

## ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES DE SUPERFÍCIE DE UMA SUPERLIGA A-286 \*

*Cássia de Souza Almeida<sup>1</sup>*

*Cláudio Faria Lopes Junior<sup>2</sup>*

*Patrícia Sousa Nilo Mendes<sup>3</sup>*

*Erica Marcelino Freitas de SouzaSilva<sup>4</sup>*

*Ladário da Silva<sup>5</sup>*

### Resumo

Superligas são ligas metálicas de base níquel, ferro-níquel ou cobalto, utilizadas na Indústria quando se necessita de materiais que possuam melhores propriedades que as ligas convencionais, desde temperaturas criogênicas até altas temperaturas. A superliga A-286 é um material capaz de combinar boa resistência à corrosão com excelentes propriedades mecânicas, principalmente em altas temperaturas, o que garante sua importância às mais diversas áreas da Engenharia. Este trabalho teve como objetivo realizar um estudo de propriedades de uma superliga A-286 através da técnica de microscopia confocal para avaliação de superfície, onde foram realizadas medidas de rugosidade, além da sua topografia, da microscopia óptica para análise microestrutural do material, da microscopia eletrônica de varredura para análise superficial e composicional e da técnica de elipsometria para obtenção das propriedades ópticas da superfície. Através dos baixos valores encontrados para rugosidade e pelo levantamento da topografia, ficou evidenciado um excelente acabamento e boa planicidade na superfície das amostras; a microscopia óptica revelou a microestrutura de matriz austenítica com a presença de inclusões, enquanto a microscopia eletrônica de varredura aliada à técnica de EDS, a composição química da superliga foi determinada. Finalmente, através da técnica de elipsometria, foram obtidos os parâmetros elipsométricos  $\tan(\Psi)$  e  $\cos(\Delta)$ .

**Palavras-chave:** Superliga A-286; Microscopia; Elipsometria.

### STUDY AND CHARACTERIZATION OF A-286 SUPERALLOY SURFACE PROPERTIES

#### Abstract

Superalloys are nickel, iron-nickel or cobalt-based metal alloys used in industry when materials with better properties than conventional alloys are needed, from cryogenic to high temperatures. A-286 superalloy is a material capable of combining good corrosion resistance and excellent mechanical properties, especially at high temperatures, which guarantees its importance to the most diverse areas of Engineering. The aim of this paper was study the properties of an A-286 superalloy using the Confocal Microscopy technique for surface evaluation, in which roughness measurements were performed in addition to its topography, Optical Microscopy for microstructural analysis of the material, scanning electron microscopy for surface and compositional analysis and the Ellipsometry technique to obtain the optical properties of the surface. Through the low values found for roughness and topography survey, an excellent finish and good flatness on the surface of the samples was evidenced; the optical microscopy revealed the microstructure of an austenitic matrix with the presence of inclusions, while scanning electron microscopy allied to the EDS technique, the chemical composition of the superalloy was determined. Finally, through the ellipsometry technique, the ellipsometric parameters  $\tan(\Psi)$  and  $\cos(\Delta)$  were obtained.

**Keywords:** A-286 Superalloy; Microscopy; Ellipsometry.

- <sup>1</sup> *Engenheira Mecânica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.*
- <sup>2</sup> *Engenheiro Mecânico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.*
- <sup>3</sup> *Engenheira Metalúrgica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.*
- <sup>4</sup> *Engenheira Mecânica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica (PPGEM), Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil*
- <sup>5</sup> *Doutor em Ciências Físicas, Professor Associado II, Departamento de Física, Instituto de Ciências Exatas (ICEX), Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ, Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

A superliga A-286 é um aço inoxidável endurecível por precipitação, desenvolvido para aplicações que requerem alta resistência mecânica combinada a uma excelente resistência à corrosão em altas temperaturas.

Essa superliga possui uma melhor resistência à corrosão em relação aos aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação martensíticos ou semi austeníticos convencionais [01]. Além disso, por conter altos teores de elementos de liga como Ni (25%) e Cr (15%), o material é capaz de combinar mais altas resistências mecânica em altas temperaturas e à oxidação que os outros aços inoxidáveis austeníticos.

Sendo um material cuja utilização é tão importante no Brasil e no mundo, faz-se necessário conhecer a fundo suas propriedades, a fim de se obter resultados cada vez melhores na sua aplicação.

As propriedades da superfície de materiais podem ser caracterizadas de diversas formas. Sobressaem-se as de microscopia, como a confocal, óptica, eletrônica e a elipsometria. Enquanto as primeiras são muito conhecidas, a última é pouco utilizada.

A microscopia óptica (MO) é muito utilizada na caracterização dos mais diversos tipos de materiais, pois é capaz de determinar os tamanhos de grão e de partícula, morfologia e anisotropia de fases presentes; a microscopia confocal (MC) permite analisar a topografia e medir a rugosidade na superfície do material com excelente exatidão e confiabilidade, além de fornecer medidas rápidas, precisas e não-destrutíveis para uma vasta gama de materiais. Por sua vez, o microscópio eletrônico de varredura (MEV) permite a obtenção de imagens tridimensionais devido à sua grande profundidade de campo, além da possibilidade de se realizar exames com pequenos aumentos e grande profundidade de foco, onde a imagem eletrônica complementa a óptica, gerando, assim, excelentes resultados em imagens [02].

