



ESTUDO DA SENSITIZAÇÃO EM JUNTAS SOLDADAS DE INCONEL® 625 PRODUZIDAS ATRAVÉS DA SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA



SENSITIZATION STUDY IN FRICTION STIR WELDS OF INCONEL® 625

MARTINAZZI, Douglas^{1*}; LEMOS, Guilherme V. B.¹; CARDOSO, Henrique R.P.¹, Dos SANTOS, Rafael E.¹; FERREIRA, Jane Z.¹; BERGMANN, Luciano²; Dos SANTOS, Jorge F.²; REGULY, Afonso¹.

¹Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M), Av. Bento Gonçalves, 9500 - Agronomia, 91509-900, Porto Alegre/RS - Brasil (Fone: +55 51 3308 3565).

²Helmholtz-Zentrum Geesthacht GmbH, Institute of Materials Research, Materials Mechanics, Solid State Joining Processes (WMP), Geesthacht, Germany.

* Autorcorrespondente
e-mail: martinazzi.douglas@gmail.com

Received 13 June 2017; received in revised form 12 September 2017; accepted 18 September 2017

RESUMO

Os novos desafios da indústria do óleo e gás requerem a utilização de materiais com estabilidade química e elevada resistência mecânica. A liga 625, popularmente conhecida como Inconel® 625, é comumente utilizada como revestimento de pipelines e outros componentes. Portanto, o estudo de métodos de união que produzem juntas soldadas com excelente qualidade é essencial. Assim, neste estudo, chapas soldadas de Inconel 625 foram produzidas através da Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica (*Friction Stir Welding*) e estas foram submetidas a um tratamento térmico para avaliação da susceptibilidade à sensitização através do ensaio de Reativação Potenciocinético de Ciclo Duplo (*Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation, DL-EPR*). Além disso, perfis de microdureza foram realizados antes e depois do tratamento isotérmico. Os resultados de microdureza indicaram a formação de carbonetos devido ao aumento de dureza após o tratamento térmico. Por outro lado, os ensaios eletroquímicos mostraram que o processo FSW pode alterar significativamente o grau de sensitização.

Palavras-chave: Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica, Inconel 625, Sensitização, Reativação Potenciocinético de Ciclo Duplo.

ABSTRACT

The new challenges of the oil and gas industry require noble materials with chemical stability and greater mechanical properties. Alloy 625, popularly known as Inconel® 625, is used as a cladding material for pipelines and other components. Therefore, the study of joining methods that produce excellent welded joints is essential. Thus, in this study, welded sheets of Inconel 625 were produced by Friction Stir Welding (FSW) and afterwards they were subjected to a heat treatment to evaluate the susceptibility to sensitization by the Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation (DL-EPR) technique. In addition, microhardness profiles were performed before and after the isothermal treatment. The microhardness results indicated that the increased hardness is due to the carbides formation after heat treatment. On the other hand, electrochemical tests showed that FSW process can significantly affect the degree of sensitization.

Keywords: Friction Stir Welding, Inconel 625, Sensitization, Double Loop Electrochemical Potentiokinetic Reactivation.

INTRODUÇÃO

A superliga de Níquel Inconel 625 é muito usada na indústria aeroespacial, nuclear, óleo e gás devido as suas propriedades de alta resistência mecânica e excelente resistência à corrosão (LEMOS *et al.*, 2016a; LEMOS *et al.*, 2016b). Trata-se de um material austenítico, não ferroso, que possui estrutura cristalina cúbica de faces centradas e endurecimento por solução sólida. Na indústria do petróleo, os métodos de união comumente aplicados às ligas de Níquel são os processos por fusão como, por exemplo, eletrodo revestido, processo TIG autógeno, entre outros. Os materiais a base de Níquel são altamente ligados, portanto, os processos tradicionais de união com fusão podem ocasionar a precipitação de carbonetos ricos em Cr e outros metais, fases Laves, Delta e o crescimento de grãos (LEMOS *et al.*, 2016a; LEMOS *et al.*, 2016b; DAVIS, 2006; LEMOS *et al.*, 2015), que tendem a afetar a resistência à corrosão. Assim, a soldagem no estado sólido (*Friction Stir Welding*) surge como alternativa aos métodos convencionais de união devido ao fato de produzir juntas soldadas com temperaturas relativamente baixas, mas suficientes para que ocorra a recristalização e refino de grão do material (LEMOS *et al.*, 2015). Nesse processo, uma ferramenta em rotação realiza um movimento que promove uma ação contínua de trabalho a quente, onde o material é plastificado no estado sólido. Portanto, não ocorre a utilização de material de adição e, assim, a junta soldada é realizada de maneira autógena com a mesma composição química do metal de base.

