

***CORROSÃO E CARACTERIZAÇÃO  
MICROESTRUTURAL DE LIGAS INCONEL  
600 NACIONAL E IMPORTADA***

Olandir Vercino **Correa**  
Stela Maria de Carvalho Fernandes  
Jose Antonio Batista de Souza

## **CORROSÃO E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE LIGAS INCONEL 600 NACIONAL E IMPORTADA**

**Olandir Vercino Correa  
Stela Maria de Carvalho Fernandes  
José Antonio Batista de Souza**

Comissão Nacional de Energia Nuclear - CNEN  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN  
C.P. 11 049 - Pinheiros - 05422-970 - São Paulo

As superligas são baseadas nos elementos do grupo VIII-B da tabela periódica e são desenvolvidas para trabalhos em temperaturas elevadas. As séries de ligas Inconel 600 são ligas austeníticas à base de níquel, as quais contêm aproximadamente 72% Ni, 14-17% Cr e 6% Fe.

Em razão da boa resistência mecânica, condutividade térmica e resistência à corrosão, a liga 600 tem uma boa utilização em reatores tipo PWR, quer como tubos de geradores de vapor, quer como componentes estruturais.

Contudo nos últimos anos, os tubos de geradores de vapor produzidos com superligas, têm apresentado alguns problemas. Por exemplo, mais de 90% das falhas dos tubos foram causadas por alguma forma de corrosão.

Até o presente momento, o problema mais crítico é a formação de trincas atribuídas à corrosão sob tensão intergranular (IGSCC) e corrosão intergranular (IGC) nos tubos de liga 600, estudos têm sido realizados para tentar explicar estes mecanismos na tentativa de aumentar a resistência à corrosão da liga 600. Apesar disso, o entendimento de tais mecanismos ainda é desconhecido.

O objetivo deste trabalho é caracterizar microestruturalmente as ligas Inconel 600 nacional e importada, bem como realizar estudos de corrosão, preliminares que ajudem a compreender o comportamento destes materiais.

Trabalho Apresentado no XXXV Congresso Brasileiro de Química de 25 a 29 de setembro de 1995 em Salvador - Bahia.

## INTRODUÇÃO

As superligas são baseadas nos elementos do grupo VIIIA da tabela periódica e são desenvolvidas para trabalhos em temperaturas elevadas. As séries de ligas Inconel 600 são ligas austeníticas à base de níquel, as quais contêm aproximadamente 72% Ni, 14-17% Cr e 6% Fe [1].

O níquel é uma base ideal para tais ligas por causa de seu elevado ponto de fusão 1453°C, boa resistência à corrosão e capacidade de dissolver, de maneira limitada, um número de outros elementos metálicos, os quais servem para reforçar e melhorar suas propriedades quanto a corrosão. Sob certas condições de tratamento térmico, as superligas representam um material que consiste de várias fases intermetálicas, delimitadas por uma matriz metálica. As fases mais predominantes, além da fase  $\gamma$  (matriz, CFC), são os precipitados intermetálicos  $\gamma'$  e os carbeto do tipo MC e  $M_{23}C_6$ , onde M é o metal presente [1-7].

Em razão da boa resistência mecânica, condutividade térmica e resistência à corrosão, a liga 600 tem uma boa utilização em reatores tipo PWR, quer como tubos de geradores de vapor, quer como componentes estruturais. Também vem sendo utilizada em componentes de aeronaves, sistemas automotivos e de geração de eletricidade permitindo operações em temperaturas superiores e mais eficientes [1,7 e 8].

Contudo, nos últimos anos, os tubos de geradores de vapor produzidos com superligas, têm apresentado alguns problemas. Por exemplo, mais de 90% das falhas dos tubos foram causadas por alguma forma de corrosão. Até o presente momento, o problema mais crítico é a formação de trincas atribuídas à corrosão sob tensão intergranular (IGSCC) e corrosão intergranular (IGC) nos tubos de liga 600, estudos têm sido realizados para tentar explicar estes mecanismos na tentativa de aumentar a resistência à corrosão da liga 600. Apesar disso, o entendimento de tais mecanismos ainda é desconhecido [9-15].

