



PROCESSAMENTO DA SUPERLIGA DE NÍQUEL X-750 PARA FABRICAÇÃO DE MOLAS HELICOIDAIS¹

Gabriela Regina Xavier de Souza²
Sinara Borborema Gabriel³
André Freitas Ribeiro⁴
Luiz Henrique de Almeida⁵

Resumo

A superliga de níquel X-750 é uma liga endurecida por precipitação pela adição de alumínio e titânio, que lhe confere excelentes propriedades para aplicações em altas temperaturas, em ambientes corrosivos e sob condições severas de carregamento. Apresenta uma microestrutura complexa com alta resposta a diferentes tratamentos térmicos. O objetivo da pesquisa foi correlacionar as microestruturas e propriedades de tração e dureza dessa liga obtidas por diferentes tratamentos termomecânicos. O material de estudo consiste de fio-máquina da liga X-750 com 7,94 mm de diâmetro. Três amostras do fio foram trefiladas em um único passe para 6,66 mm, 6,82 mm e 7,04 mm de diâmetro. Em seguida, foram solubilizadas a 1.150°C por 15 minutos e sofreram nova redução por trefilação para 6,30 mm de diâmetro resultando em 10%, 15% e 20% de redução de área, respectivamente. A caracterização microestrutural final foi realizada através de microscopia óptica e eletrônica de varredura e a avaliação da resistência mecânica por dureza Vickers e ensaio de tração uniaxial. Após os tratamentos termomecânicos observaram-se precipitados mais finamente dispersos na matriz em relação ao material como recebido e verificou-se um aumento da resistência mecânica, mantendo níveis adequados de ductilidade para a fabricação de molas.

Palavras-chave: X-750; Trefilação; Microestrutura; Molas.

NICKEL BASED SUPERALLOY X-750 PROCESSING FOR MANUFACTURE HELICAL SPRINGS

Abstract

The nickel based superalloy X-750 is precipitation hardenable alloy by adding aluminum and titanium, which gives excellent properties for high temperature applications in corrosive environments and harsh conditions of loading. This presents a complex microstructure with high response to different heat treatments. The purpose was to correlate the microstructures, tensile and hardness properties obtained by different thermomechanical treatments in order to maximize efficiency for the production of helical springs. The material analyzed consists of a X-750 wire with 7.94 mm in diameter. Three samples of the wire were drawn in one pass to 6.66, 6.82 and 7.04 mm in diameter; solubilized at 1150°C for 15 minutes and submitted to further reduction by drawing to 6.30 mm in diameter, resulting in 10%, 15% and 20% reduction area respectively. The final microstructure characterization was performed by light microscopy, scanning electron microscopy; mechanical evaluation by Vickers hardness and tensile tests. After the thermomechanical treatments were observed more finely dispersed precipitates in the matrix for the material as received and there was an increase of mechanical strength while maintaining adequate levels of ductility for the manufacture of springs.

Key words: X-750; Wire drawing; Microstructure; Springs.

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

² Aluna de Graduação em Engenharia Metalúrgica – UFRJ

³ Doutora em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (2008), Pesquisadora da Universidade Federal do Rio de Janeiro

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 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

Na década de 1930 iniciou-se o desenvolvimento das superligas de níquel, assim como estudos para a realização de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento de modo a maximizar sua resistência mecânica visando a aplicação em alta temperatura. Estas ligas níquel-cromo-ferro recebem a adição de titânio e de alumínio para obter o efeito de endurecimento por precipitação através da formação de partículas de fase coerente γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, na matriz γ , que conferem alta resistência mecânica. Na fase γ' , o Al pode ser substituído pelo Ti até a composição atômica crítica de 60%. Para maiores concentrações, uma nova fase, Ni_3Ti (HCP) η é formada. O endurecimento também pode ser otimizado pela formação de carbonetos ou ainda pela dissolução de alguns elementos na matriz, ou seja, endurecimento por solução sólida. Os carbonetos formados são MC e M_{23}C_6 , onde M representa o constituinte metálico, Ti ou Nb no carboneto MC e em grande parte Cr no carboneto M_{23}C_6 . O MC tem pequeno ou nenhum efeito nas propriedades mecânicas da liga. Com a adição de 1% de nióbio em complemento a adição de Fe, Al e Ti, foi colocado no mercado a liga X-750, até hoje amplamente utilizada e ainda motivo de pesquisa para controle de suas propriedades.⁽¹⁻⁴⁾

