



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

SAMUEL MADEIRA BESSA

**ESTUDO DA CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO E METODOLOGIA DE  
AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE PÁS DE TURBINAS A GÁS DE SUPERLIGA  
DE NÍQUEL GTD-111**

**FLORIANÓPOLIS**

**2022**

Samuel Madeira Bessa

**ESTUDO DA CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO E METODOLOGIA DE  
AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE PÁS DE TURBINAS A GÁS DE SUPERLIGA  
DE NÍQUEL GTD-111**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. D.Sc. Carlos Augusto Silva de Oliveira.

**FLORIANÓPOLIS**

**2022**

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,  
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Bessa, Samuel Madeira

Estudo da cinética de envelhecimento e metodologia de avaliação da degradação de pás de turbina a gás de superliga de níquel GTD-111 / Samuel Madeira Bessa ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira, 2022.

128 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2022.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Superligas de Níquel. 3. Cinética de Envelhecimento. 4. Envelhecimento Artificial. 5. GTD-111. I. Silva de Oliveira, Carlos Augusto. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

Samuel Madeira Bessa

**ESTUDO DA CINÉTICA DE ENVELHECIMENTO E METODOLOGIA DE  
AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE PÁS DE TURBINAS A GÁS DE SUPERLIGA  
DE NÍQUEL GTD-111**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Instituição: UFSC

Prof. Dr. Carlos Enrique Niño Bohórquez

Instituição: UFSC

Dr. Franco Wronski Comeli

Instituição: ENGIE

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

---

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

---

Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Orientador

Florianópolis, 18 de março de 2022.

À minha Mãe

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, devo agradecer o privilégio de ser filho da minha mãe. Privilégio de quem nunca sentiu fome e nunca passou frio. Privilégio de quem escutou muitos sins e devidos não. Privilégio de quem nunca sentiu desamparo, apesar dos pesares.

Agradeço ao Prof. Carlos Augusto Silva de Oliveira pela orientação e paciência. Aos colegas de laboratório, em especial, ao Ricardo Vilain de Melo, pelas diversas mentorias. Um obrigado especial à Naira Raquel de Souza, pelos ensinamentos e revisões desta extensa dissertação. Caso tivesse mais tempo, eu faria uma dissertação menor.

Agradeço também à equipe do Laboratório Central de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal de Santa Catarina (LCME-UFSC), em especial, ao Eduardo de Almeida Isoppo, pelo treinamento e mentoria no uso do MEV.

## RESUMO

As pás de uma turbina a gás são componentes feitos de superligas de níquel expostos a elevadas temperaturas e tensões de trabalho, portanto estão sujeitas ao fenômeno de degradação microestrutural chamado de envelhecimento. Tratamentos térmicos de rejuvenescimento são periodicamente realizados para reverter o envelhecimento destes componentes. Determinar o estágio de degradação de pás envelhecidas é fundamental para definir o momento correto da realização do tratamento de rejuvenescimento e evitar falhas catastróficas da turbina. No presente trabalho foi realizada uma extensa caracterização microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas em alta temperatura, por ensaios de tração a quente, da superliga GTD-111 submetida a um envelhecimento artificial a 1000°C por até 3000 horas. Fundamentada nos resultados obtidos, uma metodologia de avaliação do estágio de degradação de pás de turbina foi proposta. Durante o tratamento de envelhecimento artificial, o tamanho médio dos precipitados  $\gamma'$  intragranulares aumentou de  $0,122\mu\text{m}^2$ , como encontrado na microestrutura padrão, para  $2,124\mu\text{m}^2$  após 3000h; a dureza reduziu de 435 para 332HV e o volume percentual da fase  $\gamma'$  ficou constante em aproximadamente 33%. A exposição térmica induziu mudanças na microestrutura: a morfologia do precipitado  $\gamma'$  primário mudou de cúbica para esférica; carbonetos primários MC dissolveram e um filme contínuo de  $\gamma'$  se formou ao longo dos contornos de grão. O envelhecimento artificial resultou em uma pequena redução nos limites de escoamento e de resistência à tração, mas causou uma redução significativa na ductilidade das amostras envelhecidas.

**Palavras-chave:** Superligas à base de Níquel; Cinética de Envelhecimento; Envelhecimento Artificial; Tração a Quente; GTD-111.

## ABSTRACT

The blades of a gas turbine are components made of nickel superalloys exposed to high temperatures and working stresses, therefore, they are subject to the phenomenon of microstructural degradation called aging. Rejuvenation heat treatments are periodically performed to reverse the aging of these components. Determining the degradation stage of aged blades is essential to define the right time to carry out the rejuvenation treatment and avoid the catastrophic failure of the turbine. In the present work, an extensive microstructural characterization and evaluation of mechanical properties at high temperature, by hot tensile tests, of the GTD-111 superalloy during artificial aging at 1000°C for up to 3000 hours was carried out. Based on the results obtained, a methodology for evaluating the degradation stage of turbine blades was proposed. During the artificial aging treatment, the mean size of the intragranular  $\gamma'$  precipitates increased from  $0.122\mu\text{m}^2$ , as found in the standard microstructure, to  $2.124\mu\text{m}^2$  after 3000h; the hardness reduced from 435 to 332HV and the volume percent of the  $\gamma'$  phase remained constant at approximately 33%. Thermal exposure induced changes in the microstructure: the morphology of the primary  $\gamma'$  precipitate changed from cubic to spherical; MC primary carbides dissolved and a continuous  $\gamma'$  film formed along the grain boundaries. The artificial aging resulted in small reductions in yield and ultimate tensile strength but caused a significant reduction in the ductility of the aged samples.

**Keywords:** Nickel-based superalloys; Aging Kinetics; Artificial Aging; Hot Tensile Test; GTD-111.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Ciclo da turbina a gás. ....	21
Figura 2.2 - O Ciclo Brayton: a) diagrama pressão-volume b) diagrama temperatura-entropia. ....	22
Figura 2.3 - Trabalho específico ( $W_{\text{ciclo}}/C_p T_1$ ) como função de $t$ e $r$ . ....	24
Figura 2.4 - Turbina Rolls-Royce modelo Trent 800. ....	25
Figura 2.5 - Curva esquemática da resistência específica em função da temperatura para diversas ligas. ....	26
Figura 2.6 - Seção transversal da Turbina Rolls-Royce modelo Trent 800, seus componentes e respectivo gráfico de variação de temperatura. ....	27
Figura 2.7 - Diagrama esquemático das classes e processamentos das superligas.....	28
Figura 2.8 - Pás de turbinas obtidas por diferentes processos de fundição e respectivas ilustrações esquemáticas de suas microestruturas: a) Fundição convencional resultando em um produto com grãos equiaxiais b) Solidificação direcional resultando em um produto com grãos alongados e orientados ao longo do comprimento da pá c) Solidificação monocristalina resultando em um produto formado por um único grão. ....	29
Figura 2.9 - Evolução da resistência à fluência de superligas. ....	30
Figura 2.10 - Variações alotrópicas do cobalto e do ferro.....	31
Figura 2.11 - Principais elementos constituintes das superligas de níquel e suas funções primárias. ....	32
Figura 2.12 - Microestrutura da superliga de níquel GTD-111.....	35
Figura 2.13 - Carbonetos MC no contorno e no interior do grão em uma superliga de níquel. ....	35
Figura 2.14 - Microestrutura da superliga de níquel GTD-111.....	36
Figura 2.15 - Fase $\sigma$ no contorno de grão em uma superliga de níquel RR1000. ....	37
Figura 2.16 - Interface coerente $\gamma/\gamma'$ em uma superliga de níquel de $\delta$ negativo. ....	38
Figura 2.17 - Esquema do crescimento dos precipitados $\gamma'$ em uma superliga de níquel. ....	40
Figura 2.18 - Variação da energia livre total da matriz + precipitado ( $\Delta G$ ) por tamanho do precipitado ( $r$ ) para precipitados coerentes e não-coerentes (incoerente ou semicoerente). ....	41
Figura 2.19 - Variação do $\delta$ de acordo com a temperatura para diversas superligas. ....	42

Figura 2.20 - Cinética de crescimento dos precipitados $\gamma'$ na superliga GTD-111: a) variação do tamanho por tempo de envelhecimento b) $\ln(K)$ em função de $1/T$ .....	44
Figura 2.21 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente a 1.000°C por: a) 250h; b) 500h; c) 750h; d) 1000h; e) 1250h; f) 1500h; g) 1750h; h) 2000h. ....	45
Figura 2.22 - Variação do tamanho médio de partículas $\gamma'$ e dureza Vickers durante simulação de envelhecimento. ....	46
Figura 2.23 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111: a) envelhecida artificialmente a 1.000°C por 2000h; b) envelhecida em serviço a 900°C por 38000 horas. ....	46
Figura 2.24 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente: a) 871°C, 50h; b) 871°C, 5000h; c) 871°C, 10000h; d) 927°C, 50h; e) 927°C, 5000h; f) 927°C, 10000h; g) 982°C, 50h; h) 982°C, 5000h; i) 982°C, 10000h. ....	47
Figura 2.25 - Micrografias obtidas por MEV mostrando a decomposição do MC no contorno de grão das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente nas condições: a) 871°C, 2000h; b) 927°C, 2000h; c) 982°C, 2000h; d) 871°C, 10000h; e) 927°C, 10000 h; f) 982°C, 10000h. ....	48
Figura 2.26 - Mapa de composição química da região de contorno de grão da superliga GTD-111 envelhecida por 1750 horas em 1000°C.....	49
Figura 2.27 - Esquema do efeito do tratamento térmico de rejuvenescimento na microestrutura envelhecida.....	50
Figura 2.28 - Diagrama de equilíbrio Ni-Al.....	50
Figura 2.29 - Etapas e temperaturas do tratamento térmico de rejuvenescimento.....	51
Figura 2.30 - Micrografias da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento: a) solubilização 1 (1190°C 2h); b) solubilização 2 (1190°C 2h); c) pré-precipitação (1120°C 2h); d) reprecipitação (845°C 24h). ....	52
Figura 2.31 - Comparação da dureza Vickers da superliga de níquel GTD-111 envelhecida por 2000h e após do tratamento térmico de rejuvenescimento.....	52
Figura 2.32 - Comportamento típico de metais sob fluência.....	53
Figura 2.33 - Influência da temperatura e tensão no comportamento sob fluência.....	54
Figura 2.34 - Mecanismos de fluência por difusão. ....	56
Figura 2.35 - Ativação térmica do escorregamento de uma discordância em cunha. ....	57
Figura 2.36 - Ilustração esquemática de uma floresta de discordâncias.....	58
Figura 2.37 - Empilhamento de discordâncias seguido de escalagem da discordância líder. ..	59

Figura 2.38 - Aniquilação por escalagem de discordâncias de sinais opostos. ....	60
Figura 2.39 - Colapso dos anéis de discordância.....	61
Figura 2.40 - Nucleação de trincas na interface entre três grãos. ....	62
Figura 2.41 - Nucleação, crescimento e coalescimento de cavidades na interface entre dois grãos. ....	62
Figura 2.42 - Mapa dos mecanismos de fluência para o níquel puro. ....	63
Figura 2.43 - Variação de limite de escoamento em função da temperatura para ligas monofásicas $\gamma$ e $\gamma'$ .....	64
Figura 2.44 - Variação de limite de escoamento e alongamento em função da temperatura para a superliga GTD-111. ....	65
Figura 2.45 - Microestruturas obtidas por TEM: a) Linhas de escorregamento formadas durante tensão a 550°C; b) Falhas de empilhamento formadas durante tensão a 600°C; c) Emaranhados de discordância formados durante tensão a 650°C; d) Falhas de empilhamento formadas durante tensão a 800°C.....	66
Figura 2.46 - Critérios de equivalência entre os ensaios de tração a quente e fluência. ....	68
Figura 4.47 - Correlação dos dados de ensaios de fluência e ensaios de tração a quente: a) log do tempo de ruptura (fluência) e tempo para atingir a tensão máxima (tração) por log da tensão b) Parâmetro Larson-Miller dos resultados dos ensaios de fluência e tração.....	68
Figura 3.1 - Pá de Turbina da liga GTD-111.....	69
Figura 3.2 - Fluxograma das atividades realizadas. ....	70
Figura 3.3 - Geometria do corte das amostras das pás de superliga GTD-111: a) Corte das amostras colunares; b) Corte das amostras cúbicas c) Amostras obtidas após o corte. ....	71
Figura 4.1 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento: a) 1ª solubilização (1190°C por 2h); b) 2ª solubilização (1190°C por 2h); c) Pré-precipitação (1120°C por 2h); d) Reprecipitação (845°C por 24h). ....	75
Figura 4.2 - Variação: a) fração volumétrica da fase $\gamma'$ (%); b) tamanho médio dos precipitados $\gamma'$ ( $\mu\text{m}^2$ ); c) dureza (HV10). ....	77
Figura 4.3 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento: a) Pré-precipitação; b) Reprecipitação .....	78
Figura 4.4 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão).....	79
Figura 4.5 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão - Carboneto MC).....	80

Figura 4.6 - Mapa de composição química por EDS (Microestrutura padrão - Carboneto MC). .....	80
Figura 4.7 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão – Contorno de Grão). .....	81
Figura 4.8 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão - $\gamma/\gamma'$ eutética). .....	82
Figura 4.9 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C por até 3000 horas. .....	83
Figura 4.10 - Variação do tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ ) dos precipitados $\gamma'$ em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C. .....	89
Figura 4.11 - Comparação dos resultados de variação do tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ ) dos precipitados $\gamma'$ na superliga GTD-111 em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C. .....	90
Figura 4.12 - Variação do tamanho ( $r^3-r_0^3$ , $\mu\text{m}^3$ ) dos precipitados $\gamma'$ em função do tempo de envelhecimento obtida no presente estudo. .....	91
Figura 4.13 - Gráfico de $\ln(K)$ em função de $1/T$ . .....	91
Figura 4.14 - Variação da fração volumétrica média da fase $\gamma'$ (%) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C. .....	92
Figura 4.15 - Variação da dureza (HV10) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C. .....	93
Figura 4.16 - Comparação da variação da dureza (HV10, HV2) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C da superliga GTD-111. .....	94
Figura 4.17 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante o envelhecimento artificial a 1000°C (Carbonetos MC). .....	95
Figura 4.18 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Amostra 600h - Carboneto Primário MC). .....	98
Figura 4.19 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 600h - Carboneto Primário MC). .....	98
Figura 4.20 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C (Contorno de Grão). .....	99
Figura 4.21 - Mecanismos de crescimento acelerado do precipitado $\gamma'_{CG}$ . .....	103
Figura 4.22 - Mapa de composição química por EDS (Microestrutura padrão – Contorno de Grão). .....	105
Figura 4.23 - Direção de crescimento preferencial dos precipitados $\gamma'_{CG}$ (Amostra 1000h – Contorno de Grão). .....	106

Figura 4.24 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 1000h – Contorno de Grão). .....	107
Figura 4.25 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 2600h – Contorno de Grão). .....	108
Figura 4.26 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 2600h – Contorno de Grão). .....	109
Figura 4.27 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 3000h – Contorno de Grão). .....	110
Figura 4.28 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 3000h – Contorno de Grão). .....	111
Figura 4.29 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C (Região Interdendrítica). ....	112
Figura 4.30 - Curvas obtidas durante os ensaios de tração a quente realizados a 900°C e taxa de deformação constante de $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . ....	114
Figura 4.31 - Resultados dos ensaios de tração a quente: a) Limite de Resistência à tração (MPa); b) Limite de Escoamento (MPa); c) Deformação (%). ....	115
Figura 4.32 - Vista lateral e superior revelando a macroestruturas de fundição de uma das pás de turbina analisadas. ....	117
Figura 4.33 - Resultados dos ensaios de tração a quente e dureza das amostras envelhecidas. ....	118
Figura 4.34 - Tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) das amostras envelhecidas. ....	119

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Composição da Superliga de níquel GTD 111.....	33
Tabela 2.2 - Principais elementos constituintes das superligas de níquel e seus efeitos.....	34
Tabela 3.1 - Composição química da Superliga de níquel GTD 111.....	69
Tabela 3.2 - Ciclo de rejuvenescimento.....	71
Tabela 3.3 - Condição e nomenclatura das amostras.....	72
Tabela 4.1 - Resultados dos cálculos de fração volumétrica percentual da fase $\gamma'$ (%), medidas do tamanho do precipitado $\gamma'$ ( $\mu\text{m}^2$ ) e medições de dureza (HV10) da superliga GTD-111 durante o envelhecimento artificial.....	88

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\Delta G_{\text{coerente}}$	Energia livre total do sistema contendo um precipitado coerente
$\Delta G_{\text{n\~{a}o-coerente}}$	Energia livre total do sistema contendo um precipitado n\~{a}o coerente
CG	Contorno de gr\~{a}o
$D_{\text{CG}}$	Difus\~{a}o pelo contorno de gr\~{a}o
$D_{\text{I}}$	Difus\~{a}o pela interface
$D_{\text{V}}$	Difus\~{a}o volum\~{e}trica
$E_{\text{elst}}$	Energia el\~{a}stica
$E_{\text{intf}}$	Energia de interface
MC	Carbonetos prim\~{a}rios MC
PLM	Par\~{a}metro Larson-Miller
$T_{\text{f}}$	Temperatura absoluta de fus\~{a}o
$t_{\text{LRT}}$	Tempo necess\~{a}rio para atingir a tens\~{a}o m\~{a}xima em um ensaio de tra\~{c}o
$t_{\text{r}}$	Tempo de ruptura em um ensaio de flu\~{e}ncia
$\gamma$	Fase gama
$\gamma/\gamma'_{\text{eut}}$	Estruturas eut\~{e}ticas $\gamma/\gamma'$
$\gamma'$	Fase gama linha
$\gamma'_{\text{CG}}$	Precipitados $\gamma'$ de contorno de gr\~{a}o
$\gamma'_{\text{sec}}$	Precipitados $\gamma'$ secund\~{a}rios
$\gamma'_{\text{film}}$	Filme cont\~{i}nuo da fase de $\gamma'$
$\delta$	Diferen\~{c}a nos par\~{a}metros de rede precipitado/matriz
$\sigma_{\text{LRT}}$	Limite de resist\~{e}ncia \~{a} tra\~{c}o

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>18</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>20</b>
2.1 TURBINAS A GÁS .....	20
2.2 SUPERLIGAS .....	28
<b>2.2.1 Superligas de Níquel.....</b>	<b>30</b>
2.2.1.1 Liga GTD-111 .....	33
<b>2.3.2 Microconstituintes e Microestrutura das Superligas de Níquel.....</b>	<b>33</b>
<b>2.3.3 Evolução da microestrutura durante o envelhecimento .....</b>	<b>37</b>
2.3.3.1 Evolução da morfologia e coerência dos precipitados $\gamma'$ durante o envelhecimento ..	38
2.3.3.2 Cinética de crescimento dos precipitados $\gamma'$ .....	43
2.3.3.3 Envelhecimento da superliga GTD-111 .....	44
2.3.3.4 Rejuvenescimento das Superligas de Níquel .....	49
2.4 FLUÊNCIA .....	53
<b>2.4.1 Mecanismos de fluência.....</b>	<b>55</b>
2.4.1.1 Fluência por difusão.....	55
2.4.1.2 Fluência por movimentação de discordâncias .....	57
2.4.1.3 Fluência por escorregamento de contorno de grão .....	61
<b>2.4.2 Mecanismos de deformação das superligas de níquel .....</b>	<b>63</b>
<b>2.4.3 Equivalência entre ensaios de tração a quente e fluência .....</b>	<b>67</b>
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>69</b>
3.1 MATERIAIS .....	69
3.2 MÉTODOS .....	70
<b>3.2.1 Ciclo de rejuvenescimento .....</b>	<b>71</b>
<b>3.2.2 Envelhecimento artificial .....</b>	<b>71</b>
<b>3.2.3 Metalografia .....</b>	<b>73</b>
<b>3.2.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....</b>	<b>73</b>
<b>3.2.5 Dureza Vickers.....</b>	<b>74</b>
<b>3.2.6 Tração a quente .....</b>	<b>74</b>
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>75</b>
4.1 REJUVENESCIMENTO .....	75

<b>4.2 ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL .....</b>	<b>79</b>
<b>4.2.1 Microestrutura padrão .....</b>	<b>79</b>
<b>4.2.2 Evolução dos precipitados <math>\gamma'</math> durante o envelhecimento .....</b>	<b>83</b>
<b>4.2.3 Dissolução dos carbonetos MC durante o envelhecimento.....</b>	<b>94</b>
<b>4.2.4 Evolução da precipitação no contorno de grão durante o envelhecimento.....</b>	<b>99</b>
<b>4.2.4 Evolução microestrutural da região interdendrítica durante o envelhecimento... </b>	<b>112</b>
<b>4.3 ENSAIOS DE TRAÇÃO A QUENTE.....</b>	<b>114</b>
<b>4.4 AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE PÁS DE TURBINAS ENVELHECIDAS .....</b>	<b>117</b>
<b>5 CONCLUSÕES.....</b>	<b>120</b>
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>122</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>123</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Turbinas são componentes fundamentais para a indústria aeronáutica e de geração de energia. Toda aeronave comercial de grande e médio porte projetada nos últimos 40 anos é movida por turbinas a gás. Já a importância das turbinas para o setor elétrico é evidente: todos os métodos de geração de energia de escala comercial em operação utilizam uma turbina em um dos estágios da produção (SARAVANAMUTTOO, 2001). Até mesmo a energia solar, na forma térmica concentrada ou heliotérmica, internacionalmente conhecida como CSP (*Concentrating Solar Power*), emprega uma turbina na etapa final da produção de energia elétrica. Entretanto, o design das turbinas hidráulicas empregadas em usinas hidrelétricas, por exemplo, é consideravelmente diferente das turbinas a gás utilizadas nas termelétricas ou em aeronaves.

As turbinas a gás possuem regiões onde a temperatura de trabalho pode superar os 1000°C, tendo componentes submetidos a tensões elevadas nessas temperaturas, fundamentando o desenvolvimento e utilização de ligas para aplicações termomecânicas críticas. Um exemplo de um material utilizado para aplicação em altas temperaturas, submetido a tensões elevadas em ambientes fortemente corrosivos, são as superligas de níquel.

Superligas à base de níquel possuem elevada resistência mecânica, mesmo em altas temperaturas, associada a uma grande resistência à corrosão e fluência. Estas propriedades são devido a estabilidade da estrutura cristalina austenítica cúbica de face centrada da matriz, associada com mecanismos de endurecimento por precipitação e elementos de liga em solução sólida. Os precipitados são de fundamental importância para as propriedades mecânicas das superligas de níquel. O tamanho, morfologia e distribuição dos precipitados  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $\gamma'$ ) coerentes com a matriz ( $\gamma$ ) são os principais fatores que determinam a resistência à fluência e propriedades mecânicas destas ligas (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006). A estabilidade microestrutural, ou seja, o tamanho, a morfologia, a distribuição e a coerência  $\gamma/\gamma'$  dos precipitados  $\gamma'$  é afetada por longos períodos de operação em altas temperaturas. Isto causa a degradação microestrutural dos componentes produzidos com superligas de níquel, deteriorando suas propriedades e podendo levar à falha. Esta degradação microestrutural, denominada de envelhecimento, é causada por mecanismos como o coalescimento dos precipitados ( $\gamma'$ ).

As palhetas (pás) de uma turbina a gás, nos primeiros estágios da turbina propriamente dita, são componentes feitos de superligas de níquel expostos a temperaturas de trabalho que podem superar os 1000°C e submetidos a tensões de operação elevadas, portanto, estão sujeitos ao envelhecimento. Como o custo da substituição das pás é consideravelmente elevado, foram criadas estratégias para reverter o envelhecimento destes componentes. Um dos métodos para reverter a microestrutura envelhecida para condições próximas da original são os tratamentos térmicos de rejuvenescimento.

Outro mecanismo que afeta a vida das pás de turbinas a gás expostas a altas temperaturas é a fluência. A fluência é definida como a deformação progressiva, permanente e dependente de tempo de materiais submetidos a tensões constantes. Como a fluência é dependente da difusão atômica é, portanto, termicamente ativada e torna-se relevante em temperaturas superiores a  $0,4T_f$  (temperatura absoluta de fusão). Os parâmetros de fluência são determinados por ensaios de fluência. Um ensaio típico de fluência consiste em submeter um corpo de prova a uma tensão constante em um ambiente com temperatura constante e controlada onde a deformação é relacionada com o tempo nessa temperatura. Ensaios convencionais de fluência podem durar dias, meses ou até mesmo anos. Uma alternativa aos ensaios típicos de fluência são os ensaios de tração a quente. Os ensaios de tração a quente permitem, a partir de testes de curta duração, simular resultados de longos períodos.

Determinar a vida residual ou o estágio de degradação de pás envelhecidas é fundamental para definir o momento correto da realização dos tratamentos térmicos de rejuvenescimento e evitar falhas catastróficas da turbina. Para determinar a vida residual de componentes envelhecidos, podem ser utilizados ensaios de fluência, entretanto, são ensaios de custo elevado e muito longos. Portanto, o objetivo do presente trabalho é realizar uma extensa caracterização microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas, por ensaios de tração a quente, da superliga GTD-111 durante o envelhecimento e avaliar a possibilidade da formulação de uma metodologia para estimar a vida residual de pás de uma turbina a gás com base nesses resultados, sendo uma possível alternativa aos ensaios de fluência.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

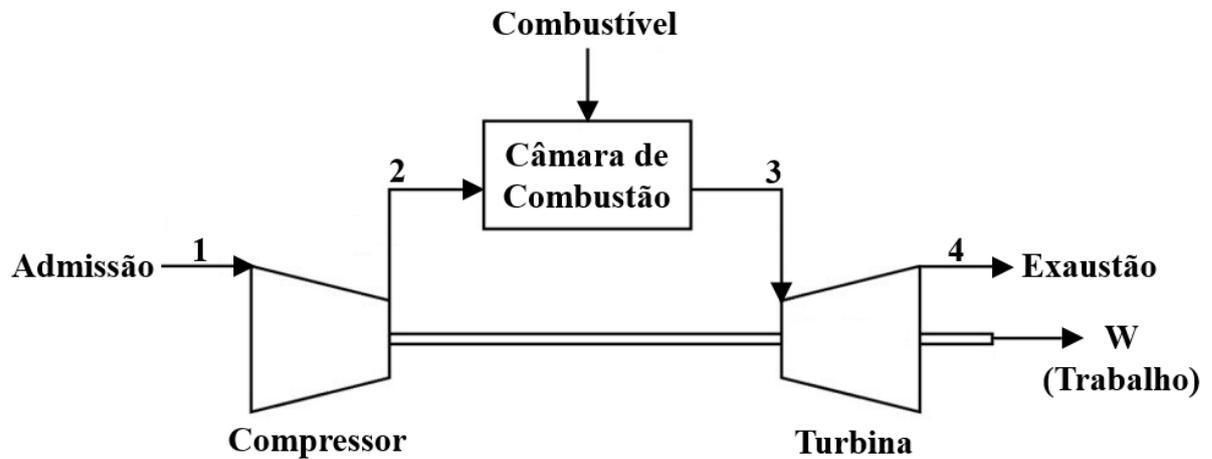
Nesta revisão, é feita a caracterização da turbina a gás como uma máquina térmica e conclui-se que quanto maior a temperatura do gás que deixa a câmara de combustão, maior é a eficiência da turbina. A temperatura máxima que a turbina pode alcançar é um parâmetro limitado de acordo com a temperatura que os materiais da turbina resistem. As superligas são materiais resistentes à alta temperatura desenvolvidos para esse tipo de aplicação. São descritas as principais características das superligas, em especial a superliga GTD-111 estudada no presente trabalho, a degradação microestrutural causada pela exposição prolongada a altas temperaturas e o tratamento térmico utilizado para reverter esta degradação. Finalmente, é discutida a fluência, os ensaios de fluência e as técnicas de extrapolação de dados destes ensaios.

### 2.1 TURBINAS A GÁS

Turbinas a gás são motores de combustão interna contínua. Motores de combustão contínua são caracterizados por um fluxo constante de combustível e oxidante para geração de energia mecânica. Esta energia pode ser utilizada para propulsionar uma aeronave ou rotacionar o eixo de um gerador de energia elétrica.

Para se produzir uma expansão na turbina (seção de expansão), um gradiente de pressão deve ser estabelecido, então a primeira etapa em um sistema de uma turbina a gás deve ser a compressão do fluido de trabalho. Após a compressão, caso o fluido seja expandido diretamente na turbina sem perdas em nenhum componente, a potência concedida pela turbina seria igual àquela utilizada para acionar o compressor. Caso esses componentes estivessem unidos por um eixo solidário, esta combinação não faria nada além de girar o próprio sistema e a potência útil gerada seria nula. Para realizar trabalho útil, a potência gerada pela turbina pode ser aumentada por uma adição de energia, elevando a temperatura do fluido de trabalho antes da expansão. Uma vez que o fluido de trabalho é o ar atmosférico, uma boa maneira de aumentar sua temperatura é a queima de um combustível misturado ao ar comprimido pelo compressor na câmara de combustão. Assim, a expansão do ar aquecido vai produzir, através da turbina, potência útil, além de impulsionar o compressor. Isto representa um ciclo de uma turbina a gás na sua forma mais simples, ilustrado na Figura 2.1 (SARAVANAMUTTOO, 2001).

Figura 2.1 - Ciclo da turbina a gás.



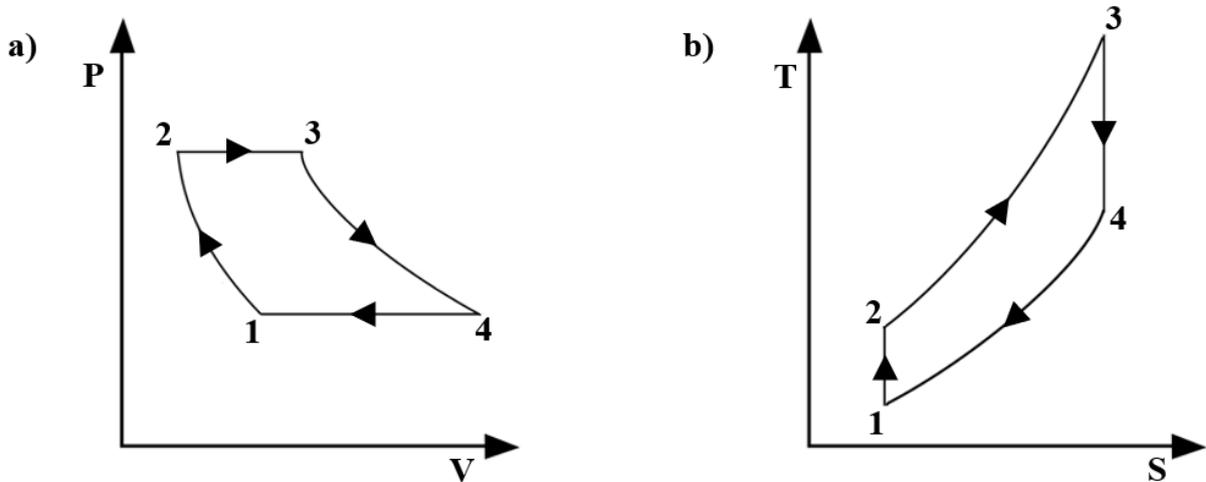
Fonte: Adaptado de SARAVANAMUTTOO, 2001.

A análise termodinâmica do processo citado pode ser aproximada pelo Ciclo de Brayton. O Ciclo de Brayton é um ciclo termodinâmico que descreve o funcionamento de máquinas térmicas nas quais o acréscimo de calor ocorre sob pressão constante. Este ciclo, na sua forma ideal, ignora fenômenos de irreversibilidade, como o atrito, e consiste em quatro processos internamente reversíveis (Figura 2.2) (SARAVANAMUTTOO, 2001):

- 1-2: Compressão isentrópica no compressor.
- 2-3: Fornecimento de calor isobaricamente na câmara de combustão.
- 3-4: Expansão isentrópica na turbina.
- 4-1: Perda de calor isobaricamente.

Turbinas a gás podem apresentar diversos ciclos. Seções de compressão e expansão de múltiplos estágios e a utilização de equipamentos, como o recuperador ou *intercooler*, vão resultar em alterações nos ciclos.

Figura 2.2 - O Ciclo Brayton: a) diagrama pressão-volume b) diagrama temperatura-entropia.



Fonte: Adaptado de SARAVANAMUTTOO, 2001.

A fim de melhor entender a eficiência de uma turbina a gás, pode-se analisar o ciclo ideal, realizando certas simplificações: considerar o fluido de trabalho como um gás ideal calórica e termicamente perfeito (composição química, calor específico a pressão constante “ $c_p$ ” e calor específico a volume constante “ $c_v$ ” não variam ao longo do escoamento); todos os componentes funcionam com 100% de eficiência (ignora-se fenômenos de irreversibilidade); desconsidera-se as variações de energia cinética e potencial durante o escoamento em cada componente e a razão das pressões no compressor e turbina são iguais.

Dessa maneira, uma aplicação da primeira lei da termodinâmica simplificada ao ciclo de Brayton ideal resulta nas seguintes relações (BOYCE, 2011; SARAVANAMUTTOO, 2001):

Sendo  $c_p$  o calor específico a pressão constante do fluido de trabalho,  $T_1$  a temperatura de admissão ou temperatura ambiente,  $T_2$  a temperatura de saída do compressor,  $T_3$  a temperatura de saída da câmara de combustão ou temperatura máxima e  $T_4$  a temperatura de exaustão.

O trabalho do compressor por unidade de massa ( $\dot{W}_C$ ) é:

$$\dot{W}_C = \dot{W}_{12} = c_p(T_2 - T_1) \quad \text{Equação 2.1}$$

Já o trabalho da turbina por unidade de massa ( $\dot{W}_T$ ):

$$\dot{W}_T = \dot{W}_{34} = c_p(T_3 - T_4) \quad \text{Equação 2.2}$$

Portanto, o trabalho útil do ciclo ( $\dot{W}_{ciclo}$ ) pode ser descrito como:

$$\dot{W}_{ciclo} = \dot{W}_T - \dot{W}_C \quad \text{Equação 2.3}$$

Logo,

$$\dot{W}_{ciclo} = \dot{W}_T - \dot{W}_C = c_p(T_3 - T_4) - c_p(T_2 - T_1) \quad \text{Equação 2.4}$$

A eficiência ( $\eta$ ) do ciclo pode então ser definida como:

$$\eta = \frac{\text{Trabalho}}{\text{Calor Recebido}} = \frac{\dot{W}_{ciclo}}{\dot{Q}_{23}} = \frac{c_p(T_3 - T_4) - c_p(T_2 - T_1)}{c_p(T_3 - T_2)} \quad \text{Equação 2.5}$$

Fazendo uso da relação isentrópica entre pressão (p) e temperatura (T):

$$T_2/T_1 = r^{(\beta-1)/\beta} = T_3/T_4 \quad \text{Equação 2.6}$$

Onde o coeficiente  $\beta$  é a relação entre o calor específico a pressão constante ( $c_p$ ) e o calor específico a volume constante ( $c_v$ ):

$$\beta = c_p/c_v \quad \text{Equação 2.7}$$

Sendo r a razão das pressões:

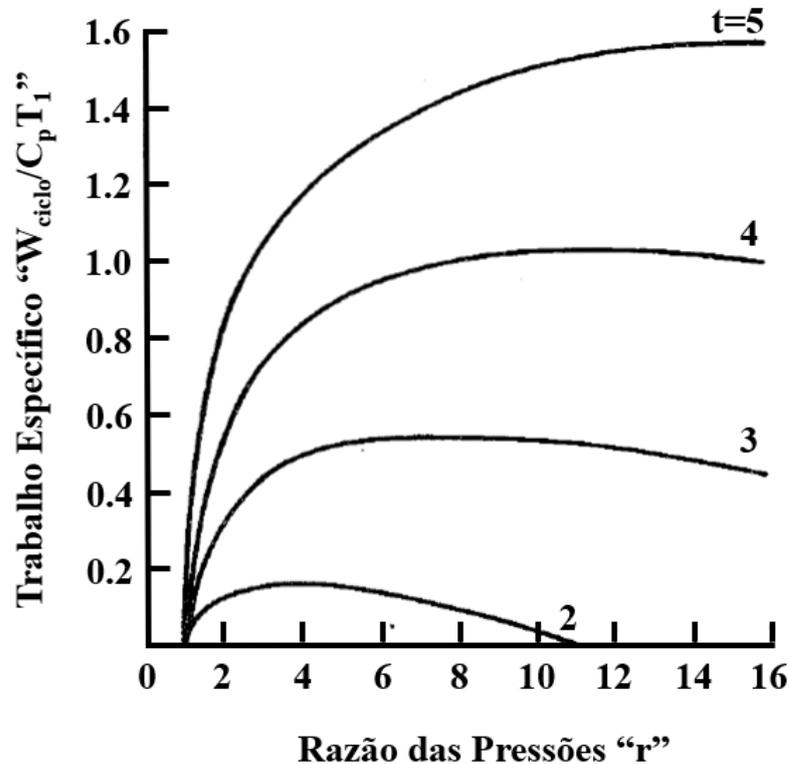
$$p_2/p_1 = r = p_3/p_4 \quad \text{Equação 2.8}$$

O trabalho por unidade de massa ou trabalho específico do ciclo também pode ser descrito na forma adimensional:

$$\frac{\dot{W}_{ciclo}}{c_p T_1} = t \left( 1 - \frac{1}{r^{(\beta-1)/\beta}} \right) - (r^{(\beta-1)/\beta} - 1) \quad \text{Equação 2.9}$$

Onde  $t = T_3/T_1$ . O trabalho específico na forma adimensional ( $W_{\text{ciclo}}/C_p T_1$ ) em função de  $t$  e  $r$  é ilustrado na Figura 2.3.

Figura 2.3 - Trabalho específico ( $W_{\text{ciclo}}/C_p T_1$ ) como função de  $t$  e  $r$ .

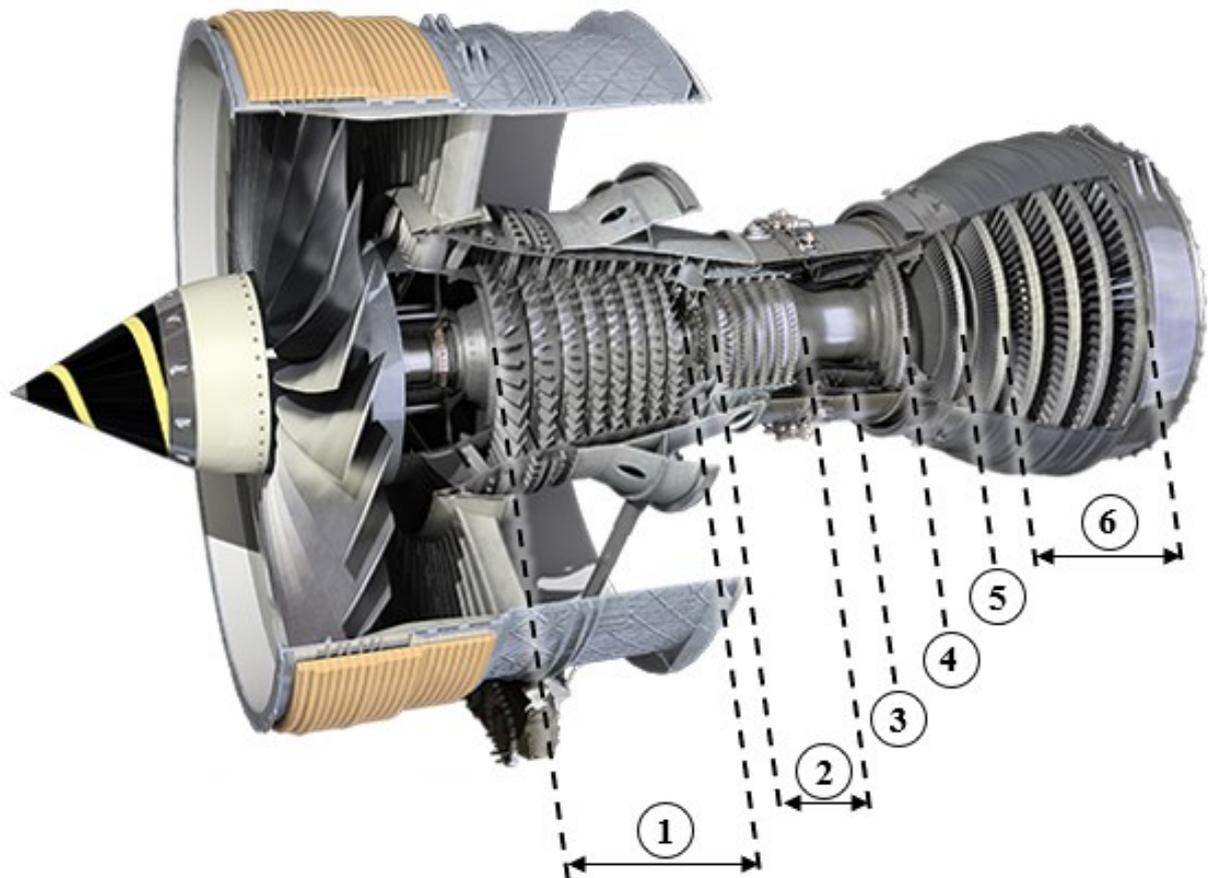


Fonte: Adaptado de SARAVANAMUTTOO, 2001.

Diante do exposto, valores crescentes de  $t$  aumentam o trabalho útil e a eficiência do ciclo de Brayton e das turbinas a gás de forma geral. Como  $T_1$  é a temperatura atmosférica e não é uma variável muito significativa, o valor de  $t$  depende da  $T_3$  (temperatura máxima ou temperatura de combustão das turbinas a gás). A magnitude de  $t$  é, então, limitada pela temperatura que os materiais da turbina suportam para uma determinada vida prevista, sendo denominado de limite metalúrgico.

É importante notar que na turbina a gás os processos de compressão, combustão e expansão não ocorrem em um único componente, como em motores a pistão. Então, cada componente pode ser projetado, testado e desenvolvido individualmente. Na Figura 2.4 são apresentados os componentes de uma turbina aeronáutica Rolls-Royce modelo Trent 800. Os principais componentes de uma turbina a gás são o compressor, a câmara de combustão e a turbina propriamente dita.

Figura 2.4 - Turbina Rolls-Royce modelo Trent 800.



- |                                                                              |                                                                                         |
|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| ① <b>LPC - Low Pressure Compressor</b><br><b>Compressor de Baixa Pressão</b> | ④ <b>HPC - High Pressure Turbine</b><br><b>Turbina de Alta Pressão</b>                  |
| ② <b>HPC - High Pressure Compressor</b><br><b>Compressor de Alta Pressão</b> | ⑤ <b>IPC - Intermediate Pressure Turbine</b><br><b>Turbina de Pressão Intermediária</b> |
| ③ <b>Combustion Chamber</b><br><b>Câmara de Combustão</b>                    | ⑥ <b>LPC - Low Pressure Turbine</b><br><b>Turbina de Baixa Pressão</b>                  |

Fonte: Adaptado de CERVENKA, 2000.

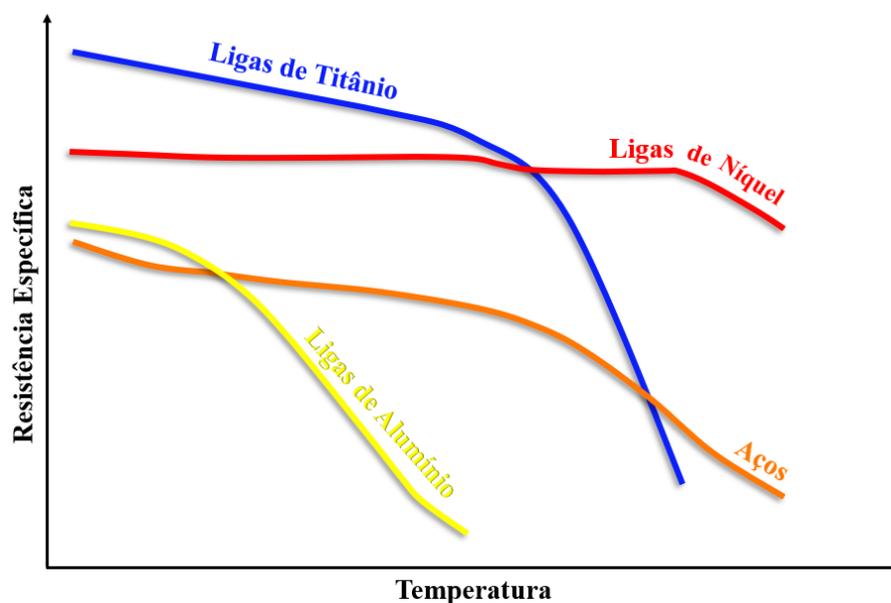
O compressor tem como função aumentar a pressão do fluido de trabalho. Um compressor axial (axial, pois o fluido de trabalho entra no compressor na direção axial e sai igualmente na direção axial, ou seja, paralelamente ao eixo de rotação) consiste em uma série de estágios de pás móveis (rotor) intercaladas por palhetas estáticas (estator). O fluido de trabalho é inicialmente acelerado pelas pás móveis sendo, em seguida, desacelerado pelas pás estáticas, onde a energia cinética é convertida em aumento de pressão estática. Este processo se repete ao longo dos estágios até alcançar a pressão desejada (BOYCE, 2011; SARAVANAMUTTOO, 2001).

A função da câmara de combustão é aumentar temperatura do fluido de trabalho. Na câmara de combustão acontece o processo de combustão contínua do combustível na presença do ar sob alta pressão fornecido pelo compressor. O interior da câmara é sujeito a temperaturas elevadas e exposto a um ambiente altamente corrosivo exigindo o uso de sistemas de resfriamento altamente eficazes e revestimentos térmicos.

A turbina propriamente dita ou seção de expansão funciona de maneira inversa ao compressor, ou seja, transforma a energia do fluido de trabalho aquecido e sob alta pressão em potência útil, mediante a expansão deste fluido. Do ponto de vista de materiais e *design*, a seção da turbina representa o ambiente mais crítico das turbinas a gás. A temperatura do fluido de trabalho que entra nos primeiros estágios da turbina frequentemente excede o limite máximo de temperatura de trabalho das ligas que compõem as pás. Isso exige o uso de pás com sistemas de resfriamento altamente eficazes, revestimentos térmicos e utilização de ligas para aplicação em altas temperaturas (BOYCE, 2011; SARAVANAMUTTOO, 2001).

Na Figura 2.5 são comparadas diferentes ligas em função da resistência específica (razão entre a tensão limite de resistência e a densidade) em uma dada temperatura. Fica evidente a redução da resistência com o aumento da temperatura para todas as ligas, mas para as ligas à base de níquel ou superligas de níquel o efeito é menos intenso, fundamentando sua aplicação em componentes expostos a altas temperaturas e submetidos a tensões elevadas em uma turbina a gás.

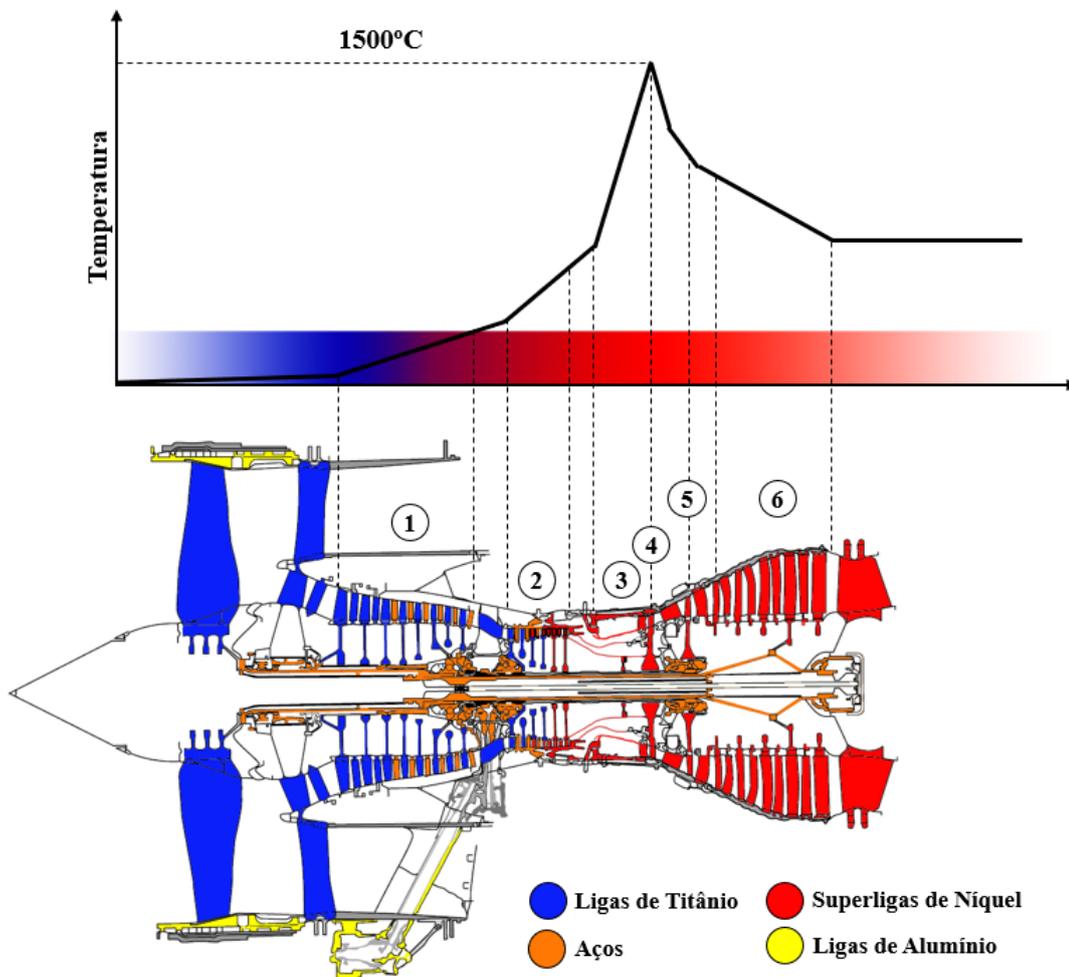
Figura 2.5 - Curva esquemática da resistência específica em função da temperatura para diversas ligas.



