Autarquia associada à Universidade de São Paulo

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

**EFEITO DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO
INCONEL 625 EM TEMPERATURAS ELEVADAS**

MAURO MACHADO DE OLIVEIRA

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:

Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

SÃO PAULO

2017

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de pesquisa, desenvolvimento e ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP 05508-000
Fone/Fax (0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**EFEITO DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO
INCONEL 625 EM TEMPERATURAS ELEVADAS**

MAURO MACHADO DE OLIVEIRA

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:

Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

SÃO PAULO

2017

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

OLIVEIRA, Mauro Machado de. *EFEITO DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO INCONEL 625 EM TEMPERATURAS ELEVADAS*. CCTM. 2017. 118 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br>>. Acesso em: 10. fev. 2018.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Autor: **MAURO MACHADO DE OLIVEIRA**

Título: **EFEITO DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO INCONEL 625 EM TEMPERATURAS ELEVADAS**

**Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Doutor em Ciências**

Data

Banca Examinadora

Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

Instituição: IPEN _____ Julgamento: _____

Prof. Dr. Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof. Dr. Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof. Dr. Instituição: _____ Julgamento: _____

Prof. Dr. Instituição: _____ Julgamento: _____

DEDICATÓRIA

Aos meus pais (in memoriam) Antônio e Atília, dos quais sou parte.

À minha esposa Eliana, parte a parte comigo.

Ao meu filho Lucas Mikael parte de nós.

Mauro Machado de Oliveira

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. Antonio Augusto Couto.

À prof^a. Dr^a. Danieli Aparecida Pereira Reis, a UNIFESP, ao ITA e aos pesquisadores do grupo de estudos em fluência, prof^a. Dr^a. Susana Zepka, Fabrícia Assis Resende, Tarcila Sugahara, Felipe Rocha Caliarí e Vinícius Eras Fonseca, pelo empenho e ajuda inestimáveis nos ensaios.

A empresa Isoflama Ind. e Com. de Equipamentos Ltda e ao seu diretor técnico e comercial Me. João Carmo Vendramim, pela nitretação dos CP.

Ao Prof. Dr. Jan Vatauvuk e o técnico Rogério Lopes da Universidade Presbiteriana Mackenzie pelas micrografias MEV e auxílio na interpretação.

Ao prof. Dr. Renato Baldan do Campus Experimental de Itapeva, Univ. Estadual Paulista – UNESP.

Ao aluno de Engenharia de Materiais da Universidade Mackenzie, Douglas F. A. Ferreira e as alunas de iniciação científica Mayara Araújo, Bruna de Souza, Beatriz Severino, Mariana F. G. da Silva e Gleise de L. Xavier.

A todos os funcionários dos laboratórios do IPEN/USP Mariano Castagnet e Dileusa Alves da Silva Galissi pelo apoio nos laboratórios de ensaios e microscopia ótica e ao Dr. Nelson Batista de Lima e Dr. Rene Ramos de Oliveira do IPEN pelas análises de Difractometria de Raios-X e ao Nildemar Aparecido Messias Ferreira do “Laboratório de Microscopia e Microanálise do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN/CNEN”.

Ao Sr. José Edson Bernini da Atuativa e ao Sr. Aldeci Santos da Sandvik Coromant por gentilmente cederem pastilhas de usinagem e acompanhar o uso.

Aos professores do IFSP, Aumir Antunes e Gustavo Takehara, pela usinagem de parte dos corpos de prova.

EPÍGRAFE

“Tudo vale à pena quando a alma não é pequena”
Fernando Pessoa

RESUMO

OLIVEIRA, Mauro Machado de. ***Efeito da nitretação a plasma no comportamento mecânico do Inconel 625 em temperaturas elevadas***. 2017. 141 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

As superligas a base de níquel apresentam limitações para uso em temperaturas acima de 600 °C. Por este motivo, os revestimentos protetivos podem ser usados como barreiras para evitar a propagação de nucleação e fissuras. O presente trabalho tem por objetivo avaliar as propriedades mecânicas em altas temperaturas de amostras nitretadas por plasma da superliga INCONEL 625 foram realizados ensaios de tração e fluência em amostras com e sem tratamento. Nos ensaios de tração, nas temperaturas de 200 a 700 °C, o material apresentou uma oscilação nos valores de tensão a partir do início da deformação plástica. Este comportamento da curva tensão-deformação serrilhada pode estar associado com a difusão de um soluto intersticial ou pela difusão de átomos substitucionais ou pelo envelhecimento da deformação dinâmica (DSA). Em 600 °C, o aumento da taxa de deformação promoveu um aumento da amplitude e da frequência de oscilação da tensão. Sob níveis de tensões intermediários ou elevados o mecanismo de fluência dominante da liga Inconel 625 foi por escorregamento de discordâncias mostrando-se semelhante ao de muitos metais puros e ligas de soluções sólidas.

Palavras-chave: Inconel 625; fluência; nitretação a plasma; superligas; propriedades mecânicas

ABSTRACT

OLIVEIRA, Mauro Machado de. ***High Temperature Mechanical Behavior Of Plasma-Nitrided Inconel 625 Superalloy***. 2017. 141 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP. São Paulo.

Nickel-based superalloys have limitations for use at temperatures above 600 °C. For this reason, protective coatings can be used as barriers to avoid both nucleation and crack propagation. Thus, to evaluate the mechanical properties at high temperatures of plasma nitrided samples of the INCONEL 625 superalloy, tensile and creep tests were performed on samples with and without treatment. In the tensile tests at temperatures of 200 to 700 °C the material showed an oscillation in the tension values from the beginning of the plastic deformation. This behavior of the serrated strain-strain curve may be associated with the diffusion of an interstitial solute or by the diffusion of substitutional atoms or by dynamic strain aging effect. At 600 °C, the increase in strain rate promoted an increase of the amplitude and oscillation frequency of the stress. Under levels of intermediate of elevated stresses, the dominant creep mechanism of the Inconel 625 alloy was like that of many pure metals and alloys of solid solutions which is by slippage of dislocations.

Keywords: Inconel 625; creep; plasma-nitriding, superalloys, mechanical properties

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química da liga Inconel 625.....	20
Tabela 2 – Estudos realizados com Inconel na literatura	26
Tabela 3 – Determinação do mecanismo de fluência dominante através dos valores dos parâmetros n e Q_c	44
Tabela 4 – Composição química da liga Inconel 625, sem tratamento	50
Tabela 5 – Dureza e microestrutura Inconel 625, como recebido	61
Tabela 6 – Propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração do Inconel 625 entre a temperatura ambiente até 1000 °C.	63
Tabela 7 – Dados de fluência, Inconel 625, com e sem nitretação	79
Tabela 8 – Simulação termodinâmica, Inconel 625 (% fase)	92
Tabela 9 – Micrografias MEV tração	93

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Evolução dos materiais de engenharia	16
Figura 2 – Inconel desenvolvido como um material “secreto”	21
Figura 3 – Curvas TTT da liga Inconel 625, formação de carbonetos e/ou fases	24
Figura 4 – Propriedades Inconel 625 (resistência, escoamento e alongamento)	25
Figura 5 – Raio X camada nitretada	27
Figura 6 – Variação da espessura de camada em função da temperatura	28
Figura 7 – Gráfico espessura da camada em função do tempo e temperatura	28
Figura 8 – Serrilhado no Inconel 617	31
Figura 9 – Presença da região serrilhada	32
Figura 10 – Tipos de serrilhado	32
Figura 11 – Esquema de um ensaio de fluência típico	38
Figura 12 – Curva típica de fluência, tensão cte e temperatura elevada cte	39
Figura 13 – Dependência da taxa de fluência estacionária com a temperatura	43
Figura 14 – Etapas realizadas para elaboração da parte experimental	51
Figura 15 – Fotografia do corpo de prova do ensaio de tração	52
Figura 16 – Configuração do corpo-de-prova utilizado nos ensaios de fluência	52
Figura 17 – CP de fluência, abas para fixar extensômetro	53
Figura 18 – Esquema do processo de nitretação por plasma pulsado	54
Figura 19 – Nitretação a plasma, desenho esquemático	55
Figura 20 – Equipamento da Isoflama para nitretação a plasma	56
Figura 21 – CP nitretado (superfície acinzentada e opaca) para fluência	56
Figura 22 – Ensaio de tração à quente sendo realizado	57
Figura 23 – Forno utilizado no ensaio de fluência	59
Figura 24 – Micrografia Inconel 625, como recebido	61
Figura 25 – Camada Nitretada	62
Figura 26 – Escoamento, Resistência e Alongamento INCONEL 625, sem tratamento	64
Figura 27 – Tensão-deformação Inconel 625 sem tratamento, 23 °C a 1000 °C	65
Figura 28 – Tensão-deformação Inconel 625 nitretado de 600 °C a 1000 °C	66
Figura 29 – Tração, temperatura ambiente (23 °C), sem tratamento	67
Figura 30 – Tração a 200 °C, sem tratamento	67
Figura 31 – Tração a 400 °C, sem tratamento	68

Figura 32 – Tração a 500 °C, sem tratamento	68
Figura 33 – Comparativo tração a 600 °C, nitretado e sem tratamento	69
Figura 34 – Comparativo tração a 700 °C, nitretado e sem tratamento	69
Figura 35 – Comparativo tração a 800 °C, nitretado e sem tratamento	70
Figura 36 – Comparativo tração a 900 °C, nitretado e sem tratamento	70
Figura 37 – Comparativo tração a 1000 °C, nitretado e sem tratamento	71
Figura 38 – Classificação dos serrilhados das curvas tensão-deformação.....	72
Figura 39 – Detalhe do Serrilhado, Inconel 625 sem tratamento, 23 °C, 200 °C, 300 °C e 500 °C	74
Figura 40 – Serrilhado, sob taxas de deformação de 2×10^{-4} , 2×10^{-3} e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, Inconel 625 a 600°C sem tratamento.....	75
Figura 41 – Limite de Resistência, Inconel 625, com e sem nitretação	76
Figura 42 – Escoamento ($\sigma_{0,2\%}$), Inconel 625, com e sem nitretação	77
Figura 43 – Alongamento, Inconel 625, com e sem nitretação	77
Figura 44 – Fluência a 600°C e 500 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação.....	80
Figura 45 – Fluência a 650 °C e 500 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação....	81
Figura 46 – Fluência a 650 °C e 550 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação....	81
Figura 47 – Fluência a 650 °C e 600 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação....	82
Figura 48 – Dependência do tempo de fluência primária com a tensão aplicada, Inconel 625 a 650°C, com e sem nitretação	83
Figura 49 – Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada, Inconel 625 a 650 °C, com e sem nitretação	84
Figura 50 – Diagrama para a determinação da energia de ativação, Inconel 625 a 500 MPa, com e sem nitretação.....	85
Figura 51 – Difratoograma do Inconel 625 como recebido	87
Figura 52 – Difratoograma Inconel 625 nitretado	88
Figura 53 – Detalhe da difratograma, plano (111).....	89
Figura 54 – Expansão da rede cristalina, plano (200), em A pelo nitrogênio	90
Figura 55 – Expansão do reticulado cristalino, em A, e efeito do CrN, em B	91
Figura 56 – Região da amostra: borda central à fratura.....	94
Figura 57 – Fraturas no Inconel 625, tração a 500 (a) e a 800 °C (b).....	95
Figura 58 – (a) Micrografia (MEV) do Inconel 625 ensaiado a 500 °C (região próxima à fratura), em destaques, a região analisada por EDS e o grão fraturado;	

(b) Espectro de EDS sobre a região material pontual, tomado sobre o precipitado, mostrando os elementos típicos presentes.....	96
Figura 59 – (a) Detalhe da seção longitudinal da região da fratura do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 500 °C. (b) Superfície de fratura desse corpo de prova com a seta indicando um trincamento intergranular.	97
Figura 60 – Análise micrográfica, Inconel 625, tração a 900 °C (a) Micrografia ...	98
Figura 61 – Região próxima a fratura, Inconel 625, tração a 600 °C (a) e a 700 °C (b). As setas indicam a direção do ensaio de tração.....	99
Figura 62 – (a) Superfície de fratura típica do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 700 °C evidenciando linhas de escorregamento. (b) Seção longitudinal da região da fratura do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 700 °C, mostrando linhas de escorregamento no interior dos grãos.....	99
Figura 63 – Micrografias (MEV) a 800 °C; as setas e as elipses indicam “slip lines” e trincas nas “slip lines”. Aparecem também carbonetos em contorno de grão..	100
Figura 64 – (a) micrografias a 500 °C e ampliação de 1500 X à 1 mm da região da fratura; (b) 500 °C 1500 X 3 mm e (c) em 500 °C 1500 X 6 mm; (as setas indicam algumas das microcavidades, em contorno de grão).....	103
Figura 65 – presença de carbonetos em contorno de grãos.....	104
Figura 66 – Superfície de fratura, Inconel 625, tração a 700 °C, fratura transgranular com alvéolos rasos de cisalhamento.	105
Figura 67 – Seção longitudinal da região da fratura, Inconel 625, tração a 800 °C, presença de grãos equiaxiais.....	105
Figura 68 – Análise fractográfica, Inconel 625, tração a 600 °C, “dimples” (a) Aspecto geral da superfície de fratura (b) Micrografia ampliação de 1500 X (c) Micrografia ampliação de 3000 X.....	106
Figura 69 – MEV; fluência 700 °C; 500 MPa; 80 X (a) Nitretado (b) ST.....	108
Figura 70 – MEV; fluência 700 °C; 500 MPa; 1500 X (a) Nitretado (b) ST.....	108
Figura 71 – Fractografias MEV fluência a 700 °C e 500 MPa (a) Nitretado, 4000 X (b) ST, 5000 X.....	108

LISTA DE SÍMBOLOS

σ_{esc}	Tensão Limite de Escoamento
$\sigma_{0,2\%}$	Tensão de Escoamento Especificado a 0,2% de Def. Plástica
σ_M	Tensão Limite de Resistência
σ_F	Tensão de Fratura
L_u	Comprimento Final
L_0	Comprimento Inicial
A_p	Alongamento
$^{\circ}C$	Graus Celsius
Q	Carga ou Força
S_0	Área
ε	Deformação Linear Média
ΔL	Variação de Comprimento
mm	Milímetros
B ou (A)	Constante característica do material;
n	Expoente de tensão
B_0	Fator dependente da tensão e da estrutura do material
Q_c	Energia de ativação para fluência
$\dot{\varepsilon}_S$	Taxa de fluência
$\dot{\varepsilon}_{min}$	Taxa mínima ou de estado estacionário fluência
σ_a	Tensão aplicada
E	Módulo de elasticidade
Q_{app}	Energia de ativação
R	Constante dos gases
T	Temperatura absoluta
σ_{th}	Tensão resistente

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	Objetivos	19
1.1.1	Justificativa	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1	Nitretação a plasma	36
2.2	Fluência	37
2.3	Mecanismos de deformação por fluência	40
2.3.1	Fluência por difusão	45
2.3.2	Fluência por escorregamento e escalagem das discordâncias	47
2.3.3	Fluência por escorregamento de contorno de grão	48
3	MATERIAIS E MÉTODOS	50
3.1	Confecção dos corpos de prova	51
3.2	Nitretação por plasma	53
3.3	Ensaio de tração	57
3.4	Ensaio de fluência.....	58
3.5	Caracterização do material	59
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
4.1	Ensaio de tração realizados	62
4.2	Ensaio de fluência realizados	78
4.3	Cálculo dos expoentes de tensão e da energia de ativação	83
4.4	Difração de Raios X	87
4.5	Simulações em JMATPRO®	91
4.6	Análise micrográfica dos corpos de prova ensaiados	92
5	CONCLUSÕES	109
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	111
7	REFERÊNCIAS.....	112

1 INTRODUÇÃO

Com demandas de produtos crescentes e escassez de recursos o avanço da pesquisa científica para obtenção de novas ligas e, principalmente, para a reavaliação de ligas comerciais já existentes com comportamento adequado em temperaturas elevadas em ambientes agressivos, a aquisição de dados em condições de maior severidade se faz necessária. Na seleção dos materiais para uso em altas temperaturas de serviço, muitos fatores devem ser considerados. Incluem-se, neste caso, custo do material, facilidade de manufatura dos componentes, resistência ao ataque do meio em condições normais de operação e capacidade de resistir às distorções ou ruptura durante o serviço (EVANS e WILSHIRE, 1993).

Na Figura 1 tem-se a evolução dos materiais de engenharia ao longo do tempo. No gráfico as projeções para 2020 dependem de estimativas de utilização de materiais fornecidas por fabricantes. A escala temporal não é linear. A taxa de mudança é mais rápida hoje do que em qualquer outra época (ASHBY, 2012).

As características desejáveis para um material de alta temperatura é a capacidade de suportar cargas a uma temperatura de operação perto do seu ponto de fusão. Entenda-se que alta temperatura pode ser definida como a partir de $0,4 T_f$, em que T_f é o ponto de fusão absoluto (K). Esta temperatura é significativa porque, a partir de $0,4T_f$, os rearranjos atômicos na rede cristalina podem ocorrer por difusão. A temperatura de operação pode ser indicada por T_{oper} e o ponto de fusão por T_f , um critério baseado na temperatura T homóloga definida como a relação T_{oper} / T_f ; esta deve ser maior do que 0,6 (REED, 2006).

Na avaliação da resistência de materiais para a deformação e a ruptura, e vida útil, sob carregamento em altas temperaturas, deve ser dada particular atenção ao fenômeno de fluência (EVANS e WILSHIRE, 1993). A fluência deve ser considerada como propriedade primordial quando se pensa na determinação de propriedades relacionadas a carregamento mecânico a alta temperatura.

O comportamento dos metais em alta temperatura está intimamente relacionado com a presença de imperfeições cristalinas, devido à maior mobilidade atômica, e conseqüentemente aos processos que envolvem o fenômeno da difusão (BARBOZA, 2001). A temperatura elevada aumenta a capacidade de movimentação de discordâncias e podem ativar outros mecanismos responsáveis pelo processo de deformação. As condições ambientais, como meios agressivos, exercem uma forte influência na grande maioria das ligas, principalmente quando conjugadas com processos que envolvem a instabilidade metalúrgica, conduzindo um componente estrutural a uma possível falha prematura (BARBOZA, 2001), (REIS, 2005).

Certas classes de materiais possuem uma capacidade de manter as suas propriedades a temperaturas elevadas, como é o caso das superligas. Superligas

utilizadas em altas temperaturas são ligas refratárias à base de níquel, níquel-ferro, ou cobalto que apresentam uma combinação de resistência mecânica e resistência ao meio (ASM, 1990).