De acordo com [03], a elipsometria se baseia interação de uma luz polarizada com a superfície da amostra a ser analisada, onde essa luz tem seu estado de polarização modificado ao incidir na amostra. Trata-se de uma técnica extremamente precisa e confiável que, a depender do material objeto de estudo, pode ser considerada não-destrutiva, ou seja, não inutiliza a amostra após os ensaios realizados, além de ser capaz de fornecer muitas informações a respeito dos materiais estudados. Elipsometria. A luz incidente na amostra é linearmente polarizada e após interagir com a amostra se torna, geralmente, elipticamente polarizada; daí o nome “Elipsometria”. Ela é apropriada para a obtenção das propriedades ópticas de um material, como o índice de refração ( $n$ ) e o coeficiente de extinção ( $k$ ). Além de  $n$  e  $k$ , a elipsometria permite a determinação de propriedades como a espessura de óleos, óxidos e diversos filmes finos depositados em substratos diversos [04].

Os objetivos desse Trabalho consistiram na análise da micrografia e composição química de um metal base de uma superliga A-286 como recebido através de microscopia óptica e eletrônica de varredura, na análise topográfica e na medição de rugosidade da sua superfície por microscopia confocal e na determinação das medidas elipsométricas  $\tan(\Psi)$  e  $\cos(\Delta)$  por elipsometria, para posterior modelamento e obtenção do índice de refração ( $n$ ) e coeficiente de extinção ( $k$ ) do material.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

## 2.1 Material

A superliga A286 na condição como recebida foi adquirida na forma de um parafuso prisioneiro (sendo este específico utilizado em válvulas de retenção de grandes dimensões), cujas dimensões iniciais eram 1" de diâmetro da seção circular e 6" de comprimento, como mostra a Figura 01.

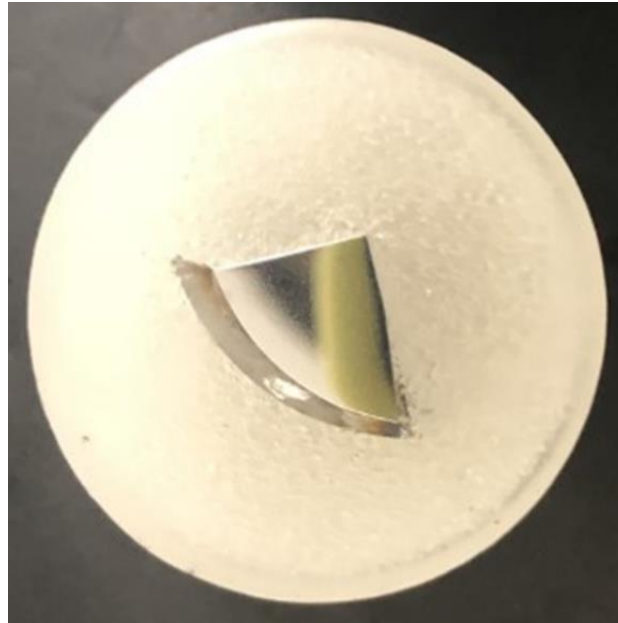


Figura 01. Material como recebido.

## 2.2 Metodologia

Todas as fases de preparação metalográfica foram realizadas no Laboratório de Preparação de Amostras da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR – UFF). O material como recebido foi cortado transversal e longitudinalmente em uma máquina de corte até a obtenção de 03 amostras com seção em formato de  $\frac{1}{4}$  de circunferência, com dimensões de aproximadamente  $\frac{1}{2}$ " de diâmetro e 8,0 mm de altura. Após a etapa de corte, as amostras foram embutidas a frio, utilizando uma mistura de resina acrílica e catalisador. O processo posterior ao embutimento foi o lixamento, no qual foram utilizadas lixas de carbetto de silício nas granulometrias 80, 100, 120, 150, 220, 320, 500, 1200 e 2500 mesh. Ao fim do processo de lixamento, as amostras foram submetidas ao polimento, que foi realizado em uma politriz lixadeira metalográfica, fazendo-se o uso de panos de polimento PD 3 e PD 1 e pastas de diamante com granulometrias 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m, respectivamente. Durante polimento, foram borrifados lubrificante para materiais ferrosos e álcool isopropílico para diminuir o atrito e evitar arranhões. Ao final de

cada etapa de polimento, as amostras foram lavadas em água corrente e sabão neutro diluído em água, borrifadas com álcool isopropílico e secas com jato de ar quente, a fim de evitar manchas de secagem. Na figura 02 é mostrada uma das amostras após polimento, onde é possível perceber sua superfície espelhada, evidenciando um excelente acabamento após a preparação.



**Figura 02.** Amostra após preparação metalográfica.

Para avaliação da rugosidade e topografia das amostras, foi utilizado um Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM3D, com lente de aumento 10X e LED azul, localizado no Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF em Volta Redonda. O MC é capaz de gerar imagens tridimensionais para análise de textura e rugosidade da superfície medida.

