

EFEITO DAS DIFERENTES CONDIÇÕES DE TRATAMENTO TÉRMICO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DA SUPERLIGA DE NÍQUEL INCONEL 718 USADA NA EXPLORAÇÃO DE PETRÓLEO ¹

Jôneo Lopes do Nascimento ²

Cássio Barbosa ²

José Luiz Fernandes ³

Resumo

O desenvolvimento da indústria de óleo e gás no Brasil nas últimas décadas tem levado à extração de petróleo em águas cada vez mais profundas e em ambientes intensamente corrosivos, associados à presença de H₂S, CO₂ e cloretos, além de solicitações mecânicas acarretadas pelo movimento das ondas e das correntes marítimas. Neste cenário adverso é intensa a busca de novos materiais com propriedades adequadas a este tipo de aplicação. No presente trabalho é feito um estudo da microestrutura e das propriedades mecânicas da superliga de níquel Inconel 718 submetida a diferentes temperaturas e tempos de solubilização e envelhecimento. Este material, em geral muito utilizado na fabricação de turbinas de motores aeronáuticos e de geração de energia, no presente caso é proposto para a fabricação de parafusos de fixação de dutos submarinos de extração de petróleo. O uso de técnicas como microscopia ótica, análise automática de imagens, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e ensaios de dureza e de tração, permitiu a identificação das condições ideais de tratamento térmico do material para esse tipo de aplicação.

Palavras-chave: Superligas de níquel; Tratamento térmico; Microestrutura; Propriedades mecânicas.

EFFECT OF DIFFERENT HEAT TREATMENT CONDITIONS ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF INCONEL 718 NICKEL SUPERALLOY USED IN OIL PRODUCTION

Abstract

The development of the oil and gas industry in Brazil in the last decades has led to petroleum extraction in deeper water and extremely corrosive environments, associated to the presence of H₂S, CO₂ and chlorides, as well as mechanical loads caused by the waves movement and sea streams. In these adverse conditions the search for new materials with adequate properties for this kind of application is intense. In the present work it is carried out a study on the microstructure and mechanical properties of the superalloy Inconel 718 subjected to different temperatures and times of solution and aging heat treatments. This material, usually used in the fabrication of aircraft motor and energy generation turbines, in the present case this material is proposed for the fabrication of bolts used in the fixation of submarine pipes for oil extraction. The use of techniques like optical microscopy, automatic image analysis, scanning electron microscopy (SEM) and hardness and tensile tests, allowed the identification of the ideal conditions for heat treating this material for this kind of application.

Key words: Nickel superalloys; Heat treatment; Microstructure; Mechanical properties.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Avenida Venezuela, 82, sala 626, Rio de Janeiro, RJ, CEP 20.081-312, joneolop@int.gov.br

³ Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio de Janeiro (CEFET-RJ), Avenida Maracanã 229, sala E 505.7, Rio de Janeiro, RJ, CEP 20.081-312.

1 INTRODUÇÃO

As superligas de níquel têm sido utilizadas em aplicações como, plantas geradoras de energia cujos componentes exigem manutenção das propriedades quando submetidos a altas temperaturas, artefatos espaciais, reatores nucleares e bombas. As aplicações das ligas a base de níquel já há algum tempo deixou de ser voltada apenas para o setor de motores, exemplo disso é o setor de exploração de petróleo e gás em poços de águas profundas que, geralmente estão submetidos a uma combinação de altas temperaturas, altas pressões com presença de elementos corrosivos e/ou baixas temperaturas aliadas a esforços cíclicos provocados pela movimentação das marés.⁽¹⁾

O Inconel 718 pertence à família de superligas a base de Ni-Cr-Fe. Os elementos Ni e Cr promovem resistência à corrosão, oxidação, carburização e a outros mecanismos danosos que agem a altas temperaturas.⁽²⁾

Sendo uma das superligas de níquel mais difundidas no meio, possui como mecanismo de resistência a precipitação de um composto intermetálico (Ni_3Nb) na matriz de níquel durante o tratamento térmico. O objetivo do nióbio adicionado é aumentar a resistência da liga a altas temperaturas, uma vez que o nióbio tem a capacidade de retardar a resposta ao envelhecimento por deformação da liga, o que possibilita o alívio térmico das tensões antes da ocorrência de fratura.⁽²⁾

O material analisado foi retirado de dispositivos de fixação (parafusos) usados em dutos submarinos de transporte de óleo e gás. A localização dos dutos apresenta altas pressões aliadas a meios ácidos, a temperatura neste caso específico é de aproximadamente 4°C , um dos fatores que contribuem para a fissuração a frio por hidrogênio. O presente trabalho tem como proposta obter uma correlação entre a microestrutura da superliga Inconel 718 e suas propriedades mecânicas, em amostras submetidas à solubilização + envelhecimento com diversos tempos e temperaturas. As atividades experimentais do projeto foram tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, avaliação microestrutural (microscopias ótica e eletrônica de varredura), análise de imagens, ensaio de microdureza e ensaio de tração.

