**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**

ROGÉRIO VARAVALLO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A FADIGA EM ALTA
TEMPERATURA DA SUPERLIGA MAR-M247 (Nb)**

São Carlos

2012

ROGÉRIO VARAVALLO

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A FADIGA EM ALTA
TEMPERATURA DA SUPERLIGA MAR-M247 (Nb)**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos, da Universidade de São Paulo, como requisito para a obtenção do título de mestre em Ciências no Programa de Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Cassius Olivio
Figueiredo Terra Ruchert

São Carlos

2012

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca – EESC/USP

V288a Varavallo, Rogério.
Avaliação da resistência a fadiga em alta temperatura da superliga MAR-M247 (Nb). / Rogério Varavallo ; orientador Cassius Olivio Figueiredo Terra Ruchert. São Carlos, 2012.

Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia Mecânica e Área de Concentração em Materiais)-- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2012.

1. Nucleação de trinca por fadiga. 2. Superligas de Ni.
3. Oxidação. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro **ROGÉRIO VARAVALLO**.

Título da dissertação: "Avaliação da resistência a fadiga em altas temperaturas da superliga MAR-M247 (Nb)".

Data da defesa: 08/02/2012

Comissão Julgadora:

Resultado:

Prof. Titular **Waldek Wladimir Bose Filho (Orientador substituto)** APROVADO
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Prof. Dr. **Haroldo Cavalcanti Pinto**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

APROVADO

Prof. Dr. **Carlos Ângelo Nunes**
(Escola de Engenharia de Lorena/EEL)

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica:
Prof. Associado **Marcelo Areias Trindade**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Paulo Cesar Lima Segantine**

Dedico este trabalho aos meus Pais Luis Carlos e Fátima, razões da minha vida, por sempre acreditarem incondicionalmente e à minha noiva Karla, que me apoiou e compreendeu todos os momentos difíceis dessa empreitada.

AGRADECIMENTOS

- Primeiramente a Deus, pois sem ele nada seria possível.
- À minha família que sempre acreditou no meu trabalho e me apoiou em todos momentos da minha vida.
- Ao Prof. Dr. Cassius O. Figueiredo Terra Ruchert e ao Prof. Tit. Waldek Wladimir Bose Filho, profissionais competentes, sem os quais esta empreitada jamais teria sido possível.
- Aos demais professores do SMM-EESC-USP que de alguma maneira colaboraram com o trabalho.
- Aos colegas pós-graduandos, meus amigos, Mauricio, Otávio e Danilo sem o apoio dos quais este objetivo teria sido uma tarefa muito mais espinhosa.
- A todos os funcionários e técnicos do SMM e de outros departamentos que colaboraram na execução das tarefas.
- Ao Programa de Engenharia Mecânica que tornou possível este mestrado.
- À Fundação Capes, que contribuiu com o fornecimento da bolsa.

**“As pessoas entram em nossa vida
por acaso, mas não é por acaso
que elas permanecem”**

Lilian Tonet

RESUMO

VARAVALLO, R. (2012). **Avaliação da resistência a fadiga em alta temperatura da superliga MAR-M247 (Nb)**. 185 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

Este projeto faz parte de uma Rede Interdisciplinar de Pesquisa em Superligas no Brasil (Projeto Pró-Engenharias - CAPES), que tem como objetivo o desenvolvimento técnico e científico do Brasil nesta classe de materiais. A rede é composta por especialistas de estabelecida competência em assuntos fundamentais para o desenvolvimento de materiais estruturais, tais como: fusão em vácuo, solidificação direcional, relações orientação-propriedade, tratamentos térmicos, fluência, ***fadiga em alta temperatura***, oxidação e corrosão a quente. Assim, na parte que compete a este pesquisador, foram estudadas as propriedades de fadiga em altas temperaturas da liga MAR-M247 e de uma nova liga, a liga MAR-M247 modificada pela substituição do Ta pelo Nb, e sendo doravante denominada MAR-M247(Nb). Foram desenvolvidos estudos correlacionando parâmetros intrínsecos do material, como composição química e microestrutura adicionalmente a parâmetros extrínsecos, tais como: temperatura, estudo de oxidação, propriedades de fadiga, ensaios de tração em temperatura ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000 °C, conforme as normas AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM) E 8M-00 e ASTM E 21-00. Em relação aos ensaios de fadiga foram realizados ensaios de nucleação de trincas, conforme a norma ASTM E466-07 e os resultados foram apresentados na forma de curvas S-N e analisados estatisticamente segundo a norma ASTM E739-10. Para auxiliar na definição dos micromecanismos de fadiga, as superfícies de fratura foram analisadas utilizando o microscópio eletrônico de varredura (MEV) e microscópio ótico estereoscópico (MO). Foi realizado ensaio de oxidação para verificar a susceptibilidade a oxidação das ligas, sendo este um dos fatores que afetam a vida em fadiga em alta temperatura.

Palavras-chave: Nucleação de trinca por fadiga. Oxidação. Superligas de Ni.

ABSTRACT

VARAVALLO, R. (2012). **Evaluation of fatigue strength at high temperature superalloy MAR-M247 (Nb)**. 185 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2012.

This project is part of an interdisciplinary network of Research in Super League in Brazil (Project Pro-Engineering - CAPES), which aims to technical and scientific development of Brazil in this class of materials. The network is composed of experts of established competence in matters fundamental to the development of structural materials, such as: vacuum melting, directional solidification, relationships property-oriented, heat treatment, creep, fatigue in high temperature oxidation and hot corrosion. Thus, at the racing this researcher, were studied the fatigue properties at high temperatures MAR-M247 alloy and a new league, which in reality is the MAR-M247 alloy modified by replacing the Ta by Nb, and being hereinafter referred to as MAR-M247 (Nb). Were designed studies correlating parameters intrinsic material, such as chemical composition and microstructure, with extrinsic parameters such as: temperature and type of loading, with the properties fatigue. Thus, tensile tests at room temperature environment, 250, 500, 700 and 900 °C, and tests for compression at temperatures of 700 and 900 °C were performed to determine the elastic behavior and elastoplastic material, according to the ASTM E-8M 00, ASTM E 21-00 and ASTM E209-00. Were also conducted testing of fatigue crack nucleation, as ASTM E466-07. The results were presented at form of SN curves and statistically analyzed the second ASTM E739-10. To assist in the definition of micromechanics of fatigue, the fracture surfaces were examined in a scanning electron microscope (SEM) and stereoscopic optical microscope (OM). Was oxidation test performed to check susceptibility to oxidation of the alloy, which is the factor affecting the fatigue life.

Keywords: Fatigue crack nucleation. Ni superalloys. Oxidation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Comparação macroestrutural das palhetas equiaxial (esquerda), de solidificação direcional (centro), e de cristal único (à direita) a base de níquel, ligas lâminas da turbina de um motor de avião.	27
Figura 2. Curvas de resistência à ruptura da vida de 1000 horas de ligas fundidas selecionadas com base de níquel resistente a alta temperatura.....	30
Figura 3. Várias rodas de turbinas radiais e axiais feitos de liga de Mar-M-247.....	33
Figura 4. Palheta de turbina produzida pelo processo de solidificação direcional da liga CM-247-LC	34
Figura 5. Micrografia mostrando microestrutura da superliga fundida a base de níquel.	37
Figura 6. Deformação à ruptura (fluência) em função da fração de volume de gama primário γ'	39
Figura 7. Micrografias da superliga MAR-M247 obtida via MEV: (a) no estado bruto de fusão; (b) solubilizada e envelhecida	41
Figura 8. Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) bruta de fusão obtida por microscopia ótica com ataque químico glicerégia	42
Figura 9. Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) no estado bruto de fusão obtida via MEV no modo elétrons retroespalhados.....	43
Figura 10. – Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) no estado bruto de fusão obtida via MEV no modo elétrons secundários (ataque químico glicerégia).	44
Figura 11. Simulação do número de mols de fase versus temperatura ente 600 e 1400°C para a superliga MAR-M247 (Nb).....	47
Figura 12. Fração molar de sólido em função da temperatura para o modelo de Scheil- Gulliver e em equilíbrio.....	49
Figura 13. Curva tensão-deformação convencional de engenharia	50
Figura 14. Linhas de escorregamento em metais dúcteis submetidos a carregamento (a) monotônico e (b) cíclico.	52
Figura 15. Estágios I e II do crescimento de trinca por fadiga.....	54

Figura 16. Modelo do estágio I de nucleação e propagação de submicrotrincas em um corpo de prova cilíndrico: (a) nucleação das submicrotrincas, (b, c) crescimento das submicrotrincas, (d) formação da submicrotrinca.....	55
Figura 17. Modelo da propagação de microtrinca no estágio I em um corpo de prova cilíndrico: (a) iniciação da microtrinca, (b) crescimento da microtrinca, (c, d) crescimento da microtrinca para dentro do material	56
Figura 18. Processo plástico de arredondamento e reaguçamento da ponta da trinca para o estágio II de propagação de trinca por fadiga, segundo.	57
Figura 19. Ciclos de tensão típicos em fadiga	58
Figura 20. Curvas de fadiga típicas para metais ferrosos e não ferrosos	60
Figura 21. Curvas S-N generalizada para aços	63
Figura 22. Efeito da tensão média na vida em fadiga dos materiais.....	64
Figura 23. Influência da razão de tensão R, na vida em fadiga do aço A 571.	65
Figura 24. Dois tipos de resultados de ensaio de fadiga.....	67
Figura 25. Redução do limite de fadiga devido às condições de superfície e efeito de um meio corrosivo	68
Figura 26. Efeito do meio ambiente para aços.....	69
Figura 27. Amplitude de deformação plástica em função do número de reversos, escala bilogarítmica	73
Figura 28. Tensão verdadeira em função do número de reversos, em escala bilogarítmica	74
Figura 29. Amplitude de deformação total em função do número de reversos para falhar, obtido da superposição das amplitudes de deformação elástica e plástica em função do número de reversos para falhar	75
Figura 30. Ciclo de histerese tensão-deformação ideal resultante de um ensaio de fadiga de baixo ciclo com deformação cíclica constante	75
Figura 31. Representação esquemática dos processos de transporte na escala durante o crescimento do óxido	89
Figura 32. Geometria e dimensões das amostras vazadas para produção dos corpos de prova utilizados no ensaio de tração. Dimensões em mm.	91

Figura 33. Geometria e dimensões das amostras vazadas para produção dos corpos de prova utilizados no ensaio de fadiga isotérmica. Dimensões em mm.....	92
Figura 34. Geometria e dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de tração. Dimensões em mm.....	93
Figura 35. Geometria e dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios monotônicos de tração. Dimensões em mm.	93
Figura 36. Visão geral do aparato de ensaios mostrando o forno de indução e a máquina servo-hidráulica MTS 810.....	94
Figura 37. Sistema de garras, pirômetro infravermelho, extensômetro e a bobina do forno de indução utilizado nos ensaios de fadiga isotérmica.	95
Figura 38. Dispositivo de medição de dureza Rockell C utilizado neste projeto.....	96
Figura 39. Visão geral do equipamento de medições de Microdureza Vickers.	97
Figura 40. Desenho esquemático onde mostra a posição das seções do material fornecido. Seção F análise microestrutural e seção H macroestrutural.	98
Figura 41. Geometria e dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de fadiga isotérmica.	100
Figura 42. A imagem do item (a) mostra uma visão geral do aparato montado para a realização do ensaio de fadiga de baixo ciclo a alta temperatura, em (b) detalhes do pirômetro de medição da temperatura e em (c) detalhe do corpos de prova sendo ensaiado a alta temperatura e do extensômetro utilizado.	101
Figura 43. Imagens que mostram em (a) Aparato montado utilizado no ensaio de fadiga de alto ciclo e em (b) detalhe do corpos de prova a 700°C e em (c) a 900°C	103
Figura 44. Microscópio eletrônico de varredura marca Zeiss-Leixa, modelo 440...	104
Figura 45. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 do primeiro lote, atacado com reagente de Kalling.	105
Figura 46. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 (Nb) do primeiro lote, atacado com reagente de Kalling.	106
Figura 47. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 (Nb) do segundo lote, atacado com reagente de Kalling.....	107

Figura 48. Microestrutura do material MAR-M247 sem ataque. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 500x. (c) Aumento de 1000x.	108
Figura 49. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) sem ataque. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 500x. (c) Aumento de 1000x.	108
Figura 50. Microestrutura do material MAR-M247 atacado com reagente de Marble. (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x...	110
Figura 51. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) atacado com reagente de Marble. (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x	111
Figura 52. Microestrutura do material MAR-M247 atacado com uma mistura de HCL, Etanol e H ₂ O ₂ . (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.....	113
Figura 53. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) atacado com uma mistura de HCL, Etanol e H ₂ O ₂ . (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.....	114
Figura 54. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura do material MAR-M247 (Nb), sem ataque. (b, c e d) são maiores aumentos de uma região da imagem (a).....	115
Figura 55. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura onde pode-se observar na elipse amarela, o precipitado que foi utilizado para a microanálise por energia dispersiva de raios X (EDX) no material MAR-M247 (Nb).	116
Figura 56. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura do material MAR-M247.....	117
Figura 57. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura onde se observa na elipse amarela, o precipitado utilizado para a microanálise por energia dispersiva de raios X (EDX) no material MAR-M247.	118
Figura 58. Gráfico de tensão versus deformação da liga MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) nas diversas temperaturas de ensaio.	119

Figura 59. Variação do limite de escoamento nas temperaturas ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).	120
Figura 60. Variação do Módulo de elasticidade na temperatura ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).	120
Figura 61. Variação do Limite de Resistência na temperatura ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).	121
Figura 62. As setas indicam os pontos onde foram efetuadas as medições da microdureza, nos materiais estudados. (a) MAR-M247. (b) MAR-M247 (Nb).	124
Figura 63. Equipamentos utilizados para ensaio de oxidação. (a) Forno a 491°C. (b) Termômetro digital indicando a temperatura de ensaio de 500°C do forno. (c) Forno a 982 °C. (d) Termômetro digital indicando a temperatura de ensaio de 1000°C no forno.	126
Figura 64. Superfície das amostras antes da realização dos ensaios de oxidação.	127
Figura 65. Variação da massa de todos os corpos de prova em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.	128
Figura 66. Variação de massa da superliga MAR-M247 (Nb) em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.	128
Figura 67. Variação de massa da superliga MAR-M247 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.	129
Figura 68. Variação de massa aço inox 304 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.	129
Figura 69. Variação de massa do aço carbono 1020 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.	130
Figura 70. Imagem onde mostra o interior do forno na temperatura de ensaio de 1000°C.	131
Figura 71. Variação da massa de todos os corpos de prova em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.	132
Figura 72. Variação de massa superliga MAR-M247 (Nb) em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.	133
Figura 73. Variação de massa da superliga MAR-M247 em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.	133

Figura 74. Variação de massa aço inox 304 em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.....	134
Figura 75. Variação de massa do aço carbono 1020 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.....	134
Figura 76. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois de 46 horas. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.....	136
Figura 77. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.	137
Figura 78. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 500°C ao ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247 (Ta). (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.....	138
Figura 79. Amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 500°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.	140
Figura 80. Amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.....	141
Figura 81. Histerese de deformação do ensaio de fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,8%,no ciclo 7, para material MAR-M247 (Nb).....	142
Figura 82. Fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,4% no ciclo 191, para o material MAR-M247 (Nb).....	142
Figura 83. Fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,2% no ciclo 162, para o material MAR-M247 (Nb).....	143
Figura 84. Gráfico comparativo da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar da superliga MAR-M247 (Nb), nas temperaturas de 700 e 900°C	146
Figura 85. Tratamento estatístico dos dados obtidos para a superliga MAR-M247 (Nb), na temperatura de 700°C. Confiabilidade de 95%.	147
Figura 86. Tratamento estatístico dos dados obtidos para a superliga MAR-M247 (Nb), para 900°C. Confiabilidade de 95%.	148

Figura 87. Superfície de fratura obtida por estéreo microscopia dos corpos de prova. (a, c, e) ensaiados a 700°C. (b, d, f) ensaiados a 900° C.....	149
Figura 88. Fractografia do espécime 6 (fratura com 2983 ciclos) da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.	151
Figura 89. Região próxima ao sítio de nucleação do espécime 6 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.	151
Figura 90. Ampliação da figura anterior do espécime 6 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C. Como o CP fraturou com apenas 2963 ciclos a região de propagação estável e muito pequena por isso esta difícil de ver.	152
Figura 91. Imagem ampliada da figura anterior	152
Figura 92. Regiões de fratura do espécime 7 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C, indicado pela seta.....	153
Figura 93. Região de nucleação da trinca do espécime 7 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C onde observa-se um derrame de inclusões e poros.	154
Figura 94. Região ampliada de nucleação da trinca do espécime 7 da superliga MAR-M 247 (Nb) ensaiado a 700°C.....	154
Figura 95. Fractografia do espécime 9 onde mostra a região de nucleação da trinca por fadiga (seta) da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C, indicado pela seta.	155
Figura 96. Ampliação da imagem anterior onde evidencia a região de nucleação da trinca do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.	155
Figura 97. Detalhe da região de nucleação das trincas do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.....	156
Figura 98. Ampliação da região de nucleação do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.....	157
Figura 99. Fractografia do espécime 15 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.	158
Figura 100. Fractografia com maior ampliação da figura anterior.	158
Figura 101. Detalhe da região de nucleação do espécime 15 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C onde evidencia com clareza os dois sítios de nucleação de trinca.	159

Figura 102. Região de nucleação do espécime 17 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C, indicada pelas setas.	159
Figura 103. Possível região de nucleação de trinca por fadiga do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C, indicado pela seta.	160
Figura 104. Maior ampliação da possível região de nucleação da trinca do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.	160
Figura 105. Detalhe da possível região de nucleação ampliada do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.	161

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composições das superligas resistentes a corrosão	23
Tabela 2. Composição de ligas fundidas resistentes ao calor a base de Níquel	24
Tabela 3. Requisitos de tensão para ligas fundidas a base de níquel	28
Tabela 4. Propriedades Físicas dos $Ni_3(Al,Ti)$	38
Tabela 5. Composição de diferentes Superligas.....	40
Tabela 6. Composição química da superliga MAR-M247	45
Tabela 7. Limite de escoamento (S_e), tensão de ruptura (S_R) e alongamento da superliga MAR-M247 medidas em diferentes temperaturas	45
Tabela 8. Número e cor correspondente a cada fase na simulação do Thermocalc para a superliga MAR-M247 modificada com Nb	46
Tabela 9. Temperaturas da simulação Thermocalc da liga MAR-M247 (Nb)	47
Tabela 10. Fases que estão presentes conforme o material se solidifica, segundo a simulação de Scheil-Gulliver	48
Tabela 11. Influência do tamanho no limite de resistência à fadiga.....	66
Tabela 12. Resultado da análise química das superligas estudadas.....	105
Tabela 13. Análise EDX realizado no carboneto do material MAR-M247 (Nb).....	116
Tabela 14. Resultado da microanálise de EDX realizada no precipitado do material MAR-M247.	117
Tabela 15. Resultados de parâmetros monotônicos de tração das superligas MAR-M247 e (Nb).	121
Tabela 16. Medições de dureza Vickers (HV) realizada nos materiais MAR-247 e Mar 247 (Nb) dos materiais.	123
Tabela 17. Medições de microdureza em distintas regiões dos materiais estudados.....	124
Tabela 18. Vida em fadiga total, elástica e plástica, para as deformações estudadas.....	144
Tabela 19. Dados de entrada e resultados dos ensaios de fadiga da superliga MAR-M247 (Nb) na temperatura de 700°C.	144
Tabela 20. Dados de entrada e resultados dos ensaios de fadiga da superliga MAR-M247 (Nb) na temperatura de 900°C.	145

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

a: comprimento de trinca
ACI: instituto de fundição de ligas
 A_0 : área inicial
C: fator modificador
CFC: estrutura cristalina, cúbica de face centrada
CP: corpo de prova
DS: solidificação direcional
e: deformação convencional, ensaio tração
 E_f' : coeficiente de ductilidade verdadeira
FCC: estrutura cúbica de face centrada
Kf: fator de concentração de tensão aplicado à fadiga
Kt: fator de concentração de tensão
l: comprimento final, ensaio tração
 l_0 : comprimento inicial, ensaio tração
MEV: microscopia eletrônica de varredura
MO: microscópio ótico
 N_i : número de ciclos inicial de nucleação da trinca
 N_p : número de ciclos de propagação da trinca
 N_v : número de vazios de elétrons
P: carga aplicada no ensaio de tração
QQ: especificações federais
R: razão de tensões
RA: redução de área, determinada no ensaio de tração
 S_a : amplitude de tensão
SC: monocristal
 S_e : limite de escoamento
 S_f : limite de fadiga
 S_m : tensão média
 S_{max} : tensão máxima
 S_{min} : tensão mínima
 S_R : limite de resistência à ruptura
 S_r : tensão de pico a pico

S_u : tensão para mil ciclos

S_y : tensão verdadeira de fratura

tcp: topologicamente compacto

T_f : temperatura de fusão

Y : espessura da camada do oxido

$\Delta E_p/2$: amplitude de deformação plástica

$\Delta E_e/2$: amplitude de deformação elástica

ΔJ : variação de energia

ΔK : variação da intensidade de tensão na frente da trinca

ΔL : variação do comprimento de um corpo de prova em um ensaio de tração

ΔS : amplitude de tensão

σ : tensão real

σ_{ap} : tensão aplicada

σ'_f : coeficiente de resistência à fadiga

σ_n : tensão nominal

η : precipitados da fase eta

γ : fase gama

γ' : fase primaria gama linha

γ'' : fase secundaria gama duas linhas

$2N_f$: número de reversos para falhar

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	19
1.1 OBJETIVOS.....	20
2 FUNDAMENTAÇÃO TEORICA.....	21
2.1 SUPERLIGAS À BASE DE NIQUEL.....	21
2.1.1 COMPOSIÇÃO	24
2.1.2 CORRELAÇÕES DE ESTRUTURA E PROPRIEDADE	27
2.1.3 APLICAÇÃO ESPECÍFICA.....	34
2.2 MICROESTRUTURA	35
2.2.1 ESTRUTURA DA FASE GAMA PRIMA “PRIME” Γ'	37
2.2.2 EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS	38
2.2.3 SUPERLIGA MAR-M247	40
2.3 COMPORTAMENTO TENSÃO-DEFORMAÇÃO MONOTÔNICA DOS METAIS	49
2.4 FADIGA DOS METAIS	50
2.4.1 ASPECTOS MICROSCÓPICOS DA FADIGA.....	51
2.4.2 NUCLEAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA.....	51
2.4.3 PROPAGAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA.....	56
2.4.5 FADIGA DE BAIXO CICLO.....	70
2.4.6 FADIGA ISOTÉRMICA.....	77
2.5 COMPORTAMENTO DOS MATERIAIS EM TEMPERATURAS ELEVADAS.....	77
2.6 RESISTÊNCIA À FADIGA EM TEMPERATURAS ELEVADAS.....	78
2.8 OXIDAÇÃO	80
2.8.1 OXIDAÇÃO EM ALTAS TEMPERATURAS	80
2.8.2 EFEITOS DA OXIDAÇÃO NAS PROPRIEDADES.....	82
2.8.3 OXIDAÇÃO DE SUPERLIGAS DE NIQUEL	83
2.8.3.1 LIGAS DO TIPO NÍQUEL-CROMO.....	83
2.8.3.2 LIGAS NIQUEL-CROMO-ALUMINIO-TITANIO ENDURECIDAS POR PRECIPITAÇÃO	85
3 MATERIAIS E MÉTODOS	91
3.1 MATERIAL ESTUDADO.....	91
3.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRAÇÃO.....	92

3.3 ENSAIO DE MACRODUREZA	95
3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA.....	96
3.5 ANÁLISE METALOGRÁFICA.....	97
3.6 ENSAIO DE OXIDAÇÃO	98
3.7 ENSAIOS DE FADIGA DE BAIXO CICLO.....	99
3.8 ENSAIOS FADIGA DE ALTO CICLO	102
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	105
4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ANÁLISE METALOGRÁFICA.....	105
4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	114
4.3 ENSAIO MONOTÔNICO DE TRAÇÃO.....	118
4.4 ENSAIOS DE DUREZA	123
4.5 MICRODUREZA	123
4.6 ENSAIOS DE OXIDAÇÃO	125
4.7 ENSAIO DE FADIGA DE BAIXO CICLO	141
4.8 FADIGA DE ALTO CICLO	144
5 CONCLUSÕES.....	163
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	167
REFERÊNCIAS	168

1 INTRODUÇÃO

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 termo superligas foi utilizado pela primeira vez logo após a Segunda Guerra Mundial, para descrever um grupo de materiais que foram desenvolvidos para serem utilizados em turbinas de aeronaves que necessitavam de alto desempenho em elevadas temperaturas. As superligas, portanto, são definidas como um grupo de materiais que foram projetados para funcionar por longos períodos de tempo, em atmosferas altamente oxidantes e corrosivas, submetidas à temperatura acima de 540 °C, mantendo suas propriedades mecânicas (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

Atualmente, as aplicações para as superligas são muito extensas, além de turbinas a gás para aeronaves, incluem-se turbinas a vapor, processamento de metais, veículos espaciais, sistemas nucleares, indústrias químicas e petroquímicas. O ótimo desempenho em temperaturas elevadas é proveniente da alta temperatura de fusão de seus principais elementos básicos, que são: ferro, níquel e cobalto além do cromo e outros elementos, utilizados respectivamente para melhorar a resistência à oxidação e corrosão, como também a resistência mecânica (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

As superligas contêm uma variedade de elementos, em um grande número de combinações, para proporcionar um ou mais dos seguintes efeitos: resistência a altas temperaturas através do mecanismo de endurecimento por solução sólida (molibdênio, tântalo, tungstênio e rênio), resistência à oxidação (cromo e alumínio), fase estável (níquel), aumento das frações volumétricas e precipitadas secundários favoráveis (cobalto). Outros elementos são adicionados para formar precipitados resistentes, como a fase gama primária (alumínio e titânio) e a fase gama secundária (nióbio), além do carbono para formação de carbonetos (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

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 por exemplo, em motores de foguetes e veículos espaciais em geral, reatores nucleares, submarinos, usinas termoeletricas, equipamento petroquímico. 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 uma melhor combinação de propriedades requeridas para esse tipo de aplicação do que a atualmente obtida com as superligas de níquel.

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.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo específico deste projeto, foi estudar as propriedades de fadiga da liga MAR-M247 e da liga modificada pela substituição do Ta pelo Nb, doravante denominada MAR-M247(Nb). O objetivo secundário foi estudar a mudança no comportamento das propriedades monotônicas de tração das ligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) nas temperaturas ambiente 250, 500, 700, 800, 900 e 1000 °C. Foi realizado um estudo do comportamento a oxidação a altas temperaturas para que fosse possível fazer uma analogia entre microestrutura e propriedades em altas temperaturas para as duas ligas acima mencionadas. Para tanto, foram realizados ensaios para estudar as vidas de nucleação de trincas por fadiga nas diferentes temperaturas, 700 e 900 °C, conforme normas ASTM E606 e ASTM E466-07. Os resultados foram apresentados na forma de curvas S-N e os mesmos relacionados com os parâmetros intrínsecos microestruturais das ligas, bem como definir os vínculos dos micromecanismos de nucleação de trincas por fadiga da temperatura de ensaio, da forma da onda aplicada e no caso específico da propagação de trincas, do campo de tensões na frente da trinca.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEORICA

2.1 SUPERLIGAS À BASE DE NIQUEL

As superligas à base de níquel, objeto de estudo deste trabalho, contêm de 30 a 75% de níquel. O níquel é utilizado por apresentar alto fator de empacotamento e também pelo seu alto ponto de fusão (1453 °C). Uma de suas principais propriedades é a elevada resistência à corrosão e oxidação associada à mecânica, em meios químicos normalmente agressivos a muitos outros metais. O níquel também pode ser utilizado como elemento de revestimento ou de constituição de peças, ou empregado como elemento básico de uma liga. O teor de níquel deve ser suficiente para garantir a estabilidade da austenita a temperaturas elevadas. O níquel na condição recozida é suficientemente dúctil para poder ser trabalhado mecanicamente, e na condição encruada apresenta dureza de nível elevado a ponto de garantir uma razoável resistência ao desgaste (BRESCIANI, 1997).

