

THIAGO PIRES NAGASIMA

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DO
TAMANHO MÉDIO DE GRÃO EM MICROFUSÃO DE IN-713C

São Paulo
2012

THIAGO PIRES NAGASIMA

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DO
TAMANHO MÉDIO DE GRÃO EM MICROFUSÃO DE IN-713C

São Paulo
2012

THIAGO PIRES NAGASIMA

**DESENVOLVIMENTO DE PROCESSO PARA REDUÇÃO DO
TAMANHO MÉDIO DE GRÃO EM MICROFUSÃO DE IN-713C**

Trabalho de formatura apresentado à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de
Materiais

Área de concentração: Engenharia Metalúrgica

Orientador: Profº Dr. Marcelo de Aquino
Martorano

Co-orientador: Mestre Caio Fazzioli Tavares

São Paulo
2012

AGRADECIMENTOS

Ao Mestre Caio Fazzioli Tavares, pela paciência e pelos ensinamentos, além das oportunidades e confiança depositados a mim.

Ao professor Marcelo de Aquino Martorano, pelos ensinamentos e longas discussões ao longo da realização do trabalho.

Aos meus queridos amigos de Poli que sempre me apoiaram, em especial: Fernando Takashi, Valmir Bussola, Leandro Haragushiku, Rafael Pimenta, Franco Ramunno, Leonardo Komorita e Arthur Rupp.

Aos meus colegas da Açotécnica que me receberam muito bem e contribuíram para que meu estágio fosse muito proveitoso: Vilmar Silva, Maurício Penteado, Michel Arruda, Andreik Lemes, Adriano Machado, Flávio Beneduce, Mauro Severino, Faustino Santos.

A todos chefes de setor, líderes e operários da Açotécnica que puderam me ajudar durante o andamento do trabalho e do estágio.

RESUMO

A necessidade cada vez maior de materiais com propriedades mecânicas superiores fazem o estudo da estrutura bruta de solidificação cada vez mais importante, pois tais propriedades são fortemente ligadas à estrutura formada. O presente trabalho tem como objetivo final um processo de diminuição de tamanho médio de grão viável para aplicação em microfusão de turbinas, através da variação da temperatura de vazamento e da adição de inoculante no banho metálico.

Foi utilizado como amostra um corpo de prova com espessura variável, para avaliar diferentes condições de solidificação. Através de simulação em programa que utiliza o método dos elementos finitos foram obtidas as curvas de temperatura e por consequência a taxa de resfriamento durante a solidificação do material. Macrografias foram obtidas e foram feitas análises químicas das amostras inoculadas, para comparar à composição química típica do material e analisar segregação. As amostras inoculadas foram comparadas à amostra sem inoculação com os mesmos parâmetros térmicos. A variação de temperatura de vazamento mostrou um efeito abrupto na macroestrutura, sendo que a menor temperatura resultou em uma estrutura de grãos equiaxiais bem finos, enquanto as maiores mostraram tamanho de grãos mais grosseiros e semelhantes. A adição do Aluminato de Cobalto como inoculante apresentou influência na macroestrutura de grãos de modo a diminuir seu tamanho médio.

Palavras-chave: IN-713C. Macroestrutura. Refino de grão. Inoculante. Temperatura de vazamento. Microfusão. Superliga de níquel.

ABSTRACT

The increasing need of materials with better mechanical properties make the as-cast macrostructure increasingly important, because these properties are strongly related to this macrostructure. The objective of the present work is developing a viable turbine wheel investment casting process to obtain the decrease of the average size of grain, by ranging the pouring temperature and adding inoculant.

A thickness variable specimen was used to evaluate different conditions of solidification. A finite element program was used to simulate the process to obtain temperature curve and consequently cooling rates during the solidification of the material. Macrographs were obtained and chemical analysis were made in the inoculated samples to compare with the regular material composition and to analyze the segregation. The inoculated samples were compared to the non-inoculated sample with same thermal parameters. The pouring temperature variations showed an abrupt effect on the macrostructure: the lowest pouring temperature showed an equiaxed fine grain structure, while the higher ones showed a similar coarse structure. The addition of Cobalt Aluminate as inoculant influenced on the macrostructure, decreasing the average size of the grains.

Keywords: IN-713C. Macrostructure. Grain Refining. Inoculant. Pouring Temperature. Investment Cast. Nickel-based Superalloy.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Relação entre tamanho de grão e propriedades mecânicas (1)	12
Figura 2 - Turbina onde a área de maior módulo apresenta estrutura de grãos espessos e colunares	12
Figura 3 - Formação de embriões com estrutura sólida [4].....	15
Figura 4 - Variação da energia livre em função do raio do embrião [3].....	16
Figura 5 - Ângulo de molhamento entre o substrato e o embrião em formação [3] ..	17
Figura 6 - Exemplo de peça mostrando as três estruturas brutas de fundição	18
Figura 7 - Curva típica de resfriamento [21]	22
Figura 8 - Inclinação entre a temperatura <i>solidus</i> e a <i>liquidus</i> [21]	23
Figura 9 - Etapas do processo de microfusão: a) Injeção do modelo em cera; b) Montagem da Árvore; c) Revestimento; d) Deceragem; e) Vazamento em forno à vácuo; f) Desmoldagem; g) Corte; h) Acabamento [23]	25
Figura 10 - Modelo do corpo de prova em cera.....	26
Figura 11 - Cacho resfriando após o vazamento.....	28
Figura 12 - Cacho em metal, exemplificando a identificação das amostras.....	29
Figura 13 - Amostra indicando os cortes realizados.....	29
Figura 14 - Locais onde foram realizadas as análises químicas	32
Figura 15 - Locais dos termopares simulados.....	33
Figura 16 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento 1370°C	34
Figura 17 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento: 1470°C	35
Figura 18 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento: 1570°C	35
Figura 19 - Sobreposição das curvas de Temperatura em função do Tempo em diferentes temperaturas de vazamento	36
Figura 20 - Tempo total de solidificação para a peça, com temperatura de vazamento de 1470°C.....	37
Figura 21 - Macroestrutura da amostra 1-A.....	38
Figura 22 - Macroestrutura da amostra 1-B.....	38
Figura 23 - Macroestrutura da amostra 2-A.....	38
Figura 24 - Macroestrutura da amostra 2-B.....	39
Figura 25 - Macroestrutura da amostra 3-A.....	39
Figura 26 - Macroestrutura da amostra 3-B.....	39

Figura 27 - Macroestrutura da amostra 4-A.....	39
Figura 28 - Macroestrutura da amostra 4-B.....	40
Figura 29 - Macroestrutura da amostra 5-A.....	40
Figura 30 - Macroestrutura da amostra 5-B.....	40
Figura 31 - Macroestrutura da amostra 6-A.....	41
Figura 32 - Macroestrutura da amostra 6-B.....	41
Figura 33 - Macroestrutura da amostra 7-A.....	41
Figura 34 - Macroestrutura da amostra 9-A.....	42
Figura 35 - Macroestrutura da amostra 8-A.....	42
Figura 36 - Macroestrutura da amostra 10-A.....	42

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Composição Química da Superliga IN-713C [22].....	24
Tabela 2- Temperatura de vazamento para cada experimento.....	30
Tabela 3 - Experimentos da segunda etapa do trabalho.....	31
Tabela 4 – Tamanho médio de grão medido utilizando o método do intercepto linear de Heyn e comparado à tabela 3 da norma ASTM E112 [24]	44
Tabela 5 - Composição química do IN-713C e das amostras inoculadas.....	45

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS.....	3
RESUMO	4
ABSTRACT.....	5
ÍNDICE DE FIGURAS.....	6
ÍNDICE DE TABELAS	8
ÍNDICE.....	9
1. INTRODUÇÃO.....	11
2. OBJETIVOS.....	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1. Princípios de solidificação de metais	14
3.1.1 <i>Nucleação Homogênea</i>	15
3.1.2 <i>Nucleação Heterogênea</i>	16
3.2. Estruturas.....	18
3.3. Efeito das práticas de processamento na macroestrutura.....	19
3.3.1. <i>Efeito do controle da taxa de resfriamento do metal líquido</i>	19
3.3.2. <i>Efeito da adição de inoculantes</i>	19
3.3.3. <i>Efeito da agitação do banho durante a solidificação</i>	21
3.4. Curvas de resfriamento.....	21
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	24
4.1. A liga IN-713C	24
4.2. O Processo de microfusão.....	24
4.3. Amostragem e Metalografia	28
4.4. Variáveis de processo.....	30
4.5. Análise química.....	32
4.6. Simulação em software	32
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	34
5.1. Resultados da simulação em software de elementos finitos	34
5.2. Resultados Metalográficos	37
5.3. Medida do tamanho médio de grão	43
5.4. Análise química.....	44
6. CONCLUSÕES.....	47

7. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	48
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50

1. INTRODUÇÃO

Superligas à base de níquel são materiais utilizados em aplicações que requerem elevada resistência mecânica, boa resistência à fluência e à fadiga, boa resistência à corrosão e principalmente, aplicações onde há a necessidade de operação contínua em altas temperaturas necessitando de tais características mecânicas. Tais necessidades são requeridas, entre outras aplicações, em rotores de turbina, indústria aeroespacial e reatores nucleares.

As superligas fundidas são mais utilizadas em relação às ligas forjadas devido à limitação de temperatura de trabalho, à dificuldade de forjar turbinas e consequentemente, seu custo.

A liga que será estudada, o Inconel 713C (IN-713C), oferece uma ótima combinação de resistência mecânica em temperaturas intermediárias e elevadas. Além disso, apresenta boa ductibilidade, resistência à oxidação/corrosão em alta temperatura, fundibilidade e estabilidade microestrutural.

Numa microfusão moderna, o controle do tamanho de grão é bastante importante, já que uma estrutura de grãos finos apresenta geralmente melhores propriedades mecânicas, de fadiga e fluência em baixa à média temperatura, entretanto reduz a resistência à fluência em altas temperaturas. [1]

A figura 1 mostra um gráfico adaptado do estudo de Wei *et al.* (1) que mostra a relação das propriedades mecânica de Limite de Escoamento e Limite de Resistência em função do tamanho de grão:

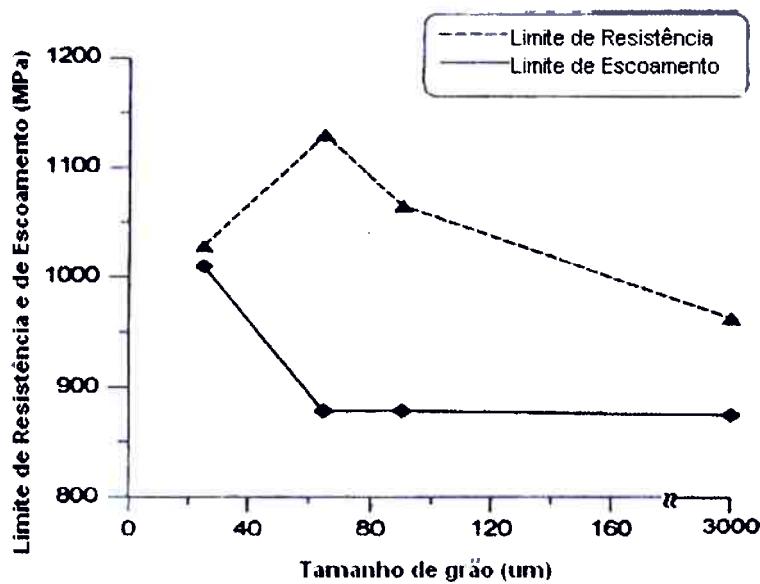


Figura 1: Relação entre tamanho de grão e propriedades mecânicas (1)

O estudo foi motivado pela dificuldade de se obter algumas peças com macroestrutura de grãos finos. Em diversas peças fabricadas independentemente deste estudo, as variações de processo a respeito do super-resfriamento térmico não foram suficientes para obter uma estrutura homogênea de grãos finos. Entre tais variações, foram tentadas: utilização de lama com Aluminato de Cobalto na primeira camada de revestimento, utilização de gelo seco para resfriamento da árvore e diminuição da temperatura de vazamento. A figura 2 exemplifica este problema:



Figura 2 - Turbina onde a área de maior módulo apresenta estrutura de grãos espessos e colunares

2. OBJETIVOS

Os objetivos do presente trabalho são:

1. Estudar o efeito de diferentes temperaturas de vazamento da superliga IN-713C na macroestrutura de um corpo de prova fundido em fundição por cera perdida.
2. Estudar a possibilidade de inocular a superliga com composto intermetálico Ni-Al analogamente à Liu *et al.* [2] ou com Aluminato de Cobalto.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Quando há o objetivo de diminuição do tamanho de grão, existem três rotas principais: [2]

- a) Rota Térmica: consiste em solidificar mais rapidamente o metal, através principalmente de uma menor temperatura de vazamento e também de uma menor temperatura de homogeneização do metal. Em contrapartida, temperaturas de vazamento excessivamente baixas podem causar o não-preenchimento do molde, devido ao fato de que existem muitas peças que têm moldes com parede bastante fina e o metal pode então solidificar antes de preencher o molde caso tenha temperatura excessivamente baixa.
- b) Rota Mecânica: consiste em agitar mecanicamente o metal durante sua solidificação;
- c) Rota Química: consiste na adição de inoculantes, que introduzem a entrada de partículas que agem como substratos no banho e que causam a nucleação heterogênea, portanto, a diminuição do tamanho médio de grão.