Embora a liga Inconel 625® (marca registrada da empresa *SpecialMetals Corporation*) seja considerada um material endurecido por solução sólida, sabe-se que a precipitação de carbonetos nesta liga pode ter um papel importante para a melhoria das propriedades mecânicas (SIMS, STOLOFF e HAGEL, 1987). Em certas circunstâncias, as ligas a base de Níquel têm a dureza e resistência máxima a tração aumentadas devido à precipitação (FLOREEN, FUCHS e YANG 1994; RADAVIDICH e FORT, 1994; SONG e NAKATA, 2010). No entanto, sabe-se que a precipitação de carbonetos, por exemplo, também pode afetar a resistência a corrosão do material. De fato, quando a liga 625 é exposta a uma faixa de temperatura entre 600°C a 900°C ela pode apresentar instabilidade estrutural e sensitização (KOHLENER e ULRICH, 1996) devido à

precipitação preferencial de carbonetos nos contornos de grão. Neste contexto, o fenômeno da sensitização pode ser explicado pela precipitação de carbonetos ricos em metal (Cr e Mo) que ocorre preferencialmente nos contornos de grão (área de maior energia livre). Desta forma, nas regiões vizinhas, ocorre o empobrecimento destes metais e elas tornam-se suscetíveis a corrosão intergranular.

O comportamento da corrosão intergranular de diversos materiais com camada passiva tem sido avaliado através de diferentes ensaios de corrosão (LACKNER, 2014). Os primeiros ensaios eletroquímicos foram chamados pelos nomes dos seus inventores (Streicher, Strauss, e Huey) (CIHAL *et al.*, 2004). Como alternativa para esses ensaios de longa duração, o teste eletroquímico chamado de reativação potencinético de ciclo duplo (*Double Loop EPR method*) foi desenvolvido por alguns pesquisadores (CIHAL *et al.*, 2004; CIHAL, 1984; CIHAL e STEFEC; 2001). Sendo um ensaio comumente aplicado a aços inoxidáveis austeníticos, a sua principal vantagem é a obtenção de resultados rápidos para determinar o grau de sensitização. Contudo, com o seu aperfeiçoamento, as superligas de Níquel também passaram a ser avaliadas (LACKNER *et al.*, 2014; PROHASKA *et al.*, 2010).

Ainda que existam muitos estudos relacionados às juntas soldadas de ligas de Níquel (LEMOS *et al.*, 2015), poucos mostraram análises na superfície de juntas soldadas. Entretanto, uma compreensão dos fenômenos que ocorrem na superfície de chapas soldadas é de grande importância, visto que ela é quem está exposta ao ambiente e a sua integridade pode ser relacionada à corrosão, desgaste e tensões residuais. Assim, o presente trabalho faz uma avaliação preliminar da sensitização em juntas soldadas da liga Inconel 625 produzidas através da Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica. De modo complementar, o efeito do tratamento térmico pós soldagem no grau de sensitização das juntas soldadas também foi avaliado.

MATERIAL E MÉTODOS

Chapas da liga Inconel 625 com 3,0 mm de espessura foram avaliadas neste estudo. A Tabela 1 mostra a composição química da liga de acordo com o certificado do fabricante.

