

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**COMPORTAMENTO EM FLUÊNCIA E
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS
SUPERLIGAS VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A**

VAGNER JOÃO GOBBI

ORIENTADOR: COSME ROBERTO MOREIRA DA SILVA

TESE DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

PUBLICAÇÃO: ENM.TD-018A/2013

BRASÍLIA/DF: 12 DE AGOSTO DE 2013.

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**COMPORTAMENTO EM FLUÊNCIA E
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DAS
SUPERLIGAS VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A**

VAGNER JOÃO GOBBI

**TESE SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA
MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
CIÊNCIAS MECÂNICAS.**

APROVADA POR:

**Prof. Cosme Roberto Moreira da Silva, PhD., (UnB)
(Orientador)**

**Prof. Edson Paulo da Silva, Dr., (UnB)
(Examinador Interno)**

**Prof^ª. Palloma Vieira Muterlle, PhD., (UnB)
(Examinadora Interna)**

**Prof. Daniel Monteiro Rosa, Dr., (UnB)
(Examinador Interno)**

**Prof^ª. Danieli Aparecida Pereira Reis, Dr^a., (UNIFESP)
(Examinadora Externa)**

BRASÍLIA/DF, 12 DE AGOSTO DE 2013.

FICHA CATALOGRÁFICA

GOBBI, VAGNER JOÃO

Comportamento em Fluência e Caracterização Microestrutural das Superligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A. (Distrito Federal) 2013.

194p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Doutor, Ciências Mecânicas, 2013).

Tese de Doutorado-Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Superligas

2. Fluência

3. Caracterização Microestrutural

4. VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A

I. ENM/FT/UnB

II. Título ENM.TD-018A/2013

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

GOBBI, V.J. (2013). Comportamento em Fluência e Caracterização Microestrutural das Superligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A. Tese de Doutorado em Ciências Mecânicas. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Vagner João Gobbi.

TÍTULO: Comportamento em Fluência e Caracterização Microestrutural das Superligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A

GRAU: Doutor

ANO: 2013

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa tese de doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Vagner João Gobbi

vagnergobbi@yahoo.com.br

AGRADECIMENTOS

A Deus;

Aos meus pais;

Aos meus irmãos;

Ao orientador, **Prof. Cosme R.M da Silva**;

A **Prof^a. Danieli A.P. Reis** pelos ensaios de fluência;

A **Prof^a. Palloma V. Mutterle** pela colaboração;

Ao Laboratório de ensaios de materiais do DCTA/ITA;

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica de Transmissão do IPEN;

Ao Departamento de Biologia da UnB, da Polícia Federal e COPPE pela utilização do Microscópio Eletrônico de Varredura;

Ao Gerente de Tecnologia P&D da Empresa Villares Metals, **Celso Antônio Barbosa** pelo fornecimento das ligas;

Aos meus amigos e familiares;

E a **TODOS** os que colaboraram na realização deste trabalho.

RESUMO

Materiais com comportamento adequado em temperaturas elevadas tornaram-se uma necessidade nos dias atuais. Superligas são conhecidas desde a década de 1930 e utilizadas, principalmente, em aplicações aeroespaciais e automobilísticas. Com as novas regulamentações para redução das emissões atmosféricas e aumento da eficiência, surgiram projetos que submetem certos componentes de motores como válvulas, a temperaturas e pressões mais elevadas. Assim, exige-se que as ligas utilizadas na fabricação desses componentes possuam maior resistência à alta temperatura, a exemplo da NIMONIC 80A. Esta é uma liga de custo elevado devido à alta quantidade de níquel (70 a 80% em peso) além de possuir tratamento térmico extenso. Uma alternativa é a utilização de ligas com menor teor de níquel (30 a 40% em peso) e tratamento térmico reduzido. Neste contexto a Villares Metals desenvolveu duas novas superligas, as VAT_S 32 e 36. Essas ligas são concebidas para válvulas de motores de combustão interna, porém podem ser utilizadas nos casos que necessitem de resistência mecânica a quente, resistência à fluência, corrosão a quente, especialmente por gases sulfurosos, e resistência a fadiga substituindo às ligas NIMONIC 80A em diversas aplicações. A Empresa Villares Metals fez algumas caracterizações à quente das ligas VAT 32 e VAT 36 porém, não foram realizados ensaios por fluência medindo a deformação com o tempo. Portanto, este trabalho tem como objetivo fazer um estudo do comportamento em fluência, em termos de taxa de deformação secundária e tempo de fratura, das superligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A. As ligas são submetidas a ensaios de fluência na modalidade de carga constante, na faixa de temperatura de 675 a 750 °C e na faixa de tensão de 500 a 600 MPa definidas de acordo com suas aplicações. Os ensaios de fluência são realizados conforme a norma ASTM E139. Obtem-se um conjunto de curvas de deformação verdadeira pelo tempo como função das tensões e temperaturas aplicadas. Foi avaliado a ductilidade, a taxa de fluência estacionária e o tempo de vida. Complementou-se o trabalho com caracterização microestrutural das superligas através das técnicas de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão, difração de raios X, refinamento de Rietveld e ensaios de dureza. Os resultados mostram que a liga VAT 32 apresenta maior resistência à fluência (menor taxa de deformação secundária e maior tempo de fratura) em relação à VAT 36 e NIMONIC 80A. Isto se deve além do efeito benéfico dos compostos

intermetálicos γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), ao maior tamanho de grão e a maior fração de carbonetos ligados MC encontrado na VAT 32. Estes precipitados ricos em titânio e nióbio são estáveis a temperaturas elevadas, aumentam a resistência ao movimento de discordâncias e retardam processos difusionais associados à deformação por fluência. Ancoram os contornos de grãos dificultando o deslizamento relativo entre eles afetando a facilidade com que as vacâncias possam ser geradas nestas mesmas regiões. Por meio da análise dos expoentes de tensão, energias de ativação e imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão após fluência o mecanismo de deformação dominante no estado secundário de fluência das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A é movimento de discordâncias envolvendo provavelmente processo de *Orowan loops* e cisalhamento de precipitados pelas discordâncias, além da presença de deformação por *twinning* para as ligas VAT_S e escorregamento e escalagem de discordâncias para a NIMONIC 80A.

Palavras-chave: Fluência, Caracterização Microestrutural, NIMONIC 80A, Superliga VAT 36, Superliga VAT 32.

ABSTRACT

Materials with appropriate behavior at elevated temperatures have become a necessity nowadays. Superalloys have been known since the 1930 and used primarily in automotive and aerospace applications. With the new regulations to reduce air emissions and increased efficiency projects emerged that submit certain engine components such as valves, temperatures and higher pressures. Thus, it is required that the alloys which are used in manufacturing these components have high temperature resistance, such as the NIMONIC 80A. This alloy has high cost due to the high amount of nickel (70 to 80% wt) and extensive heat treatment. An alternative is to use alloys with lower nickel content (30 to 40% wt) and reduced heat treatment. In this context, Villares Metals has developed two new superalloys, the VAT_S 32 and 36. These alloys are designed for valves internal combustion engines, but can be used in cases requiring mechanical strength hot, strength creep and corrosion, substitute alloy NIMONIC 80A in various applications. Villares Metals Company made some characterizations of the hot alloy VAT 32 and VAT 36 however, no tests were performed measuring creep deformation with time. The objective of this paper is to make a study of the behavior in creep in terms of secondary strain rate and rupture time of the superalloys VAT 36, VAT 32 and NIMONIC 80A. The alloys are subjected for creep tests in constant load mode, of the temperature range 675-750°C and stress range 500-600 MPa defined according to their applications. The creep tests are performed according to ASTM E139. Is obtained a set of curves of deformation real by the time in function of the applied stress and temperatures. Are evaluated ductility, the stationary creep rate and life time. Work is complemented with microstructural characterization of superalloys through the techniques of optical microscopy, SEM, TEM, X-ray diffraction, Rietveld refinement and hardness tests. The results show that the alloy VAT 32 has a higher creep resistance (lower strain rate secondary and higher fracture time) from the VAT 36 and NIMONIC 80A. This is due to the beneficial effect of the intermetallic compounds γ' (Ni₃ (Al, Ti)), the largest grain size and the largest fraction of MC carbides found in the VAT 32. These precipitates rich in titanium and niobium are stable at elevated temperatures, increased resistance to movement of dislocations and retard diffusional processes associated with creep deformation. Anchor the grain boundaries impairing the relative sliding between them affect the ease with which the vacancies may

be generated in these same regions. Through analyzing the stress exponents, activation energies and images obtained by transmission electron microscopy after the creep deformation mechanism dominant in state secondary creep alloys VAT 32, VAT 36 and NIMONIC 80A is movement of dislocations probably involving process Orowan loops and shearing of precipitates by dislocations and the presence of deformation twinning for alloys VAT_s and slip of dislocations and climb for NIMONIC 80A.

Keywords: Creep, Microstructural Characterization, NIMONIC 80A, Superalloy VAT 36, Superalloy VAT 32

SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	xxi
LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS	xxii
1- INTRODUÇÃO.....	1
1.1- Objetivo.....	3
2- REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1- O Fenômeno de Fluência.....	4
2.1.1- Ensaio de Fluência	8
2.1.2- Efeitos da Tensão e da Temperatura na Fluência	9
2.1.3 Estágios de Fluência	10
2.1.3.1 Estágio I	10
2.1.3.2 Estágio II.....	11
2.1.3.3 Estágio III.....	12
2.1.4- Mecanismos de Fratura por Fluência	12
2.1.5 Mecanismos Responsáveis pela Deformação em Fluência	14
2.1.5.1 Fluência por Transporte de átomos por Difusão	14
2.1.5.2- Fluência por Deslizamento e Escalagem de Discordâncias	18
2.1.5.3 Fluência por Deslizamento de Contorno de Grão	23
2.1.6- Lei de Potência.....	24
2.2- Tratamento térmico de precipitação e envelhecimento.....	25
2.3- Comportamento dos Materiais em Altas Temperaturas.....	29
2.3.1- Materiais para aplicação em altas temperaturas.....	31
2.4- Superligas	33
2.4.1- Superligas à Base de Cobalto.....	34
2.4.2- Superligas à Base de Níquel	38
2.4.2.1- Superligas a Base de Níquel Trabalhadas	44
2.4.2.2- Superligas a Base de Níquel Fundidas.....	47
2.4.3- Influência dos Elementos de Liga na Microestrutura e nas Propriedades das Superligas de Níquel	50
2.4.3.1- Cromo: Resistência à Corrosão.....	50

2.4.3.2- Alumínio, Titânio, Nióbio e outros elementos: fases gama linha (γ') e gama duas linhas (γ'')	51
2.4.3.3- Carbono: Formação de carbetos	57
2.4.3.4- Boro	60
2.4.3.5- Elementos que podem formar fases indesejáveis (σ , μ e laves)	60
2.4.4- Justificativas para adição dos elementos encontrados nas superligas	65
2.4.5- Algumas aplicações de superligas à base de níquel e ferro - níquel	67
2.4.6- Fluência em Superligas	72
3- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	76
3.1- Ligas Utilizadas	76
3.2- Tratamento Térmico	77
3.3- Ensaio de Fluência	78
3.3.1- Forno de Fluência	78
3.3.2- Condições de Execução dos Ensaio de Fluência	79
3.4- Análises	80
3.4.1- Análises de Dureza	80
3.4.2- Difração de raios X	80
3.4.2.1- O Método de Rietveld	80
3.4.3- Caracterização Microestrutural dos corpos de prova	81
3.4.3.1- Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura	81
3.4.3.2- Microscopia Eletrônica de Transmissão	82
4- RESULTADOS E DISCUSSÕES	83
4.1- Composição química	83
4.2- Microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e análise química via energia dispersiva por raios X (EDS) após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento	84
4.2.1- Superliga VAT 36	84
4.2.2- Superliga VAT 32	89
4.2.3- Superliga NIMONIC 80A	94
4.3- Análise de dureza	101
4.4- Difração de raios X	104

4.5- Ensaio de fluência.....	109
4.6- Fractografias das espécies submetidas à fluência	136
5- CONCLUSÕES	155
6- RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	158
7- REFERÊNCIAS	159

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Esboço representativo de uma curva de fluência típica (Kamimura, 2009).	7
Figura 2- Esboço representativo da taxa de deformação por fluência em função do tempo (Kamimura, 2009).....	7
Figura 3- Efeito dos fatores temperatura e tensão nas curvas de fluência. Adaptada de (Pacheco, 2001).	10
Figura 4- Fractografia da Inconel 718 após ensaio de fluência a 750 MPa e 650 °C: a) vista geral, b) vista do centro (Sugahara 2011).	13
Figura 5- Micrografia eletrônica de varredura em Inconel 718 após ensaio de fluência mostrando fratura intergranular (Kuo <i>et al</i> , 2009).....	13
Figura 6- Representação esquemática da fluência por difusão em uma microestrutura de grãos (Marimuthu, 2002).....	15
Figura 7- Fluxo de vazios resultando em aumento de comprimento de grão. Adaptada de (Reis 2005).	17
Figura 8- Fluxo de vacâncias através do volume do grão (Nabarro-Herring) ou ao longo do contorno de grão (Coble). Adaptado de (Langdon, 2000).	17
Figura 9- Deslizamento de discordâncias em baixas temperaturas. a) Superação da barreira de Peierls; b) Interação entre as partículas de precipitado. Adaptada de (Reis 2005).....	19
Figura 10- Difusão de átomos levando a subida da discordância (Marimuthu, 2002).	20
Figura 11- Sequência de subida e deslizamento de discordâncias levando à fluência (Marimuthu, 2002).....	20
Figura 12- Representação esquemática da movimentação das mudanças de discordâncias durante a fluência: a) emaranhado de discordâncias, b) recuperação, c) formação do sub-grão e d) discordâncias mais livres (Evans e Wilshire, 1993).....	22
Figura 13- Formação de <i>looping</i> ao redor da fase gama linha após ensaio de fluência em superliga de níquel (Bhadeshia, 2010).	22
Figura 14- Diferentes tratamentos térmicos realizados na superliga Inconel 718: (a) HT1, (b) HT2 e (c) HT3 (Kuo <i>et al</i> , 2009).	26
Figura 15- Curva de fluência da superliga Inconel 718 a tensão constante de 625 MPa e temperatura de 650 °C (Kuo <i>et al</i> , 2009).	27

Figura 16- Efeito do tempo e temperatura de envelhecimento na dureza da NIMONIC 80A (Ezugwu <i>et al</i> , 1999).....	28
Figura 17- Curva típica de fluência mostrando os três estágios do processo. Curva A, ensaio a carga constante; curva B ensaio a tensão constante (Song, 2010).	31
Figura 18- Variação da tensão de escoamento em função da temperatura de uma superliga à base de níquel (Tancret <i>et al</i> , 2003).....	33
Figura 19- Microestrutura em MEV: (a) Nimonic 80 após tratamento térmico apresentando carbonetos $M_{23}C_6$ nos contornos de grão e uma grande quantidade de gama linha esferoidal distribuído uniformemente em uma matriz gama e (b) fase gama linha cuboidal dispersa em uma matriz gama em superliga U-700 após tratamento térmico (Donachie e Donachie, 2002).	39
Figura 20- Estrutura cristalina da matriz gama (a) e da fase gama linha (b) (Bhadeshia, 2010).	40
Figura 21- Micrografia eletrônica da transmissão mostrando dispersão de óxidos na superliga Alloy MA6000 (Bhadeshia, 2010).....	44
Figura 22- Microestrutura, obtida em Microscopia Eletrônica de Varredura, mostrando a fase gama linha na forma de cubos em uma matriz gama de superliga a base de níquel fundida (Silva A <i>et al</i> , 2006).	48
Figura 23- Influência da quantidade de fase γ' na dureza de superliga de níquel (Tancret <i>et al</i> , 2003).	52
Figura 24- Micrografia Eletrônica de Transmissão mostrando uma pequena quantidade de partículas γ' , em forma esférica, na matriz γ . Observa-se também carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ ao longo do contorno de grão (Tancret <i>et al</i> , 2003).....	53
Figura 25- Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma grande quantidade de partículas γ' , em forma de cubos, na matriz γ (Tancret <i>et al</i> , 2003, Bhadeshia, 2010).....	53
Figura 26- Variação do limite de escoamento em função da temperatura entre ligas alumínio-cromo-níquel com diferentes frações volumétricas da fase ordenada γ' (Silva B e C, 2006).....	54
Figura 27- Efeito dos elementos de liga em superligas a base de níquel (Tancret <i>et al</i> , 2003; Bhadeshia, 2010).	55

Figura 28- Imagem em Microscópio Eletrônico de Transmissão da liga Inconel 718 mostrando γ' (precipitados globulares) e γ'' (precipitados em disco) (Slama et al 2000). ...	56
Figura 29- Estrutura cristalina da fase γ'' Ni ₃ Nb (Donachie e Donachie, 2002).	57
Figura 30- Micrografia em MEV da liga Inconel 718 destacando partículas de carbeto (Valle, 2010).	58
Figura 31- a e b) Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura mostrando carbeto e precipitados da fase delta ao longo dos contornos de grãos da superliga Inconel 718 depois de solubilizada e envelhecida a 955 °C por uma hora; c e d) Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura mostrando carbeto e precipitados da fase delta ao longo dos contornos de grão as superliga Inconel 718 depois de solubilizada e envelhecida a 955 °C por 3,5 horas (Kuo <i>et al</i> , 2009).	62
Figura 32- Estrutura cristalina ortorrômbica da fase delta (δ).	63
Figura 33- Imagem em MEV da liga Re 706, mostrando presença de fase heta (η) depois de envelhecida 750 °C por 750h (interior do grão) (Kindrachuk <i>et al</i> , 2008).	64
Figura 34- Palhetas de superliga a base de níquel utilizadas em turbinas de aeronaves (Msm, 2011).	68
Figura 35- Sequência da otimização da produção de palhetas. a) material policristalino com estrutura equiaxial, b) material policristalino solidificado direcionalmente, c) material monocristalino (Msm, 2011).	69
Figura 36- Evolução da deformação por fluência da superliga Mar - M200 para tensão de 206 Mpa e 982 °C. a) material policristalino com estrutura equiaxial, b) material policristalino solidificado direcionalmente, c) material monocristalino. Adaptado de (Reed, 2006).	69
Figura 37- Disco de turbina de superliga a base ferro- níquel.	70
Figura 38 - Turbo- compressor de superliga à base de níquel (Baldan <i>et al</i> , 2009).	70
Figura 39- Válvulas de motores de combustão interna (Wikipedia, 2011).	71
Figura 40- Série de parafusos para aplicações em alta temperatura na indústria automobilística (Bulten-stainless, 2011).	71
Figura 41- Tubos de fornos na indústria de refino de petróleo.	72
Figura 42- Curvas de fluência obtidas para a liga Inconel 718 na temperatura de 650 °C e cargas de 700, 750 e 814 MPa (Sugahara, 2011).	73

Figura 43- Deformação por fluência versus tempo a 725 °C e 630 MPa.....	74
Figura 44- <i>Loops</i> de discordâncias em torno dos precipitados γ' indicado pelas setas brancas (Yuan <i>et al</i> , 2011).	75
Figura 45- Configuração do corpo de prova (dimensões em mm).	76
Figura 46- Corpo de prova após usinagem para ensaios de fluência.....	76
Figura 47- Diagrama esquemático da metodologia aplicado no trabalho.....	77
Figura 48- Ciclo de tratamento térmico empregado nas ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A.....	78
Figura 49- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 36. Aumento: 100X. Ataque: reagente Kalling's.....	84
Figura 50- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 36. Aumento: 200X. Ataque: reagente Kalling's.....	84
Figura 51- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando carbonetos. Aumento: 500X. Ataque: reagente Kalling's	85
Figura 52- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem no modo de elétrons retroespalhados mostrando carbonetos. Aumento: 800X. Ataque: reagente Kalling's.	85
Figura 53- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem em MEV no modo de elétrons retroespalhados destacando carbonetos nos quais se realizou EDS. Aumento: 3000X. Ataque: reagente Kalling's.....	86
Figura 54- EDS correspondente à região 1 (matriz) da Figura 53.....	86
Figura 55- EDS correspondente ao precipitado 2 da Figura 53. Espectro trata-se de um carboneto misto MC rico em nióbio/titânio	87
Figura 56- EDS correspondente ao precipitado 3 da Figura 53 tratando-se de um carboneto misto MC rico em nióbio/titânio.....	87
Figura 57- Micrografia em MET da superliga VAT 36 apresentando compostos intermetálicos gama linha (γ'): (a) imagem de campo claro e (b) imagem de campo escuro.	88
Figura 58- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 32 mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 100X. Ataque: reagente Kalling's.....	89
Figura 59- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 32 mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 200X. Ataque: reagente Kalling's.....	89

Figura 60- Micrografia da superliga VAT 32. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 500X. Ataque: reagente Kalling's.	90
Figura 61- Micrografia da superliga VAT 32. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 1000X. Ataque: reagente Kalling's.	90
Figura 62- Micrografia em MEV com elétrons retroespalhados destacando as regiões onde se realizou os EDS. Aumento: 3000X. Ataque: reagente Kalling's.	91
Figura 63- EDS correspondente a matriz da Figura 62 (região 1). Espectro apresenta altos picos de Fe-Ni tratando-se de uma superliga a base de Fe-Ni com elementos ligantes tipo Nb, Ti e Al para precipitação de compostos intermetálicos.	91
Figura 64- EDS correspondente à região 2 da Figura 62. O espectro trata de um carboneto MC rico em nióbio/ titânio tipo (NbTi)C.	92
Figura 65- EDS correspondente à região 3 da Figura 62. Verifica-se que o espectro trata de um carboneto MC rico em nióbio/titânio tipo (NbTi)C.	92
Figura 66- Micrografia em MET da superliga VAT 32 (a e c, imagem de campo claro, b e d, imagem de campo escuro) mostrando compostos intermetálicos gama linha (γ').	93
Figura 67- Micrografia em Microscópio Óptico da liga NIMONIC 80A. Acorrentado de carbonetos tipo $M_{23}C_6$ nos contornos de grãos. Aumento: 500X. Ataque: Kalling's.	94
Figura 68- Micrografia em Microscópio Óptico da liga NIMONIC 80A. Acorrentado de carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente nos contornos de grãos. Aumento: 1000X. Ataque: Kalling's.	95
Figura 69- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente ao longo dos contornos de grãos. Aumento: 1000X. Ataque: Kalling's.	95
Figura 70- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente ao longo dos contornos de grãos. Aumento: 3000X. Ataque: Kalling's.	96
Figura 71- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando as regiões onde se realizou os EDS. Aumento: 6000X. Ataque: Kalling's.	96

Figura 72- EDS correspondente a matriz (região 1) da Figura 71. Espectro com alto pico de níquel e menores picos de elementos ligantes tipo Ti, Al para precipitação de compostos intermetálicos.....	97
Figura 73- EDS correspondente ao precipitado $M_{23}C_6$ (região 2) da Figura 71. Precipitado rico em cromo.....	97
Figura 74- Micrografias em MET (imagens de campo claro) da superliga NIMONIC 80A. As setas brancas mostram os carbonetos e intermetálicos gama linha (γ').	98
Figura 75- Metalografias em Microscópio óptico (não atacadas) para determinação da fração em área de carbonetos: (a) VAT 32 e (b) VAT 36. Aumento: 50X. Área de cada metalografia: $108 \times 10^4 \mu m^2$	103
Figura 76- Passagem das metalografias da Figura 71, com o auxílio do programa ImageJ, em um binário com determinação da fração em área de carbonetos: (a) VAT 32 e (b) VAT 36. Aumento: 50X. Área de cada metalografia: $108 \times 10^4 \mu m^2$	103
Figura 77- Padrões de difratometria de raios X para as ligas: VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A no intervalo $15^\circ \leq 2\theta \leq 125^\circ$	105
Figura 78-Refinamento Rietveld realizado na NIMONIC 80A com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado ao redor do ângulo: (a) $2\theta = 44^\circ$ e (b) $2\theta = 76^\circ$	106
Figura 79- Refinamento Rietveld realizado na VAT 36 com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado ao redor do ângulo: (a) $2\theta = 44^\circ$ e (b) $2\theta = 51^\circ$	107
Figura 80- Refinamento Rietveld realizado na VAT 32 com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado no intervalo angular: $40^\circ \leq 2\theta \leq 47^\circ$	108
Figura 81- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	109
Figura 82- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 700 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	110
Figura 83- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	111

Figura 84- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c)750 °C.	112
Figura 85- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	113
Figura 86- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	114
Figura 87- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	115
Figura 88- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c) 750 °C.	116
Figura 89- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	117
Figura 90- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.	118
Figura 91- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 700 °C na tensão de 600 MPa.....	119
Figura 92- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c)750 °C.....	119
Figura 93- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.....	125
Figura 94- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 700 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.....	126
Figura 95- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.....	127
Figura 96- Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada para as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A: (a) 675 °C; (b) 700 °C (c) 750 °C.....	130
Figura 97- Dependência da taxa de fluência estacionária com a temperatura para as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A: (a) 500 MPa; (b) 550 MPa e (c) 600 MPa.	131
Figura 98- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 675 °C e 500 MPa. Observa-se a presença de <i>loops</i> de discordâncias (setas pretas) e cisalhamento de precipitados (setas brancas).	133

Figura 99- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa. As setas pretas indicam a presença do mecanismo de deformação <i>twinning</i>	134
Figura 100- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa mostrando deformação por <i>twinning</i> (setas pretas).....	134
Figura 101- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa apresentando <i>loops</i> de discordâncias indicado pelas setas pretas.....	135
Figura 102- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa mostrando <i>loops</i> de discordâncias (setas pretas).	135
Figura 103- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e fratura transgranular dúctil.	137
Figura 104- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 550 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	138
Figura 105- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	139
Figura 106- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil.	140
Figura 107- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 550 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	141
Figura 108- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	142
Figura 109- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil.	143
Figura 110- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 550 MPa. (a) mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil, (b) fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	144
Figura 111- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.	145
Figura 112- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 500 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	146

Figura 113- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 550 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	147
Figura 114- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	148
Figura 115- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 700 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	149
Figura 116- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 500 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	150
Figura 117- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 550 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	151
Figura 118- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.	152

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Influencia do tratamento térmico no tamanho de grão e dureza de uma superliga (Tancret <i>et al</i> , 2003).....	26
Tabela 2- Principais elementos de liga em superligas a base de cobalto e seus efeitos (Yaedu, 2003):.....	35
Tabela 3- Composição química de superligas à base de cobalto (% em peso) (Brooks, 1982).	36
Tabela 4- Papel dos elementos de liga em superligas (Donachie e Donachie, 2002).....	41
Tabela 5- Fases observadas em superligas (ASM Handbook, 2004). (continua).....	42
Tabela 6- Composição química (principais elementos) das superligas à base de níquel trabalhadas (% em peso).	46
Tabela 7- Tensão de escoamento, em diferentes temperaturas, de algumas superligas de níquel trabalhadas (MPa).	47
Tabela 8- Composição química (principais elementos) das superligas à base de níquel fundidas (% em peso).....	49
Tabela 9- Resistência ao escoamento, em diferentes temperaturas, de algumas superligas de níquel fundidas (MPa).....	50
Tabela 10- Condições de temperaturas e tensões (MPa) em que as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A foram submetidas nos ensaios de fluência.	79
Tabela 11- Composição química (% em peso) das ligas: VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A.....	83
Tabela 12- Dureza das ligas VAT36, VAT32 e NIMONIC 80A após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.	101
Tabela 13- Tamanho de grão médio em (μm) para as três ligas após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.	104
Tabela 14- Parâmetros de rede e porcentagens das fases para as ligas NIMONIC 80A, VAT 36 e VAT 32 após tratamento térmico.	108
Tabela 15- Dados de fluência das ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A a 675 °C....	120
Tabela 16- Dados de fluência das ligas VAT 36 e VAT 32 a 700 °C.	120
Tabela 17- Dados de fluência das ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A a 750 °C....	121

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

B, B_0 - constante característica do material

b - vetor de Burgers

D - coeficiente de difusão

d - tamanho médio de grão

D_0 - difusividade

D_{cg} - coeficiente de difusão ao longo do contorno de grão

D_v - coeficiente de autodifusão

E - módulo de elasticidade

G - módulo de elasticidade transversal

k - constante de Boltzmann

n - expoente de tensão

Q_c - energia de ativação para fluência

R - constante universal dos gases

RA - redução em área

T - temperatura

t - tempo

T_f - temperatura de fusão do material base

t_f - tempo correspondente à fratura do material

ε - deformação verdadeira, deformação total

ε_0 - deformação instantânea

$\dot{\varepsilon}$ - taxa de deformação

$\dot{\varepsilon}_s$ - taxa de fluência estacionária

σ - tensão

γ - matriz austenítica gama

γ' - fase gama linha

γ'' - fase gama duas linhas

δ - fase delta

η - fase heta

MEV - Microscópio Eletrônico de Varredura

MET- Microscópio Eletrônico de Transmissão

MO- Microscópio Óptico

EDS - Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva

API- American Petroleum Institute

ASTM - American Society for Testing and Materials

CCC - Cúbico de Corpo Centrado

CFC - Cúbico de Face Centrada

TCP - Fase Topologicamente Compacta

CPS - Contagem por Segundo

DCTA – Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial

ITA- Instituto Tecnológico de Aeronáutica

IPEN- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

COPPE- Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-graduação e Pesquisa de Engenharia

1- INTRODUÇÃO

O comportamento de metais e ligas em altas temperaturas é complexo e muda com os parâmetros de ensaio, tais como tensão, taxa de deformação e temperatura. Equipamentos que operam em altas temperaturas (acima de $0,4 T_f$) esta deformação irreversível contínua que ocorre a carga constante e elevada temperatura, conhecida como fluência, pode levar a falha catastrófica, sendo então de grande importância tecnológica (Barboza, 2001).

O fenômeno da fluência consiste no acúmulo lento e progressivo de deformação ao longo do tempo, manifestando-se em todos os sólidos cristalinos em condições favoráveis de temperatura e tensão (Barbosa, 2001). A importância técnica do fenômeno de fratura por fluência tornou-se evidente a partir da metade do século passado, sendo reconhecida como um dos maiores problemas da área industrial devido ao crescente nível de exigência das condições de operação empregadas em usinas de geração de energia, indústrias petroquímicas e componentes estruturais desenvolvidos junto às indústrias aeroespaciais (Barboza, 2001).

Em função das aplicações em temperaturas elevadas, a resistência à fluência corresponde a um dos principais critérios para a seleção adequada de materiais. De uma forma geral, o comportamento dos metais em alta temperatura está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica e, conseqüentemente, aos processos que envolvem o fenômeno da difusão (Carrer *et al*, 2008). Temperaturas elevadas aumentam a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação, como a possibilidade de operação de novos sistemas de deslizamento e a deformação localizada ao longo dos contornos de grão (Carrer *et al*, 2008; Dieter, 1988). Durante o uso ou ensaio em altas temperaturas, além do aumento da densidade de defeitos cristalinos, especialmente de discordâncias, também ocorrem o engrossamento das fases presentes na microestrutura e a eventual formação de fases novas e indesejáveis. Microcavidades também podem nuclear, crescer e coalescer levando à nucleação de trincas, sua propagação e, eventualmente, à fratura. Dependendo da temperatura e do meio, fenômenos difusionais tais como oxidação,

descarbonetação e corrosão a quente também contribuem para encurtar a vida útil do componente (Pacheco, 2001).

O conhecimento de como se comportam os materiais em altas temperaturas é indispensável para um bom funcionamento e segurança de um determinado projeto, podendo assim prevenir falhas catastróficas. O ensaio de fluência é uma importante ferramenta que fornece informações para tal conhecimento.

Entre os materiais resistentes à fluência encontram-se as superligas. As superligas têm sido desenvolvidas desde a metade do século XX possuindo combinações superlativas de propriedades. Classificam-se de acordo com o metal predominante na liga, que pode ser o cobalto, o níquel ou o ferro. Outros elementos de liga como Nb, Mo, W, Ti, Al, Cr também são adicionados para formação de novas fases. São materiais capazes de suportar a exposição a ambientes oxidantes extremos e elevadas temperaturas por períodos de tempos razoáveis (Callister, 2002).

Atualmente, exige-se cada vez mais um melhor desempenho dos materiais em altas temperaturas, por exemplo, de ligas utilizadas em válvulas de motores. Com as novas regulamentações para redução das emissões atmosféricas e aumento da eficiência (estratégia da relação ar/combustível) surgiram projetos de motores envolvendo novas tecnologias como a SCR (Redução Catalítica Seletiva), EGR (Recirculação de Gases de Escapamento) etc. Essas técnicas submetem os componentes dos motores, como válvulas, a condições mais agressivas, a maiores temperaturas e pressões de operação, a maior corrosividade, além das altas velocidades de assentamento. Assim, exige-se que as ligas as quais são utilizadas na fabricação desses componentes possuam resistência à alta temperatura, a fadiga térmica, a corrosão e desgaste, a exemplo da NIMONIC 80A. Esta é uma liga de custo elevado devido à alta quantidade de níquel (70 a 80% em peso) além de ter tratamento térmico extenso. Uma alternativa é a utilização de ligas com menor teor de níquel (30 a 40% em peso) e tratamento térmico reduzido. Neste contexto a Villares Metals desenvolveu duas novas superligas, a VAT 32 e a VAT 36. Essas ligas são concebidas para válvulas de motores de combustão interna, porém pode ser utilizada nos casos que necessitem de resistência mecânica a quente, resistência à fluência, corrosão a quente especialmente por gases sulfurosos e resistência a fadiga substituindo às ligas NIMONIC 80A em diversas aplicações. A Empresa Villares Metals fez algumas caracterizações a

quente das ligas VAT 32 e 36 como dureza, tração, resistência a ruptura por fluência, porém, não foram realizados ensaios por fluência medindo a deformação com o tempo.

O objetivo do trabalho é então, fazer um estudo do comportamento em fluência, em termos de taxa de deformação secundária e tempo de fratura, das superligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A. As ligas foram submetidas a ensaios de fluência na modalidade de carga constante, na faixa de temperatura de 675 a 750 °C e na faixa de tensão de 500 a 600 MPa definidas de acordo com suas aplicações. Obtem-se um conjunto de curvas de deformação verdadeira pelo tempo como função das tensões e temperaturas aplicadas. Foram avaliados a ductilidade, a taxa de fluência estacionária e o tempo de vida. Complementou-se o trabalho com caracterização microestrutural das superligas através das técnicas de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão, difração de raios X, refinamento de Rietveld e ensaios de dureza.

No capítulo 2 é apresentada uma revisão bibliográfica referente às superligas, fluência e seus mecanismos. No capítulo 3 estão descritos os procedimentos experimentais e técnicas de análise empregadas, bem como os equipamentos utilizados. Os resultados obtidos, a discussão destes e as principais conclusões estão apresentadas nos capítulos 4 e 5.

1.1- Objetivo

Avaliar o comportamento em fluência, em termos de taxa de fluência no estado estacionário e tempo de fratura, além da caracterização microestrutural das superligas VAT 36 e VAT 32 comparando com a NIMONIC 80A. Também determina-se qual o mecanismo de deformação predominante na região de fluência secundária.

2- REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1- O Fenômeno de Fluência

Com frequência, os materiais são colocados em serviço a temperaturas elevadas e ficam expostos a tensões mecânicas estáticas. Um dos fatores mais críticos na determinação da integridade de componentes nestas condições é o seu comportamento em relação à fluência. Devido à ativação térmica, os materiais podem deformar lenta e continuamente sob a carga constante e podem, eventualmente, falhar. A dependência do tempo na deformação termicamente ativada de componentes sob carga (tensão) é conhecida como fluência. Como uma consequência de tal deformação, tem-se mudanças dimensionais inaceitáveis e distorções, podendo levar à ocorrência da ruptura final do componente (Viswanathan, 1993). O fenômeno de fluência manifesta-se em todos os sólidos cristalinos em condições especiais de temperatura e tensão. É calculada aplicando-se uma carga estática sobre uma amostra em temperaturas elevadas (da ordem de $0,4$ a $0,7 T_f$) e medindo-se a deformação em função do tempo (Callister, 2002).

Entre $0,4$ e $0,7 T_f$ os materiais metálicos podem lentamente e continuamente deformar sob carregamento abaixo do limite de escoamento. Essa dependência temporal da deformação de componentes tensionados é conhecida como fluência. A deformação leva ao dano que eventualmente pode levar à ruptura. A taxa de deformação por fluência (taxa de dano) é função do material, carregamento e temperatura (API 571, 2011).

O comportamento dos metais em alta temperatura está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica, e conseqüentemente aos processos que envolvem o fenômeno da difusão. A temperatura elevada aumenta a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação, como a possibilidade de operação de novos sistemas de deslizamento e a deformação localizada ao longo dos contornos de grãos. As condições ambientais, a exemplo dos meios agressivos, exercem uma forte influência no comportamento da grande maioria das ligas, principalmente quando conjugadas com processos que envolvem a instabilidade metalúrgica, conduzindo um componente estrutural a uma possível falha (Barboza, 2001).

A importância do fenômeno de fratura por fluência tornou-se evidente a partir da metade do século XX, sendo reconhecida como um dos maiores problemas da área industrial, devido ao crescente nível de exigência das condições de operação empregadas em usinas de geração de energia, instalações químicas e em componentes estruturais desenvolvidos junto às indústrias aeroespaciais. Assim, os estudos dos materiais usados nestes componentes passaram a exigir cada vez mais sofisticações tecnológicas, aprimoramentos nos ensaios experimentais destrutivos e não-destrutivos (Barboza, 2001).

Os métodos mais comuns de avaliação do comportamento de um sólido cristalino em alta temperatura envolvem, geralmente, procedimentos gráficos e analíticos, por meio de análises estatísticas ou pela elaboração de equações empíricas simples que relacionam a deformação ou à taxa de fluência à tensão e à temperatura constantes. Os dados obtidos das análises resumem-se em: valores de taxa mínima, tempo de ruptura e deformação correspondente à fratura final (Gardner, 1994). A taxa mínima de deformação é considerada como o parâmetro mais representativo do comportamento em fluência.

Muitos fatores devem ser considerados na seleção dos materiais para uso em altas temperaturas. É incluído, neste caso, custo do material, facilidade de manufatura dos componentes, massa específica do material, resistência de ataque do meio ambiente sob condições normais de operação e capacidade de resistir às distorções ou ruptura durante o serviço. Na avaliação da resistência de materiais para a deformação e a ruptura, em tempos longos sob carregamento em altas temperaturas, deve ser dada particular atenção ao fenômeno de fluência (Evans e Wilshire, 1993).

A fluência é definida como sendo a deformação permanente e dependente do tempo quando os materiais são submetidos a uma carga ou tensão constante. É um fenômeno indesejável e, com frequência, é fator de limitação na vida útil de uma peça. Ela é observada em todos os tipos de materiais, e para os metais se torna importante em temperaturas superiores a aproximadamente $0,4 T_f$ (Callister, 2002). Assim, a temperatura ambiente é alta para o chumbo, cuja fusão ocorre a $327\text{ }^{\circ}\text{C}$, mas baixa para cobre, que funde em $1083\text{ }^{\circ}\text{C}$. Embora a fluência atue em todas as temperaturas acima do zero absoluto, em geral os problemas associados com a excessiva fluência ou eventual ruptura são observados após longos períodos de serviço experimentados apenas em altas temperaturas (Barboza, 2001).

O regime de temperatura em que a fluência se torna um fenômeno de importância é $0,4 T_f < T < T_f$. Esta é a faixa de temperatura em que a difusão se torna um fator significativo. A difusão, sendo um processo termicamente ativado, apresenta uma dependência exponencial com a temperatura. Abaixo de $0,4 T_f$, a velocidade de difusão é tão lenta que a influência deste fator pode ser desprezada. A temperatura crítica para que a fluência comece a ser significativa varia de material para material. Por exemplo, enquanto o chumbo apresenta deformação por fluência na temperatura ambiente, no ferro este fenômeno só se torna importante acima de $600\text{ }^\circ\text{C}$ (Meyers e Chawla, 1982).

A fluência é caracterizada por um escoamento lento do material. Caso um componente mecânico esteja submetido à carga trativa constante, a diminuição da área da seção transversal gera um aumento na tensão. Quando é alcançado o ponto em que o material não pode mais resistir estaticamente a essa carga aplicada, ocorre a sua ruptura (Meyers e Chawla, 1982). O ensaio de fluência pode ser realizado em temperaturas elevadas (e constantes) e com uma tensão aplicada constante. Como a seção do corpo de prova diminui durante o ensaio, dificultando a manutenção de uma tensão constante, é mais comum realizar-se o ensaio com carga constante. No ensaio de fluência, mede-se o alongamento do corpo de prova em função do tempo (Dieter, 1988).

Apesar da fluência já ser conhecida desde 1834, foi somente no século XX que investigações sistemáticas foram realizadas (Meyers e Chawla, 1982). As curvas de fluência podem, em geral, ser classificadas em três estágios (Feher *et al.*, 2009): 1) primário ou transiente; 2) secundário, de taxa constante, ou quase viscoso; 3) terciário. O estágio secundário, em que a taxa de deformação é constante, é o mais importante. Essa taxa de fluência é também conhecida como taxa mínima de fluência e corresponde ao ponto (ou região) de inflexão da curva. No estágio terciário, há uma aceleração da taxa de deformação levando a uma eventual ruptura do corpo de prova. No ensaio de fluência sob tensão constante, a carga deve diminuir à medida que a seção transversal diminui, de tal modo que a tensão permaneça constante. Em ensaios de fluência sob carga constante, a tensão aumenta continuamente devido ao decréscimo da área da seção transversal do corpo de prova. Em deformação plástica, o volume do corpo de prova é admitido como constante e um aumento de comprimento resulta em um decréscimo da área da seção transversal (Meyers e Chawla, 1982, Kamimura, 2009). A Figura 1 apresenta uma curva típica de

fluência com a designação dos três estágios enquanto a Figura 2 é representativa da velocidade do fenômeno.

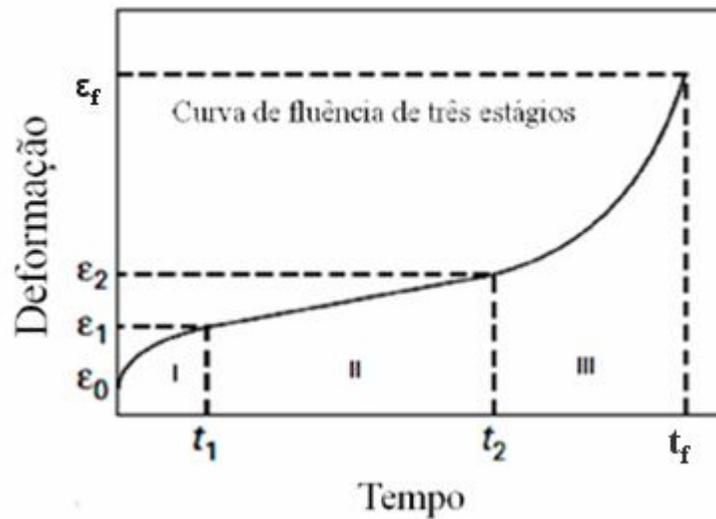


Figura 1- Esboço representativo de uma curva de fluência típica (Kamimura, 2009).

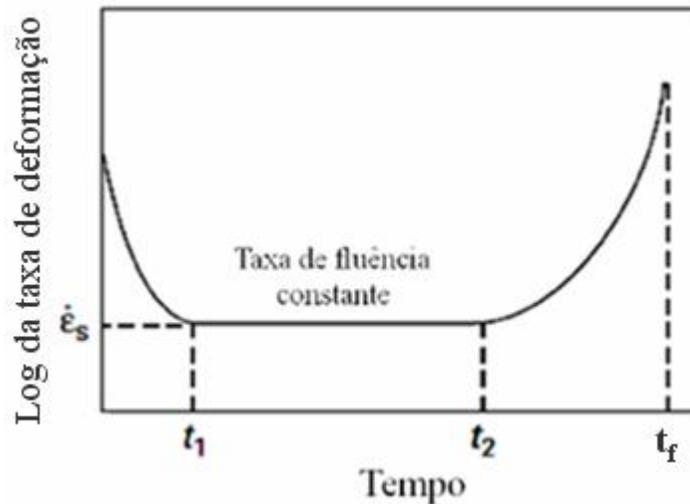


Figura 2- Esboço representativo da taxa de deformação por fluência em função do tempo (Kamimura, 2009).

Após a deformação instantânea ϵ_0 ocorre uma desaceleração da taxa de deformação conhecida como Primeiro Estágio de Fluência ocorrendo, após, um estado de taxa mínima de fluência $\dot{\epsilon}_s$, conhecida como Segundo Estágio de Fluência, que é, finalmente, seguido por um estágio de aceleração conhecido como Terceiro Estágio de Fluência, que finaliza em fratura para um tempo t_f (Becker *et al*, 2003; Viswanathan, 1993).

2.1.1- Ensaio de Fluência

Um ensaio típico de fluência (Norma ASTM E139-83) (American Society For Testing And Materials, 1995) consiste em submeter um corpo de prova a uma carga ou tensão constante. A deformação é medida e plotada como uma função do tempo decorrido. A maioria dos ensaios é do tipo carga constante, que fornece informações de uma natureza que pode ser empregada na Engenharia. Por outro lado, os ensaios com tensão constante são empregados para proporcionar uma melhor compreensão dos mecanismos de fluência (Dieter, 1988).

A curva de fluência resultante consiste em três regiões, cada uma das quais possuindo a sua própria característica distinta de deformação-tempo. Com a aplicação da carga ocorre uma deformação instantânea no material, que é essencialmente elástica. As demais regiões da curva de fluência estão associadas à deformação plástica ou permanente. A fluência primária ou transiente ocorre em primeiro lugar, caracterizada por uma taxa de fluência continuamente decrescente, isto é, a inclinação da curva diminui ao longo do tempo. Isso sugere que o material está experimentando um aumento na resistência à fluência ou encruamento, ou seja, a deformação torna-se mais difícil à medida que o material é deformado. Para a fluência secundária, algumas vezes conhecida como fluência em regime estacionário, a taxa de deformação é constante, isto é, o gráfico torna-se linear. Em geral, este estágio de fluência apresenta a duração mais longa em relação aos demais. Finalmente, no estágio chamado de fluência terciária, ocorre uma aceleração da taxa de deformação e, por fim, a fratura. Essa falha do material é conhecida frequentemente por ruptura e resulta de falhas microestruturais, como por exemplo, a separação do contorno de grão, e a formação de trincas, cavidades e vazios internos. Para carregamentos em tração, pode ocorrer a formação de um pescoço em algum ponto no interior da região de deformação. Todos estes efeitos resultam em uma diminuição da área da seção reta efetiva e em um aumento na taxa de deformação. Para os materiais metálicos, a maioria dos ensaios de fluência é realizada sob tração uniaxial, usando um corpo de prova que possui a mesma geometria usada para os ensaios em tração a quente (Callister, 2002).

Por outro lado, ensaios de compressão uniaxial são mais apropriados para materiais frágeis. Esses proporcionam uma melhor medida das propriedades intrínsecas de fluência

no que diz respeito ao fato de, em compressão, não ocorrem ampliações de tensão e propagação de trincas tão significativa como ocorre nos ensaios em tração. Os corpos de prova para ensaios em compressão são geralmente cilindros retos ou paralelepípedos que possuem razões comprimento/diâmetro que variam entre aproximadamente 2 e 4. Para a maioria dos materiais, as propriedades de fluência são virtualmente independentes da direção do carregamento. Possivelmente, o parâmetro mais importante em um ensaio de fluência é a inclinação da região secundária da curva de fluência. Este é o parâmetro de projeto de Engenharia que é levado em consideração para aplicações de longo prazo, tais como em um componente de uma usina de energia nuclear que esteja programado para operar por diversas décadas, ou quando a fratura ou uma deformação muito grande são fenômenos que não podem sequer ser considerados. Por outro lado, para muitas situações em fluência com vidas relativamente curtas (por exemplo, palhetas de turbinas em aeronaves militares e em motores de foguetes), o tempo de ruptura, ou o tempo de vida até a fratura, é a consideração predominante do projeto. Obviamente, para a sua determinação devem ser realizados ensaios de fluência até o ponto de fratura. Esses são denominados ensaios de ruptura por fluência. Dessa forma, um conhecimento dessas características de fluência para um material permite ao engenheiro de projetos assegurar a sua adequação para uma aplicação específica (Padilha, 1997; Souza, 1993).

2.1.2- Efeitos da Tensão e da Temperatura na Fluência

Tanto a temperatura quanto a tensão aplicadas influenciam o comportamento do material em fluência (Figura 3). Em uma temperatura inferior a $0,4 T_f$, e após a deformação inicial, a deformação é virtualmente independente do tempo. Seja pelo aumento da tensão ou da temperatura, são observados os seguintes pontos: (1) a deformação instantânea no momento da aplicação da tensão aumenta, (2) a taxa de fluência em regime estacionário é aumentada e (3) o tempo de vida até a ruptura é diminuído (Pacheco, 2001).

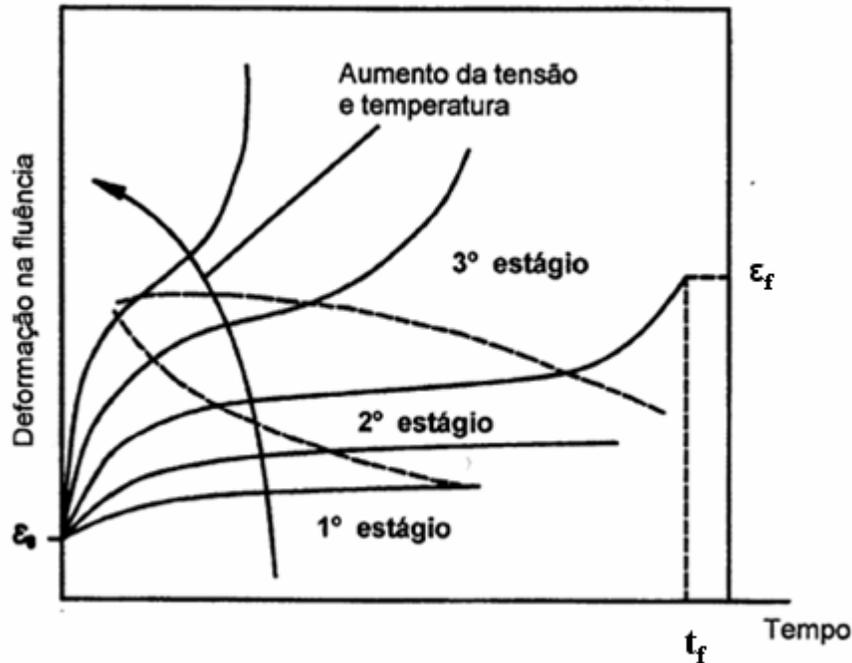


Figura 3- Efeito dos fatores temperatura e tensão nas curvas de fluência. Adaptada de (Pacheco, 2001).

2.1.3 Estágios de Fluência

A fluência apresenta três estágios distintos:

2.1.3.1 Estágio I

Nesse estágio, ocorre um encruamento que diminui a velocidade de fluência no material. O deslizamento das discordâncias (deformação plástica) é impedido por barreiras (empilhamento de discordâncias nos precipitados) que surgem no decorrer do tempo. Portanto, quando se aplica uma tensão no metal em uma dada temperatura, as discordâncias são primeiramente impedidas de escorregar por pequenas barreiras. Depois, por ativação térmica, elas conseguem vencer as barreiras, porém encontram novas barreiras maiores que só serão vencidas após tempos mais longos. Além disso, ainda ocorrem processos de recuperação devido à ascensão de discordâncias e alguns deslizamentos com desvio, principalmente quando a temperatura for suficientemente alta. A recuperação, neste estágio,

é pequena, uma vez que o fator controlador deste estágio é o mecanismo de interseção das discordâncias com as barreiras (Souza, 1993).

2.1.3.2 Estágio II

No estágio II, o processo de recuperação é suficientemente rápido para contrabalançar o encruamento. A recuperação significa a libertação de discordâncias dos obstáculos ou barreiras (empilhamento de discordâncias, precipitados, etc.), por meio de ascensão ou deslizamento com desvio. Como a ascensão requer uma maior energia de ativação, ela é o processo controlador da velocidade de fluência e, como a ascensão depende da temperatura, quanto maior for a temperatura, maior será a recuperação e, portanto, mais curto será o estágio II. Em temperaturas muito altas, o estágio II é mais curto, conseqüentemente, mais rápido o estágio III é atingido. Com o aumento da deformação, aumenta a densidade de discordâncias (encruamento), porém as discordâncias tendem a se aniquilar mutuamente (recuperação) ou se agrupar para formar contornos de grão de pequeno ângulo (poligonização), o que também constitui barreiras à movimentação das discordâncias (encruamento). A formação de novos contornos de grão (subgrãos) é uma das alterações estruturais observadas na fluência (Souza, 1993).

A ascensão de discordâncias é feita por absorção e emissão de lacunas. A energia de ativação para esse processo é, portanto a de difusão de lacunas. Quanto maior for a energia de ativação, mais resistente o material será à fluência, pois para haver a ascensão será necessário vencer uma barreira energética maior. Outra contribuição importante, porém não predominante, para os processos de deformação, é o deslizamento de contornos de grão. Esse deslizamento pode também criar lacunas que facilitam a ascensão de discordâncias. O deslizamento é um processo de cisalhamento que ocorre na direção dos contornos de grão, estando relacionado com o aumento da temperatura e com baixas tensões. O fenômeno acontece intermitentemente com o tempo, fazendo com que a deformação não seja uniforme ao longo do contorno. A precipitação de partículas duras nos contornos de grão e a acomodação desses contornos em novas posições diminuem a velocidade de deslizamento. Quanto menor for o tamanho do grão de um metal ou liga, maior será a área

dos contornos. Portanto, um refino dos grãos pode ser prejudicial à resistência à fluência, ou seja, o inverso observado na resistência à temperatura ambiente (Souza, 1993).

2.1.3.3 Estágio III

Estágio caracterizado por uma grande movimentação de discordâncias. É nesse estágio que ocorre mais acentuadamente a estricção do corpo de prova ensaiado em tração com nítida formação contínua de microtrincas no material. Essas microtrincas provêm de fenômenos de deformação localizados nos contornos de grão, ocasionando fratura intercrystalina. Em altas tensões e temperaturas mais baixas, ocorrem pontos tripos formados onde três contornos de grão se encontram. Por causa do deslizamento de contornos de grão surgem tensões suficientemente altas provocando o início de trincas. Com tensões baixas e temperaturas altas, formam-se pequenas microcavidades (orifícios) nos contornos de grão na direção normal à tensão externa aplicada, que crescem e coalescem devido à concentração de lacunas. Quando se tem altas temperaturas ou se ocorrer à migração de contornos de grãos para aliviar a tensão, também pode ocorrer o aparecimento de fraturas transcrystalina (no interior dos grãos). Em certos casos, também pode ocorrer fratura transgranular em temperaturas relativamente baixas e em velocidades de fluência altas, analogamente às fraturas dúcteis comuns. Em ligas de níquel, no intervalo de 600-700 °C, observou-se a mudança de fratura transcrystalina para intercrystalina nos casos de velocidade de fluência mais baixa (Souza, 1993).

2.1.4- Mecanismos de Fratura por Fluência

Nas análises das curvas obtidas para metais e ligas em condições de fluência, as indicações iniciais com relação aos eventuais mecanismos que possam conduzir a um processo de fratura geralmente estão correlacionados à aceleração da taxa de fluência a partir do início do estágio terciário. Atividades relacionadas a instabilidades metalúrgicas na composição de dano por fluência concentram-se em processos tipicamente relacionados ao crescimento de grão, recristalização dinâmica, dissolução ou coalescimento gradual de

precipitados ou partículas finas, e alterações em subestruturas induzidas previamente por deformação plástica (Perez, 2004).

Os mecanismos responsáveis por fraturas intergranulares em condições de temperatura elevada envolvem esquematicamente os processos de nucleação de cavidades ao longo dos contornos de grão. A fratura transgranular pode ser associada a eventos condicionados ao interior dos grãos, propiciando a formação e a coalescência de microcavidades denominadas “*dimples*” em regiões de intensa deformação localizadas em pontos considerados favoráveis como inclusões, partículas de segunda fase e empilhamentos de discordâncias (Perez, 2004). A Figuras 4 mostra fratura transgranular dúctil enquanto a Figura 5 intergranular.

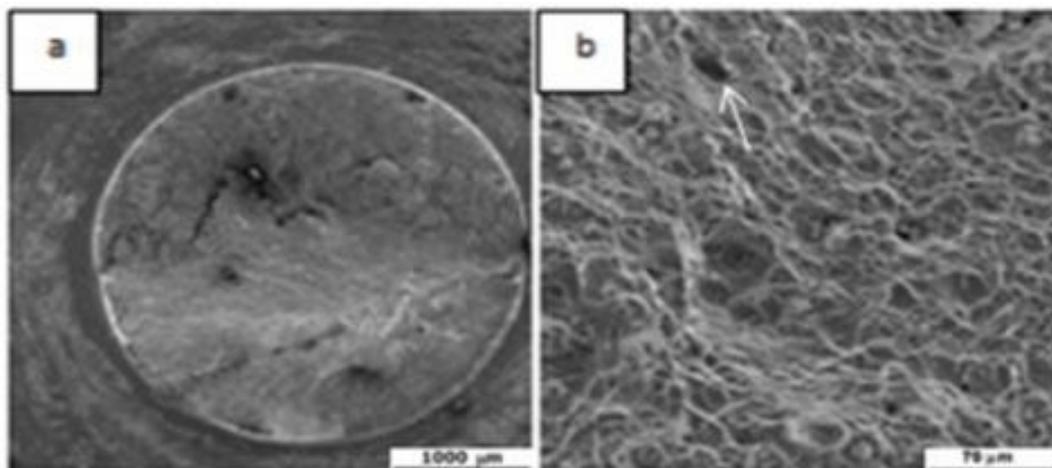


Figura 4- Fractografia da Inconel 718 após ensaio de fluência a 750 MPa e 650 °C: a) vista geral, b) vista do centro (Sugahara 2011).

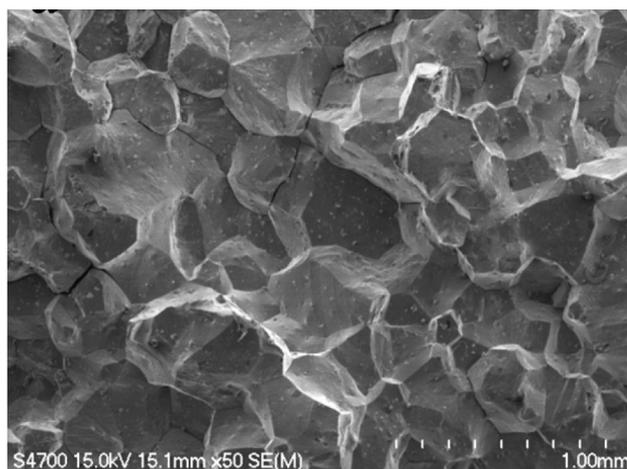


Figura 5- Micrografia eletrônica de varredura em Inconel 718 após ensaio de fluência mostrando fratura intergranular (Kuo *et al*, 2009).

2.1.5 Mecanismos Responsáveis pela Deformação em Fluência

Com o desenvolvimento da microscopia eletrônica de transmissão, é possível a realização de estudos diretos da estrutura de discordâncias dos metais deformados. Estas investigações indicam que, para uma gama muito grande de metais, existe uma relação simples entre a densidade de discordâncias e a tensão de deformação plástica de um metal. O encruamento dos metais está diretamente associado à formação de discordâncias. A densidade de discordâncias formadas em uma dada deformação é freqüentemente uma função da temperatura do ensaio. Isso significa que, quando um metal é deformado até um determinado valor, o aumento de sua resistência mecânica pode depender da temperatura de deformação. Na maioria dos casos, quando o corpo de prova é deformado de um valor determinado, o encruamento resultante decresce com o aumento da temperatura (Reed-Hill, 1982).

Uma variedade de mecanismos e equações tem sido proposta na literatura para a explicação do processo de deformação por fluência em metais (Viswanathan, 1993). Entretanto, todos estes mecanismos podem ser colocados dentro de 3 categorias básicas (Sherby et al, 2002):

- transporte de átomos por difusão;
- escalagem e deslizamento de discordâncias e
- deslizamento de contornos de grão.

2.1.5.1 Fluência por Transporte de átomos por Difusão

Mecanismo resultante do movimento de defeitos pontuais orientados pelo campo de tensões sem envolver diretamente o movimento de discordâncias. Mecanismo dominante em tensões mais baixas e altas temperaturas (Shabutani *et al*, 2006). Trata-se de um processo termicamente ativado, que pode resultar em um fluxo de átomos de uma região comprimida para uma região tracionada (Figura 6). Dependendo das condições de tensão e de temperatura, o fluxo de defeitos pode ocorrer principalmente através da rede ou dos contornos de grão, tornando-se importante principalmente em temperaturas muito altas e em baixos níveis de tensão mecânica (Hondros *et al*, 1983).

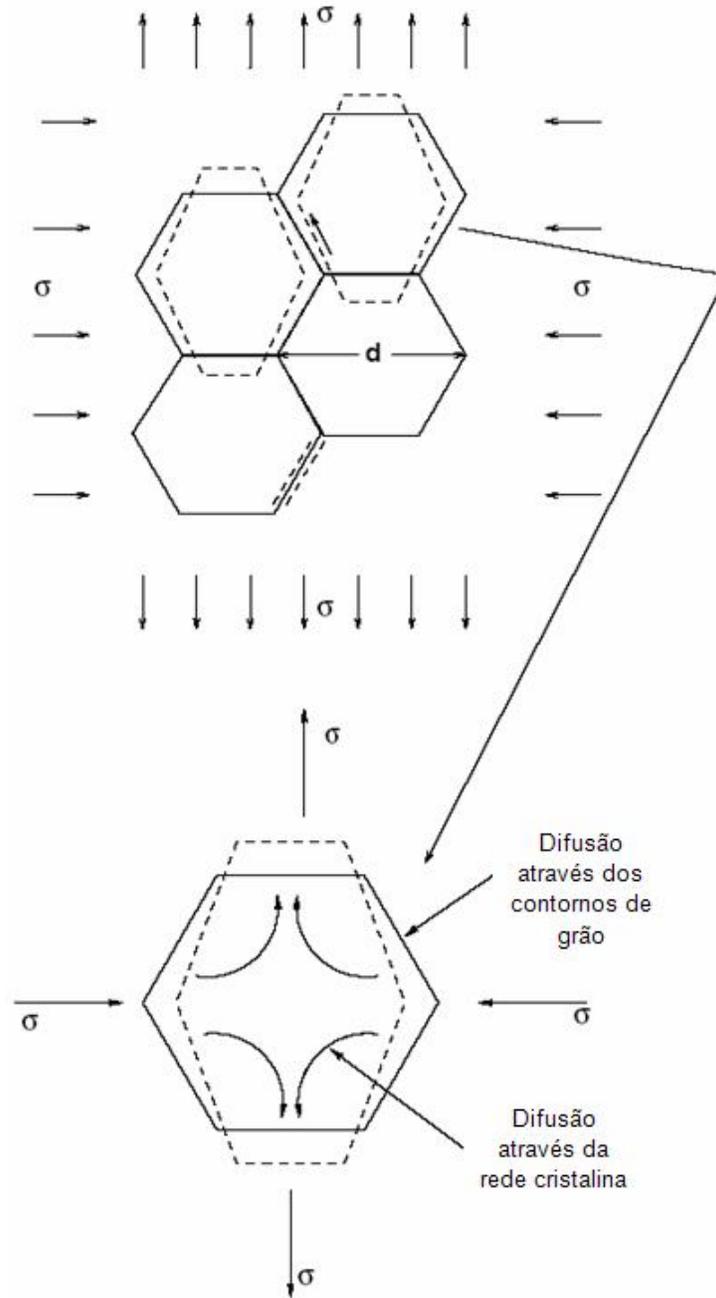


Figura 6- Representação esquemática da fluência por difusão em uma microestrutura de grãos (Marimuthu, 2002).

