

ESTUDO DO COMPORTAMENTO MECÂNICO EM BAIXAS TEMPERATURAS DO INCONEL 625 ENCRUADO

C. Oliveira Jr.¹, A. A. Couto^{1,2}

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN

²Universidade Presbiteriana Mackenzie, UPM

Av. Lineu Prestes, 2242, CEP: 05508-090 São Paulo, SP

cloviseng001@gmail.com

RESUMO

O Inconel 625, após laminação a frio teve suas propriedades mecânicas determinadas na temperatura ambiente e em temperaturas criogênicas (-100°C, -120°C e -190°C). Para isso foram realizados ensaios de tração, impacto e de CTOD. A caracterização da microestrutura mostrou uma distribuição de grãos com tamanhos 7 e 8. No ensaio de tração foi observado que apesar do aumento na resistência mecânica do Inconel 625 devido ao encruamento (da ordem de 787 MPa), foi mantido um alongamento acima de 40%. Nos resultados de impacto, a energia absorvida se manteve acima de 200 J. No ensaio de CTOD, a componente plástica da abertura da trinca no entalhe foi em média 1,52 mm na temperatura mais baixa utilizada (-190°C). Diante de todos os resultados obtidos, pode-se afirmar que o aumento da resistência mecânica do Inconel 625 pelo processo de encruamento não impossibilita sua aplicação para temperaturas criogênicas.

Palavras chaves: CTOD, Inconel 625, Tenacidade à fratura.

INTRODUÇÃO

As desejáveis propriedades específicas das superligas à base de níquel são significativamente afetadas pelas características da microestrutura [1], as quais são geralmente determinadas pelo processamento termomecânico e o tratamento térmico posterior. Estudos têm sido feitos visando analisar a evolução da microestrutura das superligas à base de níquel durante o processamento termomecânico [2].

Apesar da excelente desempenho do Inconel 625 para o uso na prospecção do petróleo, as grandes exigências em termos de cargas estruturais para o pré-sal inviabilizam o uso desse material no estado recozido, uma vez que seu limite de

escoamento se mantém próximo de 415 MPa. Neste caso é necessário para o atendimento dos projetos um limite de escoamento mínimo de 725 MPa. Para o atendimento desse limite de escoamento, a única alternativa metalúrgica é submeter o Inconel 625 a um processo de deformação a frio, conduzindo o material ao aumento de dureza. A dureza deverá ser limitada a 35 HRC visando evitar a fragilização pelo hidrogênio, uma vez que o material ficará exposto a um fluxo de H₂S.

Uma das premissas para a utilização do Inconel 625 está nas condições que o material será exposto em situações acidentais, como em caso de vazamentos. Os materiais estruturais podem ser submetidos a temperaturas criogênicas de -100°C, -120°C e até -190°C devido ao vazamento de gases. Além disto, não se conhece o comportamento do Inconel 625 no estado encruado para essas condições de trabalho e, em caso de uma falha estrutural desse material, qual seria seu comportamento durante a propagação de trincas. Diante disto, o objetivo deste trabalho é estudar o comportamento mecânico do Inconel 625, principalmente em baixas temperaturas após o processo de encruamento. Diante disto, o objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento mecânico em baixas temperaturas do Inconel 625, com ênfase na tenacidade à fratura.

MATERIAIS E MÉTODOS

O Inconel 625 foi forjado a partir de uma barra com diâmetro de 131 mm. O forjamento foi realizado em quatro etapas. A primeira etapa consistiu do esquadrejamento do material para secção quadrada de 86,6 mm. Na segunda ocorreu a redução para secção quadrada de 77,4 mm. A terceira para secção quadrada para 54,9 mm e posteriormente arredondamento para diâmetro de 55,4 mm. Após o forjamento, o material foi solubilizado. A última operação de conformação mecânica foi a laminação em laminador de canal com taxa de redução de 6% para aumento da resistência mecânica. A análise por microscopia óptica foi feita em amostras preparadas por técnicas convencionais de corte, lixamento, polimento e ataque químico.

Após a conformação foram realizados ensaios de tração nas temperaturas ambiente, -100°C, -120°C e -190°C. A temperatura foi monitorada utilizando um termopar acoplado ao corpo de prova e com um sistema de aquisição de dados. A taxa de deslocamento do travessão foi de 0,90 mm/min. Os corpos de prova de CTOD foram usinados por eletroerosão a fio com o objetivo de obter entalhes em

conformidade com a norma ASTM E1290 [3]. O princípio de funcionamento do dispositivo de pré-trincamento está baseado na formação de uma trinca em um corpo de prova sujeito à um carregamento de flexão máxima na região do entalhe. Foi desenvolvido um procedimento de pré-trincamento através de um ciclo de fadiga nos corpos de prova de CTOD em acordo com a norma ASTM E1290 [3].

