

GUILHERME ANTONELLI MARTINIANO

**EFEITO DE PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS E
DA TEMPERATURA DO MEIO NA
SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR
HIDROGÊNIO DE AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E
BAIXA LIGA**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2021

GUILHERME ANTONELLI MARTINIANO

**EFEITO DE PARÂMETROS MICROESTRUTURAIS E DA
TEMPERATURA DO MEIO NA SUSCEPTIBILIDADE À
FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO DE AÇOS DE ALTA
RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA**

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

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação.

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

Coorientador: Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho

UBERLÂNDIA – MG

2021

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

M386e
2021

Martiniano, Guilherme Antonelli, 1992-

Efeito de parâmetros microestruturais e da temperatura do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga [recurso eletrônico] / Guilherme Antonelli Martiniano. - 2021.

Orientador: Sinésio D. Franco.

Coorientador: Waldek Wladimir Bose Filho.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

Modo de acesso: Internet.

Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.te.2021.5554>

Inclui bibliografia.

1. Engenharia Mecânica. I. Franco, Sinésio D., 1962-, (Orient.). II. Bose Filho, Waldek Wladimir, 1959-, (Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

CDU: 621

Glória Aparecida
Bibliotecária Documentalista - CRB-6/2047



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
 Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
 Av. João Naves de Ávila, nº 2121, Bloco 1M, Sala 212 - Bairro Santa Mônica, Uberlândia-MG, CEP 38400-902
 Telefone: (34) 3239-4282 - www.posgrad.mecanica.ufu.br - secposmec@mecanica.ufu.br



ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	Tese de Doutorado Acadêmico, 317, COPEM				
Data:	05/11/2021	Hora de início:	08:00	Hora de encerramento:	12:00
Matrícula do Discente:	11713EMC007				
Nome do Discente:	Guilherme Antonelli Martiniano				
Título do Trabalho:	Efeito de Parâmetros Microestruturais e da Temperatura do Meio na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio de Aços de Alta Resistência e Baixa Liga				
Área de concentração:	Materiais e Processos de Fabricação				
Linha de pesquisa:	Tribologia e Materiais				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Projeto de Avaliação de Propriedades Mecânicas e Integridade sob Hidrogenação em Amostras Miniaturas				

Reuniu-se por meio de webconferência via Microsoft Teams a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, assim composta: Professores Doutores: Waldek Wladimir Bose Filho (coorientador) - EESC/USP; Louriel Oliveira Vilarinho - FEMEC/UFU; Rosenda Valdés Arencibia - FEMEC/UFU; Ana Sofia Clímaco Monteiro D'Oliveira - UFPR; Dr. Marcelo Torres Piza Paes - PETROBRÁS; e Sinésio Domingues Franco - FEMEC/UFU, orientador do candidato. Ressalta-se que os Prof. Sinésio Domingues Franco, Louriel Oliveira Vilarinho, Rosenda Valdés Arencibia e o Discente participaram da defesa por meio de webconferência desde a cidade de Uberlândia/MG, Prof. Waldek Wladimir Bose Filho desde a cidade de São Carlos/SP, Prof^a. Ana Sofia Clímaco Monteiro D'Oliveira desde a cidade de Curitiba/PR e Dr. Marcelo Torres Piza Paes desde a cidade de Rio de Janeiro/RJ em atendimento a Portaria nº 36, de 19 de março de 2020, da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES.

Iniciando os trabalhos o presidente da mesa, Dr. Sinésio Domingues Franco, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, 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 Doutor.

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.



Documento assinado eletronicamente por **Sinesio Domingues Franco, Professor(a) do Magistério Superior**, em 05/11/2021, às 12:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Louriel Oliveira Vilarinho, Professor(a) do Magistério Superior**, em 05/11/2021, às 12:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Rosenda Valdes Arencibia, Professor(a) do Magistério Superior**, em 05/11/2021, às 12:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Waldek Wladimir Bose Filho, Usuário Externo**, em 05/11/2021, às 12:14, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ana Sofia Clímaco Monteiro de Oliveira, Usuário Externo**, em 05/11/2021, às 12:23, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Marcelo Torres Piza Paes, Usuário Externo**, em 05/11/2021, às 12:23, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **3105935** e o código CRC **119B58D0**.

Dedico esta tese à minha família, especialmente à minha mãe Lucelena e
ao meu pai Carlos Roberto

“Nem você, eu ou ninguém vai bater tão forte quanto a vida. Mas a questão não é o quão forte você bate, mas sim o quanto você aguenta apanhar e continuar seguindo em frente. O quanto você resiste e continua seguindo adiante. É assim que se vence uma luta!” – Sylvester Stallone em Rocky VI (2006)

“Posso não ter um centavo no bolso, mas tenho um sorriso no rosto e isso vale mais que todo dinheiro do mundo.” – Ramón Valdés em Chaves (1972 – 1973)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado forças e amparo ao longo de toda a minha vida.

À minha mãe Lucelena Antonelli Pereira e ao meu pai Carlos Roberto Martiniano, pelo apoio incondicional em todos os aspectos.

Ao meu padrasto Alvim José Pereira e à minha madrasta Erliane Miguel Martiniano, pelo apoio e incentivo que sempre deram a mim e aos meus pais.

Ao restante da minha família, pelo apoio e constante torcida.

Ao meu orientador professor Dr. -Ing. Sinésio D. Franco, pela oportunidade da realização deste trabalho bem como pela orientação, conselhos e por exigir nada menos do que a excelência ao longo do trabalho. Também agradeço pela amizade, por me “aturar” por quase 7 anos entre mestrado e doutorado e por ter me mostrado o valor de um trabalho bem feito, com profissionalismo e, principalmente, com ética e honestidade.

Ao meu coorientador professor Dr. Waldek Wladimir Bose Filho, pela orientação, conselhos e pelas constantes discussões que me ajudaram a compreender e explicar os resultados obtidos. Também agradeço pela amizade e companheirismo ao longo do trabalho.

Ao professor Me. Rafael Ariza Gonçalves, por sempre estar disposto a me receber para discutir resultados e realizar ensaios. Agradeço também pela amizade e pelas prazerosas conversas na padaria Nova Estação durante o café da tarde.

Ao engenheiro Henry Fong Hwang, que foi aquele que me incentivou a iniciar a vida acadêmica na pós-graduação, agradeço pelo acompanhamento, sugestões e paciência durante a execução deste trabalho e pela maestria na gestão dos projetos do laboratório.

Ao engenheiro Rafael Rezende Pires, que foi quem me ensinou e acompanhou no início da minha jornada no LTAD sendo sempre minha referência de qualidade e excelência, agradeço pela amizade, companheirismo e por sempre estar disposto a ajudar.

Aos engenheiros Rodrigo Freitas da Silva Alvarenga e Felipe Oliveira Caixeta, pelas constantes discussões técnicas e também pela amizade.

A todo o restante da equipe do LTAD, indistintamente, agradeço pelos serviços prestados, pela amizade e pelo apoio que, sem os quais, a execução deste trabalho não seria possível.

Aos engenheiros da PETROBRAS Marcelo Torres Piza Paes, Francisco Francelino Ramos Neto e Daniel Correia Freire Ferreira, que acompanharam o transcorrer deste trabalho e me ajudaram na interpretação dos resultados.

Aos colegas de pós-graduação, José Eduardo Silveira Leal, Luiz Fernando Maia, Guilherme Bernardes Rodrigues e Danilo Eduardo Fonseca Souza, pela amizade, apoio e discussões técnicas durante o trabalho. Em especial agradeço ao “Zé”, que me ajudou ativamente nos ensaios de nanoindentação e também na interpretação dos resultados.

À FAPEMIG, pela bolsa concedida.

À CAPES, pelo apoio ao programa de pós-graduação da UFU.

À Fundação de Apoio Universitário, pela gestão dos recursos deste projeto e também da bolsa concedida.

À PETROBRAS, pelo apoio financeiro e material.

Ao programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFU pelo trabalho prestado e apoio financeiro na publicação dos artigos. Em especial agradeço à técnica administrativa Kelly Rúbia Costa pela simpatia e disposição em atender os alunos da pós ao coordenador do programa professor Dr. Washington Martins da Silva Jr. por sempre estar disposto a ajudar nas questões relacionadas à pós-graduação.

MARTINIANO, G. A. **Efeito de Parâmetros Microestruturais e da Temperatura do Meio na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio de Aços de Alta Resistência e Baixa Liga**. 2021. 247 f. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

RESUMO

A fragilização por hidrogênio (FH) é um fenômeno que afeta diversos aços e outras ligas metálicas, podendo reduzir drasticamente sua resistência à fratura. Apesar de ser estudada a mais de um século, a FH é um fenômeno complexo que ainda necessita de um melhor entendimento do seu comportamento e quais os fatores que a influenciam. Sendo assim, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da dureza, tamanho do antigo grão austenítico (AGA), microestrutura *dual-phase* (DP) e temperatura do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH) de dois aços de alta resistência e baixa liga (ARBL): 4137-M e 4130-M. Esta avaliação foi conduzida utilizando o teste *Incremental Step-Loading* (ISL) de forma que foi colocado como objetivo adicional o desenvolvimento de uma metodologia capaz de identificar a força limite de ruptura (P_{th}) de aços com baixa dureza. Os resultados deste trabalho revelaram que a metodologia desenvolvida para identificar o P_{th} de aços de baixa dureza ensaiados pelo método ISL foi válida. Os resultados mostraram ainda que os contornos de alto ângulo (CAA) da microestrutura funcionam como armadilhas fortes de H, de tal forma que a microestrutura com maior densidade de CAA exibiu a menor SFH. Este efeito foi evidenciado ao se perceber uma queda na SFH e também no teor de hidrogênio difusível nas microestruturas de menor AGA e DP. O contorno do AGA, que é um CAA, impediu que parte do H difundisse para os sítios de nucleação de trinca. Para a microestrutura DP obteve-se dois tipos de CAA principais, o contorno do AGA e a interface martensita/ferrita, que resultaram numa maior densidade de CAA, e, conseqüentemente, numa menor SFH apresentada pela microestrutura DP. Além disso, a deformação localizada da ferrita na microestrutura DP reduziu a concentração de tensão e direcionou a H para a ferrita, que é menos susceptível que a martensita. A redução da dureza diminuiu a SFH dos aços estudados, uma vez que a queda da dureza é acompanhada de uma menor densidade de armadilhas de H no contorno do AGA e de maior capacidade de deformar plasticamente, fatores estes que aumentam a resistência à FH. Além disso, notou-se uma maior SFH a 24 °C e 4 °C, sem diferença significativa entre estas duas temperaturas. No entanto, uma queda na SFH foi observada a 54 °C. Este comportamento foi atribuído ao aumento da difusividade do H causado pelo aumento da temperatura do meio o que diminuiu a capacidade das discordâncias de aprisionar e transportar H até a raiz do entalhe. Por fim, observou-se que difusão de H aliada ao transporte por discordâncias saturam os CAA com H induzindo a trinca a se propagar por estes contornos. Quando os CAA eram, principalmente, os contornos do AGA a fratura foi intergranular. Já, se os CAA saturados com H eram os pacotes e blocos de martensita ou a interface martensita/ferrita, a fratura tinha o aspecto de quase-clivagem.

Palavras Chave: incremental step loading, fragilização por hidrogênio, aços de alta resistência e baixa liga, microestrutura, temperatura

MARTINIANO, G. A. **Effect of Microstructural Parameters and Environment Temperature on the Hydrogen Embrittlement Susceptibility of High Strength Low Alloy Steels**. 2021. 247 p. PhD Dissertation, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

Hydrogen embrittlement (HE) is a phenomenon that affects many steels and other metal alloys, drastically reducing their fracture strength. Despite being studied for over a century, HE is a complex phenomenon that still needs a better understanding. Therefore, the present work aims to evaluate the influence of hardness, prior austenitic grain (PAG) size, dual-phase microstructure (DP) and environment temperature on the hydrogen embrittlement susceptibility (HES) of two high-strength low alloy (HSLA) steels: 4137-M and 4130-M. This evaluation was carried out using the Incremental Step-Loading (ISL) test, with the development of a methodology capable of identifying the fracture threshold load of low hardness steels was set as an additional objective. The results revealed that the developed methodology to identify the P_{th} of lower hardness steels than that recommended by the ASTM F1624 standard was valid. It was observed that the microstructure high angle boundaries (HAB) act as strong H traps, in such a way that the microstructure with high HAB density exhibited lower HES. This effect was evidenced by noticing a reduction in the HES and also in the diffusible hydrogen content in the microstructure with lower PAG size and the DP microstructure. The PAG boundary, which is a HAB, prevented part of the H from diffusing to the crack nucleation sites. For the DP microstructure, two main types of HAB were obtained, the PAG boundary and the martensite / ferrite interface, which resulted in a higher density of HAB, and, consequently, in the lower HES presented by the DP microstructure. Furthermore, the ferrite localized deformation in DP microstructure reduced the stress concentration and directed the H to ferrite, which is less susceptible than martensite. The hardness reduction decreased the steel HES, since the decrease in hardness is accompanied by lower density of H traps in the PAG boundary and greater plastic deformation capacity, factors that increase the HE resistance. Moreover, greater HES was noted at 24 °C and 4 °C, with no significant difference in HES between these two temperatures. However, at 54 °C a reduction in HES was observed. This behavior was attributed to the enhancement in H diffusivity caused by the increase in temperature, which reduced the capacity of dislocations to trap and transport hydrogen to the notch root. Finally, it was observed that H diffusion combined with the H transport by dislocations saturate the high-angle boundaries, inducing the crack to propagate through these boundaries. When the HAB were mainly the PAG boundaries, the fracture was intergranular. On the other hand, if the H-saturated HAB were the martensite packages and blocks or the martensite / ferrite interface, the fracture had a quasi-cleavage aspect.

Key Words: incremental step loading, hydrogen embrittlement, high strength low alloy steels, microstructure, temperature

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Falha em parafusos na unidade conectora de um poço de petróleo no Golfo do México (MANN, 2016).....	2
Figura 2.1 - Ilustração do processo de FH em um ambiente aquoso. (HERRING, 2010), modificado.	7
Figura 2.2 – Ilustração do mecanismo de HEDE, mostrando a separação de átomos causada pelo enfraquecimento das ligações interatômicas devido à presença de hidrogênio, (a) no retículo cristalino, (b) adsorvido na frente de uma trinca e (c) na interface partícula-matriz, (LYNCH, 2003).	8
Figura 2.3 – Ilustração do mecanismo de plasticidade localizada (LYNCH, 2012) , modificado.	9
Figura 2.4 - Sítios e armadilhas de hidrogênio, principalmente nos aços (WANHILL <i>et al.</i> , 2014), modificado.	10
Figura 2.5 – Efeito do tamanho do AGA na resistência mecânica da martensita (GRANGE, 1966), modificado.	12
Figura 2.6 - Relação entre o teor de hidrogênio difusível e (a) tensão máxima e (b) fração de área de fratura intergranular obtida no ensaio de tração com baixa taxa de deformação para dois tamanhos de AGA, indicados por d_v (SHIBATA; MATSUOKA; TSUJI, 2013), modificado.	13
Figura 2.7 - Efeito do tamanho do antigo grão austenítico no tempo de falha do aço UNI 40NiCrMo7, submetido a um ensaio de carga constante em meio assistido (QUADRINI, 1986), modificado.	14
Figura 2.8 – (a) índice de fraglização e (b) densidade de discordâncias em função do tamanho do AGA para diferentes aços de alta resistência e baixa liga. Aços NiCrMo (435H, 439, 439R, SC, DT), aços de alto limite de escoamento (HT, N, V, NB, T, NT) e aços de alto Cr (CN). (TAKASAWA <i>et al.</i> , 2012), modificado.	15
Figura 2.9 - Comparação do grau de fraglização de amostras com estruturas bainítica e martensítica (NANNINGA <i>et al.</i> , 2010), modificado.....	16
Figura 2.10 - (a) curva tensão-deformação obtidas no ensaio BTB e (b) curvas de análise de dessorção térmica dos aços investigados. GB e TM representam, respectivamente, as	

microestruturas compostas por bainita granular e martensita revenida (SHIM <i>et al.</i> , 2017), modificado.	17
Figura 2.11 – Esquema mostrando o início e confinamento da trinca num aço bifásico, constituído por martensita e ferrita (KOYAMA <i>et al.</i> , 2014), modificado.	18
Figura 2.12 – Diagrama Fe-Fe ₃ C com a zona intercrítica, marcada em vermelho (CALLISTER; RETHWISCH, 2012), modificado.	18
Figura 2.13 - Curva tensão x deformação, obtida do ensaio de tração BTB de amostras de aço baixo carbono com diferentes tempos de pré-hidrogenação (YANG <i>et al.</i> , 2018), modificado.	19
Figura 2.14 - Tensão no entalhe de amostras ensaiadas via método ISL ao ar e carregada com hidrogênio (NANNINGA <i>et al.</i> , 2010), modificado.	20
Figura 2.15 – Efeito da dureza na tensão na raiz do entalhe de amostras de aço 42CrMo4, testadas via ensaio de tração BTB (ZAFRA <i>et al.</i> , 2018), modificado.	21
Figura 2.16 – Efeito da dureza na SFH do aço AISI 4340 ensaiado com diferentes potenciais catódicos (RAYMOND, 2009), modificado.	22
Figura 2.17 - Variação do coeficiente de difusão do hidrogênio em ferro e aço em função da temperatura (NAGUMO, 2016).	24
Figura 2.18 - Efeito da temperatura na fragilização por hidrogênio na resistência à tração do aço de alta resistência (0,44% c) com limite de resistência de (a) 1137,6 MPa e (b) 1310 MPa (GREER; VON ROSENBERG; MARTINEZ, 1972), modificado.	25
Figura 2.19 – (a) tensão limite de fratura e (b) tempo de incubação da trinca em função da temperatura do meio resultantes do ensaio de carga constante em amostras de aço UNI 40NiCrMo7 em meio ácido aquoso sob potencial catódico (QUADRINI, 1988), modificado.	27
Figura 2.20 – Comparativo entre os ensaios ISL e carga constante (RAYMOND, 2002), modificado.	29
Figura 2.21 - Tipos de corpos de prova que podem ser ensaiados no ensaio ISL (RAYMOND, 2002), modificado.	29
Figura 3.1 - Diagrama de Ishikawa da metodologia adotada no trabalho.	30
Figura 3.2- Tubos de perfuração fornecidos para retirada das amostras sendo (a) tubo C e (b) tubo F.	31
Figura 3.3- Ilustração do tubo de perfuração com destaque para os tool-joints.	31

Figura 3.4 - Condução dos tratamentos térmicos realizados para (a) variar o tamanho do AGA e a fração volumétrica de ferrita e de martensita e (b) variar a dureza.....	35
Figura 3.5 – Corpo de prova para ensaio de tração.	40
Figura 3.6 – Corpo de prova para ensaio mini-Charpy.....	40
Figura 3.7- Representação esquemática do sistema de recirculação de fluido do ISL.	42
Figura 3.8- Sistema de recirculação e controle de temperatura do equipamento de ISL.....	43
Figura 3.9 – Sistema de recirculação e controle de temperatura instalado no equipamento de ISL.....	43
Figura 3.10 - Temperatura do ensaio ISL para um set-point de (a) 24 °C, (b) 4 °C e (c) 54 °C.	44
Figura 3.11 – Esquema do equipamento de flexão à quatro pontos utilizado para realizar os ensaios ISL.....	45
Figura 3.12 – Sequência de operações adotada para a fabricação dos corpos de prova para ensaios de ISL.....	46
Figura 3.13 – Dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de ISL.....	48
Figura 3.14 - Perfil de carregamento utilizado nos ensaios de ISL para corpos de prova com dureza entre 33 HRC e 45 HRC (ASTM F1624, 2018), modificado.....	51
Figura 3.15 - Configuração de três eletrodos adotada para permeação de hidrogênio nos ensaios de ISL.....	52
Figura 3.16 – Ilustração do perfil de carregamento do ensaio ISL (BICKFORD; NASSAR, 1998).	54
Figura 3.17 - Definição da força de iniciação da trinca, P_i , e da força limite, P_{th} . Adaptado de ASTM F1624 (2018).	55
Figura 3.18 – Representação do método de controle desenvolvido e aplicado no ensaio ISL. Os pontos 1 e 2 delimitam o intervalo de um patamar onde o ponto 1 indica o início do controle de força e o ponto 2 indica o final do controle de posição.	56
Figura 3.19 – Exemplo de aplicação da metodologia de identificação do P_{th} em um ensaio ISL realizado no aço 4130-M com dureza de 32 HRC.....	57
Figura 3.20 - Esquema do perfil de carregamento utilizado nos ensaios de validação da metodologia de identificação do P_{th}	57
Figura 3.21 - Amostra utilizada nos ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.....	58

Figura 3.22 - Montagem da permeação para os ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.	58
Figura 4.1- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico para os aços 4130-M e 4137-M, austenitizados a 900 °C por 1, 2, 3 e 4 horas.	61
Figura 4.2- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico do aço 4137-M, austenitizado em diferentes temperaturas por 1 e 4 horas.	62
Figura 4.3- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico para o aço 4130-M, austenitizado em diferentes temperaturas por 1 e 4 horas.	62
Figura 4.4- Contorno do AGA para o aço 4137-M, austenitizado por 1 hora a (a) 870 °C e (b) 1070 °C. Ataque com tepol, seguido de Nital 2 %.	63
Figura 4.5- Contorno do AGA para o aço 4130-M, austenitizado por 1 hora a (a) 870 °C e (b) 1070 °C. Ataque com tepol, seguido de Nital 2 %.	64
Figura 4.6 – Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para a ANOVA realizada no aço 4137-M (a) e 4130-M (b).	64
Figura 4.7 – Resíduos em função dos valores previstos (a, c) e em ordem temporal (b, d) para a ANOVA realizada no aço 4137-M (a, b) e 4130-M (c, d).	65
Figura 4.8- Curva de revenimento obtida para o aço 4137-M, temperado em óleo a partir de austenitização a 870 °C por 1 hora.	67
Figura 4.9- Curva de revenimento obtida para o aço 4130-M, temperado em óleo a partir de austenitização a 870 °C por 1 hora.	67
Figura 4.10 - Curva de dureza da amostra de aço 4130-M, austenitizada na zona intercrítica (730 °C – 830 °C) por 1 hora e temperada em óleo.	68
Figura 4.11 – Microestrutura obtida após ataque com NITAL 2%, seguido de Metabisulfito de Sódio, para o aço 4130-M, austenitizado na zona intercrítica do diagrama Fe-C nas temperaturas de: (a) 730 °C, (b) 750 °C, (c) 770 °C, (d) 790 °C, (e) 810 °C e (f) 830 °C. As setas indicam a ferrita.	70
Figura 4.12 - Microestrutura do aço 4137-M, austenitizado a 870 °C por 1 hora. As setas indicam as placas de martensita. Ataque com Tepol, seguido de NITAL 2 %, MEV.	72
Figura 4.13- Microestrutura do aço 4137-M, austenitizado a 1070 °C por 1 hora. As setas indicam as placas de martensita. Ataque com Tepol seguido de NITAL 2 %, MEV.	72
Figura 4.14- Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 870 °C por 1 hora. Ataque com Tepol seguido de NITAL 2 %, MEV.	73

Figura 4.15- Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 1070 °C por 1 hora. Ataque com Tepol seguido de NITAL 2 %, MEV.....	73
Figura 4.16 - Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 770 °C por 1 hora. As setas brancas indicam placas de martensita. Ataque com NITAL 2% seguido de metabissulfito de sodio, MEV.	73
Figura 4.17 – Microestrutura do aço 4137-M nas condições C40-g (a), C32-g (b) e C40-G (c). Ataque com NITAL 2%, MEV.....	76
Figura 4.18 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e) e padrão de qualidade com os contornos de alto e baixo ângulo reconstruídos (b, d, f) do aço 4137-M nas condições C40-g (a, b), C32-g (c, d) e C40-G (e, f).....	77
Figura 4.19 – Microestrutura do aço 4130-M nas condições F44-g (a), F40-g (b), F36-g (c), F32-g (d), F40-G (e) e F40-DP (f). Ataque com NITAL 2%, MEV.....	78
Figura 4.20 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e, g, i, k) e padrão de qualidade com os contornos de alto e baixo ângulo reconstruídos (b, d, f, h, j, l) do aço 4130-M nas condições F44-g (a, b), F40-g (c, c), F36-g (e, f), F32-g (g, h), F40-G (i, j) e F40-DP (k, l).	79
Figura 4.21 – Fração de contornos de baixo e alto ângulo, obtida via EBSD para os aços 4130-M (a) e 4137-M (b) após o revenimento. As barras de erro representam o intervalo de confiança de 95 %.	81
Figura 4.22 - Inclusões não-metálicas do aço 4130-M, mostrando Mn-S-Ca (a, b) e O-Al-Mg (c, d). Os espectros (b, d) foram realizados nas regiões marcadas (a, c).	83
Figura 4.23 - Inclusões não-metálicas observadas no aço 4130-M. Imagem obtida por MEV (a) e seu respectivo mapa de elementos obtido por EDS (b).	83
Figura 4.24 - Inclusões não-metálicas do aço 4137-M mostrando Mn-S-Ca (a, b) e O-Al-Mg (c, d). Os espectros (b, d) foram realizados nas regiões marcadas (a, c).	84
Figura 4.25 – Inclusões não-metálicas observadas no aço 4137-M. Imagem obtida por MEV (a) e seu respectivo mapa de elementos obtido por EDS (b).	84
Figura 4.26 - Resultados do ensaio de impacto mini-Charpy a 22 °C.	86
Figura 4.27 - Gráfico de força x profundidade de indentação dos ensaios de nanodureza realizados no aço 4130-M na condição F40-DP (a) juntamente com a posição das indentações na microestrutura (b).....	87

Figura 4.28 - Nanodureza medida em amostras do aço 4130-M com dureza de 40 HRC nas condições dual-phase (DP), maior tamanho do AGA (G) e menor tamanho do AGA (g). As barras de erro representam o intervalo de confiança de 95 %.	89
Figura 4.29 – Resultados dos ensaios de ISL ao ar, realizados para a determinação da σ_{FFS} para os aços 4130-M (a) e 4137-M (b).	90
Figura 4.30 – Superfície de fratura do corpo de prova após a realização do ensaio ISL para determinação do P_{FFS} do aço 4137-M na condição C40-g(a), C32-g (b) e C40-G (c).	91
Figura 4.31 - Superfície de fratura do corpo de prova após a realização do ensaio ISL para determinação do P_{FFS} do aço 4130-M na condição F44-g (a), F40-g (b), F36-g (c), F32 -g (d), F40-G (e) e F40-DP (f).	92
Figura 4.32 – Resultados dos ensaios ISL realizados no aço 4130-M a 24 °C (a a f), 54 °C (g) e 4 °C (h). (a) F44-g, (b, g, h) F40-g, (c) F36-g, (d) F32-g, (e) F40-G, (f) F40-DP.	95
Figura 4.33 - Resultados dos ensaios ISL realizados no aço 4137-M a 24 °C (a a c), 4 °C (d). (a, d) C40-g, (b) C32-g, (c) C40-G.	96
Figura 4.34 - Resultados dos ensaios ISL convencional (a, c) e prolongado (b, d), realizados nos aços 4130-M (a, b) e 4137-M (c, d) com 32 HRC para validar a metodologia de determinação do P_{th} .	97
Figura 4.35 – Resultado de um ensaio ISL realizado no aço 4130-M com dureza de 44 HRC.	98
Figura 4.36 – (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível dos aços 4130-M e 4137-M com diferentes durezas e menor tamanho de grão.	99
Figura 4.37 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4130-M com menor tamanho de grão e durezas de 44 HRC (a, b), 40 HRC (c, d), 36 HRC (e, f) e 32 HRC (g, h). As imagens (b, d, f, h) correspondem à região destacada nas imagens (a, c, e, g).	100
Figura 4.38 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e, g) e misorientação de Kernion (b, d, f, h) da trinca do aço 4130-M com dureza de (a, b) 44 HRC, (c, d) 40 HRC, (e, f) 36 HRC e (g, h) 32 HRC após o ensaio ISL.	101
Figura 4.39 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4137-M com menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC (a, b) e 32 HRC (c, d). As imagens (b, d) correspondem à região destacada nas imagens (a, c).	102
Figura 4.40 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M com dureza de (a, b) 40 HRC, (c, d) 32 HRC após o ensaio ISL.	103

Figura 4.41 - Efeito da temperatura de revenimento na difusividade do hidrogênio em diferentes aços carbono (SAKAMOTO; MANTANI, 1976).....	105
Figura 4.42 - (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível dos aços 4130-M e 4137-M com diferentes tamanhos do AGA e dureza de 40 HRC.	107
Figura 4.43 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4130-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA. As imagens (b, d) correspondem à área pontilhada das imagens (a, c).	108
Figura 4.44 – Mapa de plo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4130-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA após o ensaio ISL.....	109
Figura 4.45 - Superfície de fratura do aço 4137-M nas condições C40-g (a, b) e C40-G (c, d). As imagens (b, d) correspondem às regiões destacadas nas figuras (a, c), respectivamente.	110
Figura 4.46 – Mapa de plo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA após o ensaio ISL.....	111
Figura 4.47 – Mecanismo de fratura induzida por H na região de concentração de tensão do corpo de prova submetido ao ensaio ISL.....	113
Figura 4.48 - (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível do aço 4130-M com 40 HRC em diferentes condições microestruturais.	114
Figura 4.49 – (a) superfície de fratura do corpo de prova F40-DP após o ensaio ISL e (b) região demarcada pelo quadrado branco. As setas amarelas indicam fratura intergranular e as setas verdes apontam os “tear ridges”.	115
Figura 4.50 – Trinca do aço 4130-M na condição F40-DP após o ensaio ISL. MEV (a), mapa de polo inverso em Z (b), misorientação de Kernion (c) e misorientação de grãos (d).	115
Figura 4.51 – (a) trinca de um corpo de prova do aço 4130-M na condição F40-DP após ensaio ISL. (b) ampliação da região marcada em “a”.	119
Figura 4.52 – Modelo proposto para o mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio do aço 4130-M com microestrutura dual-phase e dureza de 40 HRC.....	119
Figura 4.53 – Tensão limite de propagação de trinca obtida dos ensaios ISL realizados em diferentes temperaturas nos aços 4130-M e 4137-M com dureza de 40 HRC.	120

Figura 4.54 - Resultados dos ensaios de quantificação do teor de H_{dif} realizados nos aços 4130-M (a) e 4137-M (b) com dureza de 40 HRC carregados com hidrogênio por 4 horas e 1 hora.	121
Figura 4.55 - Superfície de fratura do 4130-M na condição F40-g ensaiado em 4 °C (a), 24 °C (b) e 54 °C (c).	122
Figura 4.56 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e) e misorientação de Kernion (b, d, f) da trinca do aço 4130-M na condição F40-g após o ensaio ISL a 4 °C (a, b), 24 °C (c, d) e 54 °C (e, f).	123
Figura 4.57 - Superfície de fratura do aço 4137-M na condição C40-g ensaiado a 4 °C (a) e 24 °C (b).	124
Figura 4.58 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M na condição C40-g após o ensaio ISL a 4 °C (a, b) e 24 °C (c, d).	125
Figura 4.59 - Coeficiente de difusão do hidrogênio em um aço ARBL (0,22% C – 3,4% Cr+Ni+Mo) medido em diferentes temperaturas (CHENG; ZHANG, 2020).	126
Figura 4.60 – Curvas força vs. tempo obtidas dos ensaios ISL realizados a 24 °C (a, b) e 4 °C (c, d) e 54 °C (e) nos aços 4130-M (a, c, e) e 4137-M (b, d) na condição de menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC.	128
Figura 4.61 – Ilustração do mecanismo de saturação da raiz do entalhe com hidrogênio e sua variação com a temperatura do meio o ensaio ISL.	130
Figura 4.62 –Queda de força observada nos ensaios ISL realizados no aço (a, b, c) 4130-M e (d, e) 4137-M a (a, d) 4 °C, (b, e) 24 °C e (c) 54 °C ambos com menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC.	133
Figura 4.63 – Perfil de concentração de H nos interstícios (C_L) em amostras C(T) sob a mesma condição de carregamento: (a) trinca, (b) entalhe com raio de 0,8 mm, (c) entalhe com raio de 1,5 mm (JEON <i>et al.</i> , 2015).	134

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Coeficiente de difusão do hidrogênio em diferentes aços à temperatura ambiente. (STROE, 2006).....	24
Tabela 2.2 - Efeito da temperatura na tensão crítica para trinca de sulfeto em condições de corrosão sob tensão de um aço de médio carbono com limite de escoamento de 910,1 MPa (DVORACEK, 1970).	26
Tabela 3.1- Composição química (% em peso) dos tool-joints dos tubos de perfuração para um intervalo de confiança de 95 %, igual a 2 vezes o desvio padrão.....	32
Tabela 3.2 - Matriz de ensaios.....	33
Tabela 3.3 - Tratamentos térmicos realizados para estudo da microestrutura.	34
Tabela 3.4- Etapas de lixamento e polimento da preparação das amostras para análise metalográfica.	36
Tabela 3.5- Reagentes utilizados para revelar o contorno do AGA.....	37
Tabela 3.6 – Tratamentos térmicos selecionados para confecção dos corpos de prova de aço 4137-M e 4130-M.	46
Tabela 3.7 – Rugosidade obtida após realização de usinagem com eletroerosão a fio para diferentes parâmetros de corte. O intervalo de confiança mostrado é de 95 % considerando um intervalo igual a duas vezes o desvio padrão.....	48
Tabela 3.8 – Especificações dos equipamentos utilizados para medir os corpos de prova. .	49
Tabela 3.9 – Modelo de cálculo das incertezas de medição das dimensões do corpo de prova.	50
Tabela 3.10 – Matriz de ensaios ISL.....	53
Tabela 3.11 - Condições das permeações realizadas para os ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.....	60
Tabela 4.1- ANOVA realizada para avaliar o efeito da temperatura e tempo de austenitização no diâmetro do AGA para o aço 4137-M.....	63
Tabela 4.2- ANOVA realizada para avaliar o efeito da temperatura e tempo de austenitização no diâmetro do AGA para o aço 4137-M.....	63

Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios de tração representados pela média \pm o intervalo de confiança de 95 %.	85
Tabela 4.4 - Nanodureza Vickers do aço 4130-M na condição F40-DP, obtida com uma pré-carga de 2,5 mN (HV0,025), considerando um intervalo de confiança de 63,27%.	88
Tabela 4.5 – Valores de P_{FFS} e σ_{FFS} obtidos nos ensaios ISL realizados ao ar.	91
Tabela 4.6 - Resultados dos ensaios ISL representados pela média \pm intervalo de confiança de 95 %.	94
Tabela 4.7 – Energia de ligação para diferentes armadilhas de hidrogênio.	116

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

Símbolos Latinos:

a	Ângulo de abertura do entalhe
\bar{a}	Ângulo de abertura médio do entalhe
B	Largura
\bar{B}	Largura média
C	Concentração de átomos
C_0	Concentração de defeitos pontuais no retículo cristalino
D	Coeficiente de difusão
D_0	Coeficiente de difusão à temperatura ambiente
E	Energia de impacto
\bar{E}	Energia de impacto média
E_a	Energia de ativação
EMR	Espessura da camada de material que é retirada em cada passe, somada ao diâmetro do fio de molibdênio utilizado
F_1	Força medida no ponto 1
F_2	Força medida no ponto 2
F_a	Força aplicada pelo atuador
GP	Índice que indica se o pulso elétrico é quadrado (0) ou não (2) no processo de usinagem por eletroerosão a fio
H	Altura
h	Profundidade do entalhe
\bar{H}	Altura média
\bar{h}	Profundidade média do entalhe
H_{dif}	Hidrogênio difusível
$\overline{H_{dif}}$	Hidrogênio difusível médio
HRC	Dureza Rockwell C
\overline{HRC}	Dureza Rockwell C média
HVF	Dureza Vickers da Ferrita
HVM	Dureza Vickers da martensita
HVT	Dureza Vickers total

Hz	Frequência de bobinamento do fio no processo de usinagem por eletroerosão a fio
IP	Índice relacionado à corrente elétrica no processo de usinagem por eletroerosão a fio
J	Fluxo de átomos
K	Constante de Boltzmann
k	Fator de abrangência
K _{IC}	Tenacidade à fratura
L	Comprimento
\bar{L}	Comprimento médio
\bar{T}	Diâmetro médio do antigo grão austenítico
M	Ampliação do microscópio óptico
N _i	Número de interceptos
\bar{N}_L	Número médio de interceptos por unidade de comprimento
OFF	Tempo de duração entre dois pulsos no qual não há passagem de corrente elétrica no processo de usinagem por eletroerosão a fio em μs
ON	Tempo de duração do pulso elétrico no processo de usinagem por eletroerosão a fio em μs
p ₁	Posição da haste do atuador medida no ponto 1
P ₂	Posição da haste do atuador medida no ponto 2
P _{FFS}	Força de ruptura ao ar no ensaio ISL
P _{MAX}	Força máxima de referência do ensaio ISL
P _{th}	Força limite de ruptura no ensaio ISL
r	Raio do entalhe
\bar{r}	Raio médio do entalhe
R	Rigidez
R _q	Rugosidade quadrática média
s	Desvio padrão dos interceptos médios lineares
SV	Índice relacionado ao valor padrão da tensão elétrica em vazio no processo de usinagem por eletroerosão a fio
t	Tempo
T	Temperatura
U	Incerteza expandida
V _{Ag/AgCl}	Potencial em Volts em relação ao eletrodo de referência de Ag/AgCl
x	Distância

Símbolos Gregos:

α	Ferrita
γ	Austenita
ΔA_{MO}	Correção associada ao aumento de 5X do microscópio óptico
ΔA_{PP}	Correção associada ao aumento de 10X do projetor de perfil
ΔE_A	Correção associada ao erro de apalpamento
$\Delta I_{C_{AH}}$	Correção associada à calibração do analisador de hidrogênio
ΔI_{C_D}	Correção associada à calibração do durômetro
ΔI_{C_M}	Correção associada à calibração do micrômetro
$\Delta I_{C_{MC}}$	Correção associada à calibração de ensaios de impacto <i>Charpy</i> miniaturizado
$\Delta I_{C_{MMC}}$	Correção associada à calibração da máquina de medir por coordenadas
$\Delta I_{C_{MO}}$	Correção associada à calibração do microscópio óptico
ΔI_{C_P}	Correção associada à calibração do paquímetro
$\Delta I_{C_{PPa}}$	Correção associada à calibração da medição de ângulo do projetor de perfil
$\Delta I_{C_{PPy}}$	Correção associada à calibração do projetor de perfil no eixo y
ΔR_{AH}	Correção associada à resolução do analisador de hidrogênio
ΔR_D	Correção associada à resolução do durômetro
ΔR_M	Correção associada à resolução do micrômetro
ΔR_{MC}	Correção associada à resolução do equipamento de ensaios de impacto <i>Charpy</i> miniaturizado
ΔR_{MMC}	Correção associada à resolução da máquina de medir por coordenadas
ΔR_{MO}	Correção associada à resolução do microscópio óptico
ΔR_P	Correção associada à resolução do paquímetro
ΔR_{PPa}	Correção associada à resolução angular do projetor de perfil
ΔR_{PPy}	Correção associada à resolução do projetor de perfil no eixo y
ε	Energia elástica de interação entre discordâncias e defeitos pontuais
θ	Ângulo de giro do braço de carregamento
θ_M	Ângulo de misorientação
σ_{FFS}	Tensão limite de ruptura ao ar no ensaio ISL
σ_{th}	Tensão limite de ruptura no ensaio ISL
σ_{UTS}	Tensão limite de resistência à fratura

Siglas e abreviaturas:

95 %CI	Intervalo de confiança de 95 %
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AISI	American Iron and Steel Institute
ANOVA	Análise de variância
ARBL	Alta Resistência e Baixa Liga
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BTD	Baixa taxa de deformação
CAA	Contornos de alto ângulo
CBA	Contornos de baixo ângulo
CCC	Cúbica de corpo centrado
CFC	Cúbica de face centrada
CLT	<i>Constant Load Test</i>
DCB	<i>Double Cantilever Beam</i>
DP	<i>Dual-phase</i>
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>
FH	Fragilização por hidrogênio
GDS	<i>Glow discharge Spechtrometry</i>
GUM	<i>Guide to the expression of uncertainty in measurement</i>
H	Hidrogênio
HEDE	<i>Hydorgen Enchanced Decohesion</i>
HELP	<i>Hydrogen Enhanced Localized Plasticity</i>
ISL	<i>Incremental Step Loading</i>
MA	Martensita/Austenita
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
RA	Precisão relativa
SFH	Susceptibilidade à fragilização por hidrogênio
SNTT	<i>Spiral Notch Torsion Test</i>
SPT	<i>Small Punch Test</i>
Tol	Tolerância
\bar{Tol}	Tolerância média

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	1
1.1. Objetivo Geral	4
1.2. Objetivos Específicos	5
1.3. Estrutura do Trabalho	5
CAPÍTULO II	6
2.1. Fragilização por Hidrogênio nos Aços	6
2.1.1. Teoria da Decoção (HEDE – Hydrogen Enhanced Decohesion)	7
2.1.2. Teoria da Plasticidade Localizada (HELP – Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) .	9
2.2. Parâmetros que influenciam na SFH dos Aços	10
2.2.1. Tamanho do Antigo Grão Austenítico	11
2.2.2. Microestrutura.....	15
2.2.3. Dureza	19
2.2.4. Temperatura do Meio	23
2.3. Ensaio de Carregamento em Patamares Progressivos Assistido pelo Meio (ISL)	27
CAPÍTULO III	30
3.1. Planejamento Experimental e Definição da Matriz de Testes	32
3.2. Seleção dos Tratamentos Térmicos conforme Matriz de Testes	33
3.3. Caracterização do Material	36
3.3.1. Caracterização Microestrutural	36
3.3.1.1. Antigo Grão Austenítico.....	36
3.3.1.2. Microestrutura.....	38
3.3.2. Propriedades Mecânicas	39
3.4. Adaptações no Equipamento de Ensaio ISL	41
3.5. Ensaio ISL	44
3.5.1. Confecção dos Corpos de Prova	46
3.5.2. Verificação Dimensional e Geométrica dos Corpos de Prova	48
3.5.3. Metodologia de Realização do Ensaio ISL.....	50
3.5.4. Carregamento de Hidrogênio	52
3.5.5. Metodologia Desenvolvida para Identificação do P_{th}	53

3.6. Ensaio de Quantificação de Hidrogênio Difusível.....	58
CAPÍTULO IV.....	61
4.1. Resultado da Seleção dos Tratamentos Térmicos.....	61
4.1.1. Estudo do Tamanho do Antigo Grão Austenítico.....	61
4.1.2. Obtenção das Curvas de Revenimento dos Aços Estudados.....	66
4.1.3. Aço 4130-M Austenitizado na Zona Intercrítica.....	68
4.2. Resultados da Caracterização do Material.....	71
4.2.1. Resultados da Caracterização Microestrutural.....	72
4.2.1.1. Material Temperado.....	72
4.2.1.2. Material Revenido.....	75
4.2.1.3. Inclusões Não-Metálicas.....	82
4.2.2. Resultados da Caracterização Mecânica.....	85
4.2.2.1. Resultados dos Ensaios de Nanodureza no aço 4130-M com 40 HRC.....	87
4.3. Resultados dos Ensaios ISL.....	90
4.3.1. Resultados dos Ensaios de Validação da Metodologia de Determinação do P_{th}	96
4.3.2. Efeito da Dureza.....	98
4.3.3. Efeito do Tamanho do Antigo Grão Austenítico.....	106
4.3.4. Efeito da Microestrutura.....	113
4.3.5. Efeito da Temperatura do Meio.....	120
CAPÍTULO V.....	135
5.1. Ensaios ISL.....	135
5.2. Influência dos Parâmetros Estudados na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio dos aços 4130-M e 4137-M.....	136
5.3. Aspectos Importantes para a Indústria.....	137
CAPÍTULO VI.....	139
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	140
ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO TERMOPAR DO FORNO UTILIZADO PARA REALIZAR OS TRATAMENTOS TÉRMICOS (1/2).....	158
ANEXO B – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (1/1).....	160
ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE TRAÇÃO (1/4).....	161

ANEXO D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA DA MÁQUINA DE TRAÇÃO INSTRON (1/3).....	165
ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (1/9).....	168
ANEXO F – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE TEMPERATURA PT100 (1/1)	177
ANEXO G – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA INSTALADA EQUIPAMENTO DE ENSAIOS ISL (1/2)	178
ANEXO H – DECLARAÇÃO DE CONFORMIDADE DO ENCORDER ROTATIVO INSTALADO NO EQUIPAMENTO DE ENSAIOS ISL (1/1).....	180
ANEXO I - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO INTERFERÔMETRO LASER (1/2).....	181
ANEXO J – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PAQUÍMETRO DIGITAL (1/2)	183
ANEXO K – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO MICRÔMETRO DIGITAL (1/2)	185
ANEXO L – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PROJETOR DE PERFIL (1/4)	187
ANEXO M - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (1/12)	191
APÊNDICE A – MICROESTRUTURA DO AÇO 4137-M NA CONDIÇÃO COMO RECEBIDA, OBTIDA COM DIFERENTES ATAQUES (1/1)	203
APÊNDICE B – ANTIGO GRÃO AUSTENÍTICO PARA OS TRATAMENTOS TÉRMICOS REALIZADOS COM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS DE AUSTENITIZAÇÃO (1/3)	204
APÊNDICE C – DUREZAS OBTIDAS APÓS TRATAMENTO TÉRMICO DE BENEFICIAMENTO (TÊMPERA E REVENIMENTO) E TÊMPERA NA ZONA INTERCRÍTICA (1/1).....	207

APÊNDICE D – DUREZAS OBTIDAS NO ENSAIO DE NANOINDENTAÇÃO (1/1)	208
APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (1/7) ...	209
APÊNDICE F – IDENTIFICAÇÃO DO P_{th} DO AÇO 4130-M COM 36 HRC UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)	216
APÊNDICE G – IDENTIFICAÇÃO DO P_{th} DO AÇO 4130-M COM 32 HRC UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)	217
APÊNDICE H – IDENTIFICAÇÃO DO P_{th} DO AÇO 4137-M COM 32 HRC UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)	218

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) têm sido cada vez mais utilizados por apresentarem elevada resistência mecânica, tornando-se uma opção atraente em aplicações que demandam grandes esforços mecânicos sem que haja aumento no peso da estrutura e/ou prejuízo na capacidade de carga. Estes aços são aplicados em diversos setores, tais como: óleo e gás, veículos pesados, de passageiros e *off-road*, máquinas agrícolas e de construção, equipamentos industriais, pontes e veículos marítimos (DAVIS, 1996). No entanto, nestas áreas é comum que os componentes fabricados em aço ARBL acabem entrando em contato com o hidrogênio (H), seja durante o processo de fabricação, seja durante o serviço. Esta exposição pode levar a um fenômeno conhecido como Fragilização por Hidrogênio (FH), que pode ocasionar falhas em tensões menores do que aquelas projetadas para o componente. A fragilização por hidrogênio é reconhecida há muito tempo como uma das principais causas de falha em componentes estruturais (JEON *et al.*, 2015).

A FH é um tipo de deterioração das propriedades mecânicas que pode estar ligada à corrosão ou a processos de controle de corrosão. Este fenômeno envolve a entrada de hidrogênio em um componente, podendo alterar significativamente sua ductilidade e capacidade de carga, causando trincamento e fratura frágil catastrófica em tensões mecânicas abaixo do limite de escoamento de materiais. O hidrogênio pode ainda ser oriundo de etapas do processo de fabricação do material (solda, eletrodeposição, fosfatização, decapagem, etc.), como subproduto do processo de corrosão ou da aplicação de proteção catódica para proteger o componente contra a corrosão quando em serviço (NACE INTERNATIONAL, 2020).

A primeira observação de FH em aços foi feita em 1875 por William H. Johnson (JOHNSON, 1875). Desde então, este fenômeno vem sendo estudado por diversos autores que, mesmo após mais de um século e meio de estudos, afirmam que a FH é um fenômeno complexo e incerto, não havendo uma teoria unificada que a explique (BARRERA *et al.*, 2018; BIRNBAUM; SOFRONIS, 1994; CHEN *et al.*, 2020; PINSON *et al.*, 2020; TAKASAWA *et al.*, 2012).

Relatos de FH nos mais diferentes metais e ligas metálicas estão presentes na literatura. Segundo Herring (2010), os metais mais susceptíveis à FH são os aços de alta resistência, ligas de Ti, ligas de Al, ligas de Mg, entre outras. De fato, tem-se diversos registros de FH em aços de alta resistência, principalmente aços AISI da linha 41XX e 43XX (DULL; RAYMOND, 1972; HUI *et al.*, 2017; LIU; ATRENS, 2013; ROSADO, 2011; SARIOĞLU, 2001; TUMULURU, 1985; WANG *et al.*, 2013). Porém, mesmo em aços e ligas menos susceptíveis, como superligas de níquel e aços inoxidáveis, a FH também já foi observada (GALLIANO *et al.*, 2014; JEMBLIE *et al.*, 2017; KAGAY; FINDLEY; CORYELL, 2018; KERNION *et al.*, 2014b; MACADRE *et al.*, 2015; MEINHARDT *et al.*, 2017).

Como dito anteriormente, alguns setores importantes da indústria, tais como: o de óleo e gás, o de energia nuclear e o setor aeroespacial vêm tendo dificuldades devido aos efeitos causados pela FH, principalmente devido à utilização de aços ARBL. Em perfurações *offshore*, as altas pressões e profundidades de perfuração fazem com este tipo de aço seja cada vez mais utilizado. A agressividade do meio, aliada a processos de controle de corrosão como a proteção catódica, pode levar à FH destes aços (NOZARI, 2002). De fato, estima-se que mais de 25 % das falhas observadas no setor de óleo e gás são oriundas de problemas relacionados à FH (SILVA; PONTE; PASHCHUK, 2007). Além do efeito direto nas propriedades mecânicas, o hidrogênio também pode ter efeito secundário em outras propriedades como, por exemplo, na resistência ao desgaste. Meng, Baker e Munroe (2012) identificaram um aumento de 1000 % na taxa de desgaste do composto intermetálico $Fe_{30}Ni_{20}Mn_{35}Al_{15}$ causado pelo H. A Figura 2.1 mostra um caso recente onde houve falha devido à FH.



Figura 1.1 - Falha em parafusos na unidade conectora de um poço de petróleo no Golfo do México (MANN, 2016)

A imagem mostrada na Fig. 1.1 relata uma falha em uma unidade petrolífera dos Estados Unidos no Golfo do México, publicada no *The Wall Street Journal*. Agências reguladoras dos Estados Unidos e as empresas petrolíferas afirmaram que os parafusos estavam quebrando, provocando paradas de equipamentos e aumentando as preocupações com a segurança sobre equipamentos usados nas plataformas do Golfo do México.

Outro caso de falha devido à FH foi observado na ponte que liga São Francisco a Oakland, nos Estados Unidos. O caso, relatado por Moriber; Larsen (2015), mostra que no dia 01 de março de 2013, trabalhadores começaram a tensionar os 96 parafusos do sistema antiterremoto da ponte, parafusos estes fabricados em aço ASTM A354. Logo após o processo de aperto, 32 dos parafusos falharam. Engenheiros e metalurgistas identificaram que os parafusos haviam falhado devido à fragilização causada pelo hidrogênio. Os custos envolvidos no reparo destas falhas atingiram cerca de 80 milhões de dólares. Além disso, foi necessário fechar a ponte durante o reparo, o que gerou custos adicionais de transporte para as atividades comerciais por não poderem utilizar a ponte.

Devido ao prejuízo nas propriedades mecânicas dos metais causadas pela FH, há uma preocupação crescente no sentido de se identificar os fatores que intensificam esse fenômeno, bem como em investigar meios de diminuí-lo ou de se estabelecer condições de serviço adequadas. A literatura técnica mostra que há vários fatores que podem afetar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH) dos aços. Estes fatores podem ser microestruturais, como as fases presentes no aço (NANNINGA, 2005), o contorno do antigo grão austenítico (CARVALHO, 2007; QUADRINI, 1986; SHIBATA; MATSUOKA; TSUJI, 2013), constituintes martensita-austenita (MA) (SHIM *et al.*, 2017) e precipitados formados a partir de elementos de liga presentes no aço (HUI *et al.*, 2016; KANEKO; IKEDA, 1988; NANNINGA *et al.*, 2010b; OMURA *et al.*, 2016). Além do material, as condições do meio podem também influenciar na SFH dos aços, como, por exemplo, a temperatura (DVORACEK, 1970; GREER; VON ROSENBERG; MARTINEZ, 1972) e o potencial catódico aplicado na proteção contra a corrosão (MARTINIANO, 2016; PARKINS *et al.*, 1982).

Outra variável importante na análise da SFH é o tipo de ensaio utilizado, uma vez que cada ensaio fornece uma resposta que deve ser interpretada considerando o tipo de carregamento, o corpo de prova utilizado (geometria, presença de entalhes e pré-trinca etc.) e as condições do meio. Atualmente existem vários ensaios que permitem avaliar a SFH de aços e ligas metálicas. Existem aqueles que são mais usuais, como o ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD) e o ensaio de carga constante (*constant load test* - CLT). Também, há ensaios desenvolvidos mais recentemente ou que ainda estão em desenvolvimento, que prometem a entrega de resultados de SFH em um tempo inferior ao dos ensaios usuais, podendo-se citar o ensaio de carregamento em patamares progressivos

assistidos pelo meio (ISL – *Incremental Step Loading*), *spiral notch torsion test* (SNTT) e o *small punch test* (SPT). Além disso, cita-se um ensaio promissor e ainda em desenvolvimento, que tem como objetivo avaliar a SFH de materiais em escala nanométrica, ensaio este denominado de nanoindentação instrumentada. Existem também técnicas desenvolvidas para avaliar a trinca induzida por hidrogênio em meios mais agressivos contendo H₂S, como o *double cantilever-beam test* (DCB), *bent-beam test* e o *C-Ring test*.

Um grande empecilho aos ensaios usuais de análise da SFH é o elevado tempo necessário para se obter resultados representativos. Ensaios como o BTD podem levar até 720 horas para serem concluídos e os ensaios como CLT podem levar mais de 1 000 horas. A perda de produção diária de equipamentos pode se tornar muito cara ao ponto de que o tempo para conduzir uma análise de falha se torne a chave para a salvação financeira de uma empresa (RAYMOND, 2002). Para sanar tal dificuldade, Raymond (1995) desenvolveu o ensaio ISL. A grande vantagem deste ensaio está no tempo necessário para se obter resultados representativos, que é de no máximo 60 horas no caso de aços com dureza mínima de 33HRC. Além disso, tem-se outras vantagens deste método, como a flexibilidade de geometria das amostras e a simplicidade do ensaio em si.

Diante do que foi acima explanado, são apresentados o objetivo geral e os específicos do presente trabalho.

1.1. Objetivo Geral

Neste trabalho será avaliada a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio dos aços 4130-M e 4137-M, por meio do teste *Incremental Step-Loading* (ISL). Tais aços são conhecidos como aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) e são largamente utilizados, principalmente na indústria de óleo gás, para fabricação de elementos de fixação. Os parâmetros avaliados são o tamanho do antigo grão austenítico, microestrutura, dureza e temperatura do meio. Tais parâmetros foram selecionados devido à escassez de informações na literatura em se tratando de aços ARBL, especialmente utilizando a técnica ISL, onde o transporte de hidrogênio por discordâncias influencia significativamente no processo de FH. Com isso pretende-se elucidar os mecanismos concernentes ao mecanismo de FH dos aços ARBL e como eles se comportam frente aos parâmetros elencados.

1.2. Objetivos Específicos

Como objetivos específicos relacionados ao presente trabalho, citam-se:

- a) Propor uma metodologia de identificação da força limite de ruptura no ensaio ISL de aços de com dureza menor do que a especificada pela norma ASTM F1624;
- b) Elucidar os efeitos dos parâmetros supracitados no mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio;
- c) Propor modelos que expliquem o mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio com base nos parâmetros estudados.

1.3. Estrutura do Trabalho

O presente trabalho é constituído de mais quatro capítulos cujo conteúdo está dividido da seguinte forma:

No capítulo II é apresentada uma revisão bibliográfica acerca do fenômeno de fragilização por hidrogênio, englobando as principais teorias envolvidas, fatores que a influenciam e tipos de ensaio utilizados para analisar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio.

No capítulo III é apresentada a metodologia adotada no desenvolvimento deste trabalho envolvendo o procedimento de caracterização do material e de realização dos ensaios.

No capítulo IV são apresentados os resultados obtidos bem como suas respectivas análises e discussões.

No capítulo V são apresentadas as principais conclusões obtidas neste trabalho.

No capítulo VI são apresentadas algumas sugestões de trabalhos futuros, afim de enriquecer o conhecimento acerca do fenômeno de fragilização por hidrogênio.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno cujos primeiros registros datam do século XIX, quando William H. Johnson (1875) relatou a diminuição da tenacidade de arames de aço logo após mergulhá-los por alguns minutos em ácido. Com o surgimento de mais casos semelhantes a estes, associou-se este fenômeno a uma interação sinérgica entre o esforço mecânico ao qual o aço estava submetido e as condições do meio que o envolvia (NOZARI, 2002). Com o avanço da tecnologia e o surgimento da mecânica da fratura, o interesse em se saber como se dá a interação entre hidrogênio e microestrutura aumentou.

Sabe-se que a FH é um fenômeno que depende da ação de três fatores, quais sejam: a susceptibilidade do material, a presença de tensão mecânica trativa e a presença de H no meio no qual o material está inserido (DWIVEDI; VISHWAKARMA, 2018; HERRING, 2010; TAGLIARI *et al.*, 2019). Por isso, a seguir é realizada uma revisão sobre FH e os principais fatores que influenciam este fenômeno.

2.1. Fragilização por Hidrogênio nos Aços

Embora seja um fenômeno antigo e amplamente conhecido, os mecanismos que envolvem o processo de FH são diversos e muito complexos, não havendo ainda uma teoria unificada que explique este fenômeno (DEPOVER *et al.*, 2018; DEPOVER; VERBEKEN, 2018; DJUKIC *et al.*, 2014; NANNINGA, 2005). O H pode interagir com a microestrutura dos materiais de diversas formas, porém o resultado final é a perda da resistência à formação e propagação de trincas. De forma geral, o processo de interação do H com a microestrutura se inicia pela adsorção de moléculas contendo H (H_2 , H_2O , H_2S , etc.) na superfície de um dado componente e diferenças de pressão ou potencial elétrico acabam por levar à dissociação dessas moléculas gerando o H atômico. Este por sua vez, se difunde na microestrutura para zonas de alta tensão hidrostática trativas que naturalmente são zonas propensas à nucleação de uma trinca. Quando concentrado nestas regiões, o H facilita a nucleação e propagação de trincas, levando ao fenômeno conhecido como fragilização por hidrogênio, cujo mecanismo pode ser visto no esquema apresentado na Fig. 2.1.

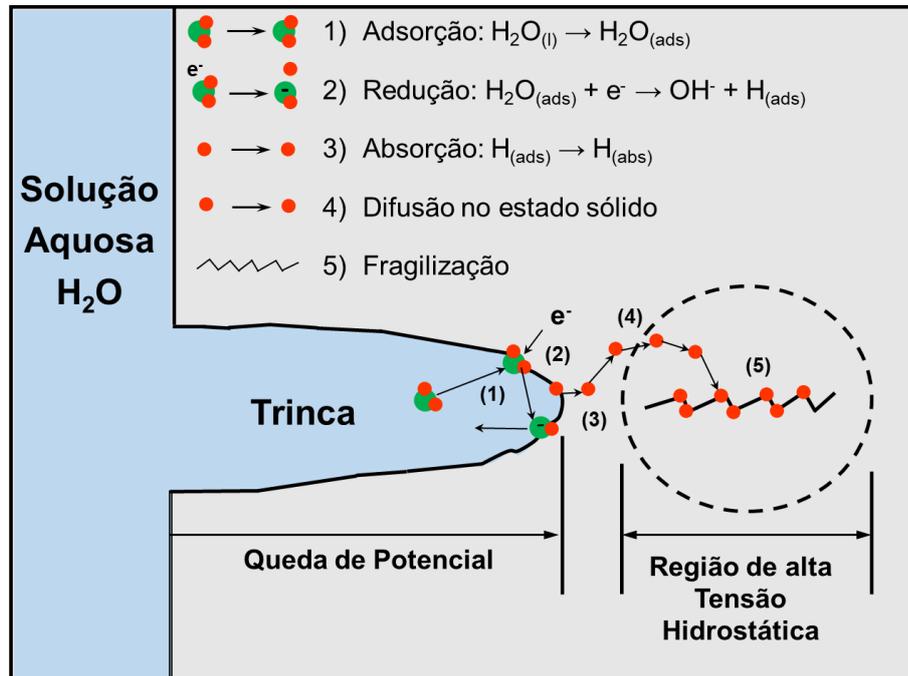


Figura 2.1 - Ilustração do processo de FH em um ambiente aquoso (HERRING, 2010), modificado.

Embora não seja possível explicar o fenômeno de FH de uma forma unificada, algumas teorias foram elaboradas para explicá-lo, atentando para aspectos específicos e características que são observadas nas superfícies de fratura de componentes que falharam por FH. Estas teorias são: teoria da pressão, teoria da decoesão, teoria da plasticidade localizada e teoria da formação de hidretos. Dentre as teorias propostas, as mais citadas para explicar os efeitos da FH em aços de alta resistência são a teoria da decoesão e a teoria da plasticidade localizada (DAS, 2016). Uma melhor descrição de ambas é apresentada a seguir.

2.1.1. Teoria da Decoesão (HEDE – Hydrogen Enhanced Decohesion)

Formulada por Troiano (1960), a teoria da decoesão afirma que o hidrogênio diminui a energia coesiva da estrutura cristalina do material, fazendo com que suas ligações interatômicas se rompam em tensões abaixo daquelas normalmente necessárias na ausência do hidrogênio (MARTIN *et al.*, 2020). A ideia de que o hidrogênio enfraquece as ligações interatômicas foi primeiramente sugerida por Pfeil (1926), que afirmou que o hidrogênio diminui a coesão, tanto nos contornos de grão, como nos planos de clivagem do ferro. Anos mais tarde, Troiano (1960) elaborou a teoria da decoesão propondo que o hidrogênio doa seu elétron da camada 1s para a camada 3d não preenchida dos átomos de Fe, Co, Ni, etc., aumentando a força repulsiva entre eles, diminuindo assim a energia coesiva do retículo

crystalino. Desta forma, a ruptura se dá preferencialmente por separação dos átomos em vez de ocorrer por escorregamento entre os planos de deslizamento (GANGLOFF, 2003; LYNCH, 2012; MCMAHON, 2001; ORIANI, 1972). A Figura 2.2 ilustra o mecanismo de decoesão causado pelo hidrogênio.

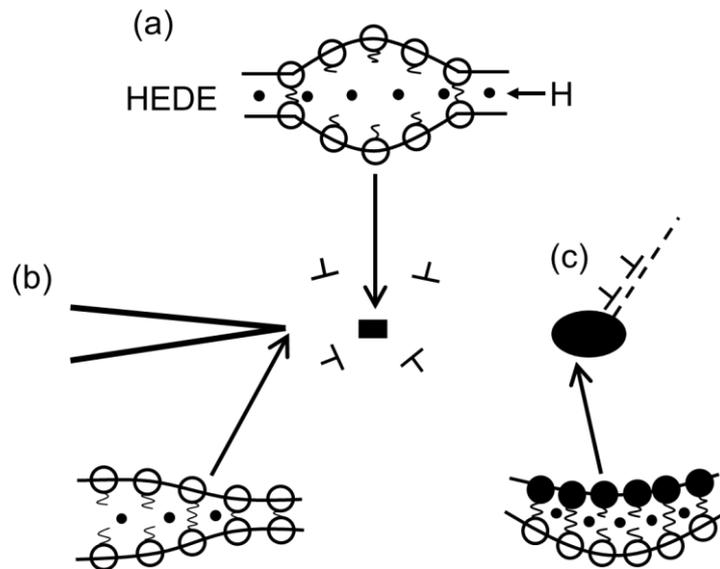


Figura 2.2 – Ilustração do mecanismo de HEDE, mostrando a separação de átomos causada pelo enfraquecimento das ligações interatômicas devido à presença de hidrogênio, (a) no retículo cristalino, (b) adsorvido na frente de uma trinca e (c) na interface partícula-matriz, (LYNCH, 2003).

Evidência direta de HEDE é difícil de se obter devido à ausência de técnicas que permitam a observação de eventos em escala atômica. Entretanto, cálculos teóricos de mecânica quântica dão suporte ao mecanismo de decoesão (DAS, 2016; DAW; BASKES, 1987; HOAGLAND; HEINISCH, 1992; LYNCH, 2012). Experimentos de microscopia de campo iônico realizados por Wada; Akaiwa; Mori (1987) mostraram uma redução em torno de 1 eV na energia de ligação dos átomos de ferro quando o hidrogênio foi usado como gás de imagem em vez de Ne, o que pode ser o mais próximo de uma evidência direta de HEDE. Por outro lado, as consequências de HEDE são facilmente observadas na superfície de fratura de aços fragilizados por hidrogênio. Alguns autores afirmam que as fraturas intergranular e com aspecto de quase-clivagem são resultantes de decoesão causada pelo acúmulo de hidrogênio nos contornos do antigo grão austenítico e nos contornos de blocos e ripas de martensita (MARTIN *et al.*, 2011; MCMAHON, 2001; NAGAO *et al.*, 2014; OUDRISS *et al.*, 2014; WANG *et al.*, 2014). Há, inclusive, modelos que descrevem o mecanismo de fratura induzida por

hidrogênio com base na teoria de HEDE (KAMEDA; JOKL, 1982; LEE; UNGER, 1988; NAGAO *et al.*, 2014).

2.1.2. Teoria da Plasticidade Localizada (HELP – Hydrogen Enhanced Localized Plasticity)

A teoria da plasticidade localizada afirma que o hidrogênio facilita a movimentação de discordâncias em certas direções, fazendo com que elas se movam em tensões abaixo daquelas normalmente necessárias na ausência do hidrogênio. Beachem (1972) foi o primeiro a propor, através da análise de superfícies de fratura, que o hidrogênio facilita a movimentação de discordâncias no aço, levando-o à fratura. Esta hipótese foi então desenvolvida por Birnbaum; Sofronis (1994), que afirmaram que o aumento da mobilidade das discordâncias é consequência da blindagem dos campos elásticos das discordâncias causada pelo hidrogênio. Desta forma, a tensão de interação entre discordâncias ou entre discordâncias e outros obstáculos é diminuída, aumentando sua mobilidade. Logo, as discordâncias se movem em tensões mais baixas e assim a deformação é facilitada. Uma ilustração do mecanismo de HELP pode ser vista na Fig. 2.3.

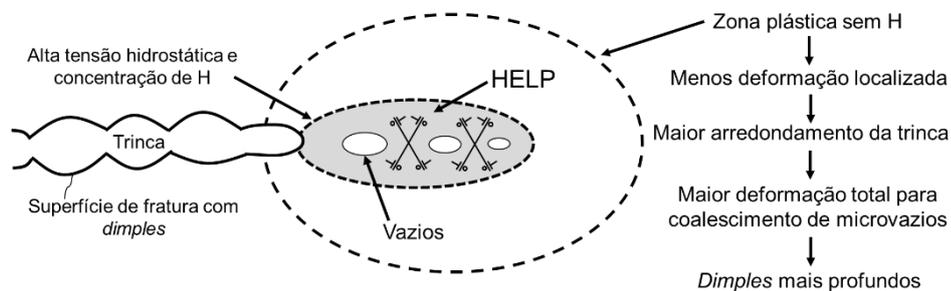


Figura 2.3 – Ilustração do mecanismo de plasticidade localizada (LYNCH, 2012) , modificado.

