

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROJETO DE GRADUAÇÃO

IGOR SIMÕES SOUSA
RAPHAEL INOCENTE FERRES

**A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE
ENVELHECIMENTO NA DUREZA DA SUPERLIGA DE NÍQUEL
INCONEL 625**

VITÓRIA
2009

A INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO NA DUREZA DA SUPERLIGA DE NÍQUEL INCONEL 625

Projeto de Graduação apresentado ao Programa de Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do Grau em Bacharel em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof.^o Doutor Marcelo Camargo Severo de Macêdo

VITÓRIA
2009

Aos nossos familiares, pelo apoio incondicional por toda essa caminhada.

Aos mestres, por toda dedicação.

Aos amigos, por caminharem conosco.

VITÓRIA

2009

AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Senhor Ricardo Bastos por ceder gentilmente a amostra de Inconel 625, a aluna de mestrado no IFES Gianni Ferreira por nos ajudar com o tratamento de envelhecimento, ao aluno Luis Rafael pela ajuda com os ensaios de dureza, ao Professor Doutor Flávio José da Silva por sua ajuda com os ensaios de metalografia e ao Professor Doutor Marcelo Camargo Severo de Macêdo, pelo suporte técnico e disponibilidade durante esse projeto. Obrigado.

VITÓRIA
2009

“O único lugar onde sucesso
vem antes de trabalho é no
dicionário”

Albert Einstein

VITÓRIA
2009

RESUMO

A evolução e as inovações tecnológicas necessitam de materiais capazes de suportar as aplicações em ambientes cada vez mais agressivos. A superliga de níquel ainda é considerada o material mais indicado para aplicações em que resistência à corrosão e em altas temperaturas são pré-requisitos.

Esse estudo mostra a influência do envelhecimento na dureza da superliga de níquel Inconel 625. Foi comparada a dureza e micrografia das amostras sendo uma do material como recebida, outra de material resolubilizado, e as outras oito, divididas em dois grupos de quatro, sendo um grupo envelhecido a 650°C e o outro a 900°C. Ambos entre uma e oito horas.

Notou-se possíveis precipitações de carbonetos do tipo MC e das fases gama (γ') [$\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Al}, \text{Ti})$] e delta (δ) [$\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Mo})$] com o envelhecimento, o que provocou um aumento na dureza do material.

Índice

1. Motivação	13
2. Introdução	15
3. Objetivo	16
4. Revisão Bibliográfica	17
4.1. Características da Superliga de Inconel 625	17
4.2. Propriedades físico-químicas da Superliga de Inconel 625	18
4.3. Propriedade Mecânicas do Inconel 625	20
4.3.1. Tração e dureza	21
4.3.2. Resistência a fadiga	23
4.3.3. Ductilidade e tenacidade	25
4.3.4. Resistência a deformação e ruptura	25
4.4. Fases e Microestrutura do Inconel 625	27
4.5. Resistência versus Temperatura	31
4.6. Micrografia e tratamento térmico	31
4.7. Superliga de níquel fortalecida por dispersão de óxido	33
4.8. Comparação de ligas de Inconel	35
4.8.1. Palhetas de Turbinas	35
4.8.2. Discos de Turbinas	36
4.8.3. Turbo Compressores	37
4.8.4. Caldeiras e Vasos de pressão.....	37
5. Materiais e Métodos	39
5.1. Tratamento Térmico	39
5.2. Ensaio de microdureza Vickers	40
5.3. Ensaio de Metalografia	41
6. Resultados e Discussões	43
6.1. Amostra Resolubilizada	44
6.2. Amostras tratadas a 650°C	44
6.3. Amostras tratadas a 900°C	44
6.4. Micrografia	45
6.4.1. Amostra como recebida	45
6.4.2. Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas	49
6.4.3. Amostra resolubilizada	49

7. Conclusão -----	54
8. Proposta de Novos trabalhos -----	55
9. Apêndice -----	56
10. Revisão Bibliográfica -----	57

FIGURA 01 – Curva tensão-deformação do Inconel 625 a 25°C -----	21
FIGURA 02 – Relação entre dureza, resistência a tração e limite de elasticidade -----	22
FIGURA 03 – Resistência à fadiga a 25°C -----	24
FIGURA 04 – Resistência à fadiga a temperaturas elevadas (solubilizada) ---	24
FIGURA 05 - Resistência à fadiga a temperaturas elevadas (recozida) -----	24
FIGURA 06 – Resistência à deformação (solubilizada) -----	25
FIGURA 07 – Resistência à deformação (recozida) -----	26
FIGURA 08 – Resistência à ruptura (solubilizada) -----	26
FIGURA 09 – Resistência à ruptura (recozida) -----	26
FIGURA 10 – Diagrama de composição química na superliga de níquel -----	28
FIGURA 11 – Estruturas cristalinas das fases γ e γ' -----	29
FIGURA 12 - Grande porcentagem de partículas de γ' em uma matriz γ -----	30
FIGURA 13 - Pequena porcentagem esferoidal da fase γ' em uma matriz γ ---	30
FIGURA 14 – Gráfico Limite de elasticidade x Temperatura -----	31
FIGURA 15 - Efeitos nas ligas de níquel por elementos -----	32
FIGURA 16 – Micrografia com precipitação da fase γ' -----	33
FIGURA 17 – Tratamento térmico de solubilização -----	33
FIGURA 18 – Tipos de pás e materiais para motores -----	36
FIGURA 19 – Disco de turbina feito por metalurgia do pó -----	37
FIGURA 20 – Turbo Compressor de Inconel 713C -----	37
FIGURA 21 – Foto de um Forno Elétrico a Resistência (modelo FE50RP)----	40
FIGURA 22 – Disco de polimento-----	41
FIGURA 23 – Foto do Microdurômetro Digital -----	41
FIGURA 24 – Foto do MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura)-----	42
FIGURA 25 – Gráfico de Microdureza Vickers -----	43
FIGURA 26 – Amostra como recebida vista no MEV. 400X à esquerda e 1500X à direita -----	45

FIGURA 27 – Análise quantitativa amostra como recebida. Ponto um da figura 26.	46
FIGURA 28 – Análise quantitativa amostra como recebida. Ponto dois da figura 26.	47
FIGURA 29 – Análise quantitativa amostra como recebida. Ponto três da figura 26.	48
FIGURA 30 – Amostra resolubilizada vista no MEV. 400X à esquerda e 1500X à direita.	49
FIGURA 31 – Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas vista no MEV. 400X à esquerda e 1500X à direita.	49
FIGURA 32 – Análise quantitativa amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto um da figura 31.	50
FIGURA 33 – Análise quantitativa amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto dois da figura 31.	51
FIGURA 34 – Análise quantitativa amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto três da figura 31.	52
FIGURA 35 – Análise quantitativa amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto quatro da figura 31.	53

Lista de Tabelas

TABELA 01 – Composição Química do Inconel 625 -----	18
TABELA 02 – Propriedades típicas do Inconel 625 a 25°C-----	20
TABELA 03 – Propriedades mecânicas do Inconel 625 a 25°C -----	21
TABELA 04 – Efeito da exposição a temperaturas moderadas por 2000 hr nas propriedades de uma liga de Inconel 625 (recozido) -----	23
TABELA 05 – Resistência ao impacto (Ensaio Charpy) -----	25
TABELA 06 - Composição Química de Superligas de Níquel Trabalhadas ---	34
TABELA 07 – Resistência à Tração em diferentes temperaturas de algumas Superligas de Níquel Fundidas -----	34
TABELA 08 – Resistência ao Escoamento (YS) em diferentes temperaturas de algumas Superligas de Níquel Trabalhadas -----	34
TABELA 09 – Composição química da amostra de Inconel 625 -----	39
TABELA 10 – Temperatura e tempo de envelhecimento das amostras -----	40
TABELA 11 – Valores de dureza média e desvio padrão -----	43
TABELA 12 – Todos valores de dureza encontrado nas amostras-----	56

Lista de Siglas

CFC – Cúbica de face centrada

CCC – Cúbica de corpo centrado

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

GPa – Giga Pascal

MPa – Mega Pascal

Ni – Níquel

Cr – Cromo

Mo – Molibdênio

Fe – Ferro

Nb – Nióbio

Ta – Tântalo

C – Carbono

Mn – Manganês

Si – Silício

P – Fósforo

S – Enxofre

Al – Alumínio

Ti – Titânio

Co – Cobalto

Al₂O₃ – Óxido de alumínio

g/cm³ – Grama por centímetro cúbico

°C – Grau Celsius

K – Kelvin

µm/m.°C – Micrometro por metro multiplicado por grau Celsius

1. MOTIVAÇÃO

Os modernos jatos usados como propulsores de aviões tiveram seu projeto inicial desenvolvido décadas antes do surgimento de materiais adequados para essa aplicação. Já no início do século XX era conhecida toda a teoria mecânica necessária para projetar turbinas de aviões a jato, porém naquela época ainda não se conhecia materiais que pudessem preencher todos os requisitos de resistência à corrosão e ao amolecimento causado por condições muito agressivas em altas temperaturas associadas a esse tipo de aplicação.

O desenvolvimento das chamadas superligas, de níquel, de cobalto e de ferro começou nos Estados Unidos nos anos 1930, porém ao longo dos anos as superligas de níquel tornaram-se as mais utilizadas. Além das turbinas de jatos, as superligas de níquel encontram aplicações variadas em altas temperaturas, como em motores de foguetes e veículos espaciais em geral, reatores nucleares, submarinos, usinas termoelétricas, equipamento petroquímico, etc. Entretanto, a principal aplicação dessas ligas continua sendo seu uso em turbinas de jatos de aviação.

Outros materiais, como ligas de cromo, de outros metais de mais alto ponto de fusão, e cerâmicos refratários, têm sido estudados como possíveis alternativas ao uso das superligas de níquel, porém até o momento, não foi encontrada nestes materiais uma melhor combinação de propriedades requeridas para esse tipo de aplicação do que a atualmente obtida com as superligas de níquel [1].

Outro vasto campo da aplicação dessas ligas são a de proteção anticorrosiva. Num aspecto muito difundido e aceito universalmente pode-se definir corrosão como a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos.

Com exceção de alguns metais nobres, como o ouro, que podem ocorrer no estado elementar, os metais são geralmente encontrados na natureza sob a forma de compostos, sendo comuns as ocorrências de óxidos e sulfetos metálicos; os compostos que possuem conteúdo energético inferior aos dos

metais são relativamente estáveis. Desse modo os metais tendem a reagir espontaneamente com os líquidos ou gases do meio ambiente em que são colocados: o ferro se “enferruja” ao ar e na água, e objetos de prata escurecem quando expostos ao ar [2].

Na indústria petrolífera, por exemplo, a utilização de superligas garante que as altas taxas de oxidação do meio (água salgada) não interfiram no funcionamento de válvulas, dutos, flanges e bocais. Ainda na indústria petrolífera, sabe-se que o atrito gerado pelo escoamento do produto bombeado de poços profundos, submetido a altas pressões, gera elevadas temperaturas ao longo dos dutos que o conduzem, porém essas ligas garantem seu perfeito funcionamento [3].

O desenvolvimento de tecnologia para a perfuração e produção de petróleo em plataformas “off-shore” em águas profundas e ultra profundas em condições adversas, também leva à necessidade de estudos buscando o desenvolvimento de novos materiais ou realizando novas avaliações para diferentes situações, dos materiais já existentes [4].

2. INTRODUÇÃO

As aplicações de superligas a base de níquel vêm aumentando em função da crescente demanda por materiais que resistam a ambientes considerados agressivos. Superliga é a denominação dada às ligas a base de níquel, cobalto ou titânio, com determinadas características mecânicas, químicas e térmicas, tais como: resistência à fluência, alta resistência à corrosão, baixa perda de resistência em altas temperaturas e adequação a aplicações que exigem confiabilidade.

O Inconel 625 (Superliga a base de níquel) foi escolhido, pois esse material apresenta uma boa combinação de limite de elasticidade, resistência à tração, excelente ductilidade, capacidade de ser soldada e boa resistência à corrosão em prolongadas exposições à ambientes agressivos sem falar na alta resistência mecânica em elevadas temperaturas [5].

3. OBJETIVOS

O presente trabalho tem por objetivo a investigação dos efeitos da temperatura e do tempo de envelhecimento na dureza na superliga de Inconel 625 resolubilizada.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA – SUPERLIGAS DE NÍQUEL E INCONEL 625

A razão primordial para a existência das superligas de níquel com diferentes composições químicas é a sua excelente resistência mecânica num amplo intervalo de temperaturas.

4.1. Características da Superliga de Inconel 625

A superliga a base de níquel Inconel 625 possui uma estrutura cúbica de face centrada ou CFC, austenítica. Sua densidade é de 8,44 g/cm₃ (21°C). O módulo de elasticidade a tração e a torção são respectivamente 208 e 81 GPa, ambos a 21°C [6]. Esta liga possui alto percentual de elementos químicos na forma de solução sólida em sua matriz Ni-Cr-Mo.

Uma característica marcante das superligas a base de níquel é a sua baixa usinabilidade. Para Ezugwu et al[6], as ligas a base de níquel são bastante difíceis de serem usinadas, isso ocorre devido a alguns fatores:

1. A maior parte da resistência do material é mantida durante a usinagem devido a sua alta resistência aos efeitos térmicos;
2. Encruamento ocorre rapidamente a partir dos esforços aplicados sobre o material durante a usinagem;
3. Alto desgaste abrasivo da ferramenta devido à presença de diversos carbonetos na liga;
4. Altas taxas de difusão no par ferramenta-peça devido às altas temperaturas presentes na região de corte;
5. Soldagem por fricção da liga de níquel na superfície de saída e de folga da ferramenta de corte, devido à alta adesão da liga além das baixas velocidades empregadas para a usinagem;
6. Alta ductilidade em uma dureza média (250 HV), levando à dificuldade de formação do cavaco;
7. Baixa condutividade térmica, tornando a superliga refratária. Esta característica prejudica o desempenho da ferramenta uma vez que o calor

gerado no processo de usinagem não será extraído pelo cavaco ou pelo fluido de corte [6].

