

AVALIAÇÃO DA VARIAÇÃO DE DUREZA NA LIGA INCONEL 718 FRENTE A DIFERENTES PARÂMETROS DE TRATAMENTO TERMOMECÂNICO COM AUXÍLIO DE DIAGRAMAS TRIAXIAIS¹

*Russel Lysyk²
Afonso Reguly³
Aldo Altenhofen⁴
Jefferson Porto Borba⁴
Maurício Ferrapontoff Lemos⁵*

Resumo

Em corpos de prova cilíndricos de Inconel 718 são aplicados diferentes níveis de deformação com posterior variação de tempo e temperatura durante o envelhecimento. Avalia-se a dureza para cada corpo de prova para partir daí plotar-se sobre um diagrama triaxial (Tempo-Temperatura-Deformação) superfícies correspondentes a: Dureza total da amostras, Dureza devido ao trabalho a frio e a superfície relativa à Dureza devida efetivamente ao tratamento térmico. Estas superfícies permitem a confecção de diagramas triaxiais associados a curvas de nível que possibilitam avaliar a aplicabilidade ou viabilidade do tratamento termomecânico dentro do critério de dureza.

Palavras-chave: Inconel 718; Diagrama triaxial; Tratamento termomecânico; Dureza.

EVALUATION OF HARDNESS EVOLUTION IN INCONEL 718 WITH DIFFERENT THERMOMECHANICAL TREATMENT WITH THE AID OF TRIAXIAL DIAGRAMS

Abstract

Cylindrical samples of Inconel 718 were cold formed to different strains and aged at several temperatures for different times. The hardness evolution was measured and plotted in diagrams time - temperature – deformation. The surfaces generated correspond to the total hardness of the sample, the component due to cold work and the component due to the aging heat treatment. The results could be used to evaluate the applicability/viability of the thermo-mechanical treatment to control the hardness.

Key words: Inconel 718; Triaxial diagram; Thermo mechanical treatment; Hardness.

¹ *Contribuição técnica ao 11º Seminário de Metais Não Ferrosos, 1 a 3 de setembro de 2009, São Paulo, SP.*

² *Engenheiro Metalúrgico, aluno de Pós-Graduação no LAMEF / PPGEM – UFRGS*

³ *PHD, Engenheiro Metalúrgico, professor do Departamento de Metalurgia da UFRGS*

⁴ *Engenheiro Metalúrgico, aluno de Pós-Graduação no LAMEF / PPGEM – UFRGS*

⁵ *Engenheiro de Materiais, aluno de Pós-Graduação no LAMEF / PPGEM – UFRGS*

1 INTRODUÇÃO

Inconel 718 (UNS N07718) é classificada como uma superliga a base de níquel que tem largo emprego em aplicações onde resistência a altas temperaturas e/ou a corrosão são necessárias. As principais aplicações desta liga estão nos campos aeroespacial, nuclear e petrolífero. A máxima temperatura geralmente especificada para o Inconel 718 ser empregado é 650°C, pois a partir desta temperatura para longos períodos de exposição haverá a transformação da fase coerente metaestável γ'' (Ni_3Nb) para sua condição mais estável a fase δ (Ni_3Nb) incoerente, gerando uma perda nas propriedades mecânicas desta liga.^(1,2)

A liga 718 apresenta uma matriz austenítica com partículas discretas de carbeto do tipo MC e as fases γ' , γ'' e δ .⁽³⁾ A fase que efetivamente atua no aumento de resistência mecânica desta liga é a γ'' (Ni_3Nb) com estrutura tetragonal de corpo centrado coerente com a matriz, o que difere das outras superligas a base de níquel que tem seu aumento de dureza devido principalmente a formação da fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$) cúbica de face centrada também coerente com a matriz,^(3,4) mas para a liga 718 a fase γ' tem uma fração volumétrica de 2 a 3 vezes menor se comparada com a fração volumétrica da fase γ'' .⁽⁵⁾

A fase γ'' se caracteriza por ser uma fase metaestável, sua condição de equilíbrio termodinâmico é a fase δ (Ni_3Nb) com estrutura ortorrômbica incoerente com a matriz.⁽³⁾ O teor e forma da fase δ são determinantes nas propriedades mecânicas do material, pois a mesma é significativamente deletéria inclusive com relação à corrosão sob tensão e a fragilização por Hidrogênio.^(1,6,7) Ela por outro lado pode ter efeitos benéficos quando atua no controle do crescimento dos grãos durante o tratamento térmico.⁽⁸⁾ As fases γ' e γ'' coexistem no pico de dureza, mas com a transformação da fase γ'' coerente e fortemente endurecedora em sua estrutura mais estável δ incoerente e grosseira se comparada com a γ'' , há uma diminuição da dureza.⁽⁹⁾

O aumento de dureza na liga em estudo pode ocorrer por quatro mecanismos diferentes, mas totalmente interrelacionados, quais sejam: Precipitação de partículas de segunda fase, Solução sólida, Refino de grão e Encruamento ou Trabalho a frio que representa uma parcela significativa no aumento de dureza da liga quando há deformações envolvidas (trabalho mecânico), Ghosh, Yadav e Das⁽⁸⁾ demonstraram em um de seus trabalhos utilizando a Técnica da Endentação por Esfera que o valor do índice de encruamento para a liga 718 quando na condição de solubilizado tem valor igual a 0,325, significativamente alto quando comparado com outras ligas.

