

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE METAIS DE SOLDA DISSIMILARES DA LIGA À BASE DE NÍQUEL AWS ER NiCrMo-14 ENVELHECIDA À 950 °C

Y. C. da Silva¹, E. M. Mina¹, J. Dille², M. F. Motta¹, H. C. de Miranda¹, C. C. Silva¹

¹Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem (LPTS), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE

²Université Libre de Bruxelles

Rua Alberto Feitosa lima, 180 ap 101 CEP: 60810-018. yuricruz@hotmail.com

RESUMO

As superligas de níquel apresentam elevadas propriedades mecânicas e de resistência a corrosão. Visando aproveitar as suas propriedades e reduzir custos, a soldagem de revestimento é uma alternativa bastante atrativa. Devido aos ciclos térmicos de soldagem e das condições severas de trabalho, mudanças na microestrutura podem ocorrer, tornando necessário o seu estudo. A liga AWS ER NiCrMo-14 (Inconel 686) foi soldada utilizando o processo TIG com alimentação de arame frio e envelhecida a 950 °C por 10, 50, 100 e 200 horas, com o objetivo de analisar a microestrutura. A microestrutura como soldada mostrou a presença de fases secundárias precipitadas na região interdendrítica. Os tratamentos de envelhecimento causaram uma intensa precipitação, de até 13,82 %. Os carbonetos e fase μ e P foram identificados por difração de raios X. A partir de mapeamentos químicos realizados por EDS no MEV foi observada uma concentração maior, em relação a matriz, de molibdênio nos precipitados.

Palavra chave: Inconel 686, MEV, fase P, envelhecimento térmico

INTRODUÇÃO

As ligas de níquel apresentam elevada resistência à corrosão em meio aquoso, boa resistência mecânica e ao desgaste em temperaturas elevadas ^(1,2,3). Ao longo dos anos, estas propriedades vêm sendo melhoradas gradativamente com a adição de diversos elementos de liga, como cromo, molibdênio, tungstênio, nióbio, alumínio, titânio, dentre outros. ^(4,5,6)

Devido as suas excelentes propriedades e o seu elevado custo, as ligas de níquel têm sido utilizadas para revestir e proteger equipamentos submetidos a condições severas de operação, tornando viável economicamente o uso destas ligas. Um dos principais processos de fabricação para estes revestimentos é a soldagem. Porém, além dos prejuízos inevitáveis causados pela a alta energia empregada na soldagem, estas soldagens podem ser submetidas a novos ciclos de aquecimento por tempos prolongados, quer seja por uma nova etapa de fabricação, tratamentos térmicos, ou mesmo devido às condições de operação na indústria.

Em qualquer destas situações, o aquecimento por período prolongado poderá favorecer alterações metalúrgicas significativas nas ligas, que poderão representar sérios problemas para a performance do componente em serviço⁽⁷⁾, considerando que metais de solda no estado bruto de fusão já apresentam uma microestrutura e microquímica bastante complexa, muitas transformações e processos de degradação podem ser favorecidos^(8,9).

Devido à importância desta liga (Inconel 686) e a escassez de informações sobre os efeitos do envelhecimento térmico sobre a sua microestrutura, propriedades e performance em serviço, torna-se fundamental o desenvolvimento de estudos que viabilize estas informações para a referida liga. O objetivo do presente estudo foi investigar as alterações microestruturais decorrentes de envelhecimento térmico na temperatura de 950°C, em diferentes tempos de exposição, de revestimentos dissimilares com a liga AWS ER NiCrMo14 (Inconel 686) depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio.

MATÉRIAS E MÉTODOS.

O metal de base utilizado foram chapas de aço AWS A36 com dimensões de 12 mm X 350 mm X 150 mm. Sobre este aço foi realizada a soldagem de revestimento utilizando a liga Inconel 686 pelo processo de soldagem TIG com alimentação de arame frio. A composição química da liga Inconel 686 está representada na Tabela 1 e os parâmetros de soldagem estão representados na Tabela 2.