Pode-se caracterizar as superligas a base de níquel, como um material que possui: alta resistência mecânica em elevadas temperaturas, alta abrasividade devido aos constituintes químicos da liga, alta ductilidade e alta taxa de encruamento com o trabalho mecânico. [7][8][9]. De acordo com Shankar et al [7], a exposição desta liga a altas temperaturas altera seu limite de resistência e sua ductilidade.

4.2. Propriedades físico-químicas da Superliga de Inconel 625

Segue abaixo tabela com as composições químicas dessa liga.

TABELA 01 – Composição Química do Inconel 625 [6]

Composição química provável da liga Inconel 625													
Elemento Químico	Cr	Fe	Mo	Nb+Ta	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Co	Ni
Mínimo	20	0	8	3,15	0	0	0	0	0	0	0	0	58
Máximo	23	5	10	4,15	0,1	0,5	0,5	0,015	0,015	0,4	0,4	1	---

A função dos elementos mencionados na tabela 01 são as seguintes:

- Cromo (Cr): Aumenta a resistência à corrosão e à oxidação. Diminui a usinabilidade devido à sua forte presença na formação de carbonetos;
- Ferro (Fe): O acréscimo de ferro tende a baixar a resistência à oxidação devido à baixa escala de aderência de óxido (elemento desoxidante);
- Molibdênio (Mo): É um metal considerado refratário. É acrescido na liga para aumentar a resistência mecânica e à corrosão em altas temperaturas. Forma carbonetos resistentes à abrasão e precipita a fase delta (δ) [$Ni_3(Nb, Mo)$] em temperaturas superiores a 850°C.
- Nióbio (Nb): Também é considerado refratário. Modera o endurecimento da liga quando associado ao alumínio e ao titânio, forma carbonetos e precipita a fase delta (δ) [$Ni_3(Nb, Mo)$] a 850°C.
- Tântalo (Ta): É outro metal considerado refratário. Adicionado em forma de solução sólida aumenta a resistência da liga. Possui efeito prejudicial na usinabilidade, pois propicia a formação de carbonetos;

- Carbono (C): É um elemento intersticial de aumento de resistência. Possui grande influência na formação de carbonetos;
- Manganês (Mn): Reduz a plasticidade de forma moderada. Aumenta a capacidade de endurecimento do material;
- Silício (Si): Aumenta a fluidez. Favorece a fratura a quente da liga;
- Fósforo (P): É um elemento indesejável para a liga devido sua capacidade de fragilização em temperaturas médias;
- Enxofre (S): Idem ao fósforo.
- Alumínio (Al): Possui o maior potencial de endurecimento da liga devido à presença da fase gama primária - (γ') [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$]. Sua presença fragiliza o material. Responsável pela formação de carbonetos complexos junto do titânio, bem como o Al_2O_3 , que possui alta resistência à corrosão em temperaturas elevadas;
- Titânio (Ti): Modera a capacidade de endurecimento da liga, quando substitui em volume o alumínio. Presente na formação de carbonetos e na precipitação da fase (γ') [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$].
- Cobalto (Co): Aumenta a resistência em altas temperaturas. Diminui a usinabilidade. Reduz a solubilidade do alumínio e do titânio na matriz CFC austenítica. Possui maior solubilidade para o carbono do que para o níquel, logo para uma quantidade equivalente de carbono, menos carbonetos estarão presentes na matriz γ .

Ainda no tocante à avaliação físico-química, o Inconel 625 apresenta uma proeminente capacidade de aumentar sua resistência quando deformado além do seu limite elástico. A taxa de encruamento deste material é um dos principais aspectos de sua baixa usinabilidade. [6] [8].

Como já citado, as ligas a base de níquel são resistentes ao calor e à corrosão quando submetidas a meios quimicamente agressivos. Essas ligas permanecem com elevada resistência mecânica em altas temperaturas e a corrosão é relativamente lenta.

Abaixo temos uma tabela com algumas propriedades dessa liga.

TABELA 02 – Propriedades típicas do Inconel 625 na temperatura ambiente [6].

Propriedade	Sistema Métrico
Densidade	8,44 g/cm ³
Ponto de Fusão	1350 °C
Módulo de Rigidez	12,8µm/m.°C (20-100°C)
Módulo de Elasticidade	205,8 GPa

4.3. Propriedades Mecânicas

As superligas de níquel com estrutura CFC, apresentam grande capacidade de manter a resistência à tração, à ruptura e boas propriedades de fluência em temperaturas muito mais altas do que as ligas de matriz cúbica de corpo centrado (CCC) por causa de vários fatores, incluindo o excelente módulo de elasticidade e a alta difusividade que os elementos secundários possuem nesse tipo de matriz. É de grande importância a solubilidade de muitos elementos de liga na matriz austenítica e a capacidade de controle da precipitação de fases intermetálicas como a gama linha γ' , que conferem alta resistência mecânica. O endurecimento também pode ser aumentado pela formação de carbonetos e também pela dissolução de alguns elementos na matriz (endurecimento por solução sólida). Essa capacidade de endurecimento dessas ligas austeníticas de níquel, de cobalto e de ferro as tornam adequadas para as aplicações já citadas acima, as quais exigem alta resistência mecânica em elevadas temperaturas.

Entretanto, não apenas a resistência mecânica/dureza é importante nesse tipo de aplicações. A ductilidade nas condições de serviço também é importante, e a maioria das superligas apresenta boa ductilidade. As superligas em geral apresentam também boa resistência ao impacto, à fadiga de alto e de baixo ciclo e à fadiga térmica [1].

As propriedades mecânicas de uma liga de Inconel 625 a 25°C são mostradas na tabela 03 abaixo:

TABELA 03 – Propriedades mecânicas do Inconel 625 a 25°C [10]

Conformação e estado	Resistência à tração	Limite de Elasticidade (0,2% de erro)	Alongamento	Redução da Área	Dureza (Brinell)
	MPa	MPa		%	
BARRA, CHAPA					
Laminado	827-1103	414-758	60-30	60-40	175-240
Recozida	827-1034	414-655	60-30	60-40	145-220
Solubilizada	724-896	290-414	65-40	90-60	116-194
CHAPA FINA					
Recozida	827-1034	414-621	55-30	-	145-240
TUBO, TREFILADO					
Recozida	827-965	414-517	55-30	-	-
Solubilizada	689-827	276-414	60-40	-	-

Para aplicações em ambientes a 930°C e temperaturas inferiores, são recomendadas ligas acabadas a quente, a frio e recozidas. Para aplicações acima de 930°C, tanto recozida como tratadas por solubilização podem ser usadas, porém a última é recomendada para componentes que requerem ótima resistência à deformação ou ruptura. Material contendo grãos finos (recozidos) podem ser mais vantajosos para aplicações em até 1230°C, com boa resistência a fadiga e a tensão, bom limite de elasticidade e dureza. A figura 01 mostra a curva tensão-deformação a 25°C para material recozido e tratado por solubilização, ambos de Inconel 625 [10].



FIGURA 01 – Curva tensão-deformação do Inconel 625 a 25°C [10]

4.3.1. Tração e dureza

A relação aproximada entre dureza, resistência à tração e limite de elasticidade são mostradas na figura 02 abaixo:

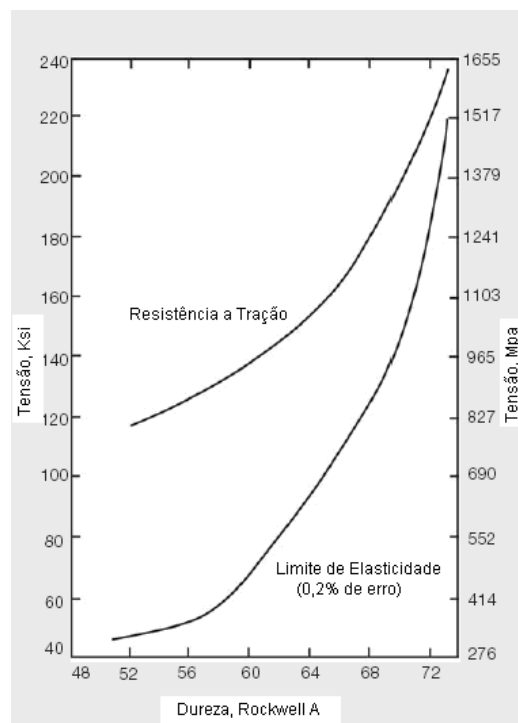


FIGURA 02 – Relação entre dureza, resistência à tração e limite de elasticidade do Inconel 625[10].

No geral, percebemos que a dureza aumenta com o aumento da resistência a tração e limite de elasticidade.

Ao expormos o material a temperaturas intermediária, um endurecimento acontece. Para demonstrar esta reação, algumas amostras de material recozido foram expostas a 650°C, 760°C e 871°C por 2000 horas. O efeito disso nas propriedades é mostrado na tabela 04. Medidas foram feitas para determinar a estabilidade dimensional nessas amostras, e foi constatada uma contração de aproximadamente 0,048%.

TABELA 04 – Efeito da exposição a temperaturas moderadas por 2000 hr nas propriedades de uma liga de Inconel 625 (recozido) [10].

Temperatura de Exposição, °F(°C)	Propriedades na Temperatura Ambiente.			Propriedades na Temperatura de Exposição do Material.		
	Resistência à tração	Limite de Elasticidade (0,2% de erro)	Alongamento	Resistência à tração	Limite de Elasticidade (0,2% de erro)	Alongamento
	MPa	MPa	%	MPa	MPa	%
Sem Exposição	965,3	479,2	54	-	-	-
1200 (650)	1213,5	872,2	30	1010,1	734,3	54
1400 (760)	1123,8	737,7	26	584,7	544,7	62
1600 (871)	992,8	528,8	37	284,1	275,8	80

4.3.2. Resistência à fadiga

Resistência à fadiga em temperatura ambiente é mostrada na figura 03.

Resistência à fadiga em temperaturas elevadas é comparada nas figuras 04 e 05.

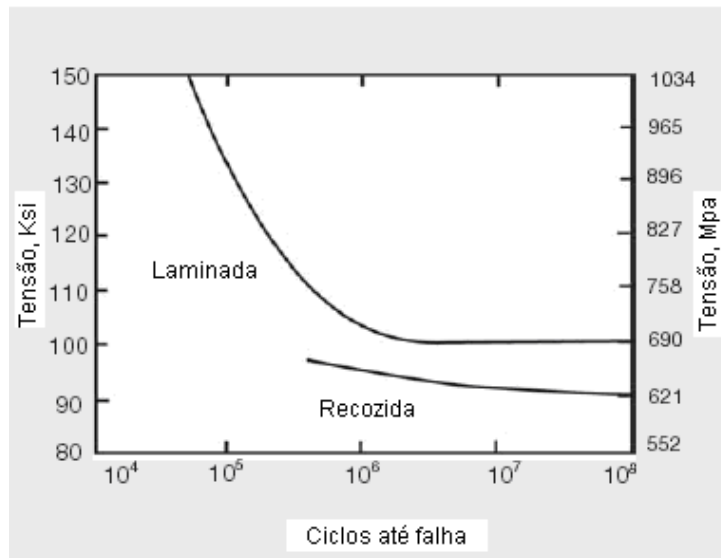


FIGURA 03 – Resistência à fadiga a 25°C [10].

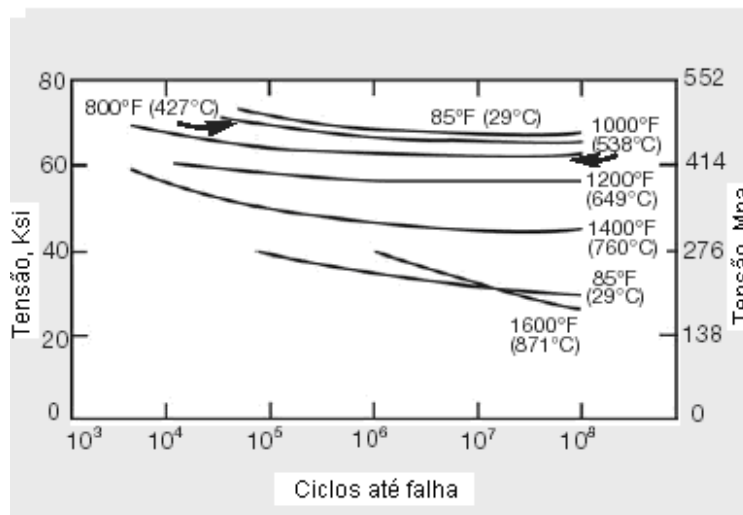


FIGURA 04 – Resistência à fadiga a temperaturas elevadas (solubilizada) [10].

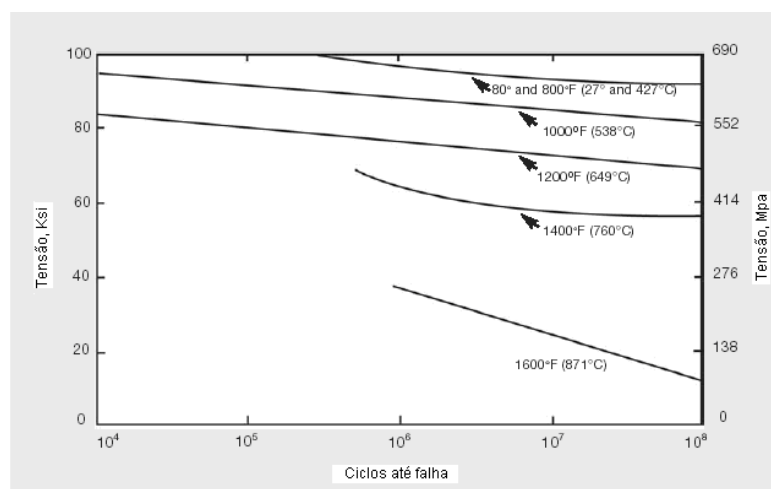


FIGURA 05 - Resistência à fadiga a temperaturas elevadas (recozida) [10].

