



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO

CENTRO DE ENGENHARIAS

ENGENHARIA MECÂNICA

JOÃO MARCOS RIBEIRO MARTINS

**VERIFICAÇÃO DE CONTORNO DE GRÃO SERRILHADO VIA PRECIPITAÇÃO
DESCONTÍNUA E AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NA RESISTÊNCIA A
FLUÊNCIA EM LIGA NI-CO-AL**

MOSSORÓ-RN

2017

JOÃO MARCOS RIBEIRO MARTINS

**VERIFICAÇÃO DE CONTORNO DE GRÃO SERRILHADO VIA PRECIPITAÇÃO
DESCONTÍNUA E AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NA RESISTÊNCIA A
FLUÊNCIA EM LIGA NI-CO-AL**

Trabalho apresentado à disciplina Projeto de
Conclusão de Curso II, componente obrigatório
para conclusão do curso de Engenharia Mecânica
(bacharelado) – UFERSA.

Orientador: Prof. Dr. Fabrício José Nóbrega
Cavalcante

MOSSORÓ-RN

2017

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

M379v MARTINS, João Marcos Ribeiro.

Verificação de contorno de grão serrilhado via precipitação descontínua e avaliação da sua influência na resistência a fluência em liga Ni-Co-Al / João Marcos Ribeiro MARTINS. - 2017.
50 f. : il.

Orientador: Fabrício José Nóbrega Cavalcante.
Monografia (graduação) - Universidade Federal Rural do Semi-árido, Curso de --Selecione um Curso ou Programa--, 2017.

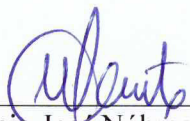
1. precipitação descontínua. 2. contorno de grão serrilhado. 3. fluência. I. Cavalcante, Fabrício José Nóbrega , orient. II. Título.

**VERIFICAÇÃO DE CONTORNO DE GRÃO SERRILHADO VIA PRECIPITAÇÃO
DESCONTÍNUA E AVALIAÇÃO DA SUA INFLUÊNCIA NA RESISTÊNCIA A
FLUÊNCIA EM LIGA NI-CO-AL**

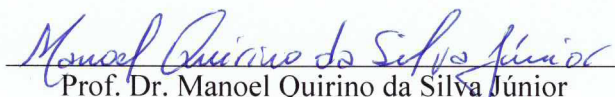
Trabalho apresentado à disciplina Projeto de
Conclusão de Curso II, componente obrigatório
para conclusão do curso de Engenharia Mecânica
(bacharelado) – UFERSA.

APROVADO EM: 22/05/2017

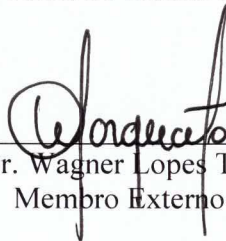
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Fabrício José Nóbrega Cavalcante
Presidente



Prof. Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior
Primeiro Membro



Prof. Dr. Wagner Lopes Torquato
Membro Externo

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais. Pequeno gesto para os que dedicaram a mim parte significativa de suas vidas.

AGRADECIMENTOS

Sou grato à minha família, pois vem dela o maior apoio que eu já encontrei no mundo. Pai, mãe, irmãos e todos os familiares sempre me mostraram que eu não preciso desbravar sozinho todos os meus caminhos. A todos eles eu agradeço e dedico um caloroso abraço.

Aos meus colegas de trabalho do IFRN, muito obrigado. Muitos de vocês sempre me motivaram e me deram muito apoio. Trabalhar e estudar não é fácil, mas vocês fizeram essa experiência ser muito mais prazerosa, pois desde o meu primeiro semestre de faculdade eu conto com o apoio e a atenção de todos vocês, que fazem do lugar onde trabalho um ambiente sensacional. Destaco aqui os meus colegas da Coordenação de Gestão de Pessoas, Angélica, Jéssica e João Reinaldo. Mais que amigos, vocês são para mim alicerce e inspiração. Obrigado por todo o apoio.

Aos meus amigos eu agradeço bastante e me arrisco a citar alguns, na certeza de que não contemplarei todos os que merecem o meu agradecimento. Ana Paula e Ricardo, obrigado pela amizade e por me ajudarem sempre com as disciplinas. Aleft, Máspoli e Ycaro, obrigado por estarem comigo de uma forma muito positiva em muitos momentos deste curso. Juarez, obrigado por, há muitos anos, ser esse grande colega de curso, seja na Matemática ou na Engenharia. Kátia, obrigado por ter sido uma excelente amiga e colega de turma, mesmo à distância. Charles, Diogo, Ednardo e Tayrone, obrigado por fazerem a minha vida ser muito mais aventureira e divertida. Ana, Bruna, Fernanda, Guilherme, Gustavo, Hidalgo, Ivan, João Eduardo, Juliane, Luís e Uriel, muito obrigado por terem me proporcionado um intercâmbio em Engenharia que se transformou no melhor ano que eu poderia ter imaginado. Indo além dos ótimos momentos, da sabedoria e da amizade que estas pessoas me oferecem, ao meu amigo Matheus eu deixo um enorme obrigado, pois além de ser um ser humano excepcional e um amigo que eu tive a enorme sorte de conhecer, é solícito ao ponto de ter me emprestado suas únicas e ótimas lentes fotográficas capazes de realizar macrografia em minhas amostras. A todos vocês, o meu mais sincero obrigado.

Agradeço aos meus professores, em especial aos senhores Fabrício Cavalcante, Manoel Quirino e Wagner Lopes, por terem aceitado conhecer, avaliar e contribuir com este trabalho. Obrigado por compartilharem de seu tempo e conhecimento comigo nesta empreitada. Sou grato também aos meus colegas professores da Matemática, Paulo César, Ronaldo, Santos e Walter. Vocês são alguns dos maiores responsáveis por manter em mim a motivação de seguir estudando com seriedade, pois sabemos que através da Matemática podemos nos elevar e

encontrar muito valor no caminho do conhecimento. Estendo este agradecimento a todos os professores e técnico-administrativos da UFERSA que, com seriedade em seu trabalho, contribuem para a consolidação de uma universidade de qualidade. Um exemplo é o servidor Thiago Marques, que não nega jamais atuar em uma demanda institucional, mesmo aquelas que parecem ir além das suas atribuições.

À CAPES e CNPq, agradeço o financiamento e todo o suporte para realização de intercâmbio, através do qual pude cursar 1 ano de Engenharia Mecânica no Illinois Institute of Technology, em Chicago – IL, USA, lugar em que pude aprender muito mais sobre a minha área de estudo, experimentar novas tecnologias, aprimorar um segundo idioma e vivenciar uma nova realidade.

Por fim e muito importante, sou grato a Yang Zhou, Philip Nash e pesquisadores do Illinois Institute of Technology, que com grande paciência e atenção me ensinaram sobre Ciência dos Materiais, auxiliaram no desenvolvimento dos experimentos deste trabalho e foram sempre solidários nos momentos em que encontrei dificuldades ao longo do meu projeto de pesquisa na Instituição. Thank you very much.

*“Todos os homens desejam naturalmente
saber”.*

Aristóteles.

RESUMO

Ligas ternárias de níquel, cobalto e alumínio têm sido estudadas em aplicações de relevância tecnológica, tais como em materiais ferromagnéticos com efeito memória de forma e fabricação de nanoestruturas através de processo de precipitação descontínua. A precipitação descontínua da fase γ' em ligas Ni-Co-Al pode mover o contorno do grão e, quando dissolvida, deixar uma forma serrilhada. O contorno de grão serrilhado influencia em propriedades mecânicas do material, podendo aumentar a sua resistência a fluência. Amostras de Ni-37-12 em composição atômica foram produzidas, algumas com contorno de grão normal e outras submetidas à formação de contorno de grão serrilhado via precipitação descontínua. As amostras dos dois tipos foram submetidas a ensaios de fluência, com o objetivo de comparar valores de deformação para mesmas condições de temperatura e pressão e mesmos intervalos de tempo. Os ensaios de fluência foram realizados a elevadas temperaturas e sob compressão. A temperatura e pressão foram parâmetros que afetaram os resultados obtidos para esta propriedade mecânica. Testes realizados a temperatura de 750 °C com pressão de 150 MPa confirmaram a hipótese de que o formato serrilhado do contorno de grão pode aumentar a resistência a fluência do material, enquanto que os testes realizados a uma temperatura de 800 °C com pressão de 100 MPa revelaram um resultado pouco conclusivo para curtos intervalos de tempo e, para maiores intervalos, contradisseram a hipótese lançada, ratificando a influência dos parâmetros de temperatura e pressão nos resultados obtidos.

Palavras-chave: precipitação descontínua, contorno de grão serrilhado, fluência.

ABSTRACT

Ternary alloys of nickel, cobalt and aluminum have been studied in applications of technological relevance, such as ferromagnetic materials with shape memory effect and generation of nanostructures through discontinuous precipitation process. The discontinuous precipitation of the γ' phase in Ni-Co-Al alloys can move the contour of the grain and, when dissolved, leave a serrated shape. The serrated grain boundary influences the mechanical properties of the material and can increase its resistance to creep. Samples of Ni-37-12 in atomic composition were produced, some with normal grain outline and others submitted to the formation of contour of serrated grain through discontinuous precipitation. The samples of both types were submitted to creep tests, in order to compare deformation values for the same temperature and pressure conditions and the same time intervals. The creep tests were performed at high temperatures and under compression. The temperature and pressure were parameters that affected the results obtained for this mechanical property. Tests carried out at a temperature of 750 ° C at a pressure of 150 MPa confirmed the hypothesis that the serrated grain boundary shape may increase the creep resistance of the material, while the tests performed at a temperature of 800 ° C with a pressure of 100 MPa revealed a little conclusive result for short time intervals and, for longer intervals, contradicted the hypothesis, confirming the influence of temperature and pressure parameters on the results obtained.

Keywords: discontinuous precipitation, serrated grain boundary, creep.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	10
2. OBJETIVOS.....	12
2.1 Objetivo Geral	12
2.2 Objetivos Específicos	12
3. REVISÃO DE LITERATURA	13
3.1 Ligas Metálicas	13
3.1.1 Ligas metálicas ferrosas.....	14
3.1.2 Ligas metálicas não ferrosas.....	15
3.1.3 Superligas	15
3.2 Diagrama de Fases	16
3.2.1 Diagrama de fases ternário	17
3.3 Precipitação Descontínua.....	18
3.3.1 Comparação entre precipitação contínua e descontínua	20
3.3.2 Influência da precipitação descontínua em propriedades mecânicas do material	21
3.4 O Sistema AL-CO-NI	23
3.5 Fluência	26
3.6 Metalografia	29
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 Preparação das amostras.....	31
4.2 Tratamentos térmicos	32
4.3 Rolamento a frio e corte de amostras	34
4.4 Caracterização.....	35
4.5 Ensaio de fluência	36
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
5.1 Verificação do contorno de grão serrilhado via precipitação descontínua	38
5.2 Ensaio de fluência	39
5.3 Microscopia eletrônica	41
6. CONCLUSÃO	46
REFERÊNCIAS.....	48

1. INTRODUÇÃO

O sistema Alumínio-Cobalto-Níquel desperta interesse científico e industrial devido às propriedades mecânicas de suas ligas e seu potencial em aplicações tecnológicas. Ligas do sistema Al-Co-Ni são promissoras, por exemplo, em aplicações de materiais ferromagnéticos com efeito de memória de forma (PUN, YAMAKOV & MISHIN, 2015). Uma recente aplicação de destaque deste sistema é a síntese em larga escala de nanoestruturas, através de uma técnica que utiliza precipitação descontínua da fase γ' seguida de um processo de dissolução seletiva (ZHOU et al., 2016). A razão pela qual materiais nanoestruturados merecem destaque são as suas propriedades únicas tais como efeito *quantum* e fluorescência, permitindo que estes materiais encontrem aplicações em química, conservação e armazenamento de energia (BULLER & STRUNK, 2016), processos de catálise (XU et al., 2004), eletrônicos, materiais magnéticos (ISSA et al., 2013) etc. A síntese de materiais nanoestruturados envolve hoje técnicas químicas pouco eficientes e de difícil reprodução em larga escala, o que torna atraente o desenvolvimento de técnicas de síntese de nanoestruturas em larga escala e a baixo custo (ZHOU, 2017).

O estudo da precipitação descontínua tem sido negligenciado, uma vez que é comum que se busque evita-la, dados relatos de que o fenômeno é indesejável por comprometer propriedades mecânicas do material, especialmente quando não se dá de forma completa (HECKL et al., 2012 *apud* ZHOU, 2017). Entretanto, a potencial aplicação deste processo na fabricação de nanoestruturas é um fator que faz o fenômeno ser visto de um diferente ponto de vista, pois com o devido estudo e caracterização deste mecanismo de transformação, bem como investigação da sua influência nas propriedades do material, é possível fazer um bom uso deste processo. O processo de precipitação descontínua pode ser rápido, da ordem de minutos, sendo restrito basicamente pelo tamanho do forno para execução dos tratamentos térmicos necessários, o que reforça o potencial, inclusive econômico, para a sua aplicação na fabricação de nanoestruturas (ZHOU, 2017).

Na síntese de nanoestruturas em ligas do sistema Ni-Co-Al, promove-se o desenvolvimento de uma microestrutura de duas fases, obtida em função do fenômeno de precipitação descontínua, seguido de ataque químico seletivo que promove a dissolução da matriz. São produzidas assim regiões laminares de precipitação descontínua da fase γ' , de diferentes larguras e espaçamentos. A formação da fase precipitada γ' desloca o contorno dos grãos, região na qual ela ocorre significativamente desde a nucleação, fazendo com que o

contorno dos grãos assumam forma serrilhada. A migração da fronteira dos grãos sob estas condições é denominada *Migração de Contorno de Grão Induzida por Difusão* (DIGBM) (ZHOU et al., 2016). A microestrutura resultante consiste em nanoestruturas alinhadas de uma fase, conforme visto na Figura 1.1.

Figura 1.1 Esquema gráfico de nanoestruturas alinhadas de placas do precipitado γ'



Fonte: ZHOU et al., 2016.

