

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGEM

MAPEAMENTO POR DIAGRAMAS TRIAXIAS DA QUANTIDADE DE FASE δ E
DUREZA DA LIGA UNS N07718 SUBMETIDA A TRATAMENTO
TERMOMECÂNICO.

Russel Lysyk

Dissertação para obtenção do Título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2009

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGEM

MAPEAMENTO POR DIAGRAMAS TRIAXIAS DA QUANTIDADE DE FASE δ E DA
DUREZA DA LIGA UNS N07718 SUBMETIDA A TRATAMENTO
TERMOMECÂNICO.

RUSSEL LYSYK
Engenheiro Metalúrgico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência e Tecnologia dos Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Afonso Reguly

Banca Examinadora:

Dr. Eng. Carlos Otávio Damas Martins (UFRGS)

Dr. Eng. Ricardo Callegari Jacques (UFRGS)

Dr. Eng. Thomas Gabriel Rosauo Clarke (UFRGS)

Prof. Dr. Carlos Perez Bergmann
Coordenador do PPGEM

“O homem é aquilo que sabe.”
Francis Bacon

AGRADECIMENTOS

Aos Professores Dr. Afonso Reguly e Dr. Telmo Roberto Strohaecker pela orientação na execução do presente estudo e pelo conhecimento transmitido ao longo de todo meu desenvolvimento acadêmico dentro da UFRGS.

A minha mãe e ao meu saudoso pai pelo carinho, dedicação e incentivo que sempre foram essenciais e que serviram de suporte não só nesta etapa, mas em toda minha vida.

A minha noiva por seu apoio incondicional.

Aos colegas de trabalho do LAMEF do Grupo de Corrosão pelo apoio ao desenvolvimento deste trabalho.

Aos grandes e fiéis amigos pelo apoio demonstrado em todos os momentos, contribuindo, assim, no sucesso de mais esta etapa de minha vida.

A CAPES pelo suporte financeiro.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	XIII
LISTA DE TABELAS	XI
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	XII
RESUMO	XIII
ABSTRACT	XIV
1.0 INTRODUÇÃO	1
2.0 REVISÃO DA LITERATURA	2
2.1 Introdução sobre compostos intermetálicos, soluções sólidas e discordâncias	2
2.1.1 compostos intermetálicos	2
2.1.2 soluções sólidas	3
2.1.3 discordâncias na estrutura γ	4
2.2 Conceitos estruturais das principais fases presentes na liga UNS N07718	6
2.2.1 Características da matriz austenítica presente na liga UNS N07718	6
2.2.2 Características dos compostos intermetálicos presentes na liga UNS N07718.....	7
Características da fase γ'	7
Características da fase γ''	8
Características da fase δ	8
2.3 Modos e mecanismos de precipitação de fases intermetálicas	11
2.3.1 Precipitação de fases estáveis e metaestáveis.....	11
2.3.2 Modos de Precipitação da fase δ	12

	Precipitação heterogênea em contornos de grão e macla ...	13
	Precipitação intragranular $\gamma' \rightarrow \delta$	13
2.4	Influencia da deformação a frio na precipitação da fase δ	18
2.5	Influência da fase δ nas propriedades mecânicas	19
2.6	Tratamento térmico aplicado à liga UNS N07718	21
3.0	MATERIAIS E MÉTODOS	24
3.1	Material	24
3.2	Procedimento Experimental	25
3.2.1	Confecção dos Corpos de Prova	25
3.2.2	Processos de Tratamento Termomecânico	26
	Solubilização	26
	Deformação a frio	27
	Envelhecimento	27
3.2.3	Análise Metalográfica	28
3.2.4	Quantificação da fase δ	28
3.2.5	Avaliação da Dureza	29
3.2.6	Desenvolvimento dos Diagramas Triaxiais	29
4.0	RESULTADOS E DISCUSSÕES	32
4.1	Avaliação da dureza devido ao TTM	32
4.2	Precipitação de Fase δ em Função do TTM	37
4.3	Eficiência no endurecimento da liga pelo TTM	41
4.4	Aplicação dos diagramas triaxiais	42
5.0	CONCLUSÕES	47
6.0	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	48
7.0	REFERÊNCIAS	49
	ANEXO I – Característica Microestrutural e Análise dos dados	53
	ANEXO II – procedimento adotado para quantificação de fase δ	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Processo de deformação plástica de um cristal CFC, onde b_1 representa deformação por meio de uma discordância unitária ou perfeita. Deformação semelhante também pode ser obtida por meio de discordâncias parciais ou imperfeitas representadas por b_2 e b_3 na figura (PADILHA 2000). 4
Figura 2.2	Decomposição de uma discordância unitária representada por b_1 em parciais de Shockley representadas por b_2 e b_3 (PADILHA 2000).5
Figura 2.3	Tetraedro proposto por N. Thompson para a decomposição de discordâncias unitárias em parciais (PADILHA 2000).....6
Figura. 2.4	Célula unitária da fase δ , estrutura do tipo DO_a . Onde os círculos pretos representam os átomos de Nb, Fe ou Ti e os círculos brancos os átomos de Ni (KUSABIRAKI 1999).....9
Figura 2.5	Arranjo atômico de maior densidade planar (010) da fase δ (SUNDARARAMAN 1988).10
Figura 2.6	Célula unitária da estrutura DO_{22} , phase γ'' . Círculos pretos e brancos representam os átomos de Nb e Ni respectivamente (KUSABIRAKI 1999).14
Figura 2.7	Arranjo dos átomos no plano mais densamente compactado (112) γ'' , antes e após a passagem de uma discordância parcial $a/6[11-1]$. Círculos pretos e brancos representam os átomos de Nb e Ni respectivamente (SUNDARARAMAN 1988). 15
Figura 2.8	Micrografia obtida por MET de precipitados γ'' extraídos da liga 718 envelhecida a 740°C por 360 ks (KUSABIRAKI 1999). 17
Figura 2.9	Micrografia obtida por MET de precipitados γ'' extraídos da liga 718 envelhecida a 740°C por 72 ks e deformada a frio até a redução de 15%. Franjas internas que evidenciam falhas de empilhamento (KUSABIRAKI 1999). 17
Figura 2.10	Fração volumétrica de fase δ em função do tempo de envelhecimento para uma temperatura de 910°C. Cada curva diz respeito a um nível de deformação imposto aos corpos de prova (LIU et al. 1997). 18

Figura 2.11	Corpo de prova combinado para ensaio de baixa taxa de deformação (CAI 2007).	20
Figura 2.12	Tempo e temperatura para o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento para a liga UNS N07718 conforme API e ASTM, também encontra-se representado as temperaturas solvus para as fases δ , γ'' e γ'	23
Figura 3.1	Microestrutura do material como recebido. Nos contornos de grão observa-se a presença de alguma fase δ gerada no tratamento térmico bem como alguns carbonetos e nitretos alinhados oriundos do processo de solidificação da liga.	25
Figura 3.2	Figura ilustrativa do processo de obtenção dos corpos de prova a partir de uma barra roscada. Dimensões em milímetros.	26
Figura 3.3	Superfície gerada sobre uma base triaxial que representa os parâmetros do TTM. A distância entre um ponto da base com seu respectivo ponto na superfície é a representação da quantificação da propriedade para aquela inter-relação entre os parâmetros do TTM.	30
Figura 3.4	Diagrama triaxial com curvas genéricas, as regiões entre curvas apresentam valores intermediários aos das curvas limítrofes, logo a região entre as curvas de valor 40 e 50 (hachurada) possui valores intermediários aos das curvas.	31
Figura 4.1	Diagrama triaxial da liga UNS N07718 solubilizada, deformada e envelhecida. As curvas representam regiões onde a dureza da liga varia entre os valores de duas linhas subseqüentes.	33
Figura 4.2	Ganho de dureza devido a deformação de corpos de prova solubilizados para a liga UNS N07718.	34
Figura 4.3	Fissuras formadas devido ao alto grau de deformação (60%) imposto ao material solubilizado. Imagem obtida por MEV.	35
Figura 4.4	Dureza efetiva obtida pelo tratamento de envelhecimento. A dureza das amostras submetidas ao TTM é subtraída da dureza das amostras deformadas.	36
Figura 4.5	Diagramas triaxiais referente às durezas das amostras. O diagrama (a) refere-se à dureza obtida de amostras deformadas e envelhecidas, o diagrama (b) refere-se às durezas provenientes do tratamento térmico de envelhecimento somente. As regiões quadriculadas apresentam os maiores valores de durezas obtidos enquanto a região pontilhada apresenta o menor valor de dureza obtido no envelhecimento.	38

Figura 4.6	Diagrama representativo da fração volumétrica de fase δ precipitada após o tratamento termo mecânico da liga UNS N07718.	40
Figura 4.7	Diagrama representando a dureza devido ao envelhecimento onde as setas 1 e 2 representam duas direções preferenciais onde há significativa perda de eficiência do tratamento térmico de envelhecimento.	42
Figura 4.8	(a) Diagrama representativo da dureza da liga 718, a intersecção das linhas indicam uma possível região onde há possibilidade de se obter a dureza desejada e também indicam os parâmetros do tratamento térmico convencional. (b) Diagrama representativo da quantidade de fase δ , a intersecção das linhas indicam uma possível região onde ainda é possível obtermos a quantidade de fase δ dentro do limite especificado para o tratamento térmico convencional.....	43
Figura 4.9	(a) Diagrama triaxial representativo da dureza. (b) Diagrama triaxial representativo da quantidade de fase δ para tratamento combinado com 15% de deformação.....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Parâmetro de rede das fases γ e δ , determinados via Difração de Raios-X(RAMASWAMY 1972).	10
Tabela 2.2	Quantidades de deformação associado à nucleação da fase δ (SUNDARARAMAN 1988).....	16
Tabela 2.3	Efeito da fase δ na posição de fratura e no tempo de ensaio antes da fratura em corpos de prova combinados da liga 718 (CAI 2007).	20
Tabela 3.1	Composição química da liga UNS N07718.	24
Tabela 3.2	Matriz de ensaios termomecânicos.	28
Tabela 4.1	Dureza referente às amostras de 1 a 20.	32
Tabela 4.2	Quantidade de fase δ presente nas amostras de 1 a 15.	39

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

TTM	Tratamento Termomecânico;
δ	Fase Delta;
γ'	Fase Gamma Prime;
γ''	Fase Gamma Double Prime;
CFC	Estrutura cúbica de face centrada;
A1	Designação Structuberich para estrutura cúbica de face centrada;
a	Parâmetro de rede;
b₁, b₂ e b₃	Vetores de Burgers;
η	Fase Eta Ni ₃ Ti;
L1 _a	Designação Structuberich para fase γ' ;
D0 ₂₄	Designação Structuberich para fase η ;
cF4	Designação de Pearson para estrutura cúbica de face centrada;
D0 ₂₂	Designação Structuberich para fase γ'' ;
D0 _a	Designação Structuberich para fase δ ;
A3	Designação Structuberich para estrutura Hexagonal compacta;
ΔG_v	Energia livre volumétrica
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo avaliar a influência dos parâmetros de tratamentos termomecânicos (TTM), quais sejam: tempo, temperatura e deformação aplicadas à liga UNS N07718, a fim de se avaliar a variação da quantidade de fase δ bem como a variação da dureza da liga para cada condição de tratamento definida. Obtendo-se por fim diagramas triaxiais que representem os dados de forma condensada.

Para atingir estes objetivos as amostras foram primeiramente solubilizadas a 1040°C por 1 hora, posteriormente foram aplicados cinco níveis específicos de deformação (0%, 15%, 30%, 45% e 60%) referentes a altura dos corpos de prova. Após aplicou-se o tratamento térmico de envelhecimento, com cinco diferentes intervalos de tempo (1,4; 2,8; 13,8; 28 e 138 em horas) e também de temperatura (600, 700, 800, 900 e 1000 em °C), da inter-relação destes parâmetros obteve-se quinze diferentes condições de tratamento termomecânico. Quatro amostras foram somente solubilizadas e deformadas e uma amostra foi somente solubilizada.

Avaliou-se nas amostras já tratadas termomecanicamente a quantidade de fase δ gerada em cada condição. As propriedades mecânicas foram obtidas por meio da medida da dureza Vickers.

A representação dos dados obtidos pelo TTM pode é representada de forma condensada em diagramas tipo triaxiais que possibilitam extrair informações do TTM sob uma ótica diferenciada da tradicional, favorecendo a visualização dos fenômenos que poderiam governar as alterações no que tange as propriedades mecânicas da liga.

ABSTRACT

This work aims to evaluate the influence of different thermomechanical parameters such as time, temperature and deformation (TMT) applied to UNS N07718 alloy in order to appraise the δ phase content and hardness changes on each evaluated condition. Obtaining finally triaxial diagrams that represent the data in a condensed form.

Samples were first solubilized at 1040 °C during one hour and the submitted to five levels of deformation (0%, 15%, 30, 45% and 60% relative the initial height of the specimen). Secondly the samples were aged during five different times (1,4; 2,8; 13,8; 28 and 138h) and temperatures (600, 700, 800, 900 and 1000 °C). Fifteen different thermomechanical treatment conditions were obtained through the correlation of such parameters. Four specimens were only solubilized and deformed, and one was just solubilized.

For each sample δ phase content evaluation was performed. Mechanical properties were obtained by Vickers Hardeness.

The representation of data obtained by TMT can be represented in a condensed form in type triaxial diagrams that allow to extract information from the TMT in a different perspective of traditional, favoring the view of the phenomena that they could rule changes with respect to mechanical properties of the alloy.

1.0 INTRODUÇÃO

A liga UNS N07718 (Inconel 718) é classificada como uma superliga a base de níquel-ferro endurecível por precipitação, que tem largo emprego em aplicações onde resistência a altas temperaturas e/ou a corrosão são necessárias. As principais aplicações desta liga estão nos campos aeroespacial, nuclear e petrolífero (MUZIKA 1972).

Esta liga apresenta uma matriz austenítica com partículas de carbeto e as fases η , γ' , γ'' e δ (STOLONOF 1990, SUNDARARAMAN 1988), sendo as fases γ' , γ'' e δ as principais fases obtidas pelo tratamento termomecânico aplicado a esta liga. A fase que efetivamente atua no aumento de resistência mecânica é a γ'' , com estrutura tetragonal de corpo centrado coerente com a matriz, o que difere da maior parte das outras superligas a base de Ni que tem seu aumento de dureza devido, principalmente, a formação da fase γ' cúbica de face centrada, também coerente com a matriz (VANDER VOORT 1985, YANG 1997). A fase γ'' se caracteriza por ser uma fase metaestável, sua condição de equilíbrio termodinâmico é a fase δ com estrutura ortorrômbica incoerente com a matriz (BOESCH 1969, COLLIER et al. 1988). O teor e a forma da fase δ são determinantes nas propriedades mecânicas do material, apresentando por vezes uma característica deletéria a algumas propriedades mecânicas por exemplo: dureza, tensão de escoamento e tensão de ruptura liga (DU et al. 2006, DELEUME 2008, LIU 2002). Ela por outro lado pode ser caracterizada como benéfica quando se procura controlar o crescimento de grão (GHOSH 2008).

O presente trabalho concentrou seus esforços na tentativa de avaliar a resposta da liga Inconel 718 frente a diferentes parâmetros de tratamento termomecânico para tal foram avaliadas a variação da quantidade de fase δ formada e a variação da dureza Vickers. Sendo o objetivo principal a confecção de diagramas triaxiais que possibilitem estabelecer possíveis relações entre as alterações nas propriedades mecânicas com os fenômenos que podem ter levado a estas alterações.

2.0 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Introdução Sobre Compostos Intermetálicos, Soluções Sólidas e Discordâncias

A realização deste trabalho necessita do conhecimento de alguns fundamentos relacionados aos compostos intermetálicos e das principais características relacionadas às fases alvo deste estudo, bem como de um conhecimento específico sobre discordâncias. Em função desta necessidade serão abordados aqui os conceitos básicos sobre estes assuntos, não sendo a pretensão deste tópico, no entanto, esgotar este tema, mas sim, por em concordância com o presente trabalho alguns termos e conceitos relacionados a estes assuntos.

2.1.1 Compostos Intermetálicos

Os compostos intermetálicos podem ser definidos como fases ou compostos constituídos de dois ou mais elementos metálicos com proporção atômica bem definida (estequiométricos) ou tendo uma faixa pequena de possíveis composições (não estequiométricos) (ASKELAND 1996). Estes compostos possuem composições, propriedades e estruturas cristalinas diferentes daquelas de seus elementos constituintes. O arranjo atômico da estrutura cristalina apresenta ordem de longo alcance, que pode ser mantida até a fusão ou até temperaturas inferiores a de fusão, onde ocorre a transição de ordem-desordem (WESTBROOK 1994). Os compostos intermetálicos possuem propriedades muito interessantes em temperaturas elevadas. No entanto, sua aplicação é limitada pela elevada fragilidade e baixa resistência à clivagem a baixas temperaturas (LIU 1990).

Compostos intermetálicos constituem um grupo grande e heterogêneo, no qual as regras interatômicas de ligação e de valência ainda não foram completamente elucidadas (HAUSSERMANN 1995). A forte afinidade das ligações entre os diferentes átomos de compostos intermetálicos são ainda consideradas de natureza metálica, porém, apresentam um caráter iônico adicional que é influenciado pela diferença de eletronegatividade entre os elementos constituintes. Esta atração entre diferentes átomos leva o cristal a exibir uma

estrutura que acomoda, de forma preferencial, estas ligações atômicas. O arranjo atômico dos compostos intermetálicos é chamado de estrutura ordenada de longo alcance, significando que cada elemento tem uma posição preferida na estrutura cristalina. Estas posições preferenciais são chamadas de sub-redes e a combinação de duas ou mais sub-redes constituem uma super-rede de longo alcance (WESTBROOK 1994).

A representação da estrutura cristalina de um composto intermetálico é complexa e envolve várias características, tais como: composição química, tipo de estrutura, número de átomos por célula unitária, grupo espacial, simetria do cristal, posição de pontos atômicos, parâmetros de rede, número de coordenação, etc. (GIRGIS 1983). Logo a utilização de simbologias é muito útil no estudo de compostos intermetálicos. O símbolo de Pearson e a designação Strukturbericht, são as representações mais utilizadas para designar células unitárias de uma estrutura cristalina específica. O símbolo de Pearson é composto por duas letras e um número que indica a simetria do cristal e o número de átomos na célula unitária. Por exemplo; o símbolo do NaCl é cF8 e indica uma estrutura cúbica (c) de face centrada (F) com 8 átomos na célula cúbica (ANTON 1992).

A designação Strukturbericht é um método parcialmente sistemático para a especificação de um cristal através de uma letra. Geralmente, a letra A representa uma estrutura monotônica, a letra B uma estrutura diatômica com uma razão de átomos de 1:1, a letra C uma estrutura diatômica com razão de átomos de 2:1, o símbolo D0 apresenta uma razão de 3:1, etc., as letras D, E,... K são compostos mais complexos. A designação dos números, de forma geral, segue a ordem cronológica em que foi estudado o cristal (DUTRA JÚNIOR 2002). A grande maioria dos pesquisadores que serviram de suporte para o desenvolvimento deste estudo utiliza este tipo de designação preferencialmente em seus artigos quando se dirige a alguma fase da liga estudada.

2.1.2 Soluções Sólidas

Um número elevado de soluções sólidas pode exibir ordenação em baixas temperaturas. O processo de ordenação envolve uma mudança de átomos que se encontram distribuídos aleatoriamente para um arranjo mais regular. Em uma liga desordenada de composição AB, por exemplo, qualquer posição da rede é ocupada aleatoriamente por um átomo A, ou por um átomo B. Durante a ordenação, os átomos dos tipos A e B se distribuem quase que completamente para posições bem definidas da rede e, portanto, o arranjo resultante é semelhante a uma rede de átomos do tipo A interpenetrando a rede de

átomos do tipo B. Essa redistribuição de átomos pode ocorrer com pouca ou nenhuma deformação da rede, criando assim uma solução sólida ordenada, ou uma super-rede, ou ainda uma superestrutura, a partir de uma solução ao acaso.

Em uma solução sólida desordenada, os planos cristalograficamente equivalentes são estatisticamente idênticos entre si, enquanto que no caso de uma solução sólida ordenada isto não ocorre. Por exemplo, em uma série de planos, os planos subsequentes podem ser ricos em átomos de A e de B, respectivamente. Portanto, a distância entre dois planos idênticos pode ser dobrada, comparado à distância dos mesmos em ligas desordenadas (PADILHA 2000).

2.1.3 Discordâncias na Estrutura γ

Padilha (2000) nos dá uma razoável explanação de como as discordâncias tendem a se processar em materiais com estrutura cristalina CFC. Um cristal CFC pode ser “obtido” por meio do empilhamento de planos de máxima densidade atômica do tipo $\{111\}$, sendo que a seqüência de empilhamento é do tipo ABCABCABC... A passagem de uma discordância por um plano deste tipo causa deformação plástica e não deve causar alteração da estrutura original do cristal. Este tipo de discordância é denominado, discordância unitária ou perfeita. Quando a estrutura original não é mantida, a discordância é denominada discordância parcial ou imperfeita. O processo de deformação plástica de um cristal CFC está representado na Figura 2.1.

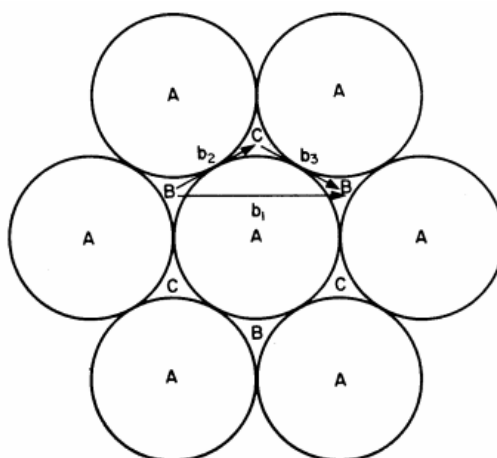
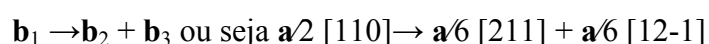


Figura 2.1 Processo de deformação plástica de um cristal CFC, onde b_1 representa deformação por meio de uma discordância unitária ou perfeita. Deformação semelhante também pode ser obtida por meio de discordâncias parciais ou imperfeitas representadas por b_2 e b_3 na figura (PADILHA 2000).

A Figura 2.1 mostra que a passagem de uma discordância unitária com vetor de Burgers $\mathbf{b}_1 = \mathbf{a}/2 [110]$ não altera a seqüência de empilhamento. No entanto, o mesmo resultado final pode ser obtido de maneira mais fácil, desde que o movimento seja feito em duas etapas, em zigue-zague. Neste caso, o deslocamento é representado por duas discordâncias parciais, denominadas parciais de Shockley, com vetor de Burgers $\mathbf{b}_2 = \mathbf{a}/6 [211]$ e $\mathbf{b}_3 = \mathbf{a}/6 [1\ 2\ -1]$, respectivamente. O processo todo pode ser representado pela seguinte reação de discordâncias:



A decomposição de uma discordância unitária em parciais de Shockley é representada na Figura 2.2.

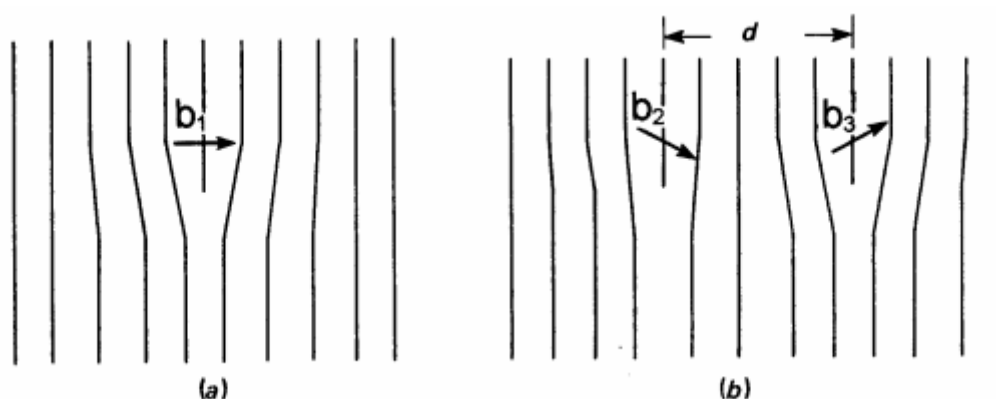


Figura 2.2 Decomposição de uma discordância unitária. (a) discordância total ou perfeita (b) parciais de Shockley (PADILHA 2000).