A caracterização microestrutural foi realizada através de um microscópio óptico (MO) modelo Eclipse LV150, equipado com uma câmera Nikon DS-Fi1, e como auxílio do Software NIS-Element D versão 3.2, localizado na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR).

A determinação da composição química foi feita através do Microscópio Eletrônico de Varredura modelo EVO MA10 (Carl Zeiss, Stuttgart, Alemanha), que opera com filamento de Hexaboreto de Lantânio (LaB6), localizado na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR). Foi utilizado nitrogênio líquido para análise por espectroscopia de dispersão em energia (EDS).

As medições para obtenção dos parâmetros elipsométricos do material foram realizadas através de um Elipsômetro Espectrométrico modelo GES 5S, marca SEMILAB, de polarizador rotativo com microspot, localizado no Instituto de Ciências Exatas (ICEx) da UFF – Volta Redonda. O equipamento trabalha com uma lâmpada de xenônio (75W), um conjunto de dois braços acionados computacionalmente, que trabalham numa faixa de 17 a 90°, com resolução de  $(2,5 \times 10^{-4})^\circ$ , além de dois atenuadores no braço que contém o polarizador, e um analisador no outro braço, e ainda uma mesa que abriga a amostra. O software utilizado é o SOPRA Operator. O elipsômetro permite que se realizem medições dos parâmetros  $\tan(\Psi)$  e  $\cos(\Delta)$  em diferentes ângulos; porém, as medições foram satisfatórias utilizando-se apenas o ângulo de 75°. Apesar de ser uma técnica extremamente precisa e confiável, a elipsometria é uma técnica indireta, ou seja, depende da utilização de modelos

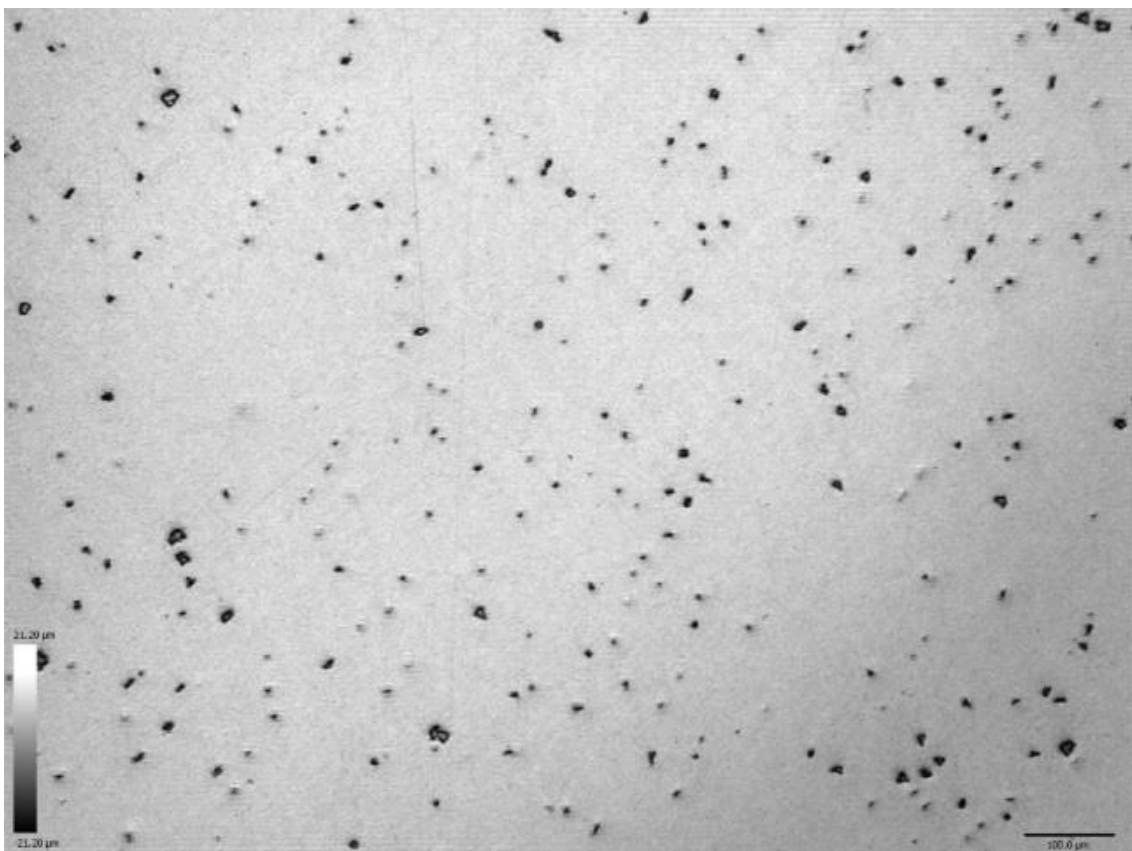
matemáticos criados a partir das propriedades do material a ser caracterizado para comparação e ajustes dos parâmetros do modelo até coincidirem ao máximo possível com os resultados experimentais [05].

