

## Superliga Inconel-718: Caracterização microestrutural e validação da base de dados termodinâmicos

### *Superalloy Inconel-718: Microstructural characterization and validation of the thermodynamic database*

Fábio Luiz da Veiga<sup>1</sup>

Maria Ismênia Sodero Toledo Faria<sup>1,2</sup>

Gilberto Carvalho Coelho<sup>1,3</sup>

Artigo  
Original

Original  
Paper

#### Palavra-chave:

Inconel 718

Tratamento térmico

Microestrutura

Fases

#### Resumo:

Neste trabalho foi realizada a validação da base de dados para superligas à base de níquel através da comparação de dados termodinâmicos calculados e caracterização microestrutural da superliga Inconel 718. O material adquirido no estado bruto de fusão foi tratado termicamente inicialmente para solubilização das fases secundárias na matriz seguido de tratamento na temperatura de 700 °C durante os períodos de 500, 1000 e 2000 horas com objetivo deixar a microestrutura do material próxima a condição de equilíbrio termodinâmico. Os cálculos termodinâmicos em equilíbrio mostraram que na superliga Inconel 718 as fases predominantes são gama duas linhas ( $\gamma''$ ) e gama linha ( $\gamma'$ ). Com aumento do tempo de tratamento térmico o cálculo prevê a 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 os cálculos termodinâmicos conclui-se que a base de dados pode ser utilizada como ferramenta auxiliar no desenvolvimento de novas ligas à base de níquel e seus processos de fabricação.

#### Abstract

*This work was performed in order to validate the database for the nickel base superalloy by comparing thermodynamic database calculated and structural characterization of the superalloy INCONEL 718. The materials were got as cast structure, was initially heat treated for solubilization of secondary phases in the matrix followed by treatment at 700 °C for periods of 500, 1000 and 2000 hours in order to leave the microstructure of the material near equilibrium condition thermodynamic and it were realized heat treatment at 700 °C during 500, 1000 and 2000 hours in order to get the material microstructure close to the thermodynamic equilibrium. The thermodynamic equilibrium calculations showed that the predominant phases consists mostly through gamma double prime ( $\gamma''$ ) and gamma prime ( $\gamma'$ ). After increase the heat treatment soaking time, it was found dissolution of  $\gamma''$  phase in the delta phase ( $\delta$ ), moreover, it was found the presence of MC carbide in less quantity. With the results obtained using the SEM analysis and the comparison with thermodynamical calculations concluded that the database used can be used as auxiliary tool in the development of new nickel-based alloys and their manufacturing processes*

#### Keywords:

*Inconel 718*

*Heat-treatment*

*Microstructure*

*Phases*

<sup>1</sup> Centro Universitário de Volta Redonda – UNIFOA, Volta Redonda, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>2</sup> Centro Paula Souza – Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba, Pindamonhangaba, São Paulo, Brasil.

<sup>3</sup> Universidade de São Paulo – USP, DEMAR - ELL, Lorena, São Paulo, Brasil.

## 1. Introdução

As superligas foram desenvolvidas para uso em aplicações em altas temperaturas. Apresentam elevada capacidade de manter a resistência à tração, à ruptura, elevado módulo de elasticidade, ductilidade, fadiga térmica e alta resistência à corrosão/oxidação [1,2].

As superligas mais utilizadas são aquelas à base de níquel, ferro e cobalto, com adições de outros elementos de liga, sendo as superligas à base de Ni 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]. 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. 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 [2,4].

Análises microestruturais realizadas na Inconel 718 mostram a presença da fase  $\gamma$ , 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 [5].

Tabela 1 – Fases presentes na liga Inconel 718 e suas características.

