

## Tenacidade à Fratura e Propagação de Trinca de Fadiga de uma Superliga INCONEL 600

L.B. GODEFROID <sup>1</sup>, J.A. M.LOPES <sup>2</sup>, K.S. AL-RUBAIE <sup>3</sup>

<sup>1</sup> REDEMAT - Universidade Federal de Ouro Preto Ouro Preto, MG, Brasil

e-mail: [leonardo@demet.em.ufop.br](mailto:leonardo@demet.em.ufop.br)

<sup>2</sup> Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear – CDTN/CNEN Belo Horizonte, MG, Brasil

e-mail: [jaml@cdtn.br](mailto:jaml@cdtn.br)

<sup>3</sup> EMBRAER - São José dos Campos, SP, Brasil

e-mail: [kassim.rubaie@embraer.com.br](mailto:kassim.rubaie@embraer.com.br)

### RESUMO

No presente trabalho procurou-se verificar a tenacidade à fratura e a resistência à propagação de trinca de fadiga de uma superliga de níquel do tipo INCONEL 600. Trata-se de uma liga Ni-Cr-Fe, utilizada em componentes internos de geradores de energia termonuclear. Corpos-de-prova do tipo C(T) foram confeccionados no sentido longitudinal de conformação mecânica, com espessura de 7 mm e relação B/W (espessura por largura) igual a 1/4. Os ensaios foram realizados na temperatura ambiente. Os ensaios de tenacidade à fratura tiveram como objetivo a determinação da curva de resistência integral  $J$  versus incremento de trinca  $\Delta a$  e o valor crítico  $J_i$  de iniciação de crescimento de trinca. Foi determinado também o valor de CTOD de carga máxima. Estes ensaios foram realizados de acordo com a Norma ASTM E 1820. Os ensaios de fadiga foram realizados para a determinação da taxa de propagação de trinca  $da/dN$  em função da força motriz  $\Delta K$  de propagação de trinca de fadiga, desde o limiar de propagação até a fratura. Os ensaios foram realizados para R (razão entre tensões) igual a 0,1, de acordo com a Norma ASTM E 647. Os resultados mostraram valores elevados para as propriedades estudadas, indicando que o material atende as especificações para utilização na indústria termonuclear. Observou-se que a técnica da normalização para modelamento da curva de resistência  $J-\Delta a$  é conservadora, necessitando de correção. Observou-se também que o modelo matemático de Colli Priest representa bem a forma sigmoidal da curva  $da/dN \times \Delta K$ .

**Palavras chaves:** INCONEL 600, tenacidade, propagação de trinca, modelamento.

## Fracture Toughness and Fatigue Crack Propagation of an INCONEL 600 SuperAlloy

### ABSTRACT

Fracture toughness and fatigue crack growth have been investigated at ambient temperature and in laboratory air for a nickel-based superalloy, INCONEL 600. C(T) specimens of 7mm thickness and 28mm width were used. It was shown that the alloy exhibited good mechanical properties. The normalization method to develop a  $J-R$  curve showed conservative results. The Colli Priest mathematical function is a reasonable model to predict  $da/dN \times \Delta K$  behavior.

**Keywords:** INCONEL 600, fracture toughness, fatigue crack growth, modelling.

### 1 INTRODUÇÃO

Durante a operação das geradoras elétricas termonucleares baseadas em reatores a água pressurizada (PWR), seus componentes (vaso de pressão, tubulações, trocadores de calor, geradores de vapor, válvulas, etc.) sofrem continuamente a ação de radiação e líquidos de refrigeração a alta temperatura (~320°C) e pressão (~150 bar). Estas condições provocam ciclos térmicos, vibrações mecânicas e ambientes agressivos, que combinados ou isoladamente são responsáveis pelo aparecimento de mecanismos de degradação, tais como fadiga térmica ou mecânica, corrosão sob tensão, fragilização por neutrons, etc. O envelhecimento dos materiais submetidos a estas condições acontece contínua e ininterruptamente. O conhecimento do histórico de operação das centrais combinado com as propriedades dos materiais permite que decisões com respeito a

reparos, manutenção preventiva ou troca de componentes sejam tomadas da maneira mais segura e econômica para a operação.

A vida útil de uma central PWR é projetada para aproximadamente 40 anos, podendo ser estendida (nos EUA esta extensão tem sido de aproximadamente 20 anos), desde que condições econômicas e de segurança sejam atendidas. A estimativa deste tempo residual de vida deve ter como base a análise de danos acumulados, as causas destes danos e as condições de operação do componente. Entre os mecanismos de danos a que são submetidos muitos componentes dos reatores um dos mais significativos é o fenômeno da corrosão. O emprego de materiais nobres como os aços inoxidáveis e as superligas de níquel impedem o aparecimento da corrosão generalizada; porém estes materiais podem sofrer danos pelos fenômenos de corrosão localizada, tais como, corrosão sob tensão, corrosão intergranular, corrosão por pites e em fendas. As principais variáveis envolvidas nestes fenômenos são aquelas relacionadas às características físico-químicas do refrigerante, a estrutura e as propriedades do material e o estado de tensões a que foi submetido o componente. O controle químico da água de refrigeração é um dos parâmetros operacionais, sendo conseqüentemente muito explorado como opção de soluções de problemas reais ou potenciais destas instalações.

