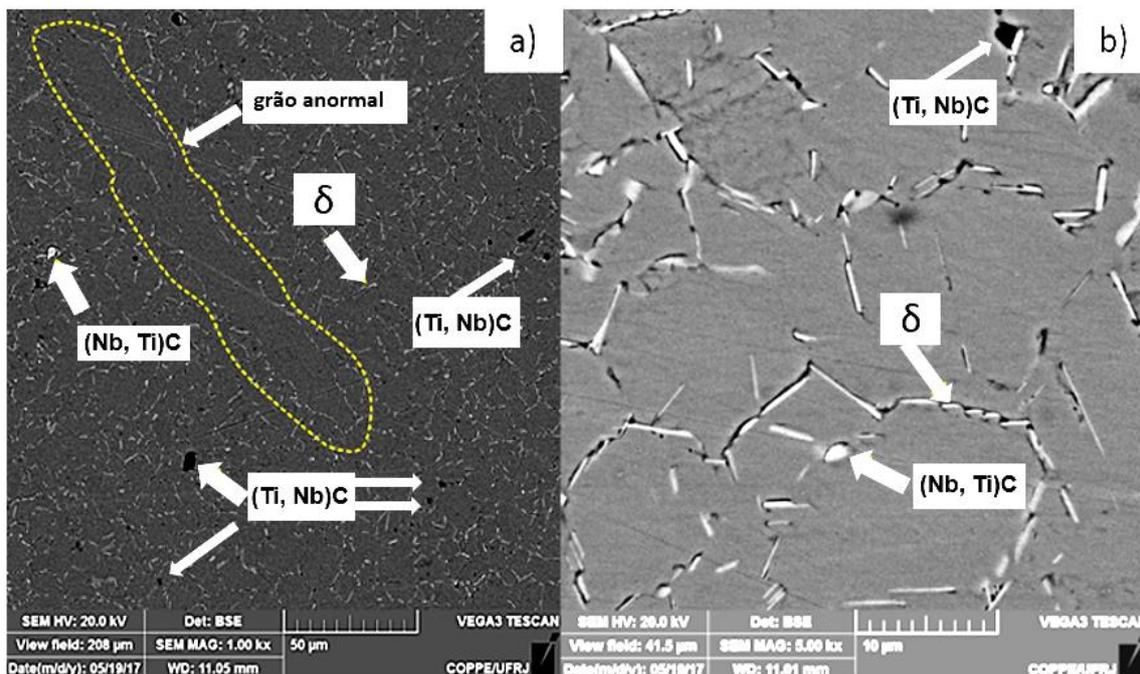


Figura 4.4: MEV da amostra como recebida forjada: a) presença de precipitados tipo carbetos $(Ti,Nb)C$, $(Nb,Ti)C$, fase δ e crescimento anormal de grão; b) imagem ampliada.

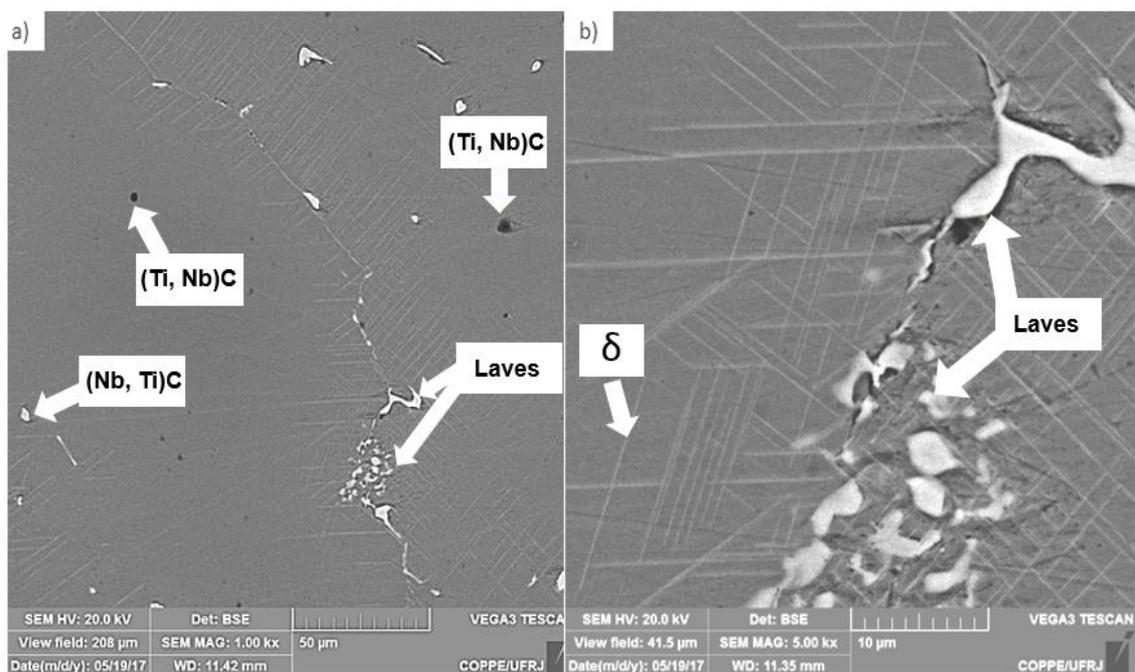


Figura 4.5: MEV da amostra como recebida fundida onde: a) presença de precipitados tipo carbetos $(Ti,Nb)C$, $(Nb,Ti)C$, fase δ e Laves ; b) imagem ampliada.

As análises realizadas por MEV e pelos espectros de EDS, evidenciaram a precipitação de fases presentes na liga 718 como δ , fase de Laves, carbeto de nióbio e de titânio.

Os carbeto tipo $(\text{Ti,Nb})\text{C}$ das amostras forjadas, mesmo não sendo quantificados neste trabalho, apresentaram um sensível aumento. Tal precipitação pode estar relacionada com a composição química da liga forjada modificada, com 3.86% em peso de titânio, contra um máximo de 1.15% especificado na norma AMS 5562 (AMS, 2012), conforme visto na tabela 4.1. Outra possibilidade seria relacionada às trocas realizadas entre os elementos de titânio e o nióbio que, de acordo com DONACHIE *et al.* (2002), a diferença nos teores desses elementos nos carbeto $(\text{Nb,Ti})\text{C}$ ocorre porque tais elementos podem ser substituídos um pelo outro durante tratamento térmico. VALLE (2010) observou essa diferença pelos espectros de EDS, onde os picos de nióbio e titânio, frente à solubilização e ao envelhecimento, se comportaram diferentemente. Entretanto, no presente trabalho, não foram realizadas análises intermediárias do material solubilizado para evidenciar essas diferenças.

Na figura 4.6, observam-se as imagens obtidas por MEV, das amostras forjadas e fundidas nas condições de 1, 4 e 7 ciclos de tratamento térmicos. As amostras forjadas (a) 1 ciclo, (c) 4 ciclos e (e) 7 ciclos mostram a evolução da precipitação da fase δ com o aumento da quantidade dos ciclos. A homogeneização da peça difunde o nióbio equilibrando a composição da mesma, desta forma nota-se uma precipitação intensa de fase δ nos contornos de grãos, que são sítios preferenciais de nucleação heterogênea. Foi possível observar carbeto de nióbio e de titânio com morfologia globular, enquanto a fase δ apresenta-se em forma acicular.

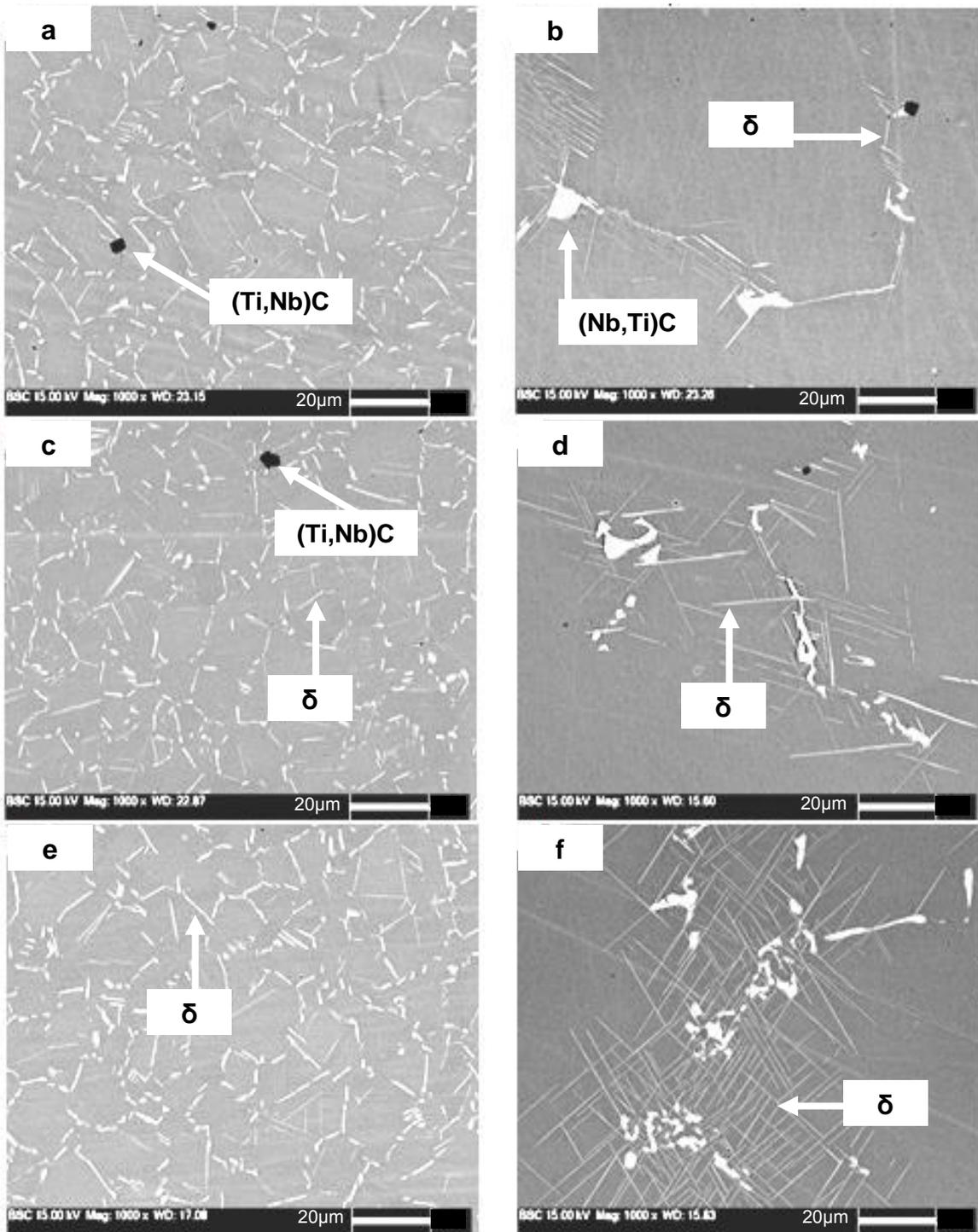


Figura 4.6: MEV das amostras forjadas nas condições de (a) 1, (c) 4 e (e) 7 ciclos de tratamento térmico e amostras fundidas de (b) 1, (d) 4 e (f) 7.

