

ESTUDO DA FRATURA POR QUEDA DE DUCTILIDADE EM LIGAS DE NÍQUEL UTILIZANDO EXPERIMENTO *IN-SITU* DE DEFORMAÇÃO A ALTA TEMPERATURA NO MEV¹

Edwar Andrés Torres López²

Fellipe Grillo Peternella³

Rubens Caram⁴

Antonio José Ramirez⁵

Resumo

Foi desenvolvido estudo do fenômeno de Fratura por Queda de Ductilidade (FQD) nas ligas de níquel AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 empregadas como metal de aporte para a soldagem das ligas de Ni 690 e 600, respectivamente. Este foi realizado utilizando experimento *in-situ* de deformação a alta temperatura no microscópio eletrônico de varredura (MEV). A partir de experimentos realizados na faixa de temperatura entre 750 e 950 °C foi possível determinar a deformação limite (ϵ_{Lim}) para o início da fratura por queda de ductilidade das ligas de Ni estudadas. Desta forma para a liga ERNiCrFe-7 ϵ_{Lim} foi de 7,5 % e para a liga ERNiCr-3 foi de 16,5 %. Igualmente foi obtida evidência do fenômeno de escorregamento ao longo dos contornos de grão que é reconhecido como um importante fator no mecanismo de fratura por queda de ductilidade destes materiais.

Palavras-chave: Experimento *In-situ*; Microscopia eletrônica de varredura; Ligas de níquel; Fratura por queda de ductilidade.

DUCTILITY DIP CRACKING STUDY IN NI-BASE ALLOYS USING AN *IN-SITU* HIGH TEMPERATURE DEFORMATION TEST IN THE SEM

Abstract

The ductility-dip cracking (DDC) mechanism of Ni-base alloys AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 was studied using an *in-situ* high temperature deformation test performed within the scanning electron microscope. AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 alloys are used as filler metal to weld solid solution strengthen Ni-base alloys 690 and 600, respectively. Experiments performed at different temperatures allowed the determination of the threshold strain (ϵ_{Lim}) for ductility-dip cracking of Ni alloys AWS A5.14 ERNiCrFe-7 and ERNiCr-3 within the temperature range between 700 and 1000 °C. The measured ϵ_{Lim} for the alloys ERNiCrFe-7 and ERNiCr-3 was of 7,5 % and 16,5 %, respectively. It was also obtained clear evidence of grain boundary sliding, which is a very important factor on the DDC phenomena of such Ni-base alloys.

Key-words: *In-situ* test; Scanning electron microscopy; Ni-base alloys; Ductility-dip cracking.

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

² Estudante de doutorado, LNLS, DEMA-FEM, UNICAMP, Campinas-SP, Brasil.

³ Estudante de Engenharia Elétrica, LNLS, FEEC-UNICAMP, Campinas-SP, Brasil.

⁴ Professor associado, DEMA-FEM, UNICAMP, Campinas-SP, Brasil.

⁵ Pesquisador, Laboratório Nacional de Luz Síncrotron - LNLS, Laboratório de Microscopia Eletrônica - LME. Caixa Postal 6192 - CEP 13083-970, Tel.: 55 19 3512-1251. Campinas-SP, Brasil, e-mail: ramirez@lnls.br.

1 INTRODUÇÃO

O efeito do processo de fabricação no desempenho do material é claramente observado em estruturas soldadas construídas utilizando as ligas de Níquel 600 e 690. Estas ligas são de uso comum em elementos submetidos a esforços em ambientes quimicamente agressivos em temperaturas de até 860°C.⁽¹⁾ Estas ligas podem apresentar trincamento durante o processo de soldagem devido ao fenômeno denominado Fratura por Queda de Ductilidade (FQD). A FQD é o fenômeno de fratura em estado sólido resultante da severa redução da ductilidade, principalmente em materiais com estrutura cúbica de face centrada (CFC), na faixa de temperatura homologa entre 0,5 a 0,7 a qual pode acontecer durante a soldagem sob elevado nível de restrição.