2 MATERIAIS E METODOLOGIA

A composição química do Inconel 718 analisado no presente estudo é mostrado na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição química do Inconel 718.

Elemento	Ni	Fe	Cr	Si	P	Ti	V	Mn
Teor (%)	52,528	19,912	18,410	0,088	0,004	0,910	0,022	0,072
Elemento	Cu	Nb	Mo	W	Co	-	C	S
Teor (%)	0,021	4,999	2,903	0,060	0,032	-	0,038	0,001

Os tratamentos térmicos aos quais este material foi submetido são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Parâmetros de tratamento térmico.

AMOSTRAS		SOLUBILIZAÇÃO		ENVELHECIMENTO		
		T (°C)	TEMPO (h)	T (°C)	TEMPO (h)	
Impares	Pares				Impares	Pares
1	2	950	1	700	8 horas	20 horas
3	4	950	2	700		
5	6	950	1	840		
7	8	950	2	840		
9	10	1050	1	700		
11	12	1050	2	700		
13	14	1050	1	840		
15	16	1050	2	840		

A escolha das temperaturas e tempos dos tratamentos térmicos (solubilização e envelhecimento) foi feita com base na literatura.^(2,3) Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento foram realizados em forno de atmosfera controlada (argônio), com resfriamento ao ar.

As amostras foram devidamente polidas e sua microestrutura revelada após imersão no reagente Kalling modificado composto de 4g de CuCl_2 + 40 ml de HCl + 60 ml de ethanol. A observação e a captura de imagens no microscópio ótico foram realizadas com aumento de 1000X.

A avaliação do tamanho de grão foi realizada por comparação. Devido à presença de maclas foi utilizada carta da norma ASTM E 112 específica para grãos maclados "Plate II Twinned Grains (Flat etch) 100X".⁽⁴⁾

A observação ao microscópio eletrônico de varredura foi realizada em equipamento operando a 20 kV, equipado com dispositivo para análise de energia dispersiva (EDS), adequado para identificação dos precipitados existentes.

A verificação da dureza foi realizada na escala Vickers carga de 1 kgf.

A quantificação e qualificação dos precipitados à base de níquel e de nióbio foram realizadas por meio de um sistema analisador de imagens acoplado a um microscópio ótico de captura de imagens. Foram aplicados filtros de operações em nível de cinza tais como sharpen e contrast adjustment, para aperfeiçoar o contraste entre as fases presentes, em seguida por sobreposição de planos binários foi realizada a segmentação das fases de interesse à análise. Os planos binários de destino são obtidos pela diferença de nível de cinza apresentada pelas partículas. Sendo assim, partículas mais escuras tendem a aproximar-se do zero, enquanto que as mais claras tendem ao limite máximo de 255 píxeis. Após segmentação adequada, foi possível realizar medições da fração volumétrica, diâmetro médio, distância entre partículas e razão de aspecto dos precipitados de níquel e nióbio. Foram considerados 20 campos por amostra.

O tratamento térmico para os corpos de prova de tração foi definido pela observação dos resultados de dureza. Os parâmetros selecionados podem ser observados na Tabela 3, assim como os valores de dureza que foi objeto de comparação com os resultados do ensaio de tração.

Tabela 3 - Parâmetros de tratamento térmico dos corpos de prova de tração.

AMOSTRAS	SOLUBILIZAÇÃO		ENVELHECIMENTO		DUREZA
	T °C	Tempo (h)	T °C	Tempo (h)	
9	1050	1	700	8	283,1 HV1
11	1050	2	700	8	254,2 HV1
13	1050	1	840	8	421,7 HV1
16	1050	2	840	20	366,5 HV1

As dimensões dos corpos de prova “sub-size”, de acordo com a norma ASTM E 8M – 04.⁽⁵⁾

3 RESULTADOS

3.1 Microscopia Ótica

As Figuras 1 e 2 mostram as microestruturas de duas amostras, obtidas por microscopia ótica.



Figura 1 – Micrografia da amostra 9
Ataque metalográfico : 4g de CuCl_2 + 40 ml de HCl + 60 ml de ethanol.

