

Caracterização da liga 600 após tratamentos termomecânicos

Stela Maria de Carvalho Fernandes
Waldemar Alfredo Monteiro

A liga 600, um produto a base de níquel, resiste a altas temperaturas. As ligas a base de níquel resistentes ao calor contém de 30% a 75% de níquel e mais 30% de cromo, sendo que o ferro está contido em quantidades relativamente pequenas na maioria destas ligas. A superliga 600 apresenta boa resistência mecânica, condutividade térmica e resistência à corrosão. O objetivo deste trabalho consiste na caracterização mecânica e microestrutural da liga 600 após tratamentos térmicos isócronos, no qual a parte experimental baseou-se na laminação do material seguido de tratamento térmico e do emprego das técnicas de microscopia óptica e eletrônica bem como ensaios mecânicos (microdureza) para o acompanhamento dos estágios de recuperação e recristalização da referida liga.

CONTRIBUIÇÃO TÉCNICA Nº 2356

apresentada no 47º Congresso Anual da ABM. Belo Horizonte (MG), agosto 1992.

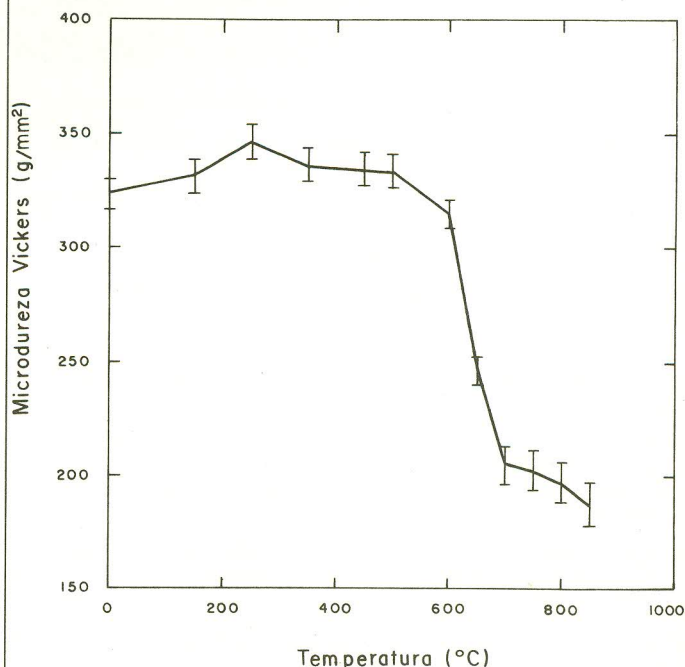
INTRODUÇÃO

As superligas são desenvolvidas para trabalho em elevadas temperaturas, geralmente nos elementos do grupo VIIIA, onde solicitações mecânicas severas são encontradas e a estabilidade superficial com relação a resistência à oxidação é freqüentemente necessária[1, 2]. As séries de ligas 600 são austeníticas a base de níquel, que apresentam maior resistência mecânica a temperaturas elevadas quando comparadas aos aços inoxidáveis e de baixa liga. As ligas a base de níquel resistentes ao calor, contém de 30% a 75% de níquel e mais 30% de cromo, sendo que o ferro está contido em quantidades relativamente pequenas na maioria das ligas 600[1].

O níquel é uma base ideal para tais ligas por causa de seu elevado ponto de fusão 1.453°C, de adequada 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 à corrosão. Quando tratadas termicamente, as superligas apresentam várias fases intermediárias, delimitadas por uma matriz metálica. As fases mais predominantes são a fase γ da matriz (CFC), o precipitado intermetálico γ^2 , e os carbonetos do tipo MC e $M_{23}C_6$, onde M é o metal presente[2, 3].

Dentre as superligas a base de níquel, a 600 apresenta boa resistência mecânica, condutividade térmica e resis

Figura 1 - Diagrama da microdureza Vickers em função do tratamento térmico efetuado ($t = 1$ h) em uma liga 600 nacional (carga = 100 g)



Stela Maria de Carvalho Fernandes, bolsista de mestrado, CNPq, IPEN.

Waldemar Alfredo Monteiro, Membro da ABM, MSc, Dr. Sc. chefe de supervisão Materiais Metálicos, coordenadoria de engenharia e Ciências dos Materiais, Professor da CPG POLI - IPEN/USP, IPEN.

