

## ANÁLISE DE TEXTURA DA LIGA 600 APÓS PROCESSAMENTO POR ECAP E TRATAMENTOS TÉRMICOS

R. A. F. Dias<sup>1\*</sup>, W. A. Monteiro<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, CCTM, SP, Brasil

\*[rafd\\_rafd@hotmail.com](mailto:rafd_rafd@hotmail.com), [wamonte@ipen.br](mailto:wamonte@ipen.br)

### RESUMO

*A difração de raios X é uma importante técnica de caracterização de materiais metálicos, ela pode ser utilizada para análise qualitativa, revelando as fases e a estrutura cristalina, ou quantitativa, podendo revelar composição, tamanho de grão (cristalito) e orientação preferencial (textura). Neste trabalho foi analisada a textura cristalográfica (deformação e recozimento) da superliga de níquel, Inconel 600 (liga 600), após processamento pela técnica de ECAP, Equal Channel Angular Pressing, e posterior tratamentos térmicos. Foram analisados os planos {111}, {200} e {220}, devido à estrutura CFC do material, na direção normal à secção transversal. A análise da amostra de 3 passes sem tratamento térmico retornou uma textura associada aos planos e direções {111}<110>. Para as amostras recozidas foi identificada uma evolução na textura ligada aos planos e direções {113}<110>, {101}<110> e {332}<110> e uma variação da textura ligada aos planos e direções {223}<110> e {332}<110>.*

**Palavras chave:** Textura, ECAP, Liga 600.

### INTRODUÇÃO

Uma variedade significativa de propriedades apresentadas pelos materiais é fortemente dependente da microestrutura, dentre elas pode-se citar limites de resistência e escoamento, alongamento, tenacidade, resistência ao impacto entre outras. O tamanho médio de grão é um parâmetro determinante dessas propriedades e a equação de Hall-Petch estabelece a relação entre tamanho de grão e tensão de escoamento:

$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (A)$$

Sendo  $\sigma$  a tensão de escoamento,  $\sigma_0$  a tensão de atrito que se opõe ao movimento das discordâncias,  $k$  a constante que representa uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias nos contornos e  $d$  o diâmetro médio do grão<sup>(1)</sup>.

Analisando a equação de Hall-Petch matematicamente conclui-se que quanto menor o tamanho de grão ( $d$ ), maior será o valor da tensão de escoamento ( $\sigma$ ) deste material. Na prática, as ligas comercializadas tem seu tamanho de grão controlado de acordo com a aplicação, através de tratamentos termomecânicos convencionais, como forjamento, laminação e extrusão, onde o tamanho de grão alcançado pode chegar à ordem dos micrometros.

O *Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP), ou Prensagem Angular em Canais Iguais, é uma técnica de processamento não convencional, desenvolvida por Vladimir Segal durante a década de 70, que permite a obtenção de metais com tamanhos de grão abaixo de  $1\mu\text{m}$ .

Na Figura 1, pode-se observar o desenho esquemático de um conjunto matriz, punção e corpo e prova sendo processado utilizando o ECAP<sup>(2)</sup>.

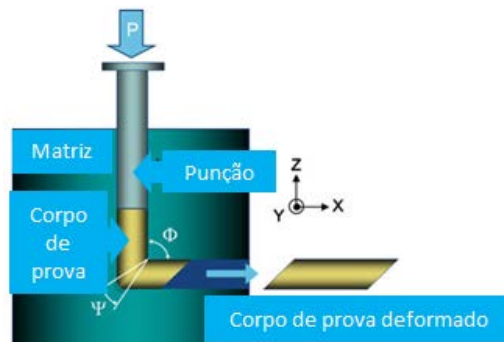


Figura 1 – Desenho esquemático de um conjunto matriz e punção de ECAP.

Durante a prensagem o tarugo metálico é deformado por cisalhamento simples na intersecção dos canais, podendo-se trabalhar com diferentes sistemas de escorregamento, dependendo da rota e do tipo de matriz escolhida para o ECAP. A Figura 2, traz as diferentes rotas onde, admitindo um tarugo de secção quadrada, é possível estabelecer uma referência para as rotações necessárias<sup>(3)</sup>.