Tabela 1 - Composição química da liga Inconel 686

Liga	Composição química (% em massa)
------	---------------------------------

Inconel 686	Ni	C	Cr	Mo	W	Fe	Al	Ti
	58,22	0,01	20,53	16,39	3,97	0,29	0,26	0,04
	Nb	Mn	Si	Cu	Co	V	P	S
	-	0,23	0,059	0,01	-	-	0,002	0,001

Tabela 2 - Parâmetros de soldagem

Parâmetros de soldagem	
Modo de Alimentação	Na Frente do arco
Ângulo de alimentação	50°
Distância do arame ao metal de base (DPAP)	3 mm
Distância do eletrodo ao metal de base (DPEP)	10 mm
Ângulo de afiação da ponta do eletrodo	50°
Vazão de Gás	15 l/min
Tensão	21 V
Corrente	380 A
Energia de Soldagem	23 kJ/cm
Tipo de Tecimento	Triangular
Amplitude de tecimento	8 mm
Velocidade de soldagem	21 cm/min
Diâmetro do arame	1,2 mm
Gás de proteção	Argônio puro
Eletrodo	Tungstênio Toriado (W-Th)

Após a definição dos parâmetros de soldagem, a deposição das camadas foram realizadas e os revestimentos foram submetidos a tratamentos térmicos de envelhecimento à 950 °C por 10, 50, 100 e 200 horas.

Amostras foram submetidas à preparação metalográfica convencional com corte, lixamento e polimento. Para revelar as estruturas da liga Inconel 686 foi realizado um ataque eletroquímico com solução de ácido crômico (H₂CrO₄) 10% em água deionizada, aplicando tensão de 2 V, para revelar a sua microestrutura. Para revelar a microestrutura do metal de base foi realizado ataque com nital 2%.

Analises de difração de raios X foram realizados em pós concentrados dos precipitados. Estes precipitados foram removidos na matriz de níquel através da dissolução da mesma usando um eletrólito de álcool e ácido nítrico 10% conforme a norma ASTM STANDARD E963 ⁽¹⁰⁾.

As análises de microscopia das amostras foram realizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). No MEV foi realizada além de imagens, análises químicas dos precipitados por meio de EDS.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Soldagem de revestimento

As chapas soldadas apresentaram um bom aspecto visual, não apresentando defeitos, como mordeduras, trincas ou falta de alimentação durante a soldagem. Após a soldagem a amostra teve sua seção transversal, apresentada na Figura 1, analisada para avaliação da diluição do revestimento. Os cordões apresentaram uma largura média de 18 mm e a diluição geométrica, calculada a partir da Eq. A foi de 13,17%.

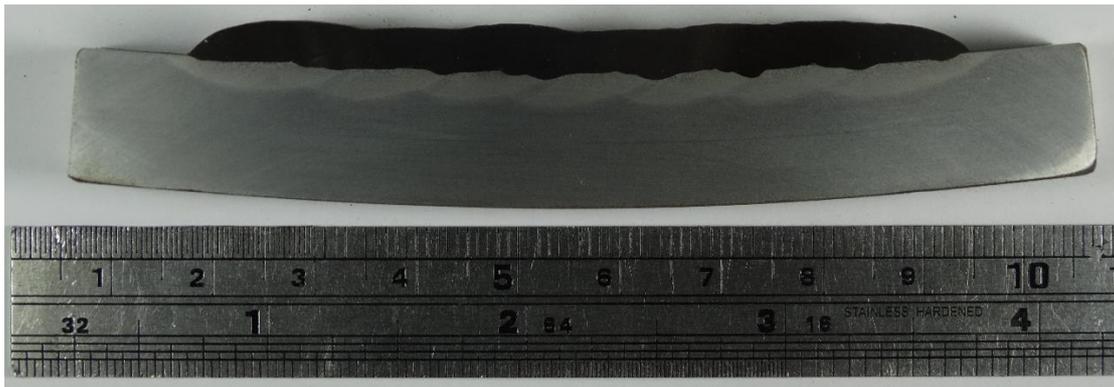


Figura 1 - Macrografia da seção transversal do revestimento dissimilar entre a liga de níquel Inconel 686 e o aço carbono A36.

$$D = \frac{A_{MB}}{A_{MB} + A_{MA}} \quad A$$

A_{MB} : Área do Metal de Base.