Superligas a base de níquel são conhecidas desde a década de 1930, e utilizadas principalmente em aplicações aeroespaciais e plantas de geração de energia [1,2]. Estas aplicações requerem um material com elevada resistência mecânica, boa resistência à fadiga e à fluência, boa resistência à corrosão e capacidade de operar continuamente em elevadas temperaturas. Trata-se de ligas que contêm de 30% a 75% de níquel, e até 30% de cromo, endurecidas por solução sólida e por precipitação. As ligas endurecidas por solução sólida são geralmente usadas na condição de recozimento. Algumas denominações são Hastelloy-X, Inconel 600, Inconel 617, Inconel 625, etc. As ligas endurecidas por precipitação contêm alumínio, titânio ou nióbio, para causar a precipitação de uma segunda fase durante um apropriado tratamento térmico. Algumas denominações são Astrolloy, Inconel 718, Nimonic 80A, René 41, Udimet 500, Waspalloy, etc.

A corrosão sob tensão de componentes internos ao vaso de pressão, tais como: suportes de elementos combustíveis, tubos-guia de varetas de controle, suportes de instrumentação, bem como os tubos trocadores de calor dos geradores de vapor, etc. construídos com a superliga Inconel 600 podem ser minimizados com mudanças na química da água dos reatores. Como a ELETRONUCLEAR tenciona fazer interferências nestas variáveis e estas precisam ser feitas com as garantias devidas, ela encomendou ao CDTN/CNEN um estudo sobre alguns aspectos destas mudanças. Os trabalhos envolvem a submissão de corpos de prova deste material as condições de operação dos reatores, utilizando uma instalação com temperatura e pressão semelhantes as existentes no núcleo do reator e provida de facilidades para a realização de ensaios de deformação lenta. A resposta do material à variação da química da água quando submetido aos ensaios será uma informação importante para a tomada de decisão quanto a adoção dos procedimentos.

Por outro lado, a caracterização da referida superliga quanto a composição química, microestrutura, propriedades mecânicas convencionais (ensaios de tração e dureza), e estudos mais aprofundados sobre a tenacidade a fratura e a resistência à fadiga devem constituir o passo inicial deste projeto. Assim, o presente trabalho forneceu resultados importantes sobre esta caracterização preliminar.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O material estudado foi uma superliga INCONEL 600, fornecida na forma de chapa de 7 mm de espessura, e cuja composição química está apresentada na Tabela 1. Trata-se de uma liga de níquel endurecida por solução sólida, cuja composição química atende à especificação padronizada [2].

**Tabela 1 - Composição química de chapa de Inconel 600.**

C	S	Fe	Cr	Ni
0.070%	0,0007%	9,46%	13,92%	70,12%

Para a caracterização microestrutural o material foi embutido a quente, polido mecanicamente até pasta de diamante de 1µm e submetido a ataque eletroquímico com solução de ácido fosfórico a 10% num equipamento modelo LECTROPOL, da marca STRUERS.

As propriedades mecânicas convencionais foram determinadas através de ensaios de dureza Vickers, segundo norma NBR 6672, e tração à temperatura ambiente, segundo a norma ASTM E-8M [3]. Os ensaios de dureza realizados foram Dureza Vickers, utilizando um durômetro Wolpert, com um carregamento de 196 N e tempo de ação da força de 30s. Os ensaios de tração foram realizados numa máquina de ensaios universal Instron, com capacidade de 100kN, velocidade da máquina de 2 mm/min.

Os ensaios de tenacidade à fratura e de fadiga foram realizados numa máquina servo-hidráulica MTS de 10 ton, com controle computacional, e aquisição de dados de tamanho de trinca pela técnica da flexibilidade elástica, respectivamente segundo as normas ASTM E-1820 [4] e ASTM E-647 [5]. Corpos-de-

prova do tipo C(T) foram confeccionados no sentido longitudinal de conformação mecânica, com espessura de 7 mm e relação B/W (espessura por largura) igual a 1/4. Os ensaios foram realizados na temperatura ambiente. A Figura 1 mostra um detalhe da montagem de um corpo-de-prova na máquina de ensaios.

