

DANILO EDUARDO FONSECA SOUZA

**EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E DA
SEVERIDADE DO ENTALHE NA SUSCEPTIBILIDADE
À FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO DO INCONEL
718 AVALIADA PELO MÉTODO DE RSL**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2018

DANILO EDUARDO FONSECA SOUZA

**EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS E DA SEVERIDADE DO
ENTALHE NA SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR
HIDROGÊNIO DO INCONEL 718 AVALIADA PELO MÉTODO DE RSL**

Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-graduação em Engenharia Mecânica da
Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos
requisitos para a obtenção do título de **MESTRE EM
ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de
Fabricação.

Orientador: Prof. Dr.-Ing. Sinésio D. Franco

UBERLÂNDIA – MG

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

S729e
2018 Souza, Danilo Eduardo Fonseca, 1981-
Efeito dos tratamentos térmicos e da severidade do entalhe na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio do Inconel 718, avaliada pelo método de RSL [recurso eletrônico] / Danilo Eduardo Fonseca Souza. - 2018.

Orientador: Sinésio Domingues Franco.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Modo de acesso: Internet.
Disponível em: <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2018.1177>
Inclui bibliografia.
Inclui ilustrações.

1. Engenharia mecânica. 2. Ligas (Metalurgia) - Tratamento térmico. 3. Hidrogênio. I. Franco, Sinésio Domingues, 1962-, (Orient.) II. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

CDU: 621

Maria Salete de Freitas Pinheiro - CRB6/1262



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA



ALUNO: Danilo Eduardo Fonseca Souza

NÚMERO DE MATRÍCULA: 11612EMC003

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Materiais e Processos de Fabricação

LINHA DE PESQUISA: Tribologia e Materiais

PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA: NÍVEL MESTRADO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO:

“Efeito dos Tratamentos Térmicos e da Severidade do Entalhe na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio do Inconel 718 Avaliada pelo Método de RSL”

ORIENTADOR: Prof. Dr. Sinésio Domingues Franco

A Dissertação foi **APROVADA** em reunião pública, realizada na Sala de Reuniões do Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste - Bloco 5F, Campus Santa Mônica, em 28 de junho de 2018, às 08:30 horas, com a seguinte Banca Examinadora:

NOME

Prof. Dr. Sinésio Domingues Franco

Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia

Dr. Marcelo Torres Piza Paes

ASSINATURA

UFU 

UFU 

Petrobras 

Uberlândia, 28 de junho de 2018

Dedico este trabalho aos meus pais, Carlos e Marlice.

*“Don’t spend time beating on a wall,
hoping to transform it into a door.” – Coco Chanel*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à minha família. Aos meus pais, Carlos e Marlice, por me apoiarem na decisão de realizar este mestrado e por estarem sempre ao meu lado. Aos meus irmãos Fernando, Cyro e Carlinhos pelos momentos divertidos e companheirismo. Amo vocês.

Ao professor Sinésio Domingues Franco por me receber no LTAD, pela dedicação e empenho com que me orientou no desenvolvimento do trabalho e na elaboração da dissertação. Agradeço por todo o aconselhamento, pela disponibilidade e pela motivação na busca pela excelência dos resultados.

À PETROBRAS pelo apoio financeiro e à equipe do CENPES, engenheiros Marcelo Torres Piza Paes, Francisco Francelino Ramos Neto e Daniel Correia Freire Ferreira pelo acompanhamento e disponibilidade para discussão de resultados e sugestões para a pesquisa.

À CAPES e à Petrobras pela bolsa concedida.

Ao Engenheiro Henry Fong Hwang pelo acompanhamento e supervisão de todo o trabalho, pelas sugestões e pela bondade e paciência ao lidar com questões relacionadas a recursos humanos.

Ao professor Rafael Ariza Gonçalves por toda a ajuda com os tratamentos térmicos, pelas sugestões ao longo do trabalho e por sempre estar disponível para uma conversa leve e agradável sobre a vida fora dos escopos da Engenharia. Muitíssimo obrigado, Mestre!

À Professora Rosenda Valdés Arencibia pela importantíssima ajuda com os modelos de cálculo das incertezas de tudo o que foi medido neste trabalho.

Aos Engenheiros do LTAD Raphael Resende Pires, Dênis Soares de Freitas, Juliano Oséias de Moraes e Fernando Buiatti Rodrigues. Aos técnicos Paulo Vitor Cardoso Cunha, Afrânio Vieira dos Santos Filho, Fabrício Quadros da Cruz, Flavio Alves dos Santos e Sandra Aparecida Rocha. Sem a contribuição deste incansável time de engenheiros e técnicos a conclusão deste trabalho seria infinitamente mais difícil.

À técnica de laboratório do LTAD Ângela Maria da Silva Andrade por me ajudar, com muita paciência e boa vontade, a resolver problemas que se arrastavam por meses em apenas algumas semanas.

Aos meus colegas de Pós-Graduação Guilherme Freitas Melo, Luiz Fernando Maia, Marcus Vinicius e Edja Moura pelo companheirismo e pelos momentos divertidos.

Agradecimentos especiais eu quero dar aos meus também colegas da Pós-Graduação Guilherme Antonelli Martiniano pela amizade, paciência e ajuda na condução dos ensaios e análise dos resultados do RSL, José Eduardo Leal, uma das mentes mais brilhantes e inquietas com quem já tive o prazer de trabalhar, pela ajuda com o desenvolvimento da análise de curvas do RSL que resultou no antológico “PthFinder” e Frederico Costa Souza pelas elucubrações filosóficas e jam sessions divertidíssimas pelos bares da vida na noite Uberlandense.

Agradecimento mais que especial à engenheira e mestre Abgail Paula Pinheiro pelo carinho, atenção e apoio na reta final deste projeto. Se não fosse pela sua alegria e energia tudo certamente teria sido diferente.

Agradeço também aos muchachos colombianos e companheiros de república David Marcucci e Edwin Cárdenas por me ajudarem com meu portunhol e pelos momentos divertidos que passamos juntos. Acredito que a convivência tenha sido um grande aprendizado para todos nós!

Ao estagiário Alan Rogério Barreto Pires por toda a ajuda, bom humor, disponibilidade e prestatividade ao longo dos meses em que estive sob a minha batuta. Este menino certamente vai longe.

Aos meus amigos de Montes Claros residentes na maravilhosa cidade de Uberlândia, Roberto Wagner e Camilo Brandão, pela companhia nas tardes de domingo e nos jogos do Cruzeiro.

A quem mais eu possa ter me esquecido, deixo aqui as minhas desculpas e meus sinceros agradecimentos. À todos os que me ajudaram e mesmo aos que me viraram as costas pelo caminho, o meu muito obrigado!

Finalizo esta seção de agradecimentos com as palavras de Mike Myatt: *"While I take complete responsibility for all my failures and shortcomings, I take very little credit for my own success. Virtually all of the good things that have happened to me over the years have been the result of the collaborative efforts of many."*

SOUZA, D. E. F. **Efeito dos tratamentos térmicos e da severidade do entalhe na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio do Inconel 718, avaliada pelo método de RSL**. 2018. 204 p. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.

Resumo

O hidrogênio, por ser o menor átomo existente, pode se difundir para dentro da microestrutura dos materiais, gerando tensões internas e, através de mecanismos complexos, levar à fratura prematura de componentes estruturais. Este fenômeno, afeta os principais grupos de ligas metálicas utilizados na indústria, desde aços até ligas de níquel super resistentes à corrosão, como o Inconel 718. O presente estudo investigou a influência dos tratamentos térmicos de envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718, assim como o efeito da severidade do raio de arredondamento do entalhe na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio utilizando o método de RSL (*Rising Step Load*), previsto na norma ASTM F1624. Para determinar a força limite invariante (P_{th}), foi proposto um método baseado na diferença entre a força de teste e a força prevista (setpoint) para um determinado patamar. Foram utilizados corpos de prova com entalhes com raio 250 μm , como previsto na norma ASTM F519 (ASTM, 2013), e de 80 μm , não normatizado com o objetivo de aumentar o fator de concentração local de tensões. O Inconel 718 foi submetido a dois tratamentos térmicos diferentes. No primeiro, baseado na norma API 6A CRA (2015), a qual traz as especificações para utilização do Inconel 718 em componentes submarinos, a solubilização foi feita a 1040 °C por 2 horas e o envelhecimento foi feito a 765 °C e 785 °C por 6 horas, obtendo-se microestruturas com pequenas plaquetas de fase δ nos contornos de grão e durezas de 34 e 37 HRC, respectivamente. O segundo tratamento térmico foi baseado na norma ASTM B637 (2015), sendo solubilizado a 1010 °C por 1 hora e envelhecido em dois patamares de temperatura sequenciais de 718 °C, por 8 horas, e 621 °C por, também, 8 horas, obtendo-se um material com dureza de 40 HRC e contornos de grão sem a presença perceptível de fase δ . Os materiais com raio crítico de 80 μm e fase δ nos contornos de grão mostraram-se mais susceptíveis à fragilização por hidrogênio, quando ensaiados pelo método RSL sob potencial catódico de -1,2 $V_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ em solução aquosa de NaCl 3,5 % em comparação a seus pares com raio de 250 μm .

Palavras-chave: rising step load, Inconel 718, tratamentos térmicos, proteção catódica, fragilização por hidrogênio.

SOUZA, D. E. F. **Effect of heat treatment and notch severity on the susceptibility to hydrogen embrittlement of Inconel 718 evaluated by the RSL method.** 2018. 204 p. Dissertation – Master in Mechanical Engineering, Federal University of Uberlândia, Uberlândia, MG.

Abstract

Hydrogen, the smallest existing atom, can diffuse into the microstructure of materials, generating internal stresses and, through complex mechanisms, lead to premature fracture of structural components. This phenomenon affects the main groups of metal alloys used in the industry, from steels to nickel based corrosion-resistant alloys such as Inconel 718. The present study investigated the influence of ageing heat treatments on the microstructure and mechanical properties of the Inconel 718 superalloy, as well as the effect of notch roundness on the susceptibility to hydrogen embrittlement using the Rising Step Load (RSL) method, as predicted by ASTM F1624 standard. To determine the invariant threshold load (P_{th}), a method based on the difference between the test load and the predicted load (setpoint) was proposed for a given baseline load. Test coupons fabricated with notches with a 250 μm radius, as provided by ASTM F519 (ASTM, 2013) standard, were used as well as 80 μm , not standardized, in order increase the local stress concentration factor. Inconel 718 was subjected to two different heat treatments. In the first one, based on the API 6A CRA (2015) standard, which provides specifications for Inconel 718 use in subsea components, the solubilization was carried out at 1040 $^{\circ}\text{C}$ for 2 hours and the aging was done at 765 $^{\circ}\text{C}$ and 785 $^{\circ}\text{C}$ for 6 hours, obtaining microstructures with small platelets of δ phase at grain boundaries and hardness of 34 and 37 HRC, respectively. The second heat treatment was based on ASTM B637 (2015), solubilized at 1010 $^{\circ}\text{C}$ for 1 hour and aged at two sequential temperature levels of 718 $^{\circ}\text{C}$ for 8 hours and 621 $^{\circ}\text{C}$ for also 8 hours, a material with a hardness of 40 HRC and grain boundaries without noticeable amount of δ phase was obtained. Materials with a notch radius of 80 μm and δ phase in the grain boundaries were found more susceptible to hydrogen embrittlement when tested by the RSL method with a cathodic potential of -1.2 VAg / AgCl in 3.5 % aqueous NaCl solution compared to their peers with a radius of 250 μm .

Keywords: rising step load, Inconel 718, heat treatments, cathodic protection, hydrogen embrittlement.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1 – Micrografia feita em MEV mostrando plaquetas de fase δ , pequenos discos de fase γ'' e estrutura de formato globular, representando a fase γ' . Região empobrecida de fases γ' e γ'' nas proximidades onde a fase δ é nucleada (AZADIAN et al., 2001)..... 7
- Figura 2.2 – Morfologia dos carbonetos de Nióbio e nitretos de Titânio no Inconel 718 (DEMETRIOU et al., 2017). 8
- Figura 2.3 – Precipitados γ' e γ'' próximos a uma região onde ocorreu depleção de fase γ'' levando à formação de fase δ (DEMETRIOU et al., 2017 modificado)..... 9
- Figura 2.4 – Diagrama de Tempo-Temperatura-Transformação do Inconel 718 (XIE et al., 2005 modificado). 11
- Figura 2.5 – Contorno de grão e microestrutura para diferentes tempos de tratamento térmico do Inconel 718. a) T = 765 °C, 6 h. (elaborada pelo autor) e b) 900 °C, 24 h (ANDERSON et al., 2017)..... 12
- Figura 2.6 – Interações do hidrogênio com a microestrutura dos materiais metálicos (WANHILL et al., 2011)..... 14
- Figura 2.7 - Representação esquemática do mecanismo de Decoção (HEDE). (a) hidrogênio no reticulado. (b) hidrogênio adsorvido. (c) hidrogênio na interface partícula-matriz (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado); d) decoção intergranular em aço AISI 4130 temperado e revenido causada pelo hidrogênio (ASM METALS HANDBOOK, 2001)..... 16
- Figura 2.8 – a) Representação esquemática do mecanismo de Plasticidade Localizada (HELP). (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado); b) microfacetas de clivagem e decoções intergranulares ao longo de contornos de grão em Inconel 718 (FOURNIER; DELAFOSSE; MAGNIN, 1999). 17
- Figura 2.9 – a) Facetas de clivagem produzidas em monocristais de liga de Fe_{2,6} %Si em ensaio de baixa taxa de deformação, permeado com hidrogênio gasoso (101 kPa) a 25 °C

(LYNCH, 2007). b) Representação esquemática do mecanismo de Emissão de Discordâncias Induzida por Adsorção (AIDE) (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado).....	18
Figura 2.10 – a) Desenho esquemático da fratura de hidretos (LYNCH, 2007, modificado) e b) Campo de hidretos à frente da trinca (SOFRONIS et al., 2001, modificado).....	19
Figura 2.11 – Mecanismo de difusão e absorção do hidrogênio (HERRING, 2010, modificado).	21
Figura 2.12 – Variação da carga de ruptura em meio agressivo em função da carga de ruptura ao ar com o potencial catódico aplicando em dois aços de alto teor de carbono (PARKINS et al., 1982 modificado).....	22
Figura 2.13 – Interstícios octaédricos para estruturas atômicas a) cúbica de faces centradas b) cúbica de corpo centrado (LANDOLT, 1993, apud, STROE, 2006.).	23
Figura 2.14 - Desenho esquemático do ensaio de RSL (MARTINIANO, 2016).....	26
Figura 2.15 – Variação da força limite (P_{th}) em função da dureza superficial de corpos de prova fabricados em aço 4140 beneficiado, ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl (MARTINIANO, 2016b).....	28
Figura 2.16 – Efeito do teor de elementos de liga na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio para aços ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl. Os pontos vermelhos representam o aço 4140 beneficiado (NANNINGA, 2005, modificado).....	28
Figura 2.17 – Perfil de tensões hidrostáticas em função da distância da raiz do entalhe. a) Perfil de tensões para condição de controle de carga. b) Perfil de tensões para condição de controle de deslocamento (TORIBIO; AYASO, 2013, modificado).	29
Figura 2.18 – a) Discordâncias em movimento no interior de um grão de uma liga de titânio (ROBERTSON et al., 2015). b) Representação esquemática de átomos de hidrogênio interagindo com uma discordância, formando uma atmosfera (ROSADO, 2011 apud THOMPSON, 1980, modificado).....	30
Figura 2.19 – Tensão no entalhe para corpos de prova ensaiados ao ar e carregadas com hidrogênio mostrando o efeito da dureza na fragilização por hidrogênio de corpos de prova de aço temperados e revenidos (NANNINGA et al., 2010 apud MARTINIANO, 2016 modificado).	32

Figura 3.1 – Estojo de fixação, como recebido.....	33
Figura 3.2 - Amostra retirada do estojo de fixação para análise da composição química do material recebido.	34
Figura 3.3 - Layout da orientação dos corpos de prova à partir de tubos ou barras cilíndricas segundo a norma E399 (ASTM, 2013).....	35
Figura 3.4 - Dimensões e layout de corte para a amostra com raio de entalhe de 250 micrometros, segundo a norma ASTM F519 (ASTM, 2013).....	35
Figura 3.5 – Dimensões e layout de corte para a amostra com raio de entalhe de 80 micrometros.....	36
Figura 3.6 - Medição do raio de arredondamento do entalhe utilizando o software AxioVision®.	36
Figura 3.7 - Lote de corpos de prova utilizado na etapa de tratamentos térmicos. Cada lote compunha-se de seis espécimes para ensaios de RSL e 3 espécimes para ensaios de tração.	38
Figura 3.8 - Ensaio de dureza Rockwell C em um corpo de prova usado nos ensaios de RSL.	39
Figura 3.9 - Layout de extração e dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.	40
Figura 3.10 - Célula de carga HBM de 1 kN, modelo U2B.	41
Figura 3.11 - Encoder rotativo utilizado no equipamento de RSL (MARTINIANO, 2016).	41
Figura 3.12 - Desenho esquemático do equipamento de carregamento progressivo ilustrando as forças atuantes em um corpo de prova devido à aplicação de uma força F_a (MARTINIANO, 2016).	43
Figura 3.13 - Representação esquemática das grandezas envolvidas no cálculo de d_6	44

Figura 3.14 - Perfil de carregamento e de descarregamento utilizados na etapa de validação dos adaptadores de corpos de prova de seção de 10x10 mm ² .	45
Figura 3.15 - Montagem do ensaio de validação dos adaptadores para corpos de prova de 10x10 mm ² , mostrando com extensômetros conectados em ponte completa.	46
Figura 3.16 - Curva do ensaio de RSL apresentando 20 patamares de carga para um corpo de prova de Inconel 718 com raio de arredondamento de entalhe de 80 µm.	47
Figura 3.17 - Detalhe do 2º patamar de carga com duração de 7 horas para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 µm.	48
Figura 3.18 - Detalhe do 19º patamar de carga com duração de 14 horas para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 µm.	48
Figura 3.19 - Representação esquemática das dimensões da amostra utilizada nos testes de validação dos adaptadores do RSL.	50
Figura 3.20 - Sistema de controle do potenciostato (MARTINIANO, 2016).	55
Figura 4.1 - Tensões medidas pelos strain gauges ligados em ponte completa e calculadas pelo software do equipamento utilizado neste trabalho para validação dos adaptadores.	59
Figura 4.2 - Erro entre a tensão calculada pelo RSL e a tensão medida pelos extensômetros.	59
Figura 4.3 - Microestrutura obtida por microscopia ótica do Inconel 718 como recebido; microscopia ótica (MO).	61
Figura 4.4 - Precipitado de fase δ.	62
Figura 4.5 - Espectro obtido via EDS de precipitado de fase δ com picos característicos de níquel e nióbio.	63
Figura 4.6 - Análise microestrutural do Inconel 718 como recebido feita em MEV. Presença de plaquetas espessas de fase δ e precipitado de NbC nos contornos de grão.	64
Figura 4.7 - Precipitado com formato poligonal de nitreto de titânio (TiN).	64
Figura 4.8 - Espectro obtido via EDS de precipitado com picos característicos de titânio.	65

Figura 4.9 - Precipitado com formato aproximadamente esferoidal de carboneto de nióbio (NbC).....	65
Figura 4.10 - Espectro obtido via EDS de precipitado com picos característicos de nióbio. .	65
Figura 4.11 – Perfil de microdureza Vickers (HV 0,1) para o material como recebido.....	67
Figura 4.12 - Região de altamente deformada na raiz do filete do estojo.....	67
Figura 4.13 - Nitreto de titânio contornado por pequenas plaquetas de fase δ	68
Figura 4.14 – a) Material como recebido. Microestrutura obtida para os materiais após os tratamentos térmicos. b) TTA. c) TTB. d) TTC.	74
Figura 4.15 – a) Contornos de grão do Inconel 718 contendo precipitados de fase δ . b) Detalhe do contorno de grão mostrando fase δ e pequena área exaurida de fases γ' e γ'' para a condição de tratamento térmico A; MEV.	74
Figura 4.16 – a) Contornos de grão do Inconel 718 contendo precipitados de fase δ para a condição de tratamento térmico B. b) Detalhe do contorno de grão mostrando fase δ ; MEV.	75
Figura 4.17 – Imagem de MEV para o tratamento térmico A, mostrando a fase δ no contorno de grão e precipitados grosseiros de fases γ' e γ'' uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718	75
Figura 4.18 - Imagem de MEV para o tratamento térmico B, mostrando a fase δ no contorno de grão e precipitados finos de fases γ' e γ'' , uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718.	76
Figura 4.19 - Imagem de MEV para a condição de tratamento térmico C mostrando ausência da fase δ no contorno de grão e precipitados finos de fases γ' e γ'' uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718.....	77
Figura 4.20 – Perfil tridimensional do comprimento do entalhe onde foi realizada interferometria. a) Raio de 80 μm b) Raio de 250 μm	79
Figura 4.21 – Variação da força limite (Pth) em função da dureza superficial de corpos de prova feitos em aço 4140 beneficiado ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl (MARTINIANO, 2016b).....	81

Figura 4.22 – Gráfico mostrando os efeitos do teor de elementos de liga na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio para aços ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl. Os pontos vermelhos representam o aço 4140 beneficiado (NANNINGA, 2005).	81
Figura 4.23 – Raio de arredondamento do entalhe de 80 μm	82
Figura 4.24 – Raio de arredondamento de 250 μm	82
Figura 4.25 – Identificação das faces do corpo de prova para medição das tolerâncias de orientação.....	84
Figura 4.26 – Força máxima obtida nos ensaios de fratura rápida para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm	85
Figura 4.27 - Força obtida nos ensaios de fratura rápida para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm	86
Figura 4.28 – Comparativo do ensaio de fratura rápida para o material com dureza de 37 HRC. Taxa de carregamento igual a 9 MPa/s.....	86
Figura 4.29 – Comparativo do ensaio de fratura rápida para o material com dureza de 40 HRC. Taxa de carregamento para raio de 80 μm igual a 9 MPa/s e taxa de carregamento para raio de 250 μm igual a 6 MPa/s.	87
Figura 4.30 – Análise da curva do primeiro ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm	89
Figura 4.31 - Análise da curva do segundo ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm	90
Figura 4.32 - Análise da curva do terceiro ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm	91
Figura 4.33 - Resultados da análise dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm utilizando o método matemático desenvolvido.....	91

Figura 4.34 – Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm	92
Figura 4.35 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm	93
Figura 4.36 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm	94
Figura 4.37 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm	96
Figura 4.38 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm	96
Figura 4.39 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm	97
Figura 4.40 – Comparativo da porcentagem da força limite invariante para diferentes durezas e raios de entalhe obtidas do corpo de prova onde o Pth foi determinado.	98
Figura 4.41 – Perfil de carregamento e força medida no ensaio de validação para corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de entalhe de 80 μm	99
Figura 4.42 - Perfil de carregamento e força medida no ensaio de validação para corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de entalhe de 250 μm	100
Figura 4.43 – Face lateral dos corpos de prova. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm . .	100
Figura 4.44 – Formação de pequenas trincas em região próxima à face da amostra. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm	101
Figura 4.45 – Formação de trincas descontínuas. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm	101
Figura 4.46 – Detalhe da região central do entalhe com raio de 80 μm mostrando a formação contínua de trincas.	102
Figura 4.47 - Detalhe da região central do entalhe com raio de 250 μm mostrando a formação contínua de trincas.	102

Figura 4.48 – Superfície de fratura do ensaio de fratura rápida para o corpo de prova com dureza 37 HRC, MEV.	103
Figura 4.49 – Carbonitreto fraturado encontrado na superfície de fratura do ensaio de fratura rápida para corpo de prova de 37 HRC.....	104
Figura 4.50 – Aspecto geral da trinca em corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe obtida no MEV; a) 80 μm e b) 250 μm	105
Figura 4.51- Superfície de fratura mostrando a transição entre a fratura frágil e a fratura dúctil, MEV, corpo de prova de dureza de 37 HRC, raio do entalhe de 80 μm	106
Figura 4.52 – Profundidade de fratura frágil para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm e dureza 37 HRC, MEV.	107
Figura 4.53 – Profundidade de fratura frágil para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm e 250 μm	108
Figura 4.54 – Fratura intergranular e pequenas marcas de fratura transgranular no corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV, a) vista geral e b) detalhe.....	109
Figura 4.55 - Fratura intergranular e pequenas marcas de fratura transgranular no corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV; a) vista geral e b) detalhe.....	110
Figura 4.56 - Fratura intergranular e marcas de fratura transgranular para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV.....	111
Figura 4.57 – Detalhe de região onde se observa a) fratura intergranular e zonas com características de fratura transgranular e b) fratura predominantemente transgranular. Dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 μm , MEV.	112
Figura 4.58 – Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura intergranular e zonas com características de fratura transgranular e b) detalhe fratura transgranular; MEV.....	114

Figura 4.59 - Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura intergranular e pequenas regiões com características de fratura transgranular e b) detalhe fratura integranular; MEV. 115

Figura 4.60 - Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura transgranular e coalescimento de microcavidades e b) detalhe fratura transgranular por clivagem; MEV..... 117

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Especificação da composição química típica do Inconel 718 dada em porcentagem em peso (%).	6
Tabela 2.2 - Parâmetros de tratamento térmico segundo a norma API 6A CRA (2015).	10
Tabela 2.3 - Parâmetros de tratamento térmico segundo a norma ASTM B637 (2015).	10
Tabela 2.4 - Propriedades mecânicas do Inconel 718 para aplicações na área de óleo e gás.	13
Tabela 2.5 – Coeficiente de difusão de hidrogênio para diferentes materiais à temperatura ambiente (ROSADO, 2011).	24
Tabela 2.6 – Métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio utilizados em materiais aplicados à área de óleo e gás (KAGAY, 2016)	27
Tabela 3.1 - Parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos do Inconel 718.	38
Tabela 3.2 –Taxas de carregamento e de deformação em função do tempo de patamar.	42
Tabela 3.3 - Procedimentos de lixamento e de polimento na preparação de amostras utilizadas na análise metalográfica.	56
Tabela 4.1 - Composição química dos estojos de Inconel 718 analisados (% peso).	61
Tabela 4.2 - Resultados do ensaio de tração do estojo de Inconel 718 como recebido	66
Tabela 4.3 - Resultados de dureza Vickers no núcleo das amostras do material como recebido.	69
Tabela 4.4 – Sumário de resultados dos ensaios de tração e o desvio padrão para os tratamentos térmicos realizados.	70

Tabela 4.5 - Requisitos mínimos de propriedades mecânicas para o Inconel 718 (API 6A CRA, 2015).	70
Tabela 4.6 – Dureza Rockwell C média dos corpos de prova de controle para cada tratamento térmico.	71
Tabela 4.7 – Tamanho de grão para o Inconel 718.....	72
Tabela 4.8 – Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para uma face de corpo de prova retificado.	78
Tabela 4.9 - Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para o entalhe de 80 μm	79
Tabela 4.10- Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para o entalhe de 250 μm	80
Tabela 4.11 – Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTA, 34 HRC, R80.....	83
Tabela 4.12 - Dimensões e tolerâncias para o CP2, TTB1, 37 HRC, R80.....	83
Tabela 4.13 - Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTB2, 37 HRC, R250.....	83
Tabela 4.14 - Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTC2, 40 HRC, R80	83
Tabela 4.15 – Comparativo da força máxima obtida nos ensaios de fratura rápida.	88
Tabela 4.16 – Comparativo de tensão máxima obtida nos ensaios de fratura rápida.....	88
Tabela 4.17 – Comparativo de propriedades mecânicas para materiais que não apresentaram fase δ nos contornos de grãos.....	95
Tabela 4.18 – Sumário de resultados dos ensaios de RSL.....	98

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

Símbolos Latinos:

b	Largura da amostra
D	Distâncias medidas
\bar{D}	Média aritmética das distâncias medidas
d_1	Distância vertical entre o rolete direito e o centro de giro do braço de carregamento
d_2	Distância vertical entre o rolete esquerdo e o centro de giro do braço de carregamento
d_3	Distância horizontal entre o rolete superior e o centro de giro do braço de carregamento
d_6	Distância entre o rolete inferior do braço de carregamento e o rolete superior do suporte inferior da amostra
d_{A1}	Distância entre a base do adaptador e o centro do rolete inferior do adaptador
d_{A2}	Distância entre o topo do adaptador e o centro do rolete superior do adaptador
d_B	Distâncias entre roletes do braço
d_{SI}	Distâncias entre roletes do suporte inferior
F	Força medida pela célula de carga
F_a	Força aplicada pelo atuador
\bar{F}_{CF}	Média aritmética das forças lidas pela célula de carga
F_{RSL}	Força medida pelo equipamento RSL
$F_{setpoint}$	<i>Input</i> da força que deve ser alcançada em cada patamar no ensaio de RSL
F_1	Força de reação no rolete esquerdo do braço de carregamento
F_2	Força de reação no rolete direito do braço de carregamento
F_3	Força de reação no rolete superior do braço de carregamento
F_4	Força de reação no rolete esquerdo do suporte inferior da amostra
F_5	Força de reação no rolete direito do suporte inferior da amostra
F_6	Força de reação no rolete inferior do suporte inferior da amostra
h	Altura da raiz do entalhe à base da amostra
H	Medida de dureza para os corpos de prova

\bar{H}	Média aritmética dos valores medidos de dureza
k	Fator de abrangência
K_{th}	Fator de concentração de tensões limite
L_{CP}	Comprimento da amostra
\bar{L}	Média aritmética do comprimento da amostra
P_{FFS}	Força de fratura rápida
P_{MAX}	Força máxima do ensaio de RSL
P_{th}	Força limite de ruptura ou força limite invariante
r	Raio do entalhe da amostra
u_c	Incerteza padrão combinada
$U_{95\%}$	Incerteza expandida com abrangência de 95 %

Símbolos Gregos:

ΔAI	Correção associada ao aumento da lente do projetor de perfil
ΔE_A	Correção associada ao erro de apalpamento da MMC
ΔF	Delta de força
$\Delta F(p)$	Força média calculada para um patamar de carga
$\Delta Hist_F$	Correção associada à histerese apresentada pela célula de carga quando submetida à tração
ΔIC_P	Correção associada à incerteza de calibração do paquímetro digital
ΔIC_e	Correção associada à incerteza de calibração do <i>encoder</i>
ΔIC_F	Correção associada à incerteza de calibração da célula de carga
ΔIC_G	Correção associada à incerteza de calibração do goniômetro do projetor de perfil
ΔIC_H	Correção associada à incerteza de calibração do durômetro
ΔIC_{PF}	Correção associada à incerteza de calibração projetor de perfil
ΔIC_{MMC}	Correção associada à incerteza de calibração da máquina de medir por coordenadas
ΔIC_R	Correção associada à incerteza de calibração da régua
ΔIC_T	Correção associada à incerteza de calibração do traçador de alturas
ΔLin_F	Correção associada ao desvio de linearidade apresentado pela célula de carga quando submetida à tração
ΔP	Desvio de paralelismo do paquímetro digital
ΔR_e	Correção associada à resolução do <i>encoder</i>

ΔR_F	Correção associada à resolução da célula de carga
ΔR_G	Correção associada à resolução do goniômetro do projetor de perfil
ΔR_H	Correção associada à resolução do durômetro
ΔR_L	Correção associada à resolução do eixo Y do projetor de perfil
ΔR_p	Correção associada à resolução do paquímetro digital
ΔR_{MMC}	Correção associada à resolução da máquina de medir por coordenadas
ΔR_{PF}	Correção associada à resolução do projetor de perfil
ΔR_T	Correção associada à resolução do traçador de alturas
ΔT	Afastamento da temperatura ambiente em relação à temperatura de referência
α_E	Coeficiente de expansão térmica das escalas da MMC
α_{Pe}	Coeficiente de expansão térmica do material da peça
δ	Fase delta (Ni_3Nb) - Ortorrômico
δT	Variação da temperatura durante as medições
γ'	Fase gama linha ($Ni_3(Al,Ti)$) - CFC
γ''	Fase gama duas linhas (Ni_3Nb) - TCC
θ	Ângulo medido pelo encoder
$\bar{\theta}$	Média aritmética dos ângulos medidos pelo <i>encoder</i>
\varnothing_{A1}	Diâmetro do rolete inferior do adaptador
\varnothing_{A2}	Diâmetro do rolete superior do adaptador
\varnothing_B	Diâmetro do rolete superior do braço do RSL
σ	Tensão mecânica na amostra
σ_{th}	Tensão mecânica limite
$\sigma_{extensômetro}$	Tensão mecânica na amostra lida pelo extensômetro
σ_{RSL}	Tensão mecânica na amostra calculada pelo software do RSL

Siglas e abreviaturas:

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BTD	Baixa taxa de deformação
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Faces Centradas
CG	Contorno de Grão
CPPMA	Carregamento em Patamares Progressivo sob Meio Assistido
EDS	<i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i>

FEG	<i>Field Emission Gun</i>
FFS	<i>Fast Fracture Strength</i> ou Força de Fratura Rápida
GUM	<i>Guide to the expression of uncertainty in measurement</i>
HRC	Dureza Rockwell C
HE	<i>Hydrogen Embrittlement</i>
HV	Dureza Vickers
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MMC	Máquina de medir por coordenadas
PF	Projetor de Perfil
RSL	<i>Rising Step-Load</i>
SCC	Trinca de corrosão sob tensão
SFH	Susceptibilidade à fragilização por hidrogênio
Tensão_FFS	Tensão calculada à partir da força máxima do ensaio de fratura rápida
Tensão_H	Tensão calculada à partir da força limite invariante nos ensaios hidrogenados
TT	Tratamento Térmico

SUMÁRIO

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1. A superliga Inconel 718®.....	5
2.2. Tratamentos térmicos para a superliga Inconel 718®.....	9
2.2.1. Inconel 718® para aplicações da área de óleo e gás.....	12
2.3. Fragilização por hidrogênio.....	13
2.4. Mecanismos de fragilização por hidrogênio.....	15
2.4.1. <i>Teoria da Decoesão – HEDE (Hydrogen Enhanced Decohesion)</i>	15
2.4.2. <i>Teoria da Plasticidade Localizada – HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity)</i>	16
2.4.3. <i>Teoria da Emissão de Discordâncias Induzida por Adsorção – AIDE (Adsorption Induced Dislocation Emission)</i>	17
2.4.4. <i>Formação de Hidretos</i>	18
2.5. Fontes de hidrogênio.....	20
2.5.1. <i>Proteção catódica como fonte de hidrogênio</i>	20
2.6. Difusão e transporte de hidrogênio.....	22
2.6.1. <i>Difusão e aprisionamento do hidrogênio no Inconel 718</i>	24
2.7. Métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.....	25
2.7.1. <i>RSL como métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio</i>	26
2.8. Efeito dos parâmetros de ensaio na susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.....	29
2.8.1. <i>Efeito da severidade do entalhe</i>	29
2.8.2. <i>Efeito da dureza</i>	31
CAPÍTULO III – MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1. Material utilizado na confecção dos corpos de prova.....	33
3.2. Composição Química.....	34

3.3. Confeção, medição e verificação da rugosidade superficial e do raio do entalhe das corpos de prova para ensaio de RSL.....	35
3.4. Tratamentos térmicos.....	37
3.5. Dureza Rockwell C e microdureza Vickers.....	38
3.6. Ensaio de tração.....	39
3.7. Metodologia do ensaio de RSL (Rising Step Load).....	40
3.7.1. Metodologia utilizada na validação dos adaptadores dos corpos de prova.....	43
3.7.2. Metodologia utilizada na avaliação da carga limite (P_{th}) a partir das curvas obtidas no ensaio de RSL.....	46
3.8. Cálculo das incertezas de medição.....	49
3.8.1. Incerteza de medição associada às dimensões da amostra usada no procedimento de validação dos adaptadores.....	50
3.8.2. Incerteza de medição associada às dimensões dos corpos de prova usados nos ensaios de RSL.....	50
3.8.3. Incerteza de medição associada à força medida pela célula de carga e ao ângulo medido pelo encoder.....	52
3.8.4. Incerteza de medição das distâncias na equação da Tensão e das distâncias e diâmetros dos roletes da equação de d_6	52
3.8.4.1 Incerteza de medição associada ao cálculo de d_6	53
3.8.5. Incerteza associada ao cálculo da Tensão Mecânica na Amostra.....	53
3.8.6. Incerteza associada à medição da dureza dos corpos de prova.....	54
3.9. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio.....	54
3.10. Análise metalográfica dos corpos de prova.....	55
3.10.1. Cálculo do tamanho de grão.....	56
3.10.2. Caracterização microestrutural.....	57
CAPÍTULO IV – RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	58
4.1. Resultado do ensaio de validação dos adaptadores de amostra.....	58
4.2. Caracterização do material como recebido.....	60
4.2.1. Análise de composição química.....	60
4.2.2. Análise microestrutural dos estoques de Inconel 718® como recebidos.....	61
4.2.3. Ensaio de tração na avaliação das propriedades mecânicas do material recebido.....	66

4.2.4. Ensaio de dureza no material como recebido.....	66
4.3. Caracterização dos materiais tratados térmicamente.....	69
4.3.1. Ensaio de tração.....	69
4.3.2. Ensaio de dureza.....	71
4.3.3. Análise microestrutural.....	72
4.4. Avaliação da rugosidade, dimensões e tolerâncias dimensionais dos corpos de prova utilizados nos ensaios de RSL.....	77
4.4.1. Rugosidade superficial dos corpos de prova.....	77
4.4.2. Rugosidade dos entalhes de 80 μm e 250 μm	78
4.4.3. Avaliação das dimensões e tolerâncias dimensionais dos corpos de prova.....	82
4.5. Ensaio de fratura rápida.....	85
4.6. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio.....	88
4.6.1. Aplicação do modelo matemático para determinação do P_{th}	89
4.6.2. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm	92
4.6.3. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm	95
4.6.4. Validação do método para determinação do P_{th}	99
4.7. Análise da superfície de fratura.....	103
4.7.1. Fratografia dos ensaios de fratura rápida.....	103
4.7.2. Fractografia dos corpos de prova utilizadas nos ensaios de RSL com fragilização por hidrogênio.....	104
CAPÍTULO V – CONCLUSÕES.....	118
CAPÍTULO VI – SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	121
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	122
ANEXO A. Certificado de Calibração Leco GDS500.....	133
ANEXO B. Certificado de Calibração do durômetro DT-20.....	137
ANEXO C. Certificado de Calibração do microdurômetro KL-4.....	138
ANEXO D.1. Certificado de Calibração da máquina de tração Instron 8801.....	146
ANEXO D.2. Certificado de Calibração da célula de carga Instron.....	150

ANEXO E. Certificado de calibração da célula de carga HBM 1 kN.....	153
ANEXO F. Certificado de calibração do extensômetro de 1,5 mm.....	154
ANEXO G. Certificado de calibração do paquímetro digital.....	155
ANEXO H. Certificado de calibração da MMC LTAD.....	157
ANEXO I. Certificado de calibração do projetor de perfil.....	169
ANEXO J. Certificado de calibração do MMC LTM.....	173
 APÊNDICE A – Dimensões do corpo de prova usado no ensaio de validação dos adaptadores.....	 177
 APÊNDICE B - Medidas de paralelismo e perpendicularidade.....	 178
APÊNDICE C.1 – Média da força por patamar, medida pela célula de carga, desvio padrão e incerteza de medição combinada para o ensaio de validação dos adaptadores.....	179
APÊNDICE C.2. - Média do ângulo, desvio padrão e incerteza de medição combinada, medido pelo Encoder para o ensaio de validação dos adaptadores...	180
APÊNDICE C.3. - Média, desvio padrão e da força por patamar, medida pela célula de carga, desvio padrão e incerteza expandida da tensão mecânica calculada pelo RSL para o ensaio de validação dos adaptadores.....	181
APÊNDICE D.1 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 34 HRC TTA e raio de arredondamento do entalhe de 80 μm.....	182
APÊNDICE D.2 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 34 HRC TTA e raio de arredondamento do entalhe de 250 μm.....	183
APÊNDICE D.3 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC TTB1 e raio de arredondamento do entalhe de 80 μm.....	184
APÊNDICE D.4 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC TTB1 e raio de arredondamento do entalhe de 250 μm.....	185

APÊNDICE D.5 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC TTB2 e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm.....	186
APÊNDICE D.6 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 40 HRC TTC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm.....	187
APÊNDICE E.1 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm.....	188
APÊNDICE E.2 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm.....	190
APÊNDICE E.3 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm.....	192
APÊNDICE E.4 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm.....	195
APÊNDICE E.5 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm.....	197
APÊNDICE E.6 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm.....	199
APÊNDICE F.1 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico A (34 HRC).....	201
APÊNDICE F.2 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico B1 (37 HRC).....	202
APÊNDICE F.3 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico B2 (37 HRC).....	203
APÊNDICE F.4 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico C (40 HRC).....	204

CAPITULO I

Introdução

A primeira constatação do fenômeno de fragilização por hidrogênio foi em 1875 por William H. Johnson em seu artigo intitulado “*On some remarkable changes produced in iron and steels by the action of hydrogen acids*”. Foi observado que, ao realizar a remoção de uma camada de óxido da superfície dos aços utilizando ácido sulfúrico diluído ou ácido clorídrico, este procedimento causava uma perda de resistência mecânica e de tenacidade à fratura após poucos minutos de imersão quando eram submetidos à flexão (JOHNSON, 1874).

Décadas depois, o efeito da absorção de hidrogênio por ligas metálicas se tornou mais evidente devido às condições cada vez mais extremas de operação na extração, transporte e produção de combustíveis derivados do petróleo, desenvolvimento de processos de fabricação como soldagem (CWIEK, 2003) e deposição química de revestimentos (STROE, 2006). Atualmente, há um entendimento de que este fenômeno descreve uma gama variada de eventos de fratura que podem ocorrer nos materiais tendo como relação comum a presença do hidrogênio como soluto no interior das estruturas metálicas (SAHU, 2014).

A fragilização pelo hidrogênio afeta os principais grupos de ligas estruturais, causando uma redução significativa ou perda da ductilidade e tenacidade à fratura das ligas metálicas (STROE, 2006). Sabe-se ainda, que materiais de alta resistência e dureza são normalmente mais susceptíveis à fragilização por hidrogênio em função da sua menor capacidade de se deformar plasticamente (ROBERTSON *et al.*, 2015). No aço AISI 4140 beneficiado, utilizado na fabricação de tubos e elementos estruturais de fixação, a redução na força necessária para fraturar um componente pode chegar a 68 % em um ambiente rico em hidrogênio se comparado ao mesmo material ensaiado ao ar (MARTINIANO, 2016). Em materiais dúcteis como o Inconel 718, a redução na sua ductilidade pode chegar a aproximadamente 50 % na presença do hidrogênio (ALTENHOFEN, 2012).

O Inconel 718, cuja designação no sistema unificado de numeração é UNS07718, é uma superliga de Níquel-Cromo-Ferro de alta resistência mecânica, que combina alta dureza e tenacidade e alta resistência à corrosão (METALS, 2007). Esta liga pode ser endurecida por

solução sólida, seguida de precipitação de compostos intermetálicos, geralmente γ' e, principalmente, γ'' dentro da matriz metálica e fase δ que, usualmente, é nucleada nos contornos de grão (BOR *et al.*, 2010; TARZIMOGHADAM *et al.*, 2017). Estes precipitados contribuem substancialmente para o aumento da resistência mecânica, estabilidade estrutural e excelente resistência à corrosão, mesmo em altas temperaturas (LEE; HOU, 2012). Isto a torna uma liga especialmente atraente para o desenvolvimento de componentes estruturais que possam operar em ambientes extremos e sob condições críticas.

Componentes fabricados em Inconel 718, como estojos prisioneiros e parafusos fixadores, são comumente utilizados em aplicações submarinas na exploração de petróleo e gás natural e estão usualmente conectados a sistemas de proteção catódica (ALTENHOFEN, 2012). No entanto, a utilização de proteção catódica pode levar, devido à reação de redução da água do mar, à formação de hidrogênio na superfície do metal que deve ser protegido (SARTORI, 2014).

Por sua vez, o hidrogênio formado e acumulado na superfície do metal, devido ao seu pequeno diâmetro atômico, pode facilmente penetrar a estrutura dos materiais por difusão e se movimentar nos materiais sólidos. Ele se difunde ocupando, dentre algumas possibilidades, sítios intersticiais ou lacunas na microestrutura e, assim, introduz defeitos microestruturais levando a um evento denominado fragilização por hidrogênio (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016).

O efeito da absorção do hidrogênio sobre as propriedades mecânicas dos materiais pode ser avaliado por meio de ensaios como o de baixa taxa de deformação (BTD), nanoidentação e carregamento progressivo por patamares sob meio assistido (CPPMA), também conhecido na literatura por *rise step loading* (RSL), dentre outros. Nestes métodos, os materiais são inicialmente testados ao ar e, em seguida, em células eletrolíticas acopladas a equipamentos de teste de forma que os materiais ensaiados estejam imersos em um meio que possa prover hidrogênio (GARCÍA *et al.*, 2016a). Um exemplo seria a utilização de solução de NaCl 3,5 % e a aplicação de uma diferença de potencial de -1,2 V em um sistema para simular a aplicação de proteção catódica em ambiente marítimo (BARNOUSH; VEHOFF, 2010).

O ensaio de RSL, principal foco deste trabalho, é regido pela norma F1624 (ASTM, 2012), que determina os parâmetros de avaliação da fragilização por hidrogênio por meio do método de carregamento progressivo por patamares sob meio assistido. Este ensaio tem como principais vantagens a variada gama de geometrias de corpos de prova que podem ser utilizados e o menor tempo de ensaio se comparado aos métodos, como BTD e DCB (*Double Cantilever Beam*), visto que estes são ensaios que precisam de muito tempo para fornecer resultados (MARTINIANO, 2016).

Nos processos de fragilização por hidrogênio, o transporte de hidrogênio para pontos onde há pequenos defeitos compreende vários estágios (TORIBIO, 1996):

- ❖ Transporte do ambiente para as vizinhanças dos defeitos;
- ❖ Entrada de hidrogênio na estrutura molecular do material;
- ❖ Difusão interna dentro do material.

Estes estágios são regidos pelas leis de difusão de Fick modificadas com a adição de um termo que representa as tensões hidrostáticas às quais um determinado componente está sujeito. Sabe-se, no entanto, que uma modificação no campo de tensões gerado por um entalhe ou defeito mais severo pode aumentar as interações entre o hidrogênio e a microestrutura, resultando em uma maior susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio (TORIBIO; AYASO, 2013).

Ensaio de RSL utiliza corpos de prova padrão recomendados pela norma F519 (ASTM, 2013) com dimensões 10x10x55 mm³ e raio de arredondamento de entalhe de 250 µm. No entanto, peças e componentes industriais podem apresentar geometria e/ou defeitos com raios menores que 250 micrometros. Logo, a modificação do perfil de tensões à frente do entalhe através da adoção de um raio de entalhe menor do que o especificado pela norma F519 (ASTM, 2013) configura-se como sendo uma condição a ser analisada principalmente em ligas de alta tenacidade e alta ductilidade como o Inconel 718.

A fragilização pelo hidrogênio representa um desafio no que diz respeito ao desenvolvimento de novos materiais e de procedimentos seguros de operação. Com o surgimento de novas tecnologias e fontes de energia, a tendência é que se torne cada vez mais necessário o desenvolvimento de novos padrões de operação e de materiais versáteis, resistentes e que possam operar com segurança em condições exploratórias e de armazenamento mais críticas.

Objetivos

Este trabalho teve como objetivo geral avaliar os efeitos dos tratamentos térmicos de endurecimento por precipitação da Superliga Inconel 718 sobre a susceptibilidade à fratura induzida pela presença de hidrogênio. Para tal, foi usado o método de carregamento progressivo por patamares sob meio assistido. Pretendeu-se ainda avaliar os efeitos da geometria do entalhe dos corpos de prova sobre esses resultados.

São objetivos específicos desta dissertação:

1. Avaliar diferentes tratamentos térmicos em corpos de prova de Inconel 718, de maneira a se obter diferentes durezas;
2. Caracterizar as microestruturas resultantes dos diferentes tratamentos térmicos;

3. Avaliar os efeitos da microestrutura e da dureza na susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio (SFH) do Inconel 718;
4. Identificar os efeitos do raio do entalhe na fragilização por hidrogênio;
5. Identificar os mecanismos de falha predominantes decorrentes da presença do hidrogênio para o Inconel 718;

Esta dissertação é composta de cinco capítulos, anexos e apêndices.

O segundo capítulo trata da revisão bibliográfica sobre o tema pesquisado. Este capítulo abrange um breve histórico sobre a liga Inconel 718, bem como seus principais tratamentos térmicos e constituintes microestruturais, os principais mecanismos de fragilização por hidrogênio discutidos atualmente e os principais ensaios utilizados para a avaliação da susceptibilidade à fragilização pela ação do hidrogênio.

O terceiro capítulo apresenta os materiais e a metodologia utilizada nos procedimentos experimentais. São abordadas questões acerca da fabricação dos corpos de prova, dos tratamentos térmicos utilizados, do controle dimensional e de propriedades mecânicas para os corpos de prova do RSL, procedimentos utilizados na validação dos adaptadores de corpos de prova e o cálculo das incertezas de todas os mensurandos e preparação metalográfica para análise microestrutural das amostras utilizadas neste trabalho. Neste capítulo, é também descrito o modelo matemático proposto e utilizado na análise das curvas produzidas nos ensaios de RSL.

No quarto capítulo, os resultados obtidos da série de experimentos são analisados com base nas pesquisas mais atuais disponíveis acerca da fragilização por hidrogênio em ligas de Inconel 718. São apresentados e discutidos os resultados da validação dos adaptadores e os ensaios do RSL para corpos de prova de seção 10x10 mm². São também apresentadas as análises dimensionais e microestruturais dos corpos de prova usados nos ensaios de RSL e as propriedades mecânicas resultantes para todas as condições de tratamentos térmicos utilizados. O efeito do raio de arredondamento dos entalhes utilizados sobre a carga limite para início de nucleação de trinca, obtida no ensaio de RSL, e as tensões limite resultantes foram também avaliados. É também apresentada a validação do método de análise de curvas do RSL proposto no capítulo 3. Finalmente, as superfícies de fratura dos corpos de prova testados em ambiente hidrogenado são analisados e seus resultados comparados com os modos de fratura encontrados na literatura.

No quinto capítulo, são apresentadas as principais conclusões do trabalho e, também, a sugestão de trabalhos futuros, onde são enumerados pontos que podem ser relevantes para os próximos passos da pesquisa.

Por fim, são apresentadas as referências utilizadas, os anexos contendo os certificados de calibração e os apêndices com tabelas completas contendo os dados relativos aos corpos de prova utilizados e dos ensaios realizados.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. A superliga Inconel 718®

As ligas de Inconel formam uma família de superligas à base de Níquel, Cromo e Ferro de alta resistência e que têm excelentes propriedades de resistência mecânica em altas temperaturas, além de resistência à corrosão (METALS, 2007). O Inconel 718 é também uma marca registrada da *Special Metals Corporation* e sua classificação no sistema unificado UNS (*Unified Numbering System*) é N07718. A composição química típica do Inconel 718 é apresentada na Tab. 2.1.

Tabela 2.1 - Especificação da composição química típica do Inconel 718 dada em porcentagem em peso (%).

Ni	Cr	Nb	Mo	Fe	Ti	Al	Co	C	Mn	Si	P
50,0	17,0	4,75	2,80	Bal.	0,60	0,20	1,00	0,08	0,35	0,35	0,015
55,0	21,0	5,50	3,30		1,15	0,80	máx.	máx.	máx.	máx.	máx.

Desenvolvido nos anos 50 durante a elaboração da superliga Inconel 625, o Inconel 718 surgiu da necessidade de materiais que pudessem ser utilizados em tubulações de linhas de vapor que necessitavam operar sob condições supercríticas de temperatura e pressão (EISELSTEIN; TILLACK, 1991). Porém, devido à sua combinação única de alta resistência mecânica, tanto à temperatura ambiente quanto em altas temperaturas, juntamente com sua alta resistência à corrosão em meio aquoso, o Inconel 718 se tornou um candidato em potencial para aplicações nos campos petrolífero e aeroespacial (DEBARBADILLO; MANNAN, 2010).

Desde então, o Inconel 718 vem sendo utilizado em uma gama variada de aplicações. Na área de extração de óleo e gás, o Inconel 718 é utilizado em componentes estruturais tais

como: parafusos de fixação de tubulações, válvulas, ferramentas de perfuração e de completação de poços. Em aplicações aeronáuticas e aeroespaciais, o Inconel 718 é utilizado na fabricação de componentes de motores e turbinas.

O Inconel 718 é uma liga predominantemente formada por uma matriz austenítica cúbica de faces centradas (CFC) e por uma fase intermetálica denominada de gama linha (γ'), cuja composição é $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$. Esta fase intermetálica é responsável, em menor extensão, pela alta resistência mecânica e dureza destas ligas (ANDERSON *et al.*, 2017). A introdução de Níobio na composição da liga permite a formação de outra fase intermetálica, e principal fase endurecedora, gama duas linhas (γ''), cuja composição é Ni_3Nb (DEVAUX *et al.*, 2008). Ambas as fases, γ' e γ'' , são coerentes com a matriz austenítica do Inconel 718, no entanto, apresentam estruturas atômicas e morfologias diferentes. A primeira é CFC e possui formato globular, enquanto a segunda fase é Tetragonal de Corpo Centrado (TCC) e apresenta formato elipsoidal de pequenos discos, como mostrado na Fig. 2.1. Em ligas tratadas termicamente, as quantidades relativas das fases γ' e γ'' podem chegar de 5 % a 20 %, respectivamente (CHAMANFAR *et al.*, 2013). Adicionalmente, a microestrutura pode apresentar outras fases, especialmente, carbonitretos (NbC – forma de plaquetas), nitretos de titânio (TiN – forma poligonal) (REZENDE *et al.*, 2015), como mostrados na Fig. 2.2.

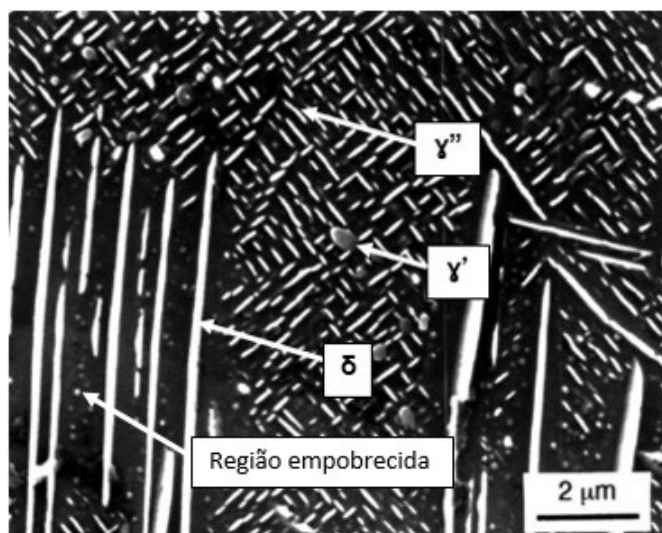


Figura 2.1 – Micrografia feita em MEV mostrando plaquetas de fase δ , pequenos discos de fase γ'' e estrutura de formato globular, representando a fase γ' . Região empobrecida de fases γ' e γ'' nas proximidades onde a fase δ é nucleada (AZADIAN *et al.*, 2001).

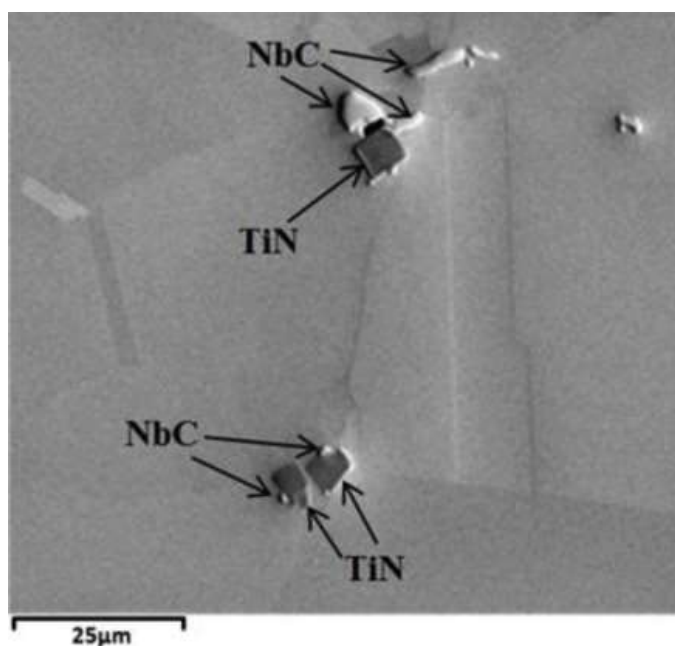


Figura 2.2 – Morfologia dos carbonetos de Níobio e nitretos de Titânio no Inconel 718 (DEMETRIOU *et al.*, 2017).

A fase γ'' é, na verdade, metaestável. Assim, quando o Inconel 718 é submetido a temperaturas acima de 650 °C ou a períodos prolongados de tratamentos térmicos de envelhecimento, a fase γ'' tende a se transformar na fase estável δ , a qual possui estrutura ortorrômbica e incoerente com a matriz austenítica do Inconel 718 (DEMETRIOU *et al.*, 2017).

Uma vez que as fases δ e γ'' possuem a mesma composição química, o crescimento da primeira ocorre em detrimento da segunda (ANDERSON *et al.*, 2017). O crescimento de plaquetas de fase δ cria, então, uma zona empobrecida de fase γ'' em regiões próximas aos contornos de grão (SLAMA; ABDELLAOUI, 2000), como mostrado nas Figs. 2.1 e 2.3.

Além disso, a fase δ pode se formar, tanto nos contornos, como no interior dos grãos durante o tratamento térmico. Sua quantidade é proporcional ao tempo de envelhecimento. Esta fase se torna mais uniformemente distribuída ao longo dos contornos de grão com aumento do tempo de tratamento térmico de envelhecimento (KUO *et al.*, 2009).

Apesar de ser considerada por muitos autores uma fase deletéria por reduzir a resistência mecânica e aumentar a susceptibilidade à fragilização do Inconel 718 na presença do hidrogênio (GOSHEVA *et al.*, 2016; KERNION *et al.*, 2015; LIUFA *et al.*, 2002; TARZIMOGHADAM *et al.*, 2017), a fase δ também tem efeitos positivos. A nucleação de fase delta nos contornos de grão impede o crescimento excessivo dos mesmos, o que aumenta a resistência da liga quando submetida à operação em temperaturas de até 650 °C (LEE; HOU, 2012; RAO *et al.*, 2003).

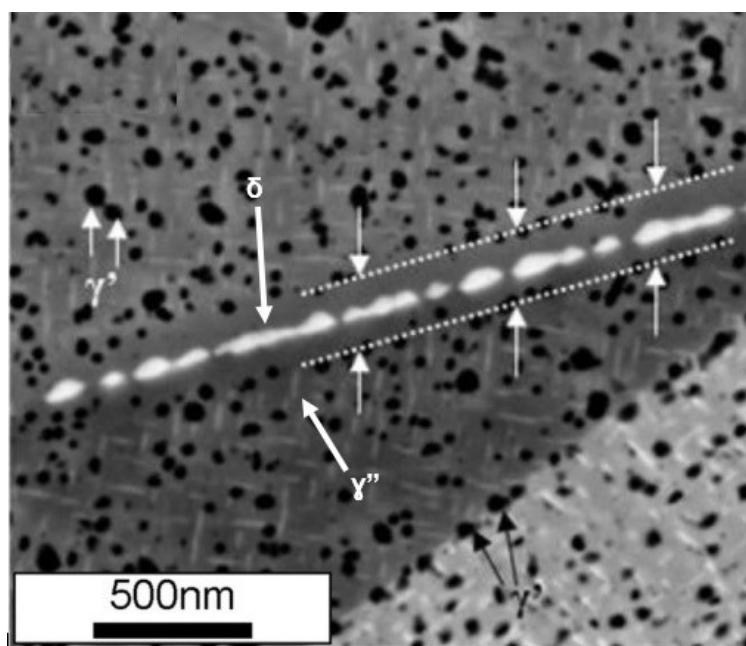


Figura 2.3 – Precipitados γ' e γ'' próximos a uma região onde ocorreu depleção de fase γ levando à formação de fase δ (DEMETRIOU *et al.*, 2017 modificado).

O tamanho e a quantidade dos precipitados podem ser facilmente controlados por meio de tratamentos térmicos. Em linhas gerais, a etapa inicial de solubilização produzirá uma liga muito dúctil, porém, com baixa resistência mecânica, enquanto que a etapa de envelhecimento, realizada nas faixas de temperatura adequadas, produzirá ligas de alta resistência à custa da ductilidade do material (STENERUD *et al.*, 2018). Os principais ciclos de tratamentos térmicos são discutidos na seção seguinte.

2.2. Tratamentos térmicos para a superliga Inconel 718®

A aplicação adequada das ligas metálicas exige um conhecimento das suas características estruturais e mecânicas e dos fatores que podem afetá-las desde as condições de fabricação, os elementos de liga básicos presentes ou especialmente adicionados, até os efeitos dos tratamentos térmicos a que são geralmente submetidos (BRAHIMI, 2014). O objetivo dos tratamentos térmicos é produzir materiais com diferentes propriedades mecânicas decorrentes de mudanças microestruturais ou da nucleação de fases intermetálicas.

De forma simplificada, os tratamentos térmicos podem ser descritos como ciclos de aquecimento e resfriamento controlados, em um material metálico, e que causam modificações na microestrutura do mesmo (MACHADO, 2002). Essas modificações têm por consequência alterações nas propriedades mecânicas e no comportamento em serviço.

Nas superligas de Níquel, o tratamento térmico de solubilização, seguido de envelhecimento, também chamado de endurecimento por precipitação, é normalmente empregado de forma a se promover melhorias nas suas propriedades. Na solubilização, realizada em faixas de temperaturas entre 950 °C a 1100 °C, os precipitados inicialmente presentes na liga metálica são completamente dissolvidos e seus elementos retornam à matriz da liga metálica. Já no envelhecimento, ocorre o oposto. O tratamento é conduzido em temperaturas que permitam a difusão dos elementos dissolvidos na matriz de maneira que possam ser formados novos precipitados de maneira controlada (STENERUD, 2014).

Utilizando-se tratamentos térmicos, é possível melhorar drasticamente as propriedades mecânicas do Inconel 718. Uma faixa ampla de durezas abrangendo de 32 a 43 HRC e limites de resistência acima de 1000 MPa são possíveis de serem obtidos (SCHIRRA, 1997).

Os parâmetros utilizados para o tratamento térmico do Inconel 718 dependem da aplicação e são regidos pelas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015), para utilização do Inconel 718 na área de extração de óleo e gás e em aplicações aeronáuticas respectivamente, e são mostrados nas Tabs. 2.2 e 2.3.

Tabela 2.2 - Parâmetros de tratamento térmico segundo a norma API 6A CRA (2015).

Limite de escoamento mínimo	Temperatura de solubilização (°C)	Tempo de solubilização (h)	Temperatura de envelhecimento (°C)	Tempo de envelhecimento (h)
827 MPa (120 ksi)	1021 - 1052	1,0 – 2,5	774 – 802	6 – 8
965 MPa (140 ksi)	1021 - 1052	1,0 – 2,5	760 – 802	6 – 8

Tabela 2.3 - Parâmetros de tratamento térmico segundo a norma ASTM B637 (2015).

Limite de escoamento mínimo	Temperatura de solubilização (°C)	Tempo de solubilização (h)	Temperatura e tempo de envelhecimento
1034 MPa (150 ksi)	924 – 1010	1,0 – 2,5	718 ± 14 °C por 8 h, resfriar ao forno até 621 ± 14 °C e manter até que o tempo total de tratamento atinja 18 h.

O tratamento térmico baseado na norma API 6A CRA (2015), para utilização do Inconel 718 em aplicações de perfuração e produção em campos de petróleo, possui apenas um patamar de temperatura. Este tratamento é projetado para fornecer alta tenacidade e resistência mecânica juntamente com resistência à corrosão devido à menor nucleação de fase δ nos contornos de grão (BHAVSAR; COLLINS; SILVERMAN, 2001).

Por outro lado, o tratamento térmico baseado na norma ASTM B637 (2015) possui dois patamares de tratamento. A fase γ'' , principal fase endurecedora, normalmente se forma em temperaturas de envelhecimento mais altas, aproximadamente 720 °C, enquanto que a precipitação da fase γ' , que pouco acrescenta em termos de melhorias nas propriedades mecânicas, ocorre em temperaturas mais baixas de envelhecimento da ordem de 620 °C (RAO *et al.*, 2003).