A_{MA} : Área do Metal de Adição.

Análises de Raios X

A Figura 2 apresenta os difratogramas de raios X da amostra como soldada e das amostras tratadas a 950 °C por 10, 50, 100 e 200 horas. Os difratogramas apresentaram carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, M_7C_3 , M_6C , fase P e fase μ .

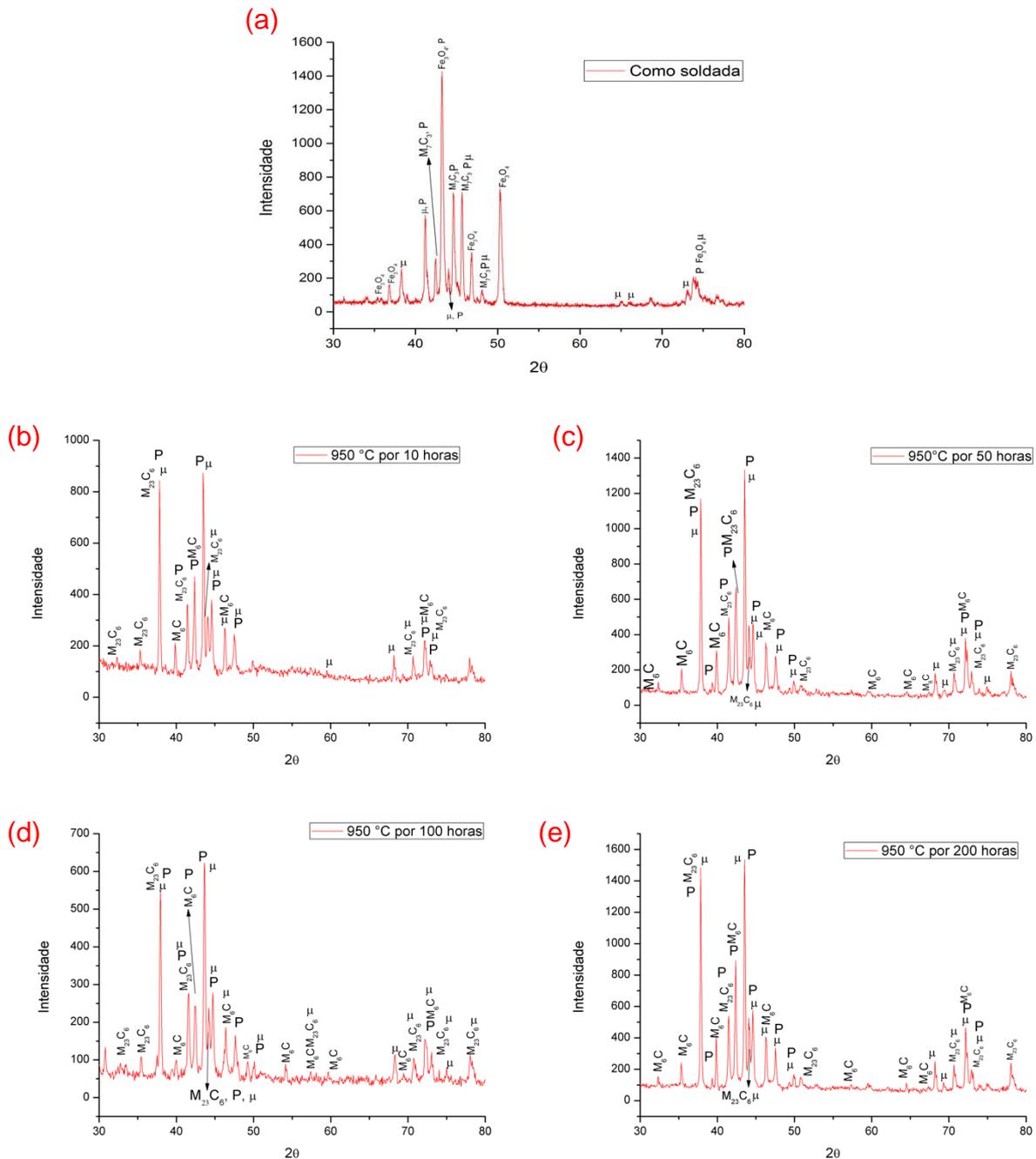


Figura 2 - Espectros de difração de raios X das amostras tratadas a 950 °C. (a) Como soldada, (b) 10 horas. (c) 50 horas. (d) 100 horas. (e) 200 horas.

