

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA**  
**CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA**  
**PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**SUPERLIGAS À BASE DE NÍQUEL INCONEL-718 E B-1914:  
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E VALIDAÇÃO DE BASE  
DE DADOS TERMODINÂMICOS**

**FÁBIO LUIZ DA VEIGA**

**VOLTA REDONDA**

**2012**

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA**  
**CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA**  
**PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

**SUPERLIGAS À BASE DE NÍQUEL INCONEL-718 E B-1914:  
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E VALIDAÇÃO DE BASE  
DE DADOS TERMODINÂMICOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda, UniFOA, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Aluno: Fábio Luiz da Veiga

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Maria Ismênia S. T. Faria

Co-Orientador: Prof.<sup>o</sup> Dr. Gilberto C. Coelho

**VOLTA REDONDA**

**2012**

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Fábio Luiz da Veiga

Título: SUPERLIGAS À BASE DE NÍQUEL INCONEL-718 E B-1914:  
CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E VALIDAÇÃO DE BASE DE DADOS  
TERMODINÂMICOS

Orientado por: Prof.<sup>a</sup> Dra. Maria Ismênia S. T. Faria

Banca Examinadora:

---

Prof.<sup>a</sup> Maria Ismênia Sodero Toledo Faria, D.Sc

---

Prof. Carlos Ângelo Nunes, D.Sc.

---

Prof.<sup>a</sup> Sinara Borborema Gabriel, D.Sc.

## **DEDICATÓRIA**

Aos professores e companheiros e futuros mestres que fizeram deste curso não só um aprendizado, mas também a formação de um novo círculo de amizades.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais, por sempre acreditarem na importância dos estudos.

A minha esposa, Ariele Rodrigues, pela compreensão, paciência e pelo incentivo em todos os momentos o que é fundamental para ter forças para alcançar os objetivos.

Aos meus orientadores que me acompanharam no mestrado com boa vontade e acrescentando muito conhecimento.

A professora Sinara Gabriel pelas sugestões e fornecimento de material literário para enriquecer a bibliografia deste trabalho.

Aos alunos Álvaro Guilherme, Antônio Augusto e Paula Cipriano pelo apoio na preparação das amostras deste estudo.

Aos professores Otávio Gomes e Andersan dos Santos, pelo apoio na obtenção das imagens de MEV.

Aos colaboradores Luiz Otávio, Mariana Fortes, Geraldo que também de alguma forma ajudaram para realização deste trabalho.

A UFF- VR, DEMAR-EEL e CETEM-UFRJ pela oportunidade de estudos e utilização de suas instalações disponibilizando os laboratórios para execução dos ensaios realizados neste estudo.

Ao aluno Alex Costa pela orientação e informações sobre a superliga B1914.

À Açotécnica S.A., pelo fornecimento das amostras de B1914 e Inconel 718 utilizadas no trabalho.

A todas as pessoas que estiveram ao meu lado e ajudaram a vencer mais uma etapa de minha vida.

## RESUMO

Neste trabalho foi realizada a validação da base de dados para superligas à base de níquel através da comparação de dados termodinâmicos calculados utilizando software baseado no método Calphad e caracterização microestrutural das superligas Inconel 718 e B1914. Os materiais foram adquiridos no estado bruto de fusão, onde foram realizados inicialmente tratamentos térmicos para a solubilização das fases secundárias na matriz, seguido de tratamento térmico nas temperaturas de 700 °C para Inconel 718 e 900 °C para B1914 durante os períodos de 500, 1000 e 2000 horas com objetivo deixar a microestrutura do material próxima a condição de equilíbrio termodinâmico. A avaliação da estabilidade de fases nestas temperaturas se torna extremamente importante para permitir uma previsão das características finais desses materiais quando em uso. Os cálculos termodinâmicos em equilíbrio mostraram que a superliga B1914 é constituída majoritariamente pelas fases gama ( $\gamma$ ) e gama linha ( $\gamma'$ ) e pelas fases minoritárias  $M_3B_2$  e sigma ( $\sigma$ ) e que na Inconel 718 as fases predominantes são gama duas linhas ( $\gamma''$ ) e gama linha ( $\gamma'$ ). Com aumento do tempo de tratamento térmico ocorreu dissolução da fase  $\gamma''$  na fase delta ( $\delta$ ), além da presença do carbeto MC em menor quantidade. Com os resultados obtidos por meio das análises utilizando o MEV e a comparação com as informações obtidas na literatura sugere-se que os cálculos termodinâmicos realizados utilizando a base de dados estão bem próximos da microestrutura observada. Desta forma, pode-se concluir que a base de dados utilizada, na faixa de temperatura testada, pode ser utilizada como ferramenta auxiliar no desenvolvimento de novas ligas à base de níquel e seus processos de fabricação.

Palavras-Chaves: Superliga B1914, Inconel 718, Tratamento térmico, microestrutura, fases.

## ABSTRACT

This work was performed in order to validate the database for the nickel base superalloy by comparing thermodynamic database calculated using software based on CALPHAD method, and structural characterization of the superalloy INCONEL 718 and B1914. The materials were got as cast structure, and it were initially realized some solubilization heat treatments of the secondary phases in the matrix, and followed by heat treatment at 700 ° C for Inconel 718 and 900 ° C for B1914. The soaking time applied were 500, 1000 and 2000 hours in order to get the material microstructure close to the thermodynamic equilibrium. The phase stability evaluation at these temperatures is extremely important to permit a final characteristics preview of these materials when in use. The thermodynamic equilibrium calculations showed that the superalloy B1914 consists mostly through phases gamma ( $\gamma$ ) and gamma prime ( $\gamma'$ ), and the minority phases  $M_3B_2$  and sigma ( $\sigma$ ) and that the predominant phases Inconel 718 consists mostly through gamma double prime ( $\gamma''$ ) and gamma prime ( $\gamma'$ ). After increase the heat treatment soaking time, it was found dissolution of phase  $\gamma''$  in the phase delta ( $\delta$ ), moreover, it was found the presence of MC carbide in less quantity. The comparison between the results obtained using the SEM analysis and the information from the literature suggests that the thermodynamic calculations performed using the databases are similar to the microstructure observed. As a result, it was concluded that the database used in the temperature range tested can be used as auxiliary tool in the development of new alloys of nickel and their manufacturing processes.

Key words: Superalloy B1914, Inconel 718, heat-treatment, microstructure, phases

## SUMÁRIO

|       |   |    |
|-------|---|----|
| 1     | INTRODUÇÃO.....                               | 17 |
| 2     | REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....                    | 19 |
| 2.1   | MÉTODO CALPHAD E CÁLCULOS TERMODINÂMICOS..... | 19 |
| 2.2   | FASES.....                                    | 19 |
| 2.2.1 | Fase gama ( $\gamma$ ).....                   | 20 |
| 2.2.2 | Fase gama linha ( $\gamma'$ ).....            | 20 |
| 2.2.3 | Fase gama duas linhas ( $\gamma''$ ).....     | 22 |
| 2.2.4 | Fase delta ( $\delta$ ).....                  | 23 |
| 2.3   | FASES MINORITÁRIAS.....                       | 25 |
| 2.3.1 | Carbetos MC.....                              | 25 |
| 2.3.2 | Boretos.....                                  | 26 |
| 2.3.3 | Fases topologicamente compactas (FTC).....    | 27 |
| 3     | SUPERLIGAS.....                               | 29 |
| 3.1   | B1914.....                                    | 29 |
| 3.2   | INCONEL 718.....                              | 30 |
| 4     | MATERIAIS E MÉTODOS.....                      | 31 |
| 4.1   | AMOSTRAS.....                                 | 31 |
| 4.2   | CÁLCULOS TERMODINÂMICOS.....                  | 31 |
| 4.3   | TRATAMENTOS TÉRMICOS.....                     | 32 |
| 4.4   | PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA.....                 | 33 |
| 4.5   | CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....           | 33 |
| 5     | RESULTADOS E DISCUSSÃO.....                   | 34 |



|      |   |    |
|------|---|----|
| 5.1  | CÁLCULOS TERMODINÂMICOS B1914 .....               | 34 |
| 5.2  | AMOSTRA B1914 NO ESTADO BRUTO DE FUSÃO .....      | 37 |
| 5.3  | AMOSTRA B1914 NO ESTADO SOLUBILIZADA.....         | 39 |
| 5.4  | AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 500 H .....           | 41 |
| 5.5  | AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 1000 H .....          | 43 |
| 5.6  | AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 2000 H .....          | 44 |
| 5.7  | CÁLCULOS TERMODINÂMICOS INCONEL 718 .....         | 46 |
| 5.8  | AMOSTRA INCONEL 718 NO ESTADO BRUTO DE FUSÃO..... | 49 |
| 5.9  | AMOSTRA INCONEL 718 NO ESTADO SOLUBILIZADA.....   | 52 |
| 5.10 | AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 500 H.....      | 53 |
| 5.11 | AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 1000 H .....    | 55 |
| 5.12 | AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 2000 H .....    | 56 |
| 6    | CONCLUSÕES.....                                   | 58 |
|      | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....                  | 60 |

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1 – Microestrutura obtida por MEV de uma superliga à base de níquel, identificando a fase $\gamma$ . [8] .....  | 20 |
| Figura 2 - Micrografia obtida por MET da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão mostrando a fase $\gamma'$ (morfologia esférica). [3] .....   | 21 |
| Figura 3 - Micrografia obtida por MEV mostrando a fase $\gamma'$ nas morfologias cuboidal e elipsoidal (placas) da superliga B1914 no estado bruto. [4] .....  | 22 |
| Figura 4 - a) Micrografia obtida por MET, b) Micrografia em MET de alta resolução ilustrando as fases $\gamma'$ e $\gamma''$ na amostra da Inconel 718 após tratamento térmico de 680°C por 1000h. [12] .....                      | 23 |
| Figura 5 – Micrografia (MEV) da amostra Inconel 718 após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando a precipitação da fase delta no contorno de grão. [3] .....   | 24 |
| Figura 6 - Análise por MET da amostra Inconel 718 solubilizada a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas, imagem em campo claro, mostrando a fase delta em forma de plaquetas no contorno de grão. [3] ..... | 24 |
| Figura 7 – Micrografia (MEV) da amostra de Inconel 718 após solubilização a 1050°C por 5 minutos, mostrando carbeto do tipo (Nb,Ti)C. [3] .....  | 25 |
| Figura 8 – Micrografia (MEV) da amostra de Inconel 718 envelhecida a 750 °C por 4 h destacando-se as partículas de carbeto metálicos assinaladas pela seta preta. [15].....  | 26 |
| Figura 9 - Microestrutura da superliga B1914 no estado bruto de fusão obtida por MEV. [4] .....  | 27 |
| Figura 10 – Micrografia da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão identificando os carbeto e as partículas da fase Laves. [17] .....  | 28 |
| Figura 11 – Microestrutura da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão com alta concentração de nióbio (A) Presença do carbeto NbC (B) Presença da fase Laves. [16].....  | 28 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 12 – Cálculo da fração molar das fases em função da temperatura para superliga B1914 .....  | 34 |
| Figura 13 - Cálculo da composição química (%at.) em função da temperatura das fases.....   | 36 |
| Figura 14 - Micrografias obtidas via MEV da liga B1914 no estado bruto de fusão, identificando melhor as fases $\gamma$ , $\gamma'$ e boreto .....   | 37 |
| Figura 15 - Região da amostra B1914 no estado bruto de fusão utilizada para mapeamento EDS dos elementos.....  | 38 |
| Figura 16 – Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra B1914 no estado bruto de fusão.....   | 38 |
| Figura 17 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização.....   | 39 |
| Figura 18 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização.....   | 40 |
| Figura 19 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização, mostrando os canais de $\gamma$ .....   | 40 |
| Figura 20 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando as placas de $\gamma'$ sem a presença dos canais de $\gamma$ . .....                                     | 41 |
| Figura 21 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando fase de morfologia acicular. ....  | 42 |
| Figura 22 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando as fases $\gamma$ , $\gamma'$ e fase de morfologia acicular, possivelmente fase sigma ( $\sigma$ ). .... | 42 |
| Figura 23 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 1000 h, mostrando as fases $\gamma'$ , boreto e fase de morfologia acicular. ....   | 43 |
| Figura 24 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 1000 h, mostrando o coalescimento da fase $\gamma'$ .....   | 43 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 25 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 2000 h. ....  | 44 |
| Figura 26 - Região da amostra B1914 com tratamento térmico a 900°C por 2000h utilizada para mapeamento EDS dos elementos.....  | 45 |
| Figura 27 - Cálculo da composição química (%at.) em função da temperatura da fase sigma ( $\sigma$ ) da superliga B1914. ....  | 45 |
| Figura 28 - Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra B1914 com tratamento térmico de 900°C por 2000 h. ....  | 45 |
| Figura 29 - Cálculo da fração (%at) das fases em função da temperatura (1400 °C – 600 °C) para superliga Inconel 718.....  | 46 |
| Figura 30 - Cálculo da composição química (%at) em função da temperatura das fases (a) $\gamma$ ; (b) $\gamma'$ ; (c) $\gamma''$ ; (d) carbeto MC; (e) Sigma $\sigma$ e (f) carbeto $M_{23}C_6$ da superliga Inconel 718. .... | 48 |
| Figura 31 - Região da amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão utilizada para mapeamento EDS dos elementos.....  | 49 |
| Figura 32 - Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão.....   | 50 |
| Figura 33 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 no estado bruto de fusão, mostrando o carbeto MC e fase Laves. ....   | 51 |
| Figura 34 - Cálculo Fração molar de sólido em função da temperatura para o Inconel 718. Simulação pelo modelo de Scheil-Gulliver: linha colorida e condições de equilíbrio: Linha preta .....                                  | 52 |
| Figura 35 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento de solubilização, mostrando os carbetos MC. ....  | 53 |
| Figura 36 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 500 h. ....   | 54 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 37 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 500 h, mostrando o carbeto MC e formação fase delta no contorno de grão. ....                               | 54 |
| Figura 38 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 1000 h, mostrando o carbeto MC, a fase delta e fase de morfologia acicular podendo ser delta ou sigma. .... | 55 |
| Figura 39 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando os carbetos. ....   | 56 |
| Figura 40 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando a fase delta em morfologia de plaquetas próximo ao contorno de grão. ....             | 57 |
| Figura 41 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando o carbeto MC e fase delta nos contornos de grãos. ....                                | 57 |

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 1 - Composição química porcentagem em peso das superligas .....         | 31 |
| Tabela 2 - Informações temperatura, tempo de tratamento de solubilização. .... | 32 |

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CFC – Cúbico de Face Centrada

CCC – Cúbico de Corpo Centrado

HC – Hexagonal Compacta

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão

FTC- Fase Topologicamente Compacta

Calphad – Calculation of Phases Diagrams

TTNi8 – Versão 8 do banco de dados superligas a base de níquel desenvolvida pela empresa ThermoTech

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\gamma$  – Fase gama

$\gamma'$  – Fase gama linha

$\gamma''$  – Fase gama duas linhas

$\delta$  – Fase delta

$\sigma$  – Fase sigma

$\mu$  – Fase mu



## 1 INTRODUÇÃO

As superligas foram desenvolvidas para uso em aplicações em altas temperaturas, combinando alta resistência mecânica e alta resistência à corrosão/oxidação e foram utilizadas primeiramente antes da Segunda Guerra Mundial com o objetivo de aumentar o desempenho dos motores de turbinas. A gama de aplicações das superligas inclui os motores de foguetes, instalações de turbina de energia, motores a pistão, equipamentos de processamento de metais, equipamentos de tratamento térmico, indústrias química e petroquímica, equipamentos de controle de poluição, sistemas de gaseificação e liquefação e aplicações médicas [1].

A principal razão para a existência de uma grande variedade de superligas é a sua resistência mecânica, em diversas temperaturas. A sua matriz austenítica permite grande solubilidade de diversos elementos, tais como: Cr, Fe, Mo, Co, Ti, Al e Si; o efeito desses elementos é o reforço da matriz com o objetivo de conter o movimento das discordâncias que geram distorções nos reticulados cristalinos. Assim, essas superligas apresentam elevada capacidade de manter a resistência à tração, à ruptura, elevado módulo de elasticidade, ductilidade e a fadiga térmica [2].

As superligas mais utilizadas são aquelas à base de níquel, ferro e cobalto, com adições de outros elementos de liga. Entre as classes de superligas descritas anteriormente, as superligas à base de Ni são provavelmente as mais importantes [2]. Dentre as superligas a base de níquel, a Inconel 718 é uma das mais estudadas e utilizadas, sendo aplicada principalmente nas indústrias aeroespacial, petrolífera e nuclear, devido a sua combinação de excelentes propriedades mecânicas, resistência à corrosão e soldabilidade a elevadas temperaturas até 650°C [3]. Outra superliga utilizada neste trabalho, entretanto menos estudada é a B1914, que pertence a família de superligas conhecidas como ligas BC (Boro-Carbono), que foram desenvolvidas a partir da substituição parcial do carbono pelo boro [4].

Este trabalho de pesquisa visou caracterizar microestruturalmente as superligas à base de níquel Inconel 718 e B1914 tratadas termicamente por longos tempos de exposição em altas temperaturas. Teve como objetivo verificar as fases

presentes e comparar com os cálculos termodinâmicos realizados utilizando um software baseado no método Calphad. Neste método podem ser feitas previsões por extrapolação para sistemas multicomponentes a partir de sistemas binários, ternários e em alguns casos sistemas de ordem superior. No entanto, por recomendação do proprietário ThermoTech, os cálculos críticos devem sempre ser verificados através de dados experimentais de equilíbrio, para certificar os resultados calculados. Desta forma foi possível avaliar a confiabilidade e validar a base de dados como ferramenta auxiliar no desenvolvimento de novas ligas à base de níquel, uma ferramenta que pode auxiliar na redução de tempo e custos no desenvolvimento dos processos de fabricação na indústria.