O objetivo deste trabalho é caracterizar microestruturalmente as ligas Inconel 600 nacional e importada, bem como, realizar estudos de corrosão, preliminares que ajudem a compreender o comportamento destes materiais.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O experimento foi realizado segundo a norma ASTM G28, com o objetivo de verificar a susceptibilidade de ligas à base de níquel ao ataque intergranular.

Para o experimento utilizou-se amostras como recebida e laminadas para verificar possíveis diferenças na taxa de corrosão com relação a característica microestrutural.

Cortou-se as amostras em tiras de 25mm. Lixou-se a as superfícies incluindo bordas, usando lixa grana 120, desengraxou-se, e em seguida, deu-se início ao ensaio.

O aparato experimental (figura 1) consiste de um condensador de 4 bulbos, um frasco Erlenmeyer de 1 litro, uma cesta de vidro (figura 2) com furos para aumentar a circulação da solução teste ao redor da amostra, pérolas de ebulição para evitar que a cesta de vidro se desloque durante a ebulição, graxa de silicone para vedação, chapa aquecedora e balança analítica.

Inicialmente preparou-se a solução teste sendo: 400ml de água destilada, 236ml de ácido sulfúrico e 25g de sulfato férrico.

Em seguida, colocou-se as amostras na cesta de vidro para imersão na solução teste por um tempo de ensaio de 24 horas. Após o ensaio retirou-se as amostras da solução teste fazendo-se a lavagem com água e acetona, secagem e pesagem.

Fez-se os cálculos de perda de peso e das taxas de corrosão, segundo a equação abaixo:

$$\text{Taxa de Corrosão} = (K \times W) / (A \times T \times D)$$

onde:

K → constante, ( $2.40 \times 10^6$  mdd)

T → tempo de exposição, h

A → área,  $\text{cm}^2$

W → perda de peso, g

D → densidade,  $\text{g/cm}^3$  ( $8,41 \text{g/cm}^3$ )

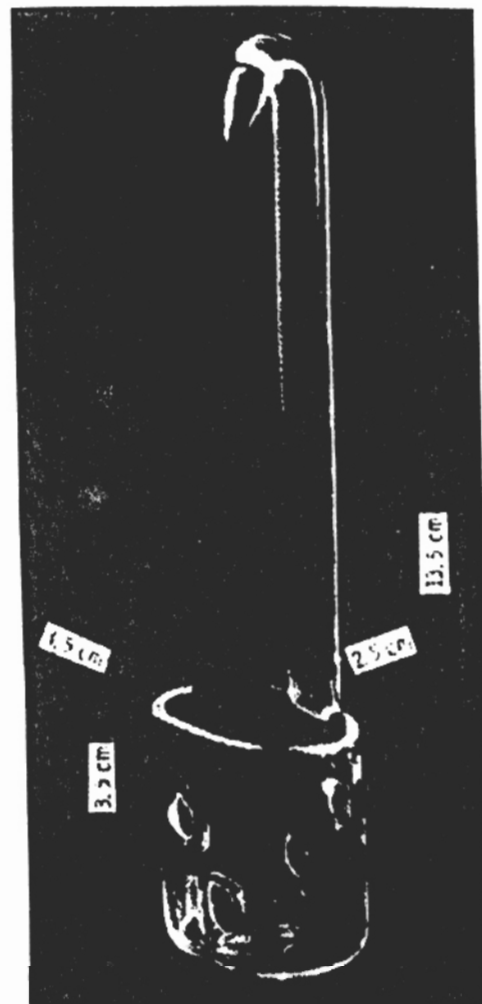
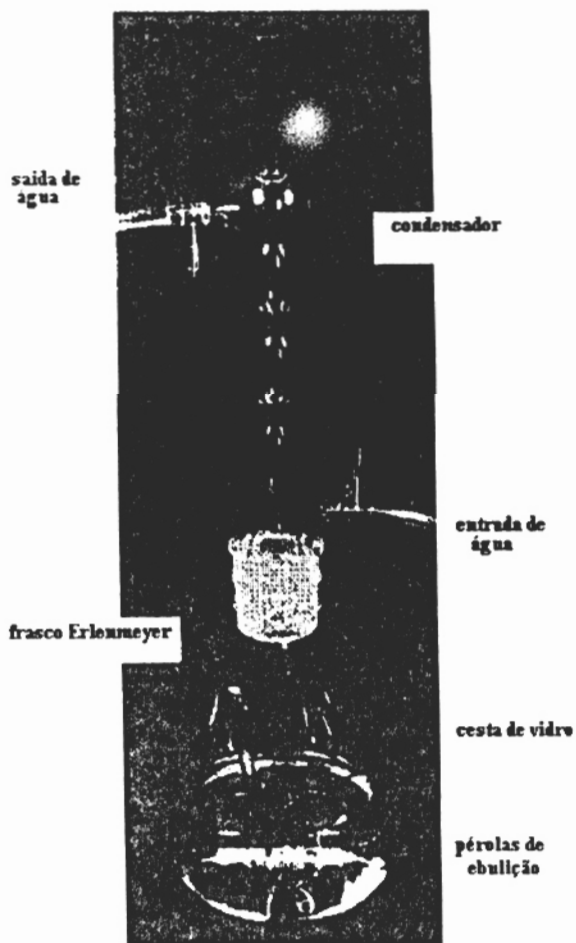