A Figura 2.4, construída por Xie *et al.* (2005) com base na análise microestrutural e a evolução da dureza prevê que, usualmente, as fases γ' , γ'' e δ estarão presentes no Inconel 718 após a etapa de tratamentos térmicos. A fase δ aparece normalmente nos contornos de grão (CG) na forma de pequenas plaquetas, enquanto que as fases γ'/γ'' aparecerão na forma de pequenos precipitados dispersos na matriz como mostrado na Fig. 2.5 (a).

Porém, a parte direita da Fig. 2.4 mostra que, para tempos de tratamentos térmicos muito longos, a fase δ pode evoluir para um formato mais grosseiro de plaquetas que pode avançar para dentro do grão, como mostrado na Fig. 2.5 (b). No trabalho de Xie *et al.* (2005), as linhas *solvus* para as fases γ'/γ'' e δ foram obtidas utilizando-se cálculos termodinâmicos por meio do software Thermocalc®.

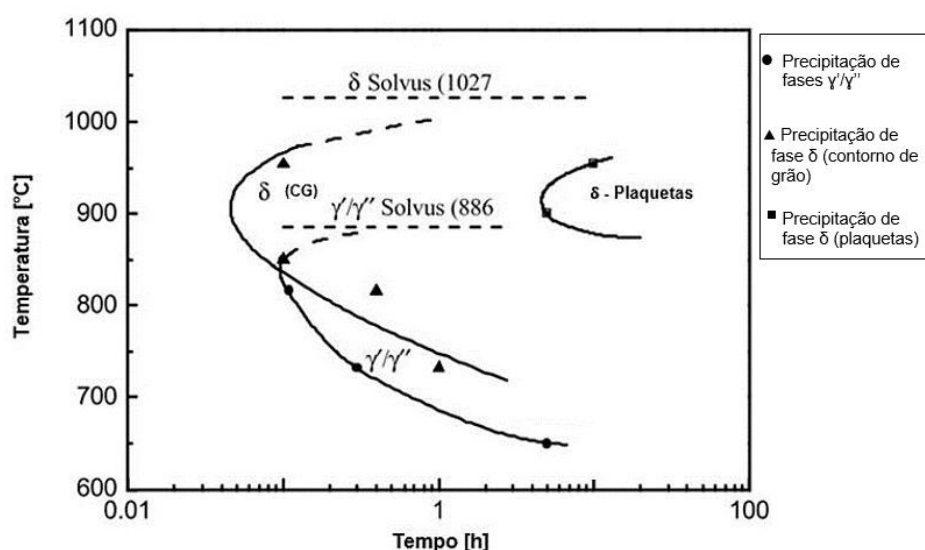


Figura 2.4 – Diagrama de Tempo-Temperatura-Transformação do Inconel 718 (XIE *et al.*, 2005 modificado).

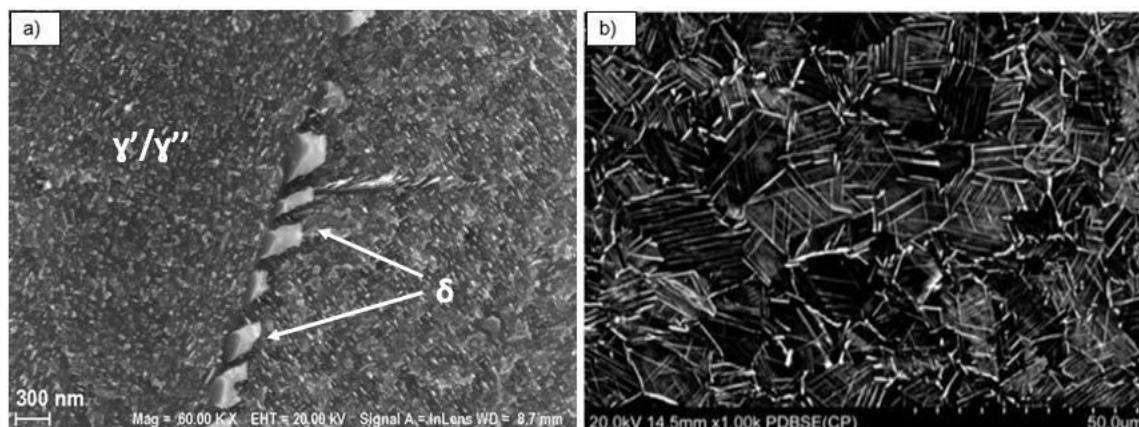


Figura 2.5 – Contorno de grão e microestrutura para diferentes tempos de tratamento térmico do Inconel 718. a) $T = 765\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h. (elaborada pelo autor) e b) $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, 24 h (ANDERSON *et al.*, 2017).

2.2.1. Inconel 718 para aplicações da área de óleo e gás

O Inconel 718 já vem sendo utilizado desde a década de 70 em aplicações restritas como parafusos de fixação, elementos de válvulas e ferramentas de perfuração. A partir dos anos 80 foi considerado o seu uso para aplicações extremamente críticas de componentes utilizados para completação de poços. Nestes ambientes, as condições extremas de temperatura, pressão e corrosão levaram, inevitavelmente, à ocorrência de falhas nos componentes. Isto levou a uma reformulação da liga tal qual ela é conhecida hoje, com composição química única, e microestrutura projetada para maximizar a resistência à corrosão sob tensão, ao mesmo tempo em que equilibra a resistência mecânica e a tenacidade à fratura (DEBARBADILLO; MANNAN, 2010).

Quando da utilização do Inconel 718 para aplicações na área de extração de óleo e gás, a norma API 6A CRA (2015) determina as faixas de temperatura de solubilização e envelhecimento para que sejam atingidos requisitos mínimos referentes a propriedades mecânicas à temperatura ambiente, como limite de escoamento, limite de resistência à tração, deformação máxima, redução máxima de área e dureza. A Tabela 2.4 mostra os valores mínimos aceitáveis para cada condição de tratamento térmico disponível na norma API 6A CRA (2015).

Tabela 2.4 - Propriedades mecânicas do Inconel 718 para aplicações na área de óleo e gás.

Limite de escoamento mínimo [MPa]	Limite de resistência mínimo [MPa]	Deformação máxima	Redução máxima de área em tração	Dureza HRC
827 (120 ksi)	1034 (150 ksi)	20 % min.	35 % min.	32 - 40
965 (140 ksi)	1138 (165 ksi)	20 % min.	35 % min.	34 - 40

Os tratamentos térmicos padronizados pela norma API 6A CRA (2015) têm como objetivo a obtenção de componentes de alta resistência e com o mínimo possível de fase δ nos contornos de grão (KAGAY, 2016). Assim, utilizam-se altas temperaturas de solubilização, acima de 1021 °C, para garantir a dissolução completa da fase δ e, com isto, aumentar a oferta de nióbio em solução sólida para formação da principal fase endurecedora γ' (LEE; HOU, 2012).

Nas seções seguintes são discutidas as principais interações do hidrogênio com a microestrutura dos materiais, bem como os principais mecanismos de fragilização e ensaios para avaliação da susceptibilidade à fragilização dos materiais na presença do hidrogênio.

2.3. Fragilização por hidrogênio

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno extremamente severo e que afeta todos os principais grupos de ligas metálicas utilizados na indústria. O hidrogênio, devido ao seu pequeno volume, pode se difundir intersticialmente e interagir de várias formas com a estrutura atômica dos materiais. A capacidade do hidrogênio em se movimentar através da rede cristalina depende diretamente da maneira como os átomos estão ordenados no espaço, do tamanho dos sítios intersticiais e de defeitos cristalinos presentes em estruturas cristalinas, tais como: lacunas, interstícios, precipitados e inclusões não-metálicas (KIM *et al.*, 2008). Algumas das principais interações do hidrogênio na estrutura dos materiais são mostradas na Fig. 2.6.

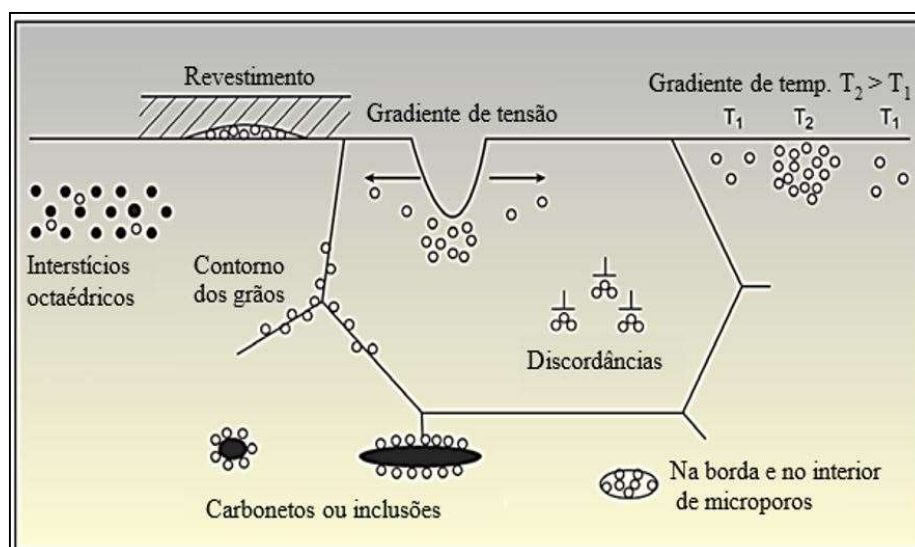


Figura 2.6 – Interações do hidrogênio com a microestrutura dos materiais metálicos (WANHILL *et al.*, 2011).

Uma vez difundidos para dentro da estrutura de um material, os átomos de hidrogênio poderão se recombinar formando hidrogênio molecular, levando à criação de pressões internas. A interação do hidrogênio com a microestrutura provoca reduções drásticas nas propriedades mecânicas de tenacidade e ductilidade dos materiais e este fenômeno é um tipo de degradação associada à fragilização por hidrogênio (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016). Assim, materiais que normalmente são dúcteis podem exibir comportamento frágil na presença do hidrogênio.

Este fenômeno foi observado e documentado pela primeira vez em 1875 por William Johnson após realizar decapagem de lâminas delgadas de aço e ferro fundido em solução de ácido clorídrico (JOHNSON, 1874). Foi observado que materiais que antes exibiam certa ductilidade ao serem dobrados passaram a fraturar com facilidade após o contato com o ácido. Neste estudo, o autor chegou a importantes conclusões sobre a natureza do fenômeno de fragilização por hidrogênio. Dentre as conclusões mais relevantes, podem-se citar:

- ❖ A fragilização por hidrogênio é um fenômeno reversível;
- ❖ O hidrogênio difusível é o grande responsável pelo fenômeno de fragilização por hidrogênio;
- ❖ Quanto mais alta a resistência do material, mais susceptível ele é em comparação a materiais mais dúcteis.

Muito embora o estudo inicial de Johnson tenha fornecido várias respostas relevantes, o fenômeno de fragilização por hidrogênio passou a ser mais perceptível e estudado à medida

que foram alcançados avanços tecnológicos nas áreas de materiais e produção de combustíveis e energia (BHAVSAR; COLLINS; SILVERMAN, 2001). Atualmente, há um entendimento maior das principais variáveis que devem estar presentes para que este fenômeno ocorra (WANHILL *et al.*, 2011). Essas variáveis são listadas a seguir:

- ❖ Regiões com alto estado triaxial de tensões: ocorrem à frente de entalhes agudos sob carregamento no modo plano de tensão I (tração), são especialmente prejudiciais quando a carga é mantida ou ocorre sob condições de baixa taxa de deformação;
- ❖ Material susceptível: a composição química tem papel principal nesta variável uma vez que a presença de grandes inclusões e a segregação de impurezas nos contornos de grãos é especialmente prejudicial;
- ❖ Deve existir uma fonte que possa prover hidrogênio: proteção catódica e processos de decapagem podem ser citados como exemplos de fontes que podem prover hidrogênio.

É comum definir a fragilização por hidrogênio como interna ou assistida pelo meio. A diferença entre os dois está em como o hidrogênio entra no material (KNARBAKK, 2015). A fragilização por hidrogênio interna implica que o hidrogênio entra no material antes do uso, por exemplo, durante a fabricação, processamento ou soldagem (KERNION *et al.*, 2014). A fragilização por hidrogênio assistida pelo meio implica que o hidrogênio entra no material durante o uso (GARCÍA *et al.*, 2015). Os mecanismos de fragilização são assumidos como sendo os mesmos, tanto para a fragilização por hidrogênio interna, quanto para a fragilização assistida pelo meio.

2.4. Mecanismos de fragilização por hidrogênio

Os mecanismos de fragilização por hidrogênio têm sido amplamente estudados e discutidos, mas ainda não são completamente entendidos. Não há, atualmente, uma teoria única que possa explicar de maneira específica o fenômeno, uma vez que, diferentes mecanismos podem atuar, inclusive simultaneamente, em função das condições do ambiente ao qual um material está exposto (BARNOUSH, 2007). Ou seja, há que se considerar o sistema como um todo quando se trata da fragilização por hidrogênio.

As variáveis operacionais dependem do material, das condições de carregamento de hidrogênio, da difusividade do hidrogênio na estrutura metálica e das tensões presentes (KNARBAKK, 2015; ROBERTSON *et al.*, 2015). Vários mecanismos já foram propostos na tentativa de explicar a atuação do hidrogênio no processo de fragilização dos materiais e,

atualmente, há quatro mecanismos de fragilização por hidrogênio, usualmente mencionados na literatura e descritos a seguir.

2.4.1 - Teoria da Decoesão – HEDE (*Hydrogen Enhanced Decohesion*)

Este mecanismo é citado com maior frequência. Ele é baseado na hipótese de que o hidrogênio reduz localmente a força coesiva entre os átomos da estrutura cristalina pela dilatação do reticulado cristalino e, assim, reduz-se a energia necessária para a fratura do material. Isto leva ao enfraquecimento das ligações metálicas em regiões próximas a pontas de trincas pela alta concentração local de hidrogênio, de maneira que a decoesão irá ocorrer em planos preferenciais (ROBERTSON *et al.*, 2015).

Este modelo propõe que deve haver uma concentração crítica de hidrogênio que pode levar à fratura frágil. No entanto, sua observação é, em grande parte, circunstancial e ele não consegue explicar fraturas acompanhadas de deformação plástica. O mecanismo de decoesão é normalmente utilizado para explicar o fenômeno de fragilização quando há presença de fratura intergranular (MARTIN *et al.*, 2012). Este mecanismo é ilustrado esquematicamente na Fig. 2.7.

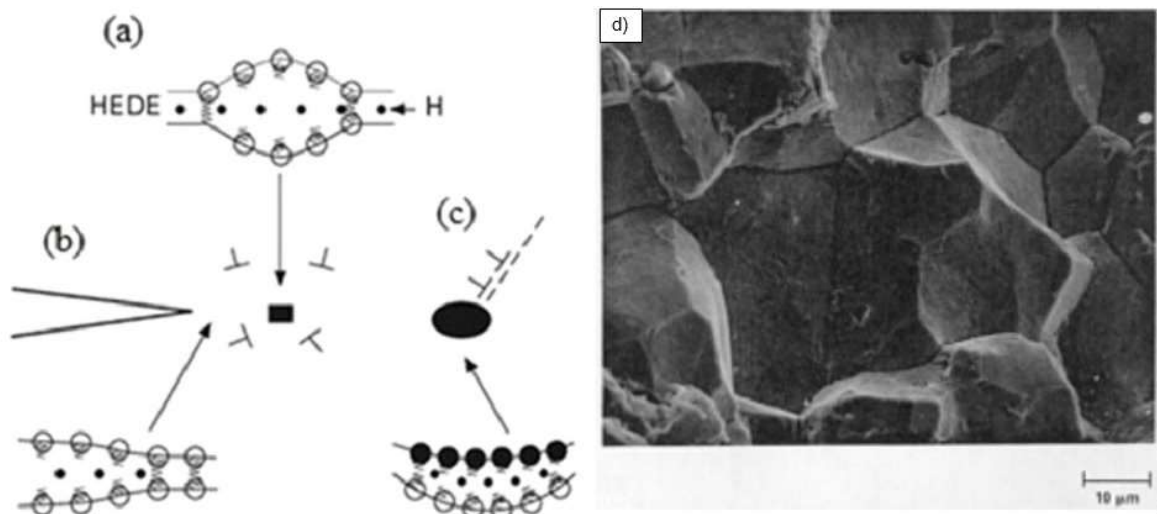


Figura 2.7 - Representação esquemática do mecanismo de Decoesão (HEDE). (a) hidrogênio no reticulado. (b) hidrogênio adsorvido. (c) hidrogênio na interface partícula-matriz (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado); d) decoesão intergranular em aço AISI 4130 temperado e revenido causada pelo hidrogênio (ASM METALS HANDBOOK, 2001).

2.4.2 - Teoria da Plasticidade Localizada – HELP (*Hydrogen Enhanced Localized Plasticity*)

Este mecanismo é baseado no aumento local de plasticidade em determinadas regiões do material. Segundo essa teoria, a presença do hidrogênio em solução sólida aumenta a

mobilidade das discordâncias, reduzindo a interação entre discordâncias e obstáculos e aumentando a densidade de discordâncias em regiões de alta triaxialidade, gerando regiões com alta deformação localizada (KNARBAKK, 2015).

Este modelo sugere que o hidrogênio auxilia qualquer processo de deformação que a matriz permita. Acredita-se que a fratura por coalescência de microcavidades, quase clivagem ou fratura intergranular ocorra por esses processos de deformação, dependendo do fator de intensidade de tensão e da concentração do hidrogênio em solução na ponta da trinca (BEACHEM, 1972).

O aumento de plasticidade local do material resulta em trincamento devido à coalescência de microcavidades ao longo de planos cristalográficos preferenciais. Macroscopicamente, o resultado tem aparência de fratura frágil (STROE, 2006). Este mecanismo é ilustrado na Fig. 2.8.

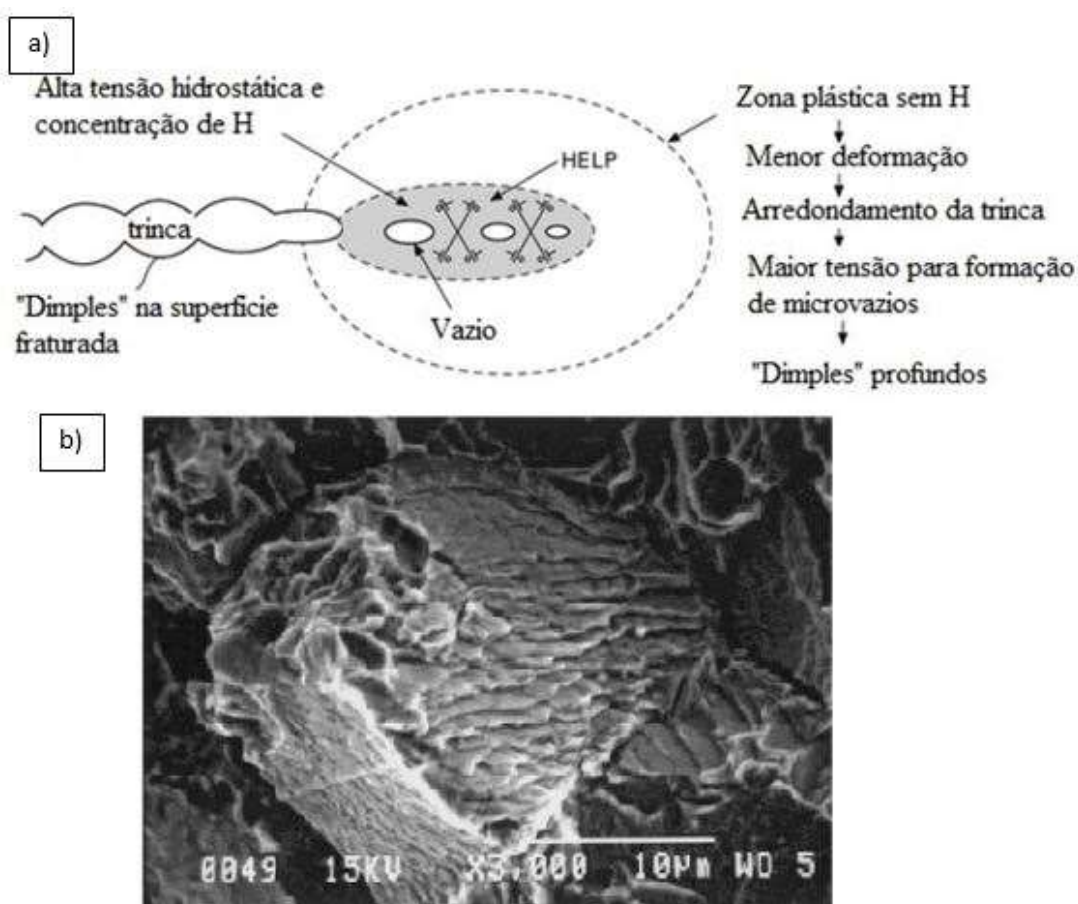


Figura 2.8 – a) Representação esquemática do mecanismo de Plasticidade Localizada (HELP). (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado); b) microfacetas de clivagem e decoesões intergranulares ao longo de contornos de grão em Inconel 718 (FOURNIER; DELAFOSSE; MAGNIN, 1999).

2.4.3 – Teoria da Emissão de Discordâncias Induzida por Adsorção – AIDE (Adsorption Induced Dislocation Emission)

Este mecanismo é baseado no enfraquecimento das ligações interatômicas pela presença do hidrogênio, com crescimento de trincas ocorrendo por deslizamento localizado e alternado (LYNCH, 1989). O termo “emissão de discordâncias” engloba a nucleação e o subsequente movimento de discordâncias que se distanciam da ponta da trinca. É importante salientar que o estágio de nucleação de trincas é crítico e facilitado pela adsorção de hidrogênio (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012). Este mecanismo é ilustrado na Fig. 2.9.

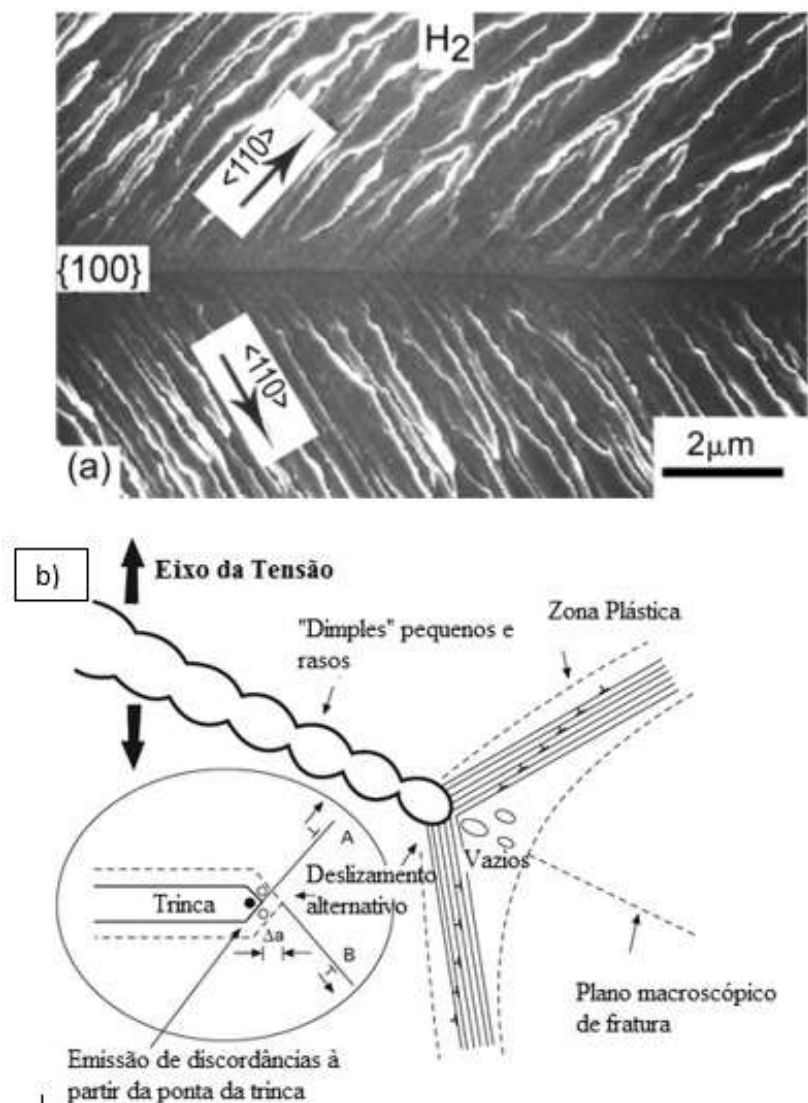


Figura 2.9 – a) Facetas de clivagem produzidas em monocristais de liga de Fe2,6 %Si em ensaio de baixa taxa de deformação, permeado com hidrogênio gasoso (101 kPa) a 25 °C (LYNCH, 2007). b) Representação esquemática do mecanismo de Emissão de Discordâncias Induzida por Adsorção (AIDE) (GANGLOFF; SOMERDAY, 2012 modificado).

2.4.4 - Formação de Hidretos

Esta teoria é amplamente aceita para grupos de materiais específicos, como ligas de titânio e ligas de zircônio (ROBERTSON *et al.*, 2015). Este mecanismo ocorre apenas em temperaturas e taxas de deformação onde o hidrogênio tem tempo suficiente de se difundir para regiões com estado triaxial de tensões e em temperaturas onde a fase de hidreto formada seja estável. O crescimento de trincas por este mecanismo está associado à ocorrência cíclica e sequencial de quatro eventos (LYNCH, 2007).

1. Difusão de hidrogênio para regiões de alto estado triaxial de tensões em pontas de trinca;
2. Nucleação e crescimento de hidretos;
3. Fratura por clivagem na interface entre matriz e hidreto;
4. Aprisionamento da ponta da trinca, impedindo a sua propagação na interface entre hidreto e matriz.

A representação destas etapas é mostrada na Fig. 2.10.

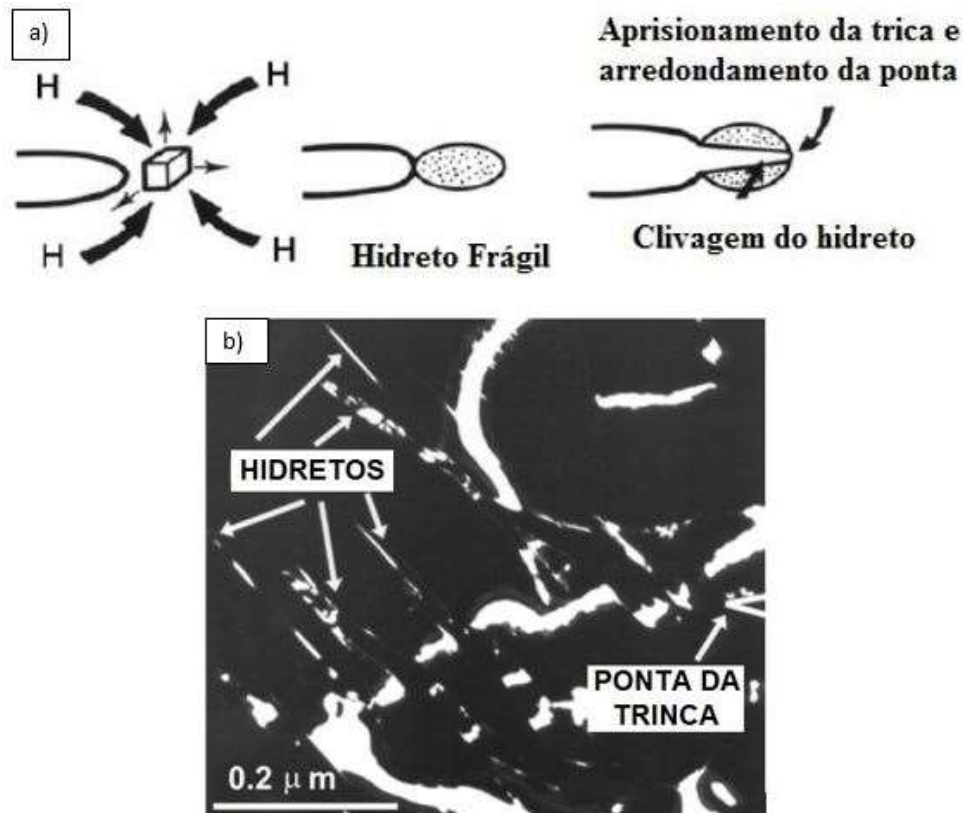


Figura 2.10 – a) Desenho esquemático da fratura de hidretos (LYNCH, 2007, modificado) e b) Campo de hidretos à frente da trinca (SOFRONIS *et al.*, 2001, modificado).

2.5. Fontes de hidrogênio

O hidrogênio pode ser introduzido nos materiais de diversas formas. Como exemplos, podem-se citar a dissociação de moléculas gasosas de H_2 , processos eletroquímicos como corrosão uniforme e localizada, proteção catódica, galvanização, eletroerosão, absorção de hidrogênio atmosférico proveniente da dissociação de vapor de água durante o processamento de materiais e uso de eletrodos úmidos durante processos de soldagem (STENERUD, 2014; TURNBULL, 2015).

Para esta dissertação, atenção especial será dada ao processo de proteção catódica como uma fonte provedora de hidrogênio devido à sua relevância como forma de prevenção a falhas prematuras devidas à corrosão em componentes utilizados em ambientes marítimos.

2.5.1. Proteção catódica como fonte de hidrogênio

A proteção catódica é uma das formas mais eficazes de se prevenir a corrosão e pode, em alguns casos, impedir completamente a corrosão. Este método se baseia no princípio de aplicar uma corrente ao material que necessita de proteção contra corrosão ou conectando o material a um anodo de sacrifício. Com isto, reações anódicas indesejadas de corrosão são suprimidas pela aplicação de uma corrente polarizando o cátodo num potencial em que o mesmo é mantido no campo da imunidade no diagrama Eh-pH (KNARBAKK, 2015)

Componentes metálicos utilizados em aplicações *offshore* estão frequentemente conectados a sistemas de proteção catódica para evitar falha precoce devido à corrosão. No entanto, isto pode acarretar a formação de moléculas de hidrogênio que irão se acumular na superfície dos metais, fazendo com que parte do hidrogênio adsorvido na superfície se difunda e seja absorvido pela estrutura cristalina do material.

Dentre as principais formas como o hidrogênio pode ser encontrado difundido nos materiais, podem-se citar o dissolvido intersticialmente na forma monoatômica (H^+), na forma de hidrogênio molecular (H_2) ou na forma de diferentes compostos devido a reações com elementos presentes na composição química do material (CH_4 , H_2O , TiH_2) (ROSADO, 2011).

As reações eletroquímicas de redução do hidrogênio que ocorrem na superfície dos materiais devido à proteção catódica são descritas nas Eqs. 2.1 a 2.4 (CABRINI *et al.*, 2011).



Uma parte do hidrogênio monoatômico pode se recombinar formando hidrogênio molecular ($H_{2(g)}$), que se apresenta como pequenas bolhas em torno do material e, eventualmente, podem deixar a superfície metálica. Outra fração do hidrogênio produzido é absorvida pelo material, permanecendo como átomos individuais no interior da estrutura do material, provocando tensões internas (STROE, 2006). Uma representação esquemática do processo de difusão do hidrogênio é mostrada na Fig. 2.11.

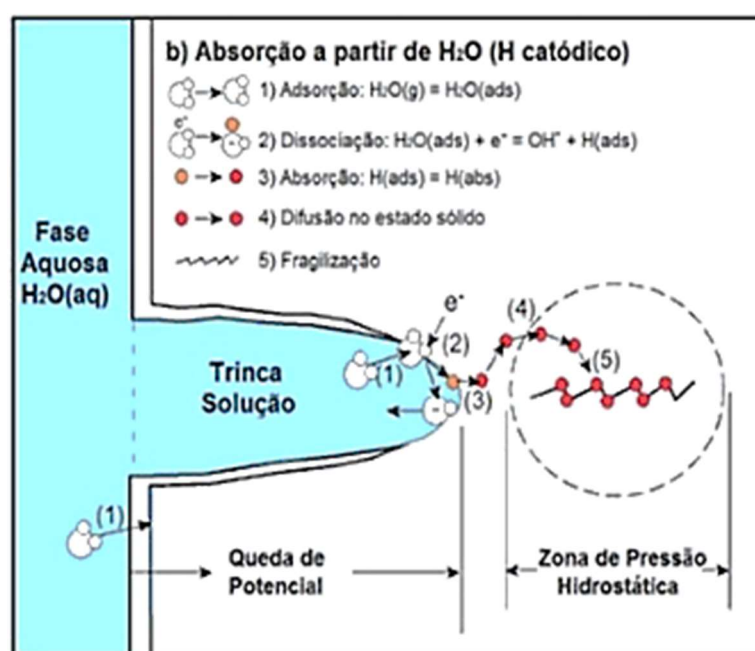


Figura 2.11 – Mecanismo de difusão e absorção do hidrogênio (HERRING, 2010, modificado).

A proteção catódica pode, portanto, se tornar uma fonte de hidrogênio. O hidrogênio absorvido se difunde para dentro do reticulado e vai se acumular em pontos de concentração de tensão e defeitos cristalinos. Após atingir uma concentração crítica, o hidrogênio induz fratura frágil (CABRINI *et al.*, 2011) em um material que seja susceptível a ser fragilizado pelo hidrogênio, acarretando redução drástica das suas propriedades mecânicas.

Martiniano (2016) mostrou em seu trabalho que o potencial aplicado na proteção catódica pode aumentar consideravelmente a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. O aço AISI 4140 temperado e revenido e com dureza de 40 HRC apresentou grande susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio, quando submetido a potenciais catódicos menores do que $-1,0 V_{Ag/AgCl}$, enquanto que, em potenciais maiores não foram observados efeitos de fragilização por hidrogênio.

Esta conclusão está em linha com o que foi observado por Parkins (1982), mostrado na Fig. 2.12. Foram utilizados valores de potencial catódico em faixas entre $-1,5$ a $-0,2 V_{Ag/AgCl}$

para dois diferentes aços de alto teor de carbono (Aço A: 0,85 % de C e Aço B: 0,71 % de C), ensaiados pelo método de baixa taxa de deformação.

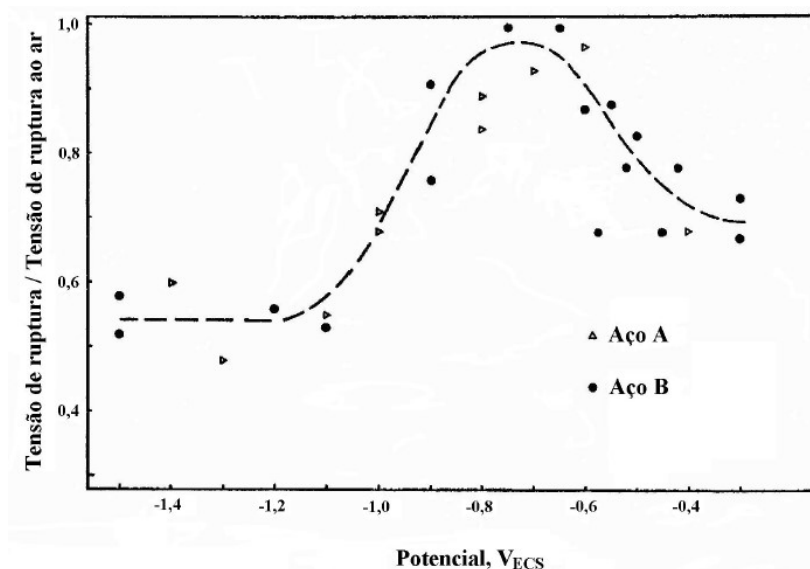


Figura 2.12 – Variação da carga de ruptura em meio agressivo em função da carga de ruptura ao ar com o potencial catódico aplicado em dois aços de alto teor de carbono (PARKINS *et al.*, 1982 modificado).

Observa-se que há uma relação entre o potencial aplicado e a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio. Apesar dos resultados específicos para dois aços com diferentes teores de carbono, este é um comportamento exibido por materiais metálicos em geral quando inseridos em um sistema de proteção catódica (ROBERTSON *et al.*, 2015).

2.6. Difusão e transporte do hidrogênio

O hidrogênio é um átomo pequeno e pode ocupar sítios intersticiais dentro dos metais como mostrado na Fig. 2.13. Em estruturas cúbicas de faces centradas (CFC), há um sítio octaédrico e três sítios tetragonais por átomo de metal que o hidrogênio pode ocupar.

Os sítios intersticiais nas estruturas CFC são maiores que os sítios intersticiais nas estruturas cúbicas de corpo centrado (CCC). Isto dá uma maior solubilidade do hidrogênio nas estruturas CFC, porém, menor difusividade (STROE, 2006). No entanto, o número de sítios intersticiais nas estruturas CCC é maior e, isto, faz com que as taxas de difusão de hidrogênio em estruturas CCC seja maior (STENERUD, 2014).

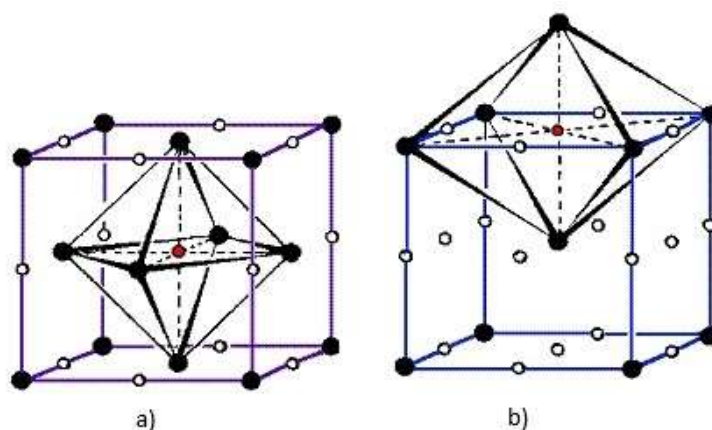


Figura 2.13 – Interstícios octaédricos para estruturas atômicas a) cúbica de faces centradas b) cúbica de corpo centrado (LANDOLT, 1993, *apud*, STROE, 2006.).

Em materiais teoricamente perfeitos, sem armadilhas que possam aprisionar hidrogênio, a difusão do hidrogênio é descrita pelas leis de Fick (CALLISTER; RETHWISCH, 2007). A primeira lei, para casos onde a difusão acontece em regime estacionário é dada pela Eq. 2.5.

$$J = -D \left(\frac{dC}{dx} \right) \quad (2.5)$$

Onde J representa o fluxo, D o coeficiente de difusão e o termo dC/dx representa o gradiente de concentração em função da posição no interior de um sólido. O sinal negativo indica que a direção do gradiente ocorre de um ponto de alta para um ponto de baixa concentração.

Para o caso de um regime não estacionário, onde o fluxo difusional em um ponto particular no interior de um sólido varia em função do tempo, e D não depende da posição, a segunda lei de Fick, mostrada na Eq. 2.6, é aplicada.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.6)$$

Para um dado material, o coeficiente de difusão, D, é constante e dado pela Eq. 2.7.

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (2.7)$$

Sendo D_0 um termo pré-exponencial, Q a energia de ativação, R a constante dos gases e T a temperatura dada em graus kelvin.

De acordo com a Eq. 2.7, a difusão do hidrogênio é dependente da temperatura. A difusão, porém, é também afetada quando existe um gradiente de tensões no material. Quando uma tensão é aplicada em um material, o hidrogênio se difunde juntamente com o gradiente de tensões em direção a pontos onde há concentração de tensões como pontas de trincas (KNARBAKK, 2015; STENERUD, 2014; STROE, 2006).

Devido à observação de microfacetas de clivagem em superfícies de fratura de amostras fragilizadas por hidrogênio, foi proposto que fragilização por hidrogênio provavelmente ocorre por meio de fortes interações hidrogênio-deformação, ou seja, transporte de hidrogênio por discordâncias. Neste caso, a fragilização por hidrogênio estaria correlacionada com a segregação do hidrogênio em direção a discordâncias em movimento e o transporte de hidrogênio se dá na forma de uma atmosfera de Cottrell em torno destas discordâncias. Consequentemente, em baixas taxas de deformação, o transporte de hidrogênio por discordâncias em movimento ocorre e o seu efeito é mais pronunciado (FOURNIER; DELAFOSSE; MAGNIN, 1999; GALLIANO *et al.*, 2014).

2.6.1. Difusão e aprisionamento do hidrogênio no Inconel 718

Por possuir estrutura cristalina cúbica de faces centradas, o Inconel 718 possui alta solubilidade de hidrogênio e baixa difusividade. O coeficiente difusional do Inconel 718 à temperatura ambiente e na condição de solubilizado e envelhecido é reportado na literatura como sendo da ordem de $2,1$ a $2,9 \times 10^{-11}$ cm²/s (JEBARAJ; MORRISON; SUNI, 2014; ROBERTSON, 1977). Uma comparação entre os coeficientes difusionais do Inconel 718 e para vários aços são mostrados na Tab. 2.5. Materiais com mesmo tipo de estrutura cristalina possuem coeficientes difusionais de ordem de grandeza próxima.

Tabela 2.5 – Coeficiente de difusão de hidrogênio para diferentes materiais à temperatura ambiente (ROSADO, 2011).

Material	D [cm ² /s]	Estrutura cristalina
Inconel 718 envelhecido	$2,1 - 2,9 \times 10^{-11}$	CFC
Inconel 718 solubilizado	$5,3 - 6,8 \times 10^{-11}$	CFC
Aço inoxidável ferrítico	$1,0 \times 10^{-7}$	CCC
Aço inoxidável austenítico	$2,1 \times 10^{-12}$	CFC
Aço inox martensítico	$2,0 \times 10^{-9}$	CCC

O baixo coeficiente de difusão de hidrogênio no Inconel 718 na condição envelhecida e endurecida por precipitação resulta do aprisionamento de hidrogênio nos precipitados, que estão presentes em proporções muito mais altas do que no Inconel 718 na condição de solubilizado (JEBARAJ; MORRISON; SUNI, 2014).

Quaisquer defeitos metalúrgicos dentro de um material como precipitados, inclusões não metálicas, lacunas, contornos de grão, podem atuar como armadilhas para o hidrogênio. De acordo com sua energia, as armadilhas são divididas em reversíveis, para as quais a energia é baixa e o hidrogênio pode deixar facilmente a armadilha, e irreversíveis (ou armadilhas profundas), onde mais energia precisa ser fornecida para a liberação de hidrogênio (STROE, 2006).

No Inconel 718, carbonetos primários como o NbC e carbonitretos ((Nb,Ti)C,N) são considerados armadilhas irreversíveis (GALLIANO *et al.*, 2014) enquanto as fases γ e δ são conhecidas por serem armadilhas reversíveis (GOSHEVA *et al.*, 2016; STENERUD *et al.*, 2018).

2.7. Métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio

Como se sabe, o hidrogênio altera as propriedades mecânicas das ligas metálicas, principalmente a sua tenacidade à fratura (ALTENHOFEN, 2012). O efeito do hidrogênio sobre as propriedades mecânicas dos materiais pode ser avaliado por meio de testes baseados em mecânica da fratura onde os materiais são normalmente ensaiados primeiro ao ar e, em seguida, usando células eletrolíticas acopladas aos aparatos de teste de forma que os materiais em teste estejam imersos em um meio que possa prover hidrogênio. Dentre os vários métodos utilizados atualmente, podem-se citar:

- ❖ Ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD) (ASTM G129-00, 2006; TAVARES *et al.*, 2015);
- ❖ Ensaio de carregamento progressivo em patamares sob meio assistido (RSL) (KERNION *et al.*, 2014; MARTINIANO, 2016; NANNINGA, 2005);
- ❖ Nanoidentação instrumentada (BARNOUSH *et al.*, 2010);
- ❖ Small Punch Test (SPT) (GARCÍA *et al.*, 2016b).

O tema relacionado aos métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio é muito abrangente e, sendo o RSL o principal foco deste trabalho, para maiores detalhes sobre os referidos métodos mencionados recomenda-se que sejam buscadas as referências citadas como ponto de partida.

2.7.1. RSL como método de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio

O método de carregamento em patamares progressivos (*RSL – Rising Step Load*) foi desenvolvido por Louis Raymond (1995) e consiste em um teste de flexão a quatro pontos, onde uma carga é aplicada em patamares progressivamente em uma amostra entalhada imersa em um eletrólito. Os parâmetros do eletrólito onde a amostra é imersa devem ser escolhidos de forma a replicar as condições ambientais para uma aplicação específica (KAGAY, 2016).

O teste é regido pela norma F1624 (ASTM, 2012), que determina os parâmetros de avaliação da fragilização por hidrogênio através do método de carregamento progressivo em patamares. Uma representação da montagem deste ensaio é mostrada na Fig. 2.14.

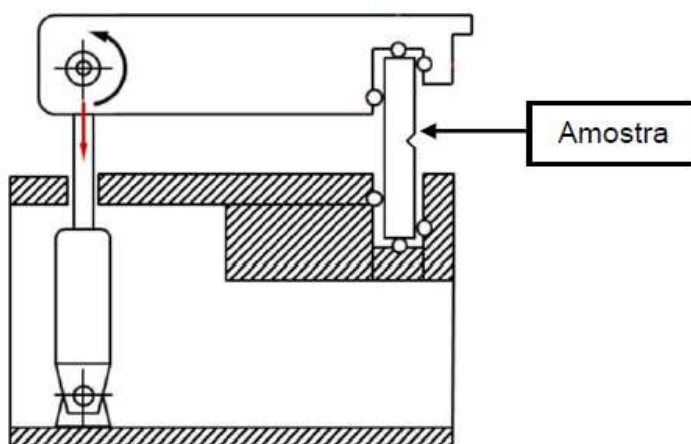


Figura 2.14 - Desenho esquemático do ensaio de RSL (MARTINIANO, 2016)

Este método tem como principais vantagens:

- ❖ A variada gama de geometrias de corpos de prova e condições metalúrgicas que podem ser utilizados;
- ❖ Grande vantagem de necessitar de menor tempo de ensaio se comparado a outros métodos.

A Tabela 2.6 traz um comparativo dos principais ensaios comumente utilizados para avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.

Tabela 2.6 – Métodos de avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio utilizados em materiais aplicados à área de óleo e gás (KAGAY, 2016)

Método	Resultado	Duração máxima por teste	Observações	Norma
Carga/Deslocamento constante	Kth, tempo até a falha	30 dias	Melhor replica as condições de carregamento	NACE TM 0177 (2016)
Baixa Taxa de Deformação (BTD/SSRT)	Perda de ductilidade	~ 4 dias	Mais comum e fácil de conduzir	ASTM G129 (2006)
Carregamento progressivo em patamares (RSL)	Kth	~ 3 dias	Tenta replicar condições reais de carregamento	ASTM F1624 (2012)
Deslocamento progressivo	Kth	~ 4 dias	Requer medição <i>in situ</i> de crescimento de trinca	ISO 7539-9 (2003)

O ensaio de RSL já vem sendo utilizado há algumas décadas para avaliar a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio em todos os principais grupos de ligas metálicas utilizadas na fabricação de componentes utilizados em aplicações aeronáuticas, aeroespaciais e óleo e gás. Os resultados obtidos em vários trabalhos têm apontado para resultados com razoável consistência.

Martiniano (2016), Fig. 2.15, e Nanninga (2005), Fig. 2.16, ensaiaram aços AISI 4140 na condição temperado e revenido, obtendo valores limites de força de fratura muito próximos quando ensaiados em solução padrão de NaCl 3,5 % e sob potencial catódico de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$. Foram observadas reduções da ordem de 60 % na força necessária para atingir a fratura em comparação à carga máxima obtida em um ensaio ao ar para estes materiais. Ambos utilizaram os padrões e as recomendações prescritas na norma F1624 (ASTM, 2012), que foi elaborada especificamente para se testar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços (ASTM, 2012)

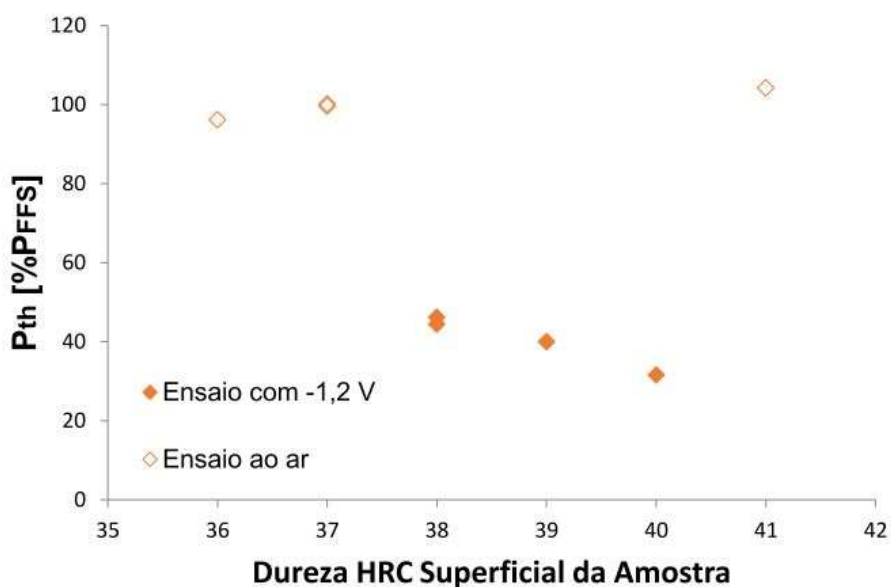


Figura 2.15 – Variação da força limite (P_{th}) em função da dureza superficial de corpos de prova fabricados em aço 4140 beneficiado, ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl (MARTINIANO, 2016b).

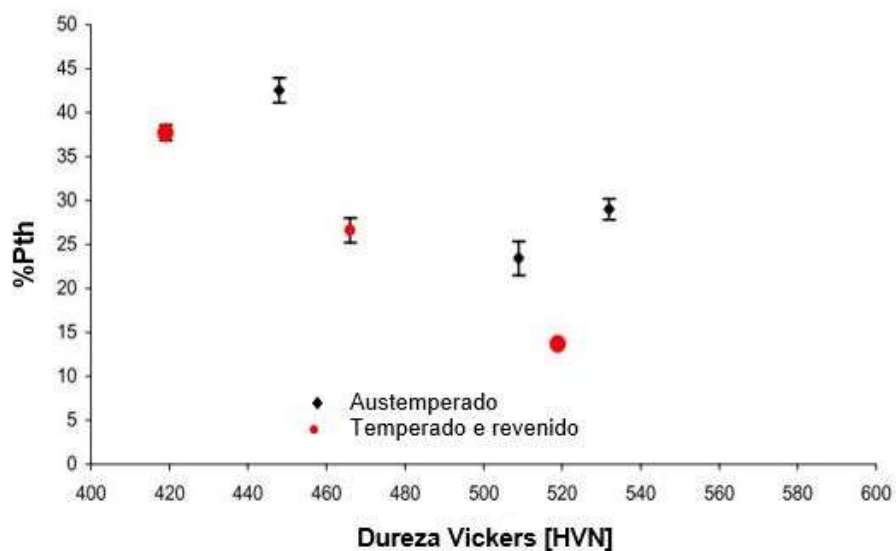


Figura 2.16 – Efeito do teor de elementos de liga na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio para aços ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl. Os pontos vermelhos representam o aço 4140 beneficiado (NANNINGA, 2005, modificado).

2.8. Efeitos dos parâmetros de ensaio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio

Vários fatores podem influenciar a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio dos materiais. A resistência mecânica é considerada o fator mais relevante, porém, efeitos dos elementos de liga, da microestrutura e até mesmo do tipo de entalhe utilizado em um ensaio podem influenciar significativamente na resposta de um material à ação do hidrogênio. Nesta seção, são apresentados alguns destes parâmetros e suas possíveis consequências.

2.8.1. Efeito da severidade do entalhe

A introdução de um entalhe em uma amostra produz uma descontinuidade no campo de tensões, causando uma concentração localizada e introduzindo um estado triaxial de tensões nas proximidades da raiz do entalhe (KNARBAKK, 2015). O estado de tensões pode ter efeito significativo sobre o comportamento de fratura de um dado material.

Em seu trabalho, Toribio e Ayaso (2013) mostraram, com um bom nível de concordância entre modelos de elementos finitos e de experimentos físicos, os efeitos de diferentes geometrias de entalhe no estudo da fragilização por hidrogênio para ensaios em controle de carga e controle de posição. O uso de corpos de prova entalhados no estudo da fragilização por hidrogênio apresenta a vantagem de permitir a introdução de um perfil de tensões hidrostáticas, como mostrado na Fig. 2.17, que irá governar a entrada e difusão do hidrogênio para a zona de interesse, onde a fratura pode ocorrer (TORIBIO; AYASO, 2013).

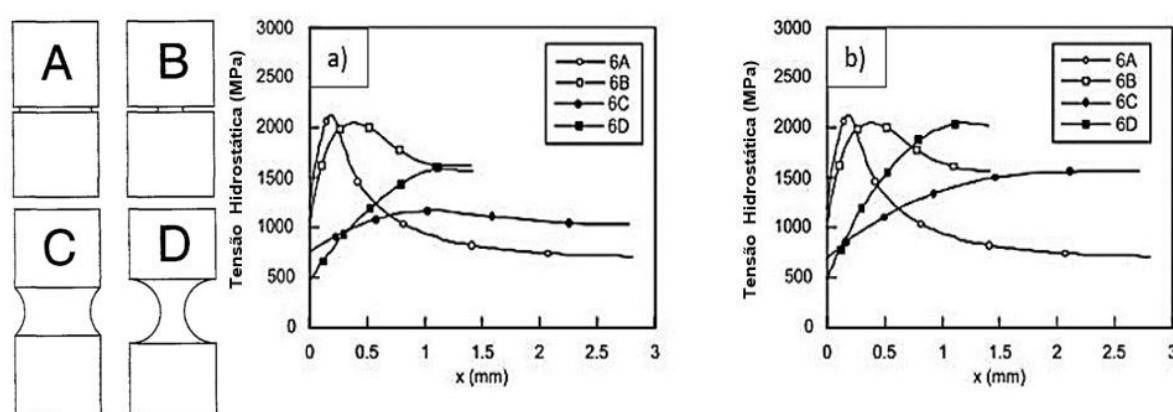


Figura 2.17 – Perfil de tensões hidrostáticas em função da distância da raiz do entalhe. a) Perfil de tensões para condição de controle de carga. b) Perfil de tensões para condição de controle de deslocamento (TORIBIO; AYASO, 2013, modificado).

Neste caso, há um aumento na concentração de hidrogênio na região onde há um estado triaxial de tensões nas vizinhanças da raiz do entalhe, tornando o hidrogênio um agente fragilizante mais eficiente (HARDIE; LIU, 1996). Isto se deve ao fato de haver evidências de que a inserção de uma zona com estado triaxial de tensões permite uma forte interação entre o hidrogênio e as discordâncias. Fournier *et al.* (1999) propuseram que o hidrogênio pode ser transportado por discordâncias. Assim, a fragilização por hidrogênio estaria correlacionada com a segregação e transporte de hidrogênio por meio do movimento de discordâncias na forma de atmosferas de Cottrell. Uma representação deste mecanismo é mostrada na Fig. 2.18.

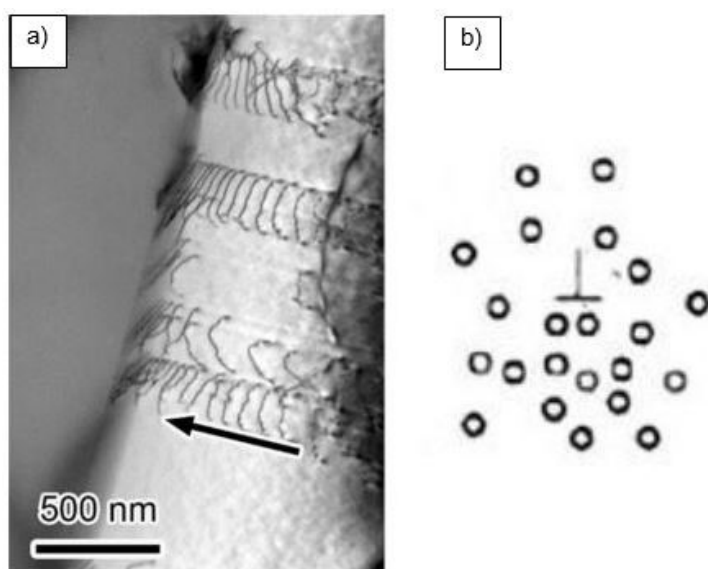


Figura 2.18 – a) Discordâncias em movimento no interior de um grão de uma liga de titânio (ROBERTSON *et al.*, 2015). b) Representação esquemática de átomos de hidrogênio interagindo com uma discordância, formando uma atmosfera (ROSADO, 2011 *apud* THOMPSON, 1980, modificado).

A profundidade do entalhe pode também exercer influência no estudo da fragilização por hidrogênio. Entalhes agudos, porém, com pequena profundidade tendem a detectar efeitos superficiais ou, por outro lado, podem apenas favorecer deformação plástica localizada (HARDIE; LIU, 1996). Entalhes mais profundos são considerados ideais para se analisar a penetração do hidrogênio (TORIBIO; AYASO, 2013).

2.8.2. Efeito da dureza

A fragilização por hidrogênio é um problema especialmente relevante para materiais de alta resistência e de elevada dureza, pois, na presença do hidrogênio, sua resistência mecânica pode diminuir para valores menores do que seu limite de escoamento. A capacidade de se deformar plasticamente dos materiais de alta resistência mecânica, normalmente, é menor e, por isso, sua capacidade de absorver as tensões geradas pelos efeitos do hidrogênio na sua microestrutura também diminui (ROSADO, 2011).

Vários métodos podem ser utilizados na obtenção de materiais com maior resistência mecânica e dureza. Podem-se citar (VALLE, 2010):

- ❖ Endurecimento por precipitação de fases intermetálicas;
- ❖ Modificação da microestrutura por tratamentos térmicos;
- ❖ Endurecimento por solução sólida;
- ❖ Aumento da resistência por refino de grão.

A precipitação de fases intermetálicas e mudanças microestruturais podem ser obtidas através de tratamentos térmicos adequados. Em aços de médio e alto carbono, tratamentos térmicos de têmpera e revenimento podem ser aplicados para se obter materiais de alta resistência e dureza devido à formação de martensita.

Materiais como o Inconel 718, cuja microestrutura é sempre austenítica, o aumento de resistência e dureza se dá pela nucleação de fases secundárias como as fases γ' , γ'' e δ , sendo que, esta última, pode contribuir também com o refino do grão. O endurecimento por solução sólida depende dos elementos de liga adicionados durante a fabricação e irão contribuir com a formação de carbonetos e nitretos de alta dureza.

Com relação ao aumento da resistência através do refino de grão, vários aspectos tornam este um assunto difícil de investigar. Por exemplo, é difícil alterar o tamanho de grão de um material sem afetar outros aspectos da microestrutura. Portanto, é desafiador isolar o efeito do tamanho dos grãos na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio (KNARBAKK, 2015).

Nanninga *et al.* (2010) mostraram através de testes tipo RSL, que há uma forte correlação entre a resistência mecânica e dureza do aço e a sua susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. A Figura 2.19 mostra, para aços temperados e revenidos e com diferentes teores de carbono, o efeito da dureza sobre a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio. O aço 4037 foi utilizado como base de comparação.

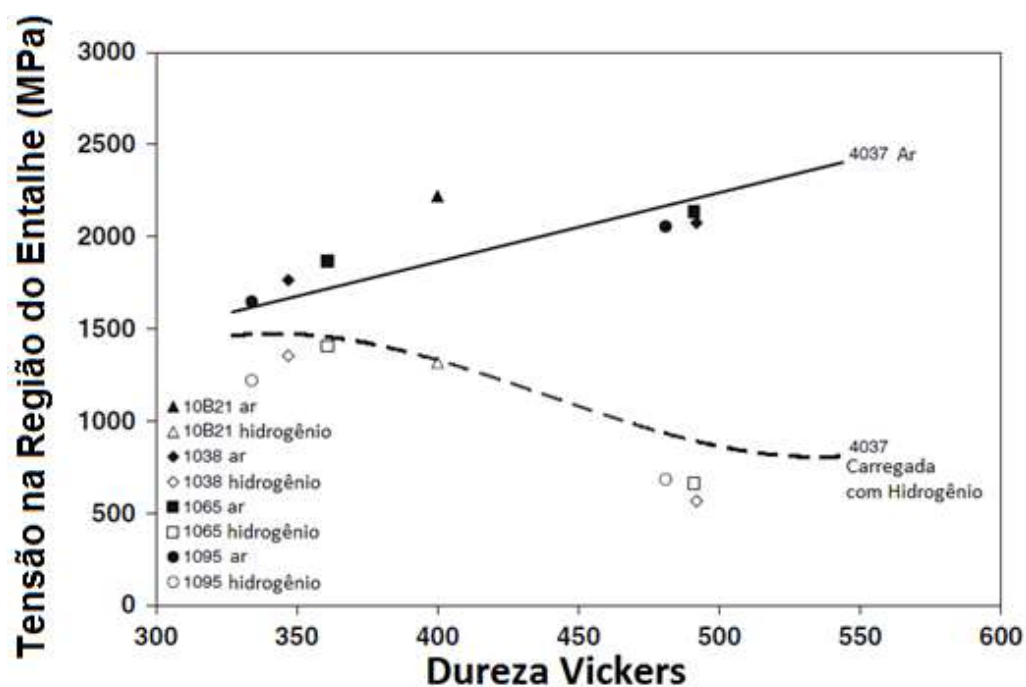


Figura 2.19 – Tensão no entalhe para corpos de prova ensaiados ao ar e carregadas com hidrogênio mostrando o efeito da dureza na fragilização por hidrogênio de corpos de prova de aço temperados e revenidos (NANNINGA *et al.*, 2010 *apud* MARTINIANO, 2016 modificado).

A composição da liga e as variações microestruturais podem afetar a quantidade relativa de fragilização por hidrogênio nas ligas metálicas, mas a magnitude da resistência dos materiais ainda pode ser considerado fator dominante na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio (NANNINGA *et al.*, 2010).

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são abordados os métodos adotados na fabricação, preparação e medição dos corpos de prova utilizados na validação dos adaptadores e dos corpos de prova utilizados nos ensaios de RSL. Na sequência, é descrita toda a metodologia utilizada na condução e avaliação dos resultados dos ensaios de RSL, no cálculo das incertezas de medição, na avaliação do ensaio de tração e da dureza como controle de qualidade para os tratamentos térmicos e a preparação metalográfica das amostras.

3.1. Material utilizado na fabricação dos corpos de prova

A primeira etapa deste estudo consistiu na caracterização da composição química e das propriedades mecânicas do material como recebido. A geometria dos componentes originais, a partir dos quais foram extraídos os corpos de prova, consiste de estojos de fixação com medidas aproximadas de diâmetro interno de 31 mm, diâmetro externo, considerando os filetes, de 35 mm e comprimento de 340 mm, como mostrado na Fig 3.1



Figura 3.1 – Estojo de fixação, como recebido.

3.2. Composição Química

A análise da composição química de todos os estojos foi realizada utilizando um espectrômetro de emissão óptica com plasma induzido da LECO, modelo GDS500 (ANEXO A) com resolução de 0,001 % em peso. Foi retirada uma amostra da seção transversal de cada um dos estojos, como mostrado na Fig. 3.2, para esta avaliação. A análise foi realizada em triplicata ao longo do diâmetro da amostra.

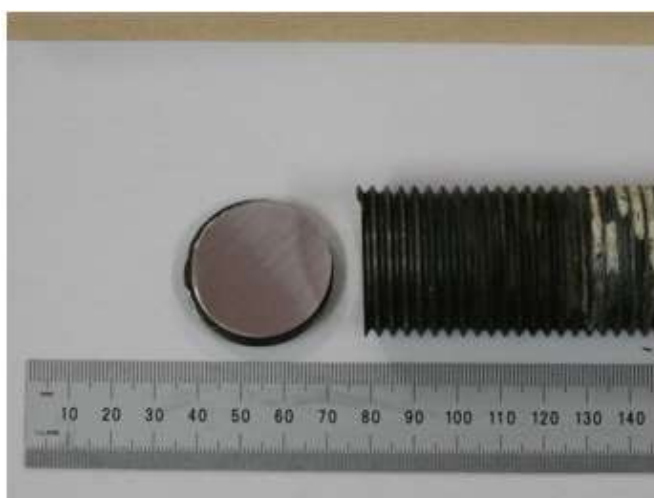


Figura 3.2 - Amostra retirada do estojo de fixação para análise da composição química do material recebido.

3.3. Fabricação dos entalhes, corpos de prova, medição e verificação da rugosidade do raio dos entalhes e da superfície dos corpos de prova para ensaio de RSL

Para os ensaios de RSL, utilizaram-se corpos de prova padrão nas dimensões aproximadas de 10x10x60 mm³ com entalhe em “V”, especificados pela norma F519 (ASTM, 2013).

