



AVALIAÇÃO DA ADERÊNCIA DAS CAMADAS FORMADAS ATRAVÉS DO PROCESSO DE BORETAÇÃO NA LIGA INCONEL 718.

Pôster

Jefferson Luiz Jeronimo - Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC)

jefferson.jeronimo@ifsc.edu.br

Anael Preman Krelling - Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC)

Ivandro Bonetti - Instituto Federal de Santa Catarina (IFSC)

Bruna de Freitas Zappelino – Centro Universitário SENAI/SC – UniSENAI

Christian Pacheco - Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)

Luíza Kauane Machado Gonçalves - Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)

Julio Cesar Giubilei Milan - Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)

Cesar Edil da Costa - Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC)

RESUMO

As superligas de níquel se destacam pela alta resistência a corrosão e intempéries, todavia, possuem propriedades mecânicas e a resistência ao desgaste que podem limitar a aplicação ou aumentar a necessidade de manutenção. Portanto, os segmentos de mercado que trabalham em condições desfavoráveis ao material, como meio salino ou ácido, são os que demandam este tipo de liga. Sabendo da necessidade de aumentar a vida útil de peças e equipamentos construídos a partir de superligas de níquel a utilização de tratamentos de superfície torna-se uma alternativa importante para melhorar as propriedades superficiais, potencializando a utilização das ligas, inclusive para novas aplicações para engenharia. Uma das formas de modificação das propriedades superficiais é através do tratamento termoquímico de boretação, que possibilita a melhoria das propriedades superficiais de materiais ferrosos e não ferrosos. Esta é a continuidade de um estudo sobre a boretação na liga Inconel 718, que se dá a partir da avaliação de nove condições de tratamento, contando com três níveis de temperatura (800°C, 900°C e 1000°C) e três tempos distintos de aquecimento (2, 4 e 6 horas), cuja etapa tem como objetivo avaliar a aderência de camada. Uma vez verificado o potencial de aplicação do tratamento na liga, é necessário estudar o comportamento quanto à aderência da camada formada ao substrato já que a alteração de dureza é substancial na superfície. Para tanto, é proposta a avaliação das nove condições estudadas previamente através da norma VDI 3198 e análise dos resultados.

Palavras-chave: Boretação; Aderência de camada; VDI 3198; Inconel 718.

INTRODUÇÃO

Ligas de níquel como a inconel 718 possuem boa resistência à corrosão sob tensão em meios com cloretos devido ao alto teor de níquel, que também confere resistência a meios básicos



(como soda cáustica) e meios ácidos redutores diluídos (AYTEKIN; AKÇIN, 2013). Além disso, possuem alta resistência mecânica, baixa condutividade térmica, alta resistência à fadiga térmica, fluência, ótima soldabilidade, além de excelente estabilidade microestrutural a elevadas temperaturas, propriedades que são obtidas através de tratamento de solução sólida e obtenção de precipitação de fase intermetálica (ELTTAYEF; ABASS; AL-LATIF, 2019). Devido a estas propriedades, este tipo de liga é muito utilizado nos setores de geração de energia, petróleo e gás, indústria aeroespacial e de processamento de alimentos, dentro destes setores são desenvolvidos desde componentes aeroespaciais até pás de turbinas (DENG et al., 2015; MONTAZERI; ARAMESH; VELDHUIS, 2020; XU et al., 2021).

Uma característica que frequentemente limita a aplicação das ligas de níquel é a sua baixa resistência ao desgaste. Para contornar essa restrição, é possível utilizar a engenharia de superfície, que emprega uma variedade de técnicas que exploram a interação entre a estrutura interna do material e sua superfície. Ao unir esses aspectos, o objetivo é conferir propriedades que não seriam alcançadas individualmente. Assim, essa abordagem não apenas visa melhorar a resistência ao desgaste, mas também possibilita a descoberta de novas aplicações e funcionalidades para esses materiais (KRELLING; MILAN; COSTA, 2015).

