

## Metalografia em cores de uma liga Ni-Fe-Cr após processos de soldagem

S. J. Buso, W. A. Monteiro, W. A. P. Calvo

Departamento de Engenharia de Materiais, IPEN, C. P. 11049. CEP 05422-970, São Paulo, Brasil E-mail: [wamonte@baitaca.ipen.br](mailto:wamonte@baitaca.ipen.br)

### RESUMO

Ligas resistentes ao calor são usualmente superligas, usadas particularmente quando resistência a oxidação, deformação ou fadiga é necessária. Tais ligas são desenvolvidas de aços austeníticos, por grande adição nas quantidades dos elementos da liga, os quais incluem cromo (acima de 25%) e níquel (acima de 30%)<sup>[1, 2]</sup>.

Atualmente, despendem-se esforços em processos de soldagem destas ligas para realçar e manter boas propriedades em serviço<sup>[3]</sup>. Este trabalho mostra alguns aspectos da microestrutura observada por microscopia óptica utilizando ataque colorido (metalografia em cores), na superliga nacional EMVAC 600, em diferentes processos de soldagem, TIG (pulsado e não pulsado), Arco-Plasma e LASER (o material empregado: peças planas, sem material de adição, juntas de topo e passo simples, que foram inicialmente trabalhadas a frio, com redução de 91% em espessura, e então recozidas a 1150°C por 30 minutos.)

Especificamente nas superligas, devido à complexidade de suas microestruturas e sua vasta quantidade de constituintes, a eficiência e utilidade da metalografia em cores limitam-se a intensificação do contraste pela colorização seletiva da matriz ou das segundas fases e precipitados; ou pelo maqueamento dos carbeto, nitreto e precipitados devido ao superenvelhecimento<sup>[4]</sup>.

### ABSTRACT

Heat-resisting alloys are usually superalloys, particularly used when oxidation, creep or fatigue resistance is necessary. These alloys are developed from austenitic steels, increasing the amounts of alloying elements, which include chrome (up to 25%) and nickel (up to 30%)<sup>[1, 2]</sup>.

Now efforts occur in welding processes of these alloys to enhance and maintain good properties in service<sup>[3]</sup>. This work shows some aspects of the microstructure on a Brazilian superalloy EMVAC 600 by optical microscopy with use of color metallography, in different welding processes, TIG (pulsed or not pulsed), Plasma-Arc and LASER (the material: flat pieces, without filler material, top unions and single pass, which was initially 91% cold worked and then annealed at 1150°C for 30 minutes).

Particularly in the superalloys, in function of the complexity of their microstructures and its various alloying elements, the efficiency and utility of color metallography are limited by contrast intensification by matrix selective coloring or from the precipitates or second phases, or by outlining of the carbides, nitrides and precipitates due to overaging<sup>[4]</sup>.

## 1. INTRODUÇÃO

Ligas resistentes ao calor são, usualmente, aços de alta liga ou superligas e são usados, particularmente, quando é necessária resistência à oxidação, deformação ou fadiga. Eles são normalmente aços austeníticos, modificados por aumento nas quantidades de elementos de liga, tais como: níquel, cromo, titânio, silício ou cobalto, e quantidades relativamente grandes de carbono<sup>[1, 2]</sup>.

A superliga de Ni, nacional, EMVAC 600 (liga austenítica 76,0%Ni-8%Fe-15%Cr), apresenta alta resistência mecânica, resistência à corrosão e à oxidação em temperaturas elevadas, sendo empregada na construção de turbinas de aviões e de termoelétricas, reatores químicos, detectores e reatores nucleares.

Na união da liga 600, utilizam-se os processos de soldagem por fusão a arco de tungstênio com atmosfera gasosa, feixe de elétrons e por LASER<sup>[3]</sup>.

