

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

DANTE ANTONUCCI DORNELAS

**Caracterização Mecânica em Temperaturas Elevadas
da Superliga MAR-M247**

Lorena - SP

2012

DANTE ANTONUCCI DORNELAS

**Caracterização Mecânica em Temperaturas Elevadas da
Superliga MAR-M247**

Dissertação apresentada à Escola de
Engenharia de Lorena para a obtenção
do título de Mestre em Ciências na área
de Concentração: Materiais metálicos,
cerâmicos e poliméricos.

Orientador:
Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro
Barboza

Edição reimpressa e corrigida

Lorena - SP
Maio, 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

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Dornelas, Dante Antonucci

Caracterização mecânica em temperaturas elevadas da superliga MAR-M247/ Dante Antonucci Dornelas; orientador Miguel Justino Ribeiro Barboza. –ed. reimpr., corr.-Lorena, 2012.

94 f.: il.

Dissertação (Mestre em Ciências – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. MAR-M247 2. Superligas a base de níquel 3. Fluência
I. Título.

CDU 669.018.4

Dedico este trabalho ao mundo. Que ele possa servir a alguém em qualquer lugar que seja.

AGRADECIMENTOS

Primeiro a Deus, pela divindade da vida.

A minha família e amigos, que estão sempre no lugar certo na hora certa.

A minha esposa, por ser a pedra fundamental de minha vida.

À Escola de Engenharia de Lorena, pela formação profissional que me proporciona nestes longos 11 anos em que faz parte de minha história.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena, por todo o suporte que permitiu a realização deste estudo.

Ao Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza, pela paciência, orientação e inspiração durante minha graduação e mestrado.

Aos demais professores, profissionais e colegas envolvidos na execução deste trabalho.

À aluna Rafaela Lisboa Pereira da Rocha, por todo trabalho experimental que constituiu boa parte do presente trabalho.

Ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA) e à Prof. Dra. Danieli Aparecida Pereira Reis, pelos ensaios realizados.

À empresa Açotécnica, que forneceu a matéria prima de estudo deste trabalho.

Agradeço ao aluno Alvaro Guilherme Junqueira dos Santos, que esteve sempre ao meu lado com todo o conhecimento, dedicação e amizade que qualquer pessoa pode esperar no mundo.

“Não vos inquieteis pelo dia de amanhã,
pois o dia de amanhã cuidará de si mesmo.
Basta a cada dia o seu mal”.

Jesus de Nazaré

Mateus 6:34

RESUMO

DORNELAS, D.A. **Caracterização mecânica em temperaturas elevadas da superliga MAR-M247**. 2012. 94p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2012.

A necessidade de trabalhos em altas temperaturas exige o desenvolvimento de materiais com elevada resistência química e mecânica em temperaturas que podem chegar próximas ao seu ponto de fusão. Em especial, os materiais empregados devem apresentar bom comportamento em fluência, de modo a suportar a combinação de altas tensões e altas temperaturas com o mínimo de deformação. O presente trabalho visa caracterizar a superliga MAR-M247, fornecida pela empresa Açotécnica, em condições de fluência para a produção de rotores empregados em turbocompressores automotivos. Os trabalhos são divididos em duas etapas. Na primeira estuda-se a melhor combinação de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, chegando à condição de solubilização por 5 horas a 1250°C e envelhecimento por 20 horas a 980°C. Um trabalho de outro aluno (SILVA, 2011) realiza o mesmo estudo para uma variação da superliga MAR-M247 em que o tântalo é totalmente substituído por nióbio. Neste caso, a melhor condição de tratamento é solubilização a 1260°C por 8 h seguida de envelhecimento duplo por 5 h a 880°C e 20 h a 780°C. Na segunda etapa, os materiais dos dois trabalhos, nas melhores condições de tratamento para cada um, são testados em condições de fluência a 850°C a 370, 390, 410 e 430 MPa. A superliga convencional apresenta os maiores valores de vida em fluência enquanto a modificada apresenta os maiores valores de ductilidade. A análise de fratura dos materiais ensaiados a 390 e 430 MPa mostra a presença massiva de carbonetos em toda a extensão da microestrutura, apresentando, em muitos casos, uma morfologia de “*escrita chinesa*”. Apesar disso, todas as amostras apresentam grande quantidade de vazios, indicando que sua nucleação e crescimento são os responsáveis pela fratura do material.

Palavras chave: MAR-M247. Superligas à base de níquel. Fluência. Alta temperatura.

ABSTRACT

DORNELAS, D.A. **Mechanical characterization of MAR-M247 superalloy at high temperatures.** 2012. 94p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2012.

The need for high temperature work claim for new materials capable of maintain high strength and good corrosion resistance at temperatures that could reach values near their melting point. Such materials must be creep resistant to withstand high levels of tension and temperature. The aim of this work is the characterization of MAR-M247 under creep conditions for the production of automotive turbocharger rotors made by Açotécnica. The work is split in two steps. In the first one, the material is studied to find the best conditions for solution and ageing heat treatments. The result is a solution treatment at 1250°C for 5 h followed by aging at 980°C for 20 h. A work made by another student (SILVA, 2011) makes the same with a modification of MAR-M247 in which tantalum is completely substituted for niobium. The best condition for this case is a solution treatment at 1260°C for 8 h and a double aging treatment at 880°C for 5 h and 780°C for 20 h. At the second part of the work, both the materials are tested under creep conditions at 850°C with 370, 390, 410 and 430 MPa. The conventional superalloy shows the highest values for creep strength and the modified superalloy shows the highest ductility. Fracture surfaces for 390 and 430 MPa showed brittle carbides with “chinese script” morphology. Conversely, holes are present on all four materials what shall mean that its nucleation and growth was the most probably fracture path.

Keywords: MAR-M247. Nickel-based superalloys. Creep. High temperature.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação de um turbocompressor em um motor automotivo. Adaptado de (TURBO TECH 101, 2009).....	23
Figura 2 - Representação do ciclo de um motor a diesel ideal. Adaptado de (Wikipedia, 2011).	24
Figura 3 - Comparação da resistência mecânica em função da temperatura para diversos materiais. Adaptado de (D'OLIVEIRA, sem data).....	26
Figura 4 - Principais elementos químicos presentes na composição das superligas. Adaptado de (REED, 2006).	29
Figura 5 - Estruturas cristalinas das fases (a) γ e (b) γ' . Adaptado de (BHADESHIA, 2009).	32
Figura 6 - Evolução da morfologia da fase γ' . Adaptado de (GROSDIDIER; HAZOTTE; SIMON, 1998).	32
Figura 7 - Diagrama esquemático mostrando tensões de coerência em uma superliga. (a) δ positivo (b) δ negativo. Adaptado de (REED, 2006).	33
Figura 8 - Carbonetos do tipo MC. Adaptado de (SZCZOTOK, 2011).	34
Figura 9 - Carbonetos com morfologia de escrita chinesa. Adaptado de (BOR; CHAO; MA, 1999).....	37
Figura 10 - Curva de fluência para as condições de altas e baixas temperaturas. Adaptado de (EVANS; WILSHIRE, 1993; BLUM; WISENLOHR; BREUTINGER, 2002).....	41
Figura 11 - Estágios do processo de fluência. Adaptado de (PEREZ, 2004).	42
Figura 12 - Mecanismos de fluência: (a) por difusão de Nabarro e Herring; (b) por difusão de Coble. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).	45

Figura 13 - Mecanismo de fluência por difusão de Harper e Dorn. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).	46
Figura 14 – Mecanismo de fluência por escalagem de discordâncias. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).	46
Figura 15 – Mecanismo de fluência por escorregimento de contornos de grão em emulsão oleosa. Adaptado de (ASHBY; VERRALL, 1973).	47
Figura 16 – Mecanismo esquemático do deslizamento de contornos de grão. Adaptado de (ASHBY; VERRALL, 1973).	48
Figura 17 - Mecanismo de Orowan para a interação entre precipitados e discordâncias. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).	50
Figura 18 - Cisalhamento de um precipitado por uma discordância. Adaptado de (PADILHA, 2000).	50
Figura 19 - Relação entre propriedade mecânica e fração volumétrica de γ' . Adaptado de (PLATI, 2003).	51
Figura 20 - Comportamento anômalo para a superliga MAR-M247. Adaptado de (KATTUS, 1999).	52
Figura 21 - Representação da decomposição de uma discordância tipo cunha em metais CFC. Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).	53
Figura 22 - Representação da decomposição de discordâncias tipo cunha em partículas de γ' . Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).	54
Figura 23 - Representação de uma "trava de Kear-Wiltsdorf". Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).	54
Figura 24 - Formação de uma "trava de Kear-Wiltsdorf". Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).	55

Figura 25 - Decomposição de uma superdiscordância. (a) representação esquemática. (b) micrografia. Adaptado de (RAE; ZHANG, 2009).	55
Figura 26 - Micrografia de uma microestrutura "raftizada" Retirado de (NABARRO, 1996).	56
Figura 27 - <i>Rafting</i> e crescimento de precipitados de γ' . Adaptado de (NATHAL; EBERT, 1986).	57
Figura 28 – Representação esquemática do fluxo de átomos durante o “ <i>rafting</i> ”. (a) elementos formadores da fase γ' . (b) elementos formadores da fase γ	57
Figura 29 - Molde cerâmico utilizado para fundição da superliga MAR-M247	60
Figura 30 - Representação do corpo de prova utilizado nos ensaios de fluência.....	67
Figura 31 - Resumo esquemático do procedimento experimental.	67
Figura 32 – Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização – 100X.	68
Figura 33 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização – 5000X.	69
Figura 34 - Tratamento final de solubilização.	70
Figura 35 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 770°C.....	71
Figura 36 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 870°C.....	71
Figura 37 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 980°C.	72
Figura 38 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 1080°C.....	73

Figura 39 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização por 8h a 1260°C.	75
Figura 40 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização abaixo da temperatura ideal.	76
Figura 41 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização acima da temperatura ideal.	76
Figura 42 - MAR-M247 testada em condições de fluência a 850C. (a) e (b) correspondem à superliga convencional testada a 390 MPa e 430 MPa respectivamente. (c) e (d) correspondem à superliga modificada testada a 390MPa e 430MPa respectivamente.	79
Figura 43 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 50X. ...	80
Figura 44 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 390 MPa. Região destacada na Figura 43. Ampliação de 300X.	81
Figura 45 - MAR-M247 convencional testada a 850°C a 430 MPa. Ampliação de 50X. ...	82
Figura 46 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 430 MPa. Ampliação de 300X. .	83
Figura 47 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 50X. (A) região de fratura dúctil. (B) região de fratura frágil.	83
Figura 48 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 300X. Ampliação da região “A” da Figura 47.	84
Figura 49 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 300X. Presença massiva de carbonetos na região de propagação da trinca.	85
Figura 50 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 430 MPa. Ampliação de 50X. Possíveis regiões dendríticas em destaque.	85

Figura 51 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850⁰C e 430 MPa. Ampliação de 100X. Presença massiva de carbonetos. Em destaque: propagação de vazios de fluência através dos carbonetos..... 86

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química da superliga MAR-M247.....	36
Tabela 2 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização.....	61
Tabela 3 - Condições de tratamentos térmicos de envelhecimento.....	62
Tabela 4 - Composição química da superliga MAR-M247 modificada com nióbio.....	64
Tabela 5 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização do material modificado em uma etapa.....	65
Tabela 6 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização do material modificado em duas etapas.....	65
Tabela 7 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de envelhecimento do material modificado em uma etapa.....	65
Tabela 8 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de envelhecimento do material modificado em duas etapas.....	66
Tabela 9 - Microdureza das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização.....	70
Tabela 10 - Microdureza das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento.....	74
Tabela 11 - Resultado dos ensaios de ruptura em fluência.....	77

LISTA DE SIGLAS

ITA – Instituto Tecnológico de Aeronáutica

EEL – Escola de Engenharia de Lorena

USP – Universidade de São Paulo

TCP – Topologicamente Compacta

CALPHAD – *CAL*culat*ion of PH*ase *D*igram

CFC – Cúbica de Face Centrada

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

C.G. – Contorno de Grão

CA – Contorno de Antifase

DE – Defeito de Empilhamento

SD - Superdiscordância

LISTA DE SÍMBOLOS

p – pressão

v – volume específico

Q – quantidade de calor

η – eficiência

T – Temperatura

t_{pr} – parâmetro representativo da fluência primária

R – constante universal dos gases

Q_{pr} – energia de ativação da fluência primária

ε_0 – deformação inicial

ε_f – deformação de fratura

t_f – tempo de fratura

$\dot{\varepsilon}$ – taxa de deformação

σ – tensão

G – módulo de cisalhamento

τ – tensão de cisalhamento

γ – fase “*gama*”

γ' – fase “*gama-linha*”

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	23
2.	OBJETIVOS.....	27
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	28
3.1.	SUPERLIGAS.....	28
3.1.1.	DEFINIÇÃO	28
3.1.2.	TIPOS DE SUPERLIGAS	28
3.2.	FASES PRESENTES NAS SUPERLIGAS.....	31
3.2.1.	FASE “GAMA” (γ)	31
3.2.2.	FASE “GAMA-LINHA” (γ')	31
3.2.3.	CARBONETOS E BORETOS.....	33
3.2.4.	OUTRAS FASES PRESENTES NAS SUPERLIGAS	35
3.3.	MAR-M247.....	35
3.4.	INFLUÊNCIA DO NIÓBIO EM SUPERLIGAS	37
3.5.	TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	38
3.6.	FLUÊNCIA.....	39
3.6.1.	CONCEITO E HISTÓRICO DA FLUÊNCIA.....	39
3.6.2.	CURVA NORMAL DE FLUÊNCIA	41
3.6.3.	MECANISMOS DE FLUÊNCIA	44

3.7.	RESISTÊNCIA MECÂNICA DAS SUPERLIGAS	48
3.7.1.	ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA	48
3.7.2.	ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO	49
3.7.3.	COMPORTAMENTO ANÔMALO	52
3.7.4.	EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DURANTE O PROCESSO DE FLUÊNCIA	56
3.8.	FRATURA DAS SUPERLIGAS EM FLUÊNCIA.....	58
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	60
4.1.	CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS	60
4.2.	TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO.....	61
4.3.	TRATAMENTOS TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO	61
4.4.	PREPARAÇÃO METALOGRAFICA	62
4.5.	MICROSCOPIA ÓPTICA.....	63
4.6.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	63
4.7.	MAR-M247 MODIFICADA COM NIÓBIO	63
4.8.	ENSAIOS DE FLUÊNCIA	66
4.9.	FLUXOGRAMA EXPERIMENTAL.....	67
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	68
5.1.	TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO	68
5.2.	TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO.....	71

5.3. MELHOR CONDIÇÃO DE TRATAMENTO PARA O MATERIAL MODIFICADO COM NIÓBIO	75
5.4. RESULTADOS DE FLUÊNCIA.....	77
5.5. ANÁLISE DE FRATURA	78
CONCLUSÕES	87
TRABALHOS FUTUROS	874
REFERÊNCIAS.....	89

1. INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios da engenharia moderna é o aumento na eficiência dos motores a combustão visando diminuir a emissão de poluentes. A principal dificuldade consiste nas altas temperaturas de trabalho necessárias, exigindo materiais capazes de manter bons níveis de resistência mecânica em temperaturas que ultrapassam 700°C. Um caso típico desta dificuldade é o dos turbocompressores automotivos. Estes componentes são acoplados a motores de combustão para permitir que uma maior quantidade de ar seja admitida, aumentando assim sua produção de energia. Na Figura 1 é possível entender o funcionamento de um turbocompressor. O ar é admitido em (1), onde é comprimido para aumentar sua massa específica. Em (3), o ar é refrigerado para aumentar ainda mais sua densidade, aumentando a resistência à explosão. Em seguida, o ar é injetado na câmara de combustão juntamente com o combustível para a detonação. Após a explosão, o ar é direcionado para a exaustão do conjunto em (6), rotacionando a turbina responsável por movimentar o rotor de compressão (TURBO TECH 101, 2009).

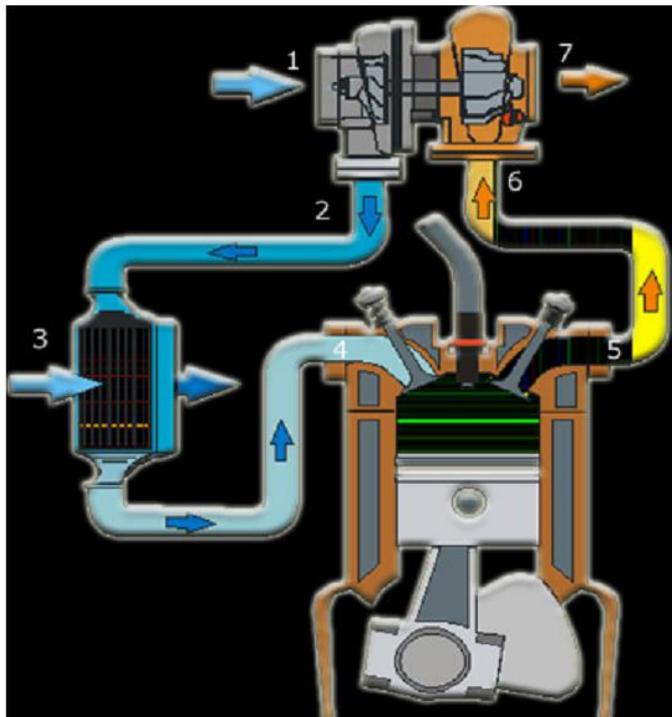


Figura 1 - Representação de um turbocompressor em um motor automotivo. Adaptado de (TURBO TECH 101, 2009).

O ciclo termodinâmico de um motor a diesel, aplicado na propulsão de caminhões de grande porte, pode ser idealizado segundo a Figura 2. Neste ciclo, de 1 a 2 ocorre a redução do volume do cilindro com a subida do pistão expelindo o ar, de 2 a 3 ocorre a queima do combustível com geração de calor, de 3 a 4 ocorre o aumento do volume devido à descida do pistão em resposta à força da explosão e de 4 a 1 ocorre a liberação do calor com a exaustão dos gases (TURBO TECH 101, 2009).

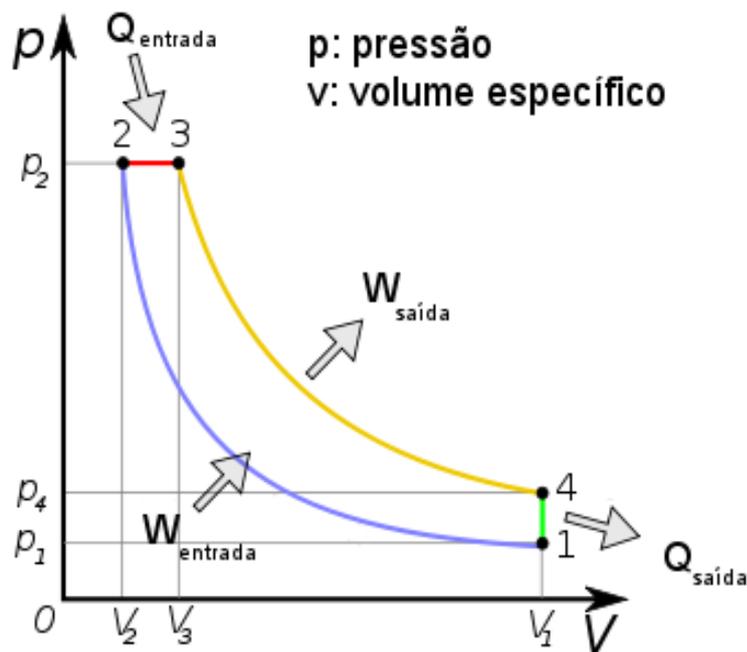


Figura 2 - Representação do ciclo de um motor a diesel ideal. Adaptado de (Wikipedia, 2011).

A eficiência de um motor pode ser descrita como:

$$\eta = \frac{Q_{entrada} - Q_{saída}}{Q_{entrada}} \dots \dots \dots (1)$$

Pode-se, porém, escrever a relação:

$$\frac{Q_{entrada}}{Q_{saída}} = \frac{T_{saída}}{T_{entrada}} \dots \dots \dots (2)$$

Substituindo (2) em (1):

$$\eta = 1 - \frac{T_{entrada}}{T_{saida}} \dots \dots \dots (3)$$

Segundo a Equação (3), quanto maior for a diferença entre a temperatura de saída e a temperatura de entrada, maior é a eficiência do motor. Isto, porém, exige materiais capazes de manter níveis aceitáveis de resistência mecânica em temperaturas compatíveis com as dos gases de exaustão dos motores, que podem chegar a 1000°C (TURBO TECH 101, 2009).

Durante muito tempo, as principais aplicações de metais em altas temperaturas se restringiram principalmente a instalações químicas onde a temperatura raramente excedia a 600°C. Pouco a pouco, com a utilização de turbinas a gás, geradores de energia elétrica baseados em energia nuclear, modificações de vários processos químicos, dentre outras, tornou-se necessário a elaboração de ligas metálicas que pudessem operar até 1000°C ou mesmo em temperaturas mais altas. Como em temperaturas elevadas o processo de fluência é controlado por difusão, isso se torna de grande importância para materiais experimentando extensos períodos de tempo nessas condições.

A necessidade simultânea de resistência à fluência e oxidação tem limitado o desenvolvimento de tais aplicações pela não disponibilidade, em alguns casos de fabricação, de materiais unicamente metálicos adequados a estas condições de serviço. Assim, foram desenvolvidos materiais compostos, para utilização em temperaturas até 2700°C.

Para aplicações práticas, a tensão em um ensaio de fluência deve ser tal que não promova a fratura de um componente e também não cause uma deformação que exceda a um determinado valor limite, a exemplo de limitações de 1% em tubulações e turbinas a vapor (DIETER, 1988; LANGDON, 2002).

A Figura 3 apresenta esquematicamente o comportamento da resistência específica em função da temperatura para quatro tipos de materiais (ligas de Al, ligas de Ti, aços e superligas à base de níquel). Por meios desta comparação é possível perceber que a classe de materiais que mais se adequa a aplicações em alta temperatura são as superligas à base de níquel, devido a sua capacidade de manter elevados níveis de resistência mecânica em condições impossíveis para os demais materiais de engenharia.

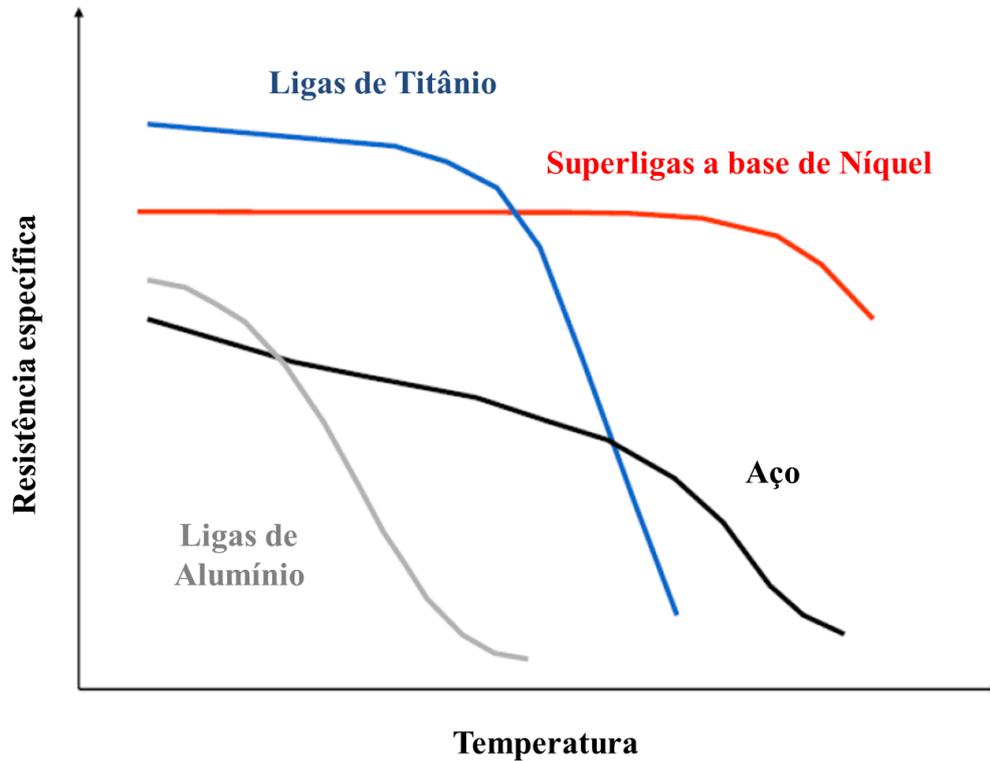


Figura 3 - Comparação da resistência mecânica em função da temperatura para diversos materiais.

Adaptado de (D'OLIVEIRA, sem data).

Em vista do exposto, o Grupo de Diagrama de Fases e Termodinâmica Computacional da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (EEL/USP) realiza pesquisas em parceria com a empresa Açotécnica S.A. (Jandira/SP) para o desenvolvimento de rotores automotivos fabricados com superligas à base de níquel, especialmente a MAR-M247.

2. OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é obter uma melhor condição de tratamento térmico da superliga MAR-M247 e avaliá-la mecanicamente em condições de fluência. O trabalho pode ser dividido em:

- Estudo da melhor condição de solubilização.
- Estudo da melhor condição de envelhecimento.
- Ensaio de fluência do material termicamente tratado.

De maneira complementar, uma modificação da MAR-M247, resultado de outro trabalho (SILVA, 2011), foi testada em condições de fluência e comparada com o material convencional.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. SUPERLIGAS

3.1.1. DEFINIÇÃO

O termo “superligas” foi inicialmente utilizado para descrever uma classe de materiais desenvolvida para aplicação em turbocompressores e turbinas aeronáuticas (BOWMAN, sem data). De modo geral, o termo é atualmente utilizado para descrever materiais que apresentam a combinação de alta resistência mecânica e boa resistência à corrosão em altas temperaturas (DURAND-CHARRE, 1997). Dentre as diversas definições existentes na literatura, visando um conceito abrangente, pode-se dizer que uma superliga é:

“Liga metálica, geralmente baseada em elementos do grupo VIII A da Tabela Periódica, para serviço em alta temperatura com presença de altas tensões, em que são requeridas boas propriedades de superfície” (REED, 2006).

3.1.2. TIPOS DE SUPERLIGAS

As superligas podem ser divididas em três grandes classes quanto à composição química:

- Superligas à base de Ferro
- Superligas à base de Cobalto
- Superligas à base de Níquel

Pode-se ainda considerar uma subcategoria semelhante às superligas à base de níquel com grande concentração de ferro conhecida como ferro-níquel. De todas elas, porém, as superligas à base de níquel, e as superligas ferro-níquel, são as mais importantes e amplamente utilizadas (REED, 2007).

Os principais constituintes das superligas à base de níquel são o próprio níquel (Ni), cromo (Cr), alumínio (Al), titânio (Ti) e cobalto (Co). Em menores teores são adicionados carbono (C), boro (B) e zircônio (Zr). Outras adições específicas são molibdênio (Mo),

tungstênio (W), tântalo (Ta), háfnio (Hf), nióbio (Nb), rênio (Re) e rutênio (Ru), como pode ser visto na Figura 4. Estes elementos químicos podem ser agrupados em três categorias: formadores da fase γ , formadores da fase γ' e elementos que segregam para os contornos de grão (BOWMAN, sem data).

	B -21	C -27						
	Al +6							
		Ti +9	V +5	Cr +3		Fe +3	Co +1	Ni 0
	Y +45	Zr +28	Nb +18	Mo +12		Ru +3		
		Hf +27	Ta +18	W +13	Re +10		Ir +1	

		
Formadores da fase γ	Formadores da fase γ'	Precipitam no contorno de grão

Figura 4 - Principais elementos químicos presentes na composição das superligas. Adaptado de (REED, 2006).

Os elementos considerados formadores da fase γ apresentam raio atômico próximo ao do níquel, como Cr, Co, Fe, Mo, Ru, Re e W. Sua tendência é de solubilização na matriz, estabilizando-a. Os elementos considerados formadores da fase γ' apresentam raio maior que o do Ni, como Al, Ti, Nb, Ta e Hf, e tendem a se difundir para a fase precipitada. C, B e Zr, que apresentam raios atômicos muito diferentes do Ni, tendem a se difundir para os contornos de grão. Existe ainda a possibilidade da formação de carbonetos de Cr, Mo, W, Nb, Ta e Ti, que são fortes formadores de carbonetos, sendo que Cr e Mo ainda podem participar da formação de boretos (REED, 2006; 2007; BOWMAN, sem data).

As superligas também podem ser classificadas de acordo com o processo de fabricação como: conformadas, fundidas e aquelas produzidas por metalurgia do pó. As superligas conformadas foram as primeiras a serem empregadas em alta temperatura, em

parte devido ao pouco desenvolvimento das técnicas de fundição (REED, 2006). Elas normalmente apresentam Cr, Mo e W para promover o endurecimento por solução sólida na fase γ . Sua fase γ' é formada por combinações de Al e Ti. Podem ainda apresentar C, B e Zr em suas composições para promover o aumento de resistência dos contornos de grão. Sua principal limitação está ligada a temperaturas de trabalho relativamente baixas em função da limitada fração volumétrica da fase γ' que pode atingir até 45% em volume. A resistência à oxidação deve-se principalmente à presença de elevados teores de Cr (DURAND-CHARRE, 1997).

As superligas fundidas são aquelas com as maiores temperaturas de trabalho e, conseqüentemente, as de maior interesse. Com o desenvolvimento dos processos de fundição elas passaram a substituir as superligas conformadas na maior parte das aplicações devido às melhores propriedades em fluência (REED, 2006). Elas dividem-se em três tipos: policristalinas, solidificadas direcionalmente e monocristalinas.

As superligas policristalinas são as de fabricação mais fácil, sendo muitas vezes aplicadas na condição “*as-cast*”, sem nenhum tratamento térmico, e apresentam fração volumétrica de γ' entre 50 e 60 %. Este aumento na fração da fase endurecedora é acompanhado pela redução da fração volumétrica da matriz, o que limita os teores de elementos químicos formadores de fase γ como Cr, Mo e W, devido à possibilidade de precipitação de fases topologicamente compactas (TCP). A redução no teor de Cr, porém, é acompanhada pela perda da resistência à corrosão, o que é compensado pela adição de Al. Esta substituição, por sua vez, não é sempre satisfatória, principalmente nos casos de corrosão a quente, podendo exigir a aplicação de revestimentos (DURAND-CHARRE, 1997).

Com o aperfeiçoamento das técnicas de fundição surgiram as superligas solidificadas direcionalmente e as superligas monocristalinas. Elas apresentam propriedades em fluência superiores às policristalinas devido à redução e eliminação dos contornos de grão (superligas direcionais e monocristalinas, respectivamente) uma vez que o principal mecanismo de fratura dos materiais aplicados em alta temperatura envolve a nucleação e a propagação de trincas intergranulares. A ausência de contornos elimina a necessidade de C, B e Zr cuja função é reforçar os contornos de grão permitindo teores maiores de outros elementos químicos. Com a ausência dos elementos formadores de carbonetos e boretos é possível, ainda, substituir uma parte do Ti por Ta, o que eleva a temperatura “*solidus*” e permite elevar a fração volumétrica de γ' (DURAND-CHARRE, 1997; REED, 2006).

As superligas produzidas por metalurgia do pó são empregadas nos casos em que a microestrutura grosseira de solidificação promove a queda significativa das propriedades mecânicas do material. Nestes casos, existem dois processos de metalurgia do pó que podem ser aplicados. O primeiro gera as chamadas superligas pré-ligadas através da atomização de um líquido com a composição química desejada para a superliga. Este processo proporciona microestrutura refinada com alta fração volumétrica de γ' . O segundo processo gera as superligas mecanicamente ligadas. Elas são obtidas pela mistura mecânica de partículas sólidas até a obtenção da composição desejada. Seu emprego visa materiais endurecidos por dispersão de óxidos, geralmente a ítria (Y_2O_3) (DURAND-CHARRE, 1997).

3.2. FASES PRESENTES NAS SUPERLIGAS

3.2.1. FASE “GAMA” (γ)

A matriz das superligas é constituída por uma fase contínua conhecida como fase “gama” (γ). É uma fase rica em níquel que apresenta estrutura CFC estável desde a temperatura ambiente até seu ponto de fusão (REED, 2006). A fase γ apresenta alta solubilidade, de modo que alguns elementos tendem a se solubilizar em sua estrutura, promovendo o citado endurecimento por solução sólida: Fe, Co, Cr, Re, Ru, W e Mo.

3.2.2. FASE “GAMA-LINHA” (γ')

A fase “gama-linha” (γ') é a principal responsável pelas propriedades mecânicas em alta temperatura exibidas pelas superligas. Trata-se de uma fase com fórmula geral $Ni_3(Al, Ti, Ta, Nb)$ com alta ordenação, apresentando estrutura cúbica em que os átomos de Ni ocupam as faces da célula unitária e os átomos de Al, Ti, Ta e Nb ocupam os vértices (Figura 5). O estado de ordenação pode ser observado a temperaturas muito próximas de seu ponto de fusão ($1140^\circ C$), o que confere excelente confiabilidade para emprego em condições extremas. Sua estrutura cúbica e a pequena diferença de parâmetros de rede entre as fases γ e γ' garante, ainda, alta coerência entre elas, o que explica as excelentes

condições de endurecimento por precipitação. Esta coerência é evidenciada pelo paralelismo entre os planos e direções cristalográficas de ambas as fases (BHADESHIA, 2009; BOWMAN, sem data; REED, 2007).

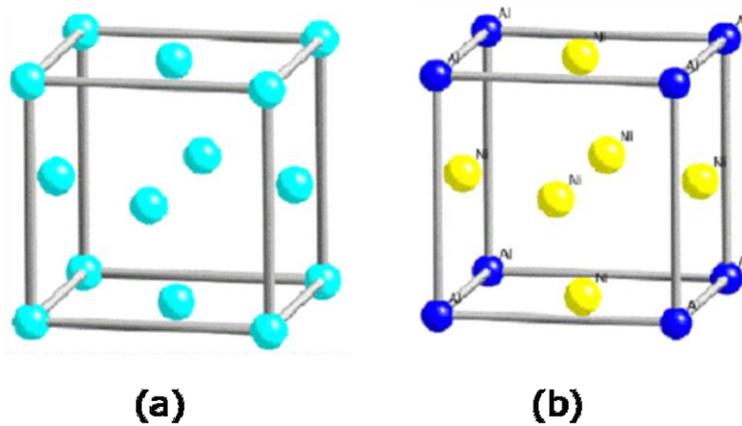


Figura 5 - Estrutura Cristalina das Fases (a) γ e (b) γ' . Adaptado de (BHADESHIA, 2009).

A fase γ' pode se apresentar em diversas morfologias, que podem se modificar com o passar do tempo. De maneira geral a sequência de crescimento das partículas de γ' segue a seguinte ordem: esfera \rightarrow cubo \rightarrow octocubo \rightarrow octodendrita \rightarrow dendrita. (Figura 6).

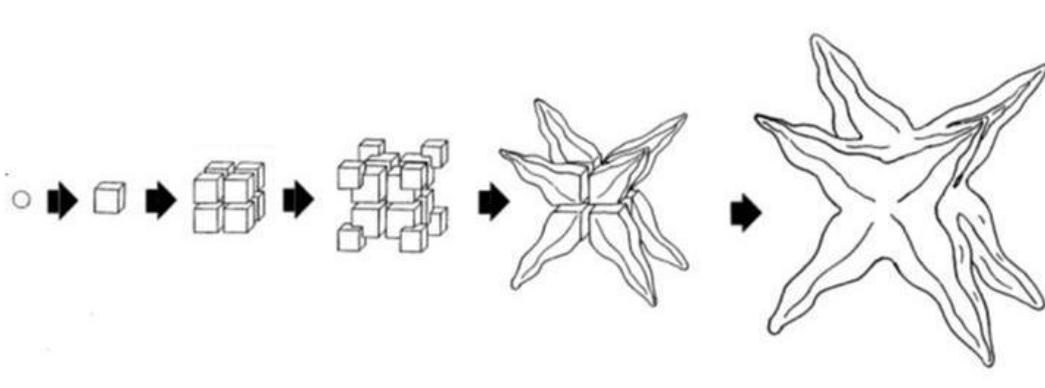


Figura 6 - Evolução da morfologia da fase γ' . Adaptado de (GROSDIDIER; HAZOTTE; SIMON, 1998).

Esta sequência pode mudar em virtude das tensões elásticas originárias do alto índice de coerência entre a matriz e os precipitados de γ' que pode ser avaliada pelo parâmetro δ (em inglês, "misfit"; REED, 2006).

$$\delta = 2 * \frac{a\gamma' - a\gamma}{a\gamma' + a\gamma} \dots\dots\dots (4)$$

Em função do valor de δ são geradas tensões na matriz e nos precipitados. Quando o parâmetro de rede de γ' for maior que o de γ são geradas tensões trativas na matriz e compressivas nos precipitados, resultando num valor de δ positivo. Quando o parâmetro de rede de γ' for menor que o da matriz são geradas tensões compressivas na matriz e trativas nos precipitados, resultando num valor de δ negativo. (Figura 7).

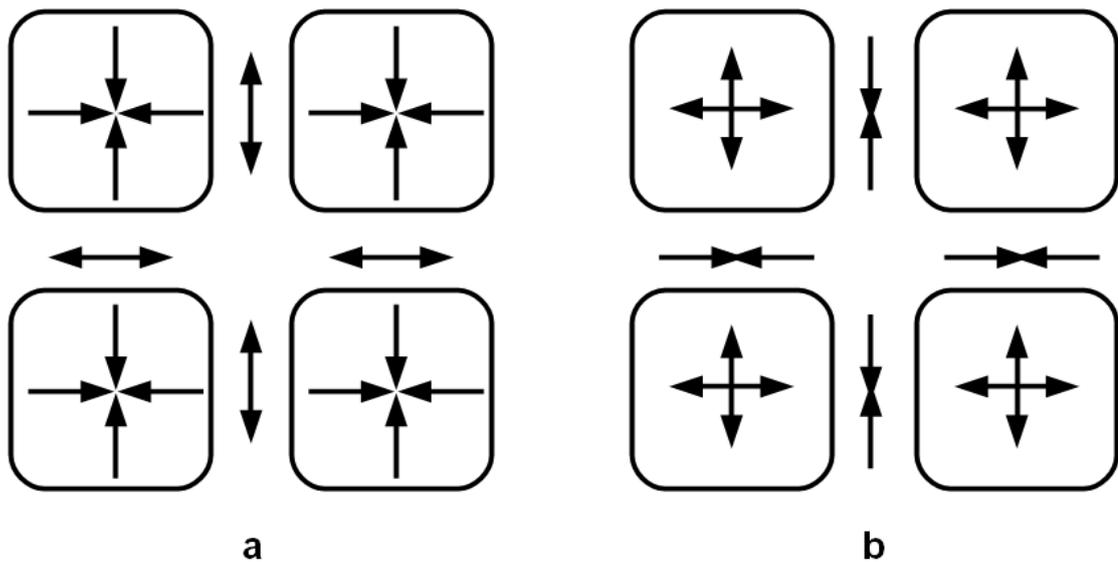


Figura 7 - Diagrama esquemático mostrando tensões de coerência em uma superliga. (a) δ positivo (b) δ negativo. Adaptado de (REED, 2006).

O crescimento e as mudanças de forma ocorrem em decorrência da necessidade termodinâmica de redução de energia. No caso das superligas esta redução frequentemente ocorre através da precipitação e crescimento em direções preferenciais. Sob o efeito do estado de tensão o formato de cubos pode ser favorecida e acompanhada pelo alinhamento com as direções cristalográficas principais.

3.2.3. CARBONETOS E BORETOS

Os carbonetos e boretos podem estar presentes na microestrutura das superligas com diversas composições e morfologias. Os tipos mais comuns são MC, M_6C , $M_{23}C_6$, M_7C_3 e

M_3B_2 . Os principais elementos presentes na posição M são Cr, Mo, Ta, Ti e Hf. O carboneto do tipo MC (Figura 8) forma-se em altas temperaturas, sendo encontrado nas regiões interdendríticas. Podem apresentar as formas globular, em blocos ou em “*scripts*” (REED, 2006).

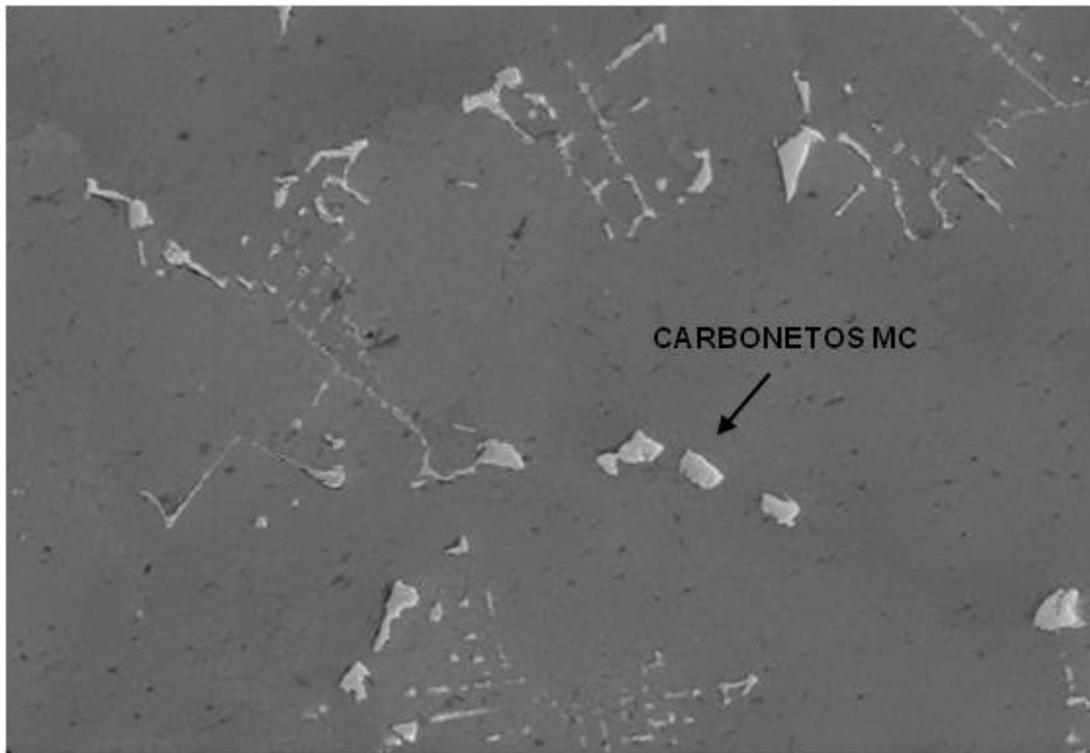
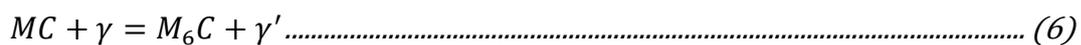
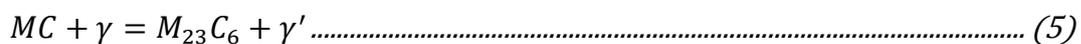


Figura 8 - Carbonetos do tipo MC. Adaptado de (SZCZOTOK, 2011).

Os carbonetos MC, quando expostos a serviços prolongados em altas temperaturas tornam-se instáveis e decompõem-se de duas formas:



Os carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ são os mais comuns e formam-se em baixas temperaturas. Os carbonetos do tipo M_6C formam-se em temperaturas acima de 800°C. Ambos são normalmente encontrados nos contornos de grão (ZHAO *et al.*, 2008; BOWMAN, sem data).

Os carbonetos e boretos suscitam opiniões contrárias quanto a seu caráter benéfico. Isto se deve ao fato de alguns carbonetos levarem à fragilização do material e à fratura

prematura. De maneira geral, porém, pode-se afirmar que em superligas policristalinas seu efeito é considerado benéfico devido à capacidade de ancoramento dos contornos de grão, que dificulta a nucleação e propagação de trincas intergranulares. Em superligas monocristalinas este efeito não ocorre devido à ausência de contornos, o que normalmente leva à ausência de C e B em sua composição química, uma vez que sua presença iria promover um aumento excessivo na resistência mecânica do material e reduziria drasticamente sua ductilidade (REED, 2006; BOR; CHAO; MA, 1998).

3.2.4. OUTRAS FASES PRESENTES NAS SUPERLIGAS

Algumas superligas, em especial as ferro-níquel, apresentam partículas endurecedoras formadas por uma fase semelhante, porém distinta da γ' , conhecida como γ'' . Trata-se de uma fase com estrutura tetragonal cujo parâmetro de rede “a” é muito próximo ao da fase γ' . O parâmetro “c” apresenta aproximadamente o dobro deste valor.

Outro conjunto de fases frequentemente encontradas em superligas à base de níquel são as chamadas fases topologicamente compactas (TCP – “*topologically close-packed*”). Elas são observadas em superligas com excesso de átomos de Cr, Mo, W, Co e Re. Esta fase é caracterizada por apresentar densidade de átomos alta e uniforme, distribuídos em estruturas complexas formadas por camadas compostas de hexágonos, pentágonos e triângulos empilhados num número limitado de poliedros. A fórmula geral das fases TCP é A_xB_y e suas variações originam fases específicas: a chamada fase μ apresenta fórmula do tipo A_6B_7 com estrutura romboédrica; a fase σ apresenta fórmula A_2B com estrutura tetragonal; a fase P, de fórmula mais complexa, apresenta estrutura ortorrômbica; e a fase R, também de fórmula geral complexa, apresenta célula romboédrica (RAE; REED, 2001).

3.3. MAR-M247

A superliga MAR-M247 foi inicialmente apresentada pela empresa “*Martin Metals*” como um material cujas características incluíam boa fundibilidade, excelentes propriedades em fluência e alta resistência à oxidação em altas temperaturas (BOR; CHAO; MA, 2000; KATTUS, 1999).

A composição química nominal da MAR-M247 é apresentada na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição química da superliga MAR-M247. Adaptado de (KATTUS, 1999).

Elementos	% em peso
Ni	Bal.
Co	10
W	10
Cr	8,25
Al	5,5
Ta	3
Hf	1,5
Ti	1
Mo	0,7
C	0,15
Zr	0,05
B	0,015

A superliga MAR-M247 é tipicamente policristalina e encontra grande aplicação em rotores e estatores, por exemplo, em turbinas e turbocompressores automotivos. Sua microestrutura típica é composta pela fase γ , precipitados de γ' e carbonetos e boretos precipitados no interior e nos contornos de grão. Após tratamento térmico a fração volumétrica da fase γ' pode chegar a 62% (BOR *et al.*, 2008). Os tratamentos térmicos típicos podem ser de envelhecimento “simples”, a 870°C por 20 h, ou solubilização e seguida de envelhecimento, sendo a solubilização a 1230°C por 2 h e o envelhecimento duplo a 980°C por 5 h seguido de 870°C por 20 h (KATTUS, 1999).

Apesar de ser utilizada tipicamente na forma policristalina, a MAR-M247 encontra aplicação na forma direcionalmente solidificada. A forma monocristalina, por sua vez, não apresenta aplicação notória uma vez que existem superligas sem adição de elementos de liga endurecedores de contornos de grão, como C e B (KATTUS, 1999).

Alguns artigos relatam baixa ductilidade da superliga mesmo em elevadas temperaturas devido à presença de carbonetos na forma de “*escrita chinesa*” (do inglês, “*Chinese Scripts*”; Figura 9) e algumas medidas podem ser adotadas para contornar o problema, como adição de Mg e tratamentos térmicos visando a formação do eutético γ/γ' (BOR; CHAO; MA, 1998; 1999; 2000; GASKO; JANOWSKI; PLETKA, 1988).

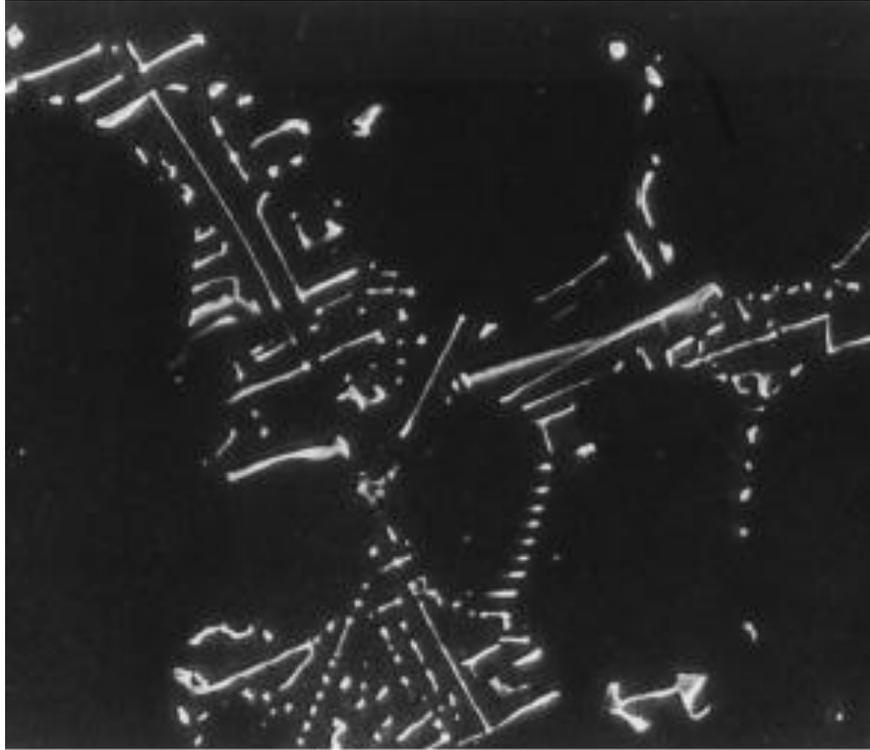


Figura 9 - Carbonetos com morfologia de escrita chinesa. Adaptado de (BOR; CHAO; MA, 1999).