As amostras fundidas (b) 1 ciclo, (d) 4 ciclos e (f) 7 ciclos, revelam a precipitação da fase δ e carbeto primários $(Nb,Ti)C$ e $(Ti,Nb)C$, concentrados em regiões

interdendríticas ricas em nióbio. Essa precipitação não se encontra uniformemente distribuída como nas amostras forjadas, devido à segregação de nióbio e titânio ocorrida na solidificação da liga. Além disso, observa-se que o carbono da amostra fundida está acima do limite especificado na norma AMS 5562, com 0,093% em peso contra um máximo de 0,08%, podendo influir no aumento da precipitação dos carbeto.

JOHN (1997) verificou na liga 718 fundida que os níveis de segregação podem ser reduzidos, aumentando a temperatura e o tempo de homogeneização, e controlando o resfriamento na solubilização. As figuras 4.7 a 4.9 mostram as micrografias do MEV do material forjado, solubilizado e envelhecido pelos ciclos 1, 4 e 7. Observa-se a presença de carbeto tipo (Ti,Nb)C, mostrados pelo espectro de EDS na figura 4.7, com pico elevado de titânio e picos de nióbio.

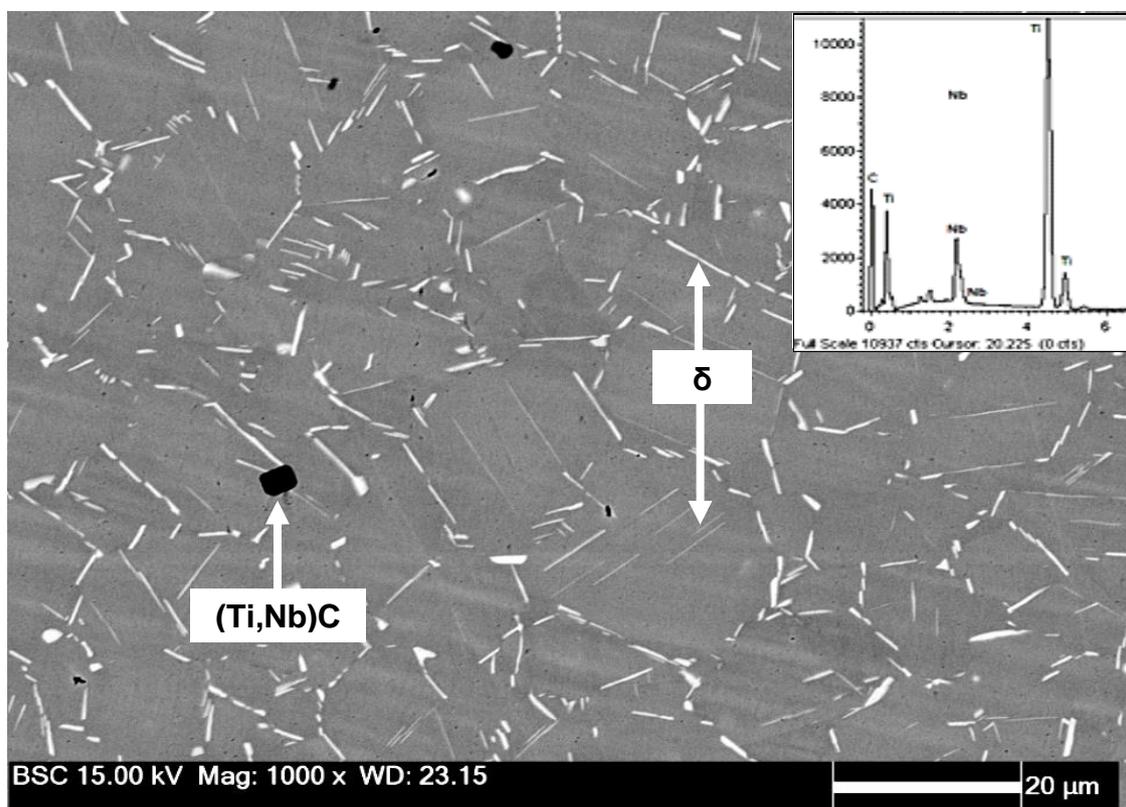


Figura 4.7: Micrografia do MEV do material forjado em 1 ciclo mostrando o carbeto do tipo (Ti,Nb)C. EDS identificando o pico de Ti e Nb.

Na figura 4.8, observa-se um pico elevado de nióbio, corroborando para identificação de carbeto do tipo (Nb,Ti)C. O espectro da matriz é apresentado na figura 4.9, onde as imagens não apresentam crescimento ou refinamento de grãos pelos ciclos aplicados, conforme visto na tabela 4.1, porém é possível verificar o aumento em quantidade e tamanho de δ .

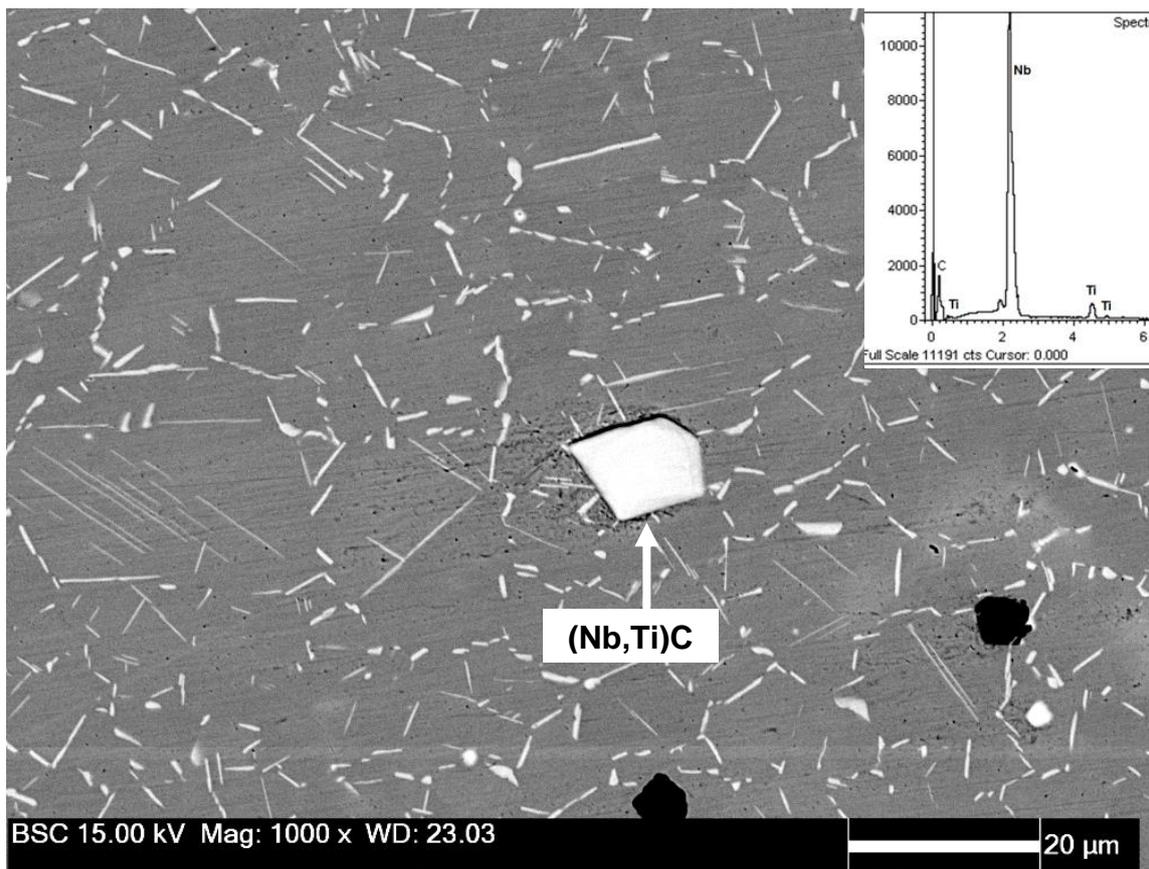


Figura 4.8: Micrografia do MEV do material forjado em 4 ciclos mostrando o carbeto do tipo (Nb,Ti)C. EDS identificando o pico principal de Nb do carbeto.

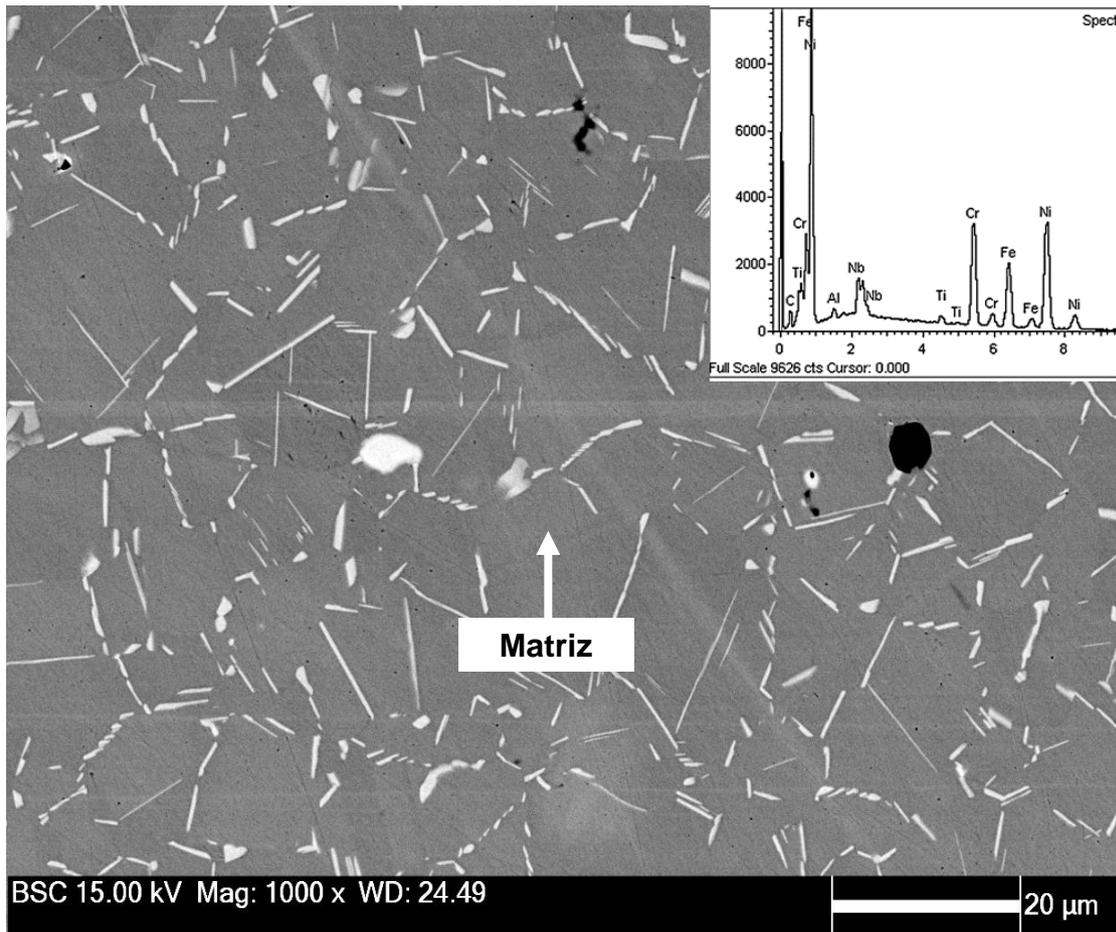


Figura 4.9: MEV do material forjado em 7 ciclos mostrando a precipitação de carbetos do tipo (Nb,Ti)C e fases δ . EDS mostrando os elementos da matriz.

