

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO SOBRE MICROESTRUTURA E DUREZA DE REVESTIMENTOS DE INCONEL718® DEPOSITADO POR LASER CLADDING

Osmar Custodio de Moura Filho, osmar.custodio@sc.senai.br^{1,2}

Leandro João da Silva, leandro.tools@gmail.com³

Moises Felipe Teixeira, moises.teixeira@sc.senai.br²

Alexsandro Rabelo, alexsandro.rabelo@sc.senai.br²

Cesar Edil da Costa, cesar.edil@udesc.br¹

Julio César Giubilei Milan, julio.milan@udesc.br¹

¹Universidade do Estado de Santa Catarina, Rua Paulo Malschitzki, 200-Zona Industrial Norte, Joinville-SC

²Instituto Senai de Inovação, Rua Arno Waldemar Dohler, 308-Santo Antônio, Joinville-SC

³Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila, 2121-Santa Mônica, Uberlândia-MG

Resumo. O objetivo do presente trabalho foi avaliar o efeito do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento sobre a microestrutura e dureza de revestimentos de Inconel 718 depositados por laser *cladding* sobre aço inoxidável austenítico AISI 316L. Revestimentos foram depositados utilizando o processo laser *cladding* com potência do laser de 4220W, velocidade de 1310 mm/min e vazão de pó metálico de 48 g/min. Foram avaliadas as características geométricas dos revestimentos os quais apresentaram boa ligação metalúrgica com o substrato. A microestrutura do revestimento como depositado apresentou estrutura predominantemente dendrítica enquanto o revestimento envelhecido devido a recristalização apresentou uma estrutura de grãos equiaxiais. As fases presentes nos revestimentos foram avaliadas, foi observado nas amostras não envelhecidas a formação de carbonetos do tipo MC, M_6C e a presença de nitretos de titânio, além de segregação de nióbio propiciando a formação da fase deletéria conhecida como laves. Após a realização do tratamento térmico de envelhecimento foi constatado a presença de nitretos de titânio, além do surgimento da fase δ (Ni_3Nb) nos contornos de grão e das fases endurecedoras da liga λ' ($Ni_3(Al,Ti)$) e λ'' (Ni_3Nb), a fase laves (combinação dos elementos níquel, cromo e ferro, com os elementos nióbio, molibdênio e titânio, na razão de 2:1) presente no revestimento não envelhecido foi dissolvida após o tratamento térmico. Em relação a microdureza, o revestimento tratado termicamente apresentou melhor desempenho, isso ocorreu devido a precipitação das fases endurecedoras λ' e λ'' as quais são coerentes com a matriz e se tornam barreiras efetivas para a movimentação das discordâncias.

Palavras chave: Laser Cladding. Inconel 718 Envelhecimento Revestimentos

1. INTRODUÇÃO

Os processos de deposição de revestimentos são utilizados para minimizar os efeitos causados pelo desgaste na superfície de componentes industriais. Existem várias técnicas para a deposição de revestimentos como a soldagem a arco elétrico, plasma e aspersão térmica, porém, estas técnicas possuem algumas desvantagens em função do elevado aporte de calor, elevada diluição com o substrato e uma extensa zona termicamente afetada. Com o objetivo de aprimorar as características dos revestimentos, os estudos estão sendo direcionados para o processo laser *cladding*.

Laser *cladding* é um processo que tem como principais características: baixa diluição, pequena zona afetada pelo calor, baixo aporte térmico além de obter uma boa ligação metalúrgica entre o substrato e o metal de adição (Weng; Chen; Yu, 2014). A técnica laser *cladding* combinada com ligas de boas propriedades mecânicas pode ajudar a combater os problemas com relação ao desgaste enfrentados pela indústria. Várias ligas podem ser utilizadas para o processo, porém, as superligas a base de níquel conseguem manter suas propriedades mecânicas em elevadas temperaturas.

A liga UNS N07718, comercialmente conhecida como Inconel 718®, é uma liga a base de Ni-Fe a qual possui elevada resistência a corrosão, alta resistência mecânica em temperatura ambiente além de excelente resistência a fadiga e fluência em elevadas temperaturas (Kuo et al. 2009). A liga é endurecível por precipitação das fases γ' e γ'' .

