



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  
Escola Politécnica

# Análise da Evolução de Fases da Superliga de Níquel 718 em Altas Temperaturas

Rodrigo Pereira Gonçalves

Projeto de Graduação apresentado ao  
Curso de Engenharia Metalúrgica da  
Escola Politécnica, Universidade Federal  
do Rio de Janeiro, como parte dos  
requisitos necessários a obtenção do título  
de Engenheiro Metalúrgico.

Orientadores: Leonardo Sales Araújo  
Luiz Henrique de Almeida

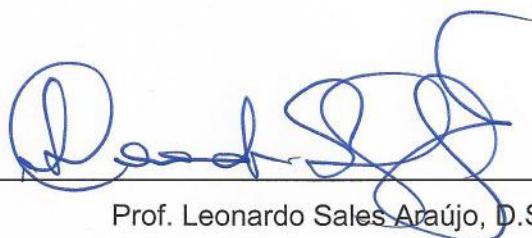
Rio de Janeiro  
Março de 2016

ANÁLISE DA EVOLUÇÃO DE FASES DA SUPERLIGA DE  
NÍQUEL 718 EM ALTAS TEMPERATURAS

Rodrigo Pereira Gonçalves


PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE  
ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO

Examinada por:



---

Prof. Leonardo Sales Araújo, D.Sc.



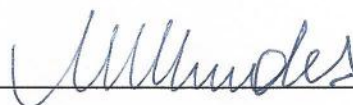
---

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.



---

Profa. Rafaella Martins Ribeiro, D. Sc.



---

Prof. Matheus Campolina Mendes, M. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

MARÇO DE 2016

Gonçalves, Rodrigo Pereira

Análise da Evolução de Fases da Superliga de Níquel 718 em Altas Temperaturas/Rodrigo Pereira Gonçalves - Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2016.

VII, 50 p.: il; 29,7 cm.

Orientadores: Leonardo Sales Araújo

Luiz Henrique de Almeida

Projeto de graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2016.

Referências Bibliográficas: p. 47-50.

1. Superliga 718. 2. Fase de Laves. 3. Carbetto de nióbio. 4. Oxidação em altas temperaturas.

I. Araújo, Leonardo Sales *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Análise da Evolução de Fases da Superliga de Níquel 718 em Altas Temperaturas.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e grandes amigos, Omar e Elizabeth, por cada princípio passado à mim diariamente, me direcionando no caminho correto quantas vezes fossem necessárias. Agradeço também ao apoio e ajuda dados nas escolhas que tive que tomar minha vida, e principalmente por terem me proporcionado condições, mais do que suficientes, para que chegasse até aqui.

Ao meu amigo e irmão Thiago, por ter estado presente em todos os momentos importantes, me fazendo rir constantemente e tornando tudo um pouco mais fácil.

Aos meus avós maternos Sylvio e Marisa, e aos paternos, Oswaldo e Aldaisa, juntamente com minha tia Dayse, por todo o tempo dedicado a mim, tratando a mim e meu irmão como filhos. Também por serem grandes responsáveis pela formação do meu caráter, e pela força passada à mim, mesmo aqueles que não estão mais presentes.

À minha namorada Adriana, pelo apoio incondicional, sempre me motivando nos momentos mais difíceis com carinho e amor.

À grande amiga Juliana Paiva, por me acompanhar desde o colégio, estendendo a mão nos momentos que precisei, e sorrindo em todas as alegrias vividas juntas.

À grande amiga e ex-colega de trabalho Thais Pintor, pelas oportunidades e ensinamentos que tive por estar ao seu lado, e pela ajuda em diversas situações onde foi essencial.

À amiga Paula, por cada conversa, conselho, desabafo, hambúrguer, brownie e principalmente pela companhia, juntamente com os outros amigos caroneiros, que tornaram o trajeto Méier-Fundão mais curto e engraçado.

Aos amigos Ughor e Raphael, pela convivência dentro e fora da universidade, sem os quais tudo teria sido mais árduo e menos gratificante.

Aos amigos Gabriel, Virgínia, Marcus Vinícius, Anderson, Victor, Cecília, Leonardo e Breno, pelo grupo de amigos que nos tornamos e pelos momentos vividos ao longo da faculdade.

Aos amigos e companheiros no PRH-35 Bruno, Camilla, Amanda pela ajuda mútua constantes nos trabalhos e nas disciplinas cursadas, assim como pelo convívio.

À amiga Amanda Varela, pela ajuda de forma ativa durante a parte final do projeto, tendo me incentivado e aconselhado nesta etapa.

Aos colegas de trabalho Ricardo, Sandra, Patrícia, e à todos os outros da equipe do Laboratório de Recobrimentos Protetores pelas experiências que passamos.

Aos amigos Pedro Porto, Hayla, Rangler, e ao restante da equipe restante do Laboratório de Tecnologia Mineral, pois aprendi muito sobre diversos aspectos nos aspectos profissionais e pessoais.

À toda a equipe do Laboratório de Propriedades Mecânicas, em especial a Sonia, Leandro e Monique.

À professora Paula Jardim, por ter cedido o espaço do Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos para a realização dos tratamentos térmicos.

Aos técnicos Osvaldo, Nelson e João, pela ajuda na preparação de algumas amostras utilizadas no projeto.

Ao meu orientador Leonardo Sales, por toda orientação durante os projetos realizados, pelos conselhos e conhecimentos transmitidos, e principalmente pelo exemplo de pessoa e profissional.

Ao meu co-orientador Luiz Henrique, pela oportunidade de trabalhar em conjunto em diversas oportunidades, e pelos ensinamentos ao longo da graduação.

À professora Rafaella Martins, que juntamente com meu orientador me fizeram enxergar a universidade de forma diferente, devido aos seus respectivos métodos de se relacionar com os alunos e ministrar as disciplinas.

Ao professor e orientador acadêmico Sérgio Camargo, pela ajuda nas decisões que tomei no início da minha jornada na universidade.

Ao professor Luís Marcelo, pela oportunidade de trabalhar conjuntamente, pelos princípios transmitidos e pelo exemplo de organização e caráter.

À professora Renata, que ocupou o cargo de coordenadora de curso durante o período mais decisivo da minha graduação, tendo me ajudado em diversas situações.

Aos professores Bastian, Dilson, Paulo Emilio, Lula e Payão, por na minha opinião, além dos já citados, serem os que mais influenciaram na minha formação profissional.

Aos colegas de trabalho Dayanne, Lidiana, Karla, Leandro, Thais Sequeira e Raquel Reis, com os quais convivi diariamente, conquistando conhecimento e maturidade. Em especial à Dayanne, que foi minha gestora durante tal período, se tornando exemplo de tal função.

Ao PRH-35, pela oportunidade de desenvolvimento pessoal e pelo apoio financeiro ao projeto.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico

## ANÁLISE DA EVOLUÇÃO DE FASES DA SUPERLIGA DE NÍQUEL 718 EM ALTAS TEMPERATURAS

Rodrigo Pereira Gonçalves

Março/2016

Orientadores: Leonardo Sales Araújo e Luiz Henrique de Almeida

Curso: Engenharia Metalúrgica

A superliga de níquel 718 é largamente utilizada em diversos setores da indústria, como o nuclear, aeroespacial, químico e de óleo e gás. Apesar de suas excelentes propriedades mecânicas, de temperaturas criogênicas até aproximadamente 650°C, boa resistência a corrosão e a degradação quando exposta ao fluxo de nêutrons, estudos visando compreender plenamente a metalurgia física da superliga continuam sendo realizados.

O presente trabalho consiste no estudo da evolução das fases encontradas na microestrutura da superliga 718 quando mantida a 1300°C em diferentes períodos de tempo, visando a dissolução do NbC. A análise de tal evolução foi baseada em micrografias feitas por microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X. Medidas de tamanho de grão e o cálculo da fração de fases formadas durante o tratamento térmico foram feitas baseados nas micrografias.

Os resultados evidenciam que em curtos tempos de tratamento térmico já há intensa formação de fase de Laves, permanecendo praticamente estável até o intervalo de uma hora, onde começa a sofrer degradação. Tal degradação é associada diretamente ao crescimento dos grãos, reduzindo assim sua área de contornos que por sua vez, é o lugar preferencial para o acúmulo dessa fase. Outro fator diretamente associado é o comportamento da superliga a temperatura de 1300°C, que se degrada bastante devido à oxidação.

*Palavras-chave: Superliga 718, Fase de Laves, Carbetto de nióbio, Oxidação em altas temperaturas*

Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

PHASE EVOLUTION ANALYSIS OF NICKEL SUPERALLOY 718  
AT HIGH TEMPERATURES

Rodrigo Pereira Gonçalves

March/2016

Advisors: Leonardo Sales Araújo and Luiz Henrique de Almeida

Course: Metallurgical Engineering

The nickel superalloy 718 is widely used in various sectors of industry, such as nuclear, aerospace, chemical and oil and gas. Due to its excellent mechanical properties, from cryogenic temperatures up to about 650°C, good resistance to corrosion and degradation when exposed to neutron flux, studies aiming to improve its applications are still being carried out.

The present work is the study of the evolution of the phases found in the microstructure of superalloy 718 when kept at 1300°C in different periods of time, aiming at the dissolution of NbC. The analysis of this evolution was based on micrographs taken by scanning electron microscopy and x-ray diffraction. Grain size measurements and calculation of the phases fraction formed during heat treatment were conducted based on the micrographs.

The results show that in short heat treatment times there is already intense formation of Laves phase, remaining stable until one hour, beginning to suffer degradation. Such degradation is directly associated with grain growth, thereby reducing the area contour which, in turn, is the preferred place for the accumulation phase. Another factor is directly associated with the behavior of superalloy at 1300°C, which degrades solely due to oxidation.

*Keywords: Superalloy 718, Laves phase, Niobium carbide, High temperature oxidation*

## SUMÁRIO

1. Introdução.....	1
2. Revisão Bibliográfica .....	4
2.1. A superliga de níquel 718.....	4
2.1.1. Principais propriedades e características.....	5
2.1.2. Fases presentes .....	6
2.1.3. Processamento.....	8
2.1.3.1. Fusão por indução à vácuo - VIM.....	10
2.1.3.2. Refusão por eletroescória - ESR.....	10
2.1.3.3. Refusão por arco elétrico à vácuo - VAR .....	11
2.1.3.4. Solidificação.....	11
2.1.4. Tratamentos térmicos .....	17
2.1.5. Oxidação em altas temperaturas .....	21
3. Materiais e Métodos .....	23
3.1. Material.....	23
3.2. Tratamentos térmicos .....	24
3.3. Preparação metalográfica.....	25
3.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	25
3.5. Difração de raios-X.....	26
3.6. Medidas de tamanho de grão e fração de fase .....	26
4. Resultados e Discussão .....	28
4.1. Microscopia eletrônica de varredura .....	28
4.2. Difração de raios X .....	41
4.3. Tamanho de grão e fração de fase .....	43
5. Conclusões.....	46
6. Referências bibliográficas.....	47



## 1. Introdução

Das indústrias que conhecemos, as dos setores nuclear, aeroespacial e de óleo e gás são as que historicamente demandam maior grau de desenvolvimento nos materiais utilizados. Este fato se dá justamente pelas condições extremas de operação de cada uma delas. Com a busca contínua pela maior vida útil e alta performance dos equipamentos utilizados nestes setores, os estudos sobre os efeitos dos elementos de liga e do desenvolvimento de rotas de processamento são realizados até hoje para adequar a microestrutura, que implica diretamente nas propriedades do material, às necessidades requeridas para aplicações cada vez mais específicas [1,2].

O grupo de materiais que de forma geral é mais adequado às solicitações de temperatura, altas e baixas, ambientes corrosivos, e altas tensões, é conhecido como superligas. Estas são divididas em superligas à base de ferro, cobalto ou níquel, com adições de outros elementos de liga como cromo, molibdênio, nióbio, titânio, tântalo, tungstênio e alumínio [3,4].

Dentre as superligas, as que mais se destacam são as de níquel, principalmente a superliga 718, comercialmente conhecida como Inconel 718, marca registrada da International Nickel Corporation (Inco). Esta superliga é responsável por mais de 50% da produção das superligas desde sua criação em 1959 [5]. A grande utilização desta superliga pode ser justificada por sua ampla gama de aplicações, resultante de sua alta resistência e ductilidade entre temperaturas de  $-250^{\circ}\text{C}$  e  $700^{\circ}\text{C}$ . Além disso, possuem boa conformabilidade e excelente soldabilidade, graças a maiores adições de nióbio e de ferro, estando menos susceptível ao trincamento pós-soldagem em relação a outras superligas de níquel [6,7].

A superliga de níquel 718 possui matriz austenítica ( $\gamma$ ), cúbica de face centrada, e os principais elementos de liga presentes apresentados em ordem decrescente de teor são: cromo, ferro, nióbio, molibdênio, titânio, alumínio e cobalto. Seu principal mecanismo de endurecimento é a precipitação de segunda fase. As principais fases precipitadas para fins de ganho de resistência são as fases metaestáveis  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . Esta última, quando precipitada de forma coerente com a matriz, se mostra como a principal fase endurecedora, sendo ainda muito mais relevante em termos de agregar resistência a liga do que em termos de controle do tamanho de grão, como demonstrado por Valle [8].

O presente trabalho tem como objetivo estudar a dissolução dos carbeto de nióbio (NbC). Estes possuem efeitos benéficos como o aumento de resistência da matriz e a ancoragem de contorno de grão, reduzindo o deslizamento entre estes e favorecendo a resistência à fluência da superliga. Entretanto, também são apontados como fontes geradoras de discordâncias e locais preferenciais para nucleação de trincas [7]. De acordo com Gao e Wei [9], o NbC ainda pode dar origem a outro tipo de carbeto quando exposto a temperaturas acima de 700°C, segundo a reação  $\text{NbC} + \gamma \rightarrow \text{M}_{23}\text{C}_6 + \text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ , retirando elementos da matriz e a empobrecendo, reduzindo assim sua resistência a corrosão. Além da matriz  $\gamma$ , o NbC é uma das poucas fases remanescentes após os tratamentos de homogeneização e solubilização.

Após simulações com o software Thermo-Calc<sup>®</sup>, utilizando a base de dados TTNI8, a temperatura de 1300°C foi estabelecida como a temperatura ideal para o tratamento térmico de dissolução do NbC, seguido de resfriamento em água. Ainda nos resultados das simulações, potenciais problemas já eram esperados devido à previsão de fase líquida resultante da alta temperatura dos tratamentos térmicos, que pretendiam avaliar o resultado de sua dissolução nas propriedades da liga. As amostras utilizadas foram recebidas já termicamente tratadas, submetidas ao processo de solubilização a 1030°C por 2 horas e resfriadas em água, seguindo o critério da norma API6A 718 [10], utilizada na indústria de óleo e gás.

Com a observação macroscópica das amostras após os tratamento térmicos foi possível notar alto grau de oxidação, assim como de deformação. Outros problemas foram constatados quando a observação foi feita microscopicamente, como a liquefação dos contornos de grão.

Para a caracterização das amostras foram utilizadas as técnicas de microscopia eletrônica de varredura, espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS) e difração de raios X.

Com os resultados obtidos, observou-se que ao longo do tratamento térmico houve um aumento no tamanho de grão da ordem de 240% em relação ao material como recebido, devido a permanência por longos períodos de tempo em elevada temperatura.

A formação da fase de Laves foi intensa mesmo para curtos períodos de tempo. O principal fato observado foi referente à nucleação da fase, que começou a se formar tanto nos contornos quanto no interior do grão, local onde possivelmente estavam localizados os carbeto de nióbio, e com o decorrer do tempo sofreu dissolução e passou a nuclear-se preferencialmente nos contornos de grão.

A partir de certo período de exposição, a fração de fase de Laves apresentou redução, a qual pode ser explicada pela mudança de local de nucleação da fase para os contornos de grão atrelada ao crescimento deste, gerando assim um maior grau de concentração da fase, visto que há menos área de contornos. Juntamente com a concentração nos contornos, o elevado grau de oxidação da superliga 718 a 1300°C contribui para a extrema fragilização observada.

Por fim, obteve-se êxito na dissolução dos carbeto. Porém, a intensa formação da fase de Laves, mesmo para tempos pequenos, associada ao grau de oxidação apresentado pela superliga nessa faixa de temperatura mostrou que o tratamento térmico para a dissolução dos carbeto de nióbio não apresenta nenhuma vantagem sob o ponto de vista de metalurgia física e de propriedades mecânicas.

## 2. Revisão Bibliográfica

### 2.1. A superliga de níquel 718

Em 1959, a Inco apresentou a nova liga desenvolvida e nomeada como Inconel 718. Baseada na matriz níquel-ferro-cromo, esta diferencia-se das outras superligas de níquel pela substituição de quantidades consideráveis de alumínio e titânio por nióbio e também de cobalto e molibdênio por ferro.

Tais mudanças reduziram a temperatura de operação dessa superliga, mas em compensação diminuíram o custo e melhoraram muito a soldabilidade do material, propriedade esta que é um problema característico das superligas endurecidas por precipitação que, em geral, apresentam problemas de trincamento por envelhecimento após os procedimentos de soldagem.

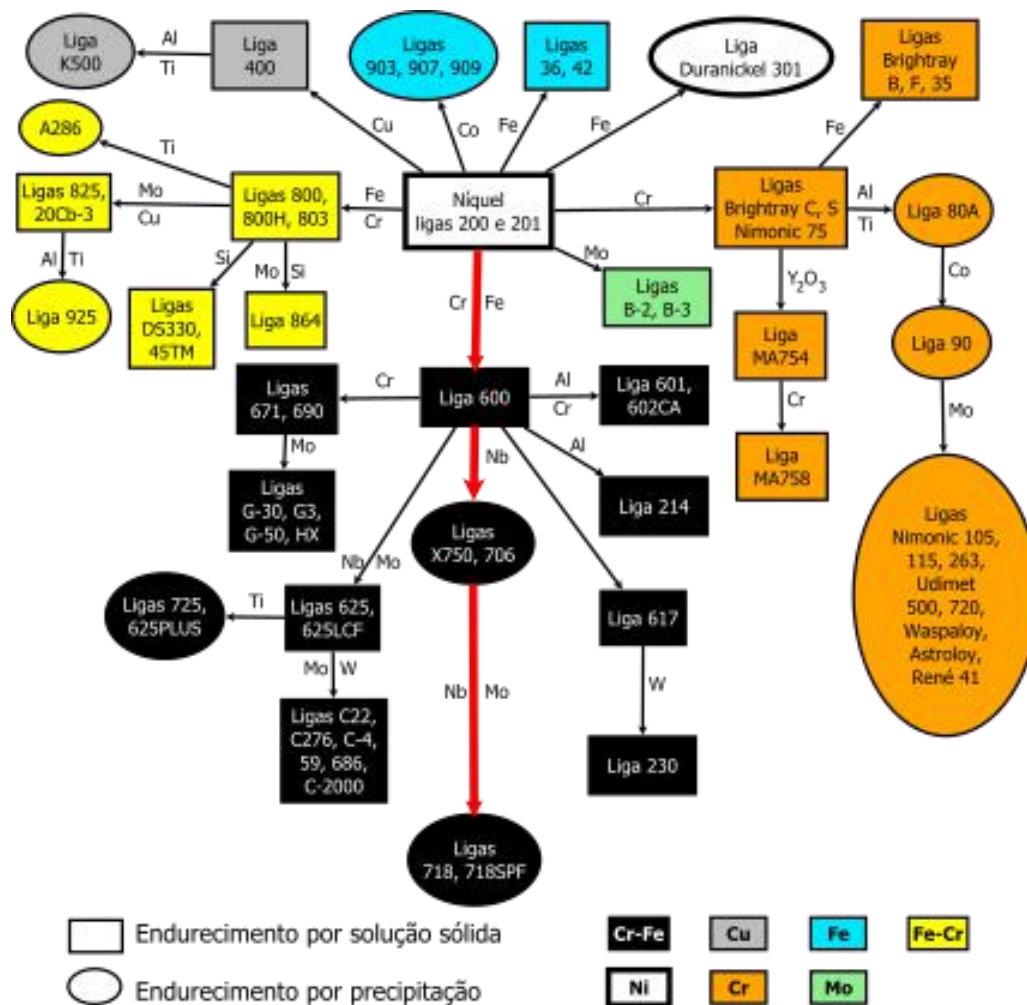


Figura 2.1.1 - Desenvolvimento das ligas forjadas e o fluxo de desenvolvimento para a superliga 718 [2].