3.4. INFLUÊNCIA DO NIÓBIO EM SUPERLIGAS

O nióbio é um elemento de transição quimicamente muito similar ao tântalo descoberto em 1801, amplamente aplicado na produção de supercondutores, capacitores, aços e superligas. Suas principais reservas encontram-se no Brasil (93%) e no Canadá (7%) (SHAW; GOODENOUGH, 2011). Por este motivo, a substituição de outros elementos, em especial o tântalo, no Brasil, apresenta grande potencial econômico e tecnológico, merecendo destaque em pesquisas nacionais.

O nióbio é um elemento refratário com alto ponto de fusão que, juntamente com molibdênio, tungstênio e tântalo promovem o aumento de resistência em superligas à base de níquel por meio do endurecimento por solução sólida, precipitação e formação de carbonetos. Dentre os elementos citados, porém, os átomos de nióbio apresentam a menor solubilidade em ligas de níquel, o que reduz sua eficiência em solução sólida. Por esse motivo, sua ação endurecedora é geralmente analisada no âmbito do endurecimento por precipitação através da formação da fase γ' na forma Ni_3Nb em substituição, principalmente, do alumínio, particionando-o para a matriz (PATEL; SMITH, 2001).

Zhao e Lou (2008) mostram, porém, que a influência benéfica do nióbio está geralmente atrelada a baixos teores, uma vez que nestas condições ele proporciona o refino dos grãos e a distribuição mais homogênea dos carbonetos do tipo MC. Além disso, pequenas adições de nióbio tendem a aumentar a fração volumétrica da fase γ' , melhorando a resistência mecânica e a ductilidade da superliga. Altos teores, por sua vez, podem levar à precipitação excessiva de fases TCP além de promover a segregação de elementos indesejáveis para os contornos de grão, fragilizando-os.

3.5. TRATAMENTOS TÉRMICOS

A prática de tratamentos térmicos consiste em uma importante ferramenta tecnológica para a obtenção de microestruturas específicas às diversas aplicações exigidas pela engenharia moderna. Sua ação ocorre normalmente, como no caso das superligas, através da homogeneização química do material, solubilização de precipitados indesejados e reprecipitação controlada através de envelhecimento.

A homogeneização química tem como objetivo reduzir a segregação química inerente ao processo de solidificação do material, especialmente nas regiões interdendríticas. A segregação cria regiões com composições locais muito diferentes que podem levar à fusão incipiente, precipitação de fases indesejáveis e atuar como sítios de iniciação de trincas uma vez que a variação de composição é acompanhada da variação das propriedades mecânicas (DURAND-CHARRE, 1997). Durante a solubilização pode ocorrer, ainda, a decomposição de precipitados indesejados, como alguns carbonetos com morfologia fragilizada, de modo que eles se redistribuam na matriz e se reduza seu efeito deletério nas propriedades mecânicas. Finalmente, a homogeneização ainda contribui para o aumento da fração volumétrica de γ' (HE *et al.*, 2005).

Para a realização do processo de solubilização e homogeneização é necessário atingir uma temperatura tal que toda a fase γ' seja dissolvida. Esta temperatura mínima corresponde, portanto, à temperatura da linha “*solvus*” para a fase γ' no material em questão. Porém, a temperatura não deve atingir valores que gerem a fusão do material, de modo que existe uma “janela” de temperaturas no qual o tratamento pode ser realizado. Nos estudos de Baldan (2009), por meio de simulações termodinâmicas no software *Thermocalc*, determina que a temperatura “*solvus*” da fase γ' para a liga MAR-M247 é de

1222°C. Por sua vez, a linha “*solidus*” encontrada apresenta temperatura de 1315°C. Deste modo, o tratamento térmico de solubilização deve ser realizado acima de 1222°C e abaixo de 1315°C levando-se em consideração, porém, a possibilidade de ocorrer fusão incipiente (DURAND-CHARRE, 1997).

O processo de envelhecimento proporciona, por sua vez, o controle do tamanho dos precipitados e de sua distribuição na matriz. Durante o tratamento de envelhecimento ocorre o crescimento e o coalescimento das partículas de γ' de modo que é possível, através do controle da temperatura e do tempo de tratamento, controlar o tamanho e a morfologia dos precipitados (DURAND-CHARRE, 1997).

3.6. FLUÊNCIA

3.6.1. CONCEITO E HISTÓRICO DA FLUÊNCIA

Segundo Suly (1956), fluência é a porção da deformação que depende do tempo quando um corpo é submetido a uma tensão. Apesar de ocorrer em qualquer temperatura, o fenômeno da fluência passa a ser expressivo acima de 40% da temperatura de fusão do material e, eventualmente, leva à fratura do material.

Na indústria de pequeno porte do século 19, limitada a operar em temperaturas relativamente baixas, não foi observada existência de deformação em fluência com magnitude significativa em partes mecânicas ao ponto de prejudicar seriamente a operação industrial. No entanto, esta situação começou a mudar no início do século 20 quando existiu um combinado esforço para aumentar a temperatura de operação e, conseqüentemente, uma maior eficiência das plantas convencionais de trabalho, tal como a utilização de caldeiras. Não foi surpreendente, portanto, que as primeiras publicações científicas relacionadas exclusivamente com deformação em fluência surgiram quase exatamente 100 anos depois no relatório clássico da Philips, sobre deformação em fluência ocorrendo como uma função do tempo em diversos materiais como vidros e fios metálicos. Após este primeiro trabalho apareceram outras publicações sobre fluência, a exemplo o trabalho pioneiro de Andrade, apresentando uma relação, em que a deformação por fluência aumenta com o tempo $t^{1/3}$. Conseqüentemente, nos 30 anos seguintes, surgiram

vários trabalhos descrevendo a deformação em fluência para uma grande variedade de materiais metálicos e não metálicos (LANGDON, 2002).

Em 1950, foi proposta uma importante relação com o trabalho clássico de Dorn e colaboradores, que apresenta uma relação funcional entre a taxa de fluência no estado estacionário e os parâmetros experimentais externos, tal como tensão e temperatura. Esta proposta teve dois grandes significados vantajosos sobre as tentativas anteriores de desenvolver relações constitutivas. Primeiro, a relação funcional quando combinada com a teoria permite uma avaliação do processo atômico exato que ocorre durante a deformação em fluência e, assim, conduz ao conceito específico e bem definido da taxa de controle do mecanismo de fluência. Segundo, a relação proporciona pela primeira vez para várias condições experimentais, a capacidade de predizer o efeito de mudanças nas tensões e temperaturas operacionais. Muitas publicações desta época estão bem documentadas na literatura sobre fluência para uma extensa variedade de materiais e ligas não metálicas (LANGDON, 2002).

O fenômeno da fluência pode ser melhor entendido considerando um material policristalino submetido a uma determinada carga e temperatura. Quando a carga aplicada é muito pequena, o material deforma-se elasticamente e retorna a sua dimensão original quando a carga é aliviada. Para uma carga maior, a deformação plástica impossibilita o retorno do material para suas dimensões originais, devido à incapacidade de recuperação da mudança de forma ocorrida. Considerando que a carga aplicada seja incapaz de promover a fratura do material, pode-se observar uma deformação gradual do material em função do tempo, quando a carga é mantida por um longo período de tempo. Para muitos materiais policristalinos à temperatura ambiente, a variação dimensional devido ao fenômeno da fluência é extremamente pequena e pode ser virtualmente ignorada. No entanto, se esse mesmo material for aquecido a temperaturas que correspondem de 30 a 40% de seu ponto de fusão, a deformação em fluência torna-se significativa. À medida que o processo de fluência tem continuidade, o material pode romper facilmente depois de um determinado período de tempo. A forma da curva de deformação em função do tempo é descrita pela Figura 10, que mostra a diferença para as condições de baixas e altas temperaturas (EVANS; WILSHIRE, 1993; BLUM; WISENLOHR; BREUTINGER, 2002).

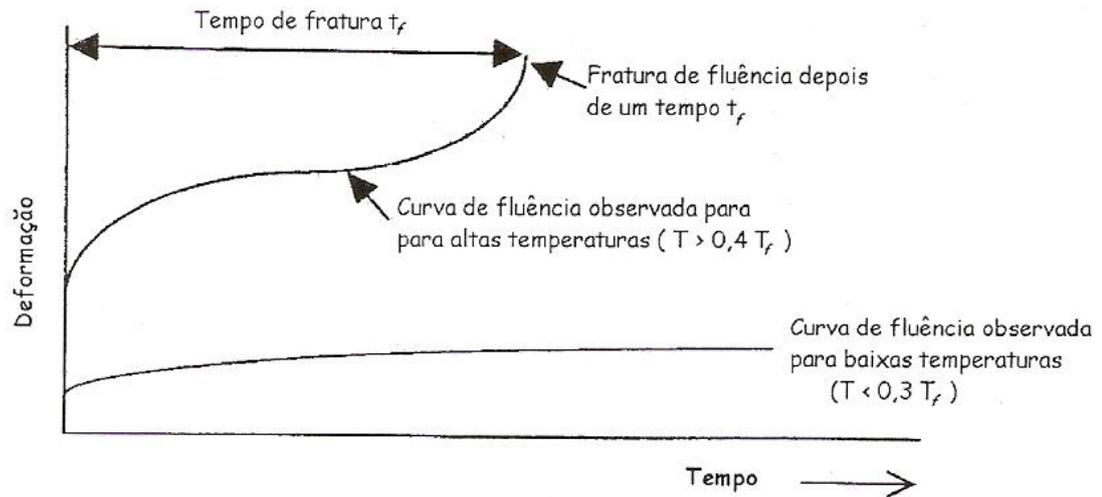


Figura 10 - Curva de fluência para as condições de altas e baixas temperaturas. Adaptado de (EVANS; WILSHIRE, 1993; BLUM; WISENLOHR; BREUTINGER, 2002)

3.6.2. CURVA NORMAL DE FLUÊNCIA

3.6.2.1. ESTÁGIOS PRIMÁRIO E SECUNDÁRIO

Muitos estudos têm sido desenvolvidos para determinar relações que descrevem a forma correta da curva de fluência. Por esta razão, no regime de altas temperaturas, as curvas de fluência são comumente descritas com relação a diferentes regiões mostradas na Figura 11, com ϵ_0 , $\dot{\epsilon}$, ϵ_f e t_f correspondendo, respectivamente, à deformação instantânea, à taxa estacionária, à deformação final e ao tempo de fratura (DUSHMAN; DUNBAR; HUTHSTEINER, 1944; D'ISA, 1968).

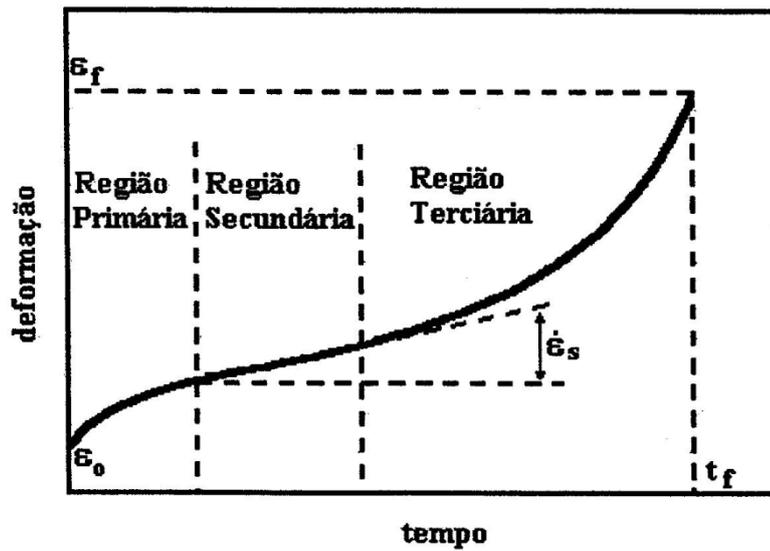


Figura 11 - Estágios do processo de fluência. Adaptado de (PEREZ, 2004).

Em princípio, após a aplicação da carga em determinada temperatura, o material geralmente apresenta uma deformação instantânea ϵ_0 , originando o estágio primário ou transiente, no qual a taxa de fluência decresce com o tempo. Posteriormente, atinge o período de estado estacionário, em que a taxa permanece aproximadamente constante. A continuidade do processo induz a um estágio terciário, com o aumento da velocidade de fluência conduzindo o material a um processo de fratura (FOLEY, 1947).

A dependência do parâmetro representativo da fluência primária t_{pr} com a tensão aplicada e a temperatura de ensaio, é representada pela Equação 7:

$$t_{pr} = B_0 \sigma^{-m} \exp\left(\frac{Q_{pr}}{RT}\right) \dots \dots \dots (7)$$

Os fatores B_0 e m são dependentes das condições de ensaio e da estrutura do material, R é a constante universal dos gases, T a temperatura absoluta e Q_{pr} a energia de ativação para a fluência primária.

A formação de configurações estáveis ao longo do processo de fluência conduz a um segmento estacionário em que a taxa de encruamento é equilibrada dinamicamente pela taxa de recuperação. Este segmento estacionário corresponde à região onde ocorre fluência secundária. Dentre as várias relações propostas na literatura para este estágio, a de maior aplicabilidade prática relaciona a dependência da taxa de fluência estacionária com a

tensão para temperaturas acima de aproximadamente 0,3 Tf, sendo representada pela lei modificada de Norton (EVANS; WILSHIRE, 1993):

$$\dot{\epsilon} = A_0 \sigma^n \exp\left(\frac{-Q_c}{RT}\right) \dots \dots \dots (8)$$

O coeficiente A_0 e o expoente da tensão n dependem da temperatura, composição, microestrutura, nível de tensão aplicado e temperatura de trabalho. Os mecanismos de fluência são usualmente determinados pelos valores do expoente de tensão, n , e da energia de ativação (EVANS; WILSHIRE, 1993). Geralmente, os mecanismos que podem conduzir à fratura estão relacionados à aceleração da taxa de fluência, a partir do estágio terciário.

3.6.2.2. ESTÁGIO TERCIÁRIO E MECANISMOS DE FRATURA

O estágio terciário pode ser discutido como o produto de acoplamento entre a taxa de fluência e a taxa de dano resultante de mecanismos que promovam o aumento da tensão atuante em testes realizados a carga constante, como decorrência do decréscimo da área efetiva do material, pela ação conjunta ou independente de fatores como a agressividade do meio, o fenômeno da estricção e, principalmente, pelo desenvolvimento de microcavidades ao longo de contornos de grão (COCKS; ASHBY, 1982).

No entanto, atividades relacionadas a instabilidades metalúrgicas na composição do dano por fluência concentram-se em processos tipicamente relacionados ao crescimento de grão, recristalização dinâmica, dissolução ou coalescimento gradual de precipitados ou partículas finas, e alterações em subestruturas induzidas previamente por deformação plástica.

Os possíveis mecanismos responsáveis por fraturas intergranulares em condições de temperatura elevada envolvem esquematicamente os processos de nucleação de cavidades ao longo dos contornos intergranulares ou partículas de segunda fase. Sob condições de tensões localizadas, a resistência coesiva dos contornos, quando superada, permite a formação de um conjunto misto de cavidades cuja evolução dimensional tem origem nos mecanismos provenientes dos processos de difusão ou por deformação plástica intensamente localizada, favorecidos pelo estado triaxial de tensões (YO; TRINKAUS, 1983).

Já as fraturas transgranulares podem estar associadas a eventos condicionados no interior dos grãos, proporcionando a formação e a coalescência de microcavidades,

denominadas “*dimples*”, em locais de intensa deformação localizada em pontos considerados favoráveis, como inclusões, partículas de segunda fase e empilhamentos de discordâncias. Desta forma, podem ser identificados os principais mecanismos atuantes no processo de nucleação, pela contribuição e interação de sistemas ativos de escorregamento com constituintes microestruturais. A evolução dos processos de degradação, com a continuidade da deformação plástica, conduz às diferentes estruturas morfológicas apresentando forte dependência com a temperatura de trabalho e condições de carregamento (VAN STONE *et al.*, 1985).

Apesar da importância dos testes de ruptura por fluência ao definir o tempo de fratura como um parâmetro de seleção de materiais, o entendimento dos mecanismos responsáveis pela deformação por fluência torna-se fundamental para o desenvolvimento de equações desenvolvidas para prever a vida em fluência.

3.6.3. MECANISMOS DE FLUÊNCIA

3.6.3.1. FLUÊNCIA POR DIFUSÃO

Quando a relação σ/G é menor que 10^{-4} (MEYERS; CHAWLA, 2009), ocorre a chamada **Fluência por Difusão**. Este tipo de fluência é explicado com base em dois mecanismos principais. O primeiro, atribuído a Nabarro (1948¹ apud MEYERS; CHAWLA, 2009) e Hering (1950), baseia-se no fluxo de átomos no interior do grão (Figura 12 - a). As vacâncias difundem dos contornos perpendiculares à tensão aplicada para os contornos paralelos a ela alongando o grão no sentido de aplicação da tensão.

O segundo mecanismo, atribuído a Coble (1963), baseia-se no fluxo de átomos pelo contorno de grão, promovendo sua movimentação (Figura 12 - b).

¹NABARRO, F.R. Report of a Conference on Strength of Solids, **Physical Society**, London, 1948, p. 75.

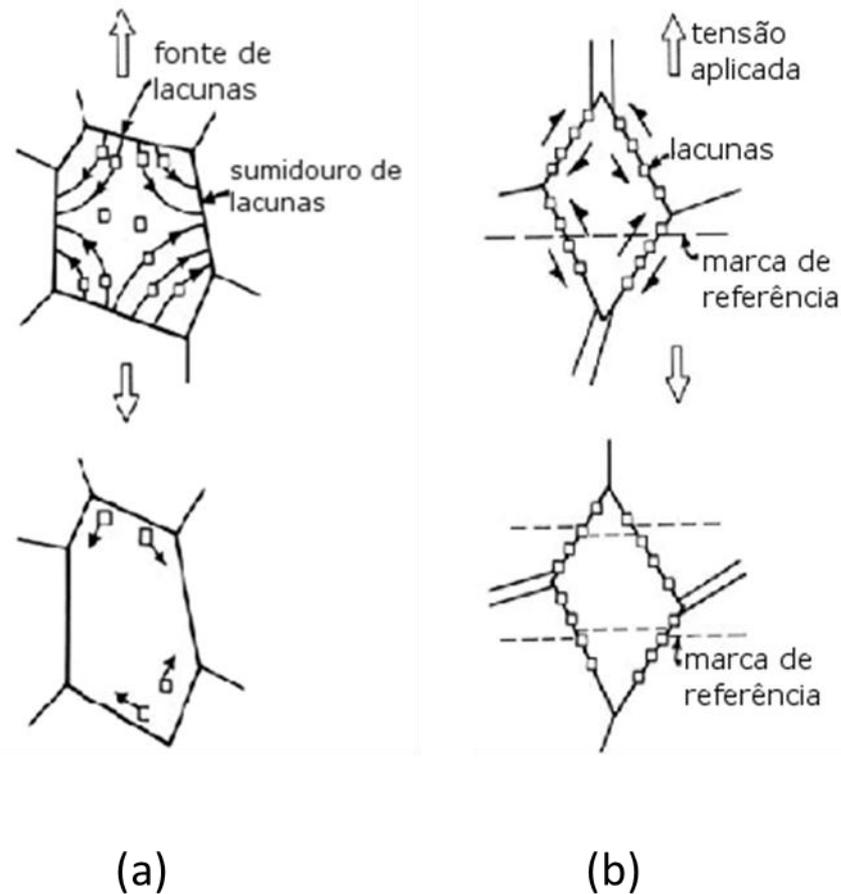


Figura 12 - Mecanismos de fluência: (a) por difusão de Nabarro e Herring; (b) por difusão de Coble. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).

Existe, ainda, um terceiro mecanismo, atribuído a Harper e Dorn (1957), baseado na escalagem de discordâncias. Segundo este mecanismo, sob a ação de tensões compressivas, vacâncias são atraídas para as linhas de discordâncias, promovendo sua movimentação perpendicularmente para cima (Figura 13).

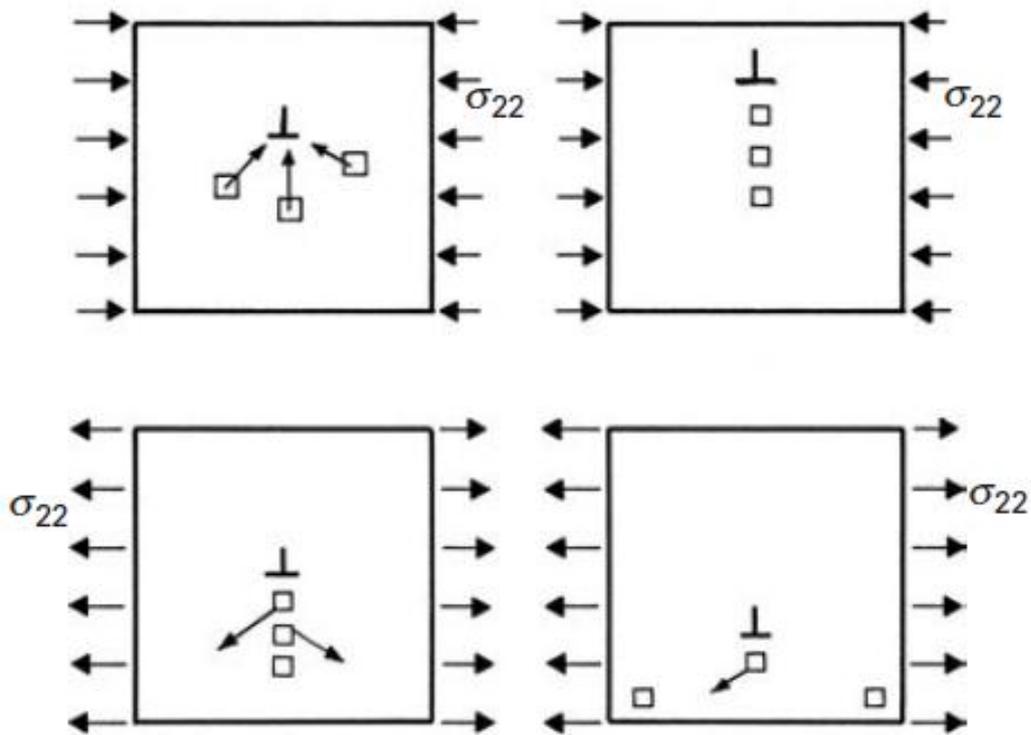


Figura 13 - Mecanismo de fluência por difusão de Harper e Dorn. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).

3.6.3.2. FLUÊNCIA POR ESCORREGAMENTO E ESCALAGEM

Quando a relação σ/G apresenta valores na faixa entre 10^{-4} e 10^{-2} , ocorre a **Fluência por Escalagem**. Este mecanismo ocorre pela movimentação de discordâncias no material, até o encontro com um obstáculo. Neste ponto, auxiliado pela difusão atômica, as discordâncias movimentam-se perpendicularmente à sua linha, até que seja possível continuar sua movimentação anterior (Figura 14).



Figura 14 – Mecanismo de fluência por escalagem de discordâncias. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).

Quando a relação σ/G apresenta valores maiores que 10^{-2} ocorre a **Fluência por Escorregamento de Discordâncias**. Quando a tensão aplicada ultrapassa um valor crítico, a deformação passa a ocorrer exclusivamente por deslizamento, semelhante ao que ocorre a temperatura ambiente durante a deformação plástica.

3.6.3.3. FLUÊNCIA POR ESCORREGAMENTO DE CONTORNOS DE GRÃO

Existe ainda um mecanismo de fluência, que se manifesta principalmente em fluência terciária, que pode ser chamado de **Fluência por Escorregamento de Contornos de Grão**. Ashby e Verrall (1973) demonstraram, através de uma emulsão oleosa, a possibilidade de grãos de um material não sofrerem mudança de forma segundo a mudança do corpo macroscópico (Figura 15). Segundo ele, nos mecanismos de deformação uniforme não há alteração entre os grãos que fazem fronteira entre si, de modo que, numa mesma seção, o número de grãos permanece sempre constante. Porém, durante a movimentação dos contornos, grãos que não se tocavam podem passar a ser “vizinhos” (Figura 16).

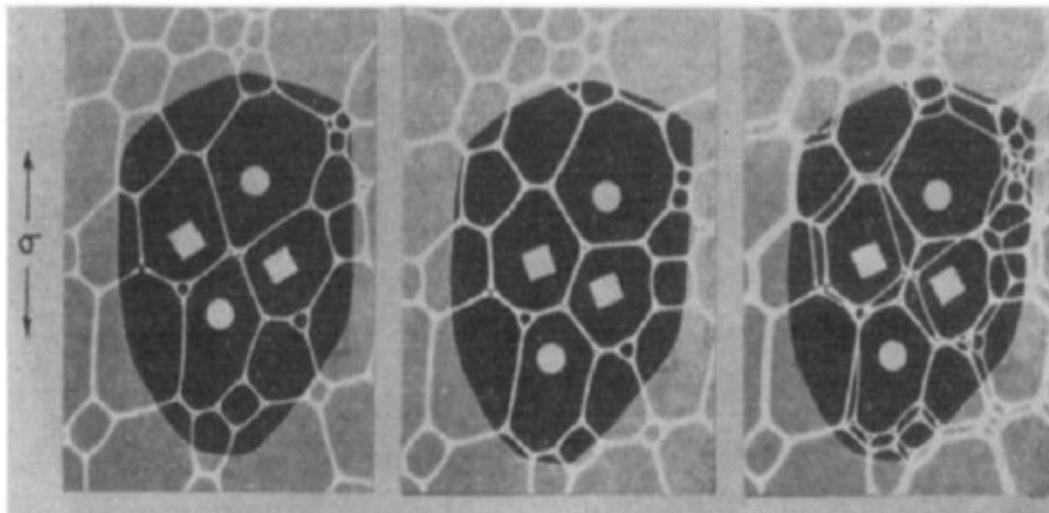


Figura 15 – Mecanismo de fluência por escorregamento de contornos de grão em emulsão oleosa.

