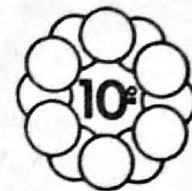


"O ESTUDO DO ENVELHECIMENTO EM LIGAS DE NÍQUEL TIPO 600"



UNICAMP

Stela M.C. Fernandes e Waldemar A. Monteiro
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
C.P. 11049 - Pinheiros - São paulo



cbecimat

As superligas a base de níquel são resistentes a temperaturas elevadas, contém de 30 a 75% de Ni e mais 30% de Cr. O Ferro aparece em quantidades relativamente pequenas. Estas ligas contém pequenas quantidades de Al, Ti, Nb, Mo e W para aumentar a resistência mecânica e a corrosão. O objetivo deste trabalho é a caracterização mecânica e microestrutural da liga 600 após tratamentos térmicos. A parte experimental consistiu de laminação do material, solubilização seguida de envelhecimento (620, 720 e 800°C por 1, 10 e 100 hs) e do emprego das técnicas de microscopia óptica e eletrônica de transmissão e varredura, bem como ensaios mecânicos (microdureza e tração) para estudo da referida liga.

- INTRODUÇÃO

Superligas são desenvolvidas para trabalho em elevadas temperaturas (geralmente baseadas nos elementos do grupo VIIIA da tabela periódica). Em razão da boa resistência mecânica, condutividade térmica e resistência à corrosão, a liga 600 tem uma grande utilização em reatores tipo PWR quer como tubos geradores de vapor quer como componentes estruturais[1].

As superligas são ligas a base de Ni, Fe-Ni e Co, geralmente usadas a temperaturas acima de 540°C. As superligas a base de Ni geralmente tem maior resistência a temperatura elevada do que os aços inoxidáveis e aços de baixa liga. As ligas à base de níquel resistentes ao calor, contém de 30 a 75% de níquel e mais 30% de cromo. O ferro se apresenta em quantidades relativamente pequenas na maioria das ligas tipo Inconel. Muitas ligas à base de níquel contém pequenas quantidades de alumínio, titânio, nióbio, molibdênio e tungstênio para aumentar a resistência mecânica e a resistência à corrosão [2 e 3].

O objetivo deste trabalho é caracterizar mecânica e microestruturalmente a liga EMVAC 600 que passou por tratamentos termomecânicos convenientes seguidos de envelhecimento.

- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A Liga EMVAC 600 utilizada foi laminada até uma redução de 90% em espessura, correspondendo a uma espessura de ~ 200µm. Em seguida, as amostras foram encapsuladas a vácuo e solubilizadas a temperatura $T=1150^{\circ}\text{C}$ por um tempo $t=15$ minutos. Feito isso, essas amostras passaram por tratamentos térmicos de envelhecimento nas temperaturas de 620, 720 e 800°C por tempos de 1, 10 e 100 horas.

Na caracterização microestrutural e mecânica foram utilizados microscopia eletrônica de transmissão e varredura bem como, realizamos ensaios de microdureza e tração.

A obtenção de folhas finas usadas em microscopia eletrônica de transmissão (MET), foi feita por polimento eletrolítico duplo (Tenupol) em discos de 3mm de diâmetro, com solução de álcool metílico 90% e ácido perclórico 10%. As observações microestruturais foram feitas em um microscópio eletrônico de transmissão JEM 200C (200kV); para a caracterização da área fraturada foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura, JXA 6400 (JEOL). Para os testes de microdureza Vickers foi utilizada a carga de 100g (máquina Wolpert); e para os ensaios de tração os parâmetros utilizados foram velocidade da ponte, 0,2mm/min.; velocidade do papel, 5mm/min. célula de

carga, 500g; fundo de escala, 50g e temperatura, ambiente (máquina Instron modelo 1125).

Foram realizados também microanálises por espectroscopia de Raio-X (EDS) em MET (JEM 2000 FX) no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Max-Planck Institut/Stuttgart - Alemanha.

- RESULTADOS E DISCUSSÕES

A observação das amostras por MET evidenciou precipitação nos contornos de grão da liga EMVAC 600 devido ao envelhecimento. Sendo que, em estudos anteriores (recristalização e solubilização) essa precipitação não foi observada. A 620, 720 e 800°C por 1 hora verificamos pequena precipitação no contorno de grão.

