



COPPE/UFRJ

EFEITOS DA SOLUBILIZAÇÃO E DO ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA
INCONEL 718

Lena de Castro Menezes Valle

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Rio de Janeiro
Setembro de 2010

EFEITOS DA SOLUBILIZAÇÃO E DO ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA
INCONEL 718

Lena de Castro Menezes Valle

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

Examinada por:

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.

Prof. Paulo Emílio Valadão de Miranda, D.Sc.

Prof. Hugo Ricardo Zschommler Sandim, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

SETEMBRO DE 2010

Valle, Lena de Castro Menezes

Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718/ Lena de Castro Menezes Valle. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2010.

VIII, 97 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Dissertação (Mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2010.

Referências Bibliográficas: p. 90-97

1. Inconel 718
 2. Tratamentos térmicos
 3. Microestrutura
 4. Propriedades Mecânicas.
- I. Almeida, Luiz Henrique de. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, que, com muito carinho e dedicação, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa da minha vida.

Ao meu namorado, André Luís, pela compreensão e pelas palavras sábias e amorosas, as quais são fundamentais para amadurecer como pessoa e ter forças para alcançar meus objetivos.

Ao meu orientador Luiz Henrique de Almeida, que me acompanhou no mestrado, com a maior competência e boa vontade.

Ao professor Jean Dille (ULB – Bruxelas, Bélgica), pela utilização do MET e excelente ajuda na análise das imagens.

Ao André Ribeiro, à Sinara Gabriel e ao David Delagostini, pela colaboração, sugestões e críticas, essenciais para a realização deste trabalho.

Aos técnicos do PEMM, em especial ao Oswaldo Pires e ao Robson Santos, pelo apoio durante a parte experimental.

À Villares Metals S.A., representada pelo Doutor Celso Barbosa, pelo fornecimento do material utilizado no trabalho.

À COPPETEC e ao CNPq, pelo suporte financeiro.

Aos amigos e familiares que ajudaram de uma forma ou de outra na construção da minha estrada.

Resumo da dissertação apresentada à COPPE/UF RJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

EFEITOS DA SOLUBILIZAÇÃO E DO ENVELHECIMENTO NA
MICROESTRUTURA E NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA
INCONEL 718

Lena de Castro Menezes Valle

Setembro/2010

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O presente estudo investigou a influência dos tratamentos térmicos na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718. O material foi submetido a tratamentos térmicos de solubilização a 1050°C por 5 e 10 minutos. Em seguida, foi feito envelhecimento a 800°C por 6 horas (norma API) no material como recebido e nas duas condições solubilizadas. As microestruturas foram observadas por microscopia ótica, eletrônica de varredura e de transmissão, sendo os precipitados identificados por EDS, difração de elétrons e pela morfologia. Foram realizados também medidas de tamanho de grão e ensaios de dureza e de tração. Com a solubilização, houve dissolução total das fases γ' e γ'' e parcial da fase δ , resultando no aumento do tamanho de grão e na redução da dureza e da resistência à tração. Após envelhecimento, os materiais se tornaram mais duros e resistentes, em função da precipitação das fases γ' e γ'' , e não foram observadas diferenças relevantes nos valores de dureza e de resistência à tração entre os materiais com e sem solubilização prévia, apesar dos diferentes tamanhos de grão e diferentes quantidades de fase δ , mostrando que a precipitação das fases γ' e γ'' é o mecanismo de endurecimento preponderante na liga 718.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

EFFECTS OF SOLUTION AND AGING HEAT TREATMENTS IN
MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF INCONEL 718
SUPERALLOY

Lena de Castro Menezes Valle

September/2010

Advisor: Luiz Henrique de Almeida

Department: Metallurgical and Material Engineering

This study investigated the influence of heat treatment on microstructural and mechanical properties of Inconel 718 superalloy. The material was solution treated at 1050°C for 5 and 10 minutes. Then, samples in as received condition and in two solution treated conditions were aged at 800°C for 6 hours (following API specification). The microstructures were observed by optical, scanning electron and transmission electron microscopy, with the precipitates being identified by EDS, electron diffraction and morphologic analysis. Grain size measurements, hardness and tensile tests were also conducted. After solution treatment, γ' and γ'' phases were completely dissolved, while δ phase was just partially dissolved, resulting on an increase of grain size and a decrease of hardness and strength. After aging, the materials became harder and more resistant, due to precipitation of fine particles of γ' and γ'' , and there was no significant difference in hardness and strength of the samples with or without previous solution treatment, despite the difference in grain size and amount of δ phase. This shows that the precipitation of γ' and γ'' phase is the main strengthening mechanism in alloy 718.

ÍNDICE

1 - INTRODUÇÃO	1
2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 - NÍQUEL	4
2.2 - HISTÓRICO DO NÍQUEL	5
2.3 - EVOLUÇÃO DAS LIGAS DE NÍQUEL	6
2.4 - SUPERLIGAS	9
2.5 - A SUPERLIGA INCONEL 718	11
2.5.1 - Histórico	13
2.5.2 - Principais Fases	13
2.6 - FUSÃO DA LIGA 718	26
2.6.1 - Forno de fusão a vácuo por indução (VIM)	26
2.6.2 - Refusão por Eletroescória (ESR)	27
2.6.3 - Refusão a vácuo em forno a arco (VAR)	29
2.6.4 - Defeitos provenientes da refusão no ESR e VAR	30
2.7 - TRATAMENTOS TÉRMICOS DA LIGA 718	34
2.8 - MECANISMOS DE ENDURECIMENTO DA LIGA 718	37
2.8.1 - Aumento de resistência pelo refino de grão e pelas discordâncias	37
2.8.2 - Endurecimento por solução sólida	38
2.8.3 - Endurecimento por precipitação de carbeto MC [(Nb,Ti)C]	40
2.8.4 - Endurecimento por precipitação das fases γ' e γ''	41
3 - MATERIAL E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	43
3.1 - MATERIAL	43
3.2 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	44

3.2.1 - Corte e observação macrográfica	44
3.2.2 - Tratamentos térmicos	47
3.2.3 - Observação microestrutural	48
3.2.4 - Medidas de tamanho médio de grão.....	49
3.2.5 - Ensaio de microdureza Vickers	50
3.2.6 - Ensaio de tração	50
4 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	51
4.1 - MICROSCOPIA ÓTICA E TAMANHO MÉDIO DE GRÃO	51
4.2 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	55
4.2.1 - Material como recebido	55
4.2.2 - Material após solubilização por 5 minutos	58
4.2.3 - Material após solubilização por 10 minutos	61
4.2.4 - Material como recebido após envelhecimento.....	63
4.2.5 - Material após solubilização por 5 minutos, seguido de envelhecimento	68
4.2.6 - Material após solubilização por 10 minutos, seguido de envelhecimento	72
4.3 - MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)	76
4.4 - ENSAIOS DE DUREZA E DE TRAÇÃO	85
5 - CONCLUSÕES	89
6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	90

1 – INTRODUÇÃO

A tecnologia aeroespacial foi responsável pelo desenvolvimento da maior parte dos materiais de alta resistência, que surgiram principalmente após a década de 1950. Isso porque, por mais de três décadas, do início do século XX aos anos 1930, houve um atraso no desenvolvimento de motores a jato por não se dispor de um material que suportasse manter alta resistência mecânica e à corrosão/oxidação a elevadas temperaturas [1-3].

Os motores aeroespaciais impulsionaram o aperfeiçoamento do entendimento, do design e do processamento de materiais adequados a condições extremas de operação. Entre esses materiais, se enquadram as ligas de titânio, os materiais compósitos e as superligas [1-2].

As superligas são ligas a base de ferro, cobalto ou níquel, de alta resistência a elevadas temperaturas, sendo as de níquel as mais utilizadas. As superligas de níquel, em constante desenvolvimento, são utilizadas em um número cada vez maior de aplicações, devido à otimização da composição química e dos novos processos de fabricação, como a refusão a vácuo em forno a arco. Como resultado dessas inovações tecnológicas, esses materiais são capazes de suportar temperaturas cada vez mais elevadas [1-6].

Particularmente, a superliga de níquel Inconel 718 foi desenvolvida no final da década de 1950, sendo muito utilizada em componentes de turbinas. Apesar de ter sido apresentada há um período relativamente longo de tempo, ainda é largamente utilizada em diversas aplicações, nas indústrias aeroespacial, nuclear e de petróleo, devido à

combinação de excelentes propriedades mecânicas, resistência à corrosão e soldabilidade a elevadas temperaturas até 650°C [7-11].

As principais fases responsáveis pelas superiores propriedades mecânicas a elevadas temperaturas da matriz γ (cfc) na liga 718 são a fase γ'' (Ni_3Nb - tetragonal), principal fase endurecedora, e a fase coerente com a matriz γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), esta menos efetiva no endurecimento. Se a liga for mantida na faixa de temperatura entre 650 e 900°C, pode ocorrer a dissolução da fase metaestável γ'' em favor da precipitação da fase estável δ , de mesma estequiometria Ni_3Nb , porém com estrutura ortorrômbica. A fase δ resulta em perda de resistência mecânica, além de outros efeitos deletérios. Por outro lado, alguns estudos revelam que a mesma controla o crescimento de grão durante tratamento térmico de solubilização [7-13].

A superliga Inconel 718, largamente utilizada há pelo menos 40 anos, pode ser considerada um material de engenharia maduro, embora permaneça sendo intensivamente estudada, dadas as exigências de desempenho cada vez maiores de suas aplicações [11]. Estudos realizados por *Olovsjö et al* [14] e *Ferreira* [15], por exemplo, mostraram que o refino de grão como mecanismo de endurecimento na liga 718 é observado na condição solubilizada, mas é muito pouco efetivo quando a liga é envelhecida.

Em adição aos estudos que veem sendo realizados, e tendo em vista a relevância desta liga, o presente trabalho tem como objetivo investigar o efeito de tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da liga Inconel 718. Para isso, foram realizados, com base na norma de petróleo e gás API (UNS N07718) [16], os tratamentos térmicos de solubilização a 1050°C por 5 e 10 minutos e de envelhecimento a 800°C por 6 horas, nas amostras

como recebida e nas previamente solubilizadas. Foram utilizadas as técnicas de microscopia ótica, eletrônica de varredura e de transmissão (sendo as fases identificadas por EDS, difração de elétrons e morfologia dos precipitados), além de medidas de tamanho médio de grão, e a realização de ensaios de dureza e de tração.

Com os resultados obtidos, verificou-se que após solubilização houve total dissolução das fases γ' e γ'' e de parte de fase δ , resultando no aumento do tamanho de grão e redução da dureza e da resistência à tração. Após o envelhecimento, não houve diferenças significativas nos valores de dureza e de resistência à tração entre os materiais com e sem solubilização prévia, apesar de diferentes tamanhos de grão e diferentes quantidades de fase δ . A partir disso, foi possível mostrar que, na liga 718, a precipitação das fases γ' e γ'' é o mecanismo de endurecimento preponderante, quando comparado às demais variáveis microestruturais.

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – NÍQUEL

O níquel é o quinto elemento mais abundante na Terra, de número atômico 28, situado na primeira fileira de metais de transição, ao lado do ferro e do cobalto. É um metal de massa atômica 58.71 u, estrutura cristalina cúbica de face centrada e, em condições ambientes, tem como ponto de fusão 1455°C e massa específica 8,9 g/cm³ [6]. O níquel e suas ligas são extremamente importantes na indústria em virtude da habilidade de resistirem a uma variedade de condições extremas de operação, as quais envolvem meios corrosivos, elevadas temperaturas e/ou alta tensão [17].

É também um dos mais versáteis e importantes metais industriais, sendo um elemento de liga indispensável para aços inoxidáveis austeníticos, ferros fundidos e ligas não ferrosas. Ligas de níquel-ferro vêm sendo desenvolvidas para aplicações que requerem controle de expansão térmica ou características de permeabilidade magnética. Níquel e compostos de níquel são também usados para cunhagem, baterias, catalisadores e supercondutores magnéticos [17].

O níquel está presente geralmente em dois principais tipos de minérios, os sulfetos e as lateritas. Os minérios de sulfetos são derivados de processos hidrotermais ou vulcânicos. Estes estão normalmente associados ao cobre e/ou cobalto e, eventualmente, a metais preciosos, como ouro e platina. Os minérios de lateritas são formados próximos da superfície, logo abaixo de rochas de caráter ultrabásico, as quais são formadas de acordo com as condições climáticas da superfície. Estas ocorrem especialmente em regiões de climas tropicais próximas ao equador, em regiões áridas do centro oeste da Austrália ou em áreas úmidas do Leste Europeu. Dependendo do clima,

há a formação de diferentes tipos de minérios, denominados limonita, nontronita, saprolita, garnierita e serpentina, com variados níveis de impurezas de magnésio, ferro e sílica [18].

Em todo o mundo, há abundantes reservas econômicas de níquel, principalmente na Austrália, Canadá, Nova Caledônia, Filipinas, Indonésia e Rússia. Em 2008, de acordo com a US Geological Survey [18], as reservas globais econômicas e sub-econômicas foram estimadas em 220 milhões de toneladas [18].

2.2 – HISTÓRICO DO NÍQUEL

O níquel vem sendo usado em ligas antes mesmo da civilização moderna, na produção de armas, ferramentas e moedas. Manuscritos chineses sugerem que a primeira liga contendo níquel, a Pai-Thong ou cobre branco, produzida adicionando zinco aos minérios de níquel, era utilizada no Oriente desde 1400-1700 a.C. Entretanto, a facilidade de confundir as minas de níquel com as de prata induzem a pensar que, na realidade, o uso do níquel foi posterior, a partir do século IV a.C. [19].

No início do século XVIII, mineradores da região Saxônica da Alemanha tentaram fundir uma nova descoberta de minérios parecidos com o cobre, apenas para constatar que o metal branco que eles produziam era muito duro para serem martelados dentro de outros itens. Os mineradores acharam que o material era então amaldiçoado, denominando-o “Kupfer-Nickel” (cobre do diabo). Minérios similares foram descobertos nos anos posteriores em outras localidades e o metal branco e duro extraído, o qual resistia para se deformar, foi também denominado “nickel” [19-21].

Durante cinco anos, Axel Fredrik Cronstedt trabalhou com esses curiosos minérios no Departamento de Minas da Suécia e, finalmente, em 1751, conseguiu separar e identificar um novo elemento, o qual ele denominou de níquel [18-21]. Cinco anos após essa identificação, outro cientista sueco, Von Engestrom [19], descobriu que o níquel era o elemento principal da liga Pai-Thong e tal descoberta impulsionou a criação da liga “German silver” (prata alemã) ou “níquel-prata” (liga Cu-Sn-Pb-Zn contendo 12 a 25%p Ni) [19], em 1823, por Ernest August Geitner [18].

A pequena quantidade de níquel produzida até a segunda metade do século XIX tinha pouca relevância real na economia industrial, sendo utilizada apenas para revestimentos, cunhagem de moedas e ligas níquel-prata [19-20]. Atualmente, o níquel representa um elemento de liga de extrema importância, especialmente em aços, além de ser utilizado em uma série de outras aplicações, como baterias e produtos químicos [18].

2.3 – EVOLUÇÃO DAS LIGAS DE NÍQUEL

Em 1905, foi desenvolvida a primeira liga de níquel, com aproximadamente dois terços de níquel e um terço de cobre, equivalente à presente Monel 400. Esta liga permanece muito utilizada, devido à sua alta resistência à corrosão [6,22]. A partir de então, começou um século de explosiva expansão da indústria do níquel, através do desenvolvimento de centenas de novas ligas, exclusivamente concebidas para atender às expectativas industriais [23].

Com o advento das turbinas a gás, durante a segunda guerra mundial, houve a necessidade de ligas mais resistentes e mais duráveis, capazes de serem utilizadas em

altas temperaturas. A excelente resistência à oxidação de ligas níquel-cromo já havia sido verificada no início do século XX, mas apenas em 1929, foi observado que adições de pequenas quantidades de titânio e alumínio à liga padrão de níquel-20%cromo resultavam em um aumento significativo de resistência à fluência. Tal mecanismo serviu como base para a primeira superliga de níquel, desenvolvida em 1940, a Nimonic 80 [23-24]. Esta liga foi a precursora de uma série de ligas Nimonic, progressivamente mais resistentes, devido à otimização da composição química, com ajustes nos teores de titânio e alumínio e adição de molibdênio e cobalto [23,25].

Trabalhos similares foram desenvolvidos ao mesmo tempo, aos quais correspondem a uma série de ligas com matriz Ni-Fe-Cr, denominadas Inconel [25]. A primeira desta série, a Inconel X (posteriormente denominada Inconel X-750 [23]), foi patenteada em 1941, por Bieger e Buck [25]. No final da década de 1950, foi desenvolvida a superliga de níquel Inconel 718, pela International Nickel Corporation (Inco) [11]. A liga 718 difere das outras ligas a altas temperaturas pela substituição de grande parte de alumínio e titânio por nióbio e a substituição de cobalto e grande quantidade de molibdênio por ferro. O efeito dessas modificações é a redução da resistência a elevadas temperaturas, mas, ao mesmo tempo, melhoram a soldabilidade. A liga 718 foi desenvolvida para o serviço a temperaturas até 650°C, além de possuir boa resistência e ductilidade a temperaturas abaixo de zero, até -250°C [26].

A partir da segunda metade do século XX, houve um grande avanço nos processos de fabricação das superligas, melhorando cada vez mais a performance desses materiais. Por exemplo, para aplicações em palhetas de turbinas, a fabricação por fundição em substituição às palhetas forjadas resultou em um ganho significativo de resistência à fluência (figura 2.1) [6]. As tecnologias de fusão por indução a vácuo, as

quais foram introduzidas na década de 1950, aumentaram significativamente a qualidade das ligas produzidas [6,23].

Por volta de 1970, a introdução do processo de solidificação direcional, com microestrutura de grãos colunares isentos de contornos de grão transversais, resultou em posterior remoção dos contornos de grão, com o desenvolvimento de superligas monocristalinas, na década de 1980. Tal desenvolvimento resultou na remoção de elementos endurecedores dos contornos de grão, como carbono e o boro, além de melhorar a eficiência de tratamentos térmicos, com a diminuição da segregação e da formação de componentes eutéticos durante a fusão [6].

O resultado desses avanços é a criação de inúmeras ligas com resistência à fluência em temperaturas cada vez maiores, acompanhando o progresso que vem sendo feito ao longo do século XX e continuamente no século XXI. A figura 2.1, embora não esteja indicada a liga 718, ilustra a evolução da capacidade de resistência à fluência das superligas a elevadas temperaturas durante 60 anos, desde o seu surgimento, na década de 1940 [6].

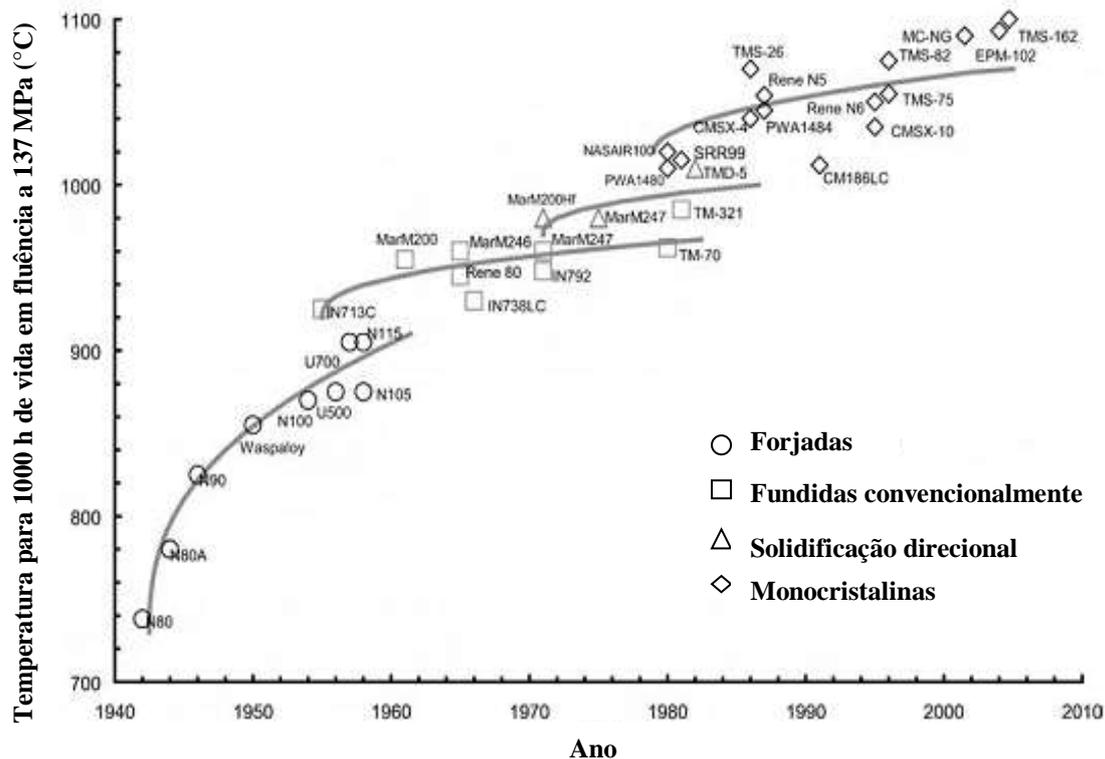


Figura 2.1 – Evolução da capacidade de resistência à fluência das superligas a elevadas temperaturas durante 60 anos, desde o seu surgimento, na década de 1940. Adaptado de [6].

2.4 – SUPERLIGAS

As superligas são projetadas para prover elevada resistência mecânica e elevada resistência à corrosão/oxidação em altas temperaturas. Elas combinam boa resistência à fadiga e à fluência, bem como ductilidade e rigidez. Em geral, existem três principais classes de superligas: de níquel, de ferro e de cobalto. A figura 2.2 mostra a classificação das superligas [4-5].

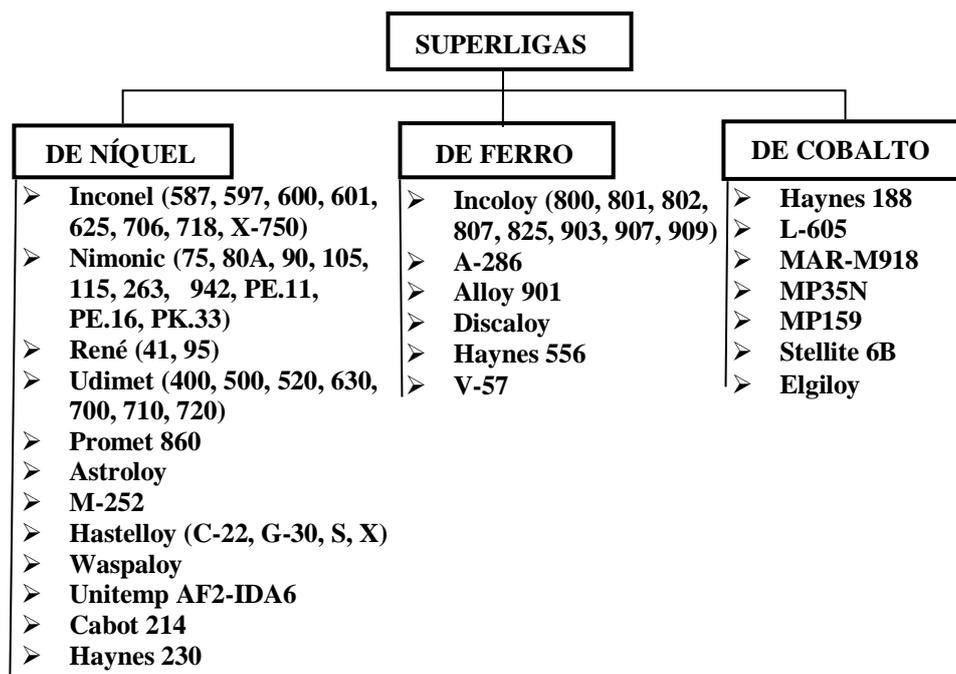


Figura 2.2 – Classificação das superligas. Adaptado de [4].

A temperaturas mais baixas, dependendo da resistência mecânica requerida e da aplicação, as superligas de ferro são mais indicadas do que as de níquel e de cobalto, pois o custo das superligas de ferro é inferior. As superligas de cobalto são as que possuem a capacidade de trabalhar em temperaturas mais elevadas, mas a sua utilização é mais restrita, pois são significativamente mais caras que as superligas de ferro e de níquel. As superligas de níquel são as mais utilizadas [27].

Essa extensa utilização das superligas de níquel deve-se ao fato de que este elemento, como metal base, proporciona grande estabilidade microestrutural, já que a matriz cfc é muito estável, e apresenta grande solubilidade para diversos elementos de liga [27]. O aumento de resistência mecânica e à fluência destas superligas se deve a inclusão destes elementos, os quais acarretam no aparecimento de segundas fases, como intermetálicos e carbetos [26].

Nestas ligas, o cromo está presente para promover resistência à oxidação e outros elementos de liga, tais como, alumínio, nióbio, molibdênio, tungstênio e tântalo, estão presentes em uma variedade de combinações para garantir o endurecimento por solução sólida da matriz ou por precipitação de intermetálicos. O maior ganho de resistência a elevadas temperaturas, na maioria das superligas de níquel, é resultado da precipitação do intermetálico γ' ($\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$). Em particular, para a liga 718, o principal endurecedor é a fase metaestável γ'' (Ni_3Nb). Em algumas ligas, o cobalto é usado para substituir uma parte de níquel para aumentar o ponto de fusão da liga e promover endurecimento por solução sólida. O boro e o zircônio são adicionados para melhorar as propriedades de fluência a elevadas temperaturas e melhorar a usinagem a quente dos materiais. O carbono é adicionado para a formação de carbetos [26-27].

2.5 – A SUPERLIGA INCONEL 718

O Inconel 718 é a superliga níquel-ferro predominante, que representa quase a metade do total de superligas utilizadas no mundo atualmente [28], sendo usada em uma grande variedade de aplicações, tais como, na indústria aeroespacial, em componentes para indústria do petróleo e na indústria nuclear – no caso nuclear é exigido um menor teor de cobalto devido à formação do isótopo Co^{60} , radioativo, durante a exposição à reação nuclear [29-30].

É uma superliga com alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica a temperatura ambiente, excelente resistência à fluência e à fadiga a elevadas temperaturas (até 650°C) e que possui boa resistência à corrosão e ductilidade em temperaturas criogênicas (até -250°C). Adicionalmente, apresenta excelente

soldabilidade [11,29-30]. A composição química da liga 718, de acordo com a especificação de petróleo e gás API (UNS N07718) [16], é apresentada na tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Composição química da liga 718 segundo a especificação API (UNS N07718). Adaptado de [16].

Elemento	Ni	Cr	Fe	Nb+ Ta	Mo	Ti	Al	C	Co	Mn
[%peso]	50.0- 55.0	17.0- 21.0	Bal.	4.87- 5.20	2.80- 3.30	0.80- 1.15	0.40- 0.60	0.045 máx	1.00 máx	0.35 máx
Elemento	Si	P	S	B	Cu	Pb	Se	Bi	Ca	Mg
[%peso]	0.35 máx	0.010 máx	0.010 máx	0.006 máx	0.23 máx	0.001 máx	0.0005 máx	0.00005 máx	0.003 máx	0.006 máx

Quando comparada com outras ligas a base de níquel, tabela 2.2, a superliga Inconel 718 se caracteriza pelo seu alto teor de nióbio, responsável pela fase fortemente endurecedora γ'' (Ni_3Nb). Além disso, observa-se os baixos teores de molibdênio, tungstênio e tântalo, responsáveis pelo endurecimento por solução sólida nas ligas de níquel, e baixos valores de alumínio e titânio, constituintes da fase γ' . Isso mostra que o mecanismo mais efetivo de endurecimento desta liga é a precipitação da fase γ'' . É importante ressaltar também o alto teor de ferro e a ausência de cobalto, os quais resultam em diminuição do custo da liga [6,31-32].

Tabela 2.2 – Composição química de algumas ligas a base de níquel. Adaptado de [33].

Liga [%peso]	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Nb	Al	Ti	Fe	C	B	Zr
Astroloy	55	15	17	5.3	0	0	0	4	3.5	0	0.06	0.03	0
Cabot 214	75	16	0	4	0	0	0	4.5	0	2.5	0	0	0
D-919	45	15	0	4	0	0	0	1	3	27	0.05	0.01	0
Hastelloy G-30	42.7	29.5	2	5.5	2.5	0	0.8	0	0	15	0.03	0	0
Hastelloy S	67	15.5	0	14.5	0	0	0	0.3	0	1	0	0.009	0
Hastelloy X	47	22	1.5	9	0.6	0	0	0	0	18.5	0.1	0	0
Haynes 230	57	22	0	2	14	0	0	0.3	0	0	0.1	0	0
Inconel 600	76	15.5	0	0	0	0	0	0	0	8	0.08	0	0
Inconel 617	54	22	12.5	9	0	0	0	1	0.3	0	0.07	0	0
Inconel 625	61	21.5	0	9	0	0	3.6	0.2	0.2	2.5	0.05	0	0
Inconel 706	41.5	16	0	0	0	0	2.9	0.2	1.8	40	0.03	0	0
Inconel 718	52.5	19	0	3	0	0	5.1	0.5	0.9	18.5	0.04	0	0

2.5.1 - Histórico

Nas décadas de 1940 e 1950, houve um intenso desenvolvimento de ligas que fossem capazes de resistir a temperaturas cada vez mais elevadas para a utilização em motores a jato. Entre essas ligas, podem ser citadas a Inconel X-750, A-286, Waspaloy, M252 e a classe de ligas Udimet [32].

A invenção da Inconel 718 por Eiselstein [32], no final da década de 1950, foi um marco na história das superligas. Isso porque o alto teor de nióbio presente nesta liga permitiu a criação de uma nova fase fortemente endurecedora, a γ'' (Ni_3Nb), em complemento a fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), principal fase endurecedora até então das ligas de níquel [32]. Patentada em 1963 [32], a Inconel 718 se tornou a espinha dorsal das superligas, sendo atualmente a liga mais utilizada nos componentes de turbinas a gás e em diversos componentes na indústria nuclear [23,29].

2.5.2 – Principais fases

- **Fase γ :** Matriz austenítica à base de níquel, com elevados teores de ferro e cromo. Sua estrutura cúbica de face centrada (cfc) permite múltiplos sistemas de deslizamento, o que resulta em boa ductilidade e conformabilidade, com o mínimo de textura. Possui grande tolerância à adição de elementos de liga em solução sólida e endurecedores por precipitação [19,32].
- **Fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$):** Fase ordenada de estrutura cúbica de face centrada (cfc). Na liga 718, é responsável pelo endurecimento por precipitação em menor grau que a fase

γ'' (Ni_3Nb). Nas demais ligas de níquel, exerce um importante papel endurecedor, sendo responsável pela grande resistência a elevadas temperaturas e à fluência dessas ligas. Esse forte efeito de endurecimento se deve à tendência natural de precipitar rapidamente por nucleação homogênea na matriz γ do níquel, ao seu tamanho (de 12 a 300 nm), ao contorno de anti-fase durante a movimentação de discordâncias e ao efeito do desarranjo (“mismatching”) γ/γ' com a matriz. Quanto maior a fração volumétrica desta fase, menor a distância entre os precipitados de γ' na matriz γ , maior dificuldade de movimentação de discordâncias e, logo, maior a resistência mecânica da liga. Esta fase precipita com morfologia esférica, sendo que vai se transformando para cúbica com longos tempos de envelhecimento, e a orientação com a matriz é: $\gamma\{100\}_{\gamma''} // \{100\}_{\gamma}$ e $\langle 001 \rangle_{\gamma''} // \langle 100 \rangle_{\gamma}$ [19,32,34-35].

- **Fase γ'' (Ni_3Nb):** Fase metaestável de estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (tcc), figura 2.3 (a), com parâmetros de rede $a_0=0,3624$ e $c_0=0,7406$ nm, principal responsável pelo endurecimento da liga 718. Geralmente, apresenta a morfologia de discos alongados, com aproximadamente 60 nm de comprimento e de 5 a 9 nm de espessura. Sua orientação com a matriz é: $\gamma\{100\}_{\gamma''} // \{100\}_{\gamma}$ e $[001]_{\gamma''} // \langle 100 \rangle_{\gamma}$. A figura 2.3 (b) mostra uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET), em campo escuro da fase γ'' e seu respectivo padrão de difração, obtido no plano [100] da matriz [19,32,34-38].

