# **GUILHERME FREITAS MELO**

# TENACIDADE À FRATURA E FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO DE AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2019

# **GUILHERME FREITAS MELO**

## TENACIDADE À FRATURA E FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO DE AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA

**Dissertação** apresentada ao Programa de Pósgraduação 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 Domingues Franco

UBERLÂNDIA – MG 2019

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

M528t 2019	Melo, Guilherme Freitas, 1992- Tenacidade à fratura e fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga [recurso eletrônico] / Guilherme Freitas Melo 2019.
	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.2019.54 Inclui bibliografia. Inclui ilustrações.
	<ol> <li>Engenharia mecânica.</li> <li>Aço - Fragilização por hidrogênio.</li> <li>Materiais - Processos de fabricação.</li> <li>Aço de alta resistência.</li> <li>Ligas de aço.</li> <li>Franco, Sinésio Domingues, 1962-, (Orient.).</li> <li>Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.</li> </ol>
	CDU: 621

SEI/UFU - 1282175 - Ata de Defesa



#### ATA DE DEFESA

Programa de Pós- Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	Dissertação de Mestrado Acadêmico,	nº 543 / COPEM			
Data:	vinte e nove de maio de dois mil e dezenove	Hora de início:	08:30	Hora de encerramento:	[11:00]
Matrícula do Discente:	11712EMC004				
Nome do Discente:	Guilherme Freitas Melo				
Título do Trabalho:	Tenacidade à Fratura e Fragilização po	r Hidrogênio de Aços de Al	ta Resistência e	Baixa Liga	
Área de concentração:	Materiais e Processos de Fabricação				
Linha de pesquisa:	Tribologia e Materiais				
Projeto de Pesquisa de vinculação:					

Reuniu-se na Sala de Reuniões do Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste - Bloco 5F, Campus Santa Mônica, da Universidade Federal de Uberlândia, a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, assim composta: Professores Doutores: Sonia A. Goulart Oliveira - FEMEC/UFU; Marcelo Torres Piza Paes - Petrobras; Waldek Wladimir Bose Filho - USP/São Carlos; Sinésio Domingues Franco - FEMEC/UFU, orientador(a) do(a) candidato(a).

Iniciando os trabalhos o(a) presidente da mesa, Dr(a). Sinésio Domingues Franco, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato(a), agradeceu a presença do público, e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

A seguir o senhor(a) presidente concedeu a palavra, pela ordem sucessivamente, aos(às) examinadores(as), que passaram a arguir o(a) candidato(a). Ultimada a arguição, que se desenvolveu dentro dos termos regimentais, a Banca, em sessão secreta, atribuiu o resultado final, considerando o(a) candidato(a):

#### Aprovado.

Esta defesa faz parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre.

O competente diploma será expedido após cumprimento dos demais requisitos, conforme as normas do Programa, a legislação pertinente e a regulamentação interna da UFU.

Nada mais havendo a tratar foram encerrados os trabalhos. Foi lavrada a presente ata que após lida e achada conforme foi assinada pela Banca Examinadora.

seil assinatura eletrônica	Documento assinado eletronicamente por <b>Sinesio Domingues Franco, Professor(a) do Magistério Superior</b> , em 29/05/2019, às 10:59, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015</u> .
seil assinatura eletrônica	Documento assinado eletronicamente por <b>Sonia Aparecida Goulart de Oliveira</b> , <b>Professor(a) do Magistério Superior</b> , em 29/05/2019, às 11:03, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro</u> de 2015.
seil assinatura eletrônica	Documento assinado eletronicamente por <b>Marcelo Torres Piza Paes, Usuário Externo</b> , em 29/05/2019, às 11:13, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015</u> .
seil assinatura eletrônica	Documento assinado eletronicamente por <b>Waldek Wladimir Bose Filho, Usuário Externo</b> , em 29/05/2019, às 15:03, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015</u> .
	A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?</u> acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador <b>1282175</b> e o código CRC <b>BB562E7B</b> .

Referência: Processo nº 23117.046131/2019-40

SEI nº 1282175

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus pela oportunidade e pela força em concretizar este trabalho. Ainda, meus sinceros agradecimentos a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para a sua realização, em especial:

 Aos meus pais Dinovan F. Barbosa e Nilza de Melo Freitas, à minha irmã Mariane F.
 Melo, à minha namorada Stefany G. Aristimunho e a todo o restante da minha família pelo apoio incondicional;

• Ao professor Sinésio D. Franco pelo acolhimento, pela orientação e pelo amplo acompanhamento do trabalho;

• Ao professor Waldek W. B. Filho e à professora Sônia A. G. de Oliveira pelos excelentes conselhos teóricos, pelo auxílio e pelo acompanhamento durante todo o trabalho;

• À professora Rosenda V. Arencibia e ao professor Rafael Ariza Gonçalves pelas contribuições na parte metrológica e metalúrgica, respectivamente;

• Ao engenheiro Henry Fong Hwang pelos conselhos, pelo incentivo, pelo apoio e pelo acompanhamento em toda essa jornada;

• Ao Eng. Daniel Correia Freire Ferreira e ao Eng. Marcelo Torres Piza Paes (PETROBRAS) pelo compartilhamento de conhecimentos e por fornecer subsídios teóricos para a realização deste trabalho;

• Aos engenheiros Raphael R. Pires e Rodrigo Freitas da Silva Alvarenga pelo apoio técnico em equipamentos e dispositivos necessários para a concretização dos experimentos;

• Ao aluno de pós-graduação Luiz Fernando Maia pela ajuda e parceria em grande parte dos experimentos relativos à caracterização dos materiais utilizados neste trabalho;

 Aos alunos de pós-graduação Guilherme Antonelli Martiniano, José Eduardo Silveira Leal e Danilo E. F. Souza pela amizade, pelo apoio e pela disposição em ajudar em experimentos que demandaram conhecimentos específicos;

 Aos alunos de pós-graduação Edja landeyara F. Moura, Frederico Costa Souza, Marlos Pedro Rodrigues, Bruno Guilherme Ferreira e Guilherme Bernardes Rodrigues pela amizade e pelo apoio;

• Aos alunos de iniciação científica do LTAD que contribuíram direta ou indiretamente para o trabalho;

 Aos técnicos do Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD) Paulo Victor Cardoso, Ângela Maria Andrade, Afrânio Vieira, Joyce Antunes, Sandra Aparecida e Thais Lopes pela grande ajuda em diversas etapas deste trabalho;

À Universidade Federal de Uberlândia e à Faculdade de Engenharia Mecânica pela

oportunidade de realizar o Curso de Mestrado Acadêmico em Engenharia Mecânica;

• À CAPES pela bolsa concedida;

• À PETROBRAS e aos engenheiros envolvidos pelo acompanhamento e pelas sugestões para a melhoria do trabalho.

MELO, G. F. **Tenacidade à fratura e fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga**. 2019. 184 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

#### Resumo

Os aços de alta resistência e baixa liga são comumente empregados em diversos equipamentos e estruturas marítimas no setor de óleo e gás. Grande parte dos componentes e estruturas submarinas são submetidos à proteção catódica com o intuito de mitigar a sua corrosão em serviço, possibilitando a ocorrência do fenômeno denominado genericamente de fragilização por hidrogênio (FH). Nesta situação, para estes tipos de aplicação, deve-se avaliar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH) dos materiais. A viga dupla em balanço (DCB), por não depender de equipamentos complexos e pela possibilidade de se ensaiar vários corpos de prova ao mesmo tempo, é uma alternativa para determinação do fator de intensidade de tensão limiar ( $K_{TH}$ ), o qual é extremamente importante para a especificação de materiais para estas aplicações. Este ensaio está diretamente relacionado à Mecânica da Fratura e à FH, visto que após um determinado período de incubação, a tensão aplicada no entalhe do corpo de prova é responsável por nuclear uma trinca na raiz do entalhe e, em controle de deslocamento, propagá-la até que a taxa de propagação seja aproximadamente nula e, portanto, o valor do fator de intensidade de tensão aplicado (K<sub>AP</sub>) atinja K<sub>TH</sub>. Neste trabalho, ensaiaram-se dois aços (C e F) ao ar, obtendo-se as curvas J-R, com a obtenção de K<sub>JIC</sub>, mostrando que o valor deste parâmetro para o aço F é 49 % maior que para o aço C. Foi observado também que, nos ensaios DCB com proteção catódica a -1,2 V<sub>Aq/AqCI</sub>, o K<sub>TH</sub> médio foi de 29,59 MPa.m<sup>0,5</sup> para o aço C. Entretanto, para o caso do aço F, as condições do ensaio, não propiciaram a nucleação e crescimento sustentável de trinca, sendo observadas a existência de múltiplas trincas com comprimento inferior a 2,5 mm. Assim, para avaliação da susceptibilidade dos dois aços foram realizados ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM) e verificou-se a SFH do aço F por esse método, indicando que os ensaios DCB para esse material devem ser realizados em condições de tempos maiores, com recirculação forçada da solução aquosa, controle de pH e temperatura.

Palavras Chave: Fragilização por hidrogênio.  $K_{TH}$ . Tenacidade à fratura. Double Cantilever Beam. Carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio.

MELO, G. F. Fracture toughness and hydrogen embrittlement of high strength low alloy steels. 2019. 184 f. M. Sc. Dissertation, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

#### Abstract

High strength low alloys steels are commonly used in a variety of equipment and structures in the offshore oil and gas sector. Subsea components and structures are subject to cathodic protection in order to mitigate their corrosion in service, allowing the occurrence of a process called hydrogen embrittlement (HE). In such scenario, the susceptibility to hydrogen embrittlement (SHE) of the materials must be evaluated. By not depending on complex equipment together with the possibility of testing several specimens at the same time, the Double Cantilever Beam (DCB) is an alternative for determining the threshold stress intensity factor (K<sub>TH</sub>), which is extremely important for the specification of materials for these applications. This test is directly related to Fracture Mechanics and HE. Therefore, after an incubation period, a force applied on the specimen is responsible for nucleating a crack at the root of the notch in a displacement control, made propagating it until the crack propagation rate is approximately zero and therefore, the value of the applied stress intensity factor ( $K_{AP}$ ) reaches  $K_{TH}$ . In this work, two steels (C and F) were tested in air, obtaining the curves J-R with  $K_{JIC}$  as well, showing that steel F has its value around 49 % higher than steel C. It was also observed that in the testing DCB with cathodic protection at -1.2 V<sub>Ag/AgCI</sub>, the average K<sub>TH</sub> was 29.59 MPa.m<sup>0.5</sup> for the C steel. However, for the case of the steel F, the test conditions did not provide a nucleation and a sustainable crack growth, resulting in multiple cracks of less than 2.5 mm in length. Therefore, to evaluate the susceptibility of the two steels, new tests were carried out Rising Step Load (RSL), and it was verified the SHE of the F steel by this method, indicating that the DCB tests for this material should be performed in conditions of longer times with forced aqueous media recirculation, pH control and temperature.

*Keywords:* Hydrogen embrittlement. Fracture toughness. K<sub>TH</sub>. Double Cantilever Beam. Rising Step Loading.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Ensaio de impacto Charpy-V realizado no aço AISI 4140: convencional e tratado com cálcio em função do teor de enxofre (HOLAPPA; HELLE, 1995)
Figura 2.2 - Combinação dos três fatores necessários para que ocorra TAM: material suscetível, meio agressivo e tensões (adaptado de FERREIRA, 2017)
Figura 2.3 - Interação entre o hidrogênio e a microestrutura do material: A) Solução sólida, B) Par hidrogênio e soluto, C) Em discordâncias, D) Nos contornos de grãos, E) Interface entre matriz e partícula, F) H <sub>2</sub> presente nos vazios (THOMPSON, 1980)
Figura 2.4 - Efeito do tamanho do GAP no tempo para ocorrer a falha do aço UNI 40NiCrMo7 (adaptado de QUADRINI, 1986)
Figura 2.5 - Efeito do ambiente na ductilidade de um aço com 3 % Si (adaptado de BERNSTEIN, 1969)
Figura 2.6 - Concentrações subsuperficiais de hidrogênio obtidas em ensaios para diferentes potenciais catódicos em água do mar estéril e em água do mar com bactérias redutoras de sulfato (BRS), que geram H <sub>2</sub> S (adaptado de ROBINSON; KILGALLON, 1994)
Figura 2.7 - Extremidade de uma trinca com deformação plástica, resultando em um deslocamento finito ( $\delta$ ) (adaptado de ANDERSON, 2005)
Figura 2.8 - Contorno arbitrário ao redor da ponta de uma trinca usado para o cálculo da Integral J (ZHU; JOYCE, 2012)
Figura 2.9 - Gráfico obtido pelo método de flexibilidade elástica ao descarregamento utilizado para o monitoramento do crescimento da trinca (ANDERSON, 2005)
Figura 2.10 - Crescimento de uma trinca dúctil com a formação de lábios de cisalhamento e tunelamento de trinca (ANDERSON, 2005)
Figura 2.11 - Direções possíveis para a retirada dos corpos de prova. a) Seção retangular; b) Seção cilíndrica (adaptado de ANDERSON, 2005)
Figura 2.12 - Desenho esquemático do carregamento para os corpos de provas de tenacidade à fratura dos tipos: a) C(T); b) SE(B) (GUIMARÃES, 2001)
Figura 2.13 - Desenho esquemático de um corpo de prova C(T) com entalhe lateral (Anderson, 2005)
Figura 2.14 - Dispositivo de teste. a) Garra, corpo de prova e pinos; b) Extensômetro (adaptado de ANDERSON, 2005)

Figura 2.15 - Pré-trinca por fadiga na ponta do entalhe usinado (adaptado de ANDERSON, 2005)
Figura 2.16 - Redução da resistência em função da severidade do entalhe para os aços ASTM A-302 e ASTM A-517 (WALTER; CHANDLER, 1971)18
Figura 2.17 - Corpo de prova DCB carregado por uma cunha (XIE et. al, 1999)19
Figura 2.18 - Variação do fator de intensidade de tensão (K) e da taxa de propagação da trinca (da/dt) durante um ensaio DCB (adaptado de SZKLARZ, 2001)20
Figura 2.19 - Relação entre o valor de K <sub>AP</sub> e o tempo de ensaio para os aços a) DOT 3T e b) SA372 grade J (adaptado de NIBUR et al., 2010, 2013)22
Figura 2.20 - Tipos e dimensões dos entalhes especificados na norma NACE TM0177 (NACE, 2005) (adaptado de FERREIRA, 2017)23
Figura 2.21 - Curva de lift-off típica com aumento de escala na região de transição (adaptado de HEADY, 1977)25
Figura 2.22 - Resultados de K <sub>ISSC</sub> de um aço C-90 obtidos em função do deslocamento inicial aplicado (FERREIRA, 2017)26
Figura 2.23 - Variação de K com o tamanho de trinca para diferentes deslocamentos iniciais, levando a diferentes tamanhos de trincas finais para um K <sub>ISSC</sub> de 35 MPa.m <sup>0,5</sup> (FERREIRA, 2017)
Figura 2.24 - Relação entre a carga (Ρ) e o tamanho de trinca (a) para diferentes deslocamentos do braço (δ) (FERREIRA, 2017)28
Figura 2.25 - Corpos de prova testados com diferentes espessuras de cunhas após ensaio e abertura (adaptado de SPONSELLER, 1992)29
Figura 2.26 - Resultados de K <sub>ISSC</sub> em função do deslocamento inicial aplicado (medido) (FERREIRA, 2017)
Figura 2.27 - Obtenção de K <sub>LIMITE</sub> a partir dos valores de K <sub>ISSC</sub> versus K <sub>AP</sub> e a regressão linear até a sua interceptação com a reta identidade (adaptado de ERNST et al., 2004)
Figura 2.28 - Cálculo de K <sub>LIMITE</sub> a partir de ensaios em triplicata em três deslocamentos iniciais (SZKLARZ, 2011)
Figura 2.29 - Exemplo da diferença no K <sub>LIMITE</sub> obtido a partir de valores de K <sub>AP</sub> calculados com o deslocamento inicial medido ou deslocamento final calculado (adaptado de SZKLARZ, 2009)

Figura 2.30 - Diferença entre os valores de deslocamento final calculado e deslocamento inicial medido em função do deslocamento previsto (adaptado de SZKLARZ, 2009)
Figura 2.31 - Carga de lift-off versus Carga de cunha (adaptado de SZKLARZ, 2008) 32
Figura 2.32 - Exemplo de gráfico para a verificação da qualidade do ensaio (adaptado de NACE TM0177, 2016)
Figura 3.1 - Dutos utilizados para as análises com destaque nas regiões de interesse de retirada dos corpos de prova (conectores)
Figura 3.2 - Imagem das inclusões contidas na microestrutura dos aços. a) aço C; b) aço F.
Figura 3.3 - Dimensões dos corpos de prova de seção circular usados nos ensaios de tração. 40
Figura 3.4 - Equipamento de ensaio de tração e extensômetro acoplado no corpo de prova. 40
Figura 3.5 - Desenho esquemático do corpo de prova a) vista ortogonal; b) marcações das faces laterais
Figura 3.6 - Montagem de um corpo de prova C(T) e do extensômetro nas garras e pinos do sistema Instron
Figura 3.7 - Principais dimensões do corpo de prova do tipo C(T) para ensaio $K_{\text{IC}}$ 43
Figura 3.8 - Principais dimensões do corpo de prova do tipo C(T) para ensaio $J_{IC}$ 45
Figura 3.9 - Desenho esquemático representando uma vista plana de um corpo de prova DCB carregado com uma cunha
Figura 3.10 - Planejamento dos ensaios DCB para os aços C e F
Figura 3.11 - Desenho esquemático do corpo de prova DCB e suas principais dimensões. 50
Figura 3.12 - Corpos de prova sendo retirados dos tubos51
Figura 3.13 - Desenho esquemático da cunha e suas principais dimensões52
Figura 3.14 - Desenho esquemático do contra eletrodos de grafite
Figura 3.15 - Desenho esquemático do suporte para a fixação dos corpos de prova54
Figura 3.16 - Esquema do sistema de saída de fluido da cuba55
Figura 3.17 - Vista em corte de três quartos do projeto da cuba para o ensaio DCB55
Figura 3.18 - Dispositivo puxador adaptado à cuba de ensaio DCB em meio assistido 56

Figura 3.19 - Projeto do sistema de fixação do corpo de prova de acordo com a norma ASTM E399 (ASTM, 2017); a) garra; b) pino
Figura 3.20 - Cuba adaptada a ensaios na máquina de tração58
Figura 3.21 - Vista em meio corte da montagem da cuba para ensaios em meio assistido no sistema Instron
Figura 3.22 - Desenho esquemático de polarização catódica em um meio salino59
Figura 3.23 - Montagem da cuba de teste para os ensaios preliminares; a) montagem completa; b) distribuição dos corpos de prova
Figura 3.24 - Desenho esquemático das condições de contorno e carregamento do modelo representando ¼ do corpo de prova DCB
Figura 3.25 - Modelo geométrico que representa ¼ do Corpo de prova DCB simetricamente dividido em dois planos
Figura 3.26 - Malha utilizada para a simulação por elementos finitos do corpo de prova DCB; a) vista geral; b) vista ampliada dos elementos refinados na região do entalhe
Figura 3.27 - Corpo de prova após 30 dias de ensaio para a obtenção da carga de cunha (P)
Figura 3.28 - Desenho esquemático do procedimento de medição dos corpos de prova DCB.
Figura 3.29 - Sistema de isolamento entre a máquina de tração e o fluido eletrolítico 68
Figura 3.30 - Montagem completa para o ensaio de controle de deslocamento69
Figura 3.31 - Desenho esquemático do corpo de prova para ensaio CPPAM conforme a norma ASTM F519 (ASTM, 2018)70
Figura 3.32 - Equipamento projetado por Martiniano (2016) para ensaios CPPAM70
Figura 4.1 - Microestrutura do aço C observada por microscopia ótica; ataque: Nital 2%74
Figura 4.2 - Microestrutura do aço F observada por microscopia ótica; ataque: Nital 2%75
Figura 4.3 - Análise microscópica do tamanho do GAP para os aços a) C e b) F76
Figura 4.4 - Imagens obtidas no MEV da seção longitudinal dos aços a) C e b) F78
Figura 4.5 - Imagem obtida em MEV e espectro de EDS da inclusão não metálica de sulfeto de manganês presente no aço C78
Figura 4.6 - Imagem de elétrons secundários e espectro de EDS de inclusões não metálicas presentes no aço F a) sulfeto de manganês (MnS); b) óxido de Al/Mg; MEV79

Figura 4.7 - Resultados de difração de raios-X para os aços a) C e b) F
Figura 4.8 - Perfis de dureza ao longo da espessura dos corpos de prova do a) aço C e81
Figura 4.9 - Curvas tensão-deformação obtidas no ensaio de tração para os aços C e F82
Figura 4.10 - Corpo de prova C(T) do aço C após o ensaio K <sub>IC</sub> ; a) face lateral do CP; b) exposição da trinca
Figura 4.11 - Corpo de prova C(T) do aço F após o ensaio K <sub>IC</sub> ; a) face lateral do CP; b) exposição da trinca
Figura 4.12 - Curvas de carregamento do aço C para o ensaio de determinação do $K_{IC}$ 84
Figura 4.13 - Superfície de fratura de um corpo de prova fabricado em aço C após o ensaio para obtenção da curva J-R
Figura 4.14 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova C <sub>1</sub>
Figura 4.15 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova $C_2$ 90
Figura 4.16 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova C <sub>3</sub> 90
Figura 4.17 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova $F_1$ 91
Figura 4.18 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova $F_2$ 91
Figura 4.19 - Curva J-R resultante do ensaios $J_{IC}$ para o aço C, corpo de prova $F_3$
Figura 4.20 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço C; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da extensão dúctil da trinca; c) Análise por EDS das inclusões de MnS
Figura 4.21 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço F; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da extensão dúctil da trinca; c) Análise por EDS da inclusão de MnS
Figura 4.22 - Corpo de prova DCB fabricado de acordo com a norma NACE TM0177 (NACE, 2005)
Figura 4.23 - Montagem completa da primeira cuba96
Figura 4.24 - Cuba para ensaios com controle de deslocamento no sistema Instron97
Figura 4.25 - Imagem da trinca propagada no corpo de prova do aço C após sete dias de ensaio sob proteção catódica
Figura 4.26 - Imagem ampliada da extremidade do entalhe após o ensaio de sete dias em meio assistido; a) aço C ( $\delta$ = 0,95 mm); b) aço F ( $\delta$ = 1,70 mm). As setas em (b) mostram a existência de ramificação na frente da trinca

Figura 4.27 - Distribuição da tensão máxima principal no entalhe do corpo de prova DCB, quando submetido a uma força de 50 N em um dos braços
Figura 4.28 - Distribuição típica da a) tensão máxima principal e b) deformação plástica equivalente ao simular corpos de prova DCB
Figura 4.29 - Tensão máxima principal obtida pela simulação por elementos finitos dos aços a) C e b) F
Figura 4.30 - Deformação plástica equivalente obtida na simulação por elementos finitos dos aços a) C e b) F. Nessa figura mostram-se também os valores máximos de DPE para os dois aços
Figura 4.31 - Exemplo de múltiplos trincamentos na extremidade do entalhe de um corpo de prova fabricado em aço F ( $\delta$ = 1,70 mm)
Figura 4.32 - Curvas de lift-off para o aço C e suas respectivas cargas P para δ igual 0,95 mm. 105
Figura 4.33 - Curvas de lift-off para o aço C e suas respectivas cargas P para δ igual 1,10 mm. 
Figura 4.34 - Curvas de lift-off para o aço C e suas respectivas cargas P para δ igual a 1,25 mm
Figura 4.35 - Fratura dos corpos de prova DCB expostas após o ensaio
Figura 4.36 - Relação entre a carga de cunha (P) e o comprimento da trinca final (a⊧) para o aço C108
Figura 4.37 - Valores médios de K <sub>TH</sub> em função do deslocamento do braço ( $\delta$ )109
Figura 4.38 - Gráfico para a estimativa de K <sub>LIMITE</sub> para o aço C após ensaios em triplicata para três valores de K <sub>AP</sub>
Figura 4.39 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço C; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da região de fratura frágil; c) Análise por EDS do sulfeto de manganês
Figura 4.40 - Gráfico com controle de deslocamento e monitoramento da carga obtido pelo sistema de ensaio Instron
Figura 4.41 - Curva obtido do ensaio de fratura rápida para a obtenção do P <sub>FFS</sub> 113
Figura 4.42 - Resultados dos ensaios de CPPAM realizados em corpos de prova fabricados em aço F e submetidos a um potencial catódico de -1,2 V <sub>Ag/AgCI</sub> ; a) aço C; b) aço F

# LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Deslocamentos do braço sugeridos em função do material e seu limite de	
escoamento (adaptado de NACE TM0177, 2005)2	1
Tabela 3.1 - Relação entre o deslocamento dos braços (δ) e K <sub>AP.</sub> 6	0
Tabela 3.2 - Valores de deslocamentos dos braços aplicados para o ensaio definitivo6	5
Tabela 4.1 - Análise química de carbono e enxofre por meio do processo de combustão7	2
Tabela 4.2 - Composição química dos aços C e F obtida por meio do equipamento GDS500A (% em peso)7	3
Tabela 4.3 - Limites, em porcentagem, dos elementos de liga dos aços AISI 4130 e AISI 4137 (METALS HANDBOOK, 1990)7	3
Tabela 4.4 - Quantificação de inclusões dos aços C e F em porcentagem de área7	7
Tabela 4.5 - Resultados dos ensaios de tração realizados no aço C, com o valor médio e o desvio padrão (DP) com confiabilidade de 95,45 %8	2
Tabela 4.6 - Resultados dos ensaios de tração realizados no aço F, com o valor médio e o desvio padrão (DP) com confiabilidade de 95,45 %8	2
Tabela 4.7 - Resultados do ensaio K <sub>IC</sub> para cada CP do aço C	5
Tabela 4.8 - Dados geométricos dos corpos de prova do aço C para validação do ensaio K <sub>ic</sub> 8	5. 5
Tabela 4.9 - Valores medidos da pré-trinca (a <sub>P</sub> ) e da trinca final (a <sub>F</sub> ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova C₁8	) 6
Tabela 4.10 - Valores medidos da pré-trinca ( $a_P$ ) e da trinca final ( $a_F$ ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova C <sub>2</sub> 8	7
Tabela 4.11 - Valores medidos da pré-trinca (a <sub>P</sub> ) e da trinca final (a <sub>F</sub> ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova C <sub>3</sub> 8	7
Tabela 4.12 - Valores medidos da pré-trinca (a⊵) e da trinca final (a⊧) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova F₁8	8
Tabela 4.13 - Valores medidos da pré-trinca (a <sub>P</sub> ) e da trinca final (a <sub>F</sub> ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova F <sub>2</sub> 8	8
Tabela 4.14 - Valores medidos da pré-trinca (aբ) e da trinca final (aբ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova F₃8	9

Tabela 4.15 - Valores geométrico e critério para a validação do ensaio J <sub>IC</sub>	92
Tabela 4.16 - Resultados de tenacidade à fratura ( $K_{\mbox{\scriptsize JIC}}$ ) para o aço C	93
Tabela 4.17 - Resultados de tenacidade à fratura ( $K_{\mbox{\scriptsize JIC}}$ ) para o aço F	93
Tabela 4.18 - Resultados dos ensaios preliminares de trincamento, em triplicata, após dias de exposição nas cubas de ensaio DCB com cunhas	sete 97
Tabela 4.19 - Parâmetros necessários para o cálculo de K <sub>t</sub>	100
Tabela 4.20 - Valores de TMP e DPE no ponto central do corpo de prova DCB, obtido simulação de elementos finitos para os aços C e F	s por 104
Tabela 4.21 - Valores dos valores da carga de lift-off corrigidos (P <sub>real</sub> )	107
Tabela 4.22 - Valores de K <sub>TH</sub> para o aço C	108
Tabela 4.23 - Quadro ANOVA para os resultados de $K_{TH}$	109
Tabela 4.24 - Resultados de força (Ρ <sub>TH</sub> ) e tensão limites (σ <sub>TH</sub> ) dos corpos de prova ( ensaiados com potencial catódico de -1,2 V <sub>Ag/AgCl</sub>	CPPAM

# LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

## Símbolos Latinos:

<b>a</b> <sub>0</sub>	Comprimento da trinca inicial
a <sub>F</sub>	Comprimento da trinca final do ensaio
ā <sub>F</sub>	Valor médio do comprimento da trinca final do ensaio
<b>a</b> <sub>P</sub>	Comprimento da pré-trinca
ā <sub>P</sub>	Valor médio do comprimento da pré-trinca
a <sub>t</sub>	Comprimento total da trinca
A <sub>CE</sub>	Área superficial submersa do contra eletrodo
A <sub>ET</sub>	Área superficial submersa do eletrodo de trabalho
В	Espessura do corpo de prova
Bn	Distância entre as raízes dos entalhes laterais do corpo de prova
D	Diâmetro do furo do corpo de prova
ds	Incremento ao longo do contorno.
E	Módulo de elasticidade
F	Distância do centro do furo (centro de aplicação de carga) à extremidade do braço do corpo de prova DCB
F <sub>A</sub>	Força aplicada no regime elástico
F <sub>E</sub>	Flexibilidade elástica
h	Meia altura do corpo de prova
J	Integral J
J <sub>IC</sub>	Parâmetro de tenacidade à fratura obtido pelo método da integral J
$J_{Q}$	Valor provisório de J <sub>IC</sub> a ser validado
K <sub>IC</sub>	Fator de intensidade de tensão crítico no modo l
KISSC	Fator de intensidade de tensão limiar para ensaios em meios contendo $H_2S$

K <sub>AP</sub>	Fator de intensidade de tensão crítico aplicado
K <sub>JIC</sub>	Fator de intensidade de tensão crítico no modo I obtido a partir do método da integral J
K <sub>LIMITE</sub>	Valor limite do fator de intensidade de tensão limiar
K <sub>MÁX</sub>	Fator de intensidade de tensão máximo
K <sub>MÍN</sub>	Fator de intensidade de tensão mínimo
K <sub>Q</sub>	Valor provisório de K <sub>IC</sub> a ser validado
K <sub>t</sub>	Fator de concentração de tensão
Ктн	Fator de intensidade de tensão limiar
K <sub>THi*</sub>	Valor mínimo do fator de intensidade de tensão crítico aplicado
L	Comprimento do corpo de prova
<b>P</b> <sub>MÁX</sub>	Carga máxima
P <sub>Q</sub>	Carga de retirada de cunha da curva Força versus Deslocamento
P <sub>TH</sub>	Carga limite invariante para ocorrer a fragilização por hidrogênio
S	Dimensão do entalhe maior do corpo de prova DCB
t	Espessura da cunha
t	Valor médio da espessura da cunha
U	Incerteza expandida
Ui	Componentes do vetor deslocamento
U <sub>VL</sub>	Incerteza padrão associada à variabilidade das leituras
W	Comprimento do corpo de prova C(T)
w	Energia de deformação por unidade de volume indeformado
Y	Distância entre o furo do corpo de prova e a raiz do entalhe de eletroerosão

## Símbolos Gregos:

ΔΚ	Variação do fator de intensidade de tensão
ΔΙ	Deslocamento
α	Ângulo do entalhe
δ	Deslocamento dos braços do corpo de prova DCB
δις	Abertura crítica na ponta da trinca
Δδ	Diferença entre os valores de deslocamentos final calculado e inicial medido
σ <sub>F</sub>	Média aritmética entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração
σ <sub>máx</sub>	Tensão máxima na região central do entalhe
σ <sub>n</sub>	Tensão nominal
συτ	Tensão limite de resistência à tração
σтн	Tensão limite do ensaio CPPAM
σγ	Tensão limite de escoamento
Г	Contorno arbitrário em torno da ponta da trinca

## Siglas e abreviaturas:

American Iron and Steel Institute
American Petroleum Institute
Alta Resistencia e Baixa Liga
American Society for Testing and Materials
Baixa Taxa de Deformação
Contra Eletrodo
Corpo de Prova
Carregamento em Patamares Progressivos Assistido pelo Meio
Crack Tip Opening Displacement
Double Cantilever Beam
Desvio Padrão