Conforme reportado na literatura especializada (Zhong et al., 2016), a taxa de resfriamento do processo laser *cladding* é muito alta. A liga Inconel 718 possui como característica uma lenta cinética para precipitação das fases γ' , γ'' e δ . Com isso, no processamento da liga 718 por laser *cladding*, tipicamente não há tempo suficiente para que ocorra a formação das principais fases endurecedoras γ' e γ'' . Se faz necessário, portanto, a realização de tratamentos térmicos - solubilização e precipitação (envelhecimento) - para que o revestimento alcance máximo desempenho.

O tratamento térmico de solubilização é responsável por solubilizar a fase laves a qual apresenta efeitos negativos na resistência mecânica e resistência a corrosão das superligas, além de homogeneizar a microestrutura. Após o tratamento

de solubilização realiza-se o tratamento térmico de envelhecimento para precipitar as fases endurecedoras da superliga Inconel 718 (γ' e γ'') aumentando assim sua dureza e resistência mecânica (Donachie and Donachie 2002)

Existem diversas rotas de tratamento térmico para a liga Inconel 718. Na maioria dos casos, os tratamentos térmicos normatizados foram desenvolvidos para ligas fundidas e forjadas. A resposta ao tratamento térmico depende da condição inicial da microestrutura. No caso da liga Inconel 718 processada por laser *cladding*, cada condição de processamento resultará numa microestrutura diferente, devido variações da taxa de resfriamento e composição química (diluição). Portanto, o objetivo do presente trabalho é avaliar o efeito do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento sobre a microestrutura e dureza de revestimentos de Inconel 718 depositados por laser *cladding* sobre aço inoxidável austenítico AISI 316L.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foi depositado, via laser *cladding*, um revestimento da liga Inconel 718 sobre amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316L. Para o revestimento foi utilizado pó metálico da liga Inconel 718, atomizado a gás, com granulometria de 50 μ m a 150 μ m e substrato de aço inoxidável austenítico AISI 316L com dimensões de 250x60x16 mm. As composições químicas do pó e do substrato são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do pó metálico Inconel 718 e do substrato AISI 316L.

%peso	Ni	Cr	Nb	Fe	C	Mn	Mo	Si	Ti
Inconel 718	52,9	18,8	5,25	Bal	0,05	0,02	3,1	<0,10	1,1
AISI 316L	10,88	16,38	-	Bal.	0,02	1,22	2,30	0,50	-

Os revestimentos foram depositados em uma máquina de laser *cladding* instalada no Instituto Senai de Sistemas de Manufatura e Processamento a laser. Essa máquina é controlada por comando numérico (CNC) integrado com uma fonte laser de diodo, com potência máxima de 6000W acoplada a um cabeçote de deposição que possui configuração coaxial contínua. As características do sistema de deposição são sumarizadas na Tabela 2.

Tabela 2. Características do sistema de deposição.

Máquina de laser cladding (PRECO-SL800)	
Velocidade dos eixos não rotativos [mm/min]	20.000
Dimensões máximas [mm]	1.200 x 400 x 800
Velocidade máxima do eixo rotativo [rpm]	10
Carga máxima suportada pela mesa [Kg]	450
Cabeçote de deposição (Fraunhofer-Coax 8)	
Tipo do bocal	Coaxial contínuo
Diâmetro do feixe [mm]	5
Fonte Laser (LaserLine-LDF 6000-60VGP)	
Tipo do Laser	Semicondutor (Diodo)
Potência máxima [W]	6.000
Comprimentos de onda [nm]	980 ; 1.020; 1.040

Foi depositado uma camada de revestimento para cada condição utilizando os parâmetros listados na Tabela 3. Visando recobrir uma área, condição normalmente encontrada na prática, cordões foram paralelamente depositados (dez cordões) com sobreposição de 40%. A temperatura de interpasso foi monitorada e mantida abaixo de 60° C.

Tabela 3. Parâmetros de deposição.