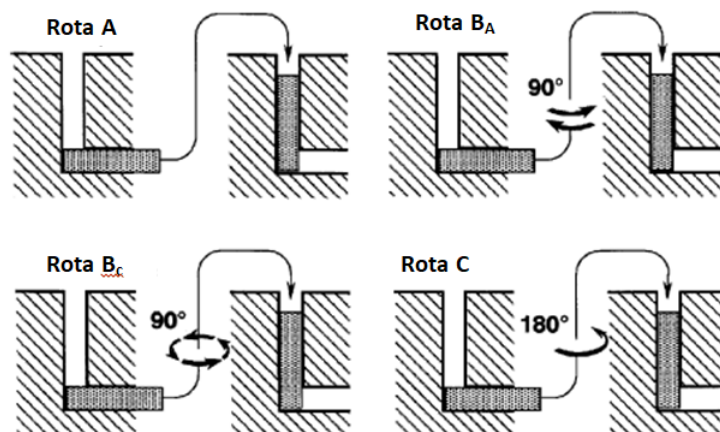


Figura 2 - Diferentes rotas de processamento por ECAP

Na rota A, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz com a mesma orientação. Na rota B<sub>A</sub>, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz rotacionado de 90° e no passe subsequente este deve ser rotacionado -90°. Na rota B<sub>C</sub>, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz sempre rotacionado de 90°. Pela rota C, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz sempre rotacionado de 180°.

A difração de raios X é uma importante técnica de caracterização de materiais metálicos, ela pode ser utilizada para análise qualitativa, revelando as fases e a estrutura cristalina, ou quantitativa, podendo revelar composição, tamanho de grão (cristalito) e orientação preferencial (textura).

A lei de Bragg relaciona o comprimento de onda dos raios X, o espaçamento interatômico e o ângulo de difração de uma interferência construtiva e é representada pela seguinte equação:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (\text{B})$$

Sendo  $n$  a ordem da reflexão, que admite qualquer número inteiro,  $\lambda$  o comprimento de onda do raio X utilizado,  $d_{hkl}$  a distância de dois planos de átomos adjacentes e paralelos e  $\theta$  o ângulo incidente sobre os planos.

Os metais e ligas utilizadas nas mais diversas aplicações conhecidas pela humanidade, na sua maioria, são policristalinos, ou seja, sua microestrutura é composta por uma grande quantidade de grãos e, como visto anteriormente, cada grão do material possui uma orientação cristalográfica diferente da de seu vizinho. Os grãos desses metais e ligas podem estar arrançados de maneira aleatória ou podem desenvolver uma orientação preferencial, a chamada textura.

Na realidade, é muito comum que os materiais possuam alguma textura, pois, durante os processos de fabricação como laminação, extrusão, trefilação e forjamento os grãos dos materiais se deformam e acabam sofrendo diversas rotações complexas, que tendem a deixar muitos deles agregados em uma orientação preferencial, é a chamada textura de deformação. Um material, com esse tipo de textura, que é tratado termicamente, desenvolve a chamada textura de recristalização ou textura de recozimento, pois a orientação introduzida pela deformação tem influência sobre os fenômenos de nucleação e crescimento dos grãos recristalizados.

Quando os materiais possuem texturas específicas, propriedades físicas específicas são melhoradas, como é o caso dos núcleos de motores elétricos, que seus grãos são orientados com os planos {100} paralelos à superfície da chapa, conferindo ao aço melhores propriedades magnéticas, o que não é interessante para chapas que precisam passar por estampagem profunda, para fabricação de embalagens cilíndricas, que tem seus grãos orientados com os planos {111} paralelos à superfície da chapa, para que durante a deformação não ocorram trincas no produto final<sup>(4)</sup>.

Através da técnica de difração de raios X é possível analisar uma grande quantidade de grãos, de modo a quantificar a textura em uma dada orientação cristalina que é representada pela Função Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC), segundo as coordenadas de Bunge.