Evidências de HELP em materiais fragilizados por hidrogênio foram obtidas por meio de microscopia. Robertson (2001) observou, via microscopia eletrônica de transmissão, um aumento da velocidade de movimentação das discordâncias e da taxa de propagação de trinca de um aço inoxidável 310s causadas pelo hidrogênio. Neeraj; Srinivasan; Li (2012) evidenciaram plasticidade localizada ao identificar a presença de vazios em nanoescala na superfície de fratura dos aços X65 e X80 carregados com hidrogênio. Burile *et al.* (2021) também observaram vazios em escala nanométrica e facetas de quase-clivagem na superfície de fratura uma liga de níquel UNSN08830, fragilizada por hidrogênio. Eles atribuíram estas características a HELP. Além disso, cálculos realizados por Lu *et al.* (2001) suportam a teoria de HELP ao demonstrar que o hidrogênio pode diminuir a tensão de Peierls das discordâncias do Al em mais de uma ordem de grandeza. Simulações realizadas por Chateau; Delafosse;

Magnin (2002) mostraram uma diminuição da tensão cisalhante causada pelo hidrogênio em discordâncias com componentes em aresta, validando o que foi afirmado por Birnbaum; Sofronis (1994) ao propor a teoria de HELP.

2.2. Parâmetros que influenciam na SFH dos Aços

O hidrogênio se encontra nos aços de diversas formas, sendo as principais: dissolvido na forma de hidrogênio iônico (H^+), precipitado na forma de hidrogênio molecular (H_2) e precipitado na forma de diferentes compostos (CH_4 , H_2O , hidretos, etc.) (ROSADO, 2011). O hidrogênio iônico se localiza nos interstícios cristalinos do material ou nos seus defeitos (contornos de grão, poros, vazios, pontas de trinca, no entorno de discordâncias, etc.), como mostrado na Fig. 2.4.

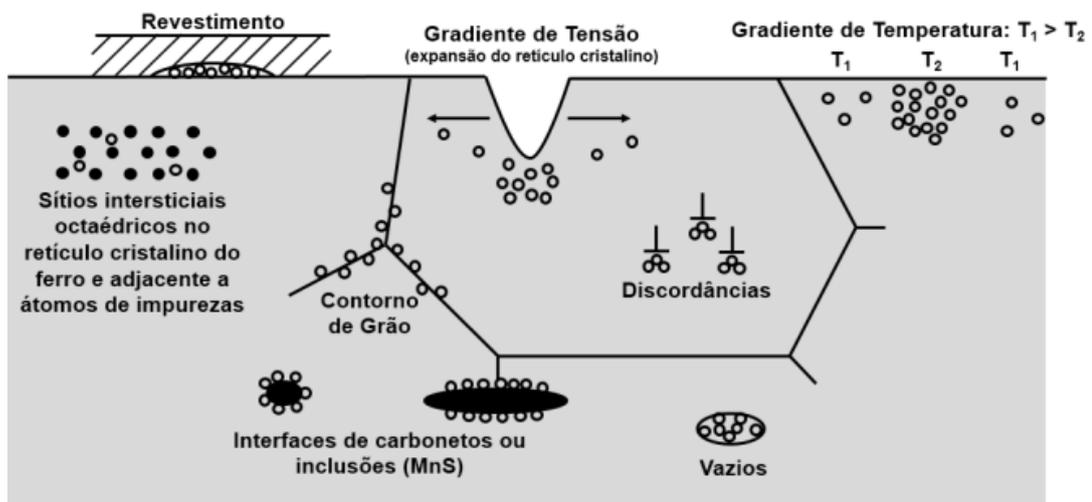


Figura 2.4 - Sítios e armadilhas de hidrogênio, principalmente nos aços (WANHILL *et al.*, 2014), modificado.

As armadilhas de hidrogênio têm uma capacidade de aprisionamento que varia de acordo com a sua energia de ligação. Uma classificação destas armadilhas, proposta por Parvathavarthini *et al.* (2001), é mostrada a seguir:

- Armadilhas fracas: discordâncias (energia de ligação ~ 20 kJ/mol) e precipitados finos, dispersos na matriz;
- Armadilhas intermediárias: ripas de martensita e contorno do antigo grão austenítico (energia de ligação ~ 50 kJ/mol);

- Armadilhas fortes: nestas armadilhas, o hidrogênio escapa apenas em altas temperaturas. Nesta categoria incluem-se: inclusões não-metálicas, precipitados esféricos, interfaces martensita/austenita retida, precipitados finos e impurezas segregadas (energia de ligação ~ 100 – 120 kJ/mol).

A presença de armadilhas de hidrogênio, condições ambientais agressivas e tensão mecânica influenciam diretamente na FH. Desta forma, há na literatura resultados que mostram diferença na SFH de aços que possuem níveis de resistência semelhantes (DAS *et al.*, 2018; LEE *et al.*, 2015; NANNINGA *et al.*, 2012). Isto está diretamente relacionado ao tipo de microestrutura e à quantidade de armadilhas de hidrogênio que possuem. A seguir apresentam-se alguns parâmetros que podem influenciar na SFH de um aço.

2.2.1. Tamanho do Antigo Grão Austenítico

Quando um aço é submetido a um tratamento térmico de têmpera, há a transformação da austenita em martensita, elevando assim sua resistência mecânica. No entanto, ao final do tratamento tem-se que o contorno do Antigo Grão Austenítico (AGA) que se transformou em martensita continua presente, influenciando diretamente nas propriedades mecânicas do aço. O tamanho do grão austenítico determina o tamanho máximo das placas e ripas de martensita. Assim, espera-se que haja alguma relação entre resistência à FH e o tamanho do AGA (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006a). O efeito do tamanho do AGA na resistência mecânica da martensita pode ser visto na Fig. 2.5.

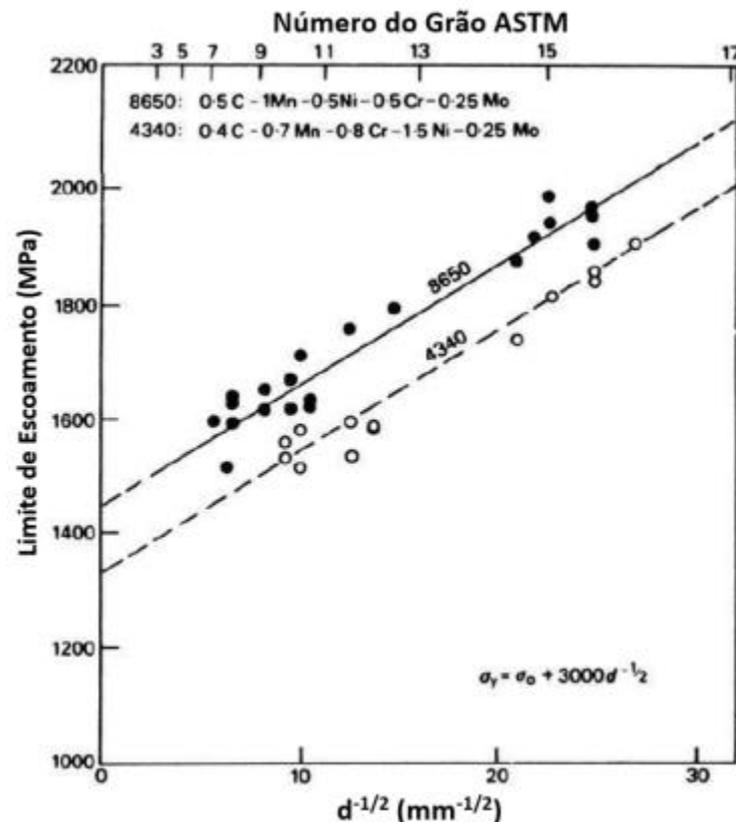


Figura 2.5 – Efeito do tamanho do AGA na resistência mecânica da martensita (GRANGE, 1966), modificado.

Devido ao fato de as impurezas segregarem preferencialmente nos contornos do AGA, estes acabam se tornando um dos principais locais de concentração de hidrogênio nos aços. Evidências de concentração preferencial de H nos contornos do AGA em aços martensíticos já foram encontradas por diversos autores utilizando a técnica de *microprint* (LUPPO; OVEJERO-GARCIA, 1991; NAGAO *et al.*, 2014; OKANO; TAKAGI, 2019). Além disso, a fratura de aspecto intergranular observada em materiais fragilizados por hidrogênio também confirma a tendência do hidrogênio de se concentrar preferencialmente nos contornos de grão. Portanto, é de se esperar que o tamanho do AGA tenha influência direta na SFH dos aços, principalmente de aços martensíticos de alta resistência.

Em um trabalho realizado por Shibata; Matsuoka; Tsuji (2013) em amostras do aço 8Ni-0,1C, observou-se que o contorno do AGA funciona como principal armadilha de hidrogênio na martensita e que a fratura intergranular é aquela causada pelo hidrogênio. Portanto, a maior porcentagem de fratura intergranular apresentada pela condição com maior tamanho do AGA indica maior concentração local de hidrogênio no contorno do grão. Com isso, a condição com maior tamanho do AGA apresentou uma maior SFH. Os resultados obtidos por esses autores podem ser vistos na Fig. 2.6.

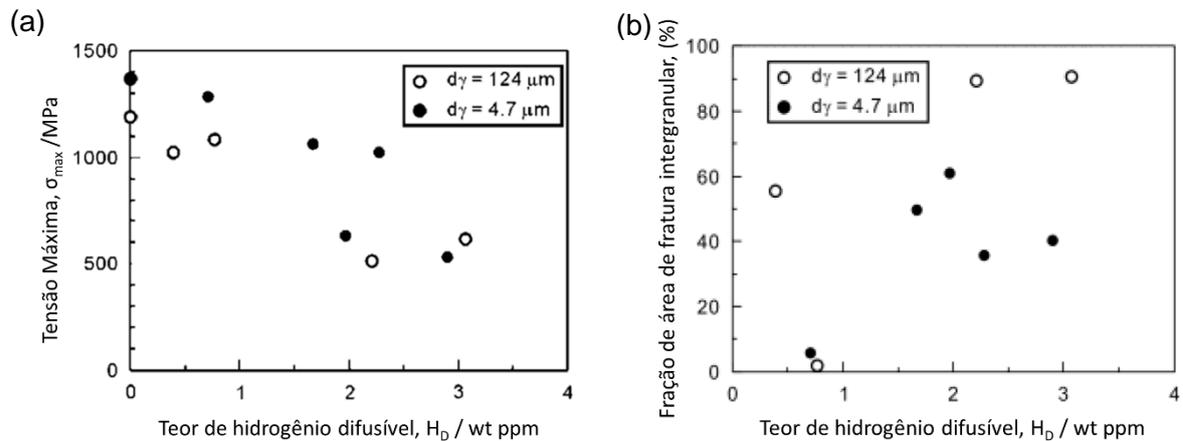


Figura 2.6 - Relação entre o teor de hidrogênio difusível e (a) tensão máxima e (b) fração de área de fratura intergranular obtida no ensaio de tração com baixa taxa de deformação para dois tamanhos de AGA, indicados por d_γ (SHIBATA; MATSUOKA; TSUJI, 2013), modificado.

Além da diminuição da tensão de ruptura, é possível observar o efeito do tamanho do AGA no tempo necessário para levar à fratura de um aço fragilizado pelo hidrogênio. Quadrini (1986) analisou o efeito do tamanho do AGA na SFH do aço UNI 40NiCrMo7 utilizando o ensaio de carga constante e observou que o tempo de ruptura da amostra variava com o tamanho do grão. O autor concluiu que, ao se diminuir o tamanho do grão, há um aumento do número de armadilhas nos contornos. Como o hidrogênio é retido pelas armadilhas presentes nos contornos do AGA e, em parte, pelos interstícios da estrutura cristalina, a microestrutura mais refinada apresenta maior número de armadilhas de hidrogênio e levará mais tempo para saturar. Sendo assim, o tempo de ruptura também aumenta, fazendo com que a microestrutura de menor tamanho do AGA apresente uma menor SFH. A Figura 2.7 mostra os resultados obtidos por Quadrini.

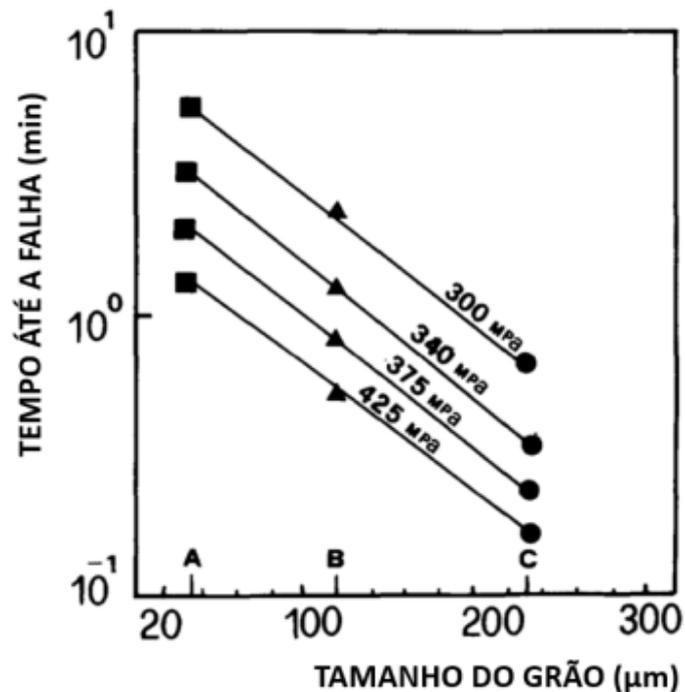


Figura 2.7 - Efeito do tamanho do antigo grão austenítico no tempo de falha do aço UNI 40NiCrMo7, submetido a um ensaio de carga constante em meio assistido (QUADRINI, 1986), modificado.

Outro efeito observado por alguns autores é que refinar o tamanho de grão diminui a taxa de geração de vazios estabilizados pelo hidrogênio. Segundo Fuchigami *et al.* (2006), a diminuição do tamanho do grão reduz o comprimento de deslizamento da discordâncias, o que acaba por diminuir a quantidade de vazios gerados por interação entre discordâncias e estabilizados pelo hidrogênio. Desta forma, menos vazios são gerados, principalmente na região dos contornos de grão, o que aumenta a resistência à FH dos aços. Este comportamento foi evidenciado por Takasawa *et al.* (2012) em aços de alta resistência e baixa liga. Ao calcular a densidade de discordâncias, os autores notaram que aços de menor tamanho do AGA apresentavam menor densidade de discordâncias, bem como um menor índice de fragilização por hidrogênio. Dado que o hidrogênio diminui a força de repulsão entre as discordâncias, facilitando a interação entre elas, ao diminuir a densidade de discordâncias há uma diminuição na geração de vazios. Desta forma, aços de menor AGA apresentavam menor SFH uma vez que, com menos vazios gerados no contorno de grão, mais deformação plástica era necessária para levar à fratura. Os resultados obtidos por Takasawa *et al.* (2012) podem ser vistos na Fig. 2.8 a seguir.

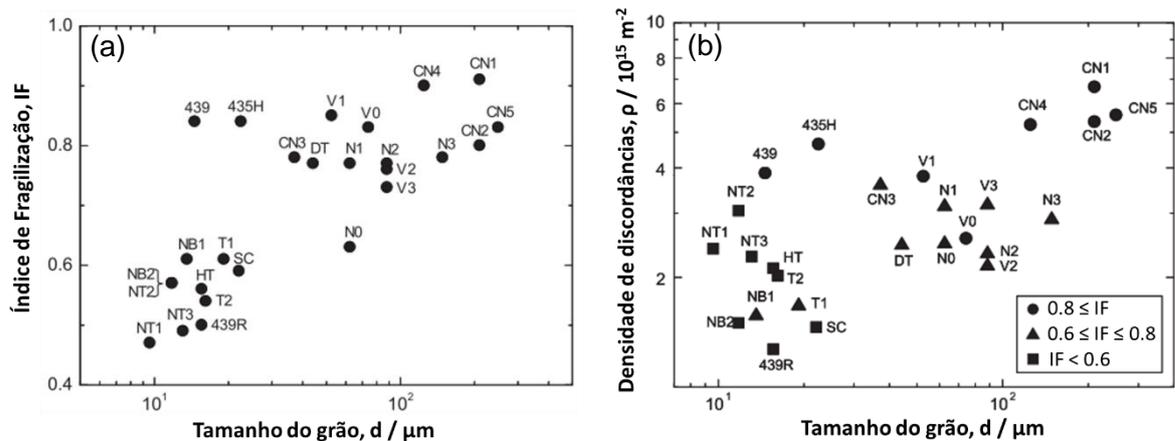


Figura 2.8 – (a) índice de fragilização e (b) densidade de discordâncias em função do tamanho do AGA para diferentes aços de alta resistência e baixa liga. Aços NiCrMo (435H, 439, 439R, SC, DT), aços de alto limite de escoamento (HT, N, V, NB, T, NT) e aços de alto Cr (CN). (TAKASAWA *et al.*, 2012), modificado.

Com isso, pode-se concluir que a diminuição da SFH causada pela diminuição do tamanho do AGA é devida a dois fatores principais: diminuição da quantidade de hidrogênio por unidade de área e diminuição na quantidade de vazios gerados pela interação entre as discordâncias e estabilizados por hidrogênio.

2.2.2. Microestrutura

Nos aços, de forma geral, tem-se que a martensita é a fase mais susceptível à fragilização por hidrogênio devido a fatores como: a) sua estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) distorcida por átomos de carbono aprisionados, b) sua menor tenacidade à fratura e c) à maior quantidade de armadilhas de hidrogênio, como contornos de placas/ripas e discordâncias. Por outro lado, a austenita é a fase menos susceptível, uma vez que possui elevada tenacidade à fratura e a sua estrutura cúbica de face centrada (CFC) permite uma maior retenção do hidrogênio, impedindo sua difusão para locais de alta concentração de tensão. Devido ao maior tamanho dos sítios intersticiais da estrutura CFC em relação aos da estrutura CCC, a solubilidade do hidrogênio é maior na primeira do que na segunda. Por outro lado, o maior número de sítios intersticiais torna a taxa de difusão do hidrogênio maior na estrutura CCC (STENERUD, 2014; YAO; PANG; GAO, 2011). Isso evidencia um grande problema enfrentado pelas indústrias que utilizam aços de alta resistência em meio agressivo, visto que a maior parte deste tipo de aço possui estrutura martensítica. Além disso, a utilização de aços ou outras ligas de alta resistência com estrutura austenítica, em muitos casos, se torna inviável, uma vez que ligas com estas características, como as superligas de Ni, costumam apresentar alto custo.

Salvo o refinamento do grão austenítico, geralmente o aumento da resistência mecânica de um aço carbono é acompanhado da queda de sua tenacidade à fratura, o que implica num aumento da sua SFH. Por isso, vários esforços têm sido dedicados a se conseguir uma microestrutura que consiga aliar alta resistência mecânica com alta tenacidade, resultando assim num aço de alta resistência com baixa SFH. Uma alternativa que vem mostrando resultados promissores tem sido a de se apostar em aços de estrutura bainítica ou ferrítica.

Nanninga *et al.* (2010b) compararam, via ensaios de ISL, a SFH dos aços AISI 4140 e 1065, ambos com estrutura bainítica e martensítica de mesma dureza, submetidos a um potencial catódico de $-1,2 V_{SCE}$ em água do mar sintética. Os resultados obtidos por Nanninga e colaboradores, mostrados na Fig. 2.9, mostraram que a bainita possui menor SFH do que a martensita. Segundo o autor, este comportamento se deve ao fato de que há uma maior segregação de impurezas e formação de carbonetos na martensita. Soma-se a isso um maior nível de tensões residuais que se tem na martensita quando comparada ao da bainita.

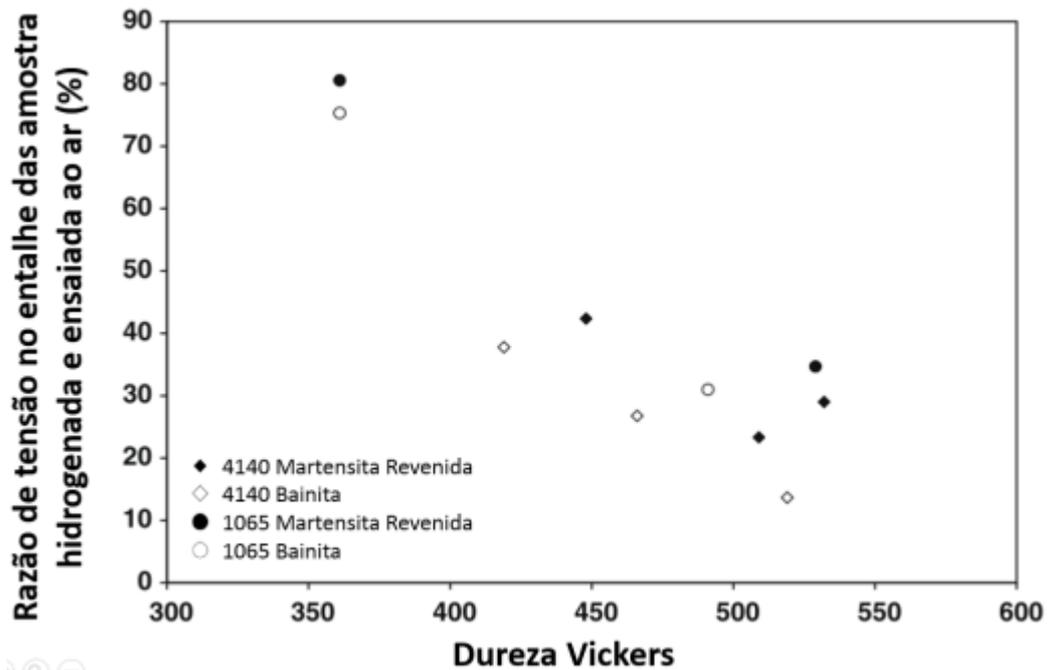


Figura 2.9 - Comparação do grau de fragilização de amostras com estruturas bainítica e martensítica (NANNINGA *et al.*, 2010a), modificado.

Resultados semelhantes foram encontrados por Shim *et al.* (2017) em aços de alta resistência com microestrutura denominada de bainita granular, composta de martensita e austenita retida (constituente MA) dispersas numa matriz de bainita. Em seu trabalho, os autores mostraram que a SFH destes aços é menor do que a observada em aços de alta

resistência, compostos por martensita revenida. Realizando o ensaio BTM em amostras entalhadas, submetidas a um meio agressivo, os autores obtiveram resultados que mostraram que os aços compostos por bainita granular absorveram uma menor quantidade de hidrogênio do que aqueles compostos por martensita revenida. Como consequência, os aços martensíticos apresentaram uma menor resistência à fratura. O maior teor de hidrogênio absorvido pela martensita, quando comparado ao da bainita granular, foi atribuído a uma maior densidade de discordâncias e contornos de ripas na martensita, que funcionam como armadilhas de hidrogênio. Os resultados obtidos por Shim *et al.* (2017) são mostrados na Fig. 2.10.

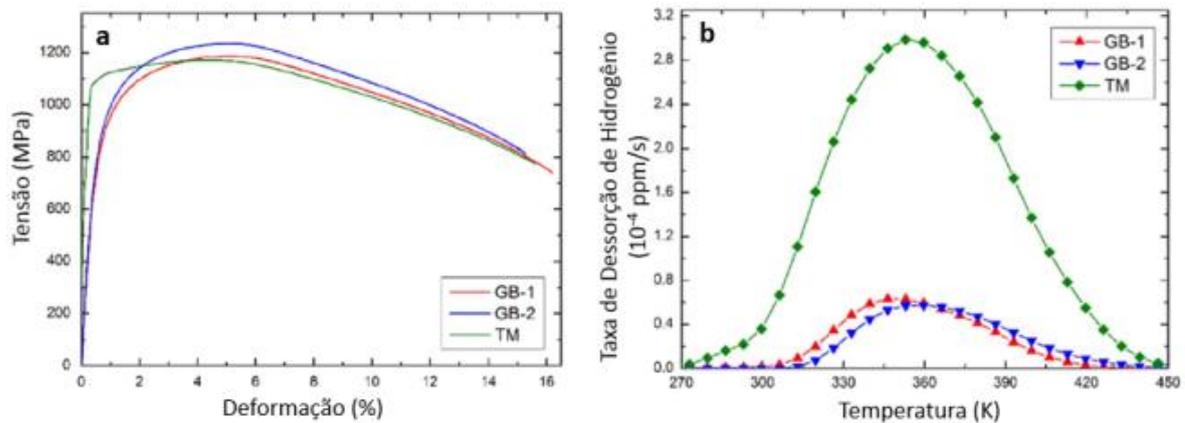


Figura 2.10 - (a) curva tensão-deformação obtidas no ensaio BTM e (b) curvas de análise de dessorção térmica dos aços investigados. GB e TM representam, respectivamente, as microestruturas compostas por bainita granular e martensita revenida (SHIM *et al.*, 2017), modificado.

Outra alternativa de aços com maior resistência à fragilização por hidrogênio aliada a uma boa resistência mecânica são os aços de estrutura bifásica, composta por martensita e ferrita, conhecidos como aços *dual-phase* (DP). Considera-se que a fase macia (ferrita), que se forma ao longo dos contornos de grão resulta na redução da formação de filmes de carbonetos nos contornos de grão e retarda a propagação de trinca intergranular (WENG, 2009). Além disso, a ferrita possui a capacidade de confinar a trinca que se propaga ao longo do contorno do antigo grão austenítico por meio de deformação plástica dos grãos de ferrita em torno da ponta da trinca (KOYAMA *et al.*, 2014). Um esquema da capacidade de confinamento da trinca pela ferrita pode ser visto a Fig. 2.11. Uma outra vantagem da estrutura DP é que a ferrita alivia as tensões na microestrutura causadas pela transformação martensítica e retarda a propagação de trincas, reduzindo a SFH (YANG *et al.*, 2018). Uma das formas de se obter uma estrutura DP em aços carbono é a têmpera a partir da região

intercrítica do diagrama ferro-cementita, representada pela região marcada de vermelho na Fig. 2.12.

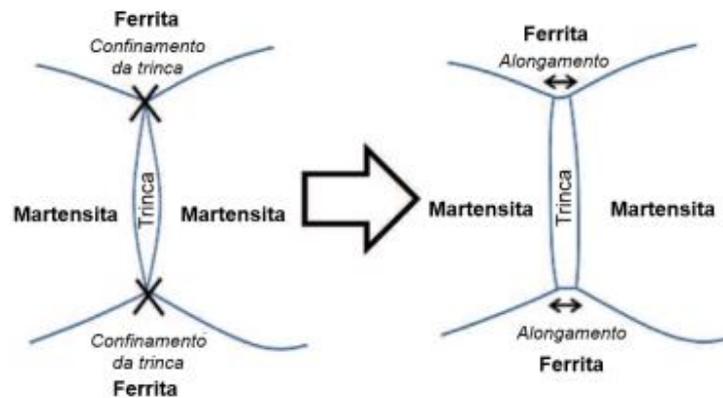


Figura 2.11 – Esquema mostrando o início e confinamento da trinca num aço bifásico, constituído por martensita e ferrita (KOYAMA *et al.*, 2014), modificado.

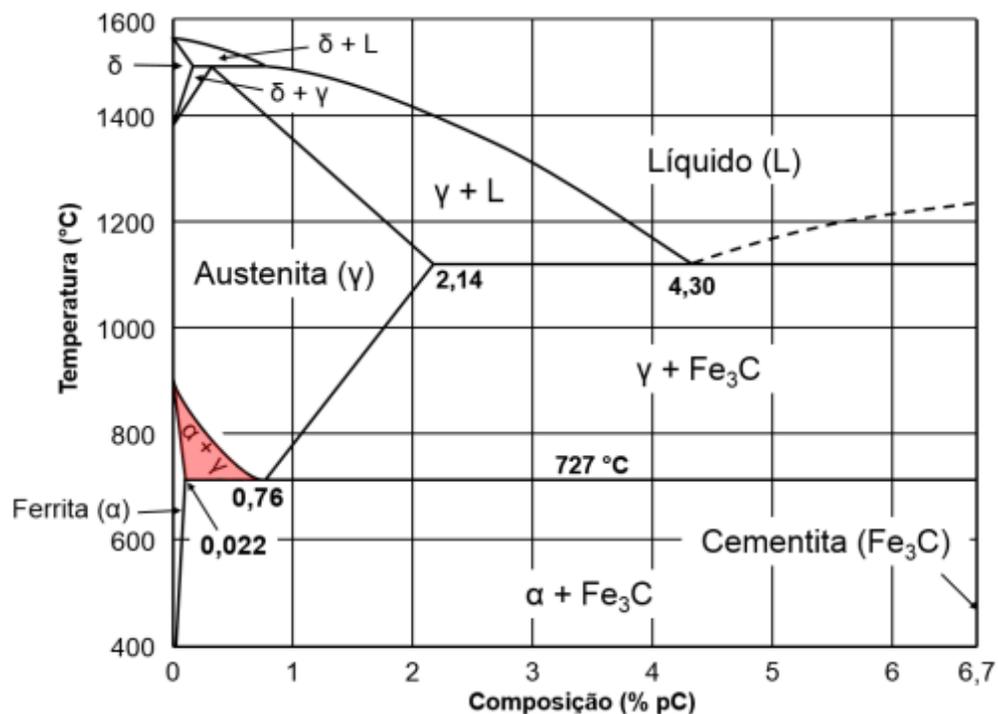


Figura 2.12 – Diagrama Fe-Fe₃C com a zona intercrítica, marcada em vermelho (CALLISTER; RETHWISCH, 2012), modificado.

Yang *et al.*, (2018) observaram uma diminuição na SFH de aços baixo carbono, por meio do ensaio de tração BTB, compostos por uma estrutura bifásica, constituída por ferrita e martensita, se comparada àquele composto apenas por martensita. Além disso, Yang *et al.*, (2018) observaram que ao refinar a microestrutura do aço com estrutura bifásica, a SFH do

mesmo é ainda menor. Segundo os autores, a diminuição da SFH dos aços com estrutura bifásica está ligada à diminuição das tensões internas, uma vez que a ferrita alivia as tensões geradas pela transformação martensítica. Já com relação ao refinamento da estrutura bifásica, os autores afirmam que a diminuição da SFH está ligada, além da presença da ferrita, ao aumento na área de contorno de fase, que age como armadilha de hidrogênio, diminuindo seu coeficiente de difusão. Os resultados obtidos por Yang *et al.*, (2018) podem ser vistos na Fig. 2.13.

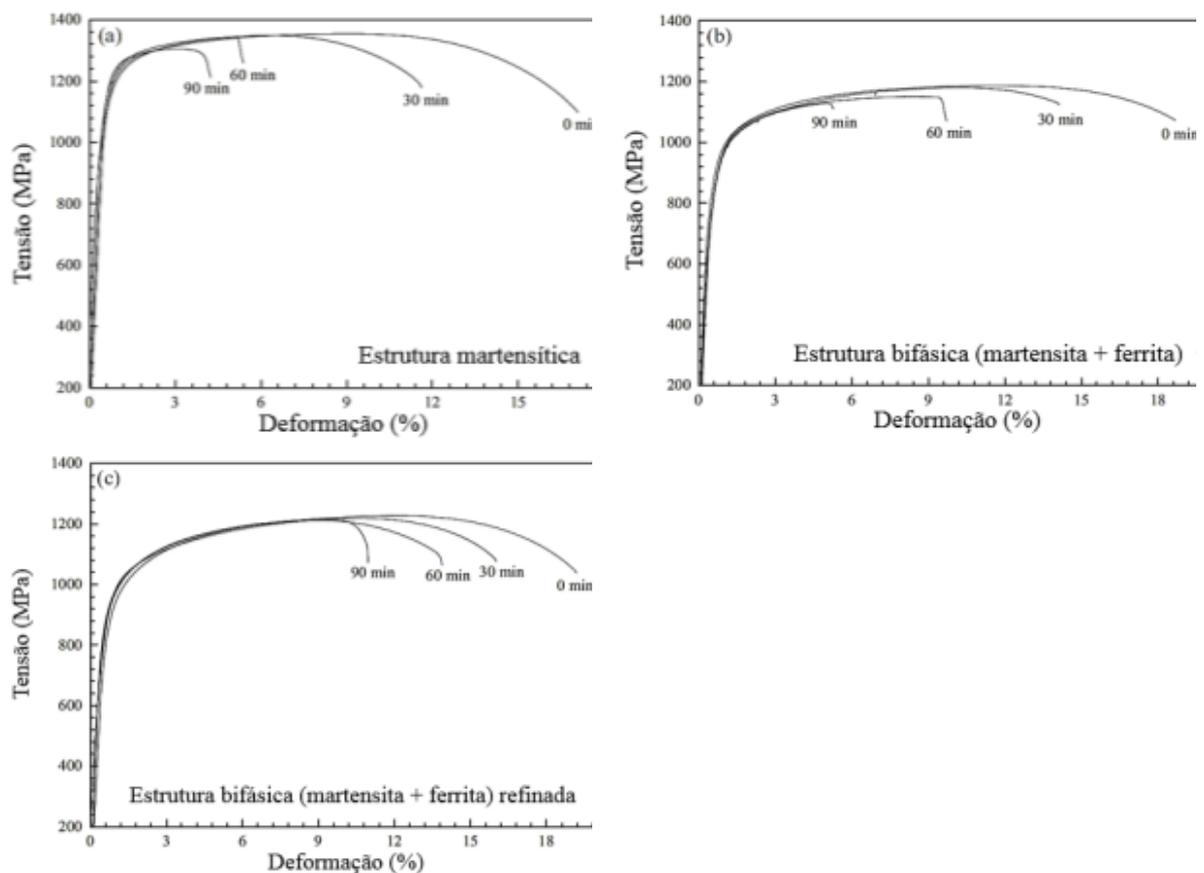


Figura 2.13 - Curva tensão x deformação, obtida do ensaio de tração BTD de amostras de aço baixo carbono com diferentes tempos de pré-hidrogenação (YANG *et al.*, 2018), modificado.

2.2.3. Dureza

Um parâmetro que fornece uma ideia geral do comportamento mecânico de um aço é a dureza. Quando se trata de aços carbono, geralmente, uma dureza mais elevada significa que são aços de alta resistência mecânica e baixa tenacidade. Por outro lado, aços mais macios irão apresentar um baixo limite de escoamento e uma alta tenacidade. A fragilização por hidrogênio é especialmente preocupante em aços de alta resistência, portanto de elevada

dureza, pois, na presença do hidrogênio, sua resistência mecânica pode diminuir para valores menores que o seu limite de escoamento (ROSADO, 2011).

O efeito da dureza na tensão mecânica de fratura de um aço fragilizado por hidrogênio é o inverso ao que se observa no mesmo aço sem fragilização. Em outras palavras, um aço não fragilizado por hidrogênio suporta maiores tensões antes de fraturar à medida que sua dureza aumenta. Já quando fragilizado por hidrogênio, quanto mais duro o aço, menor será a tensão que este irá suportar antes que ocorra a fratura. Segundo Troiano (2016), isto acontece devido a um efeito combinado entre hidrogênio e tensão mecânica no material. Basicamente, o que ocorre é que o hidrogênio é atraído para locais onde se tem alta concentração de tensão mecânica trativa e materiais mais macios apresentam menor concentração de tensão devido à sua alta plasticidade. Ao se atingir uma concentração de hidrogênio e tensão críticas, a fratura ocorre (TROIANO, 2016). Um exemplo deste efeito inverso da dureza em diversos aços ensaiados ao ar e em ambiente hidrogenado pode ser visto nas Figs. 2.14 e 2.15.

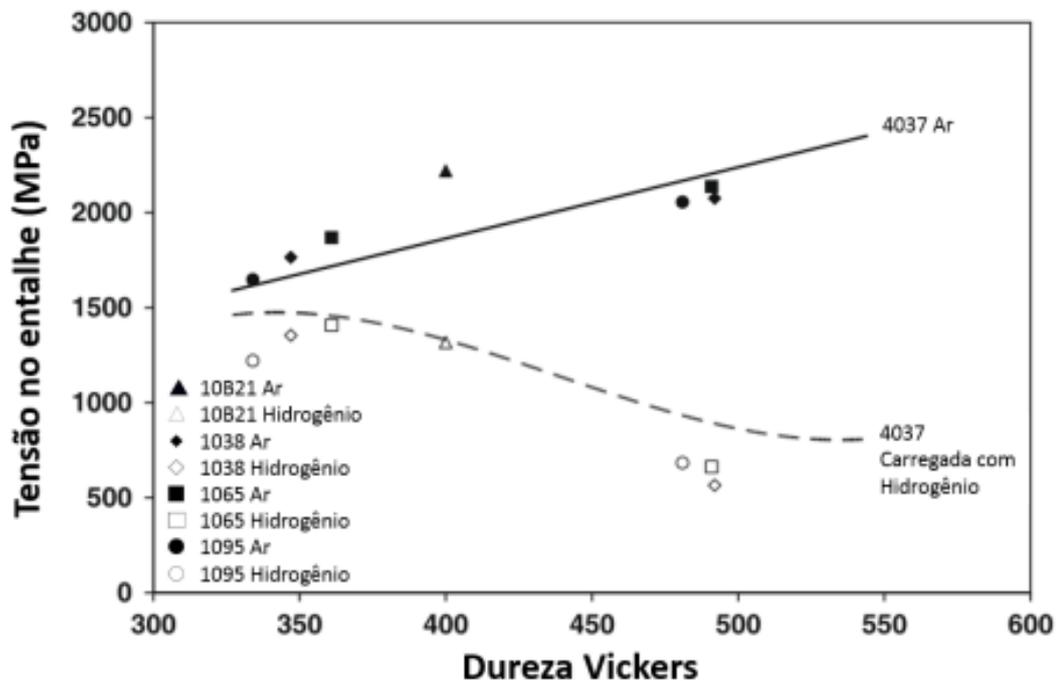


Figura 2.14 - Tensão no entalhe de amostras ensaiadas via método ISL ao ar e carregada com hidrogênio (NANNINGA *et al.*, 2010a), modificado.

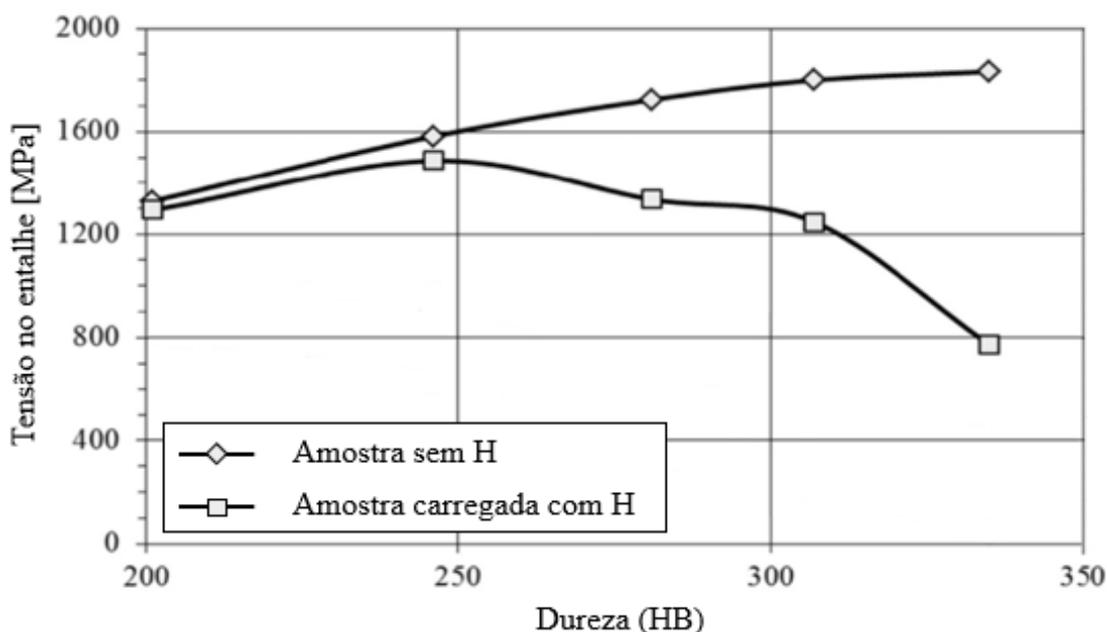


Figura 2.15 – Efeito da dureza na tensão na raiz do entalhe de amostras de aço 42CrMo4, testadas via ensaio de tração BTD (ZAFRA *et al.*, 2018), modificado.

O efeito da dureza na SFH é mais evidente quando são realizados ensaios em amostras entalhadas. Isso se deve ao fato de que a fragilização por hidrogênio resulta da combinação dos efeitos causados pela concentração de tensão e acúmulo localizado de hidrogênio em regiões próximas à raiz do entalhe (ZAFRA *et al.*, 2018). A plasticidade, que diminui com o aumento da dureza do material, reduz a concentração de tensão na raiz do entalhe. Considerando que há um nível de tensão e de concentração de hidrogênio críticos para fragilizar os materiais, à medida que a dureza do material aumenta, o nível de tensão vai aumentar na região da raiz do entalhe e, conseqüentemente, a tensão nominal necessária para atingir a tensão crítica diminui (NANNINGA, 2005). Desta forma, é possível ver com mais clareza a diferença na SFH de materiais com diferentes durezas. Além disso, a inserção do entalhe representa uma condição mais próxima daquela que é observada em campo, dado que muitas vezes a trinca induzida pelo hidrogênio se inicia em concentradores de tensão como trincas, filetes de roscas ou algum defeito no material. A Figura 2.16 mostra graficamente a relação entre o limite de resistência e a tensão nominal crítica de fragilização de uma amostra de aço AISI 4340 com entalhe fragilizada pelo hidrogênio.

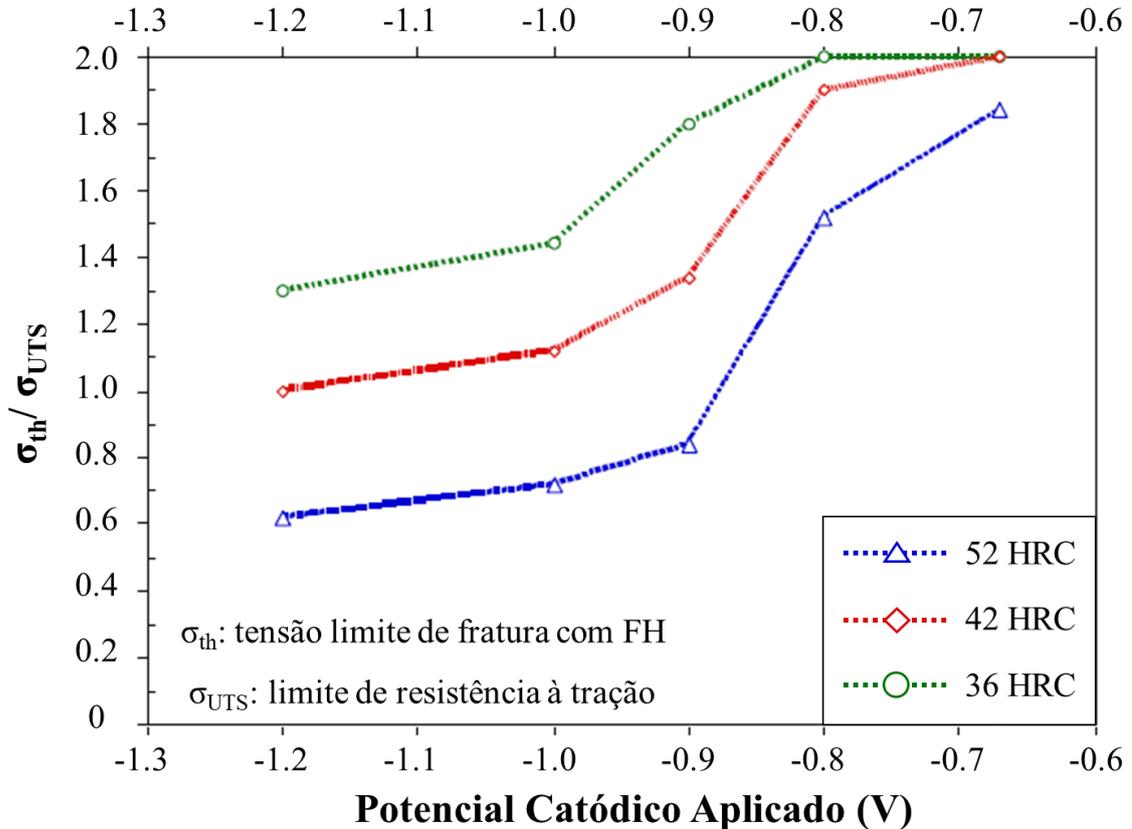


Figura 2.16 – Efeito da dureza na SFH do aço AISI 4340 ensaiado com diferentes potenciais catódicos (RAYMOND, 2009), modificado.

A alta SFH apresentada pelos aços de alta resistência advém de sua microestrutura. Além do fato da deformação plástica, que foi discutido acima, a microestrutura de aços de elevada dureza geralmente apresenta uma elevada concentração de armadilhas de hidrogênio, principalmente discordâncias. Geralmente aços carbono de alta resistência são fabricados utilizando o tratamento térmico de têmpera e revenimento, o que dá origem a uma microestrutura martensítica de elevada resistência mecânica. Sabe-se que o coeficiente de difusão de hidrogênio nos aços carbono martensíticos diminui com a temperatura de revenimento devido ao aumento no número de armadilhas (LI *et al.*, 2017; SAKAMOTO; MANTANI, 1976; ZAFRA; PERAL; BELZUNCE, 2020). À medida que a dureza aumenta, tem-se uma elevada quantidade de discordâncias na microestrutura, concentradas principalmente na região dos contornos do AGA e também dos blocos de martensita. Sendo assim, estas regiões passam a ser locais de alta concentração de hidrogênio, uma vez que a discordância é uma armadilha de hidrogênio, além do próprio contorno de grão. Modelos de fratura induzida pelo hidrogênio elaborados por Novak *et al.* (2010) e Nagao *et al.* (2018) mostram que o enriquecimento destes contornos com hidrogênio os tornam mais susceptíveis ao trincamento

induzido pelo hidrogênio. Tanto é que os tipos de fratura mais comuns observados em aços de alta resistência com alta SFH são intergranular e quase-clivagem.

2.2.4. Temperatura do Meio

Tanto a taxa de difusão do hidrogênio, como sua concentração no aço são fortemente dependentes da temperatura do meio e, portanto, pode-se dizer que a temperatura determina o nível de fragilização por hidrogênio (BECK *et al.*, 1966; KANEZAKI *et al.*, 2008; SYROTYUK; DMYTRAKH, 2015). De fato, como o fenômeno pelo qual o hidrogênio se espalha e se acumula dentro de uma estrutura cristalina está intimamente relacionado à temperatura, é possível que sua variação produza diferentes níveis de fragilização (QUADRINI, 1988).

A difusão é basicamente um transporte de massa de uma região para outra, causada pelo gradiente de concentração (DÍAZ; ALEGRE; CUESTA, 2016). As leis que governam a taxa de difusão de um elemento foram estabelecidas por Fick, mais precisamente, a primeira e a segunda leis de Fick, que são dadas pelas Eqs. (3.1) e (3.2), respectivamente.

$$J = -D \frac{\partial C}{\partial x} \quad (3.1)$$

$$\frac{\partial C}{\partial x} = -D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (3.2)$$

Onde J é o fluxo de átomos, D é o coeficiente de difusão, C é a concentração de átomos, x é a distância e t é o tempo. O coeficiente de difusão, por sua vez, possui uma expressão exponencial que revela sua dependência da temperatura. Essa expressão é dada na Eq. (3.3) como sendo:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-E_a}{kT}\right) \quad (3.3)$$

Onde D_0 é a coeficiente de difusão do material à temperatura ambiente, E_a é a energia de ativação, k é a constante de Boltzmann e T é a temperatura do meio.

Para um dado material e temperatura, o coeficiente de difusão de um certo elemento químico é constante. Neste trabalho, o elemento químico em questão é o hidrogênio e o material por onde o hidrogênio se difundirá é o aço. Um gráfico que mostra a variação do coeficiente de difusão do hidrogênio nos aços com a temperatura pode ser visto na Fig. 2.17. Alguns valores do coeficiente de difusão também podem ser vistos na Tab. 2.1.

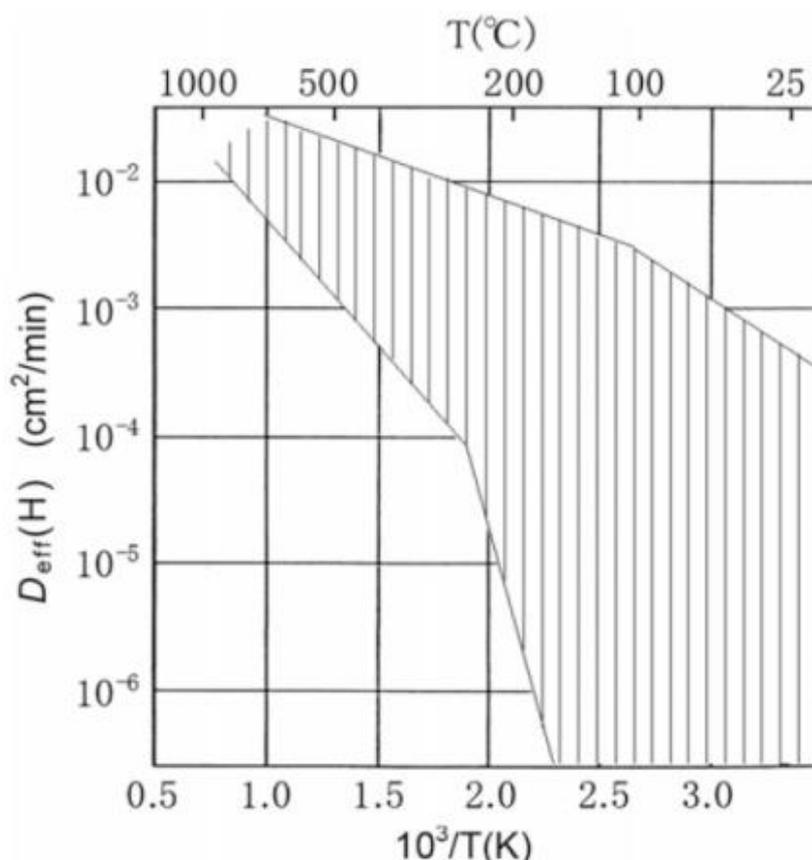


Figura 2.17 - Variação do coeficiente de difusão do hidrogênio em ferro e aço em função da temperatura (NAGUMO, 2016).

Tabela 2.1 - Coeficiente de difusão do hidrogênio em diferentes aços à temperatura ambiente (STROE, 2006).

Material	D (cm^2/s)
Aço Carbono	$2,5 \cdot 10^{-6}$
Aço Inoxidável Ferrítico	10^{-7}
Aço Inoxidável Austenítico	$2,15 \cdot 10^{-12}$
Aço Inoxidável Martensítico	$2 \cdot 10^{-9}$
Aço Inoxidável Dúplex	$10^{-9} - 10^{-10}$ (dependendo da relação austenita/ferrita)

Apesar do coeficiente de difusão do hidrogênio aumentar com a temperatura, a fragilização por hidrogênio de aços e outras ligas não apresenta o mesmo comportamento. Diversas evidências apontam que a FH é um fenômeno mais severo em temperaturas em torno da temperatura ambiente e gradualmente decresce se a temperatura cai ou aumenta em torno deste valor. Além disso, acima de um valor crítico, geralmente $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ para a maioria dos aços, a FH diminui drasticamente. Isso se deve a uma competição entre difusão e concentração de hidrogênio em armadilhas que possam vir a ser locais de propagação de

trinca. Em temperaturas elevadas o hidrogênio “escapa” das armadilhas podendo, eventualmente, difundir para fora do aço. Por outro lado, em temperaturas muito baixas, o hidrogênio levará mais tempo para atingir e saturar as armadilhas, levando mais tempo para levar à fragilização (DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020; LYNCH, 2012; VENEZUELA *et al.*, 2016; XU, 2012).

Para elucidar o efeito da temperatura na difusividade do hidrogênio no aço, Greer; Von Rosenberg; Martinez (1972) realizaram ensaios com carga constante em amostras de aço de alta resistência (0,44 % de C) em meio ácido (15 % de ácido clorídrico) em diferentes temperaturas. Os resultados dos ensaios, que podem ser vistos na Fig. 2.18, mostraram que o aumento da temperatura do meio levou ao aumento do tempo necessário para a propagação de trinca na amostra, principalmente para amostras de menor limite de resistência à tração. Logo, os autores concluíram que o aumento da taxa de difusão do hidrogênio causado pela elevação da temperatura evita que o hidrogênio fique aprisionado nos defeitos.

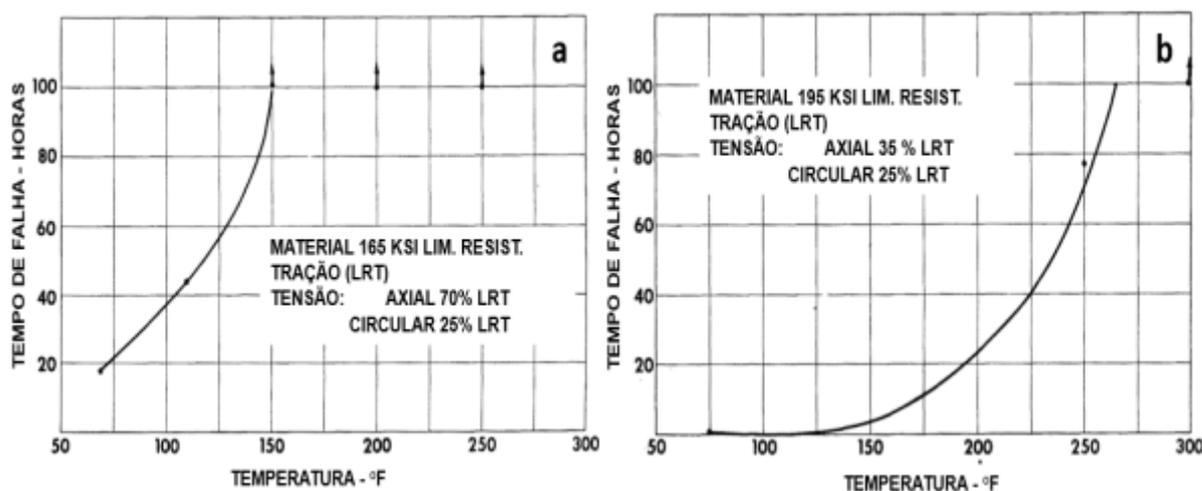


Figura 2.18 - Efeito da temperatura na fragilização por hidrogênio na resistência à tração do aço de alta resistência (0,44 %C) com limite de resistência de (a) 1137,6 MPa e (b) 1310 MPa (GREER; VON ROSENBERG; MARTINEZ, 1972), modificado.

Experimentos realizados por Dvoracek (1970) em amostras de aço de médio teor de carbono num meio contendo H_2S mostraram que a SFH das amostras variava com a temperatura do meio. Em seus experimentos, Dvoracek identificou um aumento da tensão crítica de crescimento de trinca quando se tinha um aumento na temperatura do meio. A explicação para este comportamento, segundo o autor, é que a solubilidade do hidrogênio no aço e a taxa de recombinação do hidrogênio atômico em hidrogênio gasoso na superfície do aço aumentam com a elevação da temperatura. Os resultados obtidos estão registrados na Tab. 2.2.

Tabela 2.2 - Efeito da temperatura na tensão crítica para trinca de sulfeto em condições de corrosão sob tensão de um aço de médio carbono com limite de escoamento de 910,1 MPa (DVORACEK, 1970).

Temperatura (°F)	Concentração de H ₂ S (ppm)	Tensão crítica na Raiz da Trinca de Fadiga (% Limite de Escoamento)	Fator de Intensidade de Tensão (ksi√in)
75 (24 °C)	2800	50	11
300 (149 °C)	2800	105	23
75 (24 °C)	150	70	15
300 (149 °C)	150	> 115	> 24

Quadrini (1989) realizou ensaios de carga constante em amostras de aço UNI 40NiCrMo7 com diferentes tratamentos térmicos (têmpera e beneficiamento) em meio aquoso 0,1N H₂SO₄ sob potencial catódico em diferentes temperaturas (2 °C, 22 °C e 60 °C). Os resultados obtidos por Quadrini (1989), mostrados na Fig. 2.19, apontam uma maior SFH do aço na temperatura 22 °C. Segundo Quadrini (1989), o hidrogênio se acumula preferencialmente na vizinhança das discordâncias e este acúmulo é dificultado com o aumento da temperatura, conforme a seguinte relação:

$$C = C_0 e^{-\varepsilon/kT} \quad (2.4)$$

Em que:

$$\lim_{T \rightarrow \infty} e^{-\varepsilon/kT} = 1 \quad (2.5)$$

Onde C é concentração de hidrogênio ao longo da discordância, C_0 é a concentração de todos os defeitos pontuais no retículo cristalino, ε é a energia elástica de interação entre as discordâncias e os defeitos pontuais, k é constante de Boltzmann e T é a temperatura.

Além disso, em altas temperaturas, o coeficiente de difusão do hidrogênio no aço aumenta e mesmo que o transporte e acúmulo de hidrogênio seja favorecido pelo movimento das discordâncias, o aumento da temperatura favorece a sua dispersão. Assim, à medida que a temperatura aumenta, mais tempo será necessário para se atingir a concentração crítica de hidrogênio para se iniciar a fratura.

Por outro lado, em baixas temperaturas, a taxa de difusão de hidrogênio diminui e, apesar das condições serem favoráveis para o acúmulo de hidrogênio, o tempo necessário para que este acúmulo ocorra aumenta e, como resultado, o tempo para se ocorrer a fratura será maior.

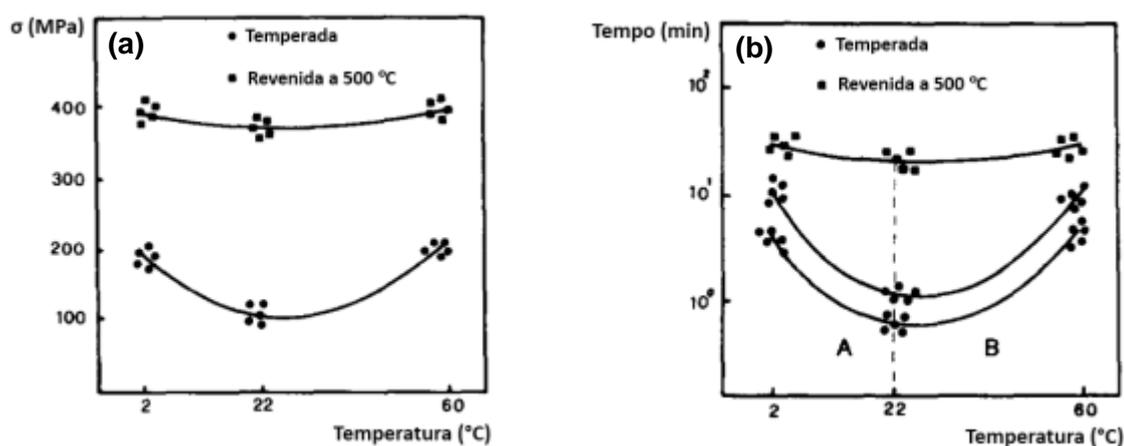


Figura 2.19 – (a) tensão limite de fratura e (b) tempo de incubação da trinca em função da temperatura do meio resultantes do ensaio de carga constante em amostras de aço UNI 40NiCrMo7 em meio ácido aquoso sob potencial catódico (QUADRINI, 1988), modificado.

O efeito da temperatura do meio na fragilização por hidrogênio tem sido bastante estudado em superligas de níquel (GALLIANO *et al.*, 2017; LI *et al.*, 2019), aços inoxidáveis (IMADE *et al.*, 2009; LAMANI; JOUINOT, 2003; ZHANG *et al.*, 2006) e em aços submetidos a ambientes corrosivos, principalmente contendo H_2S (DVORACEK, 1970; WANG *et al.*, 2018; ZHENG *et al.*, 2013). No entanto, na literatura são encontrados poucos resultados sobre o efeito da temperatura do meio na SFH de aços de alta resistência submetidos à proteção catódica. Além disso, a maior parte dos estudos do efeito da temperatura na FH se concentram em temperaturas criogênicas ou bastante elevadas, tendo-se pouca informação acerca de temperaturas que variam entre 4 °C e 80 °C.

2.3. Ensaio de Carregamento em Patamares Progressivos Assistido pelo Meio (ISL)

Atualmente existem diferentes ensaios para avaliar os efeitos da FH. Os mais usuais e também mais antigos são os ensaios de tração com baixa taxa de deformação e o ensaio de carga constante. Mais recentemente, outras metodologias de ensaio têm sido cada vez mais utilizadas para avaliar a SFH devido à sua praticidade e velocidade de obtenção de resultados. Dentre eles, pode-se citar o ensaio de nanoindentação instrumentada, o *small punch test*

(SPT) e o ensaio de ISL. Por fim, existem ensaios que fornecem propriedades de tenacidade à fratura, como o ensaio de K_{IC} em meio assistido, ensaio de torção com entalhe em espiral (SNTT – *spiral notch torsion test*) e o ensaio de viga dupla em balanço (DCB – *double cantilever beam*).

Apesar de serem os mais utilizados, uma grande desvantagem dos ensaios BTDC e carga constante é o tempo necessário para a obtenção de resultados. O ensaio BTDC pode levar até 720 horas para obter resultados, enquanto que o ensaio de carga constante pode levar mais de 1000 horas, dependendo do material testado. Já alguns dos ensaios mais recentes, apesar de serem mais rápidos, também apresentam algumas desvantagens que limitam sua utilização em certas aplicações. Por exemplo, ensaios como nanoindentação instrumentada e SPT ainda não possuem uma norma regulamentadora, sobretudo para ensaios realizados com carregamento de hidrogênio. Além disso, o ensaio de nanoindentação instrumentada é limitado a porções extremamente pequenas do material, não podendo fornecer um comportamento geral acerca da FH. Ensaio de tenacidade à fratura apresentam dificuldades relacionadas ao corpo de prova, como um entalhe de geometria complexa e difícil controle de propagação da trinca. Além disso, alguns destes ensaios também não estão normatizados, por exemplo o ensaio SNTT.

Por outro lado, o ensaio ISL supera a maioria das dificuldades supracitadas. Regido pela norma ASTM F1624 (2018), este ensaio combina os princípios dos ensaios de carga constante e BTDC ao utilizar um perfil de carregamento composto por patamares de força (RAYMOND, 2002). Pode fornecer resultados em até 60 horas, o que é um tempo bem menor do que o comumente é observado nos ensaios mais usuais. Um esquema comparativo do ensaio ISL e de carga constante pode ser visto na Fig. 2.20. Além disso, seu corpo de prova possui uma geometria relativamente simples e de fácil fabricação. Podem-se utilizar também outras geometrias que representem de forma mais fiel as condições de campo do material ensaiado, como mostrado na Fig. 2.21. Por fim, apesar de não fornecer diretamente um parâmetro de tenacidade, o ensaio ISL mede a redução na tensão de ruptura causada pelo hidrogênio e, a partir das normas regulamentadoras, consegue-se qualificar o material. Por exemplo, a norma ASTM F1624 (2018) estabelece que se a tensão de ruptura com hidrogênio for maior ou igual a 75 % da tensão de ruptura ao ar, o material é considerado como sendo não susceptível à FH. A norma ASTM F2660 (2020) para qualificação de revestimentos em parafusos A490, determina que se essa tensão for maior do que 60 % da tensão de ruptura ao ar, o revestimento é adequado.

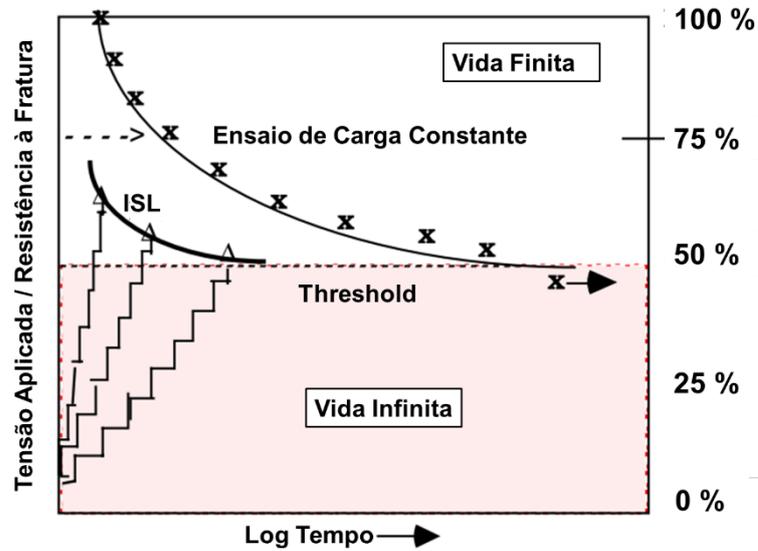


Figura 2.20 – Comparativo entre os ensaios ISL e carga constante (RAYMOND, 2002), modificado.

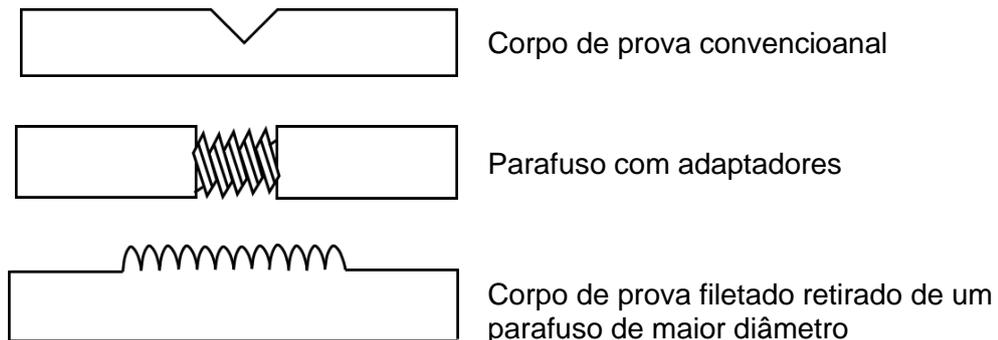


Figura 2.21 - Tipos de corpos de prova que podem ser ensaiados no ensaio ISL (RAYMOND, 2002), modificado.

Embora apresente vantagens em relação aos outros ensaios, o ensaio ISL também possui limitações. Como principal limitação, pode-se mencionar os materiais que podem ser ensaiados por esta técnica. Até o presente momento, o ensaio ISL é normatizado apenas para testar aços com dureza mínima de 33 HRC, não sendo regulamentado para testar aços mais macios ou outras ligas. No entanto, a norma ASTM F1624 (2018) não proíbe a utilização do ensaio ISL para ensaiar outros materiais, apenas se determina que nestes casos um critério diferente de identificação da trinca deve ser adotado. De fato, há na literatura trabalhos que utilizam o ensaio ISL para avaliar a SFH de outros materiais como superligas de níquel (KAGAY *et al.*, 2016; KERNION *et al.*, 2014b). Outra limitação do ensaio ISL é que, embora seja utilizado para qualificar materiais e revestimentos, este ensaio não fornece uma propriedade mecânica convencional como limite de resistência, tenacidade ou deformação.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Apresenta-se neste capítulo a metodologia utilizada para avaliar o efeito de parâmetros microestruturais e do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços ARBL por meio do ensaio ISL. A metodologia descrita neste capítulo pode ser visualizada de forma objetiva no diagrama de Ishikawa apresentado na Fig. 3.1 .

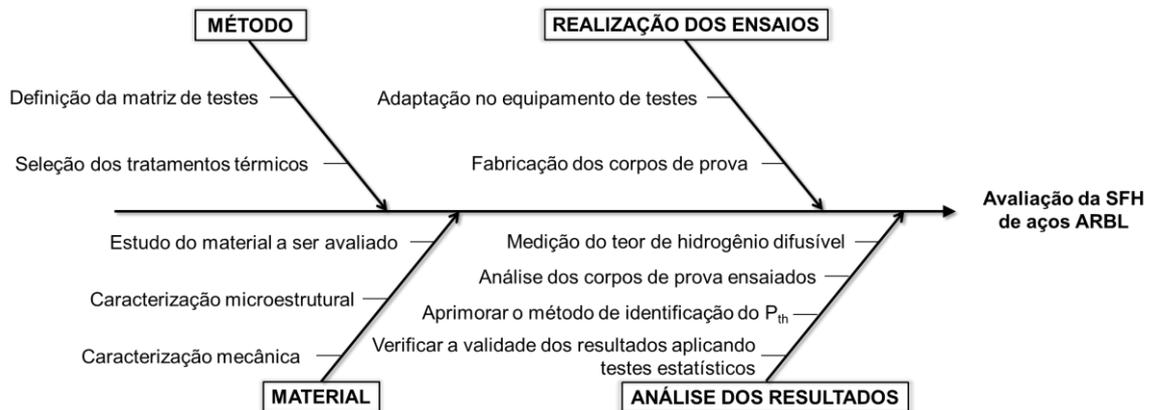


Figura 3.1 - Diagrama de Ishikawa da metodologia adotada no trabalho.