As figuras 4.10 a 4.12 mostram as micrografias do MEV do material fundido, solubilizado e envelhecido pelos ciclos 1, 4 e 7. Observa-se a presença de carbetos do tipo (Nb,Ti)C, fase δ nas regiões interdendríticas.

Na figura 4.10 observa-se, pelos espectros de EDS, pico elevado de nióbio e picos de titânio, que confirmam a presença do carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Na figura 4.11, picos de níquel e ferro evidenciam os elementos típicos da matriz, e picos de nióbio evidenciam a precipitação de δ e (Nb,Ti)C.

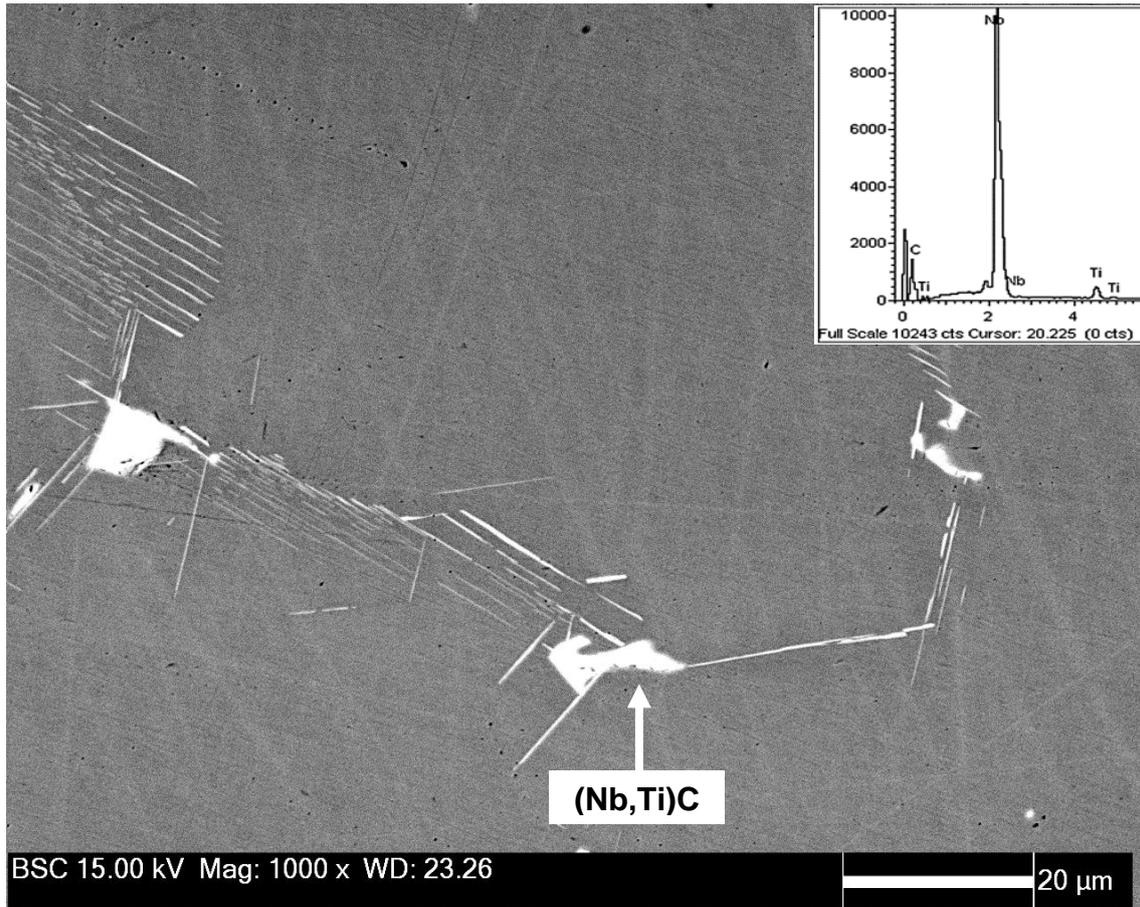


Figura 4.10: MEV do material fundido com 1 ciclo, mostrando o carbeto tipo (Nb,Ti)C em regiões interdendríticas. EDS evidenciando o pico de Nb.

Na figura 4.12 identifica-se a presença de δ e carbetos de nióbio (Nb,Ti)C, tal carbeto é evidenciado pelo EDS com pico principal de nióbio e pequenos picos de titânio e carbono. Apesar da fase de Laves ser comum em ligas fundidas, não foi evidenciada. A alta taxa de resfriamento da liga deste presente trabalho, a temperatura de 954°C na solubilização e o aumento dos ciclos podem ter suprimido, parcial ou em totalidade, a formação da fase de Laves. A literatura relata que a precipitação da fase de Laves pode ser reduzida com o aumento da taxa de resfriamento na solidificação ou em tratamentos térmicos adequados. Por ser uma fase de solidificação, não é comum encontrá-la em ligas que foram homogeneizadas. Utilizando solubilização a temperatura de 654°C há dissolução parcial da fase de Laves, acima de 1150°C, dissolução total. (JINGEHEN, 2001, RAM *et al.*, 2005, MEI *et al.*, 2016).

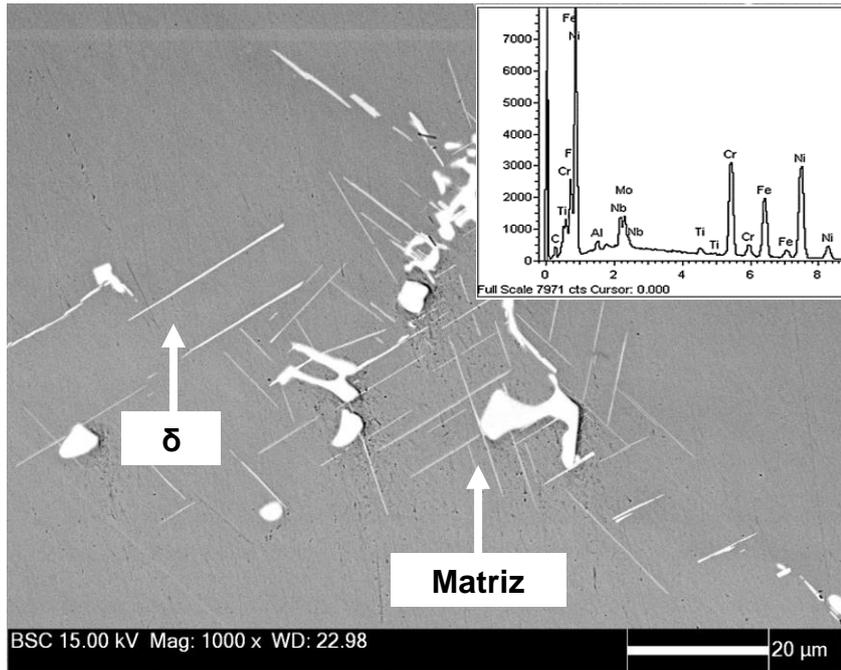


Figura 4.11: MEV do material como fundido em 4 ciclos mostrando a precipitação de carbeto do tipo (Nb, Ti)C e fase δ nas regiões interdendríticas. EDS mostrando elementos típicos da matriz.

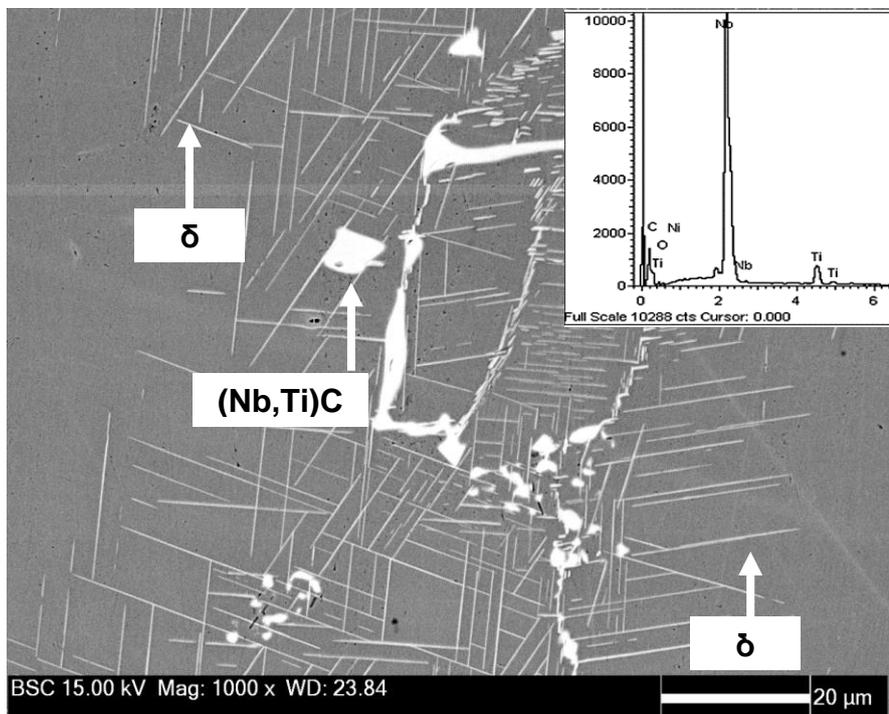


Figura 4.12: MEV do material fundido em 7 ciclos mostrando a precipitação de carbeto do tipo (Nb,Ti)C e também o aumento da fase δ em forma de agulha. EDS mostrando o pico de Nb do carbeto.