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

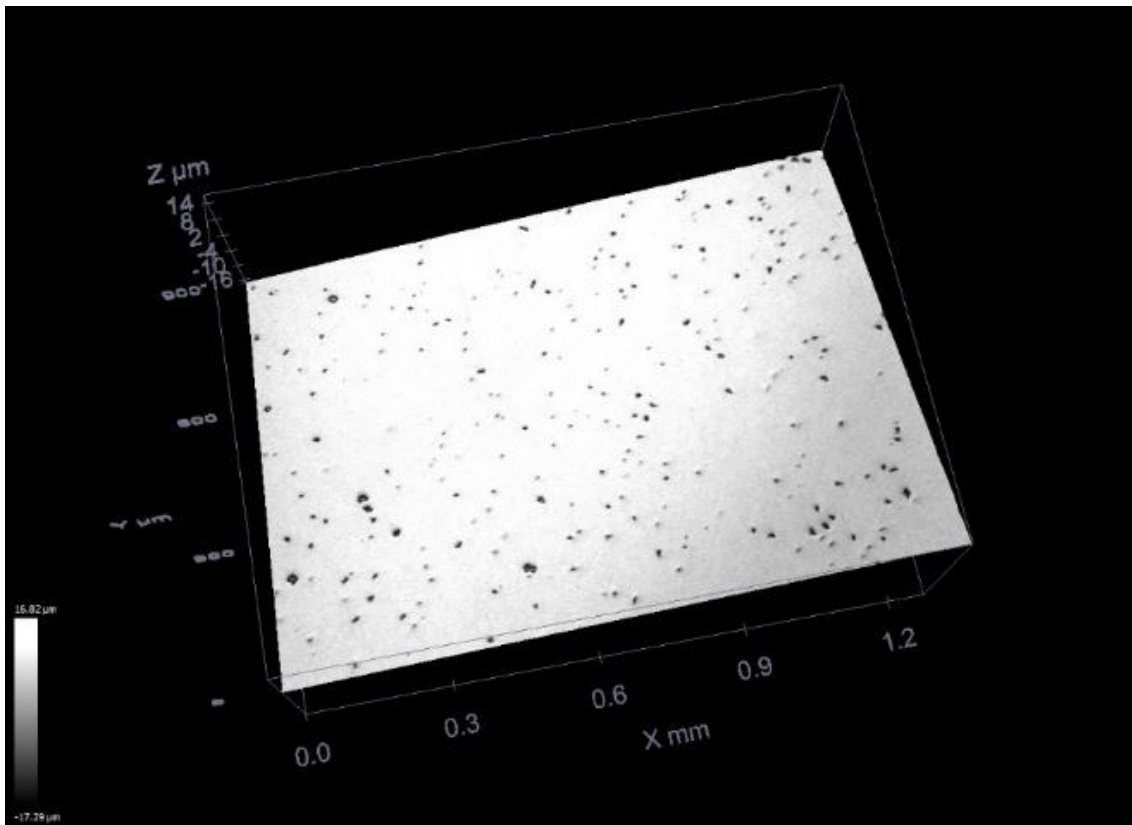
Como as 03 amostras são idênticas, ainda sem modificações, os resultados obtidos convergem entre si; portanto, serão apresentados neste Trabalho apenas os resultados gráficos obtidos na amostra 01.

#### 3.1 Medidas de Rugosidade e Topografia

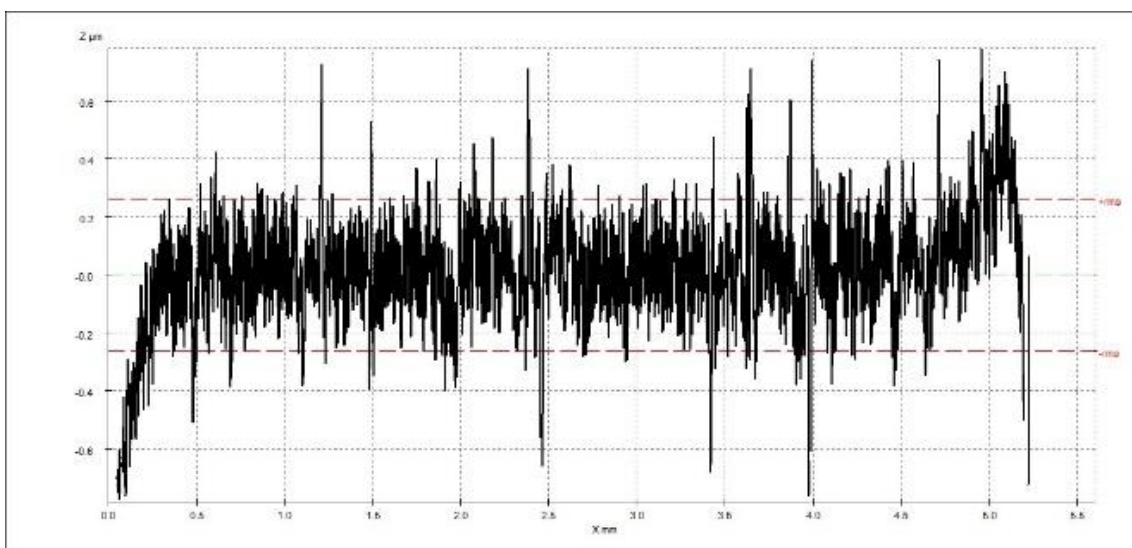
As amostras foram analisadas por Microscopia Confocal (MC) após preparação metalográfica. Na Figura 03 é exibida uma imagem da superfície da amostra 01, onde é possível perceber o bom acabamento e a presença de inclusões, que serão posteriormente caracterizadas. Na Figura 04 é mostrada uma imagem topográfica da superfície, que evidencia a boa planicidade obtida. Na Figura 05, detalha-se um perfil da superfície. Esses perfis são usados para se avaliar a rugosidade de acordo com [06].