FASE	CARACTERÍSTICAS
Matriz $\gamma$	Possui estrutura cristalina CFC e tem como principais elementos de liga na sua composição o cobalto, ferro, cromo, molibdênio e tungstênio [6].
$\gamma'$	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 [7].
$\gamma''$ Ni <sub>3</sub> (Nb,Ta)	É a principal fase endurecedora das ligas 718, 706 e 725 e pode ser observada em ligas ricas em nióbio ou tântalo. Apresenta morfologia de discos alongados coerentes com a matriz $\gamma$ e sua estrutura cristalina é tetragonal [8].
Delta ( $\delta$ )	Apresenta estrutura cristalina ortorrômbica e tem composição química Ni <sub>3</sub> Nb. 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 $\delta$ (Ni <sub>3</sub> Nb) com a morfologia de placas [9]. A fase delta é incoerente com a matriz $\gamma$ e sua formação em grandes quantidades reduz as propriedades mecânicas.

O carbeto MC é formado principalmente pela combinação do carbono com elementos refratários como titânio, tântalo, háfnio e nióbio. Estes carbetos de estrutura CFC são considerados benéficos por aumentar a resistência à fluência em elevadas temperaturas [10]. O carbeto MC é estável, sendo o “M” geralmente Nb e/ou Ti encontram-se distribuídos pela matriz.

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 (FTC), por exemplo, fase Laves,

fase sigma ( $\sigma$ ) ou fase mu ( $\mu$ ). 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 [6]. A fase Laves aparece em morfologia de ilhas e forma-se preferencialmente nas regiões interdendríticas da liga 718 no estado bruto de fusão. A fase Laves encontrada no estado bruto de fusão não deve estar presente após tratamentos de solubilização [7]. A fase sigma apresenta morfologia de agulha, aumenta a fragilidade e tem um efeito negativo sobre as propriedades mecânicas de superligas. Esta fase é formada após exposi-

ção a altas temperaturas ou depois de um longo tempo envelhecimento [10].

O método utilizado para realização dos cálculos termodinâmicos foi CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams). Por meio deste método, 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 [11]. 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, desen-

volvido pela ThermoTech, visando aplicação em superligas à base de níquel.

Este trabalho teve como objetivo caracterizar microestruturalmente a superliga à base de níquel Inconel 718 tratada termicamente por longos tempos de exposição em altas temperaturas, verificar as fases presentes e comparar com os cálculos termodinâmicos realizados utilizando um software baseado no método Calphad. 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. Materiais e Métodos

As amostras foram disponibilizadas no estado bruto de fusão pela empresa de micro-fusão Açotécnica S.A., situada na cidade de Jandira-SP. A tabela 2 mostra a composição química (% peso) da superliga Inconel 718.

Tabela 2 - Composição química porcentagem em peso (%p) das superligas

Liga	Ni	Co	Cr	Al	Ti	Mo	Fe	C	Nb	S	Mn
	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)	(%p)
Inconel 718	52,97	0,02	18,56	0,07	1,95	2,63	Bal	0,04	5,61	0,003	0,01

O tratamento de solubilização realizado inicialmente 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. O tratamento térmico de longa duração (equilíbrio) 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 foram realizados em amostras encapsuladas em tubos de quartzo sob atmosfera de argônio, permaneceram em exposição na temperatura de 700 °C, e retiradas do forno com tempos de 500, 1000 e 2000 horas.

As amostras foram embutidas a quente, lixadas e 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 foi utilizado o reagente Kalling nº 2 (100 ml HCl, 100 ml etanol e 5 gr.  $\text{CuCl}_2$ ).

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada 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.

### 3. Resultados e Discussão

O resultado do cálculo mostrado na figura 1 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. 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.