O contorno de grão serrilhado pode influenciar em propriedades mecânicas do material. Para o estudo desta influência, Zhou (2017) propõe um mecanismo de formação de contorno de grão neste formato, que se dá essencialmente pela ocorrência da precipitação descontínua, tal qual na fabricação de nanoestruturas alinhadas. Especificamente, o contorno de grão serrilhado deve influenciar na resistência a fluência do material. Acredita-se que a forma serrilhada do contorno de grão possa ser capaz de aumentar a resistência a fluência do material através do travamento de um grão em outro quando submetido a tração ou compressão, prevenindo assim movimentos de escorregamento. Isto poderia reduzir a deformação para um dado intervalo de tempo se comparado com um material de controle com contorno de grão regular.

Neste trabalho, amostras de ligas Ni-37-12 (37% cobalto, 12% alumínio) em composição atômica foram produzidas. Parte destas amostras foram submetidas ao tratamento térmico proposto por Zhou (2017) para promoção de precipitação da fase γ' e alteração na forma do contorno de grão. Amostras com contorno de grão regular e serrilhado foram submetidas a ensaios de fluência compressivo, a diferentes valores de pressão e temperatura, com o objetivo de verificar a influência da morfologia do contorno de grão na resistência a fluência do material.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Verificar a formação de contorno de grão serrilhado em amostras de liga ternária Ni-Co-Al (Ni-37-12 at. %) e avaliar a sua influência na resistência a fluência deste material.

2.2 Objetivos Específicos

1. Conhecer mecanismo de precipitação descontínua em ligas Al-Co-Ni;
2. Realizar tratamentos térmicos para formação de contorno de grão serrilhado em amostras Ni-37-12;
3. Caracterizar amostras;
4. Realizar ensaios de fluência e avaliar efeitos do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência do material.

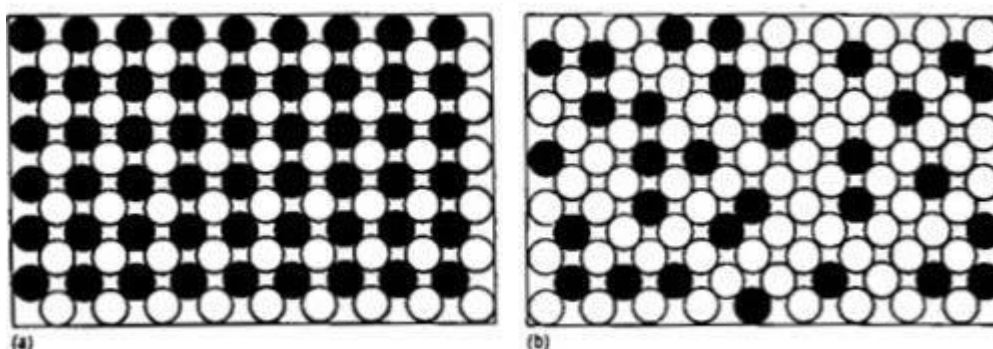
3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Ligas Metálicas

Uma substância líquida ou sólida pode consistir de uma mistura de átomos de diferentes elementos, na qual os átomos estarão em contato em arranjos específicos. Se a natureza da mistura é metálica, então esta substância é dita uma *liga metálica*. A liga metálica pode ser homogênea ou heterogênea. Se a substância é um cristal sólido, ela pode ser composta de grãos de mesma estrutura cristalina mas não necessariamente mesma composição, ou mesmo pode ser composta de grãos que exibem estruturas cristalinas diferentes e não necessariamente composições diferentes (MITTEMEIJER, 2010).

Quando dois metais se misturam para formar uma liga metálica do tipo solução sólida, os átomos do elemento soluto podem substituir parte dos átomos da matriz, formando uma solução chamada de solução sólida substitucional, ou podem se alojar nos espaços vazios da matriz, compondo a chamada solução sólida intersticial. Para formação de uma solução sólida substitucional, é preciso, além da compatibilidade eletroquímica entre os metais, que o tamanho dos átomos do soluto seja próximo do tamanho dos átomos da matriz (SILVA, 1988). Nas Figuras 3.1a e 3.2b temos a representação de soluções sólidas substitucional e intersticial, respectivamente.

Figura 3.1 Representação de solução sólida ordenada (a) e ao acaso (b). Silva, 1988.

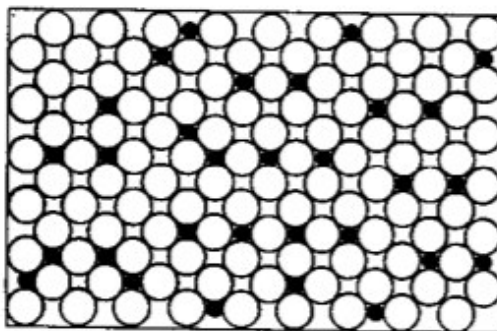


Fonte: SILVA, 1998.

Em diversas situações, um problema de materiais consiste em selecionar um material que apresente as características adequadas para determinada aplicação. Muitas vezes, um único metal não irá apresentar estas características, mas é possível que uma liga metálica seja o material mais adequado. Para proceder com a correta seleção de uma liga metálica, é preciso

conhecer sobre a liga e também sobre os seus elementos constituintes, realizando-se um estudo das propriedades de uma combinação em determinadas condições de utilização.

Figura 3.2 Representação de solução sólida intersticial. Silva, 1988.



Fonte: SILVA, 1988.

As ligas metálicas são frequentemente agrupadas em duas classes: ferrosas (aquelas em que o ferro é o principal constituinte) e não ferrosas. O Ferro (Fe) é um elemento químico presente em diversas ligas metálicas, as chamadas ligas ferrosas, como é o caso do aço, de grande aplicabilidade comercial. Todavia, ligas não ferrosas estão presentes também em diversas aplicações (CALLISTER, 2001), sendo importante conhecer suas propriedades e limitações. Uma outra classificação que merece destaque é a das superligas, materiais utilizados em diversas aplicações de alta tecnologia (COUTO, 2011).

3.1.1 Ligas metálicas ferrosas

As ligas metálicas ferrosas são as ligas cujo constituinte principal é o ferro. São produzidas em maior quantidade que qualquer outro tipo de metal. São importantes em diversas aplicações, como por exemplo estruturas de construções de engenharia, tendo se popularizado devido a fatores como a abundância de compostos contendo ferro na crosta terrestre, técnicas de extração econômicas e versatilidade das ligas. A principal desvantagem de muitas ligas ferrosas é a sua susceptibilidade a corrosão (CALLISTER, 2001). Além disso, é sabido que existem aplicações tecnológicas para as quais as ligas ferrosas podem não ser os materiais mais adequados, como por exemplo material para a indústria aeroespacial, que precisam apresentar boas propriedades mecânicas, mas também devem ser leves o suficiente para garantir a funcionalidade dos projetos.

Existem duas famílias principais de ligas à base de ferro: os aços e os ferros fundidos (COLPAERT, 2008). Os aços são ligas de ferro e carbono que podem conter outros elementos de liga. As propriedades mecânicas dos aços são sensíveis às concentrações de carbono, que normalmente são inferiores a 1% em peso. Comumente os aços são classificados quanto à concentração de carbono em baixo, médio e alto carbono. Os ferros fundidos são a classe de ligas ferrosas que apresentam teores de carbono acima de 2,14%. Os tipos mais comuns de ferro fundido são o ferro cinzento, nodular, branco e maleável (CALLISTER, 2001).

3.1.2 Ligas metálicas não ferrosas

Ligas ferrosas são utilizadas em diversas aplicações, pois apresentam uma gama de propriedades mecânicas úteis. Todavia, possuem algumas limitações, tais como densidade relativamente elevada, baixa condutividade térmica se comparadas com outras ligas e uma susceptibilidade a corrosão em alguns ambientes comuns (CALLISTER, 2001). Neste contexto, enxerga-se a necessidade de utilização de outros tipos de ligas, explorando-se propriedades mecânicas e superando as limitações relatadas.

Segundo CALLISTER (2001), as ligas mecânicas são classificadas de acordo com o metal base ou alguma característica específica compartilhada por um grupo de ligas. Ligas de cobre, alumínio, magnésio, titânio, cobalto e níquel são exemplos de importantes grupos de ligas não ferrosas. O níquel é um dos mais versáteis e importantes elementos da indústria de metais, sendo um elemento de liga vital em ferros fundidos, aços e também em ligas não ferrosas. Ligas à base de níquel são usadas em aplicações que demandam resistência a corrosão e também a elevadas temperaturas (DAVIS, 2000). Ligas à base de cobalto, por sua vez, podem ser geralmente descritas como resistentes a desgaste, corrosão e calor. Em aplicações de resistência a calor, o cobalto é mais largamente utilizado como elemento de liga em ligas à base de níquel (DAVIS, 2000). Cobalto e níquel são dois dos principais elementos de um grupo de larga aplicação em tecnologia, o das superligas.

3.1.3 Superligas

Uma superliga é uma liga metálica que pode ser usada em elevadas temperaturas, geralmente excedendo 0,7 vezes a temperatura de fusão. Resistência à fluência e oxidação são dois dos principais critérios de utilização destes materiais. Superligas podem ser baseadas em ferro, cobalto ou níquel, sendo este último de grande aplicação em engenharia aeroespacial

(KRACKE, 2010). Superligas são hoje um material cuja aplicação é bem sucedida, pois têm resolvido demandas por durabilidade e resistência em máquinas e sistemas que sequer poderiam ser imaginados há centenas de anos. Estes materiais têm ajudado a conquistar o ar e o espaço, bem como profundezas da Terra e dos oceanos, apontando para a conquista de diversos desafios da vida moderna. Controle químico, estrutura cristalina consistente, excelentes propriedades mecânicas, soldabilidade, resistência a corrosão e performance a elevadas temperaturas são algumas das características que garantem o sucesso na aplicação destes materiais em diversos ambientes (KRACKE, 2010).

O desenvolvimento de superligas de níquel, cobalto e ferro começou nos Estados Unidos da América, nos anos 1930. Com o passar dos anos, as superligas de níquel tornaram-se as mais utilizadas. Além de turbinas para jatos, as superligas de níquel são aplicadas em outras condições de elevadas temperaturas, tais como em motores de foguetes, reatores nucleares, usinas termoeletricas e outros. São, portanto, empregadas em serviços que muitas vezes estão sujeitos a altas temperaturas e também à corrosão. Uma das principais exigências para a adequabilidade destas ligas é a alta resistência à fluência, mecanismo que está relacionado a movimento termicamente ativado de discordâncias através da rede cristalina (COUTO, 2011).

3.2 Diagrama de Fases

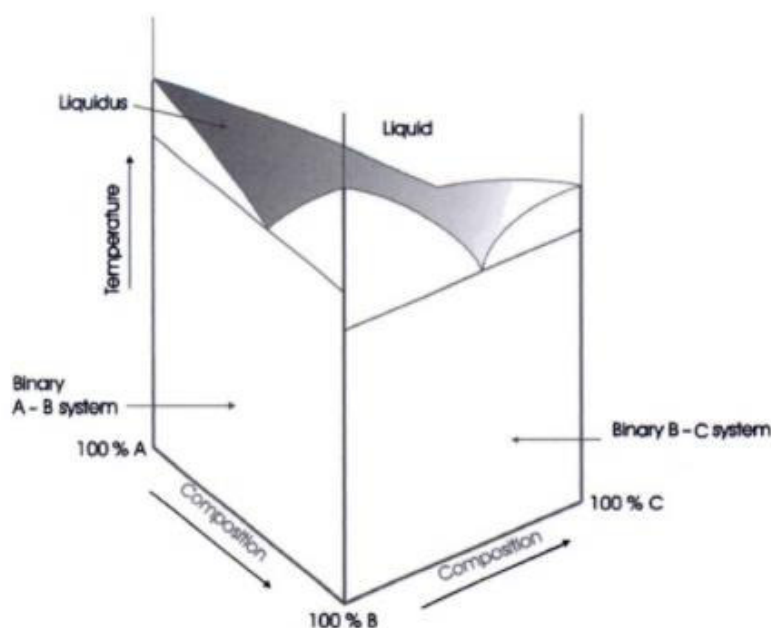
Uma fase é uma parte de um sistema que é quimicamente uniforme, podendo ser sólida, líquida ou gasosa, e tem uma fronteira ao seu redor (TILLEY, 2004). Líquido, água, vapor e gelo são exemplos de três fases encontradas em um sistema de água. Um diagrama de fases é uma representação das fases presentes em um sistema sob condições especificadas, geralmente composição, temperatura e pressão. Diagramas de fase podem orientar sobre as microestruturas existentes quando se está em determinada região dos parâmetros especificados. Diagramas de fase mostram informações termodinâmicas, podendo ser construídos a partir de dados termodinâmicos (TILLEY, 2004).

As fases em um diagrama de fases são feitas de combinações de componentes. No contexto de ligas metálicas, componentes são metais puros e/ou combinados dos quais a liga metálica é composta, enquanto que o termo sistema refere-se ao corpo do material sob consideração ou a uma série de possíveis ligas formadas dos mesmos componentes mas com composições diferentes (CALLISTER, 2001). Sistemas podem ser unitários, binários, terciários ou mesmo possuir mais de três componentes.

3.2.1 Diagrama de fases ternário

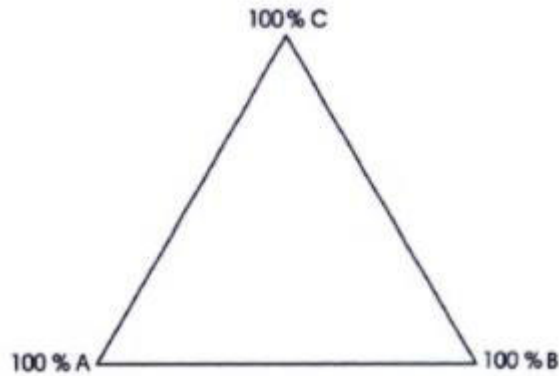
Sistemas ternários possuem três componentes, portanto requerem cinco eixos para exibir relações de fases, sendo um eixo para cada componente, um para pressão e um para temperatura. Na prática, os três componentes são postos em vértices de um triângulo equilátero, do qual cada aresta irá representar a variação na composição de um destes componentes, e a temperatura é desenhada normal ao plano deste triângulo, formando um prisma triangular. Para trabalhar com estes diagramas de fases, geralmente utiliza-se uma seção de temperatura constante, denominada de isoterma (TILLEY, 2004). Na Figura 3.3 está representado um diagrama de fases ternário isobárico, em formato de prisma triangular, para um sistema cujos componentes são A, B e C. Na Figura 3.b está representada uma isoterma, ou seja, uma seção do prisma triangular do sistema A-B-C, representando a relação dos componentes para uma temperatura constante.