## **2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1 MÉTODO CALPHAD E CÁLCULOS TERMODINÂMICOS**

A origem do método CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams) ocorreu na década de 70, quando Larry Kaufman e Himo Ansara estimularam um grupo de cientistas que estavam trabalhando em cálculos de diagramas de fases a formarem uma base de dados termodinâmicos consistente com os dados termodinâmicos experimentais. A partir desta origem o método CALPHAD transformou-se em uma ferramenta bem sucedida e extensamente aplicada em todas as áreas do desenvolvimento de materiais [5].

Por meio do método CALPHAD, os cálculos termodinâmicos podem ser usados para prever as fases em equilíbrio e as metaestáveis, composições e frações molares em cada temperatura, caminho da solidificação no equilíbrio e não equilíbrio, entalpia em função da temperatura e a força motriz para a precipitação, que é crítica para a microestrutura e conseqüentemente para as propriedades mecânicas. Existem vários softwares para esta finalidade, mas um dos mais conhecidos é o Thermo-Calc, que está se tornando cada vez mais utilizado juntamente com bases de dados termodinâmicos para superligas de níquel, aços, ligas de alumínio, titânio e magnésio [6].

Além do software utilizado para realização dos cálculos é necessário um banco de dados onde concentram todas as informações termodinâmicas. Para realização dos cálculos deste trabalho foi utilizado um banco de dados termodinâmicos chamado de TTNi8, desenvolvido pela ThermoTech, visando aplicação em superligas á base de níquel.

### **2.2 FASES**

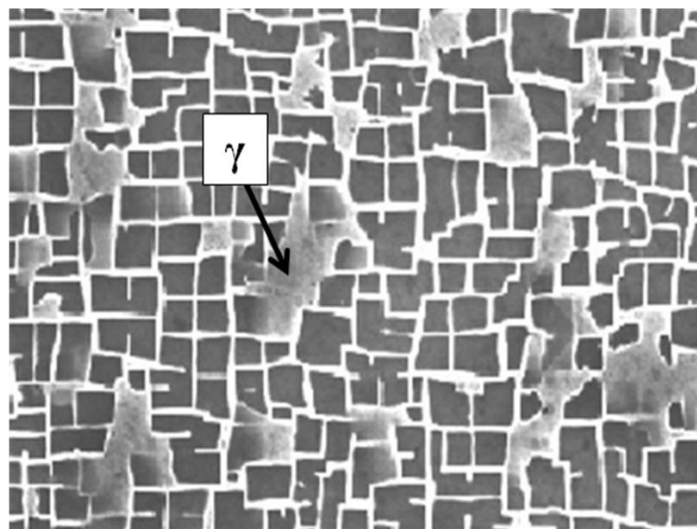
Nas ligas diferentes fases são formadas durante o resfriamento ou na realização de tratamentos térmicos, no qual ocorre dissolução ou precipitação de fases.

Nas superligas a base de níquel as formações predominantes são a fase gama ( $\gamma$ ) e gama linha ( $\gamma'$ ), existindo também em algumas superligas a fase gama duas linhas ( $\gamma''$ ) e delta ( $\delta$ ). Além dessas fases principais existem também algumas que se formam em menores quantidades, mas que exercem influência nas propriedades mecânicas do material, conforme serão abordados nos próximos tópicos.

### 2.2.1 Fase gama ( $\gamma$ )

A formação principal de toda superliga à base de níquel é a fase matriz  $\gamma$ , que possui estrutura cristalina CFC e tem como principais elementos de liga na sua composição o cobalto, ferro, cromo, molibdênio e tungstênio [7].

A figura 1 apresenta a microestrutura típica das superligas à base de níquel, identificando na região mais clara a fase  $\gamma$  [8].



**Figura 1 – Microestrutura obtida por MEV de uma superliga à base de níquel, identificando a fase  $\gamma$ . [8]**

### 2.2.2 Fase gama linha ( $\gamma'$ )

Nas superligas a base de níquel a fase  $\gamma'$  é o precipitado mais importante, podendo se formar durante o resfriamento da liga ou por meio do tratamento de precipitação (solubilização seguida por envelhecimento) já no estado sólido. A fase  $\gamma'$  possui estequiometria  $A_3B$ , onde A é um elemento eletronegativo (níquel, cobalto

e ferro) e B é um elemento eletropositivo (alumínio, titânio ou nióbio). Normalmente, nas superligas à base de níquel,  $\gamma'$  apresenta estequiometria  $Ni_3(Al,Ti,Nb)$ , mas se o cobalto é adicionado, ele pode substituir o níquel  $[(Ni,Co)_3(Al,Ti)]$ . A fase  $\gamma'$  é intermetálica e ordenada (L12) com estrutura cristalina CFC. Os átomos de Ni e Co ocupam o centro das faces da célula unitária, enquanto que os átomos de Al, Ti e Nb estão posicionados nos vértices da estrutura cristalina [1,9].

A fase  $\gamma'$  é coerente com a matriz e dependendo da superliga se precipita com morfologia esférica ou cuboidal, seu tamanho é inferior a 20 nm e sofre coalescimento em altas temperaturas [10]. Na figura 2 observa-se a precipitação da fase  $\gamma'$  com morfologia esférica na superliga Inconel 718 no estado bruto de fusão. A figura 3 mostra a microestrutura de uma amostra da superliga B1914 no estado bruto de fusão, onde observa-se a presença da fase  $\gamma'$  nas morfologias cuboidal e elipsoidal (placas) [3,4].

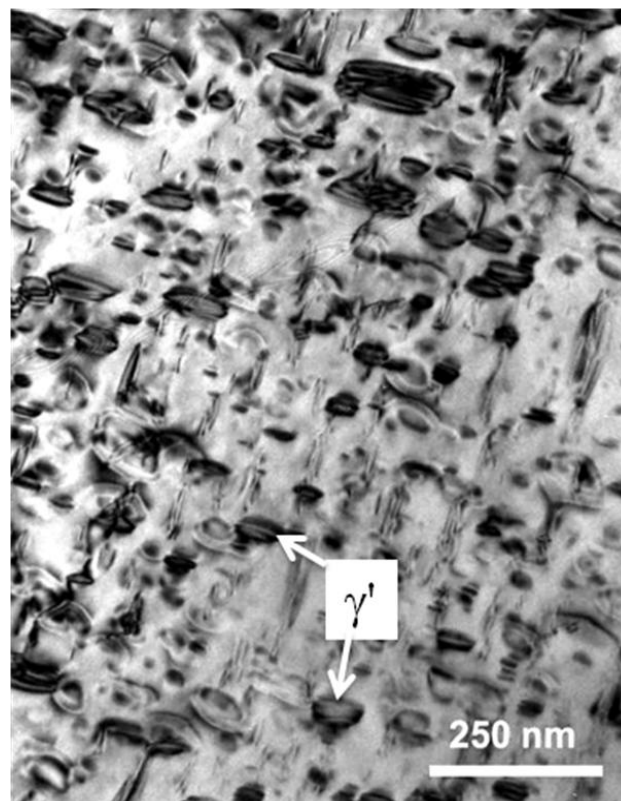
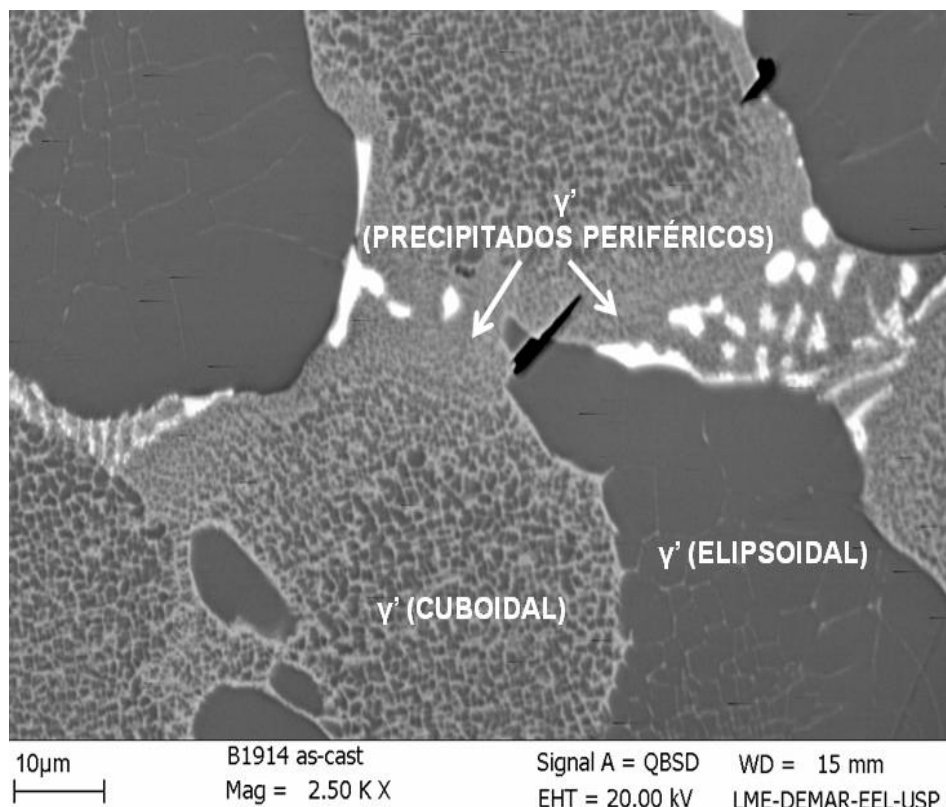


Figura 2 - Micrografia obtida por MET da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão mostrando a fase  $\gamma'$  (morfologia esférica). [3]



**Figura 3 - Micrografia obtida por MEV mostrando a fase  $\gamma'$  nas morfologias cuboidal e elipsoidal (placas) da superliga B1914 no estado bruto. [4]**

### 2.2.3 Fase gama duas linhas ( $\gamma''$ )

A fase  $\gamma''$   $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ta})$  pode ser observada em ligas ricas em nióbio ou tântalo, sendo a principal fase endurecedora das ligas 718, 706 e 725. Apresenta morfologia de discos alongados coerentes com a matriz  $\gamma$  e sua estrutura cristalina é tetragonal [11].

Semelhante a fase  $\gamma'$  o tamanho das partículas da fase  $\gamma''$  é muito pequeno, a obtenção de imagens da microestrutura desta fase por meio de MEV é difícil, sendo obtida em melhor definição por meio de MET (Microscopia eletrônica de transmissão). As figuras 4a e 4b mostram imagens obtidas via MET ilustrando a morfologia das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  dispersas na matriz de uma liga Inconel 718 [12].

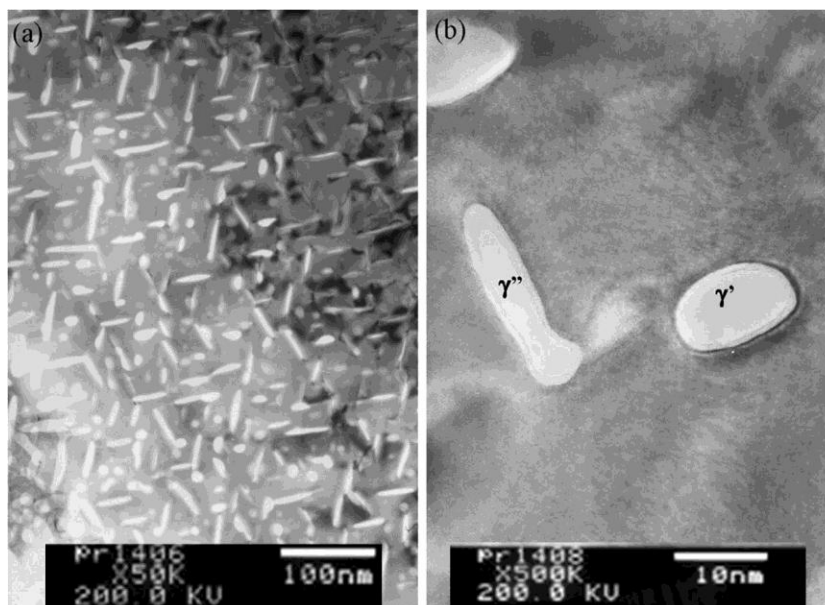


Figura 4 - a) Micrografia obtida por MET, b) Micrografia em MET de alta resolução ilustrando as fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  na amostra da Inconel 718 após tratamento térmico de 680°C por 1000h. [12]

#### 2.2.4 Fase delta ( $\delta$ )

Esta fase apresenta composição química  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  e tem estrutura cristalina ortorrômbica. Sua formação está associada a exposição a temperaturas acima de 650°C e um longo período de tempo, em que ocorre a dissolução da fase metaestável  $\gamma''$  e forma-se a fase estável  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) com a morfologia de placas [12].

A fase delta é incoerente com a matriz  $\gamma$ , portanto está associada com a perda de resistência da liga e se forma na faixa de temperatura entre 650°C e 980°C, mas as características de sua formação dependem fortemente da temperatura. Abaixo de 700 °C, a nucleação de  $\delta$  é observada nos contornos de grão de  $\gamma$  e seu crescimento ocorre em função da transformação de  $\gamma''$ . Na faixa de 700 °C a 885 °C a formação  $\delta$  é acompanhado pelo rápido crescimento de  $\gamma''$ . Acima da temperatura solvus (885 °C),  $\gamma''$  não é mais estável, já a temperatura solvus de  $\delta$  é aproximadamente 1000 °C. A formação de grandes quantidades de  $\delta$  durante o serviço reduz as propriedades mecânicas [2].

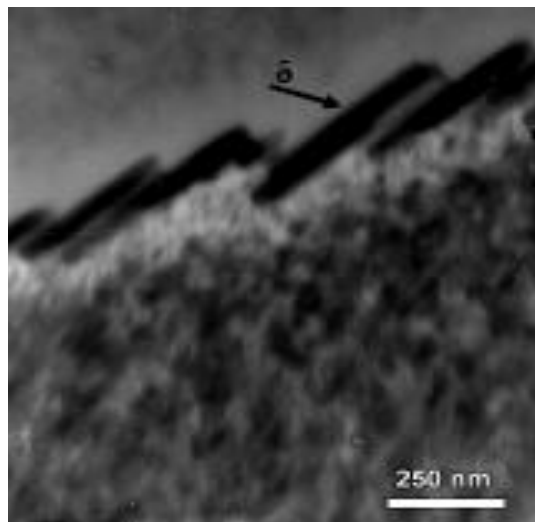
Em virtude da similaridade de composição química ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) das fases  $\gamma''$  e  $\delta$  torna-se difícil a identificação somente por meio de análise de mapeamento EDS, é

necessário também a comparação pela morfologia, análise por MET ou Difração de Raio-X. Na figura 5 é possível observar a precipitação contínua de partículas muito pequenas, com morfologia de plaquetas, nos contornos de grão. Tais partículas foram identificadas por VALLE [3] como sendo a fase delta, por sua morfologia, pelo seu tamanho e pela cinética de precipitação desta fase.



**Figura 5 – Micrografia (MEV) da amostra Inconel 718 após envelhecimento a 800°C por 6 horas, mostrando a precipitação da fase delta no contorno de grão. [3]**

Na figura 6 é apresentada uma imagem obtida por meio de MET da fase delta com morfologia de plaquetas.



**Figura 6 - Análise por MET da amostra Inconel 718 solubilizada a 1050°C por 10 minutos após envelhecimento a 800°C por 6 horas, imagem em campo claro, mostrando a fase delta em forma de plaquetas no contorno de grão. [3]**

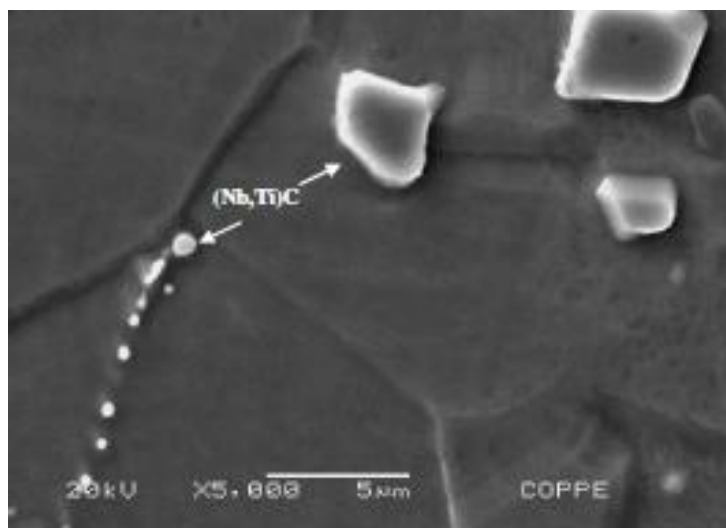


## 2.3 FASES MINORITÁRIAS

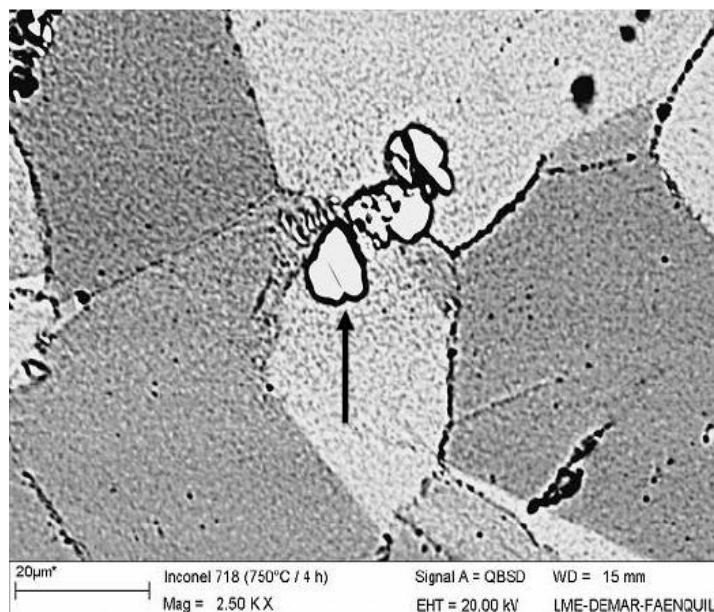
### 2.3.1 Carbetos MC

A adição de carbono em frações entre 0,02 a 0,2% (em peso) em combinação com os elementos refratários como titânio, tântalo, háfnio e nióbio irá formar carbetos do tipo MC (TiC, TaC, HfC e NbC). Durante tratamento térmico ou em serviço começa a se decompor e formar carbetos  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$ . Estes carbetos de estrutura CFC são considerados benéficos por aumentar a resistência à fluência em elevadas temperaturas [13]. O carbeto MC é estável, sendo o "M" geralmente Nb e/ou Ti encontram-se distribuídos pela matriz. Estes carbetos são dissolvidos completamente em temperaturas superiores a 1260°C e precipitam-se durante a solidificação, trabalho à quente ou envelhecimento isotérmico na faixa de temperatura de 700 a 800°C [14].