Além da classificação pela composição básica, os materiais metálicos à base de níquel podem ainda ser reunidos em dois grupos (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988):

- (a) Ligas de níquel endurecidas pelo tratamento térmico de solubilização e precipitação.
- (b) Ligas de níquel endurecidas pela formação de solução sólida.

As superligas à base de níquel, também empregam o cromo para obter resistência à corrosão e oxidação, através da formação de uma película protetora. Adições de alumínio também são favoráveis na resistência à oxidação, especialmente a temperaturas elevadas (acima de 1000 °C), quando a película protetora de óxido de cromo (Cr_2O_3) se torna menos protetora, devido à volatilização e a contribuição da alumina passa a ser vital. Além disto, o alumínio desempenha papel fundamental nas reações de precipitação (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

Níquel em forma elementar ou misturado com outros materiais e metais contribuem significativamente para a nossa sociedade moderna e promete continuar a fornecer os materiais para um futuro ainda mais exigente. Mudanças na oferta e demanda em uma economia com base na tecnologia, têm gerado uma gama diversificada de ligas à base de níquel, com várias propriedades. Ligas comerciais a

base de níquel, que representam cerca de 13% de todo níquel consumido, podem ser divididos em grupos ou famílias de seus principais constituintes elementares.

O Níquel tem sido utilizado em ligas que remontam aos primórdios da civilização. A análise química dos artefatos tem mostrado que as armas, instrumentos e moedas contêm níquel em quantidades variadas. Talvez o mais antigo da liga de níquel-branca foi com Pai-Thong ou cobre branco. Este material de fabricação chinesa acrescentou zinco para os minérios de cobre-níquel. Muitas peças decorativas como castiçais foram produzidos e acabaram por ser trazido para a Europa pela Companhia das Índias Orientais no século XVII.

Ligas fundidas a base de Níquel são amplamente utilizados em corrosão média e aplicações que requer alta temperatura. As ligas principais são identificadas pelas designações do Instituto de Fundição de Ligas (ACI), agora chamada de Liga de "Product Group" da Sociedade dos fundadores do aço da América e estão incluídos nas especificações ASTM A 494 e A 297 e as especificações Federal (QQ). Além destas ligas convencionalmente transformados por solidificação direcional (DS), ligas monocristalinas (SC) também estão sendo processados. Os vários tipos de ligas fundidas podem ser classificados como:

- Níquel
- Cobre-níquel
- Níquel-cromo-ferro
- Níquel-cromo-molibdênio
- Níquel-molibdênio
- Solidificação direcional / monocristais

As ligas fundidas a base de níquel, com exceção de alguns de alto-silício, têm qualidades equivalentes ao material forjado e são frequentemente referidos como componentes fundidos de um sistema forjado fundido. Composições de fundido e graus equivalentes de forjado diferem em elementos menores, porque trabalhabilidade é o fator dominante em ligas forjada, enquanto fluidez e solidez são os fatores dominantes em ligas fundidas. As diferenças em elementos menores não resultam em diferenças significativas quando colocado em serviço.

As **Tabelas 1 e 2** apresentam denominações e composições para resistência à corrosão e resistência ao calor de ligas de solidificação direcional (DS) e ligas monocristalinas (SC).

Tabela 1. Composições das superligas resistentes a corrosão (METALS..., 1992).

Ligas	Composição, %									
	C	Si	Mn	Cu	Fe	Cr	P	S	Mo	Outros
Niquel Fundido										
CZ-100	1,0 max	2,0 mx	1,5	1,5	3		0,03	0,03		
Niquel-Cobre										
M-35-1	0,35	1,25	1,5	26,0-33,0	3,5 max		0,03	0,03		
M-35-2	0,35	2	1,5	26,4-33,0	3,5 max		0,03	0,03		
M-30H	0,3	2,7-3,7	1,5	27,0-33,0	3,5 max		0,03	0,03		
M-25S	0,25	3,5-4,5	1,5	27,0-33,0	3,5 max		0,03	0,03		
M-30C	0,3	1,0-2,0	1,5	26,0-33,0	3,5 max		0,03	0,03		1,0-3,0Nb
QQ-N-288-A	0,35	2	1,5	26,0-33,0	2,5					
QQ-N-288-B	0,3	2,7-3,7	1,5	27,0-33,0	2,5					
QQ-N-288-C	0,2	3,3-4,3	1,5	27,0-31,0	2,5					
QQ-N-288-D	0,25	3,5-4,5	1,5	27,0-31,0	2,5					
QQ-N-288-E	0,3	1,0-2,0	1,5	26,0-33,0	3,5					1,0-3,0Nb + Ta
QQ-N-288-F	0,4-0,7	2,3-3,0	1,5	29,0-34,0	2,5					
Niquel-Cromo-Ferro										
CY-40	0,4	3	1,5		11,0 max	14,0-17,0	0,003	0,003		
Niquel-Cromo-Molibdenio										
CW-12MW	0,12	1	1		4,5-7,5	15,5-17,5	0,04	0,03	16,0-18,0	0,20-0,40V; 3,75-5,2W
Cw-7M	0,07	1	1		3,0 max	17,0-20,0	0,04	0,03	17,0-20,0	
Cw-2M	0,02	0,8	1		2,0 max	15,0-17,5	0,003	0,003	15,0-17,5	0,20-0,60V
Cw-6MC	0,006	1	1		5	20-23,0	0,015	0,015	8,0-10,0	3,15-4,50Nb
Niquel-Molibdenio										
N-12MV	0,12	1	1		4,0-6,0	1	0,04	0,03	26,0-30,0	0,2-0,6V
N-7M	0,07	1	1		3,0 max	1	0,04	0,03	30,0-33,0	

Tabela 2. Composição de ligas fundidas resistentes ao calor a base de Níquel (METALS..., 1992).

Designação da Liga	Composição Nominal, %											
	C	Ni	Cr	Co	Mo	Fe	Al	B	Ti	W	Zr	Outros
B-1900	0,1	64	8	10	6		6	0,015	1		0,1	4 Ta ^(a)
CMSX-2 (SC)	< 30 ppm	66	8	4,6	0,6		5,6		1	8		6,0 Ta
CMSX-3 (SC)	< 30 ppm	66	8	4,6	0,6		5,6		1	8		6,0 Ta, 0,10 Hf
CM-247-LC (SC)	0,07	62	8,1	9,2	0,5		5,6	0,015	0,7	9,5	0,015	3,2 Ta
HW ^(b)	0,55	60	12		0,5	23						2,0 Mn, 2,5 Si
HX ^(b)	0,55	66	17		0,5	12						2,0 Mn, 2,5 Si
Alloy X	0,1	50	21	1	9	18				1		
Alloy 100	0,18	60,5	10	15	3		5,5	0,01	5		0,06	1 V
Alloy 738X	0,17	61,5	16	8,5	1,75		3,4	0,01	3,4	2,6	0,1	1,75 Ta, 0,9 Nb
Alloy 792	0,2	60	13	9	2		3,2	0,02	4,2	4	0,1	4 Ta
Alloy 713C	0,12	74	12,5		4,2		6	0,012	0,8		0,1	2 Nb
Alloy 713LC	0,05	75	12		4,5		6	0,01	0,6		0,1	2 Nb
Alloy 718	0,04	53	19		3	18	0,5		0,9			0,1 Cu, 5 Nb
Alloy X-750	0,04	73	15			7	0,7		2,5			0,25 Cu, 0,9 Nb
M-252	0,15	56	20	10	10		1	0,005	2,6			
Mar-M 200 (DS)	0,15	59	9	10		1	5	0,015	2	12,5	0,05	1 Nb ^(c)
Mar-M246	0,15	60	9	10	2,5		5,5	0,015	1,5	10	0,05	1,5 Ta
Mar-M247 (DS)	0,15		9,4	10	0,7		5,5	0,015	1	10	0,05	1,5 Hf, 3 Ta
NX-188 (DS)	0,04	74			18		8					
René 77	0,07	58	15	15	4,2		4,3	0,015	3,3		0,04	
René 80	0,17	60	14	9,5	4		3	0,015	5	4	0,03	
René 100	0,18	61	9,5	15	3		5,5	0,015	4,2		0,06	1V
TRW-NASA VIA	0,13	61	6	7,5	2		5,5	0,02	1	6	0,13	0,4 Hf, 0,5 Nb, 0,5 Re, 9 Ta
Udimet 500	0,1	53	18	17	4	2	3		3			
Udimet 700	0,1	53,5	15	18,5	5,25		4,25	0,03	3,5			
Udimet 710	0,13	55	18	15	3		2,5		5	1,5	0,08	
Waspaloy	0,07	57,5	19,5	13,5	4,2	1	1,2	0,005	3		0,09	
W AZ-20 (DS)	0,2	72					6,5			20	1,5	

(a) B-1900+Hf contendo também 1,5% Hf.

(b) Designação ACI.

(c) Mar-M 200+ Hf contendo também 1,5% Hf.

2.1.1 COMPOSIÇÃO

Segundo a norma ASTM A 494⁽⁷⁾ a liga da série CZ-100 aborda a necessidade de uma liga composta por níquel fundido. O alto carbono ou elevado silício é ocasionalmente especificado para uma maior resistência ao desgaste e abrasão. Os elementos minoritários dentro dos limites especificados na **Tabela 1** proporcionam excelente fluidez e fusibilidade na produção dos materiais. A prática usual é de produzir a liga, com 0,75% C e 1,0% Si. Quando adequadamente produzida, o carbono está presente na matriz como um grafite finamente distribuído esferoidal. A redução nos resultados das propriedades mecânicas ocorre se o grafite lamelar estiver presente. O teor máximo de carbono de 0,10% ou menos é

especificado quando peças são soldadas em peças a base de níquel. A liga CZ-100 tem baixo-carbono, no entanto, é um material difícil de fundir, sem vantagem significativa sobre quaisquer opções de maior carbono sob quaisquer condições de serviço conhecido.

Ligas fundidas de cobre-níquel, são designados na norma ASTM A 494 como a M-35-1, M-35-2, M-30H, M-25S, e M-30C e na especificação Federal QQ-N-288 como A, B, C, D, E e F, conforme mostrado na **Tabela 1**. Os materiais produzidos com menor grau de silício ($\leq 2,0\%$ Si) são comumente utilizados em aplicações de corrosão em conjunto com ligas de cobre-níquel como bombas, válvulas, e peças fundidas de montagem. Os graus mais elevados de silício ($> 2,0\%$ Si) combinam a resistência à corrosão, com alta resistência ao desgaste. Ligas contendo os maiores teores de silício ($> 4\%$ Si) são usados quando a resistência excepcional para abrasão é desejado. A composição de alto carbono (QQ-N-288-F) é usado quando uma melhor usinabilidade é mais importante que a ductilidade e/ou soldabilidade.

Ligas fundidas de Níquel-Ferro-Cromo, como por exemplo, a CY-40 está incluída na norma ASTM A 494. A liga fundida difere do paralelo feito na grade de carbono, manganês e teores de silício para melhorar fluidez e resistência à pressão.

A liga HW (60Ni-12Cr-23Fe) é especialmente utilizada para aplicações em que grandes e/ou rápidas flutuações de temperatura. Além disso, a liga HW exibe excelente resistência à carburação e oxidação em alta temperatura. Esta liga apresenta um desempenho satisfatório em temperaturas de até $1120\text{ }^{\circ}\text{C}$, em atmosferas fortemente oxidantes de até $1040\text{ }^{\circ}\text{C}$, em oxidação ou redução de produtos de combustão, desde que o enxofre não esteja presente no gás.

Ligas HW são amplamente utilizadas para tratamentos térmicos complexo, dispositivos elétricos e para muitas outras aplicações como retortas e fornos muflas que envolvem o choque térmico, gradientes de temperatura íngreme e altas tensões. Sua estrutura é austenítica e contém carbonetos em quantidades que variam de acordo com o teor de carbono e da história térmica. Na condição de fundido, a microestrutura consiste de uma rede contínua interdendrítica alongada de carbonetos eutéticos. Após a exposição prolongada a temperaturas de serviço, a matriz austenítica torna-se uniformemente “salpicado” com pequenas partículas de carboneto, exceto nas imediações dos carbonetos eutéticos. Esta mudança na

estrutura é acompanhada por um aumento da resistência à temperatura ambiente, mas nenhuma mudança na ductilidade.

A liga HX (66Ni-17Cr-12Fe) é similar a HW, mas contém mais níquel e cromo. Seu alto teor de cromo lhe confere uma considerável resistência à corrosão por gases quentes, mesmo gases de enxofre de rolamento, que lhe permite ser usado em aplicações de serviço pesado em temperaturas de até 1150 °C.

Ligas fundidas de níquel-cromo-molibdênio, designado CW-12MW, CW-7M, CW-2M, e CW-6MC, são usados em condições severas de serviço, que geralmente envolvem combinações de ácidos a temperaturas elevadas. O molibdênio nestas composições melhora a resistência aos ácidos não oxidantes e resistência a alta temperatura (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1986).

As ligas fundidas de níquel-molibdênio, designada N-12MV e N-7M, são mais aplicadas no manuseio de ácido clorídrico em todas as concentrações e temperaturas, inclusive do ponto de ebulição. Ligas de níquel-molibdênio também são produzidas por algumas empresas e são designadas com marcas próprias.

Em relação a ligas a Base de Níquel, existem atualmente uma série de marcas registradas e outras ligas de níquel, que são amplamente utilizados em serviço corrosivo. Muitas dessas ligas têm excelente resistência à corrosão e são mais comumente usados em aplicações para as quais os aços inoxidáveis são insuficientes. Outros são usados em aplicações especializadas e não devem ser considerados substitutos do aço inoxidável.

Ligas resistentes ao calor são capazes de realizar operações sustentadas em exposição quente, de forma contínua ou intermitente, para temperaturas de trabalho acima de 650 °C. Embora geralmente haja uma distinção entre as ligas resistentes ao calor e ligas resistentes à corrosão, com base no teor de carbono, a linha de demarcação é imprecisa especialmente para as ligas utilizadas na faixa de 480-650 °C.

A **Tabela 2** apresenta uma série de ligas fundidas à base de níquel usado para aplicações a alta temperatura. Além das séries HW e HX acima mencionados, uma série de propriedades de ligas pode ser listada. Estes materiais, muitas vezes referida como superligas, contêm quantidades apreciáveis de cromo e cobalto, com alumínio e titânio adicionados para fortalecimento do mesmo.

A Solidificação direcional e ligas monocristalinas têm maior resistência em elevadas temperaturas que qualquer uma das ligas à base de níquel. Solidificação

direcional é realizada através da remoção de todo o calor de uma extremidade da barra fundida. Isto é feito através do estabelecimento de um forte gradiente térmico de uma extremidade do material fundido para o outro. Desta forma, grandes grãos colunares são produzidos, que são orientados de tal forma que eles fornecem a força máxima em serviço (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1986).

Ligas desenvolvidas para a fundição de monocristais são caracterizadas pela ausência de contorno de grão, como reforço de carbono, boro, zircônio e háfnio. A eliminação destes residuais de elementos de liga em materiais com incipiente de temperaturas de fusão muito elevado. A **Figura 1** compara as estruturas macro de grãos equiaxiais (convencional), de solidificação direcional, e monocristais das palhetas da turbina da liga a base de níquel (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1986).

Figura 1. Comparação macroestrutural das palhetas equiaxial (esquerda), de solidificação direcional (centro), e de cristal único (à direita) a base de níquel, ligas lâminas da turbina de um motor de avião (METALS..., 1992).

2.1.2 CORRELAÇÕES DE ESTRUTURA E PROPRIEDADE

Os requisitos de propriedades mecânicas de algumas superligas fundida a base de níquel estão listadas na **Tabela 3**. Níquel fundido tem excelente dureza, resistência térmica e características de transferência de calor.

Tabela 3. Requisitos de tensão para ligas fundidas a base de níquel (METALS..., 1992).

Liga	Resistência a Tração		Limite de Escoamento		Alongamento em 50 mm (2 pol.), %	Dureza
	MPa	ksi	MPa	ksi		
Resistência a Corrosão						
Cz-100	345	50	125	18	10	...
M-35-1	450	65	170	25	25	...
M-35-2	450	65	205	30	25	...
M-30H	690	100	415	60	10	243-294
M-25S	...	...	...	...	...	300(min)
M-30C	450	65	225	32,5	25	125-150
N-12MV	525	76	275	40	6	...
N-7M	525	76	275	40	20	...
CY-40	485	70	195	28	30	...
CW-12MW	495	72	275	40	4	...
CW-7M	495	72	275	40	25	...
Resistente ao Calor						
HW	415	60	415	60	...	...
HX	415	60	415	60	...	...

Ligas de Níquel-Cobre. As propriedades de tração das peças fundidas de níquel-cobre são controladas através do efeito de silício ou de silício e nióbio endurecido na solução. As propriedades de tração do M-35-1 e M-35-2 são controladas pelas composições químicas; composição M-30C as propriedades de tração são determinadas baseadas na relação de silício e nióbio.

Em um percentual de aproximadamente 3,5% de Si, um efeito de endurecimento por envelhecimento aparece, e um percentual de aproximadamente 3,8% de Si, a solubilidade de silício na matriz de cobre-níquel é ultrapassado e silicetos duros e frágeis começam a aparecer. À medida que o teor de silício é aumentado acima de 3,8%, a quantidade de silicetos frágeis, resistentes e duros, aumenta na matriz cobre-níquel; ductilidade diminui drasticamente, a tração e tensão

de escoamento aumentam. Como resultado, a dureza é a única propriedade mecânica especificada para a composição D. A dureza das ligas de cobre-níquel diminui com aumento de silício, mas todas as classes mantêm a sua resistência à temperatura ambiente até pelo menos $-195\text{ }^{\circ}\text{C}$ (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1985).

Ligas de Níquel-Ferro-Cromo. Propriedades mecânicas mínimas para ambas as ligas resistentes à corrosão e resistente ao calor, são apresentados na **Tabela 3**. Liga CY-40 é frequentemente usado para acessórios de elevada temperatura em conjunto com a liga forjada da composição base semelhante.

Ligas Níquel-Cromo-Molibdênio. As classes CW-12MW e CW-7M tem uma força de rendimento relativamente elevado devido aos efeitos de endurecimento da solução de cromo, molibdênio e silício, na CW-7M e de tungstênio e vanádio na CW-12MW. O parâmetro de ductilidade é considerado excelente, até o limite de solubilidade sólida. O tratamento inadequado ou o equilíbrio de composição inadequada, no entanto, pode resultar na formação de uma fase dura, frágil e em uma perda significativa de ductilidade. O controle rigoroso dentro da faixa da composição específica e, portanto sendo necessário para atender a ductilidade especificada. Carbono e enxofre devem ser mantidos tão baixos quanto possível.

Ligas de Níquel-Molibdênio. As classes N-12MV e N-7M possuem bom limite de escoamento, devido ao efeito de endurecimento por solução sólida de molibdênio. A ductilidade é controlada pelo teor de carbono e molibdênio. Para ótima ductilidade, o teor de carbono deve ser tão baixo quanto possível, e o teor de molibdênio deve ser ajustado para evitar a formação de fases intermetálicas.

Ligas resistentes a alta temperatura. Ligas fundidas resistentes a alta temperatura a base de Níquel, muitas vezes referida como superligas, geralmente contêm níveis significativos de alumínio e titânio. Estes elementos fortalecem a matriz austenítica através da precipitação de $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, um ordenado cúbico de face centrada (CFC) composto denominado “gama prime” (γ'). Várias relações de alumínio e titânio são usadas em diferentes ligas a base de níquel resistente a alta temperatura, geralmente os átomos de titânio pode substituir átomos de alumínio até uma proporção de 3 Ti para 1 Al sem alterar a ordenada CFC da estrutura γ' . Quando o excesso de titânio está presente, Ni_3Ti , na ordenada hexagonal compacta à formação de precipitados conhecido como fase eta (η). Porque γ' é coerente com a

matriz, a precipitação desta fase tem um efeito maior do que o reforço da precipitação η (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1985).

Além do reforço dado por precipitação γ' , o reforço por solução sólida é conferida pela adição de elementos refratários, e do contorno de grão reforçado por adição de elementos como boro, zircônio, carbono e háfnio. Háfnio também aumenta a ductilidade do contorno de grão. A resistência à ruptura para várias ligas de níquel são mostrados nas curvas da **Figura 2**.

Figura 2. Curvas de resistência à ruptura da vida de 1000 horas de ligas fundidas selecionadas com base de níquel resistente a alta temperatura (METALS..., 1992).

A resistência dessas ligas é complementada pela maior resistência à corrosão, que é conferida pelo cromo e alumínio (titânio pode ser mais favorável do que o alumínio, sob condições quentes-corrosiva). É importante mencionar que os revestimentos são usados na maioria das ligas de níquel que operam a temperaturas superiores a 815 °C para fornecer proteção adequada contra a oxidação e corrosão a estas temperaturas.

As ligas fundidas a base de Níquel resistente a alta temperatura são produzidas pelo processo de fundição sob vácuo, e com o passar dos anos melhorias nas propriedades mecânicas e físicas têm sido realizadas, não só através do controle da composição, mas também através de um controle mais preciso da microestrutura. Um avanço significativo no controle da microestrutura foi o desenvolvimento de uma estrutura colunar de grãos produzidos por solidificação direcional e tecnologia de monocristal. O uso extensivo de peças fundidas em ligas de níquel, essencialmente começou com a liga 713, e as ligas podem ser usadas em temperaturas de até 1040 °C.

Além da resistência a fluência, à corrosão e resistência à fadiga térmica - são considerações importantes na seleção de ligas fundidas a base de níquel resistente a alta temperatura. Resistência à fadiga térmica é parcialmente controlada pela composição, mas também é significativamente afetado pela área do contorno de grão e alinhamento em relação a tensões aplicadas. A orientação cristalográfica dos grãos também influencia nas tensões térmicas, porque o módulo de elasticidade que influencia diretamente nas tensões térmicas, varia de acordo com a orientação dos grãos. A estabilidade da propriedade é diretamente influenciada pela estabilidade metalúrgica; quaisquer alterações microestruturais que ocorrem durante a longa exposição a altas temperaturas sob tensões, causam mudanças continua nas propriedades. Além disso, pode formar fases secundárias, como σ , Laves, e μ , potencialmente prejudiciais sendo topologicamente compactos. A temperatura de crescimento dos precipitados γ' podem ser controlados até certo ponto, ajustando adições de liga. A formação de fases tcp é controlada pelo ajuste da composição da matriz para minimizar o número de vazios de elétrons, N_v . O alto N_v indica uma tendência na direção da formação das fases tcp. Em geral, um valor abaixo dos 2,4 N_v indica a formação mínima de fases danosas, porém essa relação varia de acordo com a composição da liga base (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1986).

Ligas 713C e 713LC são ligas fundidas rigorosamente dentro de padrões específicos e relacionadas a investimentos, utilizados principalmente para aerofólios da turbina a gás de baixa pressão. Destinado a operação em temperaturas intermediárias 790 a 870 °C, estas ligas são geralmente utilizadas em projetos de aerofólio sem refrigeração.

Liga 738X é uma liga fundida similar a liga 713C e Udimet 700, mas com excelente resistência a sulfuração. É utilizado principalmente em último estágio para aerofólios de turbina e para aplicações propensas a corrosão a quente, como motores industriais e marítimos.

Udimet 700, embora seja primariamente uma liga forjada, também é usado em pás de turbina. A forma de fundir e sua resistência são similares à liga 713C, mas oferece uma melhor resistência à corrosão a quente. Ele é projetado para operação em temperaturas intermediárias 730 - 900 °C.

Liga 100 é projetada para uso em temperaturas de até 980 ° C em aerofólios resfriado e não resfriado.

B-1900, ao qual Hf 1% é geralmente adicionado para melhorar a ductilidade e resistência a fadiga térmica, onde é projetada para uso em temperaturas de metal até cerca de 980 °C em aerofólios resfriado e não resfriado.

René 80 oferece excelente resistência à corrosão em ambientes de enxofre (sulfetação). Ela é projetada para uso em temperaturas de metal até 950 °C.

Liga 792 é projetada para uso em aplicações similares às do René 80. É uma das ligas de níquel resistentes à sulfetação mais disponível.

MAR-M246 e MAR-M247 são ligas a base de níquel e também objeto de estudo deste trabalho de Mestrado, são projetados para uso em temperaturas de metal de 980-1010 °C em aerofólios resfriado e não resfriado e rodas radiais e axiais, conforme ilustrado na **Figura 3**.

Figura 3. Várias rodas de turbinas radiais e axiais feitos de liga de Mar-M-247 (METALS..., 1992).

DS MAR-M 200 + HF é produzido por solidificação direcional sendo projetado para operar em temperaturas acima de 1010-1040 °C. É utilizado em aerofólios resfriado.

Ligas de solidificação direcional e monocristalina possuem alta resistência a elevada temperatura. Solidificação direcional das pás de turbina tem alta resistência na direção da tensão principal, ou seja, no sentido longitudinal, devido aos contornos de grãos estarem alinhados em paralelo a esta direção. Assim, o efeito dos contornos de grãos nas propriedades é minimizado.

Ligas monocristalinas não têm contornos de grão e, portanto não requerem elementos de reforço do contorno de grão. Por esta razão, eles podem ser tratados a temperaturas mais elevadas do que as ligas convencionais, precipitando uma maior quantidade de fase reforçada γ' . A falta de contornos de grãos também aumenta a resistência à corrosão destes materiais. A palheta da turbina feita a partir da liga CM-247-LC DS é mostrada na **Figura 4** (HARRIS; ERICKSON; SCHWER, 1986).

Figura 4. Palheta de turbina produzida pelo processo de solidificação direcional da liga CM-247-LC (METALS..., 1992).

2.1.3 APLICAÇÃO ESPECÍFICA

Ligas fundidas a base de níquel resistentes à corrosão são utilizados principalmente em sistemas de manuseio de fluidos com apropriadas ligas em formas brutas. Eles também são comumente usados em componentes de bombas e válvulas ou para aplicações com fendas e efeitos de velocidade que exigem um material superior em um sistema forjado puro. Devido ao seu custo relativamente elevado, ligas à base de níquel são normalmente selecionados apenas para condições de serviço pesado em que a manutenção da pureza do produto é de grande importância e para o qual aços puros menos onerosos ou outros materiais alternativos são insuficientes.

Na aplicação de ligas resistentes a alta temperatura inclui as considerações:

- Resistência a corrosão (oxidação) em temperaturas elevadas.
- Estabilidade (resistência ao empenamento, fissura intergranular, ou fadiga térmica).
- Resistência a Fluência (resistência ao fluxo plástico).