O material utilizado neste trabalho foi fornecido na forma de tubos de perfuração utilizados na exploração de petróleo. Foram fornecidos tubos de perfuração fabricados em dois materiais diferentes, indicados pelas letras “C” e “F”, conforme mostrado na Fig. 3.2. A conexão destes tubos é feita por *tool-joints* fixados às extremidades do tubo de perfuração por meio de soldagem por atrito, como pode ser visto na Fig. 3.3. Para a realização do presente trabalho foi utilizado o material do *tool-joint*, tendo em vista que essa é a região do tubo de perfuração mais susceptível a sofrer falha induzida por hidrogênio.



Figura 3.2- Tubos de perfuração fornecidos para retirada das amostras sendo (a) tubo C e (b) tubo F.



Figura 3.3- Ilustração do tubo de perfuração com destaque para os *tool-joints*.

Assim como os tubos de perfuração, os *tool-joints* também são fabricados em dois materiais diferentes, cuja composição química pode ser vista na Tab. 3.1. Assim, adotou-se a mesma nomenclatura dos tubos C e F. A composição foi medida por meio da técnica de espectroscopia de emissão ótica por descarga luminescente (GDS - *glow discharge spectrometry*). O equipamento utilizado foi um espectrômetro da fabricante LECO, modelo GDS 500, com resolução de 0,001 % em peso. De forma a detectar uma possível variação da composição química ao longo da espessura, foram realizadas três medições em regiões diferentes distribuídas ao longo da espessura do *tool-joint*. Em cada uma dessas regiões foram realizadas três queimas e o resultado final foi obtido como sendo a média das queimas considerando um intervalo de confiança de 95 % (duas vezes o desvio padrão).

Tabela 3.1- Composição química (% em peso) dos *tool-joints* dos tubos de perfuração para um intervalo de confiança de 95 %, igual a 2 vezes o desvio padrão.

Tool-Joint	Ponto	Fe	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo
C	I	Balanço	0,368	0,940	0,269	0,011	0,007	1,117	0,343
			±	±	±	±	±	±	±
			0,002	0,005	0,003	0	0,001	0,012	0,010
C	II	Balanço	0,377	0,944	0,267	0,012	0,008	1,113	0,341
			±	±	±	±	±	±	±
			0,003	0,004	0,002	0,002	0,001	0,012	0,002
C	III	Balanço	0,378	0,950	0,267	0,012	0,007	1,127	0,346
			±	±	±	±	±	±	±
			0,003	0,004	0,002	0,001	0,001	0,012	0,002
F	I	Balanço	0,286	0,769	0,315	0,013	0,002	1,430	0,681
			±	±	±	±	±	±	±
			0,001	0,003	0,003	0,001	0	0	0,019
F	II	Balanço	0,289	0,770	0,310	0,013	0,003	1,470	0,660
			±	±	±	±	±	±	±
			0,001	0,005	0,002	0,001	0,002	0	0,019
F	III	Balanço	0,278	0,760	0,313	0,012	0,002	1,480	0,629
			±	±	±	±	±	±	±
			0,001	0,003	0,001	0	0,001	0	0,026

Não foram observadas diferenças significativas de composição química ao longo da espessura dos *tool-joints*. Como as composições químicas dos *tool-joints* C e F se assemelham às especificadas para os aços AISI 4137 e AISI 4130, os materiais dos *tool-joints* C e F foram denominados de 4137-M e F de 4130-M, respectivamente, onde o sufixo M se refere a modificado.

3.1. Planejamento Experimental e Definição da Matriz de Testes

Inicialmente foram definidos os parâmetros a serem analisados neste trabalho com o intuito de se estudar seus efeitos na fragilização por hidrogênio dos aços de ARBL. Tais parâmetros são: tamanho do antigo grão austenítico (AGA), dureza, microestrutura *dual-phase* e temperatura do meio.

A SFH de um material depende essencialmente da sua microestrutura, podendo esta ser um fator decisivo, uma vez que, se a microestrutura não for susceptível, todos os outros fatores que influenciam a SFH se tornam irrelevantes (DAS *et al.*, 2018). Portanto, a análise do comportamento da SFH dos aços estudados frente à sua dureza, tamanho do AGA e as fases presentes é de suma importância, visto que esses são parâmetros resultantes da microestrutura final de um aço, decorrente da rota de processamento.

Outro fator mandatório na SFH de um aço é a condição do meio em que está inserido. Além da presença do hidrogênio, há outros fatores ligados ao meio que podem influenciar na FH. Tais fatores incluem temperatura, o pH, a disponibilidade de íons H^+ , a presença de gases como H_2S e CO_2 , entre outros. Para este trabalho selecionou-se a temperatura como sendo o parâmetro relativo ao meio para ser analisado tendo em vista que, segundo Mitchell; Miska (2011) este é um dos parâmetros utilizados para se selecionar o material do tubo de perfuração. Logo, com base nas decisões tomadas, foi elaborada uma matriz de ensaios apresentada na Tab. 3.2

Tabela 3.2 - Matriz de ensaios.

Aço	Microestrutura	HRC	Temperatura do Meio [°C]
4130-M	g	44	24
	g	40	24
	g	36	24
	g	32	24
	G	40	24
	DP	40	24
	g	40	54
	g	40	4
4137-M	g	40	24
	g	32	24
	G	40	24
	g	40	4

g - AGA pequeno

G - AGA grande

DP - *dual-phase* (martensita/ferrita)

3.2. Seleção dos Tratamentos Térmicos conforme Matriz de Testes

Como o material foi fornecido na condição utilizada em campo, surgiu a necessidade de se realizar testes preliminares para selecionar os tratamentos térmicos que resultassem

no parâmetro microestrutural definido na matriz de testes (martensita com AGA pequeno de durezas 44 HRC, 40 HRC, 36 HRC e 32 HRC, microestrutura *dual-phase* com 40 HRC e martensita com AGA grande de 40 HRC). Logo, realizaram-se nesta etapa diferentes tratamentos térmicos, descritos na Tab. 3.3, com os seguintes objetivos:

- Avaliar a variação do tamanho do AGA com a temperatura e o tempo de austenitização para os aços 4137-M e 4130-M;
- Levantar a curva de revenimento dos aços 4137-M e 4130-M;
- Avaliar a microestrutura formada no aço 4130-M em diferentes temperaturas de austenitização dentro da zona inter-crítica do diagrama ferro-cementita.

Tabela 3.3 - Tratamentos térmicos realizados para estudo da microestrutura.

Parâmetro	Têmpera em óleo		Revenimento	
	Temperatura de austenitização [°C]	Tempo [horas]	Temperatura de revenimento [°C]	Tempo [horas]
Tamanho do AGA	870	1	-	-
	870	4	-	-
	900	1	-	-
	900	2	-	-
	900	3	-	-
	900	4	-	-
	970	1	-	-
	970	4	-	-
	1070	1	-	-
	1070	4	-	-
Dureza	870	1	300	1
	870	1	400	1
	870	1	500	1
Microestrutura obtida a partir da têmpera na zona intercrítica	730	1	-	-
	750	1	-	-
	760	1	-	-
	770	1	-	-
	790	1	-	-
	810	1	-	-
	830	1	-	-

Inicialmente, os *tool-joints* foram separados do tubo de perfuração por meio de oxicorte. Em seguida, foi realizado um corte na seção transversal utilizando uma serra de fita do fabricante Franho modelo FM20, de forma que fosse retirado um anel com altura de 30 mm. Por fim, foram retiradas amostras do anel para realização dos tratamentos térmicos, sendo utilizada para tal uma cortadora metalográfica da Arotec, modelo Arocor 80, com disco de corte Struers 40A30. O procedimento de corte e condução dos tratamentos térmicos pode ser visto na Fig. 3.4.

Para realizar os tratamentos térmicos foi utilizado um forno JUNG, modelo LFU 2312, programador Novus modelo N1200, equipado com um termopar tipo K. O certificado de calibração deste termopar (ANEXO A) declara uma incerteza expandida associada à medição de temperatura de 1,2 °C para temperatura média de 400,0 °C; 1,5 °C para temperatura média de 650,0 °C e 2,2 °C para temperaturas médias de 750,0 °C, 900,0 °C e 1100,0 °C. Todas as incertezas foram declaradas para um fator de abrangência $k = 2,00$. Resumidamente, para variar o tamanho do AGA foram realizadas austenitizações em tempos e temperaturas diferentes, seguidas de têmpera em óleo. Para variar a dureza foram realizados três revenimentos iniciais para, assim, se obter uma curva inicial de revenimento. Com esta curva, foram obtidas temperaturas para se atingir as durezas desejadas, a saber: 32 HRC, 36 HRC, 40 HRC e 44 HRC.

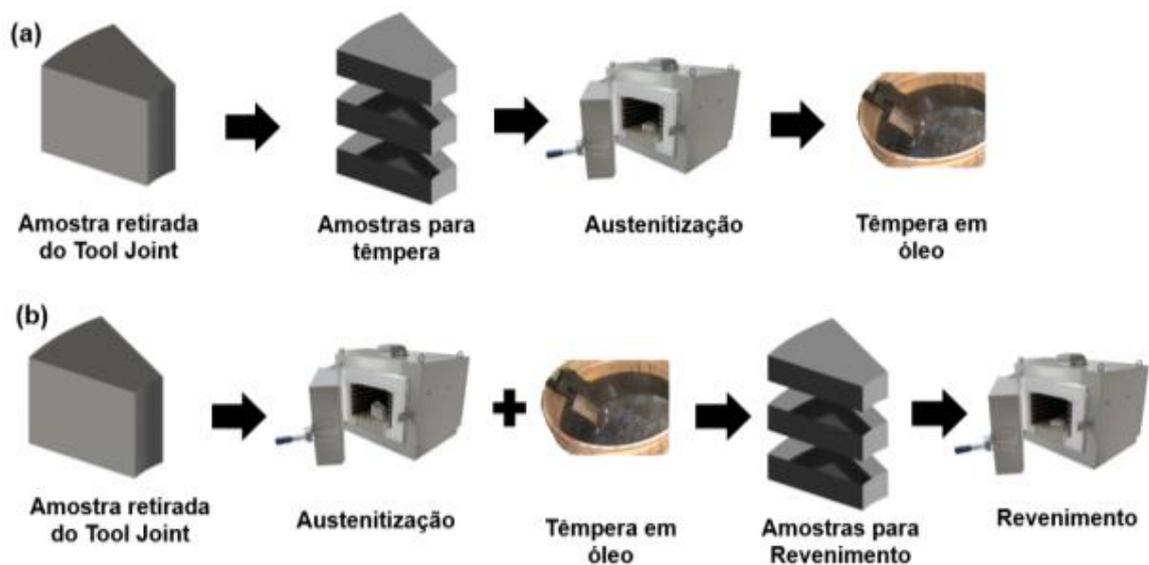


Figura 3.4 - Condução dos tratamentos térmicos realizados para (a) variar o tamanho do AGA e a fração volumétrica de ferrita e de martensita e (b) variar a dureza.

3.3. Caracterização do Material

Realizou-se, nesta etapa, a caracterização do material das amostras utilizadas neste trabalho após a realização dos tratamentos térmicos. Tal caracterização compôs-se de caracterização mecânica, onde foram realizados ensaios de dureza, tração e *Charpy* miniaturizado, e caracterização microestrutural, onde mediu-se o diâmetro do AGA e avaliou-se a microestrutura antes e após o revenimento. A seguir apresenta-se a descrição das etapas de caracterização do material.

3.3.1. Caracterização Microestrutural

3.3.1.1. Antigo Grão Austenítico

Para análise do tamanho do AGA retirou-se uma seção transversal das amostras tratadas e, em seguida, embutiu-se com baquelite. Após o embutimento, as amostras foram lixadas em uma lixadeira manual da fabricante Arotec, modelo Aropol E, utilizando lixas diamantadas da série MD Piano da Struers. Em seguida, as amostras foram polidas com diamante numa politriz manual Arotec, modelo Aropol E, utilizando uma série de discos de polimento MD Nap Struers. Por fim, o polimento final foi realizado no mesmo equipamento utilizando sílica coloidal como abrasivo e água como lubrificante. Cada etapa de polimento foi realizada por aproximadamente 5 minutos e entre uma etapa e outra as amostras foram imersas em álcool etílico e lavadas via ultrassom por 5 minutos. As etapas de lixamento e polimento encontram-se na Tab. 3.4.

Tabela 3.4- Etapas de lixamento e polimento da preparação das amostras para análise metalográfica.

Etapa	Disco	Suspensão
1	MD Piano 220	-
2	MD Piano 600	-
3	MD Piano 1200	-
4	MD Nap	Suspensão de diamante 6 μm
5	MD Nap	Suspensão de diamante 3 μm
6	MD Nap	Suspensão de diamante 1 μm
7	MD Nap	Sílica coloidal 0,4 μm

Para revelar o contorno do AGA realizaram-se testes de ataque com diferentes soluções químicas. As soluções testadas foram: Villela (VOORT, 2004), Picral (SILVA, 1977),

tepol (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2013; ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1990), mistura de Villela com Nital 2 % com proporção de 50 % para cada uma (GARCÍA DE ANDRÉS *et al.*, 2001) e solução de aquosa de ácido pícrico e éter (PATROCÍNIO, 1999). Este estudo foi realizado numa amostra do aço 4137-M na condição como recebida. A composição de cada reagente é descrita na Tab. 3.5.

Tabela 3.5- Reagentes utilizados para revelar o contorno do AGA.

Solução	Composição	Temperatura
Picral	4 g de ácido pícrico + 100 ml de álcool etílico	Ambiente
Villela	1 g de ácido pícrico + 5 ml de ácido clorídrico + 100 ml de álcool etílico	Ambiente
Tepol	1,5 g de ácido pícrico + 20 ml de detergente neutro + 100 ml de água destilada	50 °C – 60 °C
Nital 2 % + Villela	50 ml de Villela + 1 g de ácido nítrico + 50 ml de álcool etílico	Ambiente
Solução aquosa de ácido pícrico e éter	100 ml de água + 100 ml de éter etílico + 25 ml de aspergol + 6 g de ácido pícrico + 2 ml de ácido clorídrico	Ambiente

O diâmetro do AGA foi medido utilizando o método dos interceptos de Heyn, conforme determina a norma ASTM E112 (2013). Este método consiste em traçar segmentos de reta, retos ou curvos, de comprimento conhecido, sobre a imagem que se deseja analisar. A imagem deve ter aumento conhecido e as retas devem ser traçadas de forma aleatória. Uma vez traçadas, deve-se contar as interseções das retas com os contornos de grão. De acordo com a norma ASTM E112 (2013), o número de interceptos deve estar entre 50 e 150 para se obter um resultado confiável. O método de contagem deve seguir as seguintes regras:

- O ponto final da linha traçada não deve ser contado, a menos que este ponto toque um contorno de grão. Neste caso conta-se 0,5 intercepto;
- A interseção tangencial da reta com o contorno de grão deve ser contada como 1 intercepto;
- A interseção da reta com um ponto de junção de três grãos deve ser contada como 1,5 intercepto.

Devem ser tomadas entre 5 e 20 imagens de maneira aleatória da amostra para que se possa obter um resultado representativo do tamanho do grão. Após obter o número de

interceptos, os cálculos necessários para obtenção do diâmetro médio do antigo grão austenítico são dados de acordo com as Eqs. (4.1) e (4.2).

$$\bar{N}_L = \frac{N_i}{L/M} \quad (4.1)$$

$$\bar{I} = \frac{1}{\bar{N}_L} \quad (4.2)$$

Onde N_i é o número de interceptos, L é o comprimento do segmento traçado, M é a ampliação utilizada na imagem analisada, \bar{N}_L é o número médio de interceptos por unidade de comprimento e \bar{I} é o diâmetro médio do grão austenítico.

O cálculo da incerteza para 95 % de confiança e da precisão relativa do resultado, segundo a norma ASTM E112 (2013), é mostrado nas Eqs. (4.3) e (4.4).

$$95 \% CI = \frac{t \cdot s}{\sqrt{n}} \quad (4.3)$$

$$RA = \frac{95 \% CI}{\bar{X}} \cdot 100 \quad (4.4)$$

Onde t é o multiplicador do intervalo de confiança de 95 %, \bar{X} e s são, respectivamente, a média e o desvio padrão dos interceptos médios lineares calculados para cada campo analisado, n é o número de campos analisados, 95 % CI é o intervalo de 95 % e RA é a precisão relativa do resultado obtido. Segundo a norma ASTM E112 (2013), uma precisão relativa de até 10 % é considerada aceitável para a maioria das aplicações. Na medição realizada nesse trabalho foram analisados no mínimo 10 campos para cada condição para se obter uma $RA \leq 10 \%$. Nos casos em que RA foi maior que 10 %, mais campos foram analisados.

O tratamento dos dados foi realizado por meio da técnica estatística de Análise de Variância (ANOVA), com o auxílio do *software* Statística 7.0. Esta análise foi realizada para verificar se a temperatura e tempo de austenitização e uma possível interação entre estes fatores possui efeito significativo no tamanho do antigo grão austenítico.

3.3.1.2. Microestrutura

A caracterização da microestrutura dos aços foi realizada utilizando um microscópio óptico Olympus, modelo BX51M com uma câmera digital Zeiss, modelo AxioCam ICc5. Também foi realizada a caracterização via microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*). Para

caracterização das inclusões não-metálicas foi utilizada a técnica de EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*). Para tanto, utilizou-se um microscópio Zeiss do tipo FEG, modelo SUPRA 40, acoplado com detectores EDS XFlash 630M e EBSD e-FLASH^{FS} 400a, ambos da fabricante Bruker.

Na preparação das amostras para análise microestrutural foi usado o mesmo procedimento indicado na Tab. 3.4. Em seguida, para revelar a martensita, as amostras foram atacadas com NITAL 3 %. Para as amostras temperadas na zona intercrítica do diagrama ferro-cementita, utilizou-se um ataque com solução de NITAL 3 % seguido de solução de metabissulfito de sódio para destacar a martensita possibilitando diferenciar claramente as fases martensítica e ferrítica.

3.3.2. Propriedades Mecânicas

Para medir as propriedades mecânicas resultantes de cada tratamento térmico foram realizados ensaios de dureza Rockwell C (HRC), conforme a norma ASTM E18 (2018), ensaio de tração de acordo com a norma ASTM E8/E8M (2016) e ensaios de impacto Charpy com corpos de prova miniaturizados (mini-Charpy).

A dureza foi medida utilizando um durômetro do fabricante Mitutoyo da série Twintype Plus, modelo DT-20. O certificado de inspeção deste durômetro (ANEXO B) declara que o mesmo possui uma incerteza de 0,4 HRC. Foram efetuadas cinco medições de dureza para cada amostra. O cálculo incerteza associada à medição da dureza Rockwell C das amostras é apresentado na Eq. (4.5) a seguir.

$$HRC = \overline{HRC} + \Delta R_D + \Delta IC_D \quad (4.5)$$

Onde: HRC é a dureza Rockwell C da amostra, \overline{HRC} é a média aritmética dos valores de dureza considerando as cinco medições, ΔR_D é a correção associada à resolução do durômetro utilizado e ΔIC_D é a correção associada à incerteza da calibração do durômetro.

A fabricação dos corpos de prova para ensaio de tração se iniciou pela retirada de cilindros com diâmetro de 11 mm e comprimento de 110 mm da seção longitudinal dos *tool-joints*. Em seguida, os cilindros foram tratados termicamente a partir dos tratamentos térmicos selecionados após obtenção das curvas de dureza para se atingir a dureza desejada. Por fim, os cilindros foram usinados via torneamento CNC até as dimensões finais indicadas na Fig. 3.5. Os ensaios de tração foram conduzidos em temperatura ambiente em uma máquina de tração servohidráulica INSTRON, modelo 8801 (ANEXO C). O certificado de calibração da célula de carga deste equipamento encontra-se no ANEXO D. Foram ensaiados três corpos de prova para cada condição analisada e o resultado final foi obtido como sendo a média dos

três resultados obtidos considerando uma dispersão igual a duas vezes o desvio padrão para um intervalo de confiança igual a 95 %.

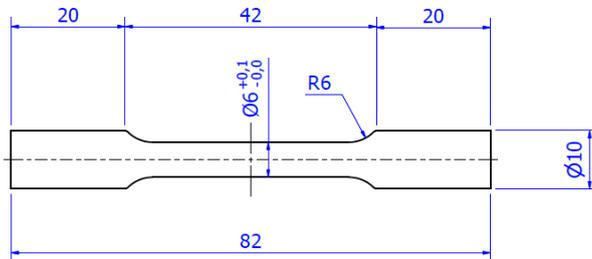


Figura 3.5 – Corpo de prova para ensaio de tração.

Para a fabricação dos corpos de prova para ensaio mini-Charpy, inicialmente foi retirada uma calha dos *tool-joints* que foi tratada termicamente para atingir as durezas e condições microestruturais desejadas. Em seguida, os corpos de prova foram extraídos na direção longitudinal da calha por eletroerosão a fio e, por fim, retificados até as dimensões finais, indicadas na Fig. 3.6. O entalhe dos corpos de prova mini-Charpy foi orientado na direção L-R, tal qual os entalhes dos corpos de prova para ensaio ISL. Os ensaios mini-Charpy foram realizados em temperatura ambiente utilizando um equipamento fabricado pelo LTAD, cujo relatório de calibração encontra-se no ANEXO E. Foram ensaiados três corpos de prova para cada condição analisada e o resultado final foi obtido como sendo a média dos três resultados obtidos considerando uma dispersão igual à incerteza expandida, calculada conforme a Eq. 4.5, para um intervalo de confiança igual a 95 %.

$$E = \bar{E} + \Delta R_{MC} + \Delta IC_{MC} \quad (4.6)$$

Onde: E é a energia de impacto da amostra, \bar{E} é a média aritmética dos valores de energia considerando as três medições, ΔR_{MC} e ΔIC_{MC} são as correções associadas à resolução e à incerteza do equipamento de ensaios *Charpy* miniaturizados, respectivamente.

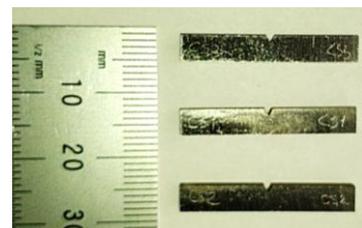
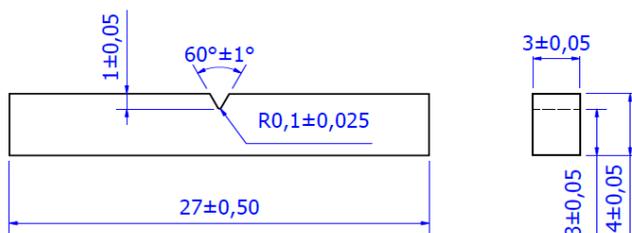


Figura 3.6 – Corpo de prova para ensaio mini-Charpy.

Especificamente para o aço 4130-M nas condições microestruturais g, G e DP com dureza de 40 HRC foram realizados ensaios de nanodureza para avaliar a diferença de dureza da martensita e da ferrita da microestrutura DP, com a martensita das microestruturas g e G. Neste procedimento foi utilizado um microdurômetro fabricado pela Anton Paar com resolução de força de 20 nN e resolução de profundidade de penetração de 0,01 nm. Para mediar a nanodureza das amostras foi utilizada uma força de 2,5 mN e uma matriz de indentações 6x6 foi programada com um espaçamento de 6 µm entre as indentações. Para realização dos ensaios de nanodureza as amostras foram embutidas em baquelite e preparadas conforme procedimento descrito na Tab. 3.4. Por fim, o resultado foi obtido como sendo a média das indentações considerando um intervalo de confiança de 95 % igual a duas vezes o desvio padrão.

3.4. Adaptações no Equipamento de Ensaio ISL

Esta etapa foi incluída tendo em vista a necessidade de realizar adaptações no equipamento de teste, possibilitando a realização de ensaios com controle de temperatura. Para tanto, foi necessária a construção de um sistema de recirculação e controle de temperatura do fluido eletrolítico, cujo esquema é representado na Fig. 3.7. Na concepção deste sistema foi estabelecido que o mesmo deve possibilitar, tanto a recirculação, como o controle de temperatura do fluido eletrolítico utilizado para permear hidrogênio durante a realização do ensaio. Com isso, foram definidos os seguintes itens para compor este sistema:

- Banho termostático: este item é responsável por resfriar ou aquecer o fluido eletrolítico durante o ensaio. O banho termostático utilizado é da fabricante Tecnal, modelo TE-184, equipado com controlador da Novus, modelo N1200, com faixa de operação de -10 °C a 80 °C;
- Cuba inferior: este item é responsável por armazenar o trocador de calor e o fluido eletrolítico que será aquecido ou resfriado pelo banho termostático;
- Trocador de calor: este item é responsável por trocar calor com o fluido eletrolítico, fazendo com que o mesmo seja resfriado ou aquecido;
- Bomba: este item é responsável por fazer a recirculação do fluido entre as cubas superior, local onde efetivamente se realiza o ensaio, e a cuba inferior. A bomba utilizada é do fabricante Askoll, modelo RL0210, com capacidade de vazão de 4 L/min;

- Conexões hidráulicas e mangueiras: estes itens têm a função de fazer a passagem dos fluidos refrigerante e eletrolítico pelo sistema.

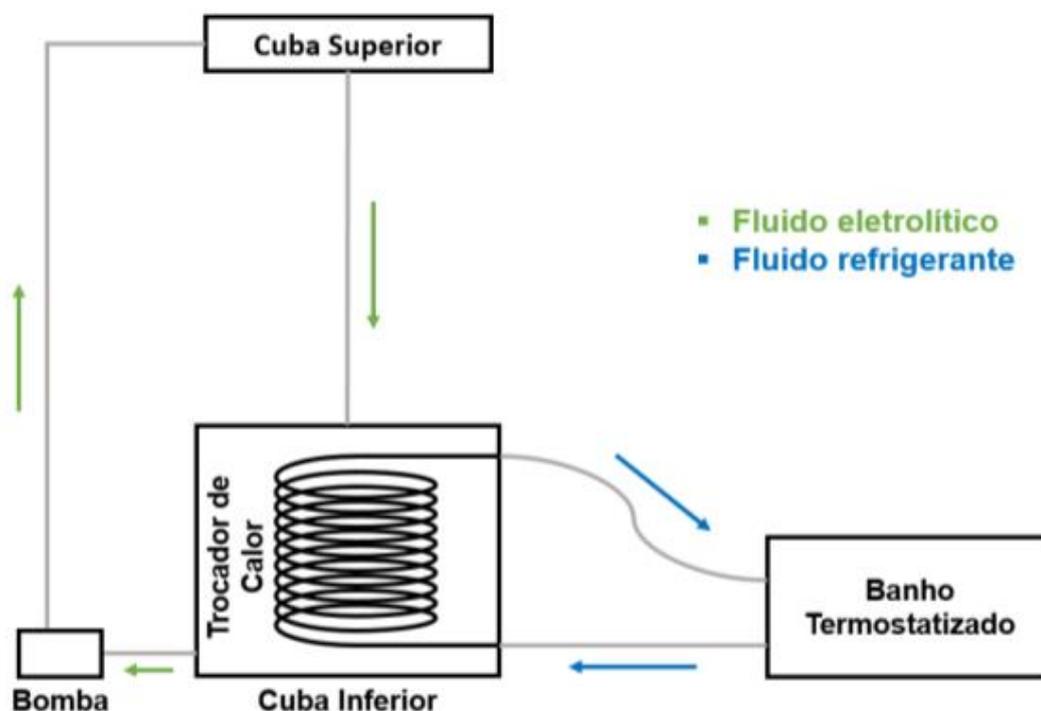


Figura 3.7- Representação esquemática do sistema de recirculação de fluido do ISL.

Ao iniciar o ensaio informa-se o *set-point* de temperatura, que é a temperatura na qual o fluido deve ser mantido durante todo o ensaio. O controle de temperatura é feito então tomando como referência a temperatura do fluido na cuba superior, medida por um termopar do tipo PT-100 (ANEXO F). Com essa informação, o sistema de controle PID de temperatura do equipamento envia comandos para o banho termostatizado para que este aqueça ou resfrie o fluido refrigerante, que, por sua vez, será responsável por aquecer ou resfriar o fluido eletrolítico.

Para a construção do sistema optou-se pela utilização de placas de acrílico com espessura de 8 mm para a cuba inferior, tubo de aço inoxidável 304 com diâmetro interno de 9,5 mm para o trocador de calor, mangueira de silicone atóxico para o sistema de movimentação do fluido e poliacetal para fabricação dos conectores. O trocador de calor foi revestido com pintura eletrolítica epóxi uma vez que estará em contato direto com o fluido eletrolítico. Este revestimento possibilita tanto a proteção do trocador de calor, quanto seu isolamento elétrico. Uma representação do sistema de recirculação, bem como sua montagem no equipamento podem ser vistas nas Figs. 3.8 e 3.9. O resultado da temperatura após as adaptações do equipamento pode ser visto na Fig. 3.10.

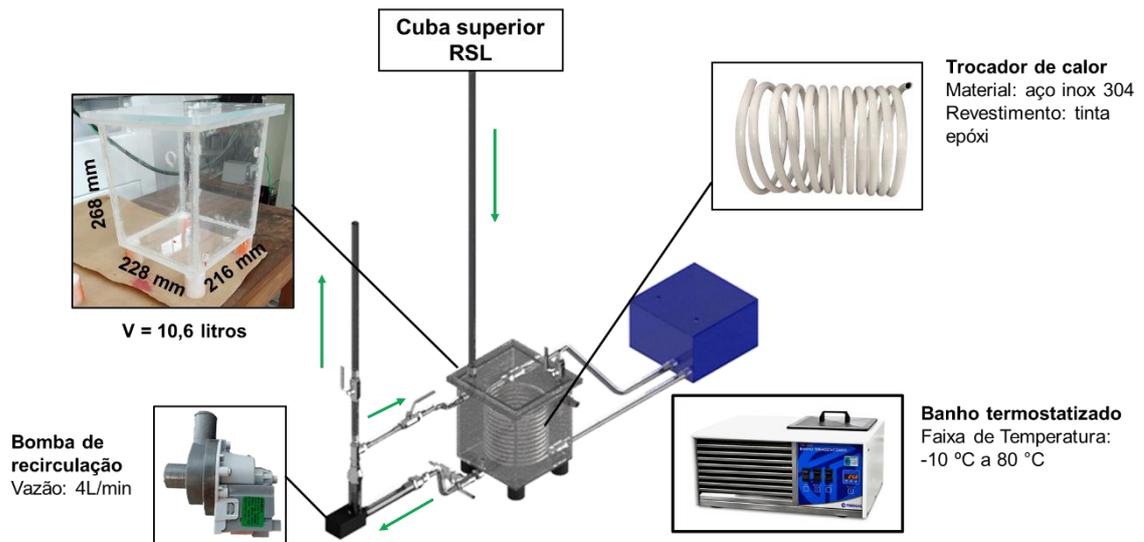


Figura 3.8- Sistema de recirculação e controle de temperatura do equipamento de ISL.

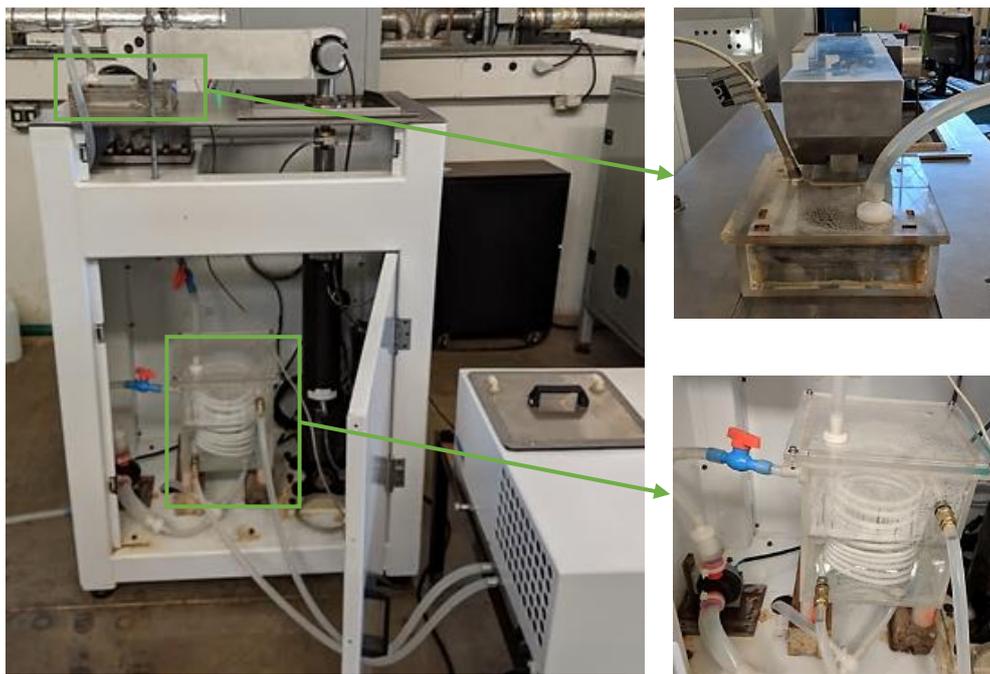


Figura 3.9 – Sistema de recirculação e controle de temperatura instalado no equipamento de ISL.

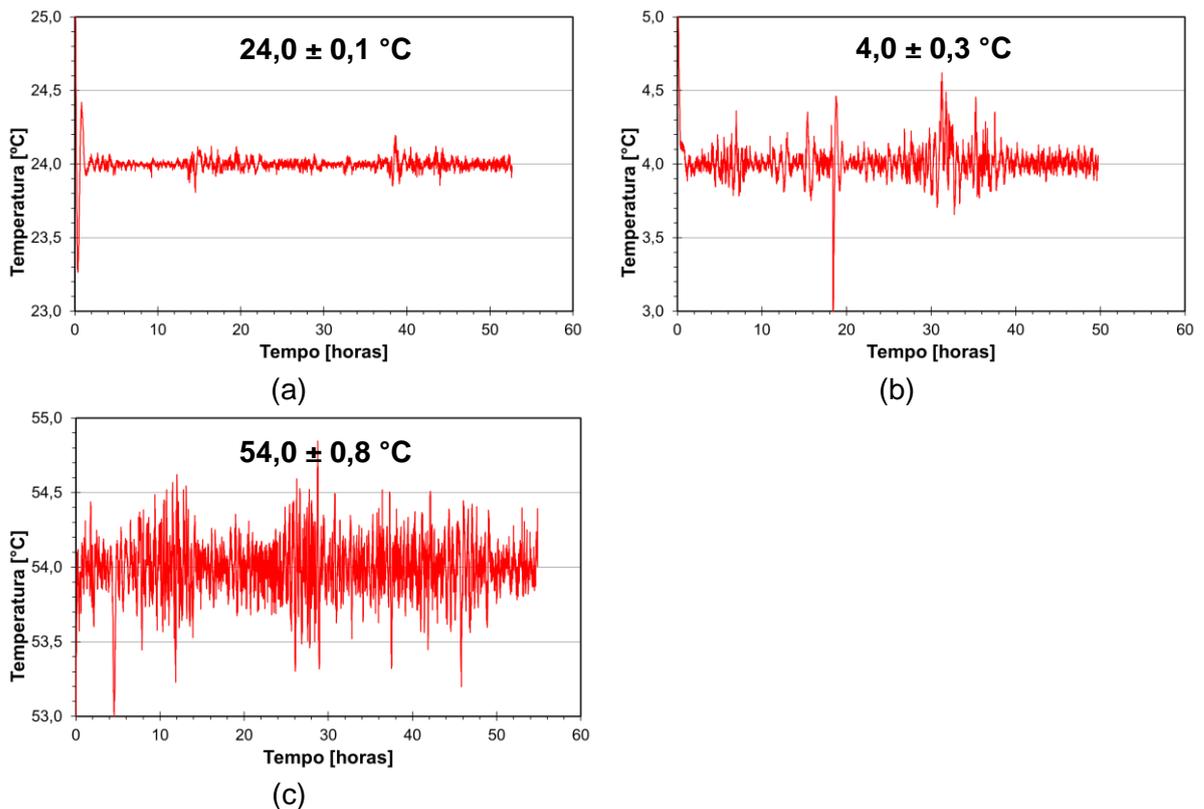


Figura 3.10 - Temperatura do ensaio ISL para um *set-point* de (a) 24 °C, (b) 4 °C e (c) 54 °C.

Os resultados da temperatura para cada ensaio estão representados como a média considerando um intervalo de confiança de 95 %, igual a 2 vezes o desvio padrão.

3.5. Ensaio ISL

O ensaio ISL foi realizado em um equipamento de flexão a quatro pontos, cujo esquema pode ser visto na Fig. 3.11. Este equipamento, após as adaptações descritas no item 3.4, conta com um sistema de recirculação e controle de temperatura que permite realizar ensaios com carregamento de hidrogênio *in-situ* em diferentes temperaturas. É possível também realizar ensaios de flexão que podem ser tanto em patamares de força, conforme a norma ASTM F1624 (2018), como em carregamento monotônico.

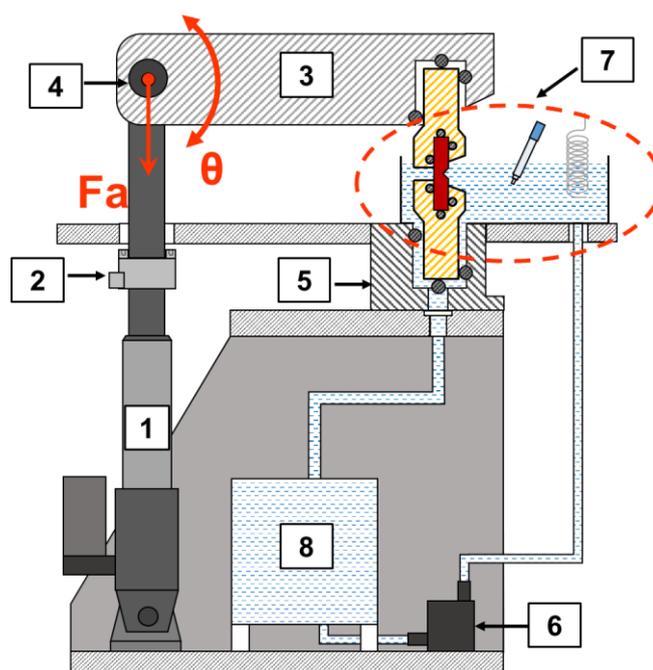


Figura 3.11 – Esquema do equipamento de flexão à quatro pontos utilizado para realizar os ensaios ISL.

1. Atuador eletromecânico da fabricante Kalatec, modelo AA-054-01, com capacidade de aplicação de força de 20 kN e descolamento da haste de até 200 mm;
2. Célula de carga HBM modelo U2B com faixa de medição de ± 1 kN e resolução de 0,001 N (ANEXO G);
3. Braço de carregamento fabricado em alumínio 7075-T6;
4. *Encoder* rotativo da fabricante Heidenhain com faixa de medição de 360° e resolução de 0,3° (ANEXO H);
5. Suporte inferior do corpo de prova fabricado em aço inoxidável 17-4 PH;
6. Bomba de recirculação da fabricante ASKOL;
7. Cuba eletrolítica fabricada em acrílico com volume de 1,1 L;
8. Cuba inferior fabricada em acrílico com volume de 10,6 L.

A seguir são descritos os procedimentos de fabricação dos corpos de prova e de realização dos ensaios ISL. Também é descrita a metodologia desenvolvida neste trabalho para avaliar o início da propagação da trinca nos ensaios ISL.

3.5.1. Confecção dos Corpos de Prova

A partir dos tratamentos térmicos realizados foi possível definir não só as temperaturas de tratamento térmico, apresentadas na Tab. 3.6, como também o procedimento de fabricação dos corpos de prova para ensaios de ISL. A Figura 3.12 mostra a sequência de operações adotada para a fabricação dos corpos de prova.

Tabela 3.6 – Tratamentos térmicos selecionados para confecção dos corpos de prova de aço 4137-M e 4130-M.

Aço	Temperatura de austenitização [°C] ^{1,2}	Temperatura de revenimento [°C] ¹	Dureza Rockwell C esperada	Nomenclatura adotada
4130-M	1070	505	40	F40-G
4130-M	870	419	44	F44-g
4130-M	870	490	40	F40-g
4130-M	870	547	36	F36-g
4130-M	870	590	32	F32-g
4130-M	760	350	40	F40-DP
4137-M	1070	553	40	C40-G
4137-M	870	553	40	C40-g
4137-M	870	625	32	C32-g

¹ Procedimento realizado por 1 hora

² Têmpera em óleo



Figura 3.12 – Sequência de operações adotada para a fabricação dos corpos de prova para ensaios de ISL.

Os corpos de prova para os ensaios de ISL foram fabricados seguindo as recomendações e tolerâncias estabelecidas pela norma ASTM F519 (2018). Os corpos de

prova possuem seção quadrada de 10 x 10 mm² e comprimento de 60 mm, com um entalhe em “V” de profundidade de 3,6 mm, raiz do entalhe com raio de 0,25 mm e ângulo de abertura de 90°, como mostrado na Fig. 3.13. A usinagem foi realizada por meio de eletroerosão a fio.

Para avaliar o acabamento superficial do entalhe foram testadas duas diferentes condições de corte (A e B), cujos parâmetros encontram-se descritos na Tab. 3.7, na máquina de usinagem por eletroerosão a fio. Para tanto, foi utilizada uma amostra de teste do aço 4130-M com 40 HRC onde duas regiões foram usinadas com os parâmetros selecionados. O diâmetro do fio utilizado no processo de eletroerosão a fio foi de 0,18 mm utilizando fluido de corte limpo. A rugosidade de cada região foi medida utilizando um interferômetro laser do fabricante Taylor Robson®, modelo Talysurf CLI 2000, com auxílio do programa Talysurf CLI 2000. Durante a medição foi utilizado um sensor indutivo, que permite efetuar medições com resolução de 0,002 µm. O certificado de calibração do interferômetro encontra-se no ANEXO I. Foram realizados cinco perfis de rugosidade, igualmente espaçados, cujos resultados, juntamente com seu intervalo de confiança de 95 %, estão registrados na Tab. 3.8.

Tabela 3.7 – Condições de corte selecionadas para as duas condições de usinagem do entalhe testadas.

Condição de Corte	Passe	Operação	Condição	Parâmetros de corte						
				ON	OFF	IP	SV	GP	Hz	EMR (µm)
A	1	Desbaste	C821	24	14	7,0	02	00	40	105
	2	Pós-desbaste	C822	05	04	3,0	01	00	20	65
	3	Acabamento	C823	31	31	2,0	00	02	06	60
B	1	Desbaste	C821	24	14	7,0	02	00	40	105
	2	Pós-desbaste	C822	05	04	3,0	01	00	20	65
	3	Acabamento	C823	31	31	2,0	00	02	06	60
	4	Acabamento	C823	31	31	2,0	00	02	06	55
	5	Acabamento	C823	31	31	2,0	00	02	06	50

Tabela 3.8 – Rugosidade obtida após realização de usinagem com eletroerosão a fio para diferentes condições de corte. O intervalo de confiança mostrado é de 95 % considerando um intervalo igual a duas vezes o desvio padrão.

Condição de corte	Rugosidade Média Quadrática (Rq) [μm]
A	$1,350 \pm 0,064$
B	$0,908 \pm 0,035$

Como a norma ASTM F519 (2018) determina que o Rq da raiz do entalhe deve ser de $0,813 \mu\text{m}$ foram testados procedimentos de lixamento do entalhe, porém, tais procedimentos acabaram por alterar a geometria e o raio do entalhe. Assim, optou-se por fabricar o entalhe apenas utilizando a eletroerosão a fio, mantendo a condição de corte “B” da Tab. 3.8, haja vista que o Rq de $0,908 \mu\text{m}$ obtido nesta condição não se distancia muito daquele exigido pela norma ASTM F519 (2018).

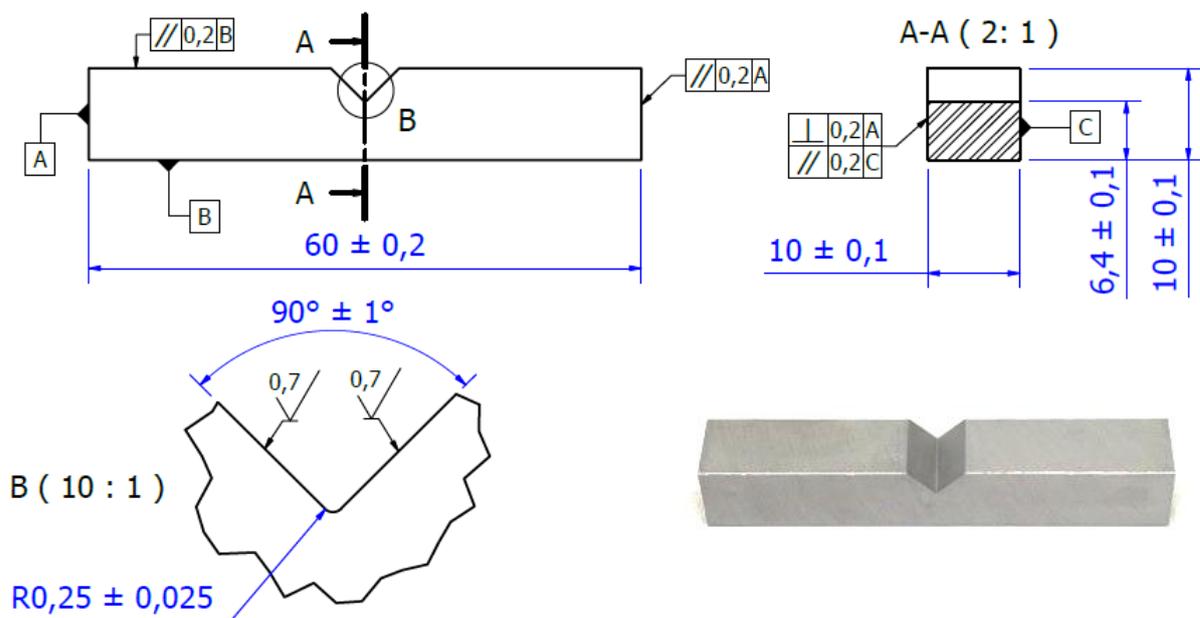


Figura 3.13 – Dimensões do corpo de prova utilizado nos ensaios de ISL.

3.5.2. Verificação Dimensional e Geométrica dos Corpos de Prova

Antes da realização dos ensaios ISL, os corpos de prova foram medidos para verificar se suas dimensões atendiam ao especificado pela norma ASTM F519 (2018) e também para possibilitar a obtenção da equação utilizada para calcular a tensão aplicada no corpo de prova. Os equipamentos de medição utilizados nesta etapa, bem como suas especificações, incerteza de calibração expandida (U) e fator de abrangência (k) estão registrados na Tab. 3.9. Os certificados de calibração destes equipamentos podem ser vistos nos ANEXOS

J, K, L e M. As informações referentes à calibração do microscópio óptico foram retiradas do trabalho de Rezende Júnior (2018). Além das especificações que constam na Tab. 3.9 é válido afirmar que a máquina de medir por coordenadas possui um erro de apalpamento declarado em seu certificado de calibração de $0,5 \mu\text{m}$ para k igual a 2,00. Todas as medições foram realizadas em temperatura de $20 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

Tabela 3.9 – Especificações dos equipamentos utilizados para medir os corpos de prova.

Dimensão	Equipamento	Fabricante	Resolução	Faixa de medição	U	k
Comprimento	Paquímetro Digital	Mitutoyo	0,01 mm	200 mm	0,01 mm	2,00
Largura e Altura	Micrômetro Digital	Mitutoyo	0,001 mm	25 mm	0,002 mm	2,00
Profundidade do entalhe	Projetor de perfil	Mitutoyo	0,001 mm	50 mm	0,002 mm	2,03
Ângulo de abertura do entalhe	Projetor de perfil	Mitutoyo	00°:01':00"	360°:00'00"	00°:01':00"	2,29
Raio do entalhe	Microscópio Óptico	Zeiss	1,37 μm	-	10,058 μm	2,00
Tolerâncias Geométricas	Máquina de medir por coordenadas	Zeiss	0,0002 mm	1000 x 1200 x 600 mm ³ (X, Y, Z)	0,7 + L/576 μm	2,00

A profundidade do entalhe, a seção transversal e o comprimento dos corpos de prova foram medidos para todos os corpos de prova ensaiados, tendo em vista que essas dimensões são necessárias para se obter a equação da tensão. Por outro lado, as outras dimensões foram medidas para um corpo de prova de cada condição de ensaio. A incerteza de medição associada aos parâmetros medidos foi avaliada por meio da aplicação do método GUM, proposto pelo INMETRO (JCGM, 2008). Os modelos adotados para calcular a incerteza de medição dos mensurandos podem ser vistos na Tab. 3.10. Foram realizadas cinco leituras para todos os mensurandos, exceto para o raio do entalhe, onde foram realizadas três leituras.

Tabela 3.10 – Modelo de cálculo das incertezas de medição das dimensões do corpo de prova.

Mensurando	Modelo adotado para o cálculo da incerteza
Comprimento (L)	$L = \bar{L} + \Delta R_P + \Delta IC_P$ (4.7)
Largura (B)	$B = \bar{B} + \Delta R_M + \Delta IC_M$ (4.8)
Altura (H)	$H = \bar{H} + \Delta R_M + \Delta IC_M$ (4.9)
Profundidade do entalhe (h)	$h = \bar{h} + \Delta R_{PP_y} + \Delta A_{PP} + \Delta IC_{PP_y}$ (4.10)
Raio do entalhe (r)	$r = \bar{r} + \Delta R_{MO} + \Delta A_{MO} + \Delta IC_{MO}$ (4.11)
Ângulo de abertura do entalhe (a)	$a = \bar{a} + \Delta R_{PP_a} + \Delta A_{PP} + \Delta IC_{PP_a}$ (4.12)
Tolerâncias	$Tol = \bar{Tol} + \Delta R_{MMC} + \Delta IC_{MMC} + \Delta E_A$ (4.13)

Onde: \bar{L} , \bar{B} , \bar{H} , \bar{h} , \bar{r} , \bar{a} e \bar{Tol} são as médias aritméticas do comprimento, largura, altura, profundidade do entalhe, raio do entalhe, ângulo de abertura do entalhe e tolerância, respectivamente; ΔR_P , ΔR_M , ΔR_{PP_y} , ΔR_{PP_a} , ΔR_{MO} e ΔR_{MMC} são as correções associadas às resoluções do paquímetro, micrômetro, eixo y do projetor de perfil, medição de ângulo do projetor de perfil, medição de ângulo do microscópio óptico e da máquina de medir por coordenadas, respectivamente; ΔIC_P , ΔIC_M , ΔIC_{PP_y} , ΔIC_{PP_a} , ΔIC_{MO} e ΔIC_{MMC} são as correções associadas às calibrações do paquímetro, micrômetro, eixo y do projetor de perfil, medição de ângulo do projetor de perfil, medição de ângulo do microscópio óptico e da máquina de medir por coordenadas, respectivamente; ΔA_{PP} e ΔA_{MO} são as correções associadas ao aumento de 10 X do projetor de perfil e ao aumento de 5X do microscópio óptico; ΔE_A é a correção associada ao erro de apalramento. Os resultados do controle dimensional e geométrico para todos os corpos de prova encontram-se no APÊNDICE E.

3.5.3. Metodologia de Realização do Ensaio ISL

Os ensaios de ISL foram executados conforme estabelecido pela norma ASTM F1624 (2018) onde, para cada condição ensaiada, é necessária uma quantidade mínima de quatro corpos de prova. Inicialmente realiza-se um ensaio ao ar com uma taxa de carregamento constante, contida no intervalo entre 1,15 MPa/s e 11,5 MPa/s, conforme especificado na norma ASTM E8/E8M (2016), até a ruptura. Deste ensaio é obtida a carga de ruptura ao ar (P_{FFS}), que corresponde ao valor máximo de força atingido durante o ensaio. Esse valor servirá como referência para realização dos ensaios de ISL. De acordo com a norma ASTM F1624 (2018), um mínimo de três ensaios de ISL devem ser realizados para cada condição analisada. O perfil de carregamento do ensaio pode ser visto na Fig. 3.14.

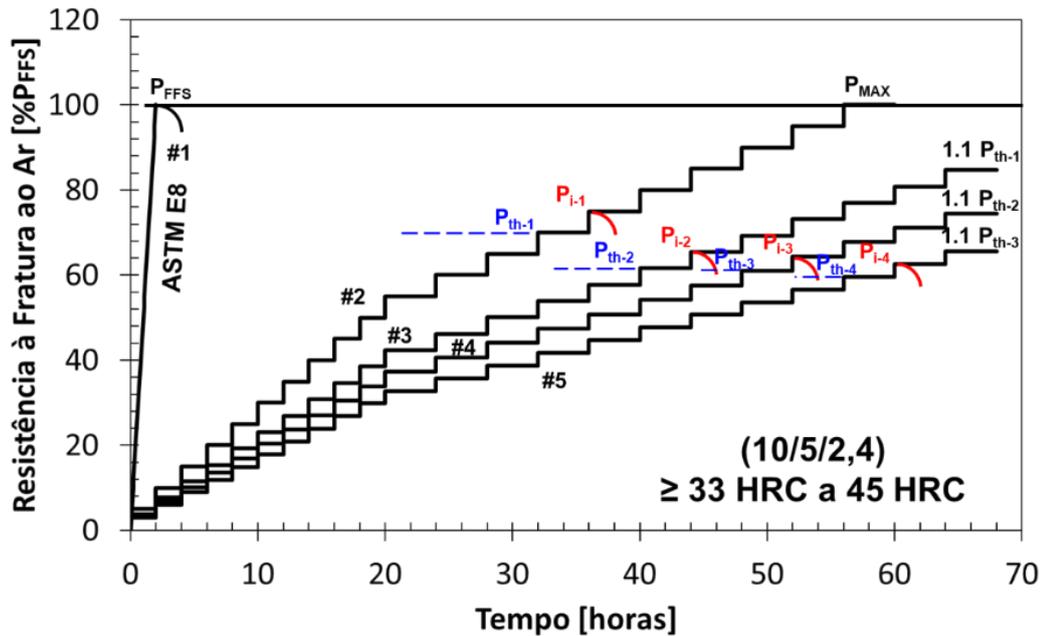


Figura 3.14 - Perfil de carregamento utilizado nos ensaios de ISL para corpos de prova com dureza entre 33 HRC e 45 HRC (ASTM F1624, 2018), modificado.

Conforme mostrado na Fig. 3.14, o ensaio de ISL é realizado em patamares de força onde cada patamar é incrementado com 5 % da força máxima (P_{MAX}) programada para o ensaio. O tempo de duração do patamar é dado em função da dureza do corpo de prova e, para os níveis de durezas avaliados neste trabalho, este tempo foi de 2 horas/patamar para os 10 primeiros patamares e 4 horas/patamar para os 10 últimos. Para o primeiro ensaio de ISL, P_{MAX} é igual ao próprio P_{FFS} e o ensaio termina quando é identificada uma queda de 5 % do P_{FFS} na força aplicada ou quando se atinge o P_{FFS} . Deste ensaio é então obtida a primeira carga limite de ruptura (P_{th-1}), que é dada como sendo a carga do patamatar imediatamente anterior ao patamar onde se observa uma queda no formato côncavo na curva força vs. tempo. Esta queda, segundo a norma ASTM F1624 (2018), representa o início da propagação de uma trinca. Uma vez identificado o P_{th-1} , realiza-se o segundo ensaio de ISL, onde $P_{MAX} = 1,1 \times P_{th-1}$ e, da mesma forma que no primeiro ensaio, identifica-se o P_{th-2} . Por fim, realiza-se o terceiro ensaio, tal qual o segundo e se a diferença entre dois valores de P_{th} obtidos for menor ou igual a 5 % de P_{FFS} , determina-se o P_{th} final como sendo o menor valor de P_{th} medido entre dois ensaios consecutivos. Por outro lado, se esta diferença for maior do que 5 % P_{FFS} , mais ensaios são necessários. Por fim, a tensão limite é calculada conforme a Eq. (4.6).

$$\sigma_{th} = F_a [a \cdot \cos(\theta) + b \cdot \sin(\theta)] \quad (4.6)$$

Onde σ_{th} é a tensão limite de ruptura, F_a é a força aplicada pelo atuador, θ é o ângulo de giro do braço de carregamento e a e b são constantes que dependem da montagem do equipamento e do corpo de prova. A incerteza associada ao cálculo da tensão foi determinada conforme procedimento descrito por Rezende Júnior (2018).

3.5.4. Carregamento de Hidrogênio

Para realizar a permeação de hidrogênio durante o ensaio de ISL, o corpo de prova foi imergido em solução de água deionizada com 3,5 % em peso de NaCl e submetido a um potencial catódico controlado de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$. Foi utilizada uma configuração de três eletrodos para realizar a polarização catódica, como mostrado na Fig. 3.15. Como eletrodo de referência foi utilizado um eletrodo padrão de Ag/AgCl da Metrohm, um fio de platina de 1,5 m de comprimento e diâmetro de 0,5 mm como contra-eletrodo e o corpo de prova como sendo o eletrodo de trabalho. A aplicação do potencial foi realizada utilizando um potenciostato da Metrohm modelo PGSTA204 com o auxílio do *software* NOVA 2.1.

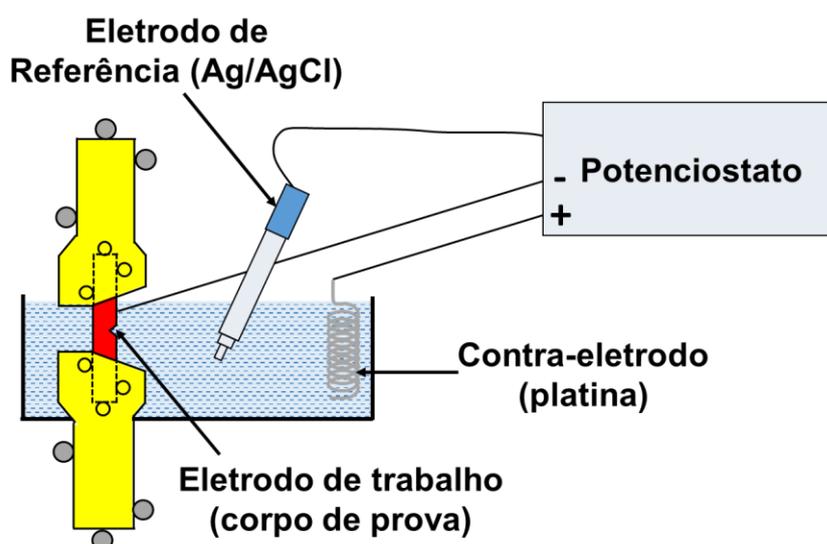


Figura 3.15 - Configuração de três eletrodos adotada para permeação de hidrogênio nos ensaios de ISL.

Os ensaios foram divididos em conjuntos, onde cada conjunto de ensaios tinha como objetivo a observância do efeito do parâmetro que se desejava analisar, a saber: dureza, microestrutura, tamanho do AGA e temperatura do ensaio. A matriz de ensaios é apresentada na Tab. 3.11, a seguir. É importante ressaltar que, para cada condição mostrada na Tab. 3.11 foram realizados quatro ensaios, sendo um para determinação do P_{FFS} e três para a determinação do P_{th} , conforme determinado pela norma ASTM F1624 (2018).

Tabela 3.11 – Matriz de ensaios ISL.

Condição	Aço	Tamanho do antigo grão austenítico	HRC	Microestrutura	Temperatura do meio [°C]
1	4130-M	A870 (4,94 μm)	44	Martensita Revenida	24
2	4130-M	A870 (4,94 μm)	40	Martensita Revenida	24
3	4130-M	A870 (4,94 μm)	36	Martensita Revenida	24
4	4130-M	A870 (4,94 μm)	32	Martensita Revenida	24
5	4130-M	A1070 (27,12 μm)	40	Martensita Revenida	24
6	4130-M	A870 (4,94 μm)	40	<i>Dual-Phase</i>	24
7	4130-M	A870 (4,94 μm)	40	Martensita Revenida	4
8	4130-M	A870 (4,94 μm)	40	Martensita Revenida	54
9	4137-M	A870 (8,80 μm)	40	Martensita Revenida	24
10	4137-M	A870 (8,80 μm)	32	Martensita Revenida	24
11	4137-M	A1070 (35,83 μm)	40	Martensita Revenida	24
12	4137-M	A870 (8,80 μm)	40	Martensita Revenida	4

3.5.5. Metodologia Desenvolvida para Identificação do P_{th}

Conforme mencionado no procedimento de realização do ensaio ISL, o resultado final obtido é o P_{th} , que é a força que separa vida infinita de vida finita, conforme ilustrado na Fig. 3.16. Como algumas das microestruturas avaliadas neste trabalho possuem baixa dureza, foi necessário desenvolver uma metodologia que possibilitasse a identificação do P_{th} de maneira mais assertiva. O desenvolvimento desta metodologia é descrito a seguir.

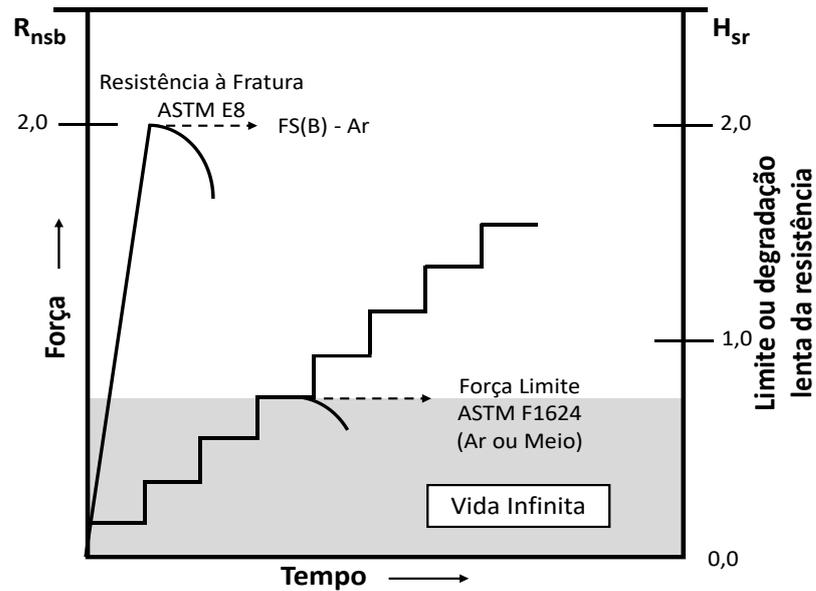


Figura 3.16 – Ilustração do perfil de carregamento do ensaio ISL (BICKFORD; NASSAR, 1998).

A norma ASTM F1624 (2018) foi originalmente desenvolvida para testar aços aeroespaciais com durezas de 50 HRC, ou seja, aços de alta resistência com alta SFH. Isso torna a identificação da trinca induzida por hidrogênio relativamente simples, onde apenas uma análise visual da curva força vs. tempo é suficiente. No entanto, com a crescente utilização de materiais de maior tenacidade, a avaliação da sua SFH pelo método ISL torna-se mais complexa. De fato, a norma ASTM F1624 (2018) estabelece que o critério de queda de força igual a 5 % P_{FFS} para identificação do início de crescimento de trinca é arbitrário e que, para materiais com baixa taxa de propagação de trinca, um menor valor deve ser adotado. Além disso, a norma também menciona que pode haver queda de força causada por outros fatores, que não a trinca induzida por hidrogênio, conforme mostra a Fig. 3.17

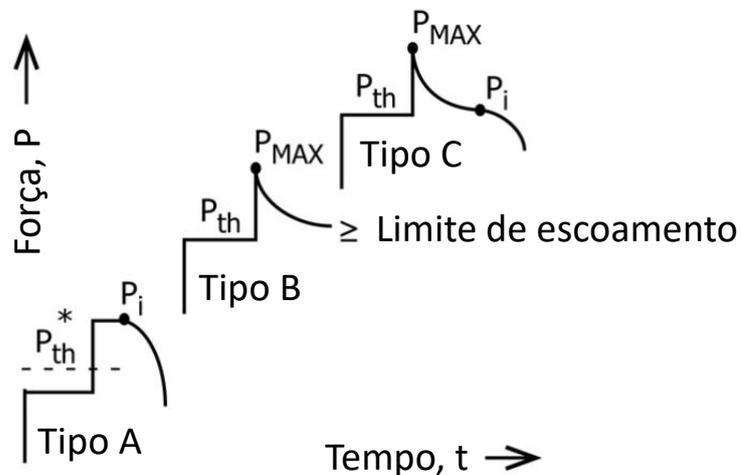


Figura 3.17 - Definição da força de iniciação da trinca, P_i , e da força limite, P_{th} . Adaptado de ASTM F1624 (2018).

Na Figura 3.17, a queda de tipo A é a queda típica causada pela trinca induzida por hidrogênio. Já a queda do tipo B representa a queda causada pelo escoamento do material na raiz do entalhe do corpo de prova. Por fim, a queda do tipo C se refere ao escoamento seguido de propagação de trinca.

Experiências anteriores mostraram que para materiais com elevada resistência a FH, na propagação de trinca, a queda de força é mais sutil e se alonga por mais de um patamar, fazendo com que a análise visual da curva não permita claramente identificar o início da propagação da trinca. Além disso, é necessário separar a queda causada pelo escoamento da queda causada pela propagação da trinca, uma vez que materiais com baixa dureza possuem uma menor taxa de propagação de trinca e escoamento excessivo na ponta da trinca, o que faz com que a queda da força seja confundida com àquela causada por escoamento. Logo, percebe-se haver uma necessidade de se desenvolver um método que possibilite a identificação destas quedas de força de forma a identificar com maior exatidão o patamar de início da propagação da trinca induzida pelo hidrogênio. Trabalhos realizados em ligas de Ni, que naturalmente apresentam baixa taxa de propagação de trinca, já sinalizaram uma preocupação em identificar tal queda (KERNION *et al.*, 2014a; SOUZA *et al.*, 2021). Assim, com base em um trabalho realizado por Raymond (2015), foi desenvolvido um método de identificação do P_{th} baseado na rigidez do corpo de prova, cuja descrição é apresentada a seguir.

O ensaio ISL é conduzido no modo controle de deslocamento dentro do patamar e em controle de força durante a troca do patamar, como ilustrado na Fig. 3.18. Em outras palavras, no momento da troca do patamar de força (ponto 1 da Fig. 3.18), o atuador recua a haste para aplicar a força pré-determinada no ensaio (*setpoint* de força). Uma vez atingido o *setpoint* de força, o equipamento entra em controle de posição, mantendo constante a posição do atuador até que se chegue ao final do tempo pré-estabelecido do patamar (ponto 2 da Fig. 3.18). Dessa forma é possível visualizar a queda de força durante o ensaio. Assim, define-se como rigidez a resistência que o corpo de prova oferece ao deslocamento da haste do atuador, calculada conforme mostra a Eq. (4.6).