A adição de inoculantes em ligas de aço e ligas não ferrosas é uma prática industrial comum na tentativa de reduzir o tamanho médio do grão. No entanto, a inoculação em superligas é uma prática bem menos comum e há poucos estudos a respeito. A dificuldade deste assunto se deve ao fato que a introdução de óxidos no metal pode causar nucleação de trincas por fadiga. [3]

3.1. Princípios de solidificação de metais

A formação de estruturas cristalinas na solidificação de metais ocorre em duas etapas: a nucleação e o crescimento. A nucleação ocorre quando a temperatura do metal cai abaixo da temperatura *liquidus*. A nucleação é o modo de formação de fase sólida estável no líquido. Cada arranjo de sólido em meio ao líquido é um embrião, que cresce a partir de átomos que migram do líquido ao embrião (Figura 3). [2, 3]

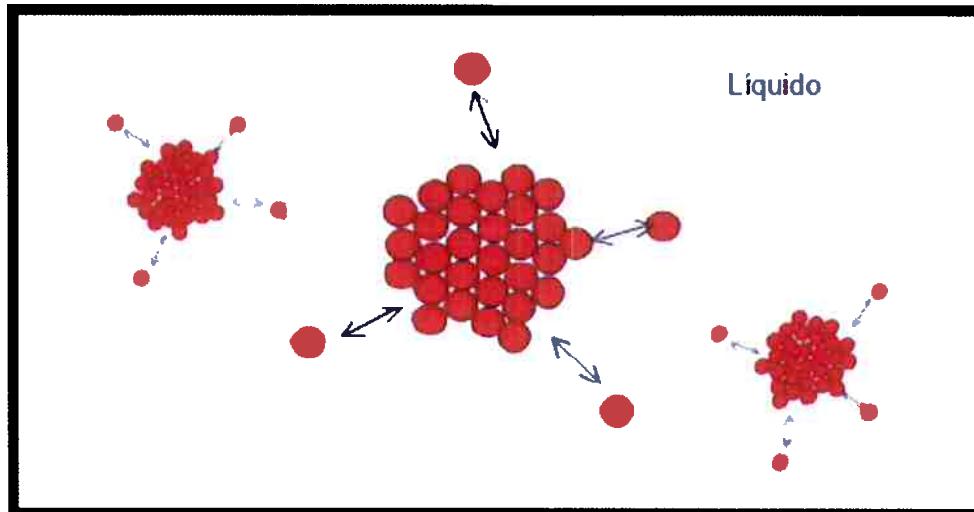


Figura 3 - Formação de embriões com estrutura sólida [4]

3.1.1 Nucleação Homogênea

Na nucleação homogênea, esses embriões então se tornam estáveis e crescem posteriormente, de acordo com o tamanho da fase líquida e suas condições térmicas. Termodinamicamente, a formação desse embrião é dada pela soma da energia volumétrica (força motriz da formação), gerada pela transformação do líquido em sólido, com a energia de superfície (barreira à solidificação), dada pela dificuldade de criar uma interface embrião/líquido (Equação (3-1) e figura 4). [2, 3, 5]

$$\Delta G = \Delta G_l + \Delta G_v \quad (3-1)$$

Onde:

T_f é a temperatura de fusão;

ΔG^0 é a energia livre na formação do embrião de raio r^0 ;

ΔG_v a energia volumétrica liberada na transformação líquido-sólido;

ΔG_l a energia de superfície necessária para a formação da interface sólido-líquido.

Para formação desse embrião é necessário um super-resfriamento, que gera valores negativos de energia volumétrica. Esses valores negativos são a força motriz termodinâmica para a formação de um núcleo estável.

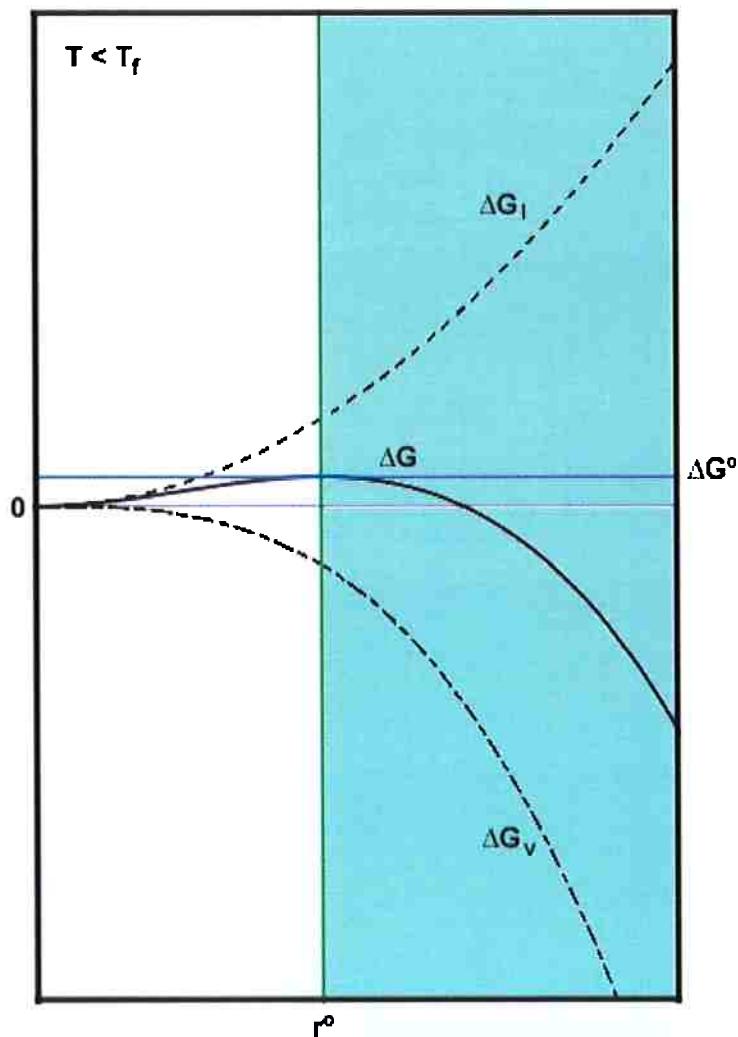


Figura 4 - Variação da energia livre em função do raio do embrião [3]

3.1.2 Nucleação Heterogênea

Na nucleação heterogênea, ocorre a nucleação de uma nova fase na interface sólido-líquido existente no líquido. Na solidificação ela ocorre na presença de algum substrato sólido como parede do molde, inclusões de óxidos, carbonetos ou nitretos. Essas interfaces favorecem a nucleação, pois diminuem a variação de energia livre para formação do embrião de raio crítico, podendo assim, possibilitar a formação de um cristal com menor super-resfriamento. [2, 3]

O surgimento desses embriões a partir da interface substrato/líquido, pode ser explicado pelo conceito de molhamento. O ângulo de contato entre o embrião em

formação (na forma de casca esférica) e o substrato, ângulo θ , é determinado pela condição de equilíbrio entre a energia de interface do líquido, do embrião e do substrato (figura 5). [2, 5, 6]

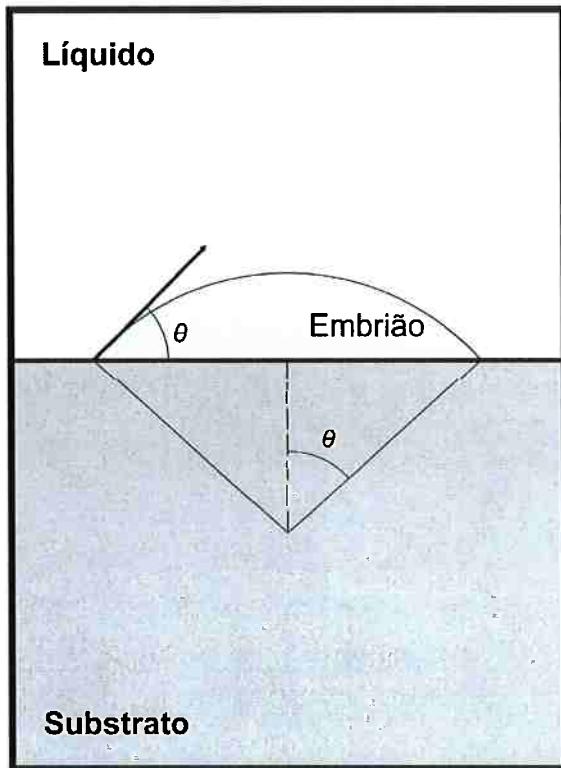


Figura 5 - Ângulo de molhamento entre o substrato e o embrião em formação [3]

A energia livre de formação no caso da nucleação heterogênea, ΔG_{het} , utilizando o conceito de grau de molhamento é dada então pela equação (3-2) encontrada na literatura [4, 5, 6]:

$$\Delta G_{het} = \Delta G \cdot f(\theta) \quad (3-2)$$

Onde: $f(\theta)$ é o fator de forma, dado pela literatura [3, 4, 5, 7] pela equação (3-3):

$$f(\theta) = \frac{1}{4} (2 + \cos(\theta))(1 - \cos(\theta))^2 \quad (3-3)$$

Após estabilizado um núcleo, o crescimento ocorre através da deposição de átomos, formando assim um grão.

3.2. Estruturas

Após a nucleação, ocorre crescimento dos grãos. Paralelamente, também ocorre nucleação de outros grãos. A competição entre a nucleação e o crescimento resulta na macroestrutura, que é relacionada diretamente com as propriedades finais do fundido. A estrutura de um fundido pode apresentar três estruturas: coquihada, colunar e equiaxial. [3, 5]

A zona coquihada é situada na parte onde há solidificação mais rápida, a parede do molde. Ela é uma estrutura de grãos equiaxiais bem finos, de orientação cristalográfica aleatória.

A zona colunar é formada por grãos mais alongados e com forte orientação cristalográfica na direção da solidificação da peça (extração ou fluxo de calor).

A zona equiaxial é formada por grãos equiaxiais, porém maiores que os da zona coquihada e são localizados na zona central do fundido. A figura 6 abaixo ilustra as 3 zonas. Repara-se que dentro da circunferência 1 temos a zona equiaxial. Entre as circunferências 1 e 2, há dominância da zona colunar, com alguma mistura com a zona equiaxial. Fora da circunferência 2, pode-se ver a zona coquihada.

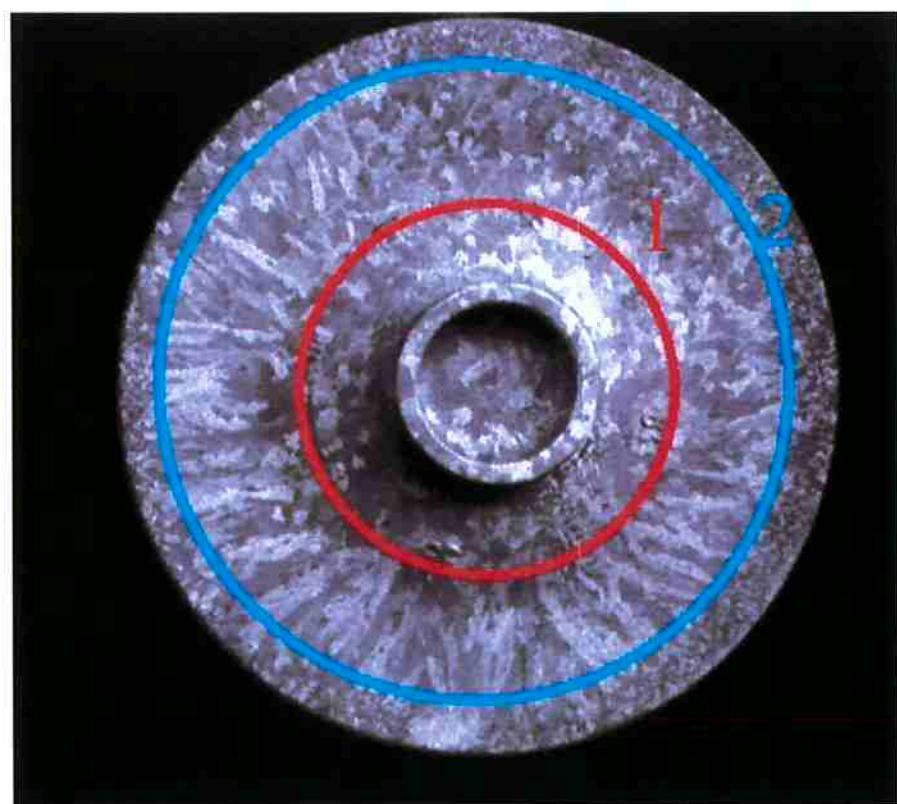


Figura 6 - Exemplo de peça mostrando as três estruturas brutas de fundição

3.3. Efeito das práticas de processamento na macroestrutura

Como dito anteriormente, as práticas mais importantes que influem diretamente na macroestrutura final do lingote são: controle da taxa de resfriamento do material, adição de inoculantes, e a agitação do molde durante a solidificação. Alguns processos foram desenvolvidos e estudos foram realizados com o intuito de obter uma estrutura de grãos finos e homogêneos.

3.3.1. Efeito do controle da taxa de resfriamento do metal líquido

A macroestrutura com grãos finos obtidos através de baixa temperatura de vazamento pode ser observada também nos trabalhos de Woulds & Benson [8] e de Wei *et al.* [9]. Woulds & Benson obtiveram como temperatura ótima de superaquecimento para obtenção de grãos finos o valor de 22,2°C acima da temperatura *liquidus*. No trabalho de Wei *et al.*, os autores obtiveram tamanhos de grão da ordem de dezenas de micrômetros com superaquecimento de 60°C, 20°C e também aplicando Fundição Centrífuga (obtendo nessa o melhor resultado). Os autores de ambos os trabalhos citados utilizaram a temperatura de calcinação de 1100°C.

Ma *et al.* [10] também fizeram um trabalho variando a taxa de resfriamento do metal para obter estrutura de grãos finos.

É observado através destes, que o retardamento da solidificação do metal favorece o crescimento do tamanho de grão e a formação de estrutura de grãos colunares.

Assim, no caso da fundição por cera perdida, o controle da taxa de resfriamento do metal líquido é geralmente feito através do controle da temperatura de vazamento do metal e da temperatura de calcinação do cacho.

3.3.2. Efeito da adição de inoculantes

A inoculação consiste em introduzir partículas que induzem a nucleação heterogênea no banho metálico. Há muitos trabalhos que estudaram técnicas de inoculação em ligas não-ferrosas e aços. Entre eles, os trabalhos de Arango [5], Silva [3] e Murty *et al.* [11].