### 2.1.1. Principais propriedades e características

A Inconel 718 é utilizada em diversos setores da indústria devido a sua ampla gama de aplicações. Seja na indústria nuclear, por apresentar boa resistência à degradação induzida pelo fluxo de nêutrons [11]. Na indústria aeronáutica, onde sua rota de processamento e tratamentos térmicos é esquematizada para manter os grãos suficientemente pequenos, aumentando sua vida em fadiga [12]. Ou ainda nos setores químicos e de óleo e gás, sendo solicitados em termos de altas pressões/tensões juntamente com altas concentrações de CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, cloretos e outras substâncias corrosivas [13].

Por ter ampla aplicabilidade e ter seu custo reduzido frente a outras superligas, principalmente pela substituição de elementos como alumínio, cobalto, titânio e tungstênio por ferro e nióbio, a superliga 718 é a responsável por mais de 50% da produção de superligas desde seu desenvolvimento [5]. A Tabela 2.1.1 evidencia a diferença de composição química da superliga 718 frente às outras superligas de níquel. Na Tabela 2.1.2 é possível observar a faixa aceitável de cada elemento da superliga.

Tabela 2.1.1 - Composição química de superligas de níquel. Adaptado de [14].

Liga/Elemento (%peso)	Ni	Cr	Co	Mo	W	Nb	Al	Ti	Fe	C	B
Astroloy	55,0	15,0	17,0	5,3	0,0	0,0	4,0	3,5	0,0	0,06	0,03
Cabot 214	75,0	16,0	0,0	4,0	0,0	0,0	4,5	0,0	2,5	0,0	0,0
D-919	45,0	15,0	0,0	4,0	0,0	0,0	1,0	3,0	27,0	0,05	0,01
Hastelloy G-30	42,7	29,5	2,0	5,5	2,5	0,8	0,0	0,0	15,0	0,03	0,0
Hastelloy S	67,0	15,5	0,0	14,5	0,0	0,0	0,3	0,0	1,0	0,0	0,009
Hastelloy X	47,0	22,0	1,5	9,0	0,6	0,0	0,0	0,0	18,5	0,1	0,0
Haynes 230	57,0	22,0	0,0	2,0	14,0	0,0	0,3	0,0	0,0	0,1	0,0
Inconel 600	76,0	15,5	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	8,0	0,08	0,0
Inconel 617	54,0	22,0	12,5	9,0	0,0	0,0	1,0	0,3	0,0	0,07	0,0
Inconel 625	61,0	21,5	0,0	9,0	0,0	3,6	0,2	0,2	2,5	0,05	0,0
Inconel 706	41,5	16,0	0,0	0,0	0,0	2,9	0,2	1,8	40,0	0,03	0,0
<b>Inconel 718</b>	52,5	19,0	<b>0,0</b>	3,0	<b>0,0</b>	<b>5,1</b>	<b>0,5</b>	<b>0,9</b>	<b>18,5</b>	0,04	0,0

Tabela 2.1.2 - Faixa de composição química da liga Inconel 718. Adaptado de [15].

Composição química em % peso													
	Ni	Cr	Fe	Co	Mo	Nb + Ta	Ti	Al	C	Mn	Si	B	Cu
<b>Mín.</b>	50,0	17,0	12,2	-	2,8	4,75	0,65	0,20	-	-	-	-	-
<b>Máx.</b>	55,0	21,0	24,6	1,0	3,3	5,50	1,15	0,8	0,08	0,35	0,35	0,1	0,30

A resistência da liga provém principalmente da precipitação da fase  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), de forma coerente com a matriz  $\gamma$ , dificultando assim a movimentação das discordâncias ao longo do material. O níquel, assim como nos aços inoxidáveis, é um elemento austenizante, e como este é a base da liga, sua estrutura cúbica de fase centrada, mantém a matriz  $\gamma$  estável de temperaturas muito baixas, consideradas criogênicas, até seu ponto de fusão, sem transformação alotrópica.

### 2.1.2. Fases presentes

Pela complexidade da superliga 718, consequência da adição de diversos elementos de liga, várias fases podem ser encontradas em sua microestrutura. Parte destas aprimoram as propriedades da superliga, porém algumas são extremamente indesejáveis pelo seu caráter deletério. São as principais fases da Inconel 718: [5-7,12,16-22]

- Fase  $\gamma$ : É a matriz austenítica à base de níquel, exibindo todas as vantagens da estrutura CFC. Permite amplo teor de elementos em solução sólida, como Fe, Cr, Co, Mo, Ti e Al, possui alta ductilidade, devido aos seus vários sistemas de deslizamento, e ainda é estável em toda faixa de temperaturas, pela ausência de transformações alotrópicas.

- Fase  $\gamma'$ : Na maioria das superligas de níquel é a principal fase endurecedora, responsável pela resistência mecânica em elevadas temperaturas. Entretanto, na superliga 718 não é a fase mais efetiva. Sua precipitação se dá de forma rápida e homogênea, com uma baixa energia de superfície, na faixa de temperatura de 600 a 925°C. Possui grande estabilidade, pois apesar da rápida precipitação, sua taxa de crescimento é consideravelmente baixa, sofrendo envelhecimento em velocidades lentas a temperaturas de cerca de 70% da temperatura de fusão da liga. Normalmente, os precipitados são da ordem de 12 a 300 nm e sua fração presente na liga gira em torno de 4%. Sua relação de orientação com a matriz é  $\{100\}_\gamma // \{100\}_{\gamma'}$  e  $\langle 100 \rangle_\gamma // \langle 100 \rangle_{\gamma'}$ . Sua estrutura cristalina é CFC e sua fórmula estequiométrica é  $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ .

- Fase  $\gamma''$ : É a principal fase endurecedora na superliga 718, intimamente ligada com o teor de nióbio. Sua precipitação ocorre entre 600 e 980°C, de forma homogênea e, diferentemente da fase  $\gamma'$ , com baixíssima cinética de precipitação e elevada cinética de crescimento em temperaturas acima de 700°C. Sua lenta cinética de precipitação proporciona propriedades diferenciadas a esta superliga, como melhor conformabilidade e soldabilidade. Esta última em particular é uma das propriedades

diferenciadas que ampliam sua possibilidade de aplicação. Devido à lenta precipitação, é possível realizar tratamentos térmicos para alívio de tensões antes que a superliga seja endurecida, evitando o aparecimento de trincas. Os precipitados têm formato de discos achatados e normalmente medem menos de 30 nm. Seu teor na superliga é em geral cerca de 15%  $\gamma''$ . Com o coalescimento desta fase, que ocorre em temperaturas acima de 700°C, inicia-se a transformação para fase  $\delta$ . Exibe relações de orientação com a matriz de  $\{001\}\gamma'' // \{001\}\gamma$  e  $\langle 100 \rangle \gamma'' // \langle 100 \rangle \gamma$ , sua estrutura cristalina é TCC, com parâmetros de rede  $a_0=0,3624$  e  $c_0=0,7406$ . Sua fórmula estequiométrica é  $Ni_3Nb$ .

- Fase  $\delta$ : Assim como a fase  $\gamma''$ , sua fórmula estequiométrica é  $Ni_3Nb$ , porém com estrutura cristalina ortorrômbica. Termodinamicamente estável, precipita-se nos contornos da fase  $\gamma''$  ou na matriz  $\gamma$ . É classificada de acordo com a temperatura na qual foi precipitada, podendo ser chamada de  $\delta_{\text{baixa temperatura}}$ , quando formada durante o tratamento de envelhecimento, a cerca de 750°C, ou  $\delta_{\text{alta temperatura}}$ , quando formada entre 900 e 1000°C, durante o tratamento de solubilização. Quando formada à baixas temperaturas, apresenta-se quase que continuamente nos contornos de grão. Já as de alta temperatura, caracterizam-se por precipitados coalescidos e esferoidizados. É uma das fases cuja presença na liga reduz as propriedades mecânicas.

- Carbetos MC: Nesta superliga, os comumente formados são os carbeto de nióbio (NbC) e de titânio (TiC). Possuem estrutura cúbica e morfologia tipicamente globular e presentes preferencialmente nos contornos de grão. Começam a se formar durante a solidificação e têm estabilidade até temperaturas próximas a de fusão.

- Carbetos  $M_6C$ : Os mais comuns são  $Fe_3Mo_3C$  e  $Fe_3Nb_3C$ , de estrutura CFC, dispostos aleatoriamente, sendo formados entre 815 e 982°C. São encontrados principalmente em amostras com alto teor de silício.

- Carbetos  $M_{23}C_6$ : O mais comum é o  $Cr_{23}C_6$ , porém os elementos ferro e molibdênio podem substituir o cromo. Também possuem estrutura CFC e sua morfologia é bem diversificada, podendo ocorrer precipitação na forma de lamelas, placas, filmes e glóbulos. Sua formação é associada a reação:  $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$ .

- Fases Topologicamente Compactas: Do inglês *Topologically Close-Packed* (TCP), estas fases se formam normalmente nos contornos de grão, próximos aos carbeto lá presentes, e em formato acicular. Sua presença tem efeitos deletérios ao material, reduzindo a resistência mecânica em elevadas temperaturas e compromete-

tendo a ductilidade em temperatura ambiente. Com a correta rota de fabricação e processamento não é esperado encontrar tais fases. Porém, caso haja algum problema nos parâmetros de fabricação, nos tratamentos térmicos ou durante a exposição em temperaturas elevadas, as mesmas podem ocorrer.

- Fase  $\sigma$ : Formada quando a superliga é exposta por longos períodos de tempo na faixa de temperatura entre 540 e 705°C. Sua estrutura cristalina é tetragonal e sua fórmula estequiométrica é bem diversificada, combinando os elementos ferro, cromo, molibdênio e níquel.

- Fase de Laves: Sua estrutura é hexagonal, podendo ser composta pela combinação dos elementos níquel, cromo e ferro, com os elementos nióbio, molibdênio e titânio, na razão de 2:1. Sua formação é mais acentuada nos casos de maiores teores dos elementos ferro e silício. É normalmente formada durante a solidificação devido à segregação de elementos, principalmente de nióbio. Também é concebida em processos de soldagem ou em exposição à altas temperaturas.

### **2.1.3. Processamento**

Devido à quantidade de elementos constituintes da superliga 718 e sua ampla gama de aplicações, diversas rotas de processamento foram desenvolvidas ao longo dos anos no intuito de alcançar melhores propriedades e atender a demanda das indústrias por materiais de alto desempenho. As opções de processamento são resumidas pelo fluxograma da Figura 2.1.2.

Os avanços tecnológicos que tiveram maior responsabilidade no sentido de agregar um nível de propriedades mecânicas até então não alcançadas foram os métodos de fusão, que passaram a ser feitos à vácuo ou em atmosfera protegida por gases inertes. De acordo com SCHLATTER [23], um processo de fusão perfeito deveria ter inúmeras capacidades, sendo impossível em um mesmo processo real. As capacidades citadas são:

- Produzir um material com baixos teores de impurezas, inclusões e gases.
- Controlar com precisão a composição química.
- Realizar as operações de refino com agilidade.
- Não contaminar o material, nem pelo contato com a atmosfera, nem com as partes do equipamento.



- Controlar com precisão o processo de solidificação, evitando segregações e deixando a microestrutura homogênea.
- Ser eficiente, tendo alta produtividade com baixo custo operacional.

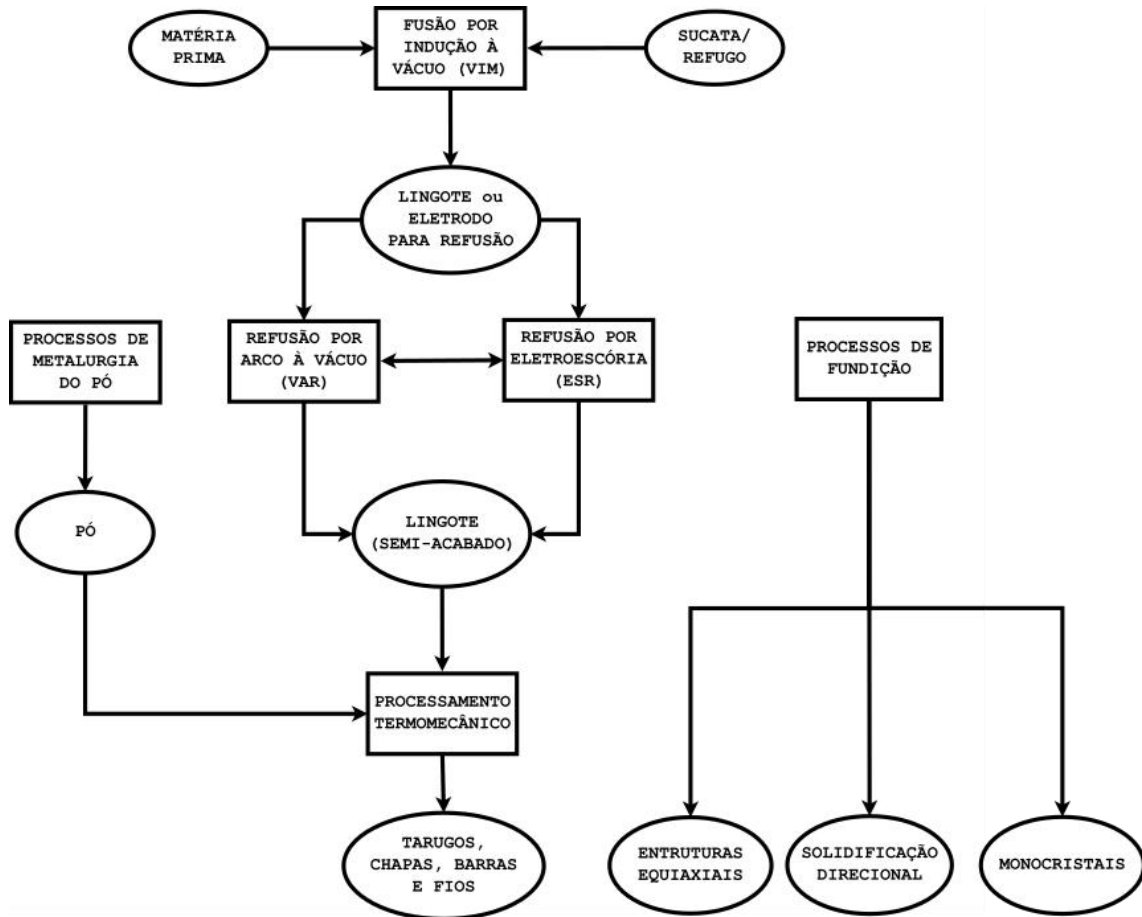


Figura 2.1.2 - Fluxograma de processamento da superliga 718 [2].

Sabendo da impossibilidade de um só processo preencher todos estes requisitos, esse foi separado em etapas, com objetivos diferentes. Para a liga estudada, a rota normal de fusão envolve uma ou duas etapas de refusão e o processo todo também é conhecido como tripla fusão. Este inicia-se com a fusão a vácuo por indução eletromagnética (VIM - *Vacuum Induction Melting*), seguida da refusão por eletroescória (ESR - *Electroslag Remelting*) e por último, da refusão por arco elétrico (VAR - *Vacuum Arc Remelting*) [24,25].

### **2.1.3.1. Fusão por indução à vácuo - VIM**

A fusão por indução a vácuo é a primeira etapa e tem por objetivo fazer as adições dos elementos de liga, retirar os elementos residuais voláteis, além de realizar as reações químicas de remoção de elementos, que tem a pressão como fator fundamental, por exemplo carbono, oxigênio, nitrogênio e hidrogênio.

O equipamento é composto basicamente por um cadinho de material refratário, circundado por bobinas de tubos de cobre, que criam um campo magnético, o qual, além de gerar calor para o processo de fusão, ajuda na agitação do banho. Os tubos são refrigerados por água e a parte externa do forno normalmente é feita de aço inoxidável [17,24].

Além das reações citadas e da adição de elementos de liga, também são adicionados cálcio e magnésio, normalmente ligados com níquel, para as reações de desoxidação e dessulfuração, respectivamente.

### **2.1.3.2. Refusão por eletroescória - ESR**

O produto da fusão anterior é utilizado como eletrodo nesta nova etapa, onde será refundido através do calor gerado pela corrente elétrica que passa por ele próprio e pela escória. Ao ser aquecido e atingir o estado líquido, o eletrodo começa a gotejar, fazendo com que estas gotas passem pelo banho de escória líquida, onde ocorrem as reações de refino, escorificação das inclusões não metálicas e liberação da escória aprisionada, remanescente do processo anterior. Sendo assim, seu objetivo principal é homogeneizar a estrutura, deixando-a com sem formação de vazios, e reduzir ainda mais o teor de enxofre [26,27].

Ao passar pelo banho de escória líquido, as gotas de metal se encontram com as paredes e base do molde de cobre, que por sua vez é resfriado com água. Por conta deste resfriamento, inicia-se a solidificação do lingote refundido. O metal líquido sofre separação da escória por diferença de densidade, ficando a camada de escória na parte de cima, por ser a menos densa [26].

Apesar do processo acontecer à pressão atmosférica, diferentemente das outras duas etapas de fusão, aqui a escória é quem protege o metal líquido do contato com a atmosfera, havendo ainda a possibilidade de utilizar gases inertes para garantir ainda mais essa proteção.

### **2.1.3.3. Refusão por arco elétrico à vácuo - VAR**

Sendo a última etapa de refusão do lingote, esta acontece por meio de um arco elétrico gerado entre a poça de fusão (ânodo) e o eletrodo (catodo, proveniente da etapa de refusão anterior). Devido ao calor gerado pelo arco elétrico, o eletrodo começa a transferir sua massa em forma de metal líquido, que, assim como no processo de fusão por eletroescória, começa a ser resfriado devido à troca de calor feita pelo molde resfriado à água.

Esta fase é a responsável por controlar a estrutura de solidificação do lingote, mais eficiente que a etapa de refusão por eletroescória devido a sua maior capacidade de resfriamento, que permite que a realização do processo de solidificação da liga se dê de forma direcional [27].

Este processo à vácuo, assim como no VIM, é eficiente na retirada de elementos cujas reações químicas ocorrem mais facilmente à baixas pressões, além de também ser eficaz na eliminação de outras inclusões, que podem ser retiradas pelo processo de flotação (na poça de fusão) [24,25].