Tabela 1. Composição química (% em massa).

Elementos	Ni	Cr	Fe	Mo
Inconel 625	Bal.	21,7	4,7	8,6
	Nb	Mn	Al+Ti	C
	3,38	0,09	0,31	0,015

As juntas soldadas foram produzidas na configuração de topo. A preparação das chapas consistiu na limpeza das superfícies com lixamento abrasivo e acetona, objetivando a remoção de gorduras, óxidos e impurezas. Após esta etapa, as chapas foram fixadas e alinhadas na mesa de soldagem. De acordo com os testes preliminares, a preparação das chapas mostrou-se uma etapa importante para o aumento da qualidade superficial das juntas soldadas.

O processo de soldagem no estado sólido foi realizado em uma máquina rígida em forma de pórtico equipada com servomotores e sistemas de controle automatizados. Uma ferramenta de Nitreto Cúbico de Boro Policristalino (pcBN) grau Q70 com ombro de 25 mm de diâmetro e pino com 3 mm de comprimento foi utilizada. Para a obtenção dos cordões de solda, a ferramenta foi inclinada com um ângulo de ataque de 1,5° em relação à vertical. A soldagem foi realizada com o emprego de atmosfera de argônio para minimizar a oxidação da superfície da junta soldada e da ferramenta durante o processo de soldagem. Após o processo de união das chapas, as juntas soldadas foram submetidas a tratamento térmico por um período de 24 horas na temperatura de 750°C seguido de resfriamento ao ar.

Para as análises microestruturais, as amostras foram cortadas por eletroerosão, seguiram as práticas básicas de metalografia (lixamento e polimento) e foram atacadas quimicamente com o reagente Adler (PETZOW, 1976). As macroestruturas das juntas soldadas foram realizadas na face superior das soldas e observadas através de microscopia ótica.

As propriedades mecânicas foram avaliadas em termos de medições de dureza Vickers. Os perfis de microdureza ao longo da superfície das juntas soldadas foram obtidos com carga de 500 g e distância entre identificações de 0,2 mm.

O estudo da susceptibilidade à corrosão intergranular através da técnica eletroquímica conhecida como DL-EPR foi realizado na superfície das chapas soldadas. Os parâmetros do ensaio eletroquímico foram baseados em

estudos anteriores (LAKNER *et al.*, 2014). Para cada uma das condições estudadas, chamadas de antes do ToTo (antes do tratamento isotérmico) e depois do ToTo (após o tratamento térmico), foram analisadas duas áreas específicas, são elas: região 1 (correspondente ao metal de base) e a região 2 (se refere ao centro da solda). Um desenho esquemático pode ser visto na Figura 1.

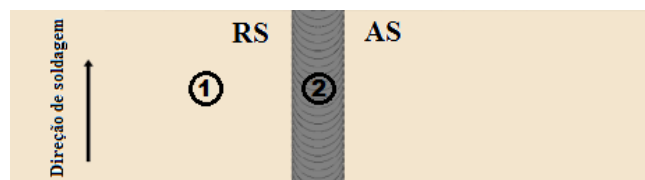


Figura 1. Áreas avaliadas no estudo da corrosão intergranular: região 1 (metal de base), região 2 (centro solda).

RESULTADOS E DISCUSSÃO:

As macroestruturas da superfície de topo das juntas soldadas são mostradas nas Figuras 2(c) e 3(c) para ambas as condições avaliadas (antes e depois do ToTo, respectivamente). Além disso, as microestruturas do metal de base e da região central das soldas são apresentadas nas Figuras 2(a) e 2(b) (antes do ToTo).