Figura 2: cesta de vidro

Figura 1: Aparato para teste com ácido sulfúrico e sulfato férrico.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

Tabela I: Valores das massas iniciais e finais das ligas Inconel 600 importada e nacional, bem como, o cálculo da perda de peso.

		Liga Importada			Liga Nacional			
		$W_i$ (g)	$W_f$ (g)	W (g)		$W_i$ (g)	$W_f$ (g)	W (g)
<b>Como Recebida</b>	<b>1</b>	0,79946	0,79827	0,00119	<b>7</b>	0,15397	0,15247	0,00150
	<b>2</b>	0,88682	0,88558	0,00124	<b>8</b>	0,15794	0,15634	0,00160
	<b>3</b>	0,90105	0,89981	0,00124	<b>9</b>	0,14575	0,14420	0,00155
<b>Laminada</b>	<b>4</b>	0,20171	0,20040	0,00131	<b>10</b>	0,59596	0,59362	0,00198
	<b>5</b>	0,16949	0,16813	0,00136	<b>11</b>	0,58531	0,58531	0,00200
	<b>6</b>	0,20396	0,20255	0,00141	<b>12</b>	0,59787	0,59735	0,00197

Tabela II: Cálculo das áreas das ligas Inconel 600 importada e nacional.

		Áreas (S)		(cm <sup>2</sup> )
		Liga Importada		Liga Nacional
<b>Como Recebida</b>	<b>1</b>	193,68330		<b>7</b> 2,79062
	<b>2</b>	212,02800		<b>8</b> 2,79311
	<b>3</b>	210,81400		<b>9</b> 2,63409
<b>Laminada</b>	<b>4</b>	217,22160		<b>10</b> 1,98919
	<b>5</b>	182,64600		<b>11</b> 1,98572
	<b>6</b>	240,40080		<b>12</b> 1,92707

Tabela III: Valores das taxas de corrosão das ligas Inconel 600 importada e nacional

<b>Taxa de Corrosão (mdd)</b>				
<b>(Tc)</b>				
<b>Liga Importada</b>			<b>Liga Nacional</b>	
<b>Como Recebida</b>	<b>1</b>	7,30502	<b>7</b>	6,39050
	<b>2</b>	6,95488	<b>8</b>	6,81160
	<b>3</b>	6,99447	<b>9</b>	6,99712
<b>Laminada</b>	<b>4</b>	7,17159	<b>10</b>	11,8368
	<b>5</b>	8,85609	<b>11</b>	11,9744
	<b>6</b>	6,97411	<b>12</b>	12,15548

Tabela III: Valores das taxas de corrosão das ligas Inconel 600 importada e nacional

Taxa de Corrosão (mdd)				
(Tc)				
Liga Importada			Liga Nacional	
<b>Como Recebida</b>	<b>1</b>	7,30502	<b>7</b>	6,39050
	<b>2</b>	6,95488	<b>8</b>	6,81160
	<b>3</b>	6,99447	<b>9</b>	6,99712
<b>Laminada</b>	<b>4</b>	7,17159	<b>10</b>	11,8368
	<b>5</b>	8,85609	<b>11</b>	11,9744
	<b>6</b>	6,97411	<b>12</b>	12,15548

Tabela IV: Composição química das ligas Inconel 600 nacional e importada ( % em peso ) . Análise feita por fluorescência de raios X e espectrografia de emissão.

