

INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO POR TREFILAÇÃO NA PRECIPITAÇÃO DE FASE δ , MESOTEXTURA E TAMANHO DE GRÃO NA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718*

Luiz Maurício Barreto de Azevedo¹
Leonardo Sales Araújo²
Luiz Henrique de Almeida³
Matheus Campolina Mendes⁴
Thiago Marque Ivaniski⁵
Rafael Menezes. Nunes⁶
Alexandre da Silva Rocha⁷

Resumo

A Superliga 718 é uma liga de níquel endurecida majoritariamente por precipitação controlada. As suas principais aplicações são nas indústrias aeroespacial, óleo e gás e nuclear devido a capacidade da manutenção das suas propriedades desde a temperaturas criogênicas até aproximadamente 650°C. Para atenuar fenômenos deletérios de natureza intergranular, neste material são feitos tratamentos termomecânicos específicos para se aumentar a fração dos contornos do tipo $\Sigma 3^n$. Portanto, o objetivo deste trabalho é analisar duas rotas termomecânicas capazes de aumentar a fração destes contornos por ciclos iterativos de deformação por trefilação, seguido de solubilização em temperaturas sub-solvus δ e supersolvus δ e envelhecimento, além de avaliar a influência da trefilação na precipitação de δ , mesotextura e tamanho de grão. Para a análise microestrutural, foram feitas imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Foi feita simulação computacional por elementos finitos do processamento termomecânico para avaliar a distribuição e o grau da deformação no processo. Os resultados mostram que é possível atingir uma elevada fração de contornos do tipo $\Sigma 3^n$ pelo processo de trefilação, contudo, a heterogeneidade da deformação ao longo da seção radial influencia em parâmetros microestruturais.

Palavras-chave: Trefilação; Superliga 718; Contorno De Grão; CSL

INFLUENCE OF THE STRAIN BY WIRE DRAWING IN THE δ PHASE PRECIPITATION, MESOTEXTURE AND GRAIN SIZE OF SUPERALLOY 718

Abstract

Superalloy 718 is a precipitation hardened nickel based alloy. This alloy is commonly used for aerospace, oil and gas and nuclear industries due to maintaining the properties almost unaltered from cryogenic temperature to 650°C. Iterative thermomechanical treatments are used to enhance the fraction of $\Sigma 3^n$ boundaries and consequently mitigate intergranular defects. Therefore, the aim of this investigation is to study and propose a thermomechanical route with cycles of wire drawing strain and annealing heat treatment capable of enhance the fraction of $\Sigma 3^n$ boundaries, besides that, to evaluate the influence of wire drawing in the precipitation of the δ phase, mesotexture and grain size. For this goal, scanning electron microscopy (MEV) and electron backscattering diffraction (EBSD) were performed for microstructural characterization. Finite elements analysis has been performed to estimate the plastic strain degree and distribution. The results show that, through processing route, was possible to achieve a high fraction of $\Sigma 3^n$ boundaries. Nevertheless, the heterogeneity of the wire drawing strain over the transversal section influences in microstructural parameters.

Keywords: Wire Drawing; Super Alloy 718; Grain Boundary; CSL

- ¹ Engenharia Metalúrgica, M Sc., Doutorando, Programa de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro/Brasil.
- ² Engenharia Metalúrgica, D Sc., Professor Adjunto, Programa de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro/Brasil.
- ³ Engenharia Metalúrgica, D Sc., Professor Titular, Programa de Engenharia Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro/Brasil.
- ⁴ Engenharia de Materiais, D Sc., Professor adjunto, Departamento de engenharia mecânica, Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca,, Rio de Janeiro, Rio de Janeiro/Brasil.
- ⁵ Engenharia de Materiais, M Sc., Doutorando, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.
- ⁶ Engenharia de Metalúrgica, D Sc., Professor Adjunto, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.
- ⁷ Engenharia Mecânica, D Sc., Professor Adjunto, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.

1-INTRODUÇÃO

A superliga de níquel 718 é uma liga endurecida por precipitação largamente utilizada nas indústrias aeroespacial, óleo e gás e nuclear [1]. Apresenta elevada resistência à corrosão e excelentes propriedades mecânicas até 650°C. Sua resistência é controlada pelas fases metaestáveis e coerentes γ'' (Ni_3Nb), tetragonal, DO_{22} e γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$), cúbica, L_{12} [2].