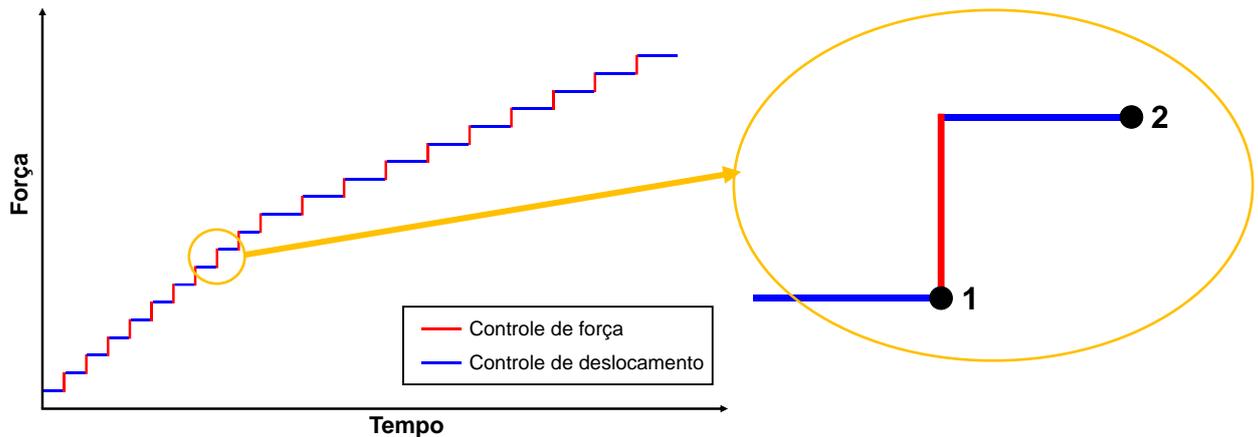


Figura 3.18 – Representação do método de controle desenvolvido e aplicado no ensaio ISL. Os pontos 1 e 2 delimitam o intervalo de um patamar onde o ponto 1 indica o início do controle de força e o ponto 2 indica o final do controle de posição.

$$R = \frac{F_2 - F_1}{|p_2 - p_1|} \quad (4.6)$$

Onde R é a rigidez em N/mm; F_2 e F_1 são as forças nos pontos 2 e 1 em N; p_2 e p_1 são as posições da haste do atuador nos pontos 2 e 1 em mm. Desta forma, à medida que o atuador passa a recuar cada vez mais a haste para atingir a força programada para o patamar, o que significa um aumento no deslocamento, haverá uma queda na rigidez. Se essa queda for contínua e crescente significa que ocorreu escoamento ou propagação de trinca no corpo de prova. Para separar o escoamento da propagação de trinca foram traçadas duas retas na curva da rigidez x tempo. As retas foram traçadas de forma que englobassem o maior número de pontos possível da rigidez medida no ensaio. Uma reta foi traçada a partir da primeira queda significativa na rigidez devida ao escoamento, a outra foi traçada a partir do ponto de mudança da rigidez, indicando também o início de propagação da trinca durante o ensaio. O P_{th} foi então tomado como sendo o patamar onde se observou a intersecção das duas retas, uma vez que esse ponto marca o momento em que a taxa de queda da rigidez aumenta, o que só pode ser explicado como sendo causado pela propagação da trinca. Um exemplo da aplicação do método pode ser visto na Fig. 3.19.

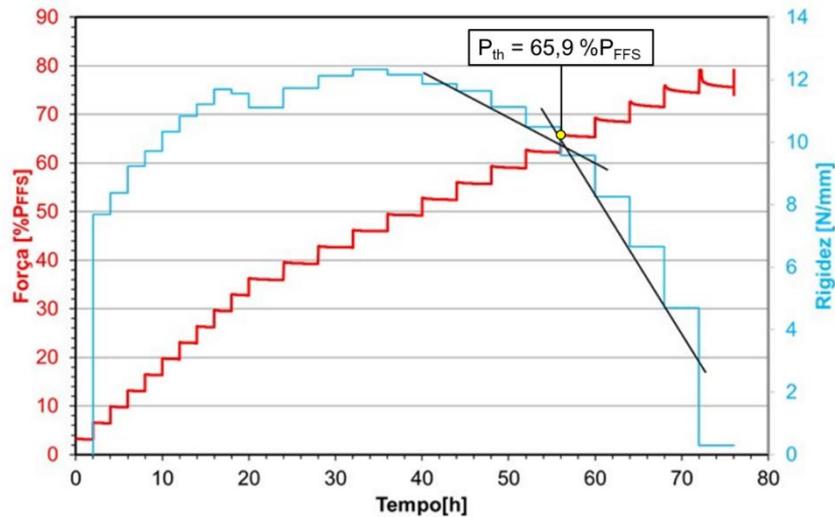


Figura 3.19 – Exemplo de aplicação da metodologia de identificação do P_{th} em um ensaio ISL realizado no aço 4130-M com dureza de 32 HRC.

Para validação deste método foram realizados ensaios ISL nos aços 4130-M e 4137-M com dureza de 32 HRC. Para tal, um ensaio de cada aço realizado com o perfil de carregamento convencional foi replicado aumentando o tempo dos patamares de 4 horas para 24 horas. Assumiu-se que, com tempo suficiente, seria possível visualizar a queda causada pela propagação da trinca induzida pelo hidrogênio e, assim, identificar o P_{th} . A Figura 3.20 ilustra o perfil de carregamento adotado.

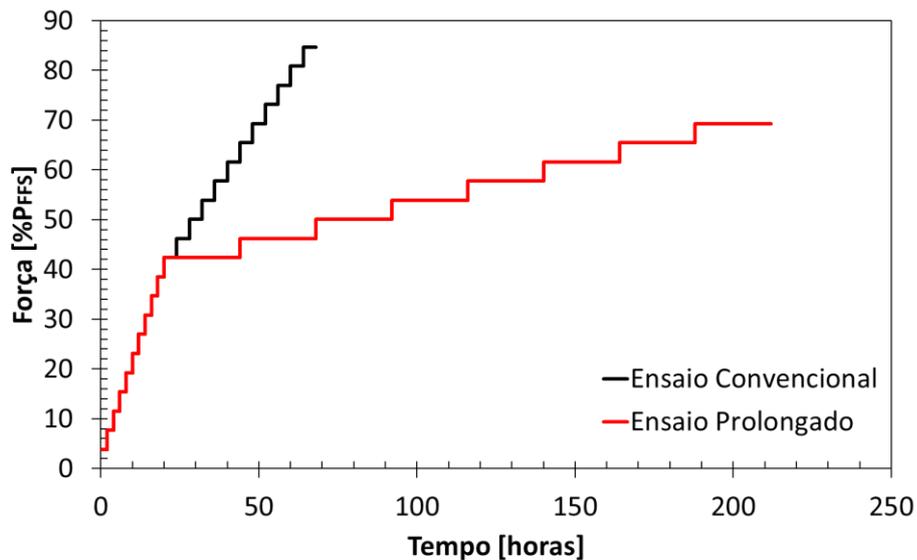


Figura 3.20 - Esquema do perfil de carregamento utilizado nos ensaios de validação da metodologia de identificação do P_{th} .

3.6. Ensaio de Quantificação de Hidrogênio Difusível

Para avaliar a difusividade do hidrogênio no material estudado foi realizada a quantificação de hidrogênio difusível de cada condição testada nos ensaios ISL. Para a realização destes ensaios foram confeccionadas amostras circulares, cujas dimensões podem ser vistas na Fig. 3.21. Antes da realização dos ensaios as amostras foram lixadas até a lixa #1200 e lavadas em álcool etílico.

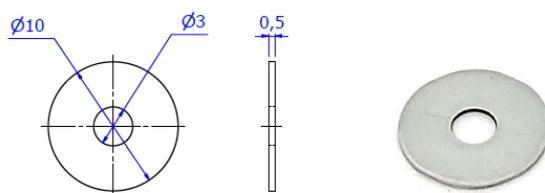


Figura 3.21 - Amostra utilizada nos ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.

Cinco amostras de cada condição foram permeadas simultaneamente utilizando a montagem mostrada na Fig. 3.22. Utilizou-se uma configuração de três eletrodos da mesma forma que foi adotada nos ensaios de ISL. Um eletrodo de Ag/AgCl foi utilizado como eletrodo de referência, um fio de platina de 1,5 m de comprimento e 0,5 mm de diâmetro como contra-eletrodo e as cinco amostras como eletrodo de trabalho.

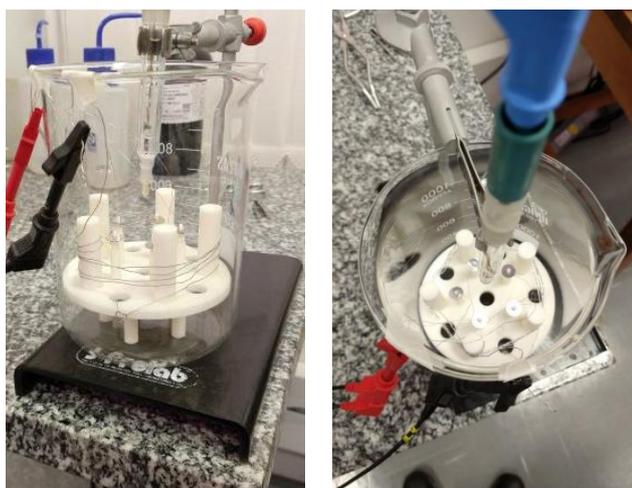


Figura 3.22 - Montagem da permeação para os ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.

A permeação foi realizada aplicando um potencial controlado de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$ durante quatro horas, utilizando o mesmo potenciostato dos ensaios de ISL. O resultado final foi obtido

então como sendo a média das cinco leituras considerando uma incerteza expandida com 95 % de confiança, calculada conforme a Eq. (4.7).

$$H_{dif} = \overline{H_{dif}} + \Delta R_{AH} + \Delta I C_{AH} \quad (4.7)$$

Onde H_{dif} é o teor de hidrogênio difusível, $\overline{H_{dif}}$ é a média dos teores de H difusível considerando as cinco medições, ΔR_{AH} é a correção associada à resolução do analisador de H e $\Delta I C_{AH}$ é a correção associada à calibração do analisador de H. Como não foi possível obter acesso ao certificado de calibração do equipamento utilizou-se a convenção de Vuolo (1996) e adotou-se $\Delta I C_{AH}$ igual à resolução do equipamento, distribuição normal e $k = 2,00$.

Todas as condições foram permeadas em temperatura ambiente e, para o aço 4130-M na condição F40-g foram realizadas permeações a 4 °C e 54 °C e para o aço 4137-M na condição C40-g realizou-se uma permeação a 4 °C. Por fim, para evidenciar o efeito da temperatura do meio na difusividade do hidrogênio também foram realizadas permeações de 1 hora a 4 °C e na temperatura ambiente para os dois aços e a 54 °C para o aço 4130-M. Todas as condições de permeação adotadas para os ensaios de quantificação de hidrogênio difusível podem ser vistas na Tab. 3.12.

Após a permeação as amostras foram retiradas do béquer, lixadas em lixa #1200, lavadas com acetona e armazenadas em nitrogênio líquido. Este procedimento foi realizado em um tempo máximo de 5 minutos para evitar que uma quantidade significativa de hidrogênio saísse da amostra.

Tabela 3.12 - Condições das permeações realizadas para os ensaios de quantificação de hidrogênio difusível.

Aço	Condição	Temperatura do Meio [°C]	Tempo [horas]
4130-M	F44-g	24	4
4130-M	F40-g	24	4
4130-M	F36-g	24	4
4130-M	F32-g	24	4
4130-M	F40-G	24	4
4130-M	F40-DP	24	4
4130-M	F40-g	4	4
4130-M	F40-g	54	4
4130-M	F40-g	24	1
4130-M	F40-g	4	1
4130-M	F40-g	54	1
4137-M	C40-G	24	4
4137-M	C40-g	24	4
4137-M	C32-g	24	4
4137-M	C40-g	4	4
4137-M	C40-g	24	1
4137-M	C40-g	4	1

A quantificação de hidrogênio difusível foi realizada em um analisador de hidrogênio da fabricante Bruker, modelo G4 Phoenix, com resolução de 0,01 ppm. Este equipamento utiliza o método de extração a quente de gás de arraste utilizando nitrogênio como gás de referência. O princípio de medição deste equipamento se baseia na diferença de condutividade térmica entre o hidrogênio e o nitrogênio. Para tanto, o equipamento conta com três peneiras moleculares e um catalisador (Schutze), responsáveis por filtrar quaisquer elementos e impurezas presentes no gás de medição. A temperatura e o tempo de medição foram de 850 °C e 5 minutos para garantir que todo o hidrogênio difusível presente na amostra fosse detectado pelo equipamento. Por fim, a análise dos dados foi realizada por meio de estatística não paramétrica utilizando o teste de Mann-Whitney afim de se avaliar as condições analisadas possuem efeito significativos no teor de H_{dif} medido.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Resultado da Seleção dos Tratamentos Térmicos

4.1.1. Estudo do Tamanho do Antigo Grão Austenítico

Nas Figs. 4.1 a 4.3 são apresentados o diâmetro equivalente médio do antigo grão austenítico para cada temperatura e tempo de austenitização estabelecidos na Tab. 3.3, bem como a incerteza de medição expandida, representada na forma de barras de erro. Os resultados numéricos encontram-se discretizados na Tab. B.1 do APÊNDICE B. Foi realizada também uma análise de variância (ANOVA), cujos resultados estão nas Tabs. 4.1 e 4.2. O intuito dessa análise foi verificar a relevância do tempo e da temperatura de austenitização e de uma possível interação entre estes na determinação do tamanho do antigo grão austenítico. As imagens do antigo grão austenítico e da microestrutura para os resultados de menor e maior tamanho de grão dos aços 4130-M e 4137-M podem ser vistas nas Figs. 4.4 e 4.5. As imagens de todos os tamanhos de grão encontram-se nas Figs. B.1 e B.2 do APÊNDICE B.

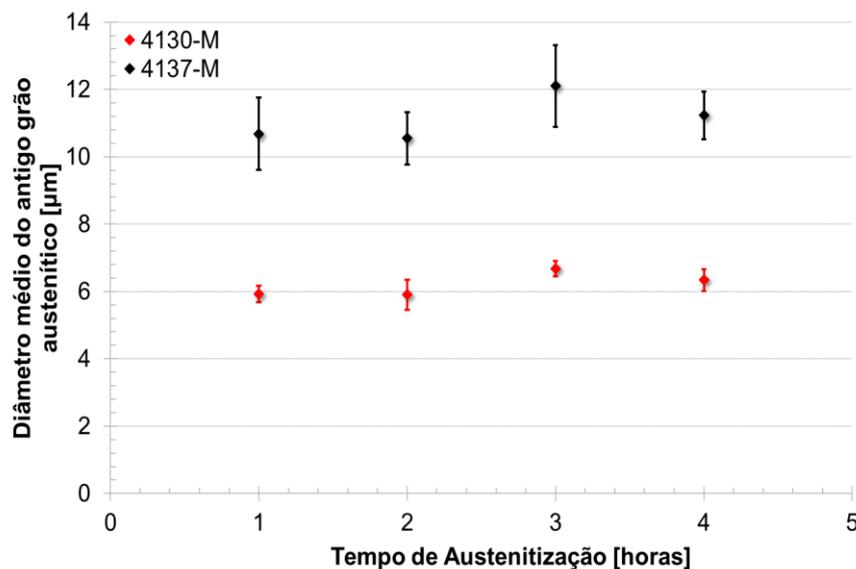


Figura 4.1- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico para os aços 4130-M e 4137-M, austenitizados a 900 °C por 1, 2, 3 e 4 horas.

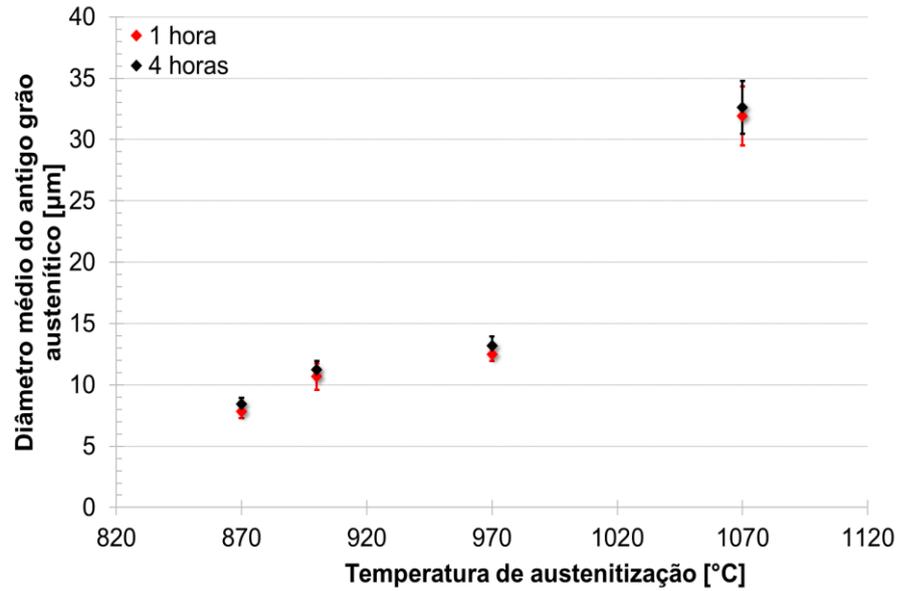


Figura 4.2- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico do aço 4137-M, austenitizado em diferentes temperaturas por 1 e 4 horas.

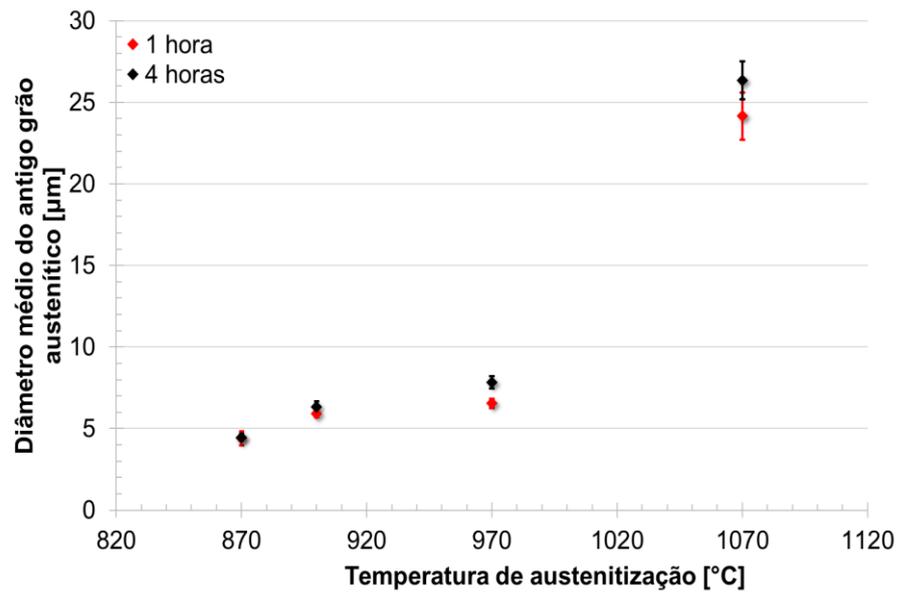


Figura 4.3- Diâmetro equivalente do antigo grão austenítico para o aço 4130-M, austenitizado em diferentes temperaturas por 1 e 4 horas.

Tabela 4.1- ANOVA realizada para avaliar o efeito da temperatura e tempo de austenitização no diâmetro do AGA para o aço 4137-M.

Efeito	Soma dos Quadrados	Grau de Liberdade	Média dos Quadrados	F	p
Temperatura de Austenitização	7190,65	3	2396,88	701,52	0,00
Tempo de Austenitização	8,15	1	8,15	2,38	0,13
Interação	0,51	3	0,17	0,05	0,99

Tabela 4.2- ANOVA realizada para avaliar o efeito da temperatura e tempo de austenitização no diâmetro do AGA para o aço 4137-M.

Efeito	Soma dos Quadrados	Grau de Liberdade	Média dos Quadrados	F	p
Temperatura de Austenitização	4695,94	3	1565,31	256,24	0,00
Tempo de Austenitização	1,01	1	1,01	0,16	0,69
Interação	27,42	3	9,14	1,50	0,23

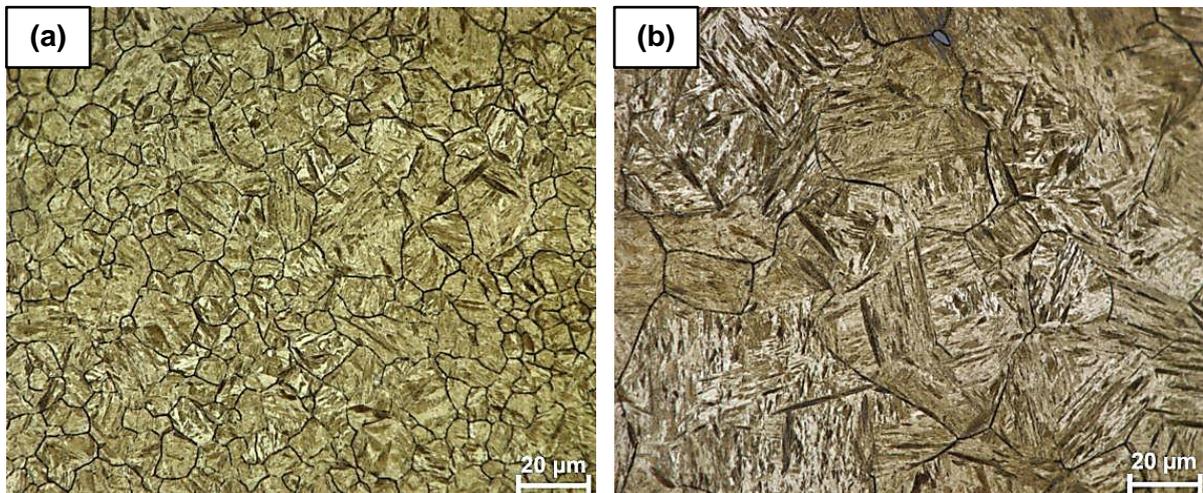


Figura 4.4- Contorno do AGA para o aço 4137-M, austenitizado por 1 hora a (a) 870 °C e (b) 1070 °C. Ataque com tepol, seguido de Nital 2 %.

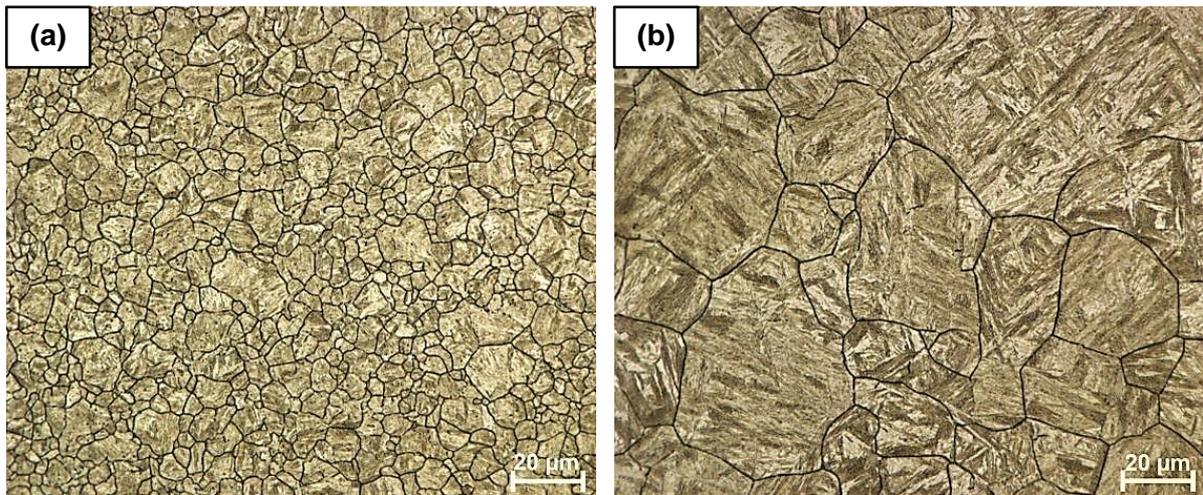


Figura 4.5- Contorno do AGA para o aço 4130-M, austenitizado por 1 hora a (a) 870 °C e (b) 1070 °C. Ataque com tepol, seguido de Nital 2 %.

Como esperado, os resultados apresentados mostram que a temperatura de austenitização (de 870 °C a 1070 °C) possui efeito significativo no tamanho do AGA, onde o mesmo tende a crescer com o aumento da temperatura. Já o tempo de austenitização (de 1 a 4 horas) e a interação de segunda ordem entre o tempo e a temperatura de austenitização não apresentaram efeito significativo no tamanho do AGA, conforme demonstrado pela ANOVA apresentada nas Tabs. 4.1 e 4.2. Entretanto, ao se utilizar a ANOVA para realizar a comparação estatística entre grupos, deve-se verificar se os dados representam amostras aleatórias de distribuição normal com mesma variância, para, assim, confirmar a adequabilidade do modelo. Se estas suposições forem verdadeiras, os resíduos são variáveis aleatórias independentes com distribuição $N(0, \sigma^2)$. As Figs. 4.6 e 4.7 mostram a distribuição dos resíduos para a ANOVA das Tabs. 4.1 e 4.2

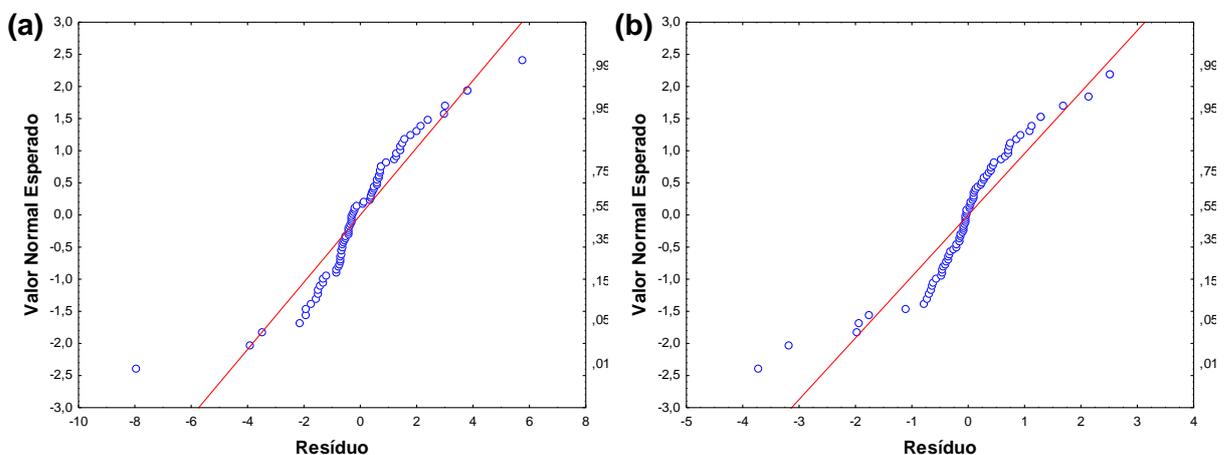


Figura 4.6 – Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para a ANOVA realizada no aço 4137-M (a) e 4130-M (b).

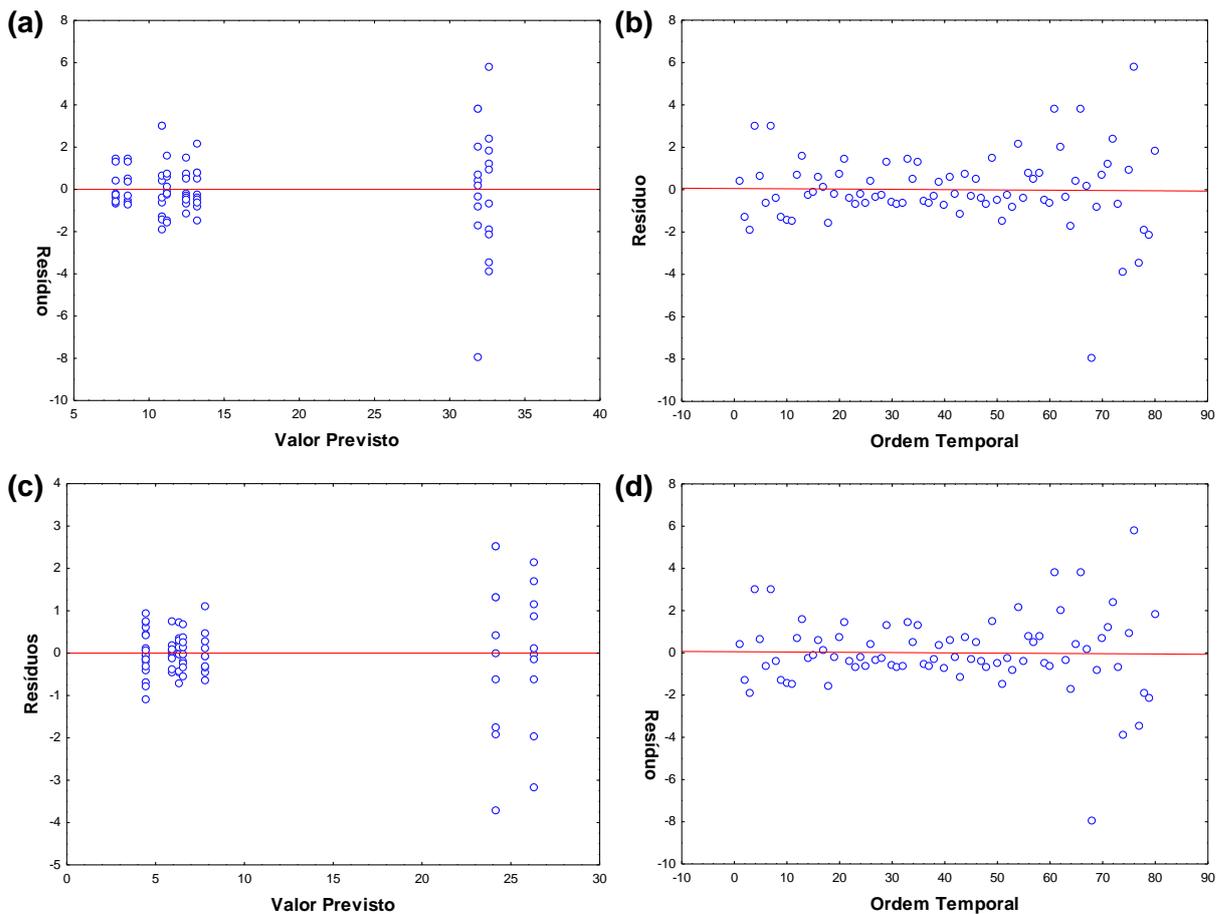


Figura 4.7 – Resíduos em função dos valores previstos (a, c) e em ordem temporal (b, d) para a ANOVA realizada no aço 4137-M (a, b) e 4130-M (c, d).

Observa-se que a maioria dos valores dos resíduos do gráfico de probabilidade normal (Fig. 4.6) encontra-se sobre a reta teórica para uma distribuição normal ou próxima desta. Portanto, a hipótese de normalidade é válida. Além disso, percebe-se da Fig. 4.7 que os resíduos se distribuem aleatoriamente em torno do zero, o que caracteriza uma variância constante e a distribuição aleatória em ordem temporal comprova a aleatoriedade dos dados. Portanto, tem-se que a ANOVA realizada para avaliar os efeitos da temperatura e do tempo de austenitização no tamanho do AGA dos aços 4130-M e 4137-M é válida.

Devido à alta energia livre nos contornos de grão, uma microestrutura com maior densidade de contornos (granulação mais fina) implica em uma maior quantidade de energia de contornos de grão por unidade de volume. Havendo condições de difusão, haverá o crescimento do grão às custas da eliminação de contornos para reduzir a energia livre armazenada (recristalização secundária) (COLPAERT, 2008). Observou-se que para temperaturas mais elevadas, acima de 970 °C, um crescimento mais acentuado do grão austenítico para os dois aços, conforme mostram os gráficos das Figs. 4.2 e 4.3. O mesmo comportamento foi observado por Ferreira; Modenesi; Santos, (2015) em um aço ABNT 5135

e por Roldão; Gallego, (2003) em aços de médio teor de carbono. Sabe-se que o aumento da temperatura de austenitização resulta num aumento da taxa de difusão e, por consequência, aumenta-se a tendência de crescimento do grão austenítico. Além disso, carbonetos e partículas de segunda fase, que agem como barreiras ao crescimento do grão, são dissolvidos em altas temperaturas.

Observa-se também uma maior dispersão no tamanho do antigo grão austenítico para as amostras austenitizadas a 1070 °C (ver Figs. 4.2 e 4.3). Isto ocorre pois em altas temperaturas de austenitização há o crescimento de grãos maiores às custas dos grãos menores, de tal forma que, ao final do processo, há grãos maiores e grãos menores que não foram absorvidos. Como o tamanho do antigo grão austenítico não é uniforme na 1070 °C, há uma maior dispersão dos resultados, o que pode ser notado pela maior incerteza dos resultados. Este comportamento pode ser observado nas Figs. B.1 e B.2 do APÊNDICE B.

Por fim, foi observado que, para todas as condições de austenitização analisadas, o aço 4130-M possui grão austenítico menor que o do aço 4137-M. Isso se deve em parte ao fato de que o aço 4130-M, na condição como fornecido, passou por um tratamento térmico de normalização antes de ser submetido ao beneficiamento, o que reduz o tamanho do antigo grão austenítico do material. Ao se reaustenitizar o aço para a execução dos tratamentos térmicos aqui descritos, a taxa de nucleação da austenita acaba sendo maior no aço de menor tamanho de grão e, conseqüentemente, leva a um menor tamanho do AGA (COLPAERT, 2008). Além disso, a presença em maior quantidade de alguns elementos de liga como o Mo e o Cr dificultam o crescimento do grão austenítico, principalmente o Mo (LEE; LEE, 2008). Reporta-se na literatura que a presença de elementos de liga em um estado de soluto age como obstáculo ao crescimento do grão por se segregarem nos contornos de grão (UHM *et al.*, 2004).

Portanto, a partir destes resultados a temperatura de austenitização selecionada para avaliar a influência do tamanho do AGA na SFH dos aços 4130-M e 4137-M foi de 870 °C e 1070 °C.

4.1.2. *Obtenção das Curvas de Revenimento dos Aços Estudados*

As curvas de revenimento dos aços na condição temperada e revenida podem ser observadas nos gráficos das Figs. 4.8 e 4.9. As médias dos cinco ensaios de dureza são apresentadas nos gráficos e as incertezas de medição expandidas estão representadas por barras de erro. Os valores numéricos estão na tabela do APÊNDICE C.

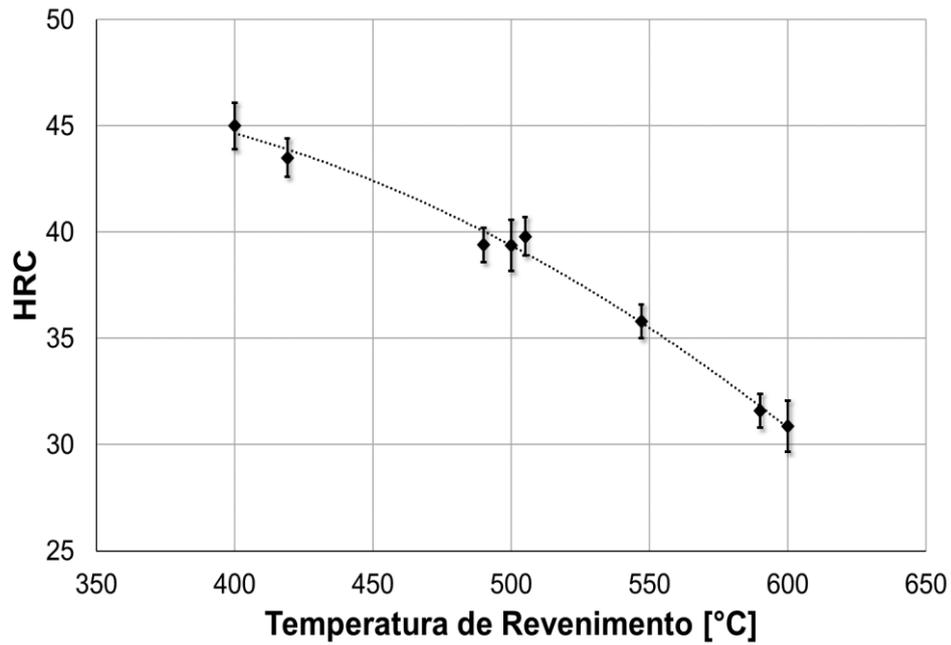


Figura 4.8- Curva de revenimento obtida para o aço 4137-M, temperado em óleo a partir de austenitização a 870 °C por 1 hora.

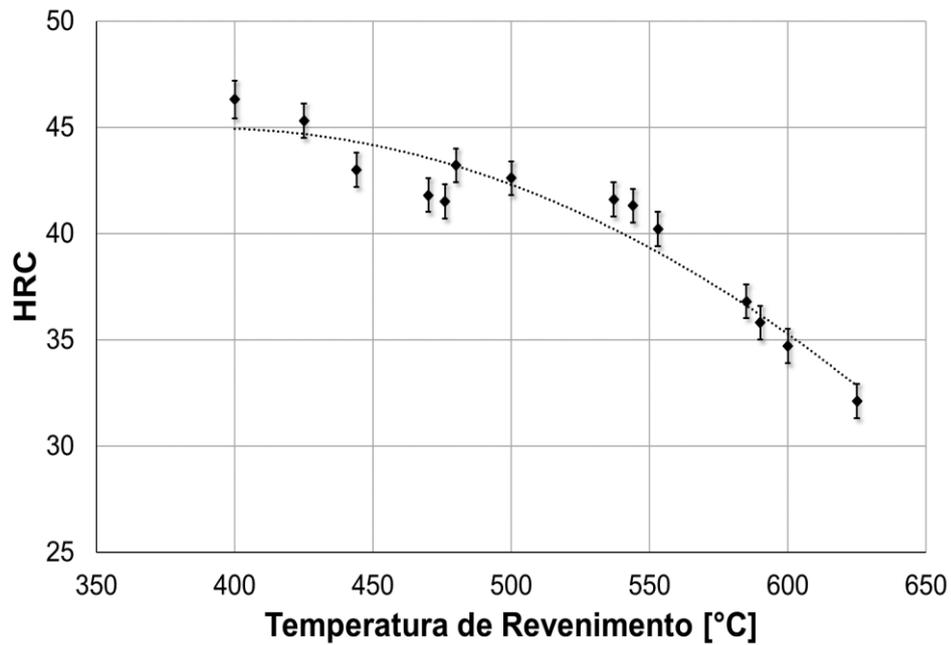


Figura 4.9- Curva de revenimento obtida para o aço 4130-M, temperado em óleo a partir de austenitização a 870 °C por 1 hora.

Percebe-se que após o ajuste da curva de revenimento foi possível obter durezas bem próximas às desejadas para o estudo pretendido (44 HRC, 40 HRC, 36 HRC e 32 HRC). O efeito típico da queda da dureza com o aumento da temperatura pode ser percebido nas duas

curvas de revenimento. Todavia, essa queda é menos acentuada no aço 4130-M, certamente devido à maior quantidade de Cr e Mo presentes nesse aço, quando comparado aos teores desses elementos no 4137-M. Elementos de liga como Cr e Mo formam carbonetos finos em temperaturas entre 500 – 600 °C, mesmo para longos tempos de revenimento, contribuindo para a menor queda da dureza nas maiores temperaturas de revenimento (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006b); ver Fig. 4.8 e Fig. 4.9.

Para o aço 4130-M foi necessário ajustar novamente a curva, pois os revenimentos realizados com as temperaturas obtidas do ajuste inicial não resultaram em durezas próximas às desejadas. Logo, à medida que os tratamentos térmicos eram realizados, obtinham-se novos pontos para incrementar a curva e, assim, se atingir uma dureza próxima da desejada.

4.1.3. Aço 4130-M Austenitizado na Zona Intercrítica

A Figura 4.10 apresenta a dureza do aço 4130-M austenitizado na zona intercrítica do diagrama ferro cémentita. Foram realizadas austenitizações em seis temperaturas diferentes, a saber: 730 °C, 750 °C, 770 °C, 790 °C, 810 °C e 830 °C. As amostras foram austenitizadas por uma hora, seguidas de têmpera em óleo.

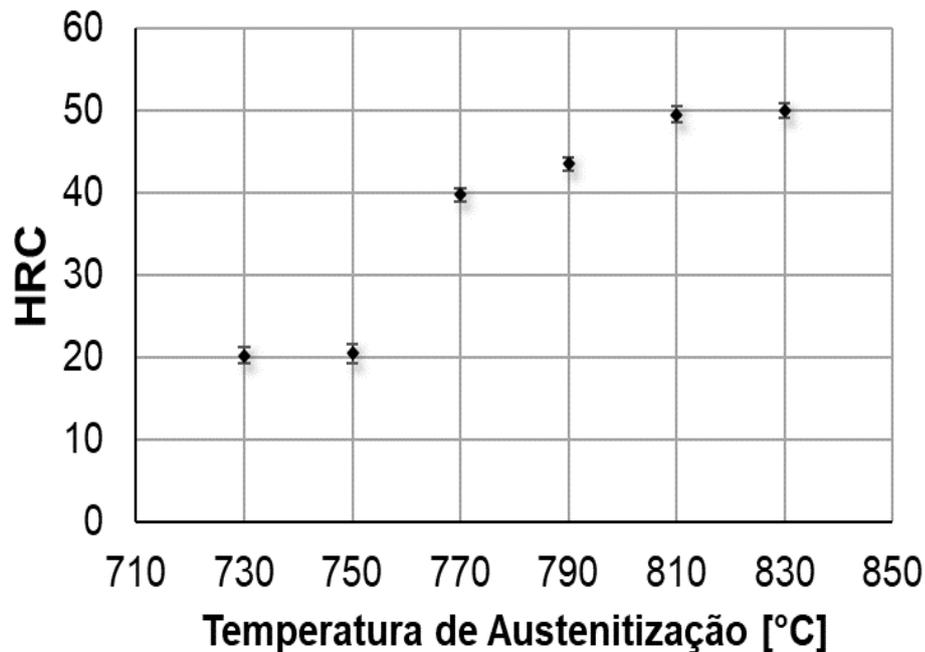


Figura 4.10 - Curva de dureza da amostra de aço 4130-M, austenitizada na zona intercrítica (730 °C – 830 °C) por 1 hora e temperada em óleo.

A dureza inicia em um valor mais baixo, em torno de 20 HRC e aumenta com a temperatura de austenitização até atingir um valor máximo de aproximadamente 50 HRC, que se mantém constante, mesmo aumentando a temperatura de austenitização. Esse comportamento é esperado e está diretamente relacionado ao teor de ferrita que, uma vez que se está na zona intercrítica, diminui com o aumento da temperatura de austenitização. Como a ferrita possui uma dureza inferior à da martensita, espera-se que, quanto maior for a sua concentração, menor será a dureza da microestrutura final obtida. A partir do momento em que a temperatura é suficientemente elevada para atingir a zona de completa austenitização, não há mais ferrita após a têmpera, apenas martensita, o que explica a estabilização da dureza em maiores temperaturas.

A seguir, na Fig. 4.11 são apresentadas as microestruturas obtidas via microscopia óptica (MO) ao se realizar a austenitização do aço 4130-M na zona intercrítica do diagrama ferro-carbono. Esta caracterização foi realizada com o objetivo de confirmar a obtenção da estrutura bifásica após a têmpera a partir da zona intercrítica, e também de observar como o teor de martensita e de ferrita varia com a temperatura de austenitização nesta região.

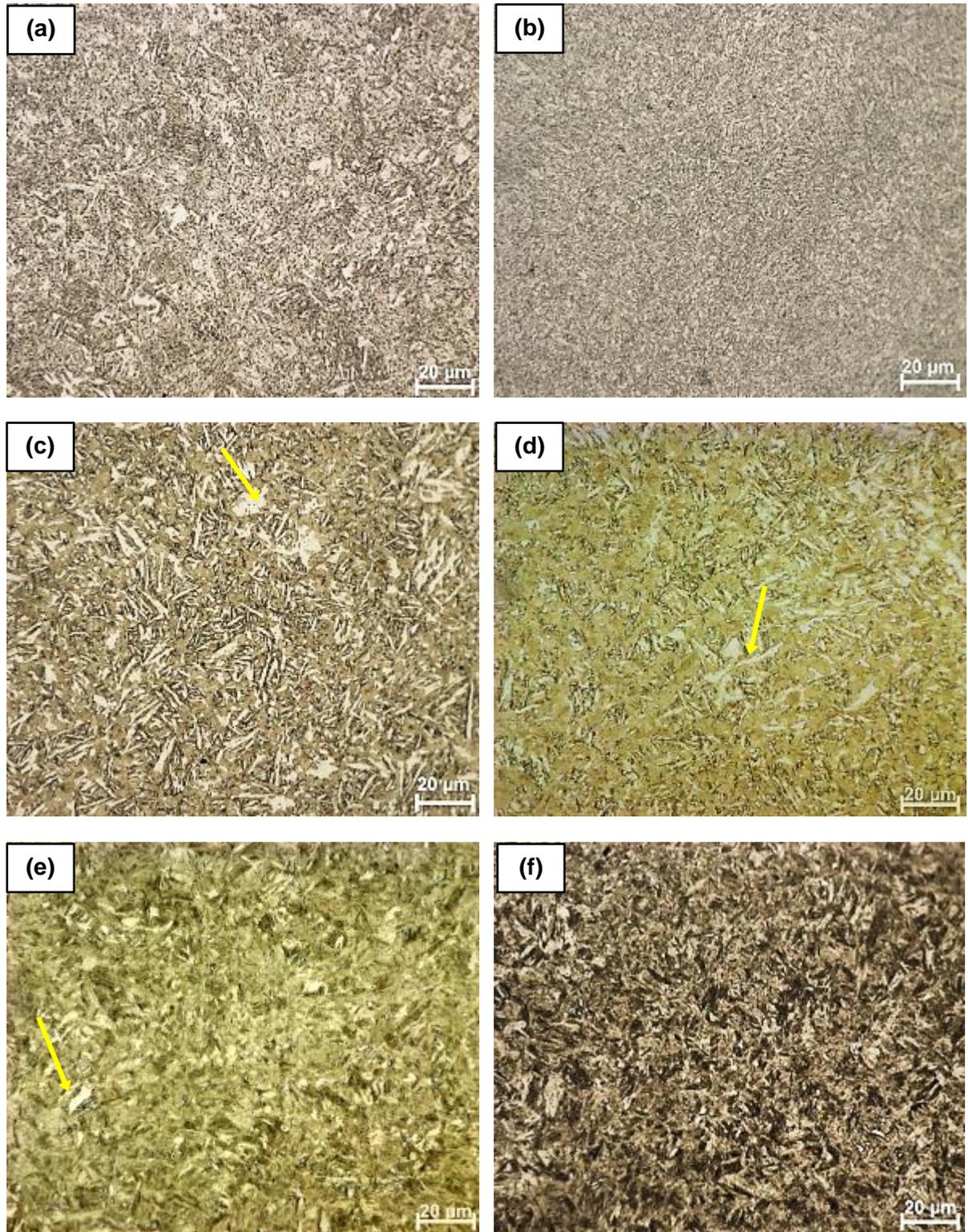


Figura 4.11 – Microestrutura obtida após ataque com NITAL 2 %, seguido de Metabisulfito de Sódio, para o aço 4130-M, austenitizado na zona intercrítica do diagrama Fe-C nas temperaturas de: (a) 730 °C, (b) 750 °C, (c) 770 °C, (d) 790 °C, (e) 810 °C e (f) 830 °C. As setas indicam a ferrita.

Percebe-se que para as temperaturas mais baixas (730 °C e 750 °C para o aço 4130-M), a microestrutura é de martensita revenida, ou seja, não se atingiu a zona intercrítica. Outro indício de que não se atingiu a zona intercrítica para estas temperaturas é o valor de dureza, indicado na Fig. 4.10, em torno de 20 HRC. De acordo com a caracterização mecânica destes aços no estado como fornecido, realizada por Melo *et al.* (2019), tem-se que suas durezas na condição de como recebido estão em torno de 32 HRC para o aço 4137-M e 25 HRC para o aço 4130-M. Portanto, a queda da dureza para valores em torno de 20 HRC indica que, para estas temperaturas, houve apenas o coalescimento das partículas de cementita.

Mais adiante, quando a têmpera é realizada em temperaturas mais altas ($750\text{ °C} < T < 810\text{ °C}$), observam-se distintamente as duas fases presentes na microestrutura dos aços, sendo a matriz martensítica e a ferrita na cor branca (indicada pelas setas amarelas). Nestas temperaturas de austenitização, os aços já se encontram na zona intercrítica e, assim como esperado, o teor de ferrita, bem como a dureza, variam com a temperatura de austenitização. Basicamente, tem-se que quanto maior a temperatura de austenitização na zona intercrítica, maior será a dureza final obtida e menor será o teor de ferrita, tendência esta que pode ser observada na Fig. 4.10.

Por fim, para os tratamentos de têmpera na zona intercrítica, realizados a partir de 810 °C para o aço 4130-M, obteve-se uma estrutura completamente martensítica ou com baixíssimos teores de ferrita. Para estas temperaturas, o aço já se encontra na região de completa austenitização, resultando uma estrutura final após a têmpera constituída apenas por martensita.

A partir destes ensaios foi selecionada a temperatura de 770 °C para austenitização na zona intercrítica tendo em vista que nessa condição o aço 4130-M apresenta dureza próxima de 40 HRC. Posteriormente, foi adicionado um revenimento a 350 °C por 1 hora para alívio de tensões na martensita.

4.2. Resultados da Caracterização do Material

Nesta seção apresenta-se a caracterização do material ensaiado envolvendo caracterização microestrutural e obtenção das propriedades mecânicas. De forma a facilitar a separação e entendimento dos dados adotou-se a seguinte nomenclatura:

- Aço 4130-M (F) e aço 4137-M (C);
- *Dual-Phase* (DP), maior tamanho de grão (G) e menor tamanho de grão (g);
- Os valores de dureza serão indicados na nomenclatura.

Por exemplo, o aço F36-g se refere ao aço 4130-M com menor tamanho de grão e dureza de 36 HRC. Os resultados da caracterização do material são mostrados nos tópicos seguintes.

4.2.1. Resultados da Caracterização Microestrutural

4.2.1.1. Material Temperado

A caracterização microestrutural dos aços 4130-M e 4137-M na condição temperada foi realizada via MEV. Nessas análises procurou-se observar a morfologia da martensita formada e identificar uma possível mudança da mesma com o tamanho do antigo grão austenítico. Esta análise foi realizada para os dois aços austenitizados a 870 °C e 1070 °C por 1 hora. Os resultados obtidos podem ser vistos nas Figs. de 4.12 a 4.16.

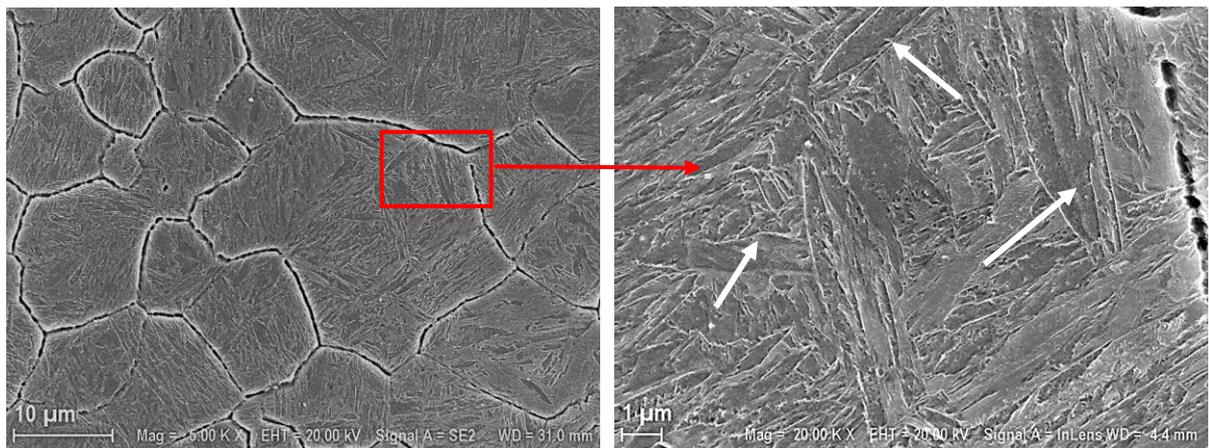


Figura 4.12 - Microestrutura do aço 4137-M, austenitizado a 870 °C por 1 hora. As setas indicam as placas de martensita. Ataque com Tapol, seguido de NITAL 2 %, MEV.

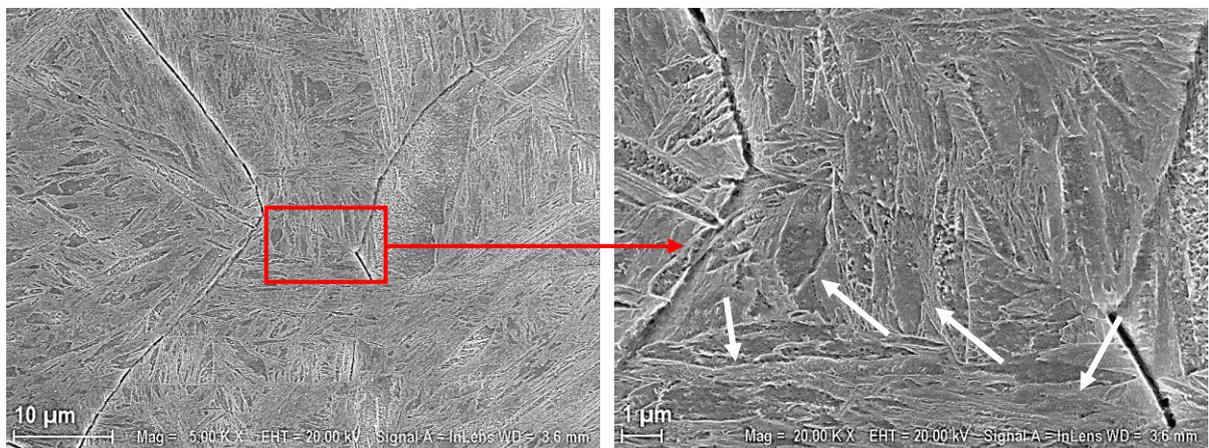


Figura 4.13- Microestrutura do aço 4137-M, austenitizado a 1070 °C por 1 hora. As setas indicam as placas de martensita. Ataque com Tapol seguido de NITAL 2 %, MEV.

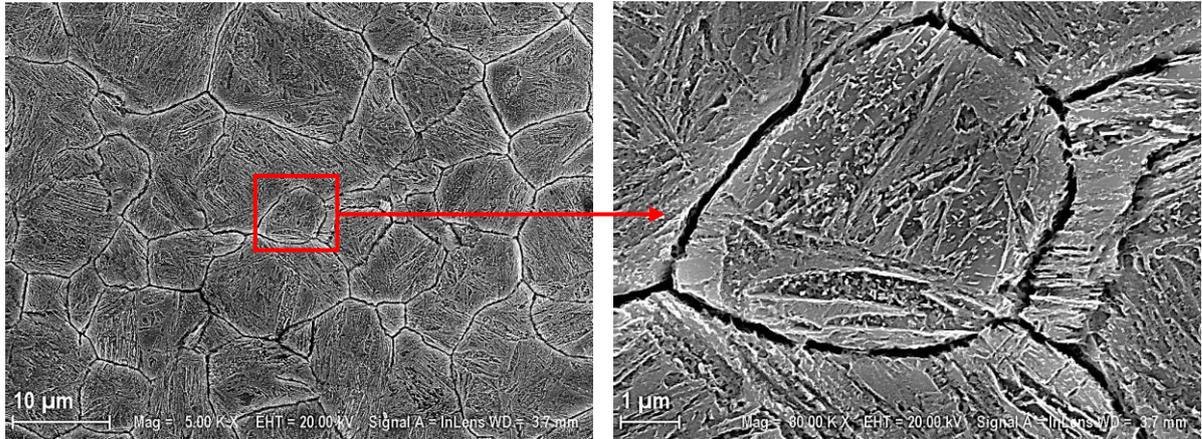


Figura 4.14- Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 870 °C por 1 hora. Ataque com Tepol seguido de NITAL 2 %, MEV.

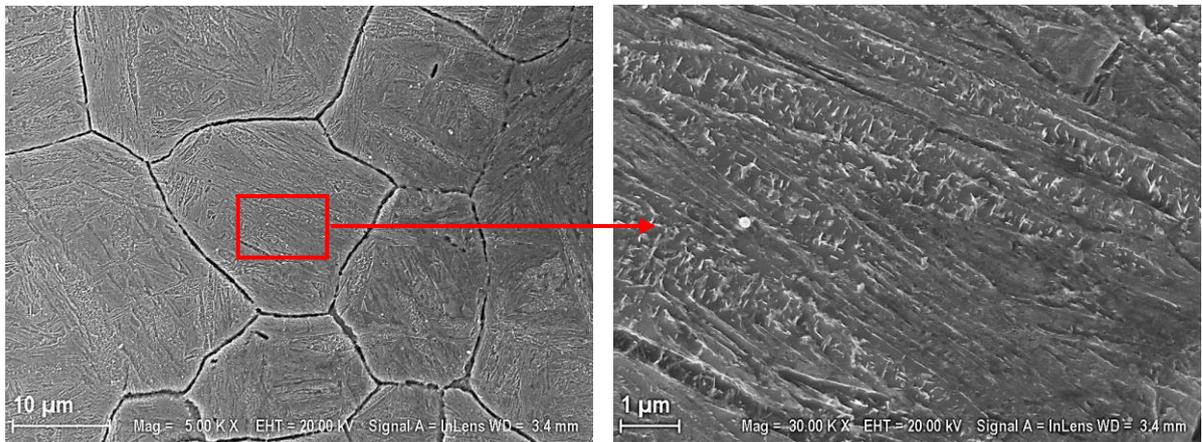


Figura 4.15- Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 1070 °C por 1 hora. Ataque com Tepol seguido de NITAL 2 %, MEV.

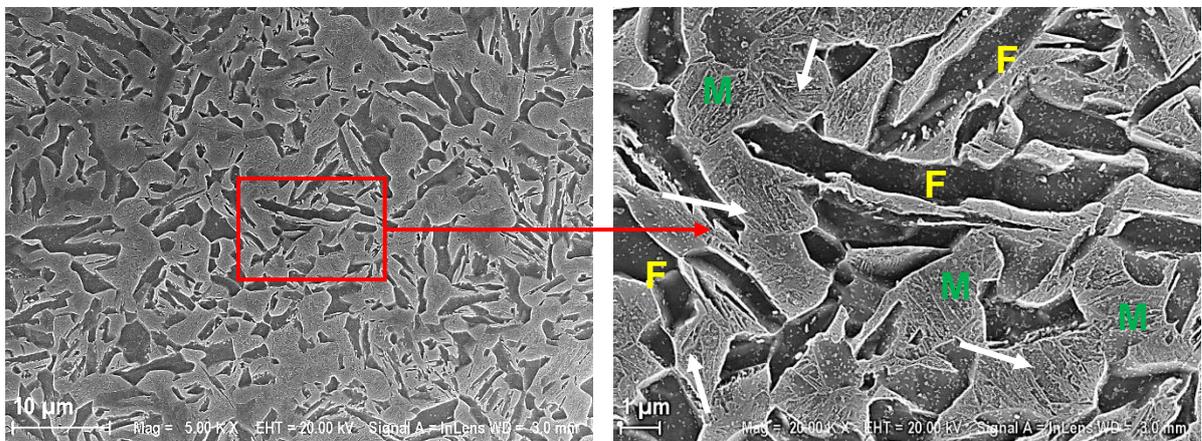


Figura 4.16 - Microestrutura do aço 4130-M, austenitizado a 770 °C por 1 hora. As setas brancas indicam placas de martensita. Ataque com NITAL 2 % seguido de metabissulfato de sódio, MEV.

Das Figs. 4.12 a 4.15 é possível notar uma diferença no tipo de martensita formada nos dois aços. O aço 4137-M tende a formar uma estrutura martensítica mista, com presença de ripas e placas de martensita. Já o aço 4130-M forma apenas ripas de martensita. Estes resultados estão em consonância com os obtidos por He; Rao; Tan (1996), que identificaram uma estrutura martensítica mista em aços com teor de carbono variando de 0,38 % a 0,68 %, enquanto que aços com teor de carbono de no máximo 0,27 % apresentaram somente ripas de martensita. Pous-Romero; Bhadeshia (2014) encontraram placas de martensita em um aço SA508 (0,17 % C) após austenitizar em temperaturas variando de 860 °C a 1200 °C. Estas placas resultam do coalescimento de plaquetas de martensita de mesma orientação onde a força propulsora deste fenômeno pode ser as próprias tensões geradas durante o rápido resfriamento na têmpera. Por serem homogêneas cristalograficamente, as placas de martensita oferecem baixa resistência à propagação de trinca por clivagem, resultando em uma baixa tenacidade à fratura no aço. Além disso, a martensita em placas possui uma subestrutura constituída por maclas, enquanto que na martensita em ripas essa subestrutura é composta por discordâncias. Sun *et al.* (2018) observaram que, em aços de alto teor de carbono, a estrutura martensítica com grande quantidade de maclas leva a uma fratura frágil, enquanto que aquela composta por discordâncias apresenta uma fratura dúctil, evidenciando a maior tenacidade da martensita neste último caso.

Quanto à diferença entre a martensita formada nos aços para o menor e o maior tamanho de grão, visualmente notou-se que o comprimento das ripas e das placas tende a ser maior com o aumento no tamanho de grão para os dois aços. Isso já era esperado, uma vez que as ripas e as placas de martensita começam a se formar no contorno de grão e crescem até que encontrem outro contorno de grão. Em aços martensíticos, tem sido reportado que menores tamanhos de grão do antigo grão austenítico levam a menores “pacotes” de martensita, o que aumenta significativamente a resistência mecânica e a tenacidade (MORITO *et al.*, 2005). Pous-Romero; Bhadeshia (2014) também observaram uma clara relação entre o comprimento das placas de martensita e o tamanho do grão austenítico, onde pequenos tamanhos de grão levam a pequenos tamanhos de placas de martensita. Logo, o refino do grão aumenta a resistência à propagação de trincas nos aços, uma vez que diminuindo o tamanho das ripas e das placas, a trinca muda de orientação entre um pacote e outro, aumentando a sua dificuldade de propagação.

Já na Fig. 4.16 é possível observar a presença da ferrita (indicada pela letra F), em baixo relevo, na cor cinza escuro, distribuindo-se uniformemente nos contornos do AGA da matriz martensítica (indicada pela letra M), em alto relevo na cor cinza claro. A fração volumétrica de ferrita medida utilizando o método de contagem manual de pontos, especificado pela norma ASTM E562 (2011), foi de $27,1 \pm 2,2$ % ($\bar{F} + IC95$ %) de ferrita,

considerando um intervalo de confiança de 95 %. Também foi possível identificar estruturas semelhantes a placas de martensita (indicadas pelas setas brancas na Fig. 4.16) juntamente com as ripas. A presença das placas é possível, uma vez que a formação da ferrita durante o tratamento na zona intercrítica leva a um aumento do teor de carbono da martensita adjacente, que, por sua vez, aumenta sua tendência à formação de placas.

Não foi possível medir o tamanho do AGA do aço 4130-M na condição DP, uma vez que a presença de ferrita fina dispersa na microestrutura influenciou na contagem dos contornos de grão, acabando por se misturar aos contornos do AGA da martensita. No entanto, como pode ser visto na Fig. 4.3, o tamanho do AGA do aço 4130-M é diretamente relacionado à temperatura de austenitização, de forma que é esperado que a condição DP apresente o menor tamanho do AGA dentre as condições ensaiadas. Logo, apesar de apresentar placas de martensita, que são deletérias para a tenacidade do material, o menor tamanho do AGA limita o comprimento das placas, atenuando seu efeito.

4.2.1.2. *Material Revenido*

Neste trabalho foi realizada a análise microestrutural apenas das amostras com a dureza de interesse para os ensaios ISL, as quais são 44 HRC, 40 HRC, 36 HRC e 32 HRC para o aço 4130-M e 40 HRC e 32 HRC para o aço 4137-M. As imagens da microestrutura obtidas via MEV e os mapas de polo inverso em Z e padrão de qualidade obtidos via EBSD podem ser vistos nas Figs. 4.17 a 4.20. Na caracterização realizada por EBSD os contornos da microestrutura foram reconstruídos utilizando *software* do equipamento Esprite® e classificados conforme o seu ângulo de misorientação (θ_M). Baseando em trabalhos da literatura, os contornos de grãos com ângulos entre $2^\circ \leq \theta_M \leq 15^\circ$ foram classificados como contornos de baixo ângulo (CBA). Os contornos com ângulos entre $15^\circ < \theta_M \leq 62,8^\circ$ foram classificados como contornos de alto ângulo (CAA) (HEJAZI *et al.*, 2014; ZHANG *et al.*, 2019). A porcentagem de contornos de baixo e alto ângulo, obtida analisando-se três campos diferentes para cada condição microestrutural, pode ser vista na Fig. 4.21.

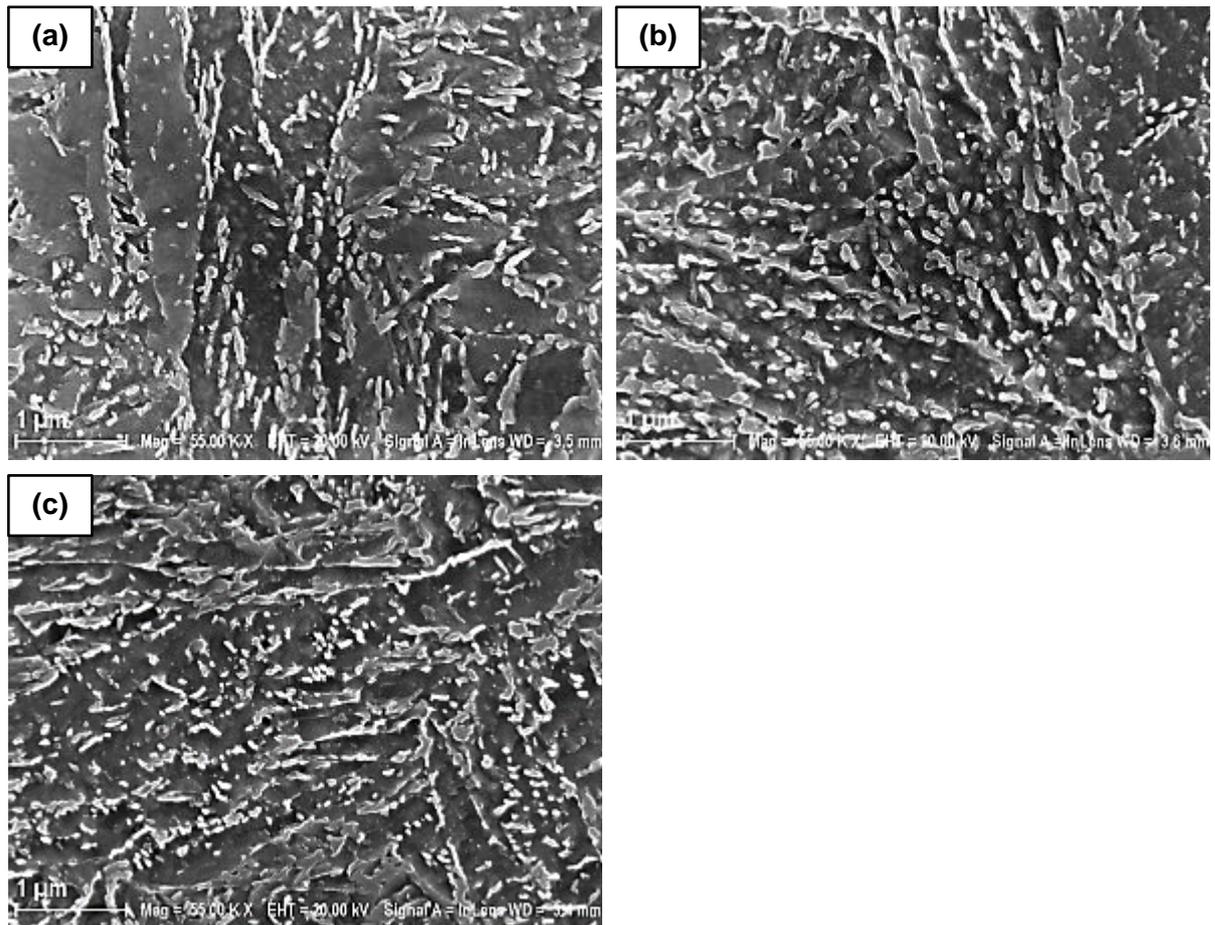


Figura 4.17 – Microestrutura do aço 4137-M nas condições C40-g (a), C32-g (b) e C40-G (c). Ataque com NITAL 2 %, MEV.