As FDOC dão a informação sobre a distribuição das orientações dos cristais, por meio de um plano e uma direção cristalográfica,  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ , a fração volumétrica de cada orientação presente e a frequência de ocorrência (ou probabilidade de encontrar) as determinadas orientações. Na FDOC a orientação é definida por 3 ângulos de Euler<sup>(5)</sup> (Figura 3), os quais constituem 3 rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula cristalina do cristal tornam os mesmos coincidentes com os eixos da direção de laminação, da direção transversal e da direção normal, respectivamente, DL, DT e DN<sup>(6)</sup>.

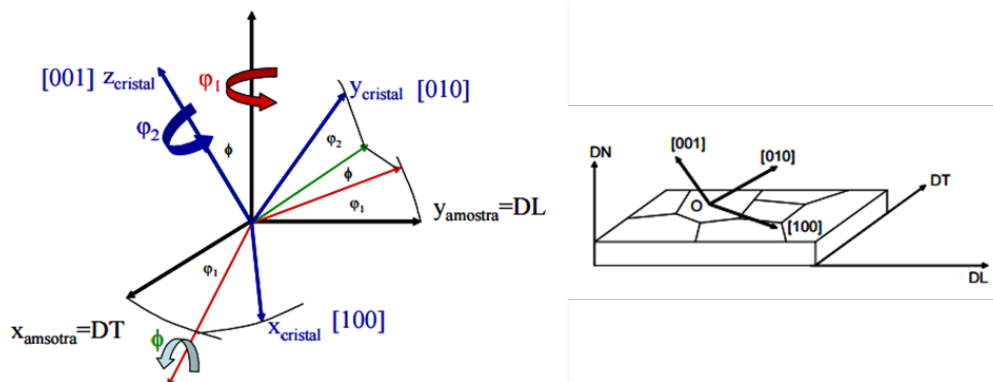


Figura 3 – Definição dos ângulos de Euler ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ) conforme a notação de Bunge

## MATERIAIS E MÉTODOS

O material objeto deste estudo é uma superliga à base de níquel, liga 600 (72%Ni, 14–17%Cr e 6–10%Fe), recebida na forma de barras cilíndricas com comprimento de 0,15 m (150 mm) e diâmetro 8 mm, fornecidas pela Multialloy.

As barras cilíndricas foram seccionadas no comprimento de 150 mm e então, usinadas a fim de adequar as dimensões do material para o processamento por ECAP (6x6 mm de secção transversal), em fresadora universal KFF 30 da Kone do Laboratório de Processamento de Pós do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN). Em seguida foram submetidas à um tratamento térmico de solubilização e novamente realizadas análises por MO e microdureza Vickers.

Foram obtidas amostras com comprimento final de 25 mm (Figura 3) através do corte das barras solubilizadas utilizando-se da cortadeira de precisão ISOMET 2000, Buehler, do Laboratório de Ensaios Mecânicos do IPEN.

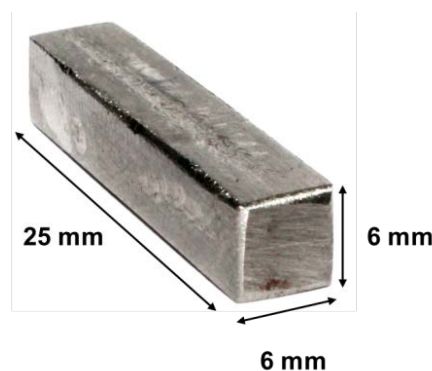


Figura 4 – Corpo de prova após usinagem e solubilização.

O processamento por ECAP foi realizado em uma matriz bipartida, fabricada em aço ferramenta D2, com 2 canais retangulares, de 6x6 mm, cujos ângulos,  $\Phi$  e  $\Psi$ , são de  $120^\circ$  e  $0^\circ$  respectivamente, e para que o atrito entre o corpo de prova e os canais fosse minimizado durante as prensagens, foi utilizada uma graxa a base de cobre. O punção utilizado na prensagem também foi fabricado em aço ferramenta D2, de maneira que o encaixe na matriz tivesse uma pequena folga. Durante o processamento das amostras, os punções de aço ferramenta D2 foram substituídos após diversas falhas por punções de aço ferramenta D6. As partes da matriz são unidas por parafusos de aço capazes de suportar os esforços desenvolvidos no processo e a dureza final da matriz é de 62 HRC. A matriz, o punção e um corpo de prova posicionado para a realização da prensagem podem ser observados na Figura 4.