Os corpos de prova foram extraídos dos estojos de Inconel 718 na direção L-R, indicada na Fig. 3.3, conforme orientação da norma E399 (ASTM, 2013). Devido às dimensões dos componentes originais, esta era a única direção possível para se extrair os corpos de prova.

A extração dos corpos de prova de prova e a confecção dos entalhes foram realizadas por meio de usinagem por eletroerosão a fio em uma máquina da marca Agie Charmiles, modelo FW2U. Os corpos de prova utilizados nos ensaios, bem como seu *layout* de corte, são mostrados nas Figs 3.4 e 3.5.

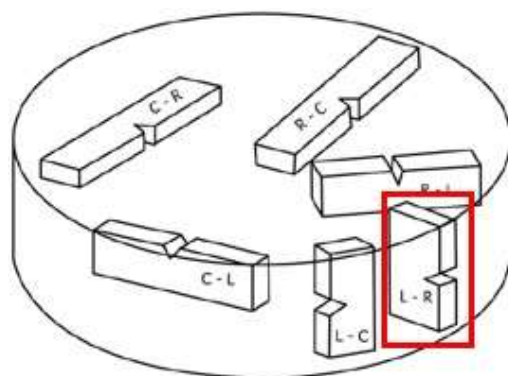


Figura 3.3 - *Layout* da orientação dos corpos de prova à partir de tubos ou barras cilíndricas segundo a norma E399 (ASTM, 2013).

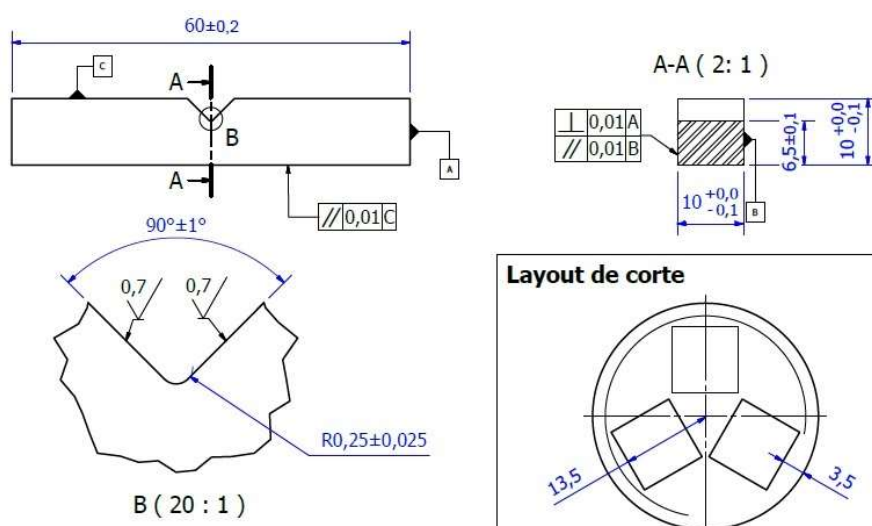


Figura 3.4 - Dimensões e *layout* de corte para a amostra com raio de entalhe de 250 micrometros, segundo a norma ASTM F519 (ASTM, 2013).

O raio de 80 micrometros mostrado na Fig. 3.5 usado nos corpos de prova deste estudo não é previsto na norma F519 (ASTM, 2013) e foi introduzido de forma a produzir uma maior concentração de tensões na raiz do entalhe.

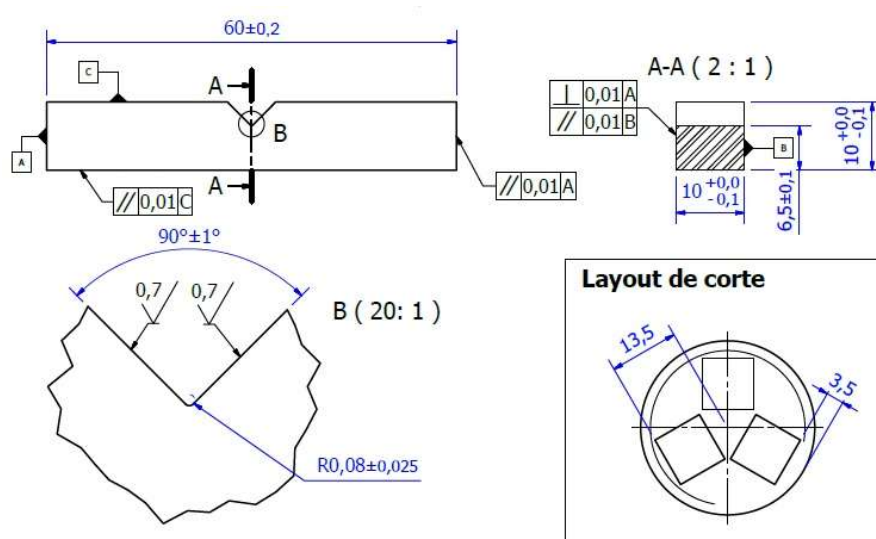


Figura 3.5 – Dimensões e *layout* de corte para a amostra com raio de entalhe de 80 micrometros

A aquisição das imagens para medição do raio de arredondamento e do ângulo do entalhe foi feita usando um microscópio óptico Olympus, modelo BX51M com uma câmera digital Zeiss, modelo AxioCam ICc5. Utilizando a objetiva de 10x, registrou-se três imagens da raiz do entalhe e o raio de arredondamento foi medido traçando-se um círculo tangente às superfícies do entalhe, como mostrado na Fig. 3.6. A ferramenta utilizada na medição do raio de arredondamento do entalhe já consta no software de análise de imagem AxioVision® do próprio microscópio.

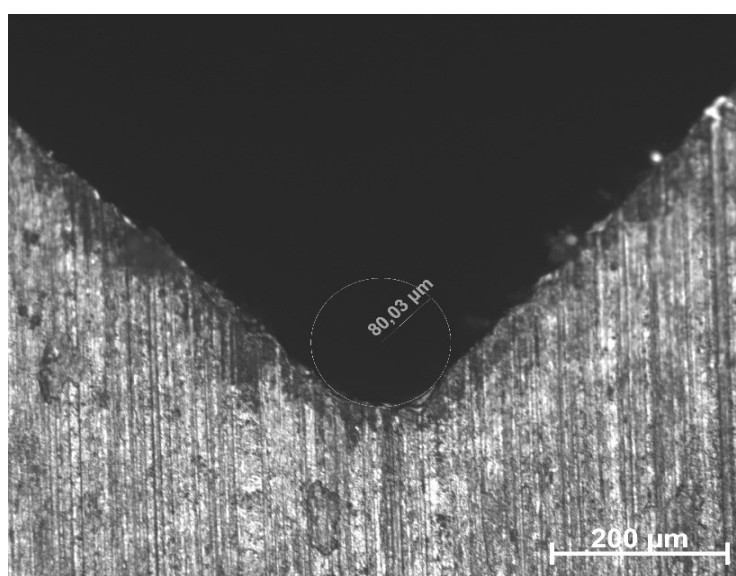


Figura 3.6 - Medição do raio de arredondamento do entalhe utilizando o software AxioVision®.

A rugosidade superficial do entalhe e das faces dos corpos de prova foi medida via interferometria de luz branca para verificar a qualidade final do acabamento. Para isto, foi utilizado um interferômetro Talysurf CLI 2000, fabricado pela Taylor Robson. Este equipamento permite efetuar a medição sem contato da rugosidade em duas e três dimensões, utilizando luz branca, e resolução de 0,01 μm . A incerteza expandida associada à calibração do interferômetro é de 0,05 % do valor de R_a para k igual a 2,00 e probabilidade de abrangência de 95,45 %.

Para medir a rugosidade da superfície retificada do corpo de prova foram realizadas 5 medições utilizando um comprimento de avaliação de 4 mm ao longo de uma face, aplicando filtro Gaussiano e comprimento de amostragem (cut-off) de 0,8 mm.

Para medir a rugosidade do entalhe produzido via eletroerosão, foram realizadas 5 medições utilizando um comprimento de avaliação de 4 mm ao longo do comprimento do entalhe, aplicando filtro Gaussiano e comprimento de amostragem (cut-off) de 0,8 mm.

3.4.Tratamentos Térmicos

O objetivo dos tratamentos térmicos foi produzir corpos de prova com diferentes propriedades mecânicas e, principalmente, diferentes durezas decorrentes da nucleação de fases intermetálicas como gama linha (γ'), gama duas linhas (γ'') e fase delta (δ). Para a realização dos tratamentos térmicos, foram utilizados os parâmetros recomendados pelas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015).

Na realização dos tratamentos térmicos foi utilizado um forno JUNG, modelo 2513, e dotado de controlador de temperatura modelo N1100, da marca NOVUS. Na etapa de solubilização, os parafusos inteiros, tal como recebidos, foram colocados no forno e, em seguida, temperados em água. Os tempos e as temperaturas utilizados nesta etapa são mostrados na Tab 3.1.

Foram cortadas seções de, aproximadamente, 60 mm na direção longitudinal dos parafusos solubilizados e, em seguida, os corpos de prova foram extraídos via eletroerosão a fio. Ao final do tratamento térmico, todos os corpos de prova foram retificados utilizando uma retifica Yadoya RG-280 com capacidade de rotação máxima de 3400 rpm e rebolo do tipo copo reto AA46k6V com dimensões 177,8x76,2x76,2 mm³ para se obter tolerâncias superficiais em acordo com os ditames da norma F519 (ASTM, 2013) para a geometria utilizada.

Para cada tratamento térmico realizado, foram montados lotes de corpos de prova que consistiram de seis corpos de prova para ensaios de RSL e três corpos de prova para ensaios de tração, como mostrado na Fig. 3.7. O objetivo foi garantir a homogeneidade das

propriedades mecânicas e microestruturais para cada condição avaliada. Não foi utilizada atmosfera inerte dentro do forno durante os tratamentos térmicos.

Tabela 3.1 - Parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos do Inconel 718.

Norma	Tratamento térmico	Solubilização		Envelhecimento	
		Temperatura [°C]	Tempo [h]	Temperatura [°C]	Tempo [h]
API 6A CRA (2012)	TTA	1040	2	785	6
	TTB 1 / TTB 2	1040	2	765	6
ASTM B637 (2015)	TTC	1010	1	718 °C por 8 h, resfriado ao forno à taxa de 56 °C/h até 621 °C e mantido até o tempo total de 18 h	18

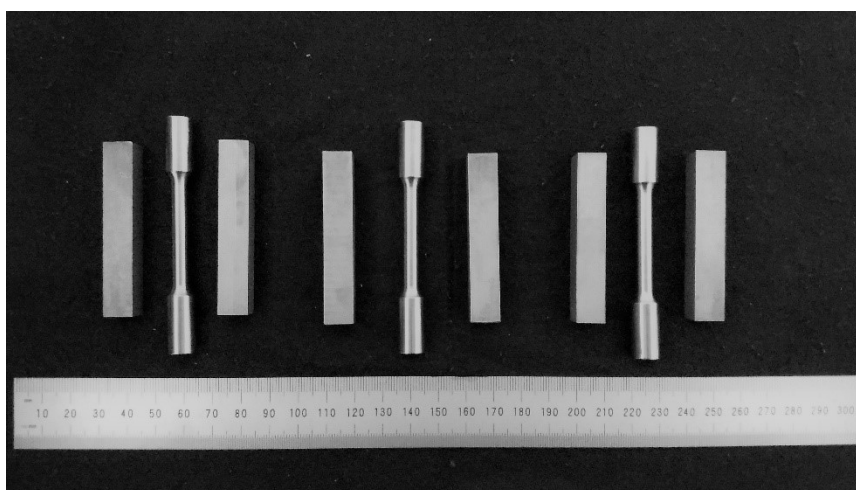


Figura 3.7 - Lote de corpos de prova utilizado na etapa de tratamentos térmicos. Cada lote compunha-se de seis espécimes para ensaios de RSL e 3 espécimes para ensaios de tração.

3.5. Dureza Rockwell C e microdureza Vickers

Os ensaios de dureza Rockwell C foram conduzidos segundo a norma E18 (ASTM, 2016) nos corpos de prova na condição final de tratamento térmico (solubilizados e envelhecidos) para avaliar a eficácia dos tratamentos térmicos executados conforme descritos

no item 3.4. Foi utilizado um durômetro Mitutoyo Durotwin Plus, modelo DT-20 e penetrador padrão Rockwell C cônico com ponta de diamante e resolução de 0,5 HR (ANEXO B). Para cada corpo de prova utilizado nos ensaios de RSL foram realizadas cinco medições ao longo do seu comprimento como mostrado na Fig. 3.8, para o cálculo da dureza média.

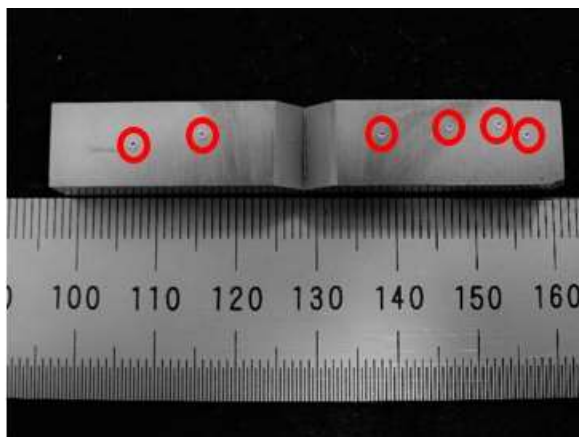


Figura 3.8 - Ensaio de dureza Rockwell C em um corpo de prova usado nos ensaios de RSL.

O ensaio de microdureza Vickers foi utilizado inicialmente para avaliar o perfil de dureza superficial da raiz dos filetes no material como recebido. Posteriormente, foi medida a microdureza da raiz do entalhe para os corpos de prova entalhados antes de cada ensaio de RSL. O ensaio de microdureza foi utilizado também para avaliar o perfil de dureza ao longo da seção dos corpos de prova. As cargas utilizadas para medir a dureza na raiz dos filetes foi de 100 gf (HV0,1), com espaçamento entre identações de 0,5 micrometros. No núcleo dos corpos de prova foi realizado um perfil de durezas utilizando 10 kgf (HV10). Em ambos os casos, para a microdureza Vickers, foram realizadas 10 indentações nos corpos de prova.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados segundo a norma E92 (ASTM, 2017) e foi utilizado um microdurômetro Reicherter Stiefelmayer (ANEXO C), modelo KL-4 e resolução de 0,1 HV.

3.6. Ensaios de Tração

Para avaliar quantitativamente as propriedades mecânicas resultantes de cada tratamento térmico e qualificar o material obtido de acordo com o limite de escoamento mínimo, como especificado nas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015), foram realizados ensaios de tração de acordo com os parâmetros estabelecidos na norma E8 (ASTM, 2016). Os ensaios foram conduzidos ao ar em corpos de prova de seção circular, cujas dimensões são mostradas na Fig. 3.9. Para a realização dos ensaios de tração utilizou-

se uma máquina de tração servohidráulica INSTRON, modelo 8801 (ANEXO D1). O certificado de calibração da célula de carga deste equipamento encontra-se no ANEXO D2.

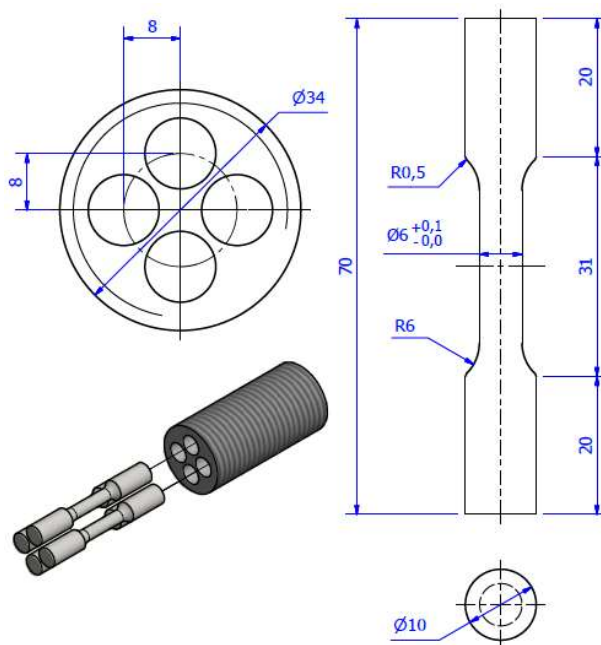


Figura 3.9 - *Layout* de extração e dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

O ensaio de tração também é importante para o ensaio de RSL uma vez que há uma relação entre a tensão máxima obtida no ensaio de fratura rápida do RSL com o limite de resistência do material obtido no ensaio de tração. A força máxima no ensaio do RSL deve gerar uma tensão no corpo de prova cuja relação seja, no mínimo 1,2 vezes e, no máximo, 2 vezes o limite de resistência à tração (LRE) obtido no ensaio de tração como determinado pela norma F1624 (ASTM, 2012).

3.7. Metodologia do ensaio de RSL (*Rising Step Load*)

Para os ensaios de RSL, foi utilizado um equipamento montado com uma célula de carga de capacidade máxima 1 kN da marca HBM, modelo U2B (ANEXO E). Quando acoplada a um sistema de aquisição de dados, como mostrado na Fig 3.10, para medir as forças do ensaio a sua resolução é de 0,001 N. Em seu certificado, o fabricante declara que esta célula de carga apresenta uma histerese relativa de 0,059 % e um desvio de linearidade de -0,018 %, quando submetida à tração.



Figura 3.10 - Célula de carga HBM de 1 kN, modelo U2B.

Para medir o ângulo entre o braço de carregamento e o atuador utilizou-se um encoder rotativo do fabricante HEIDENHAIN, modelo ROD 426, acoplado ao eixo de giro do braço, conforme mostrado na Fig. 3.11. A resolução do encoder é calculada tendo por base 2000 pulsos por revolução (ppr), ou seja, a cada giro de 360° , o dispositivo coleta 2000 dados de ângulo em intervalos iguais. Logo, a resolução do encoder pode ser obtida dividindo-se 360° por 2000 ppr e, com isso, tem-se que a resolução do encoder é de $11'$.



Figura 3.11 - *Encoder* rotativo utilizado no equipamento de RSL (MARTINIANO, 2016).

A norma F1624 (ASTM, 2012) estabelece perfis de carregamento apropriados para o ensaio de acordo com as faixas de dureza do material a ser testado. Embora a dureza final obtida com os tratamentos térmicos tenha ficado dentro da faixa entre 33 HRC e 45 HRC,

foram realizadas algumas modificações nos perfis de carregamento utilizados em função da baixa difusividade do hidrogênio no Inconel 718. O objetivo foi garantir que houvesse tempo suficiente para a difusão do hidrogênio, garantindo dessa forma, a fragilização do material e para que este fraturasse segundo o critério de 5 % de queda da carga, estabelecido pela norma F1624 (ASTM, 2012). A seguir relacionam-se os parâmetros adotados.

- Para o ensaio de fratura rápida (*FFS – Fast Fracture Strength*) foi utilizado um corpo de prova de cada condição de tratamento térmico para determinação da força máxima ($P_{FFS}/P_{MÁX}$). Três corpos de prova foram utilizados nos ensaios em ambiente controlado.
- A norma F1624 (ASTM, 2012) determina que a taxa de carregamento no ensaio de fratura rápida deve ser compatível com a taxa utilizada na norma ASTM E8 (1,15 – 11,5 MPa/s). No ensaio de fratura rápida para o material com dureza 40 HRC e raio de entalhe de 250 μm foi utilizada uma taxa de carregamento de 6 MPa/s. Nos demais ensaios foi utilizada uma taxa de carregamento de, aproximadamente, 9 MPa/s.
- Foram utilizados, nos ensaios em meio controlado, 20 patamares de carregamento, sendo 10 patamares com tempo de 7 horas e 10 patamares com tempo de 14 horas;
- O material com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 250 μm foi ensaiado com 10 patamares com tempo de 7 horas e 10 patamares com tempo de 14 horas, ou seja, sem patamares extras;
- O critério de finalização dos ensaios de RSL foi mantido como sendo 5 % de queda de carga em relação ao $P_{FFS}/P_{MÁX}$ para todos os ensaios.

A taxa de deformação, dada em mm/mm/s, foi calculada a partir da curva do ensaio do RSL, dividindo a taxa de carregamento ($\Delta\sigma/\Delta t$) em unidades de MPa/s pelo módulo de elasticidade em MPa (ASTM, 2012). Este valor deve estar de acordo com os valores recomendados na norma G129 (ASTM, 2006) para ensaios de Baixa Taxa de Deformação: de 10^{-5} a 10^{-8} s^{-1} . Como exemplo, as taxas de carregamento e deformação para o primeiro ensaio de RSL de um corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de entalhe de 250 μm são mostradas na Tab. 3.2.

Tabela 3.2 –Taxas de carregamento e de deformação em função do tempo de patamar.

Tempo de patamar	Taxa de carregamento [MPa/s]	Taxa de deformação [s^{-1}]
7 horas	$2,183 \times 10^{-3}$	$1,047 \times 10^{-8}$
14 horas	$1,131 \times 10^{-3}$	$5,427 \times 10^{-9}$

3.7.1. Metodologia utilizada na validação dos adaptadores dos corpos de prova

A validação dos adaptadores do RSL foi efetuada por meio da determinação do erro existente entre a tensão mecânica aplicada em uma amostra, calculada analiticamente pelo software do equipamento por meio da Eq. 3.1, e a tensão mecânica efetivamente aplicada à amostra, medida através de *strain gauges* fixados ao corpo de prova usado no ensaio de validação

Originalmente em seu trabalho, Martiniano (2016) utilizou, para concepção e validação do equipamento utilizado neste estudo, corpos de prova de aço AISI 4140 temperado e revenido e com dimensões 30x30x200 mm³. A Figura 3.12 representa esquematicamente as forças atuantes em uma amostra ensaiada no RSL utilizado no trabalho citado.

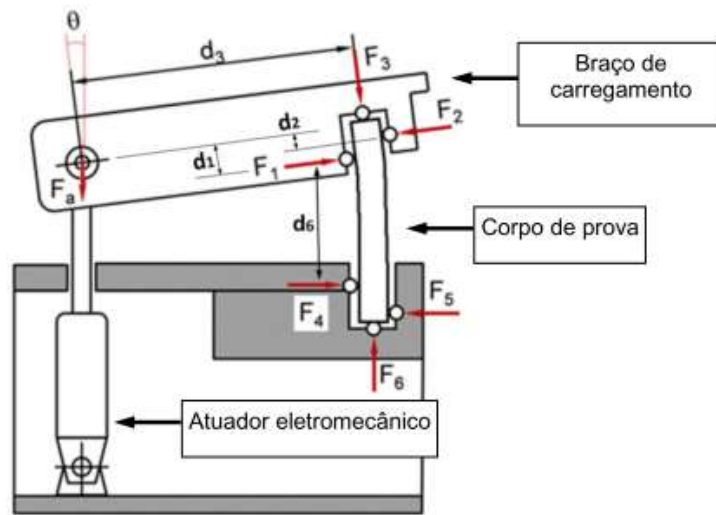


Figura 3.12 - Desenho esquemático do equipamento de carregamento progressivo ilustrando as forças atuantes em um corpo de prova devido à aplicação de uma força F_a (MARTINIANO, 2016).

A tensão atuante no corpo de prova inserido neste sistema é dada pela Eq. 3.1:

$$\sigma = F_a \left[\frac{3}{bh^2} (2d_1 \sin \theta + 2d_3 \cos \theta + d_6 \sin \theta) - \frac{\cos \theta}{bh} \right] \quad (3.1)$$

Onde:

σ : Tensão no corpo de prova;

F_a : Força realizada pelo atuador;

F_1 a F_6 : Forças atuantes no corpo de prova;

d_1 e d_2 : Distâncias verticais das forças F_1 e F_2 em relação ao eixo de giro do braço de flexão;

d_3 : Distância horizontal do eixo de giro do braço de flexão em relação ao eixo central do corpo de prova;

d_6 : Distância vertical entre os centros do rolete mais abaixo do braço de carregamento e o rolete mais acima do suporte inferior da amostra;

b e h : Largura e profundidade da seção transversal do corpo de prova;

Θ : Ângulo de giro do braço atuador.

Como mencionado previamente, neste estudo foram utilizadas corpos de prova de dimensões 10x10x60 mm³. Neste caso, fez-se necessário o uso de adaptadores. Assim, o parâmetro d_6 passa a ser uma composição de fatores geométricos como mostrado na Fig. 3.13:

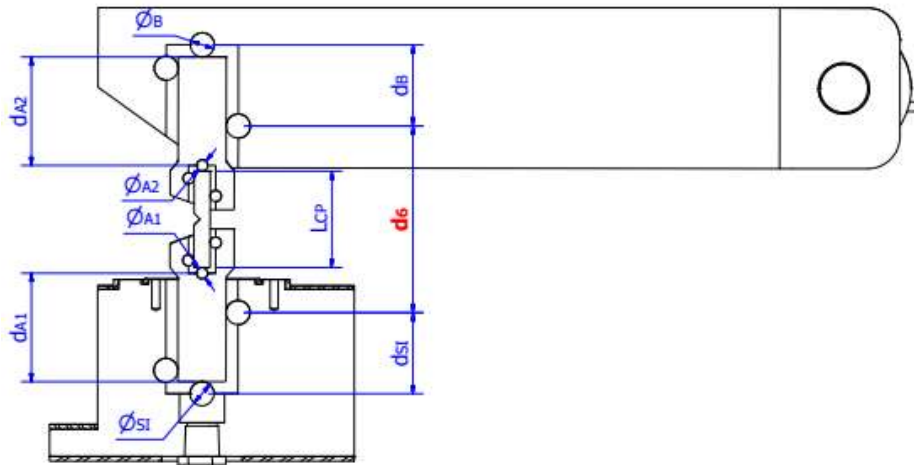


Figura 3.13 - Representação esquemática das grandezas envolvidas no cálculo de d_6 .

A Equação 3.2 mostra a expressão para o cálculo de d_6 .

$$d_6 = \left(d_{A2} + \frac{\phi_B}{2} - d_B + \frac{\phi_{A2}}{2} \right) + L_{CP} + \left(d_{A1} + \frac{\phi_{SI}}{2} - d_{SI} + \frac{\phi_{A1}}{2} \right) \quad (3.2)$$

Onde:

d_{A1} – distância entre a base do adaptador e o centro do rolete inferior do adaptador;

d_{A2} – distância entre o topo do adaptador e o centro do rolete superior do adaptador;

ϕ_{A1} – diâmetro do rolete inferior do adaptador;

ϕ_{A2} – diâmetro do rolete superior do adaptador;

ϕ_B – diâmetro do rolete superior do braço do RSL;

d_B - distâncias entre roletes do braço;

d_{SI} – distâncias entre roletes do suporte inferior;

L_{CP} – comprimento do corpo de prova.

Para o ensaio de validação dos adaptadores, foi utilizada um corpo de prova de aço AISI 4140 temperado e revenido, de dimensões $11,47 \times 9,69 \times 78,36 \text{ mm}^3$ e dureza de 37 HRC, onde se manteve a tensão aplicada abaixo do limite elástico para que, assim, não houvesse deformação plástica. Foi utilizado um corpo de prova com seção transversal de maior largura para possibilitar a ligação dos extensômetros em configuração de ponte completa.

O ensaio foi conduzido carregando-se a amostra no intervalo de 20 N a 286 N, dividido em 20 patamares de carga constante, com duração de 30 segundos onde, em cada patamar, havia um incremento de 5 % na força, até que se chegasse à força máxima de 286 N no vigésimo patamar. Em seguida, procedeu-se o descarregamento da amostra seguindo o mesmo procedimento até se chegar a 20 N. Ao longo dos patamares foram registrados os valores de ângulo e força. A sequência do carregamento e do descarregamento utilizada na validação dos adaptadores é mostrada na Fig.3.14.

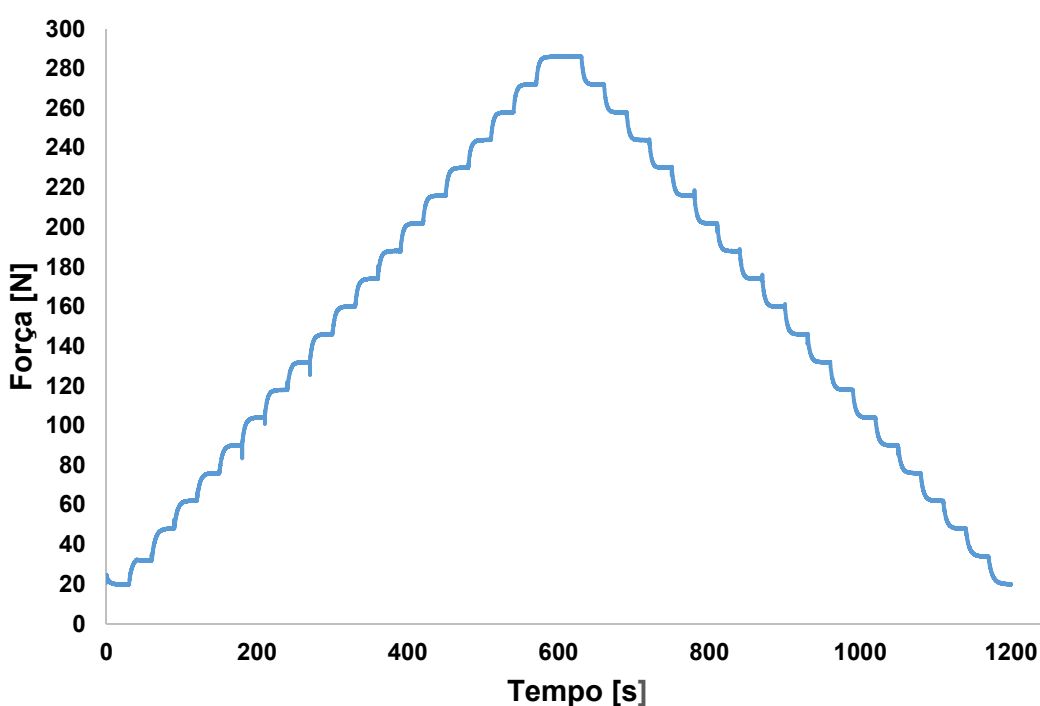


Figura 3.14 - Perfil de carregamento e de descarregamento utilizados na etapa de validação dos adaptadores de corpos de prova de seção de $10 \times 10 \text{ mm}^2$.

Para medir experimentalmente as tensões nos ensaios de validação, foram utilizados quatro extensômetros uniaxiais da marca HBM, modelo 1-LY41-1,5/120 (ANEXO F), com

resistência elétrica de $120\ \Omega$ e grade de medição de 1,5 mm, montados em série, numa configuração de ponte completa. A montagem da validação dos adaptadores é mostrada na Fig. 3.15.

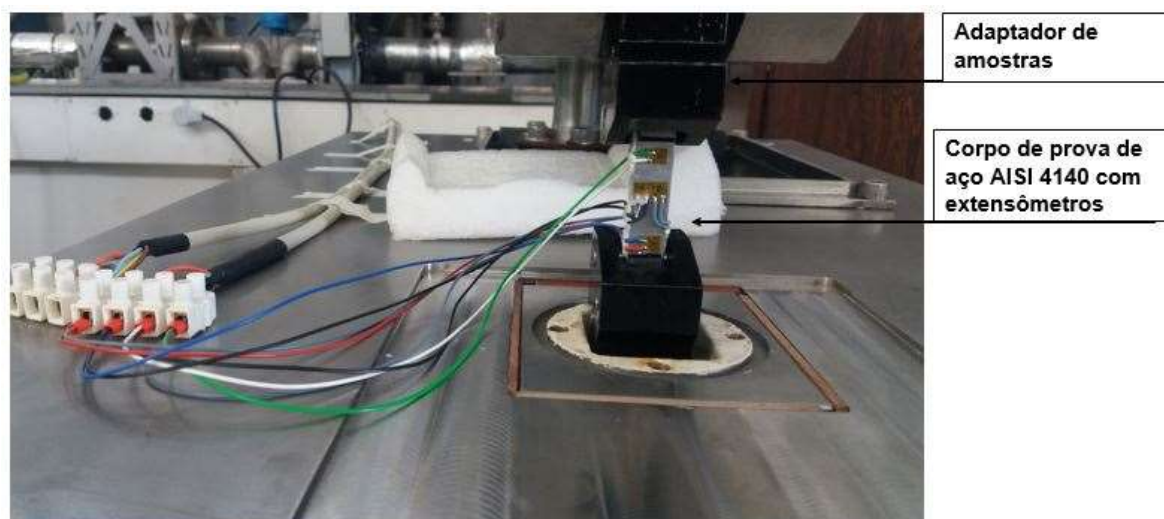


Figura 3.15 - Montagem do ensaio de validação dos adaptadores para corpos de prova de $10 \times 10\text{ mm}^2$, mostrando com extensômetros conectados em ponte completa.

3.7.2. Metodologia utilizada na avaliação da força limite (P_{th}) a partir das curvas obtidas no ensaio de RSL

Segundo a norma F1624 (ASTM, 2012), em seu item 8.1.7.1:

“O limite é calculado a partir da carga do último patamar onde a carga se mantém pela duração total do patamar. O limite é definido como a tensão ou fator de concentração de tensão calculado a partir da carga onde se observa a nucleação da trinca [...]. Para materiais com taxa de crescimento de trinca extremamente baixa, um valor menor de queda de carga deve ser utilizado e que seja mais consistente com a detecção visual de queda de carga.”

O Inconel 718, por ser um material com baixa taxa de crescimento de trinca devido à sua elevada ductilidade, tende a exibir vários patamares de escoamento antes de se perceber uma queda de carga que sinalize o crescimento de uma trinca causado pela fragilização do material pelo hidrogênio. Partindo desta premissa e das orientações da norma F1624 (ASTM, 2012), a análise e determinação da carga limite, P_{th} , foi conduzida da seguinte forma.

Na Figura 3.16, observa-se uma curva obtida em ensaio de RSL para um corpo de prova de Inconel 718 e dimensões $10 \times 10 \times 60\text{ mm}^3$ e, para este caso específico, realizado para um corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de $80\ \mu\text{m}$ e dureza de 40 HRC. A curva vermelha representa o *setpoint* de força, que é a força programada para ser atingida

em um determinado patamar, e a curva em azul representa a força aplicada pelo equipamento RSL para os respectivos patamares do perfil de carregamento.

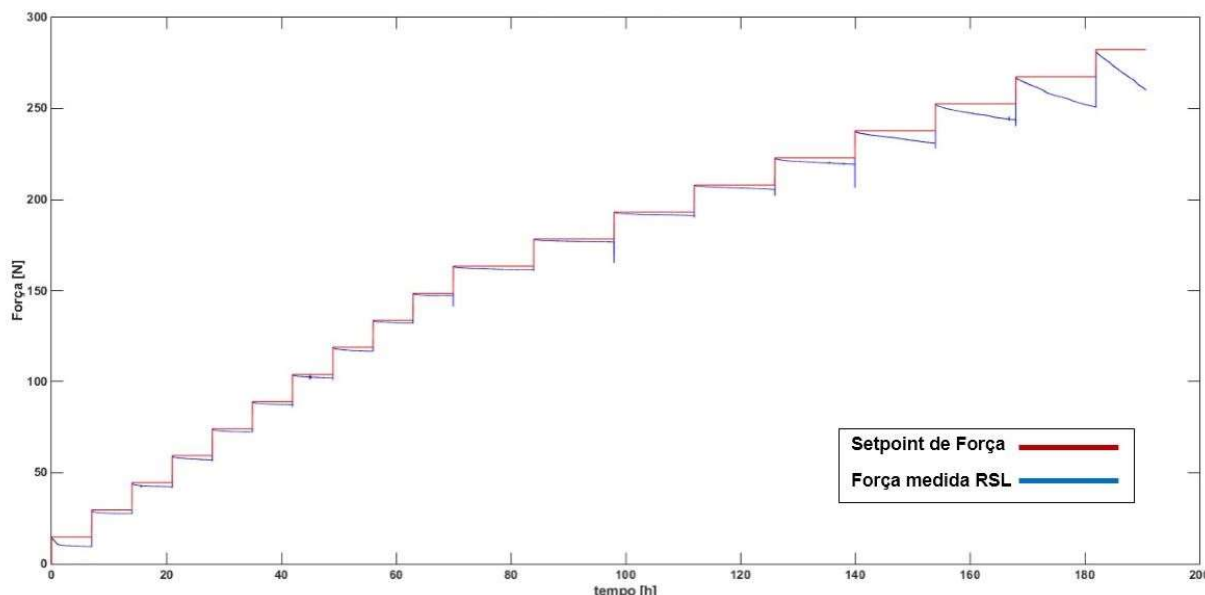


Figura 3.16 - Curva do ensaio de RSL apresentando 20 patamares de carga para um corpo de prova de Inconel 718 com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

É possível observar que, em geral, a diferença entre os valores do *setpoint* de força e a força medida pelo RSL é muito pequena nos patamares iniciais e aumenta à medida em que o material começa a escoar ou quando uma trinca se nucleia devido à ação do hidrogênio.

Tomando como exemplo o segundo patamar de força com tempo de duração de 7 horas, como mostrado em detalhe na Fig. 3.17, a diferença entre o *setpoint* de força e a força medida pelo RSL uma hora após o início do patamar foi de, aproximadamente, 1,372 N e, no final do patamar, esta diferença foi de aproximadamente 1,997 N. Porém, esta diferença se torna maior para os casos nos quais, possivelmente, uma trinca já se nucleou no corpo de prova ou o mesmo começou a apresentar comportamento de escoamento, como mostrado em detalhe na Fig. 3.18 para o penúltimo patamar de carga com tempo de duração de 14 horas. Uma hora após o início do patamar, a diferença entre o *setpoint* de força e a força aplicada pelo RSL foi de, aproximadamente, 3,091 N e, ao final do patamar, esta diferença de força foi de, aproximadamente, 16,091 N.

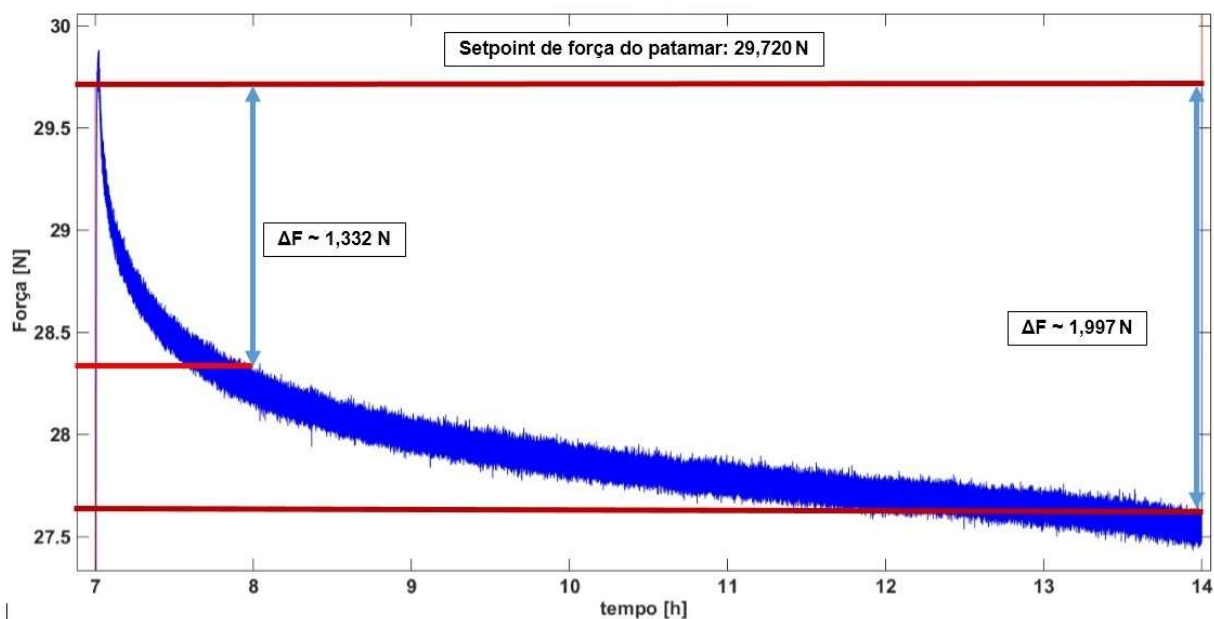


Figura 3.17 - Detalhe do 2º patamar de carga com duração de 7 horas para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

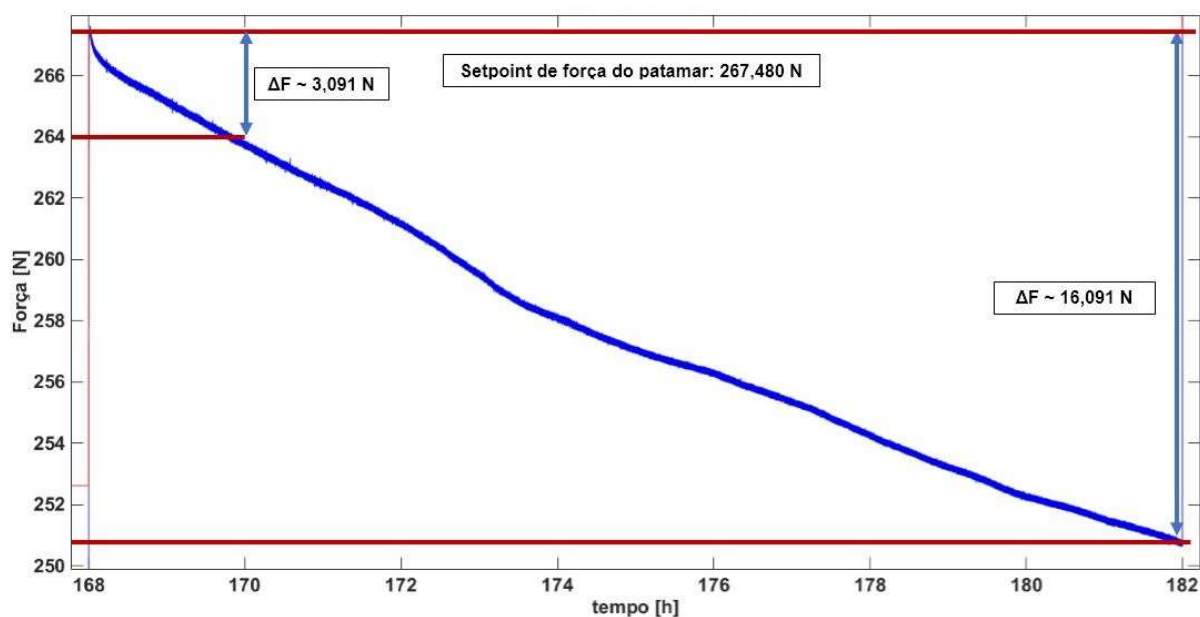


Figura 3.18 - Detalhe do 19º patamar de carga com duração de 14 horas para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

As Figuras 3.17 e 3.18 sugerem que a diferença entre o *setpoint* de força e a força medida, doravante denominada delta de força (ΔF), será sempre crescente à medida que o material começa a escoar ou uma trinca começa a se propagar, uma vez que durante o tempo do patamar o ensaio é conduzido em controle de posição. Desta forma, foi criado um vetor

com os valores calculados de ΔF para cada patamar de carga utilizando o conjunto de dados gerados no ensaio de RSL como mostrado na Eq. 3.3.

$$\begin{bmatrix} \Delta F(1) \\ \vdots \\ \Delta F(k) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} F_{\text{setpoint}}(1) \\ \vdots \\ F_{\text{setpoint}}(k) \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} F_{\text{RSL}}(1) \\ \vdots \\ F_{\text{RSL}}(k) \end{bmatrix} \quad (3.3)$$

Neste vetor, (1) representa o primeiro termo de força e (k) o k-ésimo termo de força obtido instantaneamente ao longo da duração do ensaio, aplicado a cada patamar.

O delta de força médio para cada patamar de carga, $\Delta \bar{F}(p)$, é dado pelo somatório de cada ponto do vetor ΔF dividido pelo número total de pontos de força medidos no patamar, n, como mostrado na Eq. 3.4.

$$\Delta \bar{F}(p) = \left[\frac{\sum_{i=(p-1)n+1}^{i=p.n} F_i}{n} \right] \quad (3.4)$$

Finalmente, foi calculado o erro médio acumulado de cada patamar de força como sendo uma função definida por partes mostrada na Eq. 3.5.

$$\text{Erro \%}(p) = \begin{cases} 0, & \text{se } p = 1 \\ \left(\frac{\Delta \bar{F}(p) - \frac{\sum_{i=2}^{i=p} \Delta \bar{F}_{(i-1)}}{p-1}}{\frac{\sum_{i=2}^{i=p} \Delta \bar{F}_{(i-1)}}{p-1}} \right) \times 100 \%, & \text{se } p > 1 \end{cases} \quad (3.5)$$

A partir dos valores de força obtidos, foram calculadas as respectivas tensões limite σ_{th} . As seções seguintes tratam do cálculo das incertezas associadas a cada uma das variáveis que compõem o cálculo da tensão atuante no corpo de prova e demais grandezas medidas ao longo de todo o trabalho.

3.8. Cálculo das incertezas de medição

Esta seção trata do cálculo das incertezas de medição de todos os mensurandos envolvidos na etapa de validação e subsequente condução dos testes. Foram identificadas todas as fontes de incerteza presentes no ensaio e calculadas as incertezas de medição. Para tanto, foram seguidas as recomendações do *Guide to the Expression of Uncertainty in*

Measurement (GUM) (INMETRO, 2012). Todos os cálculos foram realizados utilizando as planilhas desenvolvidas por (MORAES, 2011).

3.8.1. Incerteza de medição associada às dimensões da amostra usada no procedimento de validação dos adaptadores

O comprimento L e as dimensões da seção transversal (b e h) da amostra utilizada na validação do equipamento, indicadas na Fig. 3.19, foram medidos utilizando um paquímetro digital do fabricante Mitutoyo, com resolução de 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm. Como informado pelo certificado de calibração deste paquímetro (ANEXO G), a incerteza expandida para medições externas é de 0,02 mm. O desvio de paralelismo, ΔP , entre as superfícies para medições externas é igual a zero, com incerteza expandida associada de 0,01 mm. Em ambos os casos, o fator de abrangência k é igual a 2,00 com 95 % de probabilidade de abrangência.



Figura 3.19 - Representação esquemática das dimensões da amostra utilizada nos testes de validação dos adaptadores do RSL.

Os modelos matemáticos utilizados para o cálculo da incerteza de medição das dimensões do corpo de prova utilizado na validação dos adaptadores são dados pelas Eqs. 3.6 a. 3.8. As grandezas com um traço acima representam a média aritmética de cinco medições, ΔR_p representa a incerteza da associada à resolução do paquímetro digital e ΔIC_p é a correção associada à incerteza de calibração do paquímetro digital.

$$L = \bar{L} + \Delta R_p + \Delta IC_p + \Delta P \quad (3.6)$$

$$b = \bar{b} + \Delta R_p + \Delta IC_p + \Delta P \quad (3.7)$$

$$h = \bar{h} + \Delta R_p + \Delta IC_p + \Delta P \quad (3.8)$$

3.8.2. Incerteza de medição associada às dimensões dos corpos de prova usadas nos ensaios de RSL

O comprimento (L), a largura (b) e as tolerâncias dimensionais de paralelismo e perpendicularidade foram medidas usando-se uma máquina de medir por coordenadas (MMC) da Zeiss modelo Contura G2, automática, de resolução 0,2 μm e faixa nominal de

trabalho de 1000 x 1200 x 600 mm³ para os eixos X, Y e Z, respectivamente. Foi utilizado um apalpador com ponta esférica de rubi de 2 mm. O software disponível na máquina e utilizado no trabalho de medição dos corpos de prova dos ensaios de RSL foi o Zeiss Calypso®. A MMC utilizada possui certificado de calibração de número 265/2017, emitido pelo Laboratório de Metrologia da Mitutoyo Sul Americana (ANEXO H). De acordo com este certificado de calibração, a incerteza padrão associada ao erro de apalpação é de 0,25 µm; a incerteza linear associada aos eixos X, Y e Z é dada pela equação (0,7 + L/576) µm, onde L representa o valor da coordenada correspondente. O fator de abrangência é k = 2,00 para um nível de confiança de 95 %.

As Equações 3.9 e 3.10 foram utilizadas no cálculo das respectivas incertezas:

$$L = \bar{L} + \Delta R_{MMC} + \Delta IC_{MMC} + \Delta E_A + \bar{L}\Delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) + \bar{L}\delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) \quad (3.9)$$

$$b = \bar{b} + \Delta R_{MMC} + \Delta IC_{MMC} + \Delta E_A + \bar{b}\Delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) + \bar{b}\delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) \quad (3.10)$$

Onde L e b são os mensurandos para comprimento e largura, respectivamente; \bar{L} e \bar{b} são respectivamente as médias aritméticas dos valores de comprimento e largura calculados para cada ciclo de medição; ΔR_{MMC} - correção associada à resolução da MMC; ΔIC_{MMC} - correção associada à incerteza da calibração da MMC; ΔE_A - correção associada ao erro de apalpamento; ΔT - afastamento da temperatura ambiente em relação à temperatura de referência; δT - variação da temperatura durante as medições; α_{Pe} e α_E - coeficientes de expansão térmica linear do material da peça (Inconel 718) e das escalas da MMC Contura G2, respectivamente.

Os entalhes foram realizados após as etapas de tratamento térmico e retificação dos corpos de prova. A altura (h) da raiz do entalhe até a base da amostra e o ângulo de abertura do entalhe foram medidos utilizando um Projetor de Perfil (PF) PJ-A3000 da Mitutoyo com resolução de 0,001 mm para medições lineares e faixa nominal definida pelos eixos X e Y sendo 50 mm, respectivamente (ANEXO I). A Equação 3.11 foi utilizada no cálculo da incerteza relacionada à altura dos corpos de prova.

$$h = \bar{h} + \Delta R_{PF} + \Delta IC_{PF} + \Delta AI \quad (3.11)$$

Na Eq. 3.11, \bar{h} é a média aritmética dos valores de altura; ΔR_{PF} é a incerteza associada à resolução do Projetor; ΔIC_{PF} é a incerteza associada à calibração do Projetor e ΔAI a correção associada ao aumento da lente do projetor de perfil.

3.8.3. Incerteza de medição associada à força medida pela célula de carga e ao ângulo medido pelo encoder

Para medir a força no ensaio de RSL foi utilizada uma célula de carga da HBM, modelo U2B, com capacidade de 1 kN. Sua resolução, uma vez acoplada ao sistema de aquisição de dados é de 0,001 N. O certificado de teste da célula de carga declara que a mesma apresenta uma histerese relativa de 0,059 % e um desvio de linearidade de -0,018 %, quando submetida à tração.

Para medir o ângulo entre o braço e carregamento e o atuador do equipamento foi utilizado um *encoder* acoplado ao eixo de giro do braço. O *encoder* utilizado é do tipo rotativo, da fabricante HEIDENHAIN, modelo ROD 426, com 2000 pulsos por revolução (ppr), ou seja, a cada giro de 360°, o instrumento coleta 2000 dados de ângulo em intervalos iguais. Logo, a resolução do *encoder* pode ser obtida dividindo-se 360° por 2000 ppr e, com isso, tem-se que a resolução do *encoder* é de 11'.

Os modelos matemáticos utilizados no cálculo das incertezas da Força e do Ângulo são mostradas abaixo:

$$F = \bar{F} + \Delta R_F + \Delta IC_F + \Delta Hist_F + \Delta Lin_F \quad (3.12)$$

$$\theta = \bar{\theta} + \Delta R_e + \Delta IC_e \quad (3.13)$$

\bar{F}_{CF} e $\bar{\theta}$ representam a média aritmética da força aplicada durante o ensaio para um intervalo de tempo de aproximadamente 30 segundos, medida pela célula de carga, e o ângulo medido pelo *encoder*, respectivamente; ΔR_F e ΔR_e representam a incerteza associada à resolução da célula de carga e do *encoder*, respectivamente; ΔIC_F e ΔIC_e são as correções relativas à calibração da célula de carga e do *encoder*, respectivamente; $\Delta Hist_F$ é a correção associada à histerese apresentada pela célula de carga e ΔLin_F é a correção associada ao desvio de linearidade apresentado pela célula de carga, quando submetida à tração.

3.8.4. Incerteza de medição das distâncias na equação da Tensão e das distâncias e diâmetros dos roletes da equação de d_6

Para a medição das distâncias d_1 e d_3 da Fig. 3.12, das distâncias d_{A1} , d_{A2} , d_B , d_{SI} , como também dos diâmetros dos roletes do braço e do suporte inferior do RSL, \varnothing_B e \varnothing_{SI} , e os roletes dos adaptadores \varnothing_{A1} e \varnothing_{A2} , mostrados na Fig. 3.13, foi utilizada uma MMC Mitutoyo, modelo BR-M443, tipo ponte móvel, manual, com resolução de 1 μ m e volume de trabalho de 400 x 400 x 300 mm³ definido pela faixa nominal das escalas dos eixos X, Y e Z. A máquina utiliza um apalpador com ponta esférica de rubi de 2 mm.

O *software* disponível na máquina e utilizado no trabalho foi o MCosmos® 3.0. A máquina possui certificado de calibração de número 07081/13, emitido pelo Laboratório de Metrologia da Mitutoyo Sul Americana (ANEXO J). De acordo com este certificado de calibração, o erro de apalpação é de $(1,9 \pm 1,2) \mu\text{m}$; a incerteza linear associada ao eixo X é $(0,8+L/1500) \mu\text{m}$, para o eixo Y essa incerteza é de $(0,8+L/3000) \mu\text{m}$, enquanto que para o eixo Z ela é de $(0,9+L/2900) \mu\text{m}$, onde L representa o valor da coordenada correspondente.

O modelo matemático utilizado no cálculo de incerteza das distâncias é mostrado na Eq. 3.14.

$$D = \bar{D} + \Delta R_{MMC} + \Delta IC_{MMC} + \Delta E_A + \bar{D}\Delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) + \bar{D}\delta T(\alpha_{Pe} + \alpha_E) \quad (3.14)$$

Onde D é o mensurando que, no caso, pode ser qualquer uma das distâncias das Eqs. 3.1 e 3.2 medidas na MMC; \bar{D} - média aritmética dos valores de distância calculados para cada ciclo de medição; ΔR_{MMC} - correção associada à resolução da MMC; ΔIC_{MMC} - correção associada à incerteza da calibração da MMC; ΔE_A - correção associada ao erro de apalpamento; ΔT - afastamento da temperatura ambiente em relação à temperatura de referência; δT - variação da temperatura durante as medições; α_{Pe} e α_E - coeficientes de expansão térmica linear do material da peça (Aço Inox 420 dos adaptadores ou Alumínio Aeronáutico usado no braço do RSL) e das escalas da MMC BR-M443 (vidro), respectivamente.

Como foi utilizada a mesma MMC na medição dos diâmetros, o cálculo da sua incerteza de medição utiliza o mesmo modelo matemático da Eq. 3.14, porém, trocando-se o mensurando para os diâmetros e mantendo-se as demais variáveis.

3.8.4.1. Incerteza de medição associada ao cálculo de d_6

Como mostrado na Eq. 3.2, o parâmetro d_6 é composto por um conjunto de parâmetros geométricos. O comprimento L_{CP} foi medido utilizando-se a MMC descrita na seção 3.8.2, enquanto que distâncias e os diâmetros dos roletes foram medidos utilizando-se a MMC e os procedimentos descritos na seção 3.8.4. Então, foram calculadas as incertezas combinadas de todas as variáveis que compõem o d_6 .

3.8.5. Incerteza associada ao cálculo da Tensão Mecânica na Amostra

Uma vez calculadas as incertezas associadas às variáveis de influência no cálculo da tensão mecânica em um corpo de prova, mostradas nas Eqs 3.1 e 3.2, foi utilizado o método de Monte Carlo com cinco milhões de iterações para se determinar a incerteza expandida

relacionada à tensão mecânica na amostra. O número de iterações foi escolhido em função da convergência do método.

3.8.6. Incerteza associada à medição da dureza dos corpos de prova

Para medir a dureza dos corpos de prova foi utilizado um durômetro Mitutoyo Durotwin Plus, modelo DT-20 e penetrador padrão Rockwell C. A incerteza relativa à dureza foi calculada pela Eq. 3.15, cujo modelamento matemático é mostrado na Eq. 3.15.

$$H = \bar{H} + \Delta R_H + \Delta IC_H \quad (3.15)$$

Onde, H é o mensurando relativo à dureza dos corpos de prova utilizados nos ensaios de RSL, \bar{H} é a média dos valores medidos de dureza, ΔR_H é a incerteza associada à resolução do durômetro utilizado e ΔIC_H a incerteza associada à calibração do durômetro. Foi utilizado um corpo de prova padrão com dureza média de 62,5 HRC para auferir a calibração do durômetro. Foram realizadas 5 medidas estando todas elas dentro do intervalo de durezas esperado.

3.9. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio

O hidrogênio foi introduzido nos corpos de prova por polarização catódica *in situ*. O fluido utilizado nos ensaios com ambiente controlado foi a solução padrão de água deionizada com 3,5 % de NaCl. Foi utilizado um eletrodo de Ag/AgCl como eletrodo de referência, três placas de grafite ligadas em série como contraeletrodo e a amostra como eletrodo de trabalho. O potencial foi aplicado utilizando-se o potenciostato, mostrado na Fig.3.20, da Metrohm Autolab, modelo PGSTAT 204, com uma capacidade de tensão de 10 V, corrente máxima de 400 mA e o software NOVA 2.0, que permite aplicar e monitorar o potencial. O potencial de polarização utilizado foi de -1,2 V_{Ag/AgCl} que é o potencial aplicado tomando como referência o eletrodo padrão de Ag/AgCl. Não foi realizado nenhum procedimento de pré-hidrogenação antes de serem iniciados os ensaios.

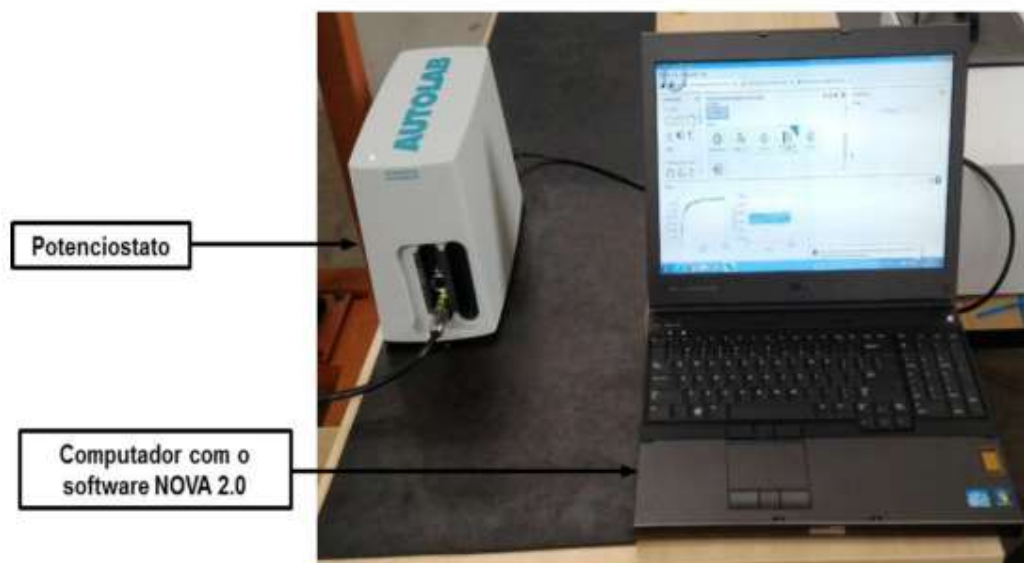


Figura 3.20 - Sistema de controle do potenciostato (MARTINIANO, 2016).

3.10. Análise metalográfica das amostras

Foram retiradas amostras das seções transversais do material como recebido e para cada um dos corpos de prova de controle dos tratamentos térmicos realizados. Em seguida, estas amostras foram embutidas em baquelite. O lixamento foi realizado em uma lixadeira manual da Arotec, modelo Aropol 2V, usando lixas diamantadas da série MD Piano da Struers e água como lubrificante. Em seguida, todas as amostras foram polidas utilizando uma politriz manual Arotec, modelo Aropol E, e a série discos de polimento MD Nap da Struers com suspensões de 6, 3 e 1 μm . Entre cada etapa de polimento, as amostras foram imersas em álcool e lavadas via ultrassom por cinco minutos. O acabamento final foi realizado utilizando o disco MD Plus da Struers com suspensão coloidal de sílica (diâmetro médio de 0,05 μm). O procedimento de lixamento e polimento é descrito na Tab 3.3.

Para revelar a microestrutura, foi conduzido ataque químico por imersão utilizando Kallings n°2 (5g de CuCl_2 , 50 ml de HCl e 50 ml de Etanol), como determinado pela norma API 6A CRA (2015), por tempos entre 5 e 8 segundos.

Tabela 3.3 - Procedimentos de lixamento e de polimento na preparação de amostras utilizadas na análise metalográfica.

Etap	Disco	Lubrificante	Suspensão	Tempo [min]
1	MD Piano 120	Água	Nenhum	3
2	MD Piano 220	Água	Nenhum	3
3	MD Piano 500	Água	Nenhum	3
4	MD Piano 1200	Água	Nenhum	3
5	MD Nap	Nenhum	Suspensão de diamante 6 µm	6
6	MD Nap	Nenhum	Suspensão de diamante 3 µm	3
7	MD Nap	Nenhum	Suspensão de diamante 1 µm	3
8	MD Plus	Nenhum	Sílica Coloidal 0,05 µm	2

3.10.1. Cálculo do tamanho de grão

A norma API 6A CRA (2015) determina que o tamanho de grão, após a realização dos tratamentos térmicos, deve ser calculado segundo procedimentos da norma E112 (ASTM, 2013). Ainda segundo a norma API 6A CRA (2015), o tamanho de grão médio deve ser equivalente ao grão ASTM n°2 ou mais fino. Isto corresponde a um tamanho de grão de 179,6 µm ou menor. Para este estudo, o tamanho de grão médio foi determinado usando-se o método de Heyn, ou, método do intercepto linear.

Utilizando-se este método, foram traçadas linhas de tamanho conhecido na fotomicrografia da amostra em análise e contou-se quantas vezes essas linhas interceptaram os contornos de grão. A partir deste valor, foi possível calcular o número de interceptos por unidade de comprimento, N_L , por meio da Eq. 3.16:

$$N_L = \frac{N}{L_R/M} \quad (3.16)$$

Onde N é o número de interceptos, L_R , o comprimento total real da linha dado em milímetros e M corresponde ao aumento utilizado no microscópio durante a medição.

Entretanto, utilizando o software do microscópio ótico, foi possível desenhar digitalmente uma linha sobre a imagem da amostra já com a cota real da mesma. Ou seja, se torna desnecessária a divisão do comprimento da linha pelo aumento (M) Assim:

$$N_L = \frac{N}{L_T} \quad (3.17)$$

Onde L_T é o comprimento total da linha dado em milímetros.

Tendo encontrado o número de interceptos por unidade de comprimento, foi possível obter o comprimento do intercepto médio linear, a partir da relação mostrada na Eq. 3.17:

$$L = \frac{1}{N_L} \quad (3.18)$$

O número de grão ASTM (G) foi, então, calculado pela relação dada pela Eq. 3.19:

$$G = [-6,6457 \times \log(L) - 3,298] \quad (3.19)$$

Ao número de grão, G, está associado um valor de diâmetro médio de grão que pode ser dado em milímetros ou, mais usualmente, em micrometros. A norma ASTM E112 define que deve-se traçar, na imagem, linhas suficientes para se obter, no mínimo, 50 intersecções e, no máximo, 150.

3.10.2. Caracterização microestrutural e superfícies de fratura

A caracterização microestrutural das amostras de Inconel 718 foi realizada utilizando um microscópio óptico da Olympus, modelo BX51M, com uma câmera digital da Zeiss, modelo AxioCam ICc5 acoplada.

Para análises adicionais de microestrutura, caracterização semiquantitativa de carbonetos, fases secundárias e superfícies de fratura foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura tipo FEG da marca Zeiss, modelo SUPRA40, com EDS acoplado (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*). A profundidade de fratura frágil foi medida utilizando-se as ferramentas de medição do software do FEG.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, os resultados da validação dos adaptadores do RSL para corpos de prova de seção 10x10 mm² e comprimento 60 mm, a análise dimensional e microestrutural dos corpos de prova usados nos ensaios de RSL e as propriedades mecânicas resultantes para todas as condições de tratamentos térmicos utilizados neste estudo são apresentados. O efeito do raio de arredondamento dos entalhes utilizados sobre a força limite para início de nucleação de trinca, obtida no ensaio de RSL, e as tensões limite resultantes foram avaliadas. Finalmente, as superfícies de fratura dos corpos de prova testados em ambiente hidrogenado são analisadas e seus resultados comparados com os modos de fratura encontrados na literatura.