Na amostra como soldada é possível observar a presença de carbonetos do tipo M_7C_3 mas com o tratamento térmico este carboneto acaba desaparecendo devido a reação de formação do carboneto $M_{23}C_6$, como mostrado na Eq. B. Esta reação é favorecida a temperaturas acima de 750 °C (11,12).

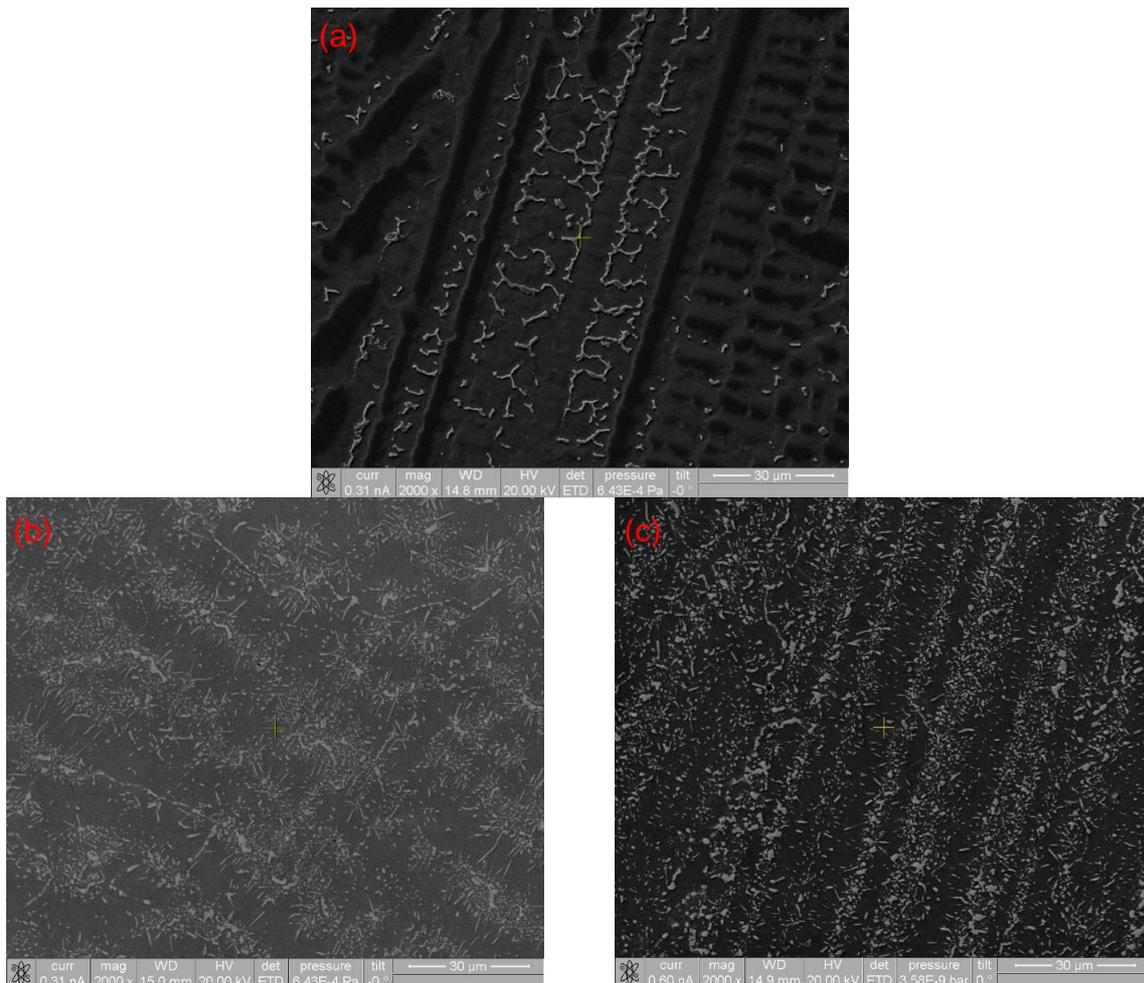


B

As fases P e μ são observadas em todos os difratogramas, presente deste a amostra como soldada até o ultimo tratamento⁽¹³⁾.

