



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

GEORGIA EFFGEN SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS A QUENTE DE
SUPERLIGA PARA FABRICAÇÃO DE DISCOS DE TURBINA
AERONÁUTICA**

VITÓRIA

2017

GEORGIA EFFGEN SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS A QUENTE DE
SUPERLIGA PARA FABRICAÇÃO DE DISCOS DE TURBINA
AERONÁUTICA**

Projeto de graduação
apresentado ao Departamento
de Engenharia Mecânica do
Centro Tecnológico da
Universidade Federal do
Espírito Santo, para obtenção
do título de bacharel em
Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Osvaldo
Guilherme Cominelli

VITÓRIA

2017

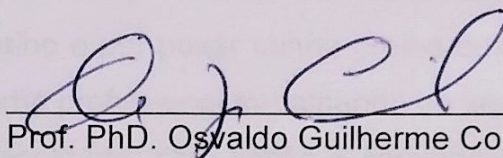
GEORGIA EFFGEN SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS A QUENTE DE
SUPERLIGA PARA FABRICAÇÃO DE DISCOS DE TURBINA AERONAUTICA**

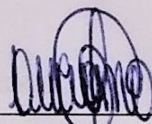
Projeto de graduação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, para obtenção do título de bacharel em Engenharia Mecânica.

Aprovada em 24 de julho de 2017.

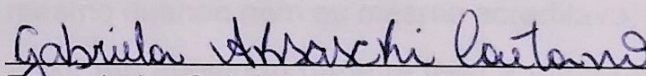
COMISSÃO EXAMINADORA



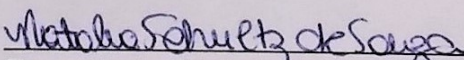
Prof. PhD. Osvaldo Guilherme Cominelli
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador



Prof. Dr. Luciano de Oliveira Castro Lara
Universidade Federal do Espírito Santo



Engenheira Gabriela Aksascki Caetano
Universidade Federal do Espírito Santo



Engenheira Natalia Schultz de Souza
Instituto Federal do Espírito Santo

DEDICATÓRIA

O presente projeto de graduação foi reflexo da contribuição, direta ou indireta, de várias pessoas, as quais agora agradeço:

Às engenheiras Gabriela Aksascki Caetano e Natalia Schultz de Souza e ao professor Luciano de Oliveira Castro Lara, por terem aceitado prontamente o convite para participarem da banca examinadora.

Ao meu orientador da UFES, Prof. Osvaldo Cominelli, obrigada pela ajuda e orientação.

À Aubert et Duval, pela confiança e financiamento deste projeto, especialmente na pessoa do Dr. Christian Dumont.

Ao meu orientador do Instituto PPrime, Dr. Jonathan Cormier, muito obrigada por confiar em meu trabalho e por puxar minha orelha quando eu precisei. Eu cresci muito como pessoa e como profissional trabalhando ao seu lado.

Aos meus amigos de faculdade, sem vocês o caminho seria muito mais tortuoso. Todos os 10 períodos do curso têm um pedacinho de cada um de vocês, e aqui não seria muito diferente.

À minha amiga, Lorena Mataveli Suave, que me convenceu a ser engenheira mecânica e me ajudou de uma forma tão grandiosa que eu nem tenho palavras suficientes para agradecer.

E finalmente, aos meus pais, George e Rita, meus maiores amores, muito obrigada por acreditarem em mim, mesmo quando nem eu mesma acreditava, por me darem forças quando eu fraquejei e por me apoiarem durante toda a minha vida em todos os meus projetos.

RESUMO

Visa-se caracterizar as propriedades mecânicas de fadiga e tração a quente da nova superliga a base de níquel AD730™, desenvolvida pela empresa Aubert et Duval, para validação de seu uso na área aeronáutica, mais especificamente para fabricação de discos de turbina de avião. São avaliadas as influências do tamanho de grão, temperatura de trabalho e diferentes tratamentos térmicos nas propriedades avaliadas. A análise do efeito do tamanho do grão é feita a partir da produção de uma microestrutura inteligente, adaptada para os diferentes tipos de esforços sofridos pelo disco de turbina durante seu trabalho. Um processo chamado *Dual Microstructure Heat Treatment* foi utilizado para gerar um gradiente de microestrutura, provocando o crescimento do grão de acordo com a variação do raio do disco, o que aumentou a vida útil do disco. Os tratamentos térmicos escolhidos para comparação foram o tratamento térmico de solubilização (1080°C/4h/Ar) em conjunto com um envelhecimento (730°C/8h/Ar) e apenas o envelhecimento (730°C/8h/Ar). Os resultados obtidos mostraram que o tratamento térmico de solubilização é necessário para a melhora das propriedades mecânicas da liga. Os testes de tração foram efetuados a 550°C e a 700°C, já os testes de fadiga foram feitos apenas a 550°C. Os resultados dos testes mostraram uma queda nas propriedades mecânicas a 700°C quando comparado a 550C. A diferença desta superliga para as outras já presentes no mercado é principalmente a possibilidade da utilização dos processos de fundição e forjamento para a fabricação de componentes, tornando o preço do produto final muito mais atrativo. Esta propriedade é garantida pela fração ideal de precipitado γ' , principal fase endurecedora, presente na superliga.

Palavras-chave: AD730™, Superliga a Base de Níquel, Precipitados Gama Linha, Fadiga a Quente, Tração a Quente

ABSTRACT

It is intended to characterize the tensile and fatigue properties at high temperatures of a new nickel-based superalloy called AD730™, developed by the company Aubert et Duval, for validation of its use in the aeronautical field, more specifically for manufacturing aeronautical turbine discs. At this project, it is studied the influence of the grain size, working temperature and different heat treatments on the mechanical properties of the material. The grain size effects were analyzed by the production of an intelligent microstructure, adapted to the different types of loads suffered by the turbine disc during its work. A process called Dual Microstructure Heat Treatment was used to generate a gradient microstructure, causing the grain growth according to the radius evolution, which increased its life. The heat treatments chosen for comparison were the solution heat treatment (1080°C/4h/Ar) along with aging (730°C/8h/Ar) and aging only (730°C/8h/Ar). The results showed that the solution heat treatment is necessary to improve the mechanical properties of the alloy. The tensile tests were performed at 550 ° C and 700 ° C, and the fatigue tests were done only at 550 ° C. Test results showed a decrease in mechanical properties at 700 ° C when compared to 550 ° C. The difference of this superalloy to the others already present in the market is mainly the possibility of the use of the processes of cast and wrought for the manufacture of components, turning the price of the final product much more attractive. This property is guaranteed by the ideal fraction of precipitate γ' , main strengthening phase, present in the superalloy.

Keywords: AD730™, Nickel-based Superalloy, Gamma Prime Precipitates, Fatigue, Tensile

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fração de gama linha no equilíbrio vs Temperatura no AD730™, 718Plus e U720.....	13
Figura 2: Custo de superligas fundidas (custo dos elementos de liga racionalizados a 718's)	14
Figura 3: Limite de resistência a tração real (σ_{Ur}) em função da temperatura	14
Figura 4: Tensão proporcional (σ_p) em função da temperatura	15
Figura 5: Propriedades de fadiga a 650°C das ligas AD730™ e Ni33 comparadas ao U720Li. (Testes executados a 650°C, frequência igual a 10 Hz e tensão máxima de 1050MPa).....	15
Figura 6: Classes diferentes de partículas γ'	16
Figura 7: Microestrutura desejada.....	18
Figura 8: Esquema do processo DMHT para disco de turbina	18
Figura 9: Microestrutura da liga U720Li após o processo DMTH	19
Figura 10: Efeito do envelhecimento nas propriedades de tração a 700°C.....	20
Figura 11: Efeito do envelhecimento no comportamento de fluência a 700°C, 500 Mpa	21
Figura 12: Efeito do envelhecimento na distribuição transgranular do precipitado γ'	21
Figura 13: Tensão proporcional versus temperatura.....	22
Figura 14: Limite de resistência a tração real versus temperatura	23
Figura 15: Exemplo de bloco extraído do disco.....	24
Figura 16: Blocos usinados no disco	25
Figura 17: Corpo de prova polido até 1 μ m com pó de diamante e finalizado com os pontos de cerâmica	26
Figura 18: Configuração do dispositivo utilizado para execução dos testes de fadiga e tração	27
Figura 19: Esquema de retirada de amostras para a análise EBSD	29
Figura 20: Identificação de maclas e reconstrução do grão	30
Figura 21: Caracterização EBSD do AD730™	31
Figura 22: Evolução do tamanho de grão com a posição radial.....	32
Figura 23: Evolução do tamanho de grão excluindo maclas de acordo com a posição radial	33
Figura 24: Tamanho de grão em correlação com a posição radial.....	33

Figura 25: Microestrutura dos corpos de prova. a e c: Tratados termicamente por solubilização a 1080°C e envelhecimento a 730°C. b e d: tratados termicamente por envelhecimento a 730°C.	35
Figura 26: Fração volumétrica de γ' primário em função do tempo de dissolução	36
Figura 27: Curvas de tração para ambos os tratamentos térmicos a 550°C	37
Figura 28: Evolução das propriedades mecânicas de tração à 550°C em função da posição radial no disco.	39
Figura 29: Curvas do ensaio de tração a 700°C para ambos os tratamentos térmicos	40
Figura 30: Evolução das propriedades de tração a 700°C em função da posição radial do disco	42
Figura 31: Comparação entre propriedades mecânicas entre tratamentos térmicos e temperaturas de teste de tração em relação a posição radial	43
Figura 32: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente	45
Figura 33: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente	46
Figura 34: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente	47
Figura 35: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente.	48
Figura 36: Curvas histereses de fadigas de baixo ciclo	49
Figura 37: Evolução do número de ciclos até a falha em função da posição radial para ambos tratamentos térmicos pós-DMHT	50
Figura 38: Gráfico de máxima tensão por ciclo	51
Figura 39: Gráfico de máxima tensão por ciclo	51
5. Figura 40: A) e B) Tratamento térmico de duas etapas C) e D) Tratamento térmico com uma etapa.....	53
Figura 41: A) e B) Tratamento térmico de duas etapas C) e D) Tratamento térmico com uma etapa.....	54

LISTA DE SIGLAS

A%: alongamento percentual

C&W: cast and wrought

DMHT: dual microstructure heat treatment

E: módulo de elasticidade

EBSD: electron backscatter diffraction

MEV: microscópio eletrônico de varredura

U720: Udimet720

TT: tratamento térmico

$\Delta\varepsilon$: amplitude de deformação

σ_e : limite de escoamento

σ_p : tensão proporcional

σ_u : limite de resistência a tração

σ_{ur} : limite de resistência a tração real

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVOS	11
2.1. OBJETIVO GERAL	11
2.2. OBJETIVO ESPECÍFICO	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
3.1. SUPERLIGA AD730™	12
3.2. OS PRECIPITADOS GAMA LINHA	16
3.3. A FORMAÇÃO DA MICROESTRUTURA GRADIENTE.....	17
3.4. O EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS	19
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	24
4.1. PREPARAÇÃO PARA OS TESTES.....	24
4.1.1. Preparação dos testes de tração	26
4.1.2. Preparação dos testes de fadiga	27
4.2. MICROSCOPIA.....	28
4.3. ANALISE <i>ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION</i>	29
5. RESULTADOS E ANALISES.....	31
5.1. QUANTIFICAÇÃO DO TAMANHO DO GRÃO.....	31
5.2. OBSERVAÇÃO DO PRECIPITADO GAMA LINHA	34
5.3. TESTES DE TRAÇÃO	37
5.3.1. Tração a 550°C	37
5.3.2. Tração a 700°C	40
5.3.3. Comparação entre tratamentos térmicos.....	43
5.3.4. Observação das superfícies de ruptura dos testes de tração.....	45
5.4. TESTES DE FADIGA	49
5.4.1. Observação das superfícies de ruptura dos testes de fadiga	53
6. CONCLUSÕES	56
REFERÊNCIAS.....	58

1. INTRODUÇÃO

A tecnologia está em mudança e descoberta constantes, modificando o que estamos acostumados a ver todos os dias. Normalmente, essas transformações ocorrem baseadas na demanda ou necessidade que algumas áreas possuem, e uma das mais importantes dos dias atuais é a área energética. A necessidade por energia está crescendo dia-a-dia e mecanismos com melhores performances estão sendo criados para suprir essas necessidades. Por essa razão, turbinas a gás estão operando em altas temperaturas, segundo Devaux et al (2010, p. 205) acima de 1500°C na saída da câmara de combustão, criando a demanda de novos materiais que possam resistir a esse ambiente agressivo.

Superligas a base de níquel são largamente utilizadas para design e fabricação de componentes de turbinas a gás (pás, dutos, discos, combustores, etc.) por conta das excelentes propriedades mecânicas, boa resistência a variações de temperatura (operação cíclica da turbina) e alta resistência à corrosão. Mais especificamente, discos de turbina fabricados a partir destas superligas são produzidos via metalurgia do pó, que é hoje o processo requerido para o alcance de condições de operação à altas temperaturas. Porém, este método de fabricação encarece o custo final do componente.

Pensando nisso, novas superligas a base de níquel com a capacidade de serem forjadas e fundidas foram criadas, e entre elas está a AD730™, desenvolvida pela Aubert et Duval (Devaux et al, 2010, p. 205). Ela possui uma atrativa combinação entre custo de produção e propriedades mecânicas à altas temperaturas. Mais ainda, uma das possibilidades para aumentar a durabilidade dos discos de turbina é a criação de uma microestrutura inteligente, de tal forma que um mesmo disco possa resistir à diferentes tipos de carregamentos mecânicos no centro e na borda (próximo ao acoplamento das lâminas) do mesmo.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é caracterizar as propriedades mecânicas a quente de nova superliga a base de níquel.

2.2. OBJETIVO ESPECÍFICO

Realizar testes de tração e fadiga a 550°C e a 700°C, estabelecer qual tratamento térmico propicia as melhores propriedades mecânicas a quente e avaliar o efeito da microestrutura nas propriedades do material, a partir de um gradiente de tamanho de grãos.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

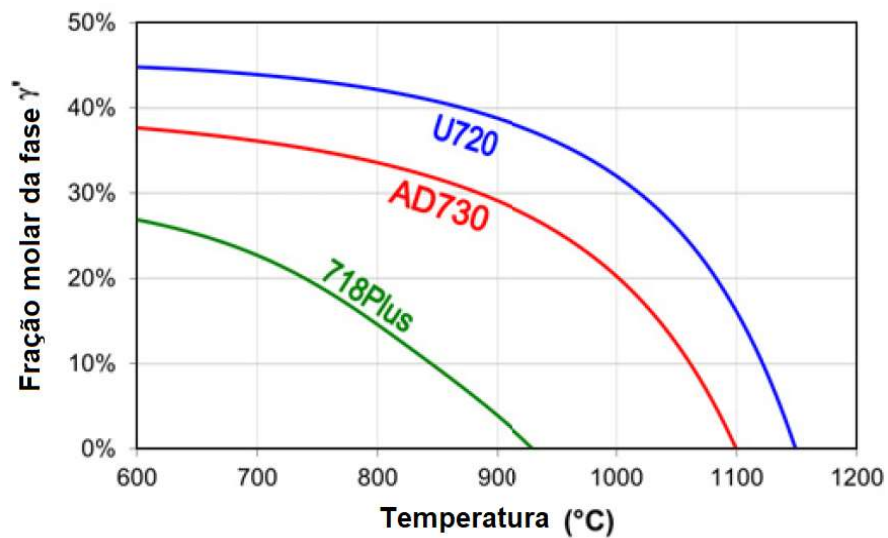
3.1. SUPERLIGA AD730™

Com a necessidade de boas propriedades mecânicas a altas temperaturas, novas superligas a base de níquel têm sido criadas para substituir ligas mais antigas utilizadas na fabricação de componentes, como a Inconel 718. Novas superligas a base de níquel como Udimet720Li e TMW foram desenvolvidas, porém, elas apresentam alguns impedimentos. A Udimet 720Li (ou U720Li) é reforçada pela fase γ' , que é a principal fase endurecedora de várias superligas a base de níquel, e possui uma alta resistência a altas temperaturas e pode ser manufaturada pelos processos de forjamento e fundição com certa dificuldade devido à alta quantidade da fase γ' . A TMW possui propriedades melhores do que a superliga citada anteriormente, mas é mais cara que outras ligas que podem ser manipuladas por forjamento e fundição devido ao alto teor de cobalto em sua estrutura (DEVAUX et al, 2014^a, p.1).

Após estas considerações, Aubert et Duval desenvolveu a superliga AD730™, uma nova superliga a base de níquel que pode ser trabalhada pelos processos de fundição e forjamento, e que segundo, Devaux et al (2010, p. 224), possui as seguintes características:

- Propriedades mecânicas próximas às da Udimet720Li e significativamente mais altas que 718Plus;
- Custo equivalente ao custo da superliga 718Plus, mais baixo que a Udimet720Li e significativamente mais baixo que a superliga TMW;
- Melhor trabalhabilidade que as superligas Udimet720Li e TMW;
- Alta estabilidade microestrutural na faixa de temperatura entre 700 e 750 °C;
- Menor densidade que 718Plus ($< 8,3 \text{ g/cm}^3$).

Figura 1: Fração de gama linha no equilíbrio v.s. Temperatura no AD730™, 718Plus e U720.



Fonte: DEVAUX et al, 2014a (Modificado)

As boas propriedades mecânicas a altas temperaturas e a boa trabalhabilidade características do AD730™, são consequências do valor da fração molar da fase γ' na liga (Figura 1), que está entre 35 e 40%, sendo, portanto, maior que os valores da 718Plus (25%) e menor que os valores da Udimet720 (45%) (DEVAUX et al, 2014a, p.2).

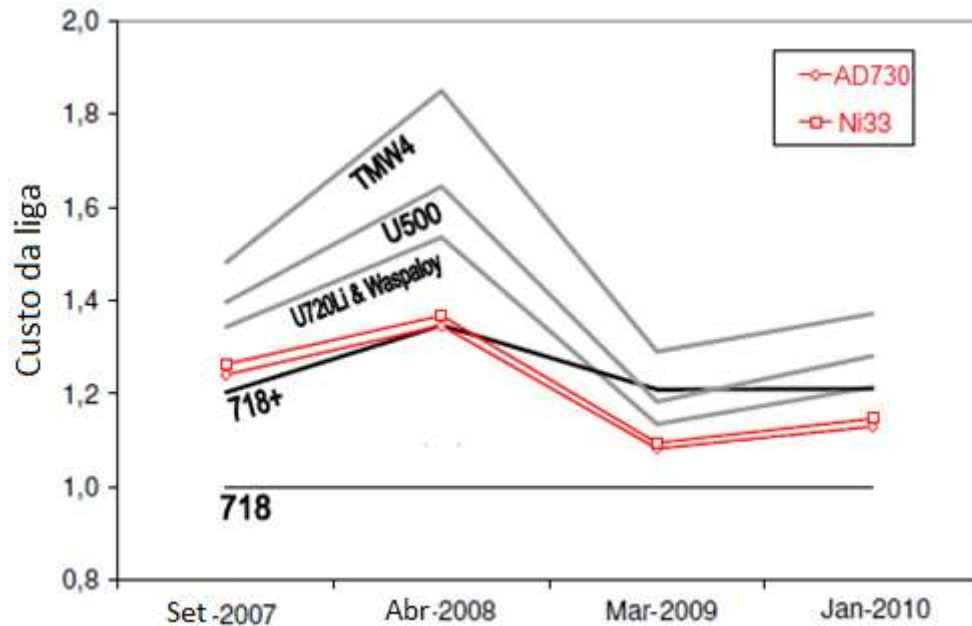
AD730™ também possui um custo significativamente melhor (Figura 2) quando comparado com as outras superligas citadas aqui, resultado da baixa concentração de cobalto (tabela 1). Segundo Devaux et al (2014a, p.3), o cobalto afeta fortemente as propriedades de fluência e não pode ser suprimido da composição da liga para garantir que estas sejam boas. Na tabela abaixo, temos a comparação entre a composição de superligas concorrentes.