4.3.3. Ductilidade e tenacidade

O Inconel 625 mantém sua excelente ductilidade e tenacidade em baixas temperaturas. Resistência ao impacto é mostrada na tabela 05.

TABELA 05 – Resistência ao impacto (Ensaio Charpy) [10].

Temperatura do Teste		Orientação	Resistência ao Impacto
°F	°C		pé*libra
85	29	Longitudinal	48, 49, 50
		Transversal	46, 49, 51,5
-110	-79	Longitudinal	39, 44, 49
		Transversal	39, 42, 44
-320	-196	Longitudinal	35, 35, 35.5
		Transversal	31, 32, 36

4.3.4. Resistência à fluência e vida até ruptura

Resistência à fluência e a vida até ruptura são mostradas nas figuras 06 e 08, respectivamente, para amostras solubilizadas. Para comparação com material recozido, podemos analisar as figuras 07 e 09. Este apresenta boas propriedades de deformação-ruptura para muitas aplicações, entretanto os valores não são tão altos quanto os mostrados para o material solubilizado.

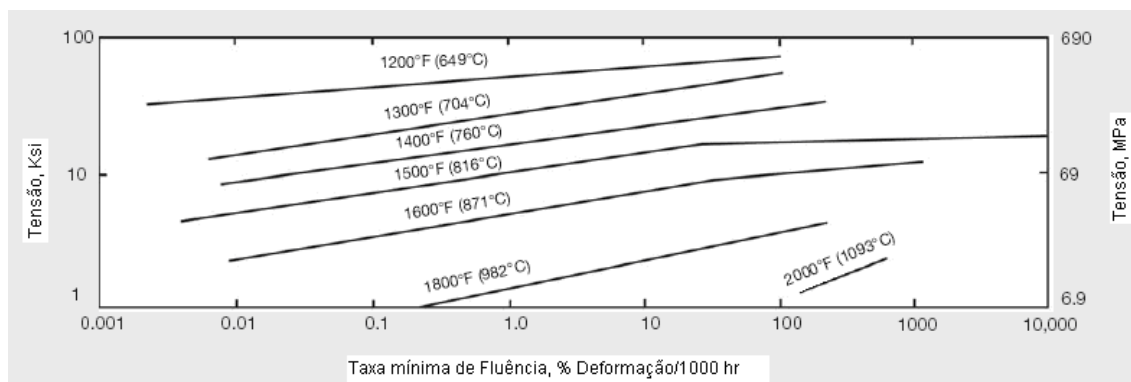


FIGURA 06 – Resistência à fluência (solubilizada) [10].

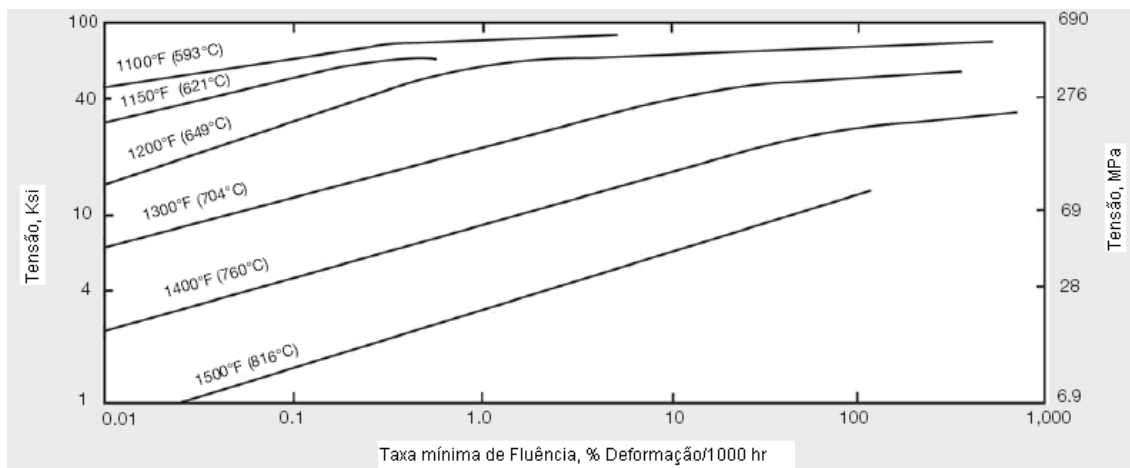


FIGURA 07 – Resistência à fluência (recozida) [10].

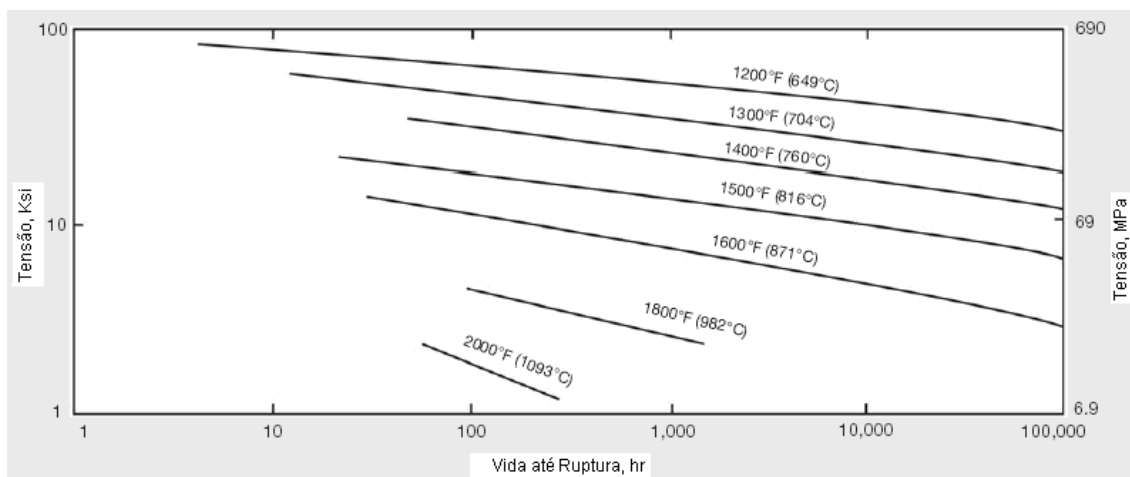


FIGURA 08 – Resistência à ruptura (solubilizada) [10].

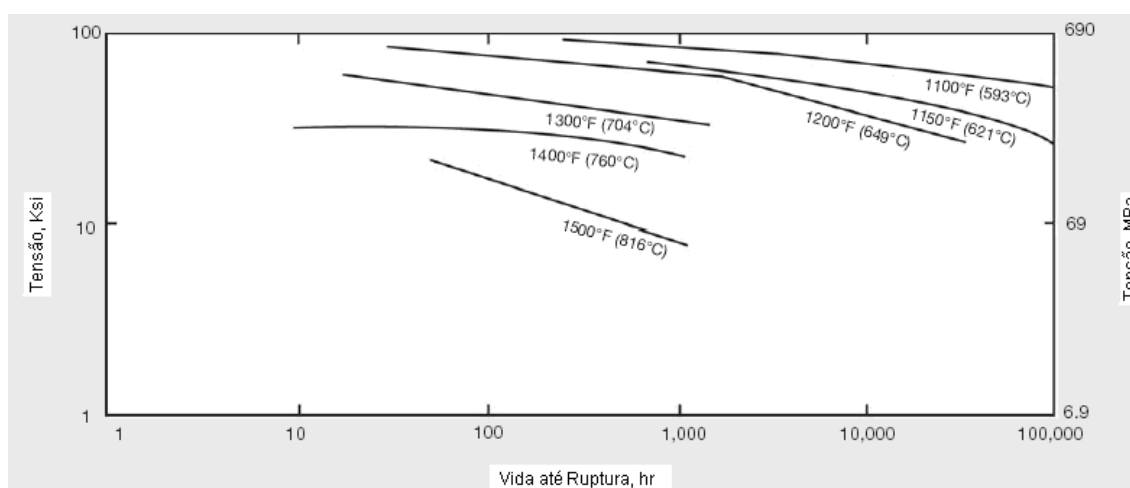


FIGURA 09 – Resistência à ruptura (recozida) [10].

4.4. Fases e microestrutura do Inconel 625

Essa liga foi desenvolvida inicialmente como uma liga endurecida em solução sólida, no entanto tem sido observado que a precipitação de fases intermetálicas e carbonetos ocorrem ao submetemos a liga a um tratamento de envelhecimento na faixa de 823-1023K (550 – 750°C) [11]. O endurecimento por precipitação nessa liga é principalmente derivado da fase gama primária – γ' [$\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Al}, \text{Ti})$] que ocorre na seguinte faixa de temperatura (550 – 650°C) [11]. A fase gama primária é transformada em fase ortorrômbica – delta (δ) [$\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Mo})$] ao prolongarmos o envelhecimento [12-16]. A fase delta também pode ser encontrada diretamente por precipitação em solução sólida supersaturada em temperaturas superiores à 750°C [17]. A precipitação de M_{23}C_6 , M_6C e carbonetos MC ocorrerão na faixa dos 760 – 980°C [18]. Os primeiros carbonetos presentes no estado de não dissolução durante o recozimento são decompostos em M_{23}C_6 e M_6C em exposições prolongadas em temperaturas elevadas [19].

O efeito das transformações acima nas propriedades mecânicas ainda não foram examinadas com detalhe, no entanto algumas tentativas foram realizadas para caracterizar a microestrutura sobre prolongadas exposições [15-21]. A degradação da propriedade mecânica ocorre pela precipitação da fase $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$ na liga 625, porém suas propriedades podem ser readquiridas significativamente através de um tratamento térmico de solubilização a 1150°.

O entendimento das mudanças estruturais dessas condições térmicas de envelhecimento através de estudos sistemáticos proporcionaria um oportunidade de otimização desses tratamentos para uma restauração adequada de materiais usados.

Os solutos essenciais em uma superliga a base de níquel são alumínio e/ou titânio, com uma concentração total a qual é tipicamente menor que 10 por cento atômico. Isto gera uma microestrutura equilibrada de duas fases, consistindo em gama (γ) e gama primária (γ'). Como já foi citado, a gama primária que é responsável pela resistência do material em temperaturas

elevadas e também pela ótima resistência à fluência. A quantidade de γ' depende da composição química e da temperatura, como mostrado nos diagramas abaixo:

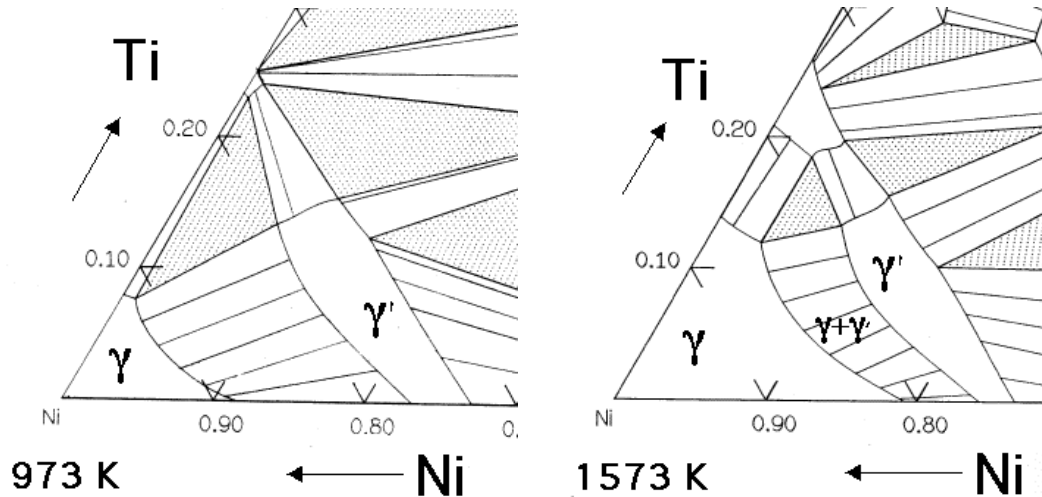


FIGURA 10 – Diagrama de composição química na superliga de níquel [22].

Os diagramas de fases ternários Ni-Al-Ti mostram o campo das fases γ e γ' . Para uma dada composição química, a fração de γ' diminui com o aumento da temperatura.

Esse fenômeno é usado para dissolver a fase γ' em uma alta temperatura (solubilização) seguida por resfriamento a uma temperatura mais baixa para gerar uma dispersão fina e uniforme dos precipitados.

A fase γ é uma solução sólida com um retículo cristalino cúbico de face centrada e uma distribuição aleatória das diferentes espécies de átomos.

Por outro lado a fase γ' tem uma estrutura cristalina cúbica primitiva na quais os átomos de níquel estão nos centros das faces e os átomos de alumínio ou titânio nas extremidades do cubo. Este arranjo possui formulas químicas do tipo: Ni_3Al , Ni_3Ti ou $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. No entanto, como pode ser visto na seção dos diagramas de fase ternários mostrado anteriormente, nos contornos de grão das fases $(\gamma+\gamma')/\gamma'$, essa fase não é estritamente estequiométrica. Pode haver um excesso de vazios em um dos subretículos cristalinos o qual acarreta em um desvio estequiométrico, e consequentemente, alguns dos átomos de níquel podem ocupar os espaços dos átomos de alumínio e vice-versa.