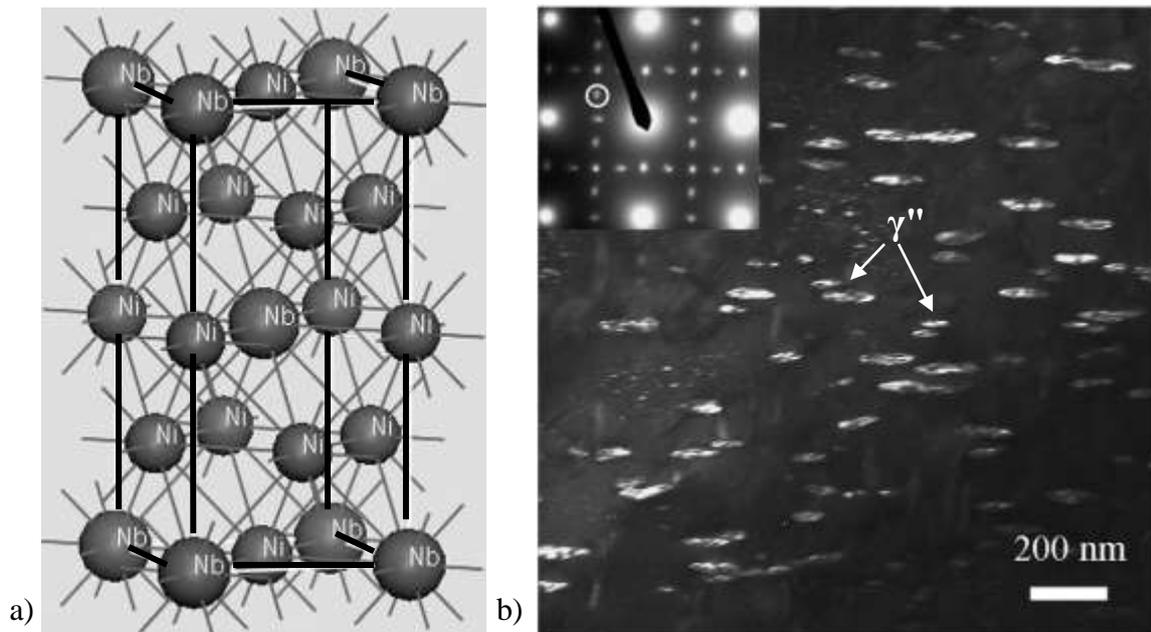


Figura 2.3 – a) estrutura cristalina tcc da fase γ' . Adaptado de [36]; b) Imagem de MET, em campo escuro, mostrando a precipitação da fase γ' na forma de discos alongados e o seu respectivo padrão de difração, obtido no plano [100] da matriz. Adaptado de [37].

Tanto a fase γ' quanto a γ'' se precipitam no intervalo de temperatura entre 600 e 900°C, uniformemente distribuídas em pequenas partículas, conforme mostra o diagrama tempo-temperatura-dureza das fases γ' e γ'' da liga 718, figura 2.4. Observa-se claramente neste diagrama que diferentes combinações de tempo e temperatura de envelhecimento resultam em valores distintos de dureza, devido a diferentes frações volumétricas e tamanhos de precipitados das fases γ' e γ'' [12,32,37,39].

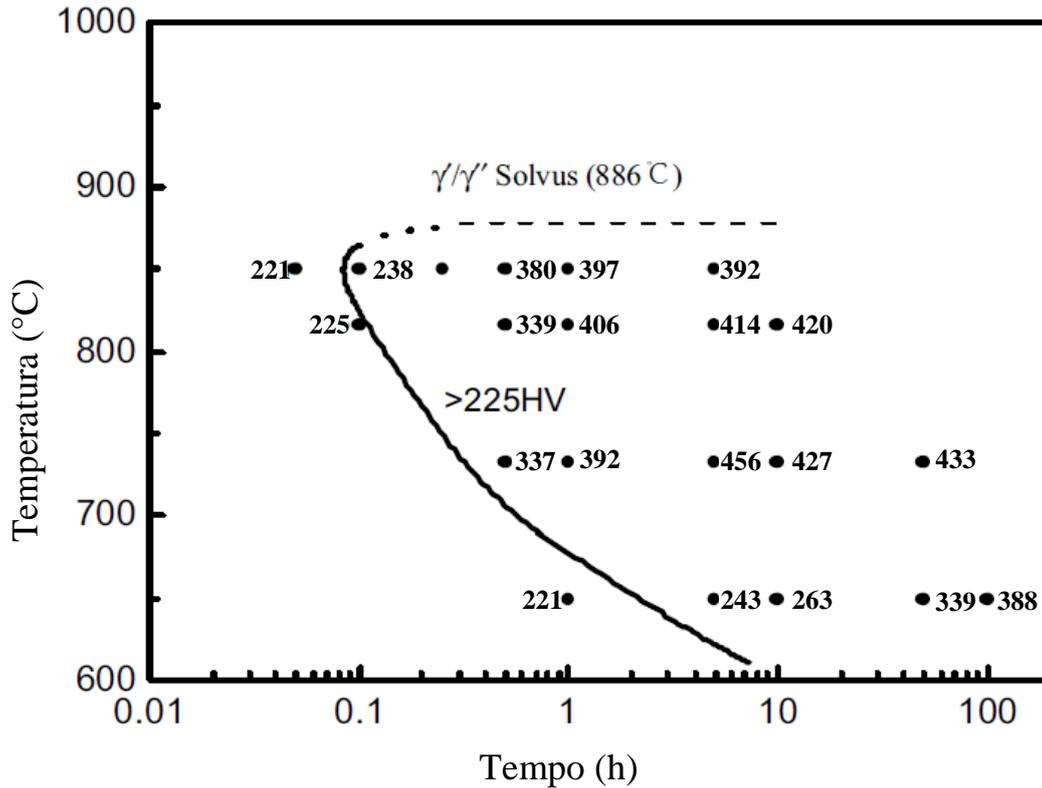


Figura 2.4 – Diagrama Tempo-Temperatura das fases γ' e γ'' e de dureza da liga Inconel 718. Adaptado de [39].

As relativas estabilidades, frações volumétricas e a sequência de precipitação das fases γ' e γ'' são governadas pelas concentrações de alumínio, titânio e nióbio da liga [35]. Na liga 718, a fração volumétrica de γ'' é quatro vezes maior que a de γ' [13], sendo que, no ponto máximo de envelhecimento, a liga possui aproximadamente 15% de γ'' e 4% de γ' [40]. As fases γ' e γ'' precipitam simultaneamente ou sequencialmente [35,41]. O fenômeno mais comum que ocorre é primeiro a precipitação da fase γ' na matriz γ e, posteriormente, a nucleação heterogênea de γ'' na interface γ'/γ , resultando em um co-precipitado γ'/γ'' . A interface entre as fases γ' e γ'' possui a direção $\{100\}_{\gamma''}/\{100\}_{\gamma'}$ [41].

A figura 2.5 mostra a distribuição das fases γ' e γ'' na matriz γ da liga 718, a partir de mapeamento atômico realizado por *Miller et al* [42]. Segundo tais autores, ambas as fases estão presentes em um único precipitado.

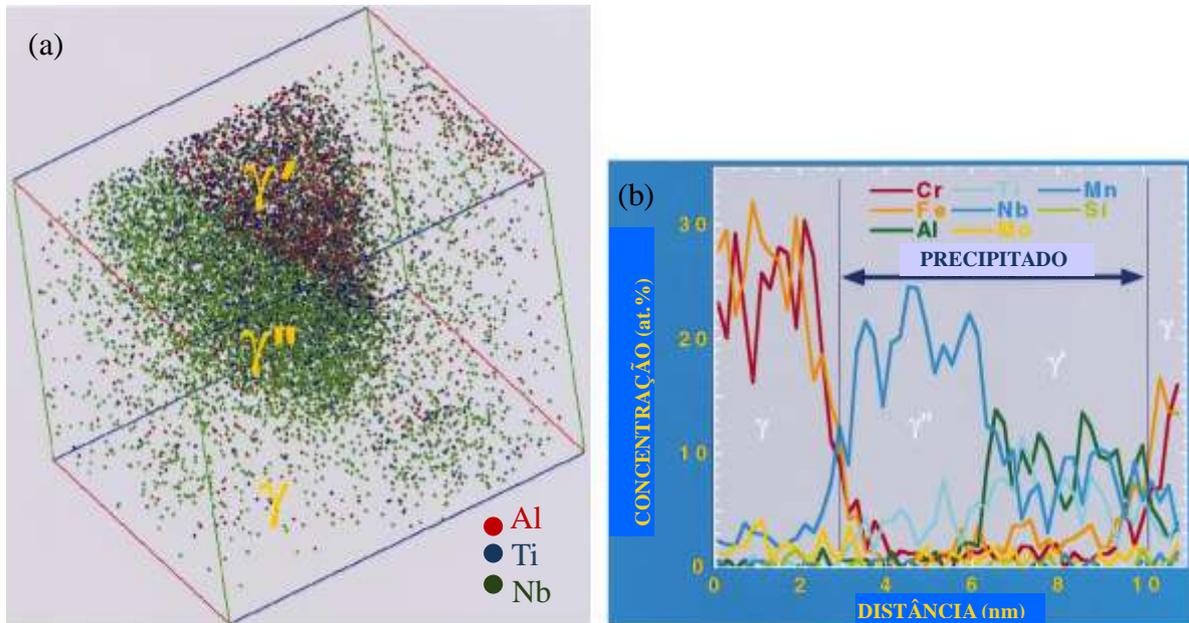


Figura 2.5 – a) Mapa atômico do precipitado contendo as fases γ' e γ'' da matriz γ da liga Inconel 718 (em vermelho, átomos de alumínio; em azul, átomos de titânio e em verde, átomos de nióbio; b) Perfil da composição química da matriz γ da liga 718, mostrando a presença das fases γ' e γ'' em um mesmo precipitado. Adaptado de [42].

A fase γ'' , quando comparada à fase γ' , além de apresentar morfologia e estrutura cristalina distinta, também se precipita de forma mais lenta, proporcionando melhores formabilidade e soldabilidade. Em adição, a γ'' é mais efetiva no endurecimento, para a mesma fração volumétrica de γ' , pois de acordo com *Chaturvedi et al* [40], a fase γ'' possui um valor mais elevado de energia de contorno de anti-fase, logo, maior a energia necessária para a discordância cruzar a fase e maior o efeito do endurecimento.

A figura 2.6 mostra as fases γ' e γ'' dispersas na matriz da liga Inconel 718. Observa-se que na imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão de alta

resolução, figura 2.6 (b), é possível a identificação das fases por suas diferentes morfologias.

Quando a liga for mantida na faixa de temperaturas entre 650 e 900°C, aproximadamente, a fase metaestável γ'' se transforma na fase estável δ , a qual será descrita no próximo item [8,11-12].

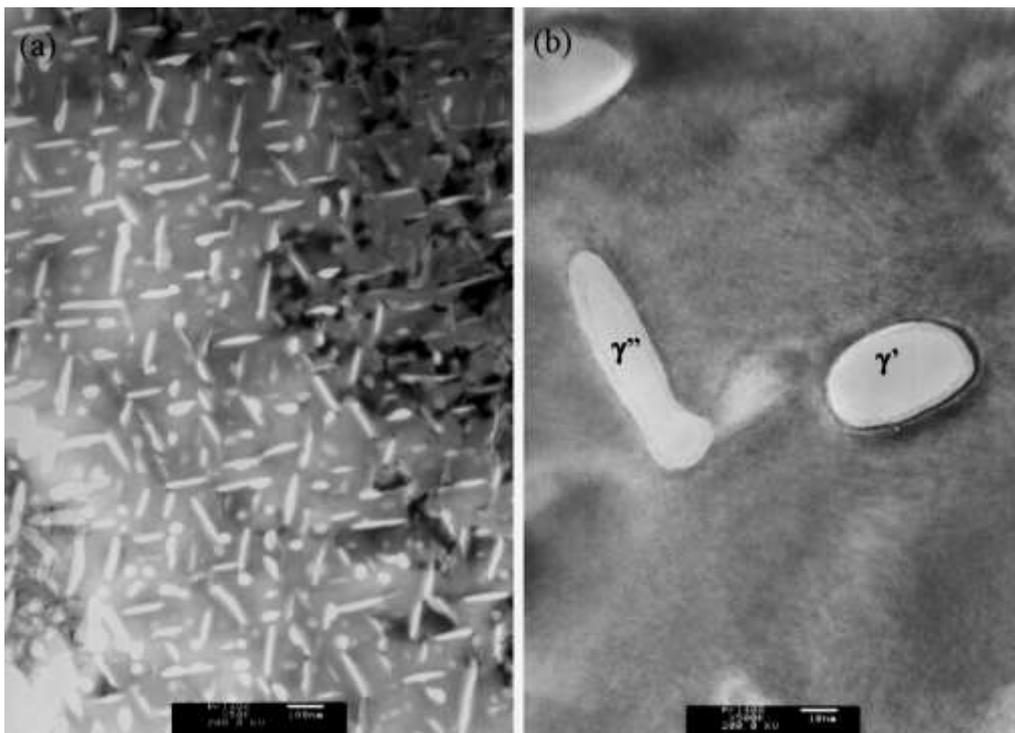


Figura 2.6 – a) Micrografia em MET da liga 718, mostrando as fases γ' e γ'' dispersas na matriz; b) Micrografia em MET de alta resolução, evidenciando as distintas morfologias de γ' (esférica) e γ'' (disco alongado) [43].

- **Fase δ (Ni_3Nb):** Forma termodinamicamente estável de γ'' , que se forma aproximadamente entre 650 e 980°C [11]. Até a temperatura limite de formação da fase γ'' (~900°C), a precipitação da fase δ é sempre precedida da fase γ'' . Isso implica que a formação da fase δ (até ~900°C) resulta na dissolução correspondente da fase γ'' , e, conseqüentemente, em perdas de propriedades mecânicas da liga [12].

A fase δ possui estrutura cristalina ortorrômbica, figura 2.7 (a) [11,36]. A orientação desta fase com a matriz é $\gamma(100)_\delta // \{111\}_\gamma$ e $[100]_\delta // \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle_\gamma$, e o respectivo padrão de difração é mostrada na figura 2.7(b) [34].

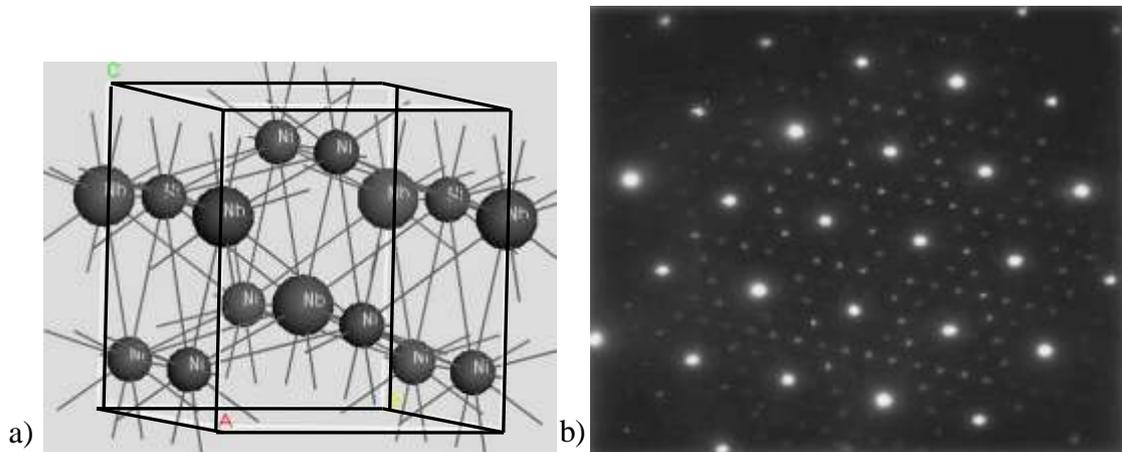


Figura 2.7 – a) Estrutura cristalina ortorrômbica da fase δ . Adaptado de [36]; b) Padrão da difração da fase δ , mostrando as três variantes de orientação do grupo $\{111\}_\gamma$ [34].

Em geral, a fase δ apresenta morfologia de plaquetas, figura 2.8 (a), podendo também aparecer na forma de glóbulos distribuídos ao longo dos contornos de grão, figura 2.8 (b) [36-37]. Segundo *Niang et al* [37], a figura 2.8 (a) apresenta também precipitados de γ'' dispersos na matriz. De acordo com dados da literatura [20], a fase γ'' apresenta morfologia de discos alongados, enquanto que a fase γ' apresenta morfologia esférica. Como pode ser observado na figura, os precipitados dispersos na matriz apresentam morfologia esférica, o que provavelmente é a fase γ' , e não a fase γ'' , como reportado pelos autores.

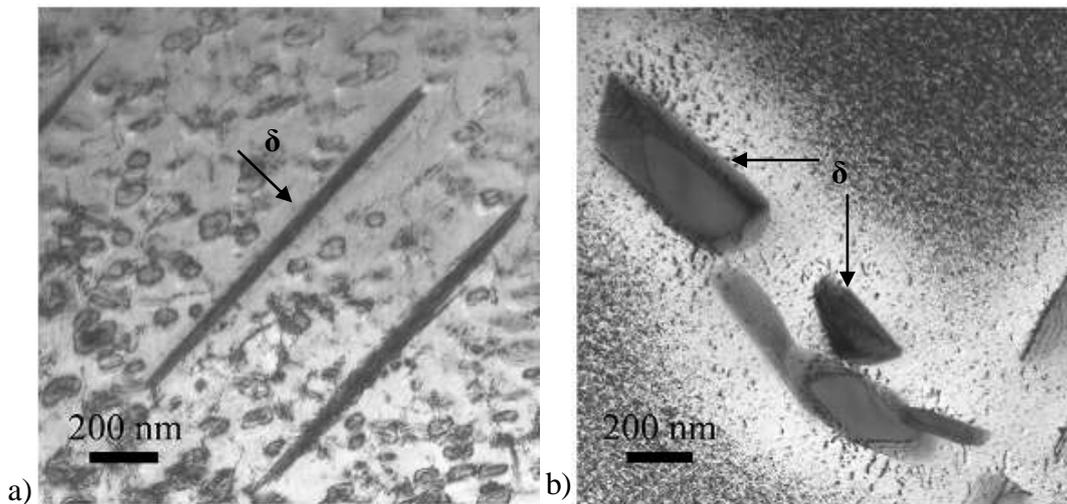


Figura 2.8 – Micrografias do MET em campo claro mostrando: a) precipitação da fase δ em forma de plaquetas; b) precipitação da fase δ em forma de glóbulos. Adaptado de [37].

A figura 2.9 mostra um diagrama TTT da liga 718, construído por *Xie et al* [39], com base na análise microestrutural e ensaios de dureza, sendo as temperaturas solvus de γ'/γ'' e δ obtidas por cálculos termodinâmicos através do Thermo-Calc. Nesta figura, observa-se que a precipitação da fase δ em forma de plaquetas ocorre a temperaturas mais elevadas e por um período de tempo de envelhecimento bem mais longo, quando comparadas com a precipitação em forma de glóbulos.

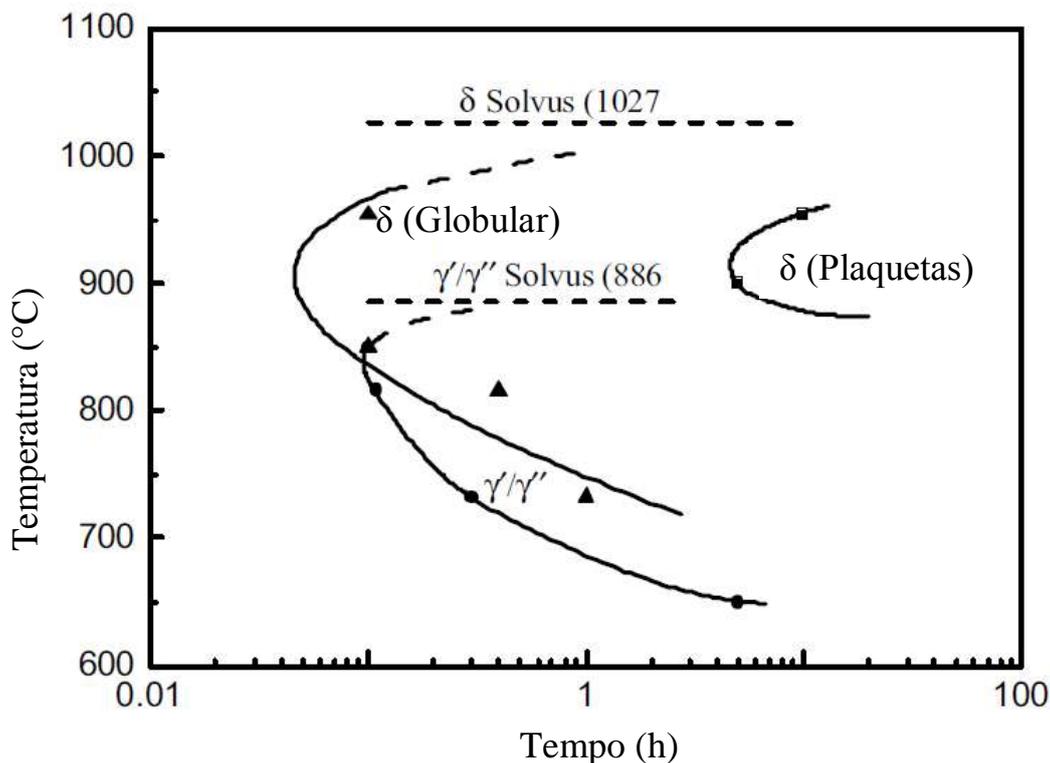


Figura 2.9 – Diagrama TTT da liga 718, mostrando a precipitação das fases δ na forma globular e na forma de plaquetas. Adaptado de [39].

De acordo com estudos realizados por *Martins* [44], a precipitação de fase δ resulta em uma drástica queda na resistência à tração e na dureza, tornando a liga 718 inadequada para suas aplicações convencionais. Além disso, segundo *Santos* [45], esta fase pode ter um efeito negativo na fragilização pelo hidrogênio da liga, pois a presença da mesma parece aumentar a difusividade de hidrogênio no material.

Esses efeitos deletérios fazem com que ela seja considerada uma fase indesejada, embora estudos realizados por *Radavich et al* [46] mostrem que esta fase também pode ser benéfica ao limitar o crescimento de grão durante tratamentos térmicos de solubilização.

- **Carbetos:** Em geral, nas ligas de níquel, são utilizados para refinar a microestrutura durante a fabricação e o tratamento térmico, através do controle do crescimento do grão. Eles aumentam a resistência da matriz quando presentes intergranularmente e adicionam resistência a elevadas temperaturas, inibindo o deslizamento nos contornos de grão. Por outro lado, os carbeto podem ser fontes de geração de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga [28]. Os principais carbeto encontrados nas ligas de níquel são o MC, $M_{23}C_6$ e o M_6C . O carbeto Cr_7C_3 é raramente encontrado [47].

Os principais elementos formadores de carbeto MC são o titânio, o tântalo, o nióbio e o háfnio. Este carbeto possui estrutura cúbica e sua morfologia é irregular [47]. Em subsequente exposição térmica, pode se dissolver e formar o carbeto do tipo $M_{23}C_6$, tendo como consequência a formação de γ' , de acordo com a reação [5,28,47]:



Nas ligas Inconel 718 modernas, o único carbeto encontrado é o MC[(Nb,Ti)C], mostrado na figura 2.10, devido ao uso da fusão a vácuo [37]. Segundo *Oradei-Basile et al* [48], ao invés da formação da fase $M_{23}C_6$, encontrada nos antigos métodos de produção, há a formação das fases α Cr e sigma (Cr-Fe), as quais serão vistas no próximo item.

O carbeto MC[(Nb,Ti)C] se precipita em altas temperaturas e são muito estáveis até temperaturas de 1200°C, quando estes se dissolvem. Na figura 2.10 também é observado a presença de fase δ nos contornos de grão [7,37].

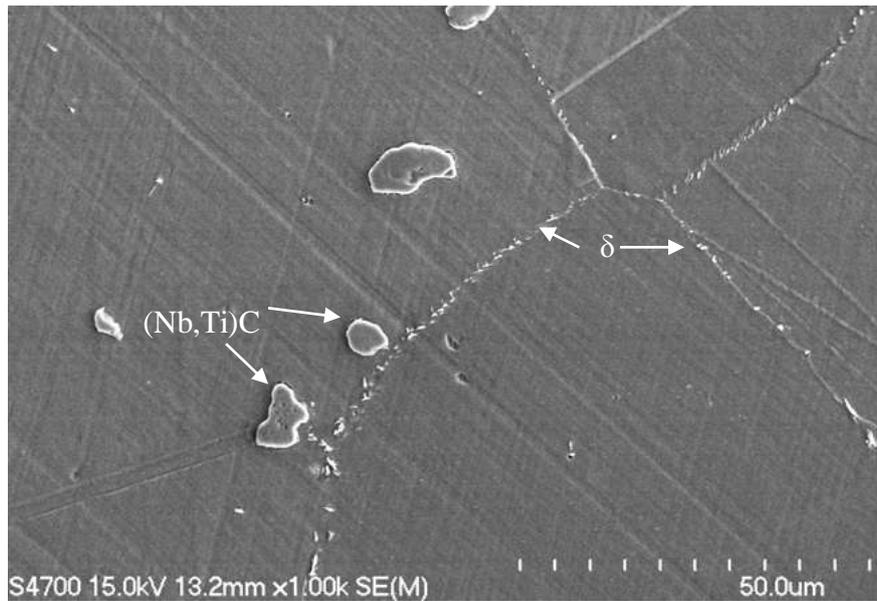


Figura 2.10 – Micrografia em MEV mostrando a presença de carbeto dispersos na matriz e precipitação de fase δ nos contornos de grão. Adaptado de [11].

De acordo com *Gao et al* [49], os carbeto de nióbio observados nas ligas Inconel 718 geralmente são encontrados em dois tipos característicos denominados primários e secundários. Os primários, grandes e estáveis, são formados durante a solidificação. Eles frequentemente aparecem em cadeias alinhadas na direção de solidificação, como mostrado na figura 2.10, ou em pontos triplos dos contornos de grão. Os secundários, por outro lado, têm sua formação durante tratamento térmico de envelhecimento ou tratamento termo-mecânico e sua precipitação ocorre preferencialmente nos contornos de grão. Esse tipo de carbeto secundário, reportado somente pelos autores *Gao et al* [49], em temperaturas superiores a 700°C , pode ser dissolvido em favor da precipitação do carbeto Cr_{23}C_6 , de acordo com a equação 1.

Gao et al [49] utilizaram as técnicas de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), as quais permitiram a distinção entre os dois tipos de carbeto de nióbio. O primário é geralmente grande e

de forma irregular, apresenta estrutura cúbica, com parâmetro do reticulado $a_0=0,444$ nm e seu espectro de EDS contém principalmente um pico de nióbio, com pequeno teor de titânio. O secundário apresenta tendência a ser menor que o primário, na forma de partículas mais finas, sendo detectado ao longo dos contornos de grão. Apresenta estrutura tetragonal, com parâmetros do reticulado $a_0=0,504$ nm e $c_0=0,635$ nm e seu espectro de EDS não apenas apresenta um pico de nióbio, mas também teores consideráveis de cromo, ferro e níquel [49].

- **Fases TCP:** As chamadas fases TCP (do inglês “Topologically Close-Packed Phases”, ou, em português, fases topologicamente compactas) são basicamente compostos intermetálicos, formados a partir de certos elementos de liga, tais como cobalto, molibdênio, tungstênio, rênio e cromo, os quais apresentam um efeito específico e nocivo nas propriedades mecânicas e, as vezes, na corrosão do material [27,33].

No caso da liga 718, estão presentes as fases sigma (Cr-Fe, tetragonal), α -Cr (Cr, ccc) e Laves (Ni-Fe-Cr, hexagonal). As fases sigma e α -Cr se formam em longos tempos sob tensão a temperaturas acima de aproximadamente 700°C, sendo que a fase α -Cr é formada próxima à fase δ nos contornos de grão, como observado na figura 2.11. A fase Laves é formada quando a liga é soldada, a partir da microsegregação de elementos de liga em regiões interdendríticas, durante a solidificação da solda. Esta fase também é formada próxima da fase δ e, devido a sua natureza frágil, é fonte preferencial de iniciação e propagação de trincas. Na figura 2.12, é possível verificar a presença de uma trinca formada na região de maior segregação da fase Laves [48,50-53].

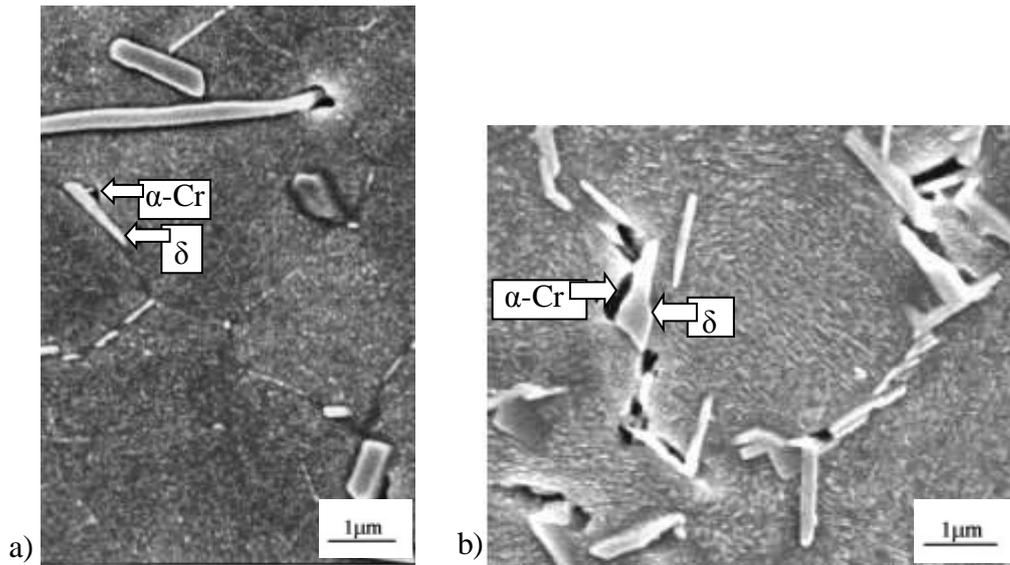


Figura 2.11 – a) e b) Micrografias em MEV mostrando a presença da fase α -Cr próximo da fase δ no contorno de grão da liga 718. Adaptado de [52].

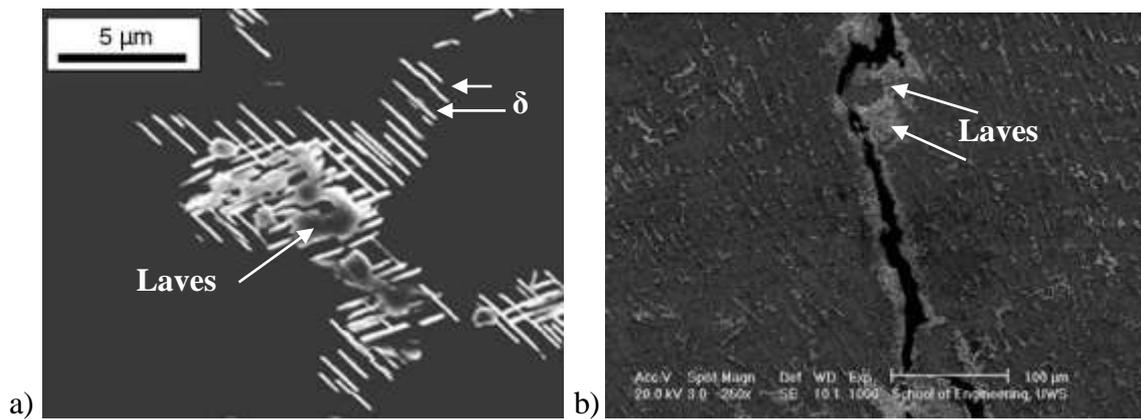


Figura 2.12 – Micrografias em MEV mostrando: a) a presença da fase Laves próximo da fase δ na liga 718; b) trinca propagada na região de maior segregação de fase Laves. Adaptado de [53].