Diversos estudos, entre eles, o de Arango [5], Silva [3], Murty *et al.*[11], os trabalhos de Liu *et al.* [2, 12, 13] e o de Xiong *et al.* [14] mostraram que o substrato para ser um bom nucleante deve seguir as seguintes condições:

- a) Apresentar um ponto de fusão maior que o do metal a ser solidificado. No caso das superligas à base de níquel isso representa temperaturas acima de 1400°C;
- b) Estar disperso uniformemente no banho metálico. No caso das superligas à base de níquel, é necessário então ter uma densidade aproximada à do banho, entre 8000kg/m³ e 9000kg/m³, para que o material não se mantenha na superfície ou decante.
- c) Estar presente em número suficiente;
- d) Apresentar tamanho maior que um valor crítico, relacionado com o super-refriamento do metal;
- e) Especificamente no caso das superligas, deve preferencialmente conter elementos químicos presentes na superliga, pois não pode mudar a constituição da liga, já que as superligas têm propriedades muito sensíveis à composição e estabilidade de fases. Além disso, a introdução de inclusões pode causar a nucleação de trincas e,
- f) Não deve haver um período excessivo entre a adição do inoculante e o início da solidificação, pois pode ocasionar decantação das partículas, perdendo assim o efeito inoculante ("fading"). [5]

É reduzido o número de estudos a respeito da inoculação de superligas à base de níquel. É comum em microfusões a utilização de lama com Aluminato de Cobalto na primeira camada do revestimento. Esta promove a nucleação heterogênea, porém parece ter efeito apenas na superfície do fundido, já que não se dispersa uniformemente no banho.

Os trabalhos de Zielinska [15, 16] e de Tremarin [17] estudaram o efeito da lama com aluminato de cobalto, onde avaliaram seu efeito na macroestrutura e suas melhorias nas propriedades mecânicas.

O fabricante do composto Aluminato de Cobalto, Ferro cita como mecanismo de formação dessa estrutura de grãos finos uma reação de óxido-redução entre o banho metálico e o Aluminato de Cobalto. O óxido é reduzido pela alta reatividade dos elementos do banho (Ti, Al, Cr) e o Cobalto metálico é formado. Essa adição de cobalto contendo óxidos funciona como agente nucleante. [18]

O trabalho de Liu *et al.* [13] utilizou dois compostos intermetálicos (Co-Fe-Nb e Cr-Mo-Nb) como inoculantes para refino da superliga K4169. Obteve-se um bom resultado, pois não houve a introdução de inclusões na liga. O resultado foi um aumento da porcentagem de grãos equiaxiais e diminuição do tamanho médio destes.

O trabalho de Xiong *et al.* [14] utilizou os intermetálicos Co_3FeNb_2 e CrFeNb para inoculação da superliga IN-718C, obtendo o mesmo êxito, no sentido de obter uma estrutura de grãos finos e não introduzir inclusões nocivas.

O trabalho de Liu *et al.* [2] utilizou compostos intermetálicos da forma Al_xNi_y na superliga IN-738LC e comparou com o efeito da adição de boro no banho. A adição de boro apresentou precipitação de compostos de boro, não se tornando assim um inoculante eficiente para uso na superliga. A adição dos intermetálicos Al_xNi_y mostrou melhores resultados nesse sentido.

3.3.3. Efeito da agitação do banho durante a solidificação

Ewing & Green [19] explicam em seu trabalho o funcionamento do processo da Howmet de nome Grainex®. Este processo é caracterizado pela agitação do fundido durante sua solidificação. Isso causa quebra das dentritas e consequentemente causa a formação de múltiplos sítios de nucleação.

Este processo permite obter uma estrutura homogênea de grãos finos, porém causa defeitos de microporosidade. Estes são corrigidos através de um processo HIP (do inglês *Hot Isostatic Press*). Esse processo sujeita a peça a altas temperaturas e alta pressão isostática de gás inerte (para não haver reações). O mecanismo de funcionamento deste processo é uma combinação de deformação plástica, fluência e junção por difusão. [19, 20]

O trabalho de Wei *et al.* [9] mostra que o processo de fundição centrífuga obteve bons resultados na obtenção de uma estrutura de grãos finos, aliado ao processo de HIP para eliminação da microporosidade.

3.4. Curvas de resfriamento

A figura 7, adaptada de DeGarmo *et al.* [21], mostra uma curva de resfriamento típica de um material puro ou de composição eutética. A temperatura de vazamento é a temperatura do metal quando é introduzido ao molde. O superaquecimento é definido como a diferença entre a temperatura de vazamento e a temperatura *liquidus* do material. A taxa de resfriamento é dada pela inclinação da curva, ou seja, a razão entre a diferença de temperatura e a diferença de tempo entre dois pontos da curva. O tempo entre o vazamento e o metal estar totalmente solidificado é definido como tempo total de solidificação. O tempo dado entre o metal atingir a temperatura *liquidus* e atingir a temperatura *solidus* é definido como tempo local de solidificação.

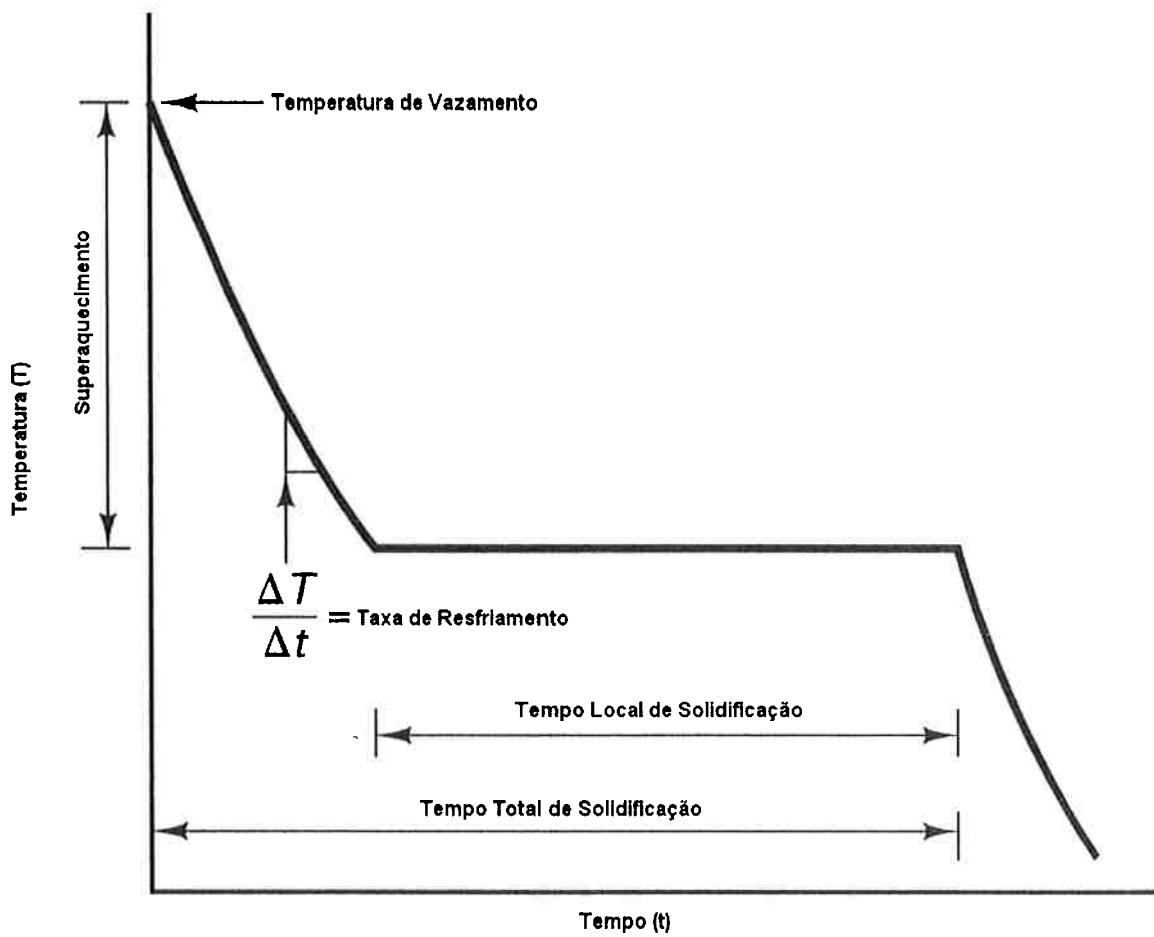


Figura 7 - Curva típica de resfriamento [21]

No caso de ligas fora da composição eutética, a curva apresenta um inclinamento durante sua solidificação (entre as temperaturas *liquidus* e *solidus*), como mostra a Figura 8.

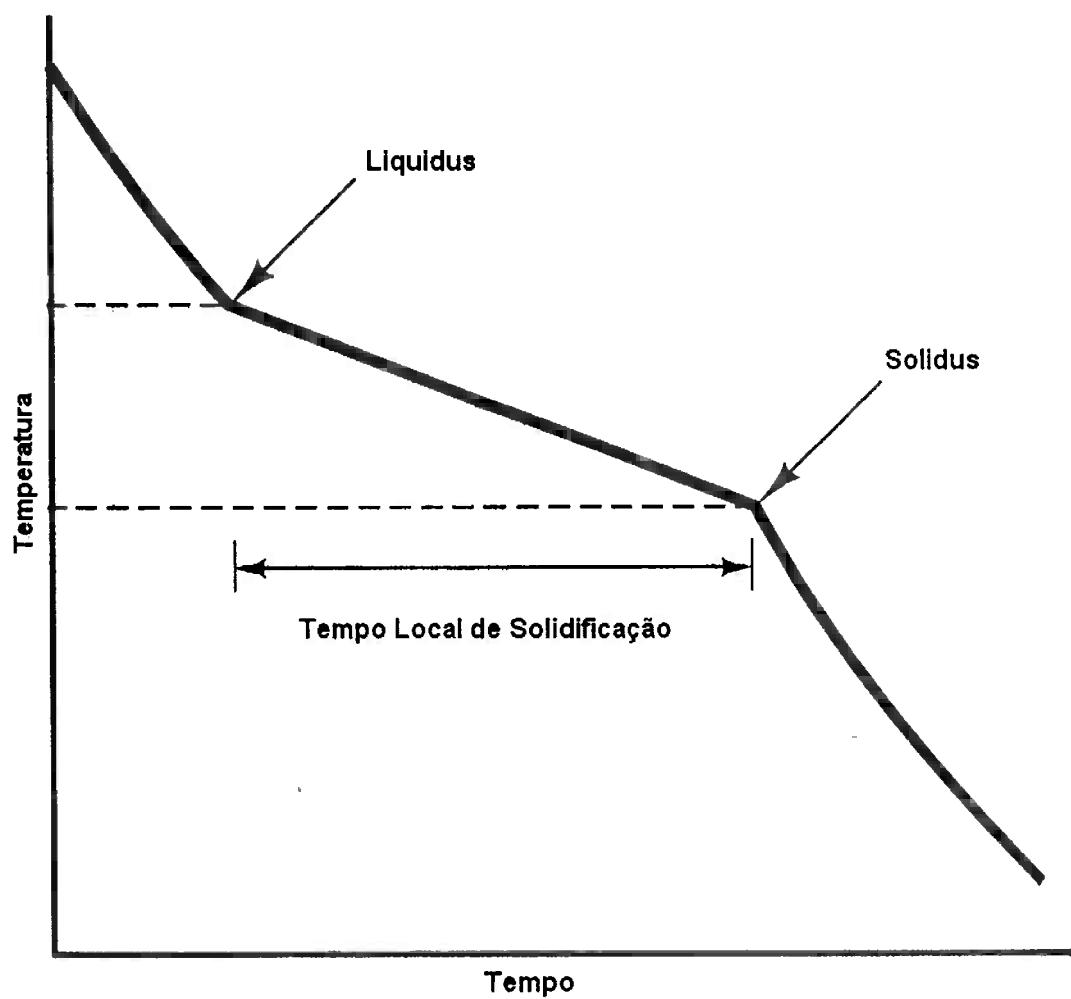


Figura 8 - Inclinação entre a temperatura *solidus* e a *liquidus* [21]

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Os experimentos foram realizados na fábrica da Aço Técnica S.A. Ind. E Com.. Um corpo de prova com espessura variável foi escolhido e foi projetado um cacho utilizado em todos os experimentos. O processo utilizado foi o de Fundição por Cera Perdida (ou microfusão) realizado em forno de indução à vácuo.

Numa primeira etapa, variou-se as temperaturas de vazamento e foram estudadas as estruturas encontradas. Na segunda etapa, tentou-se realizar a inoculação do material, com uma temperatura de vazamento fixa, previamente utilizada.

4.1. A liga IN-713C

A liga utilizada nesse estudo foi a superliga a base de níquel IN 713-C, uma superliga comumente utilizada no processo de microfusão de turbinas. A composição química pode ser vista na Tabela 1:

Tabela 1: Composição Química da Superliga IN-713C [22]

Composição Química – IN-713C (em %)																
C	Mn	Si	P Máx.	S Máx.	Cr	Fe	Mo	Al	Ti	B	Co	Cu Máx.	Nb + Ta	Zr	Ni	
0,08 a 0,20	0,25 máx.	0,6 máx.	0,015	0,015	12 a 14	2,5 máx.	3,8 a 5,2	5,5 a 6,5	0,5 a 1,0	0,005 a 0,015	1,0 máx.	0,5	1,8 a 2,8	0,05 a 0,15	Balanço	

4.2. O Processo de microfusão

O processo utilizado é o de fundição por cera perdida ou microfusão. Tal processo passa, basicamente, pelas etapas de: Injeção, Montagem, Revestimento, Deceragem, Calcinação e Fusão (Figura 9).