Na fluência por difusão, o fluxo de átomos é imaginado como ocorrendo dos locais com região de tensão compressiva para locais de regiões de tensão trativa, balanceado por um contra fluxo de vacâncias na direção oposta. Nenhum movimento de deslizamento é imaginado. Nesta forma de fluência, as taxas de fluência no estado estacionário são

admitidas como variando linearmente com a tensão ($\dot{\epsilon}_s \propto \sigma$). Para baixas tensões, a fluência por difusão ocorre somente para temperaturas muito altas, próximas do ponto de fusão do material, portanto, geralmente não significativas para a engenharia (Pacheco, 2001). A autodifusão resultará em deformação plástica se a matéria for levada dos contornos sujeitos à tensão de compressão (contornos verticais) até os contornos sob tensão de tração (contornos horizontais) (Reed-Hill, 1982).

De acordo com Langdon (2000), uma análise apropriada dos principais mecanismos pode ser discutida de forma mais prática pela utilização da Equação 2.1, que relaciona a taxa de deformação $\dot{\epsilon}_s$ como uma função da tensão aplicada σ e da temperatura absoluta (T) (Langdon, 2000):

$$\dot{\epsilon}_s = A \frac{DGb}{kT} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n, \quad \text{Equação (2.1)}$$

sendo o coeficiente de difusão D relacionado com a temperatura T pela Equação 2.2:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q_c}{RT} \right), \quad \text{Equação (2.2)}$$

em que:

A : constante adimensional; D_0 : difusividade; G : módulo de elasticidade transversal; b : vetor de Burgers; k : constante de Boltzman; Q_c : energia de ativação para fluência; R : constante universal dos gases e d : tamanho médio de grão.

As constantes p e n contribuem para a distinção entre os mecanismos que dependem de atividades intragranulares ou intergranulares. Dois mecanismos são considerados importantes nesta região: (i) a deformação que ocorre nos materiais policristalinos através do fluxo de vacâncias sob tensão direcionada pode ocorrer em altas temperaturas ($T > 0,7 T_f$), conhecida como fluência de Nabarro- Herring ou em baixas temperaturas ($0,4 < T < 0,7 T_f$) conhecida por fluência de Coble (Nabarro, 2002; Coble, 1963); (ii) o mecanismo proposto por Nabarro e Herring, que resulta da difusão de vazios entre regiões sobre os contornos condicionados a diferentes estados de tensão, cujo fluxo ocorre através do volume da rede cristalina, pelo interior dos grãos, alongando-os na direção da tensão aplicada (Herring, 1950) conforme Figura 7.

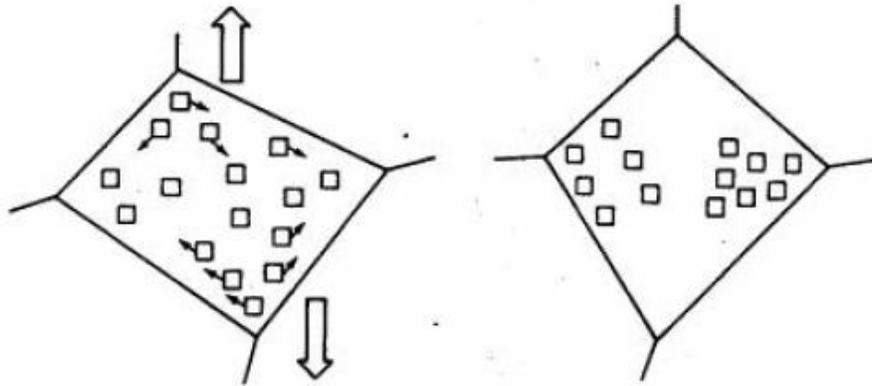


Figura 7- Fluxo de vazios resultando em aumento de comprimento de grão. Adaptada de (Reis 2005).

A taxa de fluência no estado secundário como função da temperatura T e da tensão aplicada σ pode ser expressa pela Equação 2.3:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_vGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^2 \left(\frac{\sigma}{G}\right), \quad \text{Equação (2.3)}$$

em que:

D_v é o coeficiente de autodifusão. As demais variáveis já foram definidas anteriormente.

Outro mecanismo é o de Coble e envolve a difusão pelos contornos de grão ao invés da rede cristalina. Esta difusão resulta no deslizamento dos contornos de grão. Um modo prático de se obter uma liga com elevada resistência à fluência de Nabarro- Herring e Coble é aumentar o tamanho de grão (Coble, 1963). Esses dois mecanismos são apresentados na Figura 8.

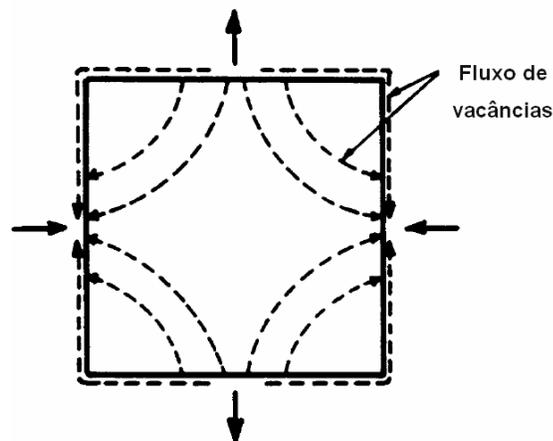


Figura 8- Fluxo de vacâncias através do volume do grão (Nabarro-Herring) ou ao longo do contorno de grão (Coble). Adaptado de (Langdon, 2000).

No mecanismo proposto por Coble, a deformação resulta do processo de difusão, cuja trajetória preferencial situa-se ao longo dos contornos de grão. A taxa de fluência estacionária pode ser representada pela Equação 2.4:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_{cg}Gb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \left(\frac{\sigma}{G}\right), \quad \text{Equação (2.4)}$$

em que:

D_{cg} é o coeficiente de difusão ao longo dos contornos de grão.

O mecanismo proposto por Coble pode atuar simultaneamente com o de Nabarro-Herring, e a taxa de fluência resultante correspondem à soma das contribuições. O mecanismo de Nabarro-Herring predomina em condições de temperaturas elevadas ($T > 0,7 T_f$) e metais com granulação grosseira. O mecanismo de Coble predomina preferencialmente em temperaturas baixas ($0,4 T_f < T < 0,7 T_f$) e materiais com estrutura granular fina.

2.1.5.2- Fluência por Deslizamento e Escalagem de Discordâncias

Em condições de baixa temperatura ($T < 0,5 T_f$), o controle da deformação por fluência ocorre através do processo de deslizamento de discordâncias em seus planos preferenciais. O mecanismo predominante inclui superação da barreira de Peierls, através do qual as vibrações térmicas eventualmente favorecem o movimento de um segmento de discordância por um vetor de Burgers, nucleando e propagando, com certa facilidade, uma dobra dupla sob ação da tensão aplicada e conseqüentemente, provocando o cisalhamento do cristal, ao passo que barreiras como precipitados são superadas por anéis de discordâncias (Reed-Hill, 1982), Figura 9.

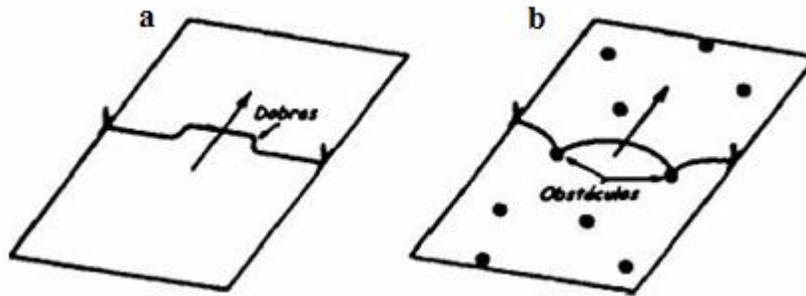


Figura 9- Deslizamento de discordâncias em baixas temperaturas. a) Superação da barreira de Peierls; b) Interação entre as partículas de precipitado. Adaptada de (Reis 2005).

A energia térmica ajuda a tensão na formação de uma dobra, que depois se estende sob a ação da tensão. Uma discordância move-se de uma maneira gradativa, em degraus. A força que retém uma discordância na sua posição de menor energia no reticulado é chamada de força de Peierls. Em altas temperaturas, a difusão é suficientemente rápida, onde as vacâncias alcançam as extremidades das discordâncias promovendo o fenômeno da escalagem. As discordâncias são emitidas de uma série de fontes, colocadas sobre diferentes planos de deslizamento. Embora as discordâncias em hélice de sinal oposto possam aniquilar-se, o movimento das discordâncias em cunha de duas fontes adjacentes é rapidamente bloqueado devido à existência da interação mútua. Desta maneira, as discordâncias empilham-se sobre o plano de deslizamento no qual as principais se decompõem em grupos de discordâncias com dipolos. A taxa de emissão de discordâncias pelas fontes é controlada pela taxa de remoção do empilhamento conforme elas escalam e aniquilam-se umas com as outras (Perez, 2004).

De acordo com Dieter (1988) a escalagem (ascensão) de discordâncias é um processo de recuperação. O material deformado é considerado contendo um número de fontes de discordâncias. Durante a fluência, estas fontes emitem discordâncias que se movem ao longo de seus planos de deslizamento até que as discordâncias sejam presas em obstáculos, formando um empilhamento. Este processo constitui um endurecimento de fase. A discordância líder irá então escalar (saltar) este plano de deslizamento. Esta escalagem de discordância pode ser aniquilada pelo encontro com outra discordância com sinal oposto, ou após alguma distância da escalagem pode estar livre para deslizar em um novo plano de deslizamento até o encontro de outro obstáculo. Outra discordância pode ser emitida de

uma fonte para que o processo de fluência continue. O processo de escalagem representa a recuperação da estrutura do material (Dieter, 1988).

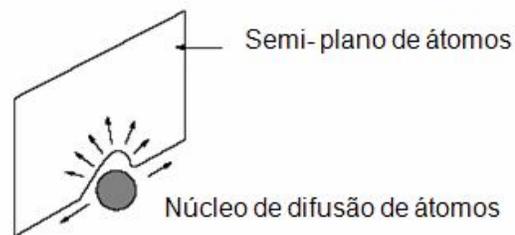
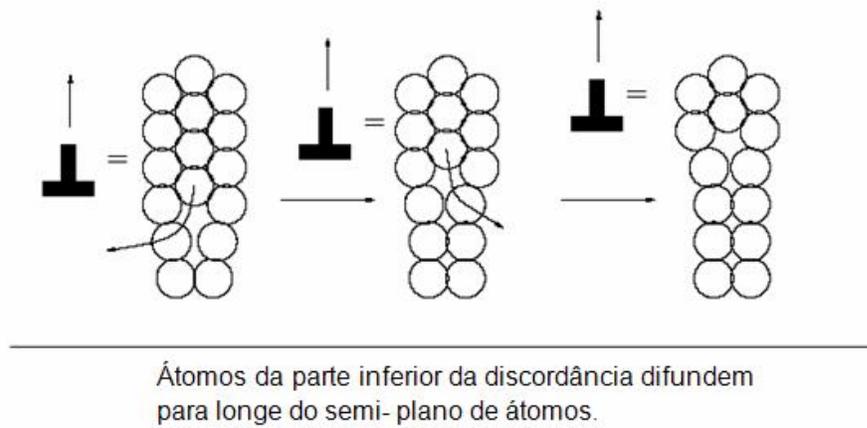


Figura 10- Difusão de átomos levando a subida da discordância (Marimuthu, 2002).

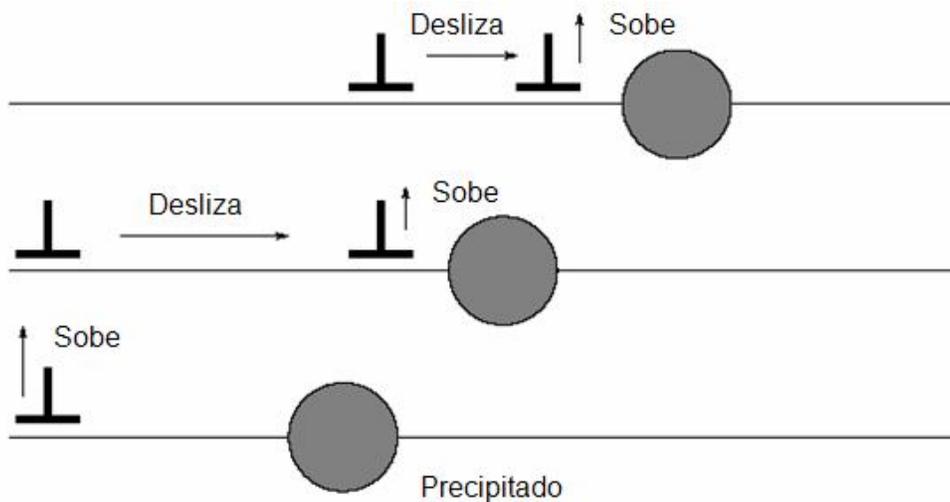


Figura 11- Sequência de subida e deslizamento de discordâncias levando à fluência (Marimuthu, 2002).

Sabe-se que as discordâncias são criadas num metal durante o processo de deformação plástica. Como é preciso trabalho para formar um anel de discordâncias em qualquer tipo de fonte, é possível que a energia térmica possa ajudar uma tensão aplicada a vencer essa barreira energética (Dieter, 1988; Herring, 1950). As discordâncias nucleiam em partículas de impurezas, contornos de grãos, superfícies livres e interfaces sendo estas as responsáveis pela deformação plástica do material (Dieter, 1988).

À medida que a deformação plástica aumenta, cresce a complexidade da rede de discordâncias, induzindo à formação de florestas de discordâncias e ao fenômeno da interseção, que atuam como obstáculos para a movimentação de outras discordâncias em seus respectivos planos de deslizamento. Todos os cristais reais contêm uma rede de discordâncias que crescem em complexidade à medida que aumenta a deformação plástica. Essa rede foi denominada como floresta de discordâncias. Devido à floresta, qualquer discordância deslizante não caminha muito, pois ela intercepta outras discordâncias que passam por seu plano de deslizamento, em vários ângulos.

O processo de interseção de discordâncias é importante, pois o ato de forçar uma discordância a passar pelo campo de tensão de outra discordância envolve um elemento de trabalho e, devido à interseção, as discordâncias podem apresentar cotovelos, cujos movimentos através do reticulado são termicamente ativados (Dieter, 1988). O processo de deformação, quando realizado em condições de temperaturas mais elevadas, envolve o mecanismo de escalagem de discordâncias. Assim, no caso de uma discordância ancorada, bloqueando a atividade de outras nos seus respectivos planos de deslizamento, resulta na formação de empilhamentos, de tal forma que a ascensão da primeira discordância bloqueada permite a continuidade da deformação. Como a fluência ocorre em temperaturas altas, a geração e a movimentação da discordância resultam na deformação de endurecimento, enquanto que processos de recuperação, como a escalagem e deslizamento cruzado, permitem que discordâncias também possam ser aniquiladas ou rearranjadas em configurações de baixa energia (Evans e Wilshire, 1993).

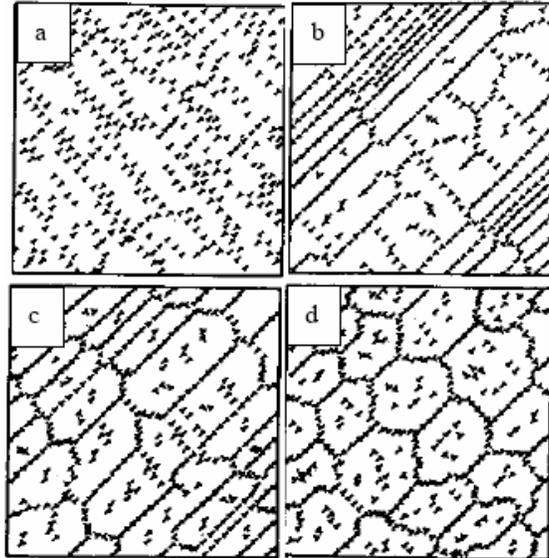


Figura 12- Representação esquemática da movimentação das mudanças de discordâncias durante a fluência: a) emaranhado de discordâncias, b) recuperação, c) formação do subgrão e d) discordâncias mais livres (Evans e Wilshire, 1993).

A capacidade de superação dos obstáculos envolve também o mecanismo de Orowan, através do qual a formação progressiva de anéis (*looping*) em torno de partículas duras ou precipitados bloqueia a movimentação de discordâncias na rede cristalina.

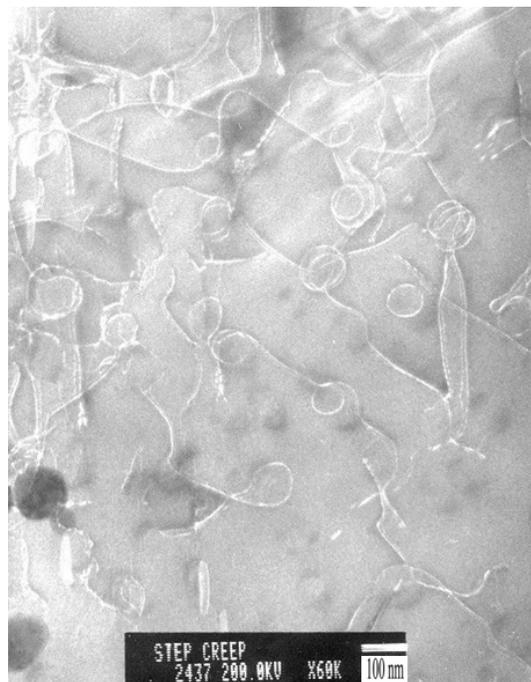


Figura 13- Formação de *looping* ao redor da fase gama linha após ensaio de fluência em superliga de níquel (Bhadeshia, 2010).

Através do processo de escalagem, as discordâncias em cunha podem movimentar-se sobre uma partícula aniquilando-se. Por outro lado, as discordâncias em hélice por deslizamento, podem conduzir ao colapso do anel, resultando na possível continuidade do fenômeno da fluência através de outras discordâncias móveis. Os mecanismos de interação destacados anteriormente correspondem aos processos de endurecimento e recuperação dinâmica.

2.1.5.3 Fluência por Deslizamento de Contorno de Grão

Neste mecanismo, o processo de deformação ocorre com a movimentação relativa entre grãos de um metal policristalino, através da ação de um componente cisalhante de tensão atuando de forma descontínua e irregular, tornando-se mais efetivo com o aumento da temperatura e redução da taxa de deformação (Barboza, 2001). Na deformação plástica em metais policristalinos, a maior distorção ocorre em regiões adjacentes aos contornos devido aos mecanismos comuns de recuperação, de maneira que o deslizamento de contornos é considerado como resultado da ação combinada do movimento de discordâncias e mecanismos de fluência por difusão (Brown *et al*, 1980). O papel mais importante desempenhado pelo deslizamento dos contornos de grão está relacionado com o início da fratura intergranular. Para que ocorra deformação nos contornos de grão sem que haja formação de trincas, deve existir um mecanismo de deformação que permita a continuidade da deformação ao longo do contorno de grão. Uma maneira de acomodar a deformação nos contornos de grão em temperaturas altas é através da formação de dobras no final de um contorno de grão que correspondem a uma alteração da superfície à frente do contorno deslizado (Es-Souni, 2001).

As propriedades de fluência de materiais cristalinos dependem criticamente do deslizamento e escalagem de discordâncias. As discordâncias exercem um importante papel na deformação plástica de materiais cristalinos em todas as temperaturas. Em baixas temperaturas, a plasticidade é atingida pelo deslocamento de discordâncias; entretanto, em altas temperaturas, sob condições de fluência, tem-se o deslocamento e a escalagem de discordâncias (Reis, 2005).

2.1.6- Lei de Potência

Dentre as várias relações propostas na literatura, a de maior aplicabilidade prática, que relaciona a dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão para temperaturas acima de aproximadamente $0,3 T_f$ é representada pela lei de potência, conhecida como lei de Norton:

$$\dot{\epsilon}_s = B\sigma^n, \quad \text{Equação (2.5)}$$

em que:

B = constante característica do material; n = expoente de tensão; $\dot{\epsilon}_s$ = taxa de fluência estacionária.

O coeficiente B e o expoente de tensão n dependem da temperatura, composição e microestrutura do material, e do nível de tensão aplicado. Normalmente, estes coeficientes são determinados utilizando um conjunto de curvas à carga ou tensão e temperaturas constantes, com o expoente de tensão representando o gradiente da relação $\ln \dot{\epsilon}_s$ vs $\ln \sigma$. Como a deformação por fluência ocorre por processos termicamente ativados, a lei de Norton pode ser modificada para uma dependência com a temperatura, sendo geralmente representada por uma equação do tipo Arrhenius (Bratthe *et al*, 1979).

$$\dot{\epsilon}_s = B_0\sigma^n \exp\left(\frac{-Q_c}{RT}\right), \quad \text{Equação (2.6)}$$

em que:

B_0 = fator dependente da tensão e da estrutura do material; Q_c = energia de ativação para fluência; n = expoente de tensão; R = constante universal dos gases e T = temperatura. Os valores de (B_0) e (Q_c) podem ser obtidos graficamente por meio de um conjunto de ensaios à tensão ou carga constantes pela relação $\ln \dot{\epsilon}_s$ vs $(1/RT)$.

Não há evidências experimentais de que a fluência em materiais metálicos seja controlada por um único processo em cada região. Ao contrário, todos os mecanismos previstos podem apresentar contribuições ao longo dos três estágios, mas não necessariamente na mesma proporção. Assim, o conceito de um mecanismo dominante pode ser caracterizado por diferentes valores de n ou Q_c . Com isso, a transição do expoente

de tensão de $n > 3$ para $n \approx 1$ é geralmente considerada como um indicativo de mudança de um mecanismo de fluência por discordâncias para um processo difusional.

Estas considerações indicam que o mecanismo de fluência dominante depende dos diferentes regimes de tensão e de temperatura sendo, portanto, destacada a importância dos mapas de mecanismos de deformação, que sintetizam as faixas de tensão e de temperatura nos quais cada mecanismo predomina, principalmente nos casos de metais puros e ligas monofásicas. Esses mapas indicam os regimes (ou áreas) de tensão ou temperatura ao longo dos quais vários mecanismos operam. Dessa forma, para uma dada situação de fluência, dado o mapa apropriado para o mecanismo da deformação e quaisquer dois dos três parâmetros – temperatura, nível de tensão ou taxa de deformação em fluência – o terceiro parâmetro pode ser determinado (Sajjadi *et al*, 2001).

2.2- Tratamento térmico de precipitação e envelhecimento

O efeito de se utilizar uma liga no lugar de um metal puro é o aumento do limite de escoamento. Quando uma solução sólida fica saturada a dada temperatura, adicionando mais soluto ou resfriando a solução a uma temperatura mais baixa ocorre a precipitação, ou seja, a formação de uma nova fase. Este fenômeno causa mudanças substanciais nas propriedades mecânicas dos materiais. A maneira como é feita a precipitação, isto é, como a solução sólida é resfriada influi consideravelmente nas propriedades. Para cada liga há um método ótimo para esse tratamento térmico. A temperatura e o tempo de manutenção em solução sólida são importantes, bem como o tempo de envelhecimento em temperatura mais baixa. Na Tabela 1 observa-se a influência do tratamento térmico no tamanho de grão e dureza de uma superliga a base de níquel enquanto nas Figuras 14 e 15 observa-se que diferentes tratamentos térmicos proporcionam comportamentos distintos em relação à fluência.

Tabela 1- Influencia do tratamento térmico no tamanho de grão e dureza de uma superliga (Tancret *et al*, 2003).

Tratamento térmico	Tamanho de grão (μm)	Dureza Vickers (Gpa)
1 h a 1150 °C	70	1,75
4 h a 1150 °C	74	1,70
1 h a 1175 °C	159	1,60
4 h a 1175 °C	175	1,53
4 h a 1175 °C+4 h a 935 °C	...	2,76
4 h a 1175 °C+ 4 h 935 °C + 24 h a 760 °C	...	3.53

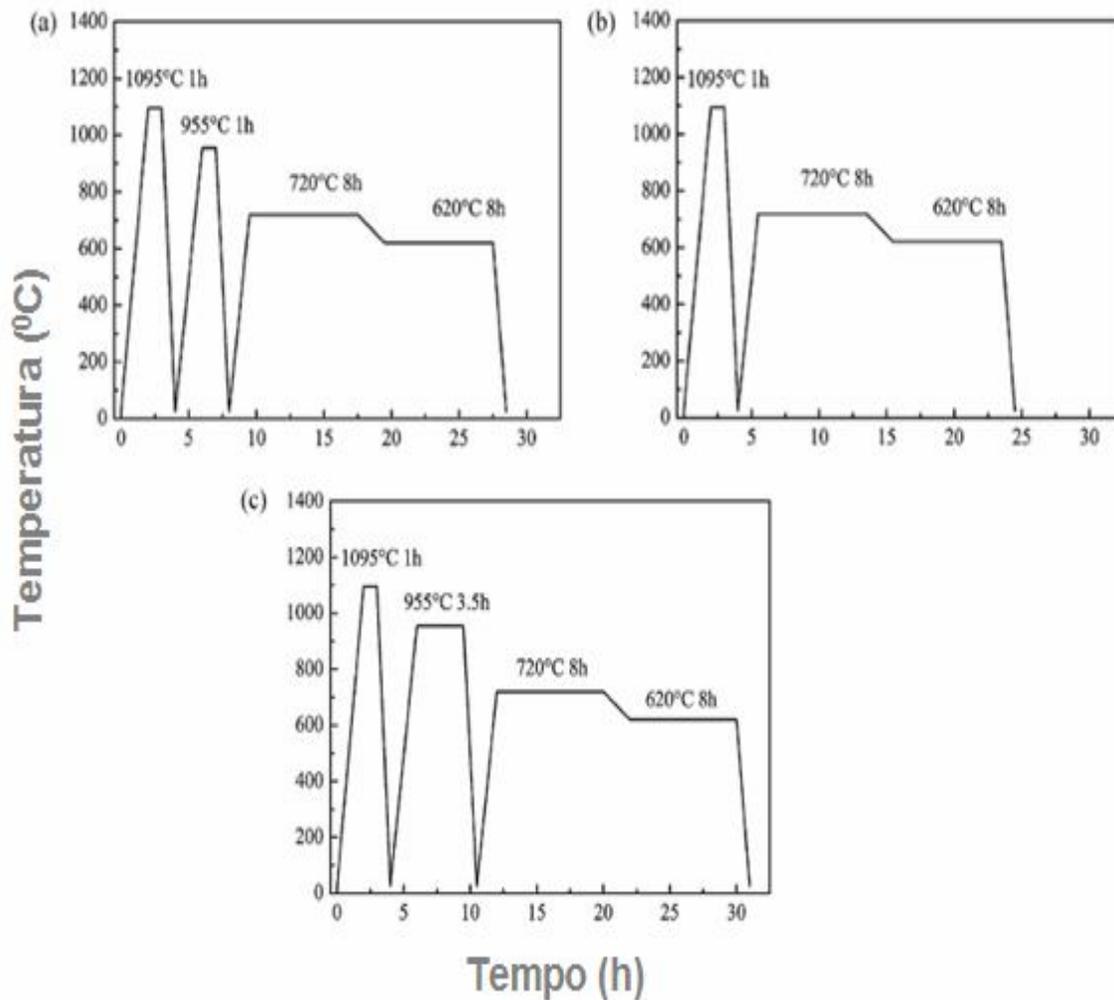


Figura 14- Diferentes tratamentos térmicos realizados na superliga Inconel 718: (a) HT1, (b) HT2 e (c) HT3 (Kuo *et al*, 2009).

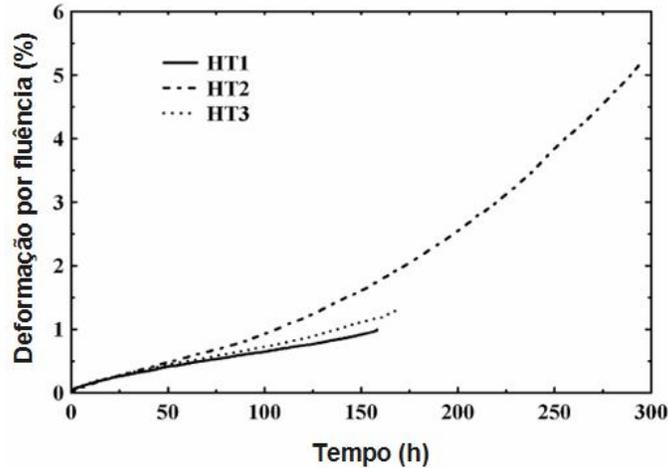


Figura 15- Curva de fluência da superliga Inconel 718 a tensão constante de 625 MPa e temperatura de 650 °C (Kuo *et al*, 2009).

Os precipitados elevam bastante o escoamento da liga e a sua capacidade de encruamento, bem mais que no caso de solução sólida. Esse aumento depende da resistência, tamanho, forma, distribuição e coerência das partículas precipitadas. Quanto menos espaçadas e menores forem os precipitados, maior será a elevação das propriedades mecânicas da liga, sem perda excessiva de ductilidade. Quando os átomos do precipitado se ajustam perfeitamente com os átomos da matriz, diz-se que o precipitado é coerente com a matriz; caso contrário, ele é incoerente e em casos intermediários ele é semi-coerente. Isso é muito importante, pois muitas vezes, o aumento de resistência da liga é função da coerência do precipitado, ou seja, quando o precipitado perde a coerência, não se atinge o máximo possível de resistência.

A resistência do precipitado com relação à matriz, também é importante. Se a matriz é mole (dúctil) e o precipitado é duro (frágil) as propriedades da liga irá depender da distribuição dos precipitados. Caso a fase frágil esteja distribuída continuamente pelos contornos de grão da matriz, a liga se tornará frágil. Se a distribuição não for contínua, a fragilidade é menor e se a fase frágil estiver distribuída em todo seio da fase mole, obtém-se uma condição ótima de resistência e ductilidade.

A elevação das propriedades mecânicas em ligas contendo uma segunda fase é explicada pela interação das discordâncias com as partículas precipitadas. Essas partículas agem como obstáculos ao movimento das discordâncias, sendo então necessário fornecer maior energia para a transposição de tais obstáculos. Para transpor uma partícula

precipitada, a discordância, que possui certa energia de tensão que tende a mantê-la em linha reta, precisa se curvar, precisando de mais energia. Ao passar pelo obstáculo, a discordância deixa em volta dele um anel de discordância, que também dificultará a passagem de outras discordâncias naquele local, até que o esforço necessário para a transposição seja tal que as partículas são cisalhadas pelas discordâncias. O espaçamento entre as partículas é importante. Caso esta distância seja muito pequena, o cisalhamento pode ocorrer mais facilmente do que a discordância se curvar, ou seja, há um valor crítico de distância para cada liga que resulta em um endurecimento máximo possível. Para valores maiores de distância entre precipitados, a curvatura da discordância é pequena e não exige esforço muito grande resultando em um endurecimento pouco intenso (Honeycombe, 1984).

Em ligas não-ferrosas, o envelhecimento é explicado pelo fato de provocar precipitação nas discordâncias, que fazem aumentar a resistência ao escoamento, por oferecerem barreiras à movimentação dessas discordâncias. Quanto menor for a temperatura de envelhecimento, mais tempo será necessário para produzir um mesmo acréscimo das propriedades de resistência, (limite de escoamento, por exemplo). Quanto maior for o tempo de envelhecimento, maior será o aumento de resistência da liga. Entretanto, tempos muito longos acarretam um superenvelhecimento que diminui a resistência da liga (Krauss, 2005).

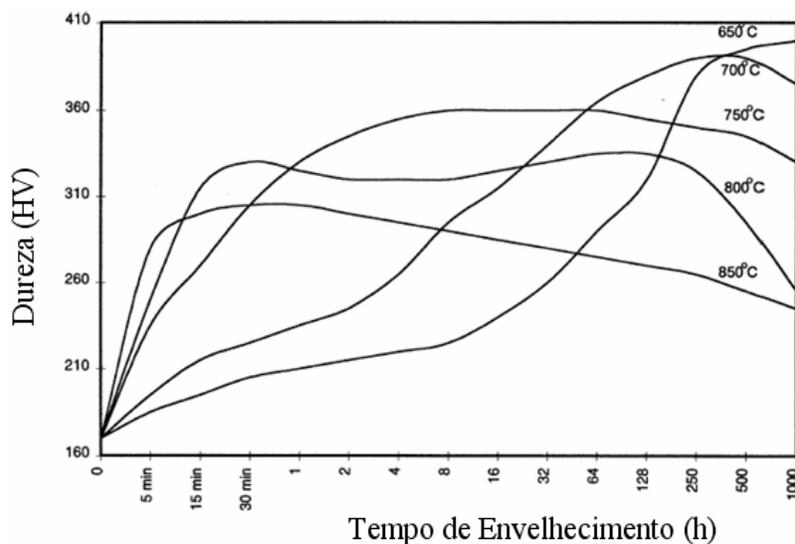


Figura 16- Efeito do tempo e temperatura de envelhecimento na dureza da NIMONIC 80A (Ezugwu *et al*, 1999).

2.3- Comportamento dos Materiais em Altas Temperaturas

A resistência dos metais diminui com o aumento da temperatura. Uma vez que a mobilidade dos átomos cresce rapidamente com a temperatura, deve-se esperar que, neste caso, os processos controlados por difusão exerçam um efeito significativo sobre as propriedades mecânicas. Temperaturas altas também resultam em uma maior mobilidade das discordâncias devido ao mecanismo de escalagem, que se torna importante devido à maior facilidade de difusão e também devido ao aumento do número de lacunas em equilíbrio com a temperatura. Em temperaturas elevadas podem tornar-se operativos novos mecanismos de deformação. Em alguns metais, com o aumento da temperatura, o sistema de deslizamento muda, ou são introduzidos sistemas de deslizamento adicionais. A deformação nos contornos de grão torna-se uma possibilidade adicional na deformação dos metais em temperaturas elevadas (Evans e Wilshire, 1993).

Durante o processo de fluência, ligas trabalhadas a frio se recristalizam e apresentam crescimento de grão. No entanto, as ligas endurecidas por envelhecimento podem sofrer superenvelhecimento e perder a resistência mecânica à medida que as partículas de segunda fase crescem (Ezugwu *et al*, 1999).

A forte dependência da resistência com o tempo torna-se importante para materiais diferentes em temperaturas também diferentes. Para compensar este fato, a temperatura é muitas vezes expressa como uma temperatura homóloga, isto é, a razão entre a temperatura do ensaio e a temperatura de fusão do metal em questão, ambas em unidade absoluta. De uma maneira geral, o comportamento em fluência atinge significado na engenharia para temperaturas homóloga superiores a 0,5 da temperatura absoluta de fusão. Os ensaios utilizados para a medição da resistência mecânica em temperaturas altas devem ser selecionados com base na escala de tempo de serviço que o material deve suportar. Então, um ensaio de tração em temperatura alta pode fornecer informações de grande utilidade sobre o desempenho em alta temperatura de um componente, cujo tempo de serviço seja curto, como um foguete ou a ogiva de um projétil. No entanto, será obtida somente uma informação limitada sobre o desempenho, por exemplo, de uma tubulação de vapor, que necessita suportar 100000 horas de serviço em temperaturas elevadas. Desta forma, serão necessários ensaios especiais para avaliar o desempenho dos materiais em diferentes tipos

de serviço em temperaturas altas. O ensaio de fluência mede as variações dimensionais que ocorrem devido à exposição a temperaturas elevadas, enquanto que o ensaio de ruptura por fluência mede o efeito da temperatura na capacidade do material suportar carregamento por longos tempos. A perfeita distinção entre os três estágios de fluência depende fortemente da tensão aplicada e da temperatura. Ao se construir uma curva de fluência, constitui prática usual manter a carga constante ao longo de todo o ensaio. Assim sendo, à medida que o corpo de prova se alonga e sofre a diminuição de sua seção transversal, a tensão axial aumenta. O valor da tensão de ensaio é na verdade o valor da tensão inicial aplicada ao corpo de prova. No entanto, já foram desenvolvidos métodos para compensar as variações das diminuições do corpo de prova, a fim de se realizar o ensaio em tensão constante. Nos ensaios realizados sob tensão constante não se observa a região de taxa de fluência acelerada (região III) e a curva obtida é similar à curva B da Figura 17. No entanto, quando ocorrem mudanças microestruturais no metal, pode-se observar a fluência acelerada em ensaios sob tensão constante. A curva B da Figura 17 pode ser considerada representativa da curva básica de fluência para um metal. A deformação representada por ϵ_0 ocorre quase que instantaneamente com a aplicação da carga. Mesmo que a tensão aplicada esteja abaixo do limite de escoamento, nem toda a deformação instantânea é elástica. A maior parte desta deformação é recuperada instantaneamente com a retirada de carga (elástica), enquanto uma segunda parte é recuperada com o tempo (anelástica) e o resto não se recupera (plástica). Embora a deformação instantânea não seja realmente fluência, ela é importante porque pode constituir uma fração considerável da deformação total permitida em componentes de máquinas. Algumas vezes a deformação instantânea é subtraída da deformação total do corpo de prova, para que se tenha somente a deformação devido à fluência. Este tipo de curva de fluência parte da origem das coordenadas (Dieter, 1988).

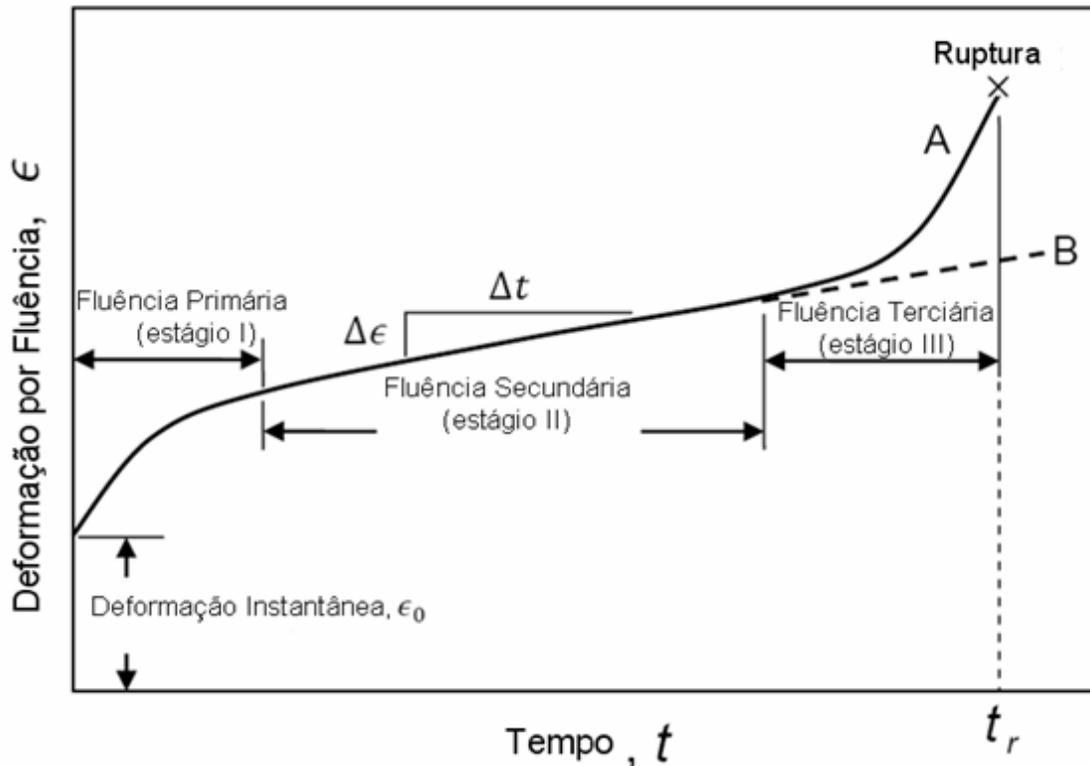


Figura 17- Curva típica de fluência mostrando os três estágios do processo. Curva A, ensaio a carga constante; curva B ensaio a tensão constante (Song, 2010).

2.3.1- Materiais para aplicação em altas temperaturas

A elevação da temperatura aumenta a movimentação e a difusão atômica nas ligas, provocando o abaixamento da energia de ativação necessária à movimentação de discordâncias. Como consequência, ocorre a diminuição do limite de escoamento, do limite de resistência e do módulo de elasticidade. Em contrapartida, sabe-se que a elevação da temperatura causa o aumento da tenacidade. A redução da resistência exige o aumento da espessura para contrabalancear os mesmos esforços o que, por vezes, inviabiliza economicamente um determinado tipo de material. Nas aplicações industriais, o efeito combinado de: tensão, temperatura e corrosão podem produzir degradação das ligas associada às mudanças microestruturais. Exemplificando, o tamanho de grão de uma matriz ferrítica pode ficar excessivamente grande, a forma da matriz perlítica pode evoluir de lamelar a esferoidizada, os precipitados, em geral carbonetos, podem coalescer. As modificações são graduais e acontecem ao longo do tempo de exposição na temperatura de

serviço. A solução passa a ser o emprego de material mais resistente na temperatura de trabalho. Logo, o material metálico, para uso em temperaturas elevadas, deve possuir (Pacheco, 2001):

- i- alto ponto de fusão;
- ii- alto módulo de elasticidade;
- iii- baixa difusividade (difícil difusão);
- iv- estrutura cristalina CFC;
- v- maior tamanho de grão;
- vi- presença de precipitados dispersos como compostos intermetálicos;
- vii- baixa energia de falha de empilhamento.

Em geral, a resistência mecânica de um metal à deformação por fluência é tanto maior quanto maior é a sua temperatura de fusão, visto que a taxa de autodifusão é menor nos metais cuja temperatura de fusão é mais alta. Uma vez que o deslizamento cruzado é um mecanismo importante para que as discordâncias possam superar os obstáculos, os metais com baixa energia de falha de empilhamento possuem maior resistência mecânica à fluência, porque se torna difícil a recombinação das discordâncias parciais necessárias ao deslizamento cruzado. No entanto, a adição de elementos de liga com valências altas, formadores de solução sólida, constitui a maneira mais efetiva de aumentar a resistência mecânica à fluência destes materiais porque produzem uma grande diminuição da energia da falha de empilhamento. Para uma alta resistência mecânica à fluência é necessária a presença de precipitados finamente dispersos (Pacheco, 2001).

Em muitas situações, o material com tamanhos de grãos grosseiros apresenta menores valores de taxas de deformação em fluência e valores de tensões de ruptura por fluência superior às do material com grãos menores. A explicação é que um material com tamanhos de grãos grandes possui uma menor área total de contornos de grão disponível para o deslizamento, do que um material com granulação fina. Em algumas ligas tem sido observada a existência de um tamanho de grão ótimo para o qual a resistência mecânica à fluência é máxima. Devido ao fato dos contornos de grão ser locais propícios para a nucleação de fratura em temperaturas altas, o seu controle, ou eliminação, irá retardar a fratura e aumentar a vida em serviço do material (Dieter, 1988).

As propriedades mecânicas, em temperaturas elevadas, dependem fundamentalmente dos tratamentos térmicos, dos processos de fabricação e de acabamento dos materiais, que determinam a microestrutura final do produto acabado. Em geral, as propriedades mecânicas em altas temperaturas são maximizadas por microestruturas que dificultem a movimentação de discordâncias e/ou difusão. Entre os principais materiais para aplicação em alta temperatura estão as superligas. Estas têm a capacidade de manter sua resistência com o aumento da temperatura como mostra a Figura 18 (Tancret *et al*, 2003).

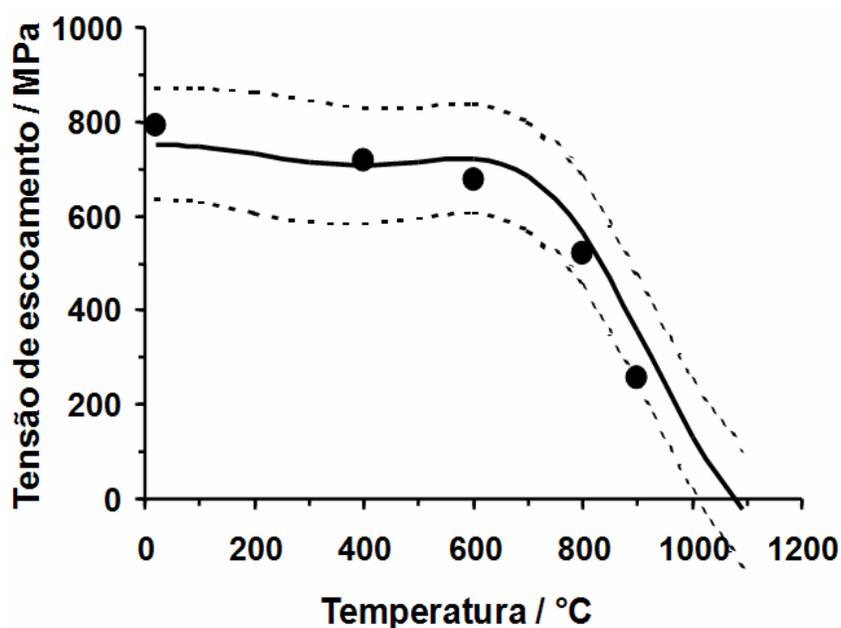


Figura 18- Variação da tensão de escoamento em função da temperatura de uma superliga à base de níquel (Tancret *et al*, 2003).

2.4- Superligas

No início do século XX já era conhecida toda a teoria mecânica necessária para projetar turbinas. Porém na época, ainda não se conhecia materiais que pudessem preencher todos os requisitos de resistência à corrosão e ao amolecimento causado por condições muito agressivas em altas temperaturas associadas a esse tipo de aplicação. O desenvolvimento das superligas de níquel, cobalto e de ferro começou nos Estados Unidos nos anos 1930. Porém, ao longo dos anos, as superligas de níquel tornaram-se as mais utilizadas. Além das turbinas de jatos, as superligas de níquel encontram aplicações

variadas em altas temperaturas, como em motores de foguetes e veículos espaciais em geral, reatores nucleares, submarinos, usinas termoelétricas e equipamentos petroquímicos (Reed 2006). Outros materiais como ligas de cromo, metais de mais alto ponto de fusão e cerâmicos refratários têm sido estudados como possíveis alternativas ao uso das superligas de níquel. Porém, até o momento, não foi encontrada nestes materiais uma melhor combinação de propriedades requeridas para alta temperatura do que a atualmente obtida com as superligas de níquel (Helman *et al* 1972; Sims *et al*, 1972).

As propriedades mecânicas importantes no desenvolvimento e caracterização de superligas são: resistência à fluência, resistência à fadiga térmica e mecânica, estabilidade estrutural, e resistência à corrosão e oxidação a quente (Neto, 2009).

2.4.1- Superligas à Base de Cobalto

Além dos elementos básicos, como Fe, Ni e Co (porém nem sempre os três elementos conjuntamente), as superligas apresentam geralmente altos teores de cromo (da ordem de 10 a 25%) com o objetivo de proporcionar alta resistência à oxidação e à corrosão em temperaturas elevadas. Os demais elementos de liga atuam no sentido de colaborar para o aumento da resistência mecânica (principalmente da resistência à fluência) e da resistência ao desgaste. Os principais mecanismos de endurecimento que atuam nas superligas de cobalto são: o endurecimento por solução sólida e precipitação de carbonetos (Yaedu, 2003).

Em geral as propriedades das ligas de cobalto são superiores às das ligas de níquel, que por sua vez são superiores às das ligas de ferro, porém o custo de aquisição dessas ligas decresce de modo análogo, ou seja, as superligas de cobalto são as mais caras. A principal diferença entre as ligas de cobalto e as ligas de níquel reside no fato de que as ligas à base de cobalto resistem melhor à ação corrosiva de alguns compostos de enxofre e outras substâncias muito agressivas as quais podem estar presentes em gases de exaustão de certas máquinas térmicas (Yaedu, 2003).

Tabela 2- Principais elementos de liga em superligas a base de cobalto e seus efeitos (Yaedu, 2003):

Elemento	Efeitos
Cromo	- Endurecedor de solução sólida; - Aumenta resistência à oxidação; - Aumenta a resistência à corrosão a quente - Promove a formação de carbonetos M_7C_3 e $M_{23}C_6$
Molibdênio	- Endurecedor de solução sólida; - Promove a formação de carbonetos M_6C ; - Promove a formação do composto intermetálico Co_3M
Tungstênio	- Endurecedor de solução sólida; - Promove a formação de carbonetos M_6C ; - Promove a formação do composto intermetálico Co_3M
Tântalo	- Endurecedor de solução sólida; - Promove a formação do composto intermetálico Co_3M ; - Promove a formação de carbonetos MC e M_6C
Nióbio	- Endurecedor de solução sólida; - Promove a formação do composto intermetálico Co_3M ; - Promove a formação de carbonetos MC e M_6C
Alumínio	- Aumenta a resistência à oxidação; - Promove a formação do composto $CoAl$
Titânio	- Promove a formação do composto intermetálico Co_3Ti ; - Promove a formação do composto intermetálico Ni_3Ti , quando há adição suficiente de níquel; - Promove a formação do carboneto MC
Níquel	- Estabiliza a estrutura FCC; - Promove a formação do composto intermetálico Ni_3Ti
Boro	- Aumenta a resistência reduzindo o tamanho de grão; - Formação de precipitados
Zircônio	- Aumenta a resistência reduzindo o tamanho de grão; - Formação de precipitados; - Formação de carbonetos MC
Carbono	- Formação de carbonetos tipo MC , M_6C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$
Ytrium	- Aumenta resistência à oxidação
Lantânio	- Aumenta resistência à oxidação

A tensão de escoamento destas ligas varia entre 445 e 585 MPa a 21 °C e entre 305 e 400 MPa a 540 °C, sua resistência à tração máxima a 21 °C entre 780 e 970 Mpa e a 540 °C entre 570 e 800 MPa (ASM Handbook, 1990). A composição das superligas de cobalto é mostrada na Tabela 3 (Brooks, 1982).

Tabela 3- Composição química de superligas à base de cobalto (% em peso) (Brooks, 1982).

Liga	C	Mn	Si	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb
AiResist13	0,45	0,5	...	21,0	1,0	Bal.	...	11,0	2,0
AiResist213	0,18	19,0	...	Bal.	...	4,7	...
AiResist215	0,35	2,0	...	20,0	15,0	Bal.	...	4,5	...
Elgiloy	0,15	2,0	...	20,0	15,0	40,0	7,0
FSX-414	0,25	1,0	1,0	29,5	10,5	Bal.	...	7,0	...
FSX-418	0,25	1,0	1,0	29,5	10,5	Bal.	...	7,0	...
FSX-430	0,40	29,5	10,0	Bal.	...	7,5	...
X-40	0,50	0,50	0,50	25,0	10,0	Bal.	...	7,5	...
Haynes 150	0,08	0,65	0,75	28,0	3,0	Bal.	1,5
Haynes 188	0,10	1,25	0,3	22,0	22,0	Bal.	...	14,0	...
Illum	0,75	29,0	...	55,0	...	14,0	...
MAR-M302	0,85	0,10	0,20	21,5	...	Bal.	...	10,0	...
MAR-M322	1,00	0,10	0,10	21,5	...	Bal.	...	9,0	...
MAR-M509	0,60	0,10	0,10	21,5	10,0	Bal.	...	7,0	...
MAR-M918	0,05	0,2	0,2	20,0	20,0	Bal.
MP35N	20,0	35,0	35,0	10,0
NASA Co-W-Re	0,40	3,0	...	Bal.	...	25,0	...
S-816	0,38	1,20	0,40	20,0	20,0	Bal.	4,0	4,0	4,0
V-36	0,27	1,00	0,40	25,0	20,0	Bal.	4,0	2,0	2,0
WF-11, L605, Haynes 25	0,10	1,50	0,50	20,0	10,0	Bal.	...	15,0	...
WF-31	0,15	1,42	0,42	20,0	10,0	Bal.	2,6	10,7	...
WI-52	0,45	0,50	0,50	21,0	1,0	Bal.	...	11,0	2,0

De um modo geral, os principais objetivos, no uso de uma superliga de cobalto, consistem na alta resistência ao calor (tanto resistência mecânica e fluência quanto resistência à corrosão). As superligas de cobalto mais usadas nas indústrias são a Haynes 25 e a Stellite 6B. A Haynes 25 é usada em componentes que operam em elevadas temperaturas em turbinas a gás e reatores nucleares, além de diferentes peças que devem resistir ao desgaste. A Stellite 6B, que apresenta maior teor de cromo, caracteriza-se por sua alta resistência à erosão causada por gases aquecidos, podendo também ser utilizada em

tubulações que transportam fluídos com partículas em suspensão em altas velocidades e temperaturas (Bresciani, 1992).

Em relação às atuais ligas Stellite as principais modificações estão nos teores de carbono e de tungstênio, que implicam em modificações na quantidade e no tipo de carbeto formado durante a solidificação. O carbono e o tungstênio aumentam a dureza e a resistência ao desgaste abrasivo (causado pela presença de partículas duras em contato com superfícies metálicas em movimento relativo) (ASM Handbook, 1990).

Como no caso das ligas de níquel, o principal elemento de liga a conferir boa resistência à oxidação nas ligas de cobalto é o cromo. Nesse sentido, o teor crítico de cromo fica entre 20 e 30 %. Embora as ligas cobalto-alumínio mostrem resistência à corrosão ainda superior à das ligas cobalto-cromo, devido à formação da camada passivada de óxido de alumínio, as ligas Co-Al não possuem resistência mecânica suficiente em altas temperaturas. É importante observar que a resistência à corrosão a quente das ligas Co-Cr em geral não é afetada pela presença de enxofre no gás quente do mesmo modo que ocorre para as ligas à base de níquel. Assim como nas ligas de níquel, o cromo é o elemento chave na resistência à oxidação e os efeitos de outros elementos, adicionados com o objetivo de aumentar a resistência mecânica, devem ser analisados cuidadosamente no que se refere aos seus efeitos em termos de resistência à oxidação e corrosão a quente (Brooks, 1982).

Nas ligas de cobalto podem se formar vários tipos de carbeto diferentes, dependendo, primordialmente, da composição química da liga. A adição de elementos de liga deve ser controlada de modo a favorecer a distribuição e a estabilidade dos carbeto, o que melhora as propriedades mecânicas, principalmente em altas temperaturas. O teor de cromo mais elevado favorece a formação de carbeto do tipo $M_{23}C_6$, que são os mais comuns neste tipo de liga. A composição química específica do carbeto $M_{23}C_6$ depende da composição química da liga. Entretanto, a adição de elementos como Zr, Ti, Nb e Ta favorece a formação de carbeto do tipo M_7C_3 e MC (como, por exemplo, o TaC). Por outro lado, a adição de elementos como Mo e V favorecem a formação de carbeto do tipo M_6C . A distribuição de carbeto ideal é a que apresenta tamanho suficientemente pequeno para garantir boa resistência mecânica, mas permitindo também ductilidade suficiente, o que é obtido pela limitação do teor de carbono, que evita a formação de muitos carbeto, e também a formação de uma rede contínua ou semi-contínua de carbeto, que também

acarretaria efeito nocivo à ductilidade. A principal atividade no sentido de obter uma distribuição adequada de carbeto deve ser o desenvolvimento de tratamentos térmicos adequados a esta finalidade (Brooks, 1982).

Uma limitação no emprego de ligas de cobalto na indústria aeronáutica diz respeito à sua elevada densidade, especialmente quando propriedades específicas (por unidade de peso) são consideradas (Hirschmann *et al*, 2009).

Superligas à base de Fe-Ni foram desenvolvidas a partir dos aços inoxidáveis austeníticos. O teor de Cr (10% – 25%) é balanceado para se obter resistência à oxidação e corrosão, e o teor de Ni (0% – 50%) deve ser suficiente para garantir a estabilidade da austenita às temperaturas elevadas. O uso de Nb e Ti visa evitar a formação de carbonetos de cromo nos contornos de grão. Os elementos de Mo e W podem ser empregados para produzir o endurecimento por solução sólida (Hirschmann *et al*, 2009). As ligas endurecidas por precipitação do intermetálico gama linha (Ni_3Al) são A-286 e Incoloy 901. O EMVA 800H é empregado em indústrias químicas, petroquímicas e em tubulações de geradores de vapor de centrais nucleares. É um aço inoxidável modificado, em que pequenas adições de Ti e Al produzem algumas precipitações de gama linha (Schubert *et al*, 1983; Hirschmann *et al*, 2009).

2.4.2- Superligas à Base de Níquel

As ligas de níquel são empregadas principalmente em serviços submetidos a altas temperaturas e à corrosão, sendo sua rigidez próxima a do aço. São ligas que apresentam alta resistência mecânica sob altas temperaturas (Helman *et al*, 1972; Sims *et al*, 1987). A densidade da maioria das superligas de níquel fica entre 7,79 e 9,32 g/cm³. A condutividade térmica do níquel puro é da ordem de 0,089 (W/mm²)/(°C/mm), portanto superior à do ferro puro (CCC: cúbico de corpo centrado), que atinge somente 0,072 (W/mm²)/(°C/mm). A condutividade térmica das superligas de níquel é muito inferior, da ordem de 10% desse valor, devido à adição de muitos elementos de liga em elevados teores. O ideal seria obter superligas com maior condutividade térmica, já que isso seria importante para dissipar calor e assim minimizar os gradientes de temperatura, reduzindo então as tensões térmicas e assim a tendência de ocorrer falha por fadiga térmica.

A expansão térmica nas superligas de níquel é menor do que nas ligas ferrosas austeníticas sendo importante do ponto de vista da aplicação em turbinas de jatos, já que esses componentes são projetados com estreitas tolerâncias dimensionais aumentando sua eficiência em serviço. Um baixo coeficiente de expansão térmica contribui também para diminuir as tensões térmicas, minimizando assim a ocorrência de empenamento e fadiga térmica.

A estrutura cristalina, da matriz austeníticas das superligas de níquel é cúbica de face centrada CFC (γ). Esta estrutura apresenta maior capacidade de manter resistência à tração, à ruptura e boas propriedades de fluência em temperaturas muito mais altas do que as ligas de matriz cúbica de corpo centrado (CCC). Isto se deve ao excelente módulo de elasticidade e a baixa difusividade que os elementos secundários possuem nesse tipo de matriz. É de grande importância a grande solubilidade de muitos elementos de liga na matriz austeníticas e a capacidade de controle da precipitação de fases intermetálicas como a gama linha (γ') com composição química tipo $Ni_3(Al,Ti)$ distribuídos uniformemente, conforme mostra a Figura 19, que conferem alta resistência mecânica (Sims e Hagel, 1987).

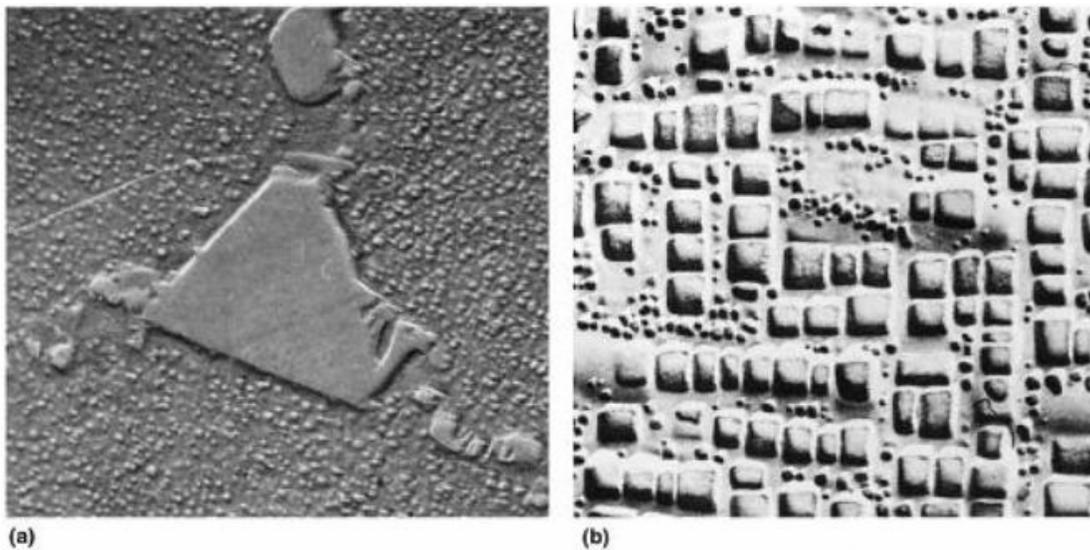


Figura 19- Microestrutura em MEV: (a) Nimonic 80 após tratamento térmico apresentando carbonetos $M_{23}C_6$ nos contornos de grão e uma grande quantidade de gama linha esferoidal distribuído uniformemente em uma matriz gama e (b) fase gama linha cuboidal dispersa em uma matriz gama em superliga U-700 após tratamento térmico (Donachie e Donachie, 2002).

O endurecimento também pode ser aumentado pela formação de carbeto e dissolução de elementos na matriz (endurecimento por solução sólida). Essa capacidade de endurecimento das ligas austeníticas de níquel, de cobalto e de ferro as torna adequadas para aplicações em turbinas de jato e motores de foguetes, que exigem alta resistência mecânica em média e alta temperatura. As ligas a base de níquel são conhecidas como um dos materiais mais difíceis de serem usinados (Ezugwu *et al*, 1999; Rodrigues, 2006). Entretanto, não apenas a resistência mecânica/dureza é importante nesse tipo de aplicações. A ductilidade nas condições de serviço também é importante, e a maioria das superligas apresenta boa ductilidade. As superligas em geral apresentam também boa resistência ao impacto, à fadiga de alto e de baixo ciclo e à fadiga térmica (Ezugwu *et al*, 1999).