2.6 – FUSÃO DA LIGA 718

Para que a liga 718 possa ser empregada em condições que exijam severos requisitos microestruturais e de composição química, como na indústria aeroespacial, nuclear e de petróleo, ela deve ser processada por meio de avançados processos de fusão. Além disso, é de grande importância a realização de múltiplas fusões para maximizar as propriedades da liga. O processo de tripla fusão (VIM +ESR +VAR) é utilizado na liga 718 desde 1983 [54] e é a rota predominante na fabricação de componentes de turbinas a gás [6,28,54].

A produção das superligas níquel-ferro geralmente se inicia com o forno de fusão a vácuo por indução (Vacuum induction melting – VIM) para evitar a formação de inclusões de óxidos não metálicos. A etapa intermediária é a refusão por eletroescória (electroslag remelt – ESR), sendo esta opcional, que visa a remoção de impurezas do material e o controle da solidificação. A última etapa é a refusão a vácuo em forno a arco (Vacuum arc remelting – VAR), para melhorar a qualidade do material, eliminando gases e proporcionando uniformidade de composição química [6,28].

2.6.1 – Forno de fusão a vácuo por indução (VIM)

O forno VIM, mostrado na figura 2.13, consiste de uma câmara, mantida sob vácuo em torno de 10^{-4} atm durante a fusão da liga, a qual é revestida de bobinas de cobre resfriadas a água, que transportam a corrente elétrica a frequências de 50 e 60 Hz [6]. A fusão a vácuo minimiza a reação do oxigênio e do nitrogênio com os elementos mais reativos a elevadas temperaturas, em particular, alumínio, titânio e cromo [6,28]. Após a fusão, ocorre o vazamento do metal líquido em moldes sob pressão parcial de

argônio. Assim, ligas com baixo nível de inclusões e com faixas estreitas de composição química podem ser produzidas [6].

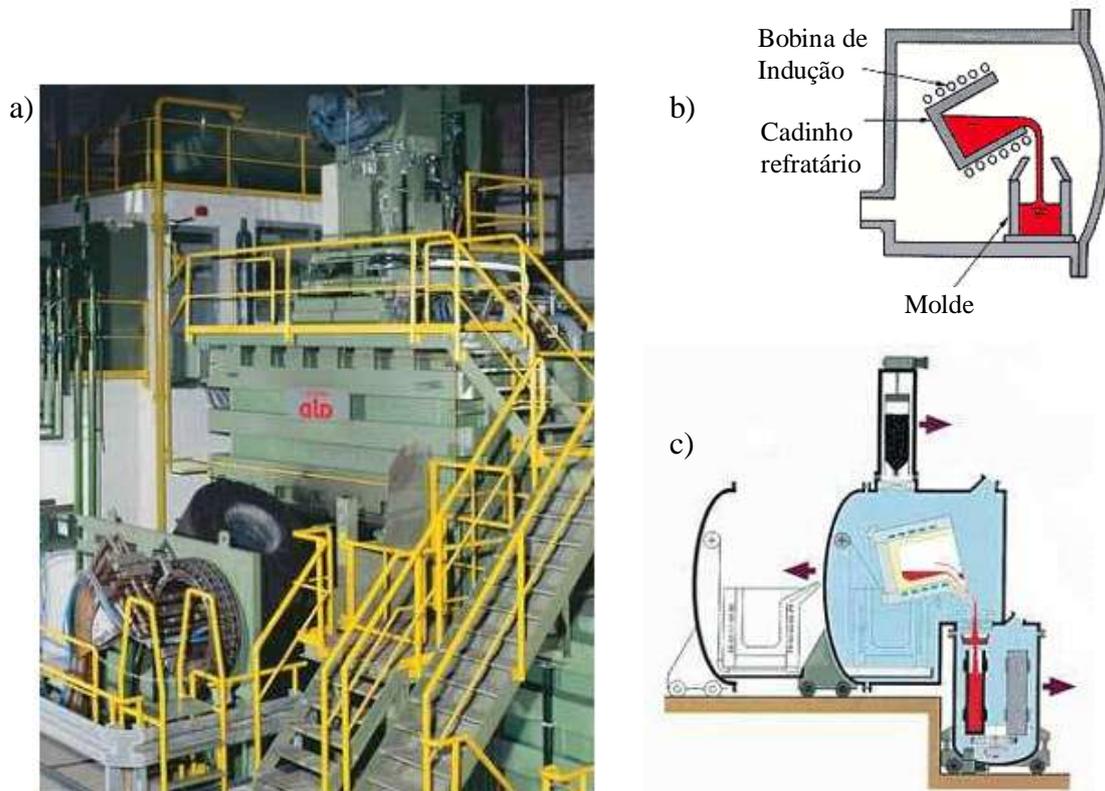


Figura 2.13 - a) Forno VIM [55]; b) Desenho esquemático do VIM. Adaptado de [56]; c) Desenho esquemático da câmara [56].

2.6.2 – Refusão por eletroescória (ESR)

O refino por ESR pode ser aplicado em lingotes produzidos tanto na aciaria convencional quanto no VIM. O processo consiste em refundir um eletrodo sólido através do aquecimento de uma escória eletrocondutora por meio da passagem de corrente elétrica, geralmente corrente alternada. Ao mesmo tempo em que atua no aquecimento para a refusão, a escória também promove a remoção de inclusões e excelente dessulfuração, por meio de reações químicas ou por flotação para a superfície

da poça de escória, a medida que as gotas do metal refundido passam através dela [6,57].

Durante a solidificação, a escória pode ser adicionada ou removida para manter uniformidade ao longo de toda a piscina de escória. A escolha da escória é um parâmetro crítico, já que ela determina a reatividade química com o metal e diferentes temperaturas de fusão e viscosidades. As escórias utilizadas para este processo geralmente contêm fluoreto de cálcio (CaF_2), com adições de calcita (CaO), alumina (Al_2O_3) e dolomita (MgO) [6].

Além da remoção de impurezas do metal, o ESR, figura 2.14, tem como objetivo o controle da solidificação, a fim de gerar um lingote com reduzido nível de segregação e uma excelente microestrutura bruta de solidificação. Para tal propósito, o sistema é complementado por uma lingoteira de cobre, refrigerada a água, que promove a rápida solidificação do metal [6,57].

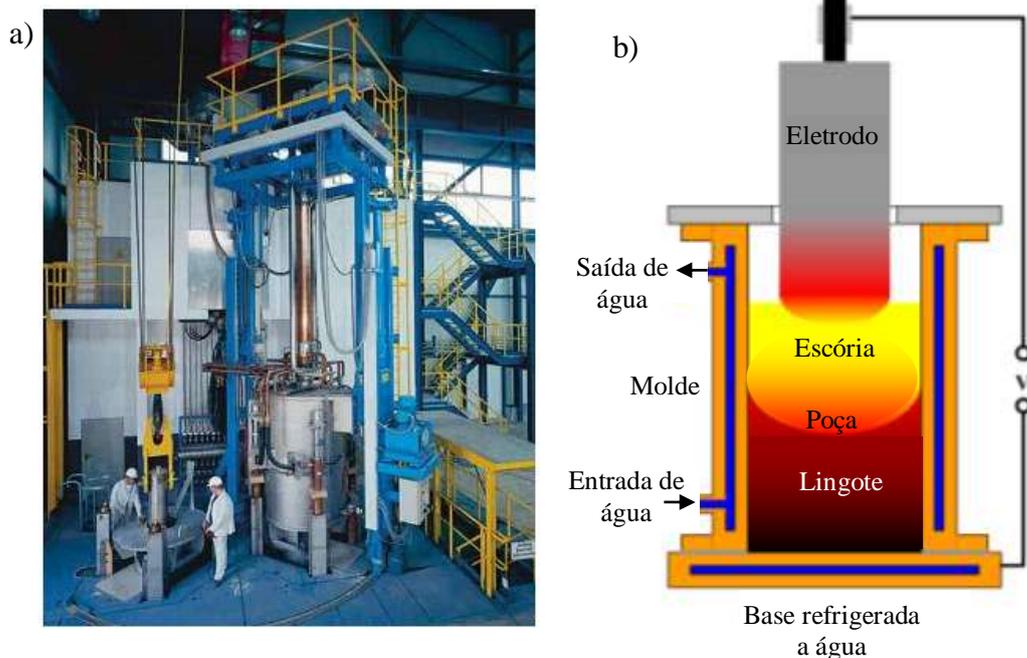


Figura 2.14.- a) Forno ESR [55]; b) Desenho esquemático do ESR. Adaptado de [58].

2.6.3 – Refusão a vácuo em forno a arco (VAR)

O processo VAR consiste em uma refusão contínua a vácuo, por meio de um arco elétrico mantido entre um eletrodo consumível (catodo) e o topo do lingote secundário (anodo), o qual vai se formando no molde de cobre refrigerado a água. O arco opera com corrente contínua (entre 5000 e 40000 A, dependendo do material e do tamanho do eletrodo) e com voltagem entre 20 e 50 V. Essa operação garante tanto a purificação do material ao longo da fusão quanto o controle da solidificação, em termos de homogeneidade química e estrutural. Este processo é comumente utilizado na produção de metais reativos, como titânio e zircônio, assim como na produção de ligas a base de níquel e aços especiais [6,59].

Este equipamento, conforme mostrado na figura 2.15, é similar ao ESR, mas, enquanto no ESR o eletrodo é mergulhado em uma piscina de escória, a qual transmite o calor para a refusão, o VAR utiliza um arco elétrico como fonte de calor e trabalha em uma câmara sob vácuo [6]. O arco divide as inclusões em partes muito pequenas e, em alto vácuo, elas se decompõem quimicamente e liberam alguns de seus gases. Com isso, o processo VAR remove maior quantidade de impurezas que o ESR, incluindo gases dissolvidos, sulfetos e óxidos, garantindo melhores propriedades mecânicas do lingote [6,60-61].

Além disso, o método VAR tem a vantagem de poder ser operado de modo a obter taxas mais elevadas de resfriamento do lingote do que o ESR e, por conseguinte, promover menos segregação. Por esse motivo, na refusão de ligas altamente sensíveis à segregação, como superligas de níquel, é indispensável a utilização do VAR [57].

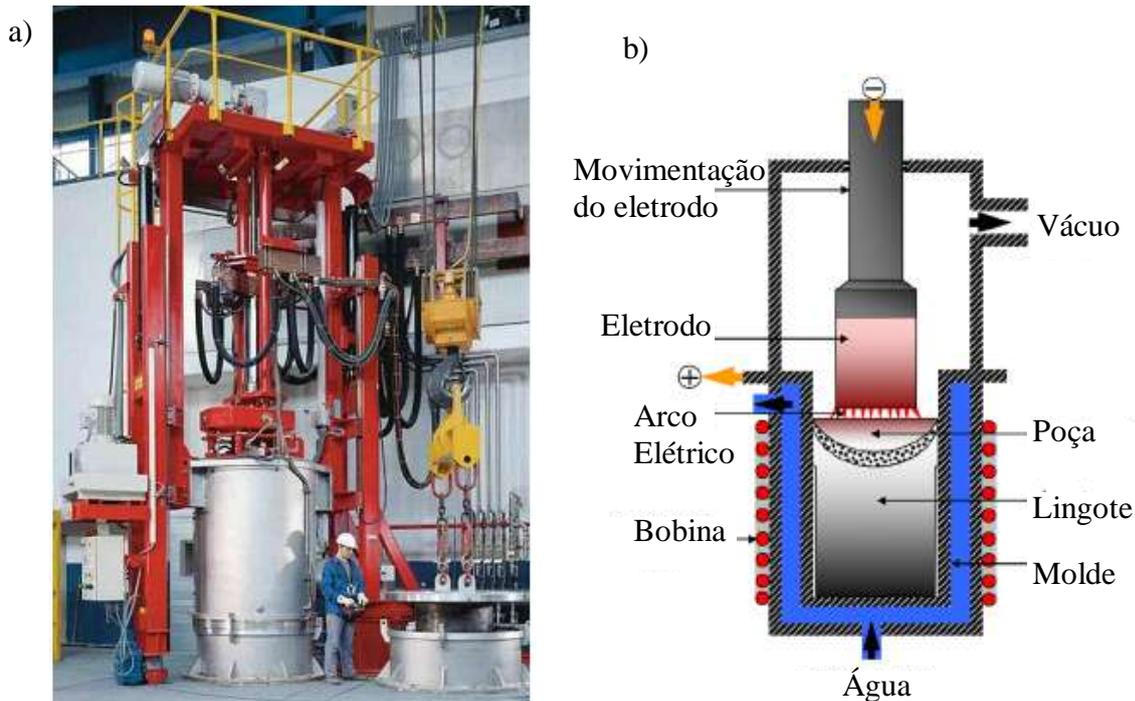


Figura 2.15 - a) Forno VAR [55]; b) Desenho esquemático do forno VAR. Adaptado de [59].

2.6.4 – Defeitos provenientes da refusão no ESR e VAR

Três classes de defeitos de macrosegregação estão presentes nas superligas refundidas, incluindo a Inconel 718: os nódulos (“tree rings”), as sardas (“freckles”) e as manchas brancas (“white spots”) [57,62-63].

O defeito de nódulos (“tree rings”), mostrado na figura 2.16, é caracterizado por bandas de ligeira segregação, comum tanto no processo VAR quanto no ESR, resultado de instabilidades no regime de temperatura do lingote. Estas instabilidades conduzem a uma progressão irregular nas pontas das dendritas, causando uma variação periódica de segregação constitucional existente nesta região e, conseqüentemente, a variação da composição no momento da solidificação. Embora não haja relatos de que este defeito é deletério às propriedades mecânicas da liga, ele é uma causa de rejeição do lingote, pois é facilmente observado em superfícies atacadas e está associado à presença de sardas (“freckles”) [57,63].

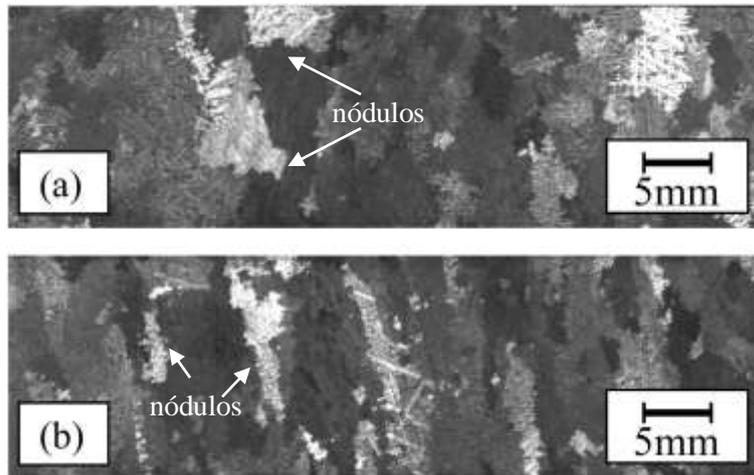


Figura 2.16 – a) e b) Macrografias de um lingote da liga 718, refundido por VAR, mostrando os defeitos de nódulos (“tree ring patterns”). Adaptado de [63].

As sardas (“freckles”) são segregações interdendríticas, ricas em compostos com baixo ponto de fusão, adicionados para atuar como endurecedores da liga, de densidade diferente do metal de base. Eles se caracterizam por manchas pretas macroscópicas na superfície, como mostrado na figura 2.17, e não podem ser removidos por forjamento posterior nem por tratamento térmico de homogeneização a elevadas temperaturas. A sua existência afeta drasticamente as propriedades mecânicas, causando por exemplo inesperadas explosões fatais em turbinas a gás [61].

A formação das sardas (“freckles”) ocorre durante os processos de solidificação VAR e ESR. São causados por movimento convectivo, instável, do líquido interdendrítico, devido a diferença de densidade causada pela segregação de elementos na interface com a região solidificada (“mushy zone”). A direção é ainda influenciada pelo gradiente térmico que define a direção da frente de crescimento das dendritas. O movimento convectivo é determinado pela diferença entre as densidades do líquido interdendrítico no topo da poça e no pé da mesma. Estes defeitos tendem a se formar quando a taxa de fusão é muito alta. Para a liga 718, é comum encontrarmos estes defeitos na região próxima ao meio do raio do lingote [6,62].

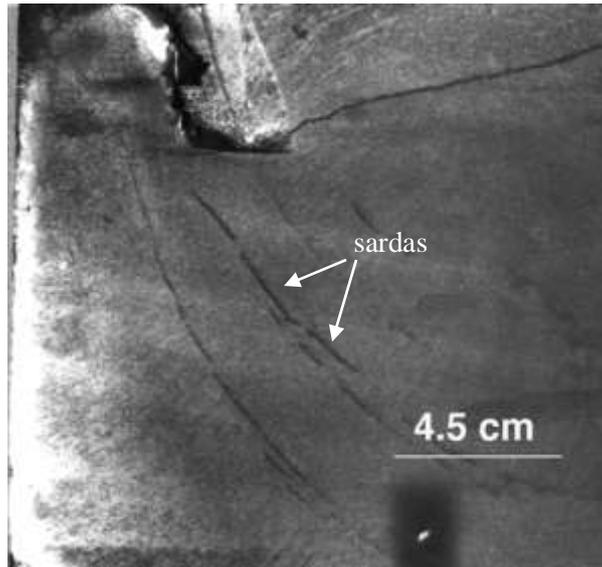


Figura 2.17 - Macrografia da liga 718, mostrando os defeitos das sardas (“freckles”). Adaptado de [62].

A figura 2.18 mostra um exemplo deste defeito para as superligas RN 902 (similar ao inonel 718, rico em Nb) e R4006A (similar ao inonel 720, rico em Ti) [64]. A face fria está a direita da figura. Observe que os defeitos crescem em uma direção inclinada aos grãos. Estes crescem na direção do gradiente térmico. Enquanto que na liga RN 902 as sardas (“freckles”) crescem do topo para baixo, devido a maior densidade do líquido interdendrítico, na liga R4006A o processo é inverso, já que o líquido interdendrítico apresenta densidade menor [64].

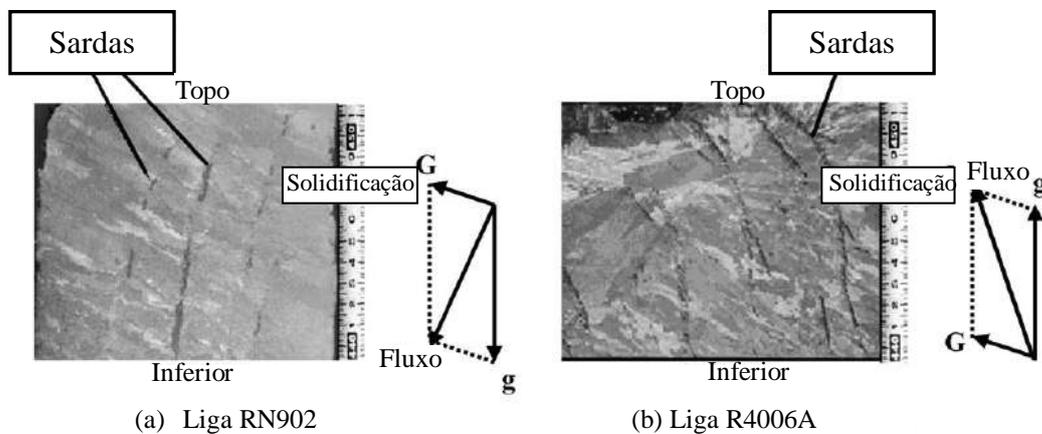


Figura 2.18 - Microestrutura das superligas (a) RN 902 e (b) R4006A, revelando a presença de defeitos do tipo sardas (“freckles”). “G” é a direção do gradiente térmico, “g” a aceleração da gravidade e “Fluxo” é a direção de escoamento do líquido. Adaptado de [64].

A figura 2.19 mostra um esquema explicativo para a formação deste defeito. Quando um líquido de composição tem sua temperatura aumentada de T_2 para T_1 , a composição do líquido tenderá a diminuir à CL_1 pela refusão de dendritas recém-formadas. Este processo de dissolução produz um líquido interdendrítico que flui em um campo mais elevado de temperatura. Este fluxo permite a formação, a propagação e a consolidação das sardas (“freckles”) [62].

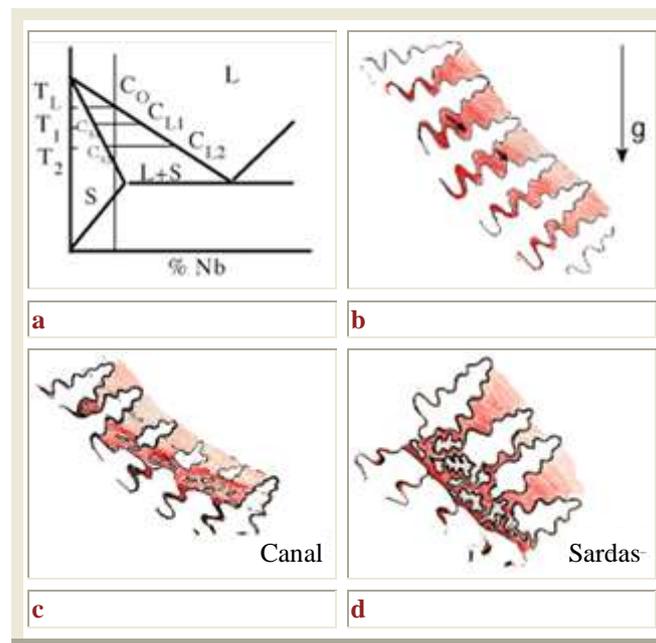


Figura 2.19 - Esquema mostrando a formação das sardas (“freckles”): a) diagrama de fases mostrando a variação na composição do líquido com a variação da temperatura; b) formação de fluxo líquido por movimentação convectiva; c) abertura do canal devido ao fluxo de líquido; d) consolidação do defeito. Adaptado de [62].

As manchas brancas (“white spots”), figura 2.20, são defeitos típicos de lingotes de superligas de níquel com alto teor de nióbio, como a Inconel 718, refundidos pelo processo VAR. Elas se caracterizam por manchas brancas macroscópicas na superfície e podem ter efeitos deletérios às propriedades mecânicas da liga. Existem diversos tipos de manchas brancas (“white spots”), caracterizadas de acordo com suas origens e efeitos nas propriedades mecânicas. Entre estes tipos, estão os discretos, dendríticos e de solidificação [65].

As manchas brancas (“white spots”) dos tipos discretos e dendríticos são causadas por detritos sólidos, com composição diferente da liga, que caem no lingote em solidificação e ficam presos na região semi-sólida. Se estes detritos são fundidos ou se dissolvem na piscina de metal, eles são inócuos, mas, caso contrário, formam inclusões ou manchas brancas (“white spots”). O tipo de solidificação, entretanto, resulta de perturbações térmicas que ocorrem na frente de solidificação [65].

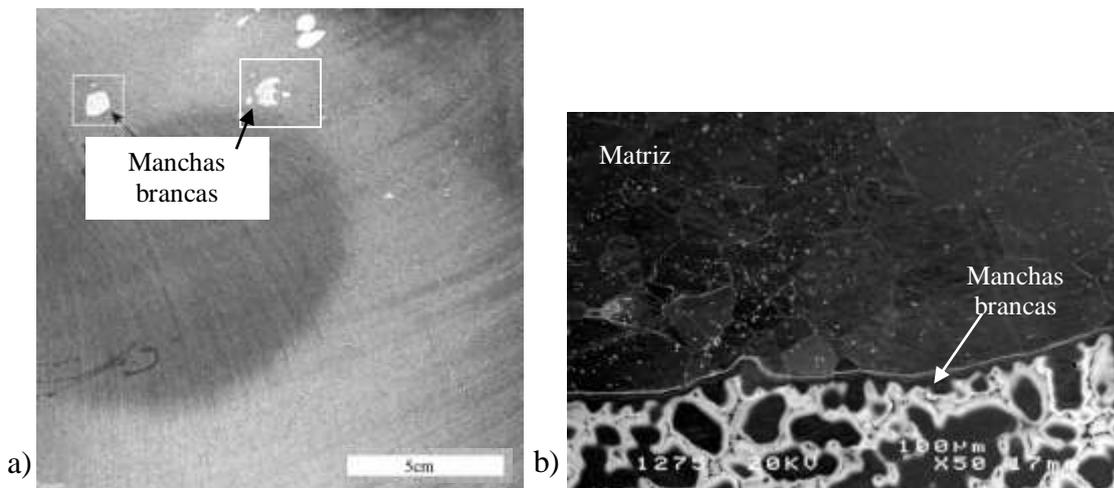


Figura 2.20 – a) Macrografia de um lingote da liga 718, refundido por VAR, mostrando os defeitos de manchas brancas (“white spots”); b) Micrografia em MEV do mesmo lingote, mostrando o defeito manchas brancas na matriz. Adaptado de [66].

2.7 – TRATAMENTOS TÉRMICOS DA LIGA 718

Os tratamentos térmicos são realizados com o intuito de otimizar as propriedades das superligas para que estas se tornem adequadas para diversas aplicações [27]. As aplicações e propriedades mecânicas requeridas irão influenciar diretamente nas condições de temperatura, tempo e taxa de resfriamento a serem utilizadas nos tratamentos térmicos, já que estes fatores geram diferentes fases, distribuições e morfologias (vistas anteriormente) e, conseqüentemente, diferentes propriedades na liga. A figura 2.21 apresenta o diagrama TTT da liga 718.

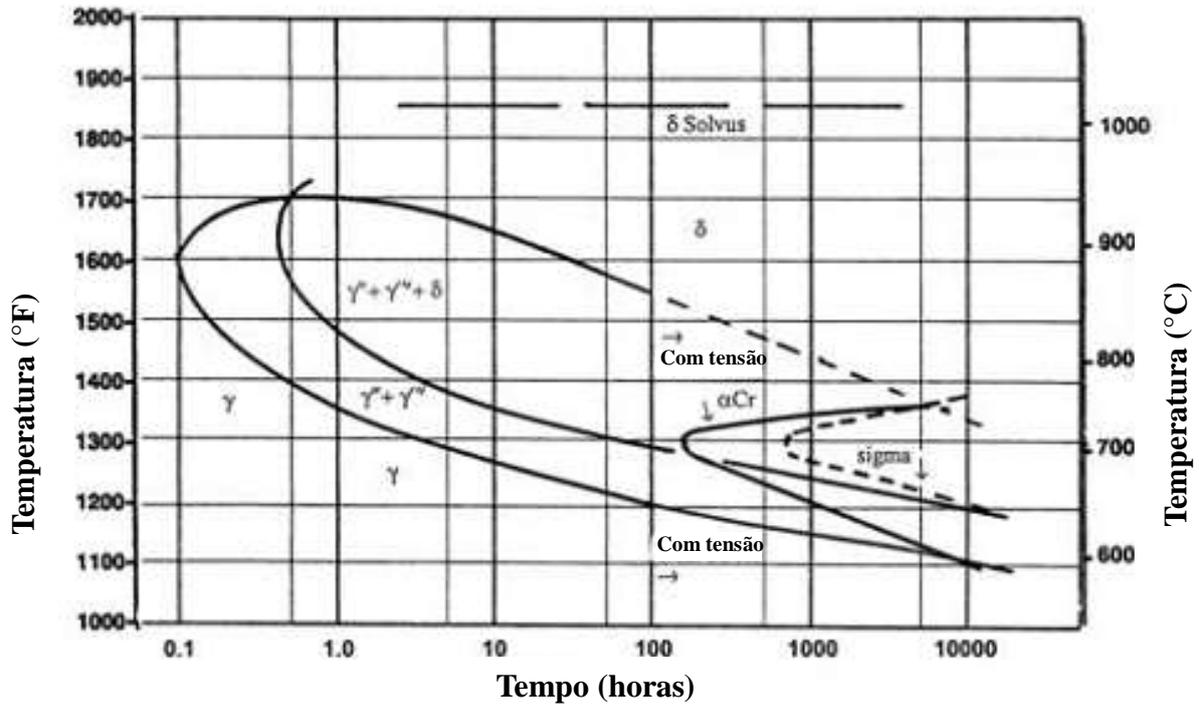


Figura 2.21 – Diagrama Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) da liga Inconel 718. Adaptado de [28].

O tratamento térmico de solubilização é utilizado para solubilizar segundas fases que apresentem efeitos deletérios na resistência mecânica e na resistência à corrosão, e/ou para homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento. Adicionalmente, pode recristalizar a estrutura forjada para máxima ductilidade. Processos empregados de solubilização não dissolvem todas as segundas fases das ligas endurecidas por precipitação [27].

O tratamento térmico de envelhecimento, geralmente após solubilização, é utilizado para promover a precipitação de fases endurecedoras (γ' e γ'' , no caso da liga 718) com o objetivo de aumentar a resistência mecânica da liga. A temperatura de envelhecimento determina não apenas o tipo, mas também o tamanho e distribuição dos precipitados. Entretanto, os denominados endurecedores primários (γ' e γ'') não são as únicas fases que se precipitam durante o envelhecimento. Em prolongados tempos de

envelhecimento, podem ser formados carbeto e as fases TCP. O duplo envelhecimento tem como objetivo, em adição ao controle das fases endurecedoras γ' e γ'' , controlar a morfologia dos carbeto no contorno de grão [27].

Nas aplicações aeroespaciais, há a necessidade de elevada resistência à tração e à fadiga a altas temperaturas. Para isso, segundo norma de inspeção aeroespacial da liga 718 (AMS 5662), faz-se um tratamento térmico de solubilização a 980°C por 1 hora, com resfriamento ao ar, seguido de envelhecimento a 720°C por 6 horas, com resfriamento no forno até 620°C, mantendo no forno por 18 horas a esta temperatura até o completo envelhecimento, com posterior resfriamento ao ar [67].

Para aplicações na indústria de petróleo e gás, onde os níveis de resistência das aplicações aeroespaciais são desnecessários, a liga é desenvolvida com uma pequena modificação na composição química e nos tratamentos térmicos. Para esta aplicação, o objetivo é atingir uma combinação de alta resistência à corrosão e resistência mecânica [68]. Segundo norma API (UNS 07718) [16], a sequência de tratamentos térmicos adequados é a solubilização na faixa de temperaturas entre 1021°C e 1052°C, por no mínimo uma hora e no máximo duas horas, com resfriamento ao ar, óleo ou água até a temperatura ambiente, seguido de envelhecimento na faixa entre 774°C e 802°C de seis a oito horas, com resfriamento ao ar, óleo ou água até a temperatura ambiente.

Nas aplicações nucleares, em que a resistência do material não é um fator crítico, utiliza-se a liga 718 em condição solubilizada e sem envelhecimento, a fim de evitar a formação dos precipitados endurecedores γ' e γ'' . Sem tais precipitados, não há o efeito de amolecimento induzido pela radiação, que dissolve tais precipitados, além de haver uma significativa melhora na ductilidade [29].

2.8 – MECANISMOS DE ENDURECIMENTO DA LIGA 718

A elevada resistência mecânica da superliga Inconel 718 é obtida por uma complexa combinação de mecanismos de endurecimento [69], sendo que o mecanismo mais efetivo, segundo *Chaturvedi et al* [40], é a precipitação das fases γ' e, principalmente, γ'' .

2.8.1 – Aumento de resistência pelo refino do grão e pelas discordâncias

O tamanho de grão pode ser controlado mediante o ajuste da taxa de solidificação a partir da fase líquida e também por deformação plástica seguida por um tratamento térmico apropriado. Para muitos materiais, a resistência à tração está relacionada com o tamanho de grão de acordo com a equação de Hall-Petch [70-71]:

$$\sigma_0 = \sigma_i + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (2), \text{ onde:}$$

σ_0 = resistência à tração

σ_i = tração de fricção oposta ao deslocamento

K= constante para cada material específico

d= diâmetro do grão

No entanto, existem dois modelos para explicar a dependência da resistência à deformação plástica com o tamanho de grão. O primeiro se baseia na concepção de que o contorno de grão age como barreira para o deslocamento das discordâncias. O segundo se baseia na ideia de que a resistência aumenta devido ao aumento da densidade de discordâncias, já que as discordâncias concentram-se nos contornos,

dificultando a mobilidade das mesmas. A resistência aumenta com a densidade de discordâncias segundo a relação [70]:

$$\sigma_0 = \sigma_i + \alpha Gb\sqrt{\rho} \quad (3), \text{ onde:}$$

σ_0 = resistência à tração

σ_i = tração de fricção oposta ao deslocamento

α = constante numérica

Gb = energia livre de Gibbs

ρ = densidade de discordâncias

Como a densidade de discordâncias é inversamente proporcional ao diâmetro do tamanho de grão, os dois modelos chegam a mesma conclusão, ou seja, que a diminuição do tamanho de grão é uma relevante ferramenta para o aumento da resistência mecânica, pois dificulta a movimentação das discordâncias [70].