Figura 2 - Micrografia eletrônica (MET) da microestrutura da liga 600 laminada (98% redução em espessura) e recozida a 150°C por 1 h. Intensos emaranhados de discordâncias e alguma precipitação presente

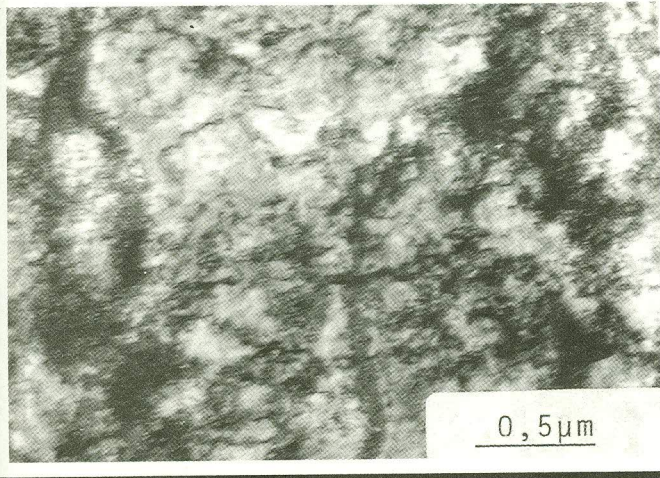
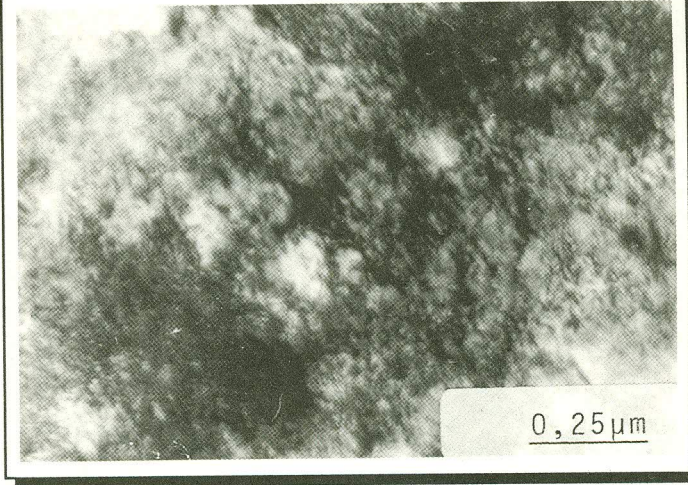


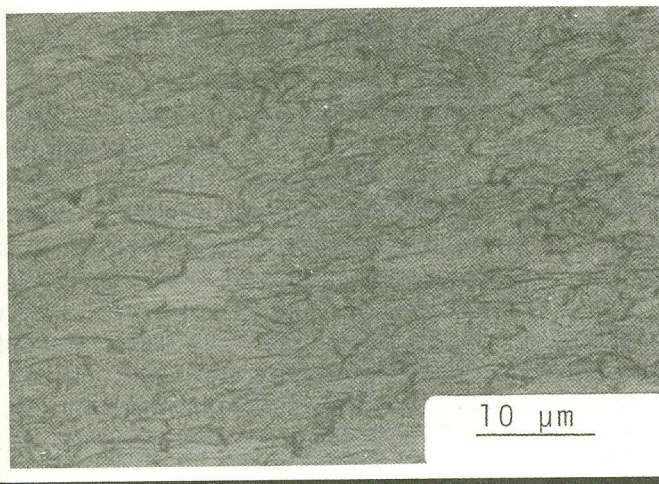
Figura 3b - Liga 600 laminada (98% redução em espessura) e recozida a 350°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV), emaranhados de discordâncias, observando-se em alguns lugares o início de arranjos celulares



tência à corrosão. Esta é uma das razões de sua utilização em tubos geradores de vapor para reatores de água pressurizada (PWR), além de participar de outros componentes estruturais (molas para varetas combustíveis)[4, 5, 6]. As superligas também são utilizadas em componentes de aeronaves, sistemas automotivos, turbinas a gás industrial e marítima, produtos petroquímicos etc.[1, 2].

Neste trabalho é apresentado o levantamento microestrutural da liga 600 nacional, laminada (98% de redução em espessura) e tratada termicamente, onde são identificadas por microscopia ótica, microscopia eletrônica de transmissão (200 kV) e ensaios de microdureza as várias etapas dos processos de recuperação e recristalização da referida liga.