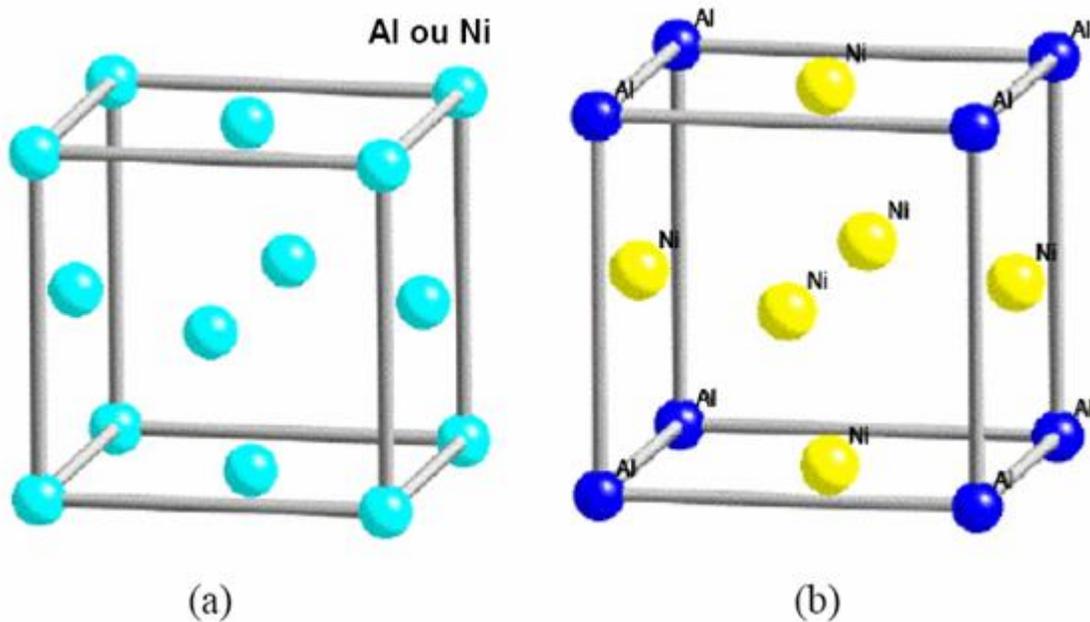


Figura 20- Estrutura cristalina da matriz gama (a) e da fase gama linha (b) (Bhadeshia, 2010).

A principal exigência mecânica para trabalho em alta temperatura é a resistência à fluência. O mecanismo de fluência está relacionado ao movimento termicamente ativado das discordâncias (defeitos cristalinos lineares) através da rede cristalina. Os principais requisitos para alta resistência à fluência são: uma matriz que possua alto módulo de elasticidade e uma baixa taxa de difusão a temperaturas elevadas. As superligas de níquel normalmente contêm elementos como cromo, cobalto, ferro, molibdênio, tungstênio e nióbio (Tancret *et al*, 2003). O efeito destes elementos de soluto é o fortalecimento da

matriz que depende da diferença de tamanho entre o átomo de níquel e os átomos do soluto com a finalidade de conter o movimento das discordâncias. Outro principal mecanismo de aumento de resistência mecânica é a precipitação do composto intermetálico ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), designado por gama linha, cuja rede cristalina configura-se como cúbica de face centrada. A semelhança estrutural permite à fase gama linha precipitar coerentemente com a matriz, dando grande estabilidade a temperaturas elevadas e dificultando o movimento das discordâncias (Tancret *et al*, 2003; Bhadeshia, 2010). A resistência ao movimento está relacionada ao tamanho das partículas de gama linha. A Tabela 4 apresenta o papel dos elementos de liga em superligas enquanto a Tabela 5 mostra as principais fases.

Tabela 4- Papel dos elementos de liga em superligas (Donachie e Donachie, 2002).

Efeito	Base-Ferro	Base-Níquel
Endurecedores por solução sólida	Cr, Mo	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Endurecedores da matriz CFC	C, W, Ni	-
Formadores de carbetos:		
MC	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
M_7C_3	-	Cr
M_{23}C_6	Cr	Cr, Mo, W
M_6C	Mo	Mo, W, Nb
Carbonitretos: M(CN)	C, N	C, N
Promove precipitação geral de carbetos	P	-
Formadores de γ' $\text{Ni}_3(\text{Al, Ti})$	Al, Ni, Ti	Al, Ti
Retarda a formação hexagonal η (Ni_3Ti)	Al, Zr	-
Aumenta a temperatura solvus de γ'	-	Co
Endurecimentos por precipitados e/ou intermetálicos	Al, Ti, Nb	Al, Ti, Nb
Resistência à oxidação	Cr	Al, Cr, Y, La
Aumento da resistência à corrosão a quente	La, Y	La, Th
Resistência a sulfetação	Cr	Cr, Co, Si
Melhora as propriedades de fluência	B	B, Ta
Aumenta resistência a ruptura	B	B
Refinadores de contornos de grão	-	B,C,Zr, Hf
Retarda coalescimento de γ'	-	Re

Tabela 5- Fases observadas em superligas (ASM Handbook, 2004). (continua)

Fase	Estrutura Cristalina	Parâmetro de rede (nm)	Fórmula	Descrição
γ'	CFC (Ordenada $L1_2$)	0,3561 para Ni_3Al puro até 0,3568 para $Ni_3(Al_{0,5}Ti_{0,5})$	Ni_3Al $Ni_3(Al,Ti)$	Principal fase para aumento de resistência em muitas superligas de base níquel e níquel-ferro, a rede varia ligeiramente em tamanho (0 a 0,5%) a partir da matriz austenítica, a forma varia de esférica a cúbica. Gama linha é esférica em superligas ferro-níquel e em algumas ligas a base de níquel. Nas ligas base-níquel recentemente desenvolvidas, γ' é geralmente cubóide. Experimentos têm mostrado que variações no teor de molibdênio e na relação Al/Ti podem alterar a morfologia de γ' . Com o aumento da desorientação γ/γ' , as alterações de forma ocorrem na seguinte ordem: esférica, globular, bloco e cubóide. Quando a desorientação γ/γ' é alta, a exposição prolongada acima de 700°C causa formação das fases indesejáveis η (Ni_3Ti) ou δ (Ni_3Nb).
η	HC (DO_{24})	$a_0 = 0,5093$ $c_0 = 0,8276$	Ni_3Ti (sem solubilidade e para outros elementos)	Encontra em superligas ferro-níquel, base-níquel e base-cobalto com altas relações Ti/Al após exposição prolongada, podem se formar intergranularmente na forma celular ou intergranularmente como placas aciculares no padrão Widmanstätten.
γ''	TCC (DO_{22})	$a_0 = 0,3624$ $c_0 = 0,7406$	Ni_3Nb	Principal responsável pelo aumento de resistência no Inconel 718, os precipitados γ'' são partículas na forma de discos coerentes com planos $\{100\}$ (diâmetro médio de aproximadamente 600Å e espessura de aproximadamente 50-90 Å).
δ	Ortorrômbica (ordenada Cu_3Ti)	$a_0 = 0,5106-0,5110$ $b_0 = 0,4210-0,4251$ $c_0 = 0,4520-0,4556$	Ni_3Nb	Observado em Inconel 718 superenvelhecida, tem forma acicular quando formada entre 815 e 980 °C, formada pela reação celular em baixas temperaturas de envelhecimento e pela precipitação intragranular em altas temperaturas de envelhecimento.
MC	Cúbica	$a_0 = 0,430-0,470$	TiC NbC HfC	Carbeto de titânio tem a composição variável, aparece como globular, partículas de formas irregulares que são cinzas. Elementos "M" pode ser titânio, tântalo, nióbio, háfnio, tório ou zircônio.

Tabela 5- Fases observadas em superligas (ASM Handbook, 2004). (conclusão)

$M_{23}C_6$	CFC	$a_0= 1,050-1,070$ (varia com a composição)	$Cr_{23}C_6$ (Cr, Fe,W,Mo) ₂ $_3C_6$	A forma de precipitação é importante, pode precipitar como filmes, glóbulos, placas, lamelas e células. Elementos “M” é usualmente cromo, mas em ligas base cobalto, ferro, molibdênio e tungstênio podem substituir.
M_6C	CFC	$a_0= 1,085-1,175$	Fe_3Mo_3C Fe_3W_3C Fe_4W_2C Fe_3Nb_3C Nb_3Co_3C Ta_3Co_3C	Carbetos distribuídos aleatoriamente. Elementos “M” é geralmente molibdênio ou tungstênio, possui alguma solubilidade para cromo, níquel, nióbio, tântalo e cobalto.
M_7C_3	Hexagonal	$a_0= 1,3980$ $c_0= 0,4523$	Cr_7C_3	Geralmente observado em forma de bloco intergranular, observado em algumas ligas após exposição acima de 1000 °C.
M_3B_2	Tetragonal	$a_0= 0,560-0,620$ $c_0= 0,300-0,330$	Ta_3B_2 V_3B_2 Nb_3B_2 (Mo, Ti, Cr, Ni, Fe) ₃ B ₂ Mo_2FeB_2	Observado em ligas níquel-ferro e base-níquel com cerca de 0,03% B ou mais, boretos aparecem similarmente aos carbonetos, mas não são atacados por reagentes preferenciais de carbonetos. Elementos “M” pode ser molibdênio, tântalo, nióbio, níquel, ferro ou vanádio.
MN	Cúbica	$a_0= 0,560-0,620$	TiN (Ti, Nb, Zr)N (Ti, Nb, Zr)(C,N) ZrN NbN	Nitretos são observados em ligas contendo titânio, nióbio ou zircônio, eles são insolúveis em temperaturas abaixo do ponto de fusão, facilmente reconhecidos no estado polido, tendo formas quadradas ou retangulares e cor variando entre amarelo e laranja.
μ	Romboédrica	$a_0= 0,475$ $c_0= 2,577$	Co_2W_6 (Fe,Co) ₇ (Mo,W) ₆	Geralmente observadas em ligas com altos teores de molibdênio ou tungstênio, aparece como grossas plaquetas irregulares Widmanstätten, formada em altas temperaturas.
Laves	Hexagonal	$a_0= 0,475-0,495$ $c_0= 0,770-0,815$	Fe_2Nb Fe_2Ti Fe_2Mo Co_2Ta Co_2Ti	Mais comum em superligas à base-ferro e base-cobalto, usualmente aparece em forma de glóbulos irregulares, frequentemente alongados, ou como plaquetas após exposição prolongada a altas temperaturas.
σ	Tetragonal	$a_0= 0,880-0,910$ $c_0= 0,450-0,480$	FeCr FeCrMo CrFeMoNi CrCo CrNiMo	Mais frequentemente observada em superligas ferro-níquel e base-cobalto, menos comumente em ligas base-níquel, aparece em forma de glóbulos irregulares, frequentemente alongados, formada após exposição prolongada a temperaturas entre 540 e 980 °C.

Outra forma de aumentar a resistência mecânica e resistência à fluência em temperaturas altas é através da obtenção de superligas com uma dispersão fina e uniforme de óxidos. Estas partículas, sendo estáveis, reforçam o produto final dificultando o deslizamento de contornos de grãos, difusão e movimento de discordâncias (Baloch *et al*, 1990; Müller *et al*, 1997).

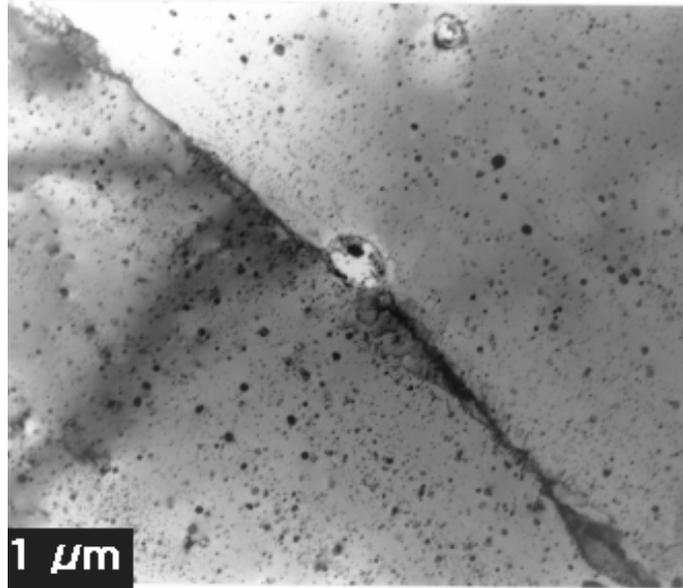


Figura 21- Micrografia eletrônica da transmissão mostrando dispersão de óxidos na superliga Alloy MA6000 (Bhadeshia, 2010).

2.4.2.1- Superligas a Base de Níquel Trabalhadas

No final de 1941, na Grã-Bretanha, foi lançada no mercado a liga Nimonic 75 e pouco depois a liga endurecível por precipitação denominada Nimonic 80. Estas ligas nada mais eram do que modificações da liga já existente contendo 80% de níquel e 20% de cromo com adições de titânio e alumínio para viabilizar o endurecimento por precipitação através da formação de precipitados do tipo gama linha, ou seja, de partículas coerentes com estruturas cristalinas tipo CFC e composição química do tipo $Ni_3(Al,Ti)$ (Pahlavanyali *et al*, 2008).

Nos Estados Unidos, o Monel (liga níquel-cobre) endurecido pelos precipitados gama linha, está em produção comercial desde 1928, e o níquel, endurecível por precipitação, desde 1934. Desde 1939 começou o desenvolvimento de ligas níquel-cromo-

ferro, assim como de tratamento térmico de solubilização e envelhecimento de modo a maximizar sua resistência mecânica em alta temperatura. Estas ligas são baseadas no Inconel 600 (fica em solução sólida em alta temperatura) e envolve a adição de titânio e de alumínio para obter o efeito de endurecimento por precipitação através da formação de partículas de fase gama linha. A adição de 1% de nióbio criou a liga Inconel X-750.

Durante o final dos anos 1940 foram desenvolvidas as ligas Waspaloy e M-252, que se caracterizaram pela adição de molibdênio com duplo efeito de endurecimento por solução sólida e de formação de carbetos. Estas ligas foram usadas na fabricação de palhetas de turbina forjadas. A liga M-252 permanece em uso na fabricação da estrutura de turbinas. A liga René 41 é utilizada como chapa endurecida por precipitação na fabricação de componentes soldados.

A liga Hasteloy X é usada como chapa endurecida por solução sólida para a fabricação de cilindros de combustão e revestimentos pós-queimadores numa grande variedade de turbinas. Outra liga importante dentro deste grupo é a liga Incoloy 800. Estas ligas, assim como outras ligas trabalhadas à base de níquel como Waspaloy e Astroloy encontram sua principal aplicação em discos forjados de turbinas. Essas ligas apresentam alta resistência mecânica nas temperaturas de serviço dos discos. A aplicação de materiais com resistência mecânica ainda mais alta permitiria o uso de discos mais finos, reduzindo o peso dos componentes e melhorando o desempenho dos motores.

As Tabelas 6 e 7 apresentam dados de composição química e de tensão de escoamento das superligas de níquel mais utilizadas (Sims e Hagel, 1972).

Tabela 6- Composição química (principais elementos) das superligas à base de níquel trabalhadas (% em peso).

Liga	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Nb	Al	Ti	Fe	Mn	Si	C
Astroloy	55,1	15,0	17,0	5,2 5	-	-	-	4,0	3,5	-	-	-	0,06
D-979	45,0	15,0	-	4,0	4,0	-	-	1,0	3,0	27,0	-	-	0,05
Hastello y X	47,3	22,0	1,5	9,0	0,6	-	-	-	-	18,5	0,5	0,50	0,10
Inconel 600	76,6	15,8	-	-	-	-	-	-	-	7,2	0,2	0,20	0,04
Inconel 601	60,7	23,0	-	-	-	-	-	1,3 5	-	14,1	0,5	0,25	0,05
Inconel 625	61,1	22,0	-	9,0	-	-	4,0	0,2	0,2	3,0	0,1	0,30	0,05
Inconel 706	41,5	16,0	0,5	0,5	-	-	2,9	0,2	1,7 5	40,0	0,2	0,18	0,03
Inconel 718	53,0	18,6	1 max	3,1	-	-	5,0	0,4	0,9	18,5	0,2	0,30	0,04
Inconel X-750	73,0	15,0	-	-	-	-	0,9	0,8	2,5	6,8	0,7	0,30	0,04
IN-102	67,9	15,0	-	3,0	3,0	-	3,0	0,4	0,6	7,0	-	-	0,06
IN-587	47,2	28,5	20,0	-	-	-	0,7	1,2	2,3	-	-	-	0,05
IN-597	48,4	24,5	20	1,5	-	-	1,0	1,5	3,0	-	-	-	0,05
M-252	55,2	20,0	10,0	10, 0	-	-	-	1,0	2,6	-	0,5	0,50	0,15
Nimonic 80A	75,7	19,5	-	-	-	-	-	1,3	2,5	-	0,1	0,70	0,06
Nimonic 90	57,4	19,5	18,0	-	-	-	-	1,4	2,4	-	0,5	0,70	0,07
Nimonic 105	53,3	14,5	20,0	5,0	-	-	-	1,2	4,5	-	0,5	0,70	0,20
Nimonic 115	57,3	15,0	15,0	3,5	-	-	-	5,0	4,0	-	-	-	0,15
Nimonic 120	63,8	12,5	10	5,7	-	-	-	4,5	3,5	-	-	-	0,04
Nimonic 942	49,5	12,5	1,0	6,0	-	-	-	0,6	3,9	27,5	-	-	0,03
René 41	55,3	19,0	11,0	10	-	-	-	1,5	3,1	-	-	-	0,09
René 95	61,3	14,0	8,0	3,5	3,5	3,5	-	3,5	3,5	-	-	-	0,15
Udimet 500	53,6	18,0	18,5	4,0	-	-	-	2,9	2,9	-	-	-	0,08
Udimet 520	56,9	19,0	12,0	6,0	1,0	-	-	2,0	3,0	-	-	-	0,05
Udimet 700	53,4	15,0	18,5	5,2	-	-	-	4,3	3,5	-	-	-	0,08
Udimet 710	54,9	18,0	15,0	3,0	1,5	-	-	2,5	5,0	-	-	-	0,07
Waspaloy	58,3	19,5	13,5	4,3	-	-	-	1,3	3,0	-	-	-	0,08

Tabela 7- Tensão de escoamento, em diferentes temperaturas, de algumas superligas de níquel trabalhadas (MPa).

Liga	21 °C	538 °C	649 °C	760 °C	871 °C
Astroloy	1048	966	966	910	690
D-979	1007	925	891	656	304
Hastelloy X	358	290	288	262	179
Inconel 600	248	193	179	107	62
Inconel 601	338	152	179	200	138
Inconel 625	490	407	421	421	278
Inconel 706	980	896	829	676	-
Inconel 718 barra	1186	1064	1021	739	331
Inconel 718 Chapa	1056	745	869	628	-
Inconel X-750	635	580	566	456	166
IN-102	504	400	400	386	200
IN-587	704	624	614	607	400
IN-597	759	718	676	663	-
IN-853	890	739	724	559	214
M-252	842	766	745	718	483
Nimonic 80A	621	531	552	504	262
Nimonic 90	808	725	684	538	262
Nimonic 105	814	773	800	655	366
Nimonic 115	863	793	814	800	552
Nimonic 120	867	763	775	785	600
Nimonic 942	1062	964	999	880	-
René 41	1061	1018	1000	938	552
René 95	1310	1255	1220	1102	-
Udimet 500	842	793	759	731	497
Udimet 520	862	830	793	725	518
Udimet 700	965	897	855	829	635
Udimet 710	910	848	862	814	635
Waspaloy	793	725	690	676	518

2.4.2.2- Superligas a Base de Níquel Fundidas

Ao final dos anos 1950 o aumento das temperaturas de serviço das turbinas era limitado pela capacidade das ligas forjadas disponíveis, que, além disso, apresentavam dificuldades no forjamento. Por este motivo, ligas com composição química que permitem mais alta resistência mecânica só podem ser fabricadas por fundição. Entre as ligas

fundidas mais usadas estão a Inconel 713C, Inconel 100, B-1900, Udimet 500, René 77, René 80 e a Inconel 738 (Jones *et al*, 1995).

A necessidade de desenvolver ligas com melhor resistência à corrosão em altas temperaturas e boa resistência mecânica levou ao aumento do teor de cromo, principalmente no caso da fabricação de turbinas a gás que devem suportar longo tempo de serviço em alta temperatura, resistindo à corrosão a quente (Gonzalez *et al*, 1998). A Figura 22 mostra a microestrutura de uma palheta de superliga à base de níquel obtida por processo de fundição.

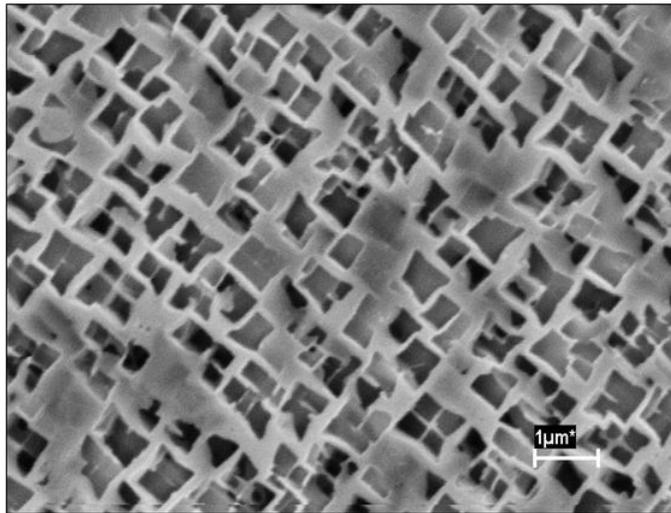


Figura 22- Microestrutura, obtida em Microscopia Eletrônica de Varredura, mostrando a fase gama linha na forma de cubos em uma matriz gama de superliga a base de níquel fundida (Silva A *et al*, 2006).

Algumas dessas turbinas podem operar com combustíveis contendo enxofre e vanádio, ou também podem ser utilizadas em embarcações em contato com sais marinhos. Para essas aplicações foram desenvolvidas ligas com melhor resistência à corrosão em altas temperaturas, embora mantendo simultaneamente alta resistência à ruptura por fluência. Exemplos de ligas desenvolvidas com esta finalidade são: Inconel 738, Mar-M 421 e Udimet 710.

As ligas que apresentam maior resistência à corrosão em alta temperatura são as ligas Udimet 500 e Inconel 738. Estas ligas são competitivas com superligas de cobalto em termos de resistência à corrosão em alta temperatura.

A superliga de níquel fundida, em geral, oferece uma ótima combinação de resistência mecânica em altas temperaturas e em temperaturas intermediárias. Além disso, apresentam boa ductilidade, resistência à oxidação/corrosão em alta temperatura, estabilidade microestrutural e fundibilidade. Essa combinação de propriedades levou a uma ampla utilização em ventoinhas, rodas e palhetas de turbinas.

O Inconel vem sendo extensivamente estudado por vários grupos de pesquisa de todo o mundo. Não somente a liga Inconel 718, mas todos os tipos de Inconel têm sido investigados no que se refere à resistência a corrosão por tensão, corrosão em altas temperaturas, mecanismos de permeação de hidrogênio, efeitos do tratamento térmico, dentre tantos outros estudos que dão as reais características destas superligas (Pfungstag, 2006).

As Tabelas 8 e 9 mostram respectivamente a composição química (% em peso) e a tensão de escoamento de algumas superligas à base de níquel fundidas (Sims e Hagel, 1972).

Tabela 8- Composição química (principais elementos) das superligas à base de níquel fundidas (% em peso)

Ligas	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Nb	Al	Ti	C
713C	74	12,5	-	4,2	-	-	2,0	6,1	0,8	0,12
713LC	75	12,0	-	4,5	-	-	2,0	5,9	0,6	0,05
B-1900	64	8,0	10,0	6,0	-	4,0	-	6,0	1,0	1,0
IN-100	60	9,5	15,0	3,0	-	-	-	5,5	4,2	0,18
IN-162	73	10,0	-	4,0	2,0	2,0	1,0	6,5	1,0	0,12
IN-731	67	9,5	10,0	2,5	-	-	-	5,5	4,6	0,18
IN-738	61	16,0	8,5	1,7	2,6	1,7	0,9	3,4	3,4	0,17
IN-792	61	12,4	9,0	1,9	3,8	3,9	-	3,1	4,5	0,12
M-22	71	5,7	-	2,0	11,0	3,0	-	6,3	-	0,13
MAR-M 200	60	9,0	10,0	-	12,0	-	1,0	5,0	2,0	0,15
MAR-M200 DS	60	9,0	10,0	-	12,0	-	1,0	5,0	2,0	0,13
MAR-M 246	60	9,0	10,0	2,5	10,0	1,5	-	5,5	1,5	0,15
MAR-M 421	61	15,8	9,5	2,0	3,8	-	2,0	4,3	1,8	0,15
MAR-M 432	50	15,5	20,0	-	3,0	2,0	2,0	2,8	4,3	0,15
NX 188 DS	74	-	-	18,0	-	-	-	8,0	-	0,04
René 77	58	14,6	15,0	4,2	-	-	-	4,3	3,3	0,07
René 80	60	14,0	9,5	4,0	4,0	-	-	3,0	5,0	0,17
SEL	51	15,0	22,0	4,5	4,5	-	-	4,4	4,4	0,08
SEL-15	58	11,0	14,5	6,5	1,5	-	0,5	5,4	2,5	0,07
Udimet 500	52	18,0	19,0	4,2	-	-	-	3,0	3,0	0,07

Tabela 9- Resistência ao escoamento, em diferentes temperaturas, de algumas superligas de níquel fundidas (MPa).

Ligas	21 °C	538 °C	649 °C	760 °C
713C	739	704	718	745
B-1900	828	870	925	808
IN-100	849	884	890	862
IN-162	815	794	855	849
IN-731	725	-	745	774
IN-738	952	794	815	794
IN-792	1062	1102	1102	994
M-22	684	731	766	774
MAR-M 200	841	849	855	841
MAR-M 246	862	862	862	862
MAR-M 421	931	815	821	862
MAR-M 432	1070	911	911	911
René 77	794	731	718	690
René 80	855	731	725	718
Udimet 500	815	725	704	704

2.4.3- Influência dos Elementos de Liga na Microestrutura e nas Propriedades das Superligas de Níquel

2.4.3.1- Cromo: Resistência à Corrosão

As excelentes propriedades das superligas de níquel em altas temperaturas (resistência mecânica, resistência à corrosão e resistência à fluência) são obtidas mediante a adição de determinados elementos de liga ao quais proporcionam propriedades superiores as que seriam obtidas apenas com a matriz austenítica (CFC) rica em níquel. A adição de cromo melhora a resistência à oxidação-corrosão em alta temperatura, mediante a formação de uma camada passiva de óxido Cr_2O_3 , que sendo estável e aderente, funciona como uma verdadeira barreira impedindo o avanço da corrosão (Tan *et al.*, 2008). A proteção à corrosão acontece através de um mecanismo idêntico ao encontrado nos aços inoxidáveis e semelhante ao que a formação do óxido Al_2O_3 representa para as ligas de alumínio (Brooks, 1982).

Cromo é o principal elemento necessário para resistência à corrosão a quente, mas titânio e outros elementos podem complementar o efeito do cromo. Quando se tem uma

quantidade suficiente de alumínio, ocorre a formação de mais um óxido protetivo, Al_2O_3 . Um teor de 6 a 22% em peso geralmente é comum em ligas à base de níquel, enquanto um nível de 20 a 30% em peso é característico de ligas a base de cobalto, e um nível de 15 a 25% em peso é encontrado em ligas a base de níquel-ferro (Donachie e Donachie, 2002).

Outra característica importante é a aderência da camada protetora de óxido. O metal e a camada de óxido possuem diferentes coeficientes de expansão térmica. Logo, há possibilidade de fratura frágil da camada de óxido devido às tensões térmicas, levando à separação da camada, caso a temperatura se altere em relação à temperatura de formação do óxido. Esta separação da camada de óxido exporia o metal à oxidação (corrosão) mais intensa, eliminando o efeito de passivação. Entretanto, observa-se que a camada de Cr_2O_3 é extremamente aderente, e assim, a resistência à oxidação permanece mesmo nessas condições cíclicas (Brooks, 1982).

2.4.3.2- Alumínio, Titânio, Nióbio e outros elementos: fases gama linha (γ') e gama duas linhas (γ'')

A adição de alumínio e de titânio nas superligas de níquel tem uma função específica. Estes elementos se combinam com o níquel para formar a fase γ' ($Ni_3(Al,Ti)$). Estes são responsáveis pelo endurecimento das superligas, de modo semelhante ao que ocorre nas ligas de alumínio endurecíveis por precipitação, porém sendo mais estável do ponto de vista termodinâmico, favorecendo a manutenção de elevada resistência mecânica mesmo em altas temperaturas. Sendo assim, a resistência mecânica das superligas de níquel é fortemente influenciada pelas características das partículas de fase gama linha, como sua quantidade, tamanho médio, forma e distribuição (Brewster *et al*, 2008). As partículas, coerentes com a matriz, induzem o aparecimento de distorções no reticulado as quais estão associadas a tensões elásticas que dificultam o movimento de discordâncias, semelhante ao que ocorrer com as partículas coerentes de segunda fase nas ligas de alumínio endurecíveis por precipitação (termicamente tratáveis). Os precipitados de fase γ' geralmente são muito finos e assim só podem ser observados por microscopia eletrônica de varredura ou de transmissão. Seu formato mais comum é aproximadamente cúbico, entretanto podem ser encontrados com outras morfologias (Brooks, 1982).

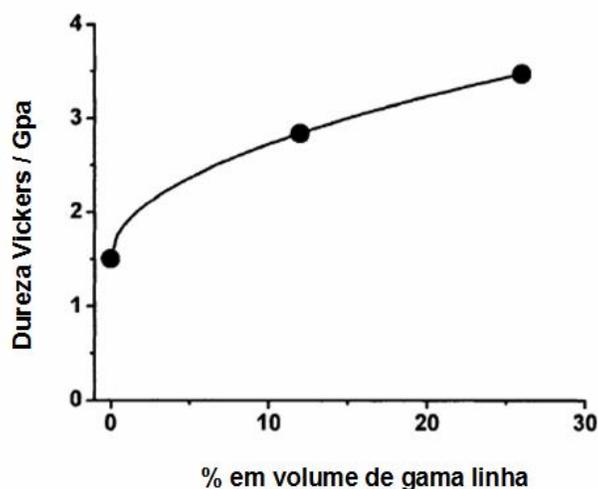


Figura 23- Influência da quantidade de fase γ' na dureza de superliga de níquel (Tancret *et al*, 2003).

Elementos que possuem tamanho de átomo muito diferente do tamanho do átomo de níquel, em geral, são bons endurecedores por solução sólida. Quando apresentam baixa solubilidade no níquel, o endurecimento se dá através da formação de segunda fase. O tântalo e o nióbio apresentam bom endurecimento por solução sólida. O molibdênio e o tungstênio também, embora em escala menor (Brooks, 1982).

O alumínio é solúvel no níquel em altas temperaturas. Através de resfriamento rápido obtém-se uma solução sólida supersaturada à temperatura ambiente. O aquecimento posterior em temperaturas razoavelmente altas permite a precipitação controlada da fase γ' (Ni_3Al). Como a fase gama linha é cúbica de face centrada do mesmo modo que a matriz gama, e a diferença entre os parâmetros de rede é de apenas 0,5 a 1% aproximadamente, os precipitados de fase gama linha são coerentes com a matriz gama. Esta coerência entre matriz e precipitados proporciona estabilidade microestrutural em temperaturas elevadas (Tancret *et al*, 2003).

A forma (morfologia) do precipitado é determinada pela energia superficial da interface γ/γ' e pela energia elástica gerada pelo desajuste dos reticulados das fases γ e γ' , sendo determinada primordialmente pela deformação do reticulado. Se esta deformação for pequena, a morfologia que minimizará a energia superficial será a esférica. Entretanto, se a deformação do reticulado for consideravelmente grande, a morfologia dos precipitados será cúbica (Brooks, 1982).



Figura 24- Micrografia Eletrônica de Transmissão mostrando uma pequena quantidade de partículas γ' , em forma esférica, na matriz γ . Observa-se também carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ ao longo do contorno de grão (Tancret *et al*, 2003).

Quando o desajuste de reticulados é menor que 0,5% os precipitados γ' são esféricos, no caso de desajuste entre 0,5 e 1,0% estes precipitados são cúbicos, e acima de 1,25% assumem formato de plaquetas (Sims *et al*, 1972).

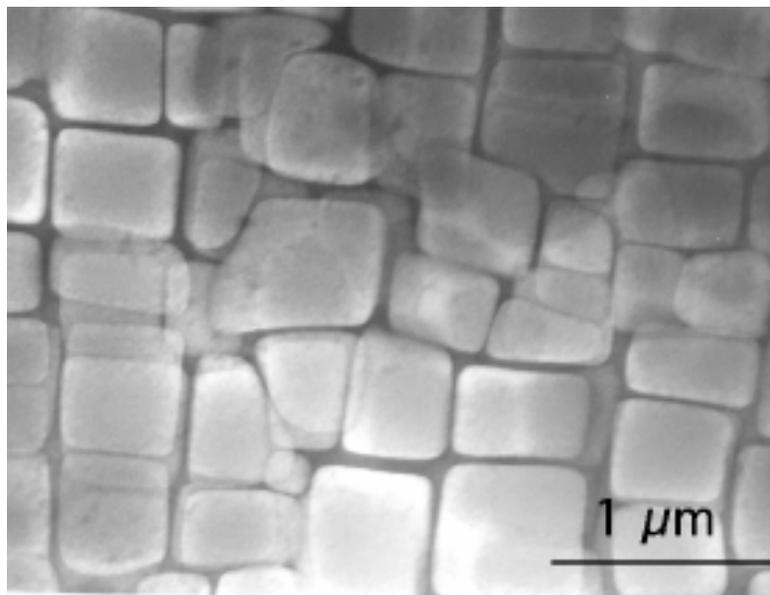


Figura 25- Micrografia eletrônica de transmissão mostrando uma grande quantidade de partículas γ' , em forma de cubos, na matriz γ (Tancret *et al*, 2003, Bhadeshia, 2010).

Ao contrário da matriz γ , a fase γ' não amolece significativamente com o aumento da temperatura, sendo esta, a fonte da elevada resistência mecânica das superligas de níquel em altas temperaturas. Entretanto, a fase γ' apresenta ductilidade muito inferior à da fase γ , razão pela qual a presença da segunda fase não pode ser exagerada. O efeito do endurecimento é maior quando a dispersão dos precipitados γ' é uniforme (Silva B, 2006).

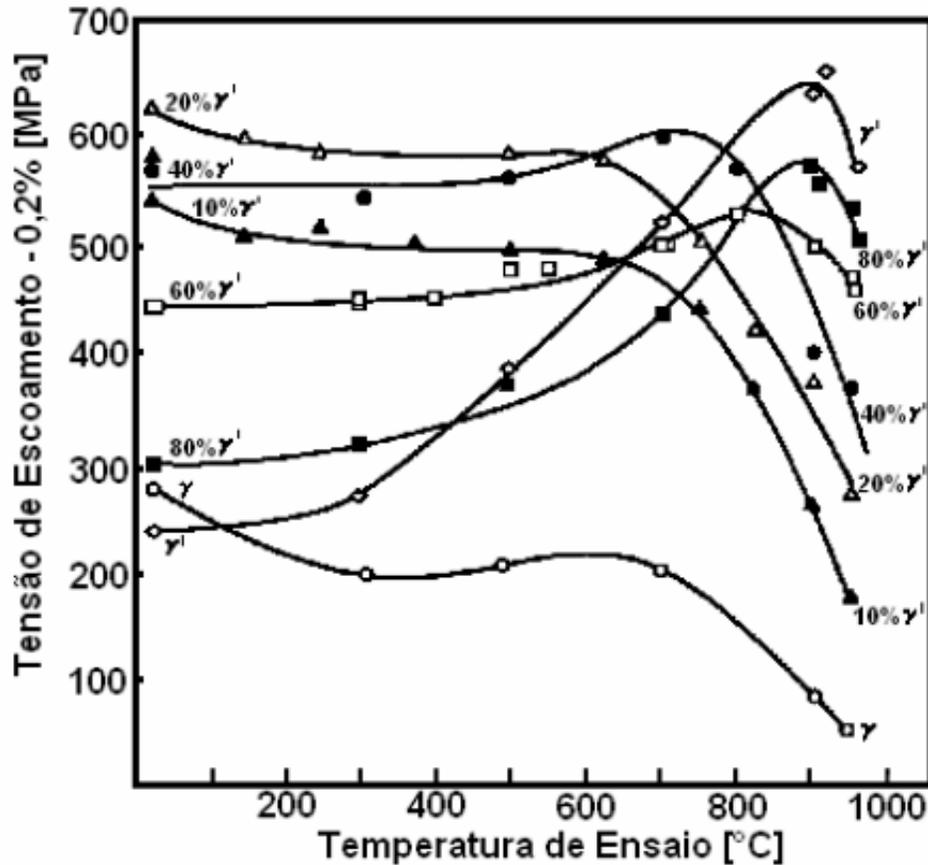


Figura 26- Variação do limite de escoamento em função da temperatura entre ligas alumínio-cromo-níquel com diferentes frações volumétricas da fase ordenada γ' (Silva B e C, 2006).

Quanto à composição química da fase γ' , esta pode variar com a substituição parcial de átomos de níquel por átomos de cobalto e pela substituição dos átomos de alumínio por átomos de titânio e nióbio, vanádio e tântalo. Por outro lado, o molibdênio, o cromo e o ferro podem substituir parcialmente tanto o níquel como o alumínio (Sims e Hagel, 1972).

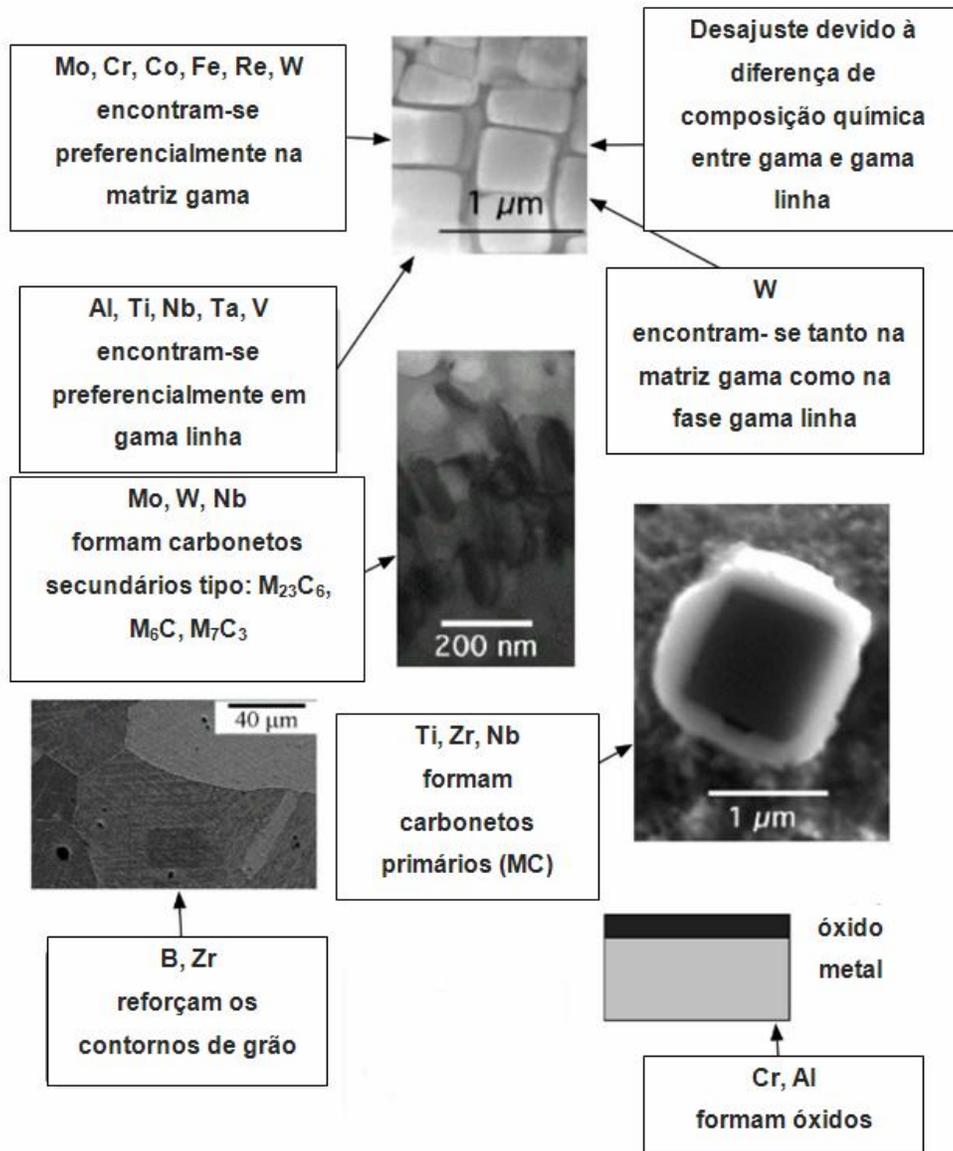


Figura 27- Efeito dos elementos de liga em superligas a base de níquel (Tancret *et al*, 2003; Bhadeshia, 2010).

Quando a superliga de níquel é submetida a uma temperatura superior a cerca de 60% da temperatura de fusão, ou seja, a uma temperatura homóloga de $0,6 T_f$ ocorre significativo coalescimento da fase γ' , pois a esta temperatura a energia térmica é suficiente para acelerar a difusão dos átomos de soluto que leva ao crescimento dos precipitados de fase γ' . Esse crescimento favorece o movimento das discordâncias no maior espaço livre existente entre as partículas maiores, amolecendo a liga (Sims e Hagel, 1972).

A perda de resistência à fluência durante o coalescimento dos precipitados γ' é muito dependente da fração volumétrica desta fase. A liga M-252, com menor fração volumétrica percentual de γ' amolece mais rapidamente do que a liga Inconel 700, que apresenta alto percentual de fase γ' . A sensibilidade da tensão de escoamento às mudanças de tamanho das partículas de fase γ' é muito maior nas ligas mais diluídas. Sendo assim, as alternativas para retardar o coalescimento são o aumento da fração volumétrica percentual de fase γ' e a adição de elementos como o nióbio e o tântalo que apresentam baixa difusividade (Sims e Hagel, 1972).

A fase γ'' , cuja composição corresponde ao intermetálico Ni_3Nb , se forma em superligas de níquel nas quais os teores de nióbio e de ferro são mais elevados, como no caso da superliga de níquel Inconel 718 (Sundararaman, 1988). Essa fase possui estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado e seu efeito endurecedor é ainda mais forte do que o da fase γ' (Pacheco, 2001; Bhadeshia, 2010). Na Figuras 28 pode-se observar a fase γ'' .

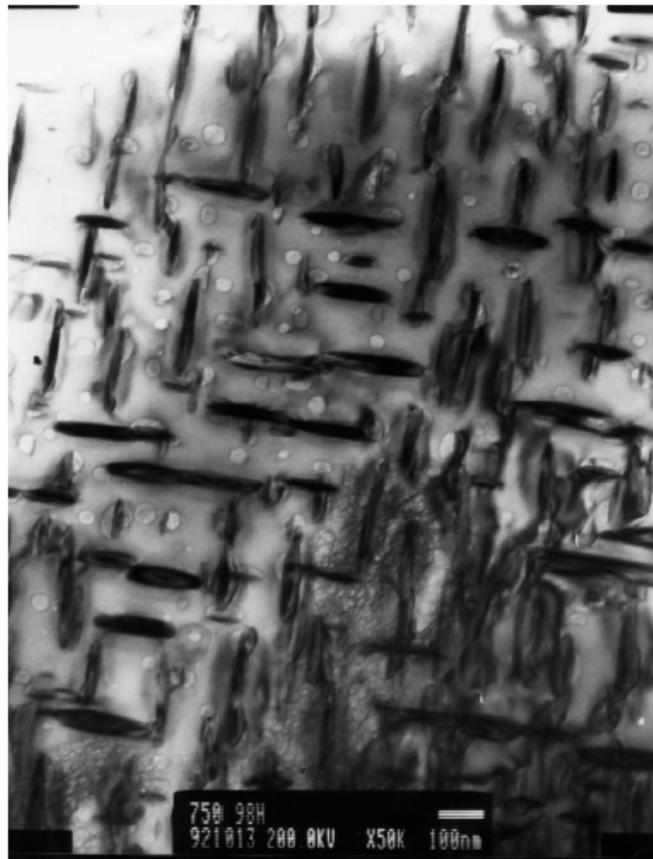


Figura 28- Imagem em Microscópio Eletrônico de Transmissão da liga Inconel 718 mostrando γ' (precipitados globulares) e γ'' (precipitados em disco) (Slama et al 2000).

Quando é necessária uma maior resistência e as temperaturas são mais baixas, como em discos de turbinas, as ligas podem ser reforçadas com a fase gama duas linha (γ''). Estas partículas precipitam coerentemente com a matriz, apresentando-se geralmente na forma de discos com $(001) \gamma'' // \{001\} \gamma$ e $[100] \gamma'' // \langle 100 \rangle \gamma$. A estrutura cristalina de γ'' é baseada em uma estrutura tetragonal de corpo centrado com um arranjo ordenado de átomos de níquel e nióbio (Bhadeshia, 2010; Cozar *et al*; 1973).

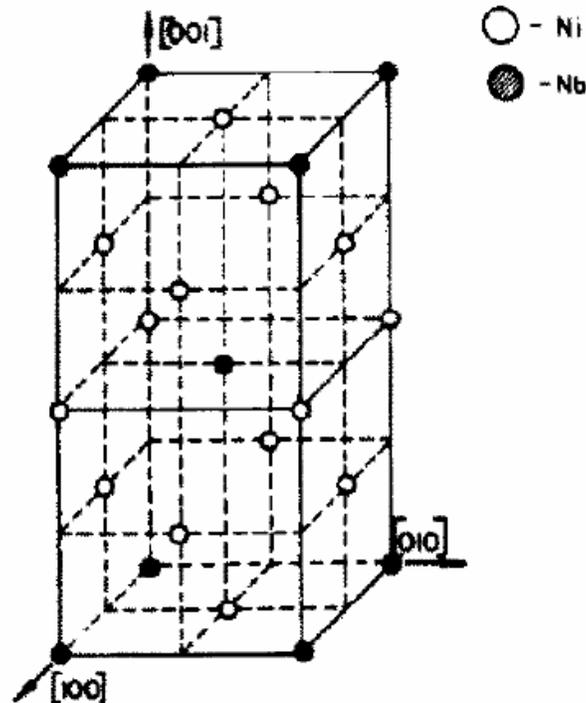


Figura 29- Estrutura cristalina da fase γ'' Ni_3Nb (Donachie e Donachie, 2002).

2.4.3.3- Carbono: Formação de carbetos

O carbono está presente nas superligas de níquel com a função básica de contribuir para o endurecimento das mesmas, embora também possa estar presente devido à dificuldade de remoção durante o refino da liga. O carbono reage com os elementos de liga que apresentam grande afinidade com ele para formar carbetos com composição do tipo MC , M_{23}C_6 , M_7C_3 e M_6C (Nowotnik *et al*, 2008).

Os carbetos encontrados nas superligas possuem três funções principais: i- carbetos nos contornos de grão, quando formados apropriadamente, reforçam os mesmos,

prevenindo ou retardando o deslizamento de contornos, e permitindo relaxação de tensões;

- ii- Se carbeto finos são precipitados na matriz, resultam em aumento de resistência (isto é particularmente importante para ligas à base de cobalto que não podem ser endurecidas por γ');
- iii- Carbeto podem reter certos elementos que poderiam promover instabilidade de fases durante serviço (Reed, 2006).

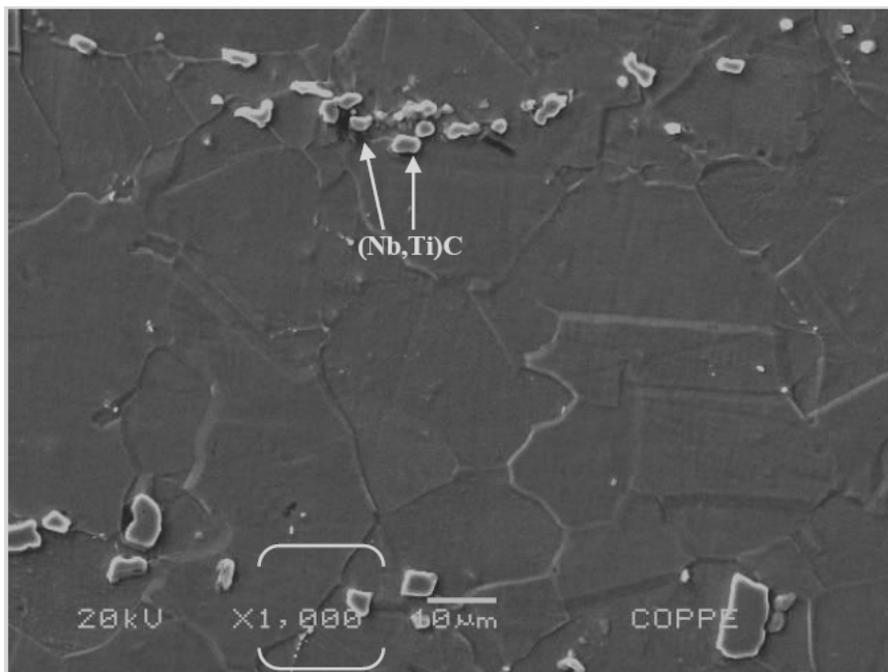


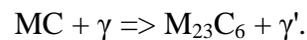
Figura 30- Micrografia em MEV da liga Inconel 718 destacando partículas de carbeto (Valle, 2010).

Alguns carbeto não são afetados pelo tratamento térmico enquanto outros requerem esta etapa para se formarem. Vários tipos de carbeto são possíveis, dependendo da composição da liga e do processamento. Em muitos casos, os carbeto existem conjuntamente. No entanto, eles geralmente são formados por reações seqüenciais no estado sólido resultante da decomposição do MC, o qual normalmente é formado no estado líquido. Geralmente, o MC é um carbeto de altas temperaturas, $M_{23}C_6$ e M_7C_3 são carbeto de baixa temperatura. M_6C é um carbeto de temperaturas intermediárias (Donachie e Donachie, 2002).

Os carbeto do tipo MC são os mais refratários e se formam nas superligas durante a solidificação. Eles surgem como partículas isoladas distribuídas heterogeneamente através da superliga. Praticamente não se observa orientação coerente com a matriz. Estes carbeto

primários apresentam estrutura cristalina do tipo CFC (cúbica de face centrada), e assim apresentam uma estrutura densa, compacta que confere alta resistência mecânica. Formam-se com uma simples combinação de átomos de carbono com átomos de metais reativos e refratários, apresentando uma estequiometria do tipo TaC, NbC, TiC e VC (Sims e Hagel, 1972).

Os carbonetos MC são a maior fonte de carbono para reações de fases ocorridas durante o processamento, tratamento térmico ou serviço. Como por exemplo, pode-se verificar a formação do carbeto $M_{23}C_6$ a partir da decomposição de MC em reações (Yan *et al*, 2008):



Quando se forma o carbeto $M_{23}C_6$, o teor de cromo da fase γ se reduz, aumentando o percentual de alumínio e titânio disponíveis para formar a fase γ' . Ambos os tipos de carbonetos se formam nos contornos de grãos, mas o carbeto MC entra em processo de decomposição, formando fase γ' . Logo, os contornos de grãos ficam suscetíveis a partículas de fase γ' e de carbonetos (Brooks, 1982).

Os carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ são encontrados em grande quantidade nas superligas que apresentam elevados teores de cromo e exposição a temperaturas na faixa de 760 a 816 °C. Embora geralmente presentes nos contornos de grãos (Nowotnik *et al*, 2008), esses carbonetos podem ser encontrados também ao longo dos contornos de maclas e falhas de empilhamento. Os carbonetos $M_{23}C_6$ possuem uma estrutura cúbica complexa semelhante à fase TCP sigma. Os carbonetos $M_{23}C_6$ influenciam muito nas propriedades das superligas de níquel. Sua característica marcante de localização nos contornos de grãos promove um significativo efeito na resistência à ruptura, através da inibição do deslizamento de contornos de grãos. Entretanto, a ruptura pode se iniciar tanto pela fratura dessas mesmas partículas de carbonetos $M_{23}C_6$ quanto pela decoesão da interface $\gamma/M_{23}C_6$ (Sims e Hagel, 1972).

Carbonetos M_6C se formam em temperaturas mais elevadas, da ordem de 815 a 980 °C de acordo com a equação: $MC + \gamma \rightarrow M_6C + \gamma'$ ricos em Mo, W e Cr. Também podem ser formados através do carbono residual existente na matriz. Seu efeito em relação a ensaios de fluência depende da forma com que se apresenta (Liu *et al*, 2003).

Carbetos M_7C_3 geralmente apresentam-se em forma de blocos intergranulares sendo observados em ligas como a Nimonic 80A depois de exposição acima de 1000 °C e em algumas ligas a base de cobalto (Donachie e Donachie, 2003).

2.4.3.4- Boro

Os boretos são partículas duras, com morfologia variando desde blocos até formato de meia-lua crescente, observados nos contornos de grão, porém em menor volume que os carbetos. Os boretos são comumente encontrados em superligas sob a forma de M_3B_2 , com célula unitária tetragonal. A presença de boro em superligas pode ter um efeito benéfico em suas propriedades mecânicas. Isto se deve principalmente devido à localização preferencial do boro ou boretos (assim como ocorre com o carbono ou carbonetos) nos contornos de grão da matriz γ , reforçando e tornando-os menos susceptíveis ao fenômeno de deslizamento entre contornos, resultando assim em um aumento na resistência à ruptura. (Reed, 2006). Assim como o boro, o zircônio também segrega para as regiões de contornos de grão dando resistência a estes (Yan *et al*, 2008; Weber, 2001).

Em superliga solidificada direcionalmente, a resistência à fluência aumentou significativamente para teores de boro de aproximadamente 50 ppm (Yan *et al*, 2008).

2.4.3.5- Elementos que podem formar fases indesejáveis (σ , μ e laves)

Em certas ligas onde a composição química não tenha sido cuidadosamente controlada, podem surgir fases indesejáveis que comprometem as propriedades mecânicas do material durante operação em serviço (Liu *et al*, 2003). Entre estas fases podemos mencionar a fase σ , μ e laves conhecidas como fases topologicamente compactas (TCP_S).

Diversos elementos como (cobalto, molibdênio, tungstênio, rênio, cromo etc.), embora adicionados por suas qualidades como ligantes, podem participar, em algumas circunstâncias, na formação de fases topologicamente compactas – TCP_S (σ , μ e laves). Elementos como silício, fósforo, enxofre, chumbo, bismuto, telúrio, selênio e prata, muitas vezes em quantidades tão baixas como no nível de partes por milhão, também tem sido

associadas com reduções no nível de propriedades em superligas (Donachie e Donachie, 2002).

As fases TCP_s geralmente apresentam-se na forma de plaquetas finas que freqüentemente nucleiam nos contornos de grãos. Sua composição estequiométrica geral é dada pela fórmula (Cr,Mo)_x(Ni,Co)_y, sendo que x e y podem variar entre 1 e 7. A fase sigma foi descoberta no início dos anos 60 na liga IN-100 e logo foi percebida a considerável degradação de propriedades como resistência à tração e à ruptura causada pela sua presença. Posteriormente o mesmo efeito foi registrado em outras superligas de níquel. Desde então começaram os esforços no sentido de controlar e minimizar a presença dessa fase, geralmente através de um rigoroso controle de composição química (Sims e Hagel, 1972).

Morfologia em forma de plaquetas se constitui numa fonte preferencial de iniciação e propagação de trincas, levando à fratura do material. Estas fases contêm elevados teores de metais refratários, extraídos da matriz gama, causando o amolecimento da liga e conseqüentemente diminuindo sua resistência em alta temperatura. A fratura em alta temperatura ocorre preferencialmente ao longo das plaquetas de fase sigma (Sims e Hagel, 1972).

As fases TCPs caracterizam-se pela presença de um ou mais elementos eletropositivos, como por exemplo, o cromo, o molibdênio e um elemento eletronegativo, como o níquel, o cobalto e o ferro, entre outros. Por esse motivo as fases TCPs são duras sendo conhecidas pela sua natureza eletrovalente. Em geral, nucleiam próximo aos contornos de grãos, regiões nas quais é maior a concentração de elementos como cromo e molibdênio, que favorecem sua formação. Entretanto, nas ligas cuja composição química favorece a formação de fases TCPs, estas podem estar presentes por toda a microestrutura. As fases TCPs não são as únicas que se cristalizam sob a forma de plaquetas nas superligas de níquel de matriz austenítica. Também é comum observar a precipitação de nitretos e de carbetos M₂₃C₆ em forma de plaquetas (Araújo, 2009).

Alguns mecanismos levam à diminuição da resistência à ruptura, das superligas de níquel, causada pela presença das fases TCPs (Sims e Hagel, 1972):

1- Plaquetas frágeis de fase sigma localizadas nos contornos de grãos possuem morfologia ideal para favorecer a iniciação e propagação de trincas;

2- As fases TCPs contêm grandes quantidades de elementos refratários como cromo, molibdênio ou tungstênio. Estes elementos são absorvidos da matriz e se concentram nas fases TCPs apresentando efeito fragilizante. Os elementos refratários funcionam como importantes endurecedores por solução sólida da matriz a qual fica empobrecida.

Fase Delta (δ)

As ligas endurecidas pela fase gama duas linhas, como por exemplo, a liga Inconel 718, são suscetíveis à formação da fase delta (δ -Ni₃Nb) (Tan *et al*, 2008). Assim, em certas condições de temperatura e tempo, o precipitado δ de mesma composição Ni₃Nb é formado. A Figura 31 mostra o engrossamento dos contornos de grão devido à precipitação da fase δ .

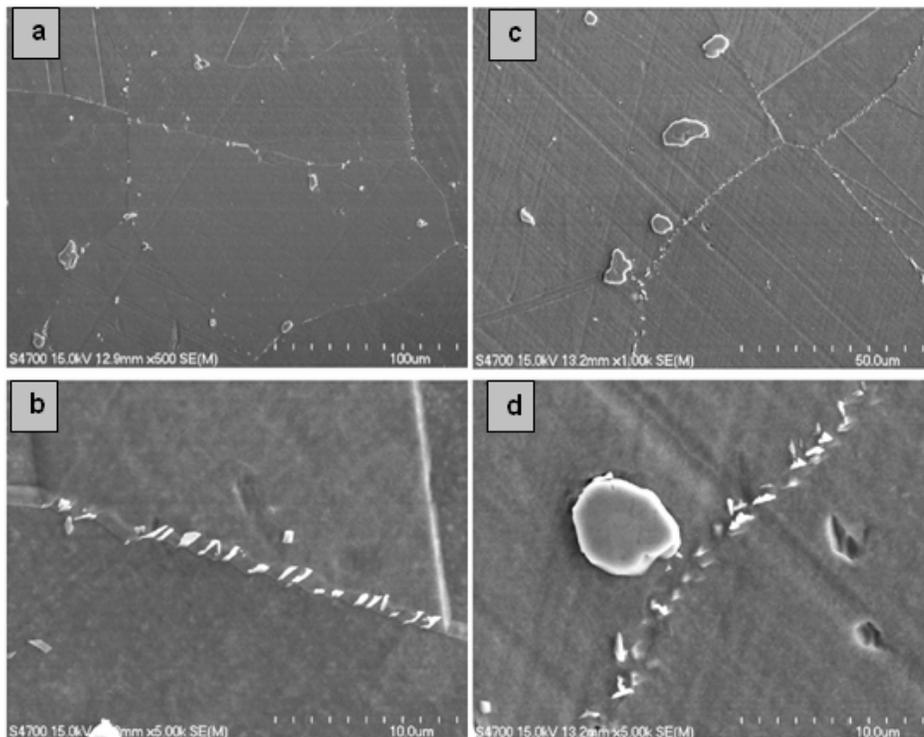


Figura 31- a e b) Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura mostrando carbeto e precipitados da fase delta ao longo dos contornos de grãos da superliga Inconel 718 depois de solubilizada e envelhecida a 955 °C por uma hora; c e d) Imagem em Microscópio Eletrônico de Varredura mostrando carbeto e precipitados da fase delta ao longo dos contornos de grão da superliga Inconel 718 depois de solubilizada e envelhecida a 955 °C por 3,5 horas (Kuo *et al*, 2009).

A formação de fase delta diminui a resistência mecânica das superligas de níquel endurecida pela fase gama duas linhas ao consumir elementos que contribuem para a formação das fases endurecedoras. Cuidados no tratamento térmico são necessários para assegurar a precipitação de γ'' ao invés de δ . A fase γ'' precipita frequentemente junto com γ' sendo γ'' a principal fase promotora de aumento de resistência (Donachie and Donachie, 2002; Desvallees, 1994).

A fase delta tem estrutura cristalina ortorrômbica, mostrada na Figura 32. Precipita-se de forma incoerente normalmente com formato de placas no interior dos grãos ou ao longo dos contornos de grão. Causa pouco endurecimento da matriz devido sua morfologia (Azadian *et al*, 2004; Chaturvedi *et al*, 1979).

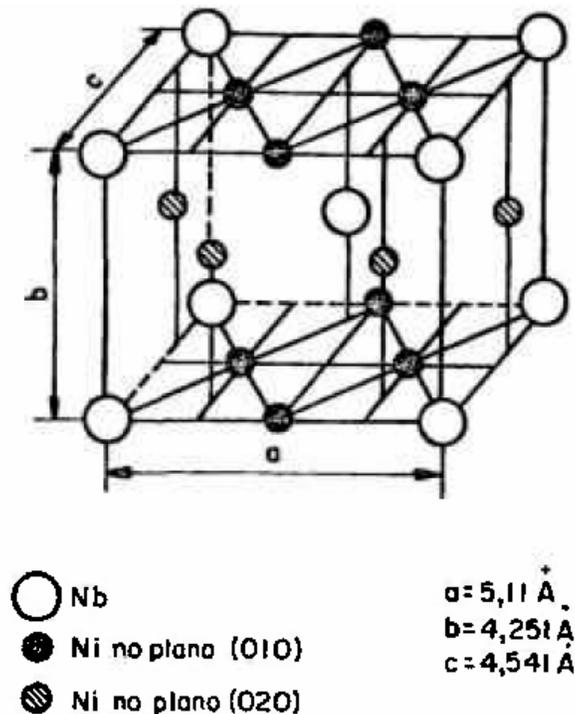


Figura 32- Estrutura cristalina ortorrômbica da fase delta (δ).

Elevados teores de silício e de nióbio favorecem a formação da fase delta, ao passo que altos teores de alumínio e de tântalo minimizam-na (Sims e Hagel, 1972).

Fase Heta (η)

Superligas endurecidas pela fase gama linha são suscetíveis à formação da fase heta (η -Ni₃Ti) de estrutura cristalina hexagonal compacta (HC). Esta fase pode se formar durante exposição prolongada em altas temperaturas. Pode apresentar dois tipos diferentes de morfologia: plaquetas intragranulares com aspecto de estrutura de Widmanstätten que se formam a partir da fase γ' , e em formato celular nos contornos de grão, apresentando aspecto semelhante ao da perlita nos aços (Sims e Hagel, 1972).