4.1. Resultado do ensaio de validação dos adaptadores de corpos de prova

Os valores decorrentes das medições das dimensões do corpo de prova utilizado no ensaio de validação e suas respectivas incertezas se encontram no apêndice A.

O ciclo de carregamento e de descarregamento em função das tensões para cada patamar de força do ensaio de validação é mostrado na Fig. 4.1.

As tensões máximas obtidas na medição com os *strain gauges* e calculada analiticamente pelo equipamento de carregamento progressivo foram $634,94 \pm 2,33$ MPa e $642,54 \pm 2,55$ MPa, respectivamente.

Observa-se da Fig. 4.1, ciclo de carregamento e descarregamento, que houve uma diferença nas tensões calculadas pelo programa supervisor do RSL e a tensão medida pelos extensômetros. Esta diferença foi de aproximadamente 2,5 % para as forças mais baixas (20 N) e 1,15 % para as forças mais altas (286 N), como mostrado na Fig. 4.2.

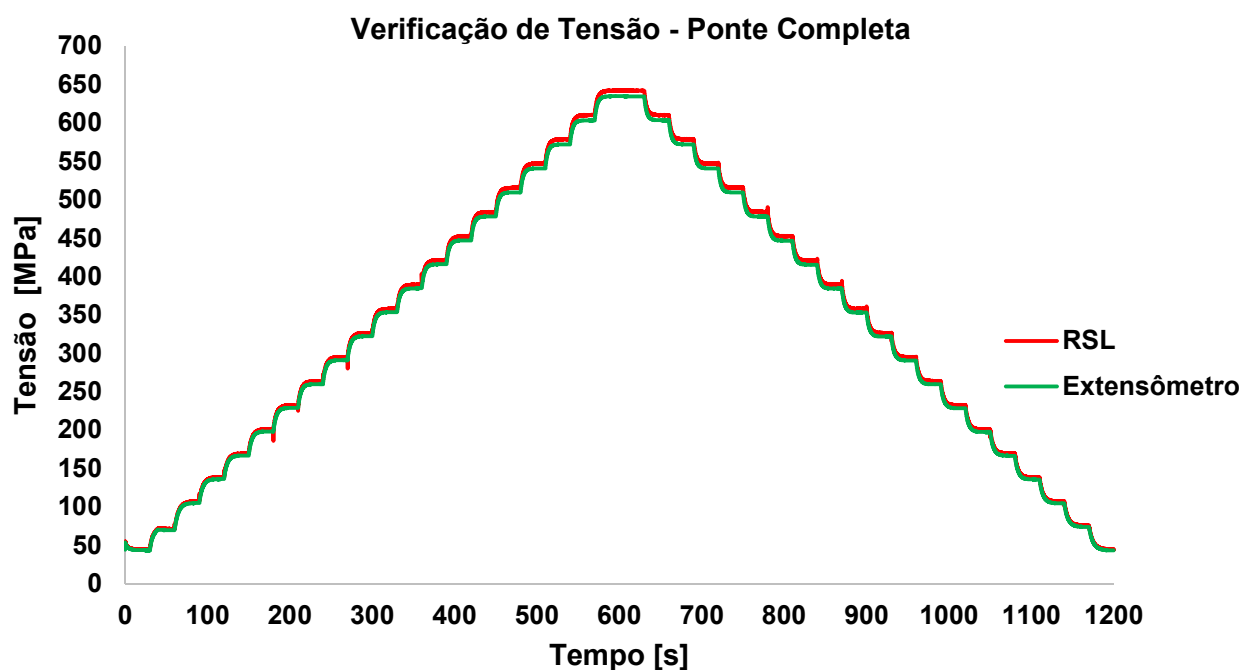


Figura 4.1 - Tensões medidas pelos *strain gauges* ligados em ponte completa e calculadas pelo software do equipamento utilizado neste trabalho para validação dos adaptadores.

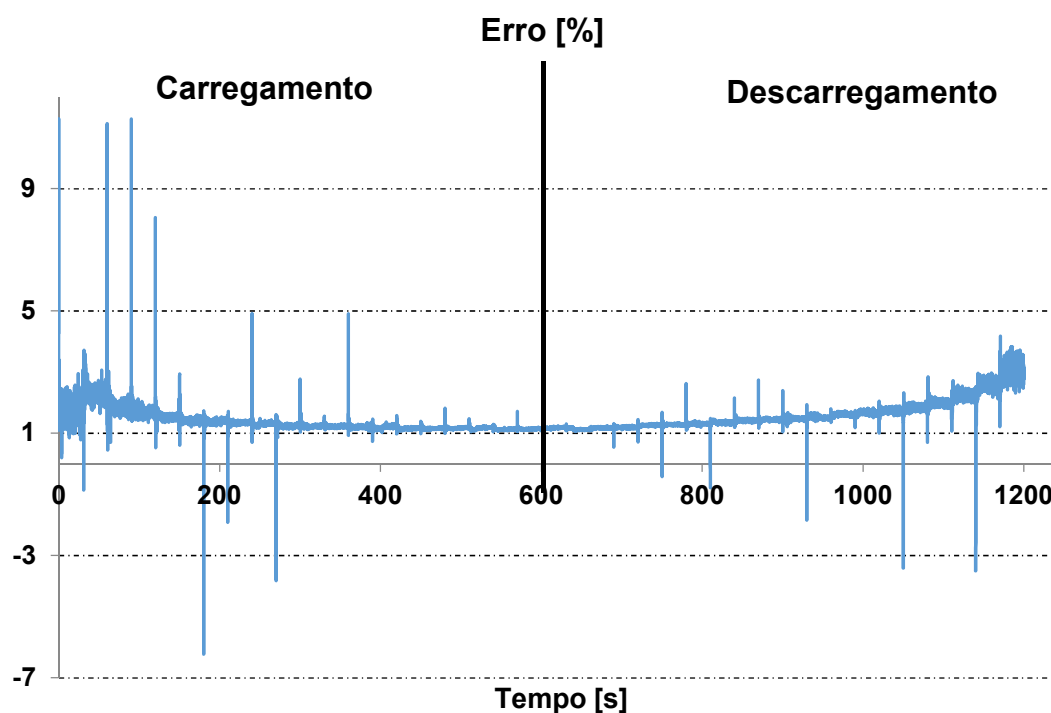


Figura 4.2 - Erro entre a tensão calculada pelo RSL e a tensão medida pelos extensômetros.

Em seu trabalho, Martiniano (2016) obteve erros da ordem de 0,6 % entre as tensões calculada e medida experimentalmente. O fato de a amostra utilizada no referido trabalho

consistir de um corpo sólido com comprimento de 200 mm pode ter contribuído para um menor valor de erro. Além disso, célula de carga utilizada no referido trabalho possuía capacidade de 20 kN e a validação atingiu forças da ordem de 50 % deste valor.

No caso da presente dissertação, foi utilizada uma célula de carga de 1 kN e o ensaio de validação atingiu cerca de 30 % desta capacidade. Devido à redução nas dimensões do corpo de prova usado na etapa de validação, foi necessária a utilização de forças menores para que não fosse atingido o limite de escoamento do corpo de prova. Este fato obrigou a se operar a célula de carga em valores de força muito próximos ao seu fundo de escala e, por isso, os maiores erros obtidos, da ordem de 2,5 %, se encontram nos patamares iniciais.

A montagem do tipo “sanduíche”, ou com adaptadores, que foi utilizada neste trabalho, tem também, influência no erro, pois, o cálculo da distância d_6 compreende vários fatores geométricos que podem propagar erros.

Em cargas mais altas o erro verificado foi menor e da ordem de 1,15 %. Os valores de erro obtidos são suficientemente satisfatórios uma vez que podem ser considerados relativamente baixos e fornecem boa concordância entre os dados de tensão mecânica medidos e calculados.

As tabelas com os respectivos valores de força, ângulo e tensão do ensaio de validação dos adaptadores se encontram no Apêndice C.

4.2. Caracterização do material como recebido

O material, tal como recebido, foi caracterizado e nesta seção são apresentados os seus resultados. A norma API 6A CRA (2015) delimita as condições mínimas aceitáveis para a aplicação de ligas de Níquel tratadas termicamente com relação ao seu uso em ambientes agressivos, corrosivos e onde predominam altas pressões e altas temperaturas.

4.2.1. Análise de composição química

A Tabela 4.1 apresenta os resultados das análises de composição química dos estojos de fixação como recebidos.

Tabela 4.1 - Composição química dos estojos de Inconel 718 analisados (% peso).

Estajo	Ni	Cr	Nb	Mo	Fe	Ti	Al	C	Si
131	52,900	18,3700	5,330	3,143	18,100	1,050	0,530	0,027	0,102
132	52,700	18,300	5,360	3,131	18,100	1,170	0,581	0,027	0,102
135	52,900	18,100	5,270	3,055	18,400	1,100	0,551	0,028	0,114
139	52,200	18,370	5,380	3,315	18,500	1,180	0,618	0,031	0,054
142	52,300	18,300	5,430	3,260	18,500	1,170	0,631	0,031	0,055
144	52,000	18,300	5,420	3,280	18,730	1,190	0,626	0,033	0,053
157	52,700	18,100	5,190	3,120	18,800	1,070	0,563	0,028	0,099

De acordo com o resultado da análise química, todos os estojos fornecidos apresentam composição química típica do Inconel 718, estando todos os elementos analisados rigorosamente dentro das faixas previstas nas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015).

4.2.2. Análise microestrutural dos estojos de Inconel 718 como recebidos

A microestrutura foi revelada utilizando o reagente Kallings nº 2. A Figura 4.3 mostra a microestrutura do material como recebido.

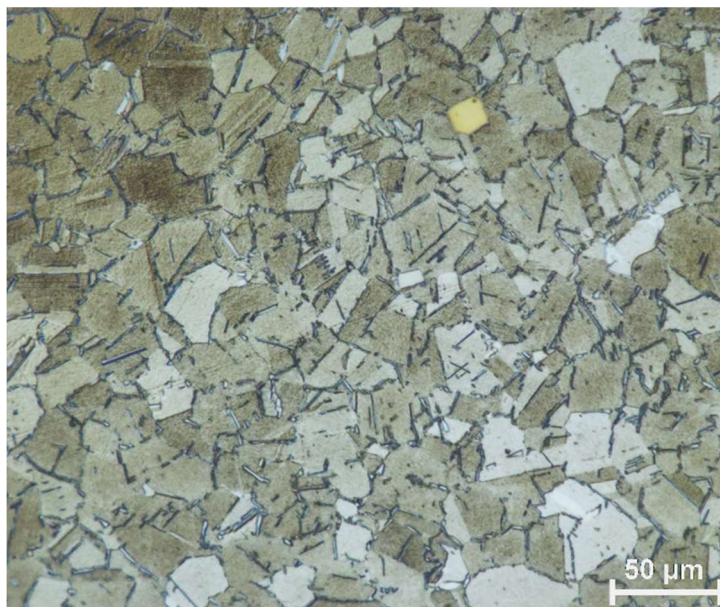


Figura 4.3 - Microestrutura obtida por microscopia ótica do Inconel 718 como recebido; microscopia ótica (MO).

O material recebido apresenta microestrutura com grão muito refinado possuindo diâmetro médio e respectiva incerteza de medição de $7,9 \pm 2,0 \mu\text{m}$, para um nível de abrangência de 95%, medida na região do núcleo do estojo de Inconel 718. Os contornos e o interior dos grãos apresentaram grande quantidade de estruturas aciculares.

Pela micrografia utilizando microscópio ótico se observam evidências claras de maclas características de estrutura CFC no material na condição como recebido.

A análise dos contornos de grão utilizando MEV revelou pequenas plaquetas contendo níquel e nióbio em sua composição. O ponto onde foi realizada a análise qualitativa de composição química, via EDS, e seu espectro correspondente são mostrados nas Figs. 4.4 e 4.5.

No espectro mostrado na Fig. 4.5 observam-se também picos característicos de elementos como ferro, cromo e titânio. Estes elementos estão presentes na matriz do material e aparecem na análise em função da profundidade atingida pelo feixe de elétrons ao realizar a análise via EDS. Esta profundidade é suficiente para detectar outros elementos que se encontram na matriz do Inconel 718.

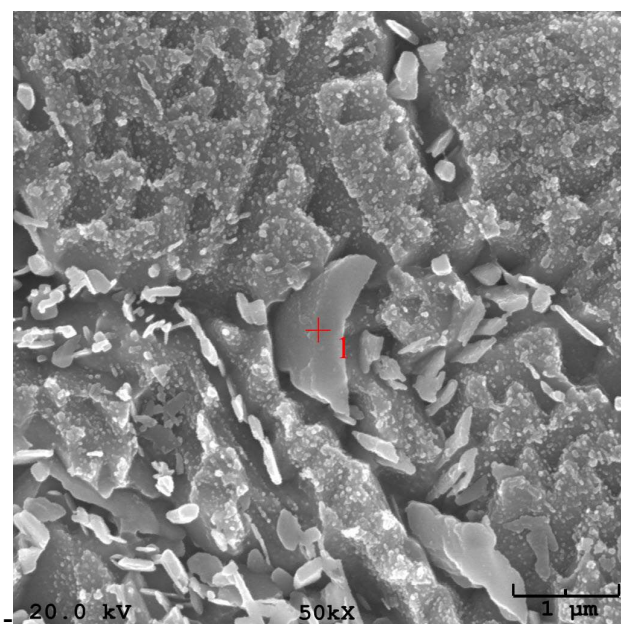


Figura 4.4 - Precipitado de fase δ .

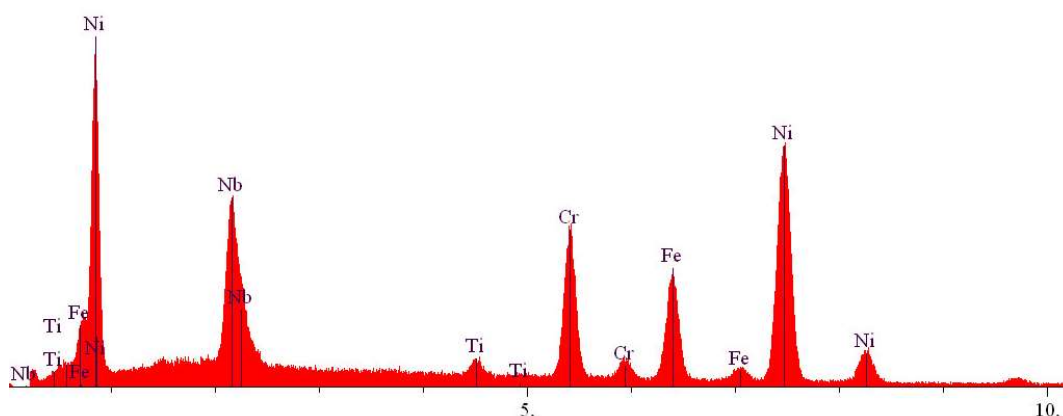


Figura 4.5 - Espectro obtido via EDS de precipitado de fase δ com picos característicos de níquel e nióbio.

De acordo com o resultado mostrado no espectro da Fig. 4.5, estes precipitados correspondem à fase δ , tipicamente encontrada no contorno de grão do Inconel 718 (KAGAY, 2016) e se apresentam em comprimentos e espessuras variáveis, distribuídos uniformemente na matriz austenítica do Inconel 718, como mostrado na Fig. 4.6.

Devaux *et al* (2008) observaram uma microestrutura similar em uma barra de 80 mm de diâmetro de Inconel 718, laminada a quente. O tamanho de grão e a abundância de fase δ nos contornos de grão foi atribuída ao processo termomecânico ao qual o material foi submetido durante a sua fabricação. Chamanfar *et al.* (2013) também mostraram que a cinética de nucleação de fase δ depende do histórico de tratamentos termomecânicos ao qual o material foi submetido. Foi demonstrado para um tarugo forjado de Inconel 718 que, a precipitação da fase δ durante um tratamento térmico subsequente foi consideravelmente variada do centro para a borda do tarugo forjado. Isso pôde ser atribuído à variação nas tensões aplicadas ao tarugo.

Os carbonetos e fases secundárias presentes foram analisados utilizando-se EDS, o que confirmou a presença de precipitados de formato poligonal contendo titânio, como mostrado na Fig. 4.7 com seu respectivo espectro na Fig. 4.8. Precipitados com formato aproximadamente esferoidal e contendo nióbio são mostrados nas Figs. 4.9 e 4.10, caracterizando, assim, as fases secundárias características presentes no Inconel 718. Os precipitados com formatos poligonais foram caracterizados como nitretos de titânio e os precipitados com formato esferoidal, carbonetos de nióbio (DEMETRIOU *et al.*, 2017).

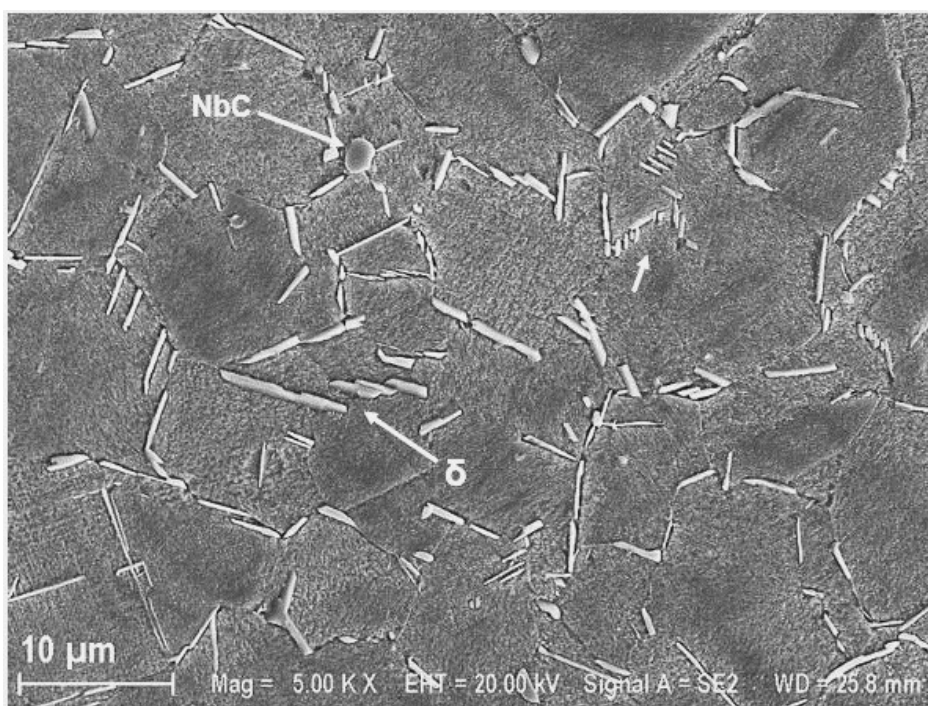


Figura 4.6 - Análise microestrutural do Inconel 718 como recebido feita em MEV. Presença de plaquetas espessas de fase δ e precipitado de NbC nos contornos de grão.

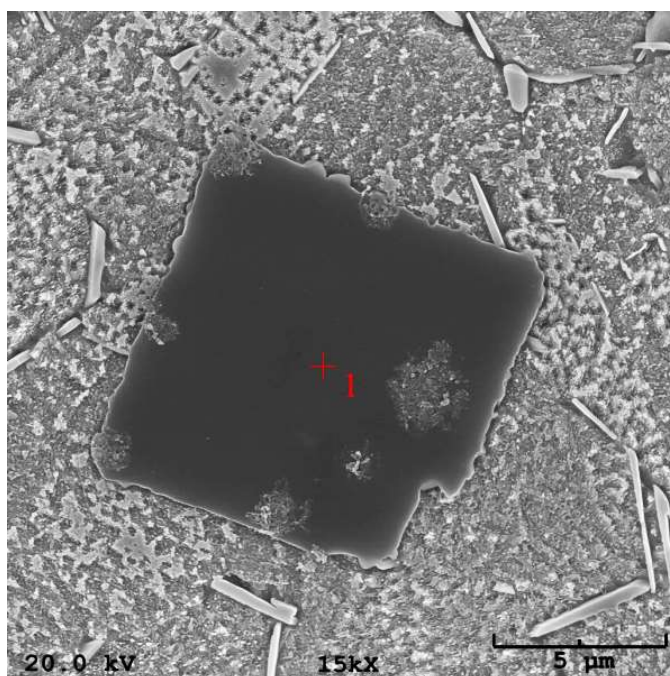


Figura 4.7 - Precipitado com formato poligonal de nitreto de titânio (TiN).

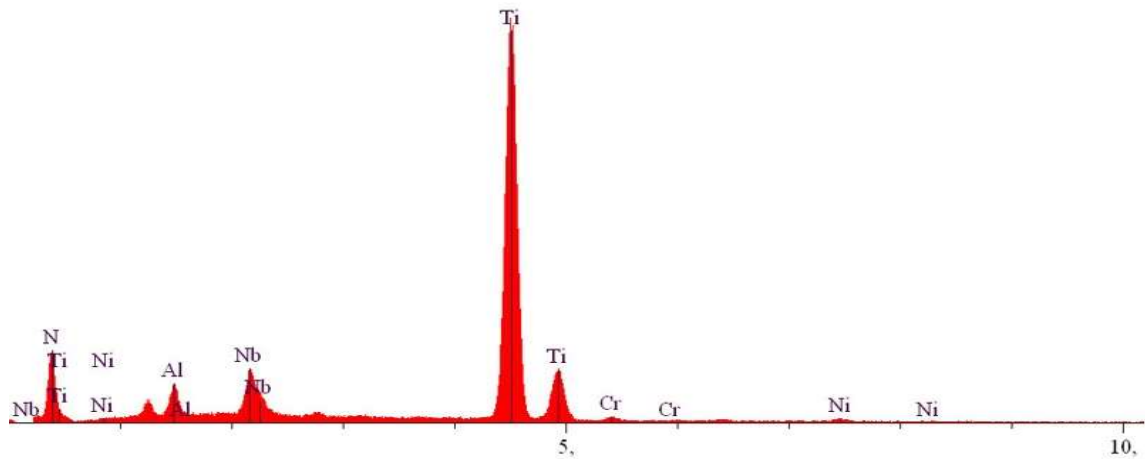


Figura 4.8 - Espectro obtido via EDS de precipitado com picos característicos de titânio.

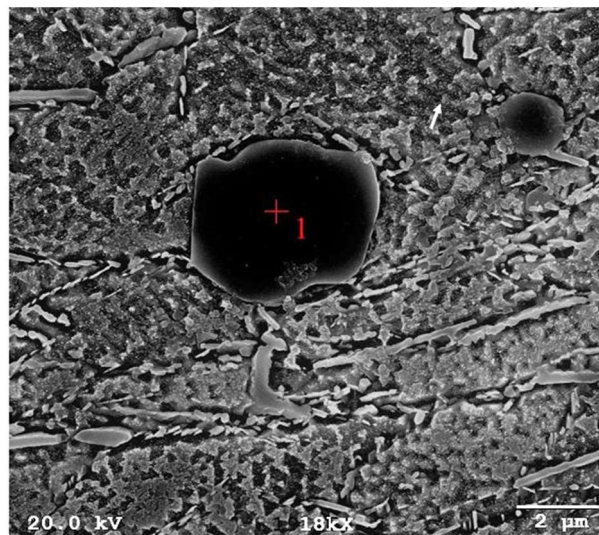


Figura 4.9 - Precipitado com formato aproximadamente esferoidal de carboneto de nióbio (NbC).

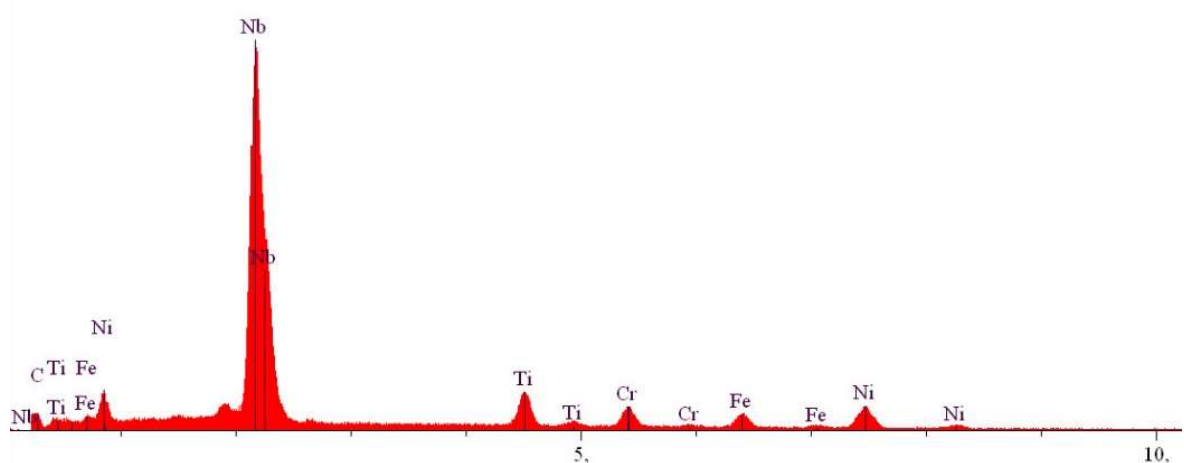


Figura 4.10 - Espectro obtido via EDS de precipitado com picos característicos de nióbio.

A norma API 6A CRA (2015) fornece exemplos de microestruturas aceitáveis para a utilização do Inconel 718 como componente de uso submarino. A microestrutura observada no material como recebido é inaceitável. Sob a ótica do que prevê a referida norma, isto é devido à alta quantidade de fase δ nos contornos de grão, já que esta é tida como uma fase deletéria para as propriedades mecânicas do Inconel 718 em aplicações industriais.

4.2.3. Ensaios de tração na avaliação das propriedades mecânicas do material recebido

Foram produzidos cinco corpos de prova de seção circular para serem utilizados nos ensaios de tração. Os resultados obtidos são mostrados na Tab. 4.2.

Tabela 4.2 - Resultados do ensaio de tração do estojo de Inconel 718 como recebido

Corpo de prova	Limite de Escoamento (σ_y) [MPa]	Limite de Resistência à Tração (σ_{UTS}) [MPa]	Módulo de Elasticidade (E) [GPa]	Deformação máxima [%]
1	963,0356	1253,6032	207,8483	21,6546
2	947,9002	1262,8137	205,8073	24,1418
3	956,9937	1273,7738	204,8147	26,3527
4	966,2072	1282,3927	209,7602	26,4767
5	938,7990	1273,6552	210,9245	25,6205
Média	954,5871	1269,2477	207,8310	24,8493
Desvio Padrão	10,0616	9,9885	2,3015	1,8006

O valor médio obtido para o limite de escoamento aproxima-se do limite superior da faixa de designação de 120 ksi. A deformação máxima foi de 24,8493 % o que atende ao limite mínimo de 20 % esperado para o Inconel 718 segundo a norma API 6A CRA (2015) CRA (2015).

4.2.4. Ensaios de dureza no material como recebido

Os resultados para os ensaios de microdureza no material como recebido foram realizados utilizando carga de 100 gf (HV 0,1). O perfil de microdureza é mostrado na Fig. 4.11.

Um perfil de microdureza similar foi observado por Altenhofen (2012) para um estojo de Inconel 718, cujos filetes foram produzidos por laminação. Este processo, realizado após a etapa de tratamentos térmicos, tende a produzir uma microestrutura altamente deformada, como mostrado na Fig. 4.12. Esta região foi formada principalmente por pequenas lamelas de fase δ com granulometria muito fina, indicando que, possivelmente, estas tenham sido fraturadas durante o processo de laminação. Este processo produz uma região altamente deformada e de alta dureza em uma profundidade de até 2 mm da raiz dos filetes aproximadamente.

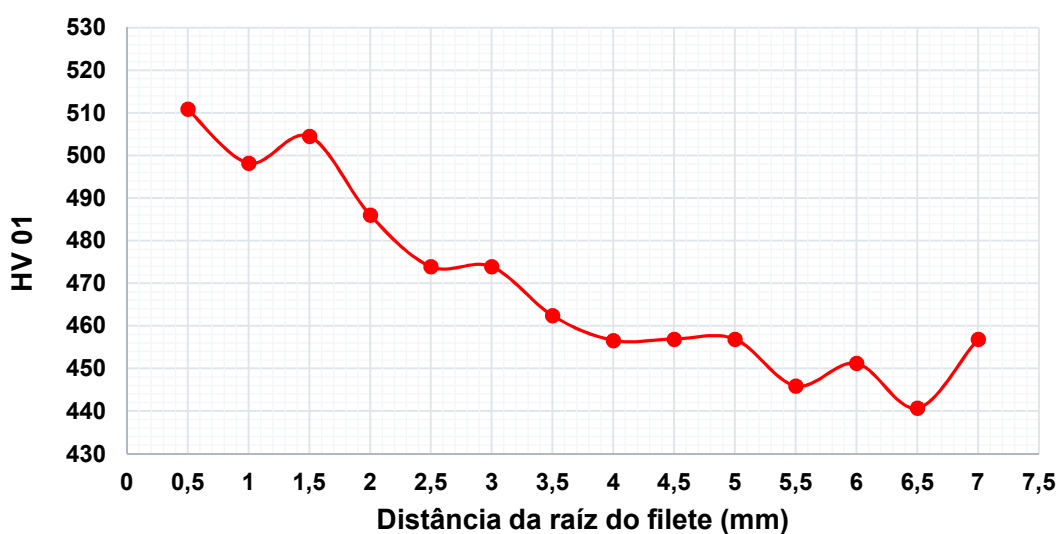


Figura 4.11 – Perfil de microdureza Vickers (HV 0,1) para o material como recebido.

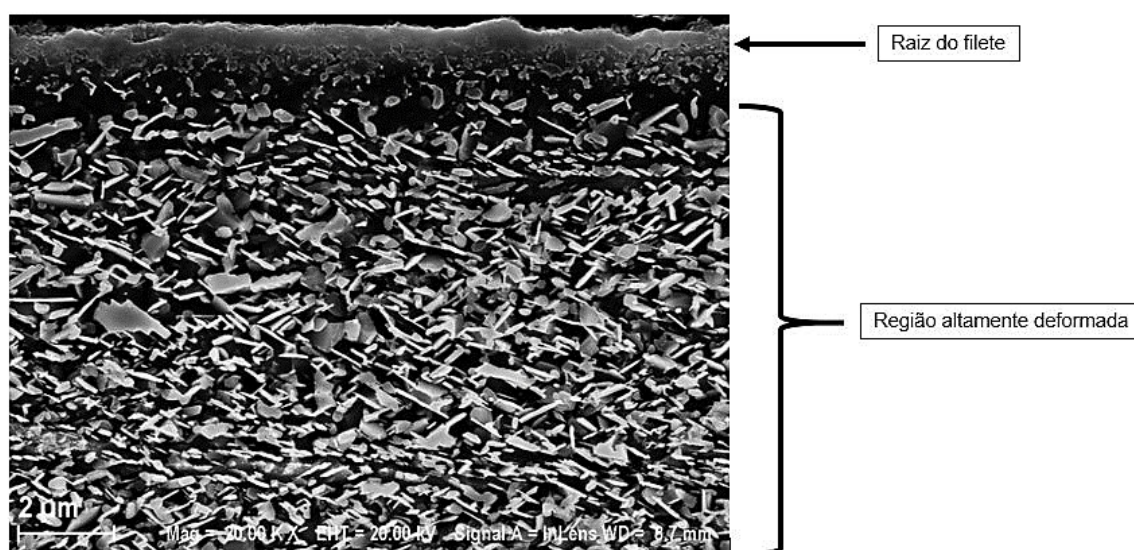


Figura 4.12 - Região de altamente deformada na raiz do filete do estojo.

Observa-se na Fig. 4.13 um nitreto de titânio, cuja dureza reportada se encontra na faixa de 1800 – 2100 HV (DAUDT, 2012), cercado por pequenas plaquetas de fase δ sobre a matriz austenítica.

Isto mostra que, apesar das altas tensões envolvidas no processo de fabricação dos filetes, os nitretos de titânio presentes possuem tendência a manter a sua geometria, ao contrário da fase δ que tende a se fragmentar e produzir um padrão de fluxo em torno dos precipitados presentes na matriz do Inconel 718.

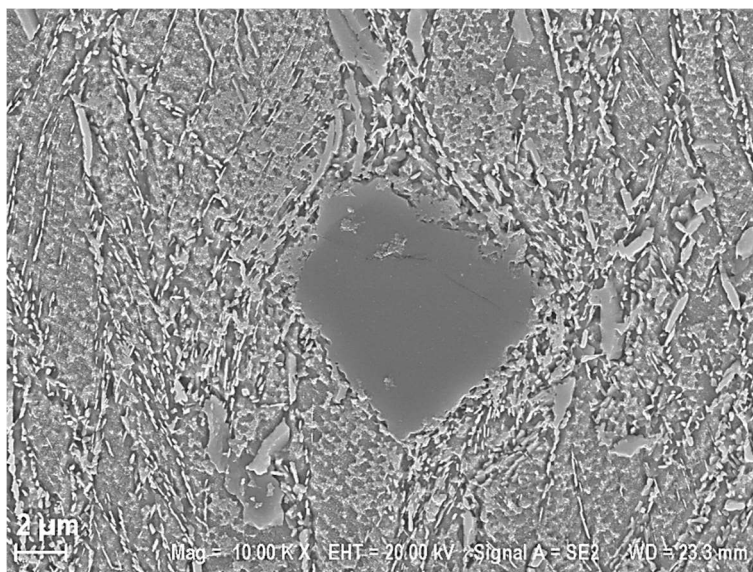


Figura 4.13 - Nitreto de titânio contornado por pequenas plaquetas de fase δ .

Foi realizado um ensaio de dureza com carga de 10 kgf no núcleo de uma amostra retirada do centro do estojo de fixação. Os pontos de medição começaram na extremidade da amostra indo em direção ao centro, espaçados de 0,5 μm . Os valores obtidos são mostrados na Tab. 4.3.

Tabela 4.3 - Resultados de dureza Vickers no núcleo das amostras do material como recebido.

Nº da medição	Dureza HV10
1	383,5
2	388,0
3	388,9
4	383,5
5	386,2
6	387,1
7	382,6
8	386,2
9	391,6
10	393,4
Média	387,1
Desvio padrão	3,5

Dos resultados, pode-se concluir que a dureza no centro do estojo se apresenta mais uniforme e com valor médio de 387,1 HV10, o que corresponde a aproximadamente 39 HRC.

4.3. Caracterização dos materiais tratados termicamente

Foram realizados três tratamentos térmicos diferentes visando a obtenção de diferentes propriedades mecânicas e durezas para os materiais avaliados neste trabalho. Os resultados são discutidos nos próximos subitens em relação ao que se prevê nas normas pertinentes e comparados com trabalhos de outros autores.

4.3.1. Ensaios de tração

As propriedades mecânicas à temperatura ambiente para os corpos de prova tratados termicamente foram obtidas através do ensaio de tração e seguindo recomendações da norma ASTM E8 (2009). Os valores médios e os desvios padrão obtidos de três corpos de prova para cada condição de tratamento térmico são sumarizados na Tab. 4.4. Os valores de todos os ensaios de tração realizados encontram-se no apêndice F.

Tabela 4.4 – Sumário de resultados dos ensaios de tração e o desvio padrão para os tratamentos térmicos realizados.

Norma	Limite de escoamento (σ_y) [MPa]	Limite de resistência (σ_{UTS}) [MPa]	Deformação máxima (%)
TTA	847,3 ± 12,9	1200,6 ± 13,7	30,4 ± 0,8
TTB 1	931,1 ± 8,3	1237,2 ± 9,6	29,8 ± 2,0
TTB 2	945,1 ± 3,8	1243,8 ± 4,8	28,7 ± 0,8
TTC	1129,5 ± 14,7	1322,4 ± 6,6	19,1 ± 2,6

Com o tratamento a 785 °C por 6 horas, TTA, foram obtidos corpos de prova com valores mínimos exigidos para limite de escoamento, limite de resistência e deformação máxima na fratura segundo a norma API 6A CRA (2015). Kernion *et. al.* (2015) realizou tratamento térmico com tempo e temperatura similares, obtendo material com propriedades mecânicas praticamente iguais às que são mostradas aqui para esta condição de tratamento térmico. Pelas propriedades mecânicas obtidas com este tratamento, o material se qualifica na condição de 120 ksi.

O material tratado a 765 °C por 6 horas, TTB, cujo objetivo era de se obter um material tratado para dureza máxima, atingiram-se os valores mínimos de propriedades mecânicas exigidos e maiores do que os obtidos para a condição de tratamento anterior. As propriedades mecânicas obtidas se encontram próximas às faixas superiores para a designação de 120 ksi como mostrado na Tab. 4.5 retirada da norma API 6A CRA (2015). Os valores obtidos de propriedades mecânicas, porém, se apresentam abaixo do que foi obtido nos trabalhos de Kagay (2016) e Kernion *et. al.* (2015) para um mesmo tempo e temperatura de tratamento térmico.

Tabela 4.5 - Requisitos mínimos de propriedades mecânicas para o Inconel 718 (API 6A CRA, 2015).

Número UNS	Designação do material	Limite de Escoamento Min. ksi (MPa)	Limite de Escoamento Máx. ksi (MPa)	Limite de Resistência Min. ksi(MPa)	Deformação mínima (%)
N07718	120 ksi	120 (827)	145 (1000)	150 (1034)	20
	140 ksi	140 (965)	150 (1034)	165 (1138)	20

Em seu trabalho, Kagay (2016) explica que os tratamentos térmicos descritos na norma API 6A CRA (2015) não resultam necessariamente em ligas que atinjam valores mínimos de resistência especificados e, portanto, é importante usar a resistência real obtida

através dos tratamentos térmicos do material ao comparar a resistência à fragilização por hidrogênio.

O material tratado com dois patamares de temperatura, TTC, apresentou os valores mínimos exigidos pela norma ASTM B637 (2015), porém, menores em relação aos que foram obtidos por Kernion *et. al.* (2015).

As diferenças encontradas entre as propriedades mecânicas obtidas com os tratamentos térmicos e a dos trabalhos citados podem estar relacionadas com a composição química da liga de Inconel base utilizada nos trabalhos citados, uma vez que há pequenas diferenças na composição da liga utilizada no presente trabalho.

4.3.2 Ensaios de dureza

A Tabela 4.6 apresenta os resultados dos ensaios de dureza Rockwell das amostras de controle para cada lote de corpos de prova, produzidos de acordo com o tratamento térmico realizado, com suas respectivas incertezas de medição. Ou seja, foi escolhido aleatoriamente um corpo de prova para servir de referência para a condição atingida em cada tratamento térmico, como determinado pelas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015).

Tabela 4.6 – Dureza Rockwell C média dos corpos de prova de controle para cada tratamento térmico.

	Dureza média [HRC]	k	U ₉₅ % [HR]
TTA	34,0	2,15	1,1
TTB 1	37,0	1,98	0,8
TTB 2	37,0	2,00	0,8
TTC	40,0	2,05	0,9

Os tratamentos térmicos A e B foram baseados na norma API 6A CRA (2015), que determina que as durezas obtidas nos tratamentos térmicos recomendados para o Inconel 718, utilizado em aplicações de exploração de óleo e gás, devem se encontrar na faixa entre 32 e 40 HRC. Com base nos resultados da tabela, verifica-se que os corpos de prova usados como amostra de controle atendem às especificações de dureza da norma.

O tratamento térmico C é baseado na norma ASTM B637 (2015), que prevê somente o limite mínimo de dureza, equivalente a 331 HB, o que, em valores convertidos para dureza Rockwell, é aproximadamente 34,5 HRC. Assim, foi também atingido o valor mínimo

especificado para esta condição. As tabelas completas com os resultados de dureza Rockwell para todos os corpos de prova utilizados neste trabalho encontram-se no Apêndice D.

4.3.3. Análise microestrutural

A norma API 6A CRA (2015) determina que o tamanho de grão do Inconel 718 deve ser ASTM 2 ou mais refinado após as etapas de tratamento térmico, ou seja, solubilização e envelhecimento, com o objetivo de que sejam atingidas propriedades mecânicas mínimas recomendadas para uso industrial. A norma ASTM B637 (2015) não prevê tamanho mínimo para o grão obtido após os tratamentos térmicos.

Desta forma, foram preparadas amostras metalográficas para todas as condições de tratamento térmico, como também do material como recebido e seus tamanhos de grão foram analisados segundo a norma E112 (ASTM, 2013) através do método dos interceptos lineares. A tabela 4.7 mostra os resultados para o tamanho de grão médio. O tamanho de grão médio, para o material como recebido, foi medido em uma região no núcleo do estojo de fixação.

Tabela 4.7 – Tamanho de grão para o Inconel 718

Tratamento Térmico	Diâmetro de grão médio (µm)	Número do tamanho de grão ASTM (G)
Material como recebido	7,9 ± 2,0	11,0
TTA 1040 °C/2 h + 785 °C/6 h	75,5 ± 5,0	4,5
TTB1 1040 °C/2 h + 765 °C/6 h	75,5 ± 11,2	4,5
TTB2 1040 °C/2 h + 765 °C/6 h	72,2 ± 11,7	4,7
TTC 1010 °C/1 h + 718 °C/8 h + 621 °C/8 h	63,5 ± 8,7	5,0

O tamanho de grão é altamente dependente da temperatura de solubilização e ele tende a aumentar com o aumento da temperatura (CHEN; ZHAO; RONG, 2014). Apesar disto, os tamanhos de grão obtidos foram relativamente próximos indicando boa repetibilidade. Isto fica evidente quando se observa a incerteza de medição para cada tratamento térmico realizado.

Os tratamentos realizados segundo a norma API 6A CRA (2015) apresentaram diâmetros médios de grão similares, de aproximadamente 75,5 μm , e o material tratado segundo a norma ASTM B637 (2015), apresentou diâmetro médio de grão um pouco menor de, aproximadamente, 63,5 μm .

Estes resultados estão em bom acordo com os trabalhos de outros autores (DEMETRIOU *et al.*, 2017; LEE; HOU, 2012; SARTORI, 2014), cujos tamanhos de grão obtidos para os tratamentos térmicos baseados nas normas API 6A CRA (2015) e ASTM B637 (2015) se encontram nas faixas entre 65 μm e 75 μm , respectivamente (número de tamanho de grão ASTM 4,5-5,0).

Micrografias obtidas por meio de microscópio ótico são mostradas na Fig. 4.14. É possível observar que todas as microestruturas apresentam características similares e grãos austenísticos equiaxiais com maclas típicas desta microestrutura. Observa-se também a presença de pequenos carbonitretos nos contornos de grão, como também espalhados na matriz da microestrutura, conforme observado também por Sundararaman *et al.* (2010) e Bor *et al.* (2010).

Os contornos de grão foram avaliados utilizando MEV. Foi observada a presença de plaquetas de fase δ não contínua, se estendendo ao longo dos contornos de grão para as condições de tratamento térmico A e B, como mostrado nas Figs. 4.15 e 4.16.

Não foi possível avaliar a composição química da fase δ por meio de EDS devido ao seu pequeno tamanho. Assim, esta fase foi identificada pela sua morfologia característica reportada na literatura (ANDERSON *et al.*, 2017; GALLIANO *et al.*, 2014; LIUFA *et al.*, 2002; TARZIMOGHADAM *et al.*, 2016). Carbonetos de nióbio podem ser vistos também nos contornos de grão, produzindo um pequeno efeito de fixação do contorno de grão (THORSTENSEN, 2016).

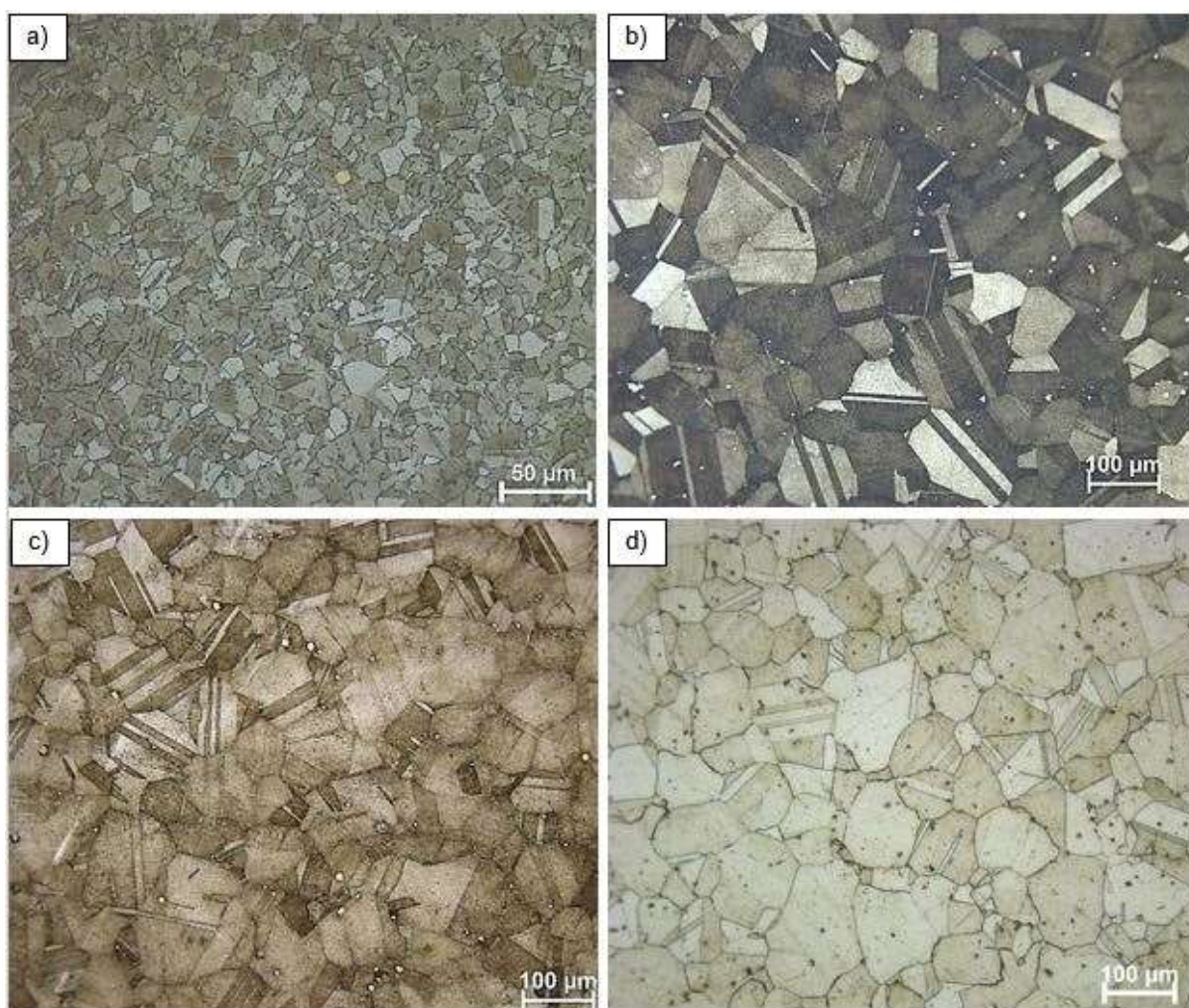


Figura 4.14 – a) Material como recebido. Microestrutura obtida para os materiais após os tratamentos térmicos. b) TTA. c) TTB. d) TTC.

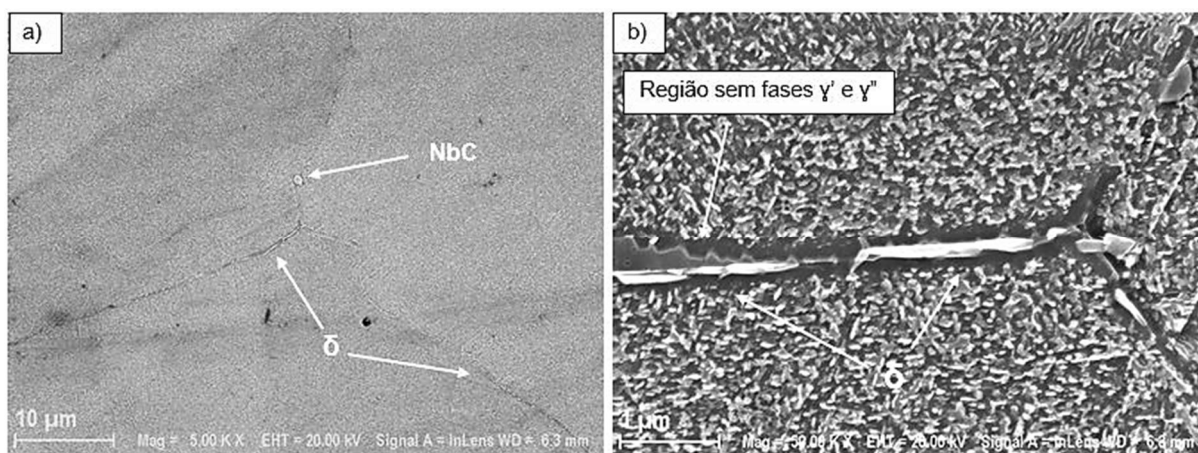


Figura 4.15 – a) Contornos de grão do Inconel 718 contendo precipitados de fase δ . b) Detalhe do contorno de grão mostrando fase δ e pequena área exaurida de fases γ' e γ'' para a condição de tratamento térmico A; MEV.

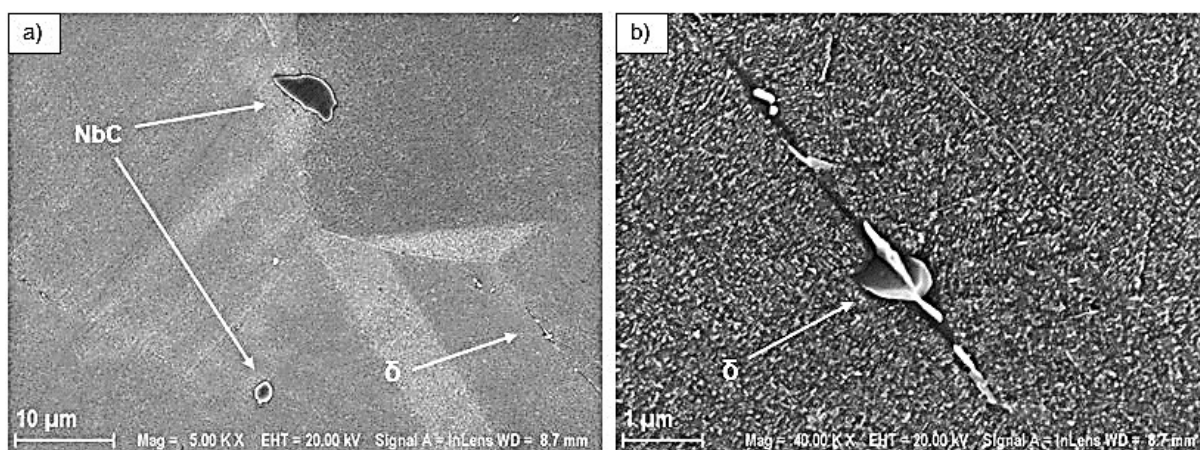


Figura 4.16 – a) Contornos de grão do Inconel 718 contendo precipitados de fase δ para a condição de tratamento térmico B. b) Detalhe do contorno de grão mostrando fase δ ; MEV.

As fases γ' e γ'' são precipitados nanométricos distribuídos uniformemente na matriz do Inconel 718. Houve diferenças na espessura das fases γ' e γ'' produzidas em cada tratamento térmico utilizado. O tratamento térmico A produziu precipitados mais grosseiros, como mostrado na Fig. 4.17, ao passo que o tratamento térmico B produziu precipitados γ' e γ'' de granulometria mais fina, como mostrado na Fig. 4.18. Devido ao tamanho nanométrico destes precipitados, ambos se mostram indistinguíveis mesmo a grandes magnificações.

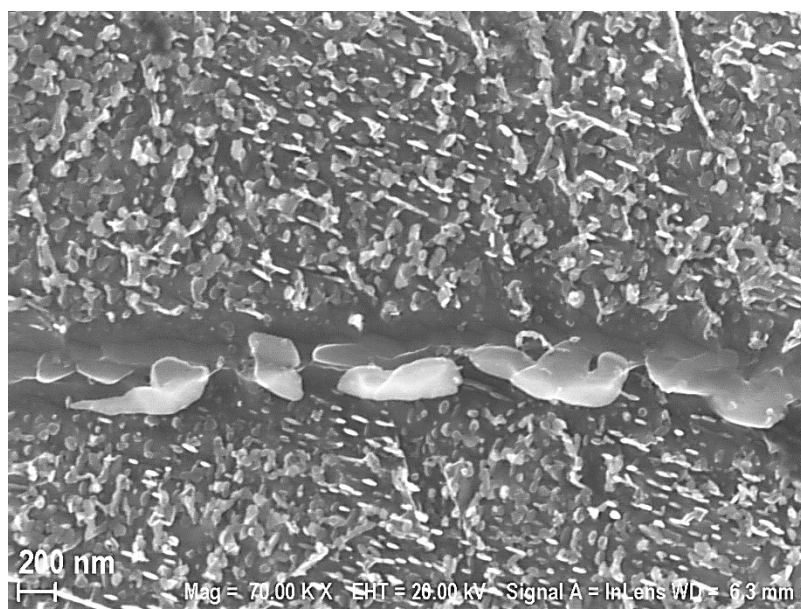


Figura 4.17 – Imagem de MEV para o tratamento térmico A, mostrando a fase δ no contorno de grão e precipitados grosseiros de fases γ' e γ'' uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718 .

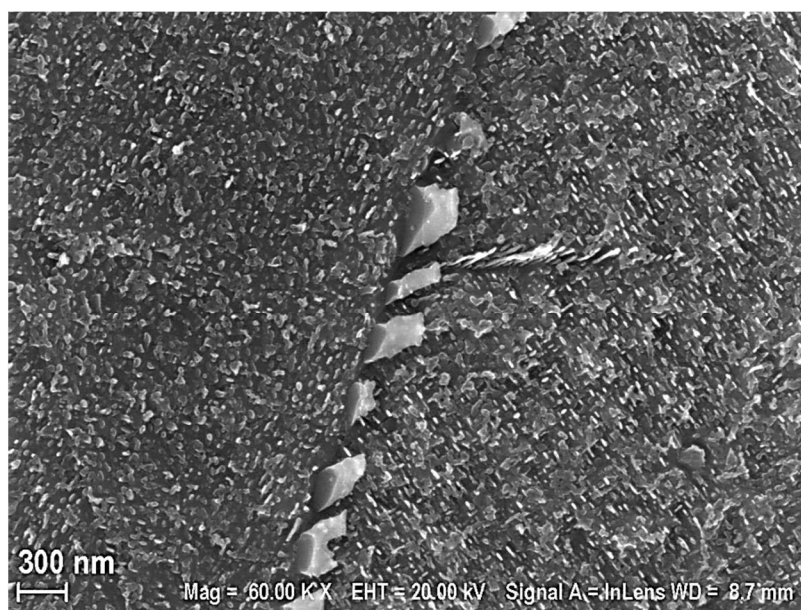


Figura 4.18 - Imagem de MEV para o tratamento térmico B, mostrando a fase δ no contorno de grão e precipitados finos de fases γ' e γ'' , uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718.

Por outro lado, o tratamento térmico realizado em dois patamares, conforme a norma B637 (ASTM, 2015), TTC, apresentou uma microestrutura onde não se observaram evidências de fase δ nos contornos de grão, como mostrado na Fig. 4.19. Esta microestrutura é normalmente obtida quando se realizam tratamentos térmicos de solubilização a temperaturas acima de 1020 °C, capazes de solubilizar completamente a fase δ pré-existente em contornos de grão do Inconel 718, e envelhecimento em temperaturas abaixo de 720 °C, onde se precipita pouca fase δ (CALIARI *et al.*, 2011; CHANG *et al.*, 2014). Obtém-se assim uma condição de “subenvelhecimento”, onde precipitados de fase δ nos contornos de grão não são encontrados (KAGAY, 2016).

Com este tratamento térmico, foram obtidos os maiores valores de resistência mecânica e dureza. Isso se deve à formação de precipitados γ' e γ'' extremamente finos e homogeneamente dispersos na matriz.

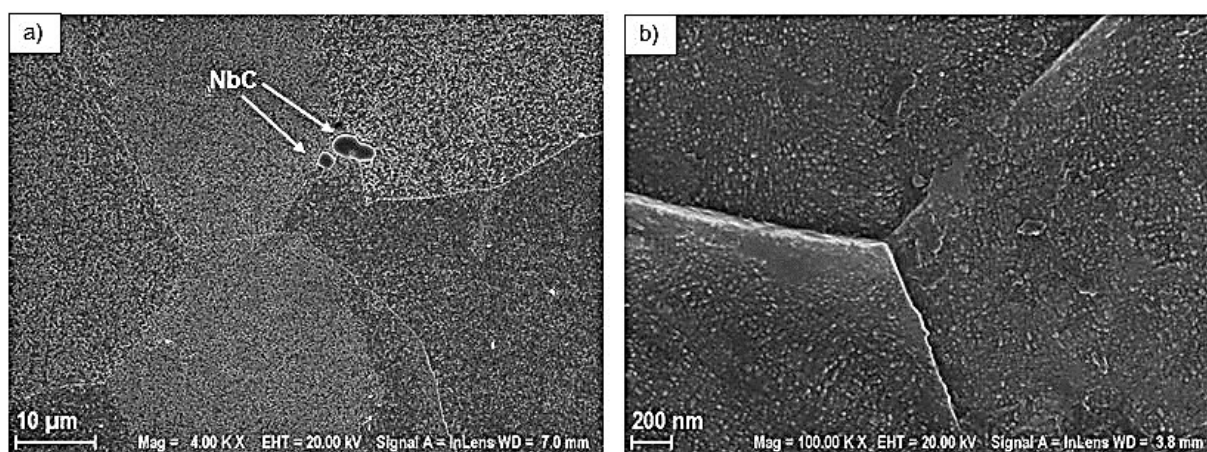


Figura 4.19 - Imagem de MEV para a condição de tratamento térmico C mostrando ausência da fase δ no contorno de grão e precipitados finos de fases γ' e γ'' uniformemente distribuídos na matriz do Inconel 718.

4.4. Avaliação da rugosidade, dimensões e tolerâncias dimensionais dos corpos de prova utilizados nos ensaios de RSL

Nesta seção são discutidos os resultados das medidas dimensionais e suas respectivas tolerâncias, rugosidade superficial e a rugosidade do entalhe, obtidos para os corpos de prova utilizados nos ensaios de RSL à luz da norma ASTM F519 (ASTM, 2013).

4.4.1. Rugosidade superficial dos corpos de prova

Após as etapas de fabricação e tratamentos térmicos, todas as faces dos corpos de prova foram retificadas para se obter superfícies que atendessem aos critérios de tolerância dimensional e rugosidade superficial exigidos pela norma F519 (ASTM, 2013). Foi realizada interferometria utilizando luz branca na avaliação da rugosidade superficial das faces de um corpo de prova e os resultados são mostrados na Tab. 4.8.

A norma F519 (ASTM, 2013) determina que o acabamento superficial deve ser 63 RMS (*Root Mean Square*), dado em micropolegadas, ou menor que esse valor. Este valor convertido em micrometros corresponde a um parâmetro Ra de aproximadamente 1,5 micrometros. O resultado obtido está dentro da faixa exigida pela norma e, portanto, o processo de retificação foi satisfatório para obtenção das tolerâncias de rugosidade superficial.

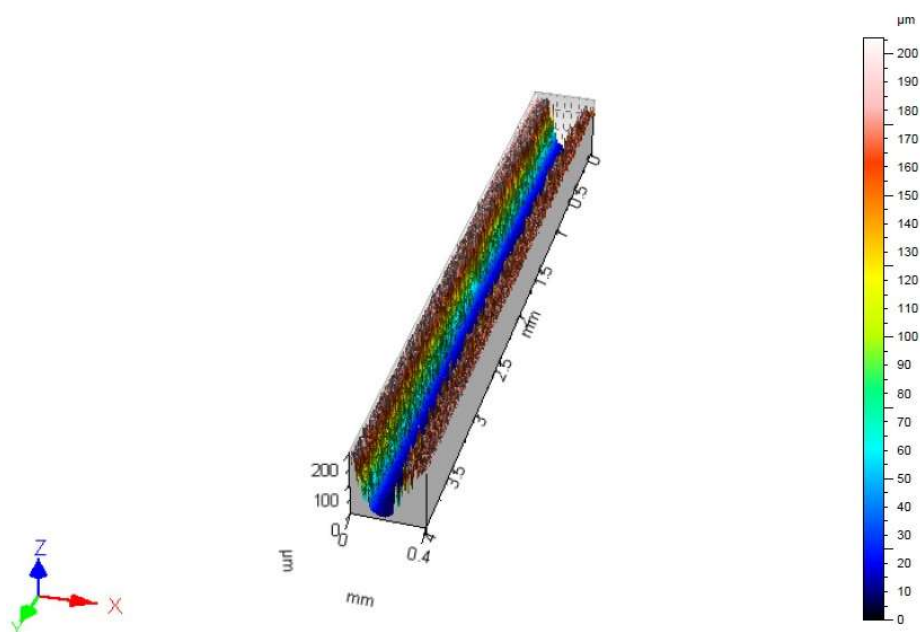
Tabela 4.8 – Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para uma face de corpo de prova retificado.

Parâmetro	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo
Rp	1,77	0,59	1,37	2,80
Rv	1,87	0,41	1,25	2,29
Rz	3,64	0,82	2,89	4,92
Rc	1,21	0,16	1,01	1,46
Rt	4,35	1,20	3,20	6,25
Ra	0,37	0,05	0,31	0,45
Rq	0,49	0,08	0,39	0,62
Rsk	0,35	0,01	0,33	0,36
Rku	4,44	0,76	3,77	5,68

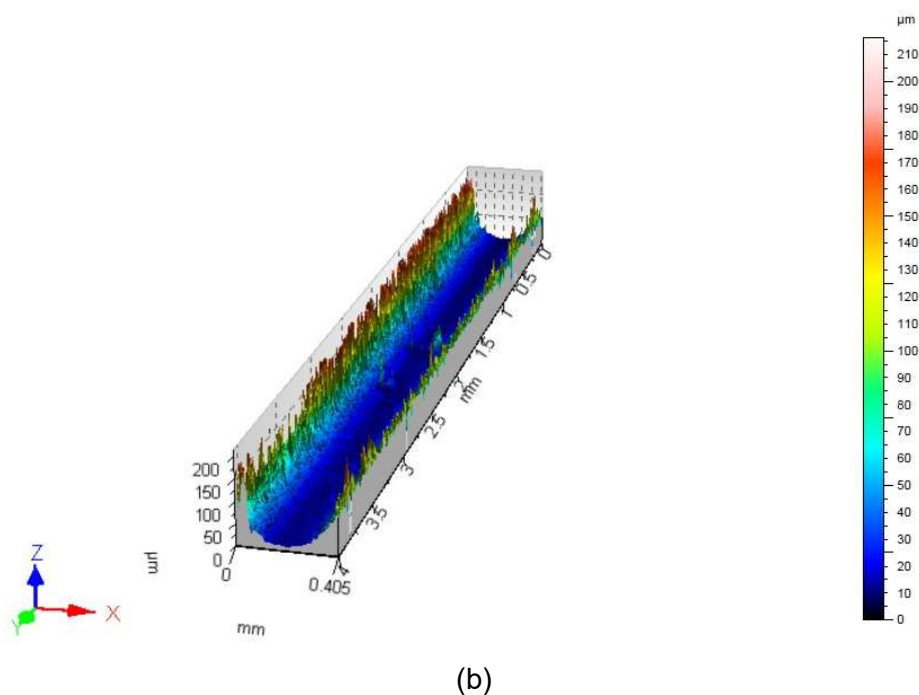
4.4.2. Rugosidade dos entalhes de 80 μm e 250 μm

Os entalhes foram produzidos via eletroerosão a fio. A norma F519 (ASTM, 2013) determina que o acabamento superficial do entalhe deve ser 32 RMS (*Root Mean Square*), dado em micropolegadas, ou menor que esse valor. Este valor convertido em micrometros corresponde a um parâmetro Ra de aproximadamente 0,8 micrometros.

Foi utilizada interferometria de luz branca para medir as rugosidades dos entalhes de raios 80 μm e 250 μm . A Figura 4.20 mostra o perfil tridimensional do comprimento dos entalhes onde foi realizada a medição.



(a)



(b)

Figura 4.20 – Perfil tridimensional do comprimento do entalhe onde foi realizada interferometria. a) Raio de 80 μm b) Raio de 250 μm .

Os resultados para as medições da rugosidade dos entalhes são mostrados nas Tabs. 4.9 e 4.10.

Tabela 4.9 - Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para o entalhe de 80 μm .