Tabela 1: Composição química, em fração mássica, de superligas para fabricação de discos de turbina

	Ni	Fe	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Nb	B	Zr	C	S	P
AD730™	Base	4	15.7	8.5	3.1	2.7	2.25	3.4	1.1	0.01	0.03	0.015	0.0004	-
TMW4	Base	-	15	26.2	2.8	1.15	1.9	6	-	0.017	0.02	0.02	-	-
U720Li	Base	-	16	14.5	3	1.25	2.5	5	-	0.2	0.3	0.25	-	-
718Plus	Base	10	18	9	2.8	1	1.5	0.7	5.5	40	-	0.25	-	0.1

Fonte: (DEVAUX et al, 2014a, p.4)

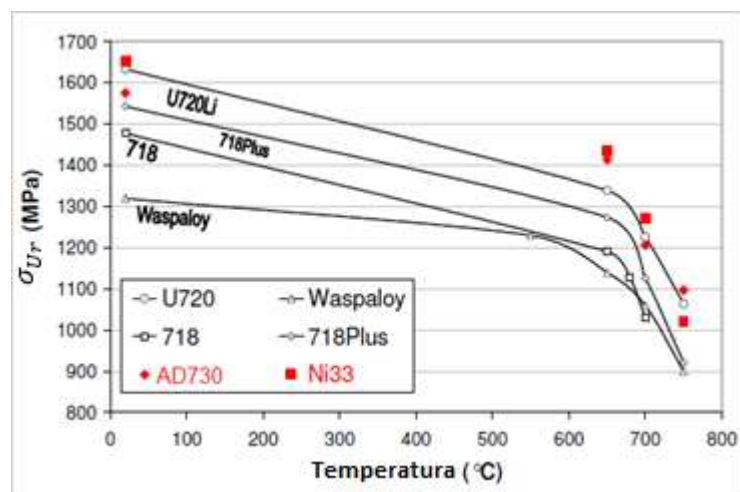
Figura 2: Custo de superligas fundidas (custo dos elementos de liga racionalizados a 718)



Fonte: DEVAUX et al, 2010 (Modificado)

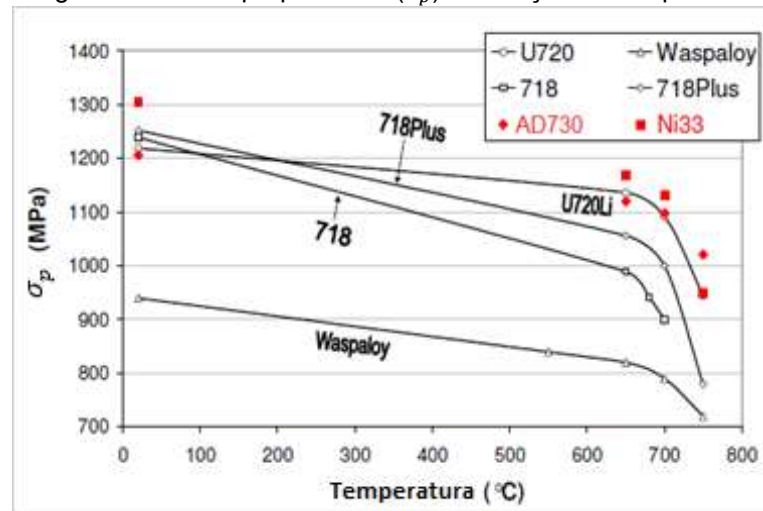
Testes de tração, fluência e fadiga (Figura 3, 4 e 5) mostram que as propriedades mecânicas de AD730™ são, no mínimo, similares às apresentadas pela superliga Udimet720Li e significativamente maiores que as da 718Plus, garantindo que suas propriedades mecânicas estão dentro dos limites desejados para o campo de atuação.

Figura 3: Limite de resistência a tração real (σ_{Ur}) em função da temperatura



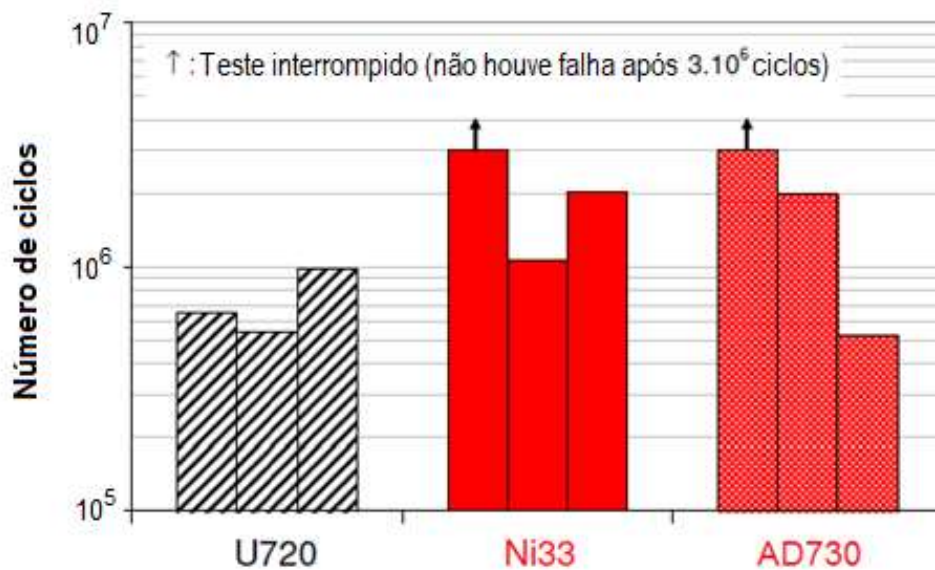
Fonte: DEVAUX et al, 2010 (Modificado)

Figura 4: Tensão proporcional (σ_p) em função da temperatura



Fonte: DEVAUX et al, 2010 (Modificado)

Figura 5: Propriedades de fadiga a 650°C das ligas AD730TM e Ni33 comparadas ao U720Li. (Testes executados a 650°C , frequência igual a 10 Hz e tensão máxima de 1050MPa).



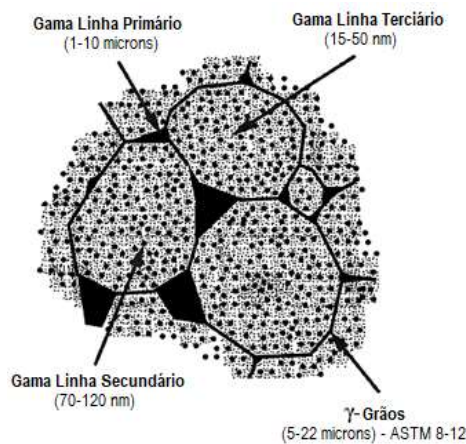
Fonte: DEVAUX et al, 2010 (Modificado)

Combinando menor preço, trabalhabilidade e boas propriedades mecânicas, a superliga a base de níquel AD730TM é, portanto, um material que supre os pré-requisitos para aplicações em turbinas a gás.

3.2. OS PRECIPITADOS GAMA LINHA

A fase gama linha (γ') é a principal fase endurecedora da superliga AD730™ e a responsável pelas boas propriedades mecânicas em altas temperaturas. Os precipitados γ' possuem a fórmula química Ni_3Al ou Ni_3Ti , e podem ser classificados em três grupos: gama linha primário, gama linha secundário e gama linha terciário. As categorias dos precipitados são baseadas em seus tamanhos e localização, como mostrado na Figura 6: o gama linha primário localiza-se nos contornos de grão e possuem diâmetro entre 1-10 μ m. O gama linha secundário possui diâmetro entre 50 -500 nm e o terciário possui diâmetro menor que 50nm e ambos estão presentes dentro dos grãos (Devaux et al, 2014b, p.522),.

Figura 6: Classes diferentes de partículas γ'



Fonte: JACKSON et al, 1998 (Modificado)

Segundo Devaux et al (2014b, p.522), o γ' primário é formado durante o processo de forjamento e no tratamento térmico de solubilização abaixo da temperatura *solvus* do precipitado γ' (1105°C para o AD730™). Essa classe de partículas possibilita o efeito Zenner-Pinning, e é usada para controlar o crescimento do grão durante o forjamento, através da formação de uma barreira mecânica. Os gamas linha secundários e terciários dependem da taxa de resfriamento após o tratamento térmico de solubilização: uma alta taxa de resfriamento forma apenas γ' secundário e baixas taxas de resfriamento cria ambos. Os precipitados γ' secundários e terciários possuem alta influência nas propriedades mecânicas da liga, devido ao seu alto efeito endurecedor. Para uma dada fração volumétrica de γ' existe um valor

ótimo de tamanho e distribuição do precipitado relacionado com a máxima resistência conferida a liga.

3.3. A FORMAÇÃO DA MICROESTRUTURA GRADIENTE

Discos de turbina trabalham em altas temperaturas e sofrem diferentes tipos de carregamentos dependendo da posição radial. Uma microestrutura ótima requer alta resistência a fluência e resistência ao crescimento de trincas na região externa ao disco, que trabalha sempre a uma temperatura maior que 650°C, e alta resistência a fadiga na região interna do disco, que opera em temperaturas iguais ou inferiores a 500°C.

Segundo Callister (2012, 8ª ed., p. 231), para possuir alta resistência a fluência e a propagação de trincas grãos grossos são indicados, porque este tipo de microestrutura limita o escorregamento, o que aumenta a vida útil. Ainda, Callister (2012, 8ª ed., p. 182) diz que grãos finos são mais resistentes a carregamentos de fadiga, pois, segundo a Lei de Hall-Petch, o limite de escoamento é inversamente proporcional ao tamanho do grão, como na equação 1:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

Onde, σ_y é o limite de escoamento, σ_0 e k_y são constantes particulares do material e d é o tamanho médio do grão.

Devido a estes fatores, um disco ótimo deveria possuir grãos grosseiros na bordas e grãos finos no centro, com o intuito de resistir ambas as solicitações com excelência (Figura 7). Para solucionar este problema, um processo chamado *Dual Microstructure Heat Treatment* (DMHT), ou Tratamento Térmico de Microestrutura Dual em tradução livre, foi criado, para modificar a microestrutura uniforme criada no processo de fabricação para uma microestrutura gradiente, com uma evolução do crescimento do grão de acordo com o raio.

O mecanismo DMHT (Figura 8) consiste em aquecer a borda do disco até uma temperatura superior à temperatura *solvus* do precipitado γ' , dissolvendo o precipitado γ' primário e, assim, permitindo o crescimento do grão até o tamanho desejado. O interior do disco é resfriado por um fluxo de água ou ar, prevenindo que

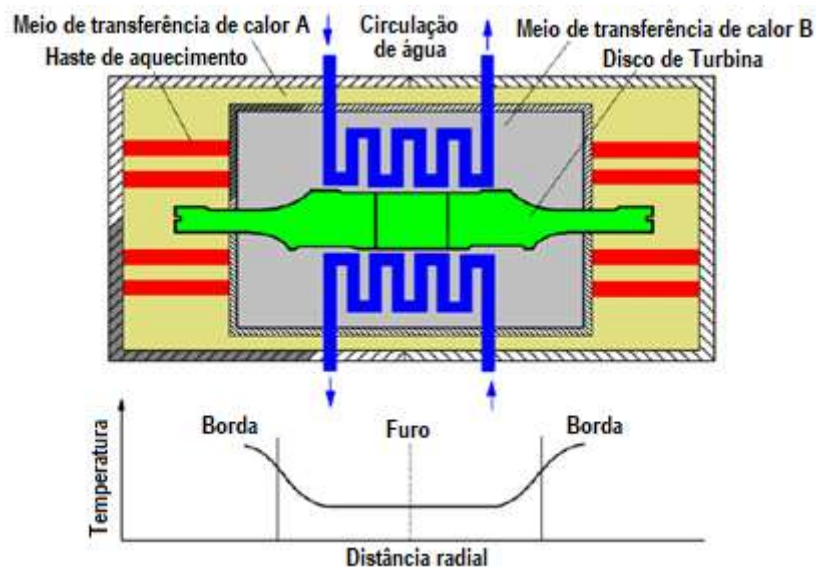
esta área alcance a temperatura *solvus* do γ' , mantendo o tamanho original do grão. O calor transmitido na extensão radial do disco cria também uma área de transição, que contém grãos de tamanho médio (FU et al, 2013, p. 23)

Figura 7: Microestrutura desejada



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 8: Esquema do processo DMHT para disco de turbina

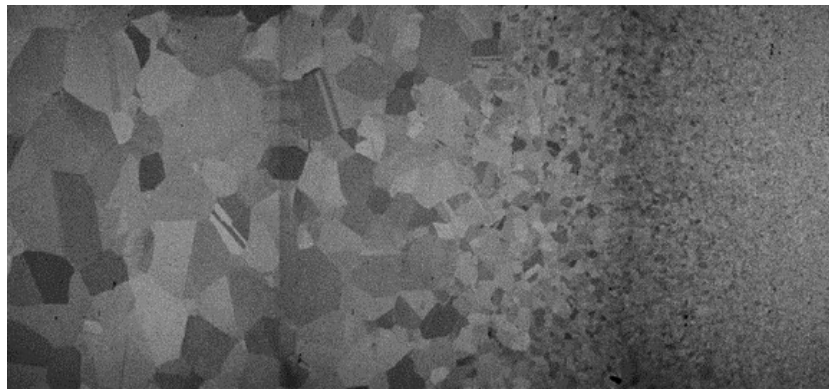


Fonte: NING et al, 2013 (Modificado)

O disco de turbina avaliado no presente projeto de graduação foi submetido ao DMHT pela Aubert et Duval – Les Ancizes, para obtenção de uma microestrutura heterogênea ao longo da posição radial. Propriedades de fadiga e tração foram

avaliadas em cada área do disco (grãos grandes, área de transição e grãos pequenos), com diferentes tratamentos térmicos. De acordo com Cormier et al (2016a, p. 547), o DMHT pode aumentar em até 150 vezes a vida útil em fluência da área externa do disco quando comparada com a área interna, onde alta resistência e vida útil em fadiga são mantidas.

Figura 9: Microestrutura da liga U720Li após o processo DMTH



Fonte: GAYDA et al, 2004

3.4. O EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS

O aquecimento do material causa várias modificações na microestrutura, incluindo variação do tamanho do grão, da fração volumétrica do precipitado e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas. Por esta razão, a seleção de um tratamento térmico ótimo para cada liga é muito importante a fim de se obter a melhor performance possível. Por este propósito, dois tratamentos térmicos que visam o endurecimento por precipitação foram escolhidos para serem estudados neste projeto.

O primeiro tratamento térmico selecionado foi o de solubilização, onde todos os átomos do soluto são dissolvidos para formar uma solução sólida monofásica. O segundo foi um tratamento térmico de precipitação, ou envelhecimento, onde ocorre a precipitação controlada, que aumenta a dureza do material. Este controle é dado através da seleção de temperatura e taxa de resfriamento ideais em ambos os tratamentos térmicos, para a obtenção de um tamanho ótimo de precipitados. (CALLISTER, 8ª ed., 2012, p.372)

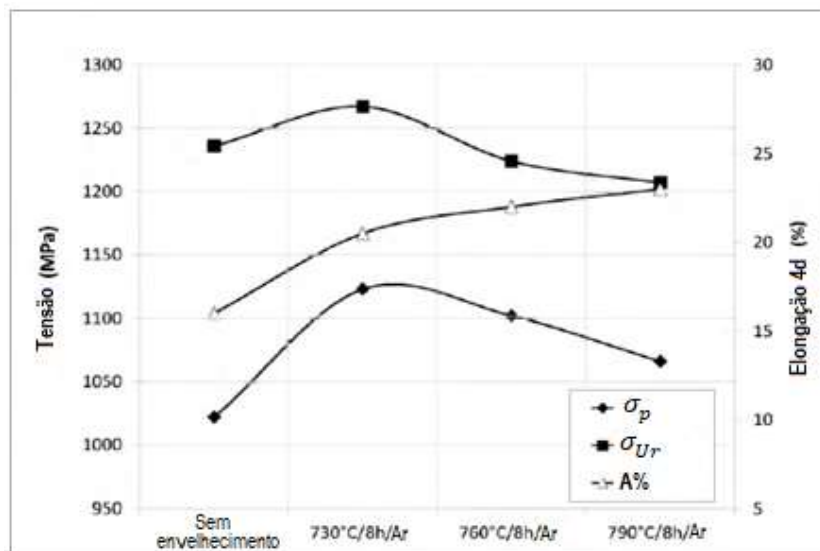
Todos os corpos de prova estudados passaram pelo tratamento térmico de precipitação, com temperatura igual a 730°C, aquecidos por 8 horas e resfriados ao ar. Apenas metade dos corpos de prova passaram pelo tratamento térmico de

solubilização, realizado a uma temperatura igual a 1080°C, por 4 horas e resfriados ao ar. Portanto, temos neste trabalho dois grupos diferentes de corpos de prova: uma metade que passou apenas pelo envelhecimento e uma outra metade, que passou tanto pelo envelhecimento quanto pelo tratamento térmico de solubilização.

A união do tratamento térmico de solubilização com o tratamento térmico de precipitação (1080°C/4h/Ar + 730°C/8h/Ar) já demonstrou ser uma ótima forma de melhorar as características mecânicas do material, como propriedades de tração e fluência (Figuras 10 e 11). Porém, algumas variações de tensão foram observadas durante o teste de relaxamento de tensão, sugerindo que as altas propriedades de tração obtidas com o envelhecimento não seriam favoráveis para as propriedades de propagação de trincas (DEVAUX et al, 2014b, p.230). Estas estão diretamente conectadas com o tamanho do grão e a taxa de resfriamento no tratamento térmico de solubilização, o que significa que as características podem ser controladas com o ajuste de parâmetros, como por exemplo, a duração do tratamento térmico.

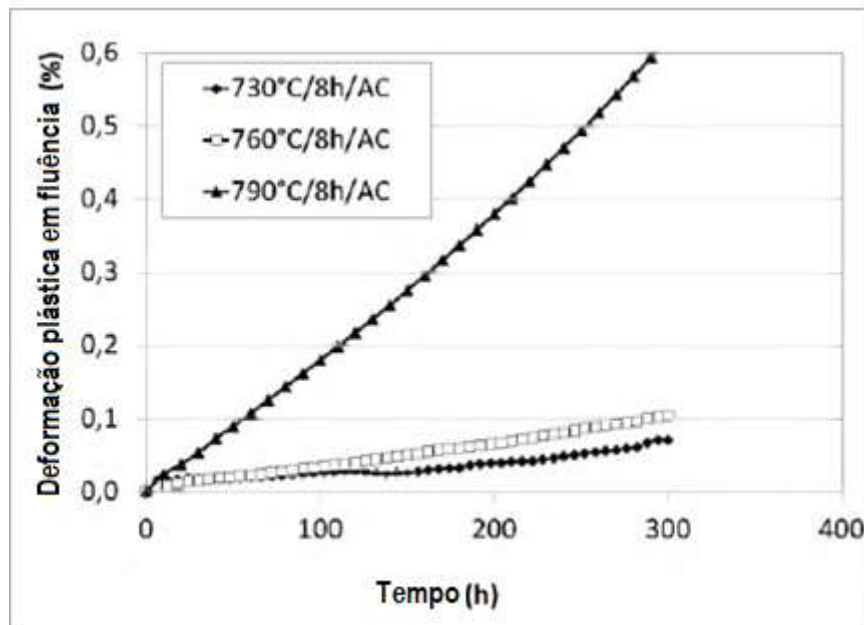
As boas propriedades mecânicas concedidas pelo tratamento térmico de duas etapas estão ligadas com a maior fração volumétrica dos precipitados γ' concedidas por este tratamento, principalmente os transgranulares (secundário e terciário).