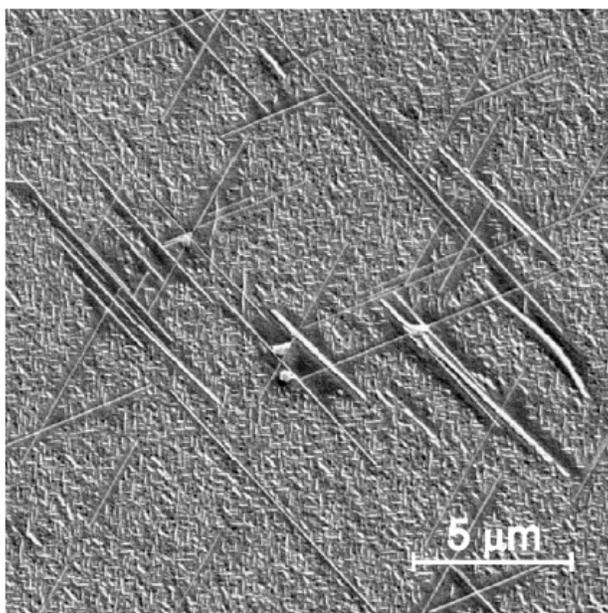


Figura 33- Imagem em MEV da liga Re 706, mostrando presença de fase heta (η) depois de envelhecida 750 °C por 750h (interior do grão) (Kindrachuk *et al*, 2008).

O grande espaçamento interlamelar da fase heta, assim como a diminuição de precipitados gama linha distribuídos na matriz, associada à formação de fase heta, pode levar a uma considerável degradação de propriedades mecânicas, principalmente de resistência. Em temperaturas mais altas se formam lamelas de fase heta celular mais grosseiras causando amolecimento ainda maior (Kindrachuk *et al*, 2008).

A exposição a temperaturas da ordem de 800 a 850 °C, ou acima dessa faixa, pode provocar o surgimento desse tipo de fase (Murthy *et al*, 2009). A formação das plaquetas de fase heta está associada à transformação de fase gama linha para fase heta, mas pode ser

evitada por um tratamento térmico consistindo de aquecimento acima da temperatura solvus da fase heta, ou seja, acima de aproximadamente 915 °C, e ao utilizar esta liga em temperaturas abaixo da temperatura de transformação gama linha (γ')=>fase heta (η), isto é, abaixo de cerca de 800 °C no caso da liga A - 286 (Sims e Hagel, 1972).

Adições de alumínio, boro e silício dificultam a formação da fase heta. O alumínio, por exemplo, não é solúvel na fase heta hexagonal, ao contrário na fase gama linha (γ'). Portanto, em caso de elevados teores de alumínio é pouco provável a eliminação do alumínio num determinado local que permita a nucleação e crescimento da fase heta (Sims e Hagel, 1972).

2.4.4- Justificativas para adição dos elementos encontrados nas superligas

Em termos gerais, a adição de elementos de liga em superligas a base de níquel e ferro-níquel pode ser classificada como sendo (Tms, 2011):

- i) formadores de fase γ ;
- ii) formadores de fase γ' ;
- iii) formadores de fase γ'' ;
- iv) formadores de carbeto e
- v) elementos que segregam para os contornos de grãos.

Ferro e manganês entram em solução sólida na matriz austenítica promovendo aumento de resistência mecânica e a fluência (Sawford *et al*, 2008; Ezugwu *et al*, 1999). O ferro é um elemento de menor custo em relação aos elementos ligantes (Tancret *et al*, 2003).

Níquel estabiliza a matriz austenítica e promove à formação de fase (γ') a qual aumenta à resistência a alta temperatura (Sawford *et al*, 2008; Ezugwu *et al*, 1999).

O alumínio aumenta a resistência em alta temperatura das ligas pela combinação com níquel precipitando a fase intermetálica gama linha (γ'). Outra função de extrema importância do alumínio na liga é aumentar a resistência à oxidação em altas temperaturas através da formação de Al_2O_3 durante aquecimento (Ezugwu *et al*, 1999). No entanto, os teores de alumínio devem ser restritos, uma vez que quantidades muito elevadas desse elemento podem levar à deterioração da resistência e trabalhabilidade a quente devido à perda de ductilidade (Barbosa *et al*, 2009; Sawford *et al*, 2008).

O cromo é utilizado para conferir resistência à corrosão e oxidação em altas temperaturas. Teores acima de 25% ameaçam a estabilidade da microestrutura devido à tendência de formação da fase frágil sigma (δ) a qual deteriora a ductilidade (Barbosa *et al*, 2009; Tancret *et al*, 2003).

O titânio e nióbio são formadores de carbonetos. Quando adicionados à liga, combinam preferencialmente com o carbono, dada a elevada afinidade química desses elementos. O teor de titânio e nióbio não combinado com o carbono combina com o níquel para a formação das fases intermetálicas gama linha (γ') e gama duas linha (γ''). Quantidades de nióbio acima de 3% geram efeitos benéficos, tanto em relação aos carbonetos formados, quanto ao teor residual de nióbio (não combinado na forma de carbonetos), sendo este essencial para melhoria das propriedades a quente da liga. A idéia da introdução do nióbio em quantidades mais elevadas é gerar a precipitação da fase intermetálica gama duas linha (Ni_3Nb) e modificação da fase gama linha (γ') pela introdução de maior teor de nióbio em sua estrutura. Isto é benéfico por aumentar a energia de contorno de antifase gama linha (γ') aumentando a resistência ao cisalhamento desta fase. Além disso, elevada quantidade de nióbio provoca a precipitação de carbonetos primários da forma NbC (Patel *et al*, 2001). Os carbonetos de nióbio do tipo MC apresentam maior dureza a quente que os de titânio. O teor de nióbio deve ser cuidadosamente balanceado ao teor de carbono. Uma vez que o nióbio possui uma tendência maior a se ligar ao carbono, o nióbio disponível para a formação de fase intermetálica com o níquel será a quantidade deste elemento dissolvido na matriz da liga após reação com o carbono para a formação dos carbonetos primários. Além das melhorias da resistência ao calor e à abrasão, nióbio também melhora a soldabilidade das superligas endurecidas por precipitação da fase gama duas linha (γ''), e, além disso, melhora a resistência à corrosão em ambientes sulfatantes, como motores a diesel. Apesar dos aspectos benéficos do titânio e do nióbio, o teor desses elementos não pode ser excessivamente alto, pois promoveria a formação de intermetálicos grosseiros, prejudicando as propriedades mecânicas da liga em termos de resistência e ductilidade, além de elevar o custo da liga (Barbosa *et al*, 2009).

De acordo com Tancret *et al* (2003), titânio e alumínio têm influencia no misfit (desajuste entre reticulados de fases). Átomos de titânio são maiores que átomos de alumínio (+4%) gerando um aumento no parâmetro de rede de gama linha (γ') e no misfit gama/gama linha (γ/γ') e, entretanto, no campo de deformação. Conseqüentemente, tem-se um aumento na energia de contorno de anti-fase de γ' resultando em maior dificuldade ao cisalhamento das partículas por discordâncias em baixas temperaturas (Tancret *et al*, 2003).

O carbono é adicionado nas ligas para aumentar resistência dos contornos de grãos através da formação de fases secundárias (Xu *et al*, 2011; Chen *et al*, 2002; Bae *et al*, 2001). Carbonetos são importantes para dar resistência mecânica, controlar o tamanho de grão e limitar o deslizamento deste. Cuidado deve se ter para evitar à formação de filmes contínuos de carbeto nos contornos de grão, caso contrário, a resistência à fluência será prejudicada devido à fraca força coesiva entre filme/matriz (Tancret *et al*, 2003; Sugui *et al*, 2011). O volume de carbonetos é determinado pelo carbono, uma vez que, na formação de carbonetos de nióbio e de titânio, a liga possui excesso de titânio e nióbio. Desta forma, o teor de carbono é utilizado como controlador do volume de partículas formado estando preferencialmente abaixo de 0,4% (Barbosa *et al*, 2009).

Certos elementos como (alumínio, cromo, manganês etc.), embora adicionados por suas qualidades como elementos ligantes, podem participar, em algumas circunstâncias, na formação de fases topologicamente compactas – TCPs (σ , μ , Laves, etc.). As fases TCPs usualmente têm baixa ductilidade (são frágeis) e causam prejuízos as propriedades mecânicas (e às vezes corrosão) quando presente em algo maior que quantidades residuais. Estas fases aparecem geralmente na forma de agulhas na microestrutura afetando negativamente as propriedades mecânicas (ductilidade e resistência à ruptura por fluência). Portanto, fases TCPs são prejudiciais por duas razões (Brooks, 1982):

- elas roubam elementos reforçadores de gama (γ) e gama linha (γ') apresentando uma forma não desejável, reduzindo assim, resistência à fluência;
- atuam como iniciadores de trincas, pois são fases frágeis.

2.4.5- Algumas aplicações de superligas à base de níquel e ferro - níquel

A principal utilização de superligas à base de níquel é na manufatura de palhetas de turbinas. A palheta constituída por um monocristal fica livre de contornos de grão gama/

gama linha. Os contornos de grãos são regiões que facilitam difusão, tem-se segregação de impurezas durante solidificação reduzindo assim a resistência do material à deformação por fluência. Numa palheta de turbina solidificada direcionalmente, os contornos de grão estão dispostos, predominantemente, de forma paralela ao eixo longitudinal da turbina, de maneira que os valores dos esforços em flexão, que atuam sobre eles, sejam baixos. Este material apresenta a mesma curva de fluência que a peça fundida convencionalmente, com orientações aleatórias dos grãos; porém, o terceiro estágio de fluência é consideravelmente retardado e a elongação na fratura é apreciavelmente mais elevada. Melhorias no tempo de ruptura e aumento nos valores de ductilidade são obtidas através da utilização de um monocristal, no qual os contornos de grão são eliminados (Pacheco, 2001). As palhetas são utilizadas em turbinas de aeronaves como mostra a Figura 34.



Figura 34- Palhetas de superliga a base de níquel utilizadas em turbinas de aeronaves (Msm, 2011).

Uma grande vantagem de superligas monocristalinas sobre as policristalinas é que o monocristal não apresenta contornos de grãos, não se tem problemas com segregação de impurezas para essas regiões e conseqüentemente durante tratamentos térmicos pode-se elevar o material a uma temperatura mais alta (na faixa de 1240- 1330 °C) permitindo assim a dissolução de precipitados grosseiros de gama linha remanescente do processo de solidificação. Um tratamento térmico subsequente pode ser usado para atingir uma controlada e fina precipitação de gama linha (Bhadeshia, 2010). A Figura 35 apresenta uma

seqüência da otimização da produção de palhetas enquanto a Figura 36 mostra o desempenho em relação à fluência para as situações a, b e c da Figura 35.

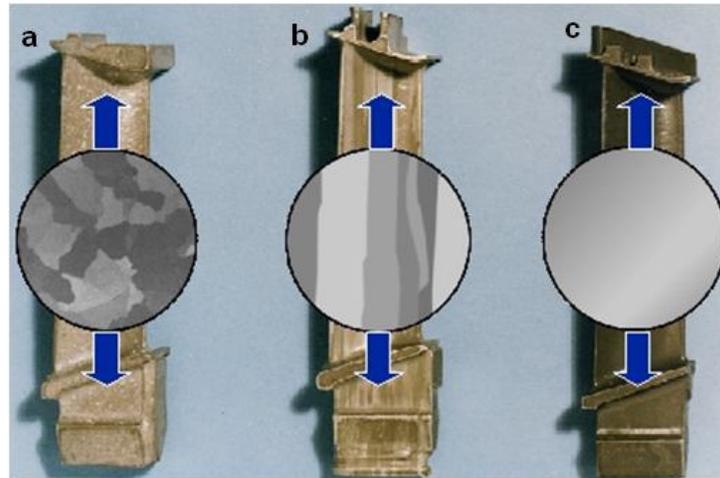


Figura 35- Sequência da otimização da produção de palhetas. a) material policristalino com estrutura equiaxial, b) material policristalino solidificado direcionalmente, c) material monocristalino (Msm, 2011).

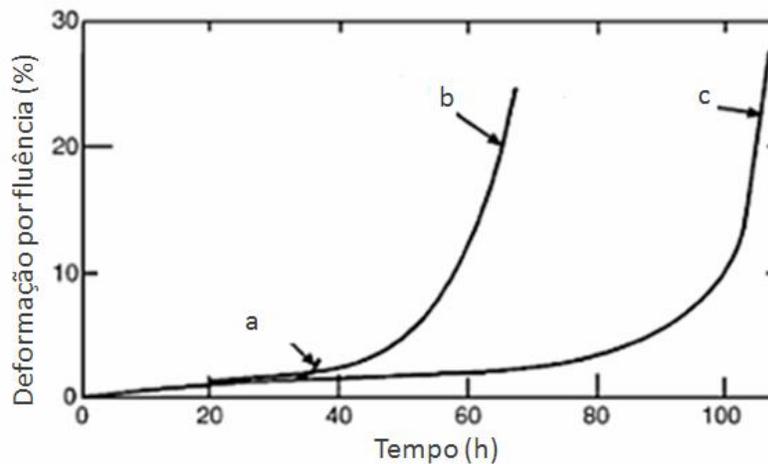


Figura 36- Evolução da deformação por fluência da superliga Mar - M200 para tensão de 206 Mpa e 982 °C. a) material policristalino com estrutura equiaxial, b) material policristalino solidificado direcionalmente, c) material monocristalino. Adaptada de (Reed, 2006).

As palhetas são anexadas em um disco que por sua vez está conectado ao eixo da turbina. É um material que está submetido à temperatura mais baixa apresentando estrutura policristalina. A Figura 37 mostra um disco de turbina (Bhadeshia, 2010).



Figura 37- Disco de turbina de superliga a base ferro- níquel.

Outra aplicação de superligas à base de níquel é em motores de combustão interna. Os turbo - compressores, os quais são utilizados para aumento de potência, são submetidos às temperaturas elevadas, sendo assim, fabricados por superliga de níquel. Na Figura 38 tem-se a imagem de um turbo - compressor utilizado em motores de combustão interna.



Figura 38 - Turbo- compressor de superliga à base de níquel (Baldan *et al*, 2009).

Superligas também são utilizadas na indústria automobilística como em válvulas de motores de combustão interna e parafusos (Figura 39 e 40). A cabeça das válvulas de admissão atinge uma temperatura de cerca de 250 °C e a haste cerca de 100 °C, enquanto que as válvulas de escape atingem temperaturas bastante superiores: 750 °C na cabeça da válvula e 400 °C na respectiva haste.

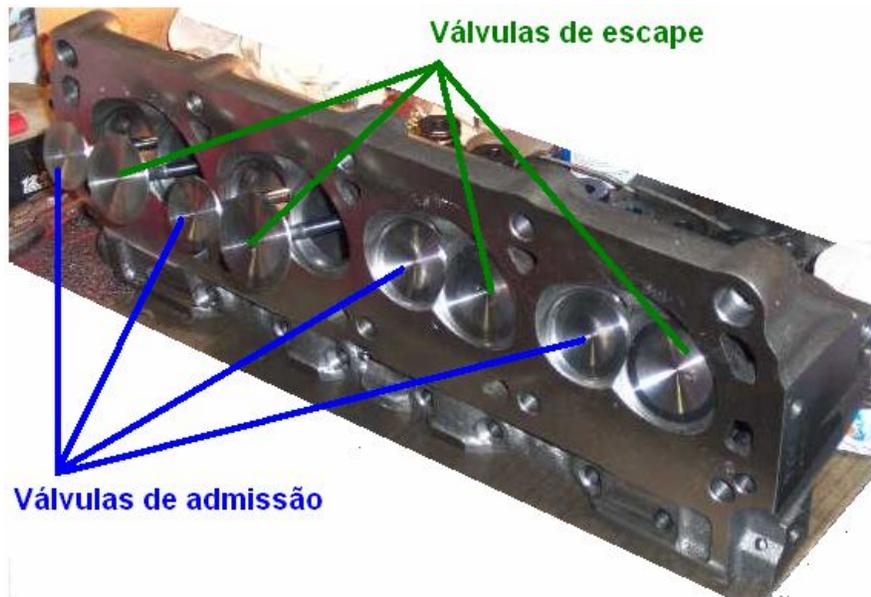


Figura 39- Válvulas de motores de combustão interna (Wikipedia, 2011).



Figura 40- Série de parafusos para aplicações em alta temperatura na indústria automobilística (Bulten-stainless, 2011).

Na indústria do refino de petróleo, uma das principais aplicações de superligas, é nos tubos de fornos como mostra a Figura 41.



Figura 41- Tubos de fornos na indústria de refino de petróleo.

2.4.6- Fluência em Superligas

A liga Inconel 718, com composição química de acordo com a Tabela 6, apresenta uma matriz austenítica γ endurecida por γ' e principalmente γ'' em forma de discos (esta fase apresenta estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado). Níquel e nióbio se combinam na presença de ferro para formar o intermetálico Ni_3Nb (γ''), que é coerente com a matriz γ . Os intermetálicos (γ'') proporcionam alta resistência em temperaturas baixas e intermediárias, mas é instável em temperaturas de aproximadamente 650 °C o que limita o uso desta liga em altas temperaturas (ASM, 1990). A fase termodinamicamente estável de γ'' é a fase delta (δ). Esta se forma a partir da dissolução da fase γ'' quando a liga é exposta acima de aproximadamente 650 °C (Kuo *et al*, 2009). A fase delta (δ), apresenta mesma composição química da fase γ'' , ou seja, Ni_3Nb , porém com morfologia de plaquetas e estrutura cristalina ortorrômbica causando perda de estabilidade estrutural e propriedades mecânicas da liga (Kuo *et al*, 2009; Xie, 2005).

A literatura apresenta diversos casos onde o superaquecimento e as alterações microestruturais contribuem de maneira significativa para falhas de equipamentos em serviço (Sims, 1987).

Quando comparada com outras ligas a base de níquel (Tabela 6), a superliga Inconel 718 caracteriza-se pelo seu alto teor de nióbio, responsável pela fase fortemente endurecedora γ'' (Ni_3Nb). Além disso, observa-se a presença de molibdênio e ferro responsáveis pelo endurecimento por solução sólida e baixos teores de alumínio e titânio constituintes da fase γ' (ASM, 1990; Reed, 2006).

A Figura 42 apresenta as curvas de fluência obtidas para a liga Inconel 718 sem tratamento nas condições de 650 °C, para cargas de 700, 750 e 814 MPa (Sugahara, 2011).

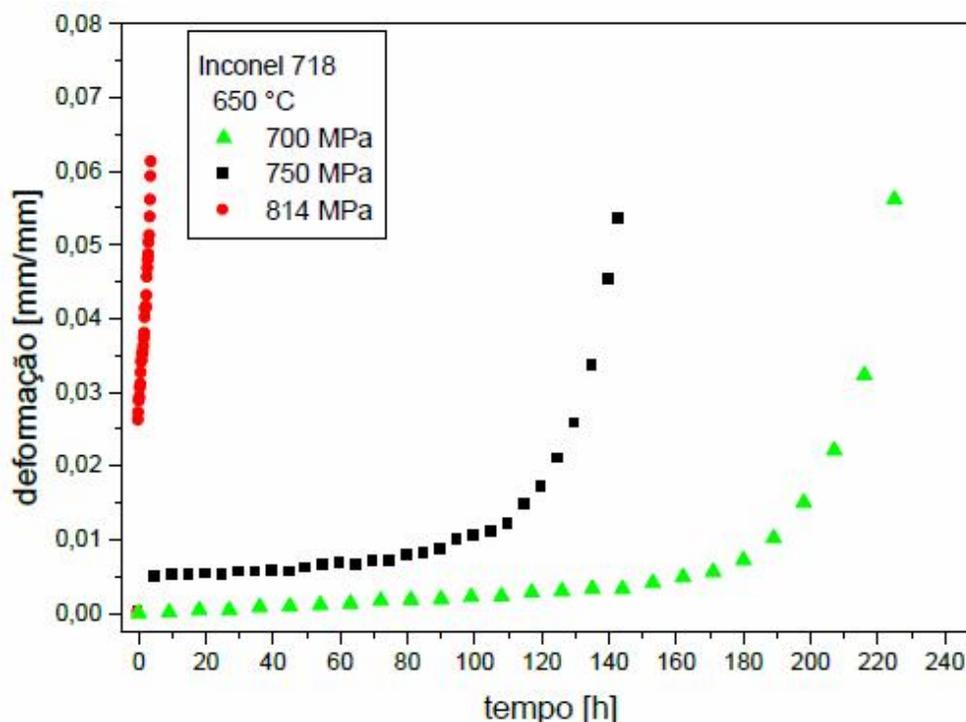


Figura 42- Curvas de fluência obtidas para a liga Inconel 718 na temperatura de 650 °C e cargas de 700, 750 e 814 MPa (Sugahara, 2011).

Tendo em vista que alguns elementos adicionados nas VATs são semelhantes aos existentes na Inconel 718, deduz-se que o comportamento sob condições de fluência em temperaturas elevadas da VAT 32 deve ser superior ao da Inconel 718 pelos seguintes aspectos: em baixas temperaturas a Inconel 718 apresenta, possivelmente, maior resistência à fluência em relação as VAT 32 e 36 devido, principalmente, aos intermetálicos

gama duas linha (fase não encontrada nas VAT). Porém para altas temperaturas, a Inconel 718 começa a perder resistência e estabilidade estrutural em virtude da dissolução da fase metaestável gama duas linha (γ'') na fase estável delta (δ) (ASM 1990; Patel *et al* 2001, Kuo *et al* 2009; Xie 2005). Além disso, analisando a Tabela 6, verifica-se que a liga Inconel 718 tem na composição química maior quantidade de níquel e nióbio além de Mo e Co fazendo com que tenha um custo maior em relação as ligas VAT 32 e VAT 36. Desta forma, infere-se que a VAT 32 apresenta vantagens também em relação a Inconel 718 quando utilizada em temperaturas elevadas.

A liga Udimet 720Li (U720Li) é de grande interesse para produção de discos de turbinas. A microestrutura da liga após tratamento térmico é constituída por matriz austenítica (fase γ) e precipitados (fase γ') com tamanho de 100 nm. Apresentou tamanho de grão de 10 μm e fração volumétrica de 45% de γ' (Yuan *et al*, 2011). A liga foi ensaiada em fluência na temperatura de 725 °C e tensão de 630 MPa com a curva apresentada na Figura 43.

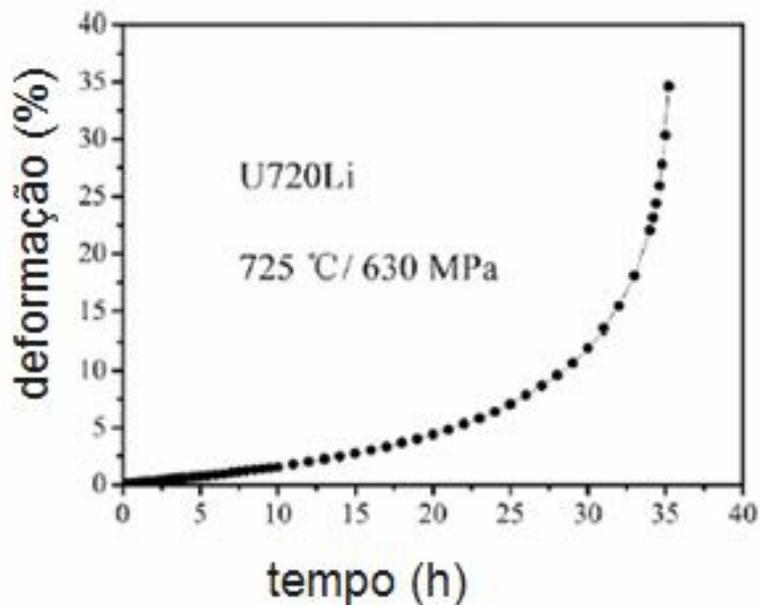


Figura 43- Deformação por fluência versus tempo a 725 °C e 630 MPa.

Análises por Microscopia Eletrônica de Transmissão após ensaio de fluência mostram que processo de *Orowan looping* combinando deslizamento e escalagem de discordâncias e cisalhamento de precipitados por discordâncias parciais são os principais mecanismos de fluência para a U720Li a 725 °C e 630 MPa (Yuan *et al*, 2011).. A Figura 44 mostra *looping* de discordâncias em torno dos precipitados γ' .

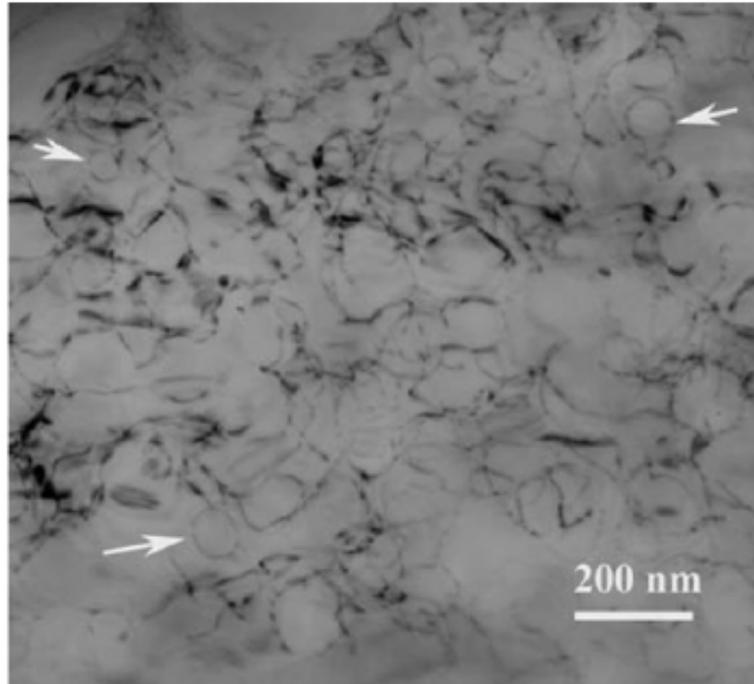


Figura 44- *Loops* de discordâncias em torno dos precipitados γ' indicado pelas setas brancas (Yuan *et al*, 2011).

Por meio de curvas de fluência e observações microestruturais, a influência da temperatura de solubilização no comportamento em fluência da superliga a base de níquel FGH95 foi investigada por (Sugui *et al* 2011). Os resultados mostram que, depois do tratamento de solubilização a 1150 °C alguns precipitados grosseiros de γ' são distribuídos nas regiões de contornos de grãos (sem precipitação de finos γ'). Quando a temperatura de solubilização é aumentada para 1065 °C, o tamanho de grão da liga aumenta e carbeto é precipitado continuamente formando filme ao longo dos contornos de grãos. Quando a liga é solubilizada a 1060 °C os precipitados grosseiros γ' são completamente dissolvidos e finos γ' com mais alta fração volumétrica são precipitados homogeneamente no interior dos grãos com algumas partículas de carbonetos (NbTi) precipitadas ao longo dos contornos de grãos que podem efetivamente aumentar a resistência ao deslizamento de contornos de grãos e dificultar movimento de discordâncias. Entretanto, a liga apresenta maior resistência a fluência quando submetida a 1030 MPa e 650 °C para a solubilização a 1060 °C . Os mecanismos de deformação da liga durante fluência são *twinning*, cisalhamento e *bypassing* da fase γ' .

3- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1- Ligas Utilizadas

Para realização deste trabalho utilizou-se às superligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A. As ligas foram fornecidas na forma de barras cilíndricas pela Empresa Villares Metals. Destas barras, confeccionaram-se corpos de prova com forma e dimensões apresentada pela Figura 45 para realização dos ensaios de fluência. Os corpos de prova foram usinados de acordo com as especificações, sistemas de garras e extensômetros disponíveis. A Figura 46 mostra um corpos de prova após processo de usinagem.

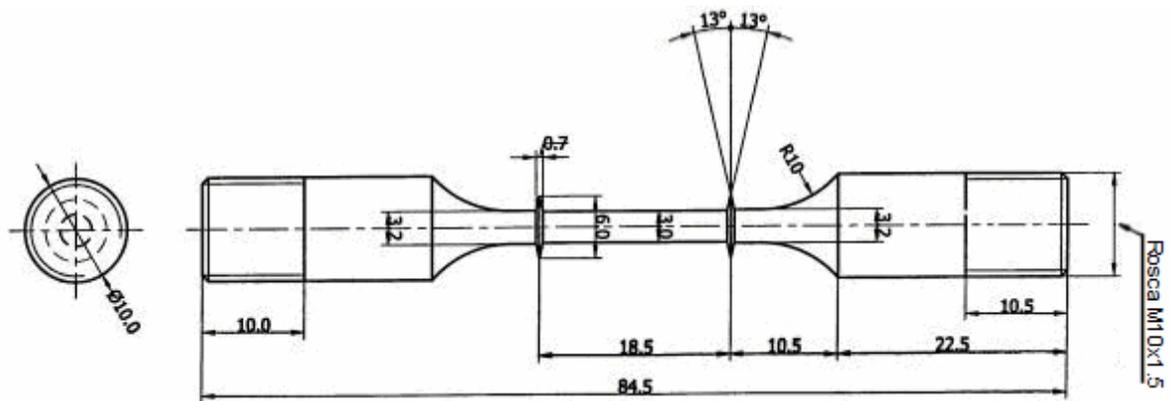


Figura 45- Configuração do corpo de prova (dimensões em mm).

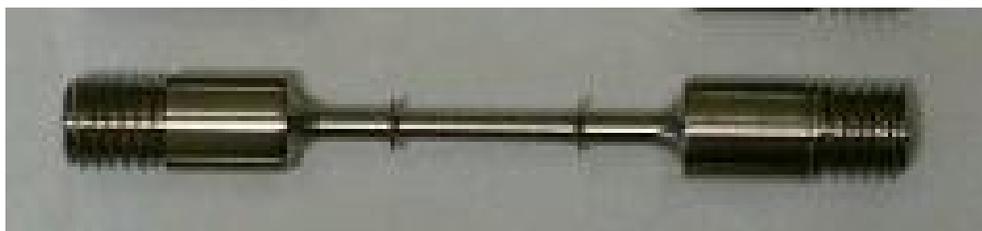


Figura 46- Corpo de prova após usinagem para ensaios de fluência.

A Figura 47 apresenta o diagrama esquemático da metodologia realizada durante o trabalho.

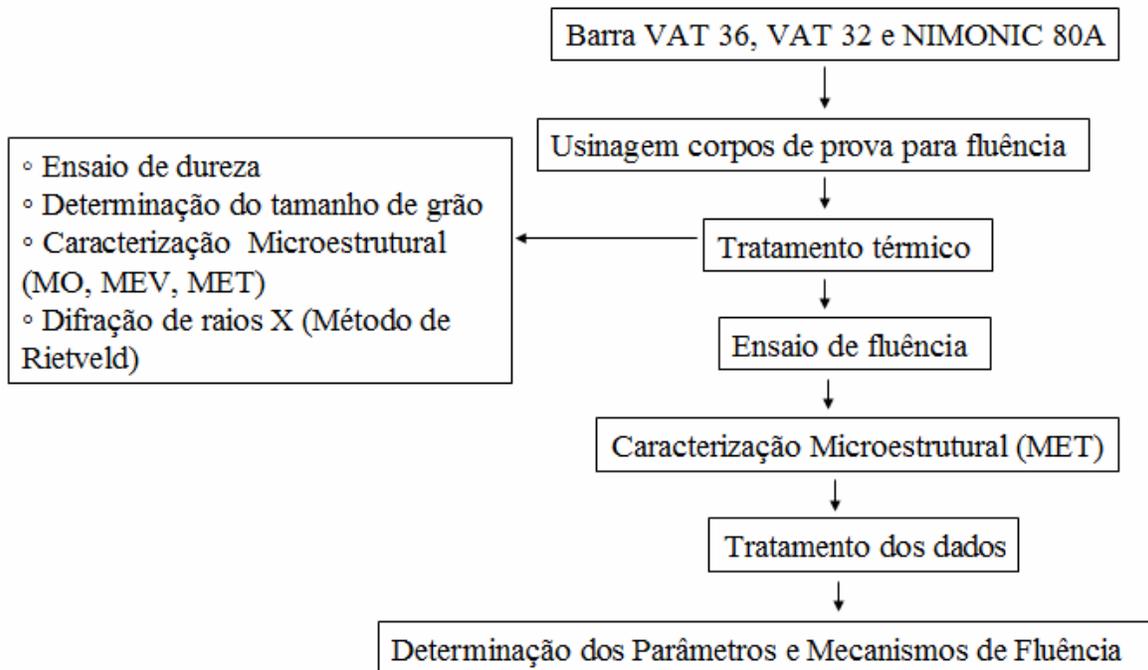


Figura 47- Diagrama esquemático da metodologia aplicado no trabalho.

3.2- Tratamento Térmico

A homogeneização incompleta do material no estado fundido ou conformado produzirá precipitação não uniforme das fases durante o trabalho mecânico e processos a quente (Xavier, 2009). Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento são realizados com o intuito de otimizar as propriedades das superligas para que estas se tornem adequadas para diversas aplicações (Donachie e Donachie, 2002). As condições de temperatura, tempo e taxa de resfriamento a serem utilizadas nos tratamentos térmicos irão influenciar diretamente nas propriedades mecânicas requeridas já que estes fatores geram diferentes fases, distribuições e morfologias. Logo, após a confecção dos corpos de prova, estes passaram por um tratamento térmico a vácuo, de solubilização e envelhecimento, realizado pela Empresa Villares Metals. A solubilização, realizada em temperaturas na faixa de 1060 a 1150 °C, dissolve parte dos carbonetos e compostos intermetálicos formados durante processamento ou solidificação da liga. O envelhecimento, realizado em temperaturas na faixa de 620 a 845 °C por um período entre 2 a 24 horas (Kopeliovich, 2012), tem como objetivo controlar o tamanho, quantidade e distribuição dos carbonetos e compostos intermetálicos que serão formados. Após este processo, o material passa a

apresentar uma quantidade mais elevada de finos compostos intermetálicos e carbonetos com distribuição homogênea ao longo de toda a microestrutura (Valle, 2010). Na Figura 48 tem-se uma representação esquemática do tratamento de solubilização e envelhecimento.

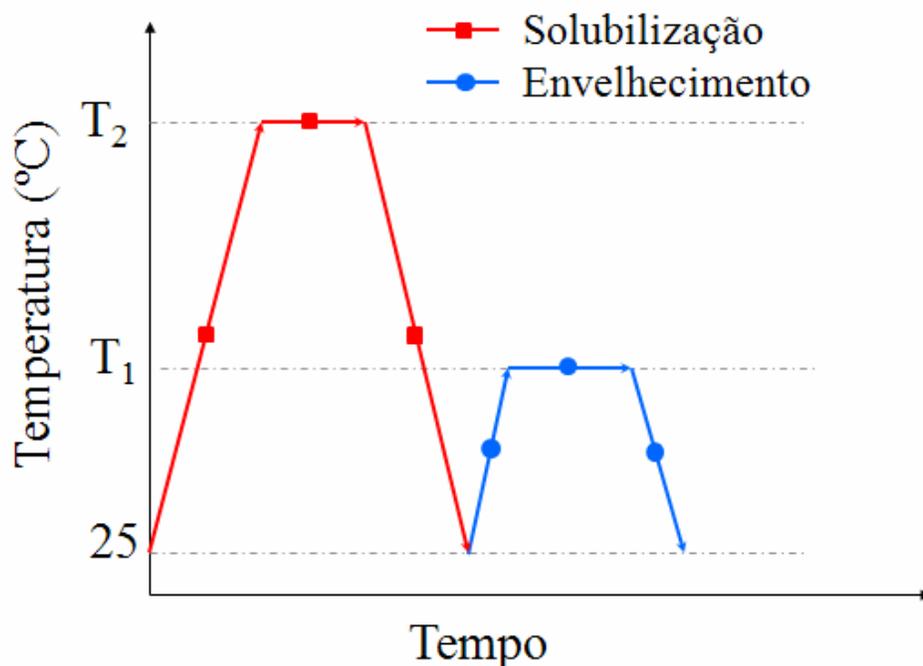


Figura 48- Ciclo de tratamento térmico empregado nas ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A.

3.3- Ensaio de Fluência

3.3.1- Forno de Fluência

Para os ensaios de fluência foi utilizado um forno cilíndrico G28 3181-16 pertencente ao Laboratório de Ensaio do DCTA/ITA. Através de um sistema elétrico e um controlador manteve-se as temperaturas de trabalho com uma variação de ± 2 °C, segundo as exigências da norma ASTM E139/83. Para a coleta dos dados relativos ao alongamento dos corpos de prova e para as medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados, foi utilizado o Software Antares. As medidas de alongamento foram obtidas utilizando-se um transdutor do tipo LVDT Schlumberger D6,50 com tensão de saída de 53,18 mV/V/mm. Para o controle de temperatura foi utilizado um termopar tipo Cromel-Alumel AWG24. O forno foi instalado de forma que o corpo de prova se mantivesse

localizado na parte central de aquecimento. Acoplado ao controlador e a um indicador digital de temperatura instalado próximo à máquina de ensaio, foi utilizado um termopar numa posição próxima ao corpo de prova. O sinal do termopar é coletado através de uma unidade de processamento pelo Software Antares, com os dados de temperatura e alongamento armazenados simultaneamente durante o ensaio de fluência. O extensômetro utilizado para a obtenção das medidas de alongamento consiste de um conjunto de varetas, que se desloca paralelamente à medida que a amostra se alonga, fixadas ao transdutor do tipo LVDT que está acoplado à parte inferior do extensômetro, fora da zona de aquecimento, em um ambiente cuja temperatura se mantém em torno de 35 °C. O sinal de saída do LVDT é enviado a uma unidade de processamento, que converte os sinais em medidas de alongamento por períodos de tempo pré-definidos pelo operador e alimenta o Software Antares.

3.3.2- Condições de Execução dos Ensaio de Fluência

Os ensaios de fluência foram realizados na modalidade carga constante. As três ligas foram submetidas a temperaturas e tensões de acordo com a Tabela 10.

Tabela 10- Condições de temperaturas e tensões (MPa) em que as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A foram submetidas nos ensaios de fluência.

$T_1= 675 \text{ }^\circ\text{C}$	$T_2= 700 \text{ }^\circ\text{C}$	$T_3= 750 \text{ }^\circ\text{C}$
$\sigma_1= 500$	$\sigma_1= 500$	$\sigma_1= 500$
$\sigma_2= 550$	$\sigma_2= 550$	$\sigma_2= 550$
$\sigma_3= 600$	$\sigma_3= 600$	$\sigma_3= 600$

O ensaio de fluência consistiu no posicionamento do corpo de prova na parte central do forno, ajuste da temperatura e tensão (carga) que o corpo de prova foi submetido durante o ensaio, aplicação de uma pré-carga correspondente a 10% da carga total por 1 hora para o ajuste do sistema e início do ensaio propriamente dito com aplicação da carga total, mantendo-se a temperatura e carga constantes durante todo o ensaio, até a ruptura do corpo de prova. As temperaturas e as tensões foram determinadas com base nas aplicações das ligas.

3.4- Análises

As amostras foram caracterizadas através das seguintes técnicas: dureza, difração de raios X, caracterização microestrutural por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão.

3.4.1- Análises de Dureza

Para realização das medidas de dureza Brinell foi utilizada uma esfera de 2,5 mm e carga de 187,5 kgf (HB 2,5). As medidas de dureza Rockwell foram realizadas na escala C (HRC). Os resultados são uma média de 3 indentações.

3.4.2- Difração de raios X

Para as análises de difração de raios X foi utilizado um difratômetro Philips modelo PW 3710. O equipamento pertence ao Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA). Para a obtenção dos diagramas de difração utilizou-se como parâmetros de operação um intervalo angular de $20^\circ \leq 2\theta \leq 125^\circ$ e radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1,54184 \text{ \AA}$). As ordenadas dos espectros referem-se a contagem por segundo (CPS) e representam uma intensidade relativa. A técnica de difratometria de raios X é utilizada neste trabalho para identificação das fases cristalinas. A interpretação foi feita pela comparação com padrões contidos em banco de dados do programa “cristallographica” utilizando a versão 3.1.

3.4.2.1- O Método de Rietveld

Para a quantificação das fases cristalinas presente nas ligas foi realizado o refinamento Rietveld. O método de Rietveld é baseado na construção de um padrão de difração calculado de acordo com o modelo estrutural. O padrão calculado é obtido pela introdução dos dados cristalográficos, tais como: simetria do grupo espacial, posições atômicas, posições de ocupação e parâmetros de rede. O padrão calculado ao se ajustar ao padrão observado fornece dados dos parâmetros estruturais do material. O termo refinamento no método de Rietveld refere-se ao processo de ajuste do modelo de

parâmetros utilizados no cálculo de um padrão de difração que seja o mais próximo do observado. O refinamento é conduzido pela minimização da soma das diferenças entre as intensidades calculadas e observadas. A partir da publicação da teoria do método por H.M.Rietveld foram desenvolvidas varias versões de programas. A versão utilizada neste trabalho denomina-se GSAS. A execução do programa é feita a partir da criação de um arquivo de dados (data.dat) que contém as intensidades obtidas no difratômetro e de um arquivo de entrada (IN). Os resultados estão contidos em um arquivo de saída gerado pelo programa (OUT) que contém todas as informações necessárias para a avaliação do refinamento e os resultados das porcentagens em peso de cada fase.

3.4.3- Caracterização Microestrutural dos corpos de prova

3.4.3.1- Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura

A caracterização microestrutural via Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura tem como objetivo determinar as fases existentes permitindo um conhecimento mais detalhado da influência da microestrutura na resistência à fluência. A preparação das amostras para análise microestrutural seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente seguido do lixamento manual com lixas à base de SiC, na seqüência de 120, 220, 320, 400, 600 e 1200. O polimento foi feito com pasta de diamante em panos de 6, 3 e 1 μm . As imagens no MEV foram obtidas no modo elétrons retroespalhados e secundários. Para observação em MO e MEV as amostras foram atacadas com reagente kallings que consiste de 5g de CuCl_2 , 100 mL de HCl, 100 mL de etanol e água destilada.

Para as análises fractográficas foram utilizadas amostras representativas dos testes de fluência nas diferentes temperaturas e tensões. A análise via MEV foi adequada para estudo das principais características das superfícies de fratura.

Para a Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS) foi utilizado um equipamento Quanta 200 3D da PHILIPS, pertencente à Polícia Federal em Brasília-DF. As fractografias foram realizadas em um equipamento JEOL/ JSM-700 IF do Instituto de Ciências Biológica da Universidade de

Brasília e JEOL/ JSM 6490- LV do Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia (COPPE) da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

3.4.3.2- Microscopia Eletrônica de Transmissão

A Microscopia Eletrônica de Transmissão é uma poderosa técnica de caracterização de fases devido sua alta resolução e capacidade de providenciar informações cristalográficas. Para as análises foi utilizado um microscópio JEOL/JEM- 2100 pertencente ao IPEN. A amostra deve ser fina e de faces paralelas para evitar variações grosseiras de contraste e ser resistente o suficiente para permitir o manuseio. Durante a preparação deve-se ter o cuidado de evitar alterações de suas propriedades. Primeiro é obtido uma peça com uma espessura em torno de 1 mm em corte de precisão. Após, a espessura da peça é reduzida até uma transparência eletrônica (dezenas de nanômetros até um micrometro). Para o estágio final de afinamento utiliza-se a técnica do polimento eletroquímico.

Para a preparação das amostras, inicialmente foi efetuado um corte com disco de precisão diamantado para produzir uma placa de 1 mm de espessura. Os discos de 3 mm de diâmetro foram produzidos em eletroerosão com um tubo de cobre. Após foram lixados até uma espessura de 100 μm utilizando-se lixas com granulometria 600. Na etapa final para polimento eletroquímico utilizou-se uma solução com 20% de Álcool Etílico ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) e 80% de Ácido Perclórico (HClO_4) a uma temperatura de $\pm 0^\circ\text{C}$ e voltagem de 25 mV.

4- RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1- Composição química

Para obter as propriedades desejadas nas superligas, um grande número de elementos químicos em diferentes combinações é adotado em sua composição. A quantidade de carbono foi verificada em um equipamento LECO CS-125, estando de acordo com a composição fornecida pela Empresa Villares Metals. A Tabela 11 mostra a composição química das três ligas.

Tabela 11- Composição química (% em peso) das ligas: VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A.

SUPERLIGA	Ni	Fe	Cr	C	Ti	Nb	Al	Mn	Si
VAT 36	35,8	40,21	18,6	0,05	1,14	2,0	1,90	0,15	0,15
VAT 32	32,0	44,14	15,5	0,26	2,0	3,90	1,90	0,15	0,15
NIMONIC 80A	76,12	0,88	18,6	0,06	2,33	-	1,90	0,03	0,08

De acordo com a composição química, as ligas VAT 32 e VAT 36 são duas superligas a base de Fe-Ni com quantidades apreciáveis de cromo, titânio, nióbio e alumínio além de elementos residuais como manganês e silício. A liga NIMONIC 80A tem composição dentro da faixa apresentada pela literatura (Sims e Hagel, 1972), tratando-se de uma superliga a base de níquel.

Fazendo uma comparação em termos de composição química há um aumento considerável de titânio e nióbio, além de grande aumento de carbono da VAT 32 em relação à VAT 36. Quando se compara a NIMONIC 80A com as outras duas ligas a principal diferença está nas quantidades de níquel (aproximadamente duas vezes mais para a NIMONIC 80A), ferro em teor residual e ausência de nióbio para a NIMONIC 80A. A quantidade de carbono, da NIMONIC 80A, foi aproximadamente igual à da VAT 36.

4.2- Microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e análise química via energia dispersiva por raios X (EDS) após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento

4.2.1- Superliga VAT 36

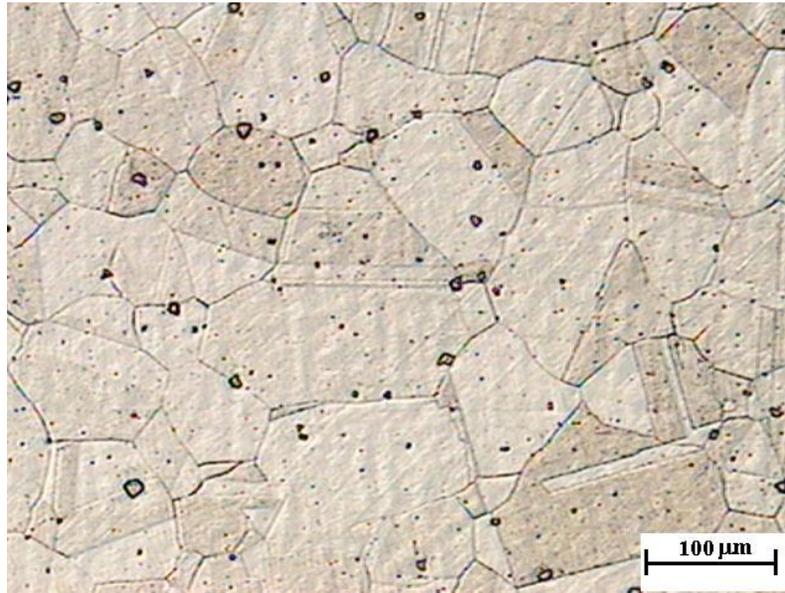


Figura 49- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 36. Aumento: 100X. Ataque: reagente Kalling's.

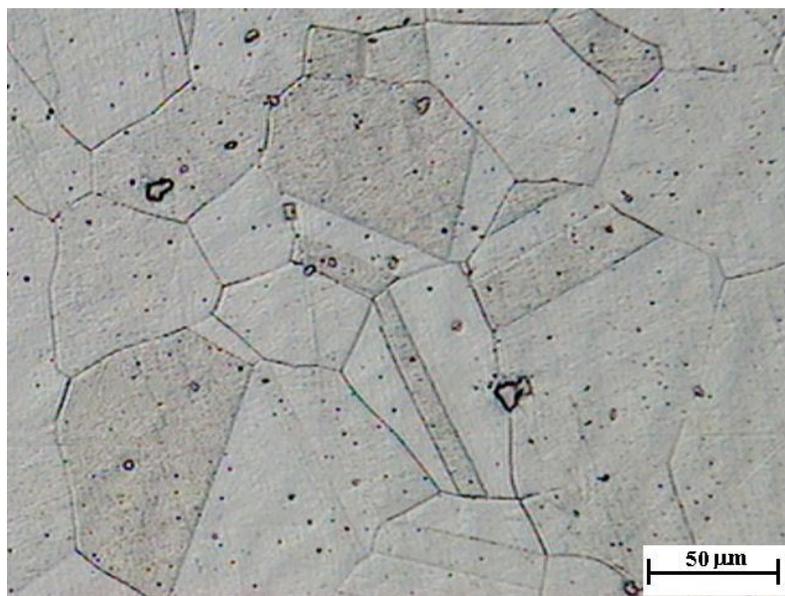


Figura 50- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 36. Aumento: 200X. Ataque: reagente Kalling's.

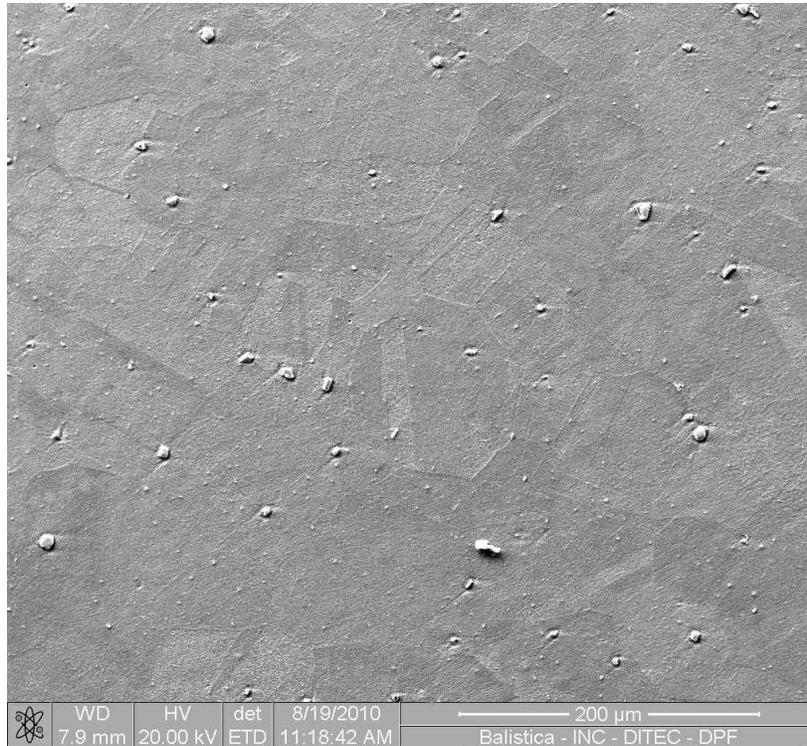


Figura 51- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando carbonetos. Aumento: 500X. Ataque: reagente Kalling's

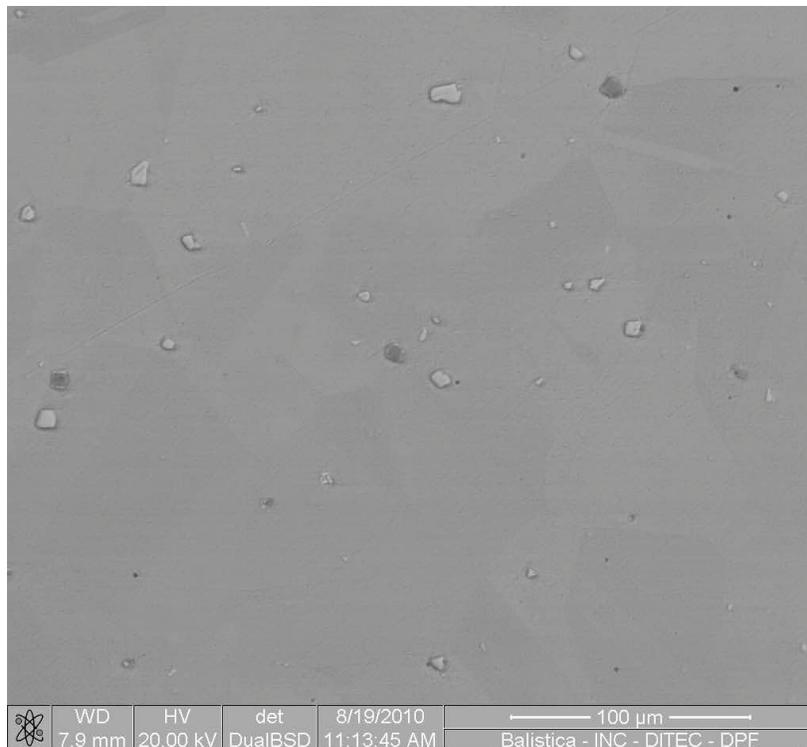


Figura 52- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem no modo de elétrons retroespalhados mostrando carbonetos. Aumento: 800X. Ataque: reagente Kalling's.

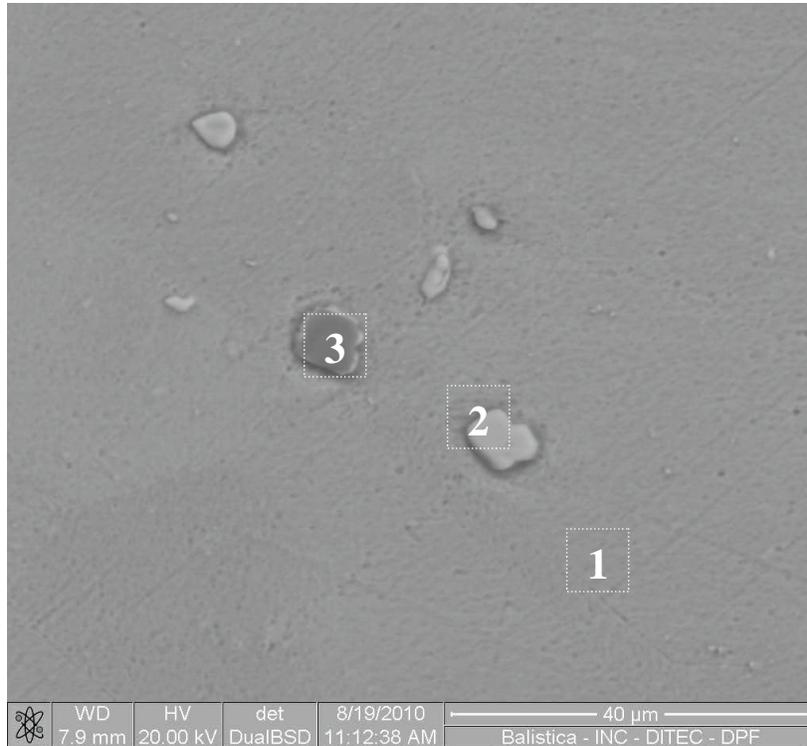


Figura 53- Micrografia da superliga VAT 36. Imagem em MEV no modo de elétrons retroespalhados destacando carbonetos nos quais se realizou EDS. Aumento: 3000X. Ataque: reagente Kalling's.

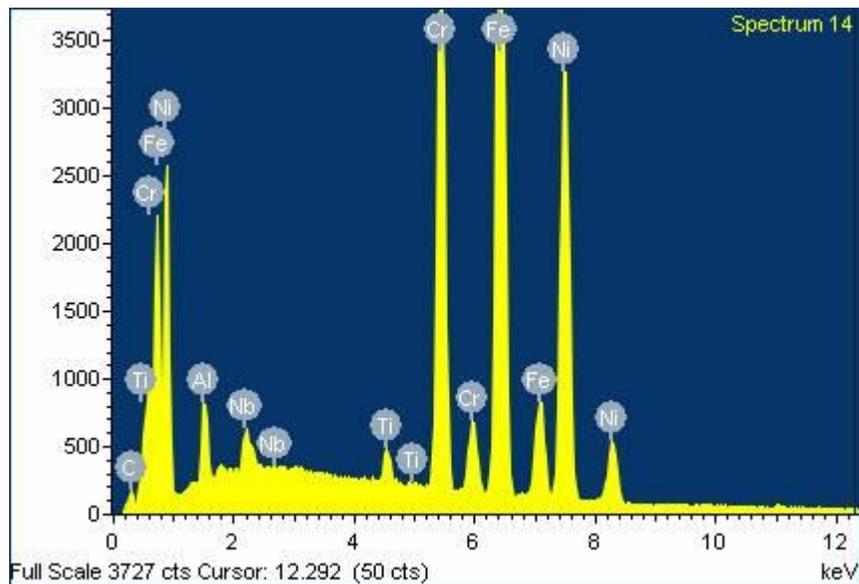


Figura 54- EDS correspondente à região 1 (matriz) da Figura 53.

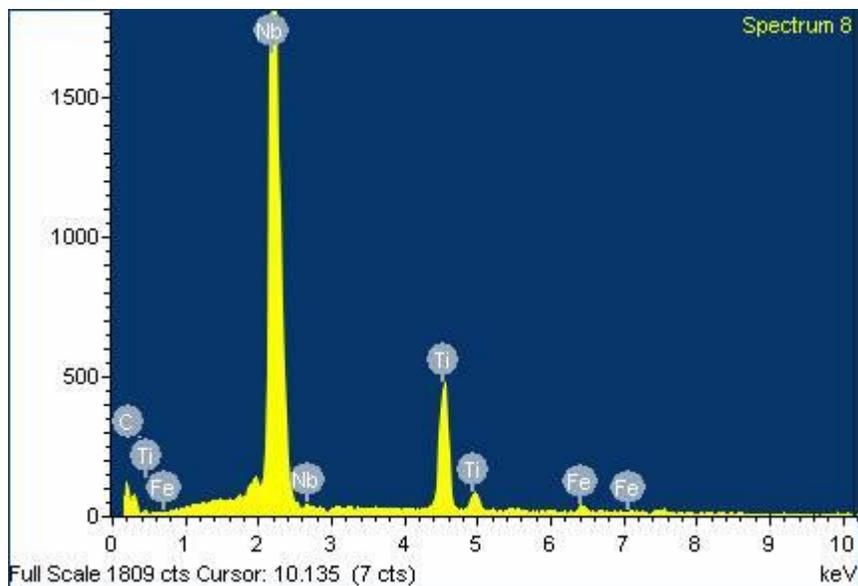


Figura 55- EDS correspondente ao precipitado 2 da Figura 53. Espectro trata-se de um carboneto misto MC rico em nióbio/titânio

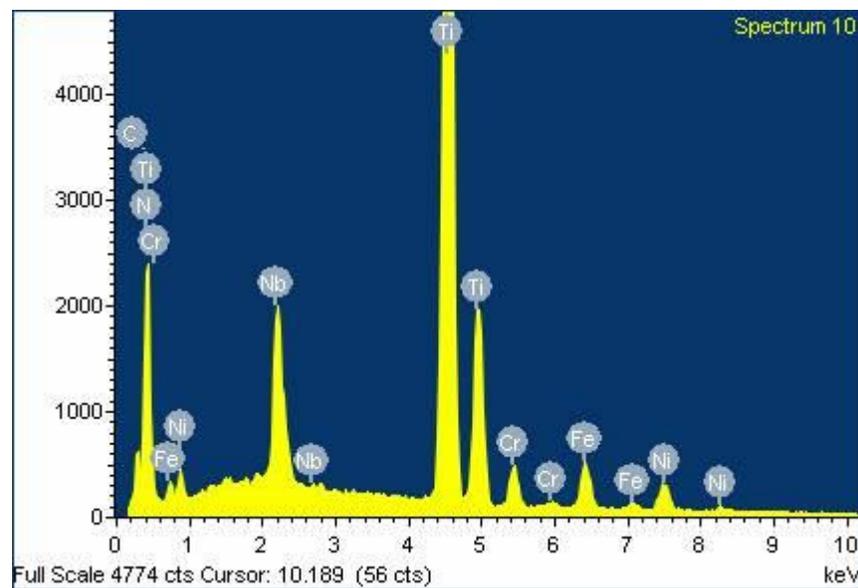


Figura 56- EDS correspondente ao precipitado 3 da Figura 53 tratando-se de um carboneto misto MC rico em nióbio/titânio.

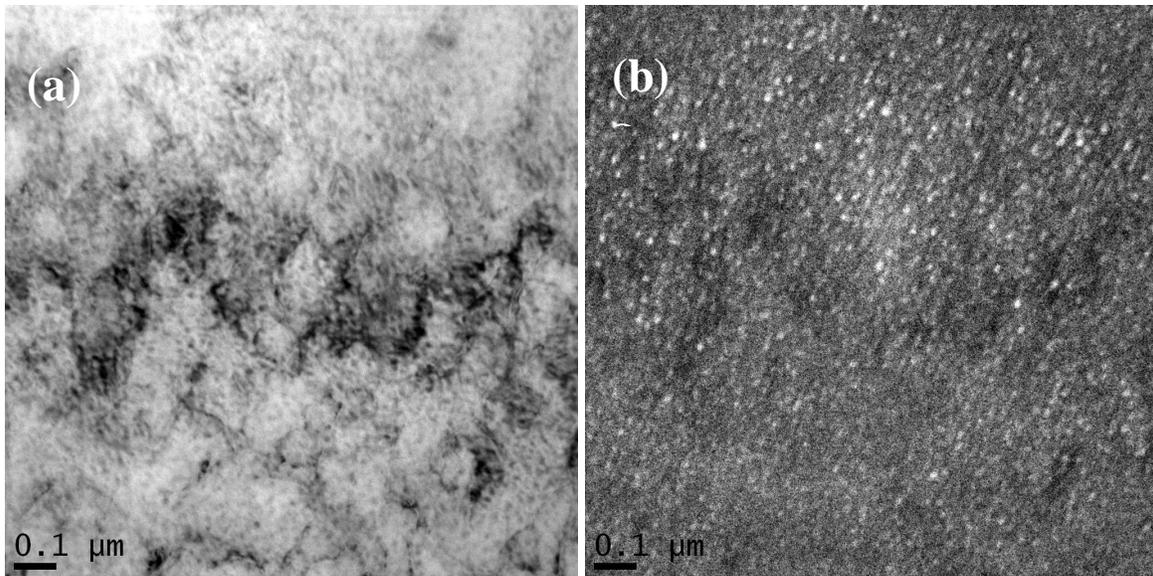


Figura 57- Micrografia em MET da superliga VAT 36 apresentando compostos intermetálicos gama linha (γ): (a) imagem de campo claro e (b) imagem de campo escuro.

De acordo com as metalografias (Figuras 49 a 52) a superliga VAT 36 apresenta microestrutura com grãos heterogêneos, contornos de maclas e uma quantidade apreciável de precipitados. Estes são carbonetos com formas e tamanhos variados distribuídos homogeneamente ao longo de toda a microestrutura.