Adaptado de (ASHBY; VERRALL, 1973).

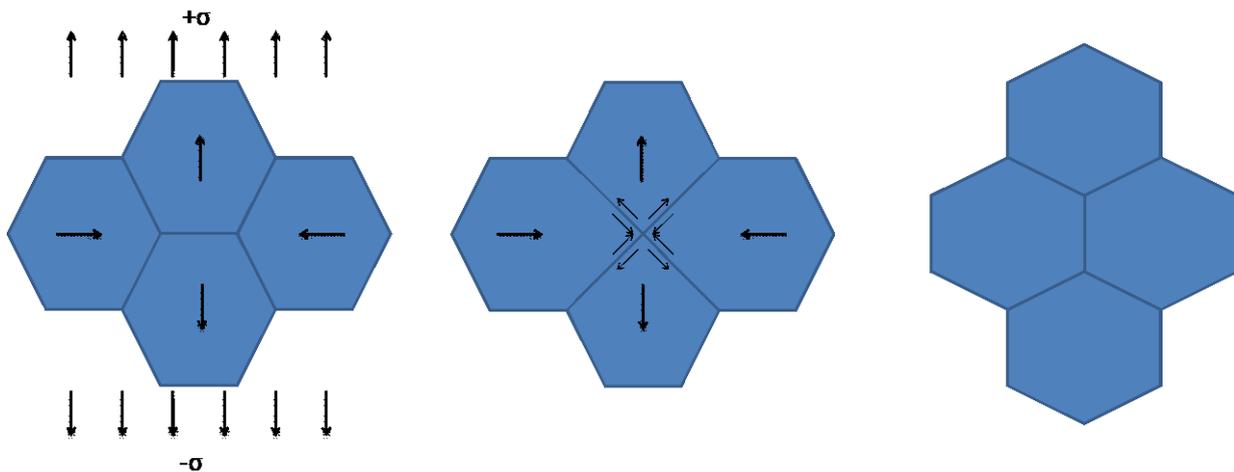


Figura 16 – Mecanismo esquemático do escorregamento de contornos de grão. Adaptado de (ASHBY; VERRALL, 1973).

3.7. RESISTÊNCIA MECÂNICA DAS SUPERLIGAS

O principal mecanismo de endurecimento das superligas é o chamado endurecimento por precipitação. Porém, os elementos de liga apresentam grande influência nas propriedades, inclusive através do endurecimento por solução sólida. Além disso, as superligas apresentam o chamado comportamento anômalo que as tornam uma classe de material com especial interesse para aplicações em altas temperaturas.

3.7.1. ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA

Uma das principais ferramentas para controle da microestrutura e das propriedades dos materiais é a adição de elementos de liga à sua composição química. Seus efeitos podem ser os mais diversos, atuando, por exemplo, como transformadores das fases presentes nos materiais e suas propriedades ou mesmo promovendo o surgimento de novas fases.

A ocorrência de soluções sólidas, tanto intersticiais quanto substitucionais, podem retardar o processo de deformação de duas maneiras. Uma delas é retardando o processo difusional. Uma vez que alguns átomos tendem a se difundir de forma mais lenta que outros, pode ocorrer uma desaceleração no processo difusional devido à interação entre os

átomos de soluto (ARZT; ASHBY; VERRALL, 1983). Por esse motivo deduz-se que átomos com alto ponto de fusão tendem a retardar a deformação em fluência devido à sua maior energia de ligação que irá dificultar seu processo difusional e retardar os demais átomos. A outra maneira é através da interação dos átomos de soluto com as discordâncias. Segundo Sherby (2002), um dos possíveis processos que limitam a velocidade de deformação em fluência é o acúmulo de uma “nuvem” de soluto ao redor das discordâncias que retardam sua movimentação. Sendo assim, grandes concentrações de elementos com baixa difusividade atômica tendem a retardar o processo de fluência.

3.7.2. ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO

O principal mecanismo de endurecimento nas superligas à base de níquel consiste na precipitação da fase γ' . Uma das características mais marcantes desta classe de material é a alta fração volumétrica da fase precipitada, podendo chegar a 70% (REED, 2007). Portanto, as propriedades das superligas são diretamente influenciadas pela morfologia e a fração volumétrica da fase γ' .

O endurecimento por precipitação deve-se à interação entre as partículas e as discordâncias. Quando a resistência mecânica do precipitado é muito elevada, as discordâncias tendem a desviar seu curso, retardando a deformação. Quando a resistência mecânica é baixa, as discordâncias tendem a cisalhar o precipitado (DIETER, 1988).

Existem, portanto, duas situações. Quando o precipitado é impenetrável às discordâncias o mecanismo de interação segue o modelo de Orowan, no qual as discordâncias circundam os precipitados formando um “anel” ao seu redor (Figura 17). Este fato deve-se à alta resistência dos precipitados ou à ausência de planos cristalinos favoráveis à deformação em seu interior de modo que a tensão de deformação das discordâncias é menor que a tensão de cisalhamento (DIETER, 1988).

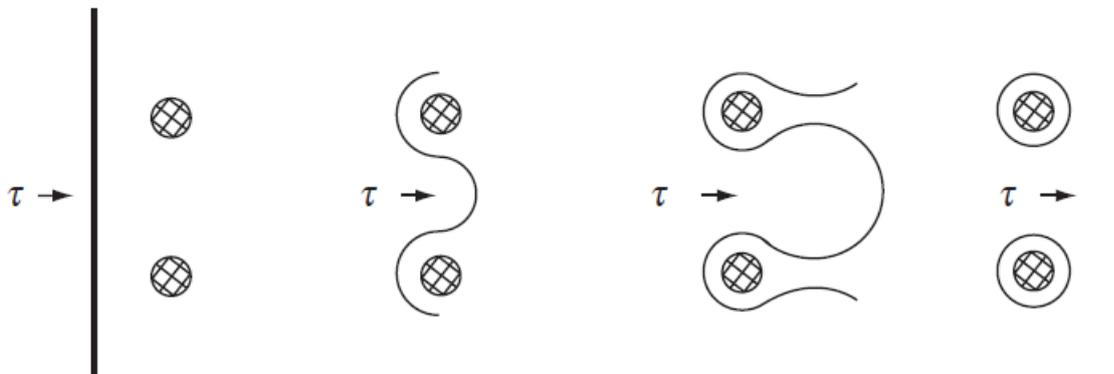


Figura 17 - Mecanismo de Orowan para a interação entre precipitados e discordâncias. Adaptado de (MEYERS; CHAWLA, 2009).

Quando a resistência mecânica dos precipitados é baixa o suficiente, as discordâncias podem encontrar planos cristalinos no interior da partícula favoráveis à deformação e promover seu cisalhamento (Figura 18). Isto ocorre para precipitados coerentes com a matriz, como é o caso da fase γ' nas superligas.

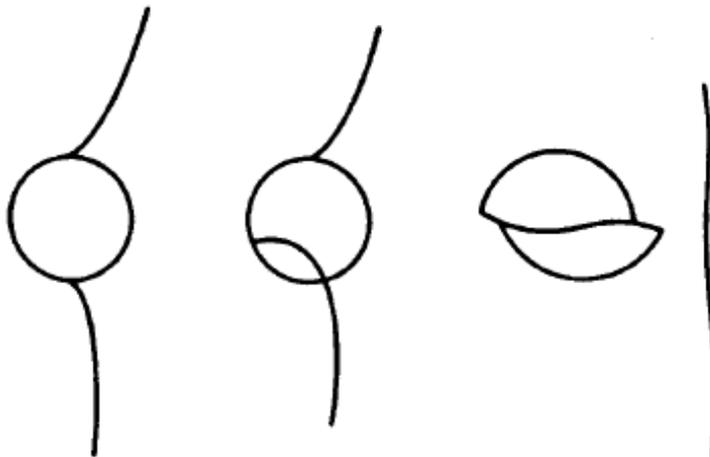


Figura 18 - Cisalhamento de um precipitado por uma discordância. Adaptado de (PADILHA, 2000).

Termodinamicamente, para que o cisalhamento ocorra, é necessário que a energia associada à nova superfície criada seja inferior à energia consumida no mecanismo de Orowan (MEYERS; CHAWLA, 2009). Quando os precipitados são compostos por fases de alta ordenação deve-se considerar, ainda, que a energia necessária para contornar as partículas é superior à somatória da energia associada à superfície criada e a energia de

contorno de antifase (PADILHA, 2000). Assim, em uma matriz composta pela fase γ , a fase γ' promove acentuado aumento de resistência devido aos elevados níveis de energia necessários para criar contornos de antifase (DURAND-CHARRE, 1997).

O mecanismo de cisalhamento da fase γ' pode ser explicado da seguinte maneira: na fase γ , que é uma fase desordenada, a deformação plástica por escorregamento ocorre através de uma discordância do tipo $a/2(1\bar{1}0)$, cujo vetor de Burgers é o menor possível e pertence ao plano de escorregamento mais compacto. No caso da fase γ' , entretanto, é necessária uma discordância do tipo $a(1\bar{1}0)$ para que ocorra o cisalhamento, o que significa uma discordância com o dobro do vetor de Burgers da fase γ . Assim, as discordâncias presentes na matriz precisam se movimentar em pares para conseguir cisalhar a fase γ' , o que requer níveis de energia superiores à condição tradicional de cisalhamento (REED, 2006).

Apesar de altas frações volumétricas da fase γ' favorecerem a resistência mecânica em altas temperaturas, existem limites para tal comportamento. Segundo mostrado no trabalho de Plati (2003), por exemplo, a variação das propriedades mecânicas em função da fração volumétrica ocorre como mostrado na Figura 19.

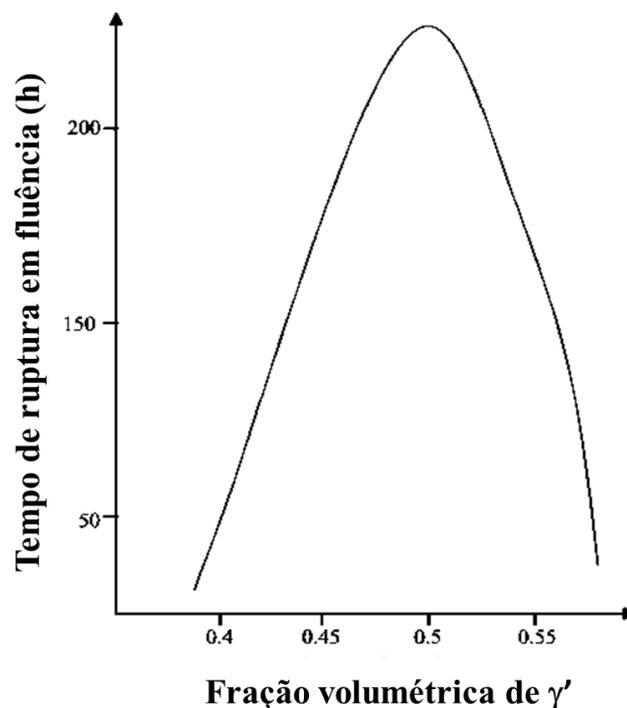


Figura 19 - Relação entre propriedade mecânica e fração volumétrica de γ' . Adaptado de (PLATI, 2003).

Este comportamento pode ser explicado pela redução exagerada do tamanho dos precipitados. Como a quantidade de matéria é constante, é possível perceber que a fração volumétrica da fase γ' é inversamente proporcional ao tamanho de seus precipitados. Consequentemente, valores muito elevados de fração volumétrica significam valores muito baixos de diâmetro médio dos precipitados. Com isto, o caminho que as discordâncias precisam percorrer dentro do precipitado é muito pequeno, o que reduz seu efeito endurecedor (SHARPE, 2007).

3.7.3. COMPORTAMENTO ANÔMALO

As ligas metálicas endurecidas pela precipitação de partículas de γ' apresentam uma característica diferente dos metais em geral que leva ao chamado comportamento anômalo, que consiste num aumento da resistência mecânica do material numa determinada faixa de temperatura, como pode ser visto na Figura 20, em que σ_{re} representa o limite de resistência e σ_e representa o limite de elasticidade do material.

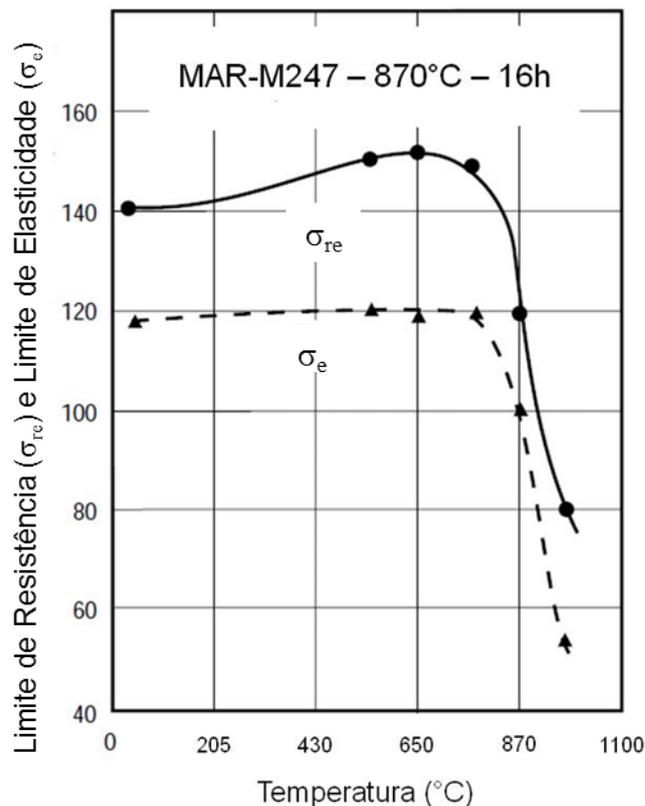


Figura 20 - Comportamento anômalo para a superliga MAR-M247. Adaptado de (KATTUS, 1999).

O fenômeno comumente observado entre os metais consiste na diminuição da resistência mecânica com o aumento da temperatura devido à maior ativação térmica do material que intensifica o escorregamento de discordâncias (por meio de escalagem e escorregamento com desvio) facilitando sua movimentação e promove processos de recuperação. Com isso, a tensão necessária para deformação plástica diminui.

No caso das superligas à base de níquel, por outro lado, ocorre a geração das chamadas “travas de Kear-Wiltsdorf”. Estas “travas” ocorrem devido à dissociação de superdiscordâncias em discordâncias parciais que, por se encontrarem em planos de deslizamento diferentes, não conseguem se movimentar simultaneamente, causando o travamento das superdiscordâncias em si (REED, 2006).

Em um metal do tipo CFC, as discordâncias decompõem-se em duas discordâncias parciais, formando entre si um defeito de empilhamento, DE (Figura 21). No caso de partículas ordenadas, como é o caso da fase γ' , o processo é um pouco mais complexo, envolvendo a dissociação de uma superdiscordância em duas discordâncias (ou duas superparciais), deixando um contorno de antifase entre elas (Figura 22).



Figura 21 - Representação da decomposição de uma discordância tipo cunha em metais CFC.
Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

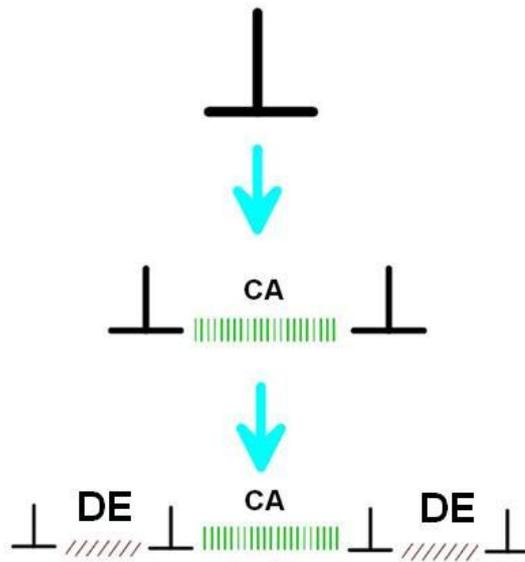


Figura 22 - Representação da decomposição de discordâncias tipo cunha em partículas de γ' . Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

Até este ponto as superdiscordâncias são capazes de se movimentar uma vez que as superparciais se encontram no mesmo plano cristalino. Porém, com ativação térmica suficiente, as superparciais podem mudar de plano de escorregamento e se tornam imóveis, uma vez que só conseguem se movimentar em pares, formando a “trava de Kear-Wilford”, mostrada na Figura 23 (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

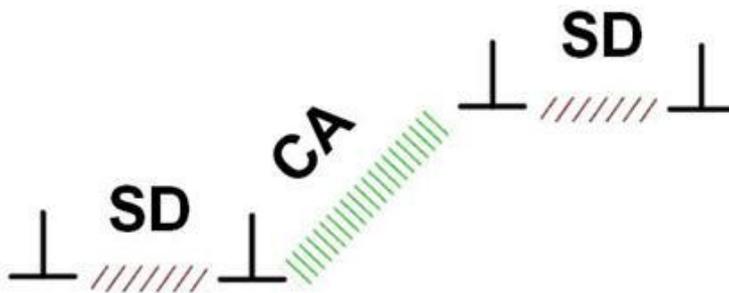


Figura 23 - Representação de uma "trava de Kear-Wilford". Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

O mecanismo de formação pode ser visto na Figura 24. Em “a” uma das superparciais, com ativação térmica, inicia um escorregamento com desvio. Em “b” percebe-se que a superparcial tenta se movimentar em um plano cristalino diferente. Como

não há tensão suficiente, o conjunto fica travado, como mostrado em “c” (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

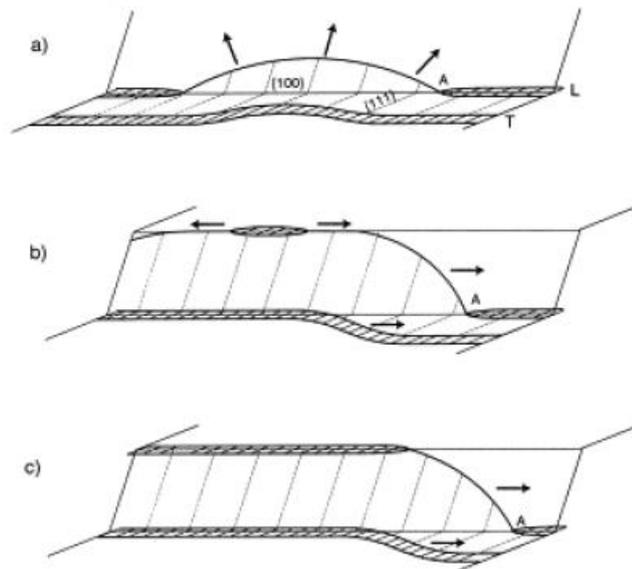


Figura 24 - Formação de uma "trava de Kear-Wilford". Adaptado de (Centre for Materials Science and Engineering, 2002).

A Figura 25 mostra a mesma situação de maneira mais realista. Nela é possível visualizar tanto o abaulamento das superdiscordâncias que tendem a circundar os precipitados (Figura 25 - a) e o processo de cisalhamento pela decomposição das superdiscordâncias (Figura 25 - b).

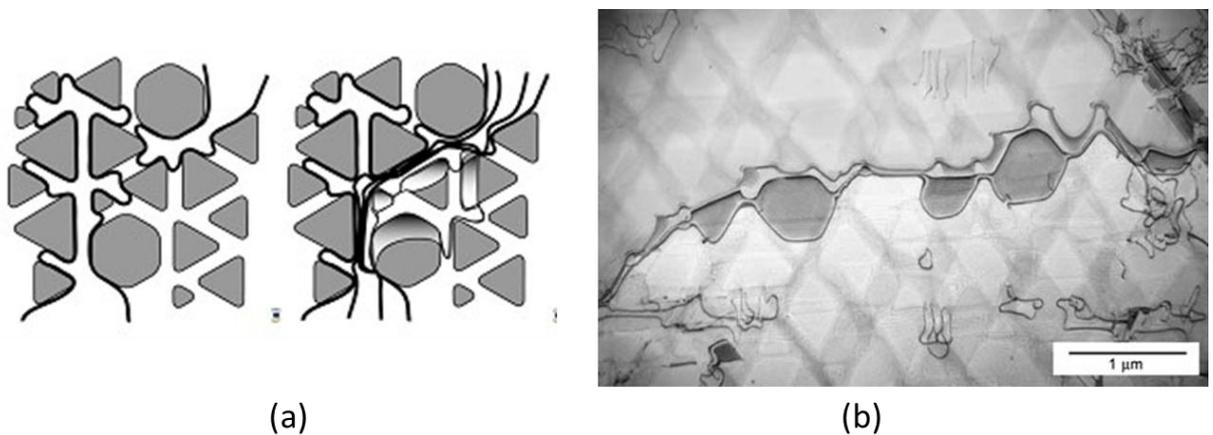


Figura 25 - Decomposição de uma superdiscordância. (a) representação esquemática. (b) micrografia. Adaptado de (RAE; ZHANG, 2009).

3.7.4. EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DURANTE O PROCESSO DE FLUÊNCIA

Apesar da microestrutura típica de uma superliga apresentar precipitados discretos de γ' , o mesmo não pode ser considerado durante sua vida em fluência.

A alteração mais visível da microestrutura deve-se ao fenômeno conhecido como “rafting”. Trata-se da coalescência das partículas de γ' de modo a formar partículas alongadas, podendo levar à inversão da matriz entre as fases γ e γ' (Figura 26).

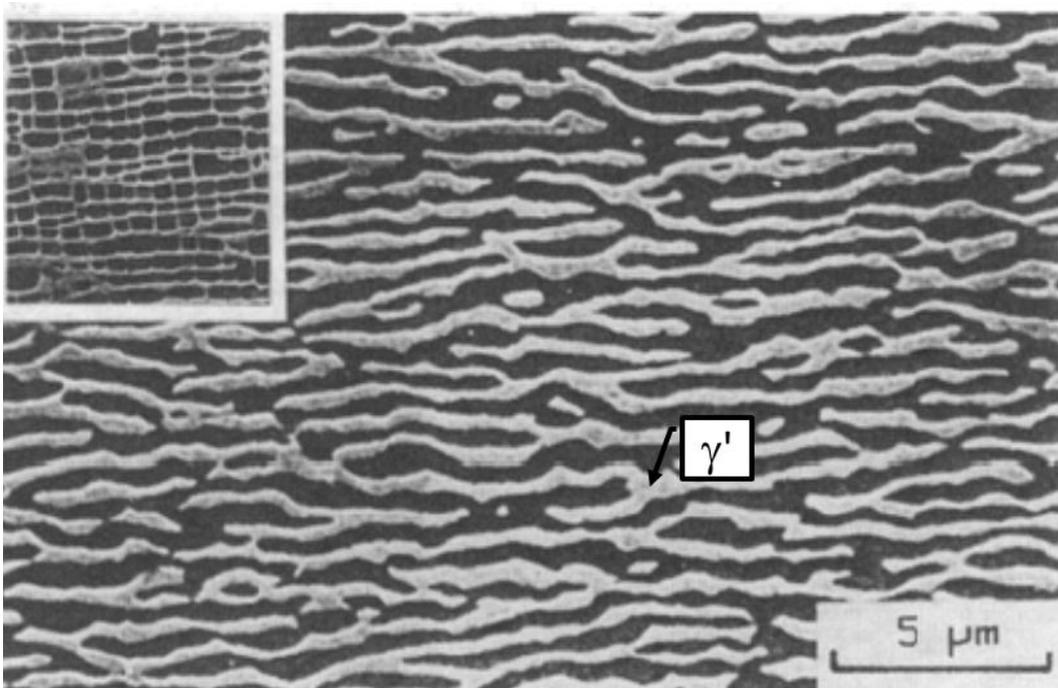


Figura 26 - Micrografia de uma microestrutura "raftizada" Retirado de (NABARRO, 1996).

Este é um processo que ocorre mesmo em tempos curtos do ensaio de fluência, com posterior crescimento dos precipitados (Figura 27).

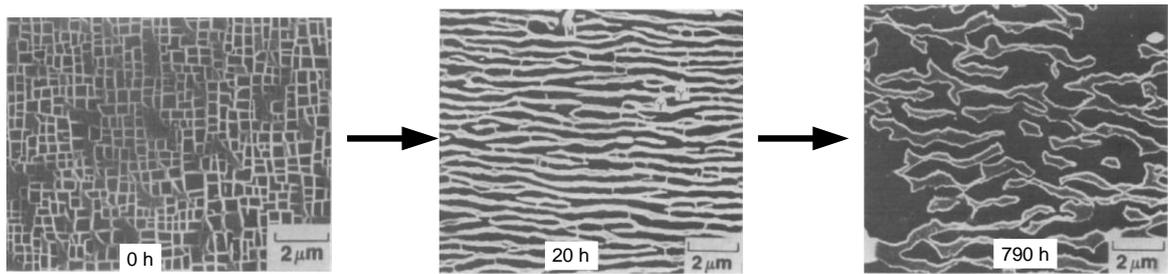


Figura 27 - *Rafting* e crescimento de precipitados de γ' . Adaptado de (NATHAL; EBERT, 1986).