O processo de boretação termoquímica é uma técnica especializada utilizada para modificar as propriedades químicas e mecânicas da superfície de um material. Consiste no aquecimento dos materiais a temperaturas entre 700 e 1000 °C por períodos de 1 a 12 horas. Este processo pode ser realizado de diversas formas, incluindo o uso de pasta, pó, gás, eletroquímico e laser. Cada método oferece vantagens específicas, permitindo uma modificação precisa das propriedades superficiais do material. (CAMPOS-SILVA et al., 2018; GUNES, I et al., 2015). Com o intuito de aprimorar o desempenho da liga em relação ao desgaste, sem comprometer sua resistência à corrosão, o tratamento termoquímico de boretação mostra-se como uma alternativa promissora. Este processo é reconhecido por sua capacidade de modificar as propriedades superficiais e aumentar a resistência ao desgaste em uma ampla gama de materiais metálicos (MAKUCH; KULKA, 2016). A dureza e a resistência ao desgaste das superfícies podem ser alteradas por meio da difusão de diferentes elementos atômicos, sendo um destes o boro (KRELLING et al., 2017). No entanto, apesar desses benefícios, observa-se uma relativa escassez de estudos dedicados à modificação superficial em ligas de níquel por meio de tratamentos termoquímicos, em comparação com as ligas ferrosas (DENG et al., 2015).



Há diferentes técnicas que podem ser empregadas para a realização da boretação de níquel comercialmente puro e suas ligas. Alguns pesquisadores, por exemplo empregaram técnicas de boretação por pó (GUNES, I et al., 2015; GUNES, Ibrahim; KAYALI, 2014; MU et al., 2009; UEDA et al., 2000); outros por leito fluidizado (Anthymidis et al. 2002; Anthymidis, Stergioudis, e Tsiapas 2002); ainda teve os que utilizaram boretação por pasta (LOU et al., 2009). Quando a boretação é realizada por via sólida com pós que contenham SiC, devido aos produtos de reação gasosos que reagem facilmente com os átomos de Ni presentes no substrato e há a indução da formação de silicetos de níquel (KRELLING et al., 2019; MU et al., 2009; MUHAMMAD. et al., 1999; ÖZBEK et al., 2000; PALOMBARINI; CARBUCICCHIO, 1993).

Assim, considerando as propriedades naturais das ligas de níquel e o potencial de aprimorá-las através de tratamentos superficiais, o presente estudo visa analisar a aderência das camadas de boretos formadas especificamente na superliga de níquel Inconel 718, quando produzidas por meio de pós de boretação sem silício na mistura. Além disso, o trabalho busca esclarecer de que maneira e por que cada variação nas condições de temperatura e tempo pode influenciar esse comportamento.

METODOLOGIA

Inicialmente para o tratamento termoquímico de boretação realizou-se a mistura mecânica dos pós B_4C e KBF_4 , com a composição de 90% e 10% do peso respectivamente e o material tratado foi a superliga de níquel inconel 718, o qual tem como composição nominal indicada por CAMPOS-SILVA et al., 2019.

Utilizando o equipamento de eletroerosão a fio o material (Inconel 718) foi cortado, retificado e lixado com lixa 320. Os tratamentos foram realizados em forno tipo mufla a uma taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até as temperaturas de $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 2, 4 e 6 horas, enquanto o resfriamento realizado ao ar. Depois disso, as amostras foram limpas em banho de ultrassom com acetona por 10 minutos, catalogadas e armazenadas.

A morfologia das camadas de boretos foram analisadas através do microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo. Para tanto, as amostras foram cortadas através da seção longitudinal, expondo a camada de boretos. Após o embutimento das amostras em baquelite, estas foram lixadas até a gramatura de 600 com lixas de SiC, polidas com alumina de $1\text{ }\mu\text{m}$ em suspensão e atacada com o reagente Marble.

