

AVALIAÇÃO DO ENVELHECIMENTO DA SUPERLIGA INCONEL 718¹

Neil de Medeiros²
Carlos Emílio Carra Citeli³
Jefferson Fabrício Cardoso Lins⁴

Resumo

O presente trabalho buscou verificar o comportamento mecânico da superliga Inconel 718 após seu envelhecimento. A caracterização microestrutural envolveu microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Realizaram-se ensaios de microdureza no material como recebido e envelhecido. Os tratamentos térmicos das amostras consistiram de solubilização a 990 °C por 30 min e recozimentos em duas temperaturas distintas (680 e 750 °C). Para cada temperatura as amostras foram recozidas por 4, 8, 10, 20, 50 e 100 h e em seguida resfriadas rapidamente em água. O material na condição inicial apresentou tamanho de grão da ordem de 34 ± 2 μm com dureza de 303 ± 82 Vickers. A 680 °C, o máximo tamanho de grão foi obtido após 50 h (46 ± 3 μm) e o máximo valor de dureza foi obtido após 20 h (408 ± 21 Vickers) devido à elevada precipitação da fase γ'' . A precipitação da fase δ conduziu ao amolecimento do material após 50 e 100 h. A 750 °C, o tamanho máximo de grãos foi obtido após 4 h (45 ± 5 μm). O máximo valor de dureza foi obtido após 8 h (422 ± 32 Vickers) devido à elevada precipitação da fase γ'' . O amolecimento do material iniciou-se a partir de 50 h e apresentou máxima precipitação da fase δ após 100 h de tratamento.

Palavras-chave: Inconel 718; Superliga; Envelhecimento; Dureza.

EVALUATION OF THE AGED INCONEL 718 SUPERALLOY

Abstract

The objective of this work was to verify the mechanical behavior of aged Inconel 718 superalloy. The microstructural characterization was carried out using LOM (light optical microscopy) and SEM (scanning electron microscopy) coupled with an energy dispersive spectroscopy (EDS) system. Microhardness tests were performed in the as-received and aged samples. The thermal treatments consist in a previous solubilization at 990 °C for 30 min followed by annealing at 680 and 750 °C for 4, 8, 10, 20, 50 e 100 h and water quenching. After the ageing, the samples were prepared following standard metallographic procedure. The as-received material showed a grain size near to 34 ± 2 μm and hardness equals to 303 ± 82 Vickers. At 680 °C, the maximum grain size was obtained after 50 h (46 ± 3 μm) and the maximum hardness number was obtained after 20 h (408 ± 21 Vickers) due to high precipitation of the γ'' phase. The precipitation of the δ phase leads the material softening after 50 and 100 h. At 750 °C, the maximum grain size was obtained after 4 h (45 ± 5 μm). The maximum hardness number (422 ± 32 Vickers) was obtained after 8 h due to the higher precipitation of the γ'' . The material softening was started around 50 h and presented maximum δ precipitation after 100 h of ageing.

Key words: Inconel 718; Superalloy; Ageing; Hardness.

¹ Contribuição técnica apresentada na 61º Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² Aluno de Doutorado em Engenharia Metalúrgica – EEIMVR/UFF – neil@metal.eeimvr.uff.br

³ Aluno de Graduação – EEIMVR/UFF - cciteli@uol.com.br

⁴ Professor – EEIMVR/UFF – jfclins@metal.eeimvr.uff.br

1 INTRODUÇÃO

A superliga Inconel 718 é considerada um excelente material para solicitações a altas temperaturas sob condições de oxidação. Contudo, sua aplicação limita-se a temperaturas inferiores a 815 °C e em atmosfera isentas de enxofre. Além disso, devido às elevadas propriedades mecânicas, esta superliga é bastante utilizada na fabricação de componentes de alto desempenho tais como grades espaçadoras de elementos combustíveis e turbinas.