- **Níqueis fundidos** são mais comumente usados na fabricação do produto químico soda cáustica e em tratamento que se utiliza soda cáustica. Com o aumento da temperatura e concentração de soda cáustica, aços inoxidáveis austeníticos são úteis só até certo ponto. O níquel-cobre e ligas de níquel-cromo-ferro contém varias ligas uteis nestas condições, enquanto o níquel fundido é selecionado para as concentrações mais elevadas de soda cáustica, incluindo soda anidra. Pequenas quantidades de elementos como oxigênio e enxofre pode resultar em profundos efeitos sobre a taxa de corrosão do níquel em soda cáustica. Dados detalhados da corrosão devem ser consultados antes de fazer uma seleção final da liga (JACKSON, 1981).

- **Ligas de Níquel-Cobre.** As principais vantagens das ligas de Ni-30Cu são de alta resistência e tenacidade, combinada com excelente resistência aos ácidos minerais, ácidos orgânicos, soluções salinas, ácidos alimentares, álcalis fortes e ambientes marinhos. As aplicações mais comuns para a fundição de cobre-níquel estão na fabricação e transformação com ácido fluorídrico e do tratamento de água salgada, soluções salinas neutras e alcalinas e reduzir os ácidos (REDMOND, 1986).

- **Ligas de Níquel-Cromo-Ferro** são comumente usadas sob condições oxidantes, para lidar com produtos corrosivos de alta temperatura ou vapores corrosivos, em aços puros podem ser sujeitos ao ataque intergranular ou tensão-corrosão de trinca. Nos últimos anos, a liga do tipo CY-40 tem encontrado aplicação em grande escala no tratamento de água quente de caldeira em usinas nucleares, devido a uma maior margem de segurança sobre o aço inoxidável (METALS..., 1981).

- **Ligas de Níquel-Cromo-Molibdênio** são provavelmente os materiais mais comuns para atualizar um sistema em que as condições de serviço são muito exigentes para qualquer padrão ou aços especiais puros, por combinações de uso severo de ácidos e temperaturas elevadas. Estas ligas fundidas podem ser usadas em conjunto com materiais forjados similares, ou podem servir para atualizar os componentes da bomba e válvula em um sistema de aço puro forjado (METALS..., 1981).

- **Ligas de Níquel-Molibdênio** tem especializadas áreas de aplicações, principalmente no manuseio de ácido clorídrico em todas as temperaturas e concentrações. Aplicações não devem basear-se na atualização nas áreas onde os aços inoxidáveis são insuficientes, porque as ligas de níquel-molibdênio são inadequadas para a maioria das soluções para tratamento de oxidação que os aços inoxidáveis são utilizados.

- **Ligas de solidificação direcional e monocristalina** são usados como lâminas de aeronaves e algumas turbinas terrestres, observadas nas **Figuras 1 e 4**. Sob temperaturas elevadas, têm altíssima resistência na direção de tensão primária.

2.2 MICROESTRUTURA

As superligas consistem de uma matriz austenítica de fase gama (γ), mais uma variedade de fases secundárias. As principais fases secundárias são: fase

gama primaria (γ'), ordenada do tipo $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, nas ligas de níquel e ferro-níquel e carbonetos MC , M_{23}C_6 , M_6C , M_7C_3 (raro), em todos tipos de ligas, onde o M significa um ou mais tipos de átomos de metal. Em algumas ligas de nióbio, formam-se a fase gama secundária (γ''), podendo citar como exemplo a superliga Inconel 718. Em adição àqueles elementos, que produzem endurecimento por solução sólida e promovem a formação de carbonetos e gama primaria (γ'), outros elementos como boro, zircônio, háfnio e cério são adicionados para aumentar as propriedades mecânicas ou químicas (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

Com a adição de alumínio e titânio, ocorre o endurecimento pela precipitação da fase gama primaria (γ'), em uma matriz gama (γ). A resistência aumenta, com o aumento da fração volumétrica de gama primaria (γ'). A baixa fração volumétrica da fase gama primaria (γ'), é encontrada nas primeiras gerações de superligas à base de níquel, onde a fração volumétrica do gama primária estava abaixo de 25% do volume. A fase gama primaria (γ'), é comumente esférica nas ligas com baixas frações volumétricas de gama primaria (γ'), mas frequentemente cúbica em ligas à base de níquel, com maiores frações volumétricas do gama primária (γ') (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988). A **Figura 5** mostra a estrutura de uma superliga à base de níquel, com respectivo carboneto, matriz γ e γ' e fase eutética $\gamma - \gamma'$, obtido em uma análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Figura 5. Micrografia mostrando microestrutura da superliga fundida a base de níquel (HUANG; KOO, 2004).

Carbonetos são importantes constituintes de superligas, eles podem proporcionar certo aumento de resistência a matriz, diretamente através de endurecimento por segunda fase, ou geralmente indiretamente, pela estabilização dos contornos de grãos contra excessivo cisalhamento, proporcionando ductilidade desejada. O mais importante carboneto nas superligas é o $M_{23}C_6$, quando corretamente formado nos contornos de grão (BRADLEY, 1988). O controle do tamanho de grão é de vital importância, para que se tenha um balanço entre grãos excessivamente finos, que decrescem a resistência à ruptura e fluência e grãos excessivamente grandes, que reduzem as propriedades de tração e fadiga (BRADLEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988).

2.2.1 ESTRUTURA DA FASE GAMA PRIMA “PRIME” γ'

Os principais elementos que formam precipitados γ' são Ni, Al e Ti. A determinação estrutural completa de primeira fase γ' foi feita por Betteridge e Franklin, em 1957 (KARUNARANTE; CARTER; REED, 2001). Gama primária (γ') ou no conteúdo presente $Ni_3(Al, Ti)$ é um composto intermetálicos estruturais em

superligas. Um composto intermetálico tem características de ambos os metais e cerâmica, com união de uma ligação metálica e outra união covalente (CHRISTIAN, 1965). As propriedades do $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ são apresentadas na **Tabela 4**.

A estrutura cristalina de γ' é L1_2 (ordenado cúbico de face centrada). A célula unitária é composta de átomos de níquel nos centros de face, e os átomos de Al nos cantos do cubo. Cada átomo de níquel é cercado por oito átomos de Ni e outros quatro átomos de Al. Cada átomo de Al tem dois átomos de Ni, como seu primeiro vizinho mais próximo, e nenhum átomo de Al (KARUNARANTE; CARTER; REED, 2001).

Tabela 4. Propriedades Físicas dos $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ (CHRISTIAN, 1965).

Compostos	Estrutura Cristalina	Temp. Fusão ($^{\circ}\text{C}$)	Densidade (kg/m^{-3})
$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$	L1_2 (ordenada CFC)	1140	7500

2.2.2 EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS

Os detalhes da evolução microestrutural dependem do tratamento térmico da superliga. Grosdidier, Hazotte e Simon (1998) realizaram experimentos em superligas diferentes, em 1300°C , com uma taxa de resfriamento de $150^{\circ}\text{C s}^{-1}$, onde formaram precipitados esféricos com tamanhos semelhantes. Com uma taxa de resfriamento de $100^{\circ}\text{C s}^{-1}$ foram observados precipitados γ' , com um formato mais cúbico. Para as menores taxas de resfriamento os precipitados foram grosseiros, irregular e heterogêneo em tamanho. As formas de precipitados γ' transformado de esfera em cubo para octocube (através da divisão de precipitados único) para octodendrite, e finalmente para dendritas. Os primeiros três tipos de transformações ocorrem rapidamente, enquanto os últimos tipos são influenciados pelo impacto dos precipitados que ocorrem mais lentamente. Outra observação importante foi a precipitação secundária ocorrida nos contornos da matriz γ .

Superligas em geral contêm uma fração de volume muito elevado de precipitação de gama γ' , muitas vezes em excesso de 0,6.

Figura 6. Deformação à ruptura (fluência) em função da fração de volume de gama primário γ' (BALDAN, 1992).

Os respectivos valores de alguns dos principais elementos que formam precipitados γ' , ou seja, o Al e Ti, controla a coerência dos precipitados γ' com a matriz. Segundo Baldan (1992) observações sobre uma superliga IN-100, a vida em fluência da superliga depende fortemente da fração volumétrica γ' . Quando a fração volumétrica de precipitados secundários γ' é aumentada até 0,5, a vida em fluência aumenta-se. Em frações de volume superior a 0,5 há uma diminuição súbita da vida fluência, conforme ilustrado na **Figura 6**.

A composição de algumas superligas comerciais típicas é mostrada na **Tabela 5**. O cobalto melhora a estabilidade da temperatura da fase γ' . O cromo e alumínio são os elementos que protegem contra a oxidação e corrosão, formando camadas finas de óxidos aderentes à superfície (CAHN; HAASEN; KRAMER, 1996). Carbono, nióbio, tântalo, molibdênio, titânio e cromo favorecem para a precipitação de carbonetos em superligas. Boro e zircônio inibem a formação dos carbonetos e reduz a solubilidade do carbono nos contornos de grão. Carbonetos de pequeno porte são benéficos, pois reduzem o deslizamento do contorno de grão e, portanto, atrasa o início da fluência (SMALLMAN; BISHOP, 1995). Elementos como Pb, Bi, Sb, As, S, P e Ag são prejudiciais pois eles formam um filme de baixo ponto de fusão nos contornos de grão e diminui a resistência à fluência (CAHN; HAASEN; KRAMER, 1996).

Tabela 5. Composição de diferentes Superligas (TANCRET et al., 2003).

Composição (wt %)	Ni	Cr	Co	Ti	Al	Mo	C	B	Fe	Si
Astroloy	balanceado	15,0	17,0	3,5	4,0	5,25	0,06	0,03	-	-
Incol	balanceado	7,1	19,0	3,0	0,9	0,6	3,0	0,04	20	(Nb 5,2)
Inconel	42,0	9,1	13,0	-	3,0	0,3	5,7	0,014	-	Balanceado
IN-100	balanceado	10,0	15,0	4,7	5,5	3,0	0,18		(ZR 0,06)	(V 0,1)

2.2.3 SUPERLIGA MAR-M247

Esta superliga foi desenvolvida pela Martin-Marietta Corporation para aplicações que requerem ao mesmo tempo excelente resistência à fluência e a oxidação em temperaturas elevadas. Ela corresponde a uma evolução da superliga MAR-M246, através da adição de Hf e ajustes em outros elementos de liga para aperfeiçoar as propriedades mecânicas e melhorar a fundibilidade. Esta superliga tem sido largamente utilizada na fabricação de pás de turbinas e em partes rotativas na indústria aeroespacial e automobilística.

A superliga MAR-M247 no estado bruto de fusão apresenta uma macroestrutura segregada e uma microestrutura que consiste de 60% de fase γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ coerente com a matriz γ de níquel que é endurecida por solução sólida com adição de Co, Mo, W, Cr e Ta. Com adição de C, B, Zr e Hf normalmente forma-se precipitados nos contornos de grão, carbonetos e boretos, contribuindo para resistência e ductilidade da liga. Além disso, durante a solidificação forma-se segregação de elementos, causando a formação de carbonetos distribuídos nas regiões interdendríticas e regiões eutéticas γ/γ' . Tratamentos térmicos subsequentes eliminam a maioria das regiões eutéticas γ/γ' , atenuam a segregação, otimizam a morfologia e a distribuição nos contornos de grão e refinam a dispersão da fase γ' na matriz γ , melhorando as propriedades mecânicas da superliga (KATTUS, 1999).

A superliga MAR-M247, conforme estudos anteriores, mesmo com adição de Hf para otimizar a microestrutura, os carbonetos nos contornos de grão e devido ao eutético γ/γ' . O comportamento intrínseco dos contornos de grão, a distribuição heterogênea de tamanho de grão, aos carbonetos grossos, os defeitos de fundição e

a formação de fases indesejáveis (tais como Laves, μ e s), são reações que levam a fragilidade (SILVA, 2011).

A **Figura 7(a)** apresenta uma micrografia da superliga MAR-M247 no estado bruto de fusão, obtida via MEV, demonstrando regiões dendriticas e interdendríticas, com carbeto (regiões brancas). Na **Figura 7(b)** apresenta uma microestrutura degenerada dos carbonetos e dos precipitados da fase γ' na matriz γ , após um tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (SILVA, 2011).

Figura 7. Micrografias da superliga MAR-M247 obtida via MEV: (a) no estado bruto de fusão; (b) solubilizada e envelhecida (SILVA, 2011).

A superliga MAR-M247 possui boa capacidade de ser fundida, que é uma importante característica para a produção de componentes críticos em turbinas a gás, tais como pás e discos (DELGADO et al., 2005; TONG; STEINETZ, 1997). Avaliações deste material após longas exposições em temperaturas normais de operação revelaram excelente estabilidade microestrutural e de propriedades mecânicas. As propriedades da MAR-M247 são influenciadas significativamente pelo tamanho de grão. Geralmente, grãos finos produzidos por uma solidificação relativamente rápida, melhoram a resistência em temperaturas baixas à intermediárias, até cerca 815°C. Para alta performance em altas temperaturas, grãos grosseiros produzidos por uma lenta solidificação são preferíveis (KATTUS, 1999).

A **Figura 8** apresenta a macroestrutura obtida via microscopia ótica da superliga MAR-M247 (Nb) no estado bruto de fusão. Pode-se observar uma microestrutura dendrítica com regiões interdendríticas presentes no material; uma

microestrutura típica de uma solidificação fora de equilíbrio causada pelo resfriamento rápido (SILVA, 2011).

Figura 8. Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) bruta de fusão obtida por microscopia ótica com ataque químico glicerégia (SILVA, 2011).

A **Figura 9** mostra a microestrutura obtida via MEV (microscopia eletrônica de varredura) no modo elétrons retroespalhados, da superliga MAR-M247 (Nb) no estado bruto de fusão. Pode-se observar uma microestrutura dendrítica com regiões interdendríticas ricas na fase γ' , devido à segregação de elementos formadores da fase γ' na região interdendrítica durante a solidificação fora do equilíbrio. Observa-se também a presença de carbonetos MC e regiões eutéticas γ/γ' predominantes na região interdendrítica da liga (SILVA, 2011).

Figura 9. Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) no estado bruto de fusão obtida via MEV no modo elétrons retroespalhados (SILVA, 2011).

A fase γ aparece mais clara que a fase γ' nas micrografias obtidas via MEV no modo elétrons retroespalhados. Isso porque elementos mais pesados, como o W, Co, Cr, Zr e Mo formam a fase γ e aumentam o sinal capturado pelo detector, gerando uma imagem mais clara (REED, 2006).

A **Figura 10** apresenta uma micrografia obtida via MEV no modo elétrons secundários da superliga MAR-M247 (Nb) no estado bruto de fusão que se pode observar planas grosseiras da fase γ' na região interdendrítica e regiões eutéticas γ/γ' nas regiões interdendríticas (SILVA, 2011).

Figura 10. – Micrografia da superliga MAR-M247(Nb) no estado bruto de fusão obtida via MEV no modo elétrons secundários (ataque químico glicerégia) (SILVA, 2011).

A **Tabela 6** apresenta a composição química nominal para esta superliga, bem como os valores máximos e mínimos de cada elemento constituinte da superliga. O seu ponto de fusão está entre 1293°C e 1343°C e a massa específica é próxima de 8,54 g.cm⁻³

Esta superliga é geralmente fundida sob vácuo em forno de indução e solidificada sob vácuo, pois alguns elementos da liga são facilmente oxidáveis (ex: Ti e Al) (KELLER, 1992). Os moldes são normalmente obtidos pela técnica de cera perdida. O tamanho de grão influencia significativamente as propriedades da superliga MAR-M247. Geralmente, grãos pequenos, produzidos por uma solidificação relativamente rápida, melhoram a resistência em temperaturas baixas e intermediárias (até 815°C). Para altas temperaturas, grãos grosseiros produzidos em menores taxas de solidificação são preferíveis pela sua resistência a fluência.

Tabela 6. Composição química da superliga MAR-M247 (KATTUS, 1999).

Elemento	Ni	Co	W	Cr	Al	Ta	Hf	Ti	Mo	C	Zr	B
Mínimo (% peso)	Balanço	9,0	9,5	8,0	5,3	2,8	1,2	0,9	0,5	0,13	0,03	--
MAR-M247 (% peso)	Balanço	10,0	10,0	8,25	5,5	3,0	1,5	1,0	0,7	0,15	0,05	0,015
Máximo (% peso)	Balanço	11,0	10,5	8,8	5,7	3,8	1,6	1,2	0,8	0,17	0,08	--

A **Tabela 7** mostra valores de propriedades mecânicas desta superliga nas temperaturas 21°C e 427°C.

Tabela 7. Limite de escoamento (S_e), tensão de ruptura (S_R) e alongamento da superliga MAR-M247 medidas em diferentes temperaturas (KATTUS, 1999).

Temperatura (°C)	S_e (MPa)	S_R (MPa)	Alongamento (%)
21	813,6	848	4,8
427	806,7	882	4,6

2.2.3.1 SIMULAÇÃO THERMOCALC

Segundo Silva (2011) a simulação THERMOCALC tem o intuito de definir um tratamento térmico de solubilização, onde a fase γ' dissolvesse totalmente na matriz γ sem que ocorresse fusão incipiente e estimar o equilíbrio da fração volumétrica de γ' nas temperaturas de tratamento térmico de envelhecimento. Simulações Thermocalc, utilizando o método CALPHAD (CALculation of PHase Diagram), determinaram informações da temperatura $T_{solidus}$, T_{solvus} de γ' e $T_{liquidus}$, ordem de aparecimento das fases na solidificação e fração molar de cada fase, segundo simulação termodinâmica. As simulações ocorreram segundo o banco de dados Ni8, específico para superligas de Ni. De acordo com a composição nominal da superliga MAR-M247 e com a substituição do elemento Ta pelo Nb, foram efetuadas varias simulações, dentre elas a evolução do número de mols de cada fase como função da temperatura e simulações de não-equilíbrio utilizando o modelo de scheil-gulliver.

A **Tabela 8** mostra as cores e nomenclaturas utilizadas nos gráficos das simulações de fração em peso do elemento Nb em cada fase versus temperatura e

número de mols de fase versus temperatura para a superliga MAR-M247 modificada com Nb (SILVA, 2011).

Tabela 8. Número e cor correspondente a cada fase na simulação do Thermocalc para a superliga MAR-M247 modificada com Nb (SILVA, 2011).

Número - Fase		
1 - Fase	4 – Boreto MB_2	7 - Líquido
2 – Carboneto MC	5 – Carboneto M_6C	8 – Carboneto $M_{23}C_6$
3 – Fase γ'	6 – Boreto M_3B_2	9 – Fase μ

A **Figura 11** apresenta a simulação para a superliga MAR-M247 (Nb), entre o número de mols de fase *versus* temperatura entre 600 e 1400°C. Através da simulação foi possível extrair informações importantes como: as temperaturas *liquidus*, *solidus* e *solvus* de γ' da liga (Tabela 9), a fração molar das fases γ e γ' em diferentes temperaturas em equilíbrio e a ordem de aparecimento das fases durante a solidificação. Segundo Silva (2011) foi encontrada na superliga MAR-M247(Nb) como fases primárias a fase γ , diferentemente da liga MAR-M247 que encontraram como fase primária os carbonetos MC.

Figura 11. Simulação do número de mols de fase versus temperatura ente 600 e 1400°C para a superliga MAR-M247 (Nb) (SILVA, 2011).

A **Tabela 9** apresenta as temperaturas *liquidus*, *solidus* e *solvus* de γ' da superliga MAR-M247(Nb) em comparação com a MAR-M247 convencional.

Segundo Silva (2011) a superliga MAR-M247 modificada com Nb apresenta menores temperaturas *liquidus* e *solvus* de γ' quando comparada com a MAR-M247 convencional. Entretanto, a temperatura *solidus* não sofreu alteração.

Tabela 9. Temperaturas da simulação Thermocalc da liga MAR-M247 (Nb) (SILVA, 2011).

Dados	MAR-M247 (Nb)	MAR-M247 [BALDAN, 2009]
	T (°C)	T (°C)
T_{liquidus}	1359	1380
T_{solidus}	1315	1315
$T_{\text{solvus de } \gamma'}$	1212	1222

Observa-se na **Figura 11** que a fração molar da fase γ' diminui com o aumento da temperatura.

Tornando-se possível determinar a temperatura *solvus* de γ' da liga e a temperatura em que a fase γ' é totalmente dissolvida na matriz γ . A determinação da temperatura *solvus* de γ' foi de extrema importância para o estabelecimento das temperaturas de tratamento térmico de solubilização, uma vez que esta temperatura deve ser maior que a temperatura *solvus* de γ' e menor que a temperatura de fusão incipiente (esta determinada via experimentos de DTA). Pôde-se observar também que a região de tratamento térmico de solubilização da superliga MAR-M247(Nb) está no campo trifásico composto pelas fases γ , carbonetos MC e boretos MB₂ (SILVA, 2011).

Silva (2011) efetuou simulações de solidificação fora do equilíbrio adotando o modelo de Scheil-Gulliver, em que não se admite difusão no sólido, apenas equilíbrio local na frente de solidificação. A **Tabela 10** mostra as fases conforme o material se solidificou, segundo a simulação utilizando o modelo de Scheil-Gulliver.

Tabela 10. Fases que estão presentes conforme o material se solidifica, segundo a simulação de Scheil-Gulliver (SILVA, 2011).

Número	Fases
1	Líquido
2	Líquido + γ
3	Líquido + γ + Carboneto MC
4	Líquido + γ + Carboneto MC + Boreto MB ₂
5	Líquido + γ + Carboneto MC + Boreto MB ₂ + γ'

A **Figura 12** mostra na curva colorida, modelo Scheil-Gulliver e na linha preta, simulação em condição de equilíbrio da fração molar de sólido em função da temperatura.

Sabe-se que o material estudado solidifica fora do equilíbrio, um indício é a microestrutura dendrítica que o material apresenta na forma bruta de fusão. Porém, observa-se que o modelo de Scheil-Gulliver não é satisfatório para esse material, por apresentar uma fração de líquido em temperaturas próximas a 1150°C, o que não acontece, pois tratamentos térmicos realizados com temperaturas superiores a 1250°C não apresentam a formação de líquido. Então, sabe-se que a curva verdadeira de solidificação da superliga MAR-M247(Nb) está entre as duas curvas apresentadas na **Figura 12** (SILVA, 2011).

Figura 12. Fração molar de sólido em função da temperatura para o modelo de Scheil- Gulliver e em equilíbrio (SILVA, 2011).

2.3 COMPORTAMENTO TENSÃO-DEFORMAÇÃO MONOTÔNICA DOS METAIS

O ensaio de tração fornece informações básicas, mas de suma importância de resistência dos metais. O ensaio de tração utiliza um corpo de prova padronizado, onde é submetido a um carregamento axial monotônico contínuo, enquanto o alongamento do corpo de prova é medido. A curva tensão-deformação convencional ou de engenharia, é construída a partir dos valores de carga e alongamento, **Figura 13**. As equações (1) e (2) apresentam as formas de calcular a tensão e a deformação registradas na curva tensão-deformação. Os parâmetros geralmente determinados em ensaio tração são os limites de escoamento (S_e) e de resistência (S_R), o alongamento e a redução de área (RA).

$$S = \frac{P}{A_0} \quad \text{Equação 1}$$

onde S é a tensão convencional ou de engenharia, P é a carga aplicada e A_0 é a área de seção transversal inicial, medida antes do ensaio.

$$e = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad \text{Equação 2}$$

onde $\underline{e}$ é a deformação convencional ou de engenharia, Δl é a variação no comprimento da seção útil do corpo de prova ($l - l_0$), l_0 é o comprimento inicial da seção útil do corpo de prova e l é o comprimento da seção útil deformada.

Figura 13. Curva tensão-deformação convencional de engenharia (VAREDA, 1997).

2.4 FADIGA DOS METAIS

É reconhecido, desde 1830, que um metal submetido a níveis de tensões menores do que o limite de escoamento com carregamento cíclico ou flutuante pode fraturar.

A utilização da curva S-log N (tensão em função do logaritmo do número de ciclos para fraturar) foi o primeiro método desenvolvido para entender e quantificar o processo de fadiga, e ainda é muito utilizado em aplicações onde a tensão cíclica atuante é menor do que o limite de escoamento do material e o número de ciclos para fraturar é grande. A utilização da curva S-log N, também denominada de curva S-N, fornece bons resultados na área do processo de fadiga conhecido como fadiga de alto ciclo. Porém, na região de baixo ciclo, onde as deformações aplicadas apresentam uma grande componente de deformação plástica, a utilização da curva S-N torna difícil a interpretação dos resultados. Nesta região, denominada de fadiga de baixo ciclo, uma metodologia baseada no controle de deformação fornece melhores resultados (VAREDA, 1997).

2.4.1 ASPECTOS MICROSCÓPICOS DA FADIGA

Segundo Vareda (1997), em uma grande quantidade de aplicações, a vida total (N) de um componente submetido a um carregamento cíclico pode ser considerada composta de duas partes: a vida necessária para iniciar a trinca (N_i) e a vida necessária para propagação até a fratura rápida (N_p):

$$N = N_i + N_p \quad (3)$$

A fase de nucleação da trinca pode durar mais de 90% da vida total de um corpo de prova para níveis baixos de tensão ou deformação, segundo Vareda (1997). A nucleação da trinca ocorre rapidamente quando os níveis de tensão ou deformação são altos e a fase de propagação passa a ocupar a maior parte da vida total.

Não existe qualquer lei empírica até o presente momento que descreva completamente o processo de nucleação. Com o desenvolvimento na penúltima década de uma nova área no estudo dos mecanismos de fadiga, denominada de “trincas curtas”, alguns avanços foram obtidos, como relatado nos trabalhos de Provan e Zhai (199a, 1991b).

2.4.2 NUCLEAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA

Um componente ou corpo de prova submetido a carregamentos cíclicos, geralmente estão sujeitos à nucleação de trinca por fadiga em sua superfície. Devido aos grãos superficiais estarem menos sustentado mutuamente do que os grãos do interior, a nucleação na superfície é facilitada e, assim, o rompimento das ligações atômicas e a deformação plástica localizada podem ocorrer mais facilmente. A superfície geralmente é submetida a tensões máximas, que pode apresentar defeitos, como riscos de usinagem, entalhes, corrosão localizada, etc, que funcionam como concentradores de tensão.

Os mecanismos de nucleação de trinca por fadiga dependem da estrutura do material, tipo de carregamento, temperatura, ambiente, etc. Pesquisas anteriores tem mostrado que a nucleação esta relacionada com os movimentos de ida e vinda das discordâncias nos planos de escorregamento dos cristais metálicos, isto é, estão relacionados com a deformação plástica alternada, característica do processo de

fadiga. Sob carregamento cíclico, a direção da deformação se alterna varias vezes, produzindo linhas de escorregamento que aparecem na superfície do material.

Tanto em carregamento cíclico como no monotônico ocorre o deslizamento das discordâncias. A **Figura 14(a)** apresenta as linhas de escorregamento que aparecem na superfície do cristal com uma topografia relativamente simples, quando submetido à deformação monotônica. Na **Figura 14(b)** é apresentada uma topografia mais complexa, com as linhas de escorregamento agrupadas, formando bandas de deslizamento, quando submetido a carregamento cíclico, formando intrusões e extrusões.