O níquel (Ni) é um elemento de transição que possui uma série de características únicas que o tornam adequado para fabricar ligas resistentes à corrosão em alta temperatura. As ligas de níquel possuem uma matriz austenítica CFC, mais uma grande variedade de fases secundárias cuja natureza depende dos elementos de liga. Uma característica notável das ligas à base de níquel é a sua utilização em aplicações de transporte de carga a temperaturas que excedem mais 80% das suas temperaturas de fusão, fração essa que é mais elevada do que para qualquer outra classe de ligas de engenharia (ASM, 1990), dessa forma, para essas ligas sua temperatura de utilização chega a 0,8 da temperatura de fusão.

As ligas de níquel são materiais que podem ser utilizados em uma ampla gama de aplicações em que é necessária boa resistência mecânica à alta temperatura, alta ductilidade e tenacidade em baixas temperaturas, alta resistência à corrosão e oxidação e outras propriedades, dependendo da aplicação. Existem dois importantes tipos de ligas base em Ni: (i) ligas endurecidas por precipitação (EPP) e (ii) ligas endurecidas por solução sólida (ESS) (RODRIGUEZ FERNANDEZ, 2013).

A família de ligas Ni-Cr-Mo (níquel, cromo e molibdênio) endurecidas por solução sólida (ESS), são utilizadas em aplicações que requerem uma combinação de uma boa resistência mecânica e excelente resistência à corrosão em temperaturas até 1200 °C. Um dos tipos mais importante de ligas ESS do

sistema Ni-Cr-Mo é a liga 625, cuja composição química base é Ni-22Cr-9Mo (%p).

Altas resistências à tração, fluência, e tensão de ruptura; excelente resistência à fadiga; resistência à oxidação; e excelente soldabilidade são as propriedades de liga Inconel 625 que a tornam mais interessante para o campo aeroespacial. Está sendo utilizada em aplicações tais como turbinas de aeronaves, sistemas de exaustão de motor, sistemas de propulsão-reversor estruturas em favo soldadas, combustível e tubos de linha hidráulica, anéis de turbina e tubos de permutador de calor em sistemas de controle ambiental. É também adequado para camisas de combustão, selos de turbina, palhetas do compressor, e câmara de empuxo para foguete (ASM, 1992).

No campo nuclear, a liga Inconel 625 pode ser usada para os componentes de reatores nucleares e barras de controle em reatores de água. O material é selecionado por causa da sua elevada resistência, resistência à corrosão e excelente uniformidade, resistência a fissuras por tensões e excelente resistência por pite de 260-315 °C água. Desenvolvido para o serviço a temperaturas abaixo de 700 °C (SHANKAR et al, 2001). Entretanto a liga 625 também está sendo considerada em projetos de reatores avançados devido à sua tensão admissível, a temperaturas elevadas, especialmente entre 650-760 °C. A liga é utilizada em uma ampla faixa de temperaturas desde valores negativos (para meios criogênicos) até 980 °C (SPECIALMETALS, 2015); (SILVA et al, 2012).

1.1 Objetivos

O objetivo geral do doutorado é estudar as propriedades mecânicas em temperaturas elevadas da liga Inconel 625 nitretada por plasma.

1.1.1 Justificativa

Quanto ao efeito da nitretação por plasma desta liga de Inconel 625 nas propriedades mecânicas em fluência, não há estudos específicos na literatura e esta é a contribuição inédita deste doutorado.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O desenvolvimento da liga INCONEL 625 (UNS N06625) ocorreu na década de 1950 para atender a demanda então percebida por um material de alta resistência para uso principal em tubulação de vapor (REIS, 2015). A composição da liga 625 está listada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química da liga Inconel 625

Elemento Químico	Níquel (min.)	Cromo	Carbono (máx.)	Ferro (máx.)	Molibdênio	Nb	Manganês (máx.)	Silício (máx.)
%	58	20 -23	0,10	5	8 – 10	3,15 - 4,15	0,5	0,5

Fonte: Special Metals, (2015).

A liga de Níquel-Cromo-Molibdênio INCONEL® 625 é uma marca registrada da Special Metals Corporation e suas subsidiárias. A liga recebe comercialmente vários nomes, sendo os mais comuns Inconel 625, Alloy 625, Nickel 625, Chornin 625, Altemp 625, Nickelvac 625 e Haynes 625. A designação da liga, conforme o Unified Numbering System (Sistema de Numeração Unificado) é UNS N06625, conforme norma W.Nr. 2.4856. Neste trabalho, a liga INCONEL® 625 será referenciada como Inconel 625. A liga Inconel 625 é utilizada para aplicações que requerem alta resistência à corrosão e elevada resistência mecânica sem tratamento térmico. Esta liga apresenta excelente versatilidade de fabricação, sendo uma opção interessante para revestimentos superficiais de componentes de equipamentos sujeitos à corrosão em meio aquoso salino, como

é o caso dos componentes para extração de petróleo offshore. (SPECIALMETALS, 2015) (SILVA, AFONSO, *et al.*, 2012).

O material foi originalmente desenvolvido pelas ligas INCO, Figura 2, (SPECIALMETALS, 2015), (WEIR, DOUGLAS e MANLY, 1957), (EISELSTEIN e TILLACK, 1991) como um material reforçado por solução sólida. Elementos como alumínio e titânio que são conhecidos por causar envelhecimento em ligas a base de níquel através da precipitação de fase γ (gama - austenita) consistente da composição $Ni_3(Al, Ti)$, suas porcentagens em peso, foram mantidas baixas com a intenção de produzir um material com boa estabilidade térmica e fortalecimento da solução sólida (MATHEW, *et al*, 2007).

Figura 2 – Inconel desenvolvido como um material “secreto”

Fonte: (WEIR, DOUGLAS e MANLY, 1957)

A liga 625 é endurecida pela adição de elementos de liga substitucionais como Mo, Fe e Nb em uma matriz de níquel-cromo, o Nb é adicionado principalmente como formador de carbonetos. Estes elementos são eficazes

como endurecedores quando em solução sólida, se não excederem o limite de solubilidade da fase austenítica rica em Ni. Os elementos Nb e Ti são formadores de carbonetos MC, já os carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ são formados a partir de Cr e Mo. O Cr também estabiliza o carboneto M_7C_3 , enquanto o Mo promove a formação do carboneto M_6C . Na maioria das condições de processamento, os carbonetos MC e $M_{23}C_6$ são comumente encontrados na liga 625. (RODRIGUEZ FERNANDEZ, 2013).

Essas propriedades são derivadas das adições de 8-10% em peso de molibdênio, 3.15-4.15% em peso de nióbio e até 5% em peso de ferro para a liga base. Este material encontrou amplas aplicações nas indústrias aeroespacial e química (THOMAS CHARLES, 1994). É também um candidato como material para recuperadores em microturbinas avançadas que operarão a altas temperaturas e elevadas tensões a fim de atingir mais de 40% de eficiência térmica (EVANS et al, 2005). A liga resiste a uma ampla gama de ambientes severamente corrosivos. Usada no processamento químico, engenharia aeroespacial e ambiente marinho, equipamentos de controle da poluição e reatores nucleares (REED, 2006).

A excelente resistência à corrosão da liga Inconel 625 em uma variada gama de temperaturas e pressões é a principal razão para a sua ampla utilização na indústria química. A elevada resistência mecânica permite que seja aplicada, por exemplo, em recipientes com paredes mais finas ou tubos onde seja possível o revestimento com outros materiais, melhorando assim a transferência de calor e reduzindo o peso. Estas ligas também podem estar presentes em algumas aplicações que requerem a combinação de resistência à tração e resistência à corrosão, como: na fabricação de tubos, vasos de reação, colunas de destilação,

trocadores de calor, tubulações de transferência e válvulas (SPECIALMETALS, 2015). No sistema de liga Níquel-Cromo-Molibdênio (NiCrMo), a liga de Níquel, Inconel 625, recebe Nióbio, um endurecedor por solução sólida, que em conjunto com o Molibdênio, proporcionam elevada resistência sem a necessidade de tratamento térmico, podendo ainda induzir à formação de carbonetos. Mais alto teor de Nióbio também pode levar à formação de precipitados γ'' (Ni_3Nb) com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) ou Ni_3Nb com estrutura cristalina ortorrômbica, durante um tratamento térmico de envelhecimento, antes de ser exposta a alta temperatura (ASM, 1992); (REED, 2006). Precipitação de fase intermetálica γ'' tetragonal pode proporcionar um aumento significativo da resistência do material, enquanto a fase com estrutura ortorrômbica do Ni_3Nb induz a uma diminuição da dureza. Cromo maior que 15% (% em peso) é adicionado à liga de Níquel para elevar a resistência à oxidação e carburização para temperaturas superiores a 760 °C (ASM, 1992).

Na Figura 3 são apresentadas as curvas TTT da liga Inconel 625 mostrando a formação de carbonetos e/ou fases (FARINA, 2014), em função da maior ou menor temperatura ou conforme a duração do tratamento em determinada temperatura evidenciando em cada etapa a formação de determinado, ou determinados elementos.

Figura 3 – Curvas TTT da liga Inconel 625, formação de carbonetos e/ou fases

Fonte: adaptado de FARINA (FARINA, 2014)

A Figura 4 em SPECIALMETALS (2015) mostra o comportamento mecânico previsto sob ação da temperatura. A partir de sua avaliação, é possível denotar certa estabilidade em suas propriedades mecânicas em uma grande faixa de temperatura. Observa-se que por volta dos 600 °C ocorrem alterações nas três propriedades avaliadas. Na tensão limite de resistência, que se mantinha praticamente constante desde a temperatura ambiente, sofre grande diminuição depois dessa temperatura. Assim, como também na tensão limite de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$), ocorre fato similar diminuindo drasticamente a tensão que vinha se mantendo constante entre 400 e 500 MPa. No alongamento ocorre algo parecido em que o alongamento vinha se mantendo constante por volta de 50%, embora oscilando um pouco, mas depois há um rápido aumento da sua deformação.

Figura 4 – Propriedades Inconel 625 (resistência, escoamento e alongamento)
Temperatura, °C

Fonte: adaptado de Special Metals (SPECIALMETALS, 2015)

As superligas à base de níquel se dividem em quatro famílias: níquel comercialmente puro; ligas binárias, tais como Ni-Cu e Ni-Mo; ligas ternárias, tais como, Ni-Cr-Fe e Ni-Cr-Mo; ligas complexas, como Ni-Cr-Fe-Mo-Cu (com a possibilidade de outros elementos adicionais); e as superligas. As ligas são melhores reconhecidas pelos seus nomes comerciais, tais como Monel, Hastelloy, Inconel, Incoloy, etc (ZAVAGLIA e GALDINO, 2004).

O Inconel, submetido a modificações superficiais, visando uma melhoria das propriedades, tem sido bem estudado na literatura (Tabela 2).

Tabela 2 – Estudos realizados com Inconel na literatura

Tipo de estudos	Trabalhos
Inconel 718	(GUO Q. et al 2011); (GUO S., 2011); (SOUZA e VASCONCELLOS NETO, 2010); (SILVA <i>et al.</i> , 2012); (PFINGSTAG, 2006); (SUGAHARA, 2011); (ASSIS RESENDE GONÇALVES, 2015).
Deformação à quente com Inconel e outras ligas	(WANG et al, 2007); (WANG et al, 2008); (WANG <i>et al.</i> , 2008); (SINGH e MELETIS, 2006); (AW et al 1997); (SUN, 2003); (LEROY et al, 2001); (MELETIS, 2002); (CZERWIEC 1998); (GILL <i>et al.</i> , 2013); (PEDRAZA <i>et al.</i> , 2004)
Com a liga 625	(FERREIRA, 2015); (RODRIGUEZ FERNANDEZ, 2013); (MATHEW et al, 2007); (BOROWSKI et al, 2009); (MITTRA et al, 2003); (SHANKAR, et al, 2001); (DINDAA et al, 2009); (AHMADA, et al, 2007); (DAYONG et al, 2008); (LI et al, 2011); (GUO Q., et al, 2011); (GUO S., 2012); (SOUZA & VASCONCELLOS NETO, 2010); (SILVA <i>et al.</i> , 2012); (PFINGSTAG, 2006)
Deformação à quente liga 625	(DINDAA et al, 2009); (AHMADA et al, 2007); (DAYONG et al, 2008); (LI et al, 2011); (GUO Q. et al, 2011); (GUO S., 2012)
Nitretação a plasma Inconel 625	(BOROWSKI, et al, 2009) (OLIVEIRA et al, 2017)
Inconel 625 e fluência	(MATHEW et al, 2007), (SHANKAR et al 2001), (SHANKAR et al, 2004), (EVANS, MAZIASZ e SHINGLEDECKER, 2005)

Fonte: autor da tese.

No caso da nitretação a plasma, visto em Borowski (BOROWSKI, et al, 2009) é realizado um “sputtering” no qual as amostras são submetidas a pulverização catódica conduzida (cathode sputtering conducted) em uma mistura de hidrogênio e argônio (Ar:H₂ – 5:1) a uma pressão de 1 mbar durante 1 h. Com objetivo de ativação da camada superficial da liga de Inconel 625, aumentando sua rugosidade (na escala nanométrica) e limpando sua superfície e zona próxima, resultando na ativação da quimissorção das partículas de nitrogênio

ativo presentes no plasma de baixa temperatura gerada sob condições de descarga de brilho, e melhoria dos processos de difusão que ocorrem ali. O resultado obtido nesse trabalho pode ser visto na Figura 5 onde aparece o gráfico dos raios-X obtido do material nitretado.

Para um estudo realizado com o Inconel 600 em Sun (SUN, 2003), demonstrou-se que o efeito máximo obtido pela nitretação a plasma, ou seja, a profundidade máxima de camada, em termos da espessura, ocorre a temperatura de 450 °C para a liga investigada, como pode ser observado na Figura 6. Há uma faixa de temperaturas ideal para o aumento da espessura da camada nitretada, em que se passando dessa faixa, um aumento da temperatura resulta em um decréscimo da espessura da camada. O crescimento da camada de nitreto varia com a raiz quadrada do tempo seguido de dois regimes lineares, ou seja, um regime inicial de crescimento rápido e, em seguida, um regime de crescimento lento. O tempo crítico para a transição do regime de crescimento rápido ao regime de crescimento lento diminuiu com o aumento da temperatura, de tal modo que para tempos prolongados de nitretação uma camada mais fina foi produzida a temperaturas elevadas do que a baixas temperaturas, Figura 7. Em conjunto com

a análise estrutural e composicional, foram analisadas as razões para tal anormalidade na cinética de nitretação. Verificou-se que a redução na taxa de crescimento da camada no regime de crescimento lento foi associada com a formação de uma “casca” externa no topo da camada de nitreto, o que impediu a transferência de nitrogênio a partir do plasma para a camada nitretada.

Figura 6 – Variação da espessura de camada em função da temperatura

Fonte: adaptado de (SUN, 2003)

Figura 7 – Gráfico espessura da camada em função do tempo e temperatura

Fonte: adaptado de (SUN, 2003).

Esse fenômeno também foi observado por Singh (SINGH e MELETIS, 2006), em que a nitretação em ligas contendo Cr, acima de 500 °C, produz CrN indesejável que degrada a resistência à corrosão. Além disso, a nitretação convencional a plasma é caracterizada por íons de baixa energia e neutros

bombardeando a peça de trabalho e tem limitações inerentes na nitretação de sistemas efetivamente "difíceis", como austeníticos, aços inoxidáveis, ligas à base de Ti, ligas à base de Al e superligas à base de Ni. Como resultado, da baixa temperatura do plasma na nitretação assistida surgiram alternativas como a pulsada direta atual e o processamento assistido por plasma intensificado (IPAP).

A maioria dos estudos anteriores havia sido conduzida a temperaturas acima de 500 °C. Isto, provavelmente, devido à incapacidade da nitretação a plasma tradicional ser eficaz a temperaturas mais baixas.

Leroy (LEROY et al, 2001) trabalha com o Inconel 690 em $T \leq 400$ °C usando a nitretação assistida por plasma pulsado e no artigo (AW et al, 1997) sobre a estrutura e propriedades tribológicas da camada nitretada por plasma utiliza a nitretação por feixe de íons para várias ligas a base de Ni a 400 °C.

O uso do plasma em 400 – 600 °C na nitretação do Inconel 600 foi utilizado sendo que o comportamento à corrosão não foi relatado nesses estudos (SUN, 2003). Uma característica importante do IPAP é que no cátodo a densidade de corrente pode ser alterada independentemente da pressão do sistema, um recurso que fornece flexibilidade e também permite tratamento a baixa temperatura.

No artigo sobre a cinética da camada nitretada a plasma (AW et al, 1997) as amostras de Inconel 718, foram nitretadas primeiro com uma mistura gasosa de N₂:H₂, na proporção de 1:1, temperaturas de 550, 600, 650, 700 e 750 °C para o tempo de 9 horas de tratamento. O tempo de tratamento foi, em seguida, fixado em 1, 4 e 16 h, com uma temperatura de tratamento de 600 °C; mistura de gases em N₂:H₂ de 1:1. A mistura de gases N₂:H₂ na proporção de 1:3, 3:1 e

9:1, com a temperatura e o tempo definido para 6000C e 9h, respectivamente e pressão de 2 mbar.

Em Pedraza (PEDRAZA et al, 2004) os estudos de nitretação de plasma foram realizados em Inconel 718 (contendo 20% de Cr), à temperatura entre 550 e 750 °C, levando à precipitação de nitreto de cromo (CrN) e subsequente aumento da dureza e resistência ao desgaste da camada nitretada, no entanto, verificou-se que na precipitação de fases CrN pode ocorrer corrosão galvânica, sendo assim necessária uma redução da temperatura de nitretação.

Conforme Santos (SANTOS, 2007), durante os ensaios de tração a quente, a deformação aliada a faixas de temperatura específicas, pode provocar mudanças estruturais no material como transformações de fases, precipitação de partículas, fenômenos de recuperação ou recristalização, que resultam em mudanças nas propriedades mecânicas dos materiais. O aumento de temperatura, em geral, ocasiona uma diminuição na tensão de escoamento, porém esta característica varia entre os materiais, por causa de sua dependência com a sua subestrutura de discordâncias, sofrendo mudanças com o aparecimento de efeitos de interação com diferentes átomos de soluto e de precipitados.

