

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DA SUPERLIGA B1914

*Alex Matos da Silva Costa²
Carlos Angelo Nunes²
Renato Baldan²
Gilberto Carvalho Coelho²
Miguel Justina Ribeiro Barboza²*

Resumo

Este trabalho consistiu na avaliação microestrutural e mecânica da superliga B1914. O material foi produzido por microfundição. As amostras no estado bruto de fundição e tratada termicamente foram caracterizadas por microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Ensaios de tração a temperatura ambiente e a 600 °C foram conduzidos para os corpos de prova no estado bruto de fundição e tratado termicamente a 1080 °C/4 horas e 900 °C/10 horas. A microestrutura do material no estado bruto de fundição é composta por dendritas da fase gama (γ) e precipitados cuboidais da fase gama prima (γ'). Na região interdendrítica foi observada a formação da fase γ' via reação peritética ($L+\gamma\rightarrow\gamma'$) e a solidificação do líquido residual deu origem ao eutético $\gamma+M_3B_2$. Não foram observadas mudanças microestruturais significativas nas amostras tratadas (1.080°C/4 horas e 900°C/10 horas e 1.150°C/1 hora e 900°C/10 horas) em comparação ao material no estado bruto de fundição. As propriedades mecânicas avaliadas sob tração a 600 °C foram inferior ao que está reportado na literatura. Uma das causas prováveis é devido à presença microporos na região interdendrítica, que se formam durante a solidificação.

Palavras-chave: Solidificação; Caracterização; Tratamento térmico; Propriedades mecânicas

EVALUATION MECHANICAL AND MICROSTRUCTURAL B1914 SUPERALLOYS

Abstract

This work consisted on evaluation mechanical and microstructural of B1914 superalloys. The castings were prepared by precision cast. The sample as cast and heat treated were prepared and characterized by light microscopy and scanning electron microscopy. Tensile tests in room temperature and 600 °C were carried out for specimens in two conditions: as cast and heat treated. The as cast microstructure was composed of gamma dendrites and gamma prime. In interdendritic region was seen coarsen gamma prime with ellipsoidal morphology and microconstituents $\gamma+M_3B_2$, product of residual liquid solidification. The microstructures of sample heat treated at 1080 °C/4 h and aged at 900 °C/ 10 h, it was very similar with as cast microstructure. Mechanical properties of specimens tested was affected by presence of channels microporosity localized at interdendritic regions.

Key words: precision cast, solidification, microstructures, mechanical properties

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Brasil*

1 INTRODUÇÃO

Uma tendência atual no desenvolvimento de materiais para alta temperatura, principalmente as superligas, é na concepção de materiais para aplicações específicas. Por exemplo, as turbinas para geração de energia e os sistemas de propulsão marítimos usam combustíveis com elevada concentração de enxofre e operam por tempos longos (acima de 10^5 horas), embora sejam solicitados termomecanicamente em condições menos severas que os componentes de turbinas de avião. Para tempos muito longos sob serviço, é fundamental que a superliga apresente estabilidade microestrutural, para que as propriedades requeridas (químicas, físicas e mecânicas) sejam mantidas.⁽¹⁾

Desta maneira, focando os requisitos descritos acima, uma família de superligas foi desenvolvida, as ligas boro-carbono (*BC alloys*), a partir da substituição do carbono pelo boro.⁽²⁾ A adição de boro e/ou carbono é necessária, pois nos materiais policristalinos, que são submetidos a temperaturas elevadas, um dos principais mecanismos de deformação sob fluência é pelo deslizamento entre os contornos de grãos. Estes elementos são adicionados nas superligas (policristalinas e direcionalmente solidificadas) com o intuito de aumentar a coesão e resistência à fluência dos contornos de grãos.^(3,4) Porém, sabe-se que o carboneto primário MC (M= metal) pode decompor-se em temperaturas intermediárias (760 °C a 1.000 °C) formando a fase $M_{23}C_6$ ou mesmo liberando seus elementos formadores (titânio, tungstênio, nióbio, molibdênio, cromo, rênio entre outros) que podem vir a formar fases indesejáveis como μ , σ , α etc. Em contrapartida os boretos são muito mais estáveis, MB_2 (1.167 °C – 1.320 °C) e M_3B_2 (25 °C – 1.167 °C). Assim, para esta classe de superligas não é observado a formação de fases frágeis, em condições de serviço que envolvam temperaturas elevadas e tempos longos. As principais aplicações para este tipo de liga são na produção de discos, rotores e pás para turbinas a gás.⁽⁵⁾

