



EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DA SUPERLIGA INCONEL 718 EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE PROCESSAMENTO¹

Sinara Borborema Gabriel²
Lena de Castro Menezes Valle³
André Freitas Ribeiro⁴
Jean Dille⁵
Luiz Henrique de Almeida⁶

Resumo

O presente trabalho investigou a influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e propriedades mecânicas de duas amostras da superliga Inconel 718 processadas por diferentes rotas. Os materiais foram submetidos a tratamentos térmicos de solubilização a 1050°C por diferentes tempos, seguidos de envelhecimento a 800°C por 6 horas. As microestruturas foram observadas por microscopia ótica, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão. Foi possível verificar a evolução microestrutural de cada material, em função das fases presentes e tamanho de grão, caracterizando assim, a influência desta evolução nas propriedades mecânicas do material. Com o aumento do tempo de solubilização, houve um decréscimo na quantidade de fase delta, aumento do tamanho de grão e redução da dureza. Após envelhecimento, os materiais se tornaram significativamente mais duros e resistentes, em função da presença de finas partículas de fase γ' , mostrando que tal fase é mais efetiva no endurecimento em relação ao refino de grão. Além disso, não foram observadas diferenças relevantes nos valores de dureza.

Palavras-chave: Inconel 718; Tratamentos térmicos; Microestrutura; Propriedades mecânicas.

MICROSTRUCTURAL CONTROL OF INCONEL 718 SUPERALLOY IN DIFFERENT CONDITIONS OF PROCESSING

Abstract

The present work investigated the influence of heat treating on microstructural and mechanical properties of two samples of Inconel 718 superalloy, processed by different routes. The materials were solution treated at 1050°C for different times and then aged at 800°C for 6 hours. The microstructures were observed on optical, scanning electron and transmission electron microscopy. The microstructural evolution of each material was characterized, according to the phases and grain size, and the influence of this evolution on mechanical properties were determinate. With increasing of solution treat time, the amount of delta phase decreased, the grain size increased and the hardness decreased. After aged, the materials became harder and more resistant, because of the precipitation of fine particles of γ' , showing that this phase is more effective than grain refining. Besides, there was no relevant difference in hardness.

Key words: Inconel 718; Heat treating; Microstructural; Mechanical properties.

¹ Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Doutora em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (2008), Pesquisadora da Universidade Federal do Rio de Janeiro

³ Engenheira Metalúrgica, graduação pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (2009)

⁴ Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (2001), Engenheiro sênior da Universidade Federal do Rio de Janeiro

⁵ PhD em Ciências Aplicadas pela Université Libre de Bruxelles, Bruxelas, Bélgica (1994), Engenheiro Principal da Université Libre de Bruxelles

⁶ Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (1985), Professor titular da Universidade Federal do Rio de Janeiro



1 INTRODUÇÃO

A superliga de níquel Inconel 718 foi desenvolvida no final da década de 1950, sendo muito utilizada em componentes de turbinas. Apesar de ter sido apresentada há um período relativamente longo de tempo, ainda é largamente utilizada em diversas aplicações, nas indústrias aeroespacial, nuclear e de petróleo, devido à combinação de excelentes propriedades mecânicas a elevadas temperaturas até 650°C, boa resistência à corrosão e excelente soldabilidade.⁽¹⁻⁵⁾

As principais fases responsáveis pelas excelentes propriedades mecânicas a elevadas temperaturas na matriz γ (CFC) da liga 718 são a fase γ' (Ni_3Nb - tetragonal), principal fase endurecedora, e a fase coerente com a matriz γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$), menos efetiva no endurecimento. Se a liga for mantida na faixa de temperatura entre 650 e 980°C, pode ocorrer a dissolução da fase metaestável γ' em favor da precipitação da fase estável delta (Ni_3Nb - ortorrômbica). A fase delta resulta em perda de resistência mecânica, além de outros efeitos deletérios. Entretanto, alguns estudos revelam que a mesma também controla o crescimento de grão durante tratamento térmico de solubilização.⁽¹⁻⁷⁾

Tendo em vista a importância do balanço dessas variáveis microestruturais nas propriedades mecânicas da liga, o trabalho teve como objetivo investigar o efeito dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento sobre a precipitação de diferentes fases e o tamanho de grão. Foram estudadas duas amostras da liga 718 processadas por rotas diferentes, caracterizando a influência da evolução microestrutural após estes tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas. Para isso, foram utilizadas as técnicas de microscopia óptica, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão, sendo as fases caracterizadas por EDS, medidas de tamanho médio de grão e ensaios de dureza e de tração. Os resultados obtidos permitiram observar a importância da fase delta no controle do crescimento de grão durante a solubilização, o endurecimento mais efetivo da fase γ' em relação ao refino de grão e que, independente da rota de produção e de pequenas diferenças de composição química, uma vez feito o tratamento térmico de solubilização correto, as mesmas propriedades podem ser atingidas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