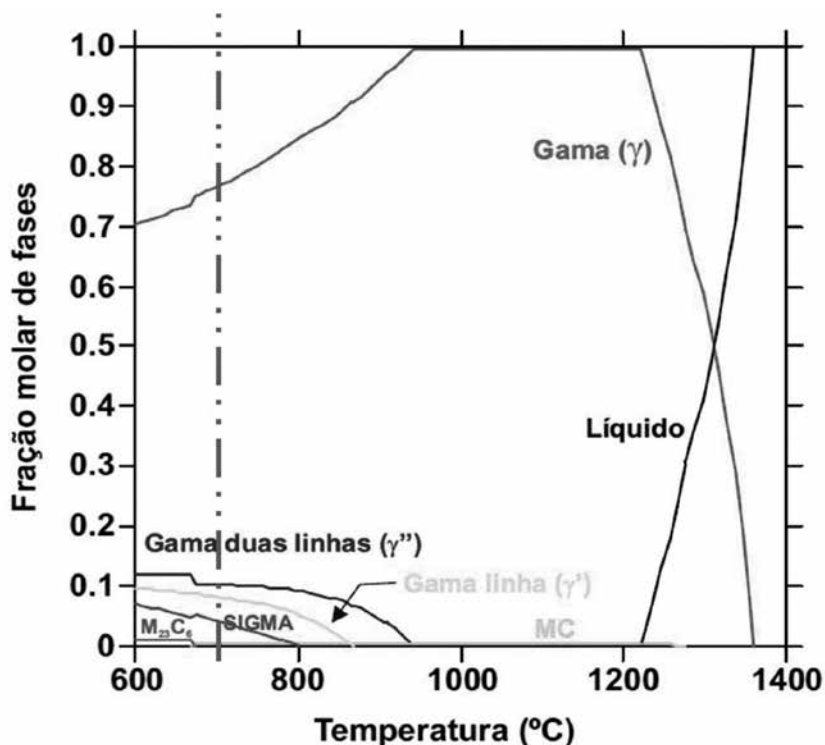


Figura 1 - Cálculo da fração (%at) das fases em função da temperatura (1400 °C – 600 °C) para superliga Inconel 718.

Utilizando o recurso do mapeamento EDS na região da amostra no estado bruto de fusão apresentada na figura 2, observa-se melhor a concentração dos elementos. Na figura 3 observa-se na região mais clara a presença rica dos elementos nióbio, molibdênio e titânio. Na região mais escura são encontrados em quantidades representati-

vas o ferro, cromo e níquel. 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.

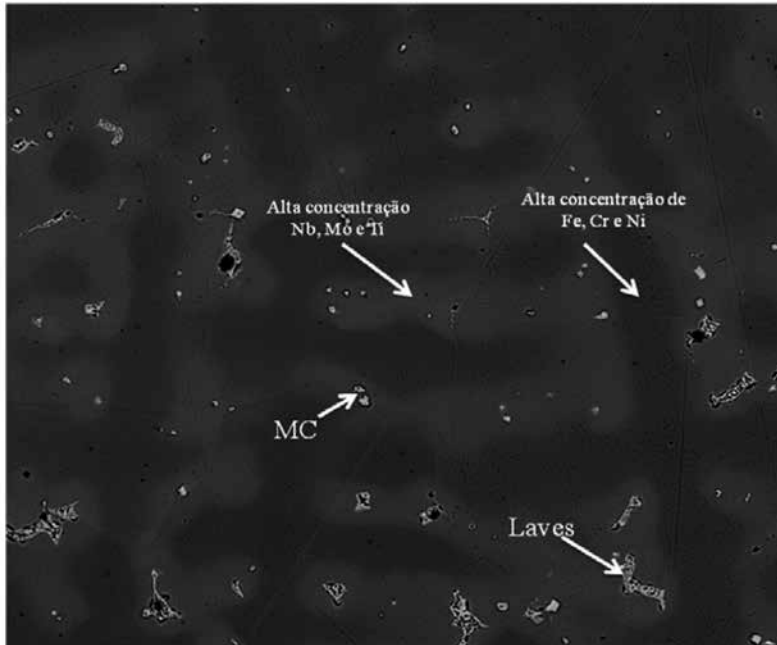


Figura 2 - Região da amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão utilizada para mapeamento EDS dos elementos