A 620°C por 10 horas (figura 1a) observamos um aumento da precipitação em contornos de grão, o que é observado também a 720 e a 800°C (figura 1b) por 10 horas.

A 620°C por 100 horas (figura 2a) observamos, em comparação com tempos menores nesta mesma temperatura, um aumento da precipitação nos contornos de grão e também no interior dos grãos.

Da mesma forma, a 720°C (figura 2b) e a 800°C (figura 3a) após 100 horas de tratamento térmico houve um aumento na precipitação dos contornos de grão. Na figura 3b, podemos observar que também ocorreu precipitação em forma de agulha no interior dos grãos nas amostras tratadas a 720°C por 100 horas.

Verificamos também que os precipitados encontrados são do tipo $Cr_{23}C_6$ e Cr_7C_3 . As microanálises realizadas com a técnica de espectroscopia de Raio-X (EDS) em um microscópio eletrônico de transmissão analítico (JEM - 2000 FX) mostraram que os precipitados presentes (carbeto) tanto em contorno de grão como no interior do grão são ricos em cromo, além de uma pequena presença de Ni e Fe.

Nas observações feitas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) verificamos que as amostras que passaram por tratamentos térmicos de envelhecimento a 620°C (figura 4), a 720°C (figura 5) e a 800°C (figura 6) por 1 hora apresentam fratura dúctil.

Por meio das observações feitas pelos ensaios de microdureza Vickers (tabela 1) e ensaios de tração (tabela 2), verificamos diminuição na resistência do material devido a precipitação de carbeto.

- CONCLUSÕES

No trabalho realizado na liga EMVAC 600 que passou por tratamentos térmicos de envelhecimento, constatamos que:

- Por MET verificamos que a realização de tratamentos térmicos de envelhecimento proporcionaram precipitação nos contornos de grão e no seu interior. Também verificamos que o aumento da temperatura, provoca aumento na quantidade de precipitados nos contornos de grão, precipitados estes ricos em cromo.

- Por ensaios de mecânicos verificamos diminuição na resistência do material com o aumento do tempo e da temperatura.

- Por MEV verificamos que as amostras analisadas apresentavam características de fratura dúctil.

- AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Eletrometal pelo fornecimento do material investigado (liga EMVAC 600), sem a qual este trabalho não seria realizado. Os autores gostariam de agradecer ao CNPq pelas bolsas concedidas (CNPq, CNPq-RHAE). Também agradecem a COPESP pelos serviços realizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

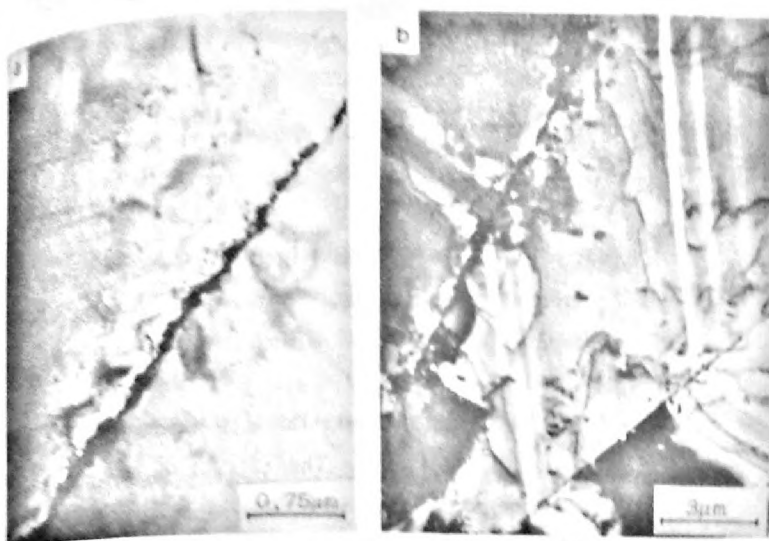


Figura 1: Micrografia Eletrônica de Transmissão da liga 600 envelhecida. a) a 620°C por 10 horas e b) a 800°C por 10 horas.