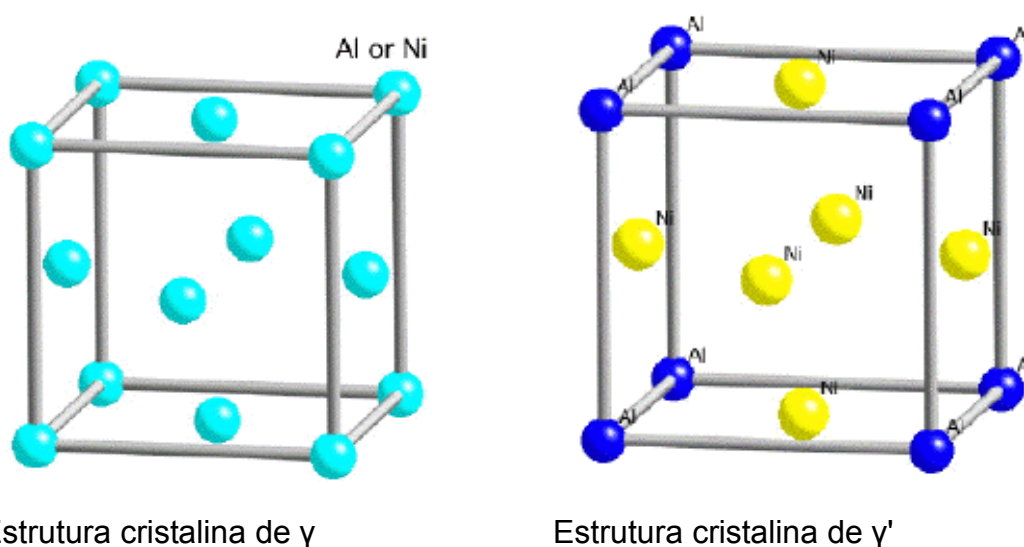


FIGURA 11 – Estruturas cristalinas das fases γ e γ' [22].

A fase γ forma uma matriz na qual a fase γ' precipita. Como ambas as fases possuem estrutura cristalina cúbica, a fase γ' precipita com uma orientação cubo-cubo em relação à fase γ . Isso significa que os limites das células são exatamente paralelos aos limites correspondentes da fase γ' . Além disso, por suas estruturas cristalinas serem similares, a fase γ' é coerente a fase γ quando o tamanho do precipitado é pequeno. Discordâncias na fase γ no entanto, não conseguem chegar à fase γ' , parte porque a fase γ' é uma fase atômicamente ordenada, e a ordem interfere na movimentação das discordâncias o que consequentemente aumenta a resistência da liga.

Um pequeno desajuste entre as estruturas das fases γ e γ' é importante por duas razões. Primeiro, quando combinado com uma orientação cubo-cubo, assegura uma baixa energia interfacial γ/γ' . O mecanismo ordinário do crescimento de grão é levado inteiramente pela minimização da energia interfacial total. Uma interface coerente ou semicoerente, no entanto faz com que a microestrutura fique estável, uma propriedade que é útil para aplicações em temperaturas elevadas.

A magnitude do desajuste entre os parâmetros de rede de γ e γ' influencia no desenvolvimento da microestrutura sobre influência de estresse causado em

temperaturas elevadas. Isso pode ser controlado alterando a composição química, principalmente a quantidade de alumínio e titânio.

A micrografia abaixo feita por transmissão de elétrons em pás de turbinas para motores aeronáuticos, mostra uma grande quantidade de precipitados da fase γ' .

Nessa aplicação o metal está exposto a temperaturas de 1000 °C.

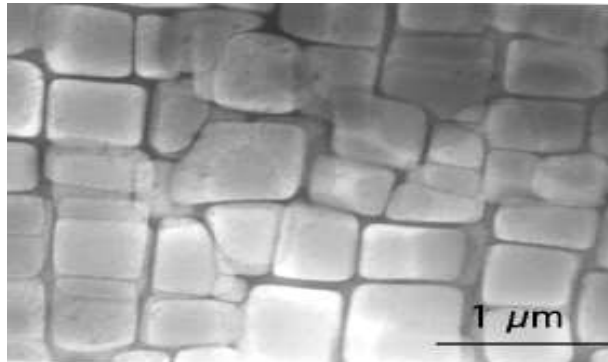


FIGURA 12 - Grande porcentagem de partículas cúbicas de γ' em uma matriz γ . Ni-9,7%Al-1,7%Ti-17,1%Cr-6,3%Co-2,3% [23].

Quando a liga é designada a serviços com temperaturas relativamente baixas (750°C) e/ou onde solda é usada na fabricação, apenas uma pequena fração (20%) de γ' é necessária para garantir sua integridade. Como mostra a micrografia abaixo.

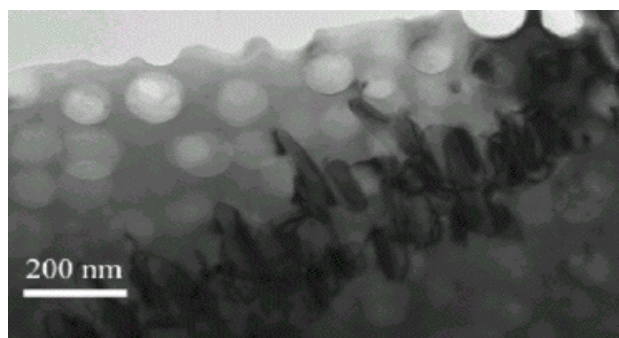


FIGURA 13 - Pequena porcentagem esferoidal da fase γ' em uma matriz γ . Ni-20%Cr-2,3%Al-2,1%Ti-5%Fe-0,07%C-0,005%B e M_{23}C_6 (Carbonetos) nos contornos de grão[23].

Outras fases presentes são as TCP, ou topologicamente compactas, que são fases secundárias μ , σ que proporcionam resistência mecânica à liga. Sua estrutura é tetragonal e sua interação ocorre pela afinidade química e geométrica com a matriz CFC da liga [3].

4.5. Resistência versus Temperatura

A resistência da maioria dos metais diminui com o aumento da temperatura, isso porque o calor permite deslocamentos. Entretanto, superligas de níquel contendo γ' , a qual essencialmente é um composto intermetálico $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, são particularmente resistentes à temperatura.

É a presença de γ' que é responsável pelo fato de que a resistência nas superligas de níquel é relativamente insensível a temperatura.

Abaixo temos um gráfico mostrando a variação do limite de elasticidade de uma liga de níquel qualquer contendo apenas 20% de γ' em função da temperatura. Os pontos são medidos e a curva é teoricamente prevista. Perceba como a resistência no início varia bem pouco com a temperatura.

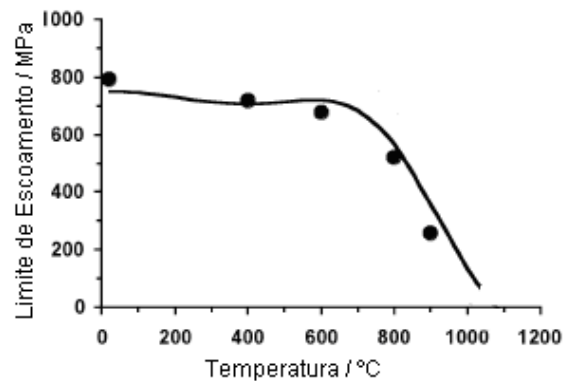


FIGURA 14 – Gráfico Limite de elasticidade x Temperatura[23].

Quando alta resistência é desejada em temperaturas mais baixas (Ex.: discos de turbina), as ligas podem ser endurecidas usando uma outra fase conhecida como δ . Esta fase ocorre nas ligas de níquel com a adição de nióbio (Inconel 718) ou vanádio; a composição de δ é Ni_3Nb ou Ni_3V . As partículas de δ apresentam a forma de discos.

Elementos como cobalto, ferro, cromo, nióbio, tântalo, molibdênio, tungstênio, vanádio, titânio e alumínio são também responsáveis pelo aumento da resistência tanto em γ como em γ' .

Há, naturalmente, limites para a concentração que pode ser adicionada sem induzir uma precipitação. É de grande importância evitar certas fases de fragilização. Não existem regras simples que ditam concentrações críticas; é melhor calcular ou medir através do diagrama de fases.

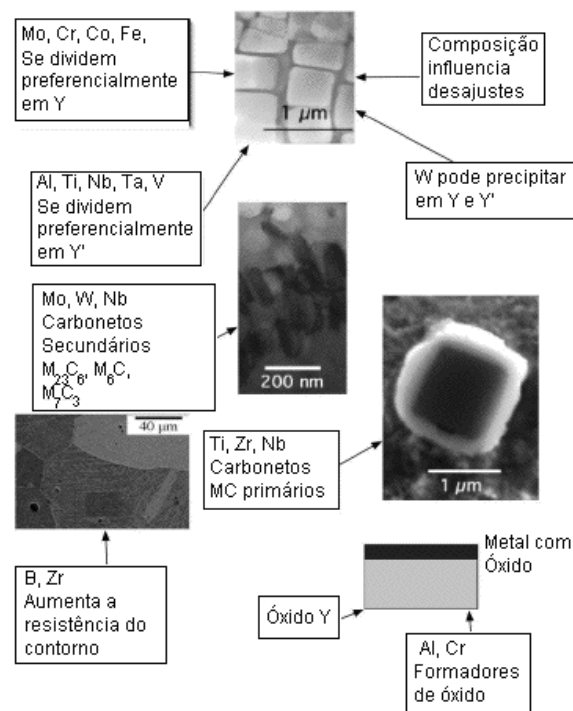


FIGURA 15 - Efeitos nas ligas de níquel por elementos. O "M" em $M_{23}C_6$ significa uma mistura de átomos de metais [23].

4.6. Microestrutura e tratamento térmico

Para otimizar as propriedades, as ligas de níquel são, após tratamento de solubilização, tratadas termicamente com duas temperaturas diferentes dentro do campo das fases γ/γ' . A temperatura mais alta precipita partículas de γ' grossas. A temperatura mais baixa provoca uma precipitação mais demorada, como esperado no diagrama de fases. Esta última precipitação provoca uma dispersão mais fina de γ' . O resultado é uma distribuição bi modal de γ' como mostra a figura abaixo.

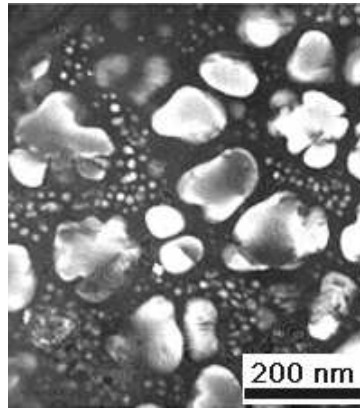
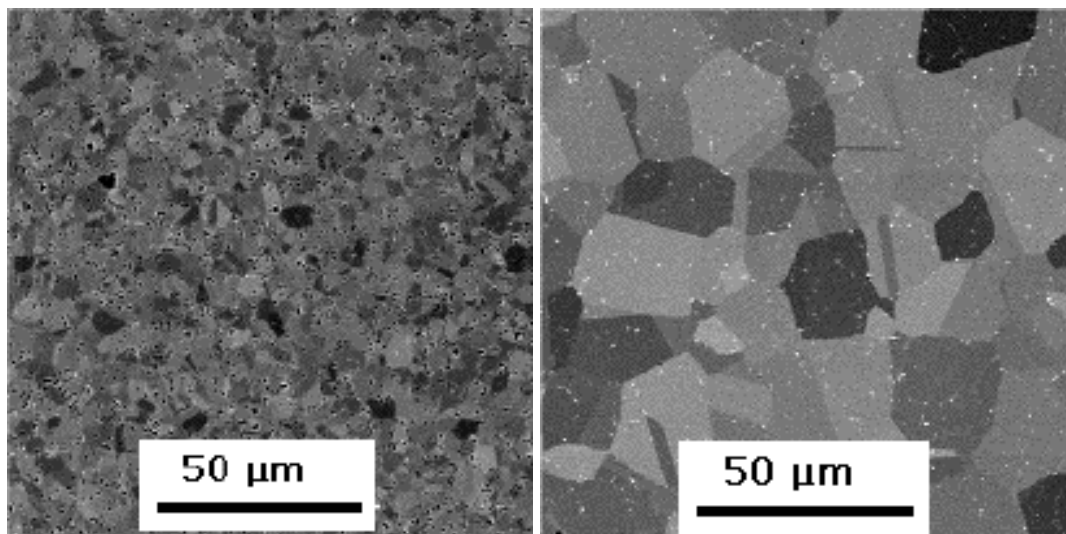


FIGURA 16 – Micrografia com precipitação da fase γ' [23]

O tratamento de solubilização determina não apenas a quantidade de γ' que dissolve, mas também o tamanho do grão em γ . O grão torna-se mais grosso se todo γ' for dissolvido. A figura abaixo a esquerda foi tratada termicamente em uma temperatura abaixo da linha Solvus (linha que determina o limite da solubilização em função da temperatura) enquanto que a abaixo a da direita foi tratada acima da linha Solvus.



Temperatura abaixo da linha Solvus Temperatura acima da linha Solvus

FIGURA 17 – Tratamento térmico de solubilização.

4.7. Comparação entre ligas de Inconel

Como foi dito anteriormente, existem várias superligas de níquel com diferentes composições químicas, isso, por causa da sua ótima resistência mecânica

numa vasta faixa de temperaturas. Segue abaixo, algumas tabelas de comparação entre as principais ligas de níquel.

TABELA 06 - Composição Química de Superligas de Níquel Trabalhadas [1].

Liga	Ni	Cr	Co	Mo	Nb	Al	Ti	Fe	Mn	Si	C
Inconel 600	76,6	15,8	---	---	---	---	---	7,2	0,2	0,2	0,04
Inconel 601	60,7	23	---	---	---	1,35	---	14,1	0,5	0,3	0,05
Inconel 625	58	22	---	9	4	0,2	0,2	3	0,15	0,3	0,05
Inconel 706	41,5	16	0,5	0,5	2,9	0,2	1,8	40	0,18	0,2	0,03

TABELA 07 – Resistência à Tração em diferentes temperaturas de algumas Superligas de Níquel Fundidas (Unidade: MPa) [1].