Dois mecanismos diferentes para a formação de extrusões e intrusões foram proposto por Cottrell e Hull e por W. A. Wood, e descritos por Silva (1981). As trincas por fadiga desenvolvem-se, então, nas intrusões, que funcionam como concentradores de tensão (VAREDA, 1997).

Figura 14. Linhas de escorregamento em metais dúcteis submetidos a carregamento (a) monotônico e (b) cíclico (VAREDA, 1997).

Segundo Vareda (1997) geralmente é observado que a formação das bandas de deslizamento, com a consequente formação das intrusões, não é o único mecanismo responsável pela nucleação de uma trinca. A nucleação pode ocorrer também em interfaces, tais como contornos de grãos, inclusões ou ainda nos contornos das maclas. A nucleação de trinca nos contornos de grão ocorre pela quebra das ligações atômicas mais fracas dos contornos de grão, devido à excessiva deformação plástica.

A nucleação de trinca por fadiga nos contornos de maclas é um fenômeno inesperado, uma vez que estes contornos possuem menor energia do que os contornos de grãos. Porém, este fenômeno é observado em vários metais cúbicos de face centrada, como por exemplo, os aços inoxidáveis austeníticos, como reportado nos trabalhos de Kanazawa et al., (1981) e Heinz e Neumann (1990). Kanazawa et al., (1981) observaram que, apesar das trincas nuclearem nos contornos das maclas na superfície do corpo de prova, elas não crescem no mesmo plano, mas desviam deles quando se propagam para dentro do material. Assim, a nucleação de trinca nos contornos das maclas pode ser observada quando se examina a superfície do corpo de prova, mas não pode ser observada quando eventualmente se examina uma secção transversal (VAREDA, 1997).

Para a nucleação de trinca nos metais cúbicos de face centrada os contornos de maclas são os núcleos mais importantes, principalmente em ensaios de fadiga de alto ciclo. Em ensaios de baixo ciclo, as tensões são suficientemente altas para também iniciarem a trinca em outros núcleos.

Para os autores, a nucleação nos contornos das maclas ocorre por dois motivos: a) a anisotropia elástica, devido à presença das maclas, causa uma concentração de tensão que fortalece os contornos de grãos contra o escorregamento das discordâncias; b) os contornos das maclas funcionam como planos favoráveis de deslizamento, de modo que as discordâncias podem deslizar sobre estes planos a grandes distâncias, sob influência da concentração de tensão citada no item a). Isto causa uma deformação concentrada maior nos contornos das maclas em relação aos contornos de grãos (VAREDA, 1997).

Segundo Vareda (1997) a trinca tende a crescer, uma vez nucleada. Este crescimento é muito pequeno, geralmente da ordem de alguns grãos. A máxima tensão de cisalhamento controla a nucleação e o crescimento inicial das trincas, e ocorrem nos planos onde a tensão de cisalhamento aplicada é máxima e aproximadamente 45° em relação à direção da carga aplicada. Segundo Vareda (1997), denominou esta fase de nucleação e crescimento inicial da trinca, de estagio I e diferenciou do estagio II, onde as trincas propagam a uma máxima tensão em um plano perpendicular, como ilustrado na **Figura 15**.

No estagio I de nucleação e crescimento de trinca por fadiga a microestrutura do material tem grande influencia.

Grosskreutz (1972) fez uma avaliação da influência da microestrutura na nucleação. Microestruturas com poucas inclusões, ausência de contornos de grãos e com capacidade de inibir ou homogeneizar o escorregamento superficial, possuem melhor resistência à nucleação de trinca. Atualmente algumas técnicas são utilizadas, com sucesso, com o objetivo de inibir o deslizamento superficial, tais como a introdução de tensões residuais de compressão na superfície do material e também alguns tipos de revestimento superficial, desde que não ocorra formação de trincas no revestimento, durante o carregamento cíclico. Apesar de não poder ser classificado como “microestrutura”, o revestimento superficial representa um meio prático para controlar a nucleação de trinca, principalmente em ambientes agressivos (VAREDA, 1997).

Figura 15. Estágios I e II do crescimento de trinca por fadiga (VAREDA, 1997).

Ainda não são bem conhecidos os mecanismos do crescimento de trinca no estágio I. Estudos de trincas curtas tem mostrado que o estágio I pode ser subdividido em nucleação e propagação de submicrotrincas. A **Figura 16** ilustra o modelo de nucleação e propagação de submicrotrincas.

Figura 16. Modelo do estágio I de nucleação e propagação de submicrotrincas em um corpo de prova cilíndrico: (a) nucleação das submicrotrincas, (b, c) crescimento das submicrotrincas, (d) formação da submicrotrinca (VAREDA, 1997).

A **Figura 16(a)** mostra várias submicrotrincas nucleadas ou em bandas de deslizamento ou em contornos de grãos, ocorrendo principalmente na superfície do corpo de prova. Estas submicrotrincas são menores do que o comprimento do contorno de grão ou do tamanho de grão que as contem. Elas podem ser nucleadas em um mesmo plano ou em planos diferentes, dependendo dos contornos de grãos e das bandas de deslizamento envolvidas. As submicrotrincas expandem-se rapidamente e de maneira independente, como mostrado na **Figura 16(b)**. A nucleação ocorre principalmente ao longo de uma linha irregular, como ilustrado na **Figura 16(c)**, inclinada de aproximadamente 45° em relação a direção de carregamento, que é característico do estágio I (VAREDA, 1997).

A **Figura 17** ilustra uma continuação da nucleação da submicrotrinca, é a propagação da microtrinca, ainda no estágio I. Segundo Vareda (1997), como descrito por Provan e Zhai (1991a), a trinca apresenta a forma de “V” próximo a transição do estágio I de propagação de microtrincas para o estágio II de propagação de trinca, como ilustrado na **Figura 17(d)**. As microtrincas nem sempre se iniciam no mesmo plano, e quando elas se juntam, aparecem linhas onduladas, que ajudam o reconhecimento do estágio I de propagação, no exame fractográfico, como mostrado na **Figura 17** (VAREDA, 1997).

Figura 17. Modelo da propagação de microtrinca no estágio I em um corpo de prova cilíndrico: (a) iniciação da microtrinca, (b) crescimento da microtrinca, (c, d) crescimento da microtrinca para dentro do material (VAREDA, 1997).

Como ilustrado na **Figura 17 (d)**, no estágio I, a microtrinca propaga-se em um plano que pode ser comparado com a superfície de um cone, cujo eixo é a própria direção de carregamento, interceptando a superfície livre, e com seu vértice formando o “V” na superfície da amostra. Finalmente, quando a trinca se aproxima da transição do estágio I para o estágio II, o ângulo da microtrinca superficial aumenta para o valor de 90° , que é característico do estágio II de propagação. Durante a propagação da submicrotrinca, o perfil da trinca é longo e estreito e não possui a forma semi-elíptica, **Figura 17(a)** e **(b)**. A propagação da submicrotrinca no estágio I é bidimensional e ocorre principalmente ao longo de uma linha. Durante a propagação da microtrinca, a trinca cresce mais dentro do material e, assim, vai adquirindo a forma semi-elíptica, **Figura 17(c)** e **(d)**. Assim, a propagação de microtrincas no estágio I é tridimensional e acontece ao longo de uma superfície cônica a 45° em relação à direção da carga aplicada. A alteração do perfil da trinca é uma medida do efeito da superfície, e é importante no estudo de nucleação e propagação de trincas curtas (VAREDA, 1997).

Uma condição limite e é decisivo no processo de propagação da trinca é representada pela transição de submicrotrinca para microtrinca. A submicrotrinca pode não se propagar se a microestrutura local não for favorável. Ordinalmente muitas submicrotrincas não propagantes são descobertas na superfície de corpos de prova.

2.4.3 PROPAGAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA

Segundo Vareda (1997), como descrito por Duggan e Byrne¹ (1977), a redução na relação da tensão de cisalhamento para a tensão de tração na ponta da trinca é geralmente considerada pela transição do estágio I para o estágio II, quando

¹ DUGGAN, T.; BYRNE, J. Metallurgical aspects of fatigue. In: _____. **Fatigue as a design criterion**. London: Macmillan. p. 65-93, 1977.

esta se move a partir dos grãos superficiais, onde o estado de tensão plana prevalece, para o interior, onde o estado de deformação plana prevalece. Assim, enquanto o estágio I é governado pela máxima tensão de cisalhamento, o estágio II é governado pela máxima tensão de tração.

O estágio II na propagação de trinca por fadiga é geralmente transgranular, embora os defeitos de fases com contornos de grãos frágeis, ambiente corrosivo e temperatura elevada, podem modificar esta regra geral. A formação de estrias de propagação de trinca é frequentemente apresentada a uma superfície dúctil de fratura no estágio II. Cada estria representa a posição sucessiva de uma frente de trinca que avança num plano normal ao da máxima tensão de tração local e é produzida durante um único ciclo de carregamento.

Segundo Silva (1981), o mecanismo mais aceito para a formação de estrias é o proposto por Laird e Smith, que envolve sucessivos arredondamentos da trinca na fase de tração e reaguçamentos durante a fase de compressão, como mostrado na **Figura 18**. Segundo Grosskreutz (1972), geralmente a microestrutura tem pouco efeito sobre a propagação de trinca por fadiga quando a velocidade de propagação é alta, maior do que $1\mu\text{m}/\text{ciclo}$. A não influencia da microestrutura é devido às grandes deformações que ocorrem na ponta da trinca, diminuindo os efeitos das tensões residuais, discordâncias ancoradas e de pequenos precipitados de segunda fase. Entretanto, o efeito das inclusões pode ser significativo a altas velocidades de propagação (VAREDA, 1997).

Figura 18. Processo plástico de arredondamento e reaguçamento da ponta da trinca para o estágio II de propagação de trinca por fadiga, segundo Vareda (1997).

2.4.4 FADIGA DE ALTO CICLO

A **Figura 19** apresenta alguns tipos de ciclos de tensão típicos em fadiga. A **Figura 19(a)** ilustra a forma de uma onda senoidal de um ciclo de tensão totalmente reverso. Eixos operando com rotação constante, sem sobrecarga são típicas condições encontradas e idealizadas para esta condição de carregamento. Neste tipo de carregamento a tensão média é nula, pois a tensão máxima e mínima são iguais, mas de sinais opostos. Para uma situação mais geral a **Figura 19(b)** ilustra tensões máximas e mínimas diferentes. A tensão mínima pode ser igual ou diferente de zero, sendo o carregamento denominado pulsante ou flutuante, respectivamente. Para um tipo de carregamento mais complexo a **Figura 19(c)** ilustra tensões máximas e mínimas aplicadas aleatoriamente. Este tipo de carregamento representa melhor as tensões cíclicas encontradas na prática.

Figura 19. Ciclos de tensão típicos em fadiga (VAREDA, 1997).

Os ensaios de fadiga de alto ciclo geralmente são realizados com o ciclo de tensão constante, que pode ter a forma triangular, trapezoidal, etc. pode ser dividida em duas componentes o ciclo de tensão constante: uma tensão média, S_m , e uma componente de tensão alternada, também denominada de amplitude de tensão, S_a . A média algébrica da tensão máxima e mínima em um ciclo é a tensão média,

conforme a equação (4). A metade do intervalo total de tensão, $S_{\max} - S_{\min}$, é a amplitude de tensão, S_a , segundo a equação (5). A relação de tensões, R , geralmente é quantificada a partir da tensão média, conforme a equação (6).

$$S_m = \frac{S_{\max} + S_{\min}}{2} \quad (4)$$

$$S_a = \frac{S_{\max} - S_{\min}}{2} \quad (5)$$

$$R = \frac{S_{\min}}{S_{\max}} \quad (6)$$

2.4.4.1 CURVAS S-N

O engenheiro alemão A. Wöhler realizou a primeira investigação sistemática por volta de 1871, do comportamento em fadiga de eixos ferroviários.

Wöhler realizou ensaios de fadiga em modelos de tamanho natural e em corpos de prova pequenos submetidos a carregamentos cíclicos de flexão, torção e tração-compressão, utilizando vários tipos de materiais. Os resultados foram registrados em termos de tensão convencional em função do logaritmo do número de ciclos, o qual se tornou conhecido como curva S-N ou curva de Wöhler. Tipicamente, a relação S-N é determinada para um valor específico de tensão média, S_m , e de relação de tensões, R . (VAREDA, 1997).

Ensaio de flexão rotativa totalmente reversa, ou seja, $R = -1$, foram realizados para determinação das propriedades de fadiga. Os ensaios de fadiga passaram a ser de vários outros tipos com o atual desenvolvimento das máquinas servo-hidráulicas. Ensaiar em laboratório o primeiro espécime para rompê-lo é o procedimento geralmente utilizado para determinar a curva S-N. Diminui-se, então, o nível de tensão para os próximos corpos de prova, até que um ou dois corpos de prova não se rompam até 10^7 ciclos. Geralmente é considerado como sendo o limite de fadiga, S_f , a maior tensão na qual o material não rompe até 10^7 ciclos.

Segundo Souza (1982), quando há necessidade de determinar o limite de fadiga com grande precisão, alguns procedimentos mais complexos de análise e ensaios, como por exemplo, o método da escada e o método probit, podem ser utilizados. Estes métodos determinam o valor médio e a variância do limite de fadiga, baseado em uma grande quantidade de corpos de prova, o que torna o ensaio bastante longo. Para materiais que não exibem o limite de fadiga, define-se a resistência à fadiga como sendo a maior tensão na qual o corpo de prova rompe a um determinado número de ciclos, geralmente entre 10^7 e 10^8 ciclos (VAREDA, 1997).

Utilizando-se aproximadamente 15 corpos de prova a curva S-N pode ser determinada. A norma ASTM E739-10 (2004), recomenda a quantidade mínima de corpos de prova total e em cada nível de tensão ensaiado, em função das finalidades de pesquisa ou projeto, do tipo de utilização dos resultados, resultados preliminares, etc. A **Figura 20** mostra os resultados que geralmente são apresentados nos ensaios de fadiga de alto ciclo, como amplitude de tensão, S_a , ou intervalo de tensão, $S_{\max} - S_{\min}$, em função do logaritmo do número de ciclos. A tensão pode também ser apresentada na forma de logaritmo. Os pontos da curva S-N correspondentes aos corpos de prova que romperam, são aproximados por uma reta que representa o valor médio dos resultados. Os resultados dos corpos de prova que não romperam são utilizados para calcular o limite de fadiga.

Figura 20. Curvas de fadiga típicas para metais ferrosos e não ferrosos (VAREDA, 1997).

Os ensaios de fadiga geralmente apresentam um grande espalhamento, cujas causas podem ser divididas em três categorias principais: (1) confecção dos corpos de prova, (2) condições dos ensaios de fadiga e (3) heterogeneidade do material. As duas primeiras causas devem ter suas influências sobre as propriedades de fadiga minimizadas através da utilização de técnicas experimentais adequadas, pois não são aceitáveis.

As informações estatísticas sobre as propriedades de fadiga podem ser necessárias em diversos casos, como, por exemplo, quando se deseja comparar as propriedades de fadiga de diferentes tipos de materiais que satisfazem as condições de projeto, ou verificar a influência de tratamentos térmicos superficiais, não somente os valores médios, mas também estatisticamente. Assim, a determinação de níveis de confiança para menores probabilidades de falha, é necessária. A norma ASTM E739-10 (2004) fornece uma metodologia de análise estatística para resultados de ensaios de fadiga realizados com controle de carga ou deformação, para a região onde os resultados experimentais podem ser aproximados por uma reta (VAREDA, 1997).

2.4.4.2 LIMITE DE FADIGA

Para alguns materiais, como os aços, apresentarem um limite de fadiga bem definida, o nível de tensão alternada aplicada deve ser abaixo do qual o material tem uma vida infinita. Muitos materiais não ferrosos não apresentam este limite.

Para os aços, é geralmente atribuído ao aprisionamento das discordâncias pelos átomos intersticiais de carbono e nitrogênio, causado pelo envelhecimento por deformação. As discordâncias, que inicialmente produzem deslizamento entre os planos cristalográficos, são subsequentemente ancoradas pela migração dos átomos de carbono durante o envelhecimento, e tendo, portanto, seu movimento restringido, como relatado por Duggan e Byrne (1977). Para um mesmo material, o limite de fadiga depende do tamanho e da forma do corpo de prova, segundo Bui-Quoc e Biron (1978) e Schultz e Zien (1979), do acabamento superficial, do tipo de carregamento, da temperatura de ensaio, ambiente, da tensão média e concentração de tensões, segundo Fuchs e Stephens (1980) (VAREDA, 1997).

Microtrincas podem ser observadas em corpos de prova submetidos a tensões alternadas iguais ou próximas ao limite de fadiga em resultados experimentais.

Lukas e Klesnil (1978) definiram o limite de fadiga como um conjunto de condições sob os quais as microtrincas já nucleadas podem-se propagar. Assim, o limite de fadiga pode ser considerado como um evento crítico, tanto do ponto de vista de nucleação como da propagação da trinca. Para a nucleação de uma trinca de tamanho crítico, que geralmente ocorre pela formação das bandas de deslizamento, é necessário que as amplitudes de tensões e de deformações sejam superiores a um valor crítico. Uma vez nucleada, a propagação ocorrerá se a variação do fator de intensidade de tensão na frente da trinca, ΔK , equação (7), for suficiente para propagá-la (VAREDA, 1997).

$$\Delta K = \Delta S \sqrt{\pi a} \cdot Y \quad (7)$$

Onde ΔS é a amplitude de tensão na frente da trinca, a é o tamanho da trinca e Y depende da geometria do componente e das condições de carregamento.

Segundo Vareda (1997), como descrito por Bicego (1989), Al-Sugair (1992) e Marin-Meizoso et al. (1993), para a região de fadiga de baixo ciclo, onde as deformações plásticas são grandes, as fases de iniciação e propagação também seguem o mesmo modelo descrito anteriormente, porém, a fase de propagação é melhor controlada pela variação da integral J cíclica, ΔJ .

2.4.4.3 INFLUÊNCIA DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS NA CURVA S-N

As relações empíricas entre as propriedades de fadiga e as propriedades de tração foram estabelecidas após muitos anos de experiência, principalmente para os aços. São ferramentas úteis que constituem relações empíricas para avaliar o desempenho em fadiga dos materiais.

Segundo Shigley e Mischke (1989), tem-se verificado experimentalmente, para vários tipos de aços, ensaiados em fadiga com $R = -1$, que a relação entre a resistência à fadiga a 10^6 ciclos, S_6 , e o limite de resistência monotônico, para corpos de prova não entalhados e polidos, pode ser equacionada segundo as equações (8) e (9). Também, segundo os mesmos autores, o limite de fadiga a 10^3 ciclos, S_3 , pode ser aproximado à $0,9S_R$, onde S_R é a tensão de resistência de engenharia do material (VAREDA, 1997).

Assim, utilizando estas aproximações, uma curva S-N generalizada pode ser obtida para aços, conforme mostrado na **Figura 21**.

$$S_6 \approx S_f \approx 0,5 S_R \text{ para } S_R < 1400 \text{ MPa} \quad (8)$$

$$S_6 \approx S_f \approx 700 \text{ MPa} \quad \text{para } S_R > 1400 \text{ MPa} \quad (9)$$

Figura 21. Curvas S-N generalizada para aços (VAREDA, 1997).

2.4.4.4 FATORES QUE INFLUENCIAM AS CURVAS S-N

Muitos ensaios de fadiga realizados tinham o destaque de obter a influência de vários fatores na vida em fadiga dos materiais (GAMBONI, 2011).

Os fatores mais estudados foram:

- Tensão média
- Tamanho
- Tipo de carregamento
- Acabamento superficial
- Temperatura
- Meio (atmosfera)
- Concentradores de Tensão

Os estudos realizados chegaram a resultados de um valor de tensão real modificada, segundo a equação 10.

$$S_e = S_e' C_{tam} \times C_{car} \times C_{acab} \times \dots \quad (10)$$

A tendência entre esses fatores: Se é a nova tensão corrigida pelos fatores modificadores de tensão, S_e' a tensão de vida infinita e C , os fatores modificadores, é a diminuição de S_e .

Todos os fatores se igualarão a 1, quando no ensaio de tração e não cíclico atingir o limite, fazendo com que a tensão não sofra modificações.

É importante salientar que tais fatores são completamente específicos e empíricos para determinadas situações. Cuidados devem ser tomados para não extrapolar os valores para qualquer situação (GAMBONI, 2011).

2.4.4.5 EFEITO DA TENSÃO MÉDIA

Podemos observar na **Figura 22**, que a tensão média, σ_m , diminui a vida em fadiga em relação a uma σ_m igual a zero. Para uma mesma vida (10^5 ciclos) a uma variação da resistência em fadiga em ensaios realizados com tensões médias S_m diferentes. Tal comportamento esta ligada as tensões de maior magnitude aplicadas no material.

Figura 22. Efeito da tensão média na vida em fadiga dos materiais (GAMBONI, 2011).

A **Figura 23** mostra outro fator importante para o limite de fadiga, que é a razão de tensão, R . A vários ensaios de nucleação de trinca realizados com diferentes razões de tensão, para o aço A571 e quanto menor o valor de R , maior será a diminuição do limite de fadiga, em relação a um R nulo.

Figura 23. Influência da razão de tensão R , na vida em fadiga do aço A 571 (GAMBONI, 2011).

Para carregamento completamente reverso, os valores da tensão média será igual a zero e R igual a -1.

Algumas equações são utilizadas para a correção dos parâmetros utilizados nos ensaios de fadiga. Tais modelos utilizam a tensão de escoamento, S_e , a tensão limite, S_u ou a tensão de engenharia de fratura, S_y .

Os modelos mais comumente utilizados são definidos pelas equações 11 a 15 (DOWLING, 2007):

$$\text{Gerber (Alemanha, 1874): } (S_a/S_e) + (S_m/S_u)^2 = 1 \quad (11)$$

$$\text{Goodman (Inglaterra, 1899): } (S_a/S_e) + (S_m/S_u) = 1 \quad (12)$$

$$\text{Soderberg (EUA, 1930): } (S_a/S_e) + (S_m/\sigma_e) = 1 \quad (13)$$

$$\text{Morrow (EUA, 1960): } (S_a/S_e) + (S_m/S_f) = 1 \quad (14)$$

$$\text{SWT: } S_{ar} = (S_{max} \cdot S_a)^{1/2} \quad (15)$$

2.4.4.6 EFEITO DO TAMANHO

A probabilidade de se encontrar um defeito em uma amostra analisada está ligado ao efeito do tamanho. Através de resultados encontrados nos ensaios com corpos de prova de diâmetros diferentes, uma variação no limite de resistência. Podemos observar tal comportamento na **Tabela 11**.

Tabela 11. Influência do tamanho no limite de resistência à fadiga (FAUPEL; FISHER, 1981).

Diâmetro (in)	Limite de Resistência (ksi)
0.3	33.0
1.5	27.6
6.75	17.3

Nos ensaios de torção e cisalhamento e corpos de prova com diâmetros menores não existe gradiente de tensão, fazendo com que este efeito seja menos pronunciado em ensaios axiais e mais percebido em ensaios de altos ciclos, já que a probabilidade de encontrar um defeito concentrador de tensão seria menor.

Os fatores de correção para o efeito do tamanho estão mostrados na equação 16.

$$C_{\text{tam}} = 1.0 \text{ se } d \leq 8 \text{ mm}$$

$$C_{\text{tam}} = 1.189 \times d^{-0.097} \text{ se } 8 \text{ mm} \leq d \leq 250 \text{ mm} \quad (16)$$

2.4.4.7 EFEITO DO CARREGAMENTO

Os materiais quando submetidos à fadiga podem estar sujeitos a tensões trativas, compressivas, flexiva, rotativas ou a um estado mais complexo de tensões. O modo de carregamento a que os ensaios são submetidos é que define o limite de resistência a fadiga (S_e). A **Figura 24** mostrada curvas S-N obtidas para corpos de prova ensaiados sob carregamento rotativo e axial (GAMBONI, 2011).

Figura 24. Dois tipos de resultados de ensaio de fadiga (GAMBONI, 2011).

2.4.4.8 EFEITO DO ACABAMENTO SUPERFICIAL

Marcas deixadas nas amostras analisadas advindas de tratamentos superficiais, tais como riscos, pites etc. Atuam como grandes concentradores de tensão.

Os aços duros são mais afetados por tal efeito do que uma superfície rugosa, como a de um ferro fundido, devido à formação de grãos uniformes.

Normalmente o fator de correção para o acabamento superficial é apresentado na forma de gráficos descrito de forma quantitativa ou que correlacionam o tipo de acabamento, tais como: polido ou usinado.

Um exemplo destes gráficos é mostrado na **Figura 25**.

Figura 25. Redução do limite de fadiga devido às condições de superfície e efeito de um meio corrosivo (GAMBONI, 2011).

Algumas considerações importantes:

- Os aços duros contêm condições de superfície mais importante.
- A condição da superfície tem um efeito menor na vida em fadiga de baixas vidas, onde predomina a propagação.

2.4.4.9 EFEITO DO MEIO AMBIENTE

Ambientes agressivos ou condições drásticas de trabalho tendem a diminuir a vida dos materiais. A água do mar é um exemplo típico de um meio agressivo em relação a vários elementos, que contém íons cloretos, causando pites que atuam como concentradores de tensão, diminuindo a vida das ligas.

O efeito do meio ambiente nas curvas S-N é apresentado na **Figura 26**.

Figura 26. Efeito do meio ambiente para aços (GAMBONI, 2011).

2.4.4.10 EFEITO DOS CONCENTRADORES DE TENSÃO

As peças reais em sua grande maioria necessitam de variações em sua geometria ou entalhes para sua fixação ou operação da peça, formadas por furos, rasgos, ombros ou outros detalhes similares.

Estes entalhes concentram localmente as tensões nominais que atuam na peça se ela fosse isenta deles. O fator de concentração de tensão K_t , é definido pela razão entre a máxima tensão que atua numa dada seção entalhada, σ_n' , e a tensão nominal σ_n que atua na seção se não existisse o entalhe (GAMBONI, 2011).

$$K_t = \sigma_n' / \sigma_n \quad (17)$$

Cantos vivos tendem a apresentar grandes valores de K_t e, portanto, nas peças ou estruturas que trabalham com fadiga devem ser sempre evitados. Removendo estes entalhes ou alterando um pouco a estrutura pode-se obter um aumento a resistência em fadiga com uma melhor distribuição das linhas de força, fazendo com que o K_t diminua.

Tratando-se de limite de fadiga podemos definir também um valor para K_t , como sendo:

$$K_f = \sigma_{ap} / \sigma_{ap}' \quad (18)$$

Onde:

σ_{ap} : tensão aplicada no espécime sem entalhe

σ_{ap}' : tensão aplicada no espécime com entalhe.

2.4.4.11 EFEITO DA TEMPERATURA

Em praticamente todos os casos, exceto nos aços com baixo teor de carbono e ferros fundidos, a resistência à fadiga decresce com o aumento da temperatura. A precipitação induzida por deformação cíclica acompanhada pelo decréscimo de ductilidade é o motivo deste aumento em aços doces e Fofos.