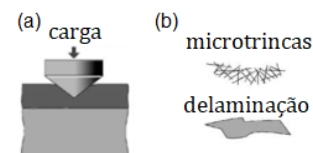
A avaliação com relação à aderência da camada de boretos ao substrato foi realizada utilizando a norma VDI 3198. Foi realizado o ensaio de indentação Rockwell C em todas as



condições de tratamento (para isso, a espessura das amostras era ao menos dez vezes maior do que a profundidade de indentação) (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

Já na execução, Figura 1(a), um indentador cônico de diamante foi encravado na superfície da camada investigada, de modo a induzir deformações plásticas e fraturas, criando falhas do tipo microtrincas e delaminações, como as ilustradas na Figura 1(b).

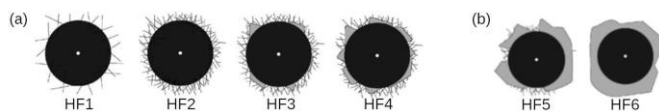
Figura 1 - VDI 3198; (a) Indentação Rockwell C; (b) Tipos de falha.



Após, foram observados os resultados obtidos no microscópio eletrônico de varredura, comparando e classificando os resultados obtidos com os tipos de falha indicados na referida norma, de HF1 a HF6. Foram consideradas falhas aceitáveis as condições que apresentam menor dano superficial e pequenas delaminações, portanto de HF1 a HF4, conforme Figura 2(a), o que pode ser interpretado como adesão de camada adequada.

De outro lado, condições obtidas em semelhantes a HF5 e HF6 como na Figura 2(b), foram classificadas como falhas inaceitáveis, uma vez que a adesão de camada é considerada inadequada nessas situações devido à presença de grandes regiões de delaminação no contorno da indentação.

Figura 2 - Classificação de falhas segundo norma VDI 3198; (a) Falhas aceitáveis; (b) Falhas inaceitáveis.



RESULTADOS E DISCUSSÕES

A avaliação da adesão de camada foi realizada através da execução de um ensaio de dureza Rockwell C e visualização das regiões indentadas através do microscópio eletrônico de varredura, sendo os resultados obtidos comparados com os padrões estabelecidos na Norma VDI 3198 (apresentados nas figuras 2 (a) e (b)). A camada de boreto formada a 800 °C e 6 horas pode ser observada na Figura 3, ilustrando a microestrutura característica deste tipo de tratamento. O padrão encontrado para as outras condições apresentadas podem ser melhor observadas no artigo precedente (JERONIMO et al., 2022).

A Figura 4 apresenta os resultados das indentações realizadas em amostras tratadas a 800 °C. Os índices “a”, “b” e “c” indicam, respectivamente, os tempos de tratamento de 2, 4 e 6 horas, enquanto os índices 1, 2 e 3 indicam o aumento das imagens em 150, 500 e 1500 vezes.

Nas imagens, verifica-se de forma predominante a presença de microtrincas radiais e circunferenciais, com destaque para uma pequena delaminação na amostra tratada a 800 °C e 6 h (Figura 4, c2), o que indica a formação de uma camada com comportamento frágil.



Possível visualizar que as condições de tratamento sob 800 °C e 2 e 4 horas (a1, a2 e a3; b1, b2 e b3) possuem características de falhas semelhantes a HF1; sob a temperatura de 800 °C e 6 horas (c1, c2 e c3), as falhas se assemelham a HF3, sendo todas elas consideradas aceitáveis.

Figura 3 - Seção transversal da amostra tratada a 800 °C e 6 h (x2000).