Entre as ligas boro-carbono, a mais estudada microestrutural e mecanicamente foram a B1900 e B1900+Hf.⁽⁶⁻⁸⁾ No entanto, a liga desta família que apresenta propriedades interessantes é a B1914. Devido ao baixo valor de densidade (7.72 g/cm³) combinado com a elevada resistência mecânica, faz com que esta liga seja aplicada na produção de pás policristalina, discos e rotores de turbina a gás.⁽⁵⁾ Ouichou, Lavaud e Lesoult⁽⁹⁾ mostraram que as ligas da família boro-carbono (B1914 e B1925) apresentaram boa fundibilidade e livres de microporos formados durante o processo de solidificação do material. No entanto, não há muita informação na literatura sobre a microestrutura e propriedades mecânica em alta temperatura desta liga. No presente trabalho, será realizada a caracterização microestrutural e mecânica da superliga B1914.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A composição química (% em peso) da superliga B1914 é: 10% Co, 10% Cr, 5.25% Ti, 5.5% Al, 3.0% Mo e 0.1% B. As amostras utilizadas neste trabalho foram retiradas da base das pás de turbina policristalina, como mostrado na Figura 1. Estas pás de turbinas foram produzidas por microfusão na Empresa Açotécnica. A temperatura de vazamento estabelecida foi de 1.570 °C. Antes da etapa de vazamento, o molde cerâmico foi pré-aquecido na temperatura de 1.150 °C por três horas. Foram colocados apêndices com geometria cilíndrica, para produção dos corpos de prova para os ensaios de tração a temperatura ambiente e a 600 °C.⁽⁵⁾

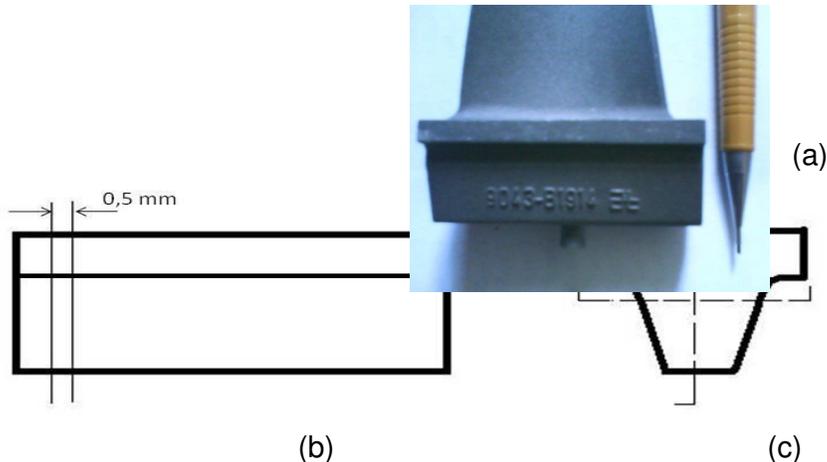


Figura 1. Imagem da região da base da pá (a); e (b) e (c) são representações esquemáticas da base e o modo como foram obtidas as amostras para tratamento térmico e caracterização da superliga B1914.

As amostras da superligas B1914 foram submetidas a tratamentos térmicos sob duas condições:

- 1.080 °C/4 horas e 900 °C/10 horas,
- 1.150 °C/1 hora e 900 °C/10 horas.