Outra fase que pode se precipitar nesta liga é a fase estável δ (Ni_3Nb). Esta fase pode se precipitar em consequência da transformação de γ'' em temperaturas que variam entre 650°C e 700°C em casos de superenvelhecimento ou diretamente da matriz em temperaturas de aproximadamente 900°C [3-4]. A precipitação desta fase durante o processamento termomecânico do material tem o intuito de controlar o tamanho de grão, visto que, quando precipitada, atua como barreira à movimentação dos mesmos [5]. O controle da precipitação desta fase é fundamental para não haver uma considerável diminuição na fração volumétrica de γ'' e afetar as propriedades mecânicas da liga. Além disso, em ambientes propícios, esta fase pode atuar como sítio aprisionador de hidrogênio e iniciar um mecanismo de fratura [6-7].

Como esta liga é susceptível a ocorrências de falhas de natureza intergranular, como: OAIC (*oxygen assisted intergranular cracking*) e fragilização pelo hidrogênio [7-8], alguns autores propõem o controle da distribuição característica de contornos de grãos (DCCG) para mitigar tais fenômenos. Este controle está diretamente relacionado com processamentos termomecânicos específicos baseados em ciclos de deformação seguidos de solubilização [10]. Alguns parâmetros, como modo de deformação, quantidade de deformação e temperatura de solubilização do processamento são de fundamental importância para aliar uma microestrutura refinada com uma rede conexa de contornos especiais. A maior parte dos estudos a esse respeito utilizam deformação por laminação para promover a multiplicação dos contornos. Contudo, a deformação por trefilação é uma rota importante para a fabricação de fios para aplicações diversas, dentre estas molas helicoidais para aplicações em altas temperaturas.

Os contornos especiais de baixa energia são classificados pelo parâmetro Σ , o qual é definido como a densidade recíproca dos sítios coincidentes. O conceito de rede de sítios de coincidência (CSL) é baseado em uma análise geométrica de átomos coincidentes de duas redes de mesma estrutura interpenetradas e rotacionadas com ângulos específicos. Os contornos de grão considerados especiais são aqueles com $\Sigma < 29$ [12], contudo, em ligas com baixa ou média energia de falha de empilhamento, que tendem a formação de maclas de recozimento, os contornos de grão com maior frequência de formação são os $\Sigma 3^n$ ($n=1,2$ ou 3). Os principais fatores para o aumento da fração destes contornos são a movimentação e a interação dos mesmos, resultando na substituição dos contornos aleatórios de alta energia pelos contornos de maclas ($\Sigma 3$) e seus derivados ($\Sigma 9$ e $\Sigma 27$) [9]. No entanto, a literatura ainda discute sobre qual é o mecanismo mais influente para que tal fenômeno ocorra [13-14].

Portanto, o objetivo deste trabalho é analisar a influência do processamento termomecânico por ciclos de trefilação e solubilização sub e super solvus δ na precipitação de fase δ , mesotextura e tamanho de grão. Para tal, foram propostas duas rotas com o mesmo grau de deformação variando-se a temperatura e tempo de solubilização. As análises microestruturais foram feitas por EBSD associado ao

MEV. Já as análises da distribuição de deformação ao longo das rotas foram feitas através de simulação computacional por elementos finitos.

2-DESENVOLVIMENTO

2.1- PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO E SIMULAÇÃO COMPUTACIONAL

O material de partida deste trabalho é um fio de liga 718 de diâmetro de 6,7 mm com a composição química fornecida pelo fabricante indicada na Tabela 1.

Tabela 1- Composição química (% em peso) fornecida pelo fabricante da superliga 718 utilizada neste trabalho.

Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C
52,86	18,44	5,16	3,02	0,94	0,54	0,19	0,03
Mn	Si	P	S	B	Cu	Fe	
0,06	0,06	0,007	<0,0005	0,004	0,006	18,36	

Duas rotas termomecânicas envolvendo trefilação e solubilização com as mesmas reduções intermediárias foram propostas. É possível observar as rotas no esquema da Figura 1. As temperaturas de solubilização foram escolhidas baseadas na simulação da temperatura solvus da fase δ utilizando o software Thermo-calc [16], a qual foi definida como 1040°C. Portanto, a temperatura de 975°C é considerada sub-solvus δ , enquanto a temperatura de 1050°C é considerada super-solvus δ .