Devido sua capacidade de resfriamento, esta etapa é muito utilizada por ligas metálicas que são sensíveis à segregação de alguns elementos. Entre elas, a superliga estudada sofre com a segregação de nióbio, que podem levar a problemas microestruturais graves no material.

### **2.1.3.4. Solidificação**

A superliga 718 apresenta grandes dificuldades durante seu processamento, as quais tem início no complexo processo de tripla fusão e aparecem novamente durante sua solidificação. Devido a grande quantidade de elementos químicos presentes na superliga, principalmente o nióbio, sua faixa de solidificação é extensa. Durante a solidificação, devido a diferença de difusividade dos elementos no sólido e no líquido, a segregação passa a ser o maior problema, causando a formação de pontos eutéticos.

Conforme o resfriamento ocorre, a solidificação do material é dividida entre as dendritas solidificadas e líquido entre as mesmas, também chamado de líquido interdendrítico. Cada porção possui sua partição de elementos, conforme o estudo de LING *et al* [28] demonstra.

Os elementos nióbio, molibdênio e titânio são rejeitados para o líquido, assim como cromo, ferro e o principal elemento da superliga, o níquel, têm a tendência de se manter na porção sólida. A segregação do nióbio é bem mais pronunciada quando comparada ao molibdênio ou titânio, sendo, portanto, o principal problema relacionado a solidificação na superliga. Como demonstrado na Figura 2.1.3 a composição do líquido chega a conter cerca de 16% em peso de nióbio, quando a composição inicial da liga é de cerca de 5% do mesmo [28]. De acordo com DuPONT *et al* [29], a Figura 2.1.4 representa o diagrama de projeção do líquido durante a solidificação da superliga 718.

Como já citado, a solidificação da superliga se inicia com a cristalização de dendritas de  $\gamma$ , que durante sua formação, rejeitam nióbio e carbono para o líquido. Como pode ser observado pela linha pontilhada na Figura 2.1.4, conforme a solidificação progride pela trajetória 1, a composição do líquido fica cada vez mais enriquecida em nióbio e carbono até que a composição fique sobre a linha que divide os campos de  $\gamma$  e NbC.

Após atingir esse limite a solidificação continua progredindo, agora seguindo sobre a linha comum as fases  $\gamma$  e NbC, paralelamente a trajetória 2, empobrecendo o líquido em carbono devido a seu alto percentual em peso no NbC (cerca de 9,5%), mas ainda aumentando o teor de nióbio devido a formação de  $\gamma$ . A formação de  $\gamma$  + NbC ocorre até que alcance o ponto de encontro de  $\gamma$  + NbC + Laves.

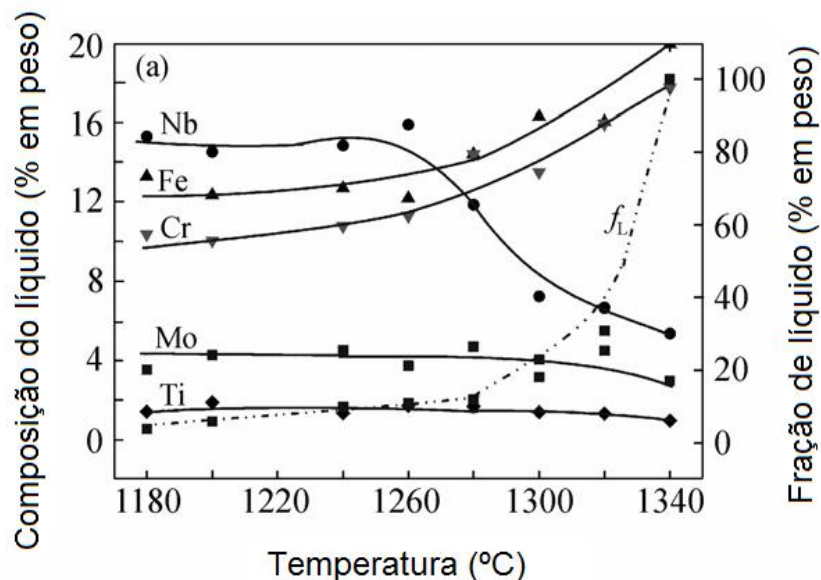


Figura 2.1.3 - Perfil da composição do líquido em relação ao resfriamento da superliga 718. Adaptado de [28].

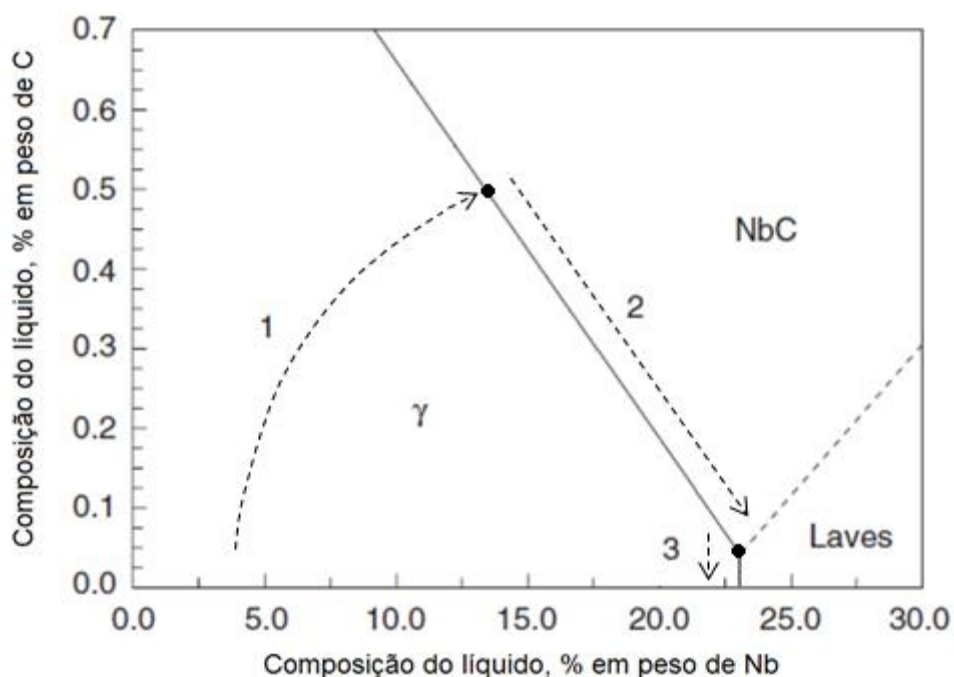


Figura 2.1.4 - Diagrama Ni-Nb-C modificado, de projeção de líquido. Adaptado de [29].

A etapa final de solidificação consiste na formação de  $\gamma$  + Laves até que não haja mais líquido, seguindo sobre a linha do diagrama, paralela à trajetória 3. Ainda é descrito no mesmo trabalho que, caso haja um teor de carbono alto o suficiente ou um teor de nióbio baixo o suficiente, a solidificação pode acabar na etapa onde o líquido se solidifica em  $\gamma$  + NbC. Entretanto, na maioria das ligas conhecidas isso não ocorre, finalizando a etapa de solidificação com a formação da fase de Laves.

Outro estudo, de KNOROVSKY *et al* [30], também exhibe a solidificação da liga ocorrendo da mesma maneira, observada em quatro etapas, como mostra a Figura 2.1.6. Além disso o mesmo estudo ainda aborda o tema juntamente com soldagem, feita pelo procedimento de soldagem TIG (*Tungsten Inert Gas*) ou ainda GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*).

Nessa abordagem a solidificação dos eutéticos  $L \rightarrow \gamma + \text{NbC}$  e  $L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$  é exibida em micrografias, expondo as morfologias de cada fase. A fase de Laves apresenta-se de duas formas, lamelar ou em blocos, já o NbC, assemelha-se com a morfologia apresentada também nos aços HP, de escrita chinesa, como exemplificado na Figura 2.1.7. A fase de Laves também aparece em detalhe na Figura 2.1.8, se formando em placas, mas apresentando morfologia lamelar em seu interior. A morfologia de escrita chinesa também é descrita em [31].

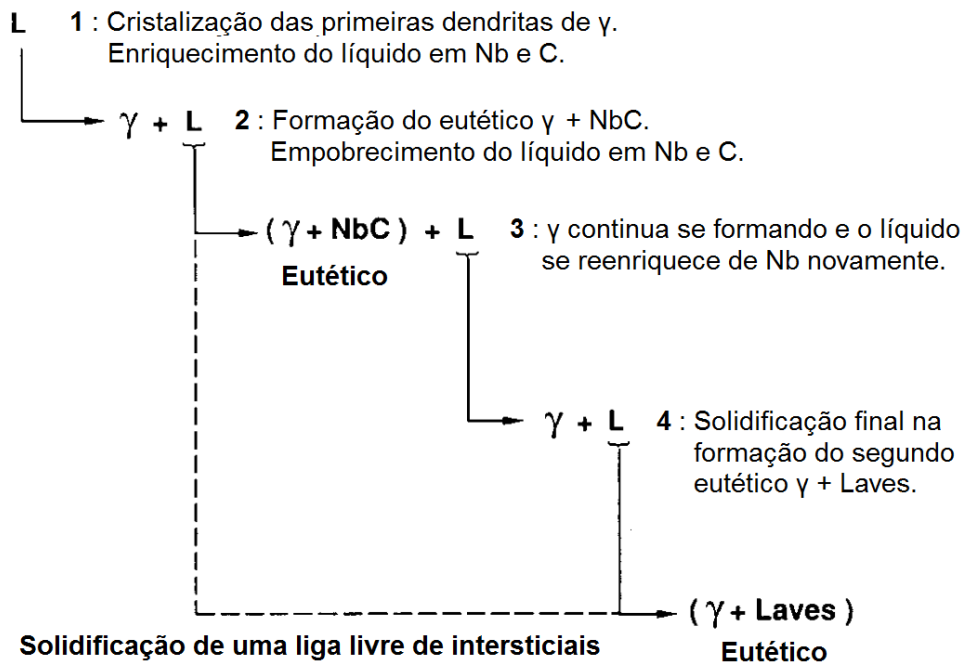


Figura 2.1.5 - Etapas de solidificação. Adaptado de [30].

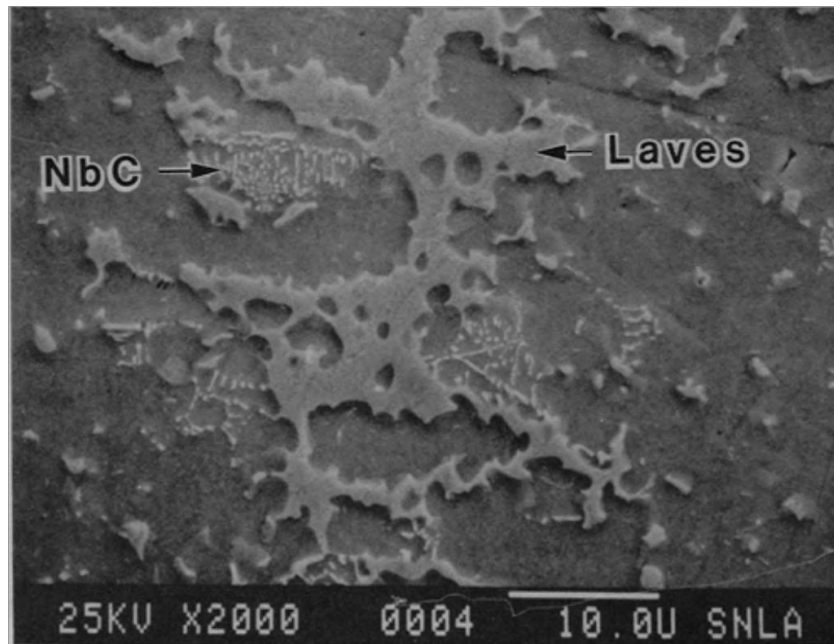


Figura 2.1.6 - Micrografia feita por MEV da zona de fusão da superliga, mostrando a presença de NbC e Laves [30].

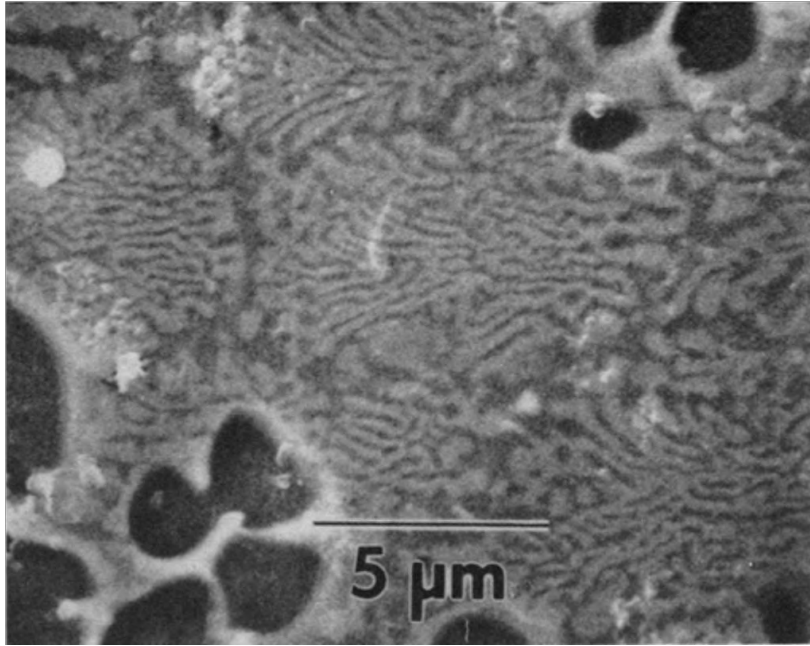


Figura 2.1.7 - Micrografia por MEV em alto aumento mostrando a fase de Laves em detalhe na zona de fusão [30].

No estudo apresentado por SCHIRRA *et al* [32], o efeito da fase de Laves nas propriedades mecânicas é discutido para as superligas processadas por forjamento e fundidas por prensamento hidrostático à quente. O estudo deixa evidente a tendência da formação de Laves nos contornos de grão, sendo essa contínua ou semicontínua, dependendo da quantidade formada.

Por se tratar de uma fase extremamente frágil, seu acúmulo nos contornos de grão enfraquece o material, criando um caminho favorável para propagação de trincas. As Figuras 2.1.9 e 2.1.10 exemplificam o caminho preferencial através de uma fractografia do material do processo de forjamento, e uma micrografia do material forjado por prensamento hidrostático à quente, respectivamente.

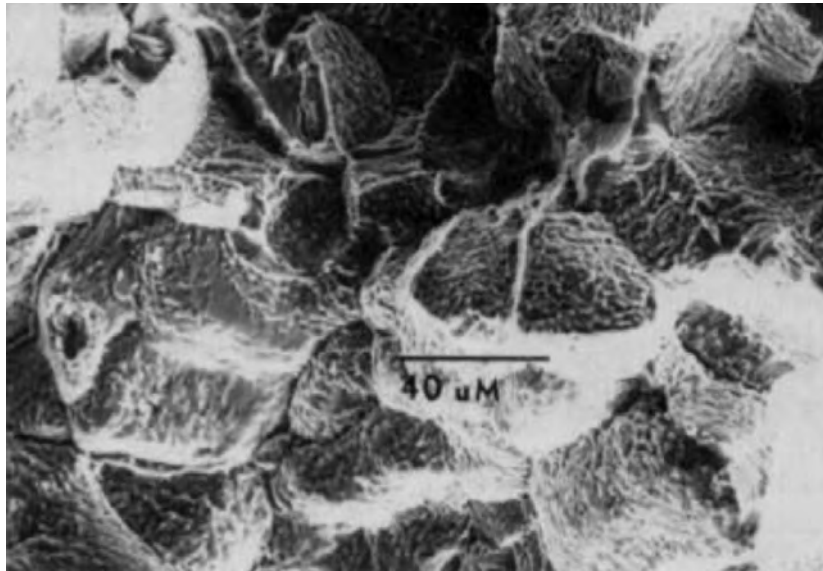


Figura 2.1.8 - Fractografia por MEV demonstrando falha intergranular através da fase de Laves [32].

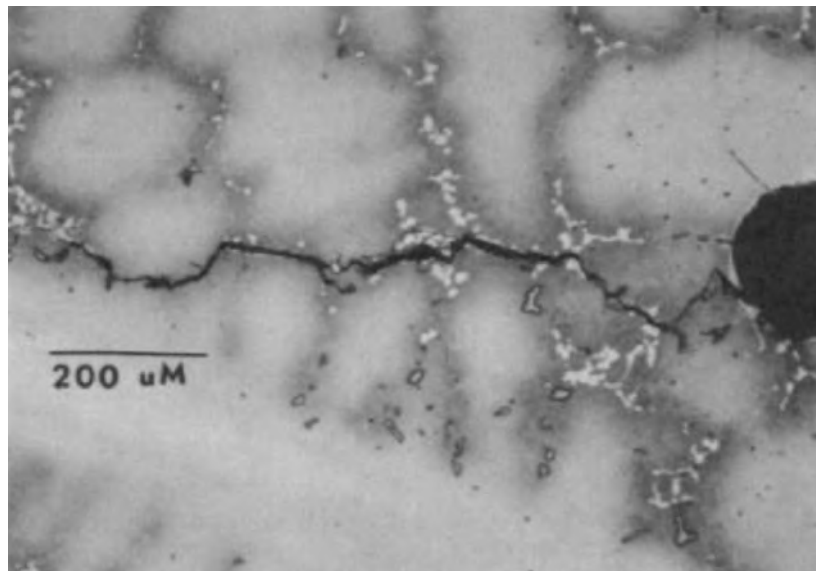


Figura 2.1.9 - Micrografia por MEV, evidenciando a propagação preferencial da trinca pelos contornos de grão, decorados de forma semicontínua pela fase de Laves [32].

A formação da fase de Laves influenciou de maneira significativa as propriedades de ductilidade, limite de resistência e tenacidade do material forjado, tendo reduzido também sua ductilidade em elevadas temperaturas. Já no material processado por prensamento, devido a maior formação da fase de Laves, todas as propriedades de tração foram afetadas à temperatura ambiente. Além disso, as propriedades de resistência à fadiga em elevada temperatura também é afetada, pois a fase concentrada nos contornos não só atua como caminho preferencial para propagação



de trinca, mas como sítio preferencial para nucleação da mesma, acelerando o processo de ruptura.

Como método de redução da formação da fase, os autores sugerem diferentes abordagens para cada um dos diferentes processamentos. Para o material forjado, a redução dos teores de ferro e silício. Já para o material fundido os métodos indicados são a redução do teor de cromo para teores abaixo dos aceitados pela norma, ou a realização do tratamento térmico de homogeneização [32].

#### 2.1.4. Tratamentos térmicos

Os principais tratamentos térmicos utilizados para a superliga 718 são os de homogeneização, solubilização e envelhecimento, sendo o primeiro indispensável para a redução dos efeitos da segregação de elementos durante a solidificação do material e dissolvendo também a fase de Laves. A Figura 2.1.11 mostra as faixas de temperatura de realização dos tratamentos térmicos, assim como as faixas de estabilidade das principais fases.

Já os tratamentos de solubilização e envelhecimento possuem variações nas temperaturas de execução, variando de acordo com a aplicação onde o material será aplicado, como exemplificado na Tabela 2.1.3.