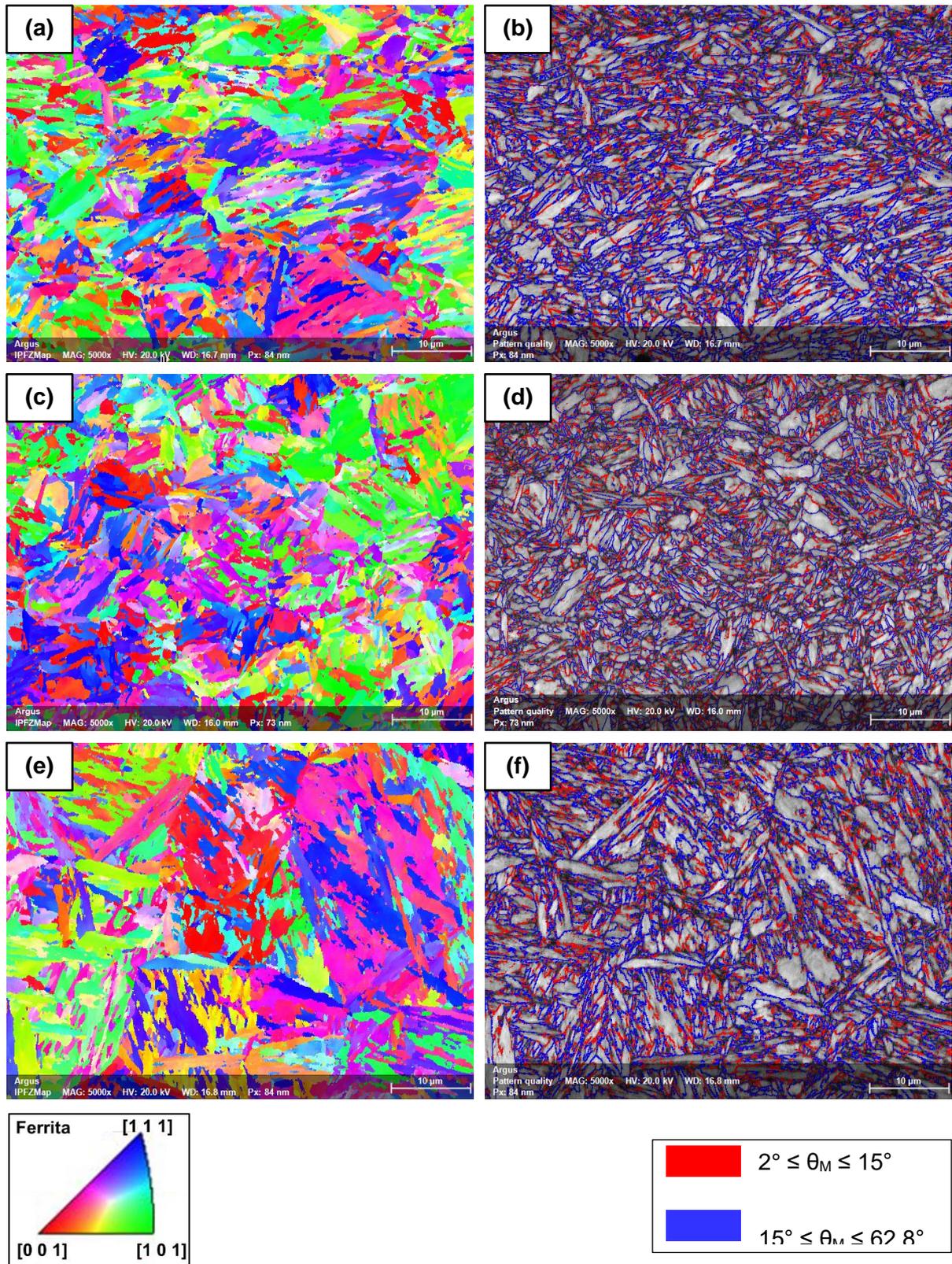


Figura 4.18 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e) e padrão de qualidade com os contornos de alto e baixo ângulo reconstruídos (b, d, f) do aço 4137-M nas condições C40-g (a, b), C32-g (c, d) e C40-G (e, f).

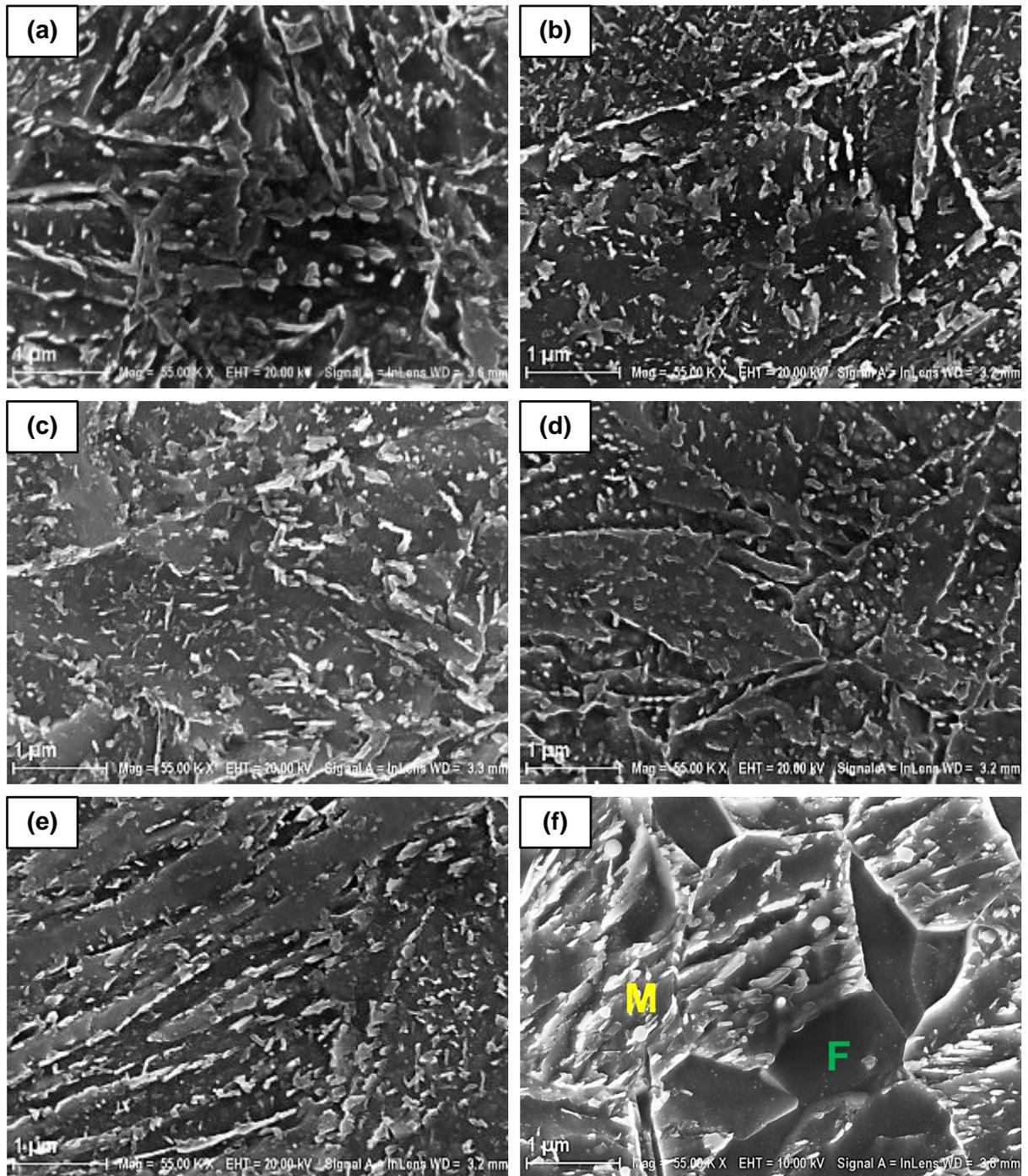


Figura 4.19 – Microestrutura do aço 4130-M nas condições F44-g (a), F40-g (b), F36-g (c), F32-g (d), F40-G (e) e F40-DP (f). Ataque com NITAL 2 %, MEV.

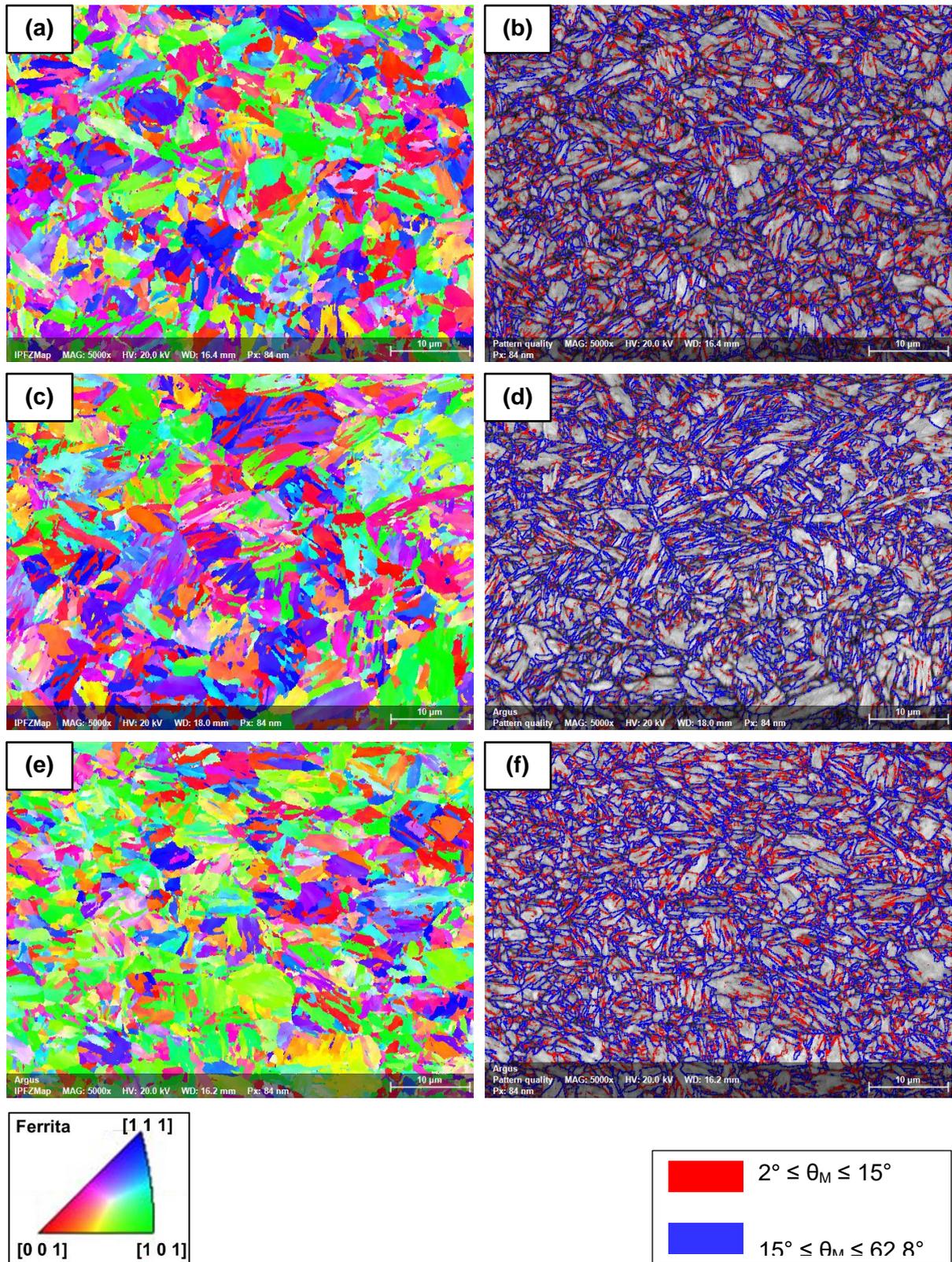


Figura 4.20 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e, g, i, k) e padrão de qualidade com os contornos de alto e baixo ângulo reconstruídos (b, d, f, h, j, l) do aço 4130-M nas condições F44-g (a, b), F40-g (c, c), F36-g (e, f), F32-g (g, h), F40-G (i, j) e F40-DP (k, l).

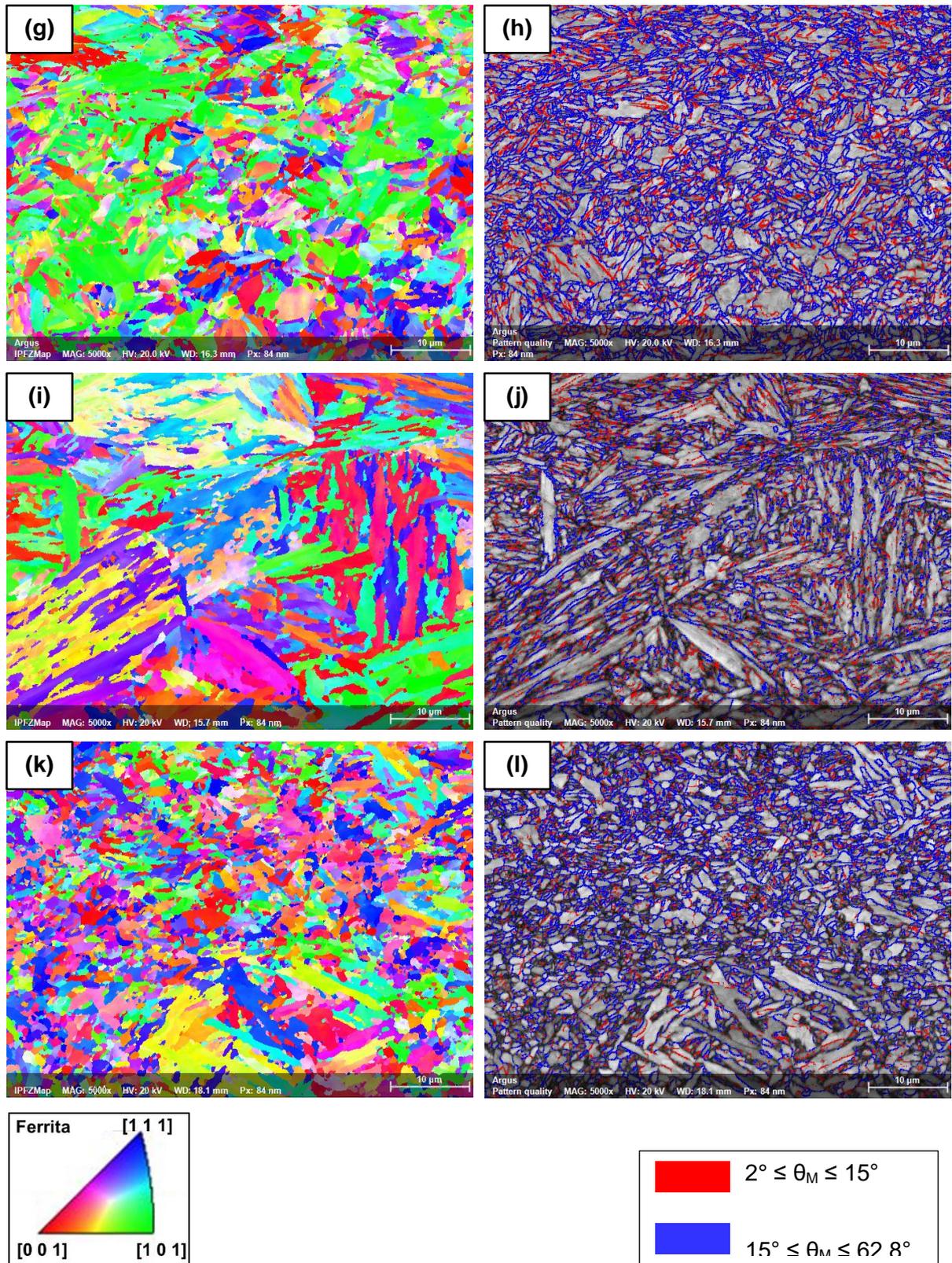


Figura 4.20 - Continuação.

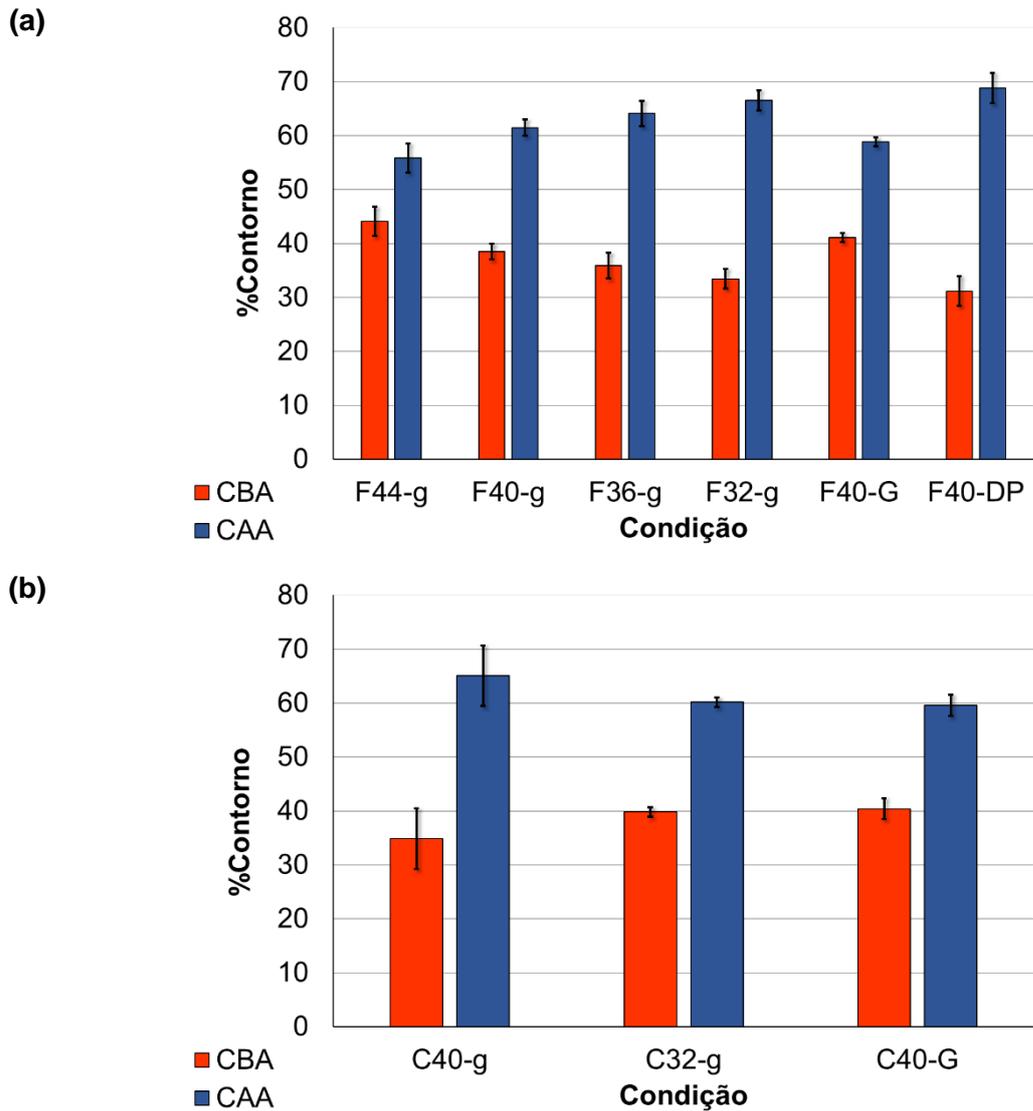


Figura 4.21 – Fração de contornos de baixo e alto ângulo, obtida via EBSD para os aços 4130-M (a) e 4137-M (b) após o revenimento. As barras de erro representam o intervalo de confiança de 95 %.

As amostras revenidas mostraram a típica estrutura da martensita revenida que, basicamente, se constitui de finos precipitados de Fe_3C dispersos numa matriz ferrítica. Adicionalmente, o aço 4130-M na condição F40-DP, que, além da martensita revenida, apresenta também ferrita homogeneamente dispersa nos contornos do AGA. À medida que a temperatura de revenimento aumenta, há o aumento da mobilidade do carbono que se separa da estrutura martensítica e se precipita na forma de Fe_3C na matriz ferrítica do material. Como resultado, há uma descaracterização da estrutura martensítica inicial, onde finas partículas de cementita se precipitam nos contornos do antigo grão austenítico e também nos contornos

das ripas e das placas de martensita. Visualmente percebe-se a mudança do formato alongado da cementita para um formato mais arredondado à medida que a temperatura de revenimento aumenta, como mostrado nas Figs. 4.17 e 4.19. Isso acontece devido à esferoidização dos precipitados de Fe_3C para diminuir a relação área/volume de carbonetos, minimizando a energia livre (KRAUSS, 2012).

Vale salientar que os precipitados finos dispersos na matriz ferrítica atuam como sítios aprisionadores de hidrogênio. Como a quantidade, o formato e o tamanho destes variam com a temperatura de revenimento, a difusividade e a solubilidade do hidrogênio também variam e, conseqüentemente, as condições para fragilização do material (NAGUMO, 2016).

Não foi observada variação significativa da fração dos CBA e CAA entre as diferentes durezas para a condição de menor tamanho de grão para os dois aços. Por outro lado, tanto para o aço 4130-M como para o aço 4137-M, houve uma queda significativa na fração de contornos de alto ângulo ao se comparar as condições com 40-g e 40-G, como mostrado na Fig. 4.21. Tal comportamento é esperado, uma vez que os contornos do AGA e dos pacotes de martensita são tidos como sendo de alto ângulo. Portanto, ao se aumentar o diâmetro do AGA tem-se uma queda na densidade destes contornos, o que se traduz na queda da fração de CAA observada. Além disso, observa-se que a condição F40-DP apresenta maior porcentagem de CAA do que a observada nas condições F40-g e F40-G. Por apresentar um menor tamanho do AGA que as outras duas condições e a interface ferrita/martensita, que também é um CAA, este resultado é esperado. É importante ressaltar que estes contornos são conhecidos por serem armadilhas de hidrogênio e, além disso, os CAA são dados como sendo armadilhas de hidrogênio fortes ou irreversíveis. Portanto, sua quantidade e disposição na microestrutura têm influência direta na difusividade do hidrogênio dos aços.

4.2.1.3. Inclusões Não-Metálicas

Ambos os aços 4130-M e 4137-M apresentam uma quantidade de inclusões não-metálicas na sua microestrutura, que são, basicamente, MnS, Mn-S-Ca, AlO e Al-O-Mg. A quantificação do teor de inclusões não metálicas dos dois aços foi realizada por Melo *et al.* (2019) e são de $0,05 \pm 0,01$ % para o aço 4130-M e $0,18 \pm 0,02$ % para o aço 4137-M. As Figs. de 4.22 a 4.25 a seguir mostram algumas imagens destas inclusões. Como a forma e o teor de inclusões não-metálicas não mudam com a temperatura de revenimento, a caracterização foi realizada nas condições F40-g e C40-g.

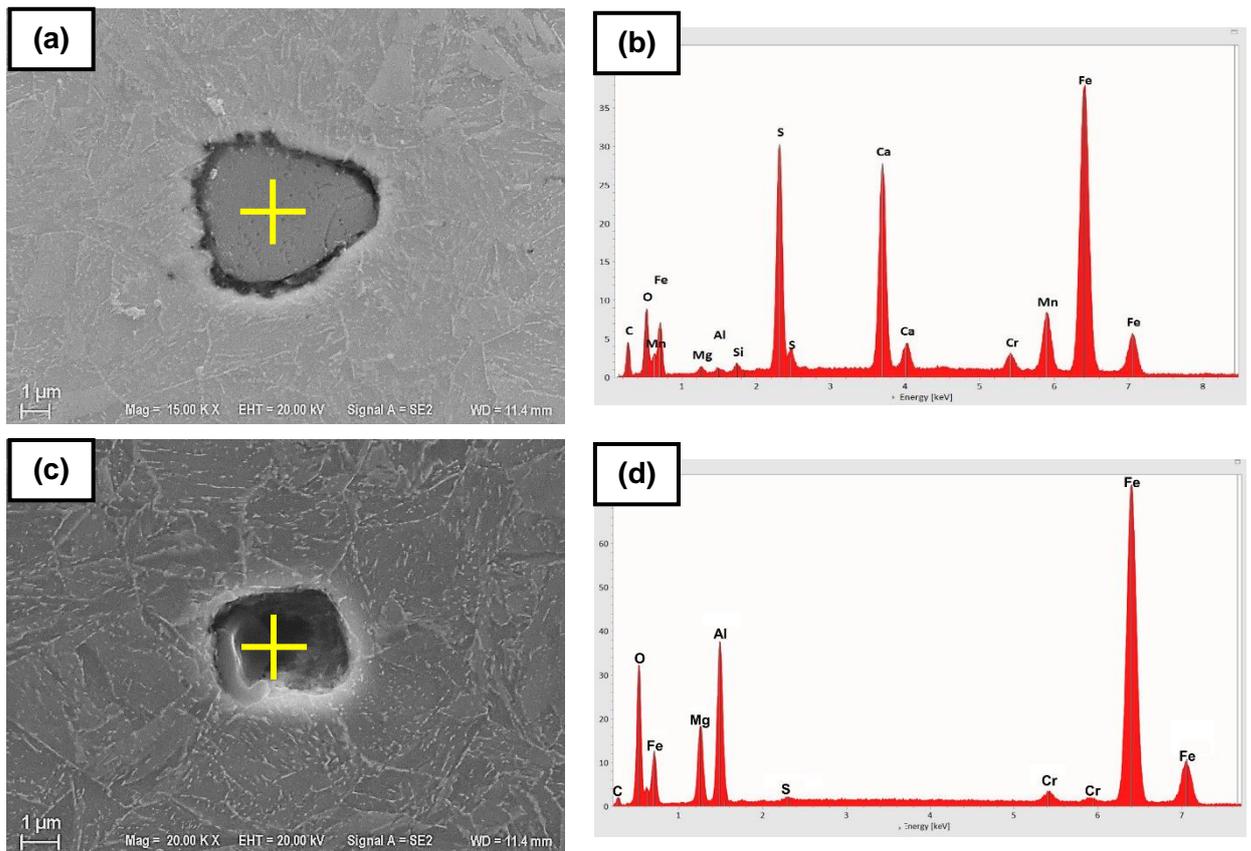


Figura 4.22 - Inclusões não-metálicas do aço 4130-M, mostrando Mn-S-Ca (a, b) e O-Al-Mg (c, d). Os espectros (b, d) foram realizados nas regiões marcadas (a, c).

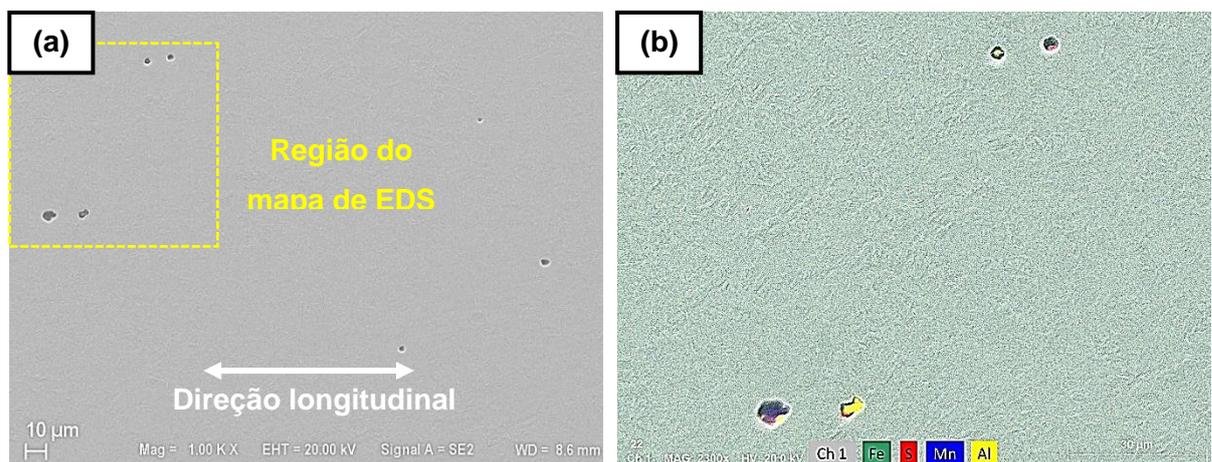


Figura 4.23 - Inclusões não-metálicas observadas no aço 4130-M. Imagem obtida por MEV (a) e seu respectivo mapa de elementos obtido por EDS (b).

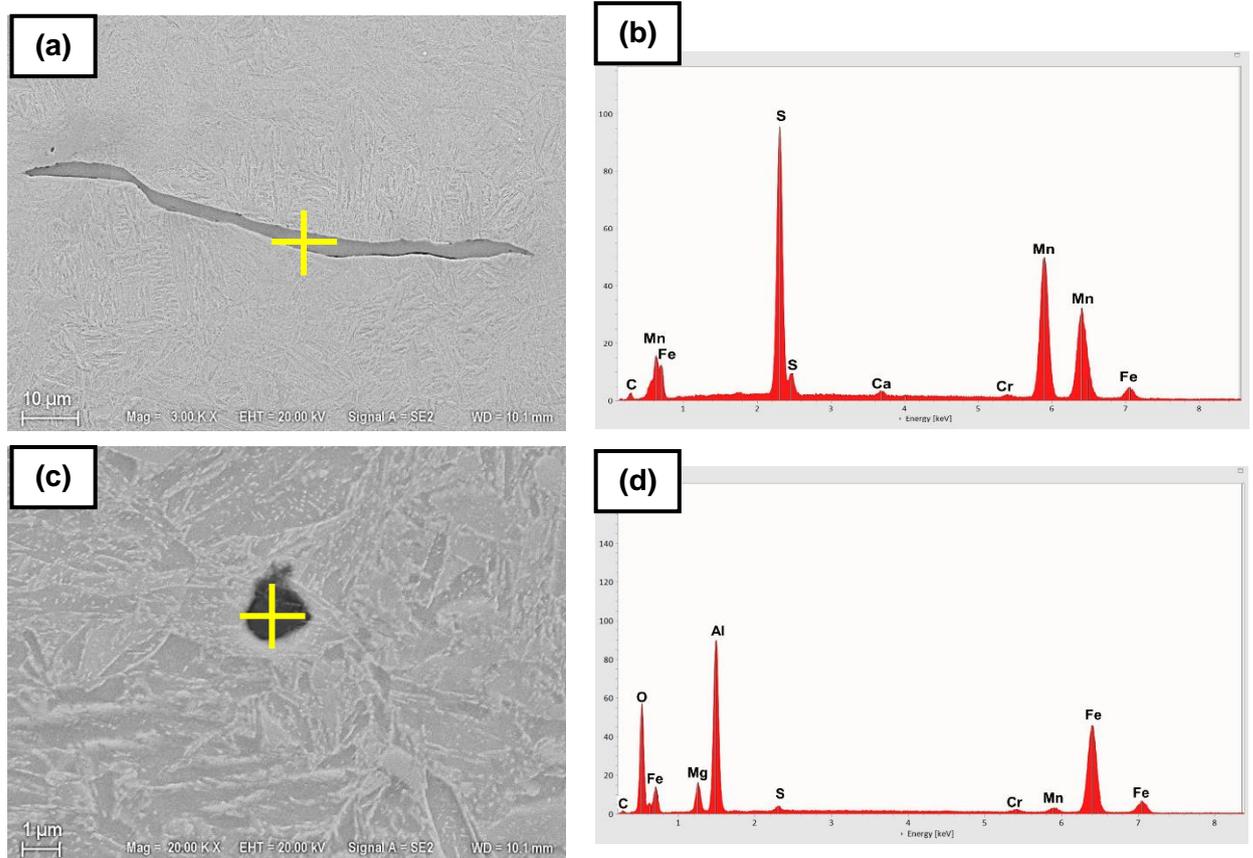


Figura 4.24 - Inclusões não-metálicas do aço 4137-M mostrando Mn-S-Ca (a, b) e O-Al-Mg (c, d). Os espectros (b, d) foram realizados nas regiões marcadas (a, c).

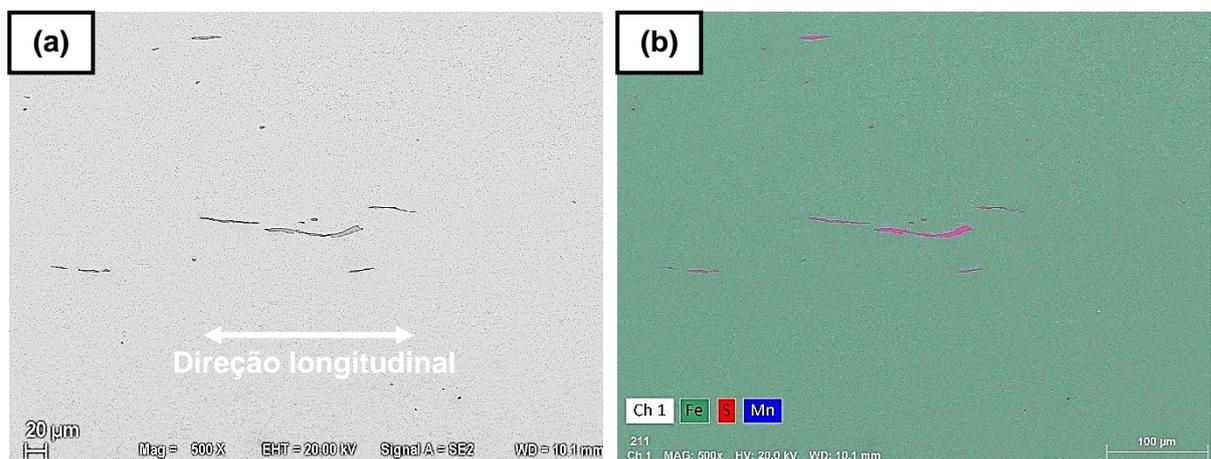


Figura 4.25 – Inclusões não-metálicas observadas no aço 4137-M. Imagem obtida por MEV (a) e seu respectivo mapa de elementos obtido por EDS (b).

A partir das Figs. 4.22 e 4.23 nota-se que o aço 4130-M apresenta inclusões menores e aproximadamente esféricas, principalmente MnS. Esta característica é oriunda da presença da adição de Ca neste aço, que é utilizado com o objetivo de arredondar inclusões (CICUTTI; MADÍAS; GONZÁLEZ, 1997). Já o aço 4137-M apresenta inclusões maiores e, em sua

maioria, alongadas na direção longitudinal do tubo, como mostram as Figs. 4.24 e 4.25. Esta característica foi identificada por Melo *et al.* (2019) como sendo deletéria em relação à SFH do aço 4137-M quando a trinca se propaga na direção longitudinal do *tool-joint*. Este comportamento vem do fato de a interface matriz/MnS ser uma interface incoerente e, portanto, uma armadilha forte de hidrogênio e por ser alongada, age como um concentrador de tensão que faz com que seja um sítio de provável de nucleação e/ou propagação de trincas induzidas por hidrogênio, principalmente se o plano de propagação da trinca coincidir com a direção de alongamento da inclusão.

4.2.2. Resultados da Caracterização Mecânica

Para avaliar as propriedades mecânicas resultantes de cada tratamento térmico foram realizados ensaios de tração de acordo com os parâmetros estabelecidos pela norma ASTM E8/E8M (2016) e ensaios de impacto Charpy com corpos de prova miniaturizados (mini-Charpy). Os resultados obtidos podem ser vistos na Tab. 4.3 e na Fig. 4.26 a seguir.

Tabela 4.3 – Resultados dos ensaios de tração representados pela média \pm o intervalo de confiança de 95 %.

Material	Condição	HRC	Limite de Escoamento (σ_{ys}) [MPa]	Limite de Resistência à Tração (σ_{UTS}) [MPa]	Deformação Máxima [%]
4137-M	C40-g	39,4 \pm 0,8	1239,8 \pm 2,3	1316,5 \pm 7,2	16,1
	C32-g	32,6 \pm 0,8	981,4 \pm 15,5	1075,8 \pm 15,3	20,3
	C40-G	38,8 \pm 0,8	1144,1 \pm 16,2	1272,9 \pm 13,2	15,8
4130-M	F44-g	43,0 \pm 0,8	1352,9 \pm 20,5	1431,4 \pm 21,1	14,1
	F40-g	39,2 \pm 0,8	1206,7 \pm 20,4	1280,7 \pm 17,8	18,2
	F36-g	35,9 \pm 0,8	1108,0 \pm 23,2	1185,8 \pm 20,2	18,0
	F32-g	32,0 \pm 0,8	952,0 \pm 23,9	1040,5 \pm 19,5	21,4
	F40-G	39,4 \pm 0,8	1145,7 \pm 9,1	1292,9 \pm 9,0	17,3
	F40-DP	39,8 \pm 0,8	1041,7 \pm 35,1	1301,5 \pm 39,8	13,1

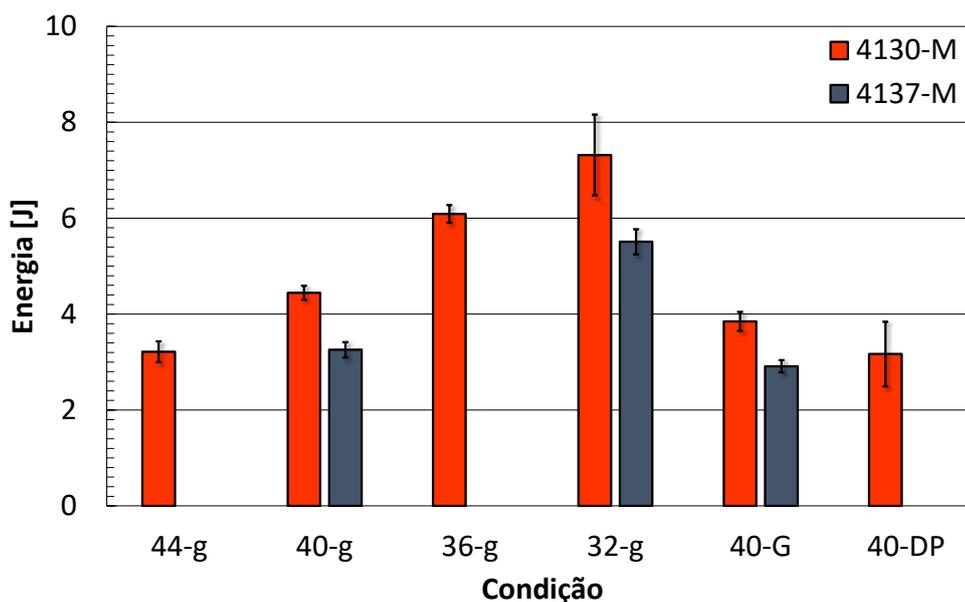


Figura 4.26 - Resultados do ensaio de impacto mini-Charpy a 22 °C.

Os resultados dos ensaios de tração são imprescindíveis para a realização dos ensaios ISL. Para validar a condição de carregamento ao ar, a carga máxima obtida, P_{FFS} , deve gerar uma tensão σ_{FFS} contida no intervalo delimitado por $1,2 \cdot \sigma_{UTS} \leq \sigma_{FFS} \leq 2,0 \cdot \sigma_{UTS}$, onde σ_{UTS} é o limite de resistência à tração, obtido do ensaio de tração (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2018c; RAYMOND, 2009).

Da Tab. 4.3 percebe-se que as propriedades obtidas do ensaio de tração encontram-se relativamente próximas para as condições de mesma dureza para os dois aços. Este resultado só foi possível graças à obtenção das curvas de revenimento que possibilitaram controlar, tanto a dureza, como as condições de tratamento térmico.

Os resultados dos ensaios mini-Charpy mostram, como esperado, que a energia de fratura aumenta com a diminuição da dureza. Com relação ao tamanho do antigo grão austenítico, observou-se uma redução da energia de fratura na medida em que se aumenta o tamanho do grão para uma mesma dureza. Este comportamento está associado à maior concentração de discordâncias no contorno de grão para as amostras com grãos grandes, favorecendo a formação de trincas nos contornos de grão.

O aço 4130-M na condição F40-DP mostrou uma energia de fratura menor que as outras duas condições com 40 HRC (F40-g e F40-G). Isso se deve ao fato da martensita presente nessa condição possuir um maior teor de carbono, sendo assim mais dura e mais frágil (o que foi confirmado por ensaios de nanodureza) e também ao baixo teor de ferrita (27,1 %), não sendo suficiente para retardar o avanço da trinca, como acontece nos aços *dual-phase* convencionais. Além disso, é esperado que a martensita com maior teor de

carbono da condição F40-DP também apresenta placas de martensita (vide Fig. 4.16-b) que naturalmente possuem menor resistência à propagação de trincas.

Por fim, ao comparar os dois aços, percebe-se que o aço 4130-M apresenta uma maior energia de fratura quando comparado ao aço 4137-M. A caracterização microestrutural dos dois aços mostrou que o aço 4137-M possui um maior tamanho de grão, um maior teor de inclusões não-metálicas e a formação de martensita em placas. Esses fatores diminuem a resistência à propagação de trinca do material, já que as inclusões não metálicas funcionam como concentradores de tensão e, quanto maior o tamanho do grão, maior a concentração de tensão no seu contorno. Já as placas de martensita, por serem maiores e mais homogêneas cristalograficamente do que as ripas, também apresentam menor resistência à propagação de trincas. Portanto, é de se esperar que o aço 4137-M possua uma menor energia de fratura no ensaio de impacto em relação à verificada no aço 4130-M.

4.2.2.1. Resultados dos Ensaios de Nanodureza no aço 4130-M com 40 HRC

A fim de se obter a dureza das fases ferrítica e martensítica do aço 4130-M na condição F40-DP foram realizados ensaios de nanodureza neste material. Baseando no procedimento adotado por Ghassemi-Armaki *et al.* (2014), nanodurezas foram realizadas utilizando uma força de 2,5 mN e numa matriz de indentações de 6 x 6, com espaçamento de ~6 μm entre as indentações. Os resultados obtidos podem ser vistos na Fig. 4.27. e na Tab. 4.4. Também foi aplicada a regra das fases (Eq. 4.1) para calcular a dureza do aço 4130-M na condição F40-DP e, assim, comparar com o resultado obtido no ensaio de nanodureza.

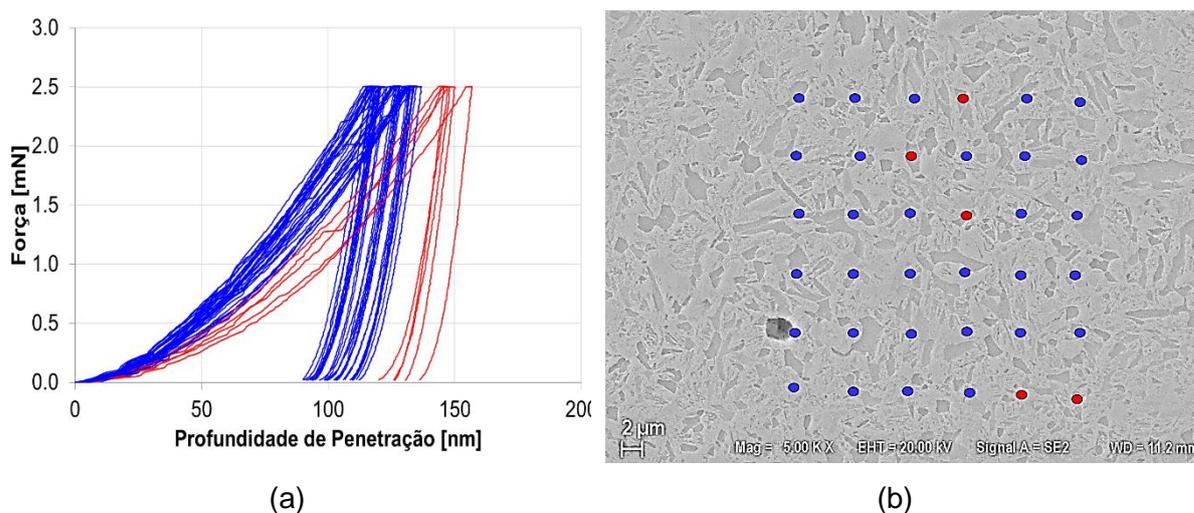


Figura 4.27 - Gráfico de força x profundidade de indentação dos ensaios de nanodureza realizados no aço 4130-M na condição F40-DP (a) juntamente com a posição das indentações na microestrutura (b).

Tabela 4.4 - Nanodureza Vickers do aço 4130-M na condição F40-DP, obtida com uma pré-carga de 2,5 mN (HV0,025), considerando um intervalo de confiança de 68,27 %.

Grupo	Dureza (HV0,025)
Geral	655,9 ± 109,1
Martensita (grupo azul)	690,7 ± 78,1
Ferrita (grupo vermelho)	469,9 ± 31,8

$$HVT = HVF \cdot \%F + HVM \cdot \%M \quad (4.1)$$

Onde *HVT* é a dureza Vickers total, *HVF* é a dureza Vickers da ferrita, *%F* é a porcentagem de ferrita, *HVM* é a dureza da martensita e *%M* é a porcentagem de martensita. Da Tab. 4.4 tem-se que *HVF* e *HVM* são iguais a 690,7 HV e 469,9 HV, respectivamente. Da caracterização microestrutural (Item 4.2.1) foram medidos um teor de 27,1 % de ferrita (*%F*) e 72,9 % de martensita (*HVM*). Substituindo estes valores na Eq. (4.1) tem-se uma dureza total (*HVT*) de 630,9 HV. É importante ressaltar que é esperado que o valor de dureza obtido nos ensaios de nanoindentação seja mais elevado do que comumente é observado em um ensaio de macrodureza, devido ao efeito de escala.

Nota-se da Fig. 4.27 que as curvas de indentação se distribuem em dois grupos, sendo um de maior (azul) e outro de menor dureza (vermelho). Observando a posição das indentações na microestrutura, percebe-se que o grupo azul se encontra na martensita, enquanto que o grupo de menor vermelho se localiza na ferrita. Além disso, utilizando a regra das fases para o cálculo da dureza do aço 4130-M na condição F40-DP, observou-se que o valor obtido para a dureza geral (630,9 HV) é próximo do medido nos ensaios de nanoindentação (655,9 HV). Portanto, é seguro afirmar que as curvas vermelhas representam a dureza da ferrita, enquanto que as curvas azuis se referem à dureza da martensita.

Para avaliar a diferença de dureza entre as microestruturas martensítica e *dual-phase* foi medida também a nanodureza de amostras do aço 4130-M com microestrutura martensítica nas condições F40-G e F40-g. Afim de facilitar o entendimento dos dados, os resultados foram separados em DP-M (martensita da condição F40-DP), DP-F (ferrita da condição F40-DP), G (martensita da condição F40-G) e g (martensita da condição F40-g). Os resultados foram analisados por meio de estatística não paramétrica utilizando o teste U de Mann Whitney. Os resultados obtidos podem ser vistos na Fig. 4.28 e os dados de nanodureza encontram-se no APÊNDICE D.

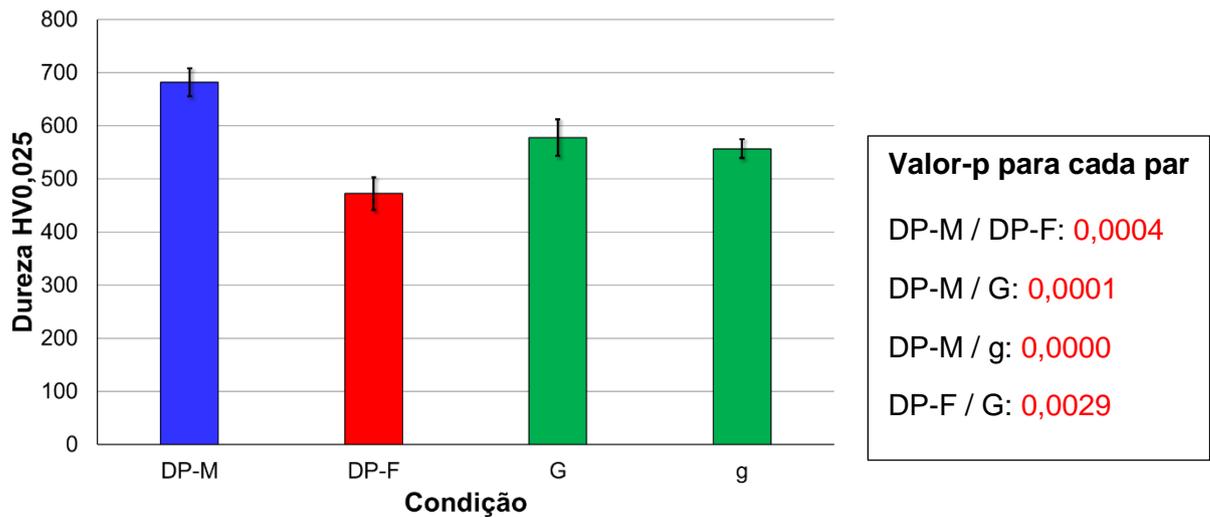


Figura 4.28 - Nanodureza medida em amostras do aço 4130-M com dureza de 40 HRC nas condições *dual-phase* (DP), maior tamanho do AGA (G) e menor tamanho do AGA (g). As barras de erro representam o intervalo de confiança de 95 %.

Os resultados da Fig. 4.28 confirmam que os dois grupos de nanodurezas medidas no ensaio de nanoindentação no aço 4130-M na condição F40-DP são significativamente diferentes entre si, haja vista que o valor-p menor que 0,05 significa que os resultados são significativamente diferentes. Da mesma forma, também se observou diferença significativa entre as nanodurezas medidas nas condições F40-G e F40-g quando comparadas à condição F40-DP. Por fim, comparando as condições F40-G e F40-g não foi observada diferença significativa entre suas nanodurezas, o que significa que elas são estatisticamente iguais. Isto já era esperado, uma vez que nestas condições, o aço possui uma estrutura completamente martensítica e, como foram tratados para uma dureza de 40 HRC, não apresentariam diferenças significativas de nanodureza. Por fim, observando a Fig. 4.28 pode-se concluir que a martensita do aço 4130-M na condição DP possui uma dureza maior que a martensita do mesmo aço nas condições F40-G e F40-g, enquanto que a ferrita possui o comportamento oposto, apresentando dureza menor do que as condições supracitadas. Este resultado é condizente, uma vez que os aços das três condições possuem uma dureza de 40 HRC, porém, para que a condição *dual-phase* apresente esta dureza, a sua martensita, necessariamente deve possuir uma dureza maior, haja vista a baixa dureza apresentada pela ferrita. Além disso, durante o mecanismo de formação da ferrita no tratamento térmico para obtenção da estrutura DP, o carbono é segregado, enriquecendo a martensita, e como a dureza da martensita depende do teor de carbono, o resultado final é de uma martensita de maior dureza.

4.3. Resultados dos Ensaio ISL

Neste tópico são mostrados os resultados dos ensaios ISL realizados nos aços 4130-M e 4137-M. Primeiramente são apresentados os ensaios realizados ao ar para a determinação da força de referência (P_{FFS}) e tensão de ruptura ao ar (σ_{FFS}). Na Figura 4.29 pode-se ver as curvas força vs. tempo dos ensaios realizados e na Tab.4.5 estão registrados os valores de P_{FFS} e σ_{FFS} . Como o resultado foi obtido realizando apenas um ensaio, conforme determinado pela norma ASTM F1624 (2018), não foi possível a obtenção de um intervalo de confiança de 95 %. As superfícies de fratura dos corpos de prova após a realização do ensaio podem ser vistas nas Figs. 4.30 e 4.31. Para facilitar o entendimento dos dados foi adotada a mesma nomenclatura dos ensaios *Charpy* miniaturizados.

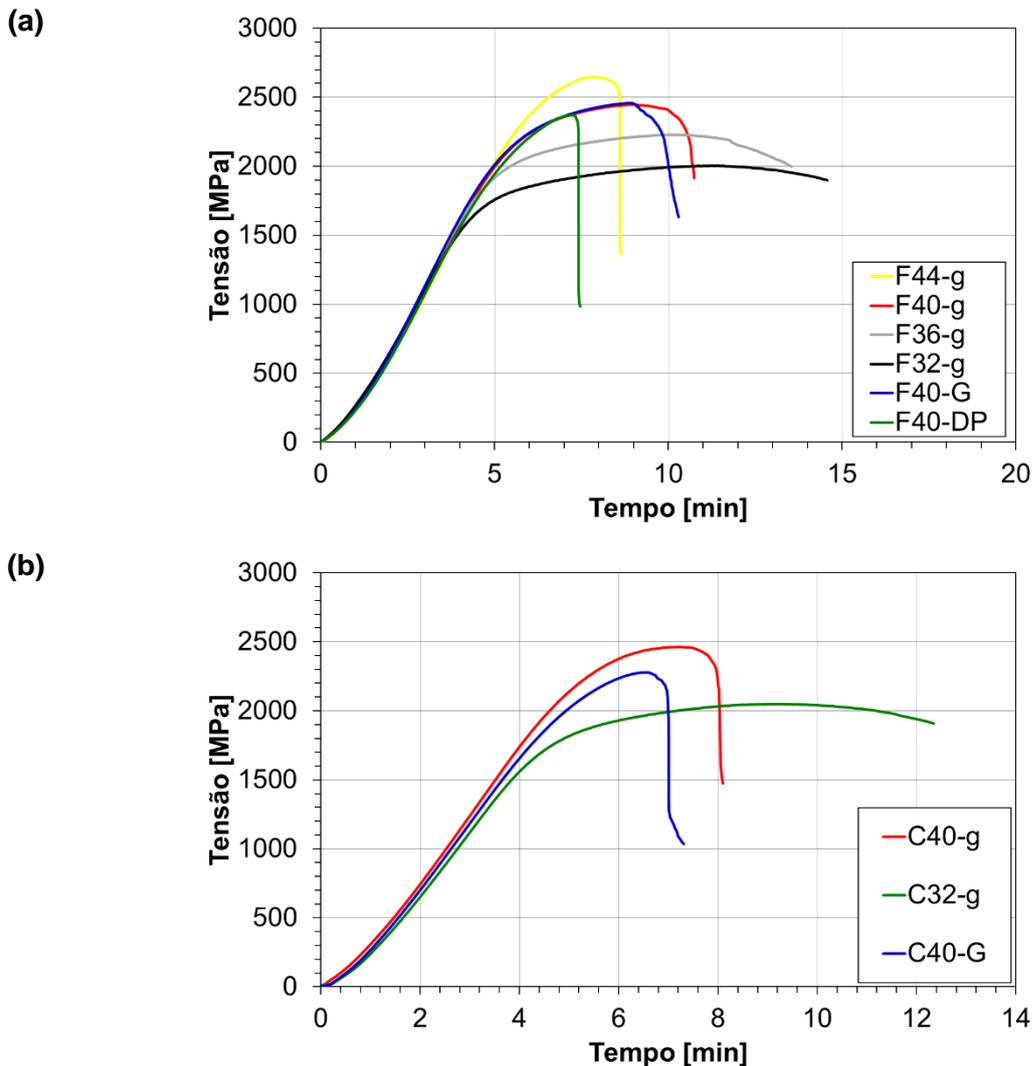
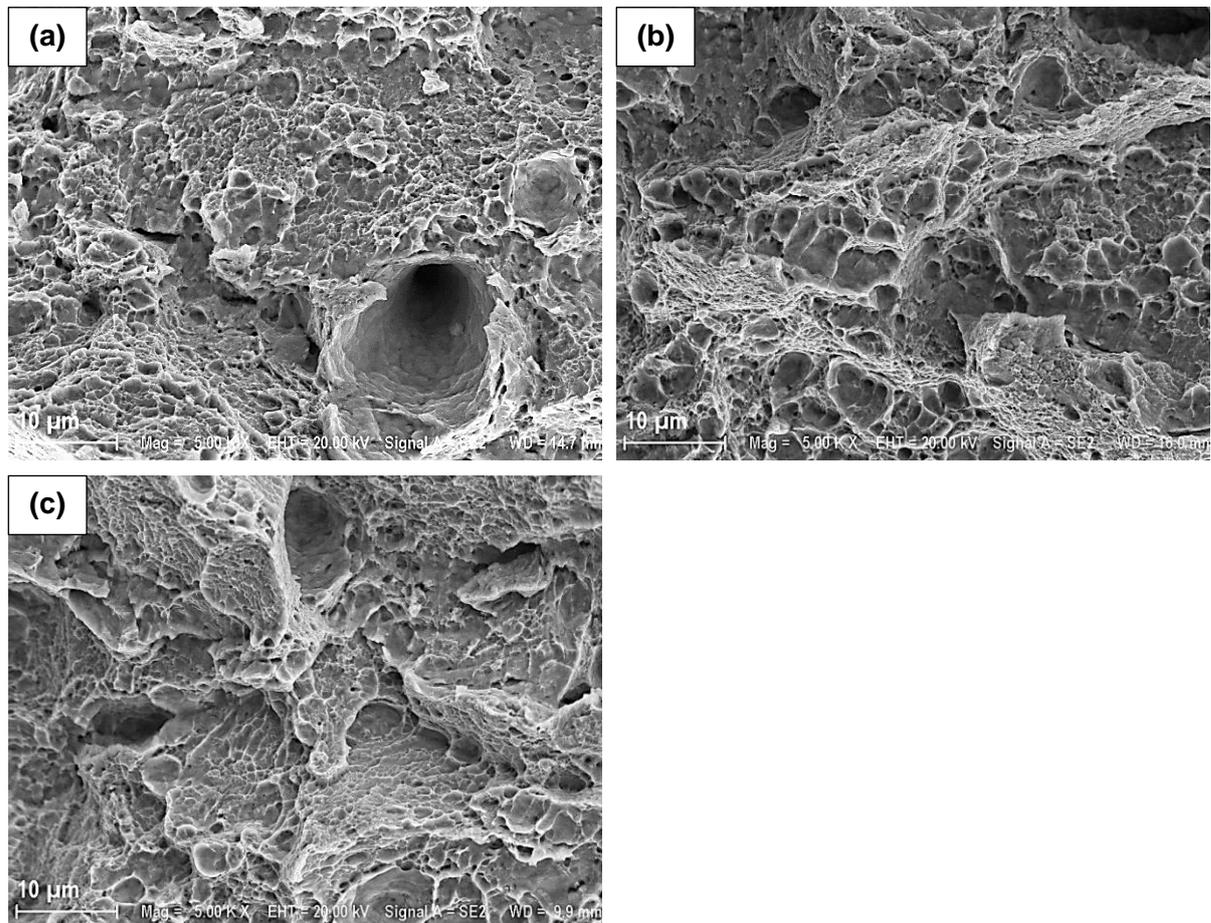


Figura 4.29 – Resultados dos ensaios de ISL ao ar, realizados para a determinação da σ_{FFS} para os aços 4130-M (a) e 4137-M (b).

Tabela 4.5 – Valores de P_{FFS} e σ_{FFS} obtidos nos ensaios ISL realizados ao ar.

Condição	Dureza Rockwell C	P_{FFS} [N]	σ_{FFS} [MPa]
F44-g	44,7 ± 0,5	503,6	2647,4
F40-g	40,6 ± 0,7	451,6	2446,4
F36-g	35,9 ± 0,8	412,3	2228,5
F32-g	32,1 ± 0,3	397,0	2003,0
F40-G	40,8 ± 0,3	435,2	2457,7
F40-DP	40,1 ± 1,5	449,4	2371,9
C40-g	40,9 ± 0,4	415,6	2463,3
C32-g	32,7 ± 0,6	340,2	2049,4
C40-G	40,8 ± 0,4	380,7	2278,0

Figura 4.30 – Superfície de fratura do corpo de prova após a realização do ensaio ISL para determinação do P_{FFS} do aço 4137-M na condição C40-g(a), C32-g (b) e C40-G (c).

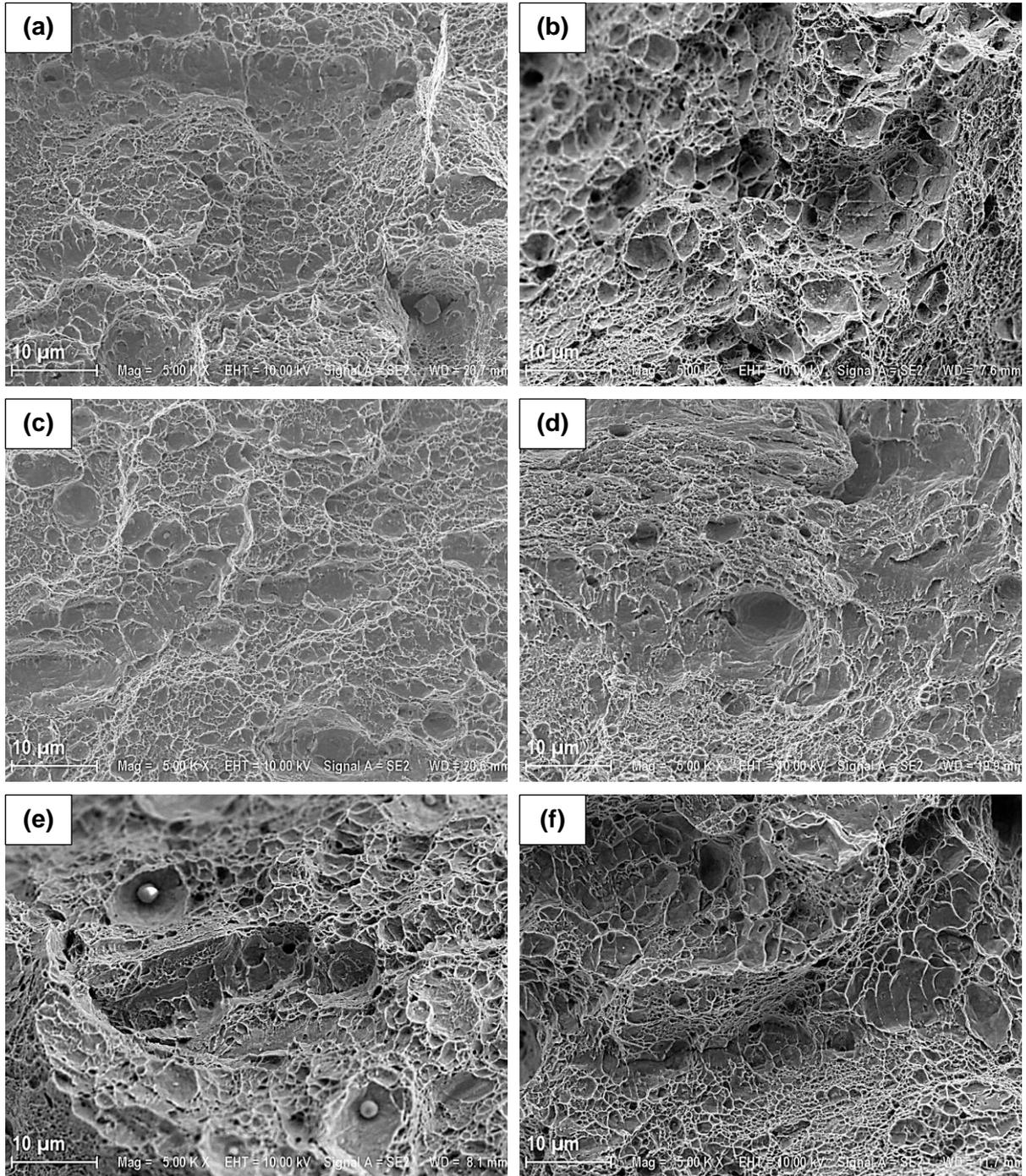


Figura 4.31 - Superfície de fratura do corpo de prova após a realização do ensaio ISL para determinação do P_{FFS} do aço 4130-M na condição F44-g (a), F40-g (b), F36-g (c), F32 -g (d), F40-G (e) e F40-DP (f).

Os resultados obtidos dos ensaios para a determinação do P_{FFS} (Fig. 4.29) são consistentes com o que se observou nos ensaios de tração, pois o P_{FFS} é diretamente proporcional ao limite de resistência à tração, enquanto que o tempo até a fratura é

inversamente proporcional. Isso é esperado considerando que, quanto menor a dureza, maior a capacidade de deformação plástica do material, o que significa que menor é a concentração de tensão na raiz do entalhe. Assim, à medida que o esforço aplicado aumenta, o material na região da raiz do entalhe se deforma e absorve as tensões geradas e, conseqüentemente, aumenta o tempo necessário para ocorrer a fratura. O mesmo comportamento foi observado por Júnior *et al.*, (2021) em ensaios ISL realizados no aço AISI 4140 com diferentes durezas.

Isolando apenas os efeitos do tamanho do antigo grão austenítico, não se observou diferença significativa no P_{FFS} para o aço 4130-M (Fig. 4.29-a) e uma pequena diferença para o 4137-M (Fig. 4.29-b). O mesmo comportamento foi observado no ensaio de tração destes materiais (ver Tab. 4.3). O tempo de fratura para os dois aços é ligeiramente menor para o maior tamanho de grão. Da literatura, é sabido que a tenacidade à fratura diminui com o aumento do tamanho do antigo grão austenítico. Assim como nos ensaios *Charpy* miniaturizados, o maior acúmulo de discordâncias no contorno do antigo grão austenítico do aço de maior tamanho de grão facilita a nucleação e a propagação da trinca. Logo, é esperado que o tempo necessário para ocorrência da fratura também diminua.

Por fim, para o aço 4130-M (Fig. 4.29-a), nota-se que, tanto o P_{FFS} , quanto o tempo de fratura do aço DP são menores se comparados ao mesmo valor de dureza para o menor e maior tamanho de grão. Esta tendência é oposta ao que foi observado no ensaio de tração deste material, que mostrou menor limite de escoamento e maior resistência à tração do que os materiais supracitados. Acredita-se que a inserção do entalhe, aliada ao baixo teor de ferrita e à presença de uma martensita mais dura e frágil desta microestrutura levou a uma deformação local excessiva da ferrita, que culminou no início da propagação da trinca.

Percebe-se também que o valor de σ_{FFS} é maior que o limite de resistência à tração para todas as condições ensaiadas. Isso é causado pela triaxialidade na raiz do entalhe, que leva a um aumento na tensão de ruptura. Segundo Hertzberg; Vinci; Hertzberg (2013), quando a tensão na seção entalhada atinge o limite de escoamento do material, a porção de material naquela região tende a deformar plasticamente na direção de aplicação da força. Ao mesmo tempo, o material na raiz do entalhe tende a contrair, mas é impedido pela porção de material ao redor que ainda se encontra no regime elástico. Com isso, desenvolvem-se tensões nas outras duas direções principais (triaxialidade), fazendo com que seja necessário aumentar a tensão para iniciar a deformação plástica e, conseqüentemente, a fratura.

A seguir são apresentados os resultados dos ensaios ISL. Os valores de P_{th} e σ_{th} podem ser vistos na Tab. 4.6 e as curvas força vs. tempo estão registradas nas Figs. 4.32 e 4.33.

Tabela 4.6 - Resultados dos ensaios ISL representados pela média \pm intervalo de confiança de 95 %.