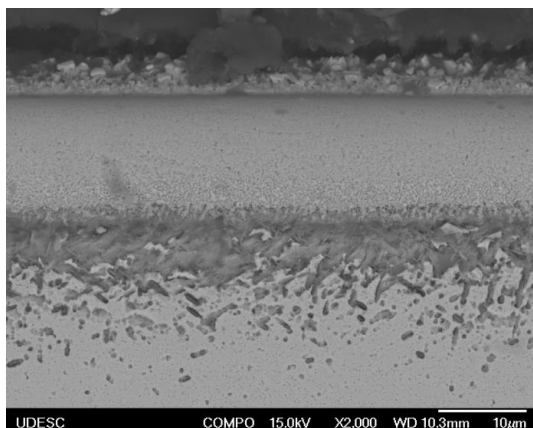
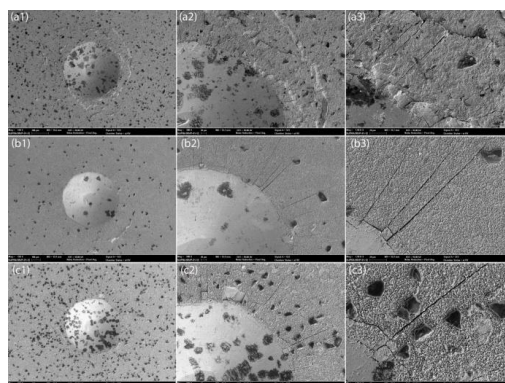


Figura 4 - Resultados das indentações nas condições de tratamento com temperatura de 800 °C e tempos 2h (a), 4h (b) e 6h (c). Índices 1, 2 e 3 referem-se respectivamente ao aumento das imagens em 150, 500 e 1500 vezes.



Na Figura 5, são mostrados os resultados das amostras tratadas a 900 °C. Os índices “a”, “b” e “c” indicam, respectivamente, os tempos de tratamento de 2, 4 e 6 horas, enquanto os índices 1, 2 e 3 representam o aumento das imagens em 150, 500 e 1500 vezes.

Verifica-se, também nestes resultados, a presença de microtrincas radiais e circunferenciais; todavia, na condição de tratamento 900 °C e 6 h (Figura 5, c1, c2 e c3) há uma delaminação de tamanho considerável, o que indica a formação de uma camada com comportamento frágil e redução da coesão entre a camada e o substrato.

Importante frisar que a espessura de camada aumenta com o tempo de tratamento, assim como a dureza ao longo da seção transversal, o que pode influenciar na adesão da camada. Nas presentes condições de tratamento, sob 900 °C e 2 e 4 horas (Figura 5 a1, a2 e a3; b1, b2 e b3) as amostras apresentaram características de falhas semelhantes a HF1; sob a temperatura de 900 °C e 6 horas (Figura 5 c1, c2 e c3), as falhas se assemelham a HF3, sendo todas também consideradas aceitáveis.

Por fim, na Figura 6, tem-se os resultados das amostras tratadas a 1000 °C. Os índices “a”, “b” e “c”, bem como 1, 2 e 3, possuem o mesmo padrão das imagens anteriores.

Em todos os resultados obtidos sob esta condição, infere-se apenas a presença de microtrincas radiais e circunferenciais, indicando grande coesão entre o substrato e a camada formada.



Figura 5- Resultados das indentações nas condições de tratamento com temperatura de 900 °C e tempos 2h (a), 4h (b) e 6h (c). Índices 1, 2 e 3 referem-se respectivamente ao aumento das imagens em 150, 500 e 1500 vezes.

