



INFLUÊNCIA DOS CICLOS DE LAMINAÇÃO-RECOZIMENTO NA  
MICROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO E SUAS CONSEQUÊNCIAS NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Arthur Ribeiro Figueiredo

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 Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientadores: Adriana da Cunha Rocha  
Leonardo Sales Araújo

Rio de Janeiro  
Dezembro de 2019

INFLUÊNCIA DOS CICLOS DE LAMINAÇÃO-RECOZIMENTO NA  
MICROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO E SUAS CONSEQUÊNCIAS NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718

Arthur Ribeiro Figueiredo

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA 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.

Orientadores: Adriana da Cunha Rocha

Leonardo Sales Araújo

Aprovada por: Prof. <sup>a</sup> Adriana da Cunha Rocha

Prof. Leonardo Sales Araújo

Prof. <sup>a</sup> Rafaella Martins Ribeiro

Prof. Juan Manuel Pardal

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

DEZEMBRO DE 2019

Figueiredo, Arthur Ribeiro

Influência dos ciclos de laminação-recozimento na microtextura de recristalização e suas consequências no comportamento mecânico da superliga de níquel 718/ Arthur Ribeiro Figueiredo. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

XII, 76 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Adriana da Cunha Rocha

Leonardo Sales Araújo

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

Referências Bibliográficas: p. 79-85.

1. Textura Cristalográfica. 2. Superliga de níquel 718. 3. Difração de raios X. I. Rocha, Adriana da Cunha *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

## AGRADECIMENTOS

À Deus pela resiliência, força e fé para superar momentos difíceis durante esta jornada.

Aos meus pais pelo suporte, amor, valores que me transmitiram. E também pela fé no meu potencial que fizeram investir na minha carreira para vir para o Rio de Janeiro e desenvolver este trabalho.

Aos meus tios Júnior, Tatiana e Darci, muito obrigado pelos momentos de amizade que me proporcionaram durante essa jornada.

À minha família na Paraíba que sempre enviaram mensagens positivas e grande torcida para o sucesso do meu trabalho.

À Leticia, Lais, Rodrigo, Salvador e Hilda pela grande ajuda na realização deste trabalho. Sem vocês não seria possível passar por tantas dificuldades.

Aos amigos da sala da pós Werley, Paulo, Emanuel, Erick, Caique, Luiz, Pedro, Carol, Ketly, Bianca, Marcell, entre outros pelas conversas e troca de experiência que tanto é necessária para seguir a carreira acadêmica.

Aos amigos de graduação Danilo, Rodolfo, Bruno, Matheus, Eduardo, Diego pela amizade de sempre.

Aos meus orientadores Adriana Rocha e Leonardo Sales pela oportunidade e confiança na realização do trabalho de mestrado.

À coordenadora de Pós-Graduação, Professora Gabriela, que no momento em que precisei mudar de orientadora entendeu a sensibilidade da situação e prontamente permitiu a mudança de orientador. Agradeço também ao Francisco pelo suporte oferecido aos alunos.

Ao PEMM pela infraestrutura e conhecimento passado durante este curso de Pós-Graduação, especialmente aos professores Lula e João Marcos pelas excelentes aulas e conhecimento transmitido.

Ao grupo de caronas do ingá que através das conversas durante o percurso entre Niterói e a ilha do fundão que sempre nos fazem rir e levar a vida com mais leveza.

A todos que contribuíram de alguma forma para a conclusão deste trabalho.

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

INFLUÊNCIA DOS CICLOS DE LAMINAÇÃO-RECOZIMENTO NA  
MICROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO E SUAS CONSEQUÊNCIAS NO  
COMPORTAMENTO MECÂNICO DA SUPERLIGA DE NIQUEL 718

Arthur Ribeiro Figueiredo

Dezembro/ 2019

Orientadores: Adriana da Cunha Rocha

Leonardo Sales Araújo

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A superliga níquel 718 se trata de um material endurecido por precipitação, especialmente, pelas fases ordenadas e coerentes  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ). Além destas fases, é possível a precipitação de carbeto e da fase  $\delta$ , sendo a segunda importante para o controle do tamanho de grão desta liga. Este material tem como características marcantes elevadas resistências mecânica, à fluência e à corrosão em temperaturas de até  $650^\circ\text{C}$ . Neste trabalho se buscou compreender a influência do processamento termomecânico na textura de recristalização do material e sua influência no comportamento mecânico deste. Para tal, o material foi submetido a quatro rotas de processamento, compostas por ciclos de deformação-tratamento térmico. Os dados referentes a microtextura da liga foram obtidos através da técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados. O tratamento dos dados foi realizado com o auxílio da toolbox MTEX, onde foram obtidas Funções Densidade de Orientação para a análise da microtextura. Observou-se que a deformação imposta durante o processamento afeta de forma significativa a textura do material, de forma que menores deformações induzem a formação de componentes cristalográficas típicas de recristalização, por outro lado, altos graus de deformação leva a formação de textura de deformação retida. Além disso, o tratamento térmico de envelhecimento induziu a mudança da textura de recristalização para as amostras submetidas a maiores ciclos de baixa deformação. A avaliação da influência da textura nas propriedades mecânicas foi realizada através do fator de Taylor, onde observou-se melhorias no limite de escoamento e ductilidade do material ao se combinar sinergicamente tamanho de grão, fração da fase  $\delta$  e orientação preferencial dos grãos.

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

INFLUENCE OF STRAIN-ANNEALING CYCLES ON RECRYSTALLIZATION  
MICROTEXTURE AND ITS CONSEQUENCES ON MECHANICAL BEHAVIOR  
OF NICKEL BASED SUPERALLOY 718

Advisors: Adriana da Cunha Rocha

Leonardo Sales Araújo

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Nickel superalloy 718 is a precipitation hardened material, especially by the ordered and coherent phases  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) and  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ). In addition to these phases, precipitation of carbides and  $\delta$  phase is possible, being the second important for controlling the grain size of this alloy. This material has remarkable high mechanical, creep and corrosion resistance at temperatures up to 650°C. This work aimed to understand the influence of thermomechanical processing on the recrystallization texture of the material and its influence on the mechanical behavior of the alloy. For this, the material was submitted to four processing routes, composed by deformation-heat treatment cycles. Alloy microtexture data were obtained through the Backscattered Electron Diffraction technique. Data processing was performed with the help of the MTEX toolbox, where Orientation Density Functions were obtained for the analysis of microtexture. It was observed in the present work that the deformation imposed during thermomechanical processing significantly affects the texture of the material, so that smaller deformations induce the formation of typical recrystallization texture components, on the other hand, high degrees of deformation lead to texture formation of retained deformation. In addition, the aging heat treatment induced the change of the recrystallization texture for samples subjected to higher number of deformation cycles of low deformation. The influence of texture on mechanical properties was evaluated using the Taylor factor, which showed improvements in yield strength and material toughness by synergistically combining grain size,  $\delta$  phase fraction and grain orientation.

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO .....	1
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1	Superliga de Níquel 718 .....	4
2.1.1	Fases Presentes na Microestrutura da Superliga de Níquel 718.....	5
2.2	Processamento Termomecânico .....	9
2.2.1	Fusão da Superliga de Níquel 718.....	9
2.2.2	Homogeneização da Superliga de Níquel 718.....	10
2.2.3	Conformação Mecânica.....	10
2.3	Tratamentos Térmicos .....	11
2.4	Textura Cristalográfica .....	12
2.4.1	Descrição da Orientação dos Grãos e Textura.....	13
2.4.2	Determinação e Representação da Textura .....	14
2.4.2.1	Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD).....	15
2.4.2.2	Figura de Polo e Figura de Polo Inversa.....	16
2.4.2.3	Função de Distribuição de Orientação.....	19
2.5	Fatores que Influenciam a Textura .....	23
2.5.1	Textura de Solidificação.....	23
2.5.2	Textura Resultante da Deformação Plástica.....	26
2.5.3	Textura de Recristalização.....	28
3.	Materiais e métodos .....	31
3.1	Materiais .....	31
3.2	Processamento do Material.....	31
3.3	Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD).....	32
4.	Resultados e Discussão .....	36
4.1	Apresentação e Análise dos Resultados de Textura Cristalográfica.....	36
4.1.1	Amostra no Estado Como Recebido.....	36
4.1.2	Textura da Amostra R06 Prévia ao Processamento pelas Rotas B, C e D.....	37
4.1.3	Textura das Amostras Submetidas a Rota A de Processamento .....	39
4.1.4	Textura das Amostras Submetidas a Rota B de Processamento.....	41

4.1.5	Textura das Amostras Submetidas a Rota C de Processamento.....	43
4.1.6	Textura das Amostras Submetidas a Rota D de Processamento .....	45
4.2	Influência dos Parâmetros Microestruturais e de Processamento na Textura Cristalográfica da Superliga de Níquel 718.....	48
4.2.1	Influência das Maclas de Recozimento na Textura Cristalográfica .....	49
4.2.2	Efeito do Número de Ciclos de Processamento na Textura Cristalográfica. .....	53
4.2.3	Relação entre a Fração da Fase $\delta$ e a Textura de Recristalização .....	57
4.3	Correlação entre Textura Cristalográfica e Fator de Taylor e sua Influência nas Propriedades Mecânicas da Superliga de Níquel 718 .....	61
5.	Conclusões .....	72
6.	REFERÊNCIAS .....	73

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Micrografias obtidas por MET das fases Ni <sub>3</sub> (Al, Ti) ( $\gamma'$ ) e Ni <sub>3</sub> Nb ( $\gamma''$ ). Fonte: Adaptado de (CHATURVEDI; HAN, 1983). .....	7
Figura 2: Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão da fase $\delta$ . Fonte: Adaptado de (NIANG; VIGUIER; LACAZE, 2010). .....	8
Figura 3: Orientação preferencial dos diferentes grãos de uma chapa laminada. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014). .....	13
Figura 4: Variação da orientação preferencial de uma chapa laminada. (a) Material com ausência de textura; (b) Material altamente texturizado e (c) Material com diferentes componentes de textura. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014) .....	14
Figura 5: Etapas da realização de EBSD para obtenção das bandas de Kikuchi; (a) Emissão do feixe de elétrons sobre a superfície da amostra; (b) representação dos grãos difratantes do feixe de elétrons; (c) Representação da interação entre os elétrons e os grãos; (d) geração as bandas de kikuchi. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014) ....	16
Figura 6: Representação de textura por Figuras de Polo. (a) correlação entre os parâmetros da amostra com os parâmetros cristalográficos em uma esfera de referência; (b) disposição dos polos em relação aos parâmetros da amostra. Fonte: Adaptado de: (SUWAS; RAY, 2014) .....	17
Figura 7: Representação da textura em figuras de polo em materiais (a) com distribuição randômica da orientação preferencial e (b) material com orientação preferencial bem definida. Fonte: (CULLITY, 1978) .....	18
Figura 8: Representação da textura cristalográfica por (a) Figura de polo inversa completa e (b) Figura de polo inversa. Fonte: (SUWAS; RAY, 2014). .....	19
Figura 9: Representação das rotações necessárias para fazer parâmetros cristalográficos e da amostra convergirem. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014). .....	20
Figura 10: Representação da ODF $\phi_2=45^\circ$ contendo suas respectivas componentes. Fonte: adaptado de (QIN, 2007). .....	22
Figura 11: Representação da microestrutura de materiais solidificados e sua zona coquilhada (1), Zona colunar (2) e zona equiaxial (3). Fonte: Adaptado de (PORTER; EASTERLING; SHERIF, 2009). .....	24
Figura 12: Imagem obtida por EBSD para observação das características dos contornos de grão em relação a diferentes distâncias da parede do molde. (a) 0-0,1mm, (b) 0,1-0,2mm, (c) 0,2-0,3, (d) 0,6-0,9, (e) 1,2-1,5 e (f) 1,8-2,1. Fonte: (GANDIN et al., 1995)...	25
Figura 13: Figuras de polo (100) para as regiões da amostra com distância (a) 0,1-0,2mm, (b) 0,1-0,2mm, (c) 0,2-0,3, (d) 0,6-0,9, (e) 1,2-1,5 e (f) 1,8-2,1 em relação a parede do molde. Fonte: (GANDIN et al., 1995). .....	25
Figura 14: Seção da ODF com $\phi_2=45^\circ$ para as amostras deformadas com redução de 70%, 95% e 98% da esquerda para direita (a) alumínio puro, (b) Al-4Mg e (c) Cu-30Zn. Fonte: Adaptado de (MADHAVAN et al., 2015). .....	27
Figura 15: Fluxograma das rotas de processamento. Fonte: Adaptado de (MEDEIROS, 2017). .....	32
Figura 16: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's da amostra CR, no estado como recebido, referente às seções (b) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , notação de Bunge. ....	37

Figura 17: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's da amostra R06, processamento prévio as rotas B, C e D, referente às seções (b) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , notação de Bunge. ....	39
Figura 18: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's processada através da rota A, referente às seções $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ para as amostras (b) AS04 e (c) AE04, notação de Bunge. ....	41
Figura 19: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's processada através da rota B, referente às seções $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ para as amostras (b) BS04 e (c) BE04, notação de Bunge. ....	43
Figura 20: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's processada através da rota C, referente às seções $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ para as amostras (b) CS04 e (c) CE04, notação de Bunge. ....	45
Figura 21: Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a) $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF's processada através da rota D, referente às seções $\phi_2=45^\circ$ e $\phi_2=63^\circ$ para as amostras (b) DS04 e (c) DE04, notação de Bunge. ....	47
Figura 22: Correlação entre a fração de contornos especiais $\Sigma_3$ , $\Sigma_9$ e $\Sigma_{27}$ e a fração de grãos aleatórios para as amostras solubilizadas. ....	49
Figura 23: Correlação entre a fração de contornos especiais $\Sigma_3$ , $\Sigma_9$ e $\Sigma_{27}$ e a fração de grãos aleatórios para as amostras envelhecidas. ....	50
Figura 24: Relação entre a fração de grãos recristalizados e a fração de contornos especiais $\Sigma_3$ , $\Sigma_9$ e $\Sigma_{27}$ para as amostras solubilizadas. ....	52
Figura 25: Relação entre a fração de componentes cristalográficas com o número de ciclos de processamento. ....	54
Figura 26: Relação entre o número de ciclos com a fração de grãos aleatórios. ....	56
Figura 27: Relação entre a fração de área de $\delta$ e a textura cristalográfica para amostra solubilizada. ....	60
Figura 28: Relação entre a fração de $\delta$ e a textura cristalográfica da amostra envelhecida. ....	61
Figura 29: Relação entre orientação preferencial e fator de Taylor. ....	66
Figura 30: Mapas de Taylor para as amostras (a) AS04 e (b) BS04. ....	68
Figura 31: Mapas de Taylor para as amostras (a) CS04 e (b) DS04. ....	69
Figura 32: Mapa de Taylor para amostra R06. ....	69
Figura 33: Histograma para a distribuição do Fator de Taylor para os grãos das amostras solubilizadas. ....	70

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Faixa de composição química da superliga de níquel 718. ....	4
Tabela 2: Principais componentes características de materiais CFC e suas coordenadas em ângulos de Euler. ....	22
Tabela 3: Composição química em %peso da liga utilizada. ....	31
Tabela 4: Nomenclatura dos corpos de prova utilizados no trabalho. ....	35
Tabela 5: Relação das componentes cristalográficas e suas intensidades para a superliga de níquel 718 em cada uma das rotas de processamento. ....	48
Tabela 6: Fração de grãos em cada amostra contendo orientação preferencial. ....	48
Tabela 7: Relação entre a fração de contornos especiais e a fração média de grãos recristalizados para as amostras solubilizadas. ....	51
Tabela 8: Dados da fração recristalizada, tamanho médio de grão e fração de área da fase $\delta$ . ....	57
Tabela 9: Resultados dos ensaios de tração para as amostras solubilizadas da superliga de níquel 718. ....	63
Tabela 10: Resultados dos ensaios de tração para as amostras envelhecidas da superliga de níquel 718. ....	71

## 1. INTRODUÇÃO

As superligas níquel constituem uma classe de materiais de grande importância industrial, especialmente para aplicações estruturais que exigem do material, elevada resistência mecânica e à degradação sob altas temperaturas. A principal característica que possibilita a aplicação destes materiais sob tais condições é o fato das superligas de níquel possuírem estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada (CFC). A importância deste fato reside na ausência de polimorfismo, o que atribui a este material excelente estabilidade metalúrgica e a possibilidade de aplicação em uma grande variedade de condições industriais (ESWARA; WANHILL, 2017). Desta forma, esta classe de materiais se torna ideal para aplicações em ambientes severos como em núcleos de reatores nucleares, palhetas de turbina, motores de foguetes, tanques de armazenamento criogênico, entre outras (DONACHIE; DONACHIE, 2008; ESWARA; WANHILL, 2017).

Atualmente, a superliga de níquel 718 tem se destacado nesta classe de materiais, especialmente devido a características marcantes como elevada resistência mecânica, excelente vida em fadiga, resistência à fluência e à corrosão mesmo sob temperaturas de até 650°C (AZADIAN; WEI; WARREN, 2004; CRUZADO et al., 2015; KLOTZ et al., 2018; ZHANG et al., 2019). A estrutura cristalina do tipo CFC permite a introdução de uma grande variedade de elementos de liga como cromo, ferro, nióbio, entre outros. O resultado da adição destes elementos na rede cristalina é a redução da energia de falha de empilhamento, classificada entre baixa e média para esta liga (TARZIMOGHADAM et al., 2017) e a presença de grande variedade de partículas de segunda fase na microestrutura. As propriedades mecânicas, especialmente a elevada resistência mecânica, que geram grande interesse industrial neste material, são função das partículas de segunda fase presentes no material, principalmente, das fases coerentes  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) e  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ), sendo a primeira considerada metaestável. Além destas, a fase  $\delta$  apresenta grande importância para a superliga de níquel 718, pois atua no controle de tamanho de grão da liga durante a realização de processamento termomecânico (RAMALHO MEDEIROS et al., 2018). A formação desta fase ocorre em temperaturas na faixa de temperaturas entre 650°C e 1000°C, a partir da dissolução da fase  $\gamma''$  ou diretamente da matriz.

A superliga de níquel 718, especificamente na indústria nuclear, são geralmente aplicadas em componentes estruturais no núcleo dos reatores nucleares como, por exemplo, em grades espaçadoras, parafusos de fixação e molas. Sendo assim, para garantir cada vez mais segurança para tais aplicações este material é frequentemente fonte de estudo para melhoria das propriedades mecânicas. Atualmente, muitos trabalhos têm enfatizado a influência das rotas de processamento termomecânico no controle da distribuição característica dos contornos de grão (DCCG), que visa obter elevada fração de contornos  $\Sigma 3^n$ , com o objetivo de reduzir a conectividade dos contornos e, como resultado, melhorar as propriedades dos materiais. Contudo, através dos tratamentos termomecânicos é possível controlar diversas características microestruturais, além da DCCG, tais como, fração e distribuição de partículas de segunda fase precipitadas na matriz, tamanho de grão, como também a orientação preferencial dos grãos (textura). O conhecimento da influência do processamento termomecânico na microestrutura para superliga de níquel 718 é bem estabelecido na literatura, contudo, estudos correlacionados à textura ainda são bastante escassos.

A textura de deformação para materiais com energia de falha de empilhamento semelhante a superliga de níquel 718 é bastante abordada na literatura e sabe-se que é caracterizada pela forte presença da componente latão (MADHAVAN et al., 2015). Em relação à textura de recristalização para materiais com baixa energia de falha de empilhamento ainda é pouco abordada na literatura, contudo, sabe-se esta textura é função da textura de deformação, dos sítios de nucleação dos grãos recristalizados (teoria da nucleação orientada) (PARK; SZPUNAR, 2003), da velocidade de migração dos contornos dos grãos em crescimento (teoria do crescimento orientado) (DILLAMORE; SMITH; WATSON, 1967) ou ainda a teoria da nucleação e crescimento combinadas (GANGLI; JONAS; URABE, 1995). Além disso, até o presente momento não foram encontrados trabalhos que descrevam a textura de recristalização da superliga de níquel 718.

Desta forma, o objetivo do presente trabalho é avaliar a influência das rotas de processamento termomecânico na microtextura de recristalização e suas consequências no comportamento mecânico da superliga de níquel 718. Para tal, o material foi submetido a diferentes rotas de processamento, onde se utilizou-se laminação em passe único e também em ciclos com baixo grau de deformação e, posteriormente, realizou-se tratamentos térmico de recozimento e envelhecimento. A análise da microtextura foi

realizada através de Função Densidade de Orientação (ODF, sigla em inglês para *Orientation Density Function*) obtidas através do mapeamento das amostras para cada uma das rotas por difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Com isso foi apresentada a correlação entre o grau de deformação e a microtextura, assim como a influência de parâmetros microestruturais, como a presença da fase  $\delta$ . A avaliação da influência da textura nas propriedades mecânicas da superliga de níquel 718 foi realizada através do fator de Taylor.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Superliga de Níquel 718

As superligas com maiores interesses industriais são baseadas em três diferentes classes, sendo estas compostas principalmente por níquel, níquel-ferro e cobalto. Estes materiais são baseados no Grupo VIII B da tabela periódica e, geralmente, consistem na combinação de diversos elementos de liga, dentre estes tem-se: ferro, níquel, cobalto e cromo em maiores teores. Além da utilização de outros elementos em menores quantidades, tais como tungstênio, molibdênio, tântalo, nióbio, titânio, alumínio, dentre outros elementos. Portanto, criam-se diversas possibilidades para a formulação da composição química destes materiais e, conseqüentemente, uma grande variação das propriedades destas ligas (BOWMAN, 2018; DONACHIE; DONACHIE, 2008). Nesta classe de materiais a superliga de níquel 718 apresenta especial interesse, uma vez que apresenta boa soldabilidade, resistência ao escoamento, resistência a fluência, entre outras, para uma ampla faixa de temperaturas. A Tabela 1 apresenta a faixa de composição química para este material.

**Tabela 1:** Faixa de composição química da superliga de níquel 718.

Composição Química em porcentagem de peso													
	Ni	Cr	Fe	Co	Mo	Nb+Ta	Ti	Al	C	Mn	Si	B	Cu
Mín.	50,0	17,0	-	-	2,8	4,75	0,65	0,20	-	-	-	-	-
Máx.	55,0	21,0	bal.	1,0	3,3	5,50	1,15	0,8	0,08	0,35	0,35	0,1	0,30

Fonte: (ASM, 1990)

A superliga 718, comercialmente denominada “Inconel 718”, tem como elementos majoritários níquel, cromo e ferro, além da introdução em menores teores de molibdênio, nióbio, alumínio e titânio. A inclusão de elementos de liga desempenha papel fundamental, que pode ser tanto benéfico quanto deletério nas propriedades dos materiais. O ferro, cromo, cobalto e molibdênio atuam como endurecedores por solução sólida da matriz de níquel, denominada fase  $\gamma$ . A melhoria da resistência a oxidação e corrosão pode ser obtida pela introdução de cromo. O alumínio juntamente com o titânio, atuam como formadores da fase  $Ni_3(Al, Ti)$ , comumente denominada fase  $\gamma'$ , que também contribui para o endurecimento da liga. Por sua vez, o nióbio atua como o principal formador da fase  $Ni_3Nb$  ( $\gamma''$ ), sendo esta fase a principal responsável pelo endurecimento da superliga de níquel 718, uma vez que o teor de nióbio na liga é muito superior ao teor

de Al e Ti, sendo assim, favorece a formação em maior número da fase  $\gamma'$ . Além da fase  $\gamma'$  o nióbio, atua ainda na formação do carbeto de nióbio (NbC). Como mencionado anteriormente, a adição de elementos de liga à composição química do material pode gerar efeitos degradantes às propriedades do material, por exemplo, a adição de cromo, boro, molibdênio, nióbio e titânio, são responsáveis pela formação de carbetos, carbonitretos e boretos, fases que podem gerar um caráter frágil ao material, o que gera prejuízos às propriedades mecânicas do material (DONACHIE; DONACHIE, 2008; ESWARA; WANHILL, 2017; REED, 2014a).

As aplicações deste material ocorrem em uma ampla faixa de temperatura, uma vez que o níquel se trata de um elemento estabilizador da fase  $\gamma$  com estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada (CFC). A principal vantagem desta estrutura cristalina se trata da excelente estabilidade metalúrgica desde temperaturas criogênicas até o ponto de fusão, em outras palavras, inibe a ocorrência de polimorfismo que pode alterar as propriedades da liga caso haja variação de temperatura e/ou pressão. Além desta contribuição, a estrutura cristalina do tipo CFC torna as taxas de fenômenos termicamente ativados inferiores, em comparação com a estrutura cúbica de corpo centrado, o que torna as superligas mais resistentes à fluência e fadiga em ambientes com temperaturas elevadas. Estas características tornam a superliga de níquel 718 essenciais para aplicações em altas temperaturas, entre 250-750°C, pois estas condições causam forte deterioração das propriedades dos materiais de engenharia convencionais (DONACHIE; DONACHIE, 2008; REED, 2014).

### **2.1.1 Fases Presentes na Microestrutura da Superliga de Níquel 718**

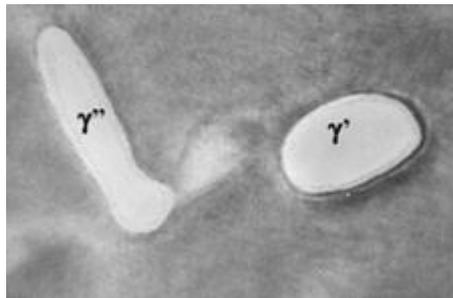
O fato da matriz  $\gamma$  da superliga de níquel 718 apresentar estrutura cristalina do tipo CFC, conforme mencionado anteriormente, possibilita a este material realizar solução sólida com uma grande variedade de elementos de liga. A consequência deste fato é a formação de diversas fases, que podem coexistir ou não no material, a depender dos tratamentos térmicos aos quais o material foi submetido (BOWMAN, 2018; DONACHIE; DONACHIE, 2008; HULL; BACON, 2011). Com isso, as principais fases presentes, em adição a fase  $\gamma$  mencionada anteriormente, na superliga de níquel 718 são descritos a seguir.

A fase  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  ( $\gamma'$ ) é formada durante a etapa de tratamento térmico de precipitação, no intervalo de temperaturas entre 600°C e 900°C (AZADIAN; WEI;

WARREN, 2004). O tratamento de precipitação favorece a reação entre o níquel, presente na matriz, com alumínio e/ou titânio para formar o composto intermetálico  $Ni_3(Al, Ti)$  que tem como característica morfologia esférica, em curtos períodos de tempo de precipitação, podendo tornar-se cúbica em longos tempos de precipitação. Esta fase exerce papel fundamental nas superligas de níquel, sendo responsável pelas melhorias nas propriedades mecânicas e resistência a fluência em elevadas temperaturas (DECKER, 2006). A estrutura cristalina deste composto intermetálico é do tipo CFC ( $L1_2$ ). (DONACHIE; DONACHIE, 2008; REED, 2014b). O aumento da resistência mecânica na superliga de níquel 718, atribuído à presença fase  $Ni_3(Al, Ti)$ , está associado, principalmente, a dois fatores: contornos de antifase, que se trata de uma área de alta energia que é criada pela passagem de uma discordância (DECKER, 2006). A próxima discordância a cruzar a partícula terá de apresentar uma energia suficiente para vencer esta barreira, como resultado tem-se o endurecimento do material. Outro fator que influencia para uma maior resistência mecânica é o efeito desarranjo entre a matriz e o precipitado, causado pela introdução de elementos de liga que podem formar solução sólida com as fases citadas ou precipitar no contorno de grão. O resultado deste efeito é a distorção da rede que desfavorece o movimento das discordâncias (DECKER, 2006).