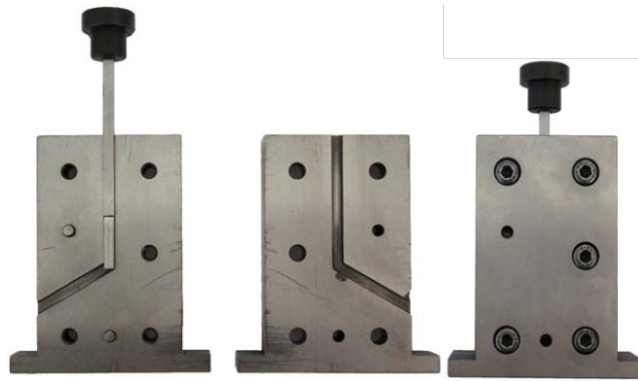


Figura 5 – Conjunto matriz e punção.

As amostras foram processadas a temperatura ambiente, em uma prensa localizada no Laboratório de Processamento de Pós do IPEN, foram processadas 4 amostras de 3 passes pela Rota A.

Para as análises de textura foi utilizado um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro Rigaku modelo DMAX-2000, equipado com tubo de anodo de cromo, instalado no Laboratório de Difração de Raios X, no Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais (CCTM) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN)

Foram analisados os planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  e  $\{220\}$ , devido à estrutura CFC do material, na direção normal à secção transversal. Foram analisadas 4 amostras, todas com 3 passes de deformação, e três delas recozidas à 523 K (250 °C), 723 K (450 °C) e 873 K (600 °C) por 1h.

A partir dos dados obtidos, foi utilizado o Programa Análise de Textura (PAT), software desenvolvido pelo Dr. Nelson Batista de Lima e Eguiberto Galego, para gerar as figuras de polo e posteriormente as FDOC.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As secções da FDOC mais importantes de serem analisadas para metais de estrutura cristalina CFC são as de  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$  e, além disso, as regiões delimitadas em vermelho são as mais importantes, pois mostram a maior frequência de ocorrência. Utilizando o software PAT, quando o cursor do mouse é colocado na região que se deseja analisar, ele retorna os valores dos ângulos de Euler, e assim, com o auxílio de ábacos específicos, é possível dizer qual a posição espacial dos cristais da amostra.

Para o estudo de textura do material deste trabalho foram utilizadas a amostra solubilizada, a de 3 passes sem tratamento térmico e as de 3 passes tratadas termicamente à 200 °C, 450 °C e 600 °C.

Para amostra solubilizada foi realizada análise de textura, no entanto, devido a sua microestrutura ser composta por grãos grosseiros, a difração de raios X não pôde identificar textura.

Para a amostra de 3 passes sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em  $\varphi_1 = 55^\circ$ ,  $\Phi = 45^\circ$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_1 = 30^\circ\sim 35^\circ$ ,  $\Phi = 90^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ , a primeira com frequência 11 vezes maior que a aleatória e a segunda com frequência 5 vezes maior que a aleatória, em ambas a textura corresponde aos planos e direções  $\{111\}\langle 110\rangle$ . As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 5, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

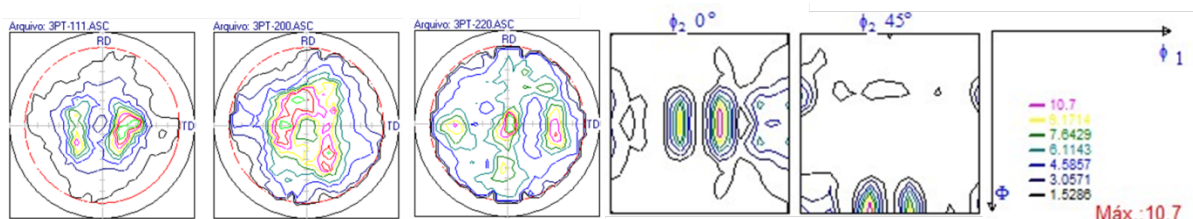


Figura 6 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes sem tratamento térmico

Para a amostra de 3 passes recozida a 250 °C a região vermelha apareceu em  $\varphi_1 = 10^\circ$ ,  $\Phi = 20^\circ$ ,  $\varphi_2 = 5^\circ$  com frequência 7 vezes maior que a aleatória, porém, não foi encontrado na literatura um ábaco para essas coordenadas, impossibilitando a identificação da textura em questão. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 6.