Figura 10: Efeito do envelhecimento nas propriedades de tração a 700°C



Fonte: DEVAUX et al, 2014b (Modificado)

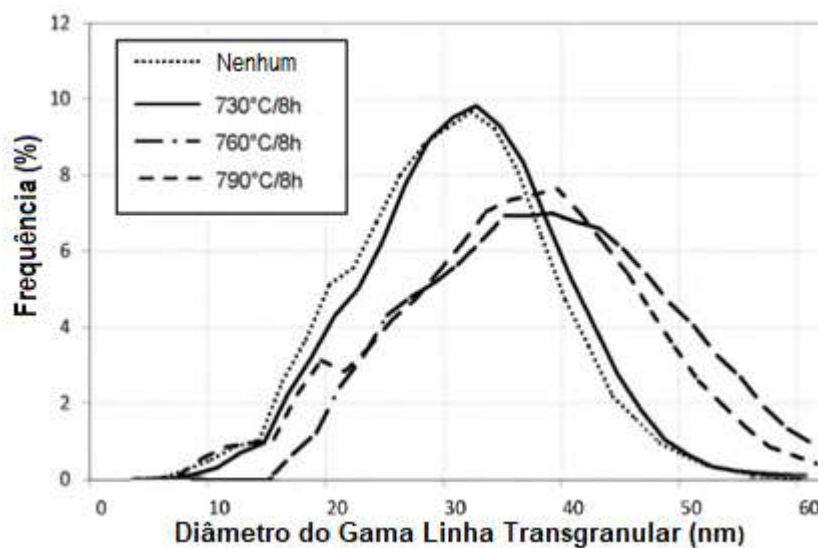
Figura 11: Efeito do envelhecimento no comportamento de fluência a 700°C, 500Mpa



Fonte: DEVAUX et al, 2014b (Modificado)

Na figura 12 é possível observar a diferença da distribuição dos precipitados transgranulares em relação a seus tamanhos entre o tratamento térmico de precipitação escolhido (730°C/8h/Ar) e outros envelhecimentos com o mesmo tratamento térmico de solubilização (1080°C/8h/Ar).

Figura 12: Efeito do envelhecimento na distribuição transgranular do precipitado γ'



Fonte: DEVAUX et al, 2014b

Os efeitos do envelhecimento na tensão proporcional (σ_p) são mínimos quando comparados ao material que sofreu apenas o tratamento térmico de solubilização. Segundo Devaux et al, (2014b, p.234), este fato indica que 90% da resistência do AD730™ é provido pelo tratamento térmico de solubilização que controla o tamanho do grão, e pela taxa de resfriamento após este processo, que controla o tamanho do precipitado γ' secundário.

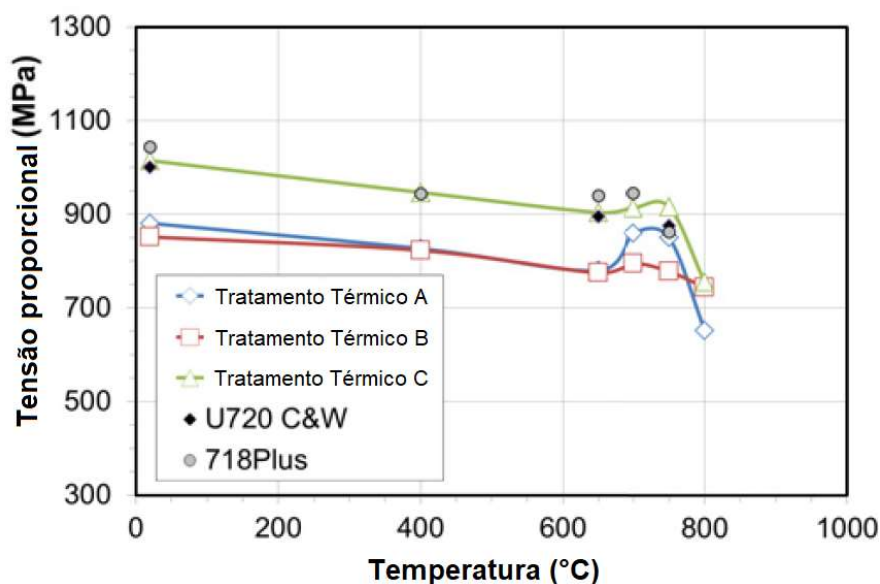
Testes com tratamentos térmicos acima da temperatura *solvus* do precipitado γ' também indicaram resultados satisfatórios no AD730™ quando comparados com as propriedades das superligas Udimet720Li e 718Plus. (DEVAUX et al, 2014a, p.4)

Tabela 2: Tratamentos térmicos executados

Referência	Tratamento térmico de solução	Envelhecimento	Tamanho de grão	Diâmetro de γ' intragranular
A	1120°C/4h/Resf. a Óleo (85°C/min)	840°C/16h/Ar	ASTM 1.5	114 nm
B	1120°C/4h/Resf. a Gás (60°C/min)	760°C/16h/Ar	ASTM 1.5	184 nm and 24 nm
C	1120°C/4h/Resf. ao Ar (25°C/min) 1080°C/4h/Resf. a Óleo (100°C/min)	760°C/16h/Ar	ASTM 1.5	478 nm, 65 nm and 24 nm

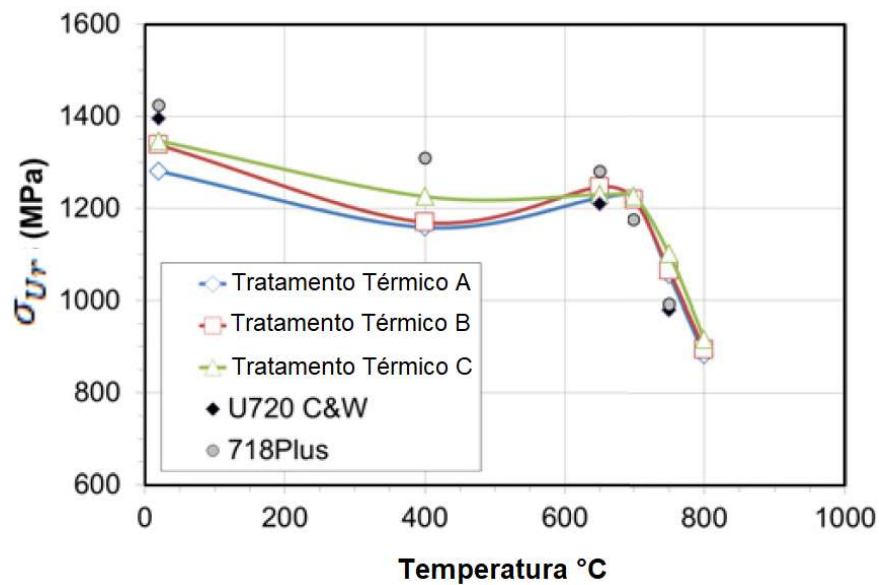
Fonte: DEVAUX, 2014a (Modificado)

Figura 13: Tensão proporcional versus temperatura



Fonte: DEVAUX, 2014a (Modificado)

Figura 14: Limite de resistência a tração real versus temperatura



Fonte: DEVAUX, 2014a (Modificado)

As figuras 13 e 14 mostram que o limite de resistência a tração real (σ_{Ur}) não é afetado pela variação de microestrutura como a tensão proporcional (σ_p) (DEVAUX et al, 2014a, p.2). É possível observar que o tratamento térmico C aumenta mais a tensão proporcional do que os tratamentos térmicos A e B. Devaux et al (2014a, p.2) diz que esse comportamento pode ser explicado pelo pequeno tamanho dos precipitados γ' dentro dos grãos provocados pelo tratamento térmico C. Os resultados das superligas Udimet720Li e Inconel 718Plus são similares aos da AD730™, indicando as propriedades boas, e já esperadas, deste material.

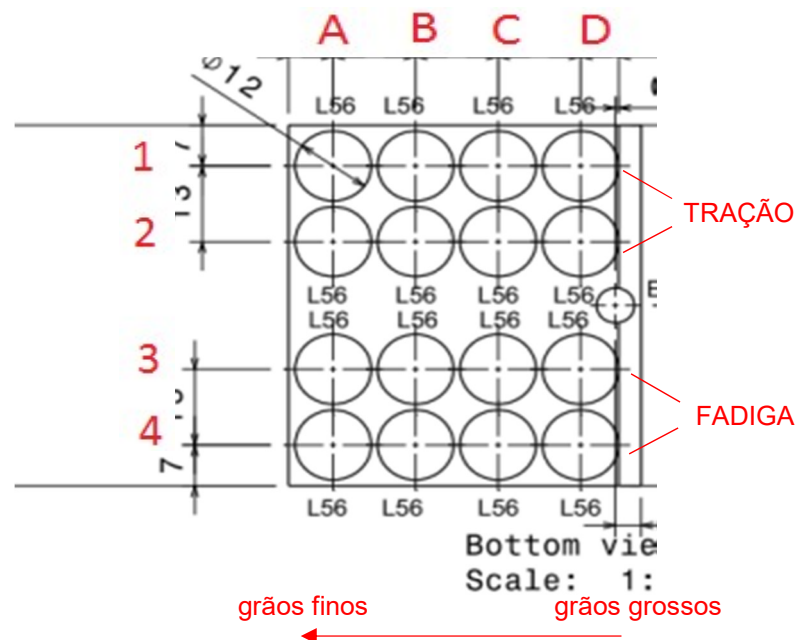
4. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

4.1. PREPARAÇÃO PARA OS TESTES

Para execução dos testes de fadiga e tração, corpos de prova foram usinados no laboratório de usinagem da ENSMA (École nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique) diretamente de um disco de turbina previamente tratado pelo processo DMHT. O disco de turbina possuía um diâmetro de 224mm, de onde foram retirados quatro blocos, cada um contendo dezesseis corpos de prova: oito destinados ao teste de fadiga e oito destinados ao teste de tração. Para realização dos testes apenas dois dos quatro blocos foram utilizados, BL1 e BL2, como mostrado na figura 16.

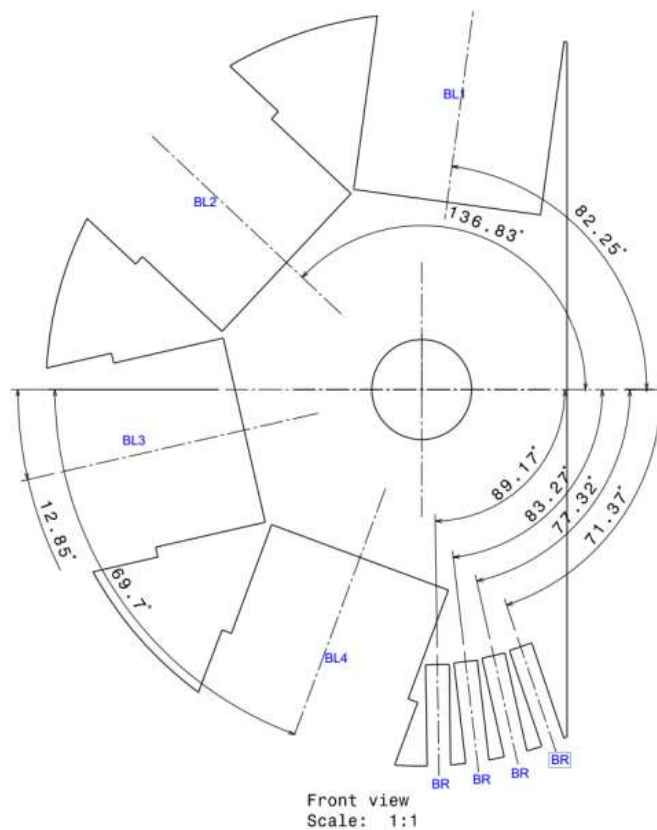
Os corpos de prova acompanhavam a evolução do tamanho do grão, fornecendo resultados para áreas com grãos de tamanho pequeno e grande, além das áreas de transição. O objetivo do trabalho com o gradiente é identificar a influência que o tamanho do grão exerce sob as propriedades mecânicas do disco com a evolução do raio. Na figura 15, as linhas 1, 2, 3 e 4 identificam o tratamento térmico empregado, e as colunas A, B, C e D a posição na microestrutura.

Figura 15: Exemplo de bloco extraído do disco



Fonte: Laboratório de usinagem ENSMA (Modificado)

Figura 16: Blocos usinados no disco



Fonte: Laboratório de usinagem ENSMA

Para os dois tipos de teste, dois tratamentos térmicos foram executados, criando dois grupos de corpos de prova. Metade dos corpos de prova foi submetido a um tratamento térmico *sub-solvus* a 1080°C durante 4 horas e então resfriados ao ar. Após esta etapa, todos os corpos de prova foram tratados termicamente a 730°C durante 8 horas e então resfriados ao ar.

Após os tratamentos térmicos todos os corpos de prova foram polidos, havendo diferenças no polimento para os corpos de prova destinados ao ensaio de fadiga e ao ensaio de tração. Para o ensaio de fadiga, os corpos de prova foram polidos com papel 320 SiC até 1μm com spray de diamante, gradualmente, até que fosse atingido um efeito espelhado na superfície. Já para o teste de tração os corpos de prova foram polidos com papel 320 SiC até 4000 SiC.

Outra parte importante foi a preparação dos pontos de cerâmica, confeccionados com pó RESBOND 908 (Figura 17) e um ativador líquido. Esses pontos tem o objetivo de impedir o deslocamento do extensômetro a qualquer temperatura, garantindo a confiabilidade dos resultados obtidos em todos os testes, especialmente nos testes por controle de deformação.

Figura 17: Corpo de prova polido até $1\mu\text{m}$ com pó de diamante e finalizado com os pontos de cerâmica



Fonte: elaborado pela autora

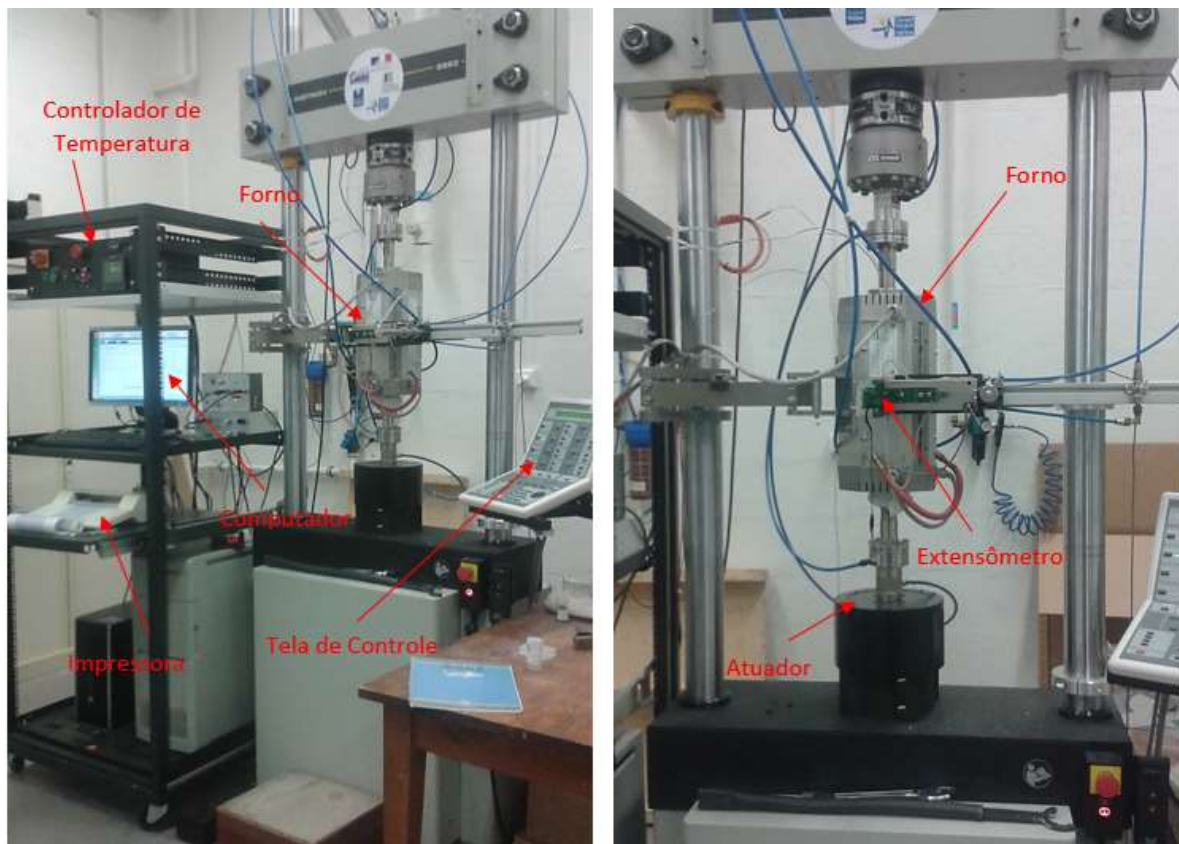
4.1.1. Preparação dos testes de tração

Os testes de tração foram executados usando a máquina eletromecânica INSTRON 8862, mostrada na figura 18. Os ensaios foram realizados com uma taxa de deformação igual a 10^{-3}s^{-1} .

Após a instalação dos corpos de prova nos apoios, o extensômetro é colocado dentro do forno, e o processo de aquecimento é iniciado. A máquina pode ser programada para aquecer o forno até certa temperatura, sendo que para os testes de tração foram escolhidas 550°C e 700°C , e estas são aferidas por um termopar instalado dentro do forno. Quando a temperatura final é alcançada, é necessário posicionar o extensômetro de modo que ele fique em contato com os pontos cerâmicos, e esperar mais uma hora para que o forno esteja estável (em termos de temperatura) e, finalmente, dar início ao teste.

Um computador é conectado à máquina, e o software WaveMatrix é utilizado para controlar o teste e adquirir dados específicos do ensaio, como evolução de carga, posição do atuador e sinal do extensômetro. Após o término, os dados são tratados e os gráficos desejados são gerados com o auxílio do software Excel.

Figura 18: Configuração do dispositivo utilizado para execução dos testes de fadiga e tração



Fonte: elaborado pela autora

4.1.2. Preparação dos testes de fadiga

Os testes de fadiga também são executados pela máquina mostrada na figura 18.

Os ensaios foram realizados por controle de deformação, com frequência igual a 0,5 Hz, variação total da deformação ($\Delta\epsilon$) igual a 0,78% e sinal com formato de onda triangular. Os testes de fadiga controlados por deformação permitem a determinação de tensões cíclicas e deformações a qualquer etapa do teste. Segundo a norma ASTM E606, este método é útil em áreas de design mecânico, desenvolvimento e pesquisa de materiais, processo e controle da qualidade, performance de produtos e análises de falhas. Os resultados dos programas de testes de fadiga controlados por deformação podem ser utilizados nas formulações de relações empíricas entre as variáveis cíclicas de tensão, deformação total, deformação plástica e a vida em fadiga. Eles são comumente utilizados em correlação

de dados, como curvas de tensão cíclica ou deformação versus vida em fadiga e tensão cíclica versus deformação plástica cíclica obtidas através das curvas de histerese em alguma fração (geralmente, na metade) da vida do material. Além disso, eles são geralmente mais representativos no comportamento do material em situações críticas, o que é ideal para o trabalho aqui apresentado, uma vez que a superliga AD730™ será utilizada para fabricação de um componente em motores aeronáuticos.

Como os testes de fadiga duram muito mais do que os testes de tração, é necessário para este tipo de ensaio a adição de um outro componente para coleta de dados, além do computador empregado nos testes de tração. Portanto, foi adicionada uma impressora para monitorar o comportamento cíclico, garantindo a aquisição de dados se houver algum problema com o computador durante o teste.