Os ensaios de CTOD foram realizados em uma máquina servo-hidráulica marca MTS modelo 810 nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C . A taxa de deslocamento do pistão foi de 1 mm/min. Foi desenvolvido um dispositivo para estabilizar a temperatura para a execução dos ensaios a temperaturas sub zero, utilizando a injeção de nitrogênio líquido, monitorada por um termopar acoplado na amostra e um sistema de aquisição de temperatura. A figura 1 apresenta a montagem do dispositivo de ensaio e um detalhe da amostra após ensaio. Para que os corpos de prova atingissem temperaturas inferiores a ambiente, os mesmos foram mergulhados por 10 minutos dentro do isopor instalado na máquina de ensaio, para estabilização e homogeneização da temperatura, em solução de álcool etílico e gelo seco. Além disto, foi adicionado nitrogênio líquido dentro da cuba de isopor durante aproximadamente 5 minutos antes do ensaio para estabilização da temperatura.

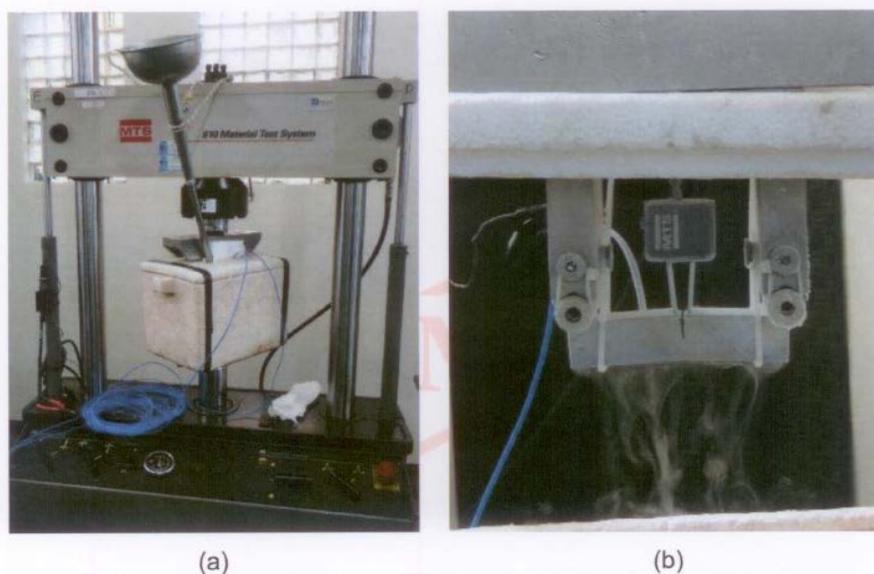


Figura 1: (a) Montagem do ensaio de CTOD. (b) Corpo de prova após o ensaio de CTOD no dispositivo.

Após o término dos ensaios de CTOD, foi utilizado o procedimento de pós-fadiga para fraturar os corpos de prova e quantificar o tamanho da trinca inicial (a_0),

utilizando um projetor de perfil marca INSIZE modelo ISP-Z3015. Para cada temperatura foi realizado o ensaio em três corpos de prova para melhor análise e comparação dos resultados. As temperaturas do ensaio -100°C , -120°C e -196°C foram monitoradas com termômetro e o ensaio só ocorreu após estabilização da temperatura.

No ensaio de Impacto Charpy-V, após a estabilização da temperatura do corpo de prova, propiciada pela manutenção do mesmo por 10 minutos na temperatura desejada, o corpo de prova foi imediatamente colocado no equipamento de ensaio e em seguida o pêndulo de capacidade de 300 J foi liberado. Todo o procedimento foi realizado em menos de 5 segundos, seguindo a norma ASTM E23 [4]. As amostras que foram submetidas ao ensaio de CTOD tiveram a superfície de fratura analisada por microscopia eletrônica de varredura. As amostras foram avaliadas nas diferentes regiões de propagação de trincas. Basicamente foram analisadas três regiões de cada amostra fraturada do ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C .

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na micrografia do Inconel 625 forjado a 1050°C , apresentada na figura 2, nota-se a presença de grãos da fase austenita. Alguns precipitados, provavelmente carbonetos, podem ser observados em geral nos contornos de grãos. O tamanho médio de grão encontrado foi de 7 ($31,8\ \mu\text{m}$) a 8 ($22,5\ \mu\text{m}$), conforme norma ASTM E112-13 [5], demonstrando uma granulometria muito baixa, decorrente do processamento termomecânico. Como o material de partida iniciou-se com tamanho de grão de $81\ \mu\text{m}$, foi observado grande diminuição no tamanho de grão para $22,5\ \mu\text{m}$ até $31,8\ \mu\text{m}$ em decorrência do processamento.