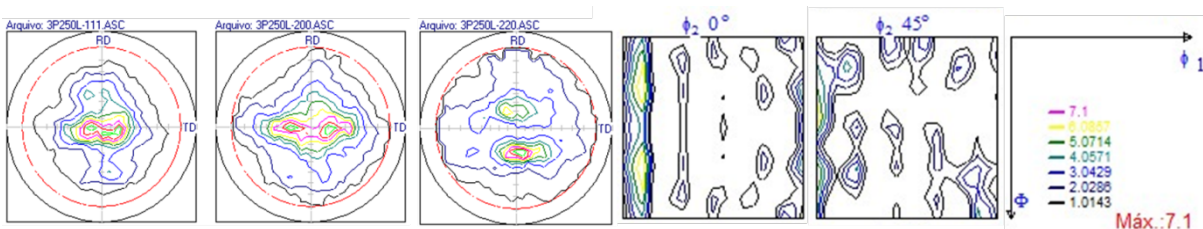


Figura 7 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 250 °C

Para a amostra de 3 passes recozida a 450 °C a região vermelha apareceu em  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi = 10^\circ\sim 25^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  com frequência variando de 7 a 9 vezes maior que a aleatória, porém, ângulos menores que 25° em  $\Phi$  não são contemplados nos ábacos consultados e necessitariam um estudo mais aprofundado para identificação



dos planos e direções, já para  $\Phi = 25^\circ$  a textura corresponde aos planos e direções  $\{113\}\langle 110 \rangle$ . As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 8.

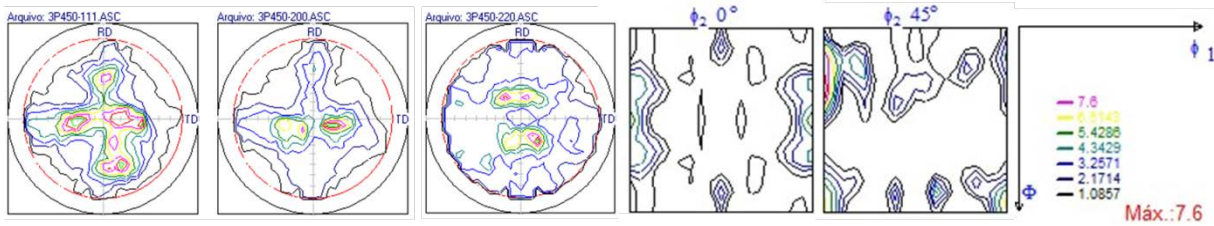


Figura 8 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 450 °C

Para a amostra de 3 passes recozida a 600 °C a região vermelha apareceu em  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\Phi = 10^\circ \sim 20^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  com frequência variando de 8 a 9 vezes maior que a aleatória, porém, ângulos menores que  $25^\circ$  em  $\Phi$  não são contemplados nos ábacos consultados e necessitariam um estudo mais aprofundado para identificação dos planos e direções. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 8.