Figura 3.3 Diagrama de fases ternário isobárico para sistema A-B-C.



Fonte: TILLEY, 2013.

Figura 3.4 Seção a temperatura constante (isoterma) do diagrama de fases do sistema A-B-C



Fonte: TILLEY, 2013.

3.3 Precipitação Descontínua

O fenômeno de precipitação de uma fase em estado sólido é visto em diferentes sistemas de ligas metálicas onde uma única fase de solução sólida supersaturada se decompõe em mais de uma fase, uma matriz e precipitados. A matriz apresenta uma estrutura cristalina similar à da fase originária, mas tem composição diferente e, frequentemente, parâmetros de redes diferentes, enquanto que a fase do precipitado usualmente irá diferir a sua estrutura cristalina, parâmetros de rede e composição (BLAVETTE & BOSTEL, 1984 *apud* ZHOU et al., 2017). Uma importância que se verifica nestas mudanças de fases em estado sólido é a influência disto em propriedades físicas e mecânicas do material.

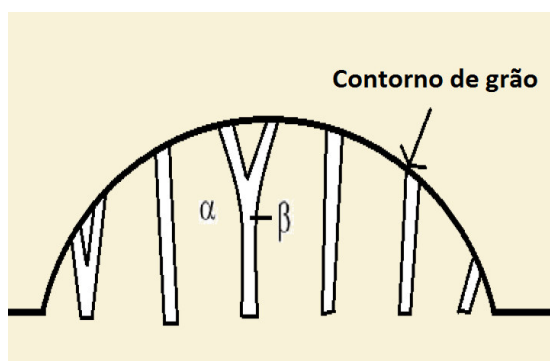
Uma técnica de precipitação a partir de uma solução sólida é considerada eficiente quando é possível obter as novas fases controlando-se parâmetros dimensionais, o que se dá através de especificação de composições de liga e processos térmicos adequados. Em sistemas metálicos, a precipitação de uma segunda fase pode ocorrer não apenas de uma forma contínua, que é aquela que produz partículas discretas ao longo da matriz, mas também de forma descontínua, fenômeno este que é capaz de produzir placas de uma segunda fase (DAVIES, 1985).

A precipitação contínua é um fenômeno mais comum e mais estudado. Uma forma de observar a sua ocorrência é verificando-se a presença de partículas isoladas presentes de forma homogênea em uma matriz, o que pode ser visto através de uma microscopia. A precipitação descontínua, por sua vez, vai formar camadas de uma segunda fase, em um processo que envolve o crescimento celular a partir da fase precipitada e que é capaz de mover consideravelmente o contorno de grão (MANNA, 2011). A figura 2.a mostra a esquematização

do deslocamento de um contorno de grão a partir da precipitação descontínua de uma fase β em uma matriz α .

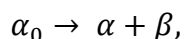
Muitas reações de segregação do estado sólido resultam em estruturas lamelares cujas placas paralelas nas fases finais são agrupadas em nódulos ou células. É uma segregação que, para reações de precipitação, é conhecida como precipitação descontínua, sendo ocasionalmente chamada de reação de contorno de grão, recristalização ou auto catalíticas. Na precipitação descontínua, uma das fases formará as células lamelares, a qual tem origem na mesma solução sólida da matriz, mas difere em composição e orientação (CAHN, 1959 *apud* ZHOU, 2017). O nome *descontínua* refere-se à descontinuidade dos parâmetros de rede da matriz que mudam através da frente de reação. As precipitações são chamadas descontínuas se a nucleação de partículas não ocorre em sítios individuais na matriz supersaturada (HORNBOGEN, 1963).

Figura 3.5 Deslocamento do contorno do grão pela formação de uma segunda fase pelo mecanismo da precipitação descontínua.



Fonte: Autoria própria.

Durante a precipitação descontínua, a nucleação e o crescimento ocorrem em uma frente de reação que envolve originalmente uma solução supersaturada α_0 , resultando em um agregado de duas fases. A reação, neste caso simples, pode ser expressa como:



em que α e β são as novas fases obtidas. Na Figura 3.5, α representa a matriz e β representa o precipitado. O local mais provável para que este processo de nucleação heterogênea aconteça é o contorno do grão. Seguindo-se a nucleação, o contorno do grão move-se com o avanço da reação de precipitação, fazendo com que a fronteira do grão apresente curvatura desde o início da reação (EPLER, 2004), com conseqüente alterações em sua morfologia, conforme visto na Figura 3.5.

A decomposição de solução sólida de ligas à base de níquel precipitando uma fase γ' pode ocorrer contínua ou descontinuamente. O processo contínuo ocorre através de grãos e resulta em uma microestrutura consistindo de cubos ou esferas na disposição de cubos de face centrada da fase γ' em uma matriz cúbica de face centrada γ . O processo de precipitação descontínua origina-se na fronteira dos grãos, resultando em placas de γ' em uma matriz γ . Os processos de precipitação contínua e descontínua são competitivos e geralmente a precipitação contínua confina a precipitação descontínua para regiões próximas da fronteira do grão (DAVIES et al., 1985).

Reações de precipitação descontínua estão presentes em diversas situações. Foi reportado por Manna et al. (2001) *apud* Yang (2017) que mais de 172 sistemas binários e ternários foram identificados como passíveis de se ocorrer precipitação descontínua. Uma vez que a ocorrência deste tipo de precipitação pode alterar a microestrutura e propriedades, mecânicas, físicas e térmicas das ligas de interesse comercial, a ocorrência deste fenômeno é frequentemente tratada como algo a ser evitado. Entretanto, é possível pensar em benefícios a partir das estruturas formadas na precipitação descontínua quando ela ocorre completamente, como por exemplo produzir refinamento de grãos (GUPTA, 1975 *apud* ZHOU, 2017), investigação de propriedades de grãos (MANNA & PABI, 1990) e também produção em larga escala de nanoestruturas alinhadas (ZHOU et al., 2016). A migração da fronteira dos grãos na precipitação descontínua também pode ter um efeito positivo em propriedades mecânicas como a resistência a fluência, que é objeto de estudo deste trabalho.

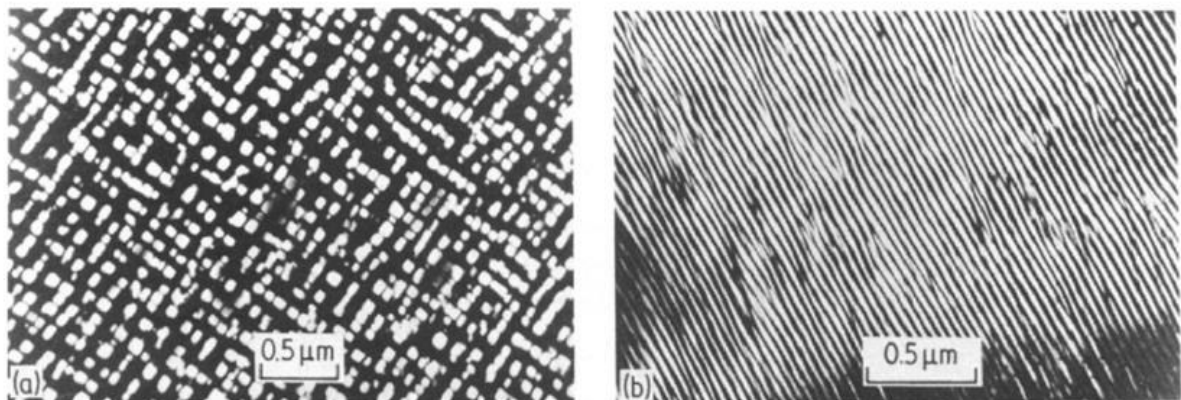
3.3.1 Comparação entre precipitação contínua e descontínua

O processo denominado precipitação contínua é aquele em que há nucleação uniforme e o crescimento de partículas da segunda fase se dá através de pontos ao longo da matriz. Na precipitação descontínua, por sua vez, há nucleação descontínua principalmente na fronteira dos grãos, onde começa o fenômeno e continua ao longo do grão. Na Figura 3.6, podemos observar diferenças entre os dois tipos de precipitação para uma liga ternária do sistema Al-Co-Ni (DAVIES et al., 1985).

A extensão de formação da precipitação no modo descontínua é dependente da competição entre os dois modos de precipitação, contínuo e descontínuo, e os fatores que governam o comportamento desta competição ainda não são plenamente conhecidos, muito embora haja centenas de publicações tratando de precipitação descontínua (ZHOU et al., 2016). Robson (2013) discutiu um modelo de competição entre estes tipos de precipitação, permitindo

certa previsão da extensão da precipitação descontínua e do espaçamento entre as placas para determinadas ligas e sob certas condições de tratamentos térmicos. A precipitação descontínua é nucleada na fronteira dos grãos e o seu crescimento envolve o deslocamento desta fronteira. Processos mecânicos podem acelerar a cinética desta precipitação através da adição de forças que favorecem deslocamento do aumento de densidade, que é equilibrado pelo movimento do contorno do grão. Ainda, o tamanho do grão também contribui para a cinética da reação de precipitação descontínua, uma vez que grãos menores promovem o aparecimento de uma maior quantidade de núcleos por unidade de volume (ZHOU et al., 2016). H. Liu et al. (2015) reportou que, com alto valor percentual de Co na composição de uma liga Ni-Co-Al, é possível obter precipitação descontínua completa a baixas temperaturas de envelhecimento. A razão para o aumento desta propensão de ocorrência da precipitação descontínua com o aumento do conteúdo ainda não é precisamente determinada.

Figura 3.6 Micrografia eletrônica em campo escuro de uma liga Ni-Co-Al na composição atômica Ni-48-9. Imagens a) envelhecida a 1033K por 24h, exibindo precipitação contínua de partículas cúbicas γ' e b) 873K por 7 horas mostrando placas de precipitação descontínua da fase γ' (DAVIES et al., 1985).



Fonte: Davies et al., 1985.

3.3.2 Influência da precipitação descontínua em propriedades mecânicas do material

A ocorrência de precipitação descontínua foi verificada em diversas ligas. Muitas vezes ela é tratada como um detalhe ou mesmo um inconveniente. Em determinadas ligas, a precipitação descontínua é indesejável pois conduz a propriedades mecânicas inferiores (ZHOU, 2017). Usualmente, a resistência de um material aumenta com a precipitação contínua

através do envelhecimento. Entretanto, há registros de diminuição drástica da resistência pela ocorrência de precipitação descontínua (HAN et al., 2016 *apud* ZHOU, 2017). Kastsenhuber et al. (2015) verificou resultados de decrescimento da resistência à fluência com o aumento da quantidade de precipitação descontínua, concluindo que este tipo de precipitação deve ser evitada com o intuito de prevenir prejuízos à resistência do material. A supressão da precipitação descontínua tem sido estudada por pesquisadores através da adição de elementos de liga ou modificações em parâmetros dos tratamentos térmicos em diversos sistemas, como por exemplo nos sistema Cu-Ti-Al (MARKANDEYA, NAGARJUNA & SARMA, 2004 *apud* ZHOU, 2017), ligas com base TiAl (KASTENHUBER et al., 2015) dentre outros.

Há, todavia, relatos de melhora em propriedades mecânicas de ligas através de precipitação descontínua. Ligas AZ80Mg com adição de Ag, quando envelhecidas a baixas temperaturas e atingindo estruturas completas de precipitação descontínua alcançaram seus valores máximos de resistência (YU et al., 2015). Um outro relato é o de Han et al. (2016), que reportou inesperada melhora na resistência ao impacto promovendo precipitação descontínua completa em ligas Cu-Ni-Si, apontando para melhora na resistência à fratura do material (HAN et al., 2016).

A nucleação na precipitação descontínua usualmente ocorre na fronteira do grão e o seu crescimento causa a migração do contorno do grão, alterando a sua forma para um formato serrilhado. De acordo com Koul & Gessinger (1983), a formação do contorno de grão serrilhado tem sido utilizada para melhorar propriedades de ruptura sob tensão, resistência a impacto em elevadas temperaturas e ductilidade em aços inoxidáveis austeníticos e também em superligas à base de níquel. Segundo Koul & Gessinger (1983), estes contornos de grão serrilhados poderiam impedir o deslizamento nas fronteiras dos grãos a elevadas temperaturas, melhorando também a sua resistência a fluência (KOUL & GESSINGER, 1983). A geração destes contornos de grão serrilhados é usualmente obtida através de processos controlados de aquecimento e resfriamento. É possível que uma pequena quantidade de precipitação descontínua que causaria a migração da fronteira do grão siga por dissolução do precipitado sofra dissolução sem que a fronteira do grão se movimente de volta ao seu formato, deixando a morfologia serrilhada do contorno e podendo ser utilizado para aumentar propriedades mecânicas em certas ligas para aplicações em elevadas temperaturas (ZHOU, 2017).

Da literatura, percebe-se que há relatos de vantagens e desvantagens na ocorrência da precipitação descontínua em ligas metálicas. Neste trabalho, será promovida a ocorrência de precipitação descontínua em uma liga Ni-Co-Al, através de tratamento térmico que envolve

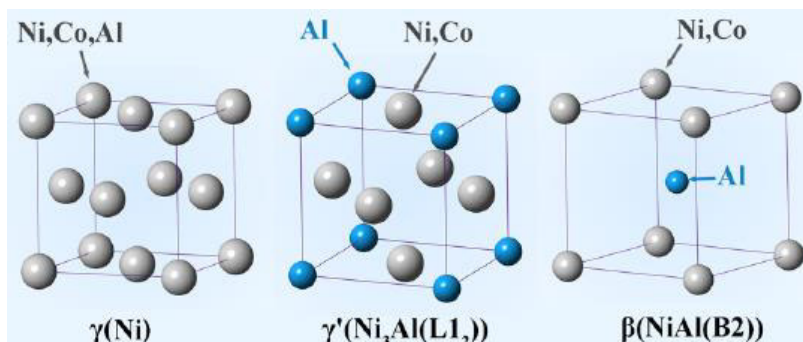
parte da técnica de fabricação de nanoestruturas alinhadas no material proposta por Zhou (2017). Uma vez que existe o movimento do contorno do grão quando da ocorrência da precipitação descontínua, serão investigados os efeitos do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência do material.