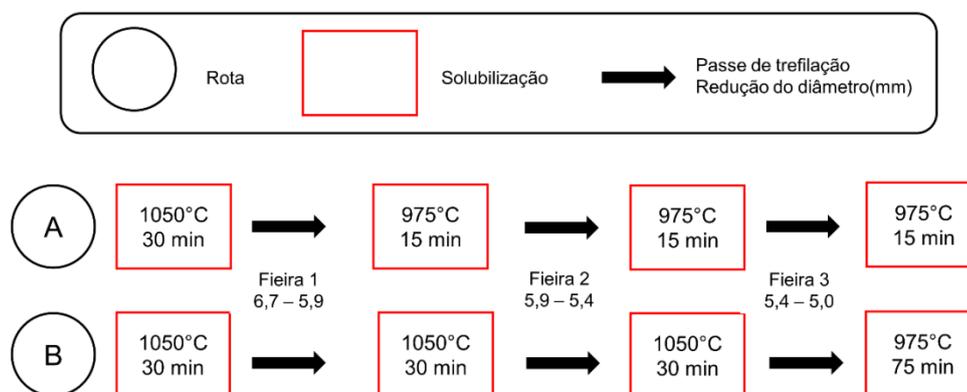


Figura 1- Esquema das rotas de processamento termomecânico. O círculo de cor preta representa a identificação da rota, o retângulo vermelho identifica a temperatura e o tempo de solubilização e a seta indica a fieira e a redução do diâmetro do fio em milímetros durante o passe de trefilação.

Após o tratamento termomecânico, foi feito o tratamento térmico de envelhecimento. O mesmo foi feito entre temperaturas de 650 e 770 °C por um tempo total de 8 horas e 45 minutos. Todos os resfriamentos deste trabalho foram feitos ao ar.

A simulação numérica computacional permitiu avaliar as influências decorrentes do processo de trefilarão, também analisar os campos de deformações do material e o aquecimento adiabático no sistema. A análise foi conduzida pelo software comercial Forge NxT 3.0 licenciado no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM-UFRGS), onde permite simular diversos processos metalúrgicos de conformação mecânica [17]. Sendo suas condições de contorno apresentadas na Tabela 2. As curvas de escoamento do material foram inseridas no banco de

dados, governados pelas leis de potência, necessários para a validação do modelo. Para a elaboração da malha, elementos volumétricos tetraédricos (deformáveis) foram utilizados para o fio e elementos superficiais triangulares (rígidos) para as matrizes. A Figura 2 mostra o ajuste das curvas e na Figura 3 os respectivos campos de deformação plástica do fio durante os diferentes passes. Na Figura 4 é possível observar a distribuição da deformação ao longo da seção transversal do fio para os diferentes passes de trefilação. É possível notar que há uma maior deformação na superfície quando comparado ao centro do material.

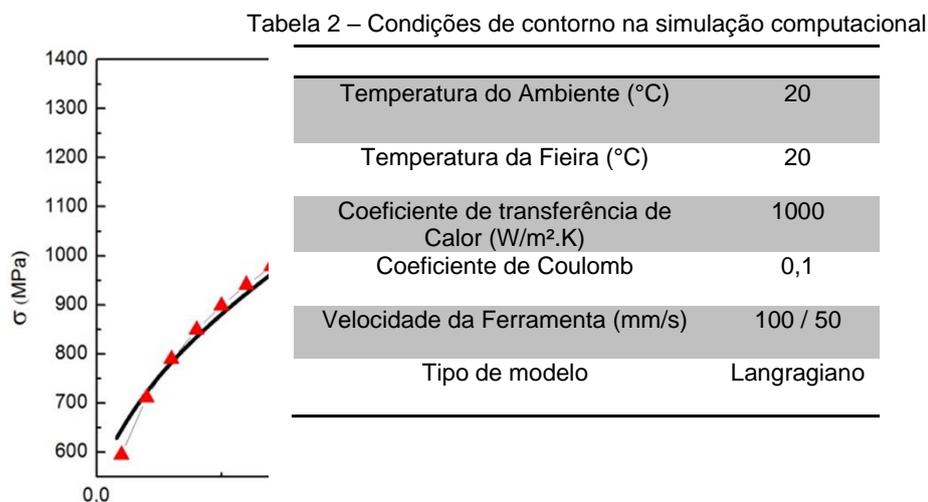


Figura 2- Curva de escoamento da superliga de Níquel 718, experimental linha escura e modelo L-H ajustado para simulação numérica, temperatura 25°C