Análise de MEV

Nas análises de MEV observa-se que os tratamentos térmicos ocasionaram uma intensa precipitação na liga quando comparado com a liga como soldada. Na Figura 3 pode-se observar a evolução da microestrutura com o tratamento térmico. Em todas as amostras observa-se a presença de precipitados disformes, decorrente de líquidos remanescentes durante a solidificação. Com o aquecimento, pode-se observar o surgimento de precipitados mais finos e aumento dos numero de precipitados nos contornos de grão.



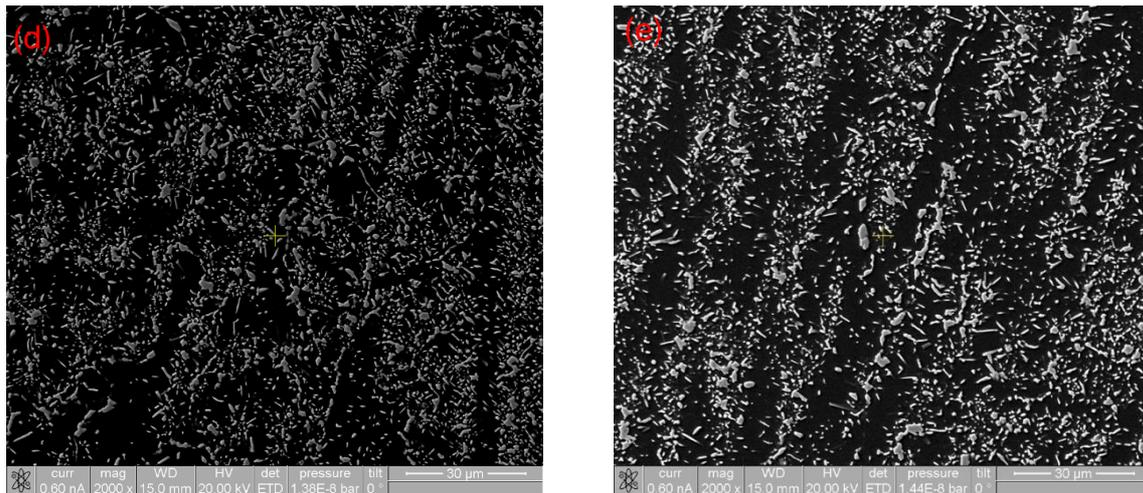


Figura 3 - Evolução dos precipitados finos com o aumento do tempo de envelhecimento – (a): Como soldada, (b): 10 horas, (c): 50 horas, (d): 100 horas, (e) 200 horas

Os precipitados foram quantificados pelo software de análise de imagens SRVNA. A análise foi realizada a partir de 60 imagens de cada amostra. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 3 e na Figura 4.