Liga	21 °C	538 °C	649°C	760 °C	871 °C
Inconel 600	621	579	448	186	103
Inconel 601	738	725	525	290	159
Inconel 625	855	745	711	504	283
Inconel 706	1297	1124	1014	690	---
Inconel 718 barra	1435	1276	1228	952	338
Inconel 718 chapa	1276	1145	1034	676	---
Inconel X-750	1117	966	828	483	234

TABELA 08 – Limite de Escoamento (YS) em diferentes temperaturas de algumas Superligas de Níquel Trabalhadas (Unidade: MPa) [1].

Liga	21 °C	538 °C	649°C	760 °C	871 °C
Inconel 600	248	193	179	107	62
Inconel 601	338	152	179	200	138
Inconel 625	490	407	421	421	278
Inconel 706	980	896	829	676	---
Inconel 718 barra	1186	1064	1021	739	331
Inconel 718 chapa	1056	745	869	628	---
Inconel X-750	635	580	566	456	166

4.8. Aplicações e Normas

As principais normas que tratam do Inconel 625 são as seguintes [25]:

UNS N06625

BS 3076 NA 21

ASTM B446

AMS 5666

Algumas das típicas aplicações do Inconel são:

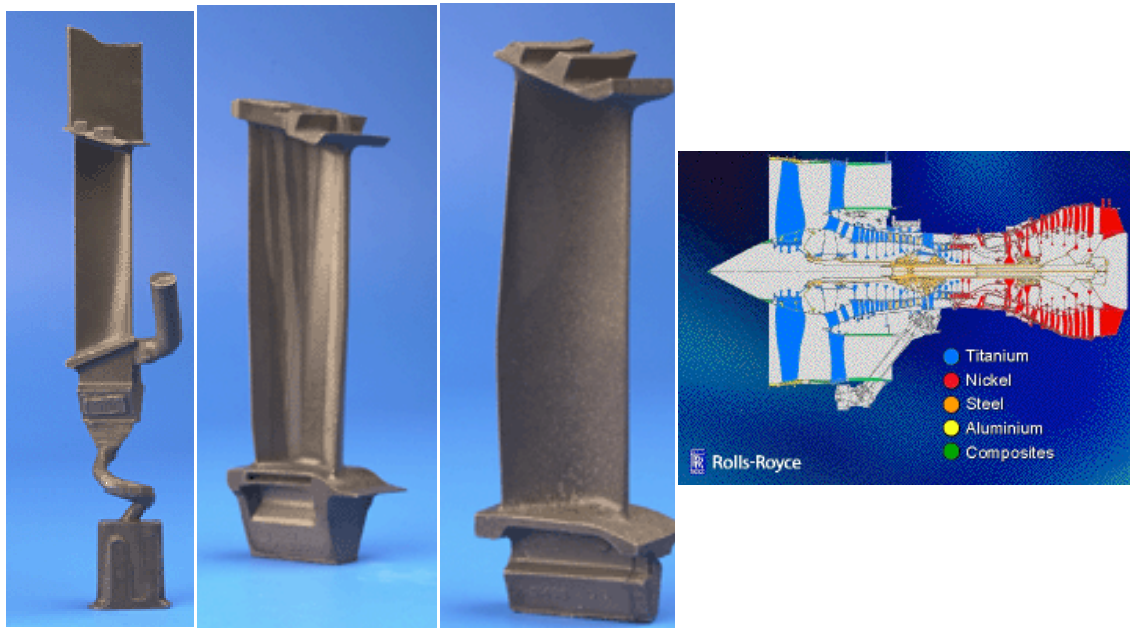
4.8.1. Palhetas de Turbinas

A maior aplicação dessas ligas é na fabricação de palhetas de turbinas aeronáuticas. Uma pá de monocristal não tem contornos de grão, os quais são caminhos para difusões e conseqüente reduzem a resistência do material por deformação por fluência. A estrutura do grão solidificado possui muitos grãos γ , mas os contornos são, na maioria das vezes, paralelos aos principais esforços no eixo; o desempenho dessas palhetas não é tão bom quanto às de monocristais. No entanto, são bem melhores que as palhetas com estruturas de grãos equiaxiais.

A grande vantagem das ligas de monocristais é que muitos dos solutos responsáveis pelo aumento da resistência no contorno de grão são removidos. Isto resulta em um aumento na temperatura de fusão. As ligas de monocristais podem, no entanto serem tratadas termicamente com temperaturas variando entre 1240-1330°C, o que permite o aumento do grão de γ' , que são remanescentes do processo de solidificação. Um tratamento térmico posterior pode ser usado para alcançar uma precipitação controlada e fina de γ' . A principal razão pela qual a primeira geração de superligas de monocristais pode ser usada em aplicações com temperaturas mais elevadas que as solidificadas, é a habilidade de tratar termicamente essas ligas com temperaturas mais altas, e não as vantagens devido à remoção do contorno de grão.

Uma temperatura de tratamento mais alta permite que todo γ' seja levado a solubilização e então ao envelhecimento, para precipitar um grão mais fino.

Palhetas de superligas são usadas também em turbinas a gás, aonde a temperatura chega a aproximadamente 400°, com palhetas de titânio nas regiões mais frias. Isto porque existe um perigo de ignição de titânio em circunstâncias especiais se a temperatura exceder 400°C.



	Grãos	
Monocristal	direcionalmente solidificados em coluna.	
	Policristalino equiaxial	Materiais para motores

FIGURA 18 – Tipos de pás e materiais para motores [24].

4.8.2. Discos de Turbinas

As palhetas são conectadas nos discos de turbinas que por sua vez é ligado no eixo. As propriedades desejadas nesses discos são diferentes das pás, pois estão expostos a temperaturas mais amenas. O disco deve ter resistência à fratura e a fadiga. São geralmente fundidos e depois forjados, são policristalinos

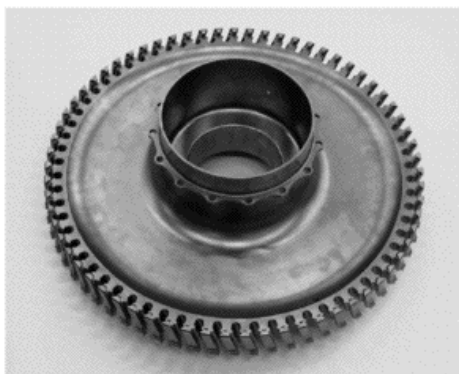


FIGURA 19 – Disco de turbina feito por metalurgia do pó [24].

4.8.3. Turbo compressores

Um motor de combustão interna geralmente usa uma mistura ar/combustível estequiometricamente. Um turbo compressor é um aparelho que força a entrada de mais ar no motor, o que permite um queima consideravelmente maior de combustível. Isto eleva a potência de saída do motor.

O turbo compressor consiste em dois componentes, uma turbina, que, acionada pelos gases de exaustão, aciona uma bomba de ar forçando mais ar pra dentro do motor. Como o turbo compressor é acionado por gases de exaustão, sua temperatura de trabalho é bem elevada, logo, precisa ser resistente.



FIGURA 20 – Turbo Compressor de Inconel 713C, Ni-2Nb-12.5%Cr-4.2%Mo-0.8%Ti-6.1%Al-0.12%C-0.012%B-0.1%Zr [24].

4.8.4. Caldeira a Vapor e Vasos de pressão

O Inconel 625 é um material aprovado para construção de Caldeiras a Vapor e Vasos de pressão de acordo com a American Society of Mechanical Engineers (ASME).

5. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente experimento foi feito em amostras da liga de níquel Inconel 625. Ao todo foram ensaiados dez corpos de prova de aproximadamente 4cm² com 5 mm de espessura. A composição química nominal da matéria prima como recebida, estão descritas nas tabelas abaixo:

TABELA 09 – Composição química da amostra de Inconel 625.

Análise química													
C	Mn	P	Si	Ni	Cr	Mo	Fe	W	Co	S	Nb + Ta	Al	Ti
0,033	0,34	0,012	0,48	60,00	21,27	9,08	4,98	0,002	0,11	0,012	3,18	0,004	0,002

Primeiramente foi feito ensaio de dureza e metalografia de uma amostra do material como recebido. Paralelamente foi realizada a resolubilização das nove amostras restantes na temperatura de 1100°C no forno do laboratório do programa de mestrado do IFES. Retirou-se uma amostra para verificação da dureza e micrografia. As outras oito foram divididas em dois grupos de quatro amostras, envelhecidas por tratamentos térmicos conforme tabela abaixo:

TABELA 10 – Temperatura e tempo de envelhecimento das amostras.

Temperatura (°C)	Tempo do envelhecimento (Horas)			
650	1	2	4	8
900	1	2	4	8

5.1. Tratamento Térmico

Em todas as amostras foi realizado envelhecimento seguido de tempera em água. O equipamento utilizado para realização deste tratamento foi um Forno Elétrico à Resistência modelo FE50RP, fornecido pela MAITEC Materiais Industriais Técnicos Ltda, conforme mostra a Figura 21. Com uma Potência de 4500 W, Voltagem de 220 Volts, entrada de Termopar tipo “S” e temperatura máxima alcançável de 1700°C. O forno é dotado de uma plataforma com movimento vertical caso deseja-se abrir ou fechar o forno, esta plataforma

possui um tubo de material refratário que envolve o Termopar e onde é apoiado o cadinho de trabalho. Na parte superior do forno há uma tampa, a mesma deve ser mantida durante o aquecimento para evitar perdas de calor para o meio externo, mas poderá ser removida caso seja necessário fazer um carregamento com o forno já aquecido. [27]



FIGURA 21 – Foto de um Forno Elétrico a Resistência (modelo FE50RP).

Em nosso ensaio, as peças foram colocadas no forno através da abertura superior, amarradas por um arame. Conforme o envelhecimento a tampa era aberta e a amostra retirada. Caso optássemos pela abertura inferior, no momento da retirada da amostra, as outras entrariam em contato com o ar, podendo alterar o resultado.

5.2. Ensaio de microdureza Vickers

Para realização desse ensaio foi dado acabamento da superfície dos corpos de prova, com disco de polimento em cinco passes (220, 320, 500, 800 e 1200) em baixa-rotação (300 rpm), para um melhor acabamento, da maior para a menor granulação, seguido de um polimento de 0.1 μm .



FIGURA 22 – Disco de Polimento

As amostras foram então levadas ao microdurômetro Digital que possui um penetrador em forma de pirâmide de diamante com ângulo de diedro de 136° para medição de microdureza Vickers acoplado ao programa “Computer Assisted Measurement System” [28]. A carga usada foi de 200 gramas durante 30 segundos. Em cada corpo de prova foram realizadas cinco medições e tirada a média.



FIGURA 23 – Foto do Microdurômetro Digital

5.3. Ensaio de metalografia

Para ensaio de metalografia foi utilizado o MEV para obtenção de imagens e análise quantitativa das amostras.

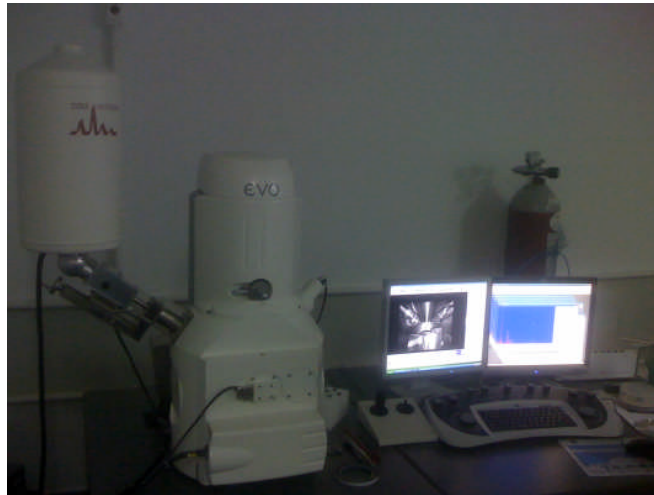


FIGURA 24 – Foto do MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura).

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores de dureza médios encontrados e desvio padrão são mostrados na Tabelas 11 abaixo. Todos os valores de dureza podem ser vistos na tabela 12 no apêndice.

TABELA 11 – Valores de dureza média e desvio padrão

Dureza (HV)	Média	Desvio Padrão
Como recebida	215	11,06
Resolubilizada	207	9,92
Envelhecida a 650°C - 1 Hora	207	13,31
Envelhecida a 650°C - 2 Horas	209	3,69
Envelhecida a 650°C - 4 Horas	231	12,68
Envelhecida a 650°C - 8 Horas	245	18,15
Envelhecida a 900°C - 1 Hora	202	4,41
Envelhecida a 900°C - 2 Horas	205	7,11
Envelhecida a 900°C - 4 Horas	216	11,32
Envelhecida a 900°C - 8 Horas	252	15,80

No gráfico abaixo, fica mais fácil perceber como a dureza do material é afetada devido ao envelhecimento da amostra.