Estas condições de tratamento térmico foram estabelecidas por Durber e Hammersley,⁽⁵⁾ que avaliaram as propriedades mecânicas deste material a partir de ensaios de tração conduzidos a temperatura ambiente e a 600 °C. Entretanto, as microestruturas dos materiais processados e ensaiados nas condições descritas anteriormente não foram apresentadas. Os ensaios de tração a temperatura ambiente foram conduzidos na máquina servo-hidráulica MTS modelo 810,23M. Os parâmetros selecionados para execução dos ensaios de tração a temperatura ambiente foram:

- Velocidade de ensaio = 0,5 mm/min
- Carga máxima permitida= 25 kN
- Deslocamento máximo do extensômetro= 15 mm
- Deformação máxima permitida= 50 %

Os ensaios de tração a quente foram conduzidos na máquina de ensaios mecânicos a quente EMIC modelo DL-10000, a temperatura de 600 °C. Os corpos de prova ensaiados foram avaliados sob duas condições: estado bruto de fusão e tratados termicamente a (1.080 °C/4 horas e 900 °C/10 horas). Os parâmetros selecionados para a execução dos ensaios foram:

- Velocidade de ensaio= 0,5 mm/min
- Temperatura de ensaio= 600 °C

As propriedades que foram avaliadas a partir dos ensaios foram: limite de ruptura (MPa); deformação na ruptura e redução em área na ruptura. Não foi possível medir a deformação instantânea do corpo-de-prova durante os ensaios, pois a máquina não tem extensômetro. Durante o aquecimento do corpo-de-prova, foi observado que devido à dilatação das barras de fixação do corpo de prova, os corpos de prova eram submetidos a cargas compressivas. Então durante o aquecimento foram aplicadas cargas trativas para aliviar os esforços nos corpos de prova. As amostras no estado bruto de fusão e tratadas termicamente foram caracterizadas via microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura. Por meio

de MO foram obtidas imagens de 50x a 500x de aumento. Para tanto, utilizou-se um microscópio ótico Leica modelo DM IRM. As microestruturas da superliga B1914 no estado bruto de fusão e tratadas termicamente foram obtidas no modo de elétrons retroespalhados (BSE). A composição química das fases presentes foi medida pela técnica de Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios-X (EDS), em um equipamento Oxford modelo INCA Energy, com detector de Si(Li) de resolução 133 eV e distância de trabalho de 15 mm. Foram realizadas medidas de microdureza Vickers nas amostras no estado bruto de fusão e tratadas termicamente. Para cada amostra foram realizados 20 ensaios de microdureza com uma carga de 300 g durante 30s. As medidas de microdureza foram obtidas utilizando-se um microdurômetro Buhler modelo Micromet 2004.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização Microestrutural da Superliga B1914

Na Figura 2 é mostrada a micrografia da superliga B1914 no estado bruto de fusão. A dureza medida foi de $366 \text{ HV} \pm 24,89 \text{ HV}$. A microestrutura de solidificação é tipicamente dendrítica e na região interdendrítica observa-se a presença de placas grosseiras de uma fase mais dura. As placas observadas na região interdendrítica possivelmente são a fase gama linha (γ'). A fase γ' formou-se a partir de reação peritética ($L+\gamma \rightarrow \gamma'$) [10] que ocorreu a 1.250°C . A Figura 3 ilustra esquematicamente como a reação ocorre. A frente das placas de γ' observa-se uma região de depressão que se formou devido à mudança de volume que ocorreu durante a solidificação do líquido residual.