Apesar do fenômeno de FQD ter sido reportado na literatura científica desde 1912 os mecanismos envolvidos neste fenômeno de falha de materiais ainda não estão plenamente identificados.⁽²⁾ Um dos motivos para esta lacuna no conhecimento é a limitada reprodutibilidade das técnicas desenvolvidas para o estudo da FQD e a dificuldade para diferenciar FQD de outros tipos de fratura que acontecem a alta temperatura.⁽³⁻⁶⁾

Diferentes fatores são reportados como responsáveis pela susceptibilidade dos materiais à FQD,⁽⁷⁻¹⁰⁾ sendo um dos mais importantes a morfologia dos contornos de grão (CG).⁽⁵⁻⁶⁾ A migração dos CG durante o resfriamento que segue a solidificação tem uma importante influência na morfologia dos mesmos. Os precipitados primários presentes na microestrutura ancoram os contornos de grão, resultando em contornos ondulados, os quais reduzem o escorregamento ao longo dos CG e conseqüentemente a concentração de deformação ao redor dos pontos triplos. Desta forma, microestruturas com CG ondulados têm uma resistência à FQD superior a microestruturas com CG preponderantemente retos.⁽¹¹⁻¹⁶⁾

Diversos testes para quantificar a queda de ductilidade a alta temperatura foram desenvolvidos até agora, mas há três ensaios que merecem destaque: Varestraint,⁽¹⁷⁾ deformação a alta temperatura no simulador termomecânico *Gleeble*®⁽¹⁸⁾ e o teste recente de deformação-para-fratura (*Strain-to-Fracture* - STF).⁽¹⁶⁾ O ensaio STF permite determinar a faixa de temperatura de queda de ductilidade (*Ductility Temperature Range* - DTR) e a deformação limite para o início da fratura (ϵ_{Lim}).⁽¹⁹⁾

Estimulados pelo interesse de aprofundar no estudo fenomenológico da fratura por queda de ductilidade, e aproveitando as capacidades oferecidas pela microscopia eletrônica de varredura, foi desenvolvido no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron um experimento *in-situ* de deformação a alta temperatura no MEV. Este experimento permitiu determinar a susceptibilidade à FQD na faixa de temperatura entre 750 e 950 °C das ligas de Ni ER-NiCr-3 e ER-NiCrFe-7, e forneceu evidências do escorregamento ao longo dos contornos de grão durante o processo de deformação e trincamento.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram estudadas as ligas de Ni AWS A5.14. ER-NiCrFe-7 e ER-NiCr-3 denominadas comercialmente como FM-52 e FM-82, respectivamente. Estes materiais de adição de soldagem, na forma de arame com 1,2 mm, têm a composição química apresentada na

Tabela 1. A preparação metalográfica foi realizada mediante lixamento e polimento seguido de ataque eletrolítico utilizando solução de ácido crômico 10 %_{peso}, aplicando 2,5 V, por 25 e 55 s para as ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, respectivamente.

Tabela 1. Composição química (%w) das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3. Fornecida pelo fabricante.

Liga	Elemento de Liga [%w]											
	C	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Cr	Al	Ti	Co	Mo	Nb
ERNiCrFe-7	0,027	0,25	10,08	0,13	0,01	59,12	29,13	0,71	0,51	0,07	0,01	0,01
ERNiCr-3	0,040	3,0	0,54	0,16	0,02	73,6	19,44	-	0,38	-	-	2,62

Os arames de solda foram fundidos em forno a arco para a obtenção de lingotes de 50 g posteriormente laminados em diversas etapas, com tratamentos térmicos intermediários de recozimento a 900°C por 4 horas em forno a vácuo com resfriamento dentro do próprio forno. A seguir as amostras foram cortadas utilizando feixe laser conforme o formato específico.⁽²⁰⁾ Foi executado um ponto de soldagem no centro da amostra utilizando o processo de soldagem autôgeno *Gas Tungsten Arc Welding* (GTAW). Os parâmetros de soldagem empregados no processo são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2. Parâmetros de soldagem utilizados para a obtenção de pontos de soldagem utilizando o processo GTAW.

Parâmetro	Material	
	ERNiCrFe-7	ERNiCr-3
Tempo de arco [s]	3,0	5,0
Corrente [A]	45	40
Comprimento do arco [mm]	0,5	0,7

A microestrutura bruta de soldagem foi estudada usando Microscopia Óptica (MO) para identificar a região com maior susceptibilidade à formação de trincas por queda de ductilidade. A caracterização microestrutural foi realizada utilizando Microscopia Eletrônica de Varredura (JEOL JSM-5900LV e JEOL JSM-6330F) acoplada com análise química por XEDS. Foi utilizado experimento termomecânico *in-situ* no MEV desenvolvido no LNLS (20) que utiliza MEV JEOL JSM-5900LV e plataforma de deformação a alta temperatura controlada por sistema Admet®. Durante este ensaio a carga aplicada é controlada com cela de carga com capacidade de até 4,4 kN e o deslocamento entre as morsas do estágio de tração é medido por um sensor eletrônico de posição. Porém, devido à escala sub-micrométrica da medida e ao formato da amostra, o deslocamento das morsas não representa de forma adequada a deformação e, portanto, o mapeamento das deformações é feito utilizando correlação digital de imagens.