Em alguns casos o efeito da temperatura e a deformação podem propiciar o aparecimento do fenômeno do serrilhado (formação de oscilações regulares na tensão durante a deformação), também conhecido como efeito Portevin-Le Chatelier; Dinamic Strain Aging (DSA); Envelhecimento da Deformação Dinâmica. No estudo feito por Sakai (SAKAI, 1995) quanto maior a taxa de deformação, menores são a frequência e a amplitude dessas oscilações e que diferentes mecanismos podem conduzir ao aparecimento dessas oscilações. Geralmente, a

recristalização dinâmica é o principal mecanismo atribuído durante a deformação em temperaturas mais elevadas.

Nos gráficos de tensão deformação obtidos em Rahman (RAHMAN, 2009) para o Inconel 617, também foi observada a presença do serrilhado, Figura 8 e Figura 9, que em faixas de temperaturas mais baixas o efeito de Portevin-Le Chatelier ou envelhecimento dinâmico é o mecanismo responsável pela oscilação na tensão. Contudo, prever quais mecanismos envolvidos neste comportamento de oscilação da tensão apenas pela avaliação das formas das curvas tensão-deformação é muito difícil. Na Figura 10, são estudados os tipos de serrilhado.

Fonte: adaptado de (RAHMAN, et al, 2009)

Figura 9 – Presença da região serrilhada

Fonte: adaptado de (RAHMAN, et al, 2009)

Figura 10 – Tipos de serrilhado

Fonte: adaptado de (LANGDON, 1985)

Estudos realizados por Rahman (RAHMAN et al, 2009) mostraram o comportamento de deformação a alta temperatura de uma liga 617 investigada

em função da taxa de deformação entre 10^{-3} s^{-1} a 10^{-6} s^{-1} a 600 e 800 °C. Verificou-se que, com o aumento da temperatura e diminuição da taxa de deformação, diminuiu a tensão de escoamento do material. O serrilhado foi observado em ambas às temperaturas de ensaio. A amplitude da região serrilhada aumentou com a diminuição da taxa de deformação e com o aumento da temperatura. A análise microestrutural mostrou que em taxas de deformação lenta tanto o tamanho e volume de grãos bem como a precipitação da fase aumentam. Além disso, em taxas de deformação mais lentas, houve aumento do tamanho dos carbonetos e uma rede contínua de carbonetos ao longo do contorno de grão pode ser observada.

Nos primeiros estudos de fluência realizados com a liga de Inconel feitos por Weir (WEIR et al, 1957), na temperatura de 700 °C os resultados indicaram que a movimentação das discordâncias ocorreu de forma transgranular, em planos de deslizamento primários e em áreas de grãos segregados. Nas temperaturas mais altas o modo de deformação é intergranular, isto é, pelo deslizamento de contorno de grão.

Em Chomette (CHOMETTE, GENTZBITTEL e VIGUIER, 2010) encontra-se o estudo do Inconel 617 sob fluência e as mudanças microestruturais são analisadas em cada zona de deformação da fluência.

Estudo semelhante aparece em Mathew (MATHEW, 2007) com uma análise dos elementos característicos em cada etapa da fluência. Neste estudo já é o Inconel 625 que foi ensaiado em fluência, na faixa de temperaturas de 650 °C a 875 °C, com duração de 30 a 31.800 h. Observaram-se fases intermetálicas γ'' precipitadas dentro da matriz austenítica. A fase γ'' foi observada a 650 °C e fase δ foi encontrada em todas as temperaturas acima de 650 °C. A morfologia da fase

o em forma de lamelas foi influenciada pela temperatura, pelo tempo de exposição e pela tensão. Foi observada nos contornos de grão a presença quase contínua de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$.

No caso do estudo feito por Shankar (SHANKAR et al, 2004) é feito uma correlação do comportamento mecânico com as mudanças microestruturais que ocorrem com vários tratamentos térmicos. Os corpos de prova de Inconel 625 tratados com amônia apresentaram maior resistência e menor ductilidade em comparação com os materiais no estado recozido da solução. Precipitação de fases intermetálicas e Ni_2CrMo e os carbonetos inter e intragranulares (transgranulares) foram considerados responsáveis pela maior resistência à temperatura de serviço da liga exposta.

O comportamento em fluência, da superliga Inconel 718, é bem estudado, podendo-se destacar dois trabalhos de Sugahara (SUGAHARA, et al, 2009) e (SUGAHARA, 2011) em que a liga foi submetida a ensaio de fluência, na temperatura de 650 °C, e faixa de tensão de 625 a 814 MPa. Nesses estudos observou-se que a liga apresentou a presença dos três estágios de fluência. O estágio secundário foi predominante no qual a taxa mínima de fluência apresentou aumento significativo com o incremento da tensão aplicada.

Ensaio de tração à quente e fluência foram realizados no Inconel MA754 em orientações longitudinais e transversais, a temperaturas de 700 °C a 1000 °C em Totemeier (TOTEMEIER e LILLO, 2005) foi realizado um estudo importante na fluência, que é a influência da tensão de threshold, ou comportamento “limiar”, o qual é caracterizado por elevados expoentes de tensão aparente e energia de ativação. Na equação típica de fluência:

$$\dot{\varepsilon}_{\min} = A \left(\frac{\sigma_a}{E} \right)^n \exp \left(\frac{-Q_{\text{app}}}{RT} \right)$$

Onde $\dot{\varepsilon}_{\min}$ é a taxa mínima ou de estado estacionário fluência, A constante característica do material, σ_a é a tensão, E é o módulo de elasticidade, n o expoente de tensão aparente, Q_{app} é a energia de ativação, R é a constante dos gases e T a temperatura absoluta. Os altos valores do expoente de tensão e da energia de ativação são comumente representados substituindo um termo da tensão eficaz $\sigma_a - \sigma_{\text{th}}$ por σ_a na equação onde σ_{th} é um “limiar” ou tensão resistente. A origem e melhor método de cálculo do limiar de tensão são ainda debatidos. O tamanho de grão desempenha um forte papel na fluência de superligas em geral e no comportamento da tensão de limiar, em particular, quanto maior o tamanho de grão melhor as propriedades de fluência e aumento da tensão threshold (Limiar). Tensões efetivas são muito sensíveis às variações na tensão limiar (tensões efetivas são da ordem de 10 a 50 MPa). No caso, o threshold foi determinado para cada temperatura sendo representado graficamente como uma função da tensão. A tensão limiar (threshold) foi determinada por extrapolação linear a taxa de deformação zero. Os limiares diminuíram com a temperatura: 185 MPa, a 800 °C, 145 MPa, a 900 °C, e 115 MPa a 1000 °C.

Estudo importante aparece em Moreto (MORETO et al, 2011) mostrando haver correlação dos dados obtidos nos ensaios de tração de uma liga, no caso a Kanthal A1, com o comportamento da mesma liga em fluência. Dessa forma, pode-se utilizar dos dados obtidos no ensaio de tração para prever o comportamento do mesmo material em fluência, sem a necessidade de se realizar o ensaio.

2.1 Nitretação a plasma

Apesar dos notáveis avanços no desenvolvimento de ligas de Inconel com alta resistência à tração, ductilidade e resistência à fluência em altas temperaturas, ocorrem limitações quanto ao uso dessas ligas em temperaturas superiores a 600 °C.

Revestimentos de proteção podem servir como barreiras à nucleação e propagação de trincas. Em princípio, estes revestimentos podem ser usados em ligas de Inconel. Todavia, problemas de aderência durante o ciclo térmico e a difusão dos elementos do recobrimento no substrato são as atuais dificuldades encontradas na pesquisa desses materiais.

Nas modificações superficiais podem ser utilizados tratamentos térmicos, modificações superficiais com laser, recobrimentos, deposições física e química de vapor, implantação iônica e tratamentos termoquímicos como carbonetação e nitretação.

A técnica de nitretação a plasma permite o uso de temperaturas de tratamento relativamente baixas (623 K) sem causar a degradação na resistência à corrosão, pois não ocorre a precipitação de nitretos, que produzem empobrecimento. As melhorias nas propriedades tribológicas e de resistência à corrosão estão associadas à formação de uma camada superficial de solução sólida supersaturada em nitrogênio, denominada de austenita expandida. Estes tratamentos modificam a estrutura da superfície com a formação de nitrato de níquel $[\text{Ni}(\text{NO}_3)_2]$ ou nitreto de cromo (CrN) além de entrar na rede cristalina alterando a estrutura CFC, expandindo a austenita afetando positivamente as propriedades mecânicas da superliga. A presença das fases cristalinas resulta em aumento da dureza do material e pode consequentemente aumentar suas

propriedades de resistência à corrosão e ao desgaste em muitos ambientes agressivos (EISELSTEIN et al, 1991); (SUGAHARA et al, 2009).

2.2 Fluência

A importância técnica do fenômeno de fratura por fluência tornou-se evidente a partir da metade do século passado, sendo reconhecida como um dos maiores problemas da área industrial, devido ao crescente nível de exigência das condições de operação empregadas em usinas de geração de energia, instalações químicas e em componentes estruturais desenvolvidos junto às indústrias aeroespaciais (NABARRO, 2002). Desta maneira, os estudos dos materiais usados nestes componentes passaram a exigir cada vez mais sofisticações tecnológicas, aprimoramentos nos ensaios experimentais (destrutivos e não destrutivos), e uma constante busca de uma vasta base de dados. Tais bases, associadas aos métodos matemáticos e computacionais (POLITANO, 2003), podem conduzir a um melhor entendimento de todos os fenômenos estruturais que podem ocorrer nos materiais, quando, por exemplo, submetidos a tensões em regimes de temperaturas elevadas. (BARBOZA, 2001); (BARBOZA, MOURA NETO e SILVA, 2004).

Fluência é a deformação lenta e contínua de um sólido com o tempo quando o mesmo é submetido a uma tensão constante. No caso dos metais a fluência normalmente ocorre a temperaturas acima de $0,3/0,4 T_f$, em que T_f é a temperatura de fusão em Kelvin (MEETHAM, VOORDE e VOORDE, 2000). Tipicamente, a resistência à fluência de um sólido é estimada pelo cálculo da taxa de deformação secundária e avaliada como função da carga ou tensão aplicada. Para tanto é aplicada uma carga estática sobre uma amostra em temperaturas

elevadas, medindo-se a deformação como função do tempo, o ensaio típico de fluência é mostrado na Figura 11 (EVANS e WILSHIRE, 1993).

Figura 11 – Esquema de um ensaio de fluência típico

Fonte: Adaptado de (EVANS; WILSHIRE, 1993)

A deformação resultante versus tempo é colocada em gráfico onde três regiões são tipicamente observadas, a primária, secundária e terciária, como mostrado na

Figura 12. A taxa mínima de fluência $\Delta\epsilon/\Delta t$ é a inclinação da reta da região secundária e o tempo de ruptura t_f é o tempo total do ensaio até a ruptura (ANDRADE, 1910); (BARSOUM, 2003).

Figura 12 – Curva típica de fluência, tensão cte e temperatura elevada cte

Fonte: Adaptado de (EVANS; WILSHIRE, 1993; CALLISTER; RETHWISCH, 2012)

Observa-se na

Figura 12 que na primeira região existe uma resposta quase instantânea, a taxa de deformação é bastante rápida, seguida de uma diminuição da taxa de deformação com o tempo até um valor constante. A segunda região é onde a deformação aumenta linearmente com o tempo. Esta região é chamada de estado estacionário ou estágio de fluência secundária e, do ponto de vista prático, é a mais importante. Já a terceira região é chamada de estágio de fluência terciária, onde a taxa de deformação aumenta rapidamente com o tempo, até a ocorrência da falha catastrófica. O aumento da temperatura e/ou tensão resulta no aumento da deformação instantânea e nas taxas de fluência no estado estacionário, e uma diminuição no tempo para falha (DUSHMAN, DUNBAR e HUTHSTEINER, 1944); (NABARRO, 2002).

Em condições reais de serviço, os componentes de uma forma geral operam em regime complexo de tensão e temperatura, sendo projetados para

tempos de serviços da ordem de 50.000 a 100.000 horas. Entretanto, ao nível laboratorial, os ensaios de fluência são realizados por períodos mais curtos de tempo, surgindo, assim, a necessidade de técnicas de extrapolação dos resultados obtidos para situações reais de trabalho (VISWANATHAN e FOULDS, 1998). No caso específico dos metais, a complexidade metalúrgica de muitas ligas comerciais exige um conhecimento exato dos micromecanismos que controlam o processo de fluência, tanto para a elaboração de equações constitutivas, quanto para as técnicas de extrapolação utilizadas.

2.3 Mecanismos de deformação por fluência

Após a deformação inicial do material inicia-se a fluência primária, caracterizada por uma região onde a taxa de fluência diminui com o tempo devido ao aumento da resistência à fluência pelo encruamento (DIETER, 1988); (REED-HILL, ABBASCHIAN e ABBASCHIAN, 2010); (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

O parâmetro mais utilizado do estágio primário é o t_p , que é definido como o tempo correspondente ao início do estágio secundário. Esse parâmetro é descrito como:

$$t_p = B_0 \sigma^{-m} \exp (Q_p R/T) \quad (1)$$

Onde: B_0 e m são constantes dependentes da microestrutura, temperatura e tensão aplicada (σ = tensão);

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

Q_p é a energia de ativação para a região primária (HAYES, 1996).

Devido a dois fenômenos competitivos, encruamento e recuperação, neste estágio de fluência secundária ou estacionária, a taxa de deformação é muito pequena e a inclinação da curva é aproximadamente constante. Em geral, esse estágio apresenta uma duração mais longa em relação aos demais (DIETER, 1988); (REED-HILL, ABBASCHIAN e ABBASCHIAN, 2010); (CALLISTER e RETHWISCH, 2012). A taxa de encruamento é equilibrada pela taxa de recuperação que significa a libertação de discordâncias das barreiras (empilhamentos de discordâncias, precipitados entre outras) pela escalagem ou escorregamento com desvio. A escalagem de discordâncias requer uma maior energia de ativação sendo o processo controlador da velocidade de fluência. Além disso, como esse processo depende da temperatura, quanto maior a temperatura, maior é a recuperação e o estágio secundário apresenta uma menor duração. A escalagem de discordâncias é feita por absorção e difusão de vacâncias. Assim sendo, para haver a escalagem é necessário vencer uma barreira energética maior e, portanto, quanto maior é a energia de ativação, mais resistente o material em fluência. Outro processo que contribui para a resistência à fluência nesse estágio é o processo de escorregamento de contornos de grão (MEYERS e CHAWLA, 1982), (DIETER, 1988), (BLUM, 2001).

O escorregamento é um processo que ocorre na direção dos contornos de grão e que pode criar lacunas que facilitam a escalagem das discordâncias. O escorregamento dos contornos de grão é um processo de cisalhamento que ocorre na direção do contorno de grão e é favorecido pelo aumento da temperatura e/ou pelo decréscimo da taxa de deformação. Embora a maioria dos estudos indique que o escorregamento ocorre ao longo do contorno de grão, resultante do movimento simultâneo de todo o volume de cada grão; outras

investigações indicam que ele é decorrente do escoamento de uma área amolecida pertencente a um dos grãos e situada a uma distância finita do contorno de grão. O processo de escorregamento dos contornos de grão ocorre de maneira descontínua com o tempo, e a quantidade de deslocamento cisalhante não é uniforme ao longo do contorno de grão (DIETER, 1988).

Uma relação muito utilizada para descrever o comportamento em fluência em temperaturas elevadas, acima de aproximadamente $0,3 T_f$, relaciona a dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão, sendo representada pela lei de potência, reconhecida universalmente como Lei de Norton (2):

$$\dot{\epsilon}_s = B \sigma^n \quad (2)$$

onde:

B = uma constante característica do material;

σ = tensão;

n = o expoente de tensão;

$\dot{\epsilon}_s$ = a taxa de fluência estacionária (EVANS e WILSHIRE, 1993)

O coeficiente B e o expoente de tensão n dependem da temperatura, composição e microestrutura do material, e do nível de tensão aplicado. (BRÅTHE e JOSEFSON, 1979).

A natureza termicamente ativada da fluência torna esse processo um exemplo de comportamento de Arrhenius, podendo ser representada pela Equação 3:

$$\dot{\epsilon}_s = B_0 \sigma^n \exp(-Q_c / RT) \quad (3)$$

onde:

B_0 = fator dependente da tensão e da estrutura do material;

n = o expoente de tensão;

R = constante universal dos gases;

$\bar{\sigma}$ = tensão;

Q_c = energia de ativação para fluência;

T = temperatura

Os valores de B_0 e Q_c podem ser obtidos graficamente por meio de um conjunto de ensaios à tensão ou carga constantes a partir do gráfico do logaritmo da taxa de fluência em estado estacionário em função do inverso da temperatura absoluta (Figura 13). A extensão dos dados de alta temperatura no curto prazo permite a previsão do comportamento de fluência no longo prazo em temperaturas de serviço mais baixas.

Figura 13 – Dependência da taxa de fluência estacionária com a temperatura

Fonte: (EVANS e WILSHIRE, 1993); (SHACKELFORD, 2012)

Todos os mecanismos podem apresentar contribuições ao longo dos três estágios da fluência (primário, secundário e terciário) e através dos valores dos parâmetros n e Q_c podemos determinar o mecanismo de fluência dominante.

A Tabela 3 mostra a correlação do mecanismo de fluência dominante através dos valores dos parâmetros n e Q_c .

O conceito de um mecanismo dominante pode ser caracterizado por diferentes valores de n ou Q_c , da Tabela 3. Q_{CORE} corresponde ao núcleo das discordâncias, é a energia de ativação para autodifusão no núcleo da discordância, muitas vezes denominada difusão em tubos e tem energia próxima da energia de autodifusão Q_{SD} ($Q_{CORE} \equiv Q_{GB}$ de modo que $Q_{CORE} < Q_{SD}$). Q_{GB} é a energia para ativar via contorno de grão; Q_{SD} é a energia de ativação para escalagem de discordâncias. O T_m é o ponto de fusão da liga.

Tabela 3 – Determinação do mecanismo de fluência dominante através dos valores dos parâmetros n e Q_c

Processo de fluência	Temperatura	Tensão	Valor do expoente n	Valor da energia de ativação Q_c
Alta temperatura fluência por movimentação de discordâncias	$> \sim 0,7T_m$	Intermediária / alta	> 3	$\sim Q_{SD}$
Baixa temperatura fluência por movimentação de discordâncias	$\sim 0,4$ a $0,7T_m$	Intermediária / alta	> 3	$\sim Q_{CORE}$
Alta temperatura fluência por difusão (Nabarro-Herring)	$> \sim 0,7T_m$	Baixa	~ 1	Q_{SD}
Baixa temperatura fluência por difusão (Couple)	$\sim 0,4$ a $0,7T_m$	Baixa	~ 1	Q_{GB}

Fonte: Adaptado de (EVANS; WILSHIRE, 1993)

Quando a fluência por difusão é dominante ($n = 2$ ou 3), a taxa de fluência ($\dot{\epsilon}$ s) aumenta com a diminuição do tamanho de grão.