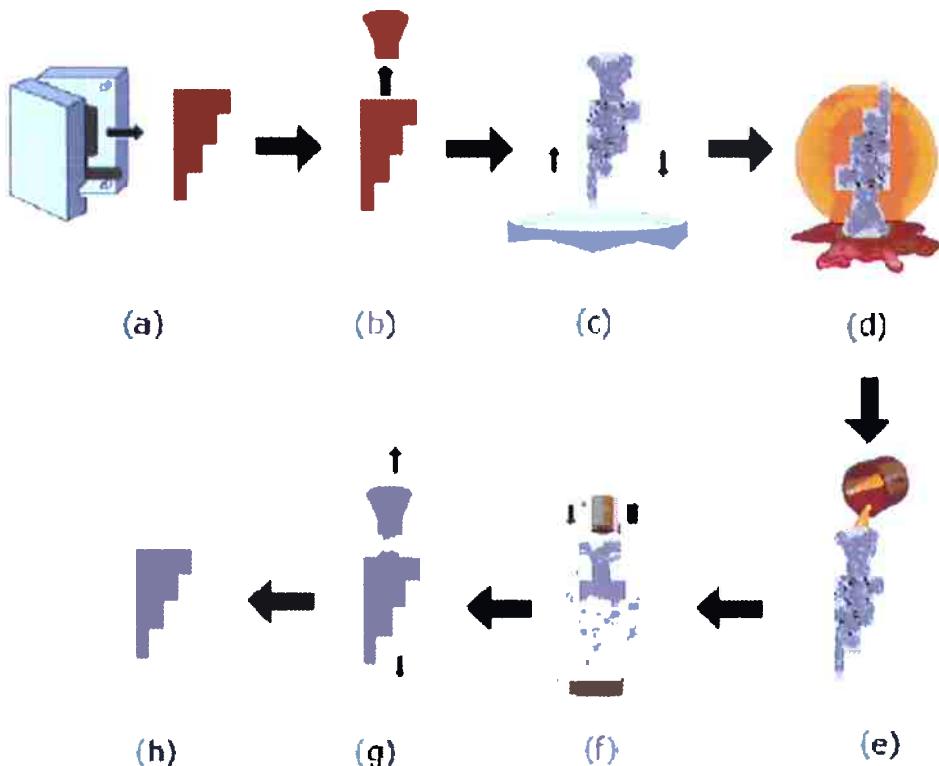


Figura 9 - Etapas do processo de microfusão: a) Injeção do modelo em cera; b) Montagem da Árvore; c) Revestimento; d) Deceragem; e) Vazamento em forno à vácuo; f) Desmoldagem; g) Corte; h) Acabamento [23]

O modelo injetado, mostrado na figura 10 tem formato de escada com largura de 3,5cm. Cada degrau tem 2,5cm de comprimento e o maior degrau tem 4,0cm de altura. Os degraus seguintes vão se reduzindo de 1,0 em 1,0cm (4, 3, 2, 1cm) e há um degrau a mais com 0,3cm. Esse degrau mais fino é justificado como uma forma simplificada de simular uma palheta de turbina, já que com temperaturas mais baixas de vazamento, pode ocorrer falta de preenchimento principalmente nas sessões mais finas da peça, pois o resfriamento nessas partes é mais rápido.

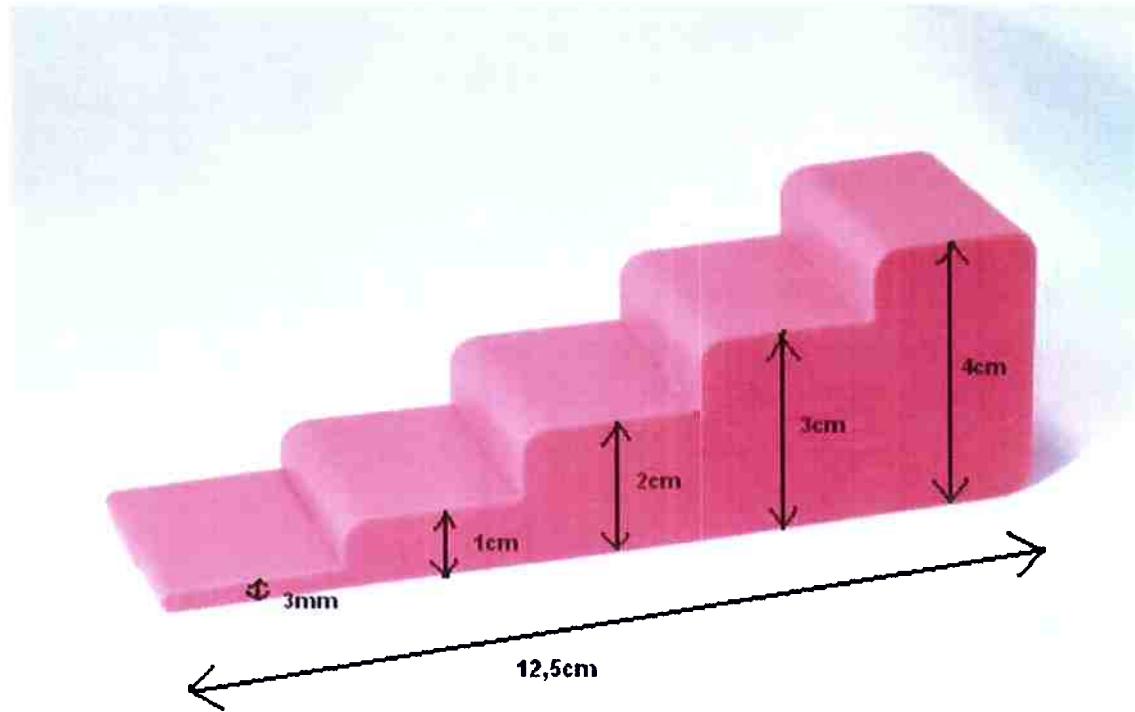


Figura 10 - Modelo do corpo de prova em cera

A árvore foi montada com 4 peças, alimentadas pelo degrau mais alto, com um canal cúbico de lado 3cm. O canal de ataque é uma vareta de secção quadrada de lado 3cm com 30cm de comprimento. Foi utilizado um copo de vazamento padronizado.

Após a montagem, o cacho passou pelo processo de revestimento. O cacho é mergulhada numa lama cerâmica e depois disso “estucada” (adição de uma camada de pós de materiais refratários). Este processo é repetido sucessivas vezes de modo que tenha ao final, a capacidade de resistir à temperatura e pressão do metal líquido durante o vazamento. A caracterização geral das camadas de revestimento é dada abaixo: [23]

a) Primeira camada: define a interface entre o molde cerâmico e o metal.

Deve assegurar a reprodução perfeita dos detalhes da peça e ter boa resistividade térmica, e, por isso são utilizados materiais de granulometria fina. Os materiais utilizados na lama são água, sílica (SiO_2), sílica eletrofundida (SiO_2) e Zirconita (ZrO_2SiO_2). O material do estuque (material colocado após mergulhar a árvore na lama cerâmica) é Zirconita e,

- b) As camadas subsequentes de lama utilizam água, sílica coloidal e sílica eletrofundida com estuque de chamote sílico-aluminoso. Tais camadas utilizam materiais de maiores granulometrias, para ancorar a próxima camada e causar aumento de espessura rápido, o que facilita a desmoldagem.

A deceragem foi realizada em autoclave, pois minimiza o efeito de dilatação da cera, evitando assim trincas na casca cerâmica. [23]

A calcinação é feita para pré-aquecimento do molde, aumento da resistência mecânica e para finalizar a deceragem. A temperatura de calcinação para todos os experimentos foi de 1040°C, por aproximadamente 2 horas em forno do tipo mufla.

O vazamento foi realizado em um Forno de Indução à Vácuo Consarc. A carga metálica é fundida e então a casca é retirada do forno de calcinação e colocada no forno de indução a vácuo, para que ocorra o vazamento do cadinho para a casca. A figura 11 mostra um cacho após o vazamento:

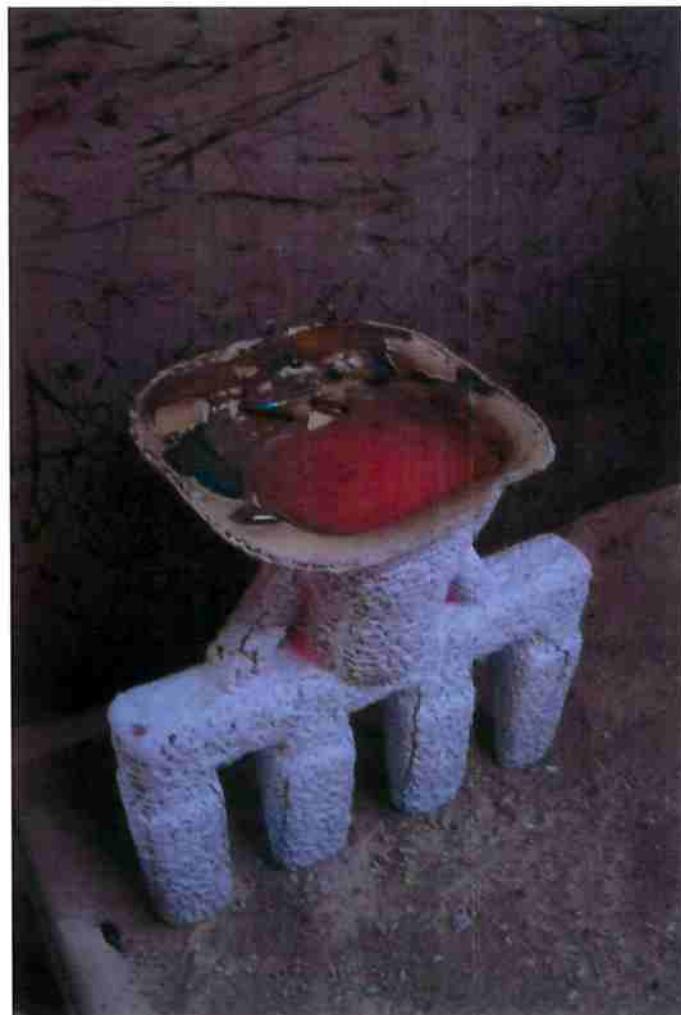


Figura 11 - Cacho resfriando após o vazamento

Após o resfriamento do cacho ao ar, o cacho é desmoldado em martelete pneumático. As peças são cortadas da árvore e jateadas em areia.

4.3. Amostragem e Metalografia

As peças a e b de cada cacho, mostradas na figura 12, foram identificadas e retiradas como amostras, devido a diferentes condições de solidificação, dadas pela troca de calor por irradiação entre as peças. As amostras então foram jateadas com areia e cortadas nas direções mostradas na figura 13, no meio da largura do degrau e entre o 3º e 4º degraus.



Figura 12 - Cacho em metal, exemplificando a identificação das amostras



Figura 13 - Amostra indicando os cortes realizados

As amostras então foram lixadas (Granulometrias: 80-100-280-600) e atacadas por um ataque químico para revelação macroscópica constituído de 500 mL de Ácido Clorídrico (HCl), 100 mL de Peróxido de Hidrogênio (H_2O_2) e 400mL de

Água Destilada. Este último procedimento foi executado em capela com ventilação apropriada.

4.4. Variáveis de processo

Na primeira etapa da parte experimental, foram vazados cachos com diferentes temperaturas de vazamento, como detalhado na tabela 2 abaixo:

Tabela 2- Temperatura de vazamento para cada experimento

Experimento	Temperatura de vazamento
1	1370°C
2	1420°C
3	1470°C
4	1520°C

Na segunda etapa do experimento (tabela 3), repetiram-se todos os parâmetros da primeira etapa, porém a temperatura de 1470°C foi fixada, por ser uma temperatura usual, onde há costumeiramente preenchimento completo do molde. Na tentativa de inocular a liga analogamente à Liu *et al.* [2], que utilizaram compostos intermetálicos da forma Al_xNi_y para inoculação da superliga IN-738LC, foram utilizados 5 gramas de pastilhas de Ni-Al, obtidas por misturas de pós de níquel e alumínio em moagem de alta energia (Experimento 5). A carga foi fundida à temperatura de 1470° e então as pastilhas foram lançadas ao banho. Aguardou-se entre 5 e 7 minutos para homogeneização e então a carga metálica foi vazada na casca.

Um segundo experimento (Experimento 6) foi feito nessa segunda etapa. A temperatura de vazamento de 1470°C foi mantida e na tentativa de verificar se há ou não efeito de inoculação, foram adicionados 50g de Aluminato de Cobalto em pó. Tal material foi escolhido, pois é um conhecido nucleante para superligas, utilizado na lama da primeira camada do revestimento em busca de estrutura de grãos finos na superfície do material. A carga foi fundida à temperatura de 1470° e então o pó foi lançado ao banho envolvido por papel alumínio. Uma boa parte deste pó foi perdido sugado pela bomba de vácuo, e portanto a quantidade que fez parte do banho não

pode ser dada com precisão. Aguardou-se entre 2 e 4 minutos para homogeneização e então a carga metálica foi vazada na casca.

Uma nova leva de experimentos (experimentos 7, 8, 9 e 10) foram conduzidos então, com procedimentos análogos ao Experimento 6. Desta vez, entretanto, com o objetivo de não perder material, foram feitos briquetes a partir do pó, em embutidora para baquelite. Os briquetes não tem resistência mecânica alta, porém, além de unir as partículas, retirou umidade e ar do material, tornando-o mais adequado para utilização. As quantidades em massa de Aluminato de Cobalto utilizadas nos experimentos 7, 8, 9 e 10, foram, respectivamente, 50g, 38g, 30g e 21g. O objetivo deste experimentos foi uma tentativa de quantificar o efeito do aluminato de cobalto no tamanho final do grão. Entretanto, encontrou-se como problema neste caso o fato que se forma uma camada de óxido ao redor da pastilha, o que impede que o resto dela se homogeneize no banho metálico, perdendo assim parte dela, que ficou boiando no banho metálico. Dos experimentos 7, 8, 9 e 10 foram retiradas apenas a amostra A, devido à sua alta dureza, que dificultou o trabalho de corte e preparação metalográfica. As amostras dos cachos 7 e 9 apresentam rechupe, pois, devido à quebra de uma peça no cacho, o metal líquido vazou e faltou metal para alimentar a contração do material.

Tabela 3 - Experimentos da segunda etapa do trabalho

Experimento	Inoculante
5	Ni-Al (5g)
6	CoAl ₂ O ₄ (50g pó)
7	CoAl ₂ O ₄ (50g)
8	CoAl ₂ O ₄ (38g)
9	CoAl ₂ O ₄ (30g)
10	CoAl ₂ O ₄ (21g)

4.5. Análise química

As amostras que foram inoculadas com o Aluminato de Cobalto foram analisadas em duas regiões diferentes, para análise de segregação e para comparação com a composição química típica do IN-713C.