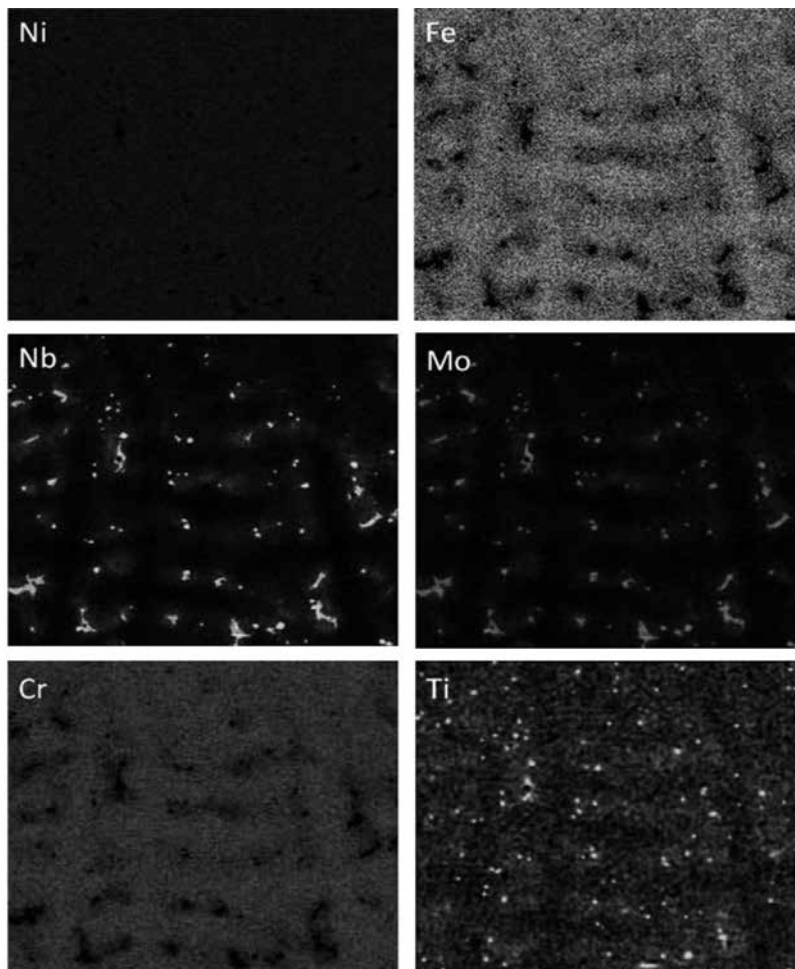


Figura 3 - Mapeamento EDS dos elementos químicos na amostra Inconel 718 no estado bruto de fusão



A figura 4 mostra a presença dos carbeto e da fase Laves. De acordo com Wang at [12], 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.

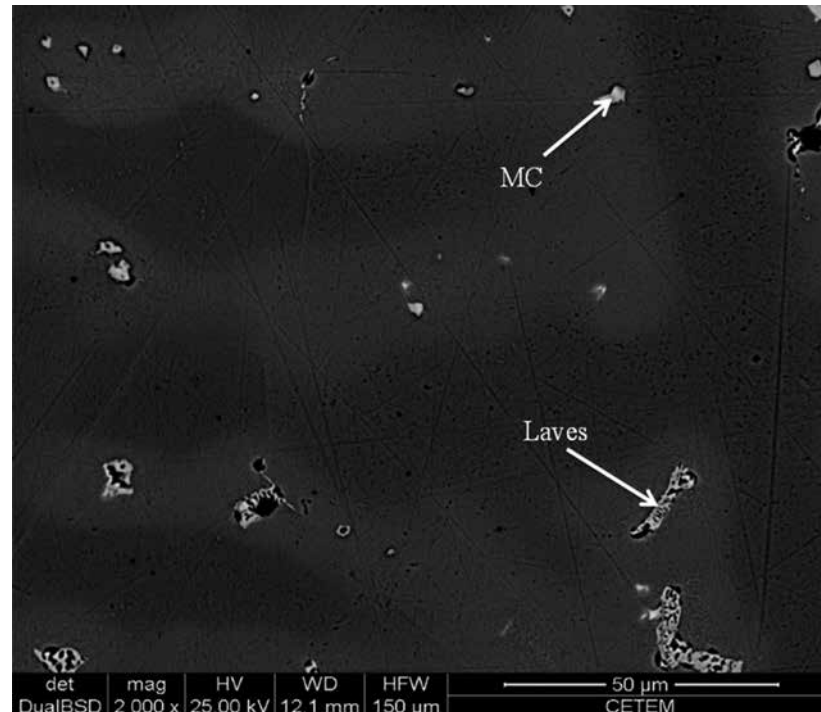


Figura 4 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 no estado bruto de fusão, mostrando o carbeto MC e fase Laves.