DPE	Deformação Plástica Equivalente
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
EF	Elementos Finitos
ER	Eletrodo de Referência
FFS	Fast Fracture Strength
FH	Fragilização por Hidrogênio
FIP	Federation Internationale De La Precontrainte
GAP	Grão Austenítico Prévio
ISO	International Organization for Standardization
JCPDS	Joint Commitee for Powder Diffraction Studies
LTAD	Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste
LVDT	Linear Variable Differential Transformer
MFEL	Mecânica da fratura elástica linear
MFEP	Mecânica da fratura elasto-plástica
NACE	National Association for Catering and Events
SFH	Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio
SPT	Small Punch Test
SSC	Sulfide Stress Cracking
ТАМ	Trincamento Assistido pelo Meio
ТМР	Tensão Máxima Principal
WEDM	Wire Electrical Discharge Machining

# SUMÁRIO

CAF	PÍTUL	.01.		1
1.	1.	Obje	livos	2
1.	2.	Estru	tura do trabalho	3
CAF	PITUL	.0		4
2.	1	Aços	de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL)	4
	2.1.1	1	nclusões não metálicas em aços	4
2.	2	Frag	lização por Hidrogênio	6
	2.2.1	1	Trincamento assistido pelo meio	6
	2.2.2	2	O fenômeno de fragilização por hidrogênio	6
	2.2.3	3	nfluência de contaminantes no meio de teste	9
2.	3	Meca	inica da Fratura	10
	2.3.1	1	Mecânica da fratura elástica linear (MFEL)	10
	2.3.2	2	Mecânica da fratura elasto-plástica (MFEP)	11
	2.3.3	3	Ensaios de tenacidade à fratura	14
	2.3.4	4	Fator de concentração de tensão (K <sub>t</sub> ) e fragilização por hidrogênio	17
2.	4	Ensa	io de viga dupla em balanço (Double Cantilever Beam - DCB)	19
	2.4.1	1	Deslocamento do braço e K <sub>AP</sub>	20
	2.4.2	2	Tipos de entalhes	22
	2.4.3	3	Duração do ensaio em meio assistido	23
	2.4.4	4	Curva de carregamento para retirada da cunha e cálculo de K $_{ au extsf{H}}$	
	2.4.5	5	A influência dos parâmetros de teste no K <sub>TH</sub>	25
CAF	PÍTUL	.0 II		34
3.	1	Sele	ção dos materiais	34
3.	2	Cara	cterização microestrutural e de resistência mecânica dos materiais	35
	3.2.1	1	Análise de composição química	35
	3.2.2	2	Análise metalográfica	36
	3.	2.2.1	Análise microestrutural (microscópio óptico)	38
	3.	2.2.2	Quantificação de inclusões	38
	3.	2.2.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	38
	3.2.3	3	Difração de raios-X	38
	3.2.4	1	Perfil de dureza	38
	3.2.5	5	Ensaio de tração	39

3.	3	Aval	liação de tenacidade à fratura	41
	3.3	.1	Ensaio K <sub>IC</sub>	43
	3.3	.2	Ensaio J <sub>IC</sub>	45
3.	4	Ensa	aio de viga dupla em balanço (DCB)	47
	3.4	.1	Descrição geral dos ensaios	47
	3.4	.2	Projeto e fabricação dos componentes para os ensaios	
	3.4	.3	Corpos de prova	
	3.4	.4	Cunhas	51
	3.4	.5	Cubas e seus acessórios	53
	3.4	.6	Hidrogenação dos corpos de prova	59
	3.4	.7	Ensaios preliminares	60
	3.4	.8	Simulação por elementos finitos	62
	3.4	.9	Ensaios definitivos	65
	3.4	.10	Ensaio de controle de deslocamento no sistema de ensaio Instron	67
3.	5	Ensa	aio de carregamento em patamares progressivos assistido p	elo meio
(C	PP/	AM)		69
	3.5	.1	Determinação da força de referência (P <sub>FFS</sub> )	71
	3.5	.2	Ensaio em meio assistido para a determinação de P <sub>TH</sub>	71
CAF	PÍTU	ILO IV	V	72
4.	1	Res	ultados dos ensaios de caracterização dos materiais	72
	4.1.	.1	Análise de composição química	72
	4.1.	.2	Resultados da análise metalográfica	73
	4	<b>1.1.2</b> .*	1 Resultados da análise microestrutural (microscópico óptico)	75
	4	4.1.2.	2 Resultados da quantificação de inclusões	77
	4	4.1.2.	3 Resultados da microscopia eletrônica de varredura	78
	4.1	.3	Difração de raios-X	79
	4.1	.4	Resultados do perfil de dureza	80
	4.1	.5	Resultados referentes ao ensaio de tração	81
4.	2	Aval	liação de tenacidade à fratura	83
	4.2	.1	Resultados do ensaio K <sub>IC</sub>	83
	4.2	.2	Resultados do ensaio J <sub>IC</sub>	85
4.	3	Res	ultados do ensaio DCB	
	4.3	.1	Fabricação dos componentes para os ensaios	
	4.3	.2	Resultados dos ensaios preliminares	
	4.3	.3	Resultados da simulação por elementos finitos	
	4	4.3.3.	1 Estimativa de K <sub>t</sub>	

4	4.3.3.	2 Análise da distribuição de tensão/deformação nos aços C e F	101
4.3	.4	Ensaios definitivos	104
4.3	.5	Ensaio de controle de deslocamento	112
4.4	Res	ultados dos ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido j	pelo
meio	(CPP	AM)	113

CAPÍTULO V				
5.1	Caracterização dos aços C e F1	120		
5.2	Ensaio de Tenacidade à Fratura1	121		
5.3	Ensaios de viga dupla em balanço (DCB)1	121		
5.4	Ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido pelo m	ieio		
(CPPAM)12				
5.5	Sugestões para trabalhos futuros1	122		

# **CAPÍTULO I**

## INTRODUÇÃO

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) são bastante requisitados nas indústrias modernas, as quais exigem a utilização de materiais cada vez menos pesados e mais resistentes. Os aços de alta resistência possuem maior susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH), pois eles têm menor capacidade de deformação plástica. Assim, a absorção das tensões internas geradas pela presença do hidrogênio em sua microestrutura é reduzida (CWIEK, 2009).

Grande parte das peças utilizadas na produção marítima de óleo e gás é submetida à proteção catódica, a fim de reduzir a perda de massa por corrosão. No entanto, durante esse processo há geração de hidrogênio, acarretando na fragilização e, consequentemente, a falha dos componentes em operação (falha assistida pelo meio). Silva; Ponte; Artem (2007) afirmam que cerca de 25 % das falhas ocorridas neste tipo de indústria estão associadas à presença do hidrogênio na microestrutura dos metais e ligas.

Atualmente existem alguns ensaios para avaliação da SFH de aços, tais como: o ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD), o carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM), a carga constante, o puncionamento esférico (*Small Punch Test* - SPT), a viga dupla em balanço (*Double Cantilever Beam* - DCB), etc.

O ensaio DCB permite a obtenção de um parâmetro muito importante para avaliação da aplicação dos aços de alta resistência em projetos nos quais existe a possibilidade de ocorrer o fenômeno de fragilização por hidrogênio (FH), qual seja, o valor do fator de intensidade de tensão limiar em meio assistido (K<sub>TH</sub>).

Chatzidouros *et al.* (2011) observaram que a fragilização por hidrogênio acarreta um efeito de queda da tenacidade à fratura em corpos de prova fabricados em aço API 5L X70.

Dessa forma, a correlação entre ambas as propriedades é de grande importância para especificar materiais de projeto.

O ensaio DCB, desenvolvido por Heady (1977), é um ensaio de parada de trinca baseado na mecânica da fratura, amplamente utilizado indústria de óleo e gás, a fim de especificar os materiais a serem utilizados na fabricação de componentes. Esse método consiste em aplicar uma tensão em um entalhe, em controle de deslocamento por meio da inserção de uma cunha para a determinação do fator de intensidade de tensão limiar (K<sub>ISSC</sub> ou K<sub>TH</sub>) em função de uma carga de retirada da cunha (P) após o crescimento da trinca. Segundo a norma NACE TM0177 (2005), os corpos de prova são ensaiados por um longo tempo em autoclaves contendo solução ácida. Suas principais vantagens estão relacionadas à possibilidade de realizar o experimento em vários corpos de prova ao mesmo tempo, com baixo custo e sem a dependência de equipamentos complexos. Em outras palavras, trata-se de um ensaio mais simples em relação aos outros existentes na atualidade para determinação de K<sub>TH</sub>.

## 1.1. Objetivos

Este trabalho possui como objetivos gerais a avaliação da integridade estrutural de aços ARBL utilizados na indústria de óleo e gás por meio do desenvolvimento de uma metodologia de ensaio em meio salino. Isso será realizado por meio da determinação da tenacidade à fratura utilizando corpos de prova do tipo compacto C(T) e do parâmetro K<sub>TH</sub> pelo método DCB. Apesar de o ensaio DCB ser utilizado para ensaiar materiais em meios contendo ácido sulfídrico (H<sub>2</sub>S), este trabalho aborda a determinação desse parâmetro por meio de ensaios sob proteção catódica com potencial de -1,2 V<sub>Ag/AgCI</sub>. Os objetivos específicos são listados a seguir:

• Caracterizar as microestruturas de dois aços ARBL, empregados na indústria de óleo e gás, incluindo as inclusões quanto ao seu tipo, morfologia e quantidade;

Determinar propriedades mecânicas dos aços, tais como: dureza, limites de escoamento e de resistência à tração;

• Determinar a tenacidade à fratura de ambos os aços, ensaiando corpos de prova C(T) pelos métodos K<sub>IC</sub> e integral J;

• Avaliar a SFH e determinar o parâmetro  $K_{TH}$  para ambos os aços, utilizando corpos de prova DCB, ensaiados em meio salino (NaCl 3,5 %) com potencial catódico de -1,2  $V_{Ag/AgCl}$ ;

• Realizar, de forma complementar aos anteriores, ensaios CPPAM a fim de verificar a SFH.

## 1.2. Estrutura do trabalho

Esta dissertação está estruturada em cinco capítulos e um conjunto de anexos e apêndices.

O segundo capítulo apresenta uma revisão bibliográfica abordando pontos importantes sobre aços ARBL, fragilização por hidrogênio, mecânica da fratura e ensaio DCB.

O terceiro capítulo aborda os procedimentos experimentais dos diversos ensaios para a caracterização dos aços (análises de composição química e metalográfica, difração de raios-X, perfil de dureza, ensaios de tração) bem como para a determinação da tenacidade à fratura pelos ensaios  $K_{IC}$  e  $J_{IC}$ . Além do mais, este capítulo discorre sobre a metodologia para a avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de ambos os aços pelos métodos de ensaio DCB e CPPAM.

No quarto capítulo são apresentados os resultados dos experimentos com suas devidas discussões, correlacionando os parâmetros macroestruturais e microestruturais com a tenacidade à fratura, a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de ambos os aços.

O sexto capítulo traz as conclusões finais, bem como as sugestões para trabalhos futuros.

Ao final, existe um conjunto de anexos e apêndices com informações complementares sobre a parte experimental discutida ao longo da dissertação.

# CAPÍTULO II

## **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### 2.1 Aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL)

Segundo Hippert (2004), os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) possuem composição similar às dos aços carbono, diferindo apenas pela presença de elementos de liga. Tais aços são bastante requisitados devido à necessidade da utilização de materiais cada vez menos pesados e mais resistentes (CHIAVERINI, 2005). As principais vantagens deste tipo de aço são: elevada resistência, boa tenacidade, custo relativamente baixo e boa disponibilidade no mercado quando comparado a outras ligas metálicas.

De acordo com Ferreira (2017), os aços ARBL possuem grande aplicação em diversos componentes da indústria de óleo e gás, tais como: dutos terrestres e submarinos, amarrras, fixadores, *manifolds*, etc.

Os aços ARBL são fabricados de acordo com cada aplicação, adicionando-se elementos de liga a fim de melhorar determinada propriedade do material. Por outro lado, esse tipo de material é mais susceptível à FH, visto que possuem menor capacidade de deformação plástica, o que implica menor absorção de tensões internas geradas pela presença de hidrogênio em sua microestrutura (CWIEK, 2009; SILVA, 2007).

#### 2.1.1 Inclusões não metálicas em aços

A presença de inclusões não metálicas em aços afeta as propriedades mecânicas do material e, consequentemente, a sua vida útil (ROCABOIS *et al.*, 2001). Portanto, é bastante importante o conhecimento das fases não metálicas em equilíbrio com o aço líquido para o projeto e controle das etapas de refino do aço, em particular, a desoxidação, a dessulfurarão e o controle da forma das inclusões (OERTEL; COSTA E SILVA, 1999).

O sulfeto de manganês (MnS) é um tipo de inclusão bastante comum encontrado na microestrutura dos aços (MORAES, 2009). Quando se deforma um aço que contém sulfeto de manganês em sua microestrutura, essa inclusão geralmente muda sua forma, devido à sua plasticidade e baixa dureza. As inclusões de MnS podem se tornar alongadas, dependendo da direção de laminação do aço (KIESSLING, 1966).

Essas inclusões podem ser tratadas utilizando o cálcio (Ca). Esse elemento é geralmente usado para controlar a forma e a composição das inclusões de óxidos e sulfetos em aços acalmados ao alumínio (CICUTTI *et al*, 1997). As vantagens de se utilizar o cálcio no tratamento dos aços estão associadas à diminuição da quantidade de alumina e sulfeto de manganês, bem como à distribuição e à modificação da sua morfologia. Além disso, há uma melhoria em diversas propriedades do material, tal como na ductilidade, na tenacidade e usinabilidade. Por fim, aços ARBL com Ca possuem uma redução na SFH (ANDERSSON; SEETHARAMAN, 2000; TURKDOGAN, 1996).

Holappa e Helle (1995) realizaram ensaios de impacto Charpy-V em dois aços AISI 4140, sendo um convencional e o outro tratado com cálcio, ambos temperados e revenidos, determinando a relação da energia de impacto transversal/longitudinal ( $E_T/E_L$ ) em função do teor de enxofre (%) no material (Fig. 2.1). O valor de  $E_T/E_L$  representa o grau de isotropia do material, sendo maior para valores que se aproximam de 1.



Figura 2.1 - Ensaio de impacto Charpy-V realizado no aço AISI 4140: convencional e tratado com cálcio em função do teor de enxofre (HOLAPPA; HELLE, 1995).

De acordo com a Fig. 2.1 é possível observar que para um mesmo teor de enxofre, o aço tratado com cálcio possui razão E<sub>T</sub>/E<sub>L</sub> sempre maior, indicando que a presença desse elemento confere ao aço uma maior isotropia.

### 2.2 Fragilização por Hidrogênio

#### 2.2.1 Trincamento assistido pelo meio

De acordo com Ferreira (2017), existe um fenômeno denominado de trincamento assistido pelo meio (TAM), caracterizado pelo trincamento induzido devido à presença de um meio agressivo. Basicamente, tal processo ocorre devido à combinação de três fatores: um meio corrosivo, a susceptibilidade do material e a presença de uma tensão (aplicada ou residual), conforme a Fig. 2.2.

Os principais mecanismos desse fenômeno são: corrosão sob tensão, fragilização causada por sulfetos (Sulfide Stress Cracking – SSC) e fragilização por hidrogênio (FH) (FERREIRA, 2017).



Figura 2.2 - Combinação dos três fatores necessários para que ocorra TAM: material suscetível, meio agressivo e tensões.

### 2.2.2 O fenômeno de fragilização por hidrogênio

De acordo com Rosado (2011), o fenômeno de FH ocorre devido ao aprisionamento do hidrogênio nos interstícios cristalinos do material ou nos seus defeitos, sendo suas principais formas: hidrogênio iônico (H<sup>+</sup>), hidrogênio molecular (H<sub>2</sub>) e alguns compostos (CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O, hidretos etc.). Os defeitos microestruturais são sítios aprisionadores de hidrogênio e podem existir nos materiais de diversas formas, tais como: discordâncias, contornos de grãos, vazios, etc. (Fig. 2.3).



Figura 2.3 - Interação entre o hidrogênio e a microestrutura do material: A) Solução sólida, B) Par hidrogênio e soluto, C) Em discordâncias, D) Nos contornos de grãos, E) Interface entre matriz e partícula, F) H<sub>2</sub> presente nos vazios (THOMPSON, 1980).

De acordo com Mabho (2010), a presença de inclusões não metálicas (ex.: sulfetos) contidos nos aços aumentam a quantidade de sítios aprisionadores de hidrogênio. Chattoraj (1995) afirma que o hidrogênio aprisionado em inclusões de MnS é um dos principais fatores que causam a FH, pois ocorre a decoesão da interface matriz-inclusão, devido à pressão ou à redução da força de ligação interatômica, acarretando falhas por delaminação e surgimento de trincas próximas às inclusões.

Outro fator que influencia na FH em aços martensíticos são os contornos do grão austenítico prévio (GAP), resultantes da austenita transformada em martensita devido ao tratamento térmico. Quadrini (1986), em seus estudos utilizando aço UNI 40NiCrMo7, demonstrou que os contornos do GAP possuem armadilhas responsáveis por reter o hidrogênio. A quantidade de armadilhas de hidrogênio varia em função do tamanho do GAP, sendo comprovado que para uma estrutura cristalina mais refinada (menores tamanhos de GAP), com mesma área superficial, a quantidade de hidrogênio será maior e, além disso, sua distribuição será mais uniforme. Dessa forma, para uma mesma concentração de hidrogênio disponível no meio, uma microestrutura mais refinada demandará um tempo maior para saturar-se com hidrogênio, levando mais tempo para ocorrer a falha (Fig. 2.4).



Figura 2.4 - Efeito do tamanho do GAP no tempo para ocorrer a falha do aço UNI 40NiCrMo7 (adaptado de QUADRINI, 1986).

A FH é um fenômeno que leva a uma acentuada redução da resistência mecânica do material e pode ocorrer nos estágios iniciais de sua fabricação ou em algum momento posterior, tais como: durante o processo de soldagem, tratamentos térmicos, galvanização, reação catódica durante a corrosão etc. (MARCELO; TOKIMATSU; FERREIRA, 2009). Na Figura 2.5 é possível observar o efeito do hidrogênio, por meio de um ensaio de tração na ductilidade de um aço com 3 % Si.



Figura 2.5 - Efeito do ambiente na ductilidade de um aço com 3 % Si (adaptado de BERNSTEIN, 1969).

A partir do momento em que o aço é submetido a algum meio hidrogenado (líquido ou gasoso), ocorre a formação de hidrogênio iônico (H+) que, posteriormente, é adsorvido

(impregnação do hidrogênio na superfície) pelo material. Em seguida, o hidrogênio é absorvido e se difunde na microestrutura, provocando concentração de tensão devido ao seu acúmulo nos sítios aprisionadores ou nos locais de máxima tensão hidrostática, devido ao aumento dos volumes dos interstícios nesses locais. Essa concentração de tensão aumenta à medida em que o hidrogênio entra no material, até atingir uma tensão crítica de fratura local e, consequentemente, iniciar uma trinca (WANG, 2006).

#### 2.2.3 Influência de contaminantes no meio de teste

Em meios ácidos, a formação e a difusão do hidrogênio em peças de aço são resultantes da corrosão do material (DINI, 1993).

A geração de hidrogênio também ocorre em aços sob proteção catódica em meios agressivos. Assim, apesar de mitigar a taxa de corrosão do aço, essa técnica acarreta o fenômeno da FH (WANG, 2009).

Um fator que influencia bastante na hidrogenação nos aços é a presença de contaminantes. Normalmente, a quantidade de átomos de hidrogênio adsorvidos na superfície de um aço submetido à proteção catódica é superior àquela gerada em aço exposto simplesmente a soluções aquosas com sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) (Fig. 2.6). No entanto, o H<sub>2</sub>S influencia na recombinação dos átomos de hidrogênio em sua forma molecular, e a permanência dos átomos adsorvidos por mais tempo favorece sua entrada no aço (FESTY, 2001; FERREIRA, 2017).



Figura 2.6 - Concentrações subsuperficiais de hidrogênio obtidas em ensaios para diferentes potenciais catódicos em água do mar estéril e em água do mar com bactérias redutoras de sulfato (BRS), que geram H<sub>2</sub>S (adaptado de ROBINSON; KILGALLON, 1994).

O tiocianato de amônio (NH<sub>4</sub>SCN) é comumente utilizado para ensaios de FH em aços. O hidrogênio é obtido pela decomposição da amônia e a presença de tiocianato evita a recombinação de íons de hidrogênio em gás e favorece sua absorção pelo metal (NF EN ISO 15630-3, 2002; FIP, 1980).

### 2.3 Mecânica da Fratura

O termo mecânica da fratura se refere a um ramo da Mecânica dos Sólidos no qual se assume a presença de uma trinca. Neste caso, o que se busca é determinar uma relação quantitativa entre o tamanho da trinca, a resistência inerente do material à propagação da fratura (tenacidade), e a tensão aplicada no componente que acarreta o crescimento da trinca de maneira catastrófica (Mecânica da Fratura Elástica Linear) (ROYLANCE, 2001), ou ainda de forma subcrítica (Mecânica da Fratura Elasto-Plástica). De acordo com Anderson (2005), as principais variáveis abordadas nesse campo estão relacionadas à tensão aplicada, ao tamanho de defeitos presentes no material e à sua tenacidade à fratura.

Segundo Torrico (2006), a presença de trincas e/ou defeitos em componentes estruturais não pode ser evitada, visto que estão contidos na própria matéria-prima antes mesmo de passar pelo processo de fabricação. Durante a usinagem de uma peça, existe a possibilidade de ocorrer um aumento desse número de trincas presentes em sua estrutura, as quais normalmente surgem devido às solicitações mecânicas e/ou gradientes térmicos durante os processos de fabricação. Existem também outros fenômenos relevantes que podem causar a nucleação e propagação de trincas durante a vida útil do material, tais como a fadiga (carregamento cíclico), a fragilização do material devido à presença de hidrogênio, a irradiação de nêutrons, etc..

Como já observado, o estudo da mecânica da fratura pode ser dividido em dois ramos, conforme as propriedades mecânicas dos materiais: Mecânica da Fratura Elástica Linear (MFEL) e Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP).

#### 2.3.1 Mecânica da fratura elástica linear (MFEL)

Anderson (2005) afirma que a MFEL avalia os mecanismos de fratura em materiais frágeis através dos conceitos da teoria da elasticidade linear. Nesse caso, a presença de uma zona não linear (plasticidade, por exemplo) ao redor da trinca é desprezada, pois essa região é relativamente pequena em relação às dimensões da peça (a deformação não linear é restrita a uma pequena região ao redor da trinca). Para tanto, valores de tenacidade à fratura (K<sub>IC</sub>) podem ser obtidos por meio de ensaios normatizados.

A primeira abordagem sobre a fratura catastrófica considerava que essa se desenvolvia quando a tensão em nível atômico excedia a força coesiva dos átomos do material. No entanto, experimentos mostraram que as tensões eram bastante inferiores às calculadas teoricamente, levando a inferir a existência de algum fator intrínseco ao material que acarretava na diminuição da resistência mecânica, ou seja, a presença de concentradores de tensão (ANDERSON, 2005).

#### 2.3.2 Mecânica da fratura elasto-plástica (MFEP)

A MFEP é aplicada aos materiais com elevada tenacidade à fratura, isto é, àqueles que geram uma maior quantidade de deformação plástica na ponta da trinca, invalidando a aplicação da MFEL. Nesse caso, utiliza-se os parâmetros da MFEP, que pode ser o deslocamento de abertura na ponta da trinca (*Crack Tip Opening Displacement* - CTOD) e a integral J, ambos utilizados para a determinação da tenacidade à fratura nesta condição. Da mesma forma que a MFEL, essas metodologias também possuem limites de aplicabilidade, porém muito menos restritos do que a metodologia empregada na MFEL (ANDERSON, 2005).

Apesar das diferentes aplicabilidades, o fator de intensificação de tensão crítico no modo I pode ser obtido na dominância de um estado triaxial de tensão ( $K_{IC}$ ), pela abertura crítica na ponta ( $\delta_{IC}$ ) da trinca e pela integral J ( $J_{IC}$ ). A tenacidade à fratura dos materiais pode ser determinada por qualquer um desses três parâmetros, pois existe uma relação única entre eles.

Wells (1961), em suas análises, percebeu que a MFEL não podia ser aplicada para uma classe importante de materiais. Ao examinar os corpos de prova fraturados, percebeu que as faces da trinca se separavam antes da fratura (sem crescimento da trinca) e a deformação plástica acarretava o arredondamento da frente da trinca, conforme ilustrado na Fig. 2.7. O termo *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD), representa a distância entre as duas superfícies da trinca, medida em sua extremidade.



Figura 2.7 - Extremidade de uma trinca com deformação plástica, resultando em um deslocamento finito ( $\delta$ ) (adaptado de ANDERSON, 2005).

A integral J foi proposta inicialmente por Rice (1968), visando abordar a presença de deformações plásticas na ponta da trinca, ou seja, permitir a abordagem da MFEP. Em seu trabalho, demonstrou a existência de uma integral de linha (Eq. 2.1) ao longo de uma curva arbitrária contendo a ponta da trinca (Fig. 2.8) e que independe do caminho de integração para determinar a taxa de liberação de energia em materiais cujo comportamento é elástico não-linear (Integral J).

$$J = \oint_{\Gamma} \left( wdy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right)$$
(2.1)

Onde:

- Γ Contorno arbitrário em torno da ponta da trinca;
- w Energia de deformação por unidade de volume indeformado;
- u<sub>i</sub> Componentes do vetor deslocamento;
- ds- Incremento ao longo do contorno.



Figura 2.8 - Contorno arbitrário ao redor da ponta de uma trinca usado para o cálculo da Integral J (ZHU; JOYCE, 2012).

A ASTM E1820 (ASTM, 2018) é uma das normas que padroniza os ensaios para obtenção dos parâmetros da Mecânica da Fratura, incluindo a Integral J. Esse método representa um ensaio de tenacidade à fratura de forma geral, visto que abrange os testes de K<sub>IC</sub> e CTOD. Além do mais, existem dois procedimentos possíveis: o básico e da curva de resistência. O procedimento básico consiste em determinar J na instabilidade da fratura ou na iminência da nucleação de uma trinca dúctil, por meio da aplicação de um carregamento uniforme no corpo de prova (CP) até a sua falha ou até um deslocamento específico, a depender do comportamento do material. Por outro lado, a curva de resistência é um método
que exige o monitoramento do crescimento da trinca, sendo a Integral J calculada de forma incremental (ANDERSON, 2005). Dessa forma, determina-se o valor crítico da Integral J ( $J_{IC}$ ) para o material analisado.

De acordo com Anderson (2005), a principal vantagem da obtenção da curva de resistência (J-R) é que esta pode ser obtida utilizando apenas um corpo de prova, ao passo que no método básico é exigido um CP para cada ensaio. O método de complacência (flexibilidade elástica) ao descarregamento (*unloading compliance method*) é o mais comum para a obtenção do gráfico J-R, conforme ilustrado na Fig. 2.9. À medida que a trinca cresce, o corpo de prova se torna mais complacente, isto é, menos rígido. A inclinação (1/C) devido descarregamento parcial representa a flexibilidade elástica do CP e, portanto, o comprimento de trinca é calculado em intervalos regulares de teste.



Deslocamento da linha de carregamento

Figura 2.9 - Gráfico obtido pelo método de flexibilidade elástica ao descarregamento utilizado para o monitoramento do crescimento da trinca (ANDERSON, 2005).

Para a determinação da curva J-R, os corpos de prova deverão possuir entalhes laterais, a fim de uniformizar o trincamento e de evitar a formação de lábios de cisalhamento e de tunelamento da trinca (Fig. 2.10).



Figura 2.10 - Crescimento de uma trinca dúctil com a formação de lábios de cisalhamento e tunelamento de trinca (ANDERSON, 2005).

#### 2.3.3 Ensaios de tenacidade à fratura

O ensaio de tenacidade à fratura está baseado em normas, sendo a maioria da *American Society For Testing And Materials* (ASTM). Entre as mais utilizadas para esse tipo de ensaio estão a ASTM E399-17 e a ASTM E1820-18. Ademais, a *British Standard* também trata do mesmo assunto (BS 7448-91). Dentre os principais tipos de testes, encontram-se o ensaio K<sub>IC</sub>, o CTOD e a integral J, sendo o primeiro aplicado aos materiais regidos pela MFEL, e os dois últimos àqueles cujo comportamento se enquadram na MFEP.

De acordo com Anderson (2005), a microestrutura e as propriedades mecânicas dos materiais são bastante influenciadas pela orientação de grãos, pois a maioria deles não são homogêneos e isotrópicos. Essa sensibilidade pode ser notada com a realização de ensaios de tenacidade à fratura, pois a propagação da trinca ocorre mais facilmente na mesma direção da orientação. Sendo assim, os padrões ASTM exigem que a orientação seja informada junto ao valor de tenacidade obtido.

A Fig. 2.11 representa as possíveis direções de retirada dos corpos de prova, sendo L, T, S, C e R denotados por longitudinal, transversal, transversal menor, circunferencial e radial, respectivamente. Duas letras são necessárias para representar as orientações, a primeira indica a direção principal de tração, que é sempre perpendicular ao plano de trincamento nos testes do modo I, e a segunda indica a direção da propagação da trinca (ANDERSON, 2005).



Figura 2.11 - Direções possíveis para a retirada dos corpos de prova. a) Seção retangular; b) Seção cilíndrica (adaptado de ANDERSON, 2005).

Segundo Anderson (2005), a orientação recomendável para a caracterização geral de materiais anisotrópicos é a de mais baixa tenacidade, isto é, aquela em que a trinca se propaga no sentido da laminação (T-L ou S-L para a seção retangular). No entanto, para evitar o superdimensionamento de uma determinada peça, é necessário projetá-la de acordo com a tenacidade à fratura na direção em que houver possibilidade de trincamento, isto é, conforme a sua geometria e a direção dos esforços atuantes.

A ASTM, em suas normas, prevê diversos tipos de corpos de prova para a obtenção de  $K_{IC}$ , sendo que os mais utilizados são do tipo SE(B) e o C(T). Suas diferenças estão relacionadas ao tipo de solicitação aplicada: o SE(B) é flexionado em três pontos e C(T) é tracionado (Fig. 2.12). Além disso, ambos possuem uma pré-trinca obtida por fadiga na raiz do entalhe, seguindo os parâmetros estipulados pela norma supracitada.



Figura 2.12 - Desenho esquemático do carregamento para os corpos de provas de tenacidade à fratura dos tipos: a) C(T); b) SE(B) (GUIMARÃES, 2001).

Em alguns casos, entalhes laterais, cuja distância entre as raízes (B<sub>n</sub>) equivale a aproximadamente 80% da espessura total do corpo de prova (B), podem ser usinados a fim

de dificultar a ramificação da trinca, visto que as superfícies laterais possuem um estado triaxial de baixa tensão (Fig. 2.13) (ANDERSON, 2005).



Figura 2.13 - Desenho esquemático de um corpo de prova C(T) com entalhe lateral (Anderson, 2005).

O ensaio de tenacidade à fratura em um corpo de prova C(T) normalmente é realizado por um equipamento capaz de tracioná-lo no modo I de trincamento por meio de garras e pinos fixadores (Fig. 2.14 - a). Além disso, recomenda-se que o deslocamento seja obtido por meio da abertura da boca da trinca (*Crack Mouth Opening Displacement,* CMOD), medido por meio de um extensômetro acoplado em um encaixe usinado especificamente para esse fim, conhecido como "rabo de andorinha" (Fig. 2.14 - b). Segundo Anderson (2005), o transformador linear diferencial variável (*Linear Variable Differential Transformer*, LVDT) é uma alternativa para medir o deslocamento nos ensaios de tenacidade à fratura.



Figura 2.14 - Dispositivo de teste. a) Garra, corpo de prova e pinos; b) Extensômetro (adaptado de ANDERSON, 2005).

De acordo com a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), uma pré-trinca por fadiga deve ser realizada na ponta do entalhe usinado do corpo de prova, sendo propagada até o tamanho desejado por meio de um controle minucioso de uma carga cíclica aplicada (Fig. 2.15). No procedimento de pré-trincamento por fadiga, exige-se que o crescimento da trinca seja simétrico em relação às laterais do corpo de prova, podendo ser monitorado com a utilização de marcações realizadas em ambas as faces.



Figura 2.15 - Pré-trinca por fadiga na ponta do entalhe usinado (adaptado de ANDERSON, 2005).