No presente trabalho, foram utilizadas duas amostras da liga Inconel 718, processadas por rotas diferentes. O material A foi obtido na forma de barra, com pequenas dimensões 160 x 80 x 30 mm, com seção transversal quadrada. Sua microestrutura contém uma grande quantidade de fase delta. Tal material é proveniente de um corte de uma barra forjada de 7", que serviu de "pega" para o processo de forjamento. A "pega" é uma região relativa à cabeça do tarugo a ser forjado, que sofre uma deformação pela prensa para servir como suporte para manipulação do material durante as etapas de forjamento. É cortada e descartada após forjamento, embora seja também muito utilizada como amostra para estudos relativos a tratamentos termo-

mecânicos, recristalização e crescimento de grão. A composição química desta amostra é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do material A

Elemento	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni	Ti	Nb	Al	Fe
[% peso]	0,042	0,099	0,015	0,039	17,36	3,02	53,5	0,96	4,9	0,55	19,33

O material B foi obtido de uma barra forjada para formar um eletrodo (tarugo) para a refusão em VAR (forno a vácuo de refusão a arco), com diâmetro de 170 mm e comprimento de 800 mm. O material recebido foi fundido em forno VIM (forno de indução a vácuo), refundido em processo VAR, recebeu tratamento térmico de homogeneização, foi conformada a quente por processo de forjamento em matriz aberta de uma prensa de 2.000 toneladas e resfriada ao ar. A composição química está representada na Tabela 2.

Tabela 2. Composição química do material B

Elemento	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni	Ti	Nb	Al	Fe
[% peso]	0,035	0,05	0,02	0,03	18,8	3,00	52,9	0,94	5,20	0,48	18,5

2.2 Métodos

O material A foi submetido aos tratamentos térmicos de solubilização a temperatura de 1.050°C por 5 minutos, 10 minutos e 30 minutos, seguidos de têmpera em água, com o objetivo de avaliar a relação entre o tempo de solubilização, a dissolução da fase delta e o aumento do tamanho de grão, analisando o impacto dessas mudanças microestruturais nas propriedades mecânicas. Na sequência, foi realizado um tratamento térmico de envelhecimento isotérmico a temperatura de 800°C por 6 horas, com resfriamento em água, de acordo com a especificação da liga Inconel 718 de petróleo e gás API (UNS N07718).⁽⁸⁾ Na amostra B, foram realizados os mesmos tratamentos térmicos anteriores, exceto o de solubilização a 1.050°C por 30 minutos, pois 10 minutos de solubilização a 1050°C foi suficiente para solubilizar a fase delta e atingir o mesmo tamanho de grão da amostra A solubilizada por 30 minutos a esta mesma temperatura.

As amostras como recebidas e tratadas termicamente foram submetidas às etapas básicas de preparação metalográfica de lixamento e polimento. O ataque químico das amostras foi feito com o reagente Kalling nº2 (100 ml etanol + 100 ml HCL + 5g CuCl₂). As microestruturas foram observadas no microscópio óptico Leica DMRM e em microscópio eletrônico de Varredura JEOL-JSM modelo 6460LV. Operando com o MEV, no intuito de identificar as fases presentes, foi utilizado o sistema EDS – Noran System Six – modelo 200.

Para as análises por microscopia eletrônica de transmissão, as amostras cilíndricas com 3 mm de diâmetro foram seccionadas (espessura de aproximadamente 200 µm) em uma cortadora Isomet 1000 da Buehler. Posteriormente, os discos obtidos foram lixados até uma espessura entre 70 µm e 100 µm. Para obtenção da amostra final, foi utilizado o afinamento eletrolítico, nas seguintes condições: temperatura de

-20°C, tensão aplicada de 30 V, com eletrólito composto por 10 % de ácido perclórico e 90% de etanol. As imagens foram obtidas em um microscópio eletrônico de transmissão marca CM-20 PHILIPS com EDS. As fases foram identificadas através de EDS e/ou padrões de difração de elétrons e também através de análise da morfologia dos precipitados.

Foram feitas medidas de tamanho de grão pelo método dos interceptos diretamente no microscópio óptico OLYMPUS BX60M. Para os ensaios de microdureza Vickers foi utilizado o microdurômetro E Leitz Wetzlar, com cargas de 50 g, 100 g, 200 g e 300 g, dependendo da dureza do material, durante 30 segundos. Nos corpos de prova – de aproximadamente 10 mm de espessura, 30 mm de comprimento e 10 mm de largura – foram realizadas seis impressões de microdureza, com a distância de aproximadamente 2 mm entre as impressões.