Na figura 5 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.

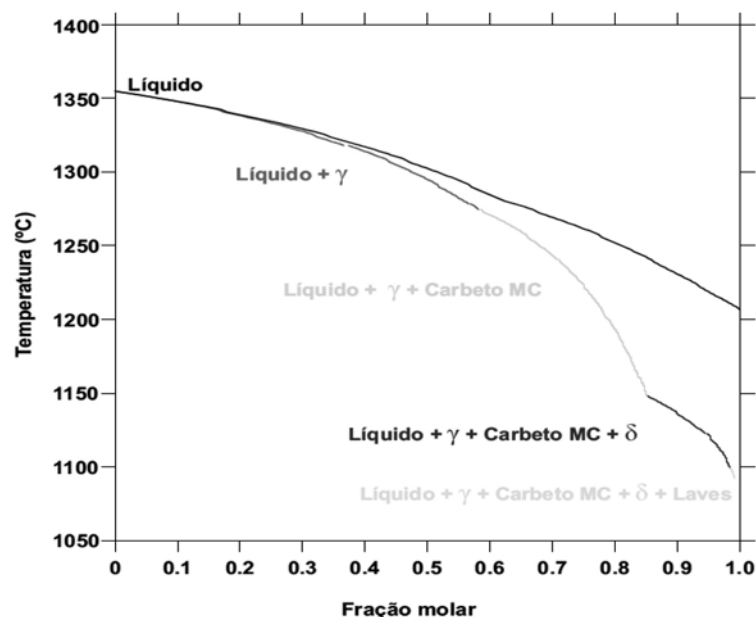


Figura 5 - Cálculo Fração molar de sólido em função da temperatura para o Inconel 718. Simulação pelo modelo de Scheil-Gulliver: linha colorida e condições de equilíbrio: Linha preta

A microestrutura da superliga Inconel 718 com tratamento térmico de 700°C por 500 h é mostrada na figura 6. Nota-se nos contornos de grãos a formação da fase delta e a presença de carbetos.

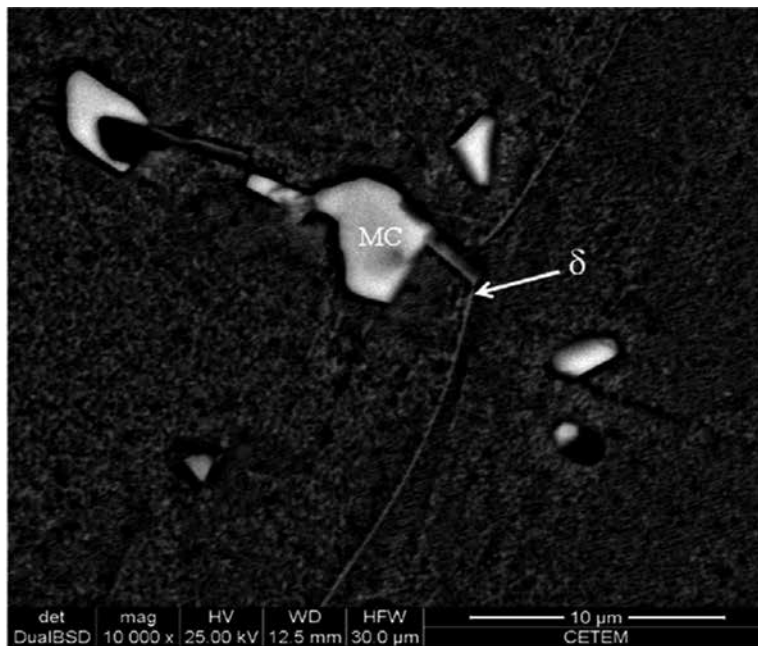


Figura 6 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 500 h, mostrando o carbeto MC e formação fase delta no contorno de grão.