2.8.2 – Endurecimento por solução sólida

A presença de elementos de liga em solução sólida na rede cristalina, invariavelmente, irá formar uma liga mais resistente que o metal puro. Existem dois tipos de solução sólida, a solução sólida substitucional e a solução sólida intersticial. Se os átomos de soluto e do solvente possuem tamanhos similares, os átomos do soluto vão ocupar parte da rede cristalina do átomo solvente, sendo assim denominada solução sólida substitucional. Se os átomos de soluto são muito menores que do solvente, eles ocupam posições intersticiais na rede cristalina do solvente. Os elementos carbono, nitrogênio, oxigênio, boro e hidrogênio formam soluções sólidas intersticiais [70].

Dentre os elementos substitucionais, o poder de endurecimento é, aparentemente, tão maior quanto maior a diferença de raio atômico com relação ao solvente. Entretanto, quando esta diferença for superior a 15%, a solubilidade é muito baixa, sendo a extensão da solução sólida restringida a 1%. Dessa forma, de acordo com a tabela 2.3, os elementos alumínio, titânio, manganês, nióbio, molibdênio, tântalo e tungstênio são os que apresentam melhor relação diferença de tamanho e solubilidade com o níquel para, potencialmente, se tornarem efetivos endurecedores por solução sólida em superligas de níquel. Ultrapassado o limite de solubilidade, esses elementos podem contribuir para o endurecimento por precipitação [5,70].

Tabela 2.3 – Cada elemento de liga em função da diferença de diâmetro atômico e a sua solubilidade a 1000°C. Os elementos em negrito são efetivos endurecedores por solução sólida no níquel. Adaptado de [5].

Soluto	$\% (d_{Ni} - d_{soluto}) / d_{Ni}$	Solubilidade no Ni a 1000°C, %p	Soluto	$\% (d_{Ni} - d_{soluto}) / d_{Ni}$	Solubilidade no Ni a 1000°C, %p
C	+43	0,2	Fe	+0,3	100
Al	-15	7	Co	-0,2	100
Si	+6	8	Cu	-3	100
Ti	-17	10	Nb	-15	6
V	-6	20	Mo	-9	34
Cr	-0,3	40	Ta	-15	14
Mn	+10	20	W	-10	38

Os elementos molibdênio, tântalo e tungstênio são utilizados primeiramente para promover o endurecimento por solução sólida a elevadas temperaturas das ligas de níquel. Estes elementos também formam carbeto complexos e o tântalo, em particular, é solúvel na fase γ' [47]. Como a liga 718 possui baixos teores destes elementos, como

visto na tabela 2.2, o mecanismo de endurecimento por solução sólida é pouco efetivo nesta liga.

2.8.3 – Endurecimento por precipitação de carbeto MC[(Nb,Ti)C]

Nas ligas de níquel, os carbeto geralmente aumentam a resistência da matriz quando presentes intergranularmente e adicionam resistência a elevadas temperaturas, inibindo o deslizamento nos contornos de grão. Por outro lado, os carbeto podem ser fontes de geração de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga [28]. Os principais carbeto encontrados nas ligas de níquel são o MC, $M_{23}C_6$ e o M_6C . O carbeto Cr_7C_3 é raramente encontrado [47].

Os principais elementos formadores de carbeto MC são o titânio, o tântalo, o nióbio e o háfnio. Em subsequente exposição térmica, pode se dissolver e formar o carbeto do tipo $M_{23}C_6$, tendo como consequência a formação da fase γ' , de acordo com a reação [5,28,47]:



O endurecimento por precipitação das ligas de níquel se deve basicamente à fase γ' , a qual é responsável pela alta resistência a elevadas temperaturas dessas ligas. As demais fases, como os carbeto, são pouco efetivas no endurecimento por precipitação, devido à baixa fração volumétrica, embora exerçam influência na taxa de fluência e na resistência à ruptura das ligas de níquel [47].

Particularmente nas ligas Inconel 718 modernas, o único carbeto encontrado é o MC[(Nb,Ti)C], que se precipita em altas temperaturas e são muito estáveis até temperaturas de 1200°C, quando estes se dissolvem.

2.8.4 - Endurecimento por precipitação das fases γ' e γ''

Nas ligas de níquel em geral, o principal mecanismo de endurecimento é a precipitação da fase ordenada γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$), sendo esta fase responsável pela grande resistência a elevadas temperaturas e à fluência dessas ligas. Esse forte efeito de endurecimento se deve à tendência natural de precipitar rapidamente por nucleação homogênea na matriz γ do níquel, ao seu tamanho (de 12 a 300 nm), ao contorno de anti-fase durante a movimentação de discordâncias e ao efeito do desarranjo (“mismatching”) γ/γ' com a matriz [5,19,32].

O efetivo aumento de resistência causado pela interação entre a discordância e o precipitado γ' depende dos seguintes fatores básicos:

1. fração volumétrica de γ' → Quanto maior a fração volumétrica desta fase, menor a distância entre os precipitados de γ' na matriz γ , maior dificuldade de movimentação de discordâncias e, logo, maior a resistência mecânica da liga [32,47];
2. tamanho da partícula γ' → O tratamento térmico realizado para ligas de níquel forjadas comerciais tem o intuito de obter o tamanho de precipitado correspondente ao ponto de máximo de dureza, ou um pouco antes [47];
3. valor da energia anti-fase → A energia de anti-fase é função da ordenação do precipitado. Quando uma discordância corta uma partícula coerente de γ' , cria-se

uma área de alta energia, impedindo a movimentação da discordância. A passagem da próxima discordância no mesmo plano de deslizamento apenas ocorre quando esta possui energia suficiente para destruir essa barreira de energia. Logo, quanto maior a energia de anti-fase, maior a dificuldade de movimentação das discordâncias e maior a resistência da liga [47].

Na liga 718, a fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$) é responsável pelo endurecimento por precipitação em menor grau que a fase γ'' (Ni_3Nb). A fase γ'' é mais efetiva no endurecimento, para a mesma fração volumétrica de γ' , pois de acordo com *Chaturvedi et al* [40], a fase γ'' possui um valor mais elevado de energia de contorno de anti-fase, logo, maior a energia necessária para a discordância cruzar a fase e maior o efeito do endurecimento [32,40].

A ocorrência da precipitação das superligas a base de níquel está diretamente relacionada com o tempo de exposição ao tratamento térmico de envelhecimento em conjunto com o patamar de temperatura atingido. Dessa forma, as principais fases endurecedoras da superliga 718, γ' e principalmente γ'' , em temperaturas compreendidas entre 550 e 660°C levam um longo período de tempo para que aconteça a precipitação das mesmas. Entretanto, se a liga estiver submetida a temperaturas na ordem de 700 a 900°C, haverá precipitação dessas fases mesmo com tempo de envelhecimento relativamente curto. No entanto, se a liga for mantida no intervalo de temperatura entre 650°C e 980°C, haverá a formação da fase estável δ , a partir da dissolução da fase metaestável γ'' , o que ocasiona perda de resistência mecânica e à corrosão da liga [11,13,68].

3 – MATERIAL E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 – MATERIAL

No trabalho, foi utilizada uma amostra da liga Inconel 718, obtida junto à empresa Villares Metals S.A., na forma de uma barra forjada para formar um eletrodo (tarugo) para a refusão em VAR (forno a vácuo de refusão a arco), com diâmetro de 170 mm e comprimento de 800 mm. O material como recebido foi fundido em forno VIM (forno de indução a vácuo), refundido em processo VAR, recebeu tratamento térmico de homogeneização, foi conformada a quente por processo de forjamento em matriz aberta de uma prensa de 2000 toneladas e resfriada ao ar. A composição química está representada na tabela 3.1. Esta composição está de acordo com a norma API (UNS N07718) [16], tabela 3.2.

Tabela 3.1 - Composição química do material em % peso.

Elemento	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni	Ti	Nb	Al	Fe
[% peso]	0.035	0.05	0.02	0.03	18.8	3.00	52.9	0.94	5.20	0.48	18.5

Tabela 3.2 - Composição química do material em %peso segundo norma API (UNS N07718). Adaptado de [16].

Elemento	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni	Ti	Nb +Ta	Al	Fe
[% peso]	0.045 máx	0.35 máx	0.35 máx	1.00 máx	17.0- 21.0	2.80- 3.30	50.0- 55.0	0.80- 1.15	4.87- 5.20	0.40- 0.60	Bal.

3.2 - PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.2.1 – Corte e análise macrográfica

O material foi inicialmente cortado pela empresa TECMETAL em máquina com serra de fita, a uma espessura de 30 mm. Para que fosse possível fazer a preparação metalográfica de lixamento e polimento, para posterior análise macrográfica, a amostra foi cortada por eletroerosão pela empresa Aliança Brito, de acordo com a figura 3.1.

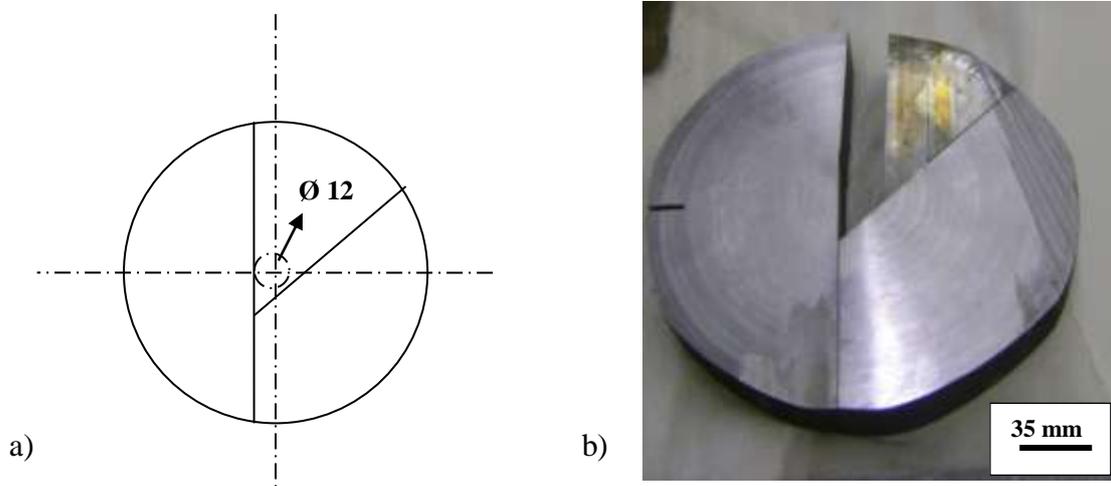


Figura 3.1. a) Corte feito na amostra para preparação metalográfica; b) Foto do eletrodo cortado.

Para a análise macrográfica, depois de passadas pelos processos de corte, a amostra foi submetida aos procedimentos convencionais de preparação metalográfica nas lixas de 80, 100, 220, 320, 400 e 600 *mesh*. O ataque químico das amostras foi feito com a solução de 20 ml de H₂O₂ 30% + 40 ml de HCl + 60 ml de H₂O.

Através da análise macrográfica, figura 3.2, foi possível verificar que a amostra era livre de defeitos macrográficos.

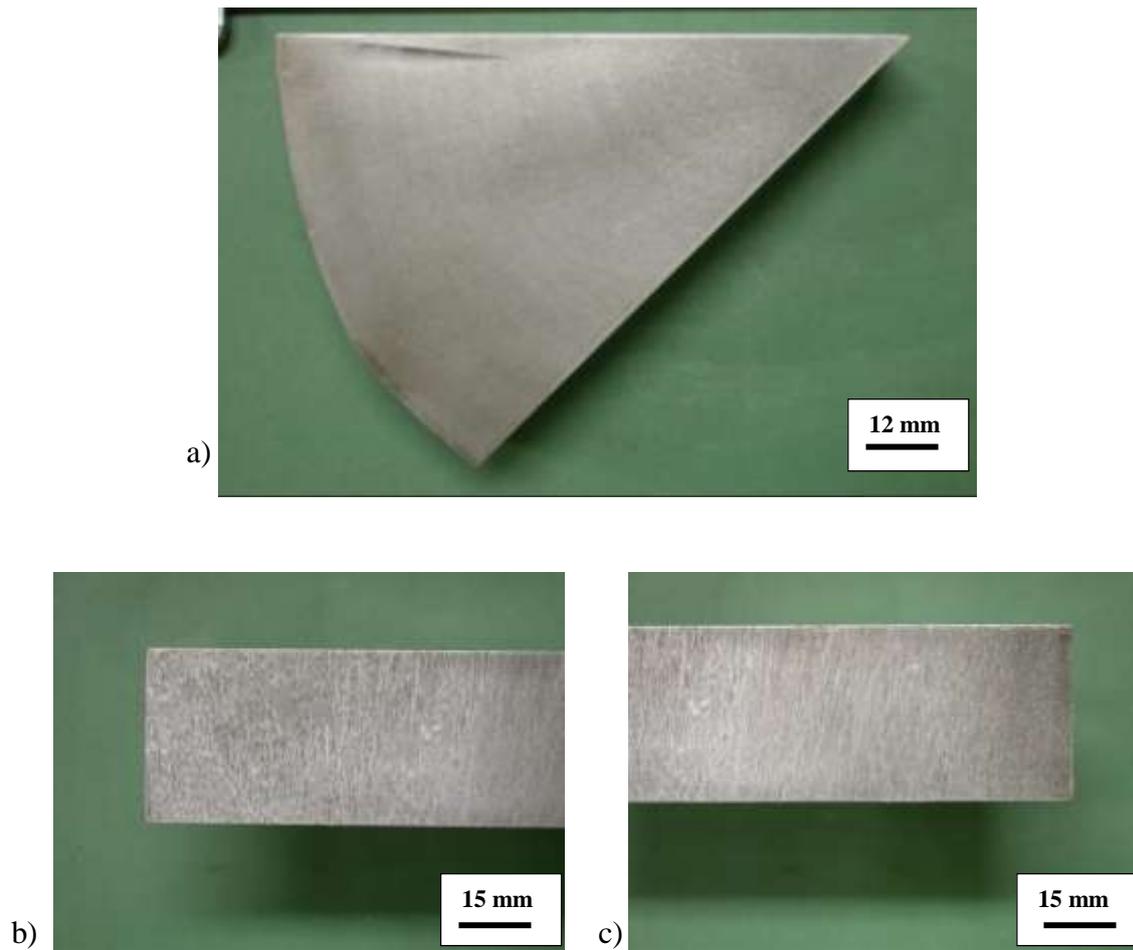


Figura 3.2 - Macrografias da amostra do material: a) da superfície transversal ao eixo do tarugo; b) e c) da superfície longitudinal ao eixo do tarugo.

Para que fosse possível fazer a análise micrográfica, o material foi cortado em seis pedaços iguais, no laboratório de microscopia ótica da COPPE/UFRJ, de acordo com a figura 3.3.

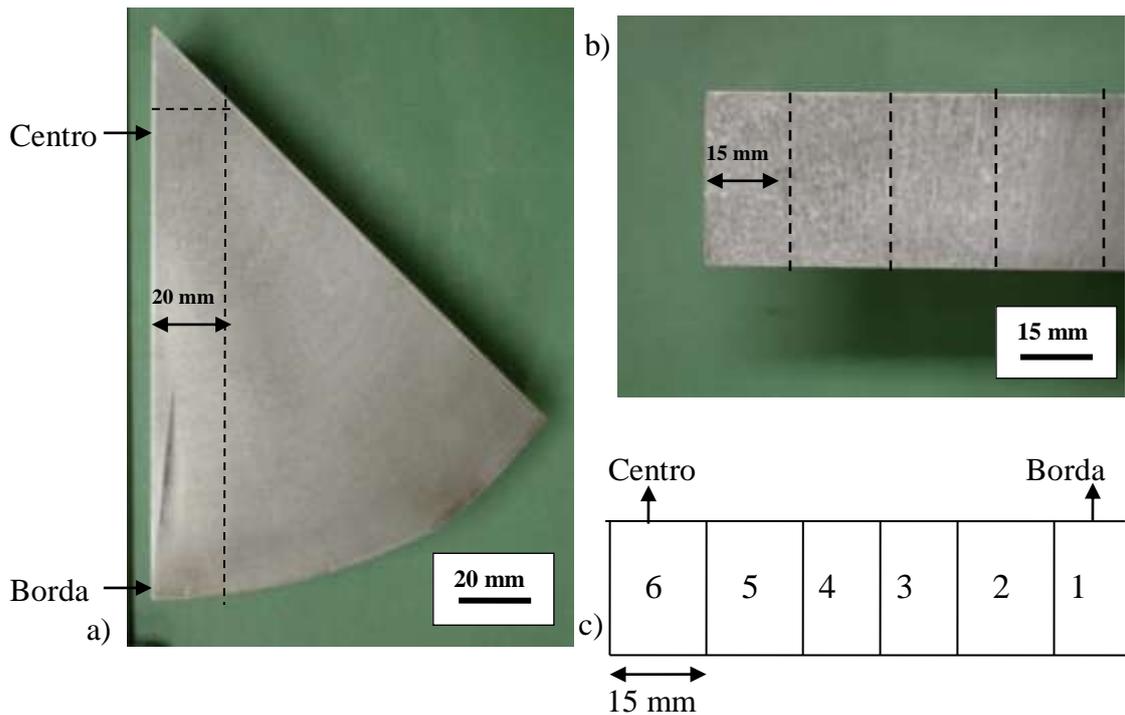


Figura 3.3 - Corte feito para análise micrográfica: a) superfície transversal ao eixo do tarugo; b) superfície longitudinal ao eixo do tarugo; c) pequenos pedaços com largura de 15 mm da superfície longitudinal ao eixo do tarugo.

Ao observar todos os pedaços cortados no microscópio ótico, foi possível verificar que os pedaços 1 e 2 estavam com seus respectivos tamanhos de grão bem maiores do que os outros pedaços. Por isso, foram utilizados no trabalho, para análise microestrutural como recebido e para tratamento térmico, e posterior análise microestrutural, os pedaços 3, 4 e 5, na superfície longitudinal em relação ao eixo do tarugo, os quais tinham o mesmo tamanho de grão. O tamanho de grão das superfícies longitudinal e transversal em relação ao eixo do tarugo foram praticamente os mesmos, em formato equiaxial.

3.2.2 – Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados no laboratório TERMIC da COPPE/UFRJ, utilizando o forno de tratamento térmico Carbolite CWF 13/23. Ao colocar a amostra no forno previamente aquecido, há uma pequena diminuição da temperatura. Por isso, antes de iniciar a contagem do tempo, espera-se, aproximadamente 2 minutos, até a estabilização da temperatura.

Foram realizados os tratamentos térmicos de solubilização por 5 e 10 minutos a 1050°C, com têmpera em água, seguidos de envelhecimento a 800°C por 6 horas, com resfriamento em água, nas amostras do material. O tratamento de envelhecimento e a temperatura de solubilização estão de acordo com a especificação da liga Inconel 718 de petróleo e gás API (UNS N07718) [16]. A figura 3.4 mostra o fluxograma da sequência de tratamentos térmicos realizados.

Os corpos-de-prova de tração foram encapsulados, em quartzo a vácuo, antes dos tratamentos térmicos de solubilização e de envelhecimento.

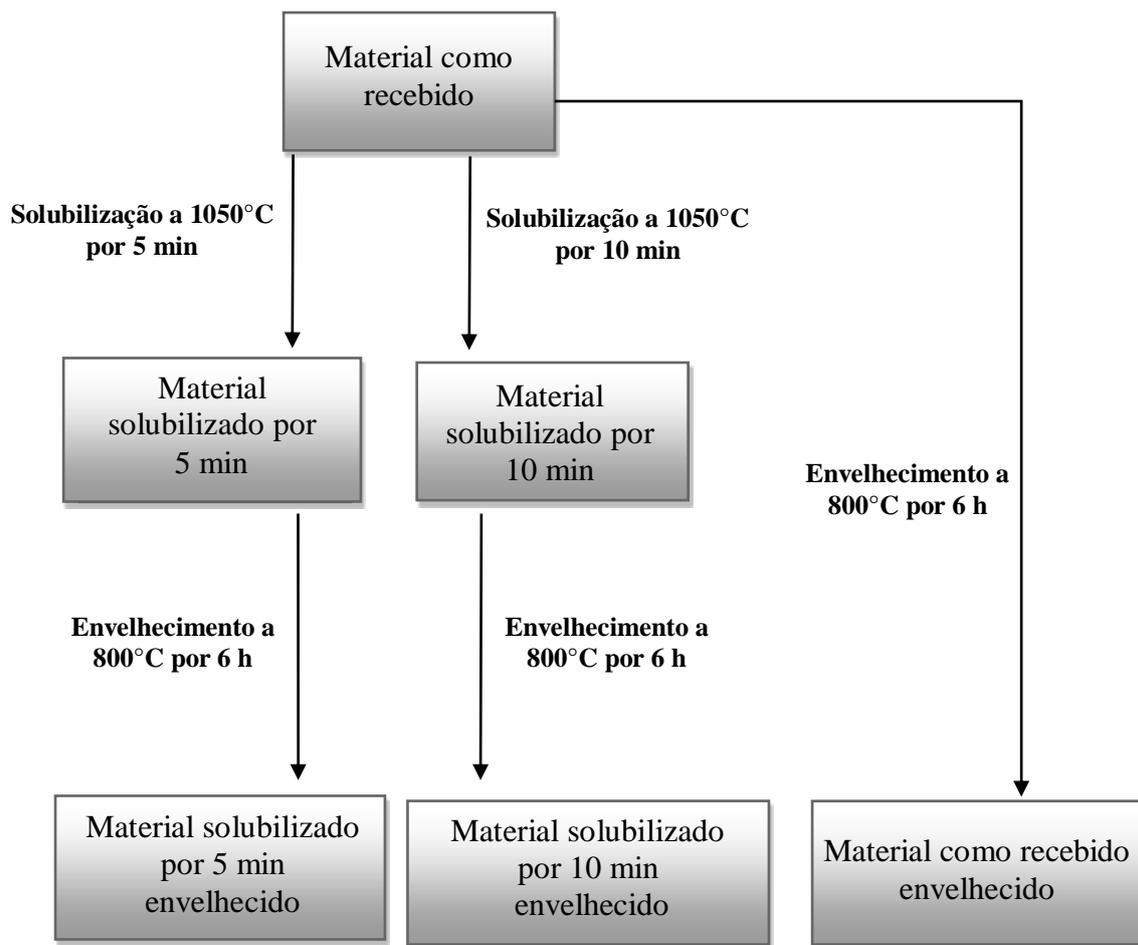


Figura 3.4 – Fluxograma da sequência de tratamentos térmicos realizados.

3.2.3 – Observação microestrutural

As microestruturas foram observadas no microscópio ótico Leica DMRM, do laboratório de microscopia ótica da COPPE/UFRJ e em microscópio eletrônico de Varredura JEOL-JSM modelo 6460LV, do laboratório de microscopia eletrônica da COPPE/UFRJ. Operando com o MEV, no intuito de identificar as fases presentes, foi utilizado o sistema EDS – Noran System Six – modelo 200. Para isso, as amostras como recebida e tratadas termicamente foram submetidas às etapas de preparação metalográfica nas lixas de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 *mesh*, seguido de polimento

em pasta de diamante de 6, 3, e 1 μm . O ataque químico foi feito com o reagente Kalling nº2 (100 ml etanol + 100 ml HCl + 5 g CuCl_2).

Além disso, foram realizadas análises no microscópio eletrônico de transmissão marca CM-20 PHILIPS com EDS, na universidade ULB (Bruxelas-Bélgica). As fases foram identificadas através de EDS e/ou padrões de difração de elétrons e também através de análise da morfologia dos precipitados. Para este propósito, amostras cilíndricas com 3 mm de diâmetro foram seccionadas (espessura de aproximadamente 200 μm) em uma cortadora Isomet 1000 da Buehler. Posteriormente, os discos foram lixados até uma espessura entre 70 e 100 μm . Para obtenção da amostra final, foi utilizado o afinamento eletrolítico, nas seguintes condições: temperatura de $-20\text{ }^\circ\text{C}$, tensão aplicada de 30 V, com eletrólito composto por 10 % de ácido perclórico e 90 % de etanol.

3.2.4 – Medidas de tamanho médio de grão

A medição do tamanho de grão foi realizada no laboratório TERMIC da COPPE/UFRJ. O método utilizado foi o dos interceptos, no qual o tamanho de grão foi definido a partir da contagem de 100 interseções que os contornos dos grãos fazem com ponto de encontro entre a linha horizontal e a vertical, presente no centro da lente do microscópio ótico OLYMPUS BX60M. Ao final da contagem, verifica-se, com a escala do próprio microscópio, a distância total percorrida (na horizontal ou na vertical). Essa distância dividida por 100 é o tamanho médio do grão. Para diminuir o erro desta medida, fez-se essa operação quatro vezes, tanto na horizontal quanto na vertical, foi calculada a média de todas as medidas.

Para obter o número de grão equivalente da ASTM, a partir do diâmetro médio de grão, foi utilizada a equação descrita por *Padilha et al* [72]:

$$G = -10,0 - 6,64 \log d \quad (4), \text{ onde:}$$

G= número de grão ASTM

d= diâmetro médio de grão [cm]

3.2.5 – Ensaio de microdureza Vickers

Para os ensaios de microdureza Vickers foi utilizado o microdurômetro E Leitz Wetzlar, com cargas de 100 g e de 300 g, dependendo da dureza do material, durante 30 segundos. Nos corpos de prova – de aproximadamente 10 mm de espessura, 30 mm de comprimento e 10 mm de largura – foram realizadas seis impressões de microdureza, com a distância de aproximadamente 2 mm entre as impressões.

3.2.6 – Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados junto à máquina Emic DL 10000, do laboratório de propriedades mecânicas da COPPE/UFRJ. Foram ensaiados até a ruptura dois corpos de prova para cada condição de tratamento.

Os ensaios foram realizados segundo norma ASTM-E8-M [73], com corpos de prova de comprimento útil nominal igual a 24 mm e diâmetro igual a 4 mm. A taxa de deformação usada foi de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 – MICROSCOPIA ÓTICA E TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

Através da comparação entre as micrografias do material nas condições como recebido (figura 4.1) e após os tempos de solubilização de 5 e de 10 minutos (figuras 4.2 e 4.3, respectivamente) e o resultado do tamanho médio de grão (tabela 4.1), observa-se que há um sensível aumento do tamanho de grão conforme aumenta o tempo de solubilização. Este aumento se torna bem significativo quando a amostra foi solubilizada por 10 minutos.

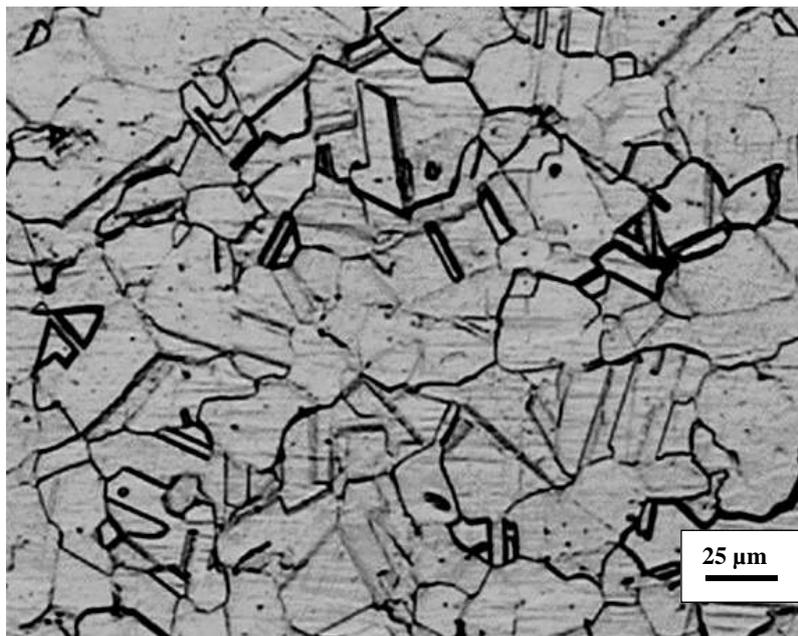


Figura 4.1 - Micrografia ótica do material como recebido.

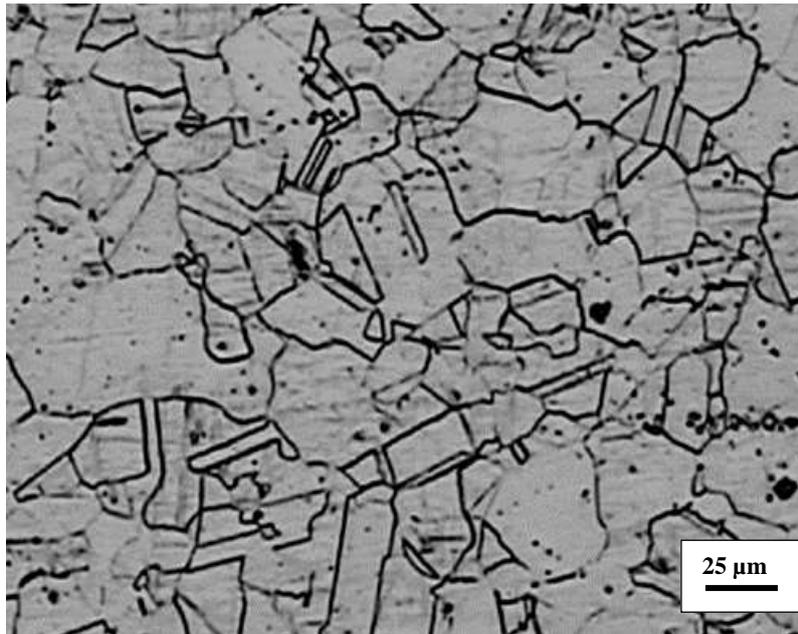


Figura 4.2 - Micrografia ótica do material após solubilização por 5 minutos a 1050°C.

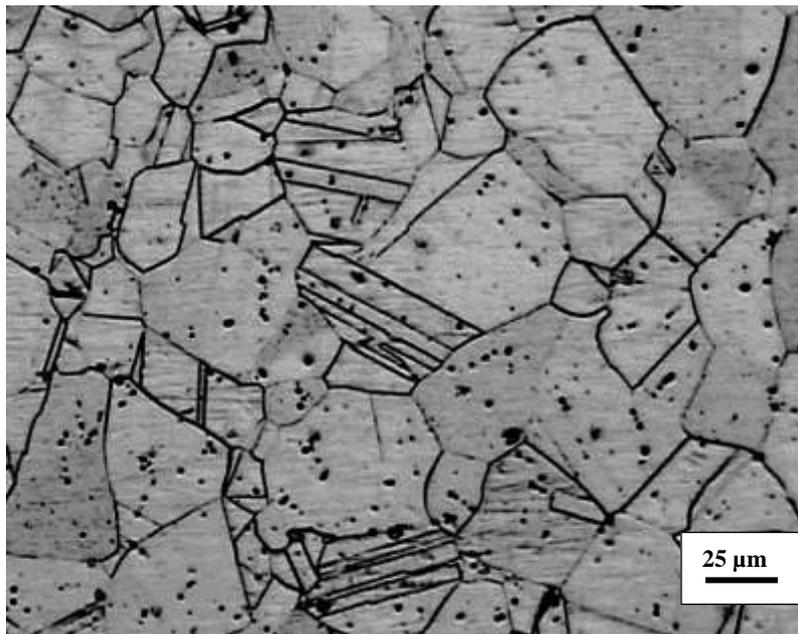


Figura 4.3 - Micrografia ótica do material após solubilização por 10 minutos a 1050°C.