Parâmetro	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo
Rp	7,23	0,88	6,22	8,47
Rv	5,56	0,28	5,14	5,81
Rz	12,79	0,82	11,65	13,61
Rc	4,35	0,24	4,08	4,67
Rt	14,97	1,68	13,45	17,71
Ra	1,31	0,18	1,13	1,58
Rq	1,76	0,20	1,60	2,09
Rsk	0,56	0,25	0,20	0,87
Rku	5,27	1,59	4,03	7,07

Tabela 4.10- Parâmetros de rugosidade superficial (μm) para o entalhe de 250 μm .

Parâmetro	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo
Rp	5,16	0,40	4,74	5,82
Rv	4,24	0,19	4,00	4,48
Rz	9,59	0,44	9,26	10,30
Rc	3,69	0,21	3,45	4,01
Rt	11,35	1,30	10,16	13,26
Ra	1,21	0,07	1,14	1,31
Rq	1,56	0,08	1,49	1,69
Rsk	0,35	0,08	0,28	0,48
Rku	3,76	0,19	3,57	4,04

O método de eletroerosão a fio não conseguiu atender à especificação de acabamento superficial previsto na norma F519 (ASTM, 2013). Os valores obtidos de rugosidade são quase o dobro do que se prevê na norma sendo, portanto, um processo insatisfatório para a produção dos entalhes. Futuramente, deve-se desenvolver um método que possa atender às especificações de rugosidade superficial para aos entalhes. Foram realizadas tentativas de se lixar e polir os entalhes. No entanto, o método adotado foi totalmente insatisfatório. No caso do entalhe com raio de 80 μm , as superfícies laterais do entalhe foram desgastadas sem, contudo, se atingir o raio do entalhe.

Para o entalhe de 250 μm , foi possível lixar e polir a sua superfície, observando-se uma clara diferença entre uma superfície polida e uma não polida. No entanto, observou-se também um aumento maior que 25 μm no raio de arredondamento do entalhe. Este valor está acima da tolerância permitida pela norma F519 (ASTM, 2013). Assim, optou-se por utilizar a rugosidade obtida com a eletroerosão a fio.

Martiniano (2016) e Nanninga (2005) utilizaram o método de RSL para ensaiar aços AISI 4140 na condição temperado e revenido. Ambos os autores obtiveram valores limites de força de fratura muito próximos quando ensaiados em solução padrão de NaCl 3,5 % e sob potencial catódico de $-1,2 V_{\text{Ag/AgCl}}$. Os entalhes dos corpos de prova do primeiro foram produzidos via eletroerosão, tal como na presente dissertação, enquanto que os entalhes do segundo foram produzidos via usinagem de precisão.

Os valores de rugosidade obtidos por Martiniano (2016) foram próximos aos obtidos neste estudo a ($\approx 1,3 \mu\text{m}$). Nanninga (2005), apesar de não fornecer resultados de rugosidade, afirma em seu trabalho que seus corpos de prova estavam em conformidade com a norma F519 (ASTM, 2013). Na literatura, valores de rugosidade menores do que 0,8 μm são normalmente reportados para usinagem de precisão (MANDAL; CHANDRA, 2014).

Apesar das diferentes rugosidades obtidas dos diferentes processos utilizados na confecção dos entalhes, este parâmetro parece ter exercido pouca influência no resultado prático. Ambos os autores observaram queda de força semelhante em corpos de prova de aço 4140 beneficiado com dureza de 419 HVN (≈ 43 HRC), de aproximadamente 70 %, como mostrado nas Figs. 4.21 e 4.22.

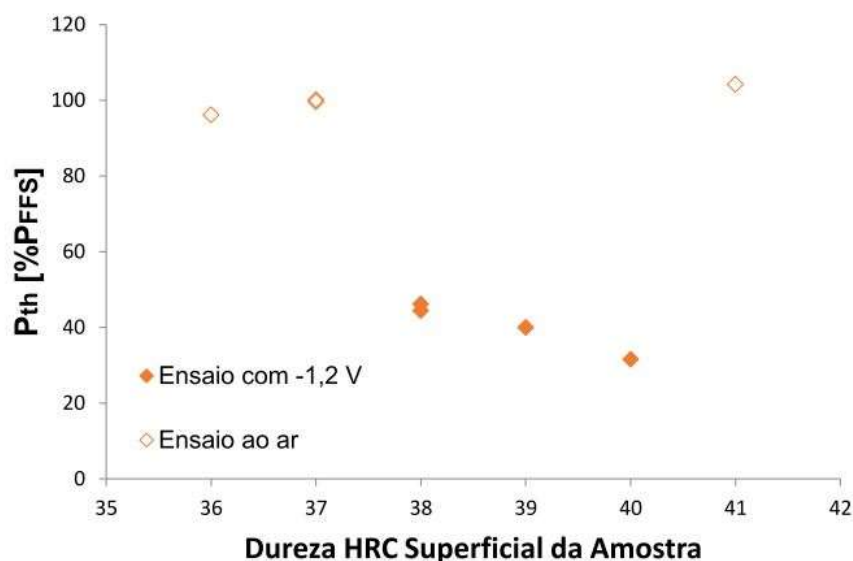


Figura 4.21 – Variação da força limite (Pth) em função da dureza superficial de corpos de prova feitos em aço 4140 beneficiado ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl (MARTINIANO, 2016b).

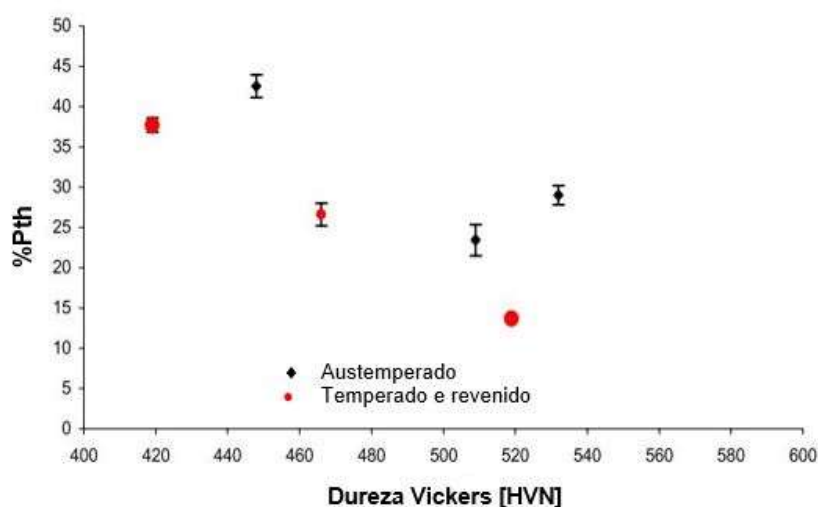


Figura 4.22 – Gráfico mostrando os efeitos do teor de elementos de liga na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio para aços ensaiados em RSL sob potencial catódico de -1,2 VAg/AgCl. Os pontos vermelhos representam o aço 4140 beneficiado (NANNINGA, 2005).

No entanto, o método de eletroerosão se mostrou satisfatório para confecção de raio de arredondamento do entalhe de $0,250 \pm 0,025$ mm e para o raio de $0,800 \pm 0,025$ mm, que não é previsto na norma. Uma medida realizada via microscópio ótico para cada um dos raios de arredondamento utilizados neste trabalho são mostrados nas Figs. 4.23 e 4.24.

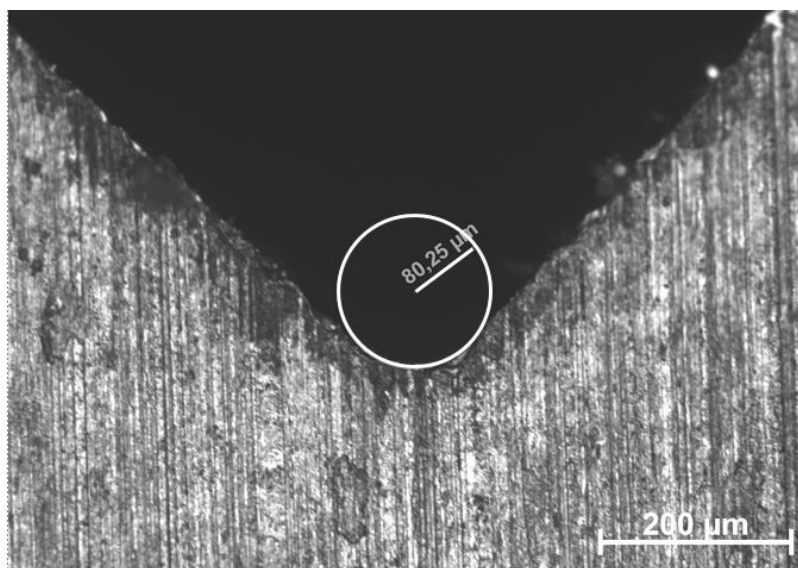


Figura 4.23 – Raio de arredondamento do entalhe de 80 µm.

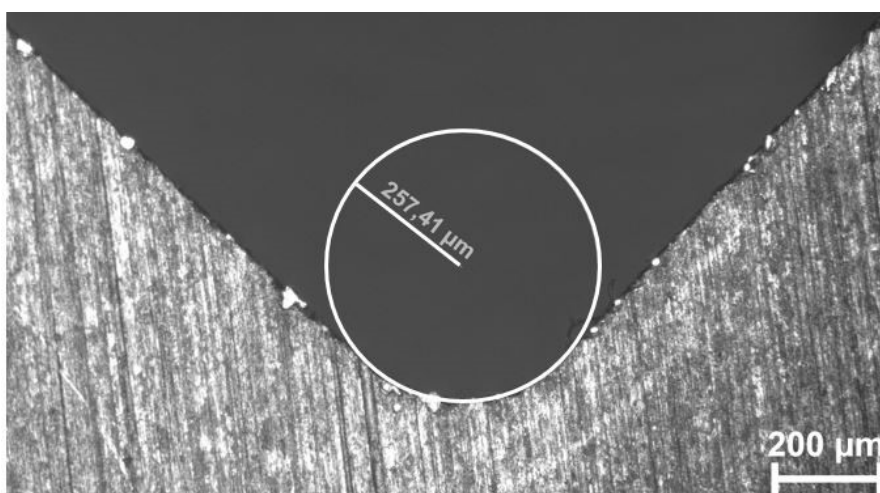


Figura 4.24 – Raio de arredondamento de 250 µm

4.4.3. Avaliação das dimensões e tolerâncias dimensionais dos corpos de prova

Os resultados obtidos na medição das dimensões para um corpo de prova escolhido arbitrariamente e proveniente de cada tratamento térmico realizado são mostrados nas Tabs. 4.11 a 4.14.

As tabelas completas com as dimensões dos corpos de prova utilizados nesta dissertação encontram-se no Apêndice E. O raio de arredondamento do entalhe para o corpo de prova está indicado como R80 e R250 para raios equivalentes a 80 μm e 250 μm , respectivamente.

Tabela 4.11 – Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTA, 34 HRC, R80

		Média [mm]	k	U ₉₅ % [mm]
TTA (34 HRC)	Comprimento	59,9084	1,96	0,0015
	Largura	9,9607	1,96	0,0013
	Altura	6,448	2,09	0,003

Tabela 4.12 - Dimensões e tolerâncias para o CP2, TTB1, 37 HRC, R80

		Média [mm]	k	U ₉₅ % [mm]
TTB 1 (37 HRC)	Comprimento	59,8222	1,96	0,0015
	Largura	9,9585	1,96	0,0013
	Altura	6,445	4,30	0,012

Tabela 4.13 - Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTB2, 37 HRC, R250

		Média [mm]	k	U ₉₅ % [mm]
TTB 2 (37 HRC)	Comprimento	60,18	1,96	0,0015
	Largura	10,4451	1,96	0,0013
	Altura	6,466	3,18	0,006

Tabela 4.14 - Dimensões e tolerâncias para o CP1, TTC2, 40 HRC, R80

		Média [mm]	k	U ₉₅ % [mm]
TTC (40 HRC)	Comprimento	60,1414	1,96	0,0015
	Largura	9,8774	1,96	0,0013
	Altura	6,203	4,30	0,022

As tolerâncias para o comprimento, largura e altura, segundo especificação da norma F519 (ASTM, 2013) são 2,54 mm, para o comprimento e 0,254 mm para largura e altura. As tolerâncias dimensionais de perpendicularidade e paralelismo devem ser da ordem de 0,175 μm .

Os valores relacionados ao comprimento ficaram ligeiramente maiores do que o previsto devido à dificuldade de se cortar uma seção com comprimento máximo de 58,5 mm, uma vez que o disco de corte deve ser inserido no espaço entre filetes do estojo para serem cortados. As demais dimensões para todos os corpos de prova ficaram dentro do especificado pela norma F519 (ASTM, 2013).

Os valores das tolerâncias dos desvios de perpendicularidade e paralelismo para todos os corpos foram calculados. As referências para os lados examinados são dadas na Fig. 4.25.

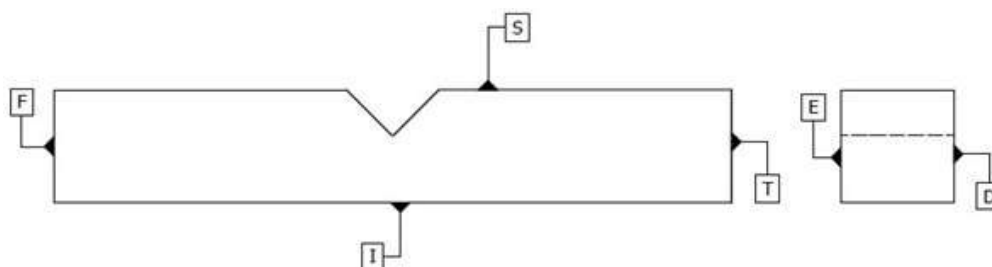


Figura 4.25 – Identificação das faces do corpo de prova para medição das tolerâncias de orientação.

Assim, a legenda para a medição das tolerâncias ficou como segue:

.Para as tolerâncias de paralelismo:

- ❖ ED - Paralelismo entre as faces esquerda e direita;
- ❖ SI - Paralelismo entre as faces superior e inferior;
- ❖ FT - Paralelismo entre as faces frontal e traseira;

Para as tolerâncias de perpendicularidade:

- ❖ SD - Perpendicularidade entre a face superior e a face direita;
- ❖ SE - Perpendicularidade entre a face superior e a face esquerda;
- ❖ SF - Perpendicularidade entre a face superior e a face frontal;
- ❖ ID - Perpendicularidade entre a face inferior e a face direita;
- ❖ IE - Perpendicularidade entre a face inferior e a face esquerda;
- ❖ IF - Perpendicularidade entre a face inferior e a face frontal;

Apesar de pequenas variações nas medições das tolerâncias, os valores obtidos ficaram dentro das margens especificadas pela norma F519 (ASTM, 2013) para todos os corpos de prova utilizados. Em função da grande quantidade de dados relacionados às tolerâncias dimensionais, estes valores se encontram tabelados no Apêndice E.

4.5. Ensaio de fratura rápida

Nesta seção são apresentados e discutidos os resultados para os ensaios de fratura rápida (FFS), realizados nos corpos de prova dos diferentes tratamentos térmicos e diferentes raios de arredondamento de entalhe.

A norma F1624 (ASTM, 2012) prevê a realização de apenas um ensaio de fratura rápida para obtenção da força máxima P_{FFS} (sendo, $P_{FFS} = P_{MÁX}$ no primeiro ensaio). Assim, são mostrados nas Figs. 4.26 e 4.27 os resultados para os ensaios ao ar para cada condição de tratamento térmico realizado e cada entalhe utilizado.

A fim de melhor observar os efeitos de diferentes taxas de carregamento, durezas e raios de entalhe na evolução das curvas de fratura rápida dos materiais são mostradas separadamente as curvas dos materiais com durezas de 37 e 40 HRC.

Para uma mesma taxa de carregamento, como mostrado na Fig. 4.28, os resultados mostram que o entalhe mais severo, com raio de 80 μm , permite que as tensões máximas sejam alcançadas em forças aplicadas mais baixas e em menor tempo.

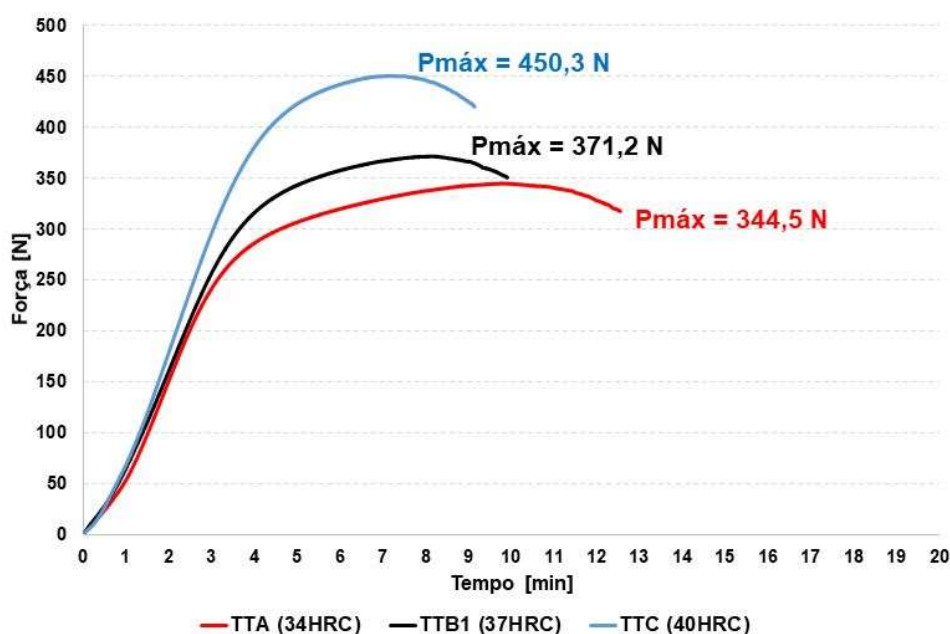


Figura 4.26 – Força máxima obtida nos ensaios de fratura rápida para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

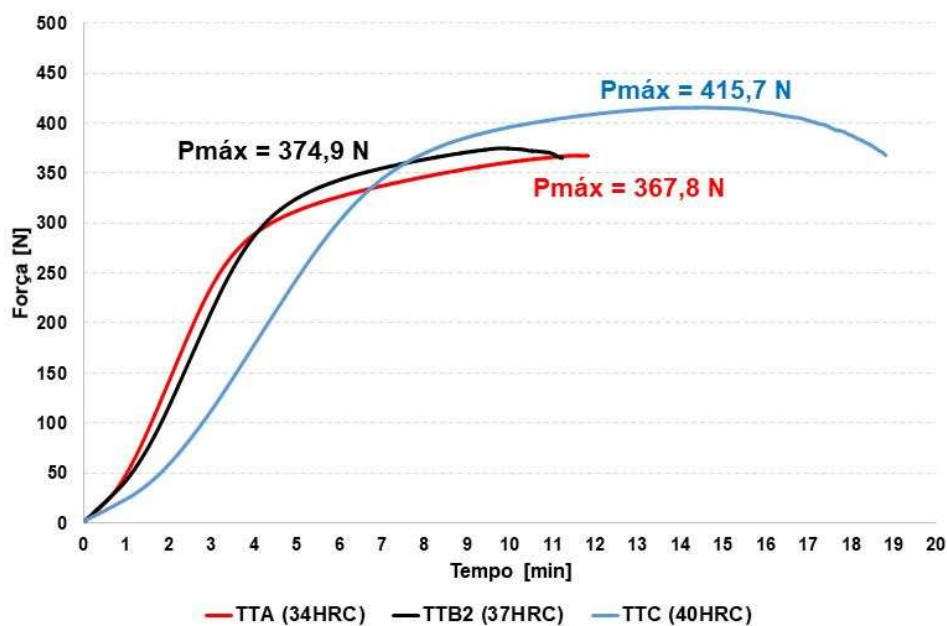


Figura 4.27 - Força obtida nos ensaios de fratura rápida para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm .

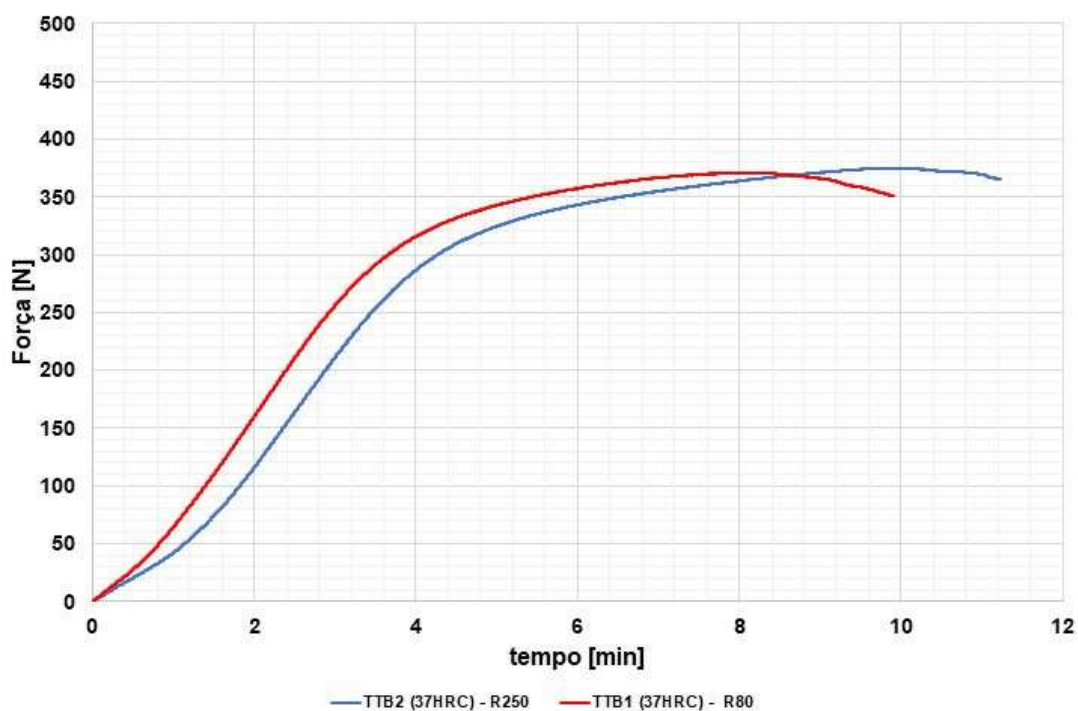


Figura 4.28 – Comparativo do ensaio de fratura rápida para o material com dureza de 37 HRC. Taxa de carregamento igual a 9 MPa/s.

Quando a taxa de carregamento é diferente, como mostrado na Fig. 4.29, observa-se um comportamento similar, uma vez que o raio de entalhe mais severo continua atingindo a

força máxima mais rapidamente. Contudo, é observada uma diferença nos valores de força máxima atingidos. Esta diferença é esperada, uma vez que esta dispersão está associada às propriedades mecânicas obtidas no tratamento térmico. Logo, não são esperadas diferenças significativas nos valores da força máxima de fratura em função dos raios de entalhe testados. As diferenças devem estar associadas às dispersões de valores de propriedades mecânicas resultantes dos tratamentos térmicos.

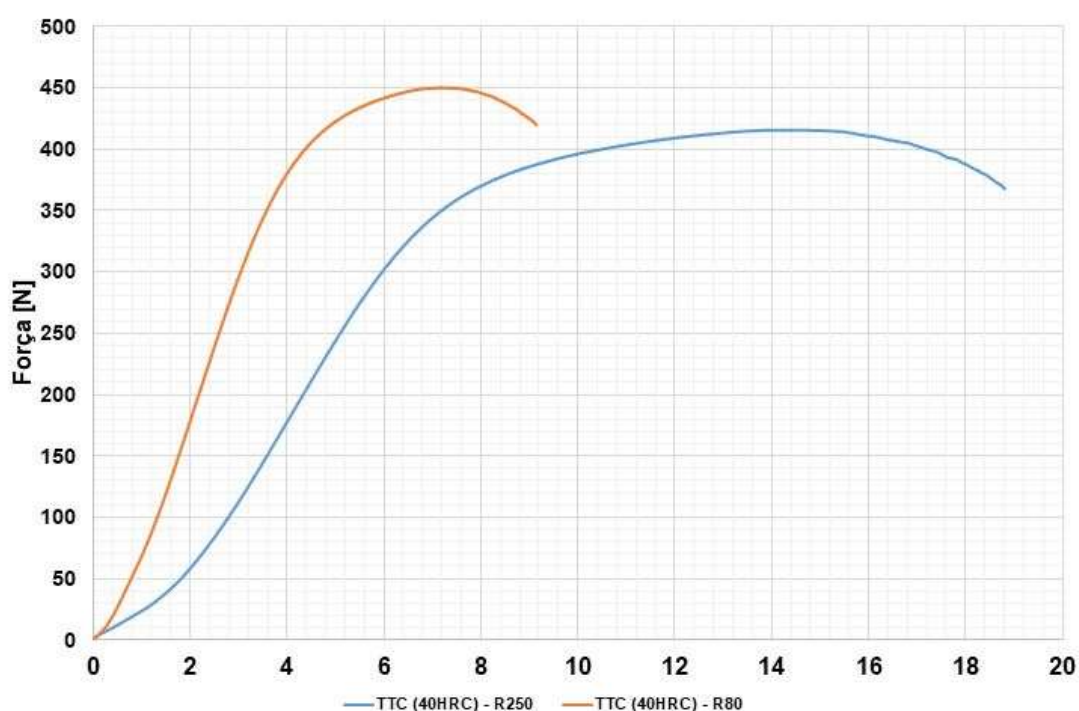


Figura 4.29 – Comparativo do ensaio de fratura rápida para o material com dureza de 40 HRC. Taxa de carregamento para raio de 80 μm igual a 9 MPa/s e taxa de carregamento para raio de 250 μm igual a 6 MPa/s.

O corpo de prova produzido utilizando o tratamento térmico C apresentou a maior força máxima e o corpo de prova produzido segundo o tratamento térmico A apresentou a menor força máxima no ensaio de fratura rápida para qualquer condição de raio de arredondamento de entalhe. Estes resultados são consistentes com o que foi observado no ensaio de tração, uma vez que o material produzido utilizando o tratamento térmico C apresentou a maior resistência mecânica e a maior dureza.

A Tabela 4.15 apresenta um comparativo entre as forças obtidas no ensaio de fratura rápida para os raios de entalhe de 80 e de 250 μm . As maiores diferenças foram observadas nos tratamentos térmicos A e C.

Com relação às tensões máximas, uma diferença percentual semelhante foi observada como mostrado na Tab 4.16. Estas diferenças, tanto para a força quanto para as tensões, ficaram abaixo de 10 % para todos os casos e os valores obtidos foram relativamente próximos para corpos de prova com aproximadamente mesma dureza, mostrando que houve boa reprodutibilidade de resultados nos tratamentos térmicos.

Tabela 4.15 – Comparativo da força máxima obtida nos ensaios de fratura rápida.

	P_{FFS} [N] R80	P_{FFS} [N] R250	Diferença (%)
TTA (34 HRC)	344,506	367,779	6,76
TTB1/TTB2 (37 HRC)	371,163	374,952	1,02
TTC (40 HRC)	450,257	415,669	-7,68

Tabela 4.16 – Comparativo de tensão máxima obtida nos ensaios de fratura rápida.

	σ [MPa] R80	σ [MPa] R250	Diferença (%)
TTA (34 HRC)	2031,8	2167,2	6,66
TTB1/TTB2 (37 HRC)	2186,2	2213,3	1,25
TTC (40 HRC)	2684,5	2495,3	-7,05

4.6. Ensaios de RSL com fragilização por hidrogênio

Nesta seção é mostrada a validação do modelo matemático utilizado para a análise das curvas. São mostrados também os resultados obtidos para os ensaios de RSL conduzidos em corpos de prova com diferentes tratamentos térmicos, durezas e raios de arredondamento de entalhe ensaiados sob um mesmo potencial catódico de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$ e imersos em solução de NaCl 3,5 %.

4.6.1. Aplicação do modelo matemático para determinação do Pth

Nesta seção é demonstrada a forma como foi aplicada o modelo matemático descrito na seção 3.7.2 desta dissertação para analisar as curvas produzidas nos ensaios de RSL com fragilização por hidrogênio. O exemplo mostrado a seguir corresponde à avaliação feita para corpos de prova com raio de entalhe de 80 μm e dureza de 40 HRC. As análises das curvas para os demais corpos de provas foi realizada da mesma maneira.

O objetivo da análise é determinar o patamar à partir do qual o erro acumulado passa a ser sempre crescente e positivo como mostrado na Fig. 4.30.

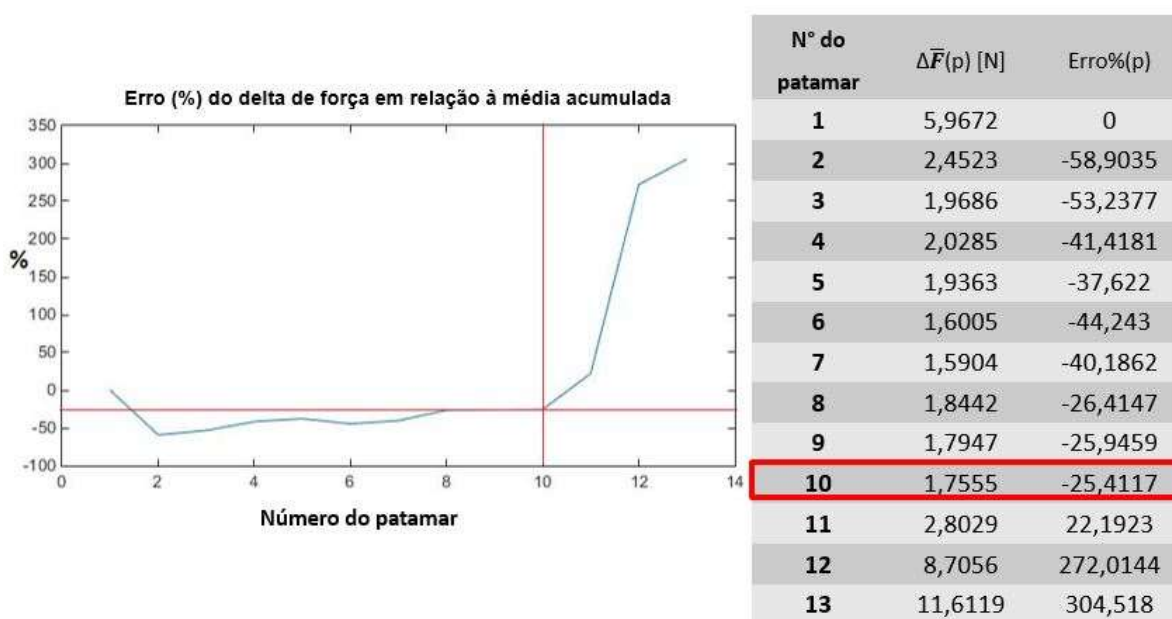


Figura 4.30 – Análise da curva do primeiro ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm .

Conclui-se a partir da análise que o último patamar onde provavelmente a força se manteve constante pela duração do total do patamar, foi no décimo patamar sendo este, portanto, escolhido como o Pth para o primeiro ensaio.

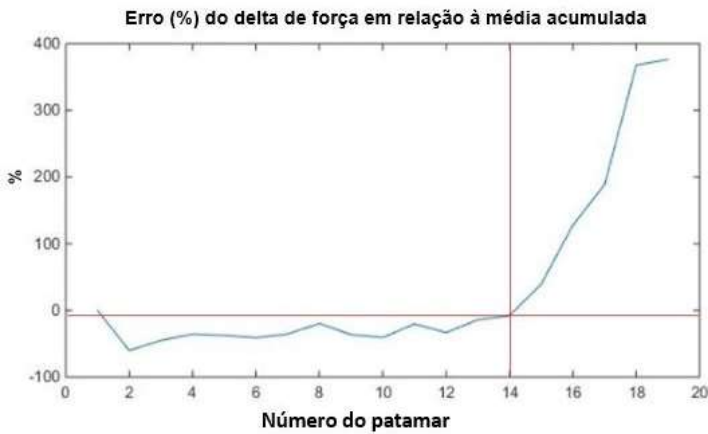
As análises para o segundo e terceiro ensaios com fragilização por hidrogênio são mostradas nas Figs. 4.31 e 4.32. Para o segundo ensaio, o patamar correspondente ao Pth foi o de número 14 e para o terceiro ensaio o patamar do Pth foi o de número 17.

A Figura 4.33 apresenta o resultado da série de ensaios com fragilização por hidrogênio para os corpos de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm . Desta forma, as forças limite invariantes para as três curvas foram respectivamente:

- ❖ Pth 1º ensaio: 54,1 %
- ❖ Pth 2º ensaio: 46,2 %

❖ Pth 3º ensaio: 46,3 %

A força limite invariante final, determinada para uma série de três ensaios é tomado como sendo o menor valor entre todos os valores obtidos (ASTM, 2012) sendo, portanto, equivalente ao segundo ensaio com Pth igual a 46,2% da força máxima 450,257 N.



Nº do patamar	$\Delta \bar{F}(p)$ [N]	Erro%(p)
1	4,520	0
2	1,803	-60,8
3	1,736	-45,1
4	1,729	-35,6
5	1,528	-37,6
6	1,332	-41,1
7	1,360	-35,5
8	1,608	-19,7
9	1,241	-36,4
10	1,111	-40,7
11	0,143	-20,4
12	1,176	-33,3
13	1,473	-14,1
14	1,565	-7,7
15	2,350	39,3
16	3,945	127,9
17	5,399	188,8
18	9,725	368,2
19	11,922	376,4

Figura 4.31 - Análise da curva do segundo ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 µm.

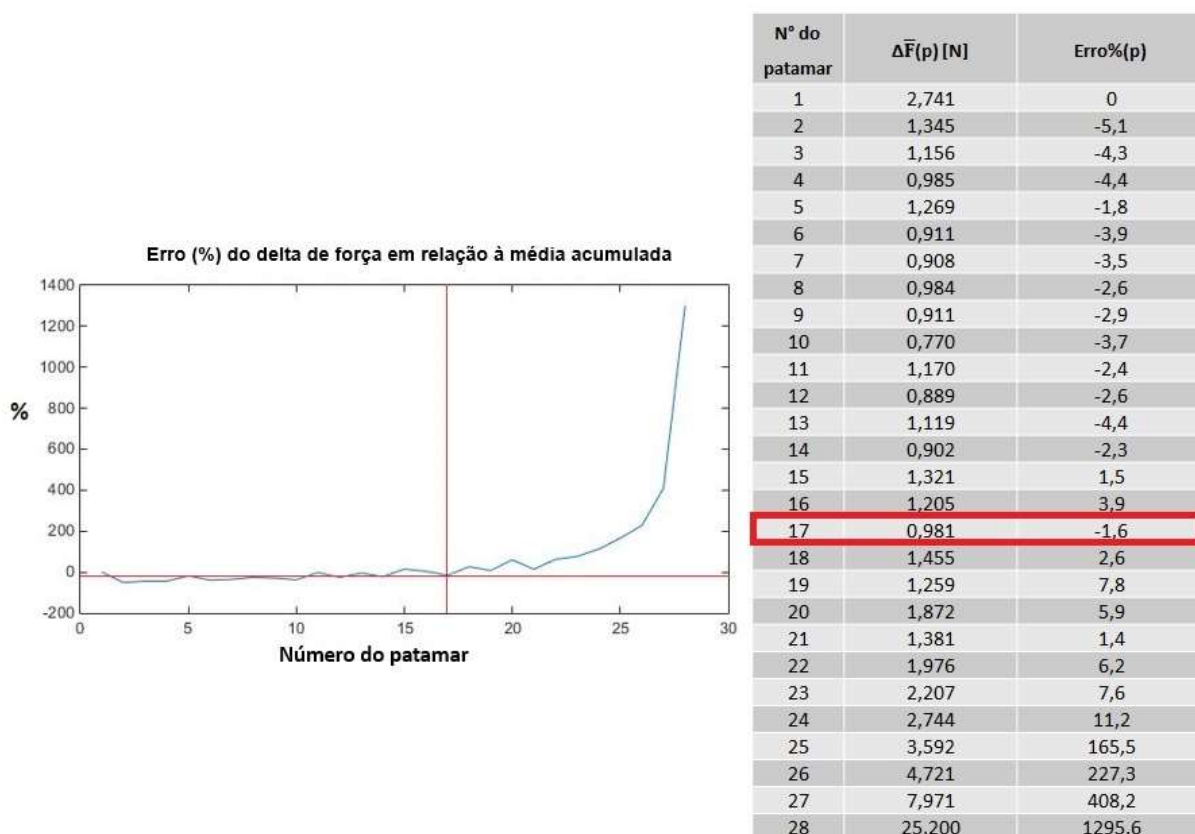


Figura 4.32 - Análise da curva do terceiro ensaio de RSL para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de entalhe de 80 μm .

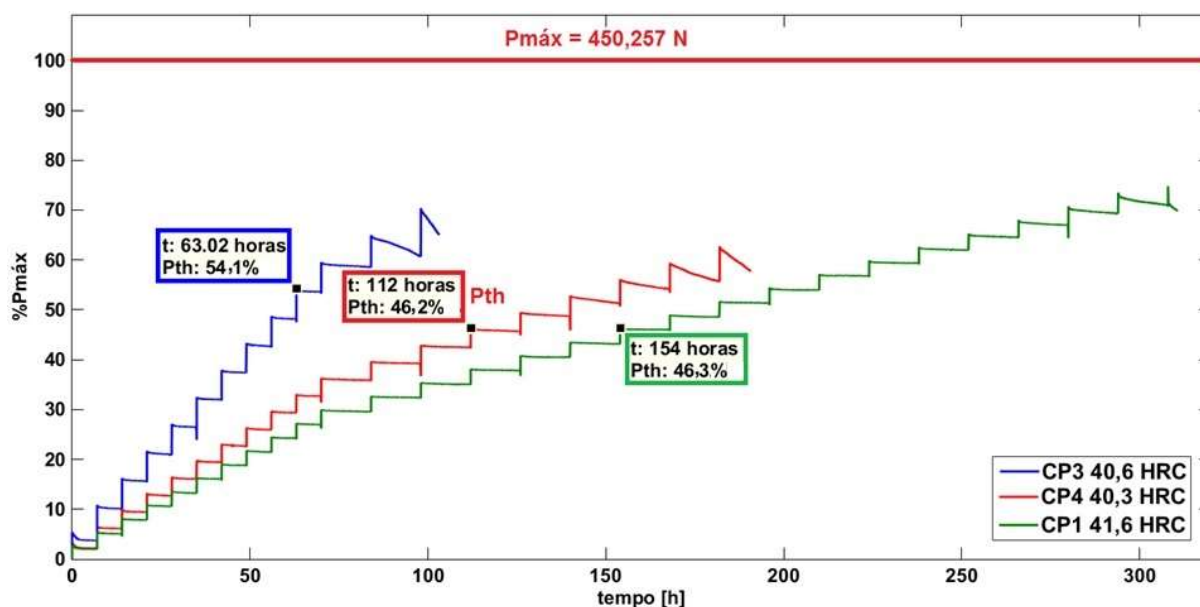


Figura 4.33 - Resultados da análise dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm utilizando o método matemático desenvolvido.

4.6.2. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm

A norma F1624 (ASTM, 2012) determina que, após dois ensaios consecutivos, a diferença máxima entre as forças limite invariantes (P_{th}) seja de, no máximo, 5 %. A força limite invariante será, então o menor valor de força obtido.

As Figuras 4.34 e 4.35 mostram os resultados do ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para os materiais produzidos utilizando os tratamentos térmicos A e B, baseados na norma API 6A CRA (2015). Estes corpos de prova possuem durezas médias 34 e 37 HRC, respectivamente.

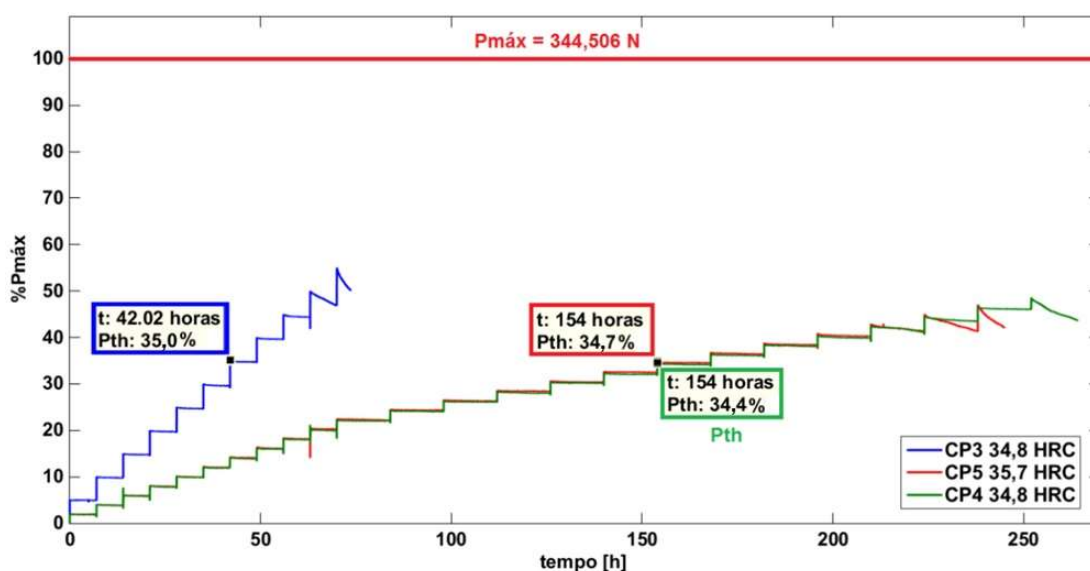


Figura 4.34 – Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

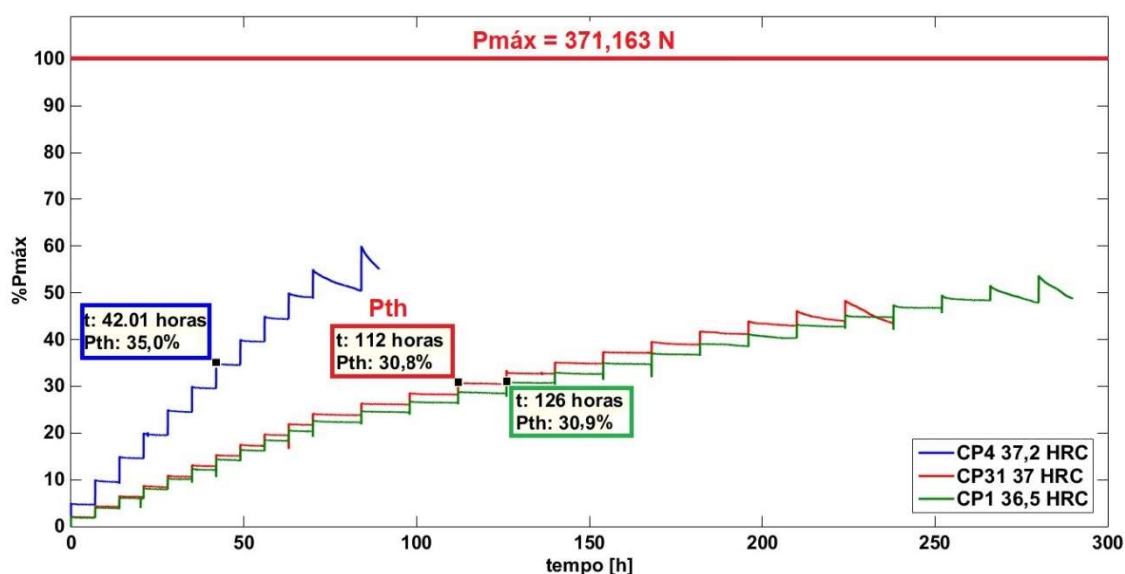


Figura 4.35 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm .

Os valores de força limite invariante obtidos para os materiais com 34 e 37 HRC foram 34,4 % e 30,8 %, respectivamente, mostrando que o material com menor dureza apresentou uma maior resistência à fragilização pelo hidrogênio, embora esta diferença tenha sido pouco significativa.

Ambos os materiais produzidos utilizando os tratamentos térmicos da norma API 6A CRA (2015), TTA e TTB, apresentaram propriedades mecânicas próximas, como mostrado nos resultados dos ensaios de tração e ficaram ambos sob a designação de 120 ksi. Possivelmente, isso pode explicar a pequena diferença entre as forças limite invariantes obtidas devido ao acréscimo de dureza e aumento das propriedades mecânicas.

Estes resultados são similares aos que foram obtidos por Kernion *et. al* (2014), que utilizou o ensaio de RSL com dobramento em quatro pontos e Kagay (2016) que realizou ensaios de RSL em máquina de ensaio de tração em Inconel 718.

Nestes trabalhos, realizou-se pré-hidrogenação dos corpos de prova e utilizou-se diferentes parâmetros de tempos de patamar e tensões aplicadas durante a polarização catódica. Apesar disso, os resultados mostraram que o Inconel 718 com maior resistência mecânica apresentou, também, maior susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.

O material produzido utilizando a norma ASTM B637 (2015) apresentou maior resistência à fragilização por hidrogênio. Os resultados são mostrados na Fig. 4.36.

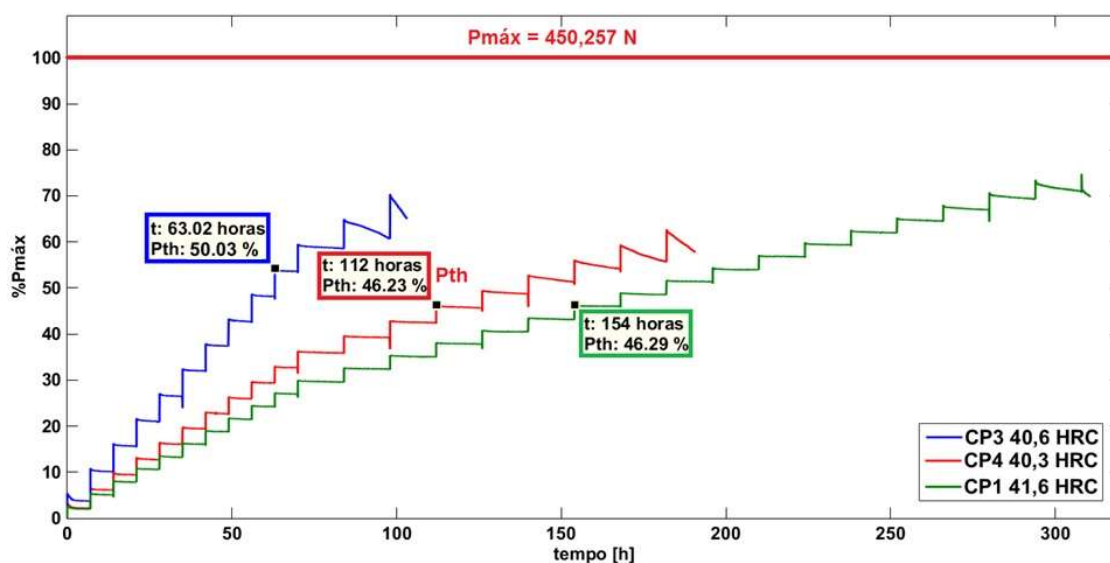


Figura 4.36 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 µm.

A força limite invariante ficou em 46,2 % para o material com dureza 40 HRC. Este foi um resultado inesperado uma vez que há vasta evidência na literatura mostrando que há uma relação inversa entre a resistência do material e sua susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.

A resistência mecânica do material, apesar de ser o parâmetro mais importante no estudo da fragilização por hidrogênio, não pode ser avaliada isoladamente. A presença de precipitados nos contornos de grão, carbonetos e nitretos podem também influenciar na susceptibilidade do material à fragilização pelo hidrogênio. Para este caso, a maior resistência pode ser explicada por observações microestruturais.

A ausência de precipitados de fase δ nos contornos de grãos, possivelmente, teve efeito significativo sobre a maior resistência à fragilização pelo hidrogênio nos corpos de prova testados com polarização catódica.

Em seu trabalho, Kagay (2016) produziu corpos de prova de Inconel 718 utilizando temperaturas de 1050 °C/2h e 710 °C/6h nas etapas de solubilização e envelhecimento, respectivamente, visando obter um material livre de fase δ nos contornos de grãos.

Os valores de propriedades mecânicas obtidas pelos parâmetros utilizados por Kagay (2016) ficaram muito abaixo do que se documenta no material utilizado nesta dissertação. A Tabela 4.17 mostra o comparativo dos valores dos referidos trabalhos.

Tabela 4.17 – Comparativo de propriedades mecânicas para materiais que não apresentaram fase δ nos contornos de grãos.

	Dureza	Limite de escoamento (σ_y) [MPa]	Limite de resistência (σ_{UTS}) [MPa]	Deformação máxima (%)
Kagay	30,2 \pm 0,8	718 \pm 5	1053 \pm 6	48,2 \pm 2,1
Souza	40 \pm 0,9	1129,5 \pm 14,7	1322,4 \pm 6,6	19,1 \pm 2,6

A diferença observada pode estar relacionada ao fato da utilização de maior tempo de tratamento e de um patamar a mais de tratamento térmico, como previsto na norma B637 (ASTM, 2015), induzir à formação adicional de fases γ' e γ'' . Conforme mencionado na Seção 2.2, a fase γ'' , forma-se em temperaturas de, aproximadamente, 720 °C, enquanto que a precipitação da fase γ' , ocorre em temperaturas mais baixas da ordem de 620 °C.

Apesar de existirem grandes diferenças nas propriedades mecânicas dos materiais testados pelos dois autores, percebe-se que o comportamento geral para ambos os materiais foi similar com relação à fragilização por hidrogênio. Como nos materiais de ambos não se verificou evidências de fase δ nos contornos de grãos, uma menor susceptibilidade à fragilização por hidrogênio foi observada. Portanto, este resultado demonstra que a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio é menos pronunciada na ausência dos efeitos deletérios causados pela presença de fase δ nos contornos de grãos.

4.6.3. Ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para corpos de prova com raio de entalhe de 250 μ m

Os resultados dos ensaios de RSL para os corpos de prova com raio de entalhe padrão de 250 μ m são mostrados nas Figs. 4.37 e 4.38. As forças limite invariantes obtidas foram de 46,8 % e 41,3 % para os materiais com durezas de 34 e 37 HRC, respectivamente.

Para o material de dureza 34 HRC, a diferença de 5 % na força limite invariante entre dois ensaios consecutivos foi obtida.

No caso do material com dureza 37 HRC a força limite invariante foi da ordem de 41,3 %. Novamente, observa-se que um aumento nas propriedades mecânicas conduz a um aumento na susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.

A comparação entre os resultados dos ensaios com diferentes raios de arredondamento de entalhe mostra que a severidade do entalhe também exerce forte influência na avaliação da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio.

Incrementos de 12,3 % e 10,5 % em relação à força limite invariante para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm em relação aos corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm foram observados para os materiais com durezas de 34 HRC e 37 HRC, respectivamente.

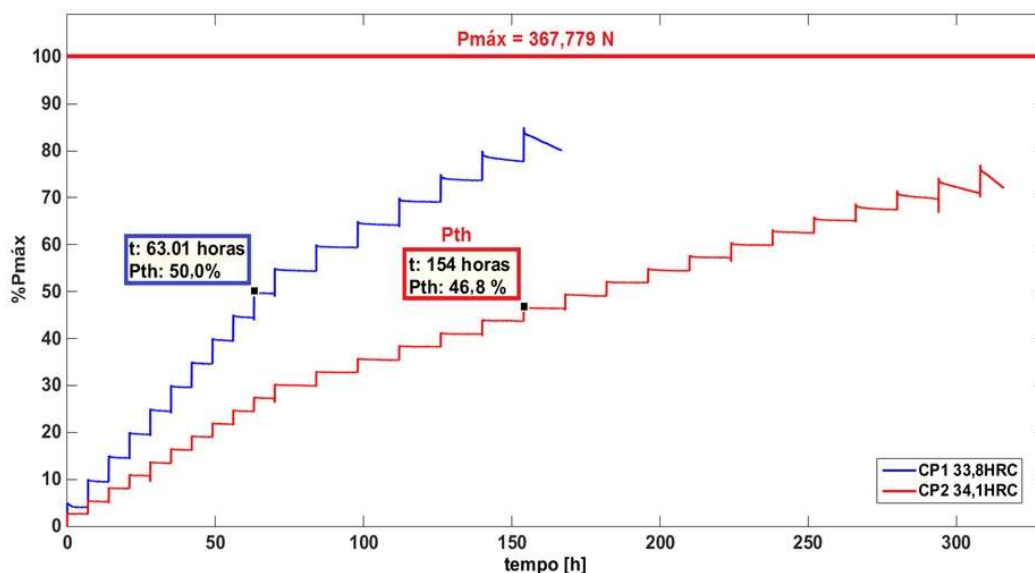


Figura 4.37 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm .

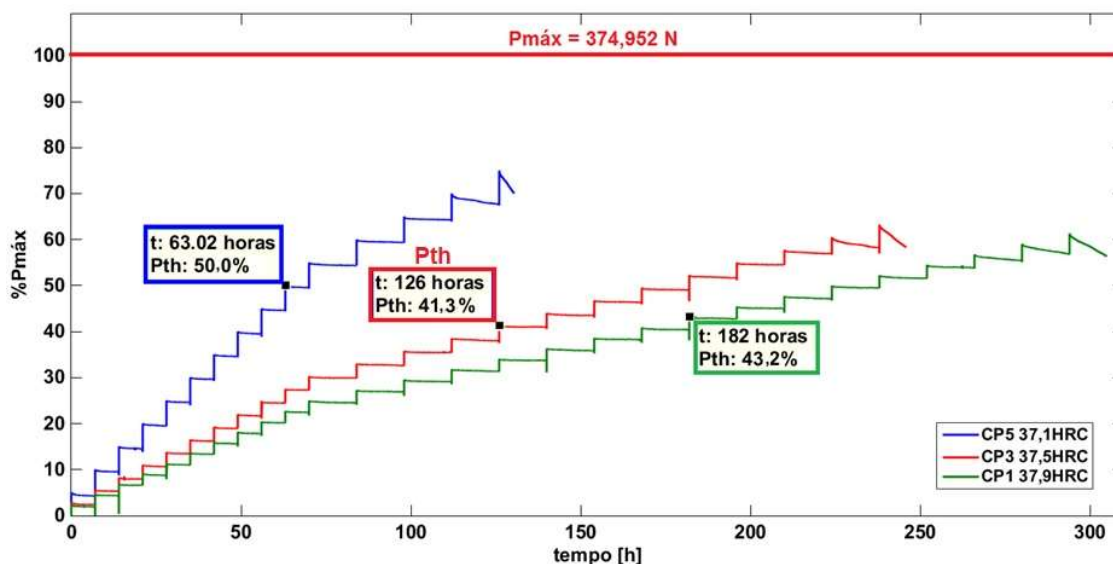


Figura 4.38 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm .

O material com dureza de 40 HRC apresentou resultados inconclusivos para o raio de arredondamento de entalhe de 250 μm com relação ao Pth. À época em que os corpos de

prova para esta condição foram produzidos e ensaiados, utilizou-se o método de análise visual das curvas, previsto na norma F1624 (ASTM, 2012), que retornou resultados tidos inicialmente como inconsistentes. O fato do critério de queda de 5 % na força ser atingido somente no último patamar de força levou a uma análise incorreta. Foram realizados, assim, três ensaios com o mesmo perfil de carregamento e todos retornaram a mesma carga limite invariante de, aproximadamente, 50 % ao se utilizar o método de análise descrito na seção 3.7.2. Estes resultados são mostrados na Fig. 4.39. Apesar de inconclusivos, estes resultados serviram para validar o método de análise proposto, uma vez que os perfis de carregamento iguais retornaram a mesma queda de força de 50 %.

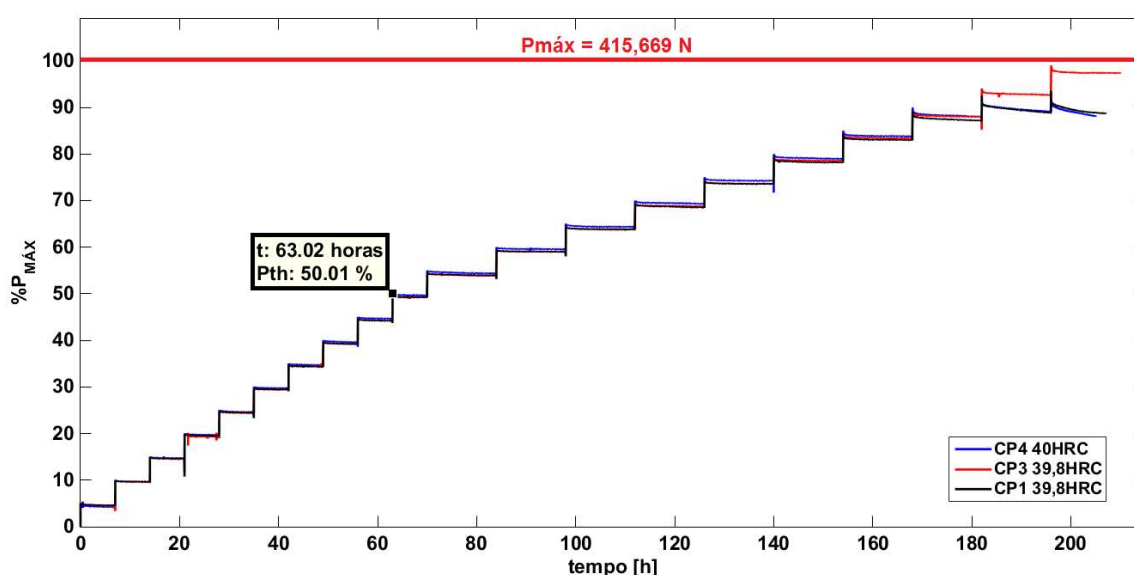


Figura 4.39 - Resultados dos ensaios de RSL para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm .

Como concluído nos trabalhos de Toribio e Ayaso (2013) e no trabalho de Van Ness (*apud* HARDIE; LIU, 1996), o efeito do hidrogênio aumenta com a severidade do entalhe.

O aumento na concentração de tensões devido à utilização de um menor raio de entalhe torna o hidrogênio um agente fragilizante altamente efetivo devido à maior interação com discordâncias que arrastam o hidrogênio para pontos onde há maior concentração de tensão. A Tabela 4.18 apresenta o sumário de resultados para os ensaios realizados com os respectivos valores de incerteza expandida.

Tabela 4.18 – Sumário de resultados dos ensaios de RSL.

Raio do entalhe	Dureza [HRC]	P _{th} [%P _{FFS}]	Tensão_H [MPa]
80 µm	34,0 ± 1,1	34,44 ± 0,11	675,19 ± 2,50
	37,0 ± 0,8	30,83 ± 0,10	617,94 ± 2,37
	40,0 ± 0,9	46,23 ± 0,09	1151,46 ± 5,12
250 µm	34,0 ± 1,1	46,78 ± 0,11	984,71 ± 2,89
	37,0 ± 0,8	41,28 ± 0,10	880,44 ± 2,74
	40,0 ± 0,8	50,00 ± 0,09**	1189,47 ± 3,22**

**resultado inconclusivo.

A Figura 4.40 evidencia a tendência de deterioração das propriedades mecânicas e, em seguida, melhoria das mesmas, para os dois raios de entalhe testados.

Como os materiais de 34 e 37 HRC foram tratados termicamente segundo a norma API 6A CRA (2015), tal comportamento demonstra que o aumento na resistência implicou em maior susceptibilidade à fragilização. No entanto, como o material de 40 HRC foi tratado segundo a norma ASTM B637 (2015), não apresentando fase δ nos contornos de grão, a susceptibilidade à fragilização diminuiu ainda que as propriedades mecânicas tenham aumentado.

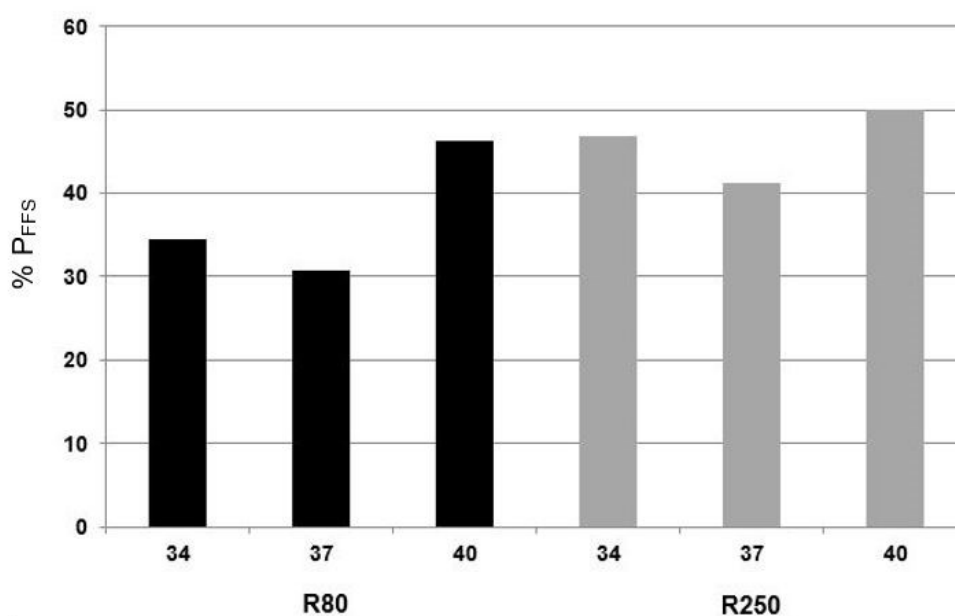


Figura 4.40 – Comparativo da porcentagem da força limite invariante para diferentes durezas e raios de entalhe obtidas do corpo de prova onde o P_{th} foi determinado.

4.6.4 Validação do método para determinação do P_{th}

Com o objetivo de validar o método proposto neste trabalho para obtenção da força limite invariante nos ensaios de RSL, o qual é descrito na seção 3.7.2, foram realizados ensaios utilizando corpos de prova com dureza de 34 HRC e raios de entalhe de 80 μm e 250 μm . É válido ressaltar que o patamar de força posterior ao qual a força limite invariante é atingida representa o ponto provável onde ocorre o início de nucleação de uma trinca em um corpo de prova.

Partiu-se da premissa de que se utilizando um mesmo perfil de carregamento, deve-se obter uma mesma força limite invariante para corpos de prova de mesma dureza e mesmo raio de entalhe. Portanto, para a dureza de 34HRC, as forças limite invariantes, obtidas dos ensaios de RSL, como apresentado nas seções 4.6.2 e 4.6.3, foram de 34,4 % e 46,8 % em relação à força máxima para os raios de entalhe de 80 μm e 250 μm , respectivamente.

Assim, nos ensaios de validação foram utilizados o perfil de carregamento do terceiro ensaio para o corpo de prova com raio de entalhe de 80 μm , como apresentado na Fig. 4.34, e o perfil de carregamento do segundo ensaio para o corpo de prova com raio de entalhe de 250 μm , como apresentado na Fig. 4.37. Estes perfis de carregamento, bem como as forças medidas pelo RSL, são mostrados nas Figs. 4.41 e 4.42.

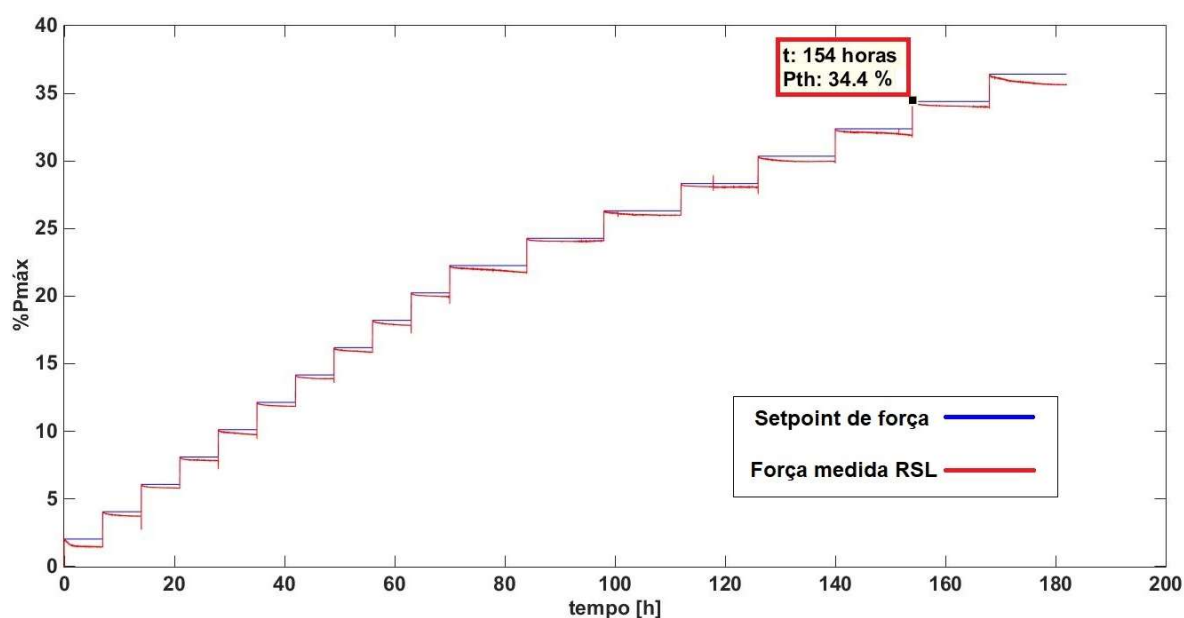


Figura 4.41 – Perfil de carregamento e força medida no ensaio de validação para corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de entalhe de 80 μm .