4.2. MICROSCOPIA

Para analisar os mecanismos de fratura e a microestrutura do material, algumas observações foram feitas utilizando o microscópio óptico e o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

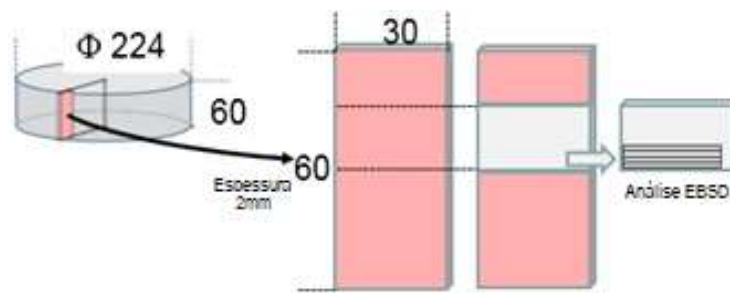
A observação das superfícies de ruptura foi feita com o MEV Jeol 6400 e o microscópio óptico ZEISS. Ampliações de 50 vezes, 250 vezes, 500 vezes e 1000 vezes foram usados, operando a 250kV. Lentes de x2.5 e x5 foram utilizadas no microscópio ZEISS.

A fração dos precipitados γ' nos corpos de prova também foi determinada por análise de imagens a partir do software Visilog e um algoritmo específico desenvolvido pelo Instituto PPrime. Para a execução deste processo, os exemplares foram polidos gradualmente, começando por papel 320 SiC até 1 μ m com pasta de diamante. A distribuição da fase γ' foi revelada através de um ataque químico seletivo das partículas γ' , usando uma solução composta por 1/3 HNO₃ + 2/3 HCl, a 4°C, por 5 a 10 segundos. O MEV Jeol JSM 7000F FEG-SEM também foi empregado para capturar as imagens da microestrutura, operando a 25kV. Foram aplicados os modos de imagem SEI e COMPO.

4.3. ANALISE *ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION*

A evolução do tamanho do grão de acordo com a posição radial foi avaliada através da caracterização *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD), como no exemplo mostrado na figura 19. Corpos de prova de 60x30x2 mm³ foram extraídos do disco previamente tratado pelo método DMHT, polidos mecanicamente e eletromecanicamente a 4°C sob 45V, utilizando uma solução composta por 10% de ácido perclórico em metanol. O software OIM da EDAX associado com o MEV Jeol 6100 foi empregado para execução desta análise.

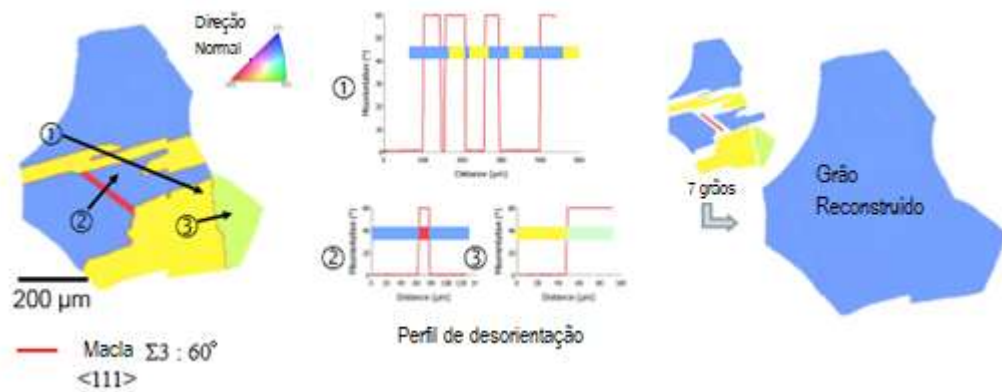
Figura 19: Esquema de retirada de amostras para a análise EBSD



Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise

Esta técnica consiste em identificar todo o grão presente na microestrutura através de sua orientação metalográfica, o que significa que, cada subdomínio que exibe uma orientação diferente é um grão distinto. A área do grão é calculada através da soma dos números de pontos em um grão multiplicados por uma “área de pixel” determinada, e o diâmetro do grão é obtido pela correlação entre área do grão obtida pelo método descrito anteriormente e um círculo que possua a mesma área. A presença de maclas (grãos geminados) também é detectada por sua diferença de orientação, possibilitando assim o cálculo de sua fração na microestrutura.

Figura 20: Identificação de maclas e reconstrução do grão



Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise (Modificado)

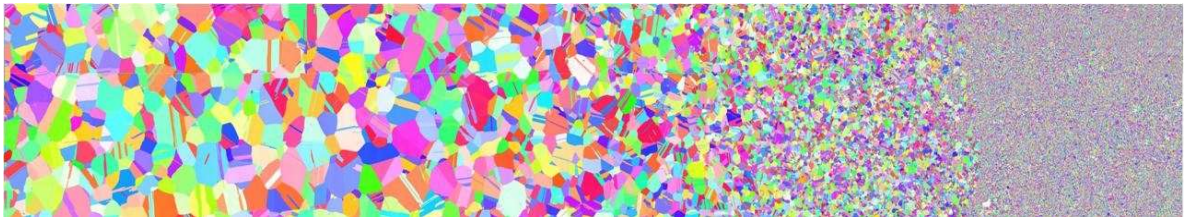
O cálculo da área sem as maclas também pode ser feita por comparação através das observações feitas com o microscópio óptico. O programa identifica as diferentes orientações dentro do grão e reconstrói o grão como um só, como mostrado na figura 20.

5. RESULTADOS E ANALISES

5.1. QUANTIFICAÇÃO DO TAMANHO DO GRÃO

A quantificação do tamanho do grão é de extrema importância neste trabalho, uma vez que ela permitirá uma boa análise da evolução das propriedades de fadiga e tração como uma função da posição radial, desenhando uma correlação entre as propriedades mecânicas e os tamanhos dos grãos. Neste projeto de graduação, grãos com tamanho entre $10\mu\text{m}$ e $20\mu\text{m}$ serão considerados finos, entre $20\mu\text{m}$ e $100\mu\text{m}$ pertencerão à zona de transição e grãos com tamanho acima de $100\mu\text{m}$ são considerados grãos grosseiros.

Figura 21: Caracterização EBSD do AD730™



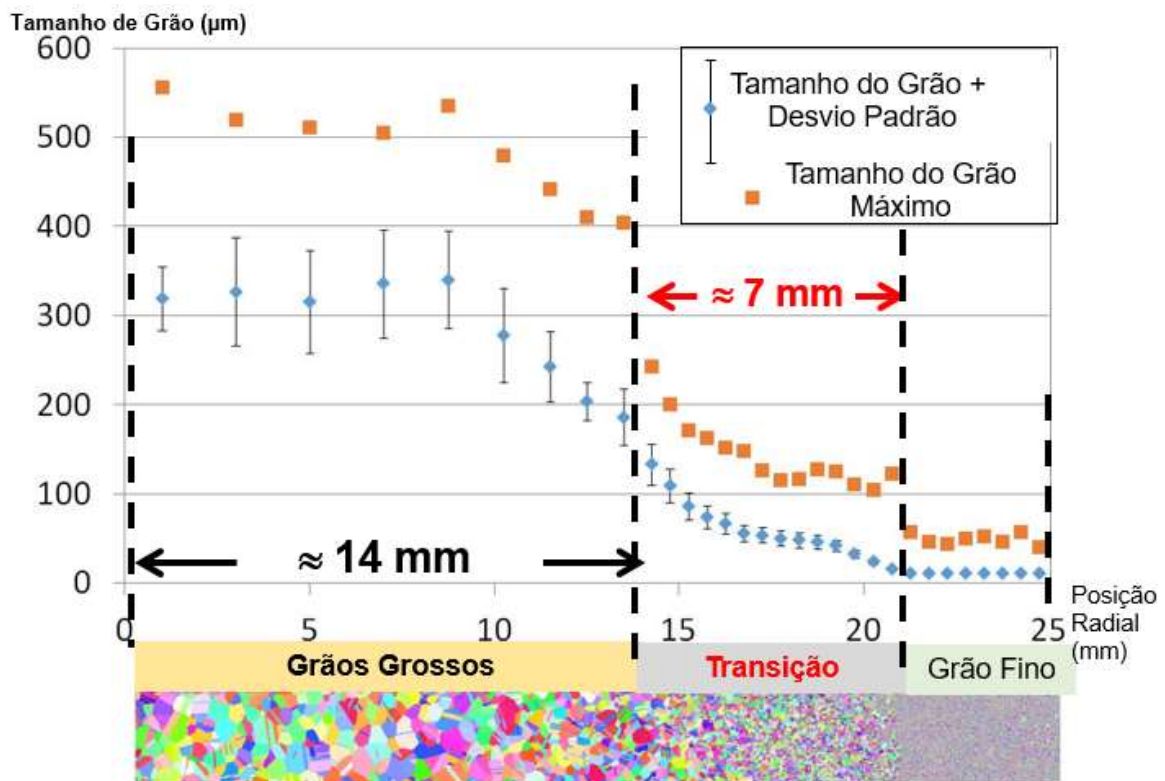
Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise

A área não afetada pelo DMHT tem o total de 227000 grãos, com um diâmetro médio de $10,9\mu\text{m}$ (grãos pequenos na extrema direita da figura 21)

A figura 22 mostra a evolução do tamanho do grão como uma função da posição radial. A transição observada em cada área está marcada por uma linha pontilhada vertical. A área com grãos grandes é observada nos primeiros 14mm do disco (raio externo do disco), a área de transição está entre 14mm e 21mm e todo o resto do disco é composto por grãos pequenos.

As amostras extraídas do disco neste estudo pertencem à área de grãos grosseiros (posição D) ou grãos finos (posição A, B, C), o que significa que não há nenhum corpo de prova usinado inteiramente da área de transição do disco.

Figura 22: Evolução do tamanho de grão com a posição radial



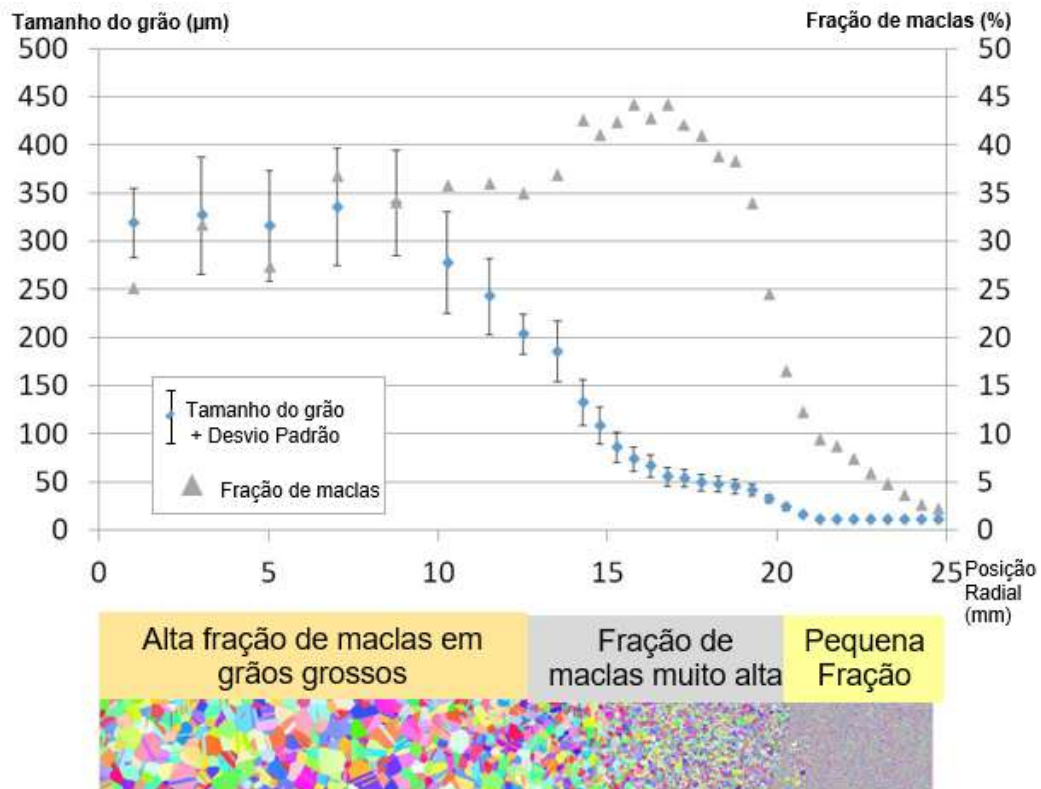
Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise (Modificado)

Através das caracterizações EBSD também é possível extrair a evolução da fração de maclas como uma função da posição radial (Figura 23). Observa-se a necessidade de estudos maiores para explicar a alta na fração de grãos geminados no início da área de transição.

Uma alta fração de maclas pode ser benéfica para as propriedades mecânicas, já que a presença das mesmas na microestrutura gera uma barreira que impede o deslocamento das discordâncias e reduz o caminho livre médio no qual elas poderiam passar sem sofrerem interrupções (VILLECHAISE et al, 2015, p.331).

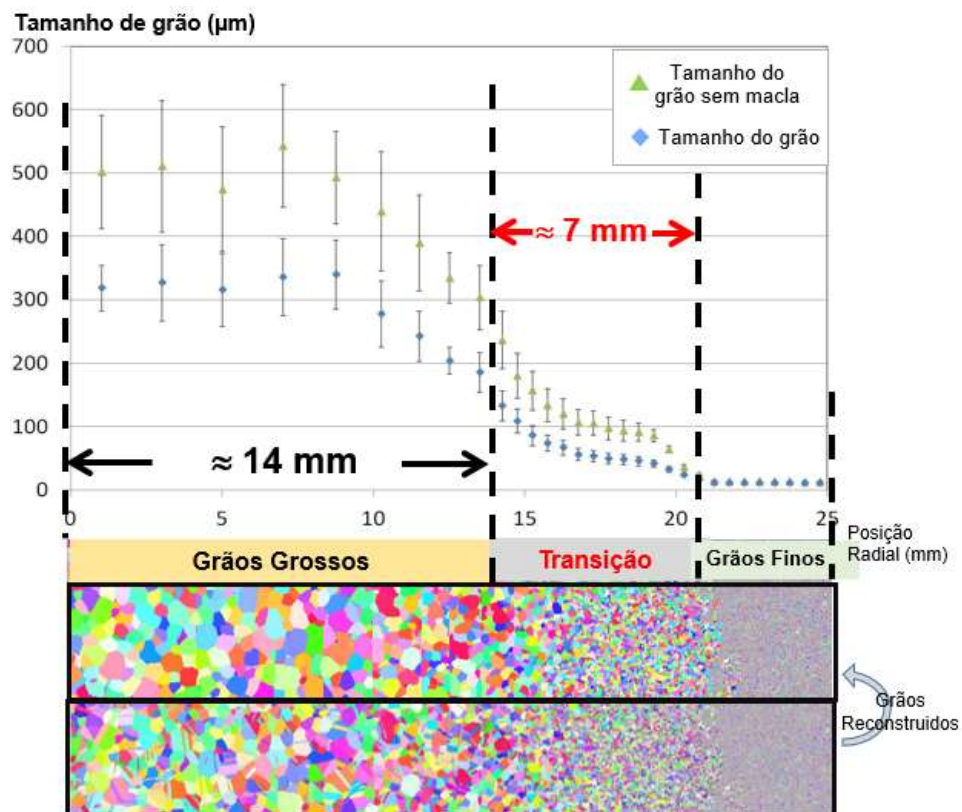
Para assegurar a caracterização da evolução do tamanho de grão, um novo teste foi feito com os grãos reconstruídos, ignorando a presença das maclas (Figura 23). Mesmo excluindo os grãos geminados, a extensão de cada área continua quase inalterada e a média dos tamanhos dos grãos em ambas as áreas, de grãos grosseiros e grãos finos, não foi fortemente afetada (Figura 24).

Figura 23: Evolução do tamanho de grão excluindo maclas de acordo com a posição radial



Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise (Modificado)

Figura 24: Tamanho de grão em correlação com a posição radial



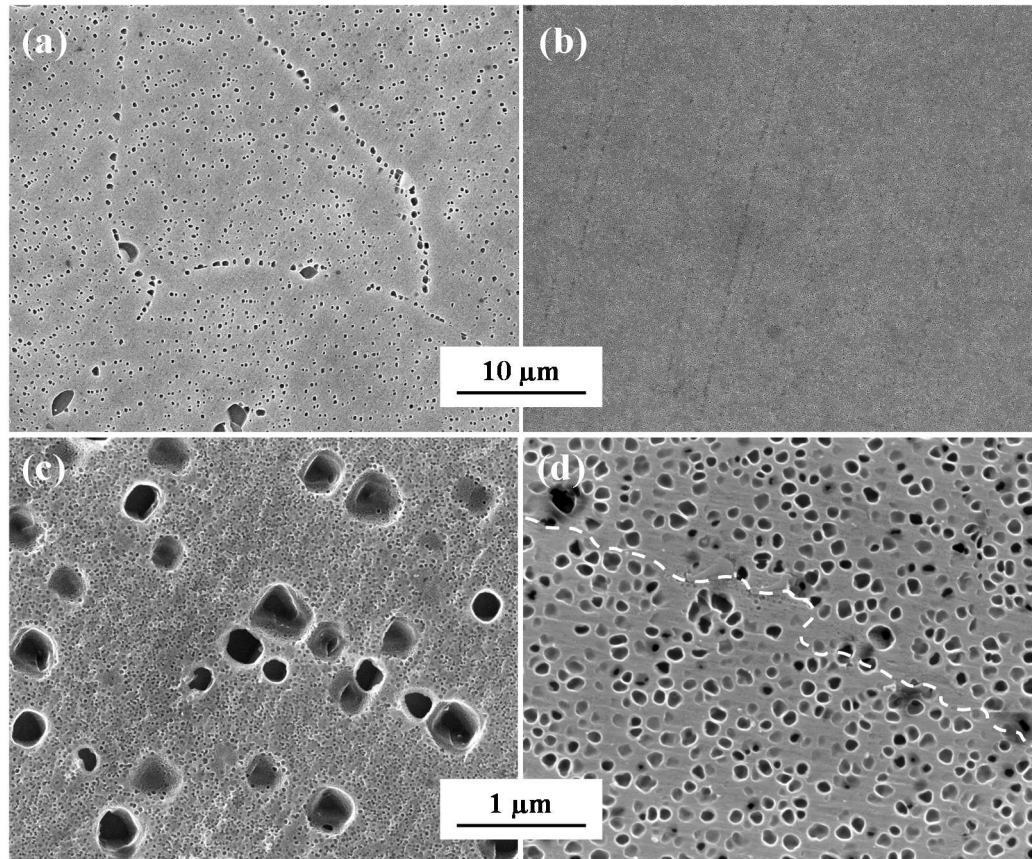
Fonte: Elaborado por Dr. Patrick Villechaise (Modificado)

5.2. OBSERVAÇÃO DO PRECIPITADO GAMA LINHA

Para relacionar as propriedades mecânicas com o tratamento térmico aplicado após o DMHT, várias observações com o MEV foram executadas. Exemplos do estado de precipitação em distintas ampliações, após a aplicação dos diferentes tratamentos térmicos, estão mostrados na figura 25.