O tamanho médio de grão foi medido nas amostras forjadas, pois não foi possível determinar nas amostras fundidas, na condição recebida e nos ciclos 1, 4 e 7, e observou-se que não houve variação significativa. A tabela 4.2 mostra o tamanho médio de grão estável em 10 ASTM.

Tabela 4.2: Tamanho de grão de amostras forjadas da liga 718

AMOSTRA		Tamanho de Grão	
		(μm)	ASTM
Forjada	Recebida	$8,6 \pm 0,40$	10
	1 ciclo	$10,05 \pm 0,35$	10
	4 ciclos	$10,1 \pm 0,31$	10
	7 ciclos	$9,6 \pm 0,39$	10

Os resultados foram similares aos observados por vários autores (LORIA, 1989, DONACHIE, 2002, CHEN, 1997), tendo uma forte relação com a precipitação de δ e de carbeto, servindo de barreira ao movimento dos contornos de grão e restringindo o seu aumento. Além disso, é possível comparar esses resultados com as especificações utilizadas em componentes aeronáuticos, que utilizam a liga 718 forjada com grãos finos, de granulação máxima de 4 ASTM (HERTZBERG, 1996, KUO *et al.*, 2009).

CALIARI (2012) observou um aumento de tamanho de grão após um tratamento de duplo envelhecimento, porém essa evolução granulométrica foi causada principalmente pela solubilização. Houve estabilidade no tamanho médio de grão, frente aos tratamentos de envelhecimento.

CAHN (2008) conclui que, nos casos com alterações de temperaturas no envelhecimento, ocorrem modificações significativas na morfologia de δ ao precipitar nos contornos de grão, mas não no tamanho médio de grão.

Esse comportamento favorece a aplicação da liga 718 em peças aeronáuticas com grãos refinados, gerando equilíbrio entre resistência e ductilidade (PENG, 2011). A literatura indica que a liga 718 com grãos refinados tem maior resistência à fadiga (OLOVSJÖ, FERREIRA, 2010).

A tabela 4.3 e as figuras 4.13 e 4.14 apresentam a quantificação de δ , em fração em área e tamanho médio das partículas, da liga forjada e fundida com os ciclos 1, 4 e 7.

Tabela 4.3: Fração de δ em área a tamanho médio de partículas δ para as ligas forjadas e fundidas nas condições de 1, 4 e 7 ciclos.

AMOSTRA		Fração de δ em área (%)	Tamanho Médio de Partículas (μm)
Forjada	1 ciclo	6,299± 0,77	0,839± 0,15
	4 ciclos	6,385± 1,39	1,057± 0,13
	7 ciclos	8,124± 0,43	1,514± 0,03
Fundida	1 ciclo	0,867± 0,53	0,806± 0,11
	4 ciclos	2,885± 0,62	1,564± 0,75
	7 ciclos	9,309± 0,09	1,465± 0,32

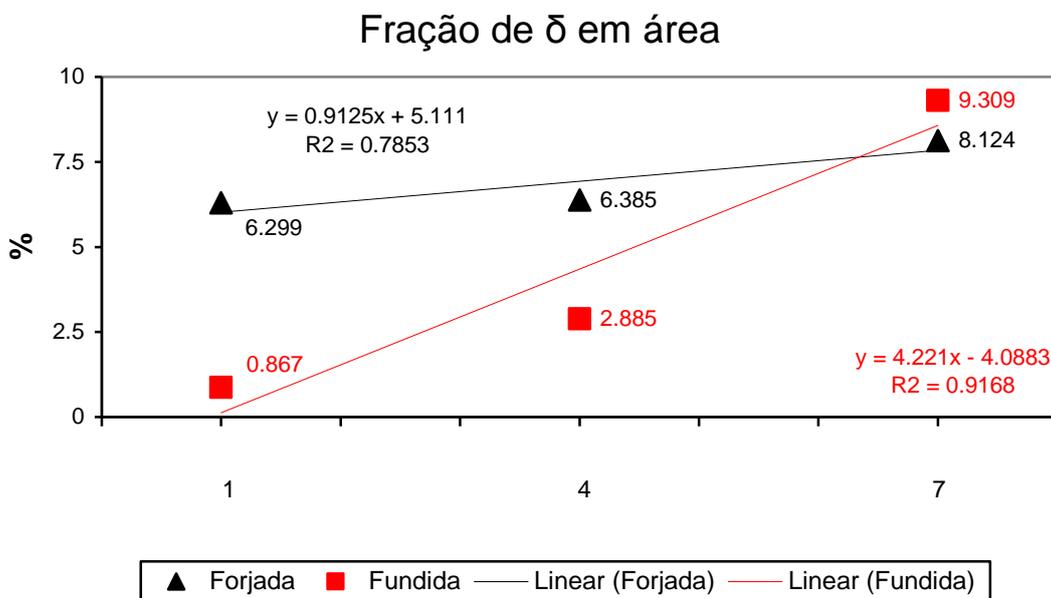


Figura 4.13: Fração de δ em área do fundido e forjado após os ciclos 1, 4 e 7.

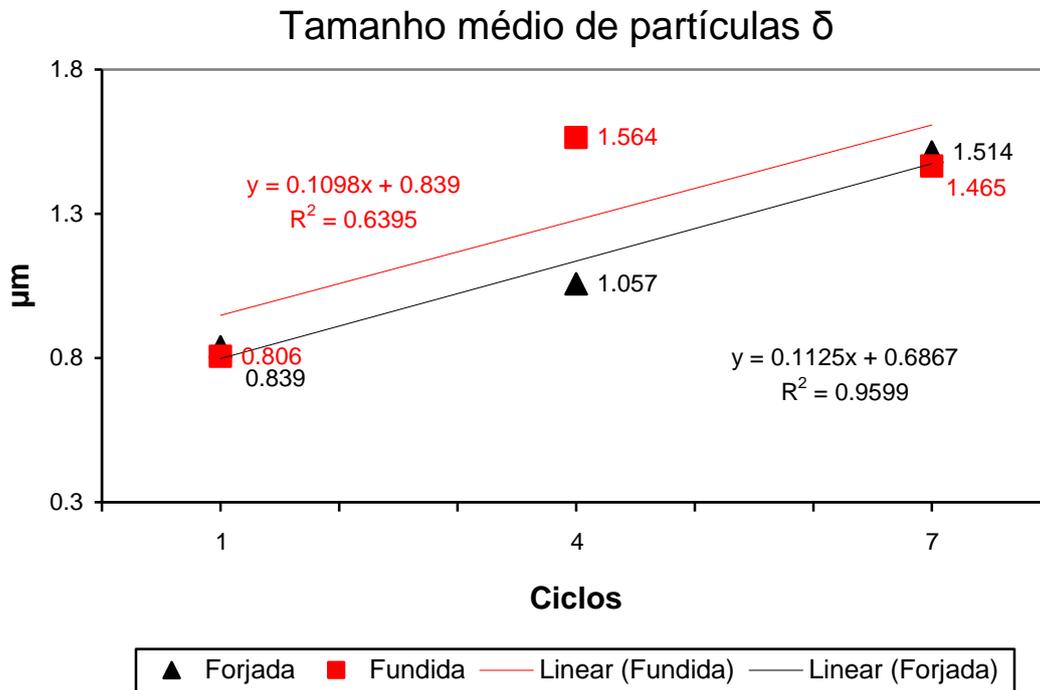


Figura 4.14: Tamanho médio de partículas de δ do fundido e forjado após os ciclos 1, 4 e 7.

Observa-se uma tendência de aumento do tamanho médio e da fração de área, proporcionalmente ao aumento do número de ciclos, apesar da dispersão dos resultados. A maior quantidade de ciclos de solubilização e envelhecimento contribuiu para induzir, em maior volume, a precipitação desta fase, já que a temperatura de solubilização utilizada a 954°C , está abaixo da solvus δ , havendo somente sua dissolução parcial.

A variação dos resultados das amostras forjadas é menor que nas fundidas, pelo menor nível de segregação e melhor distribuição dos precipitados ao longo dos contornos de grão. Essa variação foi significativa, sendo que, na amostra forjada, obteve-se um aumento de fração de área de δ em 29%, a partir do ciclo 01 até o ciclo 07. Nas amostras fundidas, a evolução da fração de área de δ foi mais expressiva,

representando um aumento 974%, utilizando a mesma comparação utilizada nas forjadas, feita a partir do ciclo 01 com o ciclo 07.

As tendências apresentadas na figura 4.14, relacionadas ao tamanho de partículas, mostram uma similaridade entre o material forjado e o fundido. Esse comportamento pode estar relacionado com os ciclos de solubilização e envelhecimento, pois as amostras forjadas e fundidas foram submetidas aos mesmos ciclos, nos mesmos fornos e carregamentos. Apesar da similaridade no crescimento de partículas das amostras, houve uma diferença marcante entre as curvas de tendência para a fração de área de δ . Nota-se na liga forjada, uma tendência de crescimento da quantidade de δ , porém na liga fundida um crescimento mais acentuado da fração de δ com os ciclos. Resultados que são justificados pelos níveis de segregação nas ligas fundidas, com possibilidade de maior concentração de nióbio nas regiões interdendríticas, já que na forjada os elementos estão uniformemente distribuídos na matriz. A literatura relata, conforme a seguir, que o aumento ou redução da fração volumétrica de δ , pode influir diferentemente nas propriedades mecânicas.

LEE (2012) identificou que, mantendo de forma similar os processos de conformação a frio de um forjado, foi possível refinar os grãos aumentando a temperatura de solubilização acima de solvus de δ , o que gerou uma dissolução mais eficaz de δ residual na matriz, aumentando a disponibilidade de nióbio na formação de finos precipitados de δ . Em temperaturas abaixo da solvus de δ , em 880°C foi possível precipitar um alto volume de δ fino, resultando em uma estrutura de grãos refinados pela ação de bloqueio do crescimento de contornos.

Estudos verificaram que é possível, através de sucessivos ciclos modificados de solubilização, seguidos de envelhecimento, reduzir a quantidade de δ e melhorar a resistência à fadiga, mantendo o limite de resistência sem variações significativas,

reduzindo a sua tendência de degradação com a precipitação de δ (JAEKEUN, 2005, HONG, 2006).

Nos reparos de componentes, o aumento de precipitados de δ pode prejudicar a produtividade e aumentar os custos dos processos, uma vez que retrabalhos podem ocorrer por incidências de trincas nos procedimentos de soldagem. Autores (SUNDARARAMAN, 1992, AZADIAN, 2004) verificaram que, com o aumento da precipitação de δ , a ductilidade cai. Outra variável que pode ser afetada é a dimensional, em que alguns reparos utilizam tratamentos térmicos para aumentar em até 0,150 mm o diâmetro de peças com 200 mm de raio. Entretanto, pela amostragem realizada, não foi possível avaliar esse parâmetro

4.2 Medidas de dureza

A tabela 4.4 e a figura 4.15, apresentam os resultados das medidas de dureza nas amostras forjadas e fundidas, na condição recebida e dos ciclos 1, 4 e 7. Os valores médios da dureza das amostras na condição recebida, estão de acordo com os resultados mostrados na literatura (RAM *et al.*, 2005, PENG *et al.*, 2011). MARINHO (2017) evidenciou a capacidade de envelhecimento da liga 718, obtendo-se valores acima de 420 HV, por tratamento térmico de envelhecimento após rejuvenescimento e solubilização.