De acordo com estudos anteriores, o material de base já apresentava certa quantidade de carbonetos (LE MOS *et al.*, 2016a). Como esperado, o processo de soldagem por fricção e mistura mecânica foi efetivo e ocasionou o refino de grão na liga Inconel 625. O tratamento térmico, realizado nas juntas soldadas, provocou consideráveis alterações na microestrutura (Figura 2). Além disso, com base no diagrama TTS (tempo, temperatura e sensibilidade) da liga 625 (KÖHLER e ULRICH, 1996), assume-se que o tratamento térmico isotérmico levou a precipitação de carbonetos. Neste contexto, a Figura 3(c) apresenta a macrografia da superfície de topo da junta soldada (depois do ToTo), assim como as metalografias do metal de base e da região central da solda, Figura 3(a) e 3(b), respectivamente.

Os perfis de microdureza medidos na superfície de topo de ambas as amostras podem ser observados na Figura 4. Antes do tratamento térmico, o aumento de dureza na junta soldada pode ser explicado pelo refino de grão. O menor valor de dureza (248 Hv) foi alcançado pela chapa soldada sem tratamento térmico. Para regiões distantes da solda (metal de base), o

tratamento térmico levou a um leve aumento na dureza. Por outro lado, o maior valor de microdureza (393 Hv) foi atingido pela junta soldada submetida ao tratamento isotérmico após soldagem, fato que sugere a precipitação de carbonetos e/ou fases secundárias mais duras e o conseqüente aumento de dureza.

A avaliação da suscetibilidade a corrosão intergranular e o conseqüente grau de sensitização das regiões analisadas foram estudadas de acordo com os princípios do ensaio de reativação potenciocinético de ciclo duplo, os quais são mostrados na Figura 5 (GIDEON, Warde BIDDLE, 2008). Neste ensaio eletroquímico, as regiões analisadas foram, primeiramente, polarizadas anodicamente até a zona de passivação do metal e, em seguida, realizou-se uma varredura na direção inversa. Em outras palavras, quando a amostra é polarizada anodicamente, ela é coberta por uma camada passiva em toda a superfície, teoricamente. Por outro lado, quando a varredura é invertida, ou seja, na volta da varredura, ocorre uma quebra do filme passivo nas regiões empobrecidas em metal. De fato, estas regiões empobrecidas em metal (Cr ou Mo) tendem a ser preferencialmente atacadas devido a defeitos da polarização anódica que podem criar superfícies irregulares (AYDOGDU e AYDINOL, 2006) ou mesmo uma camada de óxido mais fina menos protetiva (MADAY, MIGNONE e VITTORI, 1988), fatos que agem como sítios preferenciais no processo de despassivação.

Para as chapas soldadas sem tratamento térmico, mostradas na Figura 2, as diferenças entre os valores de I_r e I_a são maiores, indicando heterogeneidade no comportamento eletroquímico entre os fenômenos de passivação e repassivação para cada uma das regiões analisadas. Além disso, existe uma variação significativa no valor da razão I_r/I_a entre o metal de base (*Região 1*) e o centro da solda (*Região 2*). No caso das soldas submetidas ao tratamento térmico, apresentadas na Figura 3, as diferenças entre I_r e I_a são menores (tanto para a *Região 1* quanto para a *Região 2*) e, por conseqüência, os resultados dos ensaios eletroquímicos (razão I_r/I_a) atingiram valores próximos a 1.

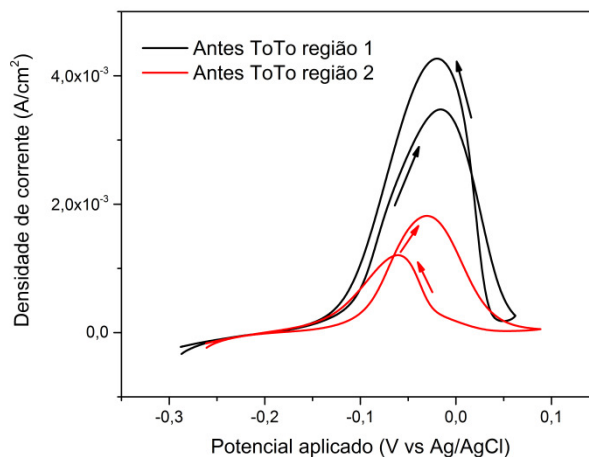


Figura 6. DL EPR chapas soldadas antes do ToTo.