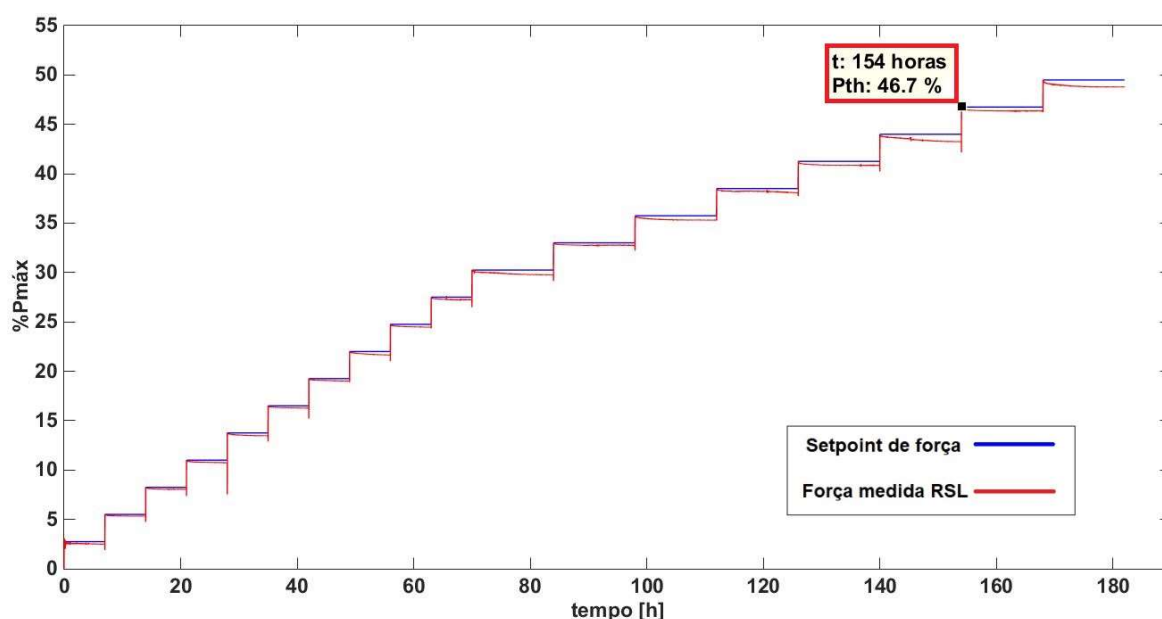


Figura 4.42 - Perfil de carregamento e força medida no ensaio de validação para corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de entalhe de 250 μm .

Ao final dos ensaios, os corpos de prova foram analisados no MEV com o objetivo de se verificar se houve início de nucleação de trincas nas condições avaliadas. Inicialmente, não foram observadas evidências de nucleação de trincas na região próxima à raiz do entalhe nas faces laterais dos corpos de prova ensaiados, como mostrado na Fig.4.43

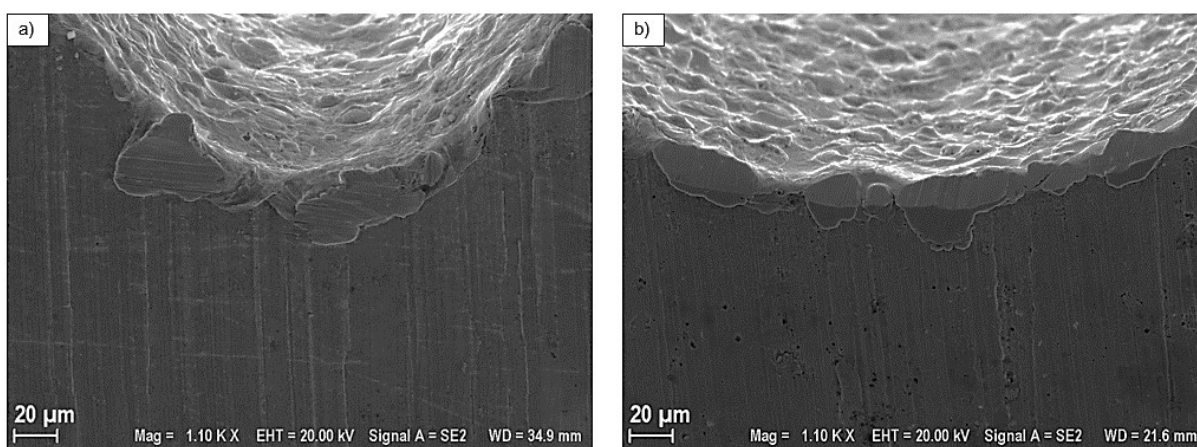


Figura 4.43 – Face lateral dos corpos de prova. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm .

No entanto, ao se examinar a superfície ao longo da raiz do entalhe, foi possível observar a formação de pequenas trincas, como mostrado na Fig. 4.44. Foram também observadas regiões onde se verificou a formação de trincas descontínuas à medida em que a análise avançou em direção ao centro do corpo de prova, como mostrado na Fig. 4.45.

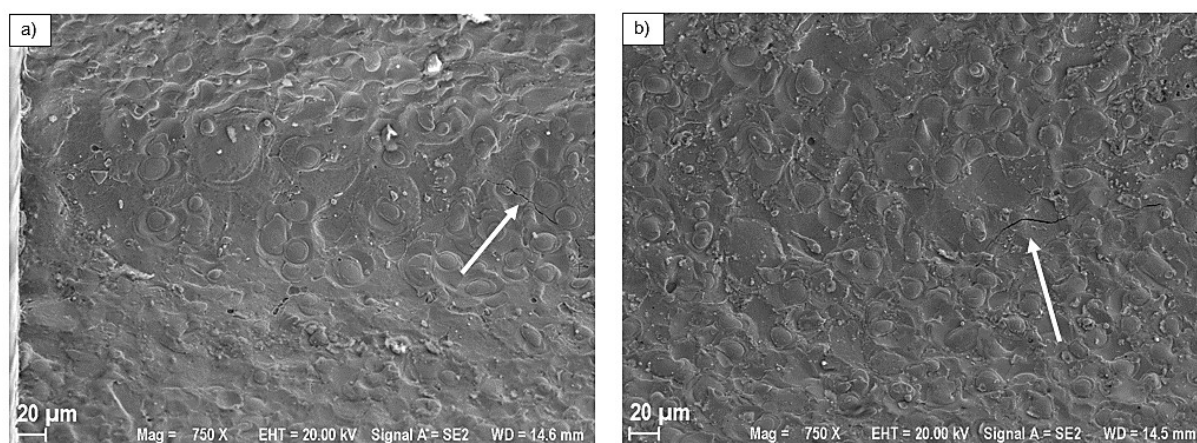


Figura 4.44 – Formação de pequenas trincas em região próxima à face da amostra. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm .

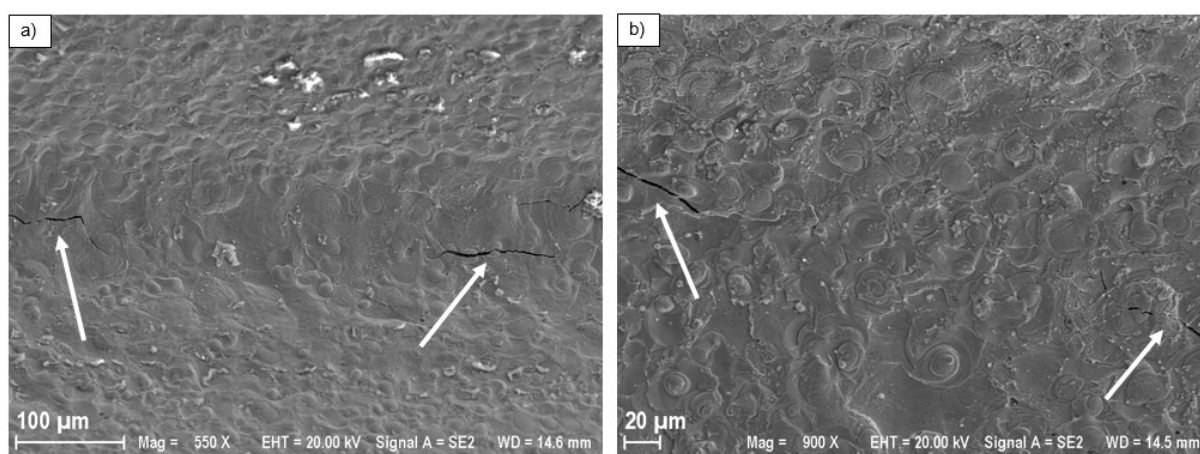


Figura 4.45 – Formação de trincas descontínuas. Raios de entalhe a) 80 μm e b) 250 μm .

Finalmente, na região central dos corpos de prova ensaiados é possível observar a formação contínua de trincas, como mostrado nas Figs. 4.46 e 4.47.

Desses resultados, pode-se, então, afirmar que as trincas observadas nos ensaios de validação do método para a determinação do Pth se apresentam em um estágio inicial de nucleação. Ou seja, ele determina realmente as tensões nas quais se dá o início da nucleação das trincas.

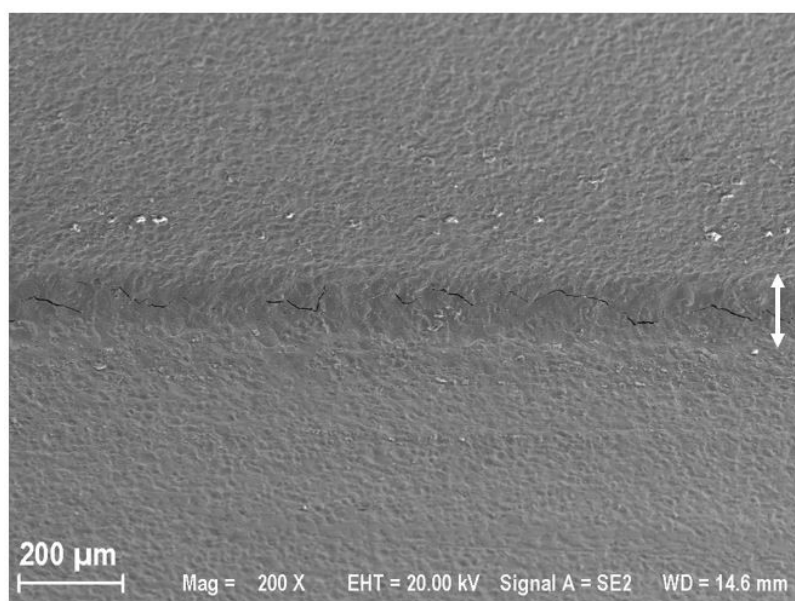


Figura 4.46 – Detalhe da região central do entalhe com raio de 80 µm mostrando a formação contínua de trincas.

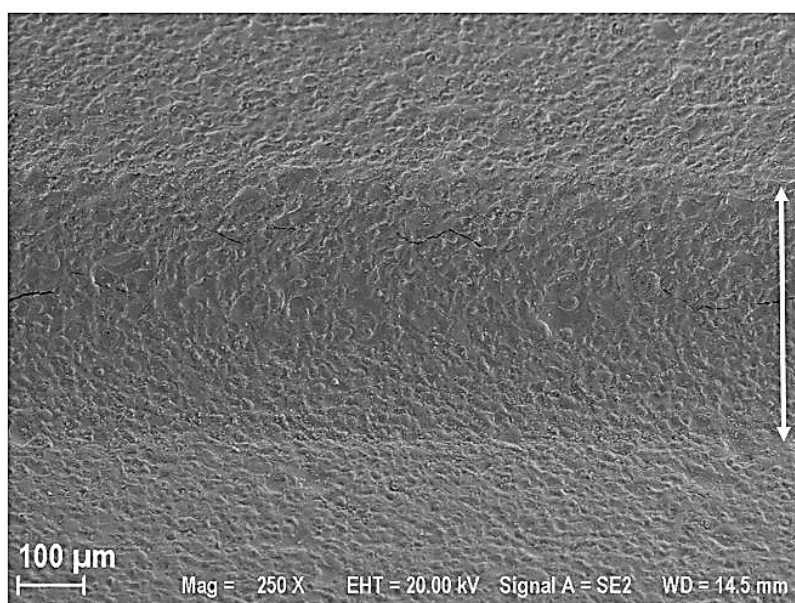


Figura 4.47 - Detalhe da região central do entalhe com raio de 250 µm mostrando a formação contínua de trincas.

4.7. Análise da superfície de fratura

Superfícies de fratura para os ensaios ao ar e para os ensaios com fragilização por hidrogênio foram examinadas e seus resultados são discutidos nesta seção.

Corpos de prova ensaiados ao ar apresentam majoritariamente aspecto de fratura dúctil enquanto que corpos de prova ensaiados sob potencial catódico e na presença do hidrogênio apresentam fratura de aspecto frágil intergranular e transgranular até uma certa profundidade onde, então, observa-se uma zona de transição entre a fratura dúctil e a fratura frágil.

4.7.1. Fractografia dos ensaios de fratura rápida

Todos os corpos de prova testados ao ar nos ensaios de fratura rápida, sem a presença de hidrogênio, apresentaram modo de fratura por coalescimento de microcavidades, revelando *dimples*, característicos de fratura dúctil, como mostrado na Fig. 4.48.

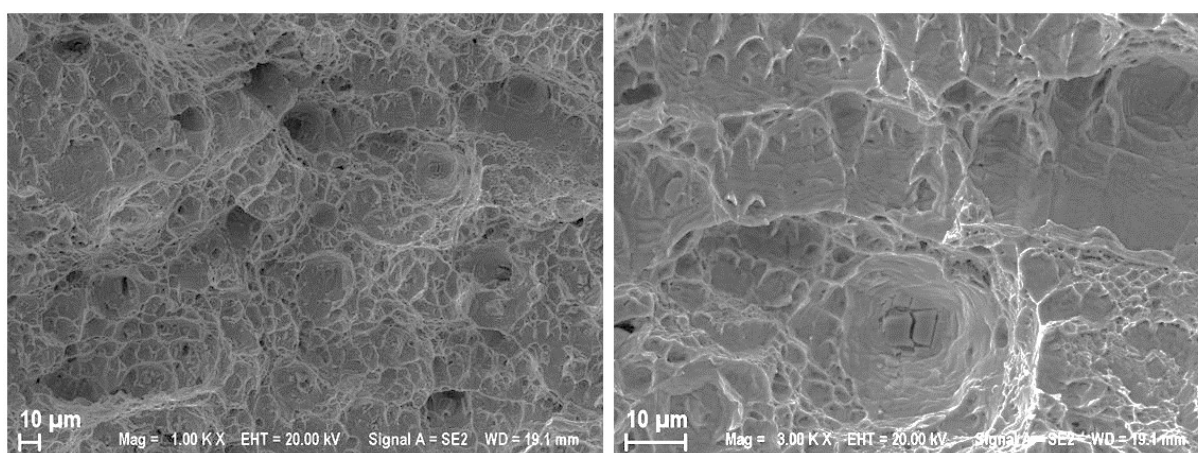


Figura 4.48 –Superfície de fratura do ensaio de fratura rápida para o corpo de prova com dureza 37 HRC, MEV.

Este comportamento é esperado para materiais que exibem alguma ductilidade quando submetidos a tensões que os levem até à fratura. Resultados semelhantes são encontrados na literatura para corpos de prova de Inconel 718 ensaiados sem a presença do hidrogênio em ensaios de tração (BROWN, 2017; FOURNIER; DELAFOSSE; MAGNIN, 1999; GALLIANO *et al.*, 2010; KAGAY, 2016; SARTORI, 2014; SOFRONIS *et al.*, 2001).

No interior dos *dimples* é possível observar carbonitretos fraturados, como mostrado na Fig. 4.49. Estas evidências foram também documentadas por Demetriou *et al.* (2017) em seu trabalho.

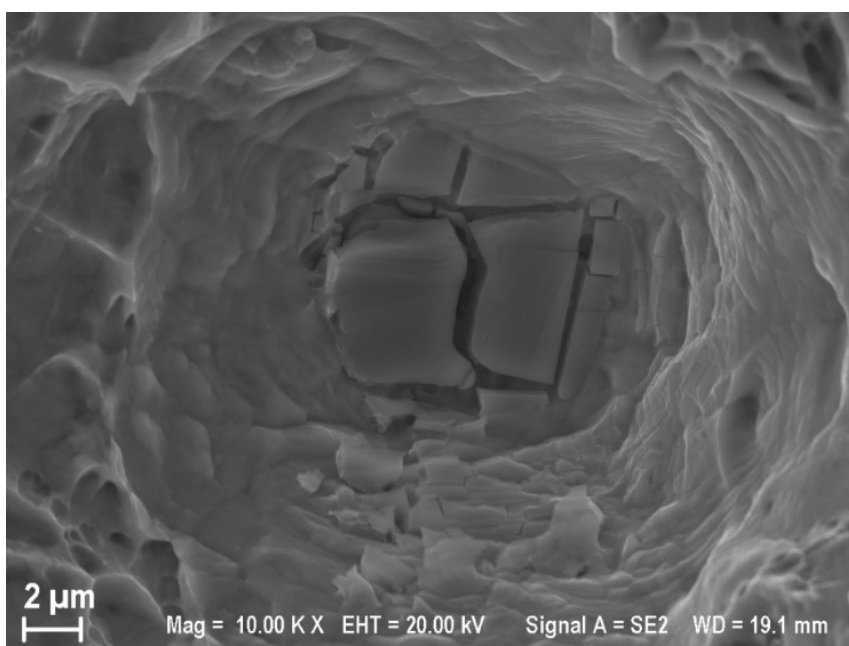


Figura 4.49 – Carbonitreto fraturado encontrado na superfície de fratura do ensaio de fratura rápida para corpo de prova de 37 HRC.

4.7.2. *Fractografia dos corpos de prova utilizadas nos ensaios de RSL com fragilização por hidrogênio*

Os corpos de prova do primeiro ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para cada estado metalúrgico foram utilizados na análise da superfície de fratura. Para que haja fragilização por hidrogênio é necessário que haja um material que seja susceptível, um ambiente que possa prover hidrogênio e uma tensão que esteja atuando num determinado componente ou corpo de prova. Uma vez que o estado metalúrgico para cada condição testada e o meio controlado são os mesmos, a diferença estará na tensão que, no primeiro ensaio é maior. Logo, o primeiro ensaio pode prover dados qualitativos mais realistas sobre a profundidade onde se percebe a fratura como frágil e fornece, portanto, uma medida da penetração do hidrogênio na microestrutura (KERNION *et al.*, 2015). Nos ensaios subsequentes a profundidade onde a fratura é percebida como frágil tende a ser maior devido ao seu longo tempo exposição ao hidrogênio.

Ao fim do primeiro ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio para qualquer condição avaliada, uma inspeção visual do corpo de prova não detecta a presença de trincas. Assim, foi utilizado o MEV ou o microscópio ótico para confirmar a presença de trincas causadas pela exposição ao hidrogênio. A Figura 4.50 mostra o aspecto geral da trinca para corpos de prova de dureza de 37 HRC, com raios de arredondamento de entalhe de 80 μm e 250 μm.

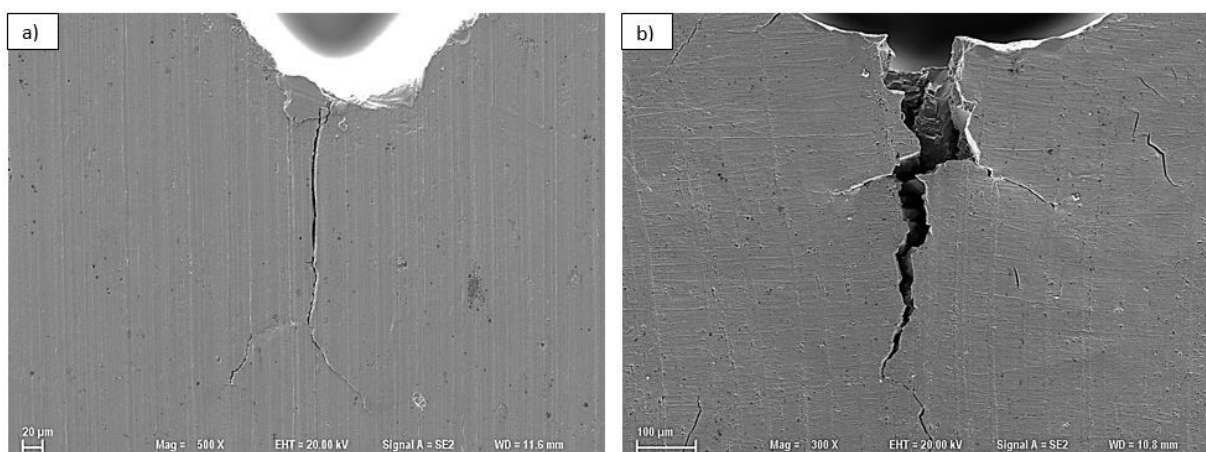


Figura 4.50 – Aspecto geral da trinca em corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe obtida no MEV; a) 80 μm e b) 250 μm .

Ambos os casos apresentaram uma trinca principal com pequenas trincas secundárias adjacentes. Corpos de prova entalhados e com raio de arredondamento de 80 μm apresentaram trincas mais fechadas, enquanto que os corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm apresentaram uma maior abertura na raiz do entalhe.

Um aspecto similar de abertura de raiz do entalhe foi observado por Knarbakk (2015) em seu trabalho, onde foram estudadas trincas induzidas pelo hidrogênio no Inconel 718 sob polarização catódica. O autor utilizou corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 200 μm e, após os ensaios, foram observadas trincas com grande abertura, como o que se observa para os corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm . Estes mesmos padrões de abertura de trinca foram observados para todos os corpos de prova independente da sua dureza.

Todas as condições metalúrgicas ensaiadas em ambiente controlado exibiram, também, superfícies de fratura similares, apresentando fratura de aspecto frágil, iniciada na região da raiz do entalhe e se estendendo até uma certa profundidade quando, então, se observa uma região de transição para fratura dúctil causada pelo coalescimento de microcavidades. A Figura 4.51 mostra esta condição para um corpo de prova de dureza de 37 HRC.

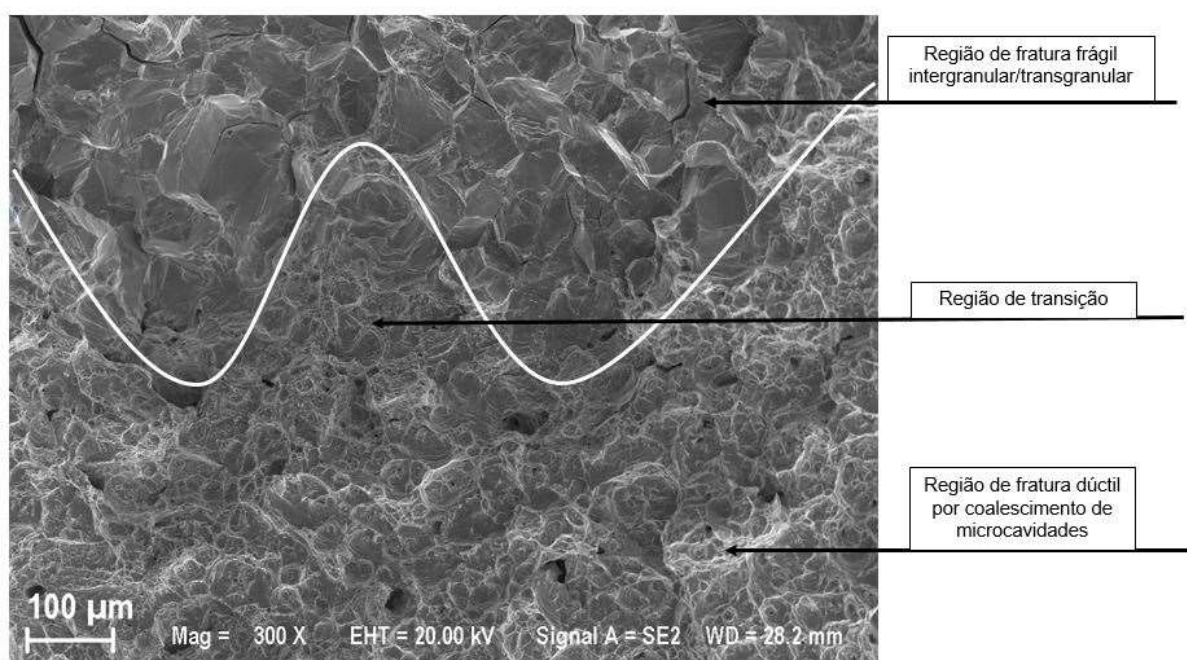


Figura 4.51- Superfície de fratura mostrando a transição entre a fratura frágil e a fratura dúctil, MEV, corpo de prova de dureza de 37 HRC, raio do entalhe de 80 μm .

A exceção foi do material com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de 250 μm que, para esta condição, a fratura foi, predominantemente, transgranular.

A profundidade onde a fratura apresentou aspecto frágil variou em função da microestrutura, da resistência do material e, também, dos raios de arredondamento de entalhe utilizados. Em geral, corpos de prova com evidências de fase δ nos contornos de grão e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm apresentaram maiores profundidades de fratura frágil do que os corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 250 μm . Esta profundidade, L , é dependente do tempo de carregamento de hidrogênio e pode ser estimada por meio da Eq. 4.1, utilizada por Rezende *et al.* (2015). Porém, resultados divergentes foram obtidos por outros autores (REZENDE *et al.*, 2015; TARZIMOGHADAM *et al.*, 2017).

$$L = \sqrt{2Dt} \quad (4.1)$$

Onde D é o coeficiente de difusão, igual a aproximadamente $1,6 \times 10^{-15} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ para o Inconel 718 na condição de solubilizado e envelhecido, e t o tempo de hidrogenação dado em segundos.

Segundo esta estimativa, a profundidade atingida para um corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm deveria ser de 26,4 μm para um tempo total de ensaio de 63 horas.

Tarzimoghadam *et al.* (2017) realizou cálculos para estimar a profundidade de difusão do hidrogênio. Em seu trabalho, foi estimada uma profundidade de 4,7 μm e medida uma profundidade de 200 μm para uma amostra de Inconel 718 envelhecida e ensaiada em uma máquina de tração com baixa taxa de deformação. Esta diferença, segundo o autor, se deve ao aumento significativo no teor de hidrogênio considerando que, as trincas da superfície que se formam durante a deformação, aumentam ainda mais a absorção de hidrogênio ao aumentar a área de superfície livre disponível.

Os resultados obtidos nos ensaios de RSL apresentados nesta dissertação, no entanto, indicam que a severidade do entalhe de menor raio de arredondamento pode ter, de fato, aumentado as interações entre o hidrogênio e a microestrutura (HARDIE; LIU, 1996).

A forma como foi medida a profundidade máxima de fratura frágil para os corpos de prova do primeiro ensaio de RSL com fragilização por hidrogênio é mostrada na Fig. 4.52 para o corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de arredondamento de 80 μm . A profundidade máxima foi medida tomando-se a maior profundidade onde a fratura tem aspecto frágil.

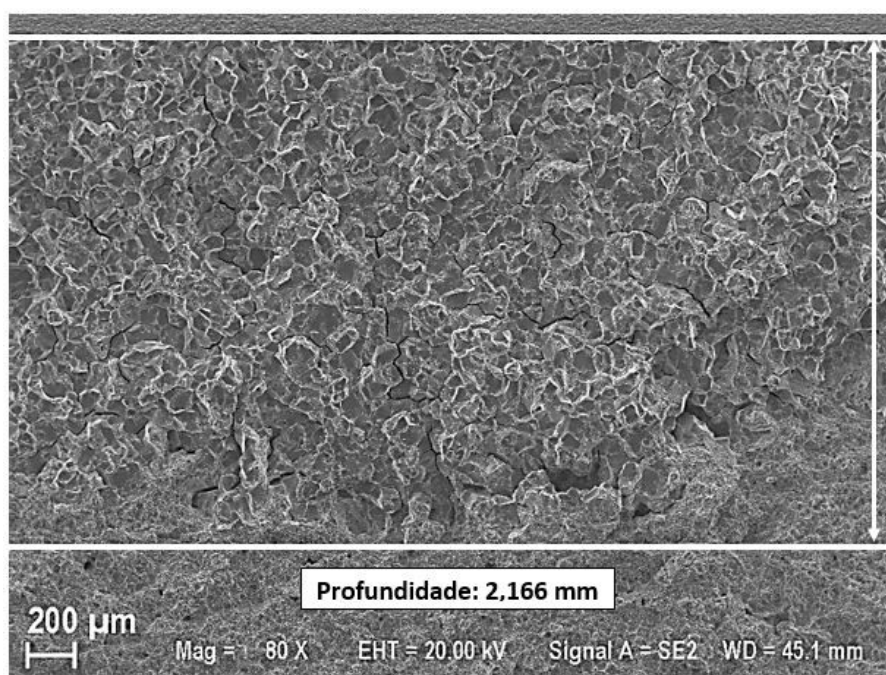


Figura 4.52 – Profundidade de fratura frágil para corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm e dureza 37 HRC, MEV.

A Figura 4.53 mostra o sumário de resultados para todas as condições avaliadas. O corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de entalhe de 80 μm apresentou a maior profundidade de fratura frágil e o corpo de prova com raio de entalhe de 250 μm e dureza de 40 HRC apresentou a menor profundidade de fratura frágil.

Analisando-se individualmente os padrões apresentados na Fig. 4.53 para cada uma das condições testadas, observa-se que pode haver uma relação entre o raio do entalhe e a profundidade de fratura frágil uma vez que, os corpos de prova com menor raio de entalhe apresentaram as maiores profundidades de fratura frágil. No entanto, apenas com base nos resultados observados não foi possível determinar a relação entre a profundidade de fratura frágil e dureza, uma vez que há uma tendência decrescente para os corpos de prova com raio de arredondamento de 80 μm e uma tendência crescente e depois decrescente para os corpos de prova com raio de arredondamento de 250 μm . Possivelmente, as maiores profundidades de fratura frágil podem estar associadas à absorção de hidrogênio por cada condição metalúrgica à medida em que a trinca se propaga (KAGAY, 2016; TARZIMOGHADAM et al., 2017).

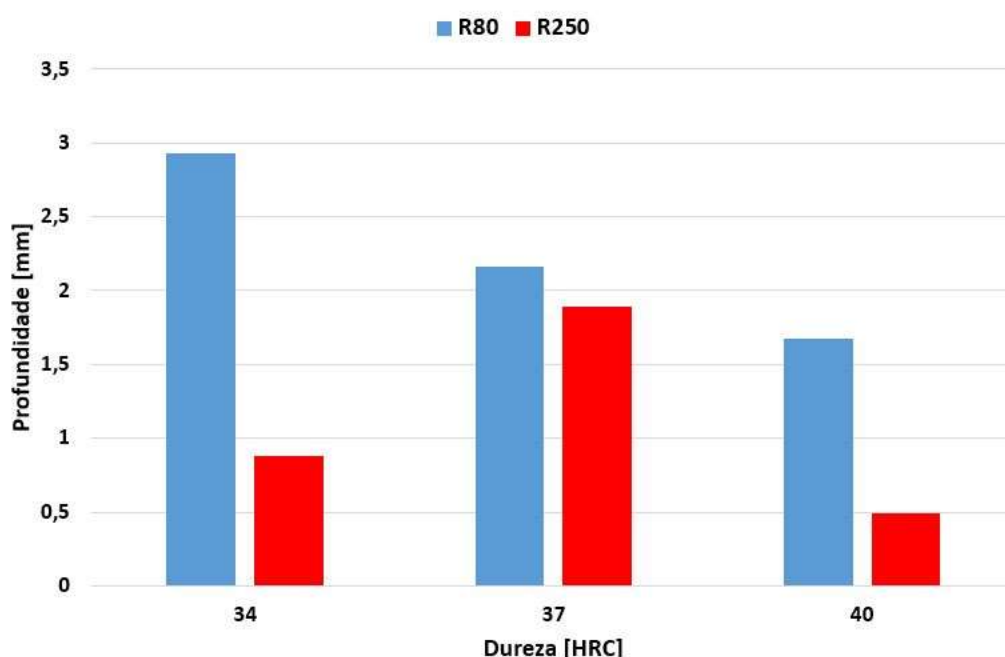
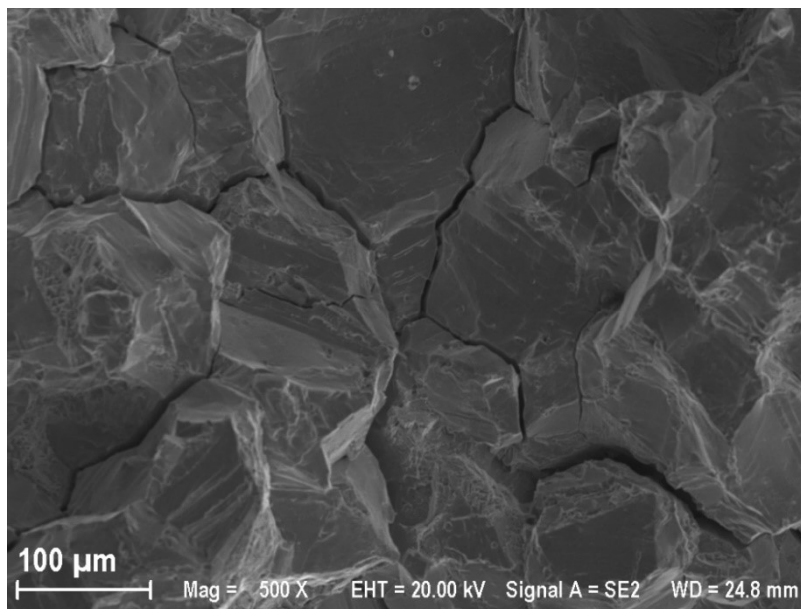


Figura 4.53 – Profundidade de fratura frágil para corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm e 250 μm .

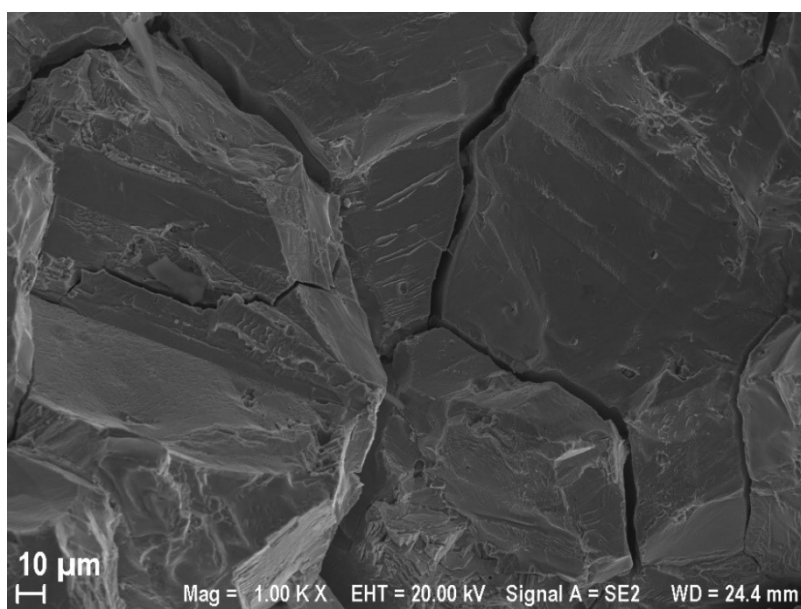
De modo geral, os corpos de prova fabricados utilizando os parâmetros da norma API 6A CRA (2015) e com durezas 34 HRC e 37 HRC apresentaram, predominantemente, fratura intergranular, percebida pela estrutura multifacetada produzida na superfície de fratura ao longo da região da raiz do entalhe com pequenas evidências de fratura transgranular.

Pequenas regiões com marcas características de fratura transgranular são percebidas também no interior dos grãos. Estas características foram observadas e são descritas por vários autores que analisaram microestruturas que apresentaram fase δ nos contornos de grão (BROWN, 2017; GALLIANO et al., 2014; KAGAY et al., 2016; KERNION et al., 2014;

LILLARD; KELLY; GANGLOFF, 1997). As superfícies de fratura dos materiais com dureza de 34 HRC e 37 HRC são mostradas nas Figs. 4.54 e 4.55.

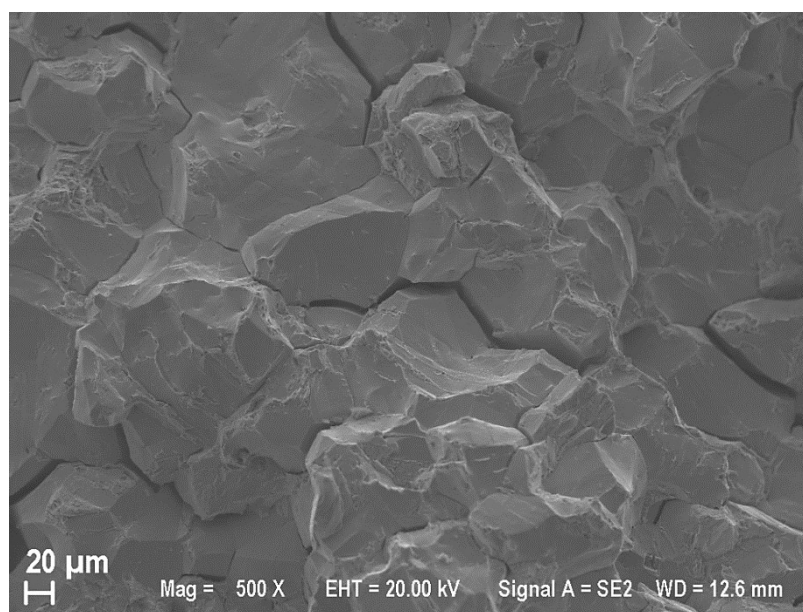


(a)

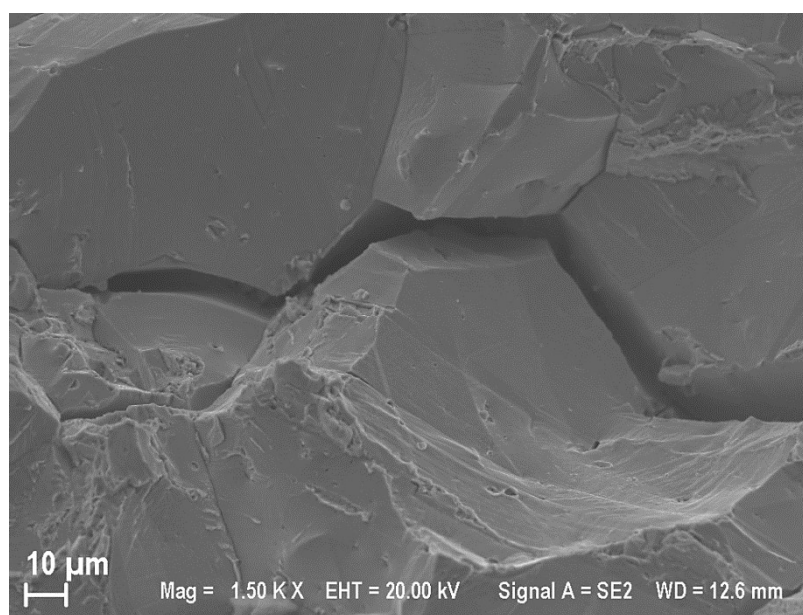


(b)

Figura 4.54 –Fratura intergranular e pequenas marcas de fratura transgranular no corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV, a) vista geral e b) detalhe.



(a)



(b)

Figura 4.55 - Fratura intergranular e pequenas marcas de fratura transgranular no corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV; a) vista geral e b) detalhe.

Em seu trabalho, Tarzimogadan *et. al.* (2016) sugerem que a presença de fase δ promove a fragilização por hidrogênio, iniciando microtrincas nos contornos de grão entre a matriz e a fase δ . O autor estabelece que para ocorrer a fratura frágil intergranular no Inconel 718 devido ao hidrogênio, duas condições são necessárias para a nucleação de uma trinca:

1. Uma grande concentração de tensão, que é fornecida por planos de deslizamento com discordâncias retidas nos contornos de grão ou, mais comumente, nas junções triplas de contornos do grão;

2. Alta concentração de hidrogênio na vizinhança do ponto onde há maior concentração de tensão. Isso é obtido por discordâncias que se movimentam transportando suas atmosferas de hidrogênio em direção a pontos de concentração de tensão. Sugere-se que o excesso de hidrogênio reduz a energia da superfície, facilitando a nucleação da trinca nos contornos de grão.

Em um trabalho anterior, conclusões similares foram apresentadas por Fournier *et al.* (1999), que realizaram ensaios de tração com baixa taxa de deformação em corpos de prova de Inconel 718, solubilizadas e envelhecidas, pré-hidrogenadas e hidrogenadas durante os ensaios. Foi concluído que a fragilização por hidrogênio ocorre devido a uma forte interação entre discordâncias e o hidrogênio, que é transportado na forma de atmosferas de Cottrell para pontos onde há maior concentração de tensões. Foi mostrado também que este fenômeno é mais pronunciado para taxas de deformação baixas.

Mesmo na ausência de fase δ , os corpos de prova produzidos utilizando a norma ASTM B637 (2015) e com dureza de 40 HRC apresentaram, para o raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , evidências de modo de fratura misto intergranular e com certa predominância de fratura de aspecto transgranular, como mostrado na Fig. 4.56.

Os detalhes das duas regiões distintas, onde foram observadas fratura inter e transgranular são mostradas na Fig. 4.57.

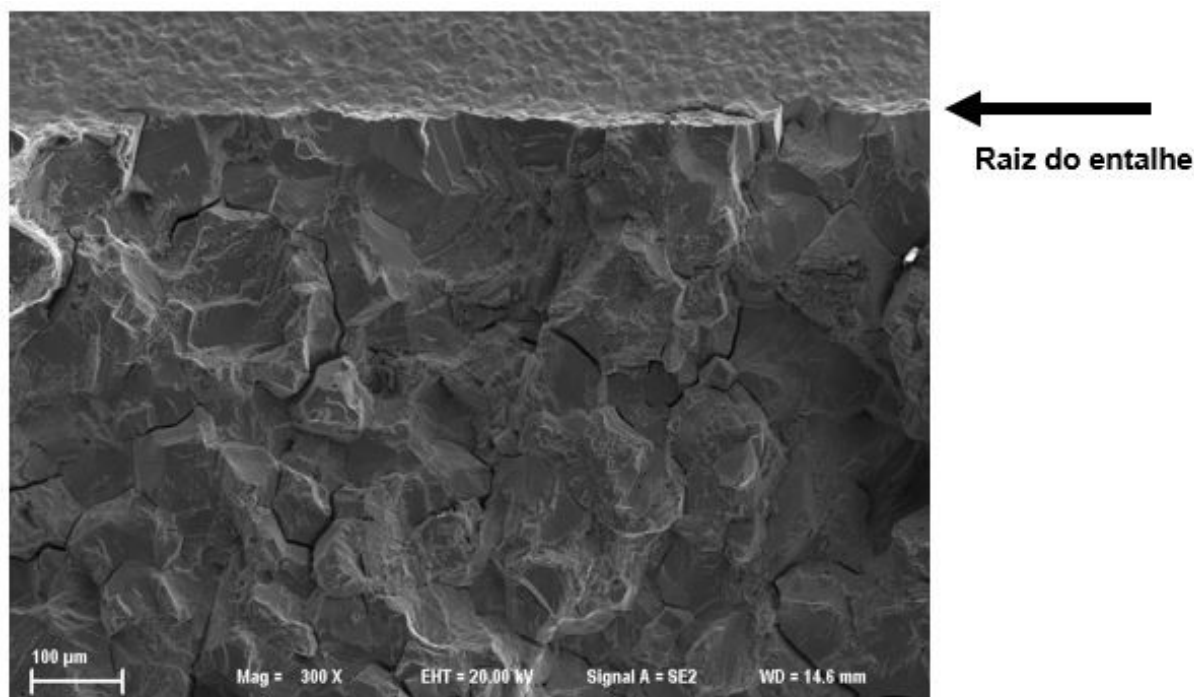
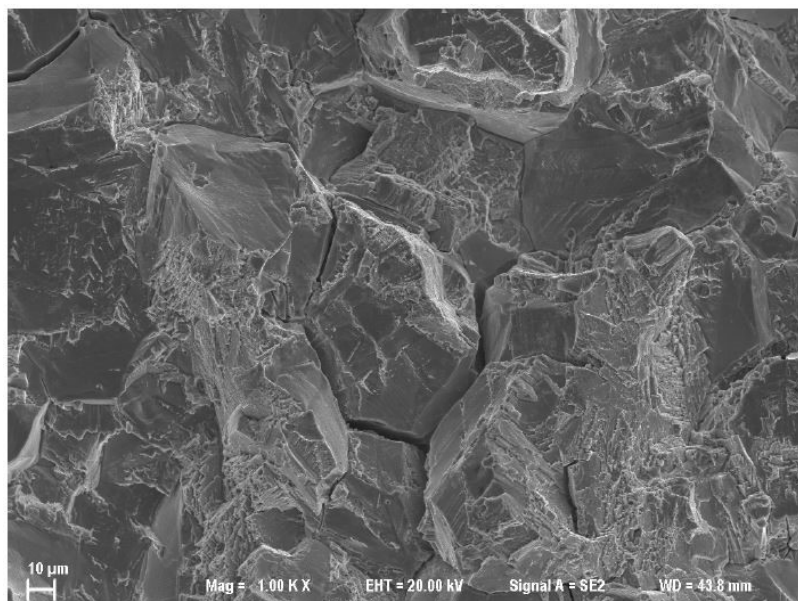
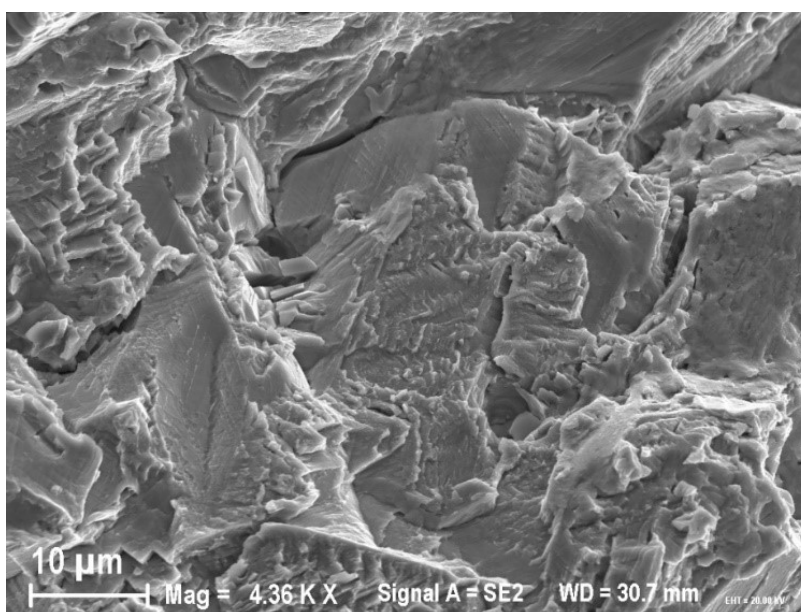


Figura 4.56 - Fratura intergranular e marcas de fratura transgranular para corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , MEV.



(a)



(b)

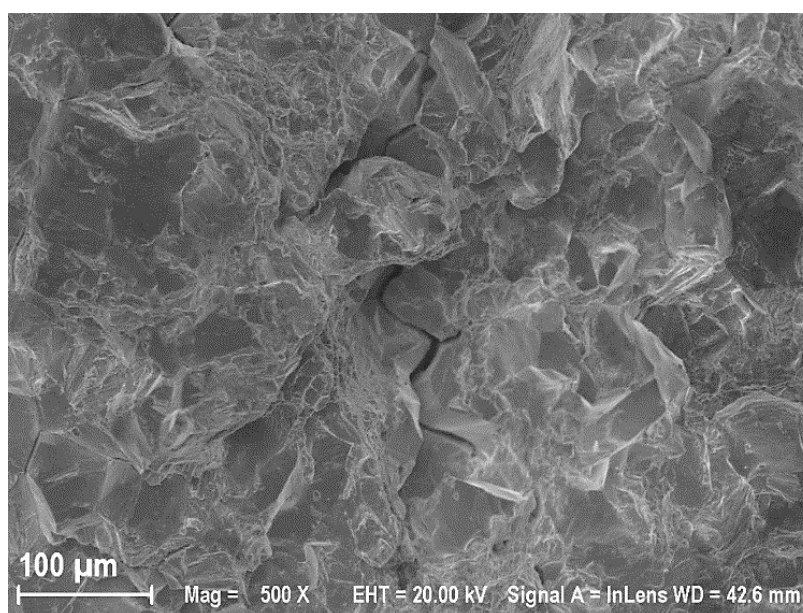
Figura 4.57 – Detalhe de região onde se observa a) fratura intergranular e zonas com características de fratura transgranular e b) fratura predominantemente transgranular. Dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 μm, MEV.

Foram observadas diferenças nos mecanismos de fratura dos corpos de prova com raio de arredondamento de 250 μm em relação aos corpos de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm, que passaram de uma aparência majoritariamente intergranular para uma superfície de fratura que passou a exibir mais características de fratura

mista ou, como no caso do material onde não se observa fase δ nos contornos de grão, unicamente fratura transgranular.

Para o material com dureza de 34 HRC, cuja fratura foi predominantemente intergranular quando se utilizou um corpo de prova com raio de arredondamento de entalhe de 80 μm , observaram-se características de falha por clivagem com marcas de rios paralelas à direção de propagação da trinca e evidência de fratura intergranular, como mostrado na Fig. 4.58.

Este fato mostra que há uma tendência à mudança do modo de fratura de intergranular para uma fratura mista onde se observam evidências de fratura intergranular e transgranular. Uma superfície de fratura similar foi observada por Tarzimoghdam *et. al* (2017) ao investigar a influência dos efeitos da tensão e da deformação no mecanismo de propagação de trincas no Inconel 718, solubilizado e envelhecido a 780 °C por 8 horas, em ensaios de tração com baixa taxa de deformação.



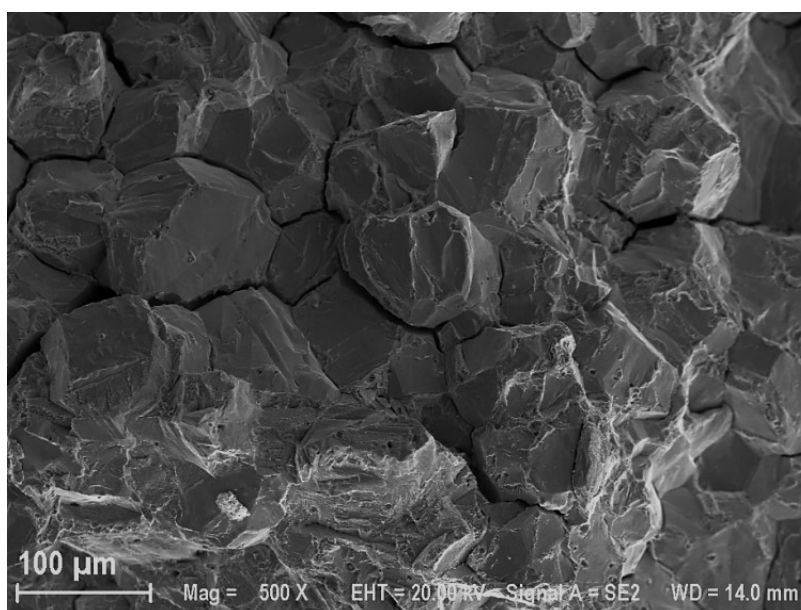
(a)



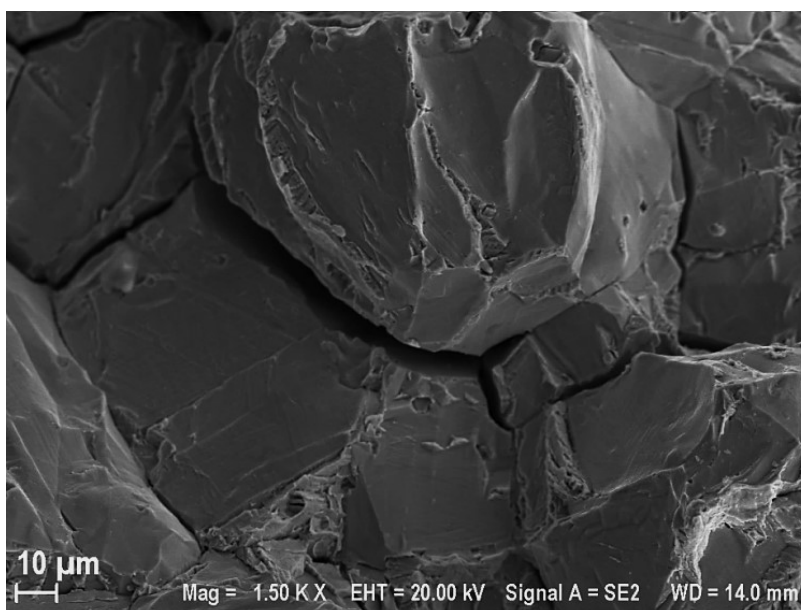
(b)

Figura 4.58 – Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 34 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura intergranular e zonas com características de fratura transgranular e b) detalhe fratura transgranular; MEV.

Para os corpos de prova com dureza de 37 HRC, o modo de fratura se manteve predominantemente intergranular apresentando, no entanto, uma pequena parcela de fratura transgranular. Este resultado indica que a fase δ presente nos contornos de grão juntamente com uma maior resistência mecânica e dureza podem ter favorecido a manutenção do aspecto de fratura frágil intergranular, como mostrado na Fig. 4.59.



(a)



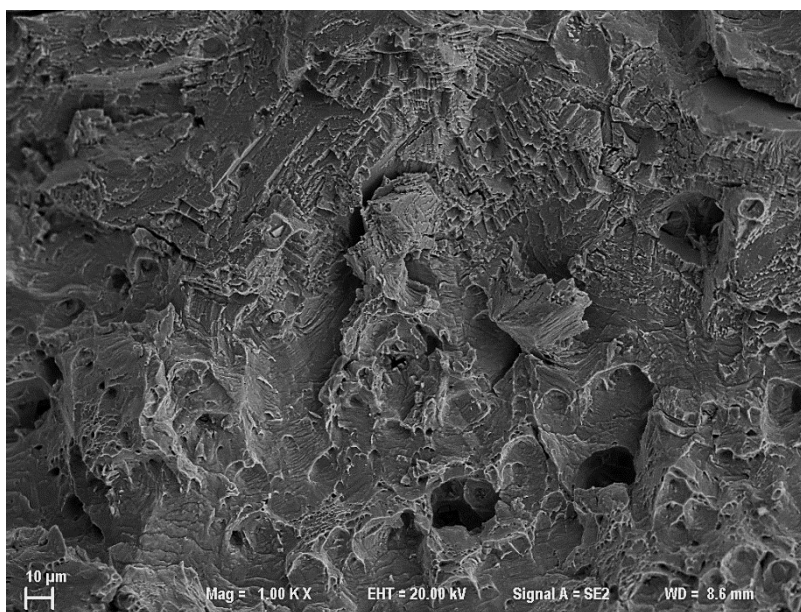
(b)

Figura 4.59 - Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 37 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura intergranular e pequenas regiões com características de fratura transgranular e b) detalhe fratura intergranular; MEV.

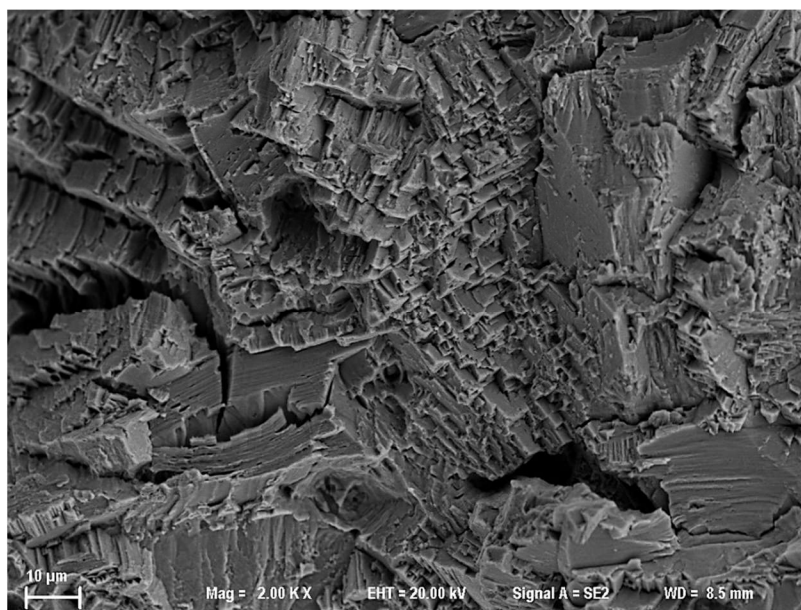
A superfície da fratura do material com dureza de 40 HRC e raio de entalhe 250 μm mostra aspecto de fratura transgranular e coalescência microcavidades e, praticamente, nenhuma característica de fratura intergranular em comparação às outras condições.

A menor quantidade de fratura intergranular, como mencionado anteriormente, pode ter sido devido à ausência de fase δ nos contornos dos grãos. A Figura 4.60 mostra a região de fratura frágil para o material com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm .

O modo de fratura na presença de hidrogênio no Inconel 718 foi fortemente dependente da microestrutura. Como observado por Kagay (2016), fratura intergranular foi mais comum em microestruturas contendo precipitados de fase δ nos contornos de grão. Pequenas ocorrências de fratura transgranular de clivagem também foram observadas, em menor proporção, em microestruturas com fase δ no contorno de grão e se tornou o modo de fratura dominante em microestruturas sem fase δ nos contornos de grão. A maior quantidade de fratura transgranular exibida para os corpos de prova tratados termicamente segundo a norma ASTM B637 (2015) é evidência de que a fratura transgranular pode se tornar favorável na ausência da fase δ .



(a)



(b)

Figura 4.60 - Superfície de fratura do corpo de prova com dureza de 40 HRC e raio de arredondamento de entalhe de 250 μm mostrando a) fratura transgranular e coalescimento de microcavidades e b) detalhe fratura transgranular por clivagem; MEV.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Neste trabalho, foram realizados ensaios de RSL com o objetivo de se avaliar os efeitos do raio de arredondamento do entalhe e dos tratamentos térmicos na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio do Inconel 718, ensaiado sob proteção catódica de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$ em solução de NaCl 3,5 %. Os resultados obtidos permitem concluir que:

- a) Os adaptadores para corpos de prova de seção $10 \times 10 \text{ mm}^2$ foram desenvolvidos para este trabalho e apresentaram erros relativamente baixos de aproximadamente 2,50 % e 1,15 % para forças medidas nos patamares iniciais e finais do perfil de carregamento utilizado no ensaio de validação. As tensões máximas medidas e calculadas, com suas respectivas incertezas, foram: $634,94 \pm 2,33 \text{ MPa}$ e $642,54 \pm 2,55 \text{ MPa}$ para os strain gauges e o software do RSL respectivamente.
- b) Para os corpos de prova, foi possível obter as dimensões e tolerâncias dimensionais em bom acordo com o que é exigido por norma. No entanto, não foi possível obter a rugosidade do entalhe exigida pela norma ASTM F519 (ASTM, 2013) utilizando eletroerosão a fio. Necessita-se estabelecer uma etapa adicional de polimento do entalhe. Este fato, porém, parece não ter exercido grande influência nos resultados finais uma vez que, o que foi obtido neste estudo, é comparável ao que se obtém na literatura consultada;
- c) Os tratamentos térmicos utilizados neste trabalho mostraram que houve boa reproducibilidade de propriedades mecânicas, dureza e microestrutura;
- d) A força e a tensão obtidas nos ensaios de fratura rápida ao ar apresentaram diferenças menores do que 10 % para todas as condições metalúrgicas avaliadas sendo, portanto, resultados bastante satisfatórios;

- e) O método desenvolvido e utilizado na análise das curvas produzidas nos ensaios de RSL mostrou ótima consistência nos resultados obtidos. Foi possível determinar de forma inequívoca uma força limite invariante para cada condição avaliada.
- f) A redução no raio de arredondamento do entalhe reduziu significativamente a força necessária para fraturar os corpos de prova. As forças limite invariantes obtidas foram:

Raio de arredondamento de 80 μm

- 34,4 % para o tratamento térmico A e dureza 34HRC;
- 30,8 % para o tratamento térmico B e dureza 37HRC;
- 46,2 % para o tratamento térmico C e dureza 40HRC;

Raio de arredondamento de 250 μm

- 46,8 % para o tratamento térmico A e dureza 34HRC;
- 41,3 % para o tratamento térmico B e dureza 37HRC;
- Inconclusivo para o tratamento térmico C e dureza 40HRC;

- g) O material tratado termicamente segundo os parâmetros da norma API 6A CRA (2015) com dureza de 34 HRC se mostrou sensivelmente mais resistente à fragilização por hidrogênio do que o material com dureza de 37 HRC. O material com dureza de 40 HRC, tratado termicamente segundo parâmetros da norma ASTM B637 (2015) e que não apresentou fase δ contorno de grão, foi o mais resistente à fragilização por hidrogênio do que as duas condições anteriores. A presença de fase δ nos contornos de grão, ao que tudo indica, se mostrou determinante na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio e no modo de fratura do Inconel 718;
- h) A utilização de um entalhe com menor raio de arredondamento mostrou que a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio pode aumentar devido à severidade do raio de arredondamento, uma vez que o transporte de hidrogênio foi mais eficiente em função da intensificação do campo de tensões local à frente da trinca;
- i) As superfícies de fratura ao ar mostraram aspecto típico de fratura dúctil, exibindo coalescimento de microcavidades em torno de precipitados para todas as condições testadas;

- j) O modo de fratura frágil se mostrou dependente tanto das características microestruturais, quanto da severidade do raio do entalhe. Nos ensaios em ambiente controlado utilizando corpos de prova com raio de arredondamento de 80 μm , o aspecto de fratura para os materiais que apresentaram quantidade apreciável de fase δ nos contornos de grão foi predominantemente intergranular com pequenas regiões de fratura transgranular e, que, gradualmente, mudaram passando por uma região de transição para coalescência de microcavidades. O material com dureza de 40 HRC, onde não foi detectada evidência de fase δ nos contornos de grão, exibiu fratura de aspecto misto, apresentando fratura intergranular e transgranular
- k) Nos ensaios em ambiente controlado utilizando corpos de prova com raio de arredondamento de 250 μm e que apresentaram fase δ nos contornos de grão, exibiram ainda fratura predominantemente intergranular, porém, com tendência à modificação do modo de fratura para transgranular. O material com dureza de 40 HRC, onde não foi evidenciada a presença de fase δ nos contornos de grão, exibiu somente fratura de aspecto transgranular.

CAPÍTULO VI

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, destacam-se:

- a) Utilizar emissão acústica para detecção do instante em que a trinca começa a ser nucleada e comparar esses resultados com os obtidos por meio da metodologia desenvolvida para determinação da força limite invariante;
- b) Ensaiar corpos de prova de Inconel 718 utilizando os filetes de parafusos como entalhe e corpos de prova com revestimentos anticorrosivos;
- c) Utilizar diferentes faixas de temperatura nos tratamentos térmicos do Inconel 718 para se obter diferentes microestruturas e, assim, possibilitar a avaliação de diferentes parâmetros como tamanho de grão, presença e morfologia de precipitados, dureza e propriedades mecânicas sobre a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTENHOFEN, A. **Avaliação da Tenacidade do Inconel 718 em água do mar sintética sob proteção catódica utilizando a técnica de BTB (modificado) em corpos de prova filetados por Usinagem e por Laminação.** [s.l.] Dissertação de mestrado - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2012.

ANDERSON, M.; THIELIN, A. L.; BRIDIER, F.; BOCHER, P.; SAVOIE, J. δ Phase precipitation in Inconel 718 and associated mechanical properties. **Materials Science and Engineering A**, v. 679, n. January 2016, p. 48–55, 2017. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.114>

API 6A CRA – 15. Age-hardened Nickel-based Alloys for Oil and Gas Drilling and Production Equipment. **Standardization**, n. August, 2015.