# 2.3.4 Fator de concentração de tensão (Kt) e fragilização por hidrogênio

Os entalhes são considerados descontinuidades geométricas e são encontrados em grande parte dos componentes mecânicos. No entanto, sua presença acarreta alguns efeitos indesejáveis, tais como a iniciação de trincas. O fator de concentração de tensão (Kt), descrito na Eq. 2.2, multiplica a tensão nominal oriunda e está associado à geometria do entalhe e ao modo de aplicação da carga (BRANCO, 1986).

$$K_t = \frac{\sigma_{max}}{\sigma_n} \tag{2.2}$$

Onde:

- $\sigma_{max}$  Tensão máxima;
- $\sigma_n$  Tensão nominal (sem o efeito do entalhe).

Walter e Chandler (1971) estudaram o efeito de K<sub>t</sub> na fragilização hidrogênio em aços de baixa liga (ASTM A-302 e ASTM A-517). Os resultados obtidos podem ser observados na Fig. 2.16.



Figura 2.16 - Redução da resistência em função da severidade do entalhe para os aços ASTM A-302 e ASTM A-517 (WALTER; CHANDLER, 1971).

De acordo com a Fig. 2.16, os autores concluíram que existe um grau máximo de fragilização hidrogênio à medida que se aumenta K<sub>t</sub>, sendo aproximadamente igual a 9 para o aço ASTM A-392 e aproximadamente igual a 6 para o aço ASTM A-517. Isso permite concluir que o aumento da severidade do entalhe não acarreta de forma contínua a FH de alguns materiais.

Além do mais, a presença de pré-trinca equivale a um efeito na FH causada por um entalhe com K<sub>t</sub> entre 3 e 4, para ambos os aços. Ainda, na Fig. 2.16 observa-se que o efeito da fragilização com pré-trinca é inferior aos valores máximos observados (para K<sub>t</sub> entre 6 e 9). Segundo Walter e Chandler (1971) o grau de FH em aços de baixa liga é máximo para entalhes com fator de concentração de tensão intermediário.

# 2.4 Ensaio de viga dupla em balanço (Double Cantilever Beam - DCB)

O teste de viga dupla em balanço, mais conhecido em inglês como *Double Cantilever Beam* (DCB), é um teste de mecânica da fratura que foi desenvolvido a partir do trabalho de Heady (1977). Trata-se de um ensaio amplamente utilizado na indústria de óleo e gás devido ao seu baixo custo e eficiência, pois permite especificar materiais adequados para revestimento de poços em serviço ácido contendo H<sub>2</sub>S (FERREIRA, 2017). Uma das principais normas de especificação para este ensaio é a NACE TM0177 - Método D (NACE, 2005).

De acordo com Sponseller (1992), este ensaio de mecânica da fratura é realizado com a utilização de um corpo de prova retangular longo composto por uma abertura usinada em uma das extremidades para inserção de uma cunha. A usinagem do corpo de prova também consiste em confeccionar entalhes laterais ao longo do seu comprimento que se estendem até sua extremidade oposta, com o intuito de evitar a ocorrência do desvio da trinca para um dos seus braços (*side cracking*). Isso divide a peça em duas vigas, que, por estarem unidas pelo ligamento entre os entalhes, podem ser carregadas com uma cunha como vigas em balanço (Fig. 2.17). Esse tipo de geometria pode ser explicado pela necessidade de propagação de uma trinca ao longo do ensaio sem que ocorra a cisão total do corpo de prova.



Figura 2.17 - Corpo de prova DCB carregado por uma cunha (XIE et. al, 1999).

A grande vantagem desse tipo de ensaio é a obtenção de um resultado quantitativo para um limiar de K em função do meio ambiente (K<sub>TH</sub> ou K<sub>ISSC</sub>), ao contrário do Método A da norma NACE TM0177 (NACE, 2005), a qual utiliza corpos de prova de tração lisos com carga constante que fornece resultados "passa ou não passa". O resultado quantitativo favorece a utilização do ensaio DCB para o projeto e a qualificação dos materiais de engenharia (FERREIRA, 2017).

Os meios recomendados pela NACE TM0177 – Método D (NACE, 2005) são extremamente agressivos e simulam fluidos de produção (CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S) em elevadas pressões e temperaturas. Além do objetivo de simular o ambiente de serviço, o ensaio com a solução A permite comparar o material em questão com o banco de dados de materiais empregados com sucesso. Um meio menos agressivo, encontrado frequentemente em componentes submarinos, é água do mar com proteção catódica utilizando anodos de sacrifício em potenciais da ordem de –1100 mV<sub>Ag/AgCI</sub>. Em contrapartida, para reservatórios de alta pressão e alta temperatura, mais agressivos que a solução A conforme NACE TM0177 (NACE, 2005), pode ser necessário realizar ensaios em autoclaves para simular as condições observadas na prática (FERREIRA, 2017).

O valor de K inicialmente aplicado ( $K_{AP}$ ) deve ser superior ao valor de  $K_{TH}$ , causando a iniciação e a propagação de uma trinca assistida pelo meio. Além disso, com a aplicação de um deslocamento pré-definido, os valores de carga (P) e K diminuem ao longo do ensaio, teoricamente até atingir o valor de  $K_{TH}$  (FERREIRA, 2017), quando se considera que a trinca esteja estacionária (Fig. 2.18).



Figura 2.18 - Variação do fator de intensidade de tensão (K) e da taxa de propagação da trinca (da/dt) durante um ensaio DCB (adaptado de SZKLARZ, 2001).

#### 2.4.1 Deslocamento do braço e K<sub>AP</sub>

O ensaio DCB é um teste de parada de trinca. Uma concentração de tensão é aplicada no entalhe através de um deslocamento pré-definido por meio de uma cunha ou um parafuso, gerando um fator de intensidade de tensão inicial aplicado (K<sub>AP</sub>) (FERREIRA, 2017). É

importante observar que o valor de  $K_{AP}$  deve ser inferior ao valor do  $K_{IC}$  do material, a fim de não ocorrer propagação ao ar.

A norma NACE TM0177 (NACE, 2005) sugere valores de deslocamentos para aços baixa liga em função do seu limite de escoamento (Tab.2.1). Esse deslocamento é aplicado por meio de uma cunha inserida na abertura usinada do corpo de prova, provocando uma concentração de tensão na extremidade do entalhe ou da pré-trinca. O material recomendado para a fabricação dessas cunhas é o mesmo do corpo de prova, porém com maior dureza (tratado termicamente), a fim de se evitar desgaste excessivo durante a sua inserção.

Limite de Escoamento		Deslocamento do braço (δ) em mm	
MPa	(ksi)	Aços baixa liga	Aços inoxidáveis super duplex
552	(80)	0,71-1,07	_
621	(90)	0,58-0,89	_
689	(100)	0,48-0,79	_
827	(120)	0,33-0,58	0,89-1.02
965	(140)	0,20-0,46	0,64-0,89
1,100	(160)	0,18-0,38	
1,240	(180)	0,15-0,30	—

Tabela 2.1 - Deslocamentos do braço sugeridos em função do material e seu limite de escoamento (adaptado de NACE TM0177, 2005).

Existem determinados deslocamentos de braços que resultam em valores de K<sub>AP</sub> que, apesar de serem superiores ao K<sub>TH</sub>, não são suficientes para haver a nucleação de uma trinca em um tempo de ensaio adequado e, portanto, um ensaio válido. Nibur *et al.* (2010, 2013), em seus trabalhos, discutiram a existência desses valores mínimos de K<sub>AP</sub> (K<sub>THi</sub>\*) para os ensaios em deslocamento constante, tratando de um valor limiar de propagação. Para tanto, foram testados dois tipos de aço: DOT 3T ( $\sigma_{Y}$  = 900 MPa) e SA372 grade J ( $\sigma_{Y}$  = 730 MPa). O deslocamento foi aplicado ao ar e em argônio, não sendo observado efeito aparente (Fig. 2.19).



Figura 2.19 - Relação entre o valor de K<sub>AP</sub> e o tempo de ensaio para os aços a) DOT 3T e b) SA372 grade J (adaptado de NIBUR *et al.*, 2010, 2013).

De acordo com Fig. 2.19, cada aço testado (DOT 3T e SA372 gr. J) apresentou uma faixa de valores de propagação, sendo o  $K_{THi}^*$  maior para segundo. Ademais, o ensaio foi realizado por até 26 000 horas.

Para os corpos de prova DCB, o fator de concentração de tensão (K<sub>t</sub>) pode ser determinado a partir da Eq. 2.2, utilizando Eq. 2.3 para o cálculo da tensão nominal ( $\sigma_n$ ).

$$\sigma_n = \frac{6F_A Y}{Bh^2} \tag{2.3}$$

Onde:

- *F<sub>A</sub>* Força aplicada no regime elástico;
- Y Distância entre o furo do corpo de prova e a raiz do entalhe de eletroerosão;
- B Espessura do corpo de prova;
- *h* Meia altura do corpo de prova.

# 2.4.2 Tipos de entalhes

A norma NACE TM0177 – Método D (NACE, 2005) especifica alguns tipos de entalhes (Fig. 2.20): entalhe do tipo *chevron* (com ou sem pré-trinca) ou entalhe de eletroerosão.



Figura 2.20 - Tipos e dimensões dos entalhes especificados na norma NACE TM0177 (NACE, 2005) (adaptado de FERREIRA, 2017).

A norma NACE TM0177 (NACE, 2005), ao contrário dos ensaios convencionais de mecânica da fratura, não depende da existência de pré-trincas, pois provavelmente ocorrerá a nucleação quando o teste for válido. Sendo assim, o pré-trincamento do corpo de prova é facultativo e recomenda-se apenas que, caso seja utilizado, o comprimento da trinca esteja entre 1 e 3 mm, medido a partir da extremidade do entalhe. No entanto, a depender do material e da sua SFH, é possível que não ocorra a nucleação de uma trinca utilizando apenas o entalhe sugerido pela norma, no tempo requerido de ensaio. Nesse caso, a pré-trinca seria uma possível alternativa para aumentar a probabilidade de propagação da trinca.

## 2.4.3 Duração do ensaio em meio assistido

De acordo com a norma NACE TM0177 – Método D (NACE, 2005), o corpo de prova, após a aplicação de um deslocamento constante por meio de cunhas ou parafusos, deve ser submetido a um meio corrosivo por longa duração. A norma superestima o tempo de ensaio a fim de assegurar que a trinca parou de propagar de forma significativa. Para aços carbono e aços de baixa liga, é recomendado uma duração de aproximadamente quatorze dias, enquanto para aços inoxidáveis, ligas de Ni, ligas de Ni/Co, ligas de Ti e ligas à base de Zr, o tempo estimado deverá ser de pelo menos trinta dias (720 horas).

Heady (1977) constatou que o tempo de ensaio de quatorze dias utilizando aços de baixa liga em meio ácido era mais que suficiente para a propagação significativa da trinca, ou seja, para ensaiar adequadamente esses materiais pelo método DCB. Ainda, aços de baixa liga com limite de escoamento igual a 90 ksi foram testados e constatou-se que a trinca se estabilizou (parou de propagar) após um tempo médio de dois dias, sendo cinco dias o maior período observado.

De acordo com Ferreira (2017), após 14 dias de ensaio, ainda pode haver propagação, mas como os valores de K atuante são extremamente baixos, as taxas de propagação de trinca (da/dt) são também extremamente baixas não sendo, portanto, recomendado continuar o ensaio. Além disso, os valores de K<sub>ISSC</sub> não são necessariamente os mínimos possíveis e não representam uma propriedade intrínseca do material em determinado meio, mas sim um valor obtido a partir de uma dada metodologia de ensaio (tempo de exposição, meio, forma de carregamento, etc.).

## 2.4.4 Curva de carregamento para retirada da cunha e cálculo de K<sub>TH</sub>

Após a parada da trinca ou atingido o tempo assumido como razoável para realização do ensaio, o corpo de prova é retirado do meio para se obter a curva Carga *versus* Deslocamento (curva de *lift-off*), mediante o afastamento dos braços (FERREIRA, 2017). Essa curva é bastante semelhante àquela obtida no ensaio de tenacidade à fratura convencional, pois é utilizada para a obtenção do ponto onde ocorre a deflexão da curva (carga P), considerada como a carga de retirada de cunha (Fig. 2.21).

Para ser possível o cálculo de  $K_{TH}$  ( $K_{ISSC}$ ), os braços do corpo de prova deverão ser separados, pois o tamanho médio final da trinca ( $a_F$ ) deverá ser medido. A Eq. 2.4 é utilizada para calcular o  $K_{ISSC}$  ( $K_{TH}$ ) (NACE TM0177 – Método D, 2005), na qual B é a espessura do corpo de prova,  $B_n$  é a espessura reduzida na região dos entalhes laterais, h é a meia altura do corpo de prova e  $a_F$  é o tamanho final de trinca.

$$K_{ISSC} = \frac{P \cdot a_F \left(2\sqrt{3} + 2,38 \cdot \frac{h}{a_F}\right) \cdot \left(\frac{B}{B_n}\right)^{\frac{1}{\sqrt{3}}}}{B \cdot h^{\frac{3}{2}}}$$
(2.4)



Figura 2.21 - Curva de *lift-off* típica com aumento de escala na região de transição (adaptado de HEADY, 1977).

Para cada conjunto de amostras ensaiadas no mesmo meio, todos os valores individuais de deslocamento do braço ( $\delta$ ) e K<sub>TH</sub> (K<sub>ISSC</sub>) deverão ser relatados. Além disso, no relatório deverá conter também a caracterização do material testado (propriedades mecânicas, composição química e tratamento térmico) (NACE TM0177, 2005).

## 2.4.5 A influência dos parâmetros de teste no K<sub>TH</sub>

Sponseller (1992) analisou ensaios realizados por diversos laboratórios em diferentes ligas com o intuito de auxiliar a produção do Método D da norma NACE TM0177 – Método D (NACE, 2005). Ele detectou uma dispersão significativa nos resultados obtidos. Dentre os principais fatores citados como responsáveis pela dispersão destacam-se a usinagem dos corpos de prova e o efeito do deslocamento inicial. Após novas análises, detectou-se que, em média, o valor de K<sub>ISSC</sub> aumentou 0,88 MPa.m<sup>0,5</sup> para cada aumento de 0,1 mm no deslocamento inicial. Ferreira (2017) inseriu esses dados de Sponseller (1992) em um gráfico para melhor analisa-los (Fig. 2.22).



Figura 2.22 - Resultados de K<sub>ISSC</sub> de um aço C-90 obtidos em função do deslocamento inicial aplicado (FERREIRA, 2017).

Leyer *et al.* (2006) concluíram que o efeito de deslocamento inicial é responsável por aproximadamente 70% da variabilidade dos resultados de K<sub>TH</sub>. Além disso, existem outros efeitos relacionados à alteração do meio de ensaio, ao aumento do pH em soluções não tamponadas e formação de uma camada de produto de corrosão no corpo de prova, tornando o meio menos agressivo ao longo do ensaio.

De acordo com Ferreira (2017), essa influência pode ser explicada pelo efeito do deslocamento inicial no tamanho final de trinca necessário para um mesmo K<sub>ISSC</sub>, ou seja, um deslocamento inicial maior levaria a uma trinca final maior (Fig. 2.23).



Figura 2.23 - Variação de K com o tamanho de trinca para diferentes deslocamentos iniciais, levando a diferentes tamanhos de trincas finais para um K<sub>ISSC</sub> de 35 MPa.m<sup>0,5</sup> (adaptado de FERREIRA, 2017).

Levando em consideração o efeito significativo do deslocamento inicial do braço, os erros provocados devido ao processo de usinagem da abertura dos braços (S), bem como a rugosidade das faces de contato (cunha/braços) e o processo de inserção da cunha podem causar variações significativas nos valores de K<sub>ISSC</sub> (ERNST *et al.*, 2004).

Um procedimento foi estabelecido por Ernst *et al.* (2004) para verificar os dados obtidos, baseado na equação de flexibilidade elástica ( $F_E$ ) do corpo de prova DCB, por meio dos trabalhos de Szklarz e Perez (1995) (Eq. 2.5).

$$F_{E} = \frac{-9,5168 + 105,71\left(\frac{a_{0}}{h}\right) - 20,477\left(\frac{a_{0}}{h}\right)^{2} + 12,054\left(\frac{a_{0}}{h}\right)^{3}}{E \cdot B}$$
(2.5)

Onde:

- *a*<sub>0</sub> Comprimento inicial da trinca, medido a partir da linha de carga (centro do furo do corpo de prova);
- *h* Meia altura do corpo de prova;
- *B* Espessura do corpo de prova;
- *E* Módulo de elasticidade do material.

De acordo com Szklarz e Perez (1995),  $F_E$  representa o inverso da rigidez e pode ser representada pela razão entre o deslocamento dos braços ( $\delta$ ) e a carga inicial ( $P_0$ ) (Eq. 2.6).

$$F_E = \frac{\delta}{P_0} \tag{2.6}$$

Onde:

- δ Deslocamento dos braços do corpo de prova;
- $P_0$  Carga inicial.

Sendo assim,  $P_0$  pode ser descrito pela Eq. 2.7.

$$P_{0} = \frac{E.B.\delta}{-9,5168 + 105,71 \cdot \left(\frac{a_{0}}{h}\right) - 20,477 \cdot \left(\frac{a_{0}}{h}\right)^{2} + 12,054 \cdot \left(\frac{a_{0}}{h}\right)^{3}}$$
(2.7)

Por fim, é possível estimar os valores de  $K_{AP}$  em função de  $\delta$ , a partir da Eq. 2.7 e 2.8.

$$K_{AP} = \frac{P_0 \cdot a_0 \left(2\sqrt{3} + 2,38 \cdot \frac{h}{a_0}\right) \cdot \left(\frac{B}{B_n}\right)^{\frac{1}{\sqrt{3}}}}{B \cdot h^{\frac{3}{2}}}$$
(2.8)

Ferreira (2017), a partir dos dados da equação de Szklarz e Perez (1995), estabeleceu uma relação entre a carga e o tamanho da trinca para um dado deslocamento prescrito, tornase possível representar graficamente P em função de  $a_F$  (trinca ao final do ensaio) (Fig. 2.24), visto que isso possibilita a verificação da relação para o deslocamento aplicado. Este método é especialmente útil para detectar pontos experimentais suspeitos como frente de trinca não planar, ramificada ou trincamento secundário.



Figura 2.24 - Relação entre a carga (P) e o tamanho de trinca (a) para diferentes deslocamentos do braço ( $\delta$ ) (FERREIRA, 2017).

O valor deslocado do braço pode acarretar diferenças no comprimento final da trinca. Como o tempo normatizado para o ensaio é fixo, existe a possibilidade de não haver propagação suficiente para alcançar valor resultante de K<sub>ISSC</sub> (ERNST *et al.*, 2004)

O deslocamento do braço ( $\delta$ ) em corpos de prova testados com espessuras distintas de cunhas tendem a propagar trincas com tamanhos diferentes, isto é, a espessura da cunha é, normalmente, diretamente proporcional ao comprimento da trinca (Fig. 2.25). Na Figura 2.26 é possível observar uma relação entre o deslocamento inicial medido (o qual é proporcional à espessura da cunha) e o K<sub>ISSC</sub> do material, realizado por Ferreira (2017), a partir dos dados de Sponseller (1992).



Figura 2.25 - Corpos de prova testados com diferentes espessuras de cunhas após ensaio e abertura (adaptado de SPONSELLER, 1992).



Figura 2.26 - Resultados de K<sub>ISSC</sub> em função do deslocamento inicial aplicado (medido) (FERREIRA, 2017).

O tempo fixo de ensaio pode não ser suficiente para a obtenção do valor real de  $K_{ISSC}$ , pois a propagação total da trinca poderá exigir um tempo superior ao normatizado. Ernst *et al.* (2004) determinaram um valor limite de  $K_{TH}$  ( $K_{LIMITE}$ ) para cada material, podendo ser obtido por meio da construção de um gráfico contendo os valores de  $K_{ISSC}$  obtidos em função do valor de  $K_{AP}$ . Esse resultado é retirado a partir da identificação do ponto de interseção entre as retas de regressão linear dos valores de  $K_{ISSC}$  e da identidade (Fig. 2.27).



Figura 2.27 - Obtenção de K<sub>LIMITE</sub> a partir dos valores de K<sub>ISSC</sub> versus K<sub>AP</sub> e a regressão linear até a sua interceptação com a reta identidade (adaptado de ERNST *et al.*, 2004).

De acordo com Szklarz (2011), para a obtenção de K<sub>LIMITE</sub>, é necessário um ensaio em triplicata para cada deslocamento inicial, variando no mínimo em 0,15 mm cada espessura da cunha aplicada no braço do corpo de prova (Fig. 2.28).



Figura 2.28 - Cálculo de K<sub>LIMITE</sub> a partir de ensaios em triplicata em três deslocamentos iniciais (SZKLARZ, 2011).

Apesar da possibilidade de medição do deslocamento do braço do corpo de prova, Szklarz (2009) determinou uma forma de calcular o deslocamento ( $\delta_F$ ), por meio dos seguintes parâmetros: carga de retirada de cunha (P) e comprimento final da trinca ( $a_F$ ) (Eq. 2.9).

$$\delta_{F} = \frac{P\left[-9,5168+105,71 \cdot \left(\frac{a_{F}}{h}\right) - 20,477 \cdot \left(\frac{a_{F}}{h}\right)^{2} + 12,054 \cdot \left(\frac{a_{F}}{h}\right)^{3}\right]}{E \cdot B}$$
(2.9)

Por fim, o valor de  $K_{\text{LIMITE}}$  pode ser estimado utilizando o  $\delta_{\text{F}}$  pela Eq. 2.9, a fim de comparar com o resultado obtido a partir do valor de  $\delta$  (Fig. 2.29).



Figura 2.29 - Exemplo da diferença no K<sub>LIMITE</sub> obtido a partir de valores de K<sub>AP</sub> calculados com o deslocamento inicial medido ou deslocamento final calculado (adaptado de SZKLARZ, 2009)

Szklarz (2009), em seus experimentos, apresentou valores da diferença entre os valores de deslocamentos final calculado e inicial medido ( $\Delta\delta$ ) em função do deslocamento previsto (Fig. 2.30), apresentando uma tendência de valores maiores para os deslocamentos iniciais medidos.



Figura 2.30 - Diferença entre os valores de deslocamento final calculado e deslocamento inicial medido em função do deslocamento previsto (adaptado de SZKLARZ, 2009).

De acordo com Szklarz (2008) a carga de *lift-off* (P) medida é um pouco maior que a carga provocada pela força de compressão da cunha. A Fig. 2.31 mostra esse efeito para trincas pequenas e para trincas grandes. A reta inclinada (cor vinho) corresponde à remoção da cunha e, após a sua retirada, a curva de *lift-off* segue a curva de flexibilidade elástica do corpo de prova.



Figura 2.31 - Carga de lift-off versus Carga de cunha (adaptado de SZKLARZ, 2008).

Observa-se na Fig. 2.31 que a carga real imposta pela cunha é ligeiramente inferior àquela obtida pela curva de *lift-off*, sendo, portanto, recomendado a sua correção pela Eq. 2.10, proposta por Szklarz (2008).

$$P_{real} = P \times \left(1 - 0.048 \cdot \frac{P}{P_{máx}}\right)$$
(2.10)

Onde:

$$P_{max} = \frac{E.B.\delta}{-9,5168 + 105,71 \cdot \left(\frac{a_{min}}{h}\right) - 20,477 \cdot \left(\frac{a_{min}}{h}\right)^2 + 12,054 \cdot \left(\frac{a_{min}}{h}\right)^3}$$
$$a_{min} = 33,25 \text{ mm}$$

A norma NACE TM0177 (2016) propõe uma forma de validação dos resultados de ensaio a partir de um gráfico contendo três curvas (Fig. 2.32). A faixa de aceitação para um valor individual é restrita pelas curvas dos critérios de deslocamentos mínimo e máximo ( $\delta_{mín}$  e  $\delta_{máx}$ ) e pela curva de K<sub>ISSC</sub> mínimo definido pela norma API 5CT (2011).



Figura 2.32 - Exemplo de gráfico para a verificação da qualidade do ensaio (adaptado de NACE TM0177, 2016).

# **CAPÍTULO III**

# **METODOLOGIA**

Este capítulo descreve os procedimentos utilizados para avaliar a integridade estrutural de dois tipos de aços ARBL, utilizados na conexão de dutos de coluna de perfuração da indústria de óleo e gás.

De início, são apresentadas as metodologias relativas aos diversos ensaios para a caracterização microestrutural e de resistência mecânica dos materiais, na seguinte ordem: análise da composição química, análise metalográfica, difração de raios-X, perfil de dureza e ensaio de tração. Em seguida, são detalhados os procedimentos experimentais, incluindo a etapa de projeto e de fabricação dos principais componentes relativos aos ensaios de tenacidade à fratura (K<sub>IC</sub> e curva J-R) e da viga dupla em balanço (DCB), respectivamente, ensaiados em ar e meio salino com proteção catódica. Por fim, foram realizados ensaios complementares, utilizando o método de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio salino com proteção catódica.

# 3.1 Seleção dos materiais

Como apresentado anteriormente, o objetivo principal deste trabalho é analisar a tenacidade à fratura e o efeito da FH em dois aços utilizados nas indústrias do setor de óleo e gás. Os materiais utilizados foram retirados diretamente de dutos provenientes de campos de exploração de petróleo. Esses aços foram denotados como aço C e aço F ao longo do trabalho.

Para todos os ensaios, os materiais foram retirados da região onde se localiza os conectores dos tubos (*tool joint*), pois esse é o local onde há concentração de tensão devido à presença de filetes de rosca e, consequentemente, o mais susceptível ao trincamento

assistido pelo meio. Todos os corpos de prova foram retirados tanto da caixa como do pino, fora das regiões rocadas.

A Figura 3.1 indica a região de retirada dos materiais para as análises executadas neste trabalho.



Figura 3.1 - Dutos utilizados para as análises com destaque nas regiões de interesse de retirada dos corpos de prova (conectores).

# 3.2 Caracterização microestrutural e de resistência mecânica dos materiais

## 3.2.1 Análise de composição química

As análises de composição química dos aços foram realizadas com o intuito caracterizá-los em relação à quantidade de carbono, enxofre e outros elementos de liga. A composição química e o processamento dos aços possuem grande influência nas suas características microestruturais que consequentemente respondem pelas propriedades do material, dentre elas a resistência mecânica e a corrosão, a tenacidade ao impacto e à fratura, resistência à fadiga, bem como a SFH.

Primeiramente, analisou-se os materiais por meio de um espectrômetro GDS500A, marca LECO, usando emissão ótica por descarga luminescente, resolução 0,001 % peso. Este equipamento possibilita somente realizar medições em superfícies planas, sendo necessário garantir um paralelismo entre a face analisada e a face oposta.

Para esta análise, foi utilizado um corpo de prova para cada material, retificados para atender as exigências do método utilizado. Com o intuito de estimar a média e o desvio padrão, foram realizadas três medições em cada corpo de prova. No entanto, existem técnicas para a quantificação de alguns elementos, como carbono e enxofre, que fornecem resultados com maior confiabilidade. Uma dessas técnicas é o método de combustão descrito na norma ASTM E1019 (ASTM, 2011). Assim, foi realizada essa análise de maneira complementar a fim de se obter valores com maior confiabilidade em relação aos elementos supracitados. O equipamento utilizado para esse procedimento foi um analisador de carbono e enxofre (CO 01), marca LECO, modelo CS-600 juntamente com uma balança analítica (BL 07), marca Sartorius, modelo CPA 124S. Assim, para cada material, foram realizados ensaios em dez corpos de prova com formato retangular e dimensão de aproximadamente 8 mm  $\times$  5 mm  $\times$  1 mm. Três repetições foram efetuadas em cada caso.

#### 3.2.2 Análise metalográfica

As análises microestruturais dos aços C e F foram realizadas utilizando microscopia óptica e eletrônica de varredura. Para tanto, foi utilizado um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M, equipado com câmera para aquisição de imagens, e um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – *Field Emission Gun*) da marca Zeiss, modelo Supra 40, equipado com espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* - EDS), a fim de caracterizar inclusões.

Para analisar cada material, foram retirados dois corpos de prova, a fim de representar as duas direções (longitudinal e radial/circunferencial). Em seguida, foram embutidos em baquelite; lixados com lixa de SiC de 220, 600 e 1200 *mesh*, utilizando uma lixadora Arotec E; polidos utilizando pastas de diamante com granulometrias médias de 9, 6, 3 e 1 µm, em uma polidora Arotec VV. O acabamento final foi obtido por polimento com sílica coloidal. Entre cada etapa de lixamento e polimento, foi feita a limpeza dos corpos de prova em banho ultrassônico com álcool durante cinco minutos.

#### 3.2.2.1 Análise microestrutural (microscópico óptico)

Após o procedimento de preparação dos corpos de prova, foi realizado um ataque químico para a revelação da microestrutura, utilizando o reagente Nital 2 %, por aproximadamente dez segundos. Em seguida, foram levados ao microscópio óptico.

Paralelamente, foi realizada uma análise qualitativa dos contornos do grão prévio austenítico para cada material. Neste caso, foi realizado um ataque químico para a revelação dos contornos de grão com o reagente Tepol (1,5 g de ácido pícrico + 20 ml de detergente neutro + 100 ml de água destilada), em temperaturas entre 50 °C e 60 °C, por aproximadamente cinco segundos.

## 3.2.2.2 Quantificação de inclusões

A quantificação de inclusões foi realizada com base nas normas ASTM E45 (ASTM, 2018), que aborda as principais especificações para esse procedimento; e ASTM E1245 (ASTM, 2016) como complementação da primeira, tratando de ensaio por análise automática de imagem. Essa metodologia não diferencia o formato das inclusões (esferoidais ou alongadas), apenas as quantifica em porcentagem de área.

Essas normas recomendam que a quantificação (manual ou automática) de inclusões seja realizada em um corpo de prova não atacado, cuja área total seja de pelo menos 160 mm<sup>2</sup>. Assim, dois corpos de prova (um para cada material) foram preparados conforme o procedimento descrito anteriormente. Neste trabalho, foi utilizado o programa AxioVision V4.8, que permite destacar as inclusões por meio de detecção de escalas de cinza nas imagens.

A análise foi realizada utilizando trinta áreas de aproximadamente 280x335 µm<sup>2</sup>, escolhidas aleatoriamente, para a geração das imagens. Os corpos de prova foram observados no mesmo microscópio óptico utilizado nas etapas anteriores.

A partir de trinta áreas para cada material, o tamanho amostral total foi dividido em grupos de cinco valores sorteados e, de forma cumulativa, foram obtidos os valores médios da quantificação (em porcentagem de área), do desvio padrão (DP) e da incerteza associada à variabilidade das leituras (u<sub>VL</sub>). A partir do Apêndice I, o tamanho amostral mínimo para a obtenção dos resultados referentes à quantificação de inclusões dos aços C e F foi igual a vinte áreas, pois é a partir desse valor que a média, o DP e u<sub>VL</sub> apresentam diferenças não significativas em relação aos tamanhos amostrais subsequentes.

A Figura 3.2 apresenta a imagem de uma área escolhida para análise de inclusões de cada aço. A partir da análise automática do programa, é realizada a seleção das inclusões presentes na área capturada (destacadas em vermelho na Fig. 3.2) e, por meio dessas, calculada a quantidade de inclusões em porcentagem de área.

#### 3.2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Esse procedimento consistiu em analisar no MEV, de forma complementar, a microestrutura de ambos os aços, além de analisar qualitativamente as inclusões observadas nas etapas anteriores. Dessa forma, utilizaram-se os mesmos corpos de prova da análise anterior.





Figura 3.2 - Imagem das inclusões contidas na microestrutura dos aços. a) aço C; b) aço F.

# 3.2.3 Difração de raios-X

O ensaio de difração de raios-X foi realizado para caracterizar as fases dos aços C e F. Para tanto, foi utilizado um difratômetro, modelo XRD-6000, marca Shimadzu. Foi empregada a radiação CuK $\alpha$ , cujo comprimento de onda é igual a 1,5405 Å e varredura de 20 na faixa de 40° a 140°. O experimento foi realizado com velocidade angular de 1,75°/min e aquisição a cada 0,02°.

Os corpos de prova foram preparados da mesma forma que os utilizados na análise metalográfica e suas dimensões foram de aproximadamente 10 x 10 x 3 mm<sup>3</sup>.

# 3.2.4 Perfil de dureza

A medição do perfil de dureza foi realizada ao longo da espessura dos corpos de prova retirados dos tubos, objetivando identificar a existência de gradiente de propriedades mecânicas, através da medição de indentação Vickers, com carga de 10 kgf e tempo de aplicação de 15 segundos, de acordo com as recomendações da norma ASTM E92 (ASTM, 2017). Para tanto, foi utilizado um durômetro Stiefelmayer-Reicherter, modelo KL-4.