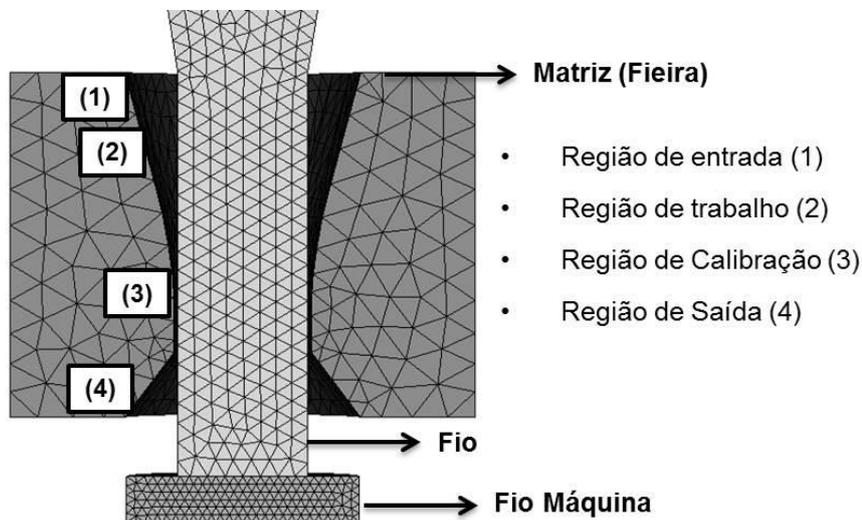


Figura 3 – Modelo computacional gerado para o estudo do campo de deformações

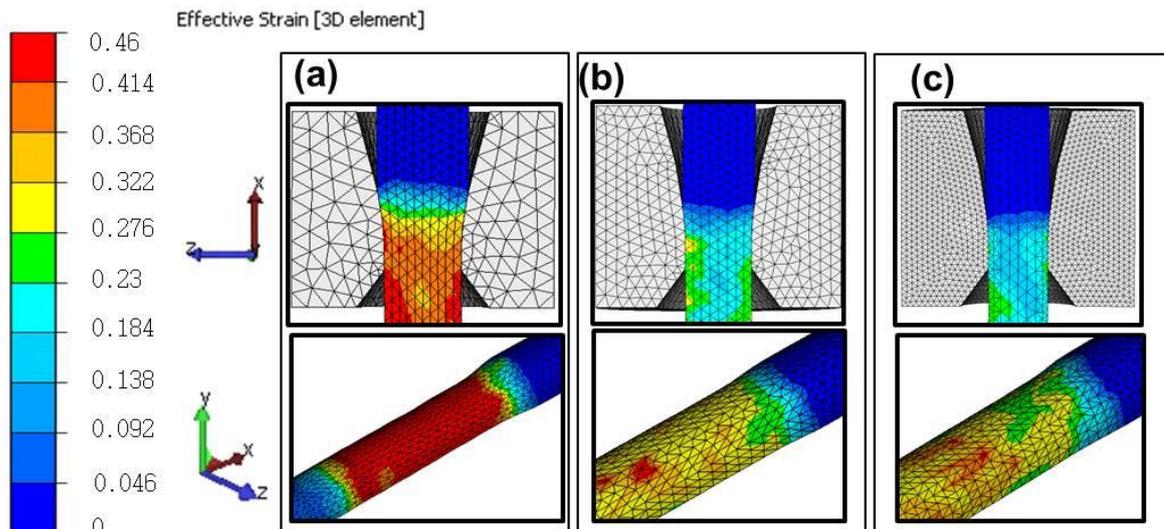


Figura 4 – Deformação equivalente nos diferentes interpassos do fio. a) primeiro passo com redução do diâmetro de 6,7 mm para 5,9 mm b) segundo passo com redução do diâmetro de 5,9 mm para 5,4 mm c) terceiro passo com redução do diâmetro do fio de 5,4 para 5 mm.

2.2 ANÁLISE DA PRECIPITAÇÃO DA FASE δ

Retiraram-se amostras das condições solubilizadas e envelhecidas das duas rotas. Para a quantificação da fração de fase δ , foram feitas 5 imagens de MEV em regiões aleatórias do centro e da borda dos fios em um microscópio Vega 3LMU Tescan em modo retroespalhado com aceleração de 20 kV e aumento nominal de 2000 vezes apenas para a condição solubilizada, sem ataque. Exemplos das imagens analisadas podem ser observadas na Figura 5. A quantificação foi feita através do histograma de 8 bits e binarização das imagens no software de análise de imagem Image J, desconsiderando-se as partículas de (Nb,Ti)C através do tamanho de partícula. A Tabela 3 indica a média e desvio padrão da quantificação desta fase.