Fonte: Adaptado de CERVENKA, 2000.

Conforme mencionado, o aumento da temperatura máxima aumenta o trabalho útil e a eficiência das turbinas a gás. O desenvolvimento de ligas para aplicação em altas temperaturas resulta em turbinas a gás mais eficientes, de alta confiabilidade e proporciona longos períodos entre revisões ou manutenção. Na Figura 2.6 são apresentados os componentes de uma turbina aeronáutica Rolls-Royce modelo Trent 800 e a respectiva variação de temperatura em serviço. Nota-se a prevalência de ligas de titânio para componentes expostos a altas tensões e baixa temperatura e predominância de superligas de níquel para aplicações em alta temperatura, elevadas tensões e ambientes consideravelmente corrosivos e oxidantes. O estudo e desenvolvimento das superligas, discutidas a seguir, é, em grande parte, direcionado para aplicação em componentes de turbinas a gás (BOYCE, 2011; SARAVANAMUTTOO, 2001; REED, 2006).

Figura 2.6 – Desenho esquemático da seção transversal da Turbina Rolls-Royce modelo Trent 800 e respectivo gráfico de variação de temperatura.

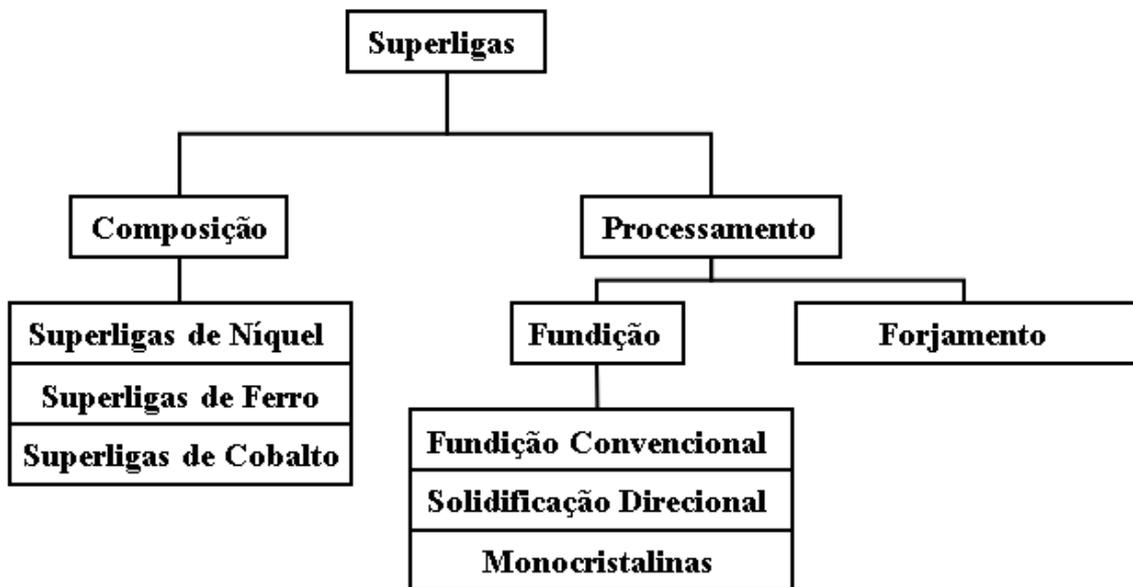


Fonte: Adaptado de REED, 2006 e CERVENKA, 2000.

## 2.2 SUPERLIGAS

Superligas são materiais utilizados para serviços em alta temperatura, elevadas tensões e ambientes consideravelmente corrosivos e oxidantes. Devido as suas aplicações, estas ligas devem preservar suas propriedades mecânicas em elevadas temperaturas e possuir excelente estabilidade dimensional. As superligas são classificadas em três classes de acordo com o elemento de maior proporção na sua composição: superligas de níquel, de ferro e de cobalto (Figura 2.7) (BOYCE, 2011; REED, 2006).

Figura 2.7 - Diagrama esquemático das classes e processamentos das superligas.



Fonte: Próprio autor.

Conforme mencionado, o estudo e desenvolvimento das superligas é direcionado para aplicação em pás de turbinas a gás. As pás dos primeiros estágios da turbina sofrem tensionamentos mecânicos severos, são expostas a temperaturas que podem superar os 1000°C e a um ambiente altamente corrosivo e oxidante (BOYCE, 2011). Diante do exposto, estas pás devem satisfazer certos requisitos, como alta resistência à corrosão a quente e oxidação, considerável resistência à fadiga e elevada resistência à fluência. Com relação ao processamento, o aumento da resistência à fluência das pás de turbinas a gás deve-se, principalmente, à substituição das pás forjadas por pás fundidas e ao desenvolvimento de processos de fundição, como: fundição a vácuo, solidificação direcional e solidificação de pás monocristalinas (BOYCE, 2011).

Estes processos de fundição influenciam na microestrutura e, por consequência, na resistência à fluência das pás. A redução ou eliminação dos contornos de grão promove um aumento da resistência à fluência por mecanismos discutidos na seção 2.4.1. Na Figura 2.8 são ilustrados os produtos dos diferentes métodos de fundição e suas respectivas microestruturas. Do ponto de vista da composição, as superligas apresentaram melhoria na estabilidade dimensional (habilidade do material em manter suas dimensões conforme variação da temperatura) e microestrutural (preservar o tamanho, morfologia, distribuição e coerência dos precipitados quando expostas a altas temperaturas) (REED, 2006).

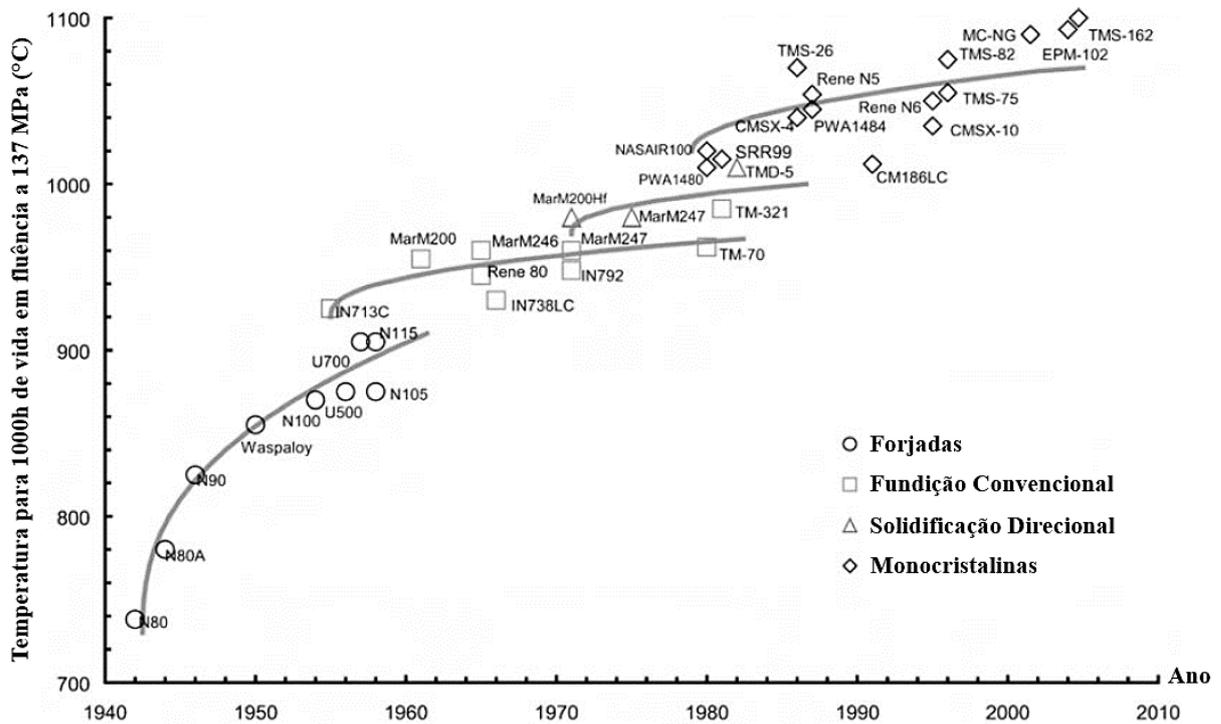
**Figura 2.8 - Pás de turbina obtidas por diferentes processos de fundição e respectivas ilustrações esquemáticas de suas microestruturas: a) Fundição convencional resultando em um produto com grãos equiaxiais; b) Solidificação direcional resultando em um produto com grãos alongados e orientados ao longo do comprimento da pá; c) Solidificação monocristalina resultando em um produto formado por um único grão.**



Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2012; REED, 2006.

Os estudos das superligas permitiram o desenvolvimento de componentes que resistem à fluência em temperaturas cada vez mais elevadas. Na Figura 2.9 é apresentada a evolução da resistência à fluência de superligas conforme aperfeiçoamentos são feitos na composição e processamento destas superligas.

Figura 2.9 - Evolução da resistência à fluência de superligas.

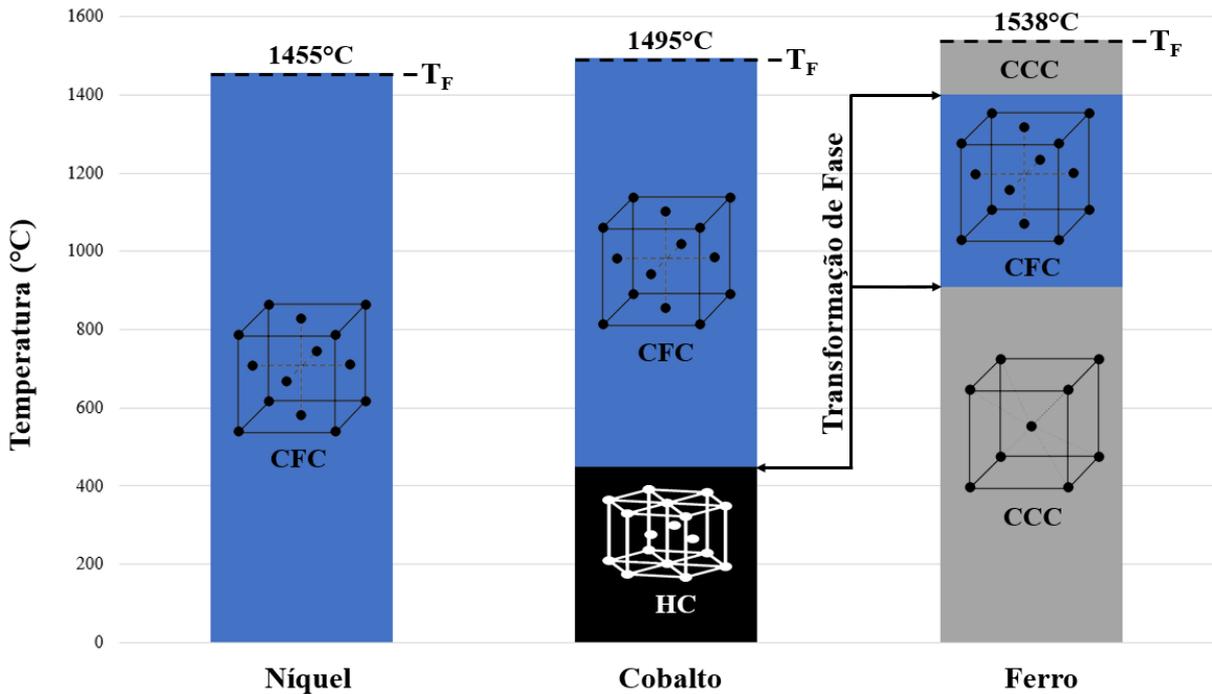


Fonte: REED, 2006.

### 2.2.1 Superligas de Níquel

Superligas à base de níquel são materiais que apresentam elevada estabilidade dimensional. Isto se deve ao fato do níquel apresentar estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) desde a temperatura ambiente até seu ponto de fusão, a 1455°C, sendo esta temperatura o limite absoluto para aplicações de superligas de níquel (REED, 2006). Na Figura 2.10 são apresentadas as transformações de fases das superligas em função da temperatura, evidenciando as variações alotrópicas do cobalto e do ferro e ausência destas no níquel.

Figura 2.10 - Variações alotrópicas do cobalto e do ferro.



Fonte: Próprio autor.

A estrutura cristalina CFC do níquel, além de possuir boa estabilidade dimensional, permite que as ligas à base de níquel apresentem boa resistência mecânica sem perda considerável da ductilidade. A matriz CFC também proporciona grande solubilidade para diversos elementos de liga, conseqüentemente, as superligas de níquel podem apresentar mais de dez elementos de liga, fazendo delas um dos materiais mais complexos em produção (REED, 2006).

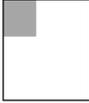
Conforme mencionado, o desenvolvimento das superligas de níquel é direcionado para aplicação em serviço em altas temperaturas. Em temperaturas elevadas, os processos termicamente ativados tornam-se relevantes e determinam desde o comportamento mecânico do sistema até suas limitações e durabilidade. Um dos principais fenômenos relativos aos processos termicamente ativados é a fluência. A resistência à fluência, portanto, torna-se um agente fundamental a ser maximizado para aplicações em alta temperatura. A fluência é diretamente dependente da difusão. Metais de estrutura cristalina CFC, como o níquel, apresentam baixos valores de taxa de autodifusão, ampliando a gama de fatores que torna o níquel, e as superligas baseadas nesse elemento, um material adequado para aplicações em altas temperaturas (BOYCE, 2011; REED, 2006).

Os elementos que compõem as superligas podem ser agrupados conforme sua função no sistema: Elementos de raio atômico semelhante ao do níquel, como o cromo, cobalto, molibdênio, ferro, rênio, tungstênio e rutênio, são estabilizantes da matriz  $\gamma$ . Elementos de liga de raio atômico superior ao do níquel, como o titânio, alumínio, nióbio e tântalo, são formadores de precipitados  $Ni_3(Al, Ti, Ta)$ . Elementos de raio atômico muito diferente ao do níquel, como o boro, carbono e zircônio, tendem a segregar nos contornos de grão. Cromo, titânio, nióbio, tungstênio, molibdênio e tântalo também favorecem a formação de carbonetos. Alumínio e cromo são formadores de camadas passivadoras e, conseqüentemente, aumentam a resistência à corrosão da liga. Na Figura 2.11 são apresentados os principais elementos das superligas à base de níquel e suas funções (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006).

Figura 2.11 - Funções primárias dos principais elementos constituintes das superligas de níquel.

H																				He
Li	Be											B	C	N	O	F				Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl				Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br				Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I				Xe
Cs	Ba		Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At				Rn
Fr	Ra		Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn	Nh	Fl	Mc	Lv	Ts				Og

	<b>Formadores de camada passiva</b>		<b>Formadores <math>\gamma'</math> <math>Ni_3(Al, Ti, Ta)</math></b>		<b>Estabilizadores da Matriz <math>\gamma</math></b>
	<b>Segregam nos contornos de grão</b>		<b>Endurecimento por solução sólida</b>		<b>Formadores de carbonetos</b>

Fonte: Próprio autor.

### 2.2.1.1 Liga GTD-111

A liga GTD-111 é uma superliga à base de níquel cuja composição química típica é mostrada na Tabela 2.1. Foi desenvolvida na década de 1970 e está em serviço desde a década de 1980, substituindo a liga IN-738LC como material para fabricação de pás dos primeiros estágios de turbinas industriais de alta potência (WANGYAO et al., 2006).

**Tabela 2.1 - Composição da Superliga de níquel GTD 111.**

	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Co</b>	<b>Mo</b>	<b>W</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>Ta</b>	<b>C</b>	<b>Outros</b>
<b>GTD-111</b>	60,0	14,0	9,5	1,5	3,8	4,8	3,0	2,7	0,1	0,01B/ 0,05Zr

**Fonte: TURAZI, 2014.**

Esta superliga é uma modificação das ligas René 80 e IN-738 LC, endurecida por precipitados  $\gamma'$  coerentes com a matriz  $\gamma$ , de composição  $Ni_3(Al,Ti)$ . Portanto, estas superligas contêm uma quantidade substancial de Al e Ti, podendo superar os 7% em peso quando somados. Detêm excelente resistência à fluência, elevada estabilidade dimensional e por efeito de elementos de liga refratários, como Mo, W, Ta, Cr e Co, possui excelente resistência à corrosão a quente (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006; WANGYAO et al., 2006).

### 2.3.2 Microconstituintes e Microestrutura das Superligas de Níquel

Conforme citado, superligas de níquel podem apresentar mais de dez elementos de liga, portanto é esperado que estas ligas apresentem microestruturas complexas e multifásicas. Na Tabela 2.2 são apresentados os principais elementos das superligas de níquel e seus respectivos efeitos nos microconstituintes. Parâmetros, como a composição química, arranjos e interações atômicas, microconstituintes, microestrutura e morfologia, juntamente com atributos não intrínsecos do material, como a geometria da peça, são fundamentais para se entender o comportamento mecânico do produto final. O presente estudo destaca os parâmetros composicionais e microestruturais. A seguir são apresentados os constituintes básicos da microestrutura de uma superliga de níquel.

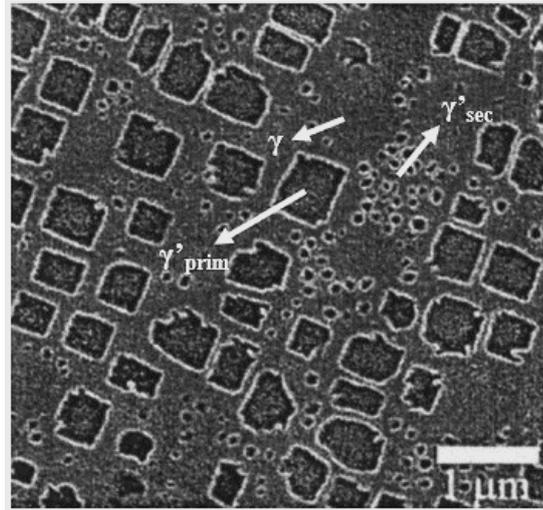
**Tabela 2.2 - Principais elementos das superligas de níquel e seus efeitos nos microconstituintes.**

<b>Efeito</b>	<b>Elemento(s)</b>
Endurecimento por solução sólida	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Formador de carbonetos	
MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf, C
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Cr, C
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Cr, Mo, W, C
M <sub>6</sub> C	Mo, W, Nb, C
Formador de $\gamma'$	Al, Ti
Aumenta temperatura solvus de $\gamma'$	Co
Endurecimento de precipitados	Al, Ti, Nb
Aumento da resistência à oxidação	Al, Cr, Y, La, Ce
Aumento da resistência à corrosão a quente	La, Th
Aumento da resistência à sulfatação	Cr, Co, Si
Melhora de propriedades de fluência	B, Ta
Estabilizadores de contorno de grão	B, C, Zr, Hf
Retarda coalescimento de $\gamma'$	Re

**Fonte: Adaptado de DONACHIE e DONACHIE, 2002.**

- Matriz Gama ( $\gamma$ ): Fase austenítica à base de níquel, cúbica de face centrada, podendo conter elevados teores de elementos de liga em solução sólida citados na Tabela 2.2. É a matriz base de todas as superligas de níquel. (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006).
- Precipitado gama linha ( $\gamma'$ ): Fase formada por precipitados Ni<sub>3</sub>(Al,Ti). Fundamental para conferir as excelentes propriedades mecânicas e elevada resistência à fluência das superligas. Portanto, parâmetros como fração volumétrica, tamanho, morfologia, distribuição e teor de elementos endurecedores por solução sólida dos precipitados  $\gamma'$ , vão afetar fortemente as propriedades mecânicas. Outro fator a ser considerado, pois tem forte influência nas propriedades mecânicas do sistema, é a coerência dos precipitados com a matriz, discutida na seção 2.3.3.1. Em ligas como a GTD-111, os precipitados  $\gamma'$  estão distribuídos na matriz  $\gamma$  com duas morfologias/tamanhos: primário, de morfologia cúbica e secundário, de morfologia esférica e tamanho consideravelmente menor quando comparado ao do primário, conforme ilustrado na Figura 2.12 (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006, TURAZI, 2014).

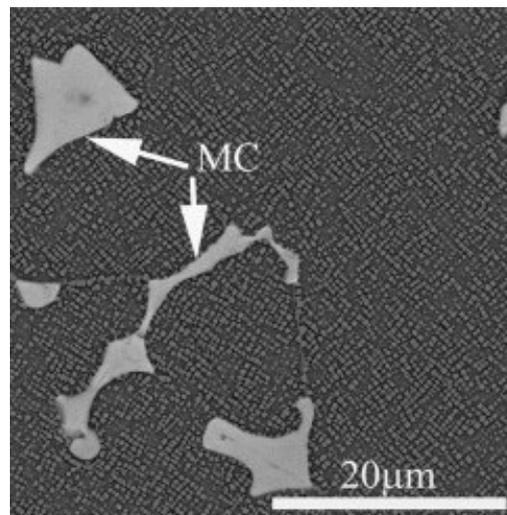
**Figura 2.12 - Microestrutura da superliga de níquel GTD-111.**



**Fonte: Adaptado de SHENOY et al., 2005.**

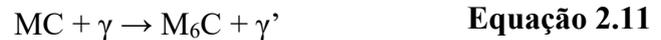
- Carbonetos primários MC: A adição de carbono tem efeito positivo na resistência à fluência em alta temperatura nas superligas. Juntamente com a inclusão de elementos carbonetantes, a formação de carbonetos é esperada. Elementos, como o titânio, tântalo e háfnio, formam carbonetos do tipo MC, sendo M o metal associado ao carbono. Os carbonetos MC são formados durante a solidificação, têm distribuição heterogênea e precipitam no contorno e no interior do grão com morfologia irregular conforme observado na Figura 2.13 (DONACHIE e DONACHIE, 2002; JIANG, 2017; REED, 2006; SHENOY, 2005; TURAZI, 2014).

**Figura 2.13 - Carbonetos MC no contorno e no interior do grão em uma superliga de níquel.**



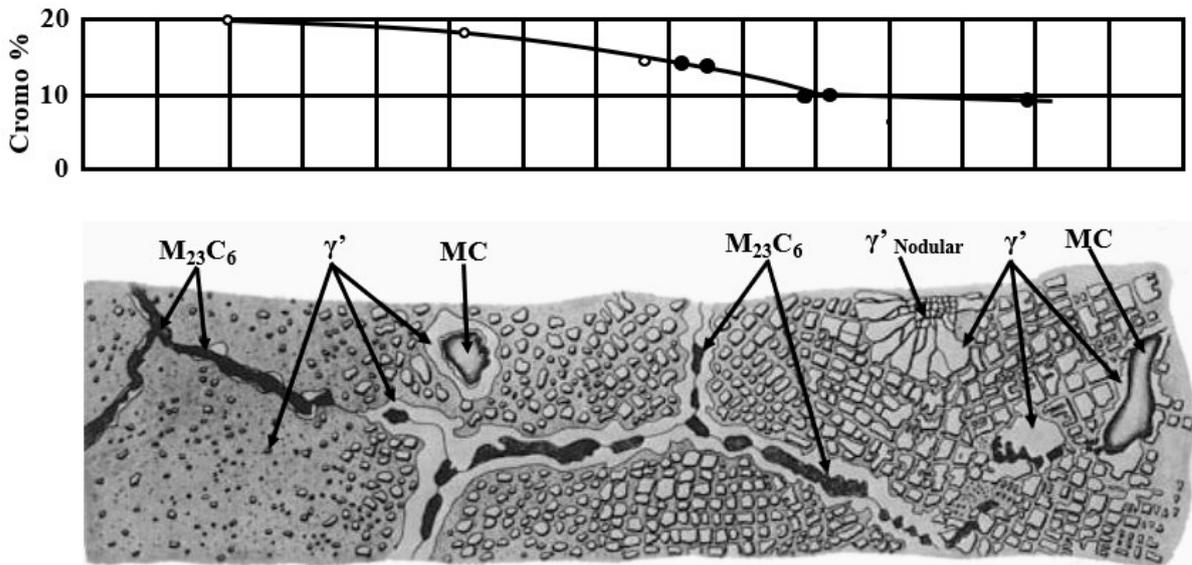
**Fonte: Adaptado de JIANG et al., 2017.**

- Carbonetos secundários  $M_xC_y$ : Carbonetos secundários se formam pela dissolução dos carbonetos primários MC (formados durante a solidificação) quando expostos a altas temperaturas, durante tratamentos térmicos ou em serviço:



Tais reações ditam a formação dos carbonetos secundários  $M_{23}C_6$  e  $M_6C$ . Os carbonetos  $M_{23}C_6$  são carbonetos estáveis em baixas temperaturas e precipitam nos contornos de grão podendo formar filmes finos, efeito particularmente observado em ligas de moderado a elevado teor de cromo conforme ilustrado na Figura 2.14. Os carbonetos  $M_6C$ , observados em sistemas em que os elementos Mo e W superam os 6% em percentual atômico, são estáveis em temperaturas intermediárias e precipitam em forma de blocos nos contornos de grão (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006).

Figura 2.14 - Microestrutura da superliga de níquel GTD-111.

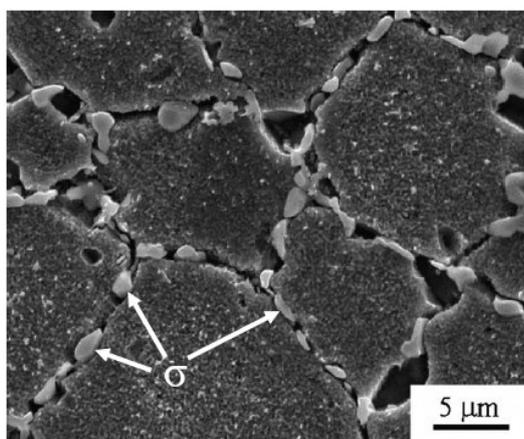


Fonte: Adaptado de DONACHIE e DONACHIE, 2002.

- Fases TCP: Fases intermetálicas *Topologically Close-Packed* ou topologicamente fechadas precipitam quando certos elementos são adicionados em teores elevados, em tratamentos térmicos inadequados ou durante os ciclos térmicos associados a vida em serviço desses materiais. As fases  $\sigma$ ,  $\delta$ ,  $\mu$ ,  $\eta$  e as fases de Laves tipicamente precipitam na forma  $A_xB_y$ ,

sendo A e B metais de transição, têm estrutura cristalina complexa e elevado empacotamento atômico. Fases TCP podem nuclear no contorno de grão, como pode ser observado na Figura 2.15, que ilustra a precipitação da fase  $\sigma$ . A fase  $\sigma$  é um composto intermetálico duro e frágil. Este precipitado fragiliza o material, pois oferece um fácil caminho para o início e propagação de trincas. Outro fator que torna a precipitação destas fases intermetálicas deletéria é o fato da fase  $\sigma$ , por exemplo, ser rica em elementos refratários (Cr, Mo, W) empobrecendo a matriz adjacente e reduzindo o efeito de endurecimento por solução sólida destes elementos (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006; TURAZI, 2014).

**Figura 2.15 - Fase  $\sigma$  no contorno de grão em uma superliga de níquel RR1000.**



**Fonte: REED, 2006.**

### **2.3.3 Evolução da microestrutura durante o envelhecimento**

As superligas são materiais que possuem considerável estabilidade microestrutural, mas a exposição prolongada a altas temperaturas e tensões promove a degradação da microestrutura e, conseqüentemente, deterioração das propriedades mecânicas do material. Este fenômeno é chamado de envelhecimento.

Como o custo da substituição de componentes feitos por superligas de níquel é consideravelmente elevado, foram criadas estratégias para lidar com a degradação microestrutural, ou seja, reverter o envelhecimento destes componentes. O tratamento térmico de rejuvenescimento é um método desenvolvido para reverter a microestrutura envelhecida para condições próximas da original. A seguir será discutido o envelhecimento e sua possível reversão pelo tratamento térmico de rejuvenescimento.

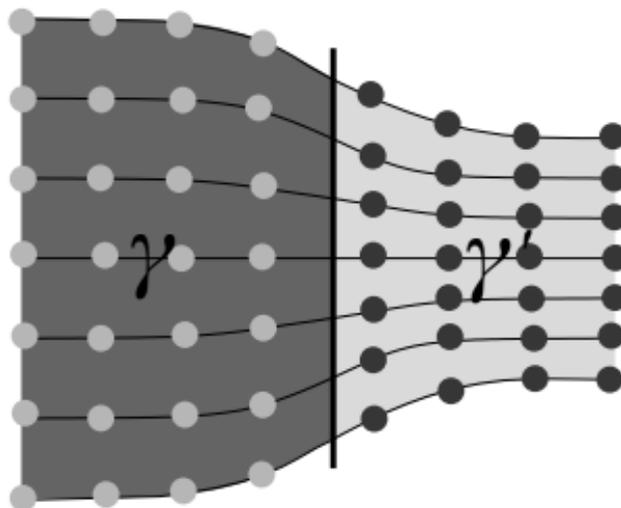
### 2.3.3.1 Evolução da morfologia e coerência dos precipitados $\gamma'$ durante o envelhecimento

A microestrutura de superligas de níquel é constituída por precipitados  $\gamma'$  cúbicos de estrutura cristalina CFC (desordenada A1) com faces paralelas aos planos  $\{100\}$ , alinhados ao longo das direções  $\langle 100 \rangle$ , totalmente coerentes e envolvidos pela matriz  $\gamma$  de estrutura cristalina CFC (ordenada L1<sub>2</sub>) (ARDELL, 1967; LUND e VOORHEES, 2002). Em precipitados totalmente coerentes com a matriz, existe continuidade da rede cristalina por toda a interface, mas a diferença na composição e no arranjo estrutural destas duas fases é acompanhada por uma diferença nos parâmetros de rede. Sendo  $a_{\gamma'}$  o parâmetro de rede do precipitado  $\gamma'$  e  $a_{\gamma}$  o da matriz  $\gamma$ , a diferença nos parâmetros de rede Delta ( $\delta$ ) é:

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}} \quad \text{Equação 2.12}$$

Como a relação entre matriz  $\gamma$  e precipitado  $\gamma'$  é de coerência, a diferença nos parâmetros de rede  $\delta$  é fundamental para determinar as mudanças na morfologia dos precipitados  $\gamma'$  durante seu crescimento. Para manter a continuidade da rede cristalina, deformações elásticas locais são necessárias. Na Figura 2.16 é apresentado um esquema da interface coerente da matriz  $\gamma$  e precipitado  $\gamma'$ , a diferença nos parâmetros de rede das duas fases e as deformações elásticas causadas.

**Figura 2.16 - Interface coerente  $\gamma/\gamma'$  em uma superliga de níquel de  $\delta$  negativo.**



Fonte: MUSHONGERA, 2016.

Em um sistema de fases binário, a morfologia dos precipitados  $\gamma'$  é determinada pelo balanço entre a energia de interface (isotrópica nas superligas à base de níquel) e a deformação elástica (anisotrópica nas superligas à base de níquel) associada ao  $\delta$ . Com o objetivo de minimizar a energia livre total do cristal, o sistema assume a morfologia que minimiza a variável de maior contribuição. A energia de interface (proporcional à área superficial) é minimizada quando os precipitados  $\gamma'$  têm morfologia esferoidal, pois dentre os sólidos de mesmo volume, a esfera é a que possui menor área superficial. Já a deformação elástica (proporcional ao volume) é minimizada nas superligas de níquel quando os precipitados  $\gamma'$  apresentam morfologia cuboide. A matriz  $\gamma$  destas superligas é elasticamente anisotrópica. As forças elásticas na direção [100] são menores que na direção [111], convertendo a morfologia dos precipitados  $\gamma'$  de esferas para cubos conforme o seu crescimento inicial (ARDELL, 1967; LUND e VOORHEES, 2002).

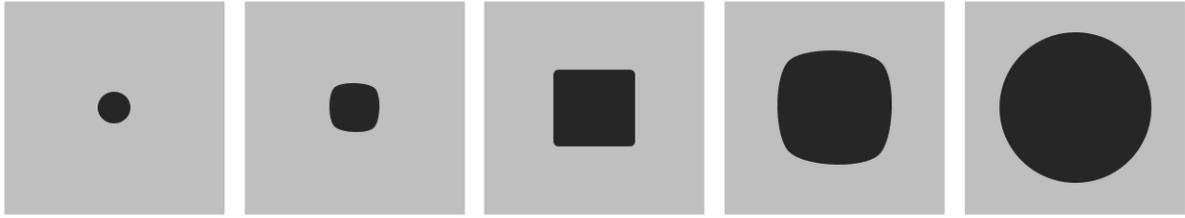
Para melhor entender o efeito do balanço das energias de interface e energia elástica considere a energia livre total do sistema binário contendo um precipitado coerente ( $\Delta G_{coerente}$ ) e as contribuições da energia de interface ( $E_{intf}$ ) e da energia elástica ( $E_{elst}$ ):

$$\Delta G_{coerente} = E_{intf} + E_{elst} \quad \text{Equação 2.13}$$

Novamente, com o objetivo de minimizar a energia livre total ( $\Delta G_{coerente}$ ) o sistema assume a morfologia que minimiza a energia de maior contribuição, ou seja, o sistema assume morfologia esférica quando a influência da energia de interface isotrópica ( $E_{intf}$ ) é dominante e assume morfologia cúbica quando influência da energia elástica anisotrópica ( $E_{elst}$ ) é dominante. A energia de interface ( $E_{intf}$ ) é proporcional à área superficial do precipitado (crescimento quadrático). Já a energia elástica anisotrópica ( $E_{elst}$ ) é proporcional ao volume (crescimento cúbico). Conseqüentemente, quando o tamanho dos precipitados é relativamente pequeno, estes são esféricos e se tornam cúbicos durante seu crescimento inicial (Figura 2.17).

A exposição prolongada a altas temperaturas promove a continuação do crescimento dos precipitados  $\gamma'$  que, eventualmente, deixam de ser cúbicos e tornam-se esféricos conforme aumentam de tamanho (Figura 2.17). Em estudos anteriores, a esferoidização dos precipitados  $\gamma'$  durante envelhecimentos de longo prazo foi atribuída à perda de coerência  $\gamma/\gamma'$  (CORTEZ, 2014; MERINI, 2018; TURAZI, 2014).

**Figura 2.17 - Esquema do crescimento dos precipitados  $\gamma'$  em uma superliga de níquel.**



**Fonte: Próprio autor.**

Considerando que  $E_{intf} = E_q 4\pi r^2$ , a energia livre total do sistema contendo um precipitado esférico coerente ( $\Delta G_{coerente}$ ) pode ser descrita como (PORTER, 2009):

$$\Delta G_{coerente} = E_{elst} + E_q 4\pi r^2 \quad \text{Equação 2.14}$$

Sendo  $E_q$  a energia química de interface e  $r$  o raio do precipitado. Caso um precipitado não-coerente (incoerente ou semicoerente) possua interfaces que acomodem completamente o desajuste criado pela diferença nos parâmetros de rede ( $\delta$ ), este precipitado não sofre influência da energia elástica. Sendo  $E_{st}$  uma contribuição extra (relacionada aos defeitos da interface não-coerente) à energia de interface, a energia livre total deste sistema ( $\Delta G_{n\tilde{a}o-coerente}$ ) pode ser descrita como (PORTER, 2009):

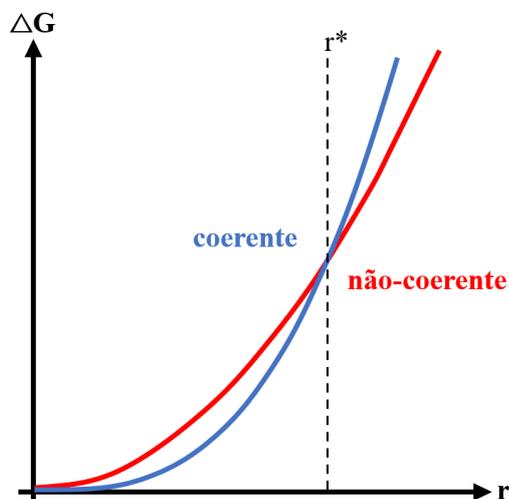
$$\Delta G_{n\tilde{a}o-coerente} = 0 + (E_{st} + E_q) 4\pi r^2 \quad \text{Equação 2.15}$$

Teoricamente, durante o envelhecimento, o precipitado cresce até atingir um raio crítico onde a energia livre total do sistema de precipitado coerente é igual a energia livre do sistema de precipitado não coerente “ $\Delta G_{coerente} = \Delta G_{n\tilde{a}o-coerente}$ ” (Figura 2.18). A partir desse tamanho/raio, é termodinamicamente favorável para o precipitado perder a coerência com a matriz (NABARO, 1940; PORTER, 2009).

Diante do exposto, para precipitados pequenos, o estado de coerência proporciona a menor energia livre total, mas para precipitados maiores, é termodinamicamente favorável ser incoerente ou semicoerente (dependendo da magnitude do  $\delta$ ) (PORTER, 2009).

Em sistemas de  $\delta$  baixo, como as superligas de níquel, a exposição prolongada a altas temperaturas promove o crescimento dos precipitados  $\gamma'$ , ocasionando na redução da coerência matriz/precipitado para um estado semicoerente.

**Figura 2.18 - Variação da energia livre total da matriz + precipitado ( $\Delta G$ ) por tamanho do precipitado ( $r$ ) para precipitados coerentes e não-coerentes (incoerente ou semicoerente).**



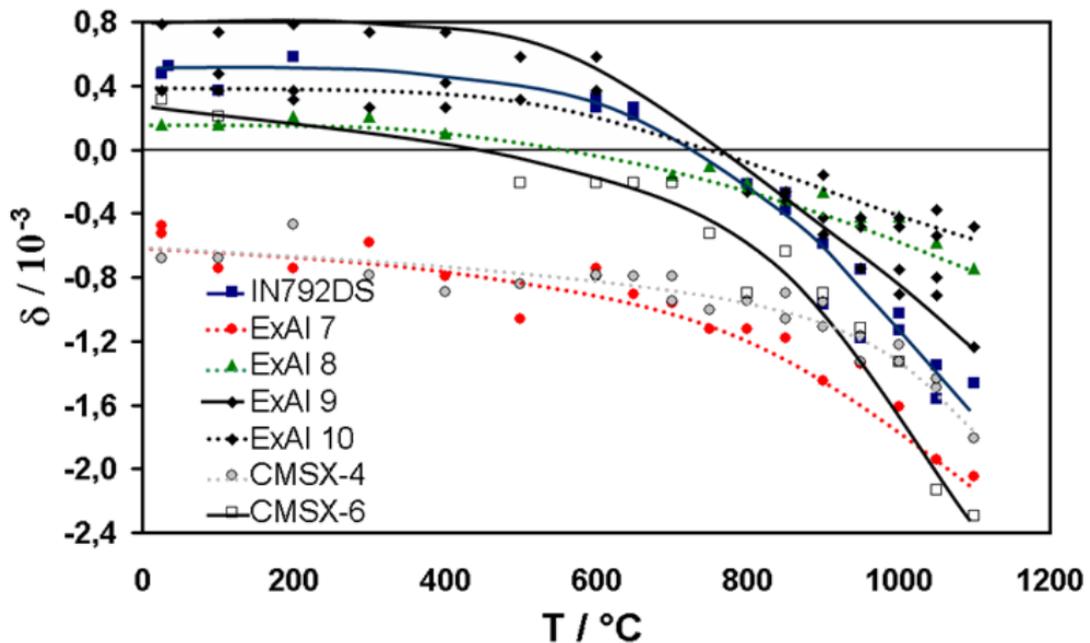
Fonte: Adaptado de PORTER, 2009.

Para compreender essa transição, deve-se entender como ocorre a criação de discordâncias na interface matriz/precipitado para acomodar o desajuste criado pela diferença nos parâmetros de rede ( $\delta$ ).

Em uma superliga de  $\delta$  positivo, os parâmetros de rede da matriz  $\gamma$  são menores que os parâmetros do precipitado  $\gamma'$  (Equação 2.12). A diferença nos parâmetros de rede  $\delta$  é dependente da temperatura devido à diferença dos coeficientes de expansão das fases  $\gamma$  e  $\gamma'$ . O coeficiente de expansão da fase  $\gamma'$  é menor que o da fase  $\gamma$ , portanto em superligas de  $\delta$  positivo o aumento da temperatura resulta na redução do  $\delta$ . Já em superligas de  $\delta$  negativo,  $\delta$  assume valores cada vez mais negativos com o aumento da temperatura (PYCZAK et al., 2004). Na Figura 2.18 é apresentada a variação do  $\delta$  de acordo com a temperatura para diversas superligas de  $\delta$  positivos e negativos.

Em alta temperatura (1000°C), todas as superligas apresentaram  $\delta$  negativo (Figura 4.17), portanto, os parâmetros de rede da matriz  $\gamma$  são maiores que os parâmetros do precipitado  $\gamma'$  e o campo de tensão paralelo a interface  $\gamma/\gamma'$  possui caráter compressivo na matriz  $\gamma$  e de tração no precipitado  $\gamma'$ . O sistema de discordâncias na interface  $\gamma/\gamma'$ , gerado para compensar essas tensões, deve consistir em discordâncias de vetores de Burgers orientados de maneira a provocar tensões de tração na matriz  $\gamma$  e compressão no precipitado  $\gamma'$ . Se a exposição à temperatura elevada persistir por tempo suficiente, ou seja, com o avanço do envelhecimento, um equilíbrio pode ser alcançado, resultando em uma condição de tensões nulas.

Figura 2.19 - Variação do  $\delta$  em função da temperatura para diversas superligas.



Fonte: PYCZAK et al., 2004.

As tensões acumuladas no sistema de discordâncias da interface  $\gamma/\gamma'$  tem caráter compressivo no precipitado  $\gamma'$ , reduzindo seus parâmetros de rede. Isto resulta na mudança do  $\delta$  de superligas de  $\delta$  negativo na sua condição original (anterior à exposição térmica) para valores ainda mais negativos. No caso de superligas de  $\delta$  positivo na condição original, a magnitude de  $\delta$  será minimizada ou anulada, explicando a esferoidização dos precipitados  $\gamma'$  durante o crescimento causado pelo envelhecimento artificial.

A perda de coerência matriz/precipitado é observada em uma variedade de sistemas, como nos precipitados  $\theta'$  das ligas Al-Cu e nos precipitados  $\beta'$  das ligas Al-Mg-Si, e é caracterizada por uma deterioração considerável das propriedades mecânicas.

Os precipitados  $\gamma'$  têm forte influência nas propriedades mecânicas e de fluência das superligas à base de níquel, portanto o tamanho, distribuição, morfologia e coerência destes precipitados vão determinar, em grande parte, as propriedades do material. O crescimento, coalescimento e a perda de coerência dos precipitados  $\gamma'$  tem efeito deletério na resistência mecânica e nas propriedades de fluência da liga, sendo um dos principais marcos do envelhecimento microestrutural (DONACHIE e DONACHIE, 2002; REED, 2006).

### 2.3.3.2 Cinética de coalescimento dos precipitados $\gamma'$

A cinética de coalescimento dos precipitados  $\gamma'$  pode ser interpretada pela teoria de Lifshitz, Slyozov e Wagner, conhecida como modelo LSW, em que o raio médio inicial do precipitado,  $r_0$ , cresce com o tempo de envelhecimento,  $t$ , até um raio final,  $r$ , de acordo com a equação (HONGYU, 2009):

$$r^3 - r_0^3 = K \cdot t \quad \text{Equação 2.16}$$

Sendo  $K$  uma constante que depende de parâmetros termofísicos:

$$K = \frac{8\Gamma V_m C_e D}{9RT} \quad \text{Equação 2.17}$$

Onde  $D$  é o coeficiente de difusão para os diferentes elementos,  $\Gamma$  a energia livre da interface  $\gamma'/\gamma$ ,  $V_m$  o volume molar do precipitado,  $C_e$  a concentração no equilíbrio de elementos formadores de  $\gamma'$ ,  $R$  a constante dos gases e  $T$  a temperatura absoluta.

Como o coeficiente de difusão  $D$  é:

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad \text{Equação 2.18}$$

Onde  $Q$  é a energia de ativação para a difusão dos elementos formadores de  $\gamma'$  na matriz  $\gamma$ .  $K$  pode, então, ser descrito como:

$$K = \frac{8\Gamma V_m C_e D_0}{9RT} e^{-\frac{Q}{RT}} \quad \text{Equação 2.19}$$

Considerando  $C_e/T$  como constantes, a seguinte relação é obtida:

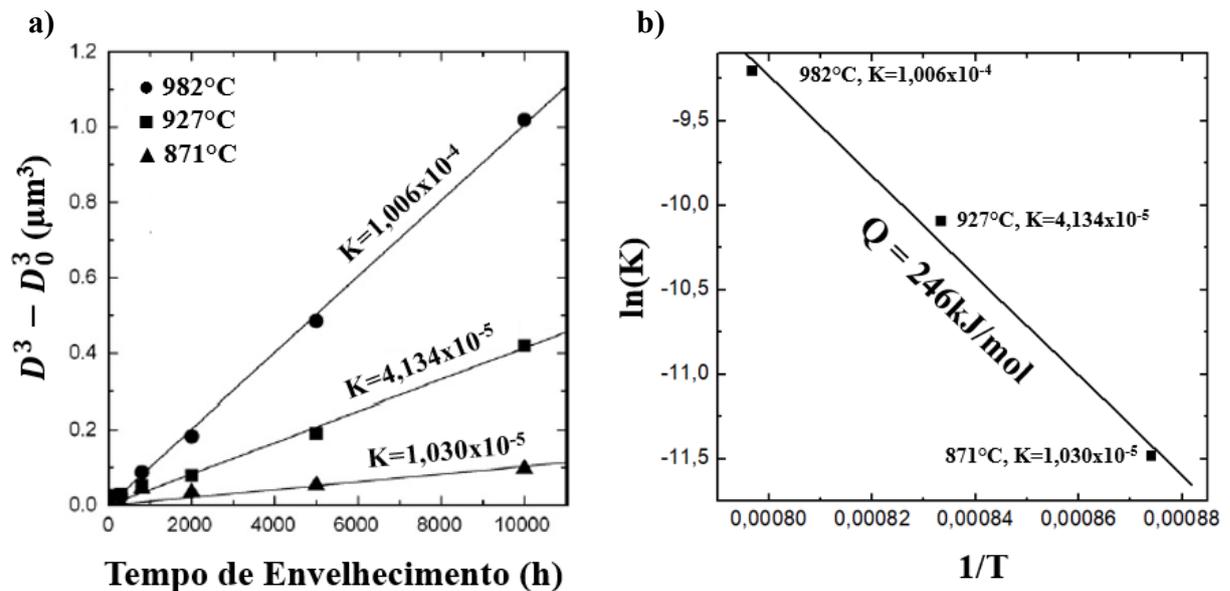
$$\ln(K) = \text{constante} - \frac{Q}{RT} \quad \text{Equação 2.20}$$

Portanto, o gráfico de  $\ln(K)$  em função de  $1/T$  é uma reta onde  $Q/R$  é a inclinação.

Choi et al. (2008) realizaram envelhecimentos artificiais em amostras da superliga GTD-111 em três diferentes temperaturas. O tamanho dos precipitados  $\gamma'$  foi calculado e um gráfico da variação do tamanho ( $D^3 - D_0^3$ ,  $\mu\text{m}^3$ ) por tempo de envelhecimento (h) foi plotado (Figura 2.20a). A constante K representa a variação do tamanho dos precipitados em função do tempo e foi calculada com base na inclinação das retas obtidas.

Na Figura 2.20b pode ser observado o gráfico de  $\ln(K)$  em função de  $1/T$  plotado com base nesses resultados. O cálculo da inclinação da reta obtida resulta em uma energia de ativação para o crescimento dos precipitados  $\gamma'$  (Q) de 246kJ/mol. Este resultado implica que o crescimento dos precipitados  $\gamma'$  é controlado pela difusão dos elementos formadores da fase  $\gamma'$ , como o Al e o Ti, pois o valor de Q é próximo dos valores de energia de ativação para difusão de Al e Ti no Ni, 257–270 kJ/mol (CHOI et al., 2008).

Figura 2.20 - Cinética de crescimento dos precipitados  $\gamma'$  na superliga GTD-111: a) variação do tamanho por tempo de envelhecimento b)  $\ln(K)$  em função de  $1/T$ .



