



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  

---

Escola Politécnica

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

CRESCIMENTO CRÍTICO DE GRÃOS NA SUPERLIGA DE FERRO A-286

Aluno: Artur Gwydion da Fonseca Alvarenga

Nível Superior

Resumo do projeto de Graduação apresentado ao  
Curso de Engenharia de Metalúrgica da Escola  
Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Orientadora: Rafaella Martins Ribeiro

Coorientadora: Nathalie Bozzolo

Avaliadores: Leonardo Sales Araújo, Matheus  
Campolina Mendes

Rio de Janeiro

Setembro/2021

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/ UFRJ como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Engenharia de Metalúrgica.

## CRESCIMENTO CRÍTICO DE GRÃOS NA SUPERLIGA DE FERRO A-286

Artur Gwydion da Fonseca Alvarenga

Novembro/2020

Orientadora: Rafaella Martins Ribeiro.

Coorientadora: Nathalie Bozzolo.

Curso: Engenharia de Metalúrgica.

As superligas Fe-Ni-Cr são conhecidas por suas excelentes propriedades mecânicas em altas temperaturas. As boas performances em serviço dessas ligas estão condicionadas à um bom controle microestrutural e à obtenção de microestruturas compostas por grãos finos homogêneos. A superliga de Fe A-286 será objeto central de estudo neste trabalho. Foi observado que durante o tratamento de solubilização, esta liga pode desenvolver um crescimento heterogêneo de grãos que resulta na formação de grãos grandes, até 100 vezes maiores do que a média. A presença de tais heterogeneidades microestruturais é capaz de provocar a degradação das propriedades mecânicas, reduzindo significativamente a vida em fadiga e comprometendo o controle das propriedades finais do produto. Dentre os mecanismos capazes de provocar o crescimento de grãos nas microestruturas das superligas, o mecanismo conhecido como crescimento crítico de grão (CCG) tem sido frequentemente citado como o responsável pelo surgimento de fortes heterogeneidades microestruturais em outras superligas de Ni. Com o intuito de avaliar a participação desse mecanismo no crescimento de grão da superliga A-286, a susceptibilidade dessa liga ao fenômeno de CCG foi caracterizada. O protocolo experimental consistiu na aplicação de pequenas deformações na localizadas na microestrutura do material, seguidas de tratamentos térmicos em condições similares à de solubilização desta liga. Os corpos de prova foram posteriormente caracterizados através de análises EBSD, medidas de microdureza e microscopia eletrônica de varredura.

*Palavras-chave:* Superliga de Fe, Crescimento de grão, A-286, Evolução microestrutural.

## 1. INTRODUÇÃO E OBJETIVO

As exigências em propriedades mecânicas para os materiais que trabalham em domínios de altas temperaturas têm se tornado cada vez maiores. Nessas condições, além dos modos de falha recorrentes que atuam nas faixas de temperaturas mais baixas, outros mecanismos metalúrgicos como por exemplo a fluência começam a impactar diretamente na performance do material em serviço. A forte criticidade imposta por essas condições motiva a busca pelo aperfeiçoamento das soluções existentes que devem ser capazes de garantir uma boa estabilidade microestrutural por períodos cada vez maiores. Nesse contexto, a família das superligas se destaca como a principal solução comercial graças ao seu conjunto de propriedades em temperaturas superiores à 700°C [1,2].

A superliga de ferro SY286® é uma variação da liga A-286 elaborada pela Aperam que encontra diversas aplicações de alto valor agregado nos setores aeronáutico, automobilístico e de óleo e gás. Atualmente a Aperam fornece a seus clientes produtos SY286® na forma de fios máquinas e de barras após terem sido submetidos ao tratamento de solubilização. Nesse estado o material apresenta uma boa conformabilidade, condizente com as exigências das etapas de deformação subsequentes [2]. Entretanto, foi observado que durante a solubilização dessa liga pode ser desenvolvido o fenômeno de crescimento de grãos que resulta na perda da homogeneidade microestrutural devido à formação de grãos grandes, até 100 vezes maiores do que a média, comprometendo o controle das propriedades mecânicas do produto.

Na literatura existem diferentes mecanismos capazes de explicar o movimento dos contornos dentro de uma microestrutura e a evolução dos tamanhos de grão resulta da contribuição coletiva de todos os mecanismos atuantes. Fenômenos de crescimento crítico de grãos (CCG) foram recentemente observados em superligas de Ni, especialmente nas ligas da classe Inconel [3-8]. As explicações fornecidas por estes estudos indicam que a energia de deformação previamente acumulada na microestrutura durante as etapas de conformação a quente tem influência direta no posterior surgimento dos grãos grosseiros durante a solubilização.

Portanto, assim como foi mostrado para essas outras superligas, a sensibilidade ao crescimento seletivo grãos da A-286 pode estar vinculada com estado de deformação existente antes do tratamento de solubilização. Baseado nisso, foram analisados os dados industriais de ocorrência do fenômeno em questão e estes foram correlacionados com as gamas de produção e rotas de processamento empregadas. Essa análise inicial suscitou o interesse de explorar a pista do mecanismo de CCG na liga SY286®. A fim de validar tal hipótese, o trabalho avaliou

o efeito da energia de deformação prévia acumulada na microestrutura na evolução heterogênea dos tamanhos de grãos durante o tratamento térmico de solubilização. A metodologia experimental baseada na realização de indentações esféricas controladas, assim como o protocolo de preparação metalográfica que foi utilizado também terão espaço de destaque nas análises a seguir.

## **1.1 Contexto industrial e comercial das superligas**

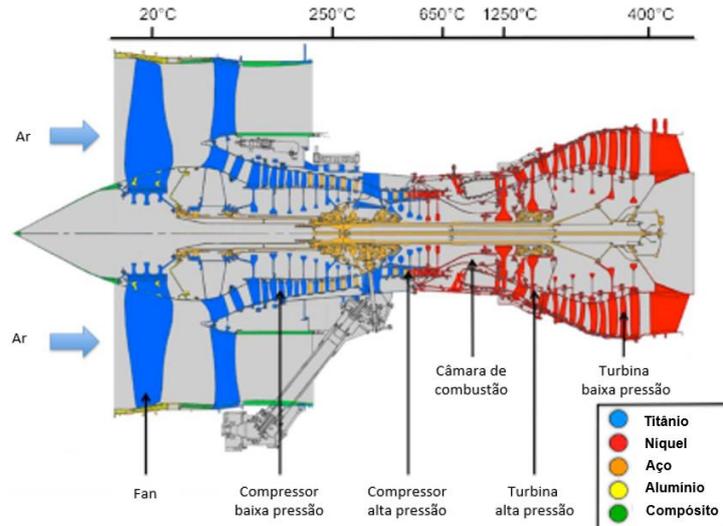
As superligas começaram a ser desenvolvidas em meados do século XX com o intuito de possibilitar a construção dos primeiros motores a jato. O registro inicial de uso do termo Superliga data do período pós-segunda guerra mundial, se referindo a uma nova família de materiais metálicos que atendia a uma série de requisitos de resistência mecânica e oxidação em temperaturas elevadas [9]. Ao longo dos anos, os diversos avanços na compreensão da metalurgia física dessas ligas, assim como o desenvolvimento de novos processos de elaboração e fabricação, continuaram sendo impulsionados pelas fortes exigências do setor de aviação.

Atualmente, três diferentes famílias de superligas estão presentes no mercado: base níquel, base ferro e base cobalto. Todas elas apresentam grandes concentrações de elementos de liga tais como cromo, tungstênio, molibdênio, titânio, nióbio, etc. A combinação desses elementos em diferentes proporções e o bom entendimento das evoluções microestruturais proporcionam uma ampla gama de propriedades mecânicas a serem exploradas. Como consequência, as superligas têm ganhado espaço em diversos outros setores industriais como por exemplo aeroespacial, automotivo, nuclear, petroquímico e de geração de energia [2].

Apesar disso, a principal aplicação das superligas continua sendo a fabricação de componentes para as zonas mais quentes dos motores aeronáuticos comerciais e militares. A Figura 1 representa um corte longitudinal de uma turbina de avião com as classes de materiais que são tipicamente empregadas em cada compartimento. Nesses reatores, o gás atmosférico é comprimido e posteriormente queimado na câmara de combustão, atingindo temperaturas extremamente elevadas da ordem de 1250°C. Essa energia fornecida ao gás através da queima é parcialmente transformada em energia mecânica pelos diversos estágios de exaustão, provocando a rotação do eixo central do reator. Os gases ao serem liberados, mesmo tendo passado pelos estágios da turbina de alta e baixa pressão, ainda possuem elevada disponibilidade energética com temperaturas na faixa entre 400°C e 500°C e altas pressões.

Esse conjunto de condições termodinâmicas severas dos gases cria um ambiente de altíssima criticidade para os materiais que compõem a estrutura da turbina. As superligas

constituem a melhor solução para tais condições extremas graças à sua capacidade de manter uma boa integridade microestrutural em serviço, além das suas excelentes propriedades de resistência mecânica e à corrosão/oxidação em altas temperaturas.



**Figura 1: Corte axial de uma turbina de avião com as diferentes famílias de materiais utilizadas em cada compartimento do reator. Adaptado de [10].**

A superliga policristalina Inconel 718 é a nuance de maior destaque na indústria para a fabricação de discos e paletas, que atualmente correspondem a cerca de 20% do peso das turbinas [9]. Estas são partes rotativas que, além de estarem localizadas no compartimento de maior severidade térmica do reator, estão sujeitas a solicitações mecânicas complexas devido ao seu movimento de rotação. Soma-se a isso o fato que dentro de um ciclo decolagem-voe-aterrisagem essas peças serem expostas a uma amplitude de temperaturas que variam entre 20°C e 650°C, configurando uma condição crítica de fadiga térmica. Por essas razões, o tempo de vida útil dessas peças é limitado em função do número de voos, sendo necessária a substituição dos componentes de acordo com o seu desgaste [9]. Dessa forma, a principal vantagem competitiva da Inconel 718 frente as outras superligas de Ni é a capacidade de conciliar suas excelentes propriedades mecânicas até 650°C, boa conformabilidade e, sobretudo, um custo relativamente baixo devido ao seu teor elevado de Fe.

Essa relação entre custo e qualidade quando estendida às partes estáticas da turbina, sujeitas às condições de carregamento mais brandas, reflete-se no uso de ligas ainda mais ricas em ferro. Nesse cenário, a superliga de ferro A-286 tem grande destaque para fabricação de elementos de fixação das turbinas. Ainda que seu teor de níquel seja limitado na faixa entre 24-27%, a A-286 possui microestrutura policristalina  $\gamma - \gamma'$  similar a das superligas de níquel da nova geração, o que lhe garante a preservação de boas propriedades mecânicas até temperaturas

próximas a 700°C [2]. Tais propriedades mecânicas estão, todavia, condicionadas a obtenção de uma microestrutura fina, homogênea e com forte presença das partículas de segunda fase  $\gamma'$  [11].

Todas essas características microestruturais são resultado de um bom controle das etapas de fabricação e principalmente da sequência de tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento. A microestrutura final sofre ainda forte influência de outros fatores tais como o grau de encruamento da liga, a precipitação de partículas, além da ocorrência de outros fenômenos metalúrgicos clássicos como a recuperação, a recristalização e o crescimento de grão. Todos esses fenômenos serão amplamente estudados na sequência e, apesar de estarem bem definidos nas literaturas, apresentam certas características fenomenológicas e cinéticas distintas dependendo da liga estudada.

O cenário de crescente exigência mundial pela redução dos impactos ambientais nos setores aeronáutico e automobilístico faz com que os materiais alta performance tenham que atender a requisitos cada vez mais restritivos. Portanto, o controle da evolução microestrutural da liga A-286, além de permitir atender as crescentes especificações exigidas por diversos clientes, favorece um melhor posicionamento da liga no mercado podendo representar o desenvolvimento de novas aplicações em setores de alta e crescente demanda por qualidade.