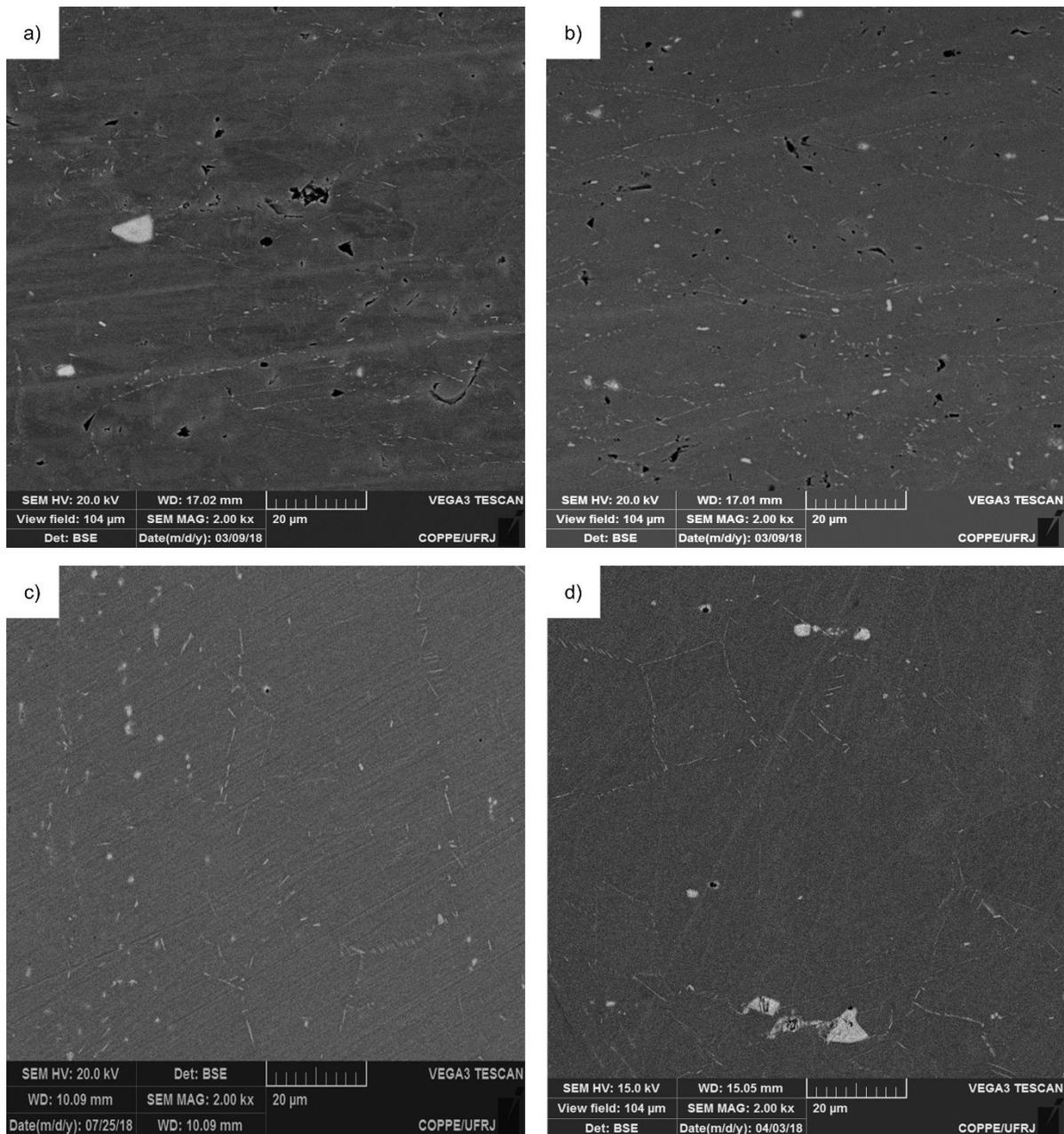


Figura 5- Imagens de MEV em modo retroespalhado com aumento nominal de 2000 vezes para a quantificação da fase δ a) no Centro da rota A b) na superfície da rota A c) no centro da rota B d) na superfície da rota B)

Tabela3 - Fração média e desvio padrão da fase δ no centro e na borda das rotas A e B

Fração de fase δ (%)			
Rota A centro	Rota A superfície	Rota B centro	Rota B superfície
1,6 \pm 0,43	2,07 \pm 0,33	1,16 \pm 0,48	1,40 \pm 0,10

Comparando-se as rotas de processamento, nota-se uma maior precipitação da fase δ na rota A em relação a Rota B. Tal resultado está associado a associação entre a deformação a frio do ciclo e a solubilização sub-solvus de δ , o que aumenta a cinética de precipitação desta fase [15]. Para a rota B, apesar do maior tempo total de solubilização sub-solvus, está associado apenas ao ciclo final de deformação. Outro aspecto importante a se observar é a maior precipitação de δ na

região mais próxima à superfície em relação ao centro, o que se deu para ambas rotas, evidenciando a influência heterogeneidade da deformação por trefilação ser mais efetiva na superfície em relação ao centro.

2.3 ANÁLISE DA MESOTEXTURA

A preparação para a realização do EBSD foi feita em 3 etapas para a condição envelhecida. A primeira etapa consistiu em um corte por eletroerosão na seção longitudinal dos fios de forma que o material ficasse em formato de chapa de aproximadamente 1 mm de espessura. Na segunda etapa lixou-se o material com a lixa d'água de 1200 mesh. Na terceira etapa fez-se o polimento por jateamento eletrolítico com o equipamento Struers Tenupol 5 utilizando solução de 9% de ácido perclórico (HClO₄) e 91% de etanol à uma temperatura de -20 °C com tensão de 20,5 kV. O tempo de exposição da amostra à solução foi de 45 segundos. Neste polimento, há um limitante de área polida sendo o diâmetro da mesma de 2 mm.