Os corpos de prova foram retificados em ambas as faces, visando obter um paralelismo entre elas. Além disso, a superfície de medição foi lixada até a granulometria de 1200 *mesh*. As medições em cada corpo de prova foram realizadas ao longo de quatro perfis, paralelos entre si, cobrindo a espessura do tubo.

A dureza Vickers média (HV10) de cada aço foi considerada para o levantamento dos perfis de dureza ao longo da espessura do corpo de prova.

A espessura média de cada tubo foi medida com um paquímetro digital, fabricante Mitutoyo, com resolução de 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm. O seu certificado de calibração (n° 63566/18 - Anexo I) indica uma incerteza expandida (U) igual a 0,01 mm para medições externas e fator de abrangência (k) é igual a 2,00 com 95 % de probabilidade de abrangência. O resultado obtido foi de 37,24  $\pm$  0,12 mm para o aço C e de 33,99  $\pm$  0,13 mm para o aço F com 95,45 % de confiabilidade.

Com o intuito de abranger a medição de dureza ao longo de toda a espessura e atender as recomendações da norma ASTM E92 (ASTM, 2017) (distância mínima entre indentações de 2,5 vezes a diagonal da indentação), a distância adotada entre duas medições consecutivas foi de 3 mm, sendo que o mesmo valor foi adotado entre dois perfis consecutivos.

O durômetro utilizado para as medições, quando devidamente configurado, realiza conversões de dureza Vickers (HV10) para Rockwell C (HRC) de forma automática de acordo com a norma ISO 18265 (2013).

## 3.2.5 Ensaio de tração

O ensaio de tração foi realizado conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016) em uma máquina de teste universal, da marca Instron®, modelo 8801, composta por um atuador servo hidráulico de dupla ação com capacidade de força até ± 100 kN.

Os corpos de prova foram removidos dos tubos apresentados na Fig. 3.1 na direção longitudinal. Para cada material, foram usinados cinco corpos de prova com seção cilíndrica, cujas dimensões podem ser observadas na Fig. 3.3.



Figura 3.3 - Dimensões dos corpos de prova de seção circular usados nos ensaios de tração.

Cada corpo de prova teve sua seção útil medida cinco vezes ao longo do seu comprimento utilizando o paquímetro digital (certificado de calibração n° 63566/18 - Anexo I).

Todos os ensaios foram realizados à temperatura de 22 °C e com taxa de carregamento igual a 1 mm/min até 9 % de deformação, e 2 mm/min para o restante do ensaio. A deformação foi medida até aproximadamente o início da estricção utilizando um extensômetro axial da marca Instron, modelo 2620-601, com leitura máxima de ± 5 mm. Em seguida, o extensômetro foi removido e a deformação continuou sendo medida pelo LVDT integrado no equipamento até a ruptura do corpo de prova. Na Figura 3.4 é possível observar o posicionamento do CP no equipamento bem como do extensômetro.



Figura 3.4 - Equipamento de ensaio de tração e extensômetro acoplado no corpo de prova.

A partir da curva tensão-deformação, o módulo de elasticidade (E), o limite de escoamento ( $\sigma_Y$ ) e o limite de resistência à tração ( $\sigma_{UT}$ ) foram determinados.

# 3.3 Avaliação de tenacidade à fratura

A avaliação de tenacidade à fratura dos aços C e F foi realizada por meio de testes normatizados pela ASTM E399 (ASTM, 2017) (ensaio  $K_{IC}$ ) e pela ASTM E1820 (ASTM, 2018) (integral J ou ensaio  $J_{IC}$ ). Inicialmente, optou-se pela determinação do fator de intensidade de tensão no estado plano de deformação,  $K_{IC}$ , conforme a norma ASTM E399 (ASTM, 2017). Ambos os ensaios foram realizados utilizando corpos de prova do tipo compacto - C(T).

Em caso de não atendimento aos critérios de validação de  $K_{IC}$  pós-ensaio, o método da integral J (ou  $J_{IC}$ ) é o mais adequado para a determinação da tenacidade à fratura, visto que é recomendado para materiais que se enquadram nas regras da mecânica da fratura elasto-plástica (MFEP).

Os corpos de prova foram retirados do tubo na direção R-L conforme indicado na Fig. 2.10. Tal direção foi escolhida devido à necessidade de se correlacionar os valores de tenacidade à fratura com os valores de K<sub>TH</sub> obtidos pelos DCB, cujos corpos de prova, devido ao seu comprimento, permitem a retirada apenas nas direções cuja propagação da trinca ocorra na direção longitudinal do tubo. Além disso, a orientação de grãos observada (sentido de laminação) indica que nesta direção o resultado de tenacidade à fratura tende a ser menor.

Para ambos os ensaios, as amostras para a fabricação dos corpos de prova foram retiradas dos tubos e o corte do entalhe foi realizado utilizando o processo de eletroerosão a fio (*Wire Electrical Discharge Machining* – WEDM). Em seguida, as peças foram retificadas até atingir as tolerâncias dimensionais da peça. Por fim, os furos destinados à aplicação de carga foram usinados em uma fresadora universal.

Após a fabricação dos corpos de prova, suas faces laterais foram polidas para a realização de marcações, as quais permitem controlar visualmente o tamanho e a simetria da frente da pré-trinca por fadiga (Fig. 3.5).



Figura 3.5 - Desenho esquemático do corpo de prova a) vista ortogonal; b) marcações das faces laterais.

A abertura da pré-trinca por fadiga e a realização de ambos os ensaios foram realizados utilizando a máquina universal de ensaio Instron<sup>®</sup>, modelo 8801, com capacidade máxima de carga igual a ± 100 kN, mencionada anteriormente. Apesar de suportar essa carga, as garras acopladas ao equipamento possuem capacidade máxima de carga igual a 20 kN para ensaios estáticos e 10 kN para ensaios dinâmicos. Foi necessário ainda utilizar um extensômetro para a medição da abertura da boca da trinca, marca Instron<sup>®</sup>, modelo CP117855, com resolução de 0,01 µm e com leitura máxima de deformação igual a 4 mm. Na Fig. 3.6 é possível observar a montagem de um corpo de prova C(T) no sistema de ensaio.



Figura 3.6 - Montagem de um corpo de prova C(T) e do extensômetro nas garras e pinos do sistema Instron.

O controle da pré-trinca por fadiga em ambos os ensaios foi realizado por meio do uso da técnica da variação da flexibilidade elástica do corpo de prova. Para tanto, utilizou-se uma variação do fator de intensidade de tensão ( $\Delta K = K_{MAX} - K_{MIN}$ ) constante igual a 25 MPa.m<sup>1/2</sup> com razão igual a 0,1 ( $K_{MAX}/K_{MIN}$ ), ondas do tipo senoidal e uma frequência de 20 Hz.

## 3.3.1 Ensaio K<sub>IC</sub>

Para esse ensaio foram utilizados três corpos de prova para cada material, sem entalhes laterais. As dimensões do corpo de prova foram as seguintes: comprimento W igual 26 mm (W = 26 mm), espessura (B) de 0,5W (B = 13 mm), altura (h) de 0,6 W (h = 15,6 mm), comprimento inicial da trinca ( $a_0$ ) de 0,45W ( $a_0$ /W = 0,45), comprimento nominal final da pré-trinca ( $a_P$ ) de 0,5W ( $a_P$ /W = 0,5) e diâmetro do furo (D) de 0,25W (D = 6,5 mm). Na Figura 3.7 é possível observar um desenho esquemático contendo essas principais cotas. O desenho técnico com as dimensões detalhadas está contido no Apêndice II.



Figura 3.7 - Principais dimensões do corpo de prova do tipo C(T) para ensaio K<sub>IC</sub>.

As dimensões dos corpos de prova para o ensaio K<sub>IC</sub> foram medidas e as incertezas foram calculadas para verificar as tolerâncias da peça. Esses valores se encontram no Apêndice III. Todos os valores medidos encontram-se dentro dos limites da tolerância.

Em seguida, os corpos de prova foram tracionados até a propagação da trinca e obtenção do gráfico Carga (P) *versus* Deslocamento ( $\Delta$ I) a uma taxa de aproximadamente 11,7 kN/min (0,15 MPa.m<sup>0,5</sup>/s), estando dentro dos limites especificados pela ASTM E399-17 (ASTM, 2017).

Após o ensaio, as superfícies de fratura dos corpos de prova foram expostas e o tamanho inicial da trinca foi medido conforme prescrito pela norma utilizando um projetor de perfil, marca Mitutoyo, modelo PJA3000, com uma lente de ampliação de 10X, cujo certificado de calibração está contido no Anexo III. Para as medições lineares, a resolução é de 0,001 mm e a faixa nominal de 50 mm para cada eixo cartesiano, com uma incerteza de medição igual a 0,002 mm. Para a medição de ângulos, a resolução é de 1' e a faixa nominal de 360°, sendo a incerteza de medição igual a 0° 01'.

Posteriormente, a validade do ensaio foi testada por meio do valor de carga máxima ( $P_{MAX}$ ) e da carga obtida por meio de um deslocamento secante de 5 % (aproximadamente igual 2 % de propagação aparente da trinca) da inclinação inicial da curva ( $P_{Q}$ ). A relação entre essas grandezas não poderá exceder 1,10 (Eq. 3.1).

$$\frac{P_{MAX}}{P_Q} \le 1,10 \tag{3.1}$$

Respeitada a Eq. 3.1, torna-se necessário calcular  $K_Q$ , valor provisório de  $K_{IC}$  a ser validado em função da geometria do corpo de prova por meio da Eq. 3.2.

$$K_Q = \frac{P_Q}{\sqrt{BB_n}\sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a_0}{W}\right)$$
(3.2)

Onde:

$$f\left(\frac{a_{0}}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a_{0}}{W}\right) \left[0,886 + 4,64\frac{a_{0}}{W} - 13,32\left(\frac{a_{0}}{W}\right)^{2} + 14,72\left(\frac{a_{0}}{W}\right)^{3} - 5,6\left(\frac{a_{0}}{W}\right)^{4}\right]}{\left(1 - \frac{a_{0}}{W}\right)^{3/2}}$$

Além do mais, a geometria do corpo de prova influencia na validade dessa metodologia. Dessa forma, a Eq. 3.3 deve ser respeitada (ANDERSON, 2005), a qual relaciona as dimensões geométricas do CP ( $a_0$ , B e W) com o valor de tenacidade à fratura provisório ( $K_Q$ ) e com o limite de escoamento do material ( $\sigma_Y$ ).

$$a_0, B, (W - a_0) \ge 2.5(K_Q/\sigma_Y)^2$$
 (3.3)

Caso as condições descritas pela Eq. 3.1 e Eq. 3.3 sejam satisfeitas, o ensaio é válido e  $K_{\Omega}$  equivale ao valor de  $K_{IC}$  do material ( $K_{\Omega} = K_{IC}$ ).

## 3.3.2 Ensaio J<sub>IC</sub>

O ensaio pelo método da integral J (ou  $J_{IC}$ ) foi realizado conforme a norma ASTM E1820-18 (ASTM, 2018). O método de um único corpo de prova, com múltiplos descarregamentos, foi utilizado. Para a medição do tamanho da trinca foi utilizada a técnica da variação da flexibilidade elástica do corpo de prova.

O corpo de prova utilizado foi do tipo C(T) e foram retirados na orientação R-L. As principais dimensões foram: comprimento W igual a 26 mm (W = 26 mm), espessura (B) igual a 0,5W (B = 13 mm), comprimento inicial da trinca ( $a_0$ ) igual a 0,5W ( $a_0$ /W = 0,50) e diâmetro do furo (D) igual a 0,25W (D = 6,5 mm). Além disso, o CP foi fabricado com entalhes laterais, cuja distância entre suas raízes B<sub>n</sub> é igual a 80 % de B (B<sub>n</sub> = 0,8B). Sua geometria é ligeiramente distinta do CP utilizado no ensaio K<sub>IC</sub> (Fig. 3.8), pois o acoplamento do extensômetro nesse CP é feito na linha de aplicação de carga, isto é, aquela que coincide com os centros dos furos. O desenho técnico com as dimensões detalhadas está contido no Apêndice IV.



Figura 3.8 - Principais dimensões do corpo de prova do tipo C(T) para ensaio J<sub>IC</sub>

As dimensões dos corpos de prova para o ensaio  $J_{IC}$  foram medidas e as incertezas foram calculadas para verificar as tolerâncias da peça. Esses valores se encontram no Apêndice V. Todos os valores medidos encontram-se dentro dos limites da tolerância.

Os entalhes laterais dos corpos de prova ( $B_n$ ) foram usinados após a abertura da prétrinca por fadiga. O comprimento nominal final da pré-trinca ( $a_P$ ) foi de 14,35 mm ( $a_P/W = 0,55$ ).

Os parâmetros configurados no equipamento de teste para o ensaio pelo método da integral J foram os seguintes:

- Modo de controle por deslocamento;
- Controle do crescimento da trinca pela flexibilidade elástica do corpo de prova;
- Carga máxima de 7,5 kN;
- Carga mínima de 2 kN;
- Taxa de carregamento e descarregamento entre os passos de 0,15 mm/min;
- Incremento de deslocamento da linha de carga de 0.02 mm;
- Descarregamento em 20 %;
- Crescimento limite da trinca de 2,5 mm.

Os corpos de prova ensaiados foram aquecidos até 450 °C, por 30 min para fazer o tingimento da trinca. Antes da separação dos braços dos corpos de prova, estes foram submersos em nitrogênio líquido para evitar a ocorrência de deformações excessivas. Após a exposição da fratura, foram realizadas nove medições da pré-trinca e da trinca final após o ensaio, conforme prescrito pela ASTM E1820-18 (ASTM,2018), utilizando o projetor de perfil. Cada valor medido deve respeitar as seguintes exigências da norma:

- Cada um dos nove valores medidos da pré-trinca (a<sub>P</sub>) deverá estar no intervalo

   <del>a<sub>P</sub></del> ± 0,05B, onde <del>a<sub>P</sub></del> é o valor médio das medições;
- Cada um dos nove valores medidos da trinca final (a<sub>F</sub>) do ensaio deverá estar no intervalo a<sub>F</sub> ± 0,05B, onde a<sub>F</sub> é o valor médio das medições.
- O valor de ∆a não poderá ser superior a 2,5 mm.

A curva J-R, bem como o valor de  $J_{Q}$  (valor provisório de  $J_{IC}$  a ser validado), foram obtidos diretamente do sistema de ensaio Instron. O critério de qualificação de dados da ASTM E1820-18 (ASTM, 2018) para validar a construção da curva J-R foi verificado.

Adicionalmente, foi verificada a qualificação de dados a partir das dimensões geométricas do corpo de prova (B, W, a), de  $J_Q$  obtido no ensaio e da média aritmética entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração do material ( $\sigma_F$ ), conforme a Eq. 3.4. Esse critério é estabelecido pela ASTM E1820-18 (ASTM, 2018) para que  $J_Q$  possa ser considerado  $J_{IC}$  ( $J_Q = J_{IC}$ ).

B, (W - a<sub>0</sub>) > 10 
$$\frac{J_Q}{\sigma_F}$$
 (3.4)

Onde:

$$\sigma_F = \frac{\sigma_Y + \sigma_{UT}}{2}$$

Os valores de tenacidade à fratura ( $K_{JIC}$ ) em MPa.m<sup>0,5</sup> para cada ensaio foram calculados a partir de  $J_{IC}$  (Eq. 3.5). Para fins de comparação, as superfícies da fratura dos corpos de prova dos aços C e F foram expostas e analisadas no MEV.

$$K_{JIC} = \sqrt{\frac{E}{(1-\upsilon^2)} \cdot J_{IC}}$$
(3.5)

Onde:

- E Módulo de elasticidade do material;
- *v* Coeficiente de Poisson do material;

## 3.4 Ensaio de viga dupla em balanço (DCB)

## 3.4.1 Descrição geral dos ensaios

Os ensaios foram executados para determinação do fator de intensidade de tensão limiar considerando o efeito da FH, denominado de K<sub>TH</sub>.

Como comentado no item 2.4, a viga dupla em balanço (*Double Cantilever Beam* - DCB) é uma possível geometria de corpo de corpo de prova para execução deste tipo de ensaio, sendo que um fator de intensidade de tensão (K<sub>AP</sub>), superior ao K<sub>TH</sub>, é aplicado em um corpo de prova entalhado (DCB) por uma cunha, responsável por proporcionar um deslocamento constante. A norma NACE TM0177 (2005) foi usada neste trabalho apenas como referência, pois ela é recomendada para ensaios em meio aquoso contendo H<sub>2</sub>S e o meio usado no presente estudo foi uma solução salina com 3,5 % peso de NaCl em condições de proteção catódica.

A Figura 3.9 apresenta esquematicamente o resultado da análise por Elementos Finitos (EF) de uma seção de meia espessura do corpo de prova DCB, carregado pela ação

da inserção de uma cunha, onde pode ser observada a distribuição de tensão, obtida a partir da aplicação de um deslocamento δ. Nesta Figura fica claro a existência de altas tensões desenvolvidas na frente do entalhe.



Figura 3.9 - Desenho esquemático representando uma vista plana de um corpo de prova DCB carregado com uma cunha.

A inserção das cunhas foi realizada utilizando o sistema servo hidráulico de ensaio marca Instron®, modelo 8801, com capacidade máxima de carregamento de 100 kN, cuja taxa de deslocamento deve ser pequena para o preciso controle do deslocamento final.

Após a aplicação do deslocamento, onde é gerado um campo de tensões na frente do entalhe do corpo de prova, é necessário colocar o CP em um meio assistido por um tempo necessário para que ocorra ou não a propagação de uma trinca devido à FH. As cubas de teste e seus acessórios foram projetados para ensaiar até quatro corpos de prova de forma simultânea.

Primeiramente, realizam-se experimentos preliminares de média duração (7 dias), com a finalidade única de verificar, em um tempo relativamente curto, a nucleação de trincas nos materiais estudados. Para isso, foram utilizados valores extremos de espessuras de cunha, estimados por meio da equação de flexibilidade elástica do corpo de prova (Eq. 2.7 e Eq. 2.8). Esse ensaio consiste em determinar uma faixa de valores de K<sub>AP</sub>, suficientemente elevado para a realização do ensaio DCB nessas condições, visto que o meio utilizado neste trabalho (NaCl 3,5 %) é menos agressivo que os meios ácidos contendo H<sub>2</sub>S.

Em seguida, os valores de K<sub>TH</sub> foram obtidos por meio de ensaios de longa duração (30 dias) em triplicata, utilizando as faixas de deslocamento dos braços que resultaram em nucleação de trinca, verificados por meio dos experimentos preliminares.

Além disso, um ensaio complementar foi realizado a fim de verificar a aplicabilidade do sistema de ensaio servo hidráulico, utilizando controle de deslocamento, para a obtenção
do período de nucleação, propagação e parada de uma trinca para um determinado valor de K<sub>AP</sub>, obtendo assim o valor de K<sub>TH</sub>.

A Figura 3.10 representa um esquema resumido da distribuição dos ensaios utilizando o método DCB.



Figura 3.10 - Planejamento dos ensaios DCB para os aços C e F.

# 3.4.2 Projeto e fabricação dos componentes para os ensaios

Este tópico contempla as etapas de projeto dos corpos de prova DCB, das cunhas, das cubas e acessórios necessários ao ensaio em meio assistido. São apresentados os desenhos dos principais componentes e seus esquemas de montagem, todos projetados por meio do uso do programa de modelagem Autodesk<sup>®</sup> Inventor<sup>®</sup> Professional 2018 e de simulação ANSYS<sup>®</sup> versão 18.1.

# 3.4.3 Corpos de prova

Neste trabalho, foram utilizados corpos de prova do tipo padrão, isto é, com espessura (B) igual a 9,53 mm, definido pela norma NACE TM0177 (NACE, 2005) – Método D e entalhe fabricado por meio de eletroerosão a fio com altura de 0,3 mm, exceto os dois furos em suas extremidades, os quais foram confeccionados pelo processo de furação. Entre os dois braços

do CP existe um entalhe maior, com altura S, destinado à inserção da cunha (Fig. 3.11). O ponto de contato da cunha deve coincidir com a linha de centro dos furos de carregamento. O desenho técnico contendo todas as dimensões detalhadas do corpo de prova encontra no Apêndice VI.



Figura 3.11 - Desenho esquemático do corpo de prova DCB e suas principais dimensões.

Grande parte da usinagem dos corpos de prova foi realizada pelo processo WEDM. É importante destacar que esse tipo de teste exige a presença entalhes laterais, cuja distância entre as suas raízes ( $B_n$ ) deverá corresponder a 60 % do valor de B.

Os corpos de prova foram retirados na orientação R-L, isto é, a de menor tenacidade à fratura, pois o plano da trinca é coincidente com o sentido de laminação do tubo e, consequentemente, com a direção do bandeamento observada na análise microestrutural. Na Figura 3.12 é possível observar o modo de retirada das amostras para confecção dos corpos de prova do conector do duto pelo equipamento de eletroerosão a fio na direção supracitada.



Figura 3.12 - Corpos de prova sendo retirados dos tubos.

Após a fabricação, os corpos de prova foram identificados por meio de marcações em ambos os braços, próximos aos furos, utilizando um marcador vibratório, conforme sugerido pela norma NACE TM0177 (NACE, 2005). Cada um foi nomeado de acordo com o material (C ou F), seguido de uma numeração cardinal. A seguir, os CPs foram lavados com acetona em um banho ultrassônico, durante 15 minutos.

Após a fabricação, o comprimento (L) dos corpos de prova foi medido cinco vezes à temperatura ambiente de (20 ± 1) °C, utilizando o paquímetro digital.

A espessura (B) foi medida utilizando um micrômetro digital para medições externas, marca Mitutoyo, modelo MDC-Lite, resolução de 0,001 mm e faixa nominal de 0 a 25 mm. De acordo com o seu certificado de calibração nº 70518/18 (Anexo II), a incerteza expandida (U) é igual a 0,001 mm e o fator de abrangência (k) igual a 2,00 com 95 % de probabilidade de abrangência. As demais dimensões foram medidas utilizando o projetor de perfil.

As medições dos corpos de prova podem ser encontradas de forma detalhada no Apêndice VII. Para todas as medidas, as tolerâncias dimensionais foram respeitadas.

# 3.4.4 Cunhas

As cunhas foram dimensionadas de acordo com o valor de K<sub>AP</sub> desejado, sendo utilizado o mesmo material do corpo de prova (Aço C ou Aço F), diferenciando apenas quanto a sua dureza.

Uma têmpera foi realizada em ambos os aços utilizados para fabricar as cunhas, resultando em uma dureza de aproximadamente 50 HRC. Esse processo é recomendo a fim de evitar o desgaste excessivo durante a sua inserção.

A largura das cunhas deve ser equivalente à espessura do corpo de prova (B) e o seu comprimento, N, deve coincidir com a distância do centro do furo (centro de aplicação de carga) à extremidade do braço (F) do CP. A espessura (t) representa uma dimensão variável para cada condição de ensaio, sendo seu valor determinado pelo somatório de S com o deslocamento dos braços ( $\delta$ ). O valor de  $\delta$  foi estimado por meio da equação de flexibilidade elástica do corpo de prova, a qual será tratada em um item subsequente, pois a partir dessa análise é possível quantificar o valor de K<sub>AP</sub>.

Da mesma forma que os corpos de prova, cada cunha foi identificada de acordo com a sua espessura e com o material utilizado na fabricação. Na Figura 3.13 é possível observar um desenho esquemático do formato da cunha utilizada neste trabalho. O desenho técnico de cada cunha se encontra no Apêndice VIII.



Figura 3.13 - Desenho esquemático da cunha e suas principais dimensões.

Cada cunha foi medida utilizando um micrômetro digital para medições externas (certificado de calibração nº 70518/18 - Anexo II). Os valores médios da dimensão t e o cálculo da incerteza de medição para cada cunha se encontra no Apêndice IX. As medições se encontram dentro dos limites das tolerâncias.

Vale ressaltar que, apesar dos corpos de prova não possuírem pré-trinca por fadiga, foram consideradas as equações para determinação de K<sub>AP</sub>, para o cálculo dos carregamentos aplicados nos entalhes, pois uma vez que a trinca é nucleada, estes equacionamentos tornam-se válidos.

#### 3.4.5 Cubas e seus acessórios

Para o alojamento dos corpos de prova e do meio salino, foram projetados e fabricados dois tipos de cubas. Além disso, foi necessário projetar e fabricar alguns componentes extras.

A primeira cuba, ou cuba principal de teste, foi destinada ao ensaio de quatro corpos de prova em meio salino (água deionizada com 3,5 % de NaCl), cujo K<sub>AP</sub> é gerado pelo deslocamento dos braços devido à inserção de uma cunha. Visando possibilitar a realização de testes simultâneos, três réplicas, cada uma com capacidade máxima de quinze litros de solução, foram fabricadas por meio da usinagem de chapas de acrílico.

A Figura 3.14 apresenta um desenho esquemático do projeto dos contra eletrodos necessários para a polarização catódica do meio e, consequentemente, para a geração de hidrogênio. Já o eletrodo de referência Ag/AgCl foi fabricado e fornecido por terceiros.



Figura 3.14 - Desenho esquemático do contra eletrodos de grafite.

De acordo com Jones (1995), a área superficial submersa do contra eletrodo ( $A_{CE}$ ) deve ser maior que a do eletrodo de trabalho ( $A_{ET}$ ), a fim de limitar as reações eletroquímicas na superfície do corpo de prova. Dessa forma,  $A_{CE}$  foi obtida em função de  $A_{ET}$ , que por sua vez, foi determinada pelo próprio programa de projeto Inventor<sup>®</sup>. Portanto, a fim de se garantir uma relação segura, o CE foi dimensionado de acordo com as seguintes informações:

- A<sub>ET</sub> = 8674,4 mm<sup>2</sup>;
- $A_{CE} \approx 4 \cdot A_{ET} = 34400 \text{ mm}^2;$
- Cada cuba com quatro contra eletrodos distribuídos simetricamente (um para cada corpo de prova).

A simetria da distribuição dos CPs, dos CEs e do ER foi garantida pelo projeto de um suporte de fixação em material polimérico (poliacetal), o qual foi apoiado na base da cuba (Fig. 3.15). Esse componente não possui uma fixação determinada, visto que a cada ensaio seu posicionamento foi ajustado de acordo com a montagem dos eletrodos e dos corpos de prova.





A saída do fluido, seja para a sua troca ou para o esvaziamento da cuba após o encerramento do ensaio, foi realizada por meio de um dispositivo composto por uma peça de aço inoxidável contendo um flange e uma cavidade para o armazenamento de um *O'ring* de vedação de face (Fig. 3.16).





A vista em corte de três quartos da montagem completa da cuba contendo os corpos de prova e os eletrodos pode ser observada na Fig. 3.17. Após a sua montagem, todas as vedações foram testadas antes de cada ensaio.



Figura 3.17 - Vista em corte de três quartos do projeto da cuba para o ensaio DCB.

A segunda cuba foi projetada como uma adaptação à máquina de tração, cujo objetivo foi o de ensaiar um corpo de prova contido em meio salino (água deionizada e 3,5 % de NaCl), controlando o deslocamento do braço do corpo de prova e monitorando a carga aplicada.

Dois dispositivos puxadores adaptados à cuba foram projetados e fabricados em aço inoxidável (Fig. 3.18). Essa peça é responsável por realizar a abertura do corpo de prova, deslizando através de uma bucha usinada em material polimérico, composta por um sistema de vedação.





Ainda, fixada por meio da rosca localizada na extremidade de cada dispositivo puxador, encontra-se uma garra (Fig. 3.19 - a) responsável por prender o corpo de prova através de um pino metálico (Fig. 3,19 - b) recoberto com uma fina camada de cromo duro. As garras e o pino foram projetados de acordo com a norma ASTM E399 (ASTM, 2017), com as adaptações necessárias às dimensões do corpo de prova DCB. Ademais, ambos foram fabricados em aço inoxidável a fim de evitar a corrosão devido ao meio salino.



Figura 3.19 - Projeto do sistema de fixação do corpo de prova de acordo com a norma ASTM E399 (ASTM, 2017); a) garra; b) pino.

A segunda cuba consistiu basicamente de um cilindro de acrílico, cuja espessura era de cinco milímetros, montados entre duas tampas (superior e inferior) fabricadas em material polimérico (poliacetal). A tampa superior possuía um rasgo e uma peça para tampá-lo a fim de facilitar a montagem dessa cuba no sistema Instron.

Uma vista em perspectiva da montagem completa da segunda cuba pode ser observada na Fig. 3.20. Todo o sistema de vedação é basicamente composto por anéis *O'ring* em alojamentos usinados nas tampas e nas buchas de deslizamento (Fig. 3.21), os quais são responsáveis por evitar o vazamento de fluido acarretado pelo movimento do dispositivo puxador bem como pela montagem do cilindro de acrílico. A vedação entre o cilindro de acrílico e as tampas superior e inferior foi garantida por meio de hastes metálicas responsáveis por aplicar uma compressão contra os anéis *O'ring* alojados nos rebaixos. O vazamento da solução salina devido à movimentação do dispositivo puxador foi evitado por meio de vedações por deslizamento e de face, ambas localizadas na bucha.

A montagem completa dessa cuba foi realizada após a fixação do corpo de prova nas garras da máquina de tração. Dessa forma, seus componentes foram remontados em cada ensaio e, portanto, sua vedação verificada.



Figura 3.20 - Cuba adaptada a ensaios na máquina de tração.



Figura 3.21 - Vista em meio corte da montagem da cuba para ensaios em meio assistido no sistema Instron.

#### 3.4.6 Hidrogenação dos corpos de prova

Neste trabalho foi utilizada a técnica de proteção catódica em solução salina, pois tratase de um dos processos geradores de hidrogênio utilizados em processos de mitigação de perda de massa por corrosão em componentes submersos em água do mar.

O encharque de hidrogênio no corpo de prova DCB ocorreu por meio da aplicação de um potencial catódico de -1,2  $V_{Ag/AgCl}$  em meio salino, composto por água deionizada com 3,5% de cloreto de sódio (NaCl). Para isso, foi utilizado um potenciostato, marca Metrohm Autolab, modelo PGSTAT204, cuja capacidade máxima de corrente é igual a ± 400 mA e a faixa de variação da tensão é igual a ± 10 V, ligado a um computador responsável por monitorar a corrente por meio do programa NOVA 2.0.

Para geração de hidrogênio no meio, utilizou-se a configuração de três eletrodos. O primeiro corresponde ao contra eletrodo fabricado em chapas de grafite (CE), o segundo ao eletrodo de referência (ER) composto por um fio de prata recoberto com cloreto de prata (Ag/AgCI) e o terceiro ao eletrodo de trabalho (ET), isto é, o corpo de prova.

A Figura 3.22 representa um desenho esquemático do sistema de proteção catódica utilizado para a geração de hidrogênio.





A cuba principal para o ensaio DCB foi projetada visando ensaiar até quatro corpos de prova de forma simultânea e ligados em série. Dessa forma, optou-se por dividir o contra eletrodo em quatro peças (um para cada corpo de prova), distribuídos de forma simétrica.

#### 3.4.7 Ensaios preliminares

Os intervalos de valores de deslocamento dos braços ( $\delta$ ) do corpo de prova sugeridos pela norma NACE TM0177 (NACE, 2005) variam em função do tipo de material testado. No entanto, essa padronização é adequada a meios contendo H<sub>2</sub>S, os quais são significativamente mais agressivos que o utilizado neste trabalho (proteção catódica). Assim, foi necessária a realização de ensaios preliminares, com o objetivo principal de obter uma faixa aproximada dos possíveis valores de  $\delta$  e, consequentemente, espessuras de cunhas, capazes de nuclear uma trinca na extremidade do entalhe em um tempo de ensaio relativamente curto.

Os ensaios preliminares consistiram em testar quatro corpos de prova para cada material em solução salina sob proteção catódica por sete dias. Após esse tempo, foi verificada a existência ou não de uma trinca por meio de um microscópio óptico. A temperatura, a pressão e o pH da solução não foram controlados durante o ensaio, bem como os ensaios não foram executados em meio com recirculação forçada.

A estimativa dos valores possíveis de K<sub>AP</sub> adequados ao ensaio levou em consideração os resultados obtidos de tenacidade à fratura do material (K<sub>IJC</sub>), haja vista que a sua extrapolação possivelmente acarretaria propagação ao ar. Dessa forma, alguns valores de deslocamentos nominais dos braços ( $\delta$ ) foram testados para cada material, estimados por meio da Eq. 2.7 e da Eq. 2.8, para E = 210 MPa, B = 9,53 mm, B<sub>n</sub> = 5,72 mm, a<sub>0</sub> = 34,95 mm e h = 12,7 mm.