A variação do limite de fadiga da peça é quantificada com o efeito da temperatura. Os efeitos da fluência podem ser desprezados com uma temperatura de trabalho T , ou seja, quando o teste é muito rápido ou quando $T < 0,3.T_f$, sendo T_f a temperatura de fusão do material (GAMBONI, 2011).

$$K_{temp} = S_{e(T)} / S_{e(amb)} \quad (19)$$

Onde, $S_{e(amb)}$ é o limite de resistência medido na temperatura ambiente e $S_{e(T)}$ é o limite de fadiga na temperatura de trabalho (CASTRO; MEGGIOLARO, 2009).

2.4.5 FADIGA DE BAIXO CICLO

O ensaio de fadiga consiste na aplicação de carga cíclica em corpo de prova apropriado e padronizado segundo o tipo de ensaio a ser realizado. Os materiais metálicos, quando submetidos a tensões flutuantes ou repetitivas, isto é, quando sob a ação de esforços cíclicos, rompe-se a tensões muito inferiores às determinadas nos ensaios de tração e compressão. A ruptura que ocorre nessas condições dinâmicas de aplicação de esforços é conhecida como ruptura por fadiga. Este fenômeno ocorre após um tempo considerável a que o material é submetido a esforços. À medida que o desenvolvimento tecnológico, por exigência da indústria (ex: aeronáutica e automobilística), incorporou novos componentes e equipamentos, submetidos continuamente a esforços dinâmicos e vibrações, o fenômeno de fadiga passou a ser a causa de mais de 90% das falhas de componentes metálicos em serviço. A falha em fadiga é particularmente imprevisível, pois acontece sem que haja qualquer aviso prévio.

Por volta de 1871, o engenheiro alemão A. Wöhler realizou a primeira investigação sistemática do comportamento à fadiga dos eixos ferroviários. Realizou ensaios de fadiga em modelos de tamanho natural e, também, em corpos de prova pequenos submetidos a carregamentos cíclicos de flexão, torção e tração-compressão, utilizando vários tipos de materiais. Os resultados foram registrados em termos da tensão convencional (σ) em função do logaritmo do número de ciclos (N), o qual se tornou conhecido como curva σ - N ou curva de Wöhler. A curva σ - N é geralmente determinada utilizando-se determinados números de corpos de prova, segundo recomendações das normas ASTM E466-07, ASTM E468 e ASTM E739-10. Estas normas recomendam, dentre outras coisas, uma quantidade mínima de corpos de prova para cada nível de tensão ensaiado, que é determinado pelo grau de precisão exigido no ensaio.

O método de tensão-vida (σ - N) foi a primeira metodologia usada em uma tentativa de entender e de quantificar a fadiga de metais. Esta metodologia, determinada de fadiga de alto ciclo é extensivamente utilizada em aplicações de projetos em que a tensão aplicada encontra-se predominantemente dentro do regime elástico do material e a vida resultante (ciclos para falhar) é longa, sendo as tensões e deformações linearmente relacionadas. Consequentemente, neste intervalo, os resultados de ensaios sob controle de carga ou de deformação são equivalentes, mas as curvas σ - N são geradas por ensaios sob controle de carga. Porém, o método de tensão-vida não é adequado em aplicações de baixo-ciclo, em que as deformações aplicadas têm uma componente plástica significativa. Neste caso, uma metodologia baseada em deformação é mais apropriada (BANNANTINE; COMER; HANDROCK, 1990).

Assim, a fadiga de baixo ciclo está relacionada com condições de serviço nas quais as falhas ocorrem para tensões relativamente altas, e baixos números de ciclos para falhar (menores que 10^5). Em geral, as condições para que ocorra fadiga de baixo ciclo são frequentemente criadas quando as tensões repetidas são de origem térmica. As tensões térmicas levam à expansão ou contração térmica do material, e a fadiga resulta de deformação cíclica e não de tensão cíclica. Também, segundo Suresh (1998), informações derivadas de análises em tensão cíclica baseadas na mecânica do contínuo dizem respeito principalmente à deformação elástica sem restrição mecânica. Em muitas aplicações práticas, componentes de engenharia geralmente sofrem certo grau de restrição estrutural e deformação

plástica localizada, particularmente em regiões de concentração de tensões. Este tipo de problema deve ser considerado nos projetos de vasos de pressão para indústria nuclear, componentes de turbinas a vapor, motores aeronáuticos e em muitos outros tipos de equipamentos e máquinas, como discos de freio, por exemplo (DIETER, 1981).

Os ensaios de fadiga de baixo ciclo são realizados sob controle de deformação e os resultados obtidos são registrados em gráficos do tipo logaritmo de deformação em função do logaritmo do número de reversos ($2N_f$).

Coffin Jr.² (1954) e Manson e Halford³ (1981) (*apud* SURESH, 1998) trabalharam independentemente em problemas de fadiga térmica, e propuseram a caracterização da vida em fadiga com base na amplitude de deformação plástica. Eles observaram uma relação linear (equação (20)) entre o logaritmo da amplitude de deformação plástica e o logaritmo do número de reversos para falhar em materiais metálicos.

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \varepsilon_f' (2N)^c \quad (20)$$

onde ε_f' é o coeficiente de ductilidade de fadiga e c é o expoente de ductilidade de fadiga. Em geral ε_f' é aproximadamente igual ao coeficiente de ductilidade verdadeiro, ε_f , em tração e c está dentro da faixa de -0,5 a -0,7 para a maioria dos metais.

Em escala bilogarítmica, a relação da equação (20) pode ser relacionada por uma reta, como mostra a **Figura 27**.

A amplitude de deformação total de um ensaio com amplitude de deformação constante pode ser escrita como a soma das amplitudes de deformação elástica e plástica, como segue na equação (21):

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\Delta \varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} \quad (21)$$

² COFFIN JR., L. F. A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. **Transactions of the ASME**, New York, v. 76, p. 931-950, 1954.

³ MANSOON, S. S.; HALFORD, G. R. Practical Implementation of the Double Linear Damage Rule and Damage Curve Approach for Treating Cumulative Fatigue Damage. **International Journal of Fracture**, New York, v. 17, n. 2, p. 169-192, 1981.

Figura 27. Amplitude de deformação plástica em função do número de reversos, escala bilogarítmica (DIETER, 1981).

Utilizando a equação 22 de Basquin⁴ (1910 *apud* SURESH, 1998), para relacionar a amplitude de tensão (**Figura 28**):

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \sigma_{f'} (2N)^b \quad (22)$$

onde $\sigma_{f'}$ é o coeficiente de resistência à fadiga e $\frac{\Delta\sigma}{2}$ corresponde à amplitude de tensão σ_a . O coeficiente de resistência à fadiga, $\sigma_{f'}$, e o expoente de resistência à fadiga, **b**, são propriedades de fadiga dos materiais. O valor de **b** varia entre -0.05 e -0.12, e para muitos metais $\sigma_{f'}$ é aproximadamente igual à tensão real na fratura, determinada no ensaio de tração.

Observando a equação (23):

$$\frac{\Delta\varepsilon_e}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} = \frac{\sigma_{f'}}{E} (2N_f)^b \quad (23)$$

⁴ BASQUIN, O. H. The Exponential Law of Endurance Tests. **American Society for Testing and Materials Proceedings**, Philadelphia, v. 10, p. 625-630, 1910.

onde E é o módulo de Young. Pode-se reescrever a equação (21) como indicado na equação (24):

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \frac{\sigma_{f'}}{E} (2N)^b + \varepsilon_{f'} (2N)^c \quad (24)$$

Figura 28. Tensão verdadeira em função do número de reversos, em escala bilogarítmica (DIETER, 1981).

As amplitudes de deformação total, plástica e elástica são apresentadas no gráfico da **Figura 29** como função do número de reversos para falhar ($2N$). Pode-se definir a transição entre fadiga de baixo e alto ciclo no ponto em que as amplitudes de deformação plástica e elástica são iguais ($2N_t$). Segundo Suresh (1998), para fadiga de baixo ciclo ($2N < 2N_t$), a deformação plástica é dominante e a resistência à fadiga é controlada pela ductilidade do material. Já para fadiga de alto ciclo ($2N > 2N_t$), a deformação elástica é mais significativa que a plástica e a vida é controlada pela resistência do material. Para Mitchell (1978), a otimização das propriedades de fadiga leva a um balanço entre a resistência e a ductilidade de um material.

Figura 29. Amplitude de deformação total em função do número de reversos para falhar, obtido da superposição das amplitudes de deformação elástica e plástica em função do número de reversos para falhar (SURESH, 1998).

Os ensaios de fadiga de baixo ciclo geralmente são realizados sob controle de deformação. A **Figura 30** apresenta um ciclo de tensão-deformação ideal resultante de um ensaio de fadiga de baixo ciclo onde a deformação cíclica é mantida constante.

Figura 30. Ciclo de histerese tensão-deformação ideal resultante de um ensaio de fadiga de baixo ciclo com deformação cíclica constante (THOMAS, 1987).

Durante o carregamento e o descarregamento, desenvolve-se um ciclo de histerese que tem suas dimensões descritas por sua largura $\Delta\epsilon$, ou intervalo total de deformação, e por sua altura $\Delta\sigma$, que é o intervalo de tensões. O intervalo total de deformação $\Delta\epsilon$ consiste em um componente de deformação elástica $\Delta\epsilon_e = \Delta\sigma/E$ mais um componente de deformação plástica $\Delta\epsilon_p$. A largura do ciclo de histereses dependerá do nível de deformação cíclica; com um nível pequeno, o ciclo de histereses torna-se muito estreito.

Para os ensaios realizados sob $\Delta\epsilon$ constante, o intervalo de tensão $\Delta\sigma$ normalmente varia com o aumento do número de ciclos. Os materiais recozidos experimentam endurecimento cíclico, o que significa que $\Delta\sigma$ aumenta com o número de ciclos até atingir a saturação após cerca de 100 ciclos de deformação. O aumento no intervalo de tensões será maior quanto maior for o valor de $\Delta\epsilon$. Os materiais que previamente sofreram trabalho a frio sofrem amolecimento cíclico, isto é, $\Delta\sigma$ decresce com o aumento do número de ciclos de deformação. Então, a maneira usual de apresentação dos resultados dos ensaios de fadiga de baixo-ciclo consiste no lançamento em gráfico da amplitude de deformação $\Delta E/2$ contra o número de reversos para falhar, $2N_f$.

Normalmente, a fadiga de baixo ciclo aparece identificada como fadiga isotérmica de baixo ciclo, fadiga térmica de baixo ciclo ou fadiga termomecânica de baixo ciclo. A fadiga de baixo ciclo pode ser identificada por dois caminhos:

- (1) ciclos de alta deformação, quando a faixa de deformação inelástica no ciclo excede a faixa de deformação elástica e
- (2) quando as deformações inelásticas são de magnitude tal que se espalham uniformemente pela microestrutura.

Danos de fadiga a elevadas temperaturas desenvolvem-se como resultado de deformações inelásticas irrecuperáveis. Nos casos de baixos ciclos, o material sofre danos após um pequeno número de ciclos. Fadiga termomecânica é geralmente uma resultante de fadiga de baixo ciclo. Por exemplo, em motores a jato, os maiores gradientes e transientes térmicos ocorrem durante a partida e o desligamento. O número total de decolagens e pousos durante a vida de uma aeronave é menor que 30.000 vezes (ciclos). Neste caso, em laboratório, as investigações são conduzidas sob condições de baixo ciclo e podem ser concluídas em curto espaço de tempo.

2.4.6 FADIGA ISOTÉRMICA

O gradiente térmico induzido no interior de componentes utilizados em altas temperaturas pode originar tensões internas e a repetição destes ciclos térmicos pode causar a nucleação e a propagação de trincas por um processo de fadiga.

O ensaio de fadiga isotérmica consiste na imposição de uma deformação mecânica variável, mantendo a temperatura constante. Este tipo de ensaio tem sido muito utilizado a partir da década de 1970, com o surgimento de máquinas de ensaio que funcionam em ciclo fechado. Tem como vantagem principal a simplicidade de execução e o baixo custo quando comparado aos ensaios anisotérmicos. Resultados para diversos materiais podem ser encontrados na literatura (COFFIN Jr., 1954).

Observações feitas por vários pesquisadores mostraram que a vida encontrada em fadiga isotérmica em diversos materiais é maior que aquela encontrada para fadiga anisotérmica (HETNARSKI, 1991; SHI; KORN; PLUVINAGE, 1998). Isto pode ser verificado pelo estudo realizado por Shi, Korn e Pluvintage (1998) com uma liga de molibdênio que contém 0,5% de Ti, 0,08% de Zr e Carbono na faixa de 0,01 a 0,04%.

2.5 COMPORTAMENTO DOS MATERIAIS EM TEMPERATURAS ELEVADAS

A resistência mecânica dos metais diminui com o aumento da temperatura. A mobilidade dos átomos cresce rapidamente com a temperatura, e deste modo, os processos controlados por difusão exercem um efeito significativo sobre as propriedades mecânicas. Observa-se também uma maior mobilidade das discordâncias devido ao mecanismo de escalagem, que se torna importante devido à maior facilidade de difusão e também porque a concentração de lacunas em equilíbrio aumenta com o aumento da temperatura. Novos mecanismos de deformação podem tornar-se operativos. Em alguns metais, o sistema de deslizamento muda, ou são introduzidos sistemas de deslizamento adicionais. A deformação nos contornos de grãos torna-se uma possibilidade adicional na deformação dos metais em temperaturas elevadas. Outro fator importante a se considerar é o efeito da exposição prolongada de ligas e metais em temperaturas elevadas sobre suas estabilidades metalúrgicas. Os metais trabalhados a frio irão se

recristalizar e experimentar crescimento de grãos, enquanto que ligas endurecidas por envelhecimento podem sofrer superenvelhecimento e perder resistência mecânica à medida que as partículas de segunda fase crescem. Outra consideração importante é a interação do metal com o meio ambiente, ou seja, a oxidação do metal (DIETER, 1981).

As propriedades mecânicas em temperaturas elevadas devem sempre ser consideradas em relação a alguma escala de tempo. As propriedades mecânicas em temperatura ambiente da maioria dos metais de engenharia são, para fins práticos, independentes do tempo. No entanto, em temperaturas elevadas a resistência torna-se dependente tanto da taxa de deformação como do tempo de exposição. Sob estas condições, vários metais se comportam em muitos aspectos como materiais viscoplásticos. Um metal submetido a uma carga trativa constante, a uma temperatura elevada, irá fluir e experimentar um aumento de comprimento que depende do tempo. Este é o fenômeno conhecido como fluência.

Esta dependência entre propriedades mecânicas com o tempo em temperaturas elevadas varia de material para material e para temperaturas diferentes. O que é considerado alta temperatura para um material pode não o ser para outro. Para compensar este fato, a temperatura é muitas vezes expressa como uma temperatura homóloga, isto é, a razão entre a temperatura do ensaio e a temperatura de fusão do metal em questão, ambas em escala absoluta (Kelvin). Segundo (DIETER, 1981), de uma maneira geral, a fluência torna-se significativa na engenharia para temperaturas homólogas superiores a 0,5.

2.6. RESISTÊNCIA À FADIGA EM TEMPERATURAS ELEVADAS

Em geral a resistência à fadiga dos metais diminui com o aumento da temperatura acima da ambiente. À medida que a temperatura aumenta bem acima da temperatura ambiente, torna-se importante o fenômeno de fluência e, a altas temperaturas, ou seja, aproximadamente à metade do ponto de fusão, ele será a causa principal da fratura. A transição da falha por fadiga para falha por fluência com o aumento da temperatura resultará numa mudança do tipo de fratura que passará do tipo transgranular característico da fadiga para a falha intercrystalina ou intergranular por fluência. A oxidação local dos contornos de grão pode contribuir

significativamente para a nucleação da trinca. Segundo Dieter (1981), a fluência aumenta com a tensão média para qualquer temperatura. Os materiais ferrosos, que normalmente apresentam um limite de fadiga pronunciado nos ensaios à temperatura ambiente, não mais os apresentarão quando ensaiados a temperaturas acima de aproximadamente 420°C. Os ensaios de fadiga a altas temperaturas dependerão também da frequência de aplicação da tensão. É comum a referência ao tempo total necessário à fratura, da mesma forma que ao número de ciclos.

Em geral, quanto maior a resistência à fluência de um material, maior sua resistência à fadiga em altas temperaturas. No entanto, o tratamento metalúrgico que produz as melhores propriedades de fadiga em altas temperaturas não resulta necessariamente nas melhores propriedades de fluência. Isto foi mostrado por Dieter (1981), em ensaios a altas temperaturas de várias superligas. Em geral, para baixas temperaturas, quanto menor for o tamanho de grão melhor será o desempenho em fadiga do metal. À medida que a temperatura de ensaio aumenta, a diferença no desempenho em fadiga entre um material de granulação fina e grosseira diminui até que para temperaturas elevadas, onde predomina o fenômeno de fluência, o material de tamanho de grão grande apresenta maior resistência. Geralmente, as ligas previamente trabalhadas mecanicamente apresentam resistência à fadiga um pouco superior, enquanto que os materiais fundidos são frequentemente mais resistentes à fluência. As soluções que obtêm sucesso na redução das falhas por fadiga em temperatura ambiente podem não ser efetivas em temperaturas elevadas. As tensões residuais compressivas, por exemplo, podem ser aliviadas antes que a temperatura de operação seja atingida.

Os equipamentos que trabalham a temperaturas elevadas apresentam frequentemente condições para a fadiga térmica. O aço inoxidável austenítico é particularmente sensível a este fenômeno, uma vez que possui baixa condutividade térmica e alta expansão térmica.

2.7 DANO E INÍCIO DE TRINCAS EM TEMPERATURAS ELEVADAS

2.7.1 MICROMECHANISMOS DE DANO

A nucleação de trinca por fadiga em ligas a temperatura elevada é influenciada por diferentes processos microscópicos que dependem da temperatura,

do nível de tensão e do meio ambiente. Os mecanismos responsáveis pelo início das trincas de fadiga podem ser geralmente agrupados nas seguintes categorias: (i) trinca induzida por deslizamento cíclico, (ii) cavitação de contorno de grão, (iii) escorregamento de contorno de grão e o desenvolvimento de trincas em cunha, (iv) nucleação e crescimento de vazios a partir de inclusões e precipitados, e (v) oxidação e corrosão.

2.8 OXIDAÇÃO

De acordo com (MORETO, 2008), o oxigênio normalmente provoca oxidação seletiva devido sua afinidade com a maioria dos elementos, sendo que a película formada ou maior parte dela é constituída pelo elemento mais oxidável.

Os materiais utilizados nas indústrias, ou quase todo material está sujeito a corrosão quando expostos a meios oxidantes como, por exemplo, oxigênio, enxofre, dióxido de enxofre e vapor de água (PILLIS; RAMANATHAN, 2002). Através do oxigênio ou uma reação dos elementos do material podem surgir às camadas oxidas ou quando uma atmosfera oxidante é aplicada em um material metálico. A possibilidade do processo de corrosão aumentar, evidentemente será ditada pela camada de óxido e de acordo com suas características.

Através de reações exotérmicas tal comportamento é possível em temperaturas elevadas, onde a reação é mais favorecida, as velocidades de oxidação são consideradas maiores e o decréscimo de energia livre é menor. (CALLISTER JR., 2008).

A alta integridade na superfície do metal é dada pelo crescimento lento das camadas protetoras. O equilíbrio estabelecido nos contornos da fase do metal é obtido com os elétrons através dos defeitos de rede (vacâncias, intersticiais) e a difusão dos cátions e/ou ânions dando formas a elementos na camada de óxido.

2.8.1 OXIDAÇÃO EM ALTAS TEMPERATURAS

A resistência à oxidação em altas temperaturas tornou-se um requisito primordial para as superligas de níquel nos últimos anos e o conhecimento dos aspectos básicos da oxidação das superligas em altas temperaturas é de fundamental importância para o projeto e aplicações destes materiais. A dificuldade

de prever esse tipo de comportamento está relacionada com o fato de que o processo de oxidação é dependente de diversas variáveis, como temperatura, composição química, velocidade, tipo de escoamento e flutuações térmicas do ambiente, que geralmente são de difícil previsão. As ligas são compostas por vários elementos químicos diferentes e cada um destes tem um determinado efeito sobre o comportamento da resistência à oxidação, e a existência de outros fatores, como geometria dos componentes, tensão de serviço e transformações de fase induzidas pela exposição a altas temperaturas ainda complicam mais a situação. Sendo assim, tanto a complexidade das ligas quanto a complexidade do ambiente onde operam influenciam fortemente toda a tecnologia de fabricação e uso dos componentes de turbinas de jatos (SIMS; HAGEL, 1972).

Além disso, o aumento crescente das temperaturas de serviço das superligas tem levado a requisitos cada vez mais exigentes de resistência à oxidação em altas temperaturas, além dos requisitos de resistência mecânica adequada nestas temperaturas elevadas. Revestimentos resistentes à oxidação têm sido desenvolvidos para conferir estabilidade química e mecânica à superfície dos componentes de turbinas de jatos, sem prejuízo às propriedades de tenacidade e ductilidade inerentes às superligas de níquel (SIMS; HAGEL, 1972).

Os efeitos da oxidação na integridade destas superligas podem ser classificados em 4 tipos de processos distintos:

1 - Oxidação superficial: conversão direta de metal em óxido, que diminui a área da seção reta do componente e assim a capacidade de resistir a um carregamento mecânico externo;

2 - Oxidação interna: Reduz ainda mais a capacidade de resistir ao carregamento e impõe concentração de tensões, o que reduz a resistência à fadiga;

3 - Destacamento de óxido: o crescimento heterogêneo da camada de óxido resulta em desajuste cristalográfico entre o óxido e o metal, em esfoliação durante o ciclo térmico e em subsequente oxidação a uma velocidade ainda maior;

4 - Vaporização do óxido: a perda de óxidos protetores como o Cr_2O_3 , reduz a área da seção reta do componente e diminui o teor de cromo da liga, favorecendo a oxidação em velocidades maiores.

Os vários tipos de degradação ambiental que podem ocorrer nas superligas de níquel devem ser abordados sob o ponto de vista da caracterização desses

processos no que se refere à composição química, ao ambiente em que os componentes operam e as condições operacionais.

2.8.2 EFEITOS DA OXIDAÇÃO NAS PROPRIEDADES

A falha de componentes fabricados com superligas de níquel ocorre frequentemente como resultado de um processo de fadiga mecânica, térmica ou ambas, devido à oxidação superficial e interna. Em temperaturas da ordem de 815 °C, ligas como o Inconel X e a Mar-M 200 apresentam vida em fadiga de alto ciclo muito inferior ao ar do que no vácuo. Uma vez que uma trinca penetra na superfície dos óxidos, a absorção de oxigênio na ponta da trinca favorece a sua propagação. Efeitos semelhantes ocorrem durante carregamento em fadiga de baixo ciclo da liga A-286. Em algumas ligas como o Nimonic 90 e o Nimonic 95, o processo de oxidação produz uma redução à metade da resistência à fadiga. A resistência à fadiga térmica das superligas de níquel melhora pelo revestimento, que geralmente minimiza a oxidação interna. Por outro lado, a resistência à fadiga térmica pode melhorar pela solidificação direcionada, que leva os contornos de grãos a se alinharem paralelamente à direção de aplicação da tensão de fadiga, minimizando a área de contornos de grãos expostos à superfície crítica. Evidentemente, a oxidação de contornos de grãos produz autênticos entalhes, que apresentam uma influência nociva no comportamento de resistência à fadiga dos componentes (SIMS; HAGEL, 1972).

O efeito da oxidação, sob condições de ruptura em fluência é, de algum modo, controverso. A redução de área da seção resistente como resultado da formação de óxidos é evidente, porém pequenas profundidades de penetração intergranular também podem levar à falha prematura. Por exemplo, uma penetração de cerca de 2 milímetros de óxido interno numa chapa com 15 milímetros de espessura reduz a resistência efetiva da seção reta em cerca de 27 %.

Contudo, algumas vezes pode ser observado um efeito benéfico da oxidação sobre a resistência mecânica. Sob condições de carregamento estático, a densidade e a distribuição de discordâncias em uma liga determinam a taxa de fluência primária. A presença de zonas uniformes internamente oxidadas pode efetivamente interferir no deslizamento de contornos de grãos e produzir um efeito de endurecimento por dispersão. Por outro lado, já foi observado que a vida útil de

superligas de níquel em condições de ruptura é aumentada quando estas amostras são ensaiadas em ambientes inertes. Adicionalmente, sabe-se que o trincamento no tratamento térmico pós-soldagem pode ser eliminado através do tratamento térmico em ambientes “isentos de oxigênio”, indicando que as superligas de níquel podem ser submetidas a um ataque intersticial acelerado semelhante à corrosão sob tensão. Este tipo de comportamento ainda não está plenamente compreendido, mas tem recebido a devida atenção na prática industrial (SIMS; HAGEL, 1972).

Os efeitos do destacamento e vaporização de óxidos são complexos e a degradação assim causada é obviamente nociva às propriedades de resistência mecânica em altas temperaturas. A oxidação gera tensões residuais consideráveis, como no caso da liga René 41 submetida a temperaturas da ordem de 980 °C por 100 horas (SIMS; HAGEL, 1972).

2.8.3 OXIDAÇÃO DE SUPERLIGAS DE NIQUEL

As superligas de níquel são complexas, sendo constituídas por muitas fases como carbeto, boretos, nitreto, gama primário, nódulos eutéticos, gama-gama primário e talvez algumas fases do tipo TCP na matriz austenítica. Estas heterogeneidades dificultam qualquer tipo de previsão quanto ao comportamento das ligas em condições operacionais nas quais ocorre oxidação. Entretanto, se os desvios em relação aos sistemas ideais são conhecidos e entendidos, a aplicação dos princípios básicos pode ser usada para descrever ou prever o comportamento da liga no processo de oxidação, mesmo no caso das ligas mais complexas (SIMS; HAGEL, 1972). Para analisar melhor seu comportamento em oxidação, as ligas de níquel são classificadas em dois grupos:

- 1 - Ligas níquel-cromo endurecidas por solução sólida ou pela formação de carbeto;
- 2 - Ligas níquel-cromo-alumínio de maior resistência mecânica endurecidas pela formação de precipitados de fase gama primário.

2.8.3.1 LIGAS DO TIPO NÍQUEL-CROMO

Muitas ligas de níquel resistentes à oxidação se baseiam no sistema níquel-cromo, havendo pequenas adições de silício, zircônio e carbono, adicionados

juntamente com elementos endurecedores por solução sólida como tungstênio, molibdênio, ferro e cobalto, além de elementos fortemente formadores de carbeto, como nióbio e vanádio. Apesar da presença de todos esses elementos de liga, o comportamento em oxidação das superligas de níquel é, de um modo geral, semelhante ao das ligas binárias níquel-cromo. O teor mínimo de cromo necessário para formar uma camada de óxido protetora é da ordem de 20 a 25 %. Nessas ligas forma-se uma fina camada externa de NiO por crescimento acelerado e excessivo nas etapas iniciais do processo de oxidação. Abaixo dessa camada de NiO encontra-se uma camada protetora de Cr_2O_3 , cujo crescimento lento limita a cinética de oxidação, além de uma camada de um espinélio intermediário (NiCr_2O_4). Para ligas mais diluídas, porém com teor de cromo igual ou superior a 14 % aproximadamente, essa estrutura de óxidos se forma e se acumula, porém é destruída por fratura mecânica da camada de óxido. Entretanto, a ruptura da camada protetora é revertida, após formação inicial rápida de NiO no local de fratura, pela formação de filmes de Cr_2O_3 nos contornos de grãos, que em seguida eliminam a possibilidade de qualquer tipo de oxidação interna transiente logo abaixo do local da fratura (SIMS; HAGEL, 1972).