O objetivo deste trabalho é: realizar sistematicamente a caracterização microestrutural de amostras da superliga de níquel EMVAC 600 (nacional), que receberam tratamentos termomecânicos seguidos de processos de soldagem. A caracterização microestrutural será feita por microscopia óptica utilizando a técnica de metalografia em cores.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Superligas Base Níquel

Uma aplicação crítica de materiais, está em sistemas de alta temperatura, acima de 540°C, tais como: componentes para turbinas de aviões, indústrias de geração de energia elétrica, processamento químico e nuclear. As ligas usadas para estas aplicações são base; ferro, cobalto ou níquel. As ligas base níquel são as mais utilizadas.

A aplicabilidade do níquel, para tais ligas, reside nas seguintes propriedades: seu elevado ponto de fusão (1453°C), adequada resistência à corrosão e capacidade de dissolver, de maneira limitada, um certo número de elementos metálicos, que servem para reforçar ou melhorar suas propriedades a corrosão e à altas temperaturas<sup>[1, 2, 3]</sup>.

As ligas Níquel-Cromo-Ferro, têm sua aplicabilidade baseada na presença de cromo e outros elementos de liga. O cromo é constituinte essencial para conferir resistência à corrosão, sendo normalmente encontrado nestas ligas, com teor de 15-30%, os outros elementos, que se presentes, estão normalmente num nível menor, variando entre 3 a 20%, e estão relacionados com o aumento da resistência à deformação em altas temperaturas, dentro desta gama estão as ligas níquel-cromo-ferro, comumente conhecidas por ligas INCONEL.

A raiz da família de ligas INCONEL é a INCONEL 600, que é uma liga austenítica de solução sólida contendo 76% de níquel, 15% de cromo, 8% de ferro e adições menores de outros elementos. Contendo tão alto teor de níquel, esta liga apresenta baixa solubilidade de carbono, de modo que ao ser exposta a temperaturas entre 540°C e 980°C, o carbono excessivo se precipitará como carbonetos de cromo. Dependendo da temperatura de exposição, estes carbonetos podem aparecer tanto dispersos na matriz e contornos de grão, quanto predominantemente nos contornos de grão. A liga nacional EMVAC 600 apresenta matriz austenítica, solução sólida, cúbica de face centrada, fase  $\gamma$  e várias fases secundárias (carbonetos e precipitados metálicos), com composição química semelhante a superliga INCONEL 600<sup>[3]</sup>.

## 2.2 Metalografia em Cores

A moderna metalografia surgiu, praticamente, com o trabalho pioneiro de Sorby, quando em 1863, observou pela primeira vez uma estrutura metálica ao microscópio óptico. Desde então, define-se a metalografia como o ramo da tecnologia que estuda e interpreta a estrutura interna dos metais e suas ligas, como também a relação entre as suas composições químicas, propriedades físicas e mecânicas.

Para a determinação de uma microestrutura, foram desenvolvidos ao longo dos anos, muitos métodos de preparação e observação de amostras, entretanto, a observação por meio de um microscópio óptico, continua sendo um dos mais importantes.

Qualquer exame para revelar os constituintes de um metal por meio óptico, envolve basicamente três estágios de preparação de um corpo de prova: a obtenção de uma secção plana e polida, o realce da microestrutura através de um ataque químico e sua observação e registro posterior ao microscópio

No preparo da solução química para o ataque, pode-se utilizar vários agentes. Estes, usualmente, ácidos ou bases, diferencialmente, atacam a superfície heterogênea do corpo de prova e produzem uma superfície topográfica, que possibilita o exame num microscópio óptico. Apesar do fato de que o ataque é baseado numa reação eletroquímica, muitos dos reagentes têm sido desenvolvidos em bases empíricas e, apenas recentemente, dá-se atenção para o desenvolvimento de ataques químicos estritamente controlados, tais como ataques potenciostáticos<sup>[4,5]</sup>..

As micrografias obtidas de uma superfície polida e atacada são resultados do contraste luz-sombra, sendo, em geral, difícil identificar as fases presentes, devido a deficiência de contraste. A técnica da Metalografia em Cores vem em auxílio na identificação destas, não somente apresentando um alto grau estético, mas também, aumentando a quantidade de informação disponível ao observar-se a amostra.