A superliga de níquel X-750 é uma liga para aplicações em altas temperaturas e ambientes corrosivos que apresenta elevada resistência à ruptura e alta resistência à fluência para temperaturas até 800°C. Apresenta também resistência à corrosão sob tensão e íons cloreto, além de satisfatória resistência à ambientes oxidantes. Pode ser utilizada como elemento estrutural de turbinas e em reatores nucleares, bem como na fabricação de ferramentas de conformação, matrizes de extrusão e molas.^(2,5) Trata-se de uma liga ainda pouco processada no Brasil para a fabricação de componentes, particularmente para as indústrias do petróleo e nuclear. Dessa forma o domínio de sua metalurgia física é de interesse para a indústria brasileira.

Segundo a norma AMS 5698G,⁽⁶⁾ o fio da superliga X-750 a ser utilizado na fabricação de molas helicoidais deve ser submetido a um tratamento térmico de solubilização a uma faixa de temperatura entre 1.093° e 1.204°C e em seguida deve ser reduzido a frio de aproximadamente 15% de seu diâmetro. Após a redução, a mola é conformada e submetida a um tratamento de precipitação a 732°C±14, por 16 horas±0,5 e resfriada ao ar. A fim de analisar a influência do grau de deformação nas propriedades do fio, o presente trabalho irá analisar fios com diferentes graus de redução de área.

O objetivo da pesquisa é a caracterização microestrutural da superliga de níquel X-750 e o estudo da relação de tratamento termomecânico com as microestruturas resultantes e propriedades de tração e dureza, de forma a obter o melhor resultado para a sua aplicação na fabricação de molas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material de estudo consiste de fio-máquina laminado da liga X-750 com 7,94 mm de diâmetro, fornecidos pelo fabricante Alloy Wire International, cuja composição química é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição Química (% peso) da Superliga de Níquel X-750

Ni	C	Cr	Fe	Ti	Nb	Al	Si	Mn	Co	Cu	B	P	S
71,5	0,065	15,6	8,53	2,44	0,88	0,54	0,17	0,07	0,02	0,01	0,005	0,006	0,001

Três amostras do fio, inicialmente com 7,94 mm de diâmetro, foram trefiladas em um único passe para os diâmetros de 6,66 mm, 6,82 mm e 7,04mm. Em seguida passaram por tratamentos de solubilização a 1.150°C por 15 minutos. Após essa etapa, os mesmos sofreram nova redução por trefilação para 6,30 mm de diâmetro obtendo-se, portanto, diferentes graus de encruamento, e conseqüentemente, diferentes percentuais de redução de área: 10%, 15% e 20%, respectivamente.

O fio da superliga de níquel X-750 na condição como recebido foi caracterizado por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, medida de dureza Vickers e ensaio de tração.

Após tratamento de solubilização e a redução por trefilação para 6,30mm de diâmetro, foram analisadas as microestruturas resultantes, e conseqüentes propriedades mecânicas, comparando-as às características do material como recebido.

A trefilação foi executada em um trefilador de bancada de único passe, equipamento do Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP, apresentada na Figura 1.



Figura 1: Trefilador de bancada de único passe.

As fieiras utilizadas foram fabricadas em aço duro com as seguintes bitolas: 7,05 mm, 6,83 mm, 6,64 mm e 6,30mm.

O tratamento térmico de solubilização a 1.150°C por 15 minutos foi executado num forno tubular de 5 metros de comprimento, com câmara de vácuo, equipamento do Departamento de Engenharia de Materiais - Escola de Engenharia de Lorena-USP/SP.



Figura 2: Forno tubular de 5 metros de comprimento.

A Tabela 2 apresenta o esquema de trefilação aos quais as amostras foram submetidas.