Paulonis *et al.*⁽¹⁾ reportaram que a existência de uma fase metaestável tetragonal de corpo centrado γ'' (Ni_3Nb) confere ao material um considerável endurecimento. Esta fase tem a forma de discos alongados orientados paralelamente aos planos cristalográficos $\{100\}$ da matriz. Além desta fase, estes autores também mencionaram que a existência de uma pequena quantidade de uma fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$) de estrutura cúbica de face centrada que aparece como uma fina dispersão de partículas quase-esféricas exerce o papel de endurecedor do material. No entanto, a fase γ' promove um menor endurecimento quando comparada com γ'' . Além destas duas fases, após tratamentos térmicos a 750 °C, o tamanho das partículas γ'' aumenta rapidamente, iniciando a dissolução destes precipitados numa fase ortorrômbica δ (Ni_3Nb). A fase δ promove o amolecimento do material, decorrente de um super-envelhecimento. Neste contexto, Slama *et al.*^(2,3) realizaram investigações dos precipitados resultantes do envelhecimento isotérmico da Inconel 718 a 680 e 750 °C por 4, 50 e 100 h. Estes trabalhos reportaram a identificação das fases responsáveis pelos diferentes estágios de endurecimento na superliga.

Baseando-se nos trabalhos de Slama e os seus colaboradores,^(2,3) o presente trabalho buscou investigar o comportamento mecânico da superliga Inconel 718 após a realização de tratamentos térmicos para o envelhecimento deste material a 680 e a 750 °C numa faixa ampliada de tempos de envelhecimento por 4, 8, 10, 20, 50 e 100 h.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras utilizadas no presente trabalho foram gentilmente doadas pelas Indústrias Nucleares do Brasil S/A sob a forma de pequenas chapas com 38 mm de comprimento, 12 mm de largura e 1 mm de espessura. Na Tabela 1 é apresentada a composição química da superliga Inconel 718.

Tabela 1. Composição química da superliga Inconel 718.

Elemento	Ni	Cr	Nb+Ta	Mo	Ti	Al	Fe	Cu
[% peso]	53,94	18,27	5	3,05	0,95	0,5	-	0,02
Elemento	Si	Mn	C	Co	Ta	S	B	P
[% peso]	0,09	0,08	0,03	0,02	0,01	0,0015	0,003	0,01

Os tratamentos térmicos consistiram de solubilização prévia de todas as amostras a 990 °C por 30 min. A etapa de solubilização foi realizada em um forno tubular Lindberg Blue instalado no DEMAR/FAENQUIL. Neste tratamento térmico as amostras foram encapsuladas a vácuo (10^{-2} mbar) em um tubo de quartzo com atmosfera inerte (argônio). As etapas de recozimento foram conduzidas a 680 e 750 °C por 4, 8, 10, 20, 50 e 100 h. Esta última etapa do tratamento térmico para se envelhecer o material foi realizado em um forno tipo mufla K 250 da Brasimet. Em seguida, as amostras sofreram um resfriamento rápido em água.

Depois de envelhecidas, as amostras foram preparadas seguindo-se os procedimentos tradicionais de metalografia. A observação da microestrutura foi realizada junto a um microscópio eletrônico de varredura LEO 1450VP operando a 20 kV nos modos de elétrons retroespalhados e/ou elétrons secundários. A utilização da técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EED) permitiu a realização de análises elementais nas partículas de precipitados presentes na microestrutura do material. As imagens para a determinação manual do tamanho de grão foram captadas utilizando-se um microscópio óptico Metallovert (Leitz) com ampliação de 100 vezes acoplado com uma câmera Evolution LC Color (Media Cybernetics™) e o *software* Image – Pro Plus®. Para cada amostra foram analisados 10 campos e inseridas 20 linhas-teste em cada campo para a contagem das interseções. Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados utilizando-se um microdurômetro Carl Zeiss Jena com carga aplicada de 60 gf durante 30 s. Neste ensaio foram feitas 15 impressões em cada amostra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Material na Condição Inicial

A superliga Inconel 718 na condição inicial apresentou grãos com tamanho médio de $34 \pm 2 \mu\text{m}$ e dureza igual a 303 ± 8 Vickers. Na Figura 1 são apresentados a micrografia para o material como recebido e o padrão de difração de raios X obtido via EED referente à análise realizada na partícula indicada na pela seta branca. A micrografia da Figura 1a mostra a presença de algumas maclas de recozimento junto a pontos triplos. Por razões energéticas, tais partículas localizaram-se preferencialmente nas regiões de contornos de grão. Este fato também já foi reportado por outros autores em (2,3,5,6). A análise de EED (Figura 1b) permitiu sugerir que a partícula analisada é uma partícula de fase γ'' em função do elevado percentual de Nb encontrado.