Corpo de prova	Dureza Rockwell C	Temperatura de ensaio [°C]	P_{th} [%P_{FFS}]	σ_{th} [MPa]
F44-g	44,7 \pm 0,5	24 \pm 1	15,0 \pm 0,1	435,6 \pm 2,4
F40-g	40,6 \pm 0,7	24 \pm 1	22,0 \pm 0,1	558,8 \pm 1,5
F36-g	35,9 \pm 0,8	24 \pm 1	60,0 \pm 0,1	1364,1 \pm 3,4
F32-g	32,1 \pm 0,3	24 \pm 1	65,0 \pm 0,1	1386,6 \pm 5,9
F40-G	40,8 \pm 0,3	24 \pm 1	16,5 \pm 0,1	414,7 \pm 1,0
F40-DP	40,1 \pm 1,5	24 \pm 1	28,6 \pm 0,1	757,9 \pm 2,1
F40-g	40,6 \pm 0,7	4 \pm 1	24,7 \pm 0,1	633,8 \pm 2,4
F40-g	40,6 \pm 0,7	54 \pm 1	30,8 \pm 0,1	770,6 \pm 4,4
C40-g	40,9 \pm 0,4	24 \pm 1	20,3 \pm 0,1	489,0 \pm 1,4
C32-g	32,7 \pm 0,6	24 \pm 1	70,0 \pm 0,1	1452,0 \pm 7,1
C40-G	40,8 \pm 0,4	24 \pm 1	20,6 \pm 0,1	459,8 \pm 7,1
C40-g	40,9 \pm 0,4	4 \pm 1	20,7 \pm 0,1	489,2 \pm 2,2

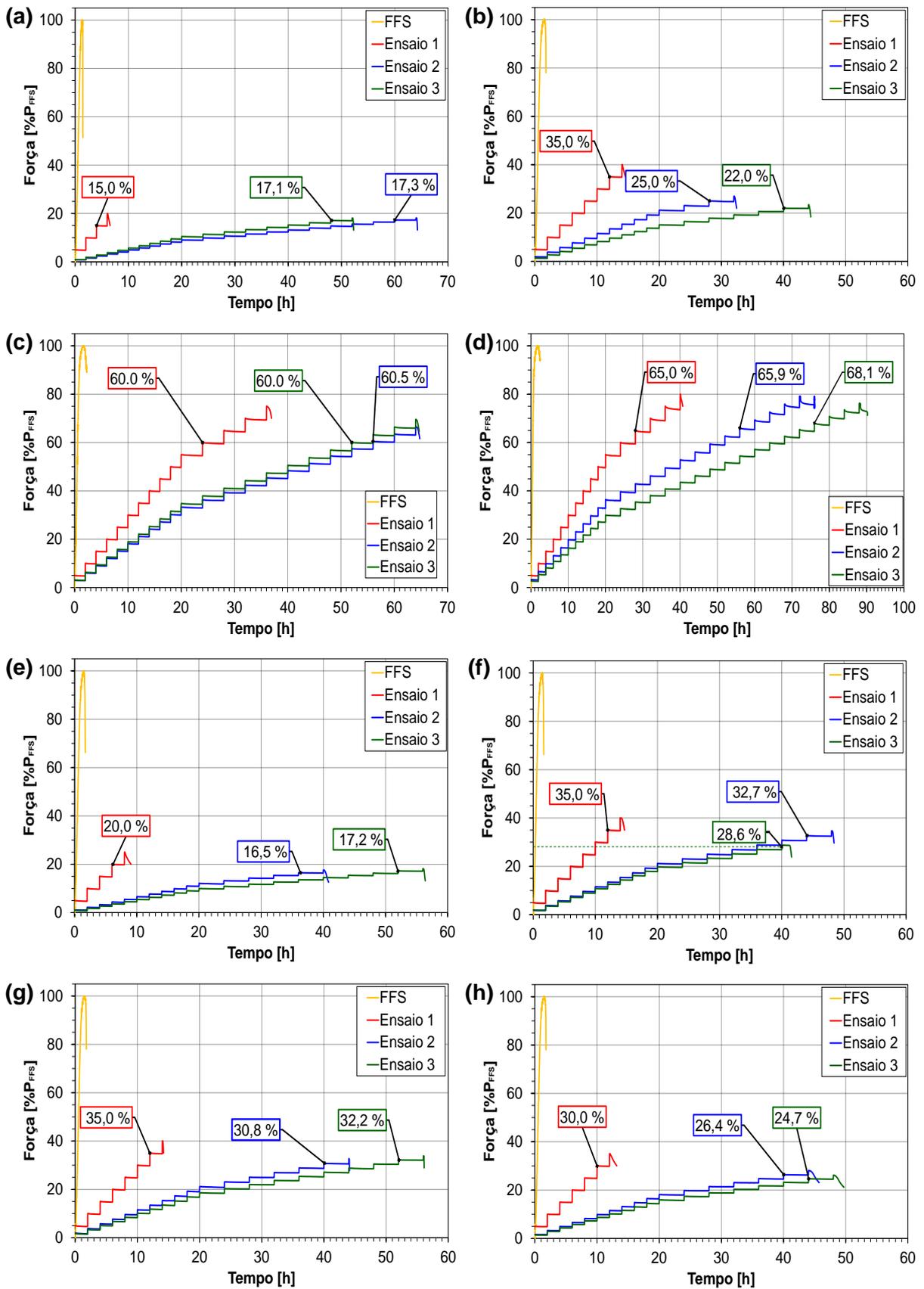


Figura 4.32 – Resultados dos ensaios ISL realizados no aço 4130-M a 24 °C (a a f), 54 °C (g) e 4 °C (h). (a) F44-g, (b, g, h) F40-g, (c) F36-g, (d) F32-g, (e) F40-G, (f) F40-DP.

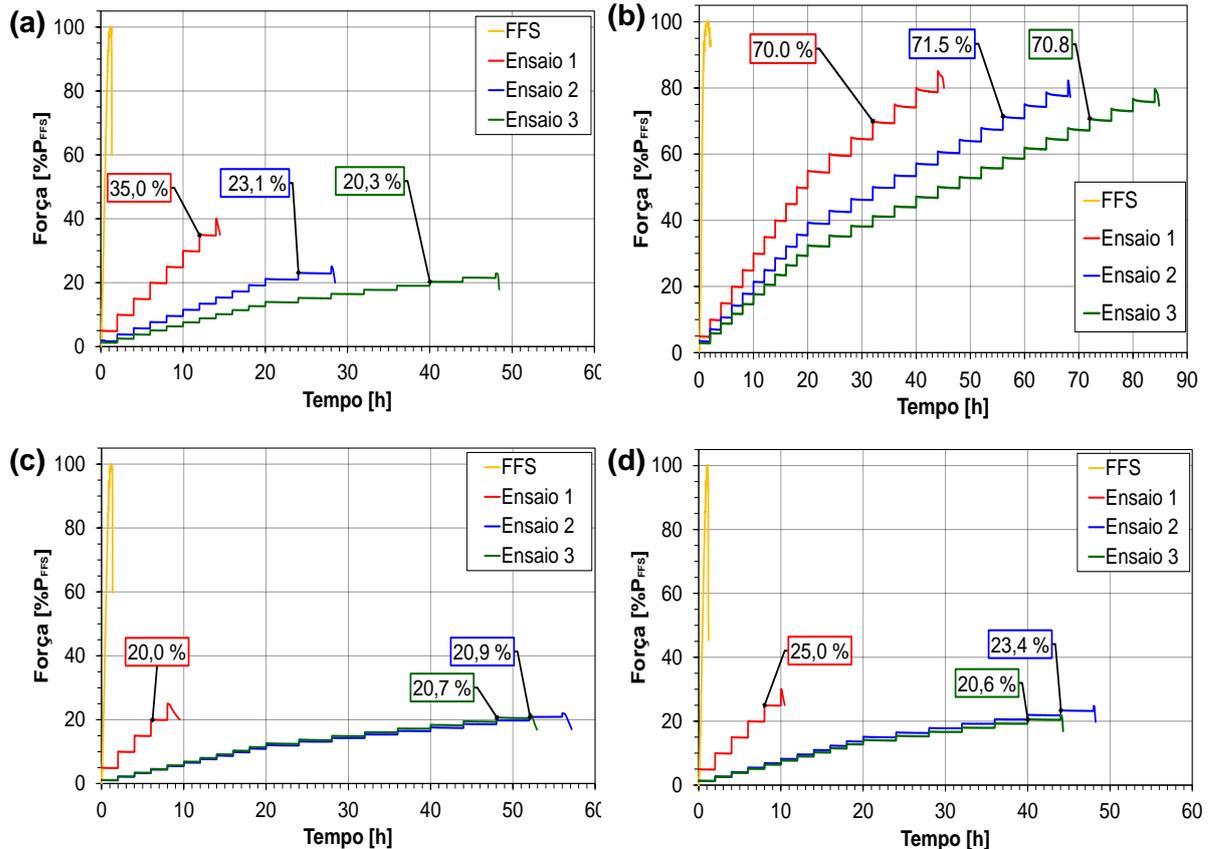


Figura 4.33 - Resultados dos ensaios ISL realizados no aço 4137-M a 24 °C (a a c), 4 °C (d). (a, d) C40-g, (b) C32-g, (c) C40-G.

Nota-se que todas as condições ensaiadas são susceptíveis à fragilização por hidrogênio, uma vez que P_{th} é menor do que 75 % σ_{FFS} , incorrendo no critério de fragilização por hidrogênio estabelecido pela norma ASTM F1624 (2018). A determinação do P_{th} dos corpos de prova com 36 HRC e 32 HRC foi realizada utilizando o método da rigidez, apresentado no capítulo anterior. No entanto, para a utilização deste método foi necessário validá-lo e os resultados do procedimento de validação são mostrados a seguir. Por fim, apresenta-se uma discussão acerca dos efeitos dos parâmetros avaliados pelo ensaio ISL (dureza, tamanho do AGA, microestrutura e temperatura do meio) nos resultados obtidos.

4.3.1. Resultados dos Ensaios de Validação da Metodologia de Determinação do P_{th}

Para validar a metodologia proposta para a determinação do P_{th} foram realizados ensaios ISL com tempo de patamar de 24 horas após os patamares de 2 horas. Este perfil de carregamento foi adotado para possibilitar a visualização da queda de força causada pela propagação da trinca induzida pelo hidrogênio. Foram replicados testes convencionais realizados em corpos de prova de 32 HRC dos aços 4130-M e 4137-M para, assim, poder comparar os valores de P_{th} obtidos. Os resultados obtidos podem ser vistos na Fig. 4.34.

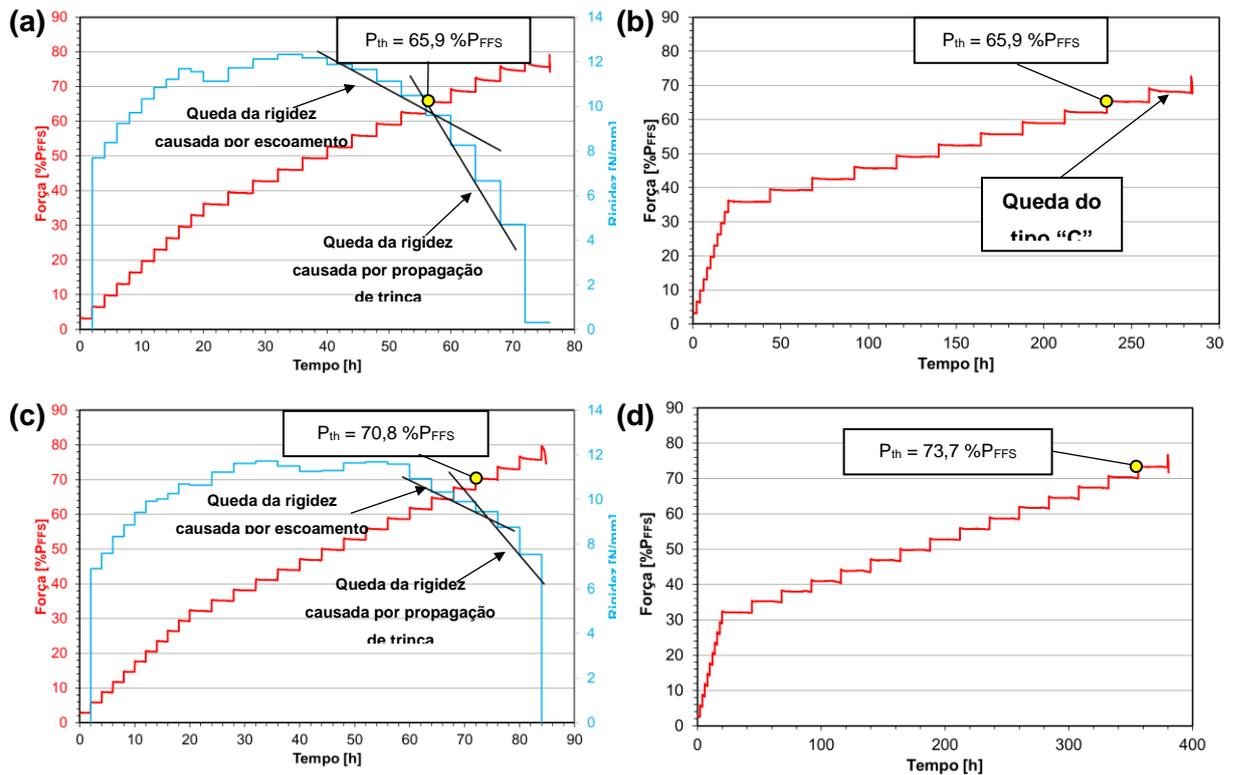


Figura 4.34 - Resultados dos ensaios ISL convencional (a, c) e prolongado (b, d), realizados nos aços 4130-M (a, b) e 4137-M (c, d) com 32 HRC para validar a metodologia de determinação do P_{th} .

Apesar do P_{th} obtido no ensaio ISL prolongado realizado no aço 4137-M não ter coincidido com o P_{th} obtido no ensaio convencional, a diferença entre eles é menor do que $5 \%P_{FFS}$, o que não é significativo segundo a norma ASTM F1624 (2018). Dada a proximidade entre os P_{th} 's obtidos nos ensaios prolongado e convencional, concluiu-se que o método da rigidez é satisfatório em separar escoamento de propagação de trinca, possibilitando identificar o P_{th} do ensaio ISL realizado nos aços 4130-M e 4137-M com dureza de 32 HRC. Além disso, os resultados da Fig. 4.34 mostram que, para as mesmas condições do meio e com taxas de carregamento suficientemente lentas, a força necessária para iniciar uma trinca não muda. Em outras palavras, mesmo reduzindo a taxa de carregamento ou aumentando o tempo de exposição ao hidrogênio, o que normalmente são fatores que potencializam a FH, a fratura não irá acontecer a menos que o P_{th} seja ultrapassado. Para verificar se o comportamento de queda da rigidez é observado apenas em ensaios cuja tensão aplicada ultrapassa o limite de escoamento, realizou-se o cálculo da rigidez para um ensaio do aço 4130-M com dureza de 44 HRC e o resultado pode ser visto na Fig. 4.35

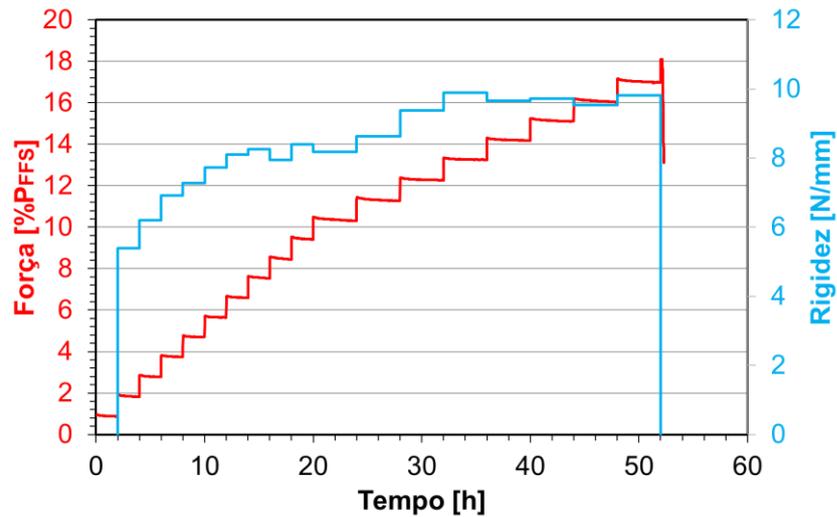


Figura 4.35 – Resultado de um ensaio ISL realizado no aço 4130-M com dureza de 44 HRC.

Como mostra a Fig. 4.35, nenhuma tendência clara de queda de rigidez causada por escoamento pôde ser observada. Apenas se percebe a queda repentina no momento da fratura. Como neste ensaio não se atingiu o limite de escoamento do material, é de se esperar que a rigidez não apresente queda causada por escoamento. Portanto, esta análise foi realizada apenas para as condições que apresentaram fratura em tensões acima do limite de escoamento do material. Do contrário, foi realizada apenas a análise visual da curva força vs. tempo. A determinação do P_{th} pelo método da rigidez para as condições onde essa análise foi necessária é apresentada nos APÊNDICES F, G e H.

4.3.2. Efeito da Dureza

Apresenta-se nesta seção a influência da dureza nos resultados obtidos nos ensaios ISL. Atenta-se aqui que, para avaliar a influência da dureza na SFH dos aços 4130-M e 4137-M, foi mantido o menor tamanho do antigo grão austenítico para os corpos de prova, cujos valores são $4,94 \pm 0,44 \mu\text{m}$ para o aço 4130-M e $8,80 \pm 0,56 \mu\text{m}$ para o aço 4137-M. A Figura 4.36 mostra as tensões limites de ruptura e o teor de hidrogênio difusível para todas as durezas ensaiadas nos aços 4130-M e 4137-M. O valor-p para um nível de significância de 95 % obtido do teste de Mann-Whitney realizado para cada par de condições de medição do teor de H_{dif} encontra-se registrado junto ao gráfico. As superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados encontram-se registradas nas Figs. 4.37 e 4.39. Os mapas de polo inverso em Z e a misorientação de Kernel da trinca, obtidos via EBSD, após o ensaio, podem ser vistos nas Figs. 4.38 e 4.40.

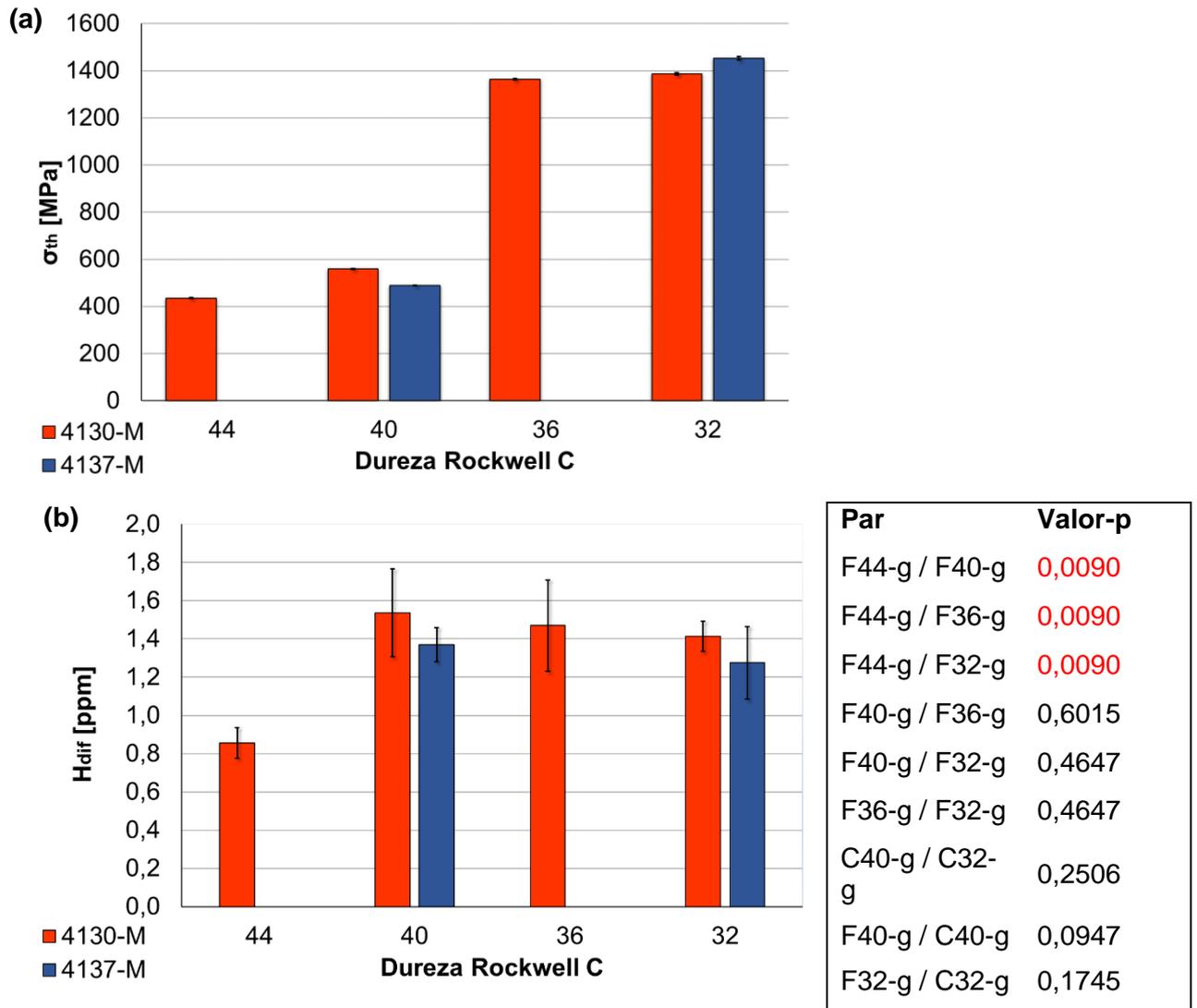


Figura 4.36 – (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível dos aços 4130-M e 4137-M com diferentes durezas e menor tamanho de grão.

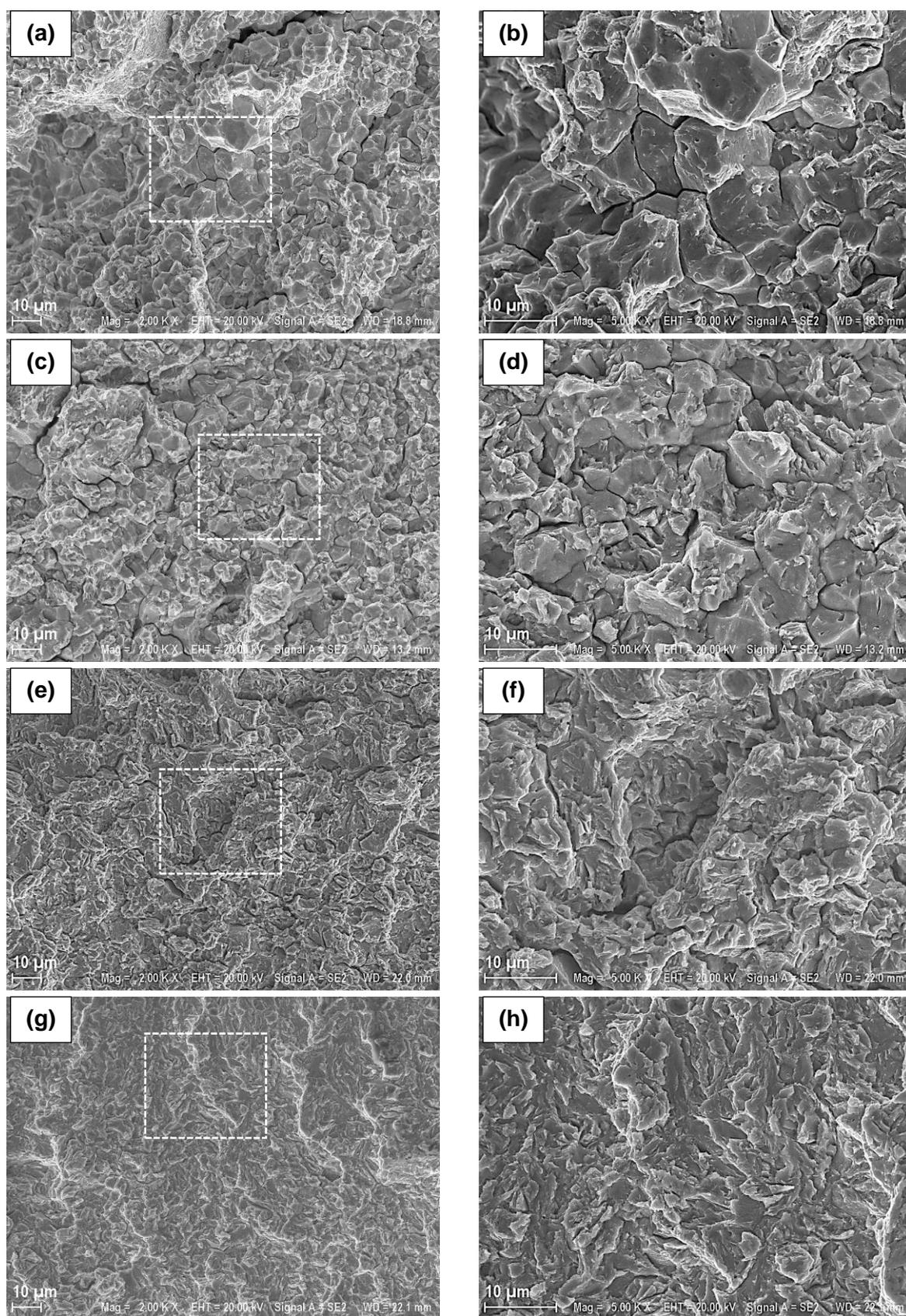


Figura 4.37 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4130-M com menor tamanho de grão e durezas de 44 HRC (a, b), 40 HRC (c, d), 36 HRC (e, f) e 32 HRC (g, h). As imagens (b, d, f, h) correspondem à região destacada nas imagens (a, c, e, g).

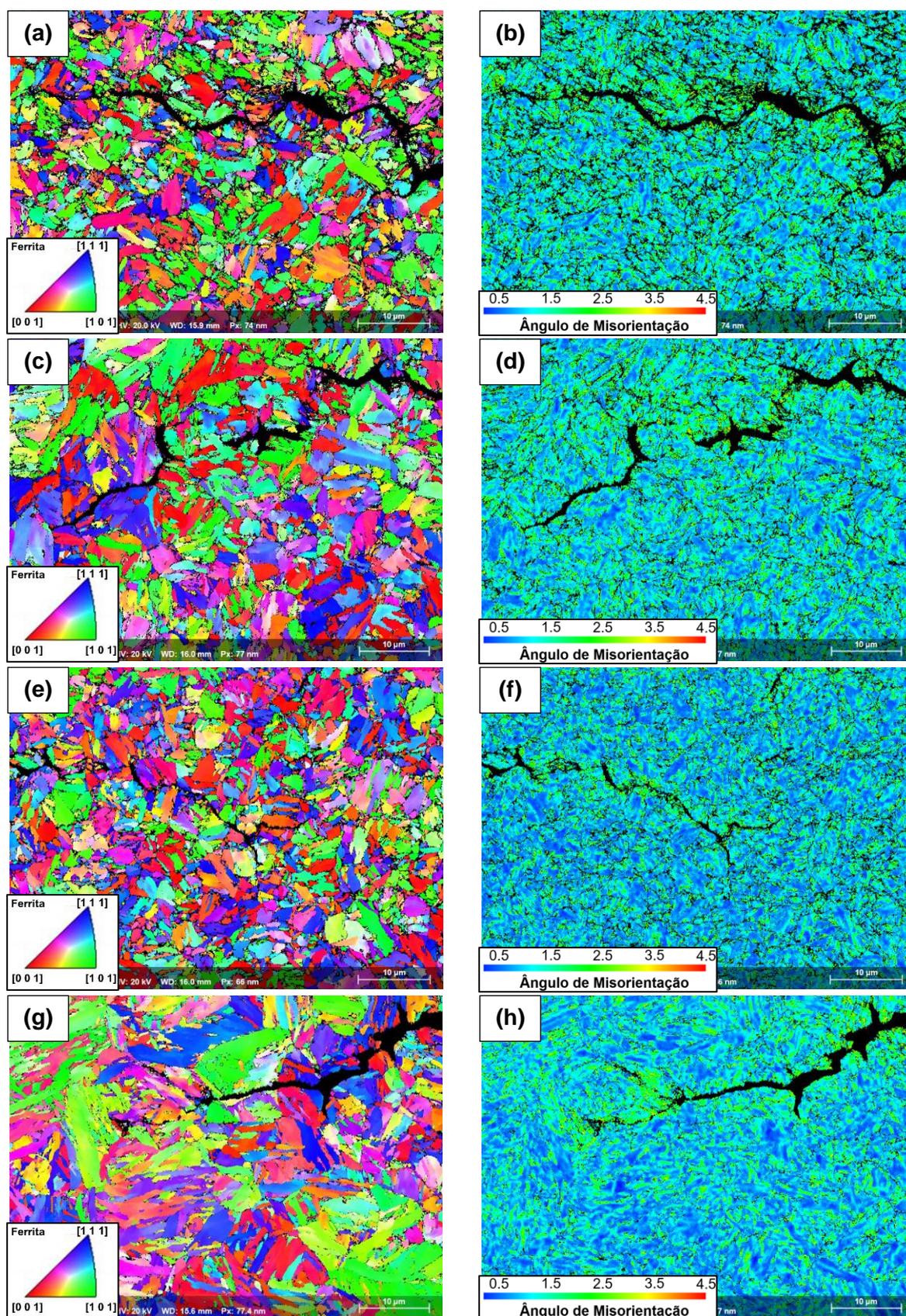


Figura 4.38 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e, g) e misorientação de Kernion (b, d, f, h) da trinca do aço 4130-M com dureza de (a, b) 44 HRC, (c, d) 40 HRC, (e, f) 36 HRC e (g, h) 32 HRC após o ensaio ISL.

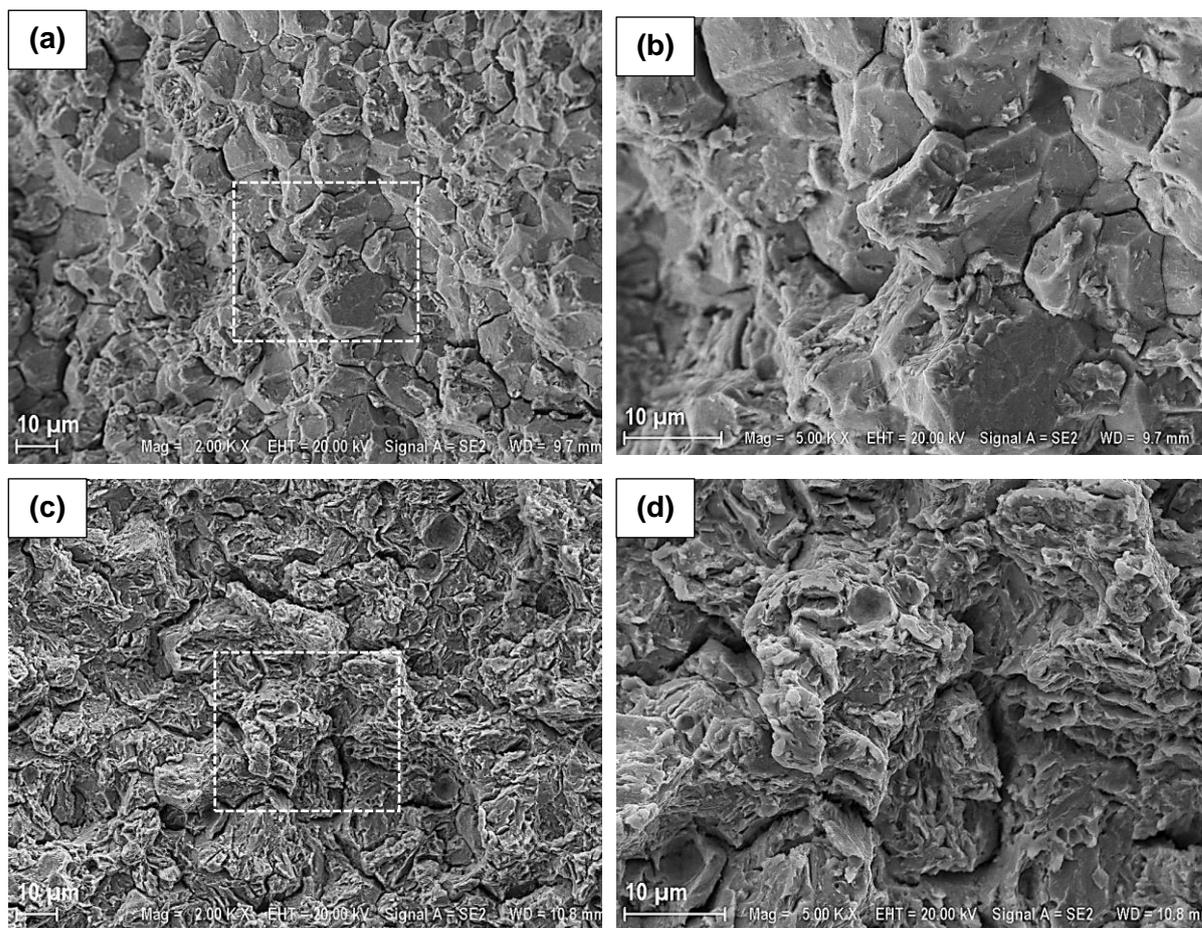


Figura 4.39 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4137-M com menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC (a, b) e 32 HRC (c, d). As imagens (b, d) correspondem à região destacada nas imagens (a, c).

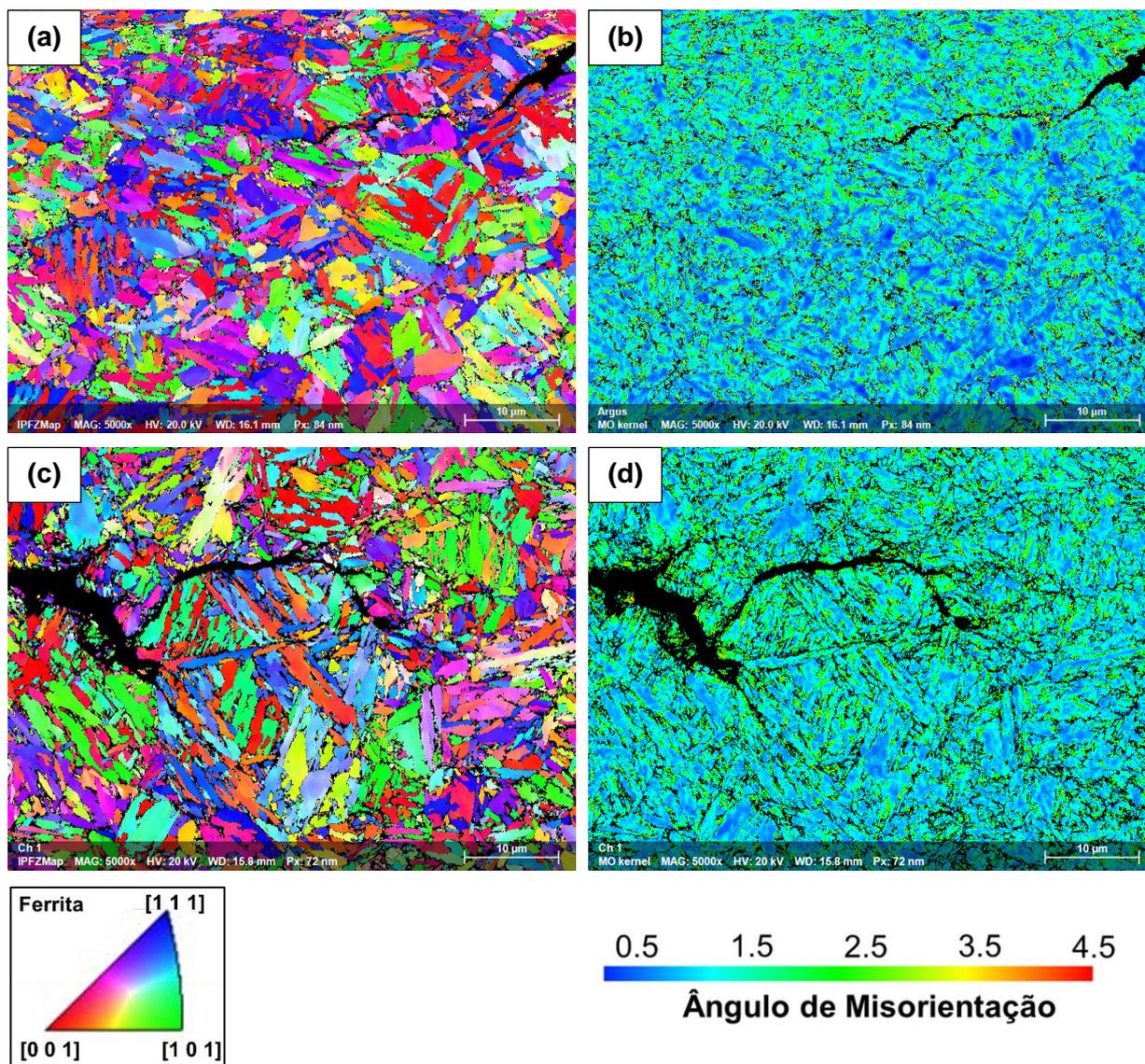


Figura 4.40 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M com dureza de (a, b) 40 HRC, (c, d) 32 HRC após o ensaio ISL.

Os resultados mostram um aumento da tensão limite de ruptura à medida que a dureza diminui para os dois aços. Este comportamento já era esperado sendo, inclusive, observado por outros autores (JÚNIOR *et al.*, 2021; NANNINGA *et al.*, 2010a; QUADRINI, 1989a; RAYMOND, 2009; ZAFRA *et al.*, 2018). Troiano (2016) afirma que a fragilização por hidrogênio se dá devido ao desenvolvimento de uma região crítica de concentração de hidrogênio, induzida pelas altas tensões hidrostáticas na raiz do entalhe durante o carregamento mecânico. Além disso, durante a deformação plástica, as discordâncias transportam os átomos de hidrogênio para estas zonas de alta concentração de tensão e após uma concentração crítica de hidrogênio ser atingida, inicia-se o mecanismo de fratura (QUADRINI, 1989). Considerando que, quanto maior a dureza do material, maior é a

concentração de tensão na raiz do entalhe, a concentração de hidrogênio também é favorecida nestas condições (CHO *et al.*, 2021). Portanto, pode-se concluir que a tensão nominal necessária para se atingir a concentração crítica de hidrogênio que leva à fratura é menor para aços de maior dureza, como mostram os resultados da Fig. 4.36-a.

Sob o ponto de vista microestrutural, tem-se que a microestrutura do aço com maior dureza apresenta maior número de armadilhas fracas de hidrogênio, principalmente discordâncias, que contribuem para a FH (CHENG; ZHANG, 2020; ZAFRA *et al.*, 2018). Adicionalmente, à medida que a temperatura de revenimento dos aços 4130-M e 4137-M aumenta, os mesmos tendem a apresentar cementita com formato globular, conforme pode ser visto nas Figs. 4.17 e 4.19. Com o contínuo aumento da temperatura de revenimento aumenta há o crescimento da cementita globular que acaba por obstruir o mecanismo de avanço da trinca, aumentando a resistência à fratura do material (QUADRINI, 1989).

Observando os resultados do teor de H_{dif} na Fig. 4.36-b percebe-se que há um aumento significativo de H_{dif} da dureza de 44 HRC para 40 HRC no aço 4130-M. No entanto, a partir da dureza de 40 HRC não foi observada uma diferença significativa no teor de H_{dif} medido para os dois aços. Apesar da literatura reportar um aumento no coeficiente de difusão do hidrogênio com o aumento da temperatura de revenimento deve-se atentar para o fato de que parte do H_{dif} , medido nos ensaios de quantificação de hidrogênio, é oriundo de armadilhas fracas, principalmente discordâncias (SAKAMOTO; MANTANI, 1976; ZAFRA; PERAL; BELZUNCE, 2020). Como a densidade de discordâncias diminui significativamente com o aumento da temperatura de revenimento, é de se esperar que haja uma influência deste comportamento no teor de H_{dif} medido, no sentido de diminuí-lo, como mostram resultados de Sakamoto; Mantani (1976), apresentados na Fig. 4.41. Sendo assim, parte do teor de H_{dif} aumenta com o aumento do coeficiente de difusão do hidrogênio, mas outra parte diminui com a diminuição da densidade de discordâncias, o que resultou num teor de H_{dif} invariante a partir da dureza de 40 HRC. Porém, deve ser levado em conta que nos ensaios de quantificação de H_{dif} tem-se difusão pura, desconsiderando-se o transporte de hidrogênio por discordâncias, que contribui de forma significativa no processo de FH.

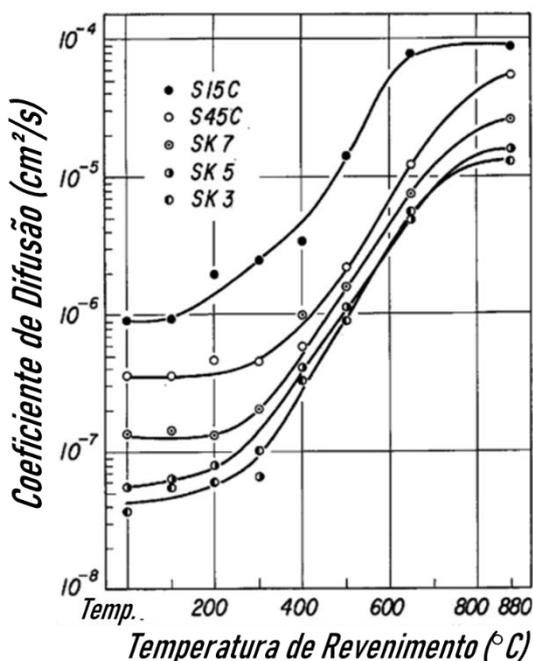


Figura 4.41 - Efeito da temperatura de revenimento na difusividade do hidrogênio em diferentes aços carbono (SAKAMOTO; MANTANI, 1976).

Das superfícies de fratura mostradas nas Figs. 4.37 e 4.39 percebe-se a transição de uma fratura predominantemente intergranular para uma fratura com aspecto de quase-clivagem à medida que a dureza diminui. Este comportamento é típico de aços carbono e já foi observado em outros trabalhos (ADASOORIYA *et al.*, 2021; ÍCARO ZANETTI DE CARVALHO *et al.*, 2015; JÚNIOR *et al.*, 2021; ZAFRA *et al.*, 2018). Geralmente, aços com alta susceptibilidade à fragilização por hidrogênio tendem a apresentar fratura intergranular, enquanto que aços de baixa susceptibilidade apresentam fratura com aspecto predominante de quase-clivagem, até mesmo *dimples* podem ser observados e neste caso o aço não aparenta ser susceptível ou apresenta baixíssima SFH. Esta tendência também foi observada nas fractografias das Figs. 4.37 e 4.39 ao se comparar com as tensões limites de fratura da Fig. 4.36-a.

De acordo com Zafra *et al.* (2018) ocorre uma redistribuição do hidrogênio na zona à frente do entalhe submetida às altas tensões hidrostáticas, causando um acúmulo de hidrogênio nos contornos (AGA, pacotes, blocos e ripas de martensita, etc.) devido ao transporte por discordâncias. Quando este acúmulo acontece preferencialmente no contorno do AGA, a fratura possui aspecto intergranular, já se o hidrogênio acumula-se preferencialmente nos contornos de blocos e pacotes de martensita, a fratura apresentará um aspecto de quase-clivagem (NAGAO *et al.*, 2018). Em aços com maior dureza, devido à baixa plasticidade e ao maior número de armadilhas de hidrogênio nos contornos do AGA, o

hidrogênio se concentra preferencialmente nesta região, levando à fratura intergranular. Por outro lado, à medida que a temperatura de revenimento aumenta, a quantidade de armadilhas de hidrogênio nos contornos do AGA diminui, principalmente devido à diminuição da densidade de discordâncias e da quantidade de carbonetos de ferro precipitados nos contornos de grão. Desta forma, menos hidrogênio fica retido nos contornos do AGA. Assim, durante a execução do ensaio ISL, a zona de alta concentração de tensão e deformação que se desenvolve na raiz do entalhe leva a um acúmulo de discordâncias nos contornos internos (ripas, placas e pacotes de martensita). Desta forma, os contornos dessa região apresentam alta concentração de hidrogênio, parte devido ao processo de difusão e parte transportado pelas discordâncias. Este enriquecimento local dos contornos da martensita com hidrogênio leva a um microrrasgamento por decoesão, resultando na fratura com aspecto de quase-clivagem. Conforme sugerido por Nagao *et al.* (2018), este mecanismo de fratura se dá por decoesão dos contornos, causada por enriquecimento local de hidrogênio transportado por discordâncias e é conhecido por decoesão mediada por plasticidade localizada.

Não foi observada uma direção preferencial de propagação da trinca nos mapas de polo inverso em Z das Figs.4.38 e 4.40, porém nota-se uma tendência de mudança do comportamento da trinca de propagação pelo contorno do AGA para propagação através dos blocos de martensita à medida que a dureza diminui, assim como observado nas superfícies de fratura. Os mapas de misorientação de Kernel apresentaram maiores valores ao redor da trinca para todas as condições. Sabe-se que o ângulo de misorientação é proporcional à quantidade de discordâncias geometricamente necessárias nos contornos e no interior do grão, bem como àquelas geradas durante a deformação plástica (ATEBA BETANDA *et al.*, 2014; KUBIN; MORTENSEN, 2003). Desta forma, pode-se concluir que há uma maior atividade de discordâncias (deformação plástica) ao redor da trinca, mesmo para as maiores durezas. Além disso, esse maior acúmulo de discordâncias ao redor da trinca significa que houve um acúmulo de hidrogênio transportado pelas discordâncias, favorecendo a nucleação e a propagação da trinca. Deste forma, espera-se que, mesmo para as maiores durezas, a fratura apresente uma porcentagem de aspecto de quase-clivagem, que se torna mais evidente à medida que a temperatura de revenimento aumenta, o que foi confirmado, vide Figs. 4.37 e 4.39.

4.3.3. Efeito do Tamanho do Antigo Grão Austenítico

Apresenta-se nesta seção o efeito do tamanho do antigo grão austenítico na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio dos aços 4130-M e 4137-M com dureza de 40 HRC. A tensão limite de fratura e o teor de hidrogênio difusível medidos nas condições

supracitadas podem ser vistas na Fig 4.42. As imagens da superfície de fratura obtidas via MEV e da trinca obtidas por EBSD estão registradas nas Figs. 4.43 a 4.46.

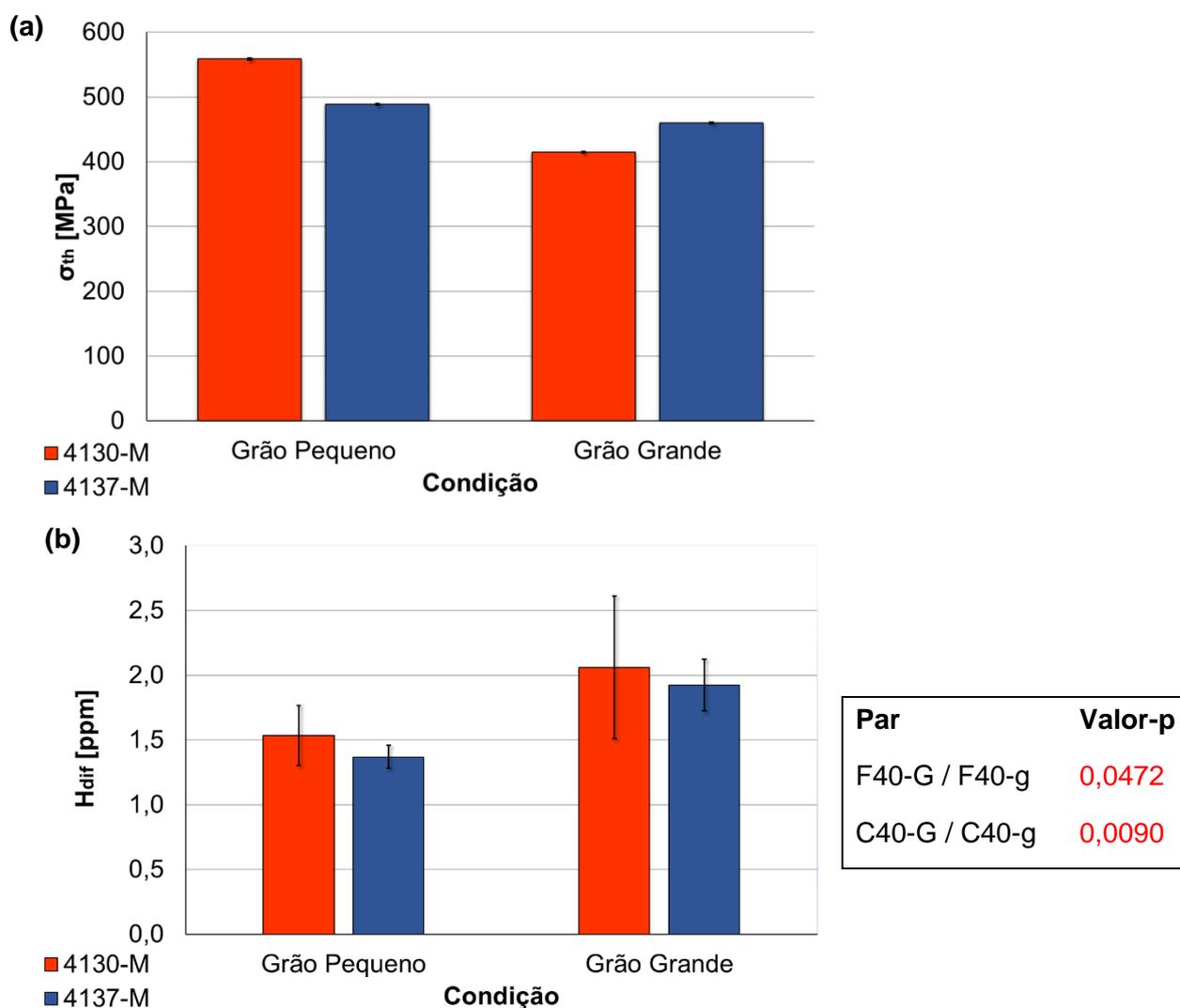


Figura 4.42 - (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível dos aços 4130-M e 4137-M com diferentes tamanhos do AGA e dureza de 40 HRC.

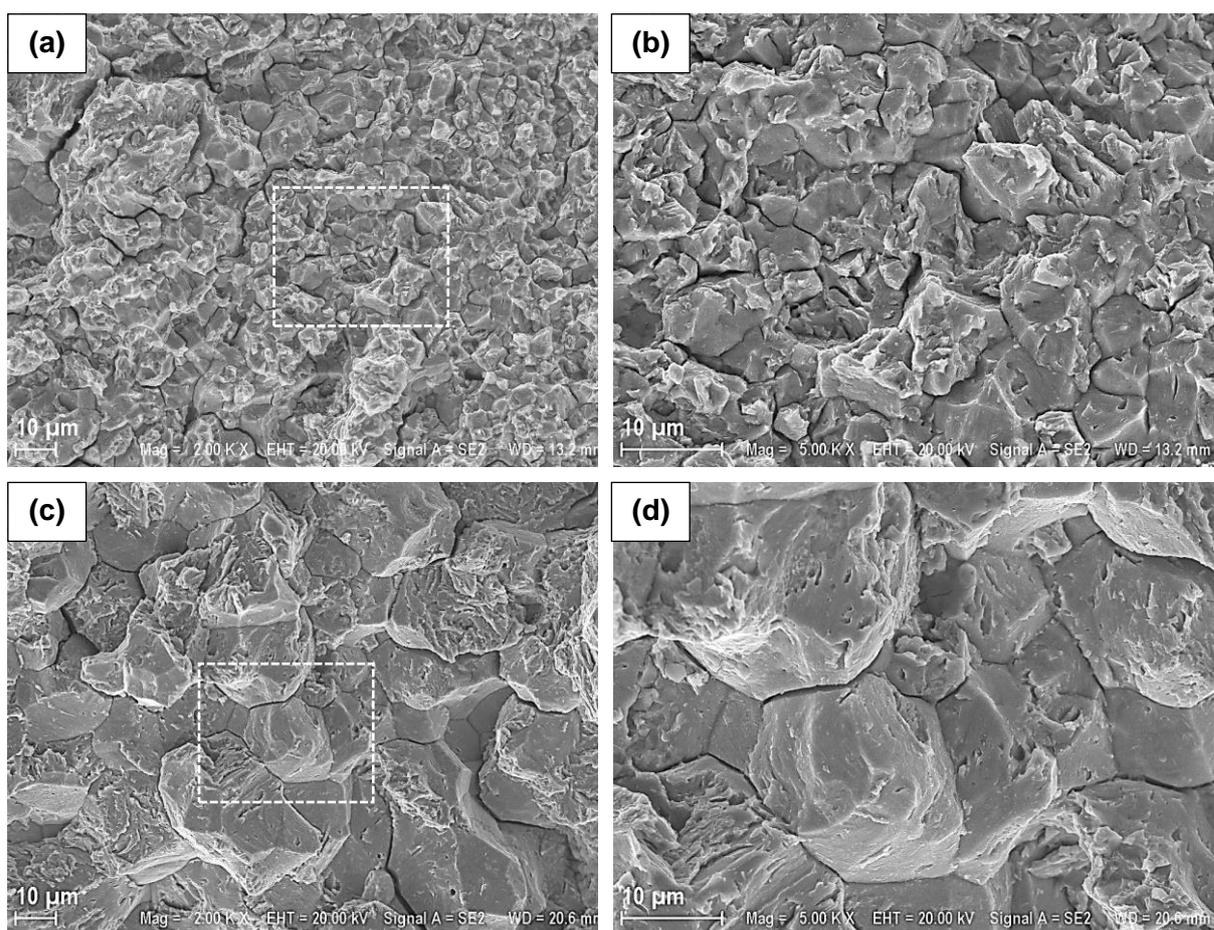


Figura 4.43 - Superfície de fratura dos corpos de prova do aço 4130-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA. As imagens (b, d) correspondem à área pontilhada das imagens (a, c).

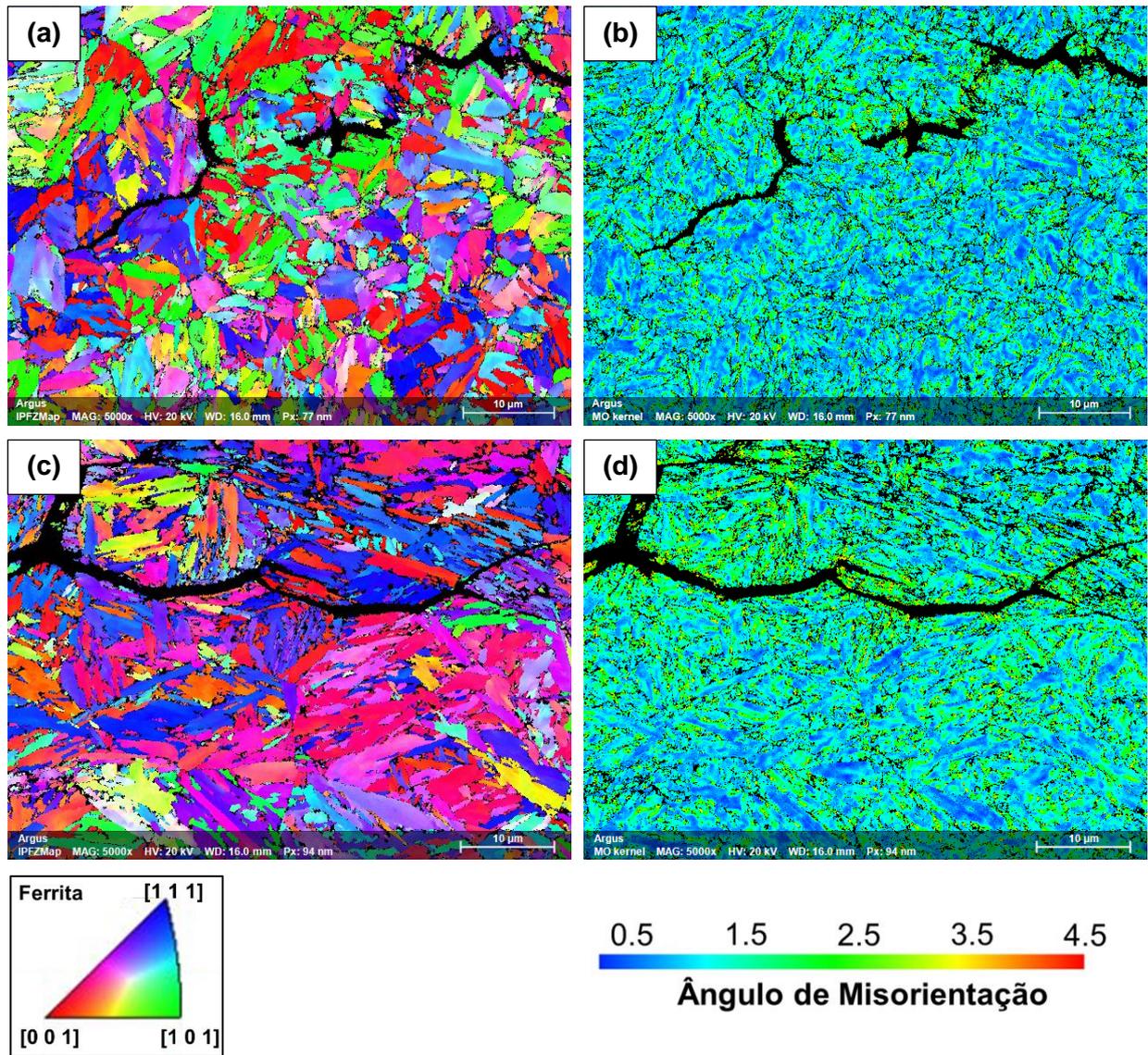


Figura 4.44 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4130-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA após o ensaio ISL.

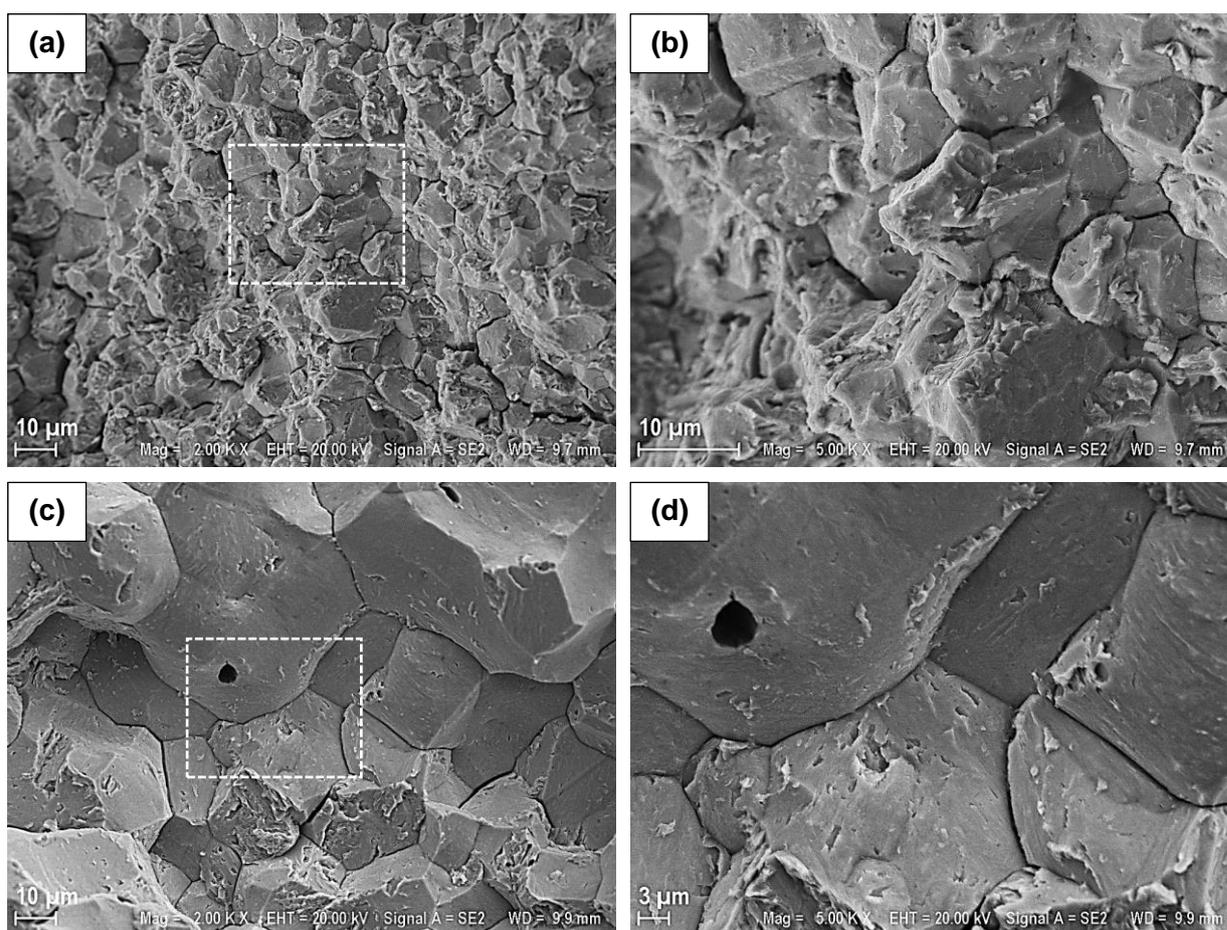


Figura 4.45 - Superfície de fratura do aço 4137-M nas condições C40-g (a, b) e C40-G (c, d). As imagens (b, d) correspondem às regiões destacadas nas figuras (a, c), respectivamente.

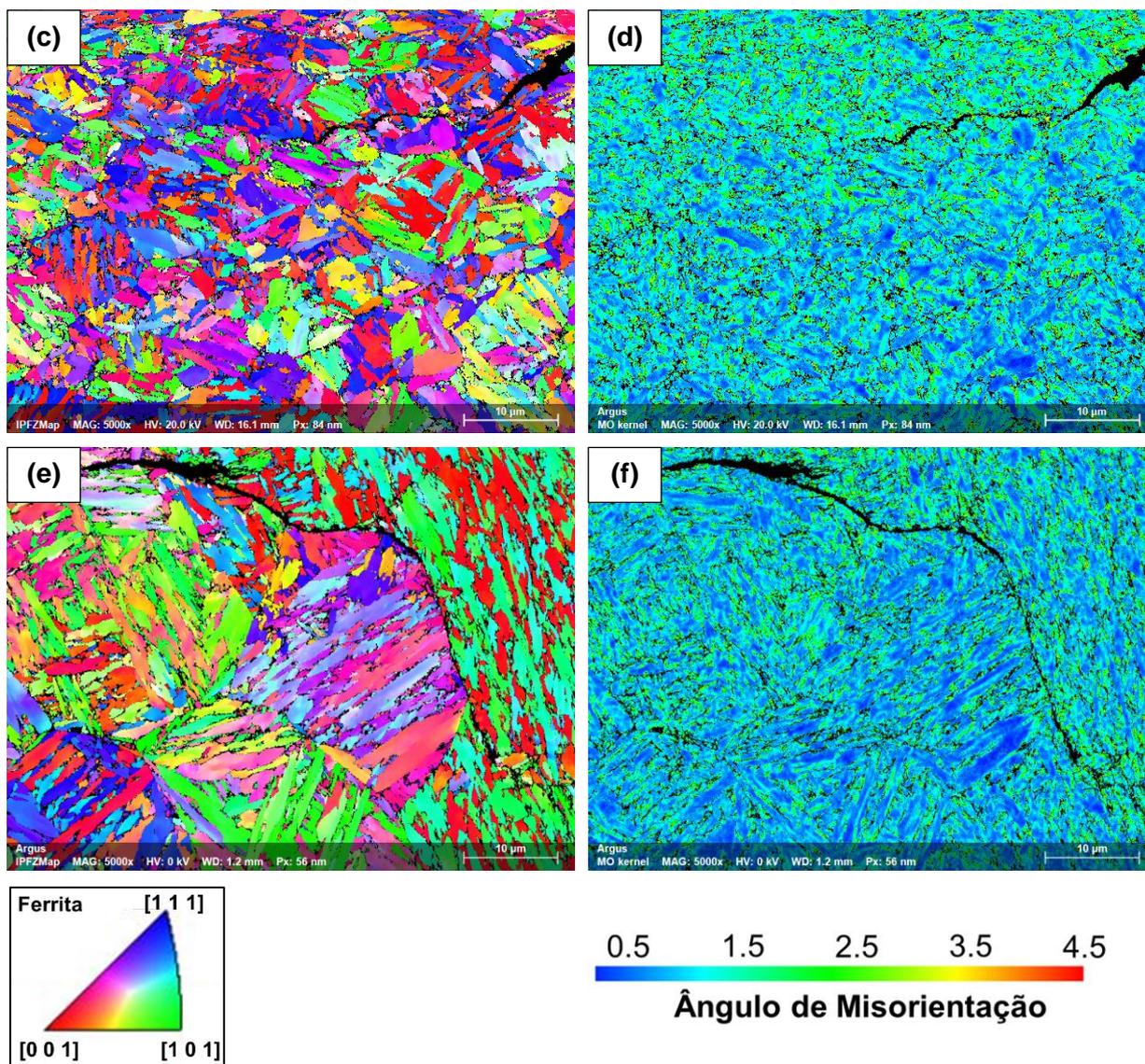


Figura 4.46 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M de dureza 40 HRC com menor (a, b) e maior (c, d) tamanho do AGA após o ensaio ISL.

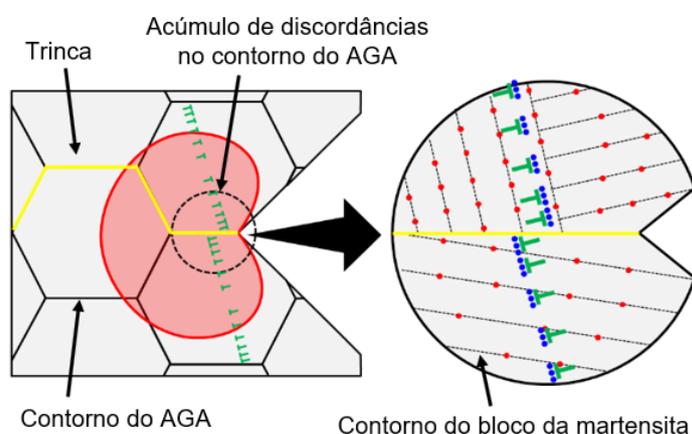
Naturalmente tem-se que o aço com uma microestrutura mais refinada possui uma maior tenacidade à fratura, o que já aprimora sua resistência à propagação de trincas de forma geral. Os resultados de ensaio *Charpy* miniaturizado apresentados na Fig. 4.26 mostram essa tendência. Reporta-se na literatura que aços com menor tamanho de grão possuem maior capacidade de reter hidrogênio na microestrutura, o que acaba por diminuir sua SFH (DAS, 2016; FUCHIGAMI; MINAMI; NAGUMO, 2006; PARK; KANG; LIU, 2017; QUADRINI, 1986; SHIBATA; MATSUOKA; TSUJI, 2013; TAKASAWA *et al.*, 2012). Sabe-se que armadilhas fortes de hidrogênio agem como locais de retenção de hidrogênio, o que diminui sua difusão até que estas armadilhas sejam saturadas (DADFARNIA; SOFRONIS; NEERAJ, 2011). Como

o contorno de grão é uma armadilha de hidrogênio alta energia e acaba “capturando” parte do hidrogênio difusível, evitando que se atinja potenciais sítios de nucleação e propagação de trinca (PARVATHAVARTHINI *et al.*, 2001). A influência do contorno do AGA na difusividade do hidrogênio pode ser notada nos resultados do teor de H_{dif} da Fig. 4.42-b. Tanto o aço 4130-M como o aço 4137-M apresentaram um menor teor de H_{dif} para a condição de menor tamanho do AGA, o que significa que a maior parte do H_{dif} ficou retida nos contornos de grão. Rudomilova *et al.* (2020) realizaram ensaios de permeação de hidrogênio em aços avançados de alta resistência com diferentes tamanhos do AGA e observou essa mesma tendência. Segundo os autores, quanto maior a área de interfaces, o que inclui contornos de grão, blocos de martensita, fases, entre outros, maior é a quantidade de armadilhas de hidrogênio, principalmente armadilhas de alta energia. Isso implica numa menor difusividade do hidrogênio no aço. Outro fator que diminui a SFH de aços com menor tamanho de grão é a redução do comprimento de deslizamento das discordâncias que se movem dentro do grão. Desta forma, a quantidade de vazios gerados pela interação entre as discordâncias e estabilizados pelo hidrogênio diminui. Como resultado disso, aumenta-se a resistência do material à fragilização por hidrogênio (FUCHIGAMI; MINAMI; NAGUMO, 2006; TAKASAWA *et al.*, 2012).

As superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados com diferentes tamanhos do AGA apresentadas na Fig. 4.43 mostram que a condição de maior tamanho do AGA apresenta aspecto predominantemente intergranular, enquanto que os corpos de prova com menor tamanho do AGA apresentaram uma fratura de aspecto misto, com características intergranular e de quase-clivagem. Este comportamento é comumente visto na literatura e é decorrente do fato de o contorno do AGA ser a região de maior concentração de hidrogênio no aço (HUSSEIN *et al.*, 2021). Como o aço com maior tamanho do AGA apresenta maior teor de hidrogênio no contorno de grão, é de se esperar que a trinca induzida pelo hidrogênio se propague preferencialmente pelo contorno do AGA. De fato, Shibata *et al.* (2013) constatou isso ao observar o mesmo comportamento em superfícies de fratura de um ao 8Ni-0,1C com diferentes tamanhos de grão. No entanto, a característica de quase-clivagem pode ser observada em ambas as condições para os dois aços, o que indica que as discordâncias também desempenham papel importante na trinca induzida pelo hidrogênio. Os mapas de misorientação de Kernel apresentados nas Figs. 4.44 e 4.46 mostram uma maior concentração de valores mais altos do ângulo de misorientação ao redor das trincas, indicando atividade das discordâncias no processo de fratura. É esperado que parte do hidrogênio que se concentra no contorno de grão seja oriundo do transporte por discordâncias que se acumulam no contorno de grão. Este acúmulo de discordâncias, conhecido como *pile-up*, é regido pelo tamanho do grão, de forma que, tanto a distância, quanto o número de

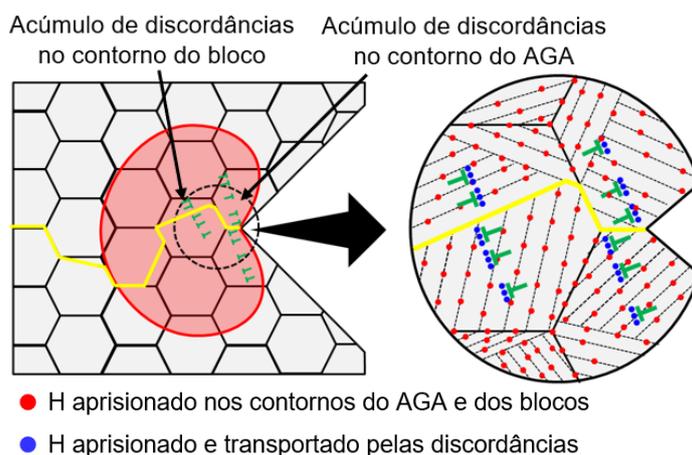
discordâncias envolvidas no *pile-up* dependem deste parâmetro (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006c). Com tamanho do AGA maior, os *pile-ups* apresentam maior número de discordâncias, o que aumenta significativamente a concentração de tensão no contorno do AGA, como também a quantidade de hidrogênio oriundo do transporte por discordâncias. Estes fatores contribuem para um enriquecimento local de hidrogênio no contorno do AGA, que acaba por culminar na nucleação e propagação da trinca nestas regiões. A Figura 4.47 ilustra esquematicamente a influência do tamanho do AGA na fratura induzida pelo hidrogênio observada.

Antigo Grão Austenítico Grande



- Blocos de martensita maiores;
- Menos barreiras para movimentação das discordâncias;
- Acúmulo de discordâncias preferencialmente no contorno do AGA;
- Enriquecimento localizado do contorno do AGA com H diminuindo a energia coesiva;
- Fratura intergranular.

Antigo Grão Austenítico Pequeno



- Blocos de martensita menores;
- Mais barreiras para movimentação das discordâncias;
- Acúmulo de discordâncias nos contornos do AGA e dos blocos de martensita;
- Enriquecimento localizado dos contornos do AGA e dos blocos de martensita com H diminuindo a energia coesiva;
- Fratura mista (intergranular + quase-clivagem).

Figura 4.47 – Mecanismo de fratura induzida por H na região de concentração de tensão do corpo de prova submetido ao ensaio ISL.

4.3.4. Efeito da Microestrutura

Neste tópico é discutido o efeito da estrutura *dual-phase* do aço 4130-M (F40-DP) na SFH. Para fins de comparação, os resultados obtidos serão mostrados juntamente com os

resultados do aço 4130-M nas condições F40-G e F40-g, dado seus níveis de resistência mecânica semelhantes e diferentes condições microestruturais. Tem-se que a condição F40-DP se mostrou menos susceptível em relação às estruturas totalmente martensíticas (F40-g e F40-G). As tensões limites de fratura obtidas no ensaio ISL e o teor de H_{dif} obtidos para as condições citadas podem ser vistas na Fig. 4.48 e a superfície de fratura da condição F40-DP pode ser vista na Fig. 4.49. Por fim, a Fig. 4.50 mostra o caminho de propagação da trinca no aço F40-DP obtido via MEV e os mapas de misorientação de grãos (MMG), misorientação de Kernion e mapa de polo inverso em Z obtidos via EBSD.

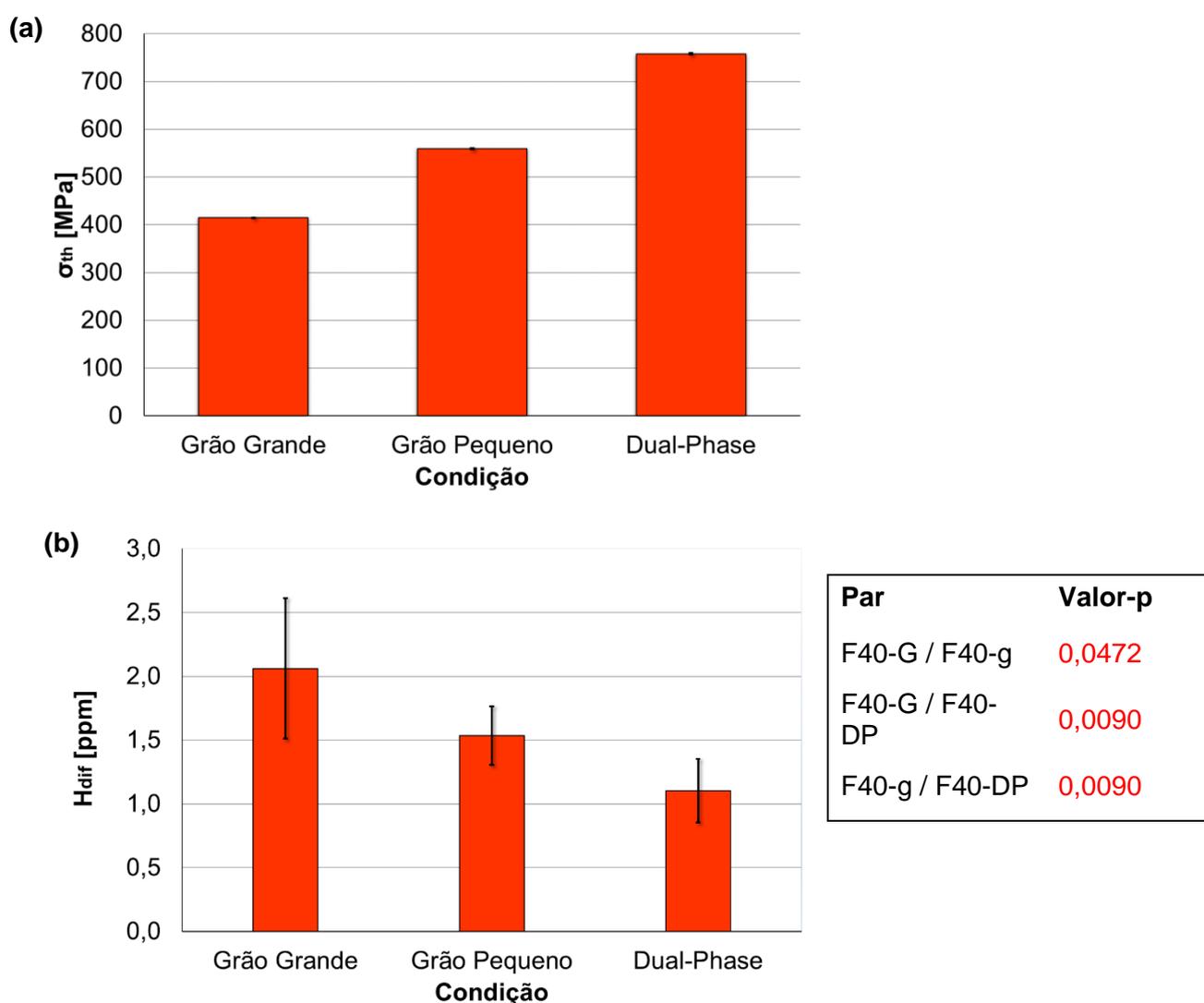


Figura 4.48 - (a) tensão limite de ruptura e (b) teor de hidrogênio difusível do aço 4130-M com 40 HRC em diferentes condições microestruturais.

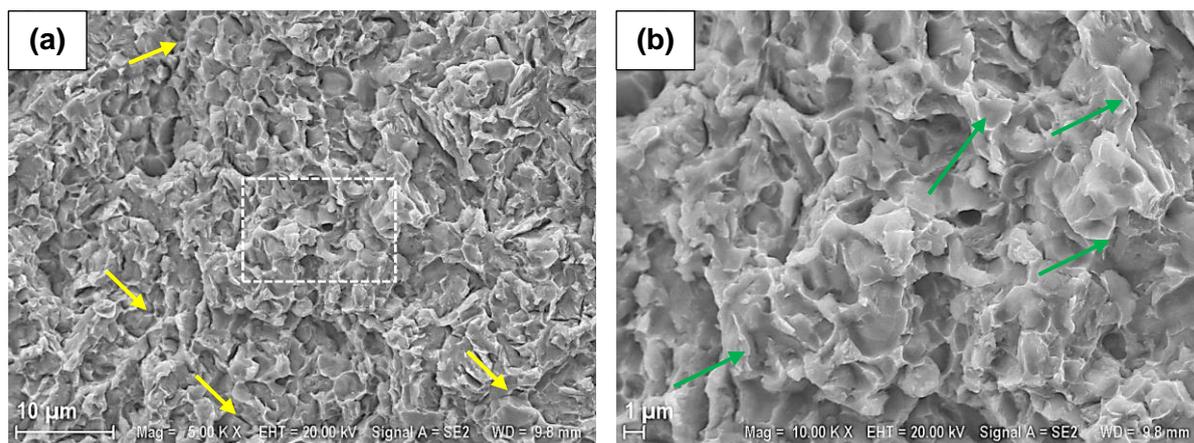


Figura 4.49 – (a) superfície de fratura do corpo de prova F40-DP após o ensaio ISL e (b) região demarcada pelo quadrado branco. As setas amarelas indicam fratura intergranular e as setas verdes apontam os “tear ridges”.

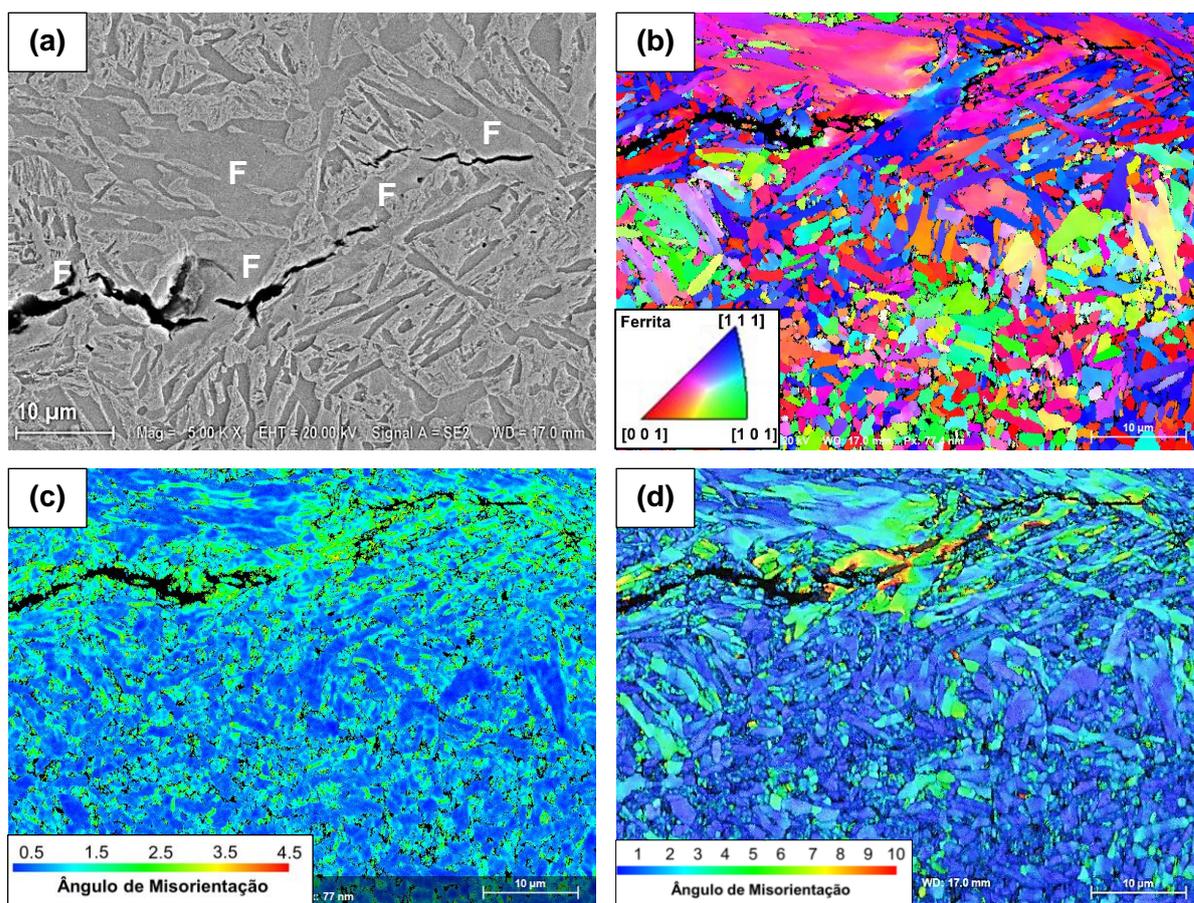


Figura 4.50 – Trinca do aço 4130-M na condição F40-DP após o ensaio ISL. MEV (a), mapa de polo inverso em Z (b), misorientação de Kernion (c) e misorientação de grãos (d).

Atentando-se para o fato de a condição F40-DP apresentar uma menor SFH do que as condições F40-g e F40-G, tem-se duas possíveis explicações. A primeira é o fato de a

microestrutura *dual-phase* possuir mais armadilhas de hidrogênio e, conseqüentemente, consegue reter uma maior quantidade de hidrogênio antes de apresentar fratura. Okano; Takagi (2019) identificaram que as principais armadilhas de hidrogênio em aços DP são os contornos da martensita (ripas, blocos, pacotes e antigo grão austenítico), interface de carbonetos, interface ferrita-martensita e discordâncias. Considerando que a martensita do aço DP possui um menor tamanho do antigo grão austenítico devido à baixa temperatura de austenitização e adicionando a isso os contornos das interfaces ferrita-martensita, pode-se ter uma maior quantidade de armadilhas de hidrogênio neste aço. Os resultados apresentados na Fig. 4.21 mostram que o aço 4130-M na condição F40-DP possui maior fração de contornos de alto ângulo que as condições F40-g e F40-G, confirmando, portanto, essa hipótese. Tem-se que os contornos de alto ângulo apresentados por estas condições são, em sua maioria, os contornos do AGA, dos blocos de martensita e, para a condição F40-DP, contornos da interface ferrita / martensita. Estes contornos são conhecidos por serem armadilhas de hidrogênio de alta energia, ou seja, armadilhas que possuem alta capacidade de aprisionar hidrogênio. A Tab. 4.7 mostra alguns valores de energia de aprisionamento destas armadilhas obtidos na literatura. Portanto, é de se esperar, assim como o aço F40-g retem um maior teor de hidrogênio que o F40-G por possuir uma maior densidade de contornos do AGA, que o aço F40-DP retenha ainda mais hidrogênio que as duas outras condições. De fato, os resultados do teor de H_{dif} apresentados na Fig. 4.48-b evidenciam este comportamento. Logo, a condição F40-DP retem uma maior quantidade de outras antes que este atinja locais que possam servir como sítios de nucleação e propagação de trinca.

Tabela 4.7 – Energia de ligação para diferentes armadilhas de hidrogênio.

Contorno de alto ângulo (15° - 62,8°)	Energia de ligação [kJ/mol]
Contorno do antigo grão austenítico	21,9 – 54,4 (DEPOVER; VERBEKEN, 2018; GERBERICH <i>et al.</i> , 1988; LEE; LEE, 1983; NAGAO <i>et al.</i> , 2018; NOVAK <i>et al.</i> , 2010; SCHAFFNER <i>et al.</i> , 2018; WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2005)
Pacotes, blocos e ripas de martensita	16,0 – 30,0 (DEPOVER; VERBEKEN, 2016, 2018; GANGLOFF; SOMERDAY, 2012; ZAFRA; PERAL; BELZUNCE, 2020)
Interface ferrita/martensita	40,5 – 46,7 (LIU <i>et al.</i> , 2018; OKANO; TAKAGI, 2019)

Outro fator que contribui para a menor SFH do aço 4130-M na condição F40-DP é a presença da ferrita. A vantagem da presença de fases mais dúcteis, como bainita ou ferrita, em reduzir a SFH de aços martensíticos já foi documentada por Matsuno *et al.* (2014). Por ser uma fase inerentemente mais dúctil do que a martensita, a ferrita pode aliviar parte das tensões geradas durante o processo de carregamento do aço, atrasando a propagação da trinca (TAKASHIMA *et al.*, 2018; VENEZUELA *et al.*, 2018). Ensaios de carga constante realizados por Takashima *et al.* (2018) em aços de alta resistência de estrutura martensítica e DP mostraram uma menor SFH para o aço DP quando a tensão aplicada era menor do que o limite de escoamento do material ensaiado. Os autores concluíram que a presença da ferrita suprimia o processo de propagação da trinca no aço DP. Como a σ_{th} obtida no ensaio ISL para as condições F40-DP, F40-g e F40-G é menor do que seus respectivos limites de escoamento, os resultados concordam com aqueles obtidos por Takashima *et al.* (2018). Em outro trabalho de avaliação de SFH de aços DP, realizado por Watanabe *et al.* (1996), foi observada uma melhora na SFH causada pela precipitação de ferrita no contorno de grão, tal como observado na microestrutura da condição F40-DP. Alguns autores também afirmam que a capacidade de absorção de hidrogênio do aço DP aumenta, dado o maior teor crítico de hidrogênio apresentado pela ferrita em relação à martensita (BHADESHIA, 2016; WATANABE; TAKAI; NAGUMO, 1996). Em outras palavras, no momento em que a martensita atinge seu teor crítico de hidrogênio, a ferrita ainda se mantém dúctil (VENEZUELA *et al.*, 2018).

Da superfície de fratura (Fig. 4.49) tem-se um aspecto predominante de quase-clivagem, com algumas regiões de fratura intergranular. Este comportamento destoa do que foi observado nas superfícies de fratura das condições F40-G e F40-g, cujo aspecto intergranular é marcante, especialmente para a condição F40-G. Desta forma, pode-se inferir que o contorno do AGA não é a principal armadilha de hidrogênio para a condição F40-DP. É possível observar também algumas marcas de rasgamento (*tear ridges*), onde houve separação da superfície de fratura com intensa deformação plástica. Estas características apontam que o processo de fratura induzida por hidrogênio do aço 4130-M na condição F40-DP é acompanhado de intensa deformação plástica, ou seja, de uma grande movimentação de discordâncias. Isto é ainda mais evidente ao se observar o mapa de misorientação de Kernel apresentado na Fig. 4.50-c, cuja maioria dos valores altos de ângulo de misorientação encontram-se concentrados ao redor da trinca.

Outro aspecto que deve ser notado é o caminho da trinca apresentado nas Figs. 4.50-a e 4.50-b. Comparando estas imagens percebe-se que a trinca se propaga principalmente pela interface ferrita / martensita ou através da ferrita. Além disso, observando o mapa de misorientação de grãos da Fig. 4.50-d é possível notar que os maiores valores de ângulo de

misorientação estão concentrados na ferrita ao redor da trinca. Isto significa que a ferrita nesta região encontra-se intensamente deformada, uma vez que estes valores estão diretamente relacionados com a quantidade de discordâncias geometricamente necessárias naquela região. Portanto, é razoável supor que a deformação local da ferrita possui papel importante no mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio na condição F40-DP. Este resultado se assemelha ao encontrado por Takashima *et al.* (2018), que também observaram influência significativa da deformação não homogênea da ferrita no processo de fratura induzida por outras de um aço DP com 60 % de martensita. Ao ser deformada, a ferrita passa apresentar alta concentração de discordâncias, principalmente na interface ferrita / martensita, já que esta serve como uma barreira à movimentação de discordâncias, levando ao *pile-up* nesta região.

Como discutido anteriormente, por ser uma armadilha de hidrogênio, a discordância acaba por transportar hidrogênio para a interface ferrita / martensita que, por si só, também é uma armadilha forte de hidrogênio. Desta forma, a interface ferrita / martensita acaba sendo submetida a um enriquecimento localizado de hidrogênio, o que a torna uma região susceptível à propagação da trinca. Uma vez nucleada, a trinca se propaga pela interface ferrita / martensita ou através da ferrita que, por estar intensamente deformada, apresenta alta concentração de hidrogênio e baixa resistência à propagação da trinca. No entanto, este processo não exclui a possibilidade da trinca se propagar pelo contorno do AGA da martensita, como mostram as regiões de fratura intergranular da Fig. 4.49-a, caso este esteja saturado com hidrogênio. Asari *et al.* (2020) propuseram que a trinca induzida por hidrogênio de um aço DP se inicia por formação de defeitos microestruturais estabilizados pelo hidrogênio na interface ferrita / martensita. Estes defeitos são, em sua maioria, microvazios que se formam devido à interação entre discordâncias geradas pela deformação localizada na ferrita. Uma vez formados, estes microvazios crescem e se interagem, levando ao processo de trincamento, que se dá através da ferrita. Em busca destes defeitos foi realizada uma análise da trinca via MEV com maior ampliação e as imagens podem ser vistas na Fig. 4.51.

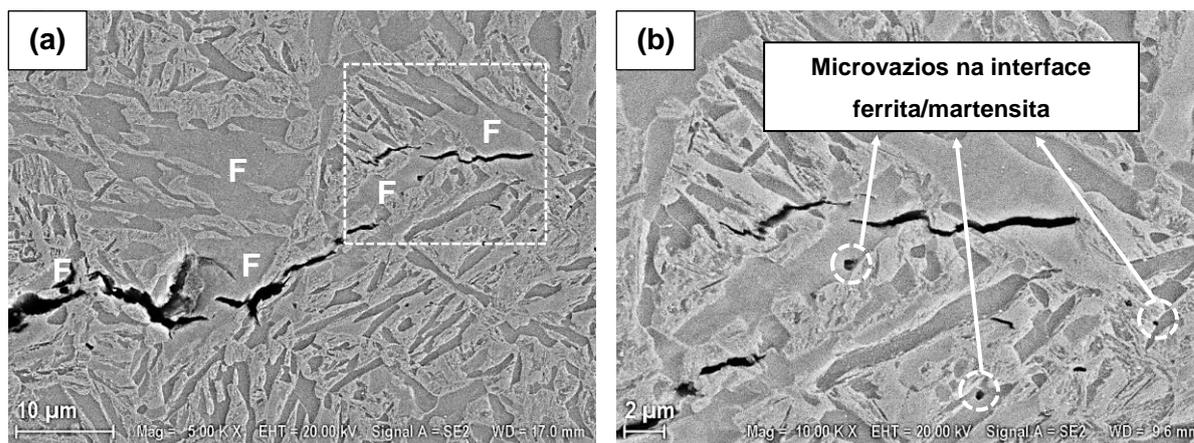
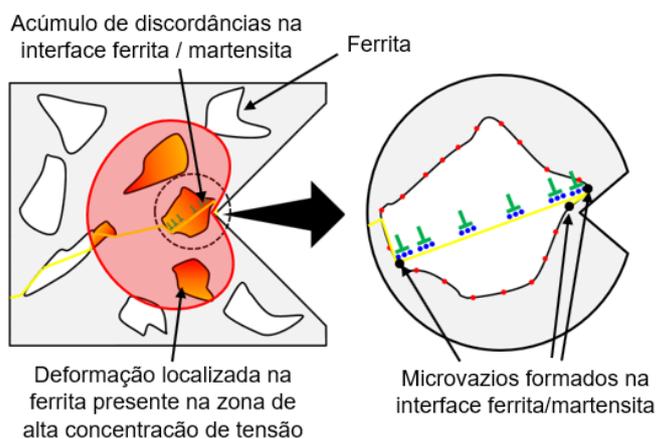


Figura 4.51 – (a) trinca de um corpo de prova do aço 4130-M na condição F40-DP após ensaio ISL. (b) ampliação da região marcada em “a”.

Tal como observada por Azari *et al.* (2018), foi identificada aqui a formação de microvazios na interface ferrita / martensita da condição F40-DP. Portanto, pode-se concluir que o trincamento da condição F40-DP se inicia na interface ferrita / martensita, podendo se propagar tanto pela interface, como pela ferrita localmente deformada. A Figura 4.52 ilustra o mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio do aço 4130-M na condição F40-DP.

Dual-Phase



- H aprisionado na interface ferrita/martensita
- H aprisionado e transportado pelas discordâncias

- a) Deformação localizada na ferrita;
- b) Acúmulo de discordâncias preferencialmente na interface ferrita/martensita;
- c) Enriquecimento localizado da interface ferrita/martensita com H;
- d) Diminuição da energia coesiva da interface ferrita/martensita devido à alta concentração de H;
- e) Formação de microvazios estabilizados pelo H devido à interação entre discordâncias;
- f) Trinca se inicia na interface ferrita/martensita e propaga através da ferrita deformada;
- g) Fratura com aspecto de quase-clivagem;

Figura 4.52 – Modelo proposto para o mecanismo de fratura induzida pelo hidrogênio do aço 4130-M com microestrutura *dual-phase* e dureza de 40 HRC.

4.3.5. Efeito da Temperatura do Meio

Nesta sessão apresenta-se o efeito da temperatura do meio na SFH do aço 4130-M e 4137-M nas condições F40-g e C40-g, respectivamente. Foram realizados ensaios ISL nas temperaturas de 4 °C, 24 °C e 54 °C para a condição F40-g e 4 °C e 24 °C para a condição C40-g. Os resultados das tensões limites de fratura e do teor de hidrogênio difusível das condições citadas, juntamente com o valor-p obtido do teste de Mann-Whitney, podem ser vistos nas Fig. 4.53 e 4.54. As superfícies de fratura e os mapas de polo inverso em Z e misorientação de Kernion dos corpos de prova ensaiados em diferentes temperaturas estão registradas nas Figs. 4.55 a 4.58.

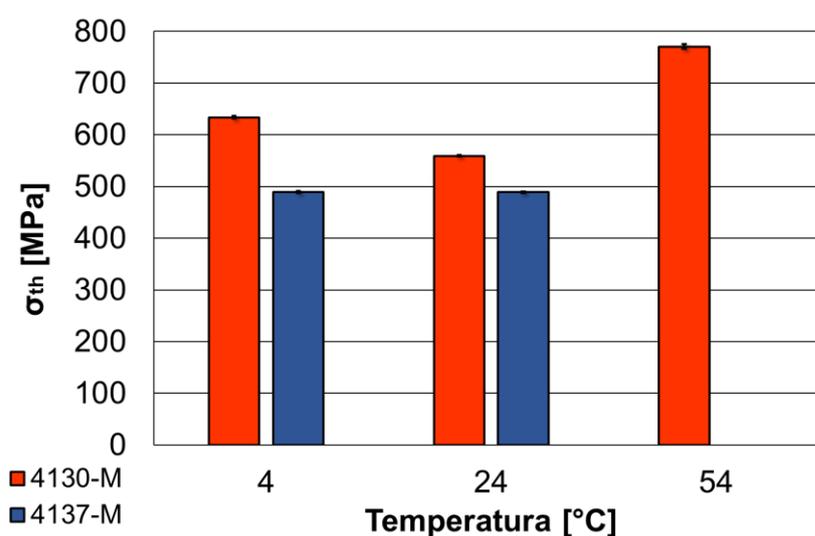


Figura 4.53 – Tensão limite de propagação de trinca obtida dos ensaios ISL realizados em diferentes temperaturas nos aços 4130-M e 4137-M com dureza de 40 HRC.

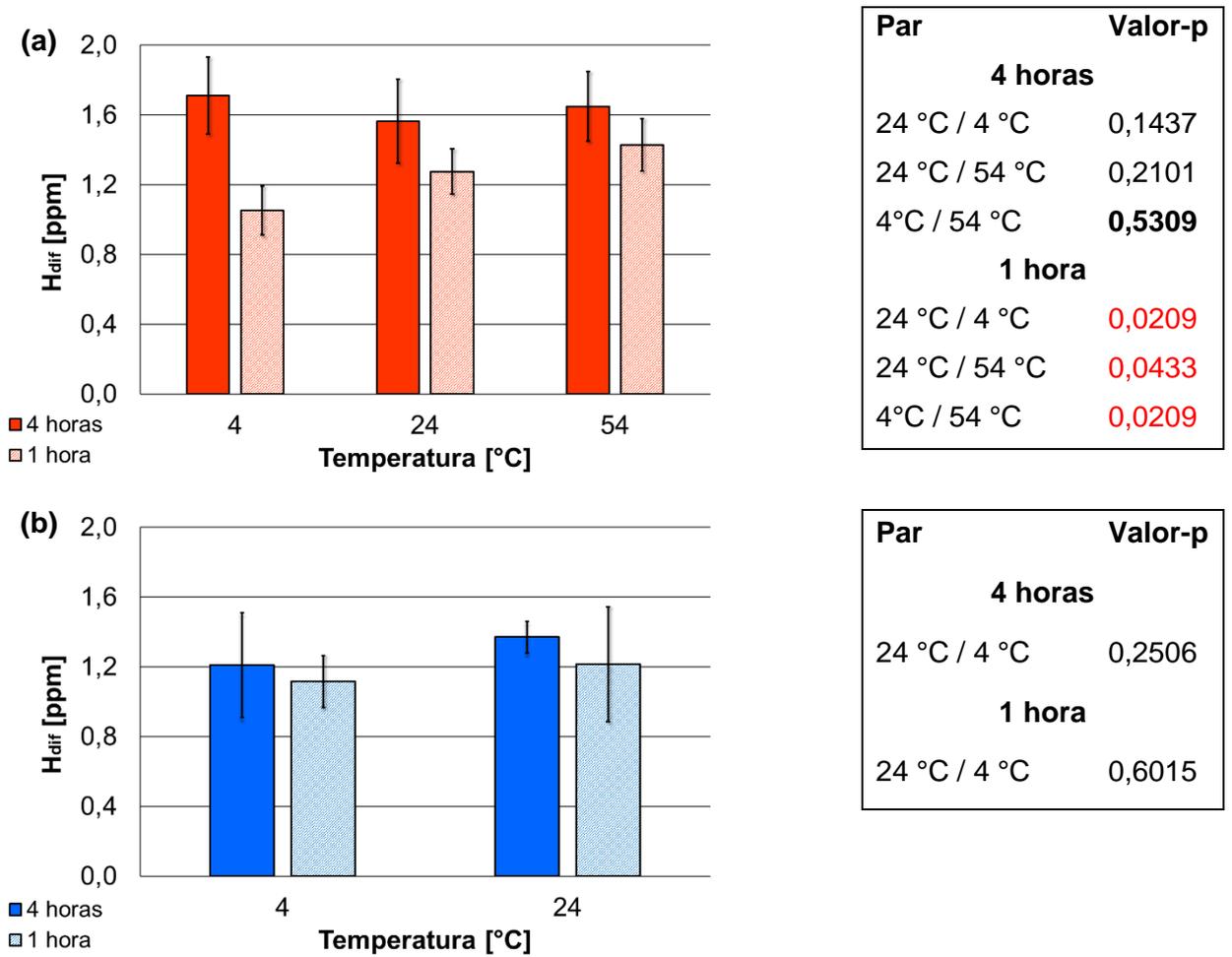


Figura 4.54 - Resultados dos ensaios de quantificação do teor de H_{dif} realizados nos aços 4130-M (a) e 4137-M (b) com dureza de 40 HRC carregados com hidrogênio por 4 horas e 1 hora.

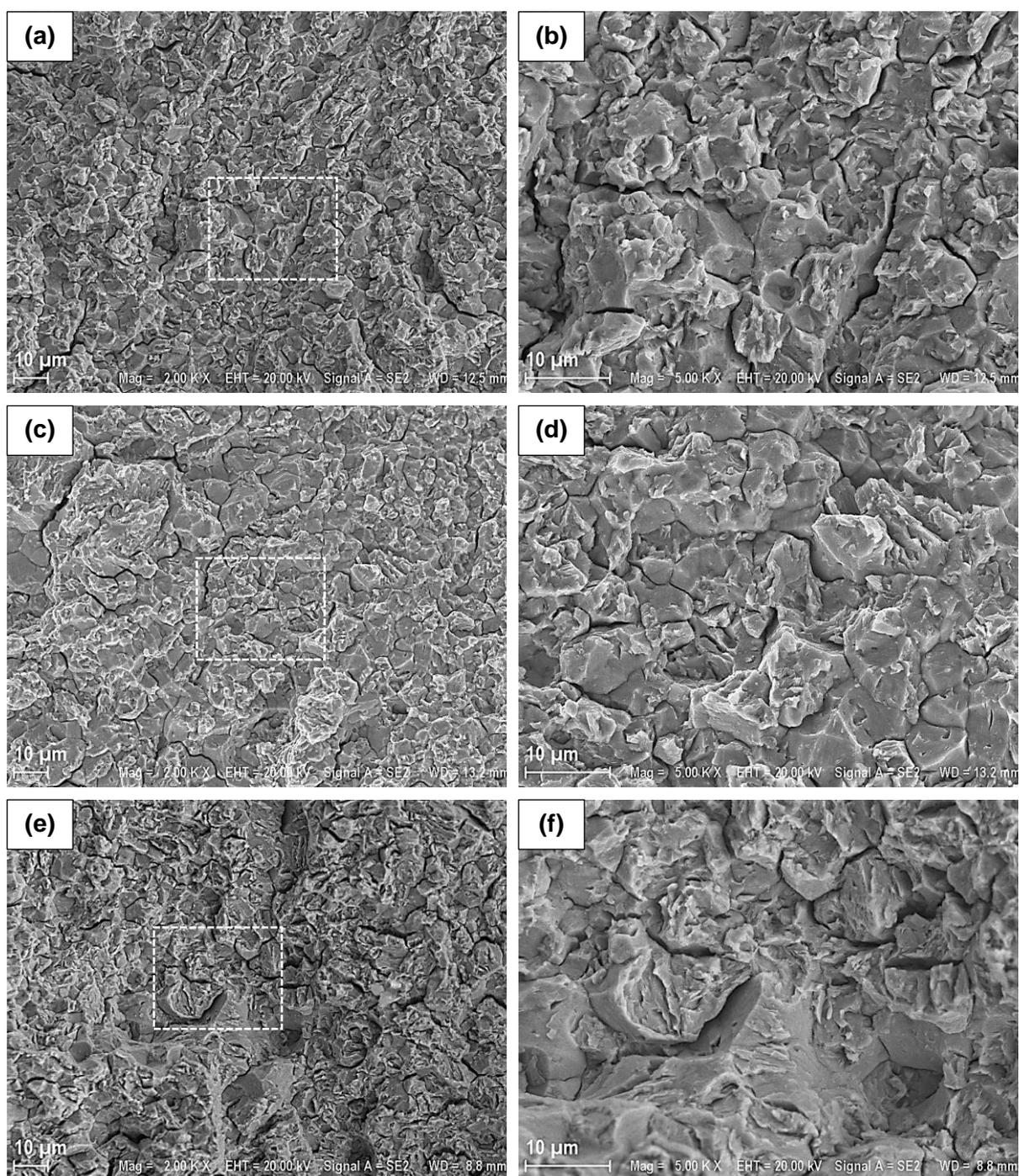


Figura 4.55 - Superfície de fratura do 4130-M na condição F40-g ensaiado em 4 °C (a), 24 °C (b) e 54 °C (c).

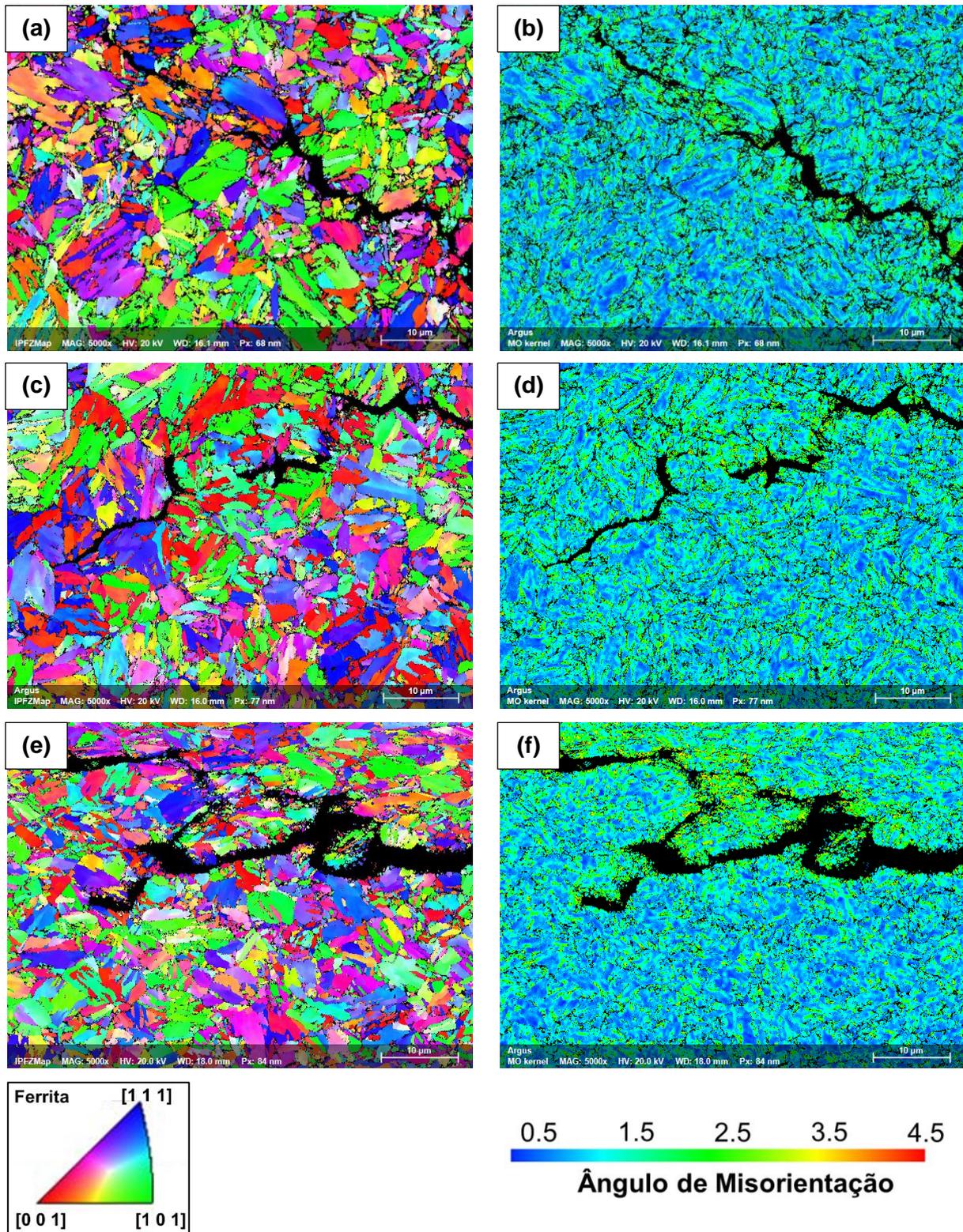


Figura 4.56 – Mapa de polo inverso em Z (a, c, e) e misorientação de Kernion (b, d, f) da trinca do aço 4130-M na condição F40-g após o ensaio ISL a 4 °C (a, b), 24 °C (c, d) e 54 °C (e, f).

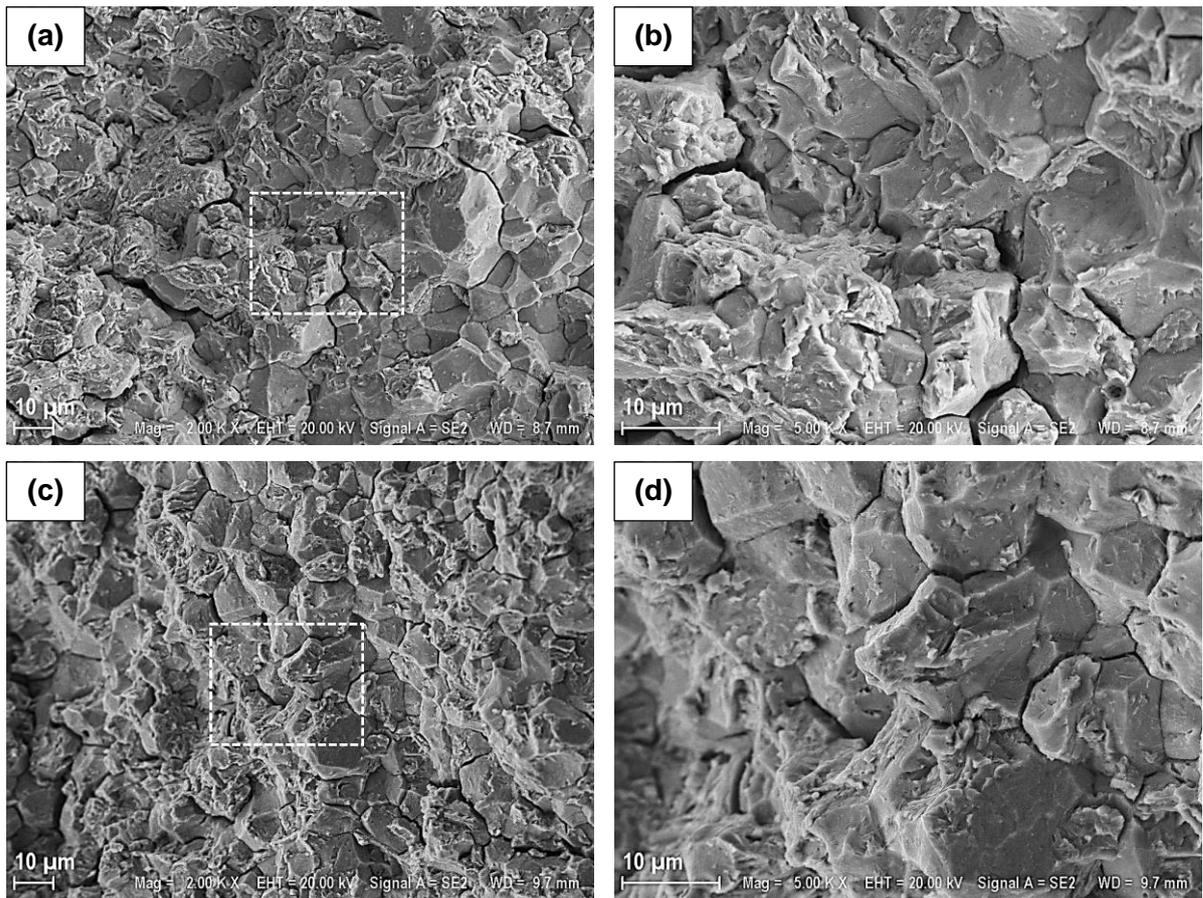


Figura 4.57 - Superfície de fratura do aço 4137-M na condição C40-g ensaiado a 4 °C (a) e 24 °C (b).

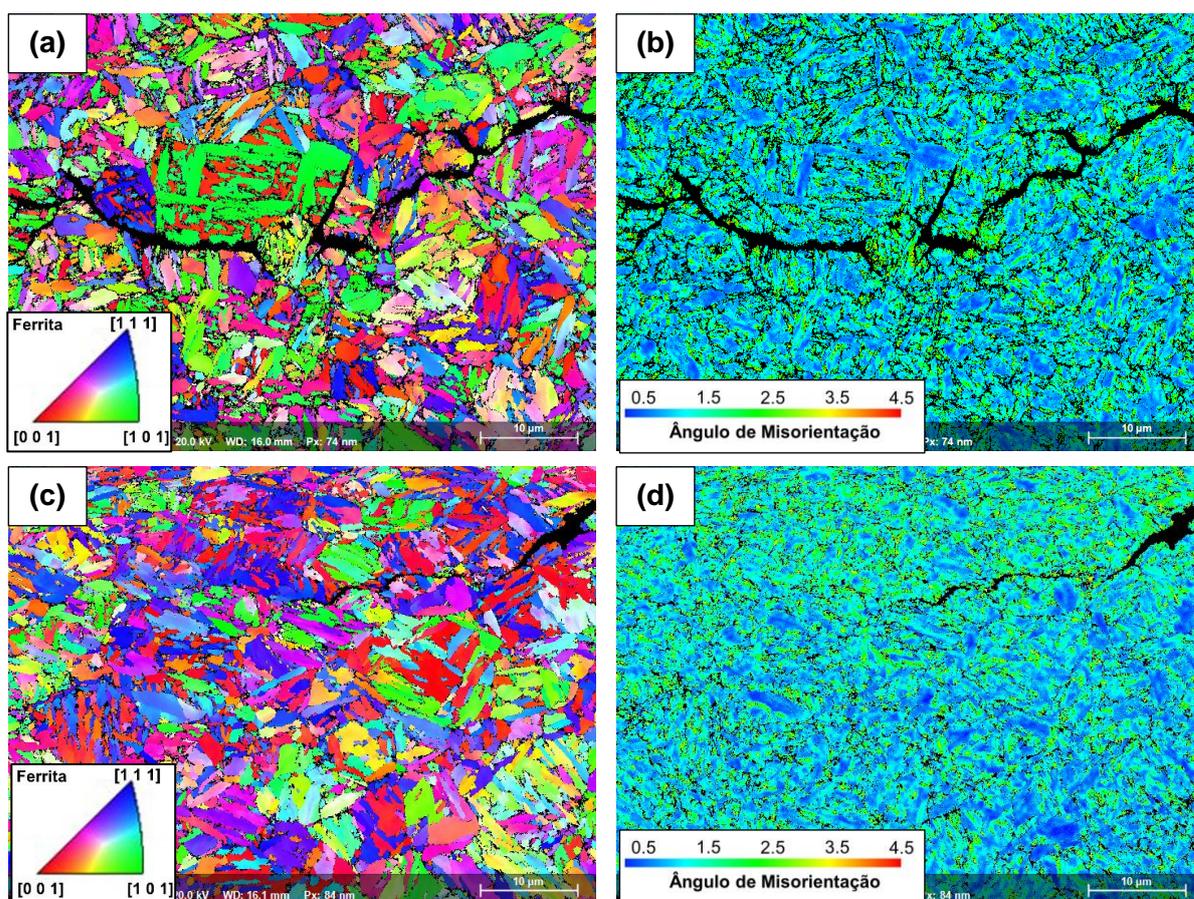


Figura 4.58 – Mapa de polo inverso em Z (a, c) e misorientação de Kernion (b, d) da trinca do aço 4137-M na condição C40-g após o ensaio ISL a 4 °C (a, b) e 24 °C (c, d).

Observa-se que o teor de H_{dif} não apresentou diferença significativa com a temperatura para ambos os aços após 4 horas de permeação, indicando que para este tempo de carregamento, as amostras estavam saturadas com hidrogênio. Com este resultado pode-se concluir que, dado o tempo necessário, a quantidade de hidrogênio para saturar as amostras não altera com a variação da temperatura no intervalo estudado. Por outro lado, quando a permeação foi realizada por 1 hora, foi possível notar uma diferença significativa entre os teores de H_{dif} medidos para o aço 4130-M na condição F40-g, bem como uma tendência de aumento do teor de H_{dif} com o aumento da temperatura. Isto se justifica pois, conforme prevê a lei de Fick, o coeficiente de difusão de hidrogênio nos aços aumenta com o aumento da temperatura. A Figura 4.59 mostra um exemplo deste comportamento observado em um aço ARBL. O aço 4137-M na condição C40-g não apresentou diferença significativa no teor de H_{dif} medido a 24 °C e a 4 °C para 1 hora de permeação. Porém, é possível notar uma tendência de aumento da média do teor de H_{dif} com o aumento da temperatura.

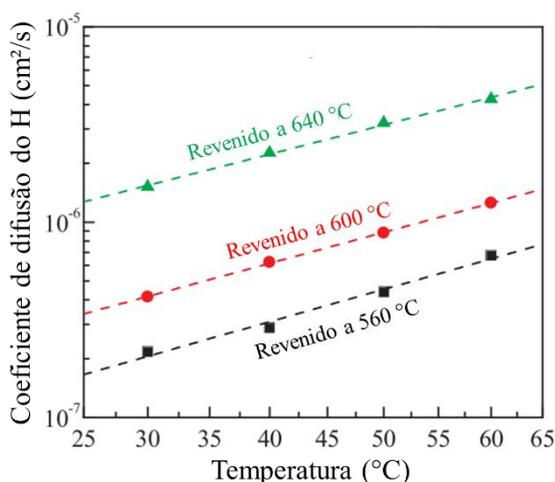


Figura 4.59 - Coeficiente de difusão do hidrogênio em um aço ARBL (0,22 %C – 3,4 %Cr+Ni+Mo) medido em diferentes temperaturas (CHENG; ZHANG, 2020).

A σ_{th} foi menor para a temperatura de 24 °C, não apresentando diferença significativa da tensão obtida a 4 °C. Por outro lado, para o aço 4130-M a σ_{th} observada a 54 °C aumentou significativamente se comparada às outras temperaturas. Dito isto, para entender o efeito da temperatura na SFH devem ser considerados os seguintes fatores:

- O coeficiente de difusão do hidrogênio é diretamente proporcional à temperatura (NAGUMO, 2016). Esta tendência foi observada nos ensaios de quantificação do teor de H_{dif} ;
- A adsorção do hidrogênio na superfície do material é favorecida em menores temperaturas (BORCHERS; MICHLER; PUNDT, 2008; PASCO; FICALORA, 1981);
- Quando a temperatura é menor que a temperatura ambiente, a queda na difusão do hidrogênio pode retardar a saturação das armadilhas de hidrogênio. Por outro lado, em temperaturas maiores, a mobilidade do hidrogênio aumenta, o que causa uma diminuição na capacidade de aprisionamento das armadilhas de H (BORCHERS; MICHLER; PUNDT, 2008; DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020);
- A principal armadilha de hidrogênio em aços ARBL martensíticos é a discordância (ZAFRA; PERAL; BELZUNCE, 2020);
- Quando a permeação de hidrogênio é simultânea à aplicação de força, as discordâncias são responsáveis pela maior parte do transporte de hidrogênio (QUADRINI, 1988).

Apesar de alguns autores afirmarem que a temperatura de máxima SFH apresentada por alguns aços esteja relacionada ao processo de adsorção de hidrogênio na superfície do metal, este comportamento não se aplica aos resultados aqui apresentados (GANGLOFF; WEI, 1977; RANSOM; FICALORA, 1980). Isto se dá pelo fato de que foi observado o aumento do teor de H_{dif} com o aumento da temperatura do meio, mesmo havendo uma diminuição da tendência de adsorção de hidrogênio na superfície do material. Pode-se supor que para o intervalo de temperatura estudado (4 °C – 54 °C), apesar do efeito de temperatura na adsorção do hidrogênio existir, ele não parece ser significativo. Outra possível explicação pode vir do fato de que apesar da adsorção ser favorecida a 4 °C, tem-se uma diminuição na taxa de redução de hidrogênio molecular em hidrogênio atômico de modo que há pouca oferta de H^+ (PASCO; FICALORA, 1981). À medida que a temperatura aumenta há o aumento da geração de hidrogênio atômico e, mesmo com a redução da adsorção, o aumento é tal que a quantidade de hidrogênio que difunde para o material também aumenta (NOZARI, 2002). Entretanto, neste caso deveria ter sido observado um aumento na SFH com o aumento da temperatura, o que não foi o caso. Sendo assim, o processo de nucleação e propagação da trinca e sua dependência da temperatura do meio parece estar mais relacionado à difusão do hidrogênio do que sua adsorção na superfície do material.

A maior σ_{th} observada a 54 °C para o aço 4130-M pode ser explicada atentando-se para o aumento da difusividade do hidrogênio e seu aprisionamento pelas discordâncias. Por ser uma armadilha de hidrogênio de baixa energia (~12 kJ/mol), a discordância passa a “prender” uma menor quantidade de hidrogênio à medida que a temperatura do meio aumenta. Como resultado, a quantidade de hidrogênio transportada pelas discordâncias até a raiz do entalhe é menor. Além disso, pode-se afirmar que outras armadilhas de baixa energia como contornos de ripas e outras interfaces coerentes retêm menos hidrogênio a 54 °C do que em temperaturas mais baixas. Porém, com o avanço do ensaio a tensão aplicada aumenta, aumentando a concentração de tensão na raiz do entalhe, o que aumenta a tendência do hidrogênio de se concentrar nessa região, atingindo a quantidade crítica de hidrogênio necessária para iniciar a trinca (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006). Eventualmente, haverá a saturação de hidrogênio na raiz do entalhe, causando a nucleação e propagação da trinca. Portanto, a 54 °C as condições para iniciar a trinca foram atendidas em tensões aplicadas maiores do que aquelas observadas em menores temperaturas. Ensaioes BTM realizados por Galliano *et al.* (2017) em uma superliga de Ni a 80 °C e a 300 °C mostraram uma maior fragilização na temperatura de 80 °C. Um dos fatores que os autores utilizaram para explicar este comportamento foi a maior quantidade de hidrogênio aprisionada e transportada pelas discordâncias em menores temperaturas. Quadrini (1988) também utilizou este argumento para explicar a menor tensão de ruptura observada no aço 40NiCrMo7

temperado, ensaiado via carga constante a 60 °C, quando comparado ao ensaio realizado a 22 °C. Tan;Gao;Wan (1993) verificaram que o aumento da temperatura diminui a interação entre hidrogênio e discordâncias no aço 30NiCrMo-Ni2A, que passa a ser negligenciável para temperaturas acima de 493 K (220 °C).

Embora não tenha sido observada diferença significativa entre as σ_{th} obtidas a 4 °C e a 24 °C, a dispersão de resultados nos ensaios ISL elucida o efeito da temperatura. Os resultados dos ensaios ISL realizados a 24 °C, 4 °C e 54 °C podem ser vistos na Fig. 4.60.

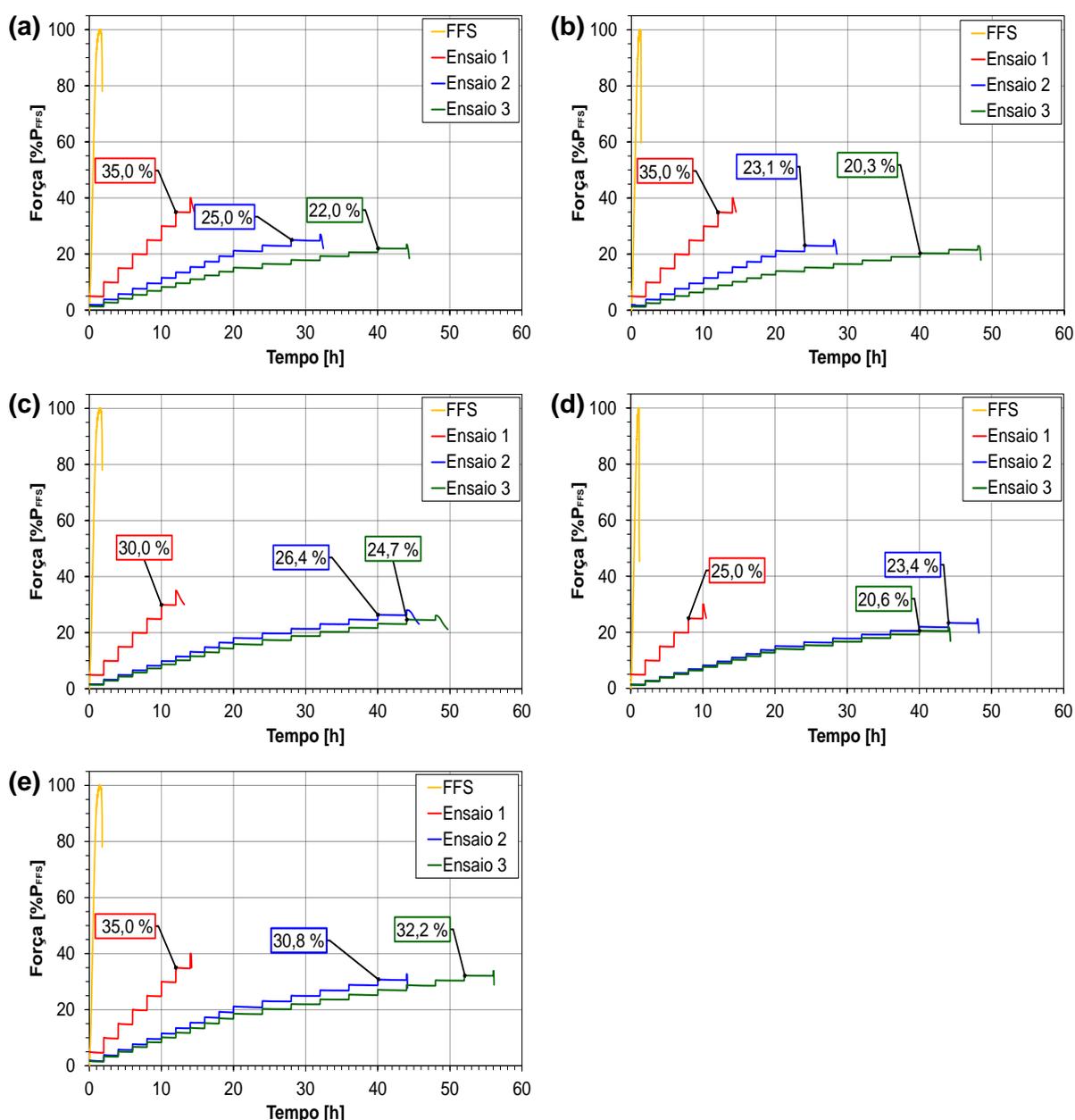


Figura 4.60 – Curvas força vs. tempo obtidas dos ensaios ISL realizados a 24 °C (a, b) e 4 °C (c, d) e 54 °C (e) nos aços 4130-M (a, c, e) e 4137-M (b, d) na condição de menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC.

Observando os resultados dos ensaios ISL apresentados na Fig. 4.60, nota-se uma menor dispersão entre os valores de P_{th} obtidos a 4 °C do que aqueles obtidos a 24 °C. Este comportamento indica que a saturação da raiz do entalhe com hidrogênio é atingida mais rapidamente a 4 °C, mas, havendo condições para a saturação a 24 °C, os valores de P_{th} se aproximam. A diminuição da temperatura acarreta numa menor mobilidade dos átomos de hidrogênio ao redor das discordâncias, o que leva a uma maior quantidade de átomos de hidrogênio transportado e retido pelas discordâncias na raiz do entalhe. Desta forma, para um mesmo intervalo de tempo e tensão aplicada, a quantidade de hidrogênio na raiz do entalhe será maior para a temperatura de 4 °C. Porém, ao seguir com os ensaios ISL o maior tempo de ensaio e a menor taxa de carregamento possibilitam a saturação da raiz do entalhe a 24 °C, levando a uma redução do P_{th} para valores próximos àqueles obtidos a 4 °C. No entanto, observando os resultados do ensaio ISL realizado no aço 4130-M a 54 °C (Fig. 4.60-e) também houve uma menor dispersão de resultados entre os ensaios. Porém o P_{th} obtido nesta condição foi maior que das outras temperaturas sendo de 30,8 % P_{FFS} . Neste caso, pode-se inferir que a 54 °C o estado de tensão e deformação na raiz do entalhe necessário para levar ao trincamento induzido pelo hidrogênio, é apenas atingido em tensões maiores que aquelas observadas nas menores temperaturas. A menor dispersão vem do fato de que, uma vez atingido este estado de tensão e deformação, havendo tempo de difusão suficiente, esta região satura-se com hidrogênio e a trinca se inicia. Como a tendência do ensaio ISL é refinar o perfil de carregamento, aumentado assim o tempo total de ensaio, esta saturação será garantida logo que o nível de tensões for atingido. Deste comportamento pode-se inferir que a saturação da raiz do entalhe com hidrogênio a 4 °C se dá principalmente por aprisionamento e transporte de hidrogênio por discordâncias. Mas à medida que a temperatura aumenta o transporte de hidrogênio por discordâncias é desfavorecido e taxa de difusão do hidrogênio aumenta ao ponto que seu papel passa a ser mais relevante na saturação do entalhe a 54 °C. Este mecanismo é ilustrado esquematicamente na Fig. 4.61.

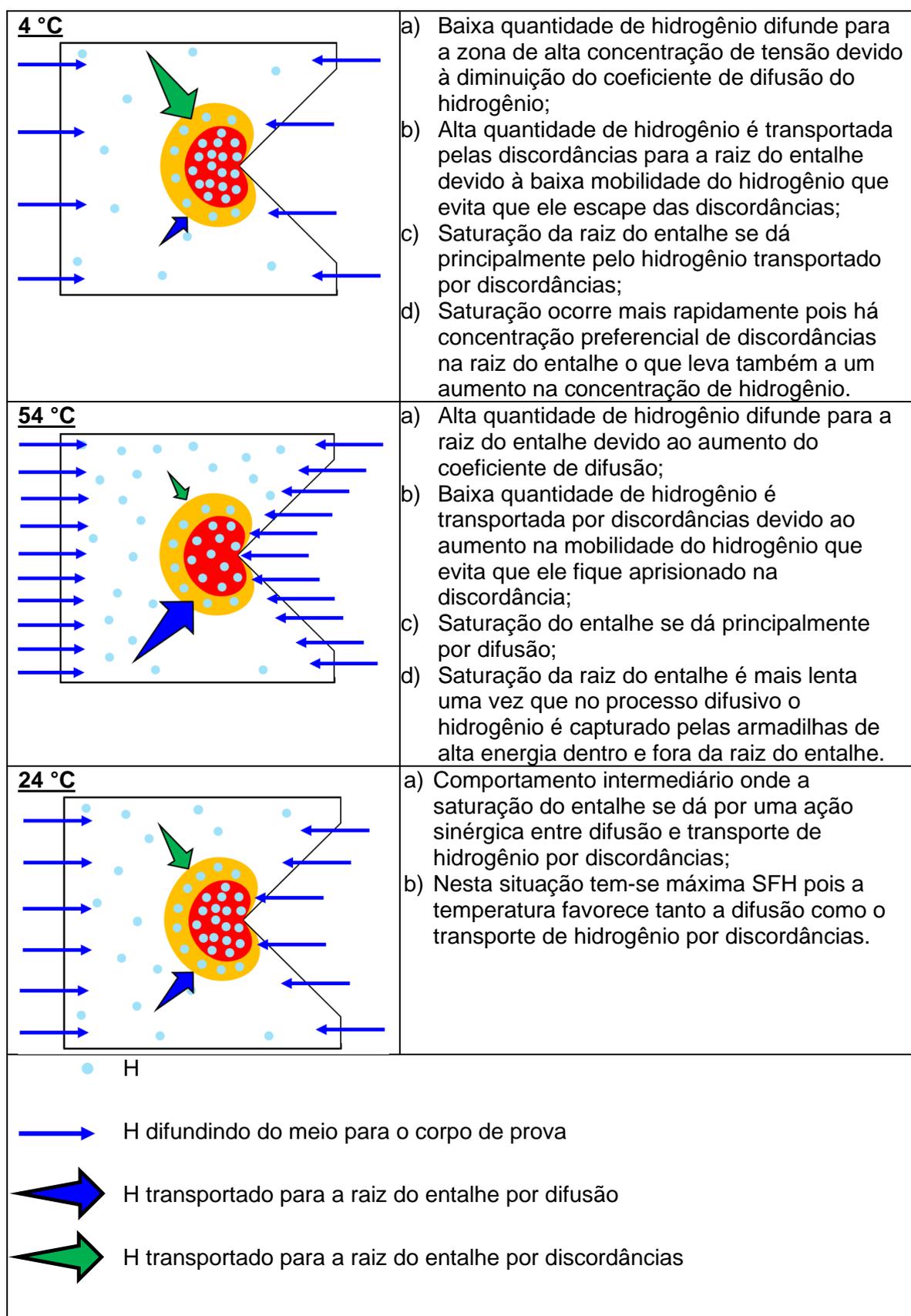


Figura 4.61 – Ilustração do mecanismo de saturação da raiz do entalhe com hidrogênio e sua variação com a temperatura do meio o ensaio ISL.

A tendência de haver não só um valor, mas uma faixa de temperatura na qual a SFH é máxima também já foi observada por outros autores na literatura (TAN; GAO; WAN, 1993; WILLIAMS; NELSON, 1970). Porém, é importante ressaltar que aços podem apresentar uma diminuição na SFH quando expostos a temperaturas mais baixas. Ensaioes BTd realizados por Zhang *et al.* (2006) em um aço inoxidável austenítico, com temperaturas variando de 80 K a 300 K (-193 °C a 27 °C), em um ambiente de 1 MPa de pressão de hidrogênio, mostraram que para temperaturas menores que -23 °C havia redução da SFH. Os autores concluíram que a diminuição da difusão do hidrogênio dificultou seu acúmulo na região de concentração de tensão. O mesmo comportamento foi evidenciado por Quadrini (1988) na liga 30NiCrMo7 temperado com permeação de hidrogênio *in-situ*, comparando resultados obtidos a 2 °C e 22 °C. O autor relacionou este comportamento à taxa de difusão de hidrogênio que, por ser mais baixa, levava mais tempo para saturar as armadilhas de hidrogênio. Apesar de serem temperaturas próximas das avaliadas no presente trabalho, o aço utilizado por Quadrini (1988) encontrava-se na condição temperada e, ao ensaiar o mesmo aço revenido a 500 °C, pouca influência da temperatura foi observada. Em outro trabalho realizado por Lee *et al.* (2021) em uma liga CoCrFeMnNi, os resultados mostraram que a liga apresentava FH nas temperaturas de 298 K e 177 K (25 °C e -96 °C), enquanto que a 77 K (-196 °C) a FH não foi observada. Além disso, pouca diferença entre os índices de fragilização nas temperaturas de 298 K e 177 K foi percebida. Os autores atribuíram a observância da FH à concentração preferencial de hidrogênio nas junções triplas de contornos de grão e contornos de maclas geradas durante a deformação. Porém, na temperatura de 77 K a queda na difusão do hidrogênio foi tal que não havia hidrogênio suficiente para causar a fragilização da liga.

Estes resultados mostram que, embora a diminuição da temperatura aumente a quantidade de hidrogênio aprisionada e transportada pelas discordâncias, a diminuição do coeficiente de difusão pode atrasar a saturação das armadilhas de hidrogênio, o que diminui a chance de haver FH. Estendendo este raciocínio para os ensaios ISL, como o tempo do patamar no ensaio é limitado, é possível que não haja tempo suficiente para a saturação do entalhe em temperaturas menores que 4 °C. Como resultado, a tensão necessária para levar à fratura aumenta. Porém, para confirmar esta hipótese seria necessário realizar ensaios ISL em temperaturas menores que 4 °C.

De forma geral, a tendência mostrada pelos resultados dos ensaios ISL realizados em diferentes temperaturas neste trabalho é de que existe uma faixa de temperaturas de máxima SFH, cujo valor máximo é próximo à temperatura ambiente. De fato, é informado na literatura que na temperatura ambiente os aços tendem a apresentar uma maior SFH, principalmente os aços carbono de alta resistência (CHANDLER, 1978; DEL-POZO; VILLALOBOS; SERNA, 2020; WANHILL *et al.*, 2014). A razão para este comportamento está diretamente relacionada

ao efeito da temperatura na difusão e acúmulo de hidrogênio na raiz do entalhe, conforme discutido acima. Apesar de haver relatos na literatura de queda na SFH em baixas temperaturas, esta tendência é mais comumente observada em temperaturas menores que as avaliadas neste trabalho, sendo da ordem de $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ para aços carbono de alta resistência.

Das superfícies de fratura e imagens obtidas por EBSD da trinca após o ensaio ISL em diferentes temperaturas (Figs. 4.55 a 4.58) não foi notada diferença significativa nas características das fraturas após o ensaio. Em todas as temperaturas a fratura apresentou aspecto misto com características intergranular e de quase-clivagem, indicando que a trinca se propaga tanto pelo contorno do antigo grão austenítico como pelos contornos da martensita. Como discutido anteriormente, estes contornos são caracterizados como contornos de alto ângulo e, além de serem armadilhas de hidrogênio fortes, servem como barreira à movimentação das discordâncias, que acabam empilhando nestes contornos aumentando sua concentração de hidrogênio. Além disso, a similaridade entre as superfícies de fratura sugere que a fratura induzida por hidrogênio ocorreu após a saturação dos contornos na raiz do entalhe. Saturação essa que depende da temperatura do meio e do transporte de hidrogênio pelas discordâncias.

Um comportamento interessante observado nos ensaios ISL realizados em diferentes temperaturas foi a queda da força causada pela propagação da trinca induzida pelo hidrogênio. Apesar de ter sido observada uma tendência de máxima fragilização a $24\text{ }^{\circ}\text{C}$, este comportamento não foi evidenciado na taxa de queda de força dos ensaios ISL. Para compreender esta divergência deve-se diferenciar o início de nucleação da trinca induzida pelo H da sua propagação. O primeiro depende da saturação das armadilhas na região da raiz do entalhe com H e também do estado de tensão e deformação naquela região, como esquematizado na Fig. 4.61. Já o segundo é diretamente proporcional à quantidade de H que difunde do meio para o material, sem haver a influência da tensão aplicada, ou seja, na região fora da raiz do entalhe. A Figura 4.62 mostra um exemplo de queda de força obtida para cada temperatura ensaiada nos dois aços.