Em superligas de níquel com elevado teor de nióbio, como a superliga de níquel 718, ocorre a formação preferencial da fase  $\gamma''$ , em relação à fase  $\gamma'$ . De acordo com SLAMA; ABDELLAOUI (2000), isto ocorre devido a razão Al:Nb ser inferior a 0,3, ou seja, o teor de nióbio é muito superior ao teor de alumínio. Para razões Al:Nb entre 2,3 e 1 ocorre a formação preferencial da fase  $\gamma'$  e em razões com valores intermediários, ocorre a formação concomitante das fases. Assim como na fase  $\gamma'$ , a realização de tratamento térmico de precipitação em temperaturas entre 650°C e 900°C, favorece a reação do níquel com o nióbio o que resulta na formação do composto  $\gamma''$  (DECKER, 2006). A estrutura cristalina desta fase é do tipo tetragonal de corpo centrado (TCC), com morfologia na forma de discos elipsoidais. A fase  $\gamma''$  atua como principal responsável pela melhoria das propriedades mecânicas deste material devido à sua presença em maior teor, em relação à fase  $\gamma'$  (MIGNANELLI et al., 2017). Um segundo motivo para a fase  $Ni_3Nb$  conferir a este material uma maior resistência mecânica reside no fato deste apresentar uma estrutura cristalina TCC, diferente em relação à matriz CFC, este fato ocasiona a formação de contornos de anti-fase com energia superior em relação a fase  $Ni_3(Al, Ti)$ , conforme demonstrado por (CHATURVEDI; HAN, 1983).

A principal dificuldade imposta pela fase  $\gamma''$  a aplicações da superliga de níquel 718 em elevadas temperaturas é o fato desta fase ser metaestável. Em temperaturas situadas na faixa 650°C e 950°C ocorre a transformação em uma fase estável denominada fase  $\delta$ , de mesma composição química ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), com estrutura cristalina do tipo ortorrômbica (AZADIAN; WEI; WARREN, 2004). Portanto, a aplicação da superliga de níquel 718 não deve exceder a temperatura de 650°C para manter as propriedades mecânicas deste material. A Figura 1 apresenta a ocorrência em concomitância das fases  $\gamma''$ , com forma helicoidal e  $\gamma'$  com forma esférica.



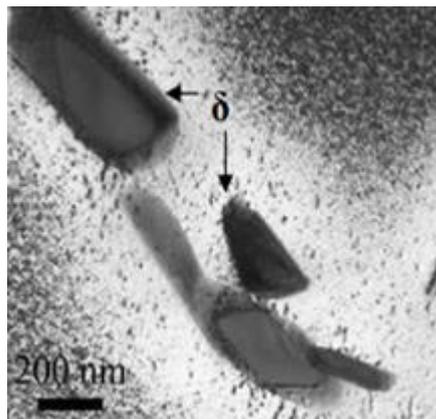
**Figura 1:** Micrografias obtidas por MET das fases  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  ( $\gamma'$ ) e  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  ( $\gamma''$ ). Fonte: Adaptado de (CHATURVEDI; HAN, 1983).

A fase  $\delta$  (delta), apresentada na Figura 2, é termodinamicamente estável em temperaturas inferiores a 1030°C. Esta fase poderá ser formada sob temperaturas distintas o que gera diferenças quanto a sua morfologia e sítio de nucleação preferencial. DELEUME; CLOUÉ e ANDRIEU (2008) classificaram a fase  $\delta$  quanto a sua temperatura de precipitação em duas categorias como:

- $\delta$  de baixa temperatura: Esta classificação é destinada para a formação da fase  $\delta$  durante o tratamento térmico de precipitação realizado em uma faixa de temperatura no intervalo entre 600°C e 900°C. A morfologia da fase  $\delta$  de baixa temperatura apresenta forma acicular em torno dos contornos de grão. Apesar de ser termodinamicamente possível a precipitação em tal temperatura, ANDERSON *et al.* (2017) demonstraram em seu trabalho que a fração de precipitação de  $\delta$  em temperatura de 875°C é muito pequena em relação a temperaturas superiores, independentemente do tempo de tratamento térmico.
- $\delta$  de alta temperatura: Esta classificação é utilizada para precipitação da fase  $\delta$  durante o tratamento térmico de recozimento, em uma temperatura que varia entre 900°C e 1000°C na forma de precipitados coalescidos e globulares. Para a condição de precipitação em temperatura de recozimento situada em 900°C, ANDERSON *et al.*

(2017), afirmaram que a fração de precipitados da fase  $\delta$  é máxima, caso o tratamento térmico de recozimento seja realizado em temperaturas superiores a fração precipitados de delta de alta temperatura será reduzida.

A fase  $\delta$  pode atribuir algumas características desejadas na superliga de níquel 718. Conforme descrito por ARAUJO (2012), a presença da fase  $\delta$  neste material contribui para uma maior resistência mecânica, uma vez que o movimento das discordâncias é dificultado. Outro fator bastante relevante, é a capacidade da fase  $\delta$  em controlar o crescimento de grão da matriz quando precipitado de forma intergranular, conforme demonstrado por MEDEIROS (2017). Por muito tempo foi atribuída a presença desta fase à redução da resistência a corrosão sob tensão intragranular, porém em estudo realizado por ANDERSON *et al.* (2017) essa hipótese foi revogada, uma vez que os autores observaram que sob elevadas temperaturas o fenômeno ocorreu mesmo diante da ausência da fase  $\delta$ .



**Figura 2:** Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão da fase  $\delta$ . Fonte: Adaptado de (NIANG; VIGUIER; LACAZE, 2010).

A superliga de níquel 718 pode conter em sua microestrutura a presença de carbetos, sendo os principais os tipos MC, composto titânio ou nióbio,  $M_6C$  composto por ferro e molibdênio e  $M_{23}C_6$ , composto por cromo, ferro e molibdênio. Carbetos do tipo MC, são ditos primários devido ao fato de precipitarem durante a solidificação do material porém, podem durante etapas posteriores de processamento ocorrer sua decomposição para a formação de carbetos secundários, como os carbetos do tipo  $M_6C$  e  $M_{23}C_6$  (REED, 2014b). A importância destes carbetos para as propriedades das superligas é principalmente o aumento da resistência mecânica em elevadas temperaturas. Uma vez que estas fases precipitam nos contornos de grão e apresentam estabilidade até

aproximadamente a temperatura de fusão da liga, temperatura na qual ocorre a dissolução destas fases (REED, 2014b).

## **2.2 Processamento Termomecânico**

Conforme apresentado na seção 2.1.1, a microestrutura da superliga de níquel 718 é bastante complexa conseqüentemente, se torna necessário o conhecimento do efeito das rotas de processamento termomecânico na microestrutura final do material. Em função da severidade do meio de aplicação deste material, as etapas de processamento devem garantir a ausência de elementos deletérios, assim como, de micro e macrosegregação. Por este motivo, o processamento é geralmente composto por: fusão tripla, conformação mecânica e tratamento térmico.

### **2.2.1 Fusão da Superliga de Níquel 718**

A fabricação da superliga de níquel pode ser realizada através de uma grande variedade de processos contudo, para obter uma liga com melhores propriedades, solidificação mais homogênea e menor teor de inclusões é geralmente utilizada a rota tripla de fusão. Este processo consiste de três etapas denominadas: fusão por indução a vácuo (VIM, sigla em inglês para *Vacuum Induction Melting*), refusão por eletroescória (ESR, sigla em inglês para *Electroslag Remelting*) e fusão a arco em vácuo (VAR, sigla em inglês para *Vacuum Arc Melting*) (ARAUJO, 2012).

A primeira etapa desta rota consiste da fusão por indução a vácuo (VIM), este procedimento é realizado com o objetivo de ajustar à composição química da liga e promover controle primário das impurezas, com adição de elementos de elementos de liga, evitar a reação do oxigênio e nitrogênio com elementos mais reativos a elevadas temperaturas e também remoção de elementos voláteis ou cuja reações dependam da pressão (ARAUJO, 2012). Ao final da primeira etapa é obtido um eletrodo no estado sólido que é em seguida submetido ao processo de refusão por eletroescória (ESR), realizado sob pressão atmosférica e que utiliza através do aquecimento da escória condutora possibilita a refusão do eletrodo sólido obtido no VIM. Esta etapa é realizada com o objetivo de remover inclusões, como efeito tem-se a um maior controle sobre a solidificação e redução no nível de segregação, obtendo um material com estrutura homogênea e refinada (ARAUJO, 2012). Por fim, é realizado o processo de refusão a arco em vácuo (VAR), a importância desta etapa reside da necessidade de reduzir a segregação

na superliga de níquel. Tal fato é possível devido às maiores taxas de solidificação obtida pelo VAR, resultando em uma liga com maior homogeneidade química e microestrutural (ARAUJO, 2012).

### **2.2.2 Homogeneização da Superliga de Níquel 718**

Durante o processo de fusão e refusão da superliga de níquel 718 é necessário o ajuste microestrutural (pela dissolução de fases secundárias) e redução de gradientes locais de composição, especialmente por favorecer a difusão do nióbio para as áreas dendríticas. Tal efeito é conseguido através da realização de ciclos do tratamento térmico de homogeneização, processo realizado sob temperaturas suficientemente elevadas para induzir os elementos químicos a entrar em solução sólida. Este tratamento térmico tem fundamental importância nas etapas seguintes de processamento do material pois, conforme mencionado anteriormente, este material se trata de uma liga endurecida por precipitação e caso não se tenha uma homogeneização completa do material no estado bruto de fusão e após a conformação mecânica a precipitação das fase  $\gamma'$  e  $\gamma''$  durante o tratamento térmico de envelhecimento ocorrerá de forma não uniforme (ARAUJO, 2012).

### **2.2.3 Conformação Mecânica**

No contexto do presente trabalho, a etapa seguinte a obtenção do material no estado bruto de fusão se trata da conformação mecânica, processo realizado para dar forma desejada a um material. Para a superliga de níquel 718, no caso de confecção de chapas e placas, esta etapa geralmente consiste de laminação à quente, que se trata de um processo de conformação primária e para a superliga de níquel 718 é realizado em temperaturas entre 900°C e 1200°C (MEDEIROS, 2017). Em seguida o material é submetido ao processo de laminação à frio que tem como objetivo obter melhor controle dimensional e do acabamento superficial, além de promover o encruamento do material (DIETER, 2014).

A laminação à frio pode ser realizada em conjunto com tratamento térmico de recozimento especialmente para se obter melhor controle sobre a cristalografia de controle de grão e induzir a precipitação de fases secundárias, como a fase  $\delta$  que como mencionado anteriormente pode atuar no controle do tamanho de grão. Com isso, o grau de deformação imposto ao material durante a laminação à frio tem grande importância para as propriedades finais do material. LIU *et al.* (1997), demonstraram que o processo

de recristalização e precipitação de fases secundárias são fortemente influenciados pelo grau de deformação à frio e da temperatura de realização do tratamento térmico. De forma que, para deformações em torno de 50% seguida por tratamento térmico de recozimento à 940°C a precipitação de  $\delta$  ocorre previamente a recristalização do material com isso, atuando no controle do tamanho de grão. Por outro lado, em deformações em torno de 30% a recristalização ocorre previamente a precipitação da fase  $\delta$ , induzindo um menor controle sobre o tamanho de grão do material.

### **2.3 Tratamentos Térmicos**

Além do tratamento térmico de homogeneização, realizado após a solidificação, a superliga de níquel é frequentemente submetida aos tratamentos térmicos de solubilização, que atua de forma a induzir a solubilização de partículas de segunda fase. Outro tratamento térmico fundamental para a liga é o envelhecimento, que ao submeter o material a determinadas temperaturas permite a precipitação de fases secundárias que atuam no endurecimento do material.

Como mencionado anteriormente, a superliga de níquel apresenta em sua composição química uma grande variedade de elementos de liga, de acordo com ARAUJO (2012), a fração destes elementos de liga representa em média de 50% da composição química do material. Sendo assim, Apesar da excelente estabilidade metalúrgica da matriz austenítica desde temperaturas criogênicas até seu ponto de fusão, a composição química da liga possibilita a formação de uma grande variedade de partículas de segunda fase. Com isso, é realizado o tratamento térmico de solubilização para induzir possíveis constituintes a formar solução sólida com a matriz  $\gamma$ . A realização deste procedimento tem como objetivo a disponibilização de uma relativamente elevada concentração de elementos para a formação de fases endurecedoras (Martins, 2015), especialmente o nióbio, uma vez que a superliga de níquel 718 se trata de um material endurecido por precipitação. A temperatura de realização do tratamento térmico de solubilização para a superliga de níquel 718 é geralmente inferior a temperatura solvus da fase  $\delta$ , estimada em 1020°C, para conferir controle sobre o tamanho de grão do material.

Posteriormente ao tratamento térmico de solubilização, a superliga de níquel 718 é submetida ao tratamento térmico de envelhecimento. Esta etapa é realizada com o

intuito de promover a precipitação de fases secundárias especialmente das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  que atuam como endurecedores da matriz  $\gamma$ .

## 2.4 Textura Cristalográfica

A maioria dos materiais no estado sólido se apresentam na forma de agregados policristalinos, ou seja, são compostos por 3 ou mais grãos. Cada grão unitário em um material policristalino pode ser considerado como um monocristal e, por isso, diferem em relação aos grãos vizinhos quanto a sua orientação cristalográfica. Por esta razão, a caracterização destes materiais deve incluir, além de fatores microestruturais, como tamanho e forma dos grãos, presença de partículas de segunda fase. Deve-se incluir na observação fatores estatísticos como distribuição de orientação preferencial, uma vez que os grãos podem apresentar maior ou menor concentração em torno de uma ou mais orientações preferenciais (SUWAS; RAY, 2014).

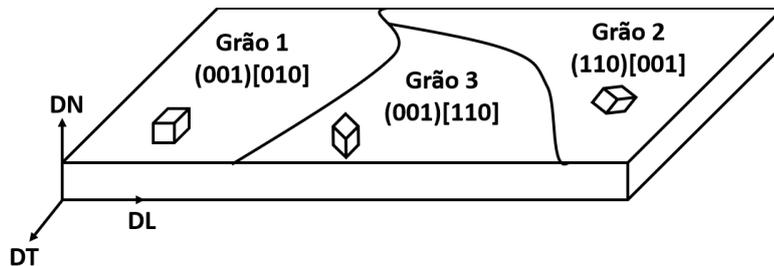
A textura cristalográfica tem grande influência nas propriedades dos materiais, como mecânicas, elétricas, magnéticas, entre outras (CULLITY; GRAHAM, 2009; MURTY; CHARIT, 2006). Além disso, durante a realização de processos de conformação, os grãos tendem a alinhar sua orientação preferencial no sentido do processamento. Materiais que apresentam tal característica após seu processamento, tendem a apresentar variações de suas propriedades quando estas forem medidas em diferentes direções. Esta variação das propriedades em relação à direção é denominada anisotropia, característica que pode ser ou não desejável, dependendo da aplicação ou necessidade do projeto ao qual o material será aplicado (KOCKS; TOMÉ; WENK, 1998; SUWAS; RAY, 2014).

A anisotropia é representada através do parâmetro de Lankford ( $r$ ) (LANKFORD, W. T., SNYDER, S. C., BAUSHER, 1950), sendo este definido pela razão entre a deformação sofrida na direção da largura ( $\epsilon_w$ ) e a deformação na direção da espessura ( $\epsilon_t$ ), expresso de acordo com a Equação 1;

$$r = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} \quad (1)$$

### 2.4.1 Descrição da Orientação dos Grãos e Textura

A textura cristalográfica dos materiais pode ser expressa de diversas formas, porém, a forma mais usual de representação é através dos índices de Miller  $\{hkl\}\langle uvw\rangle$ , parâmetro cristalográfico dos grãos, em relação a um parâmetro do produto como um todo. Ao tomar como exemplo uma chapa laminada, tem-se como referência três direções ortogonais: direção de laminação (DL), direção normal (DN) e direção transversal (DT). Com isso, a orientação preferencial dos grãos individualmente será determinada pelo plano cristalino  $\{hkl\}$  paralelo a superfície do material e a direção cristalina de cada grão que é paralela a direção de laminação da chapa. A Figura 3 apresenta um exemplo da orientação preferencial de um material cúbico em relação aos parâmetros mencionados (SUWAS; RAY, 2014).

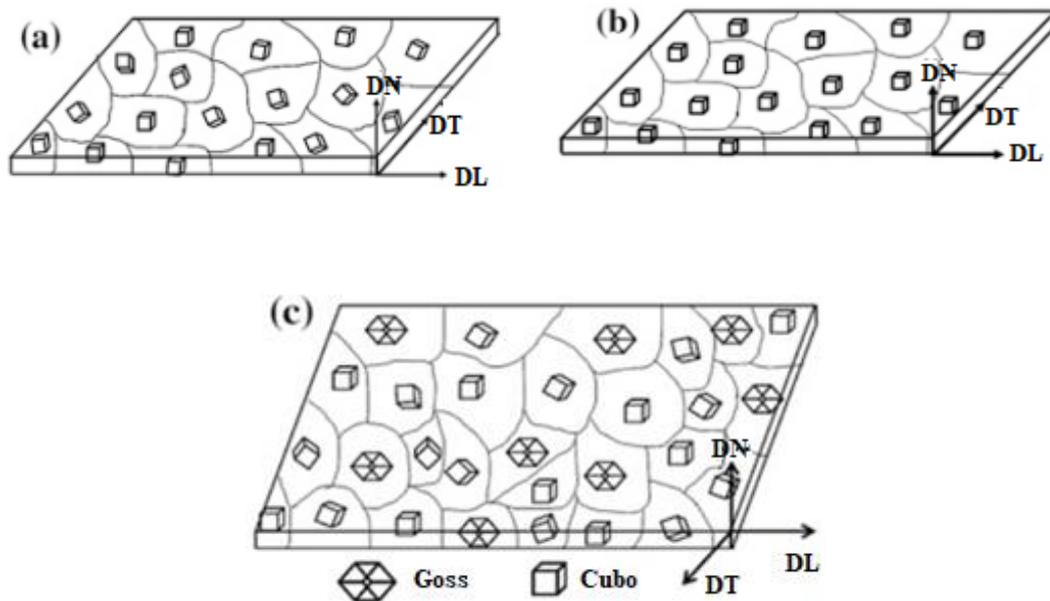


**Figura 3:** Orientação preferencial dos diferentes grãos de uma chapa laminada. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014).

A textura apresentada por um material após o processo de laminação pode ser diferente para cada região do material, conforme pode-se observar na Figura 4. A Figura 4a, apresenta um material onde os grãos estão orientados aleatoriamente, situação dificilmente observada nos materiais metálicos obtidos por processamento mecânico. Já a Figura 7b, apresenta uma chapa laminada onde todos os grãos apresentam orientação preferencial idêntica, portanto, se trata de um material altamente texturizado, onde os grãos apresentam plano cristalográfico (001) paralelo ao plano de laminação e a direção [110] paralela à direção de laminação. Por fim, a Figura 7c apresenta o caso mais facilmente encontrado nos materiais laminados, onde diferentes orientações cristalográficas estão presentes no material, ou seja, a representação da textura deste material deve ser realizada com dois pares de planos e direções ( $\{h_1k_1l_1\}\langle u_1v_1w_1\rangle$  e  $\{h_2k_2l_2\}\langle u_2v_2w_2\rangle$ ) para cada orientação preferencial presente (SUWAS; RAY, 2014).

Os planos e direções previamente citados para descrição da textura cristalográfica podem ser denominados componentes cristalográficas. Nos materiais CFC, as principais componentes cristalográficas observadas são denominadas latão (B),

representada por  $\{110\}\langle 112\rangle$ , Cobre (Cu), representada por  $\{112\}\langle 111\rangle$ , S, representada por  $\{123\}\langle 634\rangle$  e, por fim, a componente denominada Cubo, representada por  $\{001\}\langle 100\rangle$  (MADHAVAN et al., 2015). Enquanto as componentes latão, cobre e S são comumente observadas após a realização de trabalho a frio, a componente cubo é observada principalmente após a solidificação ou recristalização do material (BRACKE et al., 2009; DILLAMORE; SMITH; WATSON, 1967; HONG; LEE, 2003).



**Figura 4:** Variação da orientação preferencial de uma chapa laminada. (a) Material com ausência de textura; (b) Material altamente texturizado e (c) Material com diferentes componentes de textura. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014)

#### 2.4.2 Determinação e Representação da Textura

A medição e avaliação de textura podem ser obtidas de diversas formas, geralmente, agrupadas em técnicas de medição de macrotextura, através de difração de raios X, difração de nêutrons, entre outras, ou técnicas de medição de microtextura, como por exemplo, através de técnicas de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD, abreviação em inglês para, *Electron Backscattered Diffraction*), técnica onde um feixe de elétrons é incidido na superfície da amostra e difratado de acordo com a lei de Bragg (SCHWARTZ et al., 2013). A análise de textura através da macrotextura avalia a textura global do material, ou seja, utiliza um elevado número grãos para analisar sua orientação preferencial, porém, sem levar em consideração sua localização espacial na amostra. Por outro lado, as técnicas de microtextura realizam uma determinação da orientação

preferencial individualmente em cada grão do material com relação ao seu vizinho, ao tomar como referência uma dada população de grãos.

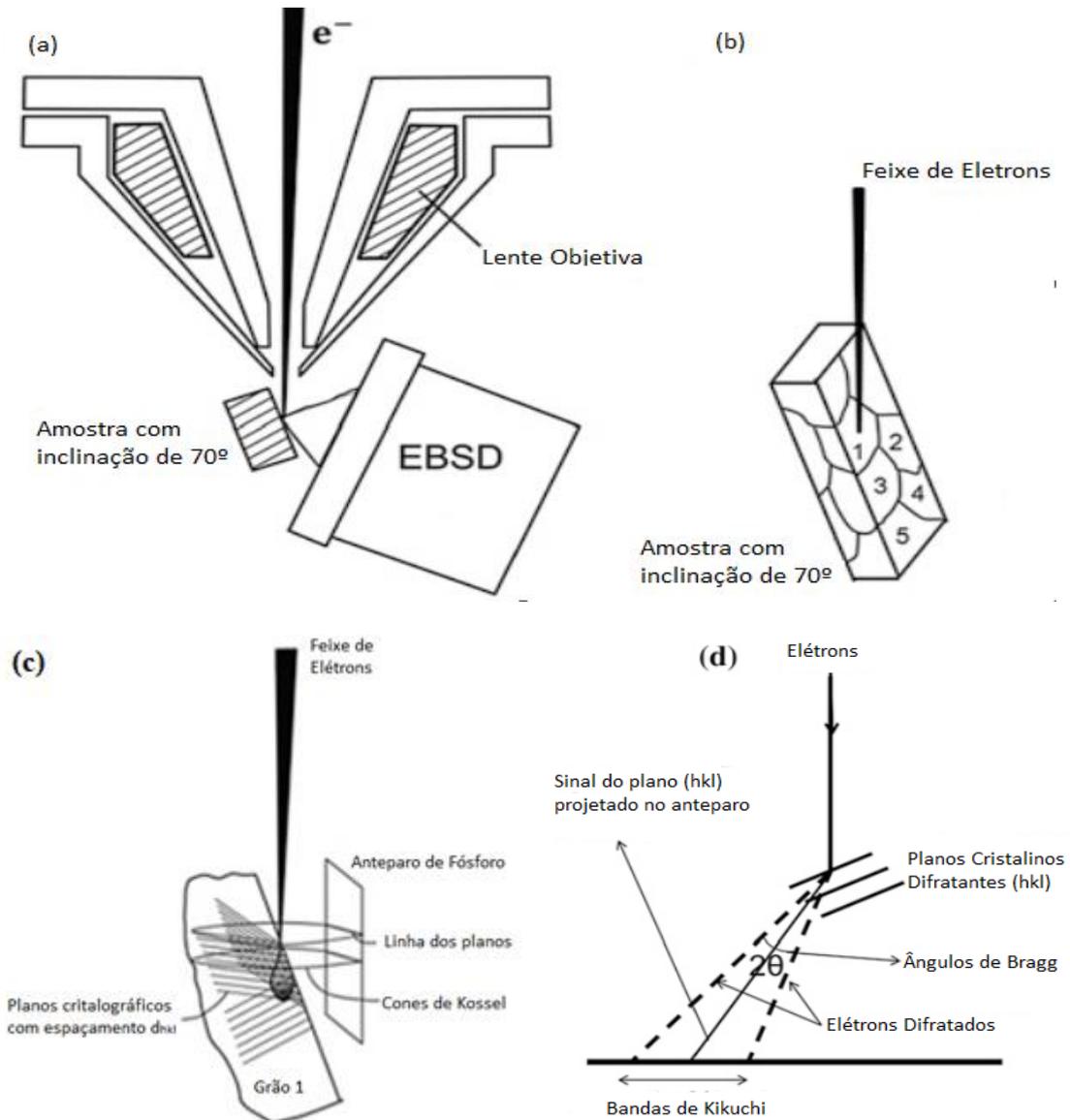
Ao utilizar técnicas de avaliação de textura pode-se realizar um levantamento quantitativo de grãos que apresentam certa orientação preferencial, por isso, as técnicas de avaliação estas técnicas são determinações estatísticas dos grãos presentes no material. Vale ressaltar que a orientação preferencial dos grãos não está relacionada a sua forma, comumente observada em caracterizações realizadas por microscópios ótico ou eletrônico, mas sim como a disposição dos atômicos está configurada a partir de sua estrutura cristalina (ENGLER; RANDLE, 2010; KOCKS; TOMÉ; WENK, 1998; RANDLE, 2008; SUWAS; RAY, 2014).

#### **2.4.2.1 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)**

A técnica de EBSD como mencionado anteriormente, permite a avaliação da orientação de grãos individualmente, textura local, correlação entre orientações ponto a ponto, além da distribuição e identificação de fases (RANDLE, 2008). Em relação a outras técnicas, a utilização do microscópio eletrônico de varredura para realização de EBSD, permite a análise rotineira de outras características, além da orientação preferencial, de uma mesma área da amostra como a morfologia e estrutura da superfície (ENGLER; RANDLE, 2010).

A técnica de EBSD é realizada da seguinte forma. Inicialmente, um feixe de elétrons incide na superfície da amostra de um material, que forma um ângulo entre a sua superfície e o feixe de elétrons, geralmente  $70^\circ$ , com o objetivo de que este máximo número de elétrons seja difratado. Isto é, o maior número de grãos possíveis difrate o feixe incidente. Ao ocorrer esta interação entre os elétrons e a superfície da amostra, parte destes elétrons sofre espalhamento em todas as direções, porém, parte destes elétrons são difratados de tal forma que satisfazem a lei de Bragg. Sendo assim, são geradas interações construtivas que permitem a identificação de planos cristalinos. Após esta etapa, é realizada a transformada de Hough (HOUGH, 1959) para indexação dos planos à imagem. O resultado da difração de elétrons é chamada de linhas de Kikuchi (KIKUCHI, 1928), composta por um par de linhas paralelas, cada par apresenta uma espessura particular, dependendo do plano cristalino que está difratando o feixe de elétrons. Portanto, os padrões de Kikuchi contém informações sobre a simetria do cristal. Estes

padrões são capturados por um elemento CCD (sigla do inglês para *Charge-coupled Device*), para em seguida realizar a conversão das bandas de Kikuchi em arquivos digitais (SUWAS; RAY, 2014). As etapas de obtenção das bandas de Kikuchi através de EBSD são descritas na Figura 5.



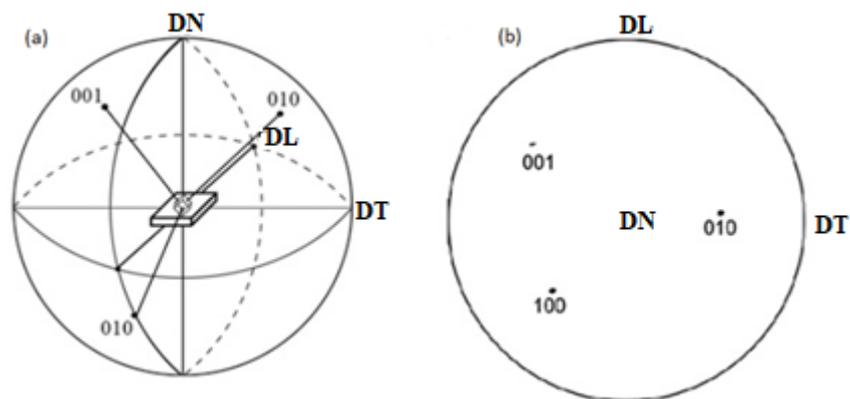
**Figura 5:** Etapas da realização de EBSD para obtenção das bandas de Kikuchi: (a) Emissão do feixe de elétrons sobre a superfície da amostra; (b) representação dos grãos difratantes do feixe de elétrons; (c) representação da interação entre os elétrons e os grãos; (d) geração das bandas de Kikuchi. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014).