Potência do Laser [W]	4220
Velocidade de deposição [mm/min]	1310
Vazão máxima de pó [g/min]	48
Gás de proteção / Vazão [L/min]	Argônio / 8
Gás de arraste / Vazão [L/min]	Argônio / 8
Altura de trabalho [mm]	15
Sobreposição lateral dos cordões [%]	40

O tratamento térmico foi realizado conforme norma API6A718. Iniciou-se o tratamento de solubilização a uma temperatura de 1040°C por 2 horas resfriado ao ar seguido do tratamento de envelhecimento a uma temperatura de 790°C por 7 horas resfriado ao ar.

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno tipo Mufla, que apresenta uma incerteza de medição de 1,8° C, e variação de temperatura de $\pm 3^\circ$ C da temperatura programada. As amostras foram preparadas metalograficamente, com posterior ataque através do reagente contendo uma mistura de ácido clorídrico (HCl) e ácido nítrico (HNO₃) concentrado numa proporção de 3:1. As análises microestruturais foram realizadas em microscópio óptico Zeiss® modelo Axio Imager.M2m, e microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo FESEM modelo SUPRA 55VP Carl Zeiss®.

Foi avaliada a dureza da seção transversal através de cinco perfis. A diluição e altura de camada foram medidas através do software ImageJ. A medição da diluição (D) foi realizada conforme Equação 1 onde Ac é a área acima do substrato em mm² e Am é a área fundida do substrato em mm².

$$D = \frac{Am}{(Ac+Am)} [\%]$$

Equação 1

3.RESULTADOS E DISCUSSÕES

O revestimento apresentou uma diluição de 23% e altura média de camada de 1,60mm. Não se percebeu a presença de trincas. A elevada diluição geométrica ocorreu devido ao elevado aporte de calor inserido durante o processo, neste trabalho foi depositado apenas uma camada de revestimento, porém, na prática a ideia é depositar mais camadas reduzindo assim a diluição.

Através das análises microestruturais, em microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura apresentados na Figura 1, observou-se que na interface entre revestimento e substrato ocorre o crescimento epitaxial colunar, devido ao substrato e a liga possuírem uma composição química similar e a mesma estrutura cristalina (CFC). Sendo assim, os grãos do substrato AISI316L atuaram como uma matriz para nucleação durante a solidificação (Jelvani *et al.*, 2019). Durante o processamento, o calor é transferido para o substrato aumentando o gradiente térmico e diminuindo a taxa de resfriamento em direção ao topo do revestimento, formando um crescimento direcional de dendritas de austenita

Com base na teoria de solidificação, a microestrutura dendrítica é determinada em função da proporção entre o gradiente de temperatura (G) para uma taxa de crescimento (R). Em casos de baixo G/R ocorre o crescimento equiaxial dendrítico, enquanto o crescimento colunar aparece para elevados valores de G/R (Gao; Ojo, 2012). A proporção G/R diminui da interface em direção a superfície do depósito. Devido as altas variações da proporção G/R na interface, a zona celular é muito fina. Ao longo da zona de fusão, o estado de solidificação muda de celular para dendrítico colunar. Ao se aproximar da superfície as variações de G/R diminuem causando a formação de uma estrutura frequentemente colunar dendrítica e em alguns casos equiaxial dendrítica.