Se as discordâncias parciais mantiverem-se separadas (dissociadas), a seqüência de empilhamento na região externa às discordâncias parciais será ABCABCABC... e, em uma faixa, dentro das parciais, a seqüência de empilhamento será alterada para ABCACABC.... Esta região no interior das discordâncias parciais é denominada como falha de empilhamento.

As discordâncias do sistema CFC e suas reações podem ser mais facilmente representadas e estudadas com o auxílio de um tetraedro proposto por N. Thompson em 1953. Neste tetraedro regular de vértices A (0,1,1), B (1,0,1), C (1,1,0) e D (0,0,0), todas as faces são planos do tipo $\{111\}$ e as arestas são direções do tipo $\langle 110 \rangle$. Os centros das faces opostas recebem as letras α (oposta ao vértice A), β (oposta ao vértice B), γ (oposta

ao vértice C) e δ (oposta ao vértice D), conforme mostra a Figura 2.3. Por exemplo, no tetraedro de Thompson, a discordância unitária $a/2 [11-1]$ corresponde a AB. Ela pode ser decomposta em parciais conforme a reação (PADILHA 2000):

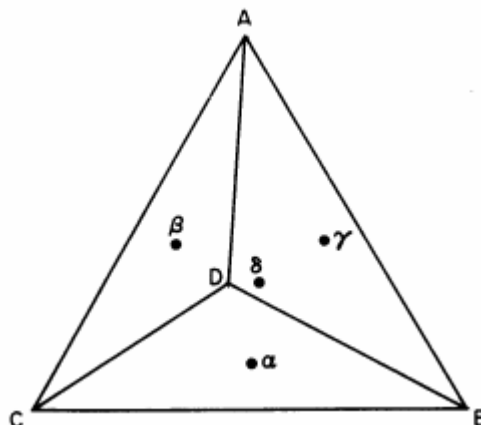
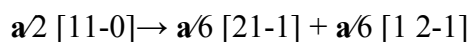
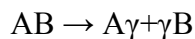


Figura 2.3 Tetraedro proposto por N. Thompson para a decomposição de discordâncias unitárias em parciais (PADILHA 2000).

2.2 Conceitos Estruturais das Principais Fases Presentes na Liga UNS N07718

Neste item iremos comentar sobre as principais características físico-químicas das fases que estão diretamente relacionadas com este estudo. Faremos uma breve discussão sobre as características da matriz austenítica, por conseguinte, versaremos sobre as fases intermetálicas de interesse γ' , γ'' e δ .

2.2.1 Características da Matriz Austenítica Presente na Liga UNS N07718

A liga UNS N07718 apresenta uma matriz constituída pela fase austenítica que tem estrutura CFC do tipo A1 segundo a notação de Strukturbericht, A porcentagem em peso dos elementos presentes em sua composição química é: 50,0-55,0 Ni, 17,0-21,0 Cr, 4,87-5,20 Nb+Ta, 2,80-3,30 Mo, 0,80-1,15 Ti, 0,40-0,60 Al e o restante é balanceado com Fe. A célula unitária contém quatro átomos, sendo, oito oitavos nos vértices e seis meios de átomo localizados nas faces. O número de coordenação de cada átomo é doze, ou seja, cada átomo tem doze vizinhos mais próximos. A distância média entre eles é $a/2^{1/2}$. Para a fase γ , a é estimado entre 3,5165 e 5,5168 Å (MUZIKA 1972). Essa estrutura é denominada

cF4 conforme simbologia de Pearson. A estrutura da fase austenítica é um tipo de estrutura desordenada, em que os átomos são arranjados ao acaso dentro de uma rede CFC (PEARSON 1964).

2.2.2 Características dos Compostos Intermetálicos Presentes na Liga UNS N07718

Alguns compostos intermetálicos podem se formar durante o tratamento térmico de envelhecimento para a liga UNS N00718. Neste estudo versaremos sobre os três principais, quais sejam: γ' , γ'' e δ , sendo que esta última será o foco principal do estudo, por apresentar um papel determinante nas propriedades mecânicas da liga pós-tratamento térmico.

Característica da Fase γ'

A fase γ' é metaestável e pode ser quimicamente representado por $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Os elementos que participam da formação deste nitreto podem ser o Nb e o Fe além dos já citados anteriormente. Os elementos principais na constituição desta fase são o Al e o Ti, os elementos Nb e Fe podem substituir os dois outros elementos principais dependendo da composição química global da liga. O Al possui por volta de 9,06 a 9,40 at.% e o Ti tem fração atômica entre 8,13 a 8,39 para a composição total do intermetálico, mas o mesmo composto intermetálico poderá também apresentar, consideráveis, frações atômicas de Nb e Fe substituindo os outros elementos. Na super-rede estes elementos podem chegar a composições atômicas da ordem de até 6,03 at.% para o Nb e até 3,86 at.% para o Fe (MILLER 1999), (LIU 1997a). Esta fase possui uma estrutura segundo a classificação de Strukturbericht do tipo $L1_2$ que define uma estrutura cúbica de face centrada. Ela é coerente com a matriz γ e pode formar-se sob diversas morfologias devido ao *mismatch* assumido entre a matriz e o precipitado. É observado que γ' ocorre de forma esferoidal para *mismatch* entre zero a 0,2%, de forma cuboidal quando o *mismatch* entre matriz-precipitado fica em torno de 0,5 a 1% e em forma de placas para *mismatch* próximo ou superior a 1,25%. Esta fase é responsável pelo aumento da resistência mecânica em muitas ligas de Ni submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento (VANDER VOORT 1985). Quando o desalinhamento entre os parâmetros de rede entre as fases γ/γ' é elevado e a liga é submetida a longos tempos em temperaturas superiores a 700°C pode haver a formação de fases mais estáveis, η (Ni_3Ti) ou δ em detrimento da fase γ' . A fase η (Ni_3Ti), que tem uma estrutura hexagonal compacta $D0_{24}$, não apresenta solubilidade apreciável de outro elemento senão o Ti, sendo ela pouco evidente na liga UNS N07718, desta forma ela

não é aqui discutida de forma mais aprofundada. Para a liga UNS N07718 a fase γ' não tem papel tão significativo no aumento das propriedades mecânicas da liga, dada a baixa fração volumétrica formada, restando este papel para a fase γ'' (MUZIKA 1972).

Característica da Fase γ''

A fase γ'' pode ser representada quimicamente por Ni_3Nb , mas Ti e Fe podem participar de forma significativa na composição desta fase. O elemento principal que constitui esta fase, excetuando-se o Ni, é o Nb. O Ti e o Fe podem aparecer nas posições que seriam ocupadas pelos átomos de Nb, sendo que este possui por volta de 19,62 a 20,85 % at.; o Ti tem uma fração atômica de até 4,59 e o Fe tem um teor não superior a 1,95 % at. na fase γ'' (MILLER 1999). Esta fase possui uma estrutura Strukturbericht igual a $D0_{22}$ que define uma estrutura tetragonal de corpo centrado (AZADIAN 2004). Ela é coerente com a matriz, possui uma morfologia em forma de disco e se desenvolve de forma paralela ao plano $\{001\}$ da matriz austenítica, o diâmetro médio do precipitado situa-se em torno de 0,6 μm e a espessura aproximada entre 0,05 e 0,09 μm (VANDER VOORT 1985). A relação entre a estrutura cristalina dos precipitados de γ'' na matriz γ são as seguintes:

$$(001)_{\gamma''} \parallel \{001\}_{\gamma} \quad e \quad [100]_{\gamma''} \parallel \langle 100 \rangle_{\gamma}.$$

A fração volumétrica de fase γ'' segundo (DEVAUX 2008) com relação à γ' é de 3:1. Já Slama indica que a diferença entre γ'' pode ser de até quatro vezes superior a quantidade de fase γ' (SLAMA 2000). O *mismatch* formado entre o precipitado e a matriz é da ordem de 2,9%, justificando-se desta forma o pôrque desta fase ser responsável pelo aumento de resistência mecânica da liga pós-tratamento térmico. A fase γ'' é uma fase de condição metaestável e ela tende a adquirir sua forma mais estável, isto é, a fase δ quando exposta a temperaturas e tempos suficientemente altos que permitam a transformação $\gamma'' \rightarrow \delta$ (VANDER VOORT 1985).

Característica da Fase δ

A fase δ é estável e pode ser quimicamente representado por Ni_3Nb , mas Ti e Fe podem participar de forma significativa na composição desta fase similarmente ao que ocorre com a fase γ'' . O Nb possui por volta 20,4 % at.; o Fe tem uma fração atômica por volta de 5,3 e o Ti tem um teor de aproximadamente 3,0 % at.; o Cr e o Mo também podem aparecer compondo a fase δ com teores pouco inferiores aos do Ti (LIU 1997a). A

estrutura Strukturbericht desta fase é DO_a definindo uma estrutura ortorrômbica (AZADIAN 2004). A fase δ é incoerente com a matriz γ , a relação de orientação entre estas duas fases pode ser expressa como (SUNDARARAMAN 1988):

$$\{111\}_\gamma \parallel (010)_\delta \text{ e } [100]_\delta \parallel \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma.$$

A célula unitária associada com a fase δ é ilustrada na Figura 2.4. Existem oito átomos nesta célula, dois dos quais são de Nb, Fe ou Ti e os seis restantes de Ni. O plano mais compactado nesta estrutura é o plano (010). O arranjo atômico deste plano mostra uma quantidade minoritária de átomos de Nb, Fe ou Ti como pode ser visto na Figura 2.5.

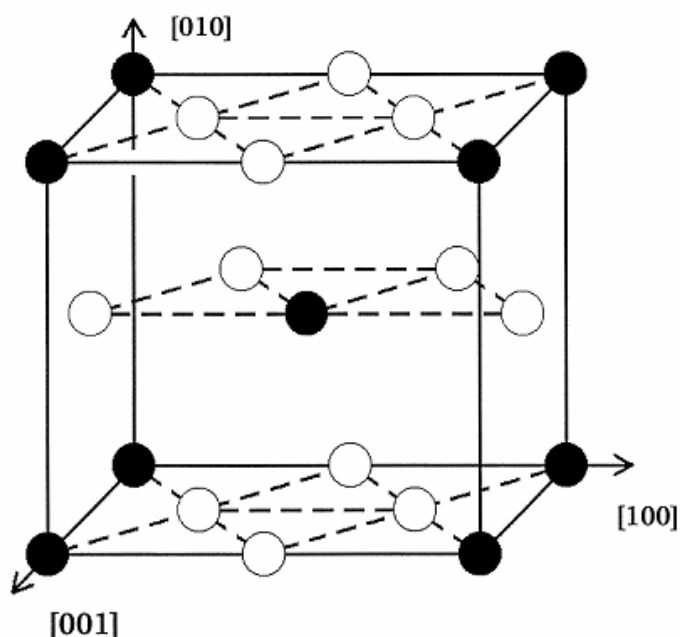


Figura 2.4 Célula unitária da fase δ , estrutura do tipo DO_a . Onde os círculos pretos representam os átomos de Nb, Fe ou Ti e os círculos brancos os átomos de Ni (KUSABIRAKI 1999).

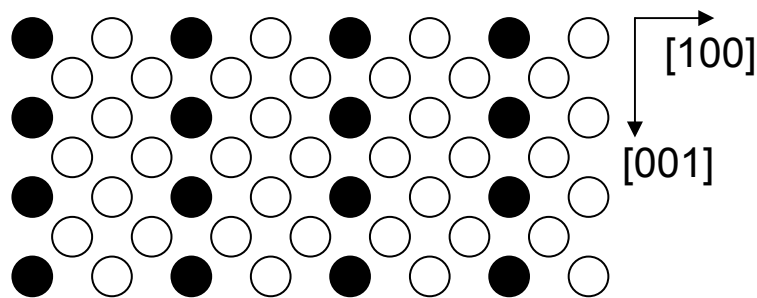


Figura 2.5 Arranjo atômico de maior densidade planar (010) da fase δ (SUNDARARAMAN 1988).

Pode ser mencionado neste contexto que este arranjo atômico é idêntico ao plano mais compacto (112) da estrutura metaestável γ'' . A diferença básica entre a estrutura da fase δ e a fase γ'' reside na diferença entre suas sequências de empilhamento destes planos mais compactos. Na estrutura $D0_{22}$, a sequência de empilhamento é do tipo...ABCABC... enquanto a estrutura $D0_a$ tem sequência de empilhamento do tipo ...ABABAB.... Estas sequências de empilhamento são similares a cúbica de face centrada A1 e da hexagonal compacta A3 respectivamente (SUNDARARAMAN 1988). O parâmetro de rede da fase δ pode ser determinado como base nos resultados obtidos pela difração de Raios-X desde que a amostra tenha volume significativo desta fase. Valores típicos dos parâmetros de rede são apresentados na Tabela 2.1 (RAMASWAMY 1972).

Tabela 2.1 Parâmetro de rede das fases γ e δ , determinados via Difração de Raios-X (RAMASWAMY 1972).

Liga	Fase	Parâmetro de rede (nm)		
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
UNS N07718	γ	0,3616	-	-
	δ	0,5141	0,4231	0,4534

Observando os aspectos agora relacionados à precipitação, vemos que, a fase δ precipita entre 700°C e a sua linha *solvus* fica em torno de 1000°C. A taxa de precipitação desta fase é máxima para temperaturas por volta de 900°C (AZADIAN et al. 2001). Ela normalmente precipita primeiramente nos contornos de grão e cresce sob a morfologia de placas delgadas que se estendem para o interior dos grãos. A nucleação também pode ocorrer de forma intragranular na presença de precipitados de γ'' . Pelo processo termomecânico a fase δ pode existir como uma população de morfologia equiaxial ou

partículas relativamente grosseiras ligeiramente alongadas algumas vezes denominadas de globulares (AZADIAN 2004).

Apesar da fase δ ser termodinamicamente mais estável que a fase γ'' sua formação é lenta. Esta característica implica que para temperaturas abaixo de 900°C ela sempre é precedida pela precipitação da fase γ'' . Uma vez que ambas as fases são ricas principalmente em Nb o crescimento da fase δ acarreta em uma correspondente diminuição da fração de precipitados de γ'' (AZADIAN 2004). Para temperaturas na faixa de 900°C até a linha *solvus* da fase δ a formação desta fase pode ocorrer diretamente da matriz austenítica devido à oferta suficientemente alta de energia (SLAMA 2000).

Devido a sua morfologia, a fase δ não contribui significativamente para o endurecimento da liga. Pelo contrário a sua presença implica na perda de dureza devido à diminuição de fase γ'' (LU 1999). A fase δ tem, contudo, certos efeitos benéficos. Por exemplo, moderadas frações desta fase tem papel efetivo como limitante do crescimento de grão durante o tratamento térmico de solubilização (DESVALLÉES 1994).

2.3 Modos e Mecanismos de Precipitação de Fases Intermetálicas

Neste item aborda-se os principais modos e mecanismos de precipitação das fases intermetálicas tanto metaestáveis quanto em equilíbrio. No sub item 2.3.1 são expostas teorias que descrevem a motivação para a formação de fases metaestáveis a partir da matriz e porque elas têm precedência sobre suas estruturas mais estáveis na liga 718. O sub item 2.3.2 versará sobre as formas de precipitação que a fase δ pode apresentar tanto inter como intragranular. Será foco a exposição de teorias que fazem uso de modelos estruturais para ajudar no entendimento destes fenômenos metalúrgicos.

2.3.1 Precipitação de Fases Estáveis e Metaestáveis

Para temperaturas abaixo de aproximadamente 900 °C a precipitação da fase δ é precedida pela precipitação de γ'' e também por γ' . Para altas temperaturas de envelhecimento, contudo, a fase δ pode precipitar diretamente da matriz γ supersaturada. Em tais sistemas, quando precipitam a fase metaestável e a fase de equilíbrio, a relação entre os elementos de simetria da fase progenitora e da fase precipitada desempenha um importante papel na seleção do caminho a ser seguido durante o processo de precipitação. Quando o grupo espacial de elementos simétricos da fase precipitada é um subgrupo do grupo espacial do elemento simétrico da matriz, a precipitação na matriz então

frequentemente envolve reposicionamento de átomos constituintes da rede cristalina da matrix (DE FONTAINE 1979). Em tal situação, as duas redes cristalinas podem ser coerentes uma com a outra, e a deformação devido à permanência da coerência depende da diferença de composição entre a matriz e o precipitado. Em circunstâncias onde a fase precipitada é associada com algum elemento de simetria, o qual não está presente na rede cristalina predecessora, a precipitação não pode ser realizada por um simples reordenamento na rede da fase matriz. Nestes casos, a nucleação envolve a criação de uma lâmina com alta energia interfacial onde o parâmetro de rede registrado entre as duas fases é muitas vezes perdido.

Um exame na simetria dos elementos associados com a estrutura cristalina de ambas as fases metaestáveis (γ'' e γ') mostra que isso pode ser obtido pela realocação da estrutura precursora A1, considerando que a formação da fase δ , a qual é associada com um empilhamento do tipo A3.....ABABAB....., não pode ocorrer por tal processo. Além disso, o *mismatch* entre $\gamma-\gamma'$ e entre $\gamma-\gamma''$ é muito menor se comparado com o *mismatch* de $\gamma-\delta$, neste caso resultando uma alta coerência entre interfaces $\gamma-\gamma'$ e $\gamma-\gamma''$. Isto fica claro pelo argumento de que a barreira de nucleação associada com a precipitação das fases metaestáveis γ'' e γ' pode ser muito menor que a associada com a precipitação da fase δ . Isso mostra que em baixas temperaturas, a vantagem da alteração da alta energia livre volumétrica (ΔG_v) está associada com a formação de uma menor barreira de ativação para nucleação de fases metaestáveis. Porém para altas temperaturas de envelhecimento próximo a linha *solvus* das fases metaestáveis, a vantagem da baixa energia livre não química requerida para a formação da fase metaestável foi anulada pelos pequenos valores de ΔG_v associados com a formação destas fases, as quais são substancialmente menores que o associado com a formação da fase δ . Como uma consequência disto, a precipitação da fase δ ocorre diretamente a partir da matriz austenítica nestas temperaturas (SUNDARARAMAN 1988).

2.3.2 Modos de Precipitação da Fase δ

Essencialmente dois modos de precipitação da fase δ são observados na liga estudada: (i) precipitação heterogênea em contornos de grão e macla e (ii) precipitação intragranular, muitas vezes associadas com falhas de empilhamento em precipitados γ'' pré-existentes. Nos próximos dois subitens discutiremos estes mecanismos.

Precipitação Heterogênea em Contornos de Grão e Macla

A nucleação heterogênea está geralmente associada a uma diminuição da barreira de ativação, uma vez que a energia associada com o defeito estrutural em que a nucleação heterogênea ocorre pode contribuir para a diminuição da energia livre não química requerida para o processo de nucleação. Esta situação pode ser observada quando a energia livre de ativação para formação dos núcleos com raio crítico, correspondente a nucleação heterogênea de uma fase de equilíbrio, seja comparável ou até possivelmente menor que a requerida para a nucleação homogênea de uma fase metaestável. Estes dois tipos de precipitação, heterogênea e homogênea, podem ocorrer paralelamente podendo até mesmo haver a supressão da última.

Observou-se que alguns tratamentos térmicos de envelhecimento conduzidos abaixo da linha *solvus* da fase γ'' levaram a uma precipitação da fase δ em contornos de grão e contornos de macla juntamente com a precipitação de γ'' na matriz sugerindo que tal situação, precipitação da fase δ , foi obtida durante este tratamento térmico de envelhecimento.

A energia associada com contornos de grão e segmentos incoerentes de contornos de macla são geralmente maiores que as associadas com contornos de macla coerentes. É, portanto, esperado que a precipitação ocorra primeiramente em locais que facilitem a nucleação heterogênea. Vários estudos levam a crer que a nucleação heterogênea da fase δ ocorra primeiramente nos contornos de grão e nos contornos de macla incoerentes e só posteriormente em contornos de maclas coerentes. A boa relação entre o plano $\{111\}$ dos contornos de macla e o hábito planar da fase δ contribui de forma significativa para a precipitação da fase δ no contorno de macla coerente neste estágio (SUNDARARAMAN 1988).

Transformação Intragranular $\gamma'' \rightarrow \delta$

Para certas condições do tratamento de envelhecimento abaixo da linha *solvus* da fase γ'' , a nucleação da fase δ poderá ocorrer devido às falhas de empilhamento de planos mais compactos dentro dos precipitados de γ'' (KIRMAN 1974).

A célula unitária da fase γ'' pode ser vista na Figura 2.6 onde os círculos escuros e claros representam respectivamente átomos de nióbio e níquel. O arranjo atômico do plano

mais densamente compactado (112) em termos dos índices de Miller pode ser visto também nesta figura.

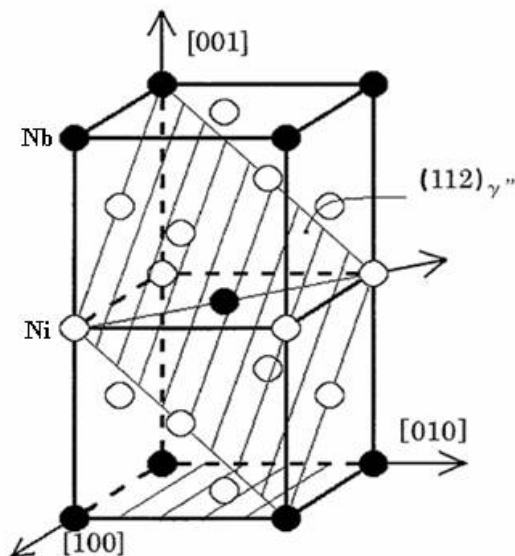


Figura 2.6 Célula unitária da estrutura $D0_{22}$, fase γ'' . Círculos pretos e brancos representam os átomos de Nb e Ni respectivamente (KUSABIRAKI 1999).

O empilhamento de seis planos compactados, de tal modo que cada camada é deslocada com respeito aquela imediatamente abaixo de $a/3[2-1-1]$, produz a estrutura $D0_{22}$. Esta sequência de empilhamento pode ser descrita como $A_1B_1C_1A_2B_2C_2A_1\dots$. Uma inspeção do arranjo atômico no plano (112) da estrutura $D0_{22}$ mostra que a passagem de uma discordância parcial $1/6[-1-12]$, ou seja, $C\delta$ de acordo com a notação do tetraedro de Thompon, no plano (112) não causa nenhuma mudança no primeiro átomo vizinho mais próximo, mas cria uma falha de empilhamento na estrutura. Por outro lado uma discordância parcial $A\delta$, $1/6[-12-1]$ ou $B\delta$, $1/6[2-1-1]$ durante a passagem no plano (112), produz uma falha complexa e muda ambientalmente os vizinhos mais próximos, mas não necessariamente ocorrerá a criação de uma falha de empilhamento. A criação de falhas de empilhamento pela discordância parcial $C\delta$, é mais provável do que pelas discordâncias do tipo $A\delta$ ou $B\delta$. O modo de nucleação da fase δ devido às falhas de empilhamento dentro de precipitados γ'' é ilustrado esquematicamente pela Figura 2.7. Assim como na Figura 2.6 os círculos pretos correspondem esquematicamente aos átomos de Nb e os círculos brancos correspondem a os átomos de Ni. Cada plano compactado acima do plano (112) mostrado é deslocado por um vetor $a/3 [2-1-1]$ com respeito ao plano imediatamente abaixo dele. A_1 indica a posição do átomo de Nb na primeira camada enquanto $B_1C_1A_2B_2C_2A_1\dots$

representam a posição deste átomo nas respectivas camadas acima dela. A posição do átomo B_1 , após ser deslocado pela formação da falha de empilhamento devido à passagem da discordância parcial $C\delta$ neste plano, seria idêntica a da posição do átomo C_2 . Todos os planos acima que contém B_1 seriam igualmente deslocados na direção $[11-2]$ por uma distância de $a/6$ $[11-2]$. A nova posição dos átomos de Nb identificados acima deste plano é sinalizada por setas na Figura 2.7. A nova sequência de empilhamento poderá ser $A_1 B_1 C_1 A_2 B_2 'C_2 A_1 C_2 A_1'$ $B_1 C_1 A_2 B_2 \dots$. Assim a formação da falha de empilhamento na camada contendo B_1 poderia resultar na criação de quatro sucessivas camadas com empilhamento tipo A_3 (...ACACAC...), sendo este empilhamento característico da estrutura cristalina da fase δ . Estas considerações sugerem que a nucleação da fase δ frequentemente ocorre pelo crescimento destas falhas dentro da matriz, formando lâminas que progressivamente crescem para eventualmente substituir o precipitado γ'' (SUNDARARAMAN 1988).