Os carbetos podem se formar durante solidificação ao longo da matriz em cadeias alinhadas conforme apresentado na figura 7, ou se precipitarem durante tratamento térmico de envelhecimento preferencialmente nos contornos de grão, mostrado na figura 8 [3,15].



**Figura 7 – Micrografia (MEV) da amostra de Inconel 718 após solubilização a 1050°C por 5 minutos, mostrando carbetos do tipo (Nb,Ti)C. [3]**

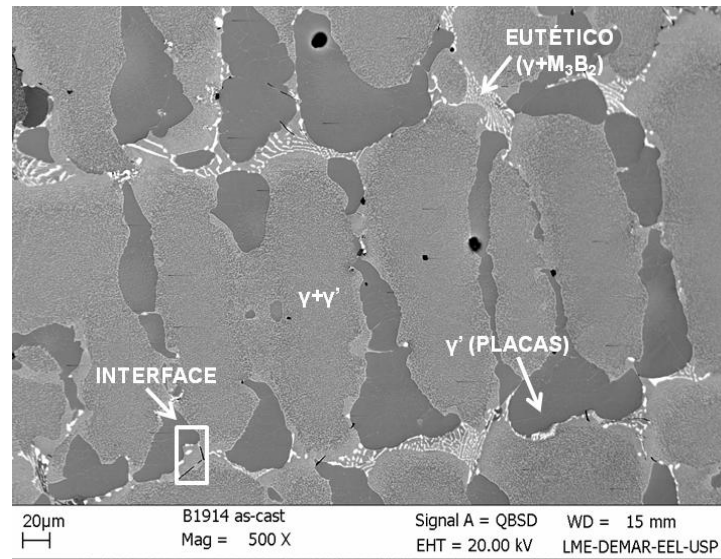


**Figura 8 – Micrografia (MEV) da amostra de Inconel 718 envelhecida a 750 °C por 4 h destacando-se as partículas de carbeto metálico assinaladas pela seta preta. [15]**

### 2.3.2 Boretos

Os boretos são partículas duras, com morfologia de blocos ou formato meia-lua, observadas nos contornos de grão, porém em menor volume que os carbeto. Os boretos encontrados em superligas geralmente são do tipo  $M_3B_2$ , com célula unitária tetragonal [13].

A formação de boretos é benéfica para propriedades mecânicas, aumenta a resistência à ruptura, ductibilidade e fluência. Isto se deve principalmente a localização dos boretos nos contornos de grãos da matriz  $\gamma$ , reforçando e dificultando o deslizamento entre os contornos [2]. Na figura 9 é apresentada uma imagem obtida por MEV da superliga B1914 na condição bruta de fusão, é indicada a presença do boreto na região interdendrítica e foi identificada por [4] como sendo o boreto  $M_3B_2$ .



**Figura 9 - Microestrutura da superliga B1914 no estado bruto de fusão obtida por MEV. [4]**

### 2.3.3 Fases topologicamente compactas (FTC)

Nem todas as fases encontradas nas superligas à base de níquel atuam para melhorar as propriedades mecânicas dos materiais. A composição tem que ser cuidadosamente controlada para evitar as fases topologicamente compactadas, por exemplo, fase  $\sigma$ , fase  $\mu$  ou Laves. Estas fases podem ser formadas em determinadas circunstâncias, geralmente quando são expostas a temperaturas elevadas por períodos muito longos. Nas superligas, as fases FTC que usualmente se formam como placas finas ou aciculares (agulhas), podem levar à diminuição da resistência à ruptura, a perda de ductilidade, a formação de sítios para nucleação de trincas e o aprisionamento dos elementos responsáveis pelo endurecimento por solução sólida e por precipitação [7].

#### - Fase Laves

A fase Laves aparece em morfologia de ilhas e forma-se preferencialmente nas regiões interdendríticas da liga 718 no estado bruto de fusão, onde a concentração de nióbio é alta. A formação da fase Laves é reforçada pela presença de Mo e Ti. A fase Laves encontrada no estado bruto de fusão não deve estar presente após tratamentos de solubilização [10].

A formação desta fase traz prejuízos às propriedades mecânicas, principalmente à ductilidade, tenacidade à fratura e fluência [7]. As microestruturas

no estado bruto de fusão, figuras 10 e 11, mostram a formação dendrítica com precipitados interdendríticos (NbC e Laves) [16].

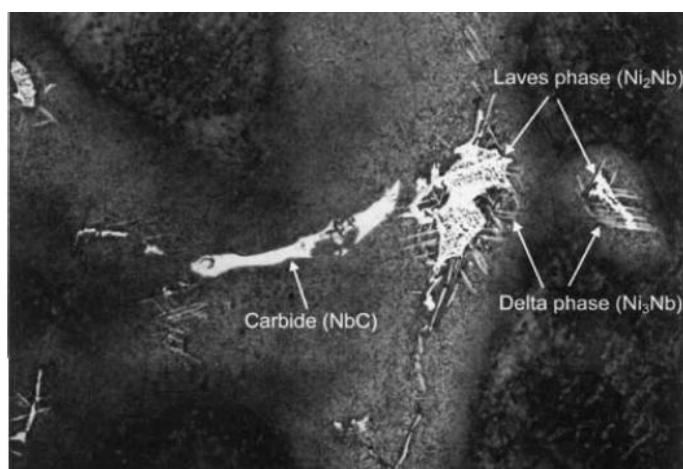


Figura 10 – Micrografia da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão identificando os carbetos e as partículas da fase Laves. [17]

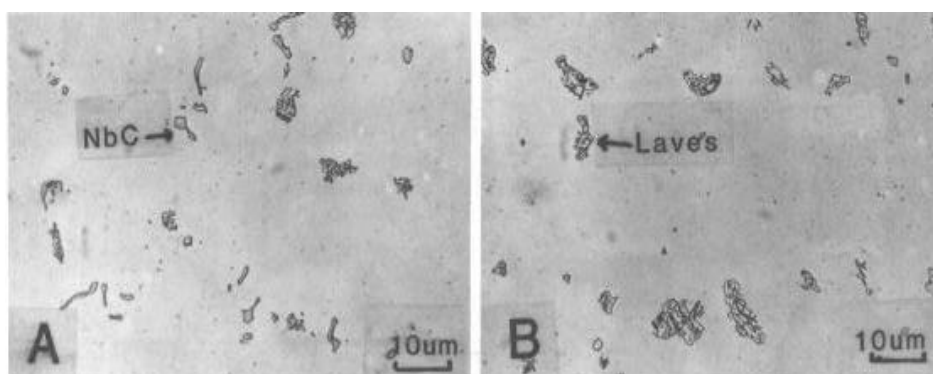


Figura 11 – Microestrutura da amostra de Inconel 718 no estado bruto de fusão com alta concentração de nióbio (A) Presença do carbeto NbC (B) Presença da fase Laves. [16]

### - Fase Sigma ( $\sigma$ )

Sua composição estequiométrica geral para superliga Inconel 718 é dada pela fórmula  $(Fe, Mo)_x (Ni, Co)_y$ , onde o valor de x e y está entre 1 e 7. Esta fase é formada após exposição a temperaturas acima de 900°C ou depois de um longo tempo envelhecimento [13].

A fase sigma tem morfologia de agulha, aumenta a fragilidade e tem um efeito negativo sobre as propriedades mecânicas de superligas. A presença desta fase leva ao início da formação de trincas no material base. A fase sigma tem influência desfavorável sobre a tensão de ruptura e diminui a ductilidade em temperaturas elevadas [18].

### 3 SUPERLIGAS

#### 3.1 B1914

A baixa densidade ( $7,72 \text{ g/cm}^3$ ) e a elevada resistência mecânica desta superliga faz com que este material seja adequado para a produção de pás de turbinas e rotores para turbo compressores [19]. Devido a aplicações em altas temperaturas e aumento na quantidade de elementos de liga para melhorar a resistência à fluência e a tensão de ruptura, o processamento via forjamento tornou-se inviável. Para viabilizar a adição de maiores quantidades de elementos de liga era necessário mudar o processamento para fundição. A microfundição foi escolhida por causa da facilidade encontrada para produção de pás com canais internos de geometria complexa, que possibilitaria realizar a refrigeração da pá durante o serviço. A microfundição é conhecida como fundição de precisão ou fundição por cera perdida, que consiste na fabricação de peças utilizando um molde cerâmico, que será obtido através do revestimento de um modelo em cera ou plástico com uma pasta ou argamassa refratária [4].

A superliga B1914 pertence a uma família de ligas que foram desenvolvidas substituindo parcialmente o carbono pelo boro, que tem como objetivo evitar a formação do carbeto MC, pois em temperaturas entre  $760$  e  $1000^\circ\text{C}$  pode decompor-se formando o carbeto  $M_{23}C_6$  e/ou mesmo liberando elementos como cromo, tungstênio, molibdênio formadores de fases topologicamente compactas (FTC), que são indesejáveis e prejudiciais as propriedades mecânicas do material. Adicionando boro na composição da liga ocorre a formação dos boretos, que são mais estáveis e aumentam a ductilidade do material, explicada pelo aumento da capacidade dos contornos de grãos acomodarem as deformações por escorregamentos [4].

Além dos boretos  $MB_2$  e  $M_3B_2$ , as fases normalmente encontradas na superliga B1914 são  $\gamma$ ,  $\gamma'$ , e em exposições por tempos longos a fase sigma.

### 3.2 INCONEL 718

A superliga Inconel 718 foi desenvolvida na década de 60 por H.L Eiselstein para utilização na fabricação de componentes de motores aeronáuticos pela empresa General Electric e foi patenteada pela Internacional Nickel Corporation. Apresenta como características principais alta resistência a oxidação, boa resistência a corrosão em vários meios agressivos e altas temperaturas. Além de componentes aeronáuticos é utilizada também na fabricação de grades espaçadoras de combustível em reatores nucleares, ferramentas de corte, componentes de turbinas a gás, aparelhos médicos, entre outras aplicações [2,14].

Na indústria, vem sendo muito utilizada na condição endurecida por envelhecimento por ser resistente à corrosão e ao calor, além de ser deformável e soldável. A liga possui boa ductilidade entre 650°C e 700°C além de resistências ao escoamento, à tração e à ruptura por fluência até 650°C. Na condição de endurecido por precipitação apresenta boa conformabilidade e soldabilidade [22].

Além da fase  $\gamma$  são encontrados na Inconel 718 o carbeto MC, fase delta, fase Laves,  $\gamma''$  e  $\gamma'$ . As fases endurecedoras principais são  $\gamma'$  e  $\gamma''$ , que são coerentes com a matriz  $\gamma$ , e seu comportamento à precipitação é determinado principalmente pela quantidade de nióbio, pela temperatura e tempo de tratamento térmico de envelhecimento.

A estabilidade da superliga 718 está relacionada à estabilidade da fase  $\gamma''$ , que se transforma em delta com o aumento do tempo e temperatura de envelhecimento [20].

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 AMOSTRAS

As amostras das superligas B1914 e Inconel 718 foram disponibilizadas no estado bruto de fusão pela empresa de microfusão Açotécnica S.A., situada na cidade de Jandira-SP.

A tabela 1 mostra a composição química (% peso) das superligas B1914 e Inconel 718.

**Tabela 1 - Composição química porcentagem em peso (%p) das superligas**

| Liga           | Ni<br>(%p) | Co<br>(%p) | Cr<br>(%p) | Al<br>(%p) | Ti<br>(%p) | Mo<br>(%p) | B<br>(%p)  | C<br>(%p) | Zr<br>(%p) |           |            |
|----------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|-----------|------------|-----------|------------|
| B1914          | Bal        | 10         | 10         | 5,5        | 5,25       | 3          | 0,1        | 0,01      | 0,02       |           |            |
| Liga           | Ni<br>(%p) | Co<br>(%p) | Cr<br>(%p) | Al<br>(%p) | Ti<br>(%p) | Mo<br>(%p) | Fe<br>(%p) | C<br>(%p) | Nb<br>(%p) | S<br>(%p) | Mn<br>(%p) |
| Inconel<br>718 | 52,97      | 0,02       | 18,56      | 0,07       | 1,95       | 2,63       | Bal        | 0,04      | 5,61       | 0,003     | 0,01       |

### 4.2 CÁLCULOS TERMODINÂMICOS

Foram realizados cálculos termodinâmicos de equilíbrio de fases pelo método Calphad, por meio do software Thermo-Calc, e utilizando a base de dados TTNi8. Assim, foram feitos cálculos de composição química de fases *versus* temperatura, e das temperaturas de formação das fases das superligas Inconel 718 e B1914. E o caminho de solidificação feito a partir do modelo de Scheil-Gulliver que assume mobilidade nula dos átomos no estado sólido durante o crescimento das fases, considerando o resfriamento em condição fora do equilíbrio [2].

### 4.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

O tratamento de solubilização realizado neste trabalho tinha como foco dissolver todas as fases formadas, com excessão da fase  $\gamma$ , e eliminar as microsegregações nas amostras na condição bruta de fusão buscando obter uma amostra homogeneizada. As informações de temperatura, tempo e rampa de aquecimento das amostras de Inconel 718 e B1914 estão descritas na tabela 2.

**Tabela 2 - Informações temperatura, tempo de tratamento de solubilização.**

| Temperatura (°C)  | Rampa aquecimento    | Tempo (min) | Tempo Total (min) |
|-------------------|----------------------|-------------|-------------------|
| 25 °C → 800 °C    | 15 °C/min            | 52          | 52                |
| 800 °C → 1200 °C  | 10 °C/min            | 40          | 92                |
| 1200 °C → 1200 °C |                      | 600         | 692               |
| 1200 °C → 1220 °C | 5 °C/min             | 4           | 696               |
| 1220 °C → 1220 °C |                      | 600         | 1296              |
| 1220 °C → 1240 °C | 2 °C/min             | 10          | 1306              |
| 1240 °C → 1240 °C |                      | 600         | 1906              |
| 1240 °C → 1260 °C | 2 °C/min             | 10          | 1916              |
| 1260 °C → 1260 °C |                      | 1200        | 3116              |
| 1260 °C → 25 °C   | Resfriamento c/ água | 90          | 3206              |

O tratamento térmico de longa duração (equilíbrio), geralmente após solubilização das amostras no estado bruto de fusão, foi utilizado para promover a precipitação de fases secundárias e cujo objetivo é reproduzir a condição em serviço do material que tende a ser muito próxima da microestrutura formada na condição de resfriamento no equilíbrio.

Os tratamentos térmicos de longa duração foram realizados em amostras encapsuladas em tubos de quartzo sob atmosfera de argônio. As amostras de Inconel 718 permaneceram em tratamento térmico na temperatura de 700 °C, e retiradas do forno com tempos de 500, 1000 e 2000 horas e as amostras de B1914 foram tratadas termicamente na temperatura de 900 °C e retiradas com os mesmos tempos de tratamento utilizado para a liga Inconel 718.



#### **4.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA**

As amostras foram embutidas a quente e lixadas com lixas de gramaturas de 220 a 1500 mesh. Após o lixamento as amostras foram submetidas ao processo de polimento com pasta de diamante 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$  e suspensão de sílica coloidal (OPS) por 20 min. Para revelação da microestrutura das amostras da superliga B1914 foram utilizadas para ataque químico a solução de HCl, Glicerol e  $\text{HNO}_3$  na proporção 3:2:1 por pelo menos 30 segundos; e para as amostras da superliga Inconel 718 foi utilizado o reagente Kalling nº 2 (100 ml HCl, 100 ml etanol e 5 gr.  $\text{CuCl}_2$ ).

#### **4.5 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL**

As amostras no estado bruto de fusão, solubilizadas e tratadas termicamente foram caracterizadas por um microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 400, equipado com sistema de microanálise por espectrometria de raios X (EDS) Bruker XFlash 4030 com detector SDD (Silicon Drift Detector). As imagens foram obtidas utilizando detectores de elétrons retroespalhados e a identificação das fases foi realizada via análise por energia dispersiva (EDS) de forma pontual e por mapeamento dos elementos em conjunto com o MEV.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CÁLCULOS TERMODINÂMICOS B1914

O cálculo das frações molares das fases em função da temperatura, mostrada na figura 12, assinala que a solidificação da superliga B1914 se inicia com a precipitação da fase  $\gamma$ , por volta de 1330°C, seguido da precipitação do boreto  $MB_2$  a 1320°C. A temperatura inicial de precipitação da fase  $\gamma'$  ocorre em torno de 1245°C e sua fração aumenta rapidamente atingindo 70% a 900 °C. Por volta de 1155°C é previsto a precipitação do boreto  $M_3B_2$  e a 1130°C a dissolução do boreto  $MB_2$ . O cálculo também prevê o início a precipitação da fase sigma por volta de 850°C.