Quando a fluência por movimento de discordância é dominante ($n \approx 0$), ($\dot{\epsilon}$ s) não é afetada pelo tamanho de grão.

2.3.1 Fluência por difusão

Ensaio mecânicos são geralmente conduzidos a uma taxa de deformação constante a baixas temperaturas, e a deformação plástica é então obtida, geralmente, através da movimentação das discordâncias. A forma da curva de tensão-deformação nestas condições é determinada pela dificuldade das discordâncias de se moverem através da rede cristalina.

Em temperaturas elevadas, experiências de laboratório tomam geralmente a forma de ensaios de fluência em que a amostra cristalina é submetida a uma tensão constante (ou carga). Nestas condições, a taxa de difusão é suficientemente rápida para que seja possível, pelo menos em princípio, atingir deformações plásticas permanentes pela difusão das vacâncias auxiliada pela tensão, este processo é denominado de fluência por difusão.

Na prática, contudo, a fluência por difusão só é importante em tensões baixas quando as taxas de deformação forem extremamente lentas e quando o tamanho do grão é pequeno. Em condições normais de fluência, quando as taxas de deformação são razoavelmente rápidas, a deformação é novamente alcançada através do movimento de discordâncias no interior da rede cristalina, conforme apresentado nas equações 4 e 5 (LANGDON, 1984).

$$\dot{\epsilon}_s = A \frac{D G b}{k T} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (4)$$

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{Q_c}{R T} \right) \quad (5)$$

Onde

A = constante adimensional

D₀ = fator de frequência

G = módulo cisalhamento

b = vetor de Burgers;

k = constante de Boltzman;

Q_c =: energia de ativação para fluência;

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

d = tamanho médio de grão;

b e n = constantes (mecanismos intragranulares ou intergranulares)

Existem dois mecanismos de fluência por difusão, a deformação que ocorrem nos materiais policristalinos através do fluxo de vacâncias sob tensão direcionada pode ocorrer em altas temperaturas ($T > 0,7T_f$), conhecida como fluência de Nabarro-Herring ou em baixas temperaturas ($0,4 < T < 0,7T_f$) conhecida por fluência de Coble (COBLE, 1963), (NABARRO, 2002). Outro mecanismo proposto por Nabarro e Herring, resulta da difusão de vacâncias entre regiões sobre os contornos condicionados a diferentes estados de tensão, cujo fluxo ocorre através do volume da rede cristalina, pelo interior dos grãos, alongando-os na direção da tensão aplicada (LANGDON, 1985), (HERRING, 1950) .

Para o mecanismo de Nabarro-Herring a taxa de fluência estacionária pode ser expressa como é mostrado na equação 6:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_v G b}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^2 \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (6)$$

Onde:

D_v = coeficiente de autodifusão;

A = constante adimensional;

G = módulo de cisalhamento;

K = constante de Boltzman;

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

d = diâmetro do grão;

b e n = constantes (mecanismos intragranulares ou intergranulares)

Para o mecanismo de Coble a taxa de fluência estacionária pode ser expressa como é mostrado na equação 7:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{AD_{cg}Gb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (7)$$

Onde:

Dcg = coeficiente de difusão via contornos granulares

A = constante adimensional;

G = módulo de cisalhamento;

K = constante de Boltzman;

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

d = diâmetro do grão;

b e n = constantes (mecanismos intragranulares ou intergranulares)

2.3.2 Fluência por escorregamento e escalagem das discordâncias

As discordâncias desempenham um papel muito importante na deformação plástica de materiais cristalinos em todas as temperaturas. Em baixas temperaturas, a plasticidade é conseguida pelo deslizamento das discordâncias enquanto que a temperaturas elevadas, em condições de fluência, as discordâncias são submetidas a deslizamento e também escalagem. Embora seja possível alcançar uma deformação plástica por fluência unicamente pela difusão

de vacâncias auxiliada pela tensão, como na fluência por difusão, este processo é relativamente pouco importante exceto em tensões muito baixas quando o tamanho do grão é pequeno. Sob todas as outras condições, a deformação é conseguida pelo movimento de discordâncias (LANGDON, 1984).

Neste caso a taxa de fluência estacionária pode ser expressa como apresentado na equação 8:

$$\dot{\epsilon}_s = AD_v \frac{Gb}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (8)$$

Onde:

D_v = coeficiente de autodifusão;

A = constante adimensional;

G = módulo de cisalhamento;

k = constante de Boltzman;

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

b e n = constantes (mecanismos intragranulares ou intergranulares)

2.3.3 Fluência por escorregamento de contorno de grão

Neste mecanismo, o processo de deformação ocorre com a movimentação relativa dos grãos de um metal policristalino, através da ação de um componente cisalhante de tensão atuando de forma descontínua e irregular, tornando-se mais efetivo com o aumento da temperatura e redução da taxa de deformação (BARBOZA, 2001). Na deformação plástica, a maior distorção ocorre em regiões adjacentes aos contornos devido aos mecanismos comuns de recuperação, de maneira que o deslizamento de contornos é considerado como resultado da ação

combinada do movimento de discordâncias e mecanismos de fluência por difusão (FRIEDEL, 1967), (AMELINCKX e DEKEYSER, 1960), (BROWN e ASHBY, 1980). O deslizamento dos contornos de grão está relacionado com o início da fratura intergranular. Para que ocorra deformação nos contornos de grão sem que haja formação de trincas, deve existir um mecanismo de deformação que permita a continuidade da deformação ao longo do contorno de grão. Uma maneira de acomodar a deformação nos contornos de grão em temperaturas altas é através da formação de dobras no final de um contorno de grão (FRIEDEL, 1967).

A taxa mínima de fluência ao longo dos contornos de grão ($\dot{\epsilon}_{sg1}$) pode ser expressa conforme apresentado na equação 9:

$$\dot{\epsilon}_s = \left(\frac{AD_{cg}Gb}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right) \left(\frac{\sigma}{G} \right) \quad (9)$$

onde:

D_{cg} = coeficiente de difusão via contornos de grãos;

d = diâmetro do grão;

k = constante de Boltzman;

A = constante adimensional;

G = módulo de cisalhamento;

K = constante de Boltzman;

R = constante universal dos gases;

T = temperatura absoluta (K);

b e n = constantes (mecanismos intragranulares ou intergranulares)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho, foi utilizada a liga Inconel 625 na forma de barras cilíndricas, adquiridas junto a Empresa Multialloy Eng. Mat. Ltda., na condição forjada e recozida a 800 °C durante 2 horas e resfriada ao ar. A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (% massa), atende aos requisitos da norma ASTM B443-00 (2009) (ASTM, 2009). Os resultados obtidos na análise por espectroscopia de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, em um equipamento ARL modelo 3410, apresentados na Tabela 4, atendem os requisitos da norma para o Inconel 625.

Tabela 4 – Composição química da liga Inconel 625, sem tratamento

Elemento Químico	Ni	Cr	C	Fe	Mo	Nb	Mn	Ti	Al
%	balanceando	21,5%	0,05%	2,5%	9,4%	3,6%	0,25%	0,27%	0,29%

Fonte: autor da tese.

Na Figura 14 têm-se o fluxograma da parte experimental da tese.

Figura 14 – Etapas realizadas para elaboração da parte experimental

Fonte: autor da tese.

3.1 Confecção dos corpos de prova

Os corpos-de-prova para ensaios de tração e tração a quente são os apresentados na norma ASTM E8/E8M-11 (ASTM, 2011). A Figura 15 apresenta a fotografia do corpo-de-prova (CP) para o ensaio de tração e na Figura 16 apresenta o desenho esquemático com a forma e as dimensões dos CP para o ensaio de fluência ASTM E139-83 (ASTM, 1995). Os CP para o ensaio de tração

foram confeccionados pela Enifer Usinagem de acordo com as especificações, sistemas de garras e extensômetros disponíveis.

Figura 15 – Fotografia do corpo de prova do ensaio de tração

Fonte: autor da tese.

Figura 16 – Configuração do corpo-de-prova utilizado nos ensaios de fluência

Fonte: ASTM E139-83 (ASTM, 1995).

Os CP para o ensaio de fluência (Figura 17) foram também confeccionados pela Enifer Usinagem de acordo com as especificações, sistemas de garras e extensômetros disponíveis.

Figura 17 – CP de fluência, abas para fixar extensômetro

Fonte: autor da tese.

3.2 Nitretação por plasma

Nitretação é o nome genérico utilizado nas técnicas de modificação das propriedades mecânicas da superfície do material mediante a difusão de átomos de nitrogênio que combinando com o metal base e outros elementos químicos da liga: a) incrementa a dureza superficial; b) reduz o coeficiente de atrito; c) incrementa a resistência a fadiga em alto ciclo; d) melhora a resistência ao desgaste; e e) aumenta a resistência a corrosão (PYE, 2003).

A nitretação iônica utiliza o plasma como meio de transporte do nitrogênio atômico sendo este constituído de moléculas, átomos, íons e elétrons formados a partir de uma mistura de gases, geralmente N_2-H_2 , dentro de uma câmara a baixa pressão – da ordem de 10^{-1} mbar. O plasma é obtido num regime de descarga anormal (“glow discharge”) mediante aplicação de uma tensão elétrica da ordem de 300 a 1000 volts entre a peça (cátodo) e a parede interna da câmara (ânodo). O processo tem necessidade de se “pulsar” a tensão [V] para garantir a uniformidade do plasma e evitar a ocorrência de sobreaquecimento do material em áreas específicas (regiões delgadas da peça, por exemplo). Em virtude dessa

necessidade de se pulsar o plasma, como citado anteriormente, o processo de nitretação iônica também é conhecido como “nitretação a plasma”, ou “nitretação de plasma pulsado” (VENDRAMIM, 2002).

Após a redução da pressão, injeta-se os gases e o processo de nitretação inicia-se pela aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos. Os eletrodos são compostos pela parede do reator, que atua como ânodo (-) e pelo substrato (peça a ser nitretada), que atua como cátodo (+). O aquecimento das peças à temperatura de nitretação para cada tipo de material ocorre pelo bombardeamento dos íons que se deslocam entre o ânodo e o cátodo. Esse aquecimento também pode ocorrer com o auxílio de resistências elétricas (Figura 18).

Figura 18 – Esquema do processo de nitretação por plasma pulsado

Fonte: (VENDRAMIM, 2002).

O processo de nitretação iônica envolve um complexo conjunto de fenômenos na interface sólido-plasma que dão origem às diferentes fases de nitretos formando camadas na superfície. Em função dos parâmetros de processo

utilizados, a nitretação pode produzir duas camadas, ou zonas superficiais distintas: uma camada externa, constituída de uma, ou duas fases de nitretos formados com os elementos de liga presentes. Essa camada mais externa é denominada de “zona de implantação”. Abaixo da zona de implantação tem-se a camada formada pela difusão de nitrogênio no material e denominada zona de difusão, ou simplesmente, “camada de difusão” (Figura 19).

Figura 19 – Nitretação a plasma, desenho esquemático

Fonte: (VENDRAMIM, 2002).

A nitretação dos corpos de prova foi realizada pela empresa Isoflama Ind. e Com. de Equipamentos Ltda, Indaiatuba (SP), Brasil (Figura 20). A nitretação começou com um “sputtering” de 3 h a 520 °C e o processo seguiu mantendo essa temperatura por 12 h com atmosfera de nitrogênio à 3,12 [l], hidrogênio 0,78 [l] e metano 0,30 [ml]. A profundidade média da camada nitretada obtida foi de 4,4 μm .

Figura 20 – Equipamento da Isoflama para nitretação a plasma

Fonte: (VENDRAMIM, 2002).

A tecnologia da nitretação por plasma (pulsado) é eficiente em termos de reprodutibilidade de resultados metalúrgicos e morfologias de camadas. Na Figura 21, têm-se a foto do CP nitretado para o ensaio de fluência.

Figura 21 – CP nitretado (superfície acinzentada e opaca) para fluência

Fonte: autor da tese.

3.3 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados em máquina Instron 4400 com forno acoplado, no IPEN (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP, São Paulo, SP, Brasil).

As temperaturas de ensaio foram desde a temperatura ambiente (23 °C), depois a 200, 400, 500, 600 e 1000 °C para os corpos de prova não nitretados e para os corpos de prova nitretados as temperaturas foram de 600, 700, 800, 900 e 1000 °C, Em ambos os casos a taxa de deformação decorrente de velocidade de ensaio foi de 0,6 mm/min. Como foi observada a ocorrência de uma região serrilhada (RAHMAN et al, 2009) foram realizados novos ensaios a 600 °C em CP não nitretados alterando-se a taxa de velocidade de deformação em 3 e 6 mm/min.

A Figura 22 mostra o equipamento de ensaio de tração à quente na realização de um ensaio.

Figura 22 – Ensaio de tração à quente sendo realizado

Fonte: autor da tese.

3.4 Ensaio de fluência

O ensaio de fluência foi realizado segundo as exigências da norma ASTM E-139-11 (ASTM, 2011). Os fornos, pertencentes ao Laboratório de Fluência do Instituto Tecnológico de Aeronáutica – ITA/DCTA foram adaptados sistemas elétricos e controladores. Foi utilizado software Antares, desenvolvido pela Opus Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda, para a coleta dos dados relativos ao alongamento do corpo de prova e das medidas de temperatura em períodos de tempo pré-determinados. Para a alimentação do software são utilizados um calibrador de extensômetro de alta resolução, Instron modelo 2602-004, e um transdutor do tipo LVDT (Linear Variable Differential Transformer) ou (Transformador Diferencial Variável Linear) que é um sensor para medição de deslocamento linear, da marca Schlumberger D 6,50, com especificação de 53,18 mV/V/mm, à temperatura de aproximadamente 35 °C, utilizado para medir a deformação e dois termopares de Cromel-Alumel do tipo AWG24 foram utilizados para controle da temperatura.

O sinal de saída do LVDT é enviado a dois sistemas independentes: um registrador gráfico tipo x-t, modelo RB101, série 1000, 110 V e 60 Hz da ECB – Equipamentos Científicos do Brasil Ltda., e a uma unidade de processamento desenvolvida pela BSW Tecnologia, Indústria e Comércio Ltda., que converte os sinais em medidas de alongamento por períodos de tempo pré-definidos pelo operador e alimenta o software Antares. O funcionamento desse sensor é baseado em três bobinas e um núcleo cilíndrico de material ferromagnético de alta permeabilidade. Ele dá como saída um sinal linear, proporcional ao deslocamento do núcleo, que está fixado ou em contato com o que se deseja medir. A bobina central é chamada de primária e as demais são chamadas de

secundárias. O núcleo é preso no objeto cujo deslocamento deseja-se medir e a movimentação dele em relação às bobinas é o que permite esta medição.

O ensaio foi realizado a temperaturas de 600 °C, 650 °C e 700 °C e tensões de 500, 550 e 600 MPa com carga constante. Na Figura 23 é mostrado o equipamento utilizado para a realização do ensaio de fluência.

Figura 23 – Forno utilizado no ensaio de fluência

Fonte: autor da tese.

3.5 Caracterização do material

A caracterização microestrutural pelas técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura (MEV) são ferramentas valiosas para a compreensão dos mecanismos de fluência. A preparação das amostras para análise via microscopia óptica e MEV segue os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente (150 °C) sob pressão de 21 MPa, seguido do lixamento manual com lixas à base de SiC, na sequência de 220, 320, 400, 600 podendo chegar a 1200. A

etapa do polimento é executada com panos especiais, colados à pratos giratórios, sobre os quais são depositadas pequenas quantidades de abrasivos, como o óxido de alumínio (alumina) e a pasta de diamante. O ataque químico para análise da microestrutura é feito, durante um período de aproximadamente 20 segundos, em uma solução de glicerégia.

Por meio da análise via MEV foi estudado as principais características das superfícies de fratura. Para isto, todas as superfícies de fratura após os ensaios de fluência foram protegidas e recobertas com uma fina camada de ouro antes da observação. O MEV utilizado pertencente ao Mackenzie, marca Philips, modelo XL-30.

Para as análises por difratometria de raios-X as amostras foram as mesmas que as utilizadas nas análises por MEV. O difratômetro utilizado é da marca Rigaku, modelo Dmax. As análises foram realizadas à temperatura ambiente, sob radiação Cu K α com filtro de Ni. As seguintes condições foram adotadas: tensão de 40 kV; corrente de 20 mA; ângulo variando de 10 a 90°; passo angular de 0,02° e tempo de contagem por passo de 1s. As fases presentes foram identificadas com o uso dos dados dos registros JCPDS e quantificadas pelo método de Rietveld. As análises foram realizadas em equipamentos pertencentes ao IPEN.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização quanto à composição química dos principais elementos (percentual em massa) atende aos requisitos da norma ASTM B443-00(2009) (ASTM, 2009).

Na Figura 24 são apresentadas as micrografias realizadas transversalmente e longitudinalmente no material recebido.

Figura 24 – Micrografia Inconel 625, como recebido

Fonte: autor da tese e Douglas Ferreira.

A dureza do material como recebido ficou em torno de 60 HRA com tamanho de grão G 11 com grãos equiaxiais tanto no sentido longitudinal como transversal da barra e microestrutura austenítica como pode ser observado na Tabela 5.

Tabela 5 – Dureza e microestrutura Inconel 625, como recebido

Ensaio	Tamanho de Grão (ASTM E112)	Dureza Rockwell A (HRA)	Microestrutura
Valores Obtidos	G = 11 (transversal) G = 10,5 (longitudinal)	61,4 (transversal) 59,6 (longitudinal)	Microestrutura austenítica formada por grãos equiaxiais no sentido transversal e longitudinal da barra.

Fonte: autor da tese.

Após a nitretação à plasma, realizada pela empresa Isoflama, observa-se a camada nitretada obtida no Inconel 625, Figura 25. Na foto da micrografia da amostra pode-se ver a profundidade obtida que na média ficou por volta de 4,4

μm . Devido ao fato da nitretação ocorrer à temperatura de $520\text{ }^{\circ}\text{C}$, o material não apresentou alteração em sua microestrutura em função desse tratamento.