Os ensaios de tração foram realizados junto à máquina Emic DL 10000, segundo norma ASTM-E8-M, com corpos de prova de comprimento útil nominal igual a 24 mm e diâmetro igual a 4 mm. A taxa de deformação usada foi de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Foram ensaiados até a ruptura dois corpos de prova para cada condição de tratamento. Apenas o material A foi submetido ao ensaio de tração.

3 RESULTADOS

3.1 Observação Microestrutural - Material A

A Figura 1 mostra a microestrutura do material A, observada por MEV, na condição como recebido e nos diversos tempos de solubilização. Observa-se na figura 1(a) a precipitação contínua de partículas intergranulares com morfologia de agulhas, caracterizadas como fase delta (Ni_3Nb). Verifica-se, através das Figuras 1(b), 1(c) e 1(d), que a medida que aumenta o tempo de solubilização há a diminuição da presença da fase delta nos contornos de grão. Além disso, verifica-se que 30 minutos de solubilização foi suficiente para dissolver completamente a fase delta.

A Figura 2 mostra a microestrutura do material A, observada por MEV, na condição como recebido e nos diversos tempos de solubilização, após envelhecimento. Nesta escala de observação não é possível diferenciar mudanças causadas por envelhecimento. Por outro lado, a observação por MET do material na condição como recebido após envelhecimento, mostrado, na Figura 3, destacou que este tratamento ocasiona o aparecimento das fases γ' , caracterizada por sua forma esférica, e γ'' , caracterizada por sua forma de discos alongados, responsáveis pelo endurecimento da liga. Para maiores tempos de solubilização, há maior dissolução de fase delta, e eventualmente fase γ'' , durante a solubilização, o que resulta em uma precipitação mais fina. Observa-se também a presença de carbeto, do tipo $(\text{Nb,Ti})\text{C}$, os quais não se dissolveram durante a solubilização.

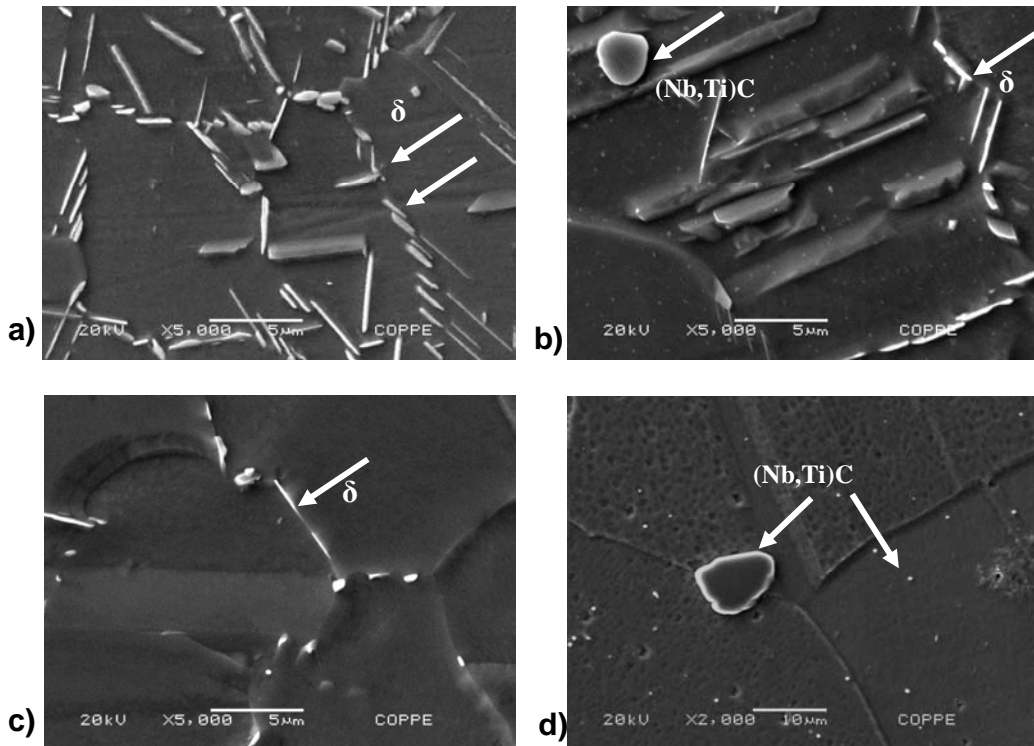


Figura 1. Micrografias do MEV do material A: a) como recebido; b) após solubilização por 5 minutos; c) após solubilização por 10 minutos; d) após solubilização por 30 minutos.