**Figura 03.** Análise da superfície da Amostra 01 com escala em tons de cinza.



**Figura 04.** Topografia da Amostra 01 com escala de altura em tons de cinza.



**Figura 05.** Imagem do perfil de rugosidade ao longo da região central da Amostra 01.

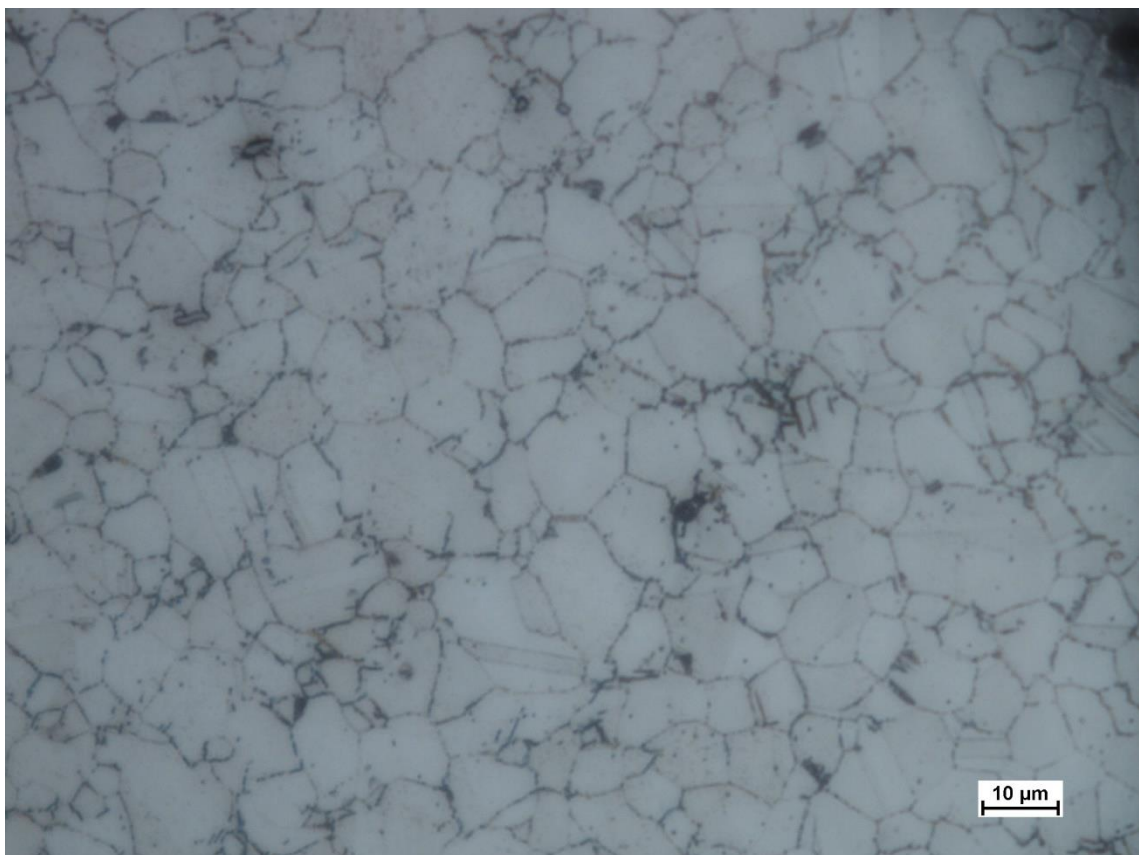
Na tabela 01, são apresentadas as medidas de rugosidade obtidas para cada amostra através do microscópio confocal, onde percebe-se valores de rugosidades considerados baixos e próximos entre si, para as 03 amostras.

**Tabela 01.** Medidas de Rugosidade

| Amostra    | $R_a$ média ( $\mu\text{m}$ ) | Desvio padrão ( $\mu\text{m}$ ) |
|------------|-------------------------------|---------------------------------|
| Amostra 01 | 0,1792                        | 0,0112                          |
| Amostra 02 | 0,1129                        | 0,0559                          |
| Amostra 03 | 0,1434                        | 0,0052                          |

### 3.2 Caracterização Microestrutural

Através da microscopia óptica (MO), foram obtidas micrografias das amostras. Na figura 06 é apresentada a micrografia obtida para a amostra 01, que mostra uma matriz de fase  $\gamma$  (austenítica cúbica de face centrada - CFC) com tamanho de grão médio de  $12,83\mu\text{m}\pm 2$ ; percebe-se também algumas inclusões de carbonetos metálicos do tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  de formato nodular, principalmente dispostos nos contornos de grão, cuja análise por EDS é mostrada na figura 07, resultados também apresentados por [07].