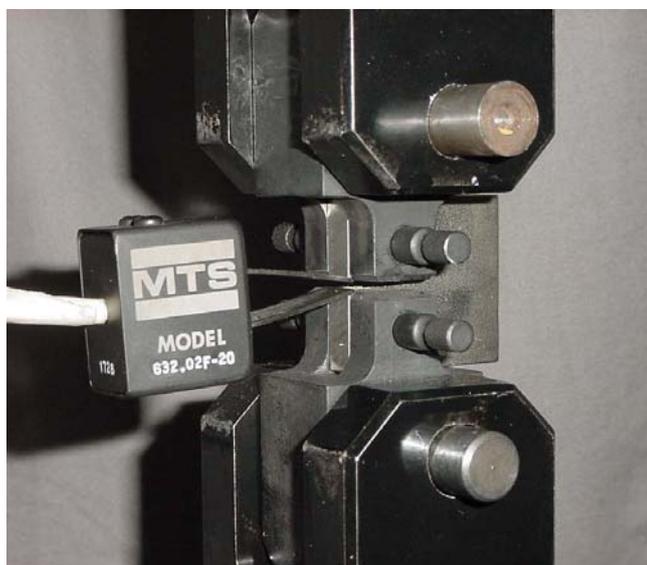


Figura 1: Montagem de um corpo-de-prova na máquina de ensaios.

Os ensaios de tenacidade à fratura tiveram como objetivo a determinação da curva de resistência *integral J* versus incremento de trinca  $\Delta a$  e o valor crítico  $J_i$  de iniciação de crescimento de trinca, pela técnica de apenas um corpo-de-prova. Estes ensaios foram realizados em corpos-de-prova com entalhe lateral de 20% de redução de espessura. Foi determinado também o valor de CTOD de carga máxima. Foram realizados três ensaios, sempre numa velocidade constante de deslocamento de 0,25 mm/min. Os ensaios de fadiga foram realizados para a determinação da taxa de propagação de trinca  $da/dN$  em função da força motriz  $\Delta K$  de propagação de trinca de fadiga, desde o limiar de propagação até a fratura. Foram realizados dois ensaios, para R (razão entre tensões) igual a 0,1, sempre na frequência de 30 Hz. A fratura foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura - MEV, modelo JEOL JSM 5510.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura da superliga estudada está apresentada na Figura 2. Pode-se notar uma estrutura de grão heterogênea. A medida do tamanho de grão foi feita com o analisador de microestrutura Quantykov e apresentou o valor de diâmetro médio igual a 14 $\mu$ m com um desvio padrão de 9 $\mu$ m. Para o Quantykov este grandeza representa o valor do diâmetro de um círculo de área equivalente ao grão analisado. Para este diâmetro tem-se então aproximadamente 6500 grãos/mm<sup>2</sup> ou seja um tamanho de grão próximo a ASTM N°10.

As propriedades mecânicas convencionais estão apresentadas na Tabela 2. Percebe-se uma liga levemente encruada [2].

A tenacidade à fratura está apresentada na Figura 3, através da curva de resistência *integral J* versus  $\Delta a$  (curva média). A Tabela 3 mostra os valores de  $J_i$  e de  $\delta_{max}$  para esta superliga. Observa-se que este material possui uma elevada tenacidade à fratura. Obteve-se também o valor de tenacidade à fratura  $K_{Ic}$ , que é 40,08 MPa $\sqrt{m}$ .

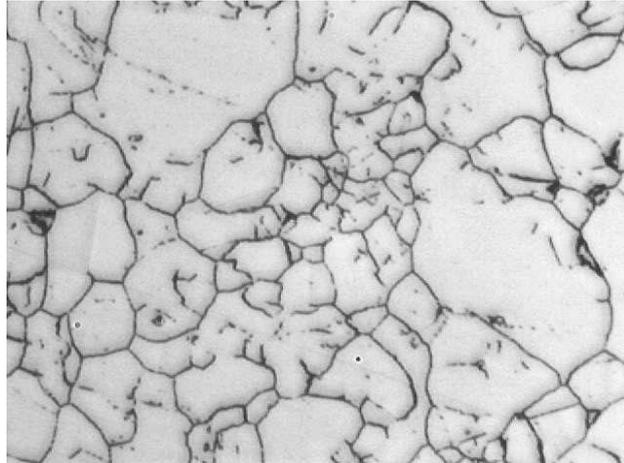


Figura 2 - Microestrutura da superliga Inconel 600, ataque eletrolítico com ácido fosfórico a 10% . (400X)

Tabela 2- Propriedades mecânicas de Inconel 600.

Limite Resistência		Limite Escoamento		Alongamento	Dureza
kgf/mm <sup>2</sup>	MPa	kgf/mm <sup>2</sup>	MPa	%	HV
70,0	687	39,4	386	33,5	224

Tabela 3- Tenacidade à fratura de Inconel 600.