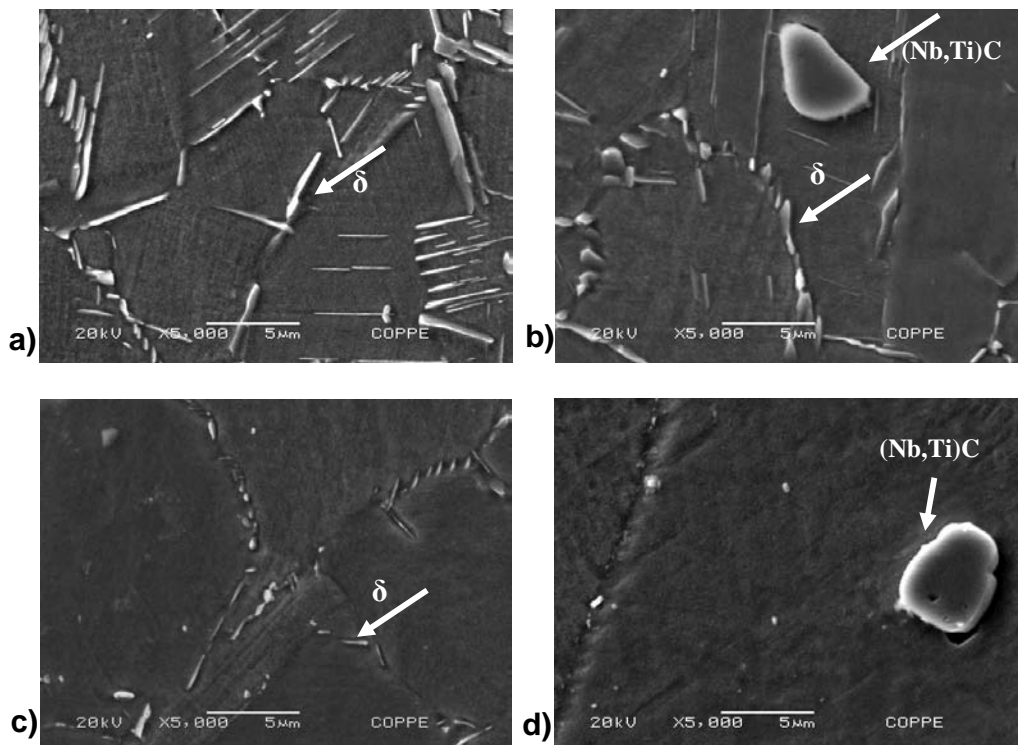


Figura 2. Micrografias do MEV do material A após envelhecimento a 800°C por 6 horas das amostras com condição inicial: a) como recebido; b) solubilizada por 5 minutos; c) solubilizada por 10 minutos; d) solubilizada por 30 minutos.

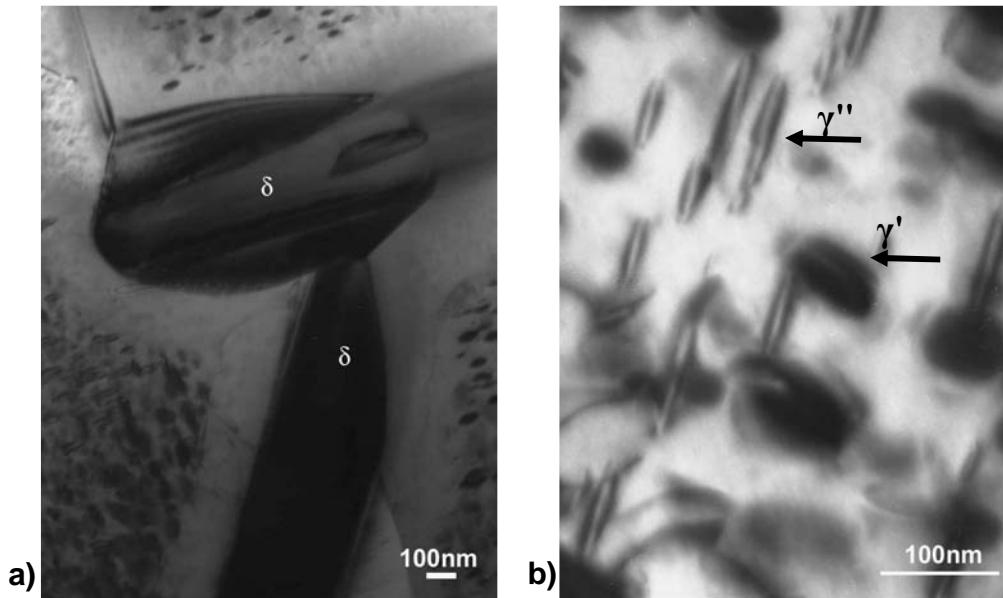


Figura 3. Micrografias do MET do material A como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem de campo claro mostrando a fase delta (identificada por EDS; b) imagem de campo claro mostrando a precipitação das fases γ' (forma esférica) e γ'' (forma de discos alongados) na matriz γ .