O EDS realizado na matriz (Figura 54) mostra uma composição básica de superliga à base de Fe-Ni. Alta concentração de Fe e Ni que forma a matriz austenítica CFC, além de elementos como titânio, nióbio e alumínio para proporcionar resistência à liga através da formação de compostos intermetálicos (somente observados por MET por apresentarem tamanho nanométrico) e carbonetos devido reação com o carbono. O espectro realizado no precipitado 2 da Figura 53 (Figura 55) apresenta alta intensidade de nióbio e menor de titânio, indicando se tratar de um carboneto tipo (Nb,Ti)C. Já o espectro obtido no precipitado 3 da Figura 53 (Figura 56) apresenta alta quantidade de titânio e menor quantidade de nióbio indicando carboneto tipo [(Ti,Nb)C]. Estes carbonetos também são chamados de carbonetos mistos (Donachie e Donachie, 2002). Portanto, os precipitados presentes na VAT 36 são carbonetos tipo MC sendo M composto por diferentes elementos metálicos presentes na liga, principalmente nióbio e titânio. Os precipitados ricos em titânio apresentam maior contraste quando observados por microscopia eletrônica de varredura no modo retroespalhado em relação aos ricos em nióbio devido à diferença de peso atômico

(cerca de duas vezes maior para o nióbio). Carbonetos MC podem ser formados também durante a solidificação através da reação (Egbewande *et al* 2010): $L_{\text{líquido}} \Rightarrow MC + \gamma$.

Segundo os autores Xu *et al* (2011) e Yuan *et al* (2011) em seus estudos sobre superliga, a fase com formato arredondado, conforme apresentado pela Figura 57, trata-se do composto intermetálico gama linha (γ') (Xu *et al*, 2011; Yuan *et al* 2011).

4.2.2- Superliga VAT 32

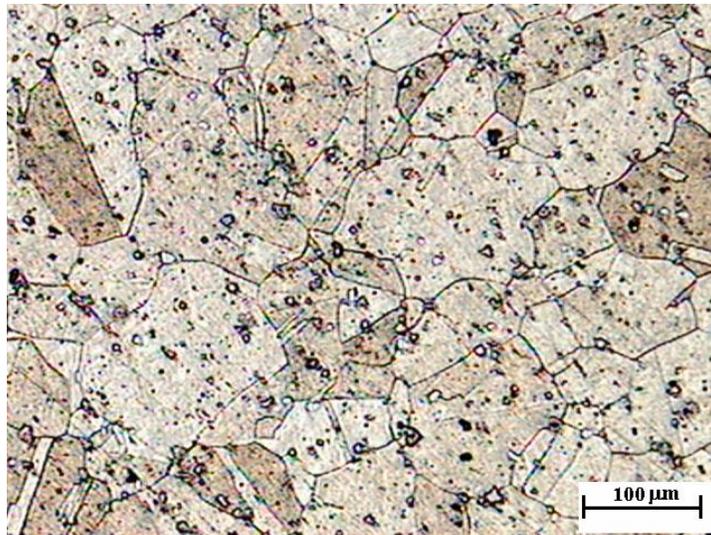


Figura 58- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 32 mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 100X. Ataque: reagente Kalling's.

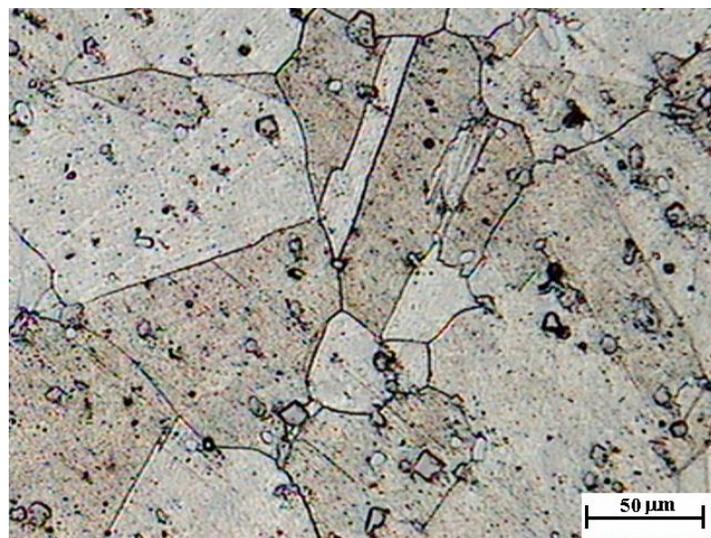


Figura 59- Micrografia em Microscópio Óptico da superliga VAT 32 mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 200X. Ataque: reagente Kalling's.

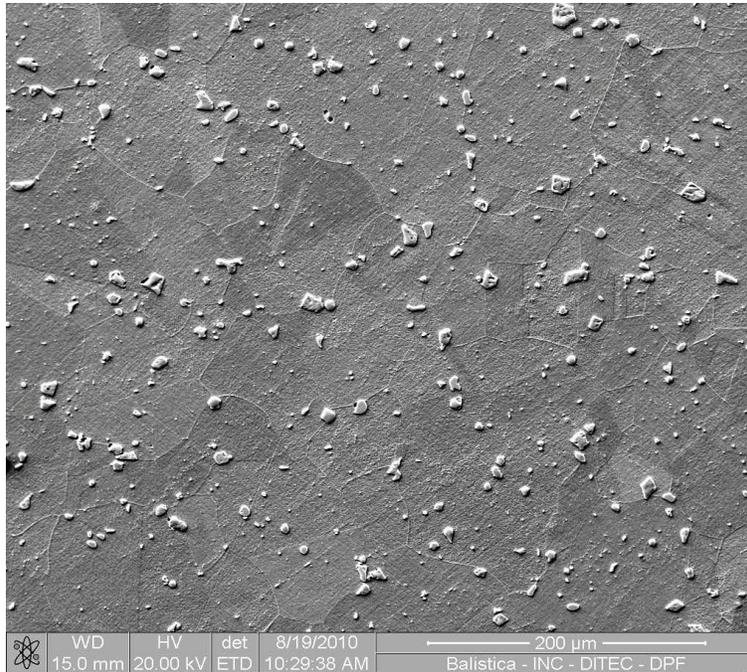


Figura 60- Micrografia da superliga VAT 32. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 500X. Ataque: reagente Kalling's.

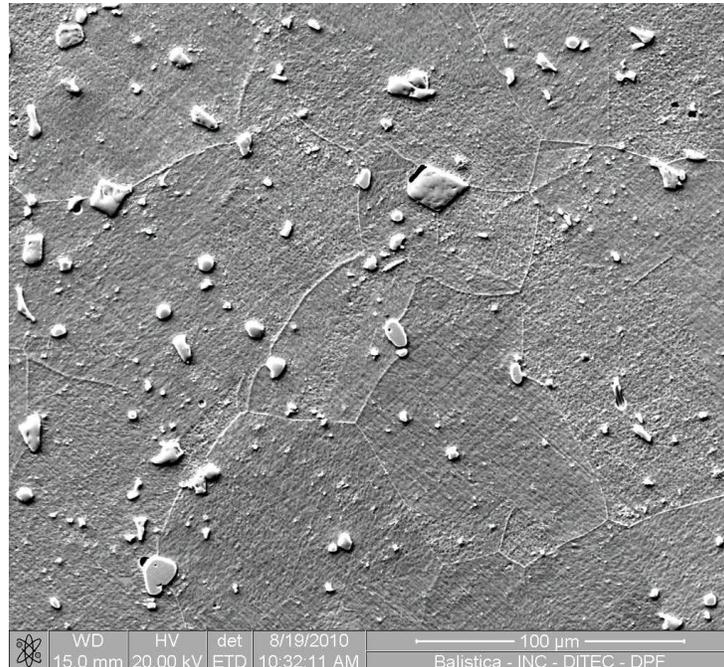


Figura 61- Micrografia da superliga VAT 32. Imagem em MEV no modo de elétrons secundários mostrando grande quantidade de carbonetos. Aumento: 1000X. Ataque: reagente Kalling's.

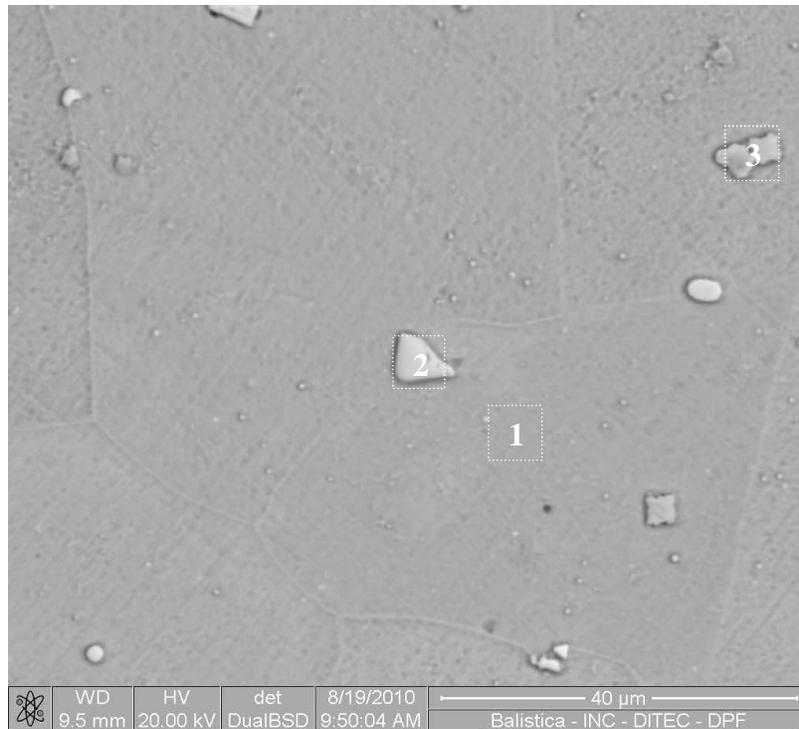


Figura 62- Micrografia em MEV com elétrons retroespalhados destacando as regiões onde se realizou os EDS. Aumento: 3000X. Ataque: reagente Kalling's.

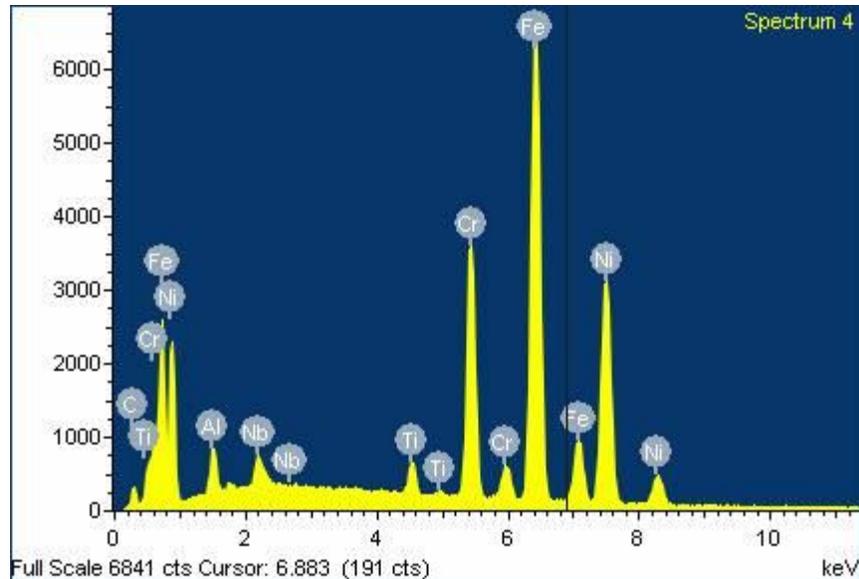


Figura 63- EDS correspondente a matriz da Figura 62 (região 1). Espectro apresenta altos picos de Fe-Ni tratando-se de uma superliga a base de Fe-Ni com elementos ligantes tipo Nb, Ti e Al para precipitação de compostos intermetálicos.

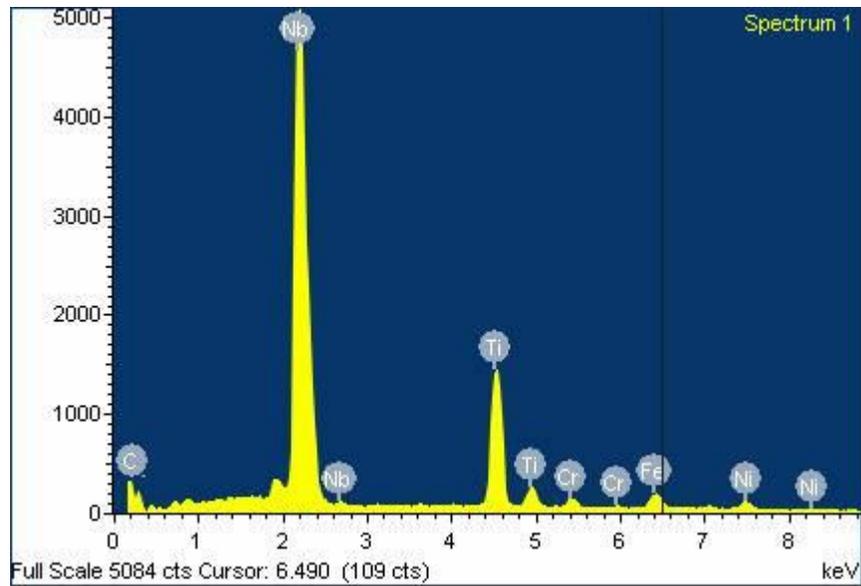


Figura 64- EDS correspondente à região 2 da Figura 62. O espectro trata de um carboneto MC rico em nióbio/ titânio tipo (NbTi)C.

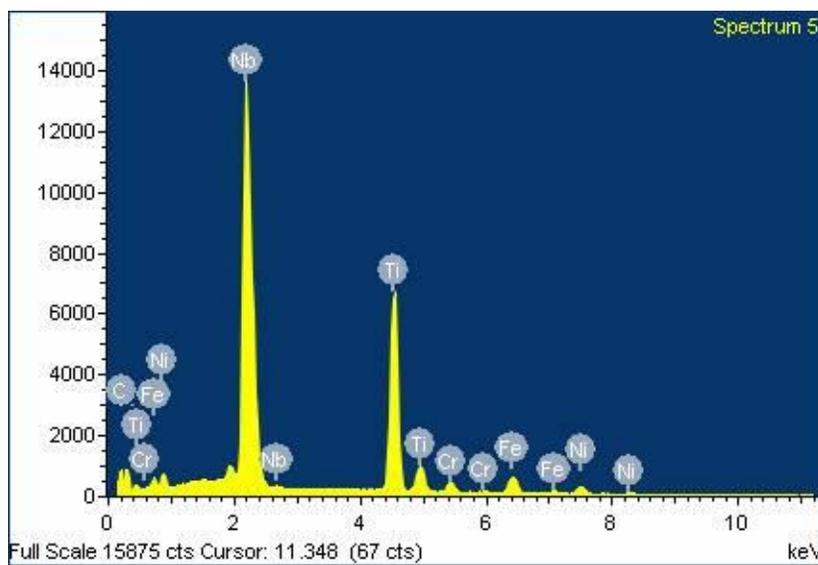


Figura 65- EDS correspondente à região 3 da Figura 62. Verifica-se que o espectro trata de um carboneto MC rico em nióbio/titânio tipo (NbTi)C.

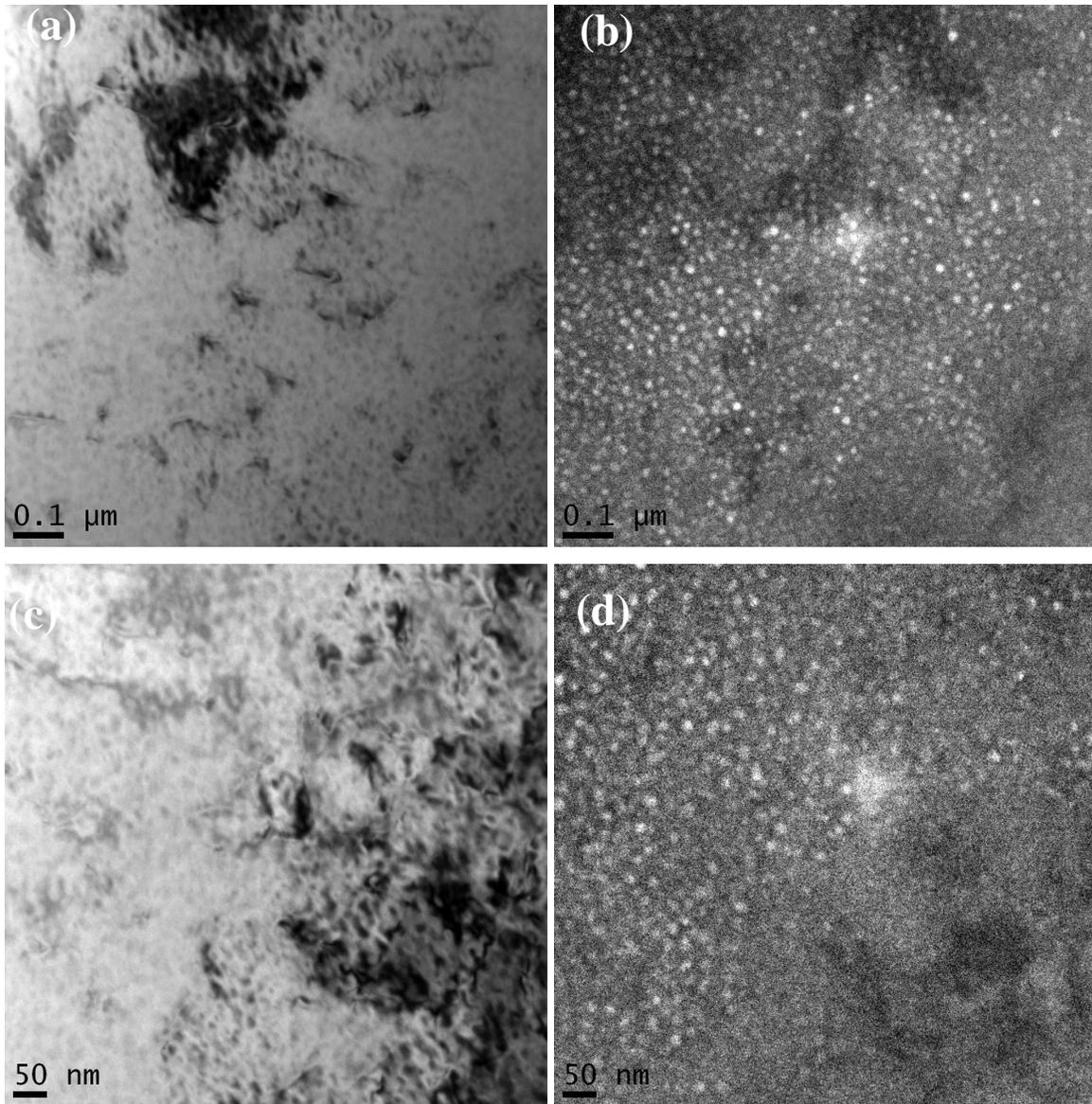


Figura 66- Micrografia em MET da superliga VAT 32 (a e c, imagem de campo claro, b e d, imagem de campo escuro) mostrando compostos intermetálicos gama linha (γ').

As metalografias da Liga VAT 32, Figuras 58 e 59 mostram uma microestrutura com grãos equiaxiais heterogêneos. A orientação dos grãos tem sido previamente mostrada pelas diferentes colorações após ataque químico, por estarem orientados aleatoriamente. Contornos de macla são observados e uma grande quantidade de precipitados. Estes precipitados estão distribuídos homogeneamente na microestrutura apresentando formas irregulares e tamanhos variados (Figuras 58 a 62).

O espectro da Figura 63, realizado na matriz, indica que a liga VAT 32 trata-se de uma superliga a base de Fe-Ni, pois apresenta altos picos de ferro e níquel. Elementos reativos como alumínio, titânio e nióbio também estão presentes sendo importantes para estabilidade da matriz em alta temperatura através da formação de compostos intermetálicos. O carbono também está presente, sendo responsável pela formação de uma grande quantidade de carbonetos os quais são importantes para resistência a fluência (Chen *et al*, 2004). Os EDS_S realizados nos precipitados 2 e 3 (Figuras 64 e 65) mostram que estes são ricos principalmente em nióbio e titânio com presença de carbono indicando se tratar de carbonetos MC com composição química tipo (Nb,Ti)C.

Nos trabalhos de Xu *et al* (2011) e Yuan *et al* (2011) sobre superliga encontram-se micrografias em campo escuro obtidas por MET equivalentes as apresentadas nas Figuras 66 (a, b, c e d) argumentando que a fase com forma arredondada trata-se do composto intermetálico gama linha (γ') (Xu *et al*, 2011; Yuan *et al*, 2011).

4.2.3- Superliga NIMONIC 80A

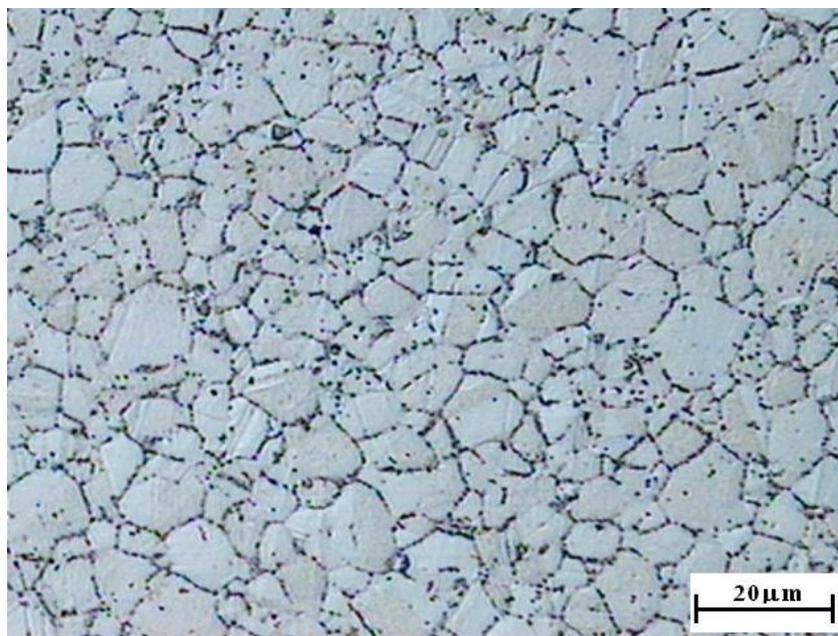


Figura 67- Micrografia em Microscópio Óptico da liga NIMONIC 80A. Acorrentado de carbonetos tipo $M_{23}C_6$ nos contornos de grãos. Aumento: 500X. Ataque: Kalling's.

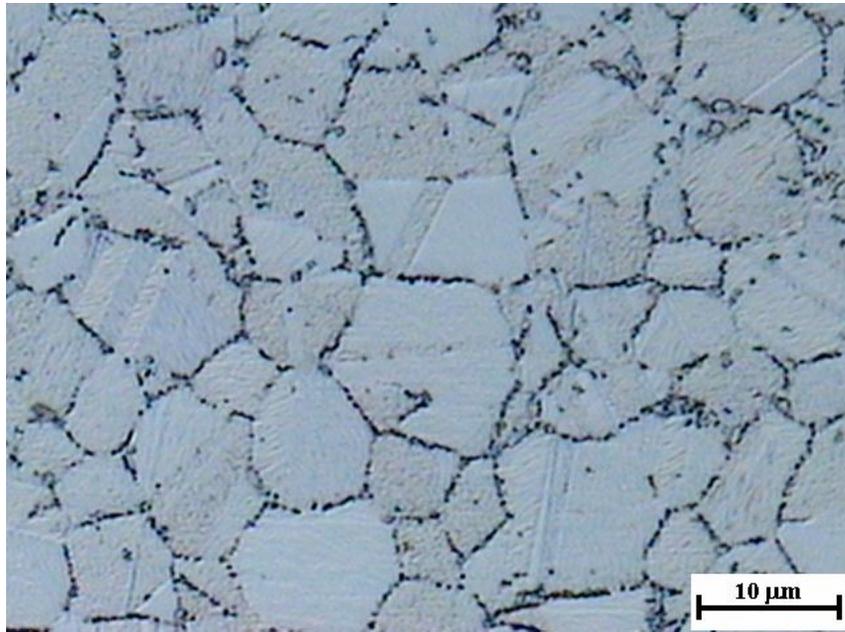


Figura 68- Micrografia em Microscópio Óptico da liga NIMONIC 80A. Acorrentado de carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente nos contornos de grãos. Aumento: 1000X. Ataque: Kalling's.

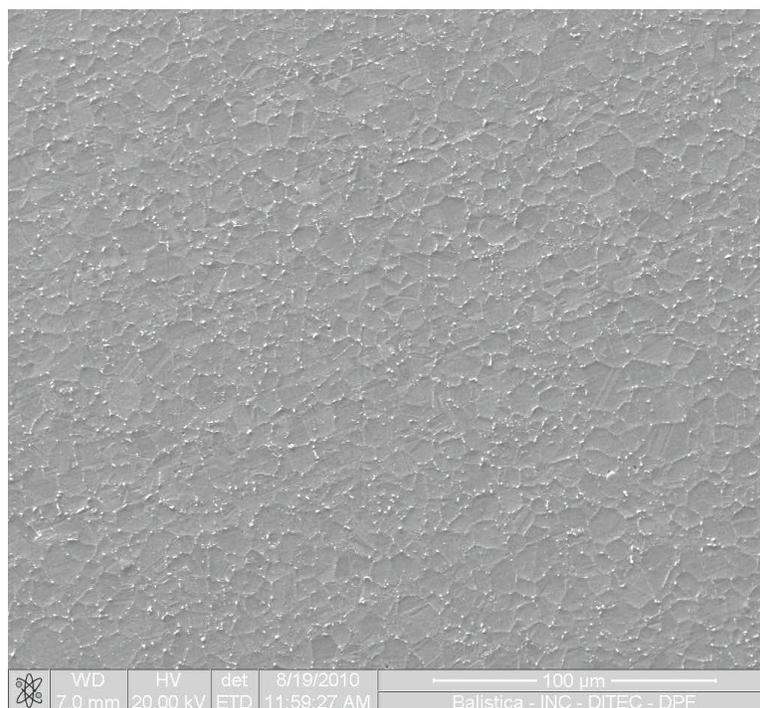


Figura 69- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente ao longo dos contornos de grãos. Aumento: 1000X. Ataque: Kalling's.

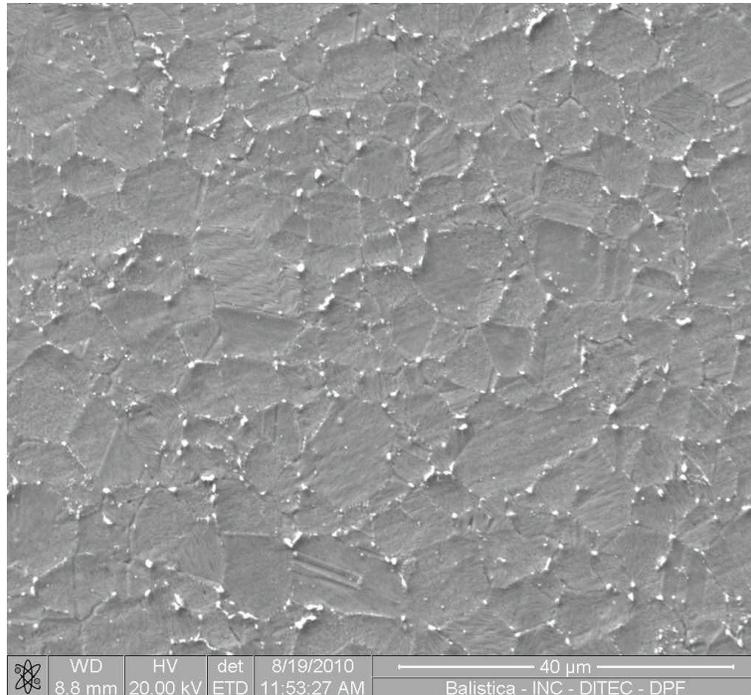


Figura 70- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos uniformemente ao longo dos contornos de grãos. Aumento: 3000X. Ataque: Kalling's.

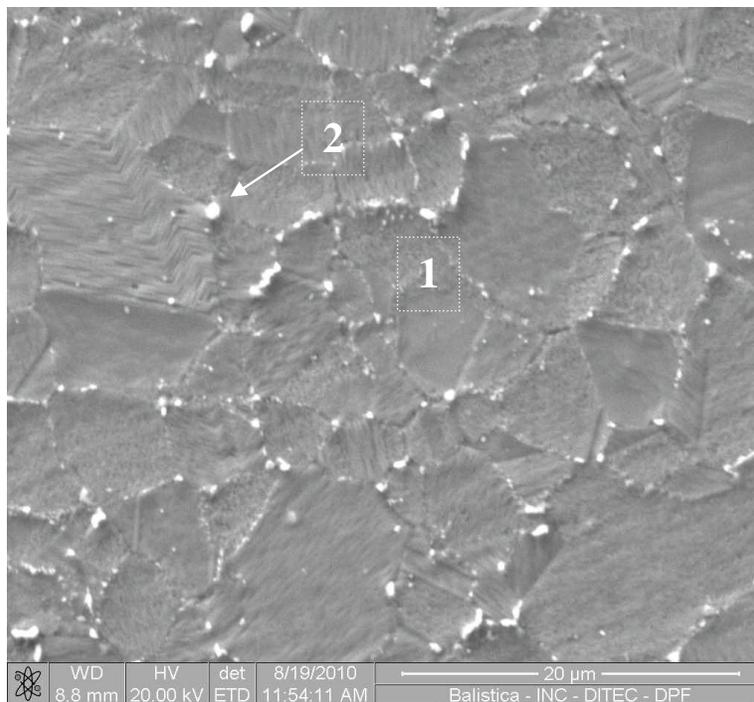


Figura 71- Micrografia em Microscópio Eletrônico de Varredura com elétrons retroespalhados mostrando as regiões onde se realizou os EDS. Aumento: 6000X. Ataque: Kalling's.

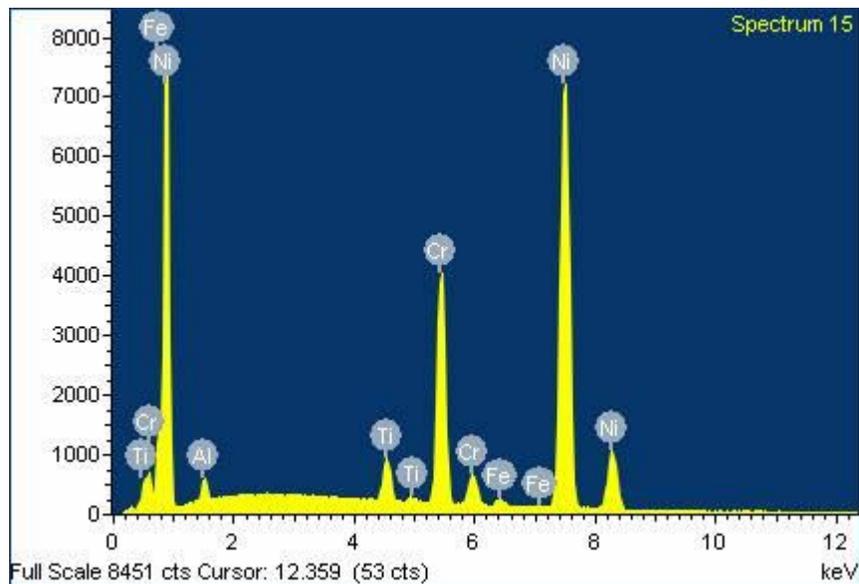


Figura 72- EDS correspondente a matriz (região 1) da Figura 71. Espectro com alto pico de níquel e menores picos de elementos ligantes tipo Ti, Al para precipitação de compostos intermetálicos.

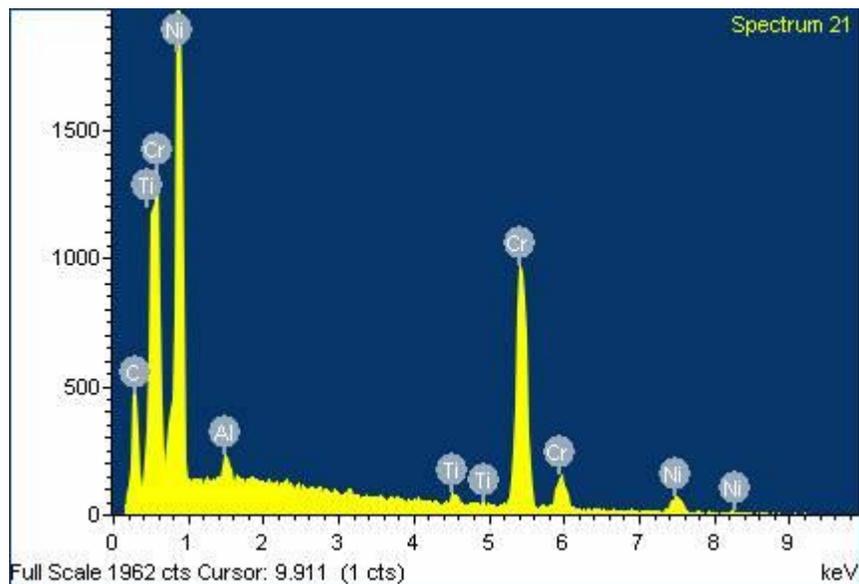


Figura 73- EDS correspondente ao precipitado $M_{23}C_6$ (região 2) da Figura 71. Precipitado rico em cromo.

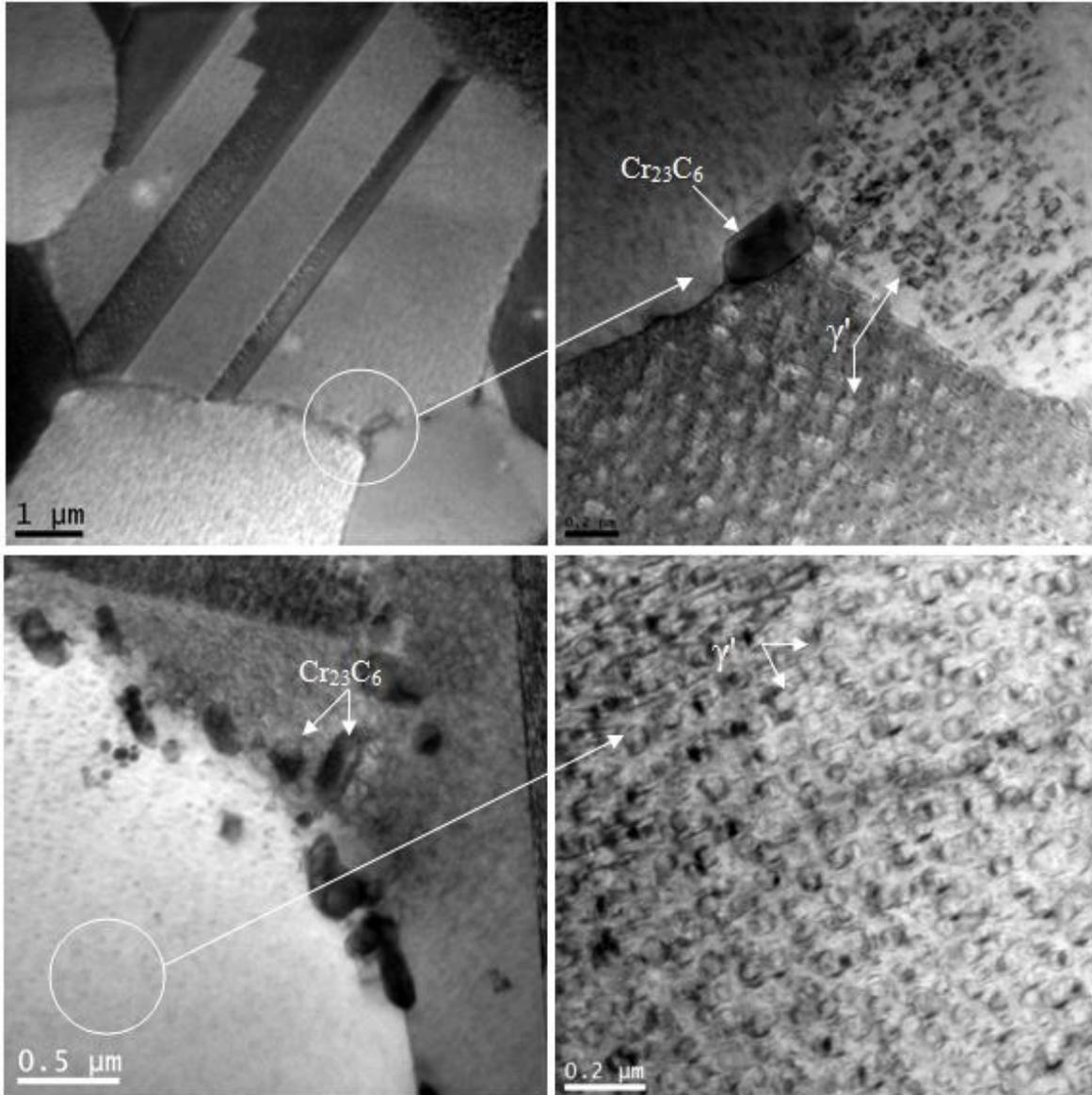
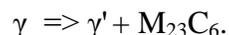


Figura 74- Micrografias em MET (imagens de campo claro) da superliga NIMONIC 80A. As setas brancas mostram os carbonetos e intermetálicos gama linha (γ').

Ao analisar as micrografias, observa-se uma microestrutura refinada com grãos equiaxiais homogêneos e um acorrentado de carbonetos distribuídos homogeneamente ao longo dos contornos de grãos (Figuras 67 a 71). Por se tratar de uma superliga a base de níquel, o EDS realizado na matriz (região 1), Figura 72, apresenta alta concentração deste elemento. O cromo, alumínio e titânio também estão presentes, mas em quantidades menores. Alumínio e titânio são adicionados à liga para formação de compostos intermetálicos que proporcionam estabilidade à matriz. O cromo, além de proporcionar

resistência à corrosão, reage com o carbono residual formando carbonetos de cromo. O EDS realizado na partícula (região 2), Figura 73, apresenta influência da matriz, isto porque seu tamanho é pequeno havendo então uma possível incidência do feixe de elétrons também no material base. Mesmo assim, nota-se que o precipitado é rico em cromo indicando ser um $M_{23}C_6$. Como se trata de uma superliga que apresenta alta quantidade de cromo, o elemento “M” em $M_{23}C_6$ é rico em cromo (Bombac *et al*, 2008).

O importante ganho em termos de resistência mecânica bem como fluência deve-se ao acorrentado de carbonetos tipo $M_{23}C_6$ distribuídos homogeneamente ao longo dos contornos de grão. Tancret *et al* (2003) argumenta que finos precipitados de $M_{23}C_6$ podem se formar através da decomposição da matriz gama (γ) durante resfriamento conforme reação seguinte (Tancret *et al*, 2003):



Vale lembrar que o $M_{23}C_6$ pode se formar também durante processos a quente a partir do carbono residual presente na matriz (Donachie e Donachie, 2002), ou a partir da decomposição de carbonetos tipo MC, os quais são formados a partir do líquido, como mostra a seguinte reação (Patel *et al*, 2001; Liu *et al*, 2003):



Quando se forma o carboneto $M_{23}C_6$, o teor de cromo da fase gama se reduz, aumentando o percentual de alumínio e titânio disponíveis para formar a fase gama linha (γ') (Brooks, 1982).

Xu *et al* 2011, em seus estudos sobre mecanismos de endurecimento em superligas NIMONIC 80A, apresentam micrografias em campo claro obtidas por MET (semelhantes às imagens da Figura 70) concluindo que os precipitados em contornos de grãos desta liga são carbonetos tipo $Cr_{23}C_6$ (Xu *et al* 2011). Imagens em MET, análogas as da Figura 74, são apresentadas também nos trabalhos de Unocic *et al* 2005 e Valle 2010 sobre superligas René 104 e Inconel 718. Estes autores afirmam que as partículas no interior dos grãos, com formato arredondado são a fase gama linha (γ') (Unocic *et al*, 2005; Unocic, 2008; Valle 2010).

O acorreato de partículas discretas é importante por reforçar, prevenir ou retardar o deslizamento de contornos de grão, controlar o crescimento do grão em altas temperaturas além de permitir a relaxação de tensões (Araújo, 2009). O engrossamento dos contornos de grãos com precipitados promove uma diminuição da área dos grãos resultando em aumento de dureza. Entretanto, se os carbonetos formarem um filme ao longo dos contornos de grão, as propriedades mecânicas podem seriamente ser degradadas (ASM Handbook, 2004, Chen *et al*, 2004).

A razão primordial para a existência das superligas de níquel e ferro-níquel com diferentes composições químicas é a sua excelente resistência mecânica em um amplo intervalo de temperaturas. A estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) da matriz austenítica das superligas de níquel, como já foi comprovado, apresenta grande capacidade de manter resistência à tração, à ruptura e boas propriedades de fluência em temperaturas homólogas muito mais altas do que as ligas de matriz cúbica de corpo centrado (CCC) por causa de vários fatores, incluindo o excelente módulo de elasticidade e a baixa difusividade que os elementos secundários possuem nesse tipo de matriz. É de grande importância a alta solubilidade de muitos elementos de liga na matriz austenítica e a capacidade de controle da precipitação de fases intermetálicas como a γ' , que conferem alta resistência mecânica. O endurecimento é aumentado não só pela formação de carbonetos, mas também pela dissolução de elementos na matriz (endurecimento por solução sólida). Essa capacidade de endurecimento das ligas austeníticas torna-as adequada para aplicações que exigem alta resistência mecânica em média e alta temperatura.

Os precipitados encontrados nas superligas são importantes por promoverem o aumento da resistência através da obstrução ao processo de deformação durante a aplicação de uma carga. As principais características para que atuem efetivamente no processo de deformação são (Donachie e Donachie, 2002):

i) Grau de desorientação entre o precipitado e a matriz. A situação ótima é aquela em que o precipitado e a matriz possuem a mesma estrutura cristalina e quase o mesmo parâmetro de rede. Este fato permite maior empacotamento de precipitado na fase matriz gama. Desorientações em superligas a base de níquel e ferro-níquel variam entre 0 e cerca de 1%.

ii) Orientação do precipitado. A introdução de posições preferenciais (ordenação) para átomos individuais aumenta a quantidade de energia necessária para a movimentação de discordâncias através do precipitado.

iii) Tamanho do precipitado. Quando o tamanho do precipitado é muito pequeno, as discordâncias podem passar através do cristal muito facilmente. Quando o tamanho é muito grande, as discordâncias irão contorná-lo e o aumento de resistência será menor que o ótimo. Por isso existe um tamanho ótimo de precipitado em que o aumento de resistência será máximo.

Fazendo uma comparação microestrutural (metalografias em Microscópio Óptico e Microscópio Eletrônico de Varredura) entre as três ligas, verificam-se diferenças importantes entre elas. A NIMONIC 80A tem um tamanho de grão mais homogêneo e refinado em relação à VAT 32 e VAT 36, além de um acorrentado de finos carbonetos globulares, que por razão energética localizam-se preferencialmente nos contornos de grão. Na VAT 32 e 36 os carbonetos encontram-se geralmente no interior dos grãos, além de apresentarem tamanhos bastante diversificados. A composição química dos precipitados na NIMONIC 80A é $M_{23}C_6$ (sendo M principalmente cromo) enquanto na VAT 32 e 36 têm-se carbonetos MC (EDS indica que M é principalmente uma combinação de nióbio e titânio). Em relação à quantidade de carbonetos, a VAT 32 apresenta 4,6 vezes mais em relação à VAT 36. Consequentemente, em virtude do mencionado, as ligas estão sujeitas a apresentar diferentes propriedades mecânicas e comportamento em relação à fluência.

4.3- Análise de dureza

A Tabela 12 apresenta as medidas de dureza das três ligas após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.

Tabela 12- Dureza das ligas VAT36, VAT32 e NIMONIC 80A após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.

Material	Dureza HB 2,5	Dureza HRC
VAT 36	302	30,3
VAT 32	354	36,4
NIMONIC 80A	372	38,4

Vários fatores, tais como deformação de coerência nas interfaces γ/γ' , diferentes módulos de elasticidade e parâmetros de rede entre γ' e matriz tem sido propostos como mecanismos de endurecimento para superligas. A energia de contorno de anti-fase produzida durante o movimento de discordâncias através de partículas γ' é outro mecanismo de endurecimento efetivo (Sajjadi *et al*, 2004). Da literatura sobre superligas (Yuan *et al*, 2011) verificam-se que as propriedades mecânicas dependem também do tamanho e da fração volumétrica da fase gama linha (γ') além da energia de falha de empilhamento, sendo esta menor quanto maior a quantidade de elementos ligantes. Entretanto, a fase γ' endurece a liga por diferentes mecanismos: as tensões de coerência dificultam a penetração de discordâncias na fase γ' , quando as discordâncias estão escorregando pelo reticulado γ' elas criam contornos de anti-fase devido à estrutura ordenada (Silva, 2006), precipitados γ' prendem o movimento de discordâncias exigindo maior tensão cisalhante para que se movimente sendo proporcional à fração volumétrica de γ' (Tancret *et al*, 2003). Maior fração volumétrica, menor distância entre os precipitados γ' , maior resistência ao movimento de discordâncias (Sugui *et al*, 2010; Valle, 2010). Em adição, a γ'' é mais efetiva no endurecimento, para a mesma fração volumétrica de γ' , pois de acordo com Chaturvedi *et al* (1979), a fase γ'' possui um valor mais elevado de energia de contorno de anti-fase, logo, maior a energia necessária para a discordância cruzar a fase e maior o efeito do endurecimento (Chaturvedi *et al*, 1979; Valle 2010). A energia de anti-fase é função da ordenação do precipitado. Quando uma discordância corta uma partícula coerente de γ' , cria-se uma área de alta energia, impedindo a movimentação da discordância. A passagem da próxima discordância no mesmo plano de deslizamento apenas ocorre quando esta possui energia suficiente para destruir essa barreira de energia. Logo, quanto maior a energia de anti-fase, maior a dificuldade de movimentação das discordâncias e maior a resistência da liga (Ezugwu *et al*, 1999).

A maior dureza da NIMONIC 80A em relação às outras duas ligas deve-se ao refinamento do grão austenítico, do engrossamento dos contornos de grão por carbonetos $M_{23}C_6$ e da maior fração de intermetálicos γ' . A VAT 32 apresenta maior dureza em relação à VAT 36 devido à maior quantidade de carbonetos (maior teor de carbono) e maior fração de intermetálico γ' .

Através de metalografias obtidas em microscópio óptico e com o auxílio do programa ImageJ foi calculado a fração em área de carbonetos. A liga VAT 36 apresentou uma fração em área de carbonetos de aproximadamente 1,2% enquanto a liga VAT 32 foi de 5,5%. Estes valores representam uma média da análise de 4 metalografias para cada liga. As Figuras 75 e 76 apresentam o procedimento adotado na quantificação de carbonetos para cada metalografia.

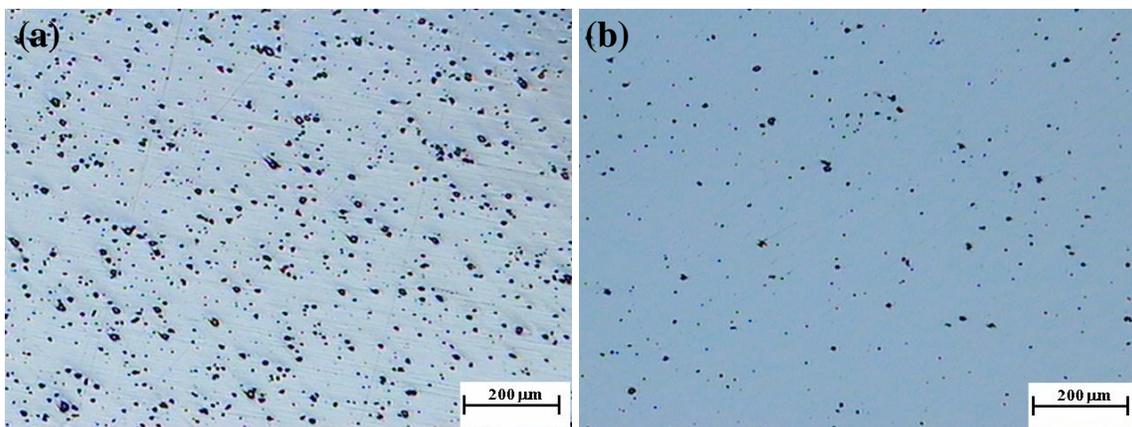


Figura 75- Metalografias em Microscópio óptico (não atacadas) para determinação da fração em área de carbonetos: (a) VAT 32 e (b) VAT 36. Aumento: 50X. Área de cada metalografia: $108 \times 10^4 \mu\text{m}^2$.

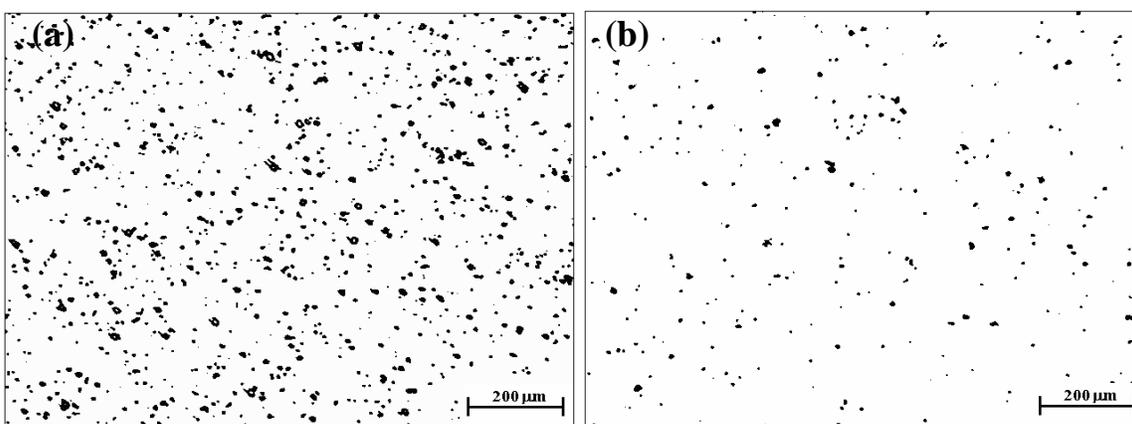


Figura 76- Passagem das metalografias da Figura 71, com o auxílio do programa ImageJ, em um binário com determinação da fração em área de carbonetos: (a) VAT 32 e (b) VAT 36. Aumento: 50X. Área de cada metalografia: $108 \times 10^4 \mu\text{m}^2$.

Na Tabela 13 têm-se os tamanhos de grãos médio em (μm) para as três ligas após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento determinado pelo método do intercepto linear.

Tabela 13- Tamanho de grão médio em (μm) para as três ligas após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.

LIGA	Tamanho de grão médio (μm)
VAT 36	$70,75 \pm 10$
VAT 32	$71,83 \pm 10$
NIMONIC 80A	$8,08 \pm 3$

4.4- Difração de raios X

A Figura 77 ilustra os padrões de difração obtidos para as três ligas após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento. É observado que os três materiais apresentam altos picos de difração correspondentes aos mesmos ângulos, ou seja, todos são formados por uma matriz austenítica gama (γ). Os picos correspondentes aos compostos intermetálicos e carbonetos tipo M_{23}C_6 estão superpostos com os picos maiores da matriz, ou seja, os ângulos onde aparecem coincidem com os da austenita.

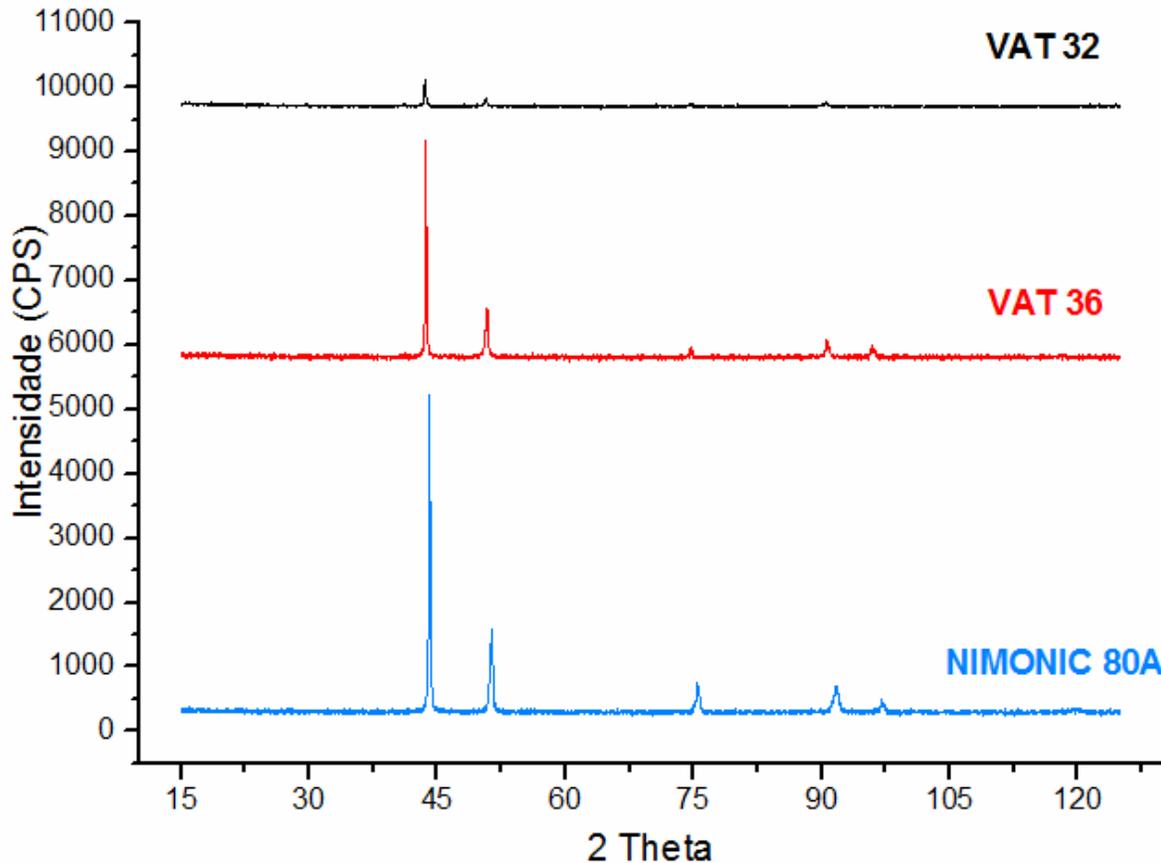


Figura 77- Padrões de difratometria de raios X para as ligas: VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A no intervalo $15^\circ \leq 2\theta \leq 125^\circ$.

Devido à dificuldade de distinção das fases γ e γ' por causa da proximidade dos parâmetros de rede (Xu *et al*, 2011; Sugui *et al*, 2010) foi realizado o refinamento da estrutura cristalina pelo método de Rietveld (Figuras 78, 79 e 80). Nestas Figuras pode-se ver com maior clareza as fases presentes nas ligas e suas contribuições ao respectivo difratograma. O resultado do refinamento está contido em um arquivo de saída gerado pelo programa utilizado contendo informações como, por exemplo, porcentagens e parâmetros de rede das células unitárias para cada fase. A Tabela 14 contém os parâmetros de rede e as porcentagens das fases para as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A.

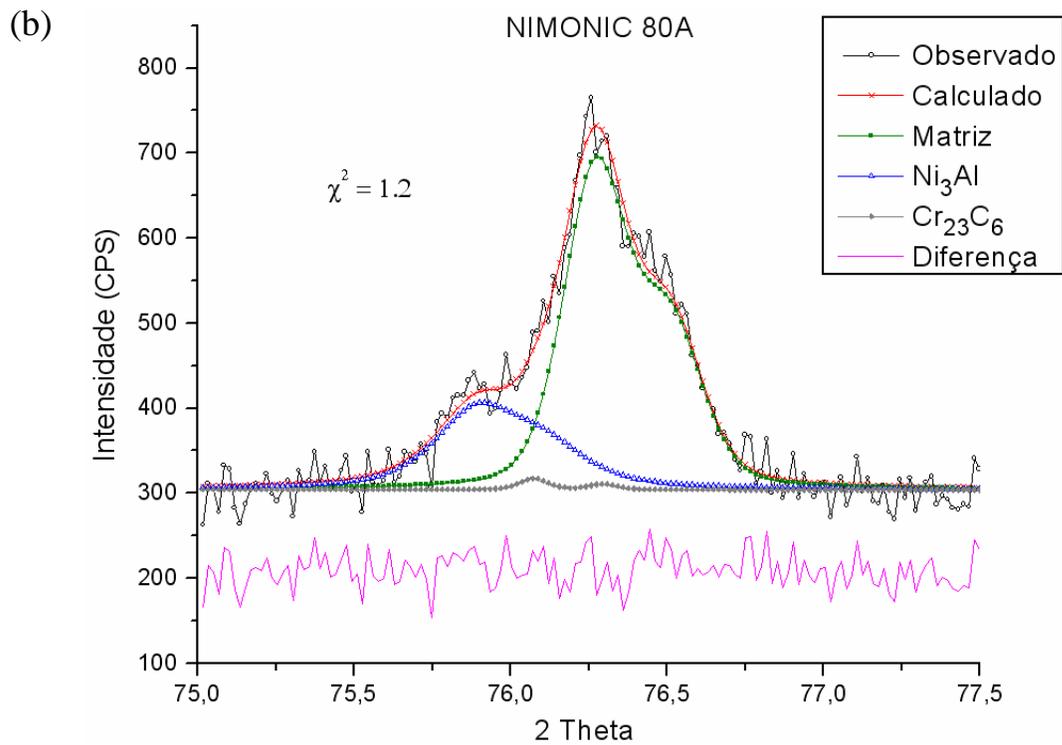
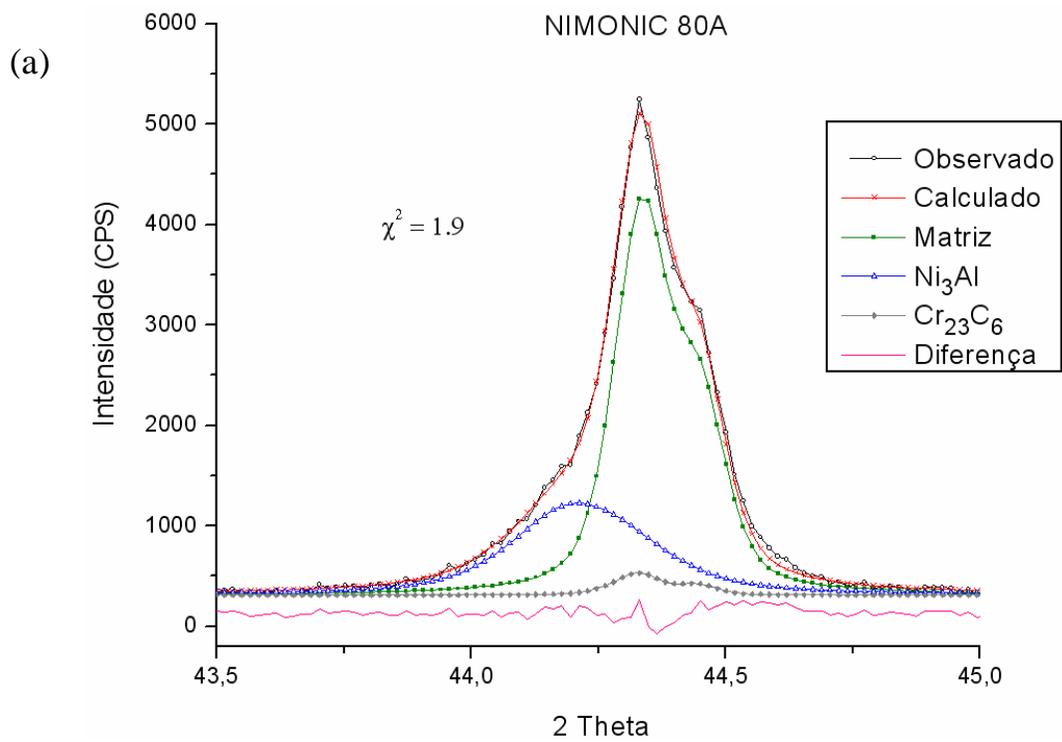


Figura 78-Refinamento Rietveld realizado na NIMONIC 80A com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado ao redor do ângulo: (a) $2\theta = 44^\circ$ e (b) $2\theta = 76^\circ$.

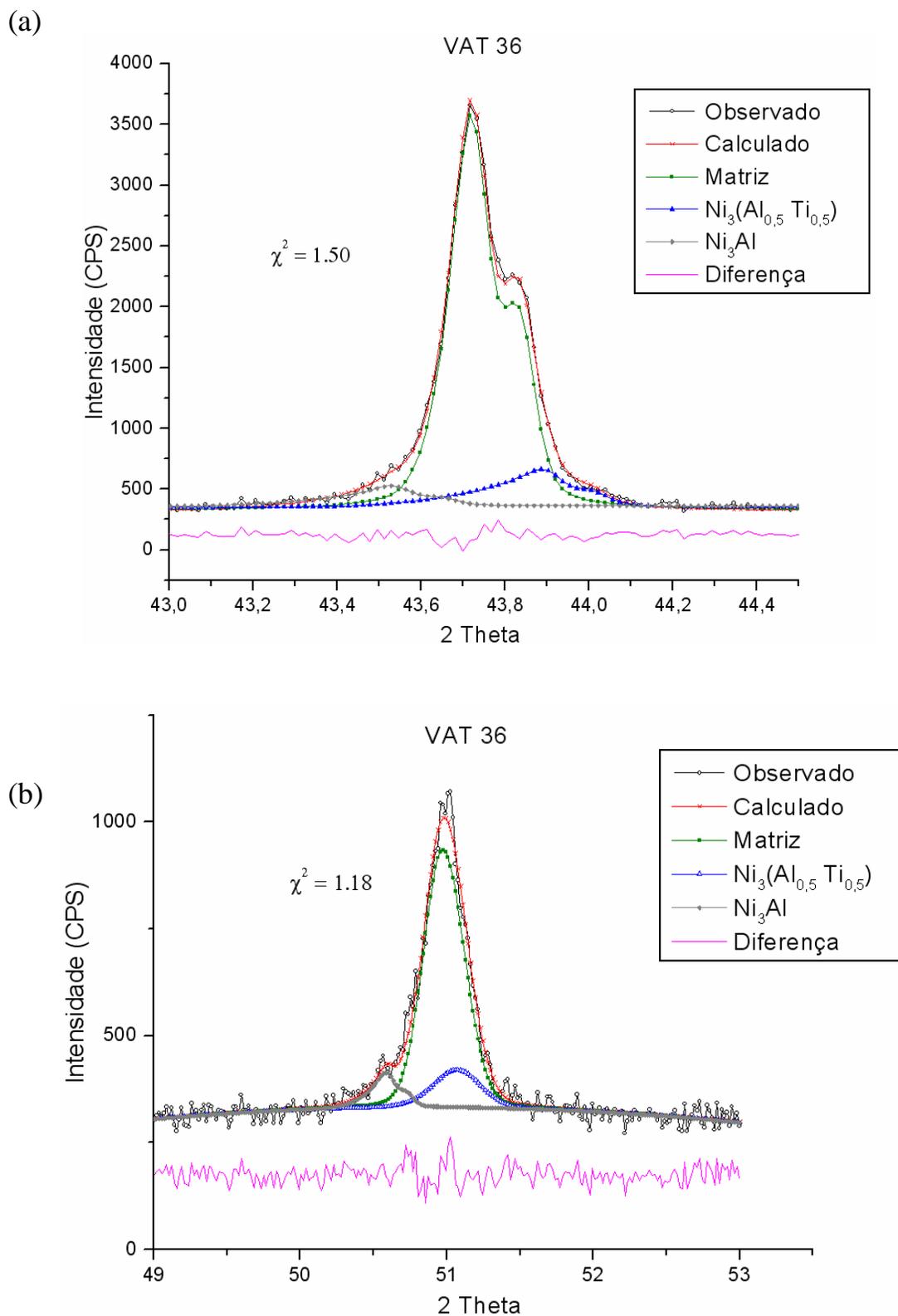


Figura 79- Refinamento Rietveld realizado na VAT 36 com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado ao redor do ângulo: (a) $2\theta = 44^\circ$ e (b) $2\theta = 51^\circ$.