O presente trabalho concentra seus esforços na tentativa de avaliar a resposta da liga Inconel 718 com relação ao endurecimento frente a diferentes parâmetros de tratamento termomecânico, utilizando diagramas triaxiais para a representação dos dados obtidos. Procura-se por fim avaliar a parcela de endurecimento devido ao tratamento térmico e ao tratamento mecânico bem como a dureza total obtida pela interrelação destes dois fatores.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foram confeccionados corpos de prova de formato cilíndrico com diâmetro de 14 mm por 20 mm de altura com a liga Inconel 718. A composição química é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do Inconel 718 (% peso)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Nb + Ta	Ti	Al	Co	B	Cu	Fe
0,026	0,01	0,15	0,014	0,007	20,25	52,90	3,10	4,82	1,10	0,20	0,05	0,002	0,01	Bal.

Todos os corpos de prova foram solubilizados a 1.040°C por 1 hora com resfriamento em água. Aplicaram-se deformações compressivas em quatro diferentes níveis todos à mesma taxa de deformação 10^{-2} s^{-1} em temperatura ambiente. A matriz de ensaios definida para este estudo tem como finalidade contemplar diversos tempos e temperaturas de envelhecimento associados a deformações prévias dos corpos de prova. As deformações aqui apresentadas são relativas à deformação imposta sobre a altura inicial das amostras em porcentagem.

Tabela 2. Matriz de ensaios termomecânicos

Amostra	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Deformação [%]
1	138	600	0
2	28	700	0
3	1,4	1000	0
4	2,8	900	0
5	1,4	900	15
6	1,4	800	30
7	2,8	800	15
8	13,8	800	0
9	28	600	15
10	1,4	600	60
11	1,4	700	45
12	2,8	700	30
13	2,8	600	45
14	13,8	600	30
15	13,8	700	15

Após a deformação procedeu-se ao envelhecimento com posterior resfriamento ao ar até o corpo de prova atingir à temperatura ambiente, os tempos e temperaturas podem ser vistos na Tabela 2 bem como as deformações para cada amostra.

Para avaliar o aumento da dureza devido especificamente ao encruamento foram produzidos cinco corpos de prova com dimensões e tratamento de solubilização igual ao dos anteriores, os mesmos foram comprimidos a taxa de deformação de 10^{-2} s^{-1} (mesma aplicada aos primeiros corpos de prova). Nestes corpos de prova não será, contudo aplicado o tratamento de envelhecimento. O grau de deformação relativo à altura do corpo de prova pode ser visto na Tabela 3.

Tabela 3. Matriz para avaliação do encruamento

Amostra	Deformação [%]
16	0
17	15
18	30
19	45
20	60

Com as amostras já envelhecidas e deformadas procedeu-se o corte longitudinal com subseqüente lixamento e polimento metalográfico. No ataque da

superfície polida foi utilizado o reagente Kalling's (4 g CuCl_2 + 40 ml HCl + 60 ml $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) no intervalo de 30 – 60 s.

Após esta preparação avaliou-se algumas amostras específicas, por microscopia óptica (MO).

A avaliação da dureza deu-se a partir de um microdurômetro com carga de 500g e com tempo de permanência de carregamento de 30 segundos. Para cada amostra fez-se três endentações para obter-se a média das mesmas.

Apartir da avaliação da dureza plotou-se sobre a base de um diagrama triaxial com eixos correspondentes a deformação, tempo de envelhecimento e temperatura de envelhecimento superfícies correspondentes a dureza devido ao tratamento termomecânico, tratamento mecânico e a superfície correspondente a dureza devido ao tratamento térmico esta última superfície é a subtração da curva do tratamento termomecânico pela curva de dureza devido ao trabalho a frio. Com softwares específicos geram-se, com base nas superfícies citadas anteriormente, diagramas triaxiais, onde a dureza é representada por curvas que delimitam regiões dentro do diagrama triaxial saindo desta forma de uma interface 3D para uma interface 2D.

3 RESULTADOS

A Tabela 4, apresentada logo abaixo, expressa a Dureza Vickers (HV) obtida para cada amostra. É importante observar que a amostra de número 16 compreende somente o tratamento de solubilização.

Tabela 4. Dureza das amostras em HV

Amostra	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Deformação [%]	Dureza [HV]
1	138	600	0	313
2	28	700	0	396
3	1,4	1000	0	202
4	2,8	900	0	213
5	1,4	900	15	286
6	1,4	800	30	430
7	2,8	800	15	405
8	13,8	800	0	347
9	28	600	15	338
10	1,4	600	60	517
11	1,4	700	45	472
12	2,8	700	30	464
13	2,8	600	45	474
14	13,8	600	30	411
15	13,8	700	15	462
16	-	-	0	185
17	-	-	15	291
18	-	-	30	351
19	-	-	45	402
20	-	-	60	446

Com os dados da Tabela 4 as superfícies puderam ser plotadas sobre a base de um diagrama triaxial conforme podemos observar pela Figura 1 logo abaixo. Estas foram obtidas por via de um software do tipo CAD.