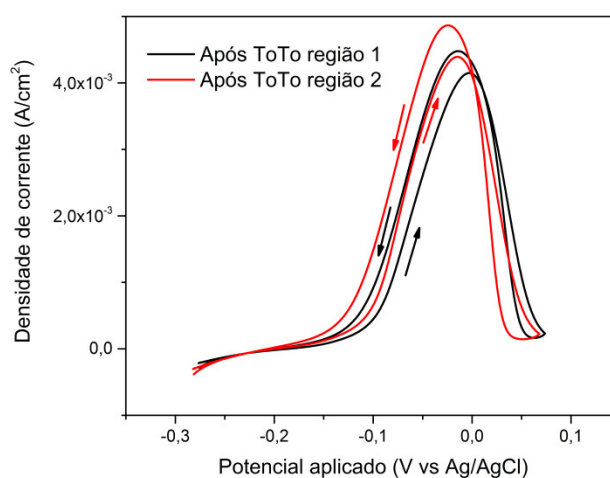


Figura 7. DL EPR chapas soldadas depois do ToTo.

Os valores do pico densidade de corrente de ativação (I_a) e do pico de densidade de corrente de reativação (I_r) foram obtidos com auxílio do *software Nova 1.10*. Por fim, a razão I_r/I_a foi calculada e os resultados dos ensaios eletroquímicos são resumidos nas Tabelas 3 e 4. Notou-se que microestrutura das chapas na condição de como recebidas levou a um grau de sensitização de 1,23. Por outro lado, a aplicação do processo de soldagem FSW levou a uma microestrutura com grãos refinados e/ou mais limpa com respeito aos carbonetos que influenciariam a sensitização, fatos que ocasionaram um grau de sensitização menor (0,66). Por fim, as mesmas regiões foram analisadas após o tratamento térmico. Contudo, estas últimas análises, mostradas na Tabela 4, apresentaram graus de sensitização similares entre si (valores de I_r/I_a) tanto no metal de base

quanto no centro da solda, fato que indica que o tratamento térmico pode realmente ocasionar microestruturas que tendem a alterar o grau de sensibilização.

Tabela 3. Ensaio de reativação potenciocinético de ciclo duplo (antes do tratamento térmico).

	Ir/Ia
Região 1 (metal de base)	1,23
Região 2 (centro da solda)	0,66

Tabela 4. Ensaio de reativação potenciocinético de ciclo duplo (depois do tratamento térmico).

	Ir/Ia
Região 1 (metal de base)	1,08
Região 2 (centro da solda)	1,11

CONCLUSÕES:

Os resultados do presente trabalho podem ser resumidos como:

* o processo de união (FSW) foi efetivo, ocasionando o refino de grão e o consequente aumento de dureza na solda,

* o tratamento térmico provocou um aumento de dureza nas chapas soldadas,

* os ensaios eletroquímicos mostraram que a soldagem por fricção e mistura mecânica tende a diminuir o grau de sensibilização das soldas, fato relacionado ao refino de grão e/ou à presença de carbonetos que influenciariam a sensibilização. Além disso, o metal de base (antes do ToTo) alcançou valores de Ir/Ia similares aos obtidos nos ensaios após o tratamento térmico.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), através do programa Ciência sem Fronteiras (projeto 209602/2013-9), assim como o Instituto *Helmholtz Zentrum Geesthacht GmbH (Germany)* pelo suporte para execução deste trabalho.