Ambas as imagens possuem a mesma ampliação para permitir uma comparação direta na escala do grão (a e b) e na escala do precipitado (c e d). É válido mencionar que a fração volumétrica da fase γ' é quase a mesma para os dois tratamentos térmicos, no entanto o tratamento térmico constituído por duas etapas induz a precipitação de partículas γ' grosseiras, com forma de ortoedro no contorno de grão e dentro dos mesmos. Partículas terciárias também são observadas entre as partículas grosseiras, provavelmente nucleadas durante o processo de resfriamento do tratamento térmico de solubilização. O envelhecimento produz apenas uma população de finas partículas de γ' secundário, homogeneamente distribuído até os contornos de grãos (Figura 25D). No entanto, uma camada muito fina de γ' primário pode ser detectada próximo aos contornos de grão. A presença deste precipitado nos contornos de grão provoca o seu reforço, limitando o seu deslizamento e melhorando suas propriedades a altas temperaturas. [CORMIER et al, 2016b, p. 982]

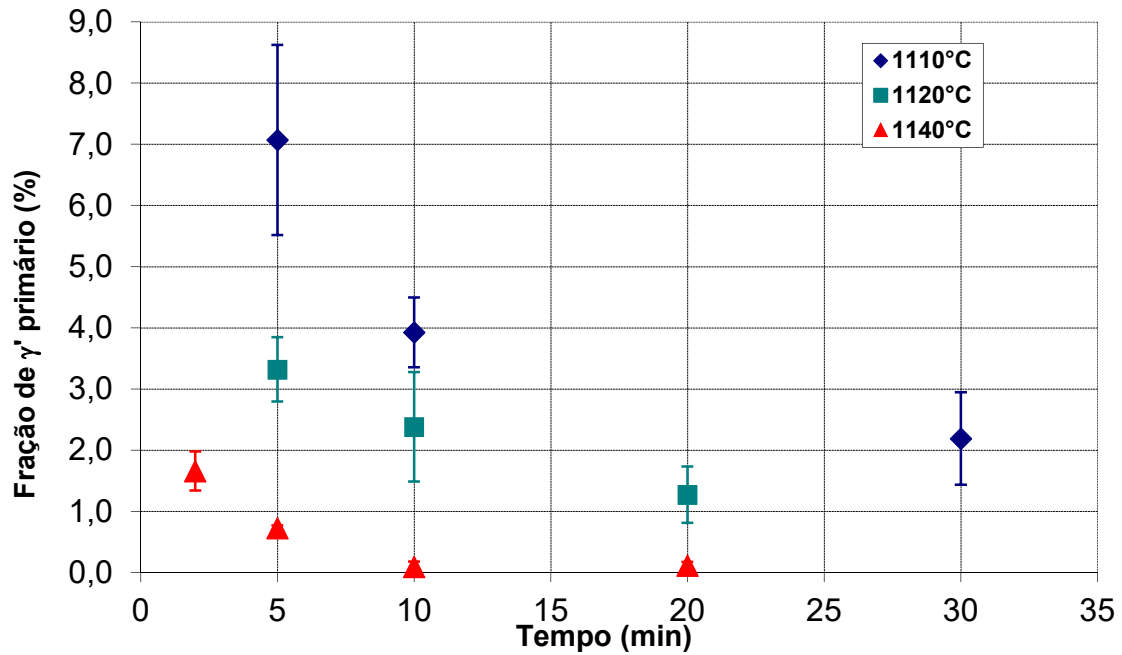
Figura 25: Microestrutura dos corpos de prova. a e c: Tratados termicamente por solubilização a 1080°C e envelhecimento a 730°C. b e d: tratados termicamente por envelhecimento a 730°C.



Fonte: Elaborado pela autora

Um gráfico que mostra fração volumétrica de γ' primário em função do tempo de exposição à temperaturas acima da temperatura *solvus* do precipitado é mostrado na figura 26. Estes dados são necessários para um bom resultado do processo DMHT, pois possibilitam um controle do tempo e da temperatura ideais que provocarão a dissolução do precipitado, permitindo o crescimento do grão na área desejada, e conseqüentemente, gerando do gradiente de microestrutura ao longo da direção radial.

Figura 26: Fração volumétrica de γ' primário em função do tempo de dissolução



Fonte: Elaborado por Dr. Jonathan Cormier (Modificado)

Um comportamento comum é observado entre as três temperaturas mostradas no gráfico. Após um decréscimo inicial na fração de γ' primário, a mesma tende a zero. Este fenômeno pode ser modelado através de uma equação do tipo Johnson-Mel-Avrami-Kolmogorov, mostrado na equação 2 (CORMIER et al, 2016b, p.986):

$$F_{Sy} = F_{Slim} + F_1 \exp\left(\frac{-t}{t_1}\right) \quad (2)$$

Onde F_{Slim} é a fração da área de γ' no equilíbrio termodinâmico, F_1 é a variação da fração da área de γ' no tempo $t=0$ e no equilíbrio termodinâmico, t_1 é a constante de dissolução do material.

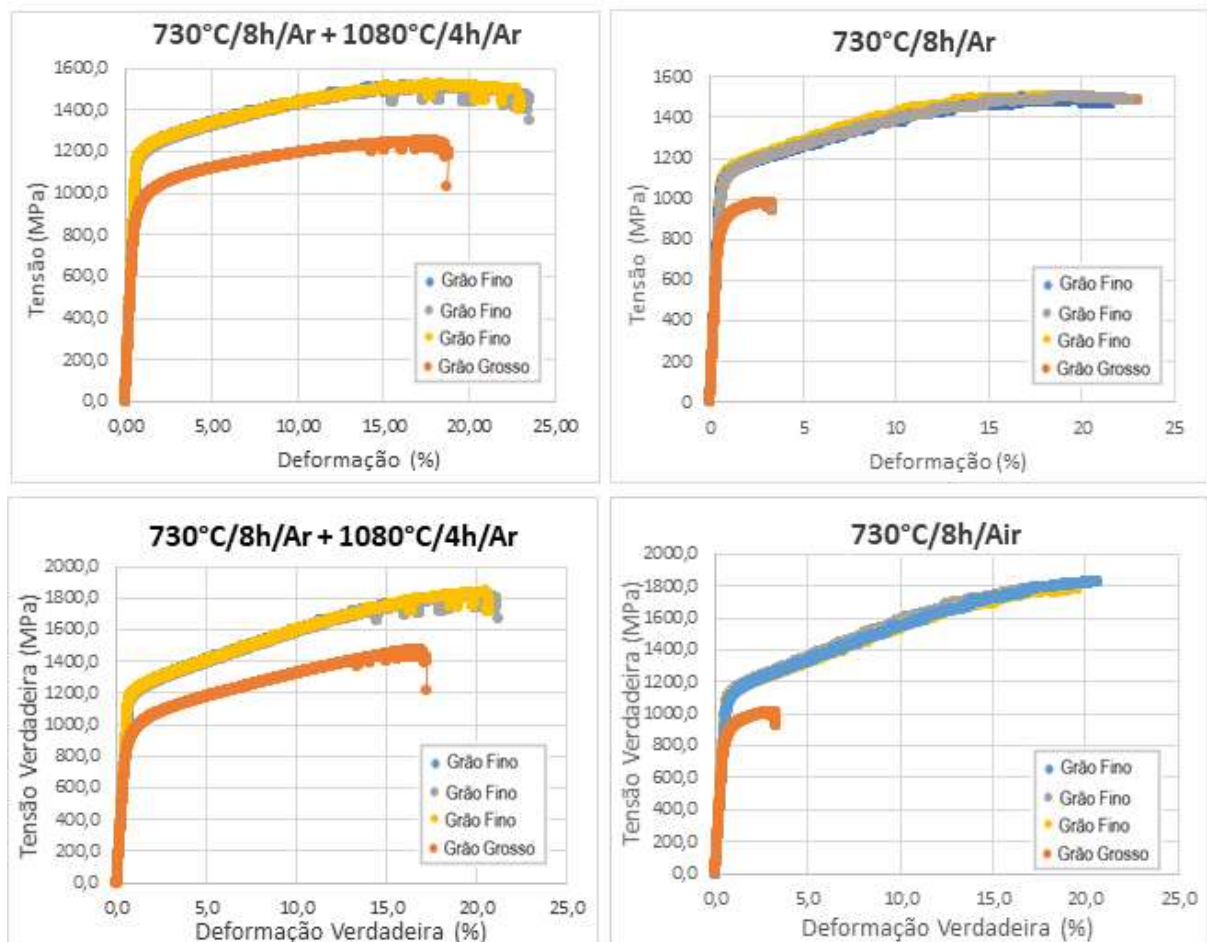
Analisando a figura 26, é possível notar um grande efeito da temperatura na velocidade de dissolução de γ' . É observado que a diminuição da temperatura em 10°C (por exemplo, comparando 1110°C e 1120°C) provoca uma grande variação da taxa de dissolução do precipitado após 5 minutos de exposição. Com aumento do tempo de dissolução essas variações reduzem, uma vez que a fração volumétrica do γ' tende a zero.

5.3. TESTES DE TRAÇÃO

5.3.1. Tração a 550°C

As curvas de tração obtidas à 550°C são mostradas na Figura 27.

Figura 27: Curvas de tração para ambos os tratamentos térmicos a 550°C



Fonte: Elaborado pela autora

A tabela 3 também apresenta as propriedades obtidas no ensaio de tração (tensão proporcional (σ_p), limite de escoamento (σ_e), módulo de elasticidade (E), limite de resistência a tração (σ_U), limite de resistência a tração real (σ_{Ur}) e alongamento percentual (A%)), obtidos a 550°C. Observe que o teste com * não obteve sucesso devido à uma falha na máquina. Portanto, os valores de σ_U , σ_{Ur} e A% apresentados são provavelmente menores que os valores reais.

Tabela 3: Propriedades mecânicas obtidas nos testes de tração à 550°C para ambos os tratamentos térmicos

4h/1080°C/Ar + 8h/730°C/Ar							
Tamanho do Grão	Posição Radial (mm)	σ_p (MPa)	σ_e (MPa)	E (GPa)	σ_U (MPa)	σ_{Ur} (MPa)	A%
Grosso	10.07	869,4	930.0	142.9	1252.0	1473.7	20
Fino	23.07	1179,3	1183.7	179.4	1523.7	1839.0	23
Fino	36.07	1100	1176.3	177.7	1512.3	1821.8	22
Fino	49.07	1123	1190.2	166.2	1516.1	1764.3	16

8h/730 °C/Ar							
Tamanho do Grão	Posição Radial (mm)	σ_p (MPa)	σ_e (MPa)	E (GPa)	σ_U (MPa)	σ_{Ur} (MPa)	A%
Grosso	10.07	840	855.0	179.4	982.3	1013.3	2
Fino	23.07	1018	1090.0	171.6	1503.8	1827.7	22
Fino	36.07	1090	1094.9	179.6	1490.3	1782.8	22
Fino	49.07	1012	1110.0	185.1	1506.1*	1796.2*	20*

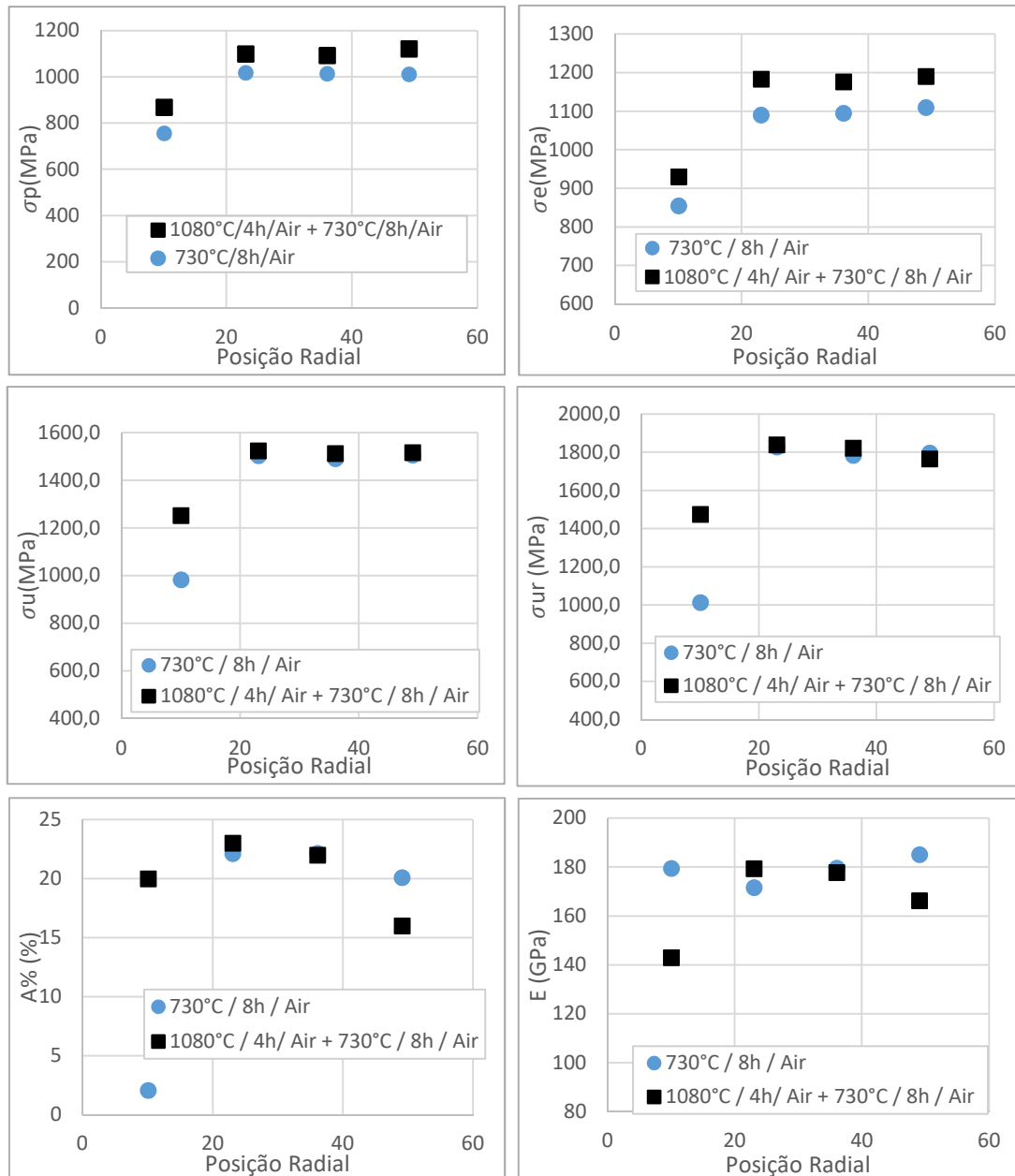
Fonte: Elaborado pela autora

Comparando as curvas de tração, observa-se que não existe diferença significativa entre os dois tratamentos térmicos na área de grãos finos, enquanto a área de grãos grosseiros apresenta grande sensibilidade aos tratamentos térmicos aplicados. Este comportamento se dá graças à precipitação de partículas maiores de γ' nos contornos de grão, causado pelo tratamento térmico de solubilização, que melhora as características da área com grãos grossos. O comportamento na área de grãos finos já era esperado devido a lei de Hall & Patch.

A figura 28 mostra uma comparação entre ambos os tratamentos térmicos em função da posição radial na qual os corpos de prova foram extraídos do disco. Os gráficos mostram que a tensão proporcional e o limite de escoamento são afetados pelo tratamento térmico pós-DMHT em todas as posições do disco: um aumento de aproximadamente 90MPa é sistematicamente observado na tensão proporcional quando se compara o tratamento térmico de duas etapas ao de uma etapa. O limite de resistência a tração (σ_U) e o limite de resistência a tração real (σ_{Ur}) são afetados pelo tratamento térmico pós-DMHT apenas nas áreas de grãos grosseiros, apresentando um aumento considerável em seus valores com o tratamento térmico de duas etapas. O alongamento percentual (A%) também é afetado, principalmente na área de grãos grandes, e os módulos de elasticidade (E) apresentados por cada corpo de prova são equivalentes. De fato, o módulo de elasticidade está ligado principalmente à estrutura de rede atômica do material, e logo, muito mais à química

da liga que ao seu tamanho de grão. Somente o efeito da textura poderia ter afetado o módulo de elasticidade pela variação do tamanho do grão, porém, quase nenhum aumento do índice de textura foi observado pelo método EBSD nas áreas de grãos grossos.

Figura 28: Evolução das propriedades mecânicas de tração à 550°C em função da posição radial no disco.

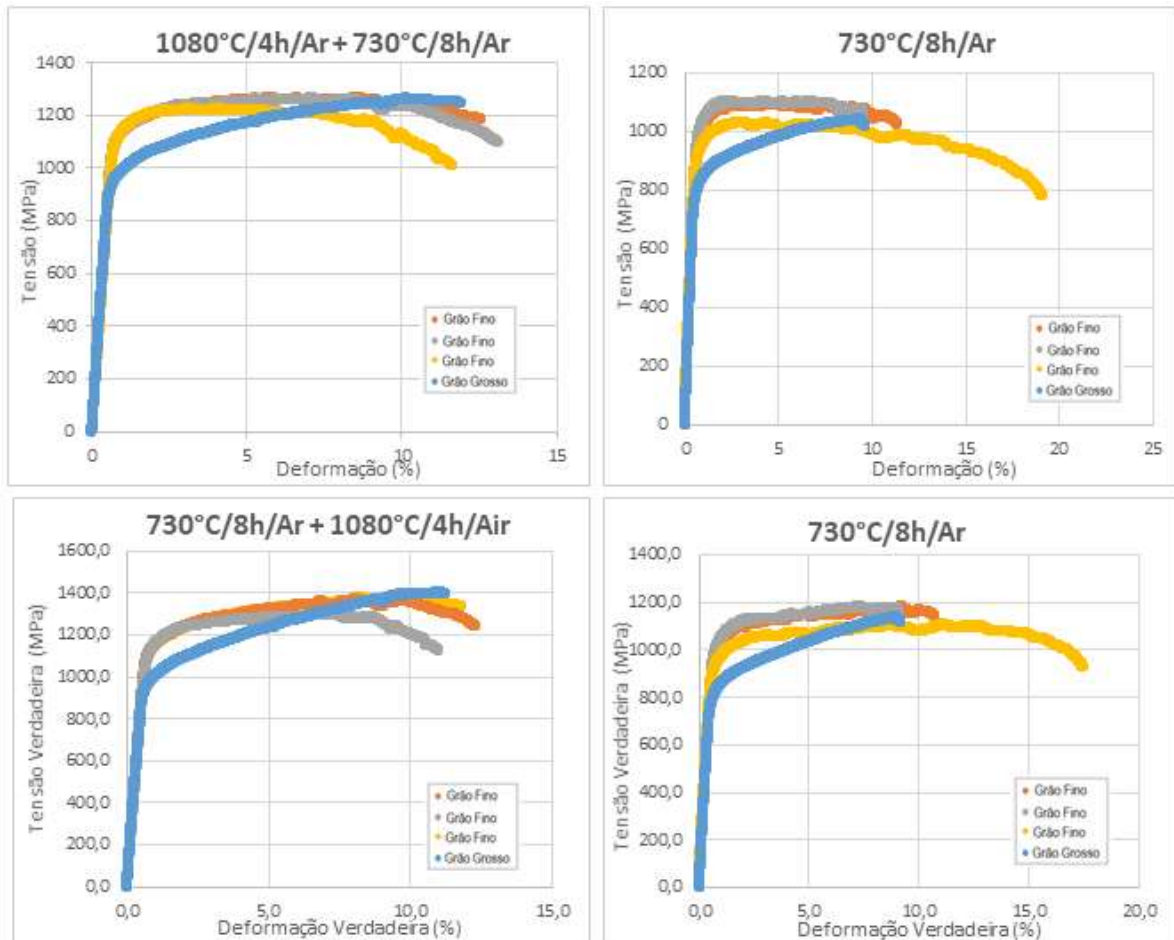


Fonte: Elaborado pela autora

5.3.2. Tração a 700°C

As curvas de tração obtidas a 700°C são mostradas na Figura 29.

Figura 29: Curvas do ensaio de tração a 700°C para ambos os tratamentos térmicos



Fonte: Elaborado pela autora

Em contraste com o comportamento observado nos ensaios a 550°C, o comportamento de tração à 700°C na área de grãos grosseiros é diferente do apresentado na área de grãos finos. A área de grãos grandes exibe um aumento na curva de tração no domínio plástico (provocado por encruamento mecânico), enquanto a área de grãos pequenos mostra uma queda da curva de tração no mesmo domínio. Este fato é explicado pela maior concentração de precipitados γ' dentro dos grãos na área de grãos grosseiros, deixando o material mais resistente ao fluxo viscoso nesta área quando comparada a área de grãos finos. De fato, a 700°C a liga é sensível a fluência, enquanto o contrário ocorre a 550°C. A queda progressiva das

curvas de tração na área de grãos finos é um comportamento típico de uma liga fluindo durante o teste de tração.