A figura 14 mostra os locais analisados da peça (os menores degraus não puderam ser analisados por limitações do equipamento):

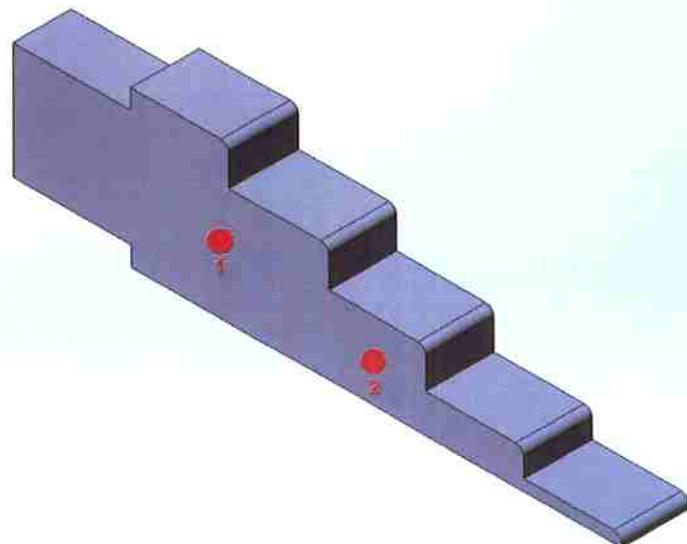


Figura 14 - Locais onde foram realizadas as análises químicas

O método de análise química utilizado foi o de espectrometria de emissão óptica, feita com o equipamento Spectro®.

4.6. Simulação em software

A simulação foi realizada no programa Solid Cast. O cacho foi simulado com dois termopares na amostra A, um entre os dois degraus maiores e um no meio do segundo menor degrau, mostrados na figura 15.

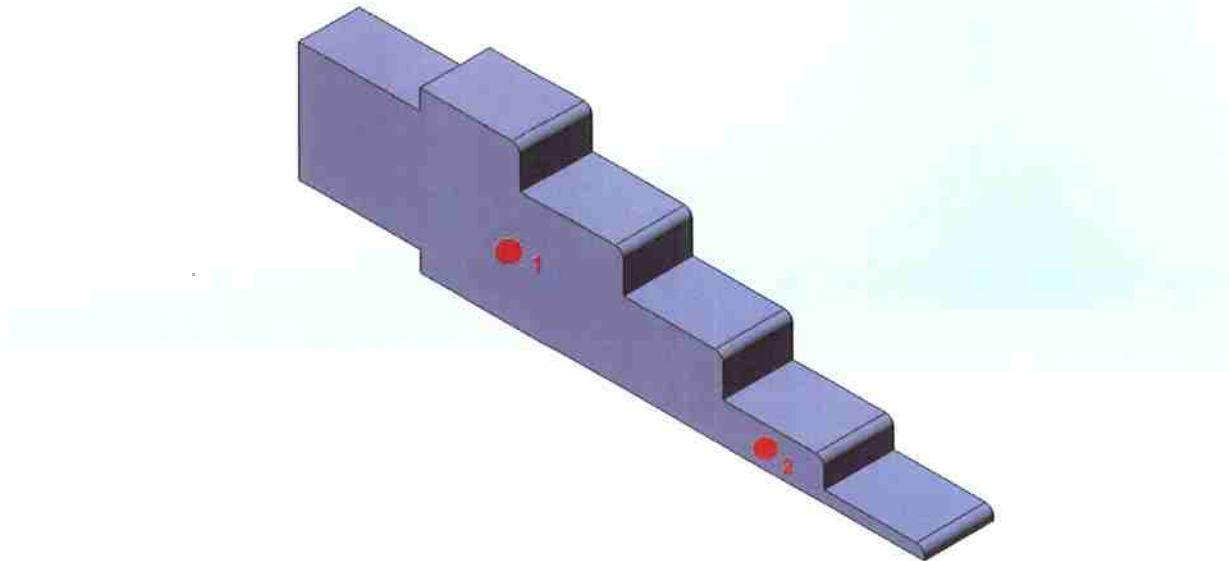


Figura 15 - Locais dos termopares simulados

Na simulação foram utilizados como parâmetros:

- Cacho a 900°C no momento do vazamento;
- Material vazado: IN-713C, temperatura *liquidus* 1290°C e temperatura *solidus* 1260°C (2) e;
- Foram simuladas as temperaturas de vazamento de 1370°C, de 1470°C e de 1570°C.

Os dados obtidos da simulação foram importados ao Excel, para obtenção das curvas de Temperatura em função do Tempo. A partir de tais curvas, obteve-se para o ponto 1, o tempo total de solidificação e a taxa de resfriamento.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item, serão apresentados os resultados e dados encontrados no estudo. Em primeiro lugar, serão apresentadas as macroestruturas da primeira etapa do experimento, que serão comparadas de acordo com o tamanho médio de grão encontrado. Desta etapa, serão mostrados também parâmetros térmicos calculados através de simulação em software, pelo método dos elementos finitos.

Após isso, serão apresentados os resultados obtidos na segunda etapa do experimento, sendo eles: a macroestrutura, o tamanho médio de grão e a análise química do material.

5.1. Resultados da simulação em software de elementos finitos

As figuras 16, 17 e 18 abaixo mostram as curvas de Temperatura em função do tempo:

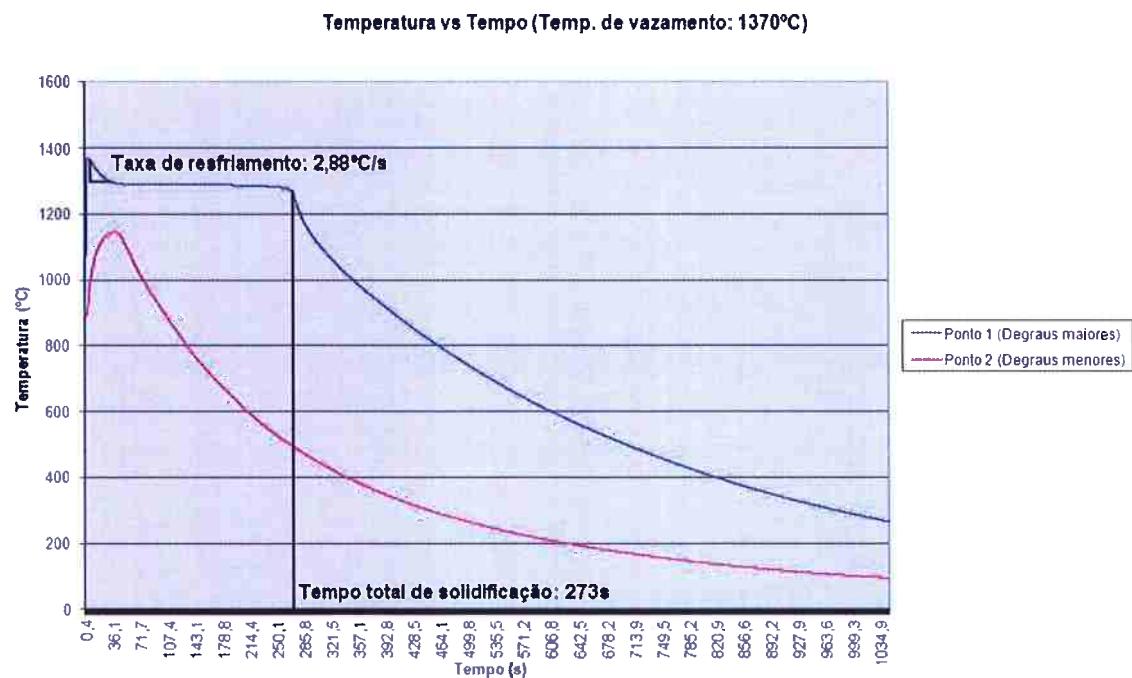


Figura 16 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento 1370°C

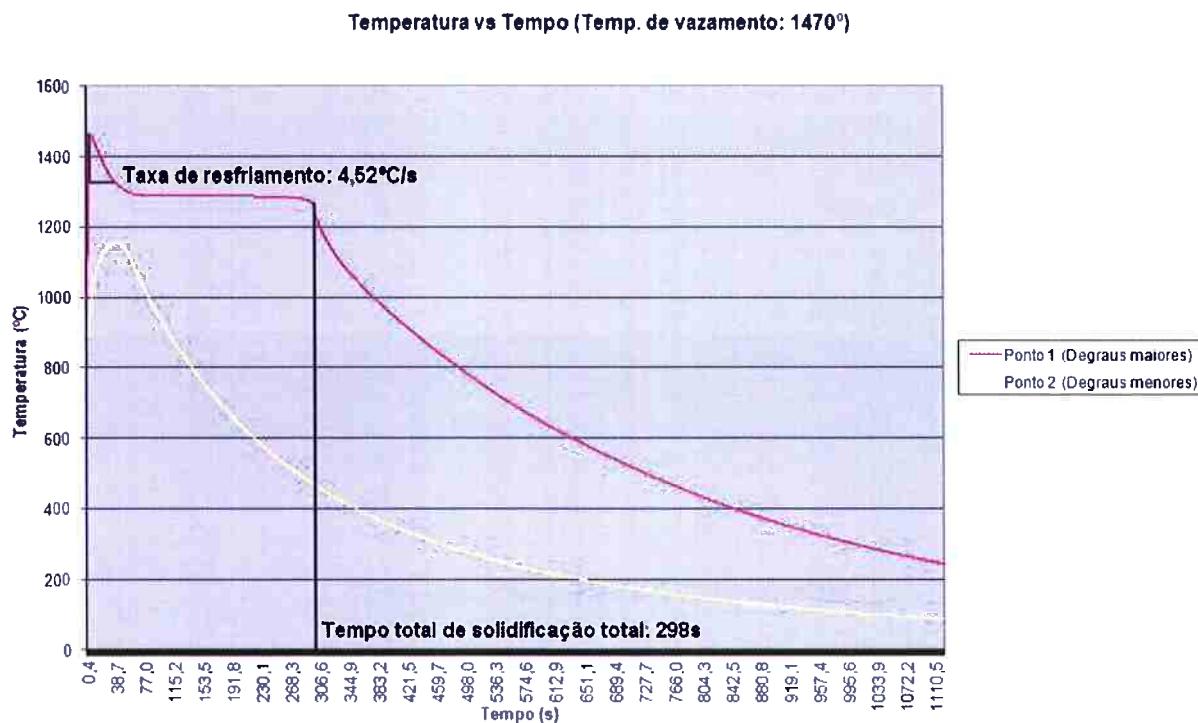


Figura 17 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento: 1470°C

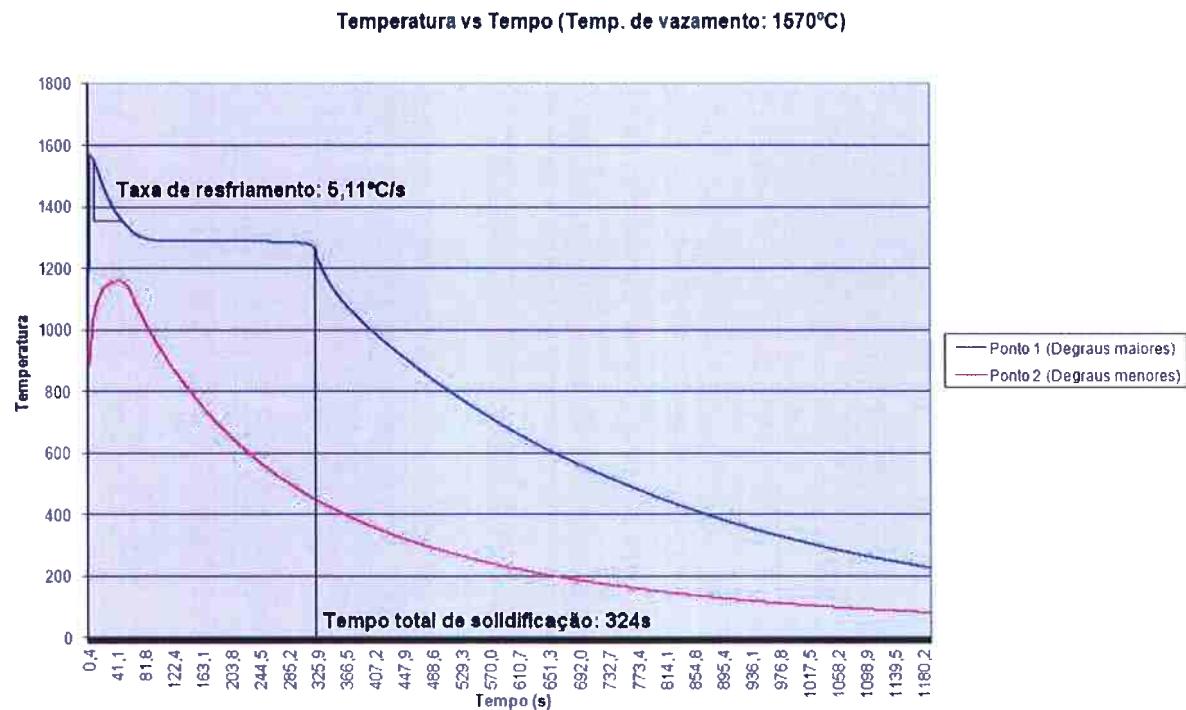


Figura 18 - Temperatura em função do tempo, temperatura de vazamento: 1570°C

Assim como mostrado nas figuras, as taxas de resfriamento calculadas a partir das curvas para as temperaturas de vazamento de 1370°C, 1470°C e 1570°C são: 2,88°C/s, 4,52°C/s e 5,11°C/s. O tempo total de solidificação encontrado para

as respectivas curvas foi de 273s, 298s e 324s. Os valores de taxa de resfriamento para o ponto 2 das curvas não podem ser obtidos devido ao fato de que nesse ponto a solidificação se dá muito rapidamente, devido ao baixo módulo (razão entre volume e área de contato com as paredes cerâmicas) desse degrau. Sobrepondo as curvas dos pontos 1 para cada temperatura de vazamento, obteve-se a figura 19, que consegue comparar visualmente as taxas de resfriamento e o tempo total de solidificação:

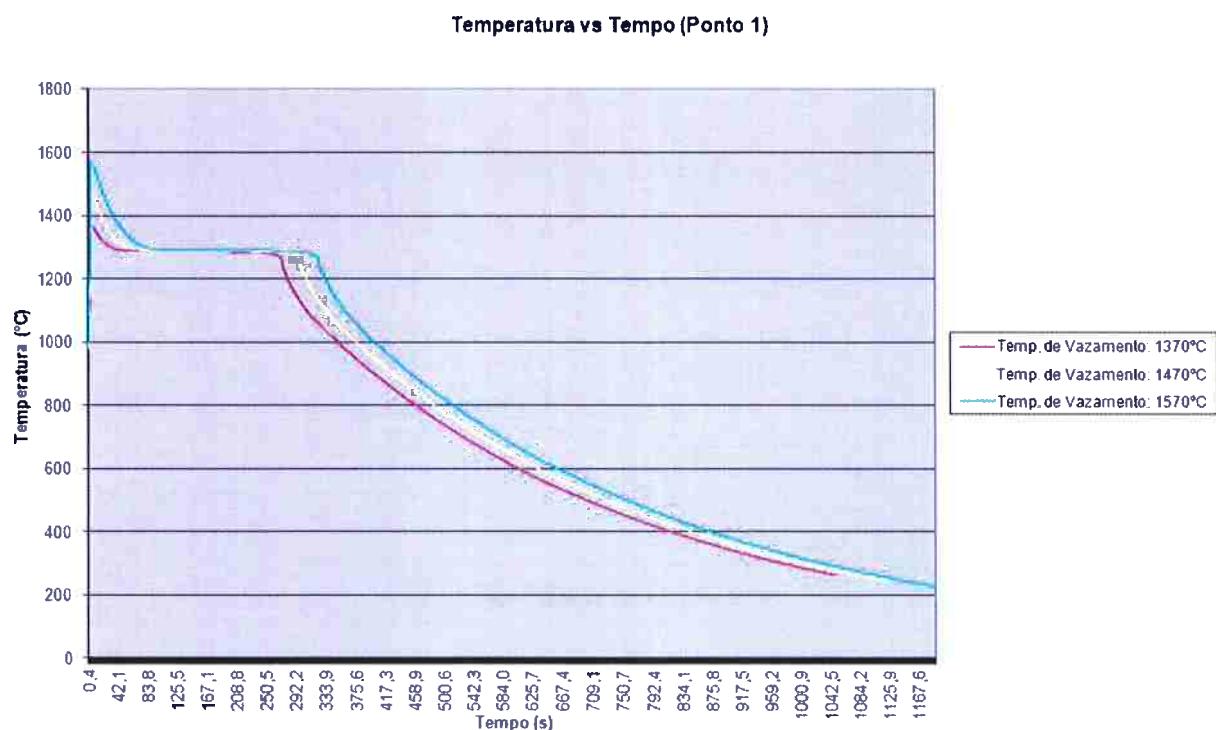


Figura 19 - Sobreposição das curvas de Temperatura em função do Tempo em diferentes temperaturas de vazamento

A figura 20 mostra o tempo total de solidificação no corte da peça, com temperatura de vazamento de 1470°C. Nota-se que a última “parte” a ser solidificada está imediatamente antes do início da peça, o que indica que deve-se esperar uma peça sem porosidades ou rechupe.

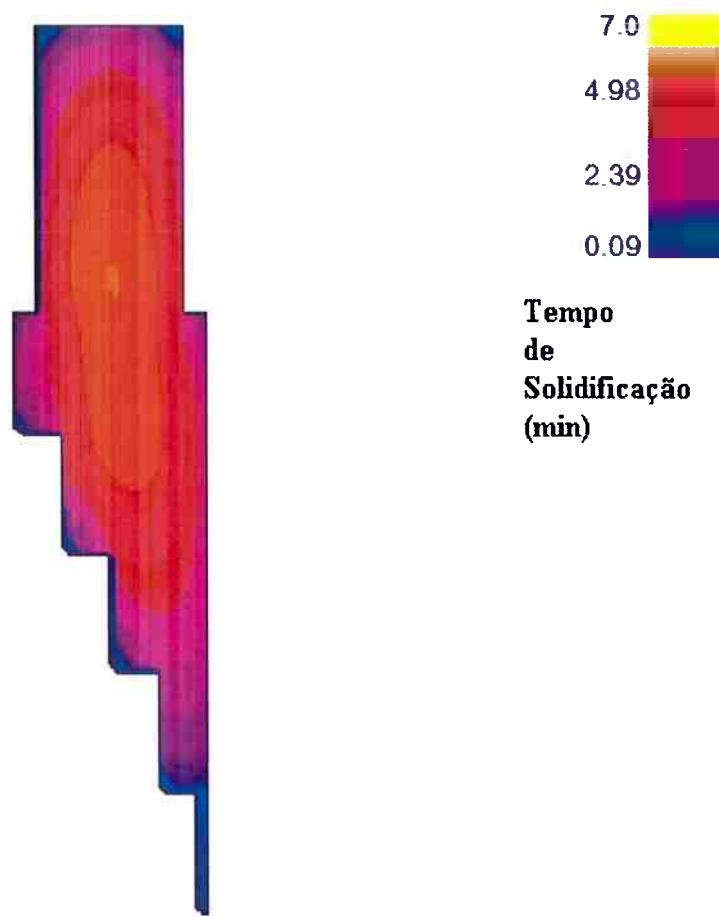


Figura 20 - Tempo total de solidificação para a peça, com temperatura de vazamento de 1470°C

5.2. Resultados Metalográficos

A apresentação dos seguintes resultados será feita de acordo com o número do experimento (de 1 a 10) e da amostra retirada do cacho correspondente (de A a D).

Na primeira parte do trabalho, a variação de temperaturas de vazamento apresentou uma nítida diferença entre a temperatura de vazamento de 1370°C e as demais, o efeito macroestrutura final se mostrou bastante abrupto. Esta temperatura de 1370°C, foi a temperatura em que se obteve fluidez razoável e homogênea para vazamento da carga metálica (aproximadamente 10 quilogramas). Considerando a temperatura *Liquidus* do metal encontrada na literatura (1), de 1290°C, o superaquecimento foi de 80°C.

Utilizando a temperatura de vazamento de 1370°C a macroestrutura mostrou grãos bastante refinados como pode ser visto nas figuras 21 e 22.

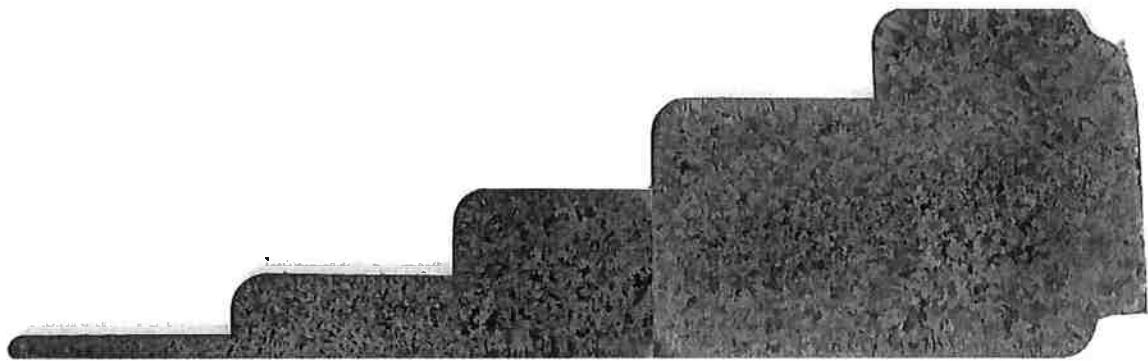


Figura 21 - Macroestrutura da amostra 1-A



Figura 22 - Macroestrutura da amostra 1-B

Para as temperaturas de vazamento de 1420°C, 1470°C e 1520°C, todas as macroestruturas apresentaram tamanho de grão mais grosso e razoavelmente semelhante entre elas. As figuras de 23 a 28 mostram as macroestruturas de tais experimentos:

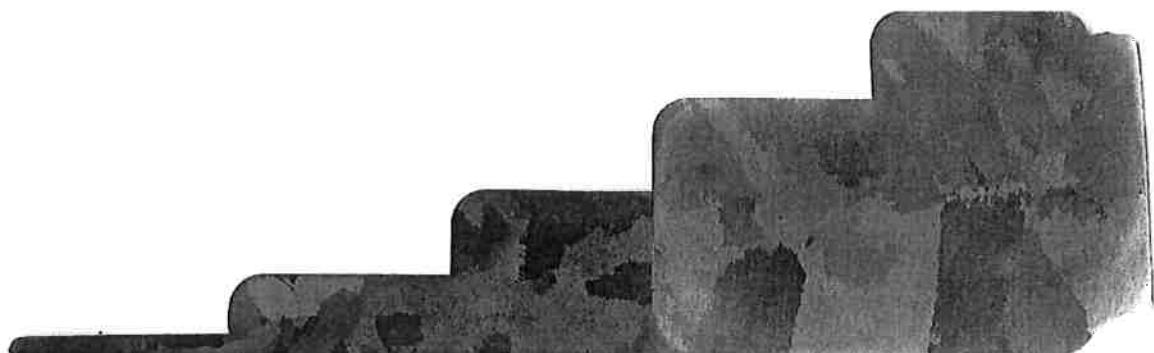


Figura 23 - Macroestrutura da amostra 2-A

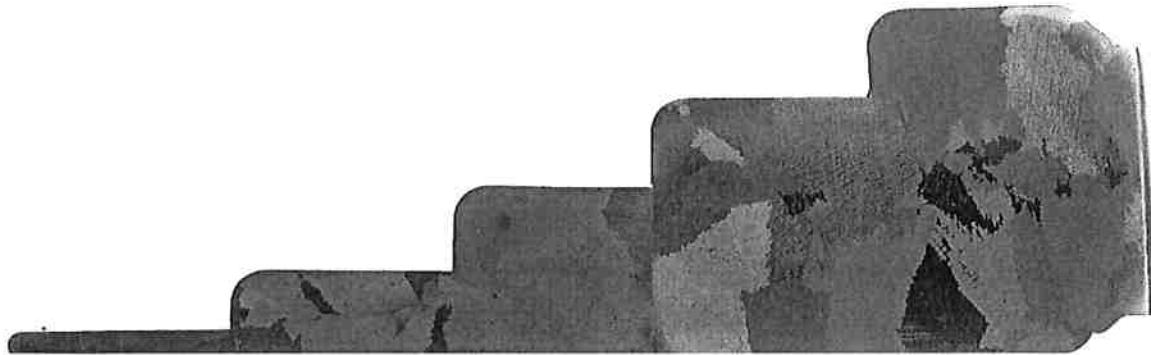


Figura 24 - Macroestrutura da amostra 2-B

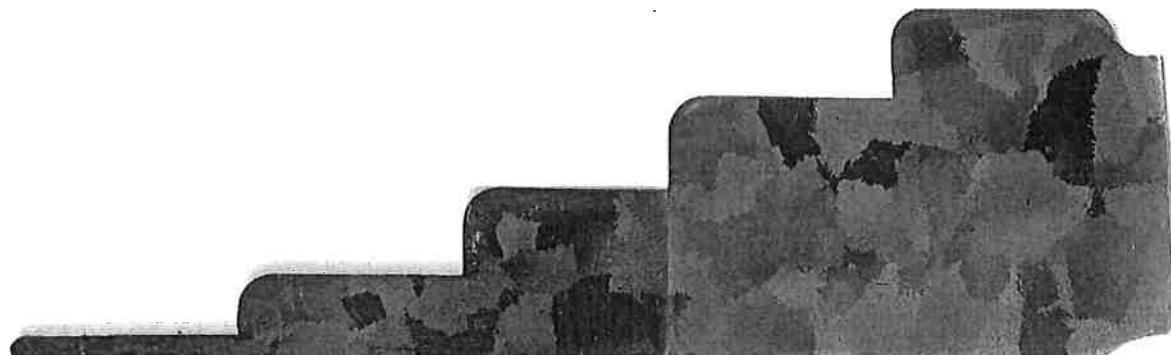


Figura 25 - Macroestrutura da amostra 3-A

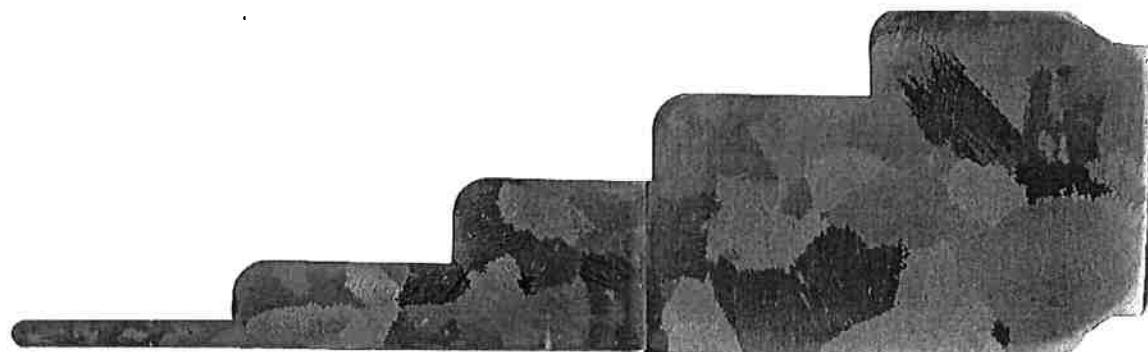


Figura 26 - Macroestrutura da amostra 3-B

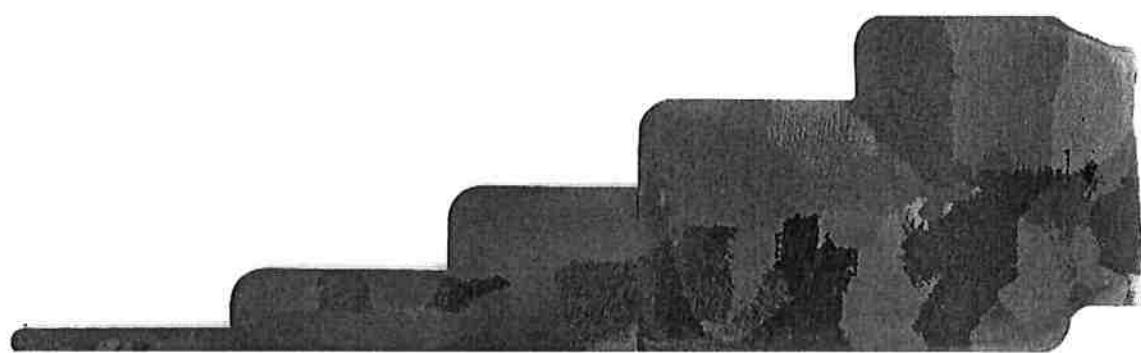


Figura 27 - Macroestrutura da amostra 4-A

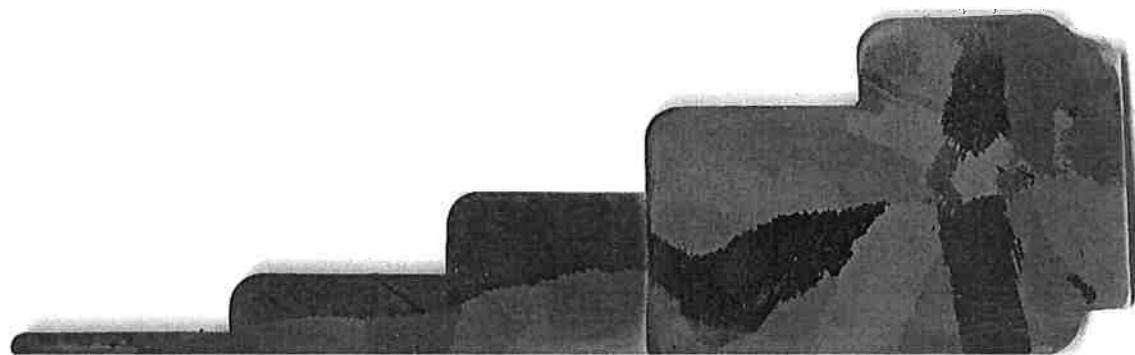


Figura 28 - Macroestrutura da amostra 4-B

As macrografias das amostras 5 (figuras 29 e 30), comparativamente às figuras 25 e 26 (de mesma temperatura de vazamento) mostram que o substrato não causou efeito obtido por Liu *et al.* [2] ou ele foi insuficiente. Isso deve ter ocorrido devido à pequena quantidade disponível. Outro fator que pode ser considerado também é a homogeneização, que segundo o estudo de Liu *et al.* [12], parece causar efeito na macroestrutura final. No experimento 5, o tempo de homogeneização foi muito maior comparado aos anteriores.

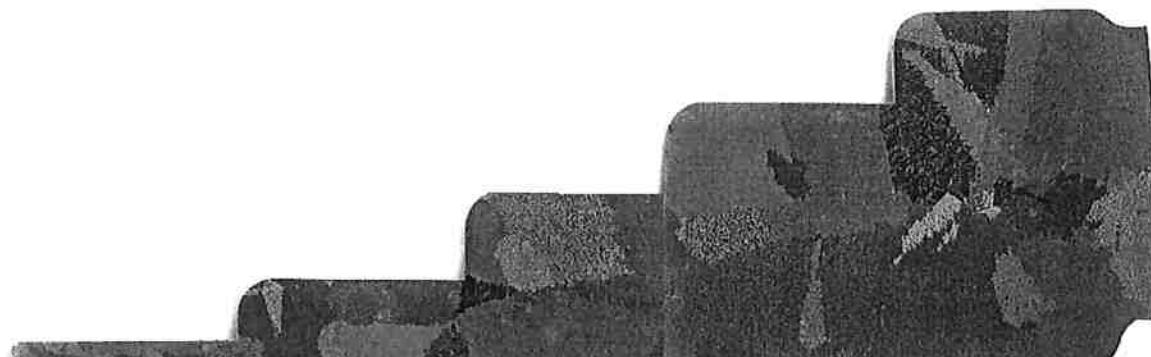


Figura 29 - Macroestrutura da amostra 5-A

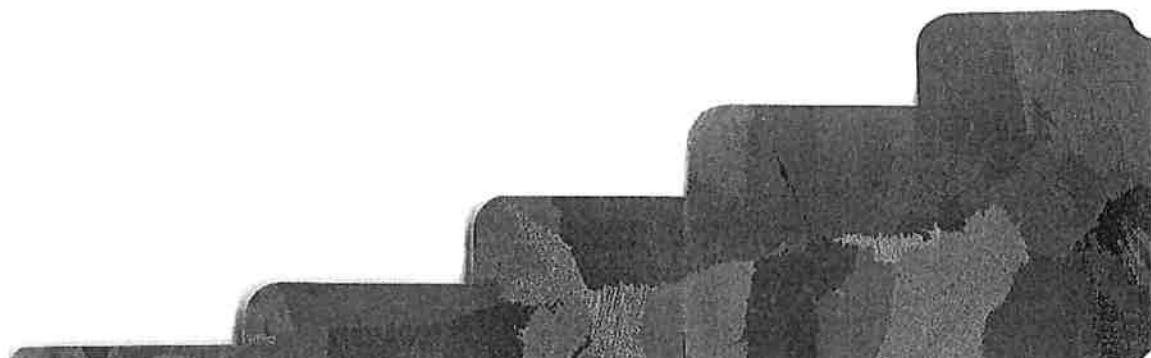


Figura 30 - Macroestrutura da amostra 5-B

As macrografias das amostras 6 (figuras 31 e 32), comparativamente às figuras 25 e 26 (de mesma temperatura de vazamento) mostram que o substrato causou um certo efeito de nucleação. Esse efeito não pode ser avaliado quantitativamente devido às perdas de Aluminato de Cobalto reportadas na seção "Materiais e métodos" deste trabalho.

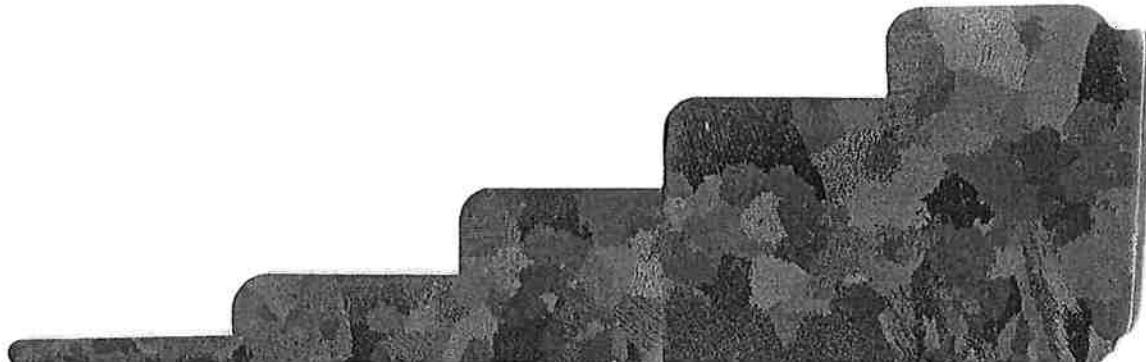


Figura 31 - Macroestrutura da amostra 6-A

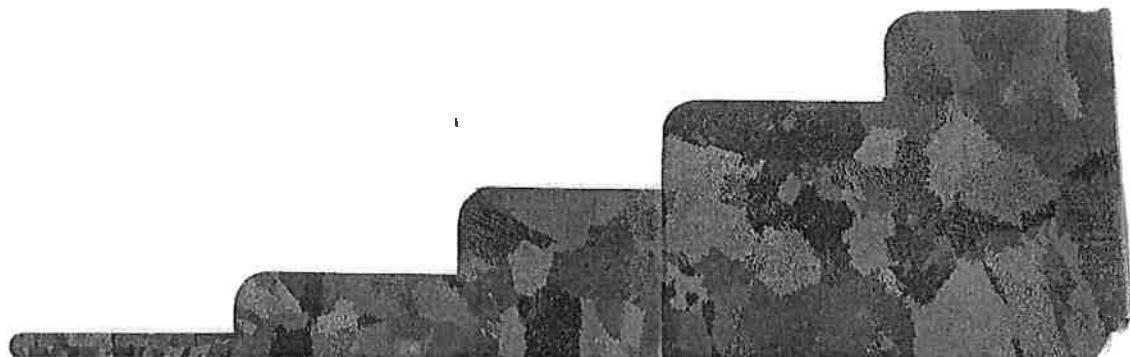


Figura 32 - Macroestrutura da amostra 6-B

As macrografias dos experimentos 7 e 9 (figuras 33 e 34) devem ser desconsideradas, devido ao fato da quebra do molde. O rechupe que essa quebra causou muda as condições de solidificação de modo que não se tem um resultado confiável.

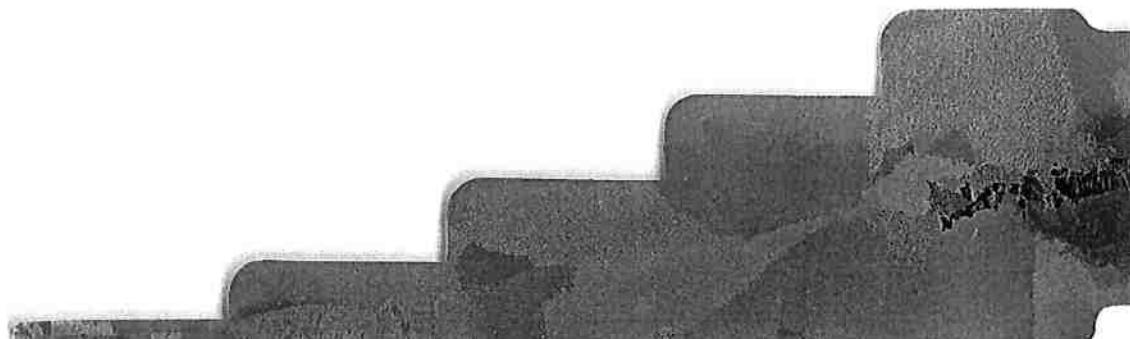


Figura 33 - Macroestrutura da amostra 7-A

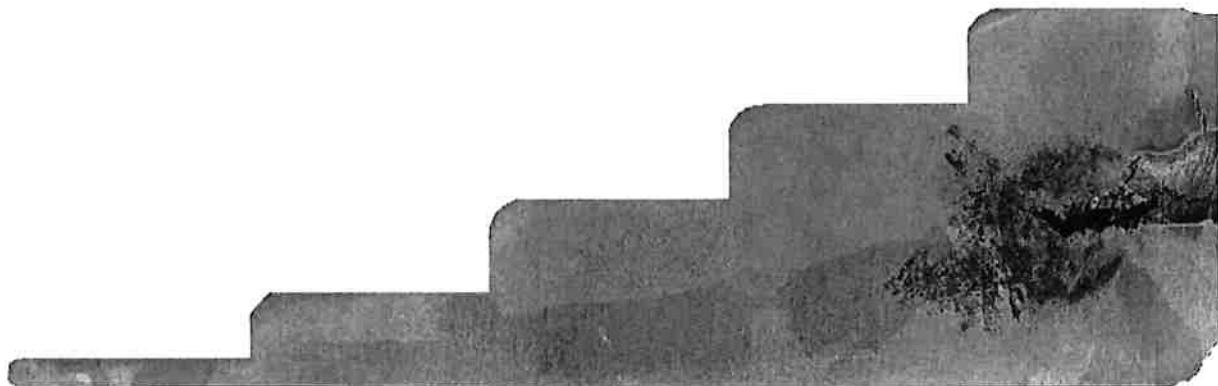


Figura 34 - Macroestrutura da amostra 9-A

As amostras 8-A e 10-A não apresentaram efeito mensurável. Isso pode ter sido causado pelo fato que o material do briquete não reagiu suficientemente, isto é, não formou óxidos e não formou Cobalto metálico suficientes para causar nucleação, pois o briquete além de flutuar ficou recoberto com a camada de óxido formado. As macrografias das amostras 8-A e 10-A são apresentadas nas figuras 35 e 36.