REFERÊNCIAS:

1. ASTM Annual Book of ASTM Standards; Section 3: Metals Test Methods and Analytical Procedures; Volume 03.02: Wear and Erosion, Metal Corrosion, ASTM (2000).
2. Cihal, V.; Shoji, T.; Kain, V.; Watanabe, Y.; Stefec, R.: Electrochemical Polarization Reactivation Technique: EPR- a Comprehensive Review, Fracture and Reliability Research Institute, Graduate School of Engineering, Tohoku University (2004) 4.
3. Cihal, V.: Intergranular Corrosion of Steels and Alloys, Elsevier Science Publishers, BV (1984), pp. 368–382 5.
4. Cihal, V.; Štefec, R.: On the development of the electrochemical potentiokinetic method, *Electrochimica Acta*, 46 (2001), pp. 3867–387.
5. Davis, J. R., ed. Corrosion of Weldments. ASM International, 2006.
6. Floreen, S.; Fuchs, G. E.; Yang, W. J. The Metallurgy of Alloy-625. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. 1994:13-37.
7. Lemos, G. V. B.; Simoni, L.; Bergmann, L.; Souza, D.; Araujo, D. B.; Dos Santos, J. F.; Strohaecker, T. R.; Schroeder, R. M. Caracterização Preliminar da Microestrutura em Cordões de Solda da liga 625 produzidos através dos processos de SFMM e MIG. XLI Congresso Nacional De Soldagem, Salvador - Bahia. 2015.
8. Lemos, G. V. B.; Farina, A. B.; Martinazzi, D.; Huppel, R. M.; Bergmann, L.; Dos Santos, J. F.; Strohaecker, T. R. Efeito Da Velocidade De Rotação Da Ferramenta Na Soldagem Por Fricção E Mistura Mecânica Da Liga Inconel 625. In: 71° Congresso Anual ABM, 2016, Rio de Janeiro. ABM Week 2016, 2016a.
9. Lemos, G. V. B.; Martinazzi, D.; Meinhardt, C. P.; Bergmann, L.; Dos Santos, J. F.; Strohaecker, T. R. Avaliação Da Resistência À Corrosão Em Juntas Soldadas De Ligas Resistentes A Corrosão (CRA) Produzidas Através Da Soldagem Por Fricção E Mistura Mecânica. In: 22º Cbecimat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Natal. 2016b.
10. Radavich, J. F.; Fort, A. Effects of long term exposure in alloy 625 at 1200 F, 1400 F, and 1600 F. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*. TMS. 1994. p. 635.

11. Sims, C. T.; Stoloff, N. S.; Hagel, W. C. A Review of: "SUPERALLOYS II". A Wiley-Interscience Publication John Wiley & Sons, New York, NY 615 pages, hardcover, 1987.
12. Song, K. H.; Nakata, K. Effect of precipitation on post-heat-treated Inconel 625 alloy after friction stirwelding. *Mater Design*. 2010 Jun;31(6):2942-7.
13. Köhler, M.; Ulrich Heubner. Time-temperature-sensitization and time-temperature-precipitation behavior of alloy 625. No. CONF-960389. NACE International, Houston, TX (United States), 1996.
14. Lackner, R.; Mori, G.; Egger, R.; Winter, F., Albu, M.; Grogger, W. Sensitization of as Rolled and Stable Annealed Alloy 625. *BHM Berg-und Hüttenmännische Monatshefte*, (2014), 159(1), 12-22.
15. Prohaska, M.; Mori, G.; Hofstätter, H.; Tischler, G.; Grill, R.: Corrosion Properties of Different Highly Alloyed Clad Materials for Offshore Applications Manufactured by a New Thermo-Mechanical Rolling Process, *Proceedings of Corrosion 2011*, March 10th—15th 2010, NACE, Houston, USA, 2011, pp. 1–13.
16. Gideon, B., L. Ward, and G. Biddle. "Duplex stainless steel welds and their susceptibility to intergranular corrosion." *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering* 7.03 (2008): 247.
17. Aydoğdu, G. H.; Aydinol, M. K. Determination of susceptibility to intergranular corrosion and electrochemical reactivation behavior of AISI 316L type stainless steel. *Corrosion Science* 48.11 (2006): 3565-3583.
18. Maday, M. F.; Mignone, A.; Vittori, M. The application of the electrochemical potentiokinetic reactivation method for detecting sensitization in Inconel 600. The influence of some testing parameters. *Corr. Sci.* 28 (9) (1988) 887–900.
19. Petzow, G., *Metallographisches Atzen* (Materialkundlich-technische Reihe). Gebrüder Borntraeger Berlin – Stuttgart. 1976.