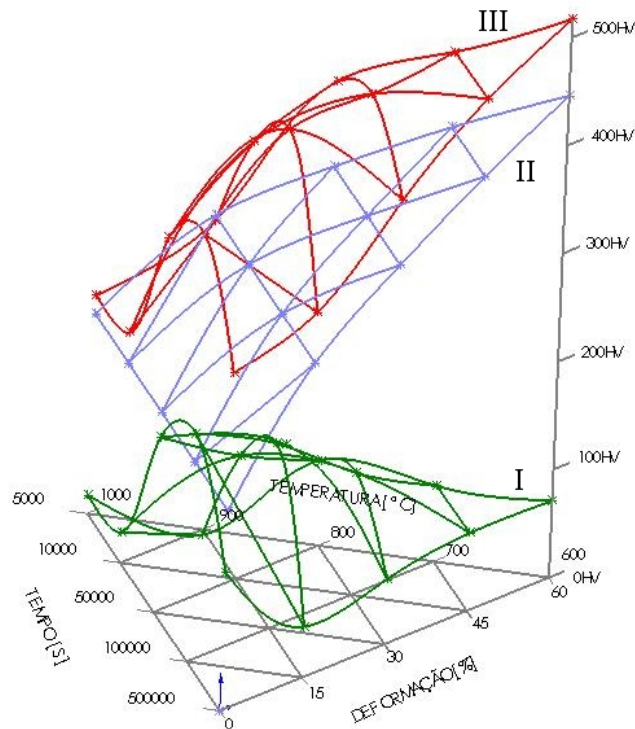


Figura 1. Superfícies de dureza sobre uma base triaxial.

A Figura 1 representa as superfícies de dureza sobre uma base triaxial cujos seus eixos representam tempo, temperatura e deformação, onde cada ponto é representativo de um determinado conjunto de parâmetros de um tratamento termomecânico, o eixo vertical representa a dureza das amostras. É importante observar que a superfície II é uma extrusão da curva dureza versus deformação vista na Figura 2.

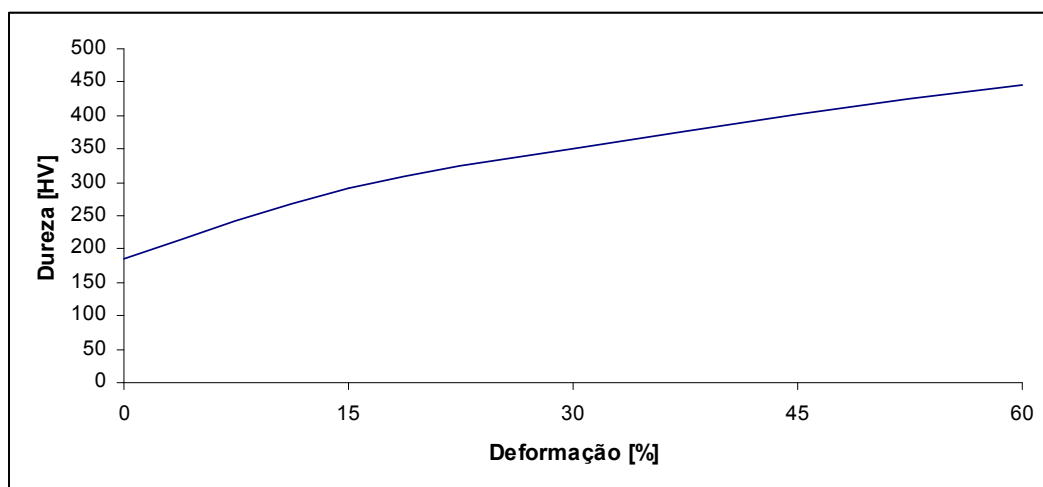


Figura 2. Aumento da dureza devido ao trabalho a frio das amostras solubilizadas.

A partir das superfícies obtidas e com auxílio de softwares específicos para tratamento de dados obteve-se diagramas triaxiais onde as ondulações observadas

nas superfícies 3D são agora vistas de topo e sua representação se faz por meio de curvas de nível como pode ser visto nas Figuras 3, 4 e 5 que representam respectivamente as superfícies III, II e I da Figura 1.