J <sub>i</sub> (kJ/m <sup>2</sup> )	δ <sub>max</sub> (mm)
518,033 ± 73,411	0,846 ± 0,049

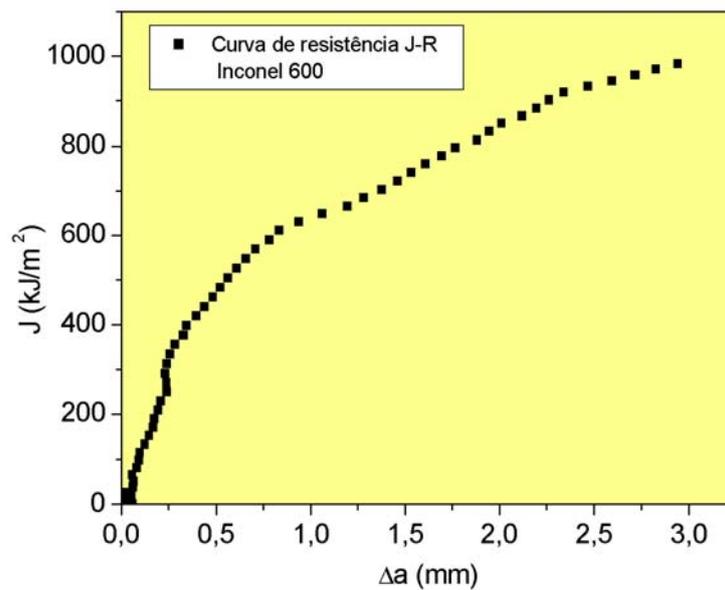
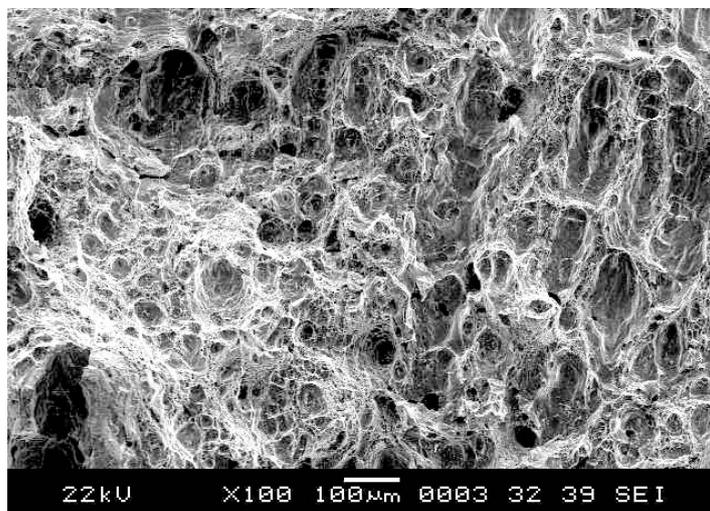
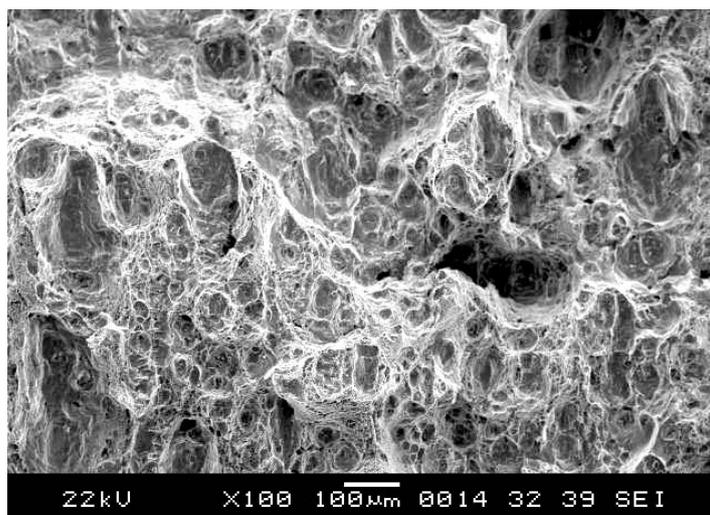


Figura 3: Curva de resistência integral J x incremento de trinca Δa para a superliga Inconel 600.

As Figuras 4 e 5 mostram, respectivamente, as microfratografias dos ensaios de integral J e de CTOD de carga máxima, sempre para um tamanho de trinca 0,5mm à frente do entalhe do corpo-de-prova. Pode-se notar em ambos os casos uma fratura dúctil, com mecanismo de nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades.