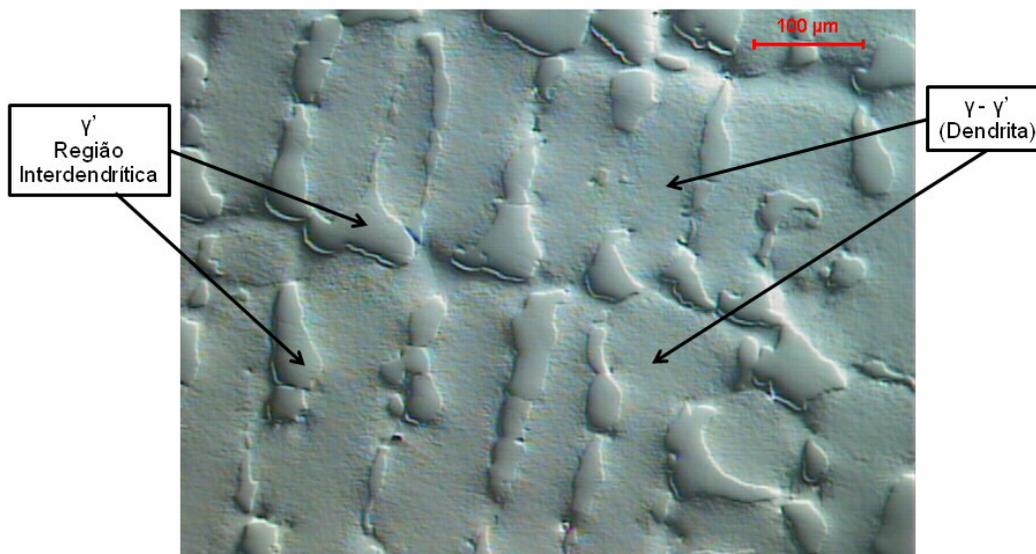


Figura 2. Micrografia obtida por MO da microestrutura da superliga B1914, no estado bruto de fusão.

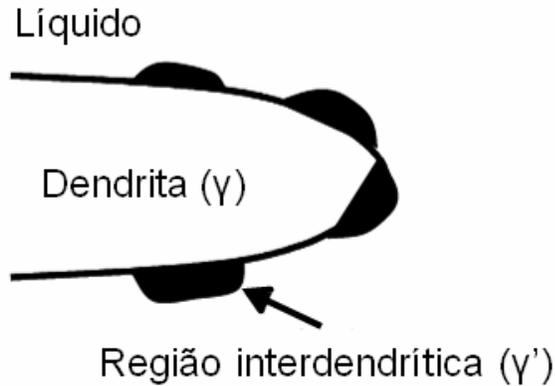


Figura 3. Representação esquemática da reação peritética.

A microestrutura da superliga B1914 no estado bruto de fusão (Figura 4), é constituída majoritariamente por dendritas da fase gama (γ), tonalidade cinza claro. No interior das dendritas foram identificados os precipitados cuboidais da fase γ' . Na região periférica das dendritas foi observada a formação de precipitados menores da fase γ' . As placas com morfologia elipsoidal são a fase γ' . Esta fase cresceu rapidamente, pois a difusão no líquido é mais pronunciada que a difusão no sólido. Por isso que a fase γ' no interior das dendritas, é muito mais fina comparada as placas elipsoidais que se desenvolveram consumindo o líquido presente na região interdendrítica.⁽¹⁰⁾ E o eutético é formado a partir da solidificação do líquido residual. Os microconstituintes do eutético são as fases γ/M_3B_2 . Como observado na Figura 2, a depressão formada na região interdendrítica foi causada pela contração que ocorreu durante a transformação $L \rightarrow S$ (eutético). As medidas de composição química via EDS da fase M_3B_2 e das placas da fase γ' são mostradas na Tabela 1. Os resultados de composição de γ' foram satisfatório e os valores medidos apresentaram uma aproximação com os resultados de WDS reportados por Seo et al.⁽¹¹⁾ Apesar do boro não ser quantificado por EDS, os elementos majoritários identificados na fase clara foram Mo, Cr e Ni. Portanto foi confirmado que a fase clara era o boreto de composição M_3B_2 , como reportado por Pascal et al.,⁽¹²⁾ Kim et al.,⁽¹³⁾ e Ojo, Richards e Chaturvedi.⁽¹⁴⁾