A Tabela 3.1 mostra os valores escolhidos de  $K_{AP}$  em função do deslocamento do braço ( $\delta$ ) e, consequentemente, da espessura de cunha utilizada (t).

Material	δ (mm)	t (mm)	К <sub>АР</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> )
	0,80	3,18	63,2
Aco C	0,95	3,33	75,0
Aço o	1,25	3,63	98,7
	1,40	3,78	110,5
	0,95	3,33	75,0
Aco F	1,25	3,63	98,7
Ağu i	1,70	4,08	134,2
	2,00	4,38	157,9

Tabela 3.1 - Relação entre o deslocamento dos braços ( $\delta$ ) e K<sub>AP</sub>.

Na primeira cuba de ensaio foram testados dois corpos de prova de cada material. Para o aço C utilizaram-se valores de  $\delta$  iguais a 0,80 mm e 1,40 mm. Para o aço F foram escolhidos valores de  $\delta$  iguais a 0,95 mm e 2,00 mm. Na segunda cuba, para cada material, testaram-se os demais valores de deslocamento.

Na Figura 3.23 é possível observar a montagem completa do sistema de proteção catódica com a distribuição simétrica dos corpos de prova na cuba.



a)





b)

Figura 3.23 - Montagem da cuba de teste para os ensaios preliminares; a) montagem completa; b) distribuição dos corpos de prova.

Por fim, os ensaios definitivos de longa duração (trinta dias) foram realizados com o intuito de permitir que a trinca propagasse por mais tempo, chegando a uma condição na qual a sua taxa de propagação fosse desprezível ao ponto de não ser necessário mais continuar o ensaio.

#### 3.4.8 Simulação por elementos finitos

De forma complementar, simulações por elementos finitos foram realizadas por meio do programa ANSYS<sup>®</sup> Mechanical-Workbench 18.1 com o objetivo de estimar o valor do coeficiente de concentração de tensão (K<sub>t</sub>) do entalhe fabricado por eletroerosão no ponto médio do CP. Foram também analisadas as tensões/ deformações na região do entalhe, provocados pelos deslocamentos dos braços ( $\delta$ ). Os valores dos deslocamentos utilizados nas simulações foram iguais aos  $\delta$  dos ensaios preliminares.

O valor da tensão resultante no ponto médio da região do entalhe foi utilizado para o cálculo do fator de concentração de tensão (K<sub>t</sub>) do entalhe de eletroerosão, conforme a Eq. 2.2. O modelo de elementos finitos usado na estimativa de K<sub>t</sub> considerou o CP submetido a tensões dentro do regime elástico dos materiais. Nesta simulação foi aplicada uma força F = 50 N na mesma direção e sentido da força gerada pelo deslocamento oriundo da inserção das cunhas. Para esta força aplicada, as tensões ficaram abaixo do limite de escoamento dos materiais. O valor da tensão usado nesta estimativa foi determinado considerando a tensão principal máxima no ponto central do corpo de prova. Este ponto foi escolhido por ser o mais afastado do entalhe lateral a fim de evitar a influência do fator de concentração gerado por este entalhe.

Nas simulações para análise de tensões/deformações, geradas com a inserção de cunhas, o comportamento elasto-plástico do material foi introduzido no modelo. Dessa forma, os dados da curva de Tensão *versus* Deformação obtidos no ensaio de tração foram inseridos no programa e a lei constitutiva multilinear foi escolhida para representar o comportamento plástico. Nestas simulações não foram considerados efeitos de pressão e temperatura. No modelo em elementos finitos a cunha foi simulada por meio da aplicação de um deslocamento no centro do furo (B) correspondente à metade do tamanho da cunha utilizada nos experimentos ( $\delta/2$ ). Além do mais, para evitar deslocamentos de corpo rígido, o CP foi engastado na sua extremidade oposta (A), conforme a Fig. 3.24.



Figura 3.24 - Desenho esquemático das condições de contorno e carregamento do modelo representando <sup>1</sup>/<sub>4</sub> do corpo de prova DCB.

As simulações de ambos os aços foram realizadas para todos os deslocamentos ( $\delta$ ) utilizados nos ensaios preliminares. No entanto, foi necessário dividi-los por dois ( $\delta$ /2), visto que o modelo representa um corpo de prova em simetria. Para critério de comparação, apenas os resultados para  $\delta$  = 0,95 mm foi apresentado neste trabalho.

O modelo geométrico usado na simulação foi desenhado no programa Inventor<sup>®</sup>, transferido ao ANSYS<sup>®</sup>, sendo a sua geometria adaptada de tal forma que represente um quarto de simetria do CP original, com o intuito de otimizar e economizar recursos computacionais. Os planos de divisão do modelo estão identificados em azul e vermelho na Fig. 3.25.



Figura 3.25 - Modelo geométrico que representa <sup>1</sup>/<sub>4</sub> do Corpo de prova DCB simetricamente dividido em dois planos.

Para essa simulação utilizou-se uma malha do tipo hexa dominante do tipo quadrilateral/triangular. Além disso, foi necessário realizar um teste de convergência de malha por meio do refinamento dos elementos contidos na região de interesse (entalhe), para garantir que a malha não influencie de forma significativa nos resultados observados. Após o teste a dimensão ótima estimada para os elementos foi de aproximadamente 0,01 mm na região de interesse. A Figura 3.26 mostra a malha utilizada nas simulações.



Figura 3.26 - Malha utilizada para a simulação por elementos finitos do corpo de prova DCB; a) vista geral; b) vista ampliada dos elementos refinados na região do entalhe.

#### 3.4.9 Ensaios definitivos

Essa etapa teve como principal objetivo a obtenção dos valores limiares de K ( $K_{TH}$ ) do material para as condições pré-estabelecidas. Para isso, o ensaio definitivo foi realizado de forma similar aos preliminares, diferenciando-se apenas quanto à duração do teste, a qual foi de trinta dias. Esse tempo é superestimado em relação ao proposto pela norma NACE TM0177 (NACE, 2005) (quatorze dias para H<sub>2</sub>S), visando garantir que a trinca se propague até a sua parada, de modo que o valor de K<sub>AP</sub> se torne igual a K<sub>TH</sub>.

Independentemente de nucleação de trinca nos ensaios preliminares, esse ensaio foi realizado para todas as condições anteriormente testadas. Dessa forma, foi possível verificar se de fato esse método era válido para o tipo de meio e de material utilizados, pois poderia ser que o tempo necessário para a iniciação da trinca fosse superior a sete dias.

Nesta etapa, ensaiaram-se primeiramente corpos de prova utilizando as cunhas nas quais os valores de deslocamento dos braços resultaram em nucleação de trinca nos ensaios preliminares. Foi empregada a metodologia de  $K_{LIMITE}$  a partir dos valores de  $K_{TH}$ , utilizando ensaios em triplicata e variando três valores de  $\delta$  em 0,15 mm.

A Tab. 3.2 mostra os valores de  $\delta$  aplicados nos corpos de prova para a obtenção de K<sub>TH</sub> do aço C e do aço F.

Material	δ (mm)	Nº de ensaios
	0,95	3
Aço C	1,10	3
	1,25	3
	1,70	3
Aço F	1,85	3
	2,00	3

Tabela 3.2 - Valores de deslocamentos dos braços aplicados para o ensaio definitivo.

Após 30 dias de ensaios em triplicata para cada  $\delta$ , os corpos de prova foram tracionados para a obtenção da carga de cunha (*wedge-load* – P), localizada na mudança abrupta da inclinação da curva de *lift-off* (Fig. 2.21). Para a realização desse procedimento foi utilizada a máquina de tração da Instron<sup>®</sup>, já descrita anteriormente. A taxa de deslocamento utilizada foi de 0,1 mm/min, a fim de atender as recomendações (máximo de 0,5 mm/min) da NACE TM0177 (2016).

Após a remoção da cunha, o corpo de prova foi separado em duas partes (fraturado) a fim de expor as trincas para a medição do comprimento. Este procedimento também foi realizado no sistema de ensaio Instron.

A Fig. 3.27 ilustra um corpo de prova fixo no sistema de ensaio Instron, com seus braços sendo separados para a obtenção da curva de *lift-off* e, portanto, determinar P.



Figura 3.27 - Corpo de prova após 30 dias de ensaio para a obtenção da carga de cunha (P).

Posteriormente, os valores da trinca final do ensaio (a<sub>F</sub>) foram medidos utilizando o projetor de perfil. Foram realizadas cinco leituras igualmente espaçadas ao longo da espessura (B), os quais podem ser encontrados de forma detalhada no Apêndice X.

Na Figura 3.28 é possível observar o desenho esquemático do procedimento de medição, sendo o comprimento total da trinca (at) representado pela linha azul e a distância horizontal do furo (centro de aplicação de carga) representado pela cota "F".





O valor de a<sub>F</sub> foi determinado por meio da medição de cinco valores igualmente espaçados na superfície de fratura e, em seguida, calculado pela Eq. 3.6, a qual representa a média das distâncias entre o centro do furo do corpo de prova até a extremidade da trinca.

$$a_F = \frac{\sum_{n=1}^{5} (a_{t_n} - F)}{5}$$
(3.6)

É de grande importância ressaltar que a validade do ensaio está condicionada a um crescimento médio de trinca, ∆a<sub>m</sub>, ser maior ou igual a 2,5 mm.

Os valores de  $K_{TH}$  do aço C foram calculados a partir dos valores de  $P_{real}$  (Eq. 2.10) e do comprimento da trinca final ( $a_F$ ) medida após o ensaio, utilizando a mesma equação proposta pela NACE TM0177 (NACE, 2005) para o cálculo de  $K_{ISSC}$  (Eq. 3.7). Uma análise de variância dos resultados foi realizada por meio do programa STATISTICA a fim de verificar se os valores médios de  $K_{TH}$  obtidos para cada  $\delta$  eram estatisticamente iguais.

$$K_{TH} = \frac{P_{real} \cdot a_F \cdot \left(2\sqrt{3} + 2,38 \cdot \frac{h}{a_F}\right) \cdot \left(\frac{B}{B_n}\right)^{\frac{1}{\sqrt{3}}}}{B \cdot h^{\frac{3}{2}}}$$
(3.7)

Onde:

- *P<sub>real</sub>* Carga de cunha obtida pela curva de *lift-off* e corrigida pela Eq. 2.10;
- *a<sub>F</sub>* Comprimento da trinca final medida após o ensaio;
- *h* Meia altura do corpo de prova;
- *B* Espessura do corpo de prova;
- *B<sub>n</sub>* Distância entre as raízes dos entalhes laterais.

Finalmente, a região de fratura de um dos corpos de prova do aço C foi exposta e analisada no MEV.

#### 3.4.10 Ensaio de controle de deslocamento no sistema de ensaio Instron

O principal objetivo desta etapa foi a detecção do tempo médio do ensaio DCB para as condições supracitadas, utilizando o menor deslocamento de braços que resultou em propagação de trinca ( $\delta$  = 0,95 mm). Isso é possível pela obtenção de uma curva Carga *versus* Tempo, sendo garantidos pela aplicação de um deslocamento constante dos braços do corpo de prova, isto é, o controle de  $\delta$  realiza o papel de uma cunha inserida.

Para esse ensaio utilizou-se a segunda cuba que foi fabricada para ser adaptada na mesma máquina de tração utilizada para a abertura dos corpos de prova nos ensaios definitivos.

As partes metálicas expostas ao meio foram protegidas com uma tinta anticorrosiva e/ou fita isolante líquida a fim de proteger os concentradores de tensão da garra e do suporte (conexão roscada) e de mitigar o consumo de corrente pelo eletrodo de trabalho. Além do mais, o sistema de ensaio Instron foi isolado eletricamente do fluido eletrolítico por meio da inserção de buchas fabricadas em celeron na montagem realizada entre o pino e garra da máquina de tração que acoplam o dispositivo puxador. Esse isolamento foi fundamental para que não houvesse riscos de danos ao sistema elétrico do sistema de ensaio Instron devido ao potencial aplicado pelo potenciostato (Fig. 3.29).



Figura 3.29 - Sistema de isolamento entre a máquina de tração e o fluido eletrolítico.

A montagem completa do sistema pode ser observada na Fig. 3.30. Um plástico comum foi utilizado para prevenir que, em caso de vazamento na cuba, o fluido não adentrasse o equipamento e causasse danos aos componentes elétricos e mecânicos.

Após a montagem do corpo de prova no sistema de ensaio, o valor de deslocamento prescrito ( $\delta$ ) foi ajustado por meio da abertura corpo de prova e, simultaneamente, da inserção da cunha correspondente. Aplicado esse valor de  $\delta$ , a cuba foi fechada e o fluido inserido para, então, aplicar o potencial catódico.

O programa utilizado para a captura dos dados de Força *versus* Tempo foi o WaveMatrix™, compatível com o sistema Instron de ensaio.

Todos os ensaios foram realizados a uma temperatura controlada de aproximadamente 20 °C.





Figura 3.30 - Montagem completa para o ensaio de controle de deslocamento.

# 3.5 Ensaio de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM)

O carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM) é um ensaio de flexão a quatro pontos, carregado de forma incremental, em um corpo de prova entalhado e imerso em um fluido eletrolítico com um potencial catódico aplicado. O objetivo do ensaio é determinar a carga limite invariante para ocorrer a FH (P<sub>TH</sub>).

Os corpos de prova utilizados neste trabalho foram removidos dos tubos de aço na orientação C-L e estão de acordo com a ASTM F519 (ASTM, 2018). As dimensões dos corpos de prova foram as seguintes: seção quadrada ( $a_1 x a_2$ ) de 10x10 mm<sup>2</sup>, com comprimento "L" de 60 mm e entalhe com formato "V", com raio "r" igual a 0,25 mm, altura "h" igual a 3,6 mm e ângulo " $\alpha$ " igual a 90°, conforme a Fig. 3.31. O desenho técnico do CP com as dimensões detalhadas se encontra no Apêndice XI.



Figura 3.31 - Desenho esquemático do corpo de prova para ensaio CPPAM conforme a norma ASTM F519 (ASTM, 2018).

Foram ensaiados quatro corpos de prova para cada material, sendo um para o ensaio ao ar e os outros três em meio assistido. Cada CP foi medido cinco vezes utilizando o mesmo projetor de perfil utilizado para medir os corpos de prova DCB. Todas as medições estão contidas no Apêndice XII. Todos os valores medidos ficaram dentro dos limites de tolerâncias.

Para os ensaios CPPAM, os corpos de prova foram inseridos no mesmo tipo de meio assistido utilizado para os ensaios DCB (proteção catódica com NaCl 3,5 % e um potencial de -1,2 V<sub>Ag/AgCl</sub>).

O equipamento utilizado para este ensaio foi projetado por Martiniano (2016), o qual foi construído e validado no Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD) da Universidade Federal de Uberlândia (Fig. 3.32).



Figura 3.32 - Equipamento projetado por Martiniano (2016) para ensaios CPPAM.

Todo o experimento foi realizado seguindo as recomendações da ASTM F1624 (ASTM, 2012). Ela abrange apenas os ensaios em materiais com dureza mínima de 33 HRC. Dessa forma, para o aço F, foi necessário modificar os tempos de patamares devido a sua baixa dureza (25 HRC), a fim de garantir que a difusão do hidrogênio fosse suficiente para

causar a fragilização nesse material e assim respeitar o critério de 5 % da queda de carga previsto pela norma, similarmente ao trabalho realizado por Souza (2018) utilizando Inconel 718.

Após a realização dos ensaios, um corpo de prova de cada material (aços C e F) foi submerso em nitrogênio líquido a fim de facilitar o rompimento total do corpo de prova e, portanto, expor a superfície de fratura gerada pelo carregamento em meio assistido. Ainda, foi necessário realizar a remoção de parte dos óxidos contidos nessa superfície por meio da aplicação do detergente Alconox<sup>®</sup>.

#### 3.5.1 Determinação da força de referência (P<sub>FFS</sub>)

Antes de realizar ensaio em meio assistido, foi realizado um teste de fratura rápida (*Fast Fracture Strength* - FFS) ao ar para determinar o valor da força de referência (P<sub>FFS</sub>). Esse parâmetro representa a resistência à fratura do corpo de prova entalhado ao ar e foi utilizado para a configuração dos patamares do ensaio com o efeito do hidrogênio.

Dessa forma, um corpo de prova foi testado a uma taxa de carregamento igual a aproximadamente 7,86 MPa/s, respeitando a ASTM 1624 (ASTM, 2016) a qual sugere valores entre 1,15 e 11,5 MPa/s. Em seguida, uma curva de Força *versus* Tempo foi obtida e o valor de P<sub>FFS</sub> foi determinado pela força máxima obtida no ensaio.

# 3.5.2 Ensaio em meio assistido para a determinação de P<sub>TH</sub>

Essa etapa consistiu em ensaiar três corpos de prova em meio assistido e com a aplicação de forças em patamares. A norma ASTM F1624 (ASTM, 2012) prescreve que para durezas entre 33 HRC e 45 HRC os dez primeiros patamares devem ter duração de duas horas, seguido de mais dez patamares com duração de quatro horas cada, sendo esse critério o utilizado para ensaiar o aço C. No entanto, devido à menor dureza do aço F, foi necessário utilizar vinte patamares de carregamento, sendo os dez primeiros com duração de quatro horas e os outros dez com tempo de oito horas cada.

No primeiro ensaio em meio assistido, a carga de referência, ou  $P_{MAX}$ , foi considerada como sendo o  $P_{FFS}$ . Nos ensaios subsequentes,  $P_{MAX}$  foi considerado igual 1,1  $P_{TH}$ , onde  $P_{TH}$  foi a carga obtida do patamar imediatamente anterior ao patamar em que foi iniciada a propagação de trinca no corpo de prova do ensaio anterior. O ensaio se encerrou quando a queda de força foi maior ou igual a 5 % do  $P_{FFS}$  ou quando a força aplicada no CP se igualou ao  $P_{FFS}$ . O  $P_{TH}$  final foi considerado como sendo o menor valor de  $P_{TH}$  obtido nos ensaios CPPAM e, se este valor fosse menor ou igual a 75 % do  $P_{FFS}$ , o material pôde ser considerado susceptível à FH. Todos os valores de  $P_{TH}$  foram determinados utilizando a metodologia de análise numérica desenvolvida por Souza (2018).

# **CAPÍTULO IV**

# **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Inicialmente são apresentados os resultados das análises e dos ensaios para determinação da resistência mecânica para a caracterização dos aços ARBL, na seguinte ordem: análise de composição química, análise metalográfica, difração de raios-X, perfil de dureza e ensaios de tração. Em seguida os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura e resultados dos ensaios pelo método DCB para a determinação de K<sub>TH</sub> são apresentados e discutidos em itens separados. Por fim, os resultados complementares obtidos pelo ensaio CPPAM são abordados.

# 4.1 Resultados dos ensaios de caracterização dos materiais testados

# 4.1.1 Análise de composição química

Os dados da análise de composição química utilizando método de combustão são apresentados na Tab. 4.1. A segunda análise, utilizando o equipamento GDS500A resultou nos dados apresentados na Tab. 4.2. Os valores obtidos representam a porcentagem em peso de cada elemento, com uma confiabilidade de 95 % (duas vezes o desvio padrão das medições).

<b>-</b>	A /1'			r	•	1	~
1 2noi2 /1 1		al limica i	da carhono	a anvotra	nor main i	an nracaeea	do complictoo
$1 a \nu c a + 1$		uuiiiica				40 01000330	

	C (%)	S (%)
Aço C	0,37 ± 0,01	0,009 ± 0,001
Aço F	$0,30 \pm 0,04$	0,004 ± 0,001

Elemento (%)	Mate	erial
	Aço C	Aço F
С	0,3780 ± 0,0023	0,2900 ± 0,0020
S	0,0078 ± 0,0010	0,0032 ± 0,0011
Mn	0,9120 ± 0,0114	0,7690 ± 0,0050
Si	0,2680 ± 0,0050	0,3150 ± 0,0031
Cr	1,1400 ± 0,0000	1,4800 ± 0,0115
Cu	0,2270 ± 0,0042	0,2160 ± 0,0012
Ni	0,1320 ± 0,0023	0,1260 ± 0,0031
Мо	0,3210 ± 0,0031	0,6910 ± 0,0040
V	$0,0053 \pm 0,0004$	0,0097 ± 0,0005
Р	0,0130 ± 0,0012	0,0139 ± 0,0011
AI	0,0243 ± 0,0003	0,0383 ± 0,0001
Ti	0,0028 ± 0,0005	0,0042 ± 0,0007
Nb	-	0,0239 ± 0,0015
В	0,0012 ± 0,0000	0,0013 ± 0,0001

Tabela 4.2 - Composição química dos aços C e F obtida por meio do equipamento GDS500A (% em peso).

Observa-se que, dentre os principais elementos, as quantidades de carbono (C) e enxofre (S) do aço C são maiores que as do aço F. Além do mais, o aço F apresenta maior quantidade de Cr, Mo e V que o aço C. Já a composição de Ni é similar para ambos os aços. De acordo com os resultados pode-se concluir que tais aços se aproximam das especificações da *American Iron and Steel Institute* (AISI), nas seguintes classificações: AISI 4137 (aço C) e AISI 4130 (aço F), conforme a Tab. 4.3.

Tabela 4.3 - Limites, em porcentagem, dos elementos de liga dos aços AISI 4130 e AISI 4137 (METALS HANDBOOK, 1990)

AISI	С	S	Cr	Мо	Mn	Si
4130	0,28 - 0,33	≤ 0,04	0,80 - 1,10	0,15 - 0,25	0,40 - 0,60	0,15 - 0,35
4137	0,35 - 0,40	≤ 0,04	0,80 - 1,10	0,15 - 0,25	0,70 - 0,90	0,15 - 0,35

# 4.1.2 Resultados da análise metalográfica

Nesse tópico, são apresentados os resultados referentes à metalografia dos aços C e F, divididos em análise microestrutural e caracterização de inclusões. As imagens obtidas possibilitaram identificar a microestrutura, a existência de orientação e a presença de inclusões.

# 4.1.2.1 Resultados da análise microestrutural (microscópico óptico)

As imagens da microestrutura dos aços C e F podem ser observadas na Fig. 4.1 e na Fig. 4.2, respectivamente.



Figura 4.1 - Microestrutura do aço C observada por microscopia ótica; ataque: Nital 2%.



Figura 4.2 - Microestrutura do aço F observada por microscopia ótica; ataque: Nital 2%.

De acordo com a Fig. 4.1, observa-se que o aço C possui bandeamento na direção longitudinal, oriundo do processo de laminação do tubo. Por outro lado, a Fig. 4.2 demonstra que o aço F não apresenta bandeamento perceptível na orientação longitudinal, podendo ser explicado pelas etapas adicionais no refino do aço e pelos tratamentos térmicos aplicados a este material. Além disso, observa-se a presença de microestruturas diferentes (bainíticas/ferríticas) nas bandas claras do aço C, que não se observa em quantidade significativa no aço F.

Observa-se que em ambos os aços a matriz é predominantemente martensítica/ bainítica com a presença de grãos de ferrita dispersos, sendo a microestrutura do aço F mais refinada em relação à do aço C. Além disso, nota-se a presença de inclusões alongadas na direção de laminação no aço C. Portanto, um estudo mais detalhado dessas inclusões tornouse necessário para uma melhor caracterização dos materiais, o qual foi discutido no tópico subsequente. Na Figura 4.3 é possível observar o resultado da análise dos tamanhos dos grãos austeníticos prévios para ambos os aços.



Figura 4.3 - Análise microscópica do tamanho do GAP para os aços a) C e b) F.

A partir da Fig. 4.3 conclui-se que o aço F possui tamanho de GAP muito menor que o aço C, ou seja, maior quantidade de aprisionadores de hidrogênio. Portanto, conforme observado por Shibata, Matsuoka e Tsuji (2013), essa seria uma das contribuições para a menor SFH do aço F, haja vista que mais hidrogênio pode ser acumulado nos seus contornos de grão (sítios de alta energia de aprisionamento), o que levaria a um maior tempo necessário para a sua saturação. Além disso, o menor tamanho do GAP do aço F indica melhores características de tenacidade em geral, podendo ter uma contribuição adicional por diminuir a concentração de elementos prejudiciais (exemplo: S, Sb, Sn) por área de contorno de grão.

# 4.1.2.2 Resultados da quantificação de inclusões

A Tabela 4.3 permite comparar a quantidade de inclusões para cada área analisada, bem como o valor em porcentagem de área para cada aço. A partir dos resultados, o valor médio e a incerteza padrão da variabilidade das leituras ( $u_{VL}$ ) obtidos foram iguais a 0,18 ± 0,02 % para o aço C e 0,05 ± 0,01 % para o aço F. De acordo com a Fig. 3.2 e com a Tab. 4.4, pode-se concluir que o aço C possui maior quantidade de inclusões que o aço F. Isso pode indicar que o aço C possui maior SFH que o aço F, pois quanto maior for a quantidade de inclusões na microestrutura, especialmente aquelas com formato alongado, maior será quantidade de concentradores de tensão existentes no material (MABHO, 2010; CHATTORAJ, 1995).

Além do mais, algumas inclusões observadas no aço C possuem formato alongados na direção de laminação, enquanto no aço F o aspecto é apenas esferoidal. Isso indica a possibilidade de o aço F ter sido tratado com cálcio (CICUTTI *et al*, 1997), sendo comprovado com análises pontuais de EDS no tópico seguinte.

	A	ço C	Aço F	
IMAGEM	Número de inclusões	Porcentagem de área (%)	Número de inclusões	Porcentagem de área (%)
1	28	0,16	60	0,02
2	21	0,15	18	0,03
3	41	0,14	39	0,08
4	29	0,03	34	0,01
5	191	0,39	50	0,07
6	27	0,13	36	0,03
7	31	0,34	49	0,02
8	24	0,26	59	0,02
9	111	0,15	21	0,02
10	55	0,17	50	0,04
11	48	0,19	111	0,05
12	34	0,17	45	0,02
13	9	0,20	36	0,02
14	23	0,12	46	0,11
15	24	0,04	9	0,01
16	27	0,13	69	0,06
17	19	0,11	51	0,02
18	173	0,14	130	0,12
19	29	0,16	39	0,17
20	65	0,37	186	0,05
Média	50	0,18	57	0,05
UvL	-	0,02	-	0,01

Tabela 4.4 - Quantificação de inclusões dos aços C e F em porcentagem de área.

# 4.1.2.3 Resultados da microscopia eletrônica de varredura

As imagens das microestruturas de ambos os aços obtidas no MEV podem ser observadas na Fig. 4.4.





A Fig. 4.4 mostra que ambos os aços possuem uma estrutura predominantemente martensítica/bainítica com grãos de ferrita dispersos. Além disso, como já constatado na análise utilizando o microscópio óptico, o aço F possui uma microestrutura mais refinada quando comparada ao aço C.

Após a investigação da microestrutura do aço C, foram encontradas inclusões alongadas na direção de laminação. A análise pontual resultou em um espectro de EDS, o qual indicou se tratar de sulfeto de manganês (MnS), conforme a Fig. 4.5.



Figura 4.5 - Imagem obtida em MEV e espectro de EDS da inclusão não metálica de sulfeto de manganês presente no aço C.

Já o aço F apresentou dois tipos de inclusões com formato arredondado em sua microestrutura, quais sejam sulfeto de manganês (MnS) e óxido de alumínio Al/Mg. Na Figura 4.6 é possível observar o espectro de EDS dessas inclusões. Nota-se a presença do elemento cálcio no espectro do MnS. Segundo a literatura, o Ca contribui para modificação da morfologia e distribuição do MnS, tornando-os arredondados (ANDERSSON; SEETHARAMAN, 2000; TURKDOGAN, 1996).

Além da diferença de formato, é possível notar que algumas inclusões de MnS do aço C (formato alongado) são ligeiramente maiores que aquelas demais (formato esférico) presentes em ambos os aços.



Figura 4.6 - Imagem de elétrons secundários e espectro de EDS de inclusões não metálicas presentes no aço F a) sulfeto de manganês (MnS); b) óxido de Al/Mg; MEV.

# 4.1.3 Difração de raios-X

Na Figura 4.7 é possível observar os difratogramas obtidos para os aços C e F. De acordo com a análise pela ficha JCPDS, concluiu-se que os picos obtidos no ensaio correspondem à fase ferro  $\alpha$ , o que indica a presença das fases ferrita e/ou martensita/bainita, corroborando com os resultados obtidos na análise microestrutural.



	•
а	۱.
а	,



Figura 4.7 - Resultados de difração de raios-X para os aços a) C e b) F.

# 4.1.4 Resultados do perfil de dureza

A Figura 4.7 apresenta os resultados de medição dos perfis de dureza Vickers (HV10) para os aços C e F. As barras de erro indicam um desvio padrão com confiabilidade de 95,45 %. Observa-se que o perfil de dureza ao longo da espessura pode ser considerado constante. Considerando todas as medições, o valor médio da dureza para o aço C é 325 HV10 (33 HRC) e para o aço F é 267 HV10 (25 HRC).



	١.
<u> </u>	۱.
a	,



Figura 4.8 - Perfis de dureza ao longo da espessura dos corpos de prova do a) aço C e b) aço F.

# 4.1.5 Resultados referentes ao ensaio de tração

Os ensaios de tração dos corpos de prova dos aços C e F resultaram e cinco curvas de tensão-deformação de engenharia. Na Figura 4.9 é possível observar o exemplo de uma curva para cada material. Os valores de alongamento na ruptura e dos limites de escoamento ( $\sigma_{Y}$ ) e resistência à tração ( $\sigma_{UT}$ ) estão apresentados nas Tab. 4.5 e Tab. 4.6. Devido a erros práticos na retirada do extensômetro durante o ensaio, apenas dois corpos de prova do aço F resultaram em valores válidos de alongamento.



Figura 4.9 - Curvas tensão-deformação obtidas no ensaio de tração para os aços C e F.

Tabela 4.5 - Resultados dos ensaios de tração realizados no aço C, com o valor médio e o desvio padrão (DP) com confiabilidade de 95,45 %.

Corpo de	Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento na
prova	(MPa/ksi)	à tração (MPa)	ruptura (%)
<b>C</b> <sub>1</sub>	893,95	1017,53	18,70
C <sub>2</sub>	951,52	1058,99	18,24
<b>C</b> <sub>3</sub>	889,66	1010,60	18,17
C <sub>4</sub>	950,15	1054,66	17,22
C <sub>5</sub>	946,56	1044,74	16,17
Média	926,37/134,36	1037,30	17,70
DP	63,28/9,18	43,94	1,01

Tabela 4.6 - Resultados dos ensaios de tração realizados no aço F, com o valor médio e o desvio padrão (DP) com confiabilidade de 95,45 %.

Corpo de	Limite de escoamento	Limite de resistência	Alongamento na
prova	(MPa/ksi)	à tração (MPa)	ruptura (mm)
F <sub>1</sub>	780,76	856,97	26,17
F <sub>2</sub>	776,06	850,05	22,79
F <sub>3</sub>	777,26	850,03	-
F4	780,50	847,66	-
F₅	764,56	837,39	-
Média	775,83/122,52	848,42	24,48
DP	13,24/1,92	14,16	2,39

O valor médio do módulo de elasticidade obtido nos ensaios de tração foi aproximadamente igual a 210 GPa para ambos os aços. O valor médio obtido do limite de escoamento do aço C foi de aproximadamente 926,4 MPa (134,4 ksi) e do aço F foi de 775,8 MPa (122,5 ksi). De acordo com a Fig. 4.9, Tab. 4.5 e Tab. 4.6, é possível concluir que o aço C possui maior limites de escoamento e de resistência à tração que o aço F. Ainda, o aço F apresenta escoamento descontínuo e possui maior alongamento na ruptura, indicando que esse material é mais dúctil.

# 4.2 Avaliação de tenacidade à fratura

Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados dos ensaios K<sub>IC</sub> e integral J para os aços C e F.

#### 4.2.1 Resultados do ensaio K<sub>IC</sub>

Os ensaios de K<sub>IC</sub> resultaram em uma única frente de trinca nos três corpos de prova do aço C, com a presença de leve tunelamento e lábios de cisalhamento (Fig. 4.10) nas regiões adjacentes às faces do corpo de prova.



Figura 4.10 - Corpo de prova C(T) do aço C após o ensaio  $K_{IC}$ ; a) face lateral do CP; b) exposição da trinca.