Este crescimento promove o aumento da distância média de movimentação das discordâncias, aumentando a taxa de fluência.

Segundo Svetlov (1992), quando o material é submetido a tração uniaxial surge um gradiente de pressão de modo que a tensão hidrostática nos canais horizontais é maior que nos canais verticais. Deste modo, os elementos formadores da fase γ' , que possuem maior raio atômico (Al, Ti, Nb e Ta), são arrastados para os canais verticais, como mostrado em (a) na Figura 28. Os elementos formadores da fase γ , por sua vez, são arrastados para os canais horizontais, como em (b) na Figura 28.

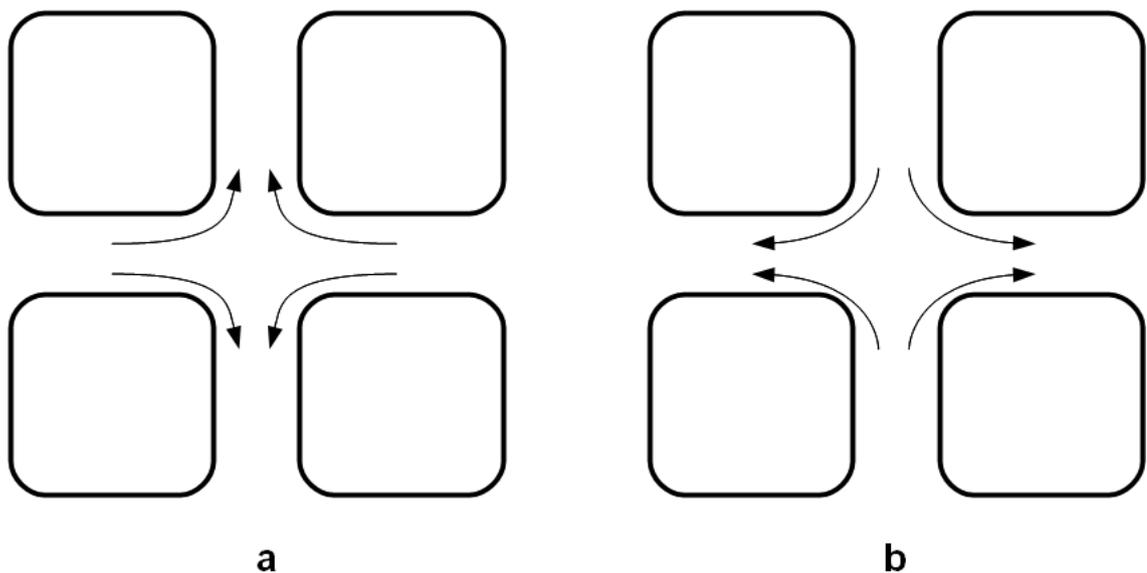


Figura 28 – Representação esquemática do fluxo de átomos durante o “*rafting*”. (a) elementos formadores da fase γ' . (b) elementos formadores da fase γ .

3.8. FRATURA DAS SUPERLIGAS EM FLUÊNCIA

Existem diversos mecanismos pelos quais um material pode fraturar. Geralmente, em baixas temperaturas, um material tende a fraturar através de mecanismos frágeis, envolvendo a clivagem de planos cristalinos. À medida que a temperatura aumenta, porém, passam a atuar mecanismos de fratura dúctil, uma vez que a deformação plástica é favorecida. Pode existir, entretanto, uma série de combinações entre os diversos mecanismos de modo que a fratura ocorra por clivagem, mas com claros sinais de deformação plástica. Segundo Gandhi e Ashby (1979) podem existir sete mecanismos envolvidos na fratura de um material: propagação de trincas preexistentes no material; clivagem; fratura dúctil em baixas temperaturas; fratura transgranular em fluência; fratura intergranular em fluência; fratura por difusão; fratura com recristalização dinâmica.

Em uma situação idealizada, a fratura de um material ocorreria no momento em que a tensão aplicada sobrepujasse suas forças interatômicas. Os materiais reais, porém, apresentam uma série de defeitos cristalinos que reduzem a tensão necessária para a deformação e fratura. Estes defeitos podem atuar como concentradores de tensão de modo que, localmente, a tensão aplicada sobreponha as forças interatômicas e o material fracture por clivagem.

A clivagem ocorre pela concentração de tensão na ponta de uma trinca que promove sua propagação a tensões inferiores à ideal. Estas trincas podem ser oriundas da fabricação do material ou podem se formar durante a deformação. Materiais policristalinos podem fraturar pelo crescimento de vazios nucleados pelo descolamento de partículas. Quando os vazios são grandes o suficiente, o material falha. Geralmente, este tipo de fratura é transgranular. Em altas temperaturas pode ocorrer um mecanismo semelhante de fratura transgranular. A nucleação de vazios ocorre da mesma maneira, por descolamento de partículas. Porém, com ativação térmica, ocorre transporte de massa por difusão para a região dos vazios, o que retarda o processo de propagação e coalescimento devido à melhor acomodação de partículas não deformadas. Ambos os mecanismos apresentam ductilidades parecidas. Porém, em baixas temperaturas, o controle do crescimento dos vazios é feito pelo encruamento da região que os circundam enquanto, em altas temperaturas, não ocorre encruamento, apenas o acomodamento das partículas através do transporte de massa. Quando a tensão aplicada é baixa o suficiente ocorre a transição do mecanismo de fratura transgranular para o intergranular. Isto ocorre por nucleação de

vazios devido ao movimento relativo de grãos. Isto geralmente ocorre pelo descolamento de partículas nos contornos de grão ou devido à impossibilidade de acomodar a deformação nos pontos triplos. É possível que ocorra o crescimento dos vazios mesmo na ausência de uma tensão expressiva. Este seria um fenômeno que levaria à fratura por difusão. Em casos práticos, porém, este mecanismo é sobreposto por outros controlados pela tensão incidente. Quando o material é dúctil o suficiente e todos os mecanismos de fratura forem suprimidos, o material sofre o chamado "empescoamento" e rompe-se quando a seção perpendicular à aplicação de força atinge um tamanho muito pequeno para suportar o estado de tensão. Numa situação ideal, isso ocorre quando o tamanho da seção se aproximar de zero. Tratando-se de deformação em altas temperaturas, os principais fenômenos responsáveis por permitir este comportamento são a recuperação e a recristalização local do material. Isto permite que o material consiga acomodar as deformações locais em velocidades rápidas o suficiente para impedir a nucleação de trincas e vazios, impedindo que se inicie o processo de fratura de maneira prematura (ASHBY; GANDHI; TAPLIN, 1979; GANDHI; ASHBY, 1979).

Uma vez que as superligas são geralmente empregadas em condições de alta temperatura, os mecanismos de fratura envolvidos são aqueles ligados aos mecanismos de fluência. No caso da superliga MAR-M247, especificamente, relata-se que a presença de carbonetos com morfologia de escrita chinesa bem como a presença de defeitos oriundos do processo de fundição levam à fratura prematura do material, limitando drasticamente sua ductilidade (BOR; CHAO; MA, 1998; 1999; 2000; BOR; HSU; WEI, 2004). Além disso, trincas na superfície, oriundas da fabricação do material ou não, podem ser responsáveis pelo início do processo de fratura como mostrado para a superliga MAR-M002 (DENNISON; ELLIOTT; WILSHIRE, 1982).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. CONFECÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras da superliga MAR-M247 foram fornecidas pela empresa Açotécnica, localizada na cidade de Jandira – SP, que emprega este material em rotores automotivos (Figura 29). O material foi produzido pela técnica de microfusão por cera perdida e vazado em moldes cerâmicos nas condições padrões utilizadas pela empresa. Cada molde cerâmico continha 14 barras em formato cilíndrico com 15 mm de diâmetro por 130 mm de comprimento. Após isso, as amostras foram cortadas pela técnica de eletroerosão a fio no formato de ‘meia-lua’ com dimensões de 15 mm de diâmetro e 5 mm espessura para os tratamentos térmicos e caracterização microestrutural.

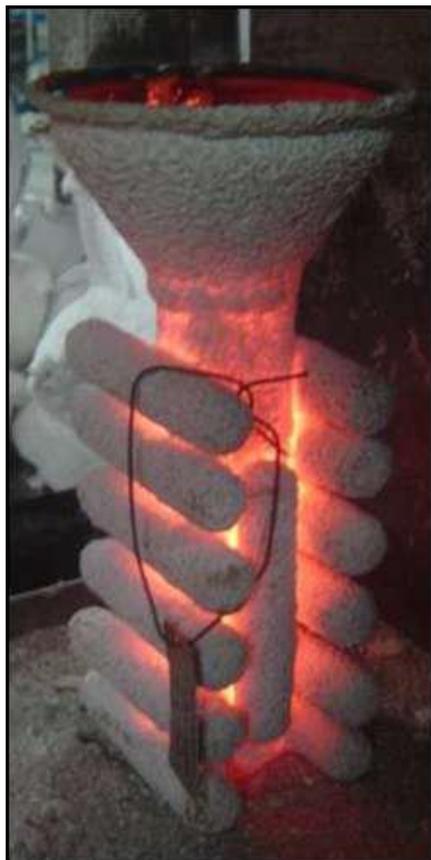


Figura 29 – Molde cerâmico utilizado para fundição da superliga MAR-M247.

4.2. TRATAMENTOS TÉRMICOS DE SOLUBILIZAÇÃO

As amostras utilizadas nos tratamentos térmicos de solubilização foram encapsuladas em tubo de quartzo com atmosfera de argônio. Os tratamentos térmicos foram realizados em forno tubular cerâmico (LINDBERG/BLUE) com elemento resistivo de dissiliceto de molibdênio (MoSi_2). Para cada tratamento térmico realizado ajustou-se a temperatura do forno com o auxílio de um termopar para assegurar que a temperatura do forno na região onde a amostra seria disposta é a temperatura desejada para o tratamento térmico. Finalizados os tratamentos as amostras foram resfriadas ao ar. As temperaturas dos tratamentos térmicos foram determinadas a partir da temperatura “*solvus*” de γ' (1222°C) obtida por simulações, feitas por Baldan (2009) em seu trabalho de mestrado, por meio do software de cálculo termodinâmico Thermo-Calc, que é baseado no método CALPHAD (CALculation of PHase Diagram). A base de dados utilizada foi a TTNI8 (Thermotech Ni-based Super-alloys Database).

A partir da análise dos resultados dos tratamentos térmicos, determinou-se a temperatura ideal para a solubilização. A Tabela 2 mostra os tempos e as temperaturas dos tratamentos estudados.

Tabela 2 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização.

AMOSTRAS	TEMPERATURA ($^\circ\text{C}$)	TEMPO (h)
R02	1190	2
R04	1230	2
R05	1250	4
R01	1260	2

4.3. TRATAMENTOS TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO

Após a determinação da temperatura e do tempo ideal para solubilização da fase γ' na matriz γ , estudou-se o melhor tratamento térmico para a reprecipitação da fase γ' na matriz (tratamento térmico de envelhecimento). O procedimento dos tratamentos térmicos de

envelhecimento é semelhante ao procedimento do tratamento de solubilização, ou seja, as amostras foram encapsuladas em tubo de quartzo com atmosfera de argônio, os tratamentos foram feitos no forno tubular de resistência LINDBERG/BLUE, ajustando-se a temperatura do forno para cada tratamento térmico realizado, com o auxílio de um termopar para assegurar que a temperatura na região onde a amostra seria disposta é a temperatura desejada para o tratamento térmico. Finalizaram-se os tratamentos com o resfriamento das amostras ao ar. Os tratamentos térmicos de envelhecimento estudados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Condições de tratamentos térmicos de envelhecimento.

AMOSTRAS	1ª ETAPA		2ª ETAPA	
	TEMPERATURA (°C)	DURAÇÃO (h)	TEMPERATURA (°C)	DURAÇÃO (h)
R09	770	20	-	-
R11	770	25	-	-
R08	870	20	-	-
R10	870	25	-	-
R20	980	1	-	-
R14A	980	5	-	-
R17	980	20	-	-
R12	980	5	870	20
R15A	1080	1	-	-
R19	1080	5	-	-
R18	1080	20	-	-
R13	1080	1	870	20

4.4. PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

As primeiras amostras produzidas seguiram o seguinte procedimento metalográfico: embutimento a quente com resina fenólica, lixamento com lixas 220#, lixamento fino com solução diamantada 9 µm, polimento com solução 3 µm, polimento com suspensão 1 µm, polimento final com OP-A diluído com 50% de água destilada. Para a revelação da microestrutura foi realizado ataque químico com 2/5 HCl, 1/5 HNO₃ e 2/5 glicerol. Os tempos de ataque variaram de aproximadamente 30 s a 75 s.

Devido à dificuldade de eliminação de riscos nas amostras (especialmente R04 e R05), foi elaborada uma nova rota de preparação. Esta nova rota de preparação foi utilizada nas amostras envelhecidas, e seguiu o seguinte procedimento: embutimento a quente com resina fenólica, lixamento com lixas de carboneto de silício (SiC) de #320, #600, #800, #1200 (girando a amostra 45° a cada troca de lixa), polimento com solução diamantada 3 µm, polimento com solução diamantada 1 µm e polimento final com OP-A na politriz automática. Em virtude da dificuldade de ataque nas amostras envelhecidas, uma nova solução química foi preparada: 1/6 HNO₃, 2/6 HCl e 3/6 de glicerol. A duração do ataque químico variou de 60 a 120 s, com intervalos de aproximadamente 20 segundos.

4.5. MICROSCOPIA ÓTICA

Foi utilizado o microscópio óptico Leica modelo DM IRM com luz polarizada e câmera digital Samsung, modelo SCC 131, acoplada no intuito de auxiliar a preparação metalográfica das amostras nas etapas de lixamento e polimento.

4.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Foram utilizados dois microscópios eletrônicos de varredura (MEV) na análise das microestruturas. Na primeira etapa do trabalho o microscópio utilizado foi o modelo LEO 1450VP com EDS acoplado (EEL/USP) no modo de elétrons retro espalhados e no modo de elétrons secundários. Na análise de fraturas, por sua vez, foi utilizado um microscópio eletrônico de bancada modelo Hitachi TM-3000 com operação em modo de elétrons retroespalhados.

4.7. MAR-M247 MODIFICADA COM NIÓBIO

De maneira similar à primeira parte do presente trabalho, Silva (2011) estudou a melhor condição de tratamento para uma modificação da superliga MAR-M247 com substituição total do tântalo por nióbio. A composição química da superliga modificada está apresentada na Tabela 4.

O material utilizado foi produzido pela mesma empresa do material tradicional, Açotécnica S/A, pela técnica de microfusão por cera perdida. Cada molde foi composto por 14 barras com dimensões 15 mm de diâmetro e 130 mm de comprimento. As amostras utilizadas foram obtidas através de corte por eletrofusão com dimensões finais de 15 mm de diâmetro com 5 mm de espessura.

Tabela 4 - Composição química da superliga MAR-M247 modificada com nióbio. Adaptado de (SILVA, 2011).

Elementos	% em peso
Ni	Bal.
Co	10
W	10
Cr	8,5
Al	5,5
Nb	1,5
Hf	1,4
Ti	1
Mo	0,7
C	0,15
Zr	0,06
B	0,015

As amostras utilizadas para os tratamentos térmicos foram encapsuladas em tubo de quartzo com atmosfera inerte de argônio. Os tratamentos, por sua vez, foram realizados em forno tubular cerâmico (LINDBERG/BLUE) com elemento resistivo de dissiliceto de molibdênio (MoSi_2). Todas as temperaturas foram medidas com um termopar tipo K instantes antes de cada tratamento térmico e na mesma posição em que a amostra iria ser colocada no forno. Isso foi feito com o objetivo de averiguar se a temperatura real da região onde se encontrava a amostra era a mesma que o controlador do forno estava indicando. Todas as amostras foram resfriadas ao ar após cada etapa de tratamento térmico. As condições dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento estão apresentadas nas tabelas 5, 6, 7 e 8 (foram mantidos os nomes originais das amostras, utilizados pelo autor, como PR-XX e PAG-XX).

Tabela 5 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização do material modificado em uma etapa.

Amostras	Temperatura (°C)	Duração (h)
PR-10	1185	2
PR-17	1240	2
PR-11	1260	2
PR-12	1280	2
PR-14	1300	2
PR-19	1185	4
PR-18	1240	4
PR-13	1260	4
PR-16	1280	4
PR-20	1300	4
PR-22	1260	8
PR-23	1280	8

Tabela 6 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de solubilização do material modificado em duas etapas.

Amostras	1ª etapa		2ª etapa	
	Temperatura (°C)	Duração (h)	Temperatura (°C)	Duração (h)
PR-15	1260	4	1280	4
PR-21	1260	8	1280	8

Tabela 7 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de envelhecimento do material modificado em uma etapa.

Amostras	Temperatura (°C)	Duração (h)
PAG-01	780	5
PAG-02	780	20
PAG-03	780	80
PAG-04	880	5
PAG-05	880	20
PAG-06	880	80
PAG-07	980	5
PAG-08	980	20
PAG-09	980	80

Tabela 8 - Condições de temperatura e tempo para os tratamentos térmicos de envelhecimento do material modificado em duas etapas.

Amostras	1ª etapa		2ª etapa	
	Temperatura (°C)	Duração (h)	Temperatura (°C)	Duração (h)
PAG-10	980	5	880	20
PAG-11	980	5	780	20
PAG-12	980	5	780	20

Para a caracterização microestrutural, todas as amostras seguiram basicamente a mesma rota de preparação metalográfica: embutimento a quente com resina fenólica; lixamento com lixas de carbetto de silício (SiC) #220, #400, #600, #800, #1200 e #2400; polimento com pasta de diamante de 3 e 1 µm; polimento final com OP-A 0,01 µm diluído 50% em volume em água destilada. Nas amostras no estado bruto de fusão e envelhecidas foram feitos ataques químicos com glicerégia (1/6 HNO₃, 2/6 HCl e 3/6 de glicerina).

A amostra no estado bruto de fusão foi caracterizada com o auxílio do microscópio óptico Leica modelo DM IRM sob luz polarizada com câmera digital Samsung modelo SCC 131 acoplada e do microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de tungstênio, modelo LEO 1450VP com EDS acoplado, nos modos elétrons retroespalhados e elétrons secundários. As amostras tratadas foram analisadas somente pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A amostra bruta de fusão e as amostras após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento foram submetidas a medidas de dureza em um microdurômetro Buehler modelo Micromet 2004. A carga utilizada para a medição foi de 500 gf e o tempo de carga foi de 30 segundos.

4.8. ENSAIOS DE FLUÊNCIA

Foi realizado um conjunto de oito ensaios na modalidade carga constante na temperatura 850°C e tensões iniciais de 370, 390, 410 e 430 MPa, no Laboratório de Ensaio do Instituto Tecnológico de Aeronáutica-ITA. A Figura 30 mostra a configuração dos corpos-de-prova com 18,50 mm de comprimento útil e 3,0 mm de diâmetro. Para o registro das medidas de alongamento, utilizou-se um registrador gráfico modelo RB101 série1000 da ECB – Equipamentos Científicos do Brasil Ltda., conectado a um transdutor

do tipo LVDT Schlumberger modelo D 6,50 com especificação de 53,18 mV/V/mm. Para realização dos ensaios de fluência foram utilizados os equipamentos da marca MAYES, nos quais foram adaptados sistemas elétricos e controladores, desenvolvidos pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda, segundo as exigências da norma ASTM E139/83.

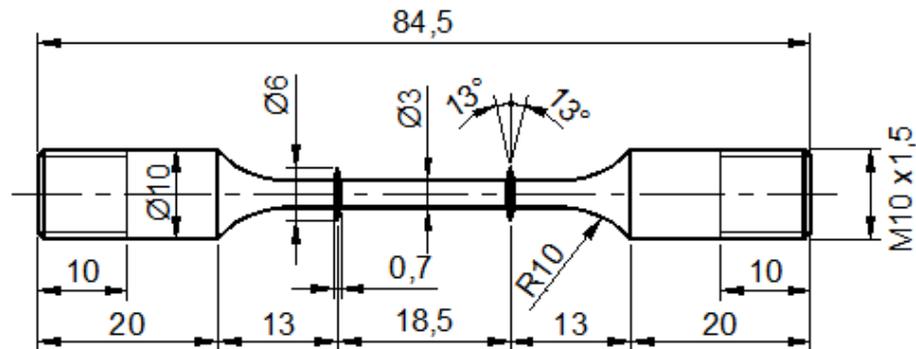


Figura 30 - Representação do corpo de prova utilizado nos ensaios de fluência.

4.9. FLUXOGRAMA EXPERIMENTAL

O procedimento experimental pode ser resumido pela Figura 31.

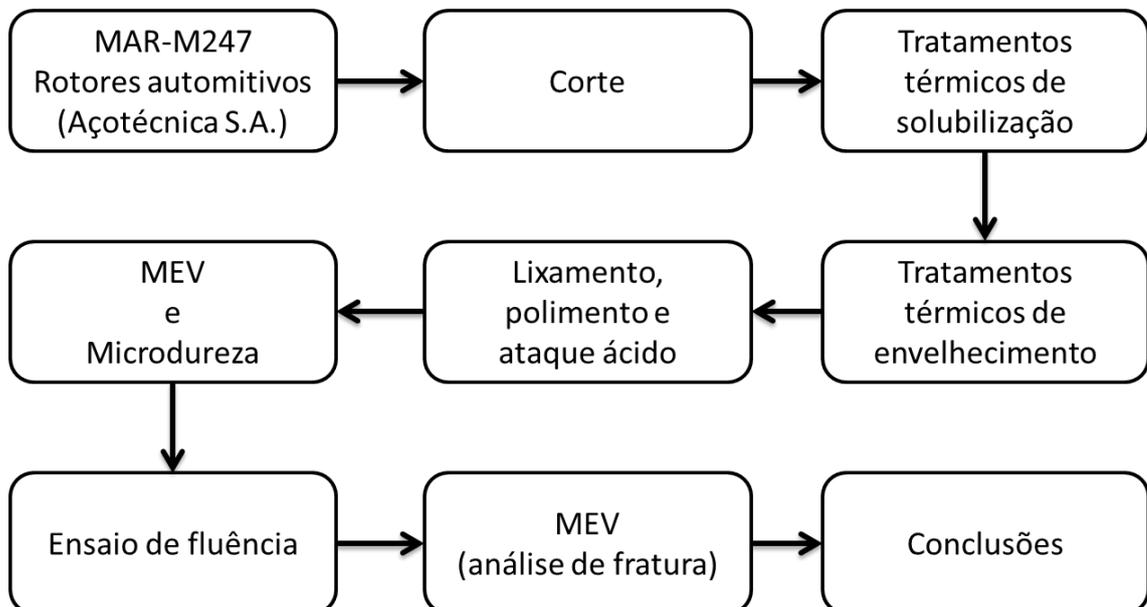


Figura 31 - Resumo esquemático do procedimento experimental.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO

Na Figura 32 são apresentadas as micrografias das amostras solubilizadas vistas em MEV com aumento de 100X. Comparando-as, é possível analisar a redução do grau de segregação química do material. As regiões mais claras correspondem a uma maior concentração de elementos pesados e apresentam formato dendrítico, o que significa que esta é a microestrutura oriunda do processo de solidificação. Como pode ser visto, a amostra tratada por 4 h a 1250°C é a que apresenta o melhor resultado, uma vez que apresenta a microestrutura quimicamente mais homogênea. Esta homogeneidade é caracterizada pela ausência das formas dendríticas presentes nas demais amostras.