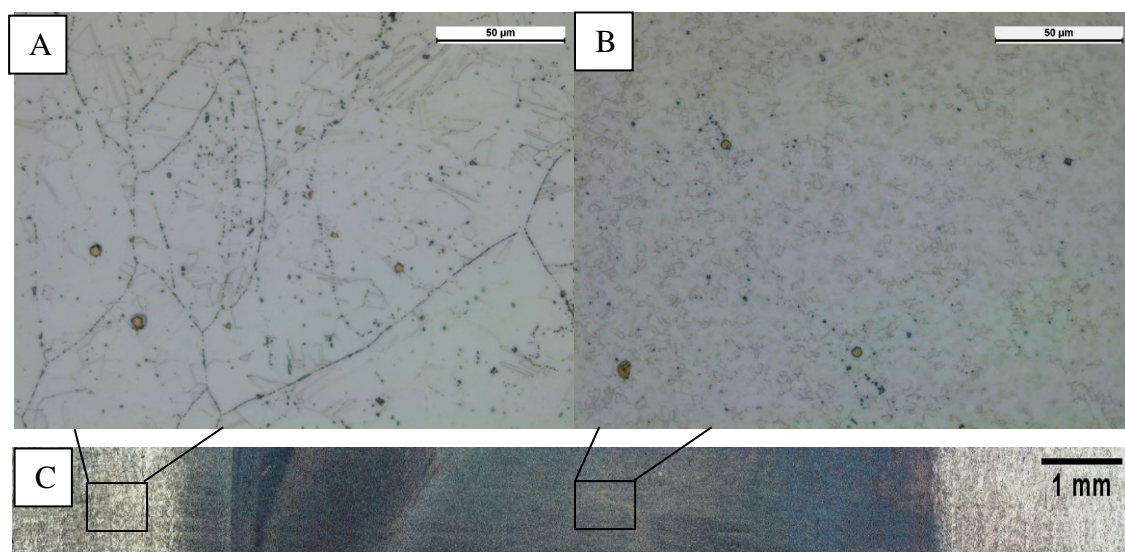


Figura 2. Antes do ToTo: (a)Micrografia do metal base, (b) micrografia da parte central da solda e (c)macrografia da superfície de topo da junta soldada.