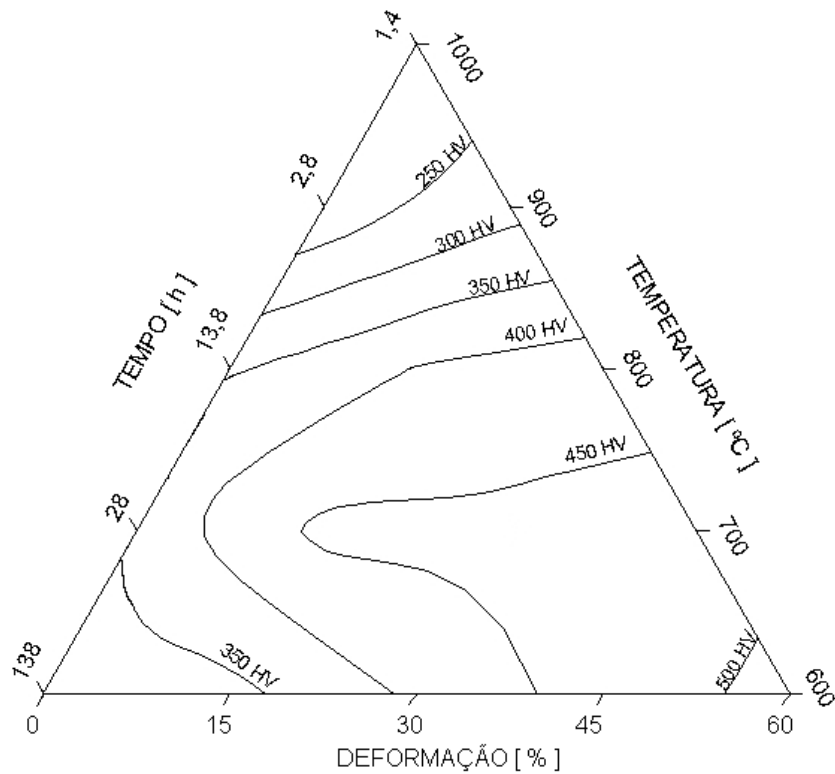


Figura 3. Diagrama triaxial representativo da dureza referente ao tratamento termomecânico.

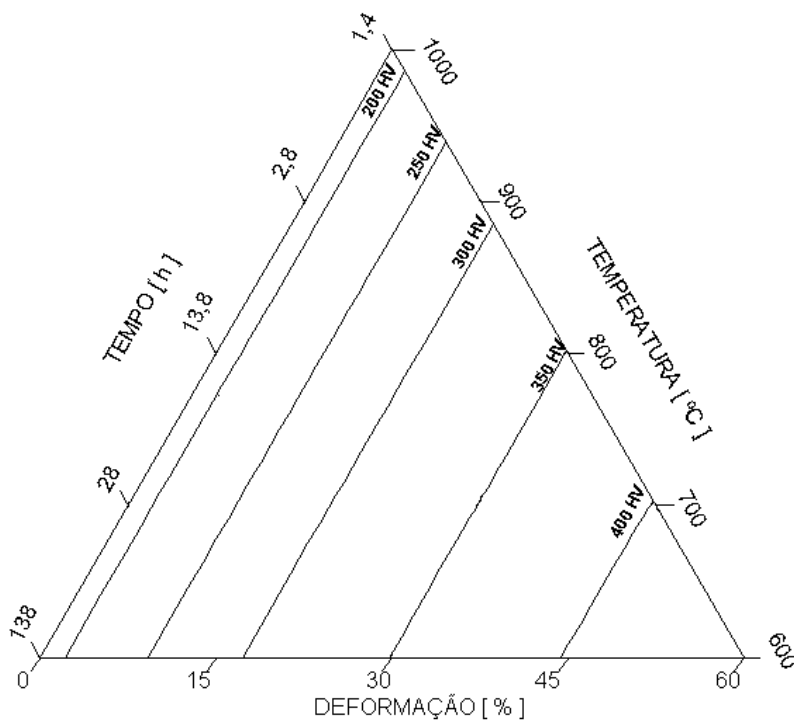


Figura 4. Diagrama triaxial representativo da dureza devido ao trabalho a frio. Os eixos Temperatura e Tempo estão aqui representados com a finalidade de facilitar a comparação entre diagramas, não apresentando significancia experimental para esta curva.