Tabela 4.4: Medidas de dureza da liga 718.

Ciclos	Dureza [HV]	
	Forjada	Fundida
Recebida	459 ± 16	414 ± 38
1	437 ± 17	444 ± 34
4	438 ± 15	429 ± 27
7	432 ± 16	429 ± 26

As amostras forjadas, após a aplicação dos ciclos, ficaram com a dureza entre 432 e 437 HV. Esse valores são menores que a dureza do material como recebido, que é de 459 HV. Nas amostras fundidas, ficaram entre 429 e 444 HV, valores acima da amostra recebida, que é de 414 HV. Esses valores estão acima do mínimo da norma que especifica as propriedades da liga 718 envelhecida (382 HV), aplicável em componentes aeronáuticos, AMS 5662 (SAE, 2012). Para uma liga 718 fundida e homogeneizada, o valor padrão encontrado é de 383 HV (WANG, 2012).

Conforme os resultados apresentados na tabela 4.4, as amostras fundidas evidenciam maior dispersão nas medidas que as amostras forjadas, possivelmente causada pela segregação de nióbio nas regiões interdendríticas, formando regiões mais duras, em contrapartida à regiões mais macias nas dendritas. Nessas regiões, também segregam outros elementos que atuam no endurecimento por solução sólida e na formação de carbetos (RADAVICH, 1997, MITCHELL, 1989, 1991).

A figura 4.15 apresenta uma tendência de queda com o aumento dos ciclos para a amostra forjada e uma tendência de aumento para a amostra fundida. Em função da dispersão das medidas da amostra fundida, o ensaio de tração pode contribuir para aumentar a confiabilidade dos dados, que será visto na discussão dos ensaios de tração. A curva de tendência obtida mostra que, com o aumento do número de ciclos, os reparos podem provocar uma dureza próxima a mínima estabelecida em normas e procedimentos internos, podendo levar ao descarte do material.

A redução de dureza pode ter uma relação com o aumento da fração volumétrica de δ , que diminui a disponibilidade de nióbio e reduz a precipitação de γ' , principal endurecedor da liga (VALLE, 2010, LEE, 2012).

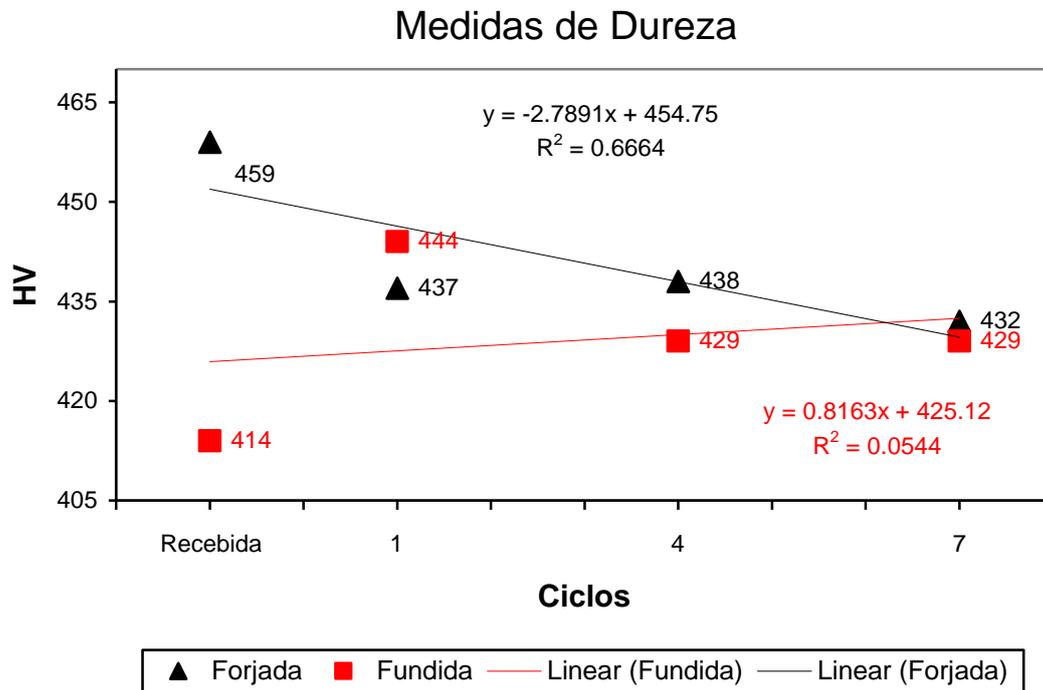


Figura 4.15: Medidas de dureza do fundido e forjado após os ciclos 1, 4 e 7.

Na liga 718 fundida, a segregação de nióbio pode resultar em dureza localizada após os tratamentos térmicos adequados, com baixa uniformidade microestrutural, gerando custo elevados de fabricação pelo aumento de desgaste de ferramental. Os carbeto grosseiros tipo MC, de elevada dureza, possuem um efeito deletério à usinabilidade, e a alta dureza localizada possui comportamento semelhante. A modificação nos parâmetros dos processos de homogeneização, solubilização e envelhecimento são capazes de reduzir os níveis de segregação, o que diminui a incidência de picos de dureza, melhoram as propriedades mecânicas e aumentam a produtividade do processo (JONH, 1997).

Segundo PENG (2011), existe uma relação da dureza do material com o tamanho de grão, entretanto, o tamanho médio de grão estável do presente trabalho não influenciou nos resultados de dureza. Esse comportamento mostra que, tal relação,

não poderia servir como único elemento da variação da dureza, confirmando que existem outros mecanismos atuando na queda da mesma.

4.3 Ensaio de tração

Os resultados do presente trabalho mostram que as amostras forjadas apresentaram, em média, maiores valores para o limite de resistência, limite de escoamento e alongamento, relacionados às amostras fundidas conforme a figura 4.16 e tabela 4.5.

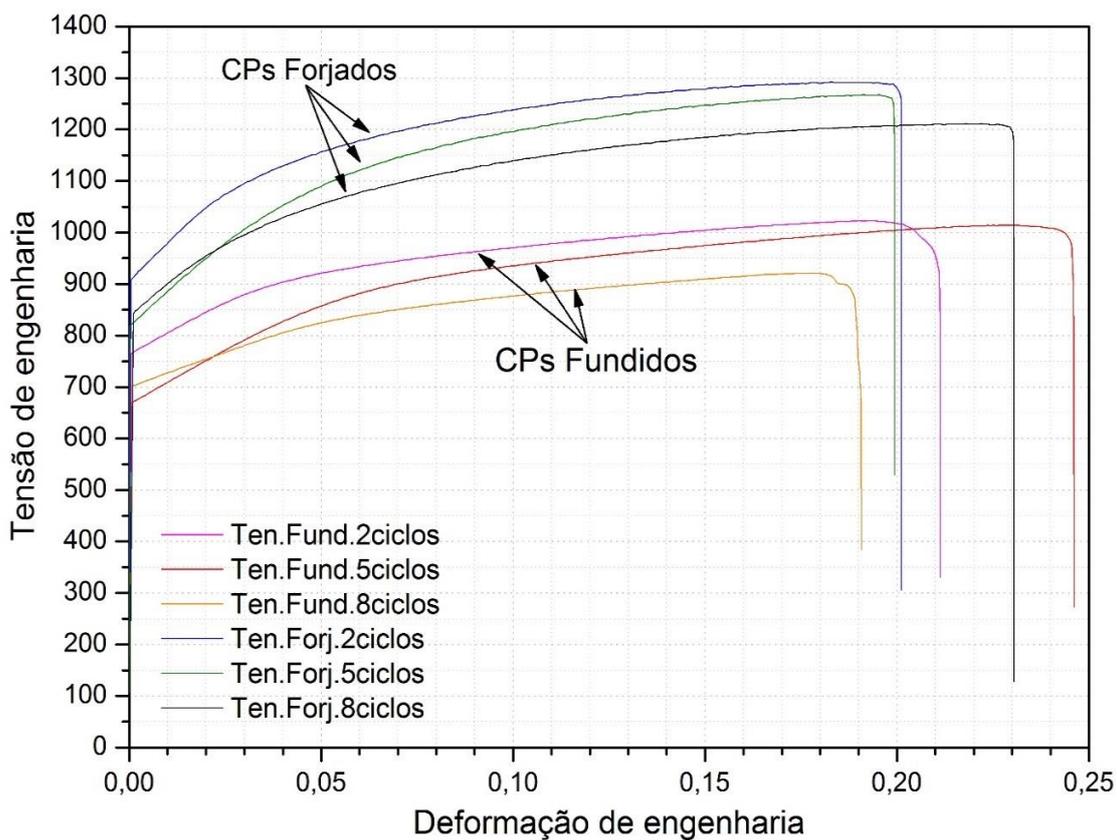


Figura 4.16: Curvas de tração dos ciclos 2, 5 e 8.

Tabela 4.5: Resultados do ensaio de tração.

AMOSTRA		σ_{LE} (Mpa)	σ_{LR} (Mpa)	AI (%)
Fundida	2 ciclos	771,9	1021,5	21,38
	5 ciclos	673,6	1016,9	24,49
	8 ciclos	705,3	920,6	18,89
Forjada	2 ciclos	923,7	1291,6	20,0
	5 ciclos	830,1	1261,6	19,8
	8 ciclos	857,0	1211,9	22,93

Essa diferença ocorre devido à maior homogeneidade da microestrutura do forjado, e elevada segregação de fases Laves e δ no material fundido, podendo afetar as propriedades pela menor disponibilidade de nióbio na formação de γ'' , e de servir de sítios para nucleação de trincas. Observa-se que o nióbio da liga fundida está abaixo do mínimo especificado pela norma AMS 5562, com 4,43% em peso contra um mínimo de 4,75%. Esse fator também pode influir na resistência mecânica da liga, pela redução de precipitação de partículas de γ'' .

Na tabela 4.5 e na figura 4.17, observa-se uma tendência de queda no limite de resistência e de escoamento, com o aumento do número dos ciclos nas amostras forjadas e fundidas. Os resultados corroboram que, com os ciclos de solubilização e envelhecimento, a crescente precipitação de δ reduz a quantidade de nióbio disponível para a precipitação sobretudo de γ'' , impactando na resistência mecânica.