Dada a grande quantidade de deformação plástica na frente da trinca, o aço F apresentou a formação de duas frentes de trincas nos três corpos de prova, impossibilitando qualquer análise de validade do ensaio  $K_{IC}$  (Fig. 4.11). Dessa forma, não foi necessário a exposição da fratura para a medição da trinca, pois esse método não é adequado para determinar a tenacidade à fratura nesse material.





Após as medições das trincas dos corpos de prova do aço C, seus valores foram inseridos no programa para que, junto com os valores de  $P_Q$  extraídos das curvas de carregamento (P x  $\Delta$ ) (Fig. 4.12), fosse obtido o valor de K<sub>Q</sub>. Assim, os valores de P<sub>Q</sub>, K<sub>Q</sub>, e  $P_{MAX}/P_Q$  foram calculados automaticamente pelo sistema Instron (Tab. 4.7). O deslocamento  $\Delta$  é dado pela abertura da boca da trinca.



Figura 4.12 - Curvas de carregamento do aço C para o ensaio de determinação do KIC.
СР	P <sub>Q</sub> (kN)	K <sub>Q</sub> (MPa.m <sup>0,5</sup> )	$P_{MAX}/P_Q$
<b>C</b> <sub>1</sub>	21,17	96,66	1,37
<b>C</b> <sub>2</sub>	20,95	97,37	1,40
C <sub>3</sub>	20,52	92,38	1,40

Tabela 4.7 - Resultados do ensaio K<sub>IC</sub> para cada CP do aço C.

De acordo com a Tab. 4.7, todos os valores de  $P_{MAX}/P_Q$  são superiores à 1,10, desrespeitando a primeira condição de validação do ensaio e evidenciando a ocorrência de zona plástica acima dos limites permitidos na frente da trinca antes da fratura final do corpo de prova.

Por fim, na Tab. 4.8 é possível observar os valores obtidos pela Eq. 3.3 para verificar o segundo teste de validade do método  $K_{IC}$ , onde o valor de  $\sigma_Y$  obtido pelo ensaio de tração é igual a 926,37 MPa para o aço C.

	Tabela 4.8 - Dados	geométricos	dos cor	pos de	prova do ac	ço C	para valida	ção do	ensaio K <sub>IC</sub> .
--	--------------------	-------------	---------	--------	-------------	------	-------------	--------	--------------------------

СР	a₀ (mm)	(W – a₀) (mm)	B (mm)	2,5 (K <sub>Q</sub> / σ <sub>Y</sub> )² (mm)
<b>C</b> <sub>1</sub>	10,395	15,695	12,900	27,21
<b>C</b> <sub>2</sub>	10,861	15,630	12,927	27,62
C <sub>3</sub>	10,500	15,461	12,930	24,86

De acordo com a Tab. 4.8, nenhuma das medidas geométricas dos corpos de prova do aço C respeitou o critério estabelecido pela Eq. 3.3, para garantia de dominância de um estado triaxial de tensões na frente da trinca. Dessa forma, o resultado de K<sub>Q</sub> obtido no ensaio não pode ser considerado como o valor de tenacidade à fratura do material. Com isso, é possível concluir que para fazer uso do parâmetro K<sub>IC</sub>, da MFEL, para avaliação da tenacidade à fratura, seria necessário um CP com dimensões maiores. Todavia, isso não seria possível, haja vista que o tubo analisado não disporia das dimensões necessárias para um corpo de prova maior.

Por conseguinte, optou-se pelo uso do parâmetro integral J, da MFEP, para determinação da tenacidade à fratura de ambos os materiais.

#### 4.2.2 Resultados do ensaio J<sub>IC</sub>

Da mesma forma que o ensaio K<sub>IC</sub>, o método da integral J também exigiu que os resultados passassem pelos critérios de validade descritos no item 3.7.1 deste trabalho. Dessa forma, após ensaiados, os corpos de prova foram totalmente rompidos para a

exposição da superfície de fratura. O processo de aquecimento do CP para gerar óxidos de diferentes tonalidades de cores foi suficiente para distinguir as regiões delimitadas pelo final da pré-trinca, bem como o valor do tamanho final da trinca, obtendo assim o valor de  $\Delta a$  ocorrido durante o ensaio (Fig. 4.13).



Figura 4.13 - Superfície de fratura de um corpo de prova fabricado em aço C após o ensaio para obtenção da curva J-R.

Nas Tabelas 4.9, 4.10 e 4.11 encontram-se os valores de medição do comprimento final da pré-trinca ( $a_P$ ) e do tamanho da trinca ao final do ensaio ( $a_F$ ) dos corpos de prova do aço C ( $C_1$ ,  $C_2$ ,  $C_3$ ), bem como o intervalo determinado pelo critério de validade do ensaio. Todos os valores medidos encontram-se dentro dos limites estabelecidos pela norma e, portanto, os critérios de validade foram respeitados.

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>F</sub> (mm)	<del>a<sub>P</sub></del> ± 0,05B (mm)	ā <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	15,159	16,829		
2	14,886	16,636		
3	15,193	16,577		
4	15,193	16,931		
5	15,147	16,897	15,137 ± 0,650	16,820 ± 0,650
6	15,193	16,852	(14,487 a 15,786)	(16,170 a 17,470)
7	15,193	16,863		
8	15,186	16,965		
9	15,079	16,829		
Média	15,137	16,820		

Tabela 4.9 - Valores medidos da pré-trinca  $(a_P)$  e da trinca final  $(a_F)$  e critério de validade do ensaio para o corpo de prova  $C_1$ .

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>F</sub> (mm)	a <sub>P</sub> ± 0,05B (mm)	ā <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	14,884	17,124		
2	14,925	17,045		
3	15,086	17,193		
4	15,079	17,011		
5	15,113	17,079	15,032 ± 0,651	17,102 ± 0,651
6	14,965	17,090	(14,381 a 15,683)	(16,451 a 17,753)
7	15,045	17,045		
8	15,079	17,09		
9	15,113	17,238		
Média	15,032	17,102		

Tabela 4.10 - Valores medidos da pré-trinca  $(a_P)$  e da trinca final  $(a_F)$  e critério de validade do ensaio para o corpo de prova C<sub>2</sub>.

Tabela 4.11 - Valores medidos da pré-trinca ( $a_P$ ) e da trinca final ( $a_F$ ) e critério de validade do ensaio para o corpo de prova  $C_3$ .

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>F</sub> (mm)	a <sub>P</sub> ± 0,05B (mm)	ā <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	14,659	17,011		
2	14,886	16,749		
3	14,965	16,977		
4	14,886	16,931		
5	14,936	16,897	14,886 ± 0,652	16,897 ± 0,652
6	14,772	16,852	(14,235 a 15,538)	(16,246 a 17,549)
7	14,969	16,863		
8	14,934	16,965		
9	14,967	16,829		
Média	14,886	16,897		

Da mesma forma, os valores de medição do comprimento da pré-trinca ( $a_P$ ) e da trinca final ( $a_F$ ) dos corpos de prova do aço F ( $F_1$ ,  $F_2$ ,  $F_3$ ), bem como o intervalo determinado pelo critério de validade do ensaio foram determinados e podem ser observados, respectivamente, nas Tabelas 4.12, 4.13 e 4.14. Todos os valores medidos encontram-se dentro da tolerância e, portanto, o critério foi respeitado.

Tabela 4.12 - Valores	medidos da pro	é-trinca (a <sub>P</sub> ) e	e da trinca	final (a <sub>F</sub> ) e	e critério d	de validad	de
do ensaio para o corp	o de prova F <sub>1</sub> .						

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>F</sub> (mm)	<del>a<sub>P</sub></del> ± 0,05B (mm)	ā <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	14,537	15,321		
2	14,707	15,768		
3	14,792	16,011		
4	14,885	15,920		
5	14,900	15,917	14,778 ± 0,649	15,756 ± 0,649
6	14,907	15,872	(14,128 a 15,427)	(15,107 a 16,406)
7	14,850	15,911		
8	14,787	15,776		
9	14,633	15,312		
Média	14,778	15,756		

Tabela 4.13 - Valores medidos da pré-trinca  $(a_P)$  e da trinca final  $(a_F)$  e critério de validade do ensaio para o corpo de prova  $F_2$ .

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>F</sub> (mm)	a <sub>P</sub> ± 0,05Β (mm)	a <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	14,531	14,935		
2	14,681	15,562		
3	14,772	15,846		
4	14,791	15,881		
5	14,784	15,819	14,681 ± 0,647	15,632 ± 0,647
6	14,744	15,754	(14,034 a 15,328)	(14,984 a 16,279)
7	14,713	15,847		
8	14,609	15,861		
9	14,504	15,179		
Média	14,681	15,632		

Medida	a <sub>P</sub> (mm)	a <sub>⊦</sub> (mm)	<u>a</u> <sub>P</sub> ± 0,05Β (mm)	ā <sub>F</sub> ± 0,05B (mm)
1	14,395	14,886		
2	14,508	15,267		
3	14,517	15,472		
4	14,604	15,553		
5	14,603	15,516	14,489 ± 0,647	15,286 ± 0,647
6	14,571	15,440	(13,842 a 15,135)	(14,639 a 15,932)
7	14,491	15,406		
8	14,451	15,241		
9	14,258	14,791		
Média	14,489	15,286		

Tabela 4.14 - Valores medidos da pré-trinca  $(a_P)$  e da trinca final  $(a_F)$  e critério de validade do ensaio para o corpo de prova  $F_3$ .

Após os ensaios, as curvas obtidas pelo método de flexibilidade no descarregamento, as curvas J-R e os valores de  $J_Q$  (kJ/m<sup>2</sup>) foram fornecidos diretamente pelo sistema de ensaio Instron. Nas Figuras 4.14, 4.15 e 4.16 é possível observar os gráficos resultantes do ensaio  $J_{IC}$  para o aço C, corpos de prova C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> e C<sub>3</sub>, respectivamente.



Figura 4.14 - Curva J-R resultante do ensaios J<sub>IC</sub> para o aço C, corpo de prova C<sub>1</sub>.



Figura 4.15 - Curva J-R resultante do ensaios  $J_{IC}$  para o aço C, corpo de prova  $C_2$ .



Figura 4.16 - Curva J-R resultante do ensaios  $J_{IC}$  para o aço C, corpo de prova  $C_3$ .



para o aço F, corpos de prova F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub> e F<sub>3</sub>, respectivamente.

Figura 4.17 - Curva J-R resultante do ensaios  $J_{IC}$  para o aço C, corpo de prova  $F_1$ .



Figura 4.18 - Curva J-R resultante do ensaios  $J_{IC}$  para o aço C, corpo de prova  $F_2$ .



Figura 4.19 - Curva J-R resultante do ensaios J<sub>IC</sub> para o aço C, corpo de prova F<sub>3</sub>.

Nas curvas J-R apresentadas nas Figuras 4.13 a 4.18 é possível observar que existe pelo menos um ponto (J- $\Delta$ a) entre as linhas de exclusão de 0,15 mm e a linha paralela deslocada de 0,5 mm e entre essa linha e a linha de exclusão de 1,5 mm. Além disso, há pelo menos cinco pontos (J- $\Delta$ a) contidos no intervalo 0,2  $\leq \Delta$ a  $\leq$  2 mm. Dessa forma, todos os resultados estão válidos de acordo com a ASTM E1820-18 (ASTM, 2018) para determinar J<sub>IC</sub>.

Por fim, a Eq. 3.4 foi verificada para ambos os aços (Tab. 4.15) e os resultados permitiram concluir que  $J_Q$  pode ser considerado igual a  $J_{IC}$  ( $J_Q = J_{IC}$ ), pois as dimensões B e  $W - a_0$  são maiores que  $10 \cdot J_Q / \sigma_F$ .

	Material	СР	B (mm)	W - a₀ (mm)	σ <sub>Y</sub> (MPa)	J <sub>Q</sub> (kJ/m²)	10·J <sub>Q</sub> /σ <sub>F</sub> (mm)
Aço C		<b>C</b> <sub>1</sub>	12,993	11,820		84,16	0,81
	Aço C	C <sub>2</sub>	13,020	11,046	926,37	83,12	0,80
		C <sub>3</sub>	13,030	11,320	-	99,16	0,96
		F₁	12,981	11,746		196,55	2,42
	Aço F	$F_2$	12,945	12,214	775,83	197,57	2,43
		F <sub>3</sub>	12,932	11,951		201,54	2,48

Tabela 4.15 - Valores geométrico e critério para a validação do ensaio J<sub>IC</sub>.

Por fim, os valores de  $K_{JIC}$  puderam ser calculados a partir dos valores de  $J_{IC}$  (Eq. 3.5) e o valor médio e o desvio padrão (DP) para o aço C (Tab. 4.16) e para o aço F (Tab. 4.17) foi determinado.

СР	E (GPa)	υ	J <sub>IC</sub> (kJ/m²)	K <sub>JIC</sub> (MPa.m <sup>0,5</sup> )
<b>C</b> <sub>1</sub>			84,16	139,65
<b>C</b> <sub>2</sub>	210,97	0,3	83,12	138,78
<b>C</b> <sub>3</sub>			99,16	151,58
Média	-	1	88,81	143,34
DP	-		8,98	7,15

Tabela 4.16 - Resultados de tenacidade à fratura (K<sub>JIC</sub>) para o aço C.

Tabela 4.17 - Resultados de tenacidade à fratura (K<sub>JIC</sub>) para o aço F.

СР	E (GPa)	υ	J <sub>IC</sub> (kJ/m²)	K <sub>JIC</sub> (MPa.m <sup>0,5</sup> )
F <sub>1</sub>			196,55	212,52
F <sub>2</sub>	209,10	0,3	197,57	213,07
F <sub>3</sub>			201,54	215,26
Média	-		198,59	213,61
DP	-		2,70	1,45

Observa-se nas Tabelas 4.16 e 4.17 que o valor de tenacidade à fratura (K<sub>JIC</sub>) do aço F é aproximadamente 49 % superior ao do aço C. Esse resultado era esperado, pois o aço F possui diversas características microestruturais e mecânicas, tais como: menor dureza, menor valor dos parâmetros de resistência à tração, menor tamanho de grão e baixa fração volumétrica de inclusões (sulfetos), que são concentradores mais suaves de tensão, devido ao seu tamanho e formato arredondado.

As imagens das superfícies fraturadas dos aços C e F são apresentadas na Fig. 4.20 e na Fig. 4.21, respectivamente. Em todas as imagens é possível observar que a fratura possui aspecto dúctil, devido à presença de coalescência de microvazios (*dimples*). Além disso, a formação desses microvazios ocorreu a partir das partículas de sulfetos de manganês (alongadas e esferoidais para o aço C e esferoidais para o aço F). Observa-se que o MnS esferoidal apresenta cálcio em sua composição, o qual é responsável por conferir essa geometria à inclusão.



c)

Figura 4.20 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço C; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da extensão dúctil da trinca; c) Análise por EDS das inclusões de MnS.



Figura 4.21 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço F; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da extensão dúctil da trinca; c) Análise por EDS da inclusão de MnS.

# 4.3 Resultados do ensaio DCB

Nesta etapa são apresentados os resultados e discussões relativas à fabricação das cubas de teste, aos ensaios preliminares, à simulação por elementos finitos, aos ensaios definitivos e ao ensaio de controle de deslocamento.

# 4.3.1 Fabricação dos componentes para os ensaios

Na Figura 4.22 é possível observar um corpo de prova e uma cunha após o processo de usinagem e de retificação.



Figura 4.22 - Corpo de prova DCB fabricado de acordo com a norma NACE TM0177 (NACE, 2005).

A montagem da primeira cuba pode ser observada na Fig. 4.23.



Figura 4.23 - Montagem completa da primeira cuba.

Os principais componentes da segunda cuba para a sua montagem na máquina de tração podem ser observados na Fig. 4.24.



Figura 4.24 - Cuba para ensaios com controle de deslocamento no sistema Instron.

# 4.3.2 Resultados dos ensaios preliminares

Na Tabela 4.18 é possível observar os valores de deslocamentos nominais do braço  $(\delta)$  que resultaram no surgimento de trinca na extremidade do entalhe no tempo de sete dias. Todos os três corpos de prova ensaiados para cada valor de  $\delta$  apresentaram o mesmo comportamento (sem trinca, trinca única ou múltiplas trincas).

Tabela 4.18 - Resultados dos ensaios preliminares de trincamento, em triplicata, após sete dias de exposição nas cubas de ensaio DCB com cunhas.

Material	δ (mm)	Trincamento	Observação
Aço C	0,80	Não	-
Aço C	0,95	Sim	1 trinca
Aço C	1,25	Sim	1 trinca
Aço C	1,40	Não	-
Aço F	0,95	Não	-
Aço F	1,25	Não	-
Aço F	1,70	Sim	Múltiplas
Aço F	2,00	Sim	Múltiplas

Observa-se na Tab. 4.18 que, para as condições ensaiadas, que a nucleação da trinca ocorreu na extremidade do entalhe do aço C ( $\delta$  = 0,95 mm e  $\delta$  = 1,25 mm) e do aço F ( $\delta$  = 1,70 mm e  $\delta$  = 2,00 mm).

Após o ensaio preliminar de trincamento, os corpos de prova foram analisados no microscópio óptico, visto que a fratura iniciada na extremidade do entalhe poderia ser suficientemente pequena para não ser possível observá-la a olho nu.

No entanto, ao contrário do aço F, a trinca propagada no corpo de prova do aço C foi observada sem a necessidade de utilizar ampliações, conforme a Figura 4.25.





O comprimento significativo da trinca propagada nos corpos de prova do aço C indica que o tempo de sete dias poderia ser suficiente para a realização do ensaio utilizando polarização catódica. No entanto, esses corpos de prova não foram considerados para o cálculo de K<sub>TH</sub>, pois seria necessária a obtenção de mais dados para a determinação de K<sub>LIMITE</sub> conforme Ernst *et al.* (2004) e Szklarz (2011).

Paralelamente, isso permite concluir que o aço C é susceptível à FH, pois o meio assistido utilizado nos ensaios, apesar de menos agressivo que os sugeridos pela norma, foi suficiente para propagar uma trinca no material utilizando deslocamentos 0,95 mm a 1,25 mm.

Na Figura 4.26 destaca-se o início da trinca nos entalhes dos corpos de prova para o aço C e para o aço F. Para uma melhor visualização, utilizou-se uma maior ampliação devido à menor extensão da trinca.





Figura 4.26 - Imagem ampliada da extremidade do entalhe após o ensaio de sete dias em meio assistido; a) aço C ( $\delta$  = 0,95 mm); b) aço F ( $\delta$  = 1,70 mm). As setas em (b) mostram a existência de ramificação na frente da trinca.

Observa-se na Fig. 4.25-b que o aço F propagou pequenas trincas ramificadas na extremidade do entalhe, podendo ser um dos indícios que as condições do ensaio não seriam adequadas ao material. No entanto, esses resultados foram melhores verificados com o ensaio definitivo de longa duração.

### 4.3.3 Resultados da simulação por elementos finitos

Neste tópico são apresentados os resultados das simulações por elementos finitos dos modelos, representando os corpos de prova DCB, para a estimativa de K<sub>t</sub> e para a análise da distribuição de tensão e deformação plástica na região do entalhe.

#### 4.3.3.1 Estimativa de K<sub>t</sub>

Os resultados obtidos são equivalentes para aço C e para o aço F, pois no regime elástico o valor de K<sub>t</sub> é função apenas da geometria, do carregamento e das propriedades elásticas dos materiais. A Figura 4.27 mostra a distribuição de tensão principal máxima na região central do corpo de prova. O valor de tensão destacado nesta figura foi utilizado para o cálculo do K<sub>t</sub>.



Figura 4.27 - Distribuição da tensão máxima principal no entalhe do corpo de prova DCB, quando submetido a uma força de 50 N em um dos braços.

A Tab. 4.19 apresenta as dimensões do modelo geométrico e a força aplicada utilizadas no cálculo da tensão nominal (Eq. 2.3), bem como o valor da tensão máxima na região central do entalhe ( $\sigma_{máx}$ ), obtida por elementos finitos.

d (mm)	b (mm)	h (mm)	F (N)	σ <sub>n</sub> (MPa)	σ <sub>máx</sub> (MPa)
34,95	4,765	12,7	50	13,6	132,1

Tabela 4.19 -	Parâmetros	necessários	para o	cálculo	de K <sub>t</sub> .

O valor médio de K<sub>t</sub> para este tipo de corpo de prova DCB, com entalhe de eletroerosão com altura igual a 0,3 mm, foi igual a aproximadamente 9,7. Esse valor se encontra próximo daqueles que potencializam o efeito da FH determinados por Walter e Chandler (1971) para os aços de baixa liga ASTM A-302 e ASTM A-517.

#### 4.3.3.2 Análise da distribuição de tensão/deformação nos aços C e F

As simulações foram realizadas para diversos valores de deslocamento ( $\delta$ ), conforme relacionado na metodologia. As distribuições de tensão principal máxima e de deformação plástica equivalente foram semelhantes para as diferentes dimensões de cunhas, apesar dos valores serem distintos conforme o valor de  $\delta$ . Dessa forma, serão apresentados os resultados

para a cunha de  $\delta$  = 0,95 mm. Estes resultados são mostrados para ambos os materiais para fins de comparação.

A Figura 4.28 mostra as distribuições de tensão principal máxima (a) e deformação plástica equivalente (b) em todo o modelo, para uma simulação típica.



Figura 4.28 - Distribuição típica da a) tensão máxima principal e b) deformação plástica equivalente ao simular corpos de prova DCB.

A Figura 4.29 apresenta a distribuição de tensão máxima principal (TMP) na região de interesse de ambos os materiais. Nesta figura é destacado o valor da tensão no ponto central do entalhe.



b)

Figura 4.29 - Tensão máxima principal obtida pela simulação por elementos finitos dos aços a) C e b) F.

Apesar de os valores máximos de TMP para ambos os aços serem próximos (1776,9 MPa para o aço C e 1641,9 MPa para o aço F), pode-se observar na Fig. 4.28 que o aço C possui uma região de TMP máxima (vermelha) ligeiramente maior que a do aço F, localizadas um pouco atrás do entalhe. Além disso, a TMP média ao longo do entalhe do aço C está entre 1000 e 1200 MPa, enquanto o aço F apresenta valores entre 800 e 1000 MPa.

Na Figura 4.29 é possível observar a distribuição de deformação plástica equivalente (DPE) e o valor pontual localizado no centro do entalhe dos aços C e F.



a)



b)

Figura 4.30 - Deformação plástica equivalente obtida na simulação por elementos finitos dos aços a) C e b) F. Nessa figura mostram-se também os valores máximos de DPE para os dois aços.

Conclui-se pela Fig. 4.30 que não houve diferença significativa entre os valores máximos das DPE entre os dois aços (9,5 % para o aço C e 10,0 % para o aço F) e, além

disso, nota-se que esse valor se encontra na região de encontro dos entalhes de eletroerosão e lateral. No entanto, pode-se observar que na região do entalhe, a DPE média do aço F possui valores ligeiramente maiores que a região do aço C.

Para fins de comparação, os valores de TMP e DPE no ponto central do entalhe são dados na Tab. 4.20.

Tabela 4.20 - Valores de TMP e DPE no ponto central do corpo de prova DCB, obtidos por simulação de elementos finitos para os aços C e F.

MATERIAL	TMP (MPa)	DPE (%)	
Aço C	1171,7	3,7	
Aço F	973,5	5,0	

De acordo com a Tab. 4.20, o aço C possui uma tensão máxima principal no ponto médio do entalhe aproximadamente 20 % maior que a obtida para o aço F. Além disso, a deformação plástica equivalente do aço F nesse local é aproximadamente 35 % superior. Essa diferença pode ser explicada em razão da menor dureza e menor limite de escoamento do aço F.

#### 4.3.4 Ensaios definitivos

De forma similar ao ocorrido nos ensaios preliminares, os corpos de prova do aço F não apresentaram uma trinca visível a olho nu, mesmo após trinta dias de ensaio. Dessa forma, os entalhes foram observados no microscópio óptico e foi constatada a presença de pequenas trincas semelhantes àquelas encontradas na etapa anterior.

Na Figura 4.31 é possível observar um exemplo de uma imagem da região do entalhe de um dos corpos de prova fabricado em aço F após trinta dias de ensaio. Após observadas, as trincas para cada corpo de prova do aço F foram medidas a partir da extremidade do entalhe, obtendo o maior comprimento de trinca igual a 1,33 mm (menor que 2,5 mm), invalidando o ensaio realizado para esse material. Esse valor de comprimento pode ser correlacionado com a zona de DPE verificada por elementos finitos para  $\delta$  = 1,70 mm, sendo igual a 5 % para uma distância de 1,35 mm a partir da raiz do entalhe.



Figura 4.31 - Exemplo de múltiplos trincamentos na extremidade do entalhe de um corpo de prova fabricado em aço F ( $\delta$  = 1,70 mm).

Os corpos de prova do aço C, os quais apresentaram trincas relativamente extensas e visíveis a olho nu, foram tracionados a fim de se obter a carga de cunha (P). Nas Figuras 4.32, 4.33 e 4.34 é possível observar as curvas de *lift-off*, bem como os respectivos valores de P em função do deslocamento aplicado ( $\delta$ ).



Figura 4.32 - Curvas de *lift-off* para o aço C e suas respectivas cargas P para δ igual 0,95 mm.



Figura 4.33 - Curvas de *lift-off* para o aço C e suas respectivas cargas P para δ igual 1,10 mm.



Figura 4.34 - Curvas de *lift-off* para o aço C e suas respectivas cargas P para  $\delta$  igual a 1,25 mm.

Os valores de P foram corrigidos de acordo com a Eq. 2.10, obtendo-se o  $P_{real}$  para cada ensaio (ver Tab. 4.21).

Corpo de prova	P (N)	P <sub>real</sub> (N)
C <sub>11</sub>	1569,8	1548,1
C <sub>12</sub>	1778,9	1750,7
C <sub>13</sub>	1506,4	1486,8
C <sub>21</sub>	1431,0	1415,8
C <sub>22</sub>	1299,8	1287,1
C <sub>23</sub>	1343,6	1330,2
C <sub>31</sub>	1168,1	1159,0
C <sub>32</sub>	1231,3	1221,3
C <sub>33</sub>	1147,3	1138,6

Tabela 4.21 - Valores dos valores da carga de *lift-off* corrigidos (P<sub>real</sub>).

Após a separação dos braços dos corpos de prova do aço C, cujos valores de trinca inicial ( $a_i$ ) são equivalentes, constatou-se que os comprimentos da trinca final ( $a_F$ ) foram diretamente proporcionais ao deslocamento do braço ( $\delta$ ) e, consequentemente, da espessura a cunha inserida (t). Na Figura 4.35 é possível observar um exemplo para essas condições. Quanto maior o valor de K<sub>AP</sub>, maior o tamanho final da trinca.





Ainda, na Fig. 4.36 é possível verificar que a carga de cunha (P), obtida pela curva de *lift-off*, é inversamente proporcional ao valor do comprimento da trinca final ( $a_F$ ). Esse resultado já era esperado, pois à medida que a trinca cresce, o esforço exercido sobre a cunha pelo braço decresce. Ainda, verificou-se que as curvas obtidas pela equação de flexibilidade do corpo de prova se ajustam aos pontos, para cada deslocamento  $\delta$ .



Figura 4.36 - Relação entre a carga de *lift-off* (P) e o comprimento da trinca final  $(a_F)$  para o aço C.

Os valores médios de  $K_{TH}$ , o desvio padrão (DP) e a incerteza de medição associada à variabilidade das leituras ( $u_{VL}$ ) para cada corpo de prova podem ser observados na Tab. 4.22.

CD	Σ (mm)	K (MDa m <sup>0,5</sup> )	Valor médio	DP	(120,020)	
CP	o (mm)		(MPa.m <sup>0,5</sup> )	(MPa.m <sup>0,5</sup> )	uvL (mm)	
C <sub>11</sub>		28,50				
C <sub>12</sub>	0,95	31,68	29,49	1,90	4,71	
C <sub>13</sub>		28,30				
C <sub>21</sub>		29,70				
C <sub>22</sub>	1,10	29,40	29,53	0,16	0,39	
C <sub>23</sub>		29,48				
C <sub>31</sub>		29,61				
C <sub>32</sub>	1,25	30,18	29,74	0,39	0,98	
C <sub>33</sub>		29,43	1			
	Total		29,59	0,98	2,43	

Tabela 4.22 - Valores de K<sub>TH</sub> para o aço C.

A Figura 4.37 mostra graficamente os valores médios de  $K_{TH}$  e a incerteza de medição associada à variabilidade das leituras. Não foi possível observar diferença entre os valores de  $K_{TH}$  em função do deslocamento dos braços.





A análise de variância dos resultados apresentados pode ser observada na Tab. 4.23. Observa-se que não se pode afirmar que os valores médios de  $K_{TH}$  são diferentes para cada tratamento ( $\delta$ ), pois o valor "p" é maior que 0,05.

QUADRO ANOVA						
SQ GL QM F p						
Média	7878,337	1	7878,338	6263,309	0	
Tratamento (δ)	0,107	2	0,054	0,043	0,958	
Resíduo	7,547	6	1,258			

Tabela 4.23 - Quadro ANOVA para os resultados de K<sub>TH</sub>.

O ensaio DCB para os corpos de prova do aço C retirados na direção R-L resultaram em um  $K_{TH}$  médio de aproximadamente 29,59 MPa.m<sup>0,5</sup> para as condições ensaiadas. O desvio padrão e a incerteza de medição foram menores para o valor intermediário de deslocamento do braço utilizado ( $\delta$  = 1,10 mm).

A experiência prévia com os materiais utilizados neste trabalho indicou um  $K_{TH}$  de aproximadamente 50 MPa.m<sup>0,5</sup> para o aço C e 125 MPa.m<sup>0,5</sup> para o aço F, quando testados com corpos de prova SE(B) retirados na orientação L-R e sob um potencial de -1050 mV<sub>Ag/AgCI</sub>

em proteção catódica (PAES, 2019). Dessa forma, já era esperado que os valores obtidos para ambos os aços no ensaio DCB fossem inferiores aos supracitados, devido à direção de retirada ser a de mais baixa tenacidade (sentido R-L) e ao maior valor de diferença de potencial aplicado.

Por fim, determinou-se o valor de K<sub>LIMITE</sub> para os ensaios em triplicata e com variação de deslocamento do braço em três valores (Fig. 4.38).



Figura 4.38 - Gráfico para a estimativa de  $K_{\text{LIMITE}}$  para o aço C após ensaios em triplicata para três valores de  $K_{\text{AP}}$ .

Por conseguinte, o valor estimado de  $K_{LIMITE}$  se aproxima do valor médio de  $K_{TH}$  obtido para os corpos de prova aço C sob proteção catódica por 30 dias ( $K_{TH} \approx 30 \text{ MPa.m}^{0.5}$ ). Isso indica que a abordagem de  $K_{LIMITE}$ , nesse caso, perde importância, pois o valor de  $K_{TH}$  é independente do valor de  $K_{AP}$ .

Na Figura 4.39 é possível observar a superfície de fratura do corpo de prova do aço C. Dessas imagens observa-se um aspecto misto, sendo do tipo frágil intergranular (exemplo: região destacada em vermelho) e fratura transgranular assistida por hidrogênio (quaseclivagem – exemplo: região destacada em amarelo) ao redor dos sulfetos alinhados (setas vermelhas) e coalescência de microvazios (exemplo: região destacada em azul). As partículas restantes de sulfeto de manganês com formato alongado foram comprovadas utilizando análises pontuais de EDS (Fig. 4.39 - c).



Figura 4.39 - Imagens da superfície da fratura de um corpo de prova do aço C; a) Aspecto geral da fratura; b) Detalhe da região de fratura frágil; c) Análise por EDS do sulfeto de manganês.

#### 4.3.5 Ensaios com controle de deslocamento na máquina de tração

Ao iniciar o ensaio com controle de deslocamento na máquina de tração, um tempo de aproximadamente quatro horas foi necessário para estabilizar a carga inicial, isto é, ao aplicar um deslocamento prescrito ( $\delta$ ), o esforço decresceu significativamente ao longo desse período. Assim, foi necessário realizar ajustes até que a carga se estabilizasse.

Após aproximadamente dez dias sob proteção catódica, os corpos de prova dos aços C e F não resultaram em nucleação de trincas na extremidade do entalhe.

Os gráficos de aquisição dos pontos de Força *versus* Tempo mostraram a presença de oscilações da carga (Fig. 4.40).





Considerando que o tempo de sete dias utilizado nos ensaios preliminares resultaram em trincas relativamente extensas, o controle de deslocamento na máquina de tração não pôde ser considerado válido, pois a sua duração teria sido suficiente para haver a nucleação de uma trinca na extremidade do entalhe do corpo de prova. Além disso, a não nucleação de trinca pode estar associada às oscilações de carga durante o ensaio.