3.2 Observação Microestrutural - Material B

A Figura 4 mostra que o material B, na condição como recebido, possui uma quantidade muito inferior da fase delta, melhor observada através do MET, na Figura 6(a). As Figuras 4(b) e 4(c) mostram que o tempo de 5 minutos é suficiente para solubilizar a fase delta deste material. Além disso, verifica-se, nas Figuras 6 e 7, a presença das fases γ' e γ'' , ambas caracterizadas por suas morfologias e por EDS, tanto na condição como recebido (figura 6) quanto na como recebido após envelhecimento (Figura 7).

Observa-se nas Figuras 4 e 5 que, assim como ocorreu no material A, maiores tempos de solubilização resultaram em precipitação mais fina da fase delta, e eventualmente fase γ'' e os carbeto do tipo (Nb,Ti)C não se dissolveram durante a solubilização.

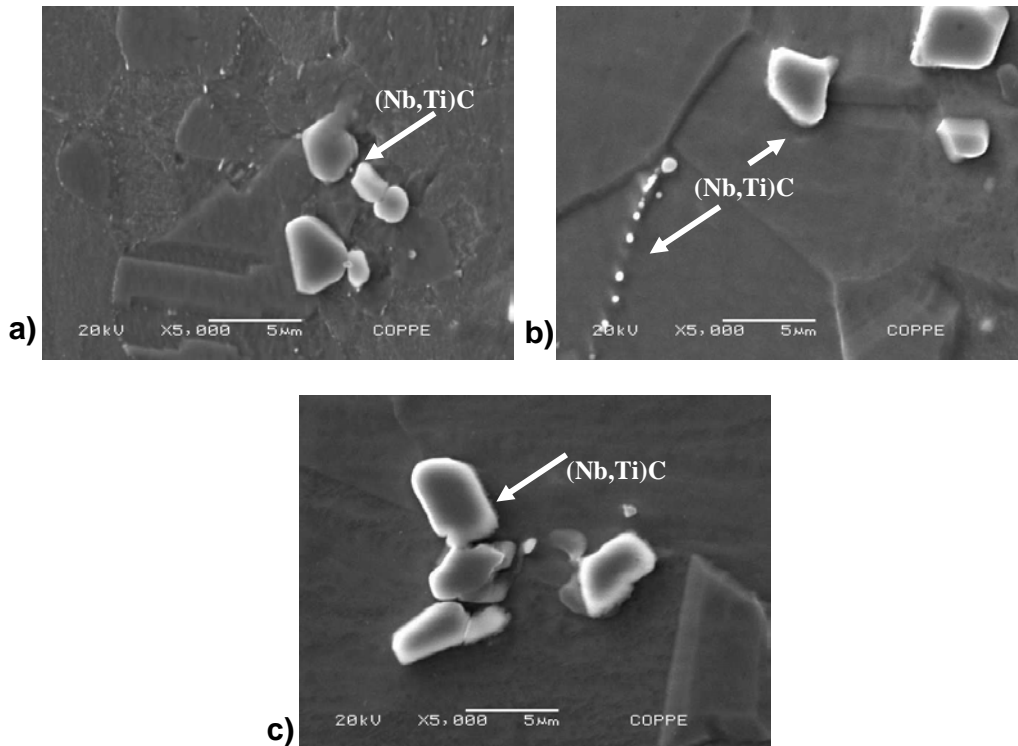


Figura 4. Micrografias do MEV do material B: a) como recebido; b) após solubilização por 5 minutos; c) após solubilização por 10 minutos.