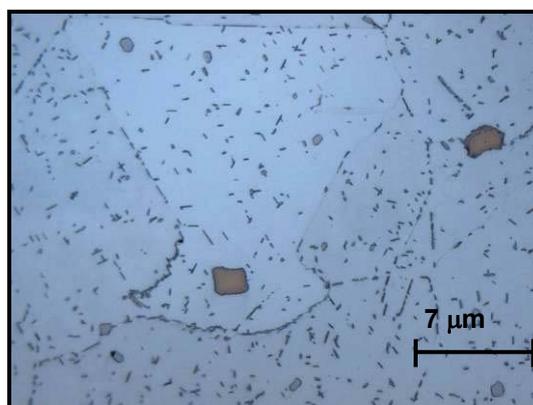


Figura 2 – Micrografia da amostra 14.
Ataque metalográfico : 4g de CuCl_2 + 40 ml de HCl + 60 ml de ethanol.

3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV

Para as micrografias de MEV (Figuras 3 e 4) foi utilizado o mesmo reagente metalográfico usado em microscopia ótica.

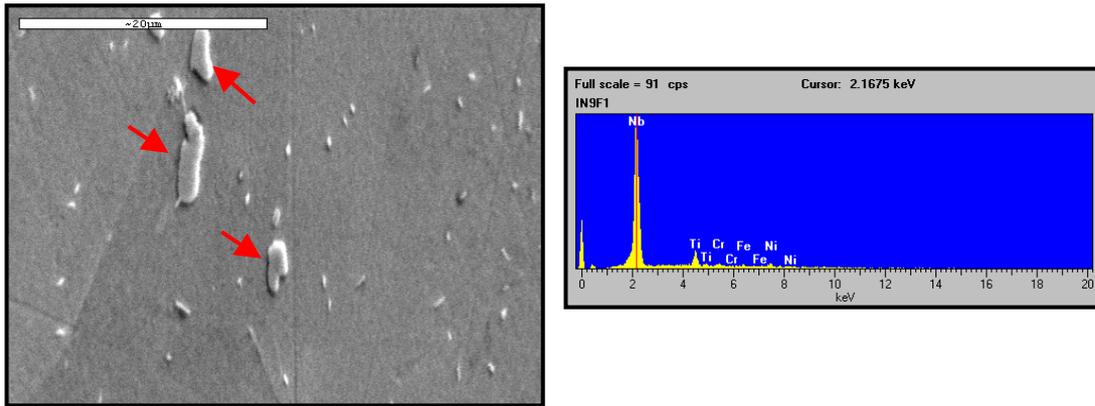


Figura 3. a) Amostra 9 apresentando precipitados de nióbio (partículas maiores); b) EDS do precipitado da figura 3-a, apresentando concentração de Nb.

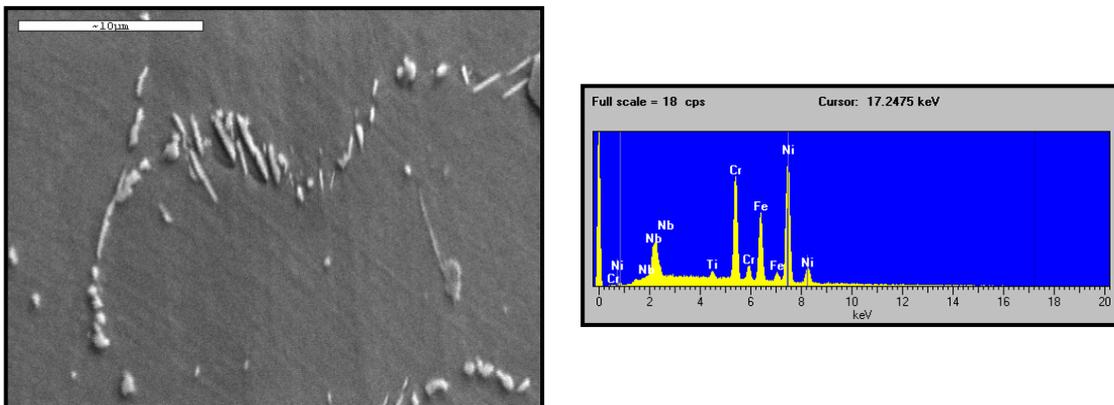


Figura 4. a) Amostra 13 apresentando partículas de Níquel de forma alongadas; b) EDS do precipitado da Figura 4-a, apresentando concentração de Níquel.