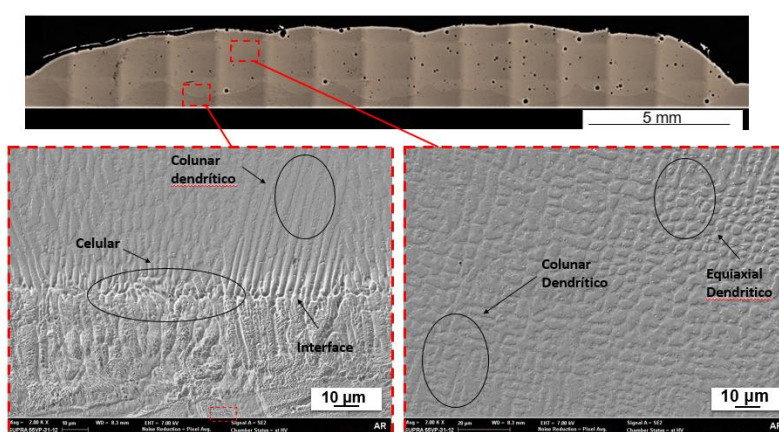


Figura 1. Microestrutura do revestimento como depositado

Após tratamento térmico, a estrutura predominantemente dendrítica deu origem a uma microestrutura de grãos equiaxiais em função da recrystalização como pode-se observar na Figura 2. Devido ao elevado gradiente térmico e altas velocidades de resfriamento do processo laser *cladding*, ocorre o aparecimento de tensões residuais as quais podem ocasionar deformações plásticas no material fazendo com que o mesmo se torne instável e com uma elevada densidade de discordâncias, sendo assim, devido ao tratamento térmico o material recrystaliza (Zhang et al. 2015).

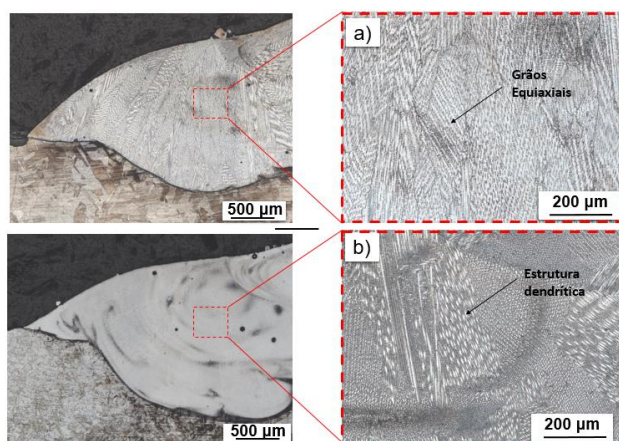


Figura 2. Comparação entre as estruturas formadas nas duas condições. a) Envelhecida, b) Como depositado

Em função da liga Inconel 718 apresentar uma grande variedade de elementos químicos, ocorre o aparecimento de várias fases durante o processamento (Cao et al. 2009). Algumas fases podem ser obtidas a partir do tratamento térmico de envelhecimento. A Tabela 4 e Figura 3 exibem as principais fases da liga Inconel 718 como depositada e envelhecida.

Para liga como depositada, Figura 3(a), percebe-se a formação de nitretos de titânio que ocorre devido à dificuldade na eliminação do nitrogênio durante o processamento da liga (Benhadad, Richards, and Chaturvedi 2002), este nitrogênio vem do ambiente no decorrer do processo. Os principais nitretos formados são os do tipo TiN (A, B e J) em função da forte afinidade do nitrogênio com o titânio. Carbonetos do tipo MC (A, B), M_6C (C, D e E) e $M_{23}C_6$ podem aparecer durante a solidificação. Devido à alta concentração de Nb segregado (H) durante a solubilização da liga, forma-se uma fase indesejável denominada laves (F) (Antonsson and Fredriksson 2005).

Na liga tratada termicamente, observou-se que a fase laves foi dissolvida na matriz em função do tratamento térmico de solubilização, esta fase possui uma temperatura de solubilização em torno de $1100^{\circ}C$. Com o tratamento térmico ocorre o aparecimento da fase delta (δ) a qual precipita-se de forma incoerente, no formato de placas e bastonetes (I), esta fase causa pouco endurecimento da matriz. (Kuo et al. 2009).

Tabela 4. Espectroscopia por energia dispersiva das fases formadas nas microestruturas dos revestimentos como depositado e envelhecido.