#### 2.4.2.2 Figura de Polo e Figura de Polo Inversa

As figuras de polo são uma das principais formas de descrição de textura, muito utilizado em resultados obtidos por EBSD. Isto se deve ao fato de ser um meio fácil e

direto para a avaliação de textura, através de uma representação bidimensional. As figuras de polo levam em consideração a ocorrência de uma determinada orientação preferencial nos grãos dos materiais policristalinos. Por esta razão, caso muitos grãos apresentem uma orientação preferencial semelhante ocorrerá a concentração de pontos em uma região específica da figura de polo, o que torna esta forma de representação visual e bastante simples de avaliar a presença de textura no material. Além disso, este método é bem estabelecido por técnicas de representação de macrotextura, como a difração de raios X (ENGLER; RANDLE, 2010; SUWAS; RAY, 2014).

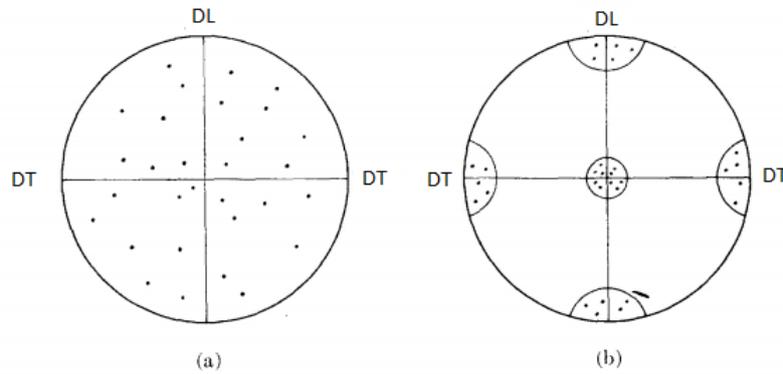
A figura de polo utiliza parâmetros da amostra como sistema de referência com intuito de relacionar com parâmetros cristalográficos, como planos e direções cristalinas. Por exemplo, em uma placa laminada estes parâmetros da amostra são: a direção de laminação (DL), direção transversal (DT), referente ao plano da chapa laminada e a direção normal (DN). Ao representar estes parâmetros em figuras de polo, o parâmetro DL estará na extremidade superior ou inferior da figura de polo, o parâmetro DT nas extremidades laterais, enquanto DN estará no centro da figura de polo. A Figura 7a apresenta a amostra com suas direções DL, DN e DT representadas em uma esfera de referência, assim como a interseção entre a família de planos  $\{100\}$  com a esfera de referência. Ao representar os polos deste material na figura de polo, temos a representação dos planos supracitados de acordo com a Figura 6b.



**Figura 6:** Representação de textura por figuras de polo. (a) correlação entre os parâmetros da amostra com os parâmetros cristalográficos em uma esfera de referência; (b) disposição dos polos em relação aos parâmetros da amostra. Fonte: Adaptado de: (SUWAS; RAY, 2014)

Materiais que apresentam grãos orientados aleatoriamente, terão uma distribuição uniforme de ponto ao longo da figura de polo, conforme apresentado na Figura 7a. Por outro lado, materiais que apresentam grãos com orientação preferencial

semelhante terço, em sua figura de polo, núcleos de concentração de polos, característica de materiais texturizados confirme a Figura 7b.

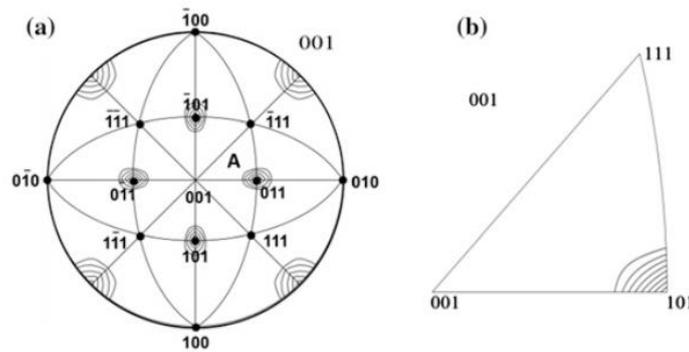


**Figura 7:** Representação da textura em figuras de polo em materiais (a) grãos com distribuição randômica da orientação preferencial e (b) grãos com orientação preferencial bem definida.  
Fonte:(CULLITY, 1978)

Apesar de apresentar diversas vantagens para a análise de textura em materiais, as figuras de polo são representações bidimensionais de estruturas tridimensionais, com isso, os resultados dispostos neste tipo de representação não são quantitativos, sendo apenas qualitativos e contendo informações insuficientes para a correta caracterização do material. (CULLITY, 1978).

Alternativamente às figuras de polo, é possível representar as orientações presentes em uma direção específica do material, DL por exemplo, em função do sistema de coordenadas do cristal, isto é, em relação a planos e direções cristalográficas. Esta representação é denominada figura de polo inversa. A projeção estereográfica de um material cúbico apresenta 24 triângulos unitários simetricamente equivalentes, portanto, a utilização de apenas um destes triângulos é suficiente para a representação completa de uma figura de polo inversa. A Figura 8 apresenta um exemplo de como a textura de um material cúbico, que foi submetido a processamento por trefilação, pode ser representada a partir da projeção estereográfica e sua respectiva figura de polo inversa. A Figura 8a apresenta a figura de polo deste material sobreposta sobre a projeção estereográfica do plano (001), onde é possível observar que as linhas de contornos estão concentradas em determinadas regiões, o que indica a presença de textura no material. Como pode ser observado na Figura 8a, tem-se 24 triângulos unitários, de onde pode-se extrair a figura de polo inversa, Figura 8b, A partir da análise da figura de polo inversa pode-se observar que a maioria dos grãos estão alinhados com a direção  $\langle 101 \rangle$  (ENGLER; RANDLE, 2010; SUWAS; RAY, 2014).

Como a figura de polo inversa é a representação da textura em uma direção específica da amostra, caso o material seja submetido a um processo multiaxial, processo de laminação por exemplo, ainda é possível a representação de textura através das figuras de polo inversas, no entanto, será necessária a projeção de três diferentes projeções, sendo elas DL, DN e DT, assim descrevendo totalmente a orientação preferencial dos grãos.



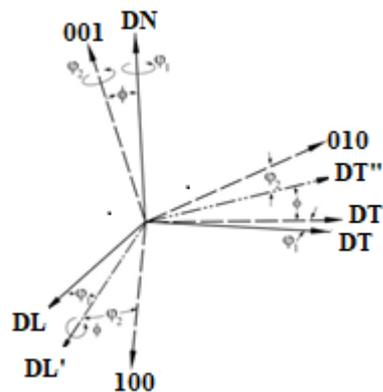
**Figura 8:** Representação da textura cristalográfica por (a) figura de polo inversa completa e (b) figura de polo inversa. Fonte: adaptado de (SUWAS; RAY, 2014).

#### 2.4.2.3 Função de Distribuição de Orientação

A representação de textura é, frequentemente, realizada através de uma função de distribuição de orientação (ODF). A ODF é uma função matemática que descreve a frequência com a qual uma determinada orientação cristalográfica ocorre em um espaço tridimensional, denominado espaço de Euler, cujas coordenadas são definidas por três ângulos de Euler. Neste espaço tridimensional são adotados dois sistemas de coordenadas sendo um sistema inercial fixo e outro que gira em torno do primeiro. Em relação a textura cristalográfica, os parâmetros cristalográficos são tomados como sistema primário, enquanto que os parâmetros da amostra (DL, DT e DN, para o caso de uma chapa laminada) constituem o sistema secundário. A correlação entre os dois sistemas é realizada através de rotações do sistema secundário em relação ao primário onde estas rotações são representadas pelos ângulos de Euler, que para a notação de Bunge são denominados  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$  (BUNGE, 1987).

A Figura 9 apresenta as rotações necessárias para converter os parâmetros da amostra em parâmetros cristalográficos, ou seja, as rotações de acordo com os ângulos de Euler,  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$ , para realizar a conversão entre o sistema da amostra e do cristal, conforme descrito a seguir (ENGLER; RANDLE, 2010; SUWAS; RAY, 2014):

- Rotação sobre o eixo DN com ângulo  $\varphi_1$ , transformando a direção de laminação, DL, em DL' e a direção transversal DT em DT'.
- Rotação sobre o eixo DL' com ângulo  $\Phi$ , fazendo com que a direção normal DN seja coincidente com o parâmetro cristalográfico [001]. Será, ainda, realizada a transformação de DT' em DT''.
- Uma terceira rotação deve ser realizada com ângulo  $\varphi_2$  sobre DN de tal forma que os parâmetros DL' e DT'' serão, respectivamente, coincidentes com os parâmetros cristalográficos [100] e [010].



**Figura 9:** Representação das rotações necessárias para fazer parâmetros cristalográficos e da amostra convergirem. Fonte: Adaptado de (SUWAS; RAY, 2014).

Em materiais policristalinos, cada grão é representado por um ponto, descrito como um conjunto específico de ângulos ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$ ). Em decorrência desta relação a orientação cristalográfica ( $g$ ) de cada grão em relação à amostra pode ser expressa de acordo com a equação 4 (SUWAS; RAY, 2014):

$$g = g(\varphi_1, \Phi \text{ e } \varphi_2) \quad (4)$$

Considerando que a orientação dos grãos varia no volume do material, uma função de distribuição de orientação pode ser expressa de acordo com a equação 5 (SUWAS; RAY, 2014),

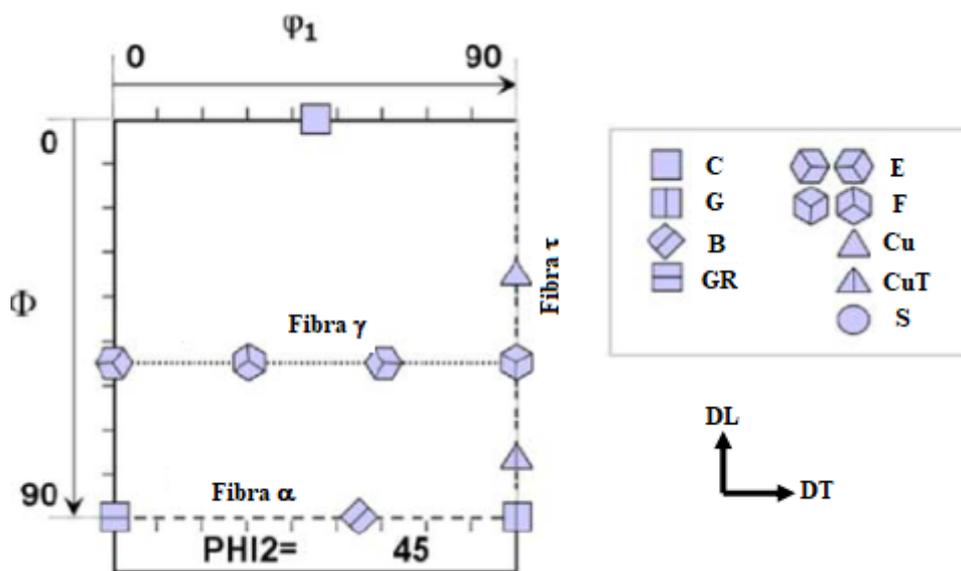
$$F(g)dg = \frac{\Delta V}{V} \quad (5)$$

Onde  $\Delta V$  é o volume do material que apresenta uma dada orientação  $g$  e  $V$  o volume total do material. A avaliação da textura do material leva em consideração a concentração ou dispersão dos pontos, de forma que a presença de aglomerados de pontos nas ODFs indica materiais texturizados. Por outro lado, pontos dispersos representam

materiais pouco texturizados ou randômicos. A ODF pode ser representada em forma de espaço de orientação tridimensional, porém, geralmente é tomado o ângulo  $\varphi_2$  como constante, geralmente em  $45^\circ$  para materiais cúbicos. Com isso a ODF pode ser apresentada em forma bidimensional para com os ângulos  $\varphi_1$  e  $\Phi$  com variação entre  $0^\circ$  e  $90^\circ$ .

Anteriormente foi mencionada a possibilidade de descrever textura através de componentes cristalográficas. A partir da Tabela 2, é possível observar que diversas componentes compartilham planos cristalinos em comum e, por isso, podem ser classificadas em um mesmo grupo denominado fibra. Nesta representação, cada orientação é projetada sobre um parâmetro da amostra, geralmente, toma-se como referência uma chapa laminada, onde os parâmetros são as direções de laminação, transversal e normal, conforme será posteriormente descrito em termos de ODF.

Nos materiais CFC as principais fibras são denominadas: alfa ( $\alpha$ ), gama ( $\gamma$ ) e tau ( $\tau$ ). Estas fibras compreendem componentes que são paralelas a um mesmo parâmetro da amostra. A fibra  $\alpha$  contém todas as orientações cristalográficas com o plano  $\{110\}$  paralelo à direção normal como as componentes Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , Latão  $\{110\}\langle 112 \rangle$ , A $\{110\}\langle 111 \rangle$  e Goss rodado  $\{110\}\langle 110 \rangle$ . No caso da componente  $\gamma$ , todas as componentes compartilham o plano  $\{111\}$  paralelo à direção normal, como as componentes E  $\{111\}\langle 110 \rangle$  e F  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . A fibra  $\tau$  contém todas as orientações cristalográficas com a direção  $\langle 110 \rangle$  paralela à direção transversal como Cobre  $\{112\}\langle 111 \rangle$  e Goss. A Figura 10 apresenta a ODF contendo a projeção das principais fibras características de materiais com estrutura do tipo CFC (QIN, 2007; SUWAS; RAY, 2014). A Figura 10 apresenta o ábaco, que se trata de uma ODF com  $\varphi_2=45^\circ$ , que é utilizada para orientar usuários sobre as localizações de componentes e fibras. No presente caso o ábaco é específico para análise de textura cristalográfica de materiais com estrutura cristalina do tipo CFC.



**Figura 10:** Representação da ODF  $\phi_2=45^\circ$  contendo suas respectivas componentes. Fonte: Adaptado de (QIN, 2007).

A Tabela 2 apresenta as principais componentes observadas em materiais CFC, assim como sua representação em termos de ângulos de Euler.

**Tabela 2:** Principais componentes características de materiais CFC e suas coordenadas em ângulos de Euler.

Componente	Índice de Miller {hkl}<uvw>	Ângulos de Euler ( $\phi_1, \Phi$ e $\phi_2$ )	Fibra
Latão (B)	{110}<112>	(55,90,45)	$\alpha, \beta$
Goss	{110}<100>	(90,90,45)	$\alpha, \tau$
Goss/Latão (G/B)	{110}<115>	(74,90,45)	$\alpha, \tau$
Goss rodado	{110}<110>	(0,90,45)	$\alpha$
A	{110}<111>	(35,90,45)	$\alpha$
P	{011}<211>	(30,90,45)	$\alpha$
Cubo (C)	{001}<100>	(45,0,45)	–
S	{123}<634>	(59,37,63)	$\beta$
Cobre (Cu)	{112}<111>	(90,35,45)	$\beta, \tau$

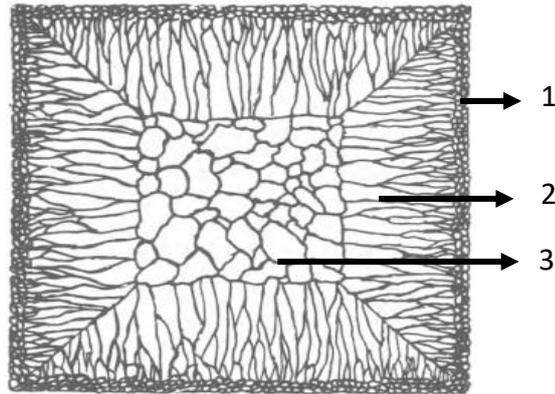
## 2.5 Fatores que Influenciam a Textura

A textura cristalográfica dos materiais pode ser influenciada por fatores relacionados ao processamento para a obtenção do produto final. Geralmente, existem três fatores principais que tendem a induzir a formação de uma orientação preferencial ou modificar uma orientação preexistente. Os principais fatores são: solidificação, deformação e recristalização, contudo o presente no presente trabalho será abordada apenas as texturas de deformação e recristalização.

### 2.5.1 Textura de Solidificação

Um metal líquido quando vertido em um molde com parede resfriadas, possui um fluxo de calor que parte do centro do material na direção das paredes resfriadas. Este processo tem como resultado a solidificação do metal, primeiramente na interface metal/molde até o interior da peça metálica. Como é possível observar na Figura 11, a microestrutura de um material que foi fundido e solidificado é composta por 3 zonas que são: zona coquilhada, zona colunar e a zona equiaxial, representadas, respectivamente, por 1, 2 e 3 na Figura 12.

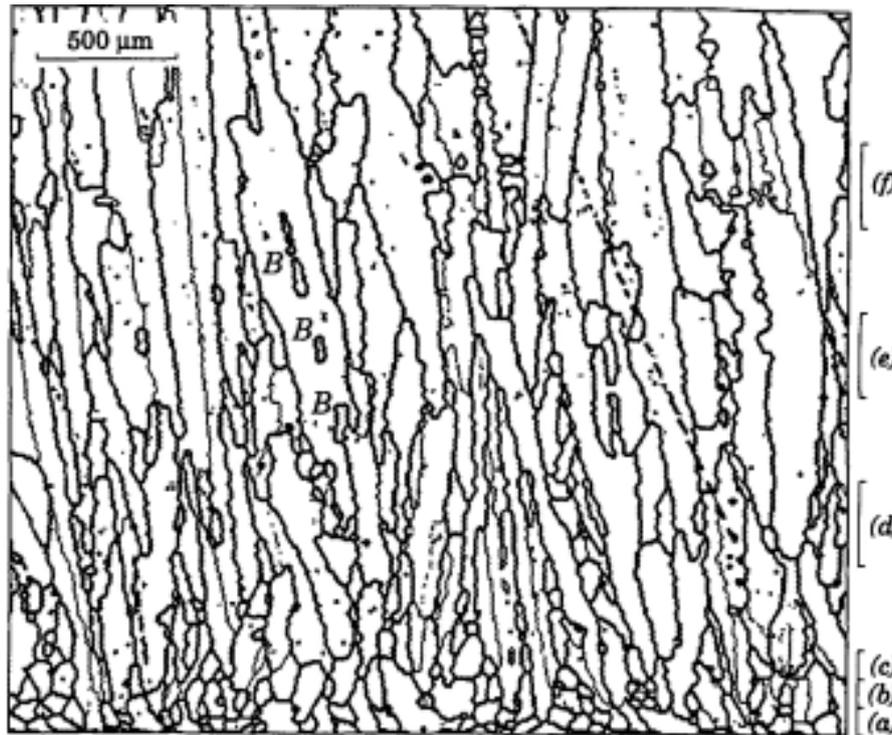
A zona coquilhada é caracterizada por apresentar grãos equiaxiais, devido ao grande gradiente de temperatura entre a parede do molde e o metal fundido. A zona colunar apresenta grãos bastante alongados, paralelos a direção de extração de calor. Nesta região ocorre o crescimento competitivo dos grãos, onde os grãos que estiverem com a direção  $\langle 100 \rangle$ , direção de menor densidade atômica em materiais com estrutura cúbica, alinhada com a direção de extração de calor terá uma maior velocidade de crescimento em relação aos outros grãos com direções distintas à  $\langle 100 \rangle$ . Por fim, a zona equiaxial, de forma semelhante a zona coquilhada, apresentará grãos equiaxiais.



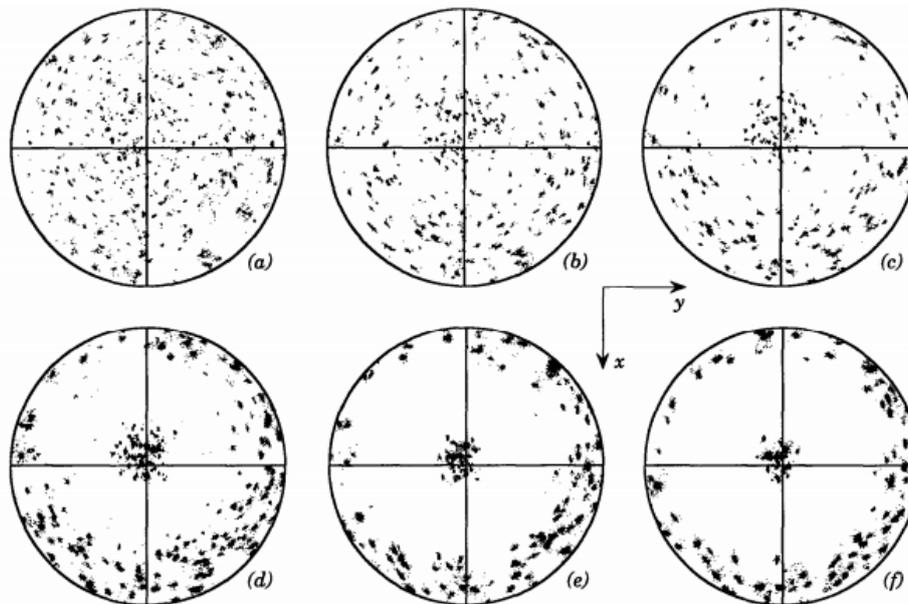
**Figura 11:** Representação da microestrutura de materiais solidificados e sua zona coquilhada (1), Zona colunar (2) e zona equiaxial (3). Fonte: Adaptado de (PORTER; EASTERLING; SHERIF, 2009).

Uma grande variedade de artigos têm sido produzidos no campo da manufatura aditiva o que corrobora para a presença de uma textura ao longo da direção  $\langle 100 \rangle$  na superliga de níquel 718 durante o crescimento dos grãos colunares, como os trabalhos publicados por (LU et al., 2015; NADAMMAL et al., 2017; POPOVICH et al., 2017). Contudo, o trabalho publicado por GANDIN et al., (1995) deve ser destacado. Para caracterizar a textura em peças solidificadas, os autores utilizaram uma amostra solidificada da superliga de níquel X750. Para realizar a caracterização da textura, os autores utilizaram a técnica de EBSD em diferentes regiões da amostra, conforme demonstrado na Figura 12.

Primeiramente, os autores tomaram a região coquilhada como referência e dividiram a amostra em pequenas regiões que variavam entre de 0,1 mm, para regiões próximas à zona coquilhada, até 0,3 mm para regiões à zona colunar, Figura 12, para posteriormente avaliar a textura localmente em cada uma destas regiões. Com o auxílio das figuras de polo apresentadas na Figura 13, os autores observaram que na região que está até 0,3mm do ponto de referência, Figura 13 a e b, o material é composto por grãos com orientação preferencial praticamente randômica. Para regiões superiores a 0,6mm de distância da região coquilhada, Figura 13 c, d, e e f, foi observado que os polos  $\langle 100 \rangle$  se concentram no centro da figura de polo, configurando a formação de uma orientação preferencial ao longo desta direção, este fato é decorrente do crescimento competitivo que foi previamente descrito. Portanto, os autores chegaram à conclusão que as regiões de grãos equiaxiais não possuem textura, porém, a textura de solidificação é decorrida da forte orientação presente na zona colunar do material solidificado.



**Figura 12:** Imagem obtida por EBSD para observação das características dos contornos de grão em relação a diferentes distâncias da parede do molde. (a)0-0,1mm, (b) 0,1-0,2mm, (c)0,2-0,3mm, (d)06-0,9mm, (e)1,2-1,5mm e (f) 1,8-2,1mm. Fonte: Adaptado de: (GANDIN et al., 1995).



**Figura 13:** Figuras de polo (100) para as regiões da amostra com distância (a)0,1-0,2mm, (b) 0,1-0,2mm, (c)0,2-0,3mm, (d)06-0,9mm, (e)1,2-1,5mm e (f) 1,8-2,1mm em relação a parede do molde. Fonte:(GANDIN et al., 1995).

### 2.5.2 Textura Resultante da Deformação Plástica

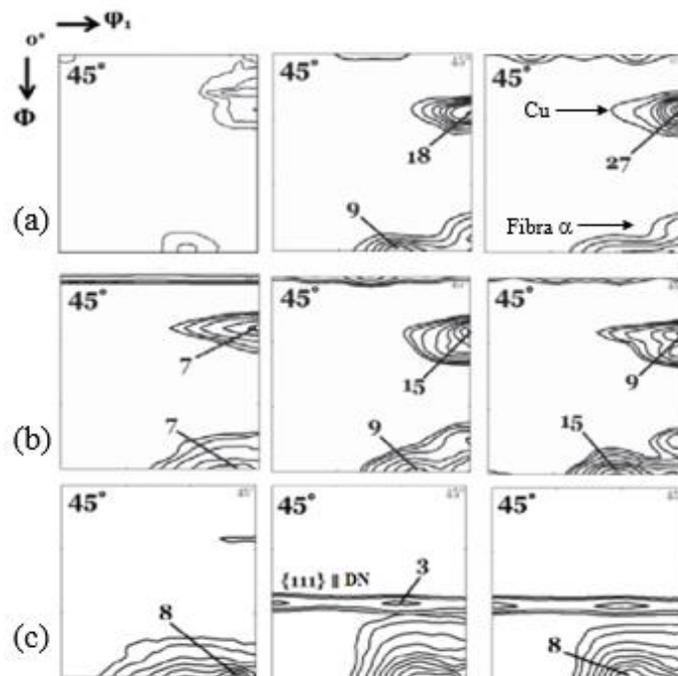
Ao submeter um material a um esforço mecânico, o material poderá ser deformado plasticamente, devido à movimentação das discordâncias, tal fenômeno pode ocasionar a geração de orientação preferencial nos grãos. A deformação plástica em metais pode ocorrer, basicamente, através de quatro mecanismos, que são: deslizamento de planos cristalinos (devido ao movimento das discordâncias), maclagem mecânica, difusão e transformação de fases. Em materiais com estrutura CFC, os mecanismos de deformações comumente atuantes são por deslizamento de planos cristalinos, para materiais com alta energia de falha de empilhamento como o alumínio, ou um mecanismo misto de deslizamento e maclagem, para materiais com baixa ou média energia de falha de empilhamento (EFE) (HULL; BACON, 2011).

A deformação por maclagem, juntamente com deslizamento, surge em materiais com baixa energia de falha de empilhamento devido a formação de discordâncias parciais, o que leva a maior dificuldade para o deslizamento cruzado, como resultado tem-se a deformação por maclagem energeticamente mais favorável. Geralmente os mecanismos de deformação atuantes vão apresentar diferentes sistemas de deformação, compostos por planos e direções. De forma que para em materiais CFC a deformação por deslizamento tem como sistema de deslizamento preferencial o plano  $\{111\}$  e a direção  $\langle 110 \rangle$ . Por outro lado, a deformação por maclagem tem como sistema de deformação atuante  $\{111\}\langle 112 \rangle$  (SUWAS; RAY, 2014).

Portanto, de forma geral, a EFE do material é um fator determinante no modo de deformação de materiais CFC, que por consequência, também será um fator primordial na análise de textura por deformação destes materiais. Para avaliar a influência da energia de falha de empilhamento MADHAVAN *et al.* (2015) utilizaram três diferentes materiais: alumínio puro (alta EFE), Al-4Mg (média EFE) e CU-30Zn (baixa EFE). Estes materiais foram submetidos a processamento por laminação com redução na espessura de 70%, 95% e 98%, respectivamente e posteriormente foram analisadas por Difração de Raios-X. Os autores observaram que no material com alta EFE a intensidade da componente Cobre e S apresentaram substancial aumento, enquanto a componente latão se manteve estável deste 70% até 98% de redução. Os materiais com média EFE apresentaram comportamento semelhante ao material com alta EFE para níveis de deformação entre 70 e 95%, no entanto, em deformações superiores, ocorreu uma redução da intensidade da componente Cobre e aumento na componente Latão. Por fim, no material com baixa EFE,

a textura se manteve constante sobre a componente latão e a componente cobre se manteve ausente para todos os níveis de deformação. Os autores ainda identificaram que o material com baixa EFE apresentou uma componente característica de cisalhamento, E e F, para deformações acima de 95%. As ODFs utilizadas para descrever a textura dos materiais são apresentadas na Figura 14.