Tabela 2: Esquema de trefilação

Diâmetro inicial (mm)	Diâmetro após 1 ^o redução (mm)	Solubilização a 1150 ^o por 15 minutos	Diâmetro após redução final (mm)	Grau de redução de área
7,94	6,66		6,30	10%
7,94	6,82		6,30	15%
7,94	7,04		6,30	20%

As amostras analisadas por microscopia óptica foram preparadas através de lixamento, sendo submetida à seqüência de lixas de 100 *mesh*, 220 *mesh*, 320 *mesh*, 400 *mesh*, 600 *mesh*, 1.200 *mesh* e 2.400 *mesh*, seguido de um polimento fino em pano com pasta de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm . Após o preparo das superfícies, as amostras foram atacadas com o reagente Marble (50 g de CuCl_2 , 50 ml de HCl e 50ml de H_2O) por pincelamento durante aproximadamente 30 segundos. As amostras foram analisadas e fotografadas com o auxílio do microscópio óptico Olympus, do Laboratório de Microscopia Óptica da COPPE/UFRJ.

O preparo das amostras a serem analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura (M.E.V.) JEOL-JSM modelo 6460LV, do Laboratório de Microscopia Eletrônica da COPPE/UFRJ, foi semelhante ao realizado para a microscopia óptica. As amostras foram analisadas por MEV a fim de caracterizar melhor a microestrutura de cada condição, evidenciando a presença de precipitados. Além disso, foram realizadas análises por EDS's (Espectro de Energia Dispersiva de Raio-X) para identificar os elementos que compõem a matriz e os precipitados.

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados no Laboratório de Propriedades Mecânicas da COPPE/UFRJ. A carga utilizada foi de 10 Kg. As amostras tiveram as suas superfícies lixadas até 600 *mesh* de forma a se obter uma superfície plana e espelhada. Em cada amostra foram realizadas 10 indentações, considerando-se o valor médio.

Os ensaios de tração foram realizados segundo a norma ASTM E8M,⁽⁷⁾ utilizando o equipamento EMIC DL10000, do Laboratório de Propriedades Mecânicas da COPPE/UFRJ. Os corpos de prova foram usinados segundo o padrão sub-size de 4 mm de diâmetros e comprimento nominal de 24 mm. Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente, a uma taxa de deformação de $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados mostram que a microestrutura da superliga X-750 na condição como recebido consiste em uma matriz gama de grãos aproximadamente equiaxiais com maclas de recozimento e precipitação de carbonetos de titânio e nióbio dispersos na matriz, como pode ser observado nas micrografias apresentadas nas Figuras 3 e 4. Sugere-se que os precipitados observados na micrografia tratam-se de carbonetos de titânio e nióbio, e não de fase η , pois de acordo com estudos realizados por Zhao et al.⁽⁸⁾ para a Inconel 740, a fase η precipita em forma de agulhas nos contornos e grão e em longos tempos de tratamento térmico. O espectro de EDS da matriz e de um precipitado (carbeto de Ti e Nb) são apresentados nas Figuras 5 e 6.

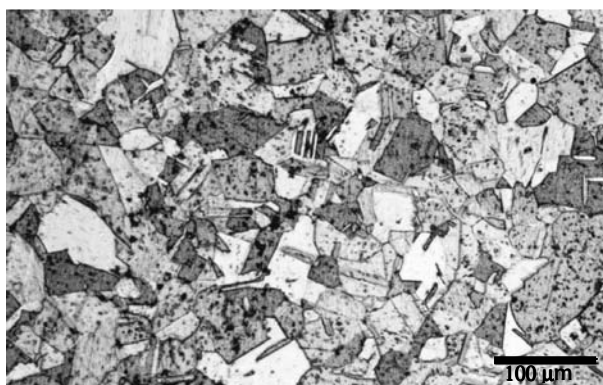


Figura 3: Microscopia óptica do fio de 7,94mm de diâmetro na condição como recebido. Aumento nominal de 200x.

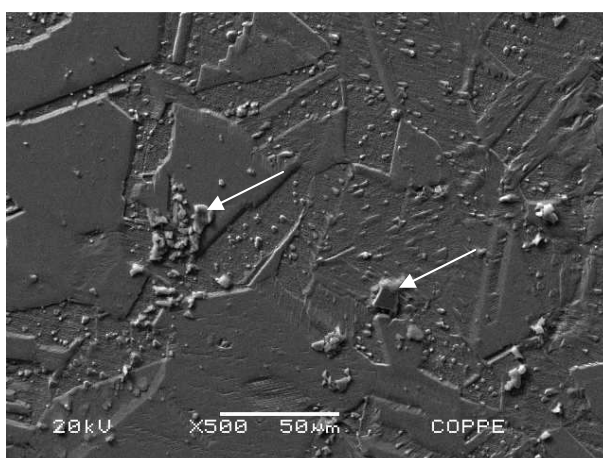


Figura 4: Microscopia eletrônica de varredura do fio de 7,94mm de diâmetro na condição como recebido. Aumento nominal de 500x.