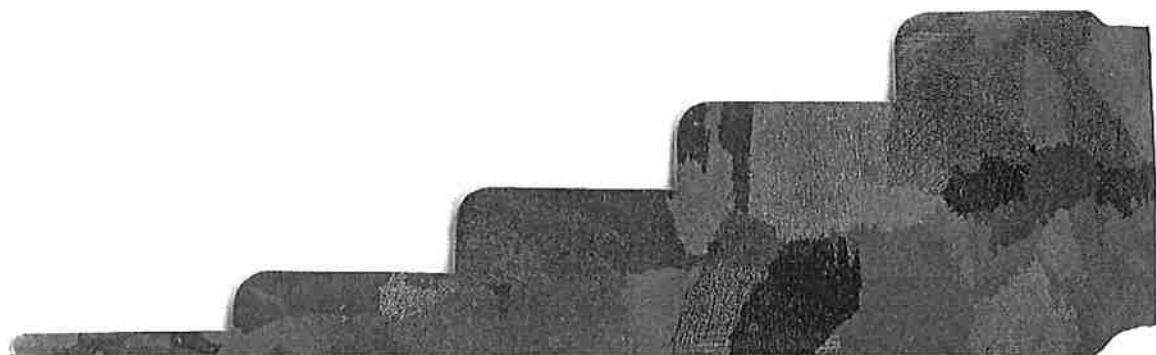


Figura 35 - Macroestrutura da amostra 8-A

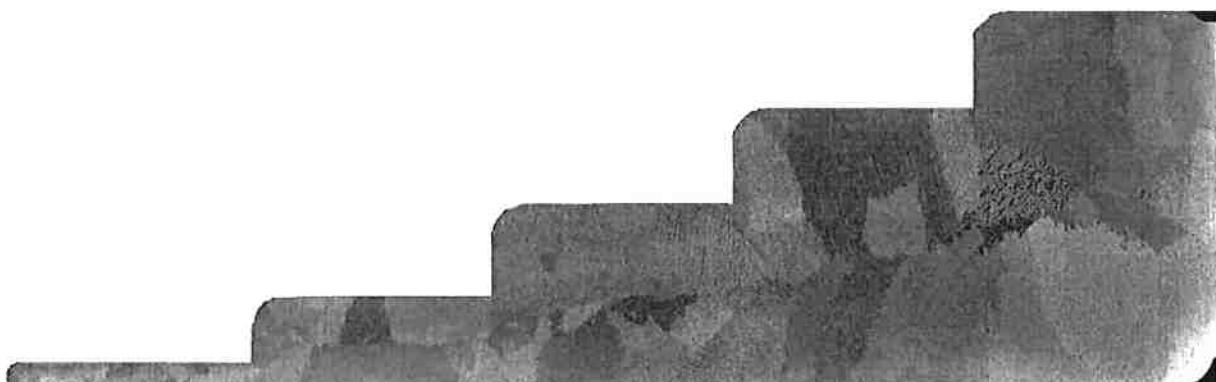


Figura 36 - Macroestrutura da amostra 10-A

5.3. Medida do tamanho médio de grão

A medida do tamanho médio de grão foi feita seguindo a norma ASTM E112-10. O método escolhido foi o método do intercepto linear de Heyn. A tabela de comparação presente na norma para obtenção do tamanho de grão médio é a tabela 3 (“Macroscopic Grain Size Relationships Computed for uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains”). A estrutura de grãos da amostras 1-A e 1-B é bastante homogênea, porém a estrutura de grãos das amostras 2-A, 2-B, 3A, 3-B, 4-A, 4-B, 5-A, 5-B, 6-A e 6-B mostraram-se pouco homogêneas, pois as partes que demoraram mais para solidificar apresentaram estruturas de grãos mais grosseira com relação aos degraus finos. Na busca por grãos finos e homogêneos, a parte mais grosseira torna-se a parte crítica, e por isso, as medições do tamanho de grão dessas amostras foram realizadas apenas nos dois últimos degraus da amostra, pois, devido ao maior tempo para solidificar, apresentam grãos de tamanho médio maior. Nota-se na tabela 3 abaixo que as quantidades de Aluminato de Cobalto não foram especificadas, pois não houve precisão da quantidade deste material que foi vazado junto ao banho. [24]

Tabela 4 – Tamanho médio de grão medido utilizando o método do intercepto linear de Heyn e comparado à tabela 3 da norma ASTM E112 [24]

Amostra	Temperatura de vazamento	Inoculação	Tamanho médio de grão
1-A	1370°C	Não	M-10,5
1-B	1370°C	Não	M-10,5
2-A	1420°C	Não	M-5,5
2-B	1420°C	Não	M-5,5
3-A	1470°C	Não	M-5,5
3-B	1470°C	Não	M-5,0
4-A	1520°C	Não	M-5,0
4-B	1520°C	Não	M-5,0
5-A	1470°C	Ni-Al (0,1% massa)	M-5,0
5-B	1470°C	Ni-Al (0,1% massa)	M-5,0
6-A	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-7,0
6-B	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-6,5
7-A	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-4,0
8-A	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-5,5
9-A	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-4,5
10-A	1470°C	CoAl ₂ O ₄	M-5,5

5.4. Análise química

Para as amostras inoculadas com o aluminato de cobalto, a tabela 4 mostra os resultados da análise química, comparados à típica composição química do IN-713C.

Tabela 5 - Composição química do IN-713C e das amostras inoculadas

Composição Química – IN-713C e amostras inoculadas (em %)																
	C	Mn	Si	P Máx.	S Máx.	Cr	Fe	Mo	Al	Ti	B	Co	Cu Máx.	Nb + Ta	Zr	Ni
IN-713C	0,08 a 0,20	0,25 máx.	0,6	0,015	0,015	12 a 14	2,5 máx.	3,8 a 5,2	5,5 a 6,5	0,5 a 1,0	0,005 a 0,015	1,0 máx.	0,5	1,8 a 2,8	0,05 a 0,15	Bal.
6-A1	0.149	0.0256	0.0735	0.0053	0.0061	13.38	1.98	4.299	6.02	0.707	0.0124	0.1003	0.0100	1.987	0.0844	71.10
6-A2	0.1582	0.0258	0.0737	0.0067	0.0090	13.31	1.981	4.242	6.00	0.695	0.0121	0.0402	0.0101	1.941	0.0809	71.36
6-B1	0.1424	0.0262	0.0774	0.0035	0.0031	13.32	1.991	4.249	5.98	0.731	0.0124	0.0458	0.0103	1.956	0.0798	71.31
6-B2	0.1623	0.0262	0.0816	0.0045	0.0051	13.27	1.985	4.207	5.98	0.735	0.0131	0.0475	0.0104	1.977	0.0813	71.35
8-A1	0.1609	0.0233	0.0704	0.0045	0.0050	13.31	1.522	4.171	5.88	0.650	0.0130	0.1030	0.0095	1.972	0.0798	71.97
8-A2	0.1568	0.0234	0.0686	0.0041	0.0038	13.34	1.525	4.186	5.91	0.660	0.0130	0.0403	0.0094	2.007	0.0813	71.92
10-A1	0.2102	0.0234	0.0678	0.0040	0.0035	13.25	1.585	4.169	5.86	0.656	0.0117	0.0892	0.0095	1.965	0.0735	71.97
10-A2	0.2160	0.0234	0.0676	0.0040	0.0038	13.37	1.565	4.208	5.93	0.675	0.0120	0.0871	0.0094	2.055	0.0785	71.64

Pode-se observar que a composição da liga na amostras não foi alterada radicalmente. Em algumas amostras aparentemente houve uma sensível diferença na quantidade de cobalto dos dois pontos. Isso pode ter sido causado pela flutuação do composto no banho metálico. A quantidade de alumínio se manteve homogênea na amostra.

6. CONCLUSÕES

A partir dos resultados dos experimentos realizados, levantamos as seguintes conclusões:

- O efeito da temperatura de vazamento é bastante importante e aparenta ter um efeito abrupto, isto é, a macroestrutura tem uma grande sensibilidade à variação, já que a uma baixa temperatura de vazamento obteve-se uma estrutura de grãos bastante fina e homogênea e em outras temperaturas mais altas de vazamento obteve-se tamanhos de grão muito próximos. O tempo de solidificação total pareceu então bastante relacionado com a estrutura de grãos final.
- Nada se pode concluir a respeito da eficácia do Ni-Al como inoculante, pois como a quantidade utilizada foi muito reduzida, não obteve-se nenhum valor mensurável de variação. Outro fator que pode ter contribuído para essa não eficácia pode ter sido o longo tempo de homogeneização.
- O Aluminato de Cobalto parece influir na macroestrutura final. Comparativamente à primeira parte do estudo, à uma mesma temperatura, houve uma redução do tamanho médio de grão, mostrada na Amostra 6. As amostras de 7 a 10 não puderam avaliar esse efeito corretamente..
- Apesar de parecer haver influência do Aluminato de Cobalto na estrutura bruta de fundição final, não se pôde (neste trabalho) ter resultados quantitativos, pois em nenhum dos ensaios a carga total de Aluminato de Cobalto foi homogeneizada pelo banho.

7. SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

A partir deste presente trabalho, a partir de seus erros e acertos, podem-se sugerir novas técnicas e novos trabalhos para a continuidade deste.

Como novo trabalho a respeito da variação de temperaturas de vazamento:

- Estudar o efeito das temperaturas de vazamento na macroestrutura utilizando a lama com aluminato de cobalto na primeira camada do revestimento;

Como técnicas a respeito da tentativa de inoculação com o Aluminato de Cobalto:

- Tentativa do uso de menores pastilhas de aluminato de cobalto para evitar o recobrimento da pastilha por óxidos;
- Injeção do pó de aluminato de cobalto no banho metálico através do uso de alguma espécie de lança;

A respeito da tentativa de uso do Ni-Al como inoculante:

- Utilização de uma maior quantidade de Ni-Al, para validar ou não seu efeito e caso este ocorra, sugere-se variar sua quantidade para quantificar esse efeito;

Como sugestões de novos trabalhos a respeito de inoculação das superligas:

- Comparação do efeito do aluminato de cobalto na primeira camada do revestimento com o efeito do aluminato de cobalto adicionado ao banho metálico, através de medidas de tamanho de grão em diferentes cortes da peça;
- Busca de outro agente nucleante mais denso afim de evitar sua flutuação e facilitar a homogeneização do banho;
- Utilização de Microscopia Eletrônica de Varredura para avaliar a presença ou não de inclusões na peça final;
- Fundição de corpos de prova apropriados para avaliação das propriedades mecânicas finais em comparação com o tamanho médio de grão, através de ensaios de tração, ensaios de dureza. Além disso

sugere-se a utilização de microscopia óptica para verificar o tamanho das microporosidades.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. A study of IN-713LC superalloy grain refinement effects on microstructure and tensile properties. Wei, C.N., Bor, H.Y., Ma, C.Y., Lee, T.S. 2003, Materials Chemistry and Physics 80, pp. 89-93.
2. **ASM International.** *ASM Specialty Handbook - Heat Resistant Materials.* s.l. : ASM International, 1997.
3. **Tavares, Caio Fazzioli.** *Influência da composição química e da espessura da peça fundida na quantidade e distribuição de ferrita delta em aços inoxidáveis austeníticos.* São Paulo : Dissertação de Mestrado - Catálogo USP, 2008.
4. *Grain refinement of superalloy IN-718C by the addition of inoculants.* Xiong, Y., Du, J., Wei, X., Yang, A., Liu, L, Zeng, D. 2004, Metallurgical and Materials Transactions A, pp. 2111-2114.
5. *Grain refinement of superalloy K4169 by adition of refiners: cast structure and refinement mechanisms.* Liu, L., Huang, T., Xiong, Y., Yang, A., Zhao, Z., Zhang, R., Li, J. 2005, Materials Science and Engineering A, pp. 1-8.
6. **Silva, Fernando Takashi Massucado Rodrigues da.** *Transição Colunar/Equiaxial na liga Al-3%Si.* São Paulo : Trabalho de Formatura Apresentado à Escola Politécnica da USP, 2011.
7. *Development of a conventional fine grain casting process.* Woulds, Michael e Benson, Howard. 1984, Proc. Fifth Internat. Symp. on Superalloys, pp. 3-12.
8. *A new method of fine grained casting for nickle-base superalloys.* Liu, L., Zhang, R., Wang, L., Pang, S., Zhen, B. 1998, Journal of Materials Processing Technology, pp. 300-304.
9. *Polycrystalline grain controlled castings for rotating compressor and turbine components.* Ewing, B. A. e Green, K. A. 1984, Proc. Fifth Internat. Symp. on Superalloys, pp. 33-42.
10. **SAE.** AMS-5391E. *Nickel Alloy, Corrosion and Heat Resistant, Investment Castings 73Ni-13Cr-4.5Mo-2.3Cb-0.75Ti-6.0Al-0.01OB-0.1OZr Vacuum Cast,As Cast.* 1996.
11. *Designation E112-10 - Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.* ASTM. 2010.
12. Beeley, P. R. e Smart, R. F. *Investment Cast.* Londres : The Institute of Materials, 1995.
13. *Grain Refinement of aluminum and its alloys by heterogeneous nucleation and alloying.* Murty, B. S., Kori, S. A. and Chakraborty, M. 2002 йил, International Materials Reviews Vol. 47.
14. **Arango, Diego Alfonso Pineda.** *Efeito da inoculação na macroestrutura de grãos de ligas Al-Si obtidas por solidificação unidirecional.* São Paulo : Dissertação de Mestrado apresentada à Escola Politécnica da USP, 2009.
15. *An investigation on fine-grain formation and structural character in cast IN718 superalloy.* Ma, Y., Sun, J., Xie, X., Hu, Y., Zhao, J., Yan, P. 2003, Journal of materials processing technology 137, pp. 35-39.
16. **Kurz, W. and Fisher, D. J.** *Fundamentals of Solidification.* s.l. : Trans Tech Publications, 1989.

17. **Hempel Special Metals Group.** Hot Isostatic Pressing of Near Net Shape Parts. *Hempel Special Metals Group.* [Online] [Cited: 2012 йил 08-Maio.] www.hempel-metals.com/UserFiles/File/hot%isostatic%20pressing.pdf.
18. **Stefanescu, Doru Michael.** *Science and engineering of casting solidification.* New York : Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2002.
19. *Effect of melt homogenization temperature on the cast structures of In 738 LC superalloy.* **Liu, L., et al.** 1994 йил, Scripta Metallurgica et Materialia Vol. 30, pp. 593-598.
20. **Ferro GmbH Pigments and Special Products.** FK07 - Technichal Information. *Inoculants for Investment Casting.* [Online] [Cited: 2012 йил 11-05.] www.ferro.com/NR/rdonlyres/E69A08DD-EA2E-47B4-BFC5-5AC11315E65F/0/FK07e_Inoculants.pdf.
21. **Tremarin, Ronaldo Cesar.** *Influência da adição de aluminato de cobalto na lama de zirconita do processo de fundição de precisão.* Porto Alegre : Dissertação de mestrado apresentada à UFRGS, 2011.
22. *Microstructure and mechanical properties of high temperature creep resisting superalloy René 77 modified CoAl₂O₄.* **Zielinska, M., Sienawski, J. and Poreba, M.** 2007 йил, Archives of Materials Science and Engineergin, pp. 629-632.
23. *Surface modification, microstructure and mechanical properties of investment cast superalloy.* **Zielinska, M., Kubiak, K. and Sieniawski, J.** 2009 йил, Journal of achievements in materials and manufacturing engineering.
24. **Degarmo, E. P., Black, J. T. and Kohser, R. A.** *Materials and Processing in Manufacturing.* s.l. : John Wiley and Sons, Inc., 1999.