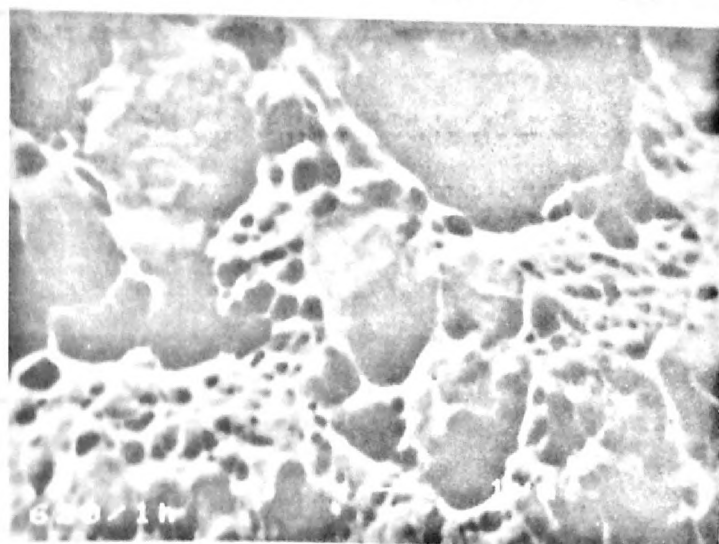


Figura 4: Micrografia Eletrônica de Varredura da liga 600 envelhecida a 620°C por 1 hora.

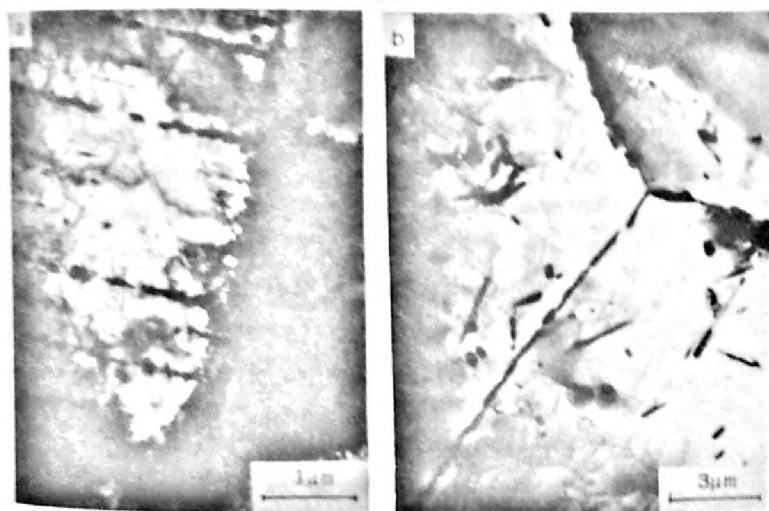


Figura 2: Micrografia Eletrônica de Transmissão da liga 600 envelhecida. a) a 620°C por 100 horas e b) a 720°C por 100 horas.

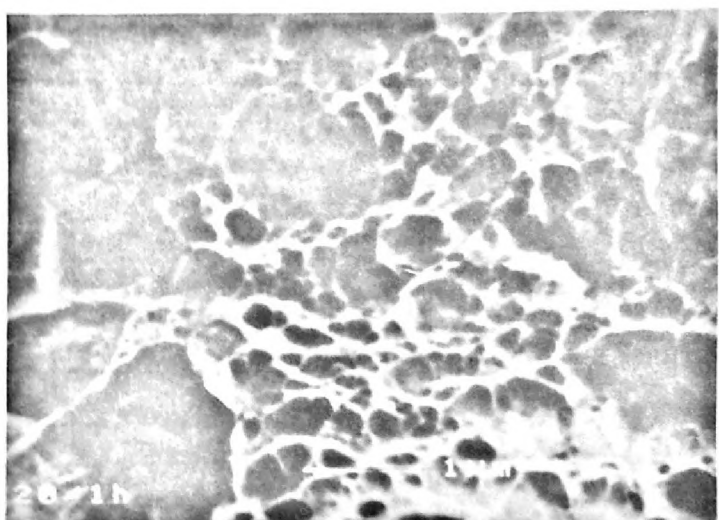


Figura 5: Micrografia Eletrônica de Varredura da liga 600 envelhecida a 720°C por 1 hora.