<b>Elementos</b>	<b>Importada</b>	<b>Nacional</b>
Ni	Bal.	Bal.
Cr	15.5	15.0
Fe	9.1	9.5
Mn	0.23	0.29
Ti	0.32	0.25
Co	0.27	0.015
Al	0.17	0.17
Si	0.13	0.13
Mo	0.30	<0.05
Zn	<0.2	<0.2
Sn	0.1	0.1
Ca	0.01	-
P	<0.005	<0.05
Cu	<0.05	<0.05
Zr	<0.05	<0.05
Nb	,0.08	<0.05
V	0.025	0.0065
Bi	<0.002	<0.002
B	<0.004	<0.004
Mg	0.006	<0.006
Pb	<0.006	<0.006
C	0.0261	0.0363
S	0.0005	0.0010

Os resultados dos ensaios, apresentados na Tabela III mostram que ambas as ligas são susceptíveis a corrosão intergranular, mostram também que apesar de baixa, existe uma diferença entre os dois materiais, no que diz respeito a velocidade de corrosão que é maior na liga nacional.

Essas diferenças podem ser explicadas, observando-se as micrografias eletrônicas de transmissão (MET), onde a liga importada ( figura 1 ) apresenta precipitação no interior do grão, já a liga nacional ( figura 2 ) apresenta precipitação nos contornos de grão, o que pode levar a uma maior corrosão intergranular na liga nacional. Isso segundo a literatura existente pode ser devido a diferenças de composição entre as duas zonas, levando a uma diferença de potencial.

Também verifica-se que o trabalho a frio aumenta a susceptibilidade a corrosão intergranular (Tabela III), isso se deve a um aumento de precipitação nos contornos de grão.

Através das micrografias eletrônicas de varredura ( MEV ) observa-se que tanto a liga importada quanto a nacional ( figuras 3 e 4 ) são susceptíveis a corrosão intergranular, além de apresentarem corrosão por pite.

## CONCLUSÃO

Conclui-se que:

- A liga Inconel 600 nacional é mais susceptível a corrosão intergranular.
- A liga Inconel 600 importada apresenta maior densidade de pites.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Eletrometal pelo material fornecido. Ao Departamento de Engenharia e Ciências dos Materiais pela oportunidade de desenvolvimento do trabalho. Agradecem também a Edval Gançalves de Araújo pela caracterização por microscopia eletrônica de varredura.

Os resultados dos ensaios, apresentados na Tabela III mostram que ambas as ligas são susceptíveis a corrosão intergranular, mostram também que apesar de baixa, existe uma diferença entre os dois materiais, no que diz respeito a velocidade de corrosão que é maior na liga nacional.

Essas diferenças podem ser explicadas, observando-se as micrografias eletrônicas de transmissão (MET), onde a liga importada ( figura 1 ) apresenta precipitação no interior do grão, já a liga nacional ( figura 2 ) apresenta precipitação nos contornos de grão, o que pode levar a uma maior corrosão intergranular na liga nacional. Isso segundo a literatura existente pode ser devido a diferenças de composição entre as duas zonas, levando a uma diferença de potencial.

Também verifica-se que o trabalho a frio aumenta a susceptibilidade a corrosão intergranular (Tabela III), isso se deve a um aumento de precipitação nos contornos de grão.

Através das micrografias eletrônicas de varredura ( MEV ) observa-se que tanto a liga importada quanto a nacional ( figuras 3 e 4 ) são susceptíveis a corrosão intergranular, além de apresentarem corrosão por pite.

## CONCLUSÃO

Conclui-se que:

- A liga Inconel 600 nacional é mais susceptível a corrosão intergranular.
- A liga Inconel 600 importada apresenta maior densidade de pites.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Eletrometal pelo material fornecido. Ao Departamento de Engenharia e Ciências dos Materiais pela oportunidade de desenvolvimento do trabalho. Agradecem também a Edval Gançaves de Araújo pela caracterização por microscopia eletrônica de varredura.