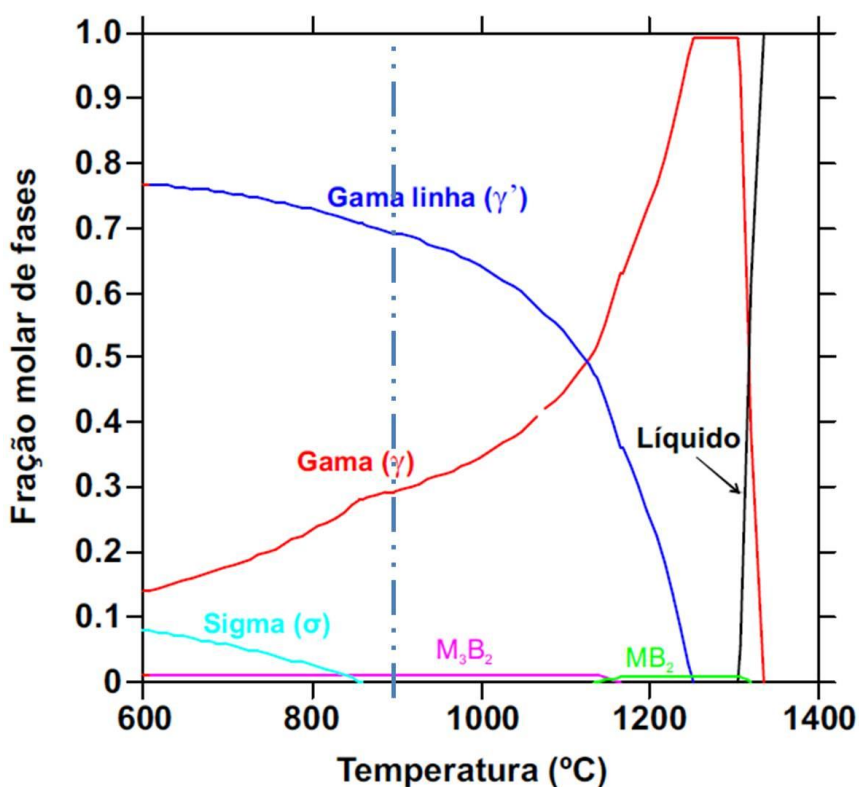


Figura 12 – Cálculo da fração molar das fases em função da temperatura para superliga B1914

Na figura 13 são apresentados os cálculos termodinâmicos baseados na composição química das fases em função da temperatura da superliga B1914 na condição de resfriamento no equilíbrio. Nestes diagramas são mostradas as composições das fases tanto nas regiões estáveis como nas metaestáveis. A figura 13a apresenta o cálculo de composição da fase  $\gamma$ , observa-se que esta fase é composta em sua maior parte por níquel, e com presença significativa de cromo e cobalto. Com o aumento da temperatura, as porcentagens de níquel, alumínio e titânio aumentam e as porcentagens de cromo, cobalto e molibdênio diminuem. A fase  $\gamma'$  (figura 13b) é composta majoritariamente por níquel, não havendo variação significativa com o aumento da temperatura. Além do níquel, as porcentagens de alumínio, titânio, cobalto e cromo na fase  $\gamma'$  não variam significativamente com a temperatura, molibdênio e boro estão em pequena quantidade nesta fase. O boreto  $MB_2$  é formado majoritariamente por titânio ( $TiB_2$ ) como mostrado na figura 13c. A solubilidade dos outros elementos nesta fase é quase nula. O boreto  $M_3B_2$  (figura 13d) é rico em molibdênio e cromo. No cálculo observa-se que na temperatura 900°C, o teor dos demais elementos é quase nulo. A fase  $\sigma$ , mostrada na figura 13e, a 900 °C é constituída em sua maior parte por cromo, molibdênio e cobalto.

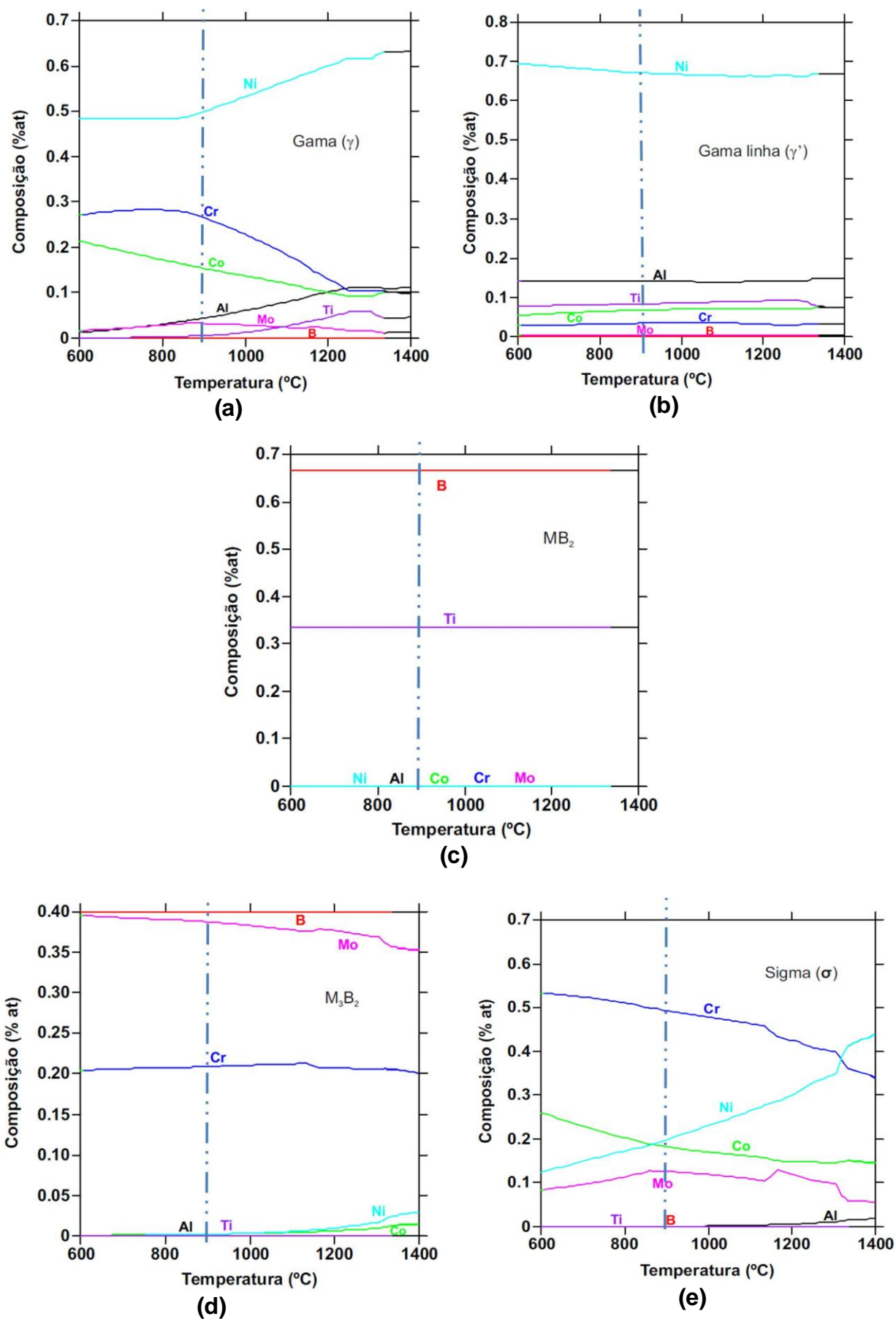
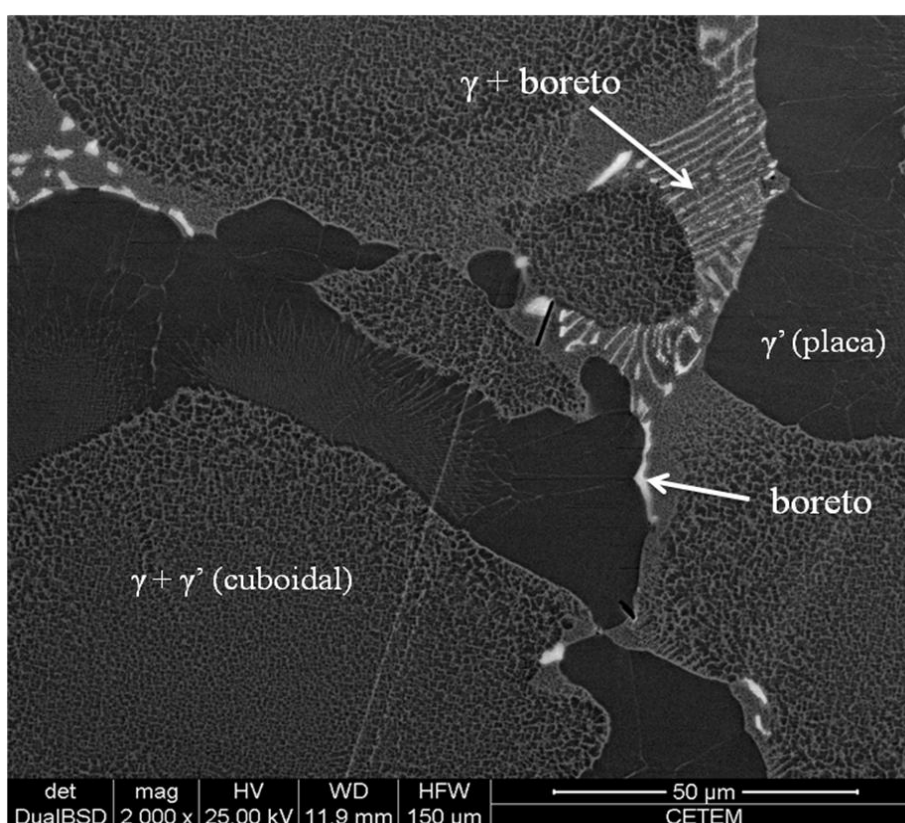


Figura 13 - Cálculo da composição química (%at.) em função da temperatura das fases (a)  $\gamma$ ; (b)  $\gamma'$ ; (c)  $MB_2$ ; (d)  $M_3B_2$  e (e) sigma ( $\sigma$ ) da superliga B1914.

## 5.2 AMOSTRA B1914 NO ESTADO BRUTO DE FUSÃO

A figura 14 mostra a microestrutura da superliga B1914 no estado bruto de fusão. O material apresenta estrutura de solidificação dendrítica da fase  $\gamma$ . A fase  $\gamma'$  é observada na região interdendrítica na forma de placas (elipsoidal), e próximo a estas formações observa-se a presença de formação eutética  $\gamma + \text{boreto}$ . Observam-se as duas morfologias da fase  $\gamma'$ : cuboidais (interior das dendritas) e placas (região interdendrítica).



**Figura 14 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 no estado bruto de fusão, identificando melhor as fases  $\gamma$ ,  $\gamma'$  e boreto .**

Utilizando o recurso do mapeamento por análise de EDS da amostra no estado bruto de fusão, apresentada na figura 15, pode-se sugerir as fases presentes em função dos elementos mapeados. Na figura 16 observa-se na região mais clara da matriz a presença rica dos elementos níquel, cromo e cobalto e em menores quantidades o molibdênio, alumínio e titânio característicos da fase  $\gamma$ . Nas regiões mais escuras são encontrados em

quantidades representativas o níquel, titânio e alumínio e em teores menores o cromo e molibdênio presentes principalmente na fase  $\gamma'$ . Na região mais clara do mapeamento identifica-se uma grande concentração dos elementos molibdênio, cromo e cobalto que são componentes característicos do boreto  $M_3B_2$ .

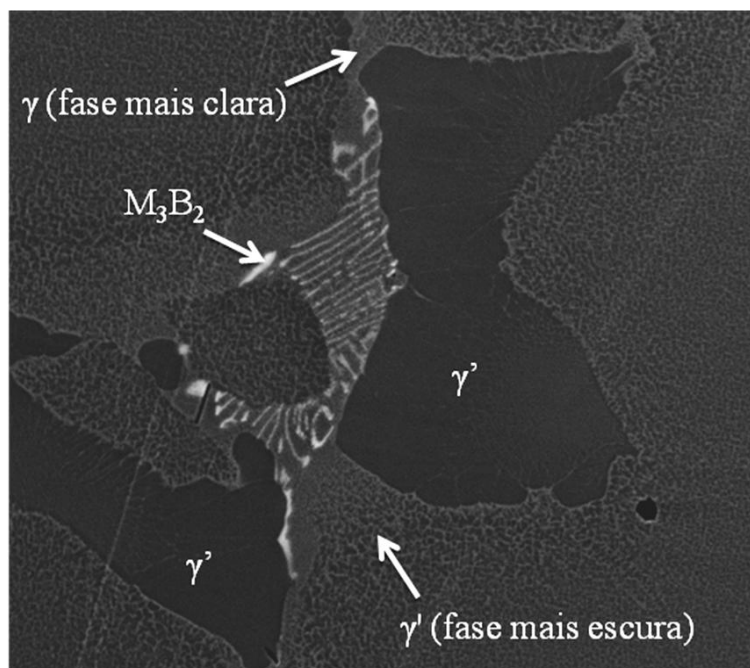


Figura 15 - Região da amostra B1914 no estado bruto de fusão utilizada para mapeamento EDS dos elementos

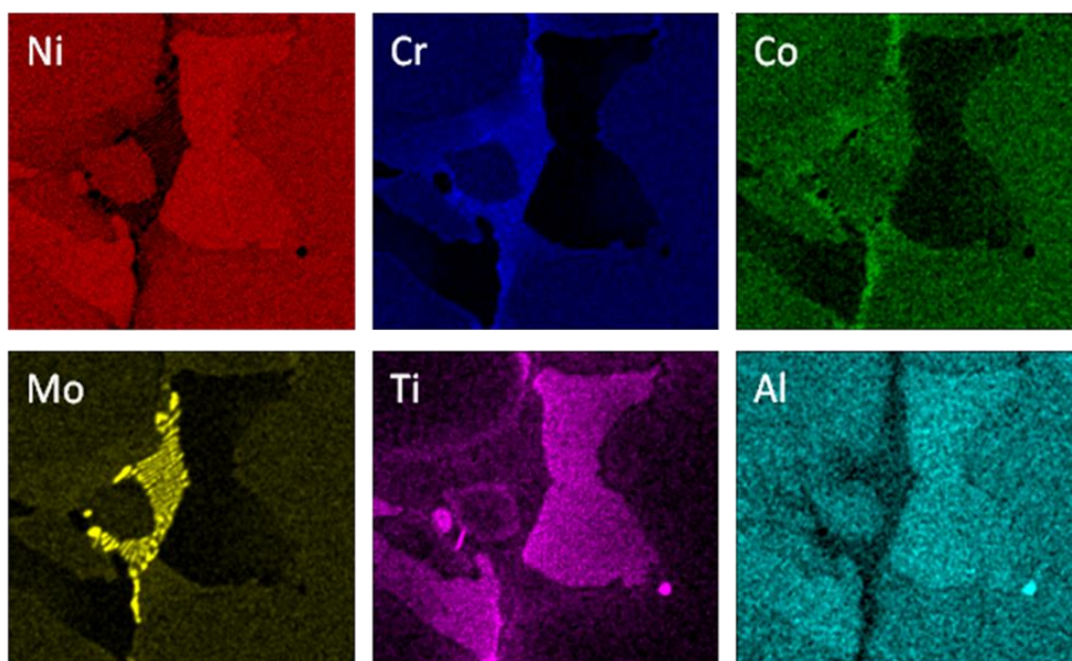


Figura 16 – Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra B1914 no estado bruto de fusão

### 5.3 AMOSTRA B1914 NO ESTADO SOLUBILIZADA

As figuras 17 e 18 mostram a micrografia da liga B1914 após tratamento de solubilização. O material apresenta redução no tamanho das placas da fase  $\gamma'$ , mas o tempo de tratamento não foi suficiente para dissolver toda a fase  $\gamma'$ , além da presença de regiões onde ocorreram fusões incipientes que foram observadas nos contornos de grãos e por meio de “ilhas”, provavelmente pela temperatura de solubilização (1260°C) chegar próximo a temperatura *solidus* (1330°C) da liga e pelo grande tamanho das microsegregações.

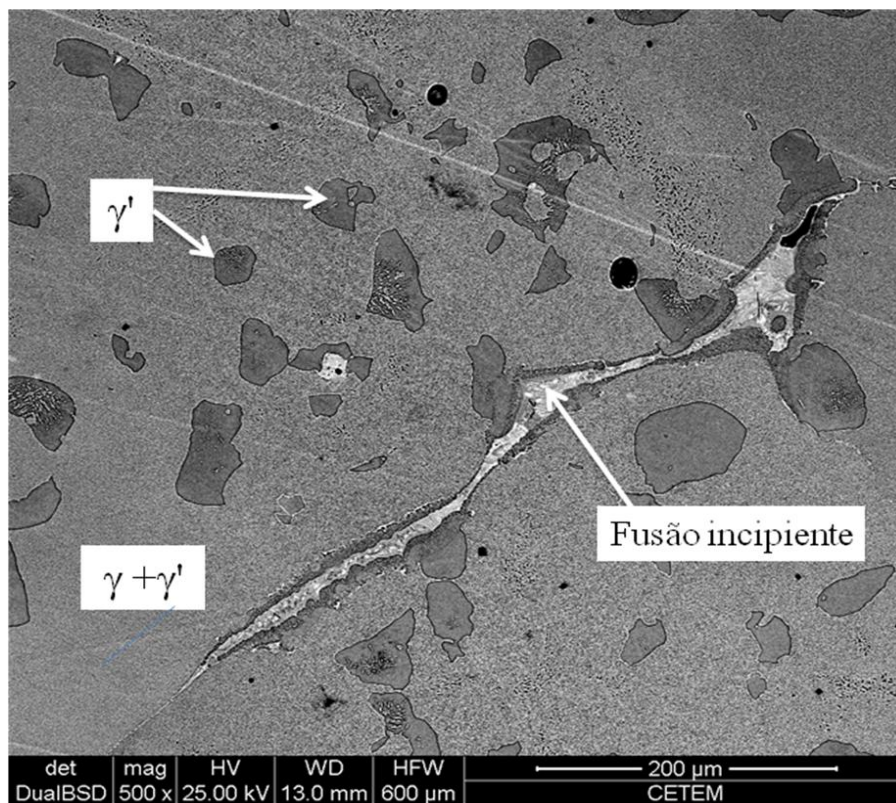


Figura 17 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização.