Enquanto a camada protetora de Cr_2O_3 está crescendo, ocorre esvaziamento de cromo na matriz. O perigo associado a esse esvaziamento de cromo é a susceptibilidade desta região diluída à oxidação interna e a formação de NiO se ocorrer a ruptura da camada de óxido. Por este motivo, ao usar o material em forma de chapa, a espessura deve ser grande o suficiente para evitar o esvaziamento completo de cromo na liga durante a vida útil do componente. Infelizmente, em geral é informativo, mas não produtivo, examinar a estrutura e a morfologia dessas camadas não protetoras. Provavelmente serão encontrados óxidos do tipo NiO, NiCr_2O_4 e Cr_2O_3 em camadas estratificadas e alguma oxidação interna, enquanto a cinética da reação é irregularmente rápida e depois lenta (SIMS; HAGEL, 1972).

A liga Inconel 600 apresenta um teor de cromo relativamente baixo, que não garante a proteção contra a oxidação. Entretanto, jateando com partículas abrasivas a superfície do material (liga Ni-Cr), deforma-se a superfície, que com o aquecimento recristaliza, formando grãos finos, e assim melhorando a proteção contra a oxidação. A formação de óxidos nos contornos dos grãos ajuda a formar a camada protetora de Cr_2O_3 , assim como ajuda a melhorar a aderência mesmo com flutuações de temperatura. A pré-oxidação da liga com baixo teor de cromo em atmosfera com

baixa pressão parcial de oxigênio também ajuda a formação da camada protetora de óxido Cr_2O_3 (SLAMA; ABDELLAQUI, 2000).

Estudos aprofundados de oxidação na liga Hasteloy X, revelam a presença de um filme inicial de sílica (SiO_2) no material exposto a uma temperatura inferior a 1100°C . Após algum crescimento “linear” da camada de sílica, uma camada protetora de Cr_2O_3 , e posteriormente outra de espinélio NiCr_2O_4 , se formam na interface metal/sílica. Durante a reação parabólica subsequente, a difusão de cátions na camada de Cr_2O_3 é considerada a etapa controladora do processo, enquanto também ocorre a precipitação interna de óxidos SiO_2 . Elementos que promovem endurecimento por solução sólida, como tungstênio, molibdênio, ferro e cobalto não interferem significativamente no processo de oxidação das superligas de níquel-cromo. Aparentemente o tungstênio e o molibdênio não se oxidam, mas são particionados para o metal. O ferro e o cobalto podem promover a formação de espinélios. Como mencionado anteriormente, pequenas adições de elementos como silício, zircônio, manganês e terras raras podem ter grande influência no processo de oxidação das superligas de níquel (SLAMA; ABDELLAQUI, 2000).

2.8.3.2 LIGAS NIQUEL-CROMO-ALUMÍNIO-TITÂNIO ENDURECIDAS POR PRECIPITAÇÃO

O comportamento destas ligas multicomponentes endurecidas pela fase gama linha pode ser estimado ao se considerar os teores de níquel, cromo e alumínio da liga. Em ligas típicas Ni-Cr-Al, como Udimet 500 e 713C, por exemplo, o espinélio $\text{Ni}(\text{Cr},\text{Al})_2\text{O}_4$ e os óxidos NiO e Cr_2O_3 se formam inicialmente na superfície durante o período de oxidação transiente, que geralmente dura cerca de 1 hora. Depois desse período, ambos os óxidos Cr_2O_3 e Al_2O_3 tornam-se evidentes como grandes óxidos internos precipitados na matriz da liga. As proporções relativas de fases oxidadas interna e superficial inicial dependem dos teores individuais de cada elemento soluto (SLAMA; ABDELLAQUI, 2000). A morfologia no estado estacionário pode ser dos seguintes tipos:

1 - Uma camada de óxido NiO com óxidos internos Cr_2O_3 e Al_2O_3 para ambas as situações nas quais os teores de cromo e de alumínio são relativamente baixos (tipo I);

2 - Uma camada de óxido Cr_2O_3 com óxidos internos Al_2O_3 para elevados teores de cromo (acima de 15 %), porém baixos teores de alumínio (abaixo de 3 %) (tipo II);

3 - Uma camada de óxido formada exclusivamente por $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, no caso de teores de cromo (acima de 15 %) e de alumínio (acima de 3 %) relativamente elevados (tipo III). Evidencia-se que a razão entre os teores de cromo e de alumínio exerce uma importante função no processo de oxidação das superligas de níquel.

A correlação empírica do comportamento em oxidação com a composição química da liga é melhor descrita pelo mapeamento de composição com os mecanismos de oxidação mais comuns em isotermas ternárias. As constantes da taxa de oxidação parabólica no estado estacionário diminuem em mais de uma ordem de grandeza ao passar do tipo I para o tipo II, e novamente ao passar do tipo II para o tipo III. A eliminação do óxido NiO da camada de óxido no estado estacionário ocorre quando a fração volumétrica combinada dos óxidos Cr_2O_3 e Al_2O_3 é suficiente para bloquear a difusão do oxigênio para o interior da matriz. Assim, o crescimento paralelo das partículas de Cr_2O_3 pode levar ao desenvolvimento de uma camada de óxido interna e protetora de Cr_2O_3 . A presença de uma camada interna de Cr_2O_3 reduz drasticamente a atividade local do oxigênio na interface metal – camada de óxido, de modo que ocorre um enriquecimento de partículas de Al_2O_3 . Para ligas do tipo III, que possuem teores de alumínio na liga ou fração volumétrica de Al_2O_3 suficientes, pode se formar uma camada de óxido do tipo $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ abaixo da camada externa de Cr_2O_3 , e a cinética de oxidação adicional é assim minimizada (SIMS; HAGEL, 1972).

Na oxidação de uma superliga de níquel com muitos elementos de liga, como, por exemplo, o IN-100, diferenças locais nas fases superficiais (gama, gama linha, boretos e carbetos), assim como um amplo espectro de afinidades químicas dos elementos de liga, levam a um comportamento em oxidação bastante complexo. Em todo caso, a observação e a identificação de produtos de reações de oxidação, como camadas superficiais e internas de óxidos, a caracterização dos gradientes de composição química da liga, e a determinação da cinética das reações ajudam muito à compreensão racional do comportamento do material no estado estacionário. Pode ser considerada a liga IN-100 como exemplo. Evidentemente, a composição e a afinidade químicas das fases (carbetos, boretos e gama linha, por exemplo), assim como as dos contornos de grãos, variam, e por esse motivo as reações locais de

oxidação também serão diferentes do que é previsto pela termodinâmica. As grandes quantidades de óxidos TiO_2 que existem inicialmente dentro do óxido $(\text{Ni,Co})\text{O}$ básico têm um efeito significativo no comportamento insatisfatório desta liga em oxidação posterior (SIMS; HAGEL, 1972).

O destacamento da camada de óxido que ocorre está relacionado com a segregação e com os carbeto inicialmente presentes na liga. A análise da camada de óxido e de produtos de reações de oxidação abaixo da camada revela que após 100 horas a 870 °C, a principal camada de óxido superficial na liga IN-100 é a fase cúbica $(0,8\text{Ni}, 0,2\text{Co})\text{O}$ contendo consideráveis proporções de “perovskita” NiTiO_3 e espinélio NiCr_2O_4 , que resultam das interações do TiO_2 e do Cr_2O_3 com o óxido cúbico. Os produtos situados abaixo da camada de óxido superficial incluem Al_2O_3 , TiO_2 e TiN , o que indica que uma camada protetora de Al_2O_3 não pode ser formada. A exposição da mesma liga a temperaturas da ordem de 980 °C resulta em considerável destacamento de óxidos na interface $\text{NiTiO}_3\text{-NiCr}_2\text{O}_4$. A oxidação inicial (transiente) a 1100°C introduz maiores quantidades de Al_2O_3 na camada de óxido, de modo a produzir espinélio $\text{Ni}(\text{Cr,Al})_2\text{O}_4$ em solução sólida no estado estacionário. Novamente ocorre destacamento ao longo das interfaces $\text{NiTiO}_3\text{-Ni}(\text{Cr,Al})_2\text{O}_4$, indicando a impossibilidade de incompatibilidade entre estes óxidos (SIMS; HAGEL, 1972).

Este comportamento heterogêneo faz com que a oxidação das superligas seja um processo razoavelmente complexo. A capacidade da superliga se recuperar dos efeitos da oxidação inicial através de interações com óxidos estáveis e da formação de uma camada contínua interna protetora de óxido determina o desempenho das superligas de níquel durante exposição prolongada a altas temperaturas. Nesse sentido, a homogeneidade das ligas trabalhadas lhes dá uma pequena vantagem sobre as ligas fundidas. Entretanto, as interações dos óxidos que produzem óxidos mistos, espinélio e perovskitas, assim como a eventual eliminação de produtos de oxidação situados abaixo da camada de óxido protetora são os fatores mais importantes (SIMS; HAGEL, 1972).

2.8.3.3 EQUAÇÕES DE OXIDAÇÃO

A velocidade com que a oxidação é formada em um dado metal com o tempo é representada por equações em função da espessura da camada de óxido e da

temperatura. Existem três equações principais que exprimem a espessura (Y) da película formada em qualquer metal no tempo (t):

- linear
- parabólica
- logarítmica

2.8.3.4 EQUAÇÃO LINEAR

A constante (K) é a velocidade de oxidação

$$\frac{dy}{dt} = K \quad (25)$$

Integrando, tem-se

$$Y = Kt + A \quad (26)$$

A constante de integração (A) define a espessura da película no período inicial de oxidação. A constante (A) deverá ser desprezada quando a oxidação se iniciar em uma superfície limpa. A equação cuja relação entre o volume de metal consumido e o volume de óxido formado seguida pelos metais é menor que um. Isto é, a película é muito porosa e não impede a difusão. Alguns metais, como por exemplo: Fe, Ti e W, acima de determinadas temperaturas apresentam relação maior do que um, seguindo também esta lei.

2.8.3.5 EQUAÇÃO PARABÓLICA

A película é controlada e a velocidade será inversamente proporcional à espessura da película quando ocorrer a difusão de íons ou a migração de elétrons.

$$\frac{dy}{dt} = \frac{K'}{y} \quad (27)$$

Integrando, tem-se

$$Y^2 = 2K't + A \quad (28)$$

A equação cuja relação entre o volume de metal consumido e o volume de óxido formado seguida pelos metais é maior do que um, isto é, os que formam

películas protetoras pouco porosas. Muitos metais (Fe, Cu, Ni, Cr, Co) seguem esta equação em temperaturas elevadas. Com o aumento da temperatura a película fica mais espessa, dificultando a difusão iônica e a eletrônica (MORETO, 2008). A **Figura 25** mostra uma representação esquemática dos processos de transporte na escala durante o crescimento do óxido.

Figura 31. Representação esquemática dos processos de transporte na escala durante o crescimento do óxido (MORETO, 2008).

A constante de crescimento de óxido é representada por k_p .

2.8.3.6 EQUAÇÃO LOGARÍTIMA

Quando a oxidação ocorre em baixas temperaturas, formando uma película muito fina e pouco permeável, verifica-se

$$\frac{dy}{dt} = \frac{K''}{t} \quad (29)$$

Integrando, tem-se a equação logarítmica.

$$Y = K'' \ln \left(\frac{t}{A} + 1 \right) \quad (30)$$

Oxidação inicial que ocorre geralmente em muitos metais (Cu, Fe, Zn, Ni, Al). No início se oxidam rapidamente e depois sem o aumento da espessura, forma-se lentamente uma película praticamente constante.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL ESTUDADO

As ligas MAR-M247 e MAR-M247(Nb) foram produzidas via forno de indução sob vácuo, na empresa Açotécnica S.A., com capacidade de aproximadamente 20 kg a vácuo onde foram vazadas em moldes cerâmicos produzidos pela técnica de cera perdida. Os moldes apresentaram dimensões aproximadamente iguais aos corpos-de-prova dos ensaios de tração a quente e fadiga em alta temperatura.

As ligas estudadas foram vazadas em forma cilíndrica em dois lotes, conforme mostra a **Figura 33** referente ao lote denominado um e **Figura 34** referente ao lote denominado dois. Os cilindros da **Figura 33** foram usinados para produzir corpos de prova específicos para serem utilizados nos ensaios de tração a temperatura ambiente e em alta temperatura. Os cilindros da **Figura 34**, lote dois, foram cortados e usinados em corpos de prova específicos para realização dos ensaios de fadiga isotérmica. Devido a uma quantidade baixa de material do lote denominado um, para execução dos ensaios, houve a necessidade da produção do lote denominado dois. As diferentes dimensões dos materiais fornecidos ocorreram devido a um diferente molde utilizado pela empresa responsável na fundição da liga.

Figura 32. Geometria e dimensões das amostras vazadas para produção dos corpos de prova utilizados no ensaio de tração. Dimensões em mm.

Figura 33. Geometria e dimensões das amostras vazadas para produção dos corpos de prova utilizados no ensaio de fadiga isotérmica. Dimensões em mm.

3.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração foram realizados segundo as normas ASTM E8M-90a e ASTM E21-09, nas temperaturas ambiente e superior à ambiente, respectivamente, com velocidade de ensaio de 0,5 mm/min utilizada em todas as temperaturas. Para cada temperatura foram ensaiados no mínimo dois corpos de prova cilíndricos, cujas dimensões estão mostradas nas **Figuras 35 e 36**. Apesar dos corpos de prova de tração apresentados nas **Figuras 35 e 36** possuírem dimensões distintas, seguem as normas descritas anteriormente. Essa diferença nas dimensões ocorreu pelo aproveitamento do material preparado para a realização de outros ensaios de fadiga, pois foram encontrados problemas na quantidade de matéria prima tendo em vista o valor agregado ser bastante alto.

Para os ensaios em todas as temperaturas ensaiadas foi utilizada uma máquina servo-hidráulica MTS de 250 kN de capacidade, equipada com um controlador computadorizado que realiza aquisições e análise de dados. Para os ensaios realizados nas temperaturas de 250, 500, 700, 800, 900 e 1000 °C foi utilizado um forno de indução para aquecimento do corpo de prova e um extensômetro MTS para medidas a altas temperaturas modelo 632.54F14, constituído de duas hastes de cerâmica, acopladas ao corpo de prova por um sistema de molas, conforme mostrado nas **Figuras 37 e 38**.

A temperatura foi medida com um pirômetro da marca Raytek GmbH, modelo RaysxsmTCF1L2, utilizando como referência a temperatura ambiente, devidamente calibrado. Os corpos de prova foram mantidos pelo menos 20 minutos na temperatura de ensaio antes de ser ensaiados para permitir a homogeneização da temperatura, e a variação de temperatura foi controlada mantendo-se no intervalo de $\pm 3^{\circ}\text{C}$ permitido pela norma ASTM E21-09.

Figura 36. Visão geral do aparato de ensaios mostrando o forno de indução e a máquina servo-hidráulica MTS 810.

Através dos ensaios de tração foram determinados os valores do limite de escoamento, s_e , limite de resistência a tração, s_r , redução de área, %RA e percentual de alongamento.

A **Figura 38** apresenta o aparato de ensaio para fadiga isotérmica composto de garras, pirômetro infravermelho, extensômetro e a bobina do forno de indução.

Figura 37. Sistema de garras, pirômetro infravermelho, extensômetro e a bobina do forno de indução utilizado nos ensaios de fadiga isotérmica.

3.3 ENSAIO DE MACRODUREZA

Foram realizados dez medições de dureza Rockell C e convertidas em Vickers (HV) das superligas MAR M247 e MAR M247(Nb) em uma máquina de ensaios Leco RT-240, com penetrador de diamante de 150 kgf, como pode ser visto na **Figura 39**.

Figura 38. Dispositivo de medição de dureza Rockell C utilizado neste projeto.

3.4 ENSAIO DE MICRODUREZA

Foram realizadas dez medições de Microdureza Vickers (HV) das superligas MAR M247 e MAR M247(Nb) utilizando-se um Microdurômetro Leica VMHT-MOT, com penetrador de diamante, como mostra a **Figura 40** abaixo. Foram aplicados 10 gf nos precipitados e 100 gf na matriz, com o intuito de analisar a diferença das microdurezas dos precipitados γ' e da matriz γ formados em cada superliga em estudo.

Figura 39. Visão geral do equipamento de medições de Microdureza Vickers.

3.5 ANÁLISE METALOGRÁFICA

As amostras para exame metalográfico foram preparadas segundo a norma ASTM E3-11 (2007), sendo utilizado polimento mecânico nas lixas de 80 a 1200 com acabamento final em alumina de 0,1 μm . O melhor ataque químico para revelar a macroestrutura, foi obtido com a solução de KALLING. Para melhor análise microestrutural das fases γ e γ' , foram utilizadas a solução de MARBLE'S para a fase γ e uma solução com Ácido Clorídrico (HCL), Etanol e Peróxido de Hidrogênio (H_2O_2) para a fase γ' . A macrografia foi analisada na seção longitudinal tangencial do material fornecido, utilizando uma máquina Canon PowerShot Pro1 de 8 megapixels para a captura das imagens. As análises microestruturais foram efetuadas na seção transversal do material fornecido, como mostra a **Figura 41** e fotografadas utilizando um microscópio óptico da marca Olympus modelo BX60M.

Figura 40. Desenho esquemático onde mostra a posição das seções do material fornecido. Seção F análise microestrutural e seção H macroestrutural.

3.6 ENSAIO DE OXIDAÇÃO

Estes ensaios foram realizados para as ligas em estudo, aço inox 304 e aço carbono 1020 utilizando-se o método gravimétrico, com determinação do ganho de massa por unidade de área em função da temperatura e do tempo. A escolha pelo aço inox 304 e pelo aço carbono 1020 ocorreu para demonstrar e comparar a superliga com os materiais que existem no mercado, sabendo que o aço inox é resistente a oxidação e o aço carbono é um material muito utilizado na área industrial.

Os corpos de prova foram preparados de acordo com a norma ASTM G54-84, sendo cortados a partir das barras fundidas e usinados em forma de pequenas pastilhas com aproximadamente 14 mm de diâmetro e 6 mm de espessura. Suas superfícies foram lixadas a partir de lixas com grana 80 até a grana 1200, para que os riscos deixados pela lixa anterior fossem eliminados, somente permanecendo os riscos da lixa nº 1200. Todos tiveram o mesmo acabamento superficial.

A limpeza superficial foi realizada com álcool para desengraxar a amostra, seguida de lavagem final com éter etílico e secagem com ar quente.

Para determinação do ganho de massa dos corpos de prova, utilizou-se uma balança analítica marca Sartorius modelo BL210S com precisão de 0,01mg.

As pesagens dos materiais foram feitas em uma sequência de horas dobradas, começando por uma hora, depois duas, quatro e assim seguiu até completar o ensaio. Ao efetuar as pesagens com horas dobradas foi verificado o tipo de comportamento de ganho de massa dos materiais. Para evitar perdas de óxidos durante o período de resfriamento com o fenômeno do destacamento de óxidos, os cadinhos foram devidamente protegidos por meio de tampas específicas quando retirados do forno.

As temperaturas de ensaio foram de 500°C, com tempo de permanência de até 470 horas e 1000°C, com tempo de permanência de até 360 h.

3.7 ENSAIOS DE FADIGA DE BAIXO CICLO

A ideia inicial era realizar o ensaio de fadiga de baixo ciclo para cinco níveis de tensão com os parâmetros abaixo descritos. Foram utilizados 15 corpos de prova para cada temperatura estudada, sendo utilizados 3 espécimes para cada um dos 5 níveis de tensão ensaiados. Segundo a norma ASTM E739-10, com os parâmetros utilizados, pôde-se encontrar o percentual de replicação dos ensaios, de acordo com a equação 31.

$$\% \text{ replicação} = 100.[1 - (n^{\circ} \text{ de níveis de tensão} / n^{\circ} \text{ total de espécimes})] \quad (31)$$

O percentual de replicação encontrado para estes ensaios foi de 66,66%, onde, segundo a norma ASTM E739-10 são dados de projeto aceitáveis.

Os ensaios de fadiga de baixo ciclo foram realizados de acordo com a norma ASTM E466-07, em uma máquina servo-hidráulica MTS de 250 kN de capacidade, equipada com um controlador computadorizado. Os ensaios foram realizados em controle de deformação total, com $R = -1$ (tensão média igual a zero, portanto ciclo completamente reverso), utilizando onda senoidal na frequência de 1 Hz. Esta frequência foi escolhida em função da capacidade de resposta do conjunto extensômetro e máquina de ensaio, precisamente para observar o efeito da fluência durante ensaio. O comportamento geral da fluência é baseado em um carregamento uniaxial em tração à temperatura e cargas constantes. Com aplicação da carga existe uma deformação instantânea que é essencialmente elástica e, num curto período de tempo, ocorrem ajustamentos plásticos adicionais nos pontos de tensão

Figura 42. A imagem do item (a) mostra uma visão geral do aparato montado para a realização do ensaio de fadiga de baixo ciclo a alta temperatura, em (b) detalhes do pirômetro de medição da temperatura e em (c) detalhe do corpos de prova sendo ensaiado a alta temperatura e do extensômetro utilizado.

Durante os ensaios de fadiga de baixo ciclo, as histereses tensão-deformação foram registradas automaticamente em um microcomputador, assim como as alterações na tensão máxima com o número de ciclos. A histerese tensão-deformação correspondente ao ciclo estável, considerada ocorrer na metade da vida

da amostra, foi utilizada para calcular as deformações elásticas e plásticas, conforme a **Figura 30**.

Através dos dados obtidos a partir da histerese estável de cada nível de deformação e com a ajuda de um editor gráfico, foram construídas as curvas deformação-vida (ϵ -N), para níveis de amplitude de deformação total igual 0,2%, 0,4% e 0,8%.

3.8 ENSAIOS FADIGA DE ALTO CICLO

Foram utilizados 15 corpos de prova para cada temperatura estudada, sendo 3 corpos de prova para cada um dos 5 níveis de tensão ensaiados. Segundo a norma ASTM E739-10, pôde-se encontrar o percentual de replicação dos ensaios, de acordo com a equação 21.

O percentual de replicação encontrado para estes ensaios foi de 66,66%, que, segundo a norma ASTM E739-10, são dados de projeto aceitáveis.

Os ensaios de fadiga de alto ciclo foram realizados segundo a norma ASTM E466-07, utilizando uma máquina servo-hidráulica MTS de 250 KN de capacidade, operando sob controle de carga, com $R = -1$, tensão média igual a zero, portanto ciclo completamente reverso e onda senoidal na frequência de 1 Hz. Esta frequência foi utilizada no intuito de observar a ocorrência do fenômeno da fluência no ensaio e tendo em vista as restrições operacionais do extensômetro.

Os corpos de prova, com as mesmas geometrias e dimensões dos ensaios de fadiga de baixo ciclo, **Figura 42**, foram fixados através do mecanismo hidráulico da garra com 500 psi, utilizado no ensaio para garantir melhor rigidez do sistema, parâmetro fundamental em carregamento de ciclo completamente reverso.

Os corpos de prova foram preparados de acordo com a norma ASTM E606-04, usinados a partir das barras fundidas. Suas superfícies foram lixadas a partir de lixas com grana 80 até grana 1200, sendo que os riscos deixados pela lixa anterior eram eliminados, somente permanecendo os riscos da lixa 1200. Depois de lixados, os corpos de prova foram polidos com óxido de cromo, com o objetivo de padronizar a rugosidade superficial.

Os corpos de prova de fadiga foram ensaiados a 700°C e 900°C, sob controle de tensão. Foi utilizado um sistema de garras hidráulicas próprio para altas temperaturas, MTS modelo 680.01B. A resistência à fadiga foi pré-determinada

como a maior tensão na qual os corpos de prova não fraturaram até 5×10^5 ciclos. Curvas de amplitude de tensão em função do número de ciclos foram levantadas das duas ligas estudadas.

A tensão do corpo de prova foi medida e controlada através de um software específico para este método, desenvolvido pela MTS SYSTEM, conforme mostrado na **Figura 44 (a)**.

Figura 43. Imagens que mostram em (a) Aparato montado utilizado no ensaio de fadiga de alto ciclo e em (b) detalhe do corpos de prova a 700°C e em (c) a 900°C.

3.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDX

Com a finalidade de caracterização dos precipitados e das fraturas encontradas no ensaio fadiga, foram feitas análises no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) marca Zeiss-Leica, modelo 440. A **Figura 45** apresenta o equipamento utilizado.

Figura 44. Microscópio eletrônico de varredura marca Zeiss-Leixa, modelo 440.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E ANÁLISE METALOGRÁFICA

A **Tabela 12** apresenta os resultados das análises químicas realizadas nos materiais MAR-M247 e MAR-M247 (Nb). Comparando-se com os valores nominais estabelecidos na **Tabela 6**, nota-se que todos os elementos químicos analisados estão rigorosamente dentro da faixa de valores especificados pelo Aerospace Structural Metals Handbook (KATTUS, 1999).

Tabela 12. Resultado da análise química das superligas estudadas.

Elemento	O	N	S	C	Si	Mn	P	Cr	Mo	Fe	V	W	Cu	Al	Co	Nb	Ti	Sn	Mg	B	Ni	Hf	Ta	Zr
MAR-M247	4 ppm-p	9 ppm-p	0,003	0,11	0,062	<0,01	<0,0001	8,38	0,64	0,07	0,03	9,55	0,015	5,9	10	<0,02	1,06	<0,006	<0,002	0,016	59,7	1,32	3,12	0,051
MAR-M247(Nb)	6 ppm-p	18 ppm-p	0,003	0,12	0,035	<0,01	<0,0001	8,49	0,64	0,08	0,03	9,48	<0,0050	6	10	1,76	1,08	<0,0006	<0,002	0,017	60,6	1,38	0,09	0,054

As **Figuras 45, 46 e 47** apresentam macrografias das superfícies dos materiais do primeiro e do segundo lote, depois de lixados, polidos com oxido de cromo e atacados. Os materiais foram atacados com reagente de Kalling, possibilitando a visualização macrográfica das orientações dos contornos de grãos do material MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Figura 45. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 do primeiro lote, atacado com reagente de Kalling.

Ambos os materiais apresentam solidificação transversal, favorecendo uma tensão acumulativa nos contornos de grão quando colocado em serviço (BHAUMIK et al., 2002). Os materiais apresentaram também heterogeneidade microestrutural, com grãos de diversos tamanhos e orientações.

Figura 46. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 (Nb) do primeiro lote, atacado com reagente de Kalling.

Nota-se que não há um controle microestrutural do tamanho de grão que é de vital importância, para que se tenha um balanço entre grãos excessivamente finos, que decrescem a resistência à ruptura e fluência e grãos excessivamente grandes, que reduzem as propriedades de tração e fadiga (BRADELEY, 1988; DONACHIE, 1985; MEI; SILVA, 1988). É importante mencionar que geralmente, grãos pequenos, produzidos por uma solidificação relativamente rápida, melhoram a resistência em temperaturas baixas e intermediárias (até 815°C). Para altas temperaturas, grãos grosseiros produzidos em menores taxas de solidificação são preferíveis pela sua resistência à fluência.

É possível notar a partir das macrografias que as ligas produzidas não passaram pelo processo de solidificação direcional, pois os grãos cresceram sem uma direção específica padronizada, portanto são resultados de uma solidificação convencional.