Um dos métodos da metalografia em cores, é o ataque colorido, que apresenta muitas outras designações na literatura, incluindo ataque por tingimento (tint etching), ataque decorativo (decorative etching) e ataque quente (heat etching). O princípio básico para obtenção do tingimento em ataque colorido, ou envolve, seletivos e diferentes tingimentos das diferentes fases, quimicamente, ou envolve, fenômenos ópticos conectados com interferência de luz. Dentre os métodos para a obtenção dos tingimentos em ataque colorido pode-se citar:

- a - Deposição de filme por processos térmicos (heat tinting)
- b - Deposição de filme por processos químicos ou eletroquímicos
- c - Deposição de filme sob vácuo.

Os métodos puramente ópticos para obtenção e utilização de cores em metalografia em cores, podem ser:

- a - Uso de luz polarizada
- b - Separação de cores

No caso específico das superligas, devido à complexidade de suas microestruturas e sua vasta quantidade de constituintes, a eficiência e utilidade da metalografia em cores nestas ligas, estão limitadas a intensificação do contraste, pela colorização seletiva da matriz ou das segundas fases e precipitados; ou realçando os carbeto, nitreto e precipitados, devido ao superenvelhecimento<sup>[4]</sup>.

A utilização da metalografia em cores, no caso específico da juntas soldadas, está baseada na intensificação do contraste na zona de fusão (ZF), procurando evidenciar as falhas no processo de solidificação, assim como a distinção de fases formadas em regiões de zona de fusão (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA)<sup>[6]</sup>.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O material em estudo, EMVAC 600 (INCONEL 600 ou UNS NO6600), fabricado pela empresa Eletrometal Metais Especiais, apresentava-se na forma de peças com dimensões de 50x14x1,4 mm, previamente laminadas a frio, com 91,2% de redução em espessura, solubilizadas a uma temperatura de 1150°C durante 30 minutos, soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, em sentido longitudinal à direção de laminação, em juntas de topo, único passe e sem adição de material. A composição química típica da liga inclui 76 % de Ni, 15% de Cr, 8% Fe, e pequenas adições de Al, Mn, Ti e Si.

A preparação das amostras começou, pelo corte de pequenos pedaços das lâminas, com área de 70 mm<sup>2</sup> aproximadamente. Estes foram embutidos num processo a quente, em matriz de baquelite. No processo de embutimento, as amostras foram colocadas numa embutidora manual, que opera através de um sistema termomecânico, em que é colocada uma quantidade de baquelite numa prensa, cuja cavidade é aquecida por um sistema elétrico. São controladas pressão e temperatura da cavidade, de forma a obter a cura do material. Este processo, é feito com o intuito de se obter uma boa plataforma de sustentação das amostras para posterior desbaste, polimento e análise.

As amostras foram colocadas em posições que proporcionam a observação das regiões de zona fundida (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA) em relação a profundidade e largura destas.

Obtida a plataforma, passamos então ao desbaste mecânico, feito por meio do lixamento da superfície da amostra. No processo, passou-se as amostras por lixas de diferentes granulações (partindo de 400 e passando por 600 e 1000) de forma a obter-se uma superfície mais lisa possível. Como as amostras têm uma espessura pequena (da ordem de alguns mm), foram necessárias precauções quanto ao desbaste. Passou-se então ao polimento da superfície, feita com pano de polimento e alumina com granulação de 0,3 µm.

Com as amostras polidas, passou-se então ao preparo de soluções químicas que proporcionassem um ataque com contraste colorido, em que tomou-se como ponto de partida uma solução de 1 : 1 de ácido clorídrico e água destilada. Testou-se diversas combinações desta com os agentes químicos metabissulfito de potássio, bifluoreto de amônio, cloreto de cobre II e cloreto de ferro. Chegou-se a uma formulação para o ataque que evidenciou bem o ataque colorido. A formulação foi a seguinte:

- 25 ml de água destilada
- 25 ml de ácido clorídrico a 37% em concentração
- 0,55 g de metabissulfito de potássio (p.a)
- 1,2 g de cloreto de ferro (p.a)
- Tempo de ataque: 1 min.