As varreduras das amostras foram efetuadas em dois equipamentos diferentes. A da amostra A foi efetuada em um microscópio CAMSCAN 3200 LV com câmera de EBSD Oxford e sistema HKL, Já o da amostra B, foi utilizado o MEV QUANTA 250 FEG com detectores da Bruker, controlados pelo software CrystAlign. Para a amostra A foi utilizado um step size de 1 μm, distância de trabalho de 17 mm e aceleração de 20 Kv. Já para a amostra B, foi utilizado um step size de 1 μm, distância de trabalho de 20 mm e aceleração de 25 kV. Os dados foram tratados utilizando o pacote de análise de textura MTEX versão 5.1.1 que utiliza o software Matlab como base [18].

As Figuras 6 e 7 mostram as posições que foram feitas as varreduras nas amostras A e B respectivamente, além da distribuição da mesotextura no centro do material e no limite da área polida (metade do raio). Já na Tabela 4 é possível observar a fração de contornos especiais nessas posições.

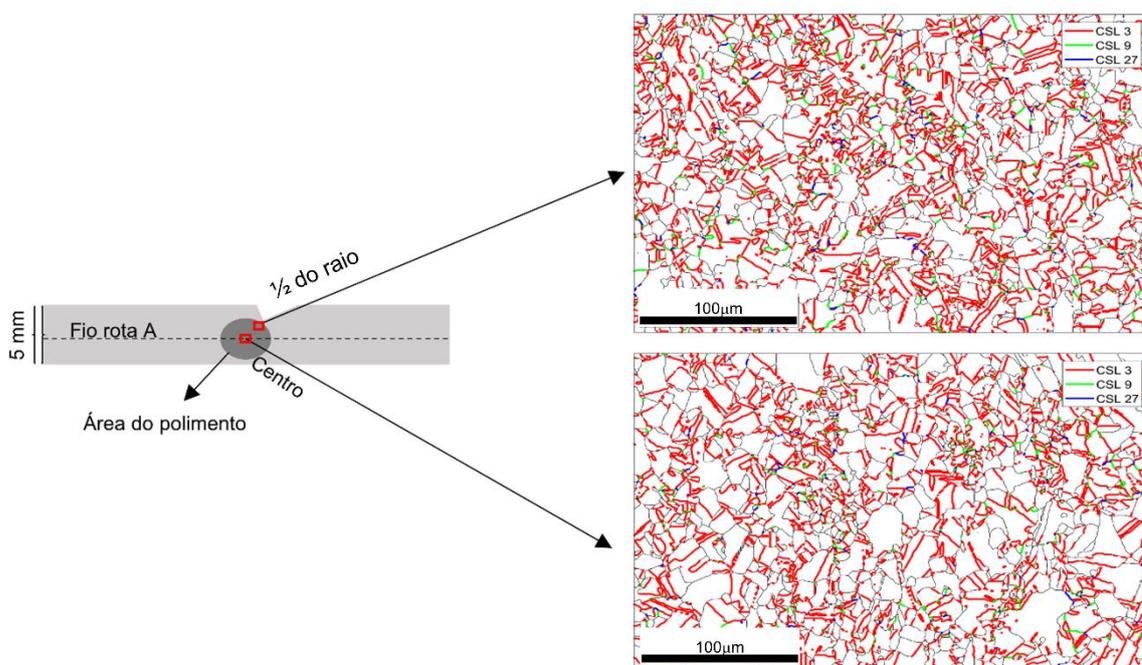


Figura 6- Esquema da área polida, indicação das posições de varreduras e distribuição da mesotextura no centro e mais próximo à borda do fio