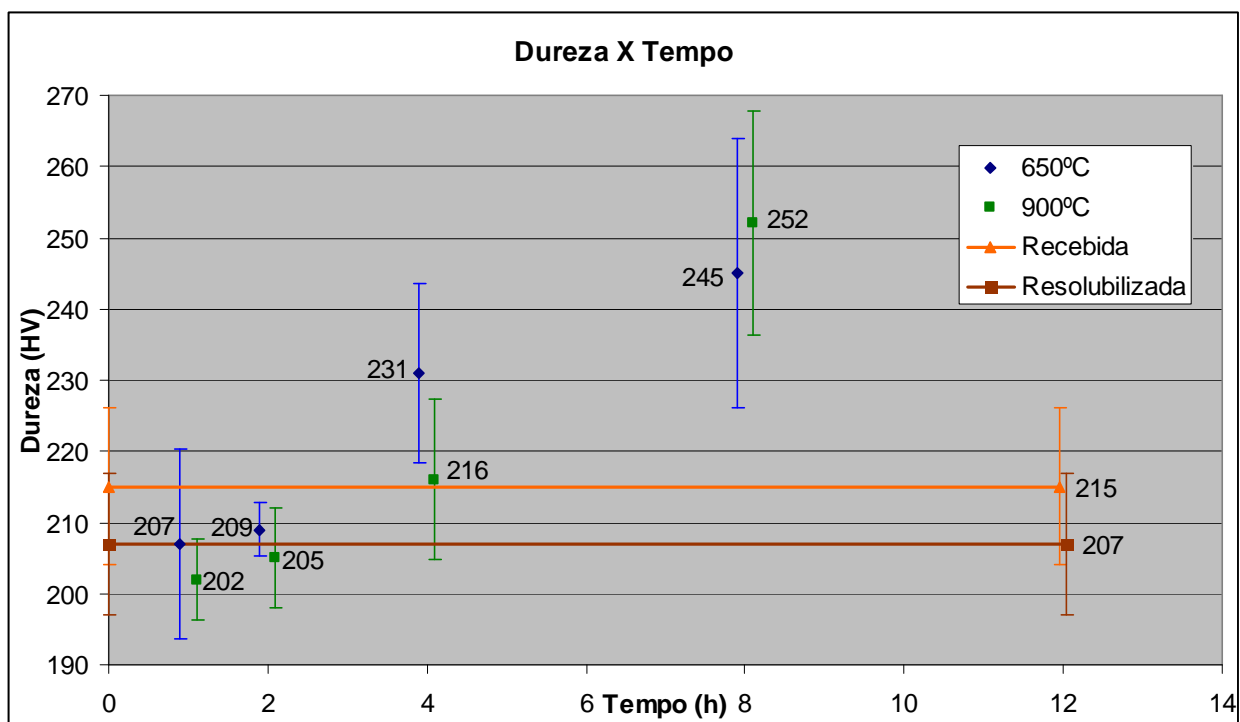


FIGURA 25 – Gráfico de Microdureza Vickers.

6.1. Amostra resolubilizada.

Pode-se notar que após resolubilização da amostra sua dureza caiu de 215 ± 11 HV para 207 ± 10 HV, ou seja, aproximadamente 4%, o que nos leva a pensar que esse material poderia já estar tratado e com a resolubilização, os precipitados responsáveis pelo endurecimento foram dissolvidos, provavelmente as fases $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$ e gama primária – γ' , diminuindo sua dureza. Outra possibilidade seria um aumento nos tamanhos dos grãos provocado pela resolubilização.

No artigo “Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy” [29], o processo de resolubilização a 1150°C por 0,5 horas causou a dissolução da maioria dos precipitados pré-existent.

6.2. Amostra envelhecida a 650°C

Houve um aumento da dureza conforme envelhecimento. Nota-se que com uma e duas horas de envelhecimento, a dureza permaneceu praticamente a mesma da amostra apenas resolubilizada, aproximadamente 207 ± 13 HV, indicando que, provavelmente, o tempo e a temperatura não foram suficientes para precipitar nenhuma fase, porém já para a amostra de quatro horas a dureza subiu para 231 ± 13 HV (12%) e para a de oito horas, já era de 245 ± 18 HV (18%). Isso se deve, possivelmente, à precipitação da fase gama primária – γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] na matriz γ e/ou carbonetos nos contornos de grãos.

Conforme o artigo “Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy” [29], o envelhecimento a 650°C da liga resolubilizada por mais de uma hora resultou na precipitação da fase gama primária – γ' na matriz e carbonetos no contorno de grão, responsáveis pelo aumento do Limite de Elasticidade.

6.3. Amostra envelhecida a 900°C

O resultado para esse caso foi similar ao de 650°C . As amostras envelhecidas por uma e duas horas mantiveram a dureza próxima a da amostra resolubilizada. Para a amostra envelhecida por quatro horas, houve um

aumento da dureza para $216 \pm 11\text{HV}$ (4%) enquanto que a de oito horas subiu para $252 \pm 16\text{HV}$ (22%), causado possivelmente pela precipitação da fase (δ) [$\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Mo})$] e/ou carbonetos. Para esse caso, o artigo “Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy” [29], cita que, com uma hora de envelhecimento, houve precipitação de bastonetes finos da fase δ . A precipitação e o crescimento de grãos da fase δ nas regiões intergranulares continuou com o envelhecimento.

6.4. Micrografia

A análise de micrografia foi feita utilizando o MEV. As amostras analisadas nesse equipamento foram a como recebida, a resolubilizada e a envelhecida por oito horas à 900°C . Assim conseguiu-se os seguintes resultados.

6.4.1. Amostra como recebida

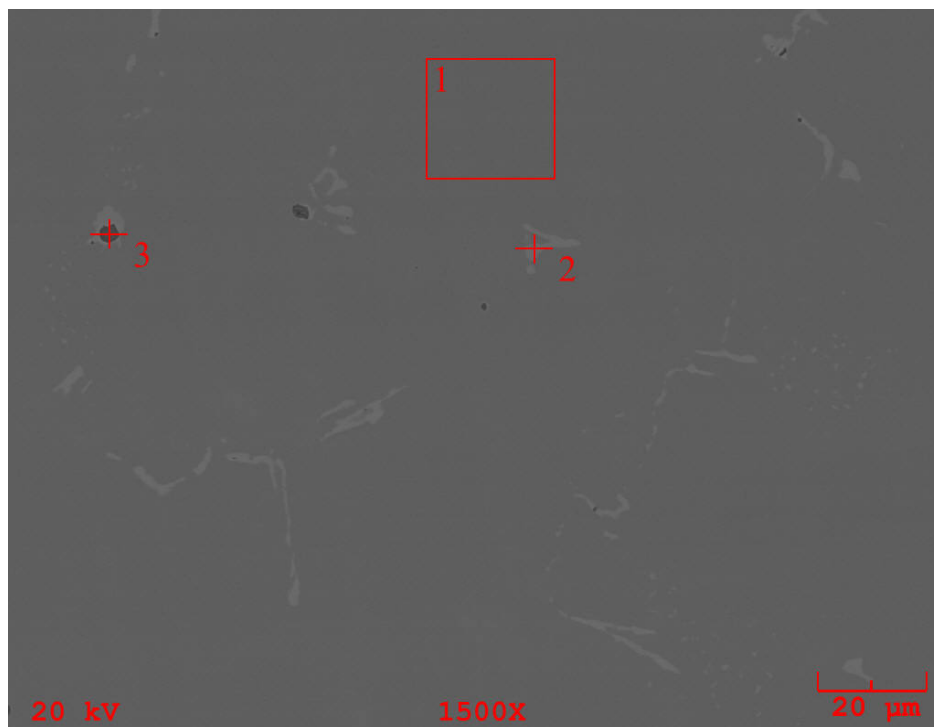
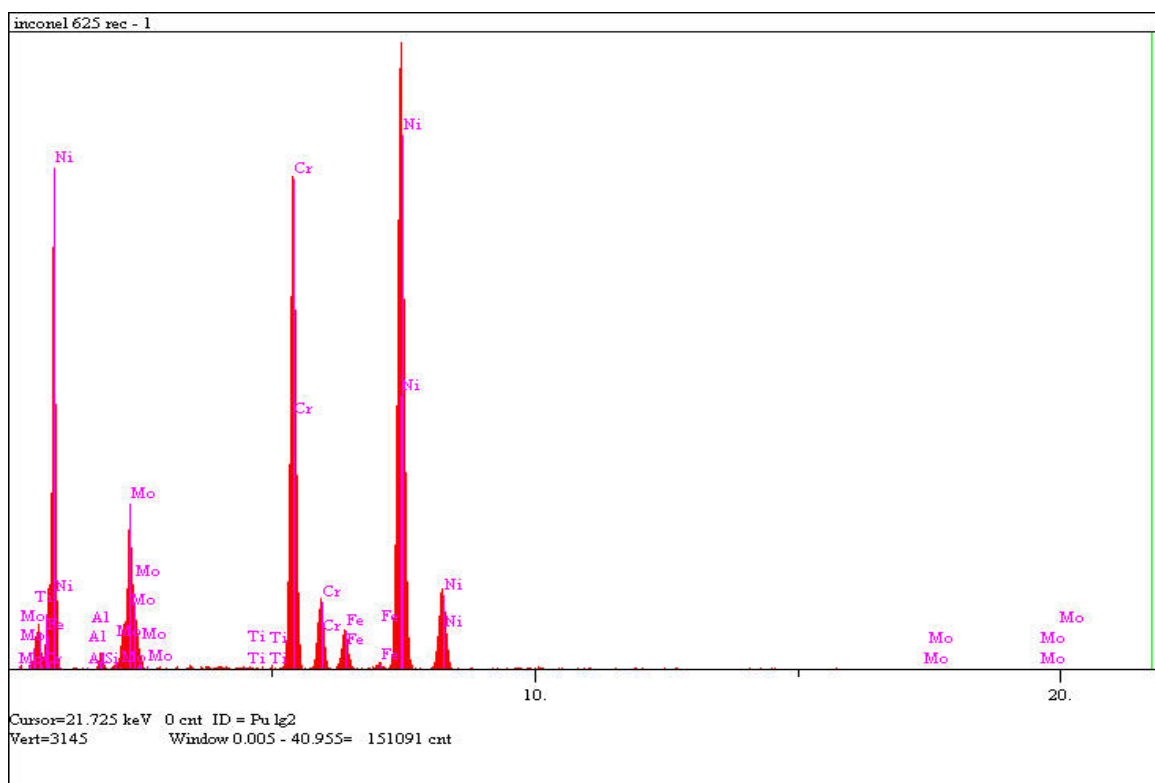


FIGURA 26 – Amostra como recebida vista no MEV. 1500X.

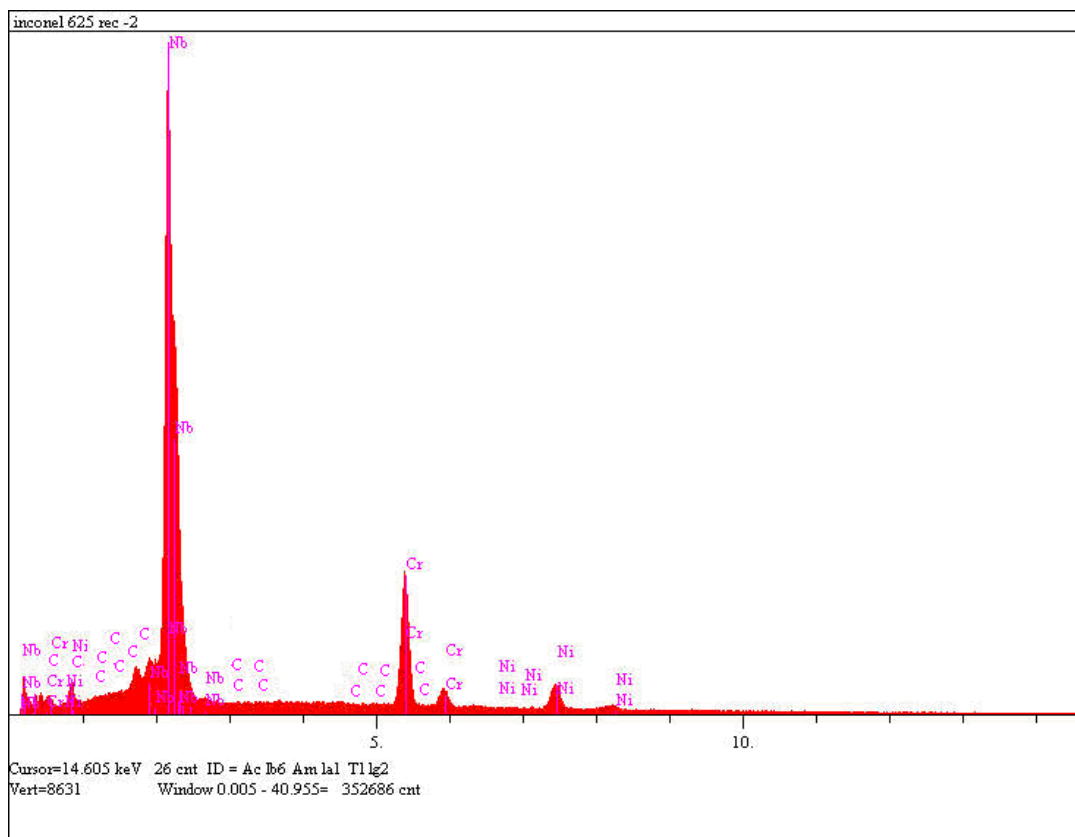
Pode-se observar na figura acima pontos mais escuros que podem ser possíveis poros ou defeitos de topografia, e a parte mais clara, sendo, possíveis carbonetos precipitados nos contornos de grãos. Uma análise química mais detalhada é mostrada a seguir:



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração
C	0,094	0,625	0,123
Al	0,15	0,107	0,047
Si	0,563	1,159	0,531
Ti	0,297	0,166	0,13
Cr	3,659	27,045	22,969
Fe	1,118	2,953	2,694
Ni	4,191	57,436	55,063
Mo	1,837	8,91	13,963
Ta	0,499	1,499	4,43
Nb	0,023	0,056	0,066

FIGURA 27 – Análise quantitativa. Ponto 1 da figura 26.