ASM METALS HANDBOOK, Fractography. **ASM International**, v. 12, p. 3470, 2001.

ASTM. E399 - 12 Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{1C} of Metallic Material. **ASTM International**, p. 1–33, 2013.

ASTM B637 (2015). – 15. Standard Specification for Precipitation Hardening and Cold Worked Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for Moderate or High Temperature Service. **ASTM International**, n. Section 13, p. 1–7, 2015.

ASTM E18 – 16 Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. **ASTM International**, p. 1–38, 2016.

ASTM E8/E8M - 09. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. **ASTM International**, n. C, p. 1–27, 2016.

ASTM E112 – 13. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. **ASTM International**, p. 1–28, 2013.

ASTM E92 - 16. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. **ASTM International**, v. 82, n. July 2010, p. 1–27, 2017.

ASTM, F1624. – 12. Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique. **ASTM International** p. 1–12, 2012

ASTM, F519 - 13 Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement Evaluation of Plating / Coating Processes and Service Environments 1. v. i, p. 1–18, 2013.

ASTM G129 – 00. Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking 1. **ASTM International**, v. 00, n. November 2000, p. 1–7, 2006.

AZADIAN, S.; WEI, L.-Y.; NIKLASSON, F.; WARREN, R. Precipitation in Spray-Formed in 718. **Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives**, p. 617–626, 2001. https://doi.org/10.7449/2001/Superalloys_2001_617_626

BARNOUSH, A. **Hydrogen embrittlement, revisited by in situ electrochemical nanoindentation**. [s.l.] Tese de doutorado - Universität des Saarlandes, 2007.

BARNOUSH, A.; DAKE, J.; KHERADMAND, N.; VEHOFF, H. Examination of hydrogen embrittlement in FeAl by means of in situ electrochemical micropillar compression and nanoindentation techniques. **Intermetallics**, v. 18, n. 7, p. 1385–1389, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.01.001>

BARNOUSH, A.; VEHOFF, H. Recent developments in the study of hydrogen embrittlement: Hydrogen effect on dislocation nucleation. **Acta Materialia**, v. 58, n. 16, p. 5274–5285, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.05.057>

BEACHEM, C. D. A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”). **Metallurgical Transactions**, v. 3, n. 2, p. 441–455, 1972. <https://doi.org/10.1007/BF02642048>

BHAVSAR, R. B.; COLLINS, A.; SILVERMAN, S. Use of Alloy 718 and 725 in Oil and Gas Industry. *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives*, p. 47–55, 2001. https://doi.org/10.7449/2001/Superalloys_2001_47_55

BOR, H.; WEI, C.; NGUYEN, H. T.; YEH, A.; KUO, C.; ENGINEERING, A. Aging effect on the γ' and γ'' precipitates in Inconel 718. **7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**, p. 679–688, 2010. <https://doi.org/10.1002/9781118495223.ch52>

BRAHIMI, S. E. Fundamentals of Hydrogen Embrittlement in Steel Fasteners. **IBECA Technologies Corp**, p. 1–23, 2014.

BROWN, M. J. **On the Hydrogen Embrittlement of Oil and Gas Grade Alloy 718 and Alloy 945X**. [s.l.] Tese de doutorado - University of Manchester, 2017.

CALIARI, F. R.; CANDIOTO, K. C. G.; REIS, D. A. P.; COUTO, A. A.; MOURA NETO, C. DE; NUNES, C. A. Study of the mechanical behavior of an inconel 718 aged superalloy submitted to hot tensile tests. **SAE Technical Papers**, 2011. <https://doi.org/10.4271/2011-36-0328>

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. **Materials science and engineering: an introduction**. [s.l.: s.n.]. v. 94, 2007.

CHAMANFAR, A.; SARRAT, L.; JAHAZI, M.; ASADI, M.; WECK, A.; KOUL, A. K. Microstructural characteristics of forged and heat treated Inconel-718 disks. **Materials and Design**, v. 52, n. July, p. 791–800, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.004>

CHANG, L.; SUN, W.; CUI, Y.; ZHANG, F.; YANG, R. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of the hot-isostatic-pressed Inconel 718 powder compact. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 590, p. 227–232, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.107>

CHEN, S.; ZHAO, M.; RONG, L. Effect of grain size on the hydrogen embrittlement sensitivity of a precipitation strengthened Fe–Ni based alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 594, p. 98–102, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.062>

CWIEK, J. Hydrogen degradation of high-strength low-alloyed steels. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 133, n. 1–2, p. 230–235, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)00239-X](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00239-X)

DAUDT, N. DE F. **Influência dos parâmetros de processo na deposição de filmes finos de nitreto de titânio por plasma em gaiola catódica**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2012.

DEBARBADILLO, J. J.; MANNAN, S. K. Alloy 718 for oilfield applications (E.Ott, J. R. Groh, A. Banik, I. Dempster, T. P. Gabb, R. Helmink, X. Liu, G. P. Mitchell, G. P. Sjöberg, & A. Wusatowska-Sarnek, Eds.) **7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**. Anais.TMS, 2010. <https://doi.org/10.1007/s11837-012-0238-z>

DEMETRIOU, V.; ROBSON, J. D.; PREUSS, M.; MORANA, R. Study of the effect of hydrogen charging on the tensile properties and microstructure of four variant heat treatments of nickel alloy 718. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 37, p. 23856–23870, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.02.149>

DEVAUX, A.; NAZÉ, L.; MOLINS, R.; PINEAU, A.; ORGANISTA, A.; GUÉDOU, J. Y.; UGINET, J. F.; HÉRITIER, P. Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718. **Materials Science and Engineering A**, v. 486, n. 1–2, p. 117–122, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.08.046>

EISELSTEIN, H. L.; TILLACK, D. J. The Invention and definition of Alloy 625 **Superalloys 718, 625 and Various Derivatives**. Anais.1991. https://doi.org/10.7449/1991/Superalloys_1991_1_14

FOURNIER, L.; DELAFOSSE, D.; MAGNIN, T. Cathodic hydrogen embrittlement in alloy 718. **Materials Science and Engineering A**, v. 269, p. 111–119, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00167-7](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00167-7)

GALLIANO, F.; ANDRIEU, E.; BLANC, C.; CLOUE, J. M.; CONNETABLE, D.; ODEMER, G. Effect of trapping and temperature on the hydrogen embrittlement susceptibility of alloy 718. **Materials Science and Engineering A**, v. 611, p. 370–382, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.06.015>

GALLIANO, F.; TER-OVANESESIAN, B.; ANDRIEU, E.; CLOUÉ, J.; BARET-BLANC, C.; ODEMER, G. On the influence of temperature on the hydrogen embrittlement susceptibility of alloy 718. **7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**, p. 933–945, 2010.

https://doi.org/10.7449/2010/Superalloys_2010_933_945

GANGLOFF, R. P.; SOMERDAY, B. P. **Introduction. Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies**, p. xv–xix, 2012.

GARCÍA, T. E.; ARROYO, B.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; ÁLVAREZ, J. A. Small punch test methodologies for the analysis of the hydrogen embrittlement of structural steels. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v. 86, p. 89–100, 2016.

<https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.09.005>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; CUESTA, I. I. Effect of hydrogen embrittlement on the tensile properties of CrMoV steels by means of the small punch test. **Materials Science & Engineering A**, v. 664, p. 165–176, 2016.

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.134>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; PEÑUELAS, I.; ARROYO, B. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test. **Materials Science & Engineering A**, v. 626, p. 342–351, 2015.

<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.083>

GOSHEVA, O.; OECHSNER, M.; AGHAJANI, A.; ANDERSON, G.; KLOEWER, J. Impact of Microstructure on Hydrogen Solubility and Diffusivity in UNS 07718. **Corrosion**, n. 7267, p. 1–14, 2016.

HARDIE, D.; LIU, S. The effect of stress concentration on hydrogen embrittlement of a low alloy steel. **Corrosion Science**, v. 38, n. 5, p. 721–733, 1996.

[https://doi.org/10.1016/0010-938X\(96\)00161-8](https://doi.org/10.1016/0010-938X(96)00161-8)

HERRING, D. H. **Hydrogen Embrittlement**. Disponível em: <www.heat-treat-doctor.com>. Acesso em: 20 out. 2016.

INMETRO. **Avaliação de dados de medição - Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008**. Rio de Janeiro, RJ, 2012. Disponível em: <www.inmetro.gov.br>. Acessado em: 10 julho. 2017.

JEBARAJ, J. J. M.; MORRISON, D. J.; SUNI, I. I. Hydrogen diffusion coefficients through Inconel 718 in different metallurgical conditions. **Corrosion Science**, v. 80, p. 517–522, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.11.002>

JOHNSON, W. H. On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids. **Proceedings of the Royal Society of London**, v. 23, p. 168–179, 1874. <https://doi.org/10.1098/rspl.1874.0024>

KAGAY, B.; CORYELL, S.; FINDLEY, K.; NISSAN, A. Slow Strain Rate and Rising Step Load Hydrogen Embrittlement Testing of UNS N07718. **NACE International Corrosion 2016**. [s.l.: s.n.].

KAGAY, B. J. **Hydrogen embrittlement testing of Alloy 718 for oil and gas applications**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Colorado School of Mines, 2016.

KERNION, S. J.; HECK, K. A.; MAGEE, J. H.; WERLEY, T. N. Effect of Microstructure and Processing on the Hydrogen Embrittlement of Ni-base Superalloys. **Corrosion**, n. 6053, p. 1–12, 2015.

KERNION, S. J.; MAGEE, J. H.; WERLEY, T.; MAXWELL, P. Hydrogen embrittlement susceptibility of precipitation strengthened Ni-base superalloys. **Offshore Technology Conference**, (Houston, TX: OnePetro, 2014), p. OTC-25177-MS, 2014. <https://doi.org/10.4043/25177-MS>

KIM, W. K.; KOH, S. U.; YANG, B. Y.; KIM, K. Y. Effect of environmental and metallurgical factors on hydrogen induced cracking of HSLA steels. **Corrosion Science**, v. 50, n. 12, p. 3336–3342, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.09.030>

KNARBAKK, K. **Hydrogen induced stress cracking of Inconel 718 under cathodic polarization**. [s.l.] Dissertação mestrado - Norwegian University of Science and Technology, 2015.

KUO, C. M.; YANG, Y. T.; BOR, H. Y.; WEI, C. N.; TAI, C. C. Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 510–511, n. C, p. 289–294, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.04.097>

LEE, H.; HOU, W. Development of fine-grained structure and the mechanical properties of nickel-based Superalloy 718. **Materials Science & Engineering A**, v. 555, p. 13–20, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.027>

LILLARD, J.; KELLY, R.; GANGLOFF, R. Effect of Electrode Potential on Stress Corrosion Cracking and Crack Chemistry of a Nickel-Base Superalloy. **Corrosion**, n. January 1998, p. 1–26, 1997.

LIUFA, L.; KATSUMI, T.; AKIO, H.; KOJIRO, F. K. Effects of precipitation phases on the hydrogen embrittlement sensitivity of Inconel 718. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 3, n. 4, p. 335, 2002. [https://doi.org/10.1016/S1468-6996\(02\)00039-6](https://doi.org/10.1016/S1468-6996(02)00039-6)

LYNCH, S. P. Metallographic contributions to understanding mechanisms of environmentally assisted cracking. **Metallography**, v. 23, n. 2, p. 147–171, 1989. [https://doi.org/10.1016/0026-0800\(89\)90016-5](https://doi.org/10.1016/0026-0800(89)90016-5)

LYNCH, S. P. Progress towards understanding mechanisms of hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking. **NACE International Corrosion 2007**, n. 07493, p. 1–55, 2007.

MACHADO, I. **Apostila introdução à Manufatura Mecânica – Tratamentos Térmicos e de Superfície**. Universidade De São Paulo. Escola De Engenharia De São Carlos. Instituto De Física De São Carlos. [s.l: s.n.]. p. 1–18. 2013.

MANDAL, P.; CHANDRA, S. An Application of Particle Swarm Optimization Technique for Optimization of Surface Roughness in Centerless Grinding Operation. **Smart Innovation, Systems and Technologies**, v. 35, n. June, 2014. https://doi.org/10.1007/978-81-322-2229-3_59

MARINA, C.; SERGIO, L.; PAOLO, M.; TOMMASO, P. Hydrogen embrittlement behaviour of HSLA linepipe steels under cathodic protection. **Corrosion Reviews**, p. 261, 2011. <https://doi.org/10.1515/CORRREV.2011.009>

MARTIN, M. L.; SOMERDAY, B. P.; RITCHIE, R. O.; SOFRONIS, P.; ROBERTSON, I. M. Hydrogen-induced intergranular failure in nickel revisited. **Acta Materialia**, v. 60, n. 6, p. 2739–2745, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.01.040>

MARTINIANO, G. A. **Desenvolvimento de um Equipamento para Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio**. p. 160. [s.l.] Dissertação de mestrado - Universidade Federal de Uberlândia, 2016. <https://doi.org/10.1520/E0112-13.1.4>

MASOUMI, M.; SILVA, C. C.; ABREU, H. F. G. DE. Effect of crystallographic orientations on the hydrogen-induced cracking resistance improvement of API 5L X70 pipeline steel under various thermomechanical processing. **Corrosion Science**, v. 111, p. 121–131, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2016.05.003>

METALS, S. **Special Metals - Alloy Inconel 718**, HuntingtonSpecial Metals Corporation, 2007. Disponível em: <www.specialmetals.com>

MORAES, M. A. F. **Avaliação da incerteza através de planilhas eletrônicas**. n. 1, p. 118. Trabalho de conclusão de curso - Universidade Federal de Uberlândia, 2011.

NANNINGA, N. E. **Effect of microstructure and alloying elements on the resistance of fastener grade steels to hydrogen assisted cracking**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Michigan Technology University, 2005.

NANNINGA, N.; GROCHOWSI, J.; HELDT, L.; RUNDMAN, K. Role of microstructure, composition and hardness in resisting hydrogen embrittlement of fastener grade steels. **Corrosion Science**, v. 52, n. 4, p. 1237–1246, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.12.020>

PARKINS, R. N.; ELICES, M.; SANCHEZ-GALVEZ, V.; CABALLERO, L. Environment sensitive cracking of pre-stressing steels. **Corrosion Science**, v. 22, n. 5, p. 379–405, 1982. [https://doi.org/10.1016/0010-938X\(82\)90017-8](https://doi.org/10.1016/0010-938X(82)90017-8)

RAO, G. A.; KUMAR, M.; SRINIVAS, M.; SARMA, D. S. Effect of standard heat treatment on the microstructure and mechanical properties of hot isostatically pressed superalloy inconel 718. **Materials Science and Engineering A**, v. 355, n. 1–2, p. 114–125, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00079-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00079-0)

REZENDE, M. C.; ARAUJO, L. S.; GABRIEL, S. B.; SANTOS, D. S. DOS; ALMEIDA, L. H. DE. Hydrogen embrittlement in nickel-based superalloy 718: Relationship between γ' + γ'' precipitation and the fracture mode. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 40, n. 47, p. 17075–17083, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.07.053>

ROBERTSON, I. M.; SOFRONIS, P.; NAGAO, A.; MARTIN, M. L.; WANG, S.; GROSS, D. W.; NYGREN, K. E. Hydrogen Embrittlement Understood. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 46, n. 6, 2015. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2836-1>

ROBERTSON, W. M. Hydrogen permeation and diffusion in inconel 718 and incoloy 903. **Metallurgical Transactions A**, v. 8, n. 11, p. 1709–1712, 1977. <https://doi.org/10.1007/BF02646873>

ROSADO, D. B. **Comparação do efeito de Fragilização por Hidrogênio em Aços com Resistência à tração acima de 1000MPa**. [s.l.] Dissertação de mestrado - UFRGS, 2011.

SAHU, P. K. **Study of Hydrogen Embrittlement Assisted Cracking in Ship Building Grade Steel**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Rourkela National Institute of Technology, 2014.

SALEEM, B.; DONG, H.; DODGE, M. Phase characterization of CRA Fastener Inconel 718 in relation of hydrogen assisted cracking. **Materials Today: Proceedings**, v. 2, p. S383–S392, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.05.053>

SARTORI, M. **Avaliação da tenacidade à fratura da liga Inconel 718 sob proteção catódica em água do mar sintética utilizando a técnica step loading**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2014.

SCHIRRA, J. J. Effect of heat treatment variations on the hardness and mechanical properties of wrought Inconel 718. **Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives**, p. 431–438, 1997. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.065>

SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M. Structural characterization of the aged Inconel 718. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 306, n. 1–2, p. 277–284, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(00\)00789-1](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(00)00789-1)

SOFRONIS, P.; ROBERTSON, I. M.; LIANG, Y.; TETER, D. F.; ARAVAS, N. **Recent advances in the study of Hydrogen Embrittlement at the University of Illinois**. n. September 2001, p. 20, 2001.

STENERUD, G. **The Susceptibility to Hydrogen Induced Stress Cracking for Alloy 718 and Alloy**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Norwegian University of Science and Technology, 2014.

STENERUD, G.; WENNER, S.; STIAN, J.; JOHNSEN, R. Effect of different microstructural features on the hydrogen embrittlement susceptibility of alloy 718. **International Journal of Hydrogen Energy**, p. 1–12, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.02.088>

STROE, M. E. **Hydrogen Embrittlement of Ferrous Materials**. [s.l.] Tese de doutorado - Université Libre de Bruxelles, 2006.

SUNDARARAMAN, M.; SACHIN, N.; JUNG, B. S.; AMIT, V.; BHASKAR, P.; KISHORE, R. Evolution of δ Phase Microstructure in Alloy 718. **7th International Symposium on Superalloys 718 and Derivatives**, p. 737–750, 2010. https://doi.org/10.7449/2010/Superalloys_2010_737_750

TARZIMOUGHADAM, Z.; PONGE, D.; KLOEWER, J.; RAABE, D. Hydrogen-assisted Failure in Nickel base Alloy UNS N07718. **Corrosion**, n. 7459, p. 1–10, 2016.

TARZIMOUGHADAM, Z.; PONGE, D.; KLÖWER, J.; RAABE, D. Hydrogen-assisted failure in Ni-based superalloy 718 studied under in situ hydrogen charging: The role of localized deformation in crack propagation. **Acta Materialia**, v. 128, p. 365–374, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.059>

TAVARES, S. S. M.; BASTOS, I. N.; PARDAL, J. M.; MONTENEGRO, T. R.; SILVA, M. R. DA. Slow strain rate tensile test results of new multiphase 17 %Cr stainless steel under hydrogen cathodic charging. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 40, n. 47, p. 16992–16999, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.05.148>

THORSTENSEN, E. B. **Hydrogen Induced Stress Cracking of Inconel 625 - Effect of production method, heat treatment and cold working**. [s.l.] Dissertação de mestrado - Norwegian University of Science and Technology, 2016.

TORIBIO, J.; AYASO, F. J. **On the most adequate round notched specimen for hydrogen embrittlement testing**. Vicenza: [s.n.]. Disponível em: <<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF14/paper/viewFile/8111/5263>>. Acessado em 21/03/2018.

ANEXO A Certificado de calibração do LECO GDS500

MAIN EDITION



BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD

Directors:-

R. P. MEERES, BA (Oxon), MRSC (Managing)
 G. C. FLINTOFT, ACMA, CGMA (Company Secretary)
 J. C. MEERES
 M. S. TAYLOR, PhD, CChem, MRSC

BRITISH CHEMICAL STANDARD CERTIFIED REFERENCE MATERIAL

CERTIFICATE OF ANALYSIS
BCS[†]/SS[‡]-CRM No. 345
NICKEL ALLOY IN 100

Prepared under rigorous laboratory conditions and, AFTER CERTIFICATION ANALYSIS IN GREAT BRITAIN,
 BELGIUM, CANADA and the USA, issued by the Bureau of Analysed Samples Ltd.

ANALYSES - MAIN ELEMENTS Mean of 4 values - mass content in %.

Analyst No.	C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti [#]	V	Zr
1	0.156	9.88	3.05	5.64	0.017	14.74	4.71	1.05	0.045
3	...	10.06	0.96	...
4	0.162	10.00	3.00	5.57	0.020	14.67	4.79	0.98	0.044
5	0.153	9.93	0.019	1.01	0.044
8	0.143	9.88	3.03	5.54	...	14.75	4.74	0.97	...
13	0.152
17	0.152	9.96	2.97	5.57	0.019	14.68	4.74	1.00	0.044
M_M	0.153	9.95	3.01	5.58	0.019	14.71	4.74	1.00	0.044
s_M	0.007	0.08	0.04	0.05	0.002	0.05	0.04	0.04	0.001

ANALYSES - TRACE ELEMENTS Mean of 4 values - mass content in µg/g.

Analyst No.	Pb	Bi	Ag	Se	Te	Tl	Sb	Cd	Ga	Sn	Zn	Mg	As	Ca
1	0.24	<0.05	<0.05	<0.25	<0.05	<0.05	<1.2	<0.05	8.5	3.8	<0.5	4.6	1.9	<5
2	0.21	0.13	<0.1	<1	<0.1	8.1	...	<0.2	5.0	3.0	...
4	0.18	0.05	0.08	<0.5	0.11	0.06	6.8
6	0.2	<0.1	<0.2	<0.5	<0.1	...	<1	<0.1	8.5	8.0	0.3	7.2	...	<1
7	<0.1	<0.1	3.9
9	...	<0.1	<0.1	...	<0.2	7.8
10	<1	5.9	<0.5	5.0
11	0.30	<0.2	<0.1	<0.5	<0.1	<0.1
12	0.21	<0.05	<0.05	<0.2	<0.1	<0.1	4.5	0.3	4.2	2.0	<1
13	0.18	<0.2	<0.05	<0.5	<0.2	<0.05	1.5	<0.02	8.5	4.7	0.3	6.7
14	0.22	<0.1	<0.03	<0.5	<0.2	<0.1	...	<0.1	<0.5
15	6.8
16	<0.02	6.0
17	0.12	<0.2	<0.2	<0.2	8.0	1.4	...
M_M	0.21	<0.2	<0.2	<0.5	<0.2	<0.2	<2	<0.1	8.2	5.6	<0.5	5.5
s_M	0.05	0.4	1.6	...	1.3

Figures in bold type certified, figures in small italic type only approximate

The above figures are those which Analyst has decided upon after careful verification

M_M: Mean of the intralaboratory means. **s_M**: standard deviation of the intralaboratory means.

CERTIFIED VALUES (Cv)

MAIN ELEMENTS - mass content in %.

	C	Cr	Mo	Al	B	Co	Ti [#]	V	Zr
Cv	0.153	9.95	3.01	5.58	0.019	14.71	4.74	1.00	0.044
C(95%)	0.007	0.08	0.06	0.07	0.003	0.07	0.06	0.04	0.001

#The certified value for Ti applies ONLY to the finely divided form.

Examination of the disc samples has revealed some radial segregation with respect to titanium towards the centre of the discs.

TRACE ELEMENTS - mass content in µg/g.

	Pb	Bi	Ag	Se	Te	Tl	Sb	Cd	Ga	Sn	Zn	Mg
Cv	0.21	<0.2	<0.2	<0.5	<0.2	<0.2	<2	<0.1	8.2	5.6	<0.5	5.5
C(95%)	0.04	0.4	1.7	...	1.0

The half width confidence interval $C(95\%) = \frac{t \times s_M}{\sqrt{n}}$ where "t" is the appropriate two sided Student's t value at the 95% confidence level for "n" acceptable mean values.

For further information regarding the confidence interval for the certified value see ISO Guide 35:2006 sections 6.1 and 10.5.2.

N.B. Due to slight segregation of certain elements and possible porosity, an area 6mm in diameter in the centre of the disc samples should be avoided for emission spectroscopy.

Anexo A - Certificado de calibração do LECO GDS500 (2/4)

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100 CO-OPERATING ANALYSTS

INDEPENDENT ANALYST

1. PICKERING, J. L., *CChem, MRSC*, Ridsdale & Co Ltd., Middlesbrough.

GOVERNMENT DEPARTMENT

2. NICHOLLS, H. A., *CChem, FRSC*, Materials Quality Assurance Directorate, Bragg Laboratory, Sheffield.

ANALYSTS representing MANUFACTURERS and USERS

3. BARNETT, D., Brookside Metal Co. Ltd., Willenhall.
4. BATTY, G., Ross and Catherall Ltd., Sheffield.
5. BILLS, K. M., Inco-Europe, Birmingham.
6. CALDWELL, J. A., *BSc, CChem, FRSC*, Murex Ltd., Rainham.
7. DEMARTEAU, L., Fabrique Nationale S.A., Herstal, Belgium.
8. DOUGHTY, A., APV Paramount Ltd., Crawley.
9. EVANS, R. D., & ALLEN, R. S., Rolls-Royce Ltd, Derby & Bristol.
10. GRIER, D. A., Cameron Iron Works, Livingston, Edinburgh.
11. HAIRE, R. J., Howmet Turbine Components Corporation, New Jersey, USA.
12. JACOBS, G. L., & NEWMAN, J. A., Cameron Iron Works Inc., Texas, USA.
13. MURPHY, J. P., Glossop Superalloys, Glossop.
14. OTT, W. L., Falconbridge Nickel Mines Ltd., Thornhill, Ontario, Canada.
15. RANSON, L., *BSc, MSc, PhD*, London and Scandinavian Metallurgical Co. Ltd., Rotherham.
16. SHAW, D. H., Howmet Alloys International, Exeter.
17. THORNTON, K. A., *BA*, Wiggin Alloys Ltd., Hereford.

Anexo A - Certificado de calibração do LECO GDS500 (3/4)

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

NOTES ON METHODS USED

MAIN ELEMENTS

CARBON

Analysts Nos. 1 and 8 determined carbon by combustion and non-aqueous titration according to the British Standard Carbon Method 4¹. Nos. 4, 5, 13 and 17 used high frequency combustion with infrared absorption.

CHROMIUM

All Analysts determined chromium by titration with ammonium ferrous sulphate after oxidation with persulphate/silver nitrate. Nos. 1, 3 and 8 followed the procedure of the British Standard Chromium Method 1¹. No. 17 titrated potentiometrically.

Analyst No.8 also determined chromium by FAAS and found 9.90%.

MOLYBDENUM

Analysts Nos. 1, 4 and 17 determined molybdenum photometrically as oxythiocyanate. No. 1 followed the British Standard Molybdenum Method 14 which involves extraction into n-butyl acetate. Analyst No.8 used FAAS.

ALUMINIUM

Analyst No. 1 separated aluminium using mercury cathode electrolysis and cupferron precipitation. The determination was completed by using sodium fluoride to release an amount of EDTA equivalent to the aluminium which was then titrated with zinc solution (Analoid Method No. 71). Analysts Nos. 8 and 17 used FAAS. No. 4 used a gravimetric method involving precipitation with 8-hydroxyquinoline after separation of interfering elements.

BORON

Analysts Nos. 1 and 5 separated boron by distillation as methyl borate and completed photometrically with carmine. Nos. 4 and 17 used dianthrimeride photometric methods without prior separation.

COBALT

Analysts Nos. 1, 4, and 8 determined cobalt photometrically with nitroso-R salt. No. 17 used a ferricyanide titrimetric method with a potentiometric end point.

Analyst No.8 also determined cobalt by FAAS and found 14.81%.

TITANIUM

Analysts Nos. 1, 4 and 17 determined titanium photometrically with hydrogen peroxide. Nos. 1 and 4 carried out a preliminary separation with cupferron. No.8 used FAAS.

VANADIUM

Analysts Nos. 1, 3 and 17 determined vanadium titrimetrically with ammonium ferrous sulphate. No. 1 according to the Analoid Method No. 34 and No. 3 according to the British Standard Vanadium Method 14. No. 4 used a phosphovanadotungstate photometric method. Nos. 5 and 8 used FAAS.

ZIRCONIUM

Analysts Nos. 1, 4, 5 and 17 determined zirconium photometrically after separation by mercury cathode electrolysis. Nos. 1, 5 and 17 used arsenazo III and No. 4 xylenol orange.

TRACE ELEMENTS

LEAD

Analyst No.1 determined lead by FAAS after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹.

No.2 separated lead by anion exchange and completed by ETA. Analysts Nos. 4, 6, 11, 12, 13 and 14 used ETA directly on an acid solution of the alloy prepared, in most cases, by dissolving in hydrofluoric/nitric acids and evaporating off most of the excess acids². Analyst No. 17 extracted lead into 4-methylpentan-2-one from an iodide solution and measured by square wave polarography after converting to an aqueous medium.

Analyst No. 17 also determined lead by FAAS after TOPO extraction and found 0.2µg/g.

BISMUTH

All Analysts except Nos. 9 and 17 used ETA. No. 1 separated bismuth by extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹ and back extracted into nitric acid. No.2 used anion exchange and Nos. 4, 11, 12, 13 and 14 used the direct method described for lead. No. 6 extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO. Analyst No.9 used hydride generation FAAS. No. 17 used square wave polarography after extraction with iso-octyl thioglycollate.

Analyst No. 6 also determined bismuth by direct solution ETA and found 0.1µg/g. No. 17 also used FAAS after TOPO extraction and found 0.2µg/g.

SILVER

Analysts Nos. 1, 4, 6, 9, 11, 12, 13, 14 and 16 determined silver by direct ETA on an acid solution of the alloy, as described under lead². No.2 used ETA after separation by anion exchange. No. 7 used direct FAAS.

SELENIUM

All Analysts determined selenium by ETA on an acid solution of the alloy prepared, in most cases, by dissolving in hydrofluoric/nitric acids and evaporating off most of the excess acids².

TELLURIUM

Analyst No. 1 separated tellurium by extraction as described under lead¹ and completed by ETA. Nos. 4, 11, 12, 13 and 14, used ETA directly on acid solutions². No. 6 first extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by ETA. Analyst No. 9 used hydride generation FAAS. No. 17 used square wave polarography after extraction with iso-octyl thioglycollate.

THALLIUM

Analyst No. 1 separated thallium by extraction as described under lead¹ and completed by ETA. Nos. 4, 11, 12, 13, and 14 used ETA directly on acid solutions². No. 14 added sulphuric acid as a precaution against loss of thallium on pyrolysis. No. 17 extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by FAAS.

Analyst No. 16 determined thallium by direct ETA on the solid alloy and found 0.1µg/g.

ANTIMONY

Analysts Nos. 1 and 10 determined antimony by FAAS after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹. Nos. 2 and 13 used ETA directly on acid solutions². No. 6 first extracted with 4-methylpentan-2-one/TOPO and completed by ETA.

Analysts Nos. 1 and 6 also determined antimony by direct ETA on an acid solution and found 1.2 and 1.0µg/g respectively.

CADMIUM

Analysts Nos. 1, 6, 7, 13 and 14 determined cadmium by ETA directly on acid solutions². No. 2 used ETA after separation by anion exchange.

Anexo A - Certificado de calibração do LECO GDS500 (4/4)

BCS/SS-CRM No. 345 NICKEL ALLOY IN 100

NOTES ON METHODS USED

TRACE ELEMENTS (CONTINUED)

GALLIUM

Analyst No. 1 determined gallium by FAAS and No. 13 by ETA after extraction with 4-methylpentan-2-one/TOPO from a 7 molar hydrochloric acid solution. No. 2 extracted gallium as chloride with diethyl ether, removed molybdenum with α -benzoin oxime and evaluated by FAES. Analyst No. 6 used a photometric method with brilliant green. Nos. 9 and 17 used ETA directly on an acid solution.

TIN

Analysts Nos. 1, 10 and 15 determined tin by FAAS after extraction with 4-methylpentan-2-one/TOPO from an iodide solution¹. The remaining Analysts used ETA directly on acid solutions².

Analyst No. 6 also determined tin by ETA after extraction into 4-methylpentan-2-one/TOPO and found 8.5 $\mu\text{g/g}$.

ZINC

Analysts Nos. 1, 6, 10, 12 and 14 determined zinc by FAAS without separation. Nos. 2 and 13 used ETA directly on acid solutions².

MAGNESIUM

Analysts Nos. 1, 2, 4, 6, 7, 10, 12 and 16 determined magnesium by FAAS without separation. No. 13 used ETA directly on an acid solution.

ARSENIC

Analyst No. 1 separated arsenic by extraction as the iodide into chloroform³, back extracted into water and acidified with nitric acid. The resulting solution was evaluated using ETA. No. 17 used a similar extraction procedure, using chloride instead of iodide, and completed photometrically as molybdenum blue. Analyst No. 2 used a photometric method involving the evolution of arsine and absorption in silver diethyldithiocarbamate in chloroform. No. 12 used ETA directly on an acid solution⁴.

Analyst No. 1 also used a silver diethyldithiocarbamate photometric method and found 1.4 $\mu\text{g/g}$.

CALCIUM

All Analysts used direct FAAS.

REFERENCES

1. Burke, Analyst 1972, 97, 19 and Burke and Thornton, Analyst, 1974, 99, 469.
2. Welcher, Kriege and Marks, Anal. Chem., 1974, 46, 1227.
3. Fogg, Marriott and Thorburn-Burns, Analyst 1972, 97, 657.
4. Methods for Sampling and Analysis of Iron and Steel, 1970, British Standards Institution, London.

ABBREVIATIONS

FAAS : Flame atomic absorption spectrometry.
ETA : Electrothermal atomisation (atomic absorption spectrometry).
FAES : Flame atomic emission spectrometry.
TOPO : Tri-n-octylphosphine oxide.

DESCRIPTION OF SAMPLE

† British Chemical Standard - bottles of 100g chips graded 1700 - 250 μm (10 - 60 mesh) for chemical analysis.

‡ Spectroscopic Standard - 35 mm diameter x 13 mm thick discs for spectroscopic analysis.

INTENDED USE & STABILITY

The sample is intended for the verification of analytical methods, such as those used by the participating laboratories, for the calibration of analytical instruments in cases where the calibration with primary substances (pure metals or stoichiometric compounds) is not possible and for establishing values for secondary reference materials.

It will remain stable provided that the bottle remains sealed and is stored in a cool, dry atmosphere. When the bottle has been opened the lid should be secured immediately after use. If the contents should become discoloured (e.g. oxidised) by atmospheric contamination they should be discarded.

Traceability: The majority of Analysts calibrated using pure metals, metal oxides or primary chemicals.




NEWHAM HALL, NEWBY,
MIDDLESBROUGH, ENGLAND, TS8 9EA
Email: enquiries@basrid.co.uk
Website: www.basrid.co.uk

For BUREAU OF ANALYSED SAMPLES LTD

R.P. MEERES,
Managing Director


Preliminary Edition	October 1982
Main Edition (incorporating revised values for chromium and cobalt)	December 1989
Main Edition (revised with C(95%), SM and Sw values for each certified constituent)	June 2003
Main Edition (revised with updated statistics and note regarding slight segregation and possible porosity)	May 2012

ANEXO B - Certificado de calibração do durômetro DT-20

 CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DURÔMETRO ROCKWELL TWINTYPE PLUS						
A Mitutoyo certifica que este Durômetro foi inspecionado e aprovado conforme ensaios e especificações internas da Mitutoyo.						
CÓDIGO: 963-103-01				NÚMERO SÉRIE : 0157911		
PENETRADOR DIAMANTE : 0555907				RELÓGIO INDICADOR : LSR008		
PENETRADOR ESFERA Ø 1/16" (W) : 0356905				PENETRADOR ESFERA Ø 2,5 mm (W) : 0467906		
PADRÃO DE DUREZA			MÉDIA		DISPERSÃO	
			VERIFICADO	TOLERÂNCIA	VERIFICADO	TOLERÂNCIA
EP08110130	62.1	HRC	62.2	± 1.5	0.4	≤ 0.8
EP09113929	66.7	HR30N	66.9	± 2.0	0.3	≤ 1.2
EP08110338	336.9	HBW 2.5/187.5	336.2	± 6.7	0.1	0.016 mm
DATA: NOVEMBRO/2009						
 Mitutoyo Sul Americana Ltda.						
Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 Sto. Amaro - São Paulo - SP CEP 04726-002 - Brasil						
				Chefe Inspeção 		

ANEXO C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4

 STIEFELMAYER Prüftechnik	
Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de	
PRÜFZEUGNIS Härteprüfmaschine	
Prüfzeugnis Nr.: 5004176 09-09-1 Prüfung und Kalibrierung einer Härteprüfmaschine (D-Nr.: Dokument1)	
Auftraggeber:	Fundacao de Apoio Universitario Av. Engenheiro Diniz 38400-462 Uberlandia, Minas Gerais
Standort der Härteprüfmaschine:	
Bauart/Typ:	Vickers und Knoop / BRIVISOR KL4
Hersteller:	Stiefelmayer-Reicherter GmbH & Co. KG
Herstellnummer:	674210092
Baujahr:	2009
Antrieb:	Elektrisch über Mikroprozessor
Beanspruchungseinrichtung:	Feder
Prüfkraftstufen:	0,4903 N - 98,07 N
Prüfdatum: 25.09.2009	am o.g. Standort

 Service-Techniker	 / 28.09.09 Ort / Datum	 Stempel / Unterschrift
--	---	---

Dieses Prüfzeugnis gilt als Nachweis der Prüfmittelüberwachung nach DIN EN ISO 9000.

Prüfintervall:

Direkte Prüfung:
 Die direkte Prüfung muss vorgenommen werden:


- a) vor der ersten Inbetriebnahme, nach Reparatur oder Neuaufrüstung.
- b) wenn die Ergebnisse der direkten Prüfung nicht zufriedenstellend sind.
- c) mindestens im Abstand von 12 Monaten wenn a) oder b) nicht in Frage kommen.

Nach jeder direkten Prüfung muss eine indirekte Prüfung stattfinden.

Indirekte Prüfung:
 Der Zeitraum zwischen zwei indirekten Prüfungen hängt von der Wartungsvorschrift und der Häufigkeit der Benutzung der Prüfmaschine ab. Bei üblichen Bedingungen wird empfohlen, die indirekte Prüfung in Zeiträumen durchzuführen, die 12 Monate nicht überschreiten.

Stiefelmayer-Reicherter
 GmbH & Co. KG
 Boschstraße 10
 73734 Esslingen

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (2/8)



STIEFELMAYER
Prüftechnik

Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 2 von 8

1 Prüfergebnis

Die Härteprüfmaschine wurde gemäß DIN EN ISO 6507-2 (Vickers) bzw. DIN EN ISO 4545-2 (Knoop) geprüft und kalibriert.
Die Messwerte der direkten und indirekten Prüfung liegen mit den im Zeugnis angegebenen Eindringstempeln für

Vickers:

Knoop:

innerhalb der zulässigen Abweichungen. Die Prüfmaschine kann für maßgebliche Versuche verwendet werden.

2 Beschreibung und allgemeine Prüfung der Prüfmaschine

2.1 Beschreibung der Prüfmaschine

Standort:

Temperatur: 21 °C

Antrieb: Elektrisch über Mikroprozessor

Beanspruchung: Feder

Bauart: Vickers und Knoop

Prüfkraftstufen: 0,4903 N - 98,07 N

2.2 Zustand und Funktion

- Aufstellung der Prüfmaschine
- Funktion der Prüfmaschine
- Elastische Verformung der Härteprüfmaschine nach Rockwell
- Probenauflegefläche
- Verspannkappe
- Probenaufnahmeverrichtung
- Spindelführung
- Prüfzykluszeiten
- Druckstempelspiel

2.3 Umgebungseinflüsse

- Erschütterungen
- aggressive Medien
- Temperatureinflüsse

2.4 Bemerkungen

Die Prüfung ergab keine Beanstandungen.

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (3/8)



Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 3 von 8

3 Direkte Prüfung

3.1 Prüfung der Beanspruchungseinrichtung

3.1.1 Verfahren nach Brinell, Vickers und Knoop

Die Messwerte der geprüften Prüfkraft - siehe 3.1.2 - liegen innerhalb der zulässigen Abweichungen mit folgenden Ausnahmen:

3.1.2 Tabelle: Prüfung der Prüfkraft

Nennprüfkraft U (k=2)	98,07 N 0,098 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	49,03 N 0,044 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	29,42 N 0,029 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	0,0	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	19,61 N 0,036 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	9,807 N 0,041 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	-0,1	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (4/8)



Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 4 von 8

Nennprüfkraft U (k=2)	4,903 N 0,065 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	0,0	0,0	0,1
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	2,942 N 0,063 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	1,961 N 0,041 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	0,0	0,0	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	0,9807 N 0,065 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	-0,1	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					
Nennprüfkraft U (k=2)	0,4903 N 0,044 %	Stellung des Druckstempels nach Härtebereich	M ₁ : relative Abweichung %	M ₂ : relative Abweichung %	M ₃ : relative Abweichung %
Brinell:					
Vickers:	x	weich			
Knoop:		mittel	-0,1	-0,1	0,0
Rockwell:		hart			
Rockwell Vorkraft:					

Die relative Abweichung für jeden Messwert darf folgende Grenzwerte nicht überschreiten:

Rockwell Gesamtkraft		± 1,0 %
Rockwell Vorkraft		± 2,0 %
Brinell		± 1,0 %
Vickers / Knoop	F ≥ 1,961 N	± 1,0 %
	98,07 mN ≤ F < 1,961 N	± 1,5 %

- 3.2 Prüfung der optischen Eindruck-Messeinrichtung
(Verfahren nach Brinell, Vickers und Knoop)

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (5/8)



Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 5 von 8

3.2.1 Beschreibung

Bauart: Angebautes Objektiv mit CCD-Kamera
Hersteller: Stiefelmayer
Herstell-Nr.:

Aufgrund der Auflösung, der Skalenteilung und der Abweichung der Messeinrichtung kann die Eindruck-Messeinrichtung benutzt werden.

Objektiv-Nr.	53738	53738	53738	53738	53738
Vergrößerung	30	40	50	75	100
Anzeigebereich 0 bis mm	0,3	0,22	0,16	0,12	0,08
Schätzbarer Skalenwert	0,0004	0,0003	0,00021	0,0002	0,0002
Kleinstes Eindruckmaß in mm	0,08	0,06	0,042	0,02	0,02

Norm	Verfahren	Messgröße	max. Abweichung	geforderte Auflösung
DIN EN ISO 6506-2	Brinell	Durchmesser d Eindruck-Fläche *)	0,5 % 1,0 %	0,5 %
DIN EN ISO 6507-2	Vickers	20 µm < d ≤ 40 µm	0,4 µm	0,2 µm
DIN EN ISO 4545-2	Knoop	d > 40 µm	1,0 %	0,5 %

*) Projizierte Fläche der Eindruckoberfläche

3.2.2 Messung der optischen Eindruck-Messeinrichtung

Objektiv-Nr.: 53738 Vergrößerung: 100	Sollwert mm	Mittelwert mm	Abweichung %	erweiterte Messunsicherheit %
	0,0200	0,01997	-0,15	2,53
	0,0300	0,03000	0,00	1,67
	0,0500	0,05010	0,20	1,00
	0,0700	0,07003	0,04	0,77
	0,0800	0,08013	0,16	0,65
Objektiv-Nr.: 53738 Vergrößerung: 75	Sollwert mm	Mittelwert mm	Abweichung %	erweiterte Messunsicherheit %
	0,03000	0,02993	-0,23	1,75
	0,06000	0,06000	0,00	0,94
	0,08000	0,08013	0,16	0,65
	0,10000	0,10007	0,07	0,52
	0,12000	0,12000	0,00	0,42

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (6/8)

STIEFELMAYER Prüftechnik

Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 6 von 8

Objektiv-Nr.: 53738 Vergrößerung: 50	Sollwert	Mittelwert	Abweichung	erweiterte Messunsicherheit
	mm	mm	%	%
	0,042000	0,042000	0,00	1,19
	0,070000	0,069967	-0,05	0,75
	0,100000	0,100067	0,07	0,52
	0,130000	0,130000	0,00	0,38
	0,160000	0,160000	0,00	0,31
Objektiv-Nr.: 53738 Vergrößerung: 40	Sollwert	Mittelwert	Abweichung	erweiterte Messunsicherheit
	mm	mm	%	%
	0,06000	0,06007	0,12	0,98
	0,10000	0,10013	0,13	0,59
	0,14000	0,14027	0,19	0,42
	0,18000	0,18000	0,00	0,28
	0,22000	0,22000	0,00	0,23
Objektiv-Nr.: 53738 Vergrößerung: 30	Sollwert	Mittelwert	Abweichung	erweiterte Messunsicherheit
	mm	mm	%	%
	0,08000	0,08020	0,25	0,85
	0,12000	0,12040	0,33	0,56
	0,20000	0,20000	0,00	0,25
	0,25000	0,25040	0,16	0,27
	0,30000	0,30020	0,07	0,23

3.2.3 Beleuchtung

Die Beleuchtung und die Lage des Eindrucks entsprechen DIN EN ISO 6506-2, DIN EN ISO 6507-2 bzw. DIN EN ISO 4545-2.

3.3 Prüfung der Eindringstempel

Die Sichtprüfung der benannten Eindringstempel ergab keine Beanstandungen.

Der Rockwell-Eindringstempel trägt kein Prüfzeichen.

Ein Kalibrierschein über die indirekte Prüfung des zur Härteprüfmaschine gehörenden Diamant-Eindringkörpers für Rockwellprüfungen gemäß DIN EN ISO 6508-2, Abs. 4.3.1.2, liegt - **nicht** - vor.
Prüfbescheinigungen des Herstellers/Anwenders über die zur Härteprüfmaschine gehörenden Hartmetallkugeln für Rockwellprüfungen liegen - **nicht** - vor.

Prüfbescheinigungen des Herstellers/Anwenders über die zur Härteprüfmaschine gehörenden Hartmetallkugeln für Brinellprüfungen liegen - **nicht** - vor.

Der Vickers-Eindringstempel trägt ein Prüfzeichen.

Ein höchstens 2 Jahre alter Kalibrierschein über die Prüfung des Diamant-Eindringkörpers für Vickersprüfung gemäß DIN EN ISO 6507-2, Abs.4.2.4, liegt vor.

Der Knoop-Eindringstempel trägt kein Prüfzeichen.

Ein höchstens 2 Jahre alter Kalibrierschein über die Prüfung des Diamant-Eindringkörpers für Knoopprüfung gemäß DIN EN ISO 4545-2, Abs.4.2.4, liegt vor.

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (7/8)



Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reichert@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 7 von 8

4 Indirekte Prüfung

4.1 Prüfungen mit Härtevergleichsplatten

Die Ergebnisse der Härtemessungen auf Härtevergleichsplatten (Abweichung und Wiederholpräzisionen) liegen innerhalb der jeweils zulässigen Grenzwerte - siehe 4.2 - mit folgenden Ausnahmen: - keine -

4.2 Tabellen für die indirekten Prüfungen

4.2.1 Indirekte Prüfung nach Vickers

Eindringstempel Nr. / Prüfzeichen	6926
ggf. Korrekturwerte der Maschine	

Verfahren	Härte H der HVPL	Abweichung der Prüfmaschine $(R - H) / H$ %	Grenzabweichung der Prüfmaschine \pm %	Wiederholpräzision $(d_5 - d_1) / \bar{d}$ %	maximal zulässige Wiederholpräzision %	U (k = 2) HV
HV 0,1	734,33	-1,08		0,00	5,00	62,86
HV 1	615,97	0,23	5,00	0,55	4,00	17,08
HV 5	545,1	-0,72	3,00	0,38	2,00	7,04

4.2.2 Indirekte Prüfung nach Knoop

Eindringstempel Nr. / Prüfzeichen	-
ggf. Korrekturwerte der Maschine	

Verfahren	Härte H der HVPL	Abweichung der Prüfmaschine $(R - H) / H$ %	Grenzabweichung der Prüfmaschine \pm %	Wiederholpräzision $(d_5 - d_1) / \bar{d}$ %	maximal zulässige Wiederholpräzision %	U (k = 2) HK
HK 1	610,62	0,26		0,49	5,00	27,70

5 Verwendete Mess- und Prüfeinrichtungen

Die verwendeten Mess-, Prüfeinrichtungen und Referenzmaterialien unterliegen der Prüfmittelüberwachung gemäß DIN EN ISO/IEC 17025.
Sie sind rückgeführt auf die nationalen Normale für die SI-Einheiten.

5.1 Verwendete Messmittel

Messmittel		Kalibrierdatum
0,5 kN Klein	40003	
50 N Klein	40002	
913 DKD-K-103001	60103/1	03.01.2000

Anexo C - Certificado de calibração do microdurômetro KL-4 (8/8)



Boschstrasse 10 – D-73734 Esslingen – Tel.: +49 (0)711 / 4904690-0 – Fax: +49 (0)711 / 4904690-13 – E-Mail: reicherter@stiefelmayer.de

Kalibrierdatum: 25.09.2009
Bearbeitungsnummer: 5004176 09-09-1

Seite 8 von 8

5.2 Verwendete Härtevergleichsplatten

HVPL-Nr.	Härte	Prüfbedingung	Kalibrierdatum
102901.0704	734,33	HV 0,1	20.07.2004
2097403.0508	615,97	HV 1	03.06.2008
1029201.0606	545,1	HV 5	07.06.2006
2338101.1008	610,62	HK 1	21.10.2008

Härtevergleichsplatten nach DIN EN ISO 6507-3 (Vickers) und DIN EN ISO 4545-3 (Knoop).

6 Messunsicherheit

Angegeben ist die erweiterte Messunsicherheit, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ ergibt. Sie wurde gemäß DKD-3 ermittelt. Der Wert der Messgröße liegt mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % im zugeordneten Werteintervall.

ANEXO D.1 - Certificado de calibração da máquina de tração Instron

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON

DATA DE EMISSÃO: 10-May-16 NÚMERO DO CERTIFICADO: 16051001MC

Equipamentos Científicos Instron Ltda

Praça das Begônias, 14 Centro Comercial

Alphaville, Barueri, SP 06453-061

Telefone: +55(11) 4689-5481

Fax: +55(41) 3035-9421

E-mail: service_brasil@instron.com

Página 1 de 4 páginas

SIGNATÁRIO APROVADO

Gerente Técnico
Flavio H. D'Agostino

Tipo de calibração: Força

Padrão relevante: ISO 7500-1: 2004

Data da calibração: 10-May-16

Ciente

Nome: UFU - Lab. de Tecnologia em Atrito e Desgaste

Local: Av. João Naves de Ávila, 2121 - Campus Santa Mônica Bloco 5F
Uberlândia_MG 38408-100

País: Brasil

Temperatura ambiente: 25,8 °C

O.C./Nº do contrato:

Contato: Raphael Rezende Pires E-mail: raphaelpires@yahoo.com.br

Máquina

Fabricante: INSTRON

ID do sistema: 8801MTU6168

Tipo: Servo-Hidráulica

Intervalo único

Ano de fabr.: 2015

Transdutor

Fabricante: INSTRON

ID do transdutor: 2527-111/302718

Capacidade: 100 kN

Tipo: Tensão/Compressão

Classificação

A máquina de testes acima foi verificada com os indicadores e nos modos mostrados abaixo somente para o aumento da força, de acordo com a norma ISO 7500-1 usando um equipamento de verificação calibrado de acordo com a norma ISO 376.

Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)

do intervalo	Intervalo da força testada	Modo	Sistema
(%)	(kN)		Classe *
100	22.4745 a 100.1324	Tensão	1
	-22.555 a -100.043	Compressão	0.5

* A classe do sistema para um intervalo deriva do seguinte: erro, repetitividade, retorno para zero, resolução e classificação do dispositivo de teste.

Método de verificação

O cálculo da precisão e do erro de repetitividade e a classificação do desempenho da máquina de testes foram realizados de acordo com o método especificado no Anexo C da norma ISO 7500-1.

A máquina de teste foi verificada na condição "conforme encontrada".

Antes da calibração, a máquina foi inspecionada para se verificar se ela estava em boas condições de funcionamento, tendo

Instron CalproCR versão 3.29

Este certificado cumpre os requisitos do Cgcre/Imetro, que avaliam a competência do laboratório e atestam sua rastreabilidade pelas normas nacionais e internacionais. Os resultados indicados neste certificado e o seguinte relatório estão relacionados apenas aos itens verificados. Quaisquer limitações de uso em consequência dessa verificação serão indicadas nos comentários. Este relatório não deve ser reproduzido, exceto por completo, sem a aprovação do laboratório emissor.

Anexo D.1 - Certificado de calibração da máquina de tração Instron (2/4)

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)

NÚMERO DO CERTIFICADO:
16051001MC

Página 2 de 4 páginas

sendo comprovado que satisfazia as diretrizes da seção 5 da norma ISO 7500-1.
Nenhum acessório vinculado mecanicamente foi montado ao se realizar essa calibração.

Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)

TENSÃO

% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)							
Retorno para 0					0.5		
20	0.11	0.08	-0.05	0.16	1	0.40	0.090
40	0.05	0.02	-0.05	0.10	1	0.39	0.16
60	-0.01	-0.02	-0.06	0.05	1	0.39	0.23
80	0.01	-0.03	-0.08	0.09	1	0.39	0.31
100	-0.06	-0.08	-0.13	0.07	0.5	0.39	0.39

Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)

COMPRESSÃO

% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)							
Retorno para 0					0.5		
20	-0.31	-0.23	-0.24	0.08	0.5	0.33	0.075
40	-0.20	-0.15	-0.14	0.06	0.5	0.33	0.13
60	-0.12	-0.09	-0.12	0.03	0.5	0.33	0.20
80	-0.07	-0.06	-0.07	0.01	0.5	0.33	0.26
100	-0.04	-0.03	-0.03	0.01	0.5	0.33	0.33

Classe de pior resolução: 0.5 para 100 Intervalo % (indicador 1: Tensão), 0.5 para 100 Intervalo % (indicador 1: Compressão).

* A incerteza expandida relatada baseia-se em uma incerteza padrão multiplicada por um fator de cobertura $k = 2$, proporcionando um nível de confiança de aproximadamente 95%.

O estado de incerteza refere-se a valores obtidos durante a calibração e não leva em consideração fatores como efeitos do desvio de longo prazo, temperatura e alinhamento. A influência desses fatores deve ser levada em consideração pelo usuário do dispositivo de medição de força.

Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)

TENSÃO

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)						
Retorno para 0	0.001		0.006		0.005	
20	22.500	22.4745	22.501	22.4834	22.500	22.5103
40	39.999	39.9808	40.000	39.9928	40.003	40.0226
60	60.000	60.00852	60.003	60.01746	60.002	60.03534
80	80.036	80.02427	80.024	80.04513	80.009	80.07494

Instron CalproCR versão 3.29

Anexo D.1 - Certificado de calibração da máquina de tração Instron (3/4)

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO						NÚMERO DO CERTIFICADO: 16051001MC
LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)						Página 3 de 4 páginas
Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)						
TENSÃO						
% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)						
100	100.002	100.0668	100.019	100.1026	100.007	100.1324
Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)						
COMPRESSÃO						
% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)						
Retorno para 0	0.005		-0.004		0.001	
20	-22.498	-22.5669	-22.502	-22.555	-22.509	-22.5639
40	-39.999	-40.0792	-40.001	-40.0613	-40.013	-40.0703
60	-60.002	-60.0711	-60.003	-60.05918	-60.004	-60.07706
80	-80.009	-80.06301	-80.011	-80.06003	-80.003	-80.05705
100	-100.000	-100.043	-100.005	-100.0341	-100.009	-100.037
Equipamento de verificação						
ID do equipamento	Descrição	Capacidade	Data da cal.	Validade da cal.	Ref. do certificado	
114378A	célula de carga	142000 lbf	27-Oct-14	27-Oct-16	10272014SA	
975608	indicador de temp.	NA	05-Oct-15	05-Oct-17	TP-10-093/15	
193157	indicador de força	NA	03-Sep-14	03-Sep-16	09032014CB	
<p><i>A classe do equipamento de verificação foi igual ou melhor que a classe na qual esta máquina de testes foi verificada.</i></p> <p><i>A temperatura média do equipamento durante a verificação foi de 28.5°C.</i></p>						
Utilização do equipamento de verificação						
Intervalo						
Escala completa						
(%)	Modo	ID do equipamento	Percentual(is) do intervalo		Precisão (+/-)	
100	Tensão	114378A	20/ 40/ 60/ 80		0.32% da leitura	
		114378A	100		0.16% da leitura	
100	Compressão	114378A	20/ 40/ 60/ 80/ 100		0.16% da leitura	
Todos	Tensão-Compressão	975608	Todos		1.8 °F	
<p><i>Os padrões da Instron são rastreáveis ao SI (Sistema Internacional de Unidades) por meio de padrões mantidos pelo Inmetro ou outro Instituto Nacional de Metrologia reconhecido internacionalmente.</i></p> <p><i>A precisão do indicador de força usado com um dispositivo elástico está incorporada na precisão informada pelo dispositivo.</i></p>						
Instron CalproCR versão 3.29						

Anexo D.1 - Certificado de calibração da máquina de tração Instron (4/4)**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO**

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA
DE CALIBRAÇÃO - RBC)

NÚMERO DO CERTIFICADO:
16051001MC

Página 4 de 4 páginas

A precisão do equipamento de verificação usado foi igual ou melhor que a precisão indicada na tabela acima.

Comentários

Verificado por: Marcio Campolina
Service Technician

NOTA: O Artigo 9 da norma ISO 7500-1 declara: O tempo entre as calibrações depende do tipo da máquina de testes, do padrão de manutenção e da quantidade de utilizações. A não ser que seja especificado de outra forma, recomenda-se que a calibração seja realizada em intervalos de no máximo 12 meses. Em qualquer caso, a máquina deve ser calibrada se for movida para um novo local com a necessidade de desmontagem ou se sofrer reparos ou ajustes de vulto.

ANEXO D.2 - Certificado de calibração da célula de carga Instron

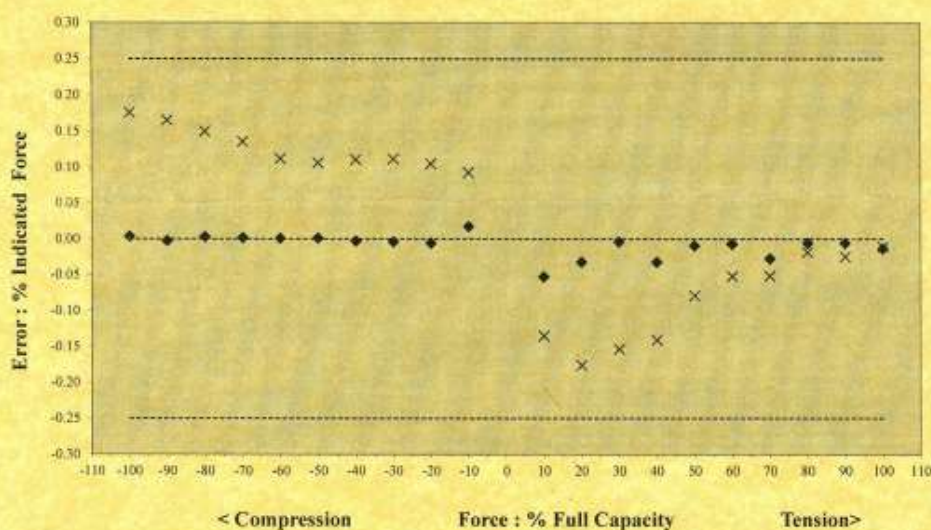

INSTRON®

Instron®
Coronation Road ■ High Wycombe, Bucks HP12 3SY ■ UK
Tel: +44 1494 464646 ■ Fax: +44 1494 456123 ■ www.instron.com

Loadcell Test Certificate

Catalogue No. : 2527-111	Force standard No. : P34400
Serial No. : 302718	Nobel standard No. : P34345
Capacity : 100kN	Nobel Loadcell No. : P34344
Temp : 22°C	Tested by : AC
	Date : 21-Jul-15

Test Results



Notes:

- 1] Loadcell accuracy has been found to be equal to or better than $\pm 0.25\%$ of the indicated force.
- 2] Additional system calibration is required to ensure compliance with BS EN ISO 7500-1 class 0.5 and ASTM E4.
- 3] Instron calibration apparatus is traceable to the National Physical Laboratory of the United Kingdom.

Version 1

Anexo D.2 - Certificado de calibração da célula de carga Instron (2/3)


INSTRON

Instron®

Coronation Road ■ High Wycombe, Bucks HP12 3SY ■ UK

Tel: +44 1494 464646 ■ Fax: +44 1494 456123 ■ www.instron.com

Accelerometer Test Report

Catalogue No.

2527-111

Transducer Full-scale [KN]

100

Serial No.

302718

Tested By

1462

Tested Date

21 July 2015

Tested Time

10:15 am

IAC Serial No.

W006510

IAC Version No.

08.15.00

Phantom Stiffness - Compensation OFF

12.6886

Phantom Stiffness - Compensation ON : RUN 1

3.409

Phantom Stiffness - Compensation ON : RUN 2

0.476

Phantom Stiffness Average (Run1, Run2)

1.9425

Phantom Stiffness Reduction Factor

6.532

Load Compensation Coefficient - Compensation ON : RUN 1

0.0237

Load Compensation Coefficient - Compensation ON : RUN 2

0.0239

Load Compensation Coefficient Repeatability (Abs)

0.0002

Load Compensation Coefficient Repeatability (%)

0.84

Test Software - DYN_LOAD32.EXE

Version 1.60 01-Mar-2013

Phantom Stiffness Status

PASSED

Load Compensation Status

PASSED

Overall Result

PASSED

The difference is measurable

Anexo D.2 - Certificado de calibração da célula de carga Instron (3/3)


INSTRON
Instron

Coronation Road ■ High Wycombe, Bucks HP12 3SY ■ UK

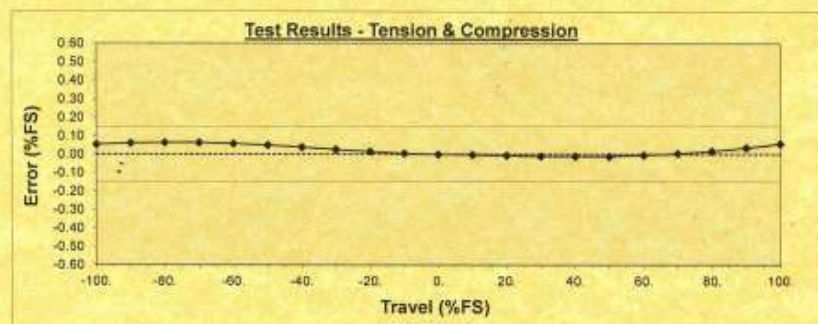
Tel: +44 1494 464646 ■ Fax: +44 1494 456123 ■ www.instron.com

Test Certificate

Cat No. : 2620-601	Readout Device	DK38	EQU-3518
Serial No. : 301432	Displacement Ref.	Heidenhain	EQU-6932
Test No. : 1	Temperature (°C)	23	
Gauge Length : 25 mm	Tested by	D.W. D.H.	
Travel : 5.00 -5.00 mm	Date	22/06/2015	
Span Point : 100%	Span Setting	2.47882	mV/V

Travel mm	Range %FS	EXT %FS Run 1	EXT %FS Run 2	Repeatability %FS	Average O/P Runs 1 & 2	Error %FS
5.0000	100	100.002	100.113	0.111	100.0575	0.058
4.5000	90	89.986	90.066	0.100	90.0360	0.036
4.0000	80	79.974	80.062	0.088	80.0180	0.018
3.5000	70	69.968	70.042	0.074	70.0050	0.005
3.0000	60	59.966	60.026	0.060	59.9960	-0.004
2.5000	50	49.965	50.014	0.049	49.9895	-0.010
2.0000	40	39.972	40.006	0.034	39.9890	-0.011
1.5000	30	29.979	30.002	0.023	29.9905	-0.010
1.0000	20	19.987	20.001	0.014	19.9940	-0.006
0.5000	10	9.995	10.001	0.006	9.9980	-0.002
0.0000	0	0.000	0.000	0.000	0.0000	0.000
-0.5000	-10	-9.991	-9.999	0.008	-9.9950	0.005
-1.0000	-20	-19.975	-19.993	0.018	-19.9840	0.016
-1.5000	-30	-29.958	-29.988	0.030	-29.9730	0.027
-2.0000	-40	-39.940	-39.980	0.040	-39.9600	0.040
-2.5000	-50	-49.923	-49.976	0.053	-49.9495	0.050
-3.0000	-60	-59.908	-59.975	0.067	-59.9415	0.058
-3.5000	-70	-69.897	-69.976	0.079	-69.9365	0.064
-4.0000	-80	-79.890	-79.982	0.092	-79.9360	0.064
-4.5000	-90	-89.886	-89.992	0.106	-89.9390	0.061
-5.0000	-100	-99.889	-100.004	0.115	-99.9465	0.053

	Positive Travel	Negative Travel
Hysteresis (%FS)	0.0505	0.0515
Creep (%FS)	0.001	0.006


Notes :

- 1) Additional system calibration is required to ensure compliance with ASTM E83 and ISO 9513.
- 2) Instron certifies that its calibration apparatus is traceable to the National Physical Laboratory, with uncertainty of measurement not exceeding one third of the permissible error of the extensometer under test.