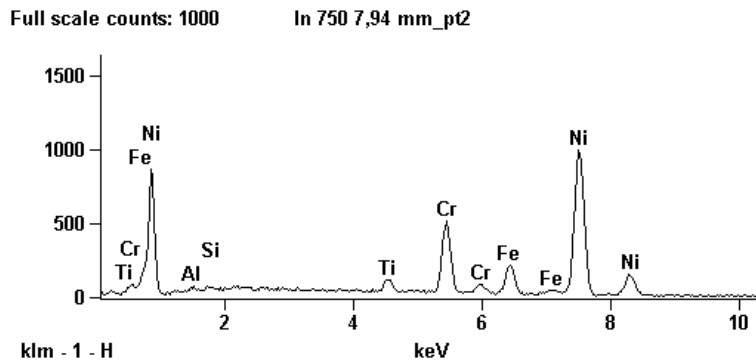


Figura 5: Espectro de EDS da matriz da amostra do fio de 7,94mm de diâmetro na condição como recebido.

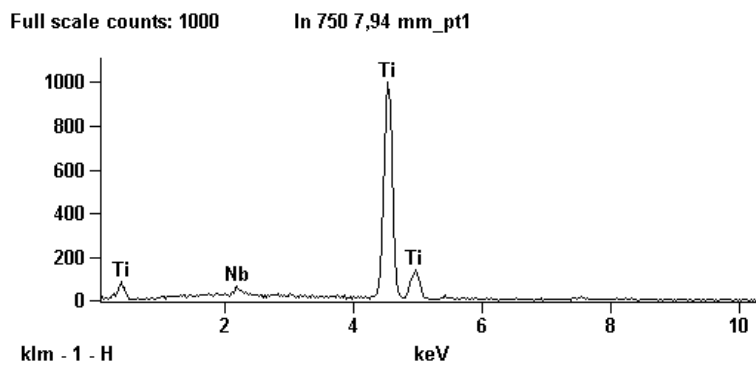


Figura 6: Espectro de EDS do precipitado, carbeto de Ti e Nb, da amostra do fio de 7,94mm de diâmetro na condição como recebido

As amostras, após serem submetidas à primeira redução, tratamento de solubilização e nova redução para 6,30 mm de diâmetro, apresentam grão equiaxiais e precipitados mais finamente dispersos na matriz, como pode ser observado pelas micrografias apresentadas nas Figuras 7, 8 e 9.