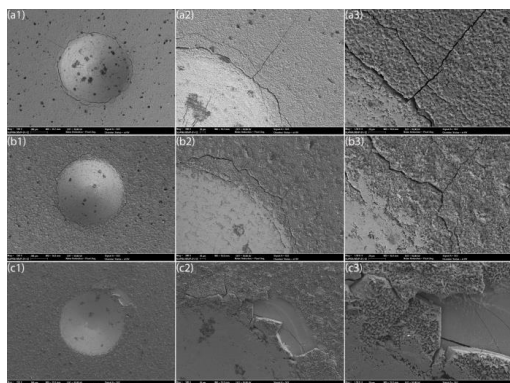
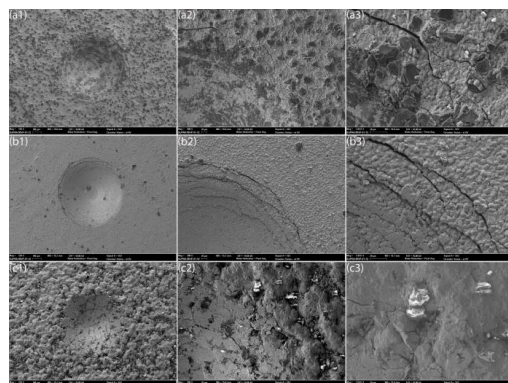


Figura 6- Resultados das indentações nas condições de tratamento com temperatura de 1000 °C e tempos 2h (a), 4h (b) e 6h (c). Índices 1, 2 e 3 referem-se respectivamente ao aumento das imagens em 150, 500 e 1500 vezes.



Além disso, a espessura de camada formada em todas as amostras chega a ser dez vezes maior do que as condições apresentadas anteriormente, mostrando-se como um fator relevante para os resultados obtidos. Nestas condições de tratamento, sob 1000 °C, todas as amostras apresentaram características de falhas semelhantes a HF1, estando dentro de um padrão aceitável.

Os resultados obtidos se assemelham e são corroborados pelos encontrados na literatura de referência, como exemplos, no material Inconel 600 boretado a laser (KULKA et al., 2013), na liga de níquel 201 boretada (GUNES, Ibrahim; KAYALI, 2014) e para a boretação por pasta a plasma de ligas de níquel (MAKUCH et al., 2019), para todos estes casos, as camadas formadas foram classificadas dentro dos parâmetros aceitáveis pela norma e com falhas com o padrão máximo de HF3.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Considerando os resultados apresentados, pode-se chegar às seguintes conclusões:

- Nas condições apresentadas, o tratamento termoquímico de boretação na superliga de níquel Inconel 718 resulta em camadas com aderência adequadas segundo a norma VDI 3198;
- A espessura de camada pode ser considerada um fator relevante para a adesão das camadas formadas;
- As camadas tratadas a 800 °C e 900 °C por 6 horas apresentam delaminações, características de comportamento frágil;
- Os melhores padrões de falhas obtidos após os ensaios de indentação são observados em todas as amostras tratadas a 1000 °C (de 2 a 6 horas).