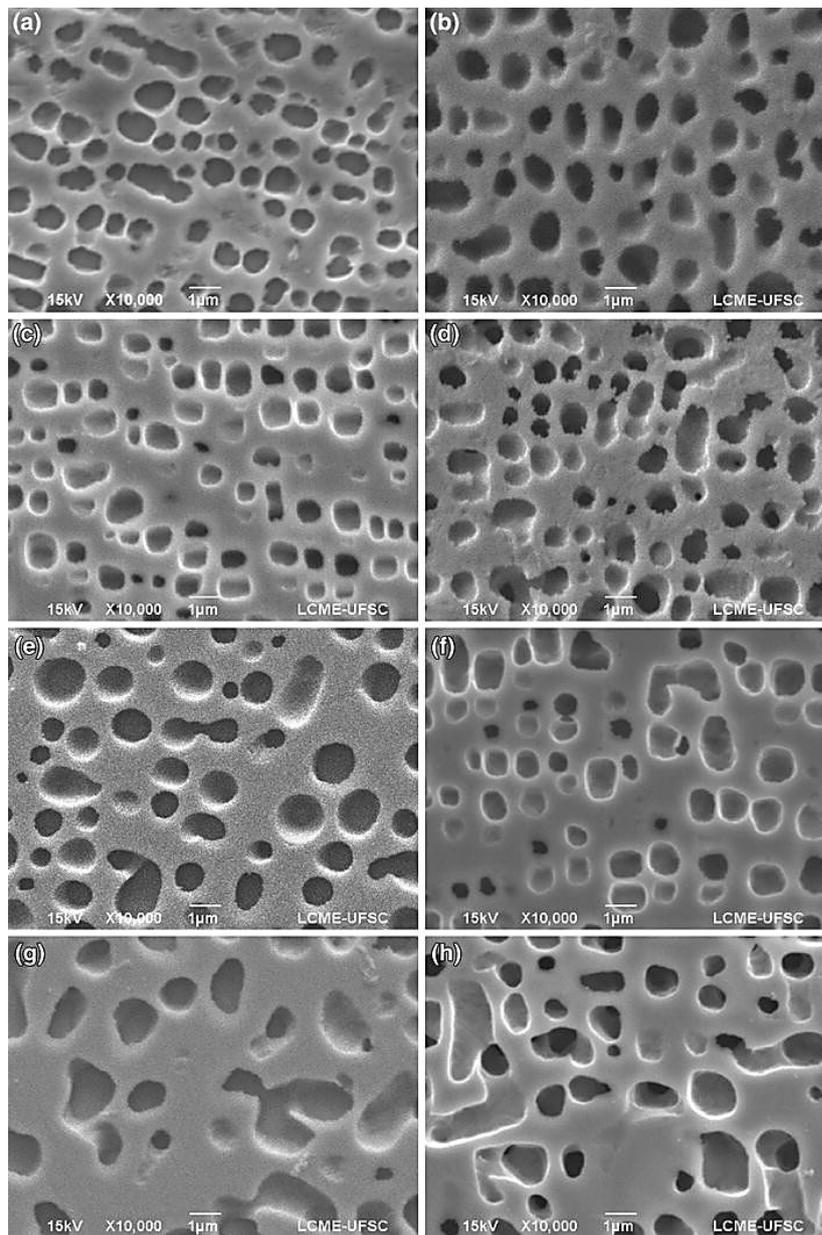
Fonte: Adaptado de CHOI et al., 2008.

### 2.3.3.3 Envelhecimento da superliga GTD-111

Turazi (2014) avaliou o comportamento da superliga GTD-111 durante o envelhecimento. A evolução microestrutural da fase  $\gamma'$  pode ser observada na Figura 2.21 onde são exibidas as microestruturas do material em 8 estágios de envelhecimento.

Nota-se que após 250 horas a 1000°C as partículas de  $\gamma'$  já apresentam uma forma mais esférica. Foi observado que a tendência ao longo do envelhecimento é o crescimento, esferoidização e coalescimento dos precipitados  $\gamma'$ .

**Figura 2.21 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente a 1.000°C por: a) 250h; b) 500h; c) 750h; d) 1000h; e) 1250h; f) 1500h; g) 1750h; h) 2000h.**

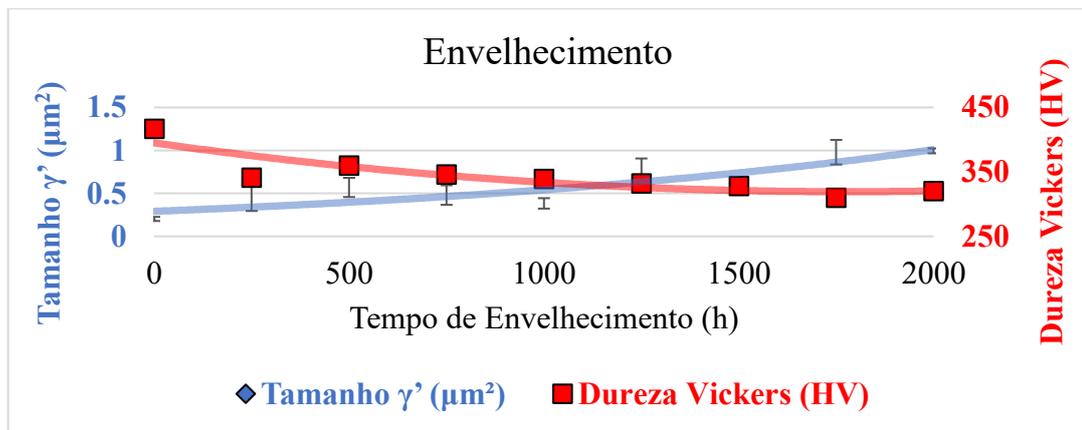


**Fonte: TURAZI, 2014.**

Os resultados de Turazi (2014) estão de acordo com outros estudos semelhantes envolvendo o envelhecimento da superliga de níquel GTD-111 em condições similares (CHOI et al., 2004; CORTEZ, 2014; MERINI, 2018).

Segundo Turazi (2014), o efeito do envelhecimento fica evidente ao comparar o tamanho médio e a dureza Vickers dos precipitados  $\gamma'$  (Figura 2.22). A superliga apresentou considerável redução de dureza (cerca de 100 HV após 2000 horas de simulação de envelhecimento), indicando a influência do tamanho e morfologia de  $\gamma'$  nas propriedades mecânicas (TURAZI, 2014).

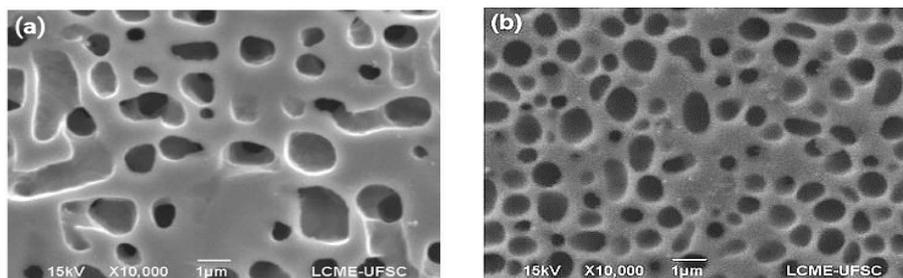
**Figura 2.22 - Variação do tamanho médio de partículas  $\gamma'$  e dureza Vickers durante simulação de envelhecimento.**



Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

Turazi (2014) também analisou a microestrutura de pás de turbina da superliga GTD-111 envelhecidas em serviço por 38000 horas. Em serviço, as pás atingem cerca de 900°C. A microestrutura da superliga GTD-111 envelhecida em serviço por 38000 horas é apresentada na Figura 2.23b e percebe-se que o coalescimento ocorrido em serviço por 38000 horas a 900°C é menos avançado que na mesma liga envelhecida artificialmente por 2000 horas a 1000°C (Figura 2.23a). Isto se deve à diferença das temperaturas atingidas pelas pás.

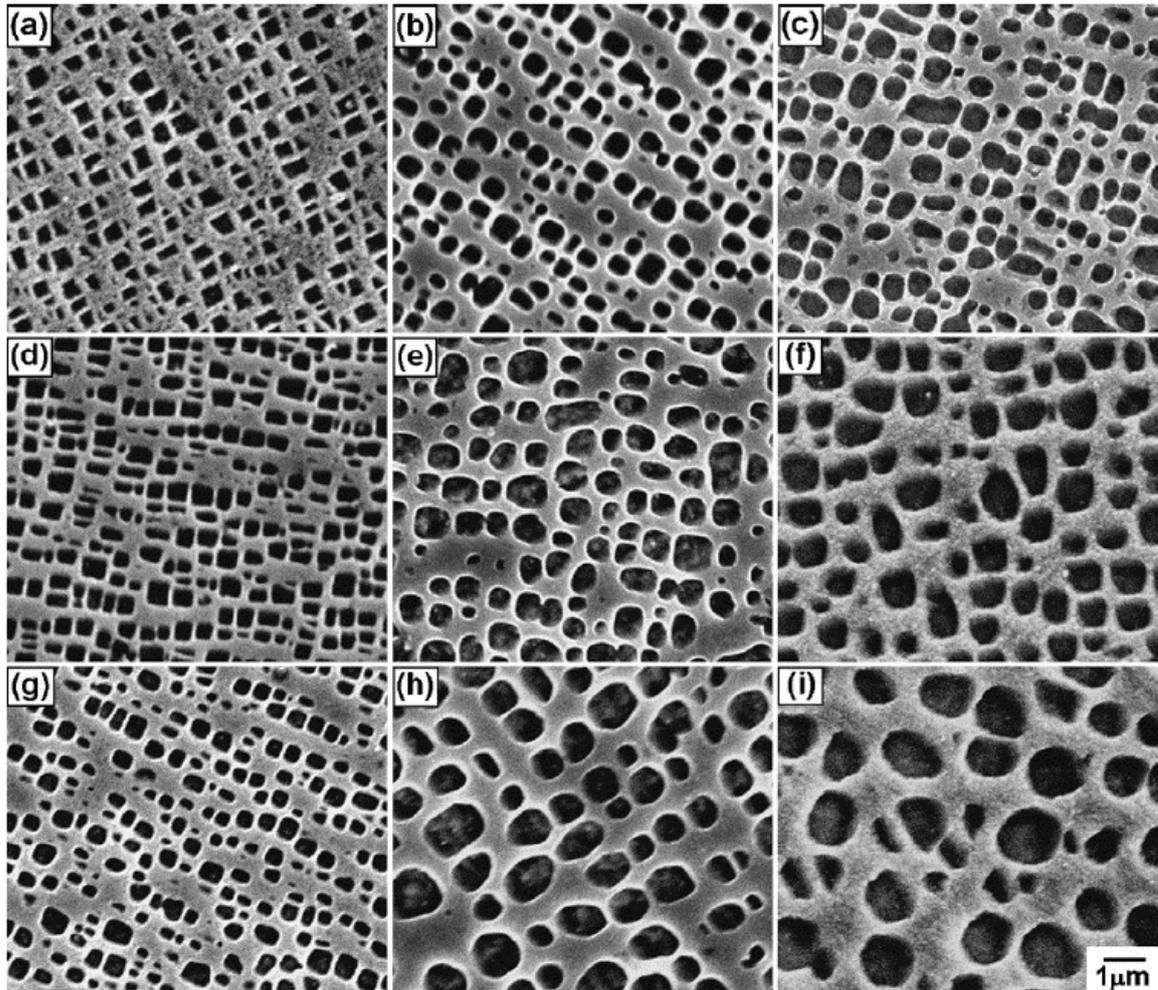
**Figura 2.23 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111: a) envelhecida artificialmente a 1000°C por 2000h; b) envelhecida em serviço a 900°C por 38000 horas.**



Fonte: TURAZI, 2014.

Choi et al. (2004) estudaram o efeito da temperatura no comportamento microestrutural da superliga GTD-111 durante o envelhecimento. Na Figura 2.24 é mostrado o coalescimento da fase  $\gamma'$  em três temperaturas e três tempos distintos.

**Figura 2.24 - Micrografias obtidas por MEV das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente: a) 871°C, 50h; b) 871°C, 5000h; c) 871°C, 10000h; d) 927°C, 50h; e) 927°C, 5000h; f) 927°C, 10000h; g) 982°C, 50h; h) 982°C, 5000h; i) 982°C, 10000h.**



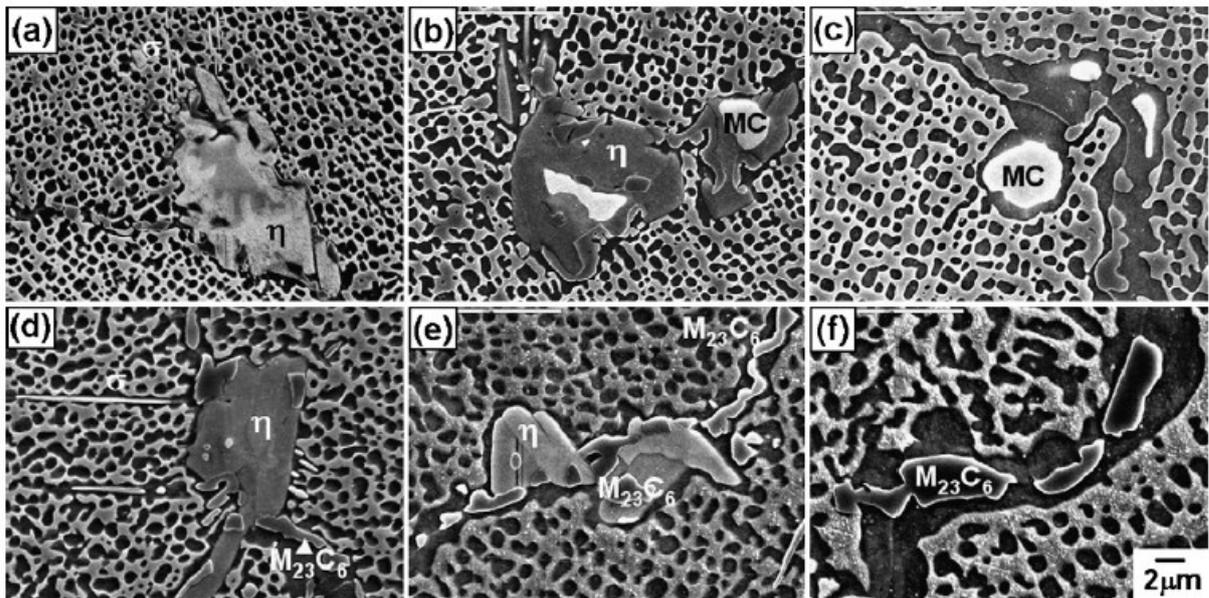
Fonte: CHOI et al., 2004.

De acordo com o estudo, para um mesmo período de envelhecimento, quanto maior for a temperatura, maior é o tamanho das partículas  $\gamma'$ , mais esférica é a sua morfologia e menor é a quantidade de partículas  $\gamma'$  por unidade de área (CHOI et al., 2004).

Choi et al. (2004) também avaliaram a dissolução dos carbonetos primários (MC). Na Figura 2.25 pode ser observado a dissolução do carboneto primário na liga GTD-111 durante o envelhecimento artificial.

Nota-se que a exposição prolongada a 982°C ocasionou a precipitação de carbonetos secundários ( $M_{23}C_6$ ) envolvidos por filmes de  $\gamma'$  ao longo do contorno de grão. A dissolução dos carbonetos primários faz com que a liga fique localmente enriquecida com elementos formadores de  $\gamma'$  (Al e Ti). Isto permite que um filme de  $\gamma'$  se forme no contorno de grão (CHOI et al., 2004).

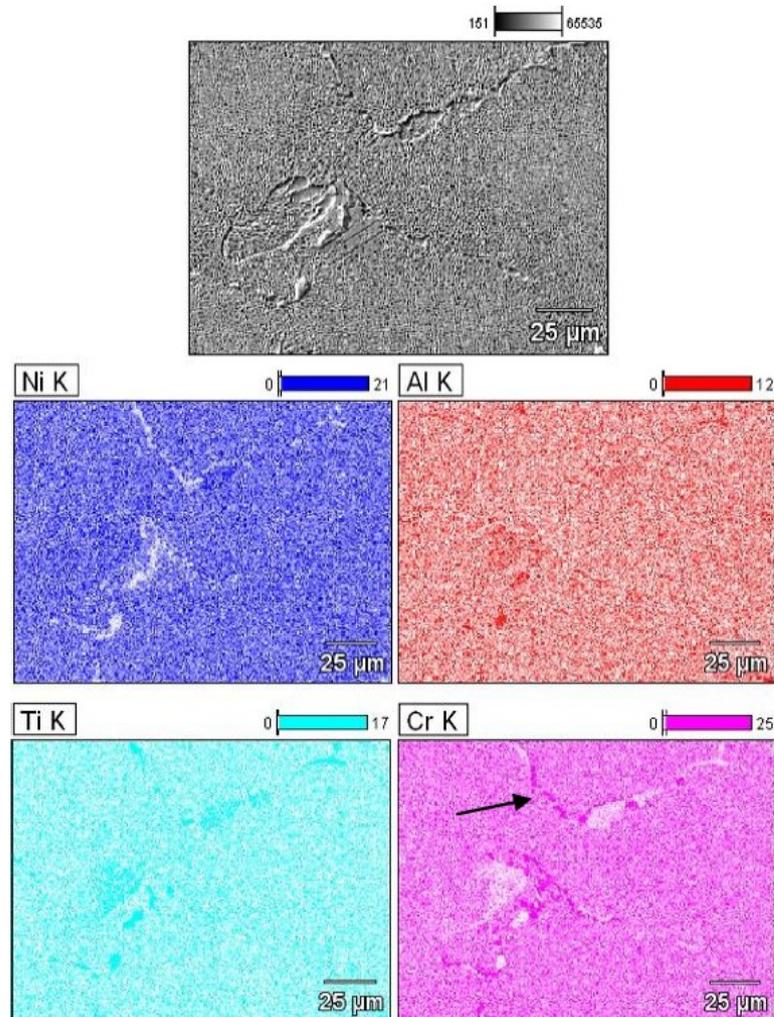
**Figura 2.25 - Micrografias obtidas por MEV mostrando a decomposição do MC no contorno de grão das amostras de superliga de níquel GTD-111 envelhecidas artificialmente nas condições: a) 871°C, 2000h; b) 927°C, 2000h; c) 982°C, 2000h; d) 871°C, 10000h; e) 927°C, 10000 h; f) 982°C, 10000h.**



Fonte: CHOI et al., 2004.

Segundo Turazi (2014), os carbonetos  $M_{23}C_6$  podem ser identificados por regiões ricas em Cr em uma análise por EDS. Na Figura 2.26 é mostrado um mapa de composição química por EDS da região de contorno de grão de uma amostra da superliga GTD-111 envelhecida por 1750 horas a 1000°C.

**Figura 2.26 - Mapa de composição química da região de contorno de grão da superliga GTD-111 envelhecida por 1750 horas em 1000°C.**

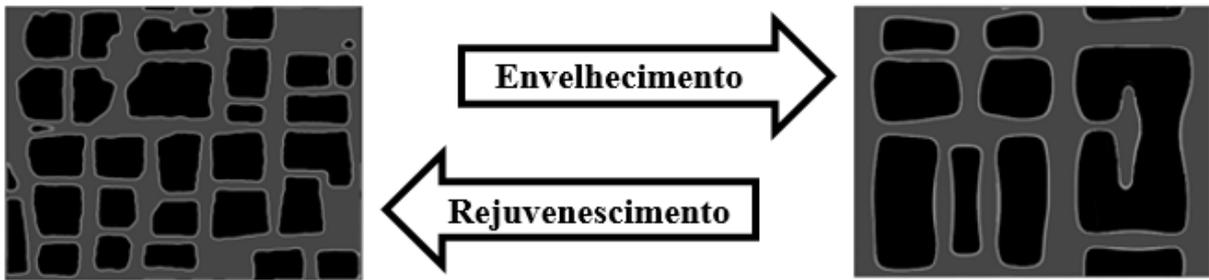


Fonte: TURAZI, 2014.

#### 2.3.3.4 Rejuvenescimento das Superligas de Níquel

Conforme citado, em superligas à base de níquel endurecidas por precipitação, o tamanho, distribuição, morfologia e coerência destes precipitados determinam, em grande parte, as propriedades do material. A exposição prolongada a altas temperaturas e tensões provoca o coalescimento e a perda de coerência dos precipitados  $\gamma'$ , resultando na deterioração da resistência mecânica e das propriedades de fluência do material. O objetivo do tratamento térmico de rejuvenescimento é reverter a microestrutura envelhecida para condições próximas da original. O efeito deste tratamento na microestrutura é ilustrado na Figura 2.27.

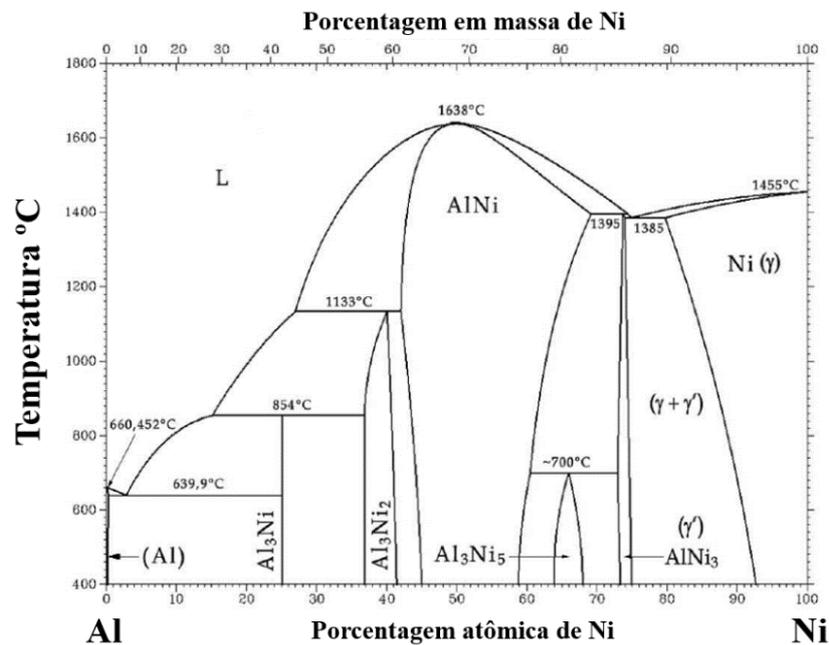
Figura 2.27 - Esquema do efeito do tratamento térmico de rejuvenescimento na microestrutura envelhecida.



Fonte: Adaptado de MUSHONGERA, 2016.

O tratamento térmico de rejuvenescimento consiste em uma ou múltiplas etapas de solubilização seguidas de uma ou múltiplas etapas de precipitação. A solubilização ocorre em temperaturas superiores à solvus de  $\gamma'$ . A temperatura solvus de  $\gamma'$  separa a região  $(\gamma + \gamma')$  da região  $(\gamma)$  no diagrama da Figura 2.28. A solubilização é seguida de resfriamento ao ar, água ou óleo até a temperatura ambiente. A precipitação ocorre em temperaturas inferiores a solvus de  $\gamma'$  o que permite a nucleação e crescimento dos precipitados  $\gamma'$ .

Figura 2.28 - Diagrama de equilíbrio Ni-Al.



Fonte: Adaptado de DURAND-CHARRE, 1997.

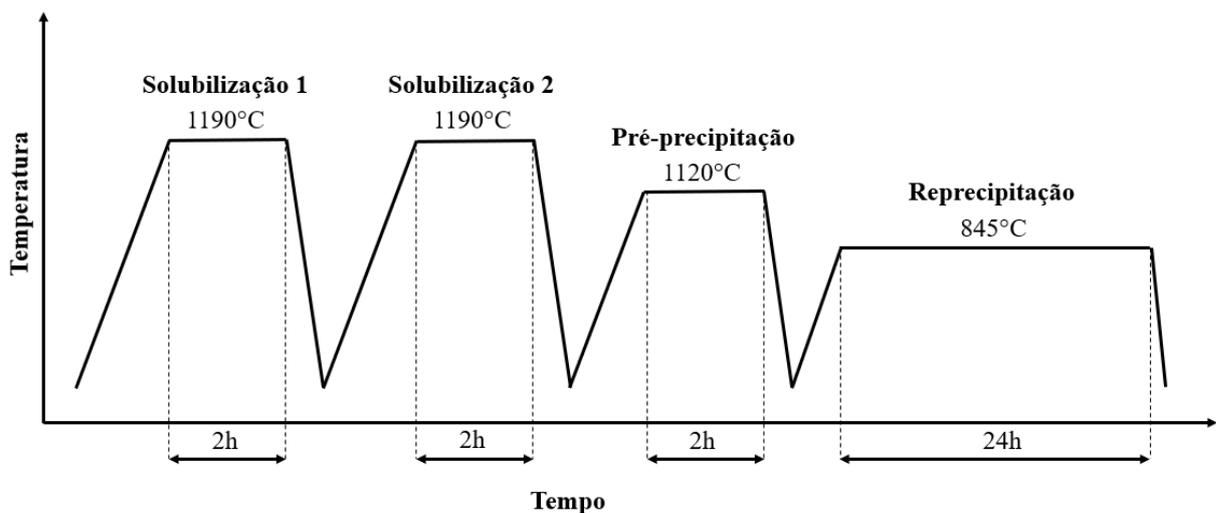
O tratamento térmico intermediário de rejuvenescimento apropriado, quando executado no intervalo de tempo correto, pode estender significativamente a vida do componente.

Devido à complexidade das superligas, cada sistema deve ser avaliado individualmente, não só quanto a sua composição, mas também quanto as suas condições de serviço, como temperatura e tensões, ou seja, os parâmetros do rejuvenescimento devem ser apropriados ao tipo e extensão do dano acumulado (JAMES, 2001).

Diversos estudos foram realizados envolvendo o rejuvenescimento da superliga de níquel GTD-111 (CHERUVU e SWAMINATHAN, 1999; CORTEZ, 2014; LVOVA, 2007; MERINI, 2018; SAJJADI et al., 2003; TURAZI, 2014; WANGYAO et al., 2006). O rejuvenescimento da superliga GTD-111 evoluiu de um tratamento térmico “padrão” consistindo em uma etapa de solubilização parcial (1120°C por 2 horas) seguida por uma etapa de precipitação (845°C por 24 horas) para tratamentos térmicos avançados que adicionaram uma etapa de solubilização em alta temperatura ao início do tratamento e uma etapa de pré-precipitação realizada entre a solubilização e a precipitação (CHERUVU e SWAMINATHAN, 1999; TURAZI, 2014).

Segundo Turazi (2014), o rejuvenescimento da superliga de níquel GTD-111 apresenta os melhores resultados quando as etapas de solubilização e pré-precipitação são realizadas em temperaturas mais elevadas. Os resultados de Turazi (2014) indicaram que realizar a solubilização a 1190°C resultava em maiores valores de dureza quando comparados a amostras solubilizadas a 1175°C. O estudo também indicou que etapas de pré-precipitação a 1120°C geram melhores resultados comparados aos de tratamentos em temperaturas mais baixas (1055°C). As etapas e temperaturas do ciclo de rejuvenescimento que apresentou os melhores resultados para a superliga de níquel GTD-111 são exibidas na Figura 2.29.

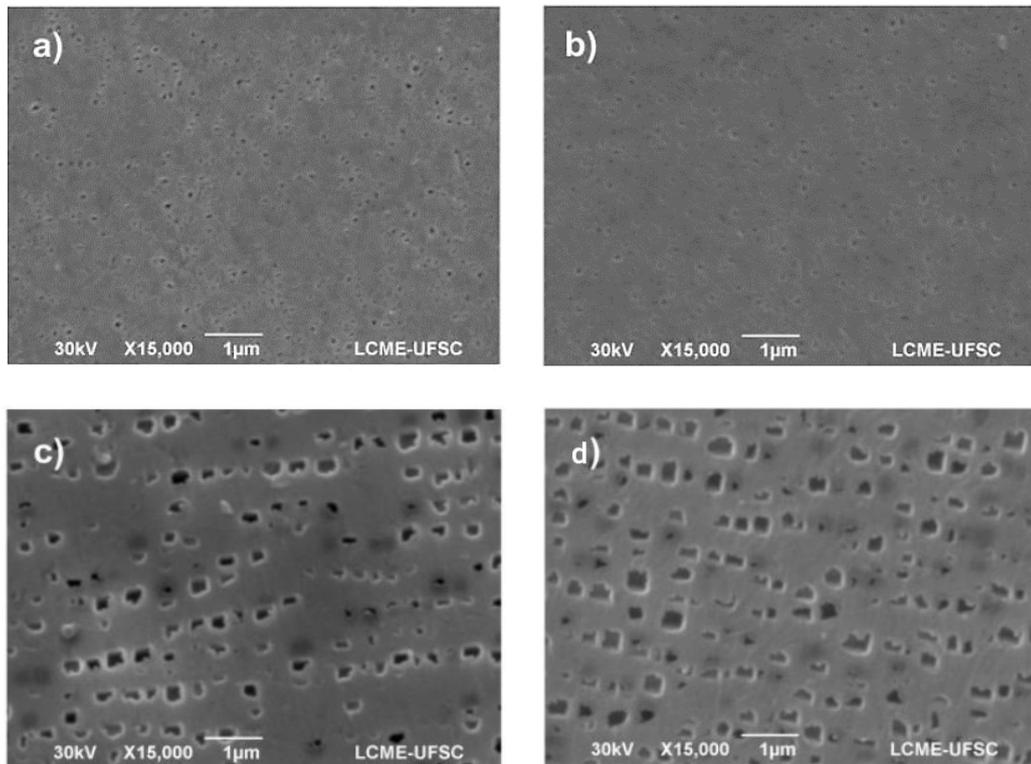
**Figura 2.29 - Etapas e temperaturas do tratamento térmico de rejuvenescimento.**



Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

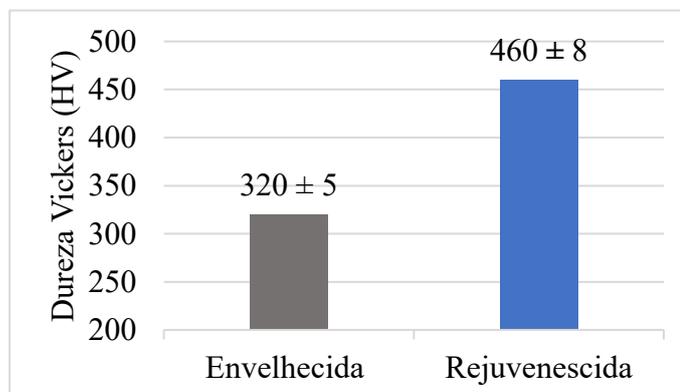
Na Figura 2.30 são apresentadas as microestruturas resultantes de cada etapa do rejuvenescimento citado. Já na Figura 2.31 pode-se observar o resultado desse rejuvenescimento na recuperação dos valores de dureza (TURAZI, 2014).

**Figura 2.30 - Micrografias da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento: a) solubilização 1 (1190°C 2h); b) solubilização 2 (1190°C 2h); c) pré-precipitação (1120°C 2h); d) reprecipitação (845°C 24h).**



Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

**Figura 2.31 - Comparação da dureza Vickers da superliga de níquel GTD-111 envelhecida por 2000h e após do tratamento térmico de rejuvenescimento.**



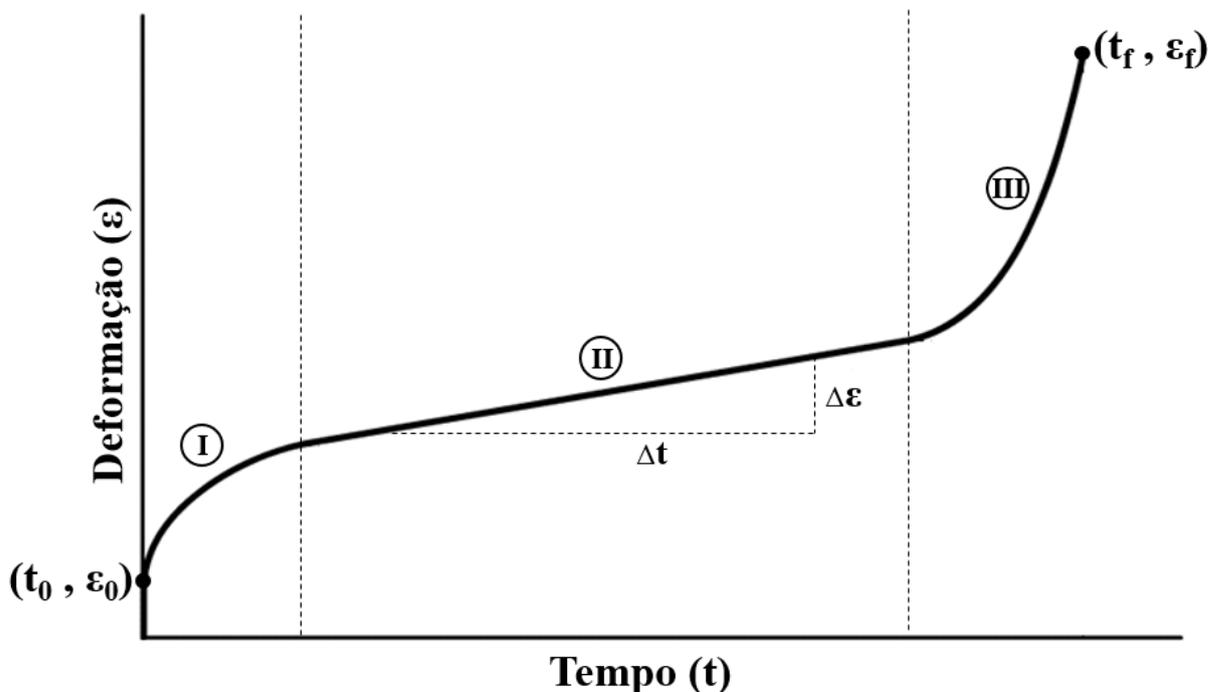
Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

## 2.4 FLUÊNCIA

A fluência pode ser definida como a deformação progressiva, permanente e dependente de tempo em materiais sólidos submetidos a tensões constantes (inferiores ao limite de escoamento), podendo levar à falha. Como é dependente da difusão atômica, a fluência é termicamente ativada e torna-se relevante em temperaturas superiores a  $0,4T_f$  (temperatura absoluta de fusão). Este fenômeno é particularmente importante para componentes que podem sofrer deformações apreciáveis, quando operando em temperaturas e tensões elevadas, em intervalos de tempo comparáveis a sua vida (MEYERS, 2008).

Os parâmetros de fluência podem ser determinados por ensaios mecânicos. Um ensaio típico de fluência consiste em submeter um corpo de prova a uma tensão constante em um ambiente isolado termicamente de temperatura constante e controlada enquanto a deformação por fluência é medida por um extensômetro e um gráfico de deformação em função do tempo é obtido (Figura 2.32).

Figura 2.32 - Comportamento típico de metais sob fluência.



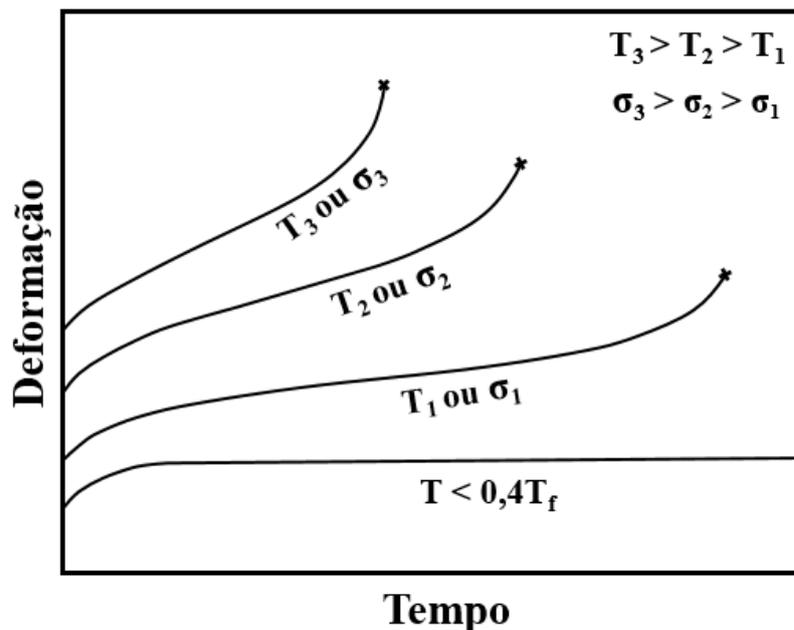
Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2012.

A Figura 2.32 representa o comportamento típico de metais sob fluência (carga e temperatura constantes). A deformação por fluência apresenta três estágios (MEYERS, 2008; REED-HILL, 1973):

- I. Estágio primário (transiente): caracterizado por uma deformação instantânea ( $\epsilon_0$ ) no momento em que a carga é aplicada, seguida de uma redução progressiva da taxa de deformação devido à dominância do encruamento sob os mecanismos de restauração no material.
- II. Estágio secundário (estacionário): caracterizado por uma taxa de deformação constante ( $\Delta\epsilon/\Delta t$  linear). Um dos parâmetros mais importantes em um ensaio de fluência é a inclinação da curva ( $\Delta\epsilon/\Delta t$ ) no estágio secundário. Este parâmetro é chamado de taxa de fluência mínima ou taxa de fluência estacionária.
- III. Estágio terciário: caracterizado por uma aceleração na taxa de deformação seguida da falha. O último ponto da curva de fluência define o tempo de ruptura ( $t_f$ ) e alongamento total ( $\epsilon_f$ ) para um dado material em uma determinada temperatura e tensão.

Tanto a temperatura como a tensão têm influência no comportamento sob fluência do material (Figura 2.33). Em temperaturas inferiores a  $0,4T_f$  a deformação por fluência é irrelevante e virtualmente independente do tempo. Uma vez que a temperatura supere  $0,4T_f$ , incrementos na temperatura ou tensão ocasionam o aumento da deformação instantânea ( $\epsilon_0$ ) e da taxa de fluência estacionária ( $\Delta\epsilon/\Delta t$ ) e redução do estágio secundário e do tempo de vida até a ruptura ( $t_f$ ). Os mecanismos responsáveis pelo fenômeno da fluência serão discutidos a seguir.

Figura 2.33 - Influência da temperatura e tensão no comportamento sob fluência.



Fonte: Adaptado de CALLISTER, 2012.

### 2.4.1 Mecanismos de fluência

Os mecanismos teóricos responsáveis pela fluência podem ser divididos em três grandes grupos (MEYERS, 2008; REED-HILL, 1973):

1. Fluência por difusão
2. Fluência por movimentação de discordâncias
3. Fluência por escorregamento de contorno de grão

Estes mecanismos serão discutidos individualmente.

#### 2.4.1.1 Fluência por difusão

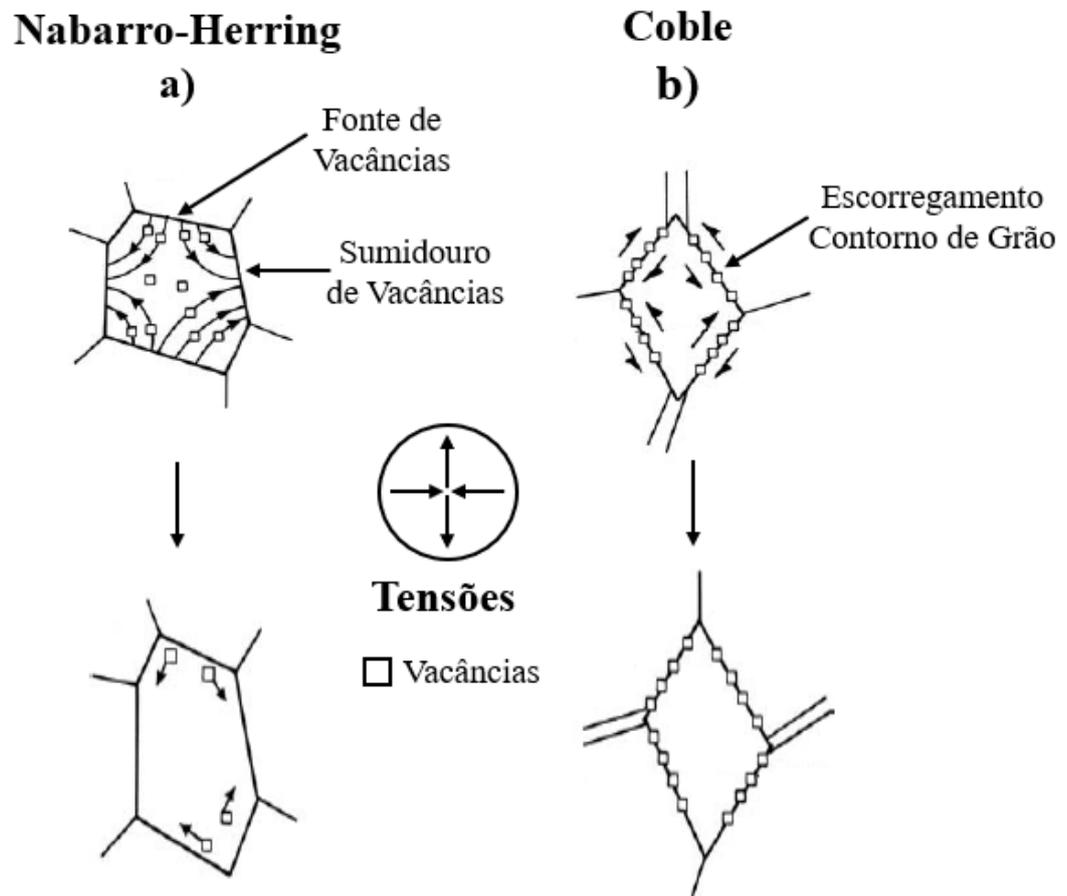
O mecanismo de fluência por difusão é caracterizado por movimento de vacâncias orientado pelo campo de tensões. Trata-se de um processo termicamente ativado que resulta no movimento das vacâncias de modo a provocar um alongamento do grão no sentido da tensão de tração aplicada. De acordo com a temperatura e tensão, o movimento das vacâncias pode ocorrer preferencialmente através da rede cristalina ou pelos contornos de grão.

Quando um material é submetido a baixas tensões e taxas de deformação consideravelmente lentas, a deformação plástica acontece pela migração das vacâncias dos contornos de grãos comprimidos para os contornos de grãos tracionados, ou seja, contornos de grão perpendiculares ou aproximadamente perpendiculares ao eixo da tensão de tração funcionam como fontes de vacâncias e contornos de grão paralelos ou aproximadamente paralelos ao eixo da tensão de tração funcionam como sumidouros de vacâncias (REED-HILL, 1973).

O mecanismo de fluência por difusão de vacâncias através do volume da rede cristalina descrito é denominado como Nabarro-Herring e é dominante em altas temperaturas ( $T > 0,7T_f$ ) e sistemas com microestrutura granular grosseira. Já o mecanismo de fluência por difusão de vacâncias através dos contornos de grão é denominado como Coble. Este mecanismo resulta no deslizamento dos contornos de grão e é dominante em baixas temperaturas ( $0,4T_f > T > 0,7T_f$ ) e sistemas de microestrutura granular fina (REED-HILL, 1973).

O mecanismo de fluência por difusão de vacâncias através do volume da rede cristalina (Nabarro-Herring) é ilustrado esquematicamente na Figura 2.34a. Já o mecanismo de fluência por difusão de vacâncias através dos contornos de grão (Coble) é ilustrado esquematicamente na Figura 2.34b.

Figura 2.34 - Mecanismos de fluência por difusão.



Fonte: Adaptado de MEYERS, 2008.

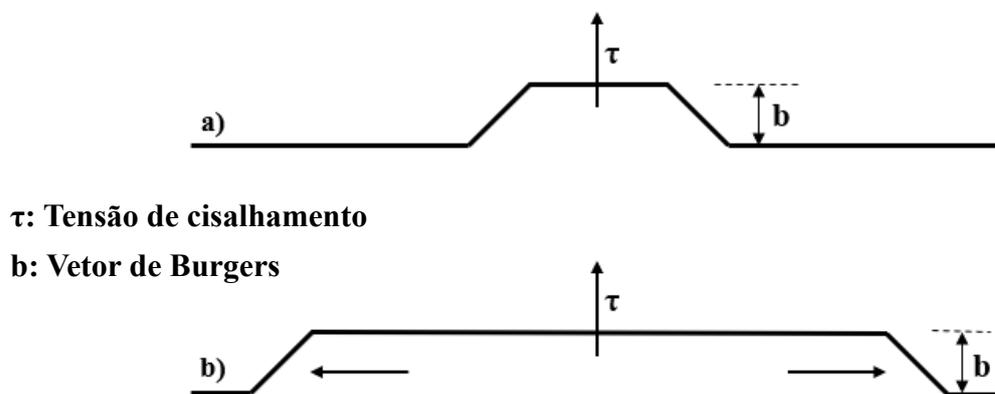
Uma maneira eficiente de reduzir o efeito dos mecanismos de Nabarro-Herring e Coble em um sistema é o aumento do tamanho de grão (para reduzir a área de contorno de grão por unidade de volume) o que resulta no aumento da resistência à fluência do sistema. Isto fundamenta as estratégias de processamento citadas na seção 2.2, ou seja, componentes monocristalinos possuem uma resistência à fluência consideravelmente maior que componentes policristalinos (alta densidade de contornos de grão), mesmo quando a composição química é idêntica ou equivalente. Esta diferença microestrutural pode ser observada na Figura 2.8 e as respectivas variações na resistência à fluência, na Figura 2.9.

### 2.4.1.2 Fluência por movimentação de discordâncias

A fluência pode ser entendida como um balanço entre o encruamento causado pela deformação e os fenômenos de restauração causados pela exposição em altas temperaturas. Sabe-se que durante o encruamento, discordâncias são criadas. Em baixas temperaturas, a deformação por fluência é regida pelo processo de escorregamento destas discordâncias em seus planos preferenciais.

Uma discordância se move pelo cristal de forma gradativa. O movimento contínuo desta discordância requer a superação de uma série de barreiras energéticas. A energia térmica e a tensão não são capazes de superar, em conjunto, tais barreiras e ativar o movimento de uma longa seção de discordância em cunha. Todavia, a energia térmica provoca o movimento de pequenos segmentos da discordância gerando dobras duplas, como observado na Figura 2.35a. As extremidades dessa dobra podem se mover com maior facilidade para a direita e esquerda, sob uma tensão, como observado na Figura 2.35b, fazendo com que a discordância mova uma distância atômica a frente (REED-HILL, 1973).

Figura 2.35 - Ativação térmica do escorregamento de uma discordância em cunha.

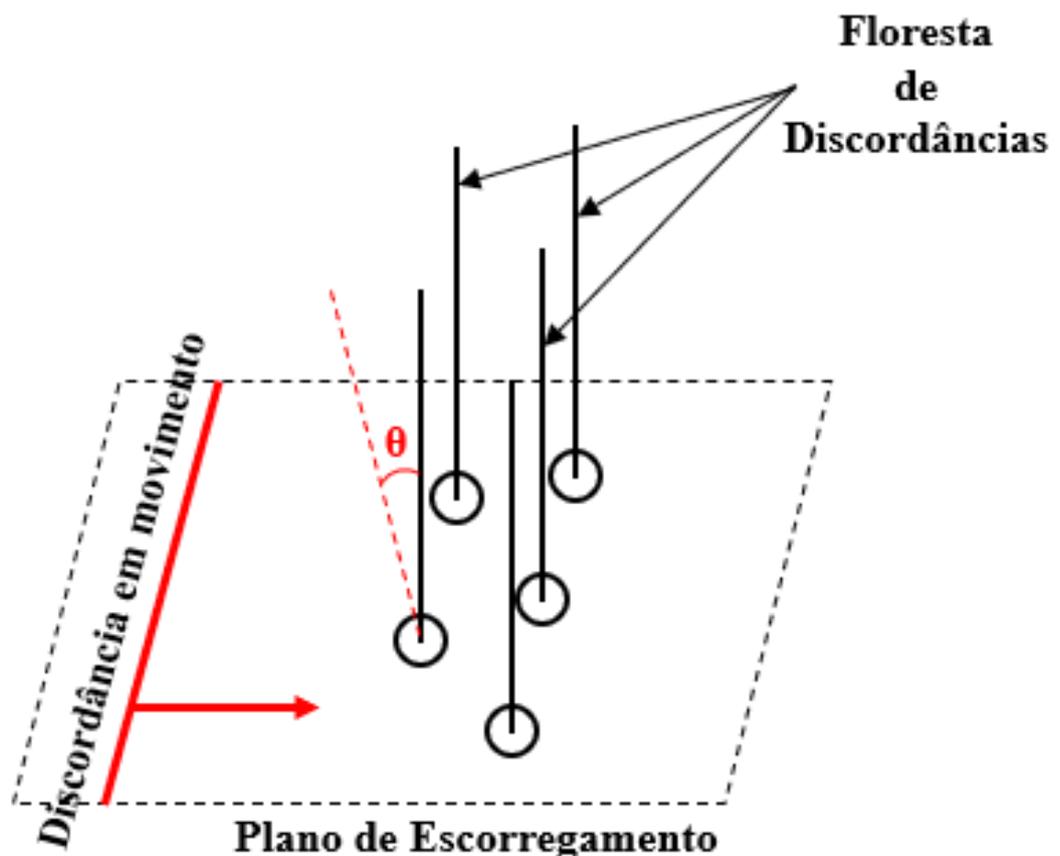


Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.

Em suma, o efeito da energia térmica é favorecer a formação das dobras duplas que se expandem sob ação da tensão aplicada, provocando o avanço da discordância em uma distância atômica, e conseqüentemente, cisalhando o cristal. A força que mantém uma discordância em sua posição de menor energia, ou seja, inibe seu movimento, é chamada de força de Peierls e o mecanismo citado é um dos propostos para explicar a superação desta barreira energética.