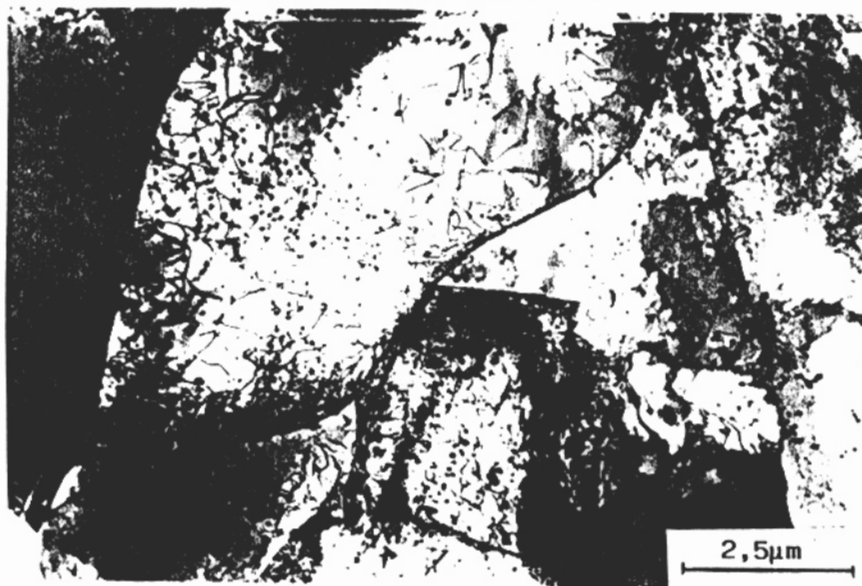


Figura 1 : Micrografia eletrônica de transmissão da liga Inconel 600 importada. Observa-se intensa precipitação no interior dos grãos.



Figura 2 : Micrografia eletrônica de transmissão ( MET ) da liga Inconel 600 nacional. Observa-se precipitação nos contornos de grão.

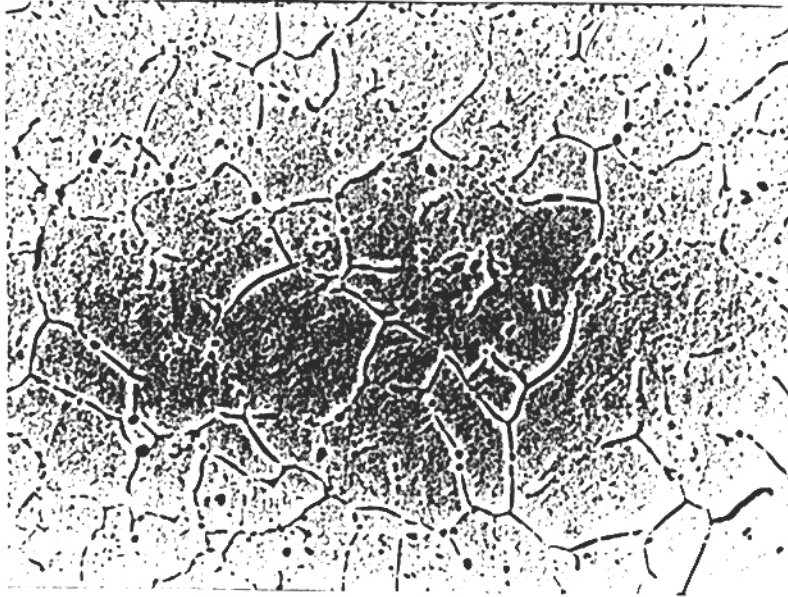


Figura 3 : Micrografia eletrônica de varredura ( MEV ) da liga importada. Observa-se corrosão intergranular e presença de corrosão por pite.