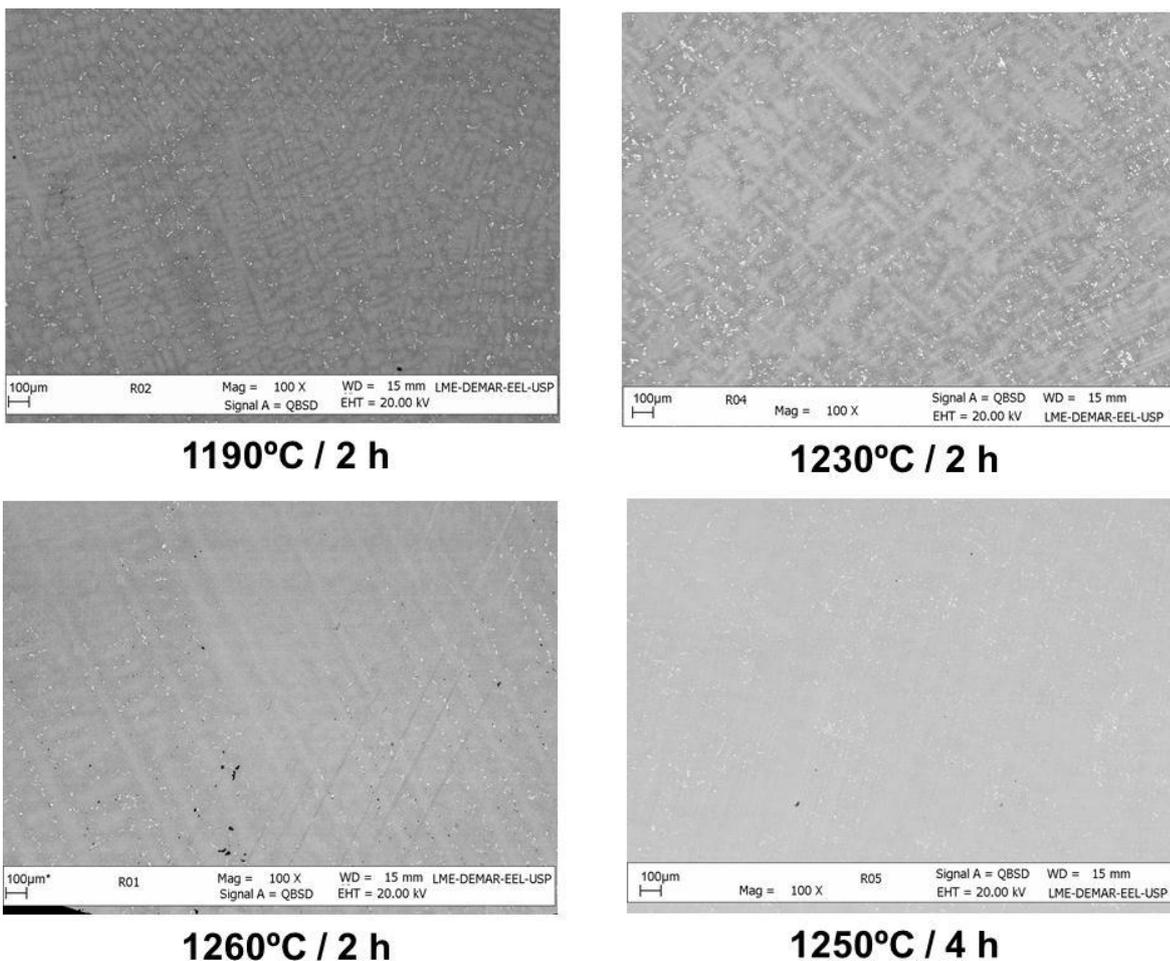


Figura 32 – Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização – 100X.

Na Figura 33 são apresentadas as micrografias das amostras solubilizadas vistas em MEV com aumento de 5000X. Comparando-as, é possível analisar a variação dos tamanhos de partículas para as diversas condições de tratamento. Para as temperaturas de 1190°C e 1230°C existem indícios de crescimento exagerado das partículas de γ' . Além disso, os carbonetos precipitados apresentam indícios que podem significar a decomposição de carbonetos do tipo MC para os tratamentos a 1250°C e 1260°C.

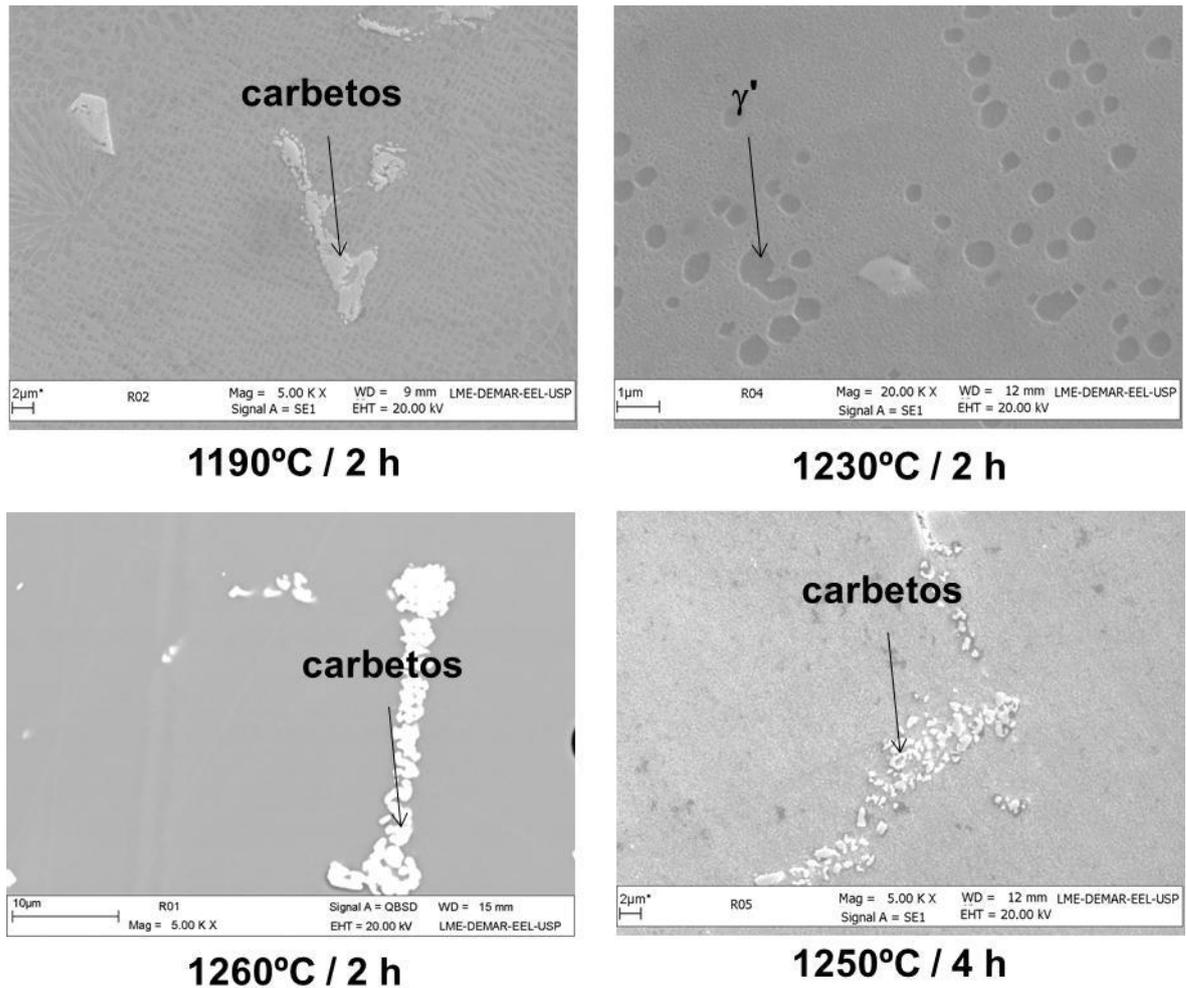


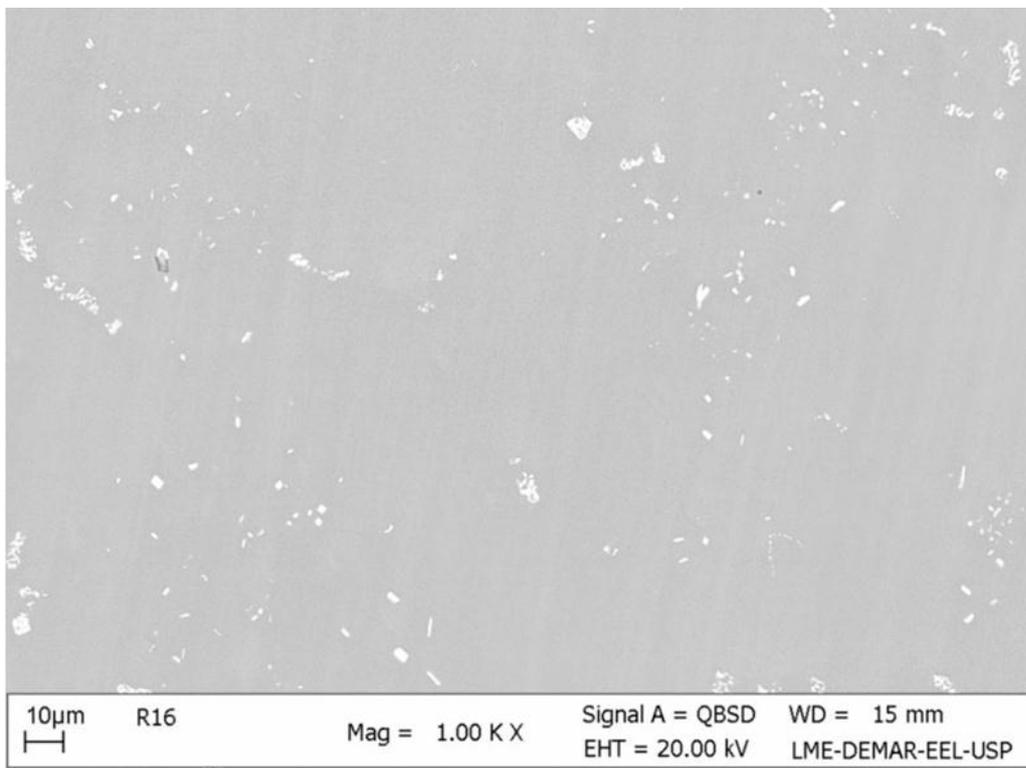
Figura 33 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização – 5000X.

A Tabela 9 apresenta os resultados de microdureza das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização.

Tabela 9 - Microdureza das amostras submetidas ao tratamento térmico de solubilização.

Amostras	Temperatura (°C)	Tempo de duração (h)	Microdureza (HV)
R02	1190	2	403 ± 11
R04	1230	2	407 ± 8
R05	1250	4	439 ± 6
R06	1260	2	405 ± 29

O tratamento realizado a 1250°C apresenta os maiores valores de microdureza. Combinado com os resultados de segregação química e tamanho de partículas, esta foi a temperatura escolhida para o tratamento final. Visando garantir uma melhor microestrutura foi, então, escolhida a condição de tratamento a 1250°C por 5 h (Figura 34).



1250°C / 5 h (417 HV ± 11)

Figura 34 - Tratamento final de solubilização.

5.2. TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO

Os resultados dos tratamentos térmicos de envelhecimento podem ser vistos nas figuras Figura 35, Figura 36, Figura 37 e Figura 38.

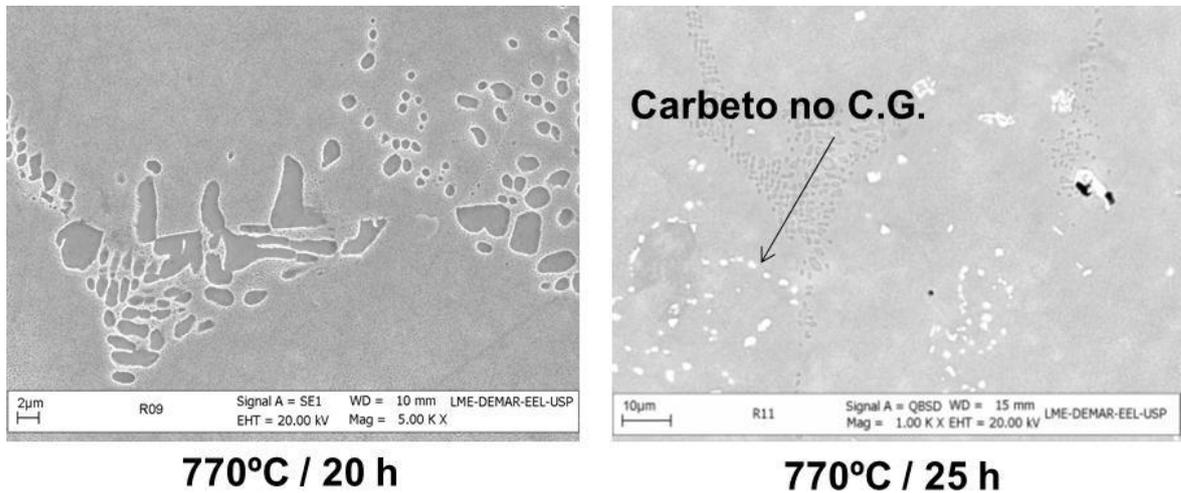


Figura 35 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 770°C.

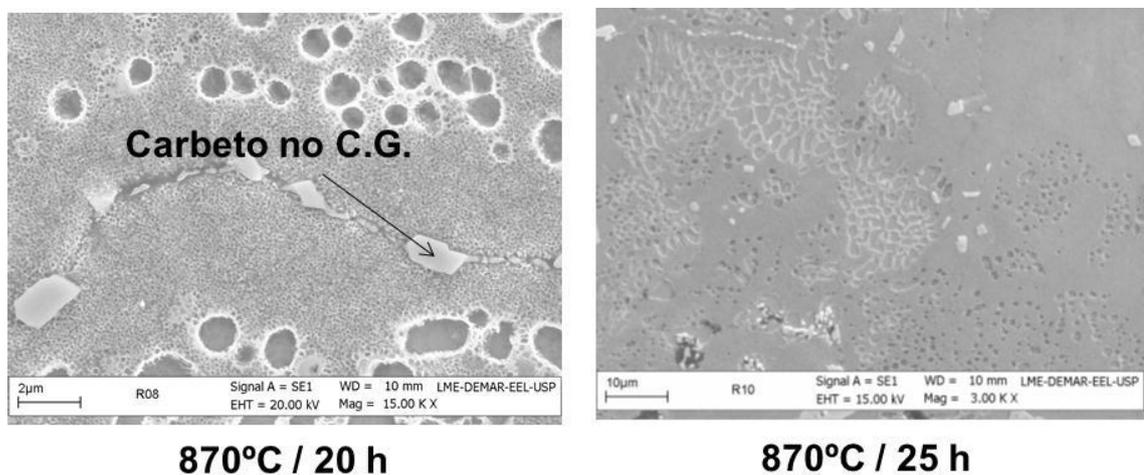


Figura 36 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 870°C.

Os tratamentos realizados a 770°C e 870°C apresentam duas características principais: carbonetos precipitados nos contornos de grão (C.G.) e distribuição multimodal dos precipitados da fase γ' . A presença de carbonetos nos contornos é um indício benéfico

que pode resultar no ancoramento dos grãos, o que previne a formação de vazios oriundos do movimento relativo de grãos que pode levar à fratura prematura. Por sua vez, uma distribuição bimodal cria regiões com resistências mecânicas locais diferentes, o que pode levar a deformações diferentes nas diversas regiões do material acompanhadas de altas concentrações de tensão capazes de fraturar o material.

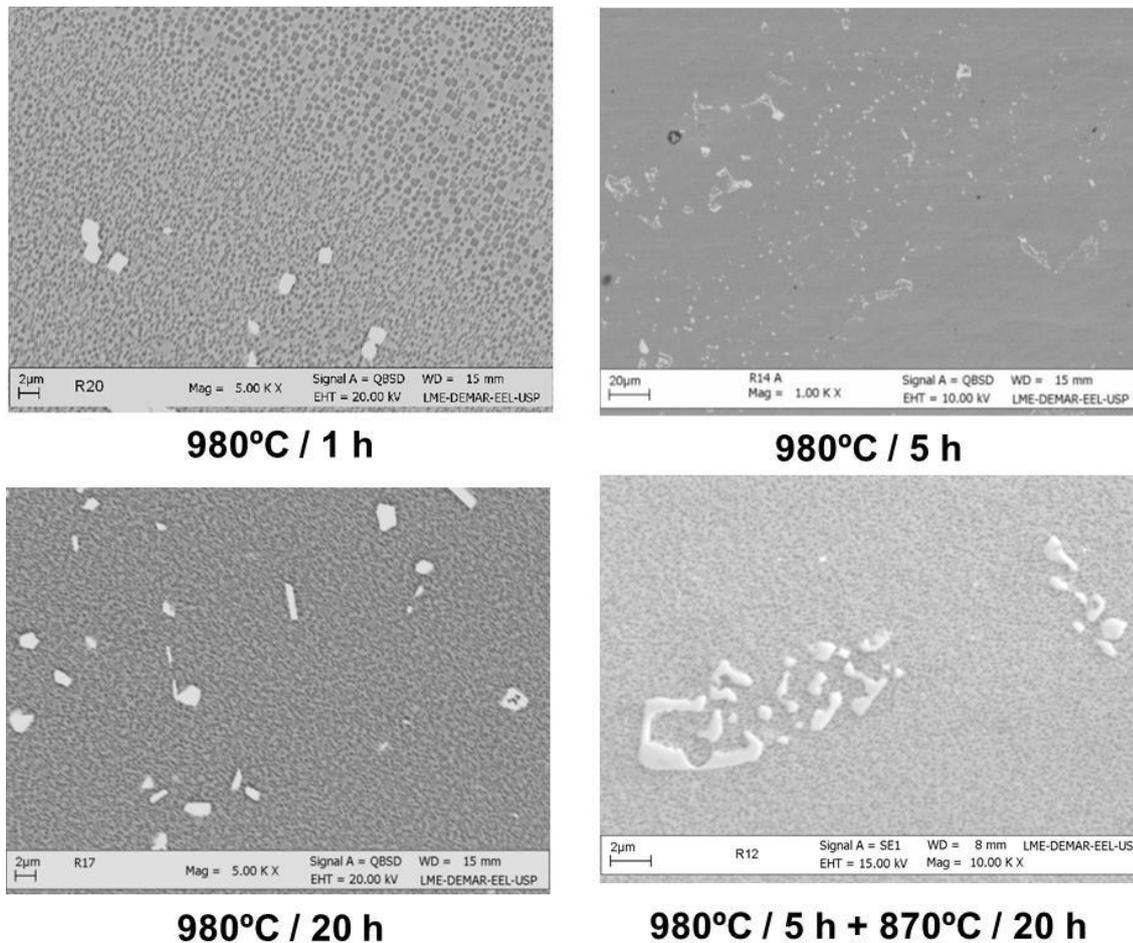


Figura 37 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 980°C.

A 980°C não existem indícios da precipitação de carbonetos nos contornos de grão. Porém, os precipitados da fase γ' apresentam caráter mais uniforme que favorecem a interação com discordâncias e aumentam a resistência mecânica do material. O tratamento de 1 h apresenta resquícios de uma distribuição multimodal, mais leve que os tratamentos anteriores. A partir de 5 h, a distribuição torna-se, aparentemente, monomodal. Esta característica permitirá uma deformação homogênea ideal para retardar o surgimento de regiões com acúmulo de tensão crítico.

Quanto ao tamanho dos carbonetos, os tratamentos de 20h e o tratamento duplo de 5 h a 980°C + 20 h a 870°C apresentam os melhores resultados, com precipitados uniformes e de menor tamanho entre as amostras.

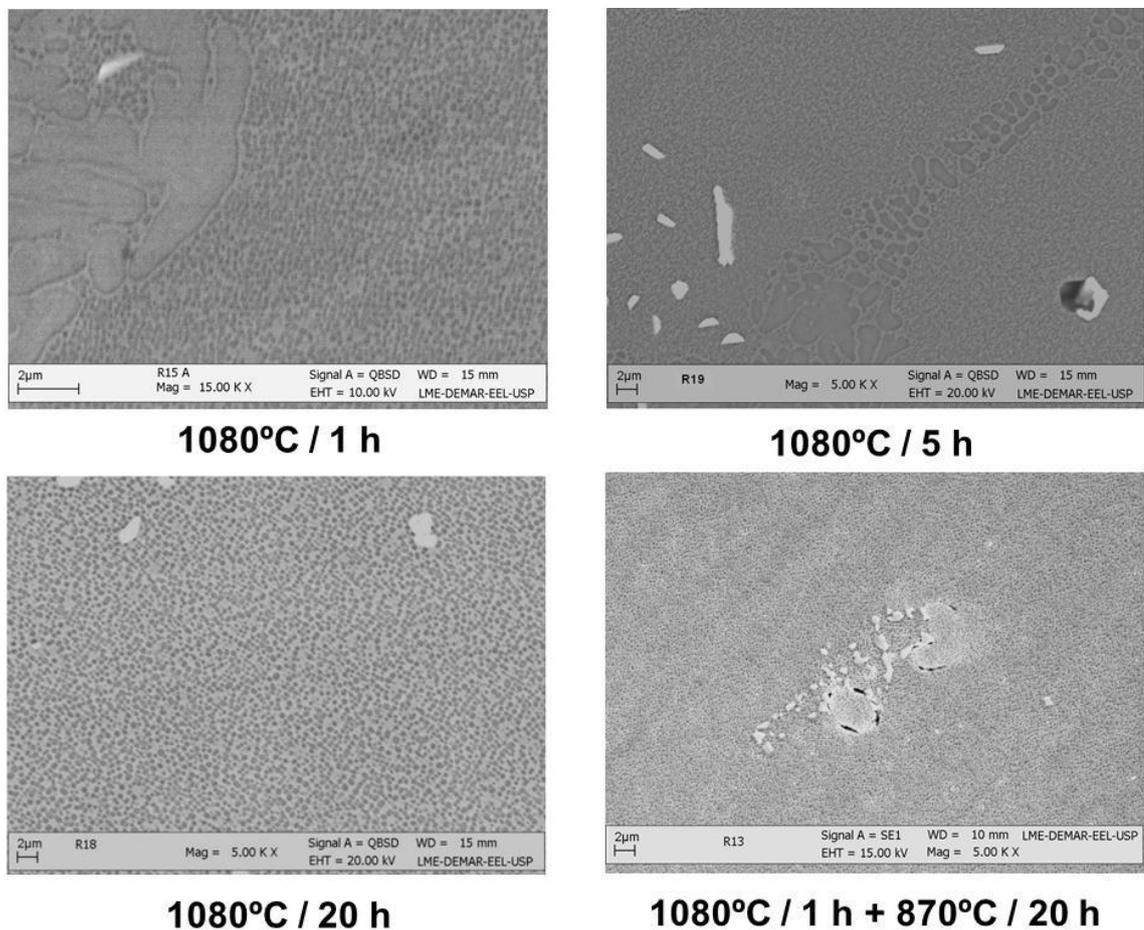


Figura 38 - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 1080°C.

As amostras tratadas a 1080°C voltam a apresentar caráter bimodal referente à fase γ' para os tempos de 1 h e 5 h. Isto pode significar um processo de coalescimento devido ao excesso de ativação térmica. O tratamento de 20 h e o tratamento duplo de 1 h seguido de 20 h a 870°C apresentam características semelhantes aos tratamentos a 980°C, com distribuição uniforme da fase γ' .

Os resultados de microdureza estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Microdureza das amostras submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento.

AMOSTRA	1ª ETAPA		2ª ETAPA		MICRODUREZA (HV)
	TEMPERATURA (°C)	DURAÇÃO (H)	TEMPERATURA (°C)	DURAÇÃO (H)	
R09	770	20	-	-	440 ± 6
R11	770	25	-	-	445 ± 12
R08	870	20	-	-	433 ± 7
R10	870	25	-	-	444 ± 15
R20	980	1	-	-	408 ± 11
R14A	980	5	-	-	413 ± 14
R17	980	20	-	-	415 ± 15
R12	980	5	870	20	435 ± 17
R15A	1080	1	-	-	418 ± 13
R19	1080	5	-	-	425 ± 12
R18	1080	20	-	-	423 ± 9
R13	1080	1	870	20	418 ± 14

A partir dos resultados apresentados buscou-se escolher a melhor combinação entre homogeneidade da microestrutura, maior grau de decomposição dos carbonetos e menor microdureza, sendo este último aspecto devido à alta fragilidade relatada por outros autores

(BOR; CHAO; MA, 1999; 2000). Outro aspecto levado em consideração foi a simplificação do processo de tratamento e a economia de energia (menores temperaturas). Sendo assim, a condição escolhida foi a de 980°C por 20 h.

5.3. MELHOR CONDIÇÃO DE TRATAMENTO PARA O MATERIAL MODIFICADO COM NIÓBIO

Dentre os tratamentos térmicos de solubilização realizados por Silva (2011), apenas o de 8 h a 1260°C apresenta-se livre da microestrutura dendrítica oriunda do processo de fundição sem indícios de fusão incipiente (Figura 39). A microdureza encontrada para esta condição é de 415 ± 6 HV. Abaixo desta temperatura e em tempos menores as amostras apresentam sinais claros da segregação química da estrutura dendrítica, além da presença de eutéticos γ/γ' (Figura 40). Os tratamentos acima desta temperatura, por sua vez, apresentam fusão incipiente (Figura 41).