Um segundo mecanismo que controla a movimentação de discordâncias em um cristal sob tensão e temperatura constante é a interseção de discordâncias. Cristais reais contêm uma rede de discordâncias que cresce em complexidade e quantidade à medida que aumenta a deformação plástica. Essa rede é chamada de floresta de discordâncias, e devido a esta floresta, uma discordância não se movimenta livremente, pois ela intercepta outras discordâncias que passam por seu plano de escorregamento, sob diversos ângulos ( $\theta$ ), como pode ser observado na Figura 2.36. Para que uma discordância em movimento atravessasse os campos de tensões de outras discordâncias, é necessário a realização de trabalho, ou seja, uma discordância é um obstáculo ao escorregamento de outra. Devido a essa interseção, discordâncias podem apresentar cotovelos, cujos movimentos são termicamente ativados (REED-HILL, 1973).

Figura 2.36 - Ilustração esquemática de uma floresta de discordâncias.

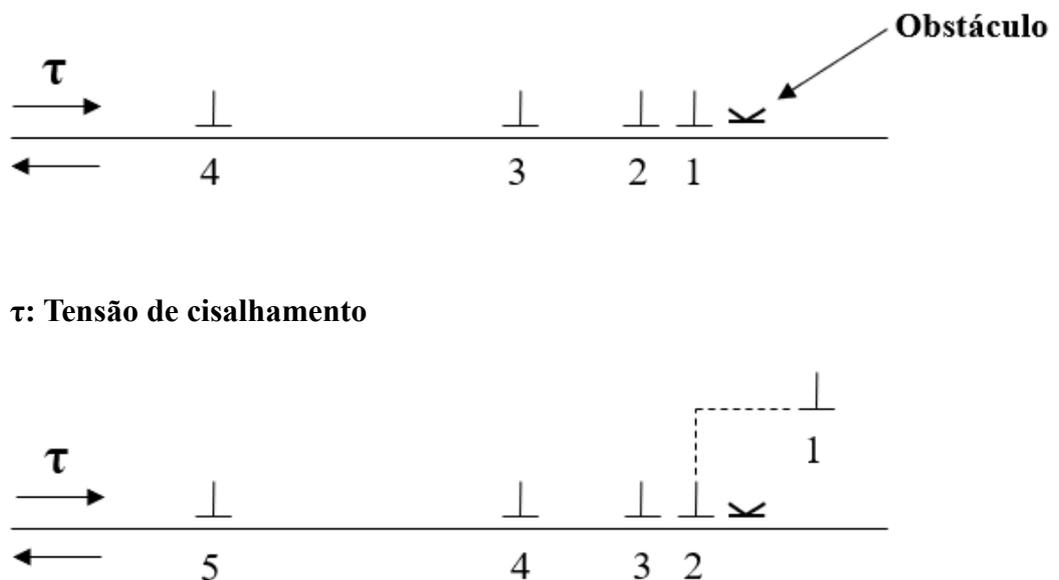


Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.

Diante do exposto, nota-se a influência dos fenômenos termicamente ativados citados no escorregamento de discordâncias e, conseqüentemente, na deformação por fluência. Também é importante entender a função da escalagem de discordâncias, auxiliada por lacunas, na deformação de metais sob tensão e temperatura constantes. A escalagem simples de discordâncias em cunha depende da difusão de lacunas em direção às discordâncias, chamada de escalagem positiva ou para fora delas chamada de escalagem negativa. A função primordial da escalagem de discordâncias é superar obstáculos para o escorregamento destas. Este mecanismo pode ser entendido como agente controlador da deformação no sentido que a deformação é realizada por escorregamento, mas é a escalagem das discordâncias sobre os obstáculos que controla o escorregamento (REED-HILL, 1973).

Quando um obstáculo está ancorando o escorregamento de outras discordâncias, nos seus respectivos planos de escorregamento, forma-se um empilhamento. A escalagem da primeira discordância ancorada permite a continuação da deformação por escorregamento das seguintes, conforme observado na Figura 2.37.

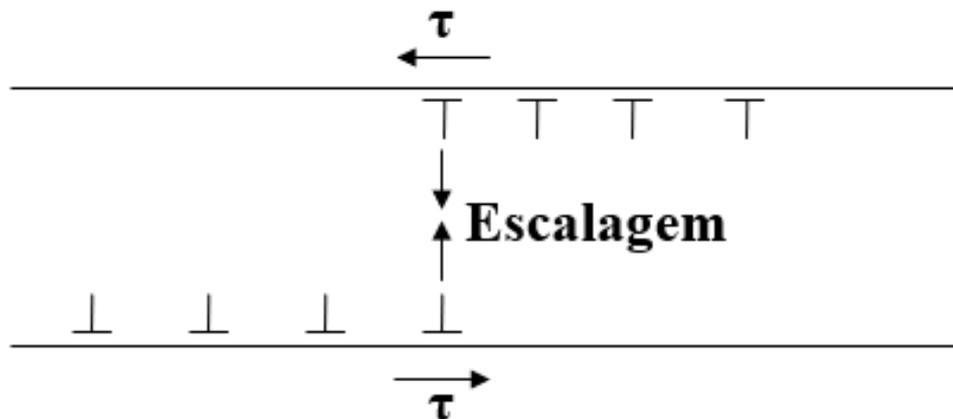
Figura 2.37 - Empilhamento de discordâncias seguido de escalagem da discordância líder.



Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.

Em um segundo cenário, discordâncias de sinais opostos em planos de escorregamento paralelos se movimentam uma em direção a outra (por escalagem) aniquilando-se e diminuindo a densidade de discordâncias do sistema permitindo a continuidade da deformação plástica por escorregamento (Figura 2.38) (REED-HILL, 1973).

**Figura 2.38 - Aniquilação por escalagem de discordâncias de sinais opostos.**

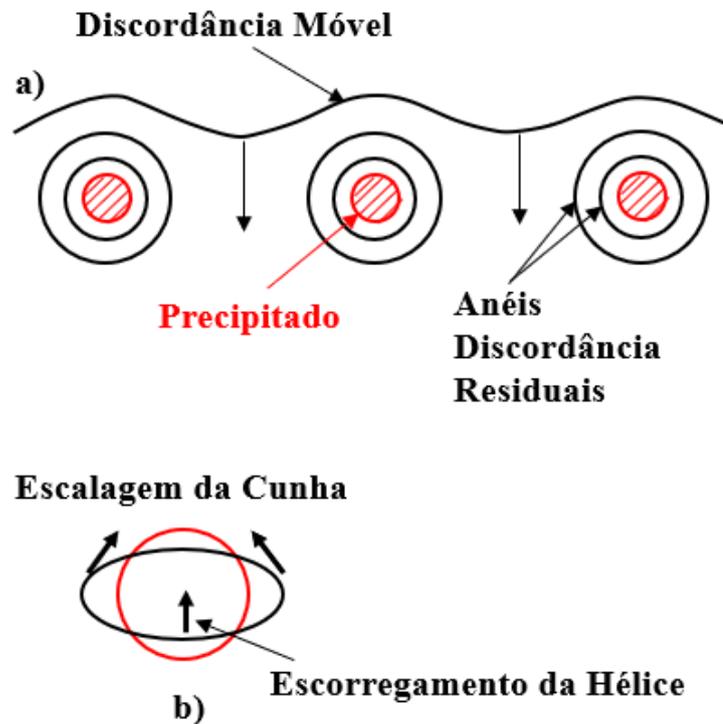


**$\tau$ : Tensão de cisalhamento**

**Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.**

A capacidade de superar obstáculos também envolve os mecanismos de Orowan e a formação de anéis em torno de partículas ou precipitados que bloqueiam a movimentação das discordâncias no reticulado, como observado na Figura 2.39a. Com o suporte da escalagem, os componentes em cunha dos anéis podem se movimentar para cima sobre uma partícula ou precipitado, aniquilando-se no processo, enquanto as partes restantes dos anéis, que têm orientação em hélice, vão escorregar provocando o colapso do anel, como observado na Figura 2.39b. Isto permite a continuidade da deformação plástica (REED-HILL, 1973).

Figura 2.39 - Colapso dos anéis de discordância.



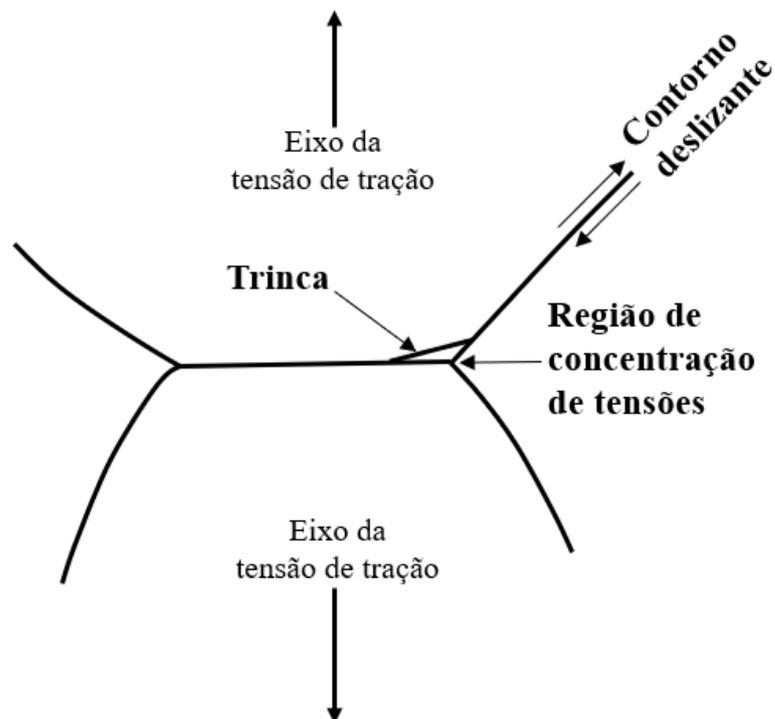
Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.

#### 2.4.1.3 Fluência por escorregamento de contorno de grão

O escorregamento de contorno de grão geralmente não tem participação relevante no primeiro e segundo estágio de fluência, mas torna-se relevante no terceiro estágio e contribui para a nucleação e propagação de trincas intergranulares (MEYERS, 2008).

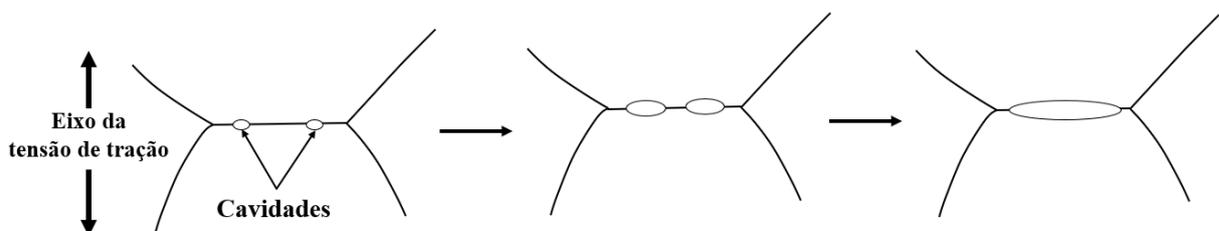
Fraturas intercristalinas de alta temperatura apresentam duas formas bem definidas. Na Figura 2.40 é apresentada uma das formas de nucleação de trincas na interface entre três grãos. Já na Figura 2.41 pode ser observada a nucleação, crescimento e coalescimento de cavidades na interface entre dois grãos. Estes dois tipos de fraturas podem ser encontrados atuando em um mesmo sistema (REED-HILL, 1973).

**Figura 2.40 - Nucleação de trincas na interface entre três grãos.**



Fonte: Adaptado de REED-HILL, 1973.

**Figura 2.41 - Nucleação, crescimento e coalescimento de cavidades na interface entre dois grãos.**

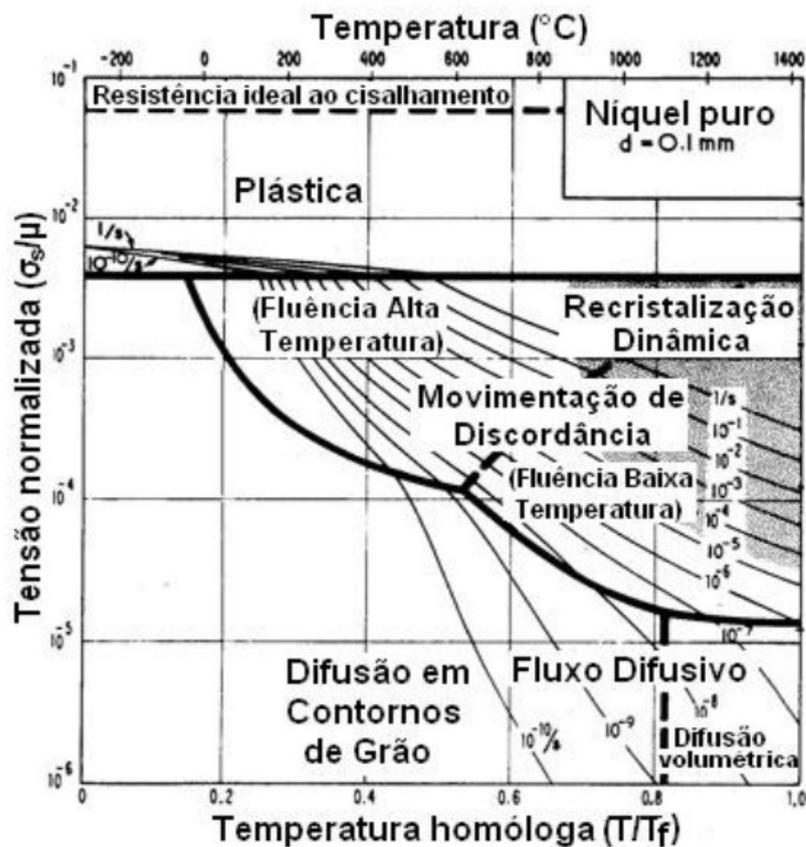


Fonte: Próprio autor.

## 2.4.2 Mecanismos de deformação das superligas de níquel

A temperatura e a tensão à qual o material está submetido define os mecanismos de fluência dominantes. Na Figura 2.42, é mostrado o mapa dos mecanismos de fluência para o níquel puro.

Figura 2.42 - Mapa dos mecanismos de fluência para o níquel puro.

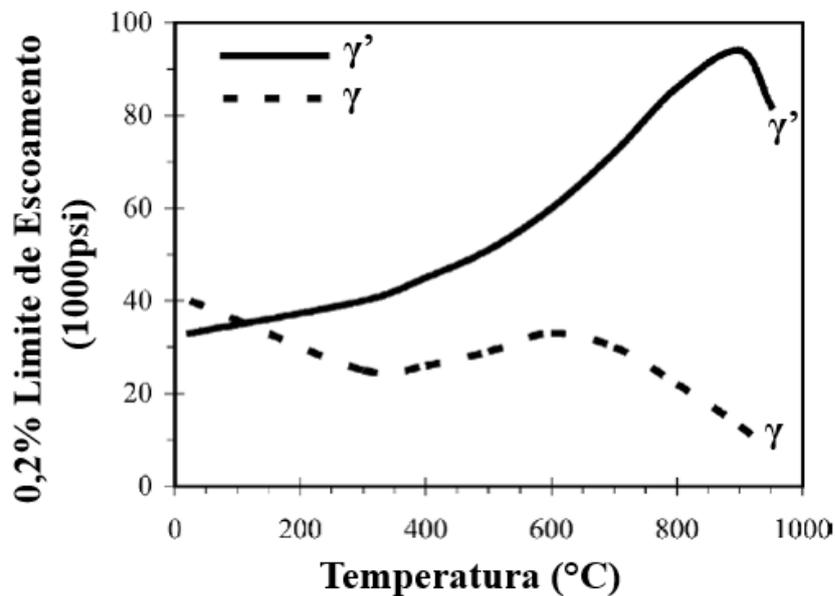


Fonte: FROST e ASHBY, 1982; TURAZI, 2014.

Para a maioria dos materiais, o limite de escoamento diminui com o aumento da temperatura. Nos metais, essa redução do limite de escoamento acontece devido ao movimento termicamente ativado das discordâncias, resultando em uma deformação plástica facilitada em temperaturas mais altas. As superligas de níquel  $\gamma$ - $\gamma'$  apresentam um aumento anômalo do limite de escoamento com a temperatura. O comportamento anormal das propriedades de tração com a temperatura das superligas à base de níquel pode ser atribuído a vários mecanismos, sendo o mais importante a multiplicação de discordâncias nos precipitados  $\gamma'$  (SAJIDI et al., 2004).

Pope e Ezz (1984) analisaram ligas monofásicas  $\gamma$  e  $\gamma'$  e seus resultados mostram que o precipitado  $\gamma'$  é o principal fator para determinar as excelentes propriedades mecânicas em altas temperaturas das superligas  $\gamma$ - $\gamma'$ . Na Figura 2.43 pode ser observado o aumento anômalo do limite de escoamento com a temperatura da fase  $\gamma'$ .

Figura 2.43 - Variação de limite de escoamento em função da temperatura para ligas monofásicas  $\gamma$  e  $\gamma'$ .

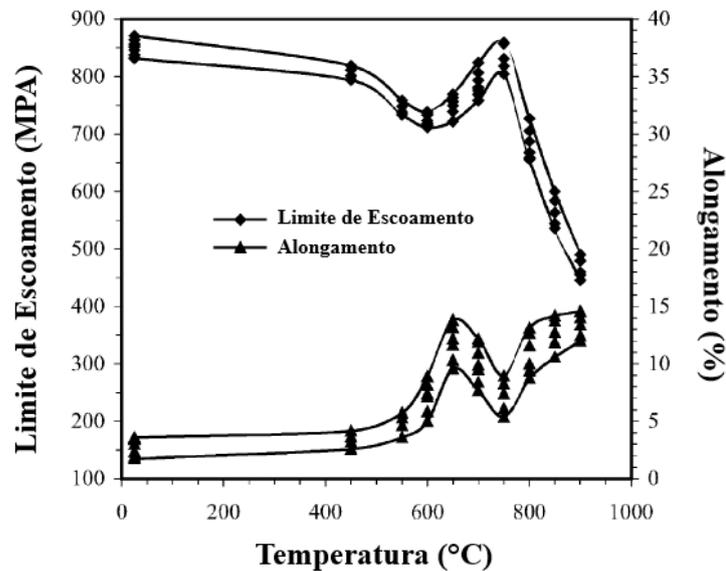


Fonte: Adaptado de POPE e EZZ, 1984.

Sajidi et al. (2004) estudaram o comportamento de deformação por tração da liga GTD-111 na faixa de temperatura de 25°C a 900°C. Na Figura 2.44 é mostrada a variação de limite de escoamento e alongamento em função da temperatura para a superliga GTD-111. O limite de escoamento diminui com o aumento da temperatura até aproximadamente 600°C quando atinge um valor mínimo de 750MPa. Com o aumento da temperatura, o limite de escoamento aumenta para um valor máximo aos 750°C e então diminui subitamente. Já o alongamento aumenta com a temperatura atingindo um máximo em cerca de 650°C e, em seguida, diminui até 9% a 750°C. Em temperaturas mais elevadas, ocorre um aumento no alongamento. Nota-se a correlação entre as duas tendências: o aumento do limite de escoamento corresponde a redução da ductilidade para uma mesma faixa de temperatura.

Os resultados indicaram que existe flutuação nas propriedades mecânicas em diferentes faixas de temperatura. Os diferentes mecanismos de deformação operando em diferentes níveis de temperatura são responsáveis por tal comportamento (SAJIDI et al., 2004).

Figura 2.44 - Variação de limite de escoamento e alongamento em função da temperatura para a superliga GTD-111.



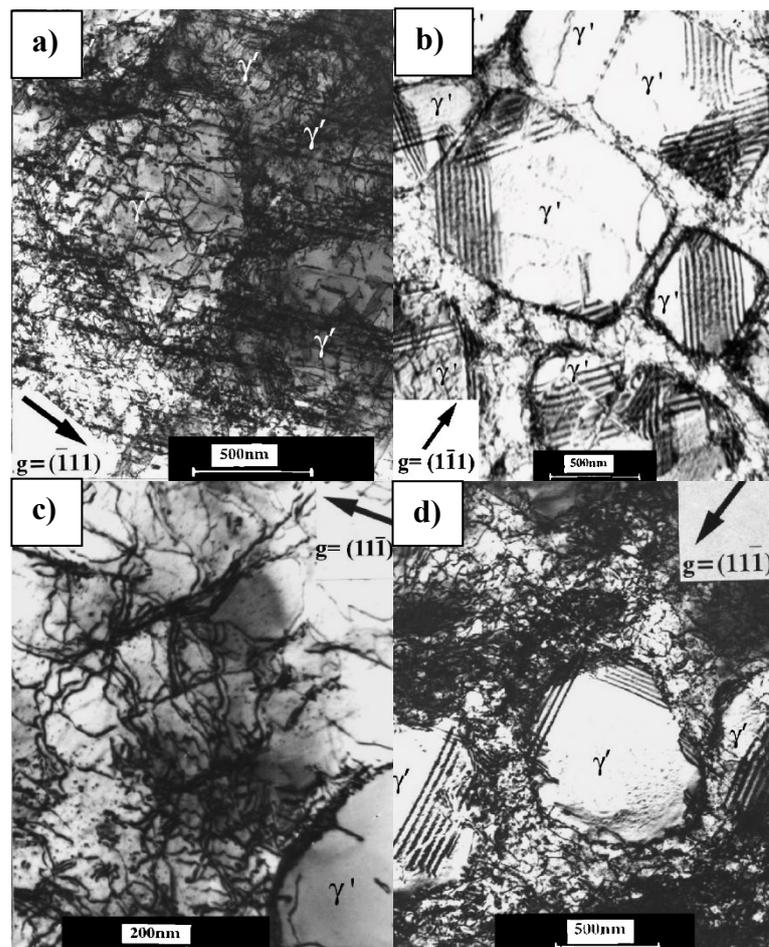
Fonte: Adaptado de SAJIDI et al., 2004.

Em temperaturas inferiores a 600°C a deformação não é homogênea e está restrita a alguns planos de escorregamento. Com o aumento da temperatura o número de planos de escorregamento aumenta e uma estrutura homogênea de deformação se forma, portanto, são esperados valores altos de alongamento e baixos valores de limite de escoamento. Na Figura 2.45a podem ser observados planos de escorregamento em amostras após um ensaio de tração a 550°C. Aos 600°C, também são formadas muitas falhas de empilhamento (Figura 2.45b) devido ao processo de escorregamento com desvio das discordâncias (SAJIDI et al., 2004).

Em temperaturas entre 600°C e 750°C a deformação é ainda menos homogênea, o número de escorregamentos diminui e a densidade de discordâncias nas interfaces  $\gamma/\gamma'$  aumenta. Isto explica os valores máximos de limite de escoamento e mínimos de alongamento aos 750°C. Na Figura 2.45c podem ser observados os emaranhados de discordâncias formados nas interfaces que dificultam o escorregamento das discordâncias e limitam os valores de alongamento. Os três fatores mais relevantes para explicar essa ductilidade mínima das superligas à base de níquel são (I) fragilização do contorno do grão, (II) mecanismos de deformação e (III) envelhecimento microestrutural. Para a superliga GTD-111, que possui alta estabilidade microestrutural, os dois primeiros fatores são os mais importantes. Como a fragilização do contorno do grão por carbonetos tem influência na ductilidade praticamente constante em todas as temperaturas, os mecanismos de deformação são os principais fatores que afetam a variação da ductilidade com a temperatura (SAJIDI et al., 2004).

Na faixa de alta temperatura, entre 750°C e 900°C, o mecanismo de escorregamento com desvio está operando em praticamente todos os precipitados  $\gamma'$ , o que causa falhas de empilhamento (Figura 2.45d). No entanto, o processo de escalagem termicamente ativado é o mecanismo predominante nessa faixa de temperatura elevada. Com o aumento da temperatura, uma distribuição homogênea de discordâncias é observada na matriz e o escorregamento de discordâncias através dos precipitados  $\gamma'$  raramente ocorre. Discordâncias abauladas e anéis de discordância ao redor das partículas  $\gamma'$  também são observados nessa faixa de temperatura. Devido ao maior alongamento, especialmente em amostras deformadas a 900°C, uma alta densidade de discordâncias é observada na matriz. Em temperaturas superiores a 900°C, o coalescimento e a perda de coerência dos precipitados  $\gamma'$  contribui para maior ductilidade e menor limite de escoamento (SAJIDI et al., 2004).

**Figura 2.45 - Microestruturas obtidas por TEM: a) Linhas de escorregamento formadas durante tração a 550°C; b) Falhas de empilhamento formadas durante tração a 600°C; c) Emaranhados de discordância formados durante tração a 650°C; d) Falhas de empilhamento formadas durante tensão a 800°C.**



Fonte: Adaptado de SAJIDI et al., 2004.

### 2.4.3 Equivalência entre ensaios de tração a quente e fluência

Técnicas de extrapolação de dados de ensaios de fluência são frequentemente utilizadas para determinar o comportamento sob fluência e estimar a vida residual de componentes utilizados em altas temperaturas. O parâmetro Larson-Miller (PLM), usado para extrapolar resultados de fluência, é formulado a partir do conceito de que a função tempo-temperatura possui um valor único para um determinado material dependendo somente da tensão aplicada ( $\sigma$ ) (FURILLO, 1977). O PLM pode ser calculado de acordo com a equação:

$$PLM = f(\sigma) = T(\log t_r + C) \quad \text{Equação 2.21}$$

Sendo T a temperatura em Kelvin,  $t_r$  o tempo até a ruptura em horas e C uma constante específica do material.

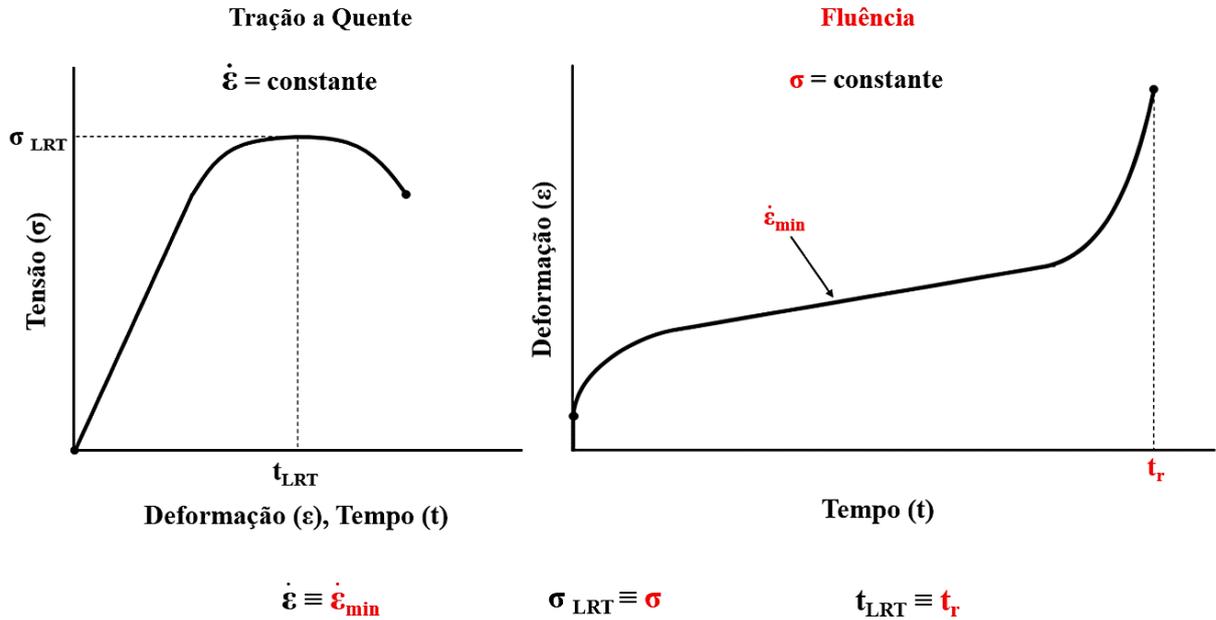
Uma alternativa aos ensaios típicos de fluência são os ensaios de tração a quente. O parâmetro Larson-Miller permite, a partir de ensaios de tração a quente, extrapolar resultados fluência e prever a vida residual. Para estabelecer a relações entre os parâmetros de tração a quente e fluência, os seguintes critérios são utilizados (BUENO, 2005):

1. A taxa de deformação do ensaio de tração a quente ( $\dot{\epsilon}$ ) equivale à taxa de fluência mínima ( $\dot{\epsilon}_{\min}$ );
2. O limite de resistência à tração ( $\sigma_{LRT}$ ) obtido no ensaio de tração equivale à tensão aplicada em um ensaio de fluência ( $\sigma$ );
3. O tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) equivale ao tempo de ruptura ( $t_r$ ) em um ensaio de fluência.

Na Figura 2.46 são apresentados os critérios para equivalência de resultados entre os ensaios de tração a quente e fluência.

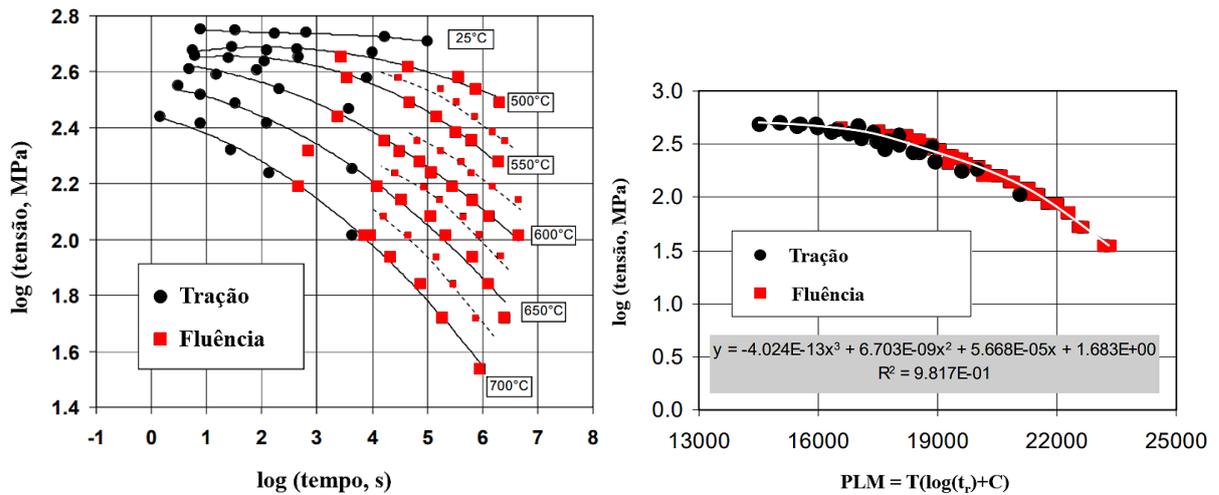
Bueno (2005) mostrou que os critérios citados são efetivos para obter equivalências entre resultados dos ensaios de tração a quente e de fluência para diversas ligas. Um exemplo para o aço de baixa liga 2.25Cr-1Mo pode ser observado na Figura 4.47. Na Figura 4.47a são apresentados diversos tempos de ruptura de ensaios de fluência ( $t_r$ ) e tempo para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) mostrando a correlação entre os resultados. O parâmetro Larson-Miller também pode ser empregado com sucesso utilizando os critérios citados (Figura 4.47b).

Figura 2.46 - Critérios de equivalência entre os ensaios de tração a quente e fluência.



Fonte: Próprio autor.

Figura 4.47 - Correlação dos dados de ensaios de fluência e ensaios de tração a quente: a) tempo de ruptura (fluência) e tempo para atingir a tensão máxima (tração) em função da tensão b) Parâmetros Larson-Miller obtidos dos resultados dos ensaios de fluência e tração.



Fonte: Adaptado de BUENO, 2005.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

No presente trabalho foram estudadas amostras da superliga GTD-111, de composição química mostrada na Tabela 3.1, retiradas de pás de turbina novas (Figura 3.1). Estas pás foram fabricadas por fundição convencional e são policristalinas.

**Figura 3.1 - Pá de Turbina da liga GTD-111.**



**Fonte: Próprio autor.**

**Tabela 3.1 - Composição química da Superliga de níquel GTD 111.**

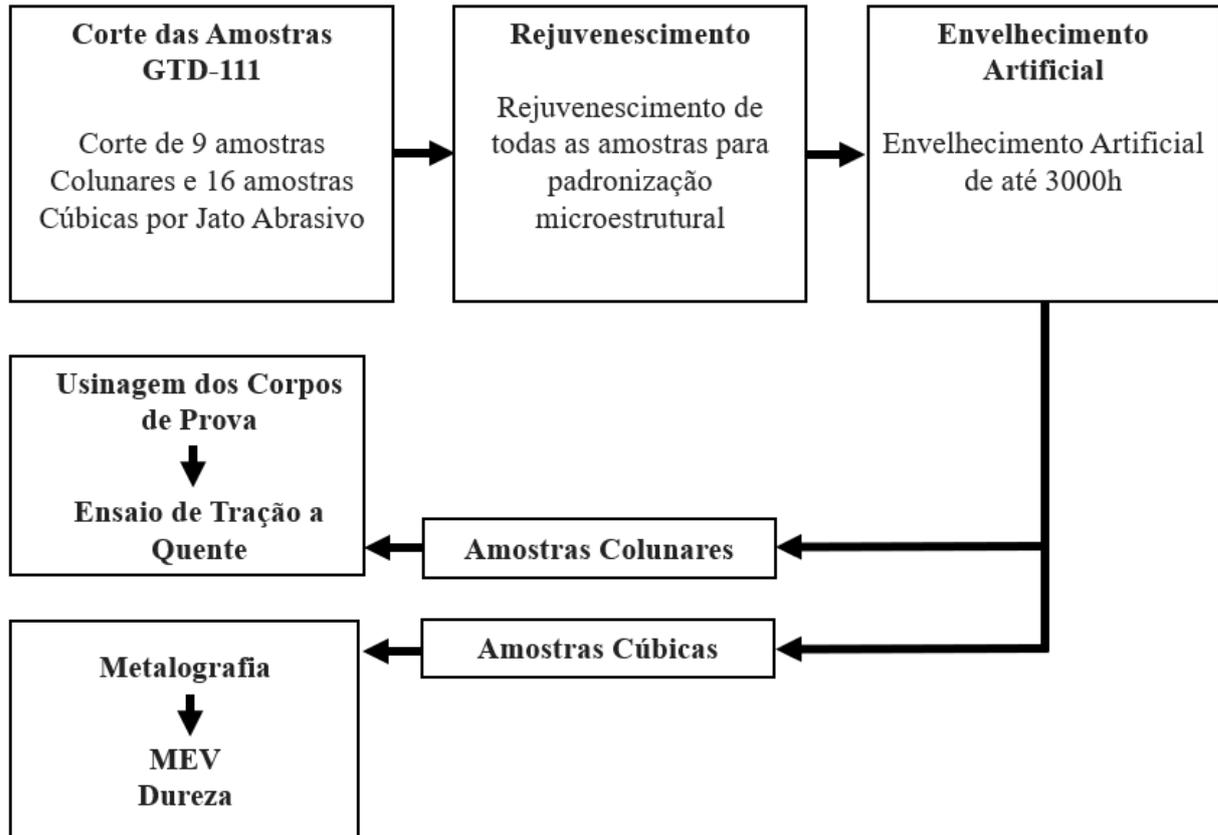
	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Co</b>	<b>Mo</b>	<b>W</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>Ta</b>	<b>C</b>	<b>Outros</b>
<b>GTD-111</b>	60,0	14,0	9,5	1,5	3,8	4,8	3,0	2,7	0,1	0,01B/ 0,05Zr

**Fonte: Próprio autor.**

### 3.2 MÉTODOS

O estudo foi realizado em duas etapas. A avaliação das propriedades em altas temperaturas por ensaio de tração a quente e a avaliação microestrutural das amostras envelhecidas artificialmente, conforme exibido na Figura 3.2.

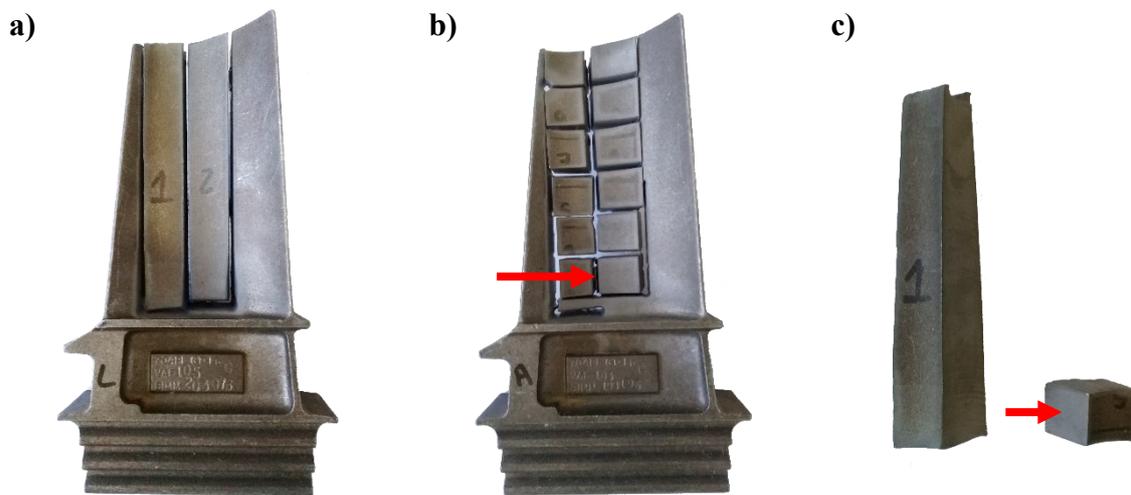
Figura 3.2 - Fluxograma das atividades realizadas.



Fonte: Próprio autor.

As amostras foram cortadas por jato abrasivo a fim de resguardar a microestrutura de possíveis aquecimentos provenientes de outros métodos de corte. As pás foram cortadas em 9 amostras colunares (Figura 3.3a) a serem usinadas em corpos de prova para ensaio de tração a quente e 16 amostras aproximadamente cúbicas (Figura 3.3b) para ensaios de microdureza, análise microestrutural, metalografia quantitativa e MEV. A geometria dos cortes pode ser observada na Figura 3.3. A posição do corte das amostras cúbicas não foi considerada, pois após o ciclo de rejuvenescimento, de acordo com Merini (2018), as amostras apresentam a mesma microestrutura independente de sua posição original nas pás.

**Figura 3.3 - Geometria do corte das amostras das pás de superliga GTD-111: a) Corte das amostras colunares; b) Corte das amostras cúbicas c) Amostras obtidas após o corte.**



Fonte: Próprio autor.

### 3.2.1 Ciclo de rejuvenescimento

Todas as amostras foram submetidas a um ciclo de rejuvenescimento, descrito na Tabela 3.2, para padronizar suas microestruturas. As amostras foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente após cada etapa do ciclo de rejuvenescimento. Os parâmetros do ciclo de rejuvenescimento foram selecionados de acordo com os resultados de Turazi (2014) que estudou diversos ciclos de rejuvenescimento da superliga GTD-111. Os parâmetros descritos na Tabela 3.2 foram os que apresentaram os melhores resultados em termos de microestrutura e propriedades mecânicas (TURAZI, 2014).

**Tabela 3.2 - Ciclo de rejuvenescimento.**

<b>1ª Solubilização</b>	<b>2ª Solubilização</b>	<b>Pré-precipitação</b>	<b>Reprecipitação</b>
1190°C/2h	1190°C/2h	1120°C/2h	845°C/24h

Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

### 3.2.2 Envelhecimento artificial

Após o tratamento térmico de rejuvenescimento as amostras foram colocadas em um forno mufla por até 3000 horas a 1000°C para realizar o envelhecimento artificial.

Foram retiradas uma amostra colunar e uma cúbica simultaneamente, em diferentes tempos de envelhecimento, com o objetivo de obter a mesma microestrutura nessas amostras. Todas as amostras foram resfriadas ao ar até a temperatura ambiente após o envelhecimento. A amostra 0 (zero horas) não foi envelhecida. A nomenclatura das amostras e suas respectivas condições são apresentadas na Tabela 3.3.

**Tabela 3.3 - Condição e nomenclatura das amostras.**

<b>Amostra</b>	<b>Rejuvenescimento Inicial</b>	<b>Envelhecimento Artificial</b>	<b>Ensaio de Tração a Quente</b>
<b>0h</b>	✓	-	✓
<b>200h</b>	✓	200 horas	✓
<b>400h</b>	✓	400 horas	✓
<b>600h</b>	✓	600 horas	✓
<b>800h</b>	✓	800 horas	✓
<b>1000h</b>	✓	1000 horas	✓
<b>1200h</b>	✓	1200 horas	-
<b>1400h</b>	✓	1400 horas	-
<b>1600h</b>	✓	1600 horas	✓
<b>1800h</b>	✓	1800 horas	-
<b>2000h</b>	✓	2000 horas	-
<b>2200h</b>	✓	2200 horas	✓
<b>2400h</b>	✓	2400 horas	-
<b>2600h</b>	✓	2600 horas	-
<b>2800h</b>	✓	2800 horas	-
<b>3000h</b>	✓	3000 horas	✓

**Fonte: Próprio autor.**

### 3.2.3 Metalografia

Finalizado o envelhecimento artificial, as amostras pequenas foram embutidas a quente em baquelite utilizando uma embutidora metalográfica Fortel modelo EFD 40. Após o embutimento, as amostras foram lixadas utilizando lixas de granulometria 120, 320, 800, 1200. Finalizado o lixamento, o polimento foi realizado com pasta de diamante  $3\mu\text{m}$  e  $1\mu\text{m}$ . O ataque químico foi realizado com uma solução de 61% ácido láctico, 36%  $\text{HNO}_3$ , e 3% HF por aproximadamente 60 segundos. A face de estudo está sinalizada pelas setas vermelhas na Figura 3.3. O ataque químico para revelar as macroestruturas de fundição foi feito com o reagente Kaling.

### 3.2.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi utilizado o microscópio JEOL SM-6390 disponibilizado pelo laboratório central de microscopia eletrônica (LCME) da Universidade Federal de Santa Catarina.

O objetivo principal da análise por MEV foi o estudo da morfologia, tamanho médio das partículas, grau de coalescimento e fração volumétrica dos precipitados ( $\gamma'$ ). A quantificação da fração dos precipitados ( $\gamma'$ ) e da matriz ( $\gamma$ ) foi feita utilizando o software livre ImageJ (software de edição e análise de imagens de domínio público pautado na plataforma Java). Primeiramente, foi feita a transformação das imagens metalográficas para imagens binárias. A quantificação da fração de fases foi então realizada mediante a contagem de pixels. Foram realizadas 5 medições por amostra. Cada valor apresentado é resultado da média das medições. Também foi avaliada, via MEV, a possível presença de fases TCP, a morfologia e estágios da dissolução dos carbonetos primários (MC) e a precipitação de carbonetos secundários ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ) ao longo do contorno de grão. Foi utilizada espectroscopia por energia dispersiva (EDS) para a caracterização dos componentes microestruturais por análises dos mapas de distribuição elementar. Para entender os efeitos do ciclo de rejuvenescimento utilizado, a microestrutura de uma das amostras foi analisada em cada etapa do ciclo.

### 3.2.5 Dureza Vickers

O ensaio de dureza foi realizado na face de estudo das amostras cúbicas segundo a norma ASTM E92, utilizando um durômetro Vickers EMCOTEST modelo M4C/R G3. A carga aplicada foi de 98,07N (HV10). As indentações foram realizadas na mesma face de estudo das análises metalográficas. Foram realizadas 5 medições por amostra em todas as amostras cúbicas envelhecidas. Cada valor apresentado nos resultados é o cálculo da média das medidas. Para melhor entender o ciclo de rejuvenescimento utilizado e seus efeitos nas propriedades mecânicas da superliga GTD-111, a dureza de uma das amostras foi analisada em cada etapa do ciclo (seguindo a mesma metodologia empregada nas amostras envelhecidas).

### 3.2.6 Tração a quente

Os ensaios foram realizados de acordo com as normas ASTM E8 e ASTM E-21 utilizando uma máquina de ensaios INSTRON tipo UTM-HYD modelo 300LX-C4-J3D operando em conjunto com um forno elétrico tubular INSTRON modelo SF-16. Os corpos de prova foram usinados a partir das amostras colunares, de acordo com as normas citadas, em formato cilíndrico com rosca nas extremidades tipo M10x1,5 e dimensões nominais:  $D_0 = 4,0$  mm e  $L_0 = 16$  mm na parte útil (ASTM E8 - *specimen 4*). O forno foi pré-aquecido até a temperatura de 900°C antes de inserir as amostras. O tempo de homogeneização foi de 25 minutos para todas as amostras. O ensaio de tração a quente foi realizado na temperatura de 900°C e taxa de deformação nominal média constante de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . O limite de resistência à tração informado corresponde ao valor da tensão máxima atingida. O limite de escoamento foi calculado a partir de um *offset* de 0,2%. A deformação percentual foi calculada como a deformação percentual no momento da ruptura (deformação total/comprimento útil).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 REJUVENESCIMENTO

As microestruturas resultantes do tratamento térmico de rejuvenescimento são mostradas na Figura 4.1. Na Figura 4.2 são apresentadas as medidas de dureza, os resultados dos cálculos de fração volumétrica e o tamanho dos precipitados  $\gamma'$  durante o rejuvenescimento.

Nota-se que precipitados da fase  $\gamma'$  são observados finamente dispersos na matriz  $\gamma$  após as etapas de solubilização. A presença de precipitados  $\gamma'$  nas amostras solubilizadas pode ser explicada pela dissolução incompleta dos precipitados  $\gamma'$  ou pela precipitação durante o resfriamento.

Segundo Turazi (2014), a solubilização em alta temperatura (1190°C) causa a dissolução completa dos precipitados  $\gamma'$ . Isto indica que a cinética de crescimento rápida dos precipitados  $\gamma'$  permite sua precipitação durante o resfriamento (JOSEPH, 2021). Essa precipitação foi observada em solubilizações nessa temperatura seguidas de resfriamento em água (CORTEZ, 2014; MERINI, 2018; TURAZI, 2014; WANGYAO et al., 2006).

Após as etapas de pré-precipitação e reprecipitação, foram observados precipitados  $\gamma'$  em duas morfologias/tamanhos: precipitados grandes e cúbicos e precipitados de morfologia esférica e tamanho muito reduzido, quando comparado aos precipitados  $\gamma'$  cúbicos (Figura 4.3). Tanto os precipitados  $\gamma'$  cúbicos, quanto os precipitados  $\gamma'$  esféricos observados na microestrutura após reprecipitação são maiores e apresentam maior fração volumétrica quando comparado aos da microestrutura após a pré-precipitação.

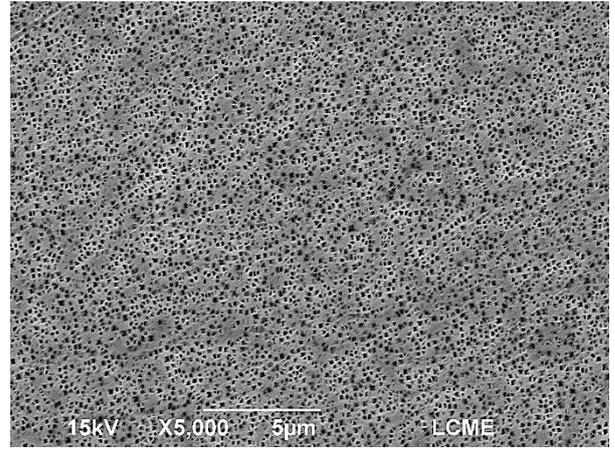
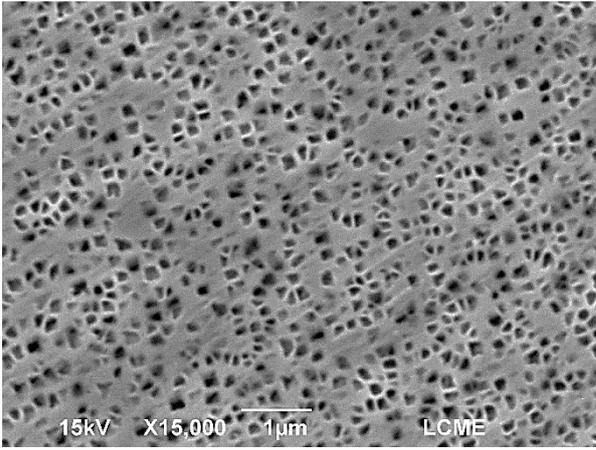
Distribuições bimodais no tamanho de precipitados nas superligas são geralmente atribuídas a nucleações durante resfriamentos abaixo da temperatura solvus de  $\gamma'$  (KAKEHI, 2000; QU, 2020). Segundo Kakehi (2000), a microestrutura das superligas de níquel contém precipitados  $\gamma'$  cúbicos primários ( $\gamma'$ ), formados durante a pré-precipitação e reprecipitação, e precipitados  $\gamma'$  esféricos secundários ( $\gamma'_{sec}$ ) que se formam durante o resfriamento nestas etapas.