3.4 O Sistema AL-CO-NI

O sistema Al-Co-Ni tem despertado interesse da comunidade científica em aplicações de materiais estruturais a elevadas temperaturas (KAINUMA, 2004), utilização de suas propriedades de memória de forma (Y. TANAKA et al, 2006) e, recentemente, foi estudado para produção em larga escala de nanoestruturas em um processo promissor, especialmente do ponto de vista econômico, desenvolvido no Departamento de Engenharia de Materiais, Mecânica e Aeroespacial do Illinois Institute of Technology, em Chicago-IL, EUA (ZHOU et al., 2016).

As ligas ternárias Al-Co-Ni têm sido estudadas por décadas, figurando entre os principais objetivos o melhor entendimento da constituição das fases no sistema (HUBERT-PROTOPODESCU & HUBERT, 1991 *apud* ZHOU, 2017). Neste sistema, há três principais fases existentes: γ (Ni^1), γ' ($\text{Ni}_3\text{Al} : \text{L1}_2$) e β ($(\text{Ni}_3,\text{Co})\text{Al} : \text{B2}$) (ZHOU et al., 2016). Na fase γ , o sobrescrito 1 é aqui utilizado para representar o níquel em solução sólida. As notações L1_2 e B2 para as fases γ' e β , respectivamente, dizem respeito à configuração de suas células unitárias, determinados por parâmetros de rede na estrutura cristalina observada nas fases (GRAEF, 2007). Na figura 3.7 estão representadas as células unitárias das principais fases existentes nas ligas ternárias Al-Co-Ni.

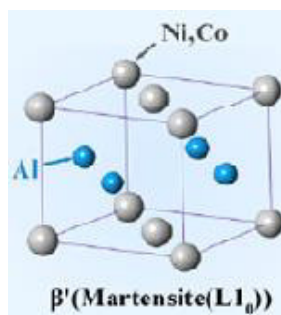
Figura 3.7 Células unitárias das principais fases existentes no sistema de ligas Al-Co-Ni.



Fonte: Adaptado de Zhou (2017).

Estudos prévios indicam que a vasta aplicabilidade das ligas Al-Co-Ni depende especificamente da composição da liga e das fases presentes. A fase γ' , por exemplo, é usada para revestimento de superfícies, devido a sua excelente resistência à oxidação (KAINUMA et al., 1996). Além disso, a precipitação da fase γ' a partir da matriz γ é a base para aplicações estruturais destas ligas em elevadas temperaturas (ZHOU et al., 2016). A fase β pode sofrer uma transformação para uma quarta fase, β' (martensita ($L1_0$)) dependendo da temperatura e da composição. A formação da fase β' nestas ligas está limitada a uma restrita faixa de composições que permite a ocorrência da transformação martensítica de B2 para a estrutura $L1_0$, revelando efeito de memória de forma (ENAMI & NENNO, 1971 *apud* ZHOU, 2017). Ademais, a existência de cobalto poderia efetivamente reduzir a energia de defeito de empilhamento e influenciar significativamente o comportamento de fluência do material a elevadas temperaturas (ZHOU et al., 2016). Na figura 3.8 está representada a célula unitária da fase β' .

Figura 3.8 Célula unitária da fase β' .



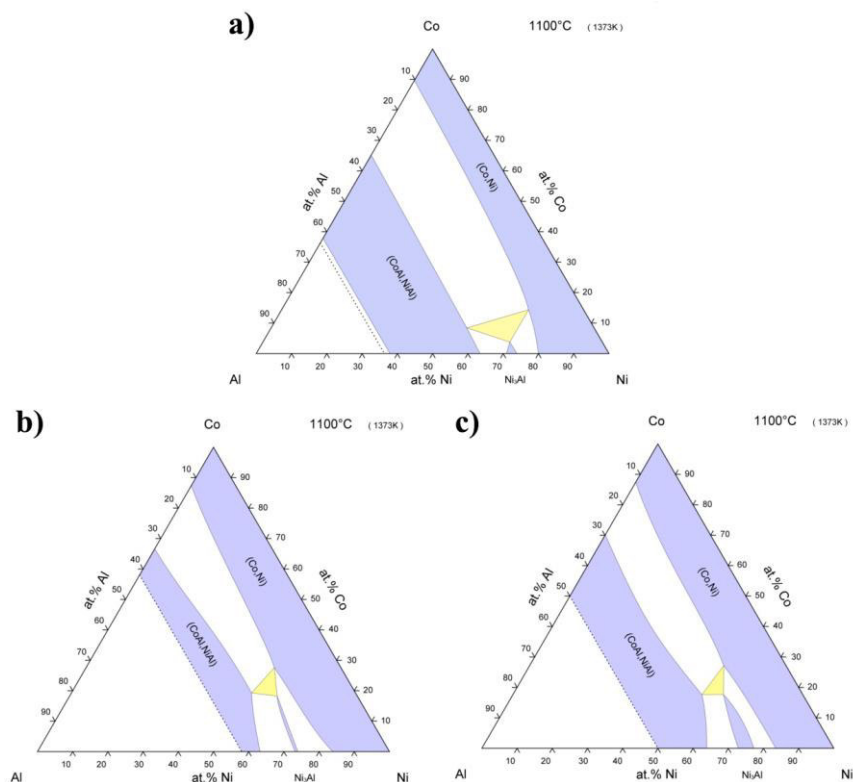
Fonte: Adaptado de Zhou (2017).

O equilíbrio para o sistema Al-Co-Ni tem sido estudado por vários pesquisadores. Seções isotérmicas do diagrama de fases ternário da liga têm sido construídas tanto experimentalmente como através de softwares computacionais (ZHOU et al., 2016). A Figura 3.9 mostra três isotermas existentes na literatura, construídas todas elas a uma temperatura de 1100 °C. A figura é determinada experimentalmente por a) Jackson et al. (1978) *apud* Zhou (2017), b) Hubert et al. (1991) *apud* Zhou (2017) e c) Kainuma et al. (1996). Uma análise destas três isotermas propostas revela que as seções apresentam clara discrepância entre si, como por exemplo a área da região de uma só fase γ' .

A Figura 3.10 mostra uma isoterma calculada através do software Thermo-Calc com base de dados TCN18 por Zhou, 2017, para uma temperatura de 800 °C. Nesta figura, uma forma de chifre pode ser vista, expandindo-se para níveis de menor percentual de Al e CO na composição, confirmando um modelo previsto a partir de cálculos termodinâmicos feitos pelo

cientista japonês Nishizawa (1979) *apud* Zhou (2017). Os dados, todavia, não foram confirmados experimentalmente. A discrepância existente para modelos experimentais entre si e também para um modelo utilizando software de cálculo termodinâmico revela a necessidade de trabalho futuro e construção de literatura nesta área, considerando-se especialmente as importantes aplicações vislumbradas para esta liga ternária.

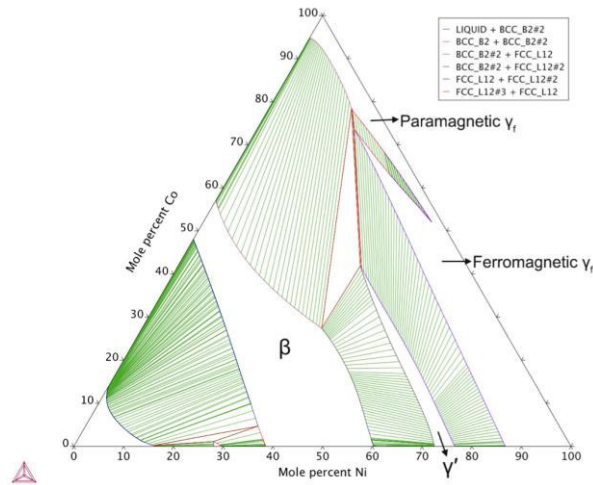
Figura 3.9 Isotermas da liga ternária Ni-Co-Al proposto por a) Jackson et al. (1978), b) Hubert et al. (1991) e c) Kainuma et al. (1996).



Fonte: ZHOU, 2017.

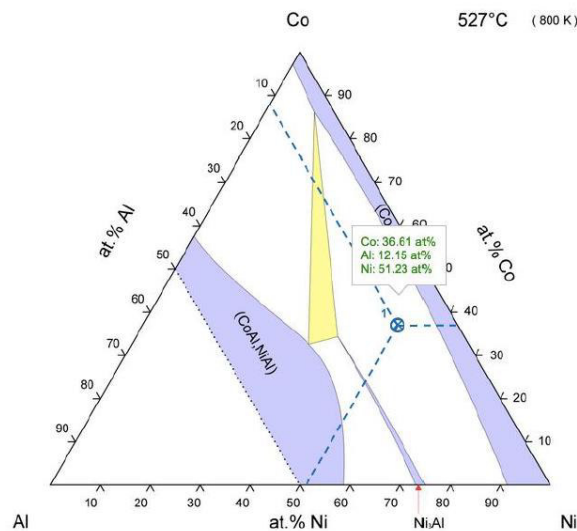
Neste trabalho, a liga estudada é uma liga ternária Ni-Co-Al com os percentuais em peso atômico de Ni 51%, Co 37% e Al 12%, aproximadamente, uma vez que estes percentuais em peso atômico de cada elemento foram obtidos por pesagem pelo próprio autor, processo no qual sempre está presente erro. No diagrama ternário da Figura 3.11, observa-se que, na isoterma construída a 527 °C, o ponto Ni-37-12 (marcado aproximadamente) está em uma região bifásica, γ e γ' .

Figura 3.11 Isoterma calculada através do software Termo-Calc por Zhou (2017).



Fonte: ZHOU, 2017.

Figura 3.11 Isoterma a 527 °C de liga Ni-Co-Al, marcada a composição aproximada Ni-37-12.



Fonte: Adaptado de Zhou (2017). Marcação da composição pelo autor.

3.5 Fluência

Um ensaio de fluência consiste em submeter uma amostra a uma carga constante ou tensão enquanto se mantém uma temperatura constante (ASTM STANDARD E 139 *apud* CALISTER, 2001). As deformações são medidas e plotadas em função do tempo transcorrido. A maioria dos testes são do tipo de carga constante. Testes a tensão constante também são empregados, geralmente para se entender melhor os mecanismos de fluência (CALLISTER, 2001).

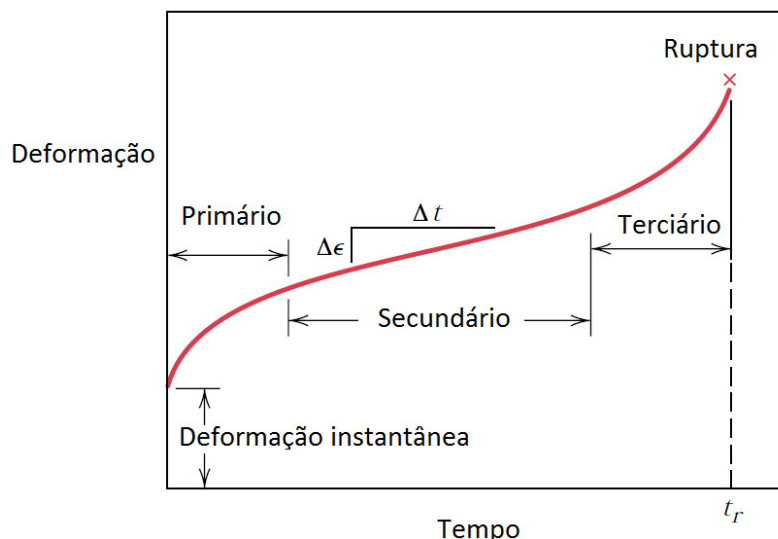
Definições de termos relacionados a ensaio de fluência são apresentados pela ASTM Standard E 139, listadas abaixo algumas principais (tradução do autor).

1. Tensão axial (*axial strain*): é a tensão média medida em lados opostos e equidistantes ao eixo da amostra.
2. Deformação de curvatura (*bending strain*): diferença entre a deformação na superfície da amostra e no seu eixo axial. Geralmente varia de ponto a ponto ao redor e ao longo da seção reduzida da amostra.
3. Fluência (*creep*): deformação dependente do tempo que ocorre depois de aplicada uma carga que é mantida constante.
4. Ensaio de fluência (*creep test*): um teste que tem o objetivo de medir fluência e taxas de fluência ocorrendo cargas ou tensões usualmente abaixo daquelas que resultariam na fratura durante o tempo do teste. Uma vez que a deformação máxima é de apenas poucos por cento, um extensômetro sensível é requerido.
5. Deformação plástica durante a aplicação da carga (*plastic strain during loading*): porção da deformação durante aplicação da carga determinada da porção linear ao final da curva de tensão-deformação durante a aplicação da carga.
6. Deformação durante carga (*strain during loading*): mudanças na deformação durante o intervalo do começo de aplicação da carga até o momento em que a carga está completamente aplicada.
7. Ensaio de tensão de ruptura (*stress-rupture test*): um teste no qual o tempo para a ruptura é medido, sem realização de medições das deformações durante o teste.
8. Deformação plástica total em um tempo especificado (*total plastic strain at a specified time*): igual à soma da deformação plástica durante a aplicação da carga e da fluência.
9. Deformação total em um tempo especificado (*total strain at a specified time*): igual à soma da deformação durante aplicação da carga e da fluência.

As temperaturas de realização de um ensaio de fluência são elevadas. Geralmente são superiores a $0.5T_m$, onde T_m é a temperatura absoluta de fusão (KASSNER, 2015). Uma representação esquemática de um típico comportamento de fluência é vista na Figura 2.e. A aplicação de uma carga promove uma deformação instantânea, como indicado na figura, que é principalmente elástica. A curva de fluência resultante consiste em três regiões. A região primária ou transiente ocorre primeiro, caracterizada por um decrescimento contínuo da taxa

de fluência, ou seja, a inclinação da curva se reduz com o tempo. Este comportamento sugere que o material está experimentando um aumento na sua resistência a fluência. Na fluência secundária, também denominado estado de fluência permanente, a taxa de deformação é constante e o gráfico se torna linear. É geralmente o estágio de maior duração do ensaio de fluência. A constância da taxa é explicada com base em um balanço entre processos competitivos de endurecimento e recuperação. No terceiro e último estágio, há uma aceleração da taxa de deformação, culminando na falha. A falha é frequentemente denominada ruptura e resulta de mudanças microestruturais e/ou metalúrgicas, como por exemplo, uma separação dos contornos de grão e a formação de trincas internas e cavidades. Tudo isto leva a redução na seção transversal efetiva e um aumento na taxa de deformação (CALLISTER, 2001).