Figura 25 – Camada Nitretada

Fonte: Isoflama

4.1 Ensaios de tração realizados

Foram realizados ensaios de tração da liga Inconel 625 nas temperaturas ambiente ($23\text{ }^{\circ}\text{C}$), $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $300\text{ }^{\circ}\text{C}$, $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ para os CP's sem tratamento de nitretação à plasma. Também foram realizados ensaios de tração para os CP's nitretados da liga Inconel 625 entre 600 e $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Na Tabela 6 são apresentados os valores referentes a tensão de escoamento a 0,2%, do limite de resistência e do alongamento total obtidos nos ensaios de tração realizados a uma taxa de deformação de $2 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ da temperatura ambiente ($23\text{ }^{\circ}\text{C}$) até $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Em geral foi realizado um ensaio em cada temperatura, mas alguns ensaios foram refeitos, contudo os valores ficaram

bem próximos. Os valores obtidos nos ensaios de tração foram colocados em gráficos apresentados na Figura 26. Os valores de limite de escoamento apresentam um comportamento anômalo em função da temperatura. A partir da temperatura ambiente, ocorre um decréscimo até temperaturas de ensaio ao redor de 600 °C e um leve aumento até 700 °C, caindo acentuadamente em temperaturas superiores a 700 °C. Com relação ao alongamento, existe uma tendência de aumento com o aumento da temperatura de ensaio, com também uma ligeira anomalia em temperaturas próximas a 600 °C. Nesta temperatura de ensaio ocorre uma diminuição no alongamento.

Tabela 6 – Propriedades mecânicas obtidas nos ensaios de tração do Inconel 625 entre a temperatura ambiente até 1000 °C.

TEMPERATURA DE ENSAIO (°C)	TENSÃO DE ESCOAMENTO A 0,2% (MPa)	LIMITE DE RESISTÊNCIA (MPa)	ALONGAMENTO TOTAL (%)
23	598	971	40
200	556	940	53
400	434	845	67
500	473	829	61
600	444	807	34
700	484	722	67
800	392	403	61
900	195	199	61
1000	98	104	78

Fonte: autor da tese.

Este comportamento anômalo em temperaturas próximas a 600 °C nas propriedades mecânicas em tração foi também observado por outros autores (HRUTKAY, 2014); (HALE, 2001) e outros; e é dependente da taxa de deformação empregada no ensaio. Segundo esses autores (HRUTKAY, 2014) e outros, em taxas de deformação menores que 10^{-5} s^{-1} , essa anomalia não é mais observada, com queda contínua da tensão de escoamento e aumento contínuo da ductilidade com o aumento de temperatura de ensaio de tração. Com relação ao

limite de resistência, ocorre um leve decréscimo até temperatura de ensaio de 600 °C e uma queda acentuada desta propriedade para temperaturas superiores a 700 °C. Ensaios de tração com taxas de deformação de 2×10^{-4} , 1×10^{-3} e $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ foram executados na temperatura de ensaio de 600 °C. Os resultados não apontaram diferenças nas propriedades mecânicas em decorrência da variação das taxas de deformação empregadas. Contudo, taxas de deformação menores que estas não foram utilizadas e nem em outras temperaturas de ensaio, inviabilizando a comparação com os trabalhos dos autores citados anteriormente (HRUTKAY, 2014) e outros.

Figura 26 – Escoamento, Resistência e Alongamento INCONEL 625, sem tratamento

Fonte: autor da tese

Nas Figura 27 e Figura 28 são apresentadas as curvas tensão-deformação obtidas em ensaios de tração da temperatura ambiente até 1000 °C. As curvas tensão-deformação dos ensaios de tração em temperaturas de 200 a 700 °C apresentaram um serrilhado na região de deformação plástica nas curvas tensão-

deformação, já observada em inúmeros trabalhos sobre ligas de níquel (HALE, 2001), (MO et al, 2013), (RAHMAN et al, 2009). Serrilhados são definidos como as flutuações repetidas e sistemáticas da tensão durante a deformação. Este tipo de instabilidade plástica que se manifesta em muitos metais é chamado de efeito Portevin-Le Chatelier (PLC). O mecanismo mais aceito para a formação do serrilhado é o envelhecimento por deformação dinâmica (DSA) durante a deformação plástica como resultado da interação entre átomos de soluto e discordâncias móveis. Cada queda de tensão corresponde à formação de uma banda de deformação e é acompanhada por uma emissão acústica audível. Em ensaios de tração a 700 °C o serrilhado ocorreu somente na região inicial de deformação plástica na curva tensão-deformação. Em ensaios acima de 800 °C este comportamento das curvas tensão-deformação não foi observado.

Figura 27 – Tensão-deformação Inconel 625 sem tratamento, 23 °C a 1000 °C

Fonte: autor da tese.

A Figura 28 apresenta o comportamento em tração para os CP's nitretados da liga Inconel 625 entre 600 e 1000°C. Nas temperaturas abaixo de 700°C (inclusive) aparece a região serrilhada na parte de deformação plástica das curvas, tanto para os corpos de prova sem nitretação, assim como, para os nitretados.

Figura 28 – Tensão-deformação Inconel 625 nitretado de 600 °C a 1000 °C

Fonte: autor da tese.

Os gráficos obtidos com os dados coletados através dos ensaios de tração realizados a temperatura ambiente (23 °C), a 200, 400 e 500 °C são apresentados a seguir de acordo com as Figura 29, Figura 30, Figura 31 e Figura 32, respectivamente.

Figura 29 – Tração, temperatura ambiente (23 °C), sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 30 – Tração a 200 °C, sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 31 – Tração a 400 °C, sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 32 – Tração a 500 °C, sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Nos gráficos mostrados nas Figura 33 a Figura 37 são apresentadas as curvas plotadas para os CP nitretados e sem tratamento as temperaturas de 600, 700, 800, 900 e 1000°C a uma taxa de deformação de $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ou (0,6 mm/min).

Figura 33 – Comparativo tração a 600 °C, nitretado e sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 34 – Comparativo tração a 700 °C, nitretado e sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 35 – Comparativo tração a 800 °C, nitretado e sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 36 – Comparativo tração a 900 °C, nitretado e sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Figura 37 – Comparativo tração a 1000 °C, nitretado e sem tratamento

Fonte: autor da tese.

Nas temperaturas abaixo de 700 °C (inclusive) aparece uma região serrilhada na parte de deformação plástica das curvas, tanto para os corpos de prova sem nitretação, assim como, para os nitretados. Dentro do intervalo de temperatura da tensão de envelhecimento, muitas vezes a deformação plástica tende a tomar-se instável, o que é revelado por irregularidades na curva tensão-deformação. Essas descontinuidades podem ser de vários tipos. Em alguns casos, a carga tende a elevar-se abruptamente e a seguir cai. Em outros, o escoamento plástico é mais bem definido como irregular.

Autores como Lee (LEE e LEE, 2012) tem associado os serrilhados em ligas de Ni a difusão de um soluto intersticial, tal como o carbono em temperatura mais baixas e a difusão de átomos substitucionais, tais como o molibdênio e o cromo em temperaturas mais elevadas (HALE, 2001); (HAN, ZHOU, *et al.*, 2016). O modelo de interação átomo de soluto-discordância utilizado por muitos pesquisadores é a teoria sobre a interação entre discordâncias móveis e a difusão de átomos de soluto, sugerida por Cottrell (KAOUMI, 2014) e seguida por vários

autores (LEE e LEE, 2012); (SCHMIDT, 2001); (VECCHIO, 1995); (HAN, ZHOU, *et al.*, 2016); (CUI, 2011); (HRUTKAY, 2014); (TIAN, 2013); (SARKAR, NAGESHA, *et al.*, 2015); (VENKATESH e RACK, 1998); (CHANDRASEKAR, 2012) e (BARRETT, 2016). Os serrilhados foram identificados como tipos A; B e C de acordo com o esquema de classificação (HALE 2001); (KAOUMI, 2014); (SCHMIDT, 2001) mostrado na Figura 38. Os serrilhados parecem ocorrer aleatoriamente, mas a partir de uma inspeção mais detalhada, pode-se notar que formam padrões distintos que em condições específicas mostram certa regularidade. Os serrilhados do tipo A são observados a altas taxas de deformação e baixas temperaturas. Os serrilhados do tipo B ocorrem a médias e elevadas taxas de deformação e aparecem em bandas correlacionadas. O serrilhado do tipo C é mais regular e é observado a baixas taxas de deformação e altas temperaturas (LEE e LEE, 2012), (MAJ, 2014), (HALE, 2001).

Figura 38 – Classificação dos serrilhados das curvas tensão-deformação

Fonte: autor da tese, adaptado de (HALE, ROLLINGS e WEAVER, 2001); (KAOUMI e HRUTKAY, 2014)

Detalhes da região de deformação plástica das curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de tração nas temperaturas ambiente, 200 °C, 300 °C e 500 °C são mostrados na Figura 39. Nota-se que mesmo à temperatura ambiente, uma leve oscilação na tensão ocorre. Contudo, com uma amplitude muito menor quando comparado com o serrilhado observado na curva de ensaio a 500 °C. A curva tensão-deformação de ensaio de tração a 200 °C mostrou um serrilhado do tipo A, enquanto que na temperatura de 500 °C foi observado serrilhado do tipo B. Este serrilhado do tipo B ocorreu na faixa de temperaturas de ensaio entre 400 e 700 °C. Em ensaios de tração a 300 °C parece ocorrer uma transição, com serrilhado do tipo A+B. A predominância de serrilhado do tipo A e B nas curvas de ensaio de tração em baixas temperaturas e elevadas taxas de deformação está coerente com trabalhos anteriores (LEE e LEE, 2012); (MAJ, 2014); (HALE, 2001); (NALAWADE, 2008); (MO *et al.*, 2013). Serrilhados do tipo A e B estão relacionados à difusão de átomos de C nas ligas à base de Ni (HALE, 2001). Serrilhado do tipo C, não observado nas curvas tensão-deformação, deveria aparecer somente em ensaios em temperaturas elevadas e baixas taxas de deformação que não foram utilizadas neste trabalho.

Nos ensaios de tração à quente, realizados por Shankar (SHANKAR et al, 2004) no Inconel 625 observou-se também que os ensaios de tração em alta temperatura realizados na liga Inconel 625, após o recozimento, verificou-se que o envelhecimento da deformação dinâmica influenciou a deformação por tração da liga na faixa de temperatura de 250 °C a 750 °C. Os serrilhados de tipo (A+B) foram observadas a baixas temperaturas (550 °C), enquanto que a temperaturas mais altas foram vistos os serrilhados tipo C. A energia de ativação determinada para o serrilhado independentemente do método empregado em seu valor Q

médio foi obtido foi 98 kJ/mol. Propõe que a migração do Mo na matriz Ni ocorreu pelo mecanismo de DSA no regime de baixa temperatura.

Figura 39 – Detalhe do Serrilhado, Inconel 625 sem tratamento, 23 °C, 200 °C, 300 °C e 500 °C

Fonte: autor da tese

Pode-se observar ainda pela Figura 39 que o tipo de serrilhado depende da taxa de deformação e da temperatura de ensaio. Na Figura 40 são apresentadas em detalhe curvas tensão-deformação obtidas em ensaios de tração a 600 °C e taxas de deformação de 2×10^{-4} , 1×10^{-3} e $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Taxas de deformação maiores induziram a um serrilhado de menor frequência e maior amplitude. A sensibilidade da taxa de deformação (m), determinada para a tensão correspondente a 5% de deformação nos ensaios de tração à temperatura de 600°C, foi obtida pela seguinte expressão:

$$m = \frac{\log(\frac{\sigma_2}{\sigma_1})}{\log(\frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1})}$$

Substituindo os valores encontrados para a tensão e a deformação na fórmula tem-se que o valor obtido para a sensibilidade à taxa de deformação, foi de $m=-0,02$. O valor é o mesmo obtido por Nagesha (NAGESHA et al, 2012); (SHANKAR, 2004); (MO et al, 2013). O efeito PLC ocorre quando a sensibilidade à taxa de deformação se torna negativa e está associado à manifestação de instabilidades plásticas na deformação uniaxial (HALE, 2001); (MO et al, 2013); (FOURNIER, 2001); (TIAN, 2013).

Figura 40 – Serrilhado, sob taxas de deformação de 2×10^{-4} , 2×10^{-3} e $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, Inconel 625 a 600°C sem tratamento

Fonte: autor da tese

Pela Figura 41 pode-se observar a evolução da tensão limite de resistência do inconel 625 com a elevação da temperatura de ensaio tanto para os corpos de prova nitretados como para os sem tratamento. Observa-se uma tendência similar nas duas curvas, contudo, há um ligeiro ganho na resistência à tensão no material nitretado em relação ao sem nitretação para temperatura de 600°C .

Figura 41 – Limite de Resistência, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

Observa-se na Figura 42 a evolução da tensão de escoamento ($\sigma_{0,2\%}$) do Inconel 625 com a elevação da temperatura de ensaio mostrando “ganho” para o material nitretado na temperatura de 600 °C em relação ao sem tratamento. Este “ganho” altera e eleva a curva do escoamento oferecendo mais resistência na temperatura referida.

Como a nitretação a plasma é um tratamento no qual se introduz nitrogênio, através da superfície da peça, há um limite de saturação da quantidade de nitrogênio que se difunde da periferia ao centro do CP ou peça, produzindo um gradiente de difusão (Figura 19). Sendo assim, conforme ocorre a “penetração” do nitrogênio das regiões mais externas do material para dentro, o próprio acúmulo de nitrogênio acaba dificultando a entrada de mais nitrogênio, produzindo uma camada nitretada (Figura 25), como pode-se ver no trabalho de Sun (SUN, 2003), nas Figura 6 e Figura 7. Dessa forma, a camada nitretada por ser mais externa e que também é uma barreira a entrada de O_2 , oferece uma resistência maior ao escoamento, do que sem tratamento.

Figura 42 – Escoamento ($\sigma_{0,2\%}$), Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

A Figura 43 apresenta o gráfico da evolução da ductilidade do Inconel 625 com a elevação da temperatura de ensaio. No caso, as curvas tanto do material nitretado quanto o sem tratamento apresentaram um comportamento análogo não havendo uma distinção significativa entre corpos de prova ensaiados das duas condições.

Figura 43 – Alongamento, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

4.2 Ensaios de fluência realizados

A fim de avaliar as propriedades do efeito da nitretação por plasma na resistência a altas temperaturas da liga Inconel 625 foram realizados ensaios de fluência em corpos de prova sem tratamento superficial e nitretados nas mesmas condições de ensaio, a 600 °C e 500 MPa; a 650 °C e 500 MPa; a 650 °C e 550 MPa; a 650 °C e 600 MPa; e a 700 °C e 500 MPa. Os valores foram escolhidos em função dos limites de resistência encontrados nos ensaios de tração e próximos das temperaturas de uso da liga.

A relação dos principais parâmetros experimentais obtidos a partir das curvas experimentais obtidos dos ensaios de fluência são apresentados na Tabela 7. São apresentados os valores de tempo de fluência primária (t_p) corresponde ao tempo constante e é obtido no final do estágio primário e/ou início do estágio secundário. A taxa de fluência secundária ($\dot{\epsilon}_s$) corresponde à taxa de fluência estacionária, obtida a partir da inclinação da região linear na curva de fluência (estágio secundário). O tempo final de fratura (t_f) e corresponde à deformação de fratura (ϵ_f).

De acordo com os dados da Tabela 7, o comportamento em fluência da liga ensaiada sob nitretação a plasma apresentaram maior resistência à fluência, devido à menor taxa de fluência estacionária ($\dot{\epsilon}_s$) e pelo maior tempo de vida (t_p) em fluência a maioria das condições de temperatura aplicadas.

Tabela 7 – Dados de fluência, Inconel 625, com e sem nitretação

Ensaio	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de fluência primária tp (h)	Taxa de fluência secundária $\dot{\epsilon}_s$ (1/h)	Tempo final tf (h)
Sem Tratamento*	600	500	216,000	1,20E-05	
Nitretado*	600	500	118,23	3,94E-07	
Sem Tratamento	650	500	12,86	8,17E-05	400,00
Nitretado	650	500	12,19	7,64E-06	168,00
Sem Tratamento	650	550	7,49	3,55E-05	-
Nitretado	650	550	15,30	9,92E-05	-
Sem Tratamento	650	600	3,33	1,05E-03	-
Nitretado	650	600	16,21	2,08E-04	234,99
Sem Tratamento*	700	500	13,50	4,04E-04	-
Nitretado*	700	500	25,18	1,28E-05	-
* ensaio interrompido					

Fonte: autor da tese

Os resultados sugerem que o endurecimento por deformação durante a fluência primária depende da temperatura do ensaio. Os valores de t_p na Tabela 7 indicam uma redução acentuada do período de fluência primária com o aumento da tensão aplicada e das temperaturas de ensaio. Há um período inicial relativamente curto de diminuição da taxa de fluência primária que está associado com o endurecimento devido ao acúmulo de discordâncias. Entretanto, a maior vida em fluência é dominada pela taxa de fluência constante que está associada com a configuração constante de discordâncias, devido ao processo de recuperação e encruamento (REIS, 2005). Os valores mais altos de t_p e a redução da taxa de fluência estacionária demonstram a maior resistência à fluência da liga Inconel 625 nitretada. O endurecimento está relacionado à fina camada nitretada. Este fato sugere que mecanismos de recuperação são uma consequência da densidade de deslocamento das discordâncias aumentando com a deformação plástica. A perda de seção externa através da redução na área de seção transversal devido ao alongamento é o fator dominante para o aumento da taxa de fluência terciária (BARBOZA, 2001).

A partir dos ensaios realizados e através da análise comparativa dos dados obtidos dos corpos-de-prova nitretados a plasma com os sem tratamento plotando as curvas nas temperaturas e nas tensões aplicadas durante os mesmos seguem-se os gráficos obtidos.

Observa-se na Figura 44, o comparativo entre os ensaios realizados a 600 °C e a uma tensão de 500 MPa correspondente à deformação verdadeira ε em função do tempo t comparando o corpo de prova nitretado com o sem tratamento.

Figura 44 – Fluência a 600°C e 500 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

A Figura 45 mostra a curva de fluência obtida a 650 °C e 500 MPa, correspondente à deformação verdadeira ε em função do tempo t comparando o corpo de prova nitretado com o sem tratamento.

Figura 45 – Fluência a 650 °C e 500 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

A Figura 46 mostra a curva de fluência obtida a 650 °C e 550 MPa, correspondente à deformação verdadeira ε em função do tempo t comparando o corpo de prova nitretado com o sem tratamento.