Os parâmetros para o ensaio *in-situ* nas ligas de Ni foram determinados durante testes preliminares com corpos de prova fabricados a partir da liga ERNiCrFe-7. Estes são apresentados na **Tabela 3**.

Tabela 3. Parâmetros empregados no teste termomecânico *in-situ*.

Variável	Grandeza	Variável	Grandeza
Temperatura do teste [°C]	700 - 1000	Tempo obtenção de imagens [s]	80
Pré-carga [N]	50 - 100	Fluxo de água [cm ³ /min]	100
Carga [N]	200 - 2500	Tempo de aquecimento [min]	5,0
Taxa de deformação [mm/s]	0,05	Espessura da amostra [mm]	0,5 - 0,7

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização Microestrutural

As características microestruturais mais destacadas dos materiais estudados na condição como soldado são: matriz austenítica de grãos alongados na direção do fluxo de calor, cuja estrutura de solidificação é colunar para a liga ERNiCrFe-7 e colunar dendrítica para a liga ERNiCr-3, como mostra a **Figura 1**. Esta diferença se deve principalmente ao conteúdo de Nb da liga ERNiCr-3.

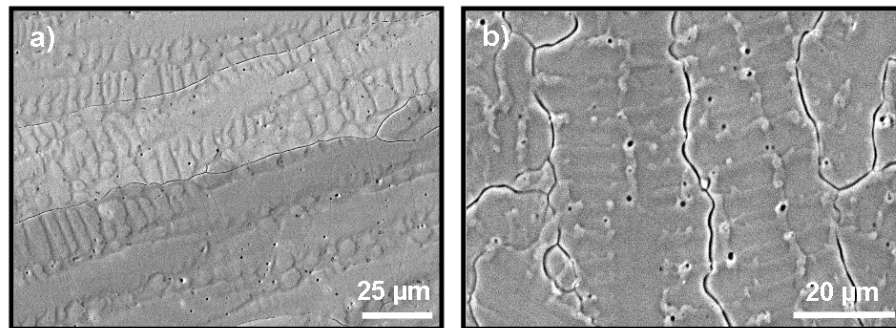


Figura 1. Mecanismos de crescimento da matriz durante o resfriamento da solda. a) Crescimento colunar na liga ERNiCrFe-7 e b) crescimento colunar dendrítico na ERNiCr-3. Imagens de MEV (SE).

Foram observados alguns precipitados pequenos (~100 nm) do tipo (TiCr)(CN) na liga ERNiCrFe-7 e uma quantidade apreciável de precipitados interdendríticos do tipo (NbTi)(CN) na liga ERNiCr-3 (Figura 2). A menor quantidade de precipitados no ERNiCrFe-7 deriva na migração facilitada dos CG de solidificação que, somado o crescimento colunar, resulta em CG migrados lisos, causando o aumento da susceptibilidade à FQD desta liga.

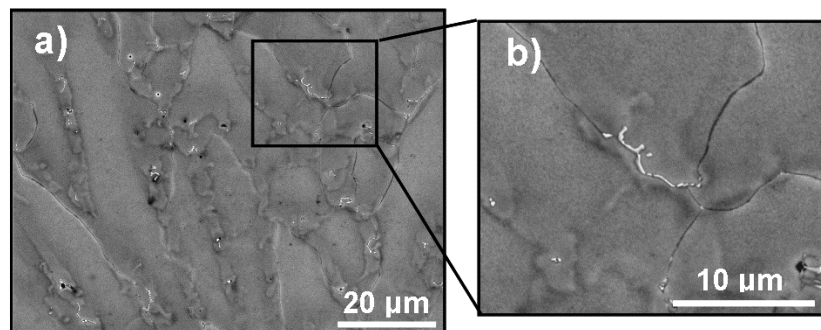


Figura 2. Microestrutura bruta de fusão na liga ERNiCr-3. a) Crescimento colunar dendrítico da matriz, b) precipitados inter-dendríticos de (NbTi)(CN). Imagens de MEV (SE).