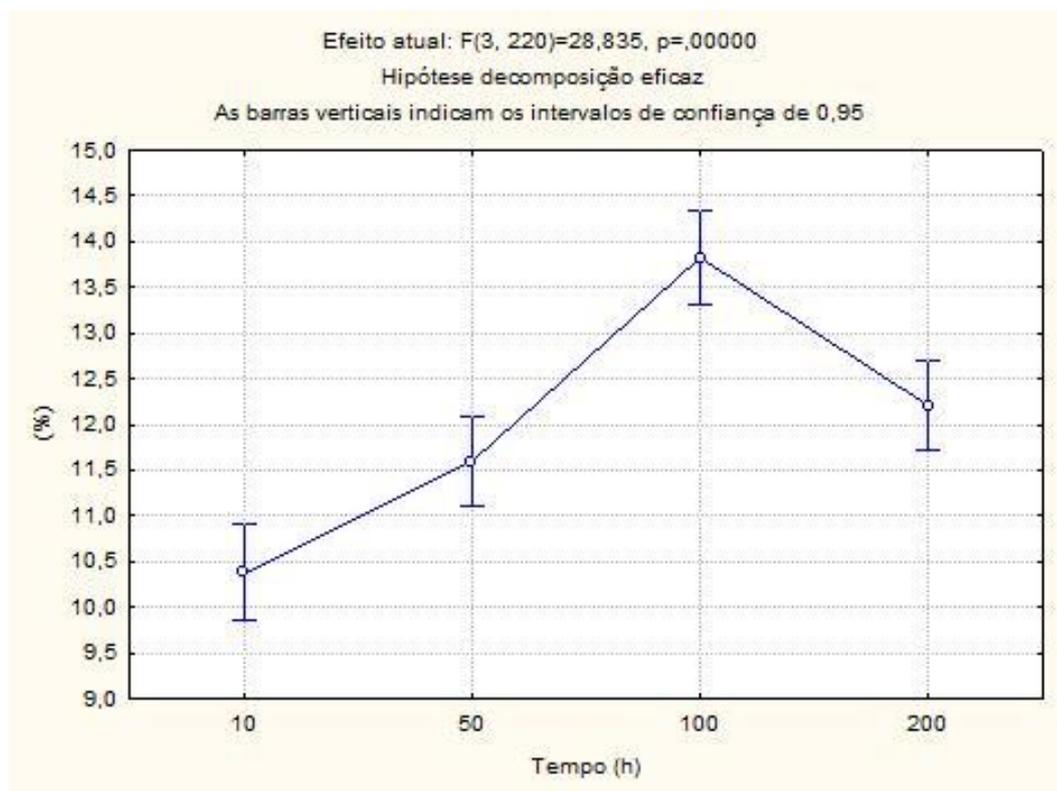


Figura 4 - Gráfico estatístico da quantificação precipitados das amostras tratadas a 950 °C

Tabela 3 - Quantificação da amostra como soldada e da amostra tratada a 950 °C

Como soldado	≈ 3,5 %
10 horas	10,38 %
50 horas	11,79 %
100 horas	13,82 %
200 horas	12,21 %

A partir dos resultados de quantificação observa-se um significativo aumento da quantidade de precipitados quando comparado a condição como soldada. Entre as amostras de 100 e 200 horas inicia-se uma dissolução dos precipitados, evidenciado pela quantificação.

A composição química dos precipitados foi examinada por meio de mapeamento EDS realizado no MEV. A partir do mapeamento foi possível observar precipitados ricos em molibdênio, similar ao encontrado em outros trabalhos⁽¹⁴⁾, possivelmente precipitados de fase P ou μ , fases facilmente encontradas em ligas de níquel⁽¹³⁾, e os precipitados ricos em cromo, possivelmente carbonetos de cromo ($M_{23}C_6$), sendo estes precipitados sempre próximo a interface.

CONCLUSÃO

Com base nos resultados experimentais obtidos para o envelhecimento térmico dos metais de solda depositados pela liga AWS ER NiCrMo-14 (INCONEL 686) foi possível concluir que:

Uma intensa precipitação devido ao tratamento térmico. Foi possível identificar por meio de difração de raios X a presença de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, M_7C_3 , M_6C e precipitados de fase P e fase μ .

Observou-se que após tempos de tratamento superiores a 100 horas ocorre a dissolução de parte dos precipitados.

Por meio de análise de EDS em MEV foi possível identificar que os precipitados de fase P ou μ são ricos em molibdênio quando comparados a matriz e a grande concentração de cromo nos carbonetos.

BIBLIOGRAFIA

1 BROOKS, C. R. Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys. Metal Park: Ohio: [s.n.], 1984.

2 ASM. Properties and selection of nonferrous alloys and special-purpose materials. In: _____ **Nickel and nickel alloys**. Metals Park: ASM International, v. 1, 1990. p. 950-994. 10.