Figura 3.12 Representação gráfica de comportamento típico de fluência.



Fonte: Adaptado de Callister, 2001.

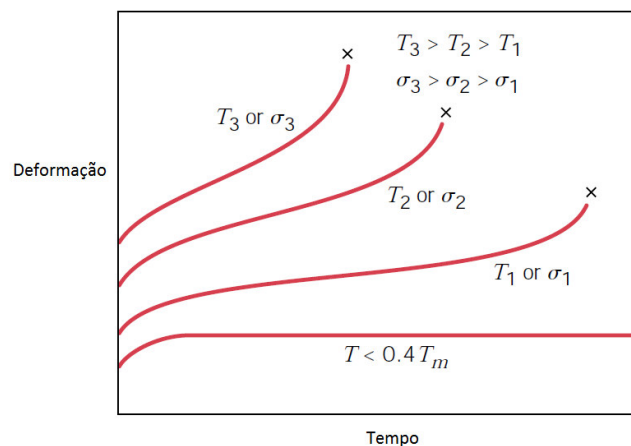
A maioria dos testes de fluência em metais são realizados com tensão uniaxial, tendo os corpos de prova formato semelhante àqueles nos ensaios de tração. Há, todavia, testes de fluência que são realizados sob compressão. Nestes casos, as amostras são geralmente cilindros ou paralelepípedos (CALLISTER, 2001).

A inclinação da curva secundária em um ensaio de fluência é, para muitos efeitos, o parâmetro mais importante deste teste. Frequentemente chamada de taxa de fluência em estado permanente, é um parâmetro considerado para projetos em aplicações de longa vida, como por exemplo em plantas de energia nuclear. Em algumas outras aplicações, entretanto, como por

exemplo em palhetas de turbinas de aeronaves militares, o tempo para a falha é dominante nas considerações de projeto, devendo o teste ser conduzido por completo até o seu ponto de falha (CALISTER, 2001).

A temperatura e a carga ou tensão aplicada influenciam as características da fluência. Com a elevação da temperatura ou da tensão aplicada, a deformação instantânea no momento de aplicação da força aumenta, a taxa de fluência em estado permanente aumenta e o tempo para a ruptura diminui (CALISTER, 2001). Efeitos da influência da temperatura e tensão no comportamento da fluência estão representados na Figura 3.12, onde o aumento da temperatura e da tensão provocam claro aumento na deformação instantânea e taxa de deformação no segundo estágio da fluência.

Figura 3.12 Comportamento de fluência com aumento de temperatura e tensão.



Fonte: Adaptado de Callister, 2001.

3.6 Metalografia

Há diversas técnicas para observar a estrutura de ligas metálicas em escala microscópica. As técnicas de preparação de amostra para aquelas em que se observa a microestrutura através de seções são semelhantes. Técnicas como a MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), permitem a observação de superfícies praticamente sem preparação, o que é útil na análise de falhas (COLPAERT, 2008). Nesta seção serão discutidas a microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

3.6.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

A microscopia óptica é a técnica mais comum de observação de microestruturas. Nesta técnica, luz visível incide sobre a amostra e é refletida até o observador. A resolução da imagem depende do comprimento de onda da radiação empregada. Diferentes técnicas de iluminação podem ser usadas para ressaltar alguns aspectos da amostra, sendo a mais comum a iluminação paralela ao eixo do microscópio. De maneira geral, a técnica para realização de um ensaio micrográfico em microscópio óptico segue as seguintes fases (COLPAERT, 2008):

1. Escolha e localização da seção a ser estudada.
2. Obtenção de uma superfície plana e polida no local escolhido para estudo.
3. Exame ao microscópio para a observação das ocorrências visíveis sem ataque.
4. Ataque da superfície por um reagente químico adequado.
5. Exame ao microscópio para a observação da microestrutura.
6. Registro do aspecto observado (fotografia).

3.6.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

Diferente da microscopia óptica, que se baseia na interação da luz visível com a amostra, a microscopia eletrônica de varredura aproveita fenômenos de interação entre elétrons e metais para gerar informações. Para amostras suficientemente fina com uso de corrente e energia suficientemente elevados, é possível obter informações de sinais que atravessam a amostra, que são tipicamente os sinais analisados em Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). Os sinais que não atravessam a amostra (muitos deles) são analisados em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (COLPAERT, 2008).

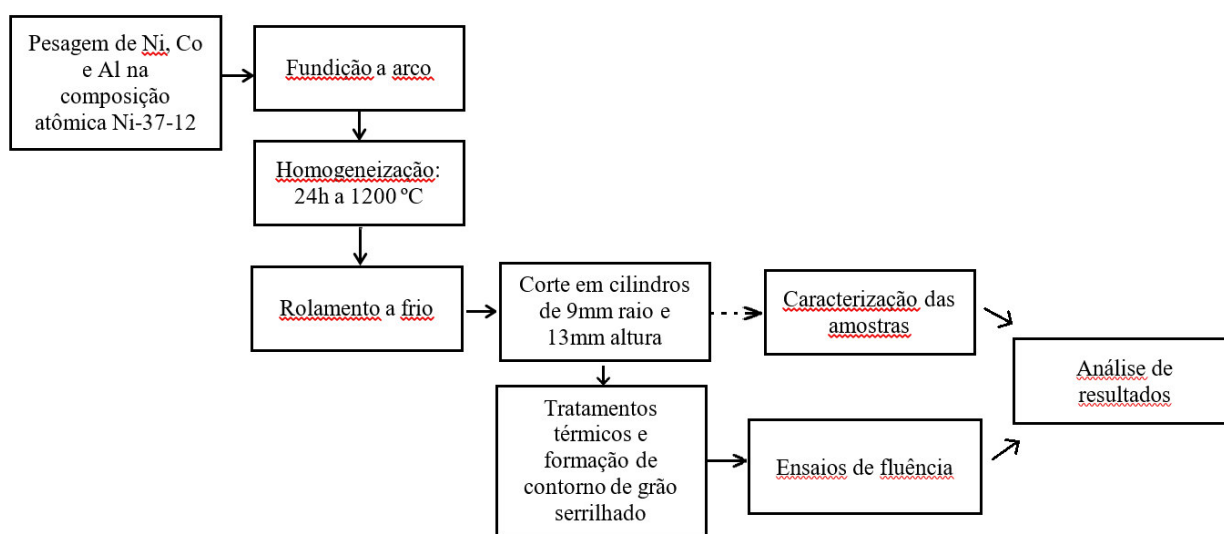
O Microscópio Eletrônico de Varredura emprega sinais de elétrons secundários, elétrons retroespalhados e Raios-X. Os Raios-X, além de produzir espectros completos das energias observadas, podem ser empregados para produzir uma imagem que retrate os pontos da estrutura onde é maior a intensidade de determinada energia e, conseqüentemente, deve ser maior a concentração de determinado elemento (COLPAERT, 2008). Assim, em uma liga metálica, uma microscopia eletrônica de varredura pode ser útil também para confirmar a composição atômica da liga utilizada.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Esta seção descreve a metodologia e os materiais utilizados no desenvolvimento deste trabalho. Os procedimentos experimentais relatados foram realizados pelo autor em laboratórios do Departamento de Engenharia de Materiais, Mecânica e Aeroespacial do Illinois Institute of Technology, Chicago-IL, USA, sob a orientação de Philip G. Nash e Yang Zhou.

O fluxograma a seguir resume passos da metodologia adotada neste estudo.

Gráfico 1 - Fluxograma resumo da metodologia.

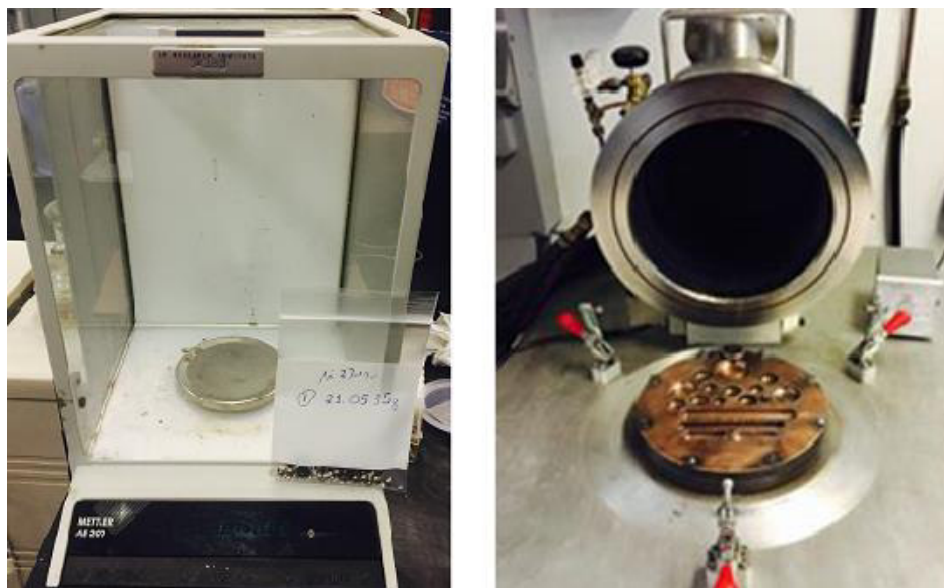


Fonte: Autoria própria

4.1 Preparação das amostras

Amostras de liga Ni-Co-Al na composição atômica Ni-37-12 (51% níquel, 37% cobalto, 12% alumínio) foram preparadas, num total de 4 (quatro) amostras. Os metais, em formato de pequenas esferas, foram pesados em balança de precisão Mettler AE 200, com vistas a obter a composição atômica desejada, sendo posteriormente fundidos em forno a arco para obtenção de lingotes da liga. O forno a arco utilizado na produção das amostras foi o Large Bell Jar Arc Melt Furnace (modelo ABJ-900), fabricado pela Materiais Research Furnaces (Figura 4.1), capaz de atingir temperaturas acima de 3500 °C.

Figura 4.1 Balança METTLER AE 200 (esquerda) e Large Bell Jar Arc Melt Furnace (direita).



Fonte: Autoria própria.

4.2 Tratamentos térmicos

Depois do processo de fundição a arco, as amostras foram recozidas e homogeneizadas através de um tratamento térmico de 24 (vinte e quatro) horas a 1200 °C com resfriamento em água a 20 °C. Foi utilizado nesta etapa um forno Lindberg Model (Série 1700), visto na Figura 4.2, que utiliza um controlador programável Omega CN72000 para tratamento térmico de múltiplas amostras. Argônio foi utilizado como fluxo de gás inerte ao longo de todo o processo para evitar oxidação durante o recozimento.

Figura 4.2 Lindberg Model A (Series 1700).



Fonte: Zhou (2017).

Com o objetivo de desenvolver o formato serrilhado no contorno de grão em um processo que permita a síntese de nanoestruturas (Zhou, 2016), parte das amostras foram submetidas a tratamento térmico de envelhecimento. Todas as amostras (as que manteriam contornos de grão normais e as que formariam contornos serrilhados) foram solubilizadas a 1000 °C durante duas horas resfriando em água a 20 °C. Para formação do contorno de grão serrilhado, seguiu-se tratamento de envelhecimento a 600 °C com resfriamento no próprio forno para obter precipitação descontínua com migração do contorno do grão. As amostras deste grupo eram então novamente tratadas a uma temperatura superior, para dissolver a fase precipitada mantendo o formato serrilhado da fronteira dos grãos. Frequentemente, a dissolução de precipitação descontínua ocorre com um movimento de retorno do contorno do grão, o que não era desejado. Diversas tentativas foram realizadas por Zhou (2017), para identificar a temperatura ideal de dissolução que manteria o formato de grão serrilhado, que concluiu que a temperatura de 800 °C por 12 minutos e resfriamento no forno era adequada para dissolver o precipitado sem mover de volta o contorno do grão em amostras Ni-37-12. Todas as amostras (normais e serrilhadas) foram submetidas a envelhecimento a 738 °C por 50 horas e resfriamento em água a 20 °C para gerar precipitação contínua da fase γ' , o que aumenta a resistência a fluência em ligas a base de níquel (ZHOU, 2017). O forno utilizado nestes tratamentos foi o forno Lindberg Hevi-Duty (Tipo 54456-A). Argônio foi utilizado como gás circulante para proteção atmosférica durante os tratamentos. Os tratamentos térmicos realizados estão sintetizados no Quadro 1.

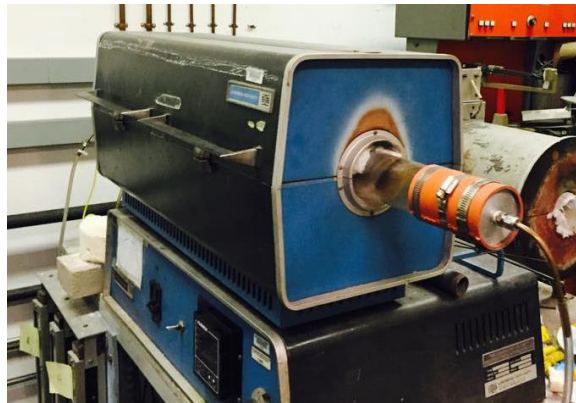
Quadro 1. Tratamentos térmicos realizados.

TRATAMENTOS TÉRMICOS	
Contorno de grão serrilhado	Contorno de grão normal
24 horas a 1200 °C	24 horas a 1200 °C
2 horas a 1000 °C	2 horas a 1000 °C
10 minutos a 600 °C	50 horas a 738 °C
12 minutos a 800 °C	
50 horas a 738 °C	

A etapa de 10 minutos a 600 °C (promove precipitação descontínua da fase γ' e move o contorno do grão) foi seguida de resfriamento no próprio forno; 12 minutos a 800 °C (dissolve o precipitado, mantendo a forma do contorno de grão) seguida de resfriamento no forno. As

demais tiveram resfriamento em água a 20 °C. A etapa de 50 horas a 738 °C seguido de têmpera promove precipitação contínua e aumenta a resistência a fluência, passo seguido também nas amostras de contorno de grão normal. Estes tratamentos foram feitos em forno Lindberg Hevi-Duty Tipo 54456-A, visto na Figura 4.3.