3.2 Deformação a Alta Temperatura *in-situ* no MEV das Ligas de Ni

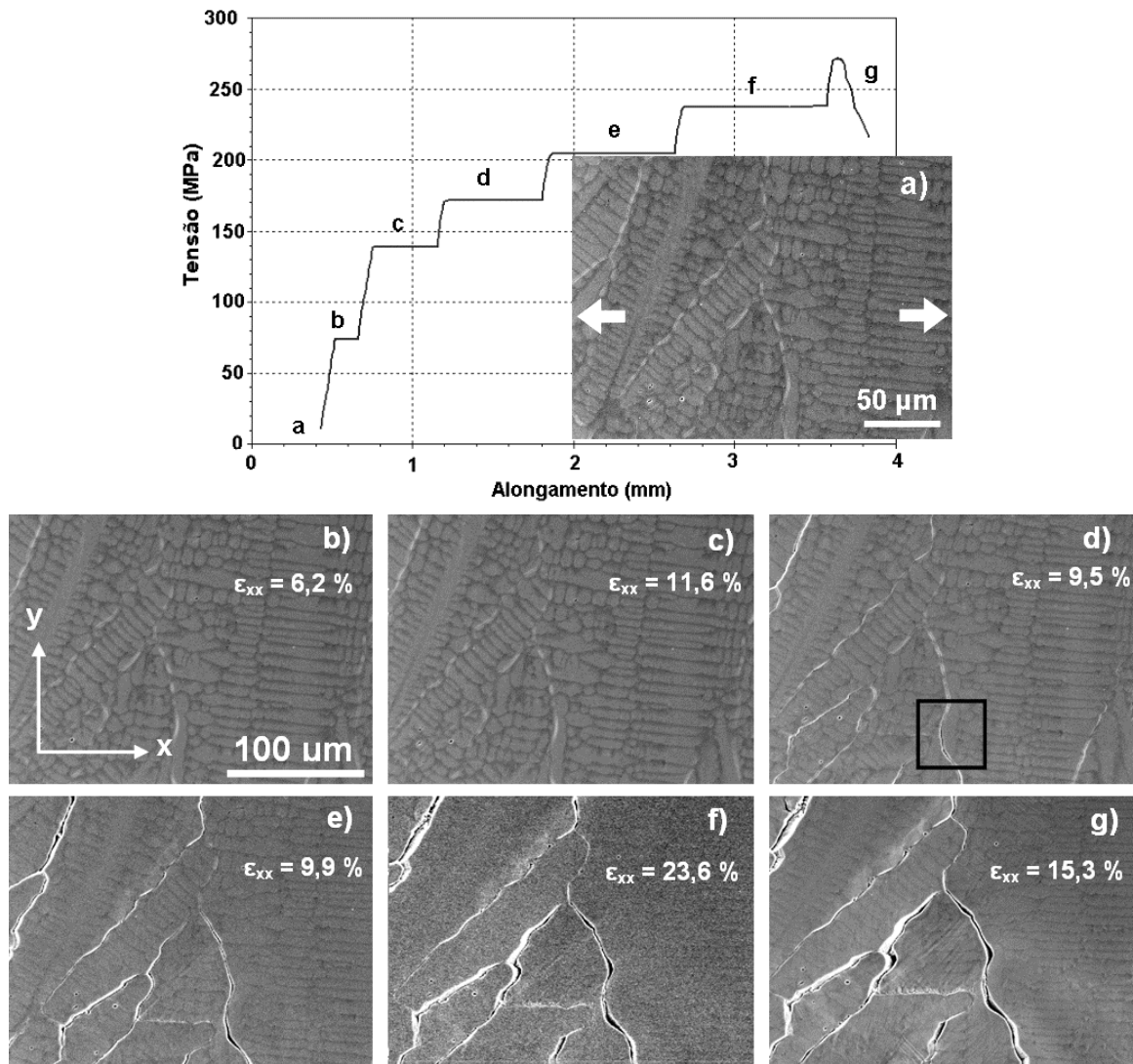


Figura 3. Deformação *in-situ* a 930 °C da liga de Ni ERNiCrFe-7. Seqüência de imagens da evolução da deformação a) imagem sem deformação e b) até g) com diferentes graus de deformação ϵ_{xx} .