## **1.2 Apresentação das microestruturas policristalinas $\gamma - \gamma'$ - Matriz $\gamma$ e fase endurecedora $\gamma'$**

Apesar das diferenças de composição química, as superligas de Fe são muitas vezes classificadas e estudadas como ligas de níquel devido às grandes similaridades microestruturais existentes entre essas duas famílias de materiais [11]. Ambas as famílias apresentam microestruturas policristalinas compostas por uma matriz austenítica  $\gamma$  endurecida por precipitação de uma fase intermetálica ordenada e coerente, na maioria das vezes representada pela fase  $\gamma'$ . Como discutido na seção 2.1, a principal vantagem dessas ligas consiste na capacidade de preservar excelentes propriedades mecânicas mesmo quando expostas a temperaturas extremas. Sobre a microestrutura, tal característica é em grande parte explicada pela alta eficiência dos mecanismos de endurecimento por solução sólida e, principalmente, endurecimento por precipitação em domínios de temperaturas que podem atingir até 815°C [11].

Atualmente, diferentes autores sugerem os limites de composição para os principais elementos que constituem as superligas de Fe como sendo mín 36% Fe, 25% - 45% Ni e mín

12% Cr [11-13]. O cromo é visto como o elemento responsável por manter boas propriedades de resistência à corrosão e à oxidação mesmo em altas temperaturas, enquanto os elevados teores de níquel estabilizam a matriz  $\gamma$  para uma ampla faixa de temperaturas. A matriz  $\gamma$  apresenta estrutura cristalográfica cúbica de face centrada (CFC) composta por um arranjo desordenado de átomos, predominantemente Fe, Ni, Cr. Outros elementos de liga tais como Ti, Mo e W também se encontram dissolvidos na matriz promovendo um forte endurecimento por solução sólida.

Por sua vez, a eficácia do endurecimento por precipitação é resultado da dispersão das partículas de segunda fase  $\gamma'$ , principal fase endurecedora, de composição estequiométrica  $[\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})]$ . A fase  $\gamma'$  apresenta boa estabilidade microestrutural e elevada resistência mesmo em temperaturas acima de 700 °C. A estrutura cristalina da fase  $\gamma'$  é ordenada do tipo  $L1_2$  na qual átomos de níquel se situam nos centros das faces da malha elementar cúbica enquanto os átomos de titânio e/ou alumínio ocupam os vértices do cubo.

Apesar das diferenças cristalográficas entre as duas fases, o parâmetro de rede da fase  $\gamma'$  é próximo ao da matriz  $\gamma$  o que reflete no alto grau de coerência destes precipitados com a matriz. As baixas desorientações nas interfaces  $\gamma - \gamma'$  podem ser, no entanto, afetadas pela presença de determinados elementos de liga como Mo, Nb e Ti que causam a expansão ou contração das malhas elementares de uma ou mesmo de ambas as fases. O maior desarranjo devido à presença desses elementos é notado através do aumento da energia da interface  $\gamma - \gamma'$  e conseqüentemente pela alteração morfológica das partículas  $\gamma'$  que assumem um formato cuboidal.

Em geral, três populações de precipitados  $\gamma'$  são identificados em microestruturas  $\gamma - \gamma'$ : precipitados primários, secundários e terciários. Os precipitados primários se formam precocemente, entre as etapas de deformação a quente, durante os resfriamentos realizados a partir de temperaturas superiores ao limite de solubilização. Estes precipitados são fáceis de distinguir na microestrutura uma vez que possuem diâmetros significativamente maiores que os precipitados secundários e terciários e estão normalmente localizados nos contornos de grão [13].

Por sua vez, os precipitados secundários e terciários se formam durante as etapas de transformação efetuadas em temperaturas abaixo da temperatura de solubilização de  $\gamma'$ . A forte coerência destes precipitados com a matriz faz com que suas interfaces  $\gamma - \gamma'$  apresentem energias mais baixas quando comparadas com interfaces dos precipitados primários [14]. Em condição de serviço, após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, esses

precipitados secundários e terciários são os principais responsáveis pela alta eficácia do endurecimento das microestruturas  $\gamma - \gamma'$  em altas temperaturas.

Na liga A-286, a precipitação primária de  $\gamma'$  não é normalmente observada devido ao seu teor limitado de níquel, sendo a precipitação de  $\gamma'$  secundária e terciária durante o tratamento térmico de envelhecimento a principal responsável pelos ganhos de resistência mecânica em temperaturas elevadas.

### **1.3 Contornos de grão e seus mecanismos de migração**

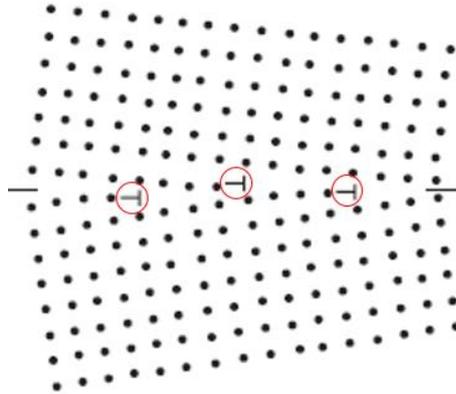
Como discutido anteriormente, muitas aplicações das superligas requerem microestruturas policristalinas finas e homogêneas. Consequentemente, os contornos de grão vão participar ativamente dos fenômenos metalúrgicos atuantes na microestrutura. Esse capítulo tem como objetivo apresentar os tipos de contornos de grão, os diferentes mecanismos que podem atuar sobre eles, bem como discutir os seus efeitos nas propriedades mecânicas da liga.

#### **1.3.1 Definição e tipos de contornos de grão**

Contorno de grão é o nome dado a região microestrutural que separa dois cristais vizinhos de uma mesma fase. Esses cristais possuem orientações cristalográficas distintas, sendo os contornos justamente a região intermediária que acomoda a mudança de orientação da rede. Os contornos de grão são classificados em dois grandes grupos de acordo com o seu grau de desorientação: contornos de alto ângulo (ou alta desorientação) e contornos de baixo ângulo (ou baixa desorientação). Por convenção, são considerados contornos de baixo ângulo aqueles que apresentam desorientação inferior a  $15^\circ$ . Estes são capazes de acomodar a desorientação entre os cristais a partir de um modelo de empilhamento de discordâncias em aresta (Figura 2) [16].

No entanto, este mesmo modelo estrutural não é capaz de acomodar um contorno de desorientação superior  $15^\circ$ , uma vez que as discordâncias teriam que se aproximar de tal forma que elas ficariam sobrepostas umas às outras, provocando assim uma interferência espacial [16]. Na prática, pode-se afirmar que contornos de alto ângulo são estruturalmente diferentes dos contornos de baixo ângulo e essa mudança afeta uma série de outras propriedades como a energia do contorno, sua mobilidade, os fenômenos de migração dos contornos e os fenômenos de recristalização da microestrutura.

Por isso, diversos autores preferem adotar o termo subcontorno de grão para se referir aos contornos de baixo ângulo e/ou baixa energia, destinando o termo contorno de grão exclusivamente aos contornos com desorientação maior ou igual a  $15^\circ$ .



**Figura 2: Modelo de contorno de baixo ângulo representado a partir de um empilhamento de discordâncias em aresta (destacadas em vermelho).**

Por sua vez, os contornos de macla são contornos de alto ângulo especiais cujo ângulo de desorientação é igual a  $60^\circ$ . A origem dessas maclas pode ser tanto mecânica, visando acomodar a deformação em ligas com número limitado de sistemas de deslizamento, quanto térmica, que se formam durante tratamentos térmicos de ligas com microestrutura CFC de baixa ou média energia de falha de empilhamento. As superligas de níquel e de ferro fazem parte deste último grupo reunindo as características necessárias para a presença de maclas de recozimento [17].

Dentro das microestruturas CFC dessas ligas, o contorno de macla surge a partir de uma falha local que provoca a modificação da sequência de empilhamento dos planos [111]. Essa falha resulta em um arranjo cristalográfico que apresenta energia ligeiramente maior quando comparado com o arranjo característico de menor energia da estrutura CFC. Dessa forma, apesar do alto ângulo de desorientação, as maclas são os contornos de mais baixa energia dentro de uma microestrutura. Ainda assim, quando o material é submetido a um processo de deformação plástica, as maclas atuam como qualquer outro contorno impedindo a passagem de discordâncias e podendo provocar um forte acúmulo de defeitos na região ao seu entorno.

### **1.3.2 Mecanismos de migração de contornos de grão**

Os contornos de grão, bem como as discordâncias, são regiões microestruturais de alta energia devido ao número localmente reduzido de átomos e conseqüentemente de ligações atômicas. Ambos os defeitos tornam a microestrutura termodinamicamente instável e, durante

um tratamento térmico em temperaturas suficientemente elevadas, propiciam a ativação de mecanismos capazes de fazer o sistema evoluir para um estado de menor energia. Essa sessão vai se concentrar nos mecanismos envolvidos na migração dos contornos de grão que atuam de modo a reorganizar e/ou reduzir a quantidade total desses dois tipos de defeitos na microestrutura. Mais para frente nesse trabalho, os mecanismos aqui descritos vão servir como base para a compreensão de fenômenos mais complexos como por exemplo a recristalização e o crescimento anormal e crítico de grão.

A migração de um contorno pode ser entendida como um resultado da ação simultânea de diferentes mecanismos [4-8]. Em resumo, o somatório das pressões que atuam sobre o contorno determina como este vai se comportar dentro da microestrutura. É possível diferenciar essencialmente duas forças motrizes capazes de induzir a migração de um contorno de grão:

**(a) Força de capilaridade:** O mecanismo de capilaridade atua de forma a reduzir a superfície total dos contornos dentro de uma microestrutura. A migração de um contorno sob efeito da capilaridade ocorre no sentido para o qual está voltada a sua face côncava, conseqüentemente, estes contornos tendem a avançar em direção ao seus respectivos centros de curvatura. Dessa forma, a ação capilar atuante sobre o grão depende diretamente da morfologia deste, de modo que grãos que possuem contornos convexos tendem a crescer enquanto grãos contornos côncavos tendem a ser extinguidos. Na escala atômica, a migração dos contornos pode ser descrita pela difusão de átomos através do contorno no sentido contrário a seu deslocamento, buscando obter um estado de mais baixa energia. A intensidade da pressão associada a esse mecanismo depende diretamente do raio de curvatura dos contornos e, portanto, também dependem da morfologia dos grãos. A pressão de capilaridade ( $P_C$ ) atuando sobre um contorno é frequentemente descrita pela equação (1):

$$\vec{P}_C = -\gamma|K| \cdot \vec{n} \quad (1)$$

K : curvatura média do contorno     $\gamma$  : energia do contorno de grão

Para um dado material, os parâmetros K e  $\gamma$  dependem do tipo de contorno, ou mais especificamente da sua desorientação e do seu plano cristalográfico. Essas dependências pouco conhecidas são geralmente negligenciadas e a parametrização adotada é determinada a partir de uma média total dos contornos na microestrutura. Vale destacar aqui, que o crescimento de grãos sob o efeito das forças do capilaridade só poderá ocorrer uma vez que toda a energia de deformação

armazenada na microestrutura foi previamente consumida por algum outro mecanismo como a recuperação ou a recristalização.