Uma diferença de resistência também é observada quando se compara os dois tratamentos térmicos. O tratamento térmico de duas etapas fornece um valor máximo de tensão (tanto σ_U quanto σ_{Ur}) aproximadamente 200MPa maior que o apresentado pelos corpos de provas envelhecidos, mostrando mais um vez os efeitos benéficos do tratamento térmico de solubilização para a liga. Este resultado significa que o tratamento térmico de duas etapas concede melhores propriedades mecânicas a altas temperaturas, reforçando os contornos de grão e provavelmente diminuindo a sensibilidade à oxidação da superliga em temperaturas elevadas.

A Tabela 4 mostra os resultados obtidos com os testes.

Tabela 4: Propriedades mecânicas obtidas a partir dos testes de tração à 700°C para ambos tratamentos térmicos.

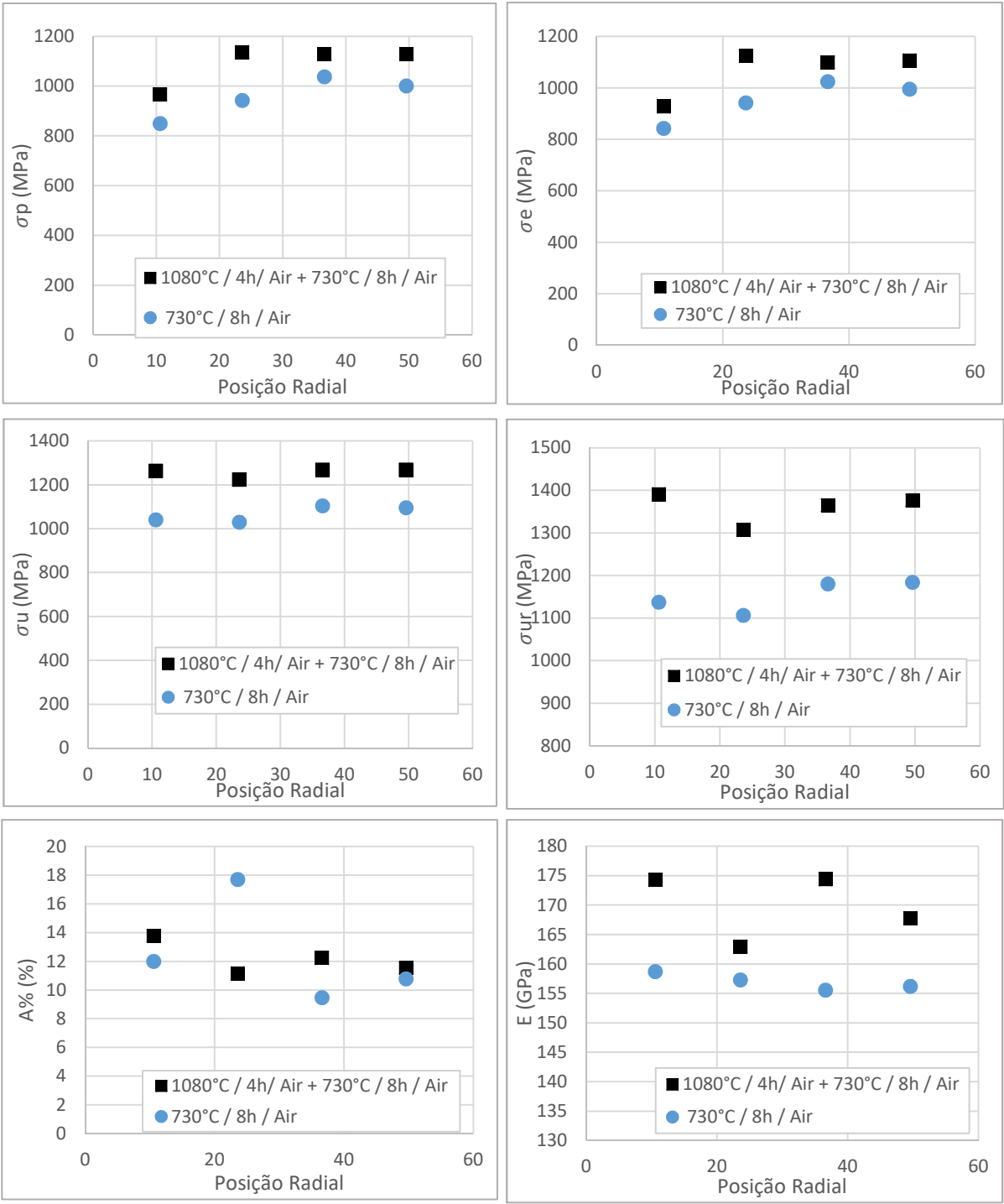
1080°C/4h/Ar + 730°C/8h/Ar							
Tamanho do Grão	Posição Radial (mm)	σ_e (MPa)	σ_U (MPa)	E (GPa)	σ_{Ur} (MPa)	σ_p (MPa)	A% (%)
Grosso	10,59	929,5	1263,0	174,3	1391,5	968	14
Fino	23,59	1125,3	1224,6	162,9	1308,0	1137	11
Fino	36,59	1100,2	1268,3	174,4	1365,7	1130	12
Fino	49,59	1107,4	1268,4	167,8	1376,7	1130	12

8h/730 °C/Ar							
Tamanho do Grão	Posição Radial (mm)	σ_e (MPa)	σ_U (MPa)	E (GPa)	σ_{Ur} (MPa)	σ_p (MPa)	A% (%)
Grosso	10,59	843,3	1040,0	158,7	1137,4	851	12
Fino	23,59	942,2	1029,5	157,3	1106,5	943	18
Fino	36,59	1025,0	1104,7	155,6	1180,4	1038	9
Fino	49,59	996,0	1095,8	156,2	1184,6	1001	11

Fonte: Elaborado pela autora

A figura 30 mostra uma comparação entre os tratamentos térmicos para as propriedades mecânicas obtidas nos testes de tração a 700°C. O comportamento da liga a esta temperatura é diferente do observado a 550°C. Todas as propriedades de tração são afetadas em todas as posições do discos pelos tratamentos térmicos pós-DMHT, até mesmo o limite de resistência a tração e o limite de resistência a tração real, variando significativamente com o tratamento térmico de duas etapas. É também claramente visto que a área de grãos finos tem uma resistência a tração melhor quando comparada a área de grãos grossos, o que já era esperado.

Figura 30: Evolução das propriedades de tração a 700°C em função da posição radial do disco



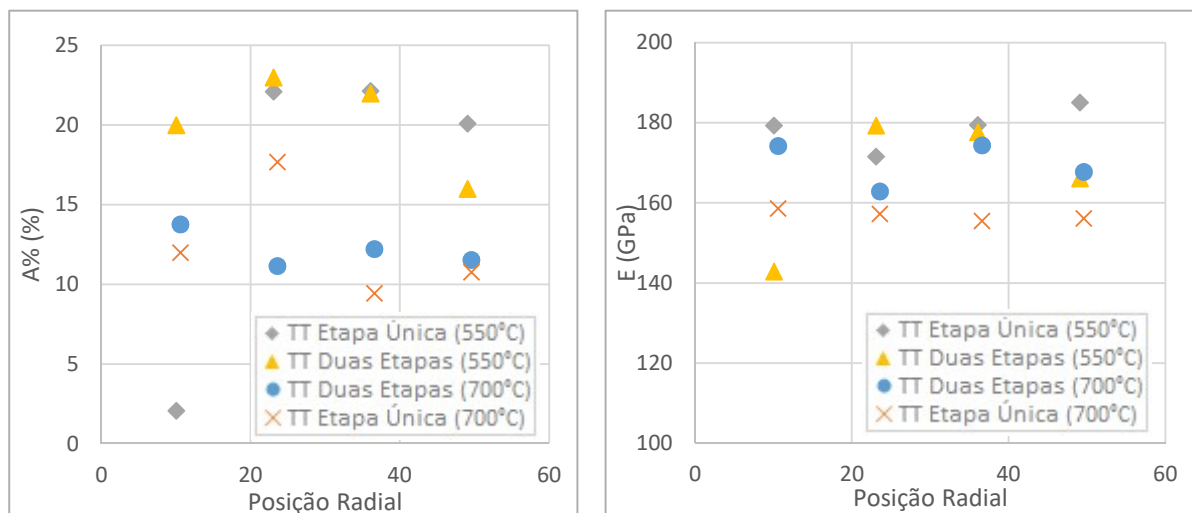
Fonte: Elaborado pela autora

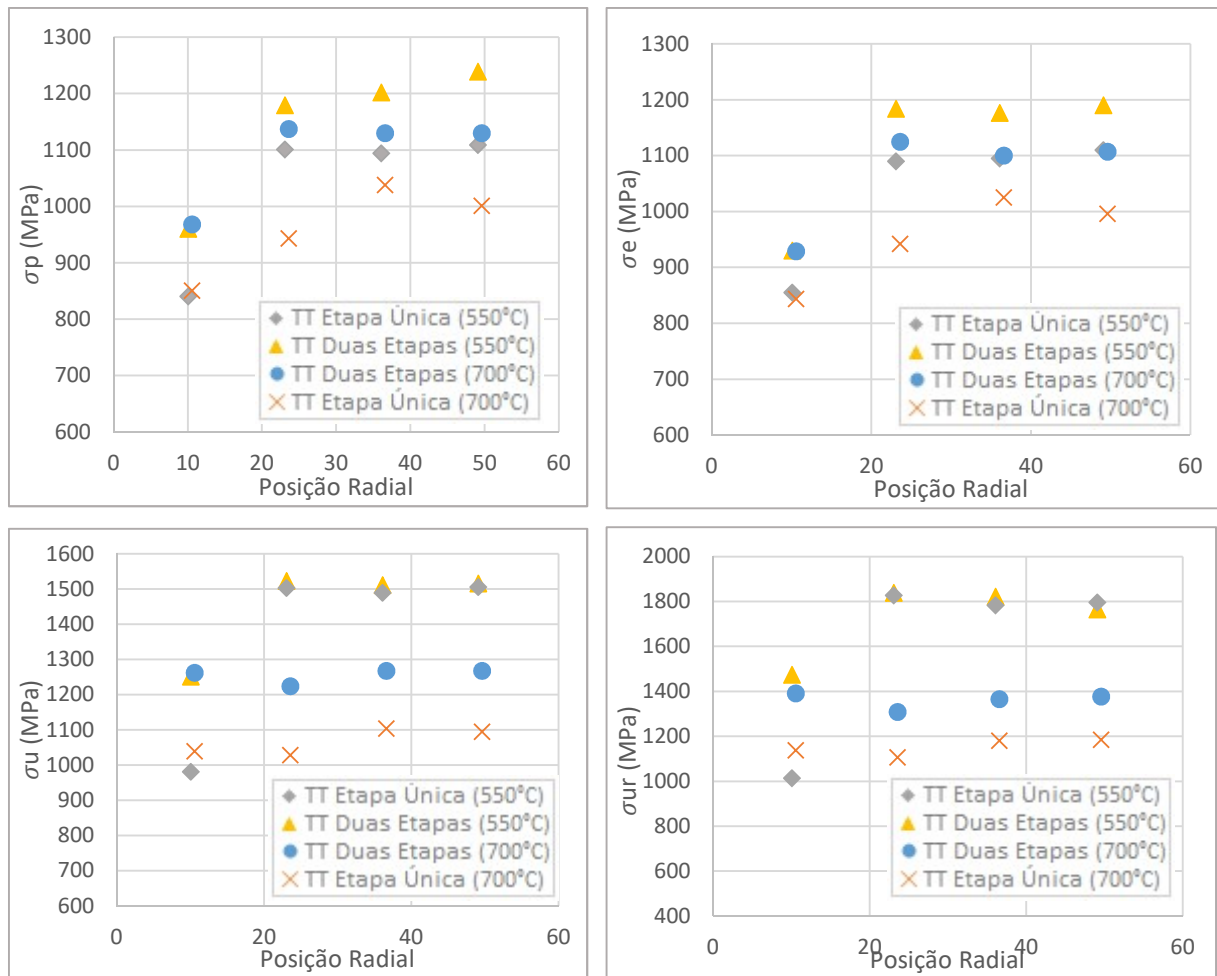
5.3.3. Comparação entre tratamentos térmicos

Comparando as propriedades de tração para ambas as temperaturas (figura 31) é possível observar que as propriedades apresentadas a 550°C são mais elevadas que aquelas a 700°C. Esse comportamento era esperado, uma vez que altas temperaturas levam a uma maior oxidação dos contornos de grão, especialmente nas áreas de grãos finos, onde há mais contornos de grãos que nas áreas de grãos grosseiros (CORMIER et al, 2015, p. 2239). É possível observar que a propriedade mecânica mais afetada pela mudança de temperatura é o alongamento percentual, que é menor por um fator de 1,5 a 1,8% a 700°C. A adição de partículas grosseiras de γ' nos contornos de grão através do tratamento térmico de solubilização pós-DMHT é a explicação para as melhores propriedades apresentadas pelos corpos de prova tratados termicamente em duas etapas, e especialmente pelo pequeno aumento de A% (CORMIER et al 2016a, p. 542 e CORMIER et al, 2015, p. 2239).

Também é observado que o tratamento térmico de duas etapas não possui grande influência sob o limite de resistência a tração real na área de grãos grosseiros em ambas as temperaturas de teste, enquanto na área de grãos finos o σ_{Ur} é afetado apenas no teste a 700°C. A sensibilidade do limite de resistência a tração real ao tratamento térmico está diretamente relacionada, como discutido anteriormente, com a oxidação do contorno de grão. Essas interpretações serão confirmadas a partir da observação das superfícies de ruptura.

Figura 31: Comparação entre propriedades mecânicas entre tratamentos térmicos e temperaturas de teste de tração em relação a posição radial





Fonte: Elaborado pela autora

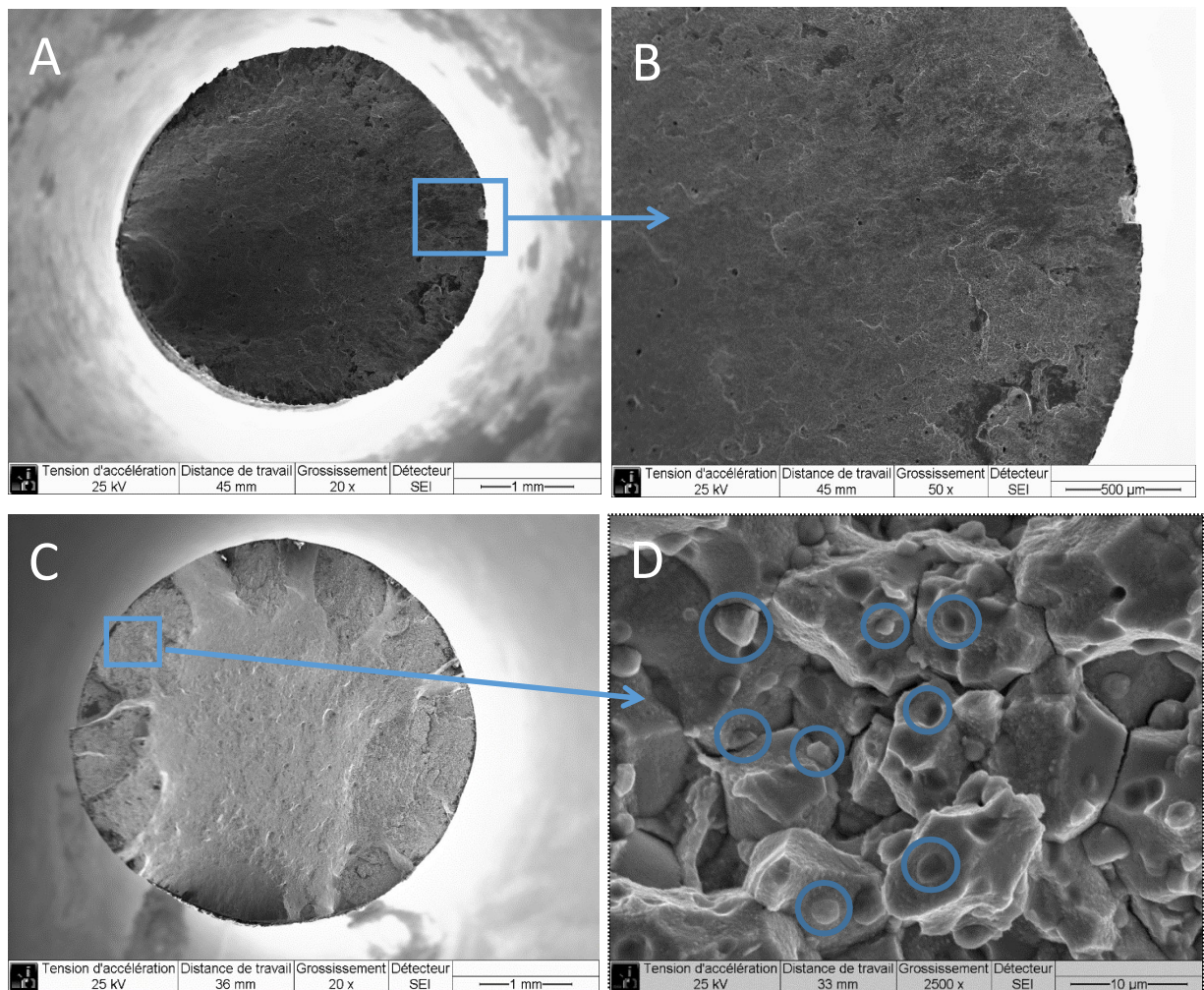
Como um resumo das propriedades mecânicas de tração, é claro observar que o tratamento térmico de solubilização pós-DMHT é necessário para melhoria das propriedades mecânicas em conjunto com o envelhecimento. O tratamento térmico de duas etapas conduz, sistematicamente, a melhores propriedades em ambas as temperaturas de teste, 550°C e 700°C, e para ambos os tipos de microestrutura estudados.

5.3.4. Observação das superfícies de ruptura dos testes de tração

Superfícies de fratura de corpos de prova carregadas sob solicitações de fadiga de baixo ciclo (LCF) foram observadas em ambas áreas do disco. Estas observações são mostradas nas sessões a seguir.