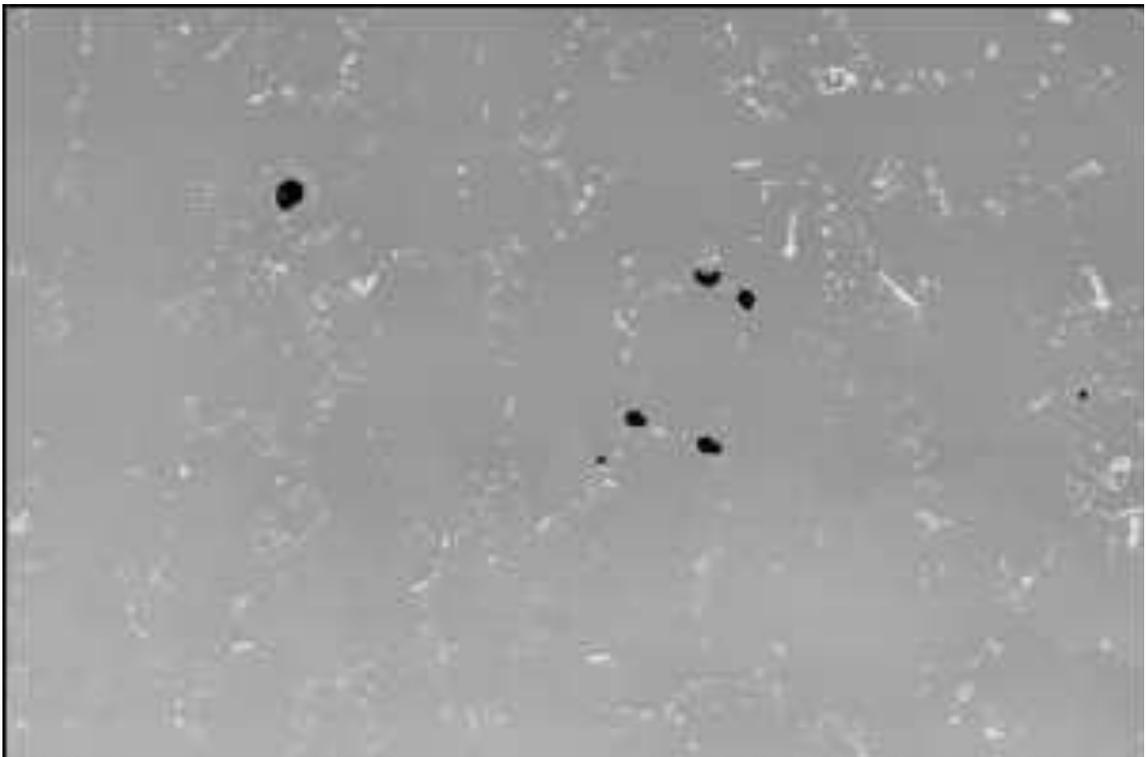


Figura 39 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização por 8 h a 1260°C.

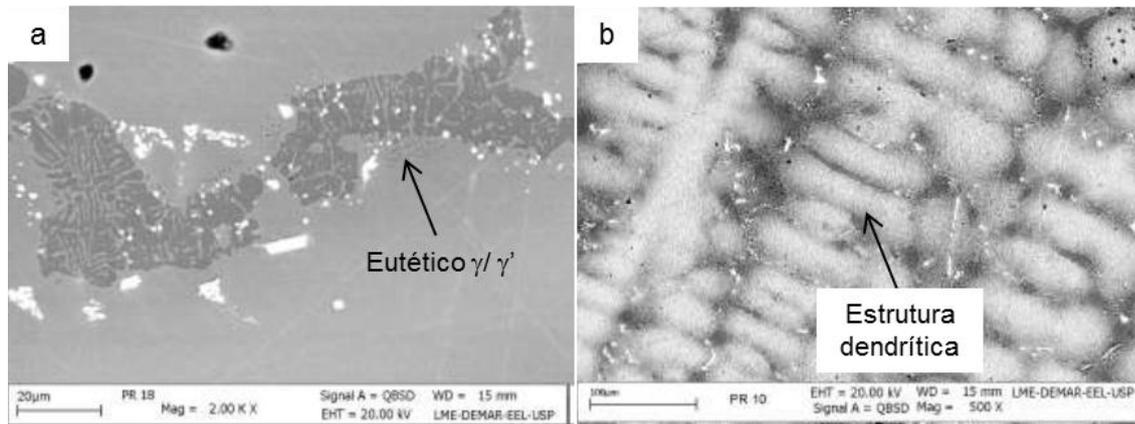


Figura 40 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização abaixo da temperatura ideal.

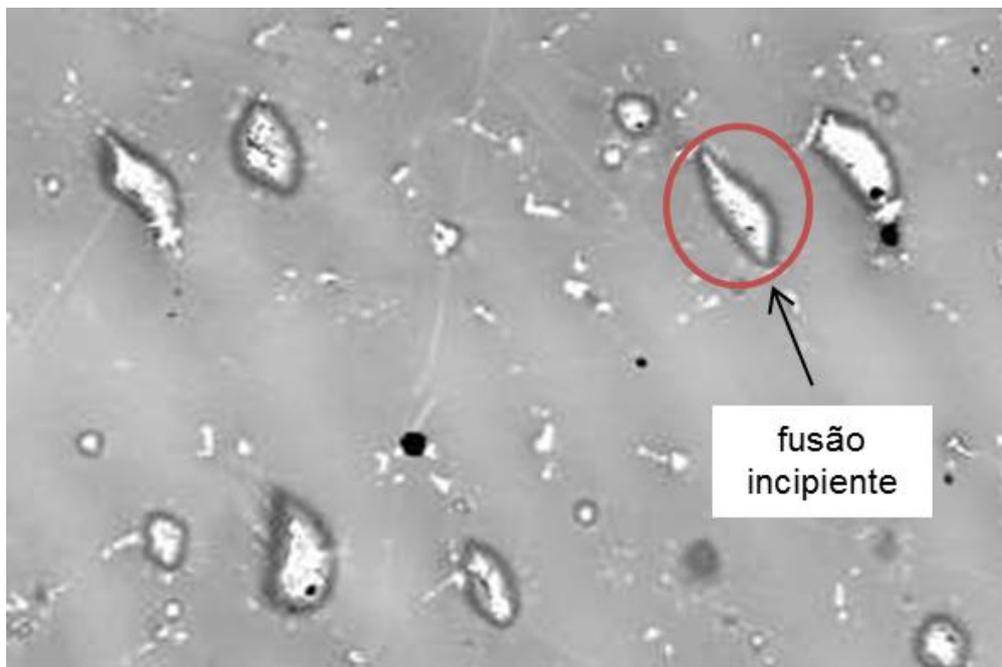


Figura 41 - Microestrutura da superliga MAR-M247 modificada com nióbio submetida a tratamento térmico de solubilização acima da temperatura ideal.

Dentre os tratamentos de envelhecimento, a condição escolhida como mais próxima do ideal é a do tratamento duplo realizado por 5 h a 880°C seguidas de 20 h a 780°C. Nestas condições, a microdureza encontrada é de 446 ± 6 HV.

5.4. RESULTADOS DE FLUÊNCIA

Os testes de fluência, compreendendo um total de mais de 2.000 horas, foram realizados com o objetivo básico de avaliar a resistência das ligas MAR-M247 convencional e MAR-M247 modificada com nióbio. Tais testes foram realizados a carga constante e 850°C, baseando-se nos estudos propostos por Ohta e colaboradores (OHTA; YOSHIZAWA; NAKAGAWA, 1989). A Tabela 11 apresenta os dados obtidos pelos testes de ruptura por fluência.

Tabela 11 - Resultado dos ensaios de ruptura em fluência.

σ (MPa)	MAR-M247 Convencional			MAR-M247 Modificada		
	T_f (h)	ε_f (%)	RA (%)	T_f (h)	ε_f (%)	RA (%)
370	430*	-	-	286	1,44	4,36
390	481	1,52	1,99	195	1,64	4,61
410	441	1,64	0,67	169	1,64	1,33
430	66	1,71	2,65	40	2,19	1,33

* Ensaio encerrado antes da fratura do material.

As amostras com presença de tântalo na composição química apresentam maior resistência à fluência. As análises revelam que a 370 MPa, apesar do teste ter sido interrompido em 430 horas para a liga com tântalo, a diferença percentual para o tempo obtido com a liga contendo nióbio atinge 33%. Na faixa de 390 a 410 MPa, o aumento médio da vida está em torno de 60%. Entretanto, no teste realizado a 430 MPa a diferença percentual cai para 39%, correspondendo a uma estimativa inicial de que as diferenças na composição química são mais efetivas em menores valores de tensão.

A elevada dureza das amostras obtida após os tratamentos térmicos empregados neste trabalho para cada uma das composições, conduziu aos baixos valores médios de ductilidade (ϵ_f) em torno de 1,62 e 1,73 % para as ligas com tântalo e nióbio, respectivamente. Estes valores de deformação conduziram também aos baixos valores médios de redução em área (RA), de 1,77 e 2,91 %, respectivamente.

Para efeito comparativo, os valores dos tempos de fratura (t_f) obtidos por Ohta e colaboradores (OHTA; YOSHIZAWA; NAKAGAWA, 1989) para os níveis de tensão de 392 e 431 MPa a 850°C para a liga com tântalo correspondem, respectivamente, aos valores de 500 e 121 horas. Observa-se, portanto, uma coerência com os valores obtidos neste trabalho de 481 e 66 horas para os respectivos níveis de tensão de 390 e 430 MPa. As diferenças observadas podem estar associadas à sensibilidade da liga em questão aos concentradores de tensão oriundos dos processos de produção e usinagem das amostras testadas.

5.5. ANÁLISE DE FRATURA

As quatro condições de fluência apresentam superfícies de fratura com características distintas, como apresentado na Figura 42. Não é possível, em nenhum dos quatro casos, identificar um mecanismo distinto que explique individualmente o processo responsável pela fratura do material. É possível perceber, porém, que em dois casos há a presença de uma região facetada característica de processos de clivagem; em dois casos há a presença de uma trinca com tamanho compatível com a escala milimétrica; em dois casos há a presença de regiões com morfologia característica de dendritas.

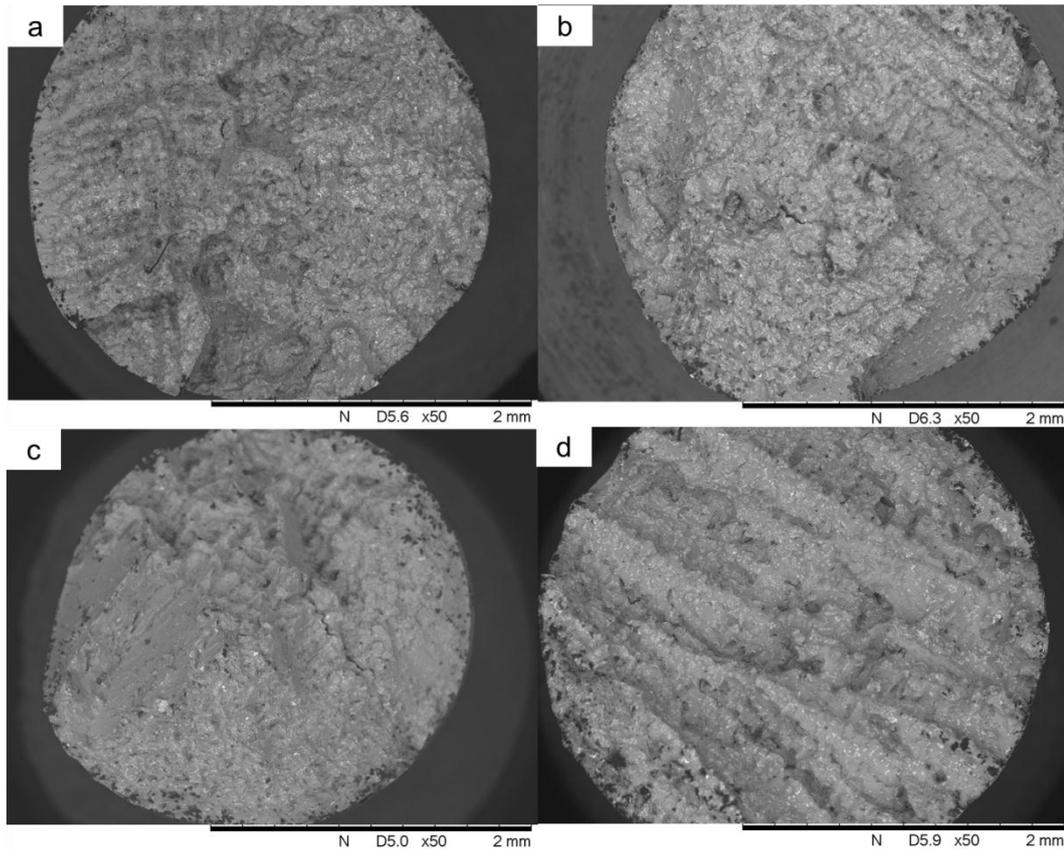


Figura 42 - MAR-M247 testada em condições de fluência a 850°C. (a) e (b) correspondem à superliga convencional testada a 390 MPa e 430 MPa respectivamente. (c) e (d) correspondem à superliga modificada testada a 390 MPa e 430 MPa respectivamente.

Analisando cada superfície em detalhe, no entanto, podem-se identificar alguns pontos em comum a todos os materiais. Estes pontos em comum, independente da presença de indícios isolados em cada corpo de prova, podem explicar os baixos níveis de ductilidade verificados nos ensaios de fluência.

A superliga convencional testada a 390 MPa apresenta uma superfície de fratura sem qualquer particularidade que possa ter alterado o modo de fratura. Deste modo, pode-se concluir que a fratura ocorre devido à nucleação e ao crescimento dos vazios de fluência (Figura 43).

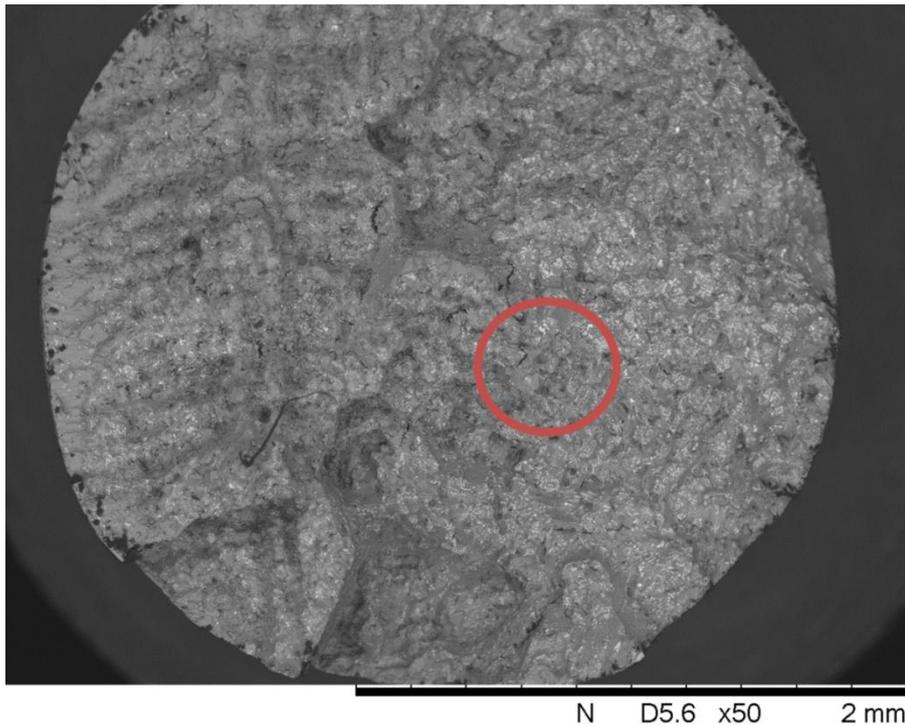


Figura 43 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 50X.

No entanto, é possível perceber a presença massiva de carbonetos em toda a extensão do material, com destaque para a morfologia de “escrita chinesa”. Estas características são a mais provável causa da fragilização do material, explicando a fratura prematura do material a baixas deformações. Tal fato pode ser corroborado pelo fenômeno mostrado na Figura 44, em que é mostrada a propagação de uma trinca através dos carbonetos, importante indício de sua fragilidade.

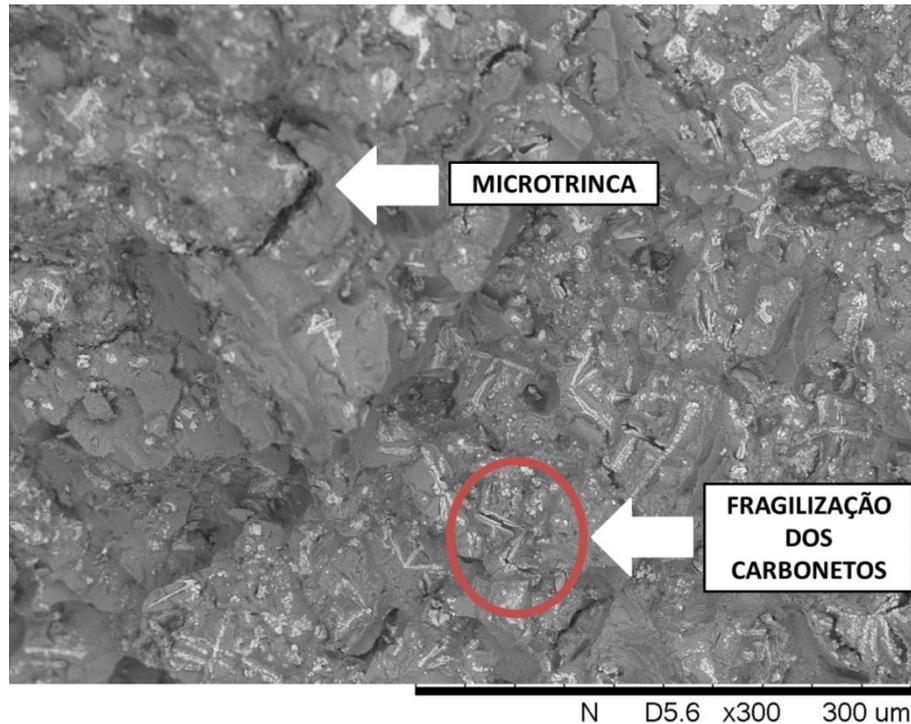


Figura 44 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 390 MPa. Região destacada na Figura 43. Ampliação de 300X.

A superliga tradicional testada a 430 MPa apresenta as mesmas características da testada a 390 MPa, mas não somente. Duas características distintas podem ser identificadas. A primeira é a presença de uma trinca cuja propagação claramente atingiu a escala milimétrica. A segunda característica é a presença de uma região com morfologia semelhante à de uma estrutura dendrítica como a verificada no material bruto de fusão (Figura 45). Acredita-se, portanto, que estes dois processos tenham provocado a concentração excessiva de tensão na região clivada, levando à fratura frágil nesta região.

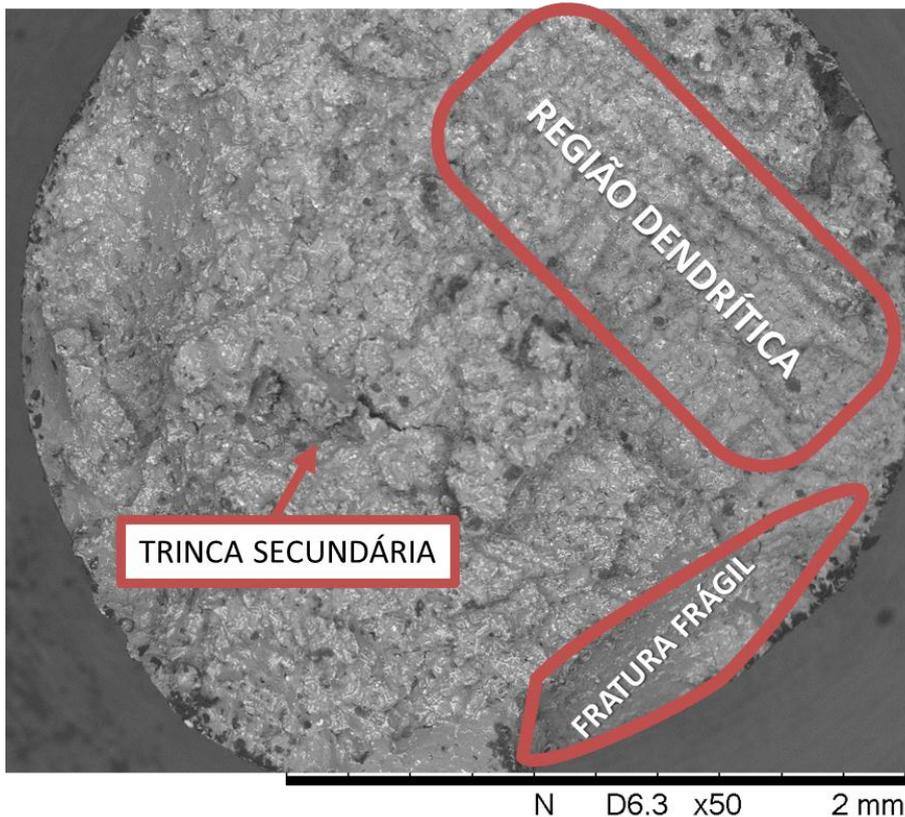


Figura 45 - MAR-M247 convencional testada a 850°C a 430 MPa. Ampliação de 50X.

Apesar da presença de características distintas do material testado a 390 MPa, não é possível atribuir exclusivamente a eles a responsabilidade pela fratura uma vez que, como mostrado na Figura 46, a presença de vazios de fluência, a grande quantidade de carbonetos e a propagação de trincas através dos carbonetos frágeis são características muito semelhantes às do material anterior.

A superliga modificada testada a 390 MPa apresenta tanto uma trinca milimétrica quanto uma região facetada. Neste caso, porém, não é possível identificar claramente a morfologia dendrítica. Conforme apresentado na Figura 47, portanto, podem-se identificar as duas regiões características (A e B) sendo que “A” é o possível sítio de nucleação da trinca. Como pode ser visto na Figura 48 é possível constatar a presença de vazios. Devido ao aspecto da região, porém, não é possível determinar com certeza se estes são vazios de fluência ou defeitos oriundos do processo de fundição.

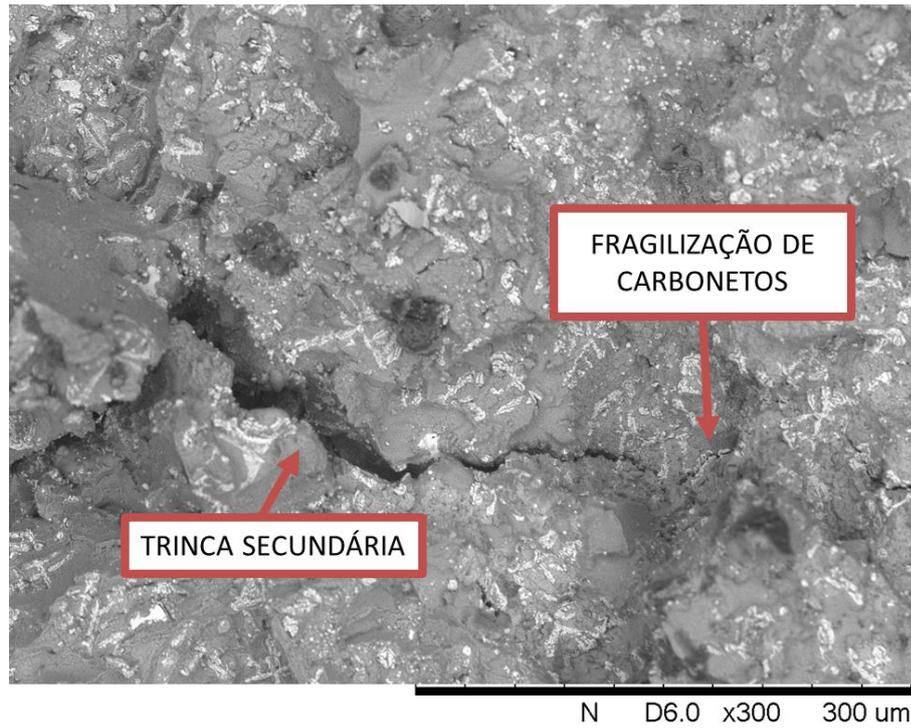


Figura 46 - MAR-M247 convencional testada a 850°C e 430 MPa. Ampliação de 300X.