**(b) Força de migração induzida pela energia de deformação:** Esse mecanismo, por sua vez, tem como força motriz o consumo da energia de deformação acumulada na microestrutura na forma de discordâncias. Em temperaturas suficientemente elevadas, uma diferença na densidade de discordâncias entre ambos os lados de um contorno induz a movimentação deste defeito em direção à região mais deformada. Como consequência, a passagem do contorno por essa zona provoca a renovação local da microestrutura diminuindo a energia total do sistema, o que configura um processo de recristalização primária. Esse mecanismo é recorrente em regiões microestruturais que apresentam uma distribuição heterogênea na densidade de discordâncias, sendo essa normalmente resultante da aplicação de pequenas deformações não homogêneas ou de uma recristalização parcial da microestrutura. A intensidade da força motriz associada a esse mecanismo, descrita pela equação (2), é proporcional ao gradiente de densidade de discordâncias através do contorno. Em geral, o mecanismo provoca o crescimento dos grãos menos encruados na medida que estes avançam em direção àqueles com maior grau de deformação. A velocidade de migração é maior quanto maior for o gradiente de deformação entre ambos os lados do contorno, o que pode provocar grandes distorções na sua interface tornando-a irregular e facetada.

$$\overrightarrow{P_{ED}} = \frac{1}{2} (\Delta\rho) G b^2 \quad (2)$$

$\Delta\rho$ : Diferença da densidade de discordâncias armazenadas nos grãos vizinhos separados pelo contorno.

Em contraste com esses dois mecanismos de migração, existem outros mecanismos que podem atuar sobre o contorno diminuindo significativamente a sua propensão a migrar. Dentre eles, o mais relevante é o ancoramento do contorno pelas partículas de segunda fase denominado como força de Smith-Zener. Este é frequentemente utilizado para controlar a evolução microestrutural das superligas em temperaturas elevadas, situação na qual os mecanismos que favorecem a migração, anteriormente explicados, acabam sendo termicamente ativados.

**(c) Força de ancoragem de Smith Zener:** as partículas de segunda fase interagem com os contornos de grãos exercendo uma força que se opõe à sua migração. Na prática,

essas partículas agem como barreiras para o deslocamento dos contornos e permitem até certo ponto controlar a evolução microestrutural. O encontro de uma partícula com o contorno modifica a morfologia do contorno de grão e, portanto, seu raio de curvatura local. Esse efeito faz com que a força de capilaridade nessa região seja substancialmente reduzida e que um novo equilíbrio de forças motrizes seja estabelecido no contato partícula-contorno. De acordo com o modelo Smith-Zener, a força de ancoragem associada à interação dos contornos com as partículas de segunda fase distribuídas na matriz pode ser estimada em função da fração volumétrica dos precipitados ( $f$ ) e do seu tamanho, representado pelo raio ( $r$ ) das partículas [18]. Neste modelo, para uma fração volumétrica de precipitados constante, a distribuição mais fina e dispersa de partículas coerentes será mais eficaz para impedir o movimento dos contornos do que a presença de algumas partículas grosseiras e incoerentes. Por sua vez, o aumento da fração volumétrica vai evidentemente contribuir para a elevação da força total de ancoragem. A equação (3) abaixo modeliza a força de Smith-Zener atuando sobre um contorno que está em contato com uma partícula. A constante  $C$  é igual a 1 para partículas coerentes com seu grão de origem e 2 para partículas incoerentes com ambos os grãos [14]. Vale destacar que a equação abaixo tende a subestimar a força de ancoramento de Smith-Zener [18].

$$\overrightarrow{P}_{SZ} = \frac{3f\gamma}{Cr} \quad (3)$$

$\gamma$ : Energia de interface entre a partícula e o grão

A partir desses 3 mecanismos é possível estimar pressão resultante ( $\overrightarrow{P}_R$ ) sobre o contornos durante a fase de crescimento dos grãos a partir da equação (4). Diferentes autores constataram que a intensidade da pressão induzida pela energia de deformação tende a superar bastante as pressões de capilaridade e de ancoramento que as partículas de segunda fase ( $\gamma'$ ) são capazes de exercer para fixação dos contornos [14,17]. A Figura 3 representa esquematicamente um contorno de grão sob à ação dessas 3 forças motrizes.

$$\overrightarrow{P}_R = (\overrightarrow{P}_C + \overrightarrow{P}_{ED} - \overrightarrow{P}_{SZ}) \quad (4)$$

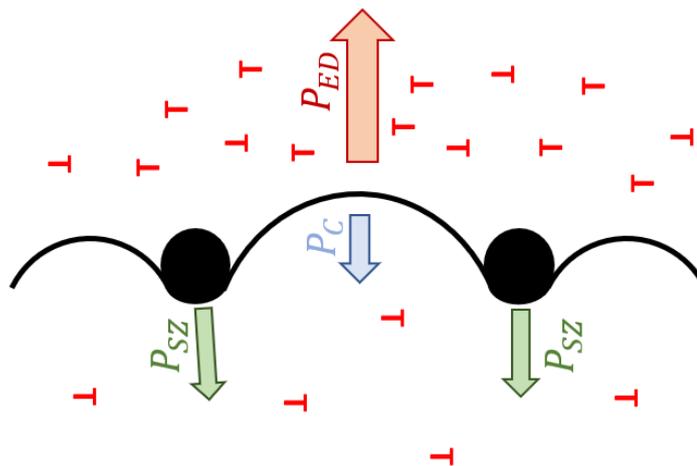


Figura 3: Representação esquemática de um contorno de grão e as pressões que atuam sobre ele.

### 1.3.3 Crescimento crítico x crescimento anormal de grãos

Com base na participação simultânea dos diferentes mecanismos explicados na seção precedente e levando em consideração determinadas características da microestrutura do material, é possível distinguir diferentes razões para o crescimento seletivo de alguns grãos em uma microestrutura:

- (a) **Distribuição heterogênea de partículas de segunda fase:** Quando a distribuição espacial das partículas da segunda fase não é homogênea, o crescimento dos grãos tenderá ocorrer de forma distinta em diferentes partes do cristal. Essa situação pode conduzir a uma grande amplitude na distribuição estatística de tamanhos de grãos, podendo culminar inclusive em distribuições bimodais de grãos. Nesse caso, fala-se então de crescimento anormal de grãos.
- (b) **Textura cristalográfica:** Materiais com textura cristalográfica forte têm normalmente elevada proporção de contornos de grãos de baixa desorientação. Esses contornos possuem baixa energia de contorno de grão e mobilidade bastante limitada. Porém, uma fração pequena dos contornos de grãos nessa microestrutura serão de forte desorientação, com maior energia e mobilidade. Esta heterogeneidade da mobilidade também pode conduzir a um crescimento preferencial de alguns grãos da microestrutura e, portanto, é uma outra possível origem de crescimento anormal [17].
- (c) **Gradientes de energia de deformação armazenada:** Estudos recentes descrevem a influência da energia de deformação armazenada na microestrutura sobre a cinética de crescimento de grãos [4-8]. Em um material ligeiramente deformado ou parcialmente recristalizado, a heterogeneidade da densidade de discordâncias induz o aparecimento

de um gradiente de energia armazenada entre duas regiões vizinhas, ou grãos vizinhos. Se a temperatura for suficientemente alta, alguns grãos de baixa energia armazenada tenderão a crescer, consumindo os outros grãos de energias mais altas. O mecanismo de migração induzido pela energia de deformação pode conduzir a um fenômeno de crescimento seletivo e heterogêneo de certos grãos que, na escala microestrutural, é justificado pela uma variação local da densidade de discordâncias.

Há duas hipóteses para explicar a origem dos grãos de baixa energia armazenada: ou estes já estão presentes na microestrutura antes do tratamento térmico ou serão nucleados durante o tratamento por meio de uma recristalização estática. Apesar da literatura ainda não ter chegado à consenso para explicar a origem destes grãos, o tempo de incubação necessário para desencadear o mecanismo sugere a hipótese de ocorrência de uma recristalização estática. O tamanho dos grãos finais de uma região recristalizada estaticamente durante um tratamento térmico será resultado de um mecanismo conjunto de nucleação e crescimento dos grãos que será explicado em mais detalhes na seção 2.4.2.2 - (a) sobre recristalização estática. Esse mecanismo pode conduzir a formação de grãos muito grosseiros se a densidade de discordâncias é baixa, próxima do valor mínimo para nucleação de novos grãos.

De modo geral, o termo crescimento anormal do grão (CAG) é muitas vezes utilizado de forma genérica para descrever a ocorrência de grãos grosseiros independentemente do mecanismo de crescimento predominante. No entanto, a utilização deste termo só é adequada quando o mecanismo que rege a evolução dos tamanhos do grão se baseia na redução da superfície total dos contornos [4,5,7]. Neste caso, o fenômeno se trata de um mecanismo de recristalização secundária uma vez que alguns grãos isolados apresentariam condições localmente favoráveis para crescer por efeito de capilaridade, enquanto a evolução global da microestrutura é bloqueada por outros mecanismos, como as partículas de segunda fase e/ou a presença de textura muito forte. Em contrapartida, quando a força motriz responsável pelo crescimento local e não homogêneo dos tamanhos dos grãos resulta do gradiente de energia armazenado na microestrutura o fenômeno será chamado crescimento crítico de grãos (CCG) e este é um mecanismo de recristalização primária (controlado pela energia de deformação). Dessa forma, os dois fenômenos, o CAG e o CCG, podem conduzir a uma forte heterogeneidade microestrutural e a uma possível distribuição bimodal dos grãos [4-8].

Para diferentes tipos de ligas, dentre as quais as superligas de níquel, o CAG é normalmente limitado por uma boa distribuição das partículas de segunda fase. Entretanto, casos de CCG para a mesma família de materiais têm sido frequentemente publicados nos últimos anos [4-8]. O CCG distingue-se do CAG por alguns aspectos metalúrgicos não negligenciáveis. Por exemplo, duas consequências frequentemente observadas para o CCG são a elevada concentração de maclas no estado final e a velocidade de migração dos contornos que é significativamente superior à verificada para a CAG [3-8].

Até este momento a compreensão do mecanismo que rege o CCG ainda não está totalmente completa e restam algumas questões importantes a serem esclarecidas sobre o assunto. No entanto, um resultado que diversos autores puderam demonstrar é que o CCG é sistematicamente desencadeado por baixos níveis de energia armazenada na microestrutura. Alguns autores identificaram as faixas críticas de deformação e de densidade de discordâncias propícios à ocorrência do CCG [4,5]. Nestes casos, a deformação crítica ( $\epsilon_c$ ) é definida como o valor limite para desencadear o CCG, no qual os grãos conseguem atingir seus tamanhos máximos devido à reduzida presença de núcleos de recristalização. Vale ressaltar que esses intervalos de deformação críticos dependem diretamente das condições de tratamento térmico aplicadas bem como de outros fatores como o estado microestrutural antes do tratamento e a composição da liga em questão [7].

Ainda que essas faixas de deformação susceptíveis ao CCG sejam conhecidas para certas ligas e que se tente evitá-las ao máximo nas práticas industriais, este controle dificilmente é possível para grande parte dos processos de fabricação. Adicionalmente, tais níveis críticos de deformação poderiam ser produzidos inclusive pela manipulação inadequada dos produtos pós deformação a quente. Por isso, a compreensão fenomenológica desses mecanismos que podem vir a provocar o crescimento seletivo dos grãos é a principal pista para atuar de maneira a reduzir a ocorrência dos mesmos.

O conjunto de características enunciadas para o CAG e para o CCG evidenciam a real importância de diferenciar estes dois fenômenos. Para a superliga de ferro A-286, objeto de estudo deste trabalho, é provável, ou pelo menos possível, que os fenômenos que conduzem à heterogeneidade da microestrutura sejam regidos pela energia armazenada na microestrutura durante a deformação, similarmente ao que foi demonstrado para as superligas de níquel. O plano de experiências construído, posto em prática neste trabalho e apresentado na sequência deste trabalho baseia-se nesta hipótese.