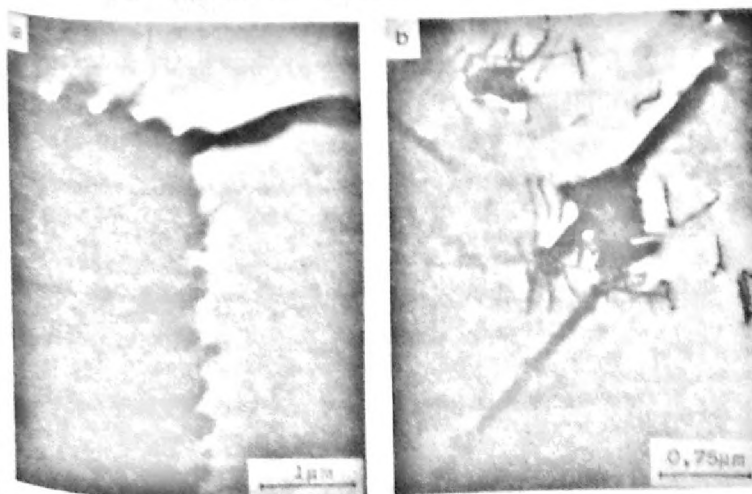


Figura 3: Micrografia Eletrônica de Transmissão da liga 600 envelhecida. a) a 800°C por 100 horas e b) a 720°C por 100 horas.

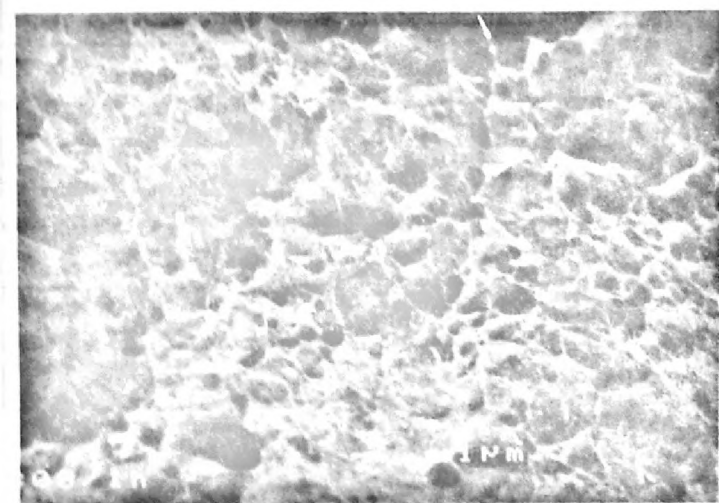


Figura 6: Micrografia Eletrônica de Varredura da liga 600 envelhecida a 800°C por 1 hora.

Hv (g/mm ²)	Tempo (horas)	Temperatura (°C)
177,8	1	620
163,2	10	620
166,8	100	620
171,2	1	720
168,0	10	720
159,9	100	720
160,2	1	800
160,0	10	800
159,6	100	800

Tabela 1: Dados obtidos nas medidas de microdureza Vickers das amostras de liga 600 envelhecida. Carga:100g

σ Resistência (g/mm ²)	Tempo (horas)	Temperatura (°C)
76,16	1	620
71,67	10	620
52,09	100	620
88,61	1	720
71,52	10	720
51,16	100	720
75,10	1	800
84,55	10	800
50,15	100	800

Tabela 2: Dados obtidos nos ensaios de tração das amostras de liga 600 envelhecida.

- BIBLIOGRAFIA

[1]- Donachie, M. 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]- 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.

- SUMMARY

Nickel-base heat-treatment alloys contain 30 to 75% nickel and up to 30% chromium. Iron contents are relatively small. These alloys contain small amounts of Al, Ti, Nb, Mo e W to enhance the strength and the corrosion resistance. The aim of this work is the mechanical and microstructural characterization of the alloy 600 after heat treatment. The experimental part of this work were composed by cold rolling of the material, solid solution and then heat treatment (620, 720 e 800°C por 1, 1,10 e 100 hours) together with the utilization of optical, scanning and transmission electron microscopy and mechanical tests (microhardness and tension) to the study of the aging of this alloy.