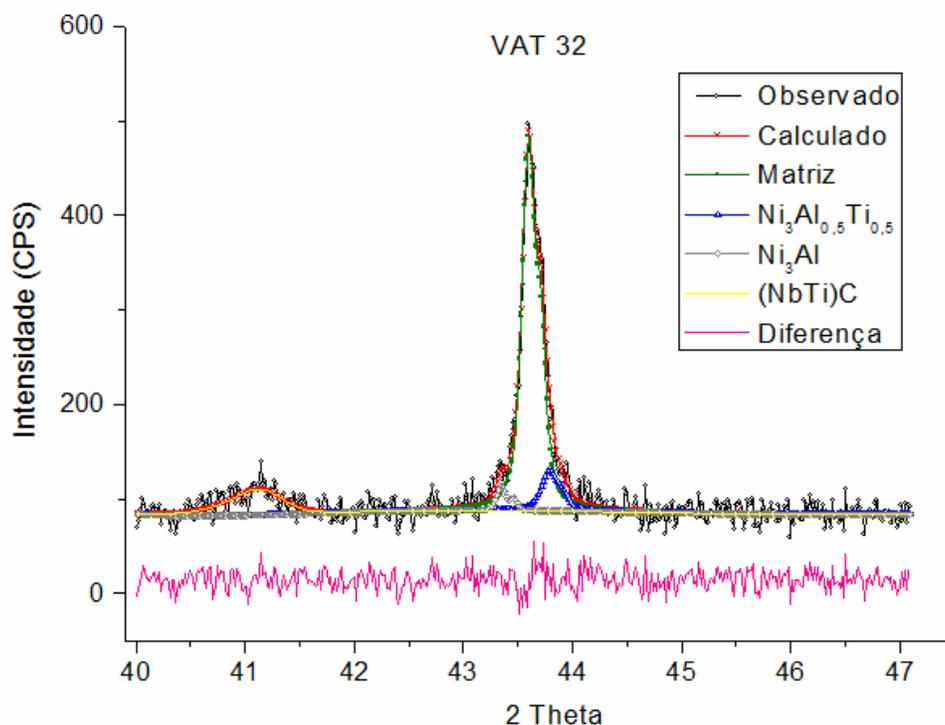


Figura 80- Refinamento Rietveld realizado na VAT 32 com os padrões observados e calculados e contribuições das diferentes fases cristalinas no padrão observado no intervalo angular: $40^\circ \leq 2\theta \leq 47^\circ$.

Tabela 14- Parâmetros de rede e porcentagens das fases para as ligas NIMONIC 80A, VAT 36 e VAT 32 após tratamento térmico.

NIMONIC 80A		
Fases	% wt calculado	parâmetros de rede (Å)
Matriz (γ)	65,25	a=b=c= 3,535
Ni_3Al (γ')	31,5	a=b=c= 3,551
Cr_{23}C_6	3,25	a=b=c= 10,605
VAT 36		
Fases	% wt calculado	parâmetros de rede (Å)
Matriz (γ)	92	a=b=c= 3,581
$\text{Ni}_3(\text{Al}_{0,5}\text{Ti}_{0,5})$ (γ')	5	a=b=c= 3,596
Ni_3Al (γ')	3	a=b=c= 3,568
VAT 32		
Fases	% wt calculado	parâmetros de rede (Å)
Matriz (γ)	64	a=b=c= 3,590
$\text{Ni}_3(\text{Al}_{0,5}\text{Ti}_{0,5})$ (γ')	9	a=b=c= 3,611
Ni_3Al (γ')	5	a=b=c= 3,581
$(\text{NbTi})\text{C}$	22	a=b=c= 4,384

4.5- Ensaios de fluência

As Figuras 81 a 92 apresentam as curvas de fluência correspondentes à deformação verdadeira (ε), como função do tempo (t), obtidas para as ligas: VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A a 675, 700 e 750 °C nas tensões de 500, 550 e 600 MPa.

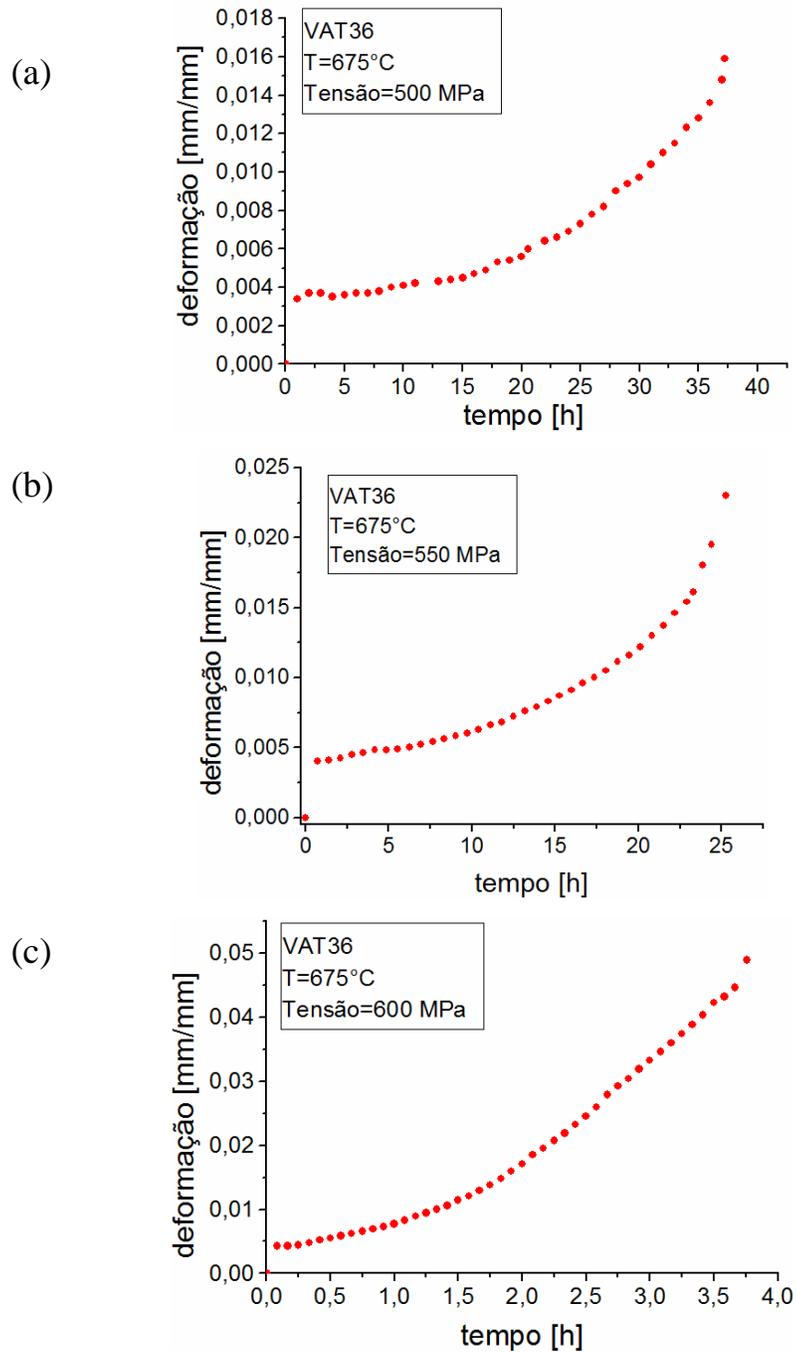


Figura 81- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

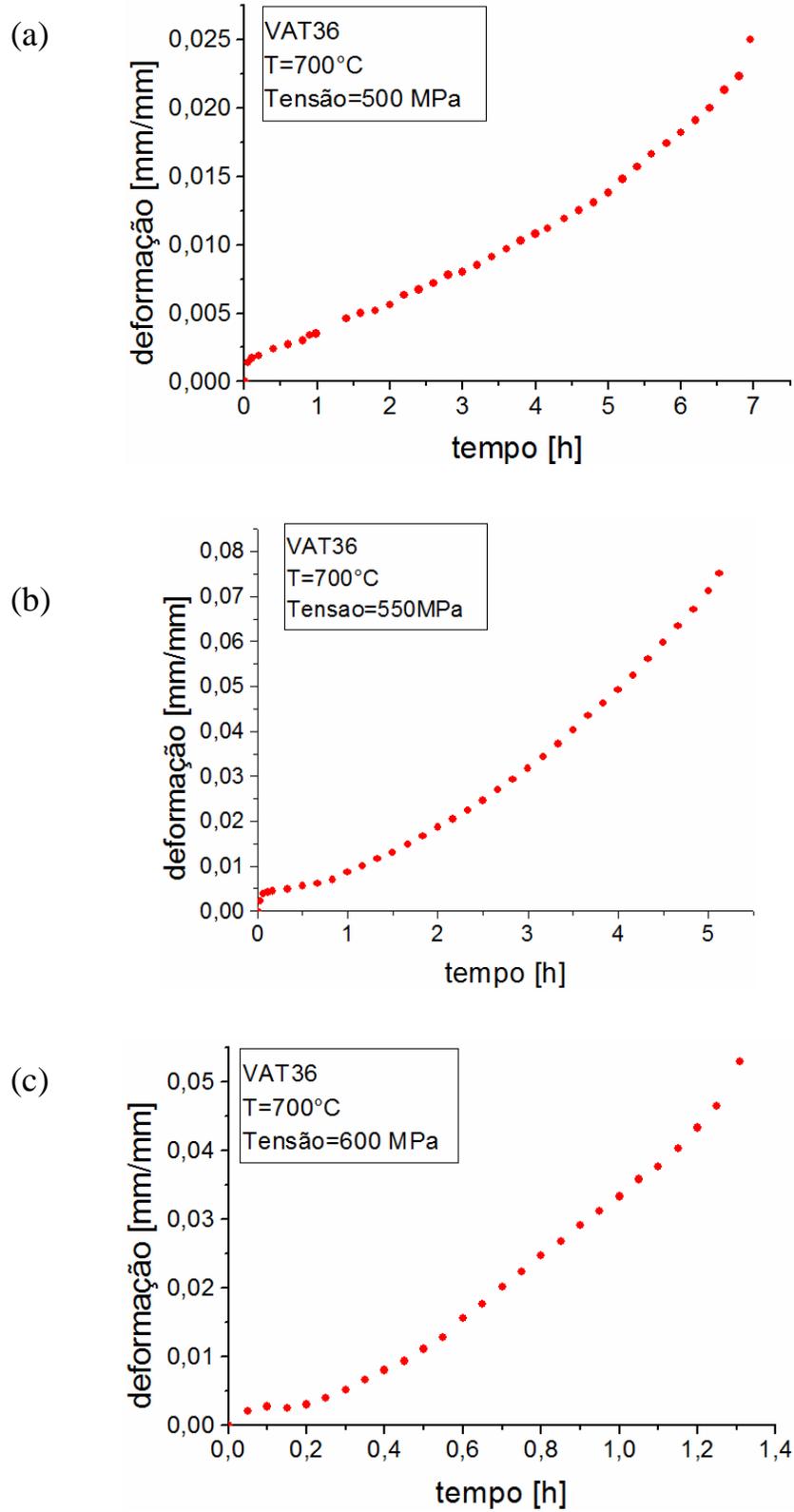


Figura 82- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 700 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

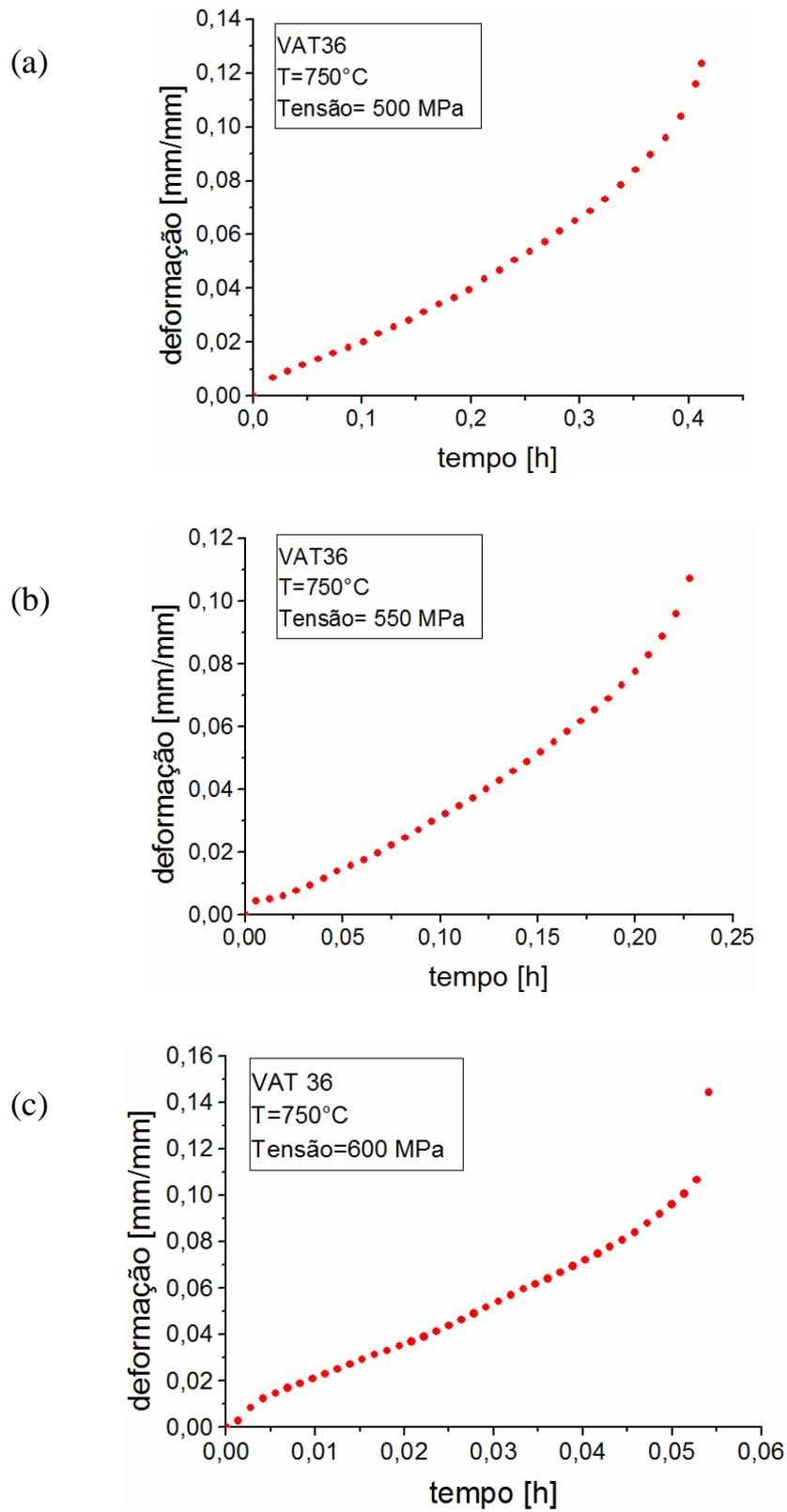


Figura 83- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

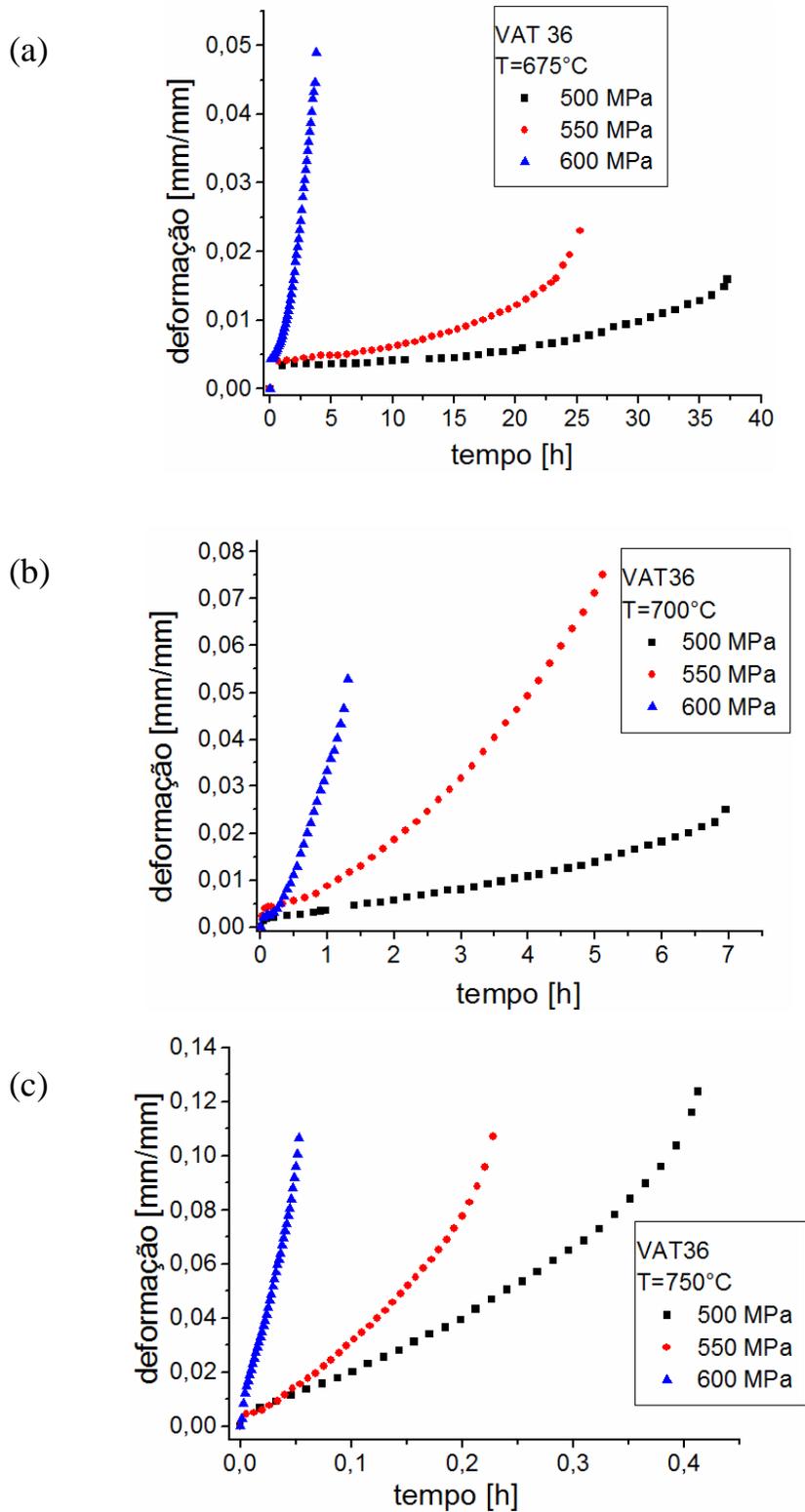


Figura 84- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga VAT 36 nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c) 750 °C.

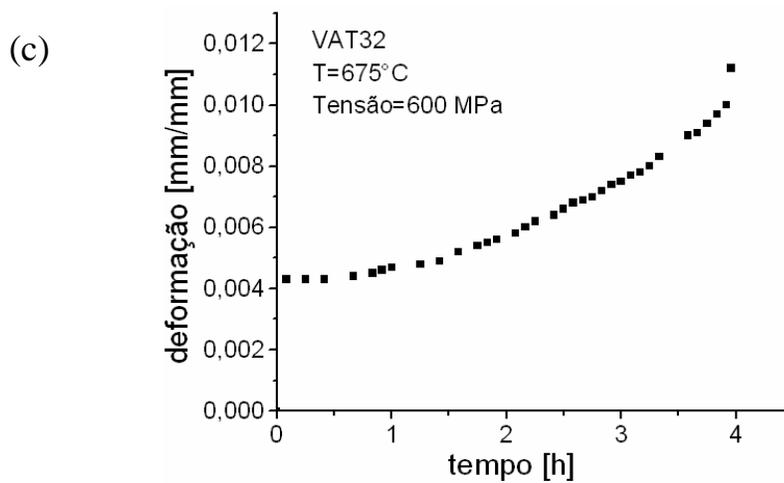
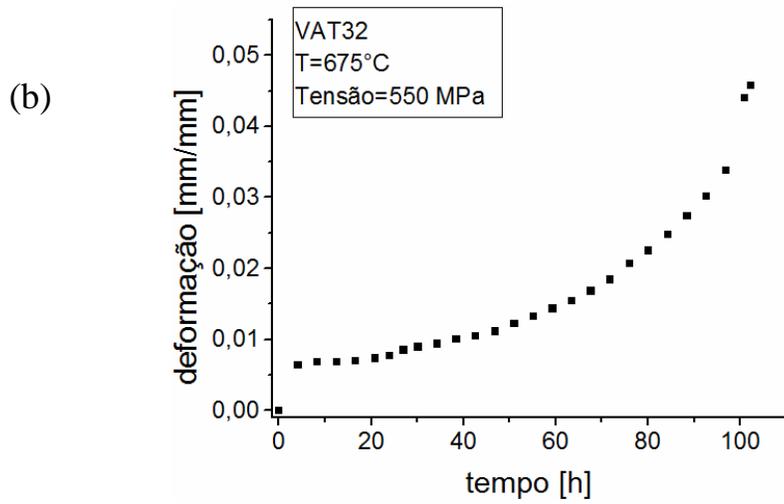
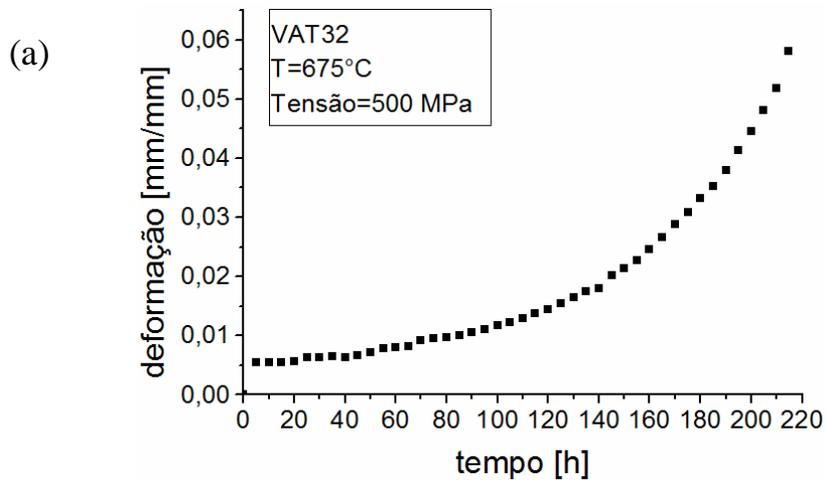


Figura 85- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

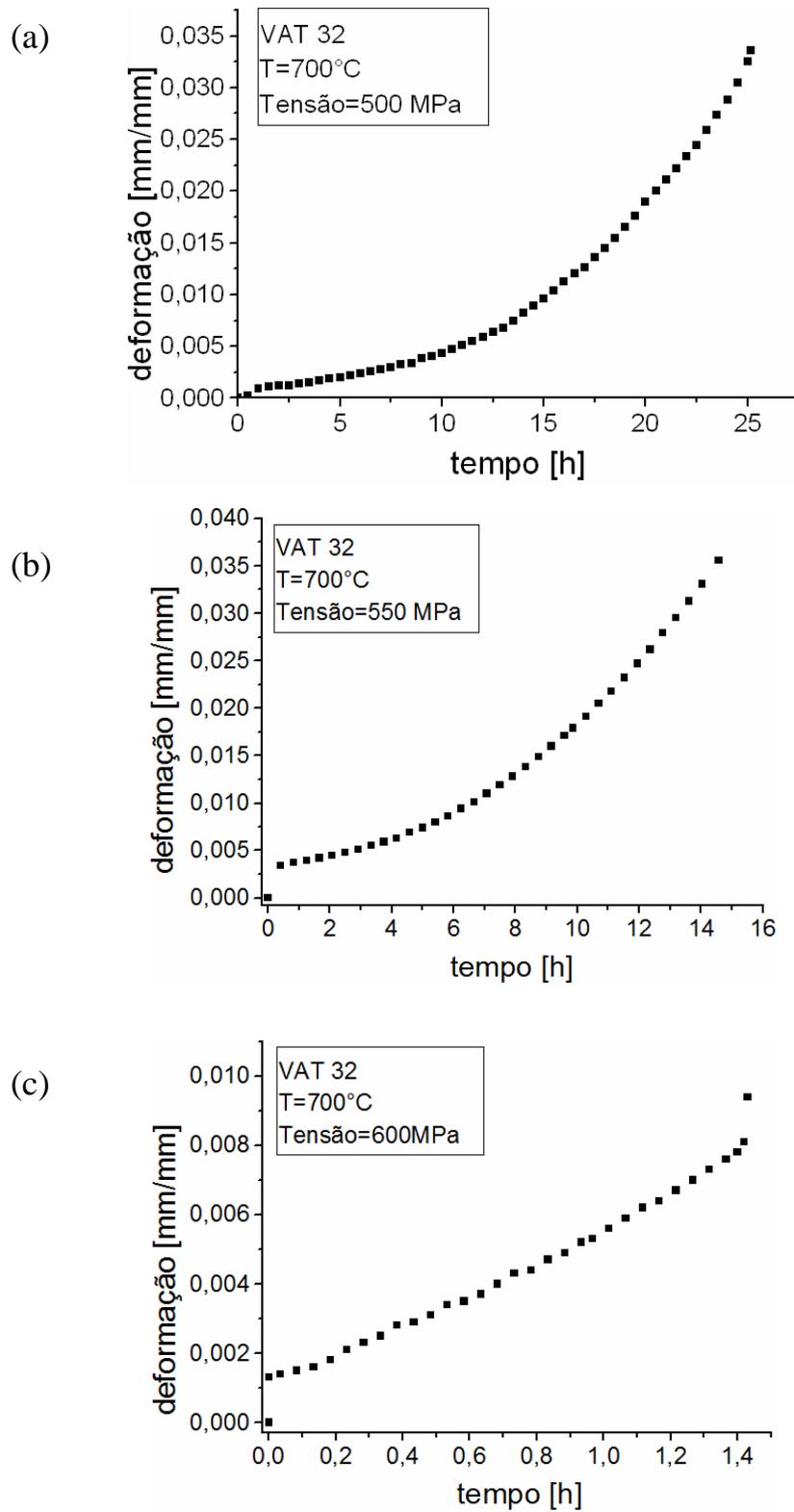


Figura 86- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

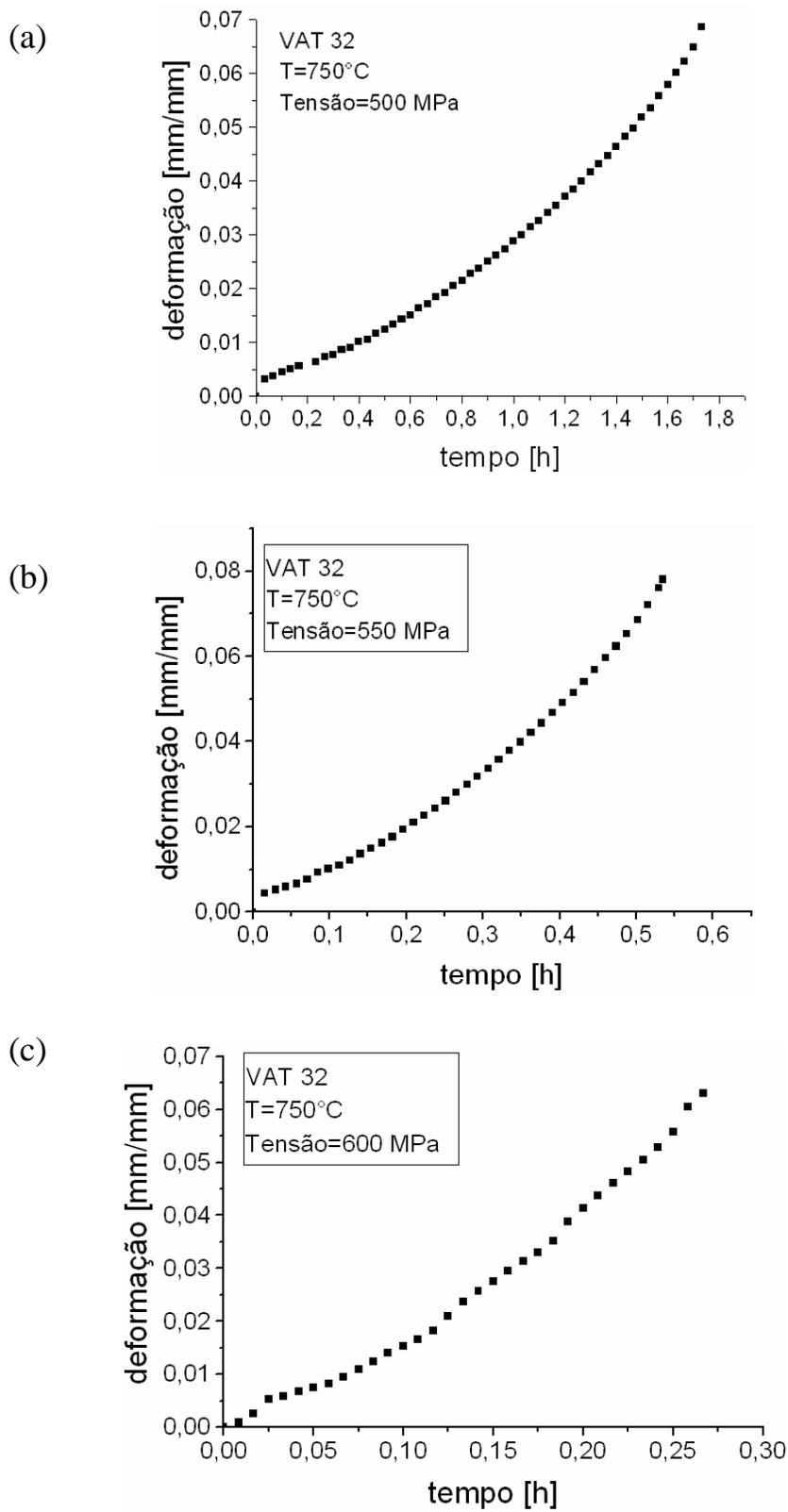


Figura 87- Curva deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

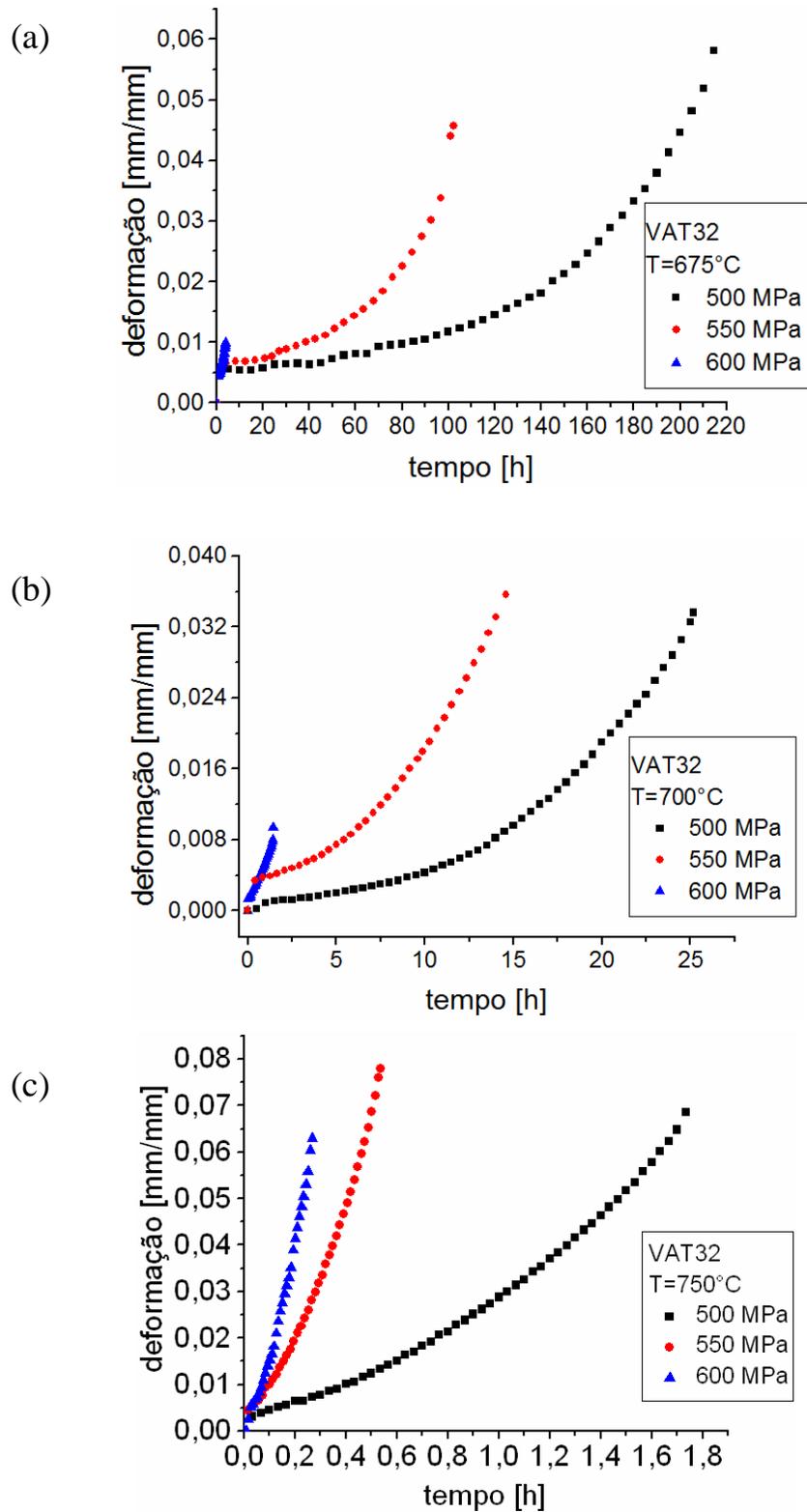


Figura 88- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga VAT 32 nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c) 750 °C.

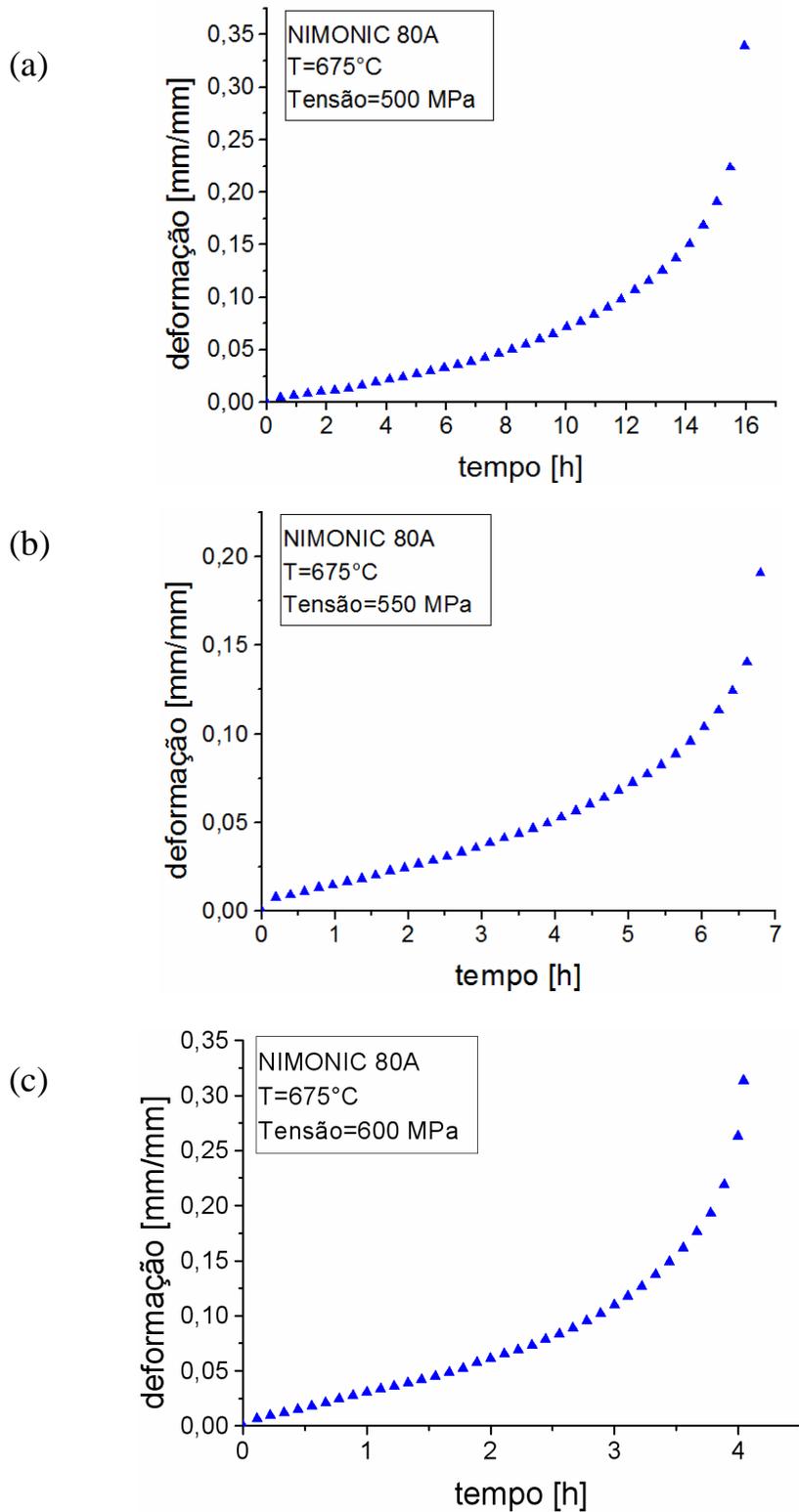


Figura 89- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

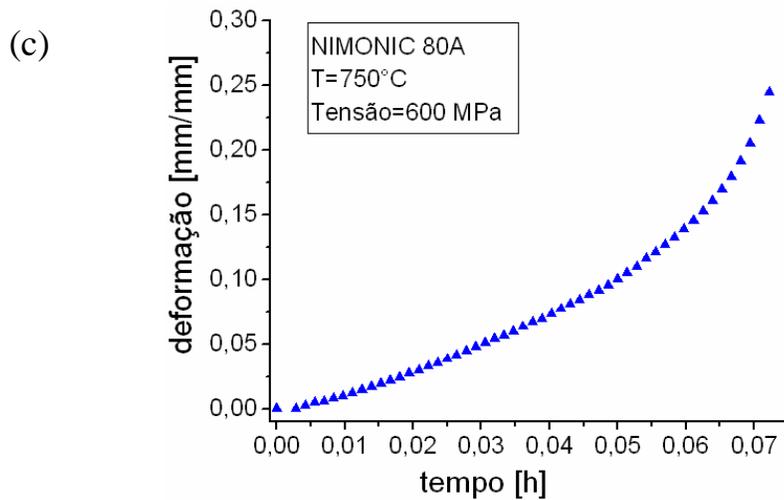
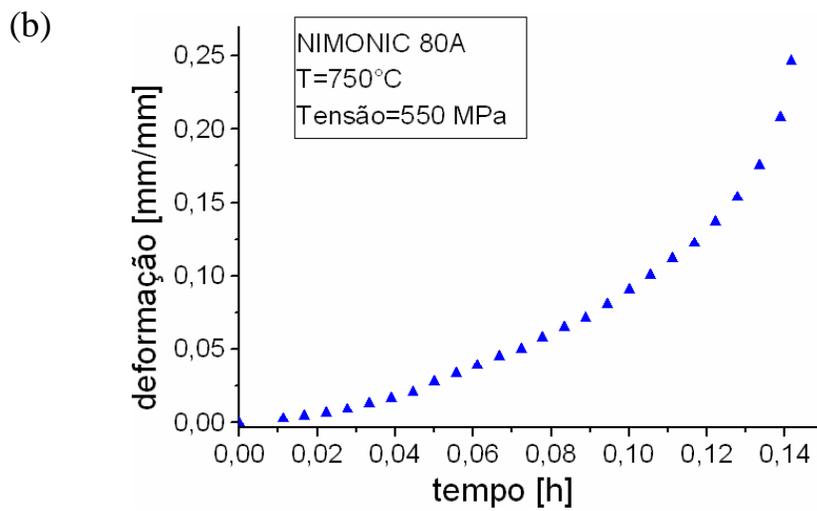
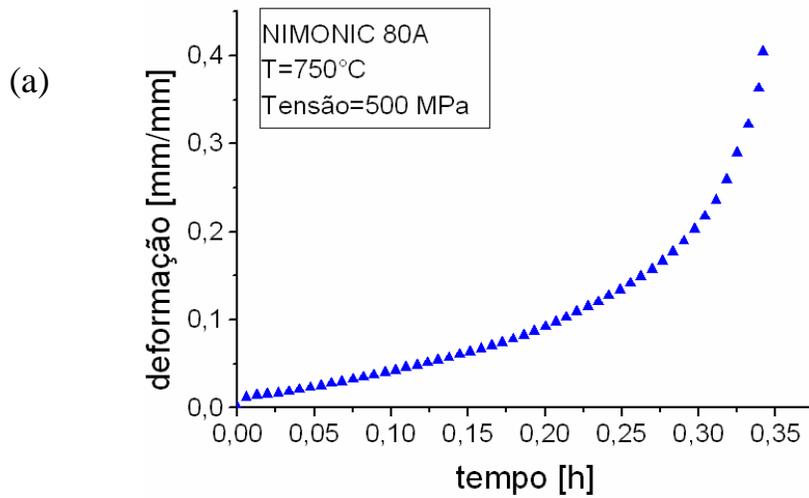


Figura 90- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

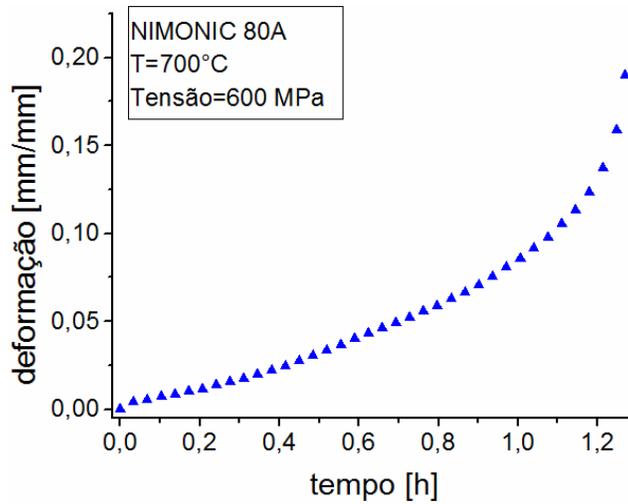


Figura 91- Curva deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A a 700 °C na tensão de 600 MPa

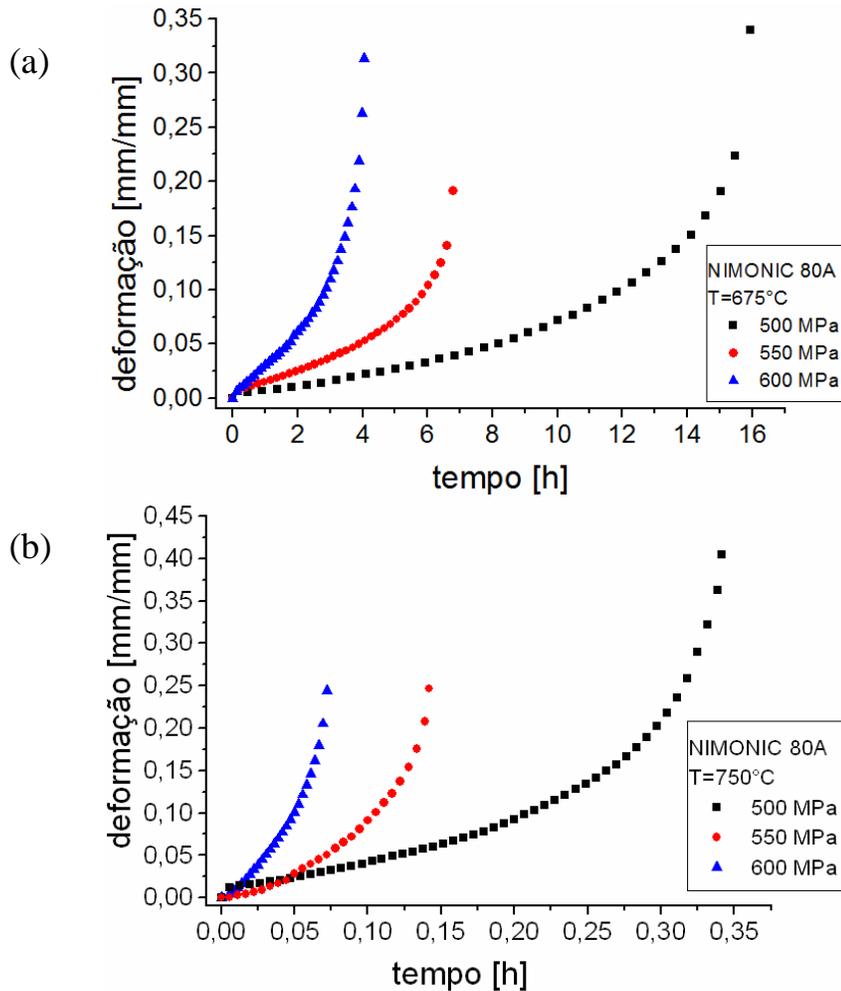


Figura 92- Curvas deformação verdadeira x tempo da liga NIMONIC 80A nas tensões de 500, 550 e 600 MPa e temperaturas de: (a) 675, (b) 700 e (c) 750 °C.

As Tabelas 15, 16 e 17 apresentam a relação dos principais parâmetros obtidos para as três ligas, a partir das curvas experimentais, sendo σ a tensão aplicada e $\dot{\epsilon}_s$ corresponde à taxa de fluência estacionária, obtida a partir da inclinação da região linear na curva de fluência (estágio secundário). O valor t_f é o tempo final de fratura, ϵ_f corresponde à deformação de fratura e RA à redução percentual em área, na fratura.

Tabela 15- Dados de fluência das ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A a 675 °C.

Material	T (°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t_f (h)	ϵ_f (mm/mm)	RA (%)
NIMONIC 80A	675	500	0,00602	15,94	0,3395	54,66
		550	0,01237	6,79	0,1911	45,25
		600	0,0319	4,04	0,3135	46,71
VAT 36	675	500	3,25E-04	37,25	0,0159	3,31
		550	9,08E-04	25,27	0,0230	3,30
		600	0,00401	3,76	0,0489	5,91
VAT 32	675	500	0,508E-04	214,58	0,0581	3,30
		550	1,75E-04	102,33	0,0457	2,00
		600	7,56E-04	3,96	0,0118	1,32

Tabela 16- Dados de fluência das ligas VAT 36 e VAT 32 a 700 °C.

Material	T (°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t_f (h)	ϵ_f (mm/mm)	RA (%)
NIMONIC 80A	700	600	0,08896	1,27	0,1902	48,16
VAT 36	700	500	0,00236	6,95	0,0250	14,12
		550	0,00789	5,12	0,0751	11,64
		600	0,02582	1,30	0,0529	12,26
VAT 32	700	500	0,00044	25,16	0,0336	4,61
		550	0,00155	14,57	0,0356	3,96
		600	0,00593	1,43	0,0094	3,96

Tabela 17- Dados de fluência das ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A a 750 °C.

Material	T (°C)	σ (MPa)	$\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	t_f (h)	ϵ_f (mm/mm)	RA (%)
NIMONIC 80A	750	500	0,53669	0,342	0,4047	61,56
		550	1,03582	0,142	0,2464	58,18
		600	2,03684	0,072	0,2446	56,87
VAT 36	750	500	0,17136	0,41	0,1337	19,29
		550	0,38710	0,23	0,1072	16,45
		600	1,46453	0,054	0,1067	17,40
VAT 32	750	500	0,02150	1,73	0,0686	5,91
		550	0,08431	0,53	0,078	5,26
		600	0,23749	0,26	0,063	4,61

Ao analisar os ensaios realizados verifica-se que na temperatura de 675 °C, quando a tensão é aumentada de 500 para 600 MPa, o tempo para a falha diminui 54,2 vezes para a liga VAT 32, 9,9 vezes para a VAT 36 e 3,9 vezes para a NIMONIC 80A. Na temperatura de 700 °C, esta redução é de 17,6 vezes para a VAT 32 e 5,3 vezes para a VAT 36. Na temperatura de 750 °C diminui 6,6 vezes para a VAT 32, 7,6 vezes para a VAT 36 e 4,75 vezes para a NIMONIC 80A. Com o aumento da temperatura, a ductilidade das ligas aumenta resultando em uma tendência à redução das diferenças entre os tempos de ruptura ao passar de 500 para 600 MPa. Comparando as três ligas é notado que as maiores diferenças ao se aumentar a tensão está para a VAT 32 em função de ser a liga de menor ductilidade. De uma maneira geral, as ligas mostram um comportamento usual com um decréscimo da taxa de fluência e aumento do tempo de ruptura com a diminuição da tensão ou temperatura. Isto indica que as ligas apresentam sensibilidade tanto à temperatura quanto à tensão aplicada. O comportamento de metais e ligas é muito sensível à temperatura e taxa de deformação e, em geral, quanto maior a temperatura e mais alta a taxa de deformação, mais cedo será o estágio em que cavidades e trincas começam a ser formadas (Honeycombe, 1984).

As superligas à base de níquel são bastante dúcteis, conseqüentemente a NIMONIC 80A apresenta maior redução em área após ensaios de fluência em relação às ligas VAT 32 e VAT 36. A liga VAT 36 apresentou maior redução em relação à VAT 32 e, conseqüentemente, maior ductilidade. Isto se deve ao fato de apresentar menor quantidade de carbonetos MC e intermetálicos γ' . Estas fases, apesar de diminuir a ductilidade, fazem

com que a liga VAT 32 apresente maior vida em fluência devido à maior dificuldade imposta à movimentação de discordâncias e difusão. À medida que a temperatura aumenta, as ligas passam a ter maior redução em área, ou seja, maior ductilidade.

Um dos fatores responsável pela resistência à fluência de superligas deve-se à presença de fases intermetálicas. Uma fina precipitação de intermetálicos aumenta a resistência à fluência por impedir deslizamento de discordâncias e retardar a taxa de recuperação (Sidey *et al*, 1969). Compostos intermetálicos ordenados apresentam uma característica anômala, que é o fato de seu limite de escoamento aumentar com o aumento da temperatura atribuído a diferentes sistema de deformação operantes em diferentes temperaturas (Sajjadi *et al*, 2004). Para Resende (2004) e Silva (2006), o sistema de deslizamento nas fases γ e γ' é o mesmo, $\{111\} \langle 110 \rangle$. Se o deslizamento ocorresse exclusivamente neste plano, em todas as temperaturas, a resistência do material iria diminuir com o aumento da temperatura. No entanto, com o aumento da temperatura, há a tendência das discordâncias na fase γ' desviarem para os planos $\{100\}$, que possuem uma condição de menor energia interfacial. Então, com o aumento da temperatura, as discordâncias se concentram parcialmente nos planos compactos $\{111\}$ e parcialmente nos planos cúbicos $\{100\}$. Assim, as discordâncias ficam presas, levando ao aumento na resistência do material. A resistência começa a diminuir a partir de 600 °C, quando a ativação térmica é suficientemente grande para permitir que as discordâncias ultrapassem os obstáculos (Resende 2004; Silva 2006). Quanto maiores as frações volumétricas de γ' , menores serão os limites de escoamento na temperatura ambiente e maiores os picos e maiores as temperaturas nas quais estes vão ocorrer (Silva *et al*, 2006). No último estágio de fluência, significativa quantidade de discordâncias move para a região próxima às partículas γ' gerando concentração de tensão, e quando o valor de tensão gerado excede a tensão de escoamento da fase γ' a discordância corta o precipitado. A tensão crítica para a discordância cortar as partículas γ' aumenta com o aumento da tensão de escoamento, fração volumétrica de fase γ' e energia de contorno de anti-fase resultando em maior resistência à fluência (Sugui *et al*, 2011).

O desajuste entre os parâmetros de rede das fases γ e γ' chamado *misfit* (δ) também tem influência no comportamento em fluência de superligas. Este é uma importante propriedade de caracterização da extensão da deformação nas interfaces coerentes das fases

γ/γ' estando relacionado à estabilidade microestrutural e resistência à fluência (Xu *et al*, 2011). Sugui *et al* (2010) reporta que ligas com maior *misfit* apresentam uma melhor resistência à fluência devido ao efeito do endurecimento proporcionado pela deformação de coerência quando a temperatura é menor do que $0,6 T_f$. Porém, quando a temperatura é superior a $0,6 T_f$, a tendência ao engrossamento das fases γ' nas ligas aumenta devido à suficiente difusão dos elementos podendo resultar em redução da vida em fluência. As ligas com menor *misfit* apresentam menor deformação de rede na interface γ/γ' o que faz a liga apresentar maior resistência a fluência em altas temperaturas devido ao aumento da estabilidade microestrutural (Sugui *et al*, 2010). Um pequeno desajuste entre os parâmetros de rede de γ e γ' assegura uma baixa energia interfacial (γ/γ') resultando em uma microestrutura com maior estabilidade em alta temperatura (Tancret *et al*, 2003). A principal força motriz do coalescimento destes precipitados intermetálicos é a minimização da energia interfacial total, de modo que uma interface coerente ou semi-coerente de baixa energia leva a uma microestrutura mais estável. Estabilidade é uma propriedade altamente desejável em altas temperaturas (Barbosa *et al*, 2009; Msm, 2011).

Outro fator de grande importância na resistência à fluência de ligas metálicas deve-se à dispersão de carbonetos ligados. Esta dispersão deve ser altamente estável e ter uma baixa velocidade de coalescimento na temperatura de operação da liga. Os carbonetos de nióbio e de titânio são por esta razão particularmente efetivos na resistência à fluência de ligas (Honeycombe, 1984). Uma outra contribuição significativa para a resistência à fluência provém do endurecimento por solução sólida, gerado pela presença de átomos substitucionais (Bhadeshia *et al*, 1998) e da diminuição da energia de falha de empilhamento gerada pela adição de elementos de liga (Honeycombe, 1984). A contribuição ao endurecimento global dada pelo endurecimento por solução sólida torna-se mais importante depois de períodos de tempo prolongados em serviço a altas temperaturas, devido à perda de estabilidade dos carbonetos que formam a dispersão. A dispersão de carbonetos ligados constitui um aumento da resistência ao movimento de discordâncias. Durante a deformação de fluência, as discordâncias tentam mover-se sobre os planos de deslizamento encontrando carbonetos que agirão como obstáculos. Logo, as discordâncias ficarão presas nos carbonetos ou devem tentar superá-los realizando escorregamento cruzado, escalagem ou cisalhamento. Em matriz com baixa energia de falha de

empilhamento, as discordâncias estão dissociadas e, entretanto, encontram maior dificuldade para escalagem e escorregamento cruzado em volta dos obstáculos. Carbonetos também produzem um efeito de ancoragem dos contornos de grãos dificultando o deslizamento relativo entre eles, afetando a facilidade com que as vacâncias podem ser geradas nestas mesmas regiões. Como resultado, a dispersão de precipitados pode retardar os processos de discordâncias e difusionais associados à deformação de fluência (Evans e Wilshire, 1993). Portanto, carbonetos exibem uma forte interação com as discordâncias tornando-se um obstáculo ao movimento delas. Além do mais, a densa distribuição de finas partículas de carbonetos pode efetivamente reduzir concentração de tensão local e aumentar a resistência ao cisalhamento dos precipitados γ' que é importante para resistência à fluência (He *et al*, 2005). De acordo com Barbosa (2009) e Sawford (2008) a presença de partículas duras dispersas na matriz (como carbonetos) também é benéfico para dureza a quente e resistência ao desgaste abrasivo (Barbosa *et al*, 2009; Sawford *et al*, 2008). Para Reed (2006) os carbonetos encontrados nas superligas possuem três funções principais: i- carbonetos nos contornos de grão, quando formados apropriadamente, reforçam os mesmos, prevenindo ou retardando o deslizamento de contornos e permitindo relaxação de tensões; ii- Se carbonetos finos precipitados na matriz, resultam em aumento de resistência devido à dificuldade ao movimento de discordâncias; iii- Carbonetos podem reter certos elementos que poderiam promover instabilidade de fases durante serviço. Tian *et al* (2003) argumenta que carbonetos nos contornos de grão tem sido visto como obstáculo ao crescimento de grãos e a fina dispersão retarda a recristalização (Tian *et al*, 2003). Logo, presença de partículas duras e estáveis é importante para melhor comportamento em fluência.

Em virtude do argumentado e o fato das ligas em estudo apresentarem diferenças microestruturais tais como: tamanho de grão, quantidade de intermetálicos e carbonetos além de diferentes misfit γ/γ' estas passam a apresentar comportamento distinto em relação à fluência. Nas Figuras 93 a 95 pode-se observar os diferentes comportamentos das três ligas para uma mesma temperatura e tensão.