3.2 Evolução Microestrutural do Material

O comportamento microestrutural da superliga Inconel 718 após os tratamentos térmicos realizados a 680°C e a 750°C pode ser observado na Figura 2. Na Figura 2a são apresentados os valores de tamanho de grão (a 680°C e a 750°C) como função do tempo de envelhecimento. Analisando-se os resultados a 680°C , distinguiram-se três etapas de evolução microestrutural: a primeira, inicia-se após 4 h e estende-se até 20 h de envelhecimento. Esta etapa caracterizou-se pelo o crescimento de grãos após 4 h ($44 \pm 6 \mu\text{m}$) em comparação com o material na condição inicial ($34 \pm 2 \mu\text{m}$). Um decréscimo no tamanho de grão após 8 e 10 h da ordem de $43 \pm 4 \mu\text{m}$ e $40 \pm 3,6 \mu\text{m}$, respectivamente, também foi observado. Esta alternância entre aumento e diminuição no tamanho de grão ocorreu devido ao aumento da dureza ocasionado pela precipitação das fases primárias endurecedoras (γ' e γ'') que se localizaram preferencialmente na região dos contornos de grão. Esta precipitação explica o considerável engrossamento destas regiões^(2,3) conforme mostra a Figura 2b. Vários autores reportam que se deve entender como “engrossamento de contorno de grão” o fenômeno de precipitação bastante localizada e homogênea nesta região de elevada energia associada.⁽²⁻⁶⁾ Após 20 h, ocorreu um pequeno aumento do tamanho de grão ($42 \pm 3,6 \mu\text{m}$) em comparação ao tratamento anterior (10408 ± 21 Vickers). A segunda etapa iniciou-se entre 20 e 50 h

de envelhecimento. A principal evolução foi caracterizada por um considerável aumento no tamanho de grão até o valor máximo de $46 \pm 3 \mu\text{m}$ (50 h) e queda de dureza para cerca de 348 ± 83 Vickers após 50 a fase secundária estável δ . Finalmente, a terceira etapa compreendeu entre 50 e 100 h. Este período se caracterizou pela dissolução da fase γ'' na fase δ promovendo decréscimos na dureza do material para cerca de 333 ± 60 Vickers. Além disso, o tamanho de grão também atingiu o seu valor mínimo da ordem de $27 \pm 3 \mu\text{m}$.

Os tamanhos de grão obtidos com o envelhecimento a $680 \text{ }^\circ\text{C}$ aproximam-se satisfatoriamente dos resultados obtidos por Rao e os seus colaboradores.⁽⁶⁾ A curva de dureza obtida neste trabalho a $680 \text{ }^\circ\text{C}$ apresentou comportamento semelhante àquela obtida por Slama *et al.*^(2,3) De uma forma geral, caracterizou-se pelo aumento de dureza até um valor máximo devido ao favorecimento da cinética de precipitação das partículas primárias endurecedoras (γ' e γ'') com a dissolução das partículas da fase γ'' na fase secundária amolecedora δ . Contudo, deve-se observar que a curva de dureza obtida por Slama e os seus colaboradores^(2,3) apresentou diferenças em comparação ao presente trabalho. Assim sendo, pode-se sugerir que esta diferença encontrada pelos autores seja explicada em função dos respectivos materiais de partida.