**Figura 4:** Microfratografia de ensaio de integral J, 0,5mm à frente do entalhe. 100X.



**Figura 5:** Microfratografia de ensaio de CTOD, 0,5mm à frente do entalhe. 100X.

A Figura 6 mostra uma tentativa de modelamento da curva de resistência, a partir do método da normalização, conforme proposição de Landes e colaboradores [6-9]. Este método foi proposto como uma técnica para obtenção das curvas J-R a partir de registros carga versus deslocamento, sem a necessidade de equipamento para a monitoração automática do crescimento de trinca. Para superligas que trabalham em elevadas temperaturas esta técnica torna-se bastante interessante. O método da normalização é adotado pela ASTM [4]. Recentemente, uma revisão sobre este método foi publicada [10].

No presente caso, observa-se que a previsão do comportamento do material pela normalização conduz a resultados mais conservadores do que o método direto. Resultados semelhantes foram encontrados por Fortes [11] e por Rodrigues [12], indicando que esta metodologia, embora prevista pela ASTM, precisa ser revista e adaptada.

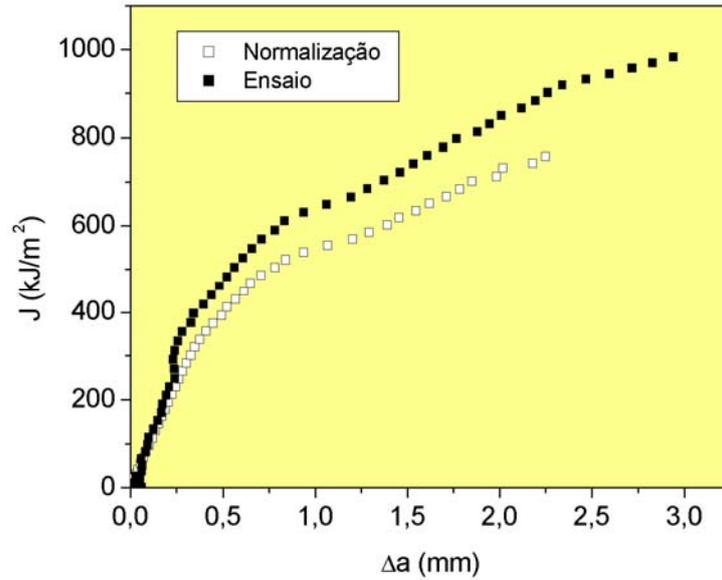


Figura 6: Comparação entre resultados experimentais e a técnica da normalização para a superliga Inconel 600.

A resistência à propagação de trinca de fadiga está mostrada na Figura 7, através da curva de velocidade da trinca  $da/dN$  versus fator cíclico de intensidade de tensões  $\Delta K$ . Para este caso, tem-se um valor do limiar  $\Delta K_{th}$  de  $6,38 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , o que indica um material de relativa elevada resistência à fadiga. Esse valor foi determinado de acordo com a norma ASTM E 647 [5].

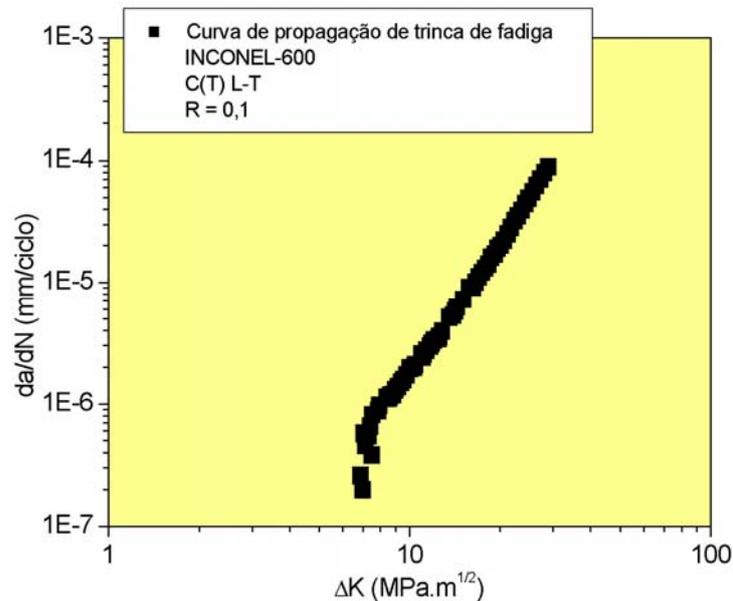
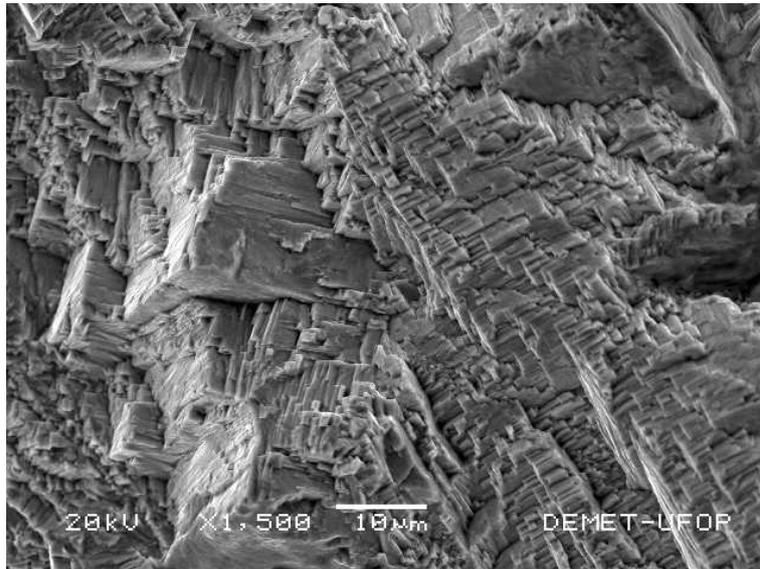