**Figura 4.1 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento: a) 1ª solubilização (1190°C por 2h); b) 2ª solubilização (1190°C por 2h); c) Pré-precipitação (1120°C por 2h); d) Reprecipitação (845°C por 24h). Fonte: Próprio autor.**

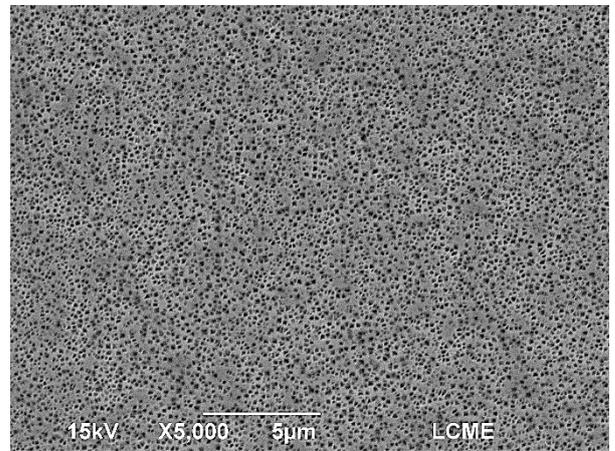
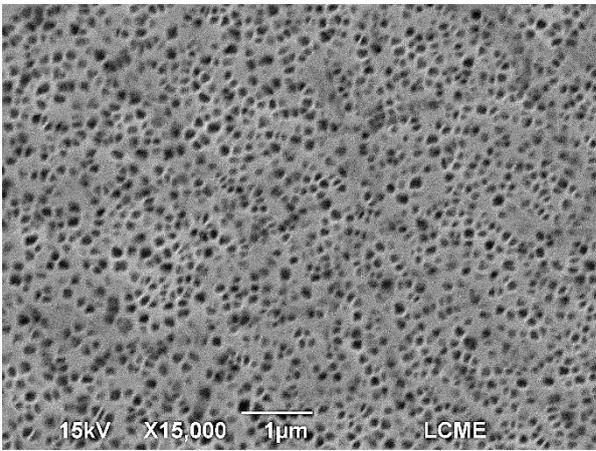
X15000

X5000

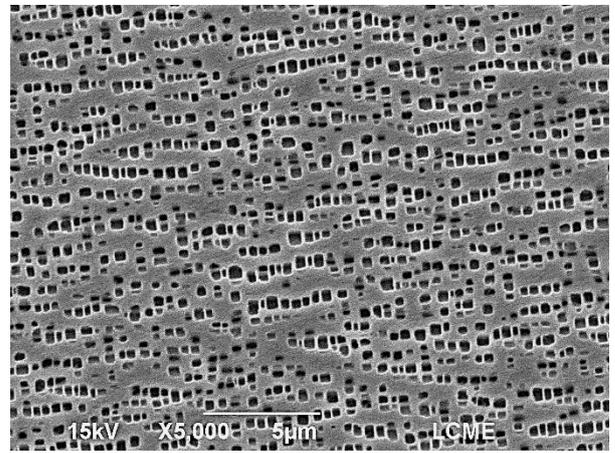
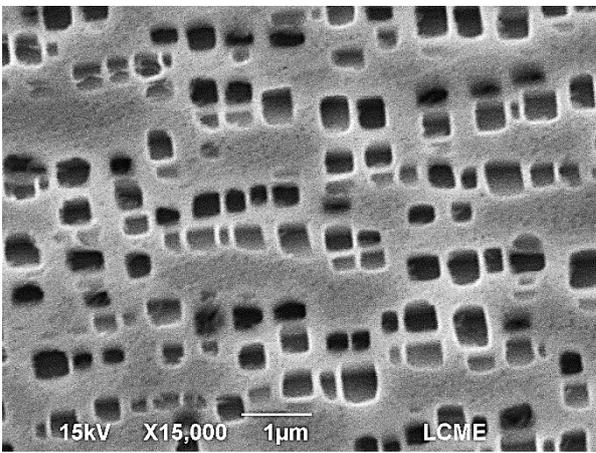
a)



b)



c)



d)

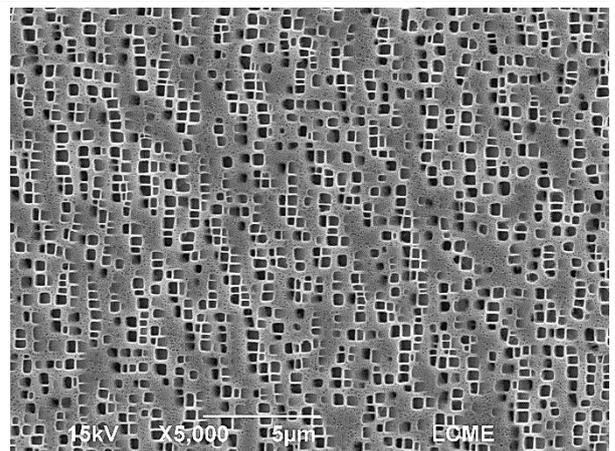
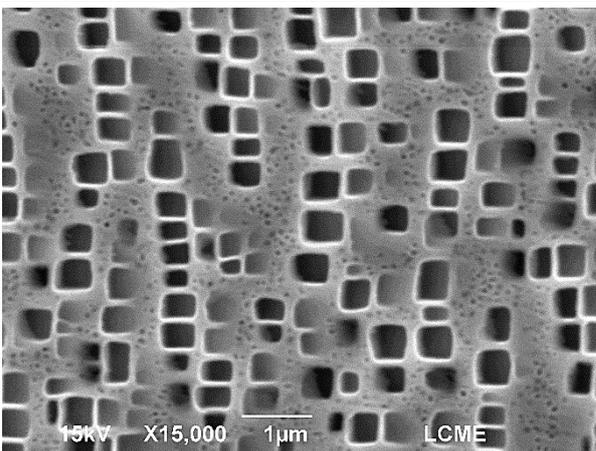
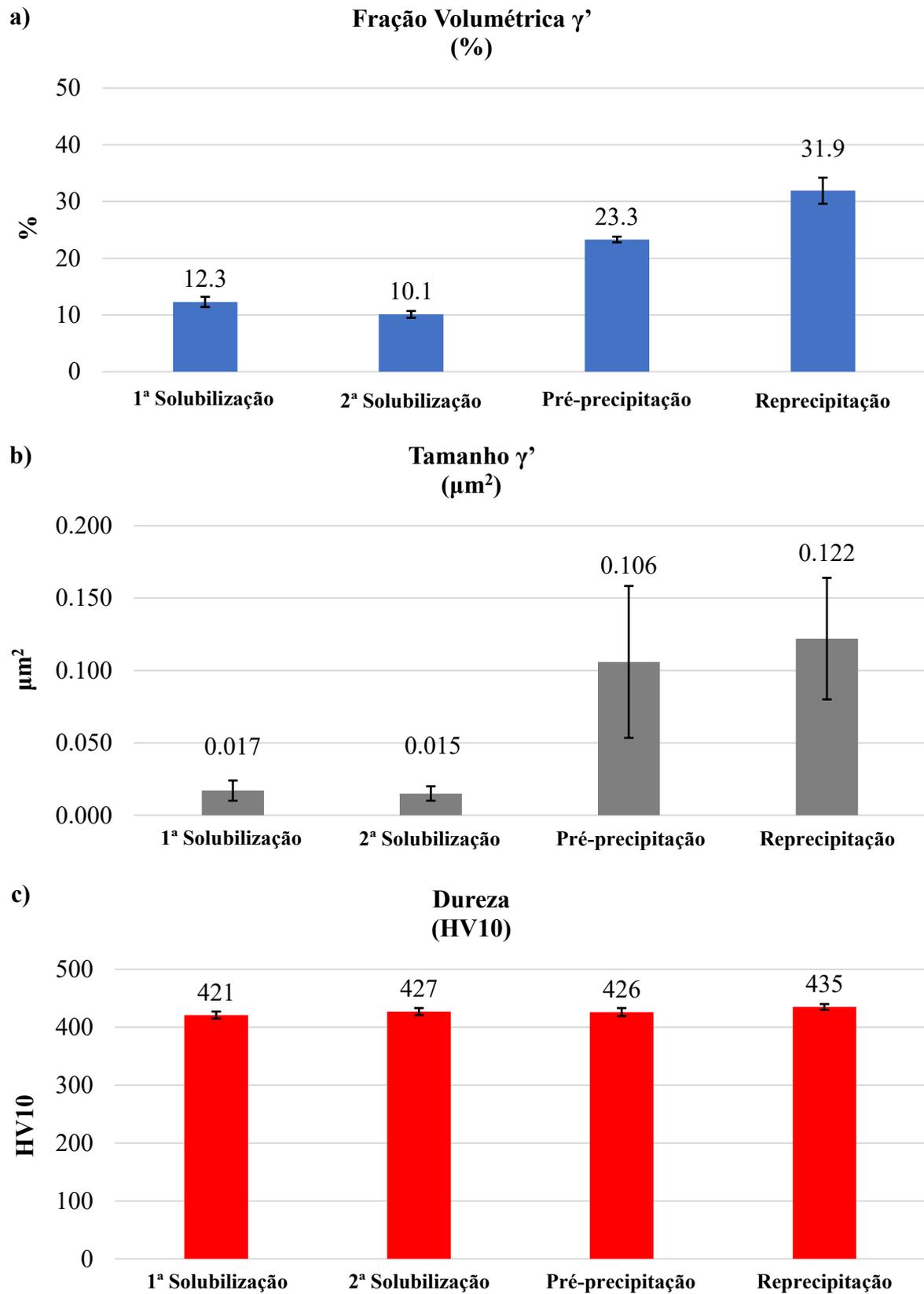
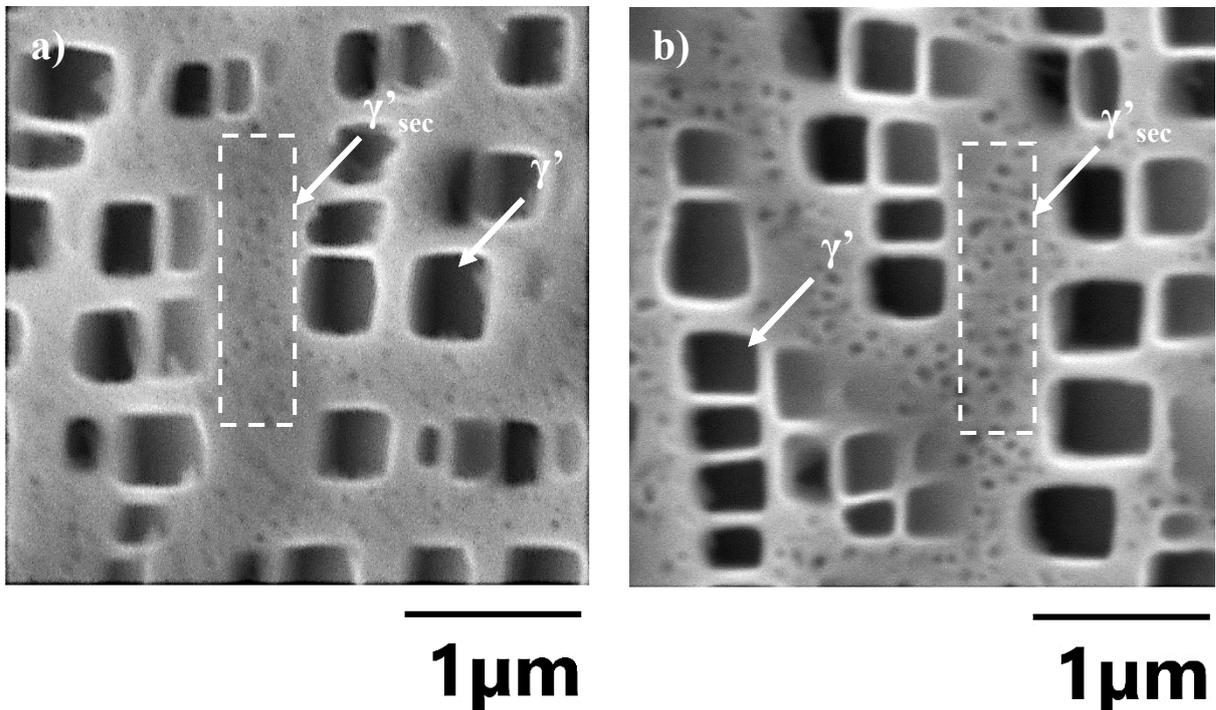


Figura 4.2 - Variação: a) fração volumétrica da fase  $\gamma'$  (%); b) tamanho médio dos precipitados  $\gamma'$  ( $\mu\text{m}^2$ ); c) dureza (HV10). Fonte: Próprio autor.



**Figura 4.3 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante tratamento de rejuvenescimento:  
a) Pré-precipitação; b) Reprecipitação**



Fonte: Próprio autor.

Os precipitados  $\gamma'$  secundários ( $\gamma'_{sec}$ ) observados na microestrutura após a etapa de reprecipitação são maiores que os observados na microestrutura após a pré-precipitação (Figura 4.3). Possivelmente devido ao crescimento dos precipitados  $\gamma'$  secundários (formados durante o resfriamento na etapa de pré-precipitação) durante a reprecipitação (845°C por 24h).

Os precipitados  $\gamma'$  secundários foram considerados no cálculo da fração volumétrica exibida na Figura 4.2a, mas não foram considerados no cálculo do tamanho dos precipitados (Figura 4.2b).

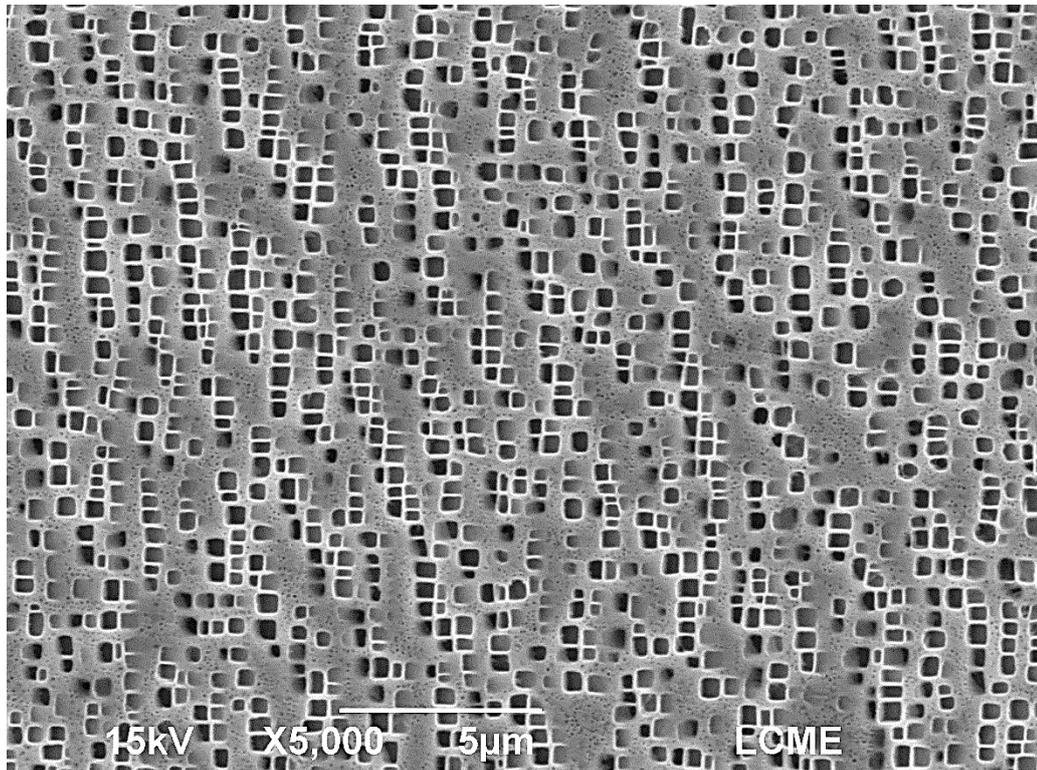
O valor de dureza das amostras solubilizadas é devido ao endurecimento por solução sólida da matriz  $\gamma$  supersaturada em conjunto com os precipitados  $\gamma'$  dispersos na matriz. O maior valor de dureza é obtido após a etapa de reprecipitação, ao final do tratamento térmico de rejuvenescimento realizado (Figura 4.2c). Os resultados de dureza encontrados no presente estudo estão de acordo com outros estudos semelhantes envolvendo o rejuvenescimento da superliga de níquel GTD-111 em temperaturas idênticas, mas com resfriamento em água (CORTEZ, 2014; MERINI, 2018; TURAZI, 2014).

## 4.2 ENVELHECIMENTO ARTIFICIAL

### 4.2.1 Microestrutura padrão

Para melhor entender o envelhecimento da superliga GTD-111, deve-se conhecer a microestrutura inicial (rejuvenescida) desta superliga (Figura 4.4). Esta microestrutura, doravante chamada de microestrutura padrão, é composta por precipitados  $\gamma'$  primários de morfologia cúbica, parcialmente alinhados ao longo das direções  $\langle 100 \rangle$  e coerentes com a matriz  $\gamma$  (DADKHAH, 2017). Também é possível observar os precipitados  $\gamma'$  secundários de morfologia esférica, consideravelmente menores que os primários e finamente dispersos na matriz.

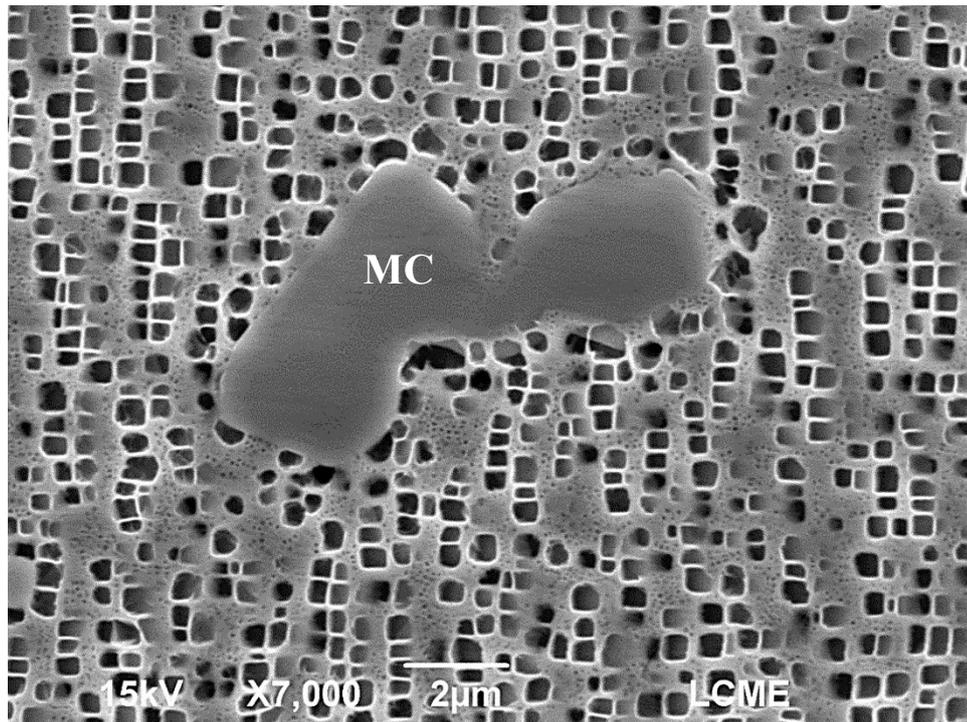
**Figura 4.4 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão).**



Fonte: Próprio autor.

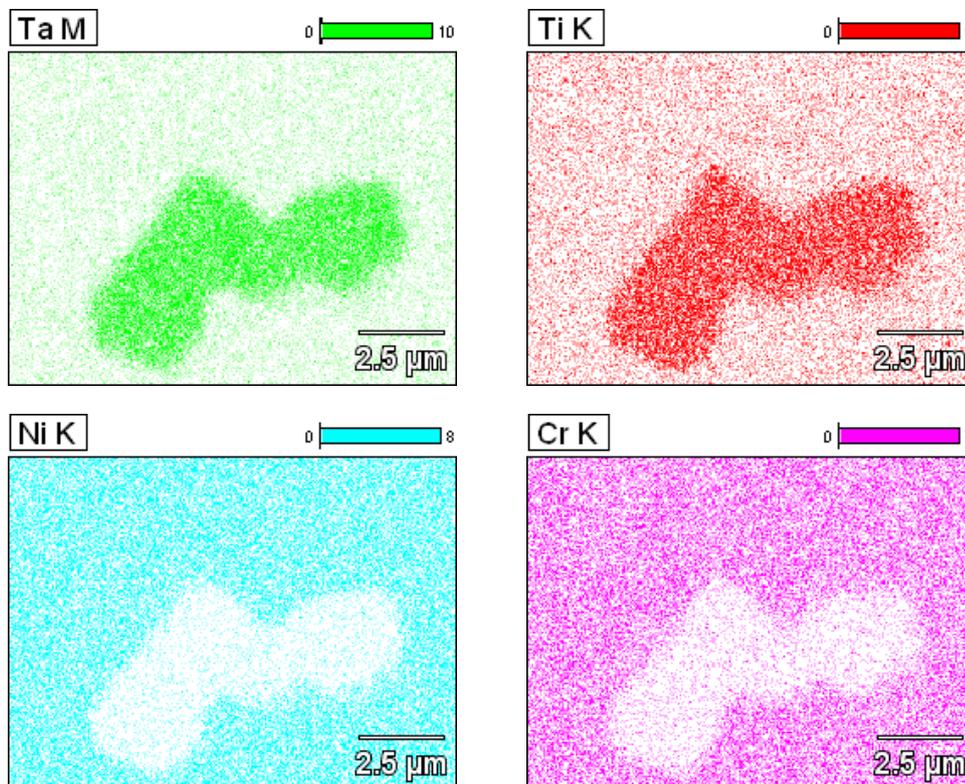
Um importante componente da microestrutura padrão da superliga GTD-111 é o carboneto primário MC (MC) (Figura 4.5). Os carbonetos MC foram observados principalmente na região interdendrítica das amostras. Estes carbonetos podem ser facilmente identificados em uma análise por EDS pela presença de elementos como Ti, Ta e ausência de Cr e Ni (Figura 4.6).

Figura 4.5 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão - Carboneto MC).



Fonte: Próprio autor.

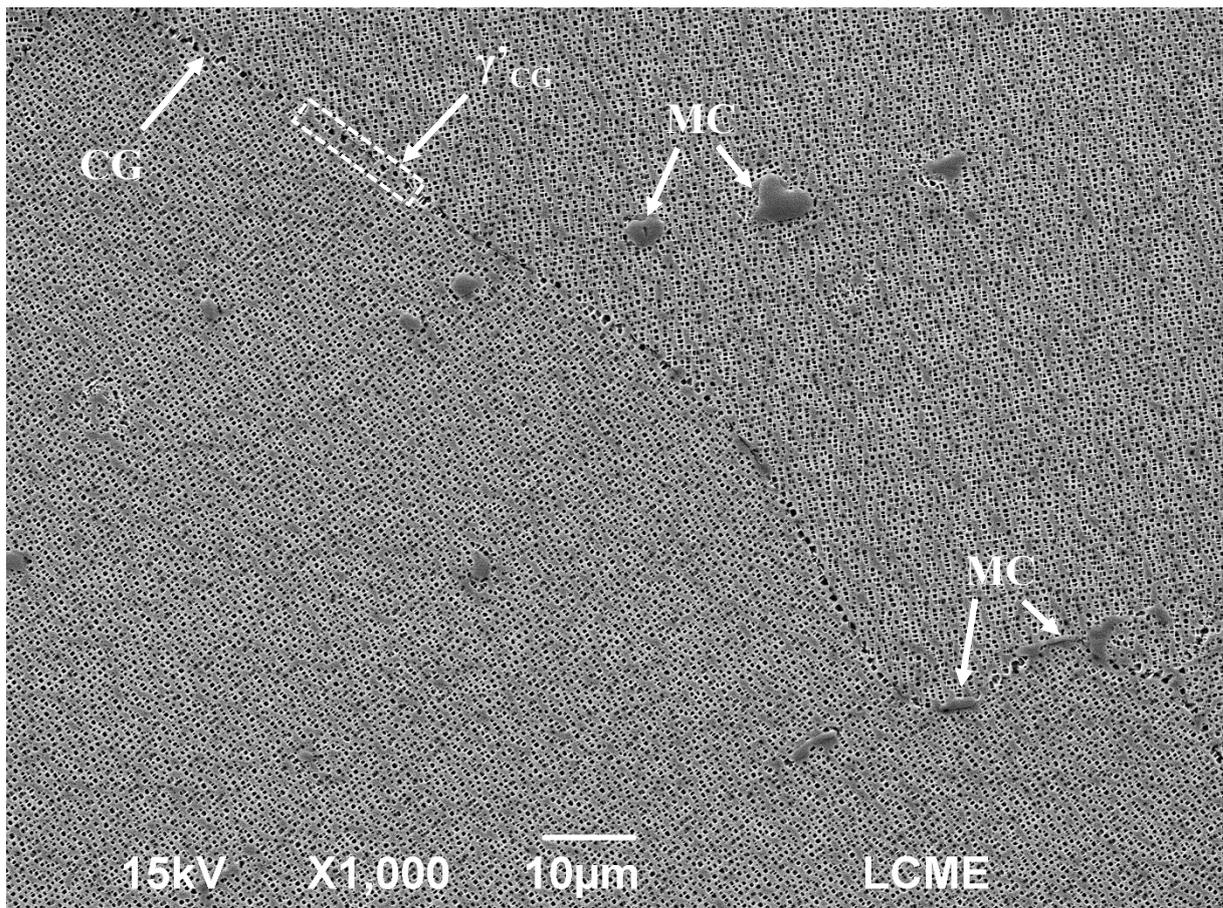
Figura 4.6 - Mapa de composição química por EDS (Microestrutura padrão - Carboneto MC).



Fonte: Próprio autor.

O contorno de grão (CG) da microestrutura padrão (Figuras 4.7 e 4.8) é caracterizado pela presença de carbonetos primários MC e precipitados  $\gamma'$  ( $\gamma'_{CG}$ ) relativamente maiores que os precipitados  $\gamma'$  primários ( $\gamma'$ ). Uma análise mais detalhada da evolução do contorno de grão da superliga GTD-111 durante o envelhecimento será apresentada na seção 4.2.4.

**Figura 4.7 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão – Contorno de Grão).**

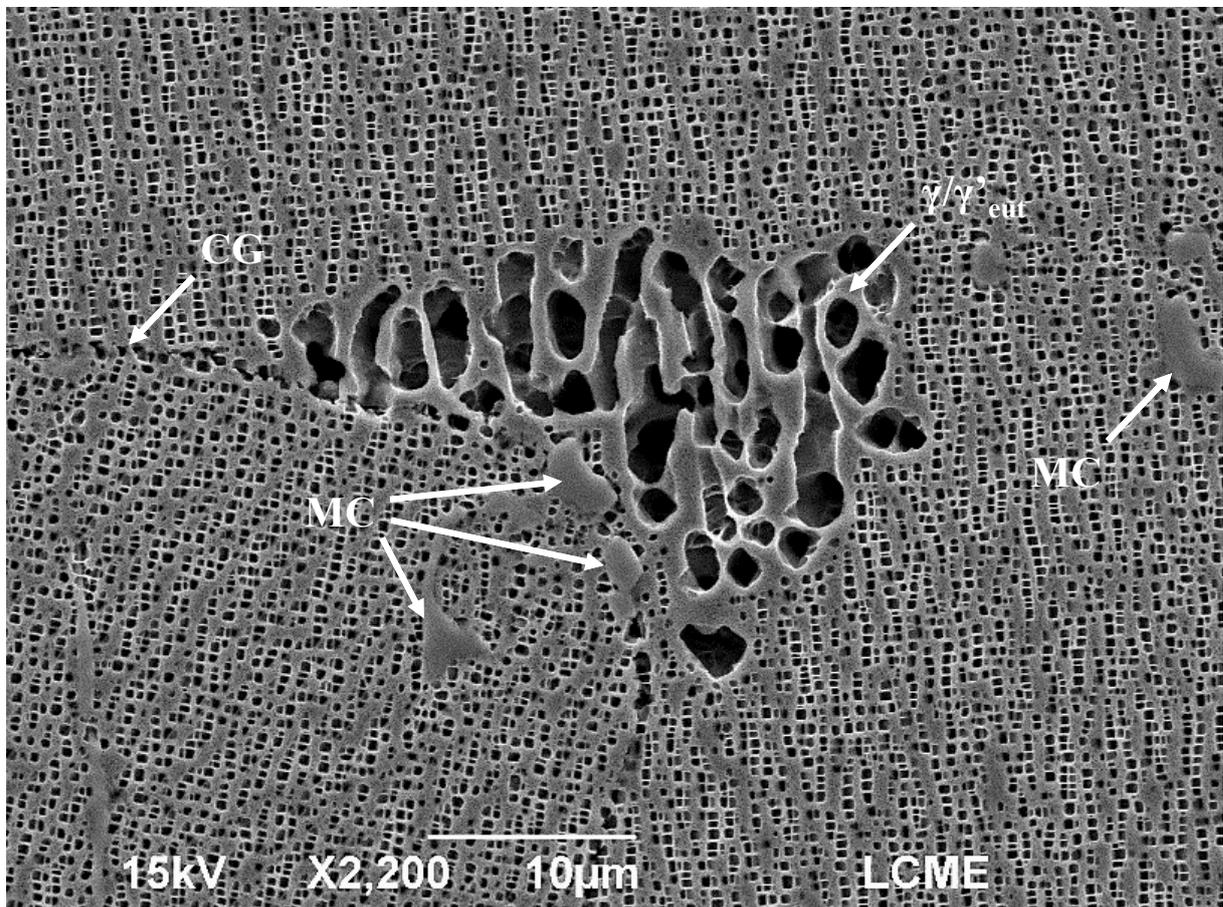


**Fonte: Próprio autor.**

É importante entender que o ataque com ácido utilizado para revelar a microestrutura das amostras destrói seletivamente a fase  $\gamma'$  ficando o vazio (região escura) na matriz  $\gamma$  (região clara).

A solidificação das superligas é um processo complexo e esses sistemas estão sujeitos a fortes efeitos de segregação de soluto. Essa segregação resulta em estruturas eutéticas (transformações de fase fora do equilíbrio) que são deletérias para com as propriedades mecânicas (WITTENZELLNER et al., 2020). Estruturas eutéticas  $\gamma/\gamma'$  ( $\gamma/\gamma'_{eut}$ ) foram observadas na região interdendrítica de todas as amostras, incluindo as solubilizadas (antes das etapas de precipitação do tratamento de rejuvenescimento). As regiões  $\gamma/\gamma'$  eutéticas foram observadas, preferencialmente, ao longo de contornos de grão (Figura 4.8).

**Figura 4.8 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Microestrutura padrão -  $\gamma/\gamma'$  eutética).**



Fonte: Próprio autor.

#### 4.2.2 Evolução dos precipitados $\gamma'$ durante o envelhecimento

A exposição prolongada da superliga GTD-111 a 1000°C durante o envelhecimento artificial promoveu o coalescimento e a esferoidização dos precipitados  $\gamma'$  (Figura 4.9). Nota-se que após 200 horas a 1000°C (Figura 4.9, 200h) as partículas de  $\gamma'$  já apresentam maior tamanho médio e forma mais esférica devido à redução da coerência  $\gamma/\gamma'$  discutida na seção 2.3.3.1. O coalescimento inicial dos precipitados  $\gamma'$  primários acontece às custas dos precipitados  $\gamma'$  secundários que não foram observados em nenhuma amostra a partir das 200 horas de envelhecimento. O coalescimento dos precipitados  $\gamma'$  primários às custas dos precipitados  $\gamma'$  secundários também foi observado em outros estudos envolvendo a superliga GTD-111 (CHOI et al., 2004; LVOVA, 2007).

No decorrer do envelhecimento, o coalescimento entre os precipitados  $\gamma'$  vizinhos começa a ser observado com maior frequência. Muitos precipitados coalescidos foram observados na amostra envelhecida por 800 horas (Figura 4.9, 800h) e por toda a microestrutura das amostras envelhecidas por períodos mais longos.

É importante mencionar a elevada resistência ao coalescimento dos precipitados  $\gamma'$ . Os precipitados apresentam uma distância entre os seus vizinhos consideravelmente menor que seu próprio tamanho, indicativo de uma grande resistência ao coalescimento (ARDELL e NICHOLSON, 1966). Mesmo em envelhecimentos artificiais em altas temperaturas (1.000°C) por 1000 horas, ainda é possível observar precipitados muito próximos que resistem ao coalescimento (Figura 4.9, 1000h).

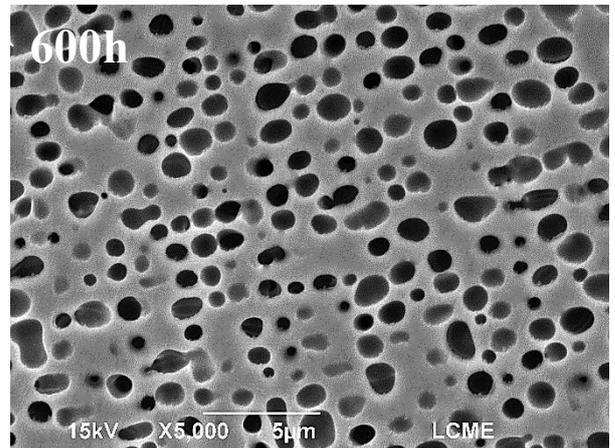
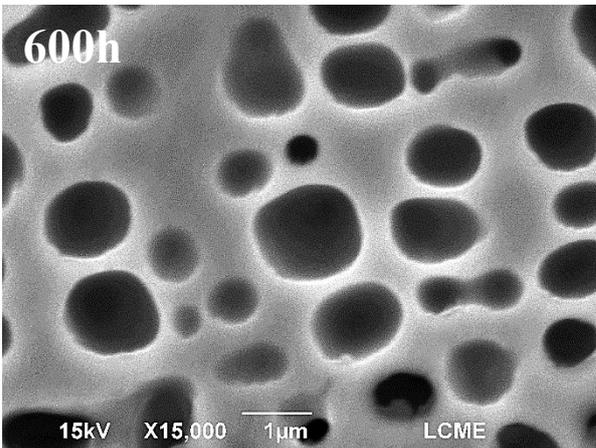
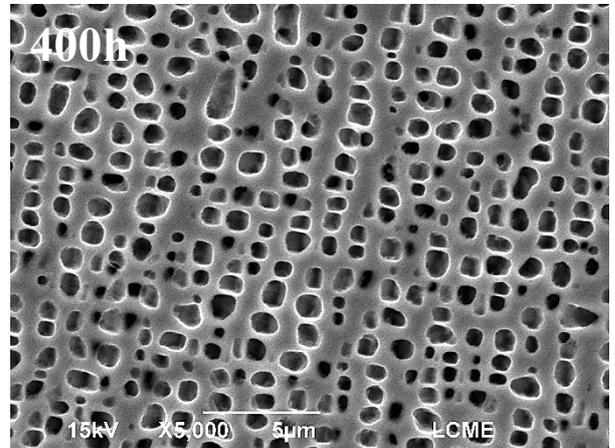
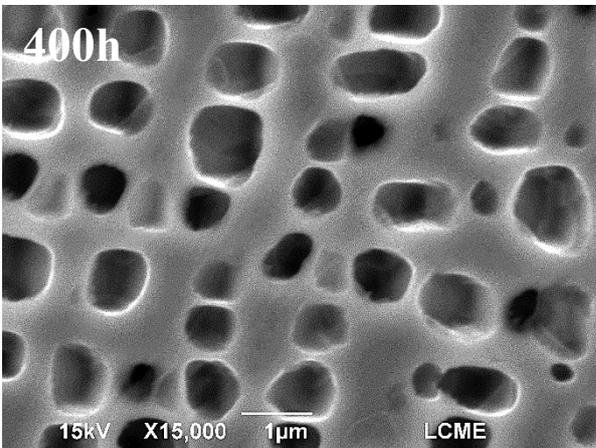
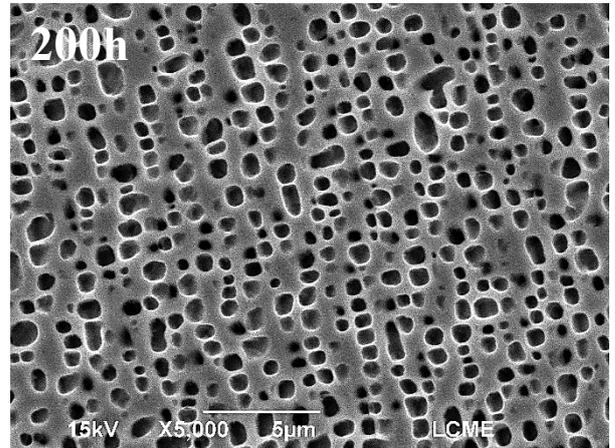
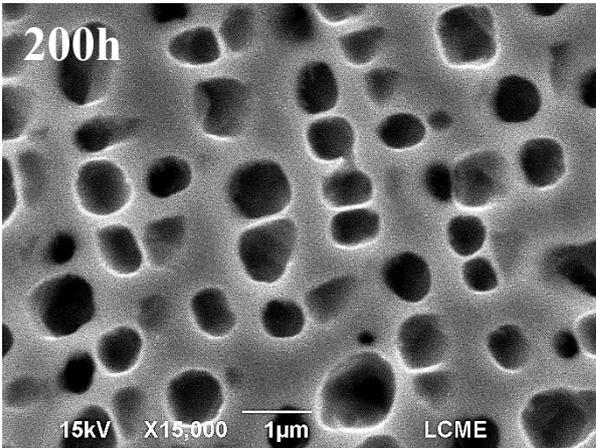
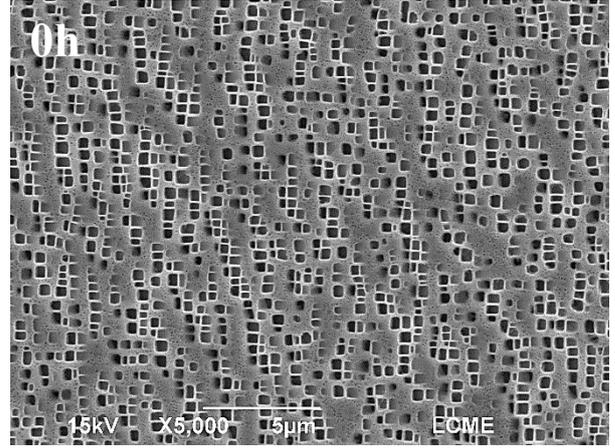
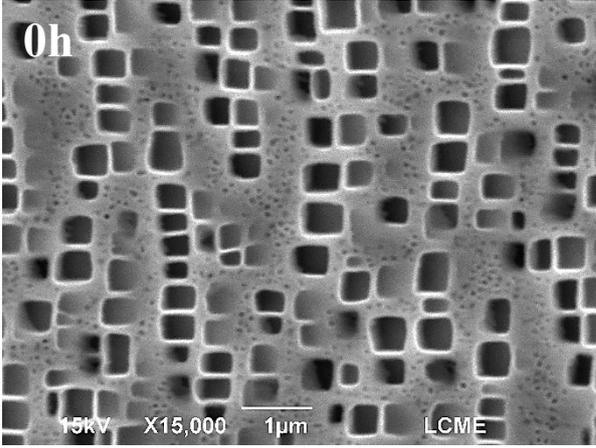
A amostra final, envelhecida por 3000h, apresenta características do envelhecimento microestrutural referente a morfologia dos precipitados  $\gamma'$ , ou seja, os precipitados  $\gamma'$  apresentam contornos arredondados, tamanho consideravelmente maior quando comparado ao tamanho dos precipitados da microestrutura padrão e coalescimento avançado entre os precipitados vizinhos (Figura 4.9, 3000h).

Na Tabela 4.1 são exibidos os resultados dos cálculos de fração volumétrica da fase  $\gamma'$  (%), medidas do tamanho do precipitado  $\gamma'$  ( $\mu\text{m}^2$ ) e medições de dureza (HV10) da superliga GTD-111 durante o envelhecimento artificial.

**Figura 4.9 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C por até 3000 horas. Fonte: Próprio autor.**

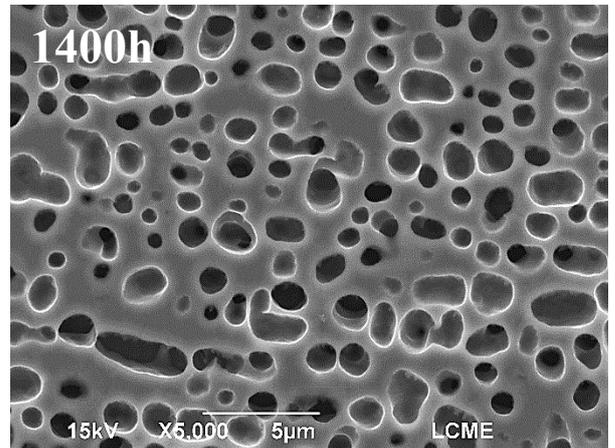
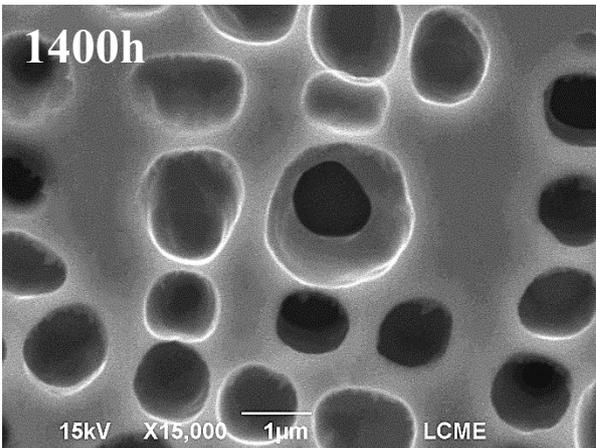
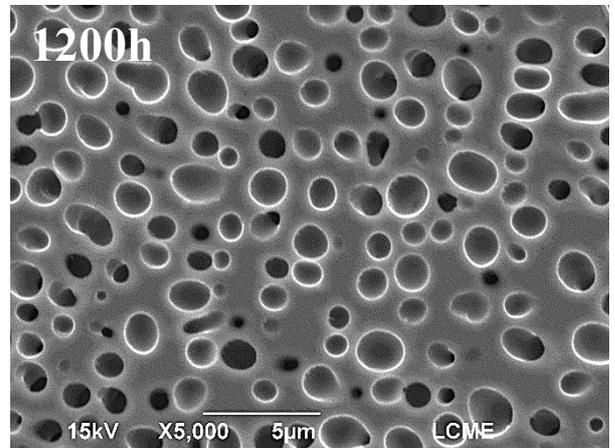
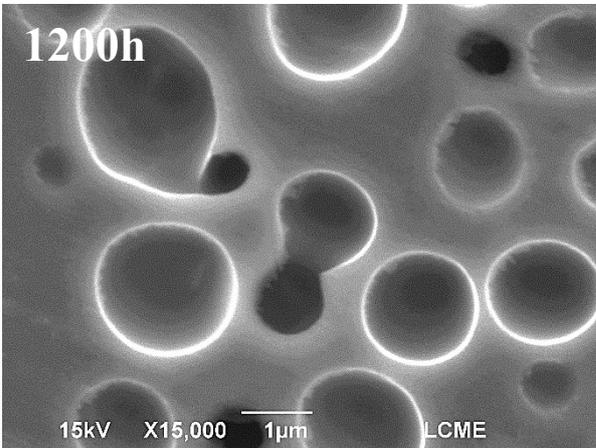
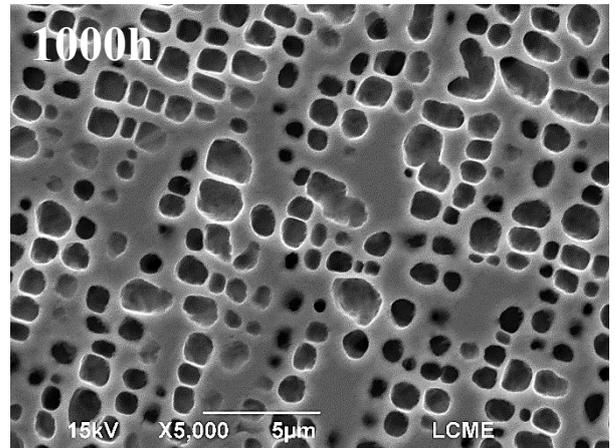
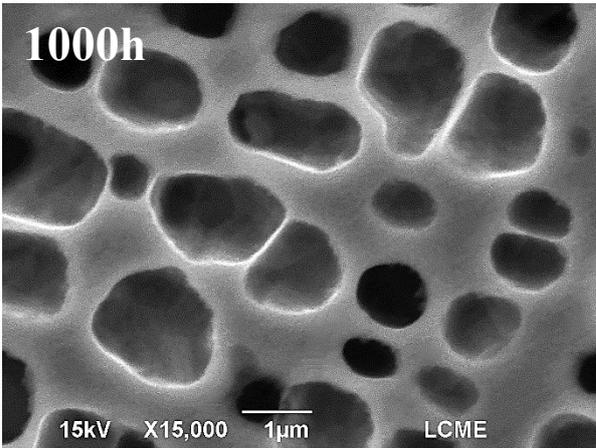
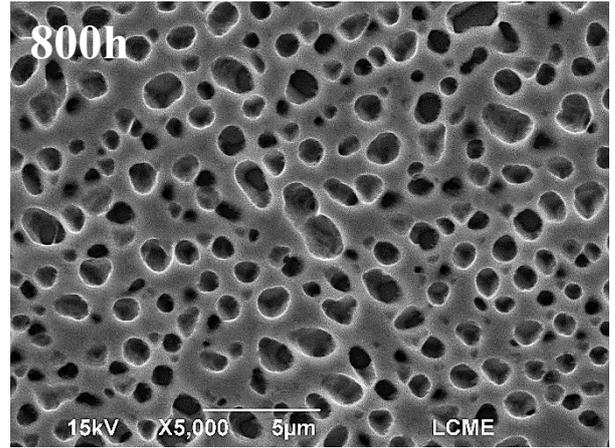
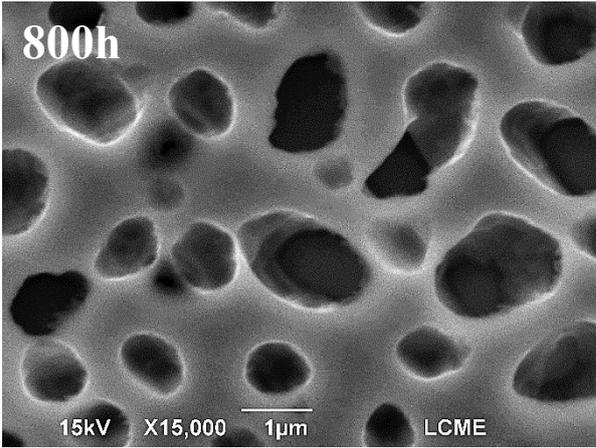
X15000