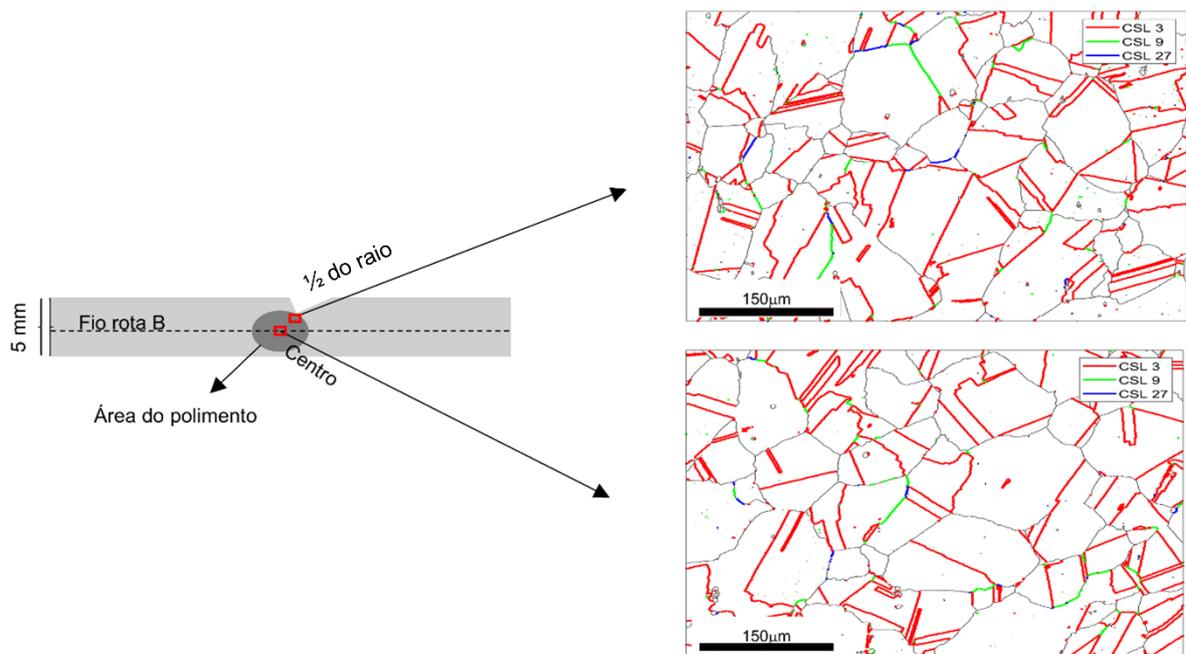


Figura 7- Esquema da área polida, indicação das posições de varreduras e distribuição da mesotextura no centro e mais próximo à borda do fio

Tabela 4- Fração de contornos $\Sigma 3^n$ das rotas A e B no centro e mais próximo à superfície.

Fração de contornos $\Sigma 3^n$ (%)			
Rota A centro	Rota A superfície	Rota B centro	Rota B superfície
43,95	47,53	59,42	59,50

É possível notar que a rota B atingiu uma fração maior de contornos de grão especiais. Este fato sugere que, dado que não há precipitação de δ nas etapas intermediárias, houve maior liberdade para a movimentação de contornos de grão capaz de promover o mecanismo a regeneração dos contornos de grão do tipo $\Sigma 3^n$. A recristalização, que é dependente do grau de energia acumulada pela deformação e da energia térmica, pode ter sido o principal mecanismo responsável por tal aumento na fração de contornos de grão especiais [14]. No caso da rota A, a precipitação de δ nas etapas intermediárias pode ter influenciado tal mecanismo, em função do impacto na mobilidade dos contornos. Outro aspecto importante a destacar é a diferença entre a fração de contornos mais próximos à superfície em relação ao centro do fio na rota A, o que sugere uma influência da maior deformação gerada na superfície durante a trefilação, proporcionando uma maior força motriz para a ativação da recristalização nesta região. Já na rota B, a qual não houve uma significativa diferença na fração destes contornos, é provável que o material tenha tido força motriz suficiente devido ao grande tempo de exposição no último tratamento térmico para ativar a recristalização ao longo de toda a microestrutura.

2.4 ANÁLISE DO TAMANHO DE GRÃO

Os tamanhos de grão foram analisados a partir dos resultados do EBSD, cuja preparação e parâmetros de realização foram citados no tópico anterior. Para

a determinação do tamanho de grão foi utilizado o método do intercepto linear. Foram definidos os tamanhos de grão sem considerar os contornos de maclas (tamanho da austenita) e considerando-os. É possível observar, na Tabela 5 os tamanhos de grão.

Tabela 5 – Tamanho de grão medido pelo método do intercepto linear levando-se em consideração os contornos de maclas e não levando-se em consideração os contornos de macla.

Tamanho de grão médio da matriz (μm)			
Rota A centro	Rota A superfície	Rota B centro	Rota B superfície
10,77 \pm 0,85	10,52 \pm 0,05	60,07 \pm 3,19	57,33 \pm 9,07
Tamanho de grão médio incluindo os contornos de maclas (μm)			
Rota A centro	Rota A superfície	Rota B centro	Rota B superfície
5,66 \pm 1,01	4,99 \pm 0,66	26,32 \pm 5,21	28,98 \pm 7,07

É possível observar que há uma forte influência da precipitação interpasse da fase δ no refino do grão para a rota A, em comparação a rota B. Contudo, dadas as dispersões apresentadas, não se pode afirmar que há uma diferença significativa entre os tamanhos de grão entre centro e borda nas duas rotas.