### 1.3.4 Influência dos grãos grosseiros nas propriedades mecânicas das superligas

Como discutido anteriormente, as excelentes propriedades de resistência à fadiga e à fluência das superligas em altas temperaturas estão condicionadas a um bom controle microestrutural obtido ao final das etapas de fabricação. O tamanho de grão é visto como uma variável chave para garantir um bom compromisso entre essas duas as propriedades, sendo uma microestrutura fina e homogênea de tamanho médio de grão próximo a 15  $\mu\text{m}$  muitas vezes vista como ideal [19]. Por outro lado, a presença de grandes heterogeneidades microestruturais não é desejável e deve ser evitada, uma vez que estas comprometem drasticamente o comportamento em fadiga destas ligas. Tais heterogeneidades, quando submetidas a carregamentos de natureza cíclica, provocam uma concentração local da tensão cujo resultado será o acúmulo gradual de danos por deformação plástica nessas regiões microestruturais. Como consequência, tais regiões se tornam altamente propensas a formação de bandas de deslizamento favorecendo a iniciação precoce das trincas de fadiga.

Diferentes heterogeneidades podem atuar como sítios preferenciais para iniciação das trincas de fadiga nas superligas, dentre as de maior criticidade estão [19-21]:

- Heterogeneidades de tamanhos de grãos;
- Grãos com orientação cristalográfica que favoreçam altos fatores de Schmid para planos da família  $\{111\}$ ;
- Presença de alguns contornos especiais como as maclas e contornos facetados.

A magnitude da concentração de tensão induzida durante pelos ciclos de carregamento varia de acordo como o tipo de heterogeneidade. Diferentes autores reportaram que o tamanho máximo de grão é o fator de maior relevância para o encurtamento da vida em fadiga dos componentes em serviço [19-21]. Segundo Flageolet [20], a presença zonas de grãos grosseiros, muitas das vezes oriundos de um processo de crescimento seletivo (CCG ou CAG), pode reduzir em cerca de uma década o tempo de vida em fadiga do material [19]. Essa redução se torna ainda mais acentuada em componentes que atuam sob regimes de fadiga de alto ciclo cuja iniciação da trinca é a etapa preponderante, de maior duração.

No caso do mecanismo de CCG em específico, além das grandes heterogeneidades nos tamanhos de grão resultantes, este fenômeno produz microestruturas com alta densidade de maclas. Estas maclas expostas a tais condições de carregamento cíclico induzem concentração de tensões locais muito superiores quando comparados com outros contornos de alto ângulo [21]. A contribuição sinérgica dessas diferentes heterogeneidades em uma região específica da

microestrutura amplifica o efeito deletério causando efeitos ainda mais nefastos a vida em fadiga do material [21].

A Figura 4 apresenta uma região microestrutural onde houve iniciação de uma trinca de fadiga na superliga de níquel René 88DT. A trinca foi iniciada no interior de um grão grosseiro contendo alta densidade de contornos de maclas. A Figura 5 (b) e (c) mostram que as bandas de deslizamento, nas quais ocorreu a iniciação da trinca, eram paralelas aos contornos de macla presentes dentro do grão e estes planos de deslizamento foram identificados como planos da família  $\{111\}$ . Além disso, o ângulo entre a direção principal de carregamento e a direção normal aos planos  $(111)$  da banda foi determinado como sendo  $55^\circ$ , de modo que a tensão cisalhante resolvida crítica atuando sobre o sistema de deslizamento se encontrava bem próxima ao maior valor possível para essa configuração [21].

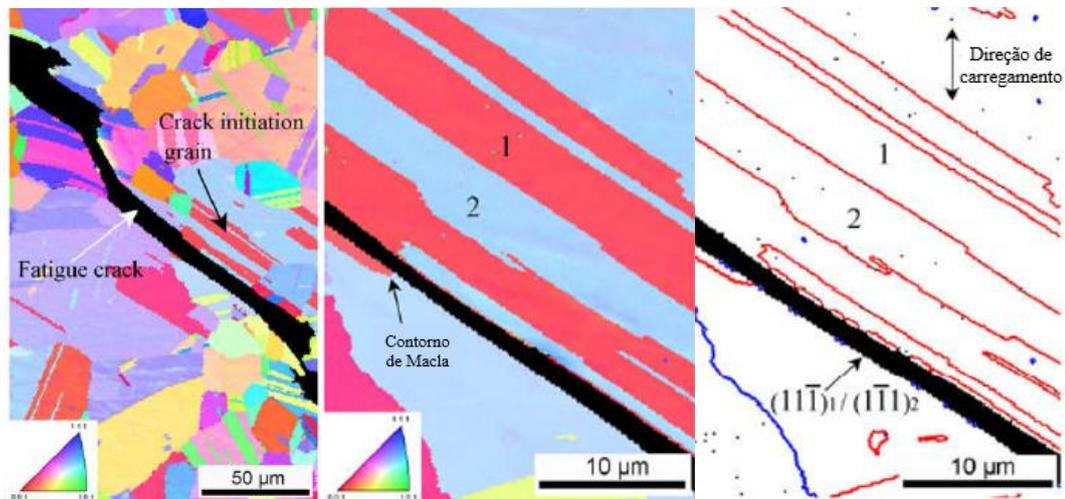


Figure 4: Mapeamentos da microestrutura da superliga de níquel René 88DT em uma região ocorreu iniciação de uma trinca de fadiga. (a) Figura de polos invertida da região microestrutural contendo as duas metades do corpo de prova e o grão onde a trinca foi iniciada. (b) Figura de polos invertida do grão onde a trinca foi iniciada. (c) Mapeamento de contornos de grão reconstruindo a região onde a trinca foi iniciada (linha azul: contorno de alto ângulo, linhas vermelhas: contornos de macla). Adaptado de [21].

Ainda neste mesmo corpo de prova, Miao [21] observou que outras trincas de fadiga já haviam sido iniciadas nos grãos grosseiros dispersos na microestrutura. Estas trincas também se propagaram a partir de planos de deslizamento  $\{111\}$  favoravelmente orientados em relação a direção de carregamento, ou seja, planos que apresentavam elevados fatores de Schmid. A partir deste resultado, é possível constatar que a conjunção desses fatores microestruturais representou uma situação de forte criticidade para a resistência à fadiga da liga estudada. Em outras superligas, dentre elas a A-286, tais heterogeneidades metalúrgicas também serão altamente prejudiciais para a vida em fadiga dos componentes. Com isso, a compreensão dos fenômenos de crescimento de grão se torna um fator crucial que servirá de guia para a busca de

soluções tecnológicas capazes de garantir a reprodutibilidade de uma microestrutura final conforme as especificações desejadas a fim de evitar tais condições de elevada criticidade.

## 2. METODOLOGIA

Este capítulo discute o conjunto de experiências e análises que foram realizadas para estudar o crescimento crítico de grãos (CCG) na superliga de ferro A-286. O objetivo desses experimentos foi investigar os diversos fatores capazes de contribuir ou inibir para a ocorrência de tal fenômeno que é significativamente prejudicial as propriedades mecânicas da liga. Os protocolos experimentais elaborados visam igualmente validar a hipótese de que o mecanismo metalúrgico gerador dos grãos exageradamente grosseiros em altas temperaturas estão diretamente vinculados com a heterogeneidade dos níveis de energia de deformação previamente armazenados na microestrutura.

Para isso, os ensaios realizados consistiram essencialmente na aplicação de deformações bem controladas aos corpos de prova seguidos de tratamentos térmicos em condições similares às adotadas nos tratamentos industriais de solubilização da liga estudada. Após este tratamento térmico, as análises buscam examinar e investigar a ocorrência do crescimento exagerado/crítico de grãos e relacioná-los aos níveis prévios de energia de deformação presentes na região microestrutural.

### 2.1 Material

O material utilizado para este conjunto de análises foi uma barra de 10 mm de diâmetro proveniente de um processo de trefilação a frio. A composição química da liga está indicada na tabela a seguir:

**Tabela 2: Composição química da liga A-286 utilizada nas análises deste trabalho.**

Elemento	Fe	Ni	Cr	Ti	Mo	Mn	V	Al	Si	C	Nb	P	S
%massa	Base	26,4	14,7	2,15	1,24	1,72	0,3	0,18	0,04	0,04	0,02	0,01	0

Inicialmente, os corpos de prova cilíndricos foram cortados a partir da barra trefilada a frio com uma altura de 10 mm. As amostras, originalmente no estado como recebido, foram submetidas a um tratamento térmico a 1050°C durante 20 minutos, seguido por uma têmpera em água. O objetivo é obter um estado inicial com microestrutura adequada para as análises que incluam grãos recristalizados de dimensões da ordem dos 30 a 50 µm. Este tamanho médio foi adotado porque permite uma boa visualização dos pequenos grãos recristalizados durante o tratamento térmico principal, após deformação, mas também dos grãos exageradamente

grosseiros provenientes de um crescimento crítico. A caracterização mais detalhada do estado inicial é apresentada na seção 4.1.

## **2.2 Testes de indentação a frio e técnicas de caracterização**

Os testes de dureza foram realizados com o objetivo de introduzir campos de pequenas deformações bem controladas na microestrutura do material. Por esta razão, nas vezes em que objetivo do ensaio for produzir tais deformações a frio a terminologia adotada será teste de indentação. Após serem deformados a frio esses corpos de prova serão posteriormente submetidos ao tratamento térmico capaz de desencadear o crescimento crítico de grão nas zonas deformadas. Tais deformações a frio são potencialmente encontradas na superfície do material em ambiente industrial, podendo essa ser facilmente produzida de forma acidental durante a manipulação dos produtos.

Após o tratamento térmico para obtenção do estado inicial, as amostras foram preparadas por polimento clássico, para que pudessem receber a indentação. Para a execução dos testes de indentação foram usados penetradores esféricos, tradicionalmente empregados para realização de medidas de dureza Brinell. Este tipo de penetrador produz indentações e campos de deformação diametralmente simétricos possibilitando um melhor controle experimental e simplificando a modelagem computacional. Apesar desta escolha puramente técnica, as conclusões resultantes das análises a seguir poderiam ser estendidas para outros campos de deformação produzidos a frio.

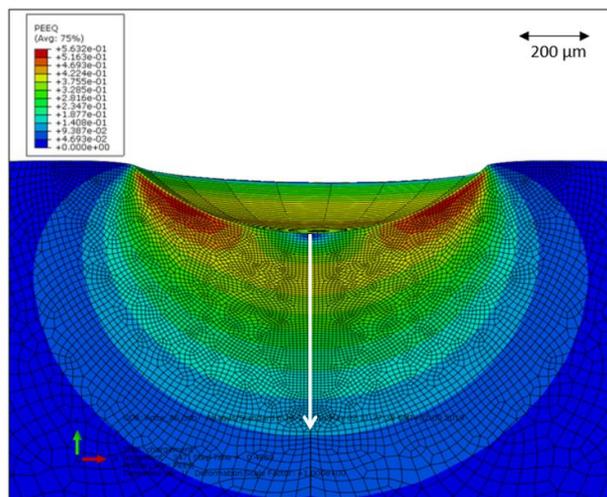
O modelo da máquina de dureza utilizada para realizar os testes de indentação foi a Wolpert Dia Testor 2 Rc, com um indentador esférico de carbetto de tungstênio de diâmetro nominal de 1 mm. A carga de 150 kg aplicada durante o ensaio foi definida a partir de uma série de testes preliminares para avaliar qual seria o maior diâmetro de indentação que poderia ser obtido sem que o suporte do penetrador tocasse no corpo de prova durante o teste. Esta parametrização produziu uma indentação de diâmetro médio de 1061  $\mu\text{m}$  com um desvio-padrão de 6  $\mu\text{m}$ . A duração de um ensaio de indentação é de 66 segundos e o tempo total de aplicação da carga é de 40 segundos.