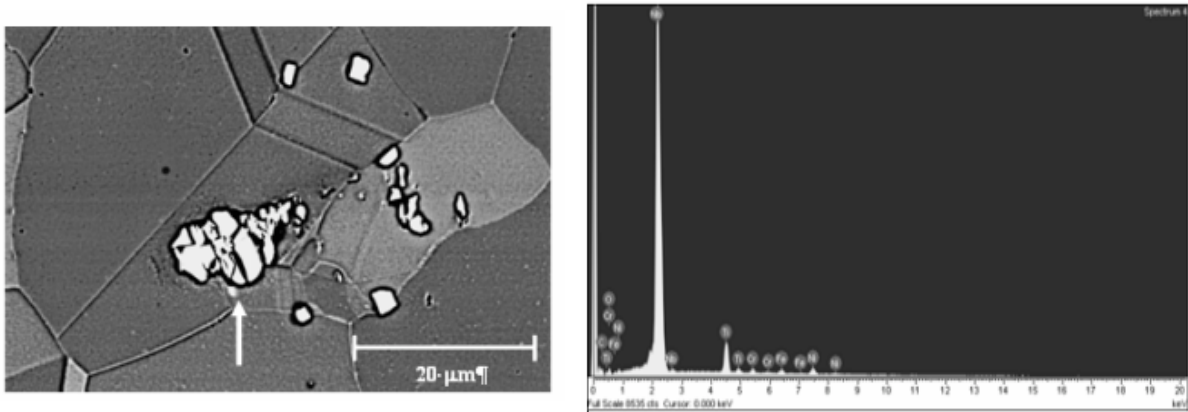
Na Figura 3 é apresentada uma micrografia referente ao envelhecimento após 4 h na qual se pode notar a presença de partículas de carbeto metálico recobertas por óxidos (seta branca). Estas partículas encontravam-se localizadas principalmente nas regiões de contornos de grão. Além dos carbeto, pode-se também observar uma fina dispersão de óxidos distribuída por toda a matriz γ e a nítida presença de maclas de recozimento. As microestruturas da Inconel 718 referentes a 8 e 10 h de exposição exibem as mesmas características descritas após 4 h de tratamento. No entanto, os valores de dureza indicam que ocorreu a precipitação de partículas γ' e γ'' . Contudo, a observação destes precipitados não foi possível via MEV.

Após 20 h, os precipitados da fase γ'' atingiram dimensões identificáveis via MEV. Na Figura 4a apresenta-se a micrografia referente a este tratamento na qual se pode notar várias maclas de recozimento e uma grande concentração de partículas com morfologia de discos alongados. Estas partículas se localizavam principalmente nas regiões de contornos de grão. De acordo com as observações feitas por Slama *et al.*,^(2,3) pode-se sugerir que tais partículas sejam referentes a fase γ'' . Na Figura 4b é apresentada uma outra micrografia referente a este tratamento mostrando uma região de ponto triplo com cujos contornos apresentaram um considerável engrossamento devido à precipitação preferencial de partículas da fase γ'' . A Tabela 2 mostra os resultados da análise via EED realizada na partícula assinalada na Figura 4a. O elevado percentual de Ni e a razão Ni/Nb aliados à morfologia da partícula indicam fortemente a presença da fase γ'' . Na Figura 5a são apresentadas partículas com morfologia de placas, assinaladas com seta branca, de precipitados da fase δ . Na Figura 5b também foram observadas partículas em forma de placas (seta branca). Deve-se salientar que as partículas em forma de placas circundadas por contornos pretos (óxidos) são provavelmente carbeto metálico.

A análise dos resultados a $750 \text{ }^\circ\text{C}$ (Figura 2a) mostrou também a existência de três etapas de evolução microestrutural distintas, como descrito a $680 \text{ }^\circ\text{C}$. Da mesma forma que no caso anterior, a competição microestrutural destas três etapas são similares, ou seja, a primeira etapa tem início após 4 h de envelhecimento e estende-se até 20 h. Neste período é caracterizado pelo aumento do tamanho de