Através da comparação entre as micrografias do material nas diversas condições de tratamento térmico antes do envelhecimento, figuras 4.1, 4.2 e 4.3, com as micrografias nas mesmas condições de tratamento térmico após envelhecimento, figuras 4.4, 4.5 e 4.6, e o resultado do tamanho médio de grão, tabela 4.1, observa-se que não houve alteração do tamanho médio de grão após envelhecimento. A menos dos contornos mais definidos no ataque, as mudanças microestruturais aparecem apenas nas micrografias do MEV, as quais serão mostradas posteriormente.

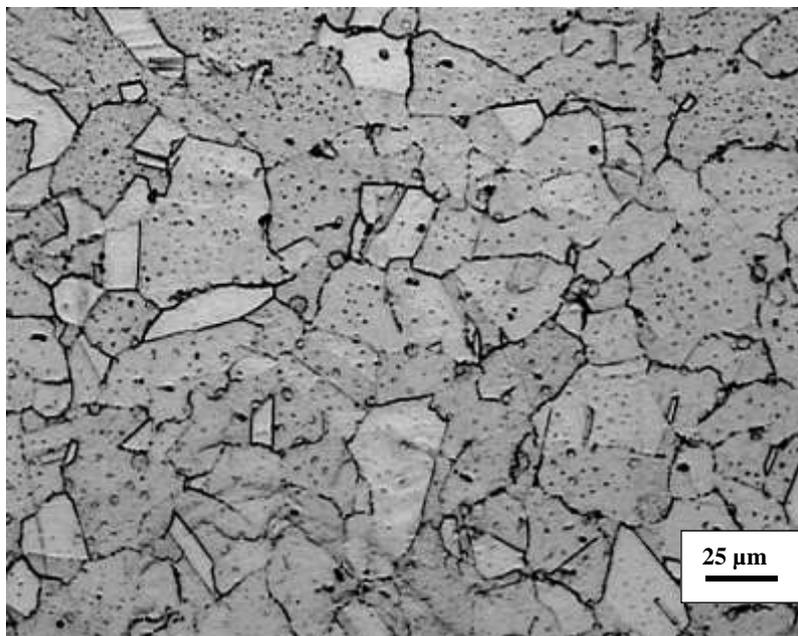


Figura 4.4 - Micrografia ótica do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas.

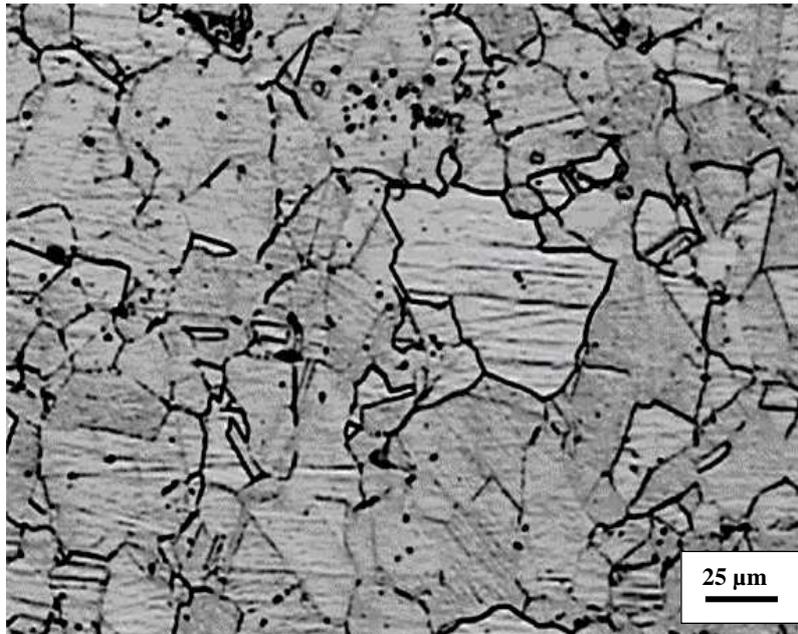


Figura 4.5 - Micrografia ótica do material após solubilização por 5 minutos a 1050°C, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas.

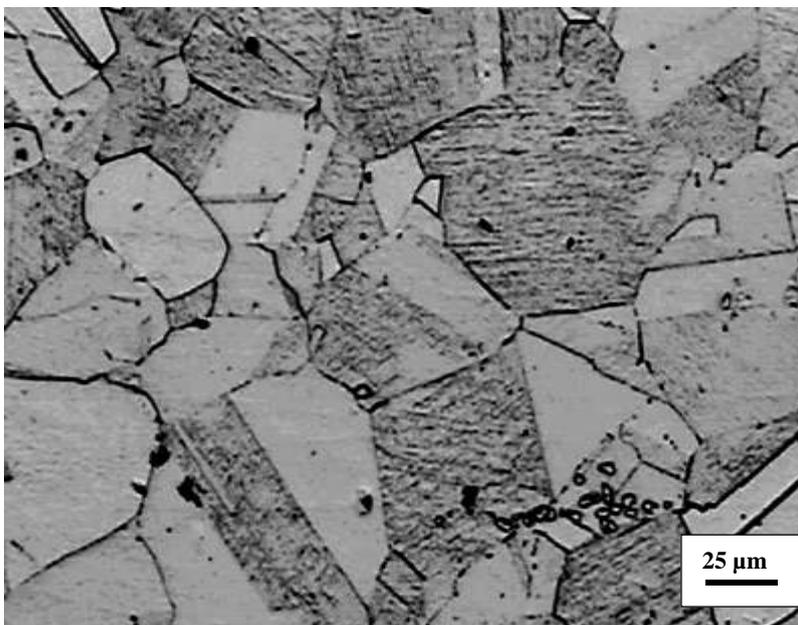


Figura 4.6 - Micrografia ótica do material após solubilização por 10 minutos a 1050°C, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas.

Tabela 4.1 - Resultado do tamanho médio de grão do material nas condições anterior e posterior ao envelhecimento.

Condição/tratamento térmico	Tamanho médio de grão [μm]
Como recebido	30 (ASTM 7)
Após solubilização por 5 min a 1050°C	40 (ASTM 6)
Após solubilização por 10 min a 1050°C	59 (ASTM 5)
Como recebido após envelhecimento	29 (ASTM 7)
Após solubilização por 5 min a 1050°C, seguido de envelhecimento	38 (ASTM 6)
Após solubilização por 10 min a 1050°C, seguido de envelhecimento	62 (ASTM 5)

4.2 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

4.2.1 – Material como recebido

As figuras 4.7, 4.8 e 4.9 mostram micrografias do MEV do material na condição inicial (como recebido). Ao longo da matriz, há a presença de diversos precipitados, em cadeias alinhadas, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, como mostrado no espectro de EDS da figura 4.10, com um alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase. A figura 4.11 mostra o espectro de EDS da matriz. Observa-se na figura 4.9 o contorno de grão com partículas muito pequenas, não sendo possível sua identificação na resolução do MEV.

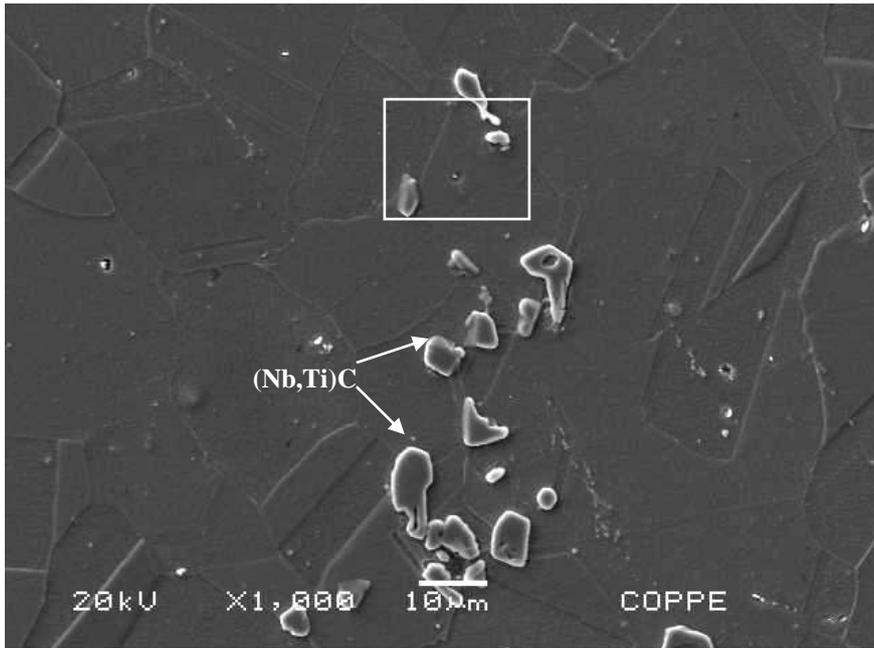


Figura 4.7 - Micrografia do MEV do material como recebido, mostrando carbetos do tipo (Nb,Ti)C. O quadrado indicado se refere à próxima figura.

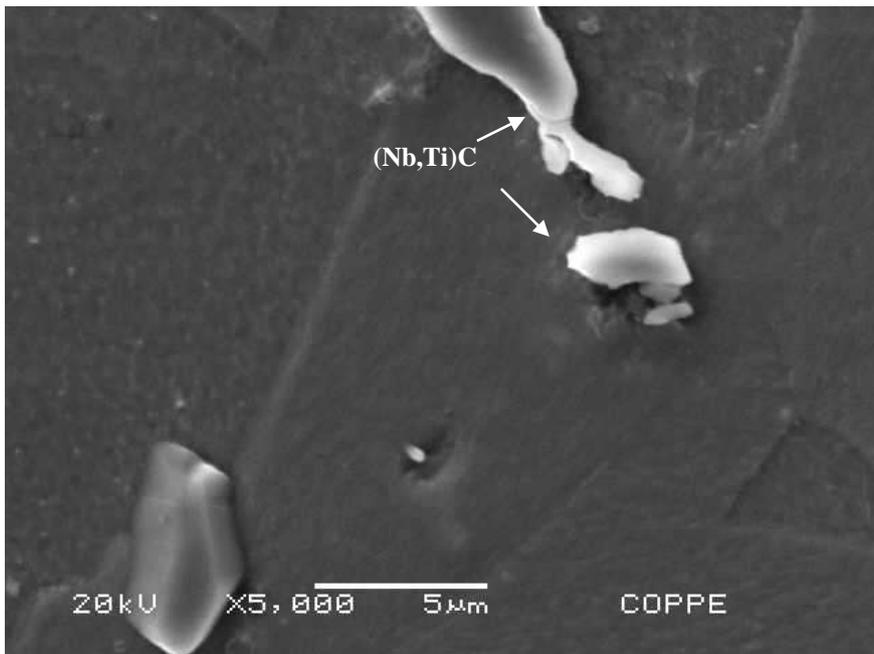


Figura 4.8 - Micrografia do MEV do material como recebido, mostrando carbetos do tipo (Nb,Ti)C.

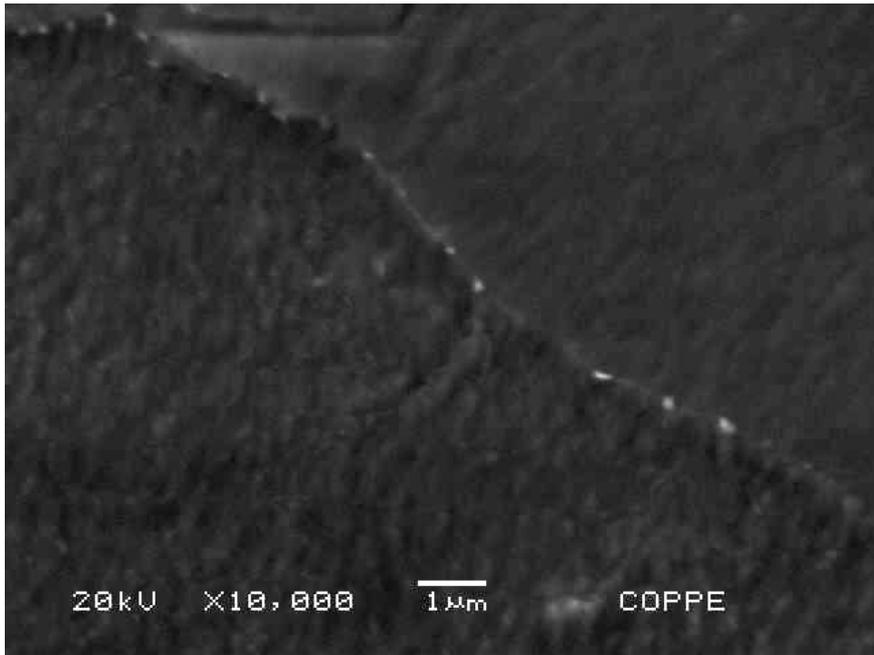
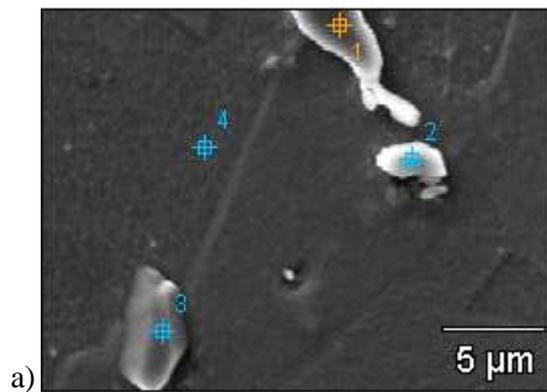


Figura 4.9 - Micrografia do MEV do material como recebido, mostrando o contorno de grão.



Full scale counts: 1001

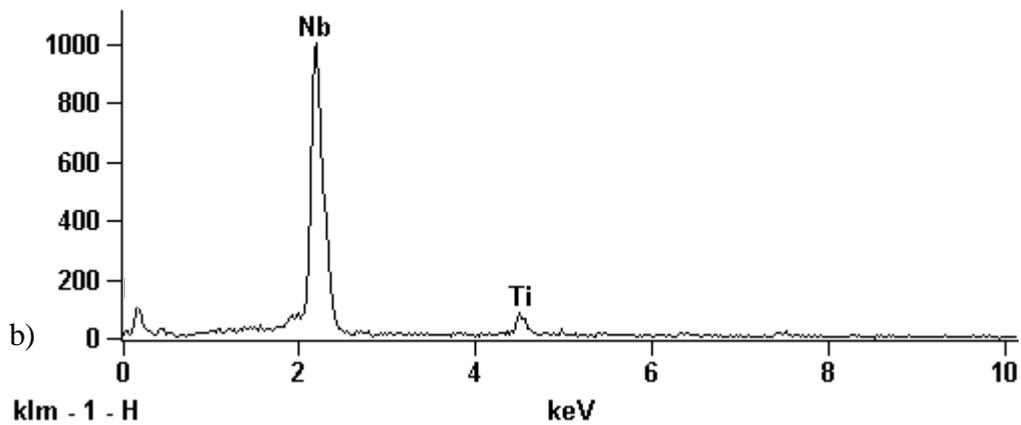


Figura 4.10 – a) Micrografia do MEV do material como recebido, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.10 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 1000

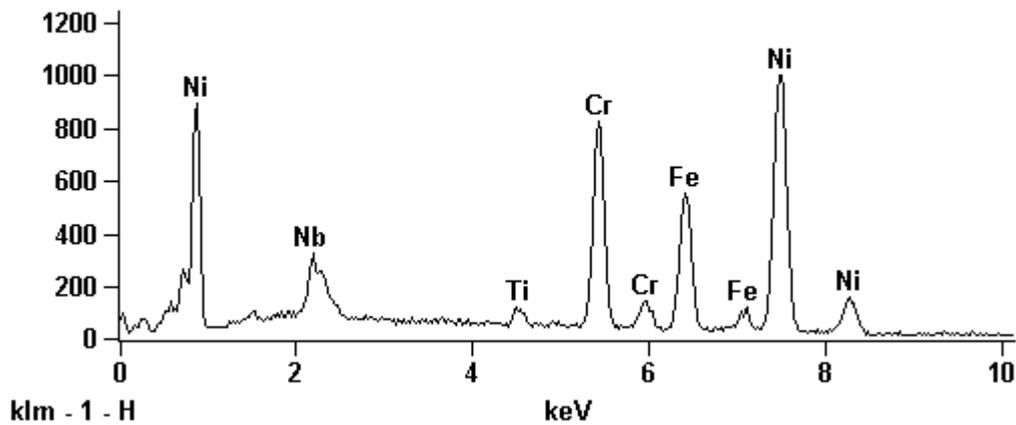


Figura 4.11 - Espectro de EDS do material como recebido, tomado sobre o ponto 4 da figura 4.10 (a), mostrando os elementos típicos da matriz.

4.2.2 – Material após solubilização por 5 minutos

A microestrutura do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos é apresentada nas figuras 4.12 e 4.13. O seu aspecto é bem próximo do material como recebido, notando-se um ligeiro crescimento de grão, conforme mostrado na tabela 4.1. Observa-se também, assim como no material como recebido, a presença de precipitados ao longo da matriz, em cadeias alinhadas, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, como mostrado no espectro de EDS, figura 4.14, com alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase. A figura 4.15 apresenta o espectro de EDS da matriz. Na resolução do MEV, não é observado a presença de finas partículas nos contornos de grão.

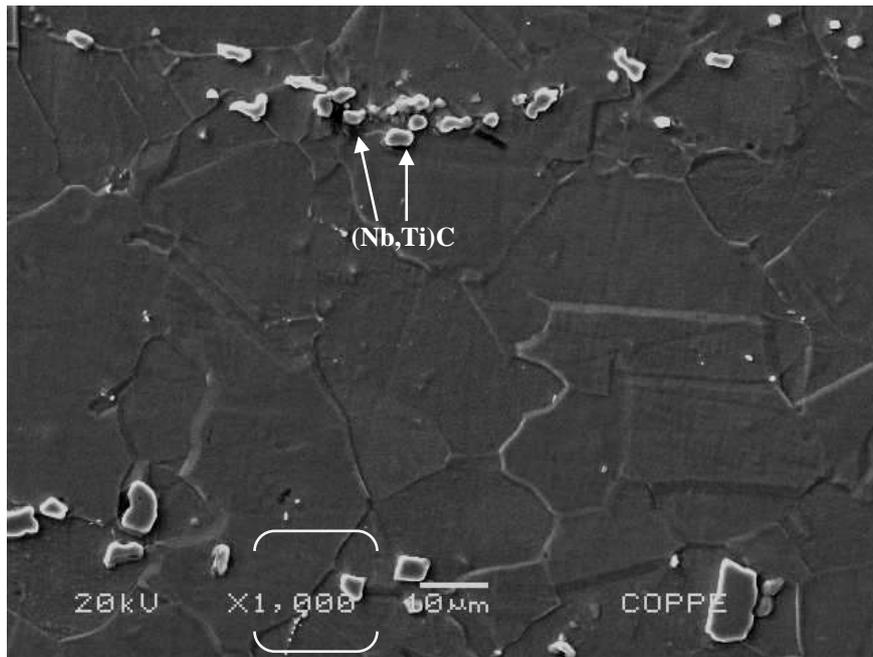


Figura 4.12 - Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C. O quadrado indicado se refere à próxima figura.

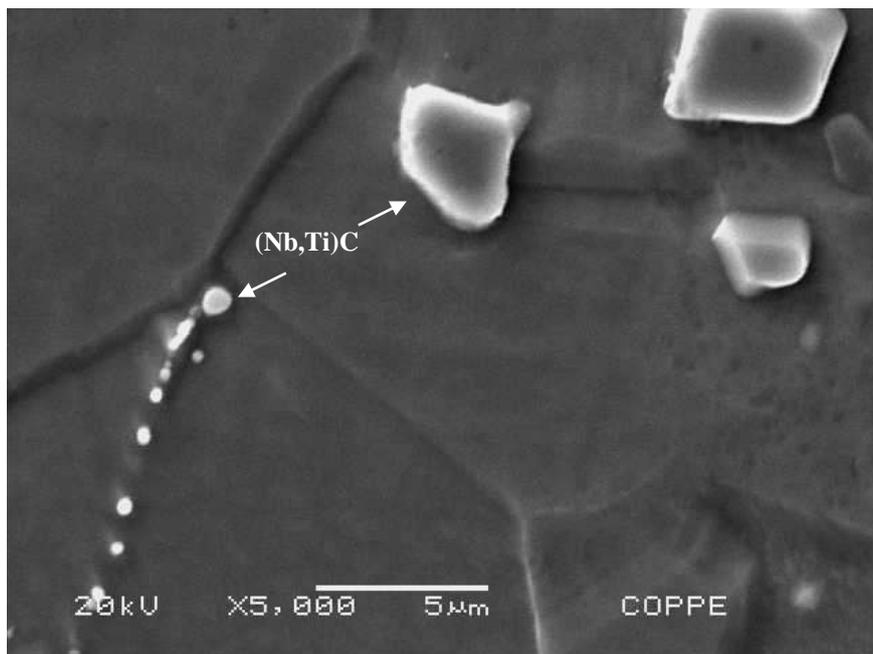
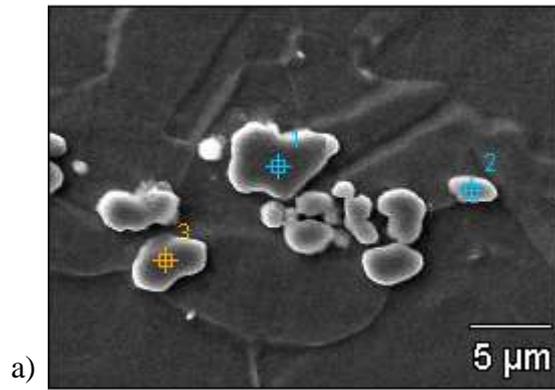


Figura 4.13 - Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos, em maior aumento, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C.



Full scale counts: 1002

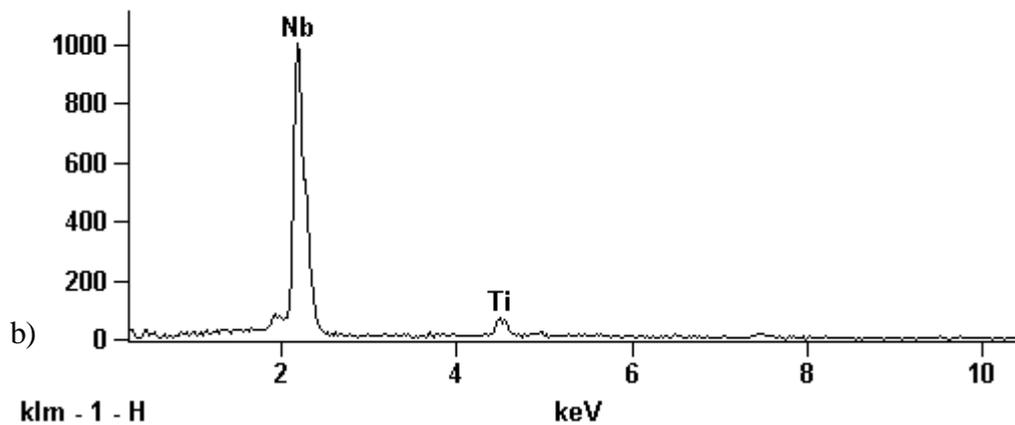


Figura 4.14 – a) Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.14 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 1000

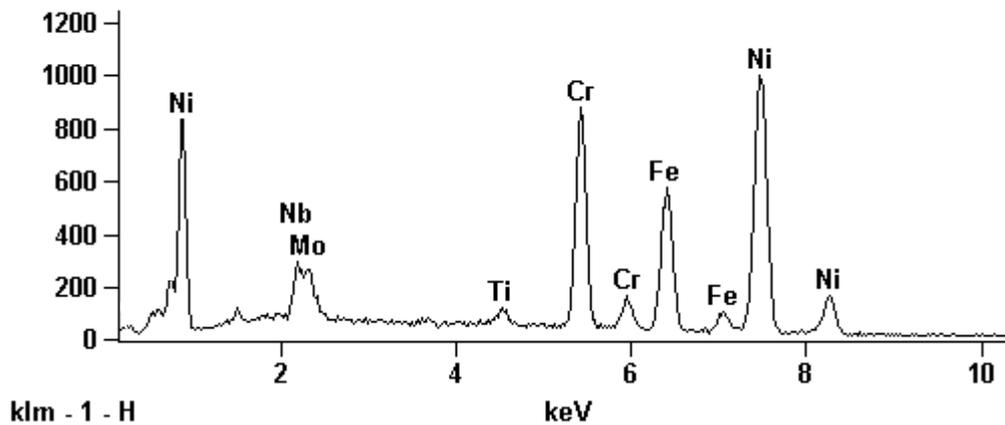


Figura 4.15 - Espectro de EDS do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos, tomado no interior de um grão, mostrando os elementos típicos da matriz.

4.2.3 – Material após solubilização por 10 minutos

A microestrutura do material após solubilização a 1050°C por 10 minutos é apresentada nas figuras 4.16 e 4.17. O seu aspecto é bem próximo do material como recebido e do solubilizado por 5 minutos. Entretanto, pode ser observado que o tamanho de grão aumentou significativamente, como visto na tabela 4.1. Observa-se também a presença de precipitados ao longo da matriz, em cadeias alinhadas, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, como mostrado no espectro de EDS, figura 4.18, com alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase. A figura 4.19 apresenta o espectro de EDS da matriz. Observa-se que não houve dissolução dos carbeto durante os diferentes tempos de solubilização e que, na resolução do MEV, não foi observado a presença de finas partículas nos contornos de grão.

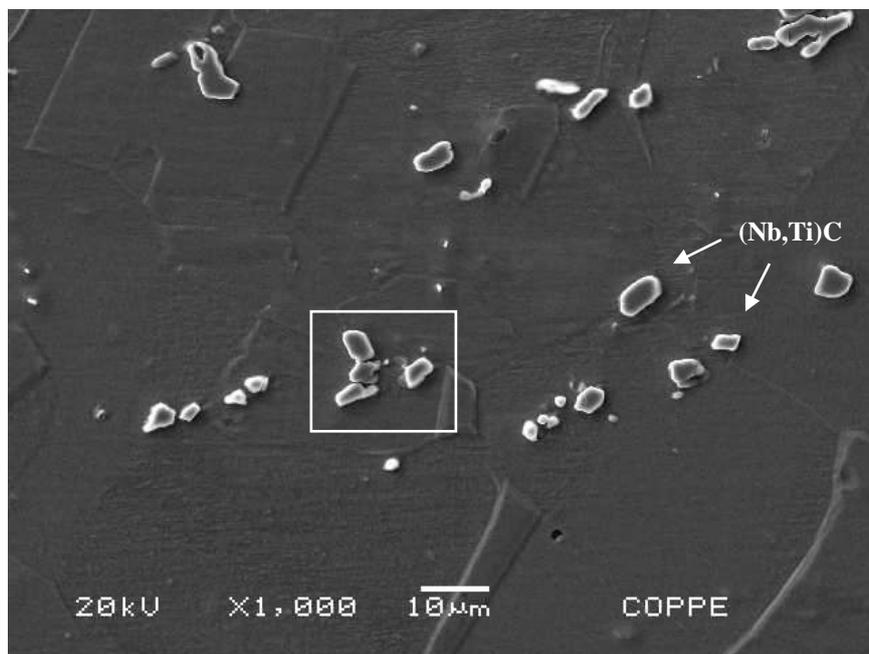


Figura 4.16 - Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 10 minutos, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C. O quadrado indicado se refere à próxima figura.

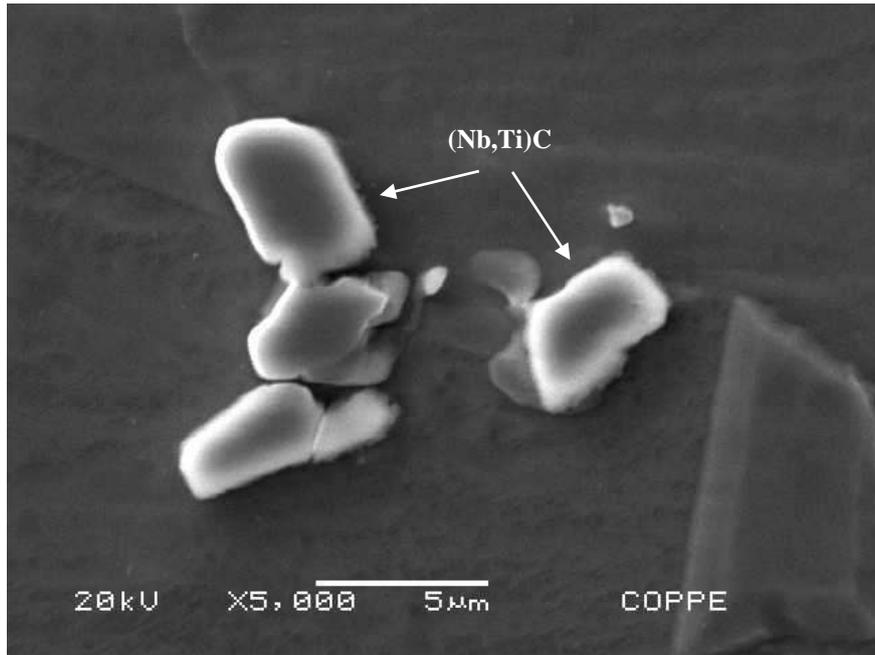
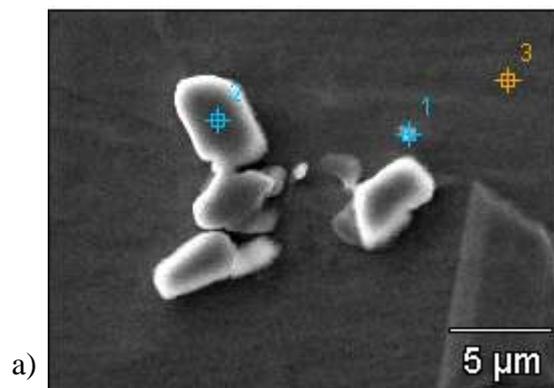


Figura 4.17 - Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 10 minutos, em maior aumento, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C.



Full scale counts: 920

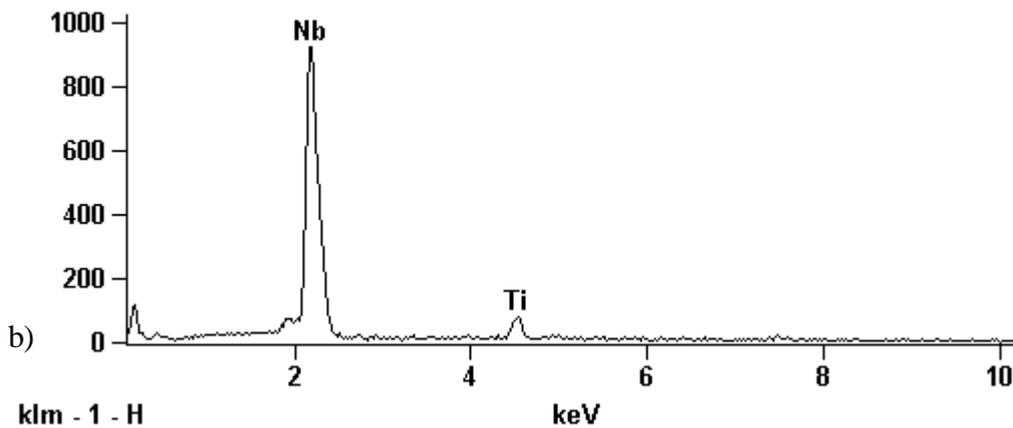


Figura 4.18 - a) Micrografia do MEV do material após solubilização a 1050°C por 10 minutos, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 2 da figura 4.18 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 920

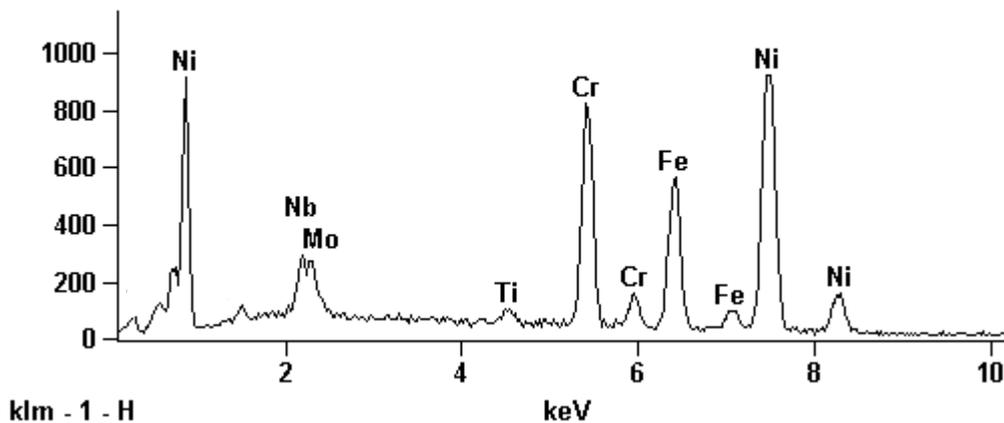


Figura 4.19 - Espectro de EDS do material após solubilização a 1050°C por 10 minutos, tomado no interior de um grão, mostrando os elementos típicos da matriz.