3 ASM. Corrosion of nickel-base alloys. In: _____ **Corrosion**. 10. ed. Metals Park: ASM International, v. 15, 1993a. p. 641-657.

4 ASM. Nickel and nickel alloys. In: ASM **Casting**. 10. ed. Metals Park: ASM International, v. 15, 1993b. p. 815-823.

5 ASM. Selection of Nickel, Nickel-Copper, Nickel-Chromium, and Nickel-Chromium-Iron Alloys. In: _____ **Welding, Brazing and Soldering**. 10. ed. Metals Park: ASM International, v. 6, 1993c. p. 586-592.

6 TANCRET, F.; BHADSHIA, H. K. D. H.; MACKAY, D. J. C. Design Of A Creep Resistant Nickel Base Superalloy For Power Plant Applications Part 1 – Mechanical Properties Modeling. **Materials Science and Technology**, v. 19, p. 283-290, 2003.

7 FAHRMANN, M. G.; CRUM, J. R. **Formation of a Pt₂Mo Type Phase in Long-Term Aged Inconel Alloy 686**. Superalloys 2000 (Ninth International Symposium). [S.I.]: [s.n.]. 2000.

8 HODGE, F. G. The History of Solid-Solution-Strengthened Ni Alloy for Aqueous Corrosion Service. **JOM**, September 2006.

9 CAO, X. Y. et al. Influences of Cr content and PWHT on microstructure and oxidation behavior of stainless steel weld overlay cladding materials in high temperature water. **Journal of Nuclear Materials**, v. 467, p. 32-41, December 2015. Parte 1.

10 ASTM STANDARD E963. **Standard Practice for Electrolytic Extraction of Phases from Ni and Ni-Fe Base Superalloys Using a Hydrochloric-Methanol Electrolyte**. ASTM International. West Conshohocken. 2010. (DOI: 10.1520/E0963-95R10).

11 DURRAND-CHARRE, M. The Microstructure of Superalloys. **The Netherlands**, Amsterdam, 1997.

12 SIMS, C. T. Superalloys: genesis and character. In: SIMS, C. T.; STOLOFF, N. S.; HAGEL, W. C. **Superalloys II**. [S.I.]: John Wiley & Sons Inc, 1987. p. 3-25.

13 SILVA, C. C. **Revestimentos de ligas de níquel depositados pelo processo tig com alimentação de arame frio – aspectos operacionais e metalúrgicos**. Tese (doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Programa

de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, p. 326 f. 2010.

14 SILVA, C. C. et al. Assessment of microstructure of alloy Inconel 686 dissimilar weld claddings. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 684, p. 628–642, Novembro 2016.

15 JOUBERT, J. M.; DUPIN, N. Mixed site occupancies in the μ phase. **Intermetallics**, v. 12, p. 1373–1380, 2004.

16 YANG, J. X. et al. **Formation of μ phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy**. Scripta Materialia, v. 55, p. 331-334, 2006.

MICROSTRUCTURAL DISSIMILAR WELD METALS CHARACTERIZATION OF AWS ER NICKMO-14 NICKEL BASED ALLOY AGED AT 950 °C

ABSTRACT

Nickel superalloys have high mechanical and corrosion resistance properties. In order to take advantage of their properties and reduce costs, the welding overlay is an alternative. Due to the welding thermal cycles and severe working conditions, changes may occur in the microstructure being necessary to study its effects on the microstructure. In this study, the AWS ER NiCrMo-14 nickel based alloy (Inconel 686) alloy was welded using the TIG cold wire feed. The weld metal were subjected to aging heat treatments at 950 ° C for 10, 50, 100 and 200 hours in order to analyze the microstructural changes. The microstructure for welded condition showed secondary phase precipitated in interdendritic region. The heat treatments have caused heavy precipitation up to 13.82%. The carbides and μ and P phase were identified by X-ray diffraction. Based on EDS mappings were found a higher concentration of molybdenum in precipitates if compared to the matrix.

Key-words: Inconel 686, SEM, P phase, aging heat treatment.