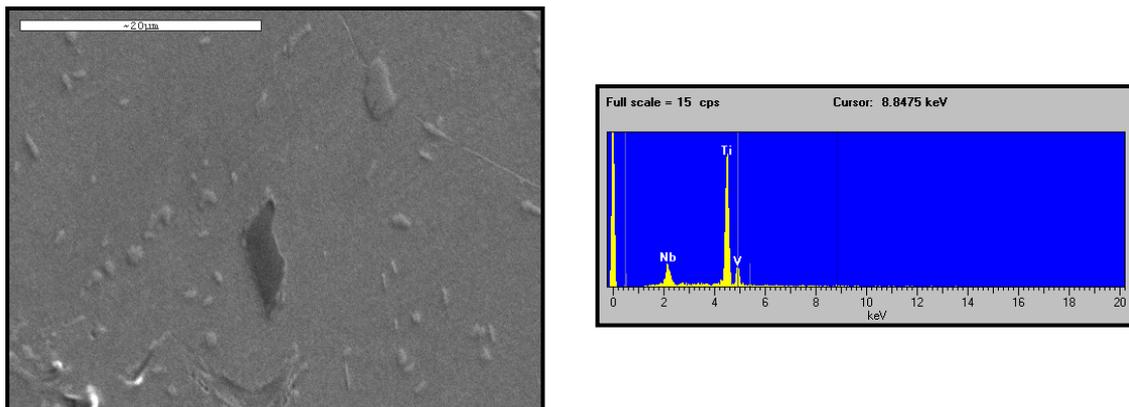


Figura 5. a - Amostra 15 com ênfase para a partícula escura centralizada de titânio; b) EDS da amostra 15 focalizado na partícula de titânio, observada na Figura 5-a.

3.3 Quantificação dos Precipitados de Nióbio

As Figuras 6 até 9 apresentam graficamente os valores médios dos parâmetros relativos aos precipitados de nióbio.

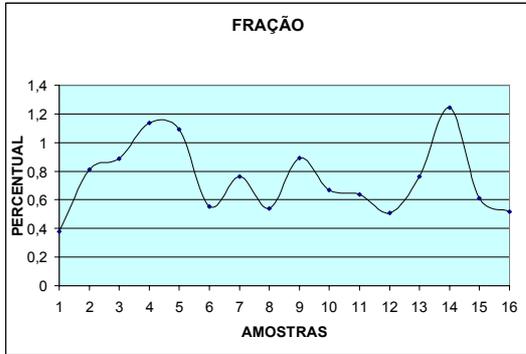


Figura 6 – Fração volumétrica dos precipitados de nióbio.

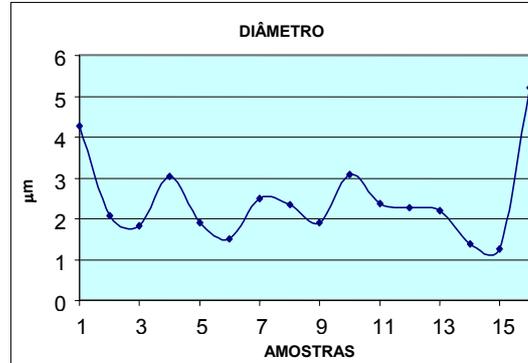


Figura 7 – Diâmetro médio dos precipitados de nióbio.



Figura 8 – Razão de aspecto dos precipitados de nióbio.

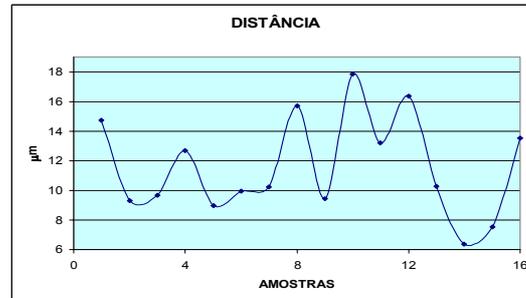


Figura 9 – Distância média entre partículas dos precipitados de nióbio.

3.4 Quantificação dos Precipitados de Níquel

As Figuras 10 até 13 apresentam graficamente os valores médios dos parâmetros relativos aos precipitados de níquel.

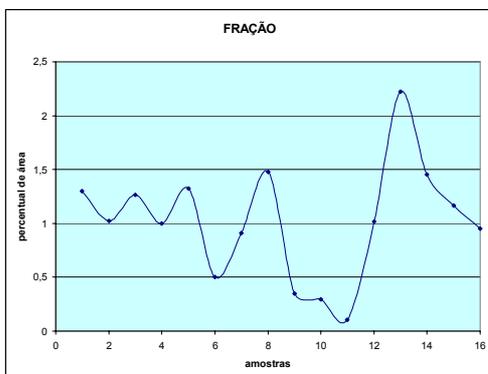


Figura 10 – Fração volumétrica dos precipitados de níquel

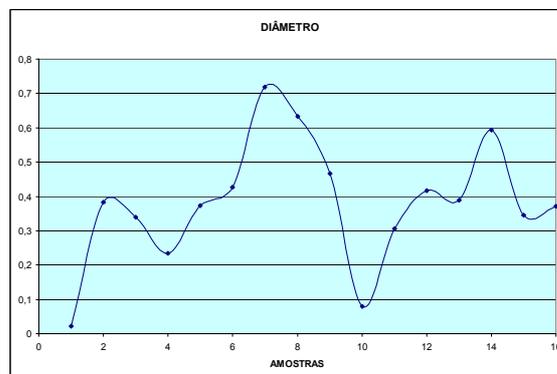


Figura 11 – Diâmetro médio dos precipitados de níquel.