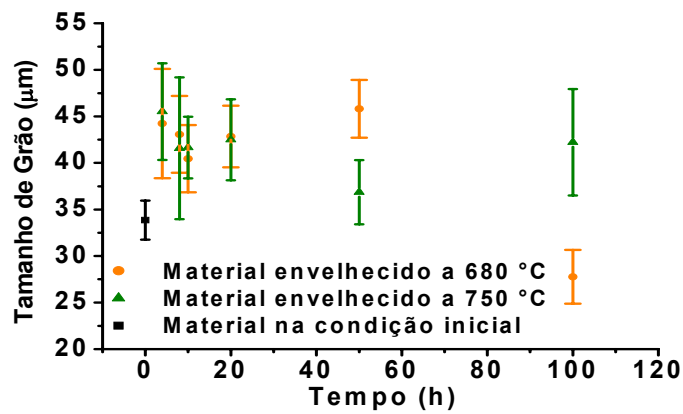
grão em relação ao material na condição inicial. Um detalhe importante é que o aumento da temperatura favoreceu ainda mais o crescimento dos grãos com uma precipitação da fase γ'' nas primeiras horas de tratamento. Além disso, em apenas 8 h a dureza atingiu o valor máximo da ordem de 422 ± 32 Vickers. Já os tratamentos subseqüentes (10 e 20 h) mostraram o início da precipitação da fase δ (coexistência das fases γ' , γ'' e δ) e crescimento de grãos acarretando queda da dureza de 380 ± 41 Vickers (10 h) para 368 ± 29 Vickers (20 h). A segunda etapa também se estendeu até 50 h e apresentou uma considerável queda no tamanho de grão atingindo-se um valor mínimo de cerca de $37 \pm 3,5$ μm . No entanto, vale ressaltar que este comportamento difere bastante do observado a 680 °C. Este fato pode ser explicado pelo intenso engrossamento dos contornos de grão devido à predominância da precipitação de γ'' . Assim sendo, o engrossamento induziu um elevado valor de dureza da ordem de $390 \pm 32,5$ Vickers. Já a terceira etapa se estendeu até 100 h e caracterizou-se também pela inversão de comportamento microestrutural quando comparada com os resultados obtidos a 680 °C. De uma forma geral, pode-se afirmar que houve um aumento do tamanho de grão (42 ± 6 μm) com um relevante amolecimento do material (318 ± 28 Vickers).

É importante ressaltar que a curva de dureza para a condição de envelhecimento a 750 °C aproximou-se satisfatoriamente daquela obtida por Slama e os seus colaboradores^(2,3) conforme indica a Figura 2b. De forma semelhante a 680 °C, o envelhecimento a 750 °C após 4 h os precipitados das fases γ' e γ'' não atingiram dimensões detectáveis via a técnica de MEV, embora tenha sido observado um considerável aumento da dureza do material. Sendo assim, foram detectados apenas os carbeto metálicos e óxidos circundantes. A micrografia referente a este tratamento não foi apresentada neste trabalho. Após 8 h, favoreceu-se a precipitação da fase γ'' principalmente nas regiões de contornos de grão (Figura 6a). Nesta micrografia pode-se observar uma região de contorno de grão com partículas de morfologia de discos alongados (setas brancas), da mesma forma que foram reportadas na literatura.^(2,3) Na Figura 6b é apresentada uma micrografia referente ao envelhecimento após 20 h, na qual se destacam as partículas γ'' (seta branca) e carbeto metálicos circundados por óxidos. Como já foi mencionado, após 50 h o engrossamento dos contornos de grão foi intenso e promoveu aumento da dureza do material. Desta forma, na Figura 6c pode ser observada a micrografia referente a este tratamento na qual se destaca claramente este engrossamento. Após 100 h de envelhecimento, observou-se uma considerável e predominante precipitação da fase δ composta por partículas com morfologia de placas (Figura 6d), indicadas pela seta preta. Além das partículas da fase δ , destacam-se também partículas da fase γ'' que não se dissolveram para originar o precipitado secundário δ .

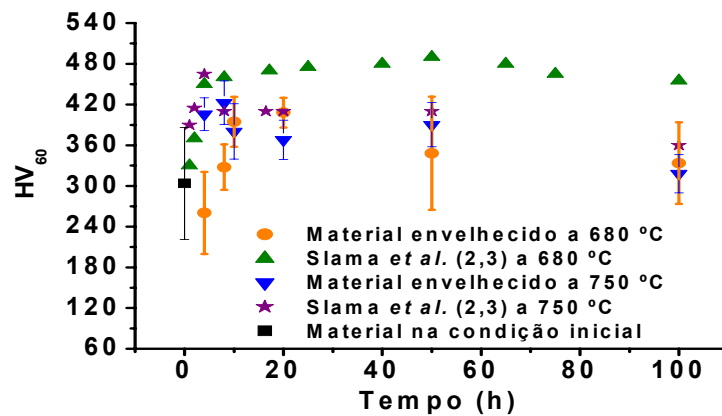


(a) (b)

Figura 1. (a) Micrografia da superliga Inconel 718 na condição inicial (MEV – imagem modo de elétrons retroespalhados, 20 kV); (b) Padrão de difração de raios X referente a partícula assinalada com a seta branca na *Figura 1a*.