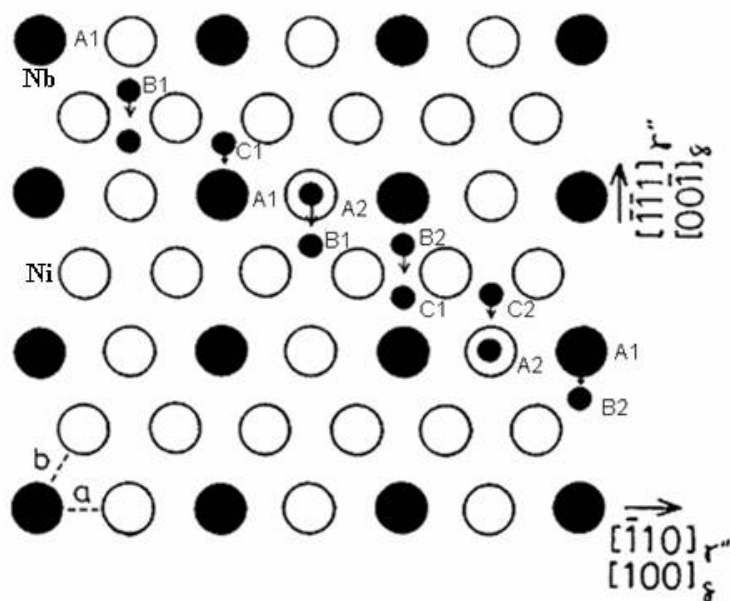


Figura 2.7 Arranjo dos átomos no plano mais densamente compactado $(112)_{\gamma''}$, antes e após a passagem de uma discordância parcial $a/6[11-1]$. Círculos pretos e brancos representam os átomos de Nb e Ni respectivamente (SUNDARARAMAN 1988).

Considerações sobre a energia de deformação volumétrica sugerem que a formação de núcleos de fase δ no interior de precipitados de γ'' poderia ser fácil se comparada com a nucleação dentro da matriz austenítica para todas as temperaturas abaixo de linha *solvus* de γ'' . A quantidade de deformação ao longo das direções 'a', 'b' e 'c' da fase δ associada com a nucleação na fase γ'' é comparada na Tabela 2.2 com a quantidade de deformação ao

longo das acima mencionadas direções para a nucleação da fase δ na matriz austenítica. Pode-se verificar a partir destas comparações que a deformação volumétrica poderá ser menor quando a nucleação da fase δ ocorrer nas partículas de γ'' do que quando ela se realizar diretamente na matriz austenítica.

Tabela 2.2 Quantidade de deformação associado à nucleação da fase δ (SUNDARARAMAN 1988).

Liga	Local de precipitação	Quantidade de deformação (%) ao longo de		
		a	b	c
UNS 07718	γ	0,54	1,34	2,37
	γ''	0,04	0,16	0,49

Um estudo bastante interessante foi realizado por Kusabiraki, onde este pesquisador submeteu amostras de Inconel 718 à solubilização seguida pelo envelhecimento da liga e posterior deformação a frio na ordem de 10 a 15 % seguido por um aquecimento entre 740 e 800°C por uma hora. Após este tratamento termomecânico foram confeccionadas amostras para serem avaliadas via Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). As micrografias obtidas por MET demonstram que para amostras onde não houve deformação os precipitados de γ'' não apresentaram franjas internas, as quais evidenciam falhas de empilhamento como pode ser visto na Figura 2.8. Já para amostras submetidas à deformação é evidenciado uma boa quantidade de franjas internas nas partículas de γ'' , situação esta que indica boa quantidade de falhas no empilhamento dos planos mais compactos Figura 2.9. Desta forma justifica-se o porquê da precipitação intragranular da fase δ quando a liga é submetida a trabalho a frio (KUSABIRAKI 1999).

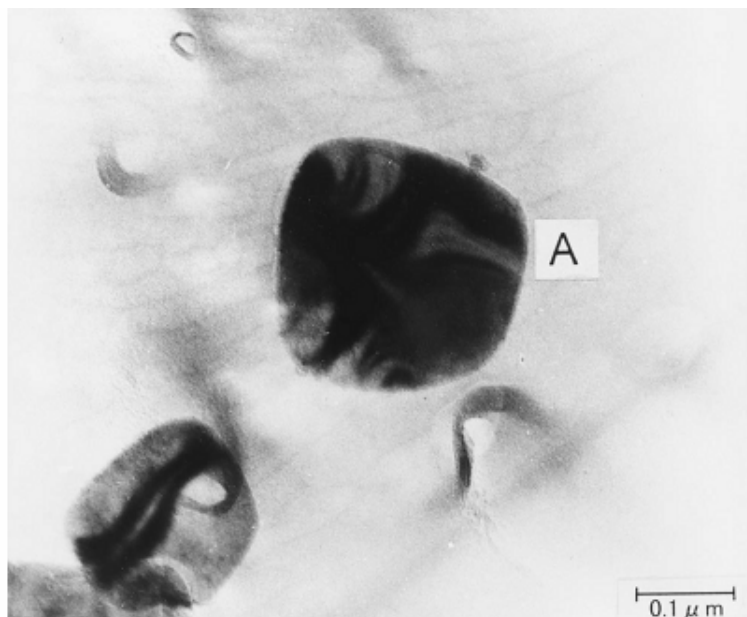


Figura 2.8 Micrografia obtida por MET de precipitados γ' extraídos da liga 718 envelhecida a 740°C por 360 ks (KUSABIRAKI 1999).



Figura 2.9 Micrografia obtida por MET de precipitados γ' extraídos da liga 718 envelhecida a 740°C por 72 ks e deformada a frio até a redução de 15%. Franjas internas que evidenciam falhas de empilhamento (KUSABIRAKI 1999).

2.4 Influência da Deformação a Frio na Precipitação da Fase δ

Alguns poucos trabalhos foram publicados levando em conta a precipitação da fase δ quando submetidas a trabalho a frio pré-envelhecidas. R. P. Singh e colaboradores constataram que a precipitação da fase δ é maior quando há deformação a frio das amostras seguido pelo envelhecimento a baixas temperaturas (SINGH 1991). W. C. Liu e colaboradores no trabalho intitulado “*The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in inconel 718 alloy*” (LIU 1997b) avaliaram a precipitação da fase δ para amostras deformadas a 25, 40, 50 e 65% relativo a altura de corpos de provas cilíndricos com posterior envelhecimento a 910°C para vários intervalos de tempo. Os pesquisadores observaram que com o aumento da deformação há uma alteração gradual da morfologia da fase δ , passando de placas para glóbulos, conforme há um aumento de deformação. Associado a mudança morfológica, os pesquisadores constataram que o aumento da deformação promove também a aceleração da precipitação da fase δ como pode ser visto na Figura 2.10.

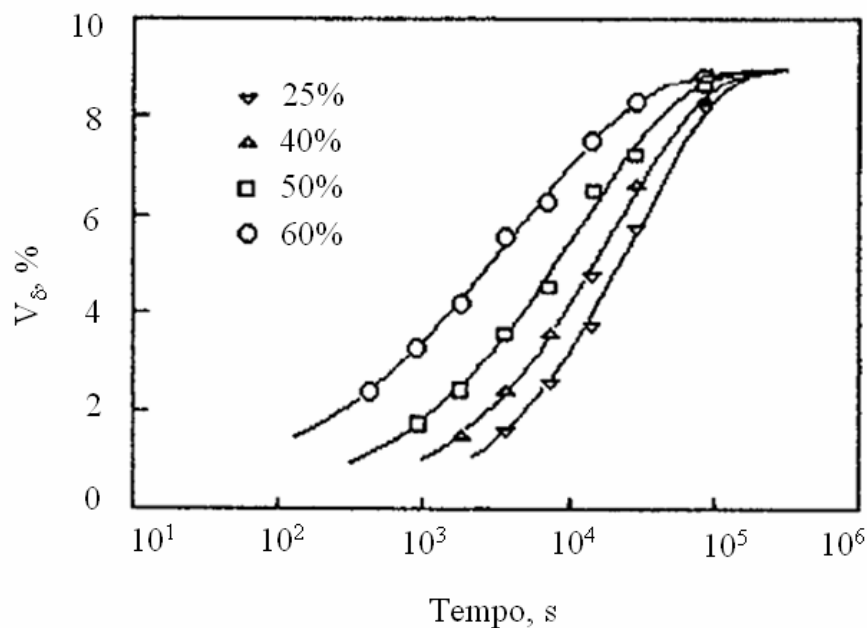


Figura 2.10 Fração volumétrica de fase δ ($V_{\delta}\%$) em função do tempo de envelhecimento para uma temperatura de 910°C. Cada curva diz respeito a um nível de deformação imposto aos corpos de prova (LIU et al. 1997).

Os pesquisadores utilizaram a técnica de Difração de Raios-X para a quantificação da fase δ . Os mesmos autores também evidenciaram que há um patamar de saturação, isto

é, uma fração volumétrica limite de fase δ precipitada, que para estes ensaios situou-se por volta de 9% conforme pode ser visto na Figura 2.10 (LIU et al. 1997).

2.5 Influência da Fase δ nas Propriedades Mecânicas

A quantidade e morfologia da fase δ altera fortemente as propriedades mecânicas da liga 718 (DU et al. 2006). Porém os efeitos da fase δ frente às propriedades mecânicas não podem ser definidos como unicamente deletérios nem tão pouco como unicamente benéficos. Um efeito positivo da presença de fase δ na estrutura é seu uso no controle do tamanho de grão (GHOSH 2008), mas em contrapartida o aumento de fase δ diminui a dureza da liga.

Apesar da liga 718 ser alvo de vários estudos dado a sua importância dentro de campos chave no desenvolvimento tecnológico, muitas dúvidas ainda persistem com relação aos efeitos da fase δ , no que tange a algumas propriedades mecânicas, por exemplo, a sua colaboração para a fragilização por hidrogênio da liga 718 ainda não é de todo mensurada. Turnbull e colaboradores não evidenciaram significativo efeito da fase δ na fragilização por hidrogênio da liga, considerando que tal fragilização é devido a partículas de carbonetos que, dada à energia interfacial favorável, apresentam-se como armadilhas para o hidrogênio, muito mais eficazes do que as que a fase δ (TURNBULL 1992). Fukuiama e colaboradores reportaram que trincas tendem a se propagar ao longo das interfaces da fase δ e da matriz quando testes de tensão são aplicados na liga submetida a altas pressões de hidrogênio (FUKUYAMA 1991). Liu e colaboradores avaliaram a fragilização da liga 718 frente à presença ou não de fase δ em corpos de prova entalhados pré-carregados com hidrogênio por meio eletroquímico. Os autores constataram que para estruturas onde havia a presença de fase δ os corpos de prova apresentaram um decréscimo da resistência frente aos corpos de prova livres de fase δ , o que levou estes a afirmarem que a fase δ tem um efeito deletério na fragilização por hidrogênio na liga UNS N07718 (LIU 2005).

Deleueme e colaboradores avaliaram as propriedades mecânicas da liga 718 e concluíram que o aumento da fração de fase δ obtida por diferentes parâmetros de tratamento térmico tanto da fase δ obtida a altas temperaturas, morfologia de agulhas/placas, como a fase δ obtida em baixas temperaturas, em forma globular, propiciam uma queda

nas propriedades mecânicas da liga no que tange a tensão de ruptura e no alongamento (DELEUME 2008).

Já Cai e colaboradores em seu trabalho, utilizando um corpo de prova combinado, como pode ser visto na Figura 2.11, submetido ao ensaio de baixa taxa de carregamento para a temperatura de 650°C, observaram que a fase δ apresenta um efeito benéfico entre 2,98 e 0,62 % em peso rompendo os corpos de prova na região lisa e que para 0,43% em peso de fase δ a fratura ocorria na região entalhada. A Tabela 2.3 registra estes dados bem como o tempo de ensaio dos corpos de prova antes da fratura. Para as fraturas que ocorreram na região lisa o tempo de ensaio antes da fratura aumentou com a diminuição da quantidade de fase δ .

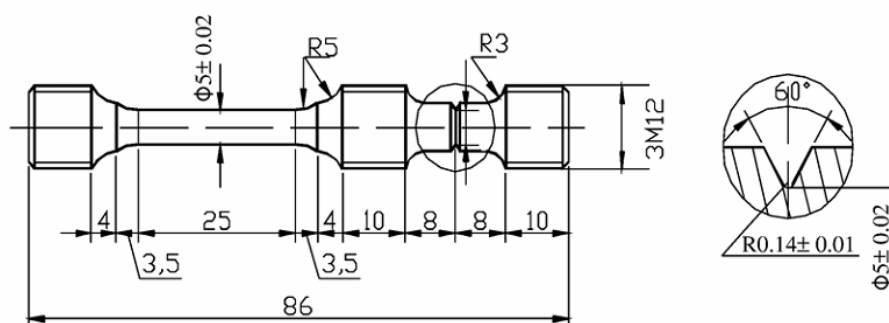


Figura 2.11 Corpo de prova combinado para ensaio de baixa taxa de deformação (CAI 2007).

Tabela 2.3 Efeito da fase δ na posição de fratura e no tempo de ensaio antes da fratura em corpos de prova tipo combinado de Inconel 718 (CAI 2007).

Quantidade de fase δ , % peso	Tempo de ensaio antes da ruptura, horas	Região da fratura
2,98	47,59	Lisa
2,78	44,39	Lisa
1,8	57,4	Lisa
0,78	71,8	Lisa
0,62	72	Lisa
0,43	5,96	Entalhada

Observa-se por fim que afirmar que a fase δ é totalmente deletéria as propriedades mecânicas da liga 718 seria temerário, há sim que se avaliar os efeito desta fase para condições específicas de trabalho e estudo (CAI 2007).

2.6 Tratamento Térmico Aplicado a Liga UNS N07718

A liga UNS07718 tem seu aumento de resistência mecânica, ou pelo menos a maior parcela dele, devido à precipitação de partículas de segunda fase (VANDER VOORT 1985). Como já foi comentado anteriormente. A fase precipitada que tem maior responsabilidade por este aumento de resistência mecânica é a γ'' . Existe ainda uma parcela deste aumento devido à precipitação de partículas da fase γ' , que coexistem com a fase γ'' (COOLIER 1988), mas tendo a fase γ' uma fração volumétrica inferior a de γ'' ela apresenta menor significância na resistência final da liga pós tratamento térmico.

O tratamento térmico dá-se basicamente por dois passos, quais sejam: Solubilização e envelhecimento. A solubilização trata especificamente de por em solução sólida a maior parcela possível de elementos que estejam formando outras fases no material. O envelhecimento ocupa-se de propiciar a precipitação de fases específicas na matriz, fases estas que propiciarão o aumento de resistência mecânica do material. Maiores detalhes sobre tratamento de solubilização e envelhecimento podem ser encontrados na literatura (MEYERS M.A. 1982).

O tratamento térmico da liga UNS N07718 é normatizado para aplicações específicas. Em aplicações onde os componentes fabricados com esta liga são submetidos a altas temperaturas a especificação normativa que pode servir de diretriz para o tratamento térmico é a ASTM B 637 – 06, já para aplicações na indústria de óleo e gás há outra especificação normativa para o tratamento térmico, a API 6A718, tendo em vista as diferenciadas condições de trabalho a que a liga será submetida.

A especificação normativa ASTM B 637 – 06 prevê o tratamento térmico de uma liga 718 na condição de forjado a quente ou a frio quando o componente manufaturado é exposto a altas temperaturas, não especificando outras condições ambientais. Esta norma estabelece a faixa de temperatura à qual deve ser submetida a liga para que haja solubilização. Esta faixa de temperatura situa-se entre 924 e 1010°C por no mínimo 30 minutos com posterior resfriamento ao ar. Para o envelhecimento ela estabelece o seguinte procedimento: manter a liga por oito horas no forno na faixa de temperatura entre 704 e 732°C, após diminuir a temperatura até a faixa de temperatura entre 607 e 635°C por um período que perfaça 18 horas de envelhecimento com posterior resfriamento ao ar. Com estas últimas dez horas de envelhecimento espera-se que haja a máxima precipitação das

fases responsáveis pelo aumento da resistência mecânica na liga (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 2006).

A especificação API 6A718 tem seus parâmetros de tratamento térmicos voltados para a aplicação da liga 718 na indústria de óleo e gás onde ela fará parte de equipamentos que serão pressurizados ou componentes aplicados no controle da pressão de outros equipamentos. Esta norma traz consigo uma preocupação no aspecto microestrutural, diferente da anterior que não comenta o assunto, principalmente no que tange à quantidade e forma de fase δ presente. Ela dispõe de micrografias que servem de referência comparativa e estabelece de forma qualitativa a quantidade e forma aceitável da fase δ presente na liga. Os parâmetros de tratamento térmico desta norma são bastante diferenciados aos da norma anterior como pode ser visto a seguir: Solubilização entre 1021 e 1052°C por no mínimo uma hora e no máximo duas horas e meia com posterior resfriamento ao ar, água, polímero ou óleo até a temperatura ambiente; o envelhecimento se dá em uma faixa de temperatura entre 774 e 802°C por seis ou oito horas com resfriamento ao ar ou mais rápido (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2004).

Segundo Muzika a temperatura *solvus* da fase γ'' está por volta de 915°C a da fase δ por volta de 995°C, a linha *solvus* da fase γ' é ainda inferior a da γ'' aproximadamente 850°C (MUZIKA 1972, STOLONOF 1990). O que inicialmente diferencia estas normas no que tange à temperatura que efetivamente solubiliza as fases que possam estar presentes na liga 718 pré tratamento térmico. Não é de interesse avaliar a eficácia dos tratamentos térmicos previstos nestas normas neste momento, mas sim de interesse salientar que os parâmetros de tratamento térmico devem ser escolhidos levando-se em consideração primeiramente o tipo de aplicação a que a liga será exposta.

A Figura 2.12 representa de forma condensada as principais faixas de temperatura e tempo especificados tanto pela API quanto pela ASTM para o tratamento térmico da liga em estudo, também pode ser observado as temperaturas *solvus* para as fases δ , γ'' e γ' .

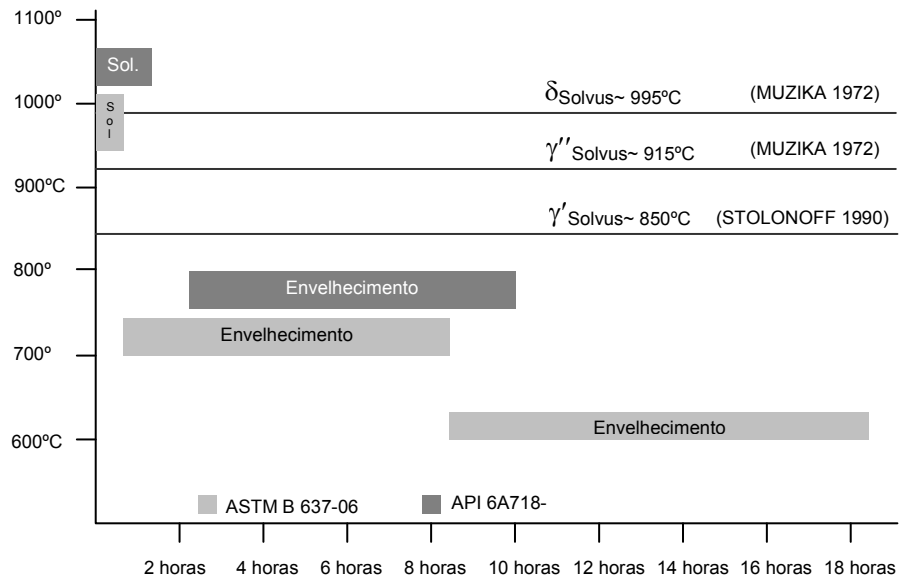


Figura 2.12 Tempo e temperatura para o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento para a liga UNS N07718 conforme API e ASTM, também encontra-se representado as temperaturas solvus para as fases δ , γ'' e γ' .

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material

O material utilizado no presente estudo foi uma superliga níquel-ferro com designação UNS N07718 na forma de barras com diâmetro de 16 mm e comprimento de 220 mm. A composição química da liga utilizada no estudo, obtida através de espectrometria de emissão ótica com auxílio do equipamento modelo VISTA, da marca Varian, é apresentada na Tabela 3.1.

Esta liga encontra-se na condição de envelhecida, porém não temos maiores informações quanto aos parâmetros empregados no seu tratamento térmico. A Figura 3.1 permite observar a microestrutura presente na liga como recebida.

Tabela 3.1 Composição química da liga UNS N07718 estudada.

Elemento	% em massa	Elemento	% em massa
C	0,026	Nb	4,82
Mn	0,01	Ti	1,1
Si	0,15	Al	0,2
P	0,014	Co	0,05
S	0,007	B	0,002
Cr	20,25	Cu	0,01
Ni	52,9	Fe	Bal.
Mo	3,1		

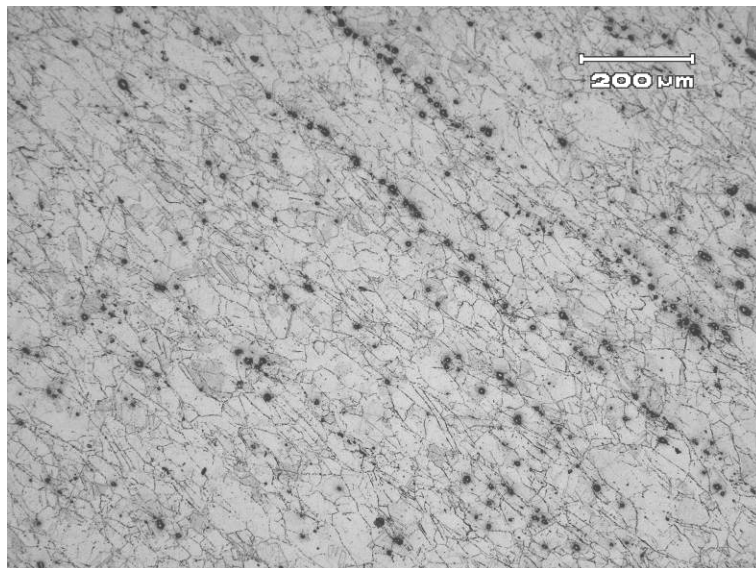


Figura 3.1 Microestrutura do material como recebido. Nos contornos de grão observa-se a presença de alguma fase δ gerada no tratamento térmico bem como alguns carbonetos e nitretos alinhados oriundos do processo de solidificação da liga.

3.2 Procedimento Experimental

3.2.1 Confecção dos Corpos de Prova

O presente estudo baseou-se na utilização de corpos de prova cilíndricos para compressão baseados na norma ASTM E9-89 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 1989). As barras recebidas foram primeiramente usinadas, após a usinagem as barras apresentaram diâmetro de 14 mm. Seccionou-se então a barra em corpos de prova com dimensões finais de 200 mm de comprimento e 14 mm de diâmetro como pode ser visto na Figura 3.2. De um total de três barras recebidas foram confeccionados vinte corpos de prova. Sendo um corpo de prova mantido na condição de solubilizado; quinze corpos de prova submetidos ao tratamento termomecânico de solubilização, deformação e envelhecimento; e quatro foram somente solubilizados e deformados.