**Figura 06.** Micrografia da Amostra 01 com aumento de 500X e escala de  $10\mu\text{m}$ .



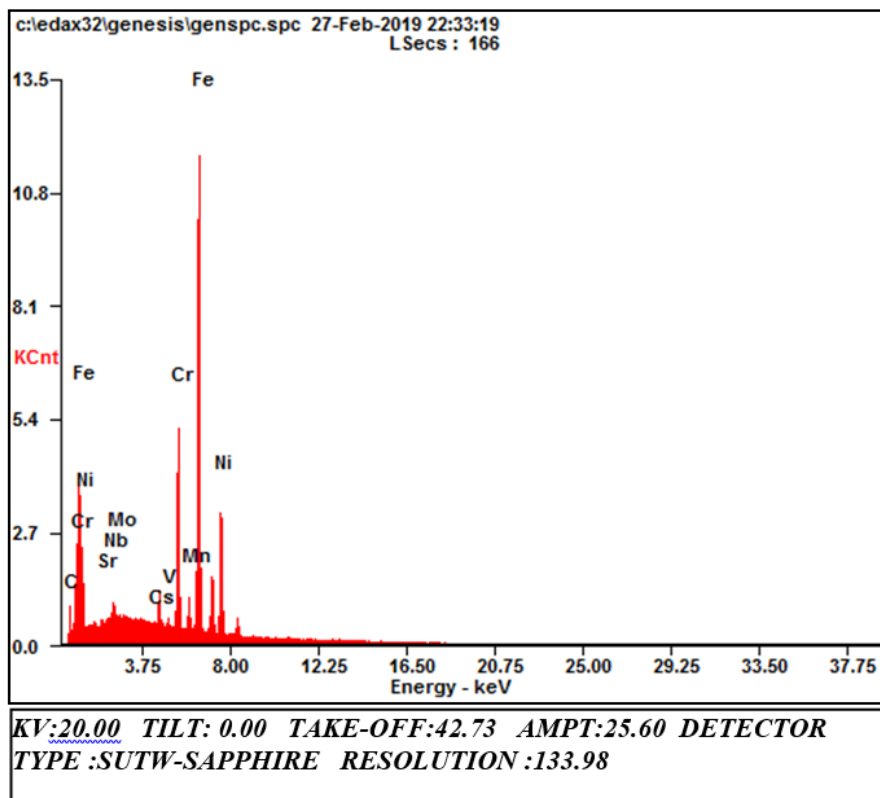


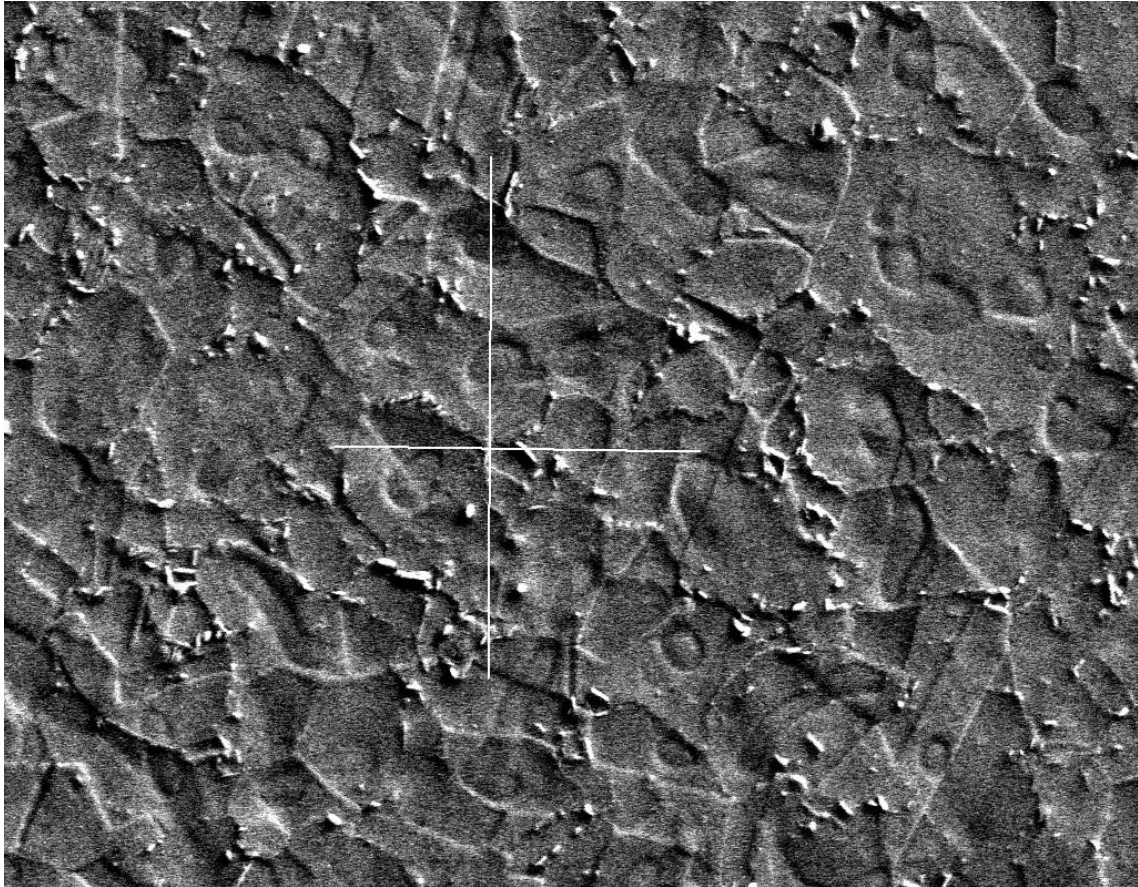
Figura 07. Espectro de um carboneto obtido por EDS.