Figura 12 – Razão de aspecto dos precipitados de níquel.

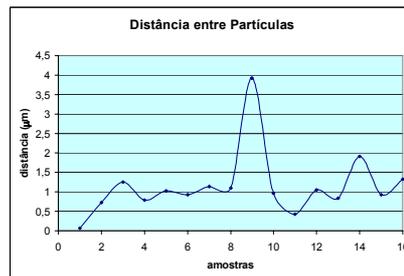


Figura 13 – Distância média entre partículas dos precipitados de níquel.

3.5 Resultado do Tamanho de Grão Médio

A figura a seguir apresenta graficamente os valores obtidos de tamanho de grão.

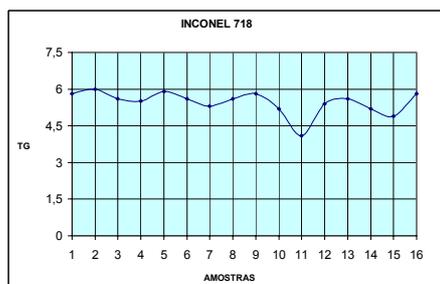


Figura 14 – Tamanho de grão médio das amostras

3.6 Resultado do Ensaio de Dureza

A Figura 15 mostra graficamente o comportamento de dureza das amostras. Graficamente alguns valores de incerteza poderiam não aparecer claramente, por esse motivo não foi colocado a barra do intervalo.

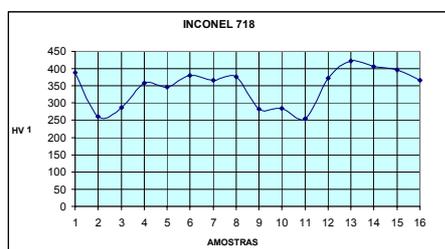


Figura 15 – Gráfico do comportamento de dureza Vickers carga de 1 kgf (9,8066 N)

3.7 Resultados do Ensaio de Tração

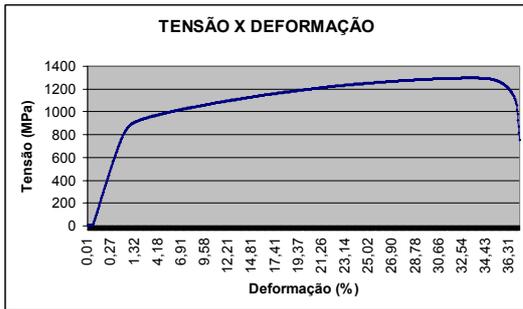


Figura 16 – Comportamento da amostra 9 submetida a ensaio de tração.

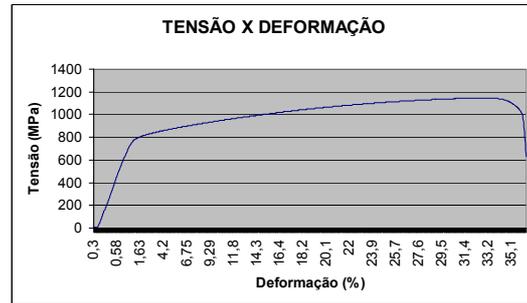


Figura 17 – Comportamento da amostra 11 submetida a ensaio de tração.

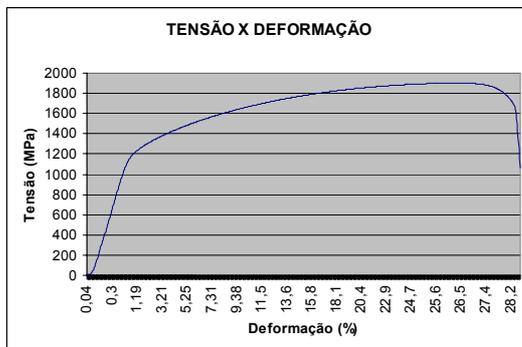


Figura 18 – Comportamento da amostra 13 submetida a ensaio de tração.