É importante também mencionar que a orientação cristalográfica dos grãos também influencia nas tensões térmicas tendo em vista a mudança do módulo de elasticidade com a orientação dos grãos. A estabilidade dos valores da propriedade é diretamente influenciada pela estabilidade metalúrgica sendo que quaisquer alterações microestruturais que ocorrem durante a longa exposição a altas temperaturas sob tensões, causam mudanças contínuas nas propriedades. Por exemplo, se a fase torna-se γ' , a tensão diminui.

O material MAR-M247 (Nb) do primeiro lote, **Figura 46**, apresenta grãos maiores no centro da amostra, quando comparados com o material MAR-M247, **Figura 45**.

Figura 47. Montagem da macrografia da seção longitudinal do material MAR-M247 (Nb) do segundo lote, atacado com reagente de Kalling.

O material MAR-M247 (Nb) do segundo lote apresenta microestrutura com grãos colunares mais finos e grãos menores comparados ao material do primeiro lote.

As **Figuras 48 e 49** apresentam a microestrutura obtida por meio de microscopia óptica sem ataque químico das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) brutas de fusão nas seções transversais do material como recebido. As imagens revelam carbonetos do tipo MC em uma matriz gama. Foi necessário atacar a amostra para visualizar o composto intermetálico gama linha. Não foi possível observar boretos por esta técnica possivelmente pelo seu tamanho reduzido demais para sua verificação.

(c)

Figura 48. Microestrutura do material MAR-M247 sem ataque. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 500x. (c) Aumento de 1000x.

(a)

(b)

(c)

Figura 49. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) sem ataque. (a) Aumento de 200x. (b) Aumento de 500x. (c) Aumento de 1000x.

As **Figuras 50 e 51** apresentam microestruturas atacadas com reagente de Marble's dos materiais MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) revelando uma microestrutura bruta de fusão dendrítica com a presença de compostos intermetálicos da fase gama linha na região interdendrítica e precipitados do tipo carbonetos como, por exemplo, MC, $M_{23}C_6$, M_6C , M_7C_3 (raro), onde o M significa um ou mais tipos de átomos de metal. Resultado também encontrado por Farina et al. (2006).

(g)

Figura 50. Microestrutura do material MAR-M247 atacado com reagente de Marble. (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 51. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) atacado com reagente de Marble. (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.

As **Figuras 52 e 53** observadas por microscopia óptica apresentam as microestruturas brutas de fusão dos materiais MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) respectivamente atacados com uma mistura de HCL, Etanol e H_2O_2 , ambas revelando a forma da estrutura dendrítica dos compostos intermetálicos na região interdendrítica do material e precipitados do tipo MC.

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

(g)

Figura 52. Microestrutura do material MAR-M247 atacado com uma mistura de HCL, Etanol e H_2O_2 . (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 53. Microestrutura do material MAR-M247 (Nb) atacado com uma mistura de HCL, Etanol e H_2O_2 . (a) Aumento de 50x. (b) Aumento de 100x. (c) Aumento de 200x. (d) matriz e (e) precipitados, Aumento de 500x. (f) matriz e (g) precipitados, Aumento de 1000x.

Através de análises efetuadas nas figuras atacadas encontramos uma fração de compostos intermetálicos de 48 a 55%, para superliga MAR-M247 e MAR-M247 (Nb). As porcentagens encontradas, apesar de um pouco inferior ao da literatura, contribuem significativamente nas propriedades mecânicas dos materiais, pois é nas regiões interdendríticas que encontrasse a maior parte da fase γ' , carbonetos e até fases eutéticas.

4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Objetivando-se a condução da melhor explanação relativo a análise microestrutural dos materiais foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura em amostras das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb). Foram observadas a morfologia da matriz e a distribuição dos precipitados e fases. Devido

a um problema no equipamento não foi possível utilizar o detector BSE, impossibilitando a visualização da fase γ' em contraste químico.

Para uma explanação da superfície dos materiais em estudos, foram preparadas amostras através de corte, lixamento da amostra em várias granulometrias de lixa (de 100 a 2000) e posteriormente foram polidas com oxido de cromo. Todas as imagens obtidas no MEV foram obtidas diretamente das superfícies dos materiais em estudo. A seguir, são apresentadas imagens da matriz e dos precipitados das superligas em estudo.

As imagens da **Figura 54** mostram a matriz gama e precipitados do tipo carboneto do material MAR-M247(Nb) sem ataque, formados durante o processo de solidificação.

Figura 54. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura do material MAR-M247 (Nb), sem ataque. (b, c e d) são maiores aumentos de uma região da imagem (a).

A **Tabela 13** mostra a análise feita utilizando-se a técnica de EDX de forma semi-quantitativa no carboneto do material MAR-M247 (Nb), como indicado na **Figura 55**.

Tabela 13. Análise EDX realizado no carboneto do material MAR-M247 (Nb).

Tipo de Elemento	Elemento, %
Si	2,24
Ti	10,84
Cr	0,71
Co	0,75
Ni	4,84
Nb	46,81
Mo	2,04
Hf	31,77
Total	100,00

Figura 55. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura onde pode-se observar na elipse amarela, o precipitado que foi utilizado para a microanálise por energia dispersiva de raios X (EDX) no material MAR-M247 (Nb).

As imagens da **Figura 56** apresentam a matriz e precipitados do tipo carboneto do material MAR-M247 formados na solidificação. Os precipitados desta liga também apresentam, em sua grande maioria, morfologia acicular.

Figura 56. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura do material MAR-M247.

A **Tabela 14** mostra a análise feita pela técnica semi-quantitativa de EDX, a forma no precipitado do material MAR-M247, indicado na **Figura 57** através da elipse amarela indicada na figura.

Tabela 14. Resultado da microanálise de EDX realizada no precipitado do material MAR-M247.

Tipo de Elemento	Elemento, %
Si	19,84
Ti	9,04
Cr	2,50
Co	1,64
Ni	10,29
Mo	1,13
Hf	9,51
Ta	46,06
Total	100,00

Figura 57. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura onde se observa na elipse amarela, o precipitado utilizado para a microanálise por energia dispersiva de raios X (EDX) no material MAR-M247.

Ambos os materiais em estudo apresentaram a matriz e os precipitados que são denominados de carbonetos. O material MAR-M247 apresenta carbonetos de (Ti, Cr, Co, Ni, Hf e Ta), o material MAR-M247 (Nb) apresenta carbonetos de (Ti, Ni, Nb, Mo e Hf). Os carbonetos encontrados são próximos dos resultados encontrados por Szczotok et al. (2006), do tipo MC, ou sejam, M_6C e $M_{23}C_6$. Uma melhor análise deve ser feita para determinação de qual carboneto está presente nos materiais em estudo, pois muitas vezes eles formam aglomerados contendo carbonetos de composições químicas diferentes, mas de nível de cor cinza muito semelhante, o que não permite a sua avaliação quantitativa computacional (SZCZOTOK et al., 2006).

4.3 ENSAIO MONOTÔNICO DE TRAÇÃO

A **Figura 58** apresenta o comportamento do material MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) nos ensaios tração realizado na temperatura ambiente, 250, 500, 700, 900 e 1000°C.

Figura 58. Gráfico de tensão versus deformação da liga MAR-M247 e MAR-M247 (Nb) nas diversas temperaturas de ensaio.

As **Figuras 59, 60 e 61** apresentam alguns parâmetros monotônicos das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb), obtidas nos ensaios de tração, em função das temperaturas de ensaio nas temperaturas ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C. Estes parâmetros foram estudados para observar a variação das propriedades mecânicas com o aumento progressivo da temperatura, resultados importantes para o entendimento dos fenômenos de fadiga e no uso destes em projetos de palhetas de turbina.

Figura 59. Variação do limite de escoamento nas temperaturas ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Figura 60. Variação do Módulo de elasticidade na temperatura ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Figura 61. Variação do Limite de Resistência na temperatura ambiente, 250, 500, 700, 800, 900 e 1000°C, das superligas MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Tabela 15. Resultados de parâmetros monotônicos de tração das superligas MAR-M247 e (Nb).

Material	Temperatura (°C)	S _e (0,2%) (MPa)	S _R (MPa)	R.A. (%)	Alongamento (%)	E (GPa)
MAR-M247 (Nb)	Ambiente	913,1	960,1	9,9	1,8	199,4
	250	937,0	937,0	23,7	1,1	191,4
	500	817,9	896,9	7,6	1,7	200,5
	700	875,6	1039,7	5,7	2,1	153,4
	800	826,1	887,7	14,1	1,7	104,9
	900	604,9	705,7	8,2	2,1	117,5
	1000	332,1	384,2	21,0	2,3	40,3
MAR-M247	Ambiente	884,9	1023,7	13,2	3,4	188,3
	250	822,7	988,6	7,7	1,9	177,7
	500	830,9	923,9	16,1	1,5	174,8
	700	866,7	1032,8	8,4	2,6	158,1
	800	780,5	864,3	11,4	2,1	105,8
	900	630,8	745,1	7,9	1,0	111,6
	1000	346,6	396,9	16,7	2,2	70,6

Observa-se na **Tabela 15** e nas **Figuras 59, 60 e 61** que os limites de escoamento, de resistência até 700°C e módulo de elasticidade até 500°C de ambos os materiais permaneçam quase estáveis. Com o aumento da temperatura os limites de escoamento, de resistência e módulo de elasticidade decresçam com o aumento

da temperatura, fazendo com que as propriedades de resistência dos materiais em estudo diminuam com o aumento da temperatura. Estes valores aproximam-se dos limites relatados por KATTUS (1999).

Na **Figura 59** nota-se uma alteração do comportamento de decrescimento do limite de escoamento tendo um pico máximo de ganho de propriedade em 700 °C, o que posteriormente volta a cair agora assintoticamente em uma maior taxa. Na **Figura 60** nota-se um comportamento de decrescimento do módulo de elasticidade tendo um pico máximo de ganho de propriedades em 500 °C e posteriormente volta a cair assintoticamente em uma maior taxa. Na **Figura 61** nota-se uma alteração do comportamento de decrescimento do limite de resistência, tendo pico máximo de ganho de propriedade em 700 °C, o que posteriormente volta a cair assintoticamente em uma taxa maior.

Com relação às porcentagens de redução de área e de alongamento, observa-se na **Tabela 15** uma variação dos valores para cada temperatura, que pode ser decorrente de vários fatores. Da literatura de tratamentos térmicos de superligas à base de Ni (American Society, 1980), verifica-se que as propriedades mecânicas dependem diretamente das características microestruturais da fase de composto intermetálico ordenada γ' , como o tamanho, fração volumétrica, desajuste dos reticulados de γ' e da matriz γ . O composto intermetálico γ' são sempre coerentes com a matriz e com relações de orientação tipo cubo/cubo com a fase desordenada, mas podem ter forma esferoidal ou cuboidal, a depender da fração volumétrica, composição química e tratamentos térmicos. A fase γ' endurece a liga por dois mecanismos diferentes: as tensões de coerência dificultam o movimento das discordâncias na fase γ' e em segundo lugar, quando as discordâncias estão escorregando pelo reticulado γ' elas criam contornos de anti-fase, devido à estrutura ordenada. Para precipitados pequenos e/ou quando o desajuste do reticulado da fase γ' em relação à matriz γ é mínimo, a fase ordenada tende a ter formato esferoidal. Quando existe grande desajuste em relação à matriz γ , à medida que crescem, as partículas tendem à formar estrutura cuboidal.

4.4 ENSAIOS DE DUREZA

Na **Tabela 16** estão exibidos os valores das durezas, bem como a média dos valores obtidos nas dez medições realizadas em pontos distintos dos corpos de prova MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Tabela 16. Medições de dureza Vickers (HV) realizada nos materiais MAR-247 e Mar 247 (Nb) dos materiais.

Dureza – Vickers (HV)		
Medições	Nb	Ta
1	418,6	423,0
2	432,9	434,0
3	435,2	454,4
4	428,5	449,6
5	425,2	452,0
6	431,8	435,2
7	434,0	447,2
8	427,4	442,4
9	435,2	441,2
10	428,5	436,4
Média	429,73	441,54
Desvio padrão	4,95	9,16

Observa-se, na **Tabela 16**, que o material MAR-M247 apresenta uma dureza um pouco maior do que o material MAR-M247 (Nb). Essa diferença é possivelmente proveniente dos precipitados formados durante a solidificação do material.

4.5 MICRODUREZA

A **Tabela 17** apresenta os valores de microdureza, juntamente com a média das dez medições realizada em pontos distintos dos corpos de prova MAR-M247 e MAR-M247 (Nb).

Tabela 17. Medições de microdureza em distintas regiões dos materiais estudados.

Microdureza – Vickers (HV)				
Medições	Matriz		Precipitados	
	Nb	Ta	Nb	Ta
1	447	433	866	2042
2	432	446	692	2382
3	401	453	1813	1543
4	411	439	546	2747
5	420	447	711	1146
6	442	453	687	1554
7	421	446	1702	3757
8	456	464	2287	2591
9	451	466	1857	1184
10	462	471	878	2555
Média	434,3	451,8	1203,9	2150,1
Desvio padrão	19,43	11,53	603,67	776,38

A **Figura 62** mostra, pela indicação das setas, os pontos onde foram realizadas a medição da microdureza na matriz e no precipitado, marcado pelo indentador de diamante, nas superligas estudadas.

Figura 62. As setas indicam os pontos onde foram efetuadas as medições da microdureza, nos materiais estudados. (a) MAR-M247. (b) MAR-M247 (Nb).

Observando a **Tabela 17** e a **Figura 61** verifica-se que ambos os materiais apresentam dureza da matriz muito inferiores comparados aos carbonetos precipitados na matriz, pois a matriz é composta por finos precipitados do tipo carbonetos e de uma fase gama austenítica de dureza relativamente baixa comparada as demais. Quando se compara apenas a matriz dos materiais MAR M247 (Nb) e MAR-247 nota-se uma media das durezas maior encontrada para o material com Ta, esta mesma tendência muito mais acentuada se verifica quando se compara os carbonetos.

A variação encontrada nos valores de microdureza das medições realizadas deve-se possivelmente ao fato de no caso da matriz pode-se realizar medições em regiões com maior concentração de finos carbonetos, portanto variando a dureza local e no caso dos carbonetos deve-se possivelmente ao caso de nunca conseguir pegar toda a região do mesmo, sempre medindo parte da matriz.

4.6 ENSAIOS DE OXIDAÇÃO

Foi estudada a resistência à oxidação em ar nas temperaturas de 500 e 1000°C e tempos de permanência de até 468 horas. As **Figuras 63 (a)** e **(c)** apresentam os fornos utilizados em suas respectivas temperaturas. Percebe-se que o controlador do forno esta abaixo da temperatura setada no controlador do forno dita temperatura de controle, mas no interior do forno a temperatura estava corretamente controlada através de um termopar do tipo K e um termômetro digital da marca FLUKE, mostrados nas **Figuras 63 (b)** e **(d)** todos devidamente calibrados.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 63. Equipamentos utilizados para ensaio de oxidação. (a) Forno a 491°C. (b) Termômetro digital indicando a temperatura de ensaio de 500°C do forno. (c) Forno a 982 °C. (d) Termômetro digital indicando a temperatura de ensaio de 1000°C no forno.

Todas as amostras utilizadas nos ensaios estão ilustradas na **Figura 64**, mostrando suas superfícies antes do ensaio de oxidação, portanto após o processo de lixamento da qual foi passado. E importante salientar que os corpos de prova após serem lixados ficaram devidamente protegidos de oxidação em dessecadores

Figura 64. Superfície das amostras antes da realização dos ensaios de oxidação.

A **Figura 65** apresenta o gráfico dos ensaios de oxidação de todas as ligas estudadas, na temperatura de 500°C. Os materiais ganharam massa e apesar de apresentar uma variação, todos tiveram o ganho de massa do tipo parabólica.

Figura 65. Variação da massa de todos os corpos de prova em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

As **Figuras 67 a 69** mostram a variação de massa que cada corpo de prova teve durante o ensaio de oxidação, na temperatura de 500°C.

Figura 66. Variação de massa da superliga MAR-M247 (Nb) em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

Figura 67. Variação de massa da superliga MAR-M247 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

Figura 68. Variação de massa aço inox 304 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

Figura 69. Variação de massa do aço carbono 1020 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

Observando os gráficos das **Figuras 66 a 69**, as superligas e o aço inox ganham menos massa que o aço carbono 1020. A quantidade de massa ganha pela superliga é muito próximo do aço inox.

A **Figura 70** apresenta o interior do forno a 1000°C, com as amostras sendo ensaiadas e o termopar utilizado para o controle da temperatura do forno.

Figura 70. Imagem onde mostra o interior do forno na temperatura de ensaio de 1000°C.

A **Figura 71** mostra os gráficos do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C para todos os materiais ensaiados no intuito de se fazer uma comparação do comportamento de ganho de massa de todos estes.

Figura 71. Variação da massa de todos os corpos de prova em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.

Os gráficos apresentados na **Figura 71** exibem o ganho de massa dos materiais ensaiados, o aço carbono 1020 apresenta um ganho de massa acentuado. Dentre os materiais ensaiados, as superligas foram as que tiveram um ganho de massa mais lento do que os demais materiais, fato descrito por Hussain et al. (2004) no ensaio de uma superliga a base de níquel Hastelloy c-4, na temperatura de 1000°C em ar.

As **Figuras 72 a 75** mostram a variação de massa de cada corpo de prova durante o ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C.

Figura 72. Variação de massa superliga MAR-M247 (Nb) em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.

Figura 73. Variação de massa da superliga MAR-M247 em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.

Figura 74. Variação de massa aço inox 304 em função do tempo, na temperatura de 1000°C em ar.

Figura 75. Variação de massa do aço carbono 1020 em função do tempo, na temperatura de 500°C em ar.

Diferentemente do ensaio realizado a 500°C o aço inox apresentou um comportamento linear no ensaio de oxidação a 1000°C, conforme o gráfico da

Figura 74. O resultado difere de Karini et al. (2008) e com um material diferenciado, porem à base de cromo Qiumin et al. (2010), ambos encontraram uma parábola no ensaio de oxidação que realizaram na temperatura de 1000°C ao ar. Algumas variações no ganho de massa podem ser vistas nos gráficos das **Figuras 67, 68, 72 e 73**, que são variações decorrentes da perda de massa do cadinho utilizado nos ensaios, devido a impurezas ou até mesmo uma reação com o material ensaiado.

Comparando o desempenho dos materiais em estudo, ambos ganharam maior quantidade de massa quando exposto a temperatura de 1000°C. Entre os materiais expostos a temperatura de 500°C, o aço Inox 304 foi o que ganhou menos massa, seguido pela superliga MAR-M247 (Nb) e MAR-M247 e pelo aço carbono 1020. Na temperatura de 1000°C as superligas MAR-M247 (Nb) e MAR-M247 apresentaram comportamento parecido, com um ganho de massa próxima entre si e menor que os demais materiais. Foram seguidos pelo aço carbono 1020 e o aço Inox 304.

O aço Inox teve um destacamento de material da amostra maior do que os demais materiais, como se observa na **Figura 75 (e) e (f)**, depois de 46 horas.

(g)

(h)

Figura 76. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois de 46 horas. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.

Apesar do tempo do ensaio ser relativamente baixo mas dentro da norma, a **Figura 76** ilustra uma diferença considerável na estrutura dos materiais. Enquanto as superligas apresentam visualmente uma camada de óxido na superfície do material, o aço Inox tende a se esfoliar com severos destacamentos conforme o tempo de ensaio e o aço carbono exibe um aspecto de material escamado sem destacamento (ganhando massa), com o tempo de ensaio.

Na **Figura 77**, as amostras são exibidas após o termino do ensaio de oxidação a 1000°C, ao ar. Nota-se que em comparação com a **Figura 76**, as amostras da superliga apresentaram uma pequena mudança superficial, enquanto que o aço Inox perdeu mais material e o aço carbono apresenta um aspecto de tumescência superior. Estas observações explicam a excente resistência a oxidação das superligas.

(a)

(b)

(c)

Figura 77. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, h) Aço carbono 1020.

A temperatura de trabalho de um equipamento é um fator muito importante para escolha do material a ser usado na fabricação de seus componentes. Pode-se visualizar isto pela **Figura 78**, que apresenta as imagens após o termino do ensaio de oxidação na temperatura a 500°C.

Figura 78. Característica das amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 500°C ao ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247 (Ta). (e, f) Aço Inox 304. (g, h) Aço carbono 1020.

Ao se comparar a **Figura 77** com a **Figura 78**, os materiais MAR-M247(Nb) e MAR-M247 não apresentaram visualmente variações nas dimensões das amostras, em ambas as temperaturas de ensaio. O aço Inox não apresentou mudança visual nas dimensões das amostras para a temperatura de 500°C e o mesmo não aconteceu para a temperatura de 1000°C, onde as amostras perderam massa ao se esfoliar e destacar. O aço carbono 1020 não apresentou visualmente mudanças nas dimensões das amostras na temperatura de 500°C, entretanto na temperatura de 1000°C houve uma mudança significativa nas dimensões das amostras.

Para visualizar melhor as condições que as amostras ficaram depois dos ensaios de oxidação, a **Figura 79** exibe todas amostras do ensaio de oxidação a 500°C, com maior aumento.

(a)

(b)

(c)

(d)

(e)

(f)

Figura 79. Amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 500°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, f) Aço carbono 1020.

A **Figura 80** exibe as condições que as amostras do ensaio de oxidação a 1000°C ficaram após o termino do ensaio, com mesmo aumento que a figura anterior.

Figura 80. Amostras do ensaio de oxidação na temperatura de 1000°C em ar, depois do termino do ensaio. (a, b) MAR-M247 (Nb). (c, d) MAR-M247. (e, f) Aço Inox 304. (g, h) Aço carbono 1020.

4.7. 4.7 ENSAIO DE FADIGA DE BAIXO CICLO

Os resultados obtidos a partir dos ensaios de fadiga de baixo ciclo, para o material MAR-M247 (Nb) na temperatura de 700°C estão apresentados nas **Figuras 81 a 83**. A **Figura 81** ilustra a curva de histerese com amplitude de deformação de 0,8%, dividida em deformações plástica e elástica por meio da tecnica normativa. O ensaio foi realizado sob onda senoidal e frequência de 1 Hz sendo que o corpo de prova atingiu apenas 11 ciclos até a ruptura portanto como a vida era reduzida demais com amplitude de deformação de 0,8% a mesma foi diminuida para 0,4%.

Figura 81. Histerese de deformação do ensaio de fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,8%, no ciclo 7, para material MAR-M247 (Nb).

Com amplitude de deformação de 0,4%, o material não apresenta deformação plástica, apenas elástica, conforme é mostrado na **Figura 82**.

Figura 82. Fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,4% no ciclo 191, para o material MAR-M247 (Nb).

Diminuindo a amplitude de deformação para 0,2% o comportamento do material é praticamente o mesmo de 0,4%, sem deformação plástica, apenas elástica, conforme mostrado na **Figura 83**.

Figura 83. Fadiga de baixo ciclo com deformação de 0,2% no ciclo 162, para o material MAR-M247 (Nb).

A partir da análise dos resultados encontrados no ensaio $\epsilon-N$, foi decidido alterar o foco do estudo em questão, pois quando a deformação total do ensaio é aumentada acima de 0,8%, a vida em fadiga é muito curta, fugindo das características do ensaio $\epsilon-N$. Diminuindo a deformação total para 0,4 ou 0,2%, o material apresentará apenas deformação elástica. O intervalo de ensaio torna-se muito reduzido, entre 0,5 e 0,7% de deformação total para estudo, com vidas em fadiga muito curtas, portanto inviabilizando o seu estudo. Para melhor entendimento da análise explanada anteriormente, a **Tabela 18** mostra os números de ciclos para cada material falhar em seus respectivos níveis de deformação.

Tabela 18. Vida em fadiga total, elástica e plástica, para as deformações estudadas.

Corpo de prova	$\Delta\epsilon_t/2$ (%)	2Nf
1	0,8	22
2	0,4	588
3	0,2	158306

4.8 FADIGA DE ALTO CICLO

Os resultados e a curva da tensão em função do número de ciclos para falhar (S-N) obtidos nos ensaios de fadiga de alto ciclo a 700°C e 900°C da superliga MAR-M247 (Nb), com controle de carga e ciclo completamente reverso $R = -1$, estão apresentados nas **Tabelas 19 e 20** e na **Figura 84**, respectivamente.

Tabela 19. Dados de entrada e resultados dos ensaios de fadiga da superliga MAR-M247 (Nb) na temperatura de 700°C.

CP	Frequência (Hz)	S_m (MPa)	S_a (MPa)	S_{min} (MPa)	S_{max} (MPa)	Nf (ciclos)
25	1	385	315	70	700	294
10	1	385	315	70	700	360
24	1	385	315	70	700	285
22	1	330	270	60	600	7572
28	1	330	270	60	600	936
31	1	330	270	60	600	1626
26	1	275	225	50	500	8016
21	1	275	225	50	500	8223
29	1	275	225	50	500	4219
19	10	275	225	50	500	18487
37	1	255,75	209,25	46,5	465	9013
6	1	255,75	209,25	46,5	465	2983
36	1	255,75	209,25	46,5	465	8158
33	1	233,75	191,25	42,5	425	500000
7	1	233,75	191,25	42,5	425	87507
34	1	233,75	191,25	42,5	425	26790
30	1	192,5	157,5	35	350	500000

Tabela 20. Dados de entrada e resultados dos ensaios de fadiga da superliga MAR-M247 (Nb) na temperatura de 900°C.

CP	Frequência (Hz)	S _m (MPa)	S _a (MPa)	S _{min} (MPa)	S _{max} (MPa)	Nf (ciclos)
4	1	275	225	50	500	477
17	1	275	225	50	500	431
18	1	275	225	50	500	783
5	1	233,75	191,25	42,5	425	1163
3	1	233,75	191,25	42,5	425	1732
13	1	233,75	191,25	42,5	425	2435
14	1	200,75	164,25	36,5	365	6790
12	1	200,75	164,25	36,5	365	2257
11	1	200,75	164,25	36,5	365	9637
1	1	165	135	30	300	82647
16	1	165	135	30	300	34689
2	1	165	135	30	300	225476
15	1	110	90	20	200	494564
9	1	110	90	20	200	122861
8	1	110	90	20	200	448783

A **Figura 84** apresenta a curva comparativa da amplitude de tensão em função da vida em fadiga da superliga MAR-M247 (Nb) nas temperaturas 700 e 900°C no intuito de verificar a influencia da temperatura no comportamento em fadiga de alto ciclo para a liga estudada.

Figura 84. Gráfico comparativo da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar da superliga MAR-M247 (Nb), nas temperaturas de 700 e 900°C.

No gráfico da **Figura 84**, o material apresenta uma brusca diminuição da vida em fadiga quando ocorre o aumento da temperatura de ensaio. Comparando os níveis de amplitude de tensão de 500 e 425 MPa nas temperaturas 700 e 900° C, os números de ciclos encontrados para falhar, são bastante diferentes. Na tensão de 500 MPa a 700° C foi determinada uma vida próxima de 10^4 ciclos, enquanto que na mesma tensão a 900° C a vida encontrada foi abaixo de 10^3 ciclos. Já na tensão de 425 MPa a 700° C foi determinada uma vida próxima de 10^5 ciclos, enquanto na mesma tensão, a 900° C, uma vida um pouco acima de 10^3 ciclos. Este comportamento se deve ao deslocamento da curva para a esquerda, devido possivelmente as alterações microestruturais como formações de precipitados durante o ensaio e ao processo de oxidação responsável pela nucleação antecipada devido a irregularidades superficiais promovidas pelo processo oxidativo e ao fenômeno de fluência que é mais pronunciado em maiores temperaturas,

acarretando normalmente a diminuição da vida em fadiga, a diminuição do limite de resistência, portanto da resistência em fadiga, sendo uma competição entre todos estes fatores.