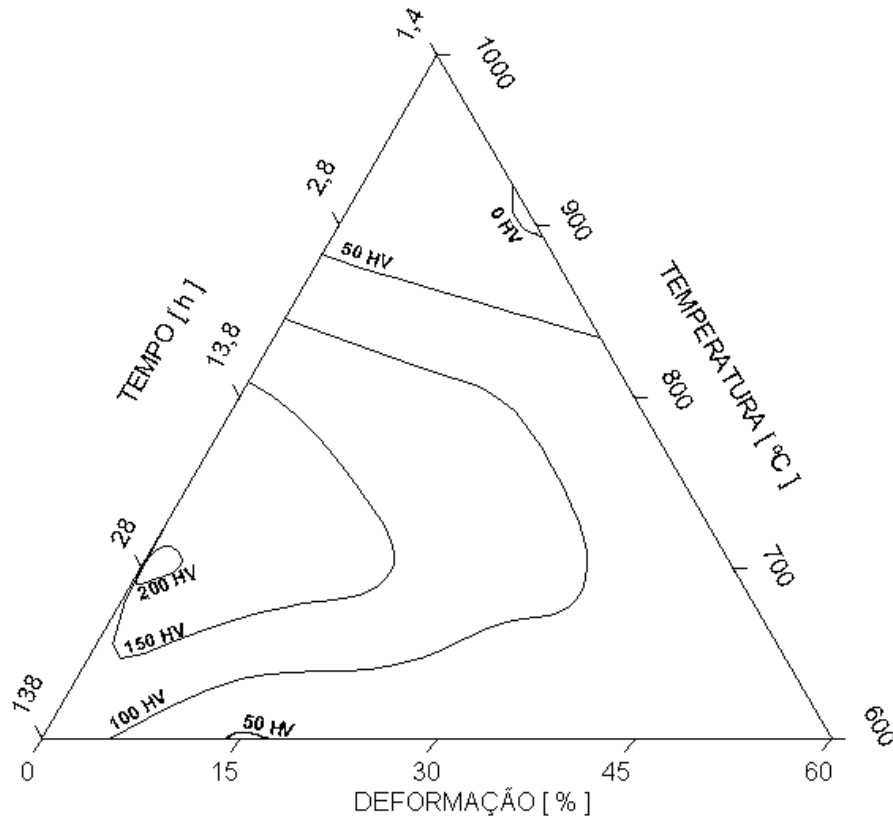


Figura 5. Diagrama triaxial representativo da dureza obtida da subtração do endurecimento devido ao trabalho a frio (superfície II) da dureza obtida pelo tratamento termomecânico (superfície III).

4 DISCUSSÃO

A liga Inconel 718 apresenta conforme as normas ASTM B 637⁽¹⁰⁾ e API 6A718⁽¹¹⁾ seu tratamento térmico de envelhecimento definido entre 774°C e 802°C por um intervalo de tempo entre 6 a 8 horas para a norma API enquanto a ASTM prevê um tratamento multiestágio de temperaturas entre 718 °C e 621°C para períodos de tempo de até 18 horas. Observa-se que há um intervalo de tempo e temperatura muito amplo onde alterações microestruturais indesejadas podem ocorrer, se considerarmos mais o fator trabalho a frio estas alterações microestruturais podem se distanciar bastante das ideais, mesmo quando tratamos nossas peças conforme norma.

A Figura 5 representa a efetiva dureza obtida pelo tratamento de envelhecimento. Se tomarmos a linha zero deformação tanto no diagrama da Figura 5 como do da Figura 3 podemos observar que são bastante semelhantes, pois nesta linha não houve deformação prévia das amostras logo a dureza observada é uma soma da dureza remanescente da solubilização da liga mais a dureza obtida no envelhecimento conforme ilustra a Figura 6.

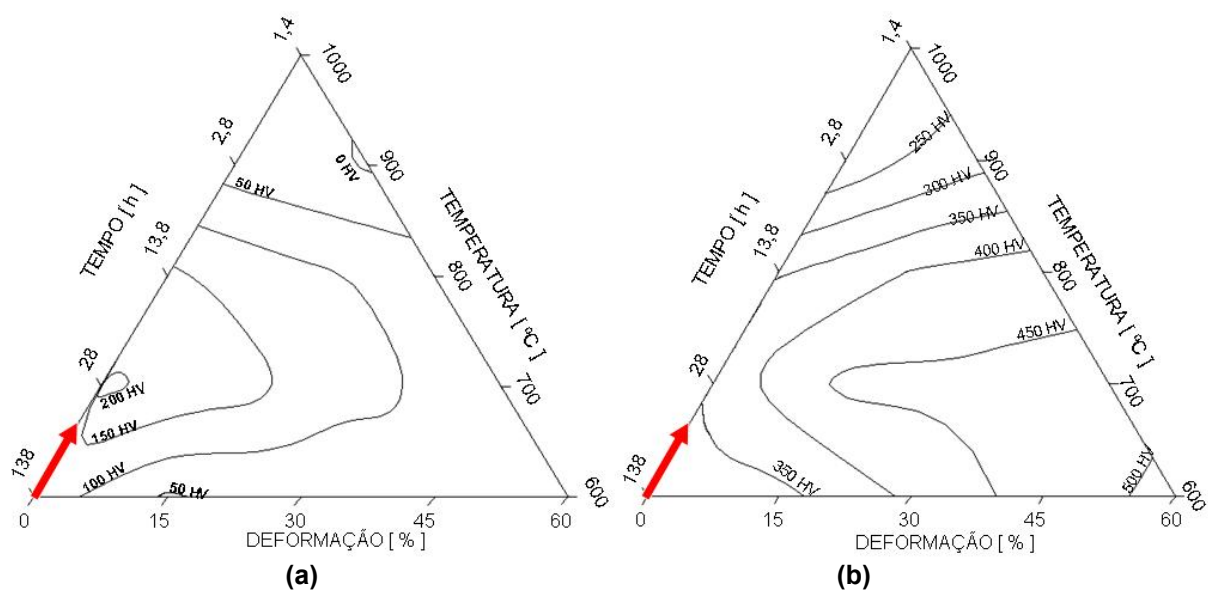


Figura 6. Setas indicam a linha zero deformação para os dois diagramas triaxiais. O Diagrama (a) corresponde ao mapeamento da dureza devido ao tratamento térmico. O Diagrama (b) corresponde ao mapeamento da dureza devido ao tratamento termomecânico.