4.2.4 – Material como recebido após envelhecimento

As figuras 4.20, 4.21 e 4.22 mostram a micrografia do MEV do material como recebido após envelhecimento por 6 horas a 800°C. Observa-se, na figura 4.20, como nas condições como recebida e solubilizadas, a presença de precipitados grandes na matriz, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, a partir dos espectros de EDS, figuras 4.23, com alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase, e 4.24, com um pico de titânio e um pico bem menor de nióbio, também característico desta fase. A figura 4.25 apresenta o espectro de EDS da matriz.

Esta diferença nos teores de nióbio e de titânio nos carbeto (Nb,Ti)C ocorre porque, de acordo *Donachie et al* [27], neste tipo de carbeto, os elementos nióbio e titânio podem se substituídos um pelo outro durante tratamento térmico. Provavelmente por este motivo, este maior teor de titânio, observado no espectro de EDS da figura 4.24, é verificado somente nas condições envelhecidas, como será visto adiante.

Nas figuras 4.21 e 4.22 é possível observar a precipitação contínua de partículas muito pequenas, com morfologia de plaquetas, nos contornos de grão. Tais partículas foram identificadas como fase δ , por sua morfologia, pelo seu tamanho e pela cinética de precipitação desta fase. De acordo com o diagrama TTT da liga 718, figura 2.11, o tempo de 6 horas a 800°C é suficiente para a precipitação das fases γ' , γ'' e δ . Como, segundo *Donachie et al* [27], as fases γ' e γ'' são observadas apenas em MET e a fase δ apresenta morfologia de plaquetas, a fase presente nos contornos de grão das figuras 4.21 e 4.22 foi identificada como fase δ .

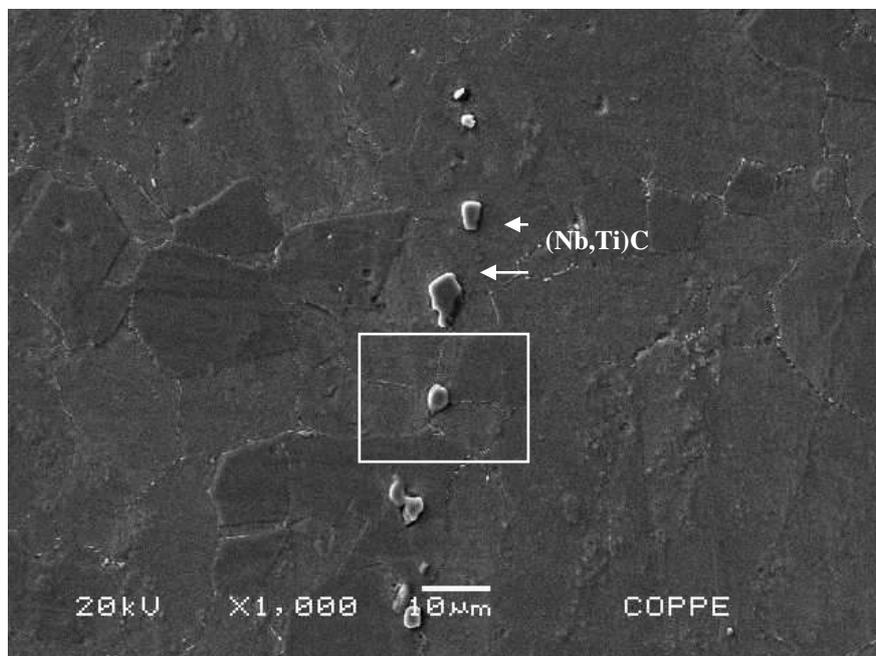


Figura 4.20 - Micrografia do MEV do material após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C. O quadrado se refere à próxima figura.

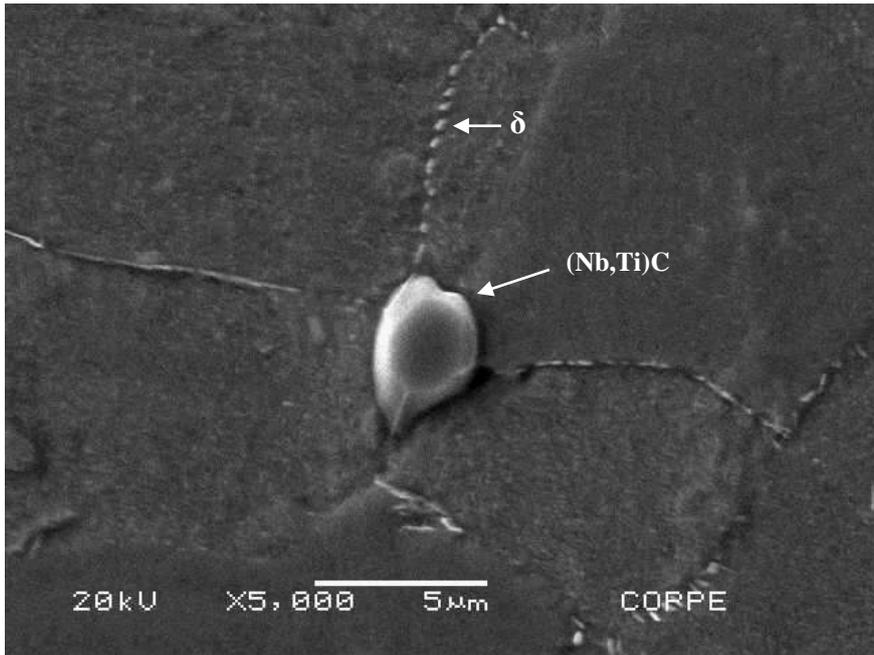


Figura 4.21 - Micrografia do MEV do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando a presença de um carbeto do tipo (Nb,Ti)C no ponto triplo de contorno de grão e a precipitação contínua nos contornos de grão de fase δ .

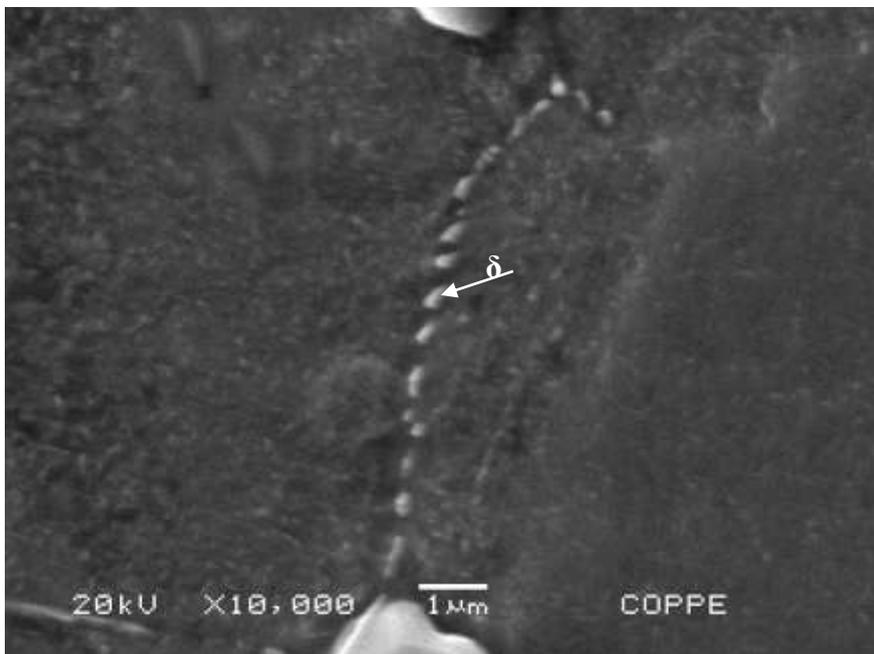
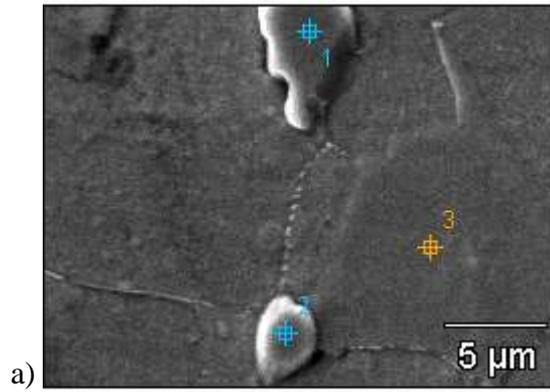


Figura 4.22 - Micrografia do MEV do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando com mais detalhe a precipitação da fase δ no contorno de grão.



Full scale counts: 1001

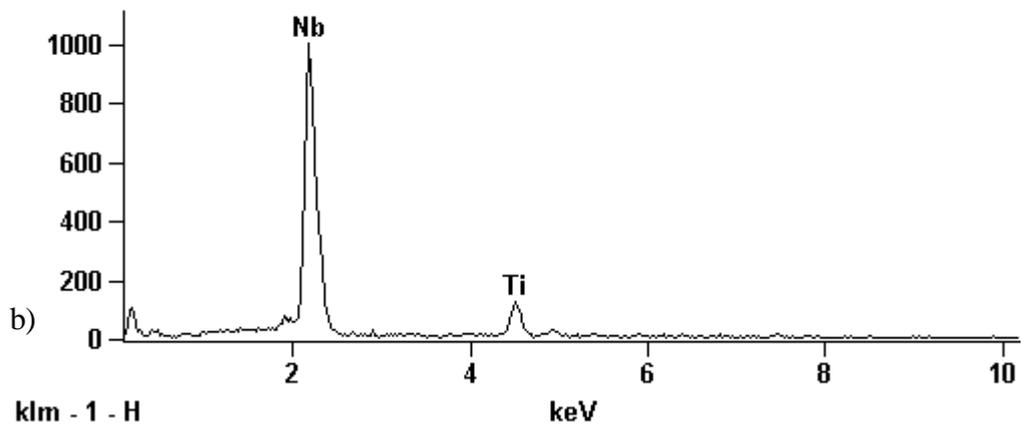
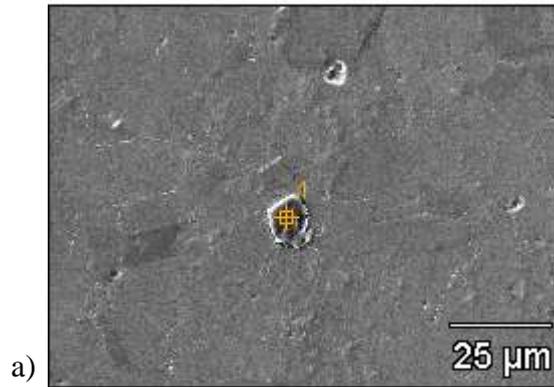


Figura 4.23 - a) Micrografia do MEV do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 2 da figura 4.23 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.



Full scale counts: 1001

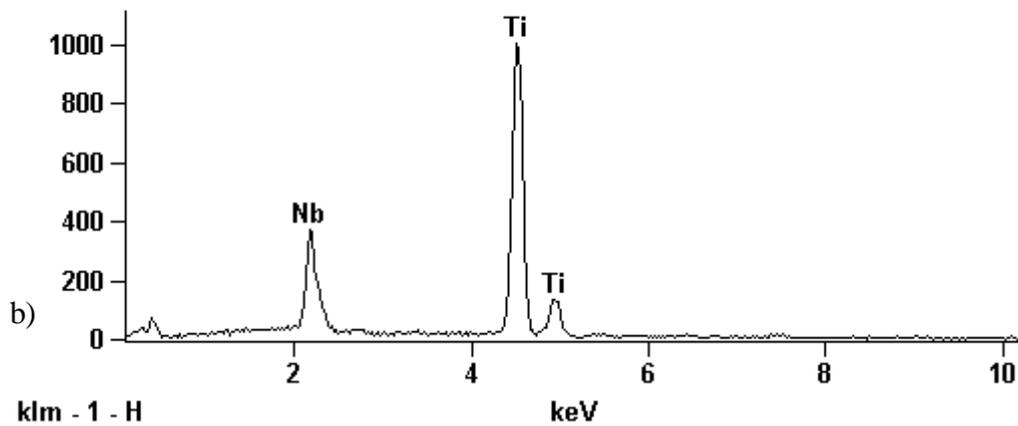


Figura 4.24 - a) Micrografia do MEV do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS, tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.24 (a), mostrando o pico de Ti e um pico bem menor de Nb, identificada como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 1000

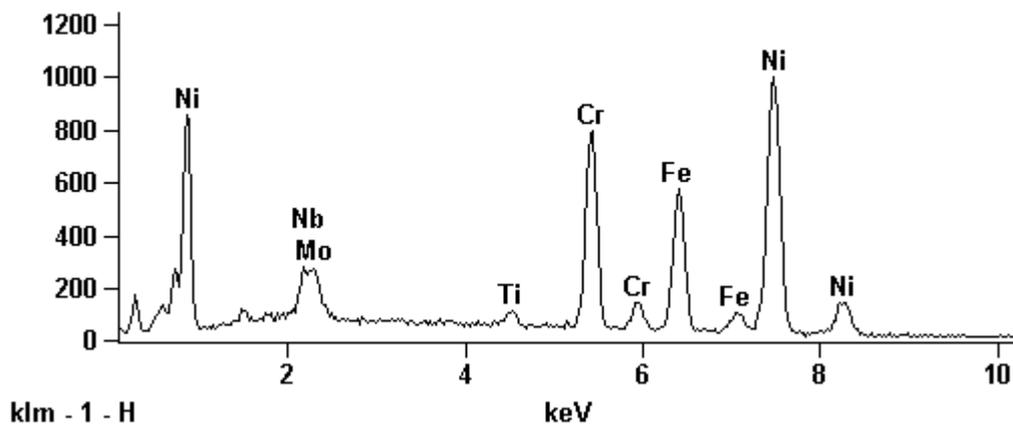


Figura 4.25 - Espectro de EDS do material após envelhecimento a 800°C por 6 horas, tomado no interior de um grão, mostrando os elementos típicos da matriz.

4.2.5 – Material após solubilização por 5 minutos, seguido de envelhecimento

As figuras 4.26, 4.27 e 4.28 mostram micrografias do MEV do material após solubilização a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento por 6 horas a 800°C. Observa-se a presença de precipitados na matriz, como nas amostras anteriores, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, a partir dos espectros de EDS, figura 4.29, com alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase, e figura 4.30, com um pico de titânio e um pico bem menor de nióbio, também característico desta fase. A figura 4.31 apresenta o espectro de EDS da matriz.

Nas figuras 4.27 e 4.28 é possível observar, assim como na amostra como recebida após envelhecimento, a presença de partículas distribuídas de forma contínua nos contornos de grão. Tais partículas foram identificadas como fase δ através de análise em MET, como será mostrado posteriormente.

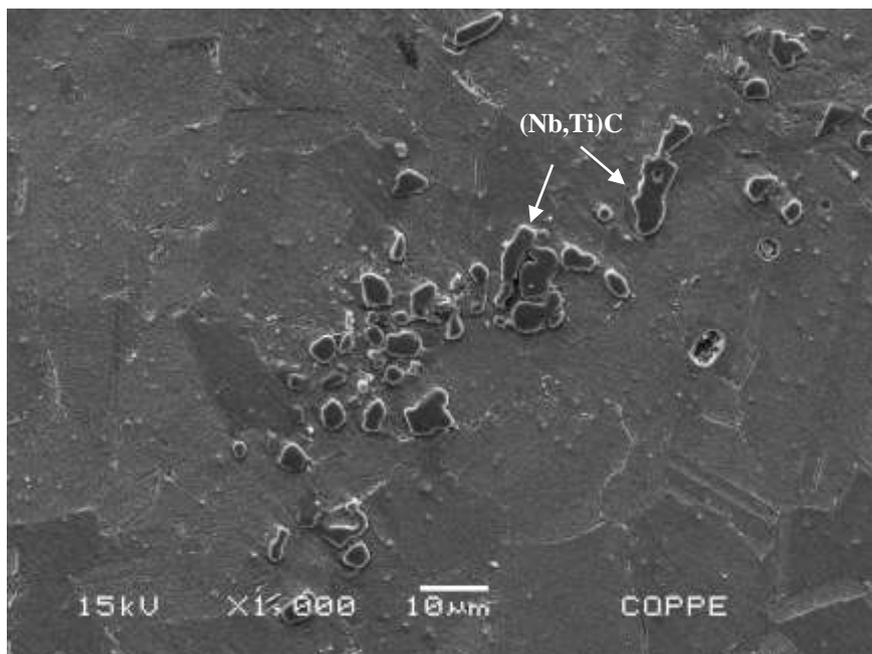


Figura 4.26 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas.

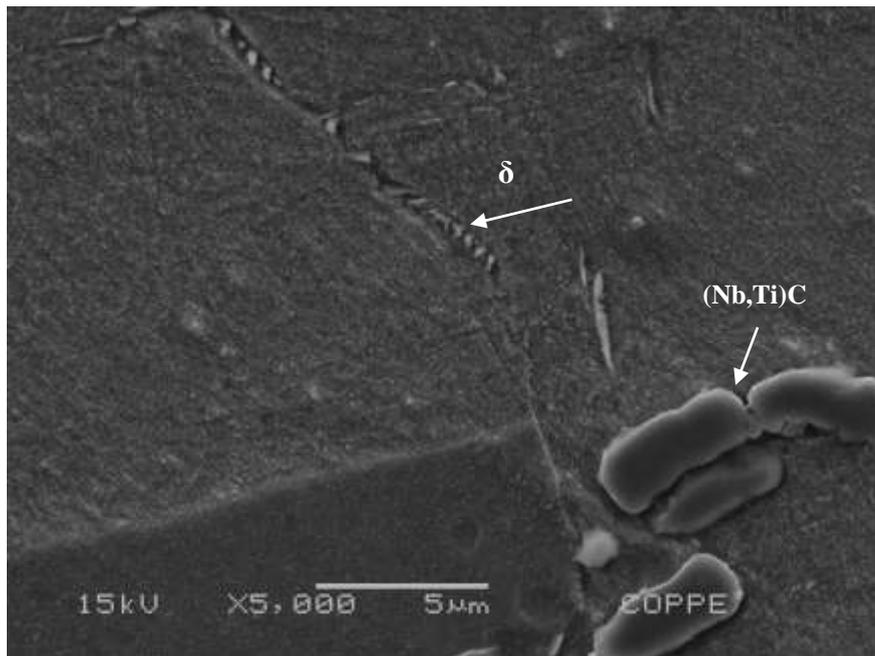


Figura 4.27 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento, mostrando a presença de carbetos tipo $(\text{Nb,Ti})\text{C}$ e a precipitação contínua nos contornos de grão da fase δ .

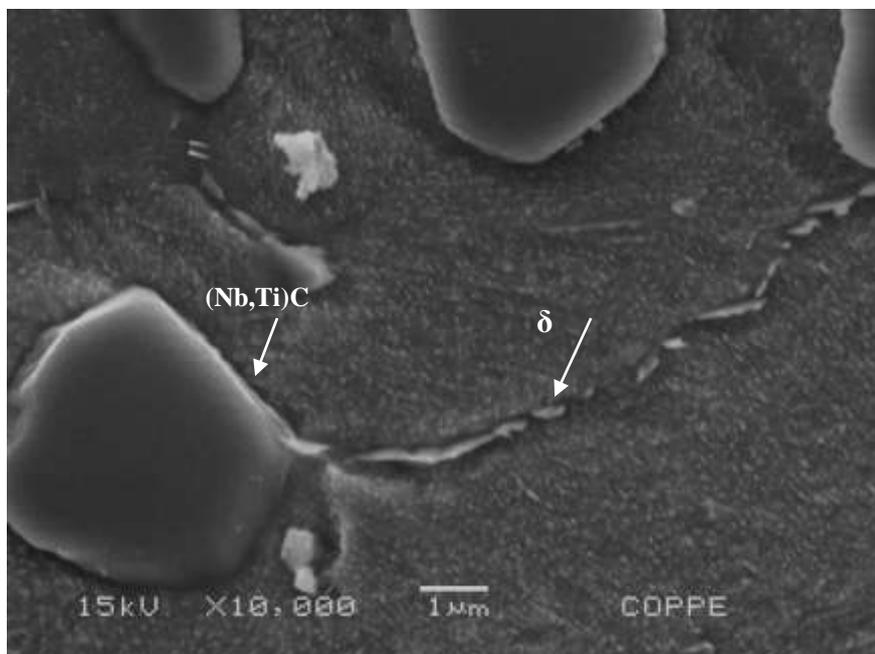
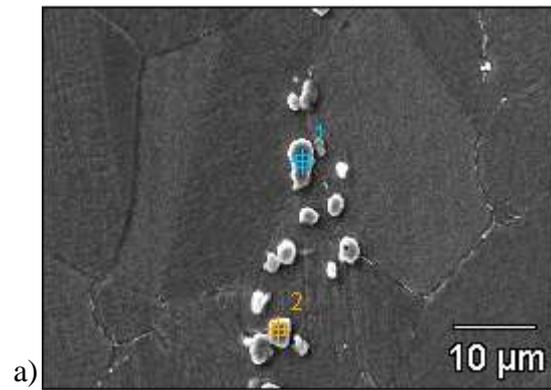


Figura 4.28 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento, mostrando com mais detalhe a precipitação contínua nos contornos de grão da fase δ .



Full scale counts: 1000

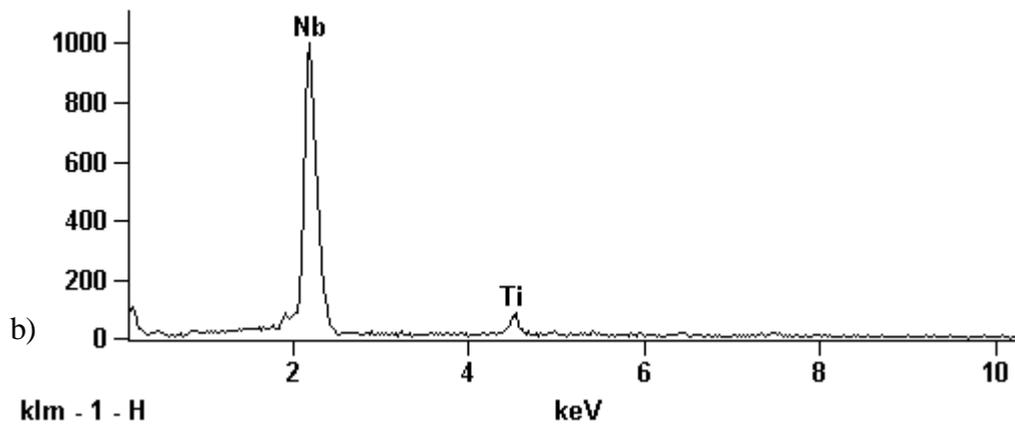
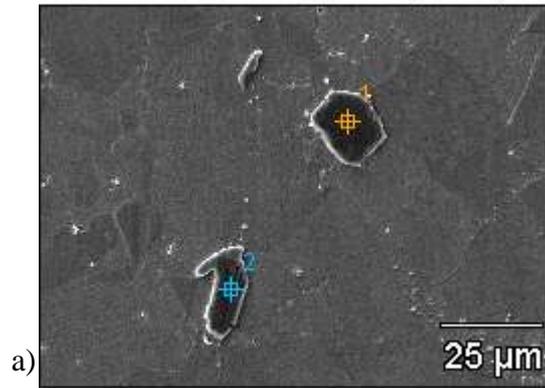


Figura 4.29 - a) Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 2 da figura 4.29 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.



Full scale counts: 1000

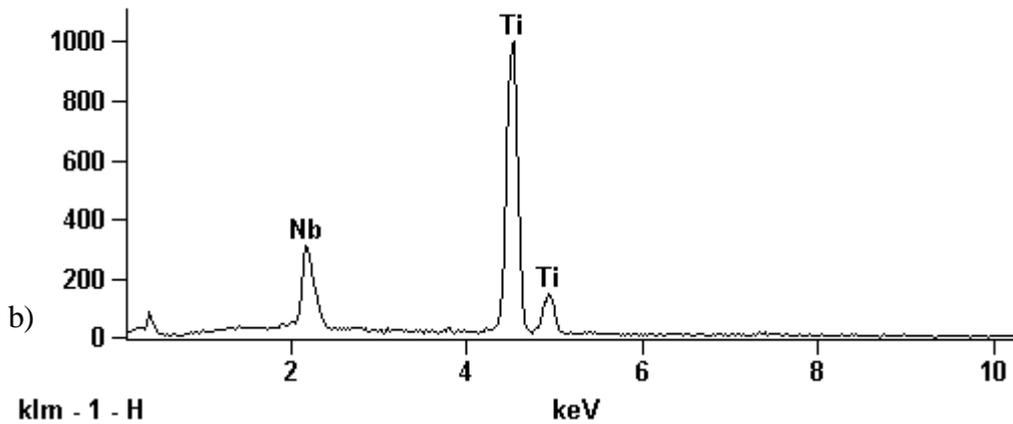


Figura 4.30 - a) Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS, tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.30 (a), mostrando o pico de Ti e um pico bem menor de Nb, identificada como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 1000

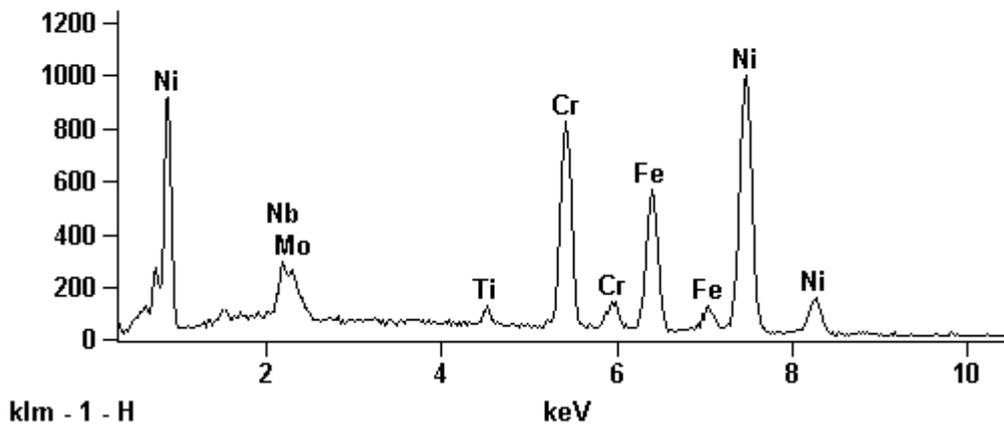


Figura 4.31 - Espectro de EDS do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, em um ponto tomado no interior de um grão, mostrando os elementos típicos da matriz.

4.2.6 – Material após solubilização por 10 minutos, seguido de envelhecimento

As figuras 4.32, 4.33 e 4.34 mostram micrografias do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas. Observa-se na figura 4.32 a presença de precipitados na matriz, como nas amostras anteriores, identificados como carbeto do tipo (Nb,Ti)C, a partir dos espectros de EDS, figura 4.35, com alto pico de nióbio e um baixo pico de titânio, característico desta fase, e figura 4.36, com um pico de titânio e um pico bem menor de nióbio, também característico desta fase. A figura 4.37 apresenta o espectro de EDS da matriz.

Nas figuras 4.33 e 4.34 é possível observar, assim como na amostra como recebida e envelhecida e na solubilizada por 5 minutos e envelhecida, a presença de partículas distribuídas de forma contínua nos contornos de grão. Tais partículas foram identificadas como fase δ , por sua morfologia, pelo seu tamanho e pela cinética de precipitação desta fase. Verifica-se também que não houve dissolução dos carbetos durante envelhecimento.

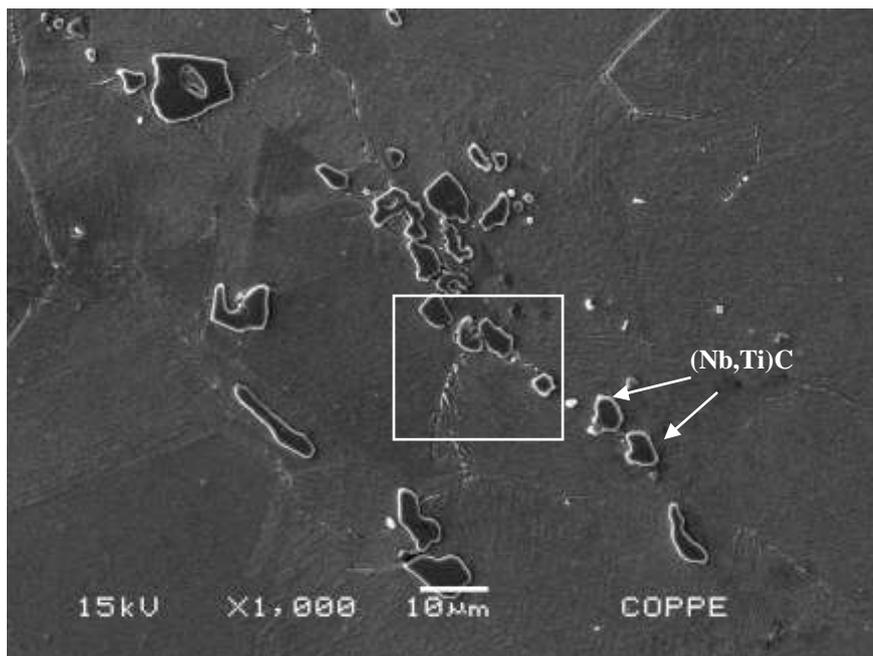


Figura 4.32 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C na matriz. O quadrado se refere à próxima figura.

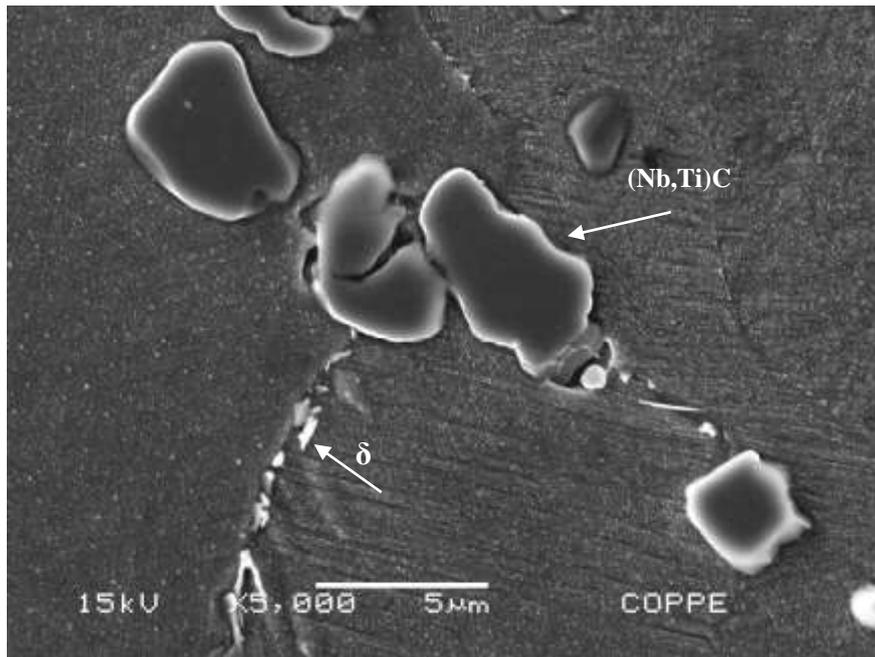


Figura 4.33 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento, mostrando a precipitação contínua da fase δ nos contornos de grão.