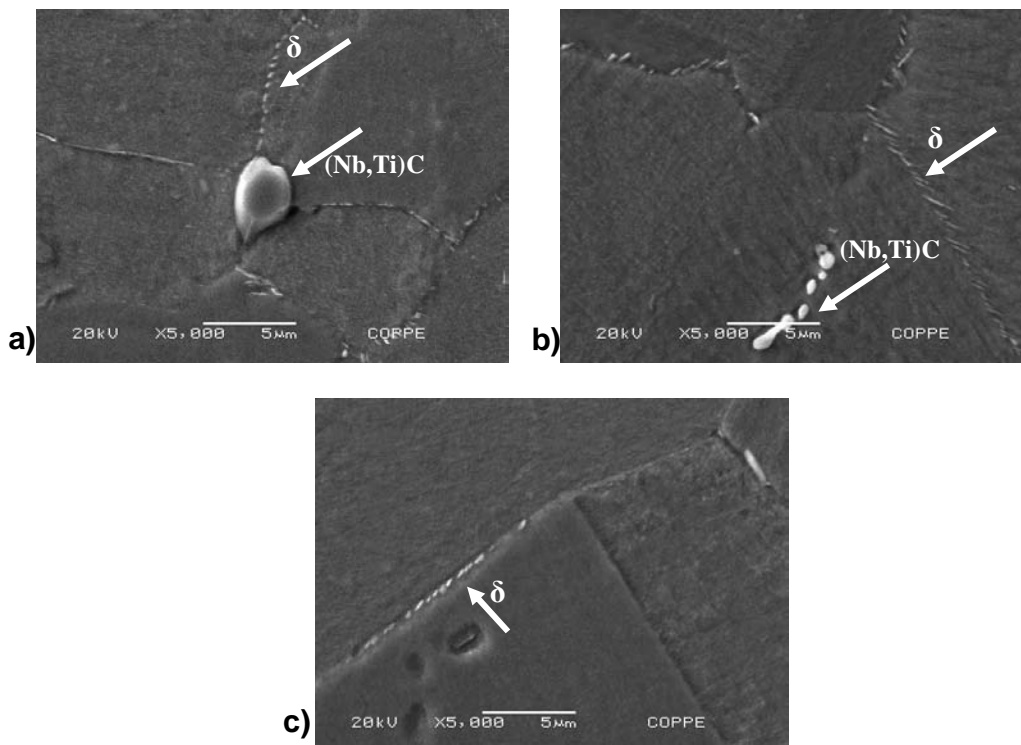


Figura 5. Micrografias do MEV do material B após envelhecimento a 800°C por 6 horas das amostras com condição inicial: a) como recebido; b) após solubilização por 5 minutos; c) após solubilização por 10 minutos.

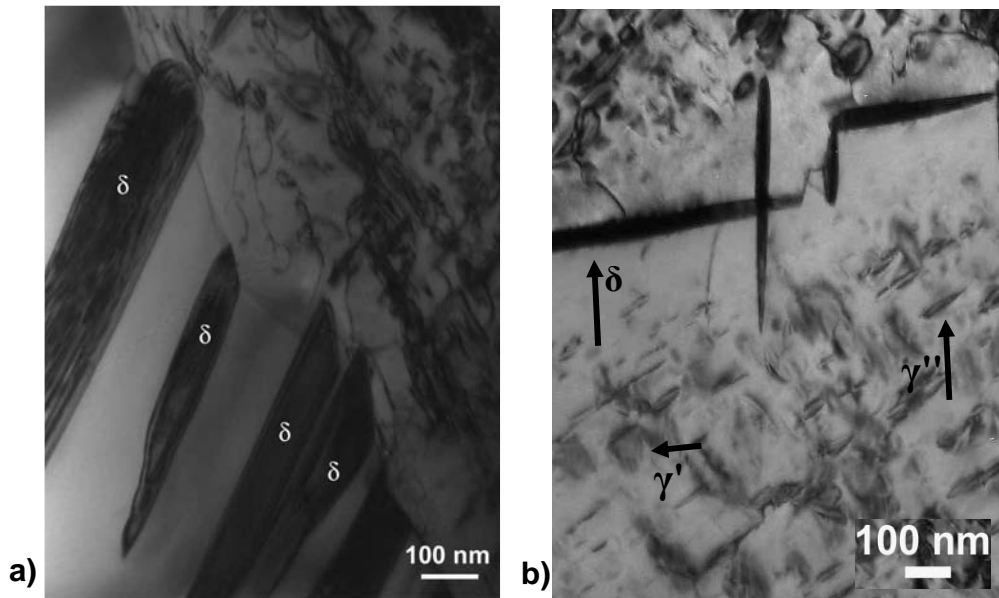


Figura 6. Micrografias do MET do material B como recebido: a) imagem de campo claro, mostrando a fase delta, no formato de agulhas; b) imagem de campo claro mostrando a precipitação das fases δ (forma de agulhas), γ' (forma esférica) e γ'' (forma de discos alongados).