REFERÊNCIAS

1. ANTHYMIDIS, K. G.; STERGIOUDIS, G.; TSIPAS, D. N. Boride coatings on non-ferrous materials in a fluidized bed reactor and their properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 3, n. 4, p. 303–311, 2002.
2. ANTHYMIDIS, K G et al. Boriding of nickel in a fluidized bed reactor. **Materials Research Bulletin**, v. 37, p. 515–522, 2002.
3. AYTEKIN, Halil; AKÇIN, Yelda. Characterization of borided Incoloy 825 alloy. **Materials and Design**, v. 50, p. 515–521, 2013.
4. CAMPOS-SILVA, I. et al. Effects of scratch tests on the adhesive and cohesive properties of borided Inconel 718 superalloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 349, n. May, p. 917–927, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.05.086>>.
5. Campos-Silva, I.; Contla-Pacheco, A. D.; Figueroa-López, U.; Martínez-Trinidad, J.; Garduño-Alva, A.; Ortega-Avilés, M.. Sliding wear resistance of nickel boride layers on an Inconel 718 superalloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 378, n. August, p. 124862, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.06.099>>.
6. DENG, De Wei et al. Effect of standard heat treatment on microstructure and properties of borided Inconel 718. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition)**, v. 25, n. 2, p. 437–443, 2015. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(15\)63621-4](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63621-4)>.
7. ELTTAYEF, Abdulhussain K; ABASS, Laith Nadhim; AL-LATIF, Lubna Ghazi Abd. Improvement mechanical properties of Inconel and Monel alloys synthesis by laser coating. **Optics and Laser Technology**, v. 109, p. 49–54, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.07.021>>.
8. GUNES, I et al. Growth kinetics of boride layers formed on 99 . 0 % purity nickel. **Bull. Mater. Sci.**, v. 38, n. 4, p. 1113–1118, 2015.
9. GUNES, Ibrahim; KAYALI, Yusuf. Investigation of mechanical properties of borided Nickel 201 alloy. **Materials and Design**, v. 53, p. 577–580, 2014. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.001>>.
10. JERONIMO, Jefferson Luiz et al. Microstrutural, mechanical characterizations and corrosion behaviour of borides layers on Inconel 718 superalloy. **Results in Engineering**, v. 16, n. August, p. 100783, 2022. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.rineng.2022.100783>>.
11. KRELLING, A P et al. Microstructure and properties of borided Monel 400 alloy. **Materials Research Express**, 2019.
12. Krelling, A. P.; Costa, C. E.; Milan, J. C. G.; Almeida, E. A. S.. Tribology International Micro-abrasive wear mechanisms of borided AISI 1020 steel. **Tribology International**, v. 111, n. March, p. 234–242, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.triboint.2017.03.017>>.
13. KRELLING, A P; MILAN, J C G; COSTA, C E. Tribological behaviour of borided H13 steel with different boriding agents. **Surface Engineering**, v. 31, n. 8, p. 581–587, 2015.
14. KULKA, M. et al. Microstructure and properties of laser-borided Inconel 600-alloy. **Applied Surface Science**, v. 284, p. 757–771, 2013. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.07.167>>.
15. LOU, D C et al. Microstructure and property investigation of paste boronized pure nickel and Nimonic 90 superalloy. **Materials Chemistry and Physics**, v.



- 115, p. 239–244, 2009.
16. MAKUCH, N et al. The influence of chemical composition of Ni-based alloys on microstructure and mechanical properties of plasma paste borided layers. **Surface & Coatings Technology**, v. 367, n. February, p. 187–202, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.03.042>>.
17. MAKUCH, N; KULKA, M. Fracture toughness of hard ceramic phases produced on Nimonic 80A-alloy by gas boriding. **Ceramics International**, v. 42, p. 3275–3289, 2016.
18. MONTAZERI, Saharnaz; ARAMESH, Maryam; VELDHUIS, Stephen C. Novel application of ultra-soft and lubricious materials for cutting tool protection and enhancement of machining induced surface integrity of Inconel 718. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 57, n. January, p. 431–443, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.07.002>>.
19. MU, Dong et al. Microstructure analysis of boronized pure nickel using boronizing powders with SiC as diluent. **Vaccum**, v. 83, n. 12, p. 1481–1484, 2009. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.vacuum.2009.06.048>>.
20. MUHAMMAD., W. et al. Evaluation of Halide-Activated Pack Boriding of INCONEL 722. **METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A**, v. VOLUME 30A, p. 671–675, 1999.
21. ÖZBEK, Ibrahim et al. The characterization of borided 99.5% purity nickel. **Surface and Coatings Technology**, v. 126, n. 2–3, p. 166–170, 2000.
22. PALOMBARINI, G; CARBUCICCHIO, M. Influence of carbon on the chromium redistribution when boriding iron alloys. **MATERIALS SCIENCE LETTERS**, v. 12, p. 797–798, 1993.
23. UEDA, N et al. Boriding of nickel by the powder-pack method. **Surface and Coatings Technology**, v. 127, p. 25–30, 2000.
24. VIDAKIS, N; ANTONIADIS, A; BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. v. 144, p. 481–485, 2003.
25. XU, Zhibiao et al. Tribological behaviors and microstructure evolution of Inconel 718 superalloy at mid-high temperature. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 14, p. 2174–2184, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.07.102>>.