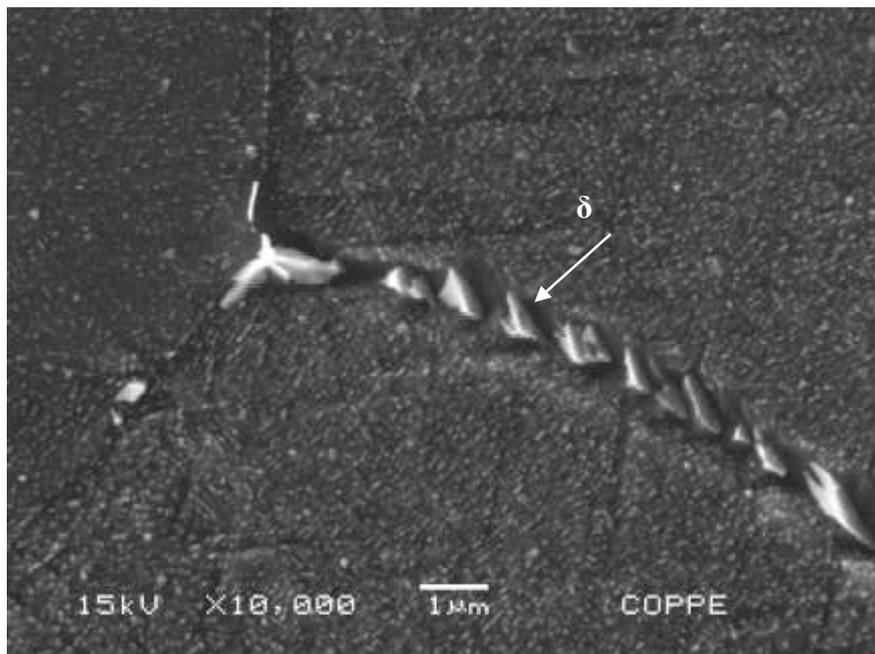
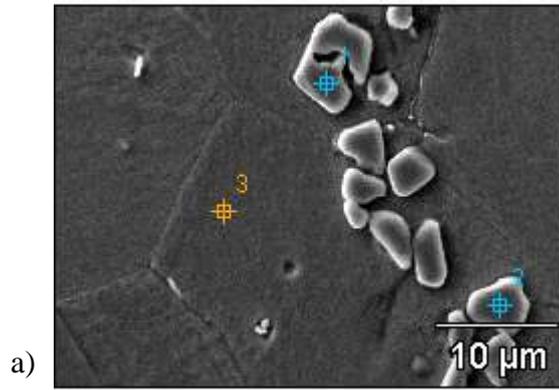


Figura 4.34 - Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento, mostrando com mais detalhe a precipitação contínua da fase δ nos contornos de grão.



Full scale counts: 1000

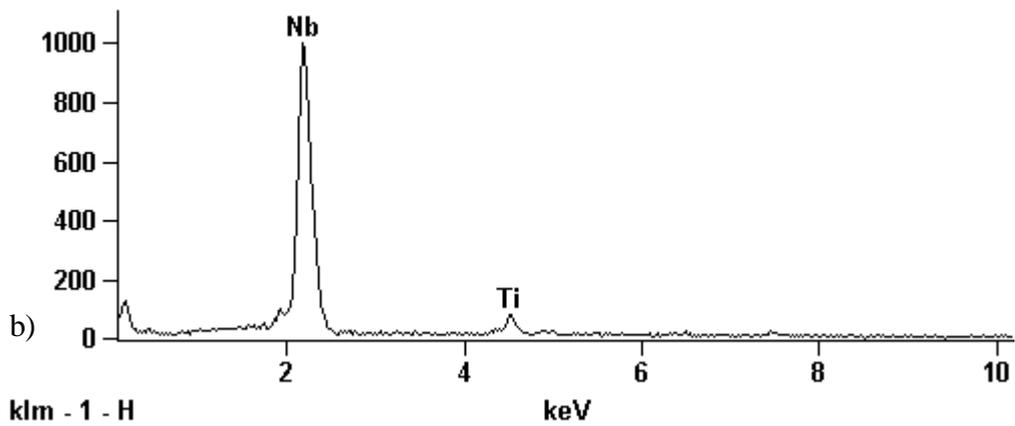
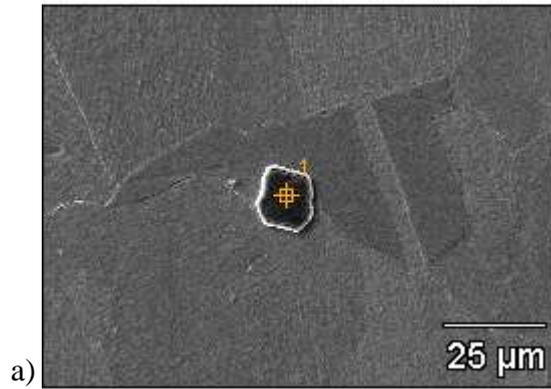


Figura 4.35 - a) Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.35 (a), mostrando o pico de Nb e um pico bem menor de Ti, identificado como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.



Full scale counts: 1000

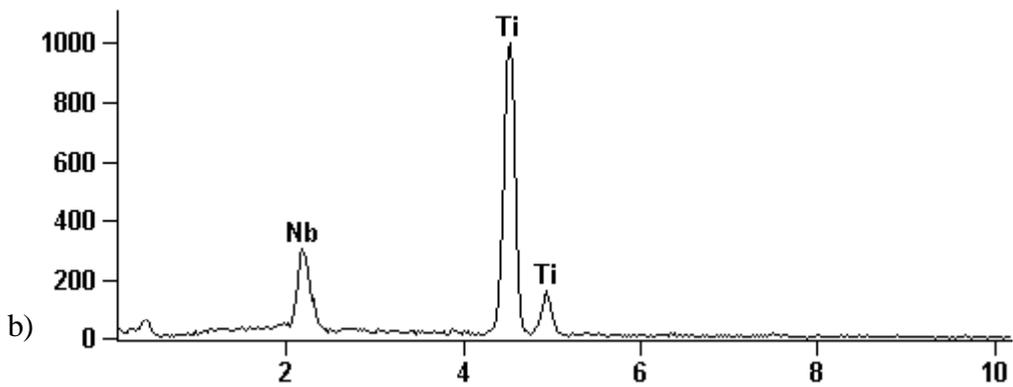


Figura 4.36 - a) Micrografia do MEV do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando os pontos a serem analisados por EDS; b) Espectro de EDS, tomado sobre o precipitado do ponto 1 da figura 4.36 (a), mostrando o pico de Ti e um pico bem menor de Nb, identificada como um carbeto do tipo (Nb,Ti)C.

Full scale counts: 1000

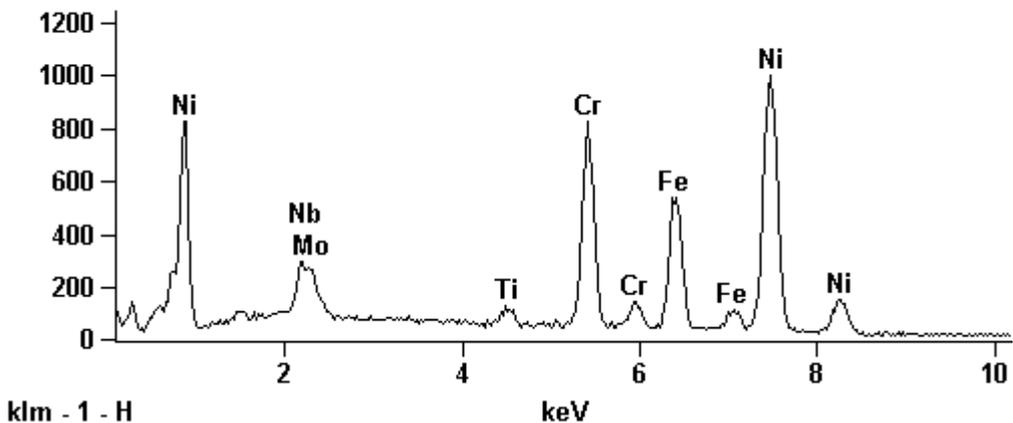


Figura 4.37 - Espectro de EDS do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas, em um ponto tomado no interior de um grão, mostrando os elementos típicos da matriz.

4.3 – MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

As figuras 4.38 e 4.39 mostram micrografias do MET do material como recebido. Neste caso, as fases foram identificadas por suas respectivas morfologias, como indicadas pelas setas nas figuras. As figuras 4.38 (a), 4.38 (b) e 4.39 (a) mostram a precipitação da fase δ , com morfologia de plaquetas, alinhada ou perpendicular ao contorno de grão. Nas imagens das figuras 4.38 e 4.39 observa-se a precipitação das fases γ' com morfologia esférica, e γ'' , em forma de discos alongados, dispersas na matriz.

A intensa precipitação das fases γ' e γ'' dispersas na matriz indica que o material como recebido está na condição envelhecida. Dessa forma, a segunda etapa do processamento, o envelhecimento a 800°C por 6 horas, é na verdade um segundo envelhecimento. Este duplo envelhecimento tem como objetivo a obtenção de um menor tamanho de grão, já que o grão está ancorado pela fase δ nos contornos de grão e esse material não passa pela etapa de solubilização, na qual ocorre o crescimento de grão. Além disso, busca-se verificar se efetivamente ocorre uma diminuição da resistência mecânica do material, em virtude da redução da contribuição da precipitação de γ'' , pela competição da formação da fase δ a partir desta fase.

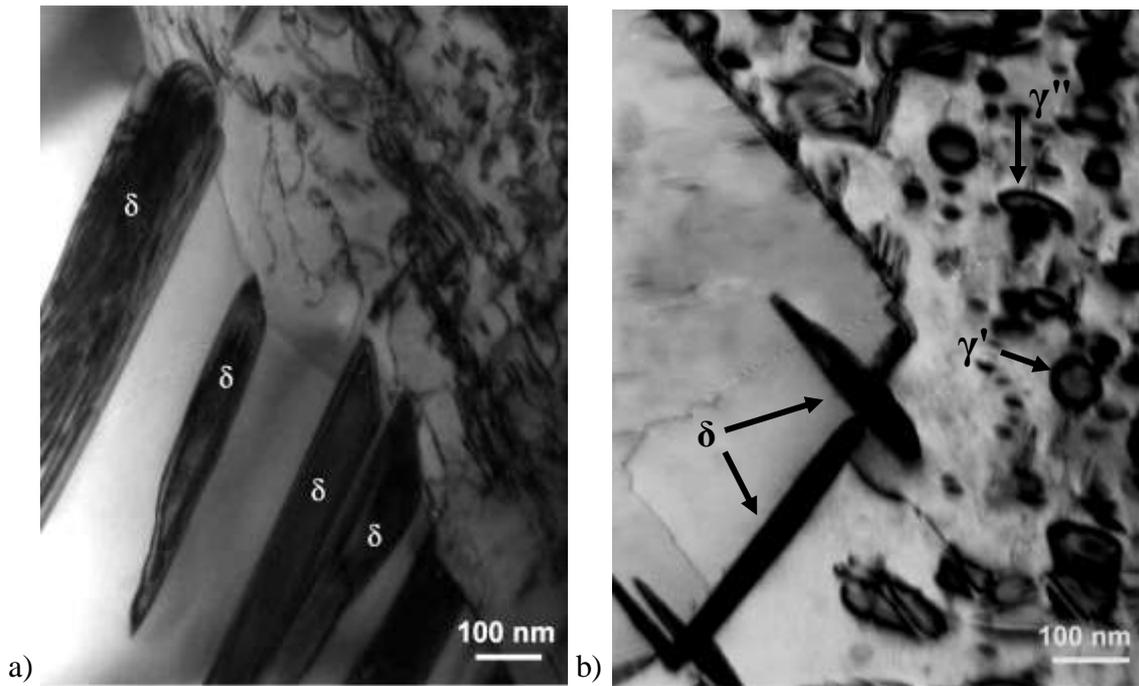


Figura 4.38 - Micrografias do MET do material como recebido em alto aumento: a) imagem de campo claro, mostrando a fase δ (morfologia de plaquetas); b) imagem de campo claro mostrando a fase δ no contorno e as fases γ' (morfologia esférica) e γ'' (forma de discos alongados) dispersas na matriz.

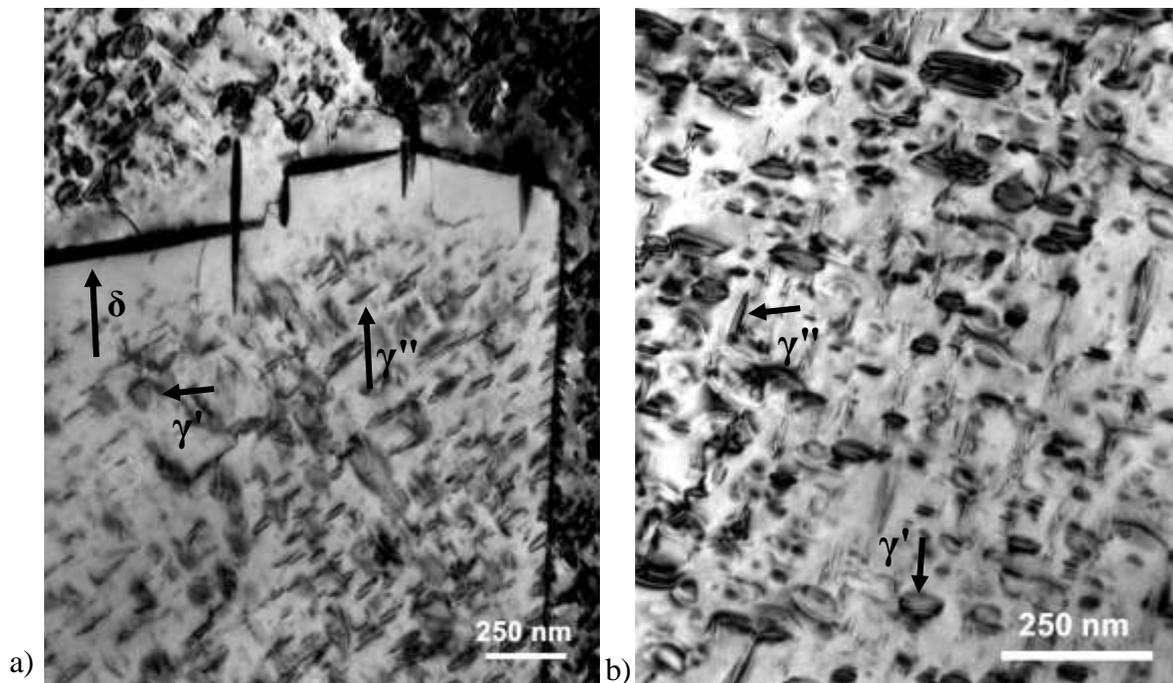


Figura 4.39 - Micrografias do MET do material como recebido em mais baixo aumento: a) imagem de campo claro mostrando a precipitação da fase δ (morfologia de plaquetas) nos contornos e das fases γ' (morfologia esférica) e γ'' (forma de discos alongados) dispersas na matriz; b) imagem em campo claro mostrando a precipitação das fases γ' e γ'' dispersas na matriz.

As figuras 4.40 (a) e 4.40 (b) mostram micrografias do MET, com imagens em campo claro, do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos. Verifica-se, na figura 4.40 (a), uma precipitação bem mais fina de δ nos contornos de grão e, na figura 4.40 (b), a matriz isenta dos precipitados γ' e γ'' , podendo ser observado a presença de linhas de discordâncias empilhadas.

A partir da análise microestrutural por microscopia ótica, por MEV e dos ensaios de dureza e de tração, os quais serão vistos adiante, espera-se que o tempo de 5 minutos já tenha sido suficiente para solubilizar totalmente as fases γ' e γ'' e parte de fase δ .

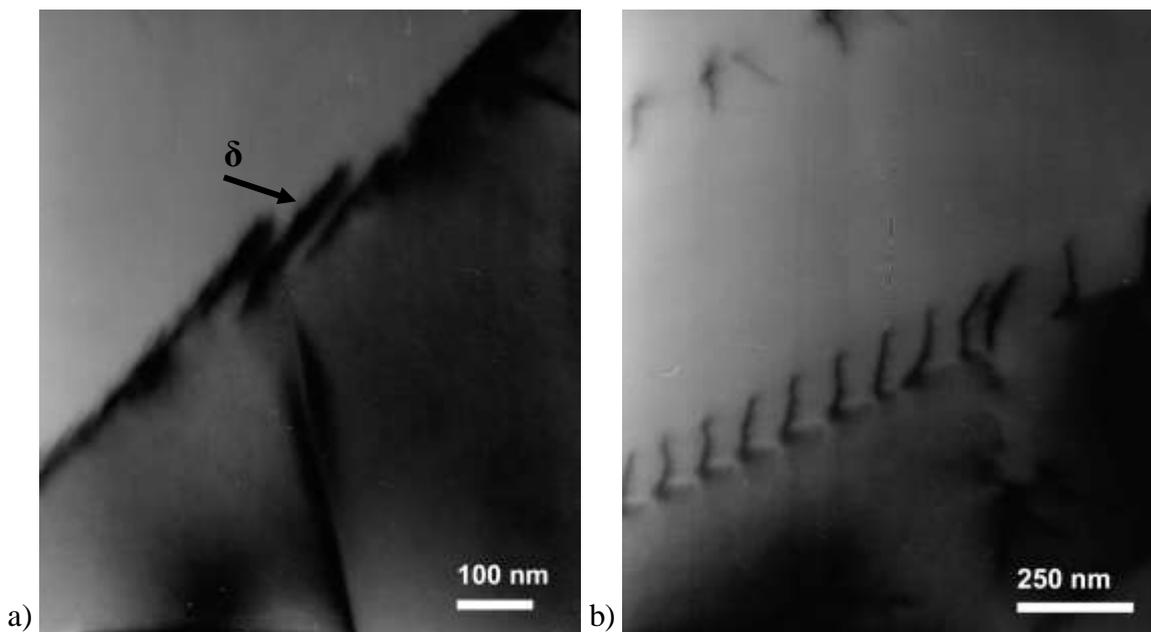


Figura 4.40 - Micrografias do MET do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos: a) imagem de campo claro mostrando a precipitação bem fina da fase δ nos contornos de grão; b) imagem de campo claro mostrando a matriz isenta das fases γ' e γ'' , observando-se a presença de linhas de discordâncias empilhadas.

A figura 4.41 apresenta micrografias do MET do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas. Observa-se na figura 4.41 (a), em imagem em campo claro, a presença das fases γ' e γ'' dispersas na matriz. Tais fases foram

caracterizadas por difração de elétrons, conforme mostrado na figura 4.41 (b). Este padrão de difração é similar ao padrão de difração de elétrons no eixo de zona $[100]_{\gamma}$ com indicação das fases γ' e γ'' , realizado por *Kindrachuk et al* [74].

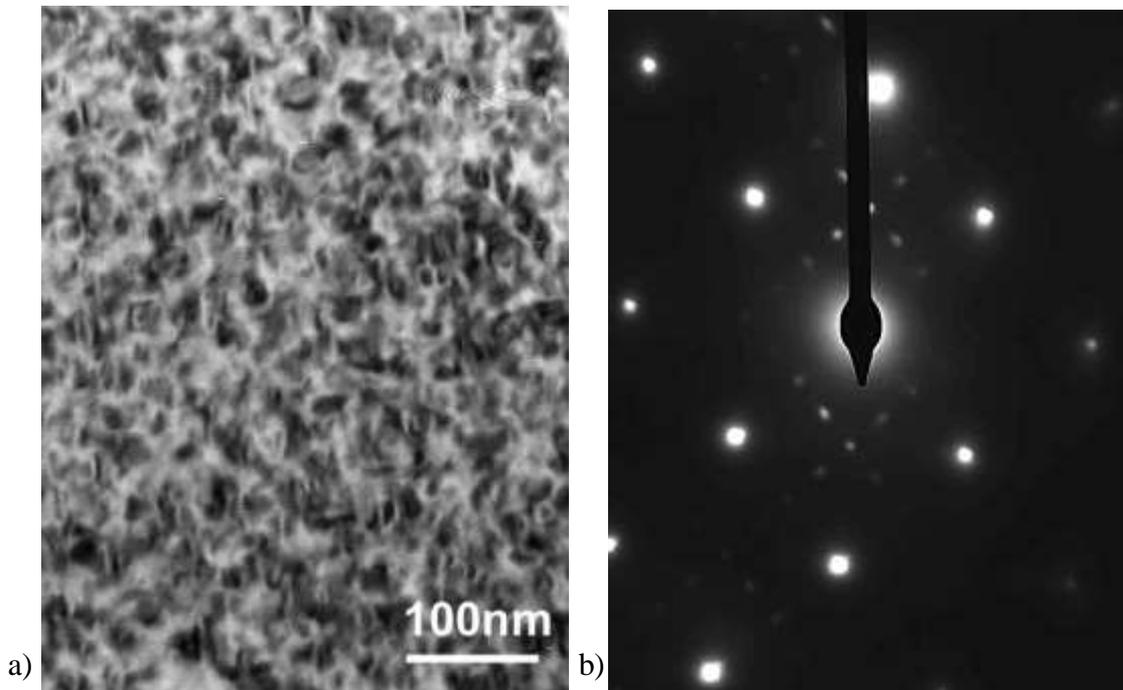


Figura 4.41 - Análises por MET do material como recebido após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem de campo claro mostrando as fases γ' e γ'' ; b) padrão de difração no eixo de zona $[100]_{\gamma}$ com indicação das fases γ' e γ'' .

A figura 4.42 mostra micrografias de MET do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas. Observa-se, nas imagens em campo claro, figura 4.42 (a), e na imagem em campo escuro, figura 4.42 (b), a precipitação das fases γ' , com morfologia esférica, e γ'' , em forma de discos alongados, dispersas na matriz. Tais fases foram identificadas por difração de elétrons, conforme observado nas figuras 4.43 e 4.44, e por suas morfologias, como indicado nas figuras 4.42 (a) e 4.42 (b). A figura 4.43 mostra o padrão de difração no eixo de zona $[101]_{\gamma}$, com indicação da fase γ' , e a figura 4.44 mostra o padrão de difração no eixo de zona $[110]_{\gamma}$, com indicação da fase γ'' . O padrão de difração da figura 4.44 é similar ao

padrão de difração de elétrons no eixo de zona $[110]\gamma$ com indicação da fase γ'' , realizado por *Hong et al* [38].

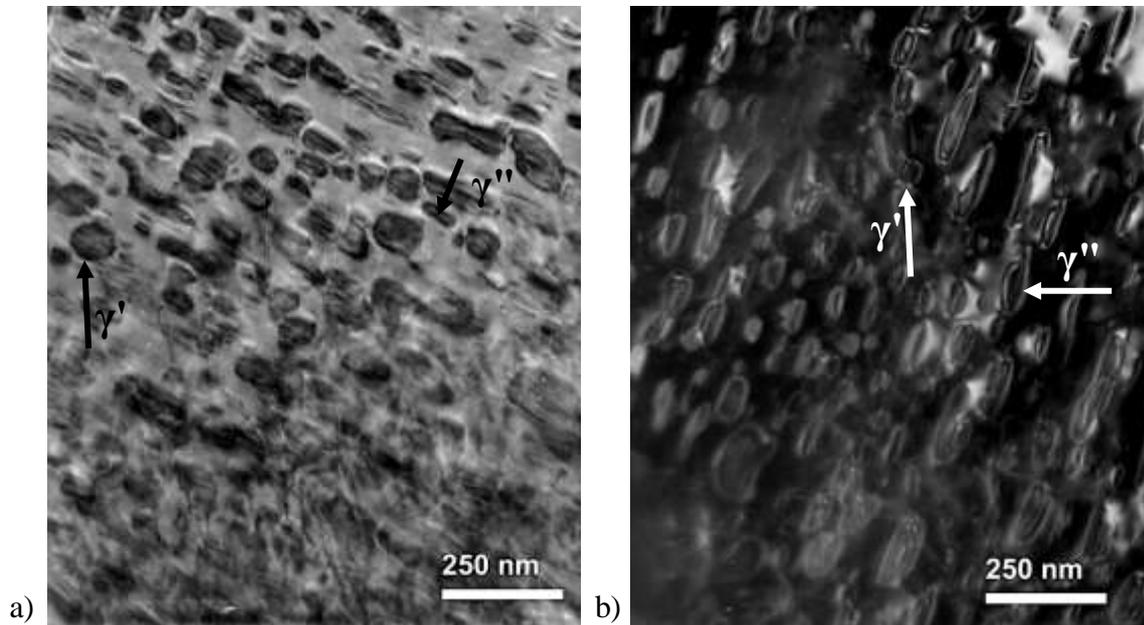


Figura 4.42 - Micrografias do MET do material solubilizado por 5 minutos a 1050°C após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem de campo claro, mostrando a precipitação das fases γ' (morfologia esférica) e γ'' (forma de discos alongados); b) imagem de campo escuro mostrando a precipitação das fases γ' e γ'' .

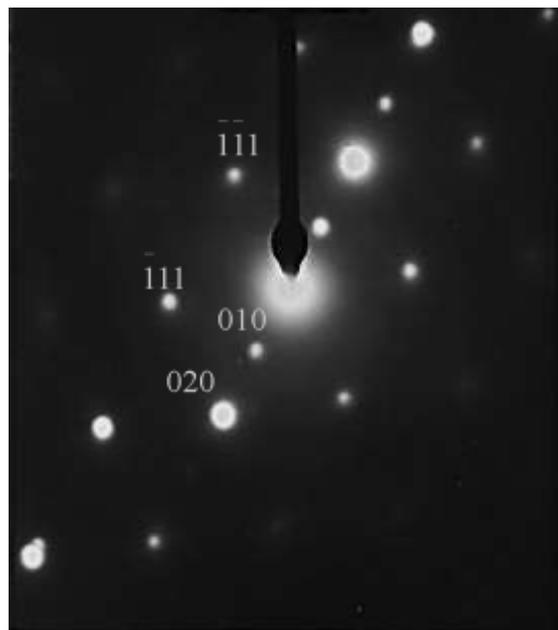


Figura 4.43 - Padrão de difração no eixo de zona $[101]\gamma$ com indicação da fase γ' ($d_{020} = 1,75 \text{ nm}$, $d_{010} = 3,57 \text{ nm}$, $d_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}} = 2,08 \text{ nm}$ e $d_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}} = 2,06$)

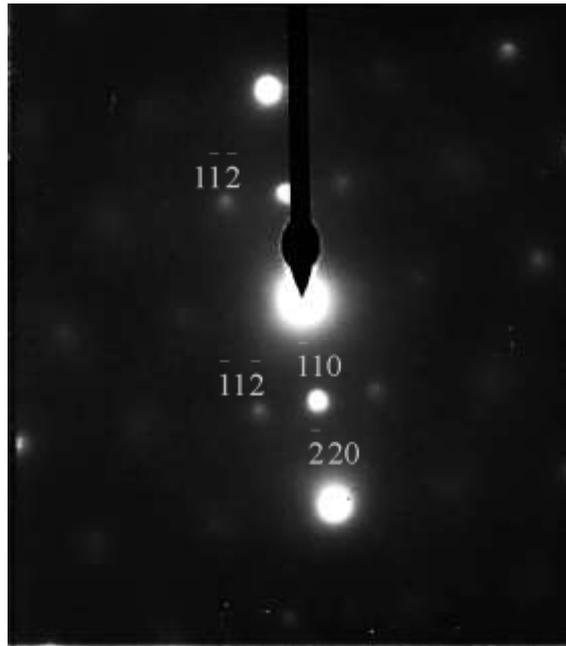


Figura 4.44 – Padrão de difração no eixo de zona $[110]\gamma$ com indicação da fase γ'' ($d_{220} = 1,25$ nm, $d_{110} = 2,56$ nm, $d_{112} = 2,11$ nm, $d_{112} = 2,10$ nm)

A figura 4.45 mostra micrografias de MET do material solubilizado a 1050°C por 5 minutos, seguido de envelhecimento a 800°C por 6 horas. Na figura 4.45 (a), observa-se a precipitação da fase δ nos contornos de grão com formato de plaquetas pequenas, enquanto que na figura 4.45 (b), a fase δ possui um tamanho bem superior. A figura 4.46 mostra a difração da fase δ da figura 4.45 (b).

De acordo com o diagrama TTT calculado por *Xie et al* [39], figura 2.9, o tempo de 6 horas a 800°C é suficiente para a precipitação de maior quantidade de fase δ . Em virtude do maior tamanho de δ , como visto na figura 4.45 (b), tal fase é observada na resolução do MEV nos contornos de grão dos materiais após envelhecimento. Independente da solubilização prévia, após o envelhecimento o tamanho dos precipitados de δ nos contornos de grão são praticamente os mesmos, como visto nas imagens em MEV, anteriormente.

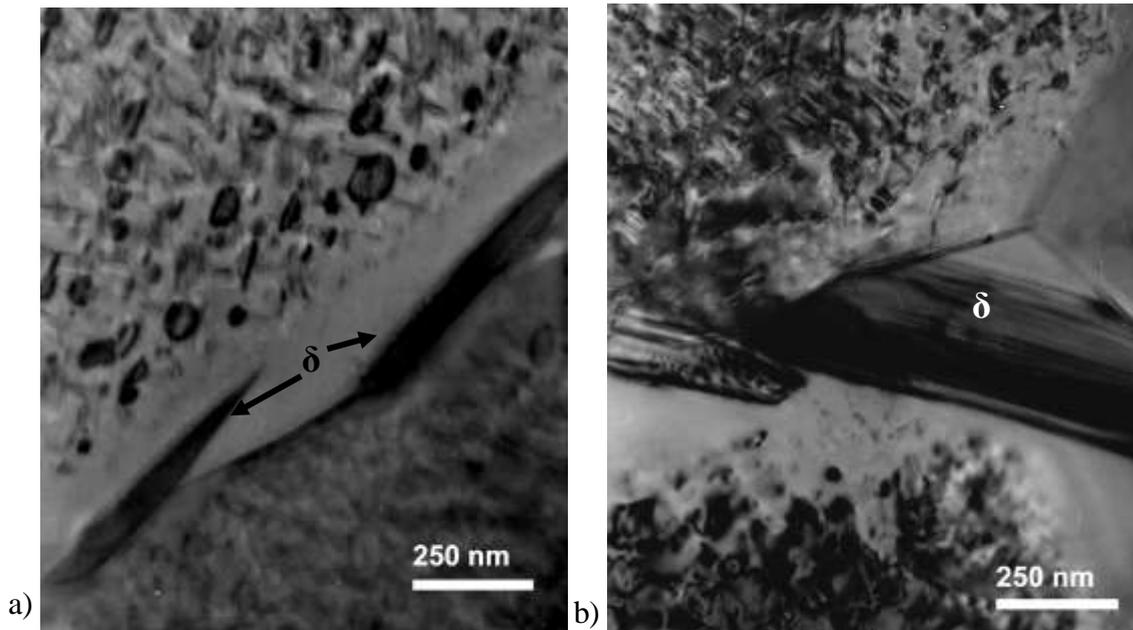


Figura 4.45 - Micrografias do MET do material solubilizado por 5 minutos a 1050°C após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem campo claro, mostrando a fase δ , no formato de plaquetas; b) imagem campo claro, mostrando a fase δ , de maior tamanho, no contorno de grão.

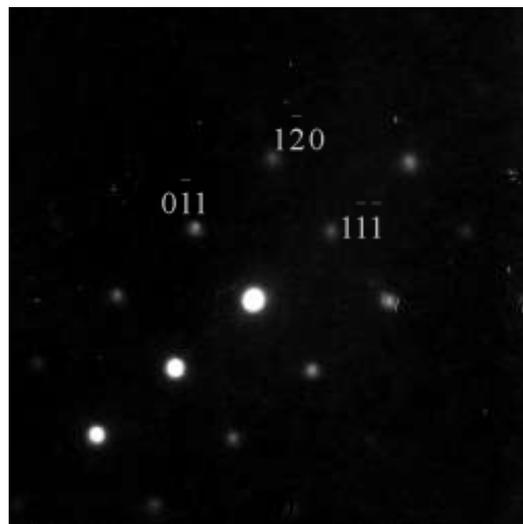


Figura 4.46 - Padrão de difração da fase δ da figura 4.45 (b), no eixo de zona $[211]_{\gamma}$, com indicação da fase δ ($d_{0\bar{1}1}=3,10$ nm, $d_{1\bar{2}0}=2,08$ nm, $d_{1\bar{1}1}=2,65$ nm)

As figuras 4.47 e 4.48 mostram imagens do MET do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas. Observa-se, na figura 4.47 (a), imagem em campo claro, a presença das fases γ' , com morfologia esférica, e γ'' , com forma de discos alongados, dispersas na matriz e, na figura 4.47 (b), imagem

em campo claro, a presença da precipitação da fase δ em forma de plaquetas no contorno de grão. Tais fases foram identificadas por sua morfologia, como indicado nas figuras.