O estudo do campo de deformação produzido na região abaixo da indentação será crucial para a análise dos resultados e para compreensão do fenômeno de CCG. Por isso, essa região deformada do corpo de prova foi caracterizada por meio de diferentes técnicas tais como difração de elétrons retroespalhados, também conhecida como análise EBSD (*Electron backscatter diffraction*), e medições de microdureza.

Para os ensaios microdureza foi utilizada uma máquina do modelo BUEHLER - Micromet 5124, com um micro-indentador do tipo Vickers. Os ensaios foram realizados com uma carga de 25g que permitiu caracterizar a zona deformada com pequenas distâncias entre as indentações. Tais medidas foram feitas no plano da seção transversal (será definido com mais detalhes na seção 4.4) a partir do fundo da indentação Brinell, no eixo perpendicular à superfície indentada do corpo de prova. A flecha branca da Figura 5 ilustra a localização e a direção das medidas de microdureza que foram realizadas para caracterização dos corpos de prova. Esse procedimento foi realizado com o objetivo de identificar uma correlação entre os níveis de dureza antes do tratamento térmico e a posterior ocorrência do crescimento crítico dos grãos.

As medidas de microdureza também foram aplicadas para caracterização do estado inicial recristalizado, anterior à indentação esférica Brinell. Neste ensaio foram usados indentadores tipo Vickers com uma carga de carga de 300g devido as maiores áreas a serem caracterizadas.

Adicionalmente, um modelo elemento finitos (MEF) foi elaborado no software comercial de simulação digital Abaqus (*Dassault Systèmes*) para avaliar a distribuição da deformação verdadeira na microestrutura. O modelo de elementos finitos foi construído para descrever a zona deformada em função da deformação equivalente residual após indentação. A geometria esférica do indexador Brinell permite que a simulação seja realizada na condição de simetria-axial, o que simplifica os modelos e reduz significativamente os cálculos computacionais. O modelo é pilotado pelo deslocamento do indentador e a malha foi elaborada de modo que a região de interesse seja finamente particionada. A lei de comportamento elastoplástico do material utilizada na simulação foi obtida a partir de um ensaio de compressão à temperatura ambiente. O resultado da simulação elementos finitos é mostrado na Figura 5 em termos de deformação equivalente.



**Figura 5: Campo de deformação equivalente gerado pela indentação Brinell obtido pelo modelo elementos finitos. A seta branca indica a localização e a direção das medidas de microdureza realizadas para caracterização dos corpos de prova.**

O campo de deformação gerado é essencialmente composto por curvas isovalores de deformação semi-elípticas que se tornam progressivamente arredondadas quando se afastam da indentação. A simulação mostra também que a zona afetada pela penetração se estende até profundidades próximas de 1 mm da face indentada da amostra.

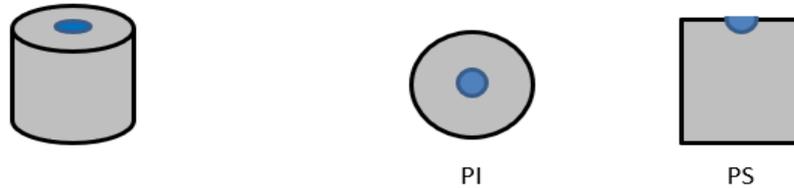
### **2.3 Tratamentos térmicos desencadeadores**

Como discutido na seção 2.3.3., o crescimento crítico de grãos (CCG) resulta do tratamento térmico de microestruturas que tenham sido previamente deformadas a frio ou a quente. Nos tratamentos térmicos das amostras provenientes do teste de indentação a frio, foi fixado um patamar de temperatura nominal de 1000°C, próximo a 980°C que é tipicamente a temperatura de solubilização da A-286 usada nos processos industriais. As únicas partículas de segunda fase presentes na microestrutura a esta temperatura são carbeto de titânio. Outras fases precipitam a temperaturas mais baixas e, portanto, não serão consideradas nas análises subsequentes. Para a realização do tratamento, a amostra foi introduzida em um forno pré-aquecido na temperatura indicada acima e, ao final do intervalo de tempo previsto, os corpos de prova são diretamente resfriados em água.

### **2.4 Preparação metalográfica e técnicas de microscopia**

A caracterização das amostras de indentação exigem um protocolo de preparação metalográfica especial para análise das zonas de interesse. Neste trabalho, as microestruturas dos corpos de prova poderão ser analisadas tanto no plano de indentação (PI) quanto no plano

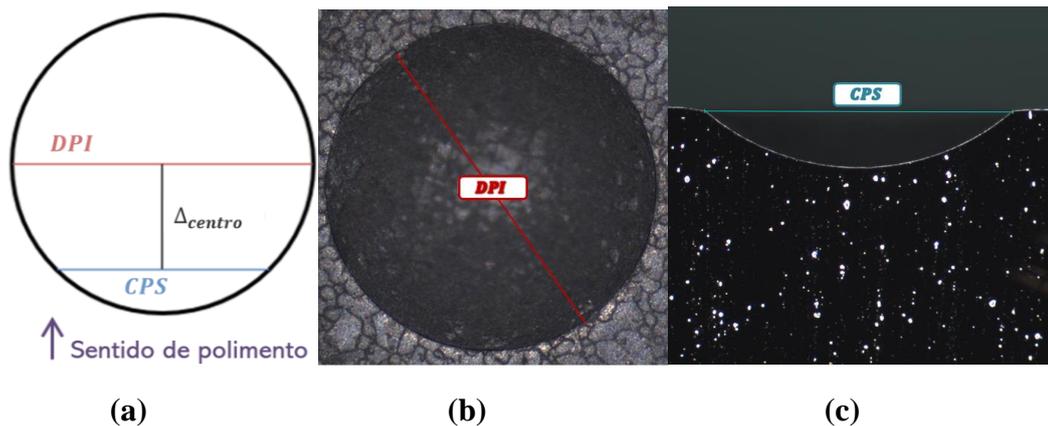
da seção transversal (PST) apresentados na Figura 6. O plano de indentação ou PI é definido como o plano perpendicular ao eixo de indentação esférica e servirá de apoio durante toda execução do protocolo de preparação experimental para detectar o avanço do polimento no plano da seção transversal. Por sua vez, o plano da seção transversal ou PST é o plano obtido através do corte da amostra no sentido axial, com o intuito de permitir a observação da região microestrutural diretamente abaixo da indentação.



**Figura 6: Planos de observação: Plano de indentação (PI) e Plano da seção transversal (PST).**

Idealmente, o plano da seção transversal a ser observado e caracterizado deve intersectar o centro da indentação e, portanto, coincidiria necessariamente com um plano que contenha um diâmetro da indentação esférica. Visando se aproximar ao máximo de tal condição, o parâmetro  $\Delta_{centro}$  foi definido como a distância entre o PST realmente observado e este plano ideal, paralelo ao primeiro que passa pelo centro da indentação. Este parâmetro será considerado como a medida de precisão associada ao protocolo de preparação da amostra e pode ser calculado geometricamente em função do diâmetro medido no plano de indentação (DPI) e da corda observada no plano da secção (CPS) (Figura 7 (a)).

Além disso, no intuito de garantir a reprodutibilidade e a confiabilidade dos resultados, foram realizadas medições do DPI e do CPS entre cada etapa do polimento com o auxílio de instrumentos de precisão como a lupa binocular e o microscópio óptico (Figura 7). Este procedimento permitiu controlar a evolução do parâmetro  $\Delta_{centro}$  durante a preparação. Ao final do processo de polimento, o plano da secção observado deve coincidir o mais próximo possível do centro da indentação.



**Figura 7: (a) Esquema descritivo do protocolo de preparação da amostra. (b) Vista do PI: Medida do diâmetro de indentação feita a partir do plano de indentação antes de iniciar as etapas de polimento ou de corte. (c) Vista do PST: Medida da corda no plano da seção, realizada entre cada etapa de polimento.**

Os corpos de prova foram examinados em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). O MEV utilizado é do tipo Carl Zeiss Supra 40 com um canhão de elétrons por emissão de campo. As observações foram realizadas sempre ao redor da zona indentada com um detector de elétrons retroespalhados do tipo NTSBSD. Algumas amostras foram selecionadas para realização de análises complementares de mapeamentos de orientação cristalográfica com o detector EBSD. Esse detector do tipo e<sup>-</sup>Flash<sup>HR</sup>, que faz parte do sistema de análises Bruker Quantax, é pilotado pelo software Esprit 2.1. O sistema é capaz de indexar os diagramas de difração baseado nos ângulos identificados entre as bandas de Kikuchi, as quais são detectadas a partir da transformada de Hough do diagrama. A precisão da medida de orientação é da ordem de 0,5° [29]. Na prática, o algoritmo de indexação utilizado permite a obtenção de mapeamentos com muito poucos pontos não indexados ou não confiáveis. O passo utilizado para a realização de mapeamentos EBSD é da ordem de 1 $\mu$ m e as taxas de indexação são superiores a 99%.

Todos os mapeamentos EBSD analisados neste relatório foram submetidos a uma etapa de pós-processamento no software Matlab com a aplicação do filtro LLASS (*Local Linear Automatic Smoothing Splines*) que foi recentemente desenvolvido no CEMEF [30]. Este filtro é aplicado diretamente aos dados brutos produzidos pelo sistema EBSD e permite diminuir significativamente o ruído de medição, reduzindo-o para um nível da ordem de 0,15°. A redução do ruído permite uma análise muito mais fina e precisa das desorientações locais que revelam a presença de discordâncias [29]. Após a filtragem, os dados são explorados através da biblioteca MTEX no Matlab [31].

Os dados das desorientações cristalográficas locais obtidos através da análise EBSD são normalmente representados na forma de mapeamentos. Nesses mapas, os códigos de cores permitem fornecer informações adicionais sobre cada ponto, ou conjunto de pontos. Em outras palavras, o código de cores corresponde a um eixo complementar com uma determinada informação de interesse para a análise. A paleta «Jet», predefinida no Matlab, foi escolhida para a elaboração de todos os mapeamentos. Além disso, os contornos de grãos foram definidos como regiões de desorientação superior a 10° e as contornos de macla (desorientações locais entre 55° e 65°) não foram consideradas.

Um parâmetro que será crucial para as análises a seguir é o *Kernel Average Misorientation* (KAM) e, por essa razão, convém aqui defini-lo. O KAM é um parâmetro que pode ser atribuído a cada pixel/ponto de um mapeamento EBSD que indica o ângulo de

desorientação médio entre esse pixel e seus pontos adjacentes. A equação (6) a seguir define matematicamente essa formulação:

$$KAM(p_i) = \frac{1}{v_i} \sum_{j=1}^{v_i} \theta_{i,j} \quad (6)$$

$\theta_{i,j} \rightarrow$  angulo de desorientação entre o pixel  $p_i$  e o pixel  $p_j$

$v_i \rightarrow$  Numero de vizinhos do pixel  $p_i$

A chamada ordem do KAM representa o número de camadas de pixels adjacentes utilizadas na expressão do cálculo do parâmetro KAM de cada ponto. Por exemplo, para o KAM de ordem 1 de um ponto qualquer do mapeamento o software retorna a média das desorientações entre esse ponto e seus vizinhos diretos, de ordem 1. Para padronizar o método de análise, neste trabalho, os mapeamentos KAM foram elaboradas com o cálculo do KAM de ordem 2, portanto duas camadas de pixels vizinhos foram utilizadas para determinar o KAM de um ponto.

Os tamanhos dos grãos foram também apresentados na forma de mapeamentos EBSD. Estes atribuem a cada grão o valor do raio do círculo de área equivalente a área do grão. A paleta de cores “Jet” vai, portanto, servir para diferenciar os tamanhos dos grãos no mapeamento.