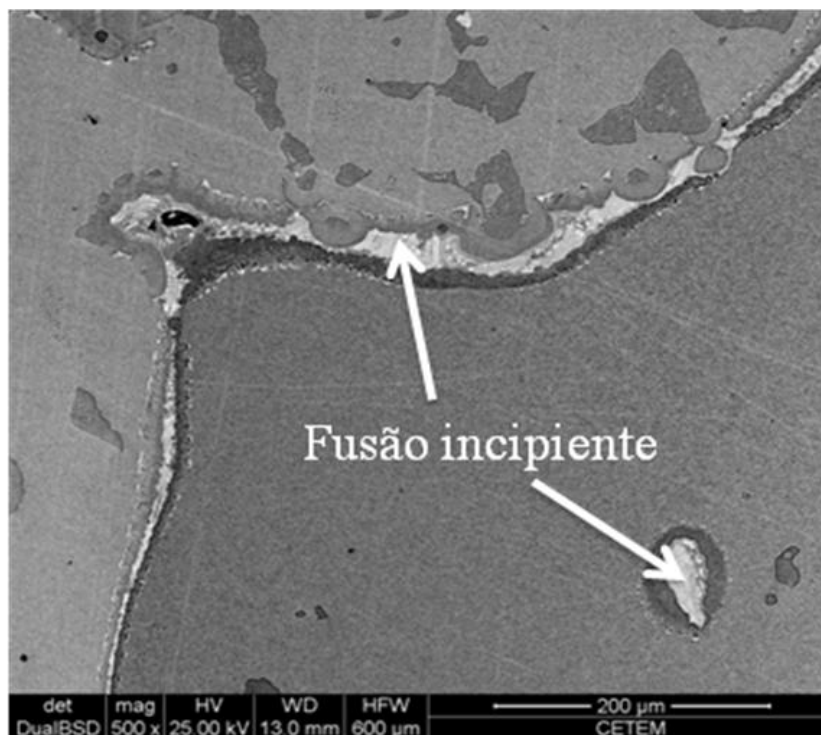


Figura 18 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização.

Na figura 19 identifica-se na região da formação das placas de  $\gamma'$  a presença de canais finos de uma fase mais clara, característicos da fase  $\gamma$ , que deve ter iniciado o processo de solubilização, mas que em função do tempo de tratamento não foi suficiente para dissolver a fase.

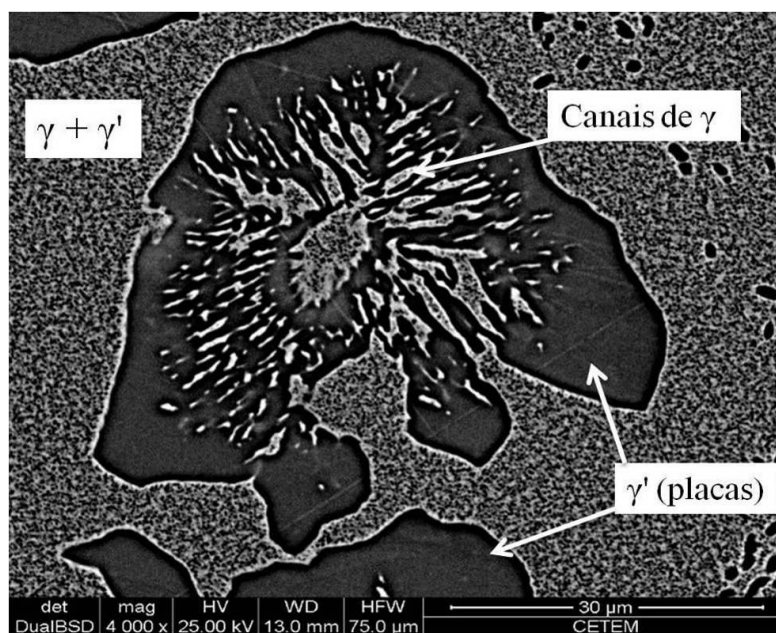


Figura 19 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento de solubilização, mostrando os canais de  $\gamma$ .



#### 5.4 AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 500 H

Na microestrutura da superliga B1914 com tratamento de 500 h, mostrada na figura 20, foi observada a dissolução dos precipitados finos presentes no interior da fase  $\gamma'$  e nos arredores destas placas foi observada a formação de  $\gamma$  com precipitados de  $\gamma'$  de morfologia cuboidal.

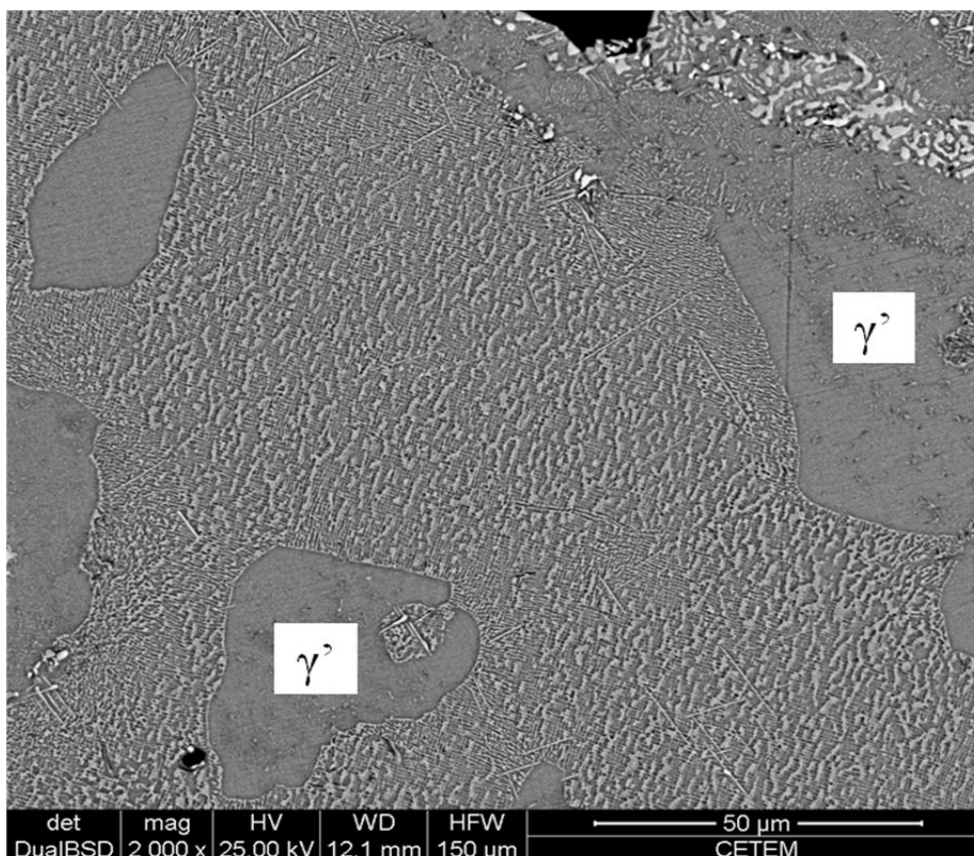


Figura 20 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando as placas de  $\gamma'$  sem a presença dos canais de  $\gamma$ .

Nas micrografias das amostras (figuras 21 e 22) observa-se melhor as formações de  $\gamma$  e  $\gamma'$  (morfologia cuboidal). Observa-se o aparecimento de uma fase de morfologia acicular, que de acordo com a literatura esta fase pode corresponder à fase  $\sigma$ , que aparece em amostras com longo tempo de exposição a altas temperaturas.

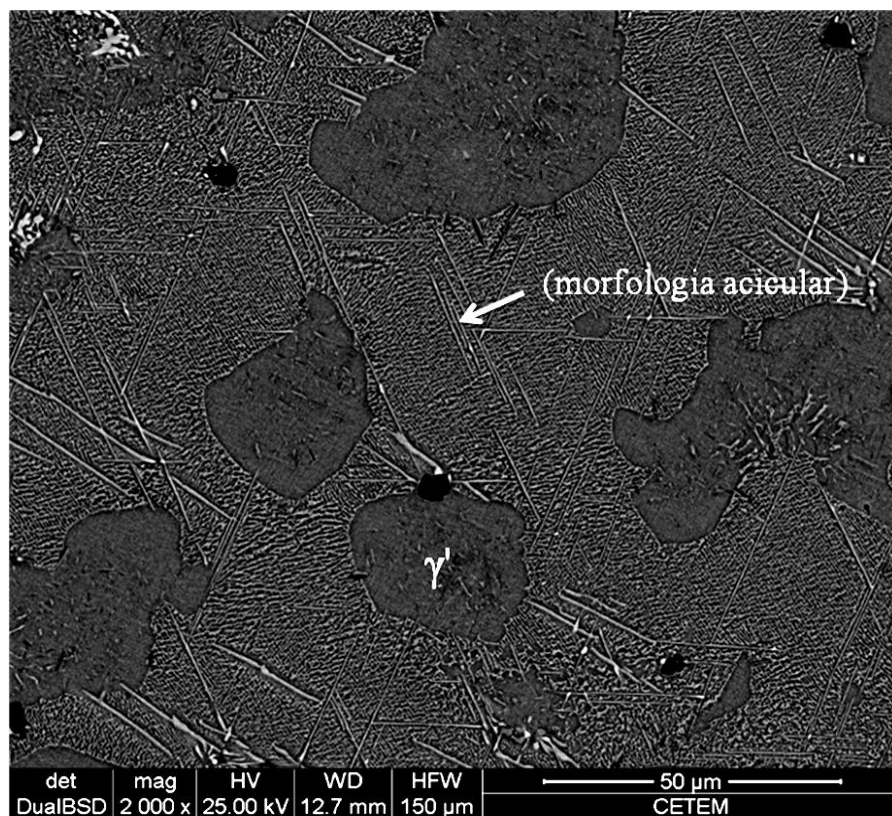


Figura 21 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando fase de morfologia acicular.

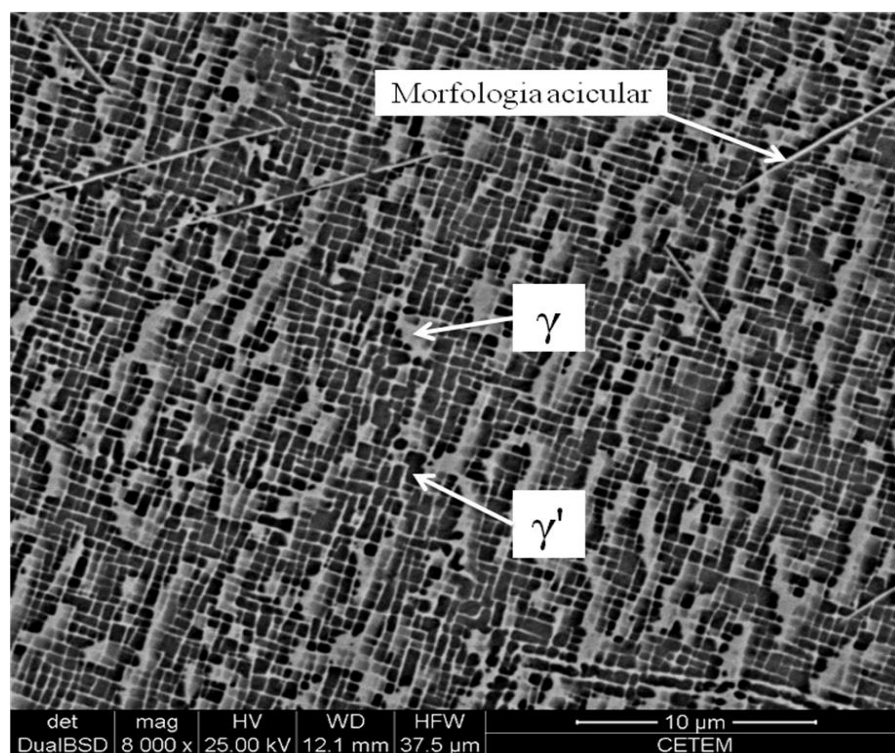


Figura 22 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 500 h, mostrando as fases  $\gamma$ ,  $\gamma'$  e fase de morfologia acicular, possivelmente fase sigma ( $\sigma$ ).

## 5.5 AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 1000 H

Na micrografia da amostra (figura 23) nota-se a presença das placas da fase  $\gamma'$  e boretos nos contornos de grãos, ocorrendo também o aumento da quantidade da fase de morfologia acicular, já a fração dos precipitados cuboidais da fase  $\gamma'$  diminuem, pois sofrem coalescimento iniciando a formação de canais, mostrado na figura 24.

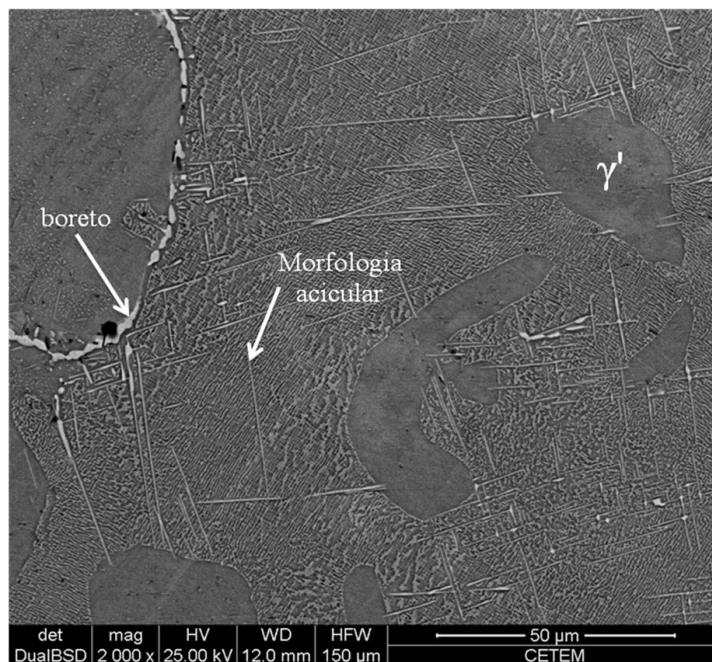


Figura 23 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 1000 h, mostrando as fases  $\gamma'$ , boreto e fase de morfologia acicular.

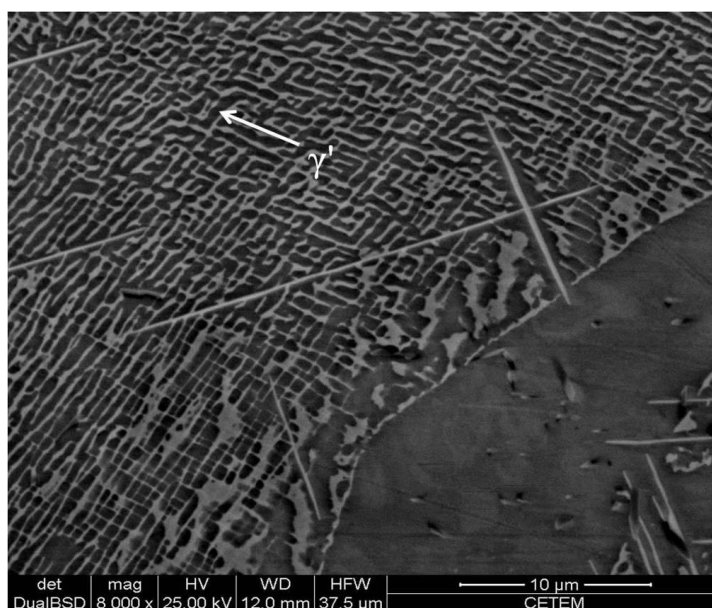


Figura 24 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 1000 h, mostrando o coalescimento da fase  $\gamma'$ .

## 5.6 AMOSTRA B1914 TRATAMENTO DE 2000 H

A microestrutura da superliga B1914 com tratamento de térmico com duração de 2000 h é apresentada na figura 25. A morfologia é bem próxima do material com tratamento de 1000 h. Entretanto, pode ser observado na figura 26, que a quantidade da fase de morfologia acicular sofre um aumento se tornando mais grossas em relação amostra com tratamento térmico de 1000 h. De acordo com o cálculo (figura 27) e o mapeamento realizado, figura 28, observa-se que na região de morfologia acicular os elementos predominantes são cromo, níquel, cobalto e molibdênio; associado com a morfologia acicular já identificada na literatura sugere-se que seja a fase  $\sigma$ .