Observa-se também nesta micrografia um achatamento dos contornos de grãos causado por deformações a baixas temperaturas. Este fenômeno também foi verificado por Li e outros [6]. Foi observado também indícios de recristalização dinâmica na microestrutura, uma vez que, quando a temperatura de deformação é realizada abaixo de 1150°C , o material não tem sido totalmente recristalizado durante o processo de deformação. Como o Inconel 625 foi previamente conformado à quente, com o aquecimento do material em temperaturas inferiores a 1150°C , a observância de formação de estruturas com grãos pequenos ao longo dos contornos de grão maiores é justificável. Conforme já estudado por Guo e outros [2],

microestruturas similares às observadas neste trabalho foram mostradas para um Inconel 625 também forjado em temperaturas inferiores a 1150°C.

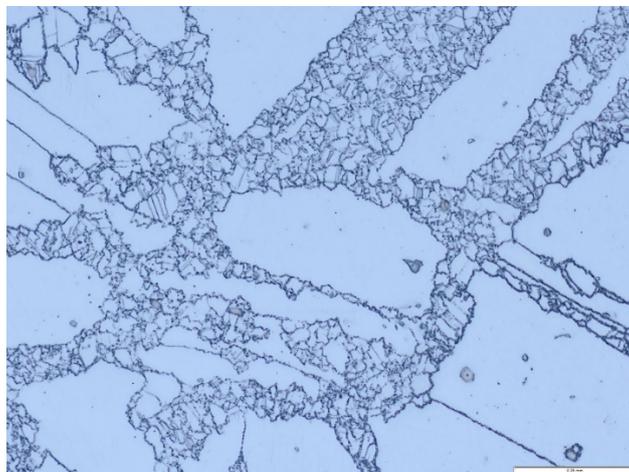


Figura 2:– Micrografia do Inconel 625 forjado a 1050°C.

Os resultados dos ensaios de tração nas diversas temperaturas utilizadas são apresentados na tabela 1. É possível notar nesta tabela que não ocorreu variação significativa na ductilidade do Inconel 625, conforme variação da temperatura do ensaio, sendo possível constatar que o inconel 625 mantém sua ductilidade mesmo nas temperaturas mais baixas. Nota-se também que o limite de escoamento e o limite de resistência aumentam com a diminuição da temperatura, sendo mais significativo a -190°C. A energia absorvida nos ensaios de impacto charpy, acima de 200 J, não mostrou uma redução em temperaturas de até -190°C. Portanto, o Inconel 625 não apresenta um comportamento frágil, não há zona de transição e uma perda significativa na tenacidade do material.

Tabela 1: Resultados dos ensaios de tração à temperatura ambiente e em temperaturas criogênicas.

Temperatura do ensaio	Limite de Resistência à tração (MPa)	Limite de escoamento (0,2%) (MPa)	Alongamento (Lo=50mm) (%)
24°C	968	787	43
-100°C	1026	768	45
-120°C	1062	799	47
-190°C	1307	845	44

A componente plástica da abertura da trinca apresentou um valor médio de 1,87 mm para o ensaio na temperatura de -100°C , 1,67 mm para o ensaio na temperatura de -120°C e 1,54 mm para a temperatura de -190°C . Em trabalho similar, mas utilizando o aço inoxidável, Khor e outros [7] obtiveram como resultado uma componente plástica da abertura da trinca de no máximo 5 mm. Em estudo similar em aços soldados de alta resistência baixa liga (ARBL) feito por Lee e outros [8], foi obtido valor máximo de abertura de trinca de 0,41 mm em uma temperatura de -20°C na zona afetada termicamente (ZTA). Levando-se em consideração a temperatura do ensaio de CTOD aplicado para o Inconel 625, que é muito inferior aos artigos mencionados, pode-se considerar os valores obtidos como satisfatórios, indicando que o Inconel 625 não apresentará uma propagação brusca da trinca.