Na **Figura 3** é apresentada a curva tensão-alongamento durante o processo de deformação da liga ERNiCrFe-7 a 930°C, junto com uma seqüência de imagens que permite acompanhar a evolução microestrutural resultante do processo de deformação. A **Figura 3a** corresponde à amostra sem deformação e as setas indicam a direção da carga aplicada.

Para esta seqüência e temperatura é possível identificar o momento do início do trincamento (**Figura 3.d**) como destacado pelo quadro preto na imagem. A deformação na qual aconteceu a formação da trinca é denominada deformação ϵ_{xx} mínima, a qual para este caso foi de 9,5 %. Da mesma forma foram realizados ensaios em ambas as ligas em diferentes temperaturas como apresentado na **Figura 4**. Nesta mesma figura são apresentadas imagens dos ensaios termomecânicos *in-situ* das ligas ERNiCrFe-7 e

ERNiCr-3 no instante em que se iniciou o trincamento intergranular (destacado pelo quadro), definindo da mesma forma a deformação ϵ_{xx} mínima para cada uma.

A **Figura 5** apresenta a variação da deformação (ϵ_{xx}) mínima para o início do trincamento com a temperatura para cada uma das ligas estudadas. Nestas curvas é possível identificar o valor de deformação ϵ_{xx} mínimo para o início do trincamento ao longo da faixa de temperatura testada. Este valor de deformação é definido como deformação limite para trincamento por FQD (ϵ_{Lim}). No caso da liga ERNiCrFe-7 ϵ_{Lim} é de 7,5 %, não obstante, no caso da liga ERNiCr-3 ϵ_{Lim} não está claramente definido devido ao pequeno número de medidas disponíveis, porém para a faixa de temperatura testada ϵ_{Lim} é de 16,5 %.

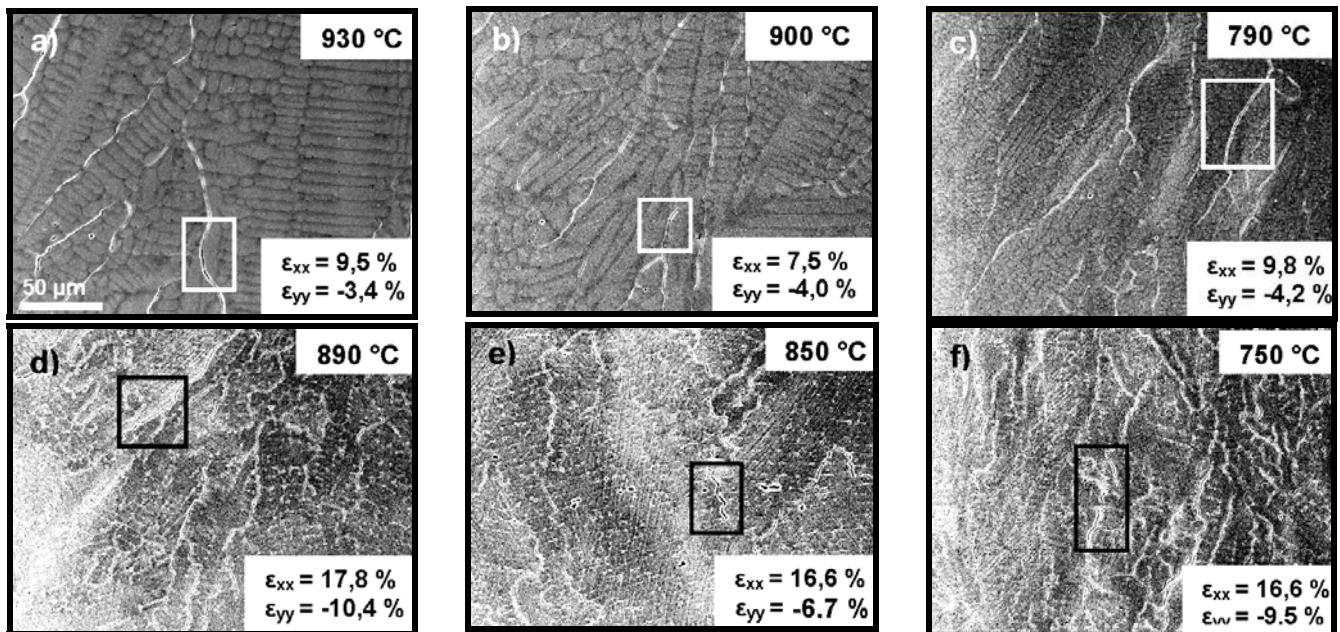


Figura 4. Imagens evidenciando o momento de início do trincamento a diferentes temperaturas, na liga ERNiCrFe-7 a) 930°C, b) 900°C e c) 790°C; e na liga ERNiCr-3 d) 890°C, e) 850°C e f) 750°C.