Figura 4.3 Forno Lindberg Hevi-Duty Tipo 54456-A

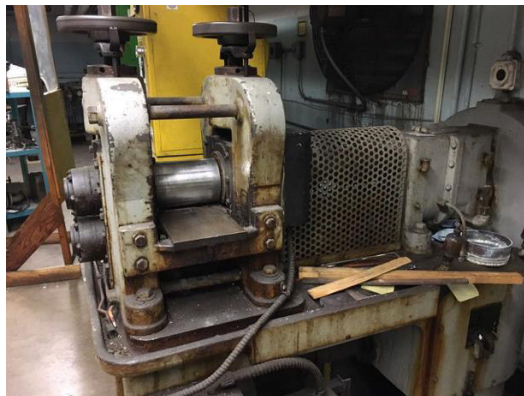


Fonte: Autoria própria.

4.3 Rolamento a frio e corte de amostras

Rolamento a frio foi utilizado para deformar as amostras de liga Ni-Co-Al até a espessura desejada, eliminando-se neste processo estruturas dendríticas (ZHOU et al., 2016). Importa destacar que esta etapa se deu após a homogeneização das amostras, mas antes do tratamento térmico de formação de contorno de grão serrilhado. Neste processo, os lingotes tiveram redução de 20% de área transversal. A máquina utilizada foi Fenn Manufacturin CO (Figura 4.4).

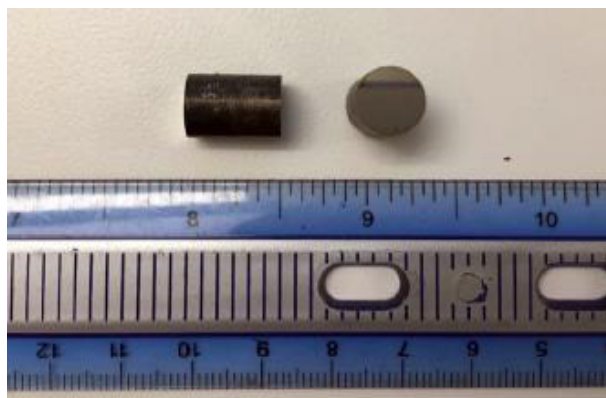
Figura 4.4 Máquina de rolamento a frio Fenn Manufacturin CO.



Fonte: ZHOU (2017).

Após rolamento a frio, os lingotes homogeneizados, com redução de área e novas dimensões dadas pelo rolamento foram cortados em peças cilíndricas de 9 milímetros de diâmetro e 13.5 milímetros de altura, conforme visto na Figura 4.5.

Figura 4.5 Amostras cilíndricas para ensaio de fluência.



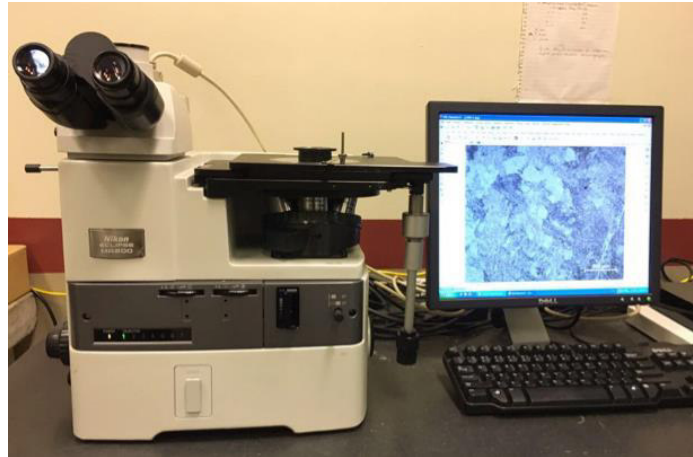
Fonte: Autoria própria.

4.4 Caracterização

Para caracterização da microestrutura das amostras, foram realizados exames de Microscopia Óptica e Microscopia Eletrônica de Varredura. Importa destacar que a caracterização das amostras foi feita em um par de amostras, inicialmente, para verificar a formação de contorno de grão serrilhado via precipitação descontínua, e que para os pares de amostras que foram submetidos a fluência a caracterização foi feita somente após a realização do ensaio de fluência, como mecanismo de investigação dos comportamentos observados nos ensaios.

O microscópio óptico utilizado neste trabalho foi um Nikon ECLIPSE MA200. Para este processo, as amostras foram devidamente embutidas, lixadas e polidas. Para avaliação da superfície, foi feito o ataque químico utilizando o reagente Marble's (10g CuSO_4 , 50ml HCl e 50ml água destilada). As amostras foram observadas em diferentes aumentos, com bom foco e sob condições de luminosidade adequadas. O Microscópio óptico Nikon ECLIPSE MA200 e o seu terminal de operação e captação de fotos digitais pode ser visto na Figura 4.6.

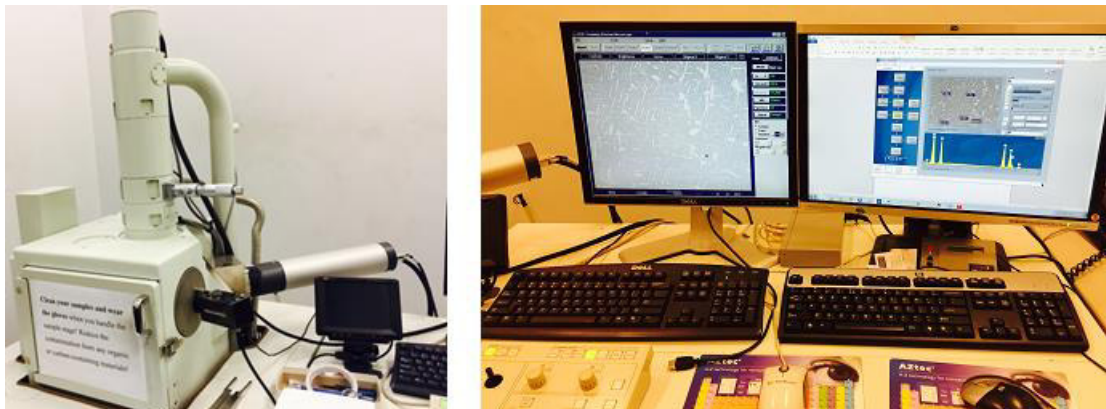
Figura 4.6 Microscópio óptico Nikon ECLIPSE MA200.



Fonte: ZHOU (2017).

O microscópio eletrônico de varredura foi utilizado para análise, devido a limitações de resolução do microscópio óptico para observação da precipitação descontínua, bem como para confirmação da composição do material. Para avaliar a composição do material, aplicação possível dos sinais de Raio-X com os quais trabalha o equipamento (COLPAERT, 2008), diversos pontos na imagem foram selecionados, e foram calculados valores médios para os valores de composição indicados. O equipamento utilizado foi JEOL JSM-5900LV SEM (Figura 4.7).

Figura 4.7 MEV JEOL JSM – 5900LV.



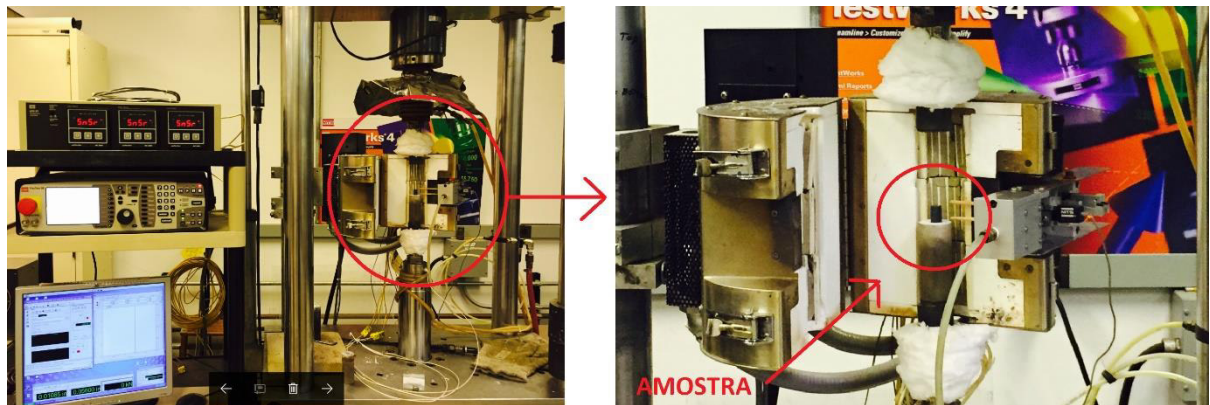
Fonte: Autoria própria.

4.5 Ensaios de fluência

Ensaios de fluência a elevada temperatura e carga constante foram realizados em amostras Ni-37-12 com contorno de grão normal (regular) e contorno de grão serrilhado

formados por precipitação descontínua, com o objetivo de comparar valores de deformação para mesmas condições de pressão e temperatura e mesmos intervalos de tempo. Os ensaios foram feitos utilizando sistema MTS. Três pares de termopares foram soldados em cada amostra para medição de variações de deformação durante o teste.

Figura 4.8 Sistema MTS para ensaio de fluência com destaque amostra na célula.



Fonte: Autoria própria.

Quatro ensaios de fluência foram realizados no total. Os testes foram desenvolvidos sob compressão. Os parâmetros aplicados estão listados no Quadro 2, por ordem de execução.

Quadro 2 – Ensaio de Fluência

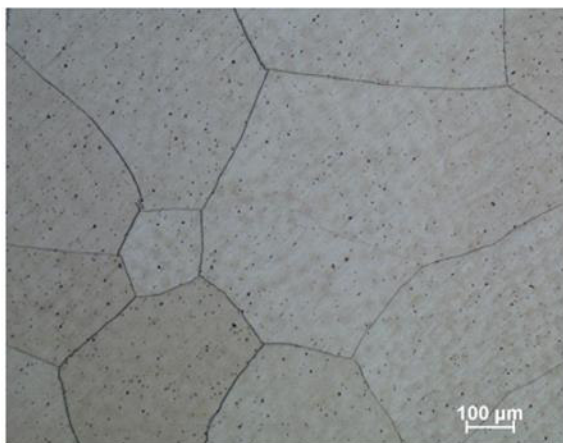
ENSAIOS DE FLUÊNCIA				
Ensaio	Amostra	Tempratura (°C)	Pressão (MPa)	Tempo (h)
1	Normal	750	150	24
2	Serrilhada	750	150	24
3	Normal	800	100	24
4	Serrilhada	800	100	24

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

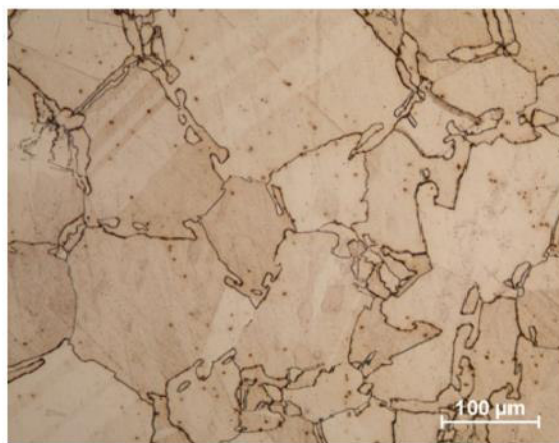
5.1 Verificação do contorno de grão serrilhado via precipitação descontínua

A Figura 5.1 mostra fotos de microscopia óptica realizada em amostra de Ni-37-12 fabricada conforme descrito na seção de metodologia. Na imagem 5.1a a amostra apresenta contorno de grão normal, em formato suave característico. A imagem 5.1b é de metalografia realizada após a amostra ser submetida aos tratamentos térmicos descritos na metodologia para precipitação descontínua com movimento da fronteira do grão, dissolução desta fase sem movimento de retorno da fronteira, deixando contorno de grão serrilhado. É clara a alteração na morfologia do contorno dos grãos da liga, uma vez que estas regiões de fronteira não mais apresentam a suavidade de antes, mas sim um formato irregular de *zigue-zague*, que lembra dentes de serra. Verifica-se assim a formação do contorno de grão serrilhado em amostra de liga Ni-Co-Al através dos tratamentos térmicos propostos por Zhou (2017).

Figura 5.1 Fotografias de microscopia óptica em amostra Ni-37-12 antes e depois de realização de tratamentos térmicos para formação de contorno de grão serrilhado.



5.1 a

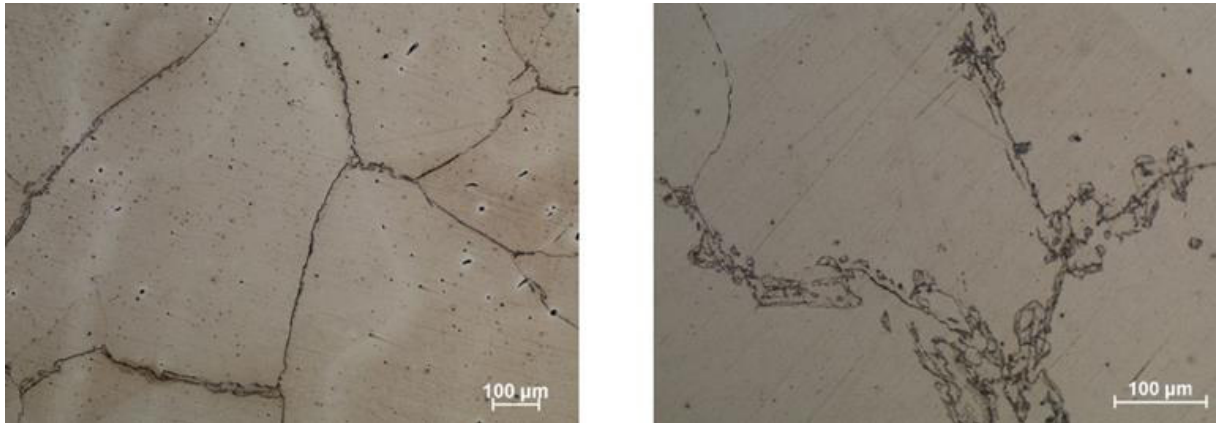


5.1 b

Fonte: Autoria própria.