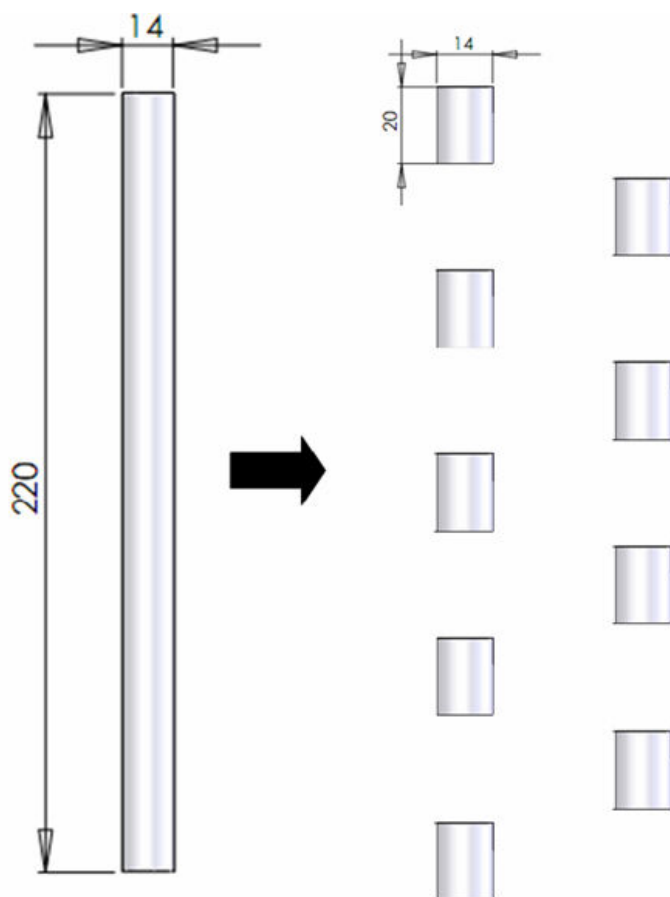


Figura 3.2 Figura ilustrativa do processo de obtenção dos corpos de prova a partir de uma barra. Dimensões em milímetros.

3.2.2 Processos de Tratamento Termomecânico

Solubilização

Todos os corpos de prova foram primeiramente submetidos a um tratamento térmico de solubilização a 1040°C por uma hora. As amostras foram colocadas no forno de resistência elétrica tipo mufla, sendo o tempo de solubilização contado após ser atingida a temperatura especificada. Esta temperatura é convencionalmente utilizada em diversos trabalhos por oferecer à máxima dissolução de fases susceptíveis, inclusive a fase δ e evitar um aumento demasiado do tamanho de grão (GHOSH 2008, MILLER 1999). As normas API 6A718 e ASTM B 637-06 diferem em seus parâmetros de tempo e temperatura de solubilização, sendo que a API define a temperatura mínima de solubilização em 1021°C para um tempo mínimo de uma hora enquanto a ASTM define uma temperatura mínima de 924°C para um tempo mínimo de meia hora e uma temperatura máxima de 1010°C

(AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2004), (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 2006).

Deformação a Frio

Os corpos de prova, baseados na especificação normativa ASTM E9-89, já solubilizados foram comprimidos em uma máquina para ensaios de tração/compressão modelo Instron com taxa de compressão de 10^{-2} s^{-1} (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 1989). O atrito entre as superfícies dos corpos de prova e as placas de compressão foi minimizado com a utilização de películas de Polietileno Teraftalato. Para este estudo as deformações impostas aos corpos de prova foram às seguintes 15, 30, 45 e 60%. Estas deformações são relativas à altura final sobre a altura inicial das amostras em porcentagem. Todo o processo de deformação foi realizado à temperatura ambiente caracterizando então uma deformação a frio. Deformou-se um total de quatorze amostras, a matriz de ensaio pode ser observada na Tabela 3.2. Liu em seu trabalho (que avaliou a influência da deformação a frio na precipitação da fase δ) utilizou deformações de 25% a 65% em seu estudo obtendo resultados significativos com estas faixas de deformação (LIU 1997).

Envelhecimento

Com as amostras solubilizadas e deformadas procedeu-se o envelhecimento das mesmas. Este envelhecimento contemplou cinco diferentes temperaturas e cinco diferentes tempos. A escolha destes parâmetros de envelhecimento se baseou em temperaturas acima e abaixo da temperatura convencionalmente normatizada em API 6A718 e ASTM B 637-06 até a faixa de temperaturas próxima à linha solvus da fase δ que se situa entre 993 e 1012°C conforme Collier (1988). A variação dos parâmetros de tempo é motivada por trabalhos como o de Liu que indicam que as alterações na cinética de precipitação de novas fases necessitam de longos tempos para ocorrer, conforme há um pequeno decréscimo na temperatura (LIU 1997). Da combinação entre os parâmetros de temperatura, tempo e deformação obteve-se quinze condições diferentes de tratamento termomecânico que correspondem às amostras de 1 a 15 na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 Matriz de ensaios termomecânicos. As colunas tempo e temperatura referem-se aos parâmetros utilizados no processo de envelhecimento.

Amostra	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Deformação [%]
1	138	600	0
2	28	700	0
3	1,4	1000	0
4	2,8	900	0
5	1,4	900	15
6	1,4	800	30
7	2,8	800	15
8	13,8	800	0
9	28	600	15
10	1,4	600	60
11	1,4	700	45
12	2,8	700	30
13	2,8	600	45
14	13,8	600	30
15	13,8	700	15
16	-	-	0
17	-	-	15
18	-	-	30
19	-	-	45
20	-	-	60

3.2.3 Análise Metalográfica

Com as amostras já solubilizadas, deformadas e envelhecidas procedeu-se o corte longitudinal de cada amostra em equipamento de corte com disco diamantado refrigerado a água. Logo após seguiu-se ao embutimento com baquelite com aplicação de pressão de 150 kgf/cm², a 120°C por 15 min. Subsequente lixamento e polimento metalográfico foi realizado. O lixamento seguiu a seqüência de lixas de carbetto de silício com granulações de 120, 220, 320, 400, 600 e 1200, sendo logo após limpas em água corrente e polidas em panos com abrasivo de pasta diamantada de 6 micra e 2 micra. No ataque da superfície polida foi utilizado o reagente Kalling's (4 g CuCl₂ + 40 ml HCl + 60 ml C₂H₅OH) no intervalo de 30 – 60 s pela técnica de *swab*.

3.2.4 Quantificação da Fase δ

A quantificação da fase δ foi realizada nas amostras previamente preparadas metalograficamente. Para cada amostra foram obtidas doze micrografias via Microscopia Eletrônica de Varredura em diferentes regiões da amostra, a ampliação para obtenção das micrografias foi de 3.500X. Este procedimento é semelhante ao aplicado por (HUANG

2007). Outros autores avaliaram a quantificação da fase δ por análise de imagens como uma técnica de boa resposta (AZADIAN 2004). Após a captura das imagens estas foram analisadas com auxílio do software Image J, onde a superposição da micrografia e de uma grade de pontos associado a uma operação *booleana* faz com que os pontos que não são coincidentes com a fase que se quer analisar sejam eliminados. A partir dos pontos que restaram o software faz uma contagem e estabelece a fração volumétrica da fase. (RASBAND 2008). Aplicando este procedimento para um número considerável de micrografias é possível quantificar com boa precisão a quantidade de cada fase presente na amostra, conforme pode ser visto no trabalho de Ribeiro Miranda onde o autor aplicou três diferentes metodologias de quantificação de fases e verificou que a análise de imagens teve boa concordância de valores, maior até que a difração de Raios-X, quando esta não é meticulosamente executada (RIBEIRO MIRANDA 2004).

3.2.5 Avaliação da Dureza

As amostras para avaliação da dureza foram obtidas da seção remanescente do corte que originou as amostras para análise metalográfica. Estes corpos de prova originados da seção longitudinal das amostras foram planificadas por eletroerosão a fio, com a finalidade de manter o paralelismo entre as faces a fim de garantir a posição normal entre a superfície da amostra e o endentador do durômetro. Realizaram-se três endentações em cada amostra em um durômetro Vickers utilizando carga de 1kg. O procedimento de avaliação de dureza segue as recomendações na norma ASTM E92 – 82 a qual especifica o procedimento de medição (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 1982).

3.2.6 Desenvolvimento dos Diagramas Triaxiais

Os dados gerados a partir da quantificação da fase δ bem como da dureza são apresentados neste trabalho por meio de diagramas triaxiais, onde os eixos apresentam os parâmetros dos tratamentos termomecânicos e no interior do gráfico são *plotados* os dados obtidos na quantificação de fase e na avaliação da dureza. Estes são representados por meio de curvas que delimitam regiões dentro do diagrama triaxial.

Diagramas triaxiais aplicados a tratamentos termomecânicos podem ser entendidos como a vista de topo de curvas 3D como a curva da Figura 3.3 que é gerada a partir da plotagem dos pontos em um quarto eixo, pois a base do diagrama contém três eixos (tempo, temperatura e deformação). Se estas curvas forem observadas de topo poderiam ser representadas de forma semelhante à topografia de um terreno com regiões de vales e

picos. Esta analogia apresenta grande coerência com a idéia de tais diagramas e permite que estas regiões de picos e vales sejam representadas por curvas de nível tanto nas ciências cartográficas como neste trabalho.

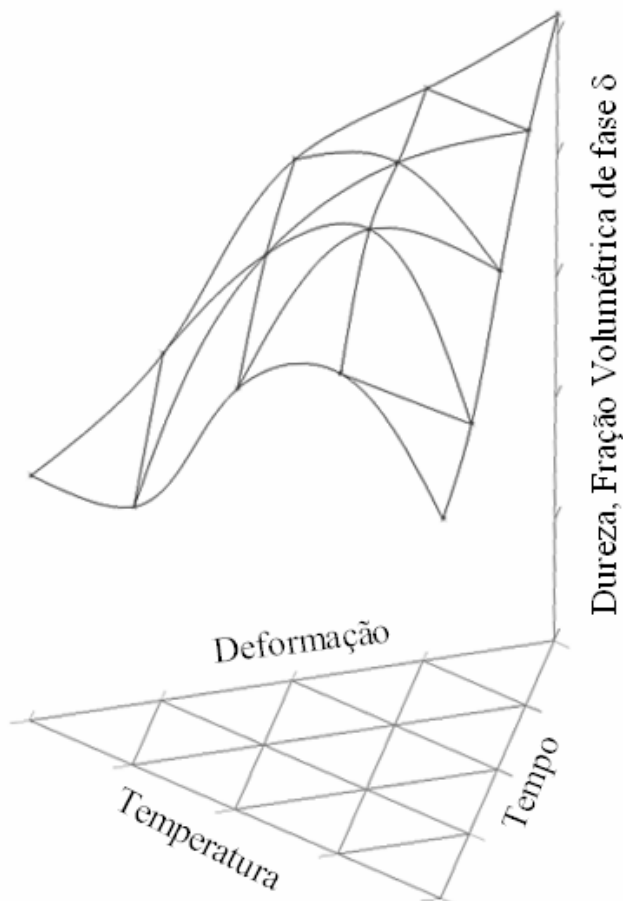


Figura 3.3 Superfície gerada sobre uma base triaxial que representa os parâmetros do TTM. A distância entre um ponto da base com seu respectivo ponto na superfície é a representação da quantificação da propriedade para aquela inter-relação entre os parâmetros do TTM.

Para obtenção destas curvas de nível utilizou-se de *software* específico para esta finalidade Perigeu192, onde os valores da quantificação da fase δ bem como da dureza são *plotado* em planilhas específicas que se referem às coordenadas do quarto eixo. As curvas geradas pelo software delimitam regiões onde os valores variam entre as duas curvas limítrofes desta região como pode ser visto na área hachurada da Figura 3.4 (PÉREZ 2009).

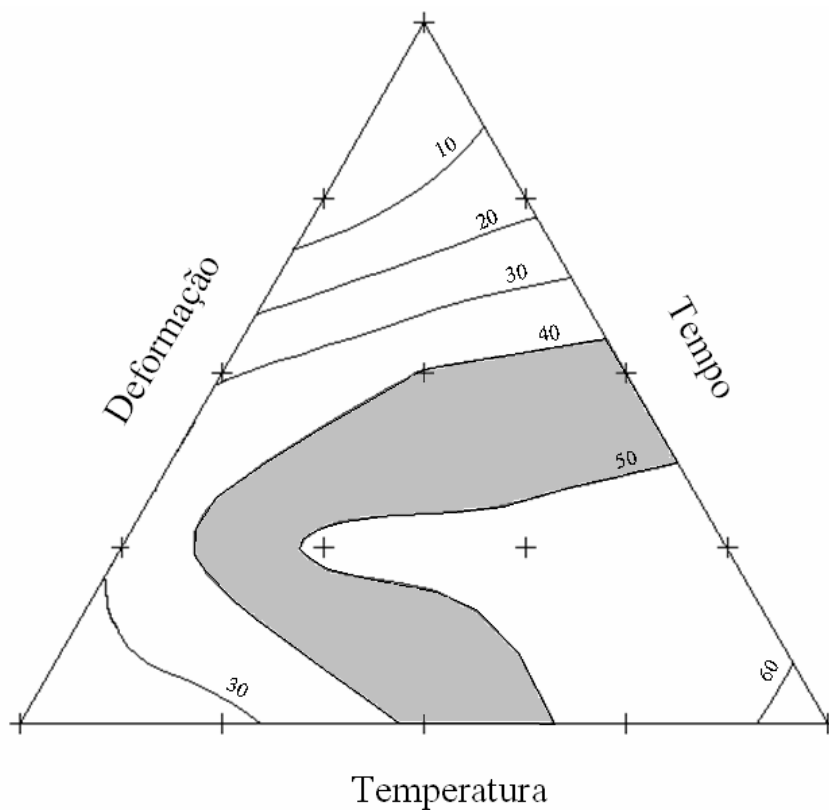


Figura 3.4 Diagrama triaxial com curvas genéricas, as regiões entre curvas apresentam valores intermediários aos das curvas limítrofes, logo a região entre as curvas de valor 40 e 50 (hachurada) possui valores intermediários aos das curvas.

Uma visão sistemática do processo adotado neste trabalho para quantificação de fase δ e obtenção dos diagramas triaxiais é fornecido no ANEXO II.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção são apresentados os resultados e discussões deste trabalho. De modo a facilitar a leitura e interpretação à caracterização metalográfica e demais dados obtidos para as diferentes amostras são apresentados no ANEXO I deste trabalho.

4.1 Avaliação da dureza devido ao TTM

A avaliação da variação da dureza da liga frente aos diferentes parâmetros de TTM dá-se a partir de diagramas triaxiais. A base de dados para a confecção destes diagramas é apresentada pela Tabela 4.1.

Tabela 4.1 Dureza referente às amostras de 1 a 20.

Amostra	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Deformação [%]	Dureza [HV]
1	138	600	0	295
2	28	700	0	417
3	1,4	1000	0	178
4	2,8	900	0	190
5	1,4	900	15	281
6	1,4	800	30	427
7	2,8	800	15	390
8	13,8	800	0	339
9	28	600	15	357
10	1,4	600	60	508
11	1,4	700	45	528
12	2,8	700	30	476
13	2,8	600	45	473
14	13,8	600	30	413
15	13,8	700	15	450
16	-	-	0	181
17	-	-	15	278
18	-	-	30	370
19	-	-	45	441
20	-	-	60	438

Os diagramas triaxiais propiciam a avaliação concomitante dos três parâmetros do TTM, quais sejam, tempo, temperatura e deformação. O diagrama representado na Figura 4.1 demonstra como essa relação se dá para a liga UNS N07718 para temperaturas variando entre 600 e 1000°C para tempos de 1,4 até 138 horas e para deformações desde zero até 60%. Este diagrama originou-se da avaliação de dureza das amostras

solubilizadas, encruadas e envelhecidas sendo que os parâmetros tempo e temperatura correspondem ao tratamento térmico de envelhecimento conforme mencionado no capítulo anterior.

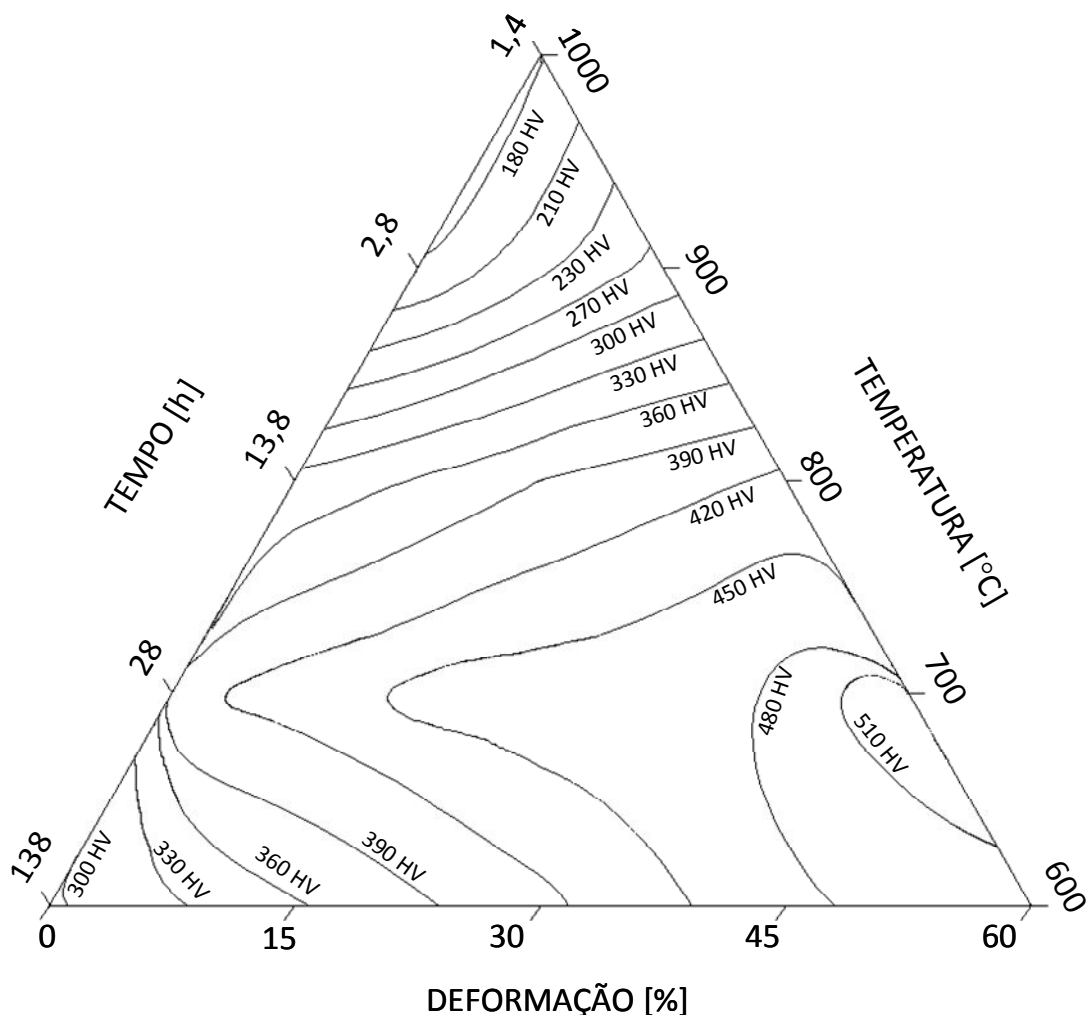


Figura 4.1 Diagrama triaxial da liga UNS N07718 solubilizada, deformada e envelhecida. As curvas representam regiões onde a dureza da liga varia entre os valores de duas linhas subseqüentes.

O interior do diagrama demonstra como a dureza da liga variou para um conjunto de parâmetros termomecânicos sendo que a subtração do valor máximo pelo mínimo de duas linhas subseqüentes apresenta uma variação constante para o diagrama da Figura 4.1 de 30 HV. Logo se tivermos um ponto entre duas linhas poderemos admitir que ele terá uma variação máxima de 30HV com relação ao valor medido. Esta variação pode ser alterada de diagrama para diagrama sendo que seu valor pode ser menor, sendo o limitante

deste processo, a quantidade máxima de linhas que permitirá o diagrama ainda ser legível devido as sobreposições de linhas que poderá ocorrer.

A Liga 718 por possuir uma estrutura do tipo CFC possui um alto grau de encruamento o que resulta em um aumento significativamente alto de dureza devido somente ao trabalho a frio. A Figura 4.2 representa os valores de dureza versus o percentual de deformação para as amostras 16, 17, 18, 19 e 20.

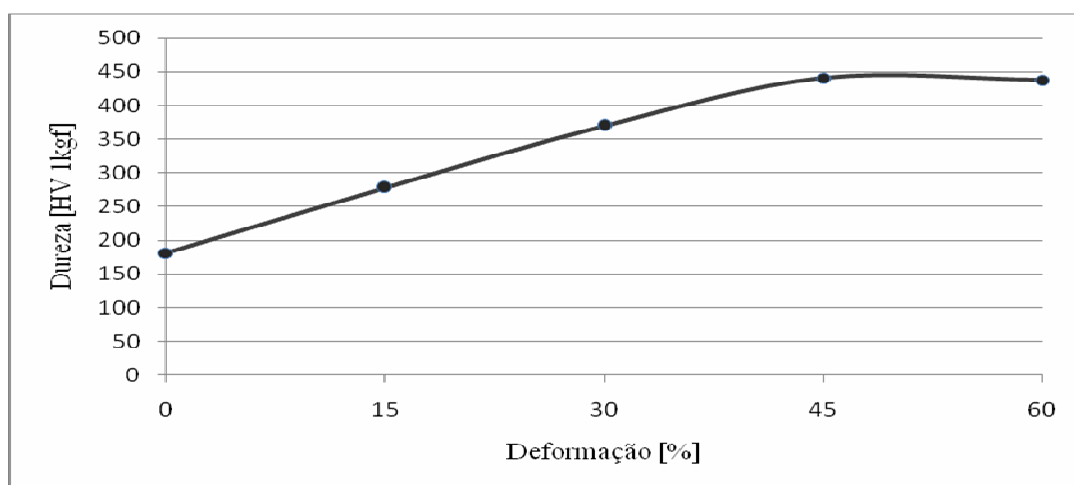


Figura 4.2 Relação entre a dureza devido a deformação de corpos de prova solubilizados para a liga UNS N07718.

A Figura 4.2 demonstra que o aumento de dureza é praticamente constante até a deformação da ordem de 45%. Uma causa possível para não haver um aumento de dureza após 45% é devido ao grande número de fissuras que é gerado no interior do material. Como pode ser visto na Figura 4.3 onde uma imagem de MEV revela grande quantidade de fissuras na amostra submetida a 60% de deformação.

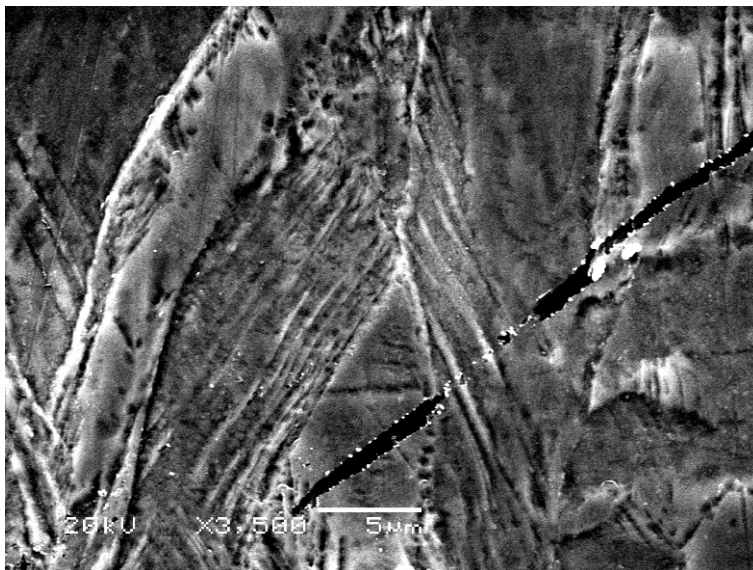


Figura 4.3 Fissuras formadas devido ao alto grau de deformação (60%) imposto ao material solubilizado. Imagem obtida por MEV.

Estas fissuras (originadas durante a deformação do corpo de prova) seriam responsáveis por, durante o ensaio de dureza, causar um aumento da área de indentação, pois neste caso há regiões “vazias” na matriz do material que poderão acomodar o indentador causando um aumento da área medida.

Como se vê, a liga 718 tem uma parcela muito significativa de dureza devido ao trabalho a frio. Sabe-se que este tipo de aumento de resistência tende a diminuir certas propriedades da liga como, por exemplo, sua ductilidade, logo esta parcela de endurecimento devido ao encruamento não deve ser tão grande que penalize sobre maneira a ductilidade da liga, por exemplo.

Uma maneira interessante de avaliar a efetividade do envelhecimento, quando há deformações envolvidas, seria pela subtração da dureza total da amostra obtida após a solubilização, deformação e envelhecimento pela dureza obtida pela amostra quando submetida somente à solubilização e a deformação. Esta relação poderia revelar o quanto de dureza efetivamente é obtida por meio do tratamento de envelhecimento quando a amostra apresenta-se sob um dado percentual de deformação. Esta quantidade efetiva de dureza obtida exclusivamente pelo tratamento de envelhecimento esta representada na Figura 4.4.