Figura 46 – Fluência a 650 °C e 550 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

A Figura 47 mostra a curva de fluência obtida a 650 °C e 600 MPa, correspondente à deformação verdadeira ε em função do tempo t comparando o corpo de prova nitretado com o sem tratamento.

Figura 47 – Fluência a 650 °C e 600 MPa, Inconel 625, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

Observa-se que o comportamento da curva do material nitretado inverteu-se em relação ao sem tratamento a partir da tensão de 550 MPa para a liga Inconel 625. O resultado foi um aumento na resistência à fluência do material nitretado quando comparado com a amostra não nitretada. Isto fica evidenciado tanto pela diminuição da taxa de fluência, como pelo aumento do tempo de ruptura do material. O aumento do tempo final do estágio primário, também indica um aumento na resistência à fluência do material nitretado a plasma.

4.3 Cálculo dos expoentes de tensão e da energia de ativação

Por meio de técnicas de regressão linear, os resultados podem ser descritos em termos das equações da lei de potência em fluência:

$$t_p = A \sigma^{-m} \quad (10)$$

$$\dot{\varepsilon}_s = B \sigma^n \quad (11)$$

A Figura 48 apresenta a dependência da tensão com o tempo de fluência primária e a Figura 49, a dependência da tensão com a taxa de fluência estacionária para as condições sem tratamento e nitretada por plasma. Os parâmetros A, B, m e n do material foram determinados por meio de dos ensaios de fluência com carga constante. Os parâmetros dependem da temperatura, composição e microestrutura do material e também se estendem ao nível de tensão aplicada.

Figura 48 – Dependência do tempo de fluência primária com a tensão aplicada, Inconel 625 a 650°C, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

Para uma dada temperatura, quanto maior a tensão aplicada menor o valor de t_p , e, portanto, o estágio secundário começa mais rápido. Valores maiores de m indicam uma maior resistência para o estágio primário e consequentemente valores maiores de t_p (BRIGUENTE, 2015).

Comparando os valores de $m=1,58$ para a condição nitretada com o valor de $m=0,22$ da condição sem tratamento, verifica-se que os valores apresentam ganho significativo para a resistência no estágio primário da condição nitretada por plasma.

Figura 49 – Dependência da taxa de fluência estacionária com a tensão aplicada, Inconel 625 a 650 °C, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

A dependência da taxa de fluência estacionária em relação a tensão que foi aplicada nos CP de Inconel 625 comparando-se os nitretados a plasma com os sem tratamento nos ensaios a 650 °C é mostrado na Figura 49. Em geral, os valores obtidos para o expoente de tensão n aumentam quando a resistência à fluência do material aumenta. No entanto, este parâmetro não infere o aumento da resistência do material à fluência, que é medido apenas pela taxa de fluência

secundária. Como todas as condições seguem a mesma relação, significa que o processo ocorrido foi por escorregamento e escalagem de discordâncias.

Na Figura 50 os valores de energia de ativação para fluência e a constante c foram calculados para a liga Inconel 625 a uma tensão de 500 MPa nitretada por plasma e para o material sem tratamento.

Figura 50 – Diagrama para a determinação da energia de ativação, Inconel 625 a 500 MPa, com e sem nitretação

Fonte: autor da tese

O valor encontrado para Q_c do Inconel 625 sem tratamento foi de 244 kJ/mol, enquanto para a liga nitretada a plasma o valor encontrado foi de 222 kJ/mol. O expoente de tensão obtido das amostras sem tratamento foi de 13,40, ligeiramente inferior ao das amostras tratadas que foi respectivamente de 16,49.

Dados do ensaio de fluência para a liga Inconel 625 são escassos, os trabalhos de Mathew e Shankar (MATHEW *et al.*, 2007), (SHANKAR *et al.*, 2004), (SHANKAR *et al.*, 2001) não reportam esses valores. Entretanto, uma larga faixa de valores de expoentes de tensão tem sido reportada para ligas Inconel 718, Yafang e Chaturvedi, encontram valores de n entre 5,1 e 4,4 para uma liga tratada

termicamente de Inconel 718 para faixas de tensão entre 690 a 840 MPa em temperaturas de 600 a 650 °C (YAFANG e CHATURVEDI, 1992), Sugahara (SUGAHARA, 2011) reportou o valor de n de 36,49 para temperatura de 650 °C na faixa de tensão de 700 a 814 MPa. Os valores de energia de ativação para fluência, Q_c , reportados na literatura vão de 230 kJ/mol para o metal puro de níquel (YAFANG e CHATURVEDI, 1989) até 836,6 kJ/mol para superligas de níquel com composição para Inconel 718 (SONG, GUO, *et al.*, 2000). Sugahara, reportou valores de Q_c da ordem de 512,97 kJ/mol para tensão de 750 MPa na faixa de 650 a 700 °C (SUGAHARA, 2011). Song e seus colaboradores encontraram valor de 595,5 kJ/mol para a liga Inconel 718 tratada termicamente, nas condições de 580 MPa na faixa de $T=650-775^{\circ}\text{C}$ (SONG, GUO, *et al.*, 2000). Em Assis (2015) a análise dos valores do expoente de tensão encontrado variaram entre 4,3 a 7,2, e a energia de ativação para fluência entre 234,3 a 285,0 kJ/mol (ASSIS RESENDE GONÇALVES, 2015).

Em Dayong (DAYONG, *et al.*, 2008) a energia de ativação aparente de deformação quente da superliga de Ni-base é de cerca de 493 kJ / mol. Utilizando o Inconel MA754, Totemeier (TOTEMEIER e LILLO, 2005), encontra o valor de 640 kJ / mol foi calculado utilizando dados a 800 °C e 900 °C e um nível de tensão de 200 MPa; um valor de 610 kJ / mol calculado usando dados a 900 °C e 1000 °C e uma carga de 150 MPa.

Dessa forma, os valores encontrados neste estudo com a liga Inconel 625, de Q_c , para a liga sem tratamento foi de 244 kJ/mol, e, para a liga nitretada a plasma o valor de 222 kJ/mol, estão coerentes com os encontrados por outros pesquisadores para ligas semelhantes em condições também semelhantes.

4.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro de raios-X da marca Rigaku e modelo Multiflex, do IPEN, utilizando radiação Cu-K α ($\lambda = 0,1542$ nm), varrendo uma faixa de ângulos de 20 a 90°, com uma velocidade de 1° por minuto e passo de 0,02. As distâncias interplanares (d) dos planos difratados das amostras foram calculadas por meio da Lei de Bragg e comparou-se com o arquivo JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

A Figura 51 apresenta o difratograma da liga como recebida e sem tratamento.

Na Figura 52 observa-se o resultado do DRX, realizado no material nitretado. Comparando-se o difratograma obtido do material como recebido com o difratograma obtido do material nitretado pode-se observar que há alterações nos picos. Essas alterações significam a deformação do reticulado cristalino do material pela “entrada” do nitrogênio na estrutura cristalina ou por ligação do mesmo, principalmente com o Cr, formando nitretos (CrN).

Fonte: autor da tese

A presença do CrN fica evidente, principalmente, em dois picos 37.5° e 43.6° .

Na Figura 53, têm-se a ampliação mostrando o deslocamento do plano (111) de 43.6° para 43° , detalhe A. Nota-se que um dos efeitos da entrada do nitrogênio na matriz do Inconel 625, através da nitretação a plasma, é o deslocamento do plano (111) de 42.5° para 42° e do plano (200) de 50.7° para 49.5° . A diferença de deslocamentos em (111) e (200) se deve ao fato que a densidade atômica do último plano é menor do que a do primeiro, o que resulta em maior latência de expansão, há um retardamento na expansão de um plano em relação ao outro. Essa expansão da estrutura CFC, ocorre pela presença do nitrogênio que devido a alteração das distâncias interatômicas no reticulado cristalino expande a estrutura da austenita. Em B a deformação na estrutura cristalina vista pela alteração na curva causada pelo CrN.

Figura 53 – Detalhe da difratograma, plano (111)

Fonte: autor da tese

De forma similar pode-se notar na Figura 54, o deslocamento do plano (200) de 50.7° para 49.5°, visto em A, novamente com a ação da entrada do nitrogênio no reticulado cristalino, deformando-o. Houve expansão da estrutura CFC austenítica.

Figura 54 – Expansão da rede cristalina, plano (200), em A pelo nitrogênio

Fonte: autor da tese

O mesmo observa-se na Figura 55, que ocorre a expansão da estrutura CFC, em A, pela ação do nitrogênio expandindo o reticulado, e em B mostrando que essa alteração ocorre pela formação do nitreto (CrN).

Figura 55 – Expansão do reticulado cristalino, em A, e efeito do CrN, em B

Fonte: autor da tese

4.5 Simulações em JMATPRO®

A Tabela 8 apresenta uma simulação para a liga Inconel 625 recebida, mostrando as porcentagens de fase e estruturas esperadas que devem ser encontradas nas respectivas temperaturas. Esses dados foram obtidos através de simulações termodinâmicas utilizando o software JMatPro®. Nota-se um incremento da fase gama (austenita) à medida que a temperatura se eleva e o aparecimento e/ou desaparecimento de alguns compostos de acordo com essa variação. Essa simulação foi realizada a fim de identificar algumas estruturas correlacionando-as com o comportamento mecânico do material submetido à altas temperaturas.

Tabela 8 – Simulação termodinâmica, Inconel 625 (% fase)

T (°C)	γ	μ	δ	γ'	M ₂₃ C ₆	M ₆ C	MC
600	77,11	11,18	9,32	1,41	0,97		
700	83,78	6,99	8,25		0,97		
800	92,22	0,91	5,51		0,52	0,85	
900	97,70		0,52			1,78	
1000	99,10					0,64	0,26

Fonte: autor da tese

Em 600 °C, destaca-se a presença da fase γ' , a presença da fase ortorrômbica δ e a presença da fase μ .

4.6 Análise micrográfica dos corpos de prova ensaiados

A preparação das amostras para análise via microscopia óptica seguiu os padrões usuais de metalografia, ou seja, embutimento a quente (150 °C) sob pressão de 21 MPa, seguido do lixamento manual com lixas à base de SiC, na sequência de 220, 320, 400, 600 chegando a 1200. Em uma parte das amostras foi realizado ataque eletroquímico: nital 2% (em água destilada) / 200 mA /12 s.

O ataque químico para análise da microestrutura foi feito com uma solução de glicerégia [HNO₃ (10 ml) HCl (20 – 50 ml) Glicerina (5 ml)]. Imersão: 1 a 5 minutos.

As superfícies de fratura após os ensaios de fluência foram protegidas e recobertas com uma fina camada de ouro antes da observação para evitar

Na Tabela 9 pode ser vista parte das micrografias em MEV (microscópio eletrônico de varredura) realizadas no Instituto Presbiteriano Mackenzie, na Escola de Engenharia nas amostras de 400 °C até 900 °C.

Tabela 9 – Micrografias MEV tração

	400 °C	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C
Fratura
500X
1500X
500X 1mm
1500X 1mm
500X 3mm
1500X 3mm
500X 6mm
1500X 6mm

Fonte: autor da tese

Na Figura 56 são correlacionadas as macrografias e micrografias da região das fraturas dos ensaios de tração realizados nas temperaturas de 400 °C até 900

°C com seus respectivos pontos no gráfico do alongamento. O aumento das micrografia foi de 25 a 30 X e as micrografias uma ampliação de 500 X observada em MEV. As linhas seguem o sentido da laminação/tração do material.

Essas micrografias são da região da fratura e pode-se observar a variação do formato e tamanho dos grãos fraturados e recristalizados dependendo da temperatura do ensaio.

Figura 56 – Região da amostra: borda central à fratura

Fonte: autor da tese

Na Figura 57 pode-se observar as fraturas dos corpos de prova de tração a 500 e a 800 °C. Nota-se que a fratura no corpo de prova ensaiado a 500 °C ,

Figura 57 (a), ocorreu em um plano inclinado a 45° do eixo longitudinal, fratura típica frágil. Esse tipo de fratura ocorreu sistematicamente em todos os corpos de prova em que foi observado o efeito Portevin-Le Chatelier (PLC) na curva de tensão-deformação, que conduziu às instabilidades plásticas (serrilhados) na deformação plástica até à fratura. Ensaios de tração em temperaturas superiores a 700 °C o efeito PLC deixou de ocorrer e o corpo de prova também não rompeu mais a 45° do eixo longitudinal. Pode-se observar um exemplo disto na macrografia da fratura do corpo de prova ensaiado a 800 °C, mostrada na Figura 57 (b). Esta característica da fratura já havia sido observada por (FOURNIER, DELAFOSSE e MAGNIN, 2001).

Figura 57 – Fraturas no Inconel 625, tração a 500 (a) e a 800 °C (b)

Fonte: autor da tese

Na Figura 58, observa-se grãos alongados no sentido longitudinal (sentido da laminação) de um corpo de prova que foi ensaiado à temperatura de 500 °C em uma ampliação de 1500 X. Nota-se a presença de uma fase intermetálica e/ou carbonetos para a amostra aproximadamente a 1mm da superfície da fratura. Foi realizada uma “Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva” (EDS), nesse precipitado da amostra Inconel 625 e nota-se em evidencia alto pico de titânio e um alto pico de nióbio. Esses picos são característicos de precipitados

identificados de titânio e nióbio. Esses elementos são os principais constituintes das fases γ' ($\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$), γ'' (Ni_3Nb) e δ (Ni_3Nb). Os espectros encontrados, neste trabalho, são típicos da superliga Inconel 625, tal como observado por Mathew (MATHEW, et al, 2007).

Figura 58 – (a) Micrografia (MEV) do Inconel 625 ensaiado a 500 °C (região próxima à fratura), em destaques, a região analisada por EDS e o grão fraturado; (b) Espectro de EDS sobre a região material pontual, tomado sobre o precipitado, mostrando os elementos típicos presentes.

Fonte: autor da tese

Na Figura 59 (a) é apresentado um detalhe da seção longitudinal da região da fratura do corpo de prova ensaiado a 500 °C. Nesta figura observa-se um trincamento intergranular que pode ser atribuído à precipitação de carbonetos nos contornos de grãos. A decoesão dos carbonetos nos contornos de grãos, provavelmente foi a responsável pela nucleação de trincas. A superfície de fratura desse corpo de prova é apresentada na Figura 59 (b), com a seta indicando um trincamento intergranular. Trincas nos contornos de grão foram extensivamente observados em toda a superfície de fratura em corpos de prova ensaiados nesta temperatura. Contudo, nesta fractografia observa-se também a presença de alvéolos em toda a superfície de fratura, típico de fratura dúctil. NAGESHA *et al*,

(2012) e SHANKAR *et al* (2004) também observaram superfícies de fratura similares em corpos de prova ensaiados em tração nestas temperaturas.

Figura 59 – (a) Detalhe da seção longitudinal da região da fratura do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 500 °C. (b) Superfície de fratura desse corpo de prova com a seta indicando um trincamento intergranular.

Fonte: autor da tese

Na Figura 59 a micrografia do corpo de prova ensaiado a 900 °C, em (a) seção longitudinal, com ampliação de 500 X e em (b) a superfície de fratura, com ampliação de 1500 X. Na Figura 60 observa-se em (a) seção longitudinal, com uma ampliação de 500 X e em (b) e seção longitudinal, com uma ampliação de 1500 X. Comparando-se as micrografias das duas amostras na mesma ampliação de 1500 X observa-se que os grãos mostrados na Figura 59 apresentam-se com aspecto fraturado enquanto na Figura 60 os grãos estão menores, mas não se identifica mais os grãos que originaram esses de tamanho menor. Embora os grãos não estejam completamente refeitos houve recristalização. Esses rompimentos dos grãos provavelmente são as responsáveis pelo efeito do serrilhado e pelo som característico (estalos) que ocorre no ensaio de tração, durante a fase plástica. Dependendo da temperatura, haverá tempo e/ou energia térmica suficiente para que ocorra o processo de recristalização. É um processo de envelhecimento e recristalização.

Figura 60 – Análise micrográfica, Inconel 625, tração a 900 °C (a) Micrografia MEV (região próx. a fratura) 500 X (b) Micrografia MEV (região próx. a fratura) 1500 X

Fonte: autor da tese

Na Figura 61 são apresentadas as micrografias próximas à região da fratura dos corpos de prova de tração a 600 °C (a) e a 700 °C (b). Notam-se nestas micrografias um tamanho de grão não alterado consideravelmente, mas com um alongamento na direção do ensaio de tração, conforme indicado pelas setas. Grãos mais alongados são observados no corpo de prova ensaiado a 700 °C. Nota-se também a presença de carbonetos ao longo dos contornos de grão. A superfície de fratura típica do corpo de prova ensaiado em tração nestas temperaturas é mostrada na Figura 62 (a). Observam-se linhas de cisalhamento na região em evidência, também vistas por (KAOUMI e HRUTKAY, 2014). Na Figura 62 (b) linhas de cisalhamento podem ser vistas em grande quantidade no interior dos grãos. As essas linhas de cisalhamento são formadas durante a deformação plástica quando ocorre endurecimento por deformação, podendo ser responsável por uma ductilidade menor. Na Figura 62 (b) podem ser observados novamente carbonetos nos contornos de grão (HAN *et al*, 2016).

Figura 61 – Região próxima a fratura, Inconel 625, tração a 600 °C (a) e a 700 °C (b). As setas indicam a direção do ensaio de tração.

Fonte: autor da tese

Figura 62 – (a) Superfície de fratura típica do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 700 °C evidenciando linhas de escorregamento. (b) Seção longitudinal da região da fratura do corpo de prova do Inconel 625 ensaiado em tração a 700 °C, mostrando linhas de escorregamento no interior dos grãos.

Fonte: autor da tese

Na micrografia que aparece na Figura 63, de um corpo de prova ensaiado a 800 °C, com uma ampliação de 1500 X e de uma região a 6 mm da fratura pode-se notar presente na estrutura a existência de bandas de deformação, ou linhas de escorregamento (slip lines). Provavelmente todos os fenômenos de envelhecimento dinâmico por deformação estejam associados à interação de discordâncias móveis e átomos de soluto. Na maioria dos casos, os efeitos do envelhecimento dinâmico por deformação podem estar relacionados com o escorregamento e movimentação de discordâncias através de uma rede cristalina

pois este requer uma tensão muito inferior à tensão cisalhante teórica e o movimento da discordância produz um degrau, ou linhas de deslizamento (slip lines), na superfície livre do metal (REIS, 2015).