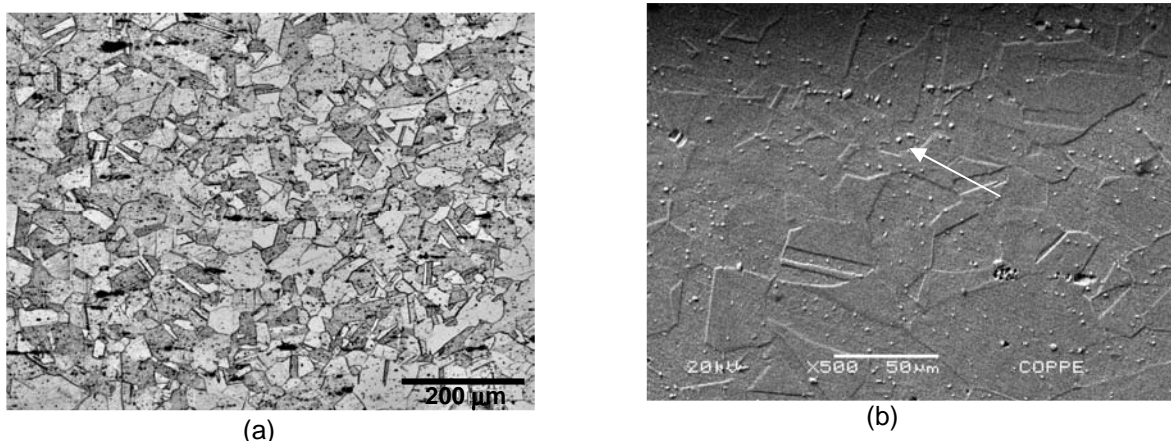
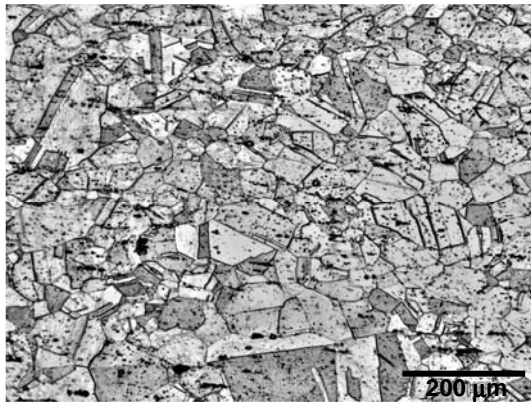
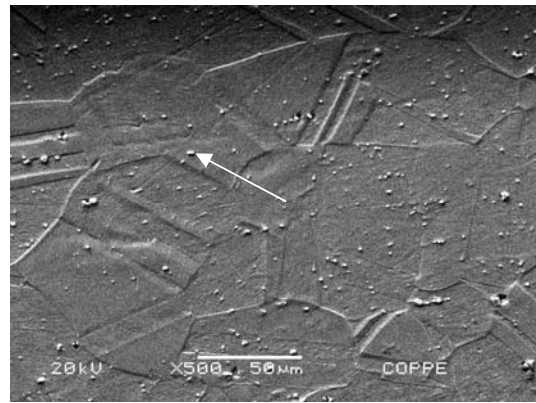


Figura 7: Micrografias obtidas por microscopia (a) óptica e (b) eletrônica de varredura da amostra com 10% de redução de área.

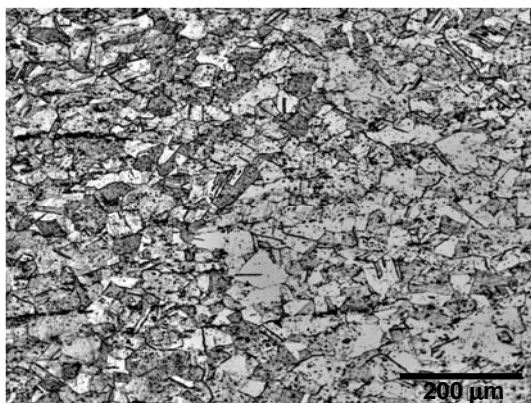


(a)

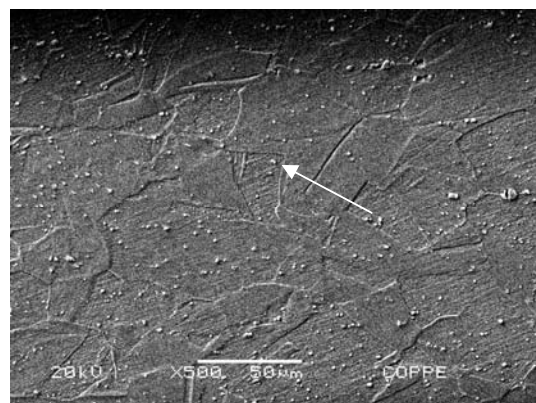


(b)

Figura 8: Micrografias obtidas por microscopia (a) óptica e (b) eletrônica de varredura da amostra com 15% de redução de área.



(a)



(b)

Figura 9: Micrografias obtidas por microscopia (a) óptica e (b) eletrônica de varredura da amostra com 20% de redução de área.

O espectro de EDS de um precipitado observado na amostra com 20% de redução de área é apresentado na Figura 10. O mesmo espectro foi encontrado para as amostras com 10% e 15% de redução de área. O espectro de EDS do precipitado apresenta picos de titânio e nióbio em diferentes proporções com relação ao material como recebido. Na verdade isso ocorre devido a estequiometria dos carbonetos de titânio e nióbio, $Nb_xTi_{1-x}C$, com x variando de 0 a 1.