# 4.4 Resultados dos ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM)

Neste subitem são apresentados os resultados do ensaio CPPAM no aço F bem como as considerações de comparação entre esse tipo de ensaio e o ensaio DCB.

A Figura 4.41 apresenta os gráficos dos ensaios em carregamento constante para a obtenção do valor de  $P_{FFS}$ . De acordo com as curvas, o valor de  $P_{FFS}$  obtido para o aço C foi igual a 370,21 N, sendo a tensão correspondente igual a 2055,50 MPa. Já o aço F apresentou  $P_{FFS}$  igual a 306,12 N, cuja tensão correspondente é igual a 1736,26 MPa.



Figura 4.41 - Curva obtido do ensaio de fratura rápida para a obtenção do PFFS.

Na Fig. 4.42 e na Tab. 4.24 são mostrados os resultados obtidos para os três corpos de prova dos aços C (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub> e C<sub>3</sub>) e F (F<sub>1</sub>, F<sub>2</sub> e F<sub>3</sub>) ensaiados em meio assistido com potencial catódico de -1,2 V<sub>Ag/AgCl</sub>. O gráfico mostra os valores de P<sub>TH</sub> e do tempo onde ocorreu a queda de carga. O valor de P<sub>TH</sub> considerado para cada aço deverá ser o menor obtido nos ensaios, isto é, 50,9 % para o aço C e 50,0 % para o aço F. Isso indica que ambos os materiais são susceptíveis à FH, pois esses valores são menores que 75 % do P<sub>FFS</sub>.



Figura 4.42 - Resultados dos ensaios de CPPAM realizados em corpos de prova fabricados em aço F e submetidos a um potencial catódico de -1,2  $V_{Ag/AgCI}$ ; a) aço C; b) aço F.

	Ртн (N)	Ртн (%)	σ <sub>тн</sub> (MPa)
<b>C</b> <sub>1</sub>	203,61	55,00	1104,33
C <sub>2</sub>	190,38	51,42	1023,60
C <sub>3</sub>	188,48	50,91	998,17
F <sub>1</sub>	153,06	50,00	842,48
F <sub>2</sub>	168,36	55,00	912,05
F <sub>3</sub>	157,42	51,42	845,52

Tabela 4.24 - Resultados de força (P<sub>TH</sub>) e tensão limites ( $\sigma_{TH}$ ) dos corpos de prova ensaiados no CPPAM com potencial catódico de -1,2 V<sub>Ag/AgCl</sub>

Observa-se na Fig. 4.41 que o aço F fragilizou de uma maneira diferente do aço C, pois, apesar do  $P_{TH}$  ser metade da resistência do entalhe à fratura, a fratura final ocorreu em valores próximos de 90 % do  $P_{FFS}$ , concordando com os valores que indicaram a sua alta tenacidade à fratura obtidos pelo método da integral J.

Na Fig. 4.43 é possível comparar os gráficos Força *versus* Tempo correspondentes aos ensaios realizados em ambos os materiais. O tempo de ensaio para o aço F foi significativamente superior ao do aço C. Isso está relacionado à sua baixa dureza e, consequentemente, à necessidade de modificar o número e o tempo dos patamares do ensaio em relação aos valores da norma ASTM F1624 (2012).



Figura 4.43 - Gráfico de Força *versus* Tempo contendo todos os ensaios realizados nos aços C e F.

De acordo com a Fig. 4.44, o aspecto da fratura obtido pelo ensaio CPPAM do aço C foi similar ao observado nos corpos de prova do ensaio DCB (aspecto misto com a presença de sulfetos de manganês, fratura intergranular, fratura transgranular assistida por hidrogênio e presença de microvazios).



b)

Figura 4.44 - Imagens da fratura dos corpos de prova do aço C ensaiados pelo método CPPAM; a) aspecto geral; b) detalhe da fratura; c) detalhe de (b).



c)

Figura 4.44 - Continuação.

Na Figura 4.45 é possível observar o aspecto geral e os detalhes da fratura, demonstrando que houve apenas o micromecanismo de fratura transgranular assistida por hidrogênio. Ainda, essa fratura frágil ocorreu a uma profundidade de aproximadamente 165 µm a partir da raiz do entalhe.



a)

Figura 4.45 - Imagens da fratura dos corpos de prova do aço F ensaiados pelo método CPPAM; a) aspecto geral; b) ampliação da fratura; c) detalhe contendo fratura do tipo transgranular assistida por hidrogênio.



Figura 4.45 - Continuação.

O ensaio CPPAM se diferencia do ensaio DCB devido ao primeiro se tratar de carregamentos progressivos e o segundo de deslocamento constante. Portanto, a nucleação de uma trinca no corpo de prova DCB depende do atendimento de uma concentração crítica de hidrogênio na microestrutura para a nucleação de trincas na raiz ou na região de máxima tensão hidrostática. Essa concentração depende do material, do concentrador de tensão (tal como o entalhe no corpo de prova DCB) e da relação entre a tensão aplicada e tensão limite de escoamento do aço (WANG, 2006).

No caso do ensaio CPPAM a concentração crítica de hidrogênio é variada (decresce), pois a tensão na frente do entalhe é crescente a cada novo passo do ensaio. Dependendo da resistência do material, pode-se ter o atendimento do escoamento na raiz do entalhe e a geração de discordâncias (geração de grande quantidade de armadilhas de baixa energia de ligação) e a saturação de hidrogênio fica restrita a esta região, bem como a nucleação de trincas. Portanto, isso é uma possível explicação para a detecção da SFH do aço F mais rapidamente pelo ensaio CPPAM e a não detecção no ensaio DCB sob as mesmas condições (proteção catódica com NaCl 3,5 %), que, dada as características microestruturais do aço F, certamente demandaria muito mais tempo para a sua ocorrência.

# **CAPÍTULO V**

# CONCLUSÕES

Neste trabalho, foram realizados ensaios para a caracterização microestrutural, dureza, resistência a tração, determinação da tenacidade à fratura, determinação de K<sub>TH</sub>, e a SFH de dois aços de alta resistência baixa liga, usados na indústria de óleo e gás, denominados aqui de aços C e F. Ensaios para obtenção das curvas J-R, em viga dupla em balanço (DCB) e patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM), ambos sob proteção catódica de -1,2 V<sub>Ag/AgCI</sub> em solução de NaCl 3,5%, foram executados. A seguir são apresentadas as principais conclusões deste trabalho e as sugestões para trabalhos futuros.

## 5.1 Caracterização dos aços C e F

- a) A análise química dos aços mostrou que o aço C apresenta uma maior quantidade de carbono, resultando em maior resistência mecânica (limite de resistência à tração e dureza) quando comparado com o aço F. Ainda, o aço C apresentou maior teor de S, contribuindo para a formação de mais partículas de MnS (em porcentagem de área). Já o aço F apresentou maior quantidade dos elementos de liga Cr e Mo, contribuindo para sua maior temperabilidade. Os elementos Cu e Ni apresentaram teores similares em ambos os aços;
- b) A análise microestrutural de ambos mostrou que as microestruturas são compostas por martensita e/ou bainita. Além disso, observou-se que a microestrutura do aço F é mais refinada que a do aço C (menor tamanho de grão);
- c) Pela análise das inclusões, foi observado que aço F possui inclusões esféricas e bem distribuídas de sulfeto de manganês, haja vista que este material foi tratado com cálcio. Já o aço C, além das inclusões esféricas, apresentou sulfetos com
formato alongado e dimensões maiores. Além disso, o aço C apresentou três vezes mais MnS que o aço F;

- d) Apesar de não haver grandes variações ao longo da espessura dos tubos de ambos os aços, o aço C apresentou maior dureza (32,6 HRC) que o aço F (25,0 HRC);
- e) Como já era esperado, o aço C apresentou maiores limites de escoamento e resistência à tração que o aço F. No entanto, o aço F apresentou maior alongamento na ruptura.

#### 5.2 Ensaio de Tenacidade à Fratura

a) Devido à característica elasto-plástica dos aços C e F, não foi possível obter um valor válido de K<sub>IC</sub> conforme a norma ASTM E399 (ASTM, 2017). Portanto, o método da integral J utilizando apenas um corpo de prova para a determinação da curva J-R foi realizado e concluiu-se que a tenacidade à fratura do aço F é aproximadamente 49 % maior que a do aço C.

#### 5.3 Ensaios de viga dupla em balanço (DCB)

- a) Os ensaios preliminares para e determinação de valores das cunhas capazes de nuclear trincas indicaram que para o aço C deve-se utilizar deslocamento dos braços entre 0,95 mm e 1,25 mm para as condições ensaiadas. Já o aço F apresentou trincas múltiplas e com comprimento menor que 2,5 mm para deslocamentos de 1,70 mm e 2,00 mm. Assim, conclui-se que o aço F demandaria um tempo superior a trinta dias ou uma pré-hidrogenação para ocorrer a nucleação e a propagação significativa da trinca para as condições ensaiadas;
- b) A simulação por elementos finitos demonstrou que a estimativa do K<sub>t</sub> para o corpo de prova DCB foi igual a 9,7. Este valor se encontra próximo aos que potencializam o efeito da FH;
- c) O valor médio de K<sub>TH</sub> para o aço C foi igual a 29,59 MPa.m<sup>0,5</sup>, sendo este menor que o resultado obtido pela experiência prévia com esse material retirado na orientação L-C e sob um potencial de -1050mV em proteção catódica (50 MPa.m<sup>0,5</sup>). Já o aço F, mesmo após um maior tempo de ensaio, apresentou novamente múltiplas trincas, sendo esse um dos possíveis fatores impeditivos do crescimento da trinca e da determinação do K<sub>TH</sub> para este material;

- d) O aço F é menos susceptível à fragilização por hidrogênio que o aço C, podendo ser comprovado pelo método de ensaio DCB, haja vista que o aço C foi capaz de nuclear uma única trinca e propagá-la de forma significativa. Em contrapartida, o aço F demandaria um tempo superior ao ensaiado para ocorrer essa saturação e a trinca se propagar de forma que atenda o limite mínimo da norma NACE TM0177 (NACE, 2005);
- e) Correlacionando os resultados obtidos na caracterização dos materiais e de tenacidade à fratura com os resultantes dos ensaios DCB, pode-se concluir que o aço F apresenta condições que minimizam sua SFH, são elas: microestrutura mais refinada; formato arredondado e dimensões menores das inclusões de MnS bem como a menor quantidade desses sulfetos; menor limite de resistência à tração e dureza; maior tenacidade à fratura. A ocorrência trincas múltiplas na frente do entalhe podem ser explicadas pela zona de deformação plástica;
- f) O equipamento de teste Instron mostrou-se inadequado para ensaios que demandam controle de deslocamento, visto que existem variações na carga e no deslocamento aplicado por se tratar de um sistema servo-hidráulico.

# 5.4 Ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM)

- a) O P<sub>TH</sub> resultante para o ensaio CPPAM no aço F foi de 50 % do valor de P<sub>FFS</sub>. Por conseguinte, concluiu-se que o aço F é susceptível à FH por esse método de ensaio;
- b) Os tempos para ensaiar os corpos de prova do aço F pelo método CPPAM demandaram um tempo significativamente maior em relação aos ensaios realizados no aço C;
- c) Os corpos de prova do aço F apresentaram uma região de fratura frágil com profundidade relativamente pequena, indicando que a FH ocorreu de fato nessa região. Já o aço C apresentou aspecto misto de fratura em toda a extensão da trinca.

#### 5.5 Sugestões para trabalhos futuros

A seguir são apresentadas as sugestões para trabalhos futuros, sendo cada uma relacionada às dificuldades encontradas nos experimentos dos ensaios DCB. São elas:

- a) Realizar ensaios de tenacidade à fratura (método K<sub>IC</sub> ou J<sub>IC</sub>) em meio assistido e comparar com os valores deste trabalho obtidos ao ar;
- b) Realizar ensaios DCB sob proteção catódica com entalhe do tipo *chevron* e comparar com os resultados obtidos utilizando o entalhe fabricado por eletroerosão;
- c) Realizar ensaios DCB sob proteção catódica utilizando espessura reduzida do corpo de prova;
- d) Realizar ensaios DCB medindo a taxa de crescimento da trinca utilizando a técnica de queda de potencial elétrico por corrente contínua (DCPD) ou monitorando a queda de carga para calcular essa taxa por meio da equação da flexibilidade do corpo de prova;
- e) Discutir os efeitos de deformação plástica nos corpos de prova DCB de forma mais aprofundada por meio de elementos finitos;
- f) Ensaiar corpos de prova DCB sob proteção catódica monitorando o pH do meio e efetuar a recirculação de fluido a fim de verificar se existem diferenças significativas;
- g) Ensaiar corpos de prova em aço F aumentando gradativamente a duração (acima de trinta dias), com e sem pré-trinca;
- h) Realizar o ensaio em controle de deslocamento em um sistema eletromecânico, a fim de determinar a taxa de propagação da trinca e os instantes de nucleação e de parada;
- Realizar ensaios de carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio utilizando corpos de prova DCB, no dispositivo H<sub>MÁX</sub>, a fim de comparar o valor de K<sub>TH</sub> de iniciação *versus* o valor de K<sub>TH</sub> de parada de trinca.

# REFERÊNCIAS

AFNOR NF EN ISO 15630-3 Steel for the Reinforcement and Prestressing of Concrete – Test Methods – Part 3: Prestressing Steels, 2002.

ALSARRAF, J. **Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Super Duplex Stainless Steels**. 2010. 250 f., PhD Thesis - School of Applied Sciences, Cranfield University, Cranfield.

ANDERSON, T.L., **Fracture Mechanics:** Fundamentals and Applications, 3.ed., Boca Raton, FL: CRC Press llc, 2005. 630p. <u>https://doi.org/10.1201/9781420058215</u>

ANDERSSON, M.; SEETHARAMAN, S. Inclusion Modification by Calcium Treatment of **AI-Killed Steel:** A Thermodynamic Perspective. 2000. Supplement 6 of Doctoral Thesis, Stockholm, Sweden.

API Specification 5L. **Specifications for Line Pipe**. Forty-fourth ed. American Petroleum Institute, 2008.

ASTM E1019-11 Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques. American Society for Testing and Materials, 2011.

ASTM E1245-03 Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. American Society for Testing and Materials, 2016.

ASTM E1820-18 **Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness**. American Society for Testing and Materials, 2018.

ASTM E399-17 Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{IC}$  of Metallic Materials. American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM E45-18 **Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel**. American Society for Testing and Materials, 2018. ASTM E8/E8M-16a. **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials, 2016.

ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM F519 – 18. Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement Evaluation of Plating/Coating and Service Environments. American Society for Testing and Materials, 2018.

ASTM F1624 – 12. Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique. American Society for Testing and Materials, 2012.

BS 7448, Fracture mechanics toughness tests, Part 1, Method for determination of K<sub>IC</sub>, critical CTOD and critical J values of metallic materials, British Standards Institution, 1991.

BRANCO, M., CARLOS A. G., FERNANDES, A., CASTRO, P. M. S. T., **Fadiga de Estruturas Soldadas**. 2.ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1986. 898p.

CICUTTI, C.; MADIAS, J.; GONZALEZ, J. Control of Microinclusions in Calcium Treated Aluminium Killed Steels. **Ironmaking and Steelmaking** v. 24, n. 2, p. 155-159, 1997.

CHATTORAJ, I. The effect of hydrogen induced cracking on the integrity of steel components. **Sadhana**, Jamshedpur, v.20, n.1, p. 199–211, fev. 1995. <u>https://doi.org/10.1007/BF02747290</u>

CHATZIDOUROS, E. V.; PAPAZOGLOU, V. J.; TSIOURVA, T. E.; PANTELIS, D. I. Hydrogen Effect on Fracture Toughness of Pipeline Steel Welds, With in Situ Hydrogen Charging. International Journal of Hydrogen Energy. v. 36, n. 19, p. 12626-12643, 2011. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.06.140

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 2005. 600p.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4. Ed. São Paulo: Edgard McGraw-Hill, 2008.

CWIEK, J. Hydrogen degradation of high-strength steels. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. Gliwice, v. 37, n. 2, p. 193-212, dec. 2009.

DAVIS, J. R. High Strength Low Alloy Steels. In: Carbon and Alloy Steels. **ASM International**, v. 45, p. 295–301. 1996.

DINI, J. W. **Electrodeposition**: The materials science of coatings and substrates. 1 ed. New Jersey: William Andrew, 1993. 367p.

ERNST, H. A, ECHANIZ, R., PEREZ, T., MORALEZ, C., LÓPEZ TURCONI, G. Effect of Different Test Variables on The K<sub>ISSC</sub> Value. In: CORROSION 2004, Buenos Aires, 2004. **NACE International**. p. 1-15.

FERREIRA, D.C.F., **Ensaios e metodologias de análise de integridade para equipamentos em aço baixa liga sujeitos à fragilização por hidrogênio.** 2017. 140 f., Seminário de Mestrado – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

FESTY, D. Cathodic Protection of Steel in Deep Sea: Hydrogen Embrittlement Risk and Cathodic Protection Criteria. In: CORROSION 2001, Houston, 2001. **NACE International**. p. 1-13.

FIP. Commission on Prestressing Steels and Systems, Stress Corrosion Cracking **Resistance Test for Prestressing Tendons.** Federation Internationale De La Precontrainte, 1980.

GUIMARAES, V.A.; HEIN, L.R.O.; ZANGRANDI FILHO, J. Sistema de baixo custo para nucleação de pré-trincas por fadiga em corpos de prova de tenacidade à fratura. **Mat. Res.**, São Carlos, v. 4, n. 3, p. 205-209, 2001. <u>https://doi.org/10.1590/S1516-14392001000300011</u>

HIPPERT JR., E., Investigação experimental do comportamento dúctil de aços API-X70
e aplicação de curvas de resistência J-∆a para previsão de colapso em dutos. 2004. 167
f., Tese de Doutorado – Universidade de São Paulo, São Paulo.

HOLLAPA, L.; HELLE, A. S. Inclusion Control in High-Performance Steels. Journal of Materials Processing Tecnology. Espoo, v. 53, n.1-2, p. 177-186, aug. 1995. https://doi.org/10.1016/0924-0136(95)01974-J

ICHIBA M., TAKAI K., SAGAI J., Effects of Test Conditions on Corrosion Reactions and Hydrogen Absorption in Hydrogen Embrittlement Tests Using an Ammonium Thiocyanate Solution. **ISIJ International**. Tokyo, v. 56, n. 3, p. 397–404, feb. 2016. <u>https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-288</u>

ISO 18265. **Metallic Materials – Conversion of Hardness Values**. International Organization for Standardization, 2013.

JONES, D. A. **Principles and Prevention of Corrosion.** 2 ed. N.J: Simon & Schuster, 1995. 572 p.

KIESSLING, R., LANGE, N. Non-metallic inclusions in steel (Part II: Inclusions belonging to the systems MgO-SiO2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and related oxide systems. Sulphide inclusions). London: Metals society. 1966. 162p.

LEYER, J., SUTTER, P., MARCHEBOIS, H., BOSCH, C., WANZENBERG. E., KULGEMEYER, A., ORLANS-JOLIET, B. J. Understanding and Controlling Variations in DCB Test Results. CORROSION 2006, San Diego, 2006. **NACE International**, p. 1-16.

MABHO, N. Determination of diffusible and total hydrogen concentration in coated and uncoated steel. 2010. 145 f., Dissertation Von de Fakultät – Chemie, Universität Duisburg-Essen, Duisburg. <u>https://doi.org/10.1016/j.talanta.2010.06.045</u>

MARCELO, A. L.; TOKIMATSU; R. C.; FERREIRA, I. Hydrogen embrittlement in an AISI 1045 steel component of the sugarcane industry. **Engineering Failure Analysis**. Surrey, v.16, p. 468-474, jan. 2009. <u>https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2008.06.014</u>

MARTINIANO, G. A. Desenvolvimento de um equipamento para avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. 2016. 136 f., Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

**Metals Handbook**, Vol.1 - Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, ASM International 10th Ed. 1990.

MORAES, L. A. B. Caracterização de macro e micro-inclusões em aços acalmados ao alumínio produzidos por lingotamento contínuo. 2009. 162 f., Dissertação de Mestrado – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

NACE TM0177. Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H<sub>2</sub>S Environments. National Association of Corrosion Engineers, 2005.

NACE TM0177. Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H<sub>2</sub>S Environments. National Association of Corrosion Engineers, 2016.

NIBUR, K. A., SOMERDAY B. P., SAN MARCHI C., FOULK J. W., DADFARNIA M., SOFRONIS P., HAYDEN G. A. Measurement and interpretation of threshold stress intensity factors for steels in high-pressure hydrogen gas. In: SAND2010-4633, 2010, **Sandia Report.** p. 1-121.

NIBUR, K. A., SOMERDAY B. P., SAN MARCHI C., FOULK J. W., DADFARNIA M., SOFRONIS P. The Relationship Between Crack-Tip Strain and Subcritical Cracking Thresholds for Steels in High-Pressure Hydrogen Gas. **Metallurgical and Materials Transactions A:** Physical Metallurgy and Materials Science. Santa Barbara, v. 44, p. 248-269, jan. 2013.

OERTEL, L. C., COSTA E SILVA, A. **Application of thermodynamic modeling to slag-metal** equilibria in steelmaking. Calphad, v.23, n.3-4, p. 379-391, may. 1999. https://doi.org/10.1016/S0364-5916(00)00008-0

PAES, M.T.P. Comunicação pessoal, 2019.

QUADRINI, E. The effect of prior-austenite grain size on the hydrogen embrittlement susceptibility of UNI 40NiCrMo7. **Materials Chemistry and Physics**. Via Brecce Bianche, v. 15, n. 2, p. 155–165, aug. 1986. <u>https://doi.org/10.1016/0254-0584(86)90120-3</u>

RICE, J. R. A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks**. Journal of the Mechanics and Physics of Solids**. Providence, v. 35, n. 2, p. 379-386, jun. 1968. <u>https://doi.org/10.1115/1.3601206</u>

ROBINSON, M.J. & KILGALLON, P.J. Hydrogen embrittlement of cathodically protected highstrength low-alloy steels exposed to sulfate-reducing bacteria. **Corrosion Science**, v. 50, n. 8, aug. 1994. <u>https://doi.org/10.5006/1.3293536</u>

ROCABOIS, P. et. al. Inclusions control in steel: from modeling, laboratory and on site trials to industrial applications, In: 56° Congresso Anual da ABM, Belo Horizonte, jul. 2001.

ROSADO, D. B. **Comparação do efeito da fragilização por hidrogênio e aços com resistência à tração cima de 1000 MPa**. 2011. 92 f., Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

ROYLANCE; D.; Introduction to Fracture Mechanics. 2001. 17 f., Massachusetts Institute of Technology, Cambridge.

Disponível em: <<u>http://web.mit.edu/course/3/3.11/www/modules/frac.pdf</u>>. Acesso em: 12 fev. 2019.

SILVA, A. G. S. G.; PONTE, H. A.; ARTEM, P. Estudo da influencia do hidrogênio permeado nas propriedades eletroquímicas do Nb/Nb205 para o desenvolvimento de um sensor. In: 4º PDPETRO, 4, 2007, Campinas – SP.

Disponível em: <<u>http://www.portalabpg.org.br/PDPetro/4/resumos/4PDPETRO 4 2 0185-</u> <u>1.pdf</u>>. Acesso em: 21 ago. 2018.

SOUZA, D. E. F. O efeito dos tratamentos térmicos e da severidade do entalhe na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio do Inconel 718 avaliada pelo método de RSL. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de Uberlândia. 225 p, 2018.

STROE, M. E. **Hydrogen Embrittlement of Ferrous Materials**. 2006. 236 f. Thesis: Materials Science and Electrochemistry Group, Université Libre de Bruxelles, Bruxelles.

SZKLARZ, K. E., SUTTER, P., LEYER, J., ORLANS-JOLIE B. J. NACE TM0177 Method D Test Procedure (DCB) Learnings from Comparative Laboratory Testing. **CORROSION** 2003, NACE International, 2003. SZKLARZ, K. E. The Introduction of K<sub>iapplied</sub> To TM0177 Method D (DCB) And Use Of "Offspec" Results. **CORROSION** 2009, NACE International, 2009

SZKLARZ, K. E. K<sub>limit</sub> in NACE TM0177 - Method D (DCB): Definition, Measurement and Use. **CORROSION** 2011, NACE International, 2011.

SZKLARZ, K. E., PEREZ, T. E. Observations on the use of the Double Cantilever Beam specimen for sulfide stress corrosion tests. **CORROSION** 95, 1995.

SPONSELLER, D. L. Interlaboratory Testing of Seven Alloys for SSC Resistance by the Double Cantilever Beam Method. Corrosion Engineering, 48, 1992. https://doi.org/10.5006/1.3299822

TADA, H., PARIS, P. C., IRWIN, G. R., The Stress Analysis of Cracks Handbook. 2 ed. St. Louis: Paris Productions, 1985. 696p.

THEBAULT, F., BUREAU-BAYART A., DELATTRE L., KOSCHEL D., DESDOIT E., ORLANS B. Accurate determination of K<sub>lapplied</sub> for NACE TM0177 Method D test. **CORROSION 2013**. n. 2340, mar. 2013.

TURKDOGAN, E. T. Fundamentals of Steelmaking. Londres: The Institute of Materials, 1996. 346p.

WALTER, R. J., CHANDLER, W. T. Influence of Hydrogen Pressure and Notch Severity on Hydrogen-environment Embrittlement at Ambient Temperatures, 1971, California, USA. <u>https://doi.org/10.1016/0025-5416(71)90086-3</u>

WANG, R. Effects of hydrogen on the fracture toughness of a X70 pipeline steel. **Corrosion Science**. Northampton, v. 51, n. 12, p. 2803-2810, dec. 2009. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.07.013

WANG, M., AKIYAMA, E., TSUZAKI, K. Determination of the critical hydrogen concentration for delayed fracture of high strength steel by constant load test and numerical calculation. **Corrosion Science**. Northampton, v. 48, n. 8, p. 2189-2202, aug. 2006. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.07.010 WELLS, A. A. Unstable Crack Propagation in Metals: Cleavage and Fast Fracture. **Proceedings of the Crack Propagation Symposium**. Cranfield, v. 1, n. 84, p. 210, sept. 1961.

XIE Y., ZHANG H., LIU S., YANG P., LUO X. A Study on Stress Corrosion Crack of Thick-Walled Elbow in Manifold for Acid Fracturing. ASME. J. Pressure Vessel Technol, 1999.

ZHU, X., JOYCE, J. A., Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization, 2012, U.S, Navy Research 49. https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.02.001

#### ANEXO I - Certificado de Calibração do Paquímetro Digital (página 1/2)



Certificado de Calibração

Certificado: 63566/18

## Laboratório Medição Uberlândia

Data Calibração: 13/04/2018

				8	
					1/2
Solicitante <sup>.</sup>	FUNDACAO DE APOIO I	INIVERSITARIO			
	RUA ENGENHEIRO DINIZ.	1178. UBERLÂNDIA. MG			
Contratante:	O MESMO	, , ,			
Característica	s do Instrumento				
Descrição: P	PAQUÍMETRO DIGITAL		Ident	ificação: PQ-02	
Marca: MITUT	OYO	Mode	elo: CD-8" AX-B		
Nº. Serie: 500-	172-30B				
Condições An	nbientais:				
Serviço execut	ado nas instalações perman	entes do Laboratório.			
Temperatura:	23,7 °C ± 1 °C	Umidade: 4	<b>8</b> %ur ± 5%ur		
Procediment	tos				
Calibração Exe	ecutada conforme: ITTEC0	06	Revisão: 3		
Padrões					
Identificação PTM-0686	JOGO DE BLOCO PADRÃO	<b>Marca</b> STARRETT	Certificado 00569/17	Calibrado por MITUTOYO	Validade 02/2020

#### Resultados Obtidos

#### BATENTE

Faixa de Uso:

#### 0,00 a 200,00 mm

Faixa de Indica	ição: 0	,00 a 200,00 n	nm	Resoluçã	mm	
V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff	
mm	mm	mm	mm	mm		
10,3	10,30	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
25,0	25,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
75,0	75,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
100,0	100,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
150.0	150 00	0.00	0.01	0.01	2 00	Infinito

#### ENCOSTO

Faixa de Uso:

0,00 a 200,00 mm

aixa de Indicação:		00 a 200,00 m	ım	Resoluçã	mn	
V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	( k )	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
50,0	49,99	-0,01	0,01	0,02	2,00	Infinito

#### ORELHA

Faixa de Uso: 0,00 a 200,00 mm

Faixa de Indica	ção: <b>0</b> ,	00 a 200,00 m	ım	Resoluçã	mm	
V.R	V.R V.I Erro de Medição		Incerteza Expandida Erro		(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

#### ANEXO I - Certificado de Calibração do Paquímetro Digital (página 2/2)



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Data Calibração: 13/04/2018

Certificado: 63566/18

OS: 460787-A/2018

2/2

#### VARETA

_		-
Fa	iva	do
	1.40	ue

Faixa de Uso:	0,	0,00 a 200,00 mm								
Faixa de Indica	ção: 0,	00 a 200,00 m	Resoluçã	mm						
V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff				
mm	mm	mm	mm	mm						
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito				

Observações Gerais

NÃO HOUVE AJUSTE

V.R: Valor de Referência na unidade de medição do padrão.
 V.I: Valor médio indicado no instrumento na unidade de medição do mesmo.
 V.I: Valor médio indicado no instrumento na unidade de medição do mesmo.
 A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com Veff 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.
 A condição de Aprovado/Reprovado se restringe apenas as grandezas metrológicas do instrumento, sendo que o limite de erro especificado para esta condição de aprovamiente 95%.

condição é de responsabilidade do Cliente.

- A operação de ajuste / regulagem não faz parte do escopo dos serviços
 - A validade de calibração do instrumento, quando apresentada neste certificado, é de responsabilidade do cliente.

Endereco de Emissão: RUA DIVINO LUCAS MARTINS, 330 - SARAIVA - UBERLÂNDIA - MG Data de emissão: 19 de abril de 2018

Leurdro Silva do bestos

Assinado Eletronicamente LEANDRO SILVA DE BASTOS Gerente Técnico



## ANEXO II - Certificado de Calibração do Micrômetro Digital (página 1/2)



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Data Calibração: 02/05/2018

Certificado: 70518/18

**OS**: 468630-A/2018

1/2

Solicitante:	FUNDACAO DE APOIO UNIVERSITARIO									
	RUA ENGENHEIRO DINIZ, 1178, UBERLÂNDIA, MG									
Contratante:	O MESMO									
Características	s do Instrumento									
Descrição: M	ICRÔMETRO DIGITAL		Ident	ificação: MIC-04						
Marca: MITUTOYO										
Nº. Serie: 63085404										
Condições Am	bientais:									
Serviço executa	ido nas instalações permane	ntes do Laboratório.								
Temperatura:	20,8 °C ± 1 °C	Umidade:	43 %ur ± 5%ur							
Procediment	os									
Calibração Exe	cutada conforme: ITTEC00	2	Revisão: 4							
Padrões										
Identificação PTM-0685 J	OGO DE BLOCO PADRAO	<b>Marca</b> DIGIMESS	Certificado 01229/17	Calibrado por MITUTOYOCAL0031	<b>Validade</b> 03/2020					

#### **Resultados Obtidos**

#### DIMENSIONAL

Faixa de Uso:	0,0	00 a 25,000 r	nm				
Faixa de Indica	ção: <b>0,0</b>	00 a 25,000 r	nm	Resolução: 0,001 mm			
V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff	
mm	mm	mm	mm	mm			
2,5	2,502	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito	
5,1	5,106	0,006	0,001	0,007	2,00	Infinito	
7,7	7,707	0,007	0,001	0,008	2,00	Infinito	
10,3	10,304	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito	
12,9	12,904	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito	
15,0	15,004	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito	
17,6	17,607	0,007	0,001	0,008	2,00	Infinito	
20,2	20,201	0,001	0,001	0,002	2,00	Infinito	
22,8	22,805	0,005	0,001	0,006	2,00	Infinito	
25,0	25,002	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito	

#### ANEXO II - Certificado de Calibração do Micrômetro Digital (página 2/2)



Endereço de Emissão: RUA DIVINO LUCAS MARTINS, 330 - SARAIVA - UBERLÂNDIA - MG Data de emissão: 02 de maio de 2018

Leardro Silva de botos

Assinado Eletronicamente LEANDRO SILVA DE BASTOS Gerente Técnico



## ANEXO III - Certificado de Calibração do Projetor de Perfil (página 1/4)

Mitutovo Sul Americana Ltda.		
manoyo barriner touna Laur	DE	
	METROLOGIA	Z
	REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO	CAL 0031
	CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12	
Interessado : "FL Endereço : Av. Joã Local da calibração	INDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO " o Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG. : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlând	Pág.1/4 lia - MG.
Ordem de Serviço	: 034.514/001	
1 - OBJETO CALI	BRADO	
PRO. Fabric Códig Model No. du Tamb Códig Códig Resol Resol Identi	IETOR DE PERFIL           ante : Mitutoyo           >: 302-714A           o: PJA3000           \$ Série : D00101012           or Micrométrico           o: 164-164           o: 164-164           ução da unidade de leitura : 0,001 mm           ução do goniometro :         0 ° 01 '           ficação do Proprietário : 088180	
2 - PADRÃO UTILI	ZADO NA CALIBRAÇÃO	
Régu	a Graduada de Vidro	
N°. de Certif	: Série : 21164 cado Nº. : 01647/11 Validade: 30/02/2013	
N°. de	9 Série : 24364	
Certif	cado Nº. : 08755/11 Validade: 30/06/2013	
N°. de	e Série : RET 1	
Certif	cado Nº. : 110381/101 Validade. 30/06/2013	
3 - PROCEDIMEN	TO DE MEDIÇAO : PML - 0043 Versao 1/2.	
O err sobre	o de ampliação e a indicação foi verificado projetando a regua padrão a tela do projetor e a medição através de comparação com a régua.	
O en padrá	o de indicação do goniômetro foi verificado comparativamente com um o angular projetado sobre a tela e a leitura feita no goniômetro.	
Data Data	de calibração : 22 de Agosto de 2012 de emissão : 05 de Setembro de 2012	
	Certos Kazuo Svetake	
	Gerente do Opto, de Garanna da Qualidade	
certificado atende aos requisitos de acreditaçã	o pela CGCRE que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medid A reprodução deste Certificado só poderá ser total e depende da aprovação por escrito da Milutoyo. Ano deference ao veivilisiramente ar instrumento a instimuento à raino de acencia e anonaficade e não sendo ava	a (ou ao Sistema Internacional de ensivo a quaisquer lotes.