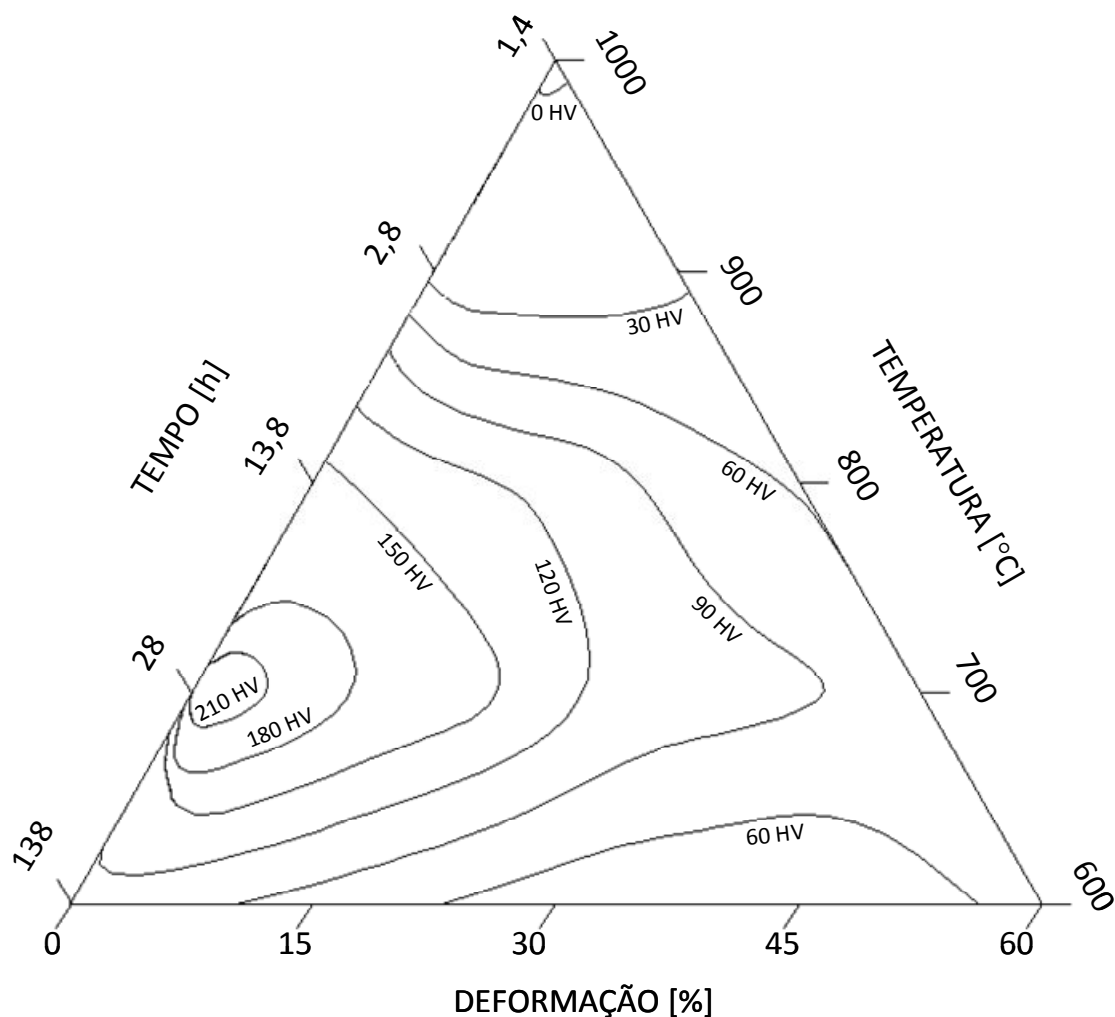


Figura 4.4 Dureza efetiva obtida pelo tratamento de envelhecimento. A dureza das amostras submetidas ao TTM é subtraída da dureza das amostras deformadas.

A Figura 4.4 diferencia-se de forma significativa da Figura 4.1, visto que naquela (figura 4.1) a maior magnitude da dureza se dá para regiões próximas a 45% de deformação, 700 °C e 1,4 horas. Este fato pode ser facilmente associado aos altos índices de encruamento que a liga apresenta, sendo que a parcela devida ao tratamento de envelhecimento é pequena para esta condição, pois, os tempos e temperaturas desta região não favorecem a formação de fases endurecedoras. Associado ainda o fato que a liga nestas regiões está com um alto grau de encruamento que é traduzido em um aumento de energia disponível devido as altas tensões internas geradas e o grande número de defeitos que podem propiciar a nucleação de fases incoerentes as quais possuem um baixo poder de

endurecimento.(MEYERS M.A., 1982) Em contrapartida a região de maior dureza na Figura 4.4 situa-se entre os valores de 0% de deformação, 700°C de temperatura e 28 horas de envelhecimento. Pode-se avaliar esta dureza como sendo devido exclusivamente ao tratamento de envelhecimento e neste caso a dureza máxima aproximada obtida é de 210 HV. Observa-se também que tanto para amostras submetidas a um aumento de deformação quanto para amostras submetidas a um aumento de temperatura a dureza máxima obtida diminui. Isto leva a crer que aquelas condições são as mais eficazes para o tratamento da liga 718. Este fato está de acordo com as normas aplicadas a esta liga e citadas anteriormente, pois elas especificam a temperatura de envelhecimento por volta de 700°C (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2004), (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS 2006). A Figura 4.5 apresenta uma compilação das informações anteriores.

A Figura 4.5 destaca pontos singulares nos diagramas sendo os valores que estão abaixo da região quadriculada. Pontos de máxima dureza e os pontos sob a região pontilhada os de menor dureza obtida pelo tratamento de envelhecimento é de interesse observar que a dureza obtida nesta região situa-se em torno de zero. Logo para esta região o tratamento de envelhecimento não agregou qualquer aumento de resistência às amostras permanecendo estas com a dureza obtida somente pelo processo de solubilização.

4.2 Precipitação de Fase δ em Função do TTM

A precipitação da fase δ deveria ser facilitada pelo aumento do nível de deformação imposta às amostras, porém para isso ser verdadeiro deve-se ter associado uma temperatura e tempo que permitam que haja uma efetiva difusão para formação da nova fase. Sem que haja este tempo e temperatura mínimos mesmo com alto grau de encruamento a liga não precipitará novas fases. Como mencionado anteriormente alguns pesquisadores como Liu W. C. e colaboradores realizaram ensaios que revelavam a grande dependência da fração de fase δ formada com o nível de encruamento, porém os ensaios realizados por tais pesquisadores não avaliaram temperaturas inferiores a 910°C (LIU W.C. et al, 1997). As condições de ensaio destes pesquisadores não prevêm se haverá alteração a cinética de precipitação da fase para temperaturas inferiores.

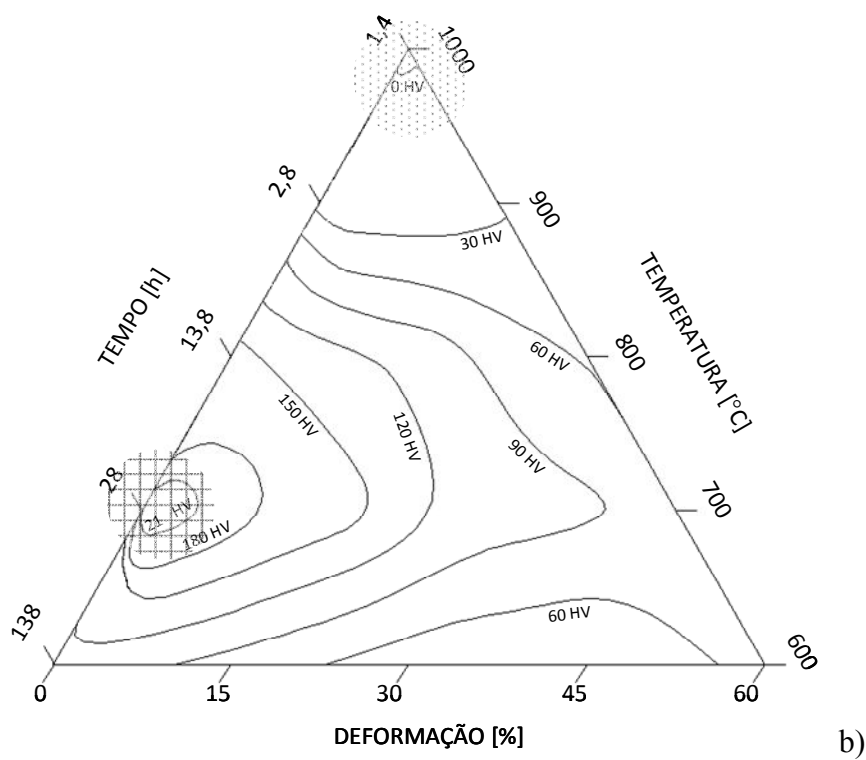
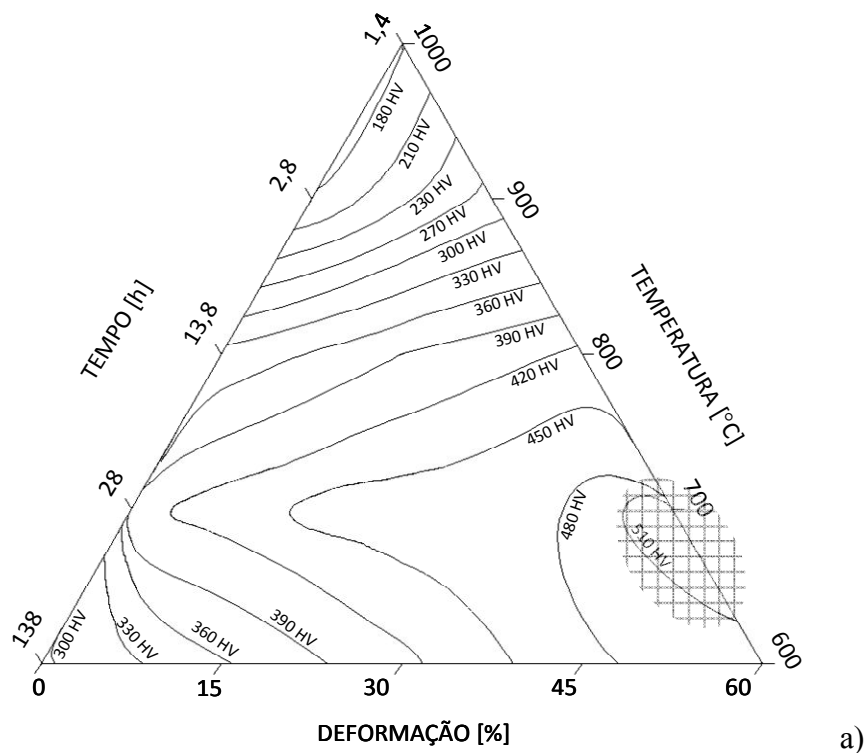


Figura 4.5 Diagramas triaxiais referente às durezas das amostras. O diagrama (a) refere-se à dureza obtida de amostras deformadas e envelhecidas, o diagrama (b) refere-se às durezas provenientes do tratamento térmico de envelhecimento somente. As regiões quadriculadas apresentam os maiores valores de durezas obtidos enquanto a região pontilhada apresenta o menor valor de dureza obtido no envelhecimento.

A Tabela 4.2 apresenta os valores das quantidades de fase δ de cada amostra que foi submetida ao TTM. Os valores menores que 0,01% são considerados zero quando *plotados* no seu diagrama triaxial correspondente.

Tabela 4.2 Quantidade de fase δ presente nas amostras de 1 a 15.

Amostra	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Deformação [%]	Fração volumétrica de fase δ [%]
1	138	600	0	<0,01
2	28	700	0	0,17
3	1,4	1000	0	<0,01
4	2,8	900	0	11,08
5	1,4	900	15	3,72
6	1,4	800	30	1,08
7	2,8	800	15	0,64
8	13,8	800	0	0,99
9	28	600	15	0,04
10	1,4	600	60	<0,01
11	1,4	700	45	0,07
12	2,8	700	30	0,33
13	2,8	600	45	<0,01
14	13,8	600	30	0,13
15	13,8	700	15	0,22

A partir dos dados obtidos pela análise de imagens e listados na coluna referente a fração volumétrica de fase δ da Tabela 4.2 pode-se *plotar* o diagrama triaxial representado na Figura 4.6. Esta representação da quantidade de fase δ possibilita ser feito algumas considerações sobre a precipitação desta fase.

Com respeito ao diagrama apresentado na Figura 4.6 pode ser observado que na região inferior do diagrama, para temperaturas inferiores a aproximadamente 750°C a fração de fase δ precipitada é inferior a 0,60% em volume. É esperado que para temperaturas inferiores a fração de precipitados diminua, pois a energia térmica ofertada ao processo de difusão é significativamente menor (AZADIAN 2004). A temperatura tem uma influência das mais profundas sobre os coeficientes e taxas de difusão, justificando desta forma o porquê da diminuta fração de fase δ precipitada nesta região mesmo que os corpos de prova desta região possuam altos graus de encruamento e/ou longos períodos de exposição à temperatura especificada, comparativamente aos corpos de provas restantes eles (corpo de provas situados em regiões de baixa temperatura) apresentam uma fração de precipitados quase que desprezível. É interessante observar que para a liga UNS N07718 a temperatura de trabalho máxima especificada, não deve ultrapassar 650°C (DU J. H. et al , 2006). O que esta de acordo com o observado pelo diagrama, pois mesmo em temperaturas que virtualmente não favoreçam a precipitação de fase δ , a longos prazos (milhares de

horas) esta precipitação até então desprezível poderá tornar-se crítica devido ao efeito cumulativo da precipitação.

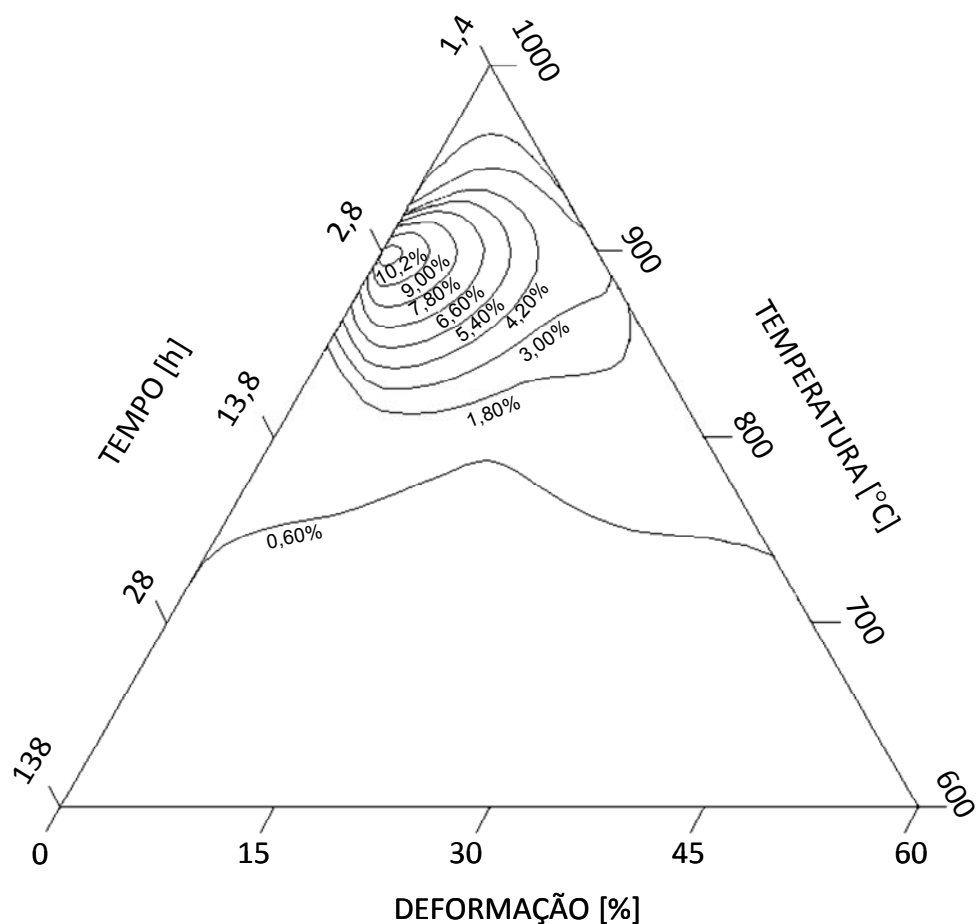


Figura 4.6 Diagrama representativo da Fração volumétrica de fase δ precipitada após o tratamento termomecânico da liga UNS N07718.

Por outro lado para temperaturas superiores a aproximadamente 750°C demonstra que já há energia suficiente para promover a difusão dos elementos formadores da fase δ logo o processo pode demonstrar a influencia que o encruamento representa. Nota-se que há um máximo de precipitação de 11,08% de fração volumétrica de fase δ na amostra submetida a 900°C, 2,8 horas e 0% de deformação. Observa-se que para temperaturas superiores a deste ponto singular há um decréscimo de precipitação, fato esperado devido a aproximação da temperatura da linha *solvus* da fase δ (SLAMA 2000).

Um aspecto interessante relacionado à região acima de 750°C esta no ponto de coordenadas 900 °C, 1,4 horas, 15% de deformação que apresenta uma fração de fase δ igual a 3,72%. Seria de se esperar que a fração de fase δ precipitada fosse igual ou superior a fração do ponto 900°C, 2,8 h, 0% de deformação se for observado somente que, a deformação imposta naquele é superior a imposta a esta. Aqui se estabelece uma relação não similar entre tempo e deformação. Há um aumento de 15% de deformação de um ponto para o outro, mas em contrapartida a uma redução de 1,4 horas entre os dois pontos que foi determinante para a queda da fração de fase δ precipitada. Logo pode ser observado que o encruamento da liga favorece a cinética de forma moderada (LIU W.C. 1997).

4.3 Eficiência no endurecimento da liga pelo TTM

O efeito deletério da fase δ frente à dureza da liga 718 fica mais evidente em temperaturas superiores a 750°C como pode ser visto pelas Figuras 4.4 e 4.6, onde a quantidade de fase δ formada é significativa. Para temperaturas inferiores a 750°C a quantidade de fase δ formada é relativamente pequena logo tem uma menor, ou mesmo nenhuma, influência na perda de dureza da liga. A Figura 4.7 assinala a menor eficiência do tratamento térmico de envelhecimento em duas direções preferenciais. Onde a seta um indica a perda de eficiência devida a efeitos outros que a formação da fase δ . Dentre eles poderíamos citar uma recuperação parcial da estrutura e formação de precipitados incoerentes com a matriz, dada a grande quantidade de possíveis pontos de nucleação heterogênea. Poderá haver um aumento do tamanho médio dos precipitados, mas sendo estes ainda muito pequenos para serem avaliados pela técnica de MEV, não foram observados nas amostras analisadas (MEYERS M. A., 1982).

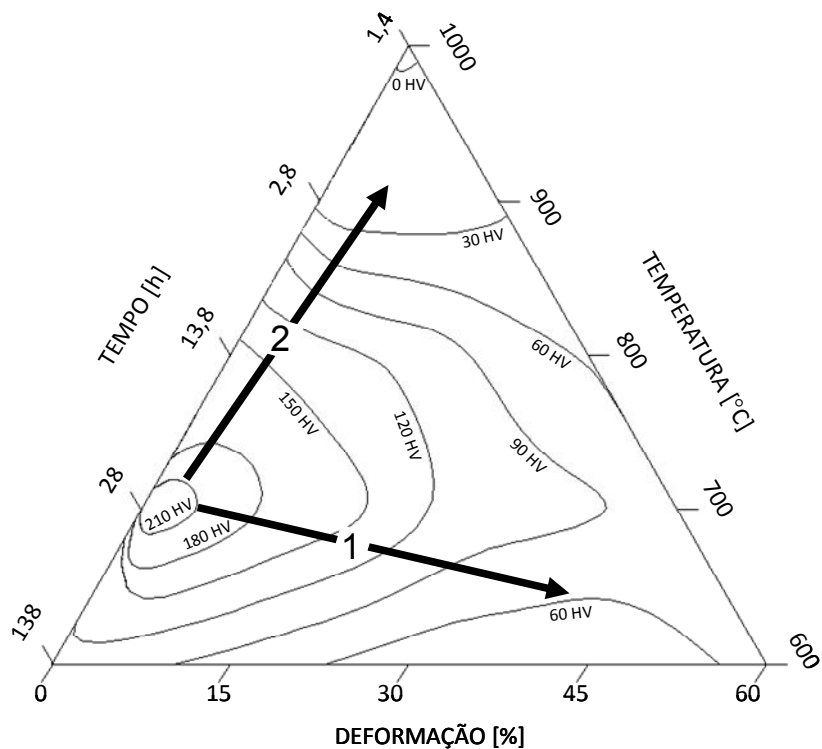


Figura 4.7 Diagrama representando a dureza devido ao envelhecimento onde as setas 1 e 2 representam duas direções preferenciais onde há significativa perda de eficiência do tratamento térmico de envelhecimento.

O fato que é de interesse direto deste trabalho está relacionado a perda de eficiência do envelhecimento que é indicado pela seta dois pois nesta direção é possível a mensuração da quantidade de fase δ precipitada pelas técnicas aplicadas a este trabalho: MEV e microscopia ótica. É facilmente observável que com um aumento da fase δ precipitada há uma redução de dureza da liga associada diretamente a uma menor efetividade do tratamento térmico de envelhecimento, devido a precipitação da fase δ durante o período de envelhecimento em detrimento da fase endurecedora e coerente γ'' (LU O., 1999). Concomitante ao mecanismo de amolecimento da liga pela formação da fase δ e logo menor fração de γ'' coerente é de se esperar que outros fenômenos metalúrgicos atuem de forma semelhante aos comentados anteriormente.

4.4 Aplicação dos diagramas triaxiais

Uma possível aplicação dos diagramas triaxiais desenvolvidos neste trabalho pode ser dada por um exemplo, onde se deseja obter em um componente as seguintes propriedades: Dureza igual a 400HV e quantidade máxima de fase δ aceitável de 0,60%.

Por meio de uma rota convencional, ou seja, somente tratamento térmico sem aplicação de um trabalho a frio os parâmetros possíveis para se obter tais propriedades seriam: Deformação de 0%, o que caracteriza uma rota convencional, Temperatura de aproximadamente 710°C e Tempo de 26 horas. Como pode ser visto pelas Figuras 4.8 (a) e (b).

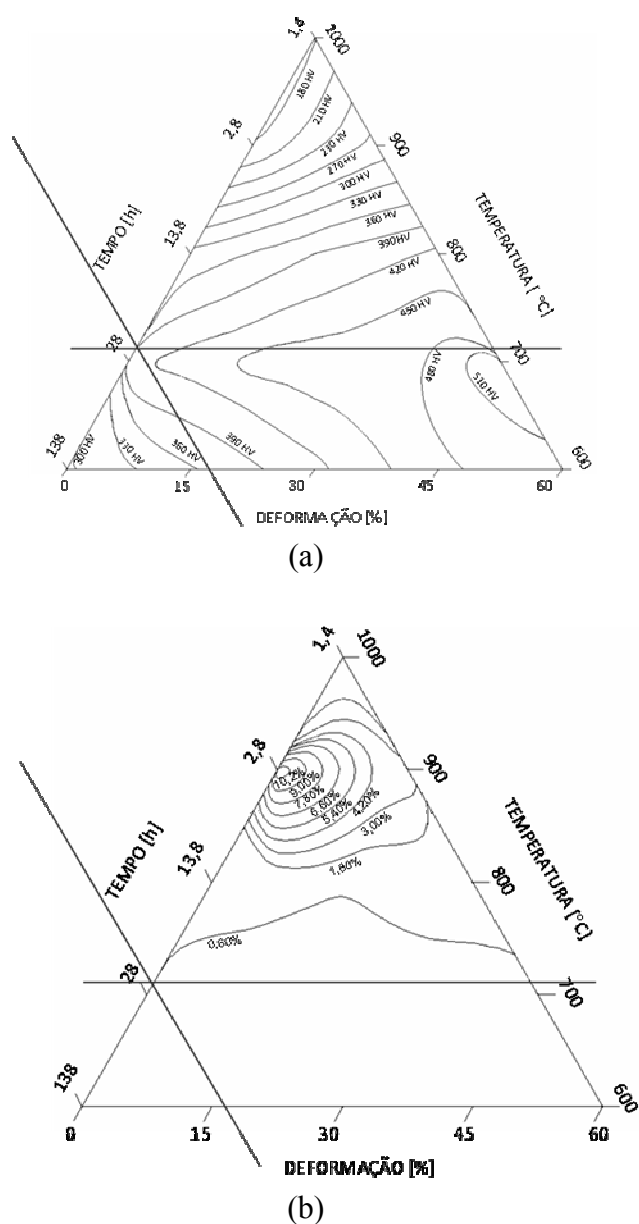


Figura 4.8 (a) Diagrama representativo da dureza da liga 718, a intersecção das linhas indicam uma possível região onde há possibilidade de se obter a dureza desejada e também indicam os parâmetros do tratamento térmico convencional. (b) Diagrama representativo da quantidade de fase δ , a intersecção das linhas indicam uma possível região onde ainda é possível obtermos a quantidade de fase δ dentro do limite especificado para o tratamento térmico convencional.