Na figura 3 são observadas as fotografias das superfícies de fratura de corpos de prova ensaiados no ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C . Observa-se nas superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados em CTOD que a medida que a temperatura de ensaio diminui, a região intermediária da fratura aumenta. A figura 4 mostra as superfícies de fratura típicas observadas por microscopia eletrônica de varredura nos estágios inicial, intermediário e final da propagação da trinca do Inconel 625 ensaiado em CTOD a -100°C . As superfícies de fratura do Inconel 625 ensaiado em CTOD a -120°C e do Inconel 625 ensaiado em CTOD a -190°C apresentam aspectos similares ao observado na figura 4 no ensaiado em CTOD a -100°C . Devido à relativamente elevada ductilidade do Inconel 625 foi possível visualizar estrias, mesmo na etapa inicial da fratura. As estrias são bem refinadas e presentes no interior dos grãos.

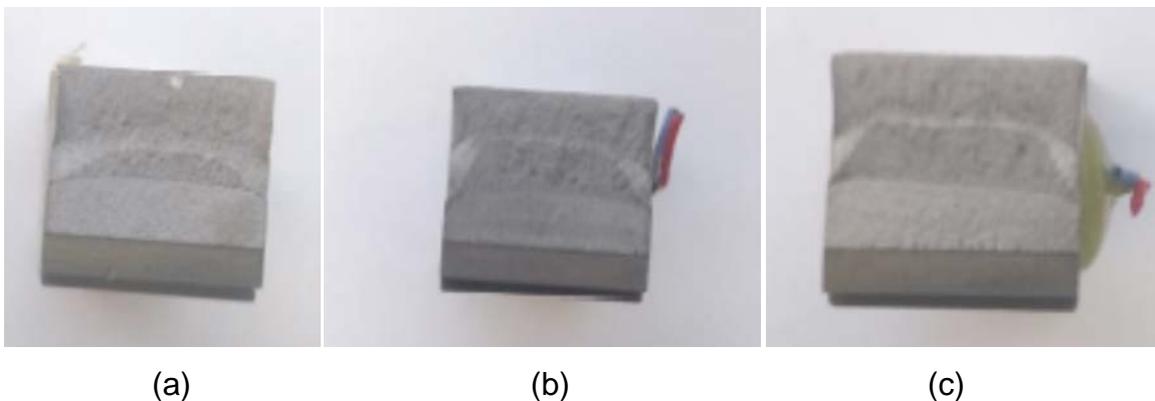


Figura 3: Fotografias dos corpos de prova fraturados no ensaio de CTOD nas temperaturas de (a) -100°C , (b) -120°C e (c) -190°C .

O estágio I do processo de fratura corresponde a fase inicial da formação de trincas e tem como característica uma microtrinca nucleada em condição estável e começa a se propagar de forma muito lenta. A taxa de propagação da trinca neste estágio é da ordem de 10^{-10} m por ciclo. A duração desse estágio pode representar de zero até noventa por cento da vida útil da peça ou do componente, dependendo do nível de tensão e das características do material. Ganesh e outros [9] observou aspectos de morfologia da superfície de fratura similar ao deste trabalho com propagação da trinca na direção de crescimento dos grãos.

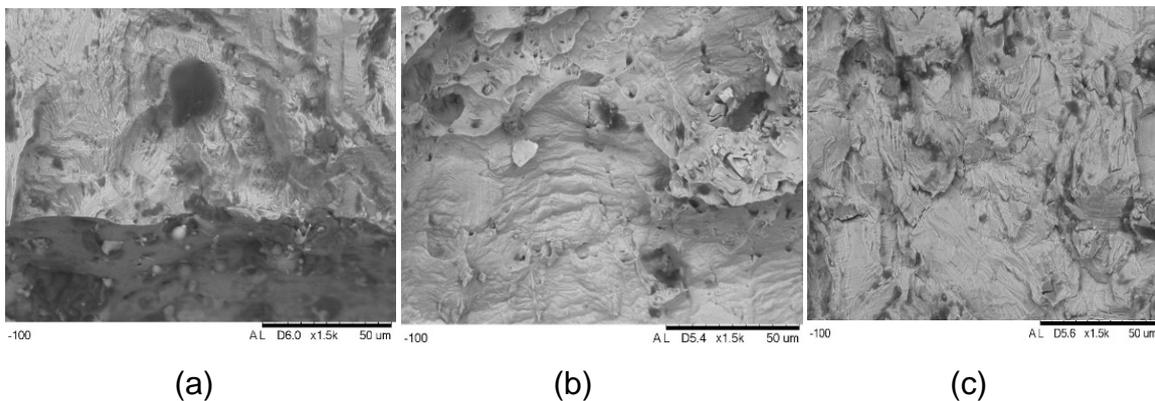


Figura 4: Superfície de fratura, observada por microscopia eletrônica de varredura de um corpo de prova ensaiado em CTOD na temperatura de -100°C , evidenciando as regiões de (a) início, (b) estágio intermediário e (c) estágio final da propagação da trinca.