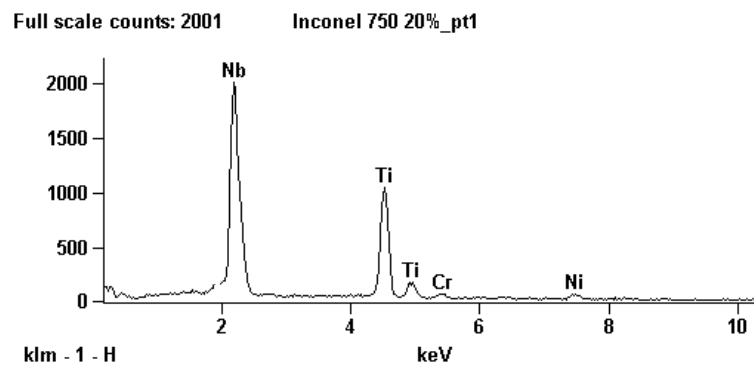


Figura 11: Espectro de EDS de um precipitado, carbeto de Ti e Nb, da amostra com 20% de redução de área.

A Tabela 3 apresenta os resultados dos ensaios de dureza Vickers e tração. Nela podemos observar o aumento significativo da resistência mecânica dos materiais com o aumento dos graus de deformação, mantendo níveis adequados de ductilidade para a fabricação de molas.

Tabela 3: Resultados dos ensaios de tração e dureza Vickers

Resultados	Como Recebido	Percentuais de redução de área		
		10%	15%	20%
Dureza (HV)	209 ±	257,30 ± 9,53	279,70 ± 17,23	322,40 ± 26,33
Limite de Escoamento (MPa)	334,09 ± 6,15	642,26 ± 8,09	746,00 ± 3,11	962,65 ± 11,75
Limite de Resistência a Tração (MPa)	800,94 ± 20,49	879,10 ± 4,67	925,19 ± 3,74	1021,58 ± 8,13
Alongamento (%)	55,97 ± 1,31	31,08 ± 1,45	26,31 ± 0,19	14,30 ± 1,34

5 CONCLUSÃO

As análises das micrografias óticas e eletrônicas de varredura mostraram que o material tanto na condição como recebido, quanto após tratamento termomecânico – tratamento térmico de solubilização seguido dos diferentes graus de redução de área – apresentam uma matriz gama de grãos aproximadamente equiaxiais e carbonetos de nióbio e titânio precipitados na matriz.

Os fios após o tratamento termomecânico apresentaram precipitados mais finamente dispersos na matriz em relação ao material como recebido.

Além disso, observou-se o aumento significativo da resistência mecânica dos materiais com o aumento dos graus de deformação, mantendo níveis adequados de ductilidade para a fabricação de molas.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à COPPETEC e ao CNPq, pelo apoio financeiro, ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro e ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade de Lorena-USP/SP por disponibilizarem todos os equipamentos necessários para o estudo da superliga de níquel X-750.

REFERÊNCIAS

- 1 SIMS, C.T.; HAGEL, W.C.; The Superalloys; John Wiley & Sons, New York, 1972, p. 1-565.
- 2 ASM SPECIALITY HANDBOOK – Nickel, Cobalt and their alloys, Materials Park, Ohio, ASM international, 2000, p. 14 - 91.

- 3 D. FERREÑO, I. GORROCHATEGUI, L. SÁNCHEZ, F. GUTIÉRREZ-SOLANA; Optimization of heat treatment for improvement of IGSCC properties of X-750 alloy, 2004.
- 4 A. PICASSO, A. SOMOZZA, A. TOLLEY; Nucleation, growth and coarsening of g'-precipitates in a Ni-Cr-Al-based commercial superalloy during artificial aging, Journal of Alloys and Compounds, 2009.
- 5 XIAOWEI WU, ROOP SINGH CHANDEL, SEOW HONG PHEOW, HANG LI; Brazing of Inconel X-750 to stainless steel 304 using induction process, 2000.
- 6 AEROSPACE MATERIAL SPECIFICATION (AMS 5698G). Nickel Alloy, Corrosion and Heat-Resistant, Wire 72Ni – 15.5Cr – 0.95Cb – 2.5Ti – 0.70Al – 7.0Fe, N¹ Temper, Precipitation Hardenable, 2003.
- 7 AMERICAN STANDARD TEST METHODS (ASTM E8M). Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric), 2008.
- 8 S.Q. ZHAO, Y. JIANG, J.X. DONG AND X.S. XIE; Experimental Investigation and Thermodynamic Calculation on Phase Precipitation of Inconel 740, 2006.