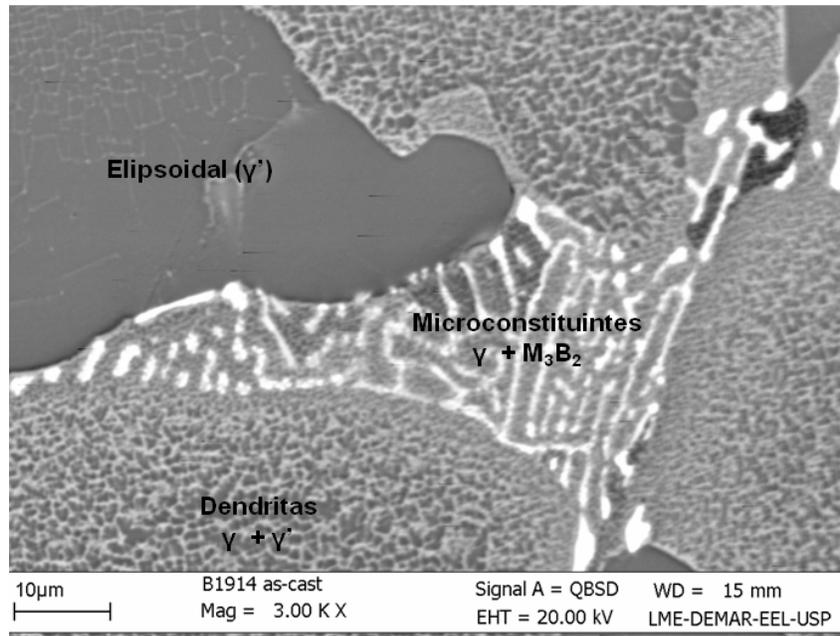


Figura 4. Micrografia da superliga B1914 no estado bruto de fusão.

Tabela 1. Composição química (%at) das fases na região interdendrítica.

Elementos	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Mo	B
γ' (elipsoidal)	65.28	7.16	4.22	8.07	9.47	0.44	-
M_3B_2	17.06	4.00	34.18	1.63	6.65	23.04	-

3.2 Tratamentos Térmicos

As condições iniciais estabelecidas para realização dos tratamento térmicos na superliga B1914, foram baseadas em informações retiradas da literatura.⁽⁵⁾ As condições de tratamento térmico eram: 1.080°C/4 horas + 900°C/10 horas e 1.150°C/1 hora + 900°C/10 horas. Na Figura 5 são mostradas as microestruturas das amostras tratadas a 1.080°C/4 horas e 1.150°C/1 hora. Nos tratamentos térmicos a 1.080°C e 1.150°C, não foram observadas as dissoluções das placas da fase γ' e do eutético. Na amostra tratada 1.080°C/4 horas ocorreu uma ligeira modificação microestrutural em relação ao material no estado bruto. A microdureza medida para o material nesta condição é de 368 HV \pm 27.25 HV. Houve uma movimentação e um rearranjo entre as placas de gama prima, com a formação de pequenos aglomerados. Já para amostra tratada a 1.150°C, a microdureza medida foi de 364 HV \pm 25.87 HV. Observou-se o engrossamento das dendritas da fase γ . e a diminuição do tamanho das placas da fase γ' .