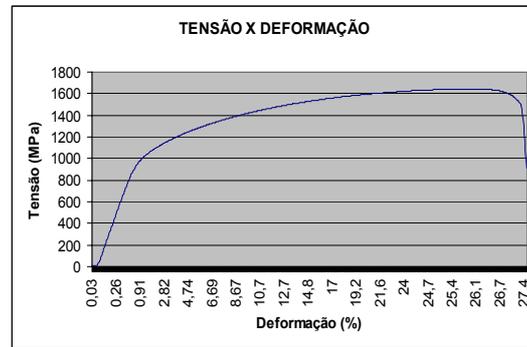


Figura 19 – Comportamento da amostra 16 submetida a ensaio de tração.

4 DISCUSSÃO

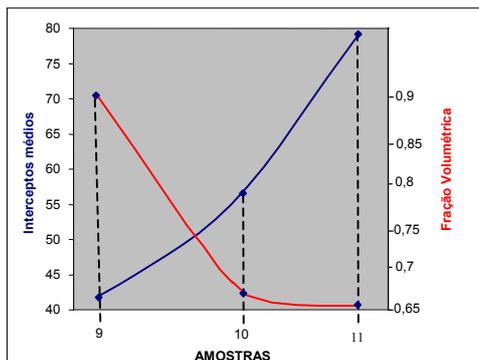


Figura 20 – Correlação entre o tamanho de grão por intercepto médio e a fração volumétrica percentual dos precipitados de nióbio.

Ao observarmos a diferença entre a fração volumétrica das amostras 10 e 11 e seus respectivos interceptos 55 e 79,4 μm conclui-se que a alteração da fração volumétrica é muito pequena para promover um crescimento tão expressivo do tamanho médio dos interceptos. Entretanto, outros parâmetros como: diâmetro médio das partículas e distância entre elas, quando relacionados, definem características importantes como concentração e distribuição dos precipitados.

No gráfico a seguir uma associação dos valores de diâmetro médio das partículas de nióbio com os valores médios de distância entre essas partículas, foi realizada.

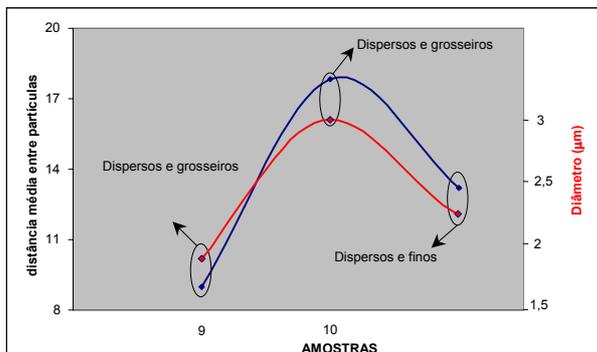


Figura 21 – Associação entre o diâmetro médio e a distância entre partículas de nióbio.

A amostra 9 apresenta diâmetro médio abaixo de $2 \mu\text{m}$ e uma distância média entre as partículas de $9 \mu\text{m}$, ou seja, alta concentração de Nb. O que eleva a capacidade de restrição ao crescimento dos grãos, comprovado com o resultado de $42 \mu\text{m}$ para o intercepto médio da amostra 9 (Figura 20). Quanto à amostra 10, a distância entre partículas de $17,83 \mu\text{m}$ e o diâmetro médio de $3,09 \mu\text{m}$, promove restrição branda ao crescimento dos grãos, pois, se por um lado o espaço entre as partículas favorece o crescimento, por outro lado, a dimensão dos precipitados isoladamente poderá contribuir de forma substancial para a restrição ao crescimento do grão. A amostra 11 com distância $13,20 \mu\text{m}$ e diâmetro médio de $2,36 \mu\text{m}$ apresenta dispersão de precipitados de nióbio por toda a microestrutura. Isto pode ser confirmado pelos valores de fração volumétrica das amostras 10 e 11, que são próximos, sugerindo, portanto, maior quantidade de precipitados na amostra 11 do que na amostra 10.

O valor alto para o intercepto médio da amostra 11 exige algumas considerações. Em primeiro, pode-se considerar a distância entre partículas, observada como média, sugerindo lacunas sem a presença de precipitados, deixando espaços livres para o crescimento dos grãos. E o diâmetro de valor mediano dos precipitados sugere que, sua dimensão provavelmente não contribuirá de forma análoga à amostra 10, facilitando o crescimento dos grãos na amostra 11.