Os autores atribuíram a presença da componente cobre à facilidade que materiais com alta e média EFE favorecem o movimento das discordâncias portanto, cria-se uma relação onde a facilidade para o movimento das discordâncias tende a criação da textura do tipo cobre. A existência da textura latão no material é atribuída a deformação de grãos contendo outros tipos de orientações, que tendem a convergir para orientações mais estáveis como cobre, latão e S. Para elevados níveis de deformação os autores atribuem a redução na intensidade da componente cobre à introdução de bandas de cisalhamento, que ocorrem preferencialmente em grãos que apresenta este tipo de orientação preferencial. Por fim, o material com baixa EFE apresenta textura do tipo latão para toda deformação, com surgimento de bandas de cisalhamento para reduções acima de 70%. Porém, diferentemente da textura do tipo cobre, o surgimento das bandas de cisalhamento em materiais que apresentam textura do tipo latão apresenta efeito sinérgico, não resulta em decréscimo desta componente.



**Figura 14:** Seção da ODF com  $\phi_2=45^\circ$  para as amostras deformadas com redução de 70%, 95% e 98% da esquerda para direita (a) alumínio puro, (b) Al-4Mg e (c) Cu-30Zn. Fonte: Adaptado de (MADHAVAN et al., 2015).

### 2.5.3 Textura de Recristalização

Após o processo de conformação mecânica, os materiais podem ser submetidos a tratamentos térmicos na tentativa de reduzir a energia interna dos materiais com a finalidade de torná-los termodinamicamente estáveis pela redução da densidade de discordâncias presente no material deformado. A recristalização da superliga de níquel 718 é resultado dos tratamentos térmicos utilizados para obter maior controle microestrutural como a presença de fases precipitadas e segregação de elementos químicos na matriz. Os principais tratamentos térmicos aplicados a esta liga são homogeneização, solubilização e precipitação. Sob elevadas temperaturas o fenômeno de recristalização tem como força motriz a grande densidade de defeitos gerados durante a deformação plástica do material.

A recristalização pode ser dividida em três etapas sendo elas recuperação, responsável por reações de aniquilação de discordâncias de mesmo sinal e rearranjo das discordâncias em estados energeticamente favoráveis para a formação de subgrãos; recristalização primária, caracterizada pela migração de contornos de subgrão até a formação de contornos de alto ângulo; e, por fim, crescimento de grão, caracterizado pelo crescimento do tamanho médio dos grãos, chamado de crescimento contínuo. Após o crescimento contínuo pode ocorrer o crescimento exagerado de alguns grãos, processo também denominada recristalização secundária.

Com relação à textura de recristalização para materiais com baixa EFE é bastante limitada. Contudo, partindo do ponto de que a recristalização se trata de um processo de nucleação e crescimento, são propostas duas teorias para explicar o surgimento da textura de recristalização denominadas de teoria da nucleação orientada e teoria do crescimento orientado. Em síntese, a teoria da nucleação orientada afirma que a textura dos grãos recristalizados deve levar em consideração apenas o sítio onde a nucleação ocorreu, pois este novo grão terá uma relação de orientação com o grão do qual foi originado (PARK; SZPUNAR, 2003). Por outro lado, a teoria do crescimento orientado afirma que independente do sítio de nucleação, os núcleos recristalizados apresentam diferentes velocidades de migração dos contornos de grãos e por isso, alguns grãos com orientações específicas tendem a um maior crescimento, conseqüentemente, tende-se a uma maior intensidade destas componentes (DILLAMORE; SMITH; WATSON, 1967). Existe ainda estudos que demonstram que é possível a ocorrência conjunta dos mecanismos de nucleação e crescimento orientados (GANGLI; JONAS; URABE, 1995).

Como mencionado anteriormente, para que ocorra a recristalização é necessária a migração dos contornos de grão de alto ângulo. Uma consequência desta migração é a ocorrência das maclas de recozimento, processo que visa a redução da energia interfacial nos contornos de grão. Atualmente são considerados quatro modelos para o surgimento deste defeito denominados (i) acidentes de crescimento, fenômeno no qual as maclas de recozimento seriam resultado de erros de empilhamento devido a elevada velocidade de migração dos contornos (S. et al., 1997), (ii) maclagem devido a falhas de empilhamento (DASH; BROWN, 1963); (iii) dissociação de contornos de grão, onde contornos de alto ângulo se dissociam em maclas coerentes e incoerentes para a redução da energia interna do material (MEYERS; MURR, 1978) e, por fim, (iv) encontro de contornos de grão, onde maclas de recozimento surgem devido ao encontro de grãos que apresentam diferenças quanto a orientação dos contornos em migração (BURGERS, 1949).

Atualmente as maclas de recozimento se enquadram em um grupo de contornos de grão que conferem aos materiais propriedades superiores, como menor segregação de impurezas, maior resistência a oxidação, assim como, nucleação e propagação de trincas. O estudo das características dos contornos de grãos é denominado mesotextura. Estes contornos de grão podem ser descritos pelo modelo de sítios de coincidência (CSL) e são caracterizados pelo parâmetro  $\Sigma$ . O valor de  $\Sigma$  determina a fração de pontos que ocupam posições comuns em duas células unitárias diferentes, de forma que quanto menor o valor de  $\Sigma$ , mais ordenada a estrutura dos grãos e maior o número de pontos que apresenta tal característica (RANDLE, 2010). O modelo CSL é baseado na desorientação em relação a grãos circunvizinhos e pode ser classificado em três categorias (TAN; SRIDHARAN; ALLEN, 2007):

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

As maclas de recozimento se enquadram como contornos CSL de baixo- $\Sigma$  ( $\Sigma 3$ ), característica de materiais com baixa EFE, de modo que quanto menor a EFE do material, maior será a fração de contornos  $\Sigma 3$ .

As maclas de recozimento apresentam uma influência significativa na textura cristalográfica dos materiais. GOTTSTEIN (1984) observou que em materiais com

elevada fração de maclas de ordem superior, mais especificamente maclas de recozimento de 6ª ordem, a intensidade da textura tende a ser reduzida. O autor afirmou que durante o processo de formação das maclas de recozimento, o ângulo de rotação em relação ao plano preferencial para maclagem {111}, que inicialmente é de 60°, tende a acumular rotações e, com isso, ao surgir um elevado número de maclas de recozimento de 6ª ordem existe a tendência em reduzir a intensidade das componentes de textura cristalográfica nos materiais.

HAASE e BARRALES-MORA (2018) avaliaram a textura de deformação, após laminação, e recristalização da liga de alta entropia CoCrFeMnNi, material caracterizado por apresentar baixa EFE. Os autores observaram que para deformações na ordem de 50%, a textura de deformação no material se caracterizava principalmente pela fibra  $\alpha$ , além da presença em menor intensidade da fibra  $\beta$  assim como a componente cubo. Em menores graus de deformação a textura foi caracterizada por conter frações semelhantes das fibras  $\alpha$  e  $\beta$ . Durante o tratamento térmico de recozimento, os autores observaram que, de forma geral, ao ocorrer a recristalização dos grãos a textura de recristalização se caracterizou pela presença da textura de deformação retida, além do surgimento das orientações cubo e Goss rodado, porém, de acordo com os autores a maior parte dos grãos estavam aleatoriamente orientados. Os autores atribuíram a presença da textura de deformação retida no material a teoria da nucleação orientada, pois de acordo com os autores durante a recristalização os grãos originados nos contornos de grão tendem a apresentar orientação semelhante aos grãos dos quais foram originados. Por outro lado, aumento da fração de grãos aleatórios foi atribuído a rotações geradas na rede causada pela formação pelos contornos  $\Sigma 3$ .

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais

Para a realização deste estudo foi utilizada uma chapa de superliga de níquel 718, fornecida pela Special Metals. A chapa fornecida para este trabalho apresentava 150 mm de comprimento, 100 mm de largura e 1 mm de espessura. A composição química do material, informada pelo fornecedor, é apresentada na Tabela 3.

**Tabela 3:** Composição química em % peso da liga utilizada.

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

Fonte:(MEDEIROS, 2017)

Este material foi anteriormente fonte de estudos por MEDEIROS (2017), onde foi avaliada a influência das rotas de processamento na DCCG e sua relação com as propriedades mecânicas desta liga.

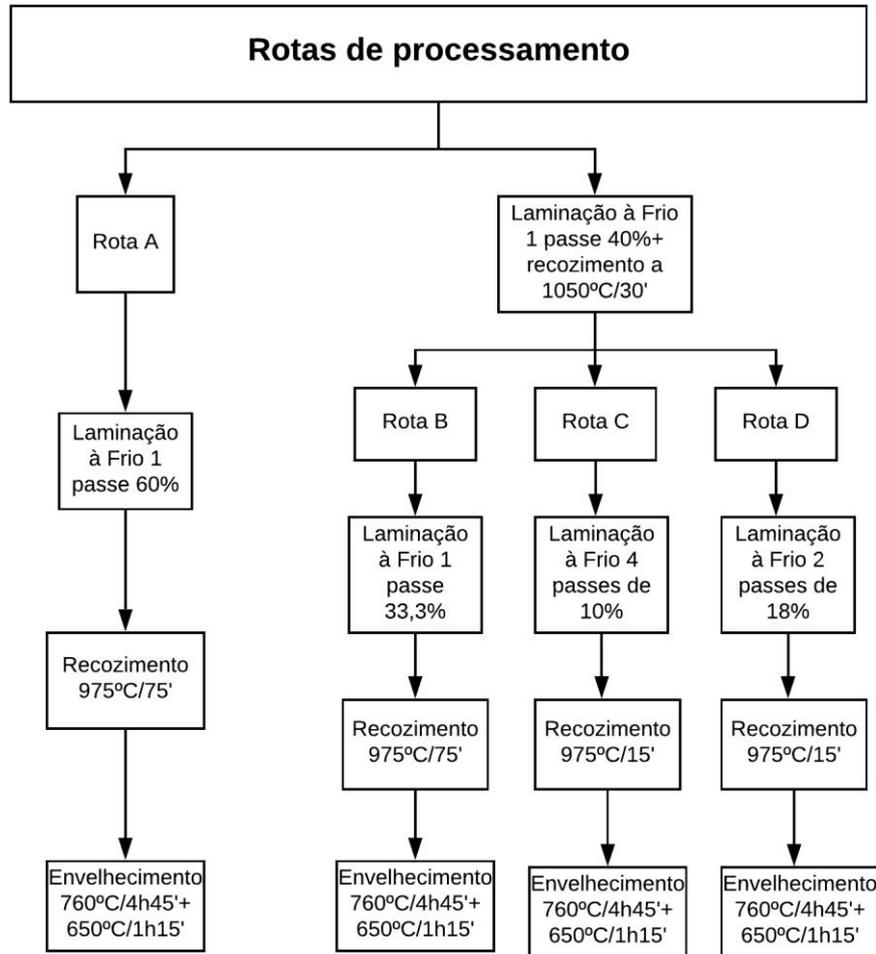
No presente trabalho será avaliada a influência dos ciclos de processamento na microtextura de recristalização do material. Assim como observar a influência da orientação preferencial em algumas propriedades mecânicas, tais quais limite de escoamento e ductilidade.

#### 3.2 Processamento do Material

Após o recebimento, a chapa laminada foi cortada, com o auxílio de uma serra de disco, na forma de placas com dimensões de 15mm x 10mm. O material foi posteriormente submetido a diferentes rotas de processamento, ao se variar o número de passes no processo de laminação, para verificar a influência deste parâmetro na formação de contornos especiais. As amostras obtidas após o corte da chapa foram então submetidas a tratamentos termomecânicos no departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais -COPPE/UFRJ.

O processamento destas amostras foi dividido em 4 rotas, onde em cada rota o material foi laminado a frio (deformação verdadeira), recozido e envelhecido. Ao final do processamento por cada rota foram obtidas amostras com espessura final de 0,4mm. A

Figura 16 apresenta o esquema das etapas de processamentos realizadas nas amostras para cada rota.



**Figura 15:** Fluxograma das rotas de processamento. Fonte: Adaptado de (MEDEIROS, 2017).

### 3.3 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

Previamente à análise de EBSD, foi necessária a realização de tratamentos superficiais com o intuito de obter uma melhor qualidade de dados, evita-se a presença de impurezas que poderiam, eventualmente, influenciar nos resultados obtidos. A realização destas etapas foram descritas por MEDEIROS (2017). Para tanto, todas as amostras foram submetidas a uma etapa de lixamento sequencialmente com lixas de granulometria 320, 600 e 1200 mesh e polidas com pasta de diamante 6 e 1 $\mu$ m. Por fim, as amostras foram submetidas a polimento eletrolítico onde utilizou-se uma solução composta por 91% de Etanol e 9% de ácido perclorico(HClO<sub>4</sub>), a uma temperatura de -

20°C e tensão de 20,5V. O tempo para realização do polimento eletrolítico variou entre 15 e 45 segundos.

As análises da microtextura das amostras foram realizadas pela técnica de EBSD. O equipamento utilizado consiste de um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução Jeol 7100FT, com fonte de elétrons do tipo FEG (Single em inglês para *Field Emission Gun*), o detector utilizado para captar os elétrons retroespalhados é do tipo detector Nordlys Max2 da fabricante Oxford, pertencente ao Laboratório Multiusuário de Nanociências e Nanotecnologia (LABNANO), laboratório que faz parte do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). As análises foram realizadas com voltagem de aceleração de 20 KV, modo de visualização por elétrons secundários e distância de trabalho de cerca de 15 mm. Os valores do step size para cada amostra foi variado em função do tamanho do grão e ficaram entre 0,2 e 0,70  $\mu\text{m}$  (MEDEIROS, 2017).

A avaliação da textura cristalográfica das amostras foi realizada por meio de funções de distribuição de orientações (ODF, sigla em inglês), onde é possível observar a presença de componentes cristalográficas, assim como suas intensidades, e fibras por meio dos ângulos de Euler. A notação de BUNGE (1987) foi utilizada para a apresentação das ODFs. As seções com  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$  foram as estudadas neste trabalho, pois estas apresentam todas as principais componentes de textura necessárias para descrever a microtextura da superliga de níquel 718. Além disso, é possível que alguns grãos apresentem pequenas variações em relação às posições ideais para as componentes cristalográficas típicas de materiais CFC, por esta razão foi adotado uma tolerância de  $15^\circ$  para grãos com orientações próximas a orientações ideais. O processamento das figuras de ODF foi realizada com o auxílio da ferramenta MTEX (BACHMANN; HIELSCHER; SCHAEBEN, 2010), na versão 5.1.1. O MTEX é uma ferramenta que está disponível para utilização como toolbox do programa MATLAB, que no presente trabalho foi utilizada na versão 2018a. Os códigos utilizados para o desenvolvimento do presente trabalho estão apresentados em anexo.

Pelo fato da técnica de EBSD se tratar de uma ferramenta bastante versátil a partir dos dados obtidos, foi possível obter outras características de grande importância para o material como a fração de grãos recristalizados e o fator de Taylor. A quantificação da fração recristalizada no presente trabalho foi obtida através da distribuição da orientação do grão (GOS, sigla em inglês para *Grain Orientation Spread*). O valor do GOS é obtido a partir do cálculo da variação da orientação média em relação a orientação

medida ponto a ponto no interior de um mesmo grão. Por exemplo, um material deformado a frio apresenta uma grande densidade de discordâncias no interior dos grãos, portanto, a variação entre a orientação média do grão e a orientação ponto a ponto será um valor relativamente superior em relação aos grãos onde não existem discordâncias. Por outro lado, um material recristalizado apresenta uma menor densidade de discordâncias no seu interior e por isso a variação entre a orientação média do grão e a orientação medida em cada ponto do grão apresentará um valor de GOS relativamente menor. Portanto, materiais recristalizados devem apresentar elevada fração de grãos com valores inferiores de GOS. Sendo assim, no presente trabalho foi determinado que a fração recristalizada seria maior quanto mais grãos apresentassem valores de GOS inferior a  $1^\circ$  (um grau).

No presente trabalho o fator de Taylor foi utilizado de forma a correlacionar a orientação preferencial dos grãos com as propriedades mecânicas, uma vez que a deformação por deslizamento é um fenômeno que depende da orientação dos grãos em relação a tensão aplicada. De forma que grãos com menor fator de Taylor deformam mais facilmente por apresentar um sistema de deslizamento disponível na direção da tensão aplicada. Por outro lado, grãos com maior fator de Taylor resistem a deformação plástica devido a necessidade de ocorrer rotações para que o sistema de deslizamento se alinhe a direção da tensão aplicada. Para tal, o presente trabalho se baseou no estudo realizado por BUNGE (1970), onde o autor atribuiu o fator de Taylor para as componentes cristalográficas.

A Tabela 4 apresenta a nomenclatura atribuída as amostras fonte de estudo do presente trabalho.

**Tabela 4:** Nomenclatura dos corpos de prova utilizados no trabalho.

<b>Nomenclatura</b>	<b>Rota</b>	<b>Condição</b>
<b>CR</b>	-	Amostra Anterior ao processamento
<b>AS04</b>	A	Chapa laminada e recristalizada
<b>AE04</b>	A	Tratamento térmico de envelhecimento após a AS04
<b>R06</b>	-	Processamento prévio às rotas B, C e D
<b>BS04</b>	B	Laminada a frio, a partir de R06, e recristalizada
<b>BE04</b>	B	Tratamento térmico de envelhecimento após a BS04
<b>CS04</b>	C	Laminada a frio em 4 ciclos, a partir de R06, e recristalizada
<b>CE04</b>	C	Tratamento térmico de envelhecimento após a CS04
<b>DS04</b>	D	Laminada a frio em 2 ciclos, a partir de R06, e recristalizada
<b>DE04</b>	D	Tratamento térmico de envelhecimento após a DS04

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Apresentação e Análise dos Resultados de Textura Cristalográfica

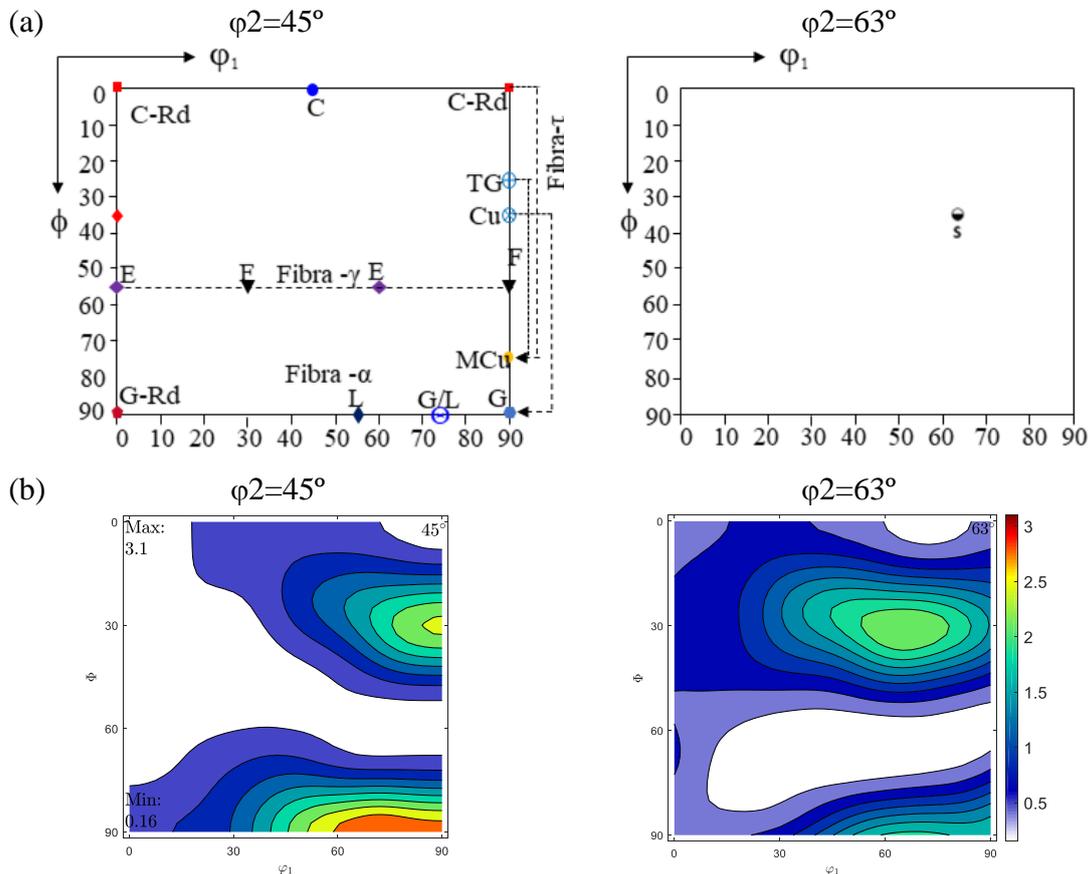
A análise dos resultados para a avaliação da orientação preferencial (textura) da superfície da superliga de níquel 718, obtidos por EBSD, são apresentados, como mencionado anteriormente, na forma de funções de distribuição de orientação (ODF). A representação de textura será realizada a partir da notação de Bunge e apenas as seções onde  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$  serão utilizadas, pois, todas as principais componentes cristalográficas para materiais CFC podem ser observadas nestas seções, como demonstrado no Tabela 2. Para melhor entendimento a respeito da evolução da textura, os resultados da textura para cada uma das amostras serão descritos e, posteriormente, será analisado a influência de parâmetros microestruturais como presença de precipitados, energia de falha de empilhamento e tratamentos térmicos na evolução da textura e como estes parâmetros afetam as propriedades mecânicas do material. Os resultados dos ensaios de textura cristalográfica por EBSD são apresentados na forma de ODF's, Figura 16 a Figura 20. Vale salientar que nesta seção será apenas descrita a microtextura de recristalização, uma vez que nas próximas seções serão avaliadas de forma mais abrangente a influência de parâmetros microestruturais e de processamento na microtextura.

#### 4.1.1 Amostra no Estado Como Recebido

O resultado da textura cristalográfica da amostra no estado como recebida (CR) é apresentado nas Figuras 17b, através das seções  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$ . A importância na avaliação da amostra no estado como recebido é que a textura inicial afeta diretamente a textura final do produto.

A análise da Figura 17b, seção  $\varphi_2=45^\circ$ , indica que na condição como recebido o material apresentou intensidade máxima próxima a componentes Goss/latão,  $\{110\}\langle 115\rangle$ , Goss,  $\{110\}\langle 100\rangle$  e latão,  $\{110\}\langle 112\rangle$ , com intensidade 3,1 para todas estas componentes. A presença destas componentes, juntamente com as componentes A  $\{110\}\langle 110\rangle$  e Goss Rodado  $\{110\}\langle 111\rangle$  são característica da fibra  $\alpha$ , conforme observado no ábaco na Figura 17a. A intensidade das componentes Goss rodado e A são relativamente inferiores em relação as componentes Goss, G/B e latão, porém, por estarem presentes é dito que a superfície do material contém a fibra  $\alpha$  completa. Além

das componentes característica da fibra  $\alpha$ , observa-se na seção  $\varphi_2=45^\circ$ , a presença da componente, cobre  $\{112\}\langle 111\rangle$ , com intensidade 2,5, enquanto que na seção  $\varphi_2=63^\circ$  observa-se a presença da componente S  $\{123\}\langle 634\rangle$ , com intensidade 2. As componentes Cobre e S, juntamente com a componente latão, compõem a fibra  $\beta$ .



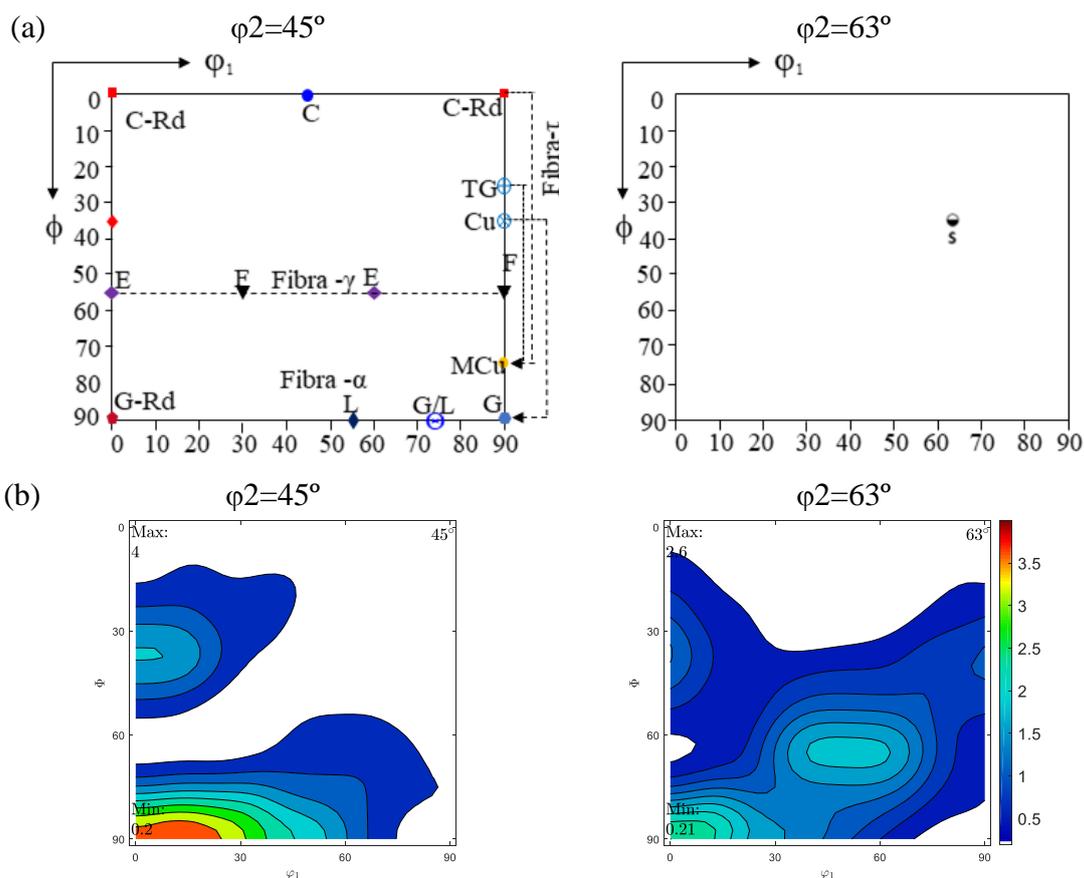
**Figura 16:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF da amostra CR, no estado como recebido, referente às seções (b)  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$ , notação de Bunge.

#### 4.1.2 Textura da Amostra R06 Prévia ao Processamento pelas Rotas B, C e D

A amostra R06 foi submetida a laminação a partir da amostra no estado como recebido e sofreu redução de 40% em sua espessura. Este procedimento foi seguido pelo tratamento térmico de recozimento a  $1050^\circ\text{C}$  por 30 minutos. A análise da Figura 17b, seções  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=63^\circ$ , permite analisar a textura cristalográfica da amostra R06 que serviu como ponto de partida para o processamento realizado através das rotas B, C e D.