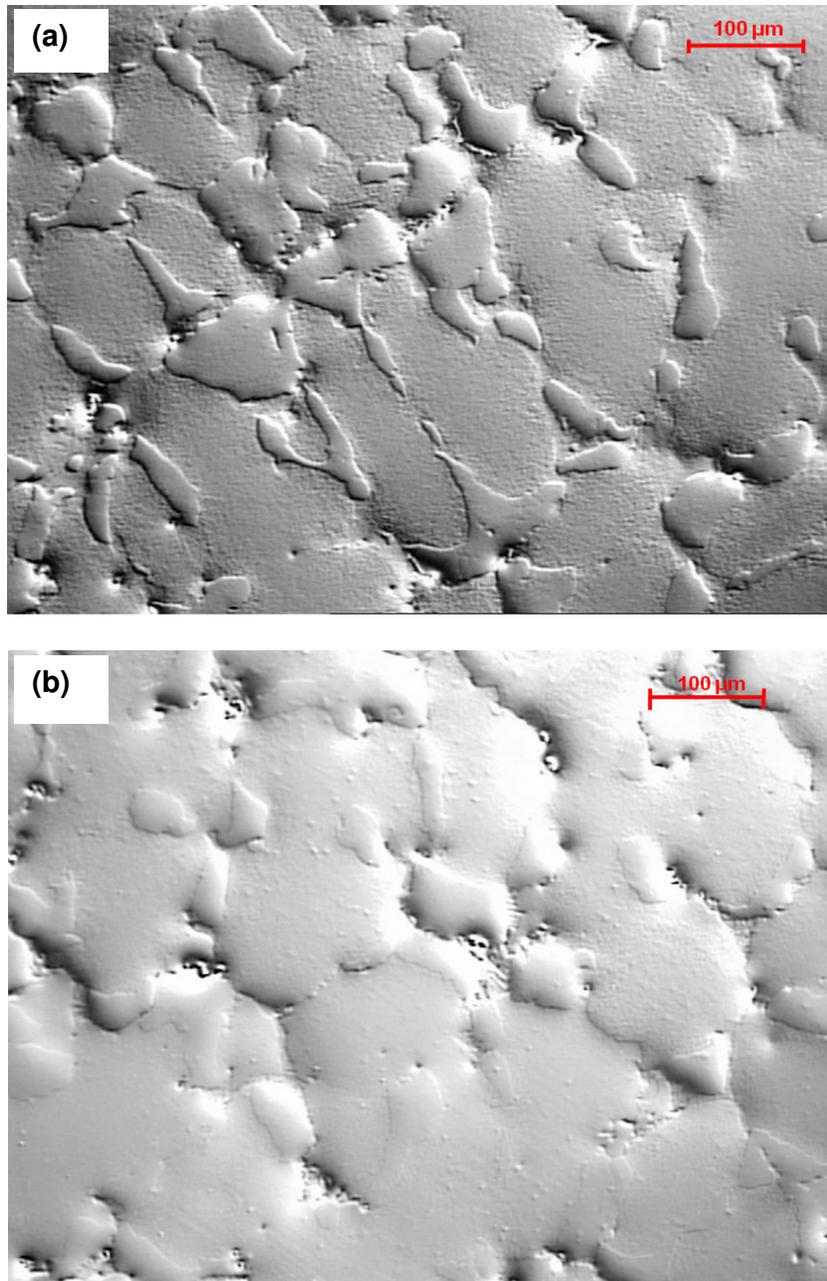


Figura 5. Micrografias das amostra tratadas termicamente (a) 1.080°C/4 horas e (b) 1.150°C/1 hora.

3.3 Ensaio de Tração a Temperatura Ambiente e a 600°C

3.3.1 Temperatura ambiente

Nos ensaios de tração a temperatura ambiente, o material rompeu de modo frágil devido ao aspecto plano da superfície de fratura. A deformação na ruptura foi 1.4% e a redução em área foi de 0.39 %. A tensão ruptura medida no momento foi de 931 MPa.

3.3.2 Temperatura de 600°C

Os resultados obtidos nos ensaios de tração a 600°C para os corpos de prova na condição bruta de fusão e tratados, termicamente, a 1.080°C/4 horas e 900°C/10 horas são apresentados na Tabela 2. Os resultados mostraram que não há diferença significativa para os valores de propriedades obtidos para os materiais no estado bruto e tratados termicamente. Apenas a redução em área na ruptura do material no estado bruto foi é muito maior em comparação ao tratado termicamente. Como foi observado anteriormente, no tratamento térmico 1.080°C/4 horas e 900°C/10 horas, as microestruturas e os valores de microdureza eram similares aos resultados obtidos para o material no estado bruto de fusão. Com relação aos valores de $\epsilon_{ruptura}$, $A_{ruptura}$ e LR obtidos a temperatura ambiente e a 600°C para o material no estado bruto, foi observado um aumento na significativo de ductilidade. Porém o LR diminuiu em aproximadamente 16%.

Tabela 2. Resultados dos ensaios de tração a quente 600°C

Propriedades Mecânicas	Estado bruto de fusão	1.080°C/ 4 horas e 900°C/ 10 horas
Limite de ruptura (MPa)	780	741
$\epsilon_{ruptura}$ (%)	2.03	3.87
$A_{ruptura}$ (%)	6.81	0.99

As superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados a 600°C, indicaram que o modo de fratura dominante é frágil e transgranular, para ambas as condições (estado bruto e tratado termicamente), como mostrado na Figura 6a. Observa-se também a presença de microporosidades em alguns pontos desta superfície. Na Figura 6b, é possível observar de maneira mais clara que estes canais formados por microporos são resultado do processo de solidificação. Estes defeitos de solidificação são observados quando se atinge a fração crítica de sólido (em torno de 66%). Nesta condição, se entre os braços secundários das dendritas houver líquido e se esta região estiver isolada, quando este líquido solidificar ocorrerá à contração e a formação de microporos. Os defeitos de solidificação atuam como concentradores de tensões e reduzem a área de sustentação dos corpos de prova. É possível observar pela Fig.6b umas estruturas arredondadas na forma de pequenos aglomerados. Estes aglomerados são precipitados da fase γ' (Figura 4), que se formaram durante a reação peritética. Nesta região, é possível observar também a presença dos precipitados mais finos da fase γ' , na região mais periférica das dendritas.