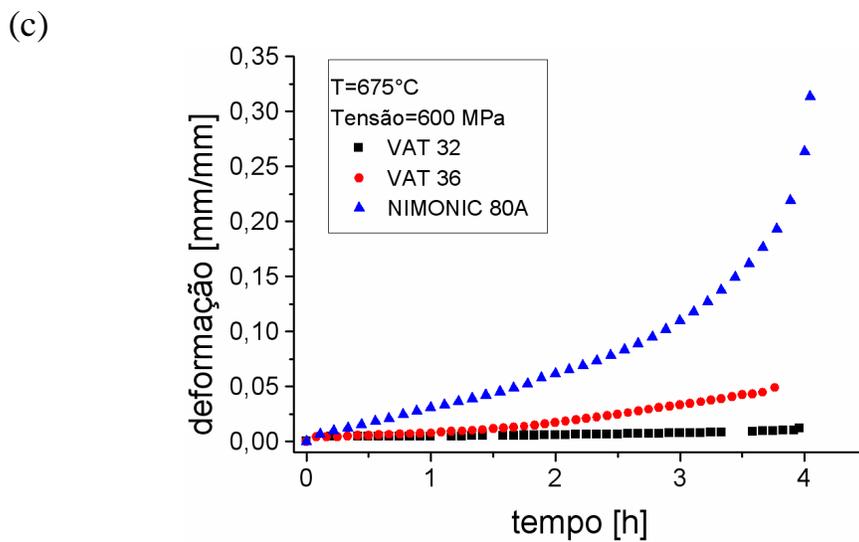
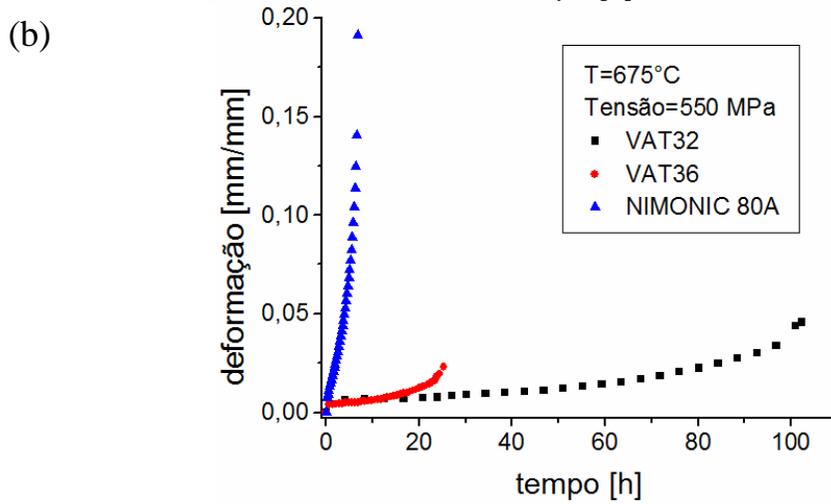
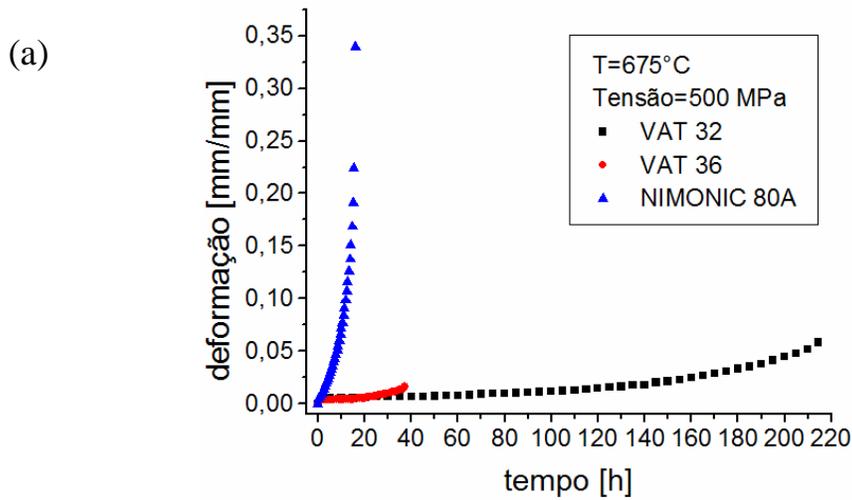


Figura 93- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 675 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

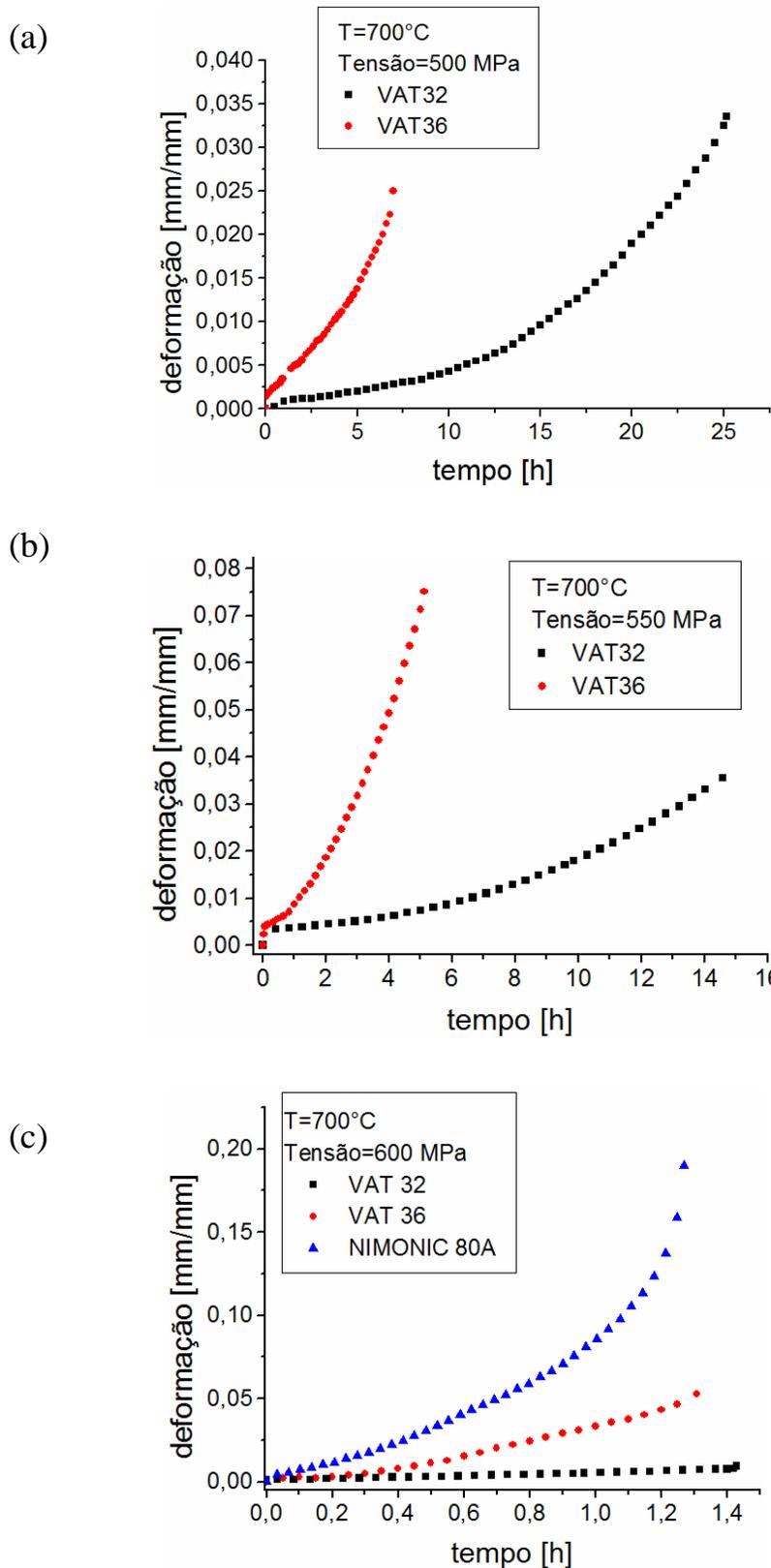


Figura 94- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 700 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

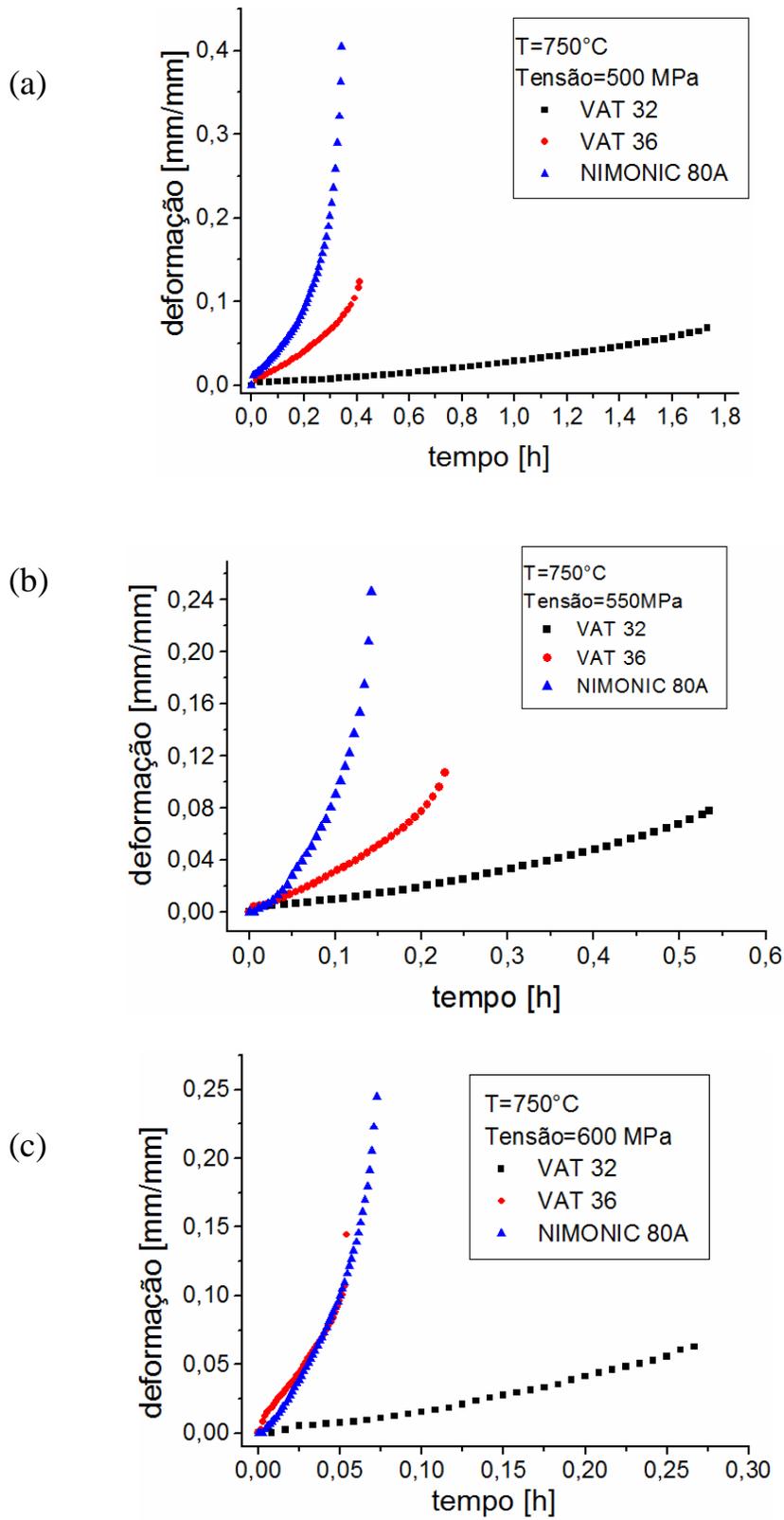


Figura 95- Curvas deformação verdadeira x tempo das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A a 750 °C nas tensões de: (a) 500, (b) 550 e (c) 600 MPa.

A liga VAT 32 apresenta menor taxa de deformação secundária para todas as condições ensaiadas em relação à VAT 36 e NIMONIC 80A. A melhor resistência em fluência da VAT 32 deve-se: a maior quantidade de carbono, o qual proporciona maior resistência aos contornos de grãos e matriz pela formação de maior quantidade de carbonetos, ao maior desajuste entre os parâmetros de rede γ/γ' além da maior quantidade de compostos intermetálicos γ' em relação à VAT 36. Sugui et al (2010) reporta que ligas com maior diferença entre parâmetros de rede apresentam uma melhor resistência à fluência devido ao efeito do endurecimento proporcionado pela deformação de coerência quando a temperatura de ensaio é menor do que $0,6 T_f$ (Sugui et al, 2010, Xu et al, 2011). Esta incompatibilidade entre os parâmetros de rede chamada de *misfit* δ é calculada da

seguinte forma:
$$\delta = \frac{2(a_{\gamma'} - a_{\gamma})}{(a_{\gamma'} + a_{\gamma})}$$
 em que $a_{\gamma'}$ e a_{γ} são respectivamente os parâmetros de rede

das fases gama linha (γ') e gama (γ) (Sugui et al, 2010; Xu et al, 2011). Considerando o parâmetro de rede do intermetálico que está em maior quantidade, a liga VAT 32 apresenta o maior *misfit* ficando em torno de aproximadamente 0,58%; 0,45% para a NIMONIC 80A e 0,41% para a VAT 36. As propriedades da NIMONIC 80A são fortemente dependentes da microestrutura, como por exemplo, tamanho de grão (Xu et al, 2011). Contornos de grão são as regiões mais fracas em superligas à base de níquel (Weber, 2001). Quanto menor o tamanho de grão, maior a área de contornos, maior o favorecimento para difusão e deslizamento de contornos de grão. Assim, é importante que contornos de grão estejam ancorados por carbonetos $M_{23}C_6$ para dificultar difusão e escorregamento (Xu et al, 2011). Na temperatura de 675 °C para a tensão de 500 MPa observou-se a maior diferença entre os tempos de ruptura da VAT 32 em relação à VAT 36 e NIMONIC 80A (13,4 vezes maior para a VAT 32 em relação à NIMONIC 80A e 5,8 vezes em relação à VAT 36), pois a tensão menor, a liga VAT 32 passa a apresentar menor velocidade de deformação, e conseqüentemente, assume um comportamento mais dúctil com extensiva região terciária. Na medida em que a tensão é aumentada a VAT 32 tende a apresentar um comportamento mais frágil e as diferenças entre os tempos de ruptura começam a diminuir. Quando a temperatura é aumentada para 750 °C a diferença cai para 5 vezes em relação à NIMONIC 80A e 4,2 vezes em relação à VAT 36 pelo fato da liga VAT 32 apresentar um maior

desajuste do reticulado cristalino favorece-se, por exemplo, processos difusivos com o aumento da temperatura (Sugui *et al*, 2010).

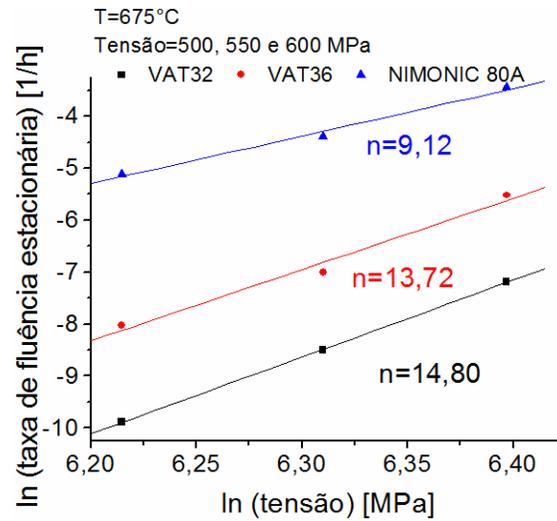
A equação que relaciona a dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão e a temperatura pode ser representada pela Lei de Dorn's (Sugui *et al*, 2011):

$$\dot{\varepsilon}_s = B_0 \sigma^n \exp\left(\frac{-Q_c}{RT}\right) \text{ Equação (2.6), onde } B_0 \text{ é um fator dependente da tensão e da}$$

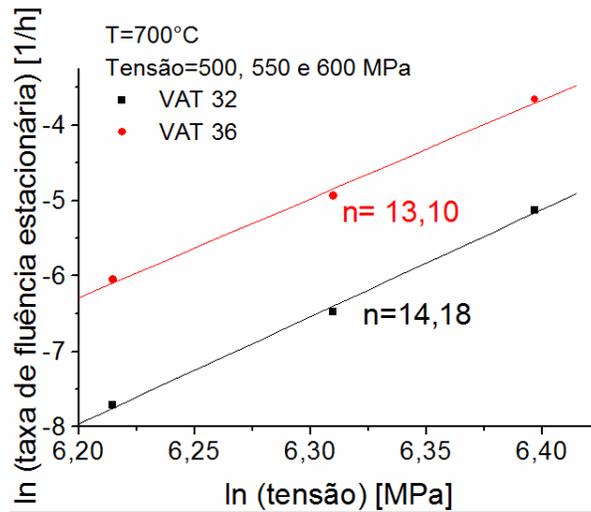
estrutura do material, σ a tensão aplicada, R a constante dos gases e T a temperatura absoluta. O conceito de um mecanismo controlador do fenômeno de fluência pode ser caracterizado por diferentes valores do expoente de tensão n combinados com a energia de ativação Q_c , indicando a dependência para diferentes regimes de tensão e temperatura. Logo, com base na Equação (2.6) e nos dados obtidos nas Tabelas 15, 16 e 17 determinou-se os valores de n e Q_c .

A Figura 96 apresenta a dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão e a Figura 97 apresenta a dependência da taxa de fluência estacionária com a temperatura.

(a)



(b)



(c)

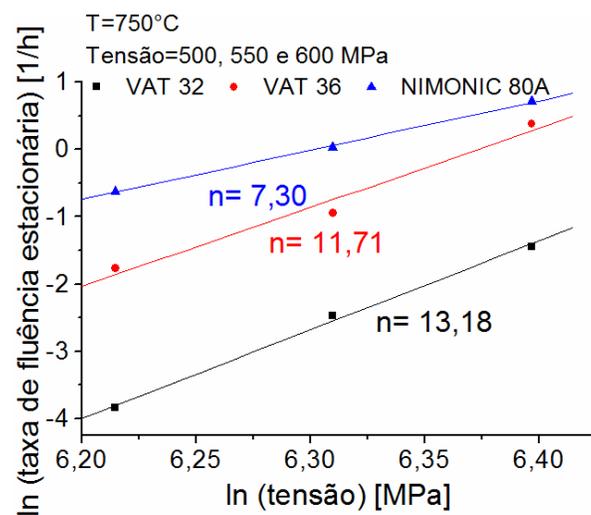


Figura 96- Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada para as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A: (a) 675 °C; (b) 700 °C (c) 750 °C.

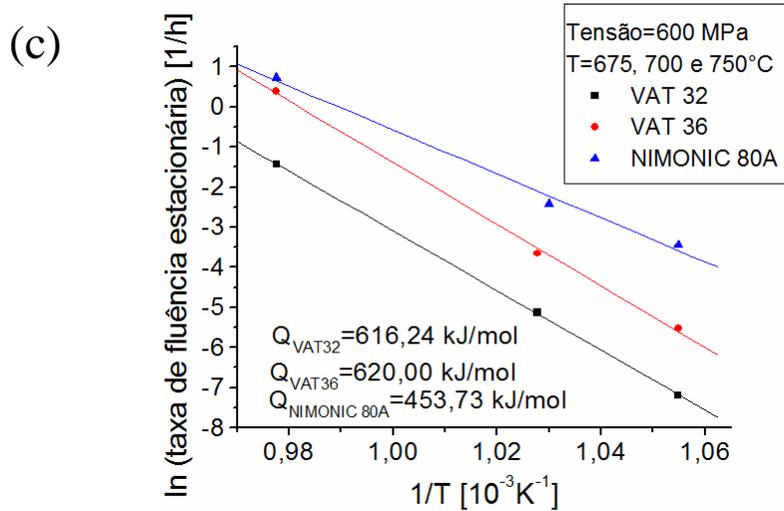
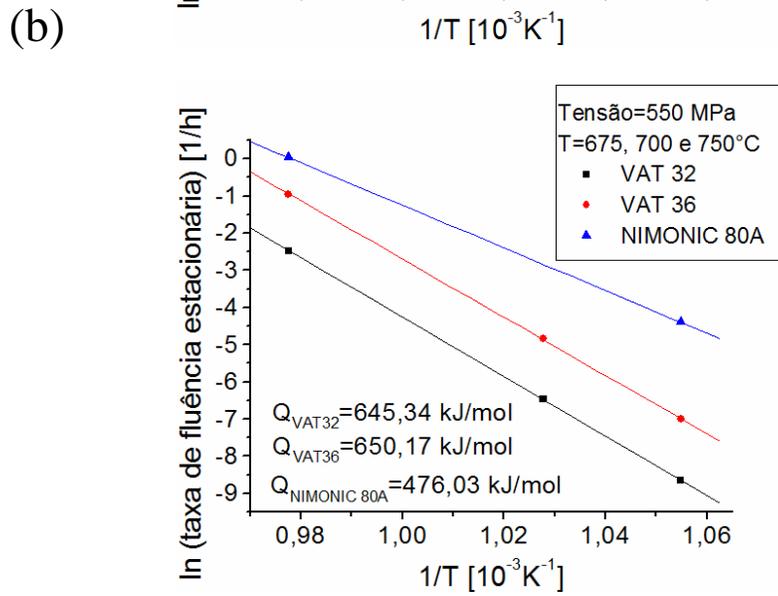
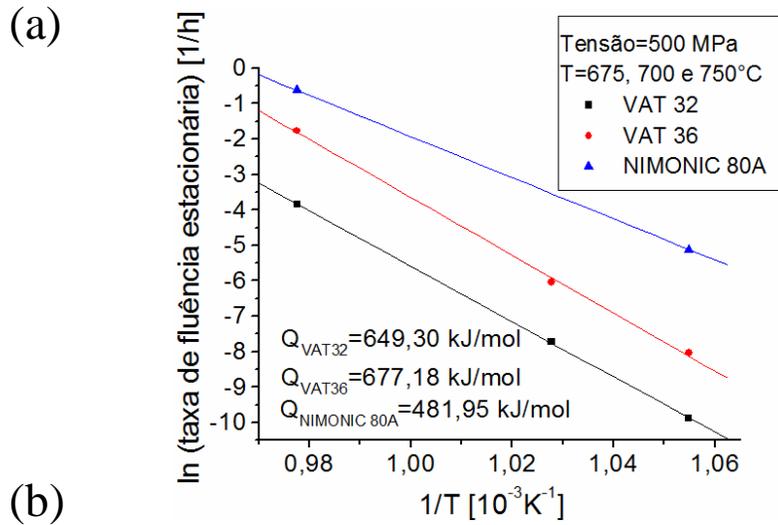


Figura 97- Dependência da taxa de fluência estacionária com a temperatura para as ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A: (a) 500 MPa; (b) 550 MPa e (c) 600 MPa.

Estudos têm descoberto uma variedade de diferentes mecanismos em superligas policristalinas que podem se tornar operativos dependendo da temperatura teste, tensão aplicada e microestrutura (Yuan *et al*, 2011). Em temperaturas mais baixas e tensões mais altas, cisalhamento dos precipitados γ' ocorre via movimento de pares de discordâncias com formação de falhas de empilhamento. Em temperatura intermediária e relativamente baixa tensões, outro mecanismo começa a predominar chamado de *microtwins*. Este começa a atuar em temperaturas mais baixas que o processo de escalagem, pois é um processo que envolve difusão com distância da ordem de dimensões atômicas. Em temperaturas mais altas (em torno de 800 °C) escalagem de precipitados γ' pelas discordâncias é predominante. Este acontece em alta temperatura porque requer difusão atômica a longas distâncias, da ordem de tamanhos de precipitados (Kovarik *et al*, 2009).

Sajjadi *et al* (2001) argumenta que resultados de estudos em testes de fluência interrompidos durante estágio secundário, usando Microscopia Eletrônica de Transmissão, de superliga à base de níquel GTD-11, que a altas tensões, quando $n \sim 11$, discordâncias cisalham as partículas γ' pela formação de falhas de empilhamento e contornos de antifase por discordâncias parciais. A densa rede de discordâncias induzidas durante a fluência é constricta na interface γ/γ' . Visto que falhas de empilhamento situam-se em um plano comum de deslizamento (111), as discordâncias da matriz precisam, como totais, dissociar em discordâncias parciais na interface γ/γ' , produzindo um deslizamento parcial na fase γ' e um parcial na interface que relaxa a alta tensão de coerência na interface γ/γ' . Entretanto, a discordância parcial reduz a energia total da configuração de discordância na interface do mesmo modo que falhas de empilhamento podem ser geradas na interface coerente. Depois de passar pelo precipitado, as discordâncias parciais se rearranjam em totais para futuras movimentações na matriz. Grupo de discordâncias parciais pode gerar uma variedade de falhas de empilhamento em precipitados γ' . Interfaces coerentes é um requisito para formação de falhas de empilhamento. O mecanismo de cisalhamento por discordâncias parciais ocorre quando discordâncias da matriz são acumuladas nas interfaces em grau suficiente para empurrar a discordância para dentro do precipitado. Entretanto, o mecanismo predominante a altas tensões e altas deformações não é visto a baixa deformações devido à insuficiente densidade de discordâncias acumuladas nas interfaces (Sajjadi *et al*, 2001; Nategh *et al*, 2003). Sajjadi *et al* (2001) também relata em seu trabalho

que valores de energias de ativação mais altas (≈ 675 kJ/mol), frequentemente reportados para superligas com múltiplas fases, têm sido associado com fluência controlada por movimentação de discordâncias. Quando a tensão é suficientemente alta e, precipitados e matriz apresentam alguma orientação cristalina como a GTD-111, as discordâncias da matriz podem cisalhar os precipitados. Quando n fica ≈ 4 , deslizamento e escalagem de discordâncias é o processo controlador. Neste caso, a energia de ativação é igual à energia de ativação para autodifusão. Tem sido reportado que a energia de ativação para autodifusão para superliga à base de níquel está na faixa de 257-283 kJ/mol. Pequena energia de ativação (106 kJ/mol) é relatada para fluência difusional (Sajjadi *et al*, 2001). Sugui *et al* (2011), trabalhando com superliga a base de níquel FGH95, encontrou expoentes de tensões de 15,4 e 14,1; energia de ativação de $580,3 \pm 20$ kJ/mol e $510,3 \pm 20$ kJ/mol. Segundo o autor, os mecanismos de deformação da liga durante fluência envolveram cisalhamento de precipitados, *twinning e loops* de discordâncias (Sugui *et al*, 2011).

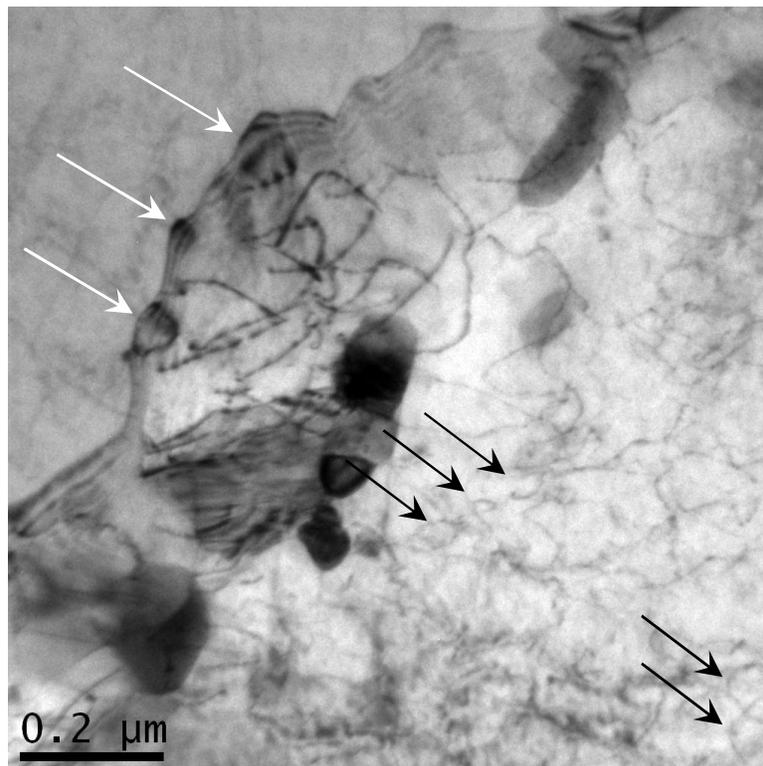


Figura 98- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 675 °C e 500 MPa. Observa-se a presença de *loops* de discordâncias (setas pretas) e cisalhamento de precipitados (setas brancas).

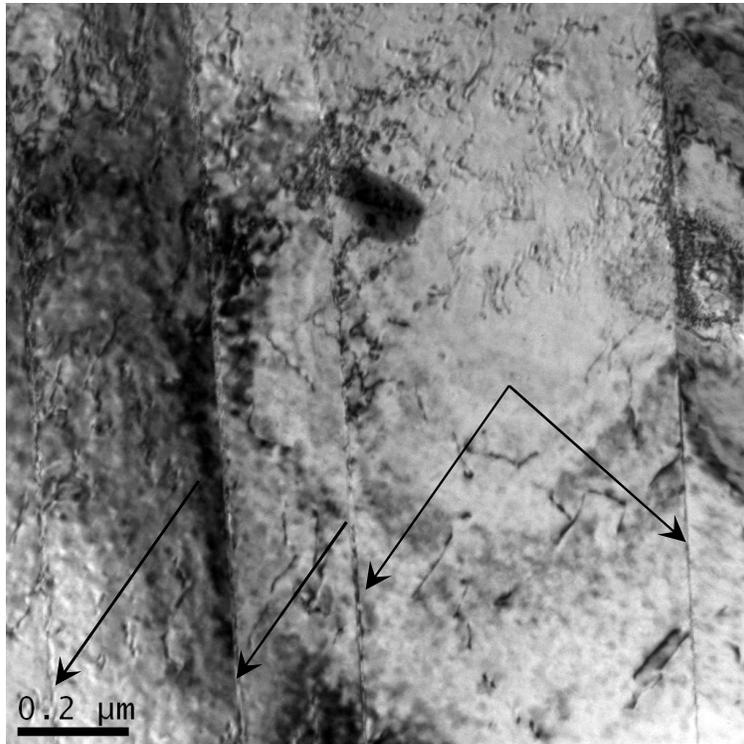


Figura 99- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa. As setas pretas indicam a presença do mecanismo de deformação *twinning*.

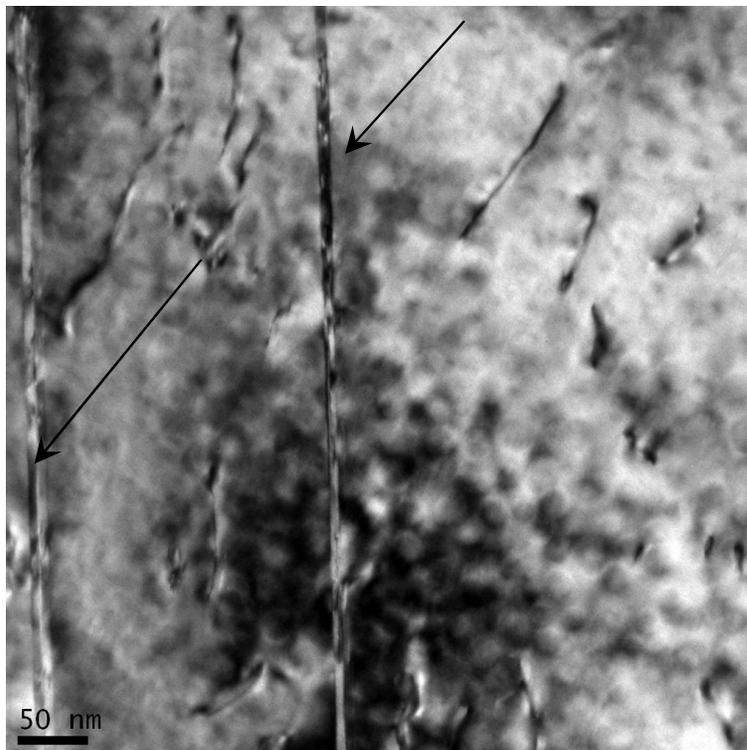


Figura 100- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa mostrando deformação por *twinning* (setas pretas).

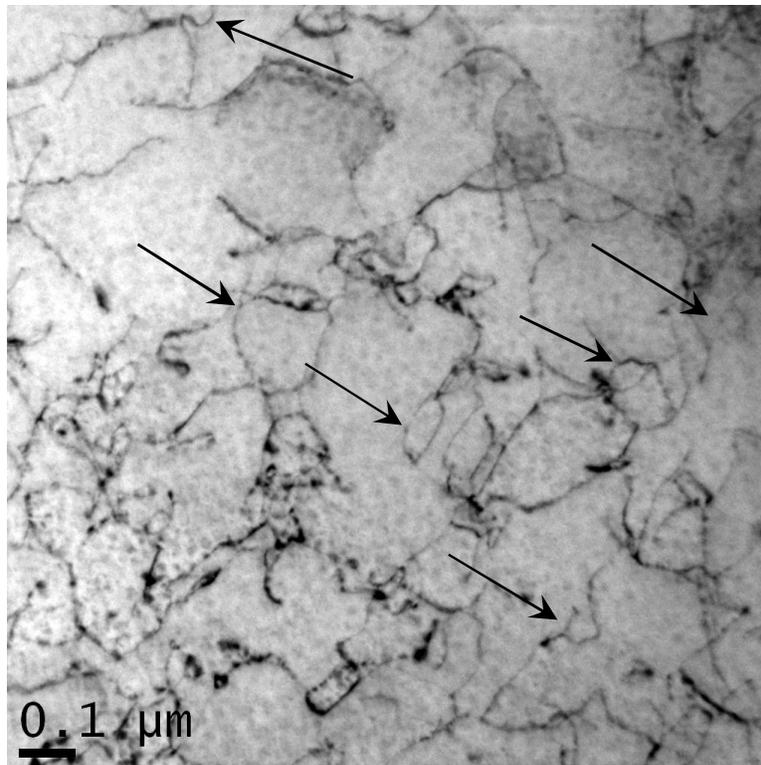


Figura 101- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa apresentando *loops* de discordâncias indicado pelas setas pretas.

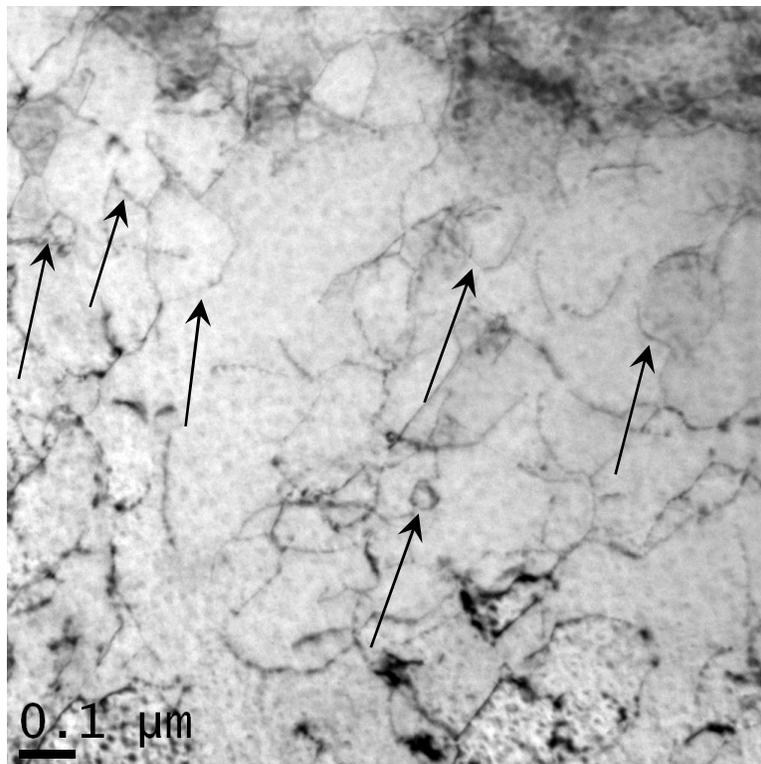


Figura 102- Micrografia em MET (imagem de campo claro) da superliga VAT 32 ensaiada a 750 °C e 500 MPa mostrando *loops* de discordâncias (setas pretas).

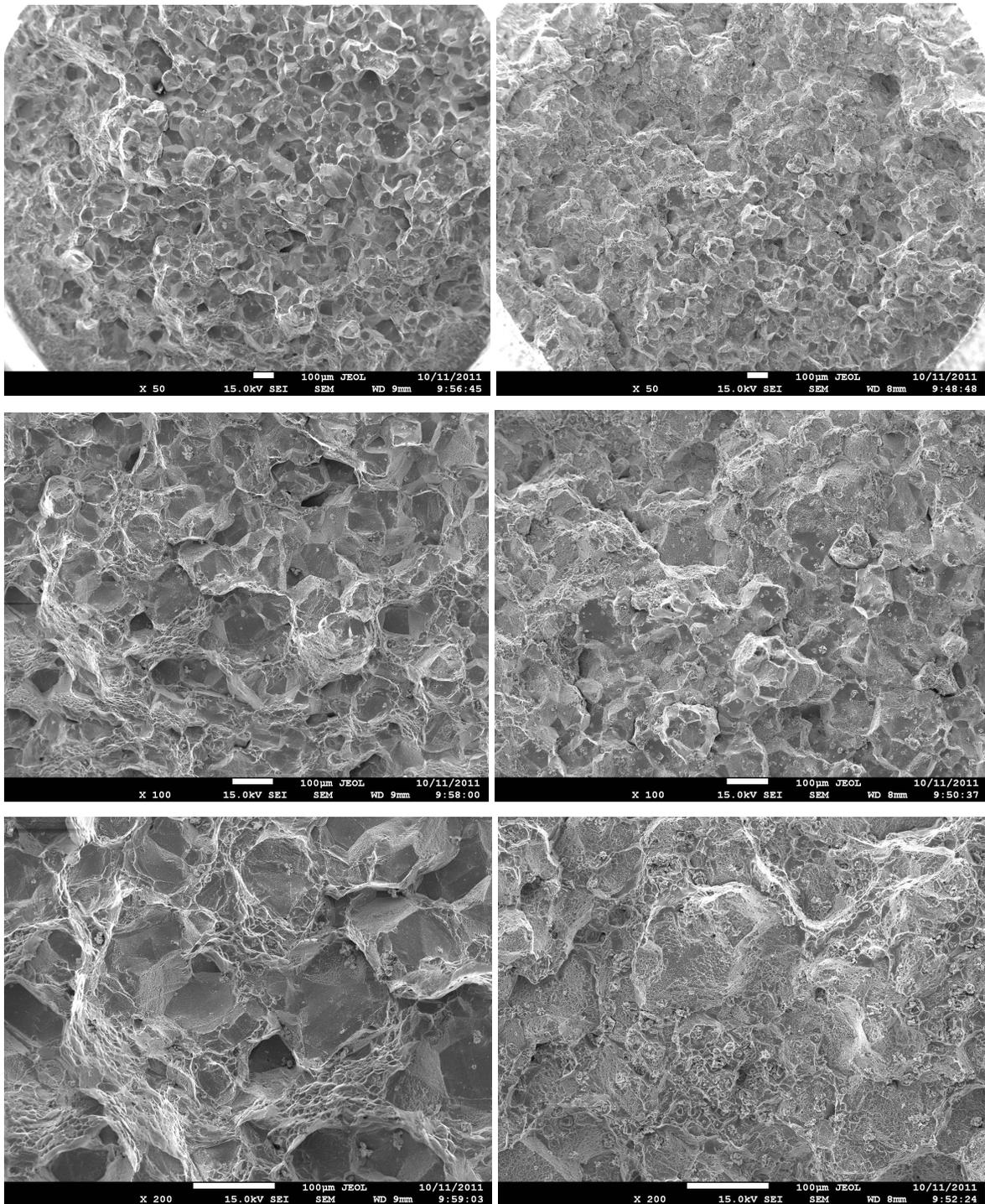
De acordo com a Figura 98, obtida por MET da superliga VAT 32 na temperatura de 675 °C, durante a deformação por fluência houve formação de *loops* de discordâncias (setas pretas), cisalhamento de precipitados e empilhamento de discordâncias nos contornos de grãos (setas brancas). Para a temperatura de 750 °C houve a presença de deformação por *twinning* conforme mostrado nas Figuras 99 e 100, além da formação de *loops* (indicado nas Figuras 101 e 102 pelas setas pretas). Imagens em MET semelhantes às das Figuras 98 a 102, mostrando estes mecanismos de deformação, são apresentadas em trabalhos com superligas de (Unocic *et al*, 2005; Unocic, 2008; Sugui *et al*, 2011 e Yuan *et al*, 2011). Huo *et al* (2007) em seu trabalho sobre mecanismos de deformação por fluência a alta temperatura de superliga a base de níquel argumenta que altos valores de $n= 10,4-14$ e altas energias de ativação são associados com mecanismos de cisalhamento, enquanto os valores de $n= 3,8-5$ e energias de ativação mais baixa estão associados com deslizamento e escalagem de discordâncias. Para $n < 2$ e energias de ativação próxima à energia de ativação para autodifusão em superligas a base de níquel, o mecanismo controlador de deformação, no estágio secundário, está associado com fluência por difusão. Logo, com base nestas informações, nos estudos de Unocic *et al* (2005), Unocic (2008), Sugui *et al* (2011), Yuan *et al* (2011), Sajjadi *et al* (2001) o mecanismo de deformação dominante no estado secundário de fluência das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A é movimento de discordâncias envolvendo provavelmente:

- processo de *Orowan loops* e cisalhamento de precipitados pelas discordâncias, além da presença de deformação por *twinning* para as ligas VAT 32 e VAT 36;
- escorregamento e escalagem de discordâncias para a NIMONIC 80A.

4.6- Fractografias das espécies submetidas à fluência

A complementação da parte experimental compreende o estudo das principais características das superfícies de fratura. Amostras representativas dos testes de fluência foram utilizadas para as análises fractográficas.

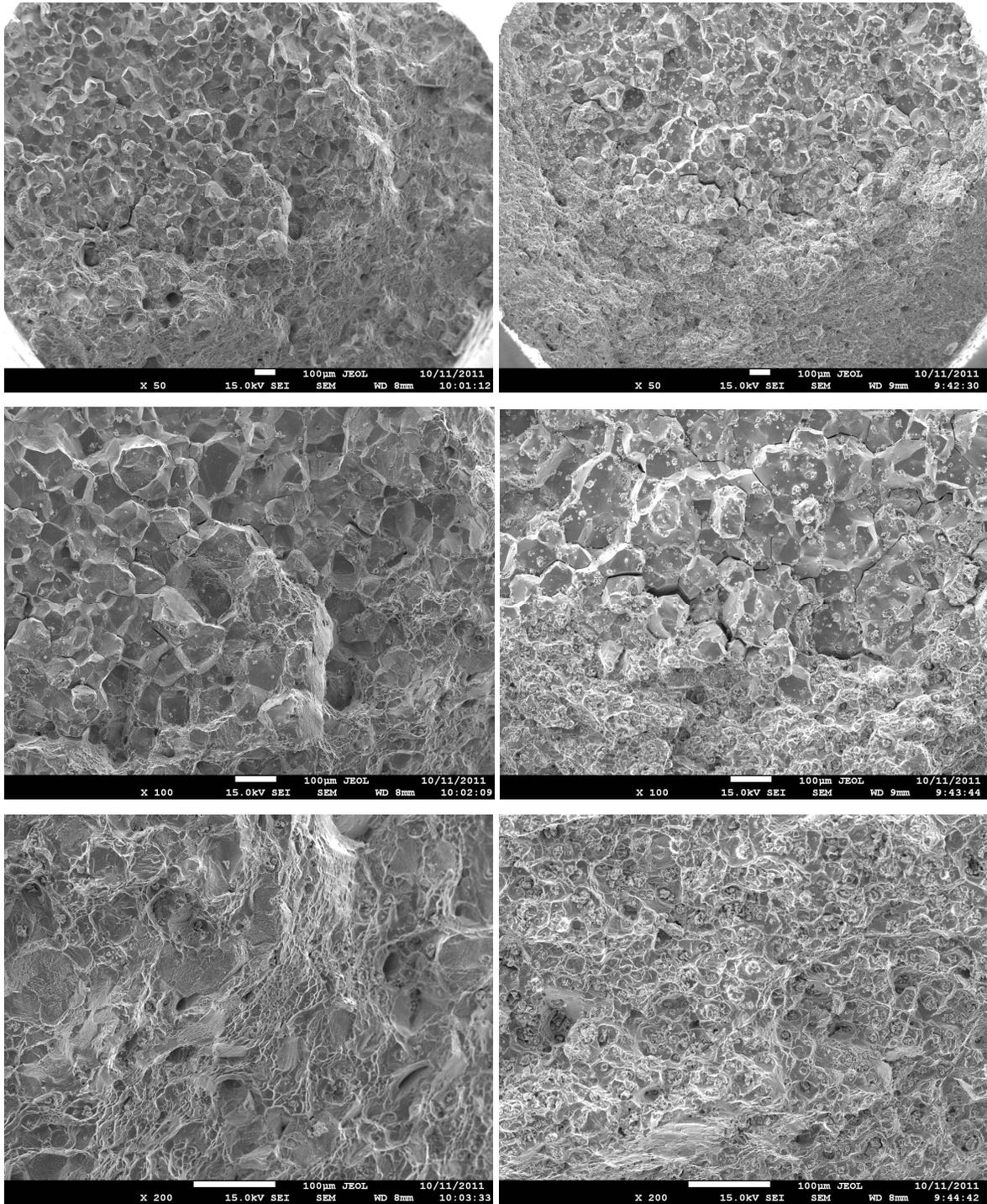
As Figuras 103 a 118 são fractografias de amostras das ligas VAT 36, VAT 32 e NIMONIC 80A testadas nas diferentes tensões e temperaturas.



(a)

(b)

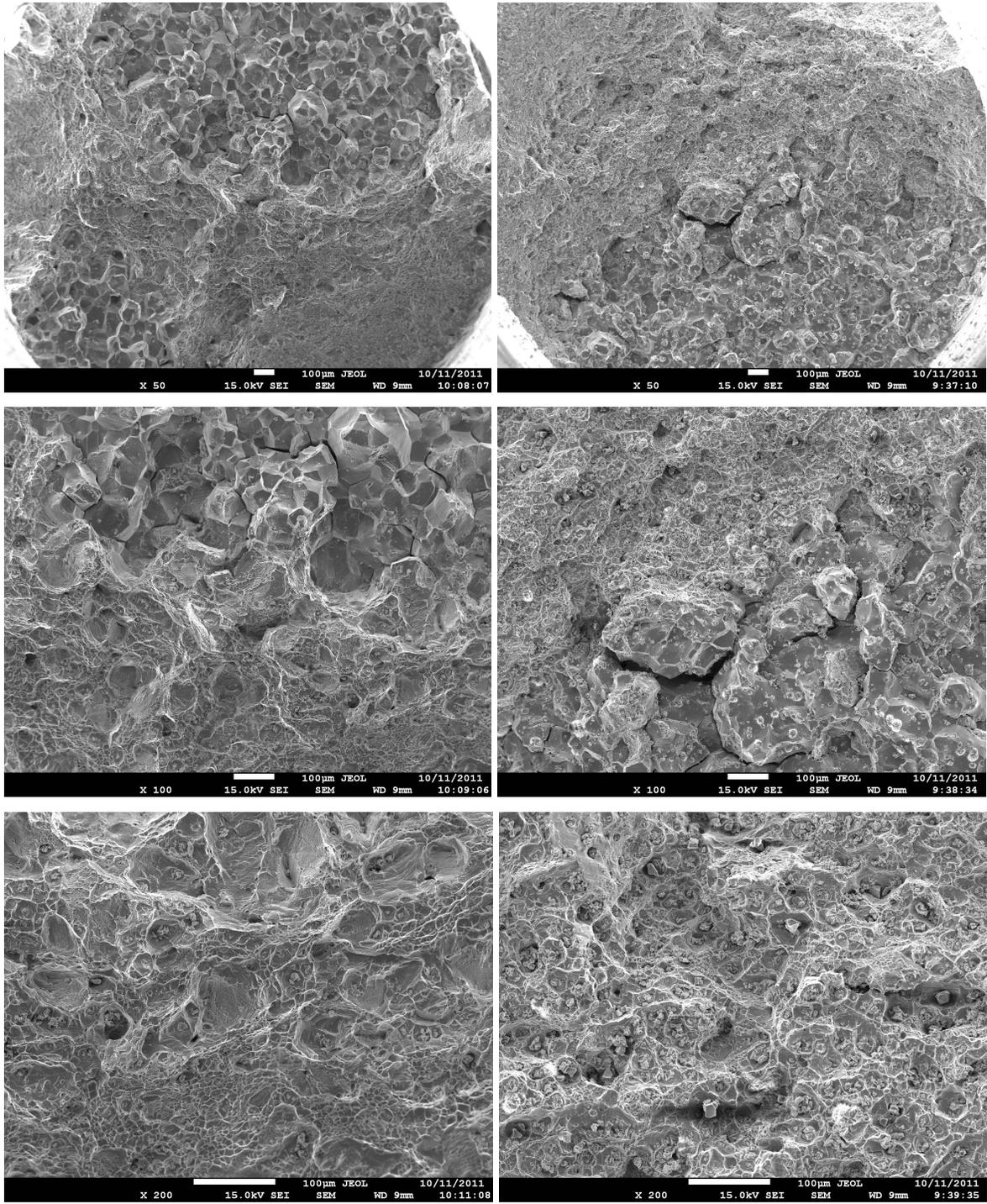
Figura 103- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e fratura transgranular dúctil.



(a)

(b)

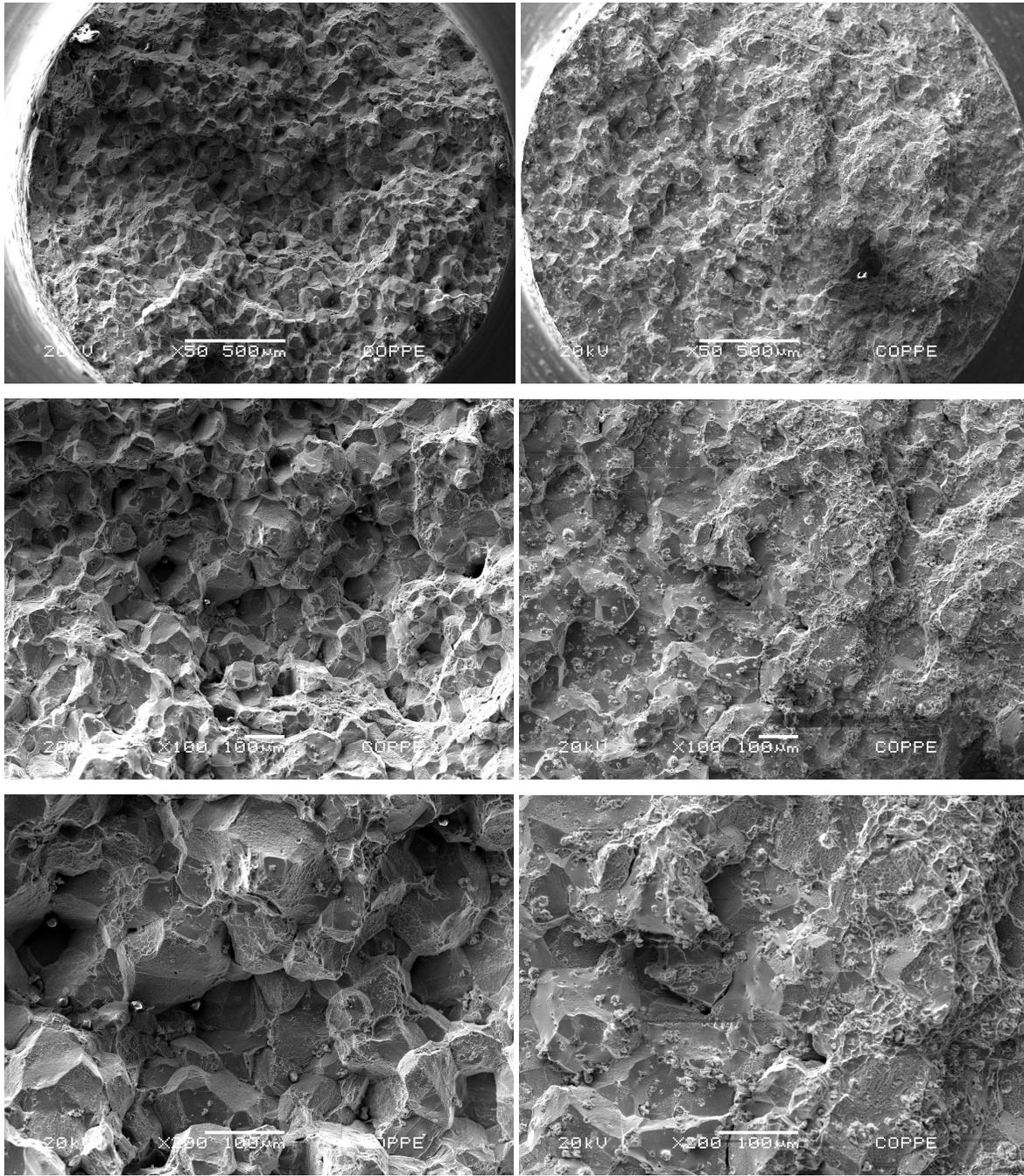
Figura 104- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 550 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.



(a)

(b)

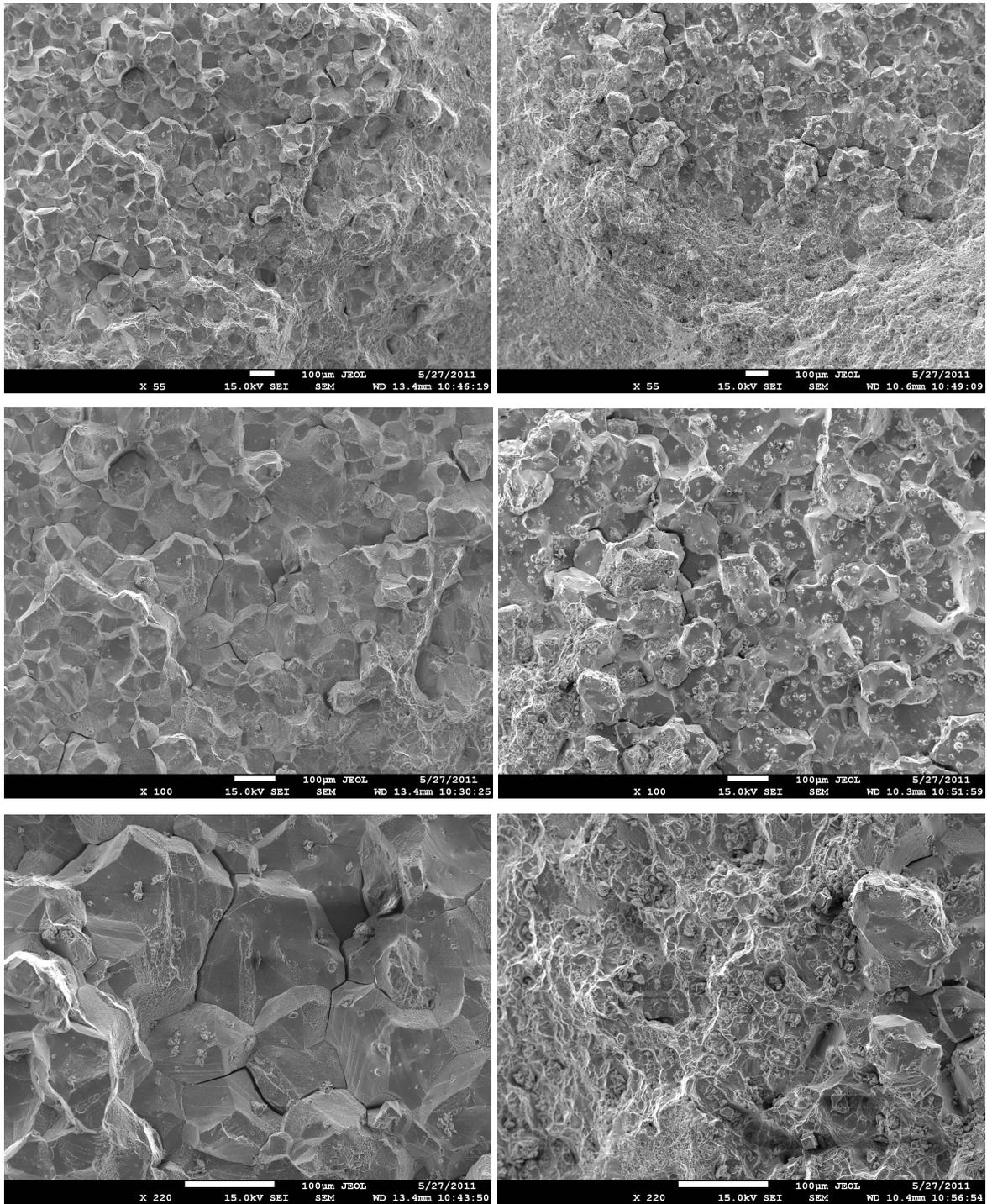
Figura 105- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 675 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.



(a)

(b)

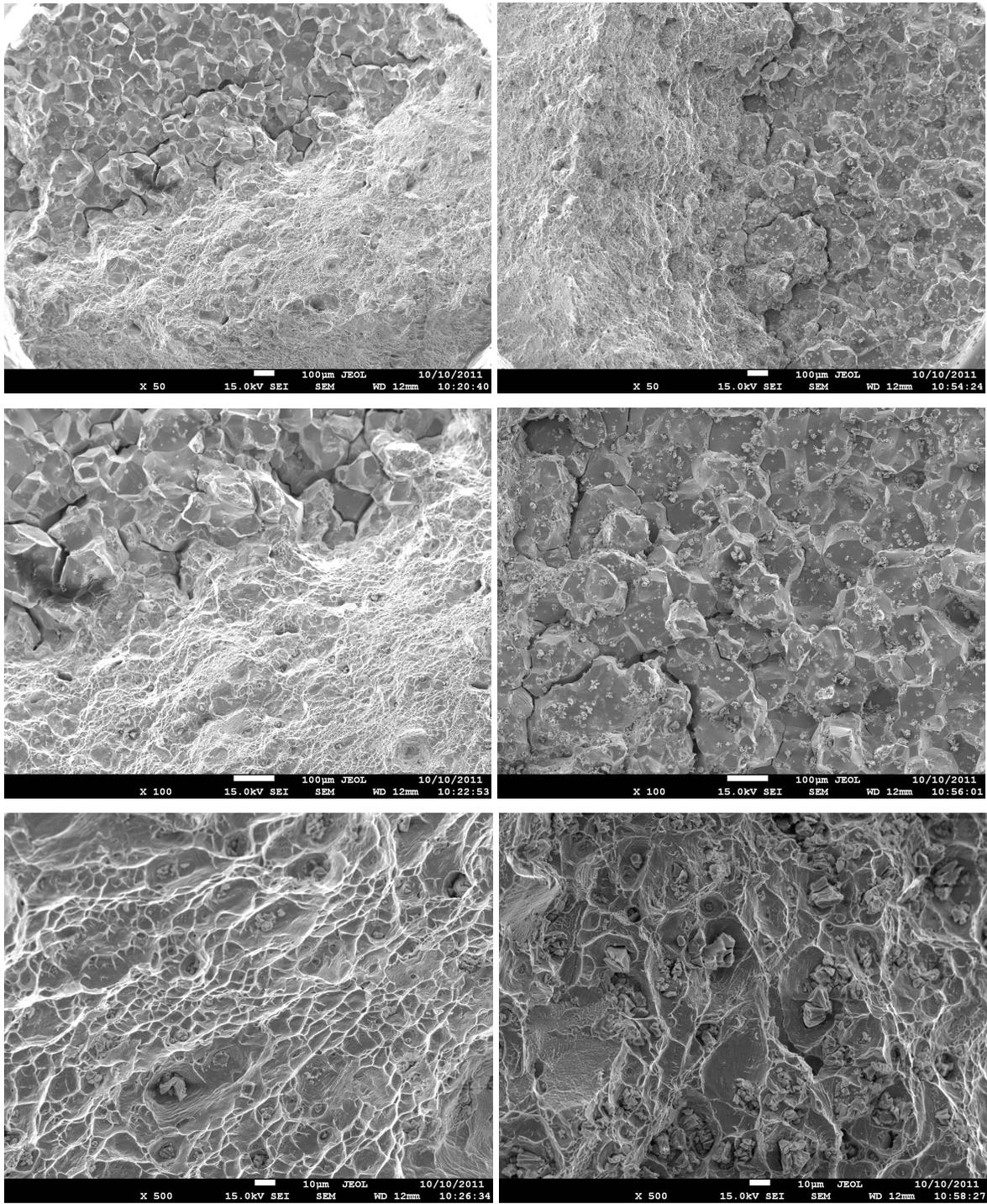
Figura 106- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil.



(a)

(b)

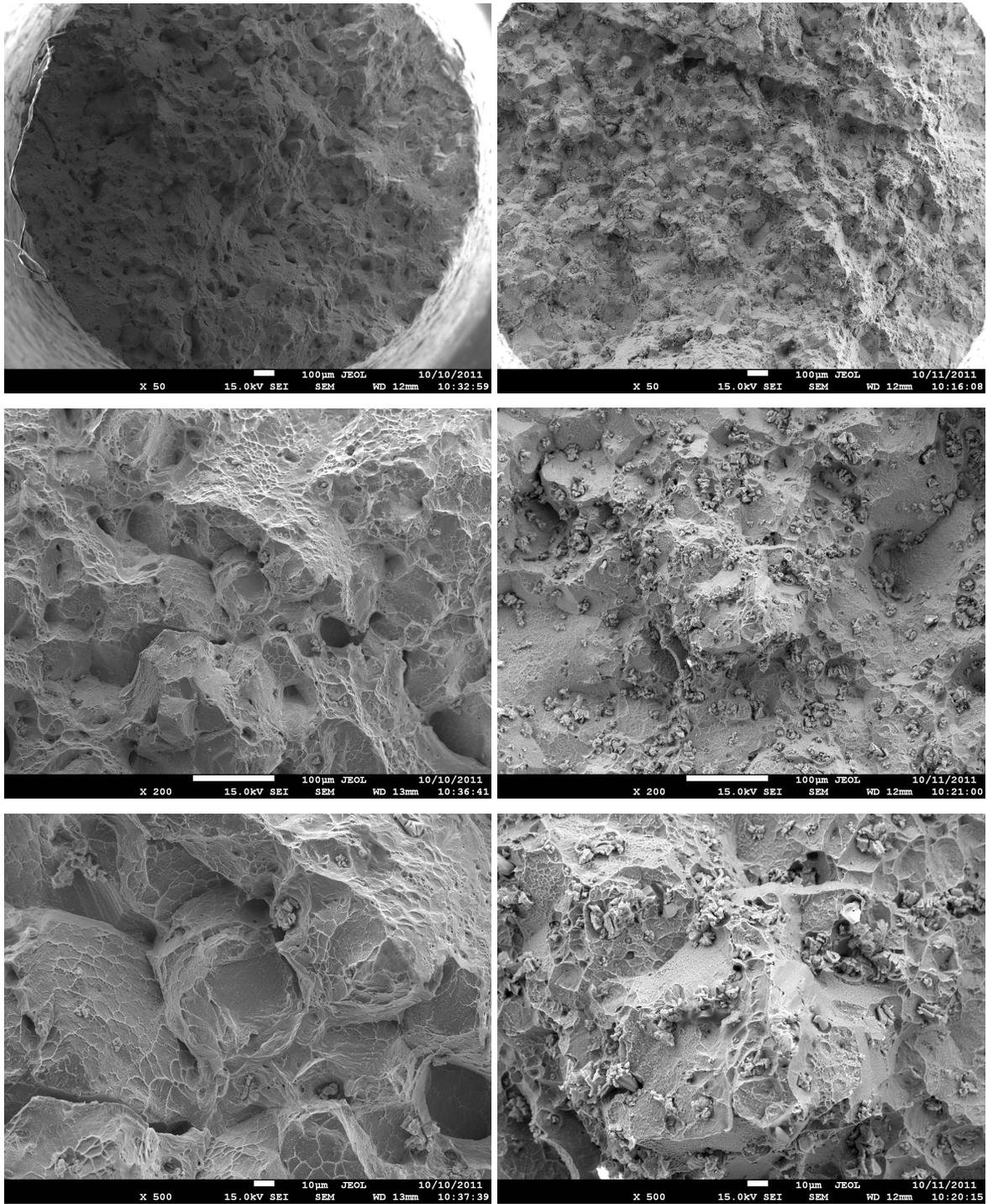
Figura 107- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 550 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.



(a)

(b)

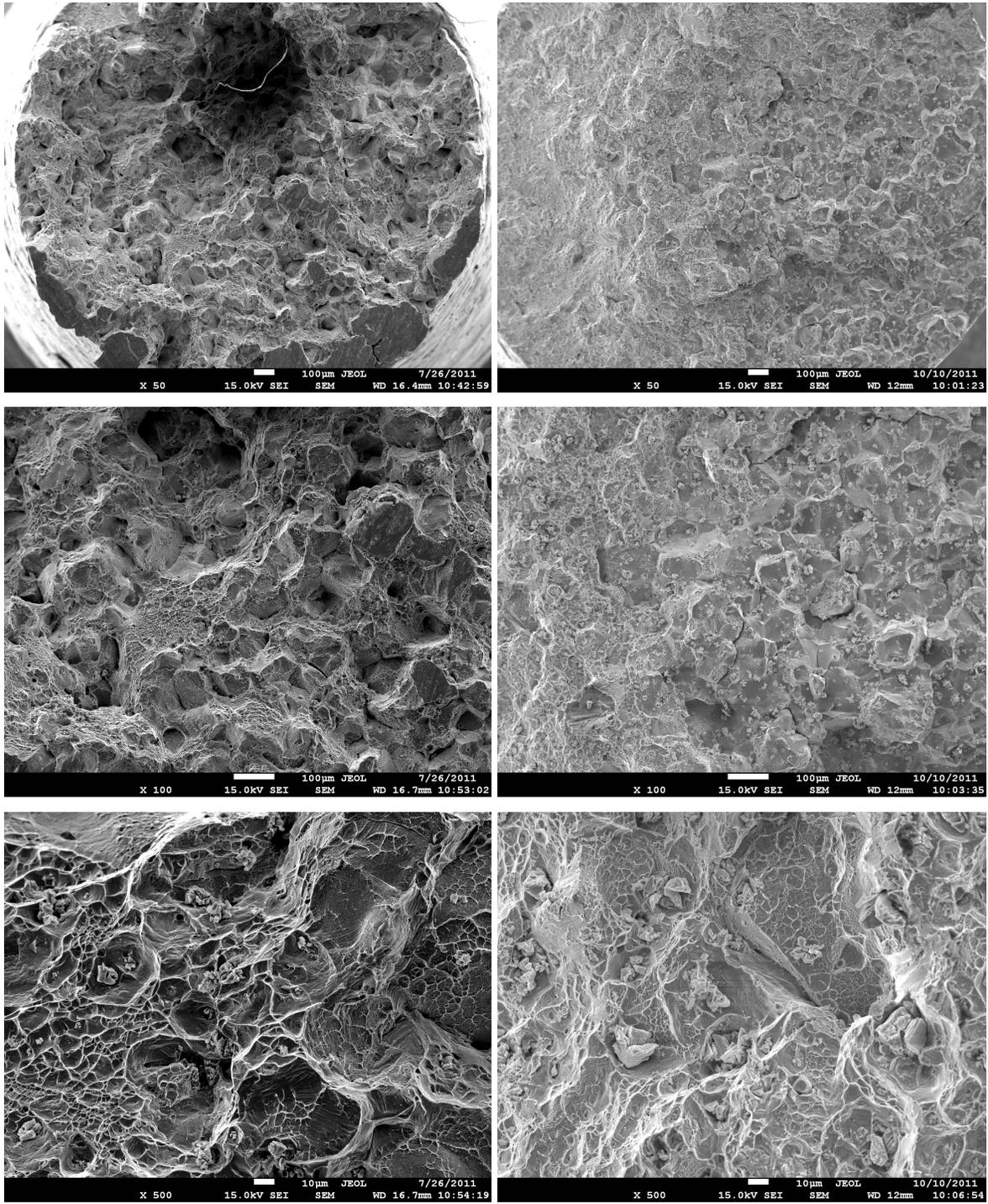
Figura 108- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 700 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.