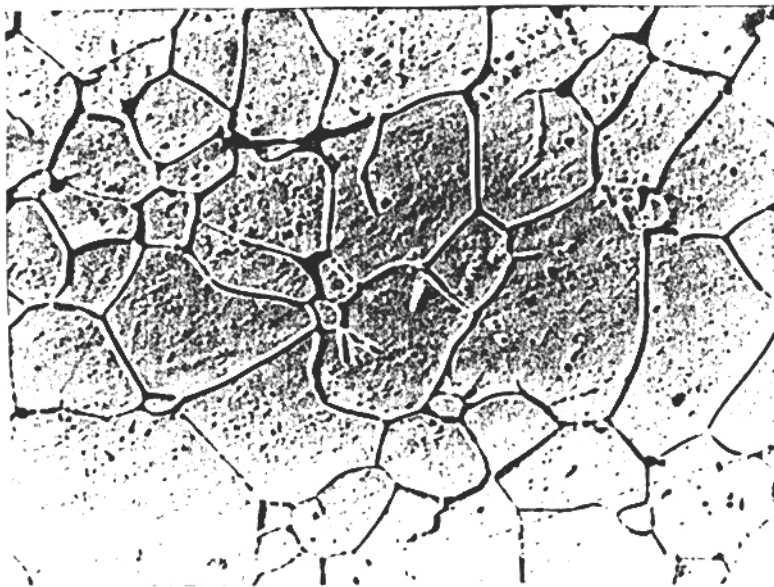


Figura 4 : Micrografia eletrônica de varredura ( MEV ) da liga nacional. Observa-se corrosão intergranular e presença de corrosão por pite.

## RERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] - Donachie Jr, M. J. - Superalloys Source Book - American Society for Metals, (1984).
- [2] - Sabol, G. P. e Stickler, R. - Microstructure of Nickel - Based Superalloys - Physical States Solid, 35, (1969), pp.11-52.
- [3] - Garosshen, T. J. e McCarthy, G. P. - Low Temperature Carbide Precipitation in a Nickel Base Superalloys - Metallurgical Transactions A, vol.16A, julho, (1985), pp.1213-1223.
- [4] - Allen, G. C. e Wild, R. K. - Intergranular Fracture of Inconel 600 Alloys - Philosophical Magazine Letters, vol. 54, n°1, maio, (1986), pp.37-42.
- [5] - Wukusick, C. S.; Buchakjian Jr., L. e colaboradores - Heat Treatment for Nickel-Base Superalloys - United States Patent, n°5.100.484, março, (1992), pp.1-12.
- [6] - Sato, K. e Watanable, R. - Method for Producing a Nickel - Base Superalloys - United States Patent, n°5.131.961, julho, (1992), pp.1-14.
- [7] - Gell, M. ; Kortovich, C. S. e colaboradores - Superalloys 1984 - The Metallurgical Society of AIME, (1984), pp.399-419.
- [8] - Sims, C. T. e Hagel, W. C. - The Superalloys, ed. by Sims and Hagel, (1972), J. Wiley, New York.
- [9] - Brown, J. e Montford, B. - Nickel - Based Alloys in the Industry - 25th Annual Conference of Metallurgists, (1986), pp.1-6.
- [10] - Domian, H. A. ; Emanuelson, R. H. e colaboradores - Effect of Microstructure on Stress Corrosion Cracking of Alloys 600 in High Purity Water, Corrosion, vol. 33, n°1, (1977), pp.26-37.
- [11] - Stiller, K. - Grain Boundary Chemistry in Nickel Based Alloys 600 - Colloque de Physique, Colloque C8, Supplément au n°1, tomo, 50, novembro, (1989).
- [12] - Tatone, O. S. - Worldwide Tube Performance Analysis of the 1983-84 Statistic - Nuclear Engineering International (NEI), junho, (1986), pp.81-83.
- [13] - Daret, J. e Santarini, G. - Intergranular Attack of Alloy 600 in Pressurized Water Reactor Steam Generator Tubes - Materials Performance, vol. 26, (1987), pp.18-23.
- [14] - Economy, G. ; Jacko, R. J. e colaboradores - Accelerated SCC of Alloys 600 in 400°C Steam Envaromments, paper 13, Westinghouse R&D Center, Pittsburg, PA, pp.13-1 a 13-15.
- [15] - Bulischek, T. S. e Van Roogen, D. - Stress Cracking of Alloys 600 Using the Constant Strain Rate Test - Corrosion, vol. 37, n°10, outubro, (1981), pp.597-607.
- [16] - ASTM - Metals - Mechanical, Fracture, and Corrosion Testing, Fatigue, Erosion, Effect of Temperature, Parte 10, (1979), pp.795-800.