Na figura 4.18, são observados os valores de ductilidade do material forjado e fundido. No material forjado, existe uma tendência de aumento de ductilidade, com crescente alongamento pelos sucessivos ciclos. Mesmo que δ esteja bem distribuído pela liga, houve dispersão nos resultados.

Ensaio de Tração (temperatura Ambiente)

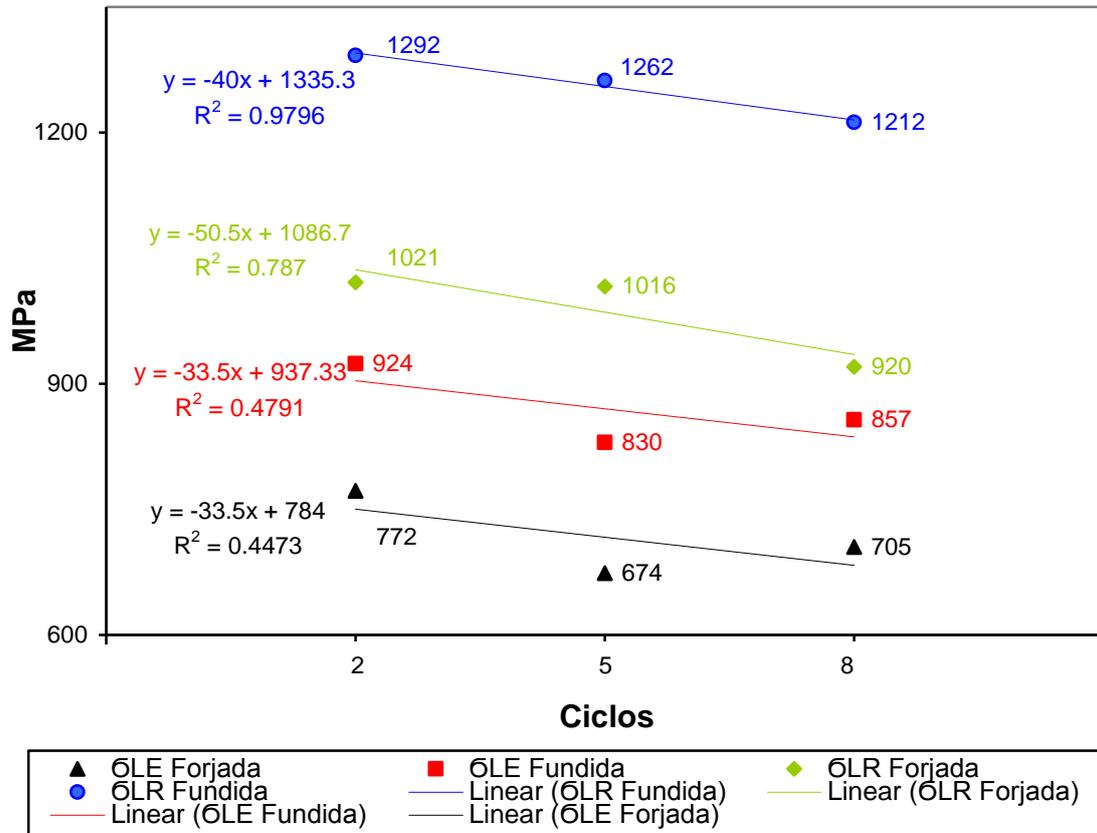


Figura 4.17: Curvas de tendência do limite de resistência e alongamento nos ciclos 2, 5 e 8.

No fundido, os resultados são inversos, com tendência de perda de ductilidade pelos sucessivos ciclos. A dispersão dos resultados pode estar relacionada com os níveis de segregação do material fundido, pelo aumento de ductilidade do ciclo 2 para o ciclo 5, e do ciclo 5 para o ciclo 8, redução. Esse comportamento corrobora com a fraca relação da linha de tendência do fundido. Entretanto, a confiabilidade dos resultados do ensaio de tração é maior que os apresentados na figura 4.16, tendência de aumento da dureza com o aumento dos ciclos, mesmo que o número de corpos de prova de tração tenha sido limitado.

Comparando com a literatura, vários trabalhos reportaram que, a precipitação de δ resulta em menor presença de γ'' pela redução da disponibilidade de nióbio,

degradando a ductilidade do material forjado e fundido (SUNDARARAMAN, 1992, DUPONT, 2000, VALLE, 2010).

Por outro lado, existem trabalhos (RAO, 2003, CAO, 2005, ANDRESON, 2017) reportando que a ductilidade do material é aumentada com a precipitação de δ .

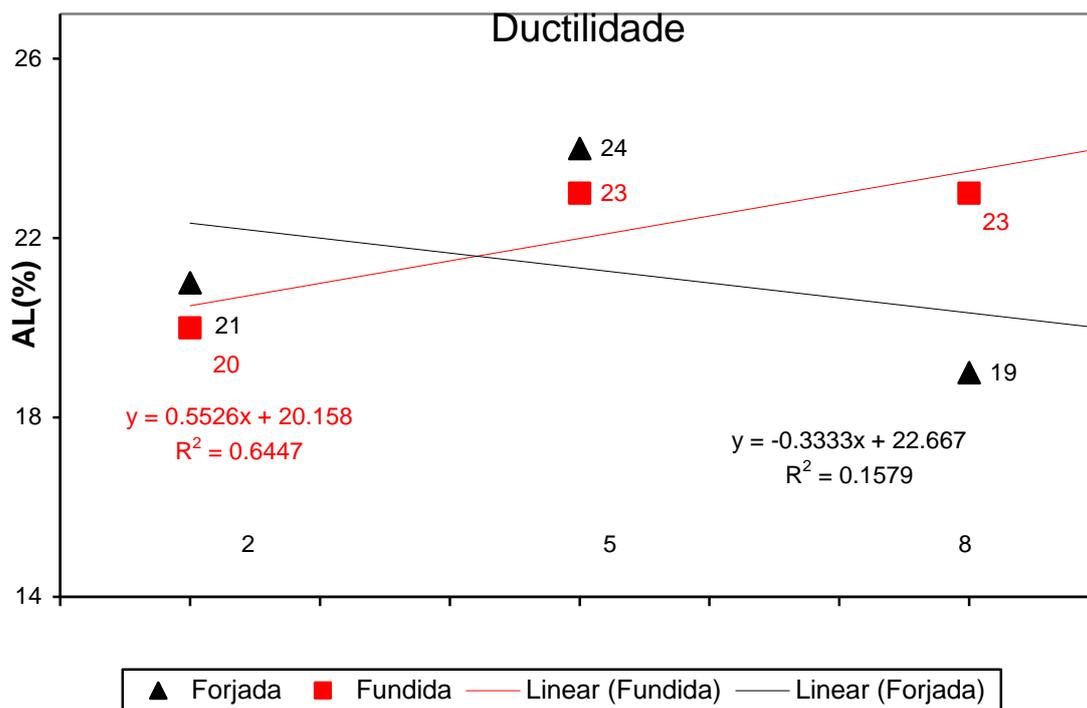


Figura 4.18: Curvas de tendência da ductilidade dos ciclos 2, 5 e 8.

Diferentemente da degradação das propriedades mecânicas de tração do presente trabalho, sucessivos tratamentos térmicos de solubilização seguidos de envelhecimento, podem favorecer o aumento da resistência à fadiga, mantendo o limite de resistência estável. No estudo de (HONG, 2006), foram realizados 03 sucessivos ciclos de solubilização, em patamar de 1000°C/3min, seguido de resfriamento de 3°C/min até 980°C/8min, e posterior ciclo de envelhecimento. O resultado foi uma estabilização do crescimento de grão, que de certa forma concordou com o presente trabalho, entretanto, com precipitações de δ coalescida, diferentemente da acicular vista na literatura, e redução em sua fração volumétrica.

Um trabalho similar com precipitação de pequenas fases δ em forma esférica, com melhoria na resistência à fadiga, e sem queda do limite de resistência, foi realizado por (JAEKEUN, 2005), utilizando 3 sucessivos ciclos de solubilização e posterior envelhecimento. A resistência da liga 718 pode ser obtida sob vários mecanismos de endurecimento conforme a equação a seguir (OLOVSJÖ, FERREIRA, 2010):

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_{TG} + \sigma_\rho + \sigma_{ss} + \sigma_{PC} + \sigma_{P\gamma'} + \sigma_{(\gamma'' \leftrightarrow \delta)}$$

Onde:

σ_i = resistência intrínseca da liga; σ_{TG} = endurecimento por refino de grão;

σ_ρ = endurecimento por discordâncias de deformação;

σ_{ss} = endurecimento por solução sólida;

σ_{PC} = endurecimento por precipitação de carbeto MC[(Nb,Ti)C];

$\sigma_{P\gamma'}$ = endurecimento por precipitação da fase γ'

$\sigma_{(\gamma'' \leftrightarrow \delta)}$ = endurecimento por precipitação da fase γ'' , podendo precipitar como δ

Os resultados do presente trabalho foram posteriores aos ciclos de solubilização e envelhecimento, neste caso os fatores σ_i , σ_{PC} e σ_ρ permanecem constantes. Adicionalmente, o tamanho de grão permaneceu constante, tornando o fator σ_{TG} constante. Como a liga foi submetida aos tratamentos térmicos de envelhecimento, todo o potencial de endurecimento por solução sólida, σ_{ss} , foi atingido e pode ser considerado constante para todas as condições de envelhecimento. Nessa condição envelhecida, a resistência do material pode ser representada conforme a expressão a seguir:

$$\sigma_{env} = C_{env} + \sigma_{P\gamma'} + \sigma_{(\gamma'' \leftrightarrow \delta)},$$

onde: C_{env} = constante, aplicável para todas as condições de envelhecimento

Nessa condição, a degradação das propriedades do material envelhecido está sendo fortemente influenciada pelo fator σ ($\gamma'' \leftrightarrow \delta$), cuja evolução da precipitação de δ compete com a dissolução de γ'' , gerando queda de resistência. A fase δ na liga 718 fundida e forjada, leva à perda de importantes propriedades mecânicas como a degradação da soldabilidade, causada pelo aumento da fração volumétrica de δ por sucessivos tratamentos térmicos pós soldagem (LIPPOLD, 2009).

O tamanho médio de grão maior (não refinado) proporcionaria aumento na resistência à fluência em temperaturas elevadas, porém reduz a resistência à fadiga (SONG, 2005). Isso mostra que o tamanho do grão deve ser otimizado para um conjunto desejado de projeções, uma vez que a diminuição do tamanho do grão aumenta a resistência à tração, mas diminui a resistência à fluência. É vital conhecer especificamente os requisitos de propriedades da localização do componente, projetando-se um processo ideal para tal aplicação (SONG, 2005).

Entretanto, comparando os resultados na figura 4.17, nota-se uma tendência de queda no limite de escoamento do material forjado e fundido, e na tabela 4.2, uma estabilidade do tamanho de grão do material forjado, sob a evolução dos ciclos aplicados. Esse resultado diverge da proposta de Hall-Petch, sendo que, a queda do limite de escoamento deveria estar relacionada com o aumento do tamanho de grão.