Os valores de ϵ_{Lim} determinados a partir da Figura 5 são apresentados na **Tabela 4** e comparados com resultados do teste STF para estes mesmo materiais.⁽¹⁹⁾ Deve ser ressaltado como o ensaio *in-situ* classifica os materiais estudados de acordo com a sua resistência à FQD da mesma forma que o teste STF, isto é a liga ERNiCr-3 apresenta uma maior resistência à FQD que a liga ERNiCrFe-7. Há uma grande diferença entre os valores de ϵ_{Lim} obtidos com cada um dos ensaios, que pode ser explicada pela diferença na escala de medida, onde no ensaio STF as medidas de deformação são macroscópicas enquanto no ensaio *in-situ* as medidas de deformação são na escala sub-micron. De qualquer forma uma comparação completa das duas técnicas requer de um maior número de medidas utilizando o teste *in-situ*, de forma seja possível determinar a faixa da temperatura de queda de ductilidade (DTR) de cada uma das ligas e desta forma verificar o valor de ϵ_{Lim} .

Tabela 4. Comparação entre os valores da deformação limite (ϵ_{Lim}) obtidos a partir dos testes STF e *in-situ* para as ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.

Teste	Medida	ERNiCrFe-7	ERNiCr-3
STF	ϵ_{min} [%]	2,0	4,0
	Temperatura [°C]	950	950
<i>in-situ</i>	ϵ_{min} [%]	7,5	16,5
	Temperatura [°C]	900	850

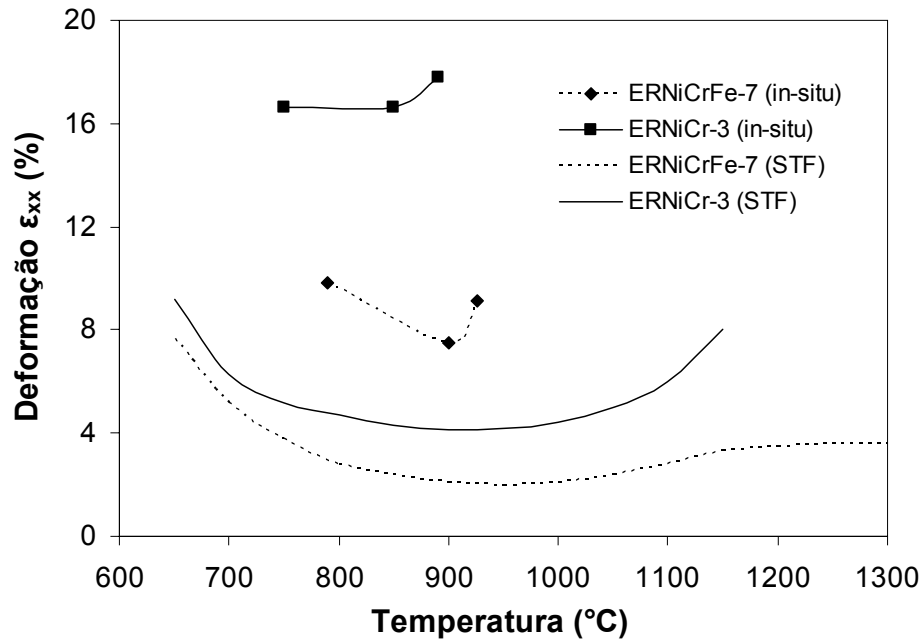


Figura 5. Deformação ϵ_{xx} mínima para o início da fratura das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 obtidas com o teste termomecânico *in-situ* e o teste STF (18).

3.3 Escorregamento ao Longo dos Contornos de Grão

Uma das hipóteses mais amplamente aceitas acerca do mecanismo envolvido na FQD se baseia no escorregamento ao longo dos contornos de grão,^(5-6,9,13) onde a maior susceptibilidade à FQD da liga ERNiCrFe-7 frente à liga ERNiCr-3 é explicada pela diferença morfológica dos contornos de grão que resulta em diferente comportamento de escorregamento ao longo dos contornos.