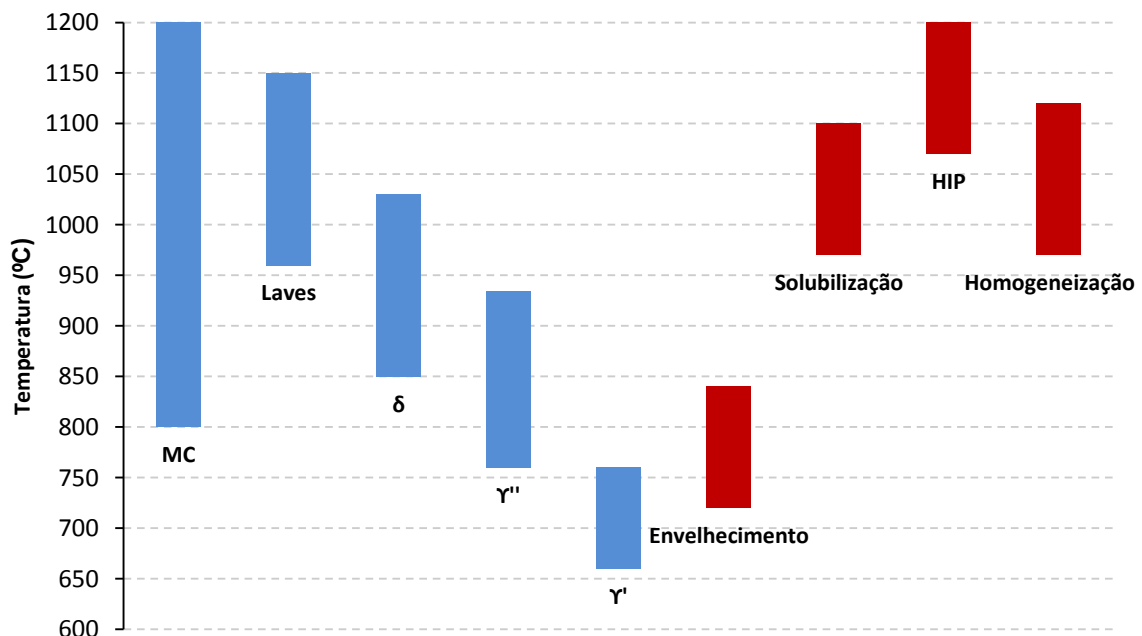


Figura 2.1.10 - Faixa de estabilidade das fases e de realização dos tratamentos térmicos.

Adaptado de [33].

Tabela 2.1.3 - Exemplos de tratamentos térmicos da superliga 718 e suas aplicações. Adaptado de [2].

Solubilização	Envelhecimento	Aplicação
1066°C por 30'	732°C por 3 a 16 horas	O-rings em reatores PWR, no setor nuclear
1093°C por 1 hora	718°C por 8 horas + 663°C por 8 horas e resfriamento ao ar	Ônibus espaciais da NASA, otimizados para resistência a fragilização por hidrogênio
1021 a 1052°C entre 1 hora e 2,5 horas	774 a 802°C por 6 a 8 horas	Indústria de Óleo e Gás, <i>sour service</i>
960°C por 30' a 1 hora	720°C por 8 horas + 2 horas resfriando ao forno + 620°C por 8 horas	Estrutura de grãos refinados, resultando em maior vida em fadiga e tenacidade à fratura em temperatura ambiente

Como detalhado por PATEL e SMITH [7], o tratamento de homogeneização é realizado em diversos ciclos para efetuar a dissolução de fases indesejáveis, assim como equalizar os gradientes de concentração oriundos da solidificação, principalmente de nióbio concentrado nas regiões interdendríticas.

Devido ao aquecimento do material até cerca de 1160°C, todas as fases são solubilizadas, restando apenas nitreto de titânio, carbeto de nióbio e a matriz  $\gamma$ . Porém, devido a lenta difusão do nióbio, maior causador de problemas devido a sua segregação, a fabricação de lingotes de diâmetro elevado pode ser economicamente inviável, dado o tempo que seria necessário para a realização da homogeneização do mesmo [34,35].

Na literatura foram encontradas diferentes temperaturas de reação de formação e dissolução das fases discutidas no capítulo de solidificação do presente trabalho. A Tabela 2.1.4 mostra os resultados de diferentes autores para as diversas reações.

Em algumas reações é possível notar uma grande faixa de temperatura de ocorrência descrita pelos diversos autores. Essa variação ou amplitude de valores tem relação direta com a variação da composição química das fases, devido a segregação dos elementos. Em relação a fase de Laves é necessário atentar para a taxa de aquecimento do material submetido ao tratamento, visto que é possível que devido a sua

composição química, sua temperatura seja diferente do esperado. Altas taxas de aquecimento geram dissolução da fase de Laves formando  $\gamma$  + líquido, devendo-se então evitá-las [36].

Tabela 2.1.4 - Temperaturas de reação da superliga Inconel 718 (°C). Adaptado de [37].

Autor	Knorovsky	Cieslak	Fayman	Bouse	Cao	Fomnenti	Antonsson
Liquidus <sup>a</sup>	1364	1351	1345	1355	1345	1340	1340
Liquidus <sup>r</sup>	-	-	1316	1330	1315	1330	1337
Solidus <sup>a</sup>	1320	1297	1281	1280	-	1240	1250 1230
Solidus <sup>r</sup>	-	-	-	1240	-	-	1075
$\gamma$ /NbC <sup>a</sup>	1258	1230	1290 1225	-	1305 1267	1305 1270	-
$\gamma$ /NbC <sup>r</sup>	-	1257	1245 1225	-	1262	1280 1250	1280 1265
$\gamma$ /Laves <sup>a</sup>	-	-	-	-	1167	-	-
$\gamma$ /Laves <sup>r</sup>	1198	1185	1155 1120	1165	1162	1172	1160 1075

\*Todos os campos preenchidos com mais de um valor correspondem a faixa de temperatura entre os mesmos.

a = resultado encontrado no sentido do aquecimento

r = resultado encontrado no sentido do resfriamento

Entretanto, para algumas situações, principalmente as que envolvem procedimentos de soldagem, não é tão trivial e por vezes impossível que a taxa de aquecimento não seja elevada. Por isso é comum encontrar na literatura problemas com liquefação dos contornos de grão em materiais como soldados.

Um dos estudos, feito por RADHAKRISHNA e RAO [38], avalia a formação da fase de Laves em amostras soldadas pelos processos de GTAW e feixe de elétrons (Electron Beam Welding - EBW). Estes dois processos são os mais citados pela literatura e, na maior parte das vezes diferenciados pelo aporte térmico necessário para realização da solda, sendo o processo de EBW o mais eficiente.

Devido ao seu menor aporte térmico, a região afetada termicamente é menor do que pelo método GTAW, assim, além de receber menor quantidade de calor, também experimenta-se uma maior taxa de resfriamento. Além da escolha do processo de soldagem e seus parâmetros, os autores citam outras pesquisas relacionadas a escolha de metais de base e adição com teores diferenciados, evitando ou reduzindo

consideravelmente o teor de fase de Laves formada. Quanto à escolha do metal de adição, é aconselhável que seja com baixo teor de nióbio, ferro, molibdênio e silício, elementos previamente citados como favoráveis a formação de Laves. Em relação ao metal de base, a substituição parcial dos elementos nióbio e ferro por tântalo e cobalto, respectivamente, sugere a redução da formação de Laves, e de microtrincas na zona termicamente afetada, que eram provenientes da contração do líquido formado. A Figura 2.1.12 mostra a sequência de trincamento e formação de fase de Laves também descrita em [29].

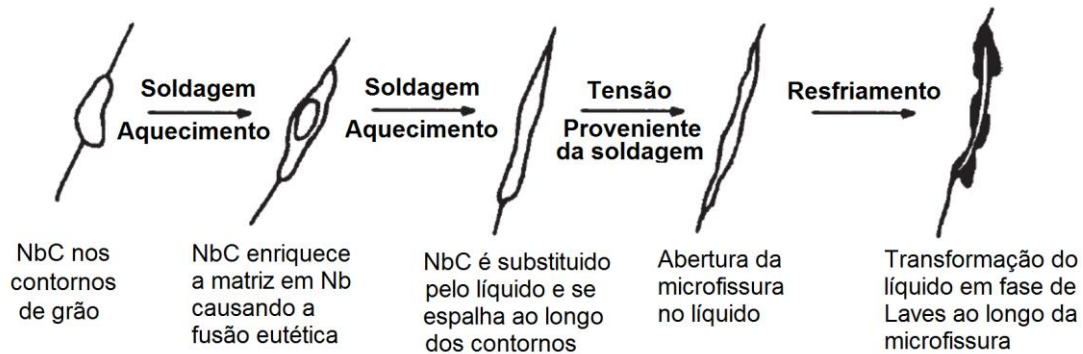


Figura 2.1.11 - Mecanismo de trincamento por liquação na zona termicamente afetada para a superliga 718. Adaptado de [29].

Assim como a formação da fase, os tratamentos de homogeneização pós-soldagem e seus efeitos são discutidos em [29]. Os autores atentam para a temperatura de tratamento, evitando rápidas taxas de aquecimento, e buscando muitas vezes somente dissolver a fase de Laves, mesmo que o nióbio não seja totalmente homogeneizado, devido a questões de viabilidade econômica.

Outra preocupação é a temperatura para a solubilização, que deve ser controlada com precisão, já que para temperaturas acima de 1040°C a fase  $\delta$ , responsável pela ancoragem dos contornos de grão também é dissolvida, causando assim crescimento do grão. Além disso, para tratamentos térmicos acima de 1063°C, outro problema de segregação ocorre, desta vez de boro, aumentando a susceptibilidade a trincas na zona termicamente afetada.

Como descrito em [29], o crescimento dos grãos gera redução da área de contornos, aumentando então a concentração das tensões em pontos triplos de contornos de grão, que são normalmente pontos de nucleação de trincas. Também devido a menor área de contornos, as fases formadas nesses sítios tendem a se formar de

maneira contínua, a exemplo da fase líquida ou Laves, aumentando significativamente a susceptibilidade ao trincamento do material.

A Figura 2.1.13 demonstra, de forma gráfica, o histórico térmico usual de materiais soldados e envelhecidos. Vale ressaltar que diversas ligas endurecidas por precipitação sofrem com o envelhecimento durante o processo de soldagem (*Strain-Age Cracking*), porém, devido à lenta cinética de formação da fase  $\gamma''$ , praticamente inibe tal problema na superliga de níquel 718.

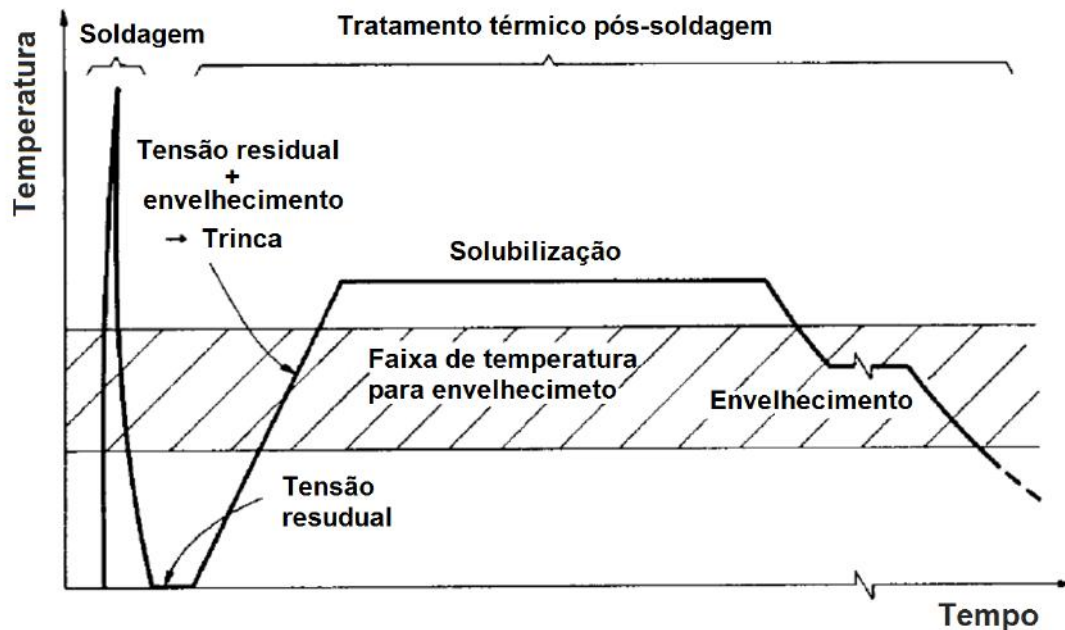


Figura 2.1.12 - Histórico térmico das superligas de níquel para processos de soldagem e tratamentos térmicos pós-soldagem. Adaptado de [29].

### 2.1.5. Oxidação em altas temperaturas

Devido a sua composição química, a superliga de níquel 718 é reconhecida por possuir boa resistência à oxidação, mesmo em elevadas temperaturas. A proteção do material ocorre devido a formação de uma camada de óxido superficial, normalmente de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e cromo ( $Cr_2O_3$ ), impedindo que o processo de corrosão continue ocorrendo em direção ao interior do material. Esse processo é conhecido como corrosão seletiva, entretanto, o local deve ter as concentrações necessárias de alumínio ou cromo para que ocorra da forma desejada. Dessa forma, na maioria dos casos de oxidação em altas temperaturas das superligas, a região oxidada é aquela empobrecida dos elementos cromo e alumínio, e também onde apresentam-se os carbos, e especificamente para a superliga 718, para o NbC [39].

O estudo de SHIMADA e INAGAKI [40] descreve o NbC como fator decisivo no processo de oxidação intergranular da superliga. O desenvolvimento dos experimentos foi realizado entre 420 e 600°C, com pressões parciais de O<sub>2</sub> variando entre 4 e 16 KPa. O grau de oxidação ( $\alpha$ ) foi aferido pela diferença de massa das amostras de NbC. No estudo os autores descrevem dois óxidos, o NbO e o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, sendo este último o considerado o principal causador do fenômeno de oxidação intergranular.

Já GREENE e FINFROCK [41] estudaram a oxidação da superliga 718 em elevadas temperaturas, estas muito mais próximas as do presente trabalho. Os experimentos foram feitos entre 700 e 1350°C, onde os resultados foram divididos em três estágios. O primeiro, chamado de baixa temperatura (700 à 950°C), onde ocorre as amostras se comportaram como passivadas após um período de oxidação. O patamar chamado de intermediário (900 à 1350°C), onde o processo de oxidação era limitado pela difusão, tendo se comportado de forma parabólica. E o último estágio, chamado de regime de alta temperatura (acima de 1300°C), onde as amostras apresentaram oxidação muito acelerada e deformação.

Para todas as outras amostras acima de 1300°C foi observada a presença de pós de óxido, assim como uma camada de óxido densa e rugosa aderida nas superfícies das amostras, protegendo assim o interior do material. Nessas temperaturas, a aceleração do processo de oxidação cresce de maneira assintótica, sugerindo o limite inferior para oxidação catastrófica da superliga 718, como demonstrado na Figura 2.1.14 e na Tabela 2.1.5.

Neste último regime, os autores descrevem que os dados experimentais da amostra tratada a 1341°C é descartada pelo altíssimo nível de degradação da superliga, relatando deformação da amostra em relação ao seu próprio peso, intenso desprendimento da camada de óxido durante o resfriamento da amostra, demonstrando evidências de liquefação e formação de vazios.

Tabela 2.1.5 - Dados experimentais de GREENE e FINFROCK. Adaptado de [41].

Temperatura (K)	Temperatura (°C)	$\Delta m/A$ (mg/cm <sup>2</sup> )	Tempo de oxidação (s)	$K_p^b$ (mg <sup>2</sup> /cm <sup>4</sup> . s)
1474	1201	4,778	79,5 x 10 <sup>3</sup>	2,87 x 10 <sup>-4</sup>
1486	1213	5,737	80,0 x 10 <sup>3</sup>	4,11 x 10 <sup>-4</sup>
1514	1241	7,737	82,5 x 10 <sup>3</sup>	7,26 x 10 <sup>-4</sup>
1539	1266	8,774	83,7 x 10 <sup>3</sup>	9,20 x 10 <sup>-4</sup>
1557	1284	10,734	79,5 x 10 <sup>3</sup>	1,45 x 10 <sup>-3</sup>
1576	1303	34,467	82,5 x 10 <sup>3</sup>	1,44 x 10 <sup>-2</sup>
1591	1318	30,839	80,7 x 10 <sup>3</sup>	1,18 x 10 <sup>-2</sup>
1598	1325	36,982	80,7 x 10 <sup>3</sup>	1,69 x 10 <sup>-2</sup>
1614	1341	194,205	80,7 x 10 <sup>3</sup>	4,67 x 10 <sup>-1</sup>

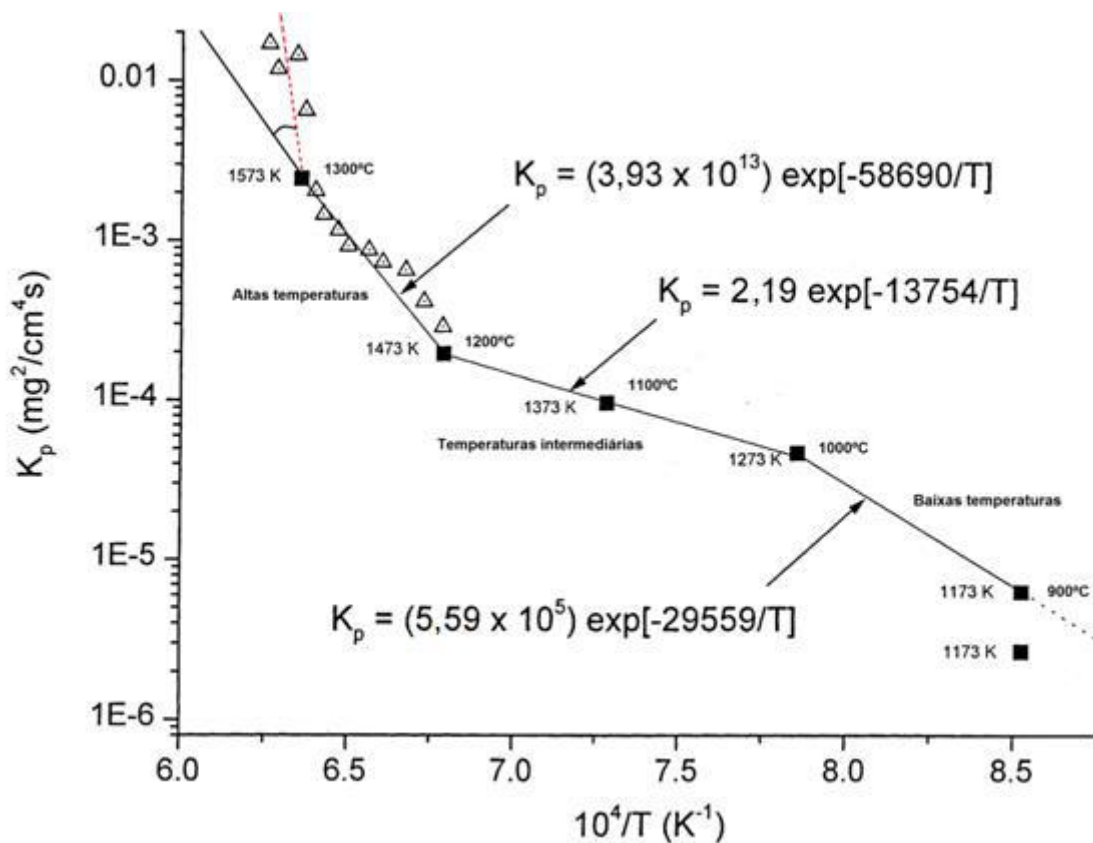


Figura 2.1.13 - Diferentes patamares de oxidação da superliga 718. Adaptado de [41].