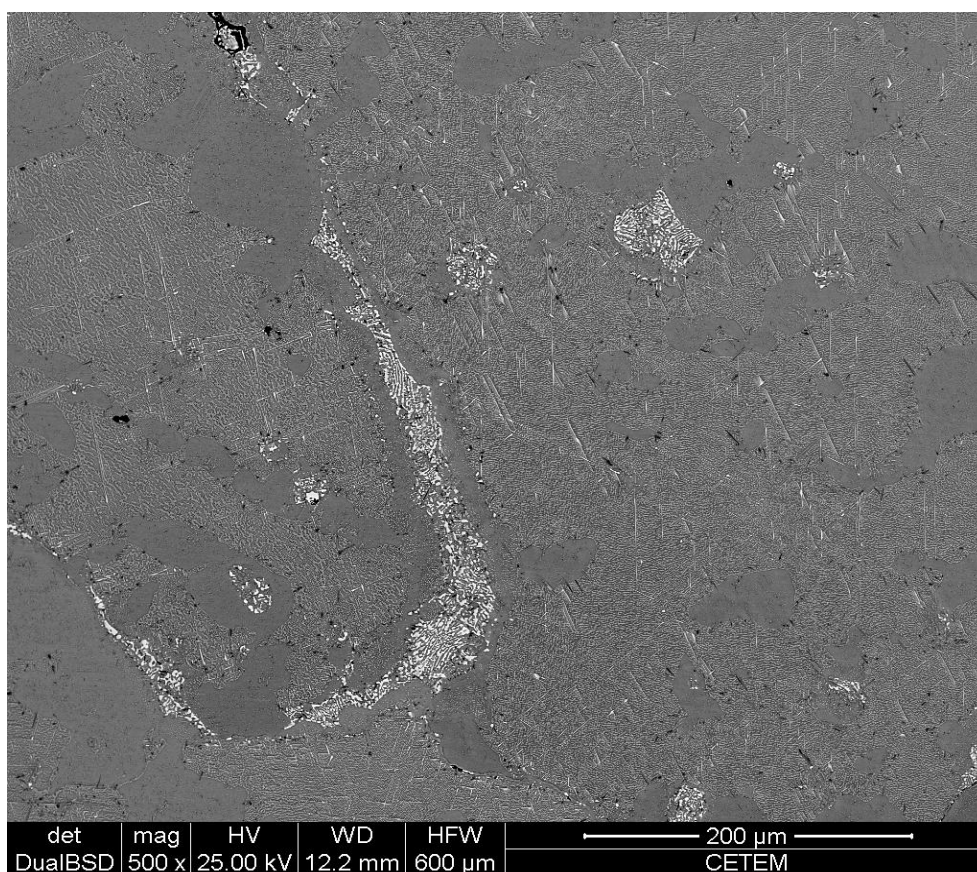


Figura 25 - Micrografia obtida via MEV da liga B1914 após tratamento térmico a 900°C por 2000 h.

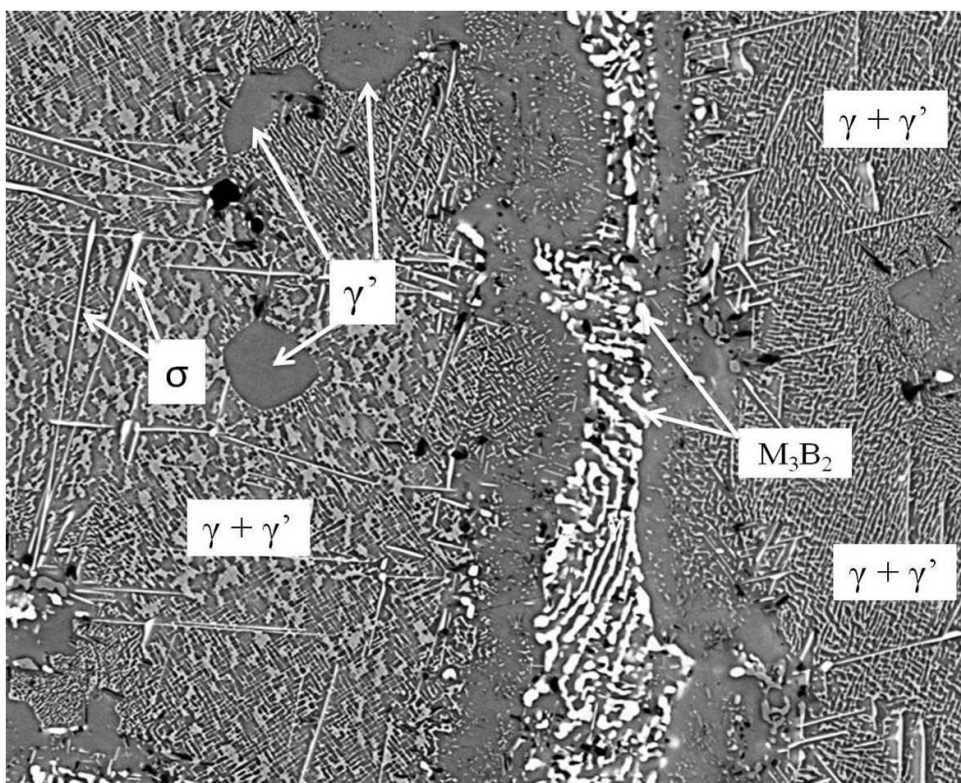


Figura 26 - Região da amostra B1914 com tratamento térmico a 900°C por 2000h utilizada para mapeamento EDS dos elementos

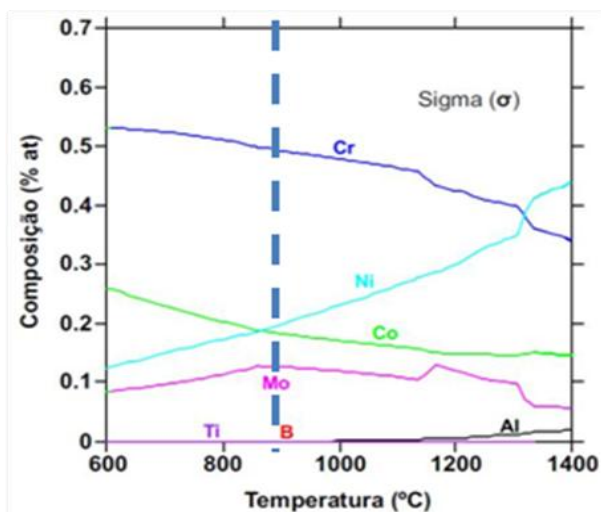


Figura 27 - Cálculo da composição química (%at.) em função da temperatura da fase sigma ( $\sigma$ ) da superliga B1914.

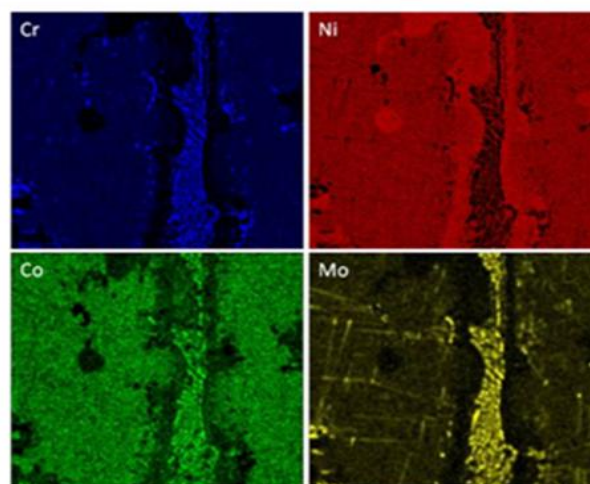


Figura 28 - Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra B1914 com tratamento térmico de 900°C por 2000 h.

## 5.7 CÁLCULOS TERMODINÂMICOS INCONEL 718

O resultado do cálculo mostrado na figura 29 assinala que a solidificação da superliga Inconel 718 se inicia com a precipitação da fase  $\gamma$  que ocorre em torno de 1350°C, seguido da precipitação do carbeto MC a 1280°C. A temperatura inicial de precipitação da fase  $\gamma''$  ocorre em torno de 940°C e sua fração aumenta com o decréscimo da temperatura. Conforme cálculo a fase  $\gamma'$  inicia sua precipitação por volta de 860°C e sua fração aumenta consideravelmente com a redução da temperatura. Em torno de 800°C é previsto o início da precipitação da fase sigma, coexistindo a 700°C com as fases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  e MC. O cálculo também prevê a precipitação do carbeto  $M_{23}C_6$  a 670°C que ocorre após a dissolução do carbeto MC. Nota-se a ausência da fase  $\delta$ , que se trata de uma fase estável, e que seu aparecimento não ocorrerá nos cálculos em condições de equilíbrio. Esta fase se forma em tratamentos com longo tempo de exposição e em elevadas temperaturas.

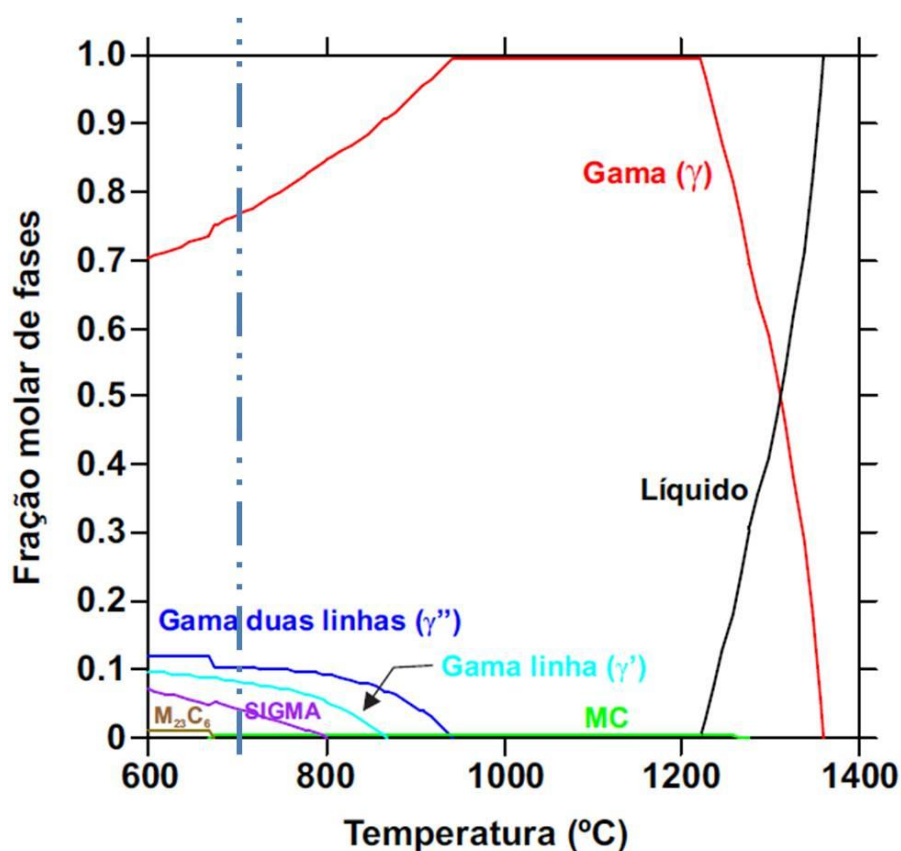


Figura 29 - Cálculo da fração (%at) das fases em função da temperatura (1400 °C – 600 °C) para superliga Inconel 718.

Por meio dos cálculos baseados nas fases da superliga Inconel 718 foram identificadas as porcentagens atômicas de cada elemento na condição de solidificação no equilíbrio. A figura 30 mostra os cálculos das composições em porcentagem atômica dos elementos destas fases, destacando-se os seus principais elementos constituintes. Estes cálculos indicam para fase  $\gamma$ , figura 30a, a presença relevante dos elementos níquel, ferro e cromo e em quantidades menores os demais elementos; para a fase  $\gamma'$  os constituintes principais são níquel, titânio, nióbio e alumínio, além da presença de uma menor quantidade de ferro, molibdênio, cobalto e cromo, conforme mostrado na figura 30b. A figura 30c representa o cálculo da fase  $\gamma''$  que é composta basicamente de níquel e nióbio, com menores quantidades de titânio, os carbeto MC nesta superliga são compostos essencialmente de nióbio e titânio (Nb,Ti)C conforme calculado na figura 30d. A fase  $\sigma$  é composta de cromo com níquel, ferro e molibdênio em proporções similares, indicando a forma  $\text{Cr}(\text{Ni,Fe,Mo})$ , cálculo representado na figura 30e. A composição do carbeto  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  é identificada na figura 30f, que tem como constituição principal o elemento cromo, além de quantidades menores de molibdênio, níquel e ferro.

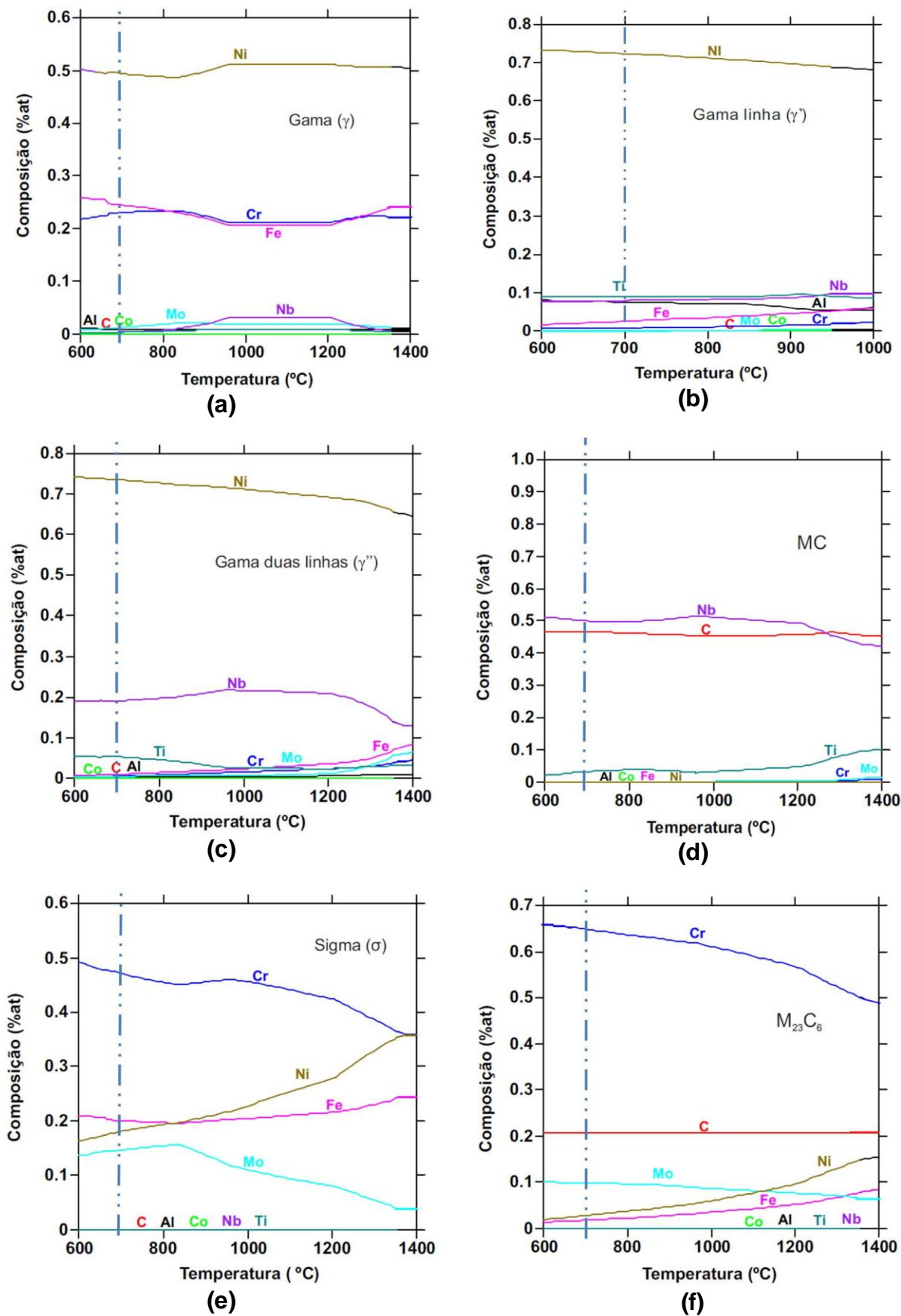


Figura 30 - Cálculo da composição química (%at) em função da temperatura das fases (a)  $\gamma$ ; (b)  $\gamma'$ ; (c)  $\gamma''$ ; (d) carbeto MC; (e) Sigma  $\sigma$  e (f) carbeto  $M_{23}C_6$  da superliga Inconel 718.



## 5.8 AMOSTRA INCONEL 718 NO ESTADO BRUTO DE FUSÃO

Utilizando o recurso do mapeamento EDS na região da amostra apresentada na figura 31, observa-se melhor a concentração dos elementos. Na figura 32 observa-se na região mais clara a presença rica dos elementos nióbio, molibdênio e titânio. Na região mais escura são encontrados em quantidades representativas o ferro, cromo e níquel. Segundo WANG *at* [21] na solidificação, os elementos de liga são distribuídos entre o líquido e o sólido. Os elementos eletropositivos como Nb, Mo e Ti tendem a permanecer no líquido e formar as regiões interdendríticas, já os elementos eletronegativos Fe e Cr, tendem a se concentrar na parte sólida formando a região dendrítica.

Na região interdendrítica encontra-se outras duas fases de morfologias diferentes, mas de composição rica dos elementos nióbio e molibdênio. Associando a morfologia e a composição dos elementos, encontrado também na literatura, sugere-se que estejam presentes os carbeto e a fase laves.