Uma rota alternativa que ainda possibilite a obtenção das propriedades requeridas poderia ser desenvolvida agora por um tratamento combinado onde um certo nível de trabalho a frio (deformação) é imposto a amostra antes do envelhecimento.

Como pode ser visto na Figura 4.9 (a) e (b) os parâmetros do envelhecimento com uma deformação prévia de 15% aplicada a amostra mudam consideravelmente. Passando de 710°C para 785°C e de 26 horas de permanência em forno para 5 horas, para se obter as mesmas propriedades de dureza e quantidade de fase δ .

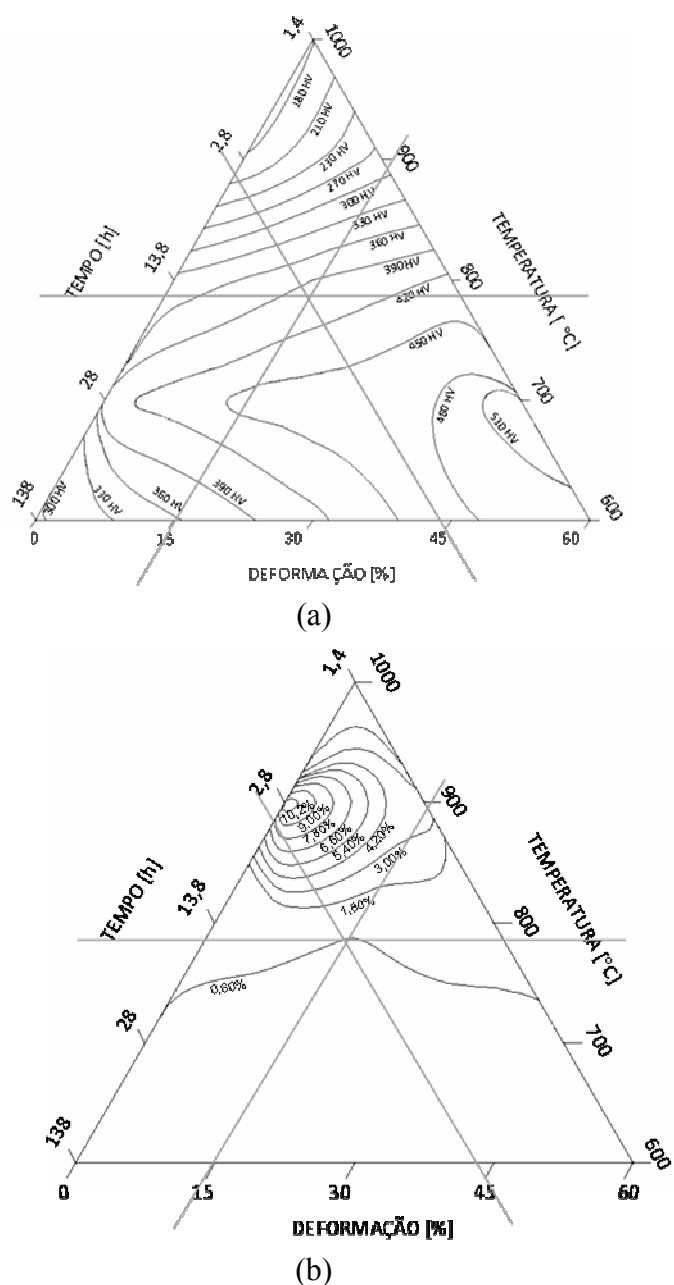


Figura 4.9 (a) Diagrama triaxial representativo da dureza. (b) Diagrama triaxial representativo da quantidade de fase δ para tratamento combinado com 15% de deformação.

Observa-se que o ganho de tempo de forno obtido com a aplicação desta deformação é por volta de quatro vezes quando comparado com o tempo para o tratamento convencional. O aumento somente da temperatura de 710°C para 785°C não atenderia os pré-requisitos de dureza e quantidade máxima de fase δ simultaneamente, sendo este ganho de tempo de tratamento influenciado sobremaneira pela deformação imposta anteriormente.

A utilização dos diagramas triaxiais apresenta-se como uma ferramenta que poderá auxiliar no desenvolvimento de rotas alternativas para tratamentos térmicos com ganhos significativos nos processos produtivos da liga UNS S07718.

5. CONCLUSÕES

Através da quantificação da fração volumétrica de fase δ por meio da análise de micrografias obtidas por MEV de corpos de prova da liga UNS N07718 submetidos ao TTM e da avaliação da dureza das amostras foi possível desenvolver diagramas triaxiais destas propriedades podendo-se então concluir que:

A representação dos dados obtidos pelo TTM pode ser representada de forma condensada em diagramas tipo triaxiais, possibilitando extrair informações do TTM sob uma ótica diferenciada da tradicional.

Para temperaturas próximas a 750°C mesmo que haja grandes níveis de deformação associados não houve precipitação significativa (>0,60%) de fase δ para os tempos avaliados neste estudo.

A diminuição do efetivo aumento de dureza propiciado pelo envelhecimento pode não estar associado exclusivamente a formação de fases do tipo δ , principalmente para temperaturas inferiores a aproximadamente 750°C estando este mais relacionado com o mecanismo de recuperação.

O aumento do trabalho a frio na liga 718 reduz a eficiência do tratamento térmico de envelhecimento para temperaturas inferiores a 750°C sendo a parcela mais significativa aquela relacionada com o encruamento da liga.

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Desenvolver diagramas triaxiais referentes a outras propriedades da liga UNS S07718, tais como : Ductilidade, Limite de resistência, Limite de ruptura.

Desenvolver diagramas triaxiais para outras ligas passíveis de envelhecimento afim de avaliar a correlação com a liga estudada e estabelecer similaridades dos fenômenos.

Avaliar a eficácia prática dos diagramas.

7.0 REFERÊNCIAS

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API 6A718**: Specification of Nickel base Alloy 718 (UNS N07718) for Oil and Gas Drilling and Production Equipment. Washington, D.C., 2004.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM B 637**: Precipitation-Hardening Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for High-Temperature Service. Philadelphia, PA, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E9**: Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. Philadelphia, PA, 1989.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM E92**: Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials, PA, 1982.

ANTON D. L.; SHAD D. M. **High Evolution of Topologically Close Packed Intermetallics**, Mat. Sci. and Eng. V. A 153. p 410, 1992

ASKELAND D.R. **The science and Engineering of Metals**, 3 ed. London, Chapman and Hall, p 854. 1996

AZADIAN S. et al. **Precipitation in Spray-Formed IN 718**, Superalloy 718, 625 and Various Derivatives , Loria E.A., Minerals; Metals & Materials Society, p. 617 – 626, 2001.

AZADIAN S.; WEI L-Y.; WARREN R. **Delta Phase Precipitation in inconel 718**, Materials Characterization. Vol. 53, p. 7-16, 2004.

BOESCH W.J.; CANADA H.B. J Metals 21 (10):34, 1969

CAID. et al. **Dissolution kinetics of δ Phase and its Influence on the Notch Sensitivity of Inconel 718**, Materials Characterization, vol. 58, p. 220-225, 2007.

COLLIER J.P. et al. Met Trans A 19: 1657, 1988

COLLIER J.P. et al. **The Effect of Varying Al, Ti, and Nb Content on the Phase Stability of Inconel 718**, Metallurgical Transactions A, Vol. 19A, p. 1657-1966, 1988.

DE FONTAINE D. Solid State Physics, vol. 34, p. 73-274, 1979

DELEUME J.; CLOUÉ J-M.; ANDRIEU E. **Influence of δ Phase Precipitation on the Stress Corrosion Cracking Resistance of Alloy 718 in PWR Primary Water**. Journal of Nuclear Materials. 382. p 70-75, 2008

DESVALLÉES Y. et al. **Delta Phase in Inconel 718: Mechanical Properties and Forging Process Requirements**. Superalloy 718 – metallurgy and Applications . Warrendale, PA: Minerals, Metals & materials Society; p. 281, 1994.

DEVAUX A. et al. **Gamma Double Prime Precipitation Kinetic in Alloy 718**, Materials Science and Engineering A 486, p. 117-122, 2008

DU J. H. et al. **Microstructure and Mechanical Properties of Novel 718 Superalloy**. Acta Metall. Sin. Vol. 19 No 6 p 418-424, 2006

DUTRA JÚNIOR, Antonio Teodoro. **Efeito da Adição de Elementos Ternários na Microestrutura e Propriedades do Composito In Situ Ni-Ni₃Si**. Dissertação. Departamento de engenharia de materiais: Universidade Estadual de Campinas, 2002.

FUKUYAMA S. et al. Soc. Mater. Sci. Jpn., vol. 40, p 736, 1991

GHOSH S.; YADAV S.; DAS G. **Study of Standard Heat Treatment on Mechanical properties of Inconel 718 Using Ball Indentation Technique**. Materials Letters 62. p 2619-2622. 2008

GIRGIS K. **Structure of Intermetallics Compounds**, Physical Metallurgy, 3 ed. Amsterdam: Elsevier Science Publisher, p. 219, 1983

HAUSSERMANN U. NESSPER R. **Structural Stability of Networks in Main Group Intermetallics**, J. of Alloys and Compounds, v. 218, p. 244, 1995

HUANG Y.; LANGDON T.G. **The Evolution of Delta-Phase in a Superplastic Inconel 718 Alloy**, J Matter Sci, Vol. 42, p. 421–427, 2007

KIRMAN I.; WARRINGTON D.H. Metall. Trans., vol. 5, p. 53-143, 1974

- KUSABIRAKI K.; TSUTSUMI T.; SAJI S. **Effects of Cold Rolling and Annealing on the Structure of γ'' Precipitates in a Ni-18Cr-16Fe-5Nb-3Mo Alloy**. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 30A, p. 1923-1931, 1999
- LIU C.T.; STIEGLERT J.O.; FROES F.H. **Ordered Intermetallics**. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials Vol. 2. 10 edição. , Metals Handbook, ASM International. Materials Park, OH. p 911-942,1990.
- LIU L. et al. **Effects of Precipitation Phases on the Hydrogen Embrittlement Sensitivity of Inconel 718**. Science and Technology of Advanced Materials 3 . p 335 – 344, 2002.
- LIU L. et al. **Study of the Effect of δ Phase on Hydrogen Embrittlement of Inconel 718 by Notch Tensile Tests**, Corrosion Science, vol. 47, p. 355-367, 2005.
- LIU W.C. et al. **Relationship Between the Lattice Constant of γ Phase and the Content of δ Phase, γ'' and γ' Phases in Inconel 718**. Scripta Materialia, Vol. 37, No 1, p. 59-64, 1997a.
- LIU W.C. et al. **The Influence of Cold Rolling on The Precipitation of Delta Phase in Inconel 718 Alloy**, Scripta Materialia, Vol. 37, No. 1, p. 53-57, 1997b.
- LU O. HAZ Micro structural evolution in Alloy 718 After Multiple Repair and PWHT Cycles, Ohio, State University , 1999.
- MEYERS M. A. **Princípios de Metalurgia Mecânica**, Ed. Edgard Blucher, 1982.
- MILLER M.K.; BABU S.S.; BURKE M.G. **Intragranular Precipitation in Alloy 718**. Materials Science and Engineering A270 p. 14-18, 1999.
- RIBEIRO MIRANDA, Marcus Aurélio. **Quantificação das Fases Austenítica e Ferrítica no Aço Inoxidável Duplex Submetido a Vários Tratamentos Térmicos**. Centro de Ciências: Universidade Federal do Ceará, 2004.
- MUZIKA D.R. **The Metallurgy of Nickel-Iron Alloys**, The Superalloys. Wiley-Interscience Publication, New York, 1972.
- PADILHA A.F. **Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades**, Ed. Hemus, p. 121 – 180, 2000.

PEARSON W.B.A. Handbook of Lattice Spacing and Structure of Metals and Alloys, Pergamon Press Ltd, London, p. 85, 1964.

PÉREZ, J.G. **PERIGEO Versión 1.92 Beta**, Disponível em:

<http://www.bibliopia.com/perigeo>. Acesso em 15 de outubro de 2009.

RAMASWAMY V.; SWANN P.R.; WEST D.R.F. J. Less-Comm. Metals, vol. 27, p. 17-26, 1972.

RASBAND, W. **Image J documentation**. Disponível em:

<http://rsb.info.nih.gov/ij/docs/index.html>. Acesso em 27 de setembro 2008.

SINGH R.P. et al. **Superalloys 718, 625 and Various Derivatives**, eds. E.A. Loria, TMS, 205, 1991.

SLAMA C.; ABDLLAOUI M. **Structural Characterization of the Aged Inconel 718**, Journal of Alloys and Compounds 306, p. 277-284, 2000

STOLLOF N.S. **Wrought and P/M Superalloys**. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys Vol. 1. 10 edição. , Metals Handbook, ASM International. Materials Park, OH. p 950-980,1990.

SUNDARARAMAN M.; MUKHOPADHYAY P.; BANERJEE S. **Precipitation of the δ -Ni₃Nb Phase in Two Nickel Base Superalloys**. Metallurgical Transactions A. Volume 19A. p 453-465,1988.

TURNBULL A. et al. Metall. Trans., Vol. 23A, p 3231, 1992

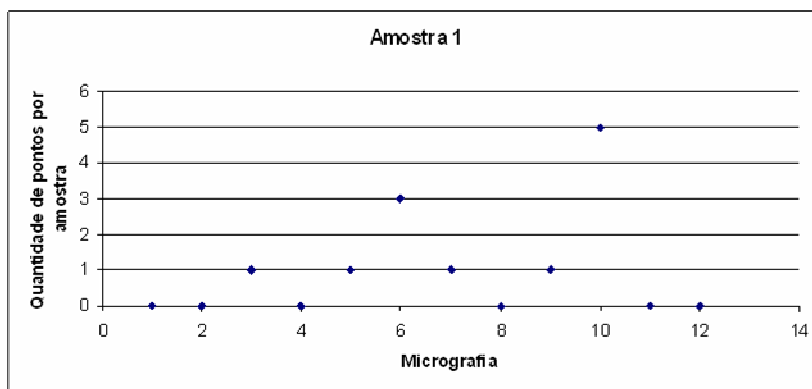
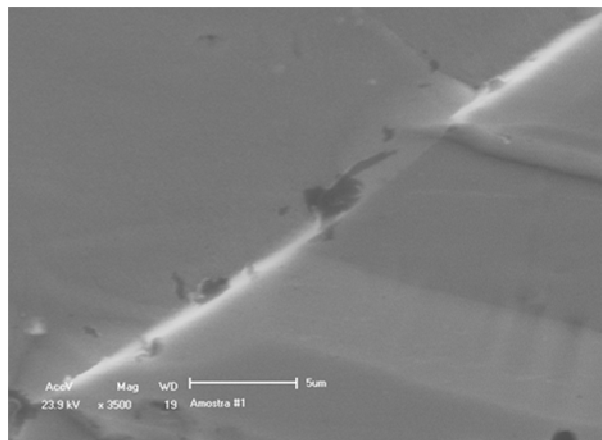
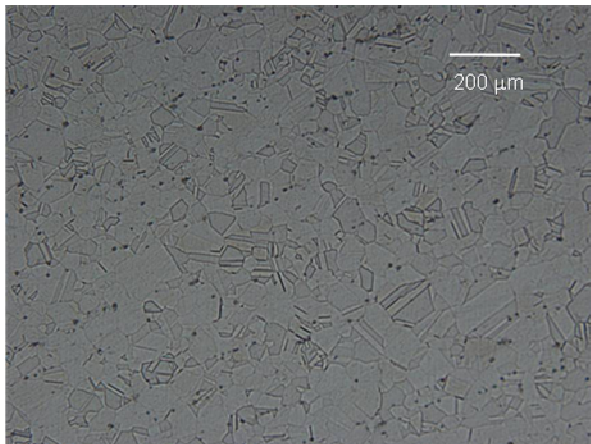
VANDER VOORT G. F.; JAMES H. M. **Wrought Heat-Resistant Alloys**. Metallography and Microstructures Vol. 9. 9 edição., Metals Handbook, ASM International. Materials Park, OH. p 305-329, 1985.

WESTBROOK J.H.; FLEISCHER R.L. **Intermetallic Compounds: Principles and Practice**, Chichester-England: John Willey and Sons. V. 1, p.771, 1994.

YANG L.; et al. **Superalloys 718, 625, 706 and various derivatives**. Loria EA. The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, p 353, 1997.

ANEXO I
CARACTERÍSTICA MICROESTRUTURAL E
ANÁLISE DOS DADOS

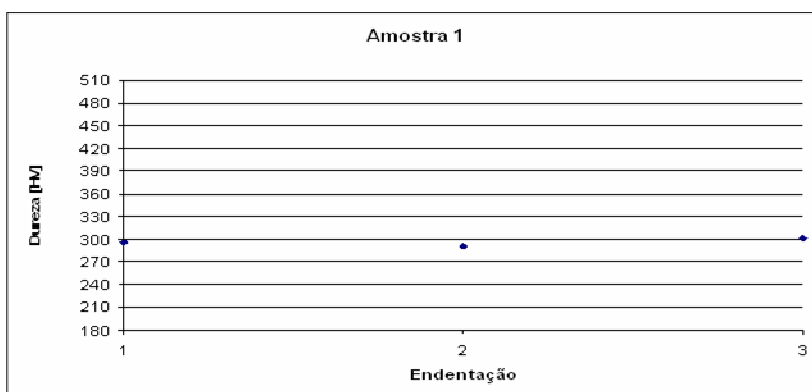
AMOSTRA 1



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $(\text{Média da quantidade de pontos por amostra}) / (\text{Total de pontos da malha}) * 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra:

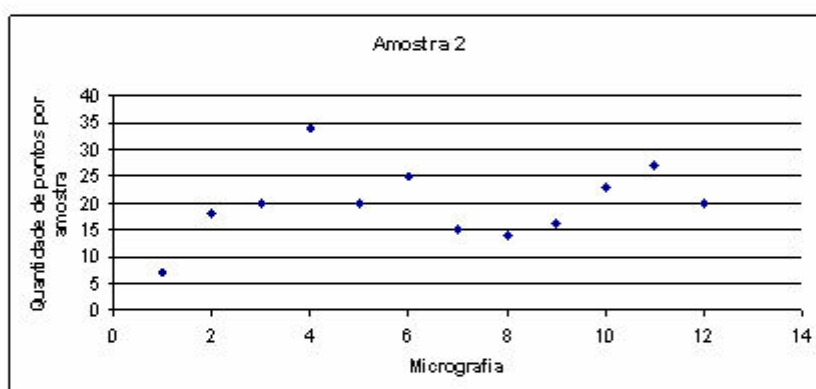
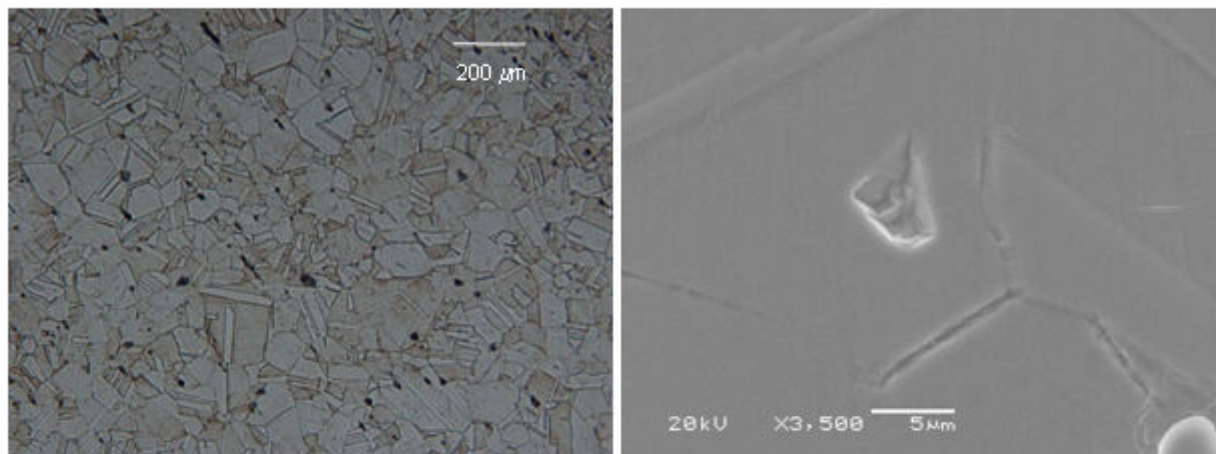
< 0,01%



Dureza média da
 amostra:

295 HV

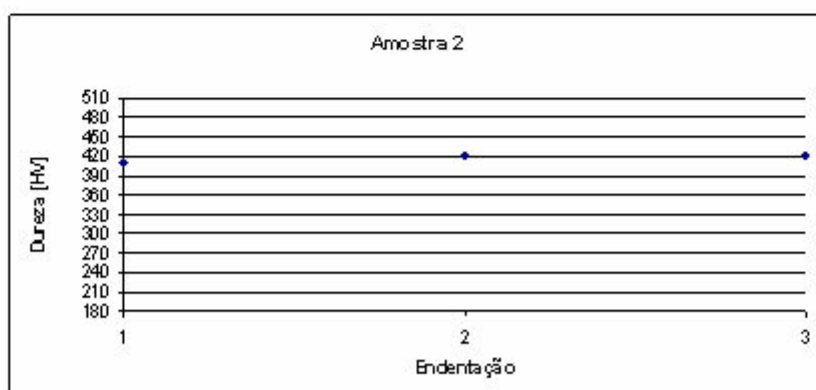
AMOSTRA 2



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

0,17%

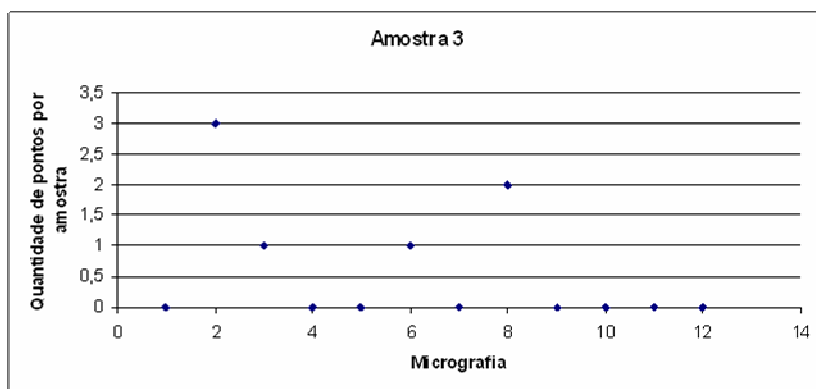
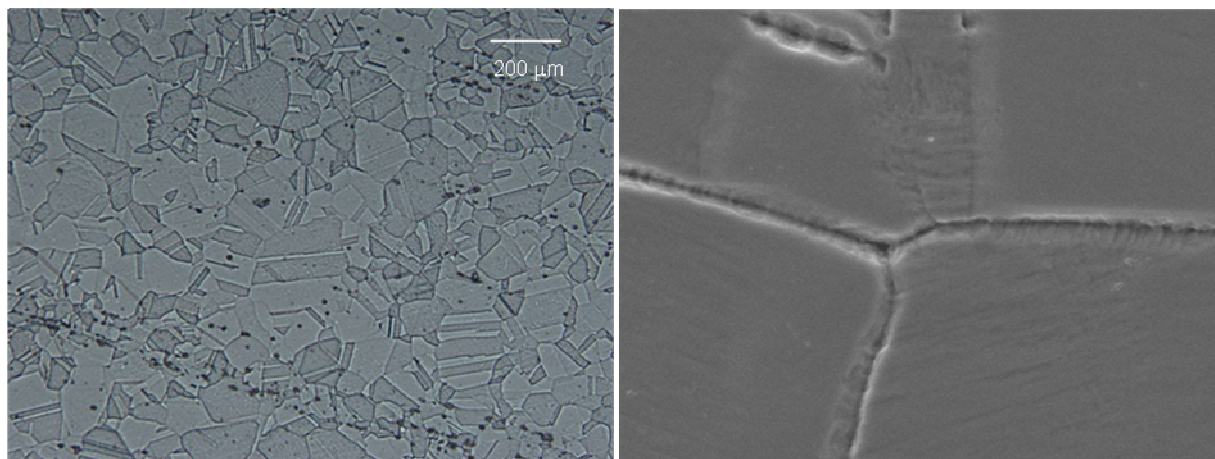
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}}\right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