### 3. Materiais e Métodos

#### 3.1. Material

O material utilizado no presente trabalho foi uma chapa da superliga 718, com dimensões de comprimento, largura e espessura de 100, 60 e 4 mm, respectivamente. A chapa foi fornecida na condição solubilizada a 1030°C durante 2 horas e resfriada em água ao fim deste período.

Tabela 3.1 - Composição química da corrida utilizada para a fabricação do lingote que deu origem a chapa utilizada chapa utilizada.

<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Fe</b>	<b>Nb</b>	<b>Mo</b>	<b>Al</b>	<b>Ti</b>
53.7	18.1	18.1	5.15	3.03	0.47	1.01
<b>Co</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>C</b>	<b>S</b>	<b>P</b>	<b>Cu</b>
0.13	0.24	0.09	0.053	0.002	0.005	0.006

As amostras foram usinadas a partir dessa chapa, do corte a disco realizado no Laboratório de Aulas Práticas e Metalografia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMM/UFRJ), pelo equipamento Arocor 80, da marca Arotec. Os cortes foram executados na presença de líquido refrigerante para que não houvesse potencial elevação da temperatura das amostras durante o procedimento. A geometria final das amostras fabricadas foi de prismas de base quadrada com aproximadamente 12 mm de lado e a mesma espessura da chapa inicial, 4 mm. A Figura 3.1 ilustra de forma esquemática a usinagem das amostras.

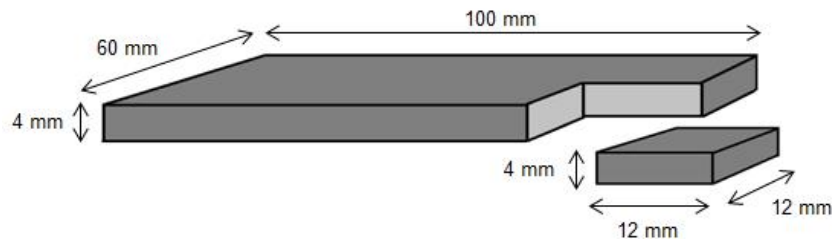


Figura 3.1 - Imagem esquemática da usinagem das amostras utilizadas.

### 3.2. Tratamentos térmicos

Para o cálculo da temperatura ideal de tratamento térmico foi utilizado o software Thermo-Calc<sup>®</sup>, instalado em um dos computadores de simulação do Laboratório de Propriedades Mecânicas do DEMM/UFRJ. Foi utilizada a base de dados TTNI8, identificando a temperatura de 1300°C como a ideal para a dissolução dos carbeto.

O tratamento térmico foi realizado em diferentes tempos, a fim de estudar o comportamento da microestrutura do material em função do mesmo. Os tempos utilizados foram de 1, 5, 15, 30, 60, 120, 240 e 480 minutos.

Os tratamentos térmicos foram realizados no forno AN1509 da marca ANALOGICA, do Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos do DEMM/UFRJ, com as ferramentas e EPI's emprestados pela equipe do Laboratório de Tratamentos Térmicos do DEMM.

O procedimento de colocação das amostras no forno só foi feito após a estabilização da temperatura a 1300°C. Da mesma maneira, a contagem do tempo de tratamento foi iniciada somente quando a temperatura do forno foi reestabilizada na mesma temperatura, devido a abertura para colocação das amostras. A retirada das amostras era feita diretamente do forno para água a 25°C, garantindo o resfriamento rápido das mesmas.



Nenhum dos tratamentos térmicos foram feitos simultaneamente, a colocação de uma amostra só era feita após a retirada da anterior, evitando assim oscilação na temperatura do forno durante a realização do procedimento. Ainda para garantir que todas fossem aquecidas da forma mais semelhante possível, uma vez que foram posicionadas no centro do forno.

### **3.3. Preparação metalográfica**

A preparação das amostras se deu pelos processos de lixamento e polimento, seguidos de ataque químico ou não. Antes de tais etapas, as amostras foram embutidas com baquelite condutora, cedida pelo Laboratório de Microscopia Eletrônica do DEMM, utilizando o equipamento PRE30Mi, da Arotec, localizado no Laboratório de Aulas Práticas e Metalografia do DEMM/UFRJ.

A etapa de lixamento foi feita com lixas de carvão de silício com *mesh* de 100, 200, 300, 400, 600, 1200 e 2500, rotacionando a amostra em 90° a cada troca de lixa. Em seguida a etapa de polimento com pasta de diamante de granulometria de 6, 3 e 1 µm. Ambas etapas foram realizadas em equipamentos Aropol E, também da Arotec.

### **3.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A técnica de microscopia eletrônica de varredura foi escolhida para melhor observação e identificação das fases presentes. As imagens foram feitas pelo equipamento JEOL JSM 6460 LV, do Laboratório de Microscopia Eletrônica do DEMM/UFRJ, e foram feitas nos modos de elétrons retroespalhados e elétrons secundários, com diversos aumentos.

Também foi utilizado o módulo de Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS), NORAN System Six 200, que funciona conjuntamente ao MEV para identificar quimicamente a matriz e as fases observadas, de forma semi-quantitativa.

### 3.5. Difração de raios-X

Análises de difração de raios-X foram feitas para todos os tratamentos térmicos realizados, utilizando o equipamento XRD 6000, da marca Shimadzu, do Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais do DEMM. As análises foram realizadas com o objetivo de verificar e acompanhar a presença das fases no material.

Os parâmetros utilizados nas análises foram os mesmos para todos os tempos de tratamento, como descrito na Tabela 3.1.

Tabela 3.2 - Parâmetros utilizados nos ensaios de difração de raios X.

Alvo	Voltagem (kV)	Corrente (mA)	Amplitude	Modo de varredura	Velocidade de varredura	Intervalo de amostragem
Cobre (K- $\alpha$ )	30	30	10° - 80°	Contínua	2° / min	0,02°

As análises tiveram como objetivo corroborar os resultados observados nas imagens feitas por MEV e ainda mostrar a formação ou dissolução de outros compostos não facilmente visualizados.

Os dados foram tratados posteriormente no software OriginPro8.5, diminuindo ruídos, separando picos muito próximos (deconvolução), que pode dar margem a interpretação equivocada de apenas um pico, e alguns outros ajustes para melhor apresentação dos resultados.

### 3.6. Medidas de tamanho de grão e fração de fase

As medidas de tamanho de grão foram feitas a partir das imagens adquiridas pelo MEV, sendo que as imagens utilizadas foram sempre na magnitude de 100x e no modo de elétrons retroespalhados, para ambas as medições.

Para cada amostra, cinco campos escolhidos aleatoriamente foram utilizados para medição de tamanho de grão e fração de fase, sendo a média destas medições apresentada como resultado, seguida de seu respectivo desvio padrão.

As medições de tamanho de grão foram realizadas pelo método de Heyn, descrito na norma ASTM E112 [42]. O método consiste na aplicação de uma malha de um comprimento conhecido, neste caso a malha é composta por três circunferências concêntricas. Essas circunferências devem ser cruzadas por duas linhas retas, que se

cruzam no centro dos círculos, devendo ser também, próximas as diagonais "imaginárias" da imagem, dividindo as circunferências em 4 partes, como exemplificado na Figura 3.2.

Uma vez conhecido o comprimento das linhas da malha, é necessário realizar a contagem dos interceptos das mesmas com os contornos de grão da forma correta. Após a contagem dos interceptos, deve-se dividir o número de interceptos pelo comprimento total da malha para obtenção das medidas de tamanho de grão médio.

Tal procedimento foi feito utilizando o software Image J, tanto para o reprodução da malha, quanto para a contagem dos interceptos, sendo esta última feita de forma manual.

O mesmo software foi utilizado para fazer a medição da fração de fase encontrada em cada amostra. Por métodos de processamento de imagem onde é possível destacar uma parte da imagem em relação a outra, o software consegue calcular a quantidade percentual que fase selecionada representa. O processo é exemplificado na Figura 3.3.

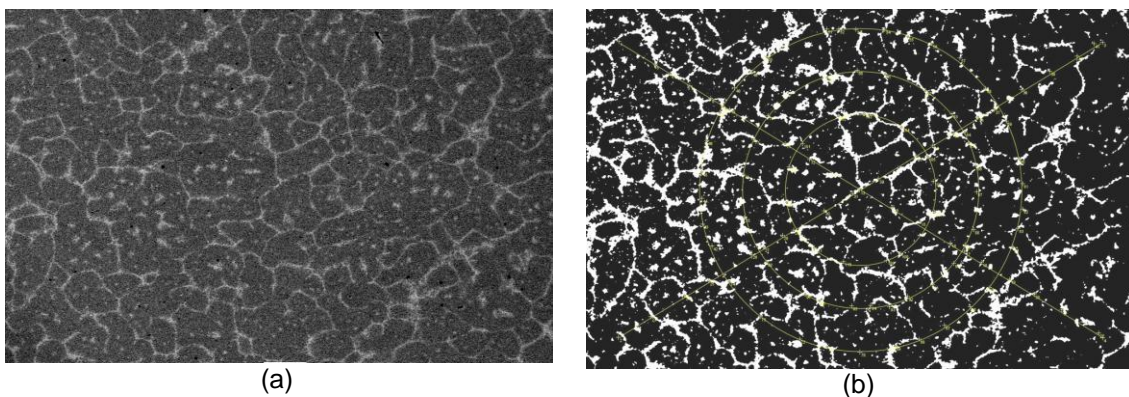


Figura 3.2 - Exemplo de processamento de imagem. (a) imagem original e (b) imagem processada sobreposta pela malha utilizada para a contagem dos interceptos.

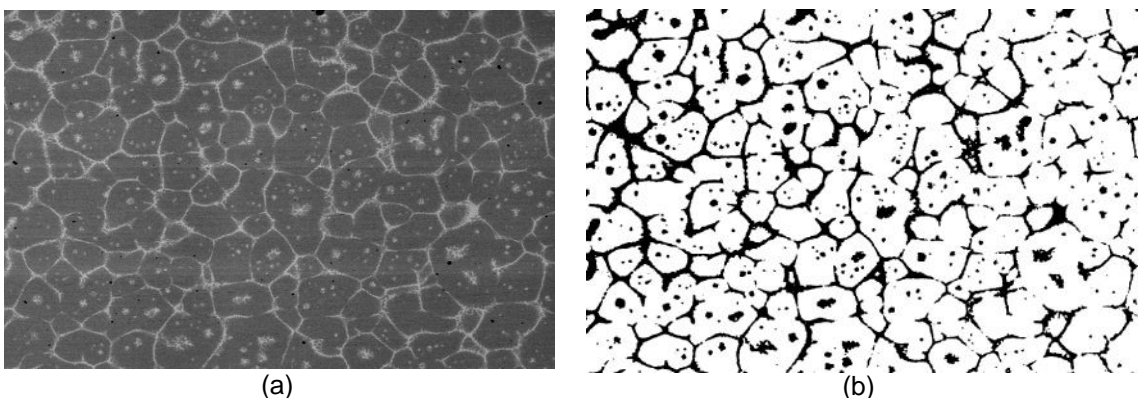


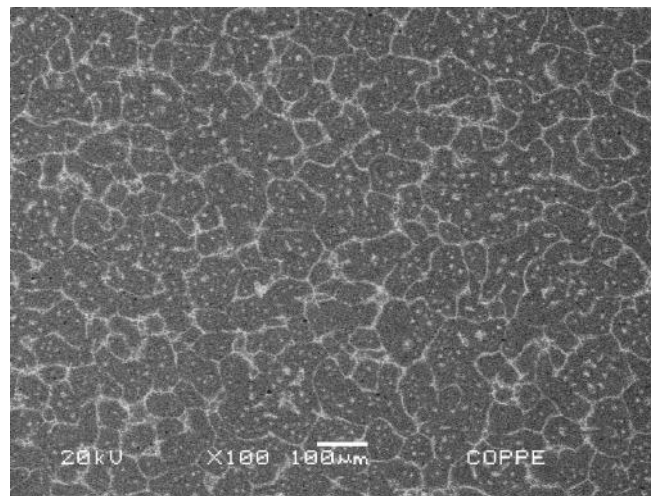
Figura 3.3 - Exemplo de processamento de imagem. (a) imagem original e (b) imagem processada destacando a fase na cor preta, ocupando aproximadamente 19% da área da imagem.

## 4. Resultados e Discussão

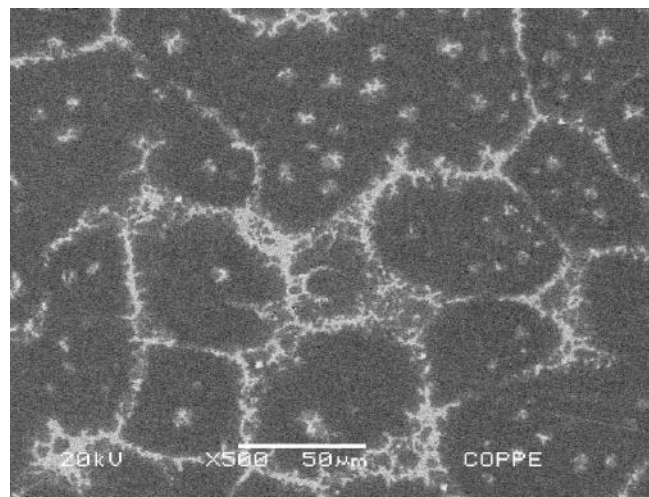
### 4.1. Microscopia eletrônica de varredura

Através da microscopia eletrônica de varredura foi possível observar a microestrutura do material estudado, assim como sua evolução.

Mesmo para os tempos mais curtos de tratamento, 1 min e 5 min, foi possível observar a formação da fase de Laves, nucleando em locais mais ricos em nióbio. Nas Figuras 4.1 e 4.2 é possível observar que sua nucleação se dá tanto nos contornos de grão quanto no interior dos mesmos.

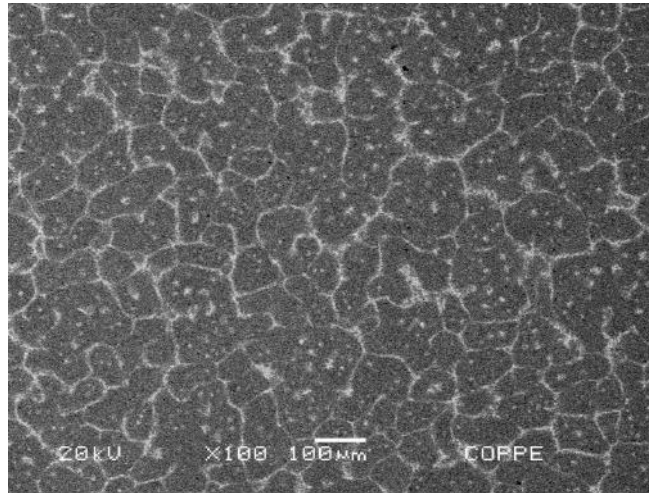


(a)

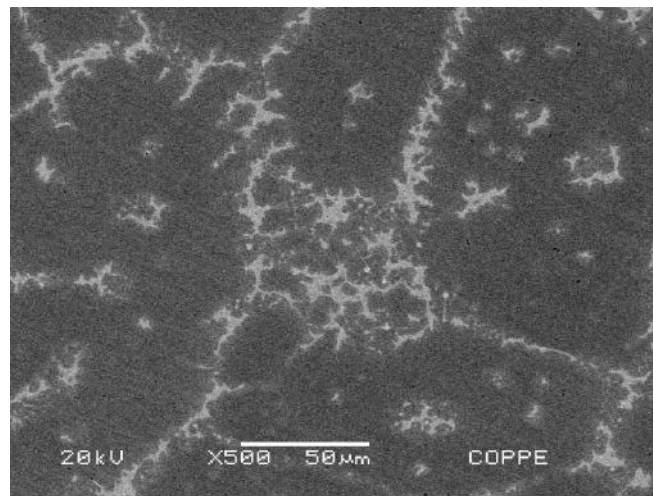


(b)

Figura 4.1 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 1 min nos aumentos de (a) 100x e (b) 500x.



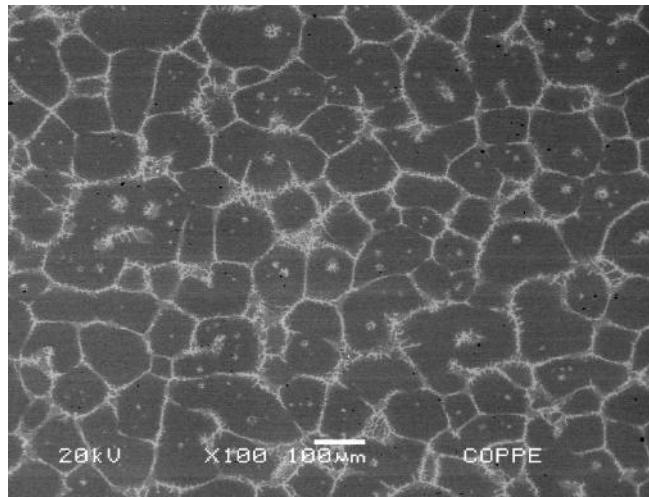
(a)



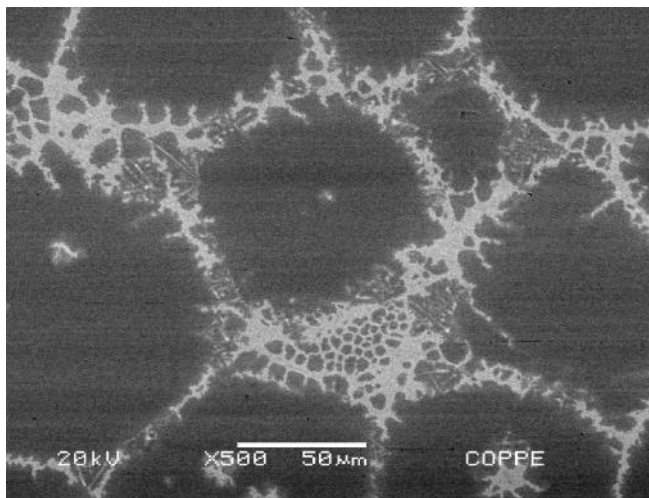
(b)

Figura 4.2 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 5 min nos aumentos de (a) 100x e (b) 500x.