Com isso, após estas etapas de processamento, é possível identificar que o material passou a apresentar intensidade máxima sobre a componente Goss rodado  $\{110\}\langle 110\rangle$ . O aumento significativo da intensidade desta componente está possivelmente relacionado à temperatura de realização do tratamento térmico de

recozimento que facilitou a ocorrência da recristalização. Pois, como demonstrado por CAI *et al.* (2007) a superliga de níquel 718 ao ser submetida ao tratamento térmico de recozimento em temperaturas inferiores a 1020°C (temperatura sub-solvus  $\delta$ ), a presença de partículas de segunda fase, como a fase  $\delta$ , dificulta o processo de movimentação dos contornos de grão, sendo assim, atua de forma a dificultar o processo de recristalização. Em temperaturas superiores a 1020°C (super-solvus  $\delta$ ), caso da amostra R06, o efeito de bloqueio da migração dos contornos é reduzido devido a completa solubilização desta fase secundária. Além disso, SOUZA (2012) em seu trabalho com ligas de alumínio, sugere que a componente Goss rodado é característica de materiais laminados e recristalizados, onde durante o processamento termomecânico ocorreu atrito entre o cilindro de laminação e a superfície da amostra. Ainda na seção  $\phi_2=45^\circ$ , é possível observar que a componente A está mais proeminente, isto possivelmente está relacionado com a presença da componente maclas de cobre, uma vez que segundo SATHIARAJ; BHATTACHARJEE (2015) durante a deformação plástica tais componentes apresentam relação  $\Sigma 3$ . Por outro lado, observa-se significativa redução nas componentes B, G/B, assim como a completa extinção das componentes Goss, Cobre. Na seção  $\phi_2=63^\circ$  da Figura 17b observa-se a presença da componente S, porém com intensidade significativamente reduzida.



**Figura 17:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODF da amostra R06, processamento prévio as rotas B,C e D, referente às seções (b)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , notação de Bunge.

### 4.1.3 Textura das Amostras Submetidas a Rota A de Processamento

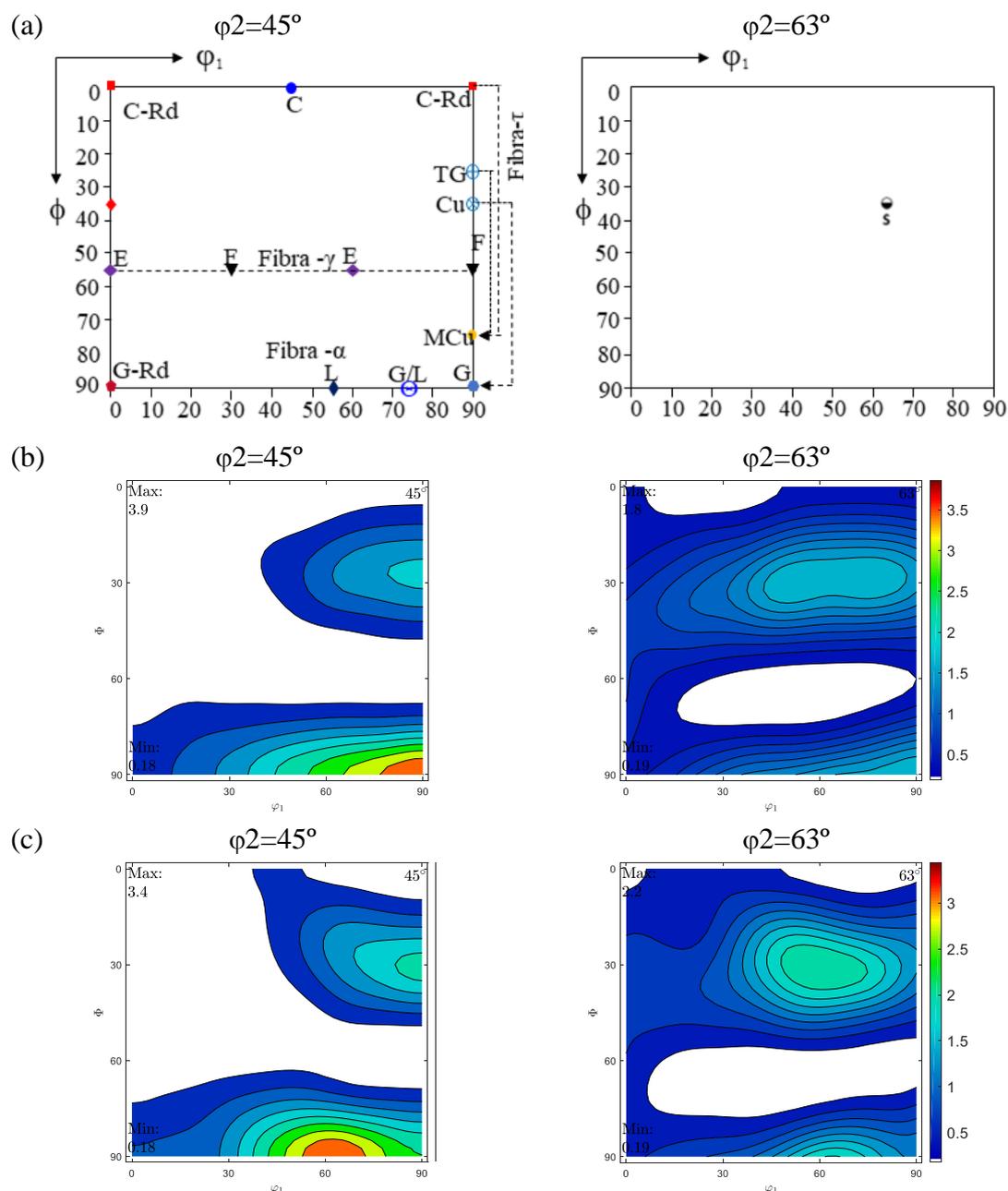
A Figura 18 apresenta os resultados da textura cristalográfica para as amostras da Rota A de processamento denominadas AS04 para a amostra solubilizada (Figura 18b) e AE04 amostra e envelhecida (Figura 19c).

A amostra AS04 foi submetida a uma redução de 60% em sua espessura, a partir da amostra no estado como recebido, através do processamento por laminação, seguida por recozimento a temperatura de  $975^\circ\text{C}$  por 75 minutos. Como é possível observar através da Figura 19b, o perfil de textura se manteve semelhante a amostra CR. Porém, é possível observar uma intensificação da componente Goss, com intensidade 3,9. Por sua vez, as componentes G/B e latão, mantiveram constantes em relação a amostra CR com intensidades 3,1. De forma semelhante, porém com menor intensidade, as componentes Goss rodado e A não apresentaram modificação em suas intensidades, portanto, configura-se a presença da fibra  $\alpha$  completa. A maior intensidade da componente Goss rodado após a recristalização está, provavelmente, relacionada a presença de bandas de

cisalhamento para deformações na ordem de 60%, uma vez que segundo SATHIARAJ; BHATTACHARJEE (2015), a presença de tais bandas durante a deformação induz a formação da textura Goss após a recristalização.

Por outro lado, as componentes características da fibra  $\beta$  apresentaram discretas reduções em suas intensidades, com a componente cobre apresentando intensidade 2, a componente S, com intensidade 2, e a componente latão 2,5. A componente  $\beta$ , apesar de ser característica de materiais com média e alta EFE pode ser encontrada em materiais com baixa EFE, especialmente em deformações inferiores a 70% conforme demonstrado por (BRACKE et al., 2009) em aços com maclagem induzida por deformação (TWIP, sigla em inglês para *Twinning-Induced Plasticity*).

O processamento pela rota A, ainda incluiu uma etapa onde a amostra foi submetida a um tratamento térmico de envelhecimento, denominada amostra AE04, apresentadas na Figura 19c. A análise da Figura 19c, demonstra que a amostra AE04 apresenta distribuição de textura semelhante a amostra AS04. A diferenciação ocorre devido a máxima intensidade apresentou deslocamento da componente Goss, com intensidade 2, para as componentes latão e G/B, com intensidade 3,4. As componentes Cobre e S, pertencentes à fibra  $\beta$ , apresentaram manutenção em suas intensidades após o tratamento térmico de envelhecimento. A principal diferença quanto a textura da amostra envelhecida na amostra solubilizada é o surgimento da componente cubo, com intensidade em torno de 0,5.



**Figura 18:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODFs processada através da rota A, referente às seções  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$  para as amostras (b) AS04 e (c) AE04, notação de Bunge.

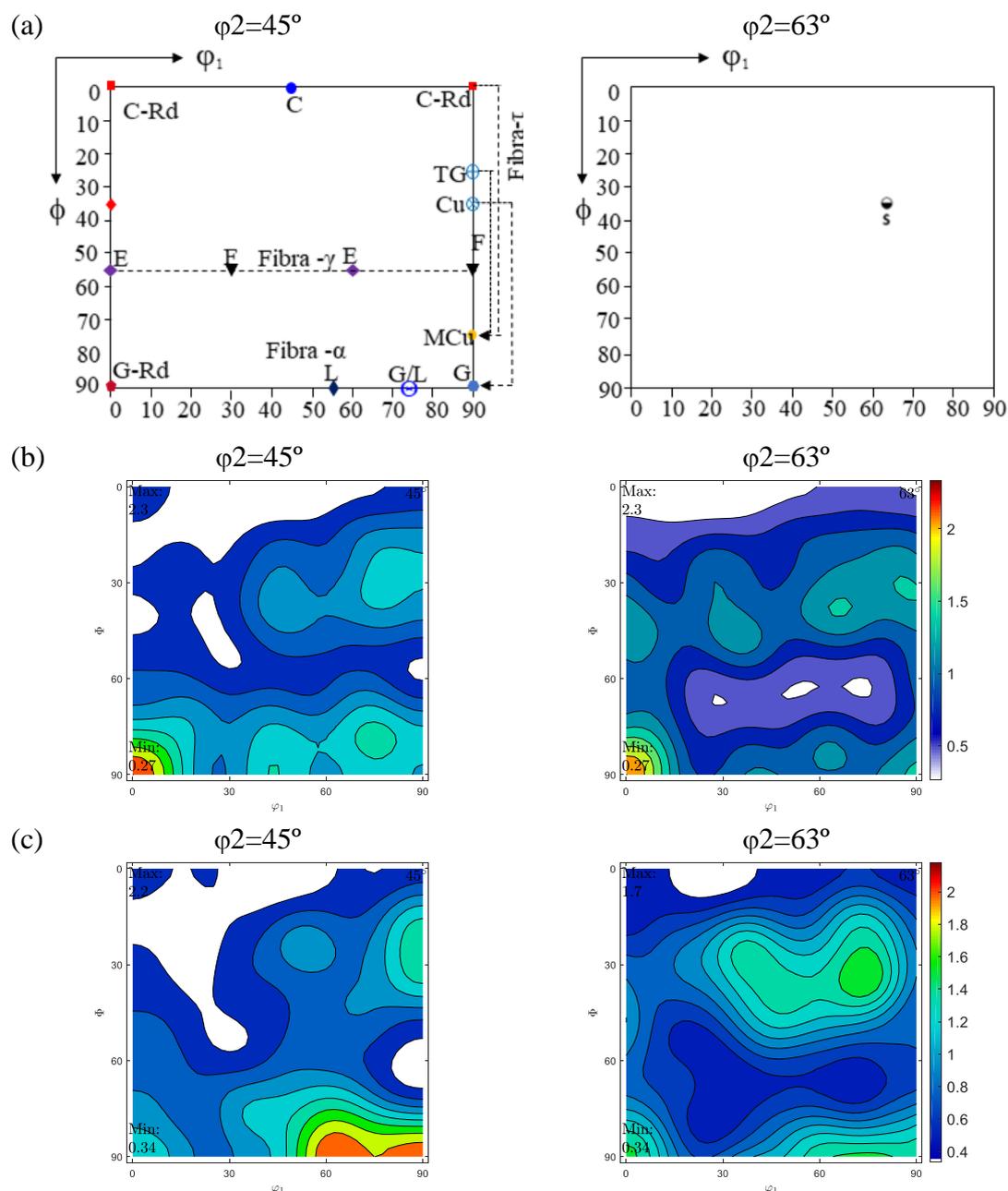
#### 4.1.4 Textura das Amostras Submetidas a Rota B de Processamento

A amostra R06 foi o ponto de partida para o processamento através da rota B. A amostra BS06 foi submetida a redução de 33%, em relação a espessura final da amostra R06, em um único passe de laminação, seguido pelo tratamento térmico de recozimento a  $975^\circ\text{C}$  por 75 minutos. A Figura 19b apresenta os resultados de textura cristalográfica para a amostra solubilizada BS04. A análise dos resultados apresentados na Figura 19b, seção com  $\phi_2=45^\circ$ , demonstra que, de forma semelhante a amostra R06, a máxima

intensidade para a amostra BS04 se manteve sobre a componente Goss rodado, porém com intensidade 2,4, isto representa uma redução de 50% na intensidade desta componente em relação a amostra R06.

Ainda na seção  $\varphi=45^\circ$ , é possível observar que após a etapa referente a sota B a amostra passa a apresentar a componente Goss, que estava ausente na amostra R06, além das G/B, latão e A, com intensidades semelhantes idênticas em torno de 1,5 configura a presença da fibra  $\alpha$ . De forma semelhante, as componentes cobre e S, juntamente com latão estão presente e configuram a presença da fibra  $\beta$ , porém com intensidades 1,5, 1 e 1, respectivamente. Para esta condição de processamento temos o surgimento, com intensidade fraca, da componente cubo rodado  $\{001\}\langle 110\rangle$ , comum em materiais que foram submetidas a cisalhamento e recozidas.

A Figura 19c apresenta os resultados obtidos para a textura cristalográfica da amostra BE04, submetida ao tratamento térmico de envelhecimento. A análise dos resultados revela que após o tratamento térmico de envelhecimento, a textura apresentou variação em relação a amostra recristalizada. A distribuição se deu ao longo da fibra  $\alpha$ . A máxima intensidade de textura se encontra bem distribuída ao longo das componentes latão, goss/latão e goss, com intensidade igual a 2,2 nas componentes. É possível ainda observar a presença da componente Goss rodado, porém com intensidade inferior a amostra BE04.



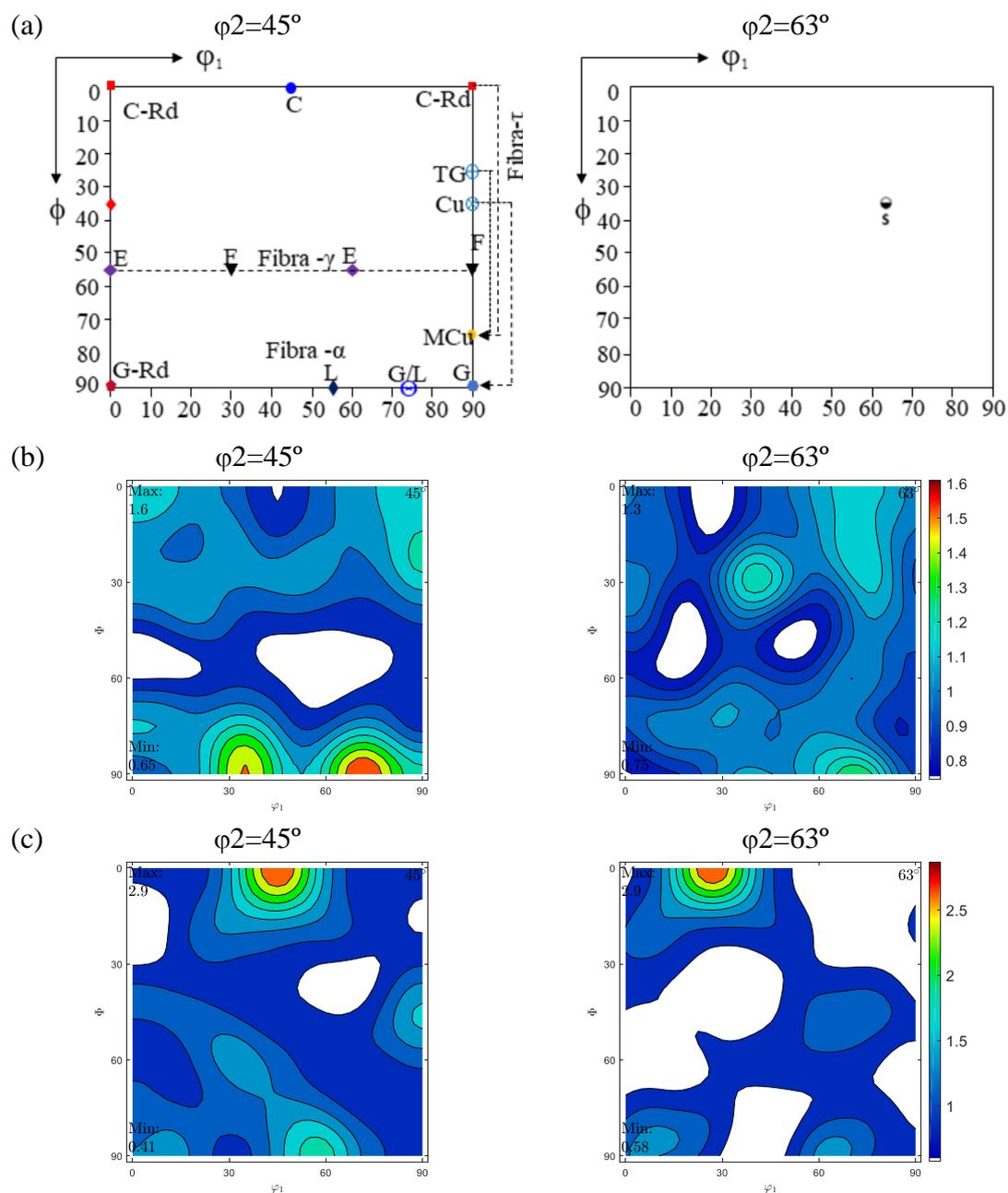
**Figura 19:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODFs processada através da rota B, referente às seções  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$  para as amostras (b) BS04 e (c) BE04, notação de Bunge.

#### 4.1.5 Textura das Amostras Submetidas a Rota C de Processamento

Os resultados para as amostras CS04, amostra solubilizada, e CE04, amostra envelhecida, são apresentadas na Figura 20b e 20c, respectivamente. Ao analisar os resultados fornecidos pela Figura 20b, observa-se que a distribuição da textura na amostra CS04 ocorre ao longo da fibra  $\alpha$ , conforme pode-se observar na seção  $\phi_2=45^\circ$ , com intensidade máxima localizada sobre a componente G/L, 1,6. Portanto, para esta condição de processamento a componente Goss rodado, apresentou redução em sua intensidade,

em relação as amostras BS04 e R06. A componente cobre continua presente para esta condição de processamento, com intensidade 1,1, assim como componente S, presente na seção  $\varphi_2=63^\circ$  da figura 20b, configura a presença da fibra  $\beta$ . A avaliação da Figura 20b,  $\varphi_2=45^\circ$ , permite ainda observar que a presença da componente cubo rodado continua presente e com intensidade superior em relação as amostras BS04 e BE04. De acordo com (HONG; LEE, 2003; LÜCKE; ENGLER, 1990) a maior intensidade da componente cubo está atrelado a uma redução na intensidade das componentes cobre e S, uma vez que a componente cubo cresce as custas destas componentes de textura.

A avaliação dos resultados apresentados na Figura 20c, com  $\varphi_2=45^\circ$ , demonstra que após o tratamento térmico de envelhecimento a distribuição de textura foi completamente alterado para a amostra CE04, em relação aos resultados apresentados anteriormente. A intensidade das componentes pertencentes as fibras  $\alpha$  e  $\beta$  foram fortemente enfraquecidas, com intensidade máxima de 1,6 sobre as componentes G/B e A, enquanto outras componentes, como latão e Goss, apresentaram intensidade em torno de 1,2. Por outro lado, foi observada a formação da componente cubo, relativamente forte comparativamente as componentes apresentadas nesta seção, com intensidade 2,9. Como mencionado anteriormente, o surgimento da componente cubo ocorre em amostras recristalizadas as custas das componentes cobre e S, fato semelhante ao ocorrido para amostra CS04.



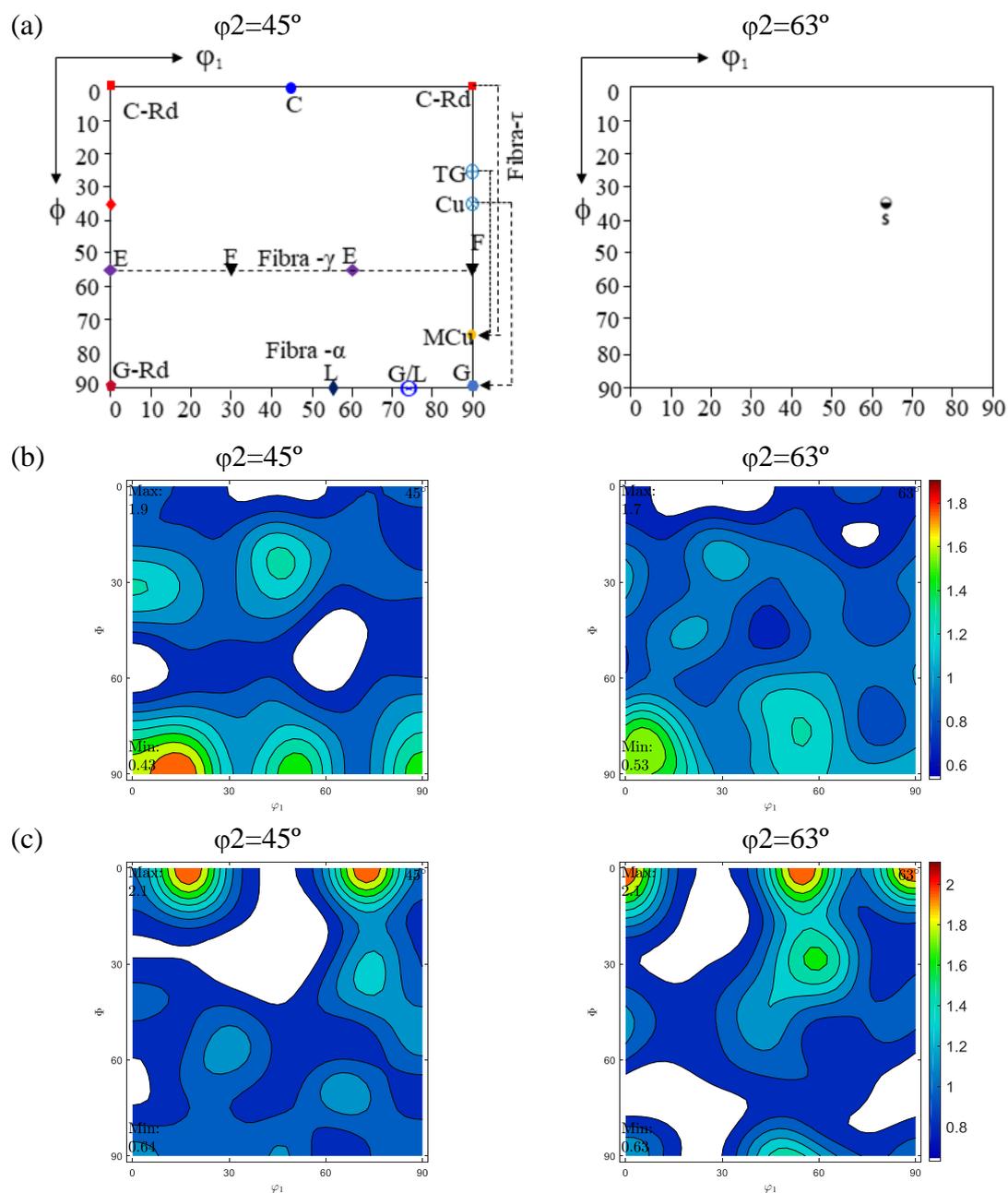
**Figura 20:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODFs processada através da rota C, referente às seções  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$  para as amostras (b) CS04 e (c) CE04, notação de Bunge.

#### 4.1.6 Textura das Amostras Submetidas a Rota D de Processamento

Os resultados obtidos para as amostras DS04 e DE04 obtidas através da rota D são apresentados na Figura 21b e 21c, respectivamente. A partir da análise da Figura 21b, seção  $\phi_2=45^\circ$ , pode-se constatar que, de forma semelhante a amostra R06, esta condição de processamento apresenta sua máxima intensidade sobre a componente Goss rodado, 1,8, porém, diferentemente da amostra R06, neste caso tem-se uma distribuição de textura ao longo da fibra  $\alpha$ , mesmo que com intensidade relativamente fraca. Além da

componente Goss rodado, as principais componentes para esta condição são latão e goss, com intensidade 1,4 em ambas as componentes. A componente cobre está presente, no entanto, com intensidade inferior a 1. Na Figura 21b na seção  $\varphi_2=63^\circ$ , pode-se observar a presença da componente S, porém, de forma semelhante a componente cobre, com relativamente inferior a 1, portanto, caracteriza-se a presença da fibra  $\beta$ . De forma semelhante a amostra CS04 a redução nas componentes pertencentes a fibra  $\beta$ , cobre e S, coincidem com o aparecimento da componente cubo rodado, que para a amostra DS04 tem intensidade 1.

Por fim, os resultados de textura para a amostra DE04 são apresentados na Figura 21c, referente a amostra que foi submetida ao tratamento térmico de envelhecimento. Na Figura 21c  $\varphi_2=45^\circ$  é possível observar que a textura cristalográfica está localizada entre as componentes cubo e cubo rodado com intensidade 2,1. Na Figura 21c, ao longo dos ângulos de Euler ( $0^\circ$ ,  $0^\circ-90^\circ$ ,  $0^\circ$ ) é possível observar a presença das componentes cubo e cubo rodado, portanto, a seção  $\varphi_2=45^\circ$  caracteriza o crescimento em sinérgico destas componentes. Além disso, a figura 21c seção  $\varphi_2=63^\circ$ , demonstra a que após a realização do tratamento térmico ocorreu o reaparecimento da componente S com intensidade em torno de 1,4.



**Figura 21:** Ábacos de orientações ideais para materiais CFC referentes às seções (a)  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$ , assim como, as ODFs processada através da rota D, referente às seções  $\phi_2=45^\circ$  e  $\phi_2=63^\circ$  para as amostras (b) DS04 e (c) DE04, notação de Bunge.

Para maior facilidade na observação das intensidades das componentes cristalográficas foi introduzida a Tabela 5, que apresenta a intensidade das principais componentes cristalográficas encontradas para as amostras recozidas e envelhecidas em cada uma das rotas de processamento.

**Tabela 5:** Relação das componentes cristalográficas e suas intensidades para a superliga de níquel 718 em cada uma das rotas de processamento.

Componente	R06	AS04	AE04	BS04	BE04	CS04	CE04	DS04	DE04
<b>GOSS</b>	0	3,9	2,5	1,2	2,2	1,6	1,0	1,4	1,0
<b>G/B</b>	0	3,2	2,8	1,3	2,2	1,6	1,0	0,8	1,0
<b>Latão</b>	2,0	2,5	3,4	1,2	1,8	1,1	1,4	1,4	1,0
<b>A</b>	3,0	1,5	2,0	1,5	1,2	1,6	1,0	1,2	1,0
<b>P</b>	2,8	1,5	1,5	1,0	1,0	1,4	1,0	1,2	0,8
<b>Goss rodado</b>	3,5	0,5	1,0	2,3	1,3	0,8	1,0	1,6	1,0
<b>Cubo</b>	1,0	0,0	1,0	0,0	0,0	0,0	2,9	0,0	0,0
<b>Cubo Rodado</b>									
<b>S</b>	0,0	2,0	2,2	1,3	1,6	1,2	0,0	0,8	1,0
<b>Cobre</b>	0,0	2,0	2,0	1,3	1,6	1,2	1,5	0,8	1,0

#### 4.2 Influência dos Parâmetros Microestruturais e de Processamento na Textura Cristalográfica da Superliga de Níquel 718

A textura cristalográfica da superliga de níquel 718 no presente trabalho apresenta como principal característica baixa intensidade, comparativamente à materiais deformados, o que sugere ausência de orientação preferencial do material. Geralmente, baixa intensidade de textura pode gerar materiais com propriedades isotrópicas uma vez que não existe um grande número de grãos com a mesma orientação preferencial. Um exemplo de aplicação que necessita de materiais com esta característica são as aplicações estruturais, pois, nestes casos as estruturas podem ser sujeitas a esforços mecânicos de diversas origens, assim como diversas direções. Com isso, a presente seção irá analisar a influência de fatores microestruturais e de processamento termomecânico na textura cristalográfica. A Tabela 6 apresenta a fração de grãos que pertencem as orientações ideais para materiais CFC para as amostras solubilizadas.