Como causa provável, a tendência de queda do limite de escoamento do presente trabalho, pode estar relacionada com o aumento da densidade de discordâncias, provocada pelos contornos de grão, que é uma fonte de discordância. Herzberg (1996) descreve que, tal fonte de discordâncias pode estar sendo influenciada pela evolução de precipitação de δ , sob os sucessivos ciclos, resultando em barreira ao movimento dos contornos de grão.

5. Conclusões

Os sucessivos tratamentos térmicos de solubilização sub-solvus a 954°C e a consequente precipitação da fase δ , foram eficazes na manutenção de tamanho de grãos refinados de 10 ASTM, mesmo para sucessivos ciclos de envelhecimento. A precipitação nessa temperatura, e também na temperatura de envelhecimento a 760°C, é considerada um fator preponderante que atua como barreira ao movimento dos contornos de grão, beneficiando a aplicação do componente em motores aeronáuticos.

Houve uma crescente evolução da fase δ ao longo da microestrutura com os sucessivos ciclos, corroborado tanto no incremento significativo da fração de área quanto no tamanho médio das partículas. Tal precipitação crescente de δ influiu na redução das propriedades mecânicas da liga, dada a menor disponibilidade de nióbio para a formação do precipitado endurecedor γ'' .

Com um maior número de ciclos, há uma tendência de diminuição do limite de resistência e de escoamento. As dispersões nos resultados da dureza e da ductilidade tornam mais difíceis suas interpretações. Contudo, a resistência mecânica em geral, do material forjado, ficou acima do fundido. Tal comportamento está relacionado com maior nível de segregação de nióbio nas regiões interdendríticas do material fundido e, para o forjado, menor nível de segregação, com uma melhor distribuição de δ nos contornos de grão, e elementos bem distribuídos na matriz.

6. Trabalhos futuros

Baseado nos resultados obtidos ao longo do desenvolvimento do presente estudo, podem ser sugeridas as seguintes linhas de pesquisa futuras, com sucessivos ciclos:

- Realização de ensaio de tração em temperaturas próximas a 450°C, para entender a influência da crescente precipitação de δ ;
- Realização de ensaio de fadiga para entender como a crescente precipitação de δ influi nas propriedades das amostras envelhecidas;
- Observação por transmissão dos precipitados formados pelos ciclos de envelhecimento;
- Realização de ensaios mecânicos com mais amostras para reduzir a dispersão dos resultados;
- Realização de ciclos de solubilização em temperaturas acima da solvus δ , para dissolução total da mesma, e avaliação do efeito na ZTA;

7. Referências bibliográficas

- AGNOLI, A. et al. Selective Growth of Low Stored Energy Grains During δ Sub-solvus Annealing in the Inconel 718 Nickel-Based Superalloy. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 46, n. 9, p. 4405–4421, 2015.
- AIRCRAFTMATERIALSUK, AMS5596- Data Sheet 718. Disponível: <http://www.aircraftmaterialsuk.com/data/alstst/pdf/ams5596D.pdf>, acesso em: 04 Set 2016.
- AMG, C., Disponível em: <https://www.slideshare.net/jdiluzio/amg-corporate-strategy-presentation-december-2013>. Acessado em: 20 mar. 2017.
- ANDRESON, M., THIELIN, A., “Delta phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties.”, *Materials Science & Engineering A* 679, pp.48-45, 2017.
- ANIJDAN, M., BAHRAMI, A., “A new method in prediction of TCP phases formation in superalloys”, *Materials Science and Engineering A*, v. 396, pp.138-142, 2005.
- ARAUJO, L., *Efeito dos Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento na Microestrutura da Liga Inconel 718*, Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2012.
- ASM, Specialty Handbook - Nickel, Cobalt and Their Alloys. ASM International, 2000.
- ASM Metals Handbook v. 4, *Heat Treating*, ASM International, USA, 1991.
- ASM, Metals Handbook v.2, “Properties and selection of nonferrous alloys and special purpose materials: nickel and nickel alloys”, ASM International, USA, 1990.
- ASM, Metals Handbook, v. 7, 8 ed. ASM, Metals Park, OH, 1972.
- AZADIAN, S., WEI, L., WARREN, R., “Delta phase precipitation in Inconel 718”, *Materials Characterization*, v. 53, n. 1, pp. 7–16, 2004, doi: 10.1016/j.matchar.2004.07.004.
- BABU, S. S., MILLER, M. K., VITEK, J. M., DAVID, S. A. 2001. “Characterization of the microstructure evolution in a nickel base superalloy during continuous cooling conditions”, *Acta Materialia*, 49, pp. 4149 – 4160, 2001.
- BARKER, J., “The Initial Years of Alloy 718 - A GE Perspective”. Cincinnati, General Electric Aircraft Engines Engineering Materials and Technology Laboratories, 1989.
- BEDDOES, J., WALLACE, W., “Heat Treatment of Hot Isostatically Processed IN-738 Investment Castings”, *Metallography* 13, pp. 185-194, 1980.

- BEHRENS, R., AGARWAL, D., Laboratory testing of age-hardenable alloys 925 and 718 in source gas environments. In: Corrosion 2005, number 05103, NACE International, USA, 2005.
- BROOKS, J., "Forging of Superalloys", *Materials and Design*, v. 21, pp. 297–303, 2000.
- CAHN, R., HAASEN, P., "Physical Metallurgy", v.3, North-Holland, pp. 2010 –2065, 1996.
- CAMUS, D., JARAMILLO, R., PLYBURN, J., et al., "Evolution of Microstructure During Hot Rolling of Inconel Alloys 625 and 718". In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 291–302, 1997.
- CALIARI, Felipe, "Efeito do tratamento de envelhecimento na superliga Inconel 718", In: *VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, TTT*, Atibaia, Jun. 2012.
- CAMPBELL, F., *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*, ASM International, ed.1, pp. 563 – 581, 2008.
- CAO, W., "Solidification and solid state phase transformation of 718 plus alloy", *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, E.A. Loria, TMS, pp.165-177, 2005.
- CARLSON, R., RADAVIDICH, J., "Microstructural Characterization of Cast 718". In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, 1989.
- CHANG, M., Au, P., et al, "Damage tolerance of alloy 718 turbine disc material". In: *Superalloys 92*, pp. 446-456ed., S. Antolovitch et al (Warrendale, PA: TMS), 1992.
- CHEN, W., CHATURVEDI, M., "Dependence of creep fracture of Inconel 718 on grain boundary precipitates", *Elsevier Science Ltd*, vol. 45, n° 7, pp. 2735-2746, 1997.
- CHET, V., "Materiais para forjamento". Disponível em: [http://www.revistaforge.com.br/artigo-tecnico/materiais-para-forjamento-superligas-parte v/2886](http://www.revistaforge.com.br/artigo-tecnico/materiais-para-forjamento-superligas-parte-v/2886).
- CLARK, D., BACHE, M., WHITTAKER, M., "Shaped metal deposition of nickel alloy for aero engine applications", *Journal of Materials Processing Technology*, v.203, pp.439-449, 2008.
- DAI, S., LIU, W., "First-principles study on the structural, mechanical and electronic properties of δ and γ phases in Inconel 718", *Computational Materials Science*, 2010.
- DANDRE, C., WALSH, C., EVANS, R., et al., "Microstructural evolution of nickel-base Superalloys forgings during ingot-to-billet conversions: process modeling and validation". In: *Superalloys 2000*, pp. 85–93, 2000.
- DAVIS, J., "ASM specialty handbook: nickel, cobalt, and their alloys", ASM International, ed.1, pp. 136 – 149, 2000.

- DECKER, R.F., "The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys", Nickel: a century of Innovation, Overview, JOM, pp. 32-36, 2006.
- DEVAUX, A., NAZÉ, L., MOLINS, R., et al., "Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718", Materials Science and Engineering A, v. 486, pp. 117–122, 2008.
- DONACHIE, M., DONACHIE, S., Superalloys: A Technical Guide. ASM International, 2008.
- DONACHIE, M., DONASCIE, S., Superalloys: A technical guide, ASM International, 2ª edição, 2002, pp. 15 - 39.
- FELIX DIAS, W., 2011, *Efeito da intensidade de corrente em revestimentos utilizando a liga hastelloy X*, Dissertação Mestrado apresentado à Eng. Mec. CEFET/RJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- FERREIRA, A.D.C., *Influência do processamento termomecânico e dos tratamentos térmicos na microestrutura e nas propriedades da superliga de níquel 718, Projeto de fim de curso, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, Julho de 2010.*
- FLAGEOLET, B., et al. "Characterization of microstructures containing abnormal grain growth zones in alloy 718 ". In: **7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**, pp. 595-606, Pittsburgh, Oct. 2010.
- GAO, M., WEI, R., "Grain boundary niobium carbides in Inconel 718", Scripta Materialia, v. 37, number 12, pp.1843-1849, 1997.
- GEOCHACHING, CFM56-3 6th Stage HPC Blade. Disponível em: <https://www.geocaching.com/track/details.aspx?id=2750995&page=7>. Acesso em: 25 mai. 2016.
- GOSH.S, YADAV, S., DAS, G.; "Study of standard heat treatment on mechanical properties of Inconel 718 using ball indentation technique" Vivesvaraya Institute of Technology, Nagpur, India, pp. 2619-2622, 2008.
- HERTZBERG, R., Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. John Wiley & Sons, Inc, 1996.
- HEUBNER, U., (ed.), Nickel alloys. Marcel Decker, 1998.
- HONG, P., JAEKEUN, H., HONG, Ji, et al., "Effects of Modified Solution Heat Treatment on δ - Phase and Low Cycle Fatigue Properties of Inconel 718 Alloy", Solid State Phenomena, 118, 71-76, 2006.
- HONG, S., CHEN, W, WANG, T., "A Diffraction study of the γ " phase in Inconel 718 Superalloy", In: *Metallurgical Materials Transactions A*, v. 32A, pp.1887-1901, 2001.
- JAEKEUN, H., JIHONG, P., NHOKWANG P., et al., "effects of cyclic solution treatment on the microstructures and mechanical properties of alloy 718". In:

Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005, Edited by E.A. Loria TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2005.

JINGEHEH, Z., PING, Y., "The effect of cooling rate of solidification on microstructure and alloy element segregation of as cast alloy 718". In: *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, Edited by E.A. Loria, 2001.

JONH, J., DANIEL, V., "Alloy 718 at Pratt & Whitney – Historical Perspective and Future Challenges", In: *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, Edited by E.A. Loria, 2001.

JOHAN, J., DAVID, G., "Hold time effect on the thermos-mechanical fatigue crack growth behavior of Inconel 718", *Materials Science and Engineering A* 528, pp. 8660-8670, 2011.