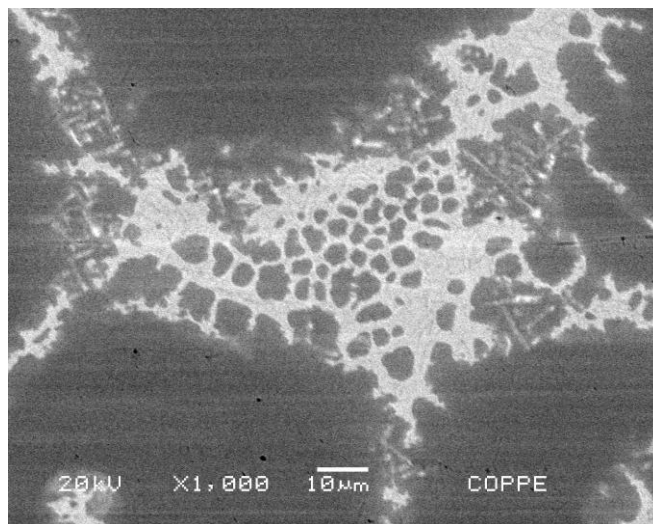
Apesar do curto intervalo de tempo já é possível observar um movimento em relação ao local de nucleação, que se torna preferencial nos contornos de grão. Além desta formação preferencial, pode-se observar melhor nos tempos de 15 e 30 min que a aglutinação de algumas partículas, formando assim uma partícula maior, se mostrou mais favorável, como pode ser visualizado nas Figuras 4.3 e 4.4.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.3 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 15 min nos aumentos de (a) 100x, (b) 500x e (c) 1000x.

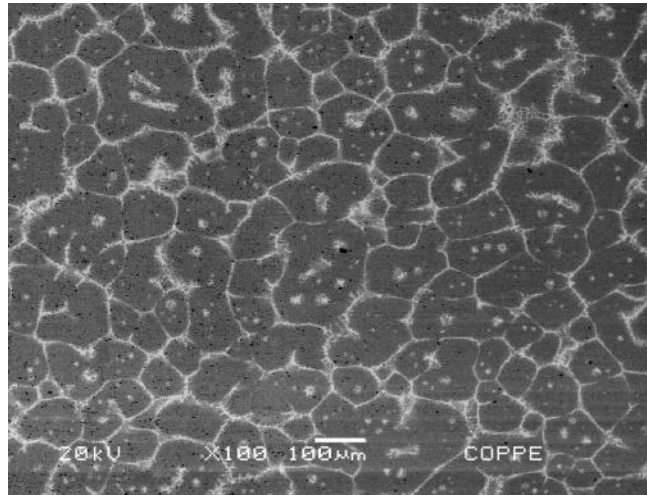
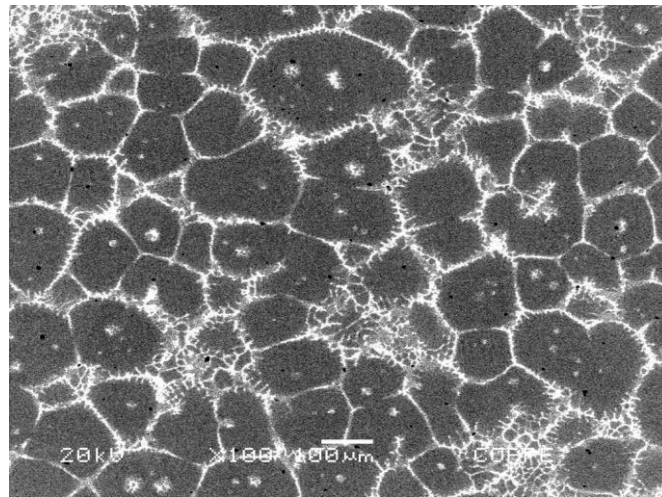


Figura 4.4 - Micrografia por MEV da amostra tratada termicamente por 30 min no aumento de 100x.

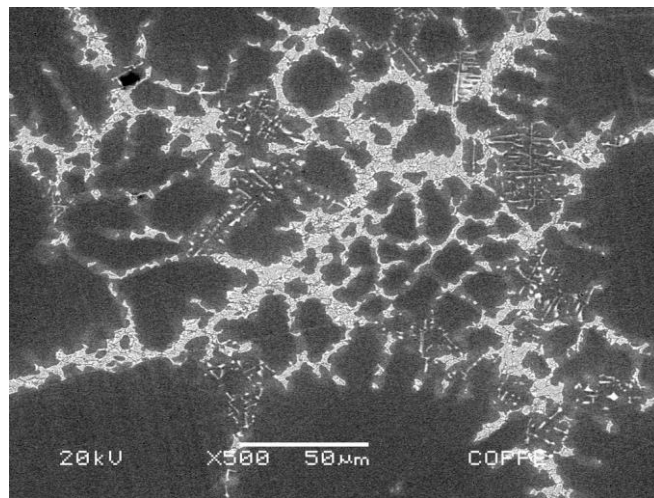
Para tempos de tratamento térmico superiores a 60 min o processo de nucleação nos contornos ou aglutinação em pontos no interior do grão se mostra completo. A partir de 30 min sendo termicamente tratadas, as amostras já começam a mostrar sinais mais fortes de oxidação, que a princípio foram tratadas como má preparação das amostras. Posteriormente, após a reparação metalográfica das amostras e execução de banho ultrassônico em álcool isopropílico, confirmou-se que realmente eram sinais de oxidação.

Nas amostras termicamente tratadas por 60 min é possível observar a formação de uma espécie de rede no interior do grão, devido ao coalescimento da fase de Laves. Tal morfologia é exemplificada na Figura 4.5 juntamente com imagens em maior magnitude, mostrando que conforme descrito na literatura [30] há nova formação da estrutura do NbC na morfologia de escrita chinesa, Figura 4.5 (c), encontrada também em aços HP.

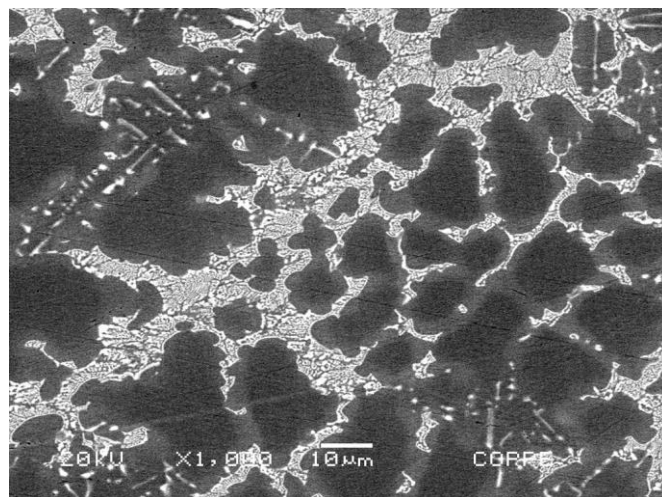




(a)



(b)

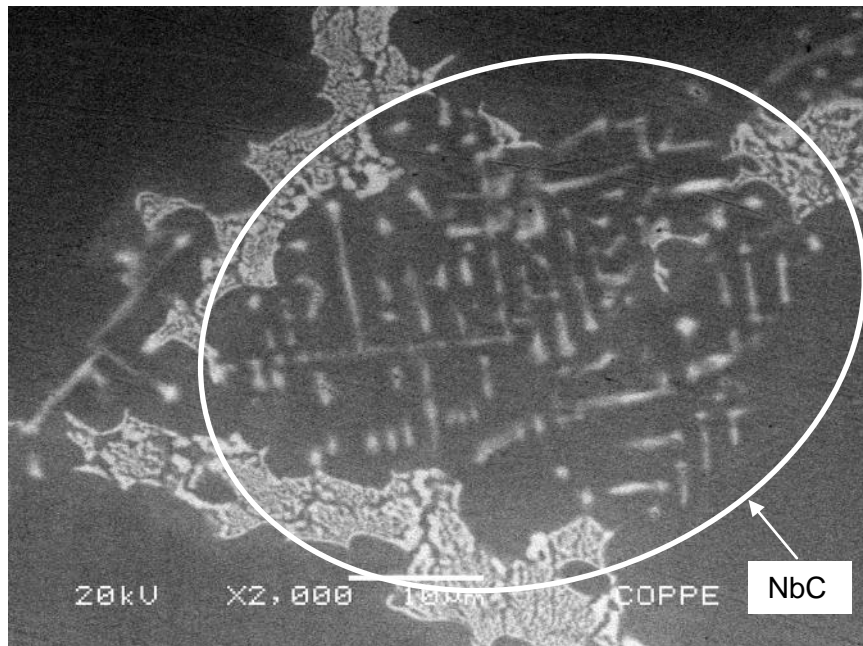


(c)

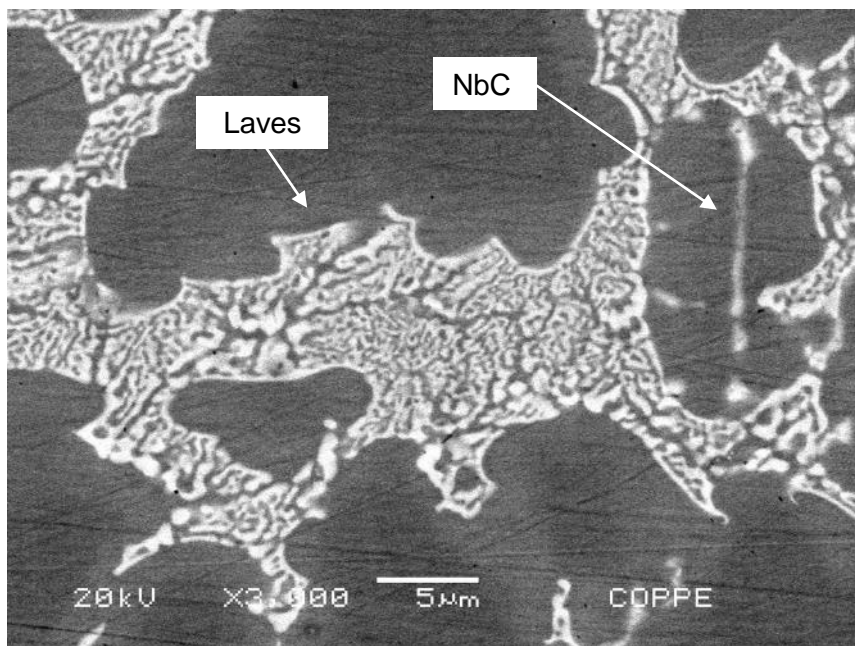
Figura 4.5 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 60 min nos aumentos de (a) 100x, (b) 500x e (c) 1000x.



Ainda sobre a morfologia da fase de Laves, é possível observar sua formação de modo lamelar na Figura 4.6, imagem (b), como descrita em [30].



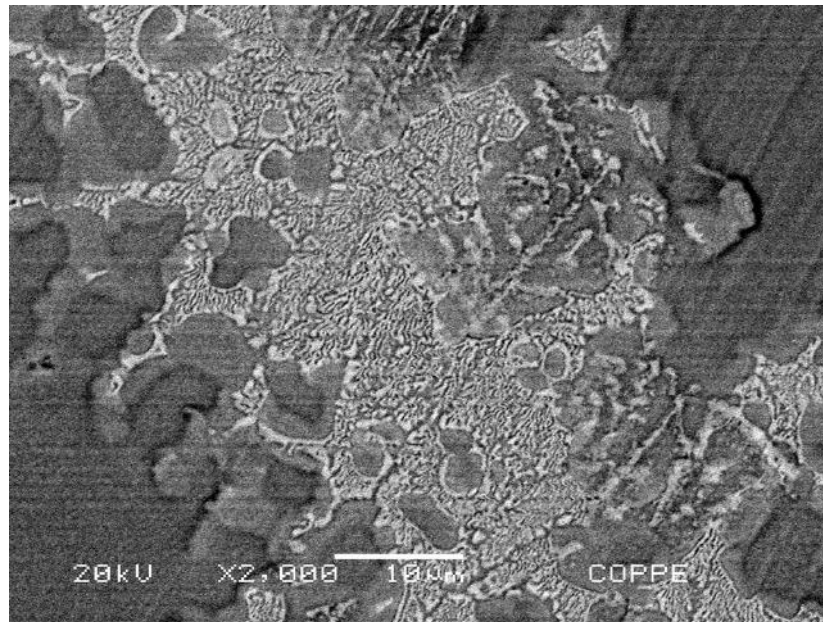
(a)



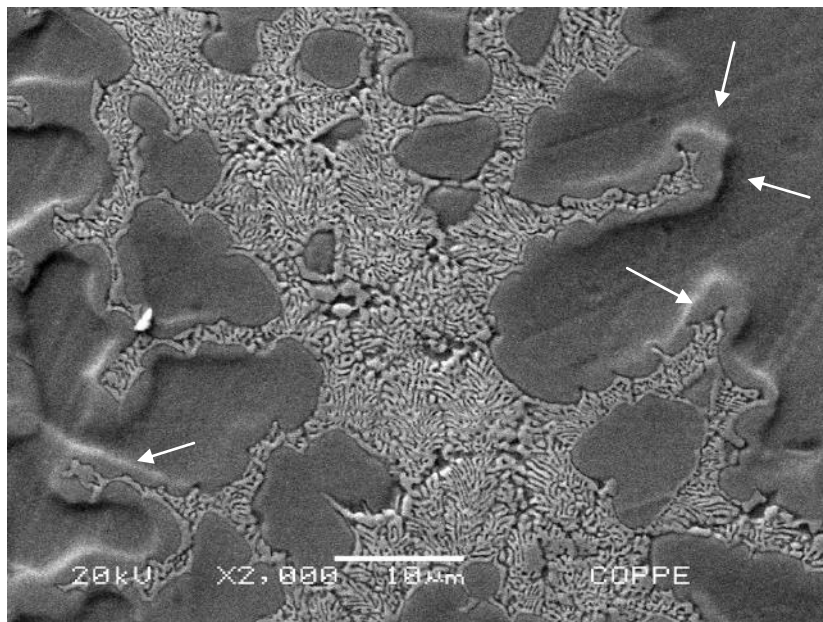
(b)

Figura 4.6 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 60 min nos aumentos de (a) 2000x, detalhando o NbC na morfologia de escrita chinesa, semelhante a observada em outros materiais, e (b) 3000x, detalhando a morfologia lamelar da fase de Laves.

Também para o tempo de 60 min é possível notar que, nas imagens (b) e (c) da Figura 4.5, existe um tom de cinza mais claro, devido principalmente ao maior teor de nióbio, que se mostra presente nas interfaces matriz/Laves, sendo sua topologia diferenciada em relação a matriz. Esse efeito se mostra mais intenso nas amostras tratadas termicamente por 480 min, como exemplificado na Figura 4.7 e analisado com a técnica de EDS na Figura 4.8.



(a)



(b)

Figura 4.7 - Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 480 min nos aumentos de (a) 100x, (b) 2000x pelo método de elétrons secundários, destacando algumas regiões com diferença topológica com o auxílio de setas.

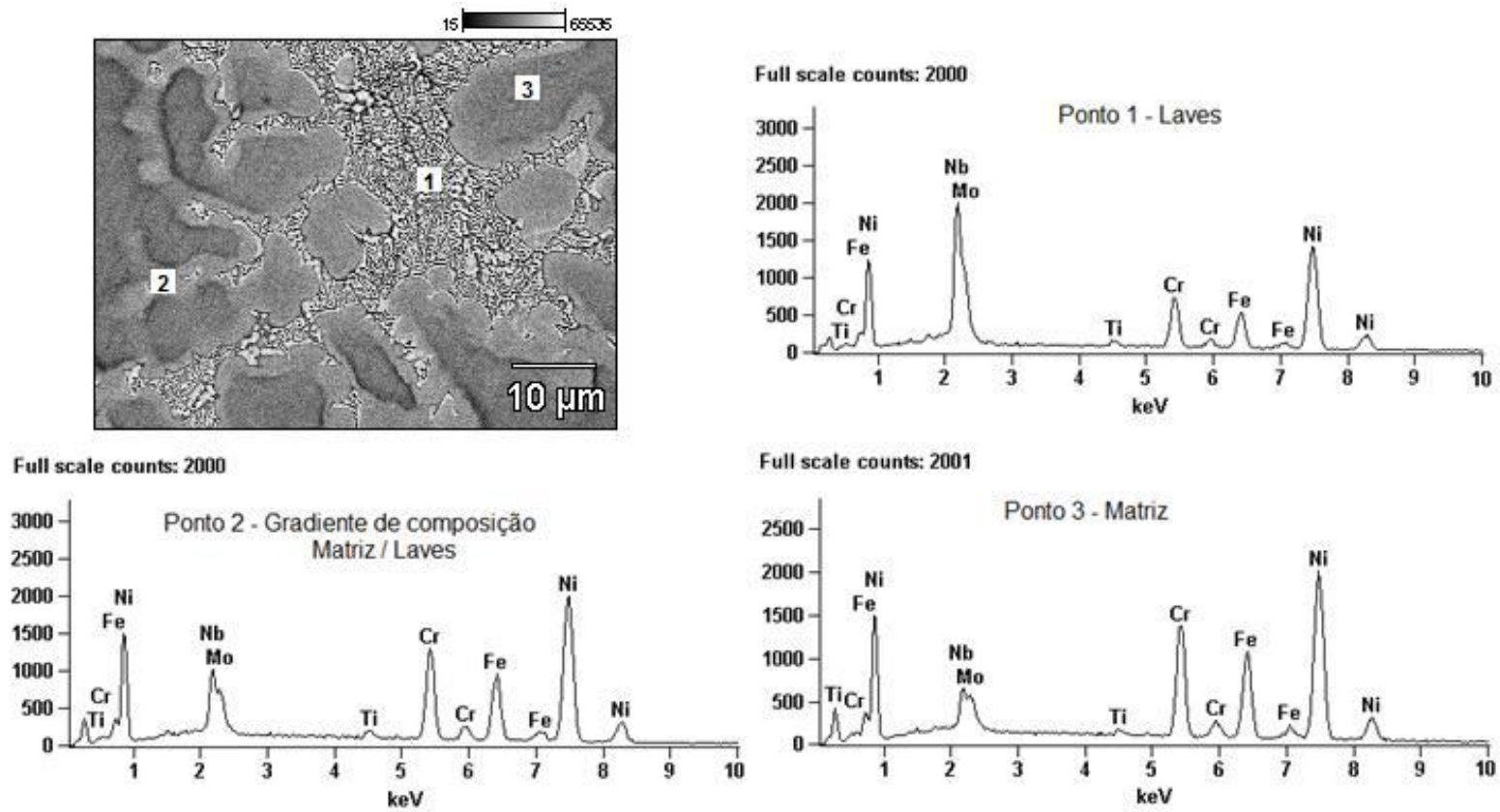


Figura 4.8 - EDS feito em diferentes regiões da amostra termicamente tratada por 120 min. Magnificação de 2000x.

Tabela 4.1 - Análise semi-quantitativa da composição química.

	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
<b>Ponto 1</b>	0.87	11.04	10.37	46.55	27.11	3.44
<b>Ponto 2</b>	1.09	15.50	14.79	54.27	10.03	3.75
<b>Ponto 3</b>	0.63	17.52	17.20	54.76	6.30	3.59

A gradual variação de composição química exibida na Tabela 4.1 é explicada em [29] pelo fenômeno chamado de liquação constitucional, onde no caso do presente trabalho, a partícula rica em nióbio, devido ao aquecimento, gera uma região reativa, que possui uma composição química próxima do eutético. As Figura 4.9 e 4.10 explicam graficamente o processo de liquação constitucional.

Quando a liga de composição  $C_A$ , a matriz  $\alpha$  de composição  $C_0$ , e a partícula  $A_xB_y$ , são aquecidos rapidamente da temperatura ambiente  $T_1$  até a temperatura  $T_2$ , a partícula começa a reagir com a matriz. Sendo geralmente o equilíbrio mantido na interface entre a matriz e a partícula, a interface pode ser representada pelo ponto "b", sobre a linha solvus, existindo agora um gradiente de concentração, que aumenta o teor de B da matriz.