4.1 Microdureza Vickers

O comportamento das amostras é apresentado na figura 15. É importante salientar que os melhores resultados encontrados estão no conjunto de amostras de 13 até 16, e, por essa razão, observações sobre os parâmetros de solubilização e envelhecimento utilizados nestas amostras serão consideradas, bem como comparações entre esse conjunto e outros grupos de amostras que apresentem patamares de dureza similares entre si.

Comparando o resultado de dureza da amostra 13 ($421,68 \text{ HV1}$), que foi solubilizada a $1.050 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1(uma) hora, e envelhecida a 840°C por 8(oito) horas, com o resultado da amostra 14 ($406,55 \text{ HV1}$), solubilizada (1050°C ; 1 hora), envelhecida a 840°C , por 20 (vinte) horas, pode-se concluir que, a amostra 14 mantida no envelhecimento por 20 horas provavelmente apresentou

superenvelhecimento. Comparando as amostras 13 e 14 com as amostras 15 e 16 pode-se observar que o tempo de solubilização de 2 (duas) horas é excessivo e provoca amolecimento, provavelmente devido à exposição prolongada em alta temperatura, uma vez que os pares de amostras 13/15 e 14/16 apresentam tratamento de envelhecimento idêntico, respectivamente. Confrontando os resultados das amostras de 13 a 16 com os das amostras de 9 a 12, pode-se observar que a temperatura de envelhecimento de 700°C é insuficiente, as amostras (9 a 12) permanecem subenvelhecidas.

A temperatura de solubilização que melhor atende aos resultados esperados em dureza é 1.050°C, isto pode ser confirmado por comparação dos resultados das amostras de 5 a 8, com os das amostras de 13 a 16. O tratamento térmico de envelhecimento desses dois grupos foi aplicado no mesmo patamar de temperatura (840°C), entretanto, a solubilização do grupo que obteve melhor resultado foi realizada à temperatura de 1.050°C. Desta forma conclui-se que a temperatura de 950°C para solubilização é insuficiente quando comparada com a temperatura de solubilização de 1.050°C. Todavia, os resultados das amostras de 5 a 8 apresentam valores de dureza recomendáveis para algumas aplicações.

As amostras de 1 a 4 foram solubilizadas à mesma temperatura que as amostras de 5 a 8, (950°C). A diferença de tratamento entre esses dois grupos está na temperatura de envelhecimento. O conjunto que apresentou melhor resultado foi os das amostras de 5 a 8 que recebeu envelhecimento a 840°C, enquanto que o grupo das amostras de 1 a 4 foi envelhecido a 700°C. Avaliando esse quadro, verifica-se que também para a temperatura de solubilização de 950°C a temperatura de envelhecimento ideal é 840°C.

Analisando os resultados de uma forma geral, pode-se concluir que para efeito dos resultados de dureza, a temperatura de solubilização ideal é 1.050°C e a temperatura de envelhecimento ideal é de 840°C. Nessas condições o tempo ótimo para solubilização é 1(uma) hora enquanto que o tempo ideal para o envelhecimento é de oito horas.

4.2 Ensaio de Tração

Os valores da tabela a seguir, mostram que houve coerência entre os resultados de dureza e de tração, como esperado. À amostra com valor de dureza mais elevado (CP 13 com 421,68 HV1) corresponderam os valores de tensão limite de resistência à tração (1901,6 MPa) e ao escoamento (1012,14 MPa) mais altos. Do mesmo modo, à segunda amostra mais dura (CP 16 com 366,45 HV1) correspondem aos próximos valores de tensão de resistência à tração e ao escoamento, e assim sucessivamente.

Tabela 3 - Quadro comparativo dureza X resistência mecânica por amostra (valores médios).

Corpo de prova	Dureza (HV1)	σ_{UTS} (MPa)	σ_{YS} (MPa)	\mathcal{E} (%)
9	283,11	1295,83	795,19	37,14
11	254,22	1144,36	690,44	36,29
13	421,68	1901,26	1012,14	28,57
16	366,45	1643,10	837,9	27,43

Também coerentemente, aos valores de dureza e resistência mecânica mais altos (amostras 13 e 16) correspondem os valores mais baixos de alongamento, e vice-versa. É fato reconhecido que todo mecanismo de endurecimento por precipitação, se por um lado aumenta a resistência mecânica de um material, por outro lado acarreta considerável perda de utilidade.⁽⁷⁾

5 CONCLUSÃO

O presente estudo teve por objetivo a caracterização da superliga Inconel 718 para as mais diversas aplicações, embora a maioria dos projetos que utilizam materiais com alto teor de elementos de liga seja destinada à fabricação de componentes que serão submetidos a ambientes que apresentem altas temperaturas e/ou altas pressões. Os diversos tratamentos de envelhecimento combinados com diferentes solubilizações tiveram como resultados algumas perspectivas interessantes que podem fornecer subsídios de aplicações em outro cenário, bastando para isso a complementação com alguns ensaios.