Figura 3a - Liga 600 laminada (98% redução em espessura) e recozida a 350°C por 1 h. Microestrutura obtida por microscopia ótica onde ainda se observa a presença dos grãos iniciais alongados



PARTE EXPERIMENTAL

Nos estudos utilizou-se uma superliga nacional cuja composição química consta da *tabela abaixo*.

Elemento	C	Si	Mn	P	S
	0,033	0,25	0,30	0,006	0,002
Elemento	Cr	Ni	Fe	Ti	Cu
	15,74	75	8,42	0,20	<0,01

O material de partida ($\varnothing = 2$ mm) foi laminado, obtendo-se uma espessura final de ~ 200 μm e largura de 4 mm, o que corresponde a uma redução de 98% em espessura na amostra. Foram realizados tratamentos térmicos isócronos ($t = 1$ h) para o estudo da recristalização

Figura 4 - Liga 600 laminada (98% redução em espessura), recozida a 450°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV). Maior presença de sítios de nucleação para novos grãos

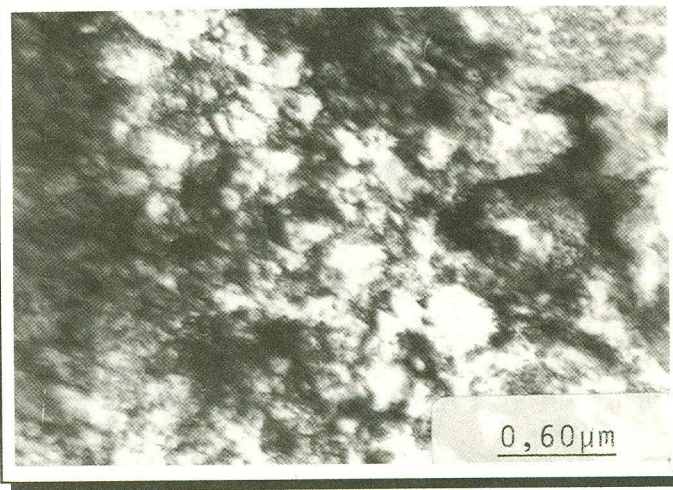


Figura 5 - Liga 600 laminada (98% redução em espessura), recozida a 500°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV). Vários sítios de nucleação para formação de novos grãos

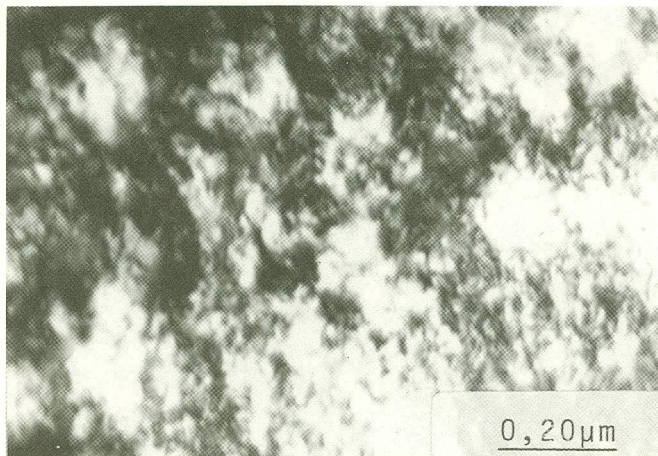
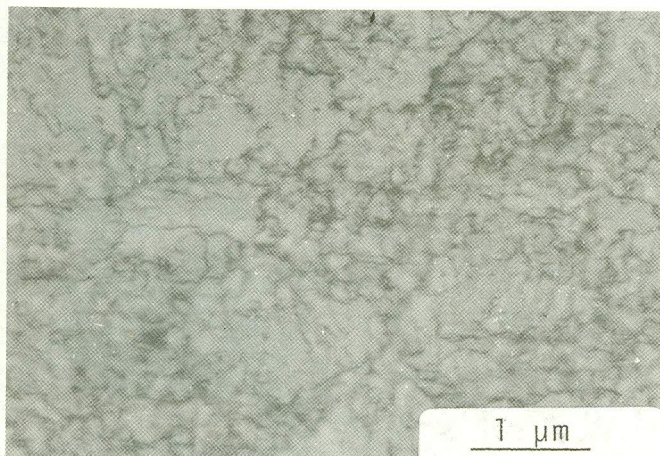


Figura 6a - Liga 600 nacional laminada (98% redução em espessura) e recozida a 600°C por 1 h. Microestrutura obtida por microscopia óptica (observa-se em alguns lugares a presença de subgrãos)



no material laminado em forno mufla no intervalo de temperatura 150°C - 850°C, seguidos de têmpera em água.