Verifica-se que, após o envelhecimento, a fração volumétrica das fases γ' e γ'' na matriz dos materiais com e sem solubilização prévia são muito próximas. Logo, a fase γ' também deve ter um papel importante, em maior ou menor escala, no mecanismo de endurecimento por precipitação.

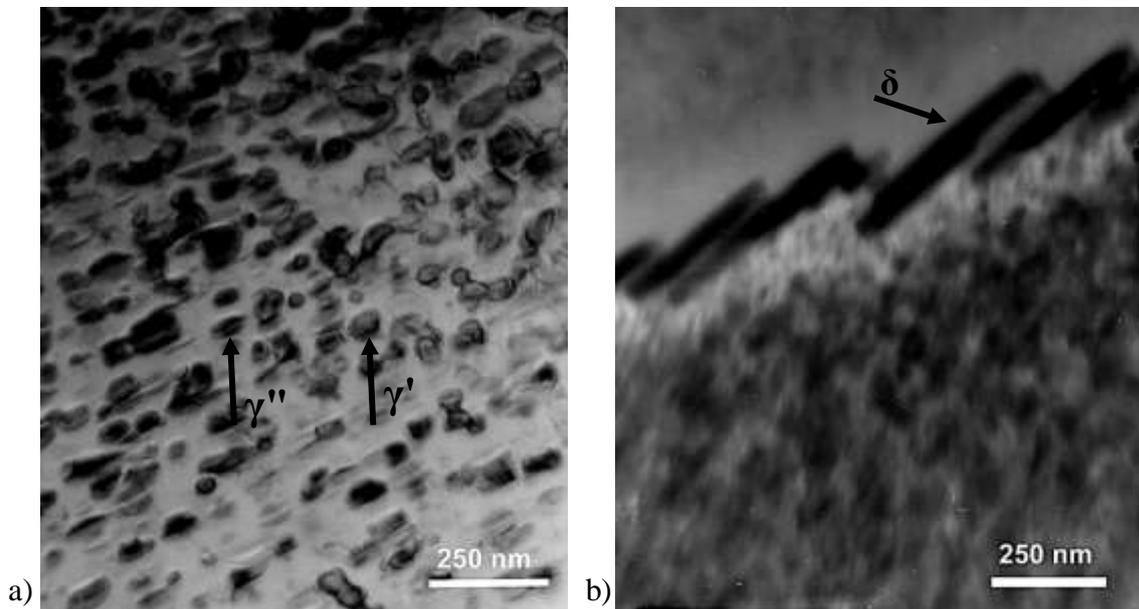


Figura 4.47 - Análises por MET do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem em campo claro, mostrando as fases γ' (morfologia esférica) e γ'' (forma de discos alongados) da matriz; b) imagem em campo claro, mostrando a fase δ em forma de plaquetas no contorno de grão.

Nas imagens das figuras 4.48, em campo claro, e 4.49, em campo escuro, verifica-se que diferentes orientações evidenciam a fase γ' ou a γ'' . Quando o ângulo de inclinação é de 6°, há a observação de somente fase γ'' , com morfologia de discos alongados, enquanto que, quando a inclinação é de 15°, há a observação de somente fase γ' , com formato esférico. Isso ocorre porque, de acordo com estudos de mapeamento atômico realizados por *Miller et al* [41], as fases γ' e γ'' estão presentes em

um único precipitado. Logo, dependendo do ângulo, haverá a visualização preferencial de γ'' ou de γ' .

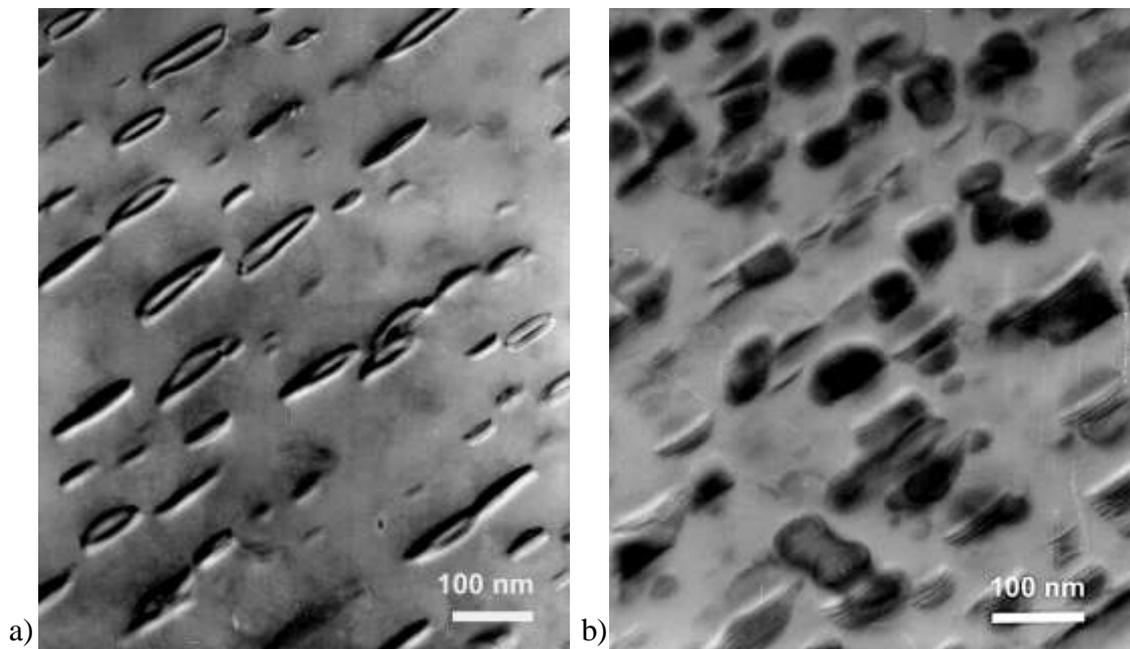


Figura 4.48 - Análises por MET do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem em campo claro mostrando a fase γ'' (discos alongados), na orientação de 6°; b) imagem em campo claro mostrando a fase γ' (morfologia esférica), na orientação de 15°.

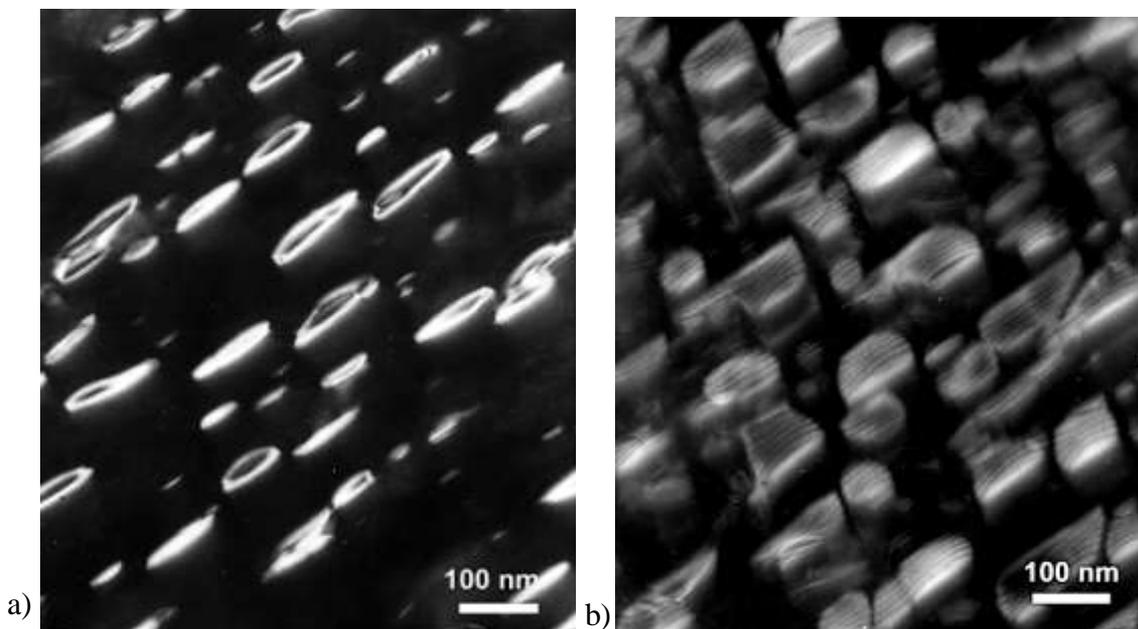


Figura 4.49 - Análises por MET do material solubilizado a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas: a) imagem em campo escuro, mostrando a fase γ'' (discos alongados), na orientação de 6°; b) imagem em campo escuro, mostrando a fase γ' (morfologia esférica), na orientação de 15°.

4.4 – ENSAIOS DE DUREZA E DE TRAÇÃO

A tabela 4.2 apresenta os resultados dos ensaios de dureza e de tração e a comparação destes valores com o tamanho médio de grão e as respectivas fases, para cada condição de tratamento térmico do material. É apresentado também o desvio padrão das medidas de dureza e de tração e o grão ASTM respectivo de cada tamanho médio de grão.

Observa-se que, após solubilização, houve uma considerável redução da dureza e da resistência à tração do material e um aumento relevante da ductilidade. Com o maior tempo de solubilização, houve um maior aumento no tamanho médio de grão, favorecido pela dissolução de fase δ , o que resultou em valores um pouco mais baixos de dureza e de resistência à tração.

Verifica-se também que, após o envelhecimento, houve um relevante aumento nos valores de resistência à tração e de dureza e uma considerável diminuição da ductilidade. Os valores de resistência à tração e de dureza são muito similares após envelhecimento, apesar da considerável diferença entre as medidas de tamanho de grão.

Nos trabalhos de *Olovsjö et al* [14] e *Ferreira* [15], embora não mostrem claramente a influência da microestrutura nas propriedades mecânicas, estes também observaram que enquanto na condição solubilizada houve influência do tamanho de grão na dureza da liga 718, na condição envelhecida os valores de dureza são muito próximos, apesar de diferenças consideráveis no tamanho de grão.

Foi constatado que a resistência mecânica da liga 718 é obtida pela combinação de vários mecanismos de endurecimento, a qual pode ser descrita de acordo com a equação:

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_{TG} + \sigma_\rho + \sigma_{SS} + \sigma_{PC} + \sigma_{P\gamma'} + \sigma_{(\gamma'' \leftrightarrow \delta)} \quad (5), \text{ onde:}$$

σ_i = resistência intrínseca da liga

σ_{TG} = endurecimento por refino do tamanho de grão

σ_ρ = endurecimento por discordâncias de deformação

σ_{SS} = endurecimento por solução sólida

σ_{PC} = endurecimento por precipitação de carbeto MC[(Nb,Ti)C]

$\sigma_{P\gamma'}$ = endurecimento por precipitação da fase γ'

$\sigma_{P(\gamma'' \leftrightarrow \delta)}$ = endurecimento por precipitação da fase γ'' , a qual precede a precipitação de δ (a precipitação da fase δ resulta em perda de resistência, em virtude da dissolução da fase γ'')

No caso, os fatores σ_i , σ_ρ e σ_{PC} não se modificam após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. Para o tratamento de solubilização, no qual os fatores $\sigma_{P(\gamma'' \leftrightarrow \delta)}$ e $\sigma_{P\gamma'}$ são desprezíveis, a resistência do material muda durante a solubilização de acordo com a expressão:

$$\sigma_s = C_s + \sigma_{SS} + \sigma_{TG}, \quad (6), \text{ onde:}$$

C_s = constante, válida para os dois tempos de solubilização, a qual engloba os fatores σ_i , σ_ρ , σ_{PC} , $\sigma_{P(\gamma'' \leftrightarrow \delta)}$ e $\sigma_{P\gamma'}$.

Como o resultado da solubilização nos dois casos é o mesmo, podemos considerar o termo σ_{SS} constante. Os maiores valores de resistência à tração e de dureza para o solubilizado por 5 minutos, em comparação ao solubilizado por 10 minutos, pode ser atribuído ao grão menor, embora a diferença seja muito sutil, cerca de 2%.

Para o tratamento térmico de envelhecimento, no qual o fator σ_{SS} é desprezível e o fator σ_{TG} é constante, já que não há crescimento de grão durante o envelhecimento, a resistência do material muda após o envelhecimento de acordo com a expressão:

$$\sigma_{env} = C_{env} + \sigma_{P(\gamma'' \leftrightarrow \delta)} + \sigma_{P\gamma'}, \quad (7), \text{ onde:}$$

C_{env} = constante, válida para todas as condições após envelhecimento, a qual engloba os fatores σ_i , σ_p , σ_{PC} , σ_{SS} e σ_{TG} .

Logo, o grande aumento de resistência, cerca de 60%, pode ser atribuído ao efeito da precipitação das fases γ' e γ'' , já que diferentes tamanhos de grão não influenciaram os valores de resistência à tração e de dureza. Além disso, não houve influência da quantidade de fase δ , pois mesmo envelhecendo a partir de uma condição que já tinha mais δ , não houve perda de resistência pela competição entre δ e γ'' . Até se pode notar um ligeiro aumento de resistência, embora a dureza seja absolutamente a mesma. É importante ressaltar também que não se pode descartar o termo $\sigma_{P\gamma'}$ como relevante para a resistência da liga, em virtude da sua fração volumétrica e da formação do co-precipitado.

Em relação à ductilidade, os valores na condição como recebida e nas envelhecidas são da mesma ordem. Nas condições solubilizadas, estes valores são pouco mais de quatro vezes maiores, como era de se esperar para um sistema com tal aumento de resistência, devido ao mecanismo de endurecimento por precipitação.

Através da análise microestrutural e dos ensaios de dureza e de tração foi possível verificar que independente do tamanho de grão e da quantidade de fase δ , a resistência mecânica do material após envelhecimento por 6 horas a 800°C é praticamente a mesma. Este fato está associado à precipitação das fases γ' e γ'' durante o envelhecimento. Portanto, estas fases têm um efeito preponderante, em relação ao tamanho de grão e quantidade de fase δ , na resistência mecânica da liga 718.

Tabela 4.2 - Resultado dos ensaios de tração e de dureza e a comparação com as fases presentes e o tamanho médio de grão nas diferentes condições de tratamento térmico.

Condições	Fases	Tamanho de Grão [μm]	Dureza [HV]	σ_{LE} [MPa]	σ_{LRT} [MPa]	ϵ [%]
Como recebido	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb,Ti)C	30 (ASTM 7)	424,5 ± 4,9	1043,5 ± 73,5	1227,6 ± 28,9	15,6 ± 0,4
Solubilizada 5 min	δ (Nb,Ti)C	40 (ASTM 6)	261,7 ± 7,2	400,3 ± 0,7	771,6 ± 2,7	48,4 ± 0,8
Solubilizada 10 min	δ (Nb,Ti)C	59 (ASTM 5)	222,8 ± 10,8	398,4 ± 1,9	757,9 ± 6,7	50,4 ± 0,5
Como recebido + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (NbTi)C	29 (ASTM 7)	423,7 ± 6,1	914,4 ± 109,3	1236,2 ± 2,9	16,9 ± 0,1
Solubilizada 5 min + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb,Ti)C	38 (ASTM 6)	426,0 ± 4,6	914,7 ± 102,0	1209,1 ± 209	13,9 ± 0,6
Solubilizada 10 min + envelhecida	$\delta, \gamma', \gamma''$ (Nb,Ti)C	62 (ASTM 5)	423,7 ± 4,4	915,0 ± 100,8	1208,1 ± 14,3	12,7 ± 1,0

5 – CONCLUSÕES

O presente trabalho revelou que a solubilização da liga Inconel 718 a 1050°C provoca a dissolução total das fases γ' e γ'' e de parte de fase δ em tempos curtos como 5 e 10 minutos, além de resultar no aumento do tamanho de grão. A considerável redução dos níveis de resistência e o aumento de ductilidade após a solubilização é atribuído à dissolução das fases γ' e γ'' , embora o tamanho de grão exerça uma influência sutil.

O tratamento térmico de envelhecimento a 800°C por 6 horas eleva significativamente os níveis de resistência mecânica da liga, tendo como consequência a redução da ductilidade. Como não houve crescimento de grão durante envelhecimento, o significativo aumento nos valores de resistência à tração e de dureza nas condições envelhecidas está diretamente relacionado com o mecanismo de precipitação das fases γ' e γ'' . Por este motivo, apesar de diferentes tamanhos de grão, estes valores são praticamente os mesmos nas condições envelhecidas.

Apesar de a literatura reportar que a resistência mecânica da liga é atribuída principalmente à precipitação de γ'' , a influência da fase γ' não pode ser descartada, tendo em vista a sua elevada fração volumétrica e a formação do co-precipitado.

Além disso, não houve influência da quantidade de fase δ na resistência mecânica. Mesmo envelhecendo o material a partir de uma condição com maior quantidade de δ , não houve perda de resistência pela competição entre δ e γ'' .

Portanto, independente do tamanho de grão e da quantidade de fase δ , o mecanismo de endurecimento por precipitação das fases γ' e γ'' se sobrepõe às demais variáveis microestruturais na liga 718.

6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]BACKMAN,D.G., WILLIAMS,J.C., “Advanced Materials for Aircraft Engine Applications”, *Science*, v. 255, pp.1082-1087, 1992.
- [2]KEAR,B.H., THOMPSON,E.R., “Aircraft Gas Turbine Materials and Processes”, *Science*, v. 208, pp.847-856, 1980.
- [3]CARON,P., KHAN,T., “Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade applications”, *Aerospace Science and Technology*, v. 3, pp.513-523, 1999.
- [4]CHOU DHURY,I.A., EL-BARADIE,M.A., “Machinability of nickel-base superalloys: a general review”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 77, pp.278-284, 1998.
- [5]BROOKS, C.R., *Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*, Metals Park, Ohio, ASM, 1982.
- [6]REED, R.C., *The Superalloys: fundamentals and applications*, Cambridge, Cambridge University Press, 2006.
- [7]THOMAS,A., EL-WAHABI,M., CABRERA,J.M., PRADO,J.M., “High temperature deformation of Inconel 718”, *Journal of Material Processing Technology*, v. 177, pp. 469-472, 2006.
- [8]PING,D.H., GU,Y.F., CUI, C.Y., HARADA,H., “Grain boundary segregation in a Ni-Fe bases (Alloy 718) superalloy”, *Materials Science and Engineering A*, v. 456, pp. 99-102, 2007.
- [9]SRINIVAS,S., PRASAD,.K.S., GOPIKRISHNAAND,D., PANDEY,M.C., “Stress rupture property-microstructure correlation in hot-rolled superalloy”, *Materials Characterization*, v. 35, pp.93-98, 1995.
- [10]HSU,C.Y., LIN,Y.Y., LEE,W.S., LO, S.P., “Machining characteristics of Inconel 718 using ultrasonic high temperature-aided cutting”, *Journal of Material Processing Technology*, v. 198, pp.359-365, 2008.

- [11] KUO, C.M., YANG, Y.T., BOR, H.Y., WEI, C.N., TAI, C.C., “Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy”, *Materials Science and Engineering A*, v. 510-511, pp.289-294, 2009.
- [12] AZADIAN, S., WEI, L.Y., WARREN, R., “Delta phase precipitation in Inconel 718”, *Materials Characterization*, v. 53, pp.7-16, 2004.
- [13] SLAMA, C., ABDELLAOUI, M., “Structural characterization of the aged Inconel 718”, *Journal of Alloys and Compounds*, v. 306, pp.277-284, 2000.
- [14] OLOVSJÖ, S., WRET LAND, A., SJÖBERG, G., “The effect of grain size and hardness of wrought Alloy 718 on the wear of cemented carbide tools”, *Wear*, v. 268, pp.1045-1052, 2010.
- [15] FERREIRA, A.D.C., *Influência do processamento termomecânico e dos tratamentos térmicos na microestrutura e nas propriedades da superliga de níquel 718*, Projeto de fim de curso, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, Julho de 2010.
- [16] *Specification of nickel base alloy 718(UNS N07718) for oil and gas drilling and production equipment*, API Specification 6A718, first edition, Washington, D.C., 2004.
- [17] ASM Specialty Handbook, *Nickel, Cobalt, and Their Alloys*, First Edition, ASM International, New York, USA, 2000.
- [18] MUDD, G.M., “Global trends and environmental issues in nickel mining: Sulfides versus laterites”, *Ore Geology Reviews*, doi: 10.1016/j.oregeorev.2010.05.003, 2010.
- [19] ASM Metals Handbook v.2, *Properties and selection of nonferrous alloys and special purpose materials: nickel and nickel alloys*, ASM International, USA, 1990.
- [20] STIMOLA, A., *Nickel – Understanding the Elements of the Periodic Table*, First Edition, Rouse Publishing Group, New York, USA, 2007.
- [21] BETTERIDGE, W., *Nickel and its alloys*, Ellis Horwood Limited, New York, 1984.

- [22]SCHWEITZER,P.A., *Fundamentals of Metallic Corrosion: Atmospheric and Media Corrosion of Metals*, Corrosion Engineering Handbook, Second Edition, CRC Press, USA, 2007.
- [23]PATEL, S. J., “A Century of Discoveries, Inventors, and New Nickel Alloys”, *JOM*, v. 58, pp. 18-20, 2006.
- [24]MEETHAM,G.W., VOORDE,M.H.V., *Materials for High Temperature Engineering Applications*, Springer, Germany, 2000.
- [25]BETTERIDGE,W., SHAW,S.W.K., “Development of Superalloys – Overview”, *Materials Science and Technology*, v. 3, pp.682-694, 1987.
- [26]EVERHART, J.L., *Engineering properties of nickel and nickel alloys*, Plenum Press, New York, 1971.
- [27]DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J., *Superalloys: A Technical Guide*, ASM International, Second Edition, USA, 2002.
- [28]PATEL, S.J and SMITH, G.D., “The role of Niobium in wrought superalloys”, In: *International symposium niobium 2001*, TMS, Orlando, Florida, pp. 1081–1102, 2–5 December 2001.
- [29]BYUN, T.S. and FARRELL, K., “Tensile properties of Inconel 718 after low temperature neutron irradiation”, *Journal of Nuclear Materials*, v. 318, pp.292-299, 2003.
- [30]JARRETA, D.D., SOUZA E.D., BLANCIN O. e BARBOSA, C.A., “Análise crítica da base de dados de software de simulação numérica para conformação a quente da liga VAT[®]718”, *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v. 5, n^o1, pp. 28-34, 2008.
- [31]PAULONIS,D.F., SCHIRRA,J.J., “Alloy 718 at Pratt & Whitney historical perspective and future challenges”, *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, E.A.Loria, TMS, pp.13-23, 2001.
- [32]DECKER,R.F., “The Evolution of Wrought Age-Hardenable Superalloys - Nickel: a century of Innovation – Overview”, *JOM*, pp. 32-36, 2006.

- [33] ANIJDAN, M.S.H, BAHRAMI, A., “A new method in prediction of TCP phases formation in superalloys”, *Materials Science and Engineering A*, v. 396, pp.138-142, 2005.
- [34] RONG, Y., CHEN, S., HU, G., GAO, MING, WEI, R., “Prediction and Characterization of Variant Electron Diffraction Patterns for γ ” and δ Precipitates in Inconel 718 Alloy”, *Metallurgical Materials Transactions A*, v. 30A, pp.2297-2303, 1999.
- [35] NALAWADE, S.A., SUNDARARAMAN, M., SINGH, J.B., VERMA, A., KISHORE, R., “Precipitation of γ ’ phase in δ -precipitated Alloy 718 during deformation at elevated temperatures”, *Materials Science and Engineering A*, v. 527, pp.2906-2909, 2010.
- [36] DAI, S., LIU, W., “First-principles study on the structural, mechanical and electronic properties of δ and γ ” phases in Inconel 718”, *Computational Materials Science*, doi:10.1016/commatsi.2010.05.031, 2010.
- [37] NIANG, A., VIGUIER, B., LACAZE, J., “Some features of anisothermal solid-state transformations in alloy 718”, *Materials Characterization*, v. 61, pp.525-534, 2010.
- [38] HONG, S.J., CHEN, W.P., WANG, T.W., “A Diffraction study of the γ ” phase in Inconel 718 Superalloy”, *Metallurgical Materials Transactions A*, v. 32A, pp.1887-1901, 2001.
- [39] XIE, X., XU, C., WANG, G., DONG, J., CAO, W., KENNEDY, R., “TTT Diagram of a newly developed nickel-base superalloy - Allvac® 718 PlusTM”, *Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives*, E.A. Loria, TMS, pp.193-202, 2005.
- [40] CHATURVEDI, M.C., HAN, Y., “Strengthening Mechanisms in Inconel 718 Superalloy”, *Metal Science*, v. 17, pp.145-149, 1983.
- [41] PING, D.H., GU, Y.F., CUI, C.Y., HARADA, H., “Grain boundary segregation in a Ni-Fe based (Alloy 718) Superalloy”, *Materials Science and Engineering A*, v. 456, pp.99-102, 2007.

- [42]MILLER,M.K., BABU,S.S., BURKE, M.G., “Intragranular precipitation in alloy 718”, *Materials Science and Engineering*, v. 270, pp.14-18, 1999.
- [43]DU,J.H., LU,X.D., DENG,Q., QU,J.L., ZHUANG,J.Y., ZHONG,Z.Y., “High-temperature stability and mechanical properties of novel 718 superalloy”, *Materials Science and Engineering*, v. 452-453, pp.584-591, 2007.
- [44]MARTINS,F.J.S., *Efeito dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento na microestrutura da liga Inconel 718*, Projeto de fim de curso, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, Julho de 2008.
- [45]SANTOS, T.S.R, *Estudo dos efeitos do hidrogênio nas propriedades mecânicas da liga 718 em diferentes condições de envelhecimento*, Dissertação de M.Sc., Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil, Setembro de 2009.
- [46]RADAVICH,J.F., COUTS,W.H., “Factors affecting δ phase precipitation and growth at hot work temperatures for direct aged INCO 718”, *Superalloys 1984*, Ed. M.Gell et al, TMS, Warrendale, PA, pp.497-507, 1984.
- [47]EZUGWU,E.O., WANG,Z.M., MACHADO,A.R., “The machinability of nickel-based alloys: a review”, *Journal of Materials Processing Technology*, v.86, pp.1-16, 1999.
- [48]ORADEI-BASILE,A., RADAVICH,J.F., “A current TTT diagram for wrought alloy 718”, *Superalloys 718, 625 and various derivatives*, Ed. Loria E. A., TMS, pp.325-335, 1991.
- [49]GAO,M., WEI,R.P., “Grain boundary niobium carbides in inconel 718”, *Scripta Materialia*, v. 37, number 12, pp.1843-1849, 1997.
- [50]RADHAKRISHNA,C.H., RAO,K.P., “The formation and control of Laves phases in superalloy 718 welds”, *Journal of Materials Science*,v.32, pp.1997-1984, 1997.
- [51]STRONDL,A., FISCHER,R., FROMMEYER,G., SCHNEIDER,A., “Investigations of MX and γ'/γ precipitates in the nickel-based superalloy 718 produced by electron beam melting”, *Materials Science and Engineering A*,v.480, pp.138-147, 2008.

[52] GALAILIAN, W., CUIWEI, W., MAICANG, Z., JIANXIN, D., XISHAN, X., RADAVIDICH, J., LINDSLEY, B.A., SHEN, G., “The microstructural changes and their effect on CCGR after long time thermal exposure in DA 718 and STD 718”, *Materials Science and Engineering A*, v.358, pp.71-75, 2003.

[53] CLARK, D., BACHE, M.R., WHITTAKER, M.T., “Shaped metal deposition of nickel alloy for aero engine applications”, *Journal of Materials Processing Technology*, v.203, pp.439-449, 2008.

[54] “KENNEDY, R.L., FORBES, R.M., DAVIS, R.M., “Superalloys made by conventional vacuum melting and a novel spray forming process”, *Vacuum*, v. 47, numbers 6-8, pp.819-824, 1996.

[55] *Vacuum Systems and Technologies for*. Disponível em: <http://pdf.directindustry.com/pdf/ald/vacuum-systems-and-technologies-for-metallurgy-and-heat-treatment-21806-57692.html>, acessado em fevereiro de 2009.

[56] *VIM (Vacuum Induction Melting)*. Disponível em: <http://www.daido.co.jp/english/products/raremetal/target-technology.html>, acessado em fevereiro de 2009.

[57] MITCHELL, A., “Solidification in remelting processes”, *Materials Science and Engineering A*, v. 413-414, pp. 10-18, 2005.

[58] KOPELIOVICH, D., *Electroslag Remelting*. Disponível em: <http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=electroslag-remelting>, acessado em julho de 2010.

[59] MIR, H.E., JARDY, A., BELLOT, J., CHAPELLE, P., LASALMONIE, D., SENEVAT, J., “Thermal behavior of the consumable electrode in the vacuum arc remelting process”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 210, pp. 564-572, 2010.

[60] HOSEINI, S.R., ARABI, H., RAZAVIZADEH, H., “Improvement in mechanical properties of C300 maraging steel by application of VAR process”, *Vacuum*, v. 82, pp. 521-528, 2008.

- [61] LI, X., HAN, D., SHI, J., “Influence of Cleanliness on Mechanical Property of 40CrNi2Mo Steel”, *Journal of Iron and Steel Research, International*, v. 14, pp.359-363, 2007.
- [62] VAN DEN AVYLE, J.A., BROOKS, J.A., POEWLL, A.C., “Reducing defects in remelting processes for high-performance alloys”, *JOM*, v. 50, pp.22-25, 1998.
- [63] XU, X., WARD, R.M., JACOBS, M.H., LEE, P.D., McLEAN, M., “Tree-Ring formation during Vacuum Arc Remelting of INCONEL 718: Part I. Experimental Investigation”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33, pp.1795-1804, 2002.
- [64] LONG, Z., LIU, X., YANG, W., CHANG, K., BARBERO, E., “Thermodynamic assessment of liquid composition change during solidification and its effect on freckle formation in superalloys”, *Materials Science and Engineering A*, v. 386, pp.254-261, 2004.
- [65] ZHANG, W., LEE, P.D., McLEAN, M., “Numerical simulation of dendrite white spot formation during vacuum arc remelting of INCONEL 718”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 30 A, pp.443-454, 2002.
- [66] WANG, X., BARRATT, M.D., WARD, R.M., JACOBS, M.H., “The effect of VAR process parameters on white spot formation in INCONEL 718”, *Journal of Materials Science*, v. 39, pp.7169-7174, 2004.
- [67] ASM Metals Handbook v. 4, *Heat Treating*, ASM International, USA, 1991.
- [68] BEHRENS, R., AGARWAL, D.C., *Laboratory testing of age-hardenable alloys 925 and 718 in source gas environments*. In: Corrosion 2005, number 05103, NACE International, USA, 2005.
- [69] XAVIER, M.D., “Mecanismos de Endurecimento da Superliga Inconel 718”, *Revista Eletrônica de Educação e Tecnologia do SENAI-SP*, v. 3, n.7, Outubro 2009.
- [70] DIETER, G.E., *Mechanical Metallurgy*, SI Metric Edition, MacGraw-Hill Book Company, London, pp.184-240, 1988.

[71]CALLISTER, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*, 5ªedição, LTC, São Paulo, Brasil, 2002.

[72]PADILHA,A.F., AMBROZIO FILHO,F., *Técnicas de Análise Microestrutural*, Hemus, Brasil, 2004.

[73]*Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, ASTM E8/E8M-08, ASTM International, United States, 2009.

[74]KINDRACHUK,V., WANDERKA,N., BANHART,J., MUKHERJI,D., DEL GENOVESE,D., RÖSLER,J., “Effect of rhenium addition on the microstructure of the superalloy Inconel 706”, *Acta Materialia*, v.56, pp.1609-1618, 2008.