(a)



(b)

Figura 2. (a) Influência da temperatura de envelhecimento no tamanho de grão da superliga Inconel 718 em comparação com o material como recebido; (b) Influência da temperatura de envelhecimento na dureza.

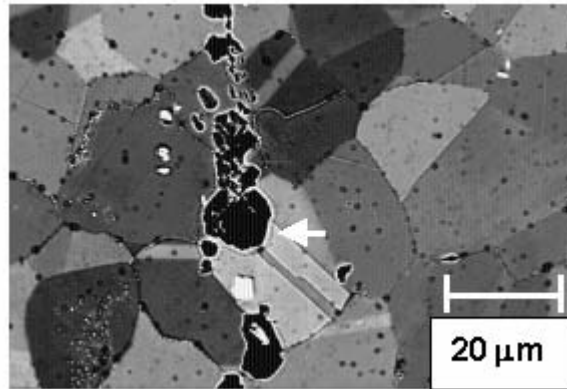


Figura 3. Micrografia da superliga Inconel 718 envelhecida a 680 °C por 4 h. A seta branca destaca os carbeto metálicos recobertos por óxidos (partículas pretas). MEV – imagem modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.

Tabela 2. Composição química da partícula indicada na *Figura 4a*.

Elementos	C	O	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb
% Peso	3,58	1,46	1,46	14,19	13,35	54,89	11,06
% Atômica	15,01	4,61	1,54	13,74	12,03	47,07	6

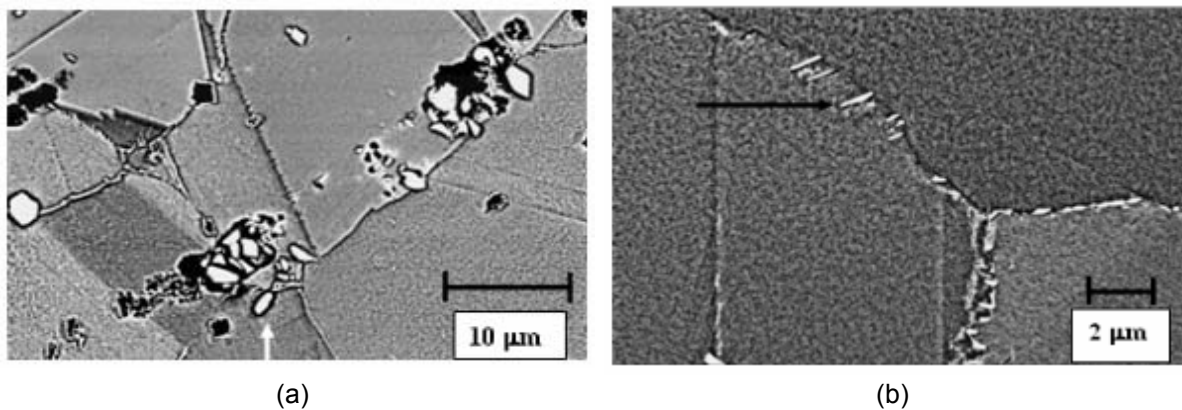
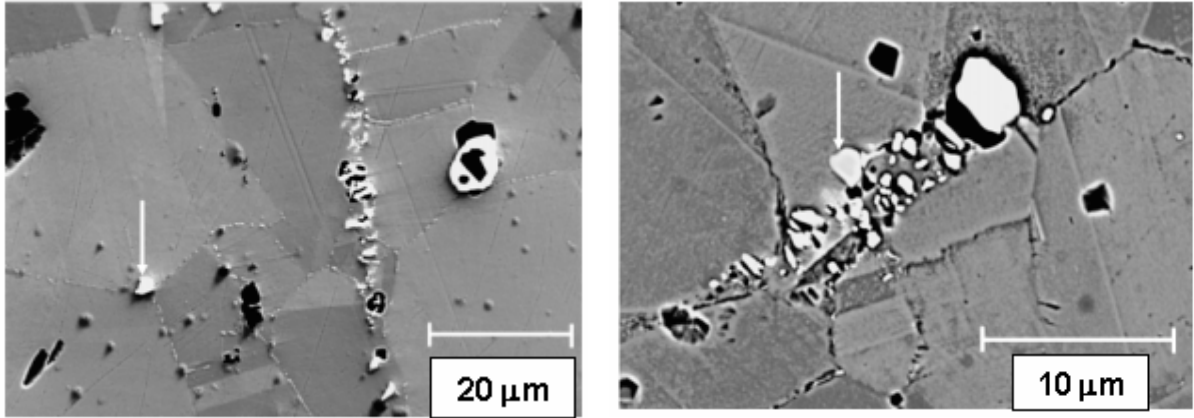