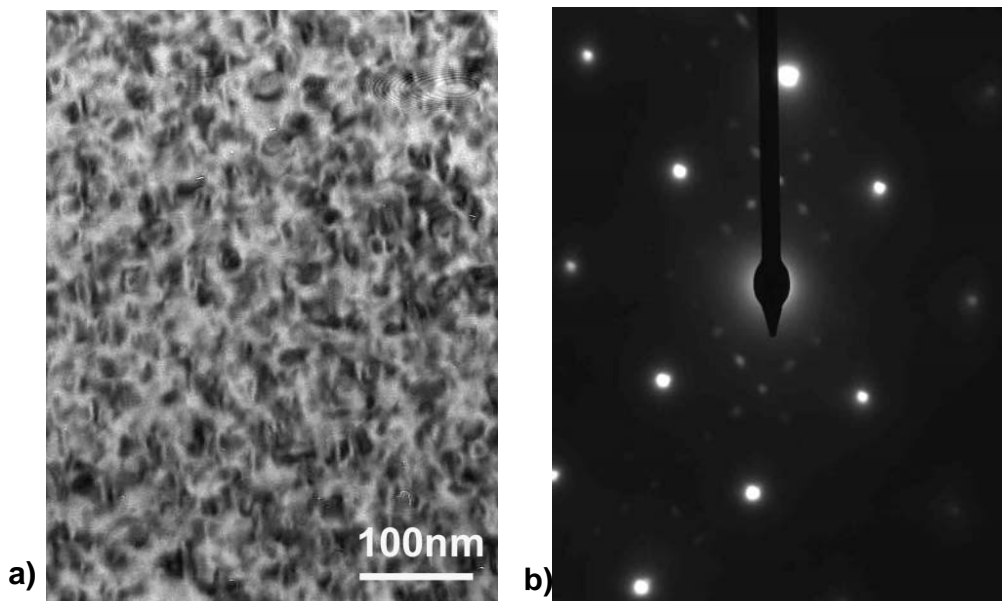


Figura 7. Análises por MET do material B como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem de campo claro mostrando as fases γ' e γ'' e b) padrão de difração no eixo de zona $[100]_{\gamma}$ com indicação das fases γ' e γ'' .

3.3 Propriedades Mecânicas - Dureza e Tração

Os resultados de tamanho médio de grão, dureza e tração são mostrados na Tabela 3. Nela, podemos observar o crescimento na medida do tamanho de grão, em função do tempo de solubilização. A tabela salienta, ainda, o forte aumento da

resistência mecânica dos materiais após envelhecimento, acompanhado do prejuízo da ductilidade dos mesmos.

Tabela 3. Propriedades mecânicas dos materiais A e B nas diversas condições de tratamento térmico

Condições	Material A						Material B		
	Fases	Tamanho de Grão (μm)	Dureza (HV)	σ_{LE} [MPa]	σ_{LRT} [MPa]	ϵ (%)	Fases	Tamanho de Grão (μm)	Dureza (HV)
Como recebido	$\delta, (\text{Nb}, \text{Ti})\text{C}$	11	282,0	-	-	-	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	30	424,5
Solubilizada 5 minutos	$\delta, (\text{Nb}, \text{Ti})\text{C}$	15	278,3	407,0	875,8	51,5	γ', γ'' (Nb, Ti)C	40	261,7
Solubilizada 10 minutos	$\delta, (\text{Nb}, \text{Ti})\text{C}$	33	245,5	352,6	832,6	57,2	γ', γ'' (Nb, Ti)C	59	222,8
Solubilizada 30 minutos	(Nb, Ti)C	60	185,0	329,6	812,8	59,5	-	-	-
Como recebido + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	10	423,7	-	-	-	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	29	423,7
Solubilizada 5 minutos + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	13	422,2	912,2	1260,5	20,2	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	38	426,0
Solubilizada 10 minutos + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	30	425,2	875,5	1237,0	20,4	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	62	423,7
Solubilizada 30 minutos + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb, Ti)C	61	423,0	878,4	1235,0	20,9	-	-	-

4 DISCUSSÃO

Observa-se, para as condições solubilizada, antes do envelhecimento, que houve uma diminuição da dureza para ambos os materiais – e diminuição da resistência à tração e aumento do alongamento, no caso do material A – a medida que aumenta o tempo de solubilização. Isso porque, com maior tempo de solubilização, há também maior dissolução da fase delta e aumento do tamanho de grão. Além disso, verifica-se que o tempo de solubilização de apenas 10 minutos do material B é suficiente para promover um acentuado crescimento de grão, chegando ao mesmo tamanho de grão, e, conseqüentemente, o mesmo valor de dureza, do material A após o tempo de solubilização de 30 minutos. Isso está de acordo com *Azadian et al*⁽⁶⁾, tendo em vista que a grande quantidade de fase delta nos contornos de grão do material A atua no controle do crescimento de grão durante a solubilização, enquanto que no material B, com pouca fase delta, o grão cresce mais rapidamente durante a solubilização.