### 3.3 Análise da composição química

Foram realizadas medições em linhas e em pontos na superfície da amostra 01, e alguns elementos de sua composição química encontram-se na tabela 02, resultados próximos aos apresentados por [08], [09]. Além disso, também foi obtida a micrografia por MEV, como ilustrado na figura 08.

Tabela 02. Composição química da Amostra 01

| Elemento | (%) peso | Elemento | (%) peso |
|----------|----------|----------|----------|
| Fe       | 52,99    | Er       | 0,87     |
| Ni       | 22,58    | K        | 0,07     |
| Cr       | 13,78    | Nb       | 0,36     |
| Mo       | 1,25     | Cs       | 0,15     |
| Mn       | 0,25     | Ti       | 2,01     |
| V        | 0,34     |          |          |



**Figura 08.** Micrografia da amostra 01 obtida por MEV, onde as linhas vertical e horizontal indicam os locais onde foram realizadas as varreduras.

### 3.4 Determinação dos parâmetros elipsométricos

Os ensaios para a determinação dos parâmetros elipsométricos  $\tan(\Psi)$  e  $\cos(\Delta)$  foram realizados, através da medição no elipsômetro, em 05 pontos para cada amostra. As figuras 09 e 10 ilustram os valores de  $\tan(\Psi)$  e  $\cos(\Delta)$  em função do comprimento de onda para a amostra 01.

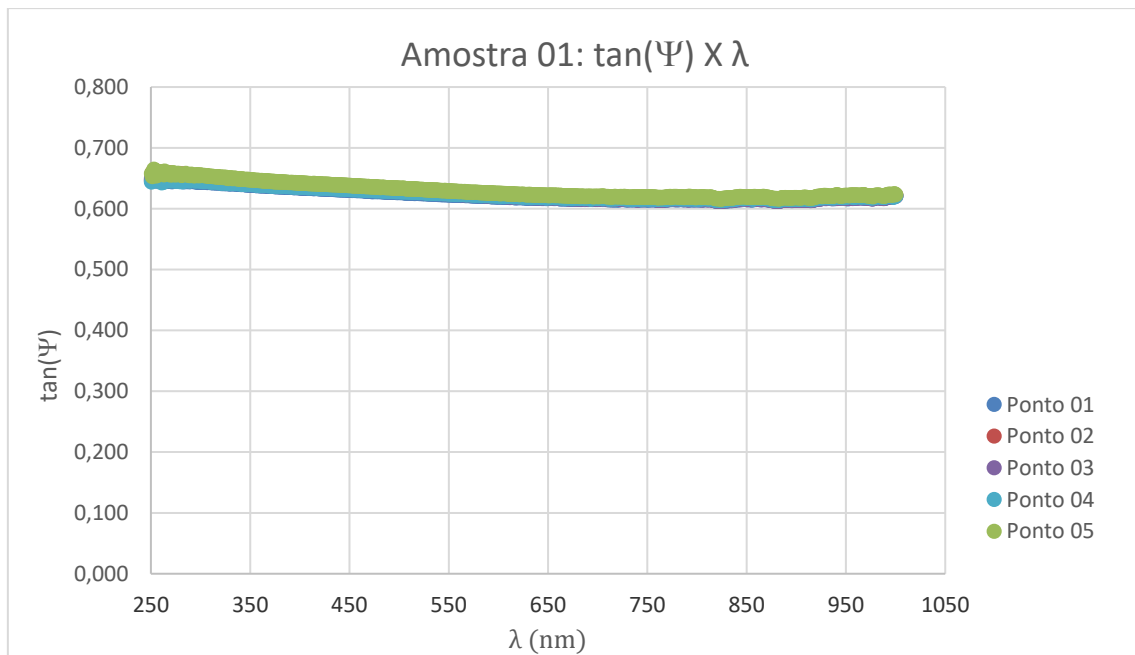


Figura 091. Gráfico da  $\tan(\psi) \times \lambda$  da Amostra 01.