As amostras foram embutidas, lixadas e polidas metalograficamente e submetidas ao ataque químico: água destilada 200 ml + ácido fluobórico 4,5 ml; voltagem: 20 V; e tempo: 60 segundos. As amostras tratadas termicamente foram observadas por microscopia eletrônica de transmissão para um melhor acompanhamento microestrutural dos processos de recuperação e recristalização nas mesmas. Foram estampados discos de 3 mm de diâmetro para obtenção das amostras para o MET. Em seguida, fez-se o polimento eletrolítico das amostras (discos) com ácido perclórico (10%) e metanol (90%) e uma diferença de potencial de 35 V e temperatura de -20°C (jato eletrolítico duplo).

Para os ensaios de microdureza, o material em estudo foi submetido a um polimento eletrolítico (amostras com 4,4 mm de largura e 2 cm de comprimento) utilizando-se o seguinte reagente químico: 40% ácido perclórico + 35% ácido sulfúrico + 25% água destilada utilizando uma diferença de potencial de 6 V. Utilizou-se a carga de 100 gramas em uma máquina de microdureza Vickers para os ensaios de microdureza.

RESULTADO E DISCUSSÃO

A *Figura 1* apresenta o gráfico da microdureza em função dos tratamentos térmicos isocronos na amostra. Entre 150°C e 550°C, o material apresenta o estágio de recuperação. Nos tratamentos térmicos com temperaturas entre 550°C e 800°C nota-se a evolução do processo de nucleação de grãos para a recristalização primária. Na temperatura de 850°C a liga já está completamente recristalizada.

Para melhor acompanhamento da evolução dos vários

estágios envolvidos na recuperação e recristalização foram realizados estudos microestruturais por meio de metalografia óptica e eletrônica. As figuras seguintes evidenciam a evolução microestrutural ocorrida nesta liga após os tratamentos térmicos isocronos. A *Figura 2* mostra a micrografia eletrônica (MET) da microestrutura de uma amostra da liga 600 laminada (98% de redução em espessura) e recozida a 150°C x 1 h. Presença de intensos emaranhados de discordâncias juntamente com a presença de alguns precipitados finos interagindo com as discordâncias.

Nas temperaturas entre 250°C a 500°C a microestrutura da liga 600 altera-se lentamente até atingir 600°C por 1 h. As *Figuras 3a e 3b* apresentam, respectivamente, a microestrutura obtida por microscopia óptica e eletrônica (MET) da liga 600 laminada e tratada termicamente a 350°C por 1 h. Na microestrutura por MO (*Figura 3a*) observam-se praticamente bandas de laminação. Nota-se na *Figura 3b* (MET) um grande emaranhado de defeitos e apenas em algumas poucas regiões tem-se a presença de sítios de nucleação de grãos (regiões livres de defeitos cristalinos).

Na *Figura 4*, microestrutura (MET) obtida por tratamento térmico a 450°C por 1 h em uma liga 600 laminada, tem-se maior densidade de sítios de nucleação de novos grãos, constatando-se assim o chamado arranjo celular. Da mesma forma, o fenômeno é observado na liga 600 laminada e tratada termicamente a 500°C por 1 h (*Figura 5*). Na *Figura 6a*, pode-se observar o começo da formação de subgrãos (MO) em uma liga 600 laminada e tratada termicamente a 600°C por 1 h. Já na *Figura 6b*, obtida por microscopia eletrônica de transmissão, observam-se sítios de nucleação de grãos, bem como alguns poucos subgrãos já formados, grande pre-

Figura 6b - Liga 600 nacional laminada (98% redução em espessura), recozida a 600°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV), apresentando subgrãos em algumas regiões nas quais há uma densidade bem baixa de defeitos e presença de precipitados