Conforme o aquecimento progride até a temperatura  $T_e$ , a composição da interface se desloca ao longo da linha solvus até chegar no ponto "c", o ponto eutético do diagrama, estando então a composição do líquido que agora envolve a partícula, no ponto "d". Com o contínuo aquecimento até  $T_3$ , mais líquido se forma no sistema, sendo este de composição exemplificada no ponto "g", assim como a composição da interface no ponto "f", e a da matriz no ponto "e". A elevação prevista na imagem (d) da Figura 4.10 ocorre devido ao teor de B na matriz ter sofrido uma queda, pois após o aquecimento até  $T_3$ , a solubilidade de B em A decai novamente.

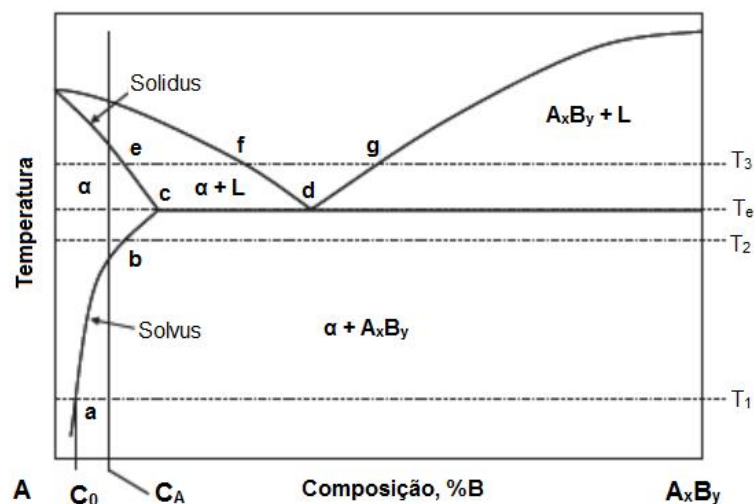


Figura 4.9 - Diagrama utilizado para descrever a liquação constitucional. Adaptado de [29]

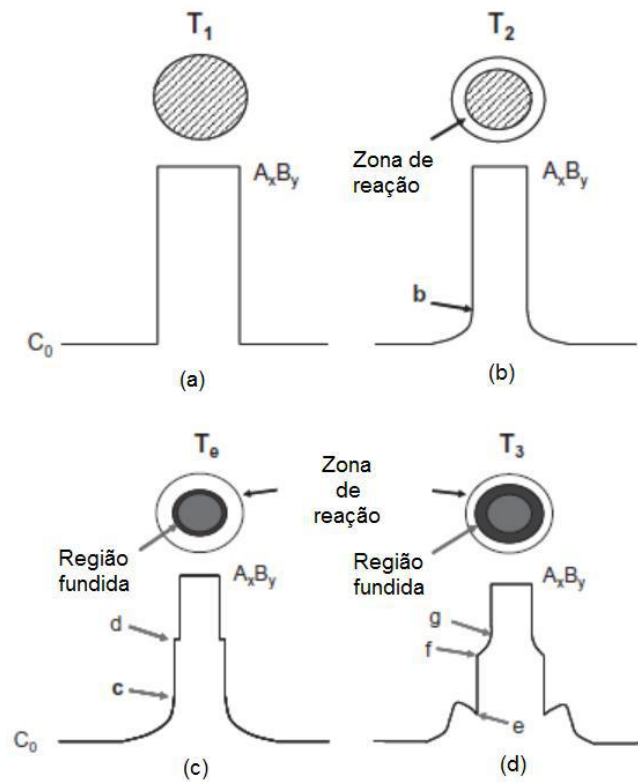


Figura 4.10 - Imagem esquemática do mecanismo de liquação constitucional. Adaptado de [29].

Ainda sobre a liquação constitucional, RADHAKRISHNAN e THOMPSON [43], descrevem mais uma morfologia da liquação do NbC, em forma de estrela como ilustrado na Figura 4.11. Esta é mais complexa do que a anteriormente apresentada, principalmente por envolver o equilíbrio das três fases.

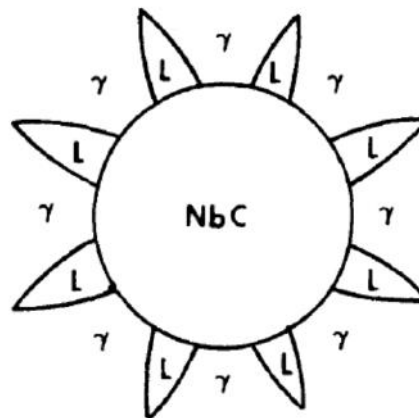


Figura 4.11 - Liquação do NbC em forma de estrela. Adaptado de [43].

A amostra tratada termicamente durante 480 min apresentou grau elevado de oxidação, soltando placas de óxido durante o resfriamento em água. Na Figura 4.11 pode-se observar a formação de um filme, que não protegeu o interior do material. Como pode ser observado na Figura 4.12, com o acúmulo da fase de Laves nos contornos de grão e a ação dos mecanismos de oxidação, houve oxidação localizada nos contornos, gerando deslocamento dos mesmos, dada a fragilização do material. Também é possível notar que o grau de dano causado pela oxidação cresce com a proximidade da superfície exposta a atmosfera do tratamento.

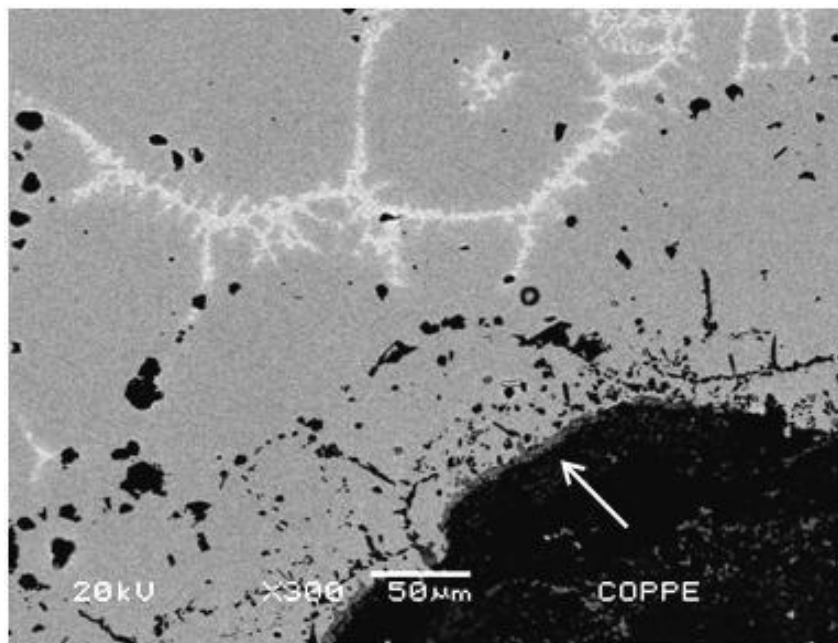
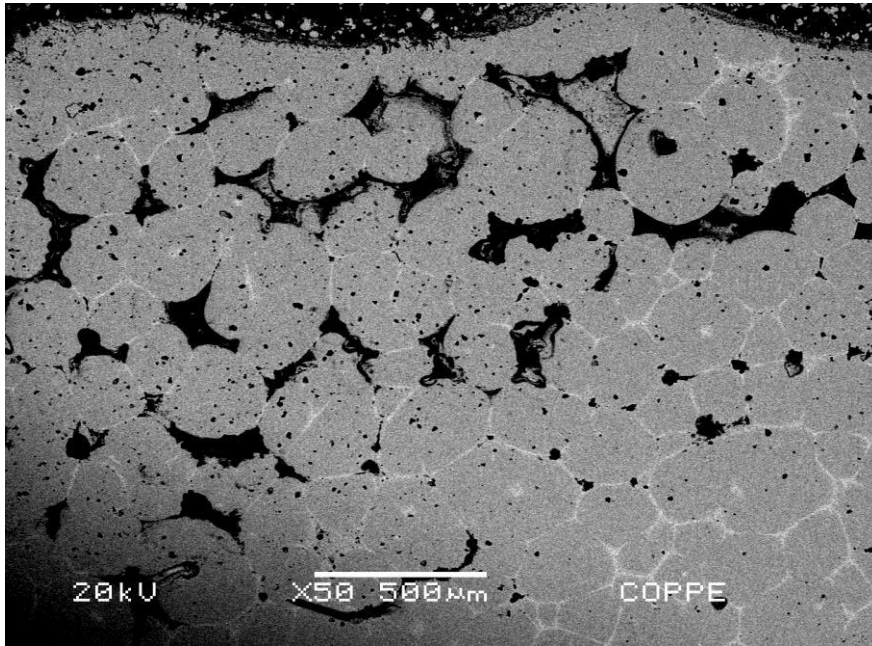
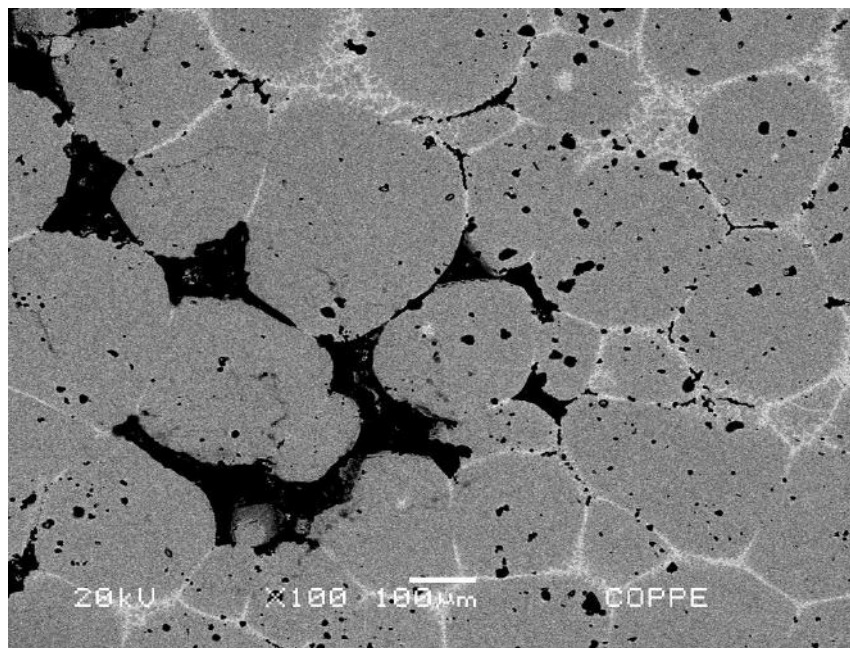


Figura 4.12 - Micrografia por MEV da amostra tratada termicamente por 480 min no aumento de 300x. Formação de filme de óxido na interface com a baquelite.





(a)



(b)

Figura 4.13- Micrografias por MEV da amostra tratada termicamente por 480 min nos aumentos de (a) 50x e (b) 100x.

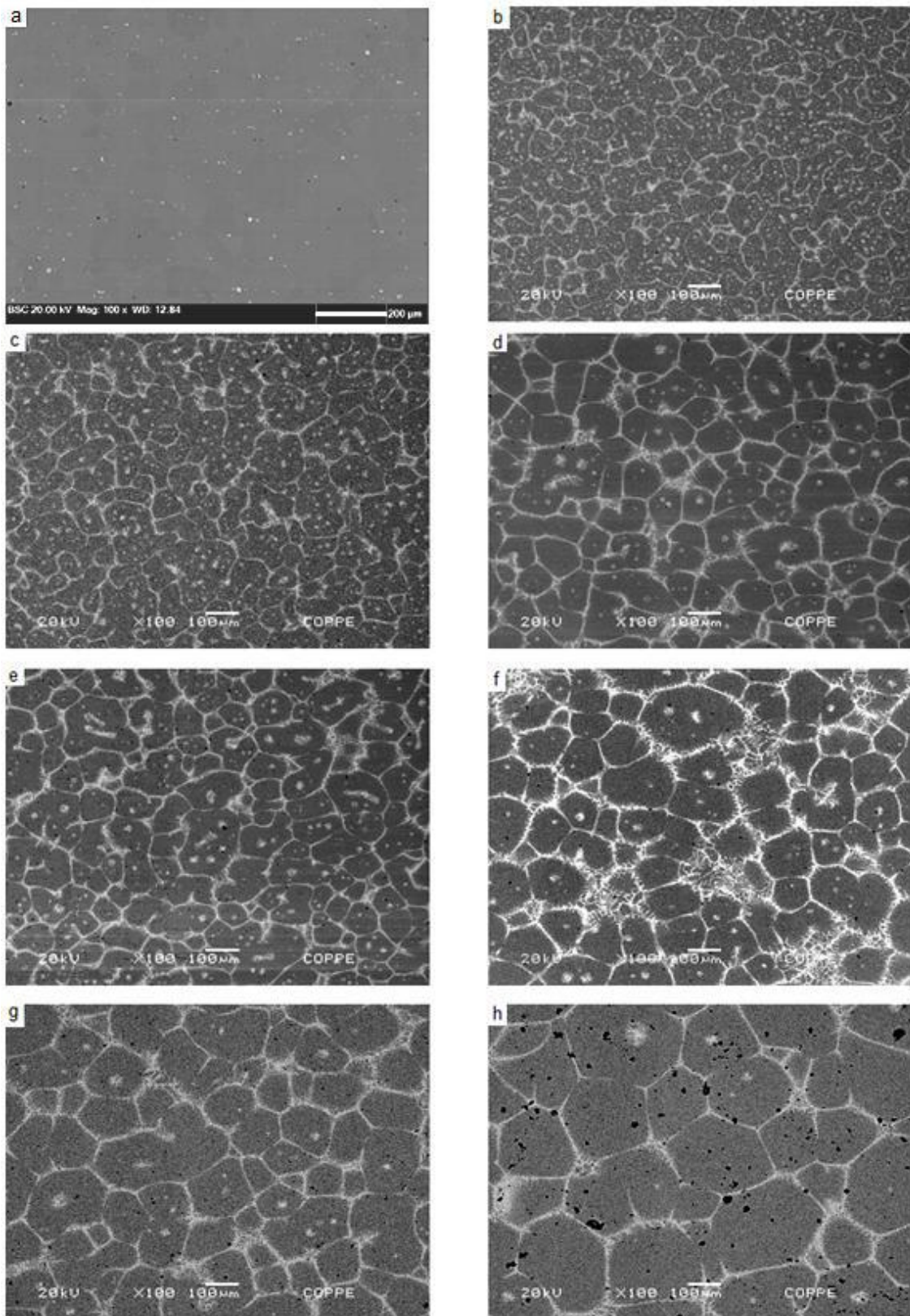


Figura 4.14 - Evolução da microestrutura durante o tratamento térmico. Micrografias por MEV no aumento de 100x, na sequência: (a) material como recebido, (b) 1min, (c) 5 min, (d) 15 min, (e) 30 min, (f) 60 min, (g) 120 min, e (h) 480min.



## 4.2. Difração de raios X

A técnica de DRX foi utilizada de maneira complementar as micrografias feitas por MEV para avaliar a evolução da microestrutura do material ao longo do tratamento térmico.

Para a indexação dos picos encontrados, foram utilizados alguns estudos [44,45], além da utilização do livro [46] juntamente com o software PowderCell, para gerar os difratogramas dos principais óxidos de nióbio, discutidos em [40].

Com a utilização da ferramenta de análise de dados do software Origin-Pro 8.5, os intervalos que aparentavam ser um pico com base mais larga, foram tratados com o recurso *Multiple Peak Fit*. Neste processo, chamado de deconvolução, o pico mais largo é separado em um ou mais picos. A Figura 4.13 exemplifica a deconvolução de um dos picos da amostra de 30 min, e a Figura 4.14 a evolução do material durante o tratamento térmico.

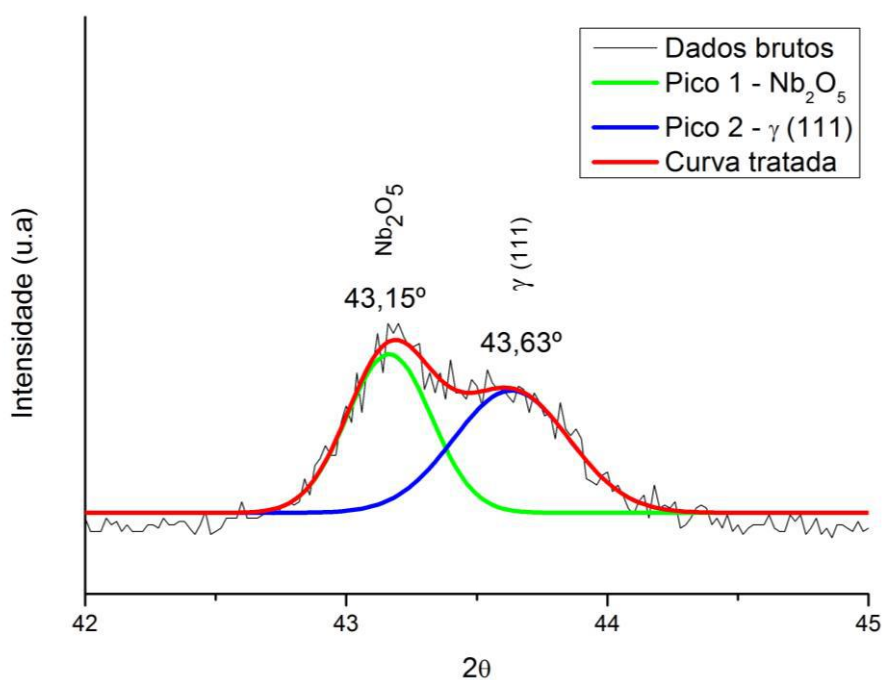


Figura 4.15 - Exemplo de deconvolução feito para indexação dos picos da amostra tratada termicamente por 30 min.