3 CONCLUSÃO

Baseado nos resultados apresentados, conclui-se que:

Pela rota de processamento B foi possível obter maior fração de contornos especiais $\Sigma 3^n$, quando comparado com a rota A, o que foi associado às etapas intermediárias de processamento terem ocorrido sem a precipitação de δ para o caso B, permitindo maior movimentação de contornos e, conseqüentemente, maior formação de contorno $\Sigma 3^n$.

A precipitação de δ durante a solubilização sub-solvus nas etapas intermediárias promoveu uma microestrutura mais refinada que no caso da solubilização sub-solvus somente após a etapa final de trefilação, mesmo para um maior tempo total de tratamento térmico;

A simulação do processo de trefilação mostrou um gradiente de deformação da superfície para o centro da amostra, sendo maior a deformação na superfície que no centro. Tal gradiente foi efetivo em promover modificações na quantidade de δ precipitada em ambas as rotas, sendo mais δ precipitada na região mais deformada. Já o tamanho de grão pareceu não sofrer influência significativa da deformação.;

REFERÊNCIAS

- [1] DONACHIE, MJ, DONACHIE, SJ SUPERALLOYS: A Technical Guide. ASM. Second edition, 2002.
- [2] OBLAK JM, PAULONIS DF, DUVALL DS, Coherency Strengthening in Ni Base Alloys Hardened by D022 Precipitates. Metallurgical and materials transactions. 1974,5,143-153
- [3] JAMBOR M, BOK O, NOVÝ F, et al. Phase Transformations in Nickel base Superalloy Inconel 718 during Cyclic Loading at High Temperature Production engineering archives. 2017,15,2013–2016.

- [4] BEAUBOIS V, HUEZ J, COSTE S, et al. Short term precipitation kinetics of delta phase in strain free Inconel * 718 alloy. *Materials Science and technology*. 2004,20, 1019-1026.
- [5] ARAUJO LS, DOS SANTOS DS, GODET S, et al. Analysis of Grain Boundary Character in a Fine-Grained Nickel-Based Superalloy 718. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2014, 23, 4130–4135.
- [6] MEDEIROS MAR, DE MELO CH, PINTO AL, et al. The δ phase precipitation during processing and the influence on grain boundary character distribution and mechanical properties of superalloy 718. *Materials Science and Engineering A*. 2018, 726, 187-193.
- [7] REZENDE MC, ARAUJO LS, GABRIEL SB, et al. Hydrogen embrittlement in nickel-based superalloy 718: Relationship between $\gamma' + \gamma''$ precipitation and the fracture mode. *Internacional Journal of Hydrogen Energy*. 2015, 40, 17075-17083.
- [8] DE VASCONCELOS VA, DE DEUS HD, DE SIQUEIRA MC, et al. Oxidation assisted intergranular cracking in 718 Nickel Superalloy: On the mechanism of dynamic embrittlement. *Journal of Materials Research and Technology*. 2018,7,319-325.
- [9] LI Q, GUYOT BM, RICHARDS NL. Effect of processing parameters on grain boundary modifications to alloy Inconel 718. *Materials Science and Engineering A*. 2007, 458, 58–66.
- [10] RANDLE, V. Grain boundary engineering: an overview after 25 years. *Materials Science and Technology*. 2010, 26, 253–261.
- [11] ENGLER O, RANDLE V. *Introduction to Texture Analysis*. Florida: CRC Press, 2008.
- [12] SUTTON AP, BALLUFFI RW. Overview no. 61 On geometric criteria for low interfacial energy. *Acta Metallurgica*. 1987,25,2177–2201.
- [13] RANDLE V. Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials: *Acta Materialia*. 1999, 47, 4187–4196.
- [14] PRITHIV TS, BHUYAN P, PRADHAN SK et al. A critical evaluation on efficacy of recrystallization vs. strain induced boundary migration in achieving grain boundary engineered microstructure in a Ni-base superalloy. *Acta Materialia*. 2018,146,187-201.
- [15] LIU W, XIAO FR, YAO M, et al. The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 alloy. *Scripta Materialia*. 1997, 37,53-57
- [16] Thermo-Calc Software TCNI8 version 2018, (acessado em 03-06-2019)
- [17] MARQUES IVANISKI, T. et al. Influência Do Atrito Em Ensaio De Estiramento Biaxial Erichsen Do Aço Dp600 Analisado Pelo Método De Elementos Finitos. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, [s. l.], v. 15, n. 4, p. 449–457, 2018.
- [18] Hielscher R, Schaeben, H. A novel pole figure inversion method: Specification of the MTEX algorithm. *J.Appl. Cryst*. 2008, 41, 1024–1037