As amostras preparadas foram observadas em microscópio óptico OLYMPUS RX60M, disponível no Laboratório de Metalurgia da Universidade Presbiteriana Mackenzie.

#### 4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Observou-se por microscopia óptica, a liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1150°C por 30 minutos, soldada por processo TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER a morfologia da região de metal base e de solda em posição de topo e poço de solda, nas regiões de zona fundida (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA), conforme mostram as figuras 4.1. a 4.8.. No metal base, verificam-se formações de grãos austeníticos equiaxiais recristalizados e defeitos superficiais do tipo maclas térmicas. Verificam-se, na região de zona fundida, grãos alongados, formações dendríticas finas<sup>[3, 7]</sup>.

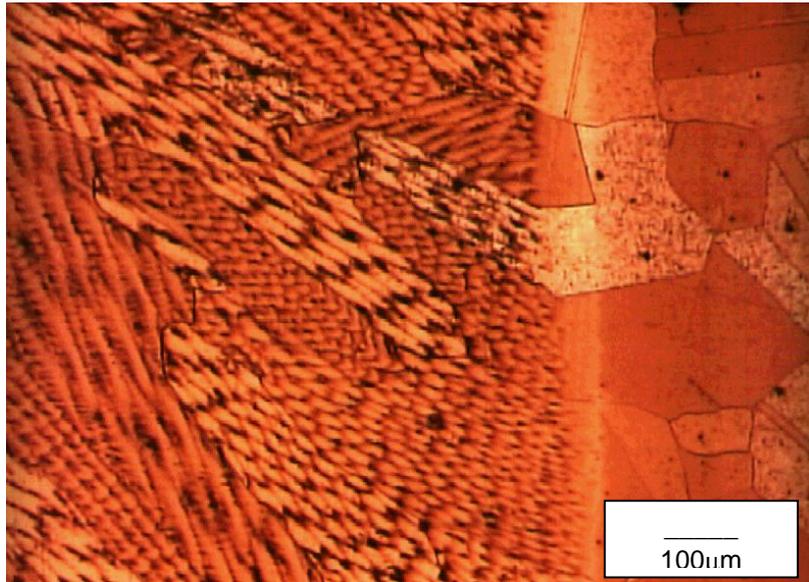


Figura 4.1 Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG, em posição de topo, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/ZTA e parte da ZTA.

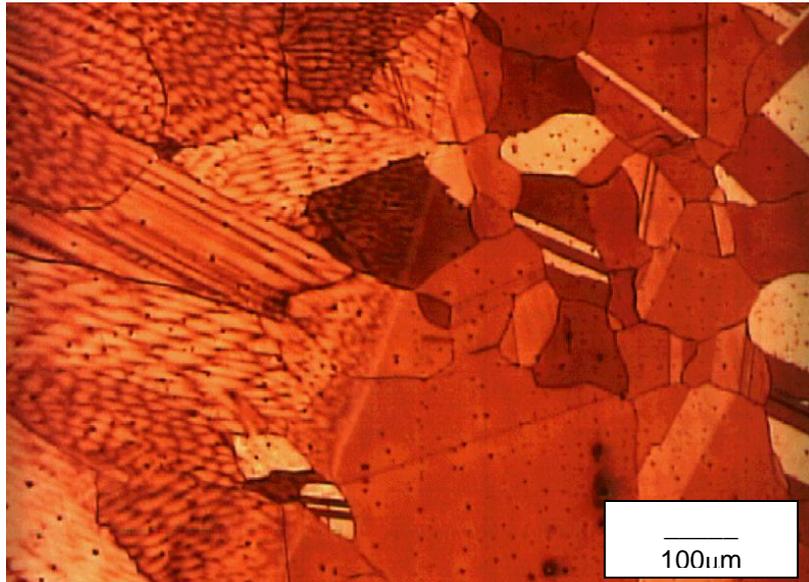


Figura 4.2. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado, em posição de topo, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas em região de ZTA e metal base.