5.3.4.1. Grãos finos tratados termicamente em duas etapas

Figura 32: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente



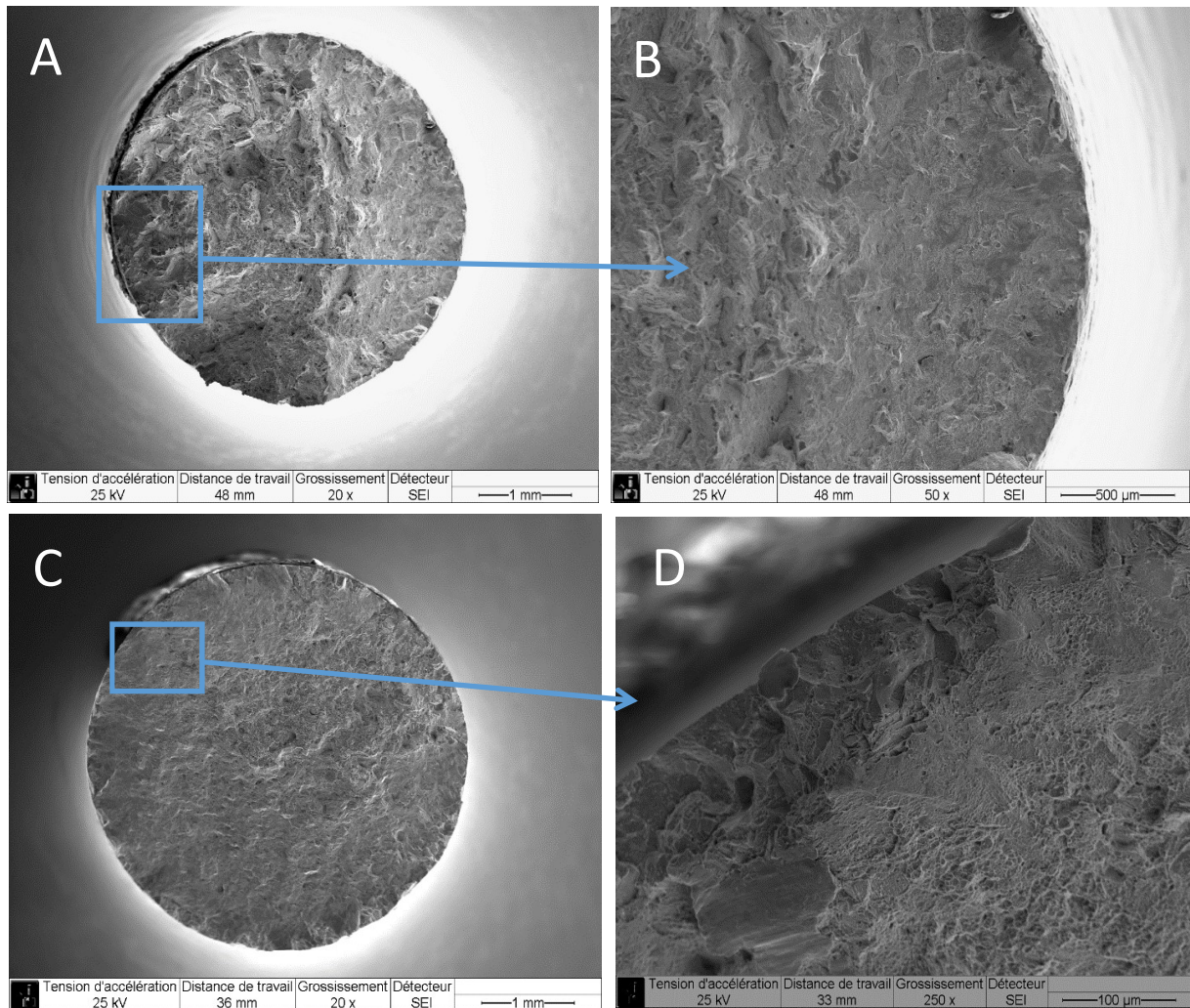
Fonte: Elaborado pela autora

A 550°C a superfície de ruptura é totalmente transgranular e inclinada em, aproximadamente, 45°. A 700°C a superfície de ruptura é mista, com o centro do corpo de prova sendo transgranular enquanto áreas intergranulares são observadas nas bordas da superfície, como mostrado na figura 32C. A alta temperatura permite a

oxidação do contorno do grão, e um modo de fratura intergranular é observado na figura 32D, onde os contornos de grão podem ser vistos, bem como traços de partículas γ' primário.

5.3.4.2. Grãos grossos tratados termicamente em duas etapas

Figura 33: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente

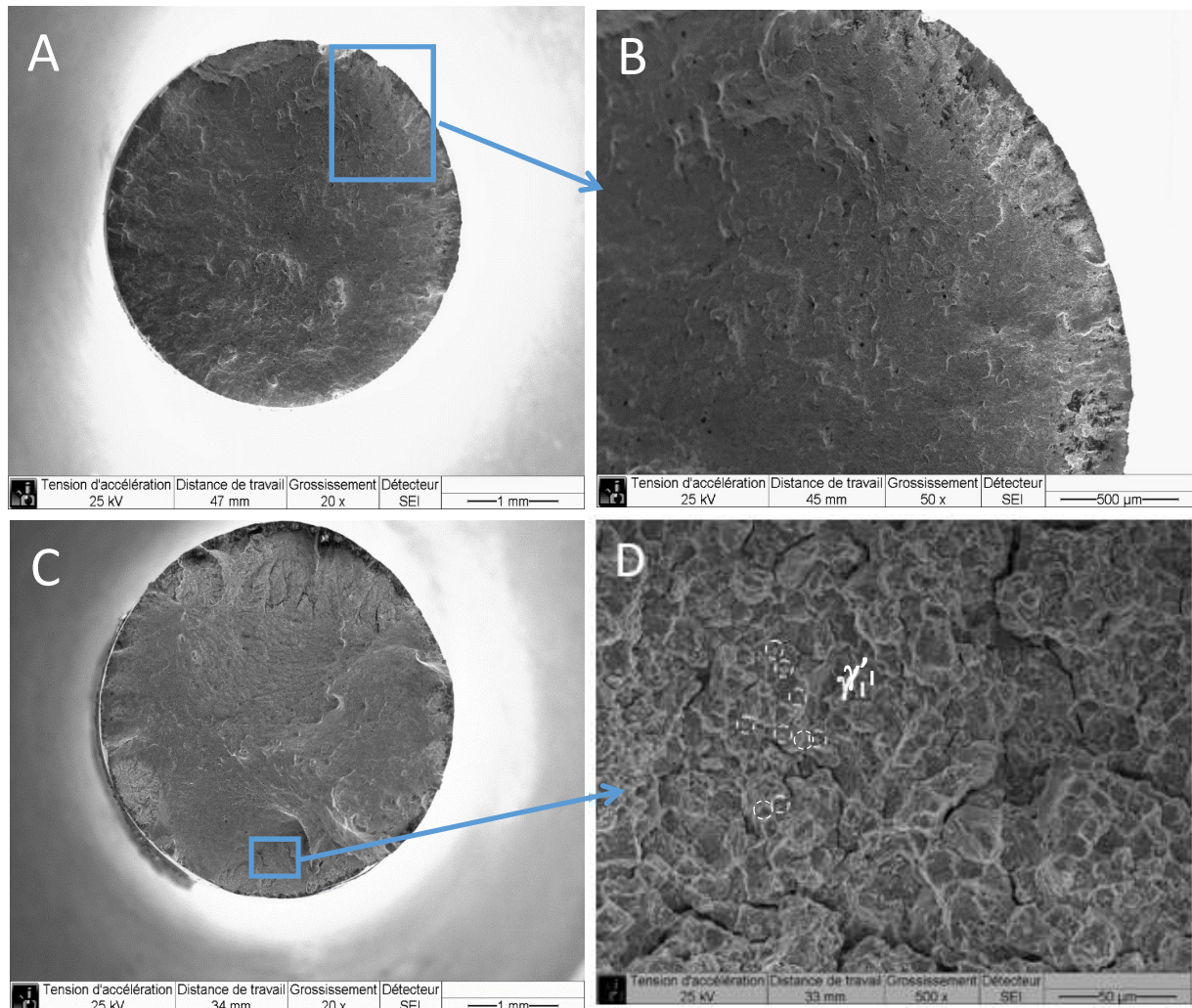


Fonte: Elaborado pela autora

Como no caso anterior, é observado um modo de fratura quase totalmente transgranular a 550°C, enquanto um misto de fratura trans e intergranular é observado a 700°C. Algumas áreas na borda da superfície podem ser consideradas intergranulares, especialmente a 700°C, devido a ação da oxidação nos contornos de grão.

5.3.4.3. Grãos finos tratados termicamente em uma etapa

Figura 34: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente

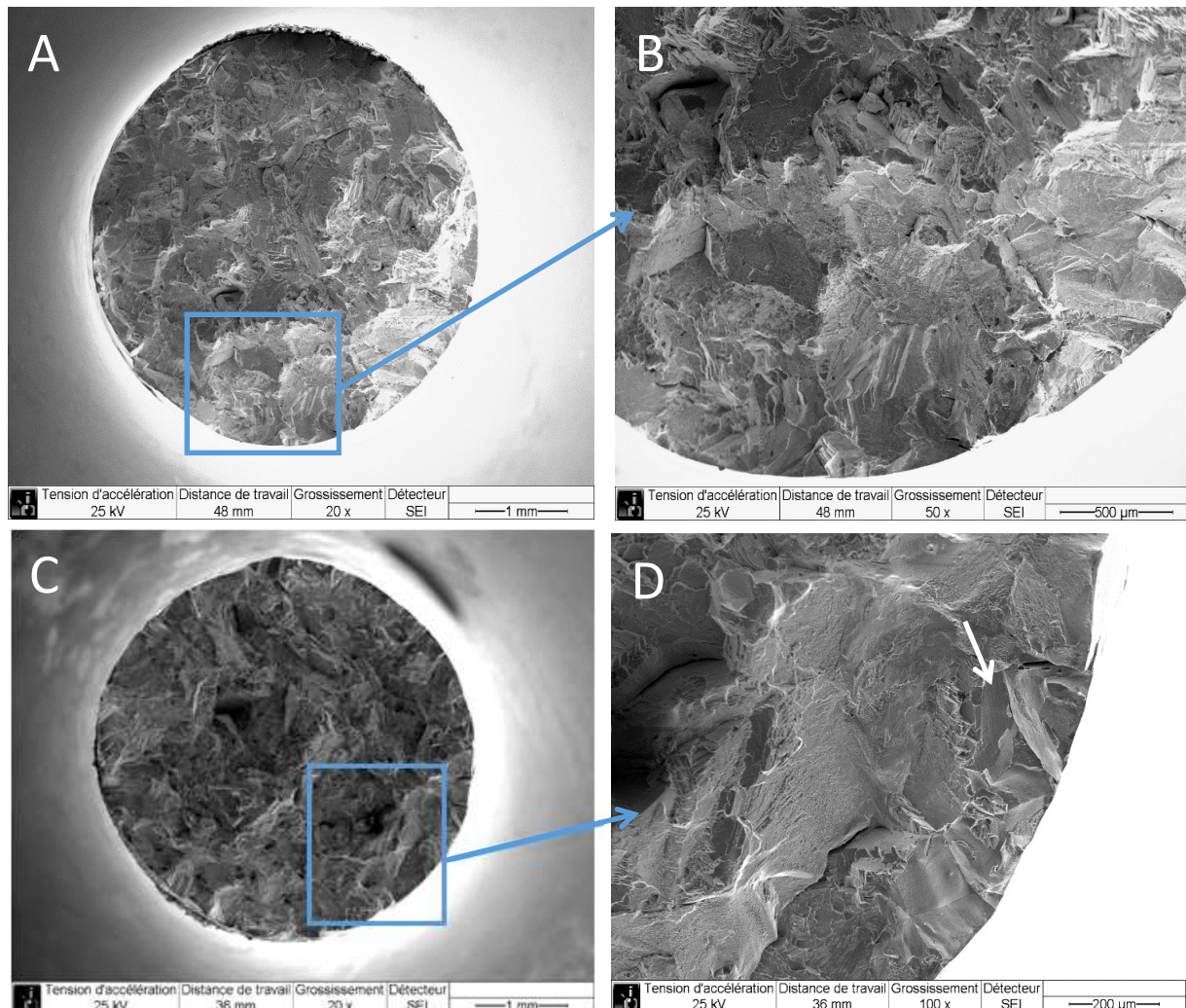


Fonte: Elaborado pela autora

Como nos casos anteriores, é observado um modo de fratura quase totalmente transgranular a 550°C, enquanto um misto de fratura trans e intergranular é visto a 700°C. Comparado aos dois exemplos prévios, a fração de modo de fratura intergranular é alta na figura 34C, chegando a 50% da superfície. Além disso, como um indicativo da fratura intergranular, é possível observar traços de partículas γ' primário, destacadas por círculos brancos em 34D.

5.3.4.4. Grãos grossos tratados termicamente em uma etapa

Figura 35: A) e B) superfícies de ruptura a 550°C e C) e D) a 700°C. B) e D) são ampliações das áreas dentro do retângulo azul de A) e C), respectivamente.



Fonte: Elaborado pela autora

Mais uma vez, uma falha transgranular é vista no teste realizado a 550°C e um misto de fratura intra e transgranular é identificada nos ensaios a 700°C. É possível observar as bandas de deslizamento na superfície de fratura, indicada por uma seta branca na figura 35D, mostrando um deslocamento sob os contornos de grão.

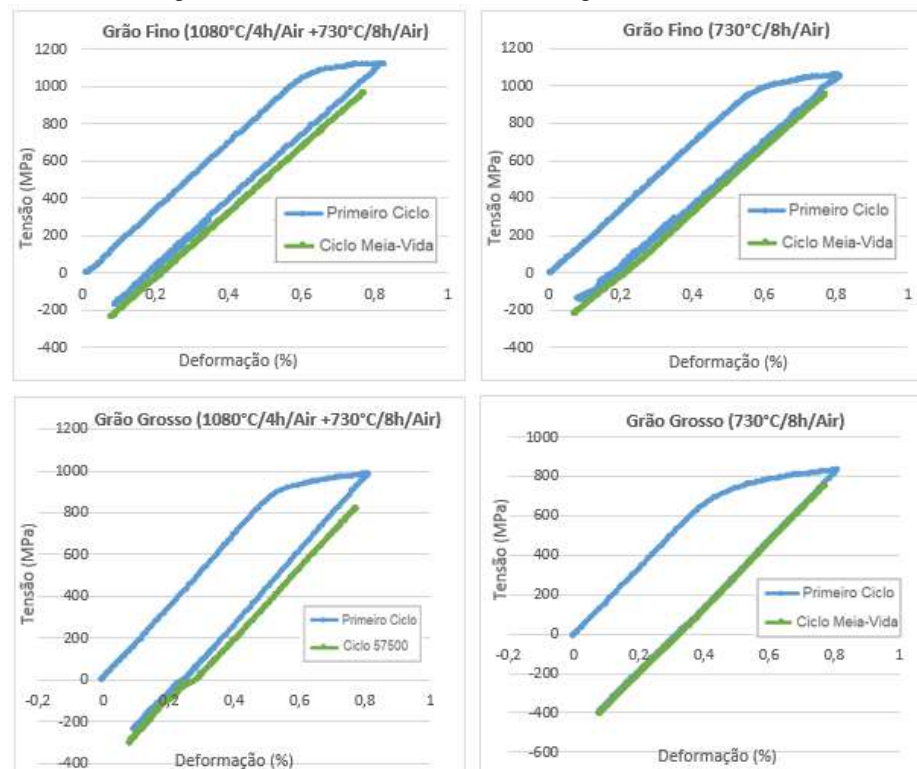
Em suma, nas observações feitas nas superfícies de ruptura, características comuns são observadas. A 550°C, uma fratura totalmente transgranular é obtida nas áreas de grãos finos e uma fratura quase totalmente transgranular é vista nas áreas de grãos grosseiros. A 700°C, o modo de fratura nas áreas de grãos finos é inicialmente intergranular e após, modifica-se para

transgranular. As partes de fratura intergranular estão presentes nas bordas do corpo de prova, indicando uma contribuição da oxidação neste tipo de fratura. Um modo de fratura similar é visto nesta temperatura na área com grãos grandes, com uma maior quantidade de falhas intergranulares.

5.4. TESTES DE FADIGA

O estudo da fadiga no campo das superligas é muito importante, uma vez que os resultados das análises de falhas indicam que a fadiga é uma das principais causas de falhas em estruturas de engenharia (CALLISTER, 8ª ed., 2012 p.167). Para o presente projeto, é importante também salientar que vida útil de motores é determinada pelo início da trinca e pelos estágios de propagação da mesma (CORMIER et al, 2015, p.2236). Durante este estudo, testes de fadiga controlados por deformação foram efetuados a 550°C, sob total controle de deformação, com amplitude de deformação igual a $\Delta\epsilon_t = 0.78\%$, taxa de deformação de 0,05 e frequência de 0,5Hz. A figura 36 mostra exemplos típicos de curvas de histerese obtidas em diferentes áreas do disco estudado.

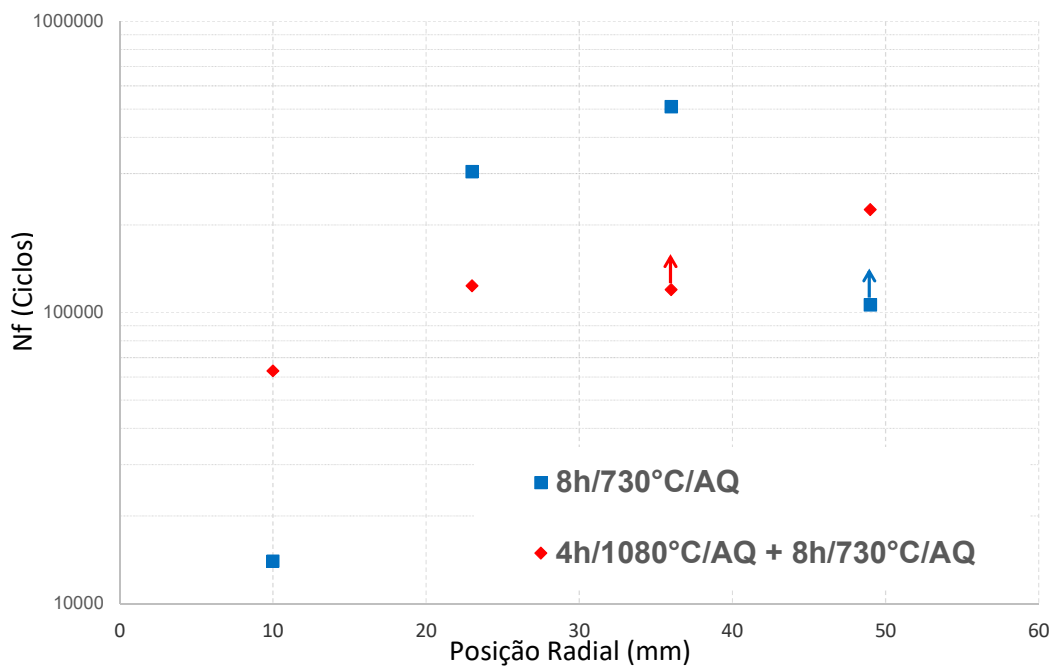
Figura 36: Curvas histereses de fadigas de baixo ciclo



Fonte: Elaborado pela autora

As curvas de histerese, sob certas condições, são caracterizadas por uma abertura plástica mensurável durante os primeiros 5 ciclos, e um comportamento quase elástico até o início da trinca (Figura 36). A principal diferença entre os corpos de prova de grãos finos e grãos grossos, não importando o tratamento térmico executado pós-DMHT, é a baixa tensão proporcional (σ_p) observada em amostras com grãos grosseiros, confirmando os testes de tração. Isso leva a uma maior deformação plástica durante o primeiro ciclo, e consequentemente, a uma menor vida em fadiga, mesmo com a mesma deformação total aplicada. Apesar da menor deformação plástica durante o primeiro ciclo, o tratamento térmico de solubilização não fornece sistematicamente uma melhor vida em fadiga. De fato, como observado na figura 37, uma melhor vida em fadiga é vista com o tratamento térmico de solubilização na área de grãos grossos, como esperado. Porém, a vida em fadiga nas áreas com o tratamento térmico de envelhecimento e grãos pequenos é igual, e em algumas ocasiões, maior que a mesma área tratada termicamente por solubilização. Será visto futuramente que este resultado é relacionado ao tamanho e posicionamento do local de iniciação da trinca nos corpos de prova.