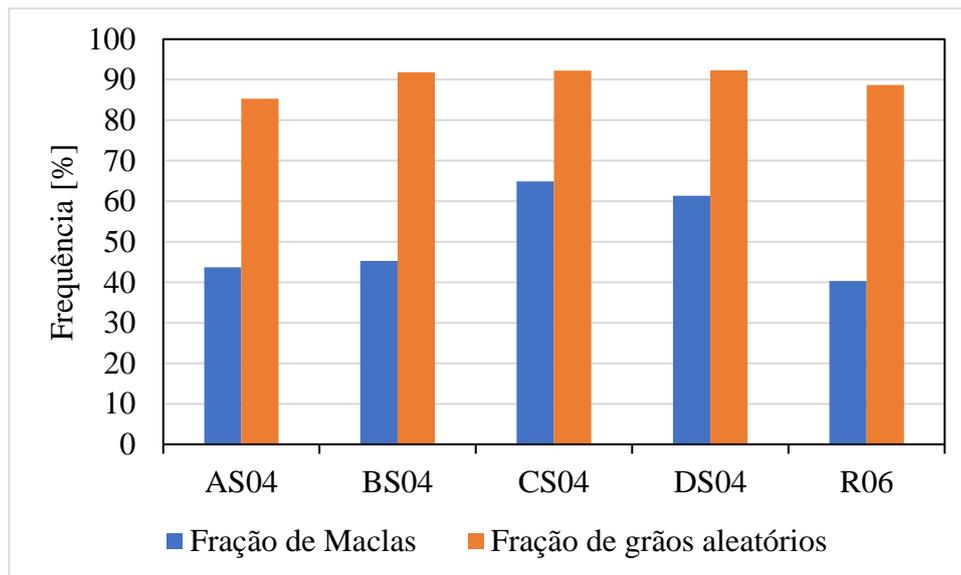
**Tabela 6:** Fração de grãos em cada amostra contendo orientação preferencial.

Componentes	R06	AS04	BS04	CS04	DS04
<b>Cobre {112}&lt;111&gt;</b>	0,00	1,41	0,14	0,30	0,32
<b>Goss {110}&lt;100&gt;</b>	0,32	4,48	0,24	1,24	1,44
<b>G/B {110}&lt;115&gt;</b>	0,15	3,14	0,13	1,70	0,58
<b>Latão {110}&lt;112&gt;</b>	3,36	2,49	0,68	1,06	1,69
<b>A {110}&lt;111&gt;</b>	3,86	0,92	2,50	0,87	0,34
<b>Goss Rodado {110}&lt;110&gt;</b>	3,44	0,87	3,63	0,26	1,21
<b>S {123}&lt;634&gt;</b>	0,14	1,13	0,60	0,98	0,94
<b>Cubo {001}&lt;100&gt;</b>	0,00	0,06	0,17	0,73	0,12
<b>Cubo rodado {001}&lt;110&gt;</b>	0,00	0,19	0,03	0,65	1,01
<b>Aleatório</b>	88,72	85,30	91,88	92,21	92,34

#### 4.2.1 Influência das Maclas de Recozimento na Textura Cristalográfica

HAASE; BARRALES-MORA, (2018) mencionaram em seu trabalho com ligas de alta entropia que a fração de grãos com orientação aleatória é maior quanto maior for a fração de contornos  $\Sigma 3$ . Pois de acordo com os autores, para altas frações deste tipo de contorno, haveria um maior número de rotações de  $60^\circ$  em relação do plano  $\{111\}$ , rotação típica para formação de maclas em materiais CFC, como resultado os grãos seriam desviados das orientações ideais para materiais CFC. Para averiguar a presença de situação semelhante na superliga de níquel 718 foi gerado o gráfico, apresentado na Figura 22, que correlaciona a fração de contornos especiais  $\Sigma 3^n$  com a fração de grãos aleatórios.

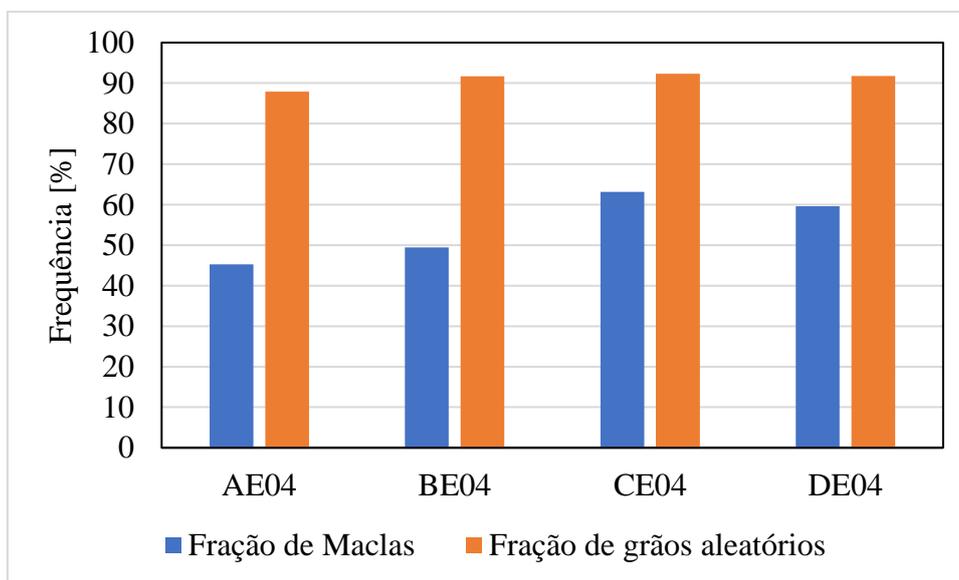
Inicialmente, a análise da Figura 22 permite observar que as amostras AS04 e R06, que apresentam menores frações de contornos especiais também apresentam uma menor fração de grãos aleatórios. Contudo, a amostra BS04 que apresenta fração de contornos especiais em torno de 20% inferior em relação as amostras CS04 e DS04, apresenta fração de grãos aleatórios similar. Portanto, no presente trabalho não é possível estabelecer a influência das maclas de recozimento na geração de grãos aleatórios, com isso, encontra-se de acordo com (GOTTSTEIN, 1984), onde o autor não observou geração de grãos aleatórios até o surgimento de maclas de recozimento de 6ª geração.



**Figura 22:** Correlação entre a fração de contornos especiais  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  e a fração de grãos aleatórios para as amostras solubilizadas.

Conforme demonstrado por MEDEIROS (2017), o tratamento térmico de envelhecimento pouco influencia a fração de contornos especiais  $\Sigma 3^n$  em relação ao

material solubilizado. Contudo, é importante o entendimento deste tratamento térmico na geração de textura randômica, com isso será correlacionada a influência da fração destes contornos especiais na fração de grãos aleatórios, de forma semelhante a amostra solubilizada. Como é possível observar na Figura 23, para as amostras envelhecidas não apresenta a tendência de uma maior fração de grãos aleatórios para maiores frações de contornos especiais, de forma semelhante as amostras solubilizadas. Pois as amostras BE04, CE04 e DE04 contém frações semelhantes de grãos aleatórios, contudo, a fração de contornos especiais é aproximadamente 14% inferior para a amostra BE04 em relação as amostras CE04 e DE04. Com isso, no presente trabalho existem evidências de que a geração de textura randômica nos materiais não está correlacionada com elevadas frações de contornos especiais  $\Sigma 3^n$ .



**Figura 23:** Correlação entre a fração de contornos especiais  $\Sigma 3$ ,  $\Sigma 9$  e  $\Sigma 27$  e a fração de grãos aleatórios para as amostras envelhecidas.

Além influência das maclas de recozimento na fração de grãos aleatórios o presente trabalho buscou avaliar a relação destas com a fração de grãos recristalizados. A Tabela 7 apresenta a fração de contornos especiais e a fração média de grãos recristalizados.

**Tabela 7:** Relação entre a fração de contornos especiais e a fração média de grãos recristalizados para as amostras solubilizadas.

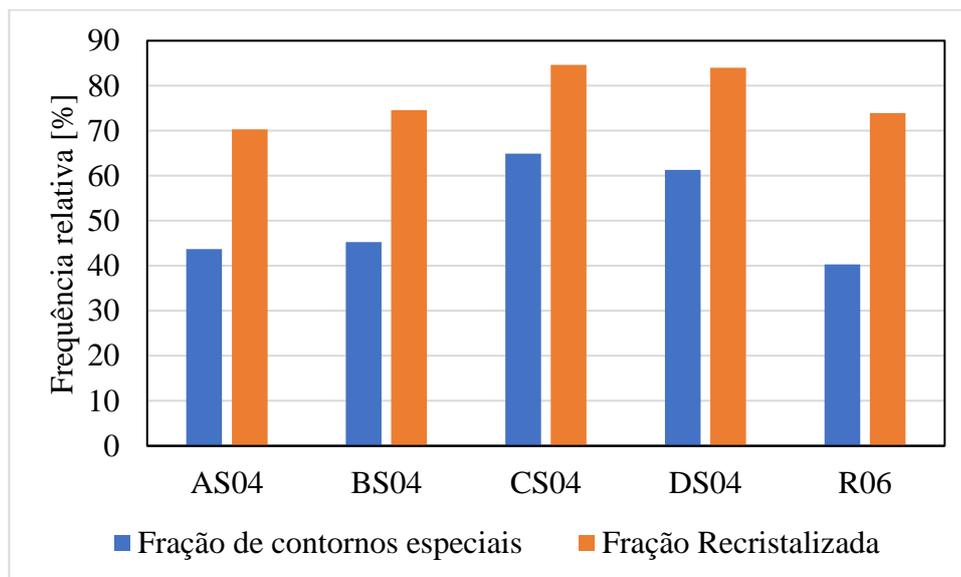
<b>Amostra</b>	<b>Fração de contornos especiais (%)</b>	<b>Fração média de grãos recristalizados (%)</b>
<b>AS04</b>	43,7±2,3	70,34
<b>BS04</b>	45,28±5,3	74,59
<b>CS04</b>	64,9±3,45	84,65
<b>DS04</b>	61,32±1,89	83,98
<b>R06</b>	40,3±12,7	73,92

Fonte: Própria.

No presente trabalho foi observado que as maclas de recozimento, aparentemente, apresentam efeito sobre a fração de grãos recristalizados, como é observado na Figura 24. Ao analisar a correlação entre a fração recristalizada e a fração de contornos especiais, percebe-se que existe a tendência de uma maior recristalização do material quanto maior for a quantidade de contornos do tipo  $\Sigma 3^n$ . Este fato ainda é fonte de discussão na literatura pois quais fenômenos influenciam no processo de surgimento das maclas de recozimento ainda não é completamente entendido. Contudo, sabe-se que o desenvolvimento de maiores frações de contornos  $\Sigma 3^n$  está correlacionado a rota de processamento utilizada, onde a realização do processamento em vários passes com baixa deformação aumenta-se a fração de contornos especiais. As maclas de recozimento, por sua vez, são contornos de alto ângulo em migração e atuam na absorção de discordâncias presentes no interior do grão, com isso, aumentando a fração recristalizada do material. Resultado semelhante foi obtido por (FIELD et al., 2007) em cobre puro onde, segundo os autores, a recristalização tem início com a nucleação e migração dos contorno de alto ângulo contudo, em determinado momento, o crescimento de grão apresenta estagnação e nesse momento a formação de maclas atua de forma a elevar a fração recristalizada do material.

Com isso, é possível observar que o presente trabalho está de acordo com a literatura, onde, as amostras produzidas pelas rotas A, B e o processamento intermediário R06 apresentam uma menor fração de maclas e, conseqüentemente, uma menor fração de grãos recristalizados. Com relação a amostra obtida pela rota A, devido ao relativamente elevado grau de deformação do material, o mecanismo de nucleação pode ter ocorrido por migração de contornos de baixo ângulo, de forma que tal mecanismo apesar de apresentar elevado potencial termodinâmico para a recristalização não induz a formação de maclas de recozimento. Por outro lado, as amostras BS04 e R06, que foram deformadas em 33% e 40% , respectivamente, tem como mecanismos preponderante de nucleação a

migração de contornos induzida por deformação (MCID), contudo, apesar da literatura indicar que este mecanismo é importante na formação das maclas de recozimento não apresentou tal comportamento para estas condições. A provável razão para este fato reside nas, relativamente, elevadas deformações que tornam o mecanismo de MCID mais eficiente no crescimento do grão e de acordo com *DETROIS et al.* (2016) a consequência para tal fenômeno é aniquilação dos sítios formadores de maclas de recozimento, portanto, induz a menores frações de contornos especiais. Contudo, nas amostras CS04 e DS04, deformados em ciclos de pequenas deformações e que também apresentam como mecanismo de nucleação a migração de contornos induzida pela deformação apresentam menor potencial termodinâmico para a atuação deste mecanismo, sendo assim, induz a uma maior fração de contornos  $\Sigma^3$  e, conseqüentemente, uma maior recristalização do material (*DETROIS et al.*, 2016; *FIELD et al.*, 2007; *MCCARLEY*; *TIN*, 2019; *PRITHIV et al.*, 2018).



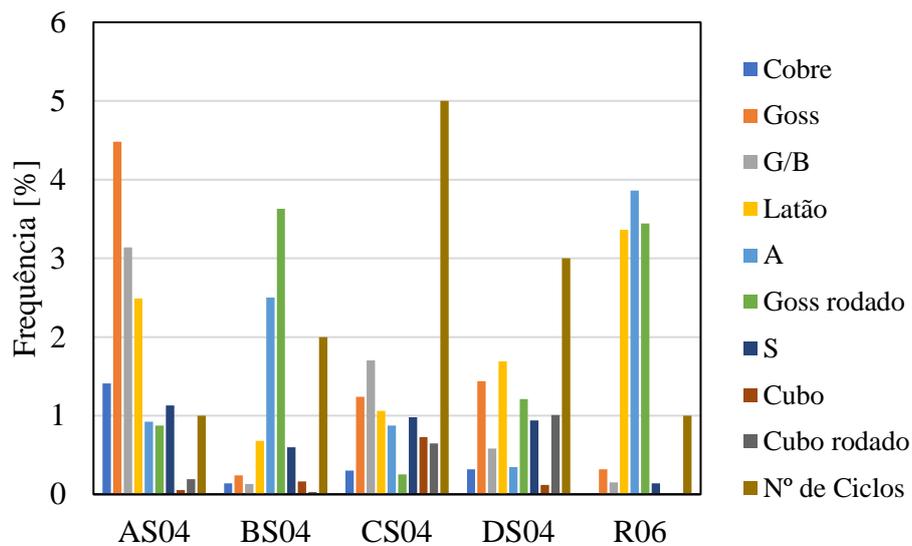
**Figura 24:** Relação entre a fração de grãos recristalizados e a fração de contornos especiais  $\Sigma_3$ ,  $\Sigma_9$  e  $\Sigma_{27}$  para as amostras solubilizadas.

A importância desta análise está em avaliar a influência das maclas de recozimento na evolução da textura de recristalização. A maior fração de maclas de recozimento são observadas nas amostras CS04 e DS04. Contudo, com base na Tabela 6 não é possível observar no presente trabalho relação entre as maclas de recozimento e o surgimento de texturas típicas de recristalização, como cubo, Goss rodado, etc. Porém, provavelmente no presente trabalho o tamanho do espaço amostral e as condições de processamento não foram suficientes para determinar a existência de tal relação.

#### 4.2.2 Efeito do Número de Ciclos de Processamento na Textura Cristalográfica

O processamento da superliga de níquel 718 neste trabalho se deu com a variação de ciclos de processamento, laminação seguida de tratamento térmico de recozimento, com características específicas para cada rota individualmente como grau de deformação e número de ciclos. A Figura 25 apresenta a relação entre a fração das componentes cristalográficas típicas para materiais CFC e o número de ciclos de processamento ao qual o material foi submetido para as amostras solubilizadas.

A partir da análise da Figura 25 pode-se observar que existe a tendência de um produto final com intensidade de textura localizada sobre componentes cristalográficas pertencentes a fibra  $\alpha$ , quanto menor for o número de ciclos de processamento ao qual o material foi submetido para se obter a espessura final da chapa laminada. De forma que a amostra AS04 apresenta uma maior fração de grãos com orientação pertencentes a fibra  $\alpha$ , principalmente sobre as componentes Goss, G/B e latão. Por outro lado, observa-se que as amostras CS04 e DS04, que foram submetidas a um número maior de ciclos de processamento, a textura de recristalização se caracteriza por uma distribuição de textura sobre uma maior variedade de componentes cristalográficas, porém, com intensidade relativamente fraca. Comportamento semelhante foi observado no trabalho realizado por SHANKAR; SUWAS, (2018) em ligas de níquel com adição de 40% de cobalto, porém o processamento se deu por laminação em passes cruzados até a redução de 70% na espessura e sem a realização de tratamento térmico entre passes de laminação. Contudo, a textura da liga Ni40%Co apresentou intensidades relativamente superiores após o recozimento em relação ao presente trabalho.



**Figura 25:** Relação entre a fração de componentes cristalográficas com o número de ciclos de processamento.

VERCAMMEN *et al.* (2004) realizaram um estudo onde foi analisado o desenvolvimento da textura de deformação em aços TWIP, caracterizado por apresentar baixa EFE. Para isso os autores deformaram o material a frio com reduções que variam entre 10% e 90% em sua espessura. Os autores observaram que mesmo com reduções de 10% a textura se caracteriza pela presença da fibra  $\alpha$ , assim como, a presença das componentes Cobre e S, em frações semelhantes às componentes pertencentes a Fibra  $\alpha$ . Microestruturalmente, a deformação de materiais com baixa EFE induz a formação de maclas de deformação mesmo em baixo grau de deformação, assim como, bandas de transição e bandas de cisalhamento para moderados e elevados graus de deformação, respectivamente. De acordo com HIRSCH; LÜCKE; HATHERLY, (1988) a presença destas heterogeneidades microestruturais está intimamente correlacionada com o surgimento e intensificação da fibra  $\alpha$  nos materiais com baixa e média EFE. Ainda segundo HIRSCH; LÜCKE; HATHERLY, (1988) as frações das fibras  $\alpha$  e  $\beta$  se mantêm semelhantes até graus de deformação em torno de 60%, a partir deste limiar, o aumento no grau de deformação induz a maiores intensidades das componentes pertencentes a fibra  $\alpha$ , por outro lado, as intensidades das componentes pertencentes a fibra  $\beta$  são consideravelmente reduzidas. No entanto, para deformações que representam reduções acima de 60% da espessura de chapas laminadas ocorre o surgimento de bandas de cisalhamento. Este fato está associado com a forte intensificação da fibra  $\alpha$ , especialmente a componente latão, assim como a gradativa redução das componentes S e cobre à medida que o grau de deformação aumenta (LEFFERS; RAY, 2009).

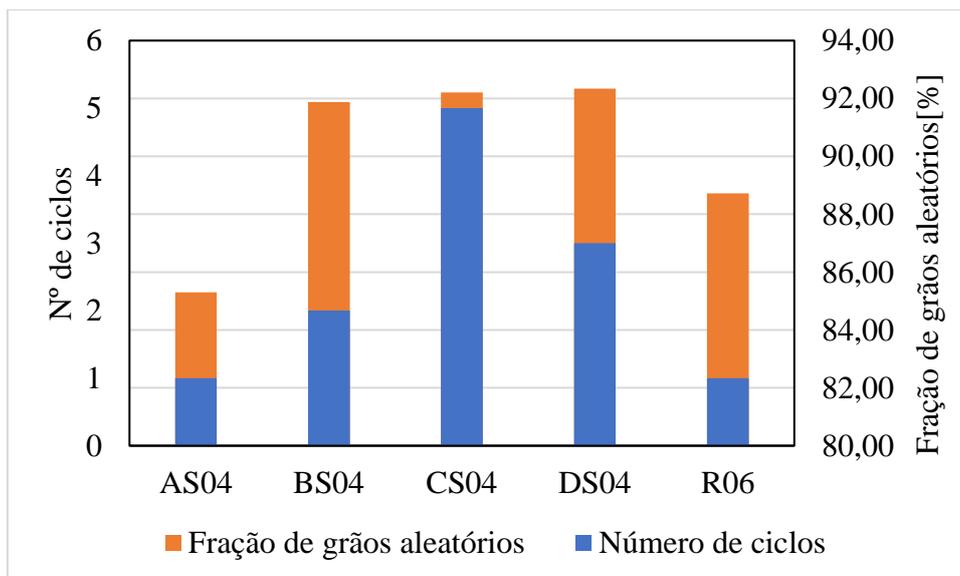
Outro ponto importante foi o estudo realizado por SATHIARAJ; BHATTACHARJEE, (2015) com ligas de alta entropia CoCrFeMnNi, no intuito de entender o efeito da deformação a frio na textura de recristalização. Os autores observaram que para deformações inferiores a 40% a fração de grãos contendo orientação randômica é bastante superior em relação a graus de deformações superiores. Além disso, a textura de recristalização configurou-se basicamente como a textura de deformação retida, contudo, a intensidade das componentes cristalográficas foi sempre superior quanto maior for o grau de deformação a frio do material. Além disso, os autores não observaram influência do grau de deformação e da presença de bandas de cisalhamento no desenvolvimento da textura de recristalização. Contudo, a literatura apresenta estudo que correlacionam o surgimento de componentes cristalográficas após o tratamento térmico de recozimento a presença destas heterogeneidades de deformação, como a componente latão recristalizado para ligas de latão (HUMPHREYS et al., 2004) e da textura de deformação retida para o aço TWIP (BRACKE et al., 2009) e ligas de alta entropia (HAASE; BARRALES-MORA, 2018).

A partir do exposto, percebe-se que não existe consenso na literatura sobre a evolução da textura de recristalização em materiais com baixa EFE. Contudo o trabalho realizado por PAUL; DRIVER; JASIEŃSKI (2002) buscou demonstrar a influência das bandas de cisalhamento na textura de recristalização. Segundo os autores, a presença de bandas de deformação induz durante a recristalização a formação da componente Goss. No presente trabalho, a amostra AS04 apresenta textura com máxima intensidade localizada sobre esta componente. Portanto, com base no estudo realizado por LIU *et al.* (1997) na superliga de níquel 718 que afirmou que em deformações na ordem de 60% as bandas de cisalhamento estão presentes de forma considerável, por outro lado, em deformações em torno de 25% dificilmente são vistas de forma escassa na microestrutura. Sendo as bandas de cisalhamento núcleos preferenciais para a nucleação de novos grãos, o processamento através da rota A em um único passe de laminação e induziu ao surgimento da componente Goss com maior intensidade e a textura foi caracterizada pela textura de deformação retida.

Por outro lado, à medida que houve redução da deformação imposta ao material com o aumento do número de ciclos de processamento, a textura de recristalização foi alterada de forma significativa. As amostras R06 e BS04 apresentaram máxima intensidade localizada sobre as componentes Goss rodado e A. A literatura indica que o

surgimento de tais componentes está correlacionado a presença da componente maclas de cobre, contudo, não especifica a presença de parâmetros microestruturais que favoreça a nucleação de grãos com estas componentes cristalográficas. Por fim, ao realizar o processamento do material em um maior número de ciclos, casos das amostras CS04 e DS04, a textura de recristalização apresentou distribuição sobre uma maior variedade de componentes cristalográficas. A provável razão para este fato está relacionada a ausência de sítios preferenciais de nucleação como as bandas de deformação e cisalhamento, com isso, tornando o processo de nucleação aleatório e, portanto, induzindo a um material com orientação randômica.

Ainda em relação a influência dos ciclos de processamento com a fração de grãos com orientação preferencial aleatória foi gerado o gráfico apresentado na Figura 26. Como é possível observar, a amostra AS04 apresenta a menor fração de grãos aleatórios, 85%, as amostras R06 contém 88% dos grãos aleatórios enquanto as amostras, BS04, CS04 e DS04 apresentam 91,88, 92,21 e 92,34, respectivamente. Sendo assim, é possível observar que o processamento do material em ciclos de processamento de baixa deformação apresenta influência na geração de grãos aleatórios. Conforme mencionado anteriormente, a ausência de heterogeneidades de deformação gera menos sítios de nucleação preferenciais para as componentes cristalográficas, o que torna o processo de nucleação de novos grãos mais aleatório, portanto, induz a um material com orientação aleatória dos grãos.



**Figura 26:** Relação entre o número de ciclos com a fração de grãos aleatórios.

### 4.2.3 Relação entre a Fração da Fase $\delta$ e a Textura de Recristalização

A tabela 8 apresenta os dados referentes ao tamanho de grão e a fração de área da fase  $\delta$ . Na presente seção serão avaliadas a influência da fração de área da fase  $\delta$  na evolução da microtextura de recristalização.

**Tabela 8:** Dados da fração recristalizada, tamanho médio de grão e fração de área da fase  $\delta$ .

<b>Amostra</b>	<b>Tamanho de grão (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Fração de área da fase <math>\delta</math> (%)</b>
<b>AS04</b>	4,46 $\pm$ 0,14	2,907 $\pm$ 1,24
<b>BS04</b>	16,9 $\pm$ 2,04	0,055 $\pm$ 0,09
<b>CS04</b>	26,84 $\pm$ 1,43	0,034 $\pm$ 0,08
<b>DS04</b>	14,85 $\pm$ 1,29	0,44 $\pm$ 0,27
<b>R06</b>	32,25 $\pm$ 4,74	2,907 $\pm$ 1,24

Fonte: (MEDEIROS, 2017)

A evolução da textura de recristalização é fortemente dependente de fatores microestruturais, dentre estes fatores, a presença de partículas de segunda fase, como a fase  $\delta$  na superliga de níquel 718. A presença de fases secundárias na matriz metálica influencia o processo de recristalização de diversas formas, podendo acelerar ou retardar a migração dos contornos de alto ângulo, dependendo do tamanho da partícula. Para uma fina e uniforme distribuição de partículas existe um forte efeito retardador, que pode ser ainda mais efetivo caso as partículas estejam localizadas nos contornos de grão (PADILHA; F. SICILIANO JR., 2005). Por outro lado, partículas com dimensões superiores a 1 $\mu\text{m}$ , presentes no material durante a deformação plástica, acumulam uma grande densidade de discordâncias, como efeito, durante a recristalização tais partículas tendem a atuar como sítio preferencial de nucleação. É possível ainda que a fase  $\delta$  estimule o crescimento anormal dos grãos durante a recristalização, em deformações na faixa entre 5% e 10% (AGNOLI et al., 2015). De acordo com os autores, o crescimento anormal de grãos com baixa densidade de discordâncias ocorre devido ao ancoramento de grãos com relativamente alta densidade de discordâncias induz ao crescimento de grãos com baixa densidade de discordâncias.

Para o presente trabalho outro ponto importante a destacar se trata da relação entre a precipitação da fase  $\delta$  com o processo de recristalização. Neste sentido LIU, YAO e CHEN (1996) observaram o comportamento da recristalização da superliga de níquel 718 previamente trabalhada a frio com reduções de 30% e 50%, com temperatura de recozimento de 940°C. Os autores observaram que para altas deformações a precipitação da fase  $\delta$  ocorreu previamente ao início da recristalização nos contornos dos grãos

deformados, com isso, impedindo o crescimento de grão. Já para deformação de 30% o processo de recristalização ocorreu antes da formação de delta, o que leva a maiores tamanhos de grão. Além disso, a cinética de formação da fase  $\delta$  em temperaturas inferiores a 800°C é lenta e apenas após longos períodos de tratamento térmico ocorre a sua formação (ORADEI-BASILE, ARMIDA; RADAVIDICH, 1991). Com isso, durante o tratamento de envelhecimento para precipitação de  $\gamma''$  a fração de  $\delta$  para a superliga de níquel 718 se mantém constante em relação a amostra recozida à 975°C.