Foi realizado um ensaio em um corpo de prova, portanto mostrando apenas a tendência a 700° C com uma tensão de 500 MPa e mas com a frequência de 10 Hz (e não 1 Hz) para verificar se a frequência do ensaio influenciaria no comportamento da vida em fadiga. Observando o ponto triângulo da **Figura 84** é possível observar uma tendência a um aumento de vida em fadiga com o aumento da frequência. Este fato pode ser explicado, pois quanto maior a frequência, menor e a influencia do processo de fluência na falha do material, portanto tende-se a diminuir a vida em fadiga quando diminui a frequência por estar mais tempo sujeito a esta condição.

As **Figuras 85 e 86** apresentam um tratamento estatístico dos dados obtidos nos ensaios de fadiga, de acordo com a norma ASTM E739-10, todos estes dados com uma confiabilidade de 95%.

Figura 85. Tratamento estatístico dos dados obtidos para a superliga MAR-M247 (Nb), na temperatura de 700°C. Confiabilidade de 95%.

Figura 86. Tratamento estatístico dos dados obtidos para a superliga MAR-M247 (Nb), para 900°C. Confiabilidade de 95%.

Após a análise de todos os dados estatísticos, foi possível identificar uma dispersão de dados analisando um mesmo nível de tensão em ambas as temperaturas ensaiadas da superliga estudada e desta forma, alguns dados ficaram do lado de fora do limite de confiabilidade de 95%, de acordo com a norma ASTM E739-10.

Tal fato, como dito anteriormente, deve-se as mudanças microestruturais ocorridas durante o ensaio em alta temperatura bem como acabamento superficial, oxidação a alta temperatura e as condições microestruturais dos materiais advindas do processo de fundição como poros e impurezas.

A superfície de fratura dos corpos de prova, após a obtenção das imagens foram analisadas para identificar o sitio de nucleação da trinca e se possível o modo de fratura.

As **Figuras 87(a) a (f)** mostram as diferentes regiões de nucleação de trinca por fadiga (sítios), em diferentes tensões e temperaturas de ensaio.

Figura 87. Superfície de fratura obtida por estéreo microscopia dos corpos de prova. (a, c, e) ensaiados a 700°C. (b, d, f) ensaiados a 900° C.

A partir da análise da **Figura 87** é possível observar que em ambas as temperaturas, as amostras apresentam a região de nucleação parecida, partindo da superfície e propagando-se radialmente para o restante do corpo de prova, ver sítios pelas indicações das setas. Normalmente o processo de fadiga inicia-se na superfície tendo em vista ser uma região que forma concentradores de tensão devido ao escorregamento das bandas de deslizamento, somando-se a este fato o processo de oxidação superficial que introduz concentradores de tensão devido ao processo de perda de massa localizada.

Os diferentes tipos de fratura ocorreram com a variação da amplitude de tensão aplicada no ensaio. Para 191 MPa a uma temperatura de 700°C e 90 MPa a uma temperatura de 900°C, os corpos de prova apresentam uma tendência de vida infinita (10^6), e conseqüentemente, foi possível visualizar na superfície uma região grande do processo de propagação estável da trinca. Este comportamento pode ser observado nas **Figuras 87 (c, d, e e f)**. Com uma amplitude de tensão de 315 e 215 MPa, o corpo de prova tem uma tendência de vida curta, apresentando uma região de propagação estável reduzida e uma superfície de fratura irregular. De todos os fatores que podem influenciar no comportamento de um material em fadiga, os principais são a temperatura, o acabamento superficial, oxidação, a estrutura formada após a solidificação e os mecanismos de fluência que operam simultaneamente.

As **Figuras 88 a 105** indicam as regiões onde as trincas nuclearam em ambas as temperaturas de ensaio, por meio de imagens obtidas de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). As setas indicam a região de nucleação da trinca por fadiga.

Figura 88. Fractografia do espécime 6 (fratura com 2983 ciclos) da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.

Figura 89. Região próxima ao sítio de nucleação do espécime 6 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.

Pode-se observar na **Figura 90** e mais em detalhe na **91** o tipo transgranular de fratura ocorrida nos ensaios de fadiga de alto ciclo, com alguns poros e óxidos formados devido à temperatura elevada.

Figura 90. Ampliação da figura anterior do espécime 6 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C. Como o CP fraturou com apenas 2963 ciclos a região de propagação estável e muito pequena por isso esta difícil de ver.

Figura 91. Imagem ampliada da figura anterior

A partir da análise da **Figura 92** realizada no corpo de prova 7 que fraturou com 87507 ciclos e possível observar por meio da seta a exata localização em que a trinca nucleou (sitio), a região de propagação estável da trinca (dentro do círculo) e

a região de fratura final do corpo de prova (restante). Nota-se que a trinca não nucleou na superfície e sim próximo a ela.

Figura 92. Regiões de fratura do espécime 7 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C, indicado pela seta.

As **Figuras 93 e 94** apresentam a região de nucleação da trinca do corpo de prova 7 e indicam que a nucleação ocorreu no interior e se propagou para as extremidades do corpo de prova. Tal comportamento ocorre devido a concentradores de tensão como poros, impurezas do material onde favorecem a nucleação da trinca prematura.

Figura 93. Região de nucleação da trinca do espécime 7 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C onde observa-se um derrame de inclusões e poros.

Figura 94. Região ampliada de nucleação da trinca do espécime 7 da superliga MAR-M 247 (Nb) ensaiado a 700°C.

A partir da análise da **Figura 95** realizada no corpo de prova 9 que fraturou com 122.861 ciclos é possível observar por meio da seta a exata localização em que a trinca nucleou (sitio), a região de propagação estável e grande da trinca e a região de fratura final do corpo de prova (restante). Nota-se que a trinca nucleou na superfície e propagou até a fratura.

Figura 95. Fractografia do espécime 9 onde mostra a região de nucleação da trinca por fadiga (seta) da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C, indicado pela seta.

Figura 96. Ampliação da imagem anterior onde evidencia a região de nucleação da trinca do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.

Figura 97. Detalhe da região de nucleação das trincas do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.

Nota-se analisando a **Figura 97** irregularidades na região de superfície do CP (setas) provenientes possivelmente devido ao acabamento superficial somado ao processo de oxidação do CP.

A **Figura 98** mostra a região de nucleação ampliada podendo observar a fratura do tipo transgranular e os óxidos formados durante o ensaio.

Figura 98. Ampliação da região de nucleação do espécime 9 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.

A partir da análise da fractografia do corpo de prova 15 (fratura com 494564 ciclos) mostrada da **Figura 99** pode-se observar a região principal de nucleação das trincas indicadas pela seta, a região de propagação estável delimitado pelo círculo e de fratura final, restante. A partir da análise da **Figura 100** é possível observar duas regiões de nucleações de trincas distintas, que possivelmente nuclearam-se em planos diferentes e encontraram-se formando um declive na superfície de nucleação. Tal comportamento pode ser visto com maior detalhe na **Figura 101**. Uma nucleação (interna) deve-se ao fato da presença de impurezas e vazios e a outra superficial a oxidação somada a concentradores formados na banda de deslizamento “slip bands”.

Figura 99. Fractografia do espécime 15 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C.

Figura 100. Fractografia com maior ampliação da figura anterior.

Figura 101. Detalhe da região de nucleação do espécime 15 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C onde evidencia com clareza os dois sítios de nucleação de trinca.

A partir da análise da **Figura 102** realizada no corpo de prova 17, que fraturou com 431 ciclos fica difícil indicar a região ou as regiões onde a trinca nucleou (sítios), pois a fratura ocorreu de forma frágil.

Figura 102. Região de nucleação do espécime 17 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 900°C, indicada pelas setas.

Na **Figura 103** é ilustrada a possível região de nucleação de trinca mostrada pela seta do corpo de prova 24 onde ocorreu após 285 ciclos. As **Figuras 104** e **105** mostram a região de nucleação da trinca ampliada.

Figura 103. Possível região de nucleação de trinca por fadiga do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C, indicado pela seta.

Figura 104. Maior ampliação da possível região de nucleação da trinca do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.

Figura 105. Detalhe da possível região de nucleação ampliada do espécime 24 da superliga MAR-M247 (Nb) ensaiado a 700°C.

5 CONCLUSÕES

As composições químicas das duas superligas metálicas investigadas no presente estudo estão em conformidade aos padrões estabelecidos pelas normas e pelos fabricantes.

As análises macrográficas revelaram que o primeiro e o segundo lote apresentaram variações no tamanho e forma de solidificação dos grãos diferentes, tal efeito influencia no comportamento do material em serviço, pois sem um controle adequado da solidificação o material poderá apresentar comportamentos mecânicos variados.

Nas análises micrograficas pôde ser visualizado fases γ , precipitados do tipo MC, regiões dendríticas e interdendríticas no material MAR-M247 quanto MAR-M247(Nb).

As análises feitas na estrutura dos materiais utilizando-se a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelaram que ambos os materiais MAR-M247 e MAR-M247(Nb) apresentam precipitados aciculares e vários outros vários formatos. O ensaio de EDX realizado na liga MAR-M247 comprovou que os carbonetos contem alto teor de Ni e Ta. Já na liga MAR-M247 (Nb) pode ser verificado alto teor de Ti, Nb e Hf em seus precipitados, fazendo com que as propriedades monotônicas de tração da superliga melhorem significativamente.

Os resultados obtidos nos ensaios tração das superligas estudadas demonstram uma diminuição no limite de escoamento, módulo de elasticidade e limite de resistência conforme o aumento da temperatura. Ambas as superligas MAR-M247 e MAR-M247(Nb) apresentaram os valores dos parâmetros de limite de escoamento, módulo de elasticidade e limite de resistência, muito próximos nas temperaturas estudadas, demonstrando que a mudança do elemento Ta pelo Nb na superliga não apresentou uma variação significativa nestas propriedades mecânicas. Em relação ao percentual de redução de área os resultados demonstram haver um comportamento aleatório entre as superligas e entre as temperaturas de cada superliga. Esta variação é decorrente dos fatores estruturais e microestruturais da produção das superligas, formação das fases γ e γ' na solidificação e possivelmente formação de precipitados durante o ensaio.

A média das durezas encontradas nos materiais demonstra que a superliga MAR-M247 apresenta uma dureza maior que a superliga MAR-M247(Nb), devido

aos precipitados formados durante a solidificação do material, portanto os precipitados do tipo TaC encontrados são muito mais duros que os do tipo NbC. Os ensaios de microdureza comprovam que a superliga MAR-M247 revela a matriz e os precipitados mais resistentes que a superliga MAR-M247 (Nb), provenientes da solidificação, da composição da liga e dos precipitados formados.

As superligas revelaram alta resistência à oxidação. Dos materiais utilizados no ensaio a 500°C as superligas MAR-M247, MAR-M247 (Nb) e o aço inox 304 foram os que menos ganharam massa, seguido pelo aço carbono 1020. Para esta temperatura, tanto as superligas MAR-M247, MAR-M247 (Nb), como o aço inox apresentaram um resultado satisfatório, resistindo a aproximadamente 500 horas de exposição a 500°C. No ensaio a 1000°C apenas as superligas tiveram um baixo ganho de massa, seguido pelo aço inox 304 e o aço carbono 1020. Além do baixo ganho de massa, as superligas não apresentam grandes variações na geometria do corpo de prova, ao contrario das amostras com o aço inox 304 que perdeu massa devido ao destacamento de material do corpo de prova e o aço carbono, que apresentou elevado ganho de massa, apresentando um aspecto de material inchado. Portanto, as superligas tiveram comportamento satisfatório, resistindo a aproximadamente 300 horas de exposição a 1000°C.

A partir dos resultados dos ensaios de fadiga de alto ciclo foi possível observar o efeito deletério do aumento da temperatura no comportamento destes materiais ensaiados. Com o aumento da temperatura de 700 a 900°C as superligas tiveram suas vidas diminuídas, deslocando os dados para a esquerda do gráfico S-N tendo em vista principalmente a diminuição das propriedades mecânicas de tração. A temperatura não foi o único fator que influenciou tal comportamento, e outros mecanismos como a oxidação, a fluência e defeitos gerados no processo de fundição e solidificação do material também contribuíram para esta variação. Os resultados encontrados nos ensaios estão dentro do limite de confiabilidade de 95% segundo a norma ASTM E739-10, e os ensaios realizados a 900°C estão menos dispersos do que os realizados a 700°C tendo em vista possivelmente ao fato de a 900°C a nucleação esteja sendo governada pelo processo de oxidação.

Através da análise fractográfica por microscopia eletrônica de varredura, foi possível observar as regiões de nucleação de trincas das ligas ensaiadas, bem como o tipo de fratura ocorrida e os óxidos formados durante o ensaio. As regiões de fratura apresentaram nucleações de trincas diferenciadas, ou seja, as nucleações

foram iniciadas normalmente em pontos da superfície dos corpos de prova, mas ocorreram também próximo a mesma, no centro. Tal comportamento pode ser visto com mais nitidez em corpos de prova que demoram mais a fraturar, pois apresentam uma área maior onde as trincas propagaram-se, são mais lisas. Diferentemente dos corpos de prova que fraturam rápido demais, que apresentam pouca área de propagação das trincas antes de fraturar. As superfícies de fratura que apresentaram irregularidades são decorrentes de vazios, poros, tensões geradas com a alta temperatura, facilitando a nucleação precoce das trincas.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- 1 - Efetuar análise mais detalhadas das microestruturas dos materiais no estado bruto de fusão e analisar as macrográfias, micrográficas e via microscópio eletrônico de varredura das amostras após ensaios de fadiga, para demonstrar se a ocorrência nas mudanças microestruturais durante o ensaio, devido ao elevado tempo em exposição em altas temperaturas.
- 2 - Determinar a vida em fadiga a 10^6 .
- 3 - Definir e calcular a espessura do óxido formado no ensaio de oxidação.

REFERÊNCIAS

AL-SUGAIR, F.H. (1992). Explicit cyclic J-integral expressions for low-cycle fatigue modeling of plane stress crack problems. **Engineering Fracture Mechanics**, Amsterdam, v. 43, n. 3, p. 313-320.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. (2010). **ASTM A 287**: standard specification for steel castings, iron-chromium and iron-chromium-nickel, heat resistant, for general application. Philadelphia.

_____. (2010). **ASTM A494**: standard specification for castings, nickel and nickel alloy. Philadelphia.

_____. (2011). **ASTM E03 - 11**: standard guide for preparation of metallographic specimens. Philadelphia.

_____. (2009). **ASTM E21 - 09**: standard test methods for elevated temperature tension tests of metallic materials. Philadelphia.

_____. (2007). **ASTM E466 - 07**: standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials. Philadelphia.

_____. (2004). **ASTM E468 - 90**: standard practice for presentation of constant amplitude fatigue tests results for metallic materials. Philadelphia.

_____. (2005). **ASTM E606 - 04**: standard test method for strain-controlled fatigue testing. Philadelphia.

_____. (2010). **ASTM E739 - 10**: standard practice for statistical analysis of linear or linearized stress-life (S-N) and strain-life (ϵ -N) fatigue data. Philadelphia.

_____. (2011). **ASTM E8M**: standard test methods for tension testing of metallic materials. Philadelphia.

_____. (1996). **ASTM G54 - 84**: standard practice for simple static oxidation testing. Philadelphia.

BALDAN, A. (1992). Dislocation Substructure and Slip Systems in the Aluminium-Rich Ternary gamma ' Phase of Al--Ni--Hf and Al--Ni--Ta Alloys. **Zeitschrift Metallkunde**, v. 77, p. 298–305.

BANNANTINE, J. A.; COMER, J. J.; HANDROCK, J. (1990). **Fundamentals of Metal Fatigue Analysis**. Prentice Hall: New Jersey, 273 p.

BHAUMIK, S.K. et al. (2002). Failure of turbine rotor blisk of an aircraft engine. **Engineering Failure Analysis**, Amsterdam, v. 9, n. 3, p. 287-301, Jun.

BICEGO, V. (1989). Low-cycle fatigue life predictions in terms of an EPFM small crack model. **Engineering Fracture Mechanics**, Amsterdam, v. 32, n. 3, p. 339-349.

- BRADLEY, E. F. (1988). **Superalloy**: a technical guide. Materials Park: ASM International, 280 p.
- BRESCIANI, E. F. (1997). **Seleção de metais não ferrosos**. Campinas: UNICAMP.
- BUI-QUOC, T.; BIRON, A. (1978). Comparison of low-cycle fatigue results with axial and diametral extensometers. **Experimental Mechanics**, New York, v. 18, n.4, p.127-33.
- CAHN, R. W.; HAASEN, P.; KRAMER, E. J. (1996). **Materials Science and Technology**. Weinheim: VCH. 8 v.
- CALLISTER Jr., W. D. (2008). **Ciência e engenharia de materiais**. 7. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos.
- CASTRO, J. T. P.; MEGGIOLARO, M. A. (2009). **Fadiga, técnicas e práticas de dimensionamento estrutural sob cargas reais de serviço**. Seattle: CreateSpace.
- CHRISTIAN, J. W. (1965). **Theory of Transformations in Metals and Alloys**. Oxford: Pergamon Press.
- COFFIN JR., L. F. (1954). A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal. **Transactions of the ASME**, New York, v. 76, p. 931-950.
- DELGADO, I. R. et al. (2005). Strain-life assessment of grainex Mar - M 247 for NASA's turbineseal test facility. **Journal of Engineering for Gas Turbines and Power**, New York, v. 127, n. 3, p. 615-620, July.
- DIETER, G. E. (1981). **Metalurgia Mecânica**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois.
- DONACHIE, M. J. (1985). Superalloys. In: METALS Handbook. Ohio: Metals Park.
- DOWLING, N. E. (2007). **Mechanical behavior of materials**: engineering methods for deformation, fracture and fatigue. 3. ed. Lebanon: Pearson Prentice Hall.
- FARINA, A. B. et al. (2006). Nicralc: uma família de ligas fundidas resistentes ao desgaste baseadas no composto Ni_3Al – caracterização por MEV e Difração de raios-x. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS, 17., 2006, Foz do Iguaçu. **Anais...** [S. l.; s. n.].
- FAUPEL, J. H.; FISHER, F. E. (1981). **Engineering design**: a synthesis of stress analysis and materials engineering. New York: John Wiley.
- FUCHS, H. O.; STEPHENS, R. I. (1980). Constant amplitude fatigue tests and data. In: _____. **Metal fatigue in engineering**. New York: John Wiley. cap. 5, p. 56-104.

GAMBONI, O. C. (2011). **Estudo do efeito do ambiente no comportamento em fadiga de novas ligas 'AL' de grau aeronáutico**. 164 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de São Carlos; Instituto de Física de São Carlos; Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2011.

GROSDIDIER T.; HAZOTTE A.; SIMON A. (1998). Precipitation and dissolution processes in γ' single crystal nickel-based superalloys. **Materials Science and Engineering: A**, Amsterdam, v. 256, n. 1, p. 183-196.

GROSSKREUTZ, J. C. (1972). Strengthening and fracture in fatigue (Approaches for achieving high fatigue strength). **Metallurgical and Materials Transactions B**, New York, v. 3, n. 5, p. 1255-1262, May.

HARRIS, K.; ERICKSON, G. L.; SCHWER, R. E. (1986). **Development of the single-crystal alloys cm sx-2 and cm sx-3 for advanced technology turbine engines**. New York: American Society of Mechanical Engineers. (Technical Paper 83-GT-244).

HARRIS, K.; ERICKSON, G. L.; SCHWER, R. E. (1985). Directionally solidified ds cm 247 lc--optimized mechanical properties resulting from extensive γ' solutioning. In: INTERNATIONAL GAS TURBINE CONFERENCE AND EXHIBIT, 30., 1985, Houston. **Proceedings...** New York: ASME.

HEINZ, A.; NEUMANN, P. (1990). Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel. **Acta metalurgica et materialica**, Amsterdam, v. 38, n. 10, p. 1933-1940.

HETNARSKI, R. B. (1991). **Thermal stresses II: mechanics and mathematical methods - a series of handbooks**. Amsterdam: [s. n.]. 2 v.

HUANG H. E.; KOO C. H. (2004). Characteristics and Mechanical Properties of Polycrystalline CM 247 LC Superalloy Casting. **Materials Transactions**, Sendai , v. 45, n. 2, p. 562-568.

HUSSAIN, N. et al. (2004). High-Temperature Oxidation Behavior of HASTELLOY C-4 in Steam. **Oxidation of Metals**, New York, v. 61, n. 5-6, p. 355-364.

JACKSON W. J. (Ed.). (1981). **Steel castings design: properties and applications**. Suwanee: Steel Castings.

KANAZAWA, K. et al. (1981). The mechanism of low-cycle fatigue crack formation related to annealing twin boundaries in austenitic stainless steels. **Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan**, Tokyo, v. 21, n. 10, p. 708-15.

KARINI, N. et al. (2008). Characterization of the oxides formed at 1000 °C on the AISI 304 stainless steel by X-ray diffraction and infrared spectroscopy. **Applied Surface Science**, Amsterdam, v. 254, n. 8, p. 2292-2299, Feb.

KARUNARANTE, M. S. A.; CARTER, P.; REED, R. C. (2001). On the diffusion of aluminium and titanium in the Ni-Al-Ti system between 900 and 1200° C. **Acta Materialia**, Amsterdam, v.49, n.5, p.861–875, Mar.

KATTUS, J. R. (1999). **Aerospace structural metals handbook, Ni-Base alloys, MAR-M247**. [S.l.:s.n.].

KELLER, D. J. (1992). **Introduction to regression**. Fairview Park: RealWorld Quality Systems.

LUKAS, P.; KLESNIL, M. (1978). Fatigue limit of notched bodies. **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v. 34, n. 1, p. 61-66, Jun.

MARIN-MEIZOSO, A. et.al. (1993). Application of J-integral to low-cycle fatigue of 316L stainless steel at 600-625°C. **International Journal of Fracture**, New York, v. 64, p. R45-9.

MEI, P. R.; SILVA, A. L. C. (1988). **Aços e ligas especiais**. 2. ed. Sumaré: Eletrometal S.A. Metais Especiais.

METALS handbook: properties of superalloys. (1980). Ohio: Metals Park. p. 242-268.

METALS handbook: properties and selection - nonferrous casting alloys and special – nickel and nickel alloys. (1992). Ohio: Metals Park. v. 15, p. 1798-1810.

MITCHELL, M. R. (1978). Fundamentals of modern fatigue analysis for design. In: MATERIALS SCIENCE SEMINAR, 1987, St. Louis. Proceedings... St. Louis, p. 385-437.

MORETO, J. A. (2008). **Avaliação do desempenho de aços inoxidáveis ferríticos com relação a propriedades mecânicas e oxidação em altas temperaturas**. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.

PILLIS, M. F.; RAMANATHAN, L. V. (2002). **Microstructural Characterization of Reaction Products on Iron Based Alloys Exposed to H₂/H₂S Atmospheres at high temperature**. Materials Research, v. 5, n. 3, p. 349-355.

PROVAN, J. W.; ZHAI, Z. H. (1991a). Fatigue crack initiation and stage-I propagation in polycrystalline materials. I: micromechanisms. **International Journal of Fatigue**, Amsterdam, v. 13, n. 2, p. 99-109.

PROVAN, J. W.; ZHAI, Z. H. (1991b). Fatigue crack initiation and stage-I propagation in polycrystalline materials. II: modeling. **International Journal of Fatigue**, Amsterdam, v. 13, n. 2, p. 110-116, Mar.

QIUMIN, J. et al. (2010). High-temperature oxidation of duplex stainless steels S32101 and S32304 in air and simulated industrial reheating atmosphere. **Corrosion Science**, Amsterdam, v. 52, n. 9, p. 2846-2854.

REDMOND, J. D. (1986). Selecting second-generation duplex stainless steels. **Chemical Engineering**, New York, v. 93, n. 22, p. 103-105, Nov.

REED, R. C. (2006). **The superalloys: fundamentals and applications**. Cambridge: Cambridge University Press.

SCHULTZ, C. C.; ZIEN, H. M. (1979) Verification of specimens for low-cycle fatigue and cyclic plasticity testing. **Journal of Pressure Vessel Technology**, v. 101, p. 321-327, Nov.

STEEL CASTINGS HANDBOOK. (2004). Crystal Lake: Steel Founder's Society of America. (High Alloy Data Sheets, Corrosion Series, Supplement 8-9).

SHI, H-J.; KORN, C.; PLUVINAGE, G. (1998). High temperature isothermal and thermomechanical fatigue on a molybdenum-based alloy. **Materials Science and Engineering: A**, Amsterdam, v. 247, n. 1, p. 180-186.

SHIGLEY, J. E.; MIRSCHKE, C. R. (1989). Variable loading. In: _____. **Mechanical Engineering Design**. 5. ed. New York: McGraw-Hill. cap. 7, p. 269-322.

SILVA, P. R. S. A. (2011). **Tratamento térmico e caracterização microestrutural da superliga MAR-M247 modificada com nióbio**. Relatório de Iniciação Científica, Lorena.

SILVA, S. S. (1981). Fadiga dos metais. In: DIETER, G.E. **Metalurgia mecânica**. 2.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois. Cap. 12, p. 344-84.

SIMS, C. T.; HAGEL, W. C. (1972). **The Superalloys**. New York: John Wiley.

SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M. (2000). Structural Characterization of the Aged inconel 718. **Journal of Alloys and Compounds**, Amsterdam, v. 306, n. 1-2, p. 277-284, Jun.

SMALLMAN R. E.; BISHOP R. J. (1995). **Metals and Materials**. Amsterdam: Butterworth-Heinemann.

SOUZA, S. A. (1982). Ensaios mecânicos de materiais metálicos: fundamentos teóricos e práticos. 5. ed. São Paulo: Edgard Blücher. Cap. 8: Ensaio de fadiga, p.172-200.

SURESH, S. (1998). **Fatigue of Materials**. Cambridge: Cambridge University Press.

SZCZOTOK, A. et al. (2006). Selection of etching methods of primary carbides in MAR-M247 nickel-base superalloy for computer-aided quantitative metallography. **Materials Characterization**, Amsterdam, v. 56, n. 4-5.

THOMAS, G. B. (1987). The case for standards in high temperature fatigue. In: SKELTON, R. P. (Ed.). **High temperature fatigue: properties and prediction**. Amsterdam: Elsevier. p. 261-299.

TONG, M.; STEINETZ, B. (1997). **Grainex Mar-M 247 Disk FEA Thermal and Stress Analysis**. NASA High Speed Seal Test Rig Engineering Manual. Cleveland: NASA Glenn Research Center. Chapter 7.

TANCRET, F. et al. (2003). Design of a creep resistant nickel base superalloy for power plant applications: part 3 – experimental results. **Material Science and Technology**, v.19, n.3, p.296–302, Mar.

VAREDA, L.V. **Avaliação das propriedades mecânicas de fadiga de baixo ciclo e alto ciclo e tenacidade à fratura de um aço inoxidável austenítico do sistema Cr-Mn-N**. 233 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Carlos, 1997.