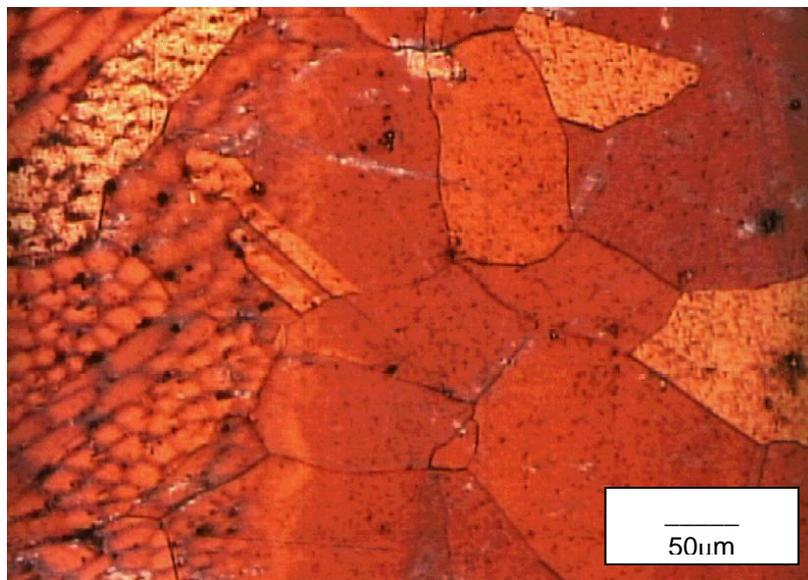


Figura 4.3. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma, em posição de topo, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/ZTA e alguns precipitados em ZTA e metal base.

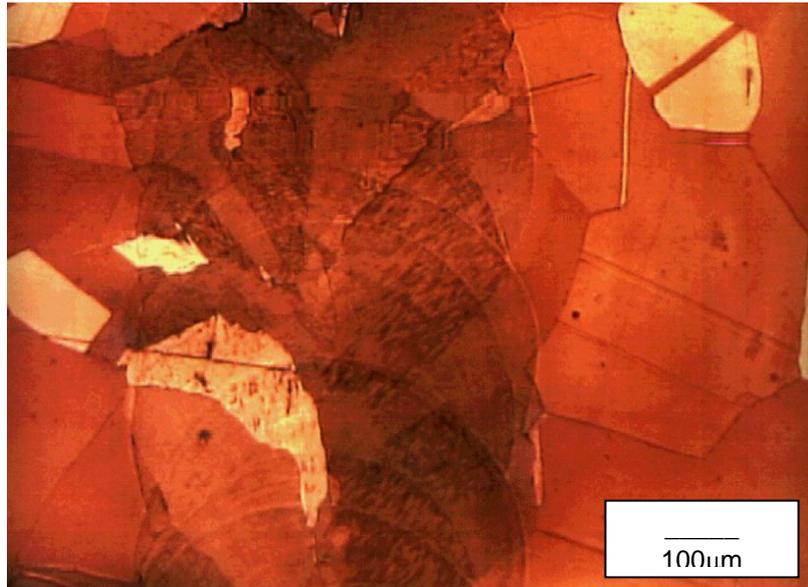


Figura 4.4. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo LASER, em posição de topo, dendritas muito finas em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF e metal base.