A amostra com tratamento térmico de 1000 h foi caracterizada pelo engrossamento nos contornos de grãos da fase  $\delta$ . A figura 7 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.

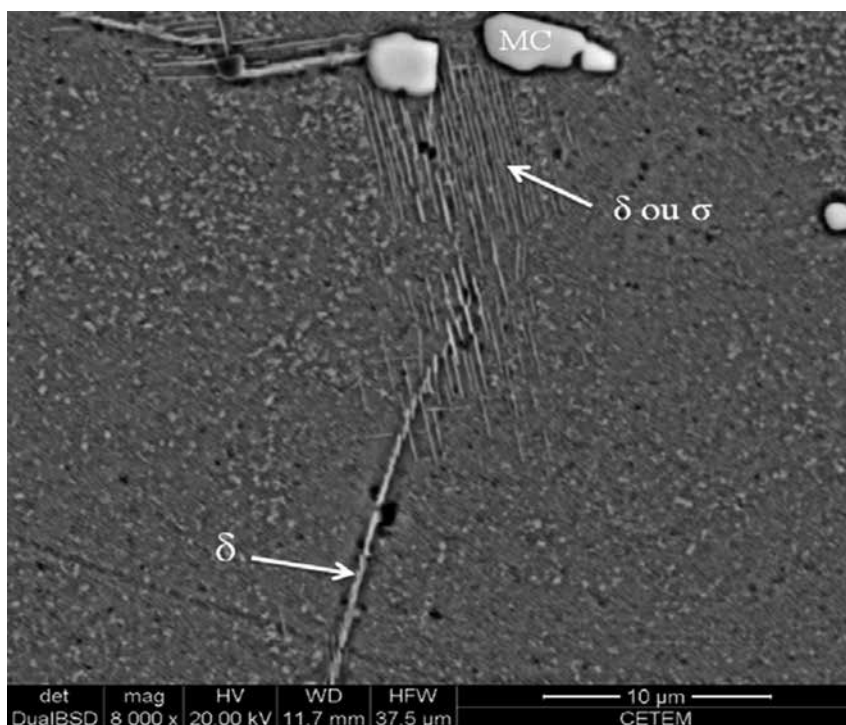


Figura 7 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 1000 h, mostrando o carbeto MC, a fase delta e fase de morfologia acicular podendo ser delta ou sigma.

Após 2000 h, observa-se a precipitação da fase  $\delta$  com partículas de morfologia de plaquetas principalmente nas regiões de contornos de grão, mostrado na figura 8.

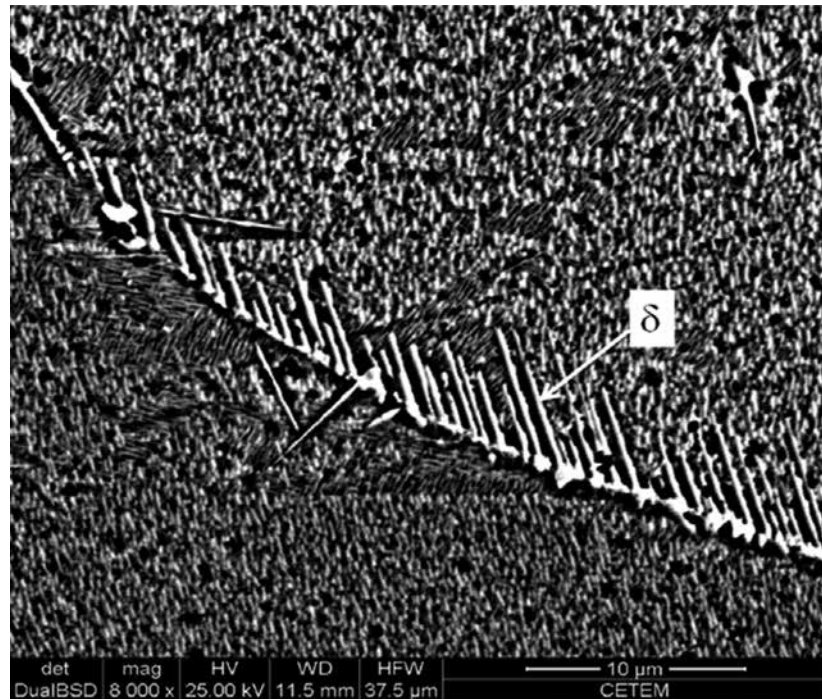


Figura 8 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando a fase delta em morfologia de plaquetas próximo ao contorno de grão.