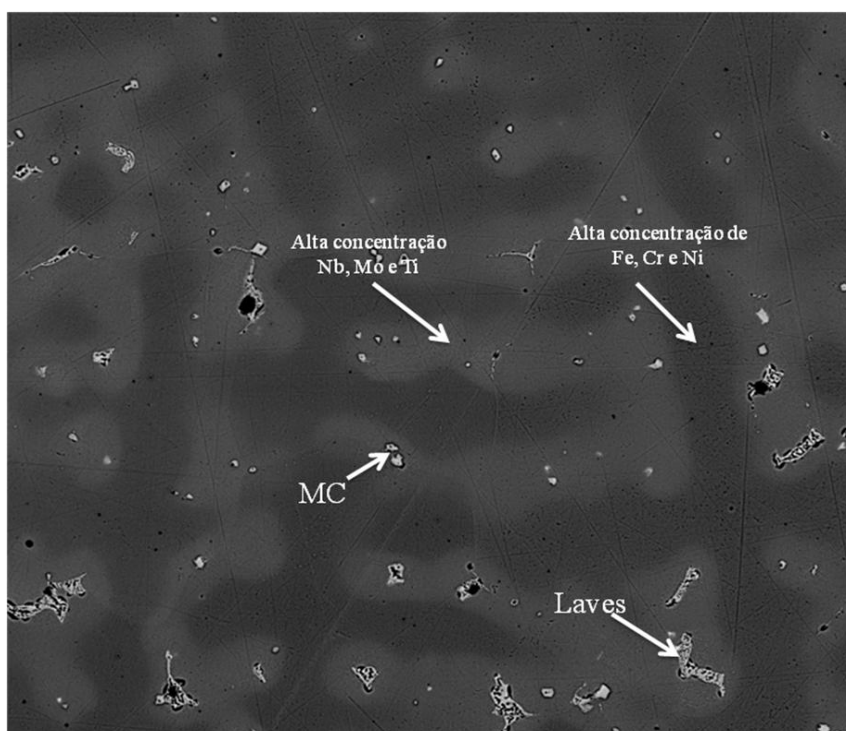
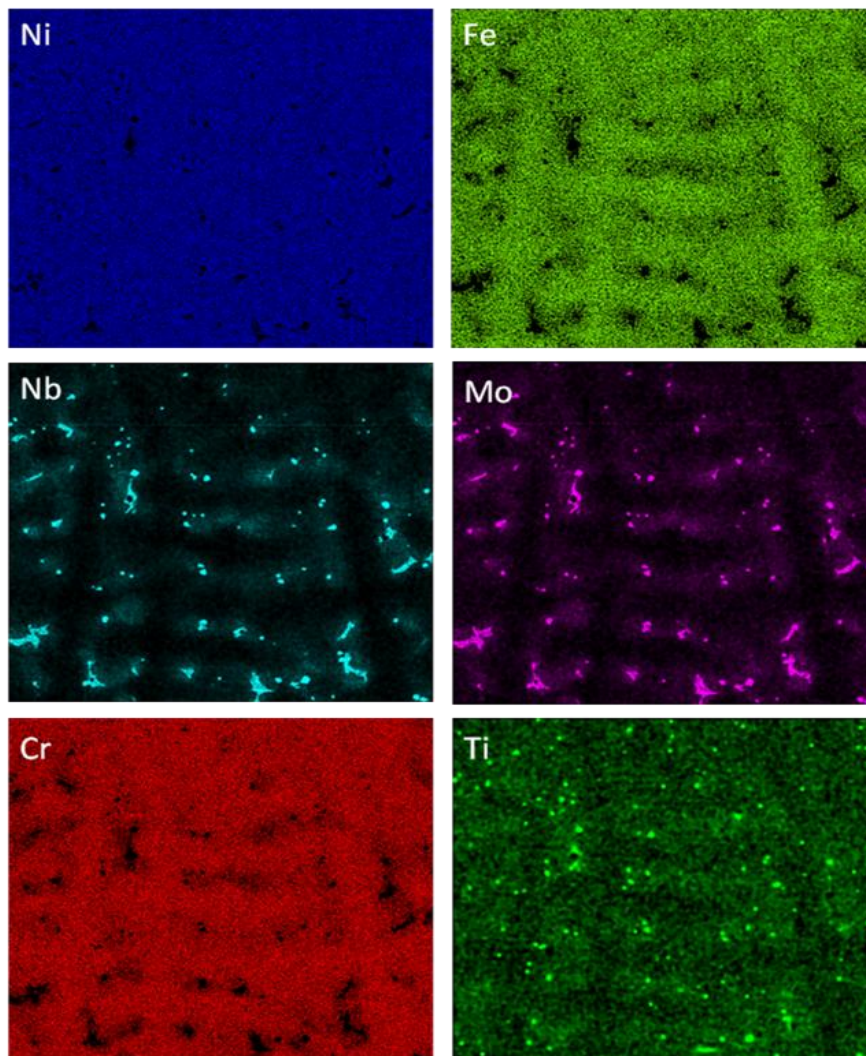
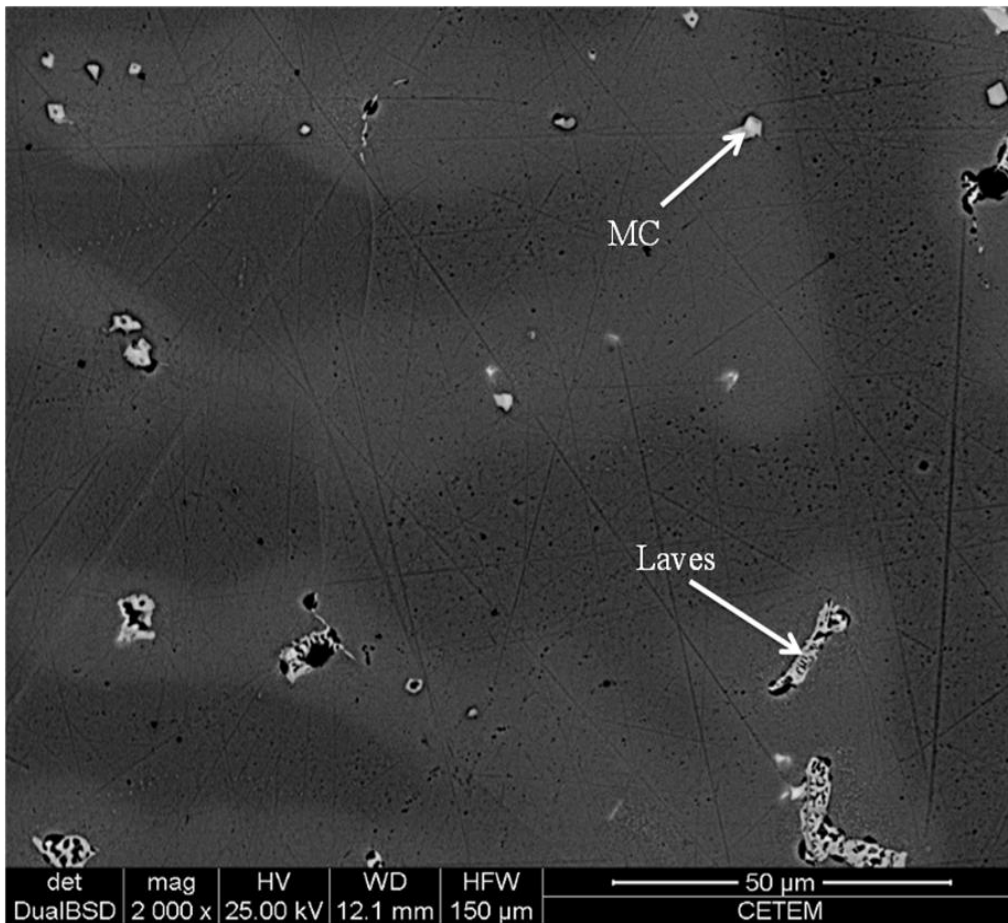


Figura 31 - Região da amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão utilizada para mapeamento EDS dos elementos



**Figura 32 - Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão**

A figura 33 mostra a presença dos carbeto e da fase Laves. De acordo com WANG *at* [21], na solidificação da liga Inconel 718 a fase Laves pode se formar nas regiões interdendríticas, principalmente quando a concentração de nióbio é alta, por volta de 5 % em peso, e não deve estar presente após tratamento de solubilização. Os cálculos termodinâmicos na condição de resfriamento em equilíbrio realizados não preveem a formação da fase Laves, entretanto pelo cálculo do modelo Scheil-Gulliver aponta a presença desta fase.



**Figura 33 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 no estado bruto de fusão, mostrando o carbeto MC e fase Laves.**

Na figura 34 a curva colorida apresenta o cálculo da fração molar de sólido em função da temperatura utilizando o modelo de Scheil-Gulliver e a linha preta mostra o cálculo para condições de equilíbrio. Neste cálculo pode-se observar a presença da fases Laves não identificada durante os cálculos em condição de equilíbrio.

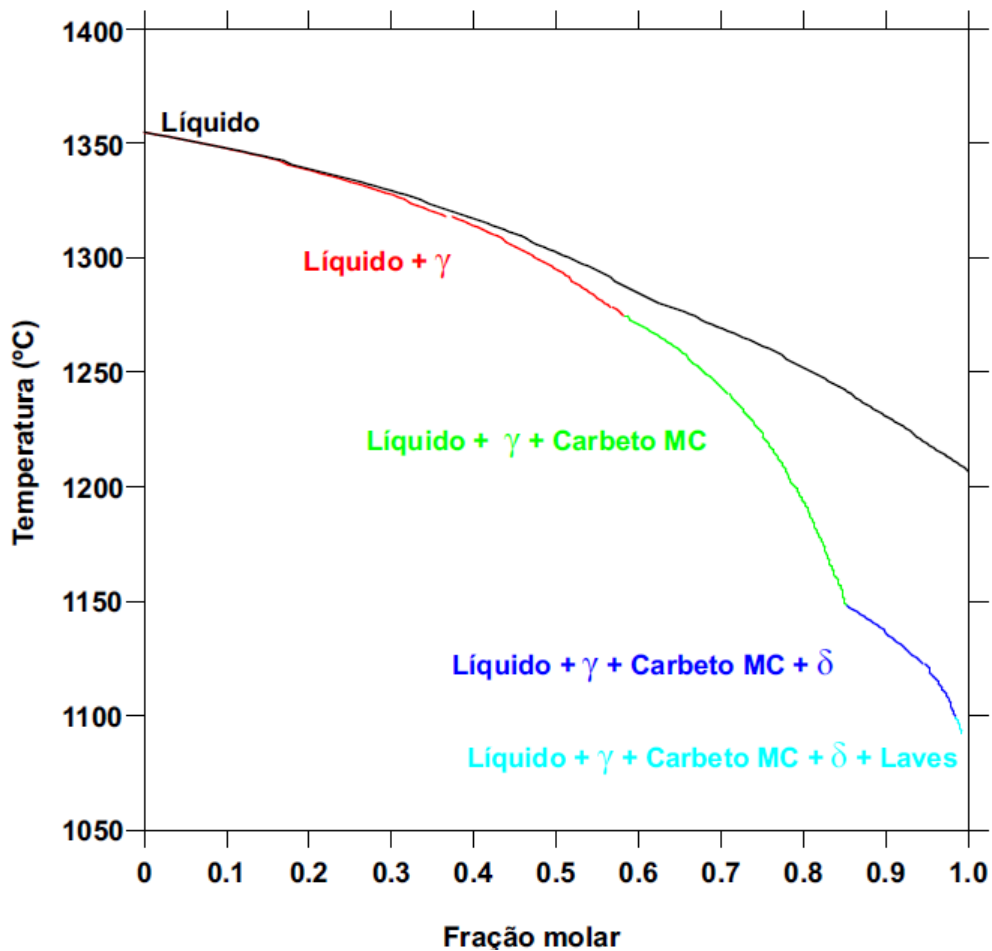


Figura 34 - Cálculo Fração molar de sólido em função da temperatura para o Inconel 718. Simulação pelo modelo de Scheil-Gulliver: linha colorida e condições de equilíbrio: Linha preta

## 5.9 AMOSTRA INCONEL 718 NO ESTADO SOLUBILIZADA

A figura 35 mostra a micrografia da liga Inconel 718 após tratamento de solubilização. Com o aquecimento do material no estado bruto de fusão até a temperatura de 1260°C, observa-se que fase Laves foi dissolvida, sendo apenas visíveis os carbeto MC. A distribuição entre as regiões dendríticas e interdendríticas, observado na amostra no estado bruto de fusão, ainda permanecem na amostra solubilizada. Entretanto em relação a amostra bruta de fusão ocorreu aumento significativo dos carbeto MC.

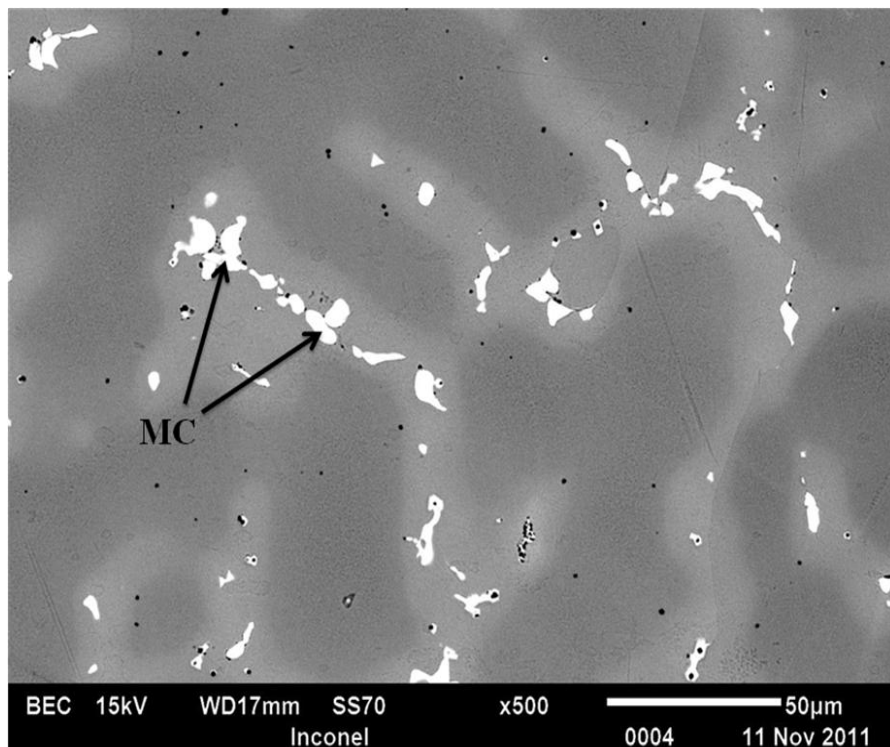


Figura 35 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento de solubilização, mostrando os carbeto MC.

#### 5.10 AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 500 H

A microestrutura da superliga Inconel 718 com tratamento térmico de 700°C por 500 h é mostrada na figura 36. Com este período de tratamento térmico os precipitados das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  não apresentam dimensões detectáveis via a técnica de MEV devido ao seu tamanho ser geralmente menor que 20 nm conforme citado por SANTOS [22]. Nota-se nos contornos de grãos a formação da fase delta e a presença de carbeto conforme apresentado na figura 37. A distribuição dos elementos, principalmente do nióbio, torna-se mais uniforme; a estrutura dendrítica e as regiões mais claras e escuras observadas anteriormente nas amostras nos estados bruto de fusão e solubilizada não são mais identificadas.

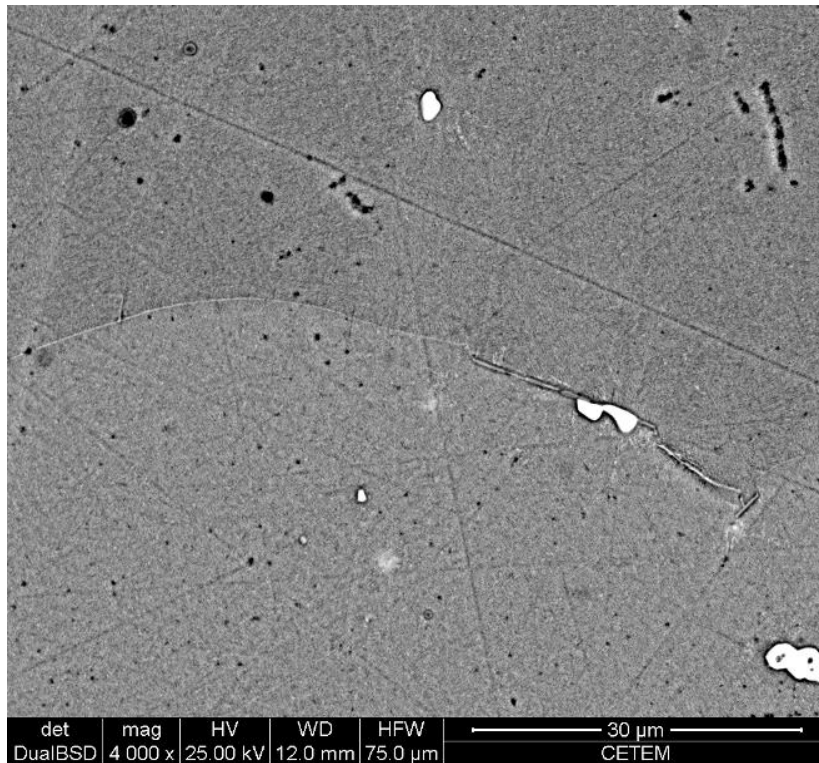


Figura 36 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 500 h.

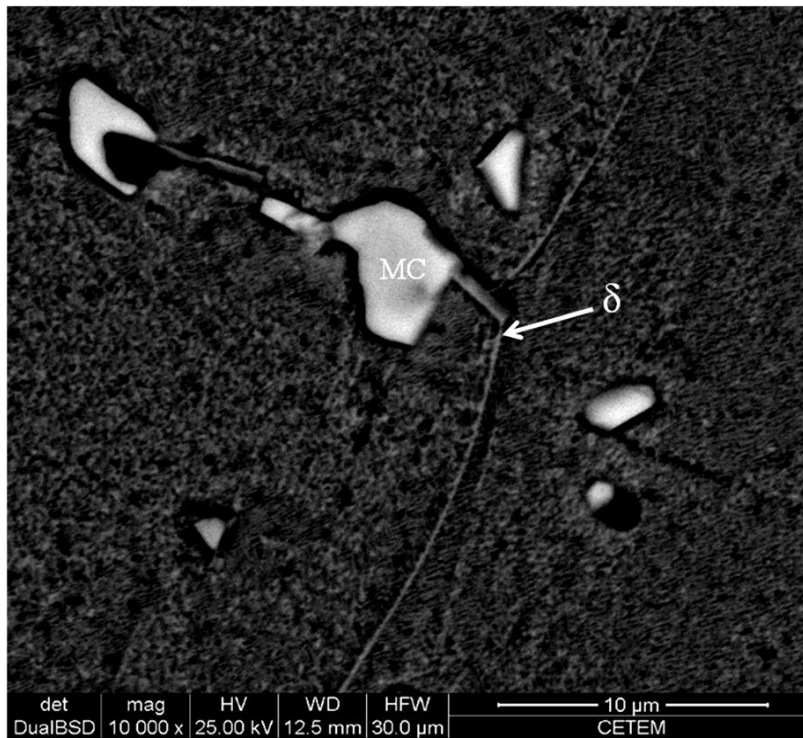


Figura 37 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 500 h, mostrando o carbeto MC e formação fase delta no contorno de grão.