Figura 63 – Micrografias (MEV) a 800 °C; as setas e as elipses indicam “slip lines” e trincas nas “slip lines”. Aparecem também carbonetos em contorno de grão

Fonte: autor da tese

Langdon (1985) indica dois mecanismos de superação dos obstáculos pelas discordâncias. Em baixas temperaturas as discordâncias deslizam superando as barreiras ou curvando-se entre as partículas precipitadas ocorrendo isso no mesmo plano de escorregamento, contudo em altas temperaturas haverá energia suficiente para as discordâncias deslizarem e “saltarem” obstáculos (escalagem). Em condições de temperatura baixas $T < 0,5 T_f$, o controle da deformação por fluência ocorre através do processo de deslizamento de discordâncias em seus planos preferenciais. O mecanismo predominante inclui

superação da barreira de Peierls através do qual as vibrações térmicas eventualmente favorecem o movimento de um segmento de discordância por um vetor de Burgers, nucleando e propagando, com certa facilidade, uma dobra dupla (par de kinks) sob ação da tensão aplicada e consequentemente, provocando o cisalhamento do cristal, ao passo que barreiras como precipitados são superadas atermicamente por anéis de discordâncias (REED-HILL, 1982), (FRIEDEL, 1967), (REIS, 2005). A energia térmica ajuda a tensão na formação de uma dobra, que depois se estende sob a ação da tensão. Uma discordância move-se de uma maneira gradativa, em degraus. A força que retém uma discordância na sua posição de menor energia no reticulado é chamada de força de Peierls, e o mecanismo mencionado é um dos propostos para explicar a superação desta força (REIS, 2005), (LANGDON, 1985).

A tensão de arraste possa ser somada diretamente à tensão de deformação plástica dependente da velocidade de deformação. Essa componente da tensão de deformação plástica, em geral, cresce continuamente com o aumento da velocidade de deformação.

Esse aumento corresponde a um amolecimento do metal, o que conduz a formação das bandas de Lüders, ou seja, como em todos os casos semelhantes, o amolecimento ocorre em regiões localizadas. Quando isso ocorre em uma máquina de ensaio, a carga tende a cair. Nesse processo, Nabarro (2002), sugere que as discordâncias, pelo aumento de suas velocidades, libertam-se por si mesmas de suas posições. Todavia, elas eventualmente serão ancoradas por outros obstáculos (tais como contornos de grão), o que leva a formação de novas posições. Para haver deformação adicional, a carga deve elevar-se novamente, tornando possível a repetição do ciclo (ZAVAGLIA e GALDINO, 2004).

Os estágios no desenvolvimento de uma fratura dúctil do tipo "taça e cone" estão ilustrados em (DIETER, 1988). Segundo ele, o "empescoçamento" começa no ponto de instabilidade plástica onde o aumento da resistência devido ao encruamento cai para compensar a diminuição da área da seção reta transversal do corpo de prova. Isso ocorre na carga máxima ou quando a deformação verdadeira se iguala ao coeficiente de encruamento. A formação de um pescoço introduz um estado de tensões triaxial nessa região. Uma componente hidrostática da tensão atua no centro da região do pescoço ao longo do eixo do corpo de prova. Formam-se muitas microcavidades nessa região e com a continuação da deformação elas crescem e coalescem em uma trinca central. Essa trinca cresce em um plano perpendicular ao eixo do corpo de prova até se aproximar da superfície do material. Então, ela continua a se propagar localizada em planos cisalhantes orientados a 45° com o eixo longitudinal para formar a parte do "cone" da fratura (CALLISTER, 2000), (DIETER, 1988), (SOUZA, 1982).

Na Figura 64, o CP foi ensaiado a temperatura de 500°C, e micrografias retiradas à 1, 3 e 6 mm de distância da região da fratura em uma ampliação de 1500 X, nota-se, presentes na estrutura, além das "slip lines" a presença de microcavidades em contorno de grão, precipitados e inclusões de fases intermetálicas.

Figura 64 – (a) micrografias a 500 °C e ampliação de 1500 X à 1 mm da região da fratura; (b) 500 °C 1500 X 3 mm e (c) em 500 °C 1500 X 6 mm; (as setas indicam algumas das microcavidades, em contorno de grão).

Fonte: autor da tese

A Figura 65 mostra uma micrografia realizada da região à 6 mm da superfície do corpo de prova ensaiado a 600 °C notam-se carbonetos em contorno de grão presentes na estrutura, além das “slip lines”.

Figura 65 – presença de carbonetos em contorno de grãos (600 °C, a 6mm da região da fratura e ampliação de 1500 X)

Fonte: autor da tese

Na Figura 66 é apresentada a superfície de fratura do corpo de prova ensaiado em tração a 700 °C. Nota-se a predominância de fratura transgranular com alvéolos rasos de rasgamento (tear dimples) com formato parabólico. Na Figura 67 é apresentada a seção longitudinal da região da fratura de um corpo de prova ensaiado em tração a 800 °C. Nesta figura observa-se a presença de grãos menores equiaxiais provenientes provavelmente da recristalização dinâmica. Não foi possível observar a presença de carbonetos nos contornos de grãos. Esta microestrutura se repetiu nos corpos de prova ensaiados a 900 e a 1000 °C.

Figura 66 – Superfície de fratura, Inconel 625, tração a 700 °C, fratura transgranular com alvéolos rasos de cisalhamento.

Fonte: autor da tese

Figura 67 – Seção longitudinal da região da fratura, Inconel 625, tração a 800 °C, presença de grãos equiaxiais.

Fonte: autor da tese

A Figura 68 apresenta imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura da análise fractográfica da liga Inconel 625 após ensaio de tração a 600 °C. Nestas imagens observa-se a presença de microcavidades (dimples) de pouca profundidade e tamanhos variados, com vazios e membranas alveolares. A presença de “dimples” são típicas da coalescência de microvazios, o que indica que os mecanismos de fratura dúctil foram os que prevaleceram nessa temperatura.

Figura 68 – Análise fractográfica, Inconel 625, tração a 600 °C, “dimples” (a) Aspecto geral da superfície de fratura (b) Micrografia ampliação de 1500 X (c) Micrografia ampliação de 3000 X

Fonte: autor da tese

Observa-se nas micrografias até a de 700 °C, que cada grão alongado parece estar se transformando em outros grãos menores. Na micrografia de 800 °C os grãos aparecem como grãos refeitos, não há mais a aparência de grãos fraturados, mas sim de grãos completos levando a conclusão de que a partir dessa temperatura os grãos começam a recrystalizar, ou seja, os grãos apresentam aspecto uniforme e o posicionamento não está seguindo um sentido longitudinal, por exemplo, o que seria esperado em um material laminado, portanto, são grãos novos. Esse processo é o envelhecimento por deformação dinâmica (DAS), ou recrystalização dinâmica, em outras palavras, o aumento do encruamento do material que ocorre em determinadas faixas de temperatura nas quais os elementos intersticiais presentes na microestrutura têm mobilidade suficiente na rede cristalina, ou planos cristalográficos para acompanhar o movimento das discordâncias, dificultando a continuação de sua movimentação.

Nas Figura 69; Figura 70 e Figura 71 são apresentadas as micrografias MEV dos corpos de prova ensaiados em fluência sob carga de 500 MPa e temperatura de 700 °C. Pode-se observar a presença de microcavidades e alvéolos rasos, evidenciando também o mecanismo de fratura dúctil prevalecendo nesta temperatura.

Figura 69 – MEV; fluência 700 °C; 500 MPa; 80 X (a) Nitretado (b) ST

Fonte: autor da tese

Figura 70 – MEV; fluência 700 °C; 500 MPa; 1500 X (a) Nitretado (b) ST

Fonte: autor da tese

Figura 71 – Fractografias MEV fluência a 700 °C e 500 MPa (a) Nitretado, 4000 X (b) ST, 5000 X

Fonte: autor da tese

O exame das superfícies de fratura dos corpos-de-prova evidencia que, com o aumento da temperatura de ensaio, o mecanismo de fratura atuante modifica-se de coalescimento de microcavidades para o transgranular. A região central das superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados a 500 e 600 °C indica a presença de carbonetos, confirmando os maiores valores de limite de escoamento e redução da ductilidade que podem ser atribuídos à fragilização do contorno de grão devido à precipitação de carbonetos e fase δ (SHANKAR, et al, 2004).

5 CONCLUSÕES

Nos ensaios de tração não foram encontradas diferenças significativas entre os corpos de prova nitretados em relação aos corpos de prova sem tratamento, talvez a nitretação tivesse mais efeito na fadiga.

Observou-se a presença de região serrilhada na região de deformação plástica nos gráficos de tração. Os serrilhados do tipo A são observados a altas taxas de deformação e baixas temperaturas. Os serrilhados do tipo B ocorrem a médias e elevadas taxas de deformação e aparecem em bandas correlacionadas.

A curva tensão-deformação de ensaio de tração a 200 °C mostrou um serrilhado do tipo A, enquanto que na temperatura de 500 °C foi observado serrilhado do tipo B. Este serrilhado do tipo B ocorreu na faixa de temperaturas de ensaio entre 400 e 700 °C. A predominância de serrilhado do tipo A e B nas curvas de ensaio de tração em baixas temperaturas e elevadas taxas de deformação está coerente com trabalhos anteriores. Serrilhados do tipo A e B estão relacionados a difusão de átomos de C nas ligas à base de Ni. Os serrilhados em ligas de Ni está relacionado a difusão de um soluto intersticial, tal como o carbono em temperatura mais baixas e a difusão de átomos

substitucionais, tais como o molibdênio e o cromo em temperaturas mais elevadas.

Pelo DRX verificou-se a entrada do nitrogênio na matriz do Inconel 625, através da nitretação à plasma, no deslocamento do plano (111) de 42.5° para 42° e do plano (200) de 50.7° para 49.5° . A diferença de deslocamentos em (111) e (200) deve-se ao fato que a densidade atômica do último plano é menor do que a do primeiro, resultando em maior latência de expansão. Essa expansão da estrutura CFC, ocorre pela presença do nitrogênio que devido a alteração das distâncias interatômicas no reticulado cristalino expande a estrutura da austenita, A presença do CrN fica evidente, principalmente, em dois picos 37.5° e 43.6° .

Os valores da energia de ativação para fluência (Q_c) encontrados próximos dos valores da energia de ativação por autodifusão ao longo de núcleos das discordâncias (Q_{CORE}) e os expoentes de tensão obtidos das amostras sem tratamento ($n=13,40$) e o das amostras tratadas por nitretação a plasma ($n=16,49$) mostram valores de n maiores que 3 em temperaturas entre 0,4 e 0,7 da temperatura de fusão, sob níveis de tensões intermediários ou elevados, indica que o mecanismo de fluência na liga Inconel 625 é dominado por um mecanismo de deslocamento semelhante a de muitos metais puros e ligas de soluções sólidas que é um mecanismo de fluência por escorregamento e escalagem de discordâncias (ver item 2.3.2).

Em tensões maiores (550 e 600 MPa) o material nitretado responde de forma melhor do que o sem tratamento. A redução da taxa de fluência secundária, indica uma menor velocidade de fluência, o aumento do tempo final do estágio primário indica um aumento na resistência à fluência da liga Inconel 625 nitretada por plasma. Contudo o valor da energia de ativação Q_c menor no material

nitretado ($Q_c=222$ kJ/mol) do que no material sem tratamento ($Q_c=249$ kJ/mol) podem indicar que não há uma diferença significativa entre o nitretado e o sem tratamento. Os valores de Q_c apesar de serem diferentes e com um ganho aparente para o do material sem tratamento são bem próximos e podem estar na faixa de tolerância. Pode, também, ter ocorrido uma alteração do substrato (presença de fases endurecedoras) pelo tratamento térmico ocorrido na nitretação. Sendo a liga endurecida por solução sólida (ESS) e o tempo da nitretação a plasma sendo de 12 h a 520 °C, pode estar relacionado ao fato do substrato prevalecer sobre a camada nitretada, mas que esse ganho na fluência advinha dos precipitados formados no material durante o processo da nitretação. Por outro lado, a camada nitretada é uma barreira a penetração do O_2 podendo assim ter influência sobre o aumento da resistência a fluência.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

De forma a constatar os micromecanismos de deformação e fratura da liga Inconel 625 em altas temperaturas é interessante realizar-se uma análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET) a fim de auxiliar a visualização e comprovação das discussões teóricas, principalmente em relação aos precipitados e movimentação de discordâncias. Além disso é importante a realização do EDS com uma penetração mais profunda para observação nas camadas mais internas do material.

7 REFERÊNCIAS

- ABBADI, M.; HAHNER, P.; ZEGHLOUL, A. **Banda característica de Portevin-Le Chatelier em liga de alumínio 5182 sob tensão controlada e tensão controlada de ensaio à tração**. [S.l.]: Materials Science E Engenharia A337 : 194-201, 2002.
- AHMADA, M. et al. Cracking during solidification of diffusion bonded Inconel 625 in the presence of Zircaloy-4 interlayer. **Journal of Alloys and Compounds** **457**. Nilore, Islamabad, Pakistão. Elsevier, p. 131–134, 2008.
- ALMEIDA, G. F. C. **Estudo do comportamento mecânico em temperaturas elevadas da liga Ti-6Al-4V após tratamento superficial de nitretação por plasma**. São Paulo: IPEN, 2016.
- AMELINCKX, S.; DEKEYSER, W. The structure and properties of grain boundaries. **Solid State Physics**, v. 8, p. 325-499, 1960.
- ANDRADE, E. N. D. C. **On the Viscous Flow in Metals, and Allied Phenomena**. [S.l.]: Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 567, Anais.9 jun. 1910. Disponível em: . Acesso em: 14 fev. 2015, 1910.
- ANTOSZCZYSZYN, T. J. **Revestimentos de liga de níquel inconel 625 por plasma com arco transferido (PTA) sobre aços API 5L X70 e AISI 316L**. Dissertação de Mestrado. Paraná: Universidade Federal do Paraná, 2014.
- ASHBY, M. F. **Seleção de materiais no projeto mecânico**. tradução de Arlete Simille. Rio de Janeiro: Elsevier , 2012.
- ASHBY, M. F.; JOHNSON, K. **Materiais e design: arte e ciência da seleção de materiais no design de produto**. Tradução de Arlete Simille Marques. Rio de Janeiro: Elsevier , 2011.
- ASM. **METALS HANDBOOK. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance**. American Society for Metals. [S.l.]: Volume 1. 10th Edition Metals Handbook , 1990.
- ASM. **METALS HANDBOOK. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. [S.l.]: American Society for Metals. Vol.2 18, 1992.
- ASSIS RESENDE GONÇALVES, F. **Estudo do comportamento mecânico e microestrutural da superliga Inconel 718 após tratamento térmico de duplo envelhecimento**. São José dos Campos: Universidade Federal de São Paulo. Instituto de Ciência e Tecnologia , 2015.
- ASTM. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E139-83. Standard practice for conducting creep, creep-rupture and stress-rupture tests of metallic materials**. Philadelphia: [s.n.], 1995.
- ASTM. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **B443-00 Standard Specification for Nickel-Chromium-Molybdenum-Columbium Alloy (UNS N06625) and Nickel-Chromium-Molybdenum-Silicon Alloy (UNS N06219) Plate, Sheet, and Strip**. Philadelphia: [s.n.], 2009.
- ASTM. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E8/E8M-11. Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials**. Philadelphia: [s.n.], 2011.
- AW, P. K.; BATCHELOR, A. W.; LOH, N. L. Failure mechanisms of plasma nitrided Inconel 718 film. In: _____ **Wear** **208**. [S.l.]: [s.n.], 1997. p. 226–236.
- AW, P. K.; BATCHELOR, A. W.; LOH, N. L. Structure and tribological properties of plasma nitrided surface films on Inconel 718. In: _____ **Surface and Coatings Technology** **89**. [S.l.]: [s.n.], 1997. p. 70-76.
- BARBOZA. **Estudo e modelagem sob condições de fluência da liga Ti-6Al-4V. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica)**. São José dos Campos: Instituto Tecnológico da Aeronáutica, 196p, 2001.

- BARBOZA. **Estudo e modelagem sob condições de fluência da liga Ti-6Al-4V. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica).** São José dos Campos: Instituto Tecnológico da Aeronáutica, 196p. 2, 2001.
- BARBOZA, M. J. R.; MOURA NETO, C.; SILVA, C. R. M. Creep mechanisms and physical modeling for Ti-6Al-4V. **Materials Science and Engineering A, Volume 369, Issues 1-2**, 25 March 2004. 201-209.
- BARRETT, P. R. et al. Isothermal low-cycle fatigue and fatigue-creep of Haynes 230. **International Journal of Solids and Structures** **88–89**, p. 146–164, 2016.
- BARSOUM, M. **Fundamentals of ceramics.** [S.l.]: Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, IOP, 2003.
- BLUM, W. **Creep of crystalline materials:** Experimental basis, mechanisms and models. [S.l.]: Materials Science and Engineering A, v. 319–321, p. 8–15, 2001.
- BOROWSKI, T. et al. Modifying the properties of the Inconel 625 nickel alloy by glow discharge assisted nitriding. **Vacuum** **83**, p. 1489–1493, 2009.
- BRATHE, L.; JOSEFSON, L. Estimation of Norton-Bailey parameters from creep rupture data. **Metal Science**, v. 13, p. 660-664, 1979. ISSN 12.
- BRIGUENTE, F. P. **Estudos do recobrimentos metálico e cerâmico no comportamento em fluência da liga Ti-6 Al-4 V.** São José dos Campos: ITA, 2015.
- BROWN, A. M.; ASHBY, M. F. On the power-law creep equation. **Scripta Metallurgica**, v. 14, p. 1297-1302, 1980.
- CAHN, R. W.; HAASEN, P. **Physical Metallurgy.** [S.l.]: Elsevier Science, 1995.
- CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução.** 5. ed. Utah: LTC, 2000.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach.** [S.l.]: Hoboken, N.J.: Wiley, 2012.
- CHANDRASEKAR, R. et al. Effects of Microstructure on Eddy Current Residual Stress Characterization of Shot-Peened Inconel 718. **JOM, Vol. 64, No. 2**, 2012.
- CHEN, W.; CHATURVEDI, M. C. On the Mechanism of Serrated Deformation in Aged Inconel 718. **Materials Science and Engineering A229**, p. 163-168, 1997.
- CHOMETTE, S.; GENTZBITTEL, J. M.; VIGUIER, B. Creep Behaviour of as Received, Aged and Cold Worked INCONEL 617 at 850oC and 950oC. **Journal of Nuclear Materials** **399**, p. 266–274, 2010.
- COBLE, R. L. A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. **Journal of Applied Physics**, v. 34, p. 1679-1682, June 1963.
- CUI, C. Y. et al. Dynamic strain aging in a new Ni–Co base superalloy. **Scripta Materialia** **64**, p. 502–505, 2011.
- CZERWIEC, T.; B., H. M. E. Low-pressure, high-density plasma nitriding: mechanisms, technology and results. **Surface and Coatings Technology.** **182-190.** DOI: **10.1016/S0257-8972(98)00555-6**, 10 outubro 1998. 108-109.
- DALTON, H. R. **Titanium Demand and Trends in the Jet Engine Market.** Paper Presented on Titanium USA 2013 Conference Proceedings. Caesars Palace, Las Vegas, Nevada, USA: [s.n.]. 2013. p. Anais.
- DAYONG, C. et al. Characterization of hot deformation behavior of a Ni-base superalloy using processing map. **Materials and Design** **30 (2009). Hebei, China. Elsevier**, p. 921–925, 2008.
- DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica.** [S.l.]: Ed. Guanabara Dois, 1988.
- DINDAA, G. P.; DASGUPTA, A. K.; MAZUMDERB, J. Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability. **Materials Science and Engineering A** **509. Detroit, USA. Elsevier**, p. 98–104, 2009.
- DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Superalloys: a technical guide.** [S.l.]: [s.n.], 2002.