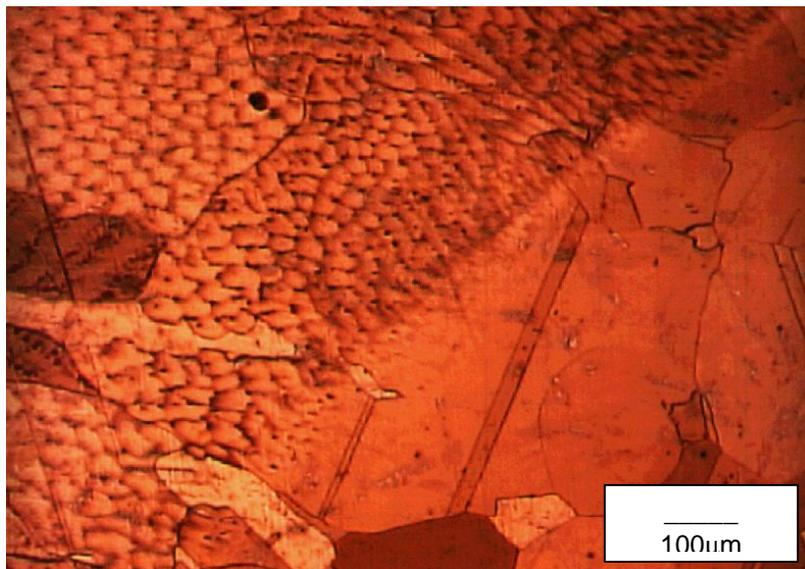


Figura 4.5. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG, em posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas em região de ZTA.

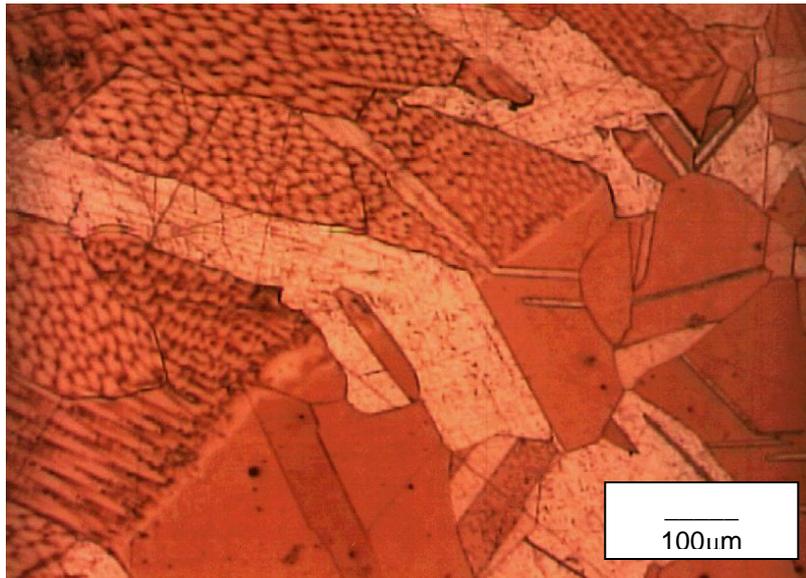


Figura 4.6. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado, em posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/ZTA e várias maclas térmicas em ZTA.

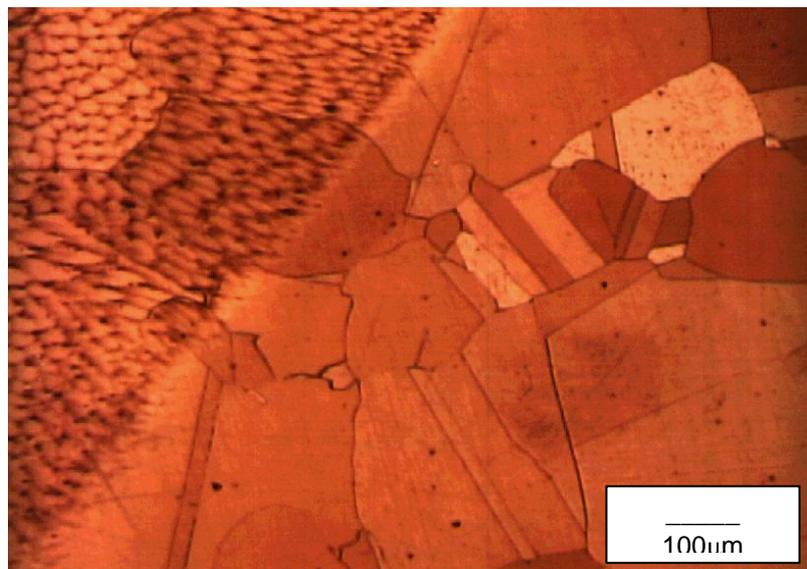


Figura 4.7. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma, em posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas em região de ZTA.