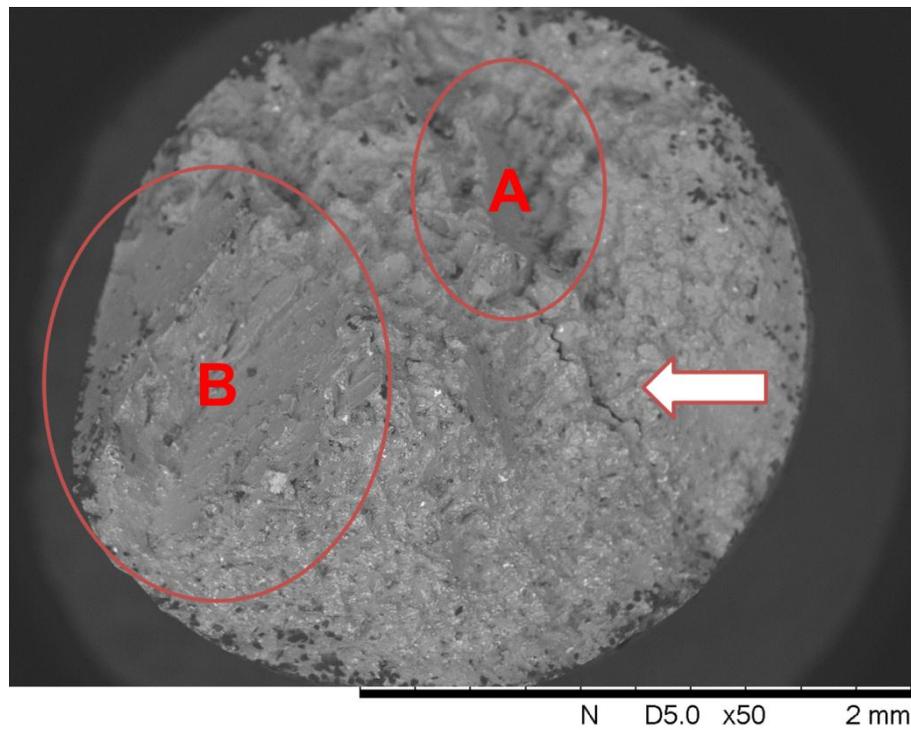
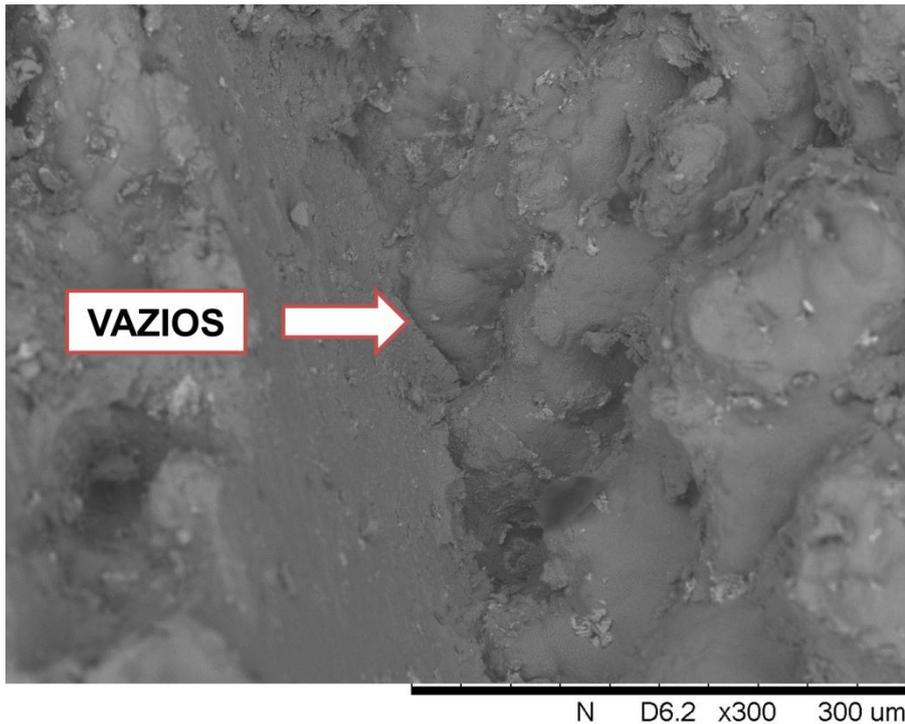


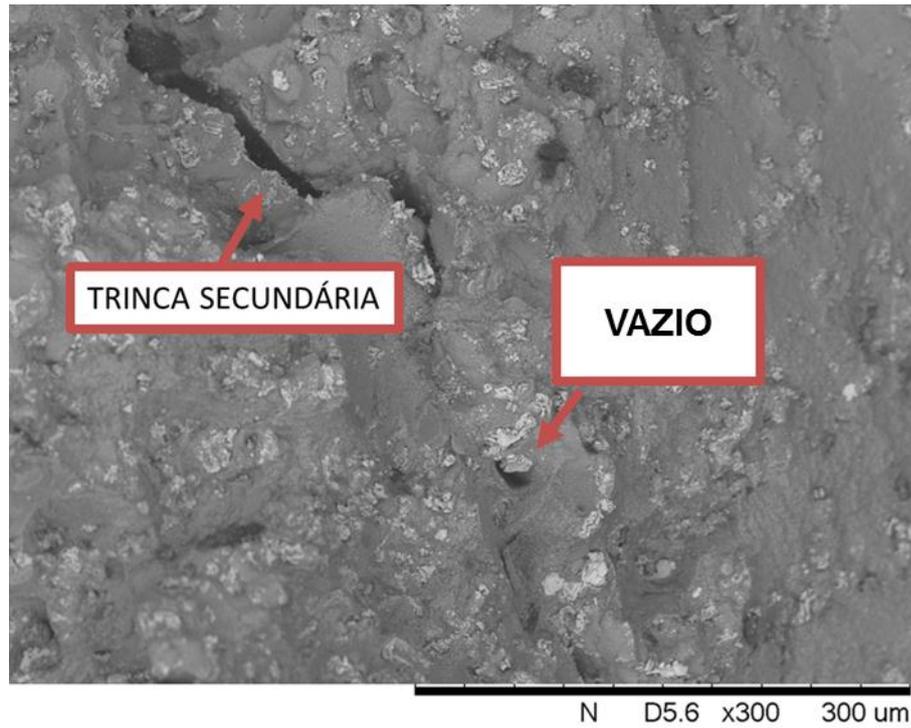
Figura 47 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 50X. (A) região de fratura dúctil. (B) região de fratura frágil.



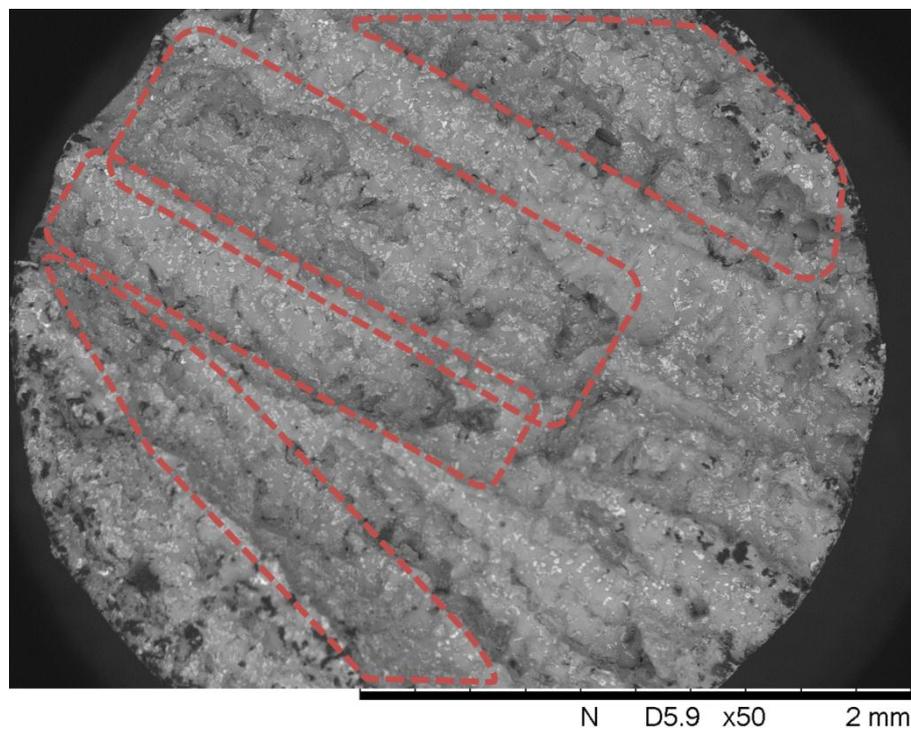
**Figura 48 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 300X.
Ampliação da região “A” da Figura 47.**

Assim como nos outros materiais, é possível, ainda, verificar que a propagação da trinca se deu por um caminho repleto de carbonetos (Figura 49). Apesar de não estar clara a fragilização destes carbonetos, seu grande número leva a crer na mesma capacidade de facilitar a propagação de trincas e antecipar a fratura do material.

O material modificado testado a 430 MPa apresenta o aspecto mais distinto entre os quatro, porque é possível identificar a morfologia dendrítica em toda a extensão do material (Figura 50). Porém, assim como os demais materiais, existem carbonetos igualmente distribuídos em todo material, bem como a presença extensiva de vazios de fluência. Assim como na superliga tradicional, é clara a propagação de trinca através dos carbonetos (Figura 51).



**Figura 49 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 390 MPa. Ampliação de 300X.
Presença massiva de carbonetos na região de propagação da trinca.**



**Figura 50 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 430 MPa. Ampliação de 50X.
Possíveis regiões dendríticas em destaque.**

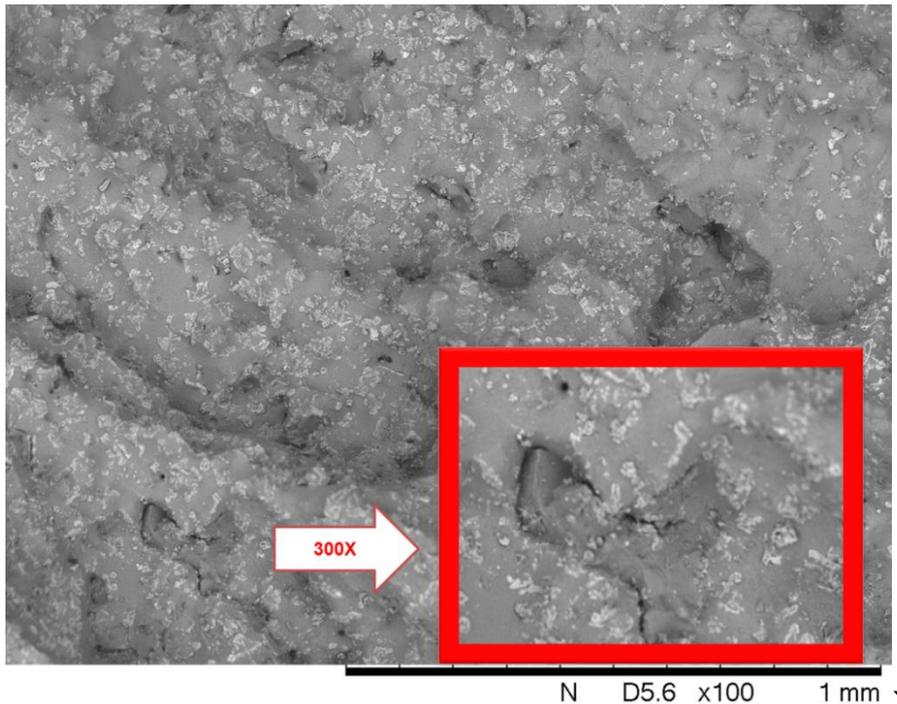


Figura 51 - MAR-M247 modificada com nióbio testada a 850°C e 430 MPa. Ampliação de 100X. Presença massiva de carbonetos. Em destaque: propagação de vazios de fluência através dos carbonetos.

A partir das análises individuais de cada superfície de fratura é possível tirar algumas conclusões. Em primeiro lugar, a presença excessiva de carbonetos, provavelmente do tipo MC, altamente deletéria para as propriedades mecânicas de ambos os materiais. Estes carbonetos apresentam-se na forma de “escrita chinesa” e, assim como detalhado nos trabalhos de Bor e seus colaboradores (1998; 1999; 2000), levam à fragilização do material e limitam exageradamente a ductilidade em fluência.

Em segundo lugar, em duas das superfícies examinadas é clara a presença de uma estrutura dendrítica remanescente do processo de fundição. Juntamente com os carbonetos, este é um indício de que as condições ótimas para solubilização dos materiais precisam ser modificadas em função da quantidade de material a ser tratada. Este fenômeno provavelmente está relacionado ao tempo de encharque do material. Uma vez que a massa de material aumentou significativamente para a preparação dos corpos de prova, se comparados com o material utilizado para o estudo dos tratamentos térmicos, muito provavelmente o tempo de tratamento empregado não é suficiente para garantir a homogeneidade do material, implicando na decomposição insuficiente dos carbonetos em forma de “escrita chinesa” e na permanência da estrutura dendrítica.

CONCLUSÕES

As conclusões encontradas foram:

1. A melhor condição de tratamento térmico para a superliga convencional é de solubilização a 1250°C por 5 h, com microdureza de 417 HV, e envelhecimento a 980°C por 20 h, com microdureza de 415 HV.
2. A melhor condição de tratamento térmico para a superliga modificada com nióbio é de solubilização a 1260°C por 8 h, com microdureza de 415 HV, e envelhecimento duplo a 880°C por 5 h e 780°C por 20 h, com microdureza de 446 HV.
3. Ambos os materiais apresentam baixa deformação sendo que o material convencional apresenta ductilidade média de 1,62% e redução média de área de 1,77% e o material modificado apresentou ductilidade de 1,73% e redução média de área de 2,91%.
4. Para todas as condições ensaiadas o material convencional apresenta maior resistência à fluência. Ambos os materiais, no entanto, apresentam redução drástica do tempo de fratura ao alterar a tensão de 410 para 430 MPa.
5. O material modificado apresenta maiores valores de ductilidade para todas as condições ensaiadas. A utilização do nióbio, portanto, pode ser explorada visando atenuar o caráter frágil da MAR-M247.
6. Ambos os materiais apresentam fratura tipicamente frágil, com presença de carbonetos em toda sua extensão. Há evidências da fragilização destes carbonetos devido à sua morfologia de “*escrita chinesa*” podendo atuar como sítios preferenciais de nucleação de trincas.
7. Os resultados de fractografia, aliados ao baixo desempenho em fluência, indicam que os tratamentos térmicos não são capazes de eliminar a estrutura dendrítica oriunda da fundição do material. Porém, devido aos resultados da primeira etapa, acredita-se que, devido à diferença de tamanho entre os corpos utilizados nas diferentes etapas do trabalho, os tempos de tratamento obtidos na primeira etapa não tenham sido suficientes para a segunda etapa, uma vez que o tempo de encharque aumenta com o aumento da massa do material.

TRABALHOS FUTUROS

Em trabalhos futuros, deve ser realizado um maior conjunto de ensaios em diferentes temperaturas e níveis de tensão para a determinação dos principais mecanismos responsáveis pelo fenômeno da fluência e das razões que justifiquem a maior resistência obtida para a liga MAR-M247 convencional. Neste caso, vários fatores como escorregamentos múltiplos na matriz γ , vinculados aos sistemas $\{111\} \langle 110 \rangle$, a formação de redes complexas de discordâncias, o coalescimento ou dissolução da fase γ' , o cisalhamento de partículas pela atividade dos sistemas $\{111\} \langle 112 \rangle$ em conjunto com a formação de falhas de empilhamento em γ' e diferentes interações entre discordâncias e precipitados a exemplo do mecanismo típico de Orowan, podem contribuir nos processos de deformação por fluência. No entanto, tais mecanismos somente são observados por microscopia eletrônica de transmissão (OHTA; YOSHIKAWA; NAKAGAWA, 1989; NATAHL; MAIER; EBERT, 1982).

É interessante notar, ainda, que os valores de ductilidade obtidos para a superliga modificada com nióbio são maiores que os do material convencional em todos os testes. Este fato pode ser explorado em trabalhos futuros no intuito de reduzir a elevada fragilidade relatada na literatura (BOR; CHAO; MA, 1998; 1999; 2000).

Derem ser incluídos, nos futuros estudos, a determinação dos tamanhos de grãos do material e do espaçamento interdendrítico para que se possa fundamentar e ampliar a discussão quanto à eficiência dos tratamentos térmicos e a capacidade de migração atômica no interior do material.

REFERÊNCIAS

- ARZT, E.; ASHBY, M. F.; VERRALL, R. A. Interface controlled diffusional creep. **Acta Metallurgica**, v. 31, n. 12, p. 1977-1989, 1983.
- ASHBY, M. F.; GANDHI, C.; TAPLIN, D. M. R. Fracture - Mechanism maps and their construction for F.C.C metals and alloys. **Acta Metallurgica**, v. 27, p. 699-729, 1979.
- ASHBY, M. F.; VERRALL, R. A. Diffusion-accommodated flow and superplasticity. **Acta Metallurgica**, v. 21, p. 149-163, 1973.
- BALDAN, R. **Processamento e caracterização de rotores automotivos da superliga MAR-M247**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena, 117 p. 2009.
- BHADESHIA, H. K. D. H. Nickel Based Superalloys. **University of Cambridge**, 2009. Disponível em: <<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys.html>>. Acesso em: 03 out. 2011.
- BLUM, W.; WISENLOHR, P.; BREUTINGER. Understanding creep - a review. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, p. 291-303, 2002.
- BOR, H. Y. et al. Elucidating the effects of solution and double ageing treatment on the mechanical properties and toughness of MAR-M247 superalloy at high temperature. **Materials Chemistry and Physics**, v. 109, p. 334-341, 2008.
- BOR, H. Y.; CHAO, C. G.; MA, C. Y. The influence of magnesium on carbide characteristics and creep behavior of the MAR-M247 superalloy. **Scripta Materialia**, p. 329-335, 1998.
- BOR, H. Y.; CHAO, C. G.; MA, C. Y. The effects of Mg microaddition on the mechanical behavior and fracture mechanism of MAR-M247 superalloy at elevated temperatures. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30A, p. 551-561, 1999.
- BOR, H. Y.; CHAO, C. G.; MA, C. Y. The influence of Mg on Creep Properties and Fracture Behaviors of MAR-M247 Superalloy under 1255 K/200 MPa. **Metallurgical and Materials Transactions A**, p. 1365-1373, 2000.

BOR, H. Y.; HSU, C.; WEI, C. N. Influence of hot isostatic pressing on the fracture transitions in the fine grain MAR-M247 superalloys. **Materials Chemistry and Physics**, v. 84, p. 284-290, 2004.

BOWMAN, R. Superalloys: A primer and history. **Materials Technology**, sem data. Disponível em: <http://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html>. Acesso em: 29 set. 2011.

CENTRE for Materials Science and Engineering. **The University of Edinburgh**, 2002. Disponível em: <http://www.cmse.ed.ac.uk/AdvMat45/SuperMicro.pdf>. Acesso em: 05 out. 2011.

COBLE, R. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. **Journal of Applied Physics**, v. 34, p. 1679-1682, 1963.

COCKS, A. C. F.; ASHBY, M. F. On creep fracture by void growth. **Progress in Materials Science**, v. 27, p. 189-244, 1982.

DENNISON, J. P.; ELLIOTT, I. C.; WILSHIRE, B. Fracture processes during creep of conventionally cast and directionally solidified MAR-M002. **Materials Science and Engineering**, v. 53, p. 291-293, 1982.

DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy**. London: McGraw Hill, 1988.

D'ISA, F. A. Mechanics of metals. USA: Addison-Wesley Publishing Company, 1968. Cap. 6, p. 245-295.

D'OLIVEIRA, A. S., sem data. Disponível em: http://demec.ufpr.br/pesquisas/superficie/material%20didatico/Ligas_de_Co_e_de_Ni.pdf. Acesso em: 16 nov. 2011.

DURAND-CHARRE, M. **The Microstructure of Superalloys**. Amsterdam: Gordon and Breach Science Publishers, 1997.

DUSHMAN, S.; DUNBAR, L. W.; HUTHSTEINER, H. Creep of metals. **Journal of Applied Physics**, v. 15, p. 108-124, 1944.

EVANS, R. W.; WILSHIRE, B. **Introduction to Creep**. London: The Institute of Materials, 1993. 115 p.

FOLEY, F. B. Interpretation of creep and stress-rupture data. **Metal Progress**, p. 951-958, June 1947.

GANDHI, C.; ASHBY, M. F. Fracture - Mechanism maps for materials which cleave: F.C.C., B.C.C. and H.C.P. metals and ceramics. **Acta Metallurgica**, v. 27, p. 1565-1602, 1979.

GASKO, K. L.; JANOWSKI, G. M.; PLETKA, B. J. The influence of γ - γ' eutectic on the mechanical properties of conventionally cast MAR-M247. **Materials Science and Engineering**, v. A104, p. 1-8, 1988.

GROSDIDIER, T.; HAZOTTE, A.; SIMON, A. Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel-based superalloys. **Materials Science and Engineering**, v. A256, p. 183-196, 1998.

HARPER, J.; DORN, J. E. Viscous creep of aluminium near its melting temperature. **Acta Metallurgica**, v. 5, p. 654-665, 1957.

HE, L. Z. et al. Effect of heat treatment on microstructures and tensile properties of Ni-base superalloy M963. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, p. 128-136, 2005.

HERING, C. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. **Journal of Applied Physics**, v. 21, p. 437-445, 1950.

KATTUS, J. R. Ni-Base Alloys. In: BROWN, W. F.; GIBSON, C.; HO, C. Y. **Aerospace Structural Metals Handbook**. West Lafayette: Purdue Research Foundation, 1999. p. 1-8.

LANGDON, T. G. Creep at low stresses: An evaluation of diffusion creep and Harper-Dorn creep as viable creep mechanisms. **Metallurgical and Materials Transactions**, v. 33A, p. 249-259, 2002.

MEYERS, M.; CHAWLA, K. **Mechanical Behavior of Materials**. 2^a. ed. New York: Cambridge University Press, 2009.

NABARRO, F. R. **Report of a conference on strength of solids**. Physical Society. London, p. 75. 1948.

NABARRO, F. R. N. Rafting in superalloys. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 27A, p. 513-530, 1996.

NATAHL, M. V.; MAIER, R. D.; EBERT, L. J. The influence of cobalt on the tensile and stress-rupture properties of the nickel-base superalloy MAR-M247. **Metallurgical Transactions A**, v. 13A, p. 1767-1774, 1982.

NATHAL, M. V.; EBERT, L. J. Gamma prime shape changes during creep of a nickel-base superalloy. **Scripta Metallurgica**, v. 17, p. 1151-1154, 1986.

OHTA, Y.; YOSHIZAWA, H.; NAKAGAWA, Y. G. Microstructural changes in a Ni-base superalloy during service. **Scripta Metallurgica**, v. 23, p. 1609-1614, 1989.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia**. São Paulo: Hemus Editora Limitada, 2000.

PATEL, S. J.; SMITH, G. D. **The role of niobium in wrought superalloys**. Niobium 2001 Symposium. San Francisco: [s.n.]. 2001.

PEREZ, E. A. C. **Influência da microestrutura no comportamento em fluência da liga Ti-6Al-4V**. FAENQUIL - DEMAR. Lorena. 2004. Dissertação de Mestrado.

PLATI, A. **Modelling of gamma-linea precipitation in superalloys**. 2003. 62 p. Dissertation (Master of Philosophy) - St. John's College, University of Cambridge, Cambridge. 2003.

RAE, C. M. F.; REED, R. C. The precipitation of topologically close-packed phases in rhenium-containing superalloys. **Acta Materialia**, v. 49, p. 4113-4125, 2001.

RAE, C. M. F.; ZHANG, L. Primary creep in single crystal superalloys: some concepts on effects of composition and microstructure. **Materials Science and Technology**, v. 25, n. 2, p. 228-235, 2009.

REED, R. C. **The Superalloys: Fundamentals and Applications**. Cambridge: Cambridge University Press, 2006.

REED, R. C. Physical Metallurgy and Microstructure of Superalloys. **Materials Technology** - TMS, 2007. Disponível em: <<http://iweb.tms.org/Communities/FTAttachments/Superalloys%20Physical%20Met%20and%20Microstructure%20Primer.pdf>>. Acesso em: 03 out. 2011.

SHARPE, H. J. **Effect of microstructure on high-temperature mechanical behavior of nickel-base superalloys for turbine disc applications**. Georgia Institute of Technology. [S.l.], p. 210. 2007.

SHAW, R.; GOODENOUGH, K. **Niobium - Tantalum**. British Geological Survey. Keyworth, Nottingham, p. 26. 2011.

SHERBY, O. D.; TALEFF, E. M. Influence of grain size, solute atoms and second-phase particles on creep behavior of polycrystalline solids. **Materials Science and Engineering A**, v. 322, p. 89-99, 2002.

SILVA, P. R. S. A. **Tratamento térmico e caracterização microestrutural da superliga MAR-M247 modificada com nióbio**. Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena, 97 p. 2011. Relatório de Estágio.

SULY, A. H. Recent advances in knowledge concerning the process of creep in metals. **Progress in Metal Physics**, 1956. 135 - 180.

SVETLOV, I. L. et al. Diffusional Mechanism of gamma'-phase particles coalescence in single crystals of nickel-base superalloys. **Scripta Metallurgica**, v. 26, p. 1353-1358, 1992.

SZCZOTOK, A. Quantitative evaluation of carbides in nickel-base superalloy MAR-M247. **Materials Science and Engineering**, v. 22, p. 1-11, 2011.

TURBO TECH 101. **Garret**, 2009. Disponível em: <http://www.turbobygarrett.com/turbobygarrett/tech_center/turbo_tech101.html>. Acesso em: 03 out. 2011.

VAN STONE, R. H. et al. Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture. **International Metals Reviews**, v. 30, p. 157-179, 1985.

WIKIPEDIA , 2011. Disponível em: <http://en.wikipedia.org/wiki/Diesel_engine>. Acesso em: 17 nov. 2011.

YO, M. H.; TRINKAUS, H. Crack and cavity nucleation at interfaces during creep. **Metallurgical Transactions A**, v. 14, p. 547-561, 1983.

ZHAO, K. et al. Effect of minor niobium addition on microstructure of a nickel-base directionally solidified superalloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 476, p. 372-377, 2008.

ZHAO, K. et al. Microstructure evolution of conventionally cast nickel base superalloy. **Materials Science and Technology**, v. 24, n. 10, p. 1245-1249, 2008.