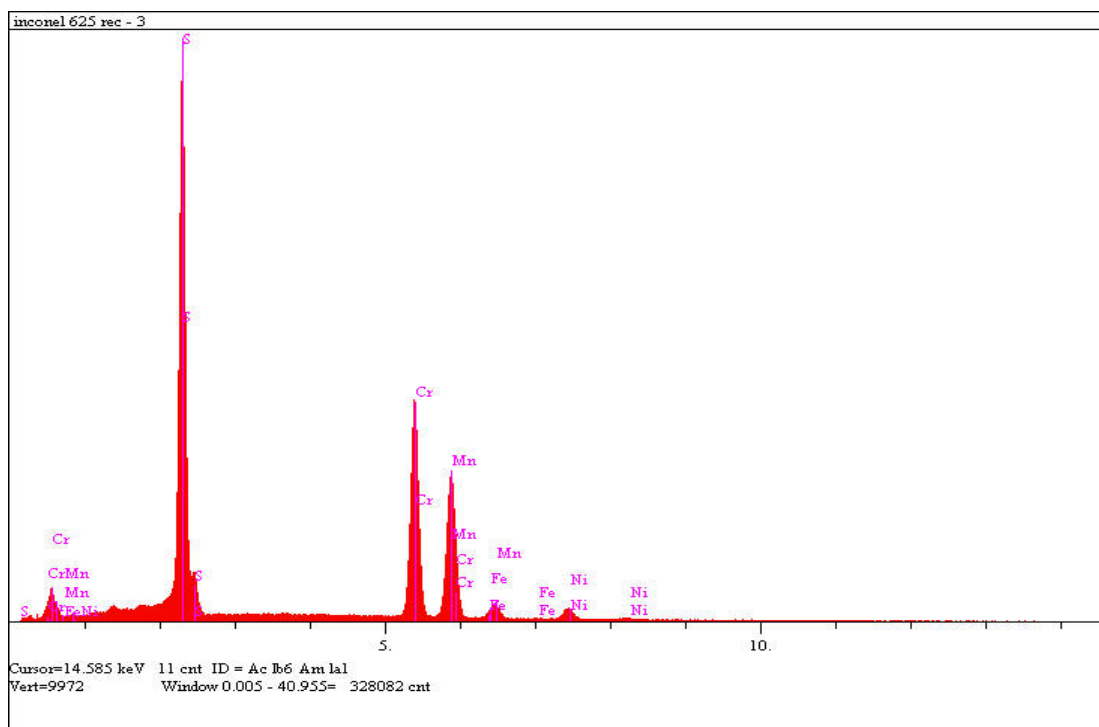
Como esperado, a amostra possui uma matriz com altos teores de Níquel, Cromo e Molibdênio. Uma comparação com a tabela 09 – Composição das amostras de Inconel 625 pode ser feita. A pequena diferença está provavelmente no fato da escolha da área em análise e seu tamanho.



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
C	0,391	11,558	1,849
Al	0,035	0,050	0,062
Si	0,296	0,192	0,072
Ti	0,409	0,321	0,205
Cr	2,95	16,935	11,725
Fe	0,341	0,259	0,192
Ni	1,383	5,198	4,063
Mo	0,015	0,073	0,084
Ta	0,386	0,74	1,784
Nb	5,852	63,626	78,715

FIGURA 28 – Análise quantitativa. Ponto 2 da figura 26.

Pode-se constatar que a amostra provavelmente já havia sido tratada, pois existe uma grande concentração de nióbio, podendo se tratar de carbonetos do tipo NbC. Dois fatos levam a essa conclusão, o primeiro é a porcentagem atômica desse elemento ser 63. O segundo é a morfologia típica de fase de contorno de grão, ou seja, carbonetos.



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
S	6,302	53,881	40,950
Cr	4,266	25,292	31,169
Fe	0,537	0,498	0,660
Ni	1,062	2,481	3,451
Mo	0,638	0,547	1,244

FIGURA 29 – Análise quantitativa. Ponto 3 da figura 26.

A alta concentração de enxofre, provavelmente, trata-se de sulfetos.

6.4.2. Amostra resolubilizada

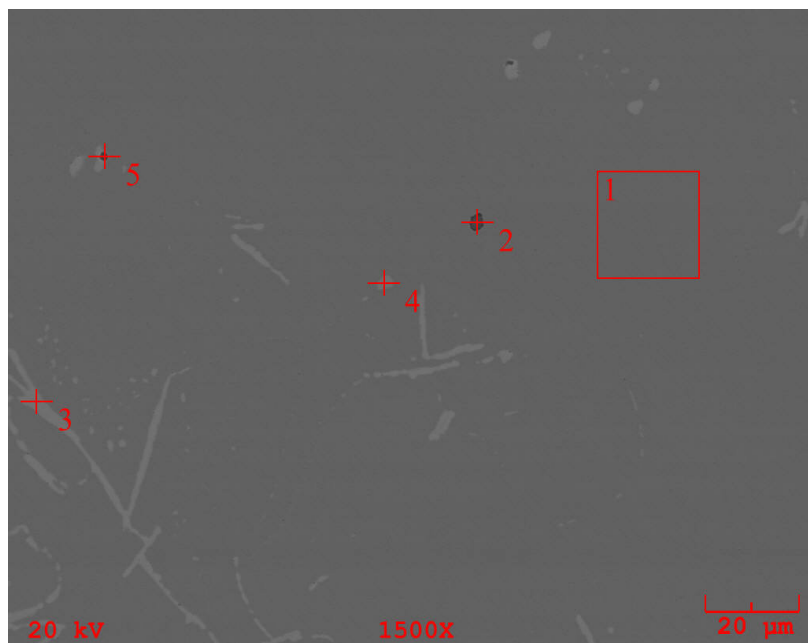


FIGURA 30 – Amostra resolubilizada vista no MEV. 1500X.

A análise feita na amostra resolubilizada foi bem próxima a da como recebida. Apresentando carbonetos do tipo NbC, provavelmente remanescentes de tratamentos anteriores, e pontos com sulfetos.

6.4.3. Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas

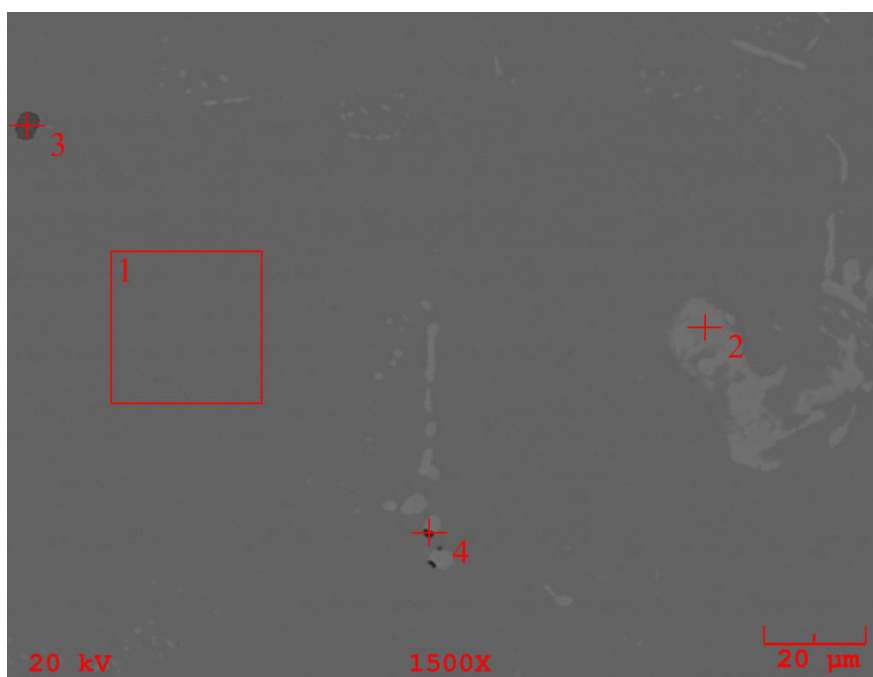
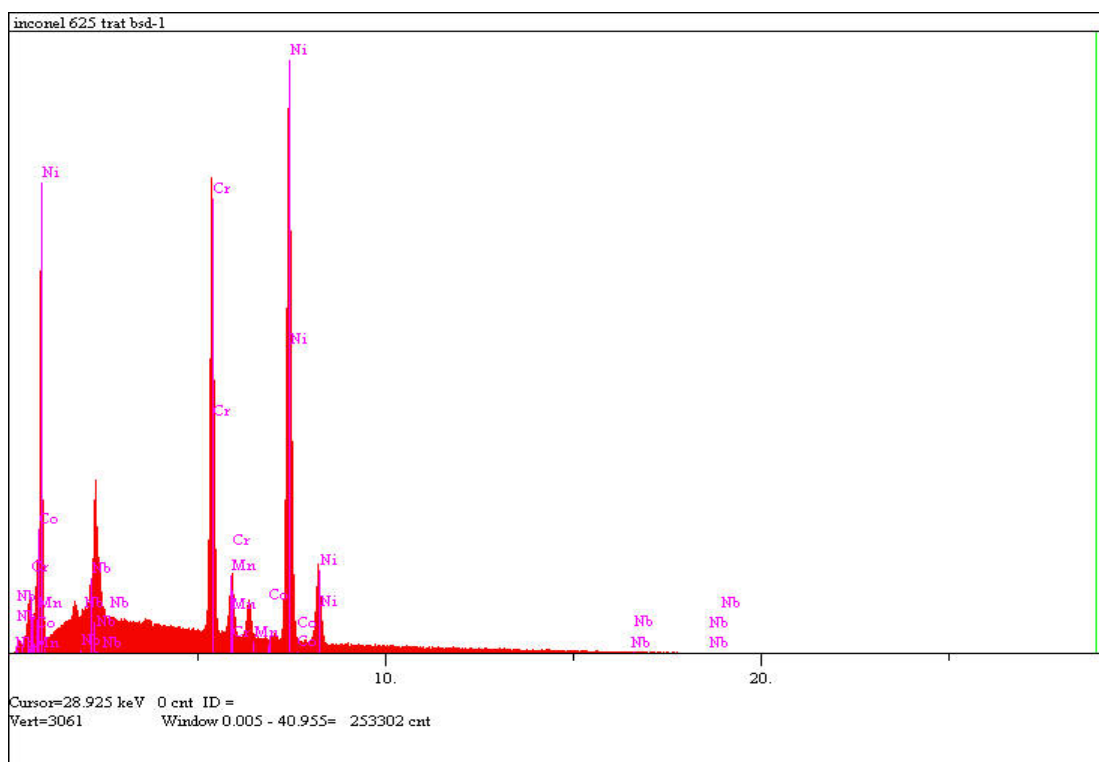


FIGURA 31 – Amostra envelhecida a 900°C por 8 horas vista no MEV. 1500X.

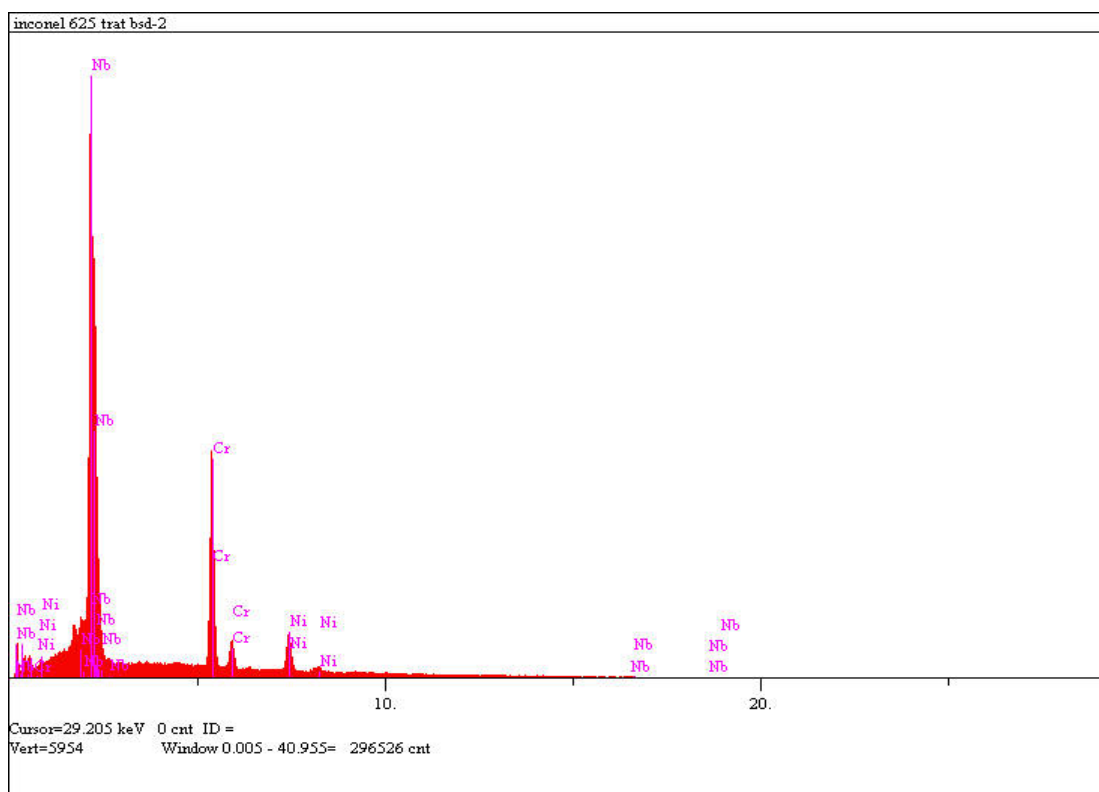
Nesse caso também se pode observar pontos claros e escuros conforme previamente explanados. A diferença está na morfologia dos precipitados. No caso da amostra como recebida, os precipitados estão mais dispersos, provavelmente, por ter sido tratada por um período mais longo que oito horas.



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
Si	0,746	1,385	1,307
Cr	3,47	29,117	26,011
Ni	4,001	64,944	65,488
Co	0,386	0,131	1,784
Nb	1,157	4,423	7,061

FIGURA 32 – Análise quantitativa da amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto 1 da figura 31.

Da mesma forma da amostra como recebida, nota-se uma matriz com altas concentrações de Níquel e Cromo.