X5000



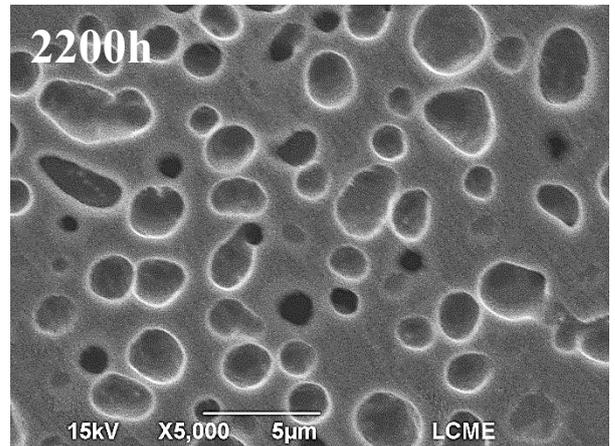
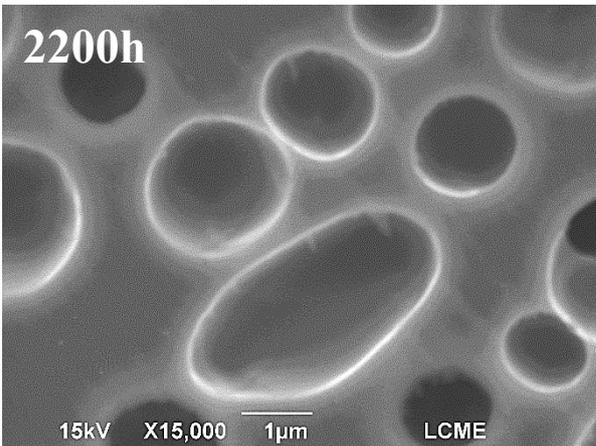
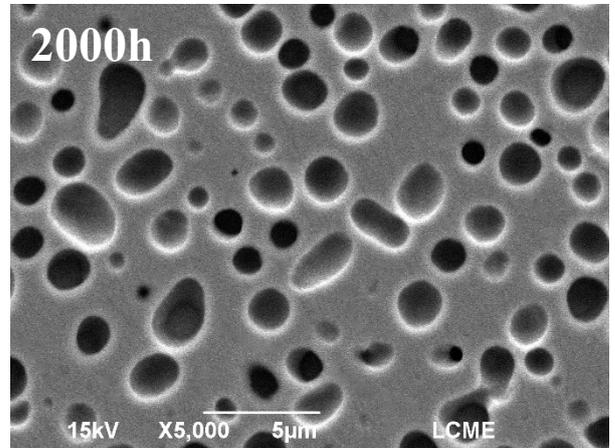
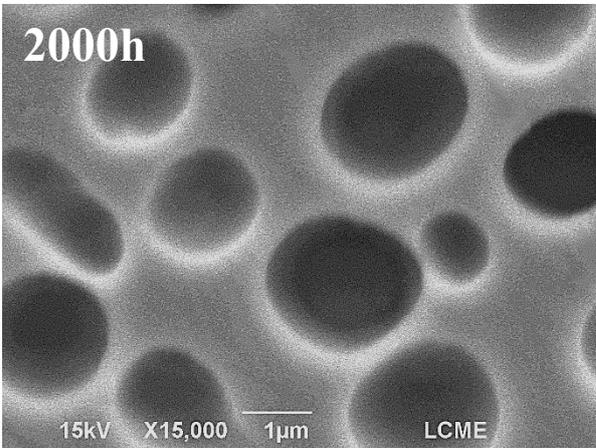
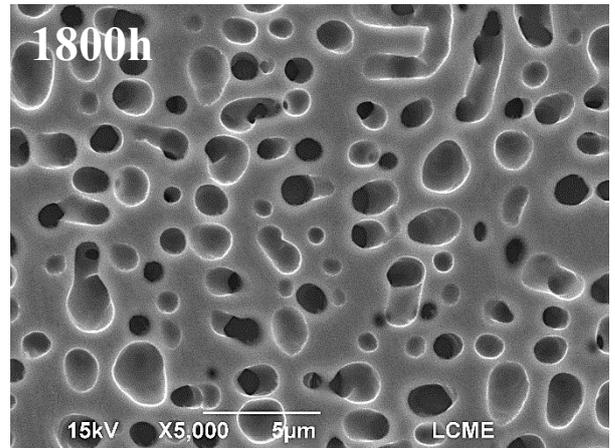
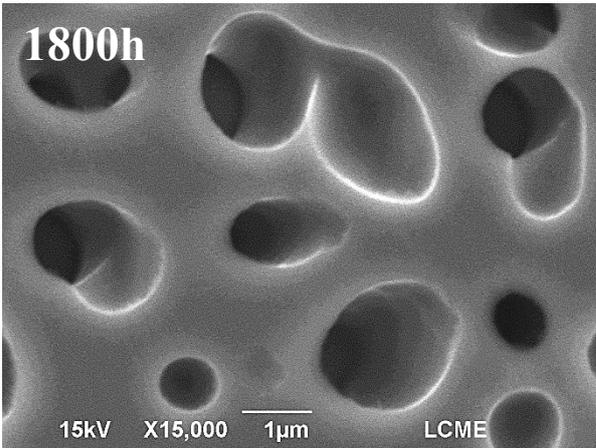
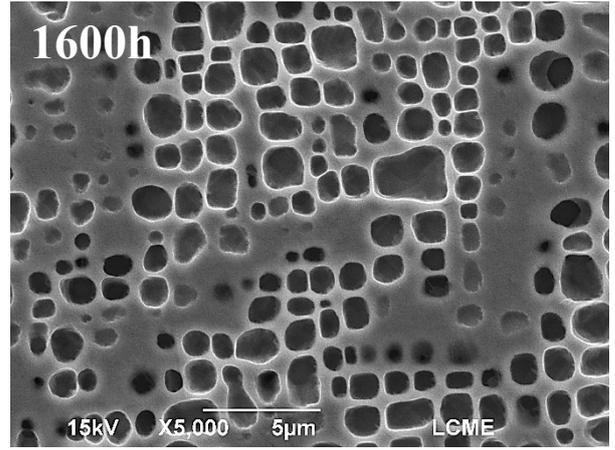
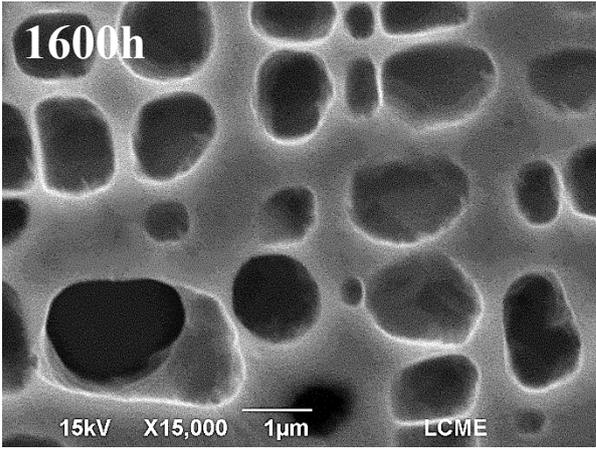
X15000

X5000



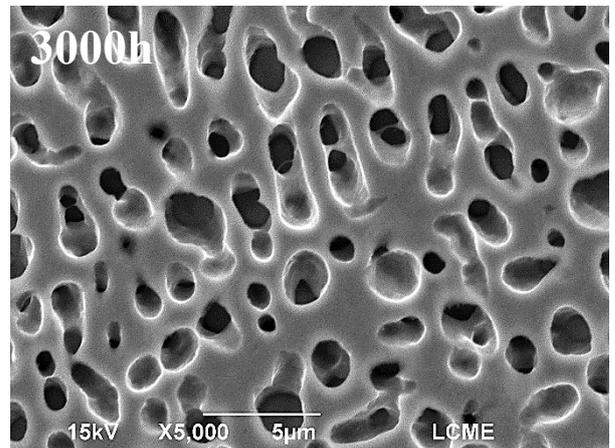
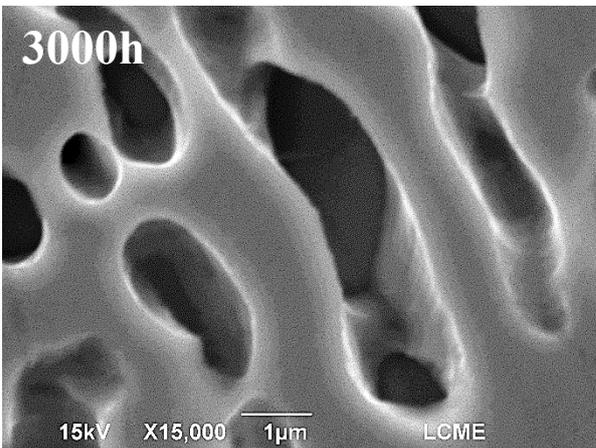
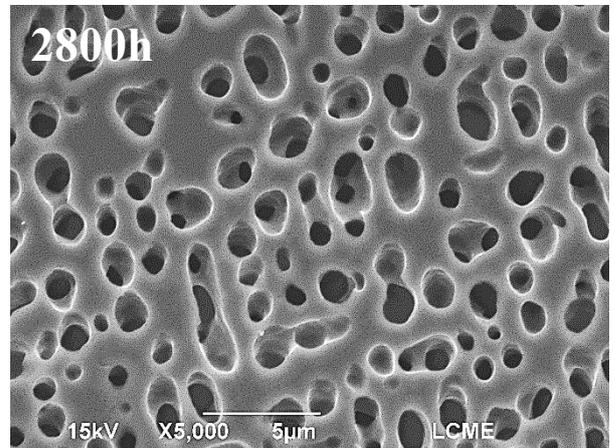
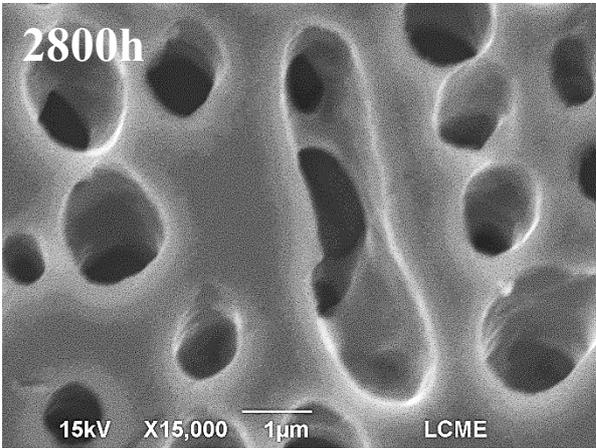
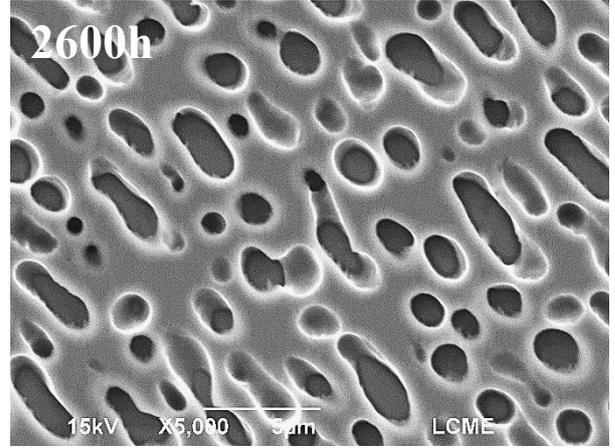
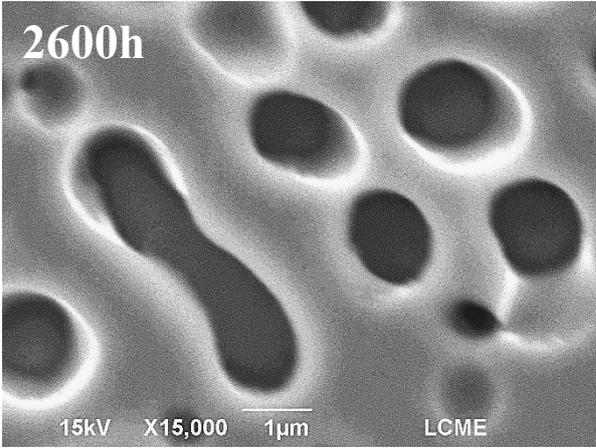
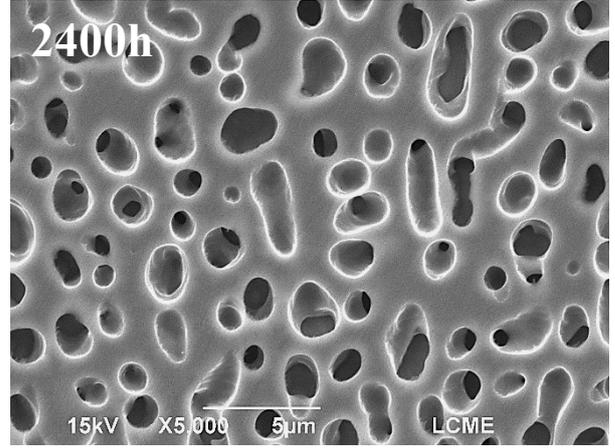
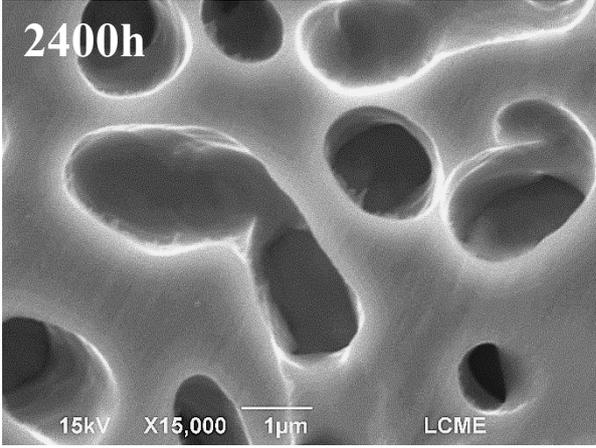
X15000

X5000



X15000

X5000



**Tabela 4.1 - Resultados dos cálculos de fração volumétrica da fase  $\gamma'$  (%), medidas do tamanho do precipitado  $\gamma'$  ( $\mu\text{m}^2$ ) e medições de dureza (HV10) da superliga GTD-111 durante o envelhecimento artificial.**

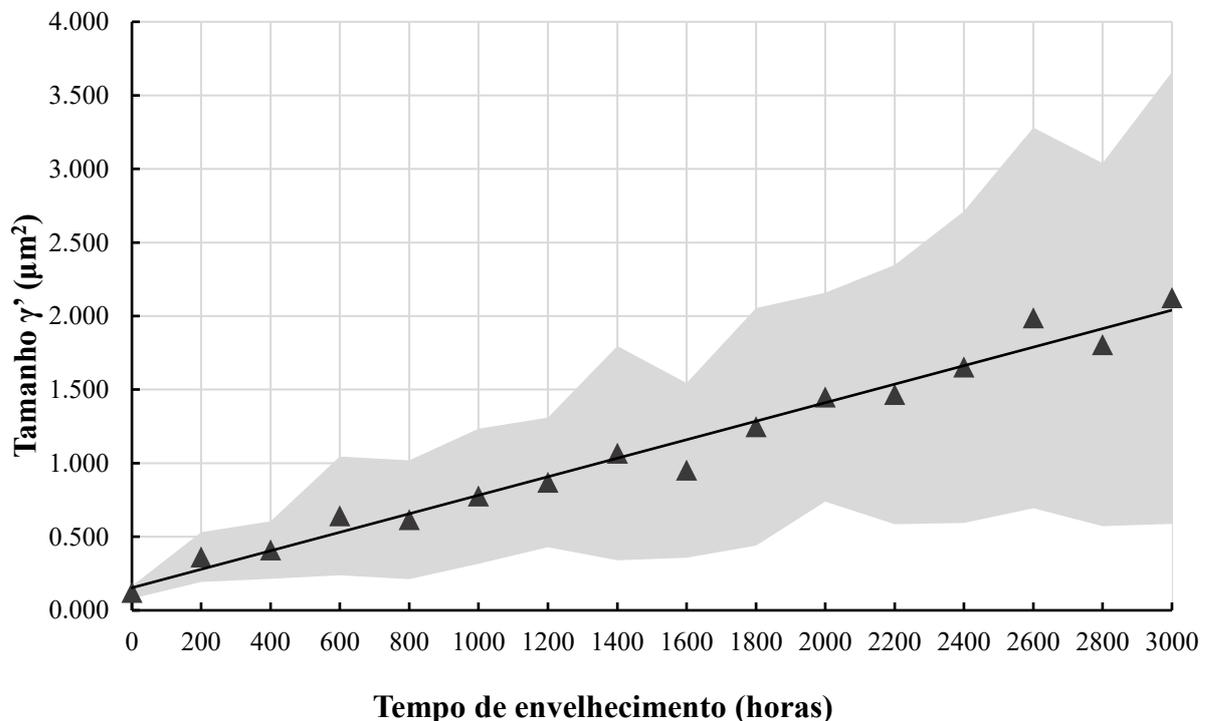
	<b>Fração Volumétrica <math>\gamma'</math> (%)</b>	<b>Tamanho <math>\gamma'</math> (<math>\mu\text{m}^2</math>)</b>	<b>Dureza (HV10)</b>
<b>0h</b>	31,9 ± 2,3	0,122 ± 0,042	435 ± 5
<b>200h</b>	29,9 ± 2,2	0,362 ± 0,170	360 ± 6
<b>400h</b>	30,1 ± 1,1	0,410 ± 0,195	367 ± 11
<b>600h</b>	31,4 ± 1,9	0,642 ± 0,404	374 ± 4
<b>800h</b>	30,8 ± 3,1	0,616 ± 0,403	374 ± 3
<b>1000h</b>	38,2 ± 2,5	0,776 ± 0,459	358 ± 7
<b>1200h</b>	31,4 ± 3,8	0,870 ± 0,441	355 ± 7
<b>1400h</b>	34,6 ± 3,7	1,068 ± 0,728	358 ± 3
<b>1600h</b>	41,0 ± 3,1	0,951 ± 0,594	352 ± 14
<b>1800h</b>	31,4 ± 2,8	1,247 ± 0,807	358 ± 6
<b>2000h</b>	31,6 ± 1,8	1,449 ± 0,710	326 ± 9
<b>2200h</b>	33,8 ± 5,8	1,446 ± 0,881	349 ± 9
<b>2400h</b>	34,8 ± 2,0	1,652 ± 1,059	338 ± 11
<b>2600h</b>	29,1 ± 1,2	1,986 ± 1,293	340 ± 8
<b>2800h</b>	35,5 ± 1,6	1,806 ± 1,233	345 ± 5
<b>3000h</b>	35,3 ± 1,9	2,124 ± 1,535	332 ± 9

**Fonte: Próprio autor.**

A evolução das microestruturas durante o envelhecimento (Figura 4.9) permite observar o aumento no tamanho médio dos precipitados  $\gamma'$ . Na Figura 4.10 é exibida a curva de variação do tamanho dos precipitados  $\gamma'$  primários durante o envelhecimento. A região escura representa o desvio padrão das medidas realizadas. Como os precipitados  $\gamma'$  da microestrutura padrão crescem em grupos (Figura 4.4), o envelhecimento em alta temperatura promove o coalescimento dos precipitados mais próximos que se tornam consideravelmente maiores que os precipitados distantes, aumentando o desvio padrão medido. Conforme mencionado e observado nas microestruturas, o coalescimento é progressivo, portanto, o desvio padrão aumenta conforme o tempo envelhecimento das amostras.

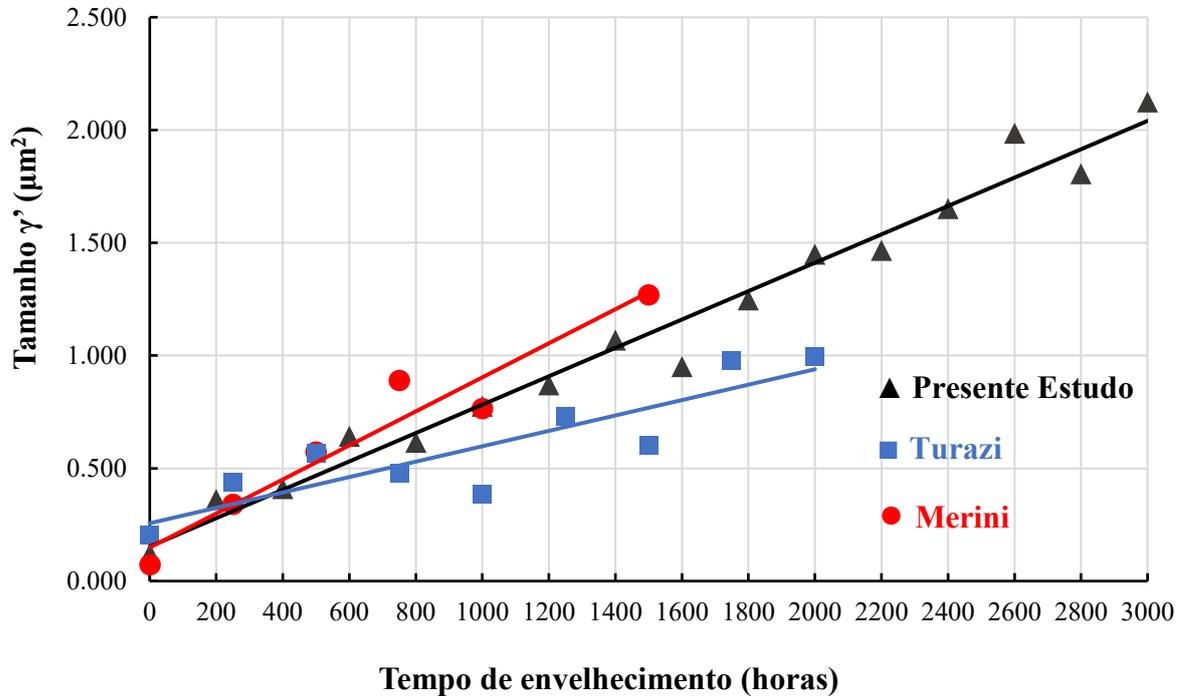
Os resultados encontrados no presente estudo são muito semelhantes aos resultados de Turazi (2014) e Merini (2018) que realizaram o envelhecimento artificial da superliga GTD-111 a 1000°C por períodos mais curtos. Os resultados e as respectivas linhas de tendência são comparados na Figura 4.11.

**Figura 4.10 - Variação do tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ ) dos precipitados  $\gamma'$  em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C.**



Fonte: Próprio autor.

Figura 4.11 - Comparação dos resultados de variação do tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ ) dos precipitados  $\gamma'$  na superliga GTD-111 em função do tempo de envelhecimento artificial a  $1000^\circ\text{C}$ .

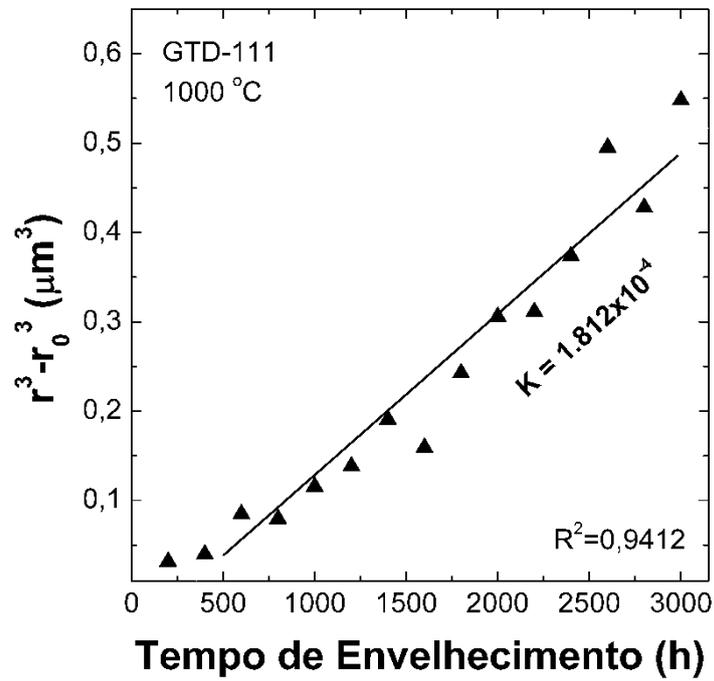


Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014; MERINI, 2018.

A cinética de crescimento dos precipitados  $\gamma'$  pode ser avaliada pelo modelo LSW (Equação 2.16). A constante K representa a variação do tamanho dos precipitados em função do tempo e foi calculada com base na inclinação da reta na Figura 4.12.

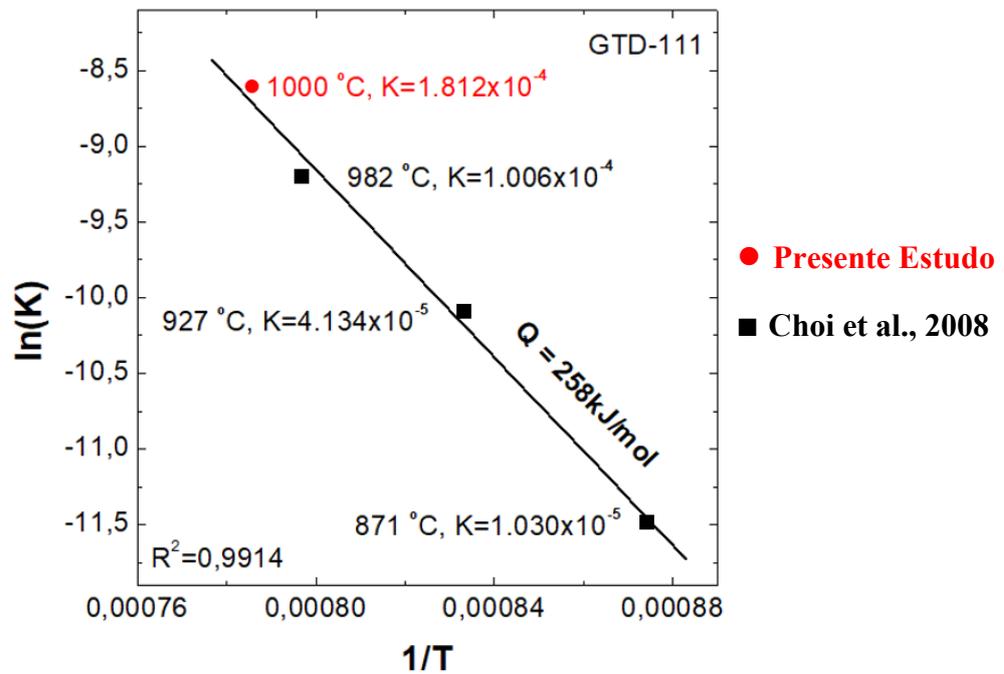
Choi et al., 2008 estudaram a cinética de crescimento dos precipitados  $\gamma'$  da superliga GTD-111 em diferentes temperaturas. Na Figura 4.13 a constante K calculada no presente trabalho é plotada junto aos resultados obtidos por Choi et al., 2008. O cálculo da inclinação da reta obtida resulta em uma energia de ativação para o crescimento dos precipitados  $\gamma'$  (Q) de  $258\text{kJ/mol}$ . Este resultado corrobora o conceito de que o crescimento dos precipitados  $\gamma'$  é controlado pela difusão dos elementos formadores da fase  $\gamma'$ , pois o valor de Q é muito próximo dos valores de energia de ativação para difusão de Al e Ti no Ni,  $257\text{--}270\text{ kJ/mol}$  (CHOI et al., 2008).

Figura 4.12 - Variação do tamanho ( $r^3-r_0^3$ ,  $\mu\text{m}^3$ ) dos precipitados  $\gamma'$  em função do tempo de envelhecimento obtida no presente estudo.



Fonte: Próprio autor.

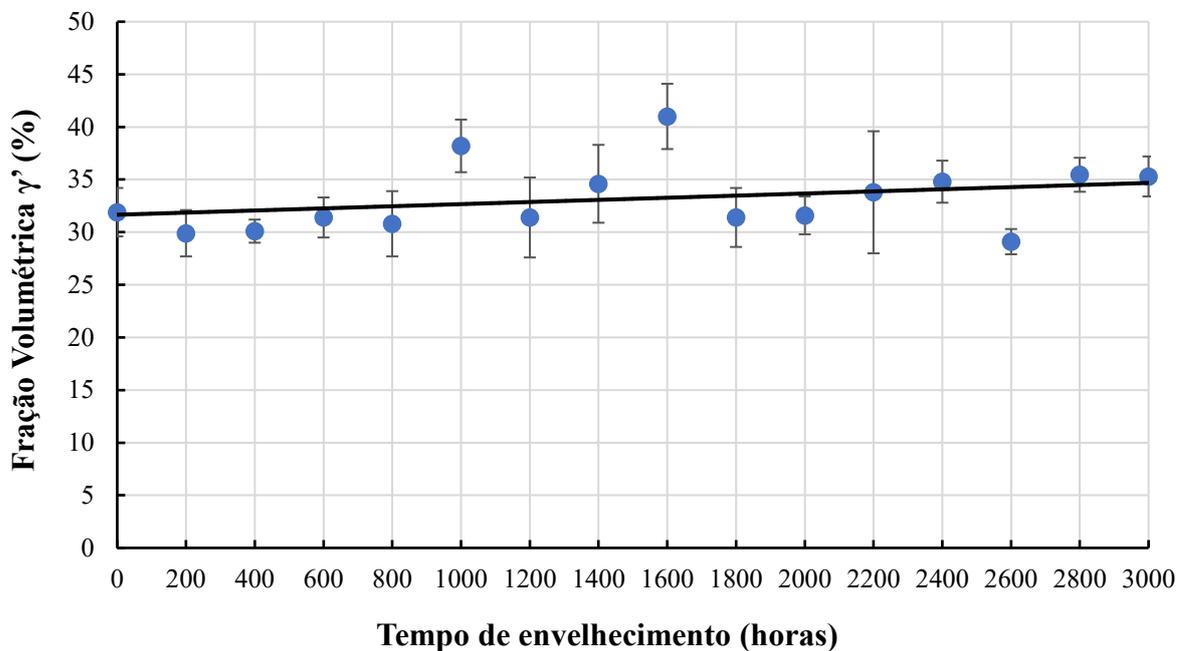
Figura 4.13 - Gráfico de  $\ln(K)$  em função de  $1/T$ .



Fonte: Adaptado de CHOI et al., 2008.

Conforme mencionado, é observado um aumento no tamanho dos precipitados  $\gamma'$  durante o envelhecimento, mas a fração volumétrica da fase  $\gamma'$  permanece relativamente estável e possui valor médio de 33,2% (Figura 4.14). Isto acontece porque o crescimento dos precipitados  $\gamma'$  ocorre às custas dos precipitados menores (*Ostwald ripening*), portanto, é previsto que a fração volumétrica da fase  $\gamma'$  permaneça estável (ARDELL e NICHOLSON, 1966).

**Figura 4.14 - Variação da fração volumétrica média da fase  $\gamma'$  (%) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C.**

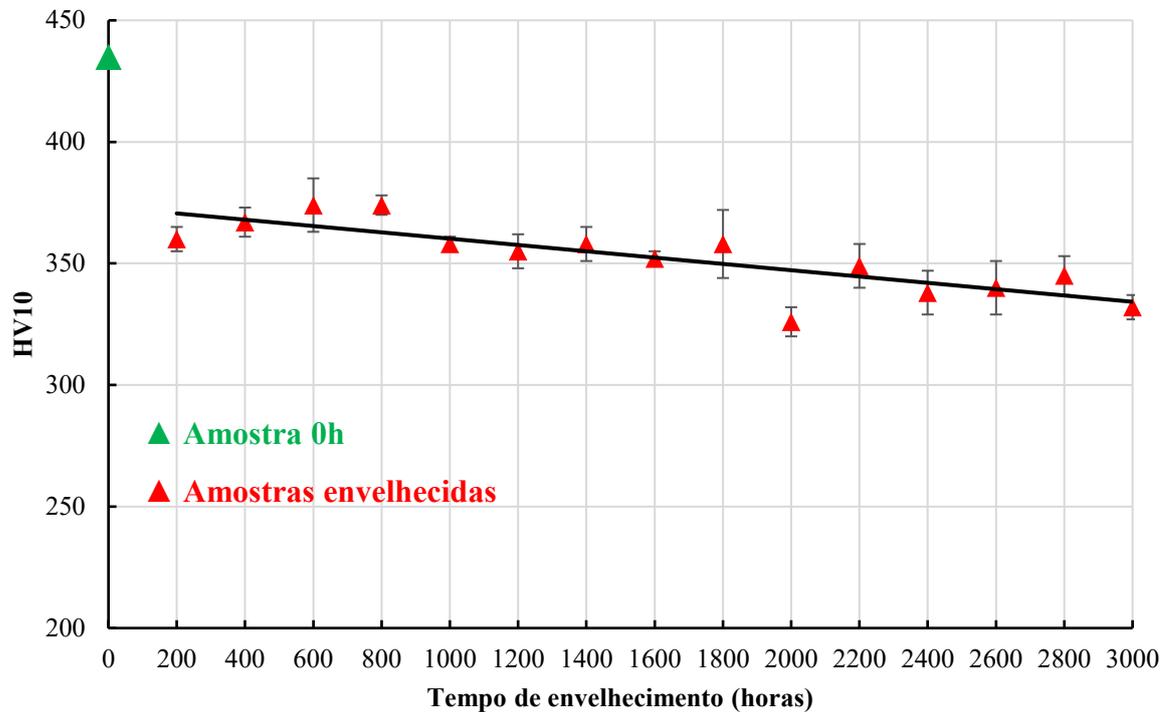


**Fonte: Próprio autor.**

Na figura 4.15 é apresentada a variação da dureza (HV10) das amostras em função do tempo de envelhecimento artificial. A marcação em verde representa a dureza da amostra não envelhecida (0h). A linha de tendência é exclusiva das medições das amostras envelhecidas.

Nota-se uma redução acentuada da dureza da amostra não envelhecida (0h) para a envelhecida por 200h. Possivelmente devido a dissolução dos  $\gamma'$  secundários. Entre as amostras envelhecidas a redução é moderada.

Figura 4.15 - Variação da dureza (HV10) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C.



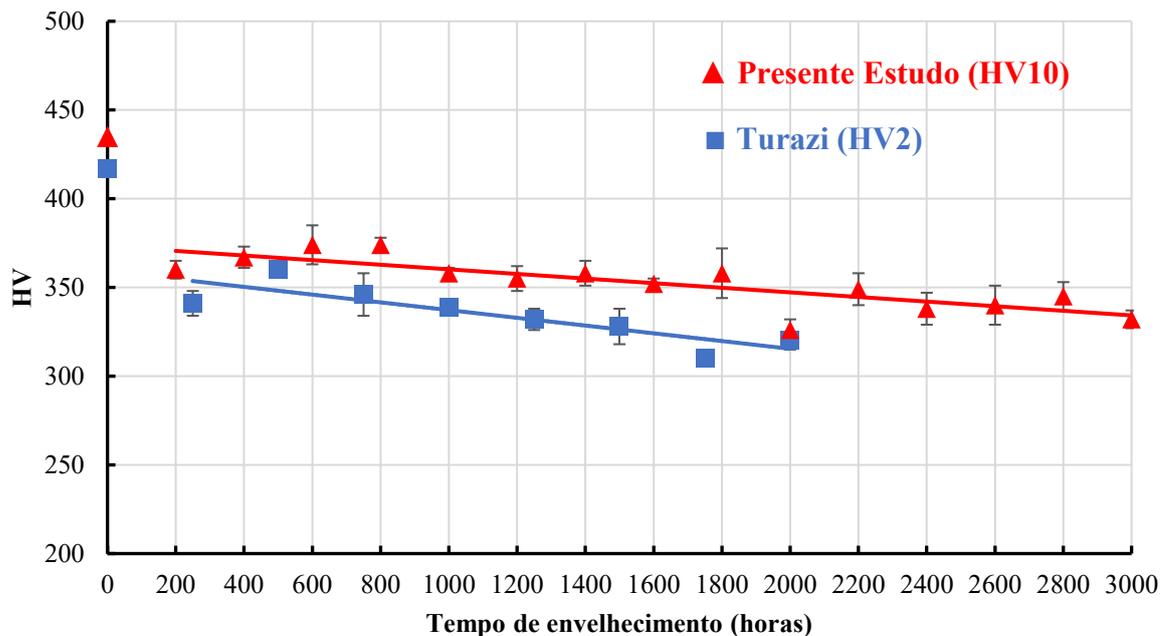
Fonte: Próprio autor.

A microestrutura padrão (0h) consistia em precipitados  $\gamma'$  primários cúbicos e precipitados  $\gamma'$  secundários de tamanho consideravelmente menor que os primários e finamente dispersos por toda a matriz (Figura 4.9, 0h). Conforme mencionado, o crescimento inicial dos precipitados  $\gamma'$  primários acontece às custas dos precipitados  $\gamma'$  secundários (*Ostwald ripening*). Na amostra envelhecida por 200h, já não são encontrados precipitados secundários (Figura 4.9, 200h).

A contribuição para o aumento de dureza pela fase  $\gamma'$  acontece porque os precipitados  $\gamma'$  dificultam o escorregamento de discordâncias mediante uma variedade de mecanismos. A microestrutura composta de  $\gamma'$  primários cúbicos e precipitados  $\gamma'$  secundários dispersos pela matriz se mostrou mais eficaz em dificultar o escorregamento de discordâncias explicando sua elevada dureza. Uma vez que os precipitados secundários  $\gamma'$  são dissolvidos durante as primeiras horas do envelhecimento artificial, o restante da redução da dureza é menos acentuada e acontece em função do tamanho do precipitado.

Os resultados encontrados no presente estudo são semelhantes aos resultados de Turazi (2014) que realizou medições de dureza (HV2) durante um envelhecimento artificial da superliga GTD-111 a 1000°C por até 2000 horas. Os resultados são comparados na Figura 4.16.

**Figura 4.16 - Comparação da variação da dureza (HV10, HV2) em função do tempo de envelhecimento artificial a 1000°C da superliga GTD-111.**



Fonte: Adaptado de TURAZI, 2014.

#### 4.2.3 Dissolução dos carbonetos MC durante o envelhecimento

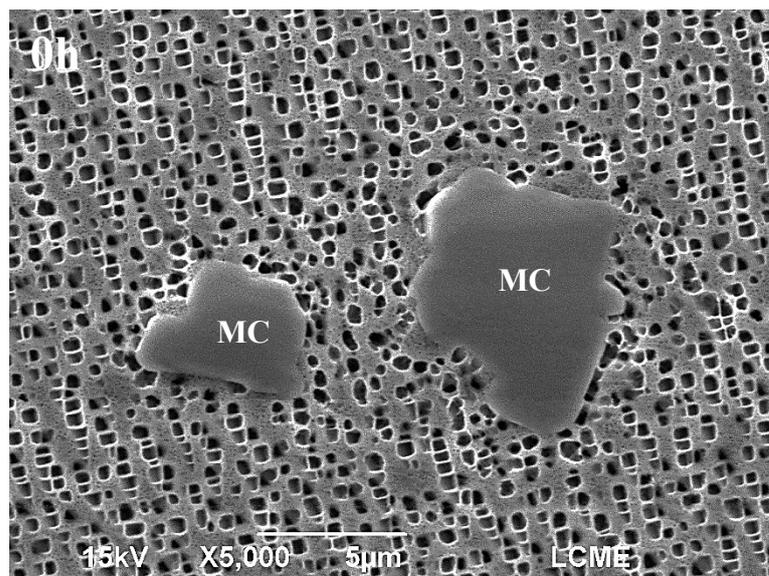
Conforme citado, a reação que dita a dissolução dos carbonetos primários MC e formação dos carbonetos secundários  $M_{23}C_6$  pode ser descrita como:  $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$  (Equação 2.10). Nota-se que um dos produtos da reação de dissolução dos carbonetos primários é a fase  $\gamma'$ . A dissolução dos carbonetos MC faz com que a liga fique localmente enriquecida com elementos formadores de  $\gamma'$ , como o Ti, fazendo com que um filme de  $\gamma'$  se forme ao redor dos carbonetos MC (CHOI et al., 2008).

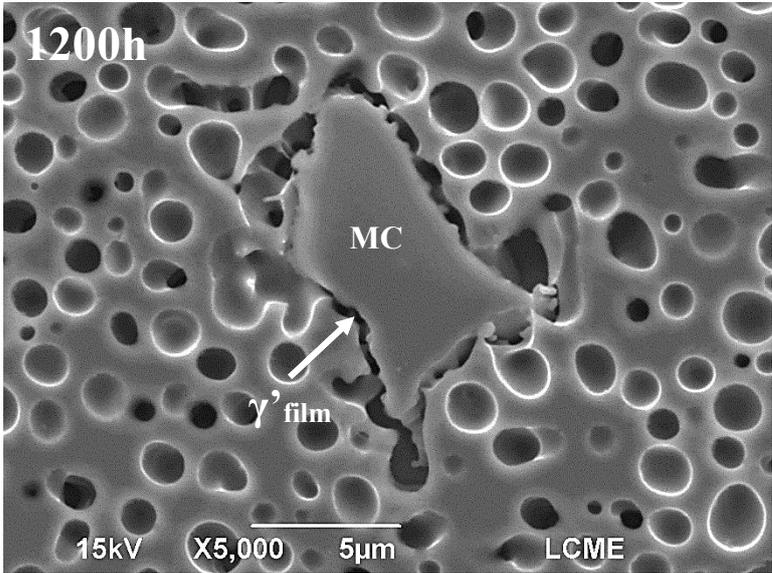
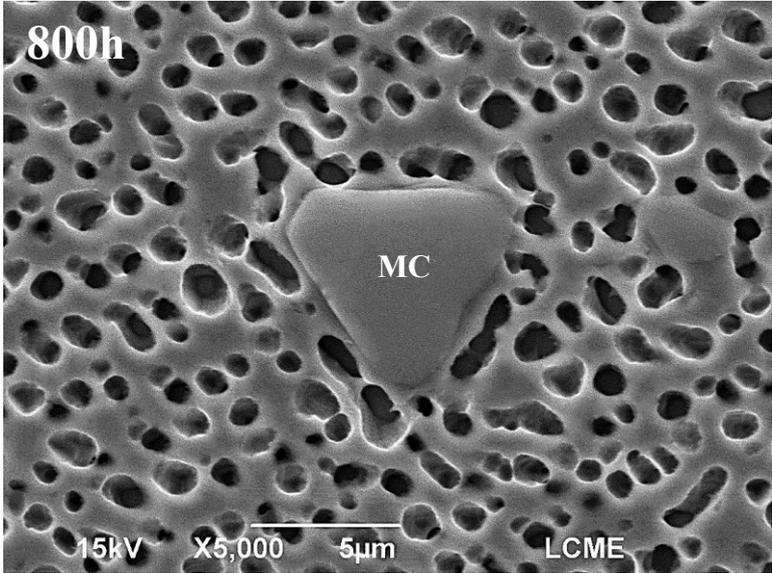
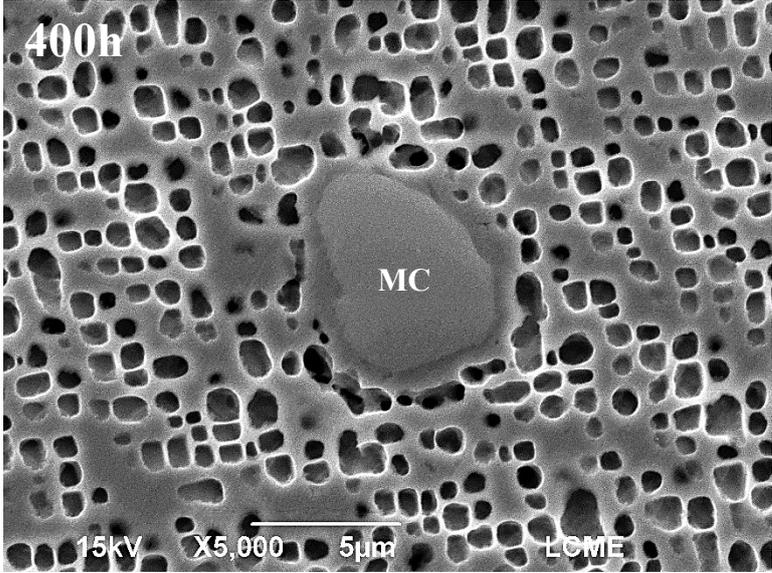
Diante do exposto, a progressão da dissolução de um carboneto MC pode ser estimada conforme a quantidade de fase  $\gamma'$  formada ao seu redor, ou seja, pode-se inferir que um carboneto MC envolto por um filme da fase  $\gamma'$  estava em dissolução.

Na Figura 4.17 são mostrados carbonetos MC em amostras de diferentes tempos de envelhecimento artificial. Nota-se que os carbonetos MC da amostra não envelhecida (0h) não possuem filmes de  $\gamma'$  ao seu redor (Figura 4.17, 0h). Nas amostras envelhecidas, os precipitados  $\gamma'$  ao redor do carboneto MC em dissolução coalescem (Figura 4.17, 400h e 800h) até formar filmes contínuos da fase  $\gamma'$  ao redor do precipitado (Figura 4.17, 1200h a 2400h). Nas amostras mais envelhecidas são observadas grandes regiões da fase  $\gamma'$ , possivelmente devido a dissolução completa de um carboneto MC (Figura 4.17, 3000h). É importante mencionar que nem todos os carbonetos MC foram dissolvidos na amostra envelhecida por 3000 horas. Foram observados carbonetos MC em diferentes estágios de dissolução em uma mesma amostra.

Na figura 4.18 é mostrado um carboneto MC em dissolução na amostra envelhecida por 600 horas. Pode-se observar o filme de  $\gamma'$  ( $\gamma'_{\text{film}}$ ) formado ao seu redor. Na Figura 4.19 é mostrada a análise por EDS desta região. A dissolução de um carboneto MC também enriquece a região de carbono. Devido a esta disponibilidade de átomos de carbono, a formação de carbonetos secundários  $M_{23}C_6$  é esperada (CHOI et al., 2008; TURAZI, 2014). Diversas análises por EDS de carbonetos MC em dissolução foram realizadas e não foram encontradas concentrações elevadas de Cr ao seu redor, característica dos carbonetos  $M_{23}C_6$ . A ausência de carbonetos  $M_{23}C_6$  será discutida na seção 4.2.4.

**Figura 4.17 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante o envelhecimento artificial a 1000°C (Carbonetos MC). Fonte: Próprio autor.**





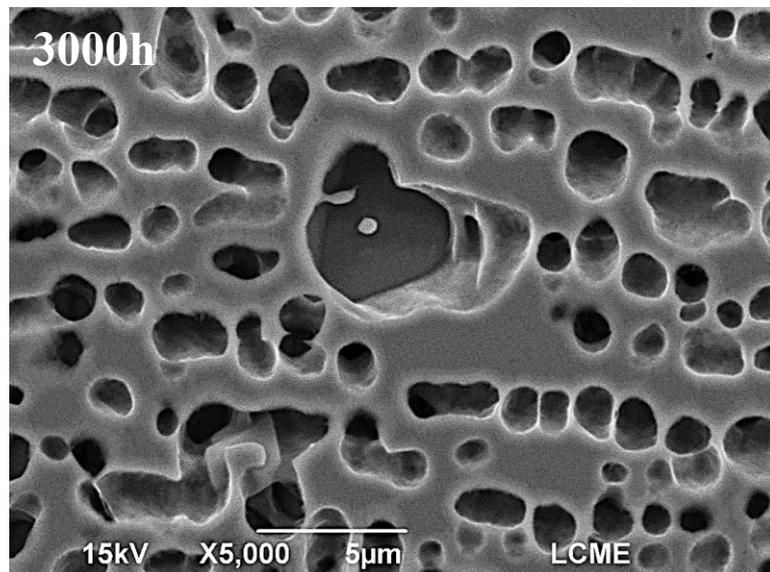
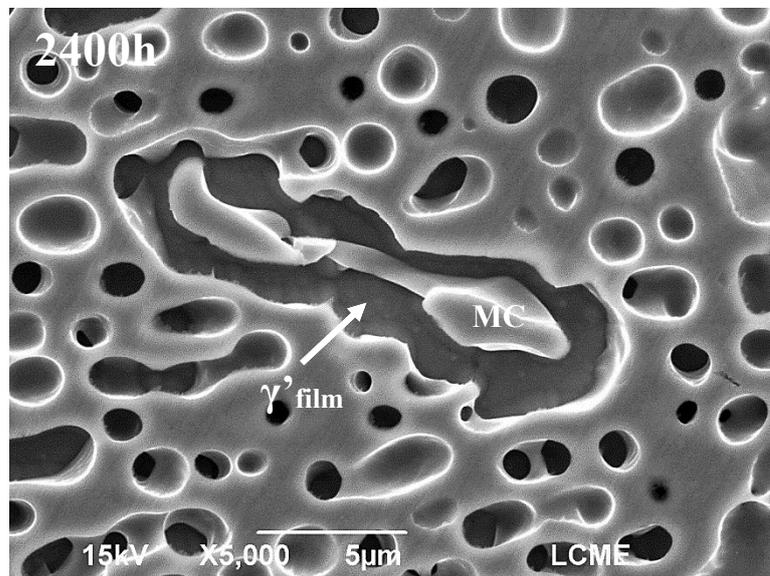
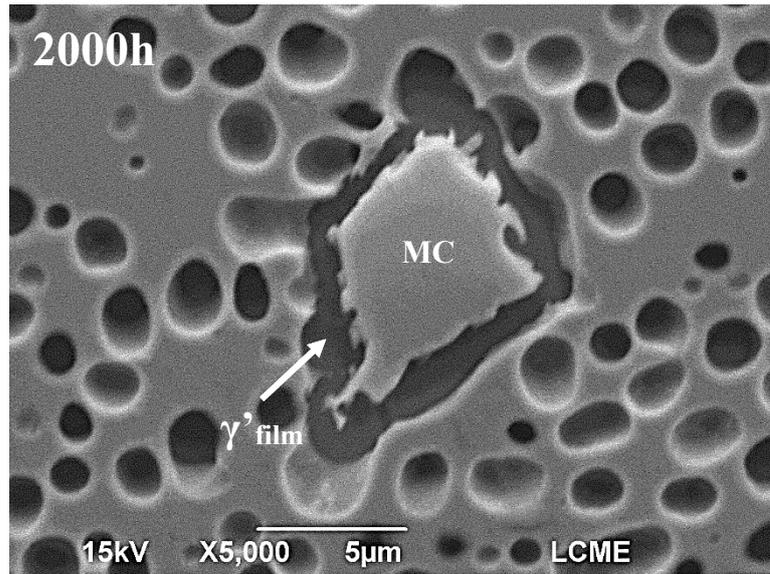
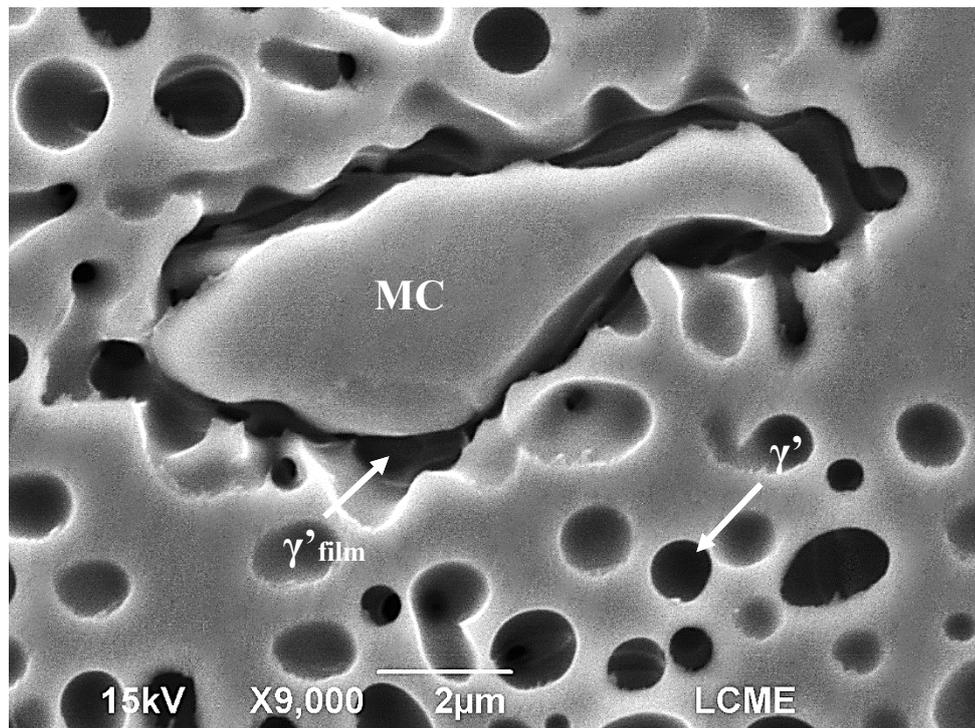
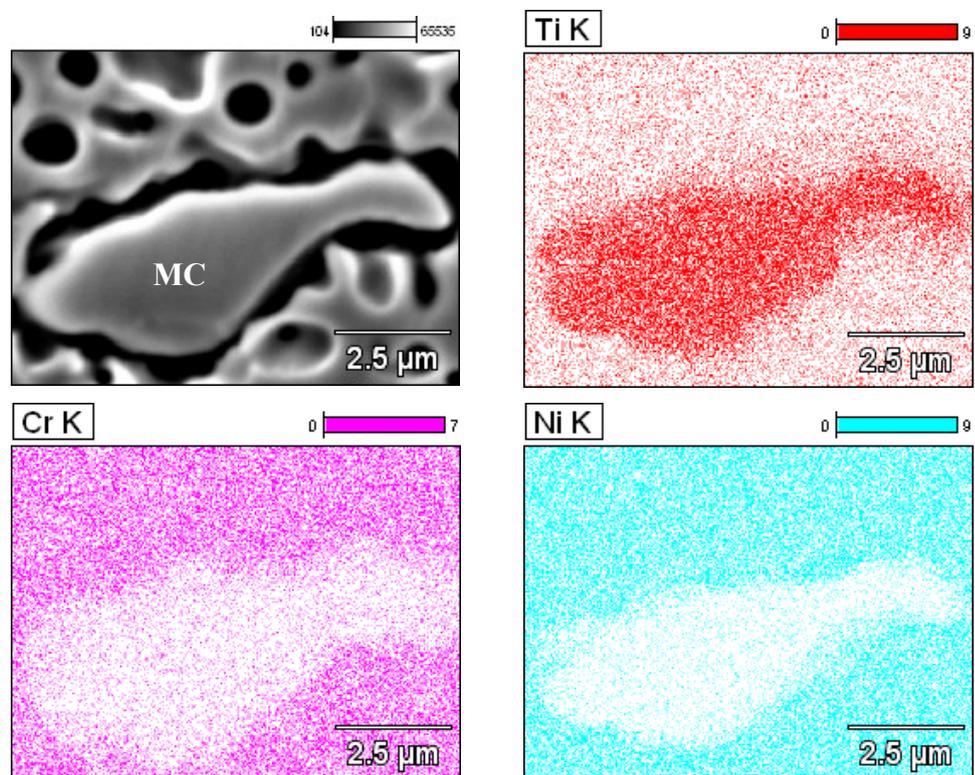


Figura 4.18 - Micrografia por MEV da superliga GTD-111 (Amostra 600h - Carboneto Primário MC).