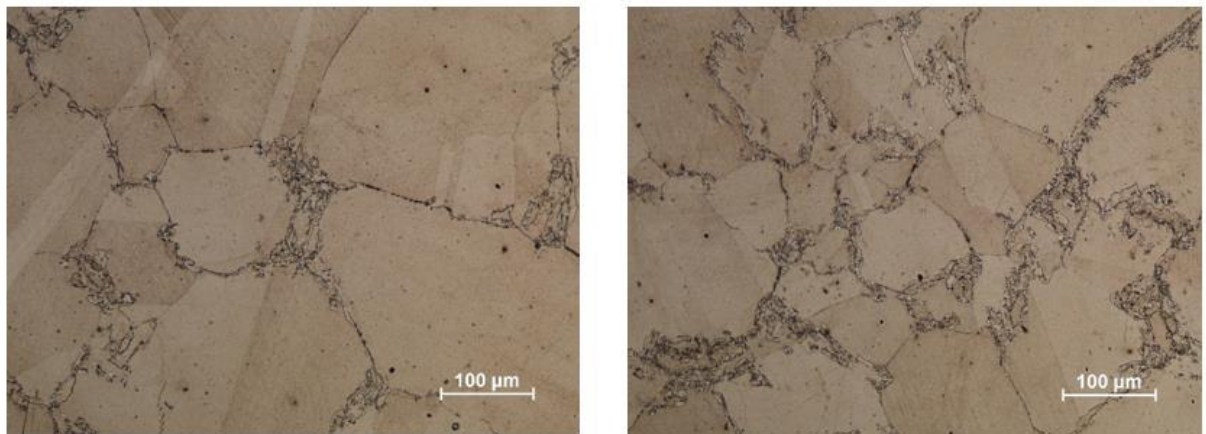
As amostras que foram submetidas a ensaios de fluência foram também caracterizadas através de microscopia óptica e microscopia eletrônica. Uma vez que as fotos das microscopias ópticas realizadas contribuem com a verificação da formação do contorno de grão serrilhado, são apresentados também nesta seção.

Figura 5.2 Fotografias de microscopia óptica em amostras Ni-37-12 com contorno de grão normal (esquerda) e serrilhado (direita) submetidas a ensaio de fluência a temperatura de 750 °C e pressão de 150 Mpa.



Fonte: Autoria própria.

Figura 5.3 Fotografias de microscopia óptica em amostras Ni-37-12 com contorno de grão normal (esquerda) e serrilhado (direita) submetidas a ensaio de fluência a temperatura de 800 °C e pressão de 100 Mpa.



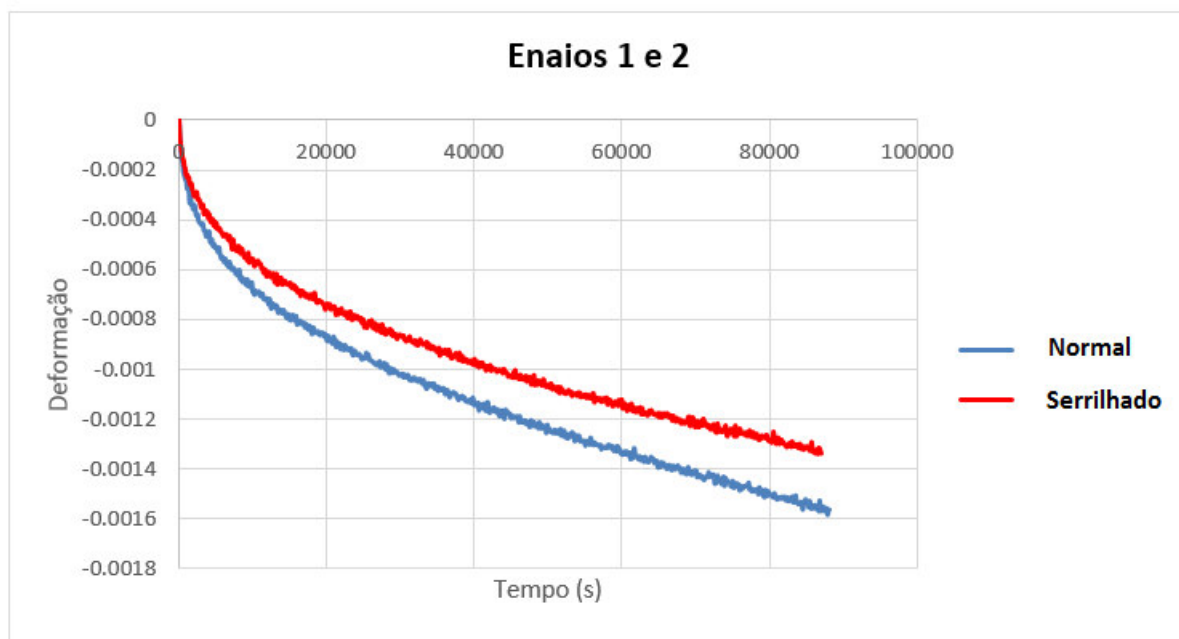
Fonte: Autoria própria.

5.2 Ensaio de fluência

Quatro ensaios de fluência foram realizados para avaliar a influência do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência de liga Ni-37-12. No primeiro ensaio, utilizou-se amostra com contorno de grão normal, temperatura de 750 °C e pressão de 150 MPa, por um período de 24 horas. No segundo ensaio, as condições de temperatura, pressão e duração foram as mesmas, mas com a utilização de amostra com contorno de grão serrilhado. Para possibilitar

a comparação dos resultados, os dados obtidos foram plotados utilizando software MS Excel em uma mesma imagem. Destaca-se que os valores de deformação negativos se devem à forma com que os cálculos foram realizados, levando-se em consideração dimensões da amostra em um instante e no instante anterior para um ensaio realizado sob compressão (deslocamentos negativos).

Figura 5.4 Gráficos dos ensaios de fluência 1 (normal) e 2 (serrilhado), realizados sob compressão por 24 horas a temperatura de 750°C e pressão de 150 MPa.



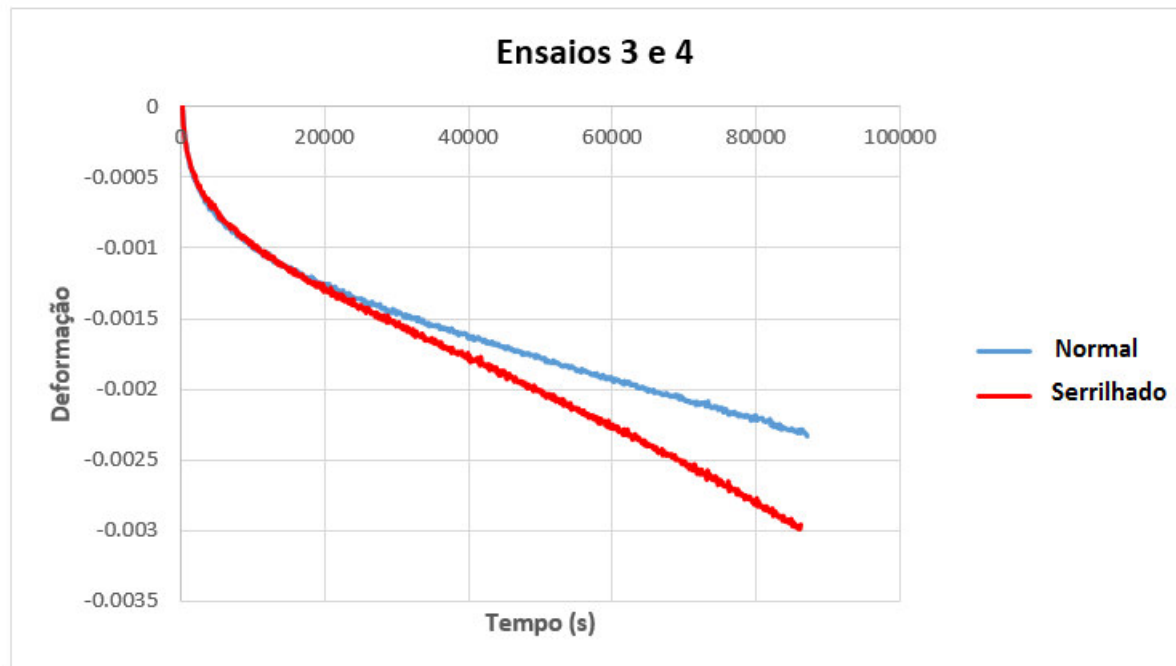
Fonte: Autoria própria.

Os resultados dos ensaios 1 e 2 corroboraram a hipótese de que o contorno de grão serrilhado pode aumentar a resistência a fluência do material, uma vez que, para mesmos intervalos de tempo, a amostra com contorno de grão serrilhado apresentou menores valores de deformação (em módulo) do que os valores de deformação para amostra com contorno de grão normal. Imposta destacar também que o comportamento de fluência é semelhante ao previsto na literatura, uma vez que os ensaios não foram realizados até a fratura, mas sim predominando o segundo estágio da fluência, com curvas de inclinação praticamente constante.

Os ensaios de fluência 3 e 4 foram realizados a uma temperatura de 800 °C e pressão de 100 MPa, durante 24 horas. No ensaio 3 foi utilizada amostra com contorno de grão normal e, no ensaio 4, amostra com contorno de grão serrilhado. Os dados obtidos foram plotados em uma mesma imagem para possibilitar a comparação e avaliação dos resultados.

Nestas condições de temperatura e pressão, os resultados, para pequenos intervalos de tempo, mostraram-se pouco conclusivos, uma vez que se confundem os valores de deformação em mesmos intervalos de tempo para as amostras com contorno de grão normal e serrilhado. Para maiores intervalos de tempo, ingressando no segundo estágio de fluência, a curva de fluência da amostra serrilhada apresentou maior inclinação, ou seja, maiores valores de deformação (em módulo) para mesmos intervalos de tempo com relação à amostra com contorno de grão normal. Estes resultados contradizem a hipótese de melhoria da resistência à fluência para contorno de grão serrilhado, reforçando a influência significativa dos parâmetros temperatura e pressão (carga sobre área) previstos na literatura.

Figura 5.5 Gráficos dos ensaios de fluência 3 (normal) e 4 (serrilhado), realizados sob compressão por 24 horas a temperatura de 800°C e pressão de 100 MPa.



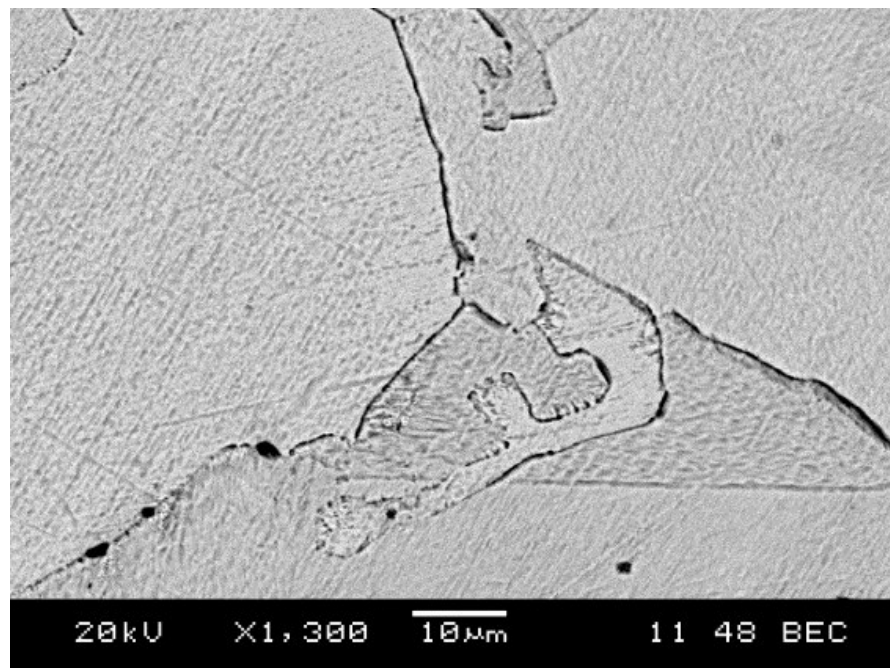
Fonte: Autoria própria.

5.3 Microscopia eletrônica

Microscopia eletrônica de varredura foi uma técnica de metalografia utilizada para investigar a ocorrência da precipitação descontínua em maiores aumentos de imagem, bem como para avaliar composição da liga metálica estudada. A liga ternária Ni-Co-Al estudada foi a de composição atômica Ni-37-12 (51% Ni, 37%Co e 12%Al at.). Diversos pontos nas imagens

foram selecionados para avaliar composição de elementos na liga, conforme descrito na Metodologia, sendo os resultados médios apresentados na forma de quadros.

Figura 5.6 Imagem MEV para amostra com contorno de grão normal submetida a ensaio de fluência a temperatura de 750 °C e pressão de 150MPa.



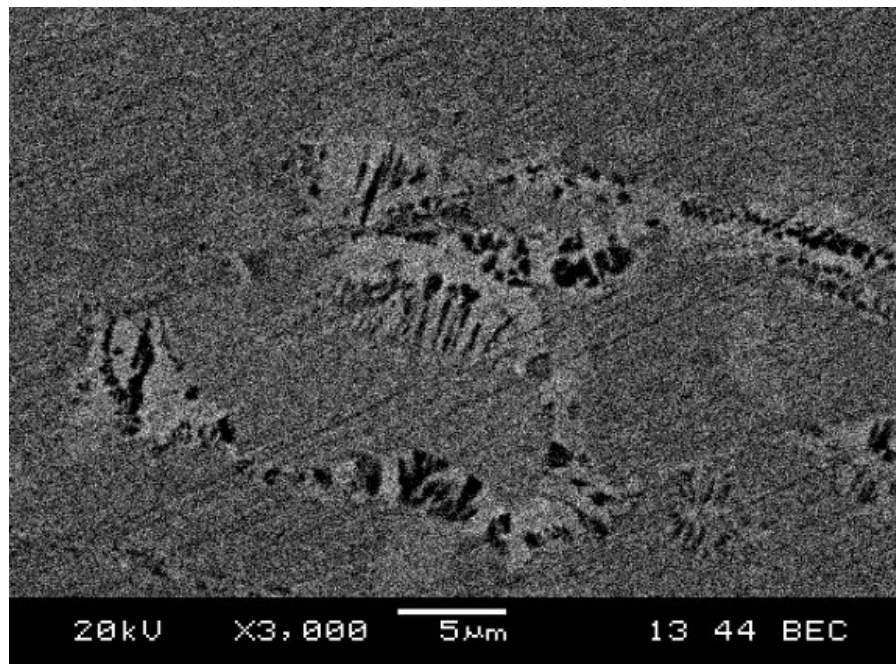
Fonte: Autoria própria.