### **3. RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES**

#### **3.1 Análise do estado inicial**

As Figuras 8 (a) e (b) apresentam as microestruturas obtidas após o tratamento térmico (1050°C/20min) para atingir o estado inicial. As micrografias foram realizadas respectivamente no plano da indentação “PI” (a) e no plano da seção transversal “PST” (b). A microestrutura é composta por grãos majoritariamente equiaxiais de tamanho médio de 45  $\mu\text{m}$ . Essas figuras mostram, tanto para PI quanto PS, os baixos níveis de desorientação cristalográfica medidos pelo parâmetro KAM. Esses resultados validam que o material, recebido no estado bruto de deformação a frio, efetivamente sofreu recristalização durante o tratamento térmico aplicado (1050°C/20min). Além disso, os perfis de dureza Vickers (Figura 8 (c)) realizados antes e depois do tratamento térmico confirmam a recristalização e indicam que os níveis de dureza da A-286 no estado recristalizado é em média igual a 146 HV com um desvio de aproximadamente 8 HV.

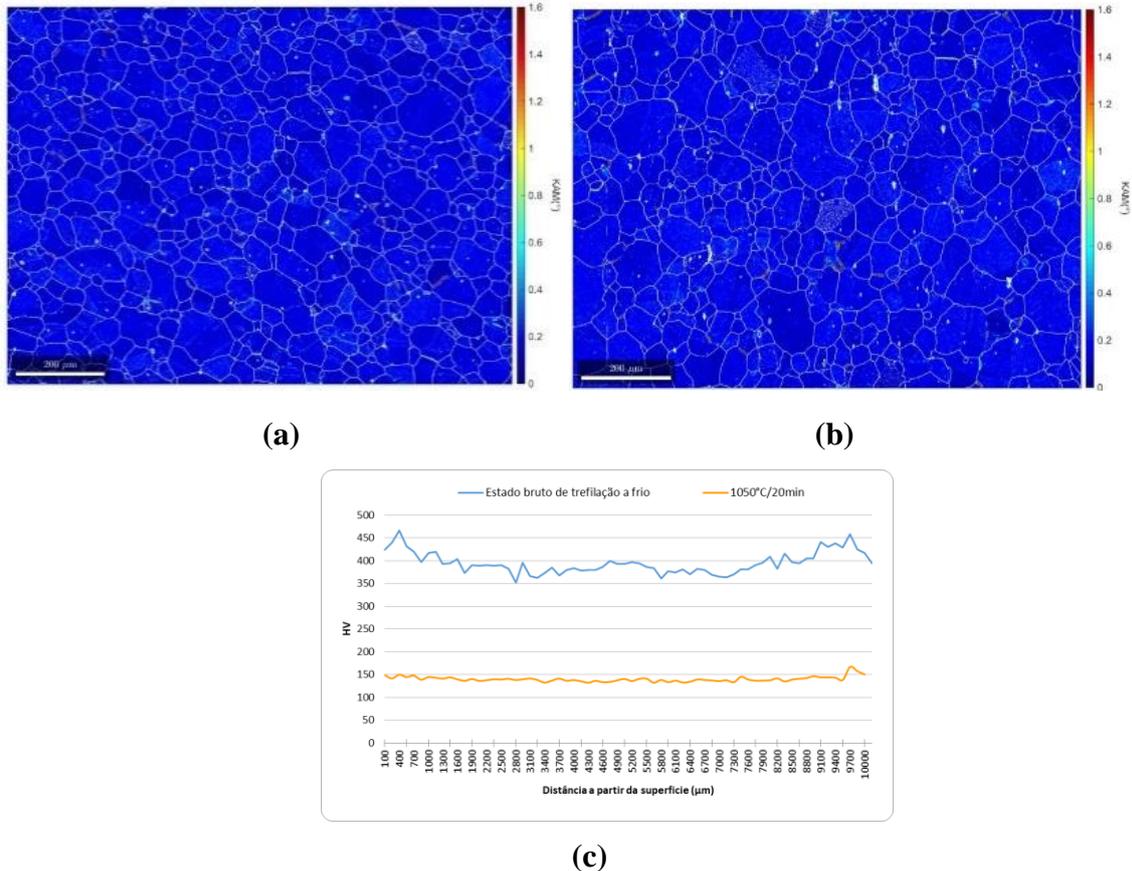


Figura 8: Análise da microestrutura do estado inicial (isto é, após tratamento térmico do estado bruto recebido, à 1050°C durante 20min). Mapeamentos EBSD de desorientações KAM no PI (a) e no PST (b). Perfis de dureza Vickers (c): estado bruto de deformação a frio em azul e após tratamento térmico 1050°C/20min em amarelo.

Uma análise de EDS permitiu identificar as partículas de segunda fase presentes na microestrutura do estado inicial. Foram observadas tanto partículas intergranulares finas quanto alguns precipitados grosseiros de carbeto de titânio. Estes carbeto de titânio podem apresentar em suas composições a presença de alguns outros elementos químicos que figuram na matriz da A-286 como por exemplo o Nb.

### 3.2 Caracterização da microestrutura indentada a frio

Para caracterizar os níveis de energia de deformação acumulada na microestrutura após a indentação a frio, foi realizada uma análise EBSD na amostra antes do tratamento térmico desencadeador da CCG. A Figura 9 (a) mostra o mapeamento KAM do estado deformado. As desorientações cristalográficas nas regiões próximas da indentação são muito elevadas e diminuem gradualmente na medida que se afastam da indentação. O campo observado no mapeamento é de 1135 μm x 850 μm e, como havia sido previsto pelo modelo EF (Figura 5), toda esta zona foi afetada pela deformação imposta.

A Figura 19 (b) apresenta os perfis de dureza da mesma amostra. O perfil azul indica a dureza em uma zona não deformada, muito afastada da indentação, enquanto o perfil vermelho foi realizado segundo o método descrito na seção 3.2.

As medições realizadas mostram níveis de dureza relativamente elevados, próximos de 300 HV, na região adjacente ao fundo da indentação. Em seguida, até cerca de 500  $\mu\text{m}$  a partir do fundo da marca, a dureza de material gradualmente decaiu com o aumento de distância. A partir de 500  $\mu\text{m}$ , vemos que os perfis verde e vermelho oscilam ligeiramente acima do perfil azul, até que atingem os mesmos valores a distâncias próximas a 1 mm do fundo da indentação. Assim, este resultado se mostra mais uma vez coerente com o campo de deformação previsto pelo modelo EF (Figura 13).

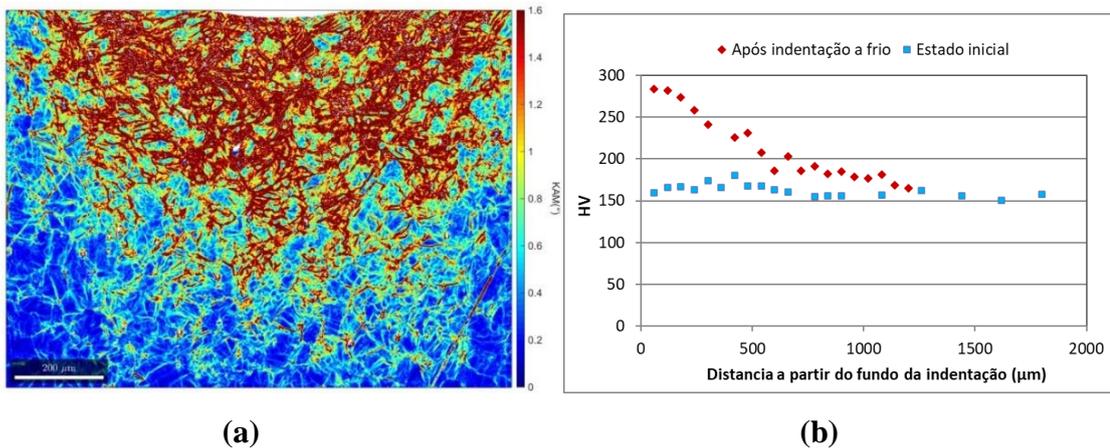
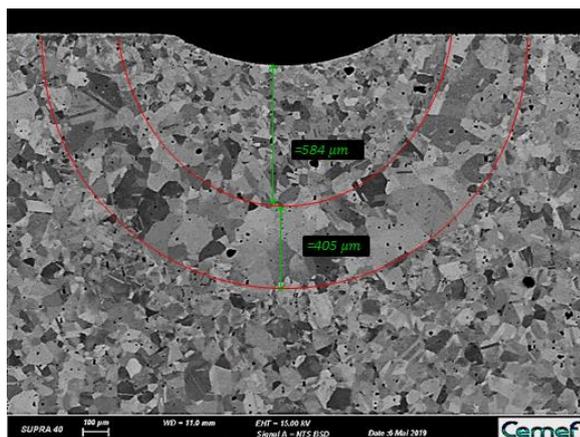


Figure 9: Caracterização do estado deformado a frio. Mapeamento dos valores de KAM (a). Perfis de dureza a partir do fundo da indentação na direção perpendicular ao PI (vermelho) e em uma zona não deformada (azul) (b).

### 3.3 Microestrutura dos corpos de prova pós tratamento térmico desencadeador (1000°C/1h)

O corpo de prova mostrado na Figura 10, após ser indentado à temperatura ambiente, foi submetido ao tratamento térmico desencadeador a 1000°C/1h. A preparação metalográfica descrita na seção 3.4 possibilitou a análise da região previamente afetada pelo campo de deformação da indentação esférica. A micrografia constitui uma vista a partir do plano da seção transversal “PST” e o valor do parâmetro  $\Delta_{centro}$  é de 89 $\mu\text{m}$ .



**Figura 10: Evolução microestrutural do corpo de prova indentado após ter sido submetido ao tratamento térmico 1000°C/1h [ $\Delta_{centre} \leq 100$ ].**

Na Figura 10 é possível identificar uma microestrutura composta majoritariamente por grãos muito finos na região adjacente a indentação. Contudo, na medida que a distância radial a partir do centro da indentação aumenta, os grãos se tornam progressivamente maiores até o aparecimento de uma banda semi-circular para qual os grãos atingem um tamanho máximo. Os grãos dessa banda, destacada pelas linhas vermelhas na imagem, apresentam dimensões que podem atingir valores próximos a  $400\mu\text{m}$ , muito superiores à média dos grãos em outras regiões do corpo de prova. Após essa banda de grãos grosseiros, a perda de nitidez da micrografia sugere um aspecto levemente encruado da microestrutura cujos grãos se mostram significativamente mais finos quando comparados com a região precedente.

Existe uma forte similaridade geométrica entre a heterogeneidade dos tamanhos dos grãos observados (Figura 10) e o campo de deformação do modelo EF (Figura 5). Esta correlação é consistente com a premissa inicial de que o fenômeno é altamente dependente do nível de energia de deformação inicial armazenada no material. A simulação mostra que o nível de energia de deformação armazenado nas regiões mais próximas da indentação é superior ao das regiões mais afastadas. Os grãos grosseiros aparecem em uma região que havia sido anteriormente pouco deformada e o tamanho dos grãos diminui quando o nível de deformação aumenta, aproximando-se da indentação.