Na figura 9 é apresentada imagem obtida da amostra com tratamento por 2000 h, identificando o carbeto MC e a fase delta.

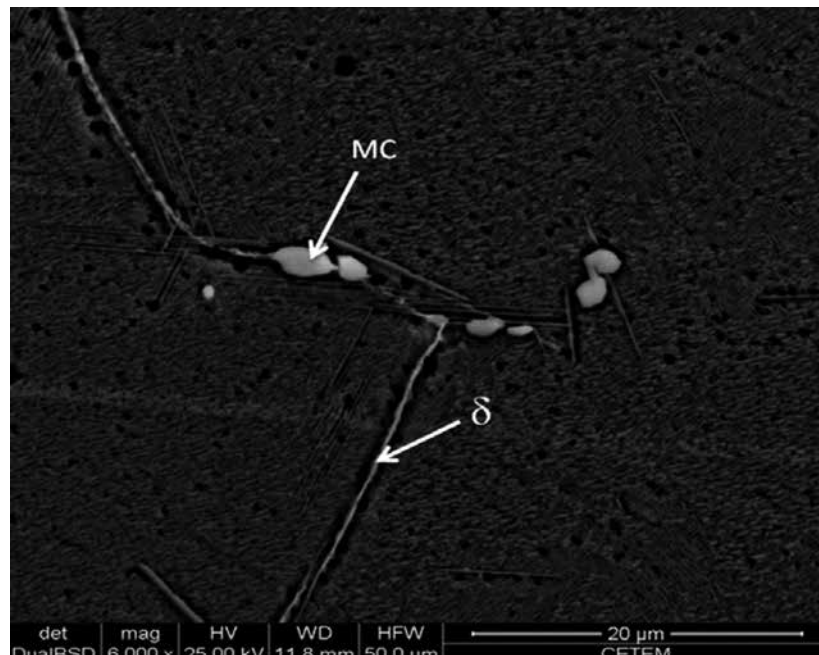


Figura 9 - Micrografia obtida via MEV da liga Inconel 718 após tratamento térmico a 700°C por 2000 h, identificando o carbeto MC e fase delta nos contornos de grãos.



#### 4. Conclusões

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

- 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, o início da formação da fase delta nos contornos de grão da amostra com tratamento de 500 h, o surgimento de uma fase 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.
- 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.

#### 5. 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. SANTOS, I. A. **Caracterização de uma Superliga de Níquel sob Temperaturas Elevadas**. Dissertação de M.Sc, Universidade de São Paulo, USP, Brasil, 1993.
5. 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.
6. 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.
7. RADAVICH, J.F. **The physical metallurgy of cast and wrought alloy 718, Superalloy 718 - Metallurgy and Applications**, TMS. p. 229-240. 1989.
8. DURAND-CHARRE, M. **The Microstructure of Superalloys**. CRC Press, 1997. ISBN 9056990977.
9. 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.
10. DAVIS, J.R. **ASM SPECIALTY HANDBOOK Heat Resistant Materials 2nd ed.** ASM Internacional, 1997. p.224. ISBN 0871705966.
11. SPENCER, P.J. **A brief history of CALPHAD**, Calphad, Vol. 32, p. 1-8, 2008.
12. WANG L., DONG, J., LIU, L., ZHANG, L. **Solute redistribution and Rayleigh number in the mushy zone during directional solidification of Inconel 718**.

#### Endereço para Correspondência:

Maria Ismenia Sodero Toledo Faria

*mismenia@uol.com.br*

Centro Universitário de Volta Redonda UniFOA

Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, nº1325 – Três Poços –

Volta Redonda - RJ – CEP: 27240-560