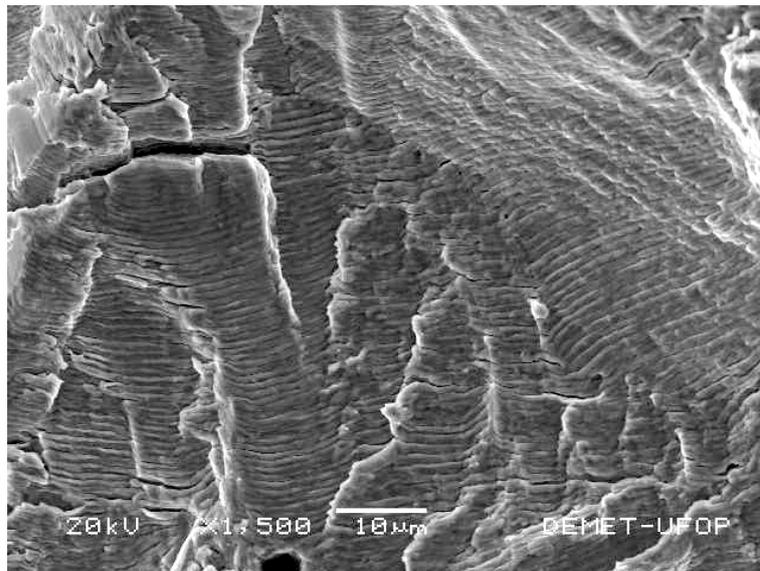
Figura 7: Curva de propagação de trinca de fadiga, superliga Inconel 600.

As Figuras 8 e 9 mostram as microfratografias do ensaio de fadiga, respectivamente para a região do limiar de propagação de trinca ( $da/dN \approx 10^{-7} \text{ mm/ciclo}$ ) e para a região linear de propagação de trinca ( $da/dN \approx 10^{-5} \text{ mm/ciclo}$ ). Observa-se claramente a diferença de morfologia de fratura. Na região do limiar prevalece o mecanismo de propagação cristalográfica e facetada, enquanto que na região linear a propagação envolve o

mecanismo de estrias de fadiga. Esta diferença de comportamento em superligas de níquel tem sido verificada por diversos pesquisadores [13-22].



**Figura 8:** Microfratografia de ensaio de fadiga,  $da/dN \approx 10^{-7}$  mm/ciclo. 1500X.



**Figura 9:** Microfratografia de ensaio de fadiga,  $da/dN \approx 10^{-5}$  mm/ciclo. 1500X.

A Figura 10 mostra o modelamento da curva de propagação de trinca de fadiga, com a utilização dos modelos de Paris e Erdogan [23], Forman et al. [24] e Collipriest [25-26].

O modelo do Paris [23] pode ser descrito como:

$$\frac{da}{dN} = C (\Delta K)^n \tag{1}$$

Onde  $C$  e  $n$  são parâmetros do modelo, sendo que  $C$  representa o ponto onde a reta cruza o eixo das ordenadas e  $n$  representa a inclinação da reta e normalmente varia de 2 a 5.

O modelo do Forman [24] é descrito como:

$$\frac{da}{dN} = \frac{C(\Delta K)^n}{(1-R)K_c - \Delta K} \tag{2}$$

Onde  $C$  e  $n$  são parâmetros do modelo e  $K_c$  é a tenacidade à fratura.

Collipriest [24,25] descreve a taxa de propagação de trinca de fadiga por meio da função tangente hiperbólica inversa como:

$$\text{Log} \frac{da}{dN} = C_1 + C_2 \tanh^{-1} \left[ \frac{\text{Log} \left( \frac{\Delta K^2}{K_{th} K_c (1-R)^2} \right)}{\text{Log} \frac{K_c}{K_{th}}} \right] \tag{3}$$

Onde  $C_1$  e  $C_2$  são parâmetros do modelo. A curva se torna assintótica à faixa de intensidade de tensão crítica,  $(1-R)K_c$ , e à faixa de intensidade de tensão do *threshold*,  $(1-R)K_{th}$ .