Quadro 3 – Composição média dos elementos constituintes da amostra de liga Ni-Co-Al através de MEV. Amostra com contorno de grão normal submetida a ensaio de fluência a temperatura de 750 °C e pressão de 150MPa.

Elemento	Al (%)	Co (%)	Ni (%)
Média	12,8	37,9	49,3

A imagem, aumentada em 1300x (um mil e trezentas vezes), mostra o contorno de grão da amostra e formato regular. As composições médias mostraram valores próximos da composição considerada (Ni-37-12), com erro médio de aproximadamente 4,1%.

Figura 5.7 Imagem MEV para amostra com contorno de grão serrilhado submetida a ensaio de fluência a temperatura de 750 °C e pressão de 150MPa.



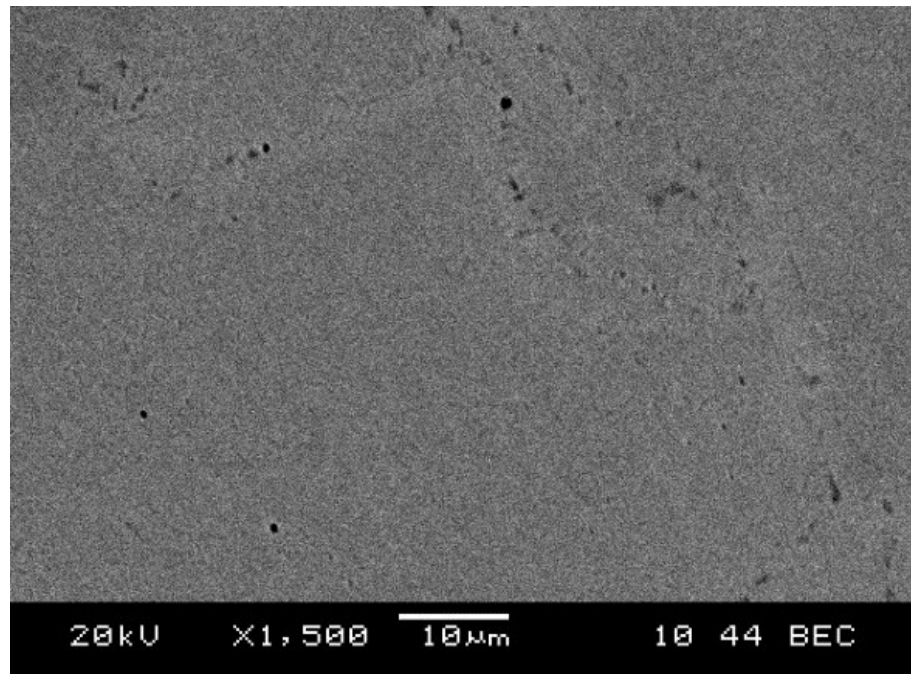
Fonte: Autoria própria.

Quadro 4 – Composição média dos elementos constituintes da amostra de liga Ni-Co-Al através de MEV. Amostra com contorno de grão serrilhado submetida a ensaio de fluência a temperatura de 750 °C e pressão de 150MPa.

Elemento	Al (%)	Co (%)	Ni (%)
Média	13,4	37,2	49,4

A imagem, aumentada em 3000x (três mil e trezentas vezes), mostra o contorno de grão da amostra e formato irregular (serrilhado). As composições médias mostraram valores próximos da composição considerada (Ni-37-12), com erro médio de 5%.

Figura 5.8 Imagem MEV para amostra com contorno de grão normal submetida a ensaio de fluência a temperatura de 800 °C e pressão de 100MPa.



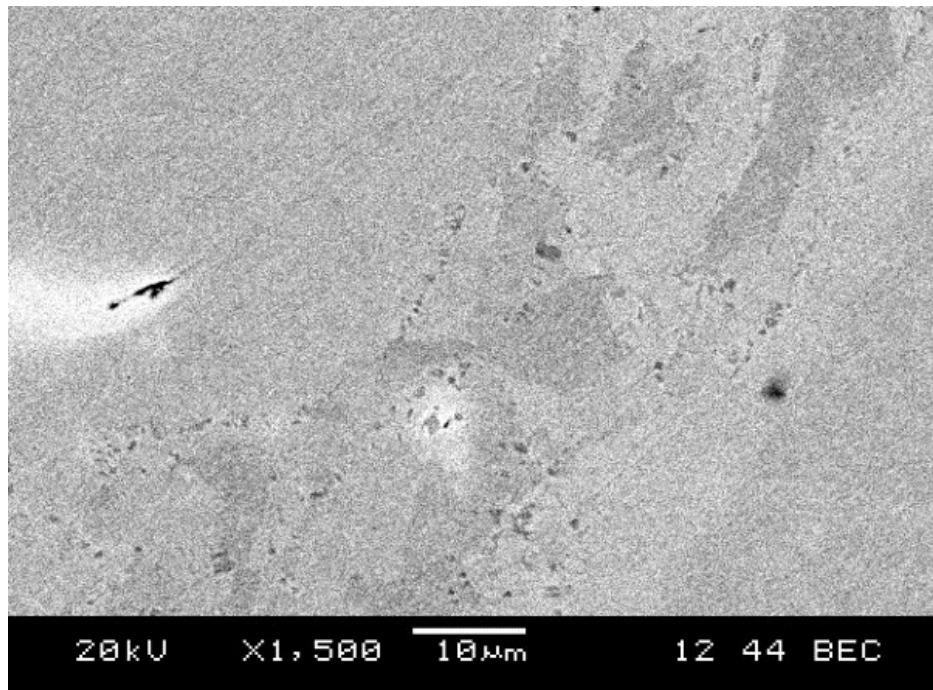
Fonte: Autoria própria.

Quadro 5 – Composição média dos elementos constituintes da amostra de liga Ni-Co-Al através de MEV. Amostra com contorno de grão normal submetida a ensaio de fluência a temperatura de 800 °C e pressão de 100MPa.

Elemento	Al (%)	Co (%)	Ni (%)
Média	12,7	36,4	50,7

A imagem, aumentada em 1500x (um mil e quinhentas vezes), é pouco reveladora quanto à forma dos contornos de grão na amostra. As composições médias mostraram valores próximos da composição considerada (Ni-37-12), com erro médio de 2,7%.

Figura 5.9 Imagem MEV para amostra com contorno de grão serrilhado submetida a ensaio de fluência a temperatura de 800 °C e pressão de 100MPa.



Fonte: Autoria própria.

Quadro 6 – Composição média dos elementos constituintes da amostra de liga Ni-Co-Al através de MEV. Amostra com contorno de grão serrilhado submetida a ensaio de fluência a temperatura de 800 °C e pressão de 100MPa.

Elemento	Al (%)	Co (%)	Ni (%)
Média	13,5	36,8	49,7

A imagem, aumentada em 1500x (um mil e quinhentas vezes), revela parcialmente formato serrilhado nos contornos de grãos da amostra. As composições médias mostraram valores próximos da composição considerada (Ni-37-12), com erro médio de 5,2%.

6. CONCLUSÃO

Contorno de grão serrilhado em liga Ni-Co-Al (Ni-37-12) pode ser formado via precipitação descontínua, através dos tratamento térmico proposto por Zhou (2017). As imagens de microscopias ópticas realizadas mostraram o formato serrilhado na fronteira dos grãos, em contraste com contorno de grão regular daquelas amostras não submetidas ao tratamento térmico, indicando que, de fato, a precipitação descontínua da fase γ' é capaz de deslocar e alterar a forma da fronteira dos grãos.

Resultados de ensaios de fluência realizados a uma temperatura de 750 °C e pressão de 150 MPa em amostras com contorno de grão normal e contorno de grão serrilhado mostraram influência do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência do material, corroborando hipótese de que o formato serrilhado na fronteira pode travar os grãos e reduzir a sua deformação quando submetido a carga de compressão a elevada pressão e temperatura. Nestes ensaios, os valores de deformação para a amostra com contorno de grão serrilhado foram menores, em módulo, do que os valores de deformação da amostra com contorno de grão normal, para mesmos intervalos de tempo.

Para o ensaio de fluência realizado a uma temperatura de 800 °C e pressão de 100 MPa, os resultados obtidos no primeiro estágio da fluência foram praticamente os mesmos nas amostras com contorno de grão normal e serrilhado. Para maiores intervalos de tempo, ingressando no segundo estágio das deformações por fluência, os valores obtidos contradisseram a hipótese de influência positiva do contorno serrilhado na resistência a fluência do material, uma vez que a amostra com contorno de grão serrilhado apresentou maiores valores de deformação que a amostra com contorno de grão normal para mesmos intervalos de tempo. Isso confirma que resultados de fluência são fortemente dependentes de parâmetros pressão e temperatura e indica a necessidade de novos ensaios com variados valores destes parâmetros para uma avaliação mais segura acerca da influência do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência de uma liga Ni-Co-Al.

Através deste trabalho, foi possível concluir que um tratamento térmico aplicado a uma liga Ni-Co-Al é capaz de promover a precipitação descontínua de uma das fases constituintes do material, que por sua vez pode deslocar a fronteira do grão e alterar a sua forma. A alteração na forma do contorno de grão para uma morfologia serrilhada mostrou-se capaz de influenciar na resistência a fluência em uma liga Ni-37-12. Esta influência se mostrou positiva apenas para determinados valores dos parâmetros temperatura e pressão, reforçando o que está posto na literatura acerca da influência destes parâmetros nos resultados de fluência de um material. A

realização de novos ensaios de fluência, mantendo-se constante a temperatura e variando-se a pressão e vice-versa mostra-se necessária para elucidar como estes parâmetros alteram os valores de deformação das amostras nesta liga, levando a uma avaliação mais precisa da influência do contorno de grão serrilhado na resistência a fluência do material.

REFERÊNCIAS

ASTM STANDARD E 139 – 00; Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep-Rupture and Stress-Rupture Tests of Metallic Materials. ASTM, 2003.

BULLER, S., & Strunk, J. Nanostructure in energy conversion. *Journal of Energy Chemistry*, 25(2), 171–190, 2016.

CALLISTER, W. D. Fundamentals of Materials Science, 5ª Ed. John Wiley & Sons, Inc. New York, 2001.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns, 4ª ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2008.

COUTO, A. A. et al. Caracterização microestrutural e comportamento mecânico da liga INCONEL718 aplicada em temperaturas elevadas; Projeto de Pesquisa Mackenzie, 2011.

DAVIES, C., Nash, P., Stevens, R., & Yap, L. Precipitation in Ni-Co-Al alloys. *Journal of Materials Science*, 20(8), 2945–2957, 1985.

DAVIS, J. R. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt and Their Alloys; ASM Internacional; Materials Park: 2000.

GRAEF, M. D., McHenry, M. Structure of Materials: An introduction to Crystallography, Diffraction and Symmetry; New York: Cambridge University, 2007.

HAN, S. Z., Lee, J., Goto, M., Lim, S. H., Ahn, J. H., Kim, S., & Kim, K. Increasing toughness by promoting discontinuous precipitation in Cu–Ni–Si alloys. *Philosophical Magazine Letters*, 96(5), 196–203, 2016.

KAINUMA, R., Ise, M., Jia, C.-C., Ohtani, H., & Ishida, K. Phase equilibria and microstructural control in the Ni-Co-Al system. *Intermetallics*, 4, S151–S158, 1996.

KASSNER, M. E. Fundamentals of Creep in Metals and Alloys, 3ª edição. Elsevier; Waltham, 2015.

KASTENHUBER, M., Rashkova, B., Clemens, H., & Mayer, S. Enhancement of creep properties and microstructural stability of intermetallic β -solidifying γ -TiAl based alloys. *Intermetallics*, 63, 19–26, 2015.

KOUL, A., & Gessinger, G. On the mechanism of serrated grain boundary formation in Ni-based superalloys. *Acta Metallurgica*, 31(7), 1061–1069, 1983.

KRACKE, A. Superalloys, the most successful alloy system of modern times - past, present and future – 7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives, 2010.

LIU, H., Gao, N., Liao, M., & Fang, X. Hexagonal-like Nb₂O₅ nanoplates-based photodetectors and photocatalyst with high performances. *Scientific Reports*, 5, 7716, 2015.

LIU, H., Gao, N., Liao, M., & Fang, X. Hexagonal-like Nb₂O₅ nanoplates-based Manna, I., Pabi, S., & Gust, W. Discontinuous reactions in solids. *International Materials Reviews*, 46(2), 53–91, 2001.

MITTEMEIJER, E. J. Fundamentals of Materials Science Springer Heidelberg Dordrecht London New York c Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010. 594.

PUN, YAMAKOV & MISHIN. Interatomic potential for the ternary Ni–Al–Co system and application to atomistic modeling of the B2–L10 martensitic transformation. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, Volume 23, Number 6, 2015.

ROBSON, J. D. Modeling competitive continuous and discontinuous precipitation. *Acta Materialia*, 61(20), 7781–7790, 2013.

SILVA, A. L. da C.; Mei, P. R. Aços e Ligas Especiais 2ª Ed. São Paulo; Eletrometal Metais Especiais, 1988.

TANAKA, Y., Ohmori, T., Oikawa, K., Kainuma, R., & Ishida, K. Ferromagnetic Co-Ni-Al shape memory alloys with $\beta+\gamma$ two-phase structure. *Materials Transactions*, 45(2), 427–430, 2004.

TILLEY, R. Understanding Solids. John Wiley & Sons Ltd. West Sussex: 2004.

XU, Y., Kameoka, S., Kishida, K., Demura, M., Tsai, A., & Hirano, T. Catalytic Properties of Ni₃Al Intermetallics for Methanol Decomposition. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 45(11), 3177–3179, 2016.

YU, S., Gao, Y., Liu, C., & Han, X. Effect of aging temperature on precipitation behavior and mechanical properties of extruded AZ80-Ag alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 646, 431–436, 2015.

ZHOU, Y. Synthesis of nanoplate structures in ni-based alloys via discontinuous precipitation. PhD Thesis (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Illinois Institute of Technology, Chicago, 2017.

ZHOU, Y. et al. The Large Scale Synthesis of Aligned Plate Nanostructures. *Sci. Rep.* 6, 29972; doi: 10.1038/srep29972, 2016.