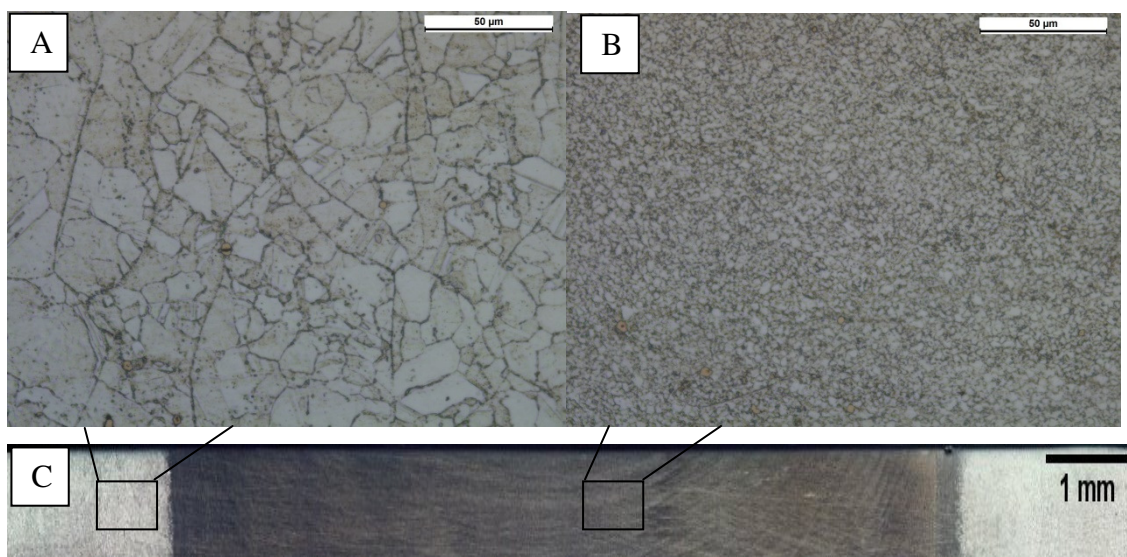


Figura 3. Depois do ToTo: (a)Micrografia do metal base, (b) Micrografia da parte central da solda e (c)Macrografia da superfície de topo da junta soldada.

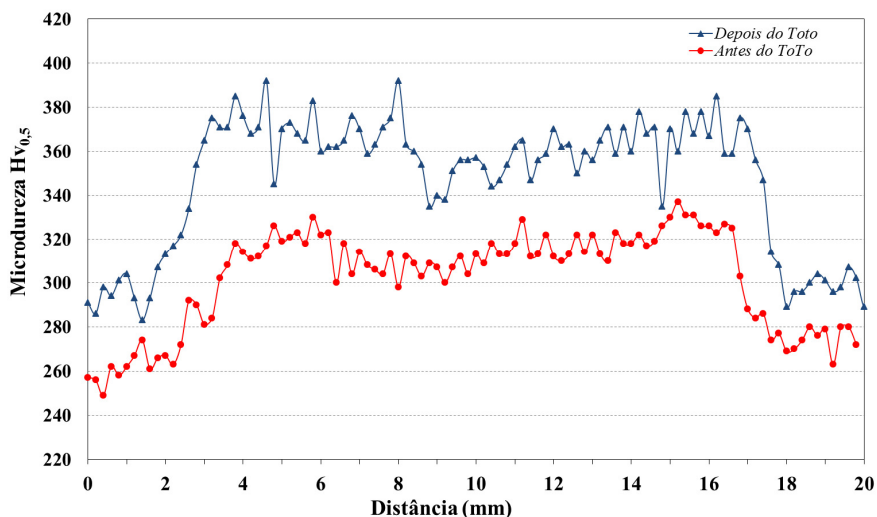


Figura 4. Perfis de microdureza para as chapas soldadas (antes e depois do tratamento térmico).

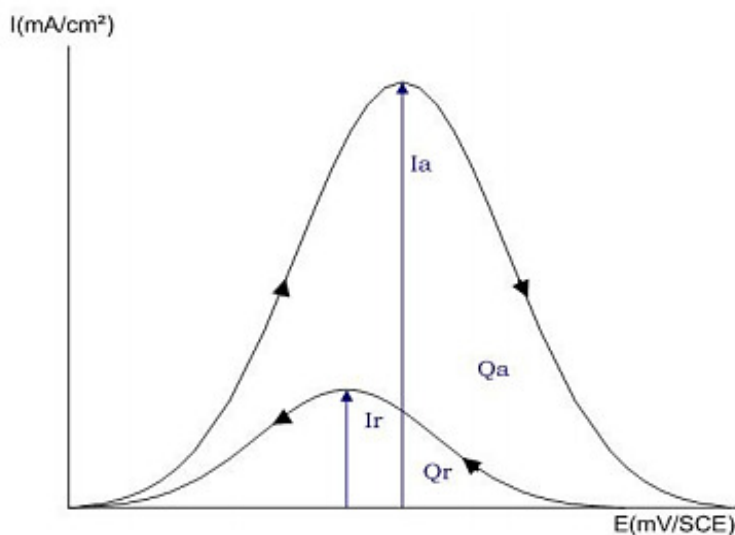


Figura 5. Princípio do ensaio de reativação potenciocinético de ciclo duplo (GIDEON, WARD e BIDDLE, 2008).