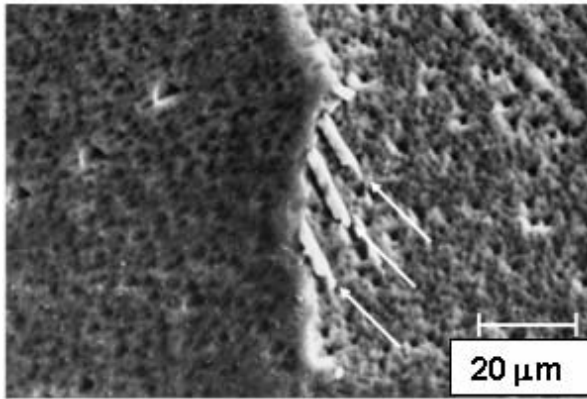
Figura 4. (a) Micrografia referente ao envelhecimento a 680 °C por 20 h destacando a partícula (fase γ'') analisada via EED; (b) Micrografia referente ao envelhecimento por 20 h destacando uma partícula de fase γ' . MEV – imagem modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.



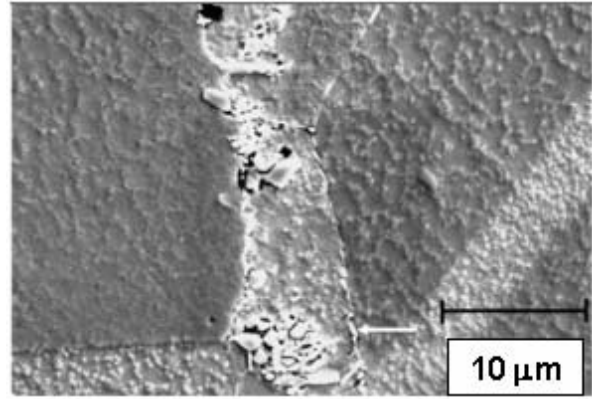
(a)

(b)

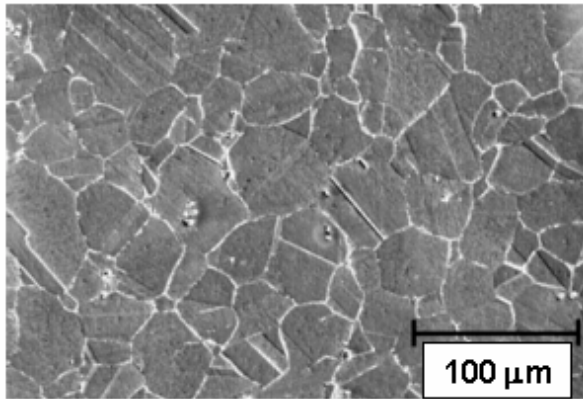
Figura 5. (a) Após 50 h destacando a partícula assinalada com seta branca; (b) Após 100 destacando partículas em forma de placas nas regiões de contornos de grão. MEV – imagem modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.