Nas condições após envelhecimento, em ambos os materiais, apesar do tamanho de grão ser maior a medida que aumenta o tempo de solubilização, os valores de dureza são os mesmos para os diferentes tempos de solubilização. No caso do material A, observa-se que, além da dureza, também não há modificação significativa dos valores de resistência à tração nem de alongamento, para os diferentes tempos de solubilização. Isso porque, de acordo com *Guo et al*⁽⁹⁾, a precipitação de partículas menores de γ' tem um efeito mais forte no aumento de resistência da liga 718. Sendo assim, sugere-se que na medida em que a dissolução de delta, e eventualmente γ'' , foi mais efetiva, para tempos maiores de solubilização, mais fina e mais eficiente ficou a precipitação.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho revelou que o aumento do tempo de solubilização a 1050°C provoca o aumento do tamanho de grão, em consequência da maior dissolução da fase delta, resultando na diminuição da dureza e da resistência à tração e no aumento de ductilidade. Ao comparar o material A, com grande quantidade de precipitação contínua nos contornos de grão, com o material B, com pouca fase delta, observa-se que o material B atinge o mesmo tamanho de grão e mesma dureza, a um tempo de apenas 10 minutos de solubilização, do material A solubilizado por 30 minutos na mesma temperatura. Comprova-se então que a fase delta atua no controle do crescimento de grão durante a solubilização.

O tratamento térmico de envelhecimento a 800°C por 6 horas resulta em uma significativa melhora na resistência mecânica em detrimento da ductilidade, em ambos os materiais, em virtude da precipitação das fases γ' e, principalmente, γ'' . Entretanto, a precipitação ocorre de maneira distinta em cada amostra, solubilizada em tempos diferentes, antes do envelhecimento. Para tempos maiores de solubilização, há maior dissolução de fase delta, e eventualmente da fase γ'' , durante a solubilização, resultando em uma precipitação mais fina e eficiente durante o envelhecimento.

Portanto, apesar de terem grãos maiores, as amostras submetidas a maiores tempos de solubilização antes do envelhecimento possuem as mesmas propriedades de resistência mecânica que as que foram submetidas a tempos mais curtos de solubilização. Isso mostra que as ligas Inconel 718 produzidas por rotas diferentes, com pequenas diferenças de composição química, podem atingir as mesmas propriedades após a sequência correta de tratamentos térmicos.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à COPPETEC e ao CNPq, pelo apoio financeiro, à ULB (Bruxelas, Bélgica), pela utilização do Microscópio Eletrônico de Transmissão, à empresa Villares Metals S.A., pela gentil doação das amostras de Inconel 718, e ao David Delagostini Jarreta, pesquisador do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento da Villares Metals S.A., pela excelente ajuda nas pesquisas e discussões da liga 718.

REFERÊNCIAS

- 1 THOMAS, A.; EL-WAHABI, M.; CABRERA, J.M., PRADO, J.M. High temperature deformation of Inconel 718. *Journal of Material Processing Technology*, v. 177, p. 469-472, July 2006.
- 2 PING, D.H.; GU, Y.F.; CUI, C.Y.; HARADA, H. Grain boundary segregation in a Ni-Fe bases (Alloy 718) superalloy. *Materials Science and Engineering A*, v. 456, p. 99-102, May 2007.
- 3 SRINIVAS, S.; PRASAD, K.S.; GOPIKRISHNAAND, D.; PANDEY, M.C. Stress rupture property-microstructure correlation in hot-rolled superalloy. *Materials Characterization*, v. 35, p.93-98, September,2005.
- 4 HSU, C.Y.; LIN, Y.Y.; LEE, W.S.; LO, S.P. Machining characteristics of Inconel 718 using ultrasonic high temperature-aided cutting. *Journal of Material Processing Technology*, v.198, p.359-365, March 2008.
- 5 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. *Materials Science and Engineering A*, v. 510-511, p.289-294, June 2009.
- 6 AZADIAN, S.; WEI, L.Y.; WARREN, R. Delta phase precipitation in Inconel 718. *Materials Characterization*, v.53, p.7-16, September 2004.
- 7 SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M. Structural characterization of the aged Inconel 718. *Journal of Alloys and Compounds*, v.306, p.277-284, June 2000.
- 8 AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. *API SPECIFICATION 6A718*. Specification of nickel base alloy 718 (UNS N07718) for oil and gas drilling and production equipment, first edition, API, 2004.
- 9 GUO, Z.; SAUNDERS, N.; MIODOWNIK, A.P.; SCHILLÉ, J. Quantification of High Temperature Strength of Nickel-based Superalloys. *Materials Science Forum*, v. 546-549, p.1319-1326, 2007.