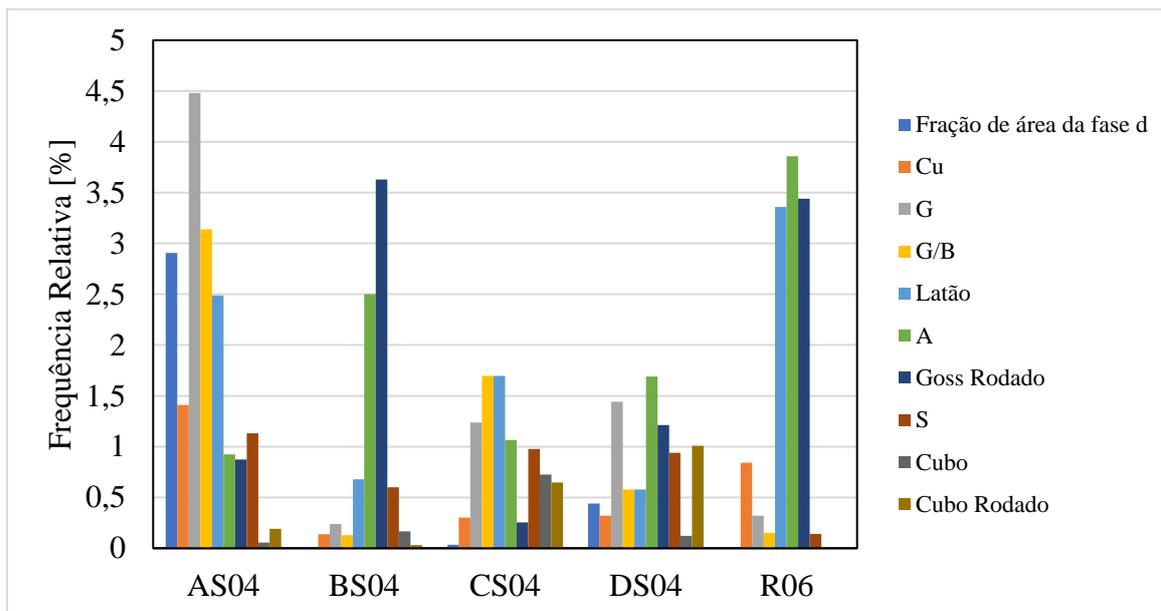
Portanto, a partir do exposto, é possível estabelecer correlações entre a presença da fase  $\delta$  e o desenvolvimento de textura na superliga de níquel 718. A fase  $\delta$  atua no ancoramento dos contornos de grão, sendo assim, esta fase impede a migração dos contornos, a influência desta característica sobre a textura cristalográfica reside no fato de que o desenvolvimento de uma forte textura de recristalização depende da capacidade dos grãos com orientações divergentes em relação aos demais grãos. Por exemplo, caso o material contenha elevada fração de grãos com componente latão, no caso do surgimento de um grão com textura marcadamente diferente, este novo grão terá maior mobilidade dos seus contornos e poderá tornar esta textura dominante ao final do processo de recristalização (PADILHA; F. SICILIANO JR., 2005).

Portanto, a partir da análise da Figura 27, que apresenta a correlação entre a fração de fase  $\delta$  com a presença das componentes cristalográficas, é possível observar que, possivelmente, a fase  $\delta$  quando presente em relativamente elevadas frações, como no caso da amostra AS04, tende a induzir o material a apresentar, após a recristalização, textura de deformação retida. HUTCHINSON (1974) observou o desenvolvimento da textura de recristalização em aços e encontrou comportamento similar. Segundo o autor, a nucleação de grãos com orientação preferencial tem maior cinética de nucleação, como a orientação Goss em materiais submetidos a elevados graus de deformação. Por este motivo, estes grãos tem longos tempos para o crescimento em relação aos grãos apresentando orientações diferentes. Sendo assim, ao ocorrer a precipitação das partículas de segunda fase e, conseqüentemente, o ancoramento dos contornos de grão em migração, os grãos com maior cinética de precipitação iram dominar a textura de recristalização.

O presente estudo ainda apresenta o caso no qual a temperatura de recozimento está situada acima da temperatura solvus da fase  $\delta$ , caso da amostra R06, onde o recozimento ocorreu à temperatura de 1050°C. Com isso, é possível observar que a textura

crystalográfica foi composta, principalmente, pelas componentes Goss rodado, A e latão, sendo a primeira típica de materiais recristalizados, como mencionado anteriormente. A amostra BS04 e CS04 apresentam fração de  $\delta$  semelhantes, 0,055% e 0,034%, respectivamente. No primeiro caso a textura é semelhante a amostra R06, porém, com a componente A e latão com menores intensidades. Já a amostra CS04, apresenta textura distribuída de forma quase uniforme sobre uma grande variedade de componentes, contudo o surgimento da componente cubo, componente típica de recristalização. Como é possível observar, as amostras R06, BS04 e CS04 que apresentam menor fração de área da fase  $\delta$ , apresentam maiores frações de componentes típicas de recristalização. Portanto, é possível que a menor fração desta partícula de segunda fase na matriz metálica possibilitou ao material que apresentasse tal característica. Contudo, devido este fato ainda não ser abordado na literatura não será possível maiores discussão a respeito desta relação. Por fim, a amostra DS04, que apresenta fração de  $\delta$  em torno de 0,44% apresenta textura também típica de recristalização, com intensidades máximas em torno das componentes A e Goss rodado, além da componente Goss, outro fato importante reside na presença da componente cubo rodado, também típica de recristalização.

Comportamento semelhante ao observado no presente trabalho foi obtido por RYU e LEE (2002). Utilizando a liga de alumínio AA8011, os autores observaram que quanto maior a fração de precipitados na matriz menor a tendência do material em apresentar textura do tipo cubo após a recristalização, textura típica para materiais com alta EFE. Por outro lado, com menor fração de precipitados a textura de recristalização foi desenvolvida de com forte intensidade. Portanto, no presente trabalho pode se estabelecer relação semelhante, onde a presença da fase  $\delta$  atribui ao material textura de deformação retida após a recristalização. Por outro lado, a textura de recristalização se forma para baixas frações desta fase possibilita o desenvolvimento de textura de recristalização. Neste caso é possível que o grau de deformação ao qual o material foi submetido durante o processamento tem forte influência sobre qual textura é formada na recristalização. Pois no presente trabalho observa-se a formação da textura do tipo cubo para graus de deformação inferiores a 20%, casos das amostras CS04 e DS04. Por outro lado, as amostras submetidas a reduções entre 30% e 40% apresentaram textura do tipo Goss rodado de forma preponderante.

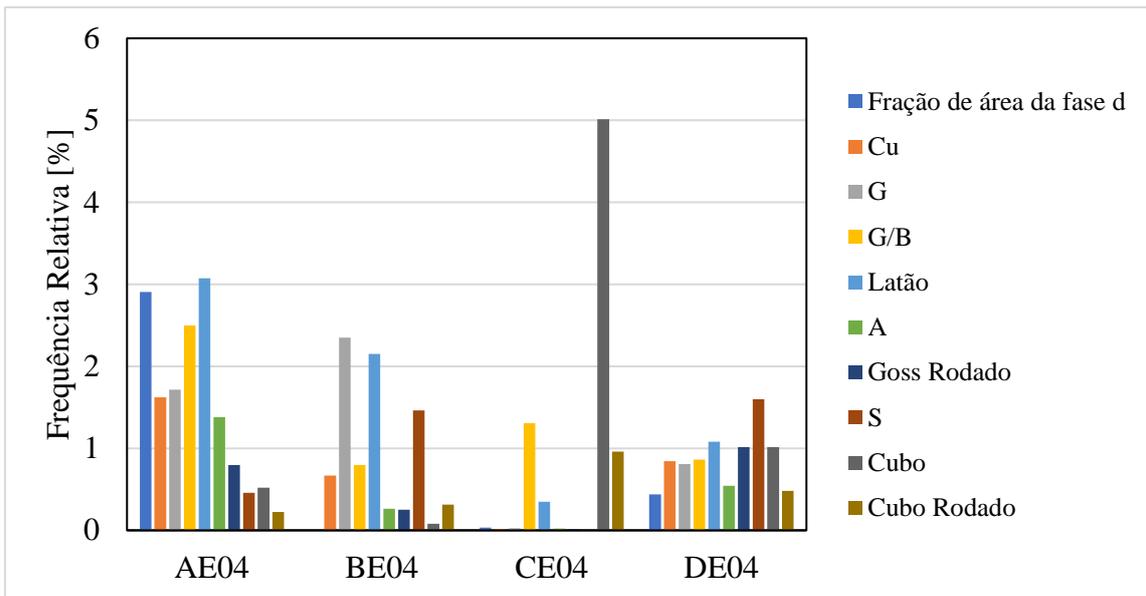


**Figura 27:** Relação entre a fração de área de  $\delta$  e a textura cristalográfica para amostras solubilizadas.

Após o tratamento térmico de envelhecimento é possível observar que ocorreram mudanças quanto a distribuição de textura em relação as amostras solubilizadas. Isto é possível, pois, como o material não está totalmente recristalizado existe potencial termodinâmico para a movimentação dos contornos de alto ângulo. Pois a temperatura estimada na literatura para ocorrência de recristalização é de 50% da temperatura de fusão do material (HUMPHREYS et al., 2004). A superliga de níquel 718 tem temperatura de fusão estimada entre 1260°C e 1336°C (SPECIAL METALS, 2007). Portanto, a relação entre a textura cristalográfica da amostra envelhecida e a fração de fase  $\delta$  presente no material é demonstrada na Figura 28, exceto para a amostra R06 que não foi submetida ao tratamento térmico de envelhecimento por se tratar apenas de um ponto de partida para o processamento das amostras obtidas pelas rotas B, C e D.

A partir do exposto é possível observar que a amostra AE04 apresentou reduções na fração de suas componentes cristalográficas, contudo, a distribuição de textura se manteve constante sobre as componentes pertencentes a fibra  $\alpha$ , no entanto, a intensidade máxima foi deslocada das componentes Goss para latão. Porém, nas amostras BE04, CE04 e DE04 a distribuição de textura foi profundamente alterada, provavelmente ocasionada pela baixa fração da fase  $\delta$  presente nestas amostras. Na amostra BE04, a intensidade máxima foi deslocada das componentes Goss rodado e A, para Goss, latão e S, o fortalecimento da componente S durante longos tempos de recristalização foi

reportado por SATHIARAJ; AHMED; BHATTACHARJEE, (2016) em ligas de alta entropia. A amostra CE04 apresentou a maior mudança em relação as amostras solubilizadas, com uma forte intensificação da textura sobre a componente cubo. Provavelmente, a baixa fração de  $\delta$  permitiu a realização de rotações no grão, o surgimento e intensificação desta textura será abordada de forma mais efetiva posteriormente. Por fim, a amostra DE04 apresentou, em geral, reduções de suas intensidades, com exceção da componente S.



**Figura 28:** Relação entre a fração de  $\delta$  e a textura cristalográfica da amostras envelhecidas.

#### 4.3 Correlação entre Textura Cristalográfica e Fator de Taylor e sua Influência nas Propriedades Mecânicas da Superliga de Níquel 718

Uma das caracterizações de maior importância em materiais utilizados em aplicações estruturais, como a utilização da superliga de níquel 718 no núcleo de reatores nucleares, é a avaliação das propriedades mecânicas. Para o ensaio de tração uniaxial as principais propriedades obtidas são o limite de escoamento e a ductilidade. Para a avaliação destas propriedades é, geralmente, considerado como fator preponderante o tamanho de grão do material que, segundo a relação de Hall-Petch (PORTER; EASTERLING; SHERIF, 2009), materiais com menor tamanho médio dos grãos apresentam maior valor de limite de escoamento do material. Contudo, como demonstrado por BUNGE (1987), a avaliação da orientação preferencial dos grãos é de grande importância, pois tem efeito considerável nas propriedades mecânicas dos materiais.

A avaliação da influência de componentes cristalográficas individualmente no comportamento mecânico dos materiais torna-se uma tarefa árdua, uma vez que em materiais policristalinos a textura se distribui ao longo de diversas componentes. Contudo, é possível correlacionar a orientação preferencial dos grãos com o comportamento do material através de um parâmetro denominado Fator de Taylor. Macroscopicamente este parâmetro correlaciona a deformação plástica ocorre de forma uniformemente ao longo de todo o material. Por outro lado, microscopicamente o fator de Taylor considera que a deformação de grãos individuais é dependente da orientação preferencial em relação a tensão aplicada e fortemente influenciada pelos grãos circunvizinhos. O fator de Taylor (M) pode ser obtido de acordo com a equação 6 (BIROSCA et al., 2014);

$$M = \sum_s \frac{d\gamma^{(s)}}{d\varepsilon_{ij}} \quad (6)$$

Onde  $d\gamma^{(s)}$  é o incremento de tensão cisalhante necessário para a atuação do plano de deslizamento mais favorável e  $d\varepsilon_{ij}$  é o incremento em deformação plástica causado pelo aumento da tensão. Vale salientar que  $d\gamma^{(s)}$  e  $d\varepsilon_{ij}$  são atribuídos para cada grão, de forma que é possível definir o fator de Taylor para cada grão individualmente. Desta forma, o fator de Taylor é função da orientação da rede e da tensão imposta e considera que a deformação plástica do material ocorre basicamente pelo deslizamento das discordâncias (SHIN et al., 2008).

Um exemplo para a aplicação deste fator na avaliação do comportamento mecânico é o estudo realizado por BIROSCA *et al.*,(2014). Os autores avaliaram o comportamento de deformação em grãos com orientação  $\{100\}\langle 100\rangle$  na superliga de níquel RR1000, e observaram que grãos com tal orientação preferencial deformam sem a necessidade de rotações dos grãos, pois esta orientação está alinhada com o sistema de deslizamento  $\{111\}\langle 110\rangle$  para materiais CFC. Portanto, ao aplicar tensão suficientemente alta tais grãos prontamente deformam, caso não existam restrições que inibam tal fenômeno. Por outro lado, os autores observaram que grãos com orientação  $\{110\}\langle 112\rangle$  são menos suscetíveis a deformação, pois esta orientação não está alinhada com o sistema de deslizamento para materiais CFC, por esta razão, grãos com tal orientação são menos suscetíveis ao encruamento e existe a necessidade de rotações da rede para que haja a ocorrência de deformação. Portanto, o entendimento da influência

do fator de Taylor nas propriedades mecânicas pode ser obtido por meio do conhecimento do micromecanismo de deformação, ou seja, o comportamento frente a deformação plástica de grãos individualmente em relação a seus vizinhos.

Outro fato importante reside na variação que o fator de Taylor pode apresentar em um material. Materiais fortemente texturizados tem valores entre 2,1 e 2,5, por outro lado, materiais com elevada fração de grãos não orientados, o fator de Taylor está entre 2 e 5. A partir da equação 6, é possível notar que, quanto maior o valor de  $d_{\epsilon_{ij}}$  para uma tensão aplicada, menor será o fator de Taylor, com isso, grãos com fator de Taylor localizados entre 2 e 3 são considerados mais suscetíveis a deformação. Grãos com fator de Taylor entre 3 e 4 apresentam certa resistência a deformação, por fim, grãos com este parâmetro entre 4 e 5 são considerados grãos que apresentam elevada resistência a deformação plástica (CÁCERES; LUKÁČ, 2008).

A Tabela 9 contém os valores para o comportamento mecânico para as amostras superliga de níquel 718 solubilizadas. A partir destes dados serão avaliados a influência da orientação preferencial, primeiramente, no limite de escoamento e posteriormente na ductilidade do material.

**Tabela 9:** Resultados dos ensaios de tração para as amostras solubilizadas da superliga de níquel 718.

AMOSTRA	Limite de escoamento (MPa)	Alongamento (%)	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	Fração de área da fase $\delta$ (%)
<b>R06</b>	305,5 $\pm$ 14,58	63,5 $\pm$ 3,89	23,04 $\pm$ 4,59	0,0 $\pm$ 0,0
<b>AS04</b>	442,5 $\pm$ 7,74	40,65 $\pm$ 0,49	2,17 $\pm$ 0,35	2,907 $\pm$ 1,24
<b>BS04</b>	322,7 $\pm$ 8,08	59,4 $\pm$ 2,30	11,2 $\pm$ 2,4	0,055 $\pm$ 0,09
<b>CS04</b>	297,6 $\pm$ 8,58	63,3 $\pm$ 0,97	10,09 $\pm$ 1,46	0,034 $\pm$ 0,08
<b>DS04</b>	329,5 $\pm$ 1,62	60,3 $\pm$ 0,38	6,19 $\pm$ 0,78	0,44 $\pm$ 0,27

Fonte: (MEDEIROS, 2017)

A partir da Tabela 9 é possível observar que as amostras apresentam diferenças quanto ao tamanho de grão e fração de partículas de segunda fase. O tamanho de grão tem grande influência nas propriedades dos materiais, uma vez que se trata do único mecanismo capaz de melhorar o limite de escoamento e ductilidade do material. A fração de partículas de segunda fase atua de forma a melhorar o limite de escoamento, contudo, tem efeito deletério sobre a ductilidade do material.

A amostra AS04 apresenta menor tamanho de grão e elevada fração de partículas da fase  $\delta$  em sua microestrutura, portanto, estes fatos justificam o maior limite de escoamento e menor ductilidade, uma vez que a fase  $\delta$  atua como iniciador de trincas e

reduz a ductilidade do material. A amostra R06 apresenta dentre todas as amostras o maior tamanho de grão e menor fração de fase  $\delta$ , porém, o comportamento esperado de se observar menor limite de escoamento para esta condição não é observada. Além disso, como já mencionado, um menor tamanho de grão favorece maior ductilidade ao material, no entanto, a amostra R06 apresenta a maior ductilidade dentre todas as amostras. As amostras BS04 e CS04 apresentam tamanho de grão e fração da fase  $\delta$  semelhantes, contudo, existem variações em termos de limite de escoamento, assim como, na ductilidade destas amostras. Por fim, a amostra DS04 apresenta tamanho de grão 50% menor em relação as amostras BS04 e CS04 e fração da fase  $\delta$  superior em torno de uma ordem de grandeza, contudo, não houve prejuízos relevantes quanto a ductilidade.

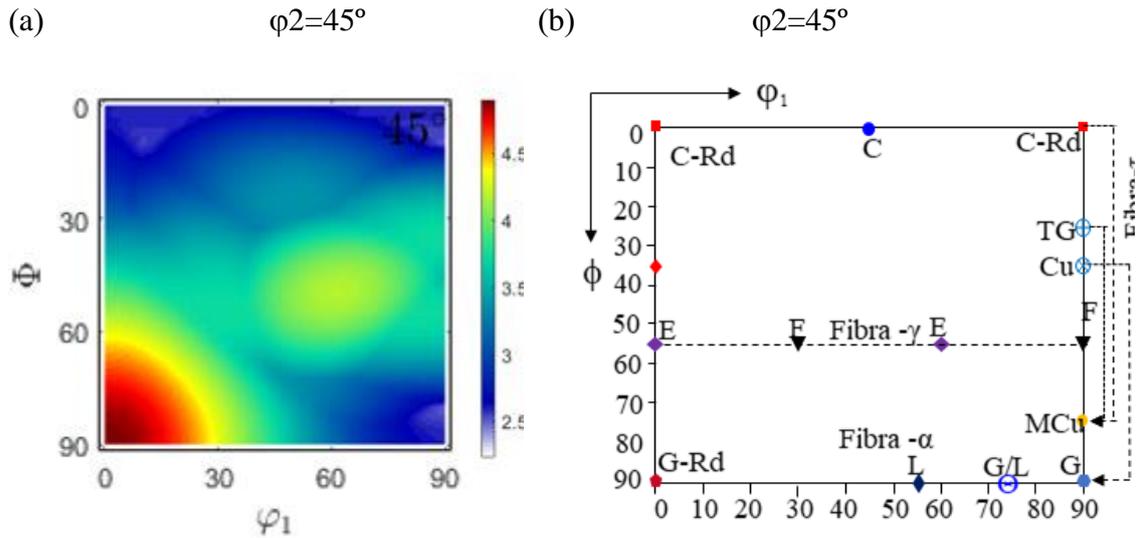
A fim de avaliar a influência da textura cristalográfica no limite de escoamento através do fator de Taylor, o presente trabalho se baseou no trabalho realizado por BUNGE (1970). O autor calculou e atribuiu o fator de Taylor para diferentes componentes cristalográficas do cobre, material com estrutura cristalina CFC, com o objetivo de esclarecer a influência deste parâmetro no processamento por laminação. A condição de contorno utilizada como ponto de partida foi que a deformação do material durante o processamento ocorria apenas no sentido da laminação, pois durante o processo de laminação ocorre “embarrigamento” lateral na chapa e contração na direção perpendicular ao processo. Sendo assim, tal condição pode ser extrapolada para a condição de um corpo de prova submetido a ensaio de tração, pois no início da deformação plástica fenômeno semelhante é observado, ou seja, o corpo de prova é submetido deformação na direção do esforço e contração na direção perpendicular à tensão aplicada. A relação entre o fator de Taylor com as componentes cristalográficas para o presente trabalho é apresentada na Figura 29. Vale salientar que esta relação é função da geometria do corpo de prova, portanto, a Figura 29 será utilizada para analisar as amostras obtidas pelas diferentes rotas de processamento.

A partir da análise da Figura 29 é possível observar que o maior valor para o fator de Taylor se propaga desde as componentes Goss rodado até A. Sendo assim, estas componentes impõem maior dificuldade à deformação plástica do material. As componentes típicas de cisalhamento pertencentes a fibra  $\gamma$ , também contribuem para uma maior energia necessária para a deformação plástica. Contudo, em geral o valor deste parâmetro está em torno de 3, com exceção para as componentes pertencentes a fibra  $\langle 100 \rangle$ , tal qual a componente cubo rodado, tal fato está de acordo com o descrito por

BIROSCA *et al.* (2014), onde componentes pertencentes a fibra  $\langle 100 \rangle$ , como a componente cubo  $\{100\}\langle 100 \rangle$ , que tem o menor fator de Taylor e, conseqüentemente, apresenta maior facilidade para deformar plasticamente.

Portanto, a partir do exposto, é possível estabelecer relações entre a textura apresentada pelo material com seu comportamento mecânico. Como observado na seção 4.2, a amostra R06 apresenta textura com maior intensidade em uma faixa que se propaga desde a componente Goss rodado até a componente A. Portanto, tais componentes por apresentarem maior fator de Taylor induzem a uma maior dificuldade para ocorrência de deformação plástica, tal fato é conhecido por endurecimento por textura. Sendo assim, o maior fator de Taylor destas componentes justifica o limite de escoamento superior para a amostra R06 em relação a amostra CS04, que possui menor tamanho de grão. Além disso, a amostra CS04 apresenta as componentes cubo e cubo rodado de forma mais pronunciada dentre as amostras estudadas, conseqüentemente, tem-se para esta rota de processamento maior facilidade para a deformação plástica.

Como mencionado anteriormente, as amostras CS04 e BS04 apresentam características microestruturais semelhantes, como tamanho de grãos e fração da fase  $\delta$ . Contudo, a tensão de escoamento é superior para o segundo caso. Este fato provavelmente está correlacionado a presença da componente Goss rodado, que de forma semelhante à amostra R06 também é a componente de textura com maior intensidade para a amostra BS04. Outra comparação importante pode ser realizada em relação as amostras BS04 e DS04. A primeira contém fração da fase  $\delta$  inferior em relação a segunda em uma ordem de grandeza e tamanho de grão em torno de 45% maior. Como menor tamanho de grão implicam em maior fração de contornos, que são efetivos no bloqueio da movimentação de discordâncias, assim como os precipitados de fase  $\delta$ , é esperado que a amostra DS04 apresente maior limite de escoamento em relação a BS04. No entanto, como é observado na Tabela 9, ao considerar o desvio padrão a amostra obtida através da rota B tem limite de escoamento semelhante a amostra obtida pela rota D. Tal fato pode ser indício de que o endurecimento por textura possa atuar sinergicamente aos mecanismos tradicionais como redução de tamanho de grão e introdução de partículas de segunda fase e proporcionar maior resistência mecânica ao material.



**Figura 29:** Relação entre orientação preferencial e fator de Taylor.

Outro fator importante que pode ser analisado a partir do fator de Taylor é a ductilidade da superliga de níquel 718. TAYON *et al.* (2010) em estudo realizado com a liga Al-2090, observaram que a quando grãos circunvizinhos apresentam grande diferenças no fator de Taylor, o material apresenta uma maior tendência na geração de trincas intergranulares, que se propagam e, conseqüentemente, reduz a tenacidade do material. De acordo com os autores, isto ocorre devido ao fato de que quando o material é submetido a uma tensão os grãos com baixo fator de Taylor tendem a deformar facilmente. Contudo, para que haja deformação plástica é necessário que as discordâncias se movimentem de forma intragranular, assim como, intergranular. Sob tal condição os grãos com elevado fator de Taylor impõem restrições a passagem destas discordâncias, pois tais grãos não estão alinhados ao sistema de deslizamento atuante sendo necessário o fornecimento de energia mecânica o suficiente para que possibilite a rotação do grão para uma orientação favorável a deformação. Por este motivo, a deformação plástica é concentrada sobre os grãos com menor fator de Taylor e devido ao grande gradiente de deformação entre os grãos são criadas delaminações que geram a redução da ductilidade do material.

Resultado semelhante foi obtido por BIROSCA *et al.* (2014) na superliga de níquel RR1000. Os autores observaram que contornos entre grãos com orientação cubo, mais facilmente deformável, e grãos com orientação latão, são mais suscetíveis a geração de trincas intergranulares devido a diferença de deformação plástica entre tais orientações. Além disso, os autores observaram que a presença de contornos especiais

contribui para tal comportamento, pois, são contornos ordenados e conseqüentemente, são termodinamicamente mais estáveis, impondo uma maior barreira energética para a passagem destes defeitos.

No presente trabalho, os mapas de Taylor e o histograma contendo a fração de grãos com determinados valores de fator de Taylor para as amostras solubilizadas são dispostos entre as Figuras 30 e 34. Como mencionado anteriormente, a amostra obtida pela rota A contém diversas características microestruturais responsáveis pelo endurecimento do material, como maior área de contornos de grãos e partículas de segunda fase. A maior resistência mecânica imposta ao material pela fração de partículas de segunda fase, provavelmente foi responsável pela perda de ductilidade, quando comparado as amostras obtidas pelas rotas B, C e D.

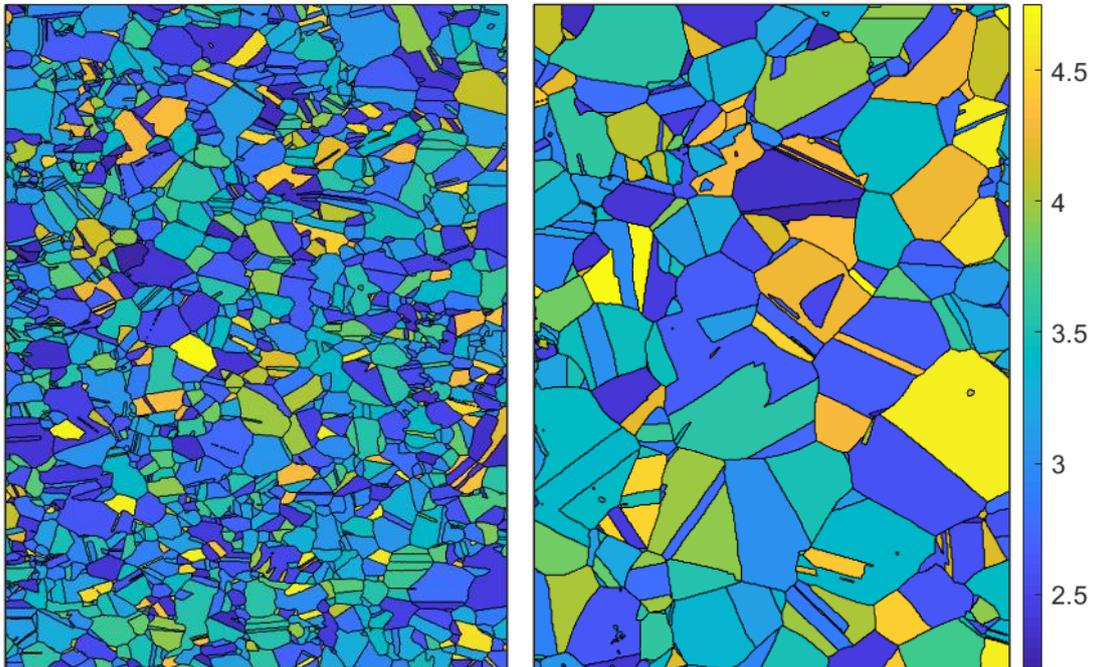
A partir da Tabela 9, observa-se que as amostras BS04 e CS04 apresentam características microestruturais semelhantes, contudo, comportamento mecânico diferente. Desta forma, é possível observar que a ductilidade é 4% inferior para a amostra obtida pela rota B. Ao analisar os mapas de Taylor, percebe-se que a amostra BS04 apresenta elevado gradiente para o fator de Taylor, tal comportamento é confirmado pela Figura 34, onde tal amostra apresenta a maior fração de grãos com elevado fator de Taylor (26%) e também com menor fator de Taylor (34%). Por outro lado, a amostra CS04 apresenta 17% dos grãos com maior fator de Taylor e 33% dos grãos com menor fator de Taylor. Sendo assim, a probabilidade de ocorrência de trincas devido a diferença no fator de Taylor de grãos circunvizinhos é superior para a amostra BS04. Portanto, apesar de ser necessária a realização de análises mais aprofundadas, existem indícios de que a diferença no fator de Taylor de grãos circunvizinhos pode estar induzindo a menor ductilidade da amostra BS04. A maior ductilidade da amostra CS04 é, provavelmente, função da distribuição equilibrada do fator de Taylor.