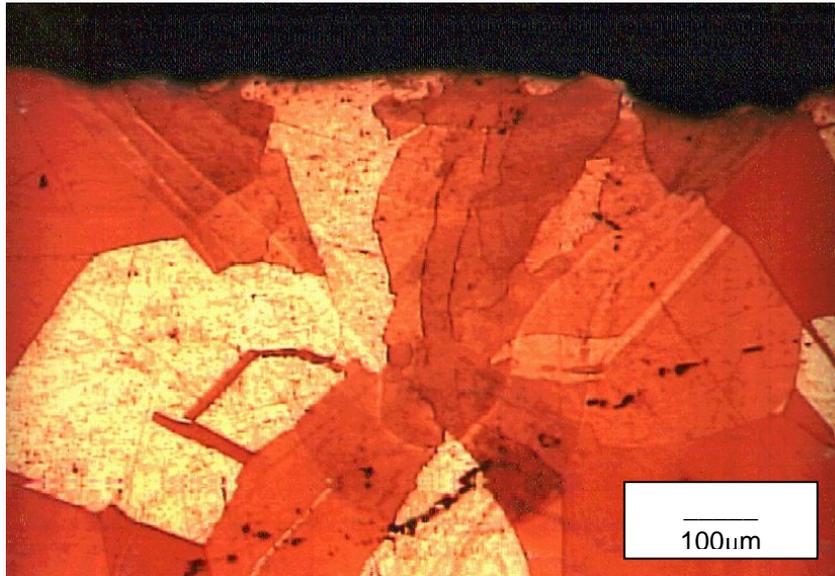


Figura 4.8. Micrografia obtida por microscopia óptica da liga EMVAC 600 soldada pelo processo LASER, em posição de poço de solda, dendritas muito finas em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/metal base e parte da ZTA.

## 5. CONCLUSÕES

O exame ao microscópio óptico, apesar de ser uma das técnicas mais antigas e ter chegado ao seu máximo de desenvolvimento tecnológico, continua a ser extensamente utilizada, e com o auxílio de métodos, tais como a metalografia em cores, pode ser considerado como uma “arte”.

Ficam patentes os benefícios que o método da metalografia em cores proporciona, no exame microestrutural por microscopia óptica, de juntas soldadas, criando um aspecto não somente agradável de se observar, mas também rico em detalhamento no exame metalúrgico.

## 7. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao corpo técnico do Laboratório de Metalografia da Universidade Presbiteriana Mackenzie pela utilização deste, em especial ao Técnico em Metalurgia; Rógerio Lopes pelo apoio nos momentos críticos da preparação das amostras observadas neste trabalho.

Agradecemos também as nossas famílias que em todos os momentos nos apoiaram durante a confecção e elaboração deste.

## 11. REFERÊNCIAS

- [1] DONACHIE, M.J., *Superalloys Source Book*, American Society for Metals, 1984.
- [2] SIMS, C.T., HAGEL, W.C., *The Superalloys*, Ed. SIMS, C.T. and HAGEL, W.C.; J.WILEY, N.Y., 1972.
- [3] CALVO, W.A.P. e MONTEIRO, W.A., *Anais do IX Seminário de Metais Não Ferrosos / ABM*, São Paulo, 05-07 nov. 1996, p.135-154.
- [4] BEHARA, E., SHPIGLER, B., *Color Metallography*, ASM, USA, 1977.
- [5] FAZANO, C.A.T.V., *A Prática Metalográfica*, Ed. Hemus, S.P., 1980.
- [6] Danielson, P., Krueger, B., Sutherlin, C., *Welding Journal*, Sept.1996, p. 39-41.
- [7] HAASEN, P., *Physical Metallurgy*, Cambridge University Press, 1996.