Fonte: Próprio autor.

Figura 4.19 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 600h - Carboneto Primário MC).

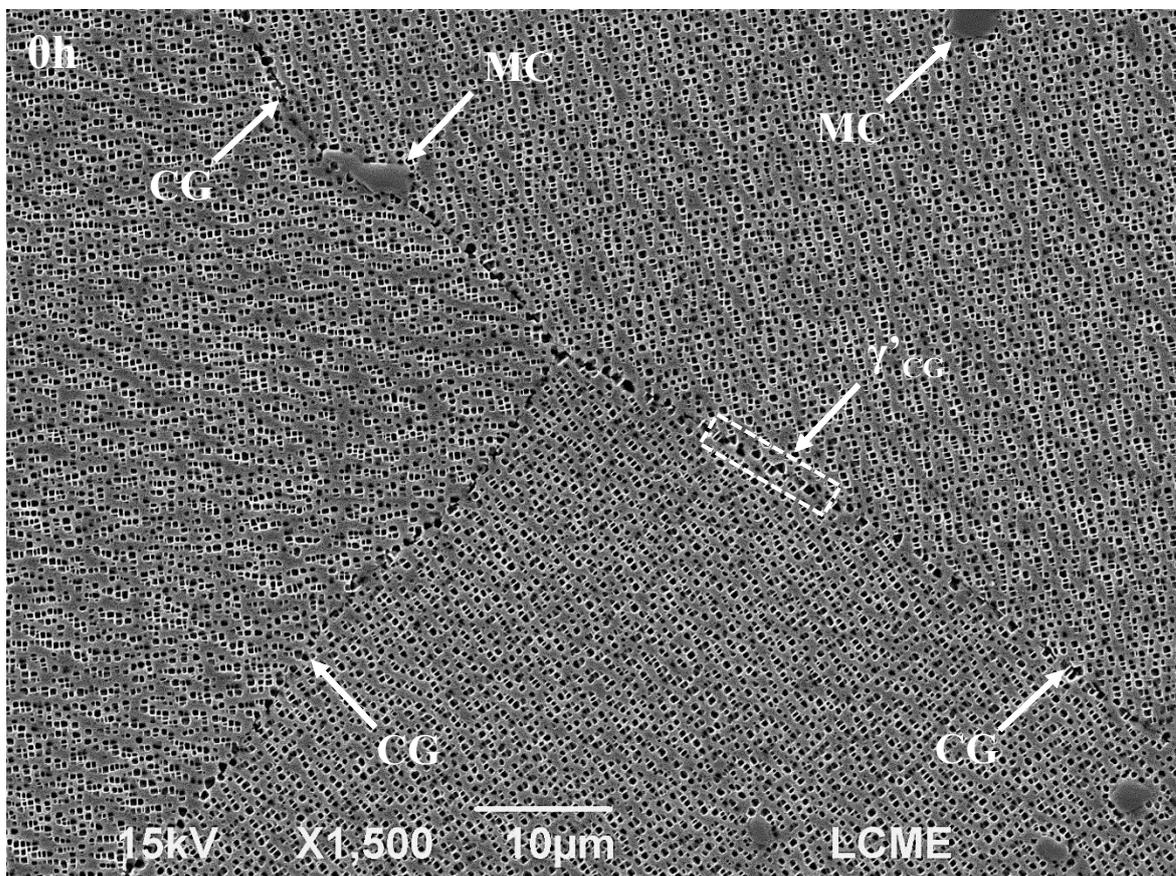


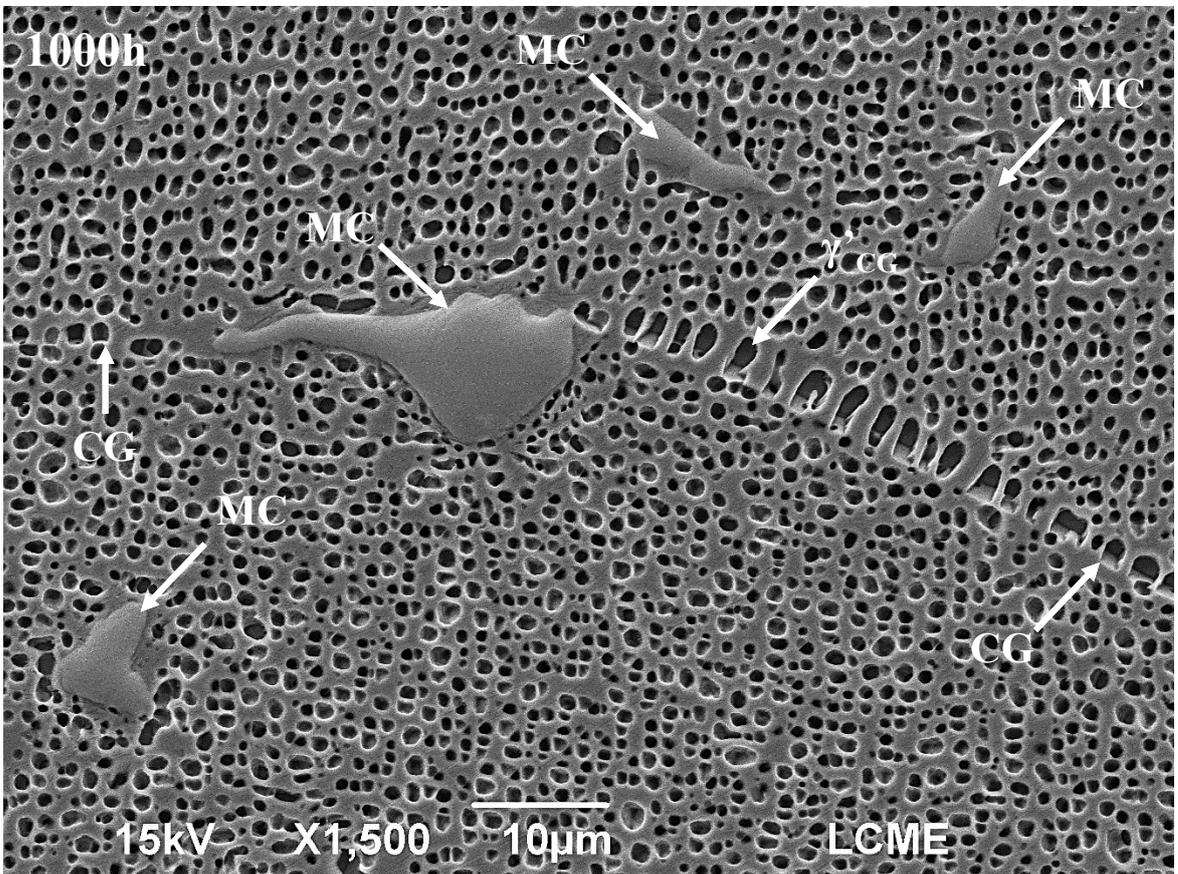
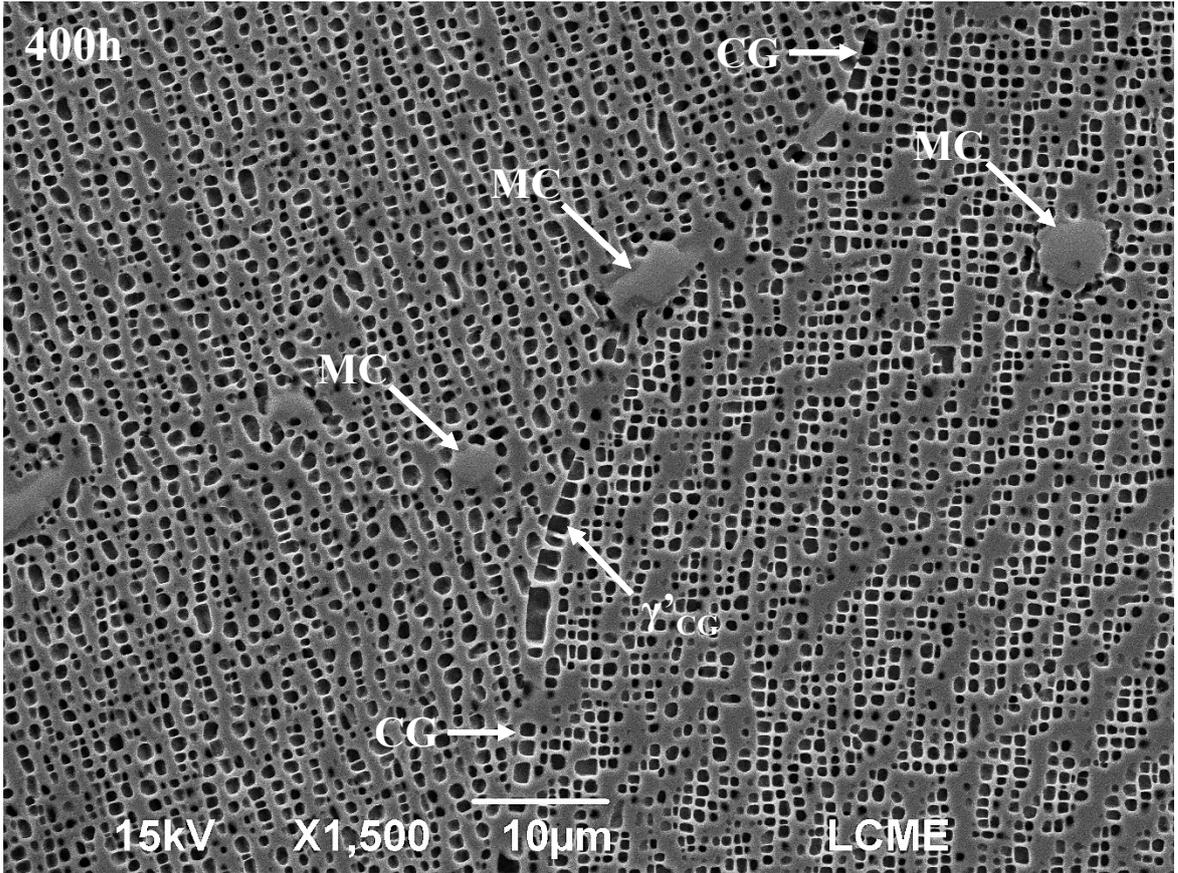
Fonte: Próprio autor.

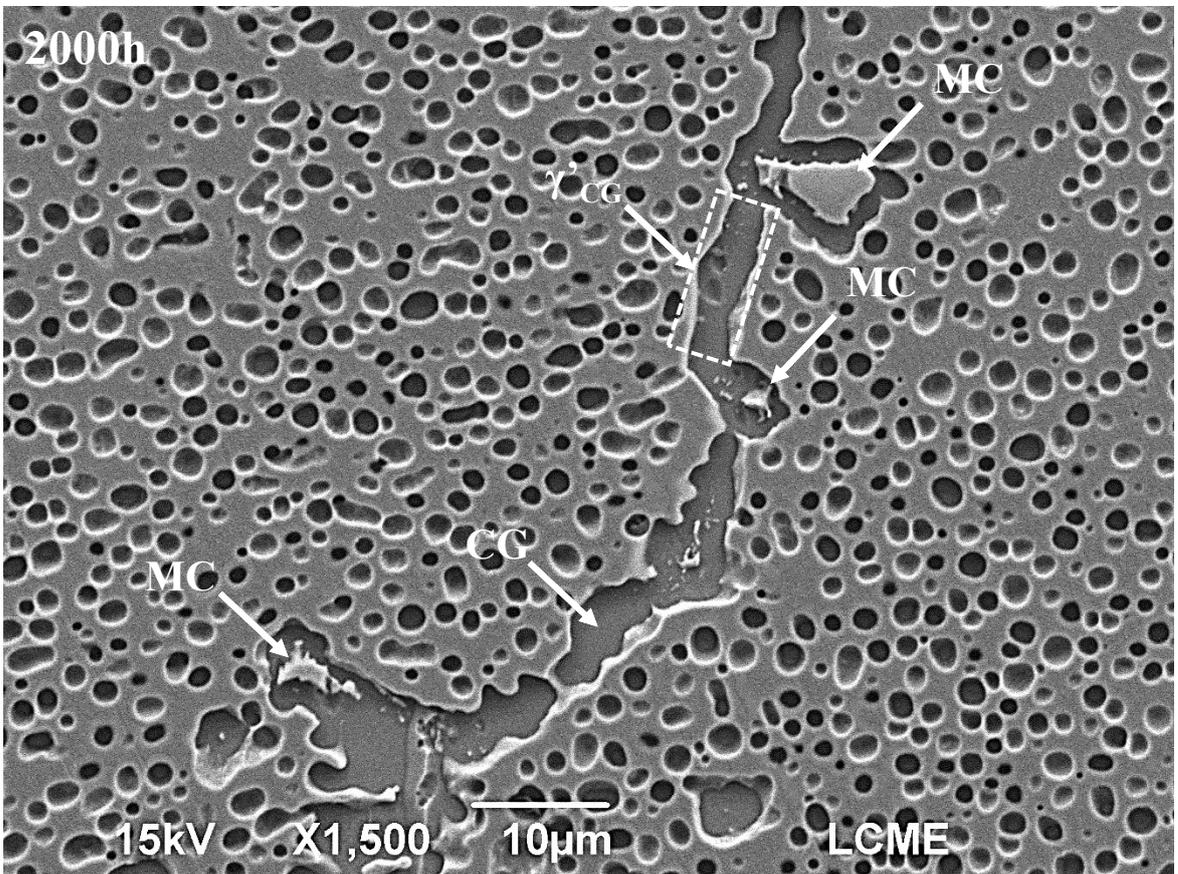
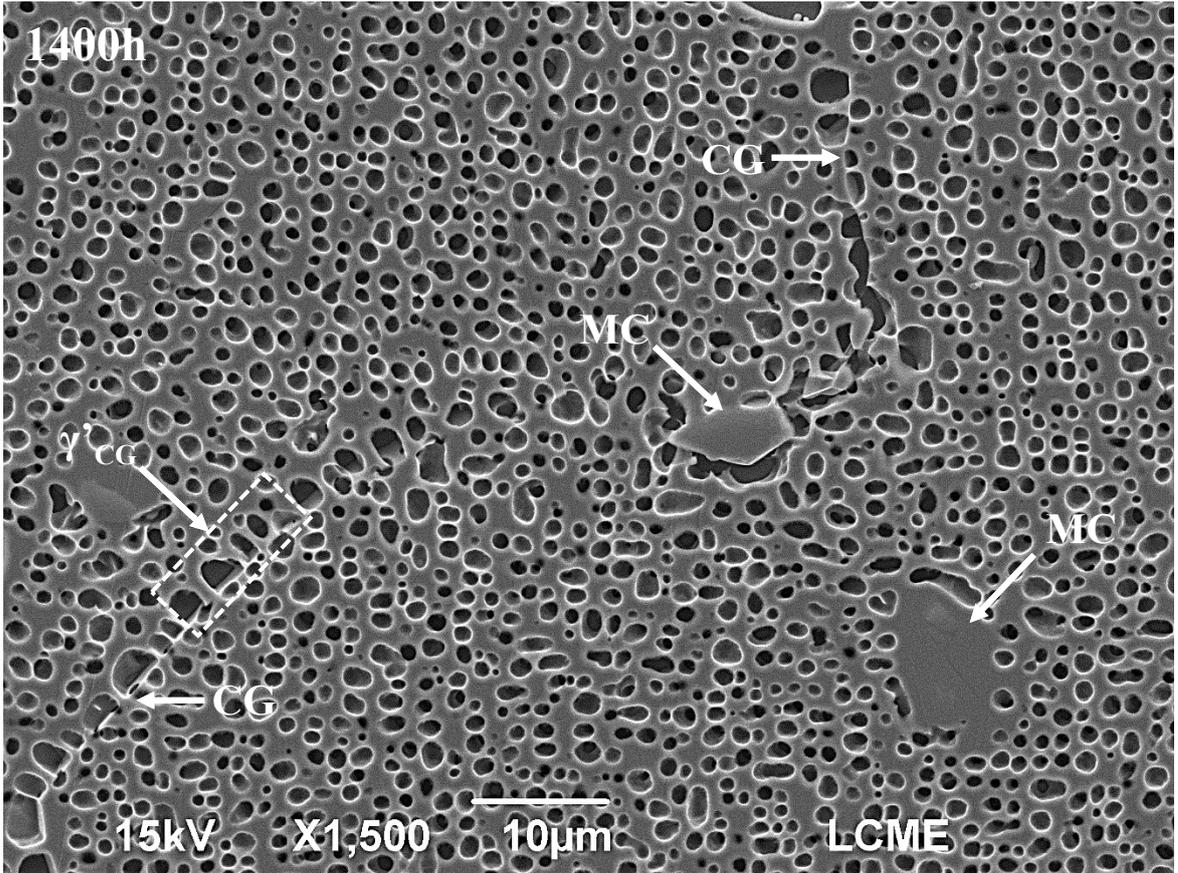
#### 4.2.4 Evolução da precipitação no contorno de grão durante o envelhecimento

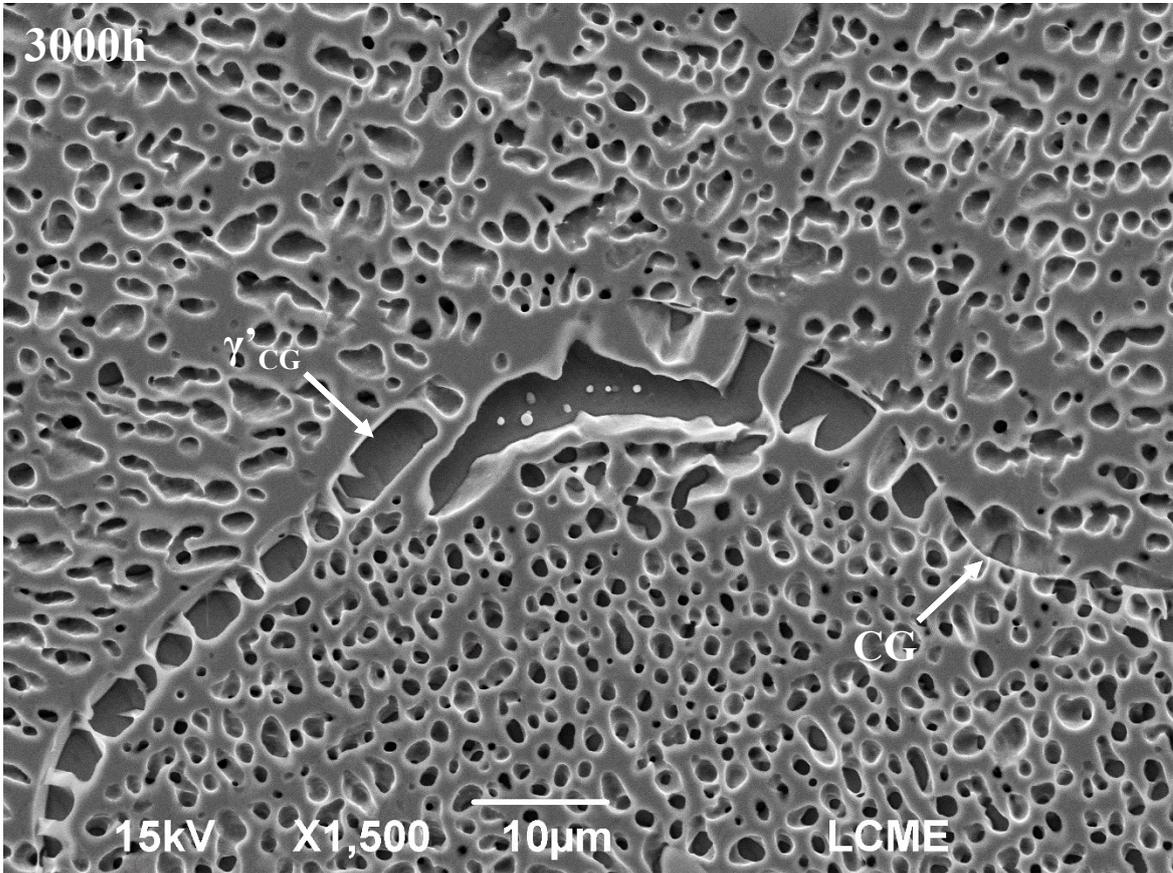
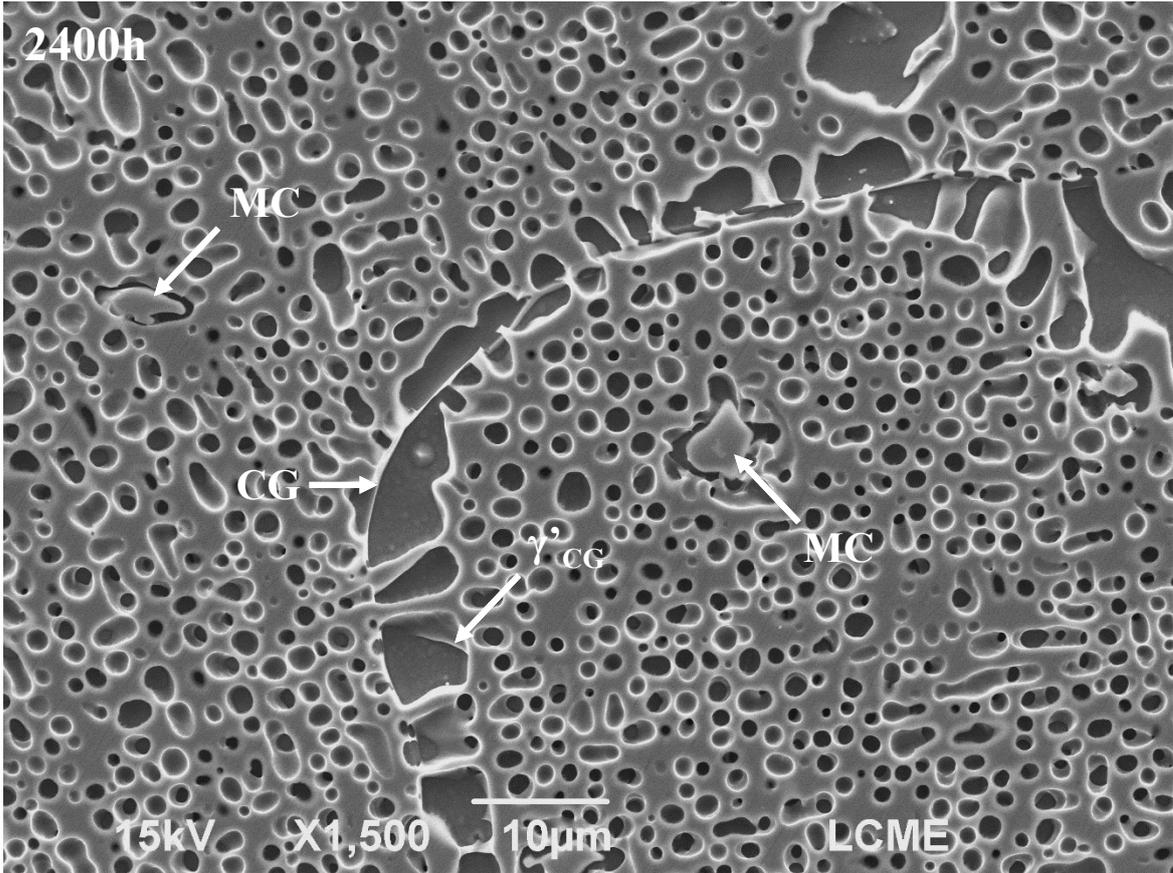
O contorno de grão da microestrutura padrão é caracterizado pela presença de precipitados  $\gamma'$  de contorno de grão ( $\gamma'_{CG}$ ) relativamente maiores que os precipitados  $\gamma'$  primários e carbonetos MC de morfologia irregular. Na Figura 4.20 é mostrada a evolução da precipitação no contorno de grão durante o envelhecimento.

**Figura 4.20 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C (Contorno de Grão). Fonte: Próprio autor.**



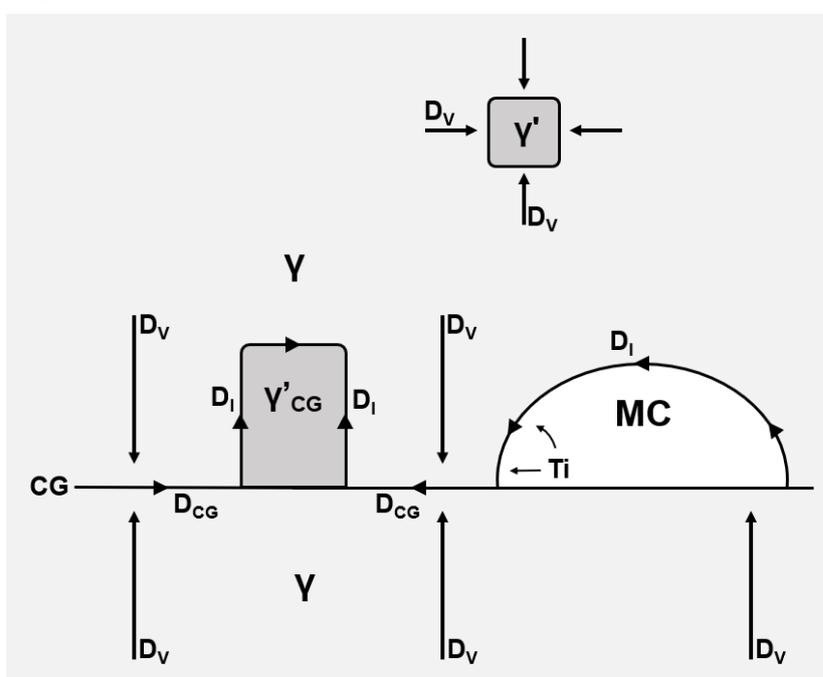






Os precipitados  $\gamma'_{CG}$  são maiores que os  $\gamma'$  intragranulares ( $\gamma'$ ) devido à cinética de crescimento de precipitados no contorno de grão (CG). Segundo Aaronson (1971), precipitados que nucleiam no contorno de grão podem crescer consideravelmente mais rápido do que a difusão volumétrica ( $D_V$ ) permite. O crescimento do precipitado  $\gamma'_{CG}$  não é controlado pela difusão volumétrica, como nos  $\gamma'$  intragranulares. Neste caso, os elementos formadores de  $\gamma'$  (Al e Ti) no interior do grão se difundem para o contorno de grão, que atua como um corredor de difusão rápida ( $D_{CG}$ ), transportando os elementos de liga até as extremidades do precipitado  $\gamma'_{CG}$ , onde a difusão pela interface ( $D_I$ ) faz com que o precipitado cresça. O mecanismo descrito pode ser observado na Figura 4.21.

Figura 4.21 - Mecanismos de crescimento acelerado do precipitado  $\gamma'_{CG}$ .



Fonte: Próprio autor.

A morfologia dos precipitados nucleados em um contorno de grão depende da magnitude das velocidades de difusão pelo contorno de grão ( $D_{CG}$ ) e pela interface ( $D_I$ ). Se a velocidade de difusão pela interface matriz/precipitado é maior ( $D_I \gg D_{CG}$ ), a morfologia do precipitado deve se aproximar da forma de equilíbrio (cúbica, no caso dos precipitados  $\gamma'$  coerentes nas superligas de níquel). Caso a velocidade de difusão pelo contorno de grão for maior ( $D_{CG} \gg D_I$ ), os átomos de soluto chegam ao precipitado muito mais rápido do que conseguem ser distribuídos por sua superfície, então o precipitado cresce de maneira contínua ao longo do contorno de grão (KAUR et al., 1995).

Observando a evolução da precipitação no contorno de grão durante o envelhecimento (Figura 4.20), nota-se que os precipitados  $\gamma'_{CG}$  próximos de um carboneto MC em dissolução são maiores. Conforme discutido na seção 4.2.3, a dissolução dos carbonetos MC faz com que a região fique localmente enriquecida com elementos formadores de  $\gamma'$ , explicando o crescimento acelerado dos  $\gamma'_{CG}$  próximos de um carboneto MC (Figura 4.21).

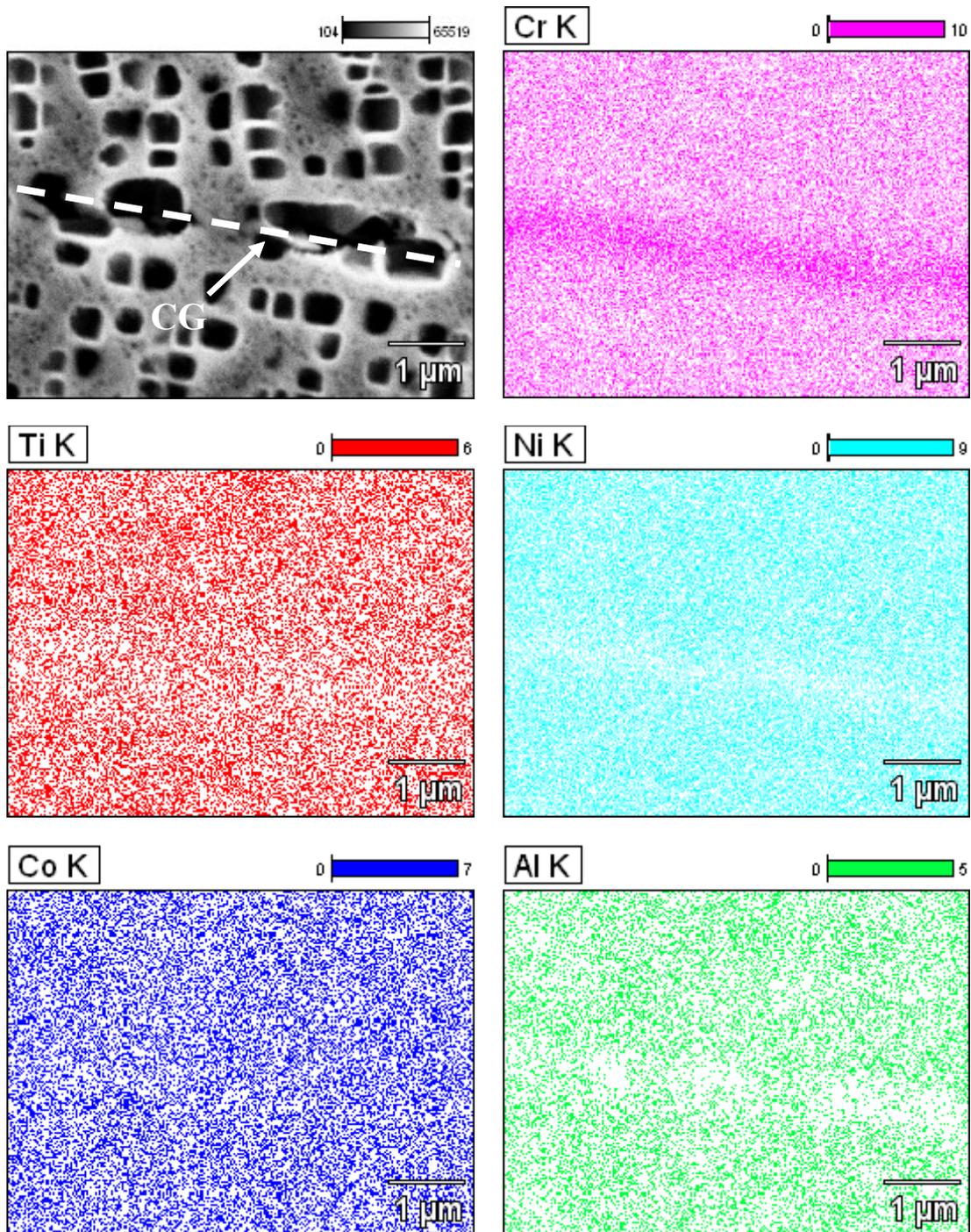
Nas amostras envelhecidas por períodos mais longos, os precipitados  $\gamma'_{CG}$  coalescem e formam filmes contínuos ao longo do contorno de grão. O filme contínuo de  $\gamma'_{CG}$  forma uma barreira entre os grãos e impede a movimentação de discordâncias com mais eficiência. Isso concentra tensões na região do contorno de grão e, conseqüentemente, facilita a formação e propagação de trincas (HUANG et al., 2015).

É importante mencionar que a precipitação dos  $\gamma'_{CG}$  depende das propriedades do contorno de grão (HUANG, 2015). Portanto, técnicas como a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) são necessárias para um entendimento completo desta precipitação.

Na Figura 4.22 é mostrada uma análise por EDS da região do contorno de grão da amostra não envelhecida (0h). É possível observar uma considerável concentração de Cr e um leve empobrecimento de elementos formadores da fase  $\gamma'$ , como Ti, Al e Ni. Esta concentração de Cr no contorno de grão foi observada exclusivamente na amostra não envelhecida. Possivelmente devido à dissolução de carbonetos  $M_{23}C_6$  durante a solubilização inicial das amostras ou devido à formação da fase  $\gamma'$  durante as etapas de pré-precipitação e reprecipitação.

Diversos estudos de tomografia por sonda atômica em superligas à base de níquel permitiram observar que o Cr se particiona entre a fase  $\gamma$  e  $\gamma'$  com altas concentrações na fase  $\gamma$  e baixas concentrações na  $\gamma'$  (BAGOT et al., 2019; YANG et al., 2019). Durante a formação da fase  $\gamma'$ , nas etapas de pré-precipitação e reprecipitação, o Cr é gradualmente expulso da fase  $\gamma'$  e segrega ao longo do contorno de grão. Durante o envelhecimento, o Cr segregado no CG difunde para a matriz adjacente e as amostras envelhecidas não apresentam alta concentração de Cr no contorno de grão.

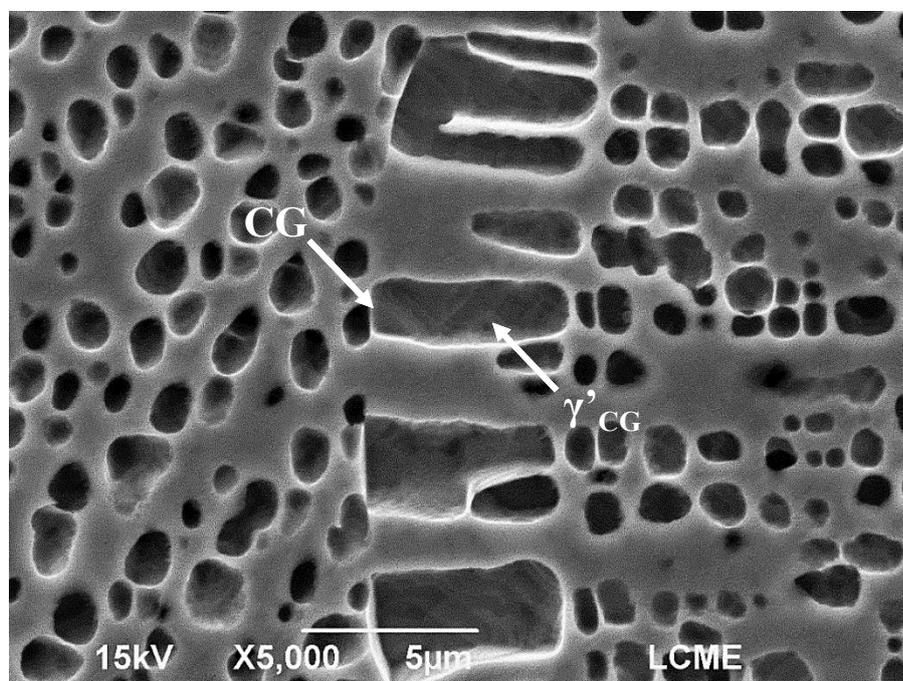
Figura 4.22 - Mapa de composição química por EDS (Microestrutura padrão – Contorno de Grão).



Fonte: Próprio autor.

O crescimento dos precipitados  $\gamma'_{CG}$  é exclusivo a um dos grãos que forma o contorno (Figura 4.23). Wen et al. (2020) estudaram o crescimento de precipitados de NiAl em uma matriz  $\gamma$  e concluíram que estes precipitados crescem para o grão com o qual possuem coerência. Os precipitados NiAl, assim como os precipitados  $\gamma'$  das superligas de níquel, possuem a diferença nos parâmetros de rede ( $\delta$ ) consideravelmente baixa, o que diminui a energia associada às interfaces coerentes, explicando o crescimento para o grão com o qual possuem coerência (WEN et al., 2020).

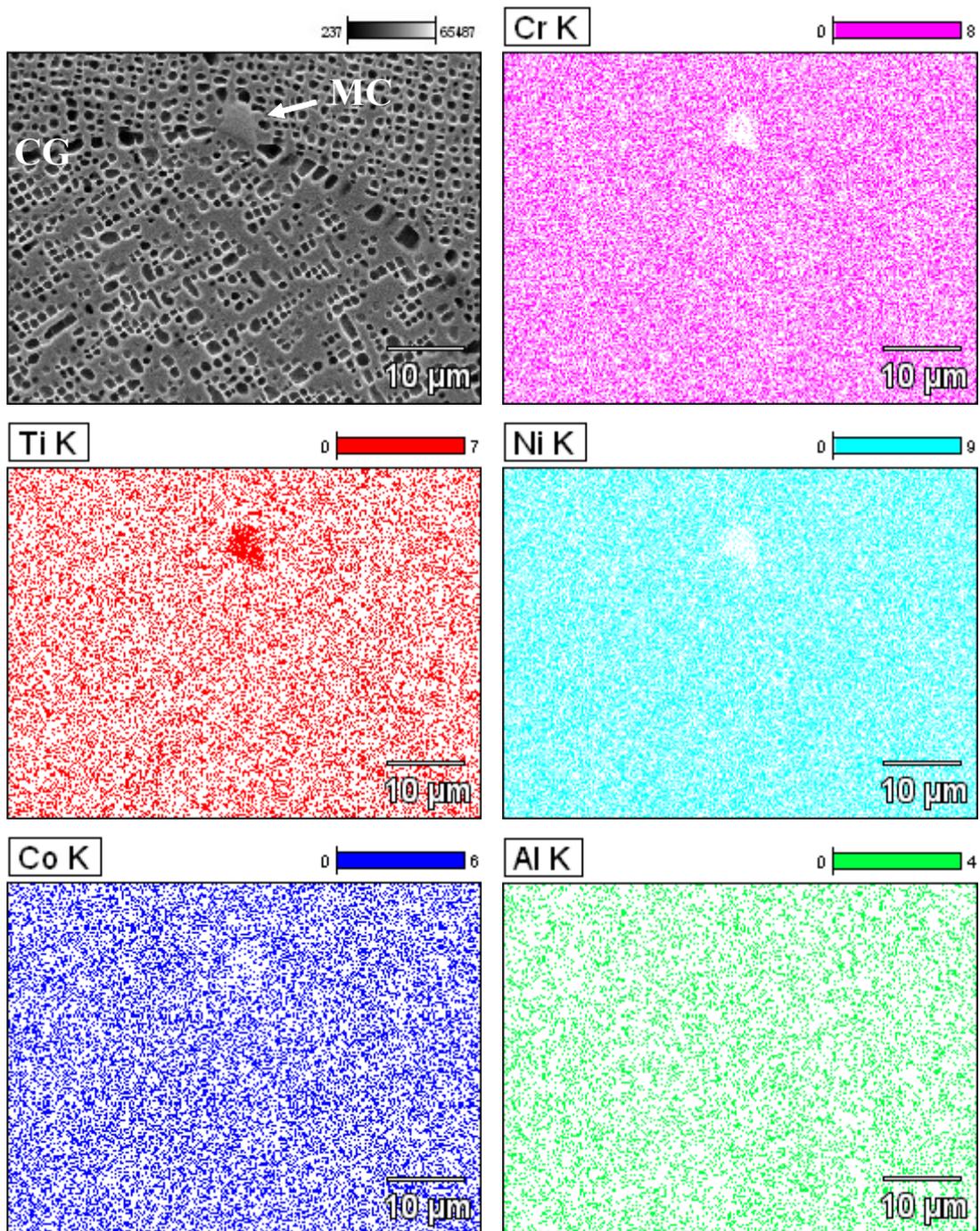
**Figura 4.23 - Direção de crescimento preferencial dos precipitados  $\gamma'_{CG}$  (Amostra 1000h – Contorno de Grão).**



Fonte: Próprio autor.

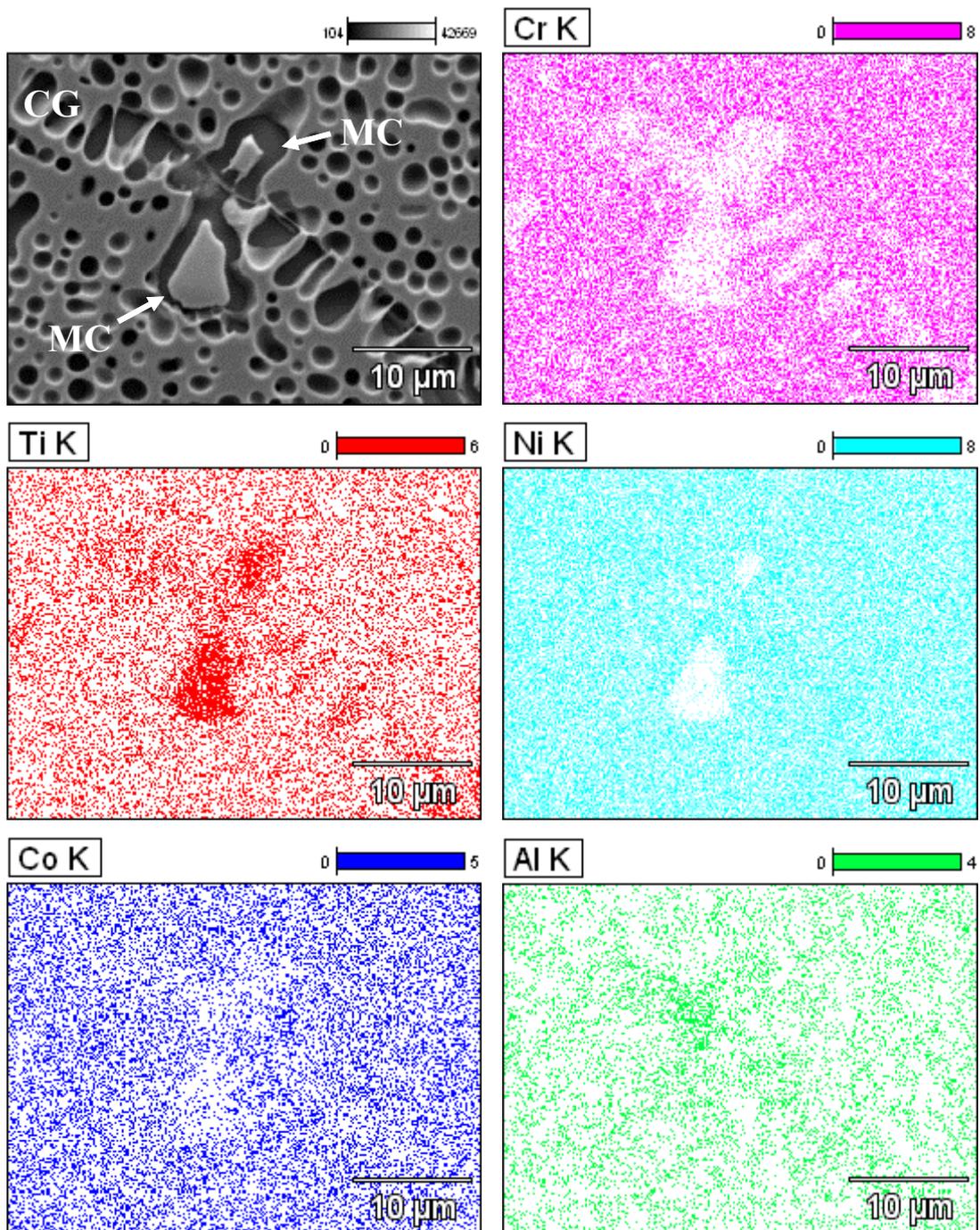
Nas Figuras 4.24 a 4.28 são apresentadas as análises por EDS das regiões de contorno de grão das amostras envelhecidas. Nota-se que não foram encontradas concentrações elevadas de Cr, característica dos carbonetos  $M_{23}C_6$ , mesmo em regiões próximas de carbonetos MC em dissolução. Os carbonetos secundários  $M_{23}C_6$  provavelmente estão presentes nas amostras envelhecidas, mas não foram detectados via EDS. A detecção de carbonetos  $M_{23}C_6$  era esperada, pois Turazi (2014) realizou um envelhecimento artificial da superliga GTD-111 a 1000°C e observou a presença destes carbonetos na região de contorno de grão das amostras envelhecidas (Figura 2.26).

Figura 4.24 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 1000h – Contorno de Grão).



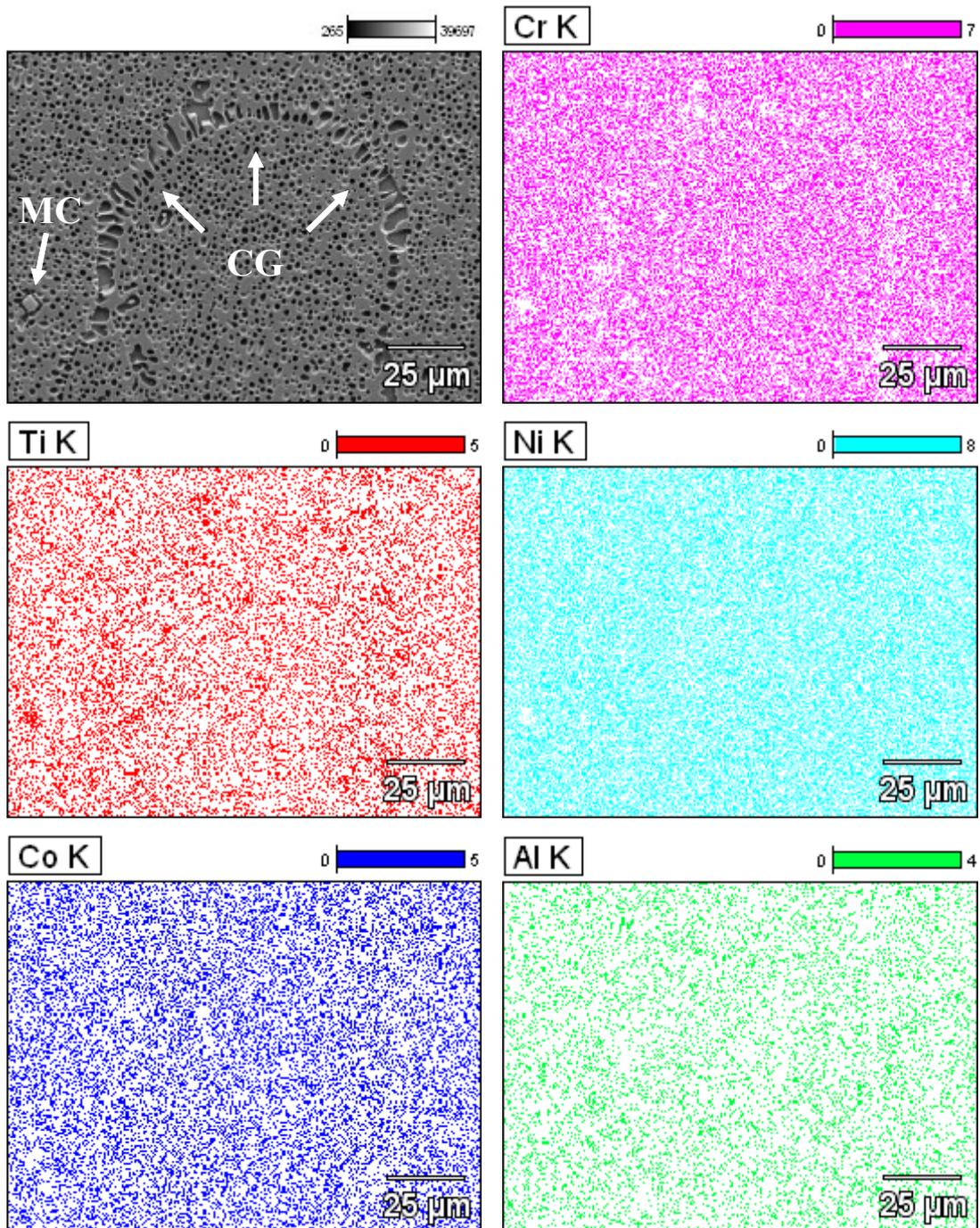
Fonte: Próprio autor.