Observando a Figura 4 vê-se que a liga 718 apresenta um alto índice de encruamento, haja vista, que para deformações de 60% a amostra tem dureza próxima a duas vezes e meia a dureza da condição solubilizada, enquanto que pelo tratamento térmico não chegou a uma vez a dureza obtida na solubilização. Este alto índice de encruamento reflete um aumento de energia interna durante o trabalho a frio energia esta que ficará armazenada na matriz e poderá vir a participar de alterações microestruturais da liga. De fato este armazenamento de energia devido ao trabalho a frio facilitará a precipitação da fase estável δ em detrimento da fase metaestável γ responsável pela maior parcela de endurecimento da liga no tratamento de envelhecimento.⁽¹²⁾ Além de favorecer a nucleação e crescimento da fase δ esta energia armazenada também será responsável por alterar a morfologia desta fase propiciando em vez do crescimento de forma acicular obtida em altas temperaturas em uma forma globular. Também favorecerá a nucleação da referida fase tanto de maneira intragranular como intergranular⁽³⁾. Isto pode ser claramente observado pela avaliação microestrutural de alguns pontos específicos do diagrama os quais estão ilustrados na Figura 7.

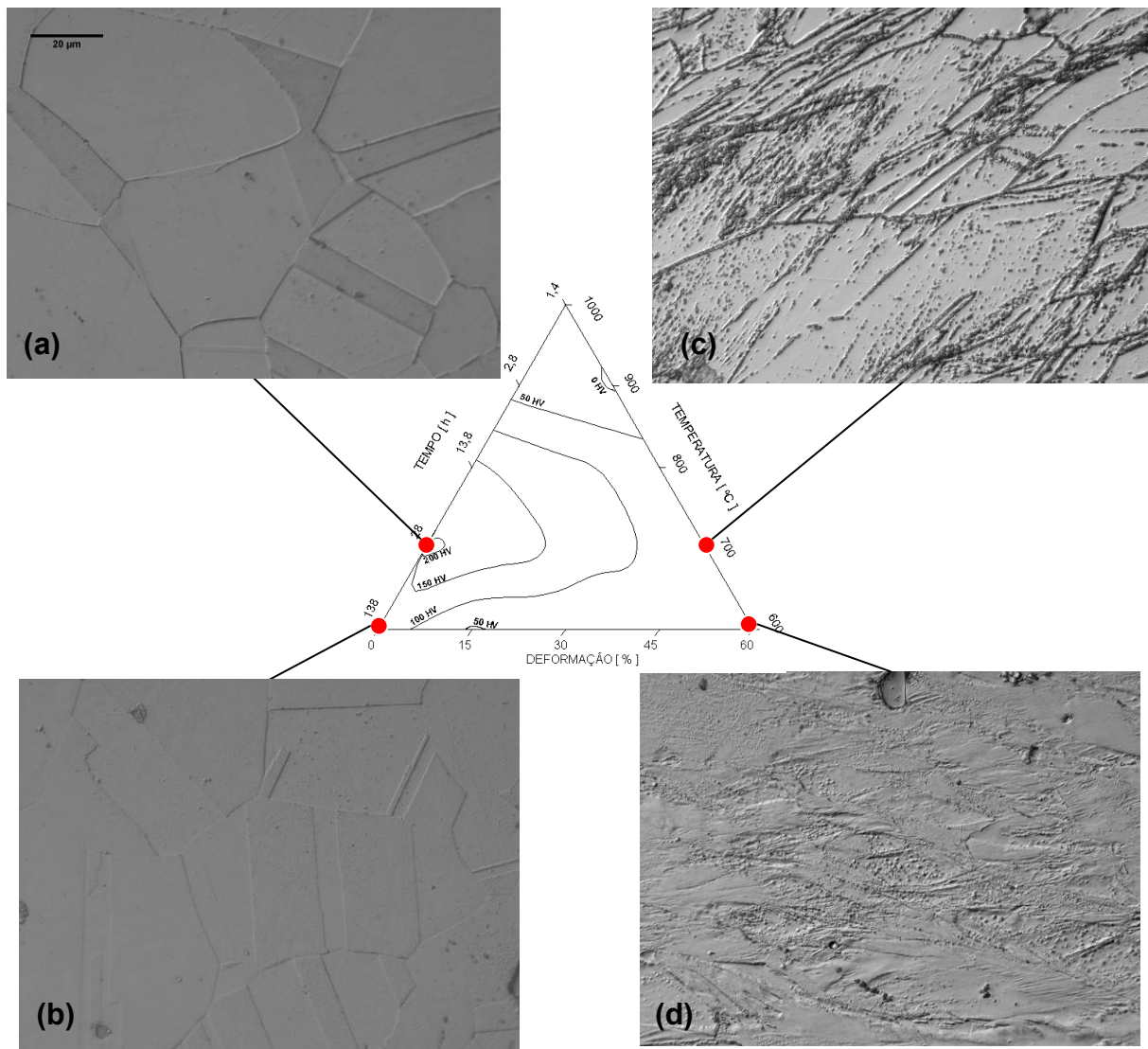


Figura 7. Micrografias (a), (b), (c) e (d) de coordenadas específicas do diagrama ternário. Ampliação 1.000X.