417 HV

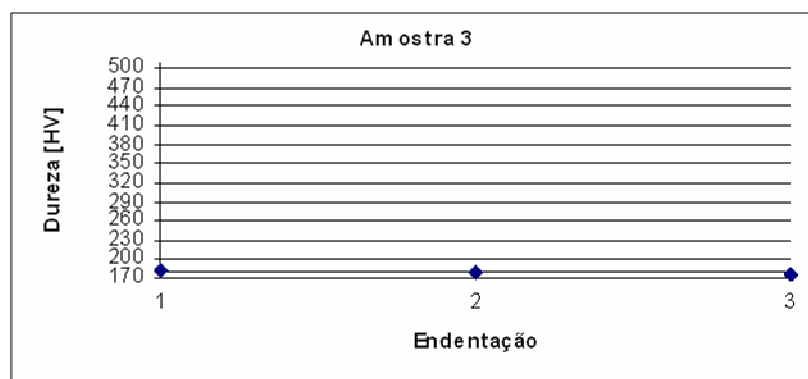
AMOSTRA 3



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $(\text{Média da quantidade de pontos por amostra}) / (\text{Total de pontos da malha}) * 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

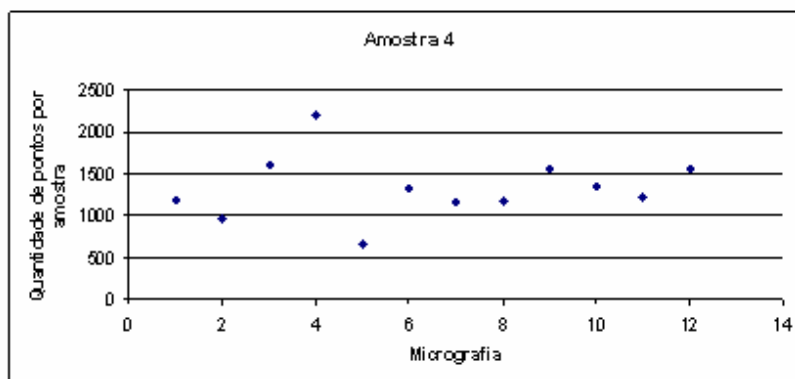
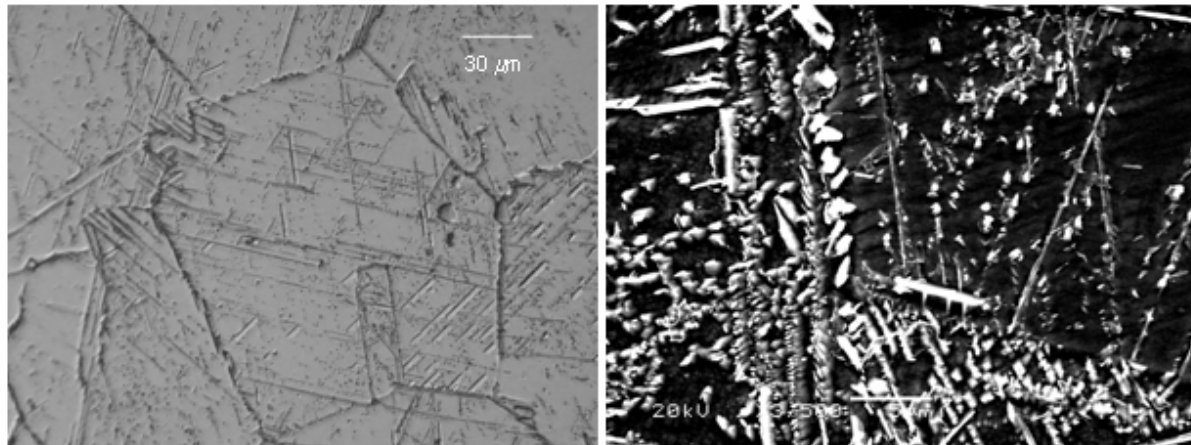
< 0,01%



Dureza média da amostra:

178 HV

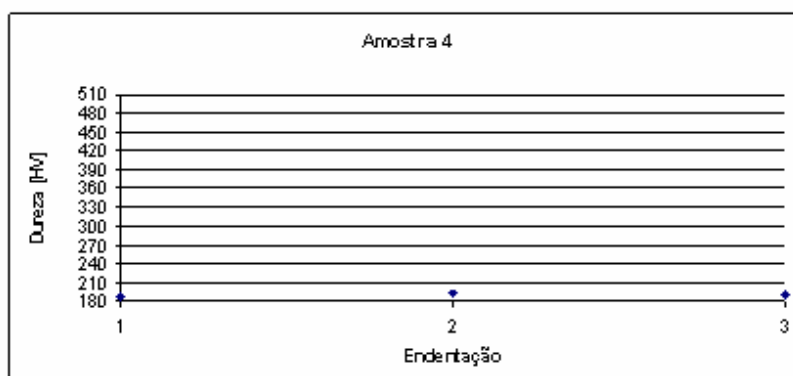
AMOSTRA 4



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

11,08%

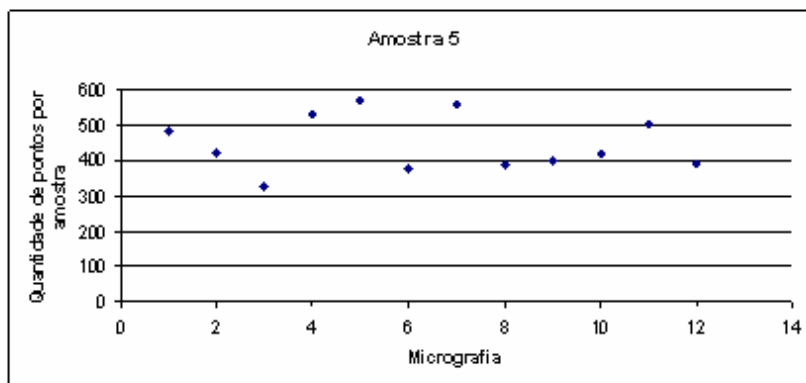
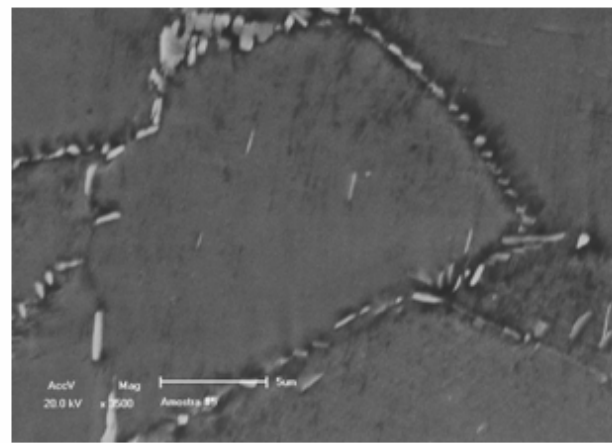
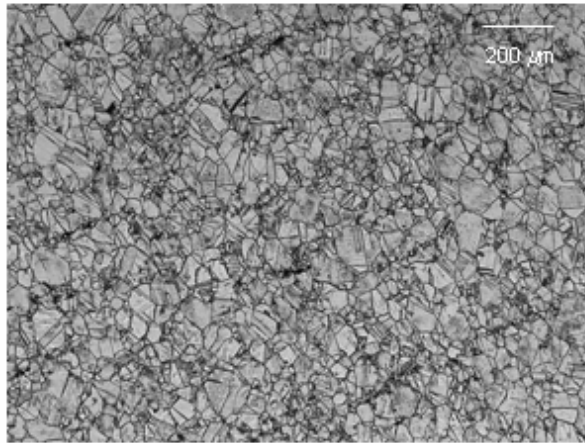
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $(\text{Média da quantidade de pontos por amostra}) / (\text{Total de pontos da malha}) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

190 HV

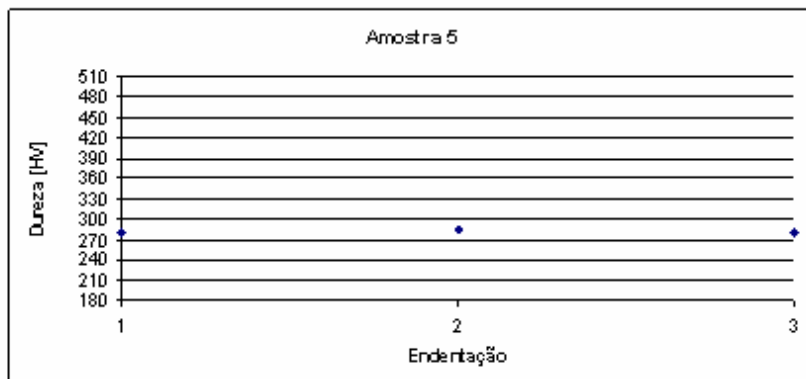
AMOSTRA 5



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}} \right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra:..

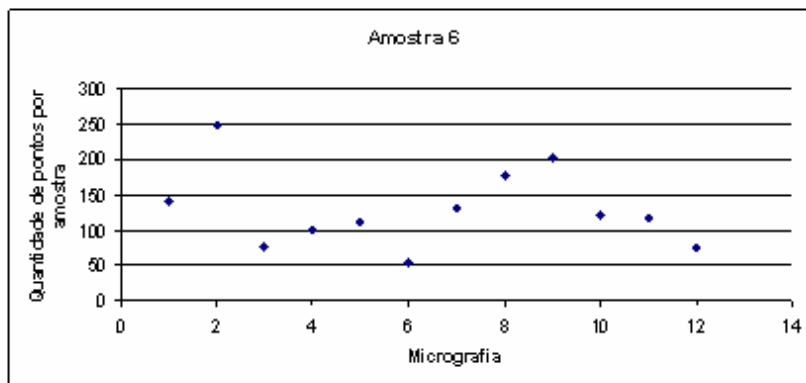
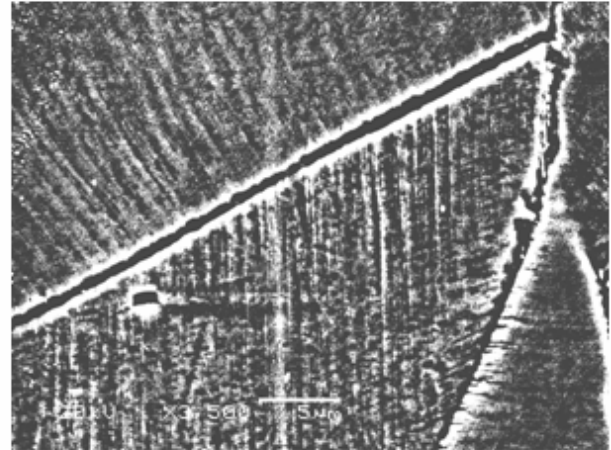
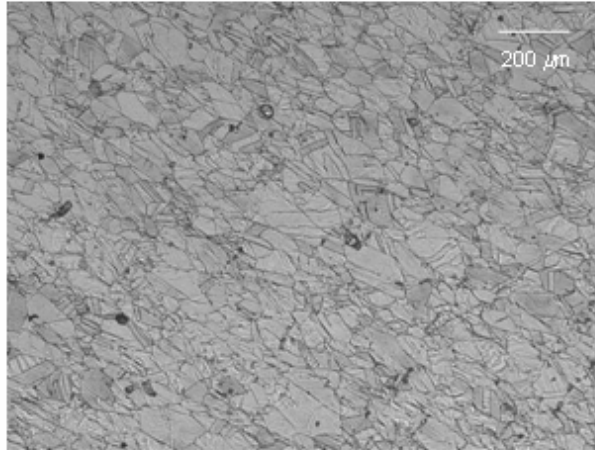
3,72%



Dureza média da
 amostra:

281 HV

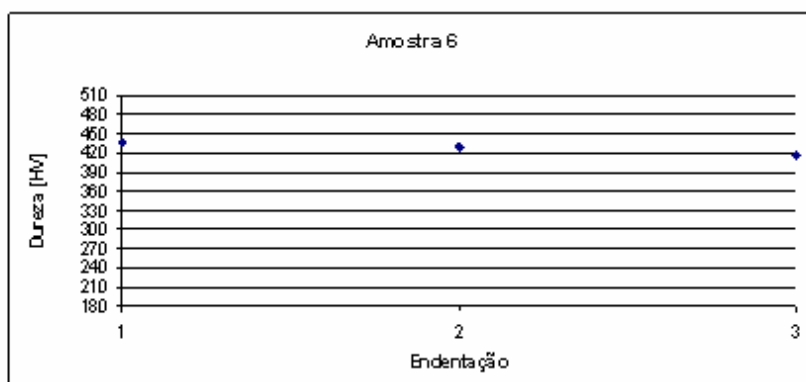
AMOSTRA 6



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

1,08%

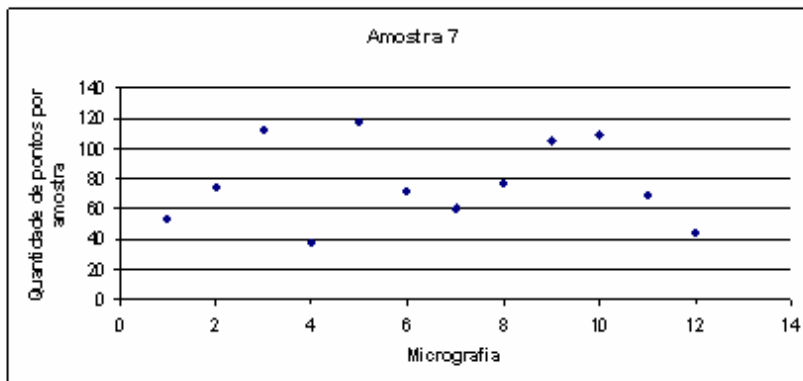
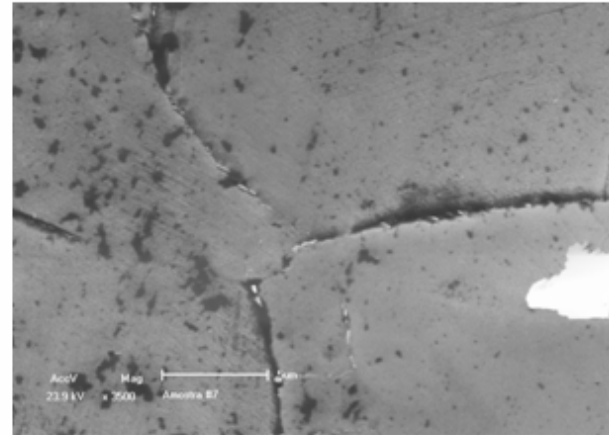
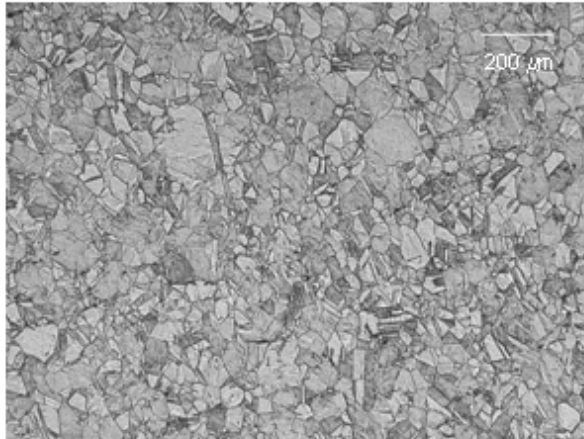
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}} \right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

427 HV

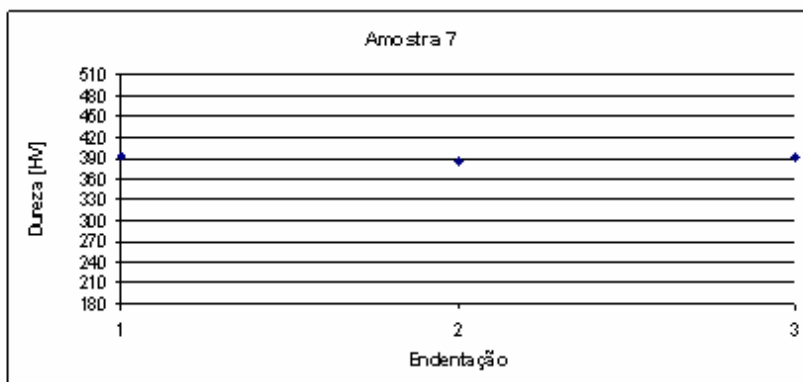
AMOSTRA 7



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}} \right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra: .

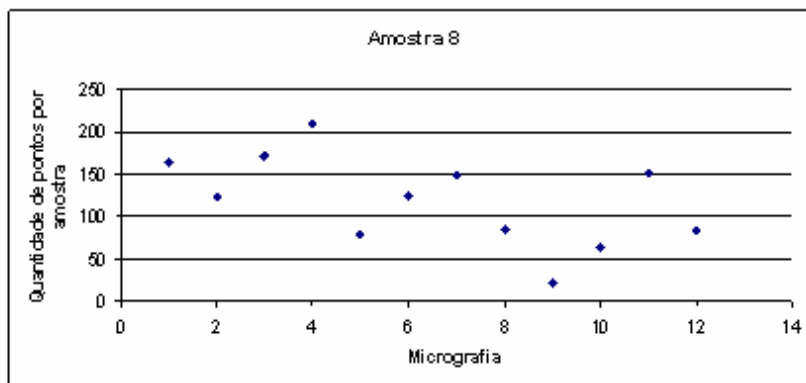
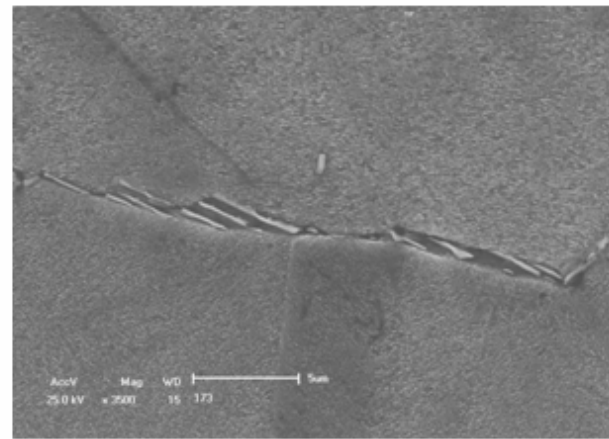
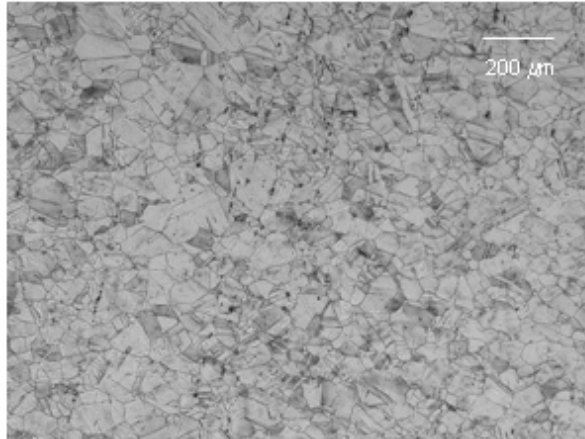
0,64%



Dureza média da
 amostra:

390 HV

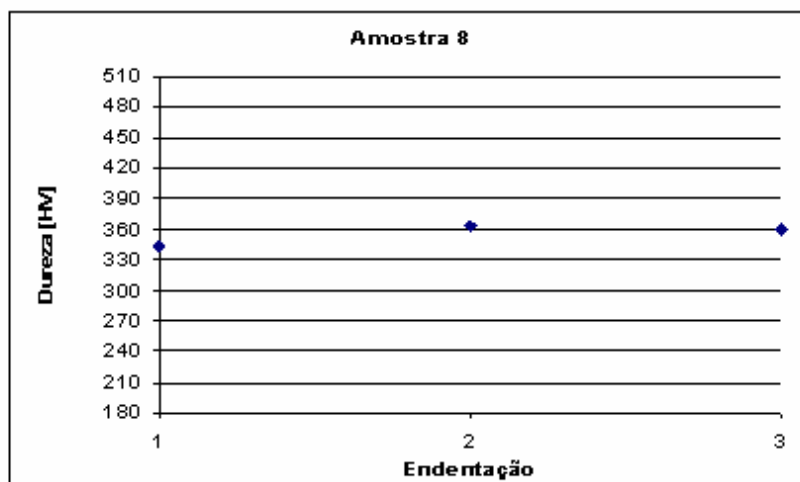
AMOSTRA 8



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}}\right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra:..