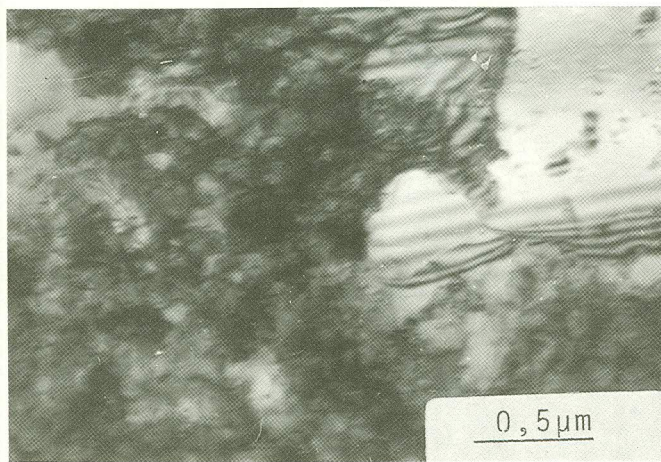
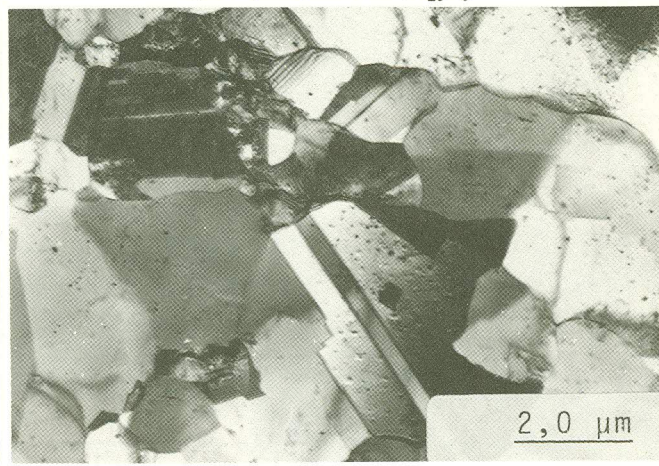


Figura 7 - Liga 600 nacional laminada (98% redução em espessura), recozida a 700°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV). Microestrutura típica de grãos praticamente recristalizados, presença também de precipitação fina ($M_{29}C_6$)



sença de emaranhados de discordâncias e também precipitados.

A liga 600 laminada e tratada termicamente a 700°C por 1 h apresenta uma microestrutura típica de grãos praticamente recristalizados que pode ser vista na *Figura*

7 por microscopia eletrônica de transmissão onde se constata também a presença de precipitações finas distribuídas nos interiores dos grãos e uma densidade muito baixa de discordâncias. A grande maioria desta precipitação fina foi identificada como sendo $M_{29}C_6$ com estru-

Parabéns CSN!

A NALCO parabeniza a CSN, em especial a Superintendência de Laminação a Quente (SGLQ), pelos recordes obtidos no LTQ nr. 2 em 1993 e deseja sucesso igual em 1994.



Nalco Produtos Químicos Ltda. - Presente no LTQ nr. 2 com Óleo de Laminação para Tiras a Quente - NALCO HM20.

Figura 8 - Liga 600 nacional laminada (98% redução em espessura), recozida a 750°C por 1 h. Observações feitas por microscopia óptica. Microestrutura típica de grãos finos recrystalizados, apresentando-se em grande parte das amostras observadas

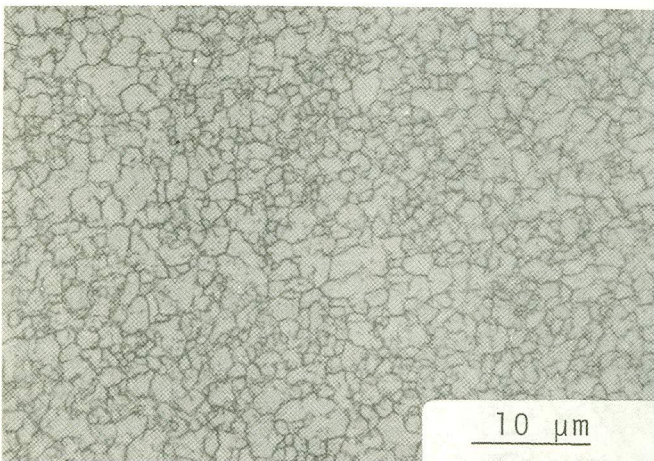
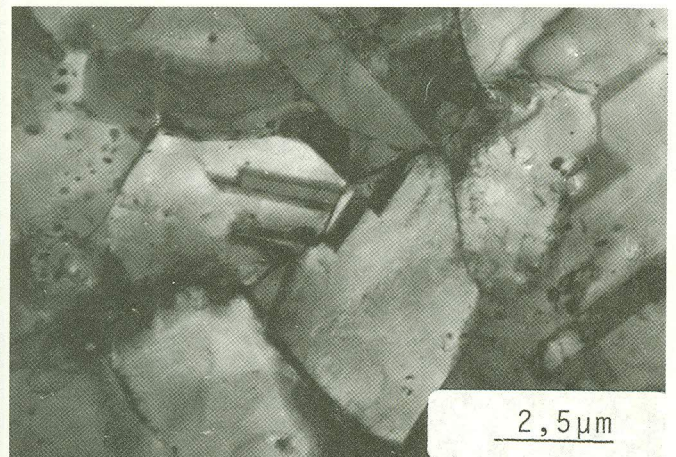