Como Depositado										
%m	Ni	Cr	Nb	Ti	Mo	Al	Fe	N	C	Fases
A	26,74	14,35	6,62	11,71	2,30	0,66	26,28	5,93	4,33	MC,MN (TiN, NbC TiC)
B	21,53	13,0	8,83	15,72	2,49	3,65	22,57	3,84	6,01	MC,MN (TiN, NbC TiC)
C	32,94	15,27	13,08	0,89	4,65	0,20	28,57	0	3,91	$M_6C(Fe_3Mo_3C Fe_3Nb_3C)$
D	34,19	16,12	10,24	1,04	4,15	0,22	30,23	0	3,36	$M_6C(Fe_3Mo_3C Fe_3Nb_3C)$
E	35,95	15,89	9,21	1,09	3,65	0,28	29,99	0	3,63	$M_6C(Fe_3Mo_3C Fe_3Nb_3C)$
F	32,92	14,55	15,38	1,43	4,88	0,25	26,11	0	3,92	Laves
G	37,45	17,69	1,18	0,38	2,37	0,31	37,45	0	2,92	Matriz
H	36,15	16,56	7,49	1,19	3,61	0,35	30,92	0	3,48	Segregação Nb
Envelhecido										
%m	Ni	Cr	Nb	Ti	Mo	Al	Fe	N	C	Fases
I	28,95	13,60	21,26	1,21	8,72	0,22	22,44	0	2,87	Ni_3Nb (Fase δ)
J	18,28	10,21	5,69	17,29	2,03	9,39	14,14	9,71	5,46	MN (TiN)
K	41,94	17,66	3,91	0,89	2,69	0,37	28,07	0	3,54	Matriz

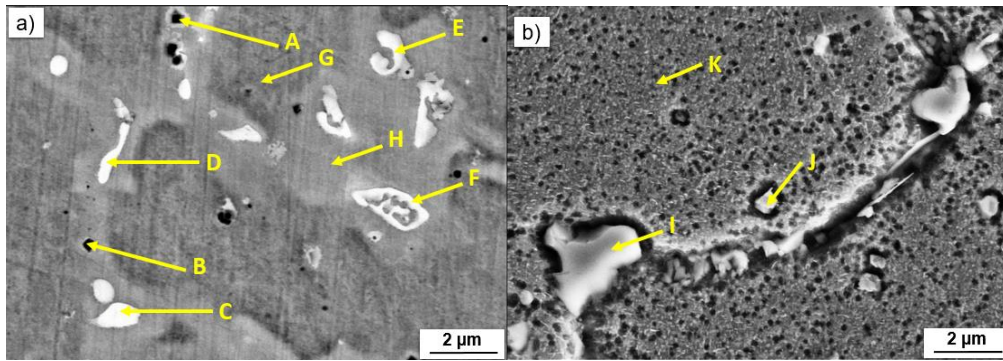


Figura 3. Fases analisadas via Microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos revestimentos. a) Como depositado, b) Envelhecido

A fase λ' são precipitados muito pequenos, coerentes e atuam como barreira para a movimentação de discordâncias. A fase gama secundária (λ'') ocorre quando o teor de nióbio é maior que 4%, estes precipitados nucleiam e crescem nas partículas de λ' sendo coerente com a matriz, é uma fase metaestável e está presente em temperaturas entre 550 e 915°C (DuPont, Lippold, and Kiser 2009). A fase λ'' é a principal fase endurecedora das ligas de níquel Inconel 718. A Figura 4 ilustra as fases λ' e λ'' presentes na liga envelhecida.

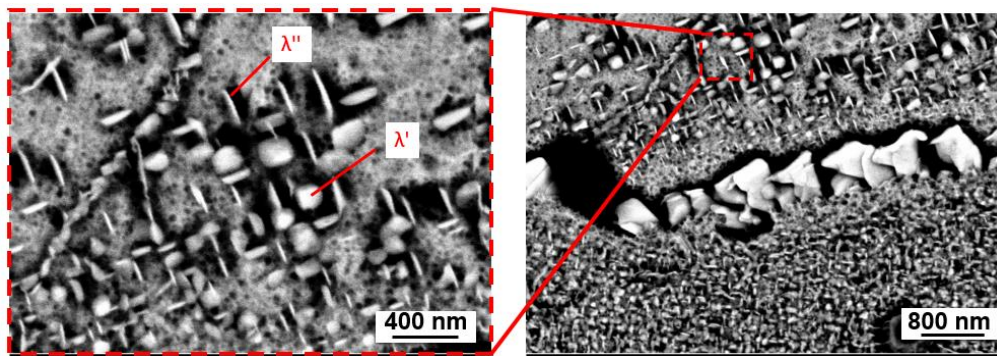


Figura 4. Fases γ' , γ'' identificadas via Microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas amostras envelhecidas

A Figura 5 apresenta o perfil de dureza das amostras envelhecida e como depositada. O revestimento envelhecido obteve uma maior dureza quando comparado com o revestimento como depositado. Isso ocorre devido a precipitação das fases de reforço γ' e γ'' as quais são responsáveis pelo endurecimento da liga. Formam-se também finas camadas da fase δ com sua morfologia semelhante a placas as quais contribuem também para o aumento de dureza. (Zhang et al. 2015).