Conforme pode ser visto pelas micrografias da Figura 7, para as mesmas faixas de temperatura 600°C – 700°C o aumento da fração volumétrica de fase δ é fortemente influenciada pelo aumento da deformação imposta ao material. Nas micrografias (a) e (b) não é evidente a presença de fase δ mesmo para tempos de 28 horas e 138 horas respectivamente, enquanto para as micrografias (c) e (d) uma grande quantidade de fase δ tanto intra como intergranular é gerada mesmo para tempos extremamente curtos 1,4 horas se comparado com os anteriores. O que está em acordo com o trabalho de Liu et al.⁽¹²⁾ Pode-se ver também que a condição de 700°C, tempo de 28 horas e zero deformação (micrografia (a) da Figura 7) é a condição de máxima dureza se for considerado somente o tratamento térmico de envelhecimento.

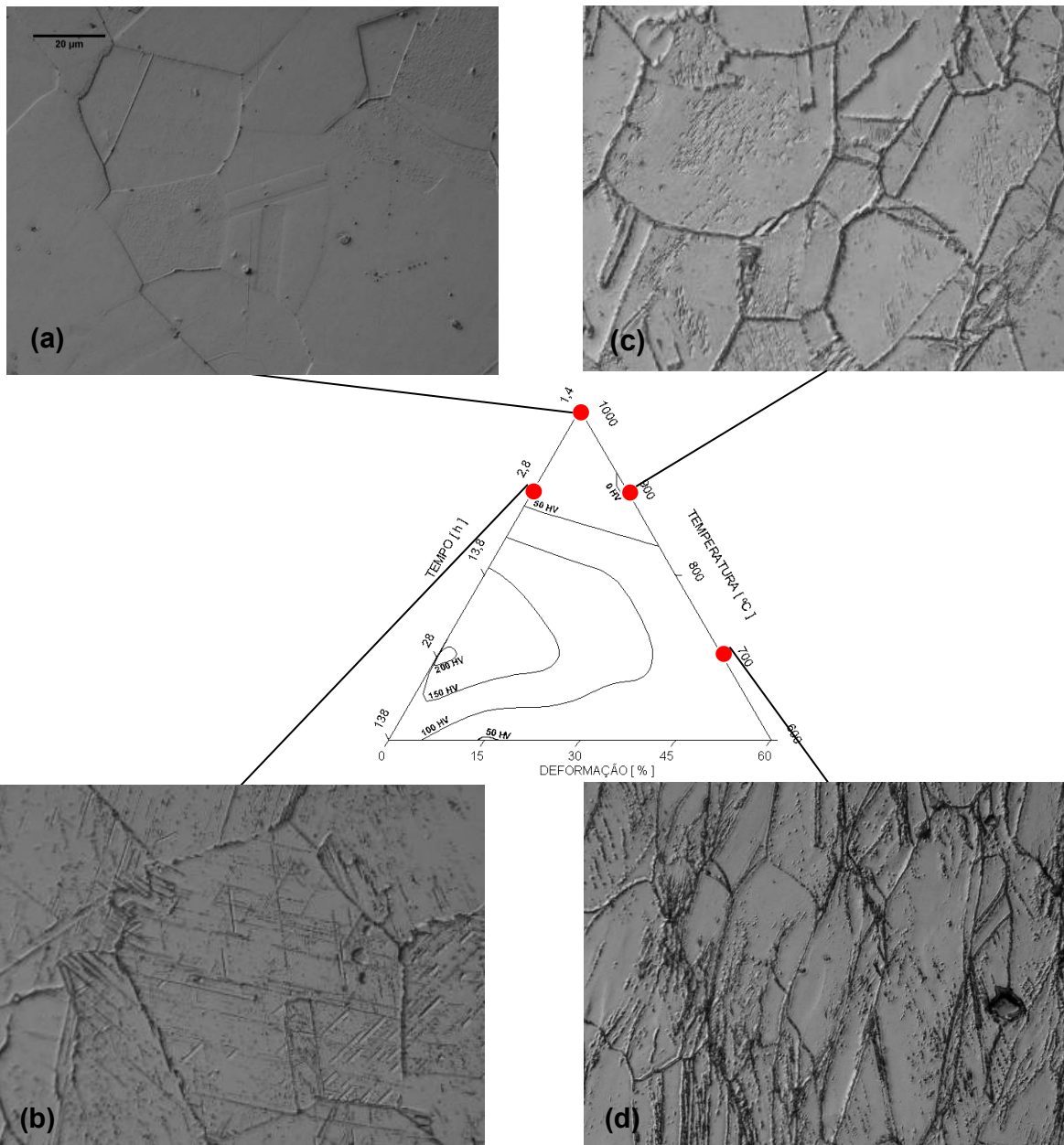


Figura 8. Alterações morfológicas da fase δ devido à temperatura e ao trabalho a frio micrografias (b), (c) e (d). Micrografia (a) demonstra que foi atingido a temperatura solvus da fase δ . Ampliação 1000X.