Figura 9 - Liga 600 nacional laminada (98% redução em espessura), recozida a 850°C por 1 h. Micrografia eletrônica (MET, 200 kV). Microestrutura de grãos recrystalizados. Presença de precipitação no interior dos mesmos, além de uma densidade mínima de discordâncias



tura cristalográfica CFC, em grande parte precipitados com cromo.

A *Figura 8* nos mostra, por microscopia óptica, uma microestruturas de grãos recrystalizados em uma amostra da liga 600 laminada e tratada termicamente a 750°C por 1 h. A *Figura 9* apresenta uma micrografia eletrônica (MET) da microestrutura da liga 600 laminada e tratada termicamente a 850°C por 1 h. Tem-se estrutura de grãos recrystalizados e presença de precipitação no interior dos mesmos. Há presença reduzida de discordâncias em toda a microestrutura evidenciando o processo final de recrystalização primária.

Comparando-se a curva obtida das medidas de microdureza Vickers em função dos tratamentos térmicos realizados na liga 600 laminada (*Figura 1*) com as observações feitas por microscopia óptica e eletrônica, pode-se concluir que durante o processo de recuperação tem-se, como principal influência, o efeito da laminação e muito pouca participação dos precipitados (somente no final do processo de recuperação é observada), mas no momento em que começa a ocorrer o estágio de recrystalização da liga, tem-se também a participação de precipitados finos, principalmente carbonetos ($M_{29}C_6$, M_7C_9), o que está de acordo com a literatura disponível para o diagrama tentativo TTT da liga 600. A partir de 525°C começa a ser significativa a participação da precipitação na liga 600[1].

CONCLUSÃO

Por meio da avaliação mecânico microestrutural da liga 600 laminada e tratada termicamente por uma hora no intervalo de 150°C a 850°C tem-se que:

a - Em temperaturas entre 150°C e 350°C há presença de intensos emaranhados de discordâncias e alguns precipitados.

b - Em temperaturas entre 350°C e 550°C nota-se

presença de emaranhados de discordâncias e sítios de nucleação.

c - Em temperaturas entre 550°C e 800°C nota-se a evolução do processo de nucleação para a recrystalização.

d - Em tratamentos térmicos isócronos (1 h) a temperatura de recrystalização primária da liga 600 nacional é 850°C.

e - A curva de microdureza (g/mm^2) x temperatura (°C) confirma o processo da cinética de recrystalização observada por microscopia óptica e eletrônica.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Eletrometal pelo fornecimento do material investigado (liga 600), sem o qual este trabalho não seria realizado. O primeiro autor gostaria também de agradecer ao CNPq pela bolsa concedida. □

Bibliografia

- [1] DONACHIE, Matthew J.; Superalloys Source Book, American Society for Metals, (1984).
- [2] SIMS, C. T. and HAGEL, W. C.; The Superalloys, ed. by Sims, C. T. and Hagel, W. C., J. Willey, New York, (1972).
- [3] SABOL, G. P. and STIKLER, R.; Microstructures of Nickel - Based Superalloys - Physical States Solid, 35, (1969), pp. 11-52.
- [4] STILLER, K.; Grain Boundary Chemistry in Nickel Based Alloys 600 - Colloque de Physique, Colloque C8, Supplément au n° 11, tome 50, novembre, (1989).
- [5] KAI, J. J.; TSAI, C. H.; HUANG, T. A. and LIU, M. N.; The Effects of Heat Treatment on the Sensitization and SCC Behavior of Inconel 600 Alloys, Metallurgical Transactions A, vol. 20A, June, (1989), pp. 1077-1088.
- [6] TATONE, O. S.; Worldwide Tube Performance; Analysis of the a983-84 Statistics - Nuclear Engineering International (NEI), June, (1986), pp. 81-83.