# ANEXO III - Certificado de Calibração do Projetor de Perfil (página 2/4)

Mitut	oyo Sul Americana Ltda.								
	CERTIFICADO	DF CA		ÃO Nº. 1	2137/12				
	REDE BRASILEIRA	DE CAL	IBRAÇÃO						
	Laboratório de Calib ISO/IEC 17025, sob	oração ac o número	reditado po CAL 0031	ela Cgcre de	acordo com	a ABNT NBR			
	4 - RESULTADO D	A CALIB	RAÇÃO :				3		Pág.2/4
	4.1 - F	Resultade	o Ampliaç	ão		. (	$\square$	2	
						1		2	
							4		
	Lente de Ampliaçã	io de 10	x		Nú	mero lente: 01	3012		
			Dee	ioão		Incerteza de	Fator de	Graus de	
	Item	1	2	3	4	Medição (U)	abrangência ( k )	liberdade (V <sub>eff</sub> )	
	Erro (%) 0,	01	0,01	0,00	0,00	0,01 %	2,00	infinito	
	V/ LLL	anned Nerva		Augusta and		- China - Chin		$(\mathcal{A})$	
	A Same Car	one Second	ъ Л -	araan galaan	1	anna Raan	an georgea	$(\Psi)$	
		Jh	( /~~ \		<b>H</b>				
	Z	S 1				$-\overline{\Delta}$		1000 1000 1000 1000 1000 1000 1000 100	
					V 1.	eenergeneerd 8	C. C.	100.029/00012026	
					R			a south of the same	
					A DECEMBER OF THE OWNER				
								**	
						2			

#### ANEXO III - Certificado de Calibração do Projetor de Perfil (página 3/4)



#### ANEXO III - Certificado de Calibração do Projetor de Perfil (página 4/4)





# APÊNDICE I – Análise do tamanho amostral necessário para a quantificação de inclusões dos aços C e F

Figura A1 – Variação do valor médio para a quantificação de inclusão (%) em função do tamanho amostral para os aços C e F.



Figura A2 – Variação do desvio padrão para a quantificação de inclusão média (%) em função do tamanho amostral.

APÊNDICE I – Análise do tamanho amostral necessário para a quantificação de inclusões dos aços C e F (continuação)



Figura A3 – Verificação da variação do valor médio para a quantificação de inclusão média (%) em função do tamanho amostral.



APÊNDICE II - Desenho técnico do corpo de prova C(T) para ensaio K<sub>IC</sub>

# APÊNDICE III - Medição das principais dimensões dos corpos de prova C(T) para o ensaio K $_{\rm IC}$

Neste apêndice encontram-se as medições dos corpos de prova (CP) para o ensaio K<sub>IC</sub>. Foram realizadas três leituras (L) utilizando os Instrumentos de Medição (IM): Micrômetro Digital (MD) e Projetor de Perfil (PP). A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

Material	СР	IM	Cota	L₁ (mm)	L <sub>2</sub> (mm)	L₃ (mm)	Média	U (mm)
		PP	W	26,086	26,042	26,060	26,063	0,055
	C <sub>1</sub>	PP	$a_0$	10,373	10,436	10,379	10,396	0,087
		MD	В	12,929	12,877	12,894	12,900	0,066
		PP	W	26,453	26,423	26,429	26,435	0,040
Aço C	C <sub>2</sub>	PP	$a_0$	10,787	10,821	10,880	10,829	0,117
		MD	В	12,932	12,918	12,932	12,927	0,020
		PP	W	26,074	25,995	25,985	26,018	0,121
	<b>C</b> <sub>3</sub>	PP	$a_0$	10,492	10,409	10,455	10,452	0,103
		MD	В	12,938	12,912	12,941	12,930	0,040
	F1	PP	W	25,92	25,927	25,892	25,913	0,046
		PP	$a_0$	10,37	10,437	10,427	10,411	0,090
		MD	В	12,989	12,999	12,984	12,991	0,019
		PP	W	26,145	26,157	26,212	26,171	0,089
Aço F	F <sub>2</sub>	PP	$a_0$	10,589	10,594	10,258	10,480	0,478
		MD	В	13,003	13,005	13,005	13,004	0,002
		PP	W	25,98	25,915	25,658	25,851	0,423
	F <sub>3</sub>	PP	$a_0$	10,217	10,395	10,491	10,368	0,345
		MD	В	13,013	13,012	13,002	13,009	0,015

Tabela A3.1 - Dimensões do corpo de prova C(T) para ensaio K<sub>IC</sub>



APÊNDICE IV - Desenho técnico do corpo de prova C(T) para ensaio J<sub>IC</sub>

# APÊNDICE V - Medição das principais dimensões dos corpos de prova C(T) para o ensaio $J_{\rm IC}$

Neste apêndice encontram-se as medições dos corpos de prova (CP) para o ensaio  $J_{IC}$ . Foram realizadas três leituras (L) utilizando os Instrumentos de Medição (IM): Micrômetro Digital (MD) e Projetor de Perfil (PP). A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

Material	СР	IM	Cota	L₁ (mm)	L <sub>2</sub> (mm)	L₃ (mm)	Média	U (mm)
		PP	W	26,272	26,240	26,187	26,233	0,106
	C	MD	В	13,010	12,930	13,000	12,980	0,108
	01	PP	Bn	10,192	10,195	10,207	10,198	0,020
		PP	$a_0$	12,879	12,831	12,862	12,857	0,060
		PP	W	26,272	26,240	26,187	26,233	0,106
	C	MD	В	13,010	12,930	13,000	12,980	0,108
AÇU C	02	PP	Bn	10,192	10,195	10,207	10,198	0,020
		PP	$a_0$	12,879	12,831	12,862	12,857	0,060
		PP	W	26,021	26,007	25,786	25,938	0,328
	C <sub>3</sub>	MD	В	13,030	13,000	13,040	13,023	0,052
		PP	Bn	10,253	10,254	10,258	10,255	0,005
		PP	<b>a</b> 0	12,565	12,550	12,337	12,484	0,317
		PP	W	26,515	26,473	26,456	26,481	0,076
	F <sub>1</sub>	MD	В	12,986	12,972	12,986	12,981	0,020
		PP	Bn	10,196	10,203	10,200	10,200	0,007
		PP	<b>a</b> 0	13,227	13,265	13,227	13,240	0,055
		PP	W	25,499	25,474	25,481	25,484	0,032
Aco F	Fa	MD	В	12,945	12,950	12,940	12,945	0,019
AÇU I	12	PP	Bn	10,290	10,275	10,282	10,282	0,019
		PP	$a_0$	12,176	12,167	12,153	12,165	0,029
		PP	W	25,776	25,765	25,771	25,771	0,015
	Fa	MD	В	12,934	12,932	12,929	12,932	0,005
	13	PP	Bn	10,752	10,751	10,748	10,750	0,004
		PP	$a_0$	12,207	12,193	12,199	12,200	0,018

Tabela A5.1 - Dimensões do corpo de prova C(T) para ensaio J<sub>IC</sub>



# APÊNDICE VI - Desenho técnico dos corpos de prova DCB

### APÊNDICE VII – Medição das dimensões dos corpos de prova

Neste apêndice encontram-se as medições dos corpos de prova para o ensaio DCB. Foram realizadas cinco leituras (L) utilizando os Instrumentos de Medição (IM): Micrômetro Digital (MD), Paquímetro Digital (PD) e Projetor de Perfil (PP). A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

CORPO DE PROVA C11											
Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k		
В	MD	9,525	9,528	9,538	9,542	9,542	9,535	0,010	2,78		
L	PD	101,45	101,55	101,52	101,54	101,52	101,52	0,05	2,57		
W	PP	25,438	25,435	25,441	25,432	25,429	25,435	0,006	2,45		
D	PP	4,845	4,843	4,853	4,855	4,840	4,847	0,008	2,57		
S	PP	2,378	2,369	2,375	2,373	2,377	2,374	0,004	2,26		
Bn	PP	5,718	5,705	5,725	5,713	5,704	5,713	0,011	2,78		
Е	PP	6,399	6,411	6,418	6,401	6,405	6,407	0,010	2,78		
F	PP	6,329	6,338	6,345	6,344	6,338	6,339	0,008	2,57		
G	PP	1,887	1,889	1,878	1,895	1,888	1,887	0,008	2,57		
Н	PP	12,698	12,724	12,752	12,689	12,678	12,708	0,037	2,78		
R	PP	0,232	0,248	0,244	0,225	0,235	0,237	0,012	2,78		
Х	PP	0,289	0,298	0,295	0,291	0,296	0,294	0,005	2,31		
Y	PP	41,257	41,268	41,278	41,269	41,258	41,266	0,011	2,78		

Tabela A7.1 - Dimensões do corpo de prova C11

Γabela A7.2 - Dimensões do corpo de prova C	12
---	----

Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k			
В	MD	9,529	9,535	9,540	9,538	9,549	9,538	0,009	2,78			
L	PD	101,57	101,52	101,50	101,49	101,56	101,53	0,04	2,57			
W	PP	25,378	25,389	25,388	25,398	25,393	25,389	0,009	2,57			
D	PP	4,839	4,842	4,848	4,853	4,858	4,848	0,010	2,78			
S	PP	2,381	2,382	2,385	2,379	2,383	2,382	0,003	2,08			
Bn	PP	5,710	5,711	5,706	5,722	5,717	5,713	0,008	2,57			
E	PP	6,412	6,398	6,399	6,415	6,408	6,406	0,010	2,78			
F	PP	6,305	6,312	6,309	6,301	6,299	6,305	0,007	2,57			
G	PP	1,901	1,894	1,889	1,905	1,902	1,898	0,008	2,57			
н	PP	12,712	12,705	12,718	12,698	12,695	12,712	0,012	2,78			
R	PP	0,247	0,252	0,254	0,258	0,241	0,250	0,008	2,57			
Х	PP	0,298	0,289	0,289	0,288	0,290	0,291	0,005	2,36			
Y	PP	41,298	41,277	41,288	41,285	41,286	41,287	0,010	2,78			

CORPO DE PROVA C<sub>12</sub>

Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k			
В	MD	9,515	9,520	9,512	9,522	9,523	9,518	0,006	2,57			
L	PD	101,58	101,54	101,52	101,59	101,55	101,56	0,03	2,45			
W	PP	25,389	25,392	25,399	25,388	25,393	25,392	0,006	2,45			
D	PP	4,845	4,844	4,842	4,851	4,855	4,847	0,008	2,57			
S	PP	2,383	2,380	2,379	2,377	2,382	2,380	0,004	2,26			
Bn	PP	5,702	5,705	5,712	5,710	5,701	5,706	0,006	2,45			
Е	PP	6,412	6,411	6,405	6,407	6,409	6,409	0,004	2,18			
F	PP	6,305	6,312	6,309	6,301	6,299	6,305	0,007	2,57			
G	PP	1,902	1,898	1,905	1,891	1,897	1,899	0,006	2,45			
н	PP	12,702	12,720	12,715	12,710	12,699	12,709	0,011	2,78			
R	PP	0,249	0,251	0,245	0,253	0,244	0,248	0,005	2,31			
Х	PP	0,299	0,294	0,292	0,290	0,294	0,294	0,004	2,23			
Y	PP	41,295	41,289	41,293	41,297	41,289	41,293	0,004	2,26			

Tabela A7.3 - Dimensões do corpo de prova C13

CORPO DE PROVA C<sub>13</sub>

Tabela A7.4 - Dimensões do corpo de prova C21

L1 L2 L3 L4 L5 Média U Cota IM k (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) В MD 9,529 9,535 9,540 9,538 9,549 9,538 0,009 2,78 L PD 101,57 101,52 101,50 101,49 101,56 101,53 0,03 2,45 W PP 25,378 25,389 25,388 25,398 25,393 25,389 0,012 2,78 PP D 4,839 4,842 4,848 4,853 4,858 4,848 0,007 2,57 S PP 2,381 2,382 2,385 2,379 2,383 2,382 0,006 2,45  $\mathbf{B}_n$ PP 5,710 5,711 5,706 5,722 5,717 5,713 0,010 2,78 Е PP 6,412 6,398 6,399 6,415 6,408 6,406 0,006 2,45 F PP 6,305 6,312 6,309 6,301 6,299 6,305 0,007 2,57 G PP 1,901 1,894 1,889 1,905 1,902 1,898 0,008 2,57 Н PP 12,698 12,724 12,752 12,658 12,695 12,705 0,013 2,78 R PP 0,247 0,252 0,254 0,258 0,241 0,250 0,005 2,36 Х PP 0,298 0,289 0,289 0,288 0,290 0,291 0,007 2,57 Υ PP 41,298 41,277 41,288 41,285 41,286 41,287 0,003 2,10

CORPO DE PROVA C21

CORPO DE PROVA C <sub>22</sub>												
Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k			
В	MD	9,515	9,520	9,512	9,522	9,523	9,518	0,003	2,36			
L	PD	101,58	101,54	101,52	101,59	101,55	101,56	0,02	2,20			
W	PP	25,389	25,392	25,399	25,388	25,393	25,392	0,005	2,36			
D	PP	4,845	4,844	4,842	4,851	4,855	4,847	0,003	2,04			
S	PP	2,383	2,380	2,379	2,377	2,382	2,380	0,003	2,13			
Bn	PP	5,702	5,705	5,712	5,710	5,701	5,706	0,005	2,31			
Е	PP	6,412	6,411	6,405	6,407	6,409	6,409	0,012	2,78			
F	PP	6,305	6,312	6,309	6,301	6,299	6,305	0,008	2,57			
G	PP	1,902	1,898	1,905	1,891	1,897	1,899	0,006	2,45			
н	PP	12,702	12,720	12,715	12,710	12,699	12,709	0,010	2,78			
R	PP	0,249	0,251	0,245	0,253	0,244	0,248	0,005	2,31			
Х	PP	0,299	0,294	0,292	0,290	0,294	0,294	0,005	2,31			
Y	PP	41,295	41,289	41,293	41,297	41,289	41,293	0,004	2,16			

Tabela A7.5 - Dimensões do corpo de prova C22

	Tabela A7.6 -	Dimensões de	o corpo de	prova C <sub>23</sub>
--	---------------	--------------	------------	-----------------------

CORPO DE PROVA C<sub>23</sub> L1 L2 L3 L4 L5 Média U IM Cota k (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) (mm) В MD 9,551 9,544 9,547 9,543 9,555 9,548 0,007 2,78 L PD 101,68 101,61 101,59 101,63 101,64 101,63 0,04 2,57 W PP 25,401 25,421 25,407 25,408 25,409 25,409 0,009 2,57 PP D 4,852 4,849 4,851 4,847 4,856 4,851 0,004 2,26 S PP 2,377 2,382 2,375 2,383 2,380 2,379 0,004 2,26  $\mathbf{B}_n$ PP 5,719 5,722 5,725 5,723 5,723 5,722 0,003 2,07 Е PP 6,412 6,408 6,402 6,409 6,399 6,406 0,006 2,45 F PP 6,305 6,312 6,308 6,305 6,303 6,307 0,004 2,26 G PP 1,899 1,897 1,900 1,901 1,902 1,900 0,003 2,04 Н PP 12,701 12,712 12,711 12,705 12,710 12,708 0,006 2,45 R PP 0,255 0,250 0,249 0,248 0,230 0,246 0,012 2,78 PP Х 0,299 0,301 0,303 0,302 0,305 0,302 0,003 2,08 Υ PP 41,300 41,305 41,301 41,303 41,299 41,302 0,003 2,10

CORPO DE PROVA C31											
Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k		
в	MD	9,560	9,555	9,552	9,561	9,558	9,557	0,005	2,57		
L	PD	101,61	101,55	101,57	101,60	101,53	101,57	0,04	2,57		
w	PP	25,412	25,418	25,421	25,408	25,422	25,416	0,008	2,78		
D	PP	4,848	4,839	4,838	4,855	4,851	4,846	0,010	2,78		
S	PP	2,383	2,388	2,385	2,380	2,384	2,384	0,004	2,18		
Bn	PP	5,730	5,733	5,728	5,722	5,731	5,729	0,005	2,36		
Е	PP	6,435	6,422	6,424	6,431	6,420	6,426	0,008	2,57		
F	PP	6,315	6,325	6,318	6,316	6,319	6,319	0,005	2,31		
G	PP	1,905	1,904	1,902	1,908	1,906	1,905	0,003	2,08		
н	PP	12,711	12,718	12,714	12,716	12,716	12,715	0,004	2,14		
R	PP	0,248	0,247	0,246	0,244	0,240	0,245	0,004	2,23		
Х	PP	0,301	0,294	0,292	0,299	0,297	0,297	0,005	2,31		
Y	PP	41,292	41,305	41,294	41,289	41,288	41,294	0,008	2,57		

Tabela A7.7 - Dimensões do corpo de prova C<sub>31</sub>.

CORPO DE PROVA C32											
Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k		
в	MD	9,540	9,544	9,542	9,551	9,541	9,544	0,005	2,57		
L	PD	101,70	101,68	101,72	101,71	101,65	101,69	0,03	2,45		
w	PP	25,422	25,408	25,402	25,409	25,411	25,410	0,009	2,78		
D	PP	4,843	4,844	4,842	4,841	4,853	4,845	0,006	2,45		
S	PP	2,377	2,376	2,374	2,371	2,375	2,381	0,003	2,09		
Bn	PP	5,720	5,722	5,718	5,719	5,721	5,720	0,003	2,01		
Е	PP	6,422	6,428	6,425	6,432	6,429	6,427	0,005	2,31		
F	PP	6,308	6,305	6,311	6,309	6,318	6,310	0,006	2,45		
G	PP	1,912	1,911	1,908	1,904	1,905	1,908	0,004	2,26		
н	PP	12,712	12,715	12,720	12,721	12,719	12,717	0,005	2,31		
R	PP	0,251	0,252	0,249	0,244	0,242	0,248	0,005	2,36		
х	PP	0,298	0,295	0,302	0,297	0,300	0,298	0,004	2,14		
Y	PP	41,313	41,311	41,305	41,302	41,308	41,308	0,005	2,36		

CORPO DE PROVA C <sub>33</sub>											
Cota	ІМ	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k		
b	MD	9,510	9,515	9,512	9,525	9,520	9,516	0,008	2,78		
L	PD	101,62	101,66	101,58	101,59	101,62	101,61	0,04	2,57		
w	PP	25,411	25,420	25,418	25,415	25,413	25,415	0,005	2,57		
D	PP	4,839	4,844	4,848	4,843	4,846	4,844	0,004	2,26		
S	PP	2,381	2,385	2,382	2,382	2,383	2,383	0,003	2,00		
Bn	PP	5,718	5,721	5,719	5,720	5,723	5,720	0,003	2,04		
Е	PP	6,408	6,413	6,405	6,412	6,418	6,411	0,006	2,45		
F	PP	6,320	6,318	6,312	6,311	6,308	6,314	0,006	2,45		
G	PP	1,899	1,898	1,902	1,897	1,899	1,899	0,003	2,04		
н	PP	12,721	12,724	12,725	12,716	12,714	12,720	0,006	2,45		
R	PP	0,247	0,244	0,246	0,243	0,248	0,246	0,003	2,06		
Х	PP	0,300	0,299	0,297	0,295	0,298	0,298	0,003	2,04		
Y	PP	41,299	41,302	41,298	41,306	41,304	41,302	0,004	2,23		

Tabela A7.9 - Dimensões do corpo de prova C33



### APÊNDICE VIII - Desenho técnico das cunhas

## • Aço C



## APÊNDICE VIII - Desenho técnico das cunhas (continuação)

### APÊNDICE IX – Medição das espessuras das cunhas (t)

Neste apêndice é apresentado o valor médio da espessura das cunhas ( $\overline{t}$ ) em função do deslocamento nominal ( $\delta$ ), utilizadas nos ensaios DCB, sendo obtidos por meio de cinco leituras (L) por meio do micrômetro digital. A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

СР	δ (mm)	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	t (mm)	U (mm)	k					
<b>C</b> <sub>11</sub>	0,80	3,175	3,171	3,178	3,174	3,173	3,174	0,003	2,31					
<b>C</b> <sub>12</sub>	0,80	3,171	3,170	3,174	3,176	3,177	3,174	0,004	2,45					
<b>C</b> <sub>13</sub>	0,80	3,182	3,188	3,185	3,187	3,180	3,184	0,004	2,45					
<b>C</b> <sub>21</sub>	0,95	3,333	3,328	3,324	3,326	3,331	3,328	0,005	2,57					
C <sub>22</sub>	0,95	3,332	3,334	3,335	3,341	3,337	3,336	0,004	2,45					
C <sub>23</sub>	0,95	3,322	3,328	3,321	3,320	3,329	3,324	0,005	2,57					
<b>C</b> <sub>31</sub>	1,10	3,478	3,475	3,483	3,484	3,477	3,479	0,005	2,57					
C <sub>32</sub>	1,10	3,488	3,486	3,484	3,480	3,487	3,485	0,004	2,45					
C <sub>33</sub>	1,10	3,483	3,484	3,482	3,486	3,482	3,483	0,002	2,12					
<b>C</b> <sub>41</sub>	1,25	3,636	3,629	3,628	3,623	3,632	3,630	0,006	2,57					
C42	1,25	3,633	3,632	3,640	3,638	3,635	3,636	0,004	2,45					
C <sub>43</sub>	1,25	3,621	3,624	3,622	3,621	3,628	3,623	0,004	2,36					
<b>C</b> <sub>51</sub>	1,40	3,782	3,788	3,787	3,783	3,782	3,784	0,004	2,36					
C <sub>52</sub>	1,40	3,777	3,772	3,773	3,773	3,771	3,773	0,003	2,26					
C <sub>53</sub>	1,40	3,771	3,770	3,772	3,769	3,776	3,772	0,003	2,36					

Tabela A9.1 – Espessura das cunhas para o aço C

ESPESSURAS DAS CUNHAS DO AÇO C

## APÊNDICE IX – Medição das espessuras das cunhas (t) (continuação)

СР	δ (mm)	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	t (mm)	U (mm)	k
<b>C</b> <sub>11</sub>	0,95	3,331	3,328	3,324	3,326	3,329	3,328	0,003	2,36
<b>C</b> <sub>12</sub>	0,95	3,329	3,322	3,327	3,335	3,328	3,328	0,006	2,57
<b>C</b> <sub>13</sub>	0,95	3,334	3,338	3,339	3,338	3,331	3,336	0,004	2,45
<b>C</b> <sub>21</sub>	1,25	3,632	3,633	3,638	3,639	3,642	3,637	0,005	2,57
<b>C</b> <sub>22</sub>	1,25	3,642	3,644	3,638	3,639	3,634	3,639	0,005	2,57
<b>C</b> <sub>23</sub>	1,25	3,631	3,634	3,629	3,627	3,625	3,629	0,004	2,45
<b>C</b> <sub>31</sub>	1,70	4,091	4,089	4,088	4,087	4,082	4,087	0,004	2,45
C <sub>32</sub>	1,70	4,077	4,072	4,072	4,069	4,078	4,074	0,005	2,57
C <sub>33</sub>	1,70	4,068	4,069	4,073	4,077	4,075	4,072	0,005	2,57
<b>C</b> 41	1,85	4,222	4,221	4,232	4,233	4,224	4,226	0,007	2,78
C <sub>42</sub>	1,85	4,225	4,226	4,225	4,222	4,230	4,226	0,004	2,36
C43	1,85	4,227	4,228	4,229	4,224	4,231	4,228	0,003	2,31
<b>C</b> <sub>51</sub>	2,00	4,384	4,388	4,389	4,385	4,382	4,386	0,004	2,36
C <sub>52</sub>	2,00	4,383	4,381	4,380	4,386	4,385	4,383	0,003	2,31
C <sub>53</sub>	2,00	4,378	4,375	4,373	4,377	4,379	4,376	0,003	2,31

Tabela A9.2 - Espessura das cunhas para o aço F

ESPESSURAS DAS CUNHAS DO AÇO F

# APÊNDICE X – Medição dos comprimentos finais da trinca (a⊧) para o ensaio DCB

Neste apêndice encontram-se os valores de comprimentos finais das trincas após o ensaio DCB e a abertura dos corpos de prova (CP) do aço C, sendo obtidos por meio de cinco leituras (L) em um projetor de perfil. A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

Tabela A10.1 – Comprimentos finais das trincas (a\_F) após o ensaio DCB dos corpos de provas do aços C

СР	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	L4 (mm)	L5 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
<b>C</b> <sub>11</sub>	44,988	45,125	45,358	45,441	45,012	45,185	0,251	2,78
<b>C</b> <sub>12</sub>	44,125	44,524	44,785	44,412	44,111	44,391	0,295	2,78
<b>C</b> <sub>13</sub>	47,122	47,354	47,424	47,256	47,101	47,251	0,175	2,78
<b>C</b> <sub>21</sub>	52,525	52,688	53,254	52,889	52,654	52,802	0,353	2,78
C <sub>22</sub>	58,125	58,558	58,645	58,332	58,212	58,374	0,276	2,78
<b>C</b> <sub>23</sub>	56,015	56,125	56,345	56,232	56,089	56,161	0,160	2,78
<b>C</b> <sub>31</sub>	66,240	66,550	66,624	66,421	66,201	66,407	0,231	2,78
<b>C</b> <sub>32</sub>	63,245	63,455	63,885	63,744	63,125	63,491	0,399	2,78
C <sub>33</sub>	66,917	67,025	67,254	67,125	66,932	67,051	0,175	2,78


## APÊNDICE XI – Desenho técnico do corpo de prova para o ensaio CPPAM

### APÊNDICE XII – Medição dos corpos de prova para ensaio CPPAM

Neste apêndice encontram-se as medições das principais dimensões dos corpos de prova CPPAM (Fig. 3.30) fabricados em aços C e F. Foram realizadas três leituras (L) utilizando os Instrumentos de Medição (IM): Paquímetro Digital (PD) e Projetor de Perfil (PP). A incerteza de medição (U) foi calculada para uma Probabilidade Abrangência (PA) de 95,45 %.

Tabela A12.1 – Medições do corpo de prova C1

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,239	0,250	0,270	0,253	0,039	4,30
h	PP	3,564	3,571	3,570	3,568	0,008	3,18
α	PP	89,88	90,15	90,00	90,01	0,34	4,30
<b>a</b> 1	PD	10,16	10,15	10,15	10,15	0,01	2,02
<b>a</b> <sub>2</sub>	PD	10,12	10,11	10,10	10,11	0,02	2,26
L	PD	59,95	59,94	59,94	59,94	0,01	2,02

Tabela A12.2 – Medições do corpo de prova C2

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,271	0,245	0,270	0,262	0,037	4,30
h	PP	3,556	3,532	3,535	3,541	0,033	4,30
α	PP	90,03	89,93	90,01	89,99	0,13	4,30
<b>a</b> 1	PD	10,17	10,17	10,16	10,17	0,01	2,02
$a_2$	PD	10,11	10,10	10,10	10,10	0,01	2,02
L	PD	59,92	59,96	59,93	59,94	0,04	3,18

Tabela A12.3 – Medições do corpo de prova C<sub>3</sub>

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,266	0,262	0,258	0,262	0,008	3,18
h	PP	3,528	3,517	3,502	3,516	0,033	4,30
α	PP	90,07	90,05	90,02	90,05	0,06	4,30
a <sub>1</sub>	PD	10,14	10,14	10,15	10,14	0,01	2,02
a <sub>2</sub>	PD	10,13	10,14	10,12	10,13	0,02	2,26
L	PD	59,96	59,94	59,94	59,95	0,02	2,45

# APÊNDICE XII – Medição dos corpos de prova para ensaio CPPAM (continuação)

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,251	0,269	0,250	0,257	0,028	4,30
h	PP	3,547	3,564	3,559	3,557	0,022	4,30
α	PP	90,05	90,23	90,25	90,18	0,27	4,30
a₁	PD	10,16	10,17	10,17	10,17	0,01	2,02
<b>a</b> 2	PD	10,09	10,10	10,10	10,10	0,01	2,02
L	PD	59,95	59,93	59,92	59,93	0,03	2,78

### Tabela A12.4 – Medições do corpo de prova C4

Tabela A12.5 – Medições do corpo de prova F1

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,273	0,262	0,262	0,2658	0,017	4,30
h	PP	3,545	3,515	3,530	3,530	0,038	4,30
α	PP	90,13	90,05	90,18	90,12	0,16	4,30
a₁	PD	10,07	10,08	10,08	10,08	0,01	2,02
a <sub>2</sub>	PD	10,07	10,06	10,06	10,06	0,01	2,02
L	PD	59,91	59,90	59,93	59,91	0,03	2,78

Tabela A12.6 – Medições do corpo de prova F2

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,252	0,250	0,249	0,250	0,003	2,09
h	PP	3,521	3,534	3,525	3,527	0,017	4,30
α	PP	90,02	90,03	90,22	90,09	0,28	4,30
<b>a</b> 1	PD	10,08	10,06	10,07	10,07	0,02	2,26
<b>a</b> 2	PD	10,05	10,05	10,07	10,06	0,02	2,45
L	PD	59,92	59,89	59,89	59,90	0,04	3,18

Tabela A12.7 – Medições do corpo de prova F<sub>3</sub>

Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k
r	PP	0,255	0,263	0,257	0,258	0,012	4,30
h	PP	3,520	3,508	3,509	3,512	0,017	4,30
α	PP	89,85	89,82	89,68	89,78	0,23	4,30
a₁	PD	10,08	10,07	10,05	10,07	0,03	2,78
<b>a</b> 2	PD	10,1	10,08	10,06	10,08	0,04	3,18
L	PD	59,94	59,89	59,9	59,91	0,07	4,30

be	ela A12.8 – Medições do corpo de prova F₄									
	Cota	IM	L1 (mm)	L2 (mm)	L3 (mm)	Média (mm)	U (mm)	k		
	r	PP	0,243	0,209	0,221	0,224	0,043	4,30		
	h	PP	3,539	3,464	3,550	3,518	0,116	4,30		
	α	PP	89,95	89,83	90,07	89,95	0,30	4,30		
	<b>a</b> 1	PD	10,09	10,10	10,09	10,09	0,01	2,02		
	<b>a</b> 2	PD	10,10	10,08	10,08	10,09	0,02	2,45		
	L	PD	59,95	59,95	59,92	59,94	0,04	3,18		

## APÊNDICE XII – Medição dos corpos de prova para ensaio CPPAM (continuação)

Tab