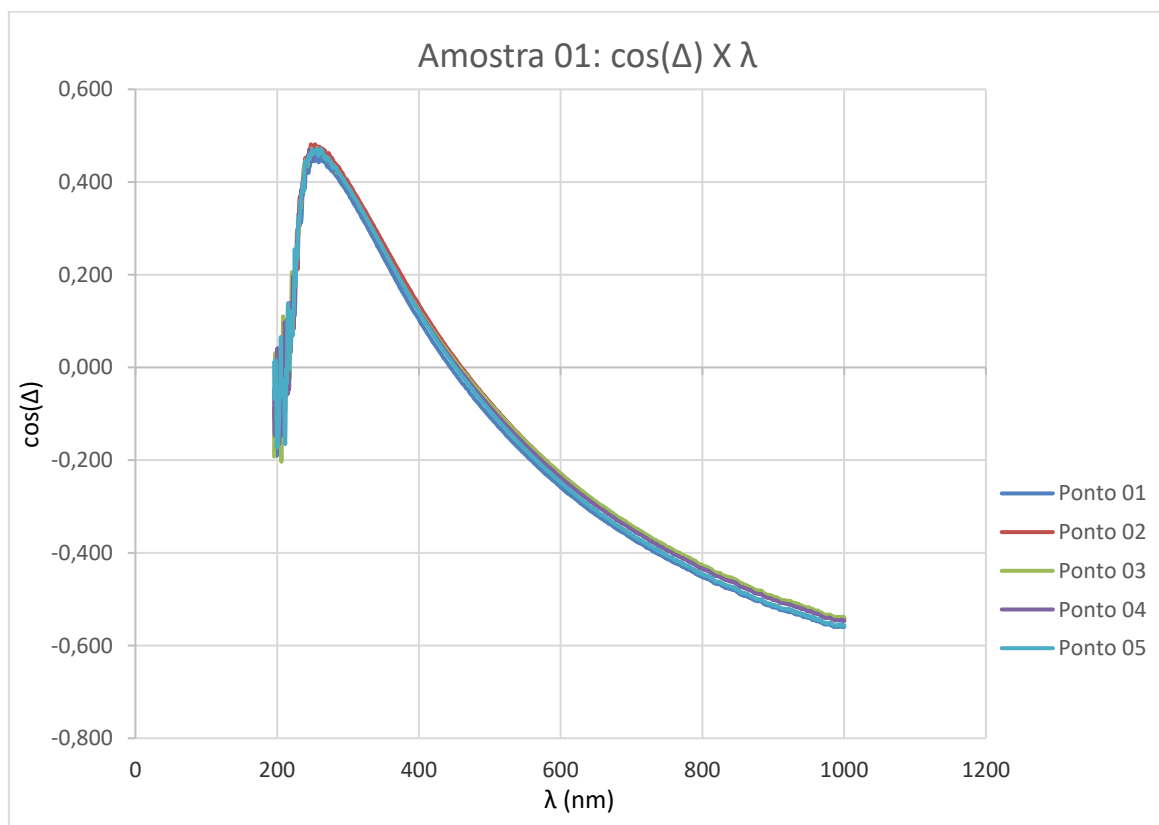


Figura 10. Gráfico do  $\cos(\Delta) \times \lambda$  da Amostra 01.

## 4 CONCLUSÃO

Através dos estudos realizados, das análises de microscopia óptica, eletrônica de varredura e confocal e das medições dos parâmetros elipsométricos, foi possível dar início a uma caracterização bastante detalhada da superliga A286, com a obtenção de suas medidas elipsométricas e de rugosidade, composição química e

análise da microestrutura. Como essa superliga tem uma ampla aplicação na indústria, principalmente em temperaturas elevadas, é muito importante que se conheça a fundo suas características, e por essa razão é importante a sua análise superficial.

Como ampliação e complementação deste trabalho, serão realizados modelamentos matemáticos para obtenção do índice de refração (n) e coeficiente de extinção (k) do material, bem como será reforçada a análise microestrutural e de composição química para a confirmação dos resultados já obtidos.

## REFERÊNCIAS

- 1 Alphonso J, Raja VS, Mukherjee S. Development of highly hard and corrosion resistant A286 stainless steel trough plasma nitrocarburizing process. *Surface & Coatings Technology*. 2015; 280: 268-276.
- 2 Dedavid BA. *Microscopia Eletrônica de Varredura – Aplicações e preparação de amostras*. Edição do Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise. Porto Alegre: ed. PUCRS, 2007.
- 3 Fujiwara H. *Spectroscopy Ellipsometric – Principles and Applications*. Japanese Edition. Tokyo, 2003.
- 4 Nunes NF. *Caracterização de Filmes de Óxidos de Nióbio por Elipsometria*. Volta Redonda: Universidade Federal Fluminense, 2017. Dissertação de Mestrado.
- 5 Nunes NF, Garcia MTD, Alves EF *et al*. *Caracterização Elipsométrica de Nióbio Metálico*. 71º Congresso Anual ABM – Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração; São Paulo, 2016.
- 6 Deutsches Institut für Normung - DIN 4768. Determination of Surface Roughness Ra, Rz, R Max, With Electric Stylus Instruments. Deutsches Institut fur Normung E.V. (DIN), 1990.
- 7 Zhao MJ, Guo ZF, Liang H *et al*. Effect of boro on the microstructure, mechanical properties and hydrogen performance in a modified A286. *Materials Science and Engineering A*. 2010; 527: 5844-5851.
- 8 Tiedra P, Martín O, San-Juan M. Potentiodynamic study of the influence of gamma prime phases on pitting corrosion of A286 superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016; 673: 231-236.
- 9 Dehghan H, Abbasi SM, Momeni A *et al*. On the constitutive modeling and microstructural evolution of hot compressed A286 iron-base superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2013; 564: 13-19.