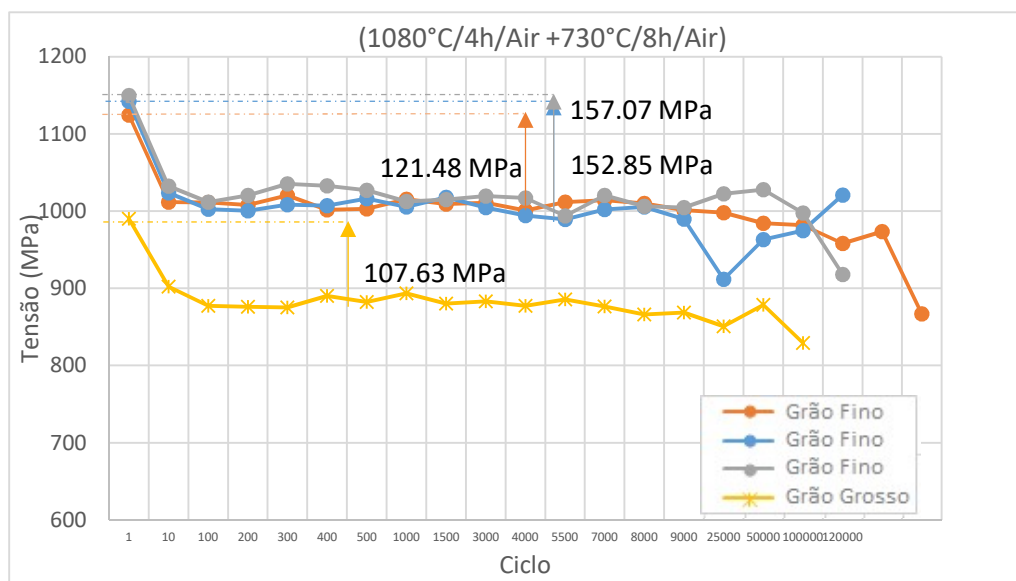
Figura 37: Evolução do número de ciclos até a falha em função da posição radial para ambos tratamentos térmicos pós-DMHT.



Fonte: Elaborado pela autora

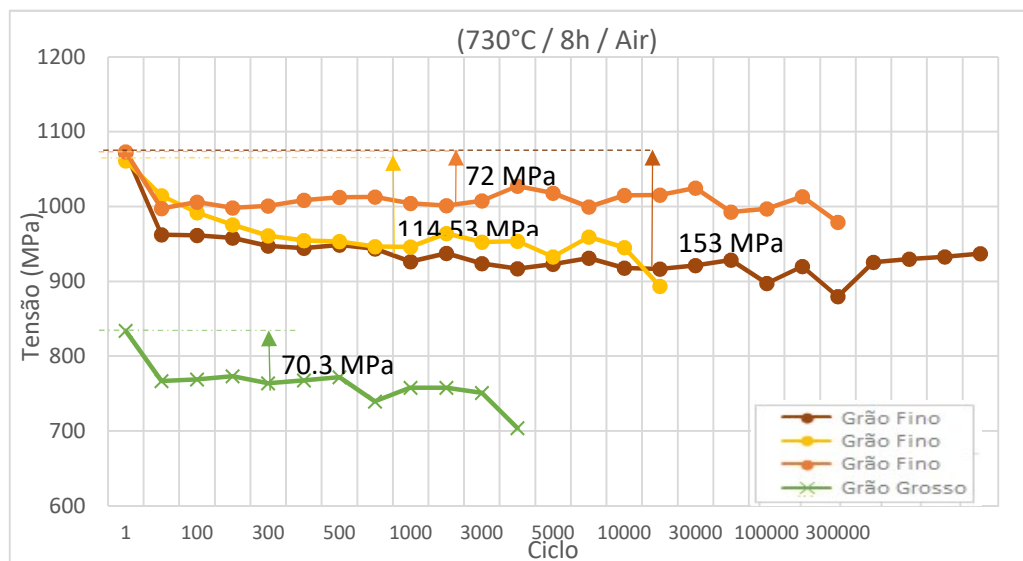
Também é possível observar na Figura 36 que o tratamento térmico de solubilização pós-DMHT sempre concede durante o primeiro ciclo tensões máximas, e na meia-vida tensões máximas e médias mais baixas. Esse fato é melhor observado nas figuras 38 e 39, onde uma curva que relaciona a tensão máxima em função do número de ciclos é mostrada. É claramente observado que a adição do tratamento térmico de solubilização possibilita um melhor relaxamento de tensões durante o carregamento do ensaio de fadiga controlado por deformação.

Figura 38: Gráfico de máxima tensão por ciclo



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 39: Gráfico de máxima tensão por ciclo



Fonte: Elaborado pela autora

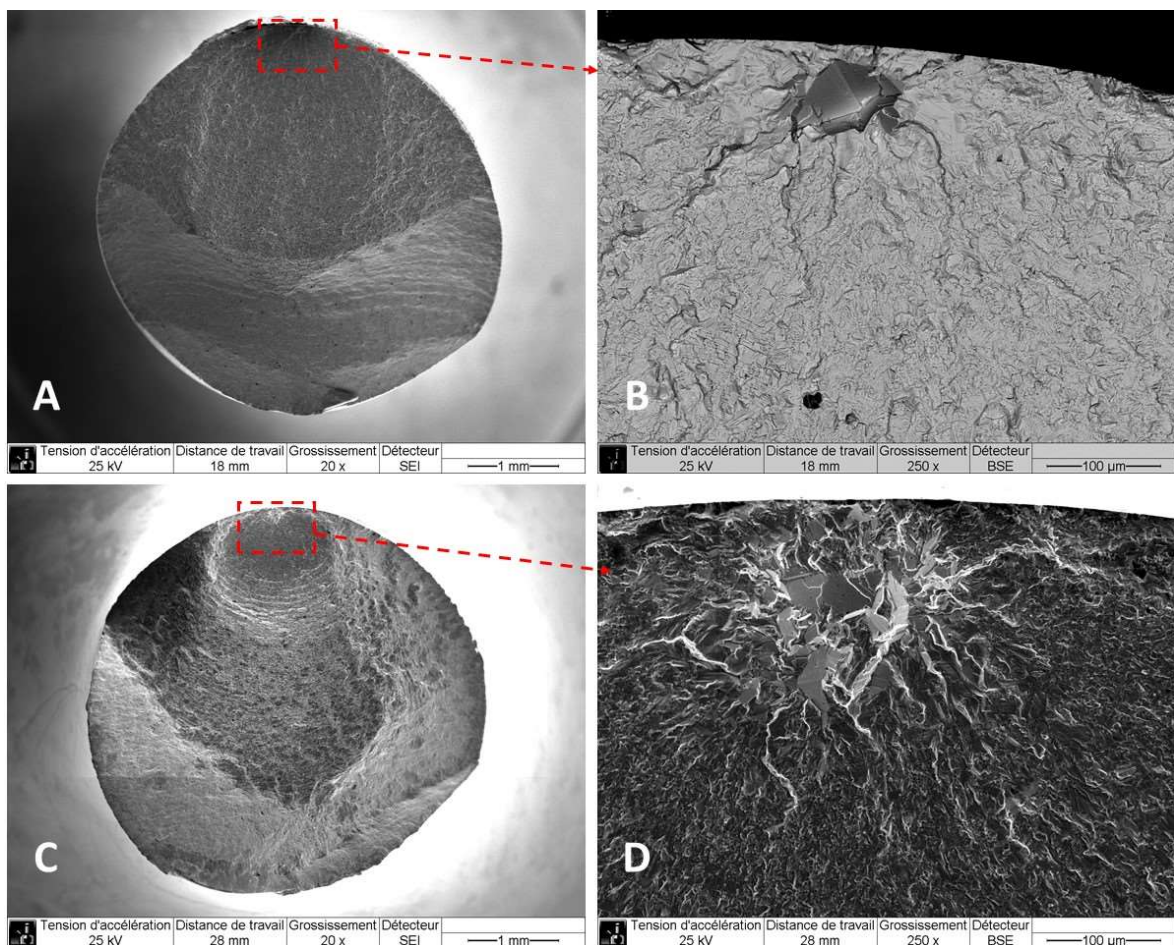
Considerando o estágio de propagação de trinca, a maioria das superligas exhibe predominantemente um processo de dano ciclo-dependente com pequenos efeitos de frequência quando estas são altas. Segundo Xingbo et al (2004, p.285), a altas temperaturas e frequências relativamente baixas, o crescimento da trinca é um processo dependente do tempo, e taxas de crescimento de trinca são fortemente dependentes da temperatura, frequência e índice de tensão. Portanto, é altamente desejável possuir uma microestrutura que forneça um relaxamento de tensão pronunciado, uma vez que com este comportamento a tensão local em um início de trinca será menor que no caso de uma liga com relaxamento de tensão limitado. A partir da análise dos gráficos apresentados nas figuras 38 e 39 é possível concluir que o tratamento térmico de solubilização concede maior relaxamento de tensões que o envelhecimento, e por tanto, confere uma propagação de trinca mais lenta ao material (DEVAUX et al, 2014a, p. 523), sendo o mais indicado neste aspecto.

5.4.1. Observação das superfícies de ruptura dos testes de fadiga

Superfícies de fratura de corpos de prova carregadas sob solicitações de fadiga de baixo ciclo (LCF) foram observadas em ambas áreas do disco. Estas observações são mostradas nas sessões a seguir.

5.4.1.1. Área de grãos finos

Figura 40: A) e B) Tratamento térmico de duas etapas C) e D) Tratamento térmico com uma etapa.



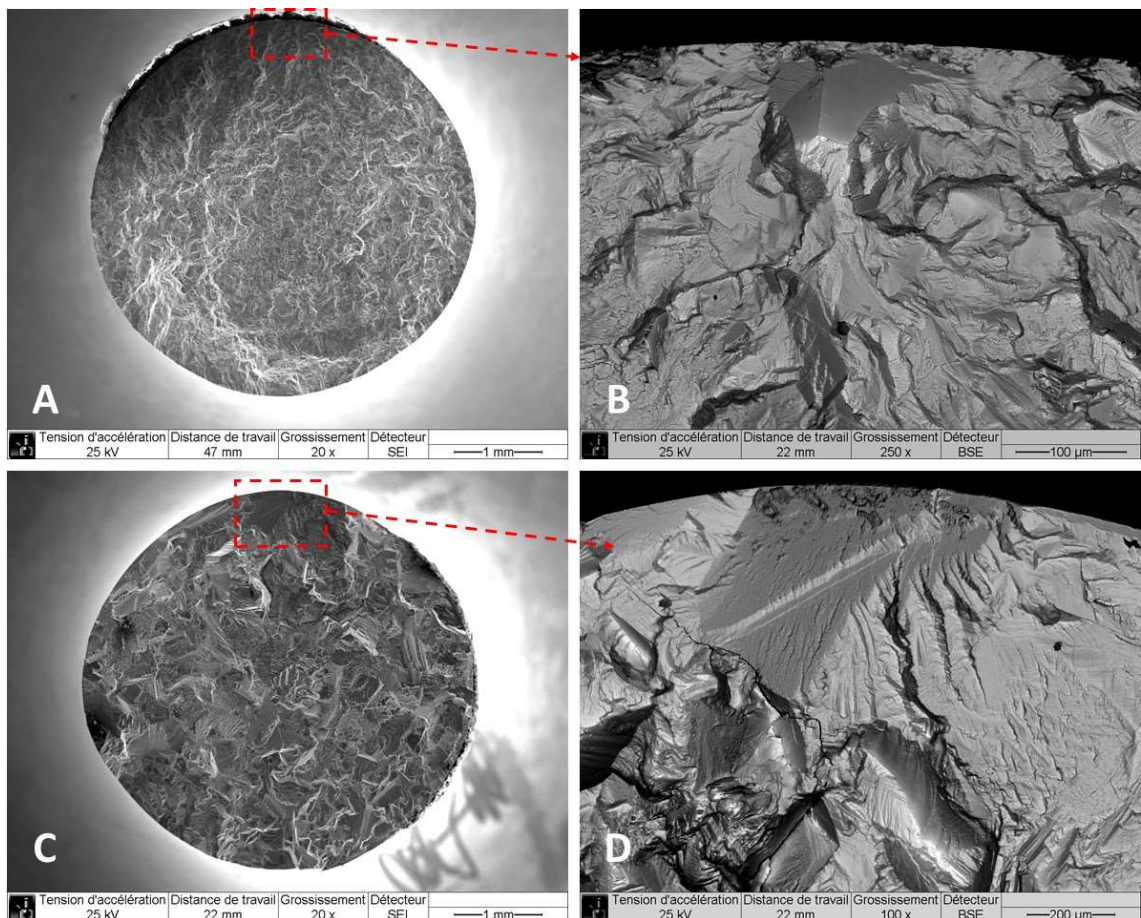
Fonte: Elaborado pela autora

A figura 40 apresenta as superfícies de fratura da área de grãos finos do disco, para ambos os tratamentos térmicos. Independente do tratamento térmico pós-DMHT, o início da trinca sempre ocorreu afastado do centro da superfície, em alguns grãos grossos remanescentes em meio a microestrutura de grãos finos. De fato, grãos com tamanho entre 25 μ m e 50 μ m são vistos, provavelmente correspondentes a

maclas recozidas dos maiores grãos. Tais grãos grossos permanecem nesta área do disco devido falta de deformação plástica durante o processo de forjamento do disco, levando assim a uma falta de recristalização. Pode-se então deduzir que este grão não cristalizado, que pode ser considerado como uma imperfeição da microestrutura, é pior do que os carbeto que geralmente atuam como causadores do início da trinca em microestruturas homogêneas de grãos finos. Eles então diminuem a vida em fadiga dos materiais, anulando o benefício que seria obtido a partir do tratamento térmico de solubilização. Consequentemente, os estudos de fadiga na área de grãos finos são limitados pela qualidade da microestrutura do corpo de prova, e não podem ser diretamente relacionados ao tratamento térmico empregado.

5.4.1.2. Área de grãos grossos

Figura 41: A) e B) Tratamento térmico de duas etapas C) e D) Tratamento térmico com uma etapa



Fonte: Elaborado pela autora

Nos corpos de prova extraídos da área de grãos grossos, o início da trinca sempre se deu em pequenas áreas afastadas do centro das amostras, provavelmente correspondentes a maclas recozidas. Devaux et al (2014a, p. 3) diz que esse é um clássico modo de iniciação da trinca para corpos de prova de superligas em áreas de grãos grosseiros, não importando o estado de precipitação, isto é, tratamento térmico. Tal localização de microestrutura tem se mostrado ser bastante deletéria a iniciação de trinca por fadiga, devido à dificuldade de transmissão de deslizamento através dos contornos das maclas (VILLECHAISE et al, 2015, p.334). Este modo de iniciação de trinca não necessita de uma maior análise, uma vez que é um clássico nesta classe de superligas.

6. CONCLUSÕES

Durante este projeto, as propriedades mecânicas de um disco de turbina, com gradiente de microestrutura ao longo da direção radial, fabricado por fundição com a superliga AD730™ foram testadas. Testes de tração e fadiga foram executados a altas temperaturas, e seus resultados analisados e baseados em observações da microestrutura. A partir deste estudo, as principais conclusões foram:

- O tratamento térmico de solubilização *sub-solvus* após o tratamento térmico de estrutura dual (DMHT) é necessário para melhoria das propriedades mecânicas, principalmente nas áreas de grãos grosseiros, onde os contornos de grão são fortalecidos pelos precipitados γ' . Por exemplo, um impressionante aumento na σ_p (de aproximadamente 90MPa), no σ_{Ur} e na ductilidade foram observados comparados ao tratamento térmico de envelhecimento a 730°C. Além disso, a adição do tratamento térmico de solubilização a 1080°C antes do envelhecimento a 730°C permite um maior relaxamento de tensão durante o carregamento de fadiga controlada por deformação. Essa melhoria no relaxamento de tensão é altamente desejável do ponto de vista de iniciação e propagação de trincas.
- A mudança de temperatura nos testes de tração não afetou significativamente os valores da σ_p e do σ_{Ur} em áreas de grãos grosseiros. No entanto, a queda das propriedades de tração a 700°C é observada quando se compara os dados obtidos nos testes a 550 °C na área de grãos finos, devidos a fragilização dos contornos de grão causados por oxidação.
- A deformação plástica introduzida durante o processo de forjamento é extremamente importante para o aumento da vida em fadiga, principalmente nas áreas com grãos finos. De fato, grãos não recristalizados foram observados como origem da iniciação de trinca de fadiga a 550°C ao invés de carbeto, que é mais usual.
- As diferenças das propriedades mecânicas observadas durante este projeto entre as áreas de grãos finos e as áreas de grãos grosseiros, causados através da introdução do método Dual Microstructure Heat Treatment (DMHT) no disco, abrem novas perspectivas para a produção e manipulação de microestruturas. De fato, com um maior controle do processo de forjamento

e do processo DMHT é possível ajustar localmente propriedades mecânicas e adapta-las as exigências do disco.

REFERÊNCIAS

1. ASTM E606 / E606M-12, **Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012, www.astm.org.
2. CALLISTER William D, RETHWISCH David G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8ª Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
3. CORMIER Jonathan et al, “**Coarsening and dissolution of γ' precipitates during solution treatment of AD730™™ Ni-based superalloy: Mechanisms and kinetics models**”, Journal of Alloys and Compounds, v. 658, 2016b, p. 981-995.
4. CORMIER Jonathan et al, **Mechanical properties of cast & wrought hybrid disks**, In: Superalloys 2016 conference, 13. 2016a, Seven Springs (USA). Superalloys 2016: Proceedings of the 13th International Symposium of Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society, 2016, p. 539-548.
5. CORMIER Jonathan et al, “**Relationships Between Microstructural Parameters And Time-Dependent Mechanical Properties Of A New Nickel Based Superalloy AD730™™**”, Metals, Vol. 5 (4), 2015, p 2236-2251.
6. DEVAUX Alexandre et al, **Development of new C&W superalloys for high temperature disk**. In: Conference Euro Superalloys, 10. 2010, May 2010, Wildbach Kreuth (Germany), Advanced Materials Research, Vol. 278, p. 405-410
7. DEVAUX Alexandre et al, “**Effect of aging heat-treatment on mechanical properties of AD730™™ superalloy**”, In: 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, 8., 2014b, Pittsburgh (USA). Proceedings of the 8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, 2014b, p. 521-535.
8. DEVAUX Alexandre et al, “**Mechanical properties and development of supersolvus heattreated new nickel base superalloy AD730™™**”, In: Eurosuperalloys 2014 conference, 2., 2014a, Presqu'île de Giens, France. MATEC Web of Conferences, USA, EDP Sciences, May 2014a, vol. 14, p. 01004.
9. DEVAUX Alexandre et al, “**Properties of new c&w superalloys for high temperature disk applications**”, In: 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, 8., 2014, Pittsburgh (USA). Proceedings of the 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, The Minerals, Metals & Materials Society, October 2010, p. 223-235

10. FU M.W. et al, "**Structural-gradient-materials produced by gradient temperature heat treatment for dual property turbine disc**". Journal Of Alloys And Compounds, v.557, Exeter (UK), p. 27-33, Abril 2013.
11. GAYDA J., GABB T. P., KANTZOS P. T., "**The effect of dual microstructure heat treatment on an advanced nickel-base disk alloy**". In: Conference Superalloys 2004, 2., 2004, Pennsylvania USA. Superalloys 2004: proceedings of the 10th International Symposium on Superalloys, The Minerals, Metals & Materials Society, Setembro 2004, p.232-329
12. JACKSON M. P., REED R.C. **Heat treatment of UDIMET 720Li: the effect of microstructure on properties**, Materials Science and Engineering, v. 259, p. 85–97, 15 de Janeiro de 1998
13. VILLECHAISE Patrick et al "**Grain boundary - Slip bands interactions: impact on the fatigue crack initiation in a polycrystalline forged Ni-based superalloy**", Acta Materialia, Vol. 99, 2015, p 325-336.
14. Xingbo Liu, Shalini Rangararan, Ever Barbero, Keh-Minn, Chang Wei-Di, Cao Richard Kennedy, and Tadeu Carneiro, "**Fatigue Crack Propagation Behaviors Of New Developed Allvac® 718plus™ Superalloy**". Proceedings of the Conference Superalloys 2004, Pennsylvania USA, September 2004, pp. 283-290.