Os dois primeiros modelos somente prevêm a região linear de crescimento de trinca e a fratura, e sua extrapolação leva a um valor do limiar  $\Delta K_{th}$  exageradamente conservativo. O modelo de Collipriest prevê as três regiões distintas da curva sigmoïdal, e fornece um valor para  $\Delta K_{th}$  que permite uma economia de material no projeto estrutural, sendo portanto um modelo mais promissor do que os anteriores.

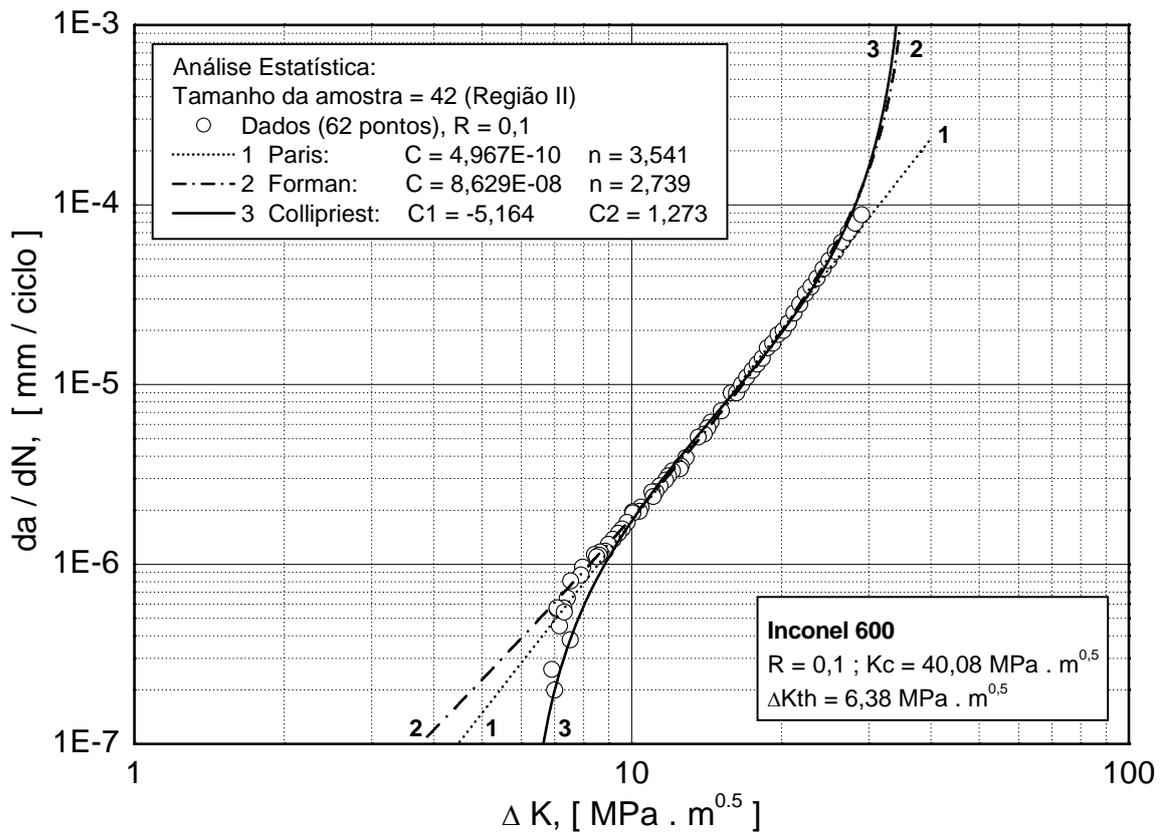


Figura 10: Aplicação de modelos de propagação de trinca de fadiga, superliga Inconel 600.

#### 4 CONCLUSÕES

- 1) A liga Inconel 600 apresentou, na temperatura ambiente, elevados valores para tenacidade à fratura, medidos pela integral J e CTOD.
- 2) A técnica de normalização para obtenção da curva J-R mostrou-se conservadora, necessitando de uma correção.
- 3) A resistência à propagação de trinca da liga Inconel 600 é relativamente elevada.
- 4) O modelo de Collipriest consegue modelar adequadamente a curva sigmoideal de propagação de trinca de fadiga.

#### 5 AGRADECIMENTOS

Ao eng. Sidney Cardoso de Araújo e ao técnico Ivete Estevão dos Santos, pelo apoio laboratorial.