Comparando os valores de dureza obtidos e correlacionando-os com os resultados de fração volumétrica, diâmetro médio, área média, razão de aspecto e distância entre partículas dos precipitados de níquel e nióbio, bem como com os valores de tamanho de grão, nota-se existir coerência entre os resultados e a literatura no que diz respeito a eficiência de cada tratamento térmico em proporcionar propriedades adequadas a este tipo de aplicação.

As amostras que foram submetidas à temperatura de envelhecimento na faixa de 700°C apresentaram cinética de transformação lenta e provavelmente seria a mais indicada para aplicações em temperaturas no limite extremo de 650°C, enquanto que as amostras solubilizadas a 1.050°C por uma hora e submetidas a tratamento de envelhecimento na temperatura de 840°C por oito horas, revelam que esta faixa de temperatura acelerou a cinética de transformação, e o tempo não permitiu o fenômeno de superenvelhecimento, obtendo-se assim um material com dureza interessante para aplicações onde se recomende alta resistência mecânica.

Quanto à menor temperatura de envelhecimento (700°C) a permanência máxima (20 horas) indica que o tempo de permanência na solubilização foi determinante, pois tanto com 950°C quanto com 1.050°C com apenas uma hora as durezas obtidas foram 260,7 HV e 284,1 HV, respectivamente. Por outro lado com tempo de permanência de 2 horas observa-se um acréscimo considerável da ordem de 358,9 HV (950°C) e 371,4 HV (1.050°C). Adicionalmente, observa-se que a permanência de oito horas obedeceu a uma dinâmica contrária, ou seja, o tempo de solubilização menor aliado à temperatura menor (950°C) acarretou dureza maior, enquanto que os tempos de duas horas para 950°C e uma e duas horas no caso de 1.050°C acarretaram redução na dureza.

Os resultados de dureza, quando observados em conjunto com os valores obtidos no ensaio de resistência à tração nos permitem selecionar tratamentos que provavelmente promoveram microestruturas resistentes à trinca por fissuração a frio, uma vez que a literatura recomenda que materiais destinados a ambientes que contenham hidrogênio apresentem dureza em torno de 32 HRC – 36 HRC. Este intervalo está compreendido na faixa recomendada pela especificação da API⁽⁶⁾ que é de 32 HRC a 40 HRC. Esta mesma especificação orienta que a tensão máxima seja no mínimo de 1.034 MPa e a tensão de escoamento seja superior a 827 MPa,

sendo assim o tratamento térmico a que foi submetida a amostra 16, apresenta-se como forte indicação à aplicação em equipamentos de perfuração e produção de óleo e gás. É certo que para aplicações dessa natureza outros ensaios são exigidos, porém, no que diz respeito à dureza e ao ensaio de tração, o presente trabalho pode ser esclarecedor.

Agradecimentos

Agradecemos ao Prof. Sergio Souto Maior Tavares pela realização dos tratamentos térmicos na UFF, ao Dr. Maurício Barreto Lisboa pela realização da análise por MEV no CEPEL e ao Eng^o M.Sc. Jorge Augusto Sales Pereira pela realização dos ensaios de tração no ITUC/PUC-Rio.

REFERÊNCIAS

- 1 SISTEMAS de produção em águas profundas, PUC-RIO CERTIFICAÇÃO DIGITAL N^o 0221059/CA P. 26 – 37. Disponível em: http://www.maxwell.lambda.ele.puc-rio.br/cgi-bin/PRG_0599.EXE/6084_3.PDF Acesso em 16 de março de 2007.
- 2 MUZYKA, D. R.; “*The Metallurgy of Nickel-Iron Alloys*”. In: Sims, C.T.; Hagel, W.C.(eds); *The Superalloys*, chapter 4, New York, USA, John Wiley & Sons, New York, 1972.
- 3 A. THOMAS, M. EI-WAHABI, J.M. CABRERA, J.M. PRADO, “High Temperature Deformation of Inconel 718”, *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, 177 (2006) 469–472, 2006.
- 4 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E 112, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 1996-2004.
- 5 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E 8, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials (Metric), 2004.
- 6 API SPECIFICATION 6A718; “Specification of Nickel Base Alloy 718 (UNS N07718) for oil and Gas Drilling and Production Equipment”, American Petroleum Institute, FIRST EDITION, March 2004.
- 7 D. DUMONT; A. DESCHAMPS. Y. BRECHET; “*On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy*”, *Materials Science and Engineering A*, v. 356, pp. 326 – 336, 2003.