### 5.11 AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 1000 H

A amostra com tratamento térmico de 1000 h foi caracterizado pelo engrossamento nos contornos de grãos da fase  $\delta$ . A figura 38 apresenta formações muito finas de precipitados de morfologia acicular próxima ao contorno de grão, que de acordo com a literatura pode ser a fase  $\delta$ , mas que em função dos métodos de análises utilizados neste trabalho não permitem afirmar, pois existe outra fase (sigma) de morfologia acicular prevista nos cálculos realizados. Para se certificar da fase presente seria necessário realizar análise por meio de MET.

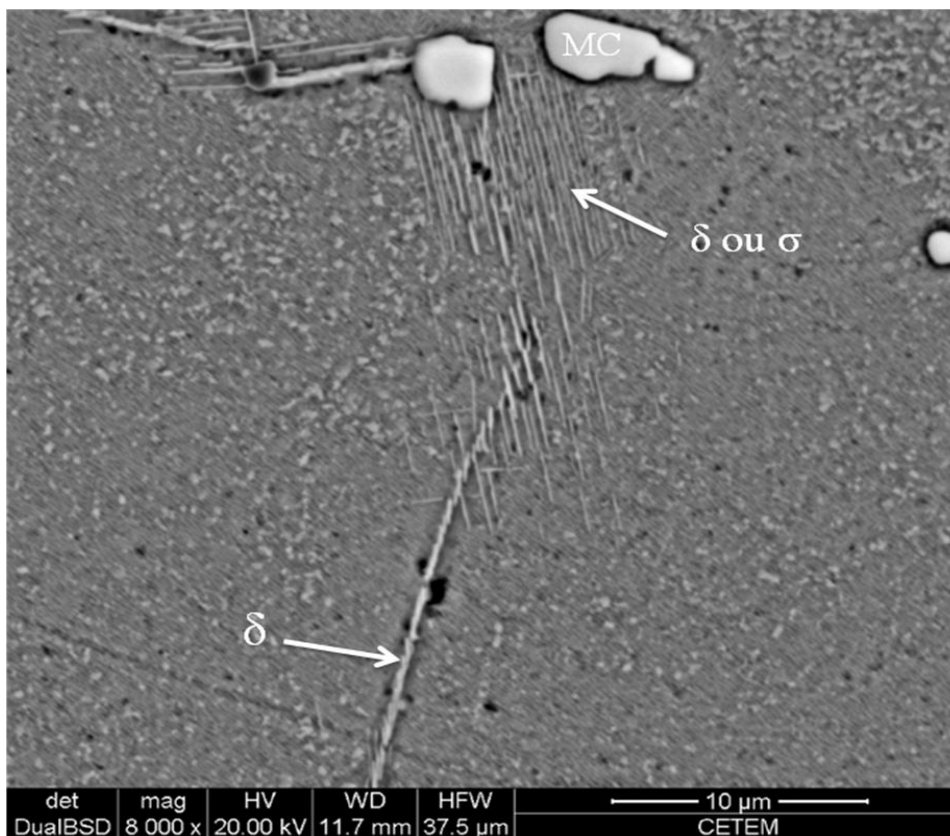


Figura 38 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 1000 h, mostrando o carbeto MC, a fase delta e fase de morfologia acicular podendo ser delta ou sigma.

## 5.12 AMOSTRA INCONEL 718 TRATAMENTO DE 2000 H

A figura 39 apresenta a micrografia da amostra após tratamento 700°C por 2000 h. A imagem apresenta uma estrutura homogênea, destacando os carbetos MC distribuídos na matriz.

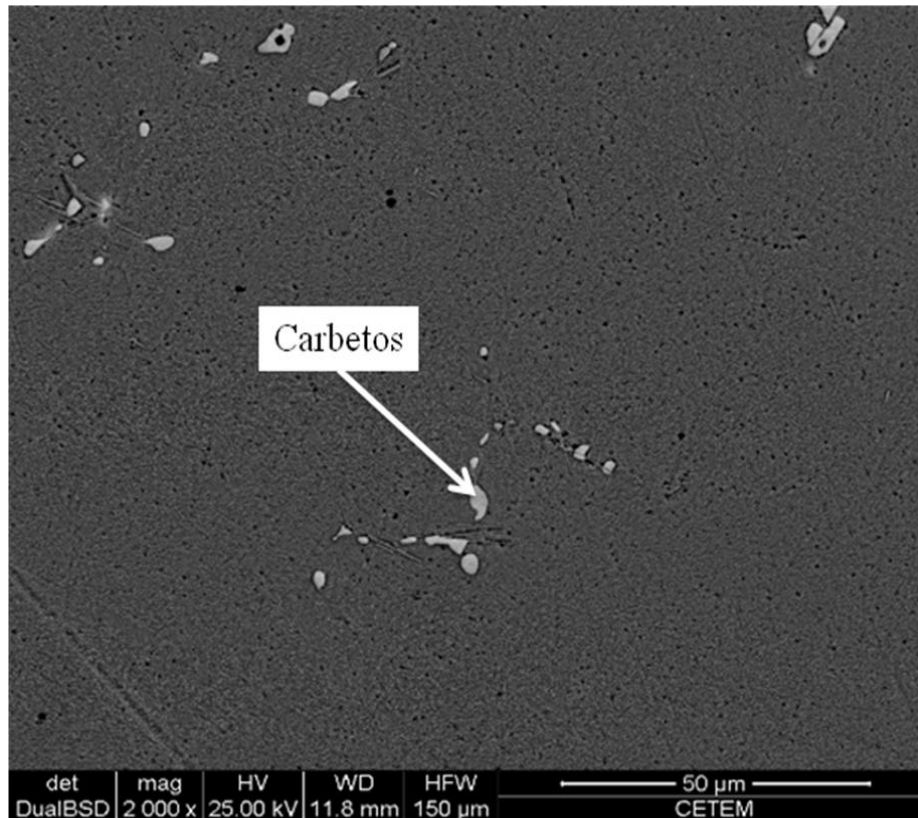


Figura 39 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando os carbetos.

Após 2000 h, observa-se a precipitação da fase  $\delta$  com partículas de morfologia de plaquetas principalmente nas regiões de contornos de grão, identificado também na literatura por VALLE [3], e mostrado na figura 40.



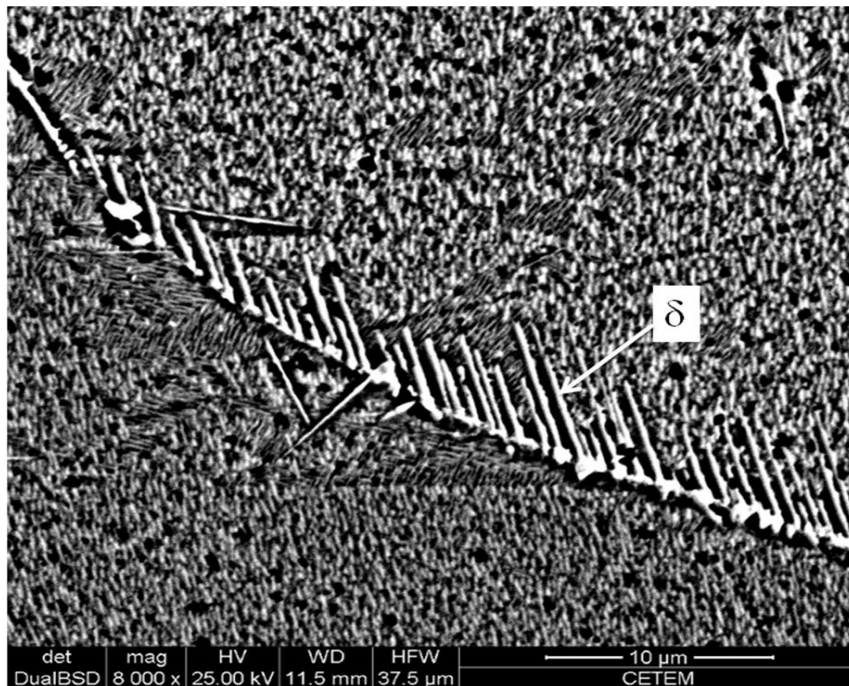


Figura 40 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando a fase delta em morfologia de plaquetas próximo ao contorno de grão.

Na figura 41 é apresentada imagem obtida da amostra com tratamento por 2000 h, identificando o carbeto MC e a fase delta

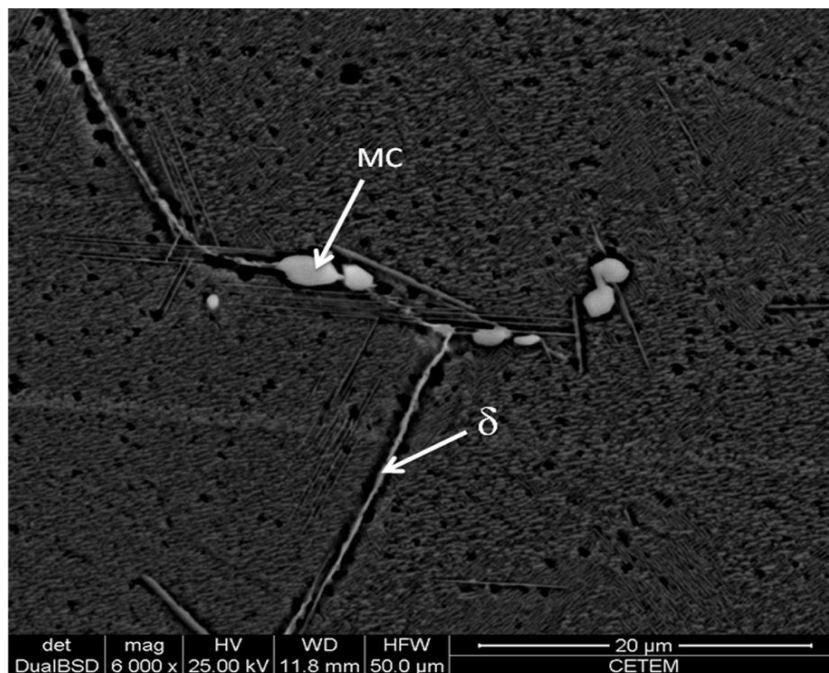


Figura 41 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando o carbeto MC e fase delta nos contornos de grãos.

## 6 CONCLUSÕES

Os resultados da caracterização microestrutural das superligas à base de níquel Inconel 718 e B1914 tratadas termicamente por longos tempos de exposição a altas temperaturas e da simulação termodinâmica utilizando software baseado no método Calphad, permite concluir:

### B1914

A microestrutura bruta de fusão apresenta a formação de regiões dendríticas da fase  $\gamma$  com a presença de precipitados de  $\gamma'$  de morfologia cuboidal e a formação de placas grosseiras da fase  $\gamma'$  de morfologia elipsoidal observada na região interdendrítica. Observou-se também a presença do eutético composto pela fase  $\gamma$  e o boreto  $M_3B_2$ , composto principalmente por cromo e molibdênio. Após tratamentos de solubilização e térmico com exposição na temperatura de 900°C por 500, 1000 e 2000 horas, foi realizado acompanhamento das modificações em sua microestrutura, destacando principalmente na amostra de 500 horas a presença de formações de morfologias aciculares, sugeridas como sendo fase sigma por sua morfologia e presença dos elementos característicos cromo e molibdênio. Na amostra de tratamento de 1000 h, destaca-se o coalescimento dos precipitados cuboidais de  $\gamma'$  e o aumento da quantidade da fase sigma e as imagens obtidas das amostras com tratamento térmico durante 2000 horas destaca-se o engrossamento das partículas da fase sigma.

Os cálculos termodinâmicos realizados indicam uma sequencia de precipitação de fases (indicaram a presença das fases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ , boreto  $M_3B_2$  e fase sigma) e a composição química das fases em função da temperatura muito próxima dos resultados obtidos experimentalmente.

## Inconel 718

A microestrutura bruta de fusão da superliga Inconel 718 apresenta estrutura de solidificação dendrítica com concentração rica em Fe, Cr, Ni e uma região interdendrítica rica em Nb, Mo e Ti. Além das regiões com formação dos precipitados de  $\gamma'$  e  $\gamma''$  distribuídos pela matriz  $\gamma$ , a presença dos carbeto e da fase Laves prevista no cálculo utilizando o modelo Scheil-Gulliver. As modificações importantes ocorridas após os tratamentos foram a dissolução da fase Laves e aumento dos carbeto após o tratamento de solubilização, o início da formação da fase delta nos contornos de grão da amostra com tratamento de 500 h, o surgimento de uma fase fina de morfologia acicular próximo ao contorno de grão, que não foi possível afirmar se são da fase delta ou sigma, na amostra de tratamento de 1000 horas e aumento significativo da fase delta nos contornos de grãos da amostra de 2000 horas.

Comparando os cálculos realizados, que preveem a presença das fases  $\gamma$ ,  $\gamma'$ ,  $\gamma''$ ,  $\delta$ ,  $\sigma$  e do carbeto MC, com a caracterização microestrutural das amostras, não foi possível garantir que a fase  $\sigma$  esteja presente, principalmente pelo tamanho pequeno das partículas da fase e a impossibilidade de identificação pelos métodos de análises aplicados neste trabalho. Por isso, recomenda-se para trabalhos futuros a realização de análises de MET, difração de elétrons para identificar melhor as fases presentes na Inconel 718.

De uma forma geral, os resultados experimentais apresentados foram bastante consistentes com os cálculos realizados. Desta maneira, pode-se concluir que a base de dados utilizada, na faixa de temperatura testada, pode ser utilizada como ferramenta auxiliar no desenvolvimento de novas ligas à base de níquel e seus processos de fabricação.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [1] CAMPBELL, F.C. Manufacturing Technology for Aerospace Structural Materials. Elsevier Science & Technology, 2006. 600p. ISBN 9781856174954.
- [2] REED, R.C. The Superalloys: Fundamentals and Applications. New York: Cambridge University Press, 2006. 372 p. ISBN 0521859042.
- [3] VALLE, L. C. M. Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718. Dissertação de M.Sc. Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 2010.
- [4] COSTA, A. M. S. Processamento, caracterização microestrutural e mecânica da superliga B1914. Dissertação de M.Sc., Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo, Lorena, Brasil, 2009.
- [5] SPENCER, P.J. A brief history of CALPHAD, Calphad, Vol. 32, p. 1-8, 2008.
- [6] ZHAO, J.C.; HENRY, M.F. The thermodynamic prediction of phase stability in multicomponent superalloys. JOM, p.37-41, 2002.
- [7] MARTINSSON. A. Ageing Influence on Nickel-based Superalloys at Intermediate Temperatures (400–600°C) p. 20. Department of Applied Physics and Mechanical Engineering Division of Engineering Materials. Luleå University of Technology. 2006.
- [8] SUPERALLOYS: a primer and history. Produzido por R. Bowman. Disponível em:<<http://www.tms.org/Meetings/Specialty/Superalloys2000/SuperalloysHistory>>. Acesso em: 10 de novembro 2010.
- [9] Nickel based superalloys. Produzido por H. K. D. H. Bhadeshia. Disponível em: <<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/superalloys>>. Acesso em: 10 Out. 2011.
- [10] RADAVIDICH, J.F. The physical metallurgy of cast and wrought alloy 718, Superalloy 718 - Metallurgy and Applications, TMS. p. 229-240. 1989.
- [11] DURAND-CHARRE, M. The Microstructure of Superalloys. CRC Press, 1997. ISBN 9056990977.

- [12] 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, p.584-591, 2007.
- [13] DAVIS, J.R. *ASM SPECIALTY HANDBOOK Heat Resistant Materials* 2nd ed. ASM Internacional, 1997. p. 224. ISBN 0871705966.
- [14] SANTOS, I. A. *Caracterização de uma Superliga de Níquel sob Temperaturas Elevadas*. Dissertação de M.Sc, Universidade de São Paulo, USP, Brasil, 1993.
- [15] MEDEIROS, N.; LINS, J.F.C. *Evolução microestrutural da superliga Inconel 718 após envelhecimento a 750°C*. In: XVII Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu, 2006.
- [16] THOMPSON, R. G., RADHAKRISHNAN, B., MAYO, D.E. *Intergranular Liquid Formation, Distribution, and Cracking in the HAZ of Alloy 718 Welds. Superalloy 718 -Metallurgy and Applications*, TMS. p. 437-455. 1989.
- [17] MATZ, J.E.; EAGAR, T.W. *Carbide Formation in Alloy 718 during Electron-Beam Solid Freeform Fabrication*. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS*. vol. 33A, p. 2559-2567. 2002.
- [18] PETRONIĆ, S. MILOSAVLJEVIĆ, A., *Heat Treatment Effect on Multicomponent Nickel Alloys Structure*. p.189-193 Vol. 35, No 4, 2007.
- [19] DURBER, G.L.R; HAMMERSLEY, C.A. *Production experience with the boron modified nickel high temperature casting alloys*. *Metallurgia*, p.628-633, 1979.
- [20] 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.
- [21] WANG L., DONG, J., LIU, L., ZHANG, L. *Solute redistribution and Rayleigh number in the mushy zone during directional solidification of Inconel 718*.
- [22] 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, UFRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 2009.
- [23] NICKEL-BASE superalloys group, University of Cambridge. Disponível em: <<http://www.msm.cam.ac.uk/UTC/projects/>>. Acesso em: 19 de março 2009.
- [24] THERMO-CALC software. Disponível em: <<http://www.thermocalc.se>> Acesso em: 15 de janeiro 2011.

[25] Physical metallurgy and microstructure of superalloys. Produzido por R. C. Reed. Disponível em: <<http://iweb.tms.org/forum/>>. Acesso em: 10 de novembro 2010.