#### 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ANTOLOVICH, B.F., Fatigue and Fracture of Nickel-Base Superalloys, ASM Handbook, Vol. 19, 1996, pp. 854-868.
- [2] BRADLEY, E.F., Superalloys, a Technical Guide, ASM Handbook, 1988, pp.53-74.
- [3] Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, Annual Book of ASTM Standards, Edited by ASTM, 2001.
- [4] Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, ASTM E-1820-01, Annual Book of ASTM Standards, Edited by ASTM, 2001.
- [5] Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM E-647-01, Annual Book of ASTM Standards, Edited by ASTM, 2001.
- [6] LANDES, J.D. e HERRERA, R., A new look at J-R curve analysis, Int. J. Fract., 36(1988)R9-R14.
- [7] HERRERA, R. e LANDES, J.D., A direct J-R curve analysis of fracture toughness tests, J. Test. Eval., 16(1988)427-449.
- [8] HERRERA, R. e LANDES, J.D., Direct J-R curve analysis: a guide to the methodology, ASTM-STP 1074, ASTM, 1990, pp. 24-43.
- [9] LANDES, J.D., ZHOU, Z., LEE, K. e HERRERA, R., Normalization method to develop J-R curves with the LMN Function, J. Test. Eval., 19(1991)305-311.
- [10] CRUZ, J.R.B., Procedimento Analítico para Previsão do Comportamento Estrutural de Componentes Trincados, Tese de Doutorado, IPEN/USP, São Paulo, 1998.
- [11] FORTES, C.J.F.O., Estudo das Metodologias de Integral J e de CTOD aplicadas a um Aço ao Ni-Cr-Mo HY-80, Dissertação de Mestrado, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 1993.
- [12] RODRIGUES, E.M., Avaliação da Tenacidade à Fratura através da Integral J de Dois Aços Bifásicos de Emprego Automobilístico, Dissertação de Mestrado, REDEMAT/UFOP, Ouro Preto, 2003.

- [13] KING, J.E., Effects of grain size and microstructure on threshold value and near-threshold crack growth in powder-formed Ni-base superalloy, *Met. Sci.*, 16(1982)345-355.
- [14] CROMPTION, J.S. e MARTIN, J.W., Crack growth in a single crystal superalloy at elevated temperature, *Metall. Trans.*, 15A(1984)1711-1719.
- [15] YUEN, J.L. e ROY, P.E., Effect of grain size on the near-threshold fatigue crack propagation of a nickel base precipitation hardened superalloy, *Scripta Met.*, 19(1985)17-22.
- [16] KING, J.E., Fatigue crack propagation in nickel-base superalloys – effects of microstructure, load ratio and temperature, *Mater. Sci. Technol.*, 3(1987)750-764.
- [17] LERCH, B.A. e ANTOLOVICH, S.D., Fatigue crack propagation of a single crystalline superalloy, *Metall. Trans.*, 21A(1990)2169-2177.
- [18] REED, P.A.S., GALE, W.F. e KING, J.E., Intrinsic threshold in polycrystalline UDIMET 720, *Mater. Sci. Technol.*, 9(1993)281-287.
- [19] MERCER, C., SOBOYEJO, A.S.O. e SOBOYEJO, W.O., Micromechanisms of fatigue crack growth in a forged INCONEL 618 nickel-based superalloy, *Mater. Sci. Engng.*, A270(1999)308-322.
- [20] PADULLA, S.A., SHYAM, A., RITCHIE, R.O. e MILLIGAN, W.W., High frequency fatigue crack propagation behavior of a nickel-base turbine disk alloy, *Int. J. Fatigue*, 21(1999)725-731.
- [21] MERCER, C., SHADEMAN, S. e SOBOYEJO, W.O., An investigation of the micromechanisms of fatigue crack growth in structural gas turbine engine alloys, *J. Mater. Sci.*, 38(2003) 291-305.
- [22] LUO, J. e BOWEN, P., Small and long fatigue crack growth behaviour of a PM Ni-based superalloy, UDIMET 720, *Int. J. Fatigue*, 26(2004)113-124.
- [23] PARIS, P.C. e ERDOGAN, F., A critical analysis of crack propagation laws, *J. Basic. Engng.*, 85(1960)528-534.
- [24] FORMAN, R.G., KEARNEY, V.E. e ENGLE, R.M., Numerical analysis of crack propagation in cyclic-loaded structures, *J. Basic Engng.*, 89(1967)459-464.
- [25] COLLIPRIEST, J.E., EHRET, R.M. e THATCHER, C., Rockwell International Corporation – Space Division, Report MFS-24447, 1973.
- [26] SWIFT, T., *Damage Tolerance Technology: A Course in Stress Analysis Oriented Fracture Mechanics, Crack Propagation – Phase 2*, Federal Aviation Administration, FAA.