Figura 4.25 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 2600h – Contorno de Grão).



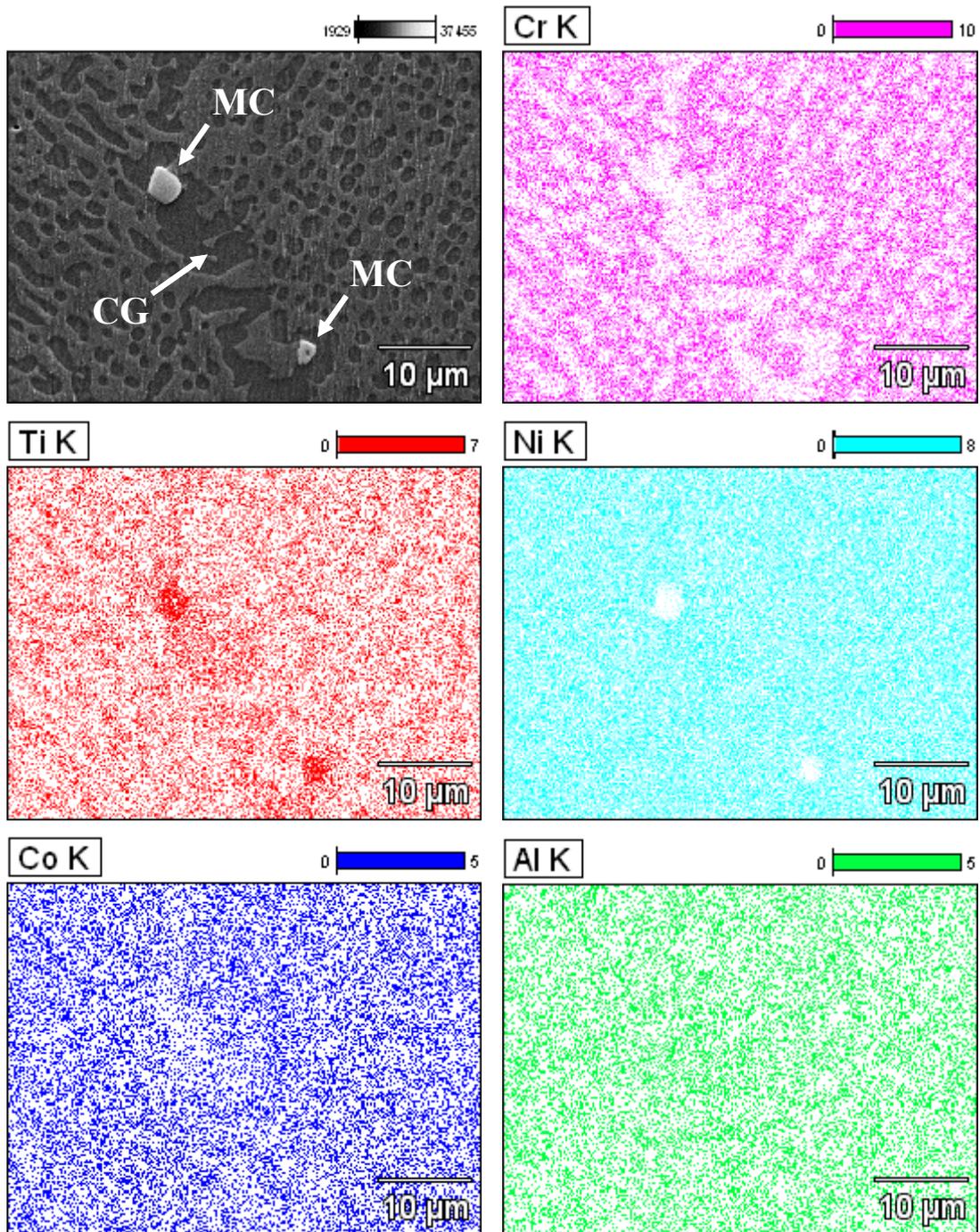
Fonte: Próprio autor.

Figura 4.26 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 2600h – Contorno de Grão).



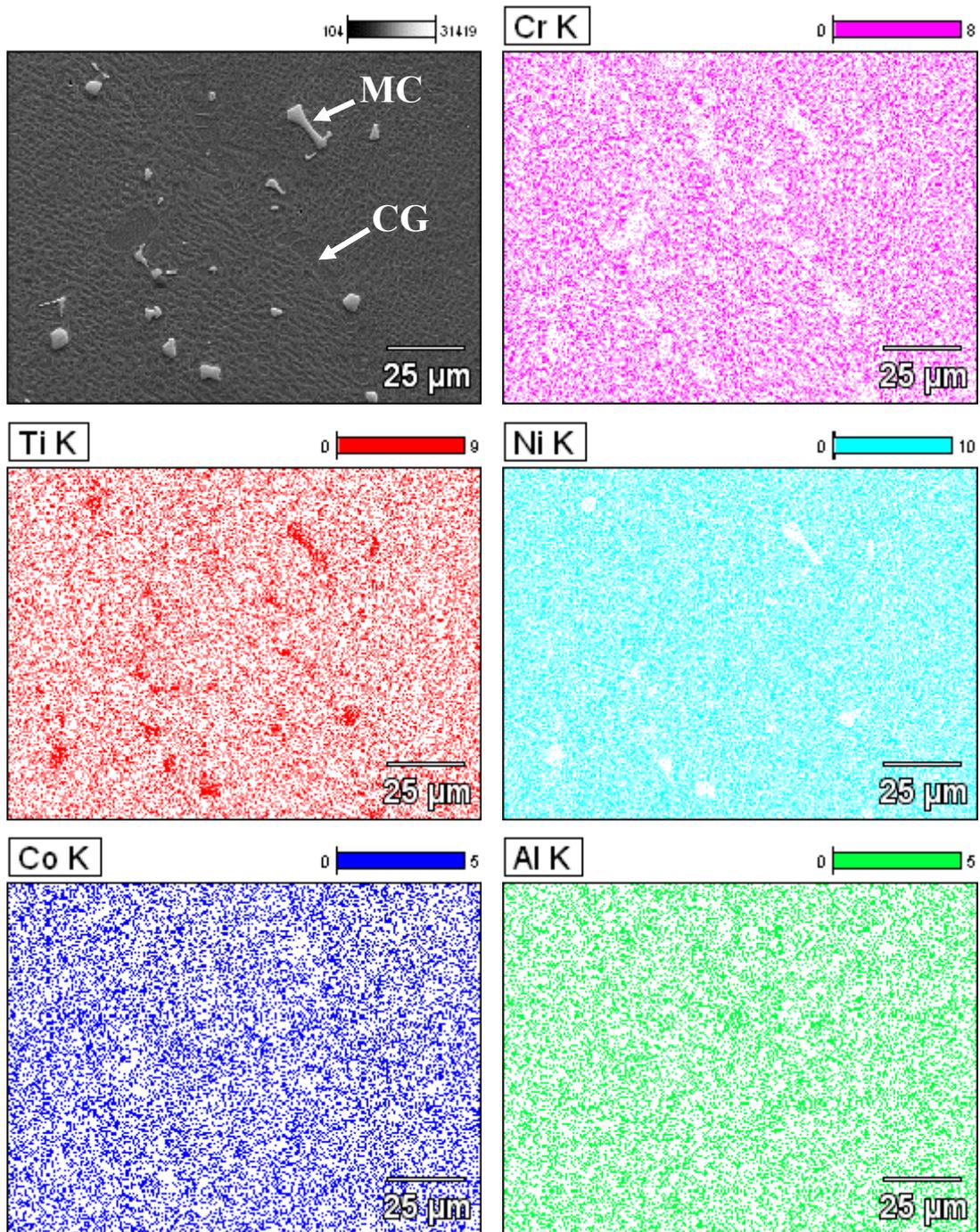
Fonte: Próprio autor.

Figura 4.27 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 3000h – Contorno de Grão).



Fonte: Próprio autor.

Figura 4.28 - Mapa de composição química por EDS (Amostra 3000h – Contorno de Grão).

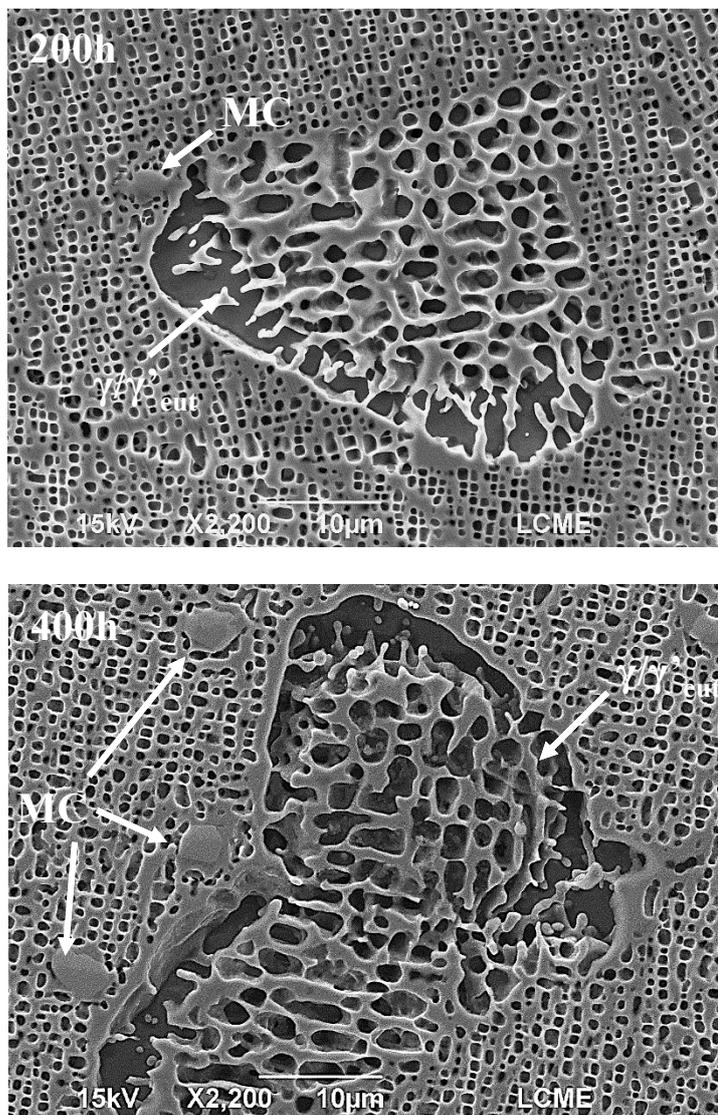


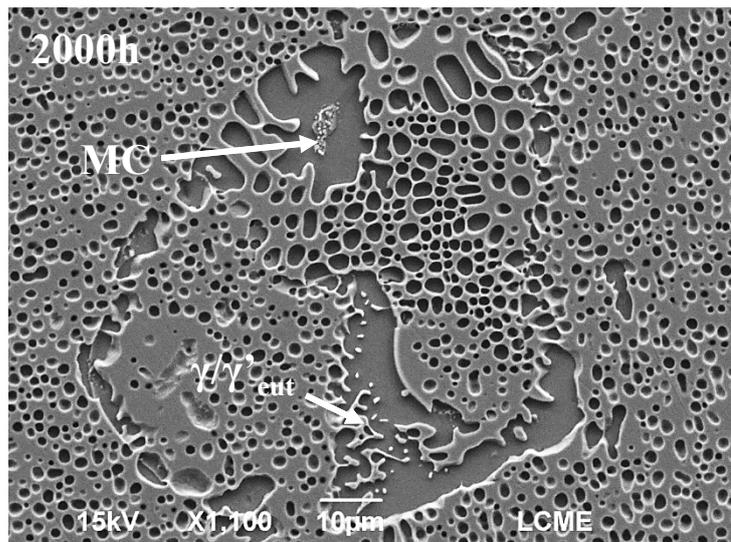
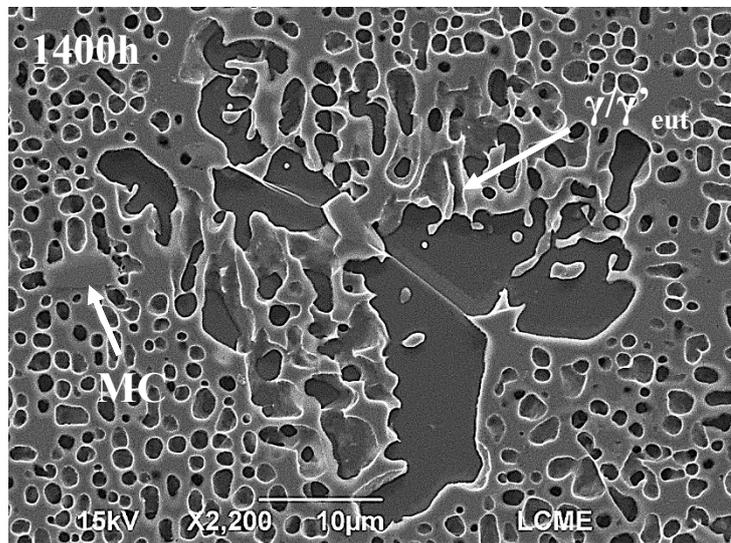
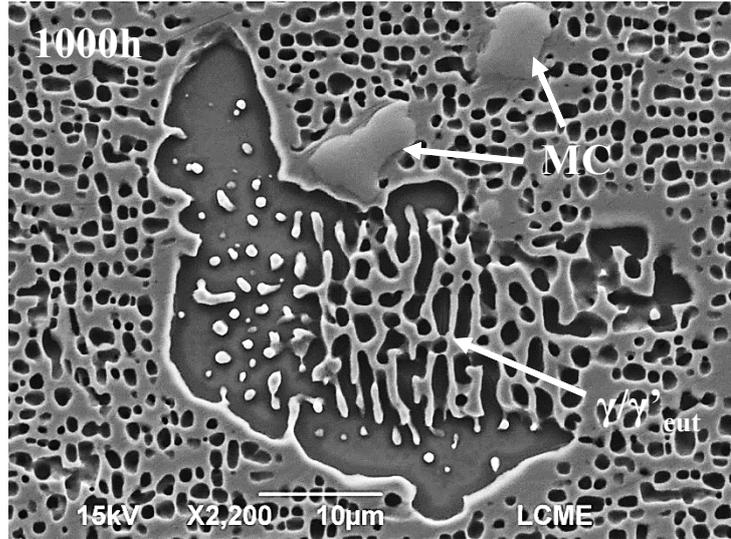
Fonte: Próprio autor.

#### 4.2.4 Evolução microestrutural da região interdendrítica durante o envelhecimento

Os carbonetos primários (MC) foram observados principalmente na região interdendrítica das amostras, ao redor de estruturas eutéticas  $\gamma/\gamma'$  ( $\gamma/\gamma'_{eut}$ ). Evolução da região interdendrítica durante o envelhecimento é semelhante à evolução da precipitação no contorno de grão. A dissolução dos carbonetos MC próximos das estruturas eutéticas  $\gamma/\gamma'$  formam grandes regiões de fase  $\gamma'$ , o que facilita a formação e propagação de trincas pela região interdendrítica. Na Figura 4.29 pode ser observada a evolução microestrutural da região interdendrítica durante o envelhecimento.

Figura 4.29 - Micrografias por MEV da superliga GTD-111 durante envelhecimento artificial a 1000°C (Região Interdendrítica).



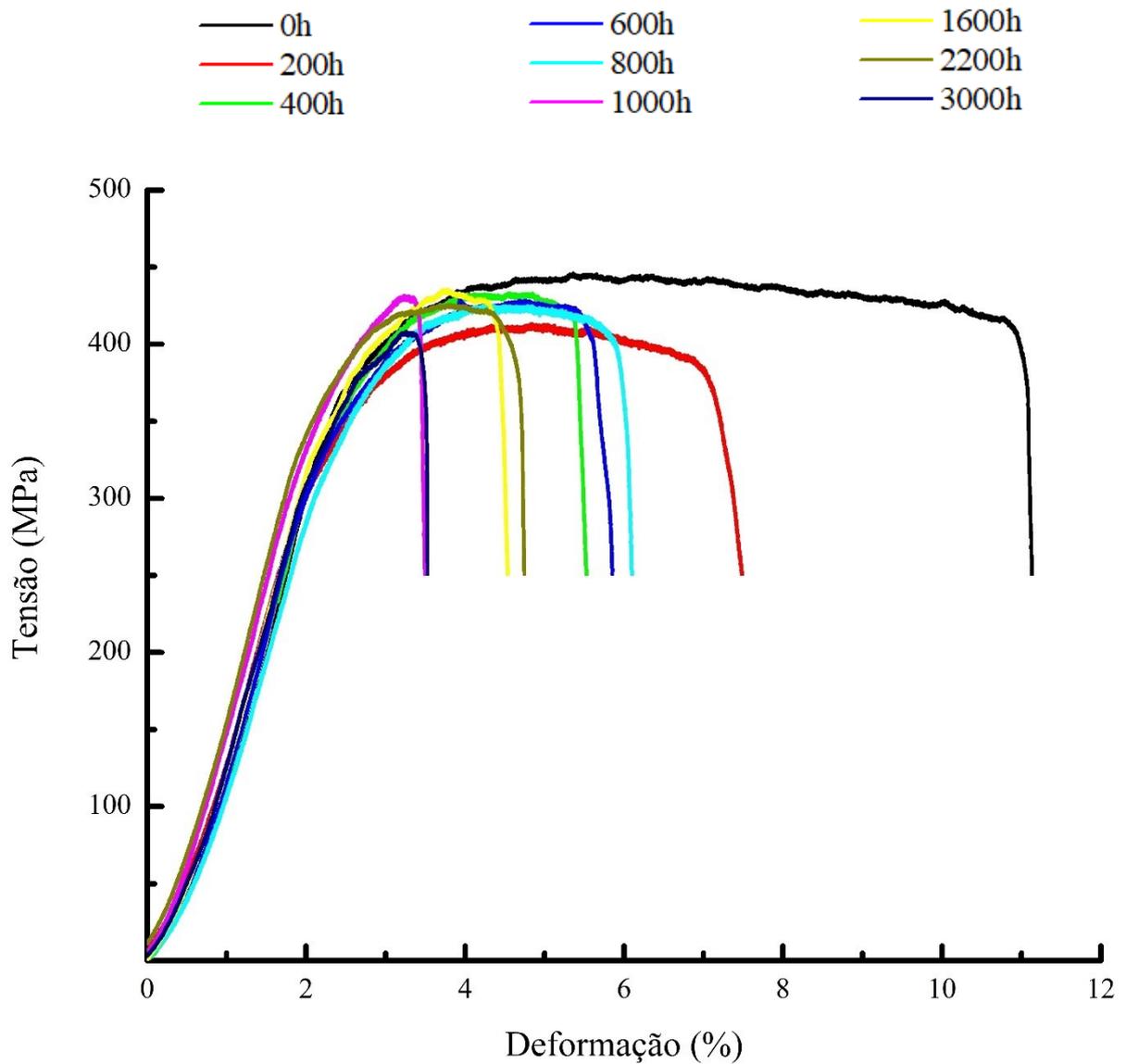


Fonte: Próprio autor.

### 4.3 ENSAIOS DE TRAÇÃO A QUENTE

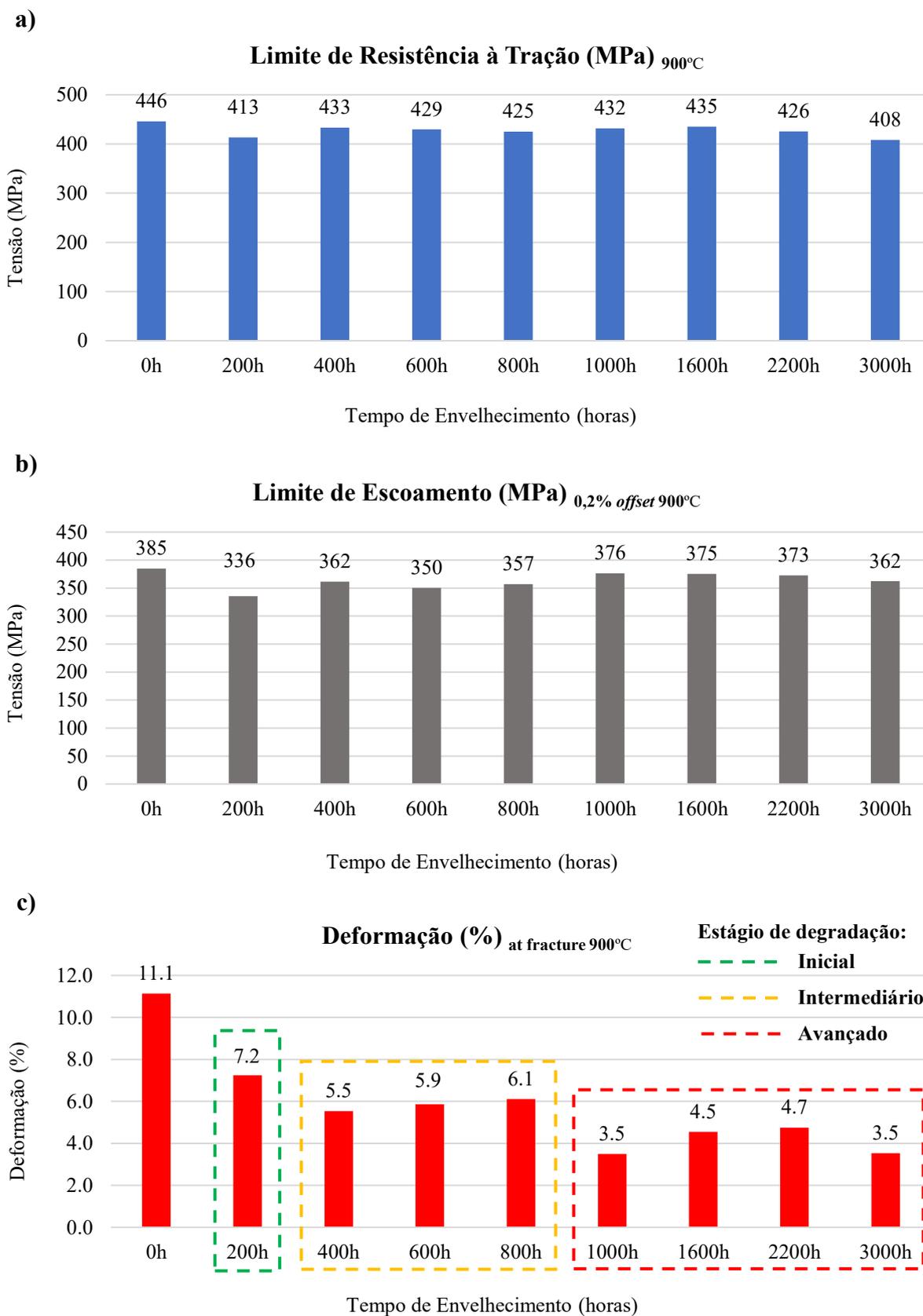
Os resultados dos ensaios de tração a quente são exibidos nas Figuras 4.30 e 4.31.

**Figura 4.30 - Curvas obtidas durante os ensaios de tração a quente realizados a 900°C e taxa de deformação constante de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .**



Fonte: Próprio autor.

**Figura 4.31 - Resultados dos ensaios de tração a quente: a) Limite de Resistência à tração (MPa); b) Limite de Escoamento (MPa); c) Deformação (%). Fonte: Próprio autor.**



Nota-se que os valores de limite de resistência à tração (LRT) e limite de escoamento (LE) permanecem relativamente constantes entre as amostras envelhecidas (Figura 4.31a e 4.31b). O envelhecimento a 1000°C por até 3000 horas causou mudanças morfológicas expressivas (Figura 4.9) e resultou em um grande aumento do tamanho médio dos precipitados  $\gamma'$  (Figura 4.10), mas o impacto nos resultados de LRT e LE foram mínimos. Isto indica que as mudanças morfológicas discutidas na seção 4.2.2 exercem pouca influência nos resultados de LRT e LE em alta temperatura.

CHOI et al. (2004) realizaram ensaios de tração a quente (650°C) em amostras da superliga GTD-111 envelhecidas a 927°C por 1000, 2000 e 5000 horas e as variações no LRT e LE encontradas também não foram significativas.

Conforme citado, o envelhecimento a 1000°C por até 3000 horas resultou em pequenas reduções no limite de resistência e de escoamento das amostras, mas a análise dos resultados de deformação dos ensaios de tração a quente (Figura 4.31c) mostra os efeitos deletérios do envelhecimento. Nota-se uma redução significativa na ductilidade das amostras, sendo possível separá-las em três grupos de acordo com o seu estágio de degradação: degradação inicial (até 200h), degradação intermediária (entre 400h e 800h) e degradação avançada (entre 1000h e 3000h).

Durante o envelhecimento, os precipitados  $\gamma'$  coalesceram (discutido na seção 4.2.2), os carbonetos primários MC dissolveram (discutido na seção 4.2.3 e 4.2.4) e filmes de  $\gamma'$  se formaram ao longo dos contornos de grão (discutido na seção 4.2.4). Como o engrossamento dos precipitados  $\gamma'$  e a fragilização do contorno de grão são reportados como causas de reduções na ductilidade em superligas de níquel (SAJIDI et al., 2004), fica entendido porque o envelhecimento artificial causou a redução na ductilidade das amostras envelhecidas.

É importante mencionar que foi realizado um ensaio de tração a quente por condição (tempo de envelhecimento), portanto os resultados podem estar sujeitos a oscilações devido às microporosidades e variações da macroestrutura de fundição. Na Figura 4.32 são apresentadas as macroestruturas de fundição de uma das pás de turbina utilizadas no presente trabalho.

**Figura 4.32 - Vista lateral e superior revelando a macroestruturas de fundição de uma das pás de turbina analisadas.**



**Fonte: Próprio autor.**

#### 4.4 AVALIAÇÃO DA DEGRADAÇÃO DE PÁS DE TURBINAS ENVELHECIDAS

Após a caracterização microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas, tanto a quente quanto a frio, da superliga GTD-111 durante o envelhecimento, pode-se avaliar a possibilidade de formulação de uma metodologia para estimar o estágio de degradação de pás de turbina com base nestes resultados, sendo uma possível alternativa aos ensaios de fluência.

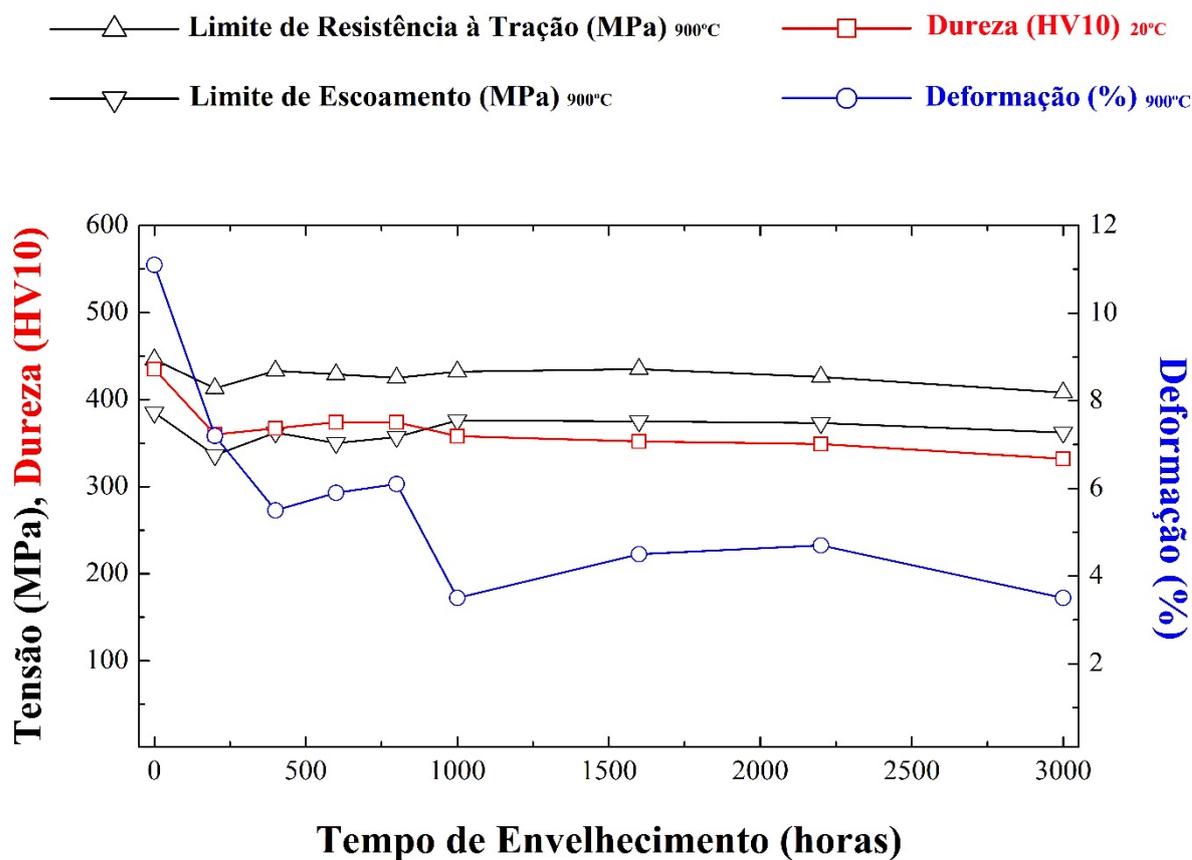
Na Figura 4.33 são apresentados os resultados dos ensaios de tração a quente e medições de dureza (HV10) realizadas.

A dureza das amostras mostrou uma redução considerável da amostra inicial (0h) para a amostra envelhecida por 200h (possivelmente devido a dissolução dos precipitados  $\gamma'$  secundários). Após esta redução inicial, a variação da dureza em função do tempo de envelhecimento foi pequena e pouco significativa. A redução inicial da dureza pode levar a superestimar o estágio de degradação de pás pouco envelhecidas e a variação da dureza subsequente não é suficiente para determinar o progresso da degradação. Portanto, a variação de dureza das amostras envelhecidas não se mostrou um bom parâmetro para avaliação do estágio de degradação.

Os limites de resistência à tração e de escoamento em alta temperatura (900°C) das amostras envelhecidas apresentaram um comportamento muito semelhante ao da dureza, portanto também não são recomendados como parâmetro para avaliação do nível de degradação de pás de turbina envelhecidas.

A variação de deformação (%) em função do tempo de envelhecimento obtida nos ensaios de tração a quente (900°C) se mostrou um possível parâmetro para avaliação do nível de degradação de componentes envelhecidos. Conforme citado, a redução significativa na ductilidade das amostras possibilita separá-las em grupos conforme seu estágio de degradação. Uma vez obtidos ou criados padrões de ductilidade do material em função da vida do componente, seria possível estimar a vida residual de componentes envelhecidos com base nesses resultados.

Figura 4.33 - Resultados dos ensaios de tração a quente e dureza das amostras envelhecidas.

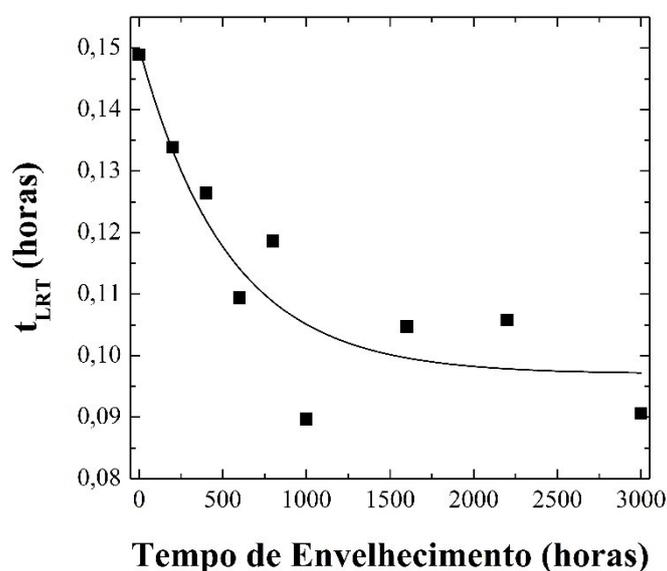


Fonte: Próprio autor.

Bueno (2005) mostrou que certos critérios são efetivos para se ter equivalências entre resultados de ensaios de tração a quente e de fluência. Um dos critérios propostos é a equivalência entre tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) e o tempo de ruptura ( $t_r$ ) em um ensaio de fluência. Portanto, o  $t_{LRT}$  obtido nos ensaios de tração a quente é um importante parâmetro para estimar a vida residual de componentes envelhecidos.

Na Figura 4.34 é apresentado o tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) obtido para as amostras envelhecidas. Nota-se uma redução do parâmetro  $t_{LRT}$  conforme o avanço do envelhecimento. Portanto, de acordo com o critério de equivalência entre resultados de ensaios de tração e de fluência, pode-se inferir que o envelhecimento causou uma redução na vida em fluência das amostras. Os resultados sugerem que uma vez obtida ou criada uma base de dados que relacione o tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração e o tempo de ruptura em um ensaio de fluência, seria possível formular uma metodologia para estimar a vida residual de componentes envelhecidos com base em ensaios de tração a quente.

**Figura 4.34 - Tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) das amostras envelhecidas.**



Fonte: Próprio autor.

## 5 CONCLUSÕES

A caracterização microestrutural e avaliação das propriedades mecânicas em alta temperatura, por ensaios de tração a quente, da superliga GTD-111 envelhecida a 1000°C por até 3000 horas permitiu concluir:

- As microestruturas das amostras de superliga apresentaram os mecanismos característicos do envelhecimento: esferoidização e coalescimento dos precipitados  $\gamma'$ ; dissolução dos carbonetos primários no interior e no contorno dos grãos e formação de filmes de  $\gamma'$  no contorno de grão. A esferoidização dos precipitados  $\gamma'$  (inicialmente cúbicos) durante o envelhecimento foi devido à redução da coerência  $\gamma/\gamma'$ . O tamanho médio dos precipitados  $\gamma'$  antes do envelhecimento foi de  $0,122\mu\text{m}^2$  e após o envelhecimento por 3000 horas passou para  $2,124\mu\text{m}^2$ . A fração volumétrica da fase  $\gamma'$  permaneceu relativamente constante durante o envelhecimento, apresentando valor médio de 33,2%.
- O contorno de grão da microestrutura após rejuvenescimento inicial apresenta a presença de carbonetos primários (MC) e precipitados  $\gamma'_{CG}$  maiores que os precipitados  $\gamma'$  primários no interior dos grãos. O crescimento dos precipitados  $\gamma'_{CG}$  ocorre em apenas um dos grãos que formam os contornos. Este efeito foi associado à coerência do grão com os precipitados que estão crescendo. A dissolução dos carbonetos MC no contorno de grão faz com que a região fique enriquecida com elementos formadores de  $\gamma'$ , acelerando o crescimento dos  $\gamma'_{CG}$  próximos de um carboneto primário em dissolução. Nas amostras envelhecidas por períodos mais longos, os precipitados  $\gamma'_{CG}$  formam filmes contínuos ao longo do contorno de grão. O filme contínuo de  $\gamma'_{CG}$  forma uma barreira entre os grãos e impede a movimentação de discordâncias com mais eficiência, facilitando a formação e propagação de trincas.
- A região interdendrítica é caracterizada pela alta concentração de carbonetos primários e estruturas eutéticas  $\gamma/\gamma'$ . A evolução desta região durante o envelhecimento é semelhante à do contorno de grão. A dissolução dos carbonetos MC próximos das estruturas eutéticas  $\gamma/\gamma'$  formam grandes regiões de fase  $\gamma'$ , facilitando a formação e propagação de trincas.

- A dureza das amostras mostrou uma redução considerável da amostra não envelhecida para a amostra envelhecida por 200h (redução de 75 HV10), mas entre as amostras envelhecidas a variação de dureza foi moderada. Os precipitados  $\gamma'$  secundários são dissolvidos durante as primeiras horas do envelhecimento artificial possivelmente causando a redução inicial da dureza, o restante da redução da dureza é menos expressiva e acontece em função do tamanho do precipitado.
- O envelhecimento resultou em reduções pequenas nos limites de resistência e de escoamento das amostras, mas causou uma redução significativa da ductilidade (deformação na ruptura) nos ensaios de tração a quente a 900°C.
- A variação de dureza (HV10) e dos limites de resistência à tração e de escoamento em função do tempo de envelhecimento não se mostrou um bom parâmetro para avaliação do estágio de degradação, devido a alteração pouco significativa. Em contrapartida, a variação de deformação (%) em função do tempo de envelhecimento obtida nos ensaios de tração a quente (900°C) se mostrou um possível parâmetro para tal avaliação. Uma vez obtidos ou criados padrões de ductilidade do material em função da vida do componente, seria possível estimar a vida residual de componentes envelhecidos com base na variação de ductilidade.
- O tempo necessário para atingir a tensão máxima em um ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) apresentou uma redução conforme o avanço do envelhecimento. Portanto, pode-se inferir que o envelhecimento causou uma redução na vida em fluência das amostras. Para formular uma metodologia que estime a vida residual de componentes envelhecidos com base em resultados de ensaios de tração a quente é necessário obter ou criar padrões que relacionem o tempo necessário para atingir a tensão máxima no ensaio de tração ( $t_{LRT}$ ) ao tempo de ruptura ( $t_r$ ) em um ensaio de fluência.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- No presente trabalho foi realizado um envelhecimento térmico na ausência de cargas externas. Sugere-se realizar envelhecimentos artificiais por ensaios de fluência que resultam em alterações microestruturais mais complexas e simulam condições mais próximas das condições de operação das pás de turbinas a gás.
- A significativa redução de dureza da amostra não envelhecida (0h) para a amostra envelhecida por 200h foi atribuída à dissolução dos precipitados  $\gamma'$  secundários. Indica-se estudar a influência dos  $\gamma'$  secundários nas propriedades mecânicas para determinar a real importância destes precipitados.
- Os resultados do presente estudo indicaram que padrões microestruturais e de ductilidade demonstraram potencial em estimar a vida residual de pás envelhecidas. Recomenda-se avaliar a construção destes padrões para auxiliar na determinação do momento correto para realização de tratamentos de rejuvenescimento.
- Sugere-se analisar as superfícies de fratura das amostras dos ensaios de tração a quente com o objetivo de determinar os mecanismos de fratura atuantes e complementar o entendimento das possíveis causas da redução de ductilidade observado nas amostras envelhecidas.

**REFERÊNCIAS**

AARONSON, H. I.; AARON, H. B.; KINSMAN, K. R. **Origins of microstructures resulting from precipitation.** *Metallography*, v. 4, n. 1, p. 1-42, 1971.

ARDELL, A. J. **Diffraction contrast at planar interfaces of large coherent precipitates.** *Philosophical Magazine*, v. 16, n. 139, p. 147-158, 1967.

ARDELL, A. J.; NICHOLSON, R. B. **The coarsening of  $\gamma'$  in Ni-Al alloys.** *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, v. 27, n. 11-12, p. 1793-1794, 1966.

ARDELL, A. J.; NICHOLSON, R. B. **On the modulated structure of aged Ni-Al alloys.** *Acta metallurgica*, v. 14, n. 10, p. 1295-1309, 1966.

BAGOT, Paul AJ et al. **An atom probe tomography study of site preference and partitioning in a nickel-based superalloy.** *Acta Materialia*, v. 125, p. 156-165, 2017.

BOYCE, Meherwan P. **Gas turbine engineering handbook.** Elsevier, 2011.

BUENO, Levi. **Creep Behaviour of 2.25 Cr-1Mo steel-An equivalence between hot tensile and creep testing data.** ECCC Creep Conference, 12-14 September 2005, London—Proc. Creep & Fracture in High Temperature Components—Design & Life Assessment Issues. 2005. p. 969-980.

CERVENKA, Michael. **The rolls-royce trent engine. Lecture note at University of Cambridge, 2000.**

CHENG, Tian-Le; WEN, You-Hai. **Phase-field model of precipitation processes with coherency loss.** *npj Computational Materials*, v. 7, n. 1, p. 1-11, 2021.

CHOI, Baig Gyu et al. **Eta phase formation during thermal exposure and its effect on mechanical properties in Ni-base superalloy GTD 111**. Superalloys 2004 (Tenth International Symposium). 2004. p. 163-171.

CHOI, Baig Gyu et al. **Temperature dependence of MC decomposition behavior in Ni-base superalloy GTD 111**. Materials Science and Engineering: A, v. 478, n. 1-2, p. 329-335, 2008.

CORTEZ, Pedro Manuel Araújo. **Estudo microestrutural da superliga de níquel GTD-111 durante o seu envelhecimento e após tratamentos térmicos de rejuvenescimento**. 2014. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil. 2014.

DADKHAH, Arman; KERMANPUR, Ahmad. **On the precipitation hardening of the directionally solidified GTD-111 Ni-base superalloy: Microstructures and mechanical properties**. Materials Science and Engineering: A, v. 685, p. 79-86, 2017.

DALEO, J. A.; WILSON, J. R.; **GTD-111 Alloy Material Study**. Journal of engineering for gas turbines and power. 1998, p. 375-382.

DONACHIE, Matthew J.; DONACHIE, Stephen J. **Superalloys: a technical guide**. ASM International, 2002.

DURAND-CHARRE, M. **The microstructure of superalloys**. The Netherlands: Gordon & Breach Science Publishers. Amsterdam, 1997.

FROST, H. J.; ASHBY, M. F. **Deformation-Mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics**. Cambridge: Pergamon Press, 1982.

FURILLO, F. T.; PURUSHOTHAMAN, S.; TIEN, J. K. **Understanding the Larson-Miller parameter**. Scripta Materialia. 1977, p. 493.

GOERLER, J. V. et al. **Topological phase inversion after long-term thermal exposure of nickel-base superalloys: Experiment and phase-field simulation**. Acta Materialia, v. 124, p. 151-158, 2017.

HUANG, Ming et al. **Misorientation related microstructure at the grain boundary in a nickel-based single crystal superalloy**. Materials Science and Engineering: A, v. 640, p. 394-401, 2015.

JAMES, A. **Review of rejuvenation process for nickel base superalloys**. Materials Science and Technology, v. 17, n. 5, p. 481-486, 2001.

JIANG, X. W. et al. **The effect of reheat treatment on microstructure and stress rupture property of a directionally solidified nickel-based superalloy after long-term thermal exposure**. Materials Science and Engineering: A, v. 694, p. 48-56, 2017.

JOSEPH, Ceena et al. **Precipitation of  $\gamma'$  during cooling of nickel-base superalloy Haynes 282**. Philosophical Magazine Letters, v. 101, n. 1, p. 30-39, 2021.

KAKEHI, Koji. **Effect of primary and secondary precipitates on creep strength of Ni-base superalloy single crystals**. Materials Science and Engineering: A, v. 278, n. 1-2, p. 135-141, 2000.

KAUR, Inderjeet et al. **Fundamentals of grain and interphase boundary diffusion**. John Wiley, 1995.

LEE, Jong K.; JOHNSON, William C. **Re-examination of the elastic strain energy of an incoherent ellipsoidal precipitate**. Acta Metallurgica, v. 26, n. 4, p. 541-545, 1978.

LI, Hongyu et al. **Coarsening behavior of  $\gamma'$  particles in a nickel-base superalloy**. Rare Metals, v. 28, n. 2, p. 197-201, 2009.

LUND, ALAN C.; VOORHEES, Peter W. **The effects of elastic stress on coarsening in the Ni-Al system**. Acta materialia, v. 50, n. 8, p. 2085-2098, 2002.

LVOV, E.; NORSWORTHY, D. **Influence of service-induced microstructural changes on the aging kinetics of rejuvenated Ni-based superalloy gas turbine blades.** Journal of materials engineering and performance, v. 10, n. 3, p. 299-312, 2001.

LVOVA, E. **A comparison of aging kinetics of new and rejuvenated conventionally cast GTD-111 gas turbine blades.** Journal of Materials Engineering and Performance, v. 16, n. 2, p. 254-264, 2007.

MERINI, André Lucas. **Estudo do envelhecimento e do tratamento térmico de rejuvenescimento da superliga GTD111.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Brasil. 2018.

MEYERS, Marc André; CHAWLA, Krishan Kumar. **Mechanical behavior of materials.** Cambridge University Press, 2008.

MUSHONGERA, Leslie T. **Strain-induced  $\gamma'$ -coarsening During Aging of Ni-base Superalloys Under Uniaxial Load: Modeling and Analysis.** 2016. Tese de Doutorado. Universität Bayreuth.

NABARRO, Frank Reginald Nunes. **The strains produced by precipitation in alloys.** Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, v. 175, n. 963, p. 519-538, 1940.

NATEGH, Said; SAJJADI, Seyed Abdolkarim. **Dislocation network formation during creep in Ni-base superalloy GTD-111.** Materials Science and Engineering: A, v. 339, n. 1-2, p. 103-108, 2003.

POPE, D. P.; EZZ, Salah S. **Mechanical properties of  $\text{Ni}_3\text{Al}$  and nickel-base alloys with high volume fraction of  $\gamma'$ .** International metals reviews, v. 29, n. 1, p. 136-167, 1984.

PORTER, David A.; EASTERLING, Kenneth E. **Phase transformations in metals and alloys.** CRC press, 2009.

PYCZAK, Florian; DEVRIENT, Bastian; MUGHRABI, Hael. **The effects of different alloying elements on the thermal expansion coefficients, lattice constants and misfit of nickel-based superalloys investigated by X-ray diffraction.** *Superalloys*, v. 2004, p. 827-836, 2004.

QU, Pengfei et al. **Precipitation behavior and chemical composition of secondary  $\gamma'$  precipitates in a Re-containing Ni-based single crystal superalloy.** *Intermetallics*, v. 119, p. 106725, 2020.

REED, Roger C. **The superalloys: fundamentals and applications.** Cambridge university press, 2006.

REED-HILL, Robert E.; ABBASCHIAN, Reza; ABBASCHIAN, Reza. **Physical metallurgy principles.** 1973.

REPPICH, Bernd. **Some new aspects concerning particle hardening mechanisms in  $\gamma'$  precipitating Ni-base alloys. Theoretical concept.** *Acta Metallurgica*, v. 30, n. 1, p. 87-94, 1982.

SAJJADI, Seyed Abdolkarim et al. **Tensile deformation mechanisms at different temperatures in the Ni-base superalloy GTD-111.** *Journal of materials processing technology*, v. 155, p. 1900-1904, 2004.

SALEHI, Rasoul; SAMADI, Ahad; SAVADKOOHI, M. Kh. **Influence of etchants on quantitative/qualitative evaluations of the  $\gamma'$  precipitates in a nickel-base superalloy.** *Metallography, Microstructure, and Analysis*, v. 1, n. 6, p. 290-296, 2012.

SARAVANAMUTTOO, Herbert IH; ROGERS, Gordon Frederick Crichton; COHEN, Henry. **Gas turbine theory.** Pearson Education, 2001.

SHENOY, M. M. et al. **Thermomechanical fatigue behavior of a directionally solidified Ni-base superalloy.** *Journal of engineering materials and technology*, v. 127, n. 3, p. 325-336, 2005.

SINGH, A. K.; LOUAT, N.; SADANANDA, K. **Dislocation network formation and coherency loss around gamma-prime precipitates in a nickel-base superalloy.** Metallurgical Transactions A, v. 19, n. 12, p. 2965-2973, 1988.

TURAZI, Almir. **Metodologia de avaliação de grau de degradação e rejuvenescimento de superligas à base de níquel.** 2014. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina. 2014.

WANG, Qing et al. **Coherent precipitation and strengthening in compositionally complex alloys: a review.** Entropy, v. 20, n. 11, p. 878, 2018.

WANGYAO, Panyawat et al. **The relationship between reheat-treatment and hardness behaviour of cast nickel superalloy, GTD-111.** Journal of Metals, Materials and Minerals, v. 16, n. 1, 2006.

WEATHERLY, G. C.; NICHOLSON, R. B. **An electron microscope investigation of the interfacial structure of semi-coherent precipitates.** The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics, v. 17, n. 148, p. 801-831, 1968.

WEN, Hongyuan et al. **Preferential growth of coherent precipitates at grain boundary.** Materials Letters, v. 261, p. 126984, 2020.

WITTENZELLNER, Tobias et al. **Microstructural Investigations of Ni-Based Superalloys by Directional Solidification Quenching Technique.** Materials, v. 13, n. 19, p. 4265, 2020.

YANG, Wenchao et al. **The Element Segregation Between  $\gamma/\gamma'$  Phases in a Ni-Based Single Crystal Superalloy Studied by 3D-APT and Its Potential Impact on Local Interfacial Misfit Strain.** Metals and Materials International, p. 1-5, 2019.