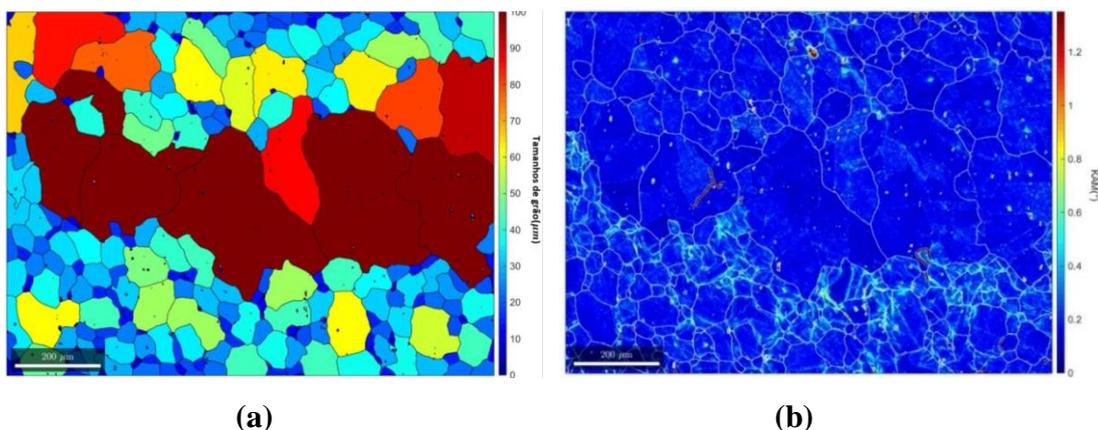
Estes resultados são totalmente coerentes com a hipótese de um fenômeno de recristalização estática, discutido na seção 2.4.2.2 - (a). Neste caso, os elevados níveis de energia armazenada favorecem a nucleação simultânea de diversos novos grãos recristalizados. Estes impedem-se mutuamente de crescer, o que produz regiões de grãos pequenos, como a observada imediatamente abaixo da indentação. Quando a distância radial aumenta, o nível de energia armazenada diminui gradualmente. Consequentemente, a nucleação torna-se cada vez

mais esparsa, o que favorece a fase de crescimento destes cristais e explica o gradiente de tamanhos de grão observado na Figura 10. Quando a duração do tratamento térmico aumenta, a recristalização progride em áreas com níveis de energia armazenada mais baixos e o diâmetro da área de grãos grandes aumenta.

Em resumo, a heterogeneidade inicial do campo de deformação conduz a uma nucleação não homogênea dos novos grãos durante o tratamento térmico. Finalmente, é a evolução concorrencial entre a formação destes novos núcleos e o seu crescimento posterior que conduzirá à formação dos gradientes de tamanhos de grãos recristalizados observados nas micrografias.

Para confirmar este mecanismo de recristalização estática, foi realizada uma análise EBSD na amostra 1000°C/1h. As Figuras 11 (a) e (b) mostram, respectivamente, o mapeamento dos tamanhos dos grãos e a das desorientações com os valores do parâmetro KAM em escala de cores.

Na parte superior da imagem 11 (a), próxima da indentação, a microestrutura observada é composta pelos pequenos grãos recristalizados (valores baixos da KAM) que, neste caso, começam a aparecer com um tamanho médio de cerca de 20  $\mu\text{m}$ . Este tamanho evolui gradualmente até atingir o seu valor máximo superior a 140  $\mu\text{m}$  para a banda no centro da imagem. Para além desta faixa, afastando-se da marca, os grãos tornam-se pequenos novamente. No entanto, ao contrário da parte superior, também se observa na Figura 11 (b) um aumento significativo dos valores de desorientação cristalográfica.



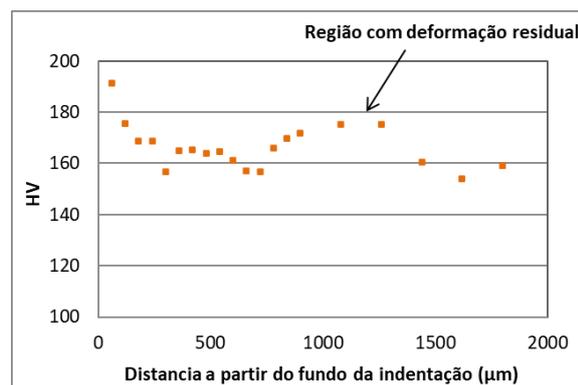
**Figura 11: Mapeamentos EBSD do corpo de prova 1000°C/1h. Mapeamento de tamanhos de grão (a). Mapeamento dos valores de desorientação KAM (b)**

Esta variação da KAM revela a presença residual de discordâncias no interior destes grãos. Esse resultado corrobora a ideia de que os baixos níveis de energia armazenada nessas áreas não ofereceram a força motriz necessária para nuclear novos grãos durante o tratamento térmico. Além disso, constata-se que os grãos que fazem parte da banda crítica, diretamente

acima da região levemente encruada, apresentam um aspecto alongado com dimensões que ultrapassam 400  $\mu\text{m}$  em certos casos. Esta morfologia sugere que o crescimento dos grãos grosseiros ocorreu preferencialmente em direção aos grãos pequenos não-recristalizados. Assim, as regiões que não atingiram um nível de deformação suficiente para desencadear a nucleação de novos grãos servirão de certa forma como uma reserva de energia que estimula o crescimento direcional dos grãos grosseiros que se tornam progressivamente mais alongados. A consequência final deste fenômeno é o aumento da espessura total da banda crítica e o deslocamento desta para uma zona de deformação prévia menor na parte inferior do mapeamento.

O perfil de dureza Vickers (Figura 12) da amostra 1000°C/1h pós tratamento térmico foi traçado de acordo com o método descrito na secção 3.2. Os valores próximos de 200 HV encontrados nas regiões imediatamente abaixo da indentação são relativamente elevados se comparados com o valor de 150 HV obtido anteriormente para o material recristalizado (secção 4.1). Esta diferença pode explicar-se pela presença numerosa de grãos muito finos, provenientes da nucleação abundante nesta região. Quando as medidas se afastam da indentação, os níveis de dureza diminuem rapidamente para atingir um patamar com um valor ligeiramente superior a 150 HV, que corresponde desta vez ao estado recristalizado. Em seguida, a uma distância de cerca de 1 mm do fundo da indentação, os perfis revelam um segundo pico de dureza que atinge um valor de 180 HV. Este pico corresponde à zona exata das estruturas de discordâncias que foram observadas na Figura 11 (b) e validam a hipótese de não recristalização desta zona. Por fim, quando as medidas se afastam da zona afetada pelo campo de deformação da impressão, o valor de dureza volta lentamente ao nível de 150 HV.

A identificação precisa das variações de dureza torna possível a localização da zona de grãos finos e encruados haviam sido observados anteriormente no mapeamento EBSD. Estes resultados confirmam a pertinência das medições de microdureza para a avaliação dos níveis de energia de deformação armazenada nas amostras resultantes dos testes de indentação a frio.



**Figura 12: Perfil de dureza obtido a partir do fundo da indentação do corpo de prova após tratamento térmico 1000°C/1h.**

Todos estes elementos de correlação entre os resultados suscitam o interesse de estabelecer uma ligação quantitativa entre a energia de deformação armazenada na microestrutura e as diferentes zonas observadas após o tratamento térmico.

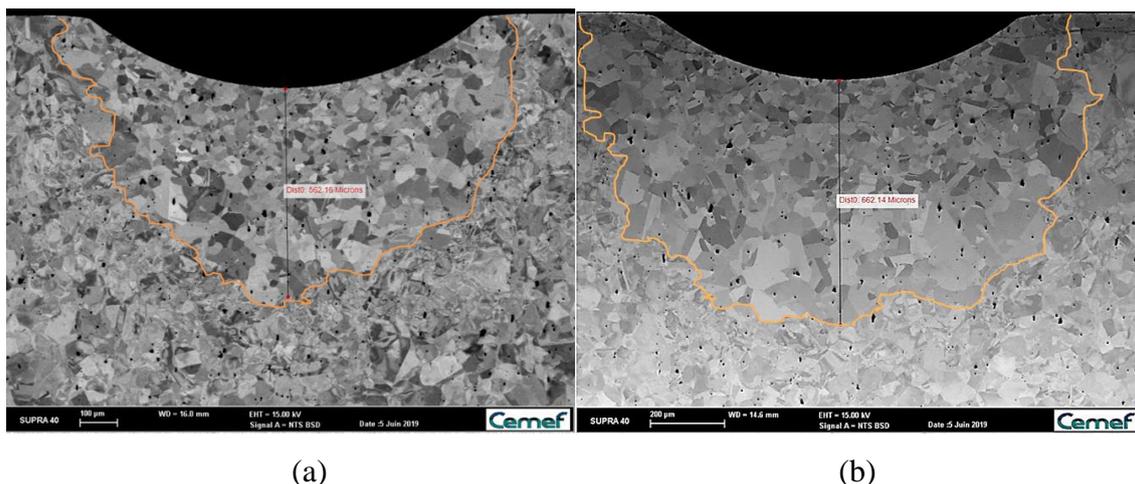
A distância entre a indentação e o início da banda dos grãos grosseiros varia em torno de 550  $\mu\text{m}$ . Quando esse valor é transposto sobre o resultado da simulação EF (Figura 5) identifica-se que, nesta condição de tratamento, a ocorrência de grãos grosseiros é desencadeada a níveis de deformação inferiores a 0,15. Além disso, estes níveis de deformação correspondem à uma dureza de 200 HV obtida antes do tratamento térmico (Figura 9 (b)). Assim, uma análise direta demonstra que o crescimento crítico dos grãos induzida pela energia de deformação armazenada da liga A-286 é observado para níveis muito baixos de deformação. Esta conclusão corrobora o que foi frequentemente reportado por outros autores para outras ligas [4-8]. Nas superligas de Ni, Agnoli. [5] demonstrou que regiões com níveis de deformações equivalentes inferiores a 0,1 revelaram-se susceptíveis à ocorrência da CCG durante tratamentos térmicos.

### **3.4 Tempo de incubação e nucleação da banda crítica**

O tempo de incubação é outra característica marcante da recristalização estática. Por isso, uma série de tratamentos térmicos de curta duração foram realizados com o objetivo de identificar os tempos de incubação necessários para desencadear a formação da banda crítica de grãos grosseiros.

A Figura 13 (a) e (b) mostra a evolução microestrutural das amostras tratadas a 980°C/10min e 980°C/20min, respectivamente.

Estas micrografias constataam a coexistência de duas zonas com microestruturas sensivelmente diferentes. Nas zonas próximas da indentação, a intensidade homogênea observada no interior dos grãos indica a recristalização desta parte da microestrutura. No entanto, nas zonas mais afastadas a aparência dos grãos modifica-se consideravelmente e põe em evidência o encruamento dessas regiões. Os contornos em laranja indicam a fronteira entre os grãos recristalizados e os grãos que permanecem encruados após o tratamento térmico.



**Figura 13: Micrografias BSE dos corpos de prova tratados termicamente por curtos períodos de tempo para revelar um eventual tempo de incubação. 980°C/10min [ $\Delta_{centro} \leq 20$ ] (a). 980°C/20min [ $\Delta_{centro} \leq 100$ ] (b).**

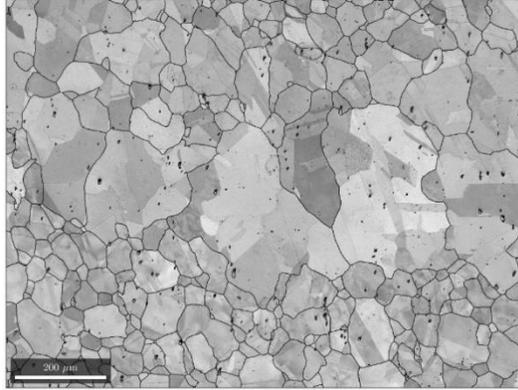
Após 10 minutos de tratamento a 980°C (Figura 13 (a)), a profundidade total recristalizada é de cerca de 560  $\mu\text{m}$ . O gradiente de tamanhos de grão observado a partir do fundo da indentação já se mostra bastante pronunciado, o que indica uma nucleação heterogênea. No entanto, nesta micrografia, a presença de uma faixa de grãos grosseiros ainda não pôde ser identificada, já que o tamanho máximo dos grãos é ligeiramente superior a 100  $\mu\text{m}$ . Este tamanho é comparável ao tamanho máximo dos grãos do estado inicial e, por esse motivo, os grãos não são considerados como provenientes de um crescimento excessivo.