JOHN, J.S., "Development of an Improved Heat Treatment for Investment Cast Inconel 718 (PWA 649)". In: *Superalloys 718,625,706 and Various Derivatives* Edited by E.A. Loria The Minerals, Metals &Materials Society, 1997.

KUO, C., YANG, Y., BOR, H., et al., "Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy", *Material Science and Engineering A* 510-511, PP. 289-294, 2009.

LEE, H., "Development of fine-grained structure and the mechanical properties of nickel-based superalloy 718", *Materials Science and Engineering A*, v.555, pp.13-20, 2012.

LINGENFELTER, A., "Welding of Inconel alloy 718: a historical overview", In: *Superalloy*, pp. 673–683, 1989.

LIPPOLD, J., DUPONT, J. N.; KISER, S., "Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-base Alloys", Hoboken: John Wiley & Sons, 2009.

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.

LORIA, E.A., "Superalloy 718-Metallurgy and Applications" Edited by The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 381-389, 673-683, 1989.

LUDWIGSON, D., *Modified Stress-Strain Relation for FCC Metals and Alloys*, Metallurgical Transactions, 1971.

MANKINS, W., LAMB, S., "Nickel and Nickel Alloys". In: *AMS Handbook Properties and Selection: Iron, Steels and High Performance Alloys*, v.2, ed. 10, ASM Metals Park, Ohio, pp. 429-430, 1993.

MANKINS, W., LAMB, S., "Nickel Alloys", In: *ASM Handbook Vol.2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special- Purpose Materials*, v.2, ASM International, 2005.

MATAYA, M., "Effects of multiple reductions on grain refinement during hot working of alloy 718". In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, pp. 155–178, 1989.

- MARINHO, A., 2017, *Efeitos dos tratamentos térmicos pós-reparo por soldagem na microestrutura e na dureza de superliga 718 em fundidos e forjados*, Dissertação de mestrado apresentada a COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- MEI, Y. et al., "Effect of base metal and welding speed on fusion zone microstructure and 94 HAZ hot-cracking of electron-beam welded Inconel 718". *JMADE*, v. 89, p. 964–977, 2016.
- MITCHELL, A., "The present status of melting technology for alloy 718". In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, pp. 1–15, The Minerals, Metals & Materials Society, 1989.
- MITCHELL, A., "Melting processes and solidification in alloys 718-625". In: *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 15–27, 1991.
- MURATA, Y., MORINAGA, M., YUKAWA, N., et al., "Solidification Structures of Inconel 718 with Microalloying Elements". In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994.
- NADER, E., MATSUBA, T., "Influence of Heat Treatment on the Distribution of Ni2Nb and Microsegregation in Cast Inconel 718 Alloy". In: *Materials Transactions*, Vol. 46, No. 11, pp.2478-2483, 2005.
- NIANG, A., Contribution à l'étude de la précipitation des phase intermétalliques dans l'alliage 718, Ph.D. Thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, Abril 2010.
- NIANG, A., VIGUIER, B., LACAZE, J., "Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718", *Materials Characterization*, v. 61, pp.525-534, 2010.
- "Nickel Alloy, Corrosion and Heat-Resistant, Bars, Forgings, and Rings 52.5Ni - 19Cr - 3.0Mo - 5.1Cb (Nb) - 0.90Ti - 0.50Al - 18Fe Consumable Electrode or Vacuum Induction Melted 1775 °F (968 °C) Solution Heat Treated, Precipitation-Hardenable", AMS 5662, SAE, Unites States, 2012.
- NUNES, R. M., PEREIRA, D., CLARKE, T., HIRSCH, T. K., "Delta Phase Characterization in Inconel 718 Alloys Through X-ray Diffraction", *ISIJ International*, v. 55, pp. 2450–2454, 2015.
- OBLAK, J. M., PAULONIS, D., DUVALL, D., "Coherency strengthening in Ni base alloys hardened by D022 00 precipitates", *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 5, pp. 143–153, 1974.
- OLOVSJÖ, S., WRETLAND, A., SJÖBERG, G., "The effect of grain size and hardness of wrought Alloy 718 on the wear of cemented carbide tools", *Wear*, v. 268, pp.1045-1052, 2010.
- ORADEI-BASILE, A., RADAVIDICH, J.F., "A current TTT diagram for wrought alloy 718", *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, Ed. Loria E. A., TMS, pp.325-335, 1991.

- PATEL, A., MURTY, Y., "Effect of Cooling Rate on Microstructural Development in Alloy 718". In: *Superalloy 718, 625, 706 and Various Derivatives*, pp. 123–132, 2001.
- PENG, G. A. O. et al., Microstructures and high temperature mechanical properties of electron beam welded Inconel 718 superalloy thick plate, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 21, p. s315–s322, 2011.
- PING, D.H., GU, Y.F., CUI, C.Y., HARADA, H., "Grain boundary segregation in a Ni-Fe bases (Alloy 718) superalloy", *Materials Science and Engineering A*, v. 456, pp. 99-102, 2007.
- PROBSTLE, M., NEUMEIER, S., et al., "Superior creep strength of a nickel-based superalloy produced by selective laser melting", *Materials Science and Engineering, A* 674, pp. 299-307, 2016.
- RADAVICH, J., "Effect of Alpha Chromium on Long Time Behavior". In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, 1997.
- RADAVICH, J., "The Physical Metallurgy of Cast and Wrought Alloy 718". In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, 1989.
- RADAVICH, R.G., CARLSON, J.F., "Microstructural characterization of cast 718". In: *Superalloy 718-Metallurgy and Applications*, Edited by E.A. Loria, The Minerals, Metals & Materials Society, 1989.
- RADHAKRISHNA, C., RAO, K., "The formation and control of Laves phases in superalloy 718 welds", *Journal of Materials Science*, v.32, pp.1997-1984, 1997.
- RAM, G. D. J. et al. Microstructure and mechanical properties of Inconel 718 electron beam welds. *Materials Science and Technology*, v. 21, n. 10, p. 1132–1138, 2005.
- RAO, G., KUMAR, M., "Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718", *Mater. Sci. Eng.: A* 355 114–125, 2003.
- REED, C., "The Superalloys Fundamentals and Applications", Cambridge University Press, ed.1, pp. 1-274, 2006.
- 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.
- RUSSELL, J.L., LASONDE, M.L., JACKMAN, L.A., In: E.A. Loria (Ed.), *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, TMS, Warrendle, PA, pp. 363–372, October, 2005.

- SAUNDERS, N., et al., Modeling the material properties and behavior of Ni - and Ni - based superalloys, *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, ASM International, Materials Park, OH, pp. 571 – 580, 2006.
- SJÖBERG, G., et al., In: E.A. Loria (Ed.), *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, TMS, Warrendle, PA, pp. 351–362, October, 2005.
- SHUQI, LI., et al, “The effect of δ -phase on crack propagation under creep a fatigue conditions in alloy 718” *Superalloys 718, 625,706 and Various Derivatives* Edited by EA. Loria The Minerals, Metals &Materials Society, pp. 545-555, 1994.
- S.M., Corporation, Inconel alloy 718. *Special Metals*, 2007
- SMITH, W.F., **Structure and properties of engineering alloys**, second edition, 1993, McGraw-Hill, ISB 0-07-59172-5.
- SONG, Y.S., LEE, M.R., KIM, J.T., “Effect of grain size for the tensile strength and the low cycle fatigue at elevated temperature of alloy 718 cogged by open die forging press”, In: *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005*, E. A. Loria, Ed., TMS, 539-549, 2005. 8.
- SPECIAL METALS CORP., Inconel Alloy 718, Setembro 2007, [http://www.specialmetals.com/documents/Inconel alloy 718.pdf](http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20718.pdf).
- “Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials”, ASTM E384-16, ASTM International, United States, 2016.
- “Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials”, ASTM E92-16, ASTM International, United States, 2016.
- “Standard Test Methods for Determining Average Grain Size”, ASTM E112-16, ASTM International, United States, 2016
- SUNDARARAMAN, M., MUKHOPADHYAY, P., BANERJEE, S., “Deformation behavior of γ strengthened inconel 718”, *Acta Metallurgical*, v. 36, pp. 847–864, 1988, doi: 10.1016/0001-6160(88)90139-3.
- SUNDARARAMAN, M., MUKHOPAD, P., “Some aspects of the precipitation of metastable intermetallic phases in inconel 718”, v.23A, *Metallurgical Transitions A*, 1992.
- THOMAS, A., EL-WAHABI, M., CABRERA, J.M., et al., “High temperature deformation of Inconel 718”, *Journal of Material Processing Technology*, v. 177, pp. 469-472, 2006.
- THYSSENKRUPP VDM, Nicrofer 5219 Nb – alloy 718: Material Data Sheet No 4027, Março 2003.
- TILLACK, D., “Selection of Nickel, Nickel-Chromium and Nickel-Chromium-Iron Alloys”, *ASM Handbook-Welding, Brazing and Soldering*, v. 6, ed. 10, ASM Metals Park, Ohio pp. 586-592, 1993

- TROSCH, T., STROBNER, J., VOLKL, R., "Microstructure and mechanical properties of selective laser melted Inconel 718 compared to forging and casting", *Materials Letters*, v. 164, pp. 428 – 431, 2016.
- UGINET, J. F.; PIERAGGI, B. "Study of Secondary Grain Growth on 718 Alloy. Superalloys 718, 625 and Various Derivatives", p. 343–352, 1997.
- VALLE, L., 2010, *Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718*, Dissertação de mestrado apresentada a COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- VAN DER VOORT, G., (ed.), Atlas of Time-Temperature Diagrams for Nonferrous Alloys. ASM International, 1991.
- WANG, C., LI, R., "Effect of double aging treatment on structure in inconel 718 alloy", *Journal of Materials Science*, v. 39, pp. 2593 – 2595, 2004.
- WANG, Z. et al. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 513, p. 518–523, 2012.
- WLODEK, S.T., FIELD, R., "The effects of long time exposure on alloy 718", GE
- YUAN, H., LIU, W.C., *Mater. Sci. Eng. A* 480, 281–289, 2005.
- ZHANG, H., ZHANG, S., CHENG, M., et al., "Deformation characteristics of δ phase in the delta processed Inconel 718 alloy", *Materials Characterization*, 61, pp. 49-53, 2010.
- ZANG, XIAN., HAI-C., XU Z., SHAN-T., CHENG C., "Fatigue behavior and bilinear Coffin-Manson plots of Ni-based GH4169 alloy with different volume fractions of δ phase.", *Materials Science & Engineering A* 682, pp.12-22, 2016.
- ZHAO, J., LARSEN, M., "Phase precipitation and time temperature-transformation diagram of Hastelloy X", G.E. Company, *Materials Science and Engineering A293*, pp.112–119, 2000.