Em regiões intermediárias, conforme podemos observar na figura 3(b), a propagação da trinca independe da orientação dos grãos, uma vez que a propagação é preferencialmente transgranular. As imagens revelam estrias com maiores espaçamentos, isto é, estrias formadas como consequência de uma grande deformação plástica localizada na frente da trinca. Nessa região, o micromecanismo de propagação de trinca foi similar ao estudado por Laird e outros [10] e Gross e outros [11].

No estágio final, observado na figura 3(c), foi analisada a superfície do estágio final da fratura. Pode-se verificar que a propagação da trinca se torna instável e é observada a presença de microvazios coalescidos, que caracteriza a ruptura típica para materiais dúcteis. O aspecto alveolar (“dimples”) observado na superfície de fratura caracteriza a fratura dúctil e evidencia a deformação plástica em escala

microscopia. A presença de alvéolos mostrou uma sequência de nucleação, crescimento e coalescência por quebra ou decoesão das partículas de segunda fase com a matriz.

CONCLUSÕES

O estudo do comportamento mecânico do Inconel 625 encruado permitiu concluir que:

- A temperatura de forjamento utilizada nesse trabalho, associada com a taxa de deformação, permitiram a obtenção de uma microestrutura com tamanho médio de grão pequeno (7 e 8 conforme ASTM E112).
- Apesar do aumento da resistência mecânica do Inconel 625 pelo processo de encruamento, com um aumento de limite de escoamento de 467,58 MPa para 787 MPa, não foi notado um decréscimo na ductilidade do material.
- O Inconel 625 não apresentou um comportamento frágil, não foi observada uma zona de transição frágil-dúctil em ensaios de impacto.
- À medida que diminui a temperatura do ensaio de CTOD ocorre uma ligeira diminuição da componente plástica da abertura da trinca, mas que não foi associada a uma queda na ductilidade do Inconel 625.
- Mediante todos os resultados obtidos, pode-se afirmar que o aumento da resistência do Inconel 625 pelo processo de encruamento não impossibilita sua aplicação para temperaturas criogênicas, mantendo sua capacidade de se deformar apreciavelmente antes da ruptura.

REFERÊNCIAS

1. GAOFENG, T. et al. Materials and Design. Experimental and simulation on the grain growth of P/M nickel-base superalloy during the heat treatment process, Beijing, 30, 2009. 433-439.
2. GUO, Q. et al. Journal of Nuclear Materials. The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy, Beijing, 414, 2011. 440-450.
3. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E1290-02. Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement, 2002.

4. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E23-16b. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2016.
5. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E112. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2013.
6. LI, D. et al. Materials and Design. The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 Superalloy, Beijing, n. 32, 31 Maio 2010. 696-705.
7. KHOR, W. et al. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. Measurement and prediction of CTOD in austenitic stainless steel, London, 26 julho 2016.
8. LEE, S. G. et al. Materials Science & Engineering A. Effects of Ni and Mn addition on critical crack tip opening displacement (CTOD) of weld-simulated heat-affected zones of three high-strength low-alloy (HSLA) steels, Pohang, 25 Abril 2017. 55-65.
9. GANESH, P. et al. Materials Science and Engineering A. Fatigue and Fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures, Indore, 11 agosto 2010. 7490-7497.
10. LAIRD, C. FORD Scientific Laboratory. The influence of metallurgical structures on the mechanism of fatigue crack propagation, Dearborn, 1966.
11. GROSS, T. S. Metals Handbook. Micro mechanisms of monotonic and cyclic crack growth, 19, 1996.

STUDY OF MECHANICAL BEHAVIOR IN LOW TEMPERATURES OF INCONEL 625 AFTER COLD WORKED

ABSTRACT

The cold worked Inconel 625 had its mechanical properties determined at room temperature and at cryogenic temperatures (-100°C, -120°C and -190°C). For this, tensile, impact and CTOD tests were performed. The characterization of the microstructure showed a grain distribution with sizes between 7 and 8. In the tensile test it was observed that despite the increase in mechanical strength of Inconel 625

due to the hardening (of the order of 787 MPa), an elongation was maintained above 40%. In the impact results, the absorbed energy remained above 200 J. In the CTOD test, the plastic component of the crack opening displacement was on average 1.52 mm at the lowest temperature used (-190 ° C). In view of all the obtained results, it can be affirmed that the increase of the mechanical strength of the Inconel 625 by the process of hardening does not preclude its application to cryogenic temperatures.

Key Words: CTOD, Inconel 625, fracture, toughness.