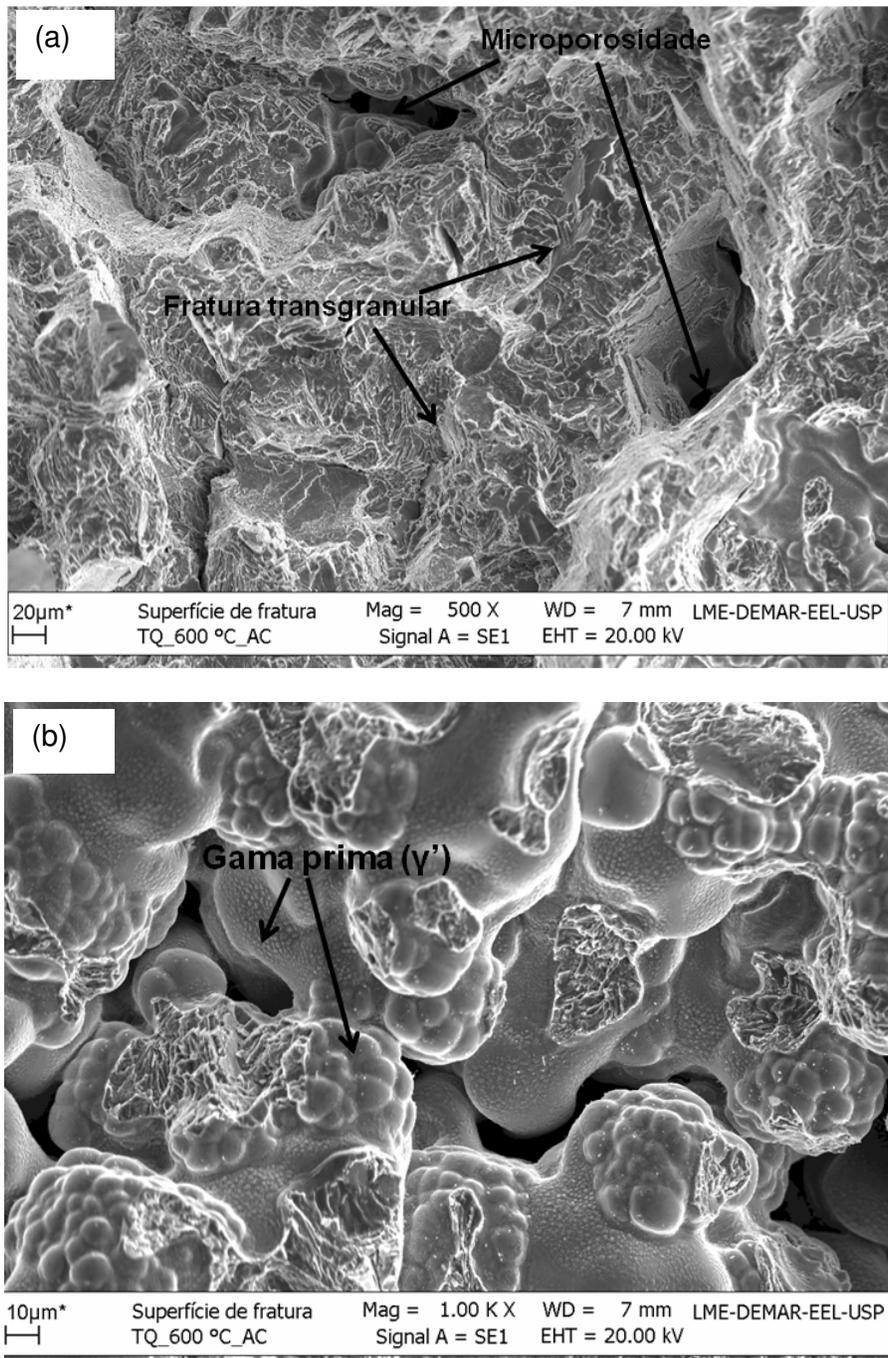


Figura 6. Fractografias da seção transversal do corpo de prova no estado bruto de fusão (a) modo de fratura e (b) defeitos de solidificação na região interdendrítica.