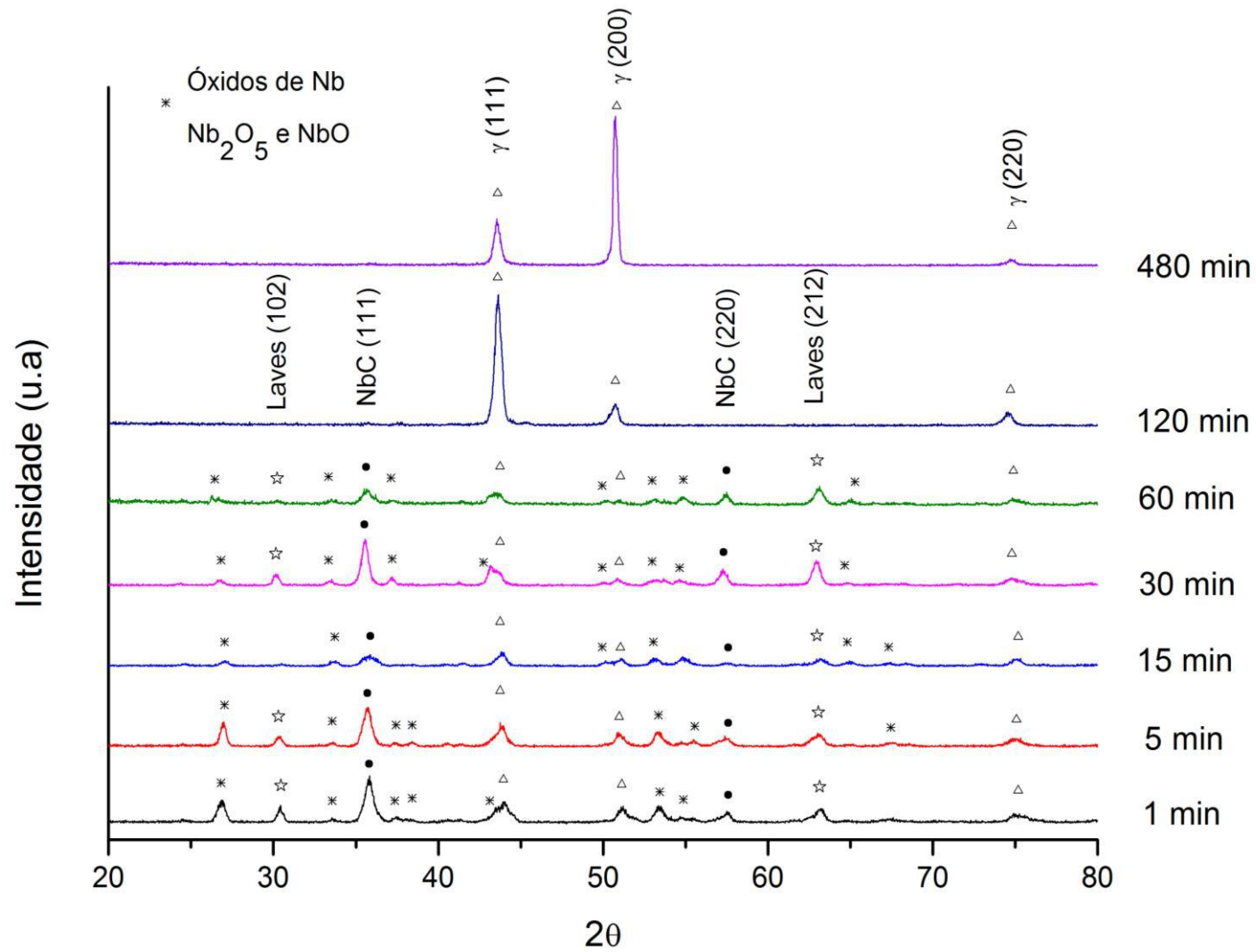


Figura 4.16 - Evolução da superliga 718 em relação ao tempo de tratamento térmico.

Com a análise dos resultados, foi possível confirmar a presença de fase de Laves, assim como acompanhar a dissolução e alteração de morfologia do NbC. Inicialmente, acredita-se que tenha havido dissolução parcial dos os carbetos primários, entre 5 e 15 min de tratamento térmico. No período entre 30 e 120 min é possível, pelas micrografias, notar a formação da morfologia de escrita chinesa, creditando-se a isso o novo aumento dos picos de NbC. Acredita-se que a fase de Laves e os óxidos presentes não sejam evidenciados pela baixa fração presente no material, ou ainda por falta de resolução no ensaio realizado

São necessários estudos mais aprofundados quanto aos óxidos formados na superliga 718, permitindo assim a identificação mais precisa dos picos relacionados aos mesmos. Os difratogramas gerados para os óxidos NbO e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> são complexos e grande parte de seus picos se sobrepõem, dificultando a diferenciação de ambos.

Acredita-se que a fase de Laves e os óxidos presentes não sejam evidenciados pela baixa fração presente no material, ou ainda por falta de resolução no ensaio realizado

### **4.3. Tamanho de grão e fração de fase**

Com a utilização do software ImageJ e as micrografias feitas por MEV foi possível realizar a análise do tamanho de grão e da fração de fase de Laves formados durante os tratamentos térmicos.

O tamanho de grão apresentou um aumento da ordem de 240% em relação ao material na condição como recebido. Este aumento é devido a permanência por elevados períodos de tempo em exposição a temperatura de 1300°C.

Seu crescimento se mostrou mais acelerado para os tempos a partir de trinta 30 min, como demonstrado na Tabela 4.2 e graficamente na Figura 4.15

A fração de fase de Laves apresentou intensa formação mesmo para os curtos tempos de 1 e 5 min., apresentando cerca de 18% de fase para o primeiro minuto de tratamento. Apesar de alcançar uma alta fração rapidamente, tal valor se mantém praticamente constante até 60 min. de tratamento, onde começa a apresentar uma redução consideravelmente rápida, tendo seu valor reduzido a metade do anteriormente alcançado.

Tabela 4.2 - Medições de fração de fase de Laves e tamanho de grão.

Tempo (minutos)	Fração de fase (%)		Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )	
	Média	Desvio padrão	Média	Desvio padrão
<b>Material como recebido</b>	-	-	65,49	5,18
<b>1</b>	18,79%	2,22%	69,71	4,02
<b>5</b>	15,46%	1,39%	69,38	4,36
<b>15</b>	19,36%	2,04%	91,14	9,28
<b>30</b>	19,21%	0,68%	91,31	5,7
<b>60</b>	19,06%	3,47%	103,2	5,52
<b>120</b>	13,56%	1,08%	113,34	6,43
<b>480</b>	9,67%	1,68%	154,04	7,77

Na Figura 4.16 é proposta uma razão da fração de fase pelo tamanho médio de grão, encontrando claramente dois estágios, sendo separados no tempo de 60 min. de tratamento térmico.

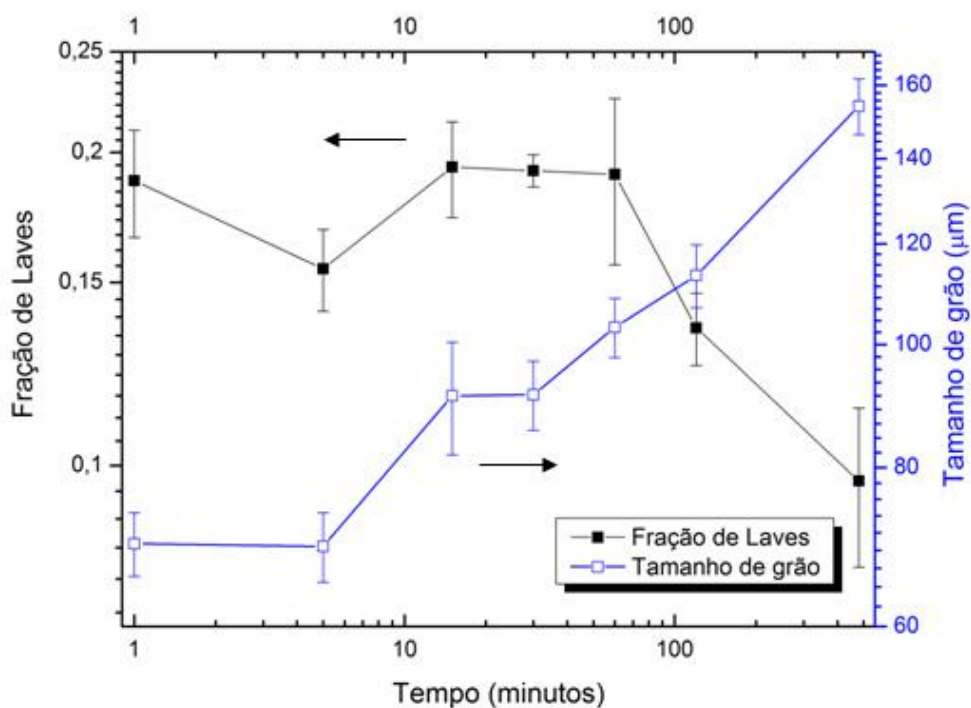


Figura 4.17 - Evolução da fração de fase e do tamanho de grão em relação ao tempo de tratamento térmico.

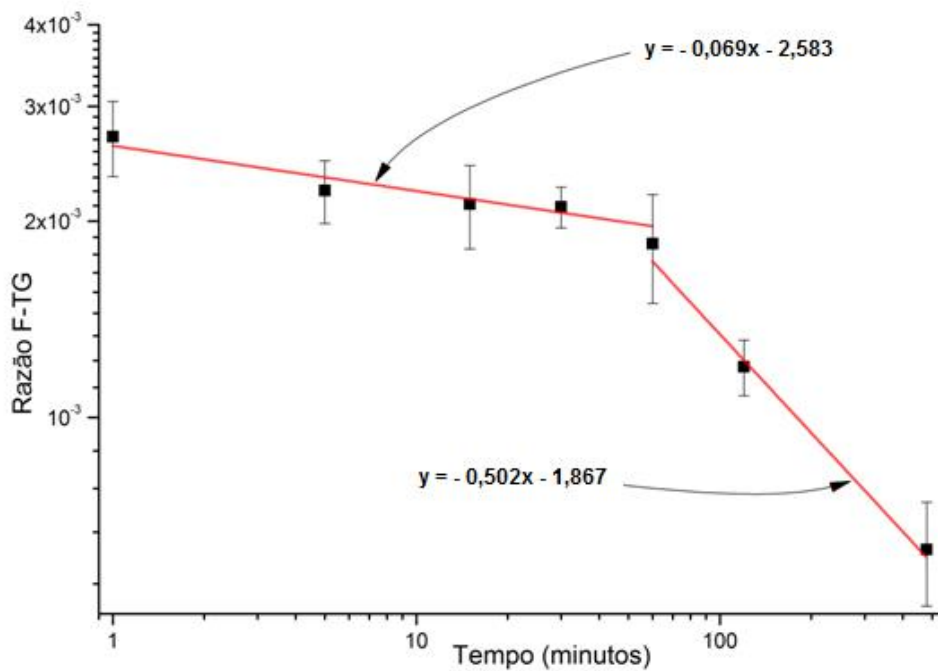


Figura 4.18 - Razão fração de fase por tamanho de grão em relação ao tempo de tratamento térmico.

Tal comportamento então foi relacionado com o crescimento dos grãos no mesmo tempo, já que com seu crescimento, há uma redução da área de contornos de grão, região onde a fase de Laves se concentra.

Arelando a redução da área dos contornos ao comportamento da superliga 718 em relação a oxidação, na temperatura proposta, é possível concluir que a redução acelerada da fração de Laves é devida à degradação e perda de material nos contornos de grão, como foi observado nas amostras de 480 min. de tratamento.

## 5. Conclusões

No presente trabalho, a superliga de níquel 718 foi termicamente tratada, permanecendo a 1300°C por diversos intervalos de tempo. A evolução de sua microestrutura foi avaliada a partir de imagens utilizando a microscopia eletrônica de varredura, sendo as imagens utilizadas para a avaliação do tamanho de grão e fração de fase formada. De forma complementar, as amostras foram submetidas ao ensaio de difração de raios-X.

Devido a intensa formação de fase de Laves para tempos muito curtos (1 e 5 min), seu acúmulo preferencial nos contornos de grão, atrelado a redução de área devido ao aumento do tamanho de grão, e a degradação da superliga devido a oxidação por conta da elevada temperatura de tratamento térmico, conclui-se que: A dissolução do NbC, presente na superliga 718, não apresenta nenhuma vantagem sob os pontos de vista metalúrgico e econômico.

## 6. Referências bibliográficas

- [1] ASM International, "ASM Specialty Handbook - Nickel, Cobalt and Their Alloys", ASM International, 2000.
- [2] ARAUJO, L. S., *Efeito dos Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento na Microestrutura da Liga Inconel 718*, Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2012.
- [3] BOWMAN, R., *Superalloys: A Primer and History*, Disponível em: <<http://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html>>. Acesso em: 23 Out. 2015.
- [4] SIMS, C. T., *A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists*, General Electric Company, 1984. Disponível em: <[http://www.tms.org/superalloys/10.7449/1984/Superalloys\\_1984\\_399\\_419.pdf](http://www.tms.org/superalloys/10.7449/1984/Superalloys_1984_399_419.pdf)> Acesso em: 22 Out 2015.
- [5] DECKER, R. F., "The evolution of wrought age-hardenable superalloys - Nickel: A Century Of Innovation - Overview", In: *JOM - The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*, pp. 32-36, 2006.
- [6] "SPECIAL METALS," Disponível em: <<http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20718.pdf>>. Acesso em: 30 Out 2015.
- [7] SMITH, G. D., PATEL, S. J., "The Role of Niobium in Wrought Superalloys", In: *International Symposium Niobium*, Orlando, Florida, 2001.
- [8] VALLE, L. C. M., *Efeito da Solubilização e do Envelhecimento na Microestrutura e nas Propriedades Mecânicas da Superliga Inconel 718*, Tese de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2010.
- [9] GAO, M., WEI, R. "Grain Boundary Niobium Carbides in Inconel 718", In: *Scripta Materialia*, vol. 37, pp. 1843-1849, 1997.
- [10] American Petroleum Institute, *API6A 718 - Specification of Nickel Base Alloy 718 (UNS N07718) for Oil and Gas Drilling and Production Equipment*, American Petroleum Institute, Março 2004.
- [11] BYUN, T., FARRELL, K., "Tensile Properties of Inconel 718 After Low Temperature Neutron Irradiation", In: *Journal of Nuclear Materials*, vol. 318, pp. 292-299, 2003.

- [12] REED, R., *The Superalloys: Fundamentals and Applications*, 2 ed. Cambridge, Cambridge University Press, UK, 2006.
- [13] MCCOY, S. A., et al., *High Performance Age-Hardenable Nickel Alloys Solve Problems in Sour Oil and Gas Service*. Disponível em:  
<<http://www.nickelbasedalloy.com/wp-content/uploads/2015/01/High-Performance-Age-Hardenable-Nickel-Alloys-Solve-Problems-in-Sour-Oil-Gas-Service-aush%C3%A4rtbaren-Nickel-Alloys-l%C3%B6sen-Problem-in-Sour-%C3%96l-Gas-Services.pdf>>. Acesso em: 08 Jan 2016.
- [14] ANIJ DAN, M., BAHRAMI, A., "A New Method in Prediction of TCP Phases", In: *Materials Science and Engineering*, vol. 396, pp. 138-142, 2005.
- [15] MANKINS, W., LAMB, S., "Nickel and Nickel Alloys", In: *ASM Handbook vol.2, Properties and Selection of Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, USA, 2005.
- [16] DAVIS, S., *ASM Specialty Handbook - Heat-Resistant Materials*, pp. 219-254, ASM International, 1997.
- [17] DONACHIE, M., DONACHIE, S., *Superalloys: A Technical Guide*, 2nd Edition, ASM International, 2002.
- [18] BROOKS, C., *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Superalloys*, American Society for Metals, 2000.
- [19] TANNER, D., *Life Assessment of welded Inconel 718 at High Temperature*, Ph. D. dissertation, University of Nottingham, Nottingham, UK, 2009.
- [20] EZUGWU, E. O., WANG, Z., MACHADO, A., "The Machinability of Nickel-Based Alloys: A Review", In: *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 86, pp. 1-16, 1999.
- [21] RADA VICH, J., "Effect of Alpha Chromium on Long Time Behaviour", In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, 1997, pp. 409-415.
- [22] XIE et al., "The effect of Nb, Ti, Al on Precipitation and Strengthening Behavior of 718 Superalloys", In: *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, 2005, pp. 287-298.
- [23] SCHLATTER, R., "Melting And Refining Technology of High-Temperature Steels And Superalloys: A Review Of Recent Process Developments", In: *Superalloys Pro-*



cessing *Proceedings of the Second International Conference*, Seven Springs, Pensilvânia, 1972.

[24] CHOUDHURY, A., *Vacuum Metallurgy*, ASM International, 1990.

[25] MOYER, J., JACKMAN, L., ADASCZIK, C. *et al.*, "Advances in Triple Melting: Superalloys 718, 706 and 720", In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, Monroe, North Carolina, The Mineral, Metals & Materials Society, 1994, pp. 39-48.

[26] SIDALL, R. J., "Comparison of the Attributes of VIM + ESR", In: *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, The Minerals, Metals & Materials Society, 1991, pp. 29-41.

[27] MITCHELL, A., "Solidification in Remelting Processes", In: *Materials Science and Engineering*, Vol. 413-414, pp. 10-18, 2005.

[28] WANG, L., DONG, J., TIAN, Y., *et al.*, "Microsegregation and Rayleigh Number Variation During the Solidification of Superalloy Inconel 718", In: *Journal of University of Science and Technology Beijing*, vol. 15, n. 5, pp. 594-599, Oct. 2008.

[29] DuPONT, J. N., LIPPOLD, J. C., KISER, S. D., *et al.*, *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*, New Jersey: John Wiley and Sons, Inc., 2009.

[30] KNOROVISKY, G. A., CIESLAK, M. J., HEADLEY, T. J., *et al.*, "Inconel 718: A Solidification Diagram", In: *Metallurgical Transactions A*, vol. 20, pp. 2149-2158, 1989.

[31] HERMAN, H., *Treatise on Materials Science and Technology: Embrittlement of Engineering Alloys*, vol. 25, Nova Iorque: Academic Press, 1983.

[32] SCHIRRA, J. J., CALESS, R. H., HATALA, R. W., "The Effect of Laves Phase on the Mechanical Properties of Wrought and Cast + HIP Inconel 718", In: *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, pp. 375-388, 1991.

[33] CARLSON, R., RADAVIDICH, J., "Microstructural Characterization of Cast 718", In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, 1989.

[34] RADAVIDICH, J., "The Physical Metallurgy of Cast and Wrought Alloy 718", In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, 1989.

[35] MITCHELL, A., "The Present Status of Melting Technology for Alloy 718", In: *Superalloy 718 - Metallurgy and Applications*, pp. 1-15, 1989.

[36] Thyssenkrupp VDM, Nicrofer 5219 Nb - Alloy 718: Material Data Sheet No. 4027, Mar. 2003.

- [37] ANTONSSON, T., FREDRIKSSON, H., "The Effect of Cooling Rate on Solidification of Inconel 718", In: *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 36B, pp. 85-96, Fevereiro 2005.
- [38] RADHAKRISHNA, C., RAO, K. P., "The Formation and Control of Laves Phase in Superalloy 718 Welds", In: *Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 1977-1984, 1997.
- [39] PETTIT, F., MEIER, G., "Oxidation and Hot Corrosion of Superalloys", In: *Fifth International Symposium of Superalloys*, pp. 651-687, 1984.
- [40] SHIMADA, S., INAGAKI, M., "A Kinetic Study on Oxidation of Niobium Carbide", In: *Solid State Ionic*, pp. 312-317, 1993.
- [41] GREENE, G. A., FINFROCK, C. C., "Oxidation of Inconel 718 in Air at High Temperatures", In: *Oxidation of Metals*, vol. 55, pp. 505-521, 2001.
- [42] ASTM International, *E112-96: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, ASTM International, 2004.
- [43] RADHAKRISHNAN, B., THOMPSON, R. G., "A Phase Diagram Approach to Study Liquation Cracking in Alloy 718", In: *Metallurgical Transactions A*, pp. 887-902, 1991.
- [44] CHANG, K. M., LAI, H. J., HWANG, J. Y., "Existence of Laves Phase in Nb-Hardened Superalloys", In: *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, 1994.
- [45] LIU, W. C., YAO, M., CHEN, Z. L., *et al.*, "Niobium Segregation in Inconel 718", In: *Journal of Materials Science*, vol. 34, pp. 2583-2586, 1999.
- [46] VILLARS, P., *Pearson's Handbook Desk Edition: Crystallographic Data for Inter-metallic Phases*, vol. 1 e 2, ASM International, 1997.