Na Figura 6 a deformação na microestrutura é evidenciada ao comparar imagens antes e depois da aplicação da carga externa. As imagens correspondem a ensaios *in-situ* a alta temperatura da liga ERNiCr-3. A observação das imagens revela indícios de escorregamento em ambos os contornos mostrados. O contorno apresentado na Figura 6.a apresenta uma saliente arredondada na zona destacada pelo quadro antes da deformação. Esta mesma saliente se apresenta na forma de canto agudo, gerado pela acumulação da deformação e do escorregamento ao longo do contorno. Do outro lado na Figura 6.c o precipitado indicado pela seta aparece no centro de um setor reto do contorno, mas após a deformação esta mesma partícula está fixa no grão do lado direito, mas sofreu deslocamento relativo em relação ao grão do lado esquerdo.

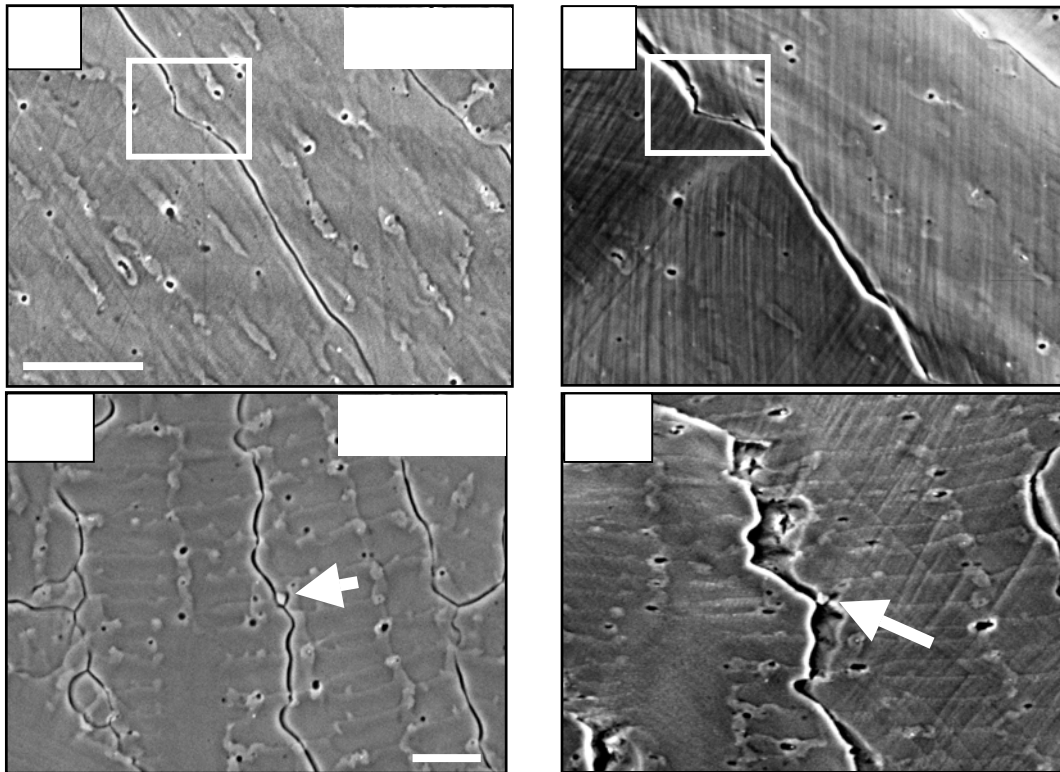


Figura 6. Imagens de duas amostras da liga ERNiCr-3 submetidas ao ensaio termomecânico *in-situ*. Deformação a 957 °C, a) antes e b) após, e a 927 °C, c) antes e d) após da deformação.

4 CONCLUSOES

Tendo em vista os materiais e métodos utilizados e os resultados obtidos pode-se concluir:

1. Foram realizados com sucesso ensaios de deformação *in-situ* a alta temperatura nas ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 entre 750 e 950 °C, permitindo o registro da evolução da tensão e alongamento, junto com a evolução da microestrutura (imagens/vídeos digitais) durante o processo de deformação e trincamento dos materiais.
2. A partir de diversas medidas de deformação para o início do trincamento em diferentes temperaturas foi possível determinar a deformação limite (ϵ_{Lim}) para o início do trincamento por FQD das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 na faixa de temperatura avaliada, entre 750 e 950 °C. Desta forma, para a liga ERNiCrFe-7 ϵ_{Lim} foi de 7,5 %, e para a liga ERNiCr-3 ϵ_{Lim} foi de 16,5 %. Estes valores de ϵ_{Lim} são muito superiores aos medidos utilizando o teste deformação-para-fratura (STF).
3. O resultado da medida de susceptibilidade à FQD utilizando o ensaio termomecânico *in-situ* das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, confirmou os resultados reportados na literatura que mostram a maior resistência à FQD da liga ERNiCr-3 quando comparada com a liga ERNiCrFe-7.
4. Foi obtida evidencia de escorregamento ao longo dos contornos de grão na liga ERNiCr-3 quando deformada a temperatura elevada, fornecendo informação sobre o mecanismo envolvido na queda de ductilidade a alta temperatura. Resultado que vem a suportar a hipótese que relaciona diretamente o fenômeno de FQD como o escorregamento ao longo dos contornos de grão.

Agradecimentos

Às equipes do Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS e do DEMA-FEM-UNICAMP. Ao CNPq (132886/2006-5 e 479222/2004-5), FAPESP (04/04526-8) e LNLS pela concessão da bolsa de mestrado e financiamento deste projeto de pesquisa. A Sam D. Kiser da empresa Special Metals Welding Products Co. pelo fornecimento da ligas comerciais FM-52 e FM-82.

REFERÊNCIAS

1. DONACHIE, M. J., DONACHIE, S. J. Superalloys: A Technical Guide, ASM Int., 2002.
2. CAPOBIANCO, T., HANSON, M. in: Proceeding of the 7th International Conference on Trends in Welding Reserch, Callaway Garden Resort, Pine Mountain, Georgia, USA, May 16-20, 2005, ASM International, 2006, 767-772.
3. WEITE, Wu, TSAI, C. H., Metal. Mater. Trans. A 30 (1999) 417-425.
4. LIPPOLD, J. C. in: Proceedings from Materials Solutions 2004 on Joining of Advanced and Specialty Materials Columbus, OH, USA, Oct. 18–20, 2004, ASM Inte., 2005, 1-7.
5. COLLINS, M. G., RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C., Weld. J. 83 (2) (2004) 39-49.
6. RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C., Mater. Sci Eng. A 380 (2004) 259-271.
7. COLLINS, M. G., LIPPOLD, J. C., Weld. J. 82 (10) (2003) 288-295.
8. COLLINS, M. G., RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C., Weld. J. 82 (12) (2003) 348-354.
9. RAMIREZ, A. J., SOWARDS, J. W., LIPPOLD, J. C., J. Mater. Proc. Tech. 179 (1-2) (2006) 212-218.
10. RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C. New insight into the mechanism of DDC in Ni base weld metal, in: Hot Cracking Phenomena in Welds, Springer, Germany, 2005, 19-41.
11. COLLINS, M. G., RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C. Weld. J. 83 (2) (2003) 39-295.
12. RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C. Internal Reserch Report, The Ohio State University, Columbus, OH, 2002, 1-35.
13. COLLINS, M. G., LIPPOLD, J. C. in: Proceeding of the 6th Int. Trends in Welding Reserch Conference, Georgia, USA, April 15-19, 2002, ASM Int., 2003, 586-590.
14. NISSLEY, N. E., LIPPOLD, J. C. in: Proceeding of the 6th International Trends in Welding Reserch Conference, Georgia, USA, April 15-19, 2002, ASM Int., 2003, 64-69.
15. RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C. Mater. Sci. Eng. A 380 (2004) 245-258.
16. NISSLEY, N.E., LIPPOLD, J.C., Weld. J. 82 (12) (2004), 355–364.
17. KIKEL, J. M., PARKER, D. M. Trends in Welding Research (1998) 757–762.
18. MANDZIEJ, S. T. Testing for Susceptibility to Hot Cracking on Gleeble Physical Simulator, in: Hot Cracking Phenomena in Welds, Springer, Germany, 2005, 347-376.
19. NISSLEY, N. E., Intermediate Temperature Grain Boundary Embrittlement in Nickel-Base Weld Metals, Ph.D. Dissertation, The Ohio State University, OH, USA, 2006.
20. TORRES. E. A. Desenvolvimento de Teste *in-situ* de Deformação a alta Temperatura no MEV e sua Aplicação no Estudo do Fenômeno de Fratura por Queda de Ductilidade em Ligas de Níquel, Dissertação de Mestrado, UNICAMP. Campinas, SP, Brasil, 2008.