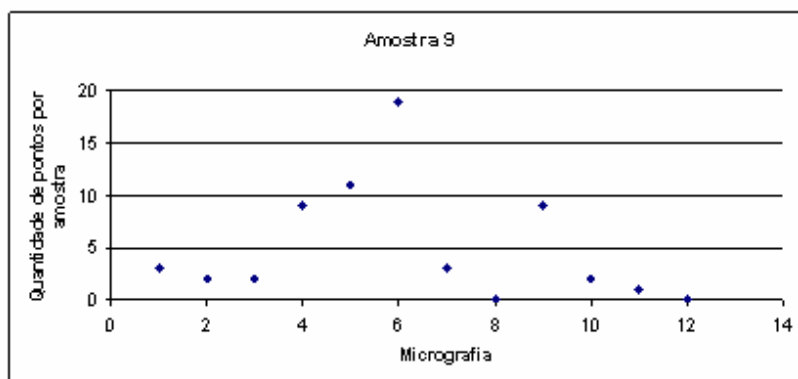
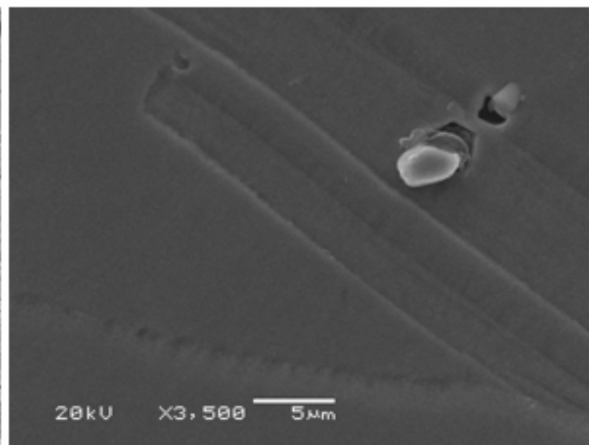
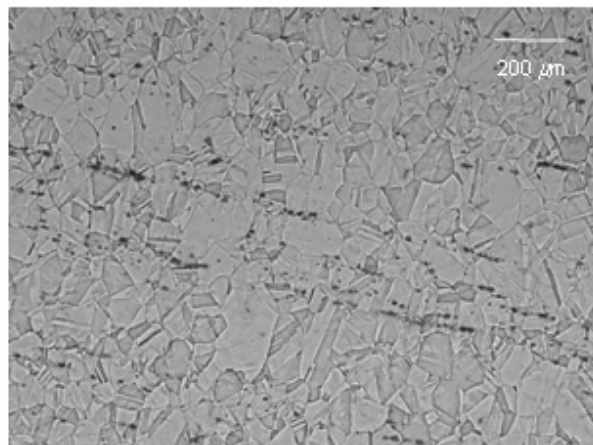
0,99%



Dureza média da
 amostra:

339 HV

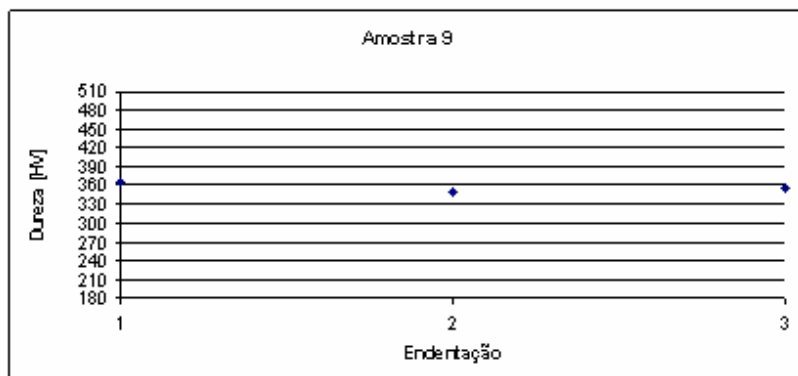
AMOSTRA 9



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}} \times 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra:

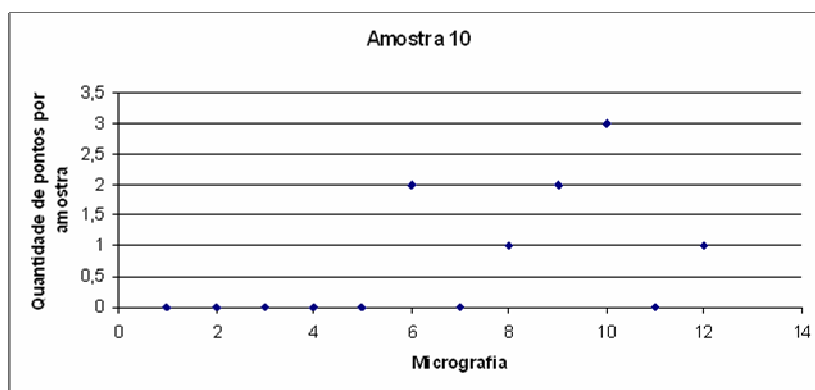
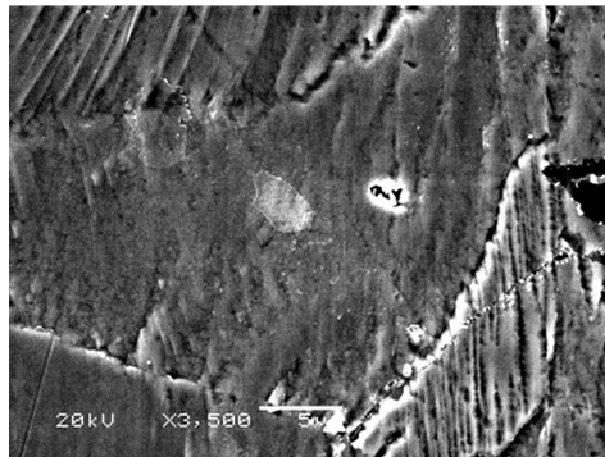
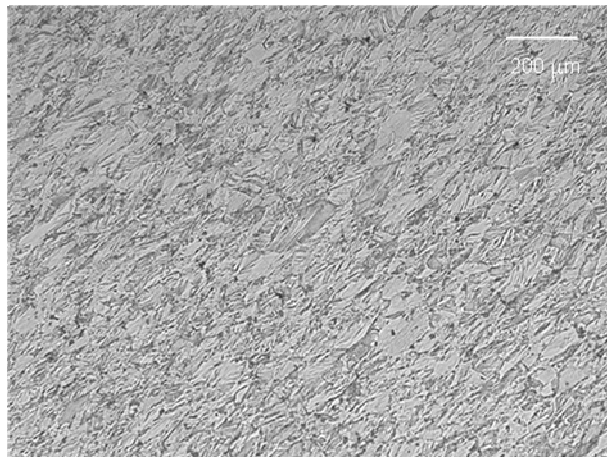
0,04%



Dureza média da
 amostra:

357 HV

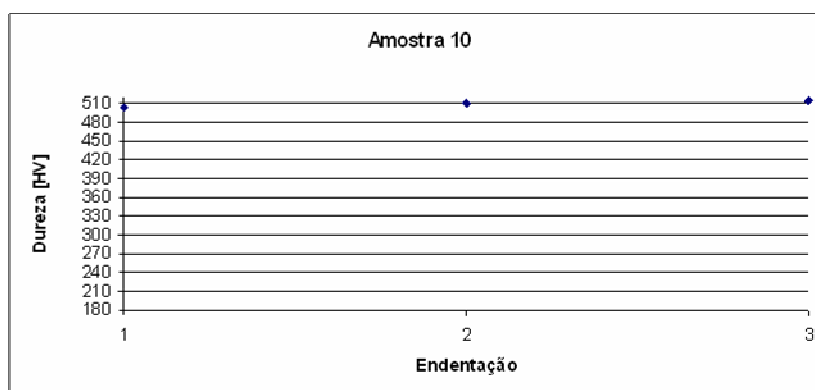
AMOSTRA 10



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\left(\frac{\text{Média da quantidade de pontos por amostra}}{\text{Total de pontos da malha}} \right) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065

Fração volumétrica
 média de fase δ
 presente na amostra:

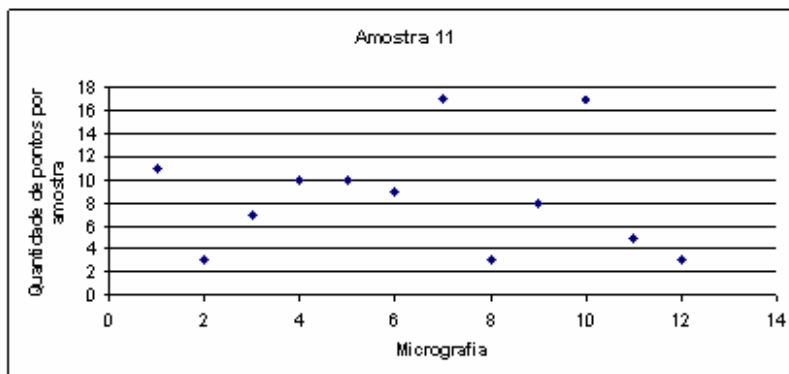
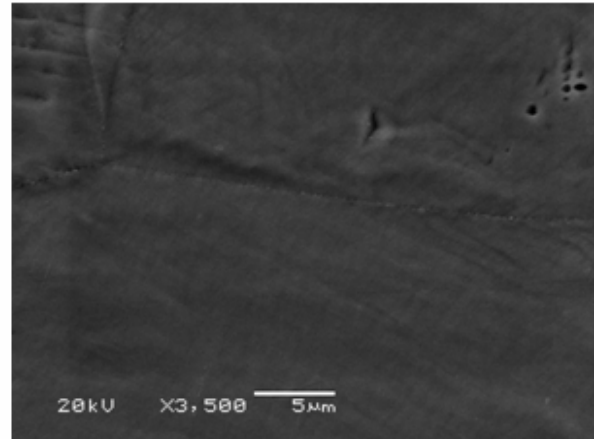
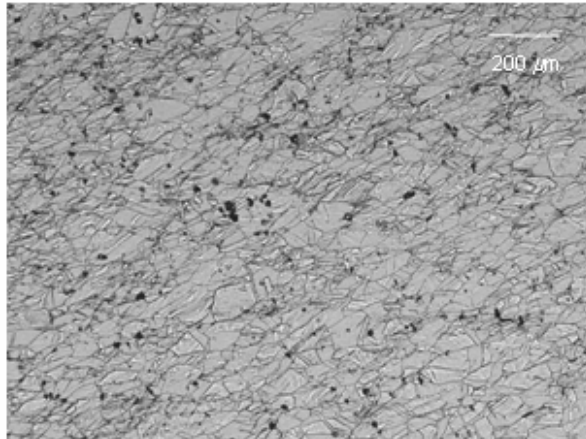
< 0,01%



Dureza média da
 amostra:

508 HV

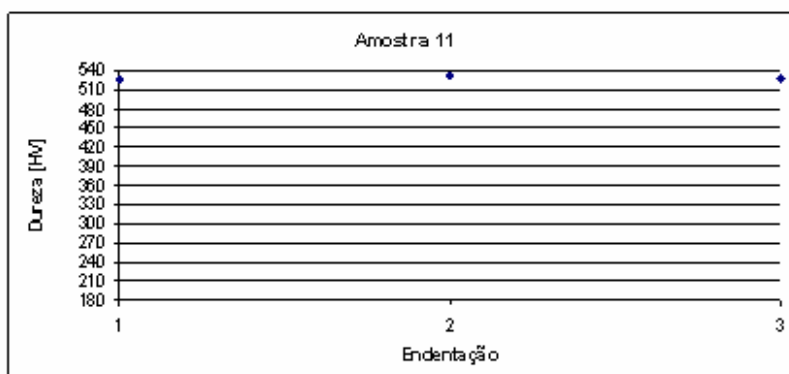
AMOSTRA 11



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

0,07%

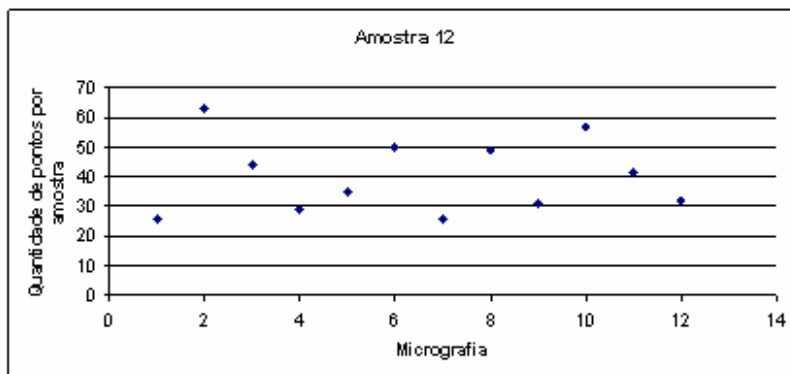
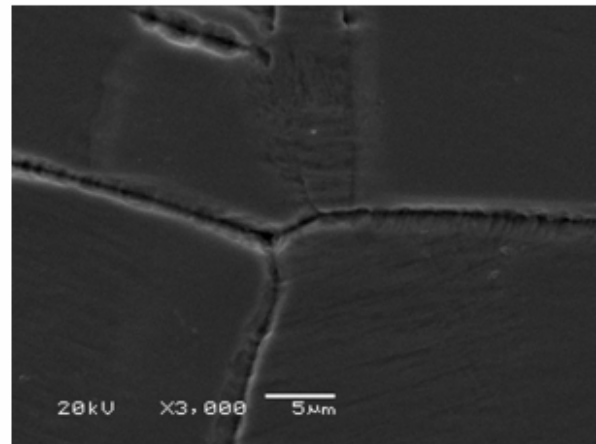
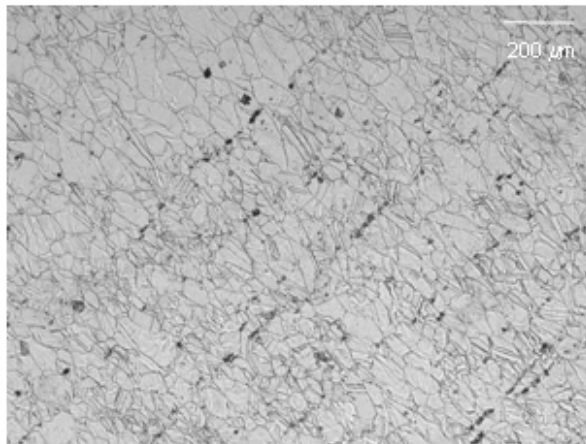
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\frac{(\text{Média da quantidade de pontos por amostra})}{(\text{Total de pontos da malha}) \cdot 100}$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

528 HV

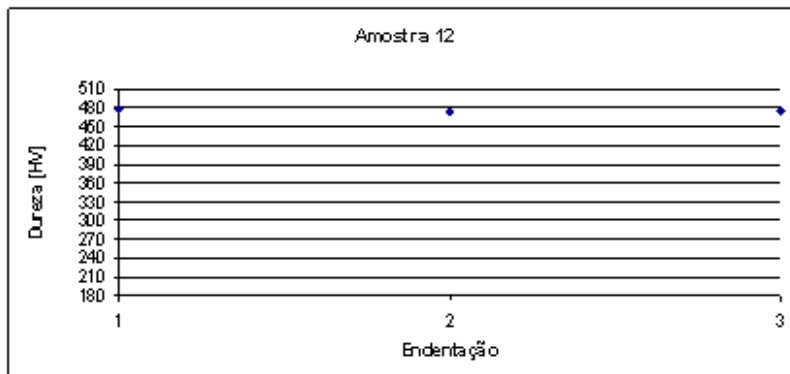
AMOSTRA 12



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

0,33%

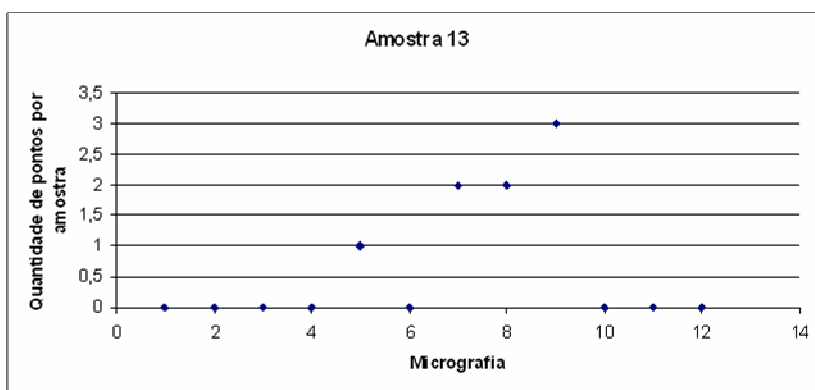
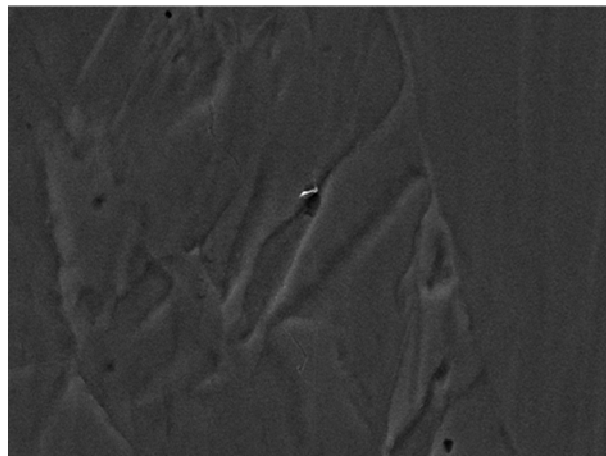
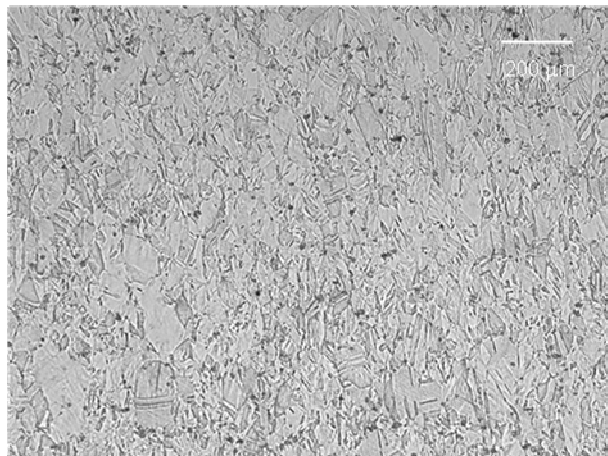
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\frac{(\text{Média da quantidade de pontos por amostra})}{(\text{Total de pontos da malha}) \cdot 100}$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

476 HV

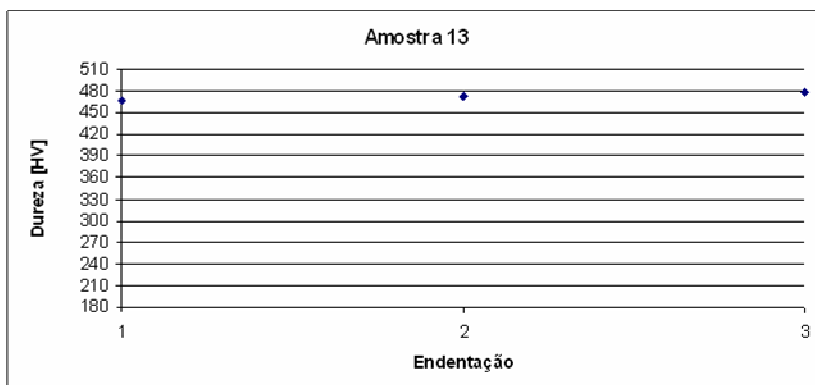
AMOSTRA 13



Fração volumétrica
média de fase δ
presente na amostra:

< 0,01%

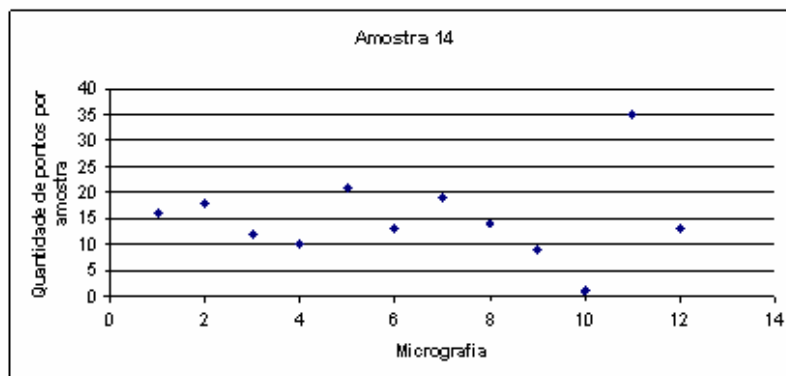
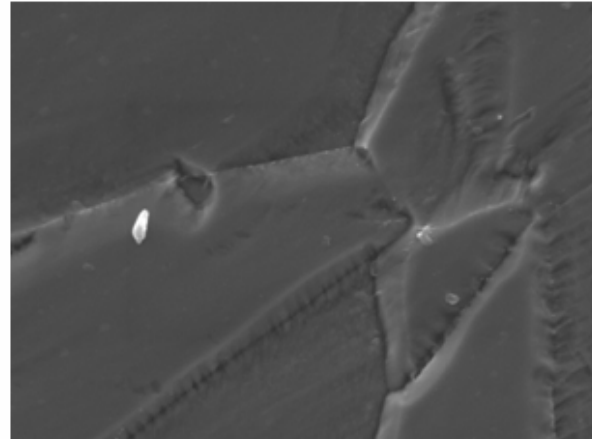
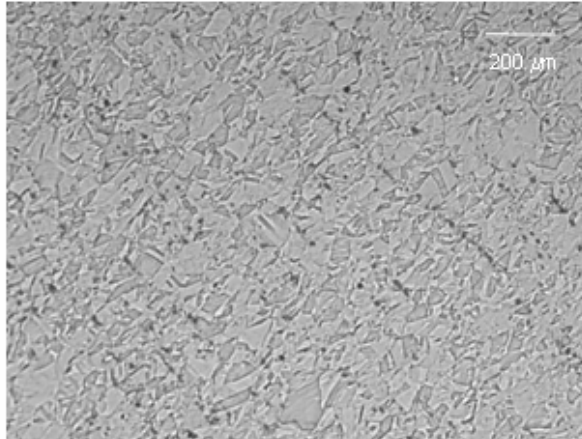
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $\frac{\text{(Média da quantidade de pontos por amostra)}}{\text{(Total de pontos da malha)}} \cdot 100$
Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da
amostra:

473 HV

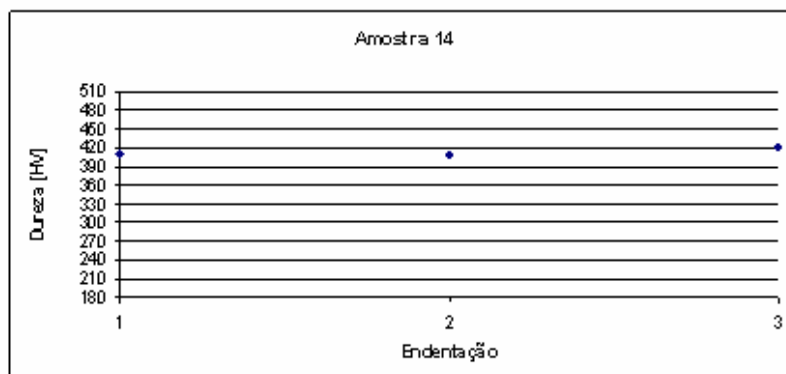
AMOSTRA 14



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

0,13%

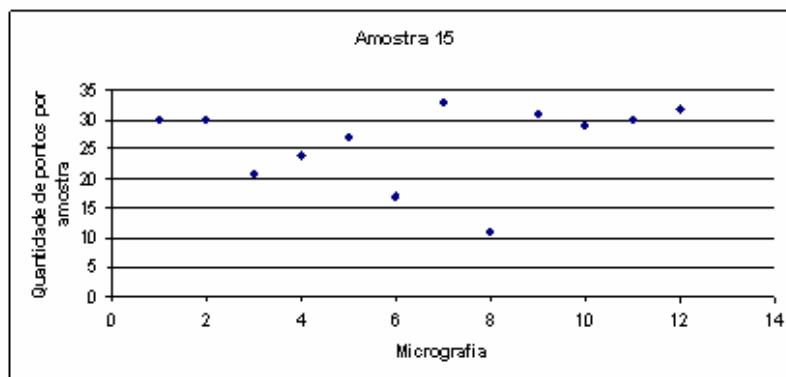
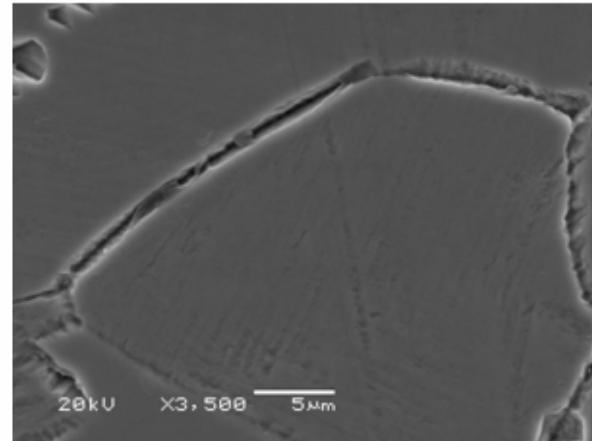
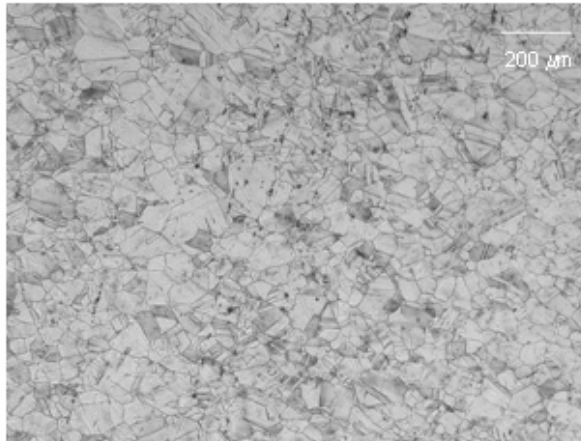
Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $(\text{Média da quantidade de pontos por amostra}) / (\text{Total de pontos da malha}) * 100$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

413 HV

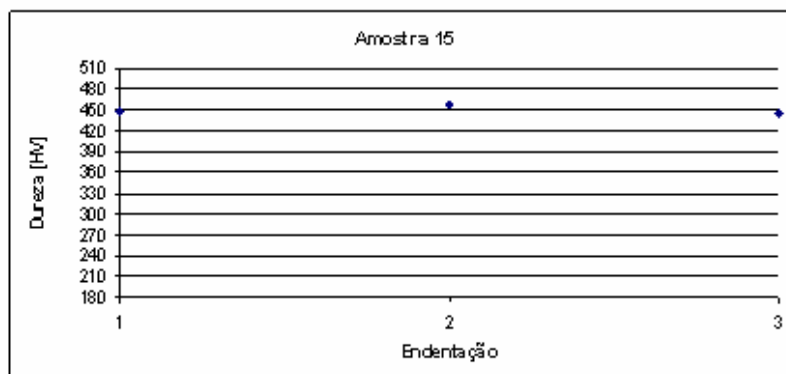
AMOSTRA 15



Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra:

0,22%

Fração volumétrica média de fase δ presente na amostra = $(\text{Média da quantidade de pontos por amostra}) / (\text{Total de pontos da malha}) \cdot 100$
 Total de pontos da malha = 12065



Dureza média da amostra:

450 HV

ANEXO II

PROCEDIMENTO ADOTADO PARA QUANTIFICAÇÃO DE FASE δ .

O procedimento adotado para a quantificação da fase δ é apresentado neste anexo de forma esquemática conforme pode ser visto logo abaixo.