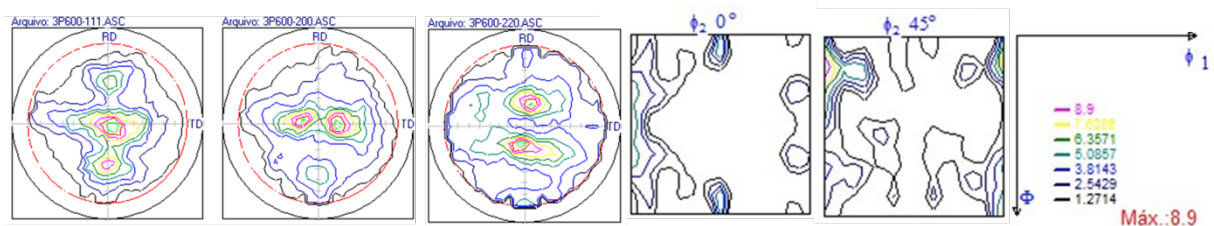


Figura 9 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 600 °C

Pode-se comparar a evolução da frequência de ocorrência das amostras recozidas ao analisar as fibras correspondentes a  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$  variando  $\Phi$  e  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  também variando  $\Phi$ , como se vê no Gráfico 1 e no Gráfico 2.



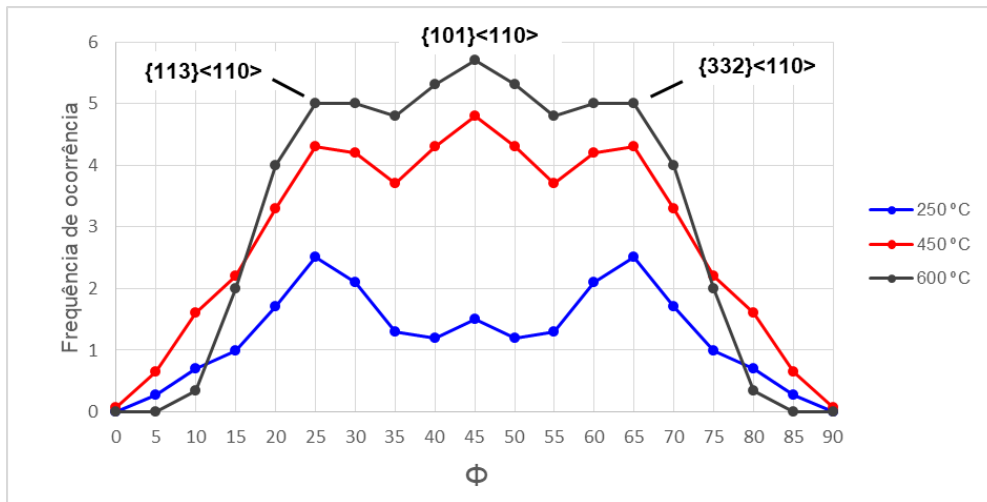


Gráfico 1 – Frequência de ocorrência X Variação de  $\Phi$  ( $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 0^\circ$ )

Observa-se a cada tratamento térmico essa fibra sofreu uma evolução, ou seja, os planos e direções  $\{113\}\langle 110\rangle$ ,  $\{101\}\langle 110\rangle$  e  $\{332\}\langle 110\rangle$  ( $\Phi = 25^\circ$ ,  $\Phi = 45^\circ$ ,  $\Phi = 65^\circ$ ) aumentaram sua frequência de ocorrência a medida que a temperatura do tratamento aumentou.

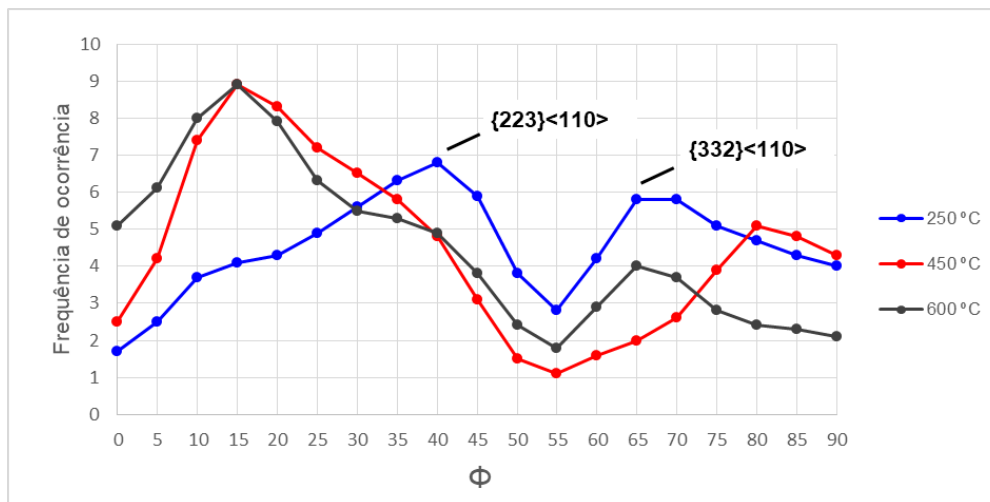


Gráfico 2 – Frequência de ocorrência X Variação de  $\Phi$  ( $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ )

Observa-se a cada tratamento térmico essa fibra sofreu uma alteração, ou seja, se a base for a amostra de 250 °C nota-se que os planos e direções  $\{223\}\langle 110\rangle$  e  $\{332\}\langle 110\rangle$  ( $\Phi = 40^\circ$ ,  $\Phi = 65^\circ$ ) tiveram uma ligeira queda ao serem comparados com as amostras de 400 °C e 600 °C, enquanto os planos e direções referentes a  $\Phi = 15^\circ$  tiveram um grande aumento de frequência de ocorrência.

## CONCLUSÃO

As amostras deste trabalho foram processadas pela técnica ECAP, tratadas termicamente e tiveram sua textura analisada.

A análise da amostra de 3 passes sem tratamento térmico retornou uma textura associada aos planos e direções  $\{111\}\langle 110\rangle$ .

Para as amostras de 3 passes recozidas em 3 temperaturas diferentes, foi identificada uma evolução na textura ligada aos planos e direções  $\{113\}\langle 110\rangle$ ,  $\{101\}\langle 110\rangle$  e  $\{332\}\langle 110\rangle$  e uma variação da textura ligada aos planos e direções  $\{223\}\langle 110\rangle$  e  $\{332\}\langle 110\rangle$ . As variações de texturas associadas à planos  $\{111\}$  e

direções  $\langle 110 \rangle$  são justificadas pelo tipo de deformação imposta pelo processamento, o cisalhamento simples. Uma pesquisa mais aprofundada se faz necessária para entender o real impacto da formação dessas texturas nas propriedades da liga 600.

## REFERÊNCIAS

- (1) CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. **Materials science and engineering: an introduction**. Hoboken, NJ: JOHN WILEY & SONS, INC., 2007.
- (2) CULLITY, B D; STOCK, S. R. **ELEMENTS OF RAY X-RAY DIFFRACTION**. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall., 2001.
- (3) SABIROV, I. et al. **Bulk Nanostructured Materials with Multifunctional Properties**. 2015.
- (4) VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. **Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement**. *Progress in Materials Science*, 2006.
- (5) REZENDE, José Eduardo. **Evolução da microestrutura e textura com a temperatura de acabamento de um aço GNO com 1,3%Si**. 2003. Dissertação (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2003.
- (6) VIANA, C. S. da C.; PAULA, A. dos S. **Texturas de deformação**. In: TSCHIPTSCHIN, André, et al. *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*. São Paulo: IPEN, 2003. p. 36-54.

## TEXTURE ANALYSIS OF ALLOY 600 AFTER ECAP PROCESSING AND HEAT TREATMENTS

### ABSTRACT

X-ray diffractometry is an important technique of materials characterization. It can be used for qualitative analysis, revealing phases and crystalline structure or quantitative, which can reveal composition, grain size (crystallite) and preferential orientation (texture). In this work the crystallographic texture (deformation and annealing) of the nickel superalloy, Inconel 600 (alloy 600), was analyzed after ECAP processing, Equal Channel Angular Pressing, and subsequent heat treatments. Crystallographic Planes  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  and  $\{220\}$  were analyzed due to the FCC structure of the material, in the normal direction to the cross-section. The analysis of the sample of 3 passes without heat treatment returned a texture associated with the planes and directions  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . For the annealed samples an evolution in the texture attached to the planes and directions  $\{113\} \langle 110 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle \langle 110 \rangle$  and  $\langle 332 \rangle \langle 110 \rangle$  was identified and a texture variation attached to the planes and directions  $\{223\} \langle 110 \rangle$  and  $\{332\} \langle 110 \rangle$ .