- DUSHMAN, S.; DUNBAR, L. W.; HUTHSTEINER, H. **Creep of metals**. [S.l.]: Journal of Applied Physics, v. 15, n. 1944, p. 108–124, 1944.
- EISELSTEIN, H. L.; TILLACK, D. J. **The Invention And Definition Of Alloy 625**. [S.l.]: Edward A. Loria. The Minerals, Metals & Materials Society, 1991.
- EVANS, N. D.; MAZIASZ, P.; SHINGLEDECKER, J. **Creep-testing foils and sheets of alloy 625 for microturbine recuperators**. In: Loria EA, editor. Superalloys 718, 625, 706, and various derivatives. Warrendale, PA, USA: The Minerals, Metals & Materials Society, 2005.
- EVANS, R. W.; WILSHIRE, B. **Introduction to Creep**. [S.l.]: The Institute of Metals, 1993.
- FARIA, F. M. et al. **Comportamento em Fluência a Temperatura de 650oC da Superliga Inconel 718**. Anais do XV ENCITA, Outubro. São José dos Campos, ITA: [s.n.]. 2009. p. 19-22.
- FARINA, A. B. **Efeito do Teor de Ferro e do Tratamento Térmico na Microestrutura e Propriedades da Liga UNS N06625**. São Paulo: Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais - USP - Universidade de São Paulo 13, 2014.
- FERREIRA, D. F. A. **Estudo do comportamento mecânico da superliga de inconel 625 em temperaturas elevadas**. São Paulo: Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2015.
- FOURNIER, L.; DELAFOSSE, D.; MAGNIN, T. Oxidation induced intergranular cracking and Portevin–Le Chatelier effect in nickel base superalloy 718. **Materials Science and Engineering A316**, p. 166–173, 2001.
- FRIEDEL, J. Dislocations. **Pergamon Press**, London, p. 491p, 1967.
- GEDDES, B.; LEON, H.; HUANG, X. **Superalloys Alloying and Performance**. [S.l.]: ASM International, 2010.
- GILL, A. et al. Comparison of mechanisms of advanced mechanical surface treatments in nickel-based superalloy. **Materials Science & Engineering A 576**, p. 346–355, 2013.
- GUO, Q. et al. The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy. **Journal of Nuclear Materials 414**. Beijing, China. Elsevier, p. 440–450, 2011.
- GUO, S. et al. Hot deformation and processing maps of Inconel 690 superalloy. In: _____ **Journal of Nuclear Materials 410**. Beijing, China: Elsevier, 2011. p. 52–58.
- GUO, S. et al. **Investigation on hot workability characteristics of Inconel 625 superalloy using processing maps**. Beijing, China: J Mater Sci, 2012.
- HALE, C. L.; ROLLINGS, W. S.; WEAVER, M. L. Activation energy calculations for discontinuous yielding in Inconel 718SPF. **Materials Science and Engineering A300**, p. 153–164, 2001.
- HAN, F. F. et al. The tensile behavior of GH3535 superalloy at elevated temperature. **Materials Chemistry and Physics 182**, p. 22–31, 2016.
- HAYES, R. W. **Minimum strain rate and primary transient creep analysis of a fine structure orthorhombic titanium aluminide**. [S.l.]: Scripta Materialia, v. 34, p. 1005–1012, 1996.
- HERRING, C. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. **Journal of Applied Physics**, v. 21, p. 437–445, May 1950.
- HRUTKAY, K.; KAOUMI, D. Tensile deformation behavior of a nickel based superalloy at different temperatures. **Materials Science & Engineering A 599**, p. 196–203, 2014.
- JONES, H. N. PLASTIC DEFORMATION BURST AND ARREST PHENOMENA IN RAPIDLY HEATED INCONEL "X" UNDER DEAD WEIGHT LOADING. **Scripta METALLURGICA et MATERIALIA Vol. 24**, 1990. 201–206.
- KAOUMI, D.; HRUTKAY, K. Tensile deformation behavior and microstructure evolution of Ni-based superalloy 617. **Journal of Nuclear Materials 454**, p. 265–273, 2014.

- KIM; CHATURVEDI, M. C. Serrated Flow in Inconel 625. **Transactions of the Japan Institute of Metals Vol. 28, No. 3**, p. 205 - 212, 1987.
- LANGDON, T. G. **Dislocations and Creep**. Los Angeles, USA: University of Southern California, 1985.
- LANGDON, T. G. **An Analysis of Flow Mechanisms in High Temperature Creep and Superplasticity**. [S.l.]: Materials Transactions, Vol. 46, No. 9 (2005) pp. 1951 to 1956, 2005.
- LEE, K.-O.; LEE, S.-B. Modeling of Materials Behavior at Various Temperatures of Hot Isostatically Pressed Superalloys. **Materials Science and Engineering A 541**, p. 81-87, 2012.
- LEROY, C. et al. Plasma assisted nitriding of Inconel 690. In: _____ **Surface and Coatings Technology 142–144**. [S.l.]: [s.n.], 2001. p. 241–247.
- LI, D. et al. The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy. **Materials and Design 32. Beijing, China. Elsevier**, p. 696–705 , 2011.
- MAJ, P. et al. Statistical analysis of the Portevin–Le Chatelier effect in Inconel 718. **Materials Science & Engineering A 619**, p. 158-164, 2014.
- MATHEW, M. D. et al. Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep. **Materials Characterization 59 - Elsevier**, p. 508–513, 2007.
- MCQUEEN, H. J. Development of dynamic recrystallization theory. In: _____ **Materials Science and Engineering A 387–389**. Montreal, Canada: Elsevier, 2004. p. 203–208.
- MEETHAM, G. W.; VOORDE, M. H. V. D.; VOORDE, M. H. **Materials for high temperature engineering applications**. [s.l.]. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2000.
- MELETIS, E. I. Intensified plasma-assisted processing: science and engineering. **Surface and Coatings Technology 149**, p. 95–113, 2002.
- MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de metalurgia mecânica**. [s.l.]. [S.l.]: Editora E. Blücher, 1982.
- MITTRA, J.; DUBEY, J. S.; BANERJEE, S. Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625. **Scripta Materialia 49**, p. 1209–1214 , 2003.
- MO, K. et al. Mechanism of plastic deformation of a Ni-based superalloy for VHTR applications. **Journal of Nuclear Materials 441**, p. 695–703, 2013.
- MORETO, J. A. et al. Correlação de Dados de Tração a Quente e Fluência para a Liga Kanthal A1. In: _____ **Metalurgia e Materiais**. Ouro Preto: Esc. Minas, 2011. p. 181-186.
- MURR, L. E. et al. **Microstructural Architecture, Microstructures, and Mechanical Properties for a Nickel-Base Superalloy Fabricated by Electron Beam Melting**. [S.l.]: [s.n.], 2011.
- NABARRO, F. R. N. **Creep at very low rates**. [S.l.]: Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33, n. 2, p. 213–218, fev., 2002.
- NAGESHA, A. et al. Dynamic strain ageing in Inconel® Alloy 783 under tension and low cycle fatigue. **Materials Science and Engineering A 546**, p. 34 – 39, 2012.
- NALAWADE, S. A. et al. The influence of aging on the serrated yielding phenomena in a nickel-base superalloy. **Scripta Materialia 59**, p. 991–994, 2008.
- OLIVEIRA, M. M. et al. High Temperature Mechanical Behavior of Plasma-Nitrided Inconel 625 Superalloy. In: ÖCHSNER, A.; ALTENBACH, H. **Properties and Characterization of Modern Materials**. Singapore: Springer, v. 33, 2017. p. 167.
- PEDRAZA, F. et al. Low-energy high-flux nitriding of Ni and Ni20Cr substrates. **Surface and Coatings Technology 176**, p. 236–242, 2004.

- PENNY, R. K.; MARRIOTT, D. L. **Desing for creep**. 2. ed. London: Chapman & Hall, 1995.
- PFINGSTAG, M. E.; MULLER, I. L.; SCHAEFFER, L. **Avaliação do comportamento à fadiga e à corrosão-fadiga de juntas soldadas da liga inconel 625 testada para uso em plataformas off-shore**. 17º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 15 a 19 de Novembro, Foz do Iguaçu, PR, Brasil : [s.n.]. 2006.
- POLITANO, R. **Modelamento Matemático e Simulação Computacional do Processo de Nitretação de Aços**. São Paulo: IPEN, 2003.
- PYE, D. **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**. [S.l.]: ASM. The Materials Information Society, 2003. The Materials Information Society. 2003 p.
- RAHMAN, M. S. et al. Characterization of high temperature deformation behavior of INCONEL 617. **Mechanics of Materials** **41**, p. 261–270, 2009.
- RAO, K. B. S. et al. Serrated Flow and Deformation Substructure at Room Temperature in Inconel 718 Superalloy During Strain Controlled Fatigue. **Scripta Metallurgica et Materialia**, Vol. **32**, No. **4**, p. 493-498, 1995.
- REED, R. C. **The Superalloys Fundamentals and Applications**. New York: Cambridge University Press, 2006.
- REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.
- REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, L.; ABBASCHIAN, R. **Physical Metallurgy Principles**. Boston (USA): Cengage Learning. 4 ed , 2010.
- REIS, D. A. P. **Efeito do Recobrimento Cerâmico e da Atmosfera de Ensaio na Fluência de Liga Metálica Refratária de Titânio**. São José dos Campos: INPE, 2005.
- REIS, D. A. P. **Anotações de aula de Fluência. Material da disciplina de fluência em metais e ligas**. S. J. dos Campos: UNIFESP , 2015.
- RODRIGUEZ FERNANDEZ, J. **Caracterização microestrutural de juntas de aço ASTM A516 - liga de Ni 625 soldadas por atrito com pino não consumível**. Campinas: Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. 171 p. Tese, 2013.
- SAKAI, T. Dynamic recrystallization microstructures under hot working conditions. **Journal of Materials Processing Technology**. , Tokyo, Japan., 1995. 349-361.
- SANTOS, B. N. **Avaliação de um Critério de Equivalência entre Dados de Tração a Quente e Fluência em Aços**. São Carlos-SP: Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal de São Carlos. 59, 2007.
- SARKAR, A. et al. **Influence of Dynamic Strain Aging on High Cycle Fatigue Behavior of Alloy 617M**. [S.l.]: The Indian Institute of Metals, 2015.
- SCHMIDT, U. T.; LÖHE, D.; VÖHRINGER, O. High-temperature deformation of combustion chamber materials in different component conditions. **Materials Science and Engineering A319–321**, p. 60–764, 2001.
- SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. [S.l.]: PEARSON Education do Brasil, 2012.
- SHANKAR, V. et al. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. **Journal of Nuclear Materials** **288**, p. 222–232, 2001.
- SHANKAR, V. et al. Effects of Temperature and Strain Rate on Tensile Properties and Activation Energy for Dynamic Strain Aging in Alloy 625. **Metallurgical and Materials Transactions A** • **October**, 2004.
- SILVA, C. C. et al. **Aspectos metalúrgicos de revestimentos dissimilares com a superliga à base de níquel inconel 625**. Fortaleza, Ceará: Universidade Federal do Ceará, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Laboratório de Engenharia de Soldagem. 32, 2012.

- SINGH, V.; MELETIS, E. I. Synthesis, characterization and properties of intensified plasma-assisted nitrided superalloy Inconel 718. In: _____ **Surface & Coatings Technology** **201**. [S.l.]: [s.n.], 2006. p. 1093–1101.
- SISTA, V. et al. Evaluation of electrochemical boriding of Inconel 600. In: _____ **Surface & Coatings Technology** **215**. [S.l.]: [s.n.], 2013. p. 452–459.
- SONG, H. W. et al. **Compensation effect in creep of conventional polycrystalline alloy 718**. [S.l.]: Scripta Materialia, p.917-922, 2000.
- SOUZA, S. A. D. **Ensaaios mecânicos de materiais metálicos. Fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: Edgard Blücher, 1982.
- SOUZA, W. C.; VASCONCELLOS NETO, L. C. Super Liga Inconel 625. **Anuário da Produção de Iniciação Científica Discente. Vol. 13, n.18**, 2010.
- SPECIALMETALS. Inconel 625 Alloy Datasheet. **SPECIAL METALS**, 19 nov 2015. Disponível em: <<http://www.specialmetals.com> 14>.
- SUGAHARA, T. **Estudo do comportamento em fluência da superliga 718**. São José dos Campos: Tese de mestrado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica. ITA, 2011.
- SUGAHARA, T. et al. **Estudo do comportamento em fluência da superliga inconel 718**. São José dos Campos: Anais do XV ENCITA, ITA, Outubro, 19-22, 2009.
- SUN, Y. Kinetics of layer growth during plasma nitriding of nickel based alloy Inconel 600. In: _____ **Journal of Alloys and Compounds** **351**. [S.l.]: [s.n.], 2003. p. 241–247.
- THOMAS CHARLES, T. P. **The performance of alloy 625 in long-term intermediate temperature applications**. [S.l.]: Press Vessels Piping, 1994.
- TIAN, C. et al. Dynamic Strain Aging in a Newly Developed Ni-Co-Base Superalloy with Low Stacking Fault Energy. **J. Mater. Sci. Technol.**, p. 873-878, 2013.
- TOTEMEIER, T. C.; LILLO, T. M. Effect of Orientation on the Tensile and Creep Properties of Coarse-Grained INCONEL Alloy MA754. **Metallurgical And Materials Transactions A**, março 2005. Volume 36a.
- VAN DEN BEUKEL, A. Teoria do Efeito de Deformação Dinâmica de Envelhecimento sobre Propriedades Mecânicas. In: _____ **Phys. Estat. Sol. (A)** **30**. [S.l.]: [s.n.], 1975. p. 197.
- VECCHIO, K. S.; FITZPATRICK, M. D.; KLARSTROM, D. Influence of Subsolvus Thermomechanical Processing on the Low-Cycle Fatigue Properties of HAYNES 230 Alloy. **METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, VOLUME 26A**, 1995.
- VENDRAMIM, J. C. **A MODIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIES DE LIGAS FERROSAS PELO PROCESSO DE NITRETAÇÃO IÔNICA, OU NITRETAÇÃO A PLASMA**. [S.l.]: Faculdade de Engenharia Mecânica Unicamp. Dissertação de mestrado, 2002.
- VENKATESH, V.; RACK, H. J. Elevated temperature hardening of INCONEL 690. **Mechanics of Materials** **30**, p. 69-81, 1998.
- VERHOEVEN, J. D. **FUNDAMENTALS OF PHYSICAL METALLURGY**. iOWA: John Wiley & Son s, Inc, 1987.
- VISWANATHAN, R.; FOULDS, J. **Accelerated Stress Rupture Testing for Creep Life Prediction—Its Value and Limitations**. [S.l.]: Journal of Pressure Vessel Technology, v. 120, p. 105, 1998.
- WANG, Y. et al. Microstructure evolution during dynamic recrystallization of hot deformed superalloy 718. In: _____ **Materials Science and Engineering A** **486**. Harbin, China: Elsevier, 2007. p. 321–332.
- WANG, Y. et al. Flow behavior and microstructures of superalloy 718 during high temperature deformation. In: _____ **Materials Science and Engineering A** **497**. Harbin, China: Elsevier, 2008. p. 479–486.

- WANG, Y. et al. Tensile deformation behavior of superalloy 718 at elevated temperatures. In: _____ **Journal of Alloys and Compounds 471**. Harbin, China: Elsevier, 2008. p. 331–335.
- WEIR, J. R. J.; DOUGLAS, D. A.; MANLY, W. D. **Inconel as a structural material for a high temperature fused-salt reactor**. Oak Ridge: Oak Ridge National Laboratory, 1957.
- WILLIAMSON, D. L.; DAVIS, J. A.; WILBUR, P. J. Surf. Coat. Technol. 103–104. [S.l.]: [s.n.], 1998. p. 178.
- WRIGHT, J. K. et al. Characterization of elevated temperature properties of heat exchanger and steam generator alloys. **Nuclear Engineering and Design 251**, p. 252–260, 2012.
- YAFANG, H.; CHATURVEDI, M. C. **Steady State Creep Rate Equation of Inconel 718 Superalloy**. [S.l.]: J. Mater. Sci. Technol., Vol. 5, 79-84p, 1989.
- YAFANG, H.; CHATURVEDI, M. C. **Effect of cold and warm working on the microstructures and mechanical properties of alloy 718**. [S.l.]: Materials Science and Engineering: A, V 156, Issue 1, 53-61p, 1992.
- YASAVOL, N.; N., M. F. The effect of duplex plasma nitriding-oxidizing treatment on the corrosion resistance of AISI 4130 steel. **Materials and Design. v. 38**. DOI: **10.1016/j.matdes.2012.01.047**, Junho 2012. 59-63.
- ZAVAGLIA, C. A. C.; GALDINO, A. G. **O níquel e suas ligas**. Campinas: EM833 - Seleção de Materiais. UNICAMP. <ftp://ftp.fem.unicamp.br/pub/EM833/Parte%20II%201.3.b%20-%20Niquel%20e%20suas%20ligas.pdf>, 2004.