Com relação à amostra R06, apesar de conter elevadas frações de grãos com alto fator de Taylor, esta condição de processamento levou a uma alta ductilidade. Através do histograma apresentado na Figura 33 observa-se que a amostra R06 contém fração de grãos com fator de Taylor entre 2 – 3, semelhante às amostras obtidas pelas outras rotas de processamento. Contudo, ao analisar o mapa de Taylor na Figura 32, observa-se que maior parcela dos grãos apresenta fator de Taylor próximo a 3, com isso, não existem grãos circunvizinhos com diferença considerável na capacidade de deformação, portanto, a redução da ductilidade pelo fator de Taylor não é observada para esta amostra.

Por fim, com relação à amostra DS04, esta rota de processamento levou obtenção de um material com menor fração de grãos com maior fator de Taylor enquanto a maior parte dos grãos tem fator de Taylor intermediário. A partir dos resultados obtidos não possível atribuir ao fator de Taylor a maior ductilidade deste material. Possivelmente o menor tamanho de grão tem papel fundamental para esta propriedade, mesmo com maior fração de fase  $\delta$  em relação as amostras BS04 e CS04.

(a)

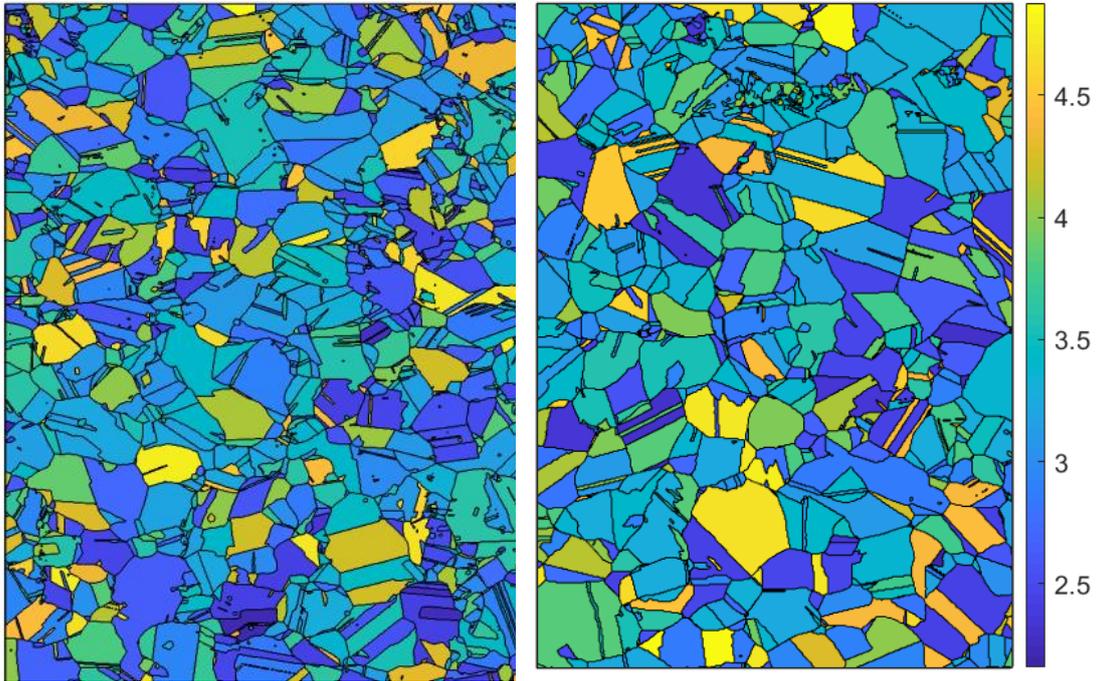
(b)



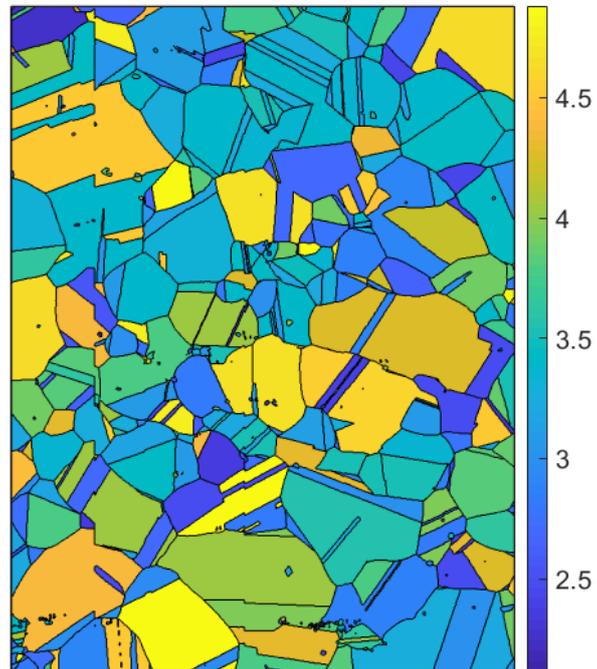
**Figura 30:** Mapas de Taylor para as amostras (a) AS04 e (b) BS04.

(a)

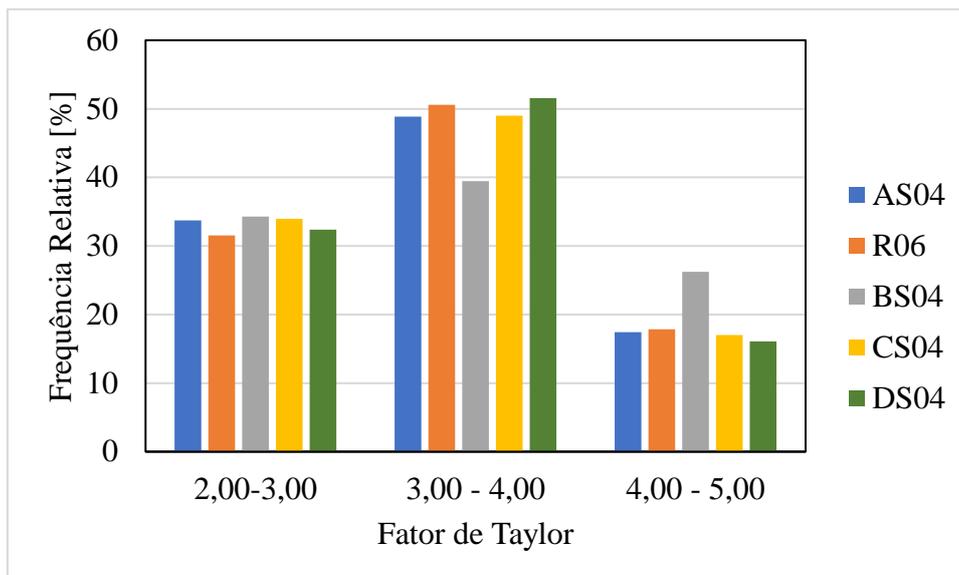
(b)



**Figura 31:** Mapas de Taylor para as amostras (a) CS04 e (b) DS04.



**Figura 32:** Mapa de Taylor para amostra R06



**Figura 33:** Histograma para a distribuição do Fator de Taylor para os grãos das amostras solubilizadas.

A tabela 10 apresenta os resultados para as propriedades mecânicas obtidas por ensaios de tração das amostras envelhecidas da superliga de níquel 718. Para a condição envelhecida, a presença das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  torna a tarefa de discutir sobre textura menos precisa, uma vez que estas fases atuam no material como principal mecanismo de endurecimento e devido ao fato de no presente trabalho não ter sido realizada sua quantificação, dificulta a correlação entre a influência da microestrutura no comportamento mecânico do material.

Após o tratamento térmico de envelhecimento, é possível observar que a tensão limite de escoamento da liga aumentou significativamente em relação às amostras recozidas. Contudo, não foram observadas diferenças significativas nesta propriedade entre as amostras envelhecidas. Além disso, comportamento semelhante é observado em relação a ductilidade do material. Sendo assim, não é possível estabelecer correlação entre o comportamento mecânico da superliga de níquel 718 com a microestrutura e fator de Taylor para as amostras envelhecidas. Uma vez que, ao considerar o desvio padrão dos resultados obtidos estas propriedades são idênticas para as amostras envelhecidas. Portanto, esta discussão se limitará às amostras recozidas.

**Tabela 10:** Resultados dos ensaios de tração para as amostras envelhecidas da superliga de níquel 718.

<b>Amostra</b>	<b>Limite de Escoamento (Mpa)</b>	<b>Fração de área da fase <math>\delta</math> (%)</b>	<b>Alongamento (%)</b>	<b>Tamanho de Grão (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>AE04</b>	1140,7 $\pm$ 7,98	2,907 $\pm$ 1,24	12,9 $\pm$ 0,33	2,17 $\pm$ 0,4
<b>BE04</b>	1067,2 $\pm$ 30,17	0,055 $\pm$ 0,09	14,76 $\pm$ 5,27	9,03 $\pm$ 1,37
<b>CE04</b>	1053,5 $\pm$ 27,37	0,034 $\pm$ 0,08	18,95 $\pm$ 1,06	9,19 $\pm$ 1,31
<b>DE04</b>	1119,3 $\pm$ 9,71	0,44 $\pm$ 0,27	18,9 $\pm$ 0,21	7,79 $\pm$ 1,19

Fonte: MEDEIROS, 2017.

## 5. CONCLUSÕES

Com base na análise da influência dos ciclos de processamento no desenvolvimento da textura de recristalização da superliga de níquel 718 e sua comparação com resultados apresentados na literatura é possível concluir que:

- Diferentemente do proposto por HAASE; BARRALES-MORA (2018) não foi observada no presente trabalho a influência das maclas de recozimento no aumento da fração de contornos aleatórios;
- A textura de recristalização apresentada pelo material é função do grau de deformação ao qual o material foi submetido, uma vez que características microestruturais como bandas de cisalhamento induzem a formação de componentes cristalográficas específicas;
- A fase  $\delta$  apresenta forte influência sobre a textura de recristalização, em elevadas frações esta fase induz a textura de deformação retida após a recristalização, por outro lado, em baixas frações possibilita a formação de textura típica de recristalização;
- Apesar de apresentar intensidade relativamente baixa em relação a textura de deformação, foi observado no presente trabalho que a textura de recristalização apresenta influência no limite de escoamento e ductilidade da superliga de níquel 718, especialmente para a condição solubilizada;
- A indexação do fator de Taylor as componentes cristalográficas se mostraram condizente com os resultados obtidos nos ensaios mecânicos, contudo, para a amostra no estado envelhecido, devido a presença da fase  $\gamma''$  o fator de Taylor não se mostrou efetivo na predição do limite de escoamento do material.
- A rota D apresentou

## 6. REFERÊNCIAS

- AGNOLI, A. et al. Selective Growth of Low Stored Energy Grains During  $\delta$  Sub-solvus Annealing in the Inconel 718 Nickel-Based Superalloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46, n. 9, p. 4405–4421, 2015.
- ANDERSON, M. et al. Materials Science & Engineering A Subject index. v. 696, n. September 2016, p. 561–569, 2017.
- ARAUJO, L. S. **Processamento e caracterização de superliga de níquel 718 para aplicações nucleares**. [s.l.] Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2012.
- AZADIAN, S.; WEI, L. Y.; WARREN, R. Delta phase precipitation in inconel 718. **Materials Characterization**, v. 53, n. 1, p. 7–16, 2004.
- BACHMANN, F.; HIELSCHER, R.; SCHAEBEN, H. Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. **Solid State Phenomena**, 2010.
- BIROSCA, S. et al. A quantitative approach to study the effect of local texture and heterogeneous plastic strain on the deformation micromechanism in RR1000 nickel-based superalloy. **Acta Materialia**, v. 74, p. 110–124, 2014.
- BOWMAN, R. “**Superalloys: A primer and History**”. Disponível em: <<http://www.tms.org/Meetings/Specialty/Superalloys2000/SuperalloysHistory.html>>.
- BRACKE, L. et al. Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of a high Mn TWIP steel. **Acta Materialia**, v. 57, n. 5, p. 1512–1524, 2009.
- BUNGE, H. J. Some applications of the Taylor theory of polycrystal plasticity. **Kristall und Technik**, v. 5, n. 1, p. 145–175, 1 jan. 1970.
- BUNGE, H. J. Three-dimensional texture analysis. **International Materials Reviews**, v. 32, n. 1, p. 265–291, 1 jan. 1987.
- BURGERS, W. G. Crystal growth in the solid state (Recrystallization). **Physica**, v. 15, n. 1, p. 92–106, 1949.
- CÁCERES, C. H.; LUKÁČ, P. Strain hardening behaviour and the Taylor factor of pure magnesium. **Philosophical Magazine**, v. 88, n. 7, p. 977–989, 1 mar. 2008.
- CAI, D. et al. Dissolution kinetics of  $\delta$  phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718. **Materials Characterization**, v. 58, n. 3, p. 220–225, 2007.
- CHATURVEDI, M. C.; HAN, Y. Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy.

**Metal Science**, v. 17, n. 3, p. 145–149, 1 mar. 1983.

COMMITTEE, A. S. M. I. H. **Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials**. [s.l.] Asm Intl, 1990. v. 2

CRUZADO, A. et al. Multiscale modeling of the mechanical behavior of IN718 superalloy based on micropillar compression and computational homogenization. **Acta Materialia**, v. 98, p. 242–253, 2015.

CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray DIFFRACTION**. 2. ed. Reading, Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, 1978.

CULLITY, B.; GRAHAM, C. **Introduction to magnetic materials**. New York: Wiley, 2009.

DASH, S.; BROWN, N. An investigation of the origin and growth of annealing twins. **Acta Metallurgica**, v. 11, n. 9, p. 1067–1075, 1963.

DECKER, R. F. The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys. **JOM**, v. 58, n. 9, p. 32–36, 2006.

DELEUME, J.; CLOUÉ, J. M.; ANDRIEU, E. Influence of  $\delta$  phase precipitation on the stress corrosion cracking resistance of alloy 718 in PWR primary water. **Journal of Nuclear Materials**, v. 382, n. 1, p. 70–75, 2008.

DETROIS, M. et al. The role of texturing and recrystallization during grain boundary engineering of Ni-based superalloy RR1000. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 11, p. 5122–5138, 2016.

DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy**. 3. ed. New Delhi: McGraw Hill Education, 2014.

DILLAMORE, I. L.; SMITH, C. J. E.; WATSON, T. W. Oriented Nucleation in the Formation of Annealing Textures in Iron. **Metal Science Journal**, v. 1, n. 1, p. 49–54, 1 jan. 1967.

DONACHIE, M. ; DONACHIE, S. **Superalloys: A Technical Guide**. [s.l.] ASM International, 2008.

ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping**. 2. ed. Boca Raton: Taylor and Francis Group, 2010.

ESWARA, P. N.; WANHILL, R. J. **Aerospace Materials and Material Technologies**. Singapura: Springer, 2017. v. 3

FIELD, D. P. et al. The role of annealing twins during recrystallization of Cu. **Acta Materialia**, v. 55, n. 12, p. 4233–4241, 2007.

GANDIN, C. A. et al. Grain texture evolution during the columnar growth of dendritic alloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 26, n. 6, p. 1543–1551, 1995.

GANGLI, P.; JONAS, J. J.; URABE, T. A combined model of oriented nucleation and selective growth for the recrystallization of interstitial-free steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 26, n. 9, p. 2399–2406, 1995.

GOTTSTEIN, G. Annealing texture development by multiple twinning in f.c.c. crystals. **Acta Metallurgica**, v. 32, n. 7, p. 1117–1138, 1984.

HAASE, C.; BARRALES-MORA, L. A. Influence of deformation and annealing twinning on the microstructure and texture evolution of face-centered cubic high-entropy alloys. **Acta Materialia**, v. 150, p. 88–103, 2018.

HIRSCH, J.; LÜCKE, K.; HATHERLY, M. Overview No. 76: Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. Metals—III. The influence of slip inhomogeneities and twinning. **Acta Metallurgica**, v. 36, n. 11, p. 2905–2927, 1988.

HONG, S.-H.; LEE, D. N. The evolution of the cube recrystallization texture in cold rolled copper sheets. **Materials Science and Engineering: A**, v. 351, n. 1, p. 133–147, 2003.

HOUGH, P. V. C. **MACHINE ANALYSIS OF BUBBLE CHAMBER PICTURES**. International Conference on high energy accelerators and instrumentation. **Anais...**1959

HULL, D.; BACON, D. J. **Introduction Dislocations**. 5th. ed. Amsterdam: Elsevier Ltd., 2011.

HUMPHREYS, F. et al. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition**. [s.l: s.n.].

HUTCHINSON, W. B. Development of Textures in Recrystallization. **Metal Science**, v. 8, n. 1, p. 185–196, 1974.

I C P, M. **Avaliação Microestrutural e Mecânica da Incoloy 945 Após Tratamentos**

**Térmicos" Dissertação (Mestrado) - Em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares Autarquia associada à Universidade de São Paulo, 2015. [s.l: s.n.].**

KIKUCHI, S. No Title. **J. Appl. Phys**, p. 83, 1928.

KLOTZ, T. et al. Surface characteristics and fatigue behavior of shot peened Inconel 718. **International Journal of Fatigue**, v. 110, p. 10–21, 2018.

KOCKS, U. F.; TOMÉ, C. N.; WENK, H.-R. **Texture and Anisotropy: Preferred Orientation in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties**. 2. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 1998.

LANKFORD, W. T., SNYDER, S. C., BAUSHER, J. A. New criteria for predicting the press performance of deep drawing sheets. **Trans. ASM**, v. 42, p. 1197–1205, 1950.

LEFFERS, T.; RAY, R. K. The brass-type texture and its deviation from the copper-type texture. **Progress in Materials Science**, v. 54, n. 3, p. 351–396, 2009.

LIU, S. C.; YAO, M.; CHEN, Z. L. Recrystallization behavior of cold rolled alloy 718. **J. Aeronautical Mater.**, v. 16, p. 33, 1996.

LIU, W. C. et al. The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in inconel 718 alloy. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 1, p. 53–57, 1997.

LU, Y. et al. Study on the microstructure, mechanical property and residual stress of SLM Inconel-718 alloy manufactured by differing island scanning strategy. **Optics and Laser Technology**, v. 75, p. 197–206, 2015.

LÜCKE, K.; ENGLER, O. Effects of particles on development of microstructure and texture during rolling and recrystallisation in fcc alloys. **Materials Science and Technology**, v. 6, n. 11, p. 1113–1130, 1 nov. 1990.

MADHAVAN, R. et al. Role of stacking fault energy on texture evolution revisited. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 82, n. 1, 2015.

MCCARLEY, J.; TIN, S. Understanding the effects of recrystallization and strain induced boundary migration on  $\Sigma 3$  twin boundary formation in Ni-base superalloys during iterative sub-solvus annealing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 740–741, p. 427–438, 2019.

MEDEIROS, M. A. R. **Influência das Rotas de Processamento Na Mesotextura e**

**Propriedades Mecânicas da Superliga de Níquel 718.** [s.l.] Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.

MEYERS, M. A.; MURR, L. E. A model for the formation of annealing twins in F.C.C. metals and alloys. **Acta Metallurgica**, v. 26, n. 6, p. 951–962, 1978.

MIGNANELLI, P. M. et al. Gamma-gamma prime-gamma double prime dual-superlattice superalloys. **Scripta Materialia**, v. 136, p. 136–140, 2017.

MURTY, K. L.; CHARIT, I. Texture development and anisotropic deformation of zircalloys. **Progress in Nuclear Energy**, v. 48, n. 4, p. 325–359, 2006.

NADAMMAL, N. et al. Effect of hatch length on the development of microstructure, texture and residual stresses in selective laser melted superalloy Inconel 718. **Materials and Design**, v. 134, p. 139–150, 2017.

NIANG, A.; VIGUIER, B.; LACAZE, J. Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718. **Materials Characterization**, v. 61, n. 5, p. 525–534, 2010.

ORADEI-BASILE, ARMIDA; RADAVIDICH, J. F. **A current TTT diagram for wrought alloy 718.** Disponível em:  
<[https://www.tms.org/Superalloys/10.7449/1991/Superalloys\\_1991\\_325\\_335.pdf](https://www.tms.org/Superalloys/10.7449/1991/Superalloys_1991_325_335.pdf)>.  
Acesso em: 10 out. 2019.

PADILHA, A. F.; F. SICILIANO JR. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura.** [s.l.] Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PARK, J.-T.; SZPUNAR, J. A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. **Acta Materialia**, v. 51, n. 11, p. 3037–3051, 2003.

PAUL, H.; DRIVER, J. H.; JASIEŃSKI, Z. Shear banding and recrystallization nucleation in a Cu–2%Al alloy single crystal. **Acta Materialia**, v. 50, n. 4, p. 815–830, 2002.

POPOVICH, V. A. et al. Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing: Crystallographic texture, anisotropy of microstructure and mechanical properties. **Materials and Design**, v. 114, p. 441–449, 2017.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. **Phase Transformations in Metals and Alloys.** third Edit ed. Boca Raton - FL: CRC Press, 2009.

PRITHIV, T. S. et al. A critical evaluation on efficacy of recrystallization vs. strain induced boundary migration in achieving grain boundary engineered microstructure in a Ni-base superalloy. **Acta Materialia**, v. 146, p. 187–201, 2018.

QIN, B. **Crystallography of TWIP Steel**. [s.l.] Pohang University of Science and Technology, 2007.

RAMALHO MEDEIROS, M. A. et al. The  $\delta$  phase precipitation during processing and the influence on grain boundary character distribution and mechanical properties of superalloy 718. **Materials Science and Engineering: A**, v. 726, p. 187–193, 2018.

RANDLE, V. **MICROTEXTURE DETERMINATION AND ITS APPLICATIONS**. 2. ed. London: Maney Publishing, 2008.

RANDLE, V. Grain boundary engineering: an overview after 25 years. **Materials Science and Technology**, v. 26, n. 3, p. 253–261, 1 mar. 2010.

REED, R. C. **22 Physical Metallurgy of the Nickel-Based Superalloys**. Fifth Edit ed. [s.l.] Elsevier B.V., 2014a. v. 3

REED, R. C. Physical Metallurgy of the Nickel-Based Superalloys. In: **Physical Metallurgy**. Fifth Edit ed. [s.l.] Elsevier B.V., 2014b. v. 3p. 2215–2290.

RYU, J.-H.; LEE, D. N. The effect of precipitation on the evolution of recrystallization texture in AA8011 aluminum alloy sheet. **Materials Science and Engineering: A**, v. 336, n. 1, p. 225–232, 2002.

S., M. et al. FORMATION OF ANNEALING TWINS IN f.c.c. CRYSTALS. **Acta Metallurgica Inc.**, v. 45, p. 6, 1997.

SATHIARAJ, G. D.; AHMED, M. Z.; BHATTACHARJEE, P. P. Microstructure and texture of heavily cold-rolled and annealed fcc equiatomic medium to high entropy alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 664, p. 109–119, 2016.

SATHIARAJ, G. D.; BHATTACHARJEE, P. P. Effect of cold-rolling strain on the evolution of annealing texture of equiatomic CoCrFeMnNi high entropy alloy. **Materials Characterization**, v. 109, p. 189–197, 2015.

SCHWARTZ, A. J. et al. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. Second Edi ed. New Delhi: Springer Science+Business Media, 2013. v. 53

SHANKAR, G.; SUWAS, S. Effect of strain path change on the texture evolution after

- cold rolling and recrystallization of Nickel-40 wt. % Cobalt alloy. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 375, p. 012018, jun. 2018.
- SHIN, S. et al. Texture evolution in grain-oriented electrical steel during hot band annealing and cold rolling. **Journal of microscopy**, v. 230, n. 3, p. 414–423, 2008.
- SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M. Structural characterization of the aged Inconel 718. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 306, n. 1–2, p. 277–284, 2000.
- SOUZA, F. M. **Estudo da microestrutura, da textura cristalográfica e da recristalização em chapas obtidas por lingotamento contínuo e semicontínuo da liga de alumínio AA4006**. [s.l.] Universidade de São Paulo (USP), 2012.
- SPECIAL METALS. **Inconel ®718**. Disponível em:  
<[http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel\\_alloy\\_718.pdf](http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel_alloy_718.pdf)>. Acesso em: 25 set. 2019.
- SUWAS, S.; RAY, R. K. **Crystallographic Texture of Materials**. London: Springer-Verlag, 2014.
- TAN, L.; SRIDHARAN, K.; ALLEN, T. R. Effect of thermomechanical processing on grain boundary character distribution of a Ni-based superalloy. **Journal of Nuclear Materials**, v. 371, n. 1, p. 171–175, 2007.
- TARZIMOGHADAM, Z. et al. Hydrogen-assisted failure in Ni-based superalloy 718 studied under in situ hydrogen charging: The role of localized deformation in crack propagation. **Acta Materialia**, v. 128, p. 365–374, 2017.
- TAYON, W. et al. EBSD Study of Delamination Fracture in Al–Li Alloy 2090. **Experimental Mechanics**, v. 50, n. 1, p. 135–143, 2010.
- VERCAMMEN, S. et al. Cold rolling behaviour of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning. **Acta Materialia**, v. 52, n. 7, p. 2005–2012, 2004.
- ZHANG, H. et al. Improving creep resistance of nickel-based superalloy Inconel 718 by tailoring gamma double prime variants. **Scripta Materialia**, v. 164, p. 66–70, 2019.

ANEXO I

**Códigos Utilizados no MTEX para Obtenção dos Resultados**

## **Código para a obtenção das ODFs**

```
ebsd=ebsd('indexed');  
psi = calcKernel(ebsd('amostra').orientations);  
grains = calcGrains(ebsd);  
psig = calcKernel(grains('amostra').meanOrientation);  
cs = ebsd('amostra').CS  
ori = ebsd('amostra').orientations;  
ori.SS = specimenSymmetry('orthorhombic');  
odf = calcODF(ori)  
plot(odf,'sections',X,'contourf','silent')  
onde, X é o número de seções desejadas.
```

**Código para o cálculo da fração das componentes cristalográficas.**

```
ori = orientation('Miller',[h k l],[u v w],cs,ori.SS)
all_points = numel(ebsd.x);
ori_EBSD = findByOrientation(ebsd,ori,15*degree);
%fração das componentes em porcentagem
Vol_ori_EBSD = (numel(ori_EBSD.x)/all_points)*100;
```

### **Código para obtenção dos mapas de Taylor.**

```
%simetria do cristal
cs = ebsd('amostra').CS;
% sistema de deslizamento
sS = slipSystem.fcc(ebsd.CS)
sS = sS.symmetrise;
% some strain
q = 0;
epsilon = strainTensor(diag([1 -q -(1-q)]),'name','stain');
% computar o fator de taylor para todos os sistemas de deslizamento
[M,b,mori] =
calcTaylor(inv(grains('amostra').meanOrientation).*epsilon,sS.symmetrise);
plot(grains,M,'micronbar','off')
```