Podemos observar a partir da Figura 8 que há uma diferença significativa da morfologia da fase δ , para parâmetros de tratamento térmicos diferentes ela tende a uma forma globular quando submetida a altos graus de trabalho a frio mesmo para baixas temperaturas micrografia (d) da Figura 8, enquanto que para baixas deformações e altas temperaturas existe uma tendência a assumir uma forma acicular micrografia (b) da Figura 8. Já na micrografia (c) existe uma coexistência da fase δ sob forma tanto acicular quanto globular. Isto está em conformidade com o trabalho de Huang e Langdon⁽³⁾ que constataram esta mudança de morfologia da fase δ associada a deformações imposta a liga. Estes pesquisadores também afirmam que por volta de 900°C a fase δ não deriva da fase metaestável precedente γ'' , mas sim precipita diretamente da matriz austenítica. O que seria uma possível explicação para o motivo da dureza na linha de 900°C do diagrama da Figura 5 apresentar dureza tão baixa. Uma precipitação direta de fase δ inviabilizaria a

formação da fase endurecedora γ'' em quantidade suficiente para garantir algum aumento de dureza significativa a liga. A baixa dureza no ponto (a) da Figura 8 já não poderia ser justificada por este argumento, tendo em vista que a baixa dureza obtida neste ponto está associada a re-solubilização da liga, isto, é atingiu-se a linha solvus da fase δ e conseqüentemente da fase γ'' também. Oradei-Basile e Radavich⁽¹³⁾ demostram apartir de diagramas TTT que as a linha solvus da fase δ fica entre 968°C e 1.024°C corroborando com nossa afirmação.

5 CONCLUSÃO

A liga 718 tem alta propensão ao endurecimento por trabalho a frio. O trabalho a frio tem papel determinante na cinética de precipitação da fase δ bem como na forma em que esta se apresentará na matriz austenítica. A dureza diminui com o aumento de volume de fase δ precipitado.

Temperaturas por volta de 900°C mesmo para zero deformação propiciam grande formação volumétrica de fase δ sob a forma acicular, esta tenderá a se formar diretamente apartir da matriz austenítica.

Diagramas triaxiais associados a curvas de nível podem ser de grande ajuda para a interpretação de como as propriedades mecânicas variam pelos tratamentos termomecânicos.

Agradecimentos

Aos colegas do Laboratório de Metalurgia física da UFRGS, aos professores que nos orientaram e corroboraram para que este trabalho fosse concluído a contento, ficamos deveras gratos.

REFERÊNCIAS

- 1 DU, J.H.; LU, X.D.; QU, J.L.; DENG, Q; ZHUANG, J.Y. e ZHONG, Z. Y. , Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.) Vol. 19 No. 6 pp 418-424 Dez. 2006.
- 2 COLLIER, J.P.; WONG, S.H.; PHILLIPS, J.C. e TIEN, J.K., Metallurgical Transactions A, Vol. 19A, pp 1657-1666, Jul. 1988.
- 3 HUANG, Y. e LANGDON, T.G., J Matter Sci, No 42, p. 421-427, 2007.
- 4 ASM Handbook, Metallography and Microstructures, Vol. 9, p. 305-329, 1992.
- 5 MILLER, M.K.; BABU, S.S.; BURKE; M.G., Materials Science and Engeneering, No. A270 , p. 14-18, 1999.
- 6 DELEUME, J.; CLOUÉ, J.; ANDRIEU, E., Journal of Nuclear Materials, No. 382, p. 70-75, 2008.
- 7 LIU, L.; TANAKA, K.; HIROSE, A.; KOBAYASHI, K.F., Science and Technology of Advanced Materials, No. 3, p. 335-344, 2002.
- 8 GHOSH, S.; YADAV, S.; DAS, G., Materials Letter, No. 62, p. 2619-2622, 2008.
- 9 ASM Handbook, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, Vol. 2, p. 428-445, 1992.
- 10 ASTM B 673-06, Standard Spefication for Precipitation-hardening Nickel alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for High-Temperature Service.
- 11 API 6A718, Specification of Nickel Base Alloy 718 (UNS N07718) for Oil and Gas Drilling and Production Equipment, Ed. 1, Mar. 2004.
- 12 LIU, W.C.; XIAO, F.R.; YAO, M.; CHEN, Z.L.; JIANG, Z.Q. e WANG, S.G., Scripta Materialia, Vol. 37, No. 1, p. 53-57, 1997.
- 13 ORADEI-BASILE , A. e RADAVICH, J.F., A Current T-T-T Diagram For Wrought Alloy 718, Superalloys 718, 625 and Derivatives, Ed. por E.A. Loria, TMS, p. 325-335, 1991.