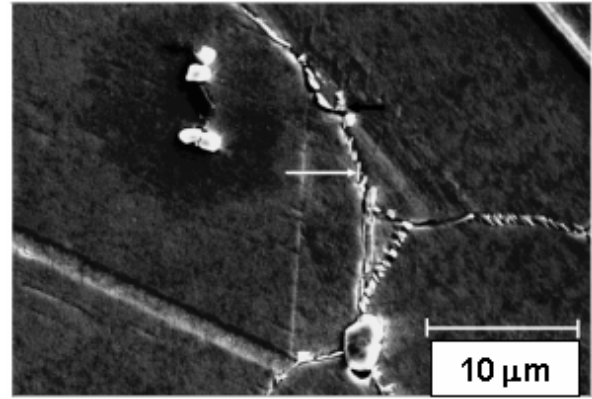
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 6. (a) Após 8 h destacando partículas da fase γ'' (setas brancas; (b) Após 20 h destacando-se partículas de fase γ'' (seta branca). MEV – imagem modo de elétrons secundários, 20 kV; (c) Após 50 h destacando o engrossamento das regiões de contornos de grãos MEV – imagem modo de elétrons secundários, 20 kV; (d) Após 100 h destacando partículas de fase δ (seta branca) e partículas de fase γ'' (seta preta). MEV - imagem modo de elétrons secundários, 20 kV. Referentes a 750 °C.

CONCLUSÕES

Os tratamentos térmicos de envelhecimento a 680 °C permitiram observar que um considerável aumento da dureza do material pode ser atingido após 20 h (408 ± 21 Vickers). O mecanismo deste endurecimento se deve em função da precipitação de partículas γ'' ser mais eficiente que o processo de competição microestrutural de crescimento dos grãos. O superenvelhecimento da superliga Inconel 718 após 100 h, conduziu à dissolução das partículas γ'' na fase δ acarretando um decréscimo da dureza. Nesta temperatura, a evolução microestrutural apresentou satisfatória concordância com a literatura. Porém, observaram-se diferenças entre os valores de dureza obtidos no presente trabalho e aqueles mencionados na literatura. Pode-se concluir que estas diferenças ocorreram devido às condições iniciais de ambos os materiais.

A 750 °C a rápida precipitação inicial de partículas γ'' (após 8 h) impediu a diminuição da dureza promovida pelo crescimento de grãos. Porém, após 10 e 20 h este impedimento tornou-se insuficiente causando um considerável decréscimo da dureza em decorrência do aumento do tamanho de grão. Após 50 h, o engrossamento dos contornos de grão promoveu a diminuição da área dos grãos com aumento da dureza. Após 100 h, a presença das partículas δ tornou-se predominante e a dureza do material atingiu seu valor mínimo da ordem de 318 ± 28 Vickers. Desta forma, concluiu-se que a evolução microestrutural do material frente ao envelhecimento nesta temperatura investigada concorda plenamente com a literatura.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à CAPES pelo apoio financeiro, às Indústrias Nucleares do Brasil S.A. pela gentil doação das amostras de Inconel 718 e ao DEMAR/FAENQUIL pela utilização do microscópio eletrônico de varredura.

REFERÊNCIAS

- 1 Paulonis, D. F., Oblak, J.M., Duvall, D. S. Transactions ASM, n. 62, p. 611-622, 1969.
- 2 Slama, C., Servant, C., Cizeron, G. Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 750 °C, Journal of Materials Research, v. 12, n. 9, p. 2298-2316, 1997.
- 3 Slama, C., Abdellaoui, M. Structural characterization of the aged Inconel 718, Journal of Alloys and Compounds, n. 306, p. 277-284, 2000.
- 4 Lins, J. F. C., Estudo da recuperação e da recristalização do Nióbio com microestrutura oligocristalina laminado a frio, Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, SP, 2002.
- 5 Rao, G. A., Srinivas, M., Sarma, D. S. Effect of thermomechanical working on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy Inconel 718, Materials Science and Engineering, v. 383, p. 201-212, 2004.
- 6 Li, R. B., Yao, M., Liu, W. C., He, X. C. Isolation and determination for δ , γ' and γ'' phases in Inconel 718 alloy, Scripta Materialia, v. 42, p. 635 - 638, 2002.