Version 3

The difference is measurable

ANEXO E - Certificado de calibração da célula de carga HBM de 1 kN

<h1>Prüfprotokoll</h1> <p>test record / protocole d'essai</p>			
Typ: type / type	U2B	Auftrag: order no / commission	802146010
Nennmessbereich: range / portée	1 kN	Prüfer: examiner / contrôleur	Sawal
IdentNr: serial no / N°-ident	O11161	Datum: test date / date d'essai	2017-02-15
Prüfergebnisse: test results / résultats d'essai			
Eingangsgröße des Messbereichs [%] input quantity / échelle d'essai		Ausgangsgröße [mV/V] output quantity / résultats	
		Zug tension / traction	Druck compression / compression
0		0.0000	0.0000
50		-0.9999	0.9986
100		-1.9987	1.9968
50		-1.0005	0.9990
0		0.0005	-0.0002
Aus den Prüfergebnissen berechnete messtechnische Kenngrößen: Metrological characteristic quantities computed from the test results: Grands caractéristiques de mesure calculées à partir des résultats d'essai :			
Kennwert C [mV/V] sensitivity / sensibilité		-1.9987	1.9968
Linearitätsabweichung [%vC] linearity deviation / linéarité (Abweichung von der bestpassenden Geraden durch das Nullsignal) (deviation from bestfit through zero / écart par rapport à la meilleure droite passant par le zéro)		-0.018	0.006
Relative Umkehrspanne 0,5 F _{nom} [%vI] relative hysteresis / hystérésis relatif		0.059	0.038
Alle aus den Messergebnissen ermittelten Kenngrößen entsprechen den Spezifikationen gemäß Datenblatt. All characteristic quantities determined from the measurement results correspond to the specifications per datasheet. Toutes les caractéristiques déterminées à partir des résultats de mesure correspondent aux spécifications selon les caractéristiques techniques.			
Allgemeine Zusatzinformationen: general information / informations complémentaires			
Alle weiteren messtechnischen Eigenschaften des Aufnehmers sind durch Typprüfungen und laufende Produktaudits des Qualitätswesens abgesichert. All other metrological characteristics of the transducer are verified by type testing and regular product audits of the quality department. Toutes les autres caractéristiques techniques du capteur sont garanties par le Service Qualité, au moyen d'essais et d'audits suivis sur le produit.			
Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH , Im Tiefen See 45, 64293 Darmstadt, Germany www.hbm.com Registered as GmbH (German limited liability corporation) in the commercial register at the local court of Darmstadt, HRB 1147 Company domiciled in Darmstadt CEO: Andreas Hüllhorst Chairman of the board: Eoghan O'Lionaird			
Zertifiziert nach ISO 9001 und ISO 14001 / ISO 9001 and ISO 14001 certified / Certification selon ISO 9001 et ISO 14001			
Nr. 232	HBM: Business document	V8.1/SC-T/05.16	Seite / Page 1 (1)

ANEXO F - Certificado de calibração do extensômetro de 1,5 mm



Dehnungsmessstreifen Strain gages Jauges d'extensométrie

Widerstand
Resistance
Résistance

120 Ω ± 0.30 %

k-Faktor
Gage factor
Facteur k

1.91 ± 1.5 %

Querempfindlichkeit
Transverse sensitivity
Sensibilité transverse

0.3 %

Bestellnummer
Order No.
No. de référence

1-LY41-1.5/120

Typ
Type
Type

1.5/120 LY41

Stückzahl
Contents
Quantité

10

Temperaturkoeffizient
des k-Faktors
Temperature coefficient
of gage factor
Coefficient de température
du facteur k

93 ± 10 [10^{-6} / K]

(-10°C ... +45°C)

Folienlos
Foil lot
Lot de la feuille

A413/15

Herstellungslös
Production batch
Lot de fabrication

812075353

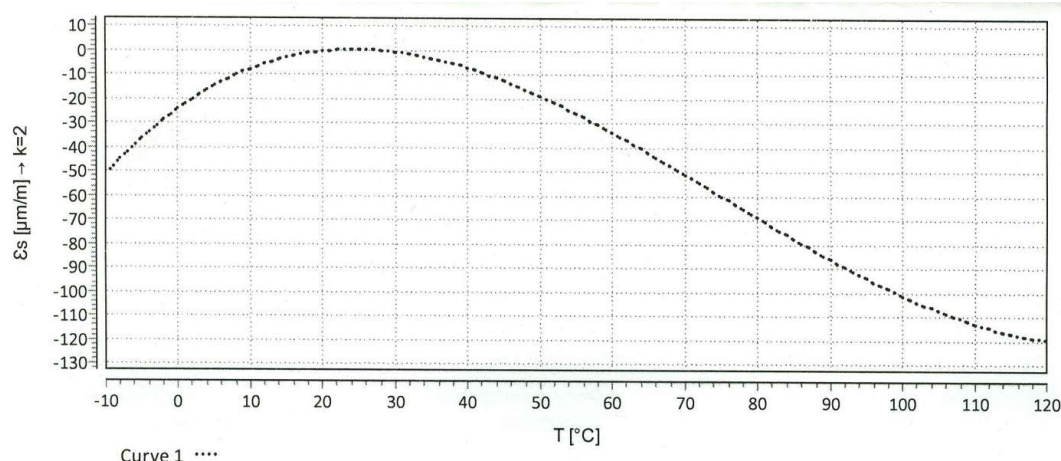
Temperaturkompensation: Ferritischer Stahl mit
Temperature compensation: steel with
Compensation de température: acier avec

$\alpha = 10.8$ [10^{-6} / K]

Max. effekt. Brückenspeisespannung
max. rms bridge excitation voltage
tension d'alim. de pont maxi eff.

2.5 V

Daten / Data / Données



$$\epsilon_s(T) = -24.24 + 2.15 \cdot T - 5.25E-02 \cdot T^2 + 2.33E-04 \cdot T^3 \pm (T-20) \cdot 0.30 \text{ [}\mu\text{m/m]}$$

Alle technischen Daten nach VDI/VDE 2635. Geben Sie bei Rückfragen bitte Bestellnummer und Herstellungslös an.

All specifications in accordance with VDI/VDE 2635. In case of further inquiries please indicate order no. and production batch number.

Toutes les caractéristiques techniques selon la norme VDI/VDE 2635. Dans toutes communications, prière d'indiquer le numéro de commande et le numéro du lot de production.

Réponse en température des jauges d'extensométrie appliquées sur des matériaux dont des coefficients de dilatation thermique α sont indiqués. Mesurée à variation continue de la température.

Courbe 1: Jauges sans pattes de raccordement.
T = température en °C
(sans dimension)

Temperaturgang der Dehnungsmessstreifen bei Applikationen mit oben angegebenen Wärmeausdehnungskoeffizienten α . Gemessen bei kontinuierlicher Temperaturänderung.

Kennlinie 1: DMS ohne Anschlussbändchen.
T = Temperatur in °C
(dimensionslos)

The temperature response refers to strain gages bonded to materials with specified coefficients of thermal expansion α . Values are measured with continuous temperature variation.

Curve 1: Strain gages without leads.
T = temperature in °C
(dimensionless)

Kopfdaten / Header / Titre



A point (".") is used as decimal separator in data; the separator needs to be configured accordingly for import into Excel.

ANEXO G - Certificado de calibração do paquímetro digital



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**LABORATÓRIO
DE
METROLOGIA**

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Calibração
NBR ISO/IEC
17025



CAL 0031

Pag.: 1 / 2

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 07625/13

Cliente : " UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA,"
Endereço : Avenida João Naves de Avila, 2121 - Uberlândia - MG.
Ordem de serviço: 068.189

1 - Objeto Calibrado

PAQUÍMETRO DIGITAL
 Fabricante: Mitutoyo
 Código: 500-196-20B
 N°. de Série: 10901281
 Faixa nominal : 150 mm
 Resolução : 0,01 mm
 Identificação do proprietário : Não consta

2 - Padrões utilizados na Calibração:

Blocos padrão	Número: 00112
Certificado N°. 00199/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 01/2014
Relógio apalpador	Número: LCF233
Certificado N°. 00997/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 08/2013
Padrão escalonado para paquímetro	Número : 010259
Certificado N°. 05825/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 12/2013

3 - Procedimento de Medição: PML - 0013 Versão 5

Os valores de Indicação do paquímetro foram verificados comparativamente com padrão escalonado e Blocos-padrão e a leitura da indicação tomada no paquímetro.

Data da calibração: 23 de Julho de 2013
Data da emissão: 23 de Julho de 2013


 Carlos Kazuo Suetake
 Gerente do Depto de Garantia da Qualidade

Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela CGCRE que avalia a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).
 A reprodução deste Certificado só poderá ser total e depende da aprovação por escrito da Mitutoyo.
 Os resultados deste Certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

*Escritório Central: Av. João Carlos de Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
 *Fábrica: Rod. Indio Tibiriçá, 1555 - Bairro Raffle - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzana@mitutoyo.com.br
 Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo G - Certificado de calibração do paquímetro digital (2/2)

mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 07625/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT
NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0031

Pag.: 2 / 2

4 - Resultado da calibração: O resultado é a média das calibrações.

Medida Externa			Medida Interna		
Padrão (mm)	Indicação no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)	Padrão (mm)	Indicação no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)
1,1	1,10	0,02	20,0	20,00	0,02
1,5	1,50		50,0	50,00	
1,9	1,90		100,0	100,01	
4,0	4,00		150,0	150,02	
8,0	8,00				
16,0	16,00				
20,0	20,00				
50,0	50,00				
75,0	75,00				
100,0	99,99				
150,0	150,00				

Fator de abrangência (k)	2,03
Graus de liberdade (V _{eff})	96

Fator de abrangência (k)	2,00
Graus de liberdade (V _{eff})	infinito

Outros Itens

Item	Resultado (mm)	Incerteza de Medição (mm)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
Ponto zero	0,00	0,01	2,00	infinito
Ressalto	0,00	0,01	2,00	infinito
Profundidade	0,01	0,01	2,00	infinito
Paralelo da Orelha	0,00	0,01	2,00	infinito
Paralelo da Boca	0,00	0,01	2,00	infinito

5 - Incerteza de Medição:

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota : Temperatura ambiente: (20,0 ± 0,5)°C.

*Escritório Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
*Fábrica: Rod. Indú Tibinçã, 1555 - Bairro Ratto - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5836 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metologia@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ata@mitutoyo.com.br

ANEXO H - Certificado de calibração do MMC LTAD

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS				
Certificado de Calibração n.º 265 / 2017 <small>Pág. 1/11</small>					
Data da Calibração: 24-nov-17 Data de Emissão: 20-dez-17					
1. Solicitante do Serviço					
1.1. Cliente: UFU Faculdade de Engenharia Mecânica	1.2. Endereço: Av. João Naves de Avila Nº 2121 Uberlândia - MG				
2. Máquina de Medição por Coordenadas Calibrada					
2.1. Modelo: Contura G2	2.2. Fabricante: Carl Zeiss	2.3. Nº de Série: # 502976			
2.4. Cabeçote: RDS CAA Vast TXT	2.5. Software: Calypso 5.2.06	2.6. Local: LTAD			
3. Especificação do Fabricante					
3.1. Tolerância de Medição Declarada: <small>(ISO 10360-2) (L = mm)</small> E = 1,9 + L / 300 µm	3.2. Erro de Apalpação: 1,9 µm 3.4. Resolução (µm): 0,2	3.3. Volume de Medição: X = 1000 mm Y = 1200 mm Z = 600 mm			
4. Rastreabilidade dos Padrões de Referência					
4.1. Identificação	4.2. Descrição	4.3. Nº do Certificado	4.4. Emitente	4.5. Data Calibração	4.6. Validade (anos)
IMT-030	Padrão Escalonado 700 mm (SE0700176)	04075/16	Mitutoyo	25/05/2016	2
IMT-082	Termometro Digital (02963845)	48686/1	Testo	28/04/2016	2
IMT-064	Esfera de Referência 30 mm (L1497)	122 715-101	IPT	25/02/2013	5
5. Procedimento de Calibração Utilizado					
5.1. Baseado no procedimento interno POP-LAB-04 rev. 03 que segue as diretrizes da norma ISO 10360-2.					
6. Notas					
6.1. Este certificado atende aos requisitos de acreditação do CGCRE, o qual avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida;					
6.2. O presente certificado refere-se exclusivamente a Máquina de Medição por Coordenadas submetida à calibração nas condições especificadas;					
6.3. É proibida a reprodução parcial ou total deste certificado, sem prévia autorização.					
EXECUTANTE: Henrique Porto Técnico IMT		SIGNATÁRIO AUTORIZADO:		 Ed Douglas de Sousa Gerência Técnica	

Carl Zeiss do Brasil Ltda.

 Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
 Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (2/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**



Pág. 2/11

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

7. Condições de Temperatura durante a Calibração

7.1. Temperatura Ambiente:
(**20,7 ± 0,2**) °C

7.2. Posições Avaliadas	Início da Avaliação				Término da Avaliação			
	Escala X (°C)	Escala Y (°C)	Escala Z (°C)	Padrão (°C)	Escala X (°C)	Escala Y (°C)	Escala Z (°C)	Padrão (°C)
Linear Eixo X	20,0	----	----	20,6	20,0	----	----	20,7
Linear Eixo Y	----	20,0	----	20,6	----	20,0	----	20,6
Linear Eixo Z	----	----	20,0	20,5	----	----	20,0	20,5
Volumétrica 1	20,0	20,0	20,0	20,6	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 2	20,0	20,0	20,0	20,7	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 3	20,0	20,0	20,0	20,5	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 4	20,0	20,0	20,0	20,6	20,0	20,0	20,0	20,6
Plano ZX pos.1	20,0	----	20,0	20,7	20,0	----	20,0	20,6
Plano ZX pos.2	20,0	----	20,0	20,7	20,0	----	20,0	20,6

8. Resultados

8.1. Incerteza de Medição:
A incerteza expandida declarada é obtida multiplicando-se a incerteza padrão combinada pelo fator de abrangência k, para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

8.2. Avaliação do Erro de Apalpação:
Utilizando um apalpador com a direção do eixo da haste não paralela aos três eixos da MMC, a esfera de referência padrão (item 4.2) é medida com 25 pontos utilizando o elemento esfera do software de medição. A amplitude dos afastamentos radiais (erro de forma), Rmax – Rmin, em relação a esfera média calculada utilizando estes 25 pontos, determinada pelo método dos mínimos quadrados (Gauss) é o valor do erro de apalpação, sendo que o valor apresentado a seguir é a média de três medições avaliadas em conjunto.
Desvio Médio: 0,2 µm **Incerteza de Medição Calculada:** $U = \pm 0,5 \text{ } \mu\text{m}$

8.3. Desvios Encontrados:
São determinados pela diferença entre o valor indicado pela MMC e o valor verdadeiro convencional (VVC) das distâncias dos respectivos blocos do padrão escalonado, sendo que os valores apresentados são uma média de 10 medições avaliadas em conjunto.
Desvio = Valor Indicado - Valor Verdadeiro Convencional (VVC)
O padrão escalonado (item 4.2) foi colocado em 9 posições diferentes dentro do volume da MMC, sendo 3 paralelas aos eixos X, Y e Z, 4 diagonais espaciais (volumétricas) e 2 medições lineares no plano ZX.

Desvio Médio: Os desvios médios encontrados durante a calibração estão relatados nas tabelas das páginas 3 a 11 conforme descrito no item 8.3 deste certificado.

Incerteza de Medição Calculada: $U = \pm (0,7 + L / 576) \text{ } \mu\text{m}$, onde: L = posição em " mm ", para K = 2,00

Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (3/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**

Calibração
NBR ISO 9001
17025

CAL 0234

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 3/11

8.3.2. Medição Linear do Eixo "X":



Notas:

1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0022	-0,6	20,0028	± 2,0					
60	59,9915	-0,1	59,9916	± 2,1					
140	139,9832	-0,1	139,9833	± 2,4					
220	219,9423	0,2	219,9420	± 2,6					
300	299,9582	0,6	299,9576	± 2,9					
380	379,9442	1,0	379,9432	± 3,2					
460	459,9406	0,8	459,9398	± 3,4					
540	539,9021	0,7	539,9014	± 3,7					
620	619,9473	1,1	619,9462	± 4,0					
700	699,9327	0,6	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (4/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**



CAL 0234

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 4/11

8.3.3. Medição Linear do Eixo "Y":



Notas:

1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0036	0,8	20,0028	± 2,0					
60	59,9926	1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9845	1,2	139,9833	± 2,4					
220	219,9429	0,9	219,9420	± 2,6					
300	299,9583	0,7	299,9576	± 2,9					
380	379,9440	0,8	379,9432	± 3,2					
460	459,9404	0,6	459,9398	± 3,4					
540	539,9018	0,4	539,9014	± 3,2					
620	619,9473	1,1	619,9462	± 4,0					
700	699,9325	0,4	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (5/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS

Calibração
NIM 15006C
17025

CAL 0234

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 5/11

8.3.4. Medição Linear do Eixo "Z":



Notas:

1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os palpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0017	-1,1	20,0028	± 2,0					
60	59,9907	-1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9825	-0,8	139,9833	± 2,4					
220	219,9411	-1,0	219,9420	± 2,6					
300	299,9570	-0,6	299,9576	± 2,9					
380	379,9427	-0,5	379,9432	± 3,2					
460	459,9397	-0,1	459,9398	± 3,4					
540	539,9012	-0,2	539,9014	± 3,7					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (6/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS



Calibração
NEN ISO/IEC
17025

CAL 0234

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 6/11

8.3.5. Medição Volumétrica - Posição 1:



Notas:

1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0032	0,3	20,0028	± 2,0					
60	59,9921	0,5	59,9916	± 2,1					
140	139,9843	1,0	139,9833	± 2,4					
220	219,9434	1,4	219,9420	± 2,6					
300	299,9593	1,7	299,9576	± 2,9					
380	379,9448	1,6	379,9432	± 3,2					
460	459,9417	1,9	459,9398	± 3,4					
540	539,9033	1,9	539,9014	± 3,7					
620	619,9486	2,4	619,9462	± 4,0					
700	699,9345	2,4	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (7/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVICOS



Certificado de Calibração

n.º 265 / 2017

Página 7/11

Data da Calibração: 24-nov-17

Data de Emissão: 20-dez-17

8.3.6. Medição Volumétrica - Posição 2:



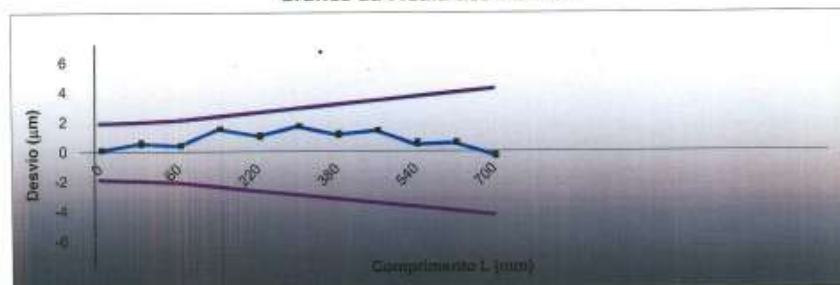
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

[illegible]

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (8/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVICOS



Certificado de Calibração

n.º 265 / 2017

Page 8/11

Data da Calibração: 24-nov-17

Data de Emissão: 20-dez-17

8.3.7. Medição Volumétrica - Posição 3:



Notas:

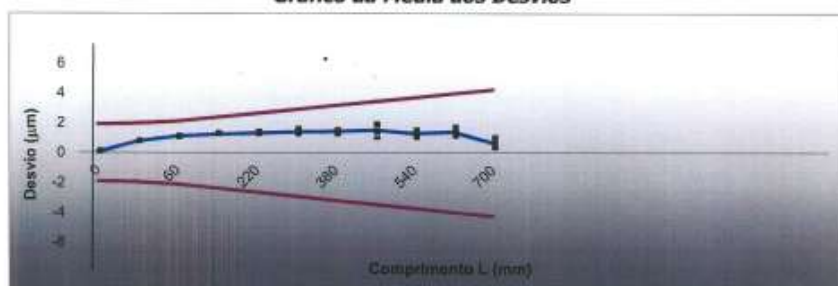
1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

[illegible]

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (9/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS

Calibração
NBR ISO/IEC
17025

CAL 0234

Pág. 9/11

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 /2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

8.3.8. Medição Volumétrica - Posição 4:



Notas:

1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0000	0,0	0,0000	± 1,9					
20	20,0035	0,7	20,0028	± 2,0					
60	59,9926	1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9844	1,1	139,9833	± 2,4					
220	219,9430	1,0	219,9420	± 2,6					
300	299,9587	1,1	299,9576	± 2,9					
380	379,9441	0,9	379,9432	± 3,2					
460	459,9408	1,0	459,9398	± 3,4					
540	539,9021	0,7	539,9014	± 3,7					
620	619,9469	0,7	619,9462	± 4,0					
700	699,9321	0,0	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (10/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVICOS



Certificado de Calibração

n.º 265 / 2017

Page 10/11

Data da Calibração: 24-nov-17

Data de Emissão: 20-dez-17

8.3.9. Medição Linear Plano ZX (E150) - Posição 1:



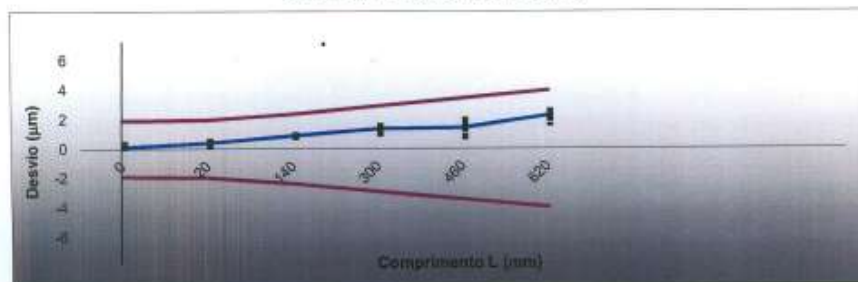
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

[illegible]

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (11/12)



Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVICOS



Certificado de Calibração

n.º 265 / 2017

Pag. 11/11

Data da Calibração: 24-nov-17

Data de Emissão: 20-dez-17

8.3.10. Medição Linear Plano ZX (E₁₅₀) - Posição 2:



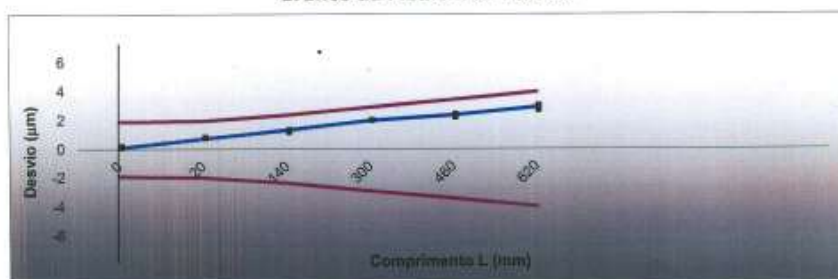
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os apaladores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

[illegible]

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

Anexo H - Certificado de calibração do MMC LTAD (12/12)

<p>Calibrado em :</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">nov/17</p> <p>Data da próxima calibração: (preenchido pelo cliente)</p> <p style="text-align: center;">/</p>	<p>Inspeccionado por:</p> <p style="text-align: center;">Carl Zeiss do Brasil</p>  <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin-top: 10px;"> <p>Serviço de Calibração conforme procedimentos internos baseados na Norma ISO 10360-2</p> </div> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">Nº do Certificado:</td> <td>265 /2017</td> </tr> <tr> <td>Modelo da MMC:</td> <td>Contura G2</td> </tr> <tr> <td>Nº de série:</td> <td>502976</td> </tr> <tr> <td> Depto. de contato: IMT - Serviços </td> <td> 0800 7705556 relacionamento@zeiss.com </td> </tr> <tr> <td>Técnico Executor:</td> <td>Henrique Porto</td> </tr> </table>	Nº do Certificado:	265 /2017	Modelo da MMC:	Contura G2	Nº de série:	502976	Depto. de contato: IMT - Serviços	0800 7705556 relacionamento@zeiss.com	Técnico Executor:	Henrique Porto
Nº do Certificado:	265 /2017										
Modelo da MMC:	Contura G2										
Nº de série:	502976										
Depto. de contato: IMT - Serviços	0800 7705556 relacionamento@zeiss.com										
Técnico Executor:	Henrique Porto										



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO I - Certificado de calibração do projetor de perfil



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**LABORATÓRIO
DE
METROLOGIA**

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12

Calibração
NBR ISO/IEC
17025



CAL 0031

Interessado : " FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO "

Endereço : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Local da calibração : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Ordem de Serviço : 034.514/001

Pág. 1/4

1 - OBJETO CALIBRADO

PROJETOR DE PERFIL
 Fabricante : Mitutoyo
 Código : 302-714A
 Modelo : PJA3000
 No. de Série : D00101012
 Tambor Micrométrico
 Código : 164-164 Nº. série : 000636
 Código : 164-164 Nº. série : 000619
 Resolução da unidade de leitura : 0,001 mm
 Resolução do goniômetro : 0° 01'
 Identificação do Proprietário : 088180

2 - PADRÃO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO

Régua Graduada de Vidro
 Nº. de Série : 21164
 Certificado Nº. : 01647/11 Validade: 30/02/2013
 Nº. de Série : 24364
 Certificado Nº. : 08755/11 Validade: 30/06/2013

Padrão Angular
 Nº. de Série : RET 1
 Certificado Nº. : 110381/101 Validade: 30/06/2013

3 - PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO : PML - 0043 Versão 1/2.

O erro de ampliação e a indicação foi verificado projetando a régua padrão sobre a tela do projetor e a medição através de comparação com a régua.

O erro de indicação do goniômetro foi verificado comparativamente com um padrão angular projetado sobre a tela e a leitura feita no goniômetro.

Data de calibração : 22 de Agosto de 2012
 Data de emissão : 05 de Setembro de 2012


 Carlos Kazuo Suetake
 Gerente do Dpto. de Garantia da Qualidade

Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela CGCRE (que avalia a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI)).
 A reprodução deste Certificado só poderá ser total e depende da aprovação por escrito da Mitutoyo.
 Os resultados deste Certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

*Centro Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
 *Fábrica: Rod. Indio Tibiriçá, 1555 - Bairro Rato - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5836 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
 Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo I - Certificado de calibração do projetor de perfil (2/4)

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

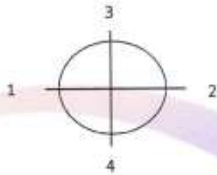
Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág.2/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.1 - Resultado Ampliação

Lente de Ampliação de 10 X Número lente: 013012




Item	Posição				Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
	1	2	3	4			
Erro (%)	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01 %	2,00	infinito

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO BRASIL

*Escritório Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
*Fábrica: Rod. Indio Tibiriçá, 1555 - Bairro Raitto - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5836 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo I - Certificado de calibração do projetor de perfil (3/4)



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág. 3/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.2 - Resultado da Indicação

Eixo " X "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,100	
7,700	7,700	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
35,000	35,001	
40,000	40,000	
45,000	45,000	
50,000	50,001	

Eixo " Y "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,499	
5,100	5,100	
7,700	7,701	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
35,000	35,000	
40,000	40,001	
45,000	45,001	
50,000	50,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

• **Escritório Central:** Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722


• **Fábrica:** Rod. Ind. Têxtil, 1555 - Bairro Raffle - CEP: 06620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5958 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mails: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mails: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0026 - E-mails: ate@mitutoyo.com.br

Anexo I - Certificado de calibração do projetor de perfil (4/4)



Mitutoyo

Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.3 - Resultado da indicação do Anteparo Goniométrico

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
0	0 ° 00 '	0 ° 01 '	2,29	11
30	29 ° 59 '			
60	60 ° 00 '			
90	90 ° 00 '			
120	119 ° 59 '			
150	149 ° 59 '			
180	180 ° 00 '			
210	210 ° 00 '			
240	240 ° 01 '			
270	270 ° 00 '			
300	300 ° 01 '			
330	330 ° 02 '			
360	360 ° 02 '			

5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota: Temperatura ambiente : (19,6 ± 0,5) °C.

*Escritório Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722

*Filial: Rod. Indio Tibiriçá, 1555 - Bairro Rialto - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mails: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mails: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mails: ate@mitutoyo.com.br

ANEXO J - Certificado de calibração do MM3C LTM

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

LABORATÓRIO DE METROLOGIA
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

Calibração NBR ISO/IEC 17025
CAL 0031

Cliente : FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
Endereço : Avenida Amazonas, 2121 - Campus Umuarama - Uberlândia - MG. - CEP - 38400-902

Ordem de Serviço : 035.766/001

I. Objeto Calibrado :
Máquina de Medição por Coordenadas
Fabricante : Mitutoyo
MMC Modelo : BRM-443
No de Série : 0021902 / Código : 196-667-65
Identif. do Cliente : N.C
Faixa Nominal : 400 x 400 x 300 mm
Contador Digital / Controlador
Modelo : N.C
No Série : N.C
Resolução : 0,0005 mm
Cabecote
Modelo : MH20i
No Série : 7F8912
Probe
Modelo : TP20
No Série : 6T4567
Rack
Modelo : N.C
No Série : N.C
Programa de Medição
Programa : Geopak Win
Versão : 3.0R16
Dongle No. : 10-10336238

Calibração NBR ISO/IEC 17025
CAL 0031

LABORATÓRIO DE METROLOGIA
Mitutoyo Sul Americana

28.05.2013
07081/13
0021902

II. Notas:
1. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.
2. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
3. Erro = Diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.
4. Os sinais dos resultados tem o mesmo sentido das indicações positivas e negativas do sistema de coordenadas da máquina.
5. A máquina foi calibrada conforme Procedimento PML-0030 revisão 3.
6. Condição ambiental: Temperatura ambiente: $(20,5 \pm 0,5)^\circ\text{C}$
7. Endereço e local da calibração são os mesmos.

III. Padrões utilizados :

Padrão Escalonado	Termômetro	Esfera Padrão
No Série : 500034	No Série : TIFA016	No Série : D0106
Certificado No : 04980/13	Certificado No : LV22179/12	Certificado No : 00848/12
Emitido em : 14/05/2013	Emitido em : 18/06/2012	Emitido em : 09/02/2012
Validade : 11/2013	Validade : 06/2014	Validade : 02/2014

Data da Calibração : 28 de Maio de 2013
Data da Emissão : 08 de Julho de 2013


Carlos Kazuo Suzuki
Chefe Laboratório de Metrologia

Pag.: 1 / 4

Este certificado atende aos requisitos de acreditação pelo CGCRE que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI).
A reprodução deste Certificado só poderá ser total e depende da aprovação por escrito da Mitutoyo.
Os resultados deste Certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

*Escritório Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5643-3722
*Filial: Rod. Índio Tibiriçá, 1555 - Bairro Rêfio - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5857 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo J - Certificado de calibração do MM3C LTM (2/4)



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob Nº. 0031

IV. Resultado das Medições :

4.1. Verificações iniciais do equipamento :

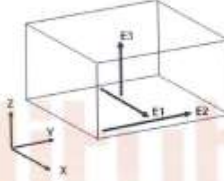
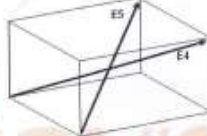
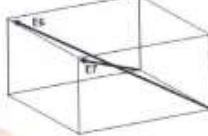
a. Movimento da Máquina : OK

b. Condições da área de Medição : OK

c. Avaliação do Sist. Pneumático : OK

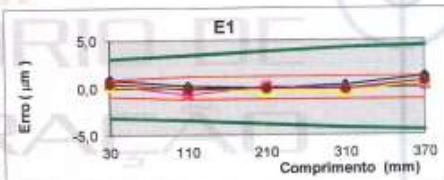
d. Limpeza das superfície de ref. : OK

4.2. Resultado da Medição:

4.2.1. Resultado da medição do eixo " X ", (E1)

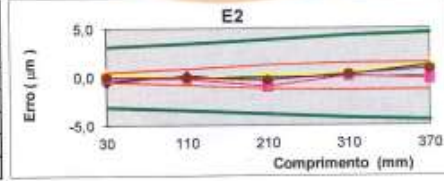
Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,9	0,4	0,2	0,5
110	0,2	-0,7	0,0	-0,2
210	0,0	0,2	-0,4	-0,1
310	0,3	-0,1	-0,6	-0,1
370	1,2	0,3	0,7	0,7



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/1500) \mu m$, onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,03
 Graus de liberdade (Veff) = 88

4.2.2. Resultado da medição do eixo " Y ", (E2)

Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,5	-0,1	0,5	0,0
110	0,1	-0,2	-0,1	-0,1
210	-0,3	-1,0	0,2	-0,4
310	0,2	0,1	0,5	0,3
370	1,1	-0,2	1,4	0,8



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/3000) \mu m$, onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,08
 Graus de liberdade (Veff) = 33

Pag.: 2 / 4

*Exatidão Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722


*Fábricas: Rod. Indio Tibiriçá, 1555 - Bairro Rialto - CEP: 06620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5836 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mails: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo J - Certificado de calibração do MM3C LTM (3/4)



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

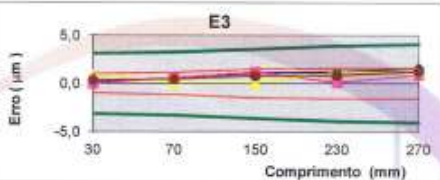
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob Nº. 0031

4.2.3. Resultado da medição do eixo "Z", (E3)

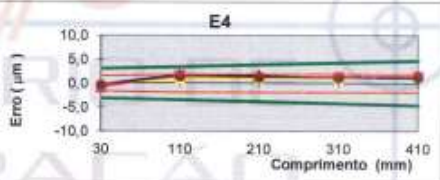
Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,1	0,0	1,0	0,4
70	0,6	0,6	0,1	0,4
150	1,1	1,2	0,1	0,8
230	1,2	0,1	1,2	0,8
270	1,6	0,9	1,3	1,3



$\text{Incerteza de medição expandida (U)} = (0,9 + L/3000) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,11
 Graus de liberdade (Veff) = 24

4.2.4. Resultado da medição do volume, (E4)

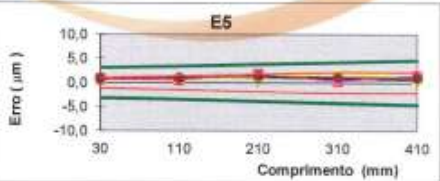
Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,8	-0,2	-0,4
110	1,9	1,7	0,9	1,5
210	1,6	1,2	1,1	1,3
310	1,2	1,4	1,1	1,2
410	1,1	1,5	1,4	1,3



$\text{Incerteza expandida de medição (U)} = (0,7 + L/2600) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,02
 Graus de liberdade (Veff) = 148

4.2.5. Resultado da medição do volume, (E5)

Comprimento (L) (mm)	Erro (µm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	0,9	0,8	1,1	0,9
110	1,1	0,7	1,0	0,9
210	1,2	1,8	1,3	1,4
310	0,9	0,4	2,1	1,1
410	0,7	1,5	0,9	1,0



$\text{Incerteza de medição expandida (U)} = (0,8 + L/2900) \mu\text{m}$, onde: L = comprimento em " mm ".
 Fator de abrangência (k) = 2,04
 Graus de liberdade (Veff) = 59

Pag.: 3 / 4

*Exatidão Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP: 04725-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722

*Fábrica: Rod. Ind. Tibinã, 1555 - Bairro Rialto - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5960 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5967 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo J - Certificado de calibração do MM3C LTM (4/4)

Mitutoyo

Mitutoyo Sul Americana Ltda.

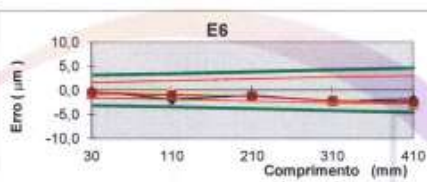
CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO No. 07081/13

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração Acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob N°. 0031

4.2.6. Resultado da medição do volume, (E6)

Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,8	-0,2	-0,4
110	-1,9	-0,9	-0,5	-1,1
210	-1,1	-1,3	-1,3	-1,2
310	-2,2	-2,3	-1,9	-2,1
410	-1,9	-2,9	-2,7	-2,5



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/2800) \mu\text{m}$

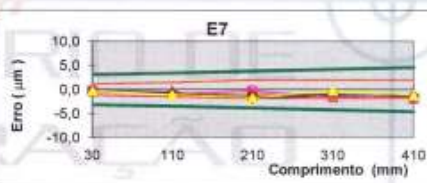
, onde: L = comprimento em " mm "

Fator de abrangência (k) = 2,04

Graus de liberdade (Veff) = 65

4.2.7. Resultado da medição do volume, (E7)

Comprimento (L) (mm)	Erro (μm)			
	1ª. Serie	2ª. Serie	3ª. Serie	Media
30	-0,2	-0,3	-0,2	-0,2
110	-0,6	-0,9	-1,1	-0,9
210	-1,9	-0,3	-1,7	-1,3
310	-1,2	-1,6	-0,2	-1,0
410	-1,3	-1,9	-1,2	-1,5



Incerteza de medição expandida (U) = $(0,8 + L/3000) \mu\text{m}$

, onde: L = comprimento em " mm "

Fator de abrangência (k) = 2,07

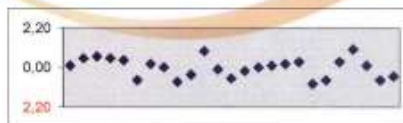
Graus de liberdade (Veff) = 38

4.2.8. Erro de Apalpação (P)

Erro de apalpação = $(1,9 \pm 1,2) \mu\text{m}$

Fator de abrangência (k) = 2,00

Graus de liberdade (Veff) = infinito



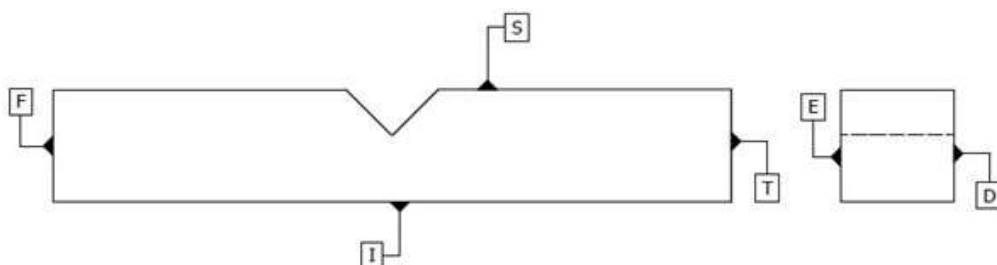
5. Observações Gerais :

APÊNDICE A - Dimensões do corpo de prova usado no ensaio de validação dos adaptadores



	Dimensões corpo de prova [mm]					Média [mm]	Desvio Padrão [mm]	U [mm]
b	11,45	11,44	11,48	11,50	11,48	11,47	0,02	0,03
h	9,68	9,72	9,69	9,68	9,70	9,69	0,02	0,02
L	78,37	78,33	78,40	78,35	78,37	78,36	0,03	0,03

APÊNDICE B - Medidas de paralelismo e perpendicularidade



Para as tolerâncias de paralelismo:

- ❖ ED - Paralelismo entre as faces direita e esquerda;
- ❖ SI - Paralelismo entre as faces superior e inferior;
- ❖ FT - Paralelismo entre as faces frontal e traseira;

Para as tolerâncias de perpendicularidade:

- ❖ SD - Perpendicularidade entre a face superior e a face direita;
- ❖ SE - Perpendicularidade entre a face superior e a face esquerda;
- ❖ SF - Perpendicularidade entre a face superior e a face frontal;
- ❖ ID - Perpendicularidade entre a face inferior e a face direita;
- ❖ IE - Perpendicularidade entre a face inferior e a face esquerda;
- ❖ IF - Perpendicularidade entre a face inferior e a face frontal;

APÊNDICE C.1 - Média da força por patamar, medida pela célula de carga, desvio padrão e incerteza de medição combinada para o ensaio de validação dos adaptadores

CARREGAMENTO			DESCARREGAMENTO		
Força Média	Desvio padrão	uc	Força Média	Desvio padrão	uc
[N]	[N]	[N]	[N]	[N]	[N]
20,094	0,265	0,012	272,081	0,223	0,167
32,143	0,378	0,020	258,069	0,267	0,159
47,793	0,292	0,029	244,088	0,243	0,150
62,112	0,278	0,038	230,138	0,212	0,142
75,835	0,291	0,047	216,116	0,259	0,133
89,884	0,437	0,055	202,103	0,259	0,125
103,845	0,307	0,064	188,106	0,248	0,116
117,801	0,336	0,072	174,162	0,227	0,108
131,831	0,408	0,081	160,137	0,242	0,099
145,816	0,288	0,090	146,118	0,363	0,092
159,885	0,281	0,098	132,118	0,250	0,082
173,824	0,259	0,107	118,185	0,237	0,074
187,893	0,268	0,115	104,158	0,247	0,065
202,012	0,142	0,124	90,139	0,269	0,057
215,788	0,240	0,132	76,184	0,294	0,049
229,836	0,244	0,141	62,223	0,239	0,040
243,842	0,250	0,150	48,199	0,252	0,032
257,773	0,250	0,158	34,210	0,276	0,025
271,850	0,265	0,167	20,272	0,301	0,020
285,920	0,188	0,176			

APÊNDICE C.2 - Média do ângulo, desvio padrão e incerteza de medição combinada, medido pelo *Encoder* para o ensaio de validação dos adaptadores

CARREGAMENTO			DESCARREGAMENTO		
Ângulo Médio [° : ' : "]	Desvio padrão [']	U [']	Ângulo Médio [° : ' : "]	Desvio padrão [']	U [']
90:27:00	5,5	13	93:09:00	5,5	13
90:37:00	5,5	13	93:08:00	5,5	13
90:48:00	5,5	13	92:58:00	5,5	13
90:59:00	5,5	13	92:47:00	5,5	13
91:10:00	5,5	13	92:36:00	5,5	13
91:21:00	5,5	13	93:36:00	5,5	13
91:31:00	5,5	13	92:25:00	5,5	13
91:42:00	5,5	13	92:15:00	5,5	13
91:53:00	5,5	13	92:04:00	5,5	13
91:53:00	5,5	13	91:53:00	5,5	13
92:04:00	5,5	13	91:53:00	5,5	13
92:15:00	5,5	13	91:42:00	5,5	13
92:25:00	5,5	13	91:31:00	5,5	13
92:36:00	5,5	13	91:21:00	5,5	13
93:36:00	5,5	13	91:10:00	5,5	13
92:47:00	5,5	13	90:59:00	5,5	13
92:58:00	5,5	13	90:48:00	5,5	13
93:08:00	5,5	13	90:37:00	5,5	13
93:09:00	5,5	13	90:27:00	5,5	13

APÊNDICE C.3 - Média, desvio padrão e incerteza de medição expandida da tensão mecânica calculada pelo RSL para o ensaio de validação dos adaptadores

CARREGAMENTO			DESCARREGAMENTO		
Tensão Média [MPa]	Desvio Padrão [MPa]	U [MPa]	Tensão Média [MPa]	Desvio Padrão [MPa]	U [MPa]
44,691	0,614	0,179	579,354	0,874	2,217
71,468	0,657	0,322	547,654	0,851	2,095
106,383	0,681	0,475	516,361	0,791	1,972
138,365	0,607	0,529	484,625	0,817	1,851
169,027	0,619	0,646	453,000	0,894	1,729
200,528	0,694	0,769	421,387	0,857	1,607
231,784	0,690	0,884	390,160	0,827	1,487
263,096	0,737	1,004	358,542	0,841	1,366
294,667	0,606	1,125	327,024	0,945	1,247
325,873	0,597	1,243	295,492	0,835	1,126
357,539	0,626	1,364	264,354	0,831	1,006
388,966	0,610	1,485	232,849	0,835	0,886
420,694	0,628	1,606	201,427	0,875	0,767
452,566	0,174	1,727	170,183	0,944	0,649
483,428	0,547	1,847	138,908	0,762	0,511
515,198	0,581	1,970	107,579	0,791	0,440
546,884	0,566	2,214	76,377	0,828	0,296
578,437	0,635	2,339	45,335	0,870	0,184
610,038	0,598	2,461			
641,981	0,439	2,572			

**APÊNDICE D.1 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 34 HRC
TTA e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm**

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
L1	34,0	32,0	34,0	34,0	35,0
L2	34,0	33,5	34,5	35,0	35,5
L3	35,5	33,0	35,5	36,0	36,0
L4	34,0	33,5	34,5	34,5	36,0
L5	35,5	33,0	35,5	34,5	36,0
Média	34,6	33,0	34,8	34,8	35,7
U	1,1	0,9	1,0	1,0	0,8
k	2,15	2,05	2,07	2,11	2,00

**APÊNDICE D.2 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 34 HRC
TTA e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm**

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5
L1	33,0	34,0	35,5	32,0	35,0
L2	34,5	34,5	33,0	34,5	35,5
L3	34,0	34,5	33,0	34,0	35,5
L4	34,5	33,0	34,5	33,0	35,5
L5	33,0	34,5	33,5	35,0	35,5
Média	33,8	34,1	33,9	33,7	35,4
U	1,0	0,9	1,4	1,5	0,7
k	2,11	2,06	2,62	2,31	1,96

**APÊNDICE D.3 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC
TTB1 e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm**

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP31	CP41
L1	37,0	36,5	36,5	36,5	36,0	37,5
L2	36,0	37,0	37,5	37,5	37,5	37,0
L3	36,5	37,0	36,5	37,0	36,5	37,5
L4	36,5	37,5	37,5	37,5	37,5	36,5
L5	36,5	37,0	37,0	37,5	37,5	36,5
Média	36,5	37,0	37,0	37,2	37,0	37,0
U	0,8	0,8	0,8	0,8	1,0	0,8
k	1,98	1,98	2,01	2,00	2,09	2,01

**APÊNDICE D.4 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC
TTB1 e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm**

	CP1	CP2	CP5
L1	36,5	36,5	37,5
L2	37,5	37,5	37,5
L3	37,5	37,0	36,5
L4	36,5	37,0	37,0
L5	37,5	37,5	37,0
Média	37,1	37,1	37,1
U	0,9	0,8	0,8
k	2,03	1,99	1,99

**APÊNDICE D.5 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 37 HRC
TTB2 e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm**

	CP1	CP2	CP3
L1	37,5	37,0	37,0
L2	38,0	37,0	38,0
L3	38,5	38,0	38,0
L4	38,5	37,0	37,0
L5	37,0	37,0	37,5
Média	37,9	37,2	37,5
U	0,9	0,8	0,8
k	2,06	2,00	2,01

**APÊNDICE D.6 - Dureza Rockwell C para corpos de prova de dureza 40 HRC
TTC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm**

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6
L1	41,0	40,0	40,0	41,5	40,0	41,0
L2	42,0	39,5	41,0	41,0	40,5	40,5
L3	41,0	39,5	41,0	39,5	40,5	41,0
L4	42,5	39,0	40,0	39,5	41,5	41,0
L5	41,5	39,0	41,0	40,0	40,0	41,0
Média	41,6	39,4	40,6	40,3	40,5	40,9
U	0,9	0,8	0,9	1,2	0,9	0,7
k	2,06	1,99	2,03	2,18	2,05	1,96

APÊNDICE E.1 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	59,908	0,0003	1,960	0,002
b	9,961	0,0010	1,960	0,001
h	6,448	0,0010	2,090	0,003
CP2				
L	59,908	0,0001	1,960	0,002
b	9,994	0,0001	1,960	0,001
h	6,457	0,0030	3,180	0,006
CP3				
L	60,158	0,0001	1,960	0,002
b	10,254	0,0001	1,960	0,001
h	6,451	0,0030	3,180	0,007
CP4				
L	59,878	0,0002	1,960	0,002
b	9,983	0,0001	1,960	0,001
h	6,437	0,0030	2,780	0,005
CP5				
L	60,190	0,0002	1,960	0,002
b	10,009	0,0001	1,960	0,001
h	6,474	0,0060	4,300	0,015

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,0486	0,0001	1,99	0,0014
	SI	0,0638	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0181	0,0001	1,97	0,0014
Perpendicularidade	SD	0,0133	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0075	0,0009	2,45	0,0024
	SF	0,1554	0,0000	2,16	0,0018
	ID	0,0894	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,0654	0,0008	4,30	0,0071
	IF	0,1232	0,0001	2,13	0,0018
CP2					
Paralelismo	ED	0,0740	0,0003	1,98	0,0014
	SI	0,0513	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0128	0,0001	3,18	0,0043
Perpendicularidade	SD	0,0156	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0238	0,0002	2,03	0,0015
	SF	0,0232	0,0001	2,36	0,0022

	ID	0,0182	0,0007	1,98	0,0014
	IE	0,0398	0,0004	2,45	0,0025
	IF	0,0298	0,0001	2,20	0,0019
CP3					
Paralelismo	ED	0,0726	0,0001	1,96	0,0013
	SI	0,0370	0,0000	1,96	0,0013
	FT	0,0102	0,0002	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0243	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0781	0,0004	1,96	0,0013
	SF	0,0139	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,0375	0,0002	2,04	0,0015
	IE	0,1469	0,0010	1,97	0,0014
CP4					
Paralelismo	ED	0,1175	0,0006	1,98	0,0014
	SI	0,0323	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0253	0,0003	2,02	0,0015
Perpendicularidade	SD	0,0267	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0267	0,0001	2,31	0,0021
	SF	0,0900	0,0003	2,16	0,0018
	ID	0,0129	0,0006	1,96	0,0013
	IE	0,0108	0,0012	4,30	0,0068
	IF	0,1031	0,0004	2,14	0,0018
CP5					
Paralelismo	ED	0,0711	0,0004	1,97	0,0014
	SI	0,0957	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0462	0,0002	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0198	0,0002	2,09	0,0017
	SE	0,0113	0,0002	2,78	0,0031
	SF	0,0651	0,0003	1,97	0,0014
	ID	0,0155	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,0429	0,0008	2,78	0,0032
	IF	0,1405	0,0003	1,96	0,0013

APÊNDICE E.2 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 34 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	59,894	0,0001	1,96	0,0015
b	10,264	0,0001	1,96	0,0013
h	6,471	0,0020	2,45	0,0040
CP2				
L	59,914	0,0002	1,96	0,0015
b	10,011	0,0001	1,96	0,0013
h	6,487	0,0030	2,78	0,0050
CP4				
L	60,185	0,0001	1,96	0,0015
b	10,336	0,0001	1,96	0,0013
h	6,344	0,0020	2,45	0,0040

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U 95 % [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,018766667	0,0002	1,96	0,0013
	SI	0,0152	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0397	0,0007	2,06	0,0016
	SD	0,0395	0,0005	1,99	0,0015
	SE	0,0604	0,0005	1,98	0,0014
	SF	0,0312	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,0850	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,1275	0,0005	1,98	0,0014
	IF	0,0272	0,0001	1,96	0,0013
CP2					
Paralelismo	ED	0,0312	0,0002	1,96	0,0013
	SI	0,1081	0,0119	4,30	0,0296
	FT	0,0235	0,0000	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,1137	0,0105	4,30	0,0263
	SE	0,1104	0,0098	4,30	0,0245
	SF	0,1265	0,0119	4,30	0,0297
	ID	0,0616	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,0548	0,0014	2,57	0,0026
	IF	0,0258	0,0001	1,96	0,0013
CP4					
Paralelismo	ED	0,0490	0,0005	1,99	0,0013
	SI	0,0343	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0634	0,0001	1,96	0,0013

Perpendicularidade	SD	0,0585	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0185	0,0007	2,06	0,0016
	SF	0,1028	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,0718	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,0862	0,0015	2,78	0,0030
	IF	0,1073	0,0001	1,96	0,0014

APÊNDICE E.3 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	59,902	0,0007	2,030	0,002
b	9,986	0,0002	1,960	0,001
h	6,386	0,0030	2,780	0,005
CP2				
L	59,822	0,0004	1,960	0,002
b	9,959	0,0001	1,960	0,001
h	6,445	0,0050	4,300	0,012
CP3				
L	59,909	0,0001	1,960	0,002
b	9,941	0,0001	1,960	0,001
h	6,453	0,0020	2,450	0,004
CP4				
L	59,927	0,0004	1,960	0,002
b	10,287	0,0002	1,960	0,001
h	6,482	0,0020	2,450	0,004
CP31				
L	59,858	0,0002	1,960	0,002
b	10,295	0,0001	1,960	0,001
h	6,510	0,0030	3,180	0,007
CP41				
L	59,872	0,0001	1,960	0,002
b	9,872	0,0001	1,960	0,001
h	6,807	0,0030	3,180	0,007

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,0347	0,0005	1,99	0,0014
	SI	0,0548	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0466	0,0004	1,97	0,0014
Perpendicularidade	SD	0,0467	0,0002	1,96	0,0013
	SE	0,0700	0,0013	2,45	0,0024
	SF	0,0615	0,0009	2,16	0,0018
	ID	0,0155	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,0395	0,0026	4,30	0,0071
	IF	0,0637	0,0009	2,13	0,0018
CP2					
Paralelismo	ED	0,0244	0,0004	1,98	0,0014
	SI	0,0575	0,0000	1,96	0,0013

	FT	0,0571	0,0020	3,18	0,0043
Perpendicularidade	SD	0,0814	0,0003	1,96	0,0013
	SE	0,0745	0,0006	2,03	0,0015
	SF	0,0779	0,0012	2,36	0,0022
	ID	0,0649	0,0005	1,98	0,0014
	IE	0,0511	0,0013	2,45	0,0025
	IF	0,0645	0,0010	2,20	0,0019
CP3					
Paralelismo	ED	0,0419	0,0001	1,96	0,0013
	SI	0,0474	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0969	0,0002	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0653	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0084	0,0002	1,96	0,0013
	SF	0,1689	0,0003	1,96	0,0013
	ID	0,1797	0,0001	2,04	0,0015
	IE	0,0511	0,0004	1,97	0,0014
	IF	0,1855	0,0004	1,97	0,0014
CP4					
Paralelismo	ED	0,0597	0,0005	1,98	0,0014
	SI	0,1394	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,1640	0,0006	2,02	0,0015
Perpendicularidade	SD	0,0445	0,0002	1,96	0,0013
	SE	0,0623	0,0011	2,31	0,0021
	SF	0,0501	0,0009	2,16	0,0018
	ID	0,1920	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,3913	0,0025	4,30	0,0068
	IF	0,0554	0,0009	2,14	0,0018
CP31					
Paralelismo	ED	0,0230	0,0003	1,97	0,0014
	SI	0,0676	0,0009	1,96	0,0013
	FT	0,0282	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0619	0,0008	2,09	0,0017
	SE	0,0442	0,0016	2,78	0,0031
	SF	0,0386	0,0004	1,97	0,0014
	ID	0,0171	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,0532	0,0016	2,78	0,0032
	IF	0,0360	0,0002	1,96	0,0013
CP41					
Paralelismo	ED	0,0384	0,0009	1,97	0,0014
	SI	0,0140	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0351	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0275	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0825	0,0011	2,31	0,0210
	SF	0,0820	0,0003	1,96	0,0013

	ID	0,0399	0,0001	1,96	0,0013
	IE	0,1518	0,0024	3,18	0,0048
	IF	0,0866	0,0004	1,96	0,0014

APÊNDICE E.4 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 37 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	60,180	0,0002	1,96	0,002
b	10,445	0,0001	1,96	0,001
h	6,466	0,0030	3,18	0,006
CP2				
L	59,894	0,0003	1,96	0,002
b	10,419	0,0002	1,96	0,001
h	6,512	0,0030	2,78	0,005
CP3				
L	60,184	0,0030	1,96	0,002
b	10,003	0,0001	1,96	0,001
h	6,445	0,0030	2,78	0,005

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,0171	0,0001	1,96	0,0013
	SI	0,0250	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0345	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0092	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0142	0,0006	2,00	0,0015
	SF	0,0339	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,0306	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,0202	0,0012	2,36	0,0022
	IF	0,0362	0,0001	1,96	0,0013
CP2					
Paralelismo	ED	0,0256	0,0007	2,04	0,0016
	SI	0,0370	0,0004	1,97	0,0014
	FT	0,0318	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0153	0,0004	1,98	0,0014
	SE	0,0191	0,0018	3,18	0,0039
	SF	0,0196	0,0015	2,57	0,0028
	ID	0,0763	0,0012	2,36	0,0023
	IE	0,0839	0,0025	4,30	0,0069
	IF	0,0178	0,0001	1,96	0,0013
CP3					
Paralelismo	ED	0,0299	0,0006	2,03	0,0015
	SI	0,0682	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0238	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0211	0,0001	1,96	0,0013

	SE	0,0088	0,0008	2,10	0,0017
	SF	0,0078	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,1463	0,0001	1,96	0,0013
	IE	0,1109	0,0017	2,77	0,0330
	IF	0,0123	0,0001	1,96	0,0013

APÊNDICE E.5 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 80 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	60,141	0,0002	1,96	0,002
b	9,877	0,0001	1,96	0,001
h	6,203	0,0090	4,30	0,022
CP2				
L	60,137	0,0001	1,96	0,002
b	9,996	0,0002	1,96	0,001
h	6,757	0,0090	4,30	0,024
CP3				
L	59,868	0,0001	1,96	0,002
b	9,860	0,0010	1,96	0,001
h	6,547	0,0020	2,23	0,003
CP4				
L	59,864	0,0001	1,96	0,002
b	10,395	0,0001	1,96	0,001
h	6,414	0,0030	3,18	0,006
CP5				
L	59,890	0,0001	1,96	0,002
b	10,932	0,0001	1,96	0,001
h	6,354	0,0050	4,30	0,013

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U 95 % [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,0678	0,0002	1,99	0,0014
	SI	0,0651	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0248	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0448	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0518	0,0003	2,45	0,0015
	SF	0,1203	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,0033	0,0001	1,96	0,0014
	IE	0,0174	0,0009	2,13	0,0018
	IF	0,0943	0,0001	1,96	0,0013
CP2					
Paralelismo	ED	0,0576	0,0004	1,98	0,0014
	SI	0,0515	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0283	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0149	0,0002	1,96	0,0013
	SE	0,0160	0,0005	1,98	0,0014

	SF	0,0479	0,0002	1,96	0,0013
	ID	0,0592	0,0001	1,98	0,0014
	IE	0,0613	0,0009	2,18	0,0019
	IF	0,0847	0,0002	1,96	0,0013
CP3					
Paralelismo	ED	0,0922	0,0004	1,96	0,0013
	SI	0,1776	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0912	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0373	0,0006	1,96	0,0013
	SE	0,0386	0,0006	1,96	0,0013
	SF	0,1431	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,1663	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,1823	0,0013	1,97	0,0014
	IF	0,1047	0,0002	1,97	0,0014
CP4					
Paralelismo	ED	0,0353	0,0003	1,98	0,0014
	SI	0,0158	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0210	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0367	0,0004	1,96	0,0013
	SE	0,0612	0,0009	2,14	0,0018
	SF	0,0288	0,0005	1,99	0,0014
	ID	0,0607	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,1105	0,0012	2,36	0,0023
	IF	0,0256	0,0002	2,14	0,0018
CP5					
Paralelismo	ED	0,0445	0,0008	1,97	0,0014
	SI	0,0150	0,0002	1,96	0,0013
	FT	0,0361	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0195	0,0008	2,12	0,0017
	SE	0,0581	0,0022	3,18	0,0045
	SF	0,0097	0,0010	1,97	0,0014
	ID	0,0419	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,1205	0,0032	2,53	0,0084
	IF	0,0064	0,0001	1,96	0,0013
CP6					
Paralelismo	ED	0,0651	0,0002	1,97	0,0014
	SI	0,0292	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0439	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0213	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0222	0,0007	2,03	0,0015
	SF	0,0795	0,0003	1,96	0,0013
	ID	0,0381	0,0003	1,96	0,0013
	IE	0,0400	0,0012	2,36	0,0023
	IF	0,1045	0,0001	1,96	0,0014

APÊNDICE E.6 - Dimensões e tolerâncias para corpos de prova de dureza 40 HRC e raio de arredondamento do entalhe de 250 µm

	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U (95 %) [mm]
CP1				
L	62,290	0,0002	1,96	0,002
b	9,921	0,0001	1,96	0,001
h	6,494	0,0040	4,03	0,007
CP2				
L	60,835	0,0001	1,96	0,002
b	9,870	0,0001	1,96	0,001
h	6,418	0,0010	2,23	0,003
CP3				
L	61,213	0,0001	1,96	0,002
b	10,005	0,0001	1,96	0,001
h	6,796	0,0030	2,78	0,005
CP4				
L	60,190	0,0002	1,96	0,002
b	10,007	0,0001	1,96	0,001
h	6,391	0,0010	2,09	0,003

	Faces	Média [mm]	Desvio Padrão	k	U 95 % [mm]
CP1					
Paralelismo	ED	0,0678	0,0002	1,99	0,0014
	SI	0,0651	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0248	0,0001	1,97	0,0015
Perpendicularidade	SD	0,0448	0,0001	1,96	0,0013
	SE	0,0518	0,0003	2,45	0,0015
	SF	0,1203	0,0001	2,16	0,0023
	ID	0,0033	0,0001	1,96	0,0014
	IE	0,0174	0,0009	4,30	0,0024
	IF	0,0943	0,0001	2,13	0,0019
CP2					
Paralelismo	ED	0,0576	0,0004	1,98	0,0014
	SI	0,0515	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0283	0,0001	3,18	0,0014
Perpendicularidade	SD	0,0149	0,0002	1,96	0,0013
	SE	0,0160	0,0005	2,03	0,0015
	SF	0,0479	0,0002	2,36	0,0022
	ID	0,0592	0,0001	1,98	0,0014
	IE	0,0613	0,0009	2,45	0,0025
	IF	0,0847	0,0002	2,20	0,0019

CP3					
Paralelismo	ED	0,0922	0,0004	1,96	0,0013
	SI	0,1776	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0912	0,0001	1,96	0,0013
Perpendicularidade	SD	0,0373	0,0006	1,96	0,0013
	SE	0,0386	0,0006	1,96	0,0013
	SF	0,1431	0,0001	1,96	0,0013
	ID	0,1663	0,0002	2,04	0,0015
	IE	0,1823	0,0013	2,45	0,0024
	IF	0,1047	0,0002	1,96	0,0013
CP4					
Paralelismo	ED	0,0353	0,0003	1,96	0,0014
	SI	0,0158	0,0001	1,96	0,0013
	FT	0,0210	0,0001	2,02	0,0015
Perpendicularidade	SD	0,0367	0,0004	1,96	0,0013
	SE	0,0612	0,0009	2,31	0,0021
	SF	0,0288	0,0005	2,16	0,0018
	ID	0,0607	0,0002	1,96	0,0013
	IE	0,1105	0,0012	4,30	0,0068
	IF	0,0256	0,0002	2,14	0,0018

APÊNDICE F.1 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico A (34 HRC)

	Módulo de elasticidade [GPa]	Limite de escoamento [MPa]	Limite de resistência à tração [MPa]	Deformação máxima à tração [%]
1	201,5896	832,4733	1185,7861	31,0038
2	207,0458	852,9105	1203,2286	29,5185
3	199,0615	856,4843	1212,8014	30,7580
Média	202,5657	847,2894	1200,6054	30,4267
Desvio padrão	4,0807	12,9550	13,6973	0,7961

APÊNDICE F.2 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico B1 (37 HRC)

	Módulo de elasticidade [GPa]	Limite de escoamento [MPa]	Limite de resistência à tração [MPa]	Deformação máxima à tração [%]
1	197,1290	935,4361	1239,6135	28,9073
2	208,1161	936,2553	1245,2997	28,4281
3	204,5423	921,5329	1226,6024	32,1450
Média	203,2625	931,0748	1237,1719	29,8268
Desvio padrão	5,6042	8,2737	9,5848	2,0218

APÊNDICE F.3 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico B2 (37 HRC)

	Módulo de elasticidade [GPa]	Limite de escoamento [MPa]	Limite de resistência à tração [MPa]	Deformação máxima à tração [%]
1	206,6934	946,2120	1240,5640	29,5376
2	209,5488	940,7584	1241,6345	28,0425
3	208,8764	948,0710	1249,2906	28,5057
Média	208,3729	945,0138	1243,8297	28,6953
Desvio padrão	1,4928	3,8007	4,7595	0,7654

APÊNDICE F.4 - Resultados dos ensaios de tração do material resultante do tratamento térmico C (40 HRC)

	Módulo de elasticidade [GPa]	Limite de escoamento [MPa]	Limite de resistência à tração [MPa]	Deformação máxima à tração [%]
1	207,2496	1129,6181	1317,8380	17,9152
2	210,3352	1144,0454	1329,9463	22,1006
3	210,8671	1114,7303	1319,4943	17,3186
Média	209,4840	1129,4646	1322,4262	19,1115
Desvio padrão	1,9532	14,6581	6,5650	2,6058