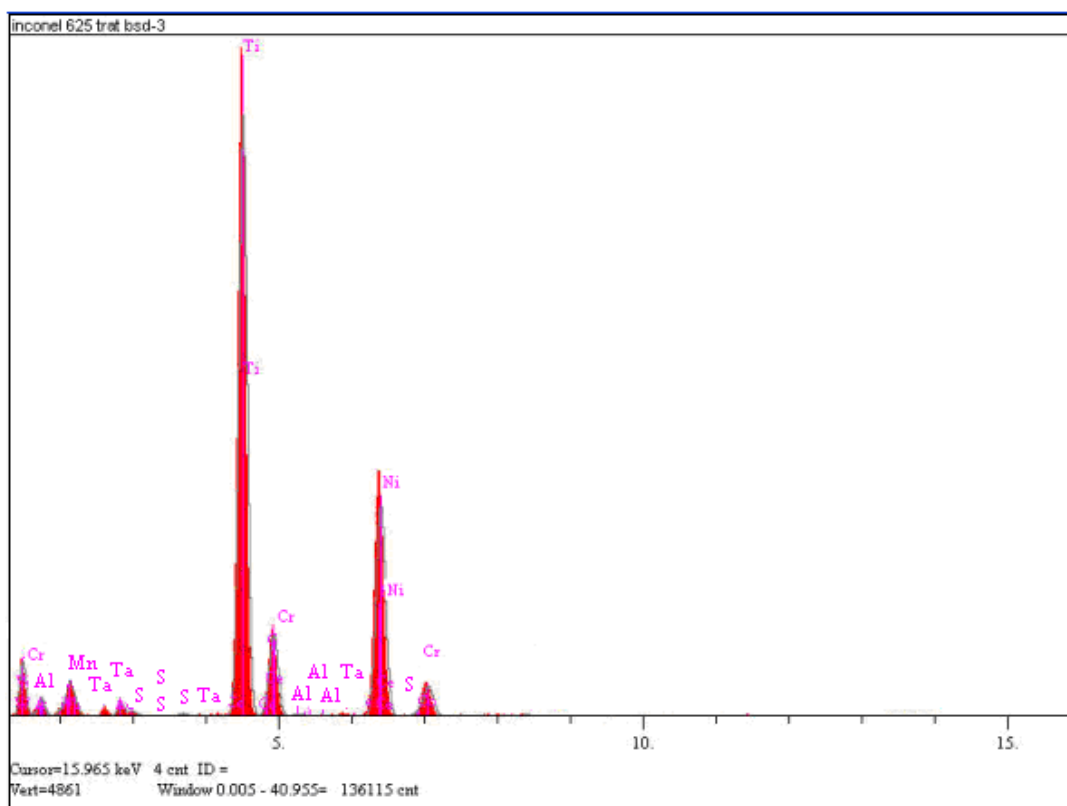


Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
Si	0,708	1,473	0,525
Ta	0,386	0,966	2,218
Cr	3,311	27,575	18,19
Fe	0,393	0,451	0,32
Ni	1,449	7,486	5,575
Mo	0,638	0,547	1,244
Co	0,11	0,038	0,029
Nb	5,015	61,964	73,037
C	0,002	0,025	0,030

FIGURA 33 – Análise quantitativa da amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto 2 da figura 31.

Por causa dos altos teores de Nióbio, acredita-se que com tratamento houve possível precipitação da fase (δ) $[\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Mo})]$ na matriz ou carbonetos NbC no contorno de grão. Como a concentração atômica de Nióbio nesse ponto é

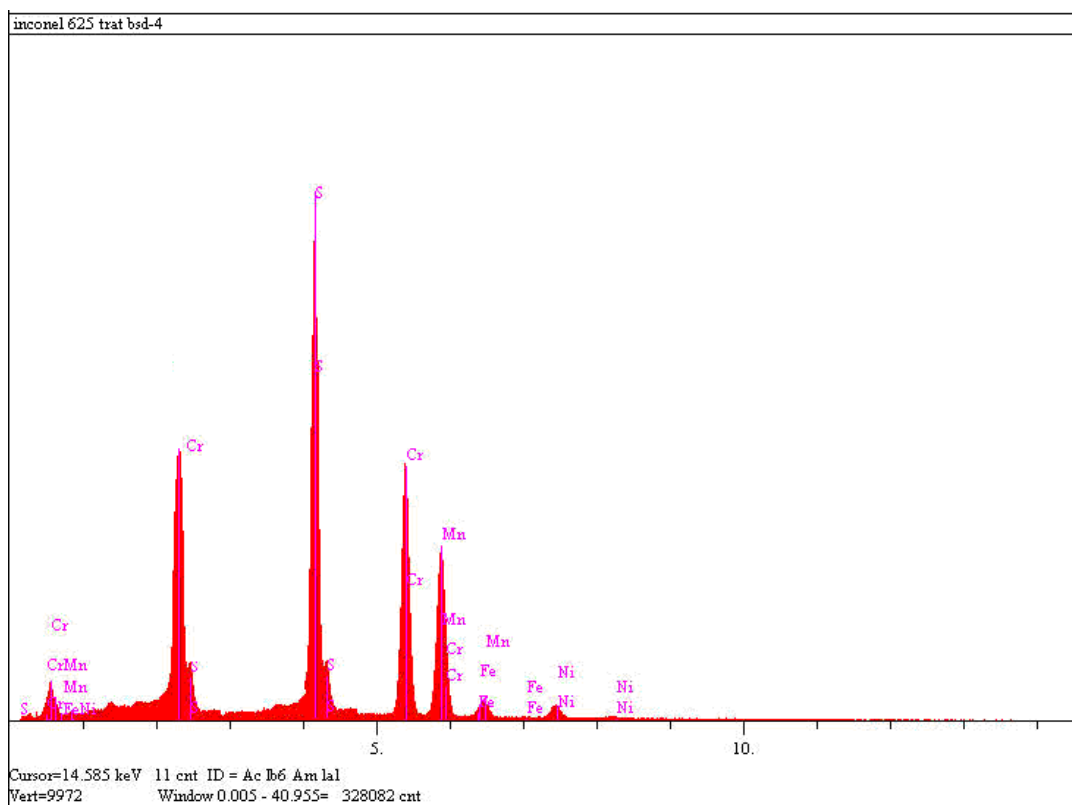
muito maior que a de Níquel, a segunda opção é mais provável, pois caso contrário deveria haver aproximadamente, três vezes mais Níquel que Nióbio.



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
C	0,001	0,003	0,005
Al	1,337	3,249	2,828
Mn	2,087	5,636	9,988
Cr	3,369	8,973	18,437
Fe	0,393	0,451	0,320
Ni	3,616	18,072	25,184
Mo	0,638	0,547	1,244
Co	0,180	0,053	0,100
Ti	3,637	59,576	71,0145

FIGURA 34 – Análise quantitativa da amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto 3 da figura 31.

Nesse caso pode-se notar uma possível precipitação da fase gama primária – γ' $[\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})]$ e/ou carbonetos do tipo TiC , devido às altas concentrações de Titânio nesse ponto. Como o teor de Titânio é bem maior que a concentração de Níquel, chega-se a conclusão que provavelmente trata-se de carbonetos.



Elemento	Erro	% Atômica	Concentração em massa (%)
S	5,825	43,881	43,937
Cr	4,237	35,395	32,782
Fe	0,643	0,554	0,666
Ni	1,135	3,561	4,016
Mn	0,521	0,429	1,357

FIGURA 35 – Análise quantitativa da amostra envelhecida a 900°C por 8 horas. Ponto 4 da figura 31.

A alta concentração de enxofre trata-se provavelmente de sulfetos.

7. CONCLUSÃO

A diminuição da dureza na amostra resolubilizada em relação à amostra como recebida, indica uma redução, em média, de 8HV na dureza, aproximadamente 4%, causada provavelmente pela dissolução de carbonetos MC, responsáveis pelo aumento da dureza. Assim como constatado na análise quantitativa por MEV.

Por outro lado, o aumento da dureza nas amostras envelhecidas a 650°C, deve-se, provavelmente, as precipitações das fases γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] na matriz γ e carbonetos do tipo NbC nos contornos de grão. Para as amostras envelhecidas a 900°C, a elevação da dureza é resultado, provavelmente de precipitações de carbonetos nos contornos de grãos, conforme observado na análise quantitativa por MEV.

Se considerarmos uma margem de 5% de erro devido a mau polimento, má calibração do microdurômetro, falha de operação, dentre outros, nota-se que mesmo assim houve um aumento de aproximadamente 17% e 13% na dureza das amostras envelhecidas a 900°C e 650°C respectivamente, ambas envelhecidas por 8 horas, comprovando assim, a eficácia do envelhecimento para aumento da dureza do Inconel 625 resolubilizado.

8. SUGESTÃO DE NOVOS ESTUDOS

Um estudo focado no tratamento térmico de envelhecimento, porém com tempos maiores para verificação dos efeitos em longo prazo seria bastante interessante visto que não foi possível a identificação da fase $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$, a qual é responsável pela degradação das propriedades mecânicas dessa ligas, possibilitando dessa forma, identificar a temperatura e o tempo de envelhecimento ideal para esse tratamento.

Análise de corrosão por pites em meio agressivo, simulando a água do mar, por exemplo, nessas amostras para simulação da corrosão a longo prazo.

Análise de resistência à tração e limite e elasticidade das amostras envelhecidas, para comparação com os resultados e suposições acima.

9. APÊNDICE

TABELA 02 – Valores de dureza encontrados na amostra

Dureza (HV)	1º	2º	3º	4º	5º	Média	Desvio Padrão
Como recebida	220,50	198,27	210,58	227,66	215,60	215	11,06
Resolubilizada	202,92	204,01	210,37	197,02	223,08	207	9,92
Envelhecida a 650°C - 1 Hora	207,39	206,90	229,21	195,82	197,47	207	13,31
Envelhecida a 650°C - 2 Horas	213,04	203,04	208,04	208,50	210,49	209	3,69
Envelhecida a 650°C - 4 Horas	218,76	232,81	226,94	226,39	252,28	231	12,68
Envelhecida a 650°C - 8 Horas	233,70	232,82	261,97	265,48	227,23	245	18,15
Envelhecida a 900°C - 1 Hora	199,35	208,66	205,55	201,35	193,99	202	5,66
Envelhecida a 900°C - 2 Horas	207,74	196,05	206,98	213,77	199,17	205	7,11
Envelhecida a 900°C - 4 Horas	230,15	213,35	199,88	214,44	222,56	216	11,32
Envelhecida a 900°C - 8 Horas	256,51	275,35	234,72	251,69	240,38	252	15,80

10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] <http://www.icz.org.br/niquel-superligas.php>
- [2]. MINTZ, T.S.; DEVINE, T.M. Influence of surface films on the susceptibility of Inconel 600 to stress corrosion cracking. *Engineering Materials*. V.261-263, p.875-884, 2004.
- [3]. <http://www.grima.ufsc.br/cobef4files011017044.pdf.pdf>
- [4]. COOPER, K.P.; SLEBODNICK, P.; THOMAS, E.D. Seawater corrosion behavior of laser surface modified Inconel 625 alloy. *Materials Science and Engineering*, V.A206, p.138-149, 1996.
- [5] Characterization of microstructures in Inconel 625 using X-ray diffraction peak broadening and lattice parameter measurements by Sanjay K. Rai, Anish Kumar, Vani Shankar, T. Jayakumar
- [6]. *Metals Handbook – Ninth Edition Volume 3 – Properties and Selection: Stainless Steels, Tool materials and Specials Purpose metals. Heat-Resistant Materials.*
- [7]. EZUGWU, E. O. et al. The machinability of nickel based alloys: a review. *Journal of Materials Processing technology*, n. 86, p. 1-16, 1999.
- [8]. SHANKAR, K. V. et al. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. *Journal of nuclear materials* n. 228, p. 222-232, 2001.

- [9] – CHOUDHURY, I.A. et al. Machinability of nickel-base alloys: a general review. Journal of Materials Processing Technology, n. 77, p. 278-284, 1998.
- [10] – FERRARESI, D. Fundamentos da Usinagem dos Metais. 9ª. Reimpressão. São Paulo: Ed. Edgard Blucher Ltda, 1995.
- [11] <http://www.specialmetals.com> – Publication Number SMC-063 by Special Metals Corporation, 2006 (Jan 06)
- [12] E.E. Brown, D.R. Muzyka, in: C.T. Sims, W.C. Hagel (Eds.), The Superalloys II, Wiley, New York, NY, 1987, p. 165.
- [13] H. Bohm, K. Ehlich, K.H. Krammer, Metallurgy 24 (1970) 643.
- [14] F. Garzarotli, A. Gerscha, F.P. Francke, Z. Metallkd. 60 (1969) 643.
- [15] S. Floreen, G.E. Fuchs, W.J. Yang, in: E.A. Loria (Ed.), Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, TMS, Warrendale, PA, 1994, p. 13.
- [16] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Metall. Trans. A 19A (1988) 453.
- [17] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Mater. Sci. Forum 3 (1985) 273.
- [18] I. Kirman, J. Iron Steel Inst. 207 (1969) 1612
- [19] D.R. Muzyka, in: C.T. Sims, W.C. Hagel (Eds.), The Superalloys, Wiley, New York, 1972. p. 113
- [20] M. Sundararaman, L. Kumar, G.e. Prasad, P. Mukhopadhyay, S. Banerjee, Metall. Mater. Trans. A 30A (1999)

[21] J.F. Radavich, A. Fort, in: E.A. Loria (Ed.), Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, TMS, Warrendale, PA, 1994, p.635.

[22] C. Thomas, P. TIT, Int. J. Pressure Vessels Piping 59 (1994) 41.

[23] <http://www.msm.cam.ac.uk/phasetrans/2003/Superalloys/superalloys.html>

[24] Hillier, Ph.D. Thesis, University of Cambridge, 1984.

[25] MAGNIN, T.; NOEL, D.; RIOS, R. Microfractographic aspects of stress corrosion cracking of Inconel 600 in a pressurized water reactor environment. Materials Science & Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing. V.A177, p. L11-L14, 1994.

[26] http://www.alloywire.com/inconel_alloy_625.html

[27] ESTUDO DA VIABILIDADE TÉCNICA DA UTILIZAÇÃO DE RESÍDUO DE MÁRMORE NA DESSULFURAÇÃO DE FERRO-GUSA1, XL Seminário de Aciaria Internacional / XL Steelmaking Seminar International

[28] <http://www.gbpd.com.br/Arquivos/18encontro/LLPG5vvz.pdf>

[29] Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy, by Vani Shankar, K. Bhanu Sankara Rao