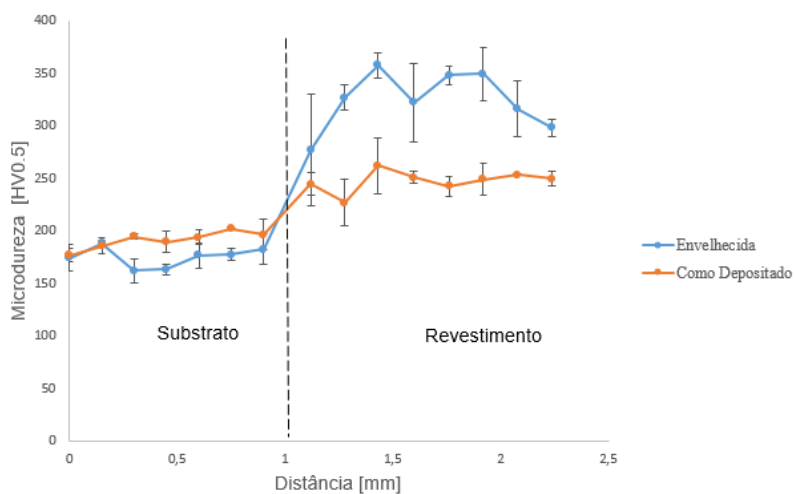


Figura 5. Microdureza vickers das amostras como depositada e envelhecida.

4. CONCLUSÃO

No estudo em questão foram avaliados revestimentos de Inconel 718 depositados via laser *cladding* em relação a aplicação dos tratamentos de solubilização e precipitação. Foram avaliados, estrutura de solidificação, microestrutura e microdureza, com isso destacam-se as seguintes conclusões:

- O revestimento apresentou boa ligação metalúrgica com o substrato.

- Em relação a microestrutura, o revestimento como depositado apresentou estrutura predominantemente dendrítica enquanto a estrutura da liga envelhecida devido a recristalização apresentou uma estrutura na forma de grãos equiaxiais.

- A liga como depositada revelou o aparecimento de carbonetos do tipo MC, M₆C e nitreto de titânio, observou-se também uma região de segregação de nióbio a qual induz a formação da fase frágil da liga conhecida como Laves. No depósito envelhecido, observou-se o aparecimento de nitretos de titânio, foi verificado a presença da fase δ nos contornos de grão e das fases endurecedoras da liga γ' e γ'' . Um ponto importante a se ressaltar é que a fase laves foi dissolvida após o tratamento térmico.

- Em relação a microdureza, a liga envelhecida apresentou dureza superior em função da precipitação das fases γ' e γ'' as quais são responsáveis pelo endurecimento e aumento na resistência do material.