(a)

(b)

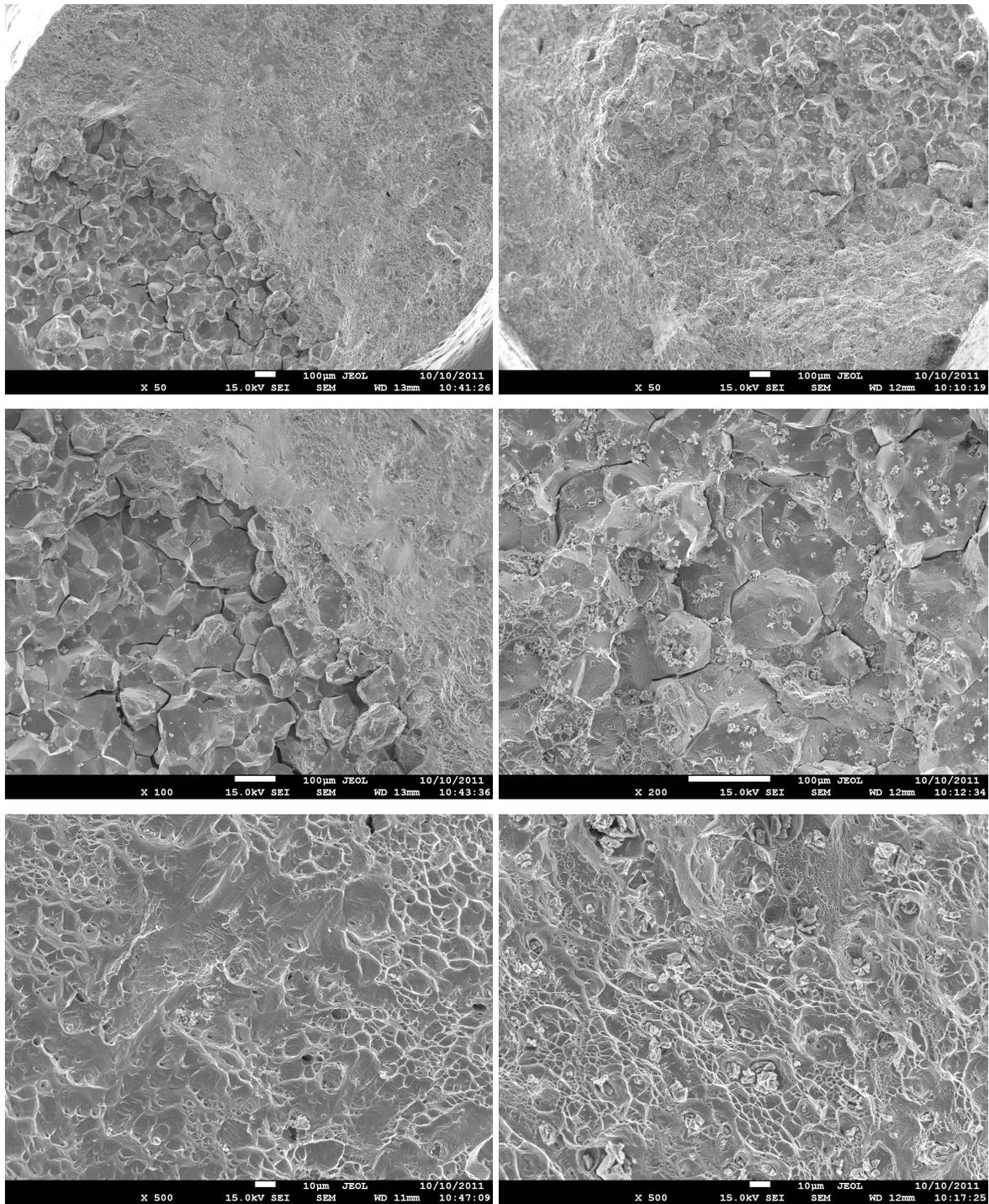
Figura 109- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 500 MPa apresentando mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil.



(a)

(b)

Figura 110- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 550 MPa. (a) mistura de fratura intergranular e transgranular dúctil, (b) fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.



(a)

(b)

Figura 111- Fractografia das ligas: (a) VAT 36 e (b) VAT 32 expostas a fluência a 750 °C e 600 MPa apresentando fratura inicial intergranular e final transgranular dúctil.

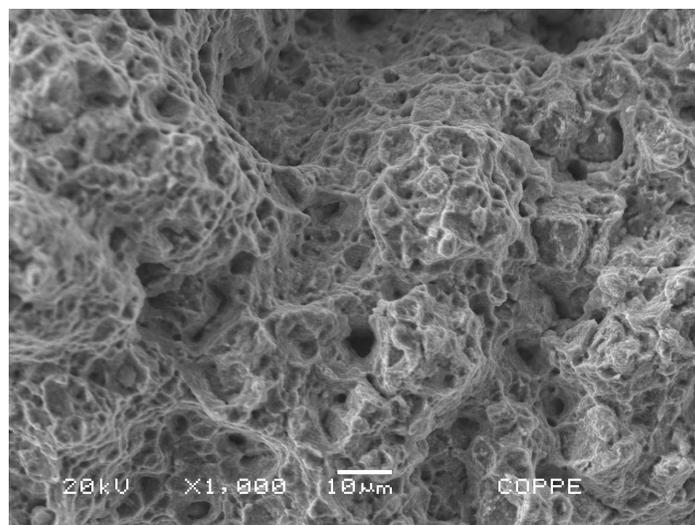
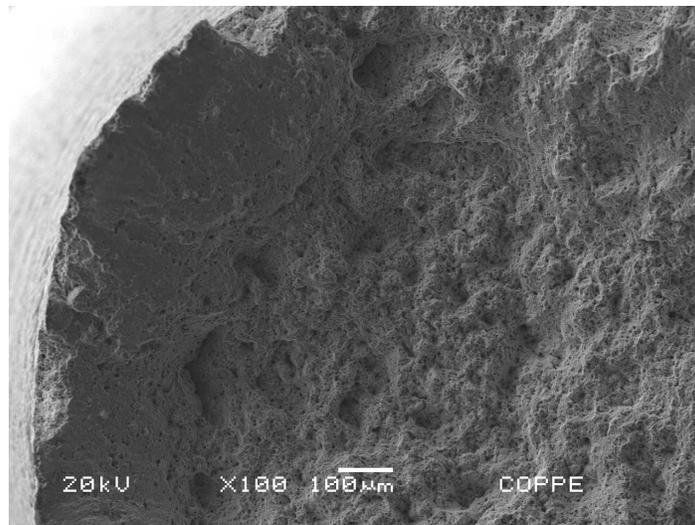
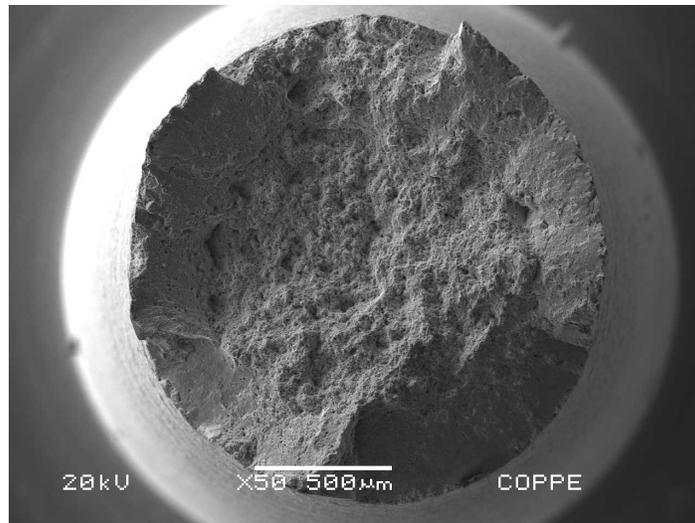


Figura 112- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 500 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

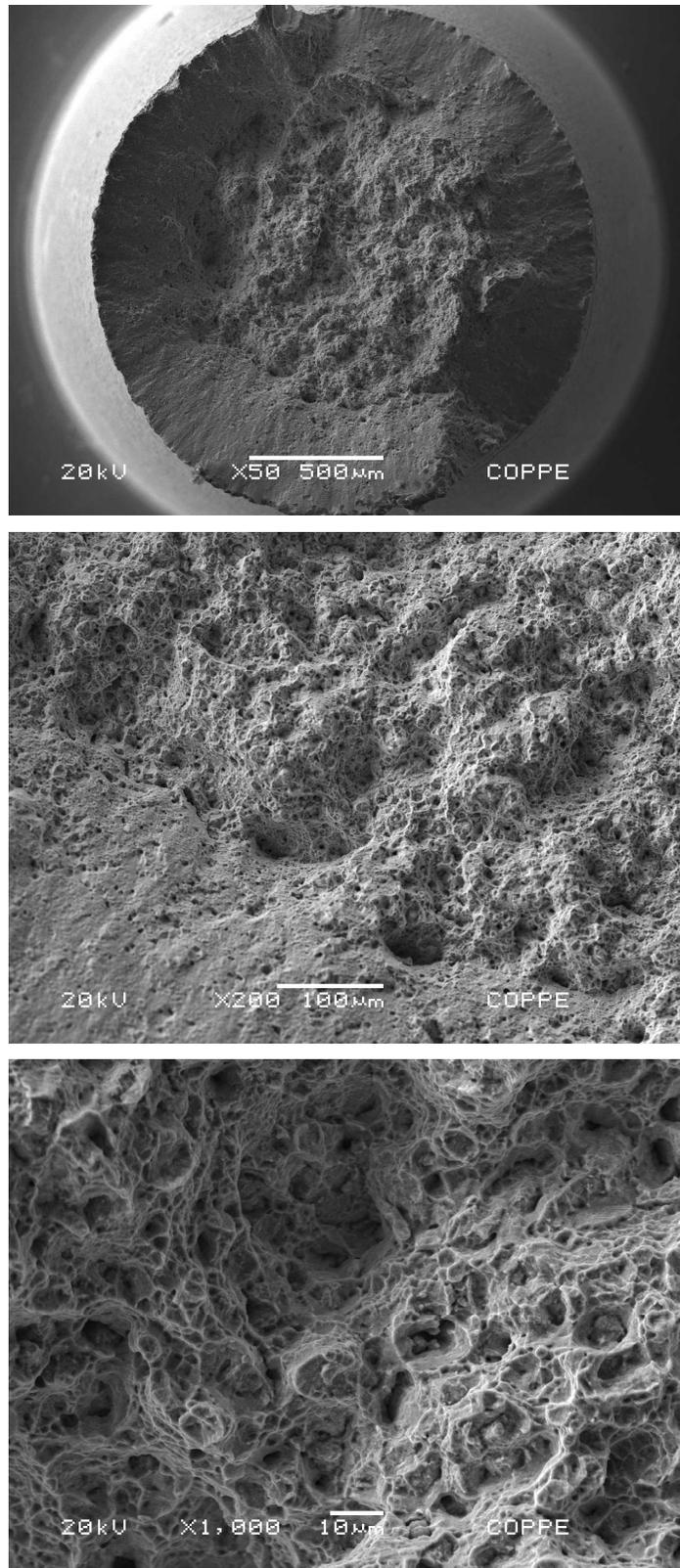


Figura 113- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 550 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

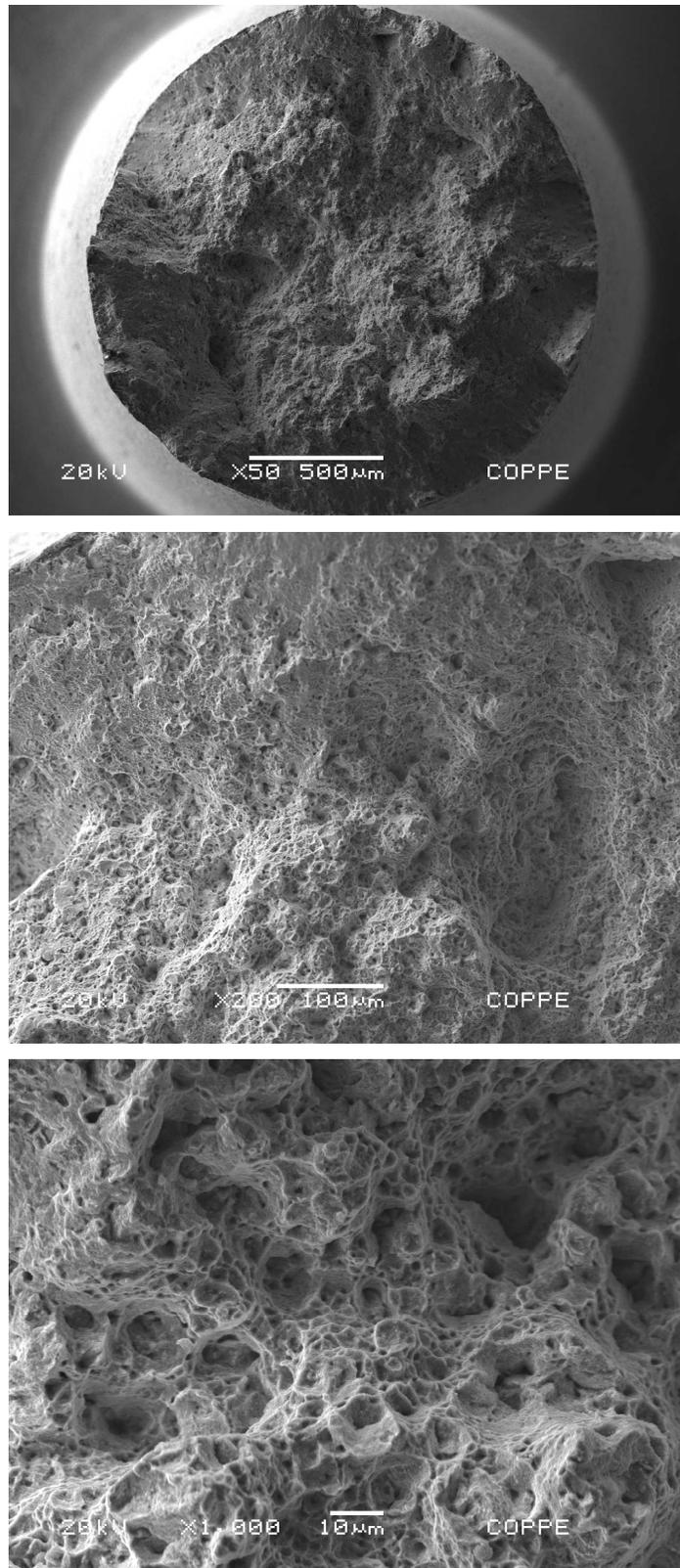


Figura 114- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 675 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

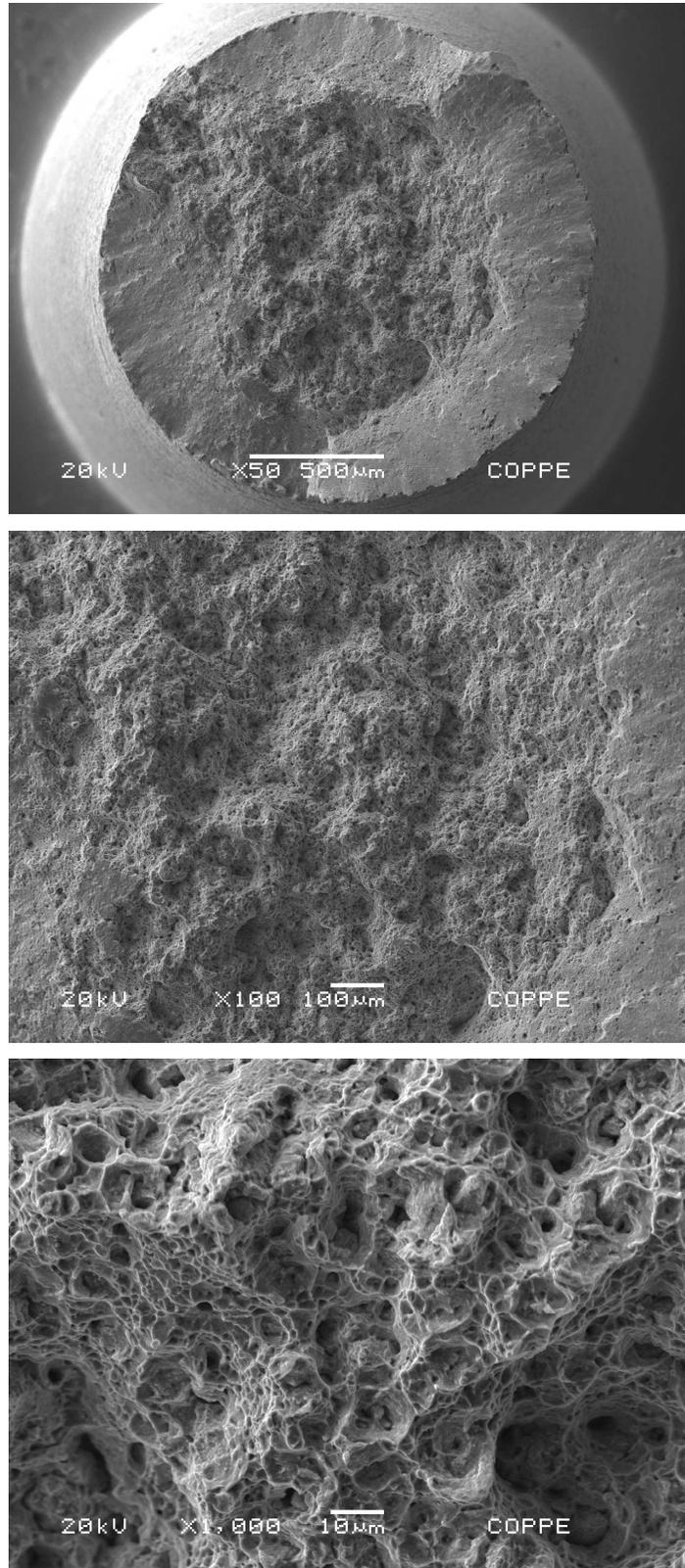


Figura 115- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 700 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

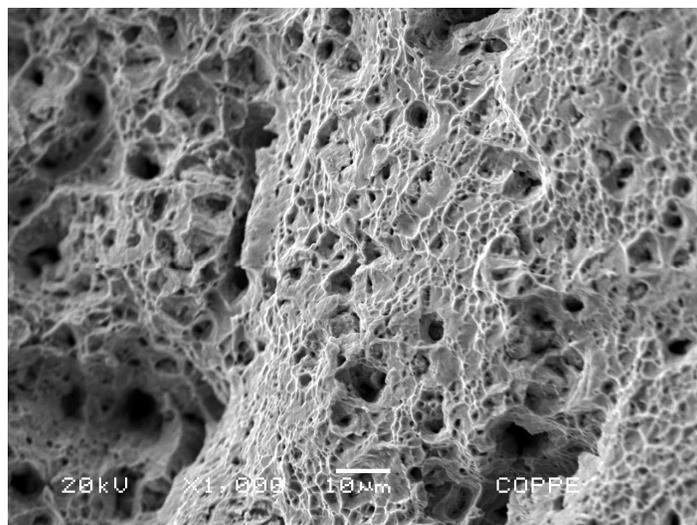
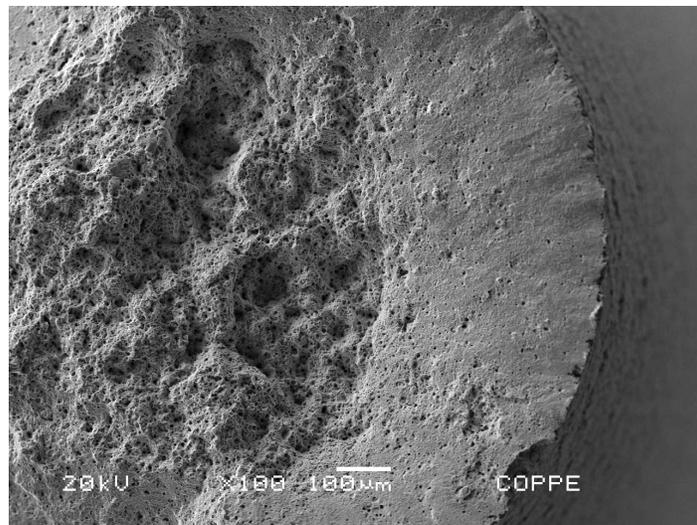
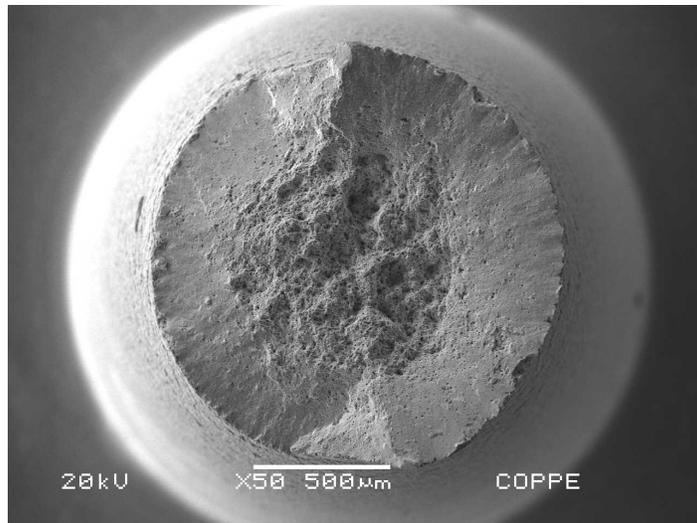


Figura 116- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 500 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

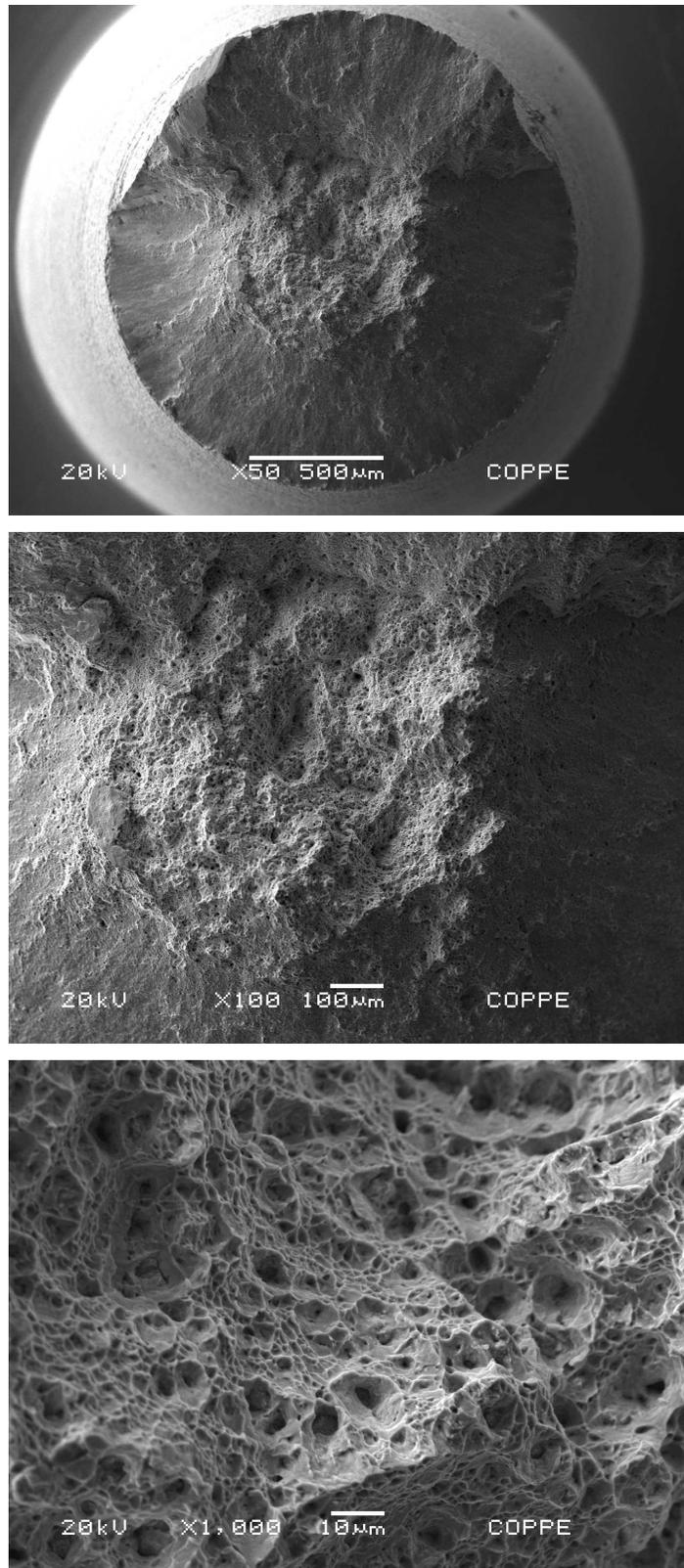


Figura 117- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 550 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

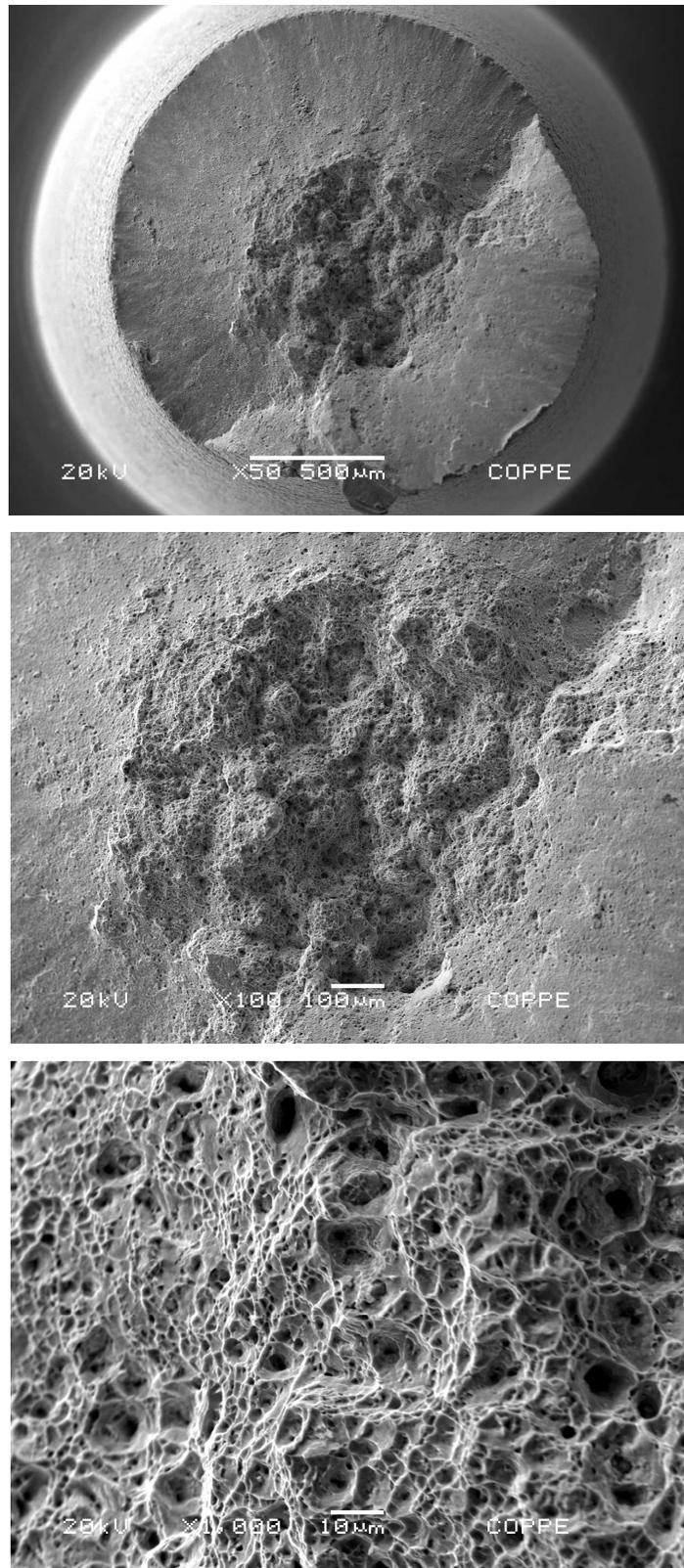


Figura 118- Fractografias da liga NIMONIC 80A submetida à fluência a 750 °C e 600 MPa mostrando fratura transgranular dúctil.

A deformação por fluência é um fenômeno complexo que envolve todo o histórico de deformação do material durante os três estágios. No estágio primário, tem-se deslocamento estrutural e subestrutural com a iniciação de danos. A fluência secundária é caracterizada quando a taxa de deformação é constante e os danos provocados pela nucleação continuam. No terceiro estágio os danos crescem, tem-se a propagação de macrotrincas resultando na falha do material (Tancret *et al*, 2003).

O mecanismo de falha das espécies fraturadas em fluência foi analisado usando Microscópio Eletrônico de Varredura. As fractografias revelam que o mecanismo de falha nas condições de ensaio apresentadas para as ligas VAT 32 e VAT 36 foi fratura intergranular e transgranular (dúctil). Fratura por fluência intergranular envolve nucleação, crescimento e subsequente ligação de vazios em contornos de grão formando dois diferentes tipos de cavidades: triangular ou isoladas. Cavidade triangular está associada a trincas em pontos triplos dos contornos de grão originado pelo deslizamento de contornos de grãos. A formação de cavidades é controlada por processos de difusão (Krishna *et al*, 2010). O empilhamento de discordâncias em regiões próximas aos contornos de grãos durante a fluência pode elevar a concentração de tensões favorecendo a iniciação e propagação de microtrincas intergranulares (Sugui *et al*, 2011).

As fractografias revelam também a presença de fratura transgranular dúctil através da formação e coalescência de microcavidades com formas e tamanhos variados. As cavidades são onduladas em regiões de descontinuidades, como inclusões, partículas de carbonetos e possivelmente em pontos envolvendo empilhamento de discordâncias, cujas tensões localizadas induzem a formação de vazios como forma de aliviar a tensão local. O tamanho e a forma dos *dimples* são governados pelo número e distribuição de microcavidades nucleadas e pelo nível de tensões internas presentes no material (Reis, 2005).

Para a tensão de 500 MPa há mistura de fratura transgranular dúctil com fratura intergranular, pois a velocidade de deformação é mais baixa. Na medida em que a tensão aumenta as fraturas tendem a começar intergranular e romper de um modo transgranular com coalescência de microcavidades. Trincas podem começar na interface carboneto/matriz no interior dos grãos produzindo fratura transgranular e contornos de grãos são regiões fortemente atribuídas à iniciação de danos originando fratura intergranular (Kuo *et al*,

2009). Quando a temperatura é aumentada, para a tensão de 500 MPa, há um maior predomínio de fratura por coalescência de microcavidades nas ligas VAT 32 e VAT 36 devido ao fato do material apresentar um comportamento mais dúctil.

Quanto à fractografias da liga NIMONIC 80A, em todas as condições de fluência, são evidenciados os fenômenos de estricção e o desenvolvimento de microcavidades. A região periférica da superfície de fratura apresenta uma estrutura com *dimples* de pouca profundidade em relação à região central (final da fratura) onde os *dimples* são mais profundos. O mecanismo de fratura dúctil foi predominante nas condições de ensaio apresentada para este material.

Carbonetos tipos $M_{23}C_6$ são benéficos para propriedades de fluência obstruindo movimento de discordâncias. Porém, eles retiram elementos endurecedores por solução sólida da matriz (Liu *et al*, 2003). De acordo com He *et al* (2005), finos precipitados $M_{23}C_6$ podem efetivamente prevenir difusão em contorno de grão durante deformação, reforçando contorno de grão e sendo benéfico para propriedades de fluência (He *et al*, 2005). Segundo Xu *et al* (2011) $M_{23}C_6$ apresenta orientação cristalográfica com a matriz. Isto resulta em uma força de ligação entre a matriz e $M_{23}C_6$ forte dificultando a formação de trincas e , conseqüentemente, resultando no aprisionamento de discordâncias (Xu *et al*, 2011). Logo, contornos de grãos sem $M_{23}C_6$ são mais propensos à formação de trincas (He *et al*, 2005). Para Sugui *et al* (2011) partículas tipo (Nb,Ti)C nos contornos de grãos podem dificultar o deslizamento dos grãos e movimento de discordâncias. Através de carbonetos precipitados ao longo dos contornos de grãos aumenta-se a resistência coesiva entre os grãos, mesmo assim, trincas são ainda iniciadas e propagadas nos contornos sugerindo que são regiões mais fracas quando o material é submetido à fluência. Análises de testes interrompidos de fluência mostram que partículas grossas de carbonetos tipo MC são sítios para início de trincas através de decoesão da interface matriz/carboneto (Liu *et al*, 2003; Zhao *et al*, 2003; He *et al*, 2005). Chen *et al* (2004), trabalhando com bicristal, argumenta que carbonetos, como, por exemplo, MC e $M_{23}C_6$, são benéficos por dificultar deslizamento do contorno, embora eventualmente muitas falhas possam iniciar pela fratura de carbonetos ou pela decoesão com a matriz (Chen, 2004; Sims and Hagel, 1972). É possível que precipitados com baixa energia de interface com a matriz sejam menos propensos a causar fratura intergranular (Honeycombe, 1984).

5- CONCLUSÕES

1- através da técnica de Difractometria de Raios X e refinamento de Rietveld foi possível determinar a presença dos compostos intermetálicos e suas quantidades. A NIMONIC 80A apresenta 31,5% wt de γ' , a VAT 36 8% wt e a VAT 32 14% wt. Compostos intermetálicos aumentam a resistência à fluência por impedir movimentação de discordâncias e retardar a taxa de recuperação (Sidey *et al*, 1969);

2- a liga NIMONIC 80A apresenta 3,25 %wt de Cr_{23}C_6 , a VAT 32 22 %wt de (NbTi)C (fração em área de 5,5%) e a VAT 36 uma fração em área de carbonetos de aproximadamente 1,2%. Carbonetos são importantes porque aumentam resistência à fluência, dificultam deslizamento de contornos de grãos e movimentação de discordâncias. A NIMONIC 80A apresentou tamanho de grão (8,08 μm) para 71,83 μm da VAT 32 e 70,75 μm da VAT 36 em função dos tratamentos térmicos a que são submetidas;

3- a liga VAT 32 apresenta menor redução em área após ensaios de fluência em relação à VAT 36 e NIMONIC 80A e, conseqüentemente, menor ductilidade. Fato este devido a VAT 32 apresentar alta fração de carbonetos MC;

4- a NIMONIC 80A apresenta dureza de (372 HB) em relação à VAT 36 (302 HB) e VAT 32 (354 HB) como resultado de um menor tamanho de grão e maior quantidade de intermetálico γ' . A maior dureza da VAT 32 em relação à VAT 36 deve-se a maior concentração de carbonetos MC e maior quantidade de intermetálico γ' ;

5- a maior resistência à fluência (menor taxa de deformação secundária e maior tempo de fratura) da liga VAT 32 em relação à VAT 36 e NIMONIC 80A deve-se, além do efeito benéfico apresentado pelos compostos intermetálico γ' , principalmente a maior quantidade de carbonetos ligados MC. Estes precipitados ricos em titânio e nióbio são estáveis a temperaturas elevadas (baixa velocidade de coalescimento) [Honeycombe, 1984]. Carbonetos ligados aumentam a resistência ao movimento de discordâncias e retardam processos difusionais associados à deformação por fluência (Evans e Wilshire, 1993).

Ancoram os contornos de grãos dificultando o deslizamento relativo entre eles, afetando a facilidade com que as vacâncias podem ser geradas nestas mesmas regiões.

6- Tendo em vista que alguns elementos adicionados nas VATs são semelhantes aos existentes na Inconel 718, deduz-se que o comportamento sob condições de fluência em temperaturas elevadas da VAT 32 deve ser superior ao da Inconel 718 pelos seguintes aspectos: em baixas temperaturas a Inconel 718 apresenta, possivelmente, maior resistência à fluência em relação as VAT 32 e 36 devido, principalmente, aos intermetálicos gama duas linha (fase não encontrada nas VAT). Porém para altas temperaturas, a Inconel 718 começa a perder resistência e estabilidade estrutural em virtude da dissolução da fase metaestável gama duas linha (γ'') na fase estável delta (δ) (ASM 1990; Patel *et al* 2001, Kuo *et al* 2009; Xie 2005). Além disso, analisando a Tabela 6, verifica-se que a liga Inconel 718 tem na composição química maior quantidade de níquel e nióbio além de Mo e Co fazendo com que tenha um custo maior em relação as ligas VAT 32 e VAT 36. Desta forma, infere-se que a VAT 32 apresenta vantagens também em relação a Inconel 718 quando utilizada em temperaturas elevadas.

7- As análises fractográficas revelam que o mecanismo de falha das ligas VAT 36 e VAT 32 foi fratura intergranular e transgranular dúctil. Fratura por fluência intergranular envolve nucleação, crescimento e subsequente ligação de vazios em contornos de grão formando dois diferentes tipos de cavidades: triangular ou isoladas. Cavidade triangular está associada a trincas em pontos triplos dos contornos de grão originado pelo deslizamento de contornos de grãos. A formação de cavidades é controlada por processos de difusão (Krishna *et al*, 2010). A fratura transgranular dúctil envolve formação e coalescência de microcavidades com forma e tamanhos variados. As cavidades são onduladas em regiões de descontinuidades, como inclusões, partículas de carbonetos e possivelmente em pontos envolvendo empilhamento de discordâncias. Para todas as condições de ensaio apresentadas para a liga NIMONIC 80A o mecanismo de fratura foi dúctil.

8- Através da Lei de Dorn's e dados obtidos nas Tabelas 15, 16 e 17 determinou-se os valores de n e Q_c . Na temperatura de 750 °C obteve-se um expoente de tensão de 13,18

para a VAT 32; 11,71 para a VAT 36 e 7,30 para a NIMONIC 80A. Na temperatura de 700 °C obteve-se um expoente de tensão de 14,18 para a VAT 32 e de 13,10 para a VAT 36. A 675 °C foi de 14,80 para a VAT 32, 13,72 para a VAT 36 e 9,12 para a NIMONIC 80A. Para 600 MPa obteve-se uma energia de ativação de 616,24 kJ/mol para a VAT 32, 620 kJ/mol para a VAT 36 e 453,73 kJ/mol para a NIMONIC 80A. A 550 MPa foi de 645,34 kJ/mol para a VAT 32, 650,17 kJ/mol para a VAT 36 e 476,03 kJ/mol para a NIMONIC 80A . A 500 MPa foi de 649,30 kJ/mol para a VAT 32, 677,18 kJ/mol para a VAT 36 e 481,95 kJ/mol para a NIMONIC 80A. Entretanto, com base nestes valores calculados, nas imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão após fluência, nos estudos de Unocic *et al* (2005); Unocic (2008), Sugui *et al* (2011), Yuan *et al* (2011), Sajjadi *et al* (2001) e Huo *et al* (2007) o mecanismo de deformação dominante no estado secundário de fluência das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A é movimento de discordâncias envolvendo provavelmente:

- processo de *Orowan loops* e cisalhamento de precipitados pelas discordâncias, além da presença de deformação por *twinning* para as ligas VAT 32 e VAT 36;
- escorregamento e escalagem de discordâncias para a NIMONIC 80A.

6- RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Dar continuidade ao trabalho analisando, em Microscópio Eletrônico de Transmissão, uma maior quantidade de amostras após ensaios de fluência das ligas VAT 32, VAT 36 e NIMONIC 80A caracterizando mais detalhadamente os mecanismos de deformação;
- Caracterizar as ligas quanto à resistência à oxidação a quente;
- Submeter às ligas a diferentes ciclos de tratamentos térmicos com objetivo de otimizar a microestrutura e conseqüentemente resistência à fluência (exemplo: variar temperatura e tempo tanto na solubilização quanto no envelhecimento);
- Fazer uma análise comparativa entre as ligas com relação ao desgaste abrasivo;
- Verificar o comportamento das ligas em relação à fluência em temperaturas mais altas (faixa de 800 a 850 °C) analisando a estabilidade das fases;
- Verificar o comportamento em relação à fadiga a quente das ligas;
- Submeter às ligas a ensaios de fluência nas mesmas temperaturas, porém, com tensões mais baixas, analisando o comportamento do material em tempos mais longos;
- Com base na composição química dos materiais estudados desenvolver novas ligas caracterizando-as em relação à fluência.

7- REFERÊNCIAS

American Society For Testing And Materials (ASTM). E139-83. Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials. Philadelphia, 1995.

Araújo, V.H.L. “Efeito da soldagem por feixe de elétrons e tratamento térmico pós-soldagem em características mecânicas e microestruturais de tiras de Inconel 718 em componentes nucleares. Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais, 2009.

ASM Metals Handbook. “Metallography and Microstructures”. Volume 9, p. 2035, 2004.

ASM Metals Handbook. “Wrought superalloys”. Volume 1, pp. 1301, 1990.

API RP 571. Damage Mechanisms Affecting Fixed Equipment in the Refining Industry, 2^a Ed, American Petroleum Institute, Washington, 2011.

Azadian, S.; Wei, L.Y.; Warren, R. “Delta phase precipitation in Inconel 718”. In Materials Characterization, volume 53, pg. 7– 16, 2004.

Bae, J.S.; Lee, J.H.; Kim, S.S.; Jo, C.Y. “Formation of MC – γ/γ' eutectic fibers and their effect on stress rupture behavior in D/S Mar-M247LC superalloy. In: Scripta Materialia, Vol. 45, pg. 503-508, 2001.

Baldan, R.; Nunes, C.A.; Barboza, M.J.R.; Costa, A.M.S.; Bogado, A.M.S.R.; Coelho, G. C. “Tensile properties of MAR-M247 superalloy”. In 11^o ICAM2009- International Conference on Advanced Materials, September 20-25, Rio de Janeiro, Brazil, 2009.

Baloch, M.M. “Directional recrystallisation in Inconel MA 6000 nickel base oxide dispersion strengthened superalloy”. In Materials science and technology, V.6, p. 1236-1246, 1990.

Barbosa, C.A.; Jarreta, D.D.; Sokolowski, A. em US 2009/0081074, 2009.

Barboza, M.J.R. “Estudo e modelagem sob condições de fluência da liga Ti-6Al-4V”. 2001. 196p. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2001.

Becker, A.A.; Hyde, T.H.; Sun, W. “FE Analysis of creep of welds and weld repairs – strategies and difficulties”. In FENET Workshop- Finite Element Simulation of welds and joints, 27-28 February, Barcelona, 2003.

Bhadeshia. H.K.D.H. “Superalloys”. Phase Transformations & Complex Properties Research Group Department of Materials Science & Metallurgy University of Cambridge, Pembroke Street, Cambridge CB2 3QZ, U.K.

Bhadeshia, H.K.D.H.; Strang, A.; Gooch, D.J.; (1998). “Ferritic Power Plant Steels: Remaining Life Assessment and Approach to Equilibrium”, International Materials Reviews, Vol 43, N° 2, 1998.

Bombac, D.; Fazarinc1, M.; Kugler, G.; Spajić, S. “ Microstructure development of Nimonic 80A superalloy during hot deformation”. In: Materials and Geoenvironment, Vol. 55, No. 3, pp. 319-328, 2008.

Brathe, L.; Josefson, L. “Estimation of Norton Bailey Parameters from Creep Rupture Data”. Metal & Science, v. 13, p. 660-664, 1979.

Bresciani Filho, E. “Seleção de Metais Não Ferrosos”. Campinas, SP, 1992.

Brewster, G.; Dong, H.B.; Green, N.R.; D’Souza, N. “Surface Segregation during Directional Solidification of Ni-Base Superalloys”. In Metallurgical and Materials Transactions B, volume 39B, p. 87- 93, 2008.

Brooks, C.R. “Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys”, ASM, Metals Park, Ohio, USA, p. 139 – 227, 1982.

Brown, A.M.; Ashby, M.F. “On the power-law creep equation”. Scripta Metallurgica, v. 14, p. 1297-1302, 1980.

Bulten. Disponível em: <http://www.bulten-stainless.se>. Acesso ao site em 04/04/2011, 2011.

Callister, JR.W.D. “Materials Science and Engineering: An Introduction”. 5ª edição, 2002.

Carrer, I.R.; Abdalla, A.J.; Barboza, M.J.R.; Moura Neto, C; Piorino Neto. F; Reis, D.A.P. “Análise comparativa do comportamento em fluência de dois aços inoxidáveis austeníticos com e sem adição de cálcio”. 18º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais (CBECiMat), Porto de Galinhas, PE, 2008.

Chaturvedi, M.C. and Chang, D.W. “Effect of iron addition on the precipitation behavior of Co-Ni-Cr alloys containing Nb”. Metallurgical Transactions A, volume 10A, november 1979, pg. 1579-1585, 1979.

Chen, Q.Z.; Jones, N.; D.M. Knowles, C.N. “The grain boundary microstructures of the base and modified RR 2072 bicrystal superalloys and their effects on the creep properties. In: Materials Science and Engineering A 385. Pg. 402–418, 2004.

Chen, Q.Z.; Jones, N.; Knowles, D.M. “The microstructures of base/modified RR2072 SX superalloys and their effects on creep properties at elevated temperatures”. In: Acta Materialia, Vol. 50, pg. 1095–1112, 2002.

Coble, R.L. “A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials”. Journal of Applied Physics, v.34, p.1679-1682, June 1963.

Cozar, R., And Pineau, A. “Morphology of Y' and Y" Precipitates and Thermal Stability of Inconel 718 Type Alloys”. In Metallurgical Transactions, volume 4, january 1973, pg. 47-59.

Desvallees, Y.; Bouzidi, M.; Bois, F.; Beaudé, N. “Delta phase in Inconel 718: mechanical properties and forging process requirements. In: Minerals, Metals and Materials Society; p. 281– 291, 1994.

Dieter, G.E. “Mechanical metallurgy”. London: McGraw Hill, 1988. 653p, 1988.

Donachie, M.J; Donachie, S.J. “Superalloys: “A Technical Guide”. 2nd ed. ASM International. USA, 2002.

Egbewande, A.T.; Buckson, R.A.; Ojo, O.A. “Analysis of laser beam weldability of Inconel 738 superalloy”. In: *Materials Characterization* h , Vol. 61, pg: 569-574, 2010.

Es-Souni, M. “Creep behavior and creep microstructures of high temperature titanium alloy Ti-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-0.7Nb-0.35Si-0.06C (Timetal 834) Part I. Primary and steady-state creep”. *Materials Characterization*, v.46, p.365-379, 2001.

Evans, R.W.; Wilshire, B. “Introduction to creep”. London: The Institute of Materials, 115p., 1993.

Ezugwu, E.O.; Wang, Z.M.; Machado, A.R. “The machinability of nickel-based alloys: a review.” - *Journal of Materials Processing Technology* 86, pg. 1-16, 1999.

Fehér, A.; Linn, S.; Schwienheer, M.; Scholz, A.; Berger, C. “An interactive approach to creep behavior modeling”. In *Materials Science and Engineering A*, p. 29–34, 2009.

Gardner, A. “Tight times for titanium”. *Metal Bulletin Monthly*, v. 286, p. 34-35, 1994.

Gonzalez, J.G.; Fionova, L. “The effect of structural evolution in Inconel 601 on intergranular corrosion”. In *Material Chemistry and Physics*. v.56, p.70-73, 1998.

He, L.Z.; Zheng, Q.; Sun, X.F.; Guan, H.R.; Hu, Z.Q.; Tieu, A.K.; Lu, C.; Zhu, H.T. “Effect of carbides on the creep properties of a Ni-base superalloy M963”. In *Materials Science and Engineering A* 397, pg. 297-304, 2005.

Helman, H.; Cetlin, P.R. “Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais”, Guanabara Dois, Rio de Janeiro, 1983.

Herring, C. “Diffusional viscosity of a polycrystalline solid”. *Journal of Applied Physics*, v.21, p.437-445, May 1950.

Hirschmann, A.C.O.; Carlos, M.N.; Reis, D.A.P. “Fundamentos básicos sobre superligas”. 64º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração (ABM), Belo Horizonte, Minas Gerais, 2009.

Hirschmann, A.C.O.; Moura Neto, C.; Reis, D.A.P.; Sugahara, T.; Piorino Neto, F. “Estudo do comportamento em fluência da superliga inconel 718”. Anais do 15º Encontro de Iniciação Científica e Pós- Graduação do ITA- XV, 2009.

Hondros, E.H.; Henderson, P.J. “Role of grain boundary segregation in diffusional creep”. Metallurgical Transactions A, v. 14, p. 521-530, Apr. 1983.

Honeycombe, R.W.K. “The plastic deformation of metals”. Second Edition, 1984.

Huo, J.S.; Gou, J.T.; Zhou, L.Z.; Qin, X.Z.; and Li, G.S. “High Temperature Creep Deformation Mechanisms of a Hot Corrosion-Resistant Nickel-based Superalloy”. In: Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 16(1), pg. 55-62, February 2007.

Jones, J.; Mackay, D.J.C. and Bhadeshia, H.K.D.H. “The Strength of Ni-base Superalloys Bayesian Neural Network Analysis”. Proceedings of the 5th International Symposium on Advanced Materials, Pakistan, p 659-666, 1995.

Kamimura, R.C. “Análise de Danos em Alta Temperature e Avaliação do Parâmetro de Larson-Miller na Determinação de Tempo de Ruptura por Fluência, em Ciclonos de Vasos Regeneradores Construídos em Aço Inoxidável Austenítico ASTM TP 304H”. Dissertação para obtenção do título de Mestre em Engenharia. PPGEM, UFRGS, 2009.

Kindrachuk, V; Wanderka, N; Banhart, J; Mukherji, D; D. Del Genovese, D; Rosler, J. “Effect of rhenium addition on the microstructure of the superalloy Inconel 706”. In Acta Materialia, Vol. 56, pg.1609–1618, 2008.

Kopeliovich, D. “Heat-treatable nickel-chromium-iron alloys”. Disponível em <http://www.SubsTech.com>, 2012.

- Krauss, G. "Steels: Processing, Structure, and Performance." ASM International, 2005.
- Krishna, R.; Hainsworth, S.V.; Atkinson, H.V.; Strang, A. "Microstructural analysis of creep exposed IN617 alloy". In: Materials Science and Technology, Vol. 26, pg. 797-802, 2010.
- Kovarik, L.; R.R. Unocic, R.R.; Li, Ju.; Sarosi, P.; Shen, C.; Wanga, Y.; Mills, M.J. "Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys". Progress in Materials Science. V. 54, p. 839-873, 2009.
- Kuo, C.M.; Yang, Y.T.; Bor, H.Y.; Wei, C.N.; Tai, C.C. "Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy". In Materials Science and Engineering A, p. 289-294, 2009.
- Langdon, T.G. "Identifying creep mechanisms at low stresses". In Materials Science and Engineering A, v.283, pg. 266-273, 2000.
- Liu, L.R., Jin, T., Zhao, N.R., Sun, X.F., Guan, H.R., Hu, Z.Q. "Formation of carbides and their effects on stress rupture of a Ni-base single crystal superalloy". In Materials Science and Engineering A, v. 361, (2003), pg. 191-197, 2003.
- Marimuthu, M. "Design of welding alloys creep and toughness". Department of Materials Science and Metallurgy. Tese de doutorado. University of Cambridge, Pembroke Street, Cambridge CB2 3QZ, 2002.
- Meyers, M.A.; Chawla, K.K. "Princípios de metalurgia mecânica". São Paulo: Edgard Blücher, cap.14, p. 406-420, 1982.
- Msm. University of Cambridge Department of Materials Science & Metallurgy. Disponível em: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/mphil/Trent1/sld001.htm>. Acesso ao site em 04/04/2011.
- Müller, F.E.H., Heilmaier, M., Schultz, L. "Modelling the tertiary creep behaviour of an oxide dispersion strengthened nickel based alloy". In Computational Materials Science, vol. 9, pg. 85- 91, 1997.

Murthya, G.V.S; Sridhar, G; Anish Kumar; Jayakumar, T. “Characterization of intermetallic precipitates in a Nimonic alloy by ultrasonic velocity measurements”. In: *Materials Characterization*, Vol. 60, pg. 234-239, 2009.

Nabarro, F.R.N. “Creep at very low rates”. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.33, p.213-218, Feb. 2002.

Nategh, S.; Sajjadi, S.A. “Dislocation network formation during creep in Ni-base superalloy GTD-111”. In: *Materials Science and Engineering A339*, pg.103-108, 2003.

Neto, C.M. “A Importância do estudo de superligas”. XXX CBRAVIC 2009- Brazilian Congress on Vacuum Applications in Industry and Science, Campos do Jordão, SP, 13 a 16 de setembro, 2009.

Nowotnik, A.; Sieniawski, J.; Mrówka-Nowotnik, G. “Identification of dynamically precipitated phases in hot-working Inconel 718 alloy”. In *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, volume 31, December 2008, pg. 275-280, 2008.

Pacheco, J.L. “Desenvolvimento de metodologia para avaliação da interação fadiga e fluência em aço API P22”. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2001.

Padilha, A.F. “Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades”. São Paulo: Hemus, 246p, 1997.

Pahlavanyali, S.; Drew, G.; Rayment, A. “Thermo-mechanical fatigue of a polycrystalline superalloy: The effect of phase angle on TMF life and failure”. *International Journal of Fatigue* v.30: p.330-338, 2008.

Patel, S.J.; Smith, G.D. “The role of niobium in wrought superalloys”. *International Symposium on Niobium*; Orlando, FL; USA; 2-5 Dec. 2001. pp. 1081-1108, 2001.

Perez, E.A.C. “Influência da microestrutura no comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V”. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena, 2004.

Perez, R.J.M. “Caracterização de carbonetos por difração de raios X em aços baixo Cr-Mo para uso em altas temperaturas”. Dissertação de mestrado PPGEM. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2005.

Pfingstag, M.E.; Schroeder, R.M.; Muller, I.L. “Avaliação do comportamento à fadiga e à corrosão-fadiga de juntas soldadas da liga inconel 625 off-shore”. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, 2006.

Reed, R.C. “The Superalloys: Fundamentals and Applications”. 1st ed. Cambridge University Press, 2006.

Reed-Hill, R.E. “Princípios de metalurgia física”. Rio de Janeiro: Guanabara Dois. cap.20, p. 703-753, 1982.

Reis, D.A.P. “Efeito do revestimento cerâmico e da atmosfera de ensaio na fluência de liga metálica refratária de titânio”. Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2005.

Rezende, T.C. “Caracterização da Fase Gama Linha em Superligas a Base de Níquel por Análise Digital de Imagens”. Dissertação de Mestrado, PUC- Rio, Rio de Janeiro, 2004.

Rodrigues, M.A. “Investigação sobre o fresamento da liga inconel 625 depositada em forma de revestimento metálico”. Dissertação de mestrado, EPUSP, São Paulo, 2006.

Sajjadi, S.A.; Nategh, S. “A high temperature deformation mechanism map for the high performance Ni-base superalloy GTD-111”. In: Materials Science and Engineering A Vol. 307, pg. 158-164, 2001.

Sajjadi, S.A.; Nategh, S.; Isac, M.; Seyed Mojtaba Zebarjad, S.M. “Tensile deformation mechanisms at different temperatures in the Ni-base superalloy GTD 111”. In: Journal of Materials Processing Technology 155–156; 1900-1904, 2004.

Sawford, M.K.; Sinharoy, S.; Narasimhan, S.L; Kajinic, A.; Wojeieszynski, A.L.; Wright, J.K.; (2008) in US 2008/0008617.

Schubert, F. “Temperature and time dependent transformation: Application to heat treatment of high temperature alloys”, ASM, Metals Park, p.3, 1983.

Sherby, O.D.; Taleff, E.T. “Influence of grain size, solute atoms and second-phase particles on creep behavior of polycrystalline solids”. In Materials Science and Engineering A322, pg.89-99, 2002.

Shibutani, T.; Yu, Q. and Shiratori, M. “Evaluation of diffusion creep in low melting point materials by nanoindentation creep test”. In JSME International Journal Series A, vol. 49, N° 3, 2006.

Sidey, D.; Wilshire, B. “Mechanisms of creep and recovery in Nimonic 80A”. In: Metal Science Journal, vol 3, pg: 56-60, 1969.

Silva A, O.M.M; Lourenço, N.J; Graça, M.L.A. “Caracterização metalográfica de uma superliga a base de níquel”. IAE – Instituto de Aeronáutica e Espaço, Divisão de Materiais, 2006.

Silva B, W.S.; Ferrandini, P.; Caram, R.; Goldenstein, H. “Influência dos Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento sobre o Comportamento Mecânico de Ligas Nicralc”. 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, 2006.

Silva C, W.S. “Avaliação do comportamento mecânico e tribológico de ligas Ni-Cr-Al-C”. Tese de Doutorado. USP, 2006.

Sims, C.T.; Hagel, W.C. "The Superalloys", John Wiley & Sons, New York, p. 1- 565, 1972.

Sims, T.S.; Stoloff, N.; Hagel W.C. "Superalloys II High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power", ed. *John Willey*, New York, 1987.

Slama, C.; Abdellaoui, M. "Structural Characterization of the Aged inconel 718", *Journal of Alloys and Compounds*, v. 306, 2000, p. 277-284, 2000.

Song, Y.Y. "Thermodynamic Study on B and Fe Substituted Cr₂₃C₆ Using First-Principles Calculations". Pohang, Korea April 15th, 2010.

Souza, S.A. "Ensaio mecânicos de materiais: fundamentos teóricos e práticos". São Paulo: Edgard Blücher, cap.9, p. 201-219, 1993.

Sugui, T.; Jun, X.; Xiaoming, Z.; Benjiang, O.; Jianwei, L.; Lili, Y.; Wuxiang, W. "Microstructure and creep behavior of FGH95 nickel-base superalloy". In: *Materials Science and Engineering A* 528, pg. 2076-2084, 2011.

Sugahara, T. "Estudo do comportamento em fluência da Superliga Inconel 718". Dissertação de mestrado. ITA. 2011.

Sugui,T.; Minggang, W.; Huichen, Y.; Xingfu, Y.; Tang, L.; Benjiang, O. "Influence of element Re on lattice misfits and stress rupture properties of single crystal nickel-based superalloys". *Materials Science and Engineering A*. Vol. 527, pg. 4458-4465, 2010.

Sundararaman, M.; Mukhopadhyay, P. and Banerjee, S. "Precipitation of the δ - Ni₃Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys". In *Metallurgical Transactions A*, volume 19A, march 1988, pg. 453-465.

Tan, L., Ren, X., Sridharan, K., Allen, T.R. "Corrosion behavior of Ni-base alloys for advanced high temperature water-cooled nuclear plants". In *Corrosion Science*, pg. 3056-3062, 2008.

Tancret, F.; Bhadeshia, H.K.D.H and MacKay, D.J.C. “Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications Part 1 – Mechanical properties modeling”. In *Materials Science and Technology*, Vol. 19, p. 283- 290, 2003.

Tancret, F. and Bhadeshia, H.K.D.H. “Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications Part 2–Phase diagram and segregation simulation”. In *Materials Science and Technology*, Vol. 19, p. 291-295, 2003.

Tancret, F.; Sourmail, T.; Yescas, M.A.; Evans, R.W.; McAleese, C.; Singh, L.; Smeeton, T. and Bhadeshia, H.K.D.H. “Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications Part 3–Experimental results”. In *Materials Science and Technology*, Vol. 19, p. 296-302, 2003.

Tian, B.; Lind, C.; Oskar Paris, O. “Influence of Cr_{23}C_6 carbides on dynamic recrystallization in hot deformed Nimonic 80A alloys”. In: *Materials and Engineering A* Vol. 358, pg. 44-51, 2003.

Tms (2011). Foundation TMS. Disponível em <http://www.tms.org>. Acesso ao site em 16/05/2011.

Unocic, R.R.; Sarosi, P.M.; Viswanathan, G.B.; Mills, M.J.; Whitis, D.A. The creep deformation mechanisms of nickel base superalloy Rene 104. Department of Materials Science and Engineering, The Ohio State University, Columbus, OH, 2005.

Unocic, R.R. On the creep deformation mechanisms of an advanced disk Ni-Base Superalloy. Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Doctor of Philosophy in the Graduate School of The Ohio State University. Department of Materials Science and Engineering, OH, 2008.

Valle, L.C.M. “Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga INCONEL 718”. Dissertação de Mestrado. COPPE, UFRJ. Rio de Janeiro/RJ, 2010.

Viswanathan, R. “Damage Mechanisms and Life Assessment of High Temperature Components”. Ohio, ASM International, 1993.

Weber, J.H. Nickel-based Superalloys: Alloying. Encyclopedia of Materials: Science and Technology (Second Edition), pg. 6146-6149, 2001.

Wikipedia. Disponível em: [http://pt.wikipedia.org/wiki/V%C3%A1lvula_\(motor\)](http://pt.wikipedia.org/wiki/V%C3%A1lvula_(motor)). Acesso ao site em 04/04/2011.

Yaedu, A.E. “Influência do Substrato na Deposição de Stellite1 com Plasma de Arco Transferido”. Dissertação de Mestrado. Programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica, na área de Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Universidade Federal do Paraná, 2003.

Yan, B.C.; Zhang, J.; Lou, L.H. “Effect of boron additions on the microstructure and transverse properties of a directionally solidified superalloy”. In Materials Science and Engineering A, v. 474, pg. 39-47, 2008.

Yuan, Y.; Gu, Y.F.; Cui, C.Y.; Osada, T.; Tetsui, T.; Yokokawa, T.; Harada, H. “Creep mechanisms of U720Li disc superalloy at intermediate temperature”. In Materials Science and Engineering A, v. 528, pg. 5106-5111, 2011.

Xavier, M.D. “Mecanismos de Endurecimento da Superliga Inconel 718”. Revista Eletrônica de Educação e Tecnologia do SENAI-SP. ISSN: 1981-8270. v.3, n.7, out. 2009.

Xie, Xishan. “The effect of Nb, Ti, Al on precipitation and strengthening behavior on 718 type superalloy”. In 6th International Special Emphasis Symposium on Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives. October 2-5, Pittsburgh, Pennsylvania, 2005.

Xu, Y.; Jin, O.; Xiao, X.; Cao, X.; Jia, G.; Zhu, Y.; Yin, H. “Strengthening mechanisms of carbon in modified nickel-based superalloy Nimonic 80A”. In: Materials Science and Engineering A, Vol. 528, pg. 4600–4607, 2011.

Zhao, A.; Xie, X.; Smith, G.D.; Patel, S. "Microstructural stability and mechanical properties of a new nickel based superalloy". *Materials Science and Engineering A355*, pg. 96-105, 2003.