4 CONCLUSÕES

A partir dos resultados descritos anteriormente, é possível concluir que:

- (a) A microestrutura do material na condição bruta é tipicamente dendrítica. Os precipitados da fase γ' no interior das dendritas tem morfologia cuboidal. Na região interdendrítica, esta fase se apresenta com morfologia elipsoidal. Pelos resultados de EDS, o boreto de estequiometria M_3B_2 é composto majoritariamente por Mo, Cr e Ni;

- (b) Os tratamentos térmicos não proporcionaram mudanças significativas microestruturais em comparação ao material no estado bruto;
- (c) Os ensaios de tração realizados a 600°C mostraram que os valores de $\epsilon_{ruptura}$, $A_{ruptura}$ e LR deram muito abaixo do que era esperado. Uma das possíveis causas da redução das propriedades a quente, é devido aos defeitos de solidificação que reduziram drasticamente a área de sustentação do material.

REFERÊNCIAS

- 1 Jovanović, M.T.; Mišković, Z.; Lukić, B. Microstructure and Stress-Rupture Life of Polycrystal, Directionally Solidified, and Single Crystal Castings of Nickel-Based IN 939, *Materials Characterization*, v. 40, p: 261–268, 1998
- 2 Hammersley, C.A., A new concept in cast superalloys, *Metallurgia*, p: 105-108, 1978.
- 3 Campbell, F.C. Manufacturing technology for aerospace structural materials, ed. Elsevier, 2006
- 4 Reed, R.C. The Superalloys: Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, 2006
- 5 Durber, G.L.R; Hammersley, C.A. Production experience with the boron modified nickel high temperature casting alloys, *Metallurgia*, p: 628-633, 1979
- 6 Kim, I.S.; Choi, B.G.; Seo, S.M.; Yo, C.Y. Mechanical Behavior of as-cast and high temperature exposed Ni-base superalloy B1900, *Materials Science Forum*, v. 449-452, p: 541-544, Trans Tech Publications, 2004
- 7 Janowski, G.M.; Harmon, B.S.; Pletka, B.J. Thermal Stability of Nickel-base Superalloy B-1900 + Hf with Tantalum Variations, *Metallurgical Transactions A*, vol. 18A, p: 1341-1351, 1987
- 8 Halford, G.R., Verrilli, M.J., Kalluri, S.; Ritzert, F.J.; Duckert, R.E., Holland, F.A. Thermomechanical and Bithermal Fatigue Behavior of Cast B-1900 + Hf and Wrought Haynes 188, *Nasa Technical Memorandum 4225*, 1991
- 9 Ouichou, L.; Lavaud, F.; Lesoult, G. Influence of the chemical composition of nickel-based superalloys on their solidification behavior and foundry performance, *Superalloys*, 1980
- 10 D'Souza, N.; Dong, H.B. Solidification path in third-generation Ni-based superalloys, with emphasis on last stage solidification, *Scripta Materialia*, v. 56, p: 41-44, 2007
- 11 Seo, S.M.; Kim, I.S.; Lee, J.H.; Jo, C.Y.; Miyahara, H.; Ogi, K. Eta phase and Boride Formation in Directionally Solidified Ni-Base Superalloy IN792 + Hf, *Metallurgical and Transactions A*, v. 38A, p: 883-893, 2007
- 12 Pascal, C.; Marin-Ayral, R.M.; Tédénac, J.C.; Merlet, C. Combustion synthesis: a new route for repair of gas turbine components* principles and metallurgical structure in the NiAl/RBD61/superalloy junction, *Materials Science Engineering A*, A341, p: 144-151, 2003
- 13 Kim, S.E.; Jackson, M.P.; Reed, R.C.; Small, C.; James, A.; Park, N.K. Quantification of the minor precipitates in UDIMET™ alloy 720(LI) using electrolytic extraction and X-ray diffraction, *Materials Science Engineering A*, A245, p: 225-232, 1998
- 14 Ojo, O.A.; Richards, N.L.; Chaturvedi, M.C. Study of the Fusion Zone and Heat-Affected Zone Microstructures in Tungsten Inert Gas-Welded INCONEL 738LC Superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 37A, p: 421-433, 2006