5. REFERÊNCIAS

- Antonsson, T. and H. Fredriksson. 2005. "The Effect of Cooling Rate on the Solidification of INCONEL 718." *Metallurgical and Materials Transactions B* 36(1):85–96.
- Benhadad, S., N. L. Richards, and M. C. Chaturvedi. 2002. "The Influence of Minor Elements on the Weldability of an INCONEL 718-Type Superalloy." *Metallurgical and Materials Transactions A* 33(7):2005–17.
- Cao, X., B. Rivaux, M. Jahazi, J. Cuddy, and A. Birur. 2009. "Effect of Pre- and Post-Weld Heat Treatment on Metallurgical and Tensile Properties of Inconel 718 Alloy Butt Joints Welded Using 4 KW Nd:YAG Laser." *Journal of Materials Science* 44(17):4557–71.
- Donachie, Matthew J. and Stephen J. Donachie. 2002. *A Technical Guide SUPERALLOYS*.
- DuPont, John N., John C. Lippold, and Samuel D. Kiser. 2009. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*. Vol. 53. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.
- Gao, Zhiguo and O. A. Ojo. 2012. "Modeling Analysis of Hybrid Laser-Arc Welding of Single-Crystal Nickel-Base Superalloys." 60:3153–67.
- Jelvani, Saeedeh, Reza Shoja Razavi, Masoud Barekat, Mohammad Reza Dehnavi, and Mohammad Erfanmanesh. 2019. "Evaluation of Solidification and Microstructure in Laser Cladding Inconel 718 Superalloy." *Optics and Laser Technology* 120(June).
- Kuo, C. M., Y. T. Yang, H. Y. Bor, C. N. Wei, and C. C. Tai. 2009. "Aging Effects on the Microstructure and Creep Behavior of Inconel 718 Superalloy." *Materials Science and Engineering: A* 510–511:289–94.
- Weng, Fei, Chuanzhong Chen, and Huijun Yu. 2014. "Research Status of Laser Cladding on Titanium and Its Alloys: A Review." *Materials and Design* 58:412–25.
- Zhang, Dongyun, Wen Niu, Xuanyang Cao, and Zhen Liu. 2015. "Effect of Standard Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Selective Laser Melting Manufactured Inconel 718 Superalloy." *Materials Science and Engineering: A* 644:32–40.
- Zhong, Chongliang, Andres Gasser, Jochen Kittel, Konrad Wissenbach, and Reinhart Poprawe. 2016. "Improvement of Material Performance of Inconel 718 Formed by High Deposition-Rate Laser Metal Deposition." 98:128–34.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

EFFECT OF THE AGING HEAT TREATMENT ON MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF INCONEL 718® COATINGS DEPOSITED BY LASER CLADDING

Osmar Custodio de Moura Filho, osmar.custodio@sc.senai.br^{1,2}

Leandro João da Silva, leandro.tools@gmail.com³

Moises Felipe Teixeira, moises.teixeira@sc.senai.br²

Alexsandro Rabelo, alexsandro.rabelo@sc.senai.br²

Cesar Edil da Costa, cesar.edil@udesc.br¹

Julio César Giubilei Milan, julio.milan@udesc.br¹

¹Universidade do Estado de Santa Catarina, Rua Paulo Malschitzki, 200-Zona Industrial Norte, Joinville-SC

²Instituto Senai de Inovação, Rua Arno Waldemar Dohler, 308-Santo Antônio, Joinville-SC

³Universidade Federal de Uberlândia, Av. João Naves de Ávila, 2121-Santa Mônica, Uberlândia-MG

Abstract. The aim of the present work was to evaluate the aging heat treatment effect on the microstructure and hardness of Inconel 718 coatings deposited by laser cladding on AISI 316L austenitic stainless steel. Coatings were deposited using the laser cladding process with laser power of 4220W, speed of 1310 mm / min and metallic powder mass flow of 48 g / min. Were evaluated as geometric characteristics of the coatings which showed good metallurgical bond with the substrate. The microstructure of the non-aged coating presents a predominantly dendritic structure while the aged coating due to recrystallization presenting an equiaxial grain structure. The phases present in the coatings were evaluated, it was observed in the non-aged coating the formation of MC, M₆C carbides type, and the presence of titanium nitrides, in addition to niobium segregation providing a formation of the deleterious phase known as laves. After performing the thermal aging treatment, the presence of titanium nitrides was found, in addition to the appearance of the δ phase (Ni₃Nb), in the grain boundary and the alloy hardening phases λ' ((Ni₃(Al,Ti))) and λ'' (Ni₃Nb), a laves phase (combination of the elements nickel, chromium and iron, with the elements niobium, molybdenum and titanium, in the ratio of 2: 1) present in the non-aged coating was dissolved after heat treatment. Regarding microhardness, the aged coating presented better performance due to the hardening phases λ' and λ'' as which are coherent with the matrix and being an effective barrier to movement of dislocations.

Keywords: Laser Cladding, Inconel 718, Aging, Coating

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.