Quando o tempo de exposição a temperatura de tratamento é aumentado para 20 minutos (Figura 13 (b)) uma alteração significativa na profundidade total recristalizada pode ser notada. Nesta micrografia, observa-se a presença de certos grãos grandes que começam a ganhar as suas formas alongadas e a avançar para as zonas com deformação acumulada. Desta vez, a dimensão máxima dos grãos ultrapassa o valor de 200  $\mu\text{m}$ , o que representa uma expansão de 100%, ou de 100  $\mu\text{m}$ , em relação ao tratamento térmico de 10 minutos. Este resultado sugere o aparecimento de grãos grandes provenientes de um crescimento crítico a tempo inferior a 20 minutos para a temperatura de 980°C.

### 3.5 Influência da presença de partículas de segunda fase

A presença de partículas de segunda fase na microestrutura pode desacelerar, ou mesmo bloquear, a migração dos contornos de grão inibindo os fenômenos de CAG em certos materiais. A fim de avaliar a efetividade das forças de ancoramento dos contornos em impedir a CCG, a presença de partículas da segunda fase foi analisada para o mapeamento já apresentada na Figura 11. A Figura 14 apresenta o mesmo mapeamento, mas é representado em tons de cinza

associados a um índice de qualidade do diagrama de difração. Este modo de representação é muito sensível à presença de diversos defeitos, tais como: contornos de grãos, densidade discordâncias, ou mesmo à orientação cristalográfica e a natureza das fases presentes em microestrutura.



**Figura 14:** Mapeamento EBSD do corpo de prova 1000°C/1h. Índice de qualidade do padrão de difração representado em tons de cinza, com os contornos de grão de desorientação superior a 15° destacados em preto.

Neste mapeamento, os carbeto aparecem como pontos mais escuros, sendo o tamanho destes precipitados sempre inferior a 15  $\mu\text{m}$ . Estas partículas são carbeto primários que precipitaram durante a solidificação do material. De um modo geral, a disposição dessas fases é bastante aleatória e não coincide com a posição final dos contornos, ao contrário do que normalmente acontece em ligas de níquel na condição envelhecida. Isto é um indício de que a força de ancoragem de Smith-Zener é provavelmente muito inferior à força motriz que provoca crescimento crítico. Na realidade, a micrografia demonstra que os grãos grosseiros apresentam um grande número de precipitados intergranulares e poucos precipitados se localizam nos contornos. Essa configuração evidencia a ineficácia de tais partículas para realizar o bloqueio da migração dos contornos durante a etapa de crescimento destes grãos para uma condição de CCG deste material.

#### **4. CONSIDERAÇÕES FINAIS E REFERÊNCIAS**

As análises permitiram identificar o mecanismo de crescimento crítico de grão como responsável pela forte heterogeneidade de tamanhos de grãos na microestrutura da liga A-286 após o tratamento de solubilização. Esse fenômeno foi favorecido nas regiões em que a energia de deformação armazenada na microestrutura estava próxima do limite necessário para desencadear a nucleação de apenas alguns grãos de recristalização. Os grãos esparsamente nucleados cresceram consumindo a energia de deformação existente na microestrutura ao redor,

porém, como estão presentes em pequena quantidade, atingiram dimensões grandes antes de terem o seu crescimento limitado por outras interfaces. Além disso, os carbeto de titânio presentes na microestrutura inicial não foram capazes de impedir a migração dos contornos e o conseqüente surgimento dos grãos grosseiros, de tamanho 12 vezes maior que a média no corpo de prova.

O protocolo experimental baseou-se na aplicação de deformações localizadas, por meio das indentações Brinell, em temperatura ambiente. Nessas condições a energia de deformação armazenada na microestrutura varia com o nível de deformação ao qual a peça foi submetida. Por outro lado, na prática industrial, os produtos são submetidos a processos de conformação em altas temperaturas e com taxas de deformações muito elevadas. Em tais condições, a relação entre o nível de deformação e o nível de energia armazenada na forma de discordâncias se torna muito mais complexa devido a ocorrência concomitante de processos de recuperação e recristalização dinâmica, além do próprio aquecimento causado pela deformação da peça.

De todo modo, continua sendo razoável imaginar que este mesmo mecanismo poderia ser capaz de explicar uma possível presença de grãos grosseiros nesses materiais previamente deformados a quente. Para validar tal hipótese, é indispensável uma avaliação aprofundada da susceptibilidade dessa liga ao fenômeno de CCG em tais condições de altas temperaturas e altas taxas de deformação. A compreensão metalúrgica dos fenômenos de crescimento de grão atuantes, bem como de suas principais características cinéticas, vai contribuir de forma relevante para a busca de soluções tecnológicas capazes de garantir a obtenção de uma microestrutura final que atenda de forma consistente às especificações.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] MONS, C., “Traitements thermiques des superalliages (M1165)”, In : *Techniques de l'ingénieur*, 1996.
- [2] « INCOLOY alloy A-286 », <http://216.71.103.52/documents/Incoloy%20alloy%20A-286.pdf>, 2004.
- [3] BOZZOLO, N., AGNOLI, A., SOUAI, N., BERNACKI, M., et al., “Strain induced abnormal grain growth in nickel base superalloys”, *Materials Science Forum*, v. 753, pp. 321-324, 2013.
- [4] WANG, X., HUANG, Z., CAI, B., et al., “Formation mechanism of abnormally large grains in a polycrystalline Nickel-based superalloy during heat treatment processing”, *Acta Materialia*, v. 168, pp. 287-298, 2019.
- [5] AGNOLI, A., BERNACKI, M., LOGÉ, R., et al., “Selective Growth of low stored energy grains during  $\delta$  sub-solvus annealing in the Inconel 718 Nickel-Based superalloy.”, *Metallurgicals And Materials Transactions A*, v. 46, Issue 9, pp. 4405-4421, 2015.

- [6] CHO, Y. K., YOON, D.Y., “The effects of deformation and pre-heat-treatment on abnormal grain growth in René 88 Superalloy”, *M.F. Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 32, pp. 3077-3090, 2001.
- [7] CHARPAGNE, M. A., FRANCHET, J. M., BOZZOLO, N., “Overgrown grains appearing during sub-solvus heat treatment in a polycrystalline  $\gamma - \gamma'$  Nickel-based superalloy”, *Materials & Design*, v. 144, pp. 353-360, 2018.
- [8] MILLER, V. M., JOHNSON, A. E., TORBET, C. J., POLLOCK, T. M., “Recrystallization and the Development of Abnormally Large Grains After Small Strain Deformation in a Polycrystalline Nickel-Based Superalloy”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 47, pp. 1566 –1574, 2016.
- [9] REED, R. C., *The Superalloys*. 1 ed. Cambridge University Press, Cambridge, 2006.
- [10] REVAUD, M., *Optimisation métallurgique du superalliage à base de Nickel 718Plus*, 2013. Tese de D. Sc., CEMEF/Mines ParisTech, Sophia Antipolis, France.
- [11] KAZIMIERZ J. D., “Analysis of the precipitation and growth process of the intermetallic Phases in an Fe-Ni Superalloy”, *Superalloys*, Mahmmud Aliofkhazraei, Intech Open, Poland, 2015.
- [12] SIMS CH.T., STOLOFF N.S., HAGEL W.C., *Superalloys II*, 1 ed., Nova York, John Wiley & Sons, 1987.
- [13] STOLOFF N.S., *Wrought and Powder Metallurgy (P/M) superalloys*. In: ASM Handbook, editors. Volume 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. Materials Park, Ohio ASM International, p.p. 1478-1527, 2005.
- [14] VERNIER, S., *Evolution de la microstructure du superalliage base nickel AD730<sup>TM</sup> au cours des opérations de forgeage industrielles*, Tese de D. Sc., CEMEF/Mines ParisTech, Sophia Antipolis, France, 2018.
- [15] HONG, H.U., KIM, I., CHOI, B.G., et al., “The effect of grain boundary serration on creep resistance in a wrought nickel-based superalloy.”, *Materials Science and Engineering A*, v. 517, pp. 125-131, 2009.
- [16] PRIESTER, L., *Grain Boundaries and Crystalline Plasticity*, Orsay, John Wiley & Sons, Inc., 2011
- [17] ROLLETT, A., ROHRER, G. S., HUMPHREYS, J., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 3 ed, Carnegie, California, Elsevier Ltd, 2017.
- [18] MANOHAR, P.A, FERRY, M., CHANDRA, T., “Five decades of the Zener Equation”, *ISIJ International*, v., pp. 913-924, 1998.
- [19] FLAGEOLET, B., YOUSFI, O., DAHAN, Y., CORMIER, J., et al. “Characterization of microstructures containing abnormal grain growth zones in Alloy 718”, *7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, Pittsburg, Pennsylvania, October 2010.

- [20] GABB, T.P., KANTZOS, P.T., TELESMA, J., et al., “Fatigue resistance of the grain size transition zone in a dual microstructure superalloy disk”, *International Journal of Fatigue*, v. 33, pp. 414-426, 2011.
- [21] MIAO, J., POLLOCK, T. M., JONES, J. W., “Crystallographic fatigue crack initiation in nickel-based superalloy René 88DT at elevated temperature”, *Acta Materialia*, v. 57, pp. 5964-5974, 2009.
- [22] CHARPAGNE, M.A., *Evolution de microstructure au cours du forgeage de l’alliage RENE 65*, Tese de D. Sc., CEMEF/Mines ParisTech, Sophia Antipolis, France, 2016.
- [23] CAMPOS, M. F., “Selected values for the stacking fault energy of face centered cubic metals.”, *In 6th International Latin American Conference on Power Technology*, Buzios, Brazil, pp. 708–711, August 2008.
- [24] CARTER, C. B., HOLMES, S. M., “The stacking-fault energy of nickel”. *Philosophical Magazine*, v. 35, pp. 1161–1172, 1977.
- [25] HUANGAND, K., LOGÉ, R. E., “A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials.”, *Materials and Design*, v. 111, pp. 548–574, 2016.
- [26] DUDOVA, N., BELYAKOV, A., SAKAI, T., et al. “Dynamic recrystallization mechanisms operating in a Ni-20%Cr alloy under hot-to-warm working”. *Acta Materialia*, v. 58, pp. 3624–3632, 2010.
- [27] CHEN, K., WU, J., SHI, H., et al. “Transition of deformation behavior and its related microstructure evolution in Nimonic 80A under hot-to-warm working.” *Materials Characterization*, v. 106, pp. 175–184, 2015.
- [28] BELYAKOV, A., SAKAI, T. MIURA, H., et al., “Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation.” *Acta Materialia*, v. 50, pp. 1547–1557, 2002.
- [29] NICOLAY, A., FRANCHET, J.M. CORMIER, J., ET AL. « Discrimination of dynamically and post-dynamically recrystallized grains based on EBSD data: application to Inconel 718.”, *Journal of Microscopy*, v. 00, pp. 1-13, 2018.
- [30] SERET, A., MOUSSA, C., BERNACKI, M., BOZZOLO, N., “Estimation of GND density from filtered EBSD data by automatic local linear calibration of smoothing splines”, *Journal of Applied Crystallography*, v. 52, pp. 548-563, 2019.
- [31] BACHMANN, F., HIELSCHER, R., SCHAEBEN, H., “Grain detection from 2D and 3D EBSD data—Specification of the MTEX algorithm.” *Ultramicroscopy*, v. 111, pp.1720-1733, 2011.