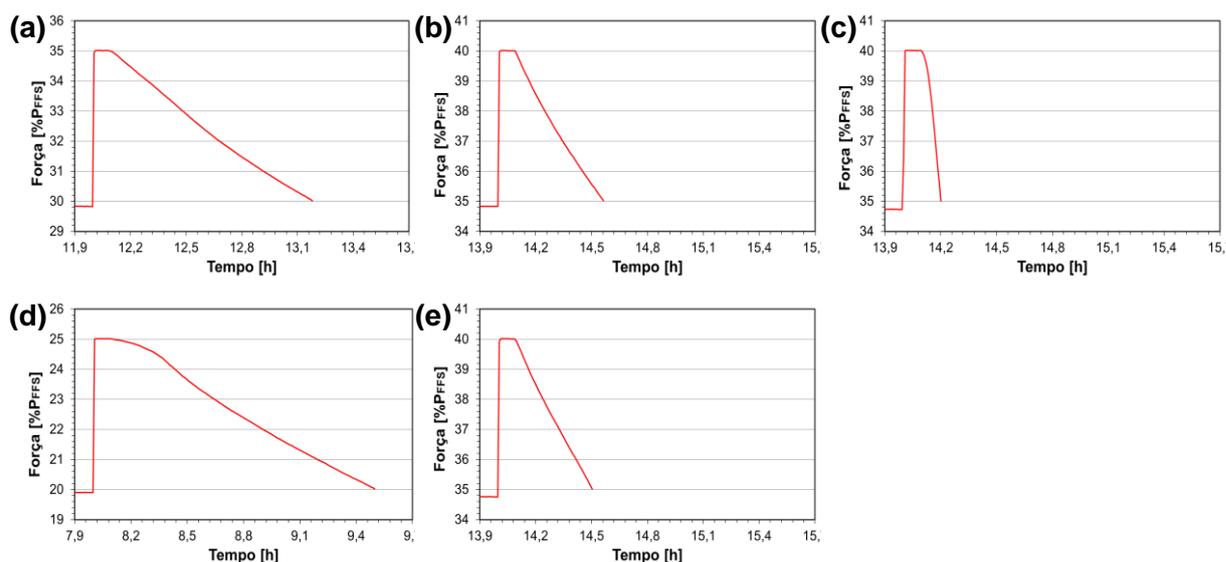


Figura 4.62 –Queda de força observada nos ensaios ISL realizados no aço (a, b, c) 4130-M e (d, e) 4137-M, (a, d) 4 °C, (b, e) 24 °C e (c) 54 °C ambos com menor tamanho de grão e dureza de 40 HRC.

Na Figura 4.62 nota-se que a taxa de queda da força durante o ensaio ISL foi maior com o aumento da temperatura do meio para os dois aços. Como a queda de força é causada pela propagação da trinca induzida pelo hidrogênio, é razoável afirmar que a taxa de queda de força reflete a taxa de propagação da trinca. Portanto, pode-se concluir que a taxa de propagação da trinca induzida pelo hidrogênio no ensaio ISL depende do coeficiente de difusão do hidrogênio, diferentemente do σ_{th} que apresentou um valor limite em torno da temperatura ambiente. Os resultados obtidos mostram que a saturação do entalhe passa a depender mais da difusão do hidrogênio do que do transporte por discordâncias a medida que a temperatura do meio aumenta. No caso da taxa de propagação da trinca deve-se levar em conta o estado de tensão a frente da trinca. A tensão a frente de uma trinca é consideravelmente maior que a apresentada na raiz do entalhe e, com isso, a tendência do hidrogênio de se difundir para esta região também será maior. Logo, esta região é saturada mais rapidamente com o aumento do coeficiente de difusão do hidrogênio. Simulações de difusão do hidrogênio realizadas por Jeon *et al.* (2015) considerando concentradores de tensão diferentes (entalhes com diferentes raios e trinca) mostraram que a medida que o raio do entalhe diminui até que se chegue à condição de uma trinca, a concentração de hidrogênio nos interstícios da microestrutura na região adjacente ao concentrador aumenta. Os resultados obtidos pelos autores podem ser vistos na Fig. 4.63. Este comportamento resulta da tensão hidrostática à frente do entalhe, que aumenta com a diminuição do raio, até que se chegue à condição de uma trinca (raio tende a zero). Neste caso, tem-se a maior tensão

hidrostática, o que significa maior expansão do retículo cristalino que, por sua vez, aumenta os espaços intersticiais favorecendo a difusão do hidrogênio naquela região.

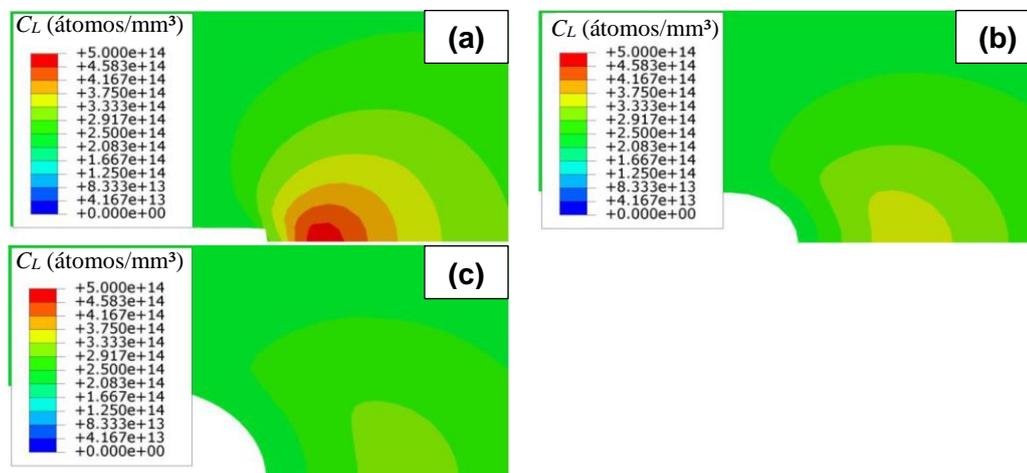


Figura 4.63 – Perfil de concentração de H nos interstícios (C_L) em amostras C(T) sob a mesma condição de carregamento: (a) trinca, (b) entalhe com raio de 0,8 mm, (c) entalhe com raio de 1,5 mm (JEON *et al.*, 2015).

Outro fator que deve ser considerado é a concentração de hidrogênio nos contornos. Sabe-se que, uma vez que a trinca se inicia, ela se propaga pelos locais de maior concentração de hidrogênio que, de acordo com as Figs. 4.55 e 4.57, são os contornos do AGA e dos blocos de martensita (DAS, 2016). Considerando que estes contornos possuem alta energia de aprisionamento, espera-se que a quantidade de hidrogênio retida nos mesmos aumente à medida que o coeficiente de difusão do hidrogênio aumenta. Além disso, como a permeação de hidrogênio é simultânea à aplicação de força durante o ensaio, pode-se considerar que a concentração de hidrogênio no interior do material, desconsiderando a raiz do entalhe, aumenta com o aumento da temperatura do meio desde que o material não esteja saturado, como visto na Fig 4.54-a. Sendo assim, é razoável assumir que a concentração de hidrogênio na ponta da trinca aumenta à medida que a temperatura do meio aumenta, especialmente nos contornos de alto ângulo, o que eleva a taxa de propagação e também a taxa de queda de força no ensaio ISL.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Investigou-se no presente trabalho os efeitos da fragilização por hidrogênio em dois aços ARBL (4130-M e 4137-M) considerando diferentes fatores, tais como: níveis de resistência mecânica, variação microestrutural e temperatura do meio. A análise da influência destes fatores foi realizada por meio do ensaio ISL, utilizando água deionizada + 3,5 % NaCl como fluido eletrolítico e polarização catódica de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$. Adicionalmente, foi realizado um trabalho investigativo para obtenção das curvas de revenimento e do comportamento de variação do tamanho do AGA com a temperatura de austenitização para os dois aços. Também foi selecionado o melhor ataque químico para visualização do contorno do antigo grão austenítico. A partir dos resultados as seguintes conclusões são apresentadas.

5.1. Ensaio ISL

- a) A metodologia desenvolvida para a identificação do P_{th} no ensaio de ISL das condições de baixa dureza se mostrou eficaz. Desta forma foi possível ampliar o campo de aplicação da norma do ensaio e testar materiais com durezas abaixo do nível mínimo ditado pela norma ASTM F1624;
- b) Os ensaios de validação da metodologia de identificação do P_{th} comprovaram que é necessário atingir uma tensão e concentração de hidrogênio críticos na raiz do entalhe para se nuclear a uma trinca, independentemente da taxa de deformação.
- c) Todas as condições ensaiadas foram susceptíveis à fragilização por hidrogênio, tendo em vista que o P_{th} foi menor que $75 \%P_{FFS}$ e incorrendo no critério de susceptibilidade estabelecido pela norma ASTM F1624;

5.2. Influência dos Parâmetros Estudados na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio dos aços 4130-M e 4137-M.

- d) A SFH dos dois aços aumentou com o aumento da sua dureza. Este comportamento resulta da diminuição natural da tenacidade do material e também do maior número de armadilhas reversíveis de H, especialmente discordâncias, nos contornos do AGA, quando a temperatura de revenimento é menor.
- e) Os aços 4130-M e 4137-M com dureza de 40 HRC e maior tamanho de grão (F40-G e C40-G) mostraram maior SFH do que a condição de mesma dureza e menor tamanho do AGA (F40-g e C40-g). Este comportamento se dá pela menor densidade de contornos de grão, o que implica em uma menor quantidade de armadilhas de hidrogênio, permitindo que o hidrogênio se difunda para regiões de alta concentração de tensão. Além disso, o maior tamanho AGA resulta numa maior concentração de discordâncias nos contornos de grãos, aumentando tanto a concentração de tensão, como a concentração de hidrogênio nestes contornos;
- f) O aço 4130-M com dureza de 40 HRC e microestrutura *dual-phase* (F40-DP) mostrou menor SFH que as condições F40-G e F40-g. A razão disto está na maior densidade de contornos de alto ângulo, principalmente contorno do AGA e da interface ferrita/martensita, que funcionam como armadilhas fortes de hidrogênio, reduzindo sua difusão para locais de maior concentração de tensão. Além disso, a deformação local da ferrita na condição F40-DP alivia as tensões geradas durante o carregamento e direciona o hidrogênio para a ferrita, que é menos susceptível que a martensita;
- g) Os ensaios ISL em diferentes temperaturas do meio confirmaram que a temperatura ambiente é a mais crítica para a ocorrência de fragilização por hidrogênio. Além disso, foi possível verificar o efeito da temperatura na mobilidade do hidrogênio através da variabilidade entre os ensaios a 24 °C e a 4 °C. Foi constatado que a saturação do entalhe com hidrogênio a 4 °C se dá principalmente por transporte de hidrogênio por discordâncias, enquanto que a 54 °C a difusão do hidrogênio passa a ser o mecanismo dominante. A 24°C a saturação do entalhe com hidrogênio se dá pela atuação destes dois mecanismos de transporte de hidrogênio simultaneamente.
- h) Foi observado que a taxa de propagação de trinca induzida pelo hidrogênio aumenta com o aumento da temperatura do meio e, diferentemente do momento de nucleação da trinca, é proporcional ao coeficiente de difusão do hidrogênio. Isto se dá, pois, a trinca se propaga pelos contornos de alto ângulo saturados com

hidrogênio e, uma vez fora da região da raiz do entalhe, a saturação destes contornos depende apenas da difusão do H;

- i) A fractografia revelou características de fratura frágil para todas as condições ensaiadas com permeação de hidrogênio. Adicionalmente, percebeu-se uma transição de fratura predominantemente intergranular para uma fratura com aspecto de quase-clivagem à medida que o material apresentava menor SFH. A Tab. 5.1 a seguir mostra uma síntese dos mecanismos de fratura induzida pelo hidrogênio observados no presente trabalho.

Tabela 5.1 – Síntese dos mecanismos de fratura induzida pelo H observados.

Parâmetro	Mecanismo de Fratura	Causa
Dureza	Transição de intergranular para quase clivagem à medida que a dureza diminui	Quanto menor a dureza menor a quantidade de armadilhas de H nos contornos de grão e maior a quantidade de deformação plástica envolvida na fratura.
Antigo grão austenítico	Transição de intergranular para aspecto misto (intergranular + quase-clivagem) à medida que o grão diminui	Quanto maior o tamanho do antigo grão austenítico maior a quantidade de discordâncias que se acumulam no contorno de grão, levando a um enriquecimento local de H.
Microestrutura <i>dual-phase</i>	Fratura com aspecto predominante de quase-clivagem	A deformação localizada da ferrita direciona o H para a ferrita, levando à geração de microvazios na interface martensita/ferrita onde a trinca se inicia e propaga pela ferrita deformada ou pela interface martensita/ferrita.
Temperatura do meio	Mista sem mudança para os 3 níveis de temperatura	A fratura só ocorre após atingir uma concentração crítica de H nos contornos de alto ângulo que não muda com a mudança da temperatura do meio

5.3. Aspectos Importantes para a Indústria

A técnica ISL pode ser de grande auxílio no estudo da fragilização por hidrogênio e também para a indústria. Devido à sua versatilidade, tempo de execução e boa precisão, essa técnica se configura como uma ferramenta promissora no âmbito de análise da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio. Como contribuição direta do ensaio ISL, pode-se citar: análise de falha, classificação de materiais, seleção de revestimentos, qualificação

de componentes mecânicos, dentre outros. Já de forma indireta, o ensaio ISL pode auxiliar na elaboração de procedimentos de fabricação de materiais, tratamentos térmicos, elaboração de normas e procedimentos para materiais que serão utilizados em ambiente contendo hidrogênio, etc.

Neste trabalho avaliaram-se os efeitos de parâmetros microestruturais e do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga por meio do ensaio ISL. Além das contribuições acima relacionadas à técnica, o presente trabalho contribuiu nos seguintes aspectos:

- a) Desenvolvimento de uma metodologia para a identificação do P_{th} de aços com dureza de 32 HRC, dureza esta que é usualmente utilizada em parafusos e fixadores para aplicações *sour*, especialmente na área de óleo e gás;
- b) Na condição do aço 4130-M com dureza de 40 HRC foi observado que a microestrutura *dual-phase* apresentou menor SFH. Apesar de não encontrar aplicação na área de óleo e gás devido à alta SFH em meio assistido há a possibilidade desta condição microestrutural ser utilizada em aplicações menos agressivas;
- c) O estudo da influência de parâmetros microestruturais e do meio na SFH de aços ARBL permite propor melhorias na fabricação de aços para trabalho em meio agressivo. Por exemplo, neste trabalho foi visto que aumentar a fração de contorno de alto ângulo pode aumentar a resistência à fragilização por hidrogênio dos aços. Tais contornos podem ser o contorno do antigo grão austenítico, interfaces ferrita/martensita (no caso do presente trabalho) ou outras fases, interfaces incoerentes, como as de carbonetos com a matriz, precipitados, entre outros;
- d) O entendimento de como ocorre o mecanismo de FH em diferentes temperaturas quando se tem um concentrador de tensão pode ser aplicado, por exemplo, em fixadores submarinos, cuja temperatura pode chegar a 4 °C ou em reatores nuclear onde a temperatura ultrapassa 100 °C.

CAPÍTULO VI

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Realização de um planejamento fatorial completo de forma a avaliar possíveis interações entre dois ou mais parâmetros microestruturais e do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga. Por exemplo, realizar ensaios ISL em aços ARBL com dois tamanhos do antigo grão austenítico, dois níveis de dureza e dois níveis de temperatura do meio;

Realizar ensaios ISL em temperaturas menores que 4 °C para verificar se o efeito de diminuição da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio com a diminuição da temperatura, pode ser observado pelo ensaio ISL. Analogamente, realizar ensaios ISL em temperaturas mais altas que 54 °C para verificar se a tendência de diminuição da SFH se mantém com o aumento da temperatura do meio;

Investigar microestruturas que possam aliar alta resistência mecânica com baixa susceptibilidade à fragilização por hidrogênio, haja vista a grande demanda apresentada por diversos setores da indústria, especialmente para aços carbono;

Validar a metodologia de identificação do P_{th} pelo método da rigidez para aços com durezas menores que 32 HRC e também para materiais menos susceptíveis como ligas de Ni, Al e Mo;

Replicar as condições investigadas no presente trabalho utilizando outros ensaios de análise de susceptibilidade à fragilização por hidrogênio, por exemplo, o ensaio de tração BTB, ensaio com carga constante, *small punch test*, etc. e, assim, correlacionar os resultados obtidos entre si;

Utilização de técnicas que permitam visualizar os locais de maior concentração de hidrogênio no aço, como a técnica de *microprinting*. Desta forma é possível verificar e confirmar as tendências de concentração do hidrogênio nos contornos que foram observadas nas superfícies de fratura e também nas imagens obtidas via EBSD.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADASOORIYA, N. D.; TUCHO, W. M.; HOLM, E.; ÅRTHUN, T.; HANSEN, V.; SOLHEIM, K. G.; HEMMINGSEN, T. Effect of hydrogen on mechanical properties and fracture of martensitic carbon steel under quenched and tempered conditions. **Materials Science and Engineering A**, v. 803, 28 jan. 2021. 10.1016/j.msea.2020.140495

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E562: Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count**ASTM, 2011. 10.1520/E0562-11.2

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E112: Standard test methods for determining average grain size**ASTM InternationalWest ConshohockenASTM International, , 2013. 10.1520/E0112-13.1.4

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E8/E8M: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**West ConshohockenASTM International, , 2016. 10.1520/E0008

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E18: Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**ASTM International, 2018a. 10.1520/E0018-14.2

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **F519: Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement Evaluation of Plating / Coating Processes and Service Environments**West ConshohockenASTM International, , 2018b. 10.1520/F0519-13.1.5.1

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **F1624: Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique**West ConshohockenASTM International, , 2018c. 10.1520/F1624-12.2

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **F2660: Standard Test Method for Qualifying Coatings for Use on F3125 Grade A490 Structural Bolts Relative to Environmental Hydrogen Embrittlement**ASTM International, , 2020. 10.1520/F2660—20

ASARI, D.; MIZOKAMI, S.; FUKAHORI, M.; TAKAI, K. Microscopic defects formed during crack incubation, initiation and propagation processes causing hydrogen-related fracture of dual-phase steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 780, p. 139209, 7 abr. 2020. 10.1016/j.msea.2020.139209

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 7555: Aço - Revelação do grão austenítico**, 1990.

ATEBA BETANDA, Y.; HELBERT, A.-L.; BRISSET, F.; MATHON, M.-H.; WAECKERLÉ, T.; BAUDIN, T. Measurement of stored energy in Fe–48%Ni alloys strongly cold-rolled using three approaches: Neutron diffraction, Dillamore and KAM approaches. **Materials Science and Engineering: A**, v. 614, p. 193–198, 22 set. 2014. 10.1016/j.msea.2014.07.037

BARRERA, O. et al. Understanding and mitigating hydrogen embrittlement of steels: a review of experimental, modelling and design progress from atomistic to continuum. **Journal of Materials Science**, v. 53, n. 9, p. 6251–6290, 6 maio 2018. 10.1007/s10853-017-1978-5

BEACHEM, C. D. A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”). **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 3, n. 2, p. 441–455, 1 fev. 1972. 10.1007/BF02642048

BECK, W.; BOCKRIS, J. O. M.; MCBREEN, J.; NANIS, L. Hydrogen permeation in metals as a function of stress, temperature and dissolved hydrogen concentration. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 290, n. 1421, p. 220–235, 22 fev. 1966. 10.1098/rspa.1966.0046

BHADESHIA, H.; HONEYCOMBE, R. **Steels: Microstructure and Properties**. [s.l.: s.n.]. 10.1016/B978-0-7506-8084-4.X5000-6

BHADESHIA, H.; HONEYCOMBE, R. **Steels: Microstructure and Properties**. [s.l.] Elsevier, 2006b. 10.1016/B978-0-7506-8084-4.X5000-6

BHADESHIA, H. K. D. H. Prevention of Hydrogen Embrittlement in Steels. **ISIJ International**, v. 56, n. 1, p. 24–36, 2016. 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels: microstructure and properties**. [s.l.] Elsevier, 2006c.

BICKFORD, J. H.; NASSAR, S. **Handbook of Bolts and Bolted Joints**. 1. ed. New York: Marcel Dekker, Inc, 1998. v. 3910.1201/9781482273786

BIRNBAUM, H. K.; SOFRONIS, P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. **Materials Science and Engineering: A**, v. 176, n. 1–2, p. 191–202, mar. 1994. 10.1016/0921-5093(94)90975-X

BORCHERS, C.; MICHLER, T.; PUNDT, A. Effect of Hydrogen on the Mechanical Properties of Stainless Steels. **Advanced Engineering Materials**, v. 10, n. 1–2, p. 11–23, fev. 2008. 10.1002/adem.200700252

- BURILLE, A.; SCHEID, A.; FREIRE FERREIRA, D. C.; SANTANA, L.; FORTIS KWIETNIEWSKI, C. E. Hydrogen embrittlement of single-phase strain-hardened nickel-based UNS N08830 alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 803, p. 140486, 28 jan. 2021. 10.1016/j.msea.2020.140486
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
- CARVALHO, F. L. **Influência do tamanho de grão austenítico na resistência à corrosão sob tensão de aços para aplicação sour service**. [s.l.] Universidade Federal de Minas Gerais, 2007.
- CHANDLER, W. T. **Hydrogen Embrittlement and Its Control in Hydrogen-Fueled Engine Systems**. NASA Conference Publication. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<https://ntrs.nasa.gov/search.jsp?R=19790013258>>.
- CHATEAU, J. P.; DELAFOSSE, D.; MAGNIN, T. Numerical simulations of hydrogen–dislocation interactions in fcc stainless steels. **Acta Materialia**, v. 50, n. 6, p. 1507–1522, abr. 2002. 10.1016/S1359-6454(02)00008-3
- CHEN, Y. S. et al. **Observation of hydrogen trapping at dislocations, grain boundaries, and precipitates** Science. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <<http://science.sciencemag.org/>>. 10.1126/science.aaz0122
- CHENG, X. Y.; ZHANG, H. X. A new perspective on hydrogen diffusion and hydrogen embrittlement in low-alloy high strength steel. **Corrosion Science**, v. 174, p. 108800, 1 set. 2020. 10.1016/j.corsci.2020.108800
- CHO, L.; BRADLEY, P. E.; LAURIA, D. S.; CONNOLLY, M. J.; SEO, E. J.; FINDLEY, K. O.; SPEER, J. G.; GOLEM, L.; SLIFKA, A. J. Effects of hydrogen pressure and prior austenite grain size on the hydrogen embrittlement characteristics of a press-hardened martensitic steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, jun. 2021. 10.1016/j.ijhydene.2021.05.005
- CICUTTI, C. E.; MADÍAS, J.; GONZÁLEZ, J. C. Control of microinclusions in calcium treated aluminium killed steels. **Ironmaking and Steelmaking**, v. 24, n. 2, p. 155–159, 1997.
- COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4. ed. [s.l.] Blucher, 2008.
- DADFARNIA, M.; SOFRONIS, P.; NEERAJ, T. Hydrogen interaction with multiple traps: Can it be used to mitigate embrittlement? **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 36, n. 16, p. 10141–10148, ago. 2011. 10.1016/j.ijhydene.2011.05.027

DAS, T. **Hydrogen Embrittlement (HE) Susceptibility of high strength Tempered Martensite Steels**. [s.l.] McGill University, 2016.

DAS, T.; RAJAGOPALAN, S. K.; BRAHIMI, S. V.; WANG, X.; YUE, S. A study on the susceptibility of high strength tempered martensite steels to hydrogen embrittlement (HE) based on incremental step load (ISL) testing methodology. **Materials Science and Engineering: A**, v. 716, n. 14, p. 189–207, fev. 2018. 10.1016/j.msea.2018.01.032

DAVIS, J. R. High Strength Low Alloy Steels. In: **Carbon and Alloy Steels**. [s.l.] ASM International, 1996. v. 45p. 295–301. 10.1002/9783527603978.mst0068

DAW, M. S.; BASKES, M. I. Application of the Embedded Atom Method to Hydrogen Embrittlement. In: **Chemistry and Physics of Fracture**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1987. p. 196–218. 10.1007/978-94-009-3665-2_12

DEL-POZO, A.; VILLALOBOS, J. C.; SERNA, S. A general overview of hydrogen embrittlement. In: **Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes**. [s.l.] Elsevier, 2020. p. 139–168. 10.1016/B978-0-12-818332-8.00006-5

DEPOVER, T.; LAUREYS, A.; PÉREZ ESCOBAR, D.; VAN DEN EECKHOUT, E.; WALLAERT, E.; VERBEKEN, K. Understanding the Interaction between a Steel Microstructure and Hydrogen. **Materials**, v. 11, n. 5, p. 698, 28 abr. 2018. 10.3390/ma11050698

DEPOVER, T.; VERBEKEN, K. Hydrogen trapping and hydrogen induced mechanical degradation in lab cast Fe-C-Cr alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 669, p. 134–149, 2016. 10.1016/j.msea.2016.05.018

DEPOVER, T.; VERBEKEN, K. **Understanding the interaction between a steel microstructure and hydrogen: the key to develop more hydrogen resistant materials**. Proceedings of the Twenty-eighth (2018) International Ocean and Polar Engineering Conference. **Anais...**Sapporo: ISOPE, 2018.

DÍAZ, A.; ALEGRE, J. M.; CUESTA, I. I. A review on diffusion modelling in hydrogen related failures of metals. **Engineering Failure Analysis**, v. 66, p. 577–595, 2016. 10.1016/j.engfailanal.2016.05.019

DJUKIC, M. B.; ZERAVCIC, V. S.; BAKIC, G.; SEDMAK, A.; RAJICIC, B. Hydrogen Embrittlement of Low Carbon Structural Steel. **Procedia Materials Science**, v. 3, p. 1167–1172, 2014. 10.1016/j.mspro.2014.06.190

DULL, D.; RAYMOND, L. Stress history effect on incubation time for stress corrosion crack growth in AISI 4340 steel. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 3, n. 11, p. 2943–2947, 1972.

DVORACEK, L. M. Sulfide Stress Corrosion Cracking of Steels. **Corrosion**, v. 26, n. 5, p. 177–188, 1970. 10.5006/0010-9312-26.5.177

DWIVEDI, S. K.; VISHWAKARMA, M. Hydrogen embrittlement in different materials: A review. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 46, p. 21603–21616, nov. 2018. 10.1016/j.ijhydene.2018.09.201

FUCHIGAMI, H.; MINAMI, H.; NAGUMO, M. Effect of grain size on the susceptibility of martensitic steel to hydrogen-related failure. **Philosophical Magazine Letters**, v. 86, n. 1, p. 21–29, 2006. 10.1080/09500830500482316

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

GALLIANO, F.; ANDRIEU, E.; CLOUÉ, J.-M.; ODEMER, G.; BLANC, C. Effect of temperature on hydrogen embrittlement susceptibility of alloy 718 in Light Water Reactor environment. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 33, p. 21371–21378, 17 ago. 2017. 10.1016/j.ijhydene.2017.06.211

GANGLOFF, R. P. Hydrogen assisted cracking of high strength alloys. In: **Comprehensive Structural Integrity**. [s.l.: s.n.]. v. 6p. 31–101.

GANGLOFF, R. P.; SOMERDAY, B. P. **Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies - Volume 1: The problem, its characterization and effects on particular alloy classes**. 1. ed. [s.l.] Woodhead Publishing Limited, 2012.

GANGLOFF, R. P.; WEI, R. P. Gaseous hydrogen embrittlement of high strength steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 8, n. 7, p. 1043–1053, 1977. 10.1007/BF02667388

GARCÍA DE ANDRÉS, C.; BARTOLOMÉ, M. J.; CAPDEVILA, C.; SAN MARTÍN, D.; CABALLERO, F. G.; LÓPEZ, V. Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. **Materials Characterization**, v. 46, n. 5, p. 389–398, 2001. 10.1016/S1044-5803(01)00142-5

GERBERICH, W. W.; L1VNE, T.; CHEN, X. F.; KACZOROWSKI, M. Crack growth from internal hydrogen—temperature and microstructural effects in 4340 steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 19, n. 5, p. 1319–1334, maio 1988. 10.1007/BF02662593

GHASSEMI-ARMAKI, H.; MAASS, R.; BHAT, S. P.; SRIRAM, S.; GREER, J. R.; KUMAR, K. S. Deformation response of ferrite and martensite in a dual-phase steel. **Acta Materialia**, v. 62, n. 1, p. 197–211, jan. 2014. 10.1016/j.actamat.2013.10.001

GRANGE, R. Strengthening by Austenite Grain Refinement. **Transaction of the American Society of Metals**, p. 26–29, 1966.

GREER, J. B.; VON ROSENBERG, E. L.; MARTINEZ, J. Effect of Temperature and State of Stress on Hydrogen Embrittlement of High Strength Steel*. **CORROSION**, v. 28, n. 10, p. 378–384, 1972. 10.5006/0010-9312-28.10.378

HE, Y.; RAO, Q.; TAN, Y. Investigation on the morphology of martensite in carbon steels. **Journal of Central South University of Technology**, v. 3, n. 2, p. 122–134, nov. 1996. 10.1007/BF02652191

HEJAZI, D.; SALEH, A.; HAQ, A.; DUNNE, D.; CALKA, A.; GAZDER, A. A.; PERELOMA, E. V. Role of microstructure in susceptibility to hydrogen embrittlement of X70 microalloyed steel. **Materials Science Forum**, v. 783–786, n. 5, p. 961–966, 2014. 10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.961

HERRING, D. H. (THE H. G. Hydrogen Embrittlement. **xx Wire Forming Technology International**, p. 4, 2010.

HERTZBERG, R. W.; VINCI, R. P.; HERTZBERG, J. L. **Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials**. 5. ed. [s.l.] John Wiley & Sons, Inc., 2013. 10.1016/b978-0-08-026167-6.50013-8

HOAGLAND, R. G.; HEINISCH, H. L. An atomic simulation of the influence of hydrogen on the fracture behavior of nickel. **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 8, p. 2080–2088, 31 ago. 1992. 10.1557/JMR.1992.2080

HUI, W.; XU, Z.; ZHANG, Y.; ZHAO, X.; SHAO, C.; WENG, Y. Hydrogen embrittlement behavior of high strength rail steels: A comparison between pearlitic and bainitic microstructures. **Materials Science and Engineering: A**, v. 704, n. 8, p. 199–206, 2017. 10.1016/j.msea.2017.08.022

HUI, W.; ZHANG, H.; ZHANG, Y.; ZHAO, X.; SHAO, C. Effect of nickel on hydrogen embrittlement behavior of medium-carbon high strength steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 674, p. 615–625, set. 2016. 10.1016/j.msea.2016.08.028

HUSSEIN, A.; KROM, A. H. M.; DEY, P.; SUNNARDIANTO, G. K.; MOULTOS, O. A.; WALTERS, C. L. The effect of hydrogen content and yield strength on the distribution of hydrogen in steel: a diffusion coupled micromechanical FEM study. **Acta Materialia**, v. 209, 1 maio 2021. 10.1016/j.actamat.2021.116799

ÍCARO ZANETTI DE CARVALHO; CÉLIA MARINA DE ALVARENGA FREIRE; ITAMAR FERREIRA; MARGARITA BALLESTER CARDONA; LEONARDO TABORDA SANDOR.

Hydrogen embrittlement in AISI 4340 steel (AMS 6415S) quenched and tempered.

Proceedings of the 23rd ABCM International Congress of Mechanical Engineering.

Anais...2015. Disponível em: <<http://www.swge.inf.br/proceedings/paper/?P=COB-2015-0362>>10.20906/CPS/COB-2015-0362

IMADE, M.; ZHANG, L.; IJIMA, T.; FUKUYAMA, S.; YOKOGAWA, K. Effect of Temperature on Internal Reversible Hydrogen Embrittlement of SUH660 Iron-Based Superalloy and Austenitic Stainless Steels at Low Temperature. **Journal of the Japan Institute of Metals**, v. 73, n. 4, p. 245–250, 2009. 10.2320/jinstmet.73.245

JCGM. Avaliação de dados de medição — Guia para a expressão de incerteza de medição.

Inmetro, v. 1, p. 126, 2008.

JEMBLIE, L.; BJAALAND, H.; NYHUS, B.; OLDEN, V.; AKSELSEN, O. M. Fracture toughness and hydrogen embrittlement susceptibility on the interface of clad steel pipes with and without a Ni-interlayer. **Materials Science and Engineering A**, v. 685, n. December 2016, p. 87–94, 2017. 10.1016/j.msea.2016.12.116

JEON, J.-Y.; LARROSA, N. O.; OH, Y.-R.; KIM, Y.; AINSWORTH, R. A. **Characterization of the Effect of Notch Bluntness on Hydrogen Embrittlement and Fracture Behavior Using FE Analyses**. Volume 6A: Materials and Fabrication. **Anais...ASME**, 19 jul. 2015. Disponível em:

<<http://proceedings.asmedigitalcollection.asme.org/proceeding.aspx?doi=10.1115/PVP2015-45635>>10.1115/PVP2015-45635

JOHNSON, W. H. On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids. **Proceedings of the Royal Society of London**, v. 23, n. 156–163, p. 168–179, 31 dez. 1875. 10.1098/rspl.1874.0024

JÚNIOR, M. V. R.; PAES, M. T. P.; FILHO, W. W. B.; ARENCIBIA, R. V.; FRANCO, S. D. Effect of Specimen Cross Section and Notch Radius on the Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Tempered and Quenched AISI 4140 Steel. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 49, n. 4, p. 20190330, 1 jul. 2021. 10.1520/JTE20190330

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

KAGAY, B.; FINDLEY, K.; CORYELL, S. **Comparison of Slow Strain Rate, Incremental Step Load, and Rising Displacement Hydrogen Embrittlement Testing of UNS N07718**. Corrosion 2018. **Anais...Phoenix: NACE International**, 2018.

KAMEDA, J.; JOKL, M. L. Dynamic model of hydrogen-induced intergranular cracking. **Scripta Metallurgica**, v. 16, n. 3, p. 325–330, mar. 1982. 10.1016/0036-9748(82)90362-3

KANEKO, T.; IKEDA, A. Influence of small amounts of nickel addition on sulfide stress cracking susceptibility in low-alloy steel. **Trans. ISIJ**, v. 28, n. 7, p. 575–577, 1988. 10.2355/isijinternational1966.28.575

KANEZAKI, T.; NARAZAKI, C.; MINE, Y.; MATSUOKA, S.; MURAKAMI, Y. Effects of hydrogen on fatigue crack growth behavior of austenitic stainless steels. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 33, n. 10, p. 2604–2619, maio 2008. 10.1016/j.ijhydene.2008.02.067

KERNION, S. J.; MAGEE, J. H.; WERLEY, T.; MAXWELL, P. Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Precipitation Strengthened Ni-base Superalloys. **Offshore Technology Conference, (Houston, TX: OnePetro, 2014)**, p. OTC-25177-MS, 2014a.

KERNION, S. J.; MAGEE, J. H.; WERLEY, T. N.; MAXWELL, P. B.; SOMERDAY, B. P. Measurement of Hydrogen Embrittlement Resistance of Alloys 718 and Custom Age 625 Plus® Using the Rising Step Load Technique. In: **8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2014b. p. 629–641. 10.1002/9781119016854.ch49

KOYAMA, M.; TASAN, C. C.; AKIYAMA, E.; TSUZAKI, K.; RAABE, D. Hydrogen-assisted decohesion and localized plasticity in dual-phase steel. **Acta Materialia**, v. 70, p. 174–187, maio 2014. 10.1016/j.actamat.2014.01.048

KRAUSS, G. Tempering of martensite in carbon steels. In: **Phase Transformations in Steels**. [s.l.] Elsevier, 2012. p. 126–150. 10.1533/9780857096111.1.126

KUBIN, L. ; MORTENSEN, A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. **Scripta Materialia**, v. 48, n. 2, p. 119–125, jan. 2003. 10.1016/S1359-6462(02)00335-4

LAMANI, E.; JOUINOT, P. **Influence of Hydrogen and Temperature on the Mechanical Behaviour an Austenitic Stainless Steel**. Proceedings of 3rd BMC. **Anais...Ohrid**: 2003.

LEE, J. L.; LEE, J. Y. Hydrogen trapping in AISI 4340 steel. **Metal Science**, v. 17, n. 9, p. 426–432, 18 set. 1983. 10.1179/030634583790420619

LEE, J.; LEE, T.; KWON, Y. J.; MUN, D.-J.; YOO, J.-Y.; LEE, C. S. Role of Mo/V carbides in hydrogen embrittlement of tempered martensitic steel. **Corrosion Reviews**, v. 33, n. 6, 2015. 10.1515/corrrev-2015-0052

- LEE, J.; PARK, H.; KIM, M.; KIM, H.-J.; SUH, J.; KANG, N. Role of Hydrogen and Temperature in Hydrogen Embrittlement of Equimolar CoCrFeMnNi High-entropy Alloy. **Metals and Materials International**, v. 27, n. 1, p. 166–174, 20 jan. 2021. 10.1007/s12540-020-00752-3
- LEE, S. J.; LEE, Y. K. Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels. **Materials and Design**, v. 29, n. 9, p. 1840–1844, 2008. 10.1016/j.matdes.2008.03.009
- LEE, S. L.; UNGER, D. J. A decohesion model of hydrogen assisted cracking. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 31, n. 4, p. 647–660, jan. 1988. 10.1016/0013-7944(88)90107-5
- LI, X.; ZHANG, J.; AKIYAMA, E.; FU, Q.; LI, Q. Hydrogen embrittlement behavior of Inconel 718 alloy at room temperature. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 35, n. 4, p. 499–502, abr. 2019. 10.1016/j.jmst.2018.10.002
- LI, X.; ZHANG, J.; SHEN, S.; WANG, Y.; SONG, X. Effect of tempering temperature and inclusions on hydrogen-assisted fracture behaviors of a low alloy steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 682, n. November 2016, p. 359–369, 2017. 10.1016/j.msea.2016.11.064
- LIU, Q.; ATRENS, A. A critical review of the influence of hydrogen on the mechanical properties of medium-strength steels. **Corrosion Reviews**, v. 31, n. 3–6, p. 85–103, 2013. 10.1515/corrrev-2013-0023
- LIU, Q.; GRAY, E.; VENEZUELA, J.; ZHOU, Q.; TAPIA-BASTIDAS, C.; ZHANG, M.; ATRENS, A. Equivalent Hydrogen Fugacity during Electrochemical Charging of 980DP Steel Determined by Thermal Desorption Spectroscopy. **Advanced Engineering Materials**, v. 20, n. 1, p. 1–13, 2018. 10.1002/adem.201700469
- LU, G.; ZHANG, Q.; KIOUSSIS, N.; KAXIRAS, E. Hydrogen-Enhanced Local Plasticity in Aluminum: An Ab Initio Study. **Physical Review Letters**, v. 87, n. 9, p. 095501, 8 ago. 2001. 10.1103/PhysRevLett.87.095501
- LUPPO, M. I.; OVEJERO-GARCIA, J. The influence of microstructure on the trapping and diffusion of hydrogen in a low carbon steel. **Corrosion Science**, v. 32, n. 10, p. 1125–1136, jan. 1991. 10.1016/0010-938X(91)90097-9
- LYNCH, S. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. **Corrosion Reviews**, v. 30, n. 3–4, p. 105–123, 1 jan. 2012. 10.1515/corrrev-2012-0502
- LYNCH, S. P. **Mechanisms of hydrogen assisted cracking - A review**. Hydrogen Effects on Material Behaviour and Corrosion Deformation Interactions - Proc. of the International Conference on Hydrogen Effects on Material Behaviour and Corrosion Deformation Interactions. **Anais...**2003.

MACADRE, A.; NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. Critical grain size to limit the hydrogen-induced ductility drop in a metastable austenitic steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 40, n. 33, p. 10697–10703, 2015. 10.1016/j.ijhydene.2015.06.111

MANN, T. **Underwater Oil-Well Bolts Are Failing, Causing Alarm - WSJ**. Disponível em: <<https://www.wsj.com/articles/new-worries-over-subsea-oil-well-gear-1467970202>>. Acesso em: 21 jan. 2018.

MARTIN, M. L.; CONNOLLY, M. J.; DELRIO, F. W.; SLIFKA, A. J. Hydrogen embrittlement in ferritic steels. **Applied Physics Reviews**, v. 7, n. 4, p. 041301, dez. 2020. 10.1063/5.0012851

MARTIN, M. L.; FENSKE, J. A.; LIU, G. S.; SOFRONIS, P.; ROBERTSON, I. M. On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels. **Acta Materialia**, v. 59, n. 4, p. 1601–1606, fev. 2011. 10.1016/j.actamat.2010.11.024

MARTINIANO, G. **Desenvolvimento de um equipamento para avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio**. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 28 dez. 2016.10.14393/ufu.di.2016.645

MATSUNO, T.; SEKITO, Y.; SAKURADA, E.; SUZUKI, T.; KAWASAKI, K.; SUEHIRO, M. Resistance of hydrogen embrittlement on hot-sheared surface during die-quench process. **ISIJ International**, v. 54, n. 10, p. 2369–2374, 2014. 10.2355/isijinternational.54.2369

MCCMAHON, C. J. Hydrogen-induced intergranular fracture of steels. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 68, n. 6, p. 773–788, abr. 2001. 10.1016/S0013-7944(00)00124-7

MEINHARDT, C. P.; SCHEID, A.; DOS SANTOS, J. F.; BERGMANN, L. A.; FAVARO, M. B.; FORTIS KWIETNIEWSKI, C. E. Hydrogen embrittlement under cathodic protection of friction stir welded UNS S32760 super duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 706, p. 48–56, out. 2017. 10.1016/j.msea.2017.08.117

MELO, G. F.; BOSE FILHO, W. W.; ALVARENGA, R. F. DA S.; PAES, M. T. P.; FERREIRA, D. C. F.; FRANCO, S. D. **Structural Integrity of HSLA Steels under Hydrogen Embrittlement Condition**. Offshore Technology Conference Brasil. **Anais...OTC**, 28 out. 2019. Disponível em: <<http://www.onepetro.org/doi/10.4043/29962-MS>>10.4043/29962-MS

MENG, F.; BAKER, I.; MUNROE, P. R. The effects of environment on the dry sliding wear of eutectic Fe₃₀Ni₂₀Mn₃₅Al₁₅. **Journal of Materials Science**, v. 47, n. 12, p. 4827–4837, 2012. 10.1007/s10853-012-6341-2

MITCHELL, R. F.; MISKA, S. Z. (EDS.). **Fundamentals of Drilling Engineering**. [s.l.] Society of Petroleum Engineers, 2011.

MORIBER, N.; LARSEN, K. R. **Failed Anchor Rods on the San Francisco-Oakland Bay Bridge: A Corrosion Discussion.** Disponível em: <<http://www.materialsperformance.com/articles/material-selection-design/2015/11/failed-anchor-rods-on-the-san-francisco-oakland-bay-bridge-a-corrosion-discussion>>. Acesso em: 21 jan. 2018.

MORITO, S.; SAITO, H.; OGAWA, T.; FURUHARA, T.; MAKI, T. Effect of Austenite Grain Size on the Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Low Carbon Steels. **ISIJ International**, v. 45, n. 1, p. 91–94, 2005. 10.2355/isijinternational.45.91

NACE INTERNATIONAL. **Hydrogen Embrittlement.** Disponível em: <<https://www.nace.org/corrosion-central/corrosion-101/hydrogen-embrittlement/>>. Acesso em: 1 nov. 2020.

NAGAO, A.; DADFARNIA, M.; SOMERDAY, B. P.; SOFRONIS, P.; RITCHIE, R. O. Hydrogen-enhanced-plasticity mediated decohesion for hydrogen-induced intergranular and “quasi-cleavage” fracture of lath martensitic steels. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 112, p. 403–430, 2018. 10.1016/j.jmps.2017.12.016

NAGAO, A.; SMITH, C. D.; DADFARNIA, M.; SOFRONIS, P.; ROBERTSON, I. M. Interpretation of Hydrogen-induced Fracture Surface Morphologies for Lath Martensitic Steel. **Procedia Materials Science**, v. 3, p. 1700–1705, 2014. 10.1016/j.mspro.2014.06.274

NAGUMO, M. **Fundamentals of hydrogen embrittlement.** 1. ed. [s.l.] Springer Singapore, 2016. 10.1007/978-981-10-0161-1

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

NANNINGA, N. E.; LEVY, Y. S.; DREXLER, E. S.; CONDON, R. T.; STEVENSON, A. E.; SLIFKA, A. J. Comparison of hydrogen embrittlement in three pipeline steels in high pressure gaseous hydrogen environments. **Corrosion Science**, v. 59, p. 1–9, 2012. 10.1016/j.corsci.2012.01.028

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

NANNINGA, N.; SLIFKA, A.; LEVY, Y.; WHITE, C. A review of fatigue crack growth for pipeline steels exposed to hydrogen. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**, v. 115, n. 6, p. 437–452, 2010b. 10.6028/jres.115.030

NEERAJ, T.; SRINIVASAN, R.; LI, J. Hydrogen embrittlement of ferritic steels: Observations on deformation microstructure, nanoscale dimples and failure by nanovoiding. **Acta Materialia**, v. 60, n. 13–14, p. 5160–5171, ago. 2012. 10.1016/j.actamat.2012.06.014

NOVAK, P.; YUAN, R.; SOMERDAY, B. P.; SOFRONIS, P.; RITCHIE, R. O. A statistical, physical-based, micro-mechanical model of hydrogen-induced intergranular fracture in steel. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 58, n. 2, p. 206–226, 2010. 10.1016/j.jmps.2009.10.005

NOZARI, L. H. S. **Influência da Temperatura e da Presença de H₂S no Comportamento Mecânico e Eletroquímico do Aço API 5CT grau P110 em Água do Mar Sintética**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2002.

OKANO, H.; TAKAGI, S. Identification of Hydrogen Trapping Sites in a Strained Ferritic-Martensitic Dual-Phase Steel. **ISIJ International**, v. 59, n. 10, p. 1828–1837, 2019. 10.2355/isijinternational.isijint-2018-752

OMURA, T.; MATSUMOTO, H.; HASEGAWA, T.; MIYAKOSHI, Y. Effects of Alloying Elements on Hydrogen Entry to Low Alloy Steels under a Cyclic Corrosion Condition. **ISIJ International**, v. 56, n. 3, p. 385–391, 2016. 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-391

ORIANI, R. A. A mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels. **Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie**, v. 76, n. 8, p. 848–857, 1972. 10.1002/bbpc.19720760864

OUDRISS, A.; BOUHATTATE, J.; SAVALL, C.; CREUS, J.; FEAUGAS, X.; MARTIN, F. A.; LAGHOUTARIS, P.; CHÊNE, J. On the Implication of Hydrogen on Inter-granular Fracture. **Procedia Materials Science**, v. 3, p. 2030–2034, 2014. 10.1016/j.mspro.2014.06.327

PARK, C.; KANG, N.; LIU, S. Effect of grain size on the resistance to hydrogen embrittlement of API 2W Grade 60 steels using in situ slow-strain-rate testing. **Corrosion Science**, v. 128, n. October 2016, p. 33–41, 2017. 10.1016/j.corsci.2017.08.032

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

PARVATHAVARTHINI, N.; SAROJA, S.; DAYAL, R. .; KHATAK, H. . Studies on hydrogen permeability of 2.25% Cr–1% Mo ferritic steel: correlation with microstructure. **Journal of Nuclear Materials**, v. 288, n. 2–3, p. 187–196, fev. 2001. 10.1016/S0022-3115(00)00706-6

PASCO, R. W.; FICALORA, P. J. Gaseous hydrogen embrittlement of steel — The rate controlling process. **Scripta Metallurgica**, v. 15, n. 9, p. 1019–1022, set. 1981. 10.1016/0036-9748(81)90246-5

PATROCÍNIO, A. B. DO. **Determinação de velocidades críticas de têmpera em aços por meio de curvas de resfriamento**. [s.l.] Universidade de São Palo, 1999.

PFEIL, L. B. The effect of occluded hydrogen on the tensile strength of iron. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character**, v. 112, n. 760, p. 182–195, 3 ago. 1926. 10.1098/rspa.1926.0103

PINSON, M.; SPRINGER, H.; DEPOVER, T.; VERBEKEN, K. Qualification of the in-situ bending technique towards the evaluation of the hydrogen induced fracture mechanism of martensitic Fe–C steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 792, ago. 2020. 10.1016/j.msea.2020.139754

POUS-ROMERO, H.; BHADSHIA, H. Coalesced Martensite in Pressure Vessel Steels. **Journal of Pressure Vessel Technology**, v. 136, n. 3, p. 031402, 27 fev. 2014. 10.1115/1.4026192

QUADRINI, E. The effect of prior-austenite grain size on the hydrogen embrittlement susceptibility of UNI 40NiCrMo7. **Materials Chemistry and Physics**, v. 15, n. 2, p. 155–165, 1986. 10.1016/0254-0584(86)90120-3

QUADRINI, E. The effect of temperature on hydrogen induced fracture in UNI 40NiCrM07 steel. **Materials Chemistry and Physics**, v. 20, n. 1, p. 73–85, 1 ago. 1988. 10.1016/0254-0584(88)90059-4

QUADRINI, E. Study of the effect of heat treatment on hydrogen embrittlement of AISI 4340 steel. **Journal of Materials Science**, v. 24, n. 3, p. 915–920, mar. 1989a. 10.1007/BF01148778

QUADRINI, E. Factors in hydrogen embrittlement of high strength steels. **Materials Chemistry and Physics**, v. 21, n. 4, p. 437–446, abr. 1989b. 10.1016/0254-0584(89)90143-0

RANSOM, C. M.; FICALORA, P. J. An adsorption study of hydrogen on iron and its relation to hydrogen embrittlement. **Metallurgical Transactions A**, v. 11, n. 5, p. 801–807, maio 1980. 10.1007/BF02661209

RAYMOND, L. **Rising Step Load Apparatus** United States of America, 1995.

RAYMOND, L. **Small Specimen, Accelerated Fracture Mechanics Test Methods for Failure Analysis**. ECF 14. **Anais...Cracow**: Gruppo Italiano Frattura, 2002. Disponível em: <<http://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF14/paper/download/7825/5229>>

RAYMOND, L. **Acceptance Criterion for Hydrogen Embrittlement Testing of Coated Fasteners.** [s.l: s.n.].

RAYMOND, L. (LRA). **Test V Stress Corrosion Cracking Evaluation of ASTM A354 Grade BD Rods.** [s.l: s.n.]. Disponível em: <https://www.baybridgeinfo.org/sites/default/files/pdf/Appendix_M_Test_V_Details_and_Data_Report_%2809_21_2015_Revision%29_0.pdf>.

REZENDE JÚNIOR, M. V. **Avaliação do desempenho de um equipamento para medição da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio pelo método RSL.** UBERLÂNDIA: UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA, 16 ago. 2018.10.14393/ufu.di.2018.1236

ROBERTSON, I. M. The effect of hydrogen on dislocation dynamics. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 68, n. 6, p. 671–692, abr. 2001. 10.1016/S0013-7944(01)00011-X

ROSADO, D. B. **Comparação do efeito de fragilização por hidrogênio em aços com resistência à tração acima de 1000 MPa.** [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

RUDOMILOVA, D. et al. The effect of microstructure on hydrogen permeability of high strength steels. **Materials and Corrosion**, v. 71, n. 6, p. 909–917, 1 jun. 2020. 10.1002/maco.201911357

SAKAMOTO, Y.; MANTANI, T. Effect of Quenching and Tempering on Diffusion of Hydrogen in Carbon Steel. **Transactions of the Japan Institute of Metals**, v. 17, n. 11, p. 743–748, 1976. 10.2320/matertrans1960.17.743

SARIOĞLU, F. The effect of tempering on susceptibility to stress corrosion cracking of AISI 4140 steel in 33% sodium hydroxide at 80°C. **Materials Science and Engineering A**, v. 315, n. 1–2, p. 98–102, 2001. 10.1016/S0921-5093(01)01198-4

SCHAFFNER, T.; HARTMAIER, A.; KOKOTIN, V.; POHL, M. Analysis of hydrogen diffusion and trapping in ultra-high strength steel grades. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 746, p. 557–566, maio 2018. 10.1016/j.jallcom.2018.02.264

SHIBATA, A.; MATSUOKA, T.; TSUJI, N. Effect of Prior Austenite Grain Size on Hydrogen Embrittlement Behaviors in 8Ni-0.1C Steel. In: **PRICM**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2013. p. 583–589. 10.1002/9781118792148.ch71

SHIM, D. H.; LEE, T.; LEE, J.; LEE, H. J.; YOO, J. Y.; LEE, C. S. Increased resistance to hydrogen embrittlement in high-strength steels composed of granular bainite. **Materials Science and Engineering A**, v. 700, n. June, p. 473–480, 2017. 10.1016/j.msea.2017.06.043

SILVA, A. G. S. G.; PONTE, H. A.; PASHCHUK, A. Estudo da influência do hidrogênio

permeado nas propriedades eletroquímicas do Nb / Nb₂O₅ para o desenvolvimento de um sensor. **4º PDPETRO**, p. 1–10, 2007.

SILVA, U. M. DE C. **Técnicas e procedimentos na metalografia prática: preparação de corpos de prova para exames metalográficos**. Ivan Rossi ed. São Bernardo do Campo: [s.n.].

SOUZA, D. E. F.; LEAL, J. E. S.; FILHO, W. W. B.; ARENCIBIA, R. V.; FRANCO, S. D. An Alternative Method for the Invariant Threshold Force Evaluation in Incremental Step Loading Tests. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 49, n. 1, p. 20190568, 1 jan. 2021. 10.1520/JTE20190568

STENERUD, G. **The Susceptibility to Hydrogen Induced Stress Cracking for Alloy 718 and Alloy 725**. [s.l.] Norwegian University of Science and Technology, 2014.

STROE, M. E. **Hydrogen embrittlement of ferrous materials**. [s.l.] Université Libre de Bruxelles, 2006.

SYROTYUK, A. M.; DMYTRAKH, I. M. Methods for the Evaluation of Fracture and Strength of Pipeline Steels and Structures Under the Action of Working Media. Part 2. Influence of Hydrogen-Containing Media. **Materials Science**, v. 50, n. 4, p. 475–487, 5 jan. 2015. 10.1007/s11003-015-9745-8

TAGLIARI, M. DOS R.; ANTUNES, M. R.; SANTOS, J. G. N. DOS; SANTOS, F. P. DOS; SANTOS, J. M. C. DOS; FALCADE, T.; REGULY, A. Tensile Armor Wires Submitted to Slow Strain Rate Tests in a Corrosive Environment and Cathodic Protection: a Comparison Between Two Different Microstructures. **Materials Research**, v. 22, n. 3, p. 19–23, 6 maio 2019. 10.1590/1980-5373-mr-2018-0465

TAKASAWA, K.; IKEDA, R.; ISHIKAWA, N.; ISHIGAKI, R. Effects of grain size and dislocation density on the susceptibility to high-pressure hydrogen environment embrittlement of high-strength low-alloy steels. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 37, n. 3, p. 2669–2675, fev. 2012. 10.1016/j.ijhydene.2011.10.099

TAKASHIMA, K.; YOSHIOKA, Y.; YOKOYAMA, K.; FUNAKAWA, Y. Hydrogen Embrittlement Behavior of Ultra-high Strength Dual Phase Steel Sheet under Sustained Tensile-loading Test. **ISIJ International**, v. 58, n. 1, p. 173–178, 2018. 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-315

TAN, S. M.; GAO, S. J.; WAN, X. J. Temperature effects on gaseous hydrogen embrittlement of a high-strength steel. **Journal of Materials Science Letters**, v. 12, n. 9, p. 643–646, 1993. 10.1007/BF00465578

TROIANO, A. R. The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals. **Transactions of American Society for Metals**, v. 52, p. 54–80, 1960.

TROIANO, A. R. The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals. **Metallography, Microstructure, and Analysis**, v. 5, n. 6, p. 557–569, 21 dez. 2016. 10.1007/s13632-016-0319-4

TUMULURU, M. D. Effects of Steel Cleanliness and Inclusions on the Sulfide Stress Corrosion Cracking of AISI 4137-H Steel. **Corrosion**, v. 41, n. 7, p. 406–414, 1985. 10.5006/1.3583016

UHM, S.; MOON, J.; LEE, C.; YOON, J.; LEE, B. Prediction Model for the Austenite Grain Size in the Coarse Grained Heat Affected Zone of Fe-C-Mn Steels: Considering the Effect of Initial Grain Size on Isothermal Growth Behavior. **ISIJ International**, v. 44, n. 7, p. 1230–1237, 2004. 10.2355/isijinternational.44.1230

VENEZUELA, J.; LIU, Q.; ZHANG, M.; ZHOU, Q.; ATRENS, A. A review of hydrogen embrittlement of martensitic advanced high-strength steels. **Corrosion Reviews**, v. 34, n. 3, 1 jan. 2016. 10.1515/correv-2016-0006

VENEZUELA, J.; ZHOU, Q.; LIU, Q.; LI, H.; ZHANG, M.; DARGUSCH, M. S.; ATRENS, A. The influence of microstructure on the hydrogen embrittlement susceptibility of martensitic advanced high strength steels. **Materials Today Communications**, v. 17, p. 1–14, 1 dez. 2018. 10.1016/j.mtcomm.2018.07.011

VOORT, G. F. VANDER. **Metallography and Microstructures Handbook**. [s.l.] ASM International, 2004. v. 910.1361/asmhba0003771

VUOLO, J. H. **Fundamentos da Teoria de Erros**. 2. ed. [s.l.] Blucher, 1996.

WADA, M.; AKAIWA, N.; MORI, T. Field evaporation of iron in neon and in hydrogen and its rate-controlling processes. **Philosophical Magazine A**, v. 55, n. 3, p. 389–403, mar. 1987. 10.1080/01418618708209876

WANG, G.; YAN, Y.; LI, J.; HUANG, J.; SU, Y.; QIAO, L. Hydrogen embrittlement assessment of ultra-high strength steel 30CrMnSiNi2. **Corrosion Science**, v. 77, p. 273–280, 2013. 10.1016/j.corsci.2013.08.013

WANG, M.; AKIYAMA, E.; TSUZAKI, K. Effect of hydrogen and stress concentration on the notch tensile strength of AISI 4135 steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 398, n. 1–2, p. 37–46, maio 2005. 10.1016/j.msea.2005.03.008

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**, v. 48, n. 8, p. 2189–2202, 2006. 10.1016/j.corsci.2005.07.010

- WANG, S.; MARTIN, M. L.; SOFRONIS, P.; OHNUKI, S.; HASHIMOTO, N.; ROBERTSON, I. M. Hydrogen-induced intergranular failure of iron. **Acta Materialia**, v. 69, p. 275–282, 2014. 10.1016/j.actamat.2014.01.060
- WANG, Z.; LIU, M.; LU, M.; ZHANG, L.; SUN, J.; ZHANG, Z.; TANG, X. The Effect of Temperature on the Hydrogen Permeation of Pipeline Steel in Wet Hydrogen Sulfide Environments. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 13, n. 1, p. 915–924, jan. 2018. 10.20964/2018.01.52
- WANHILL, R. J. H.; BARTER, S. A.; LYNCH, S. P.; GERRARD, D. R. Prevention of Hydrogen Embrittlement in High Strength Steels, with Emphasis on Reconditioned Aircraft Components. In: **Corrosion Fatigue and Environmentally Assisted Cracking in Aging Military Vehicles**. [s.l.] RTO/NATO, 2014. p. 1–52.
- WATANABE, J.; TAKAI, K.; NAGUMO, M. Improvement of Delayed Fracture Strength of High Strength Steels by Intergranular Ferrite Precipitation. **Tetsu-to-Hagane**, v. 82, n. 11, p. 947–952, 1996. 10.2355/tetsutohagane1955.82.11_947
- WENG, Y. **Ultra-Fine Grained Steels**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009. 10.1007/978-3-540-77230-9
- WILLIAMS, D. P.; NELSON, H. G. Embrittlement of 4130 steel by low-pressure gaseous hydrogen. **Metallurgical Transactions**, v. 1, n. 1, p. 63–68, 1970. 10.1007/BF02819243
- XU, K. Hydrogen embrittlement of carbon steels and their welds. In: **Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies**. [s.l.] Elsevier, 2012. p. 526–561. 10.1533/9780857093899.3.526
- YANG, J.; SONG, Y.; LU, Y.; GU, J.; GUO, Z. Effect of ferrite on the hydrogen embrittlement in quenched-partitioned-tempered low carbon steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 712, n. July 2017, p. 630–636, 2018. 10.1016/j.msea.2017.12.032
- YAO, Y.; PANG, X.; GAO, K. Investigation on hydrogen induced cracking behaviors of Ni-base alloy. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 36, n. 9, p. 5729–5738, 2011. 10.1016/j.ijhydene.2011.01.123
- ZAFRA, A.; PERAL, L. B.; BELZUNCE, J. Hydrogen diffusion and trapping in a 42CrMo4 quenched and tempered steel: Influence of tempering temperature. **International Journal of Hydrogen Energy**, set. 2020. 10.1016/j.ijhydene.2020.08.134

- ZAFRA, A.; PERAL, L. B.; BELZUNCE, J.; RODRÍGUEZ, C. Effect of hydrogen on the tensile properties of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 18, p. 9068–9082, 2018. 10.1016/j.ijhydene.2018.03.158
- ZHANG, D.; GAO, X.; DU, Y.; DU, L.; WANG, H.; LIU, Z.; SU, G. Effect of microstructure refinement on hydrogen-induced damage behavior of low alloy high strength steel for flexible riser. **Materials Science and Engineering A**, v. 765, 23 set. 2019. 10.1016/j.msea.2019.138278
- ZHANG, L.; WEN, M.; IMADE, M.; FUKUYAMA, S.; YOKOGAWA, K. Effect of Nickel Equivalent on Hydrogen Environment Embrittlement of Austenitic Stainless Steels at Low Temperatures. **European Conference of Fracture - ECF16**, p. 7, 2006.
- ZHENG, S.; ZHOU, C.; WANG, P.; CHEN, C.; CHEN, L. Effects of the temperature on the hydrogen permeation behaviours of X60 pipeline steel in 1MPa H₂S environments. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 8, n. 2, p. 2880–2891, 2013.

ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO TERMOPAR DO FORNO UTILIZADO PARA REALIZAR OS TRATAMENTOS TÉRMICOS (1/2)



RUA SOROCÁBA, 254 - FLORESTA - CEP 89212-210 - JOINVILLE - SANTA CATARINA
 FONE: (47) 3426-1712 - IE: 252.188.845 - CNPJ: 81.622.631/0001-44
 www.kellab.com.br / kel.jlle@kellab.com.br



RBC - REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO:
 DIMENSIONAL, ELÉTRICIDADE, PRESSÃO, TEMPERATURA E UMIDADE, TEMPO E FREQUÊNCIA
 ACREDITADO PELA CGCRE DE ACORDO COM A ABNT NBR ISO/IEC 17025, SOB O N° CAL 068

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº J012455/2018

Emissão
26/03/2018

1. Dados do Instrumento e Solicitante:

Denominação: TERMÔMETRO DIGITAL COM SENSOR TERMOPAR TIPO K
Contratante: FORNOS JUNG LTDA
 Rua Bahia, 3465 - Blumenau - SC
Solicitante: FORNOS JUNG LTDA
 Rua Bahia, 3465 - Blumenau - SC
Fabricante: NOVUS
Código: 18033030 **Número de Série:** 18033030
Código do Sensor: 18033030/S **Diâmetro do sensor:** 12 mm
Modelo: N1200 **Comprimento do sensor:** 200 mm
Valor de uma divisão: 1 °C **Data da calibração:** 23/03/2018
Ficha de Acompanhamento: 001918/2018
Data de Recebimento: 21/03/2018

2. Procedimento

A calibração foi realizada conforme procedimento PSQ-TEM.10, revisão 004, em três ciclos de medição, por meio de comparação com padrões de trabalho, em um meio termostático com homogeneidade conhecida. Padrões utilizados: Multicalibrador Digital modelo CAPPO 10 certificado 2822/2017 RBC/ECIL, válido até 04/2018; Termopar modelo Tipo S certificado CR-02206/17 Rev-00 RBC/CONSISTEC, válido até 04/2018;

"Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela CGCRE que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI)"

3. Tabela de Resultados

Unidade: °C

0° a 1100°C

Média Obtida (Instrumento)	Média Obtida (Padrão Utilizado)	Erro de Medição	Incerteza de Medição	k	v _{eff}	Profundidade de Imersão (mm)
400	400,0	0,0	1,2	2,00	∞	130
650	650,0	0,0	1,5	2,00	∞	130
750	750,0	0,0	2,2	2,00	∞	130
899	900,0	-1,0	2,2	2,00	∞	130
1098	1100,0	-2,0	2,2	2,00	∞	130

4. Condições Ambientais e Local

Local da Calibração: K&L Laboratórios de Metrologia
Temperatura: 23 °C ± 5 °C
Umidade Relativa do Ar: 50 %ur ± 20 %ur

RENAN CORDEIRO MACHADO
SIGNATÁRIO AUTORIZADO

Este certificado é válido exclusivamente para o objeto calibrado descrito nas condições específicas, não sendo extensivo a quaisquer lotes, mesmo que similares. Não é permitida a reprodução deste certificado, somente original. Certificado conferido e assinado eletronicamente. Pág. 1/2

ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO TERMOPAR DO FORNO UTILIZADO PARA REALIZAR OS TRATAMENTOS TÉRMICOS (2/2)

 <p>LABORATÓRIOS DE METROLOGIA</p>	<p>RUA SOROCABA, 254 - FLORESTA - CEP 89212-210 - JOINVILLE - SANTA CATARINA FONE: (47) 3426-1732 - IE: 252.188.845 - CNPJ: 81.622.631/0001-44 www.kellab.com.br / kel.jlle@kellab.com.br</p>	
<p>RBC - REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - LABORATÓRIOS DE CALIBRAÇÃO: DIMENSIONAL, ELETRICIDADE, PRESSÃO, TEMPERATURA E UNIDADE, TEMPO E FREQUÊNCIA ACREDITADO PELA CGCRE DE ACORDO COM A ABNT NBR ISO/IEC 17025, SOB O N° CAL 065</p>		
<p>CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N° J012455/2018</p>		<p>Emissão 28/03/2018</p>
<p>5. Notas</p>		
<p>5.1 - A incerteza expandida de medição relatada é declarada como incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com graus de liberdade efetivos ν_{eff} corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02. Os valores de k e ν_{eff} estão apresentados na tabela de resultados.</p>		
<p>5.2 - Os valores de temperatura apresentados estão baseados na escala internacional de temperatura de 1990 (ITS-90).</p>		
<p>5.3 - Erro de Medição: Diferença entre a média obtida pelo instrumento e a média obtida pelo padrão utilizado.</p>		
		
<p>Este certificado é válido exclusivamente para o objeto calibrado descrito nas condições específicas, não sendo extensivo a quaisquer lotes, mesmo que similares. Não é permitida a reprodução deste certificado, somente original. Certificado conferido e assinado eletronicamente. Pág. 2/2</p>		

ANEXO B – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (1/1)

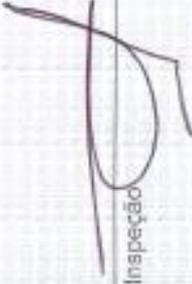
Mitutoyo **CERTIFICADO DE INSPEÇÃO**
DURÔMETRO ROCKWELL TWINTYPE PLUS

A Mitutoyo certifica que este Durômetro foi inspecionado e aprovado conforme ensaios e especificações internas da Mitutoyo.

CÓDIGO: **963-103-01** NÚMERO SÉRIE: **0157911**
 PENETRADOR DIAMANTE: **0555907** RELÓGIO INDICADOR: **LSR008**
 PENETRADOR ESFERA Ø 1/16" (W): **0356905** PENETRADOR ESFERA Ø 2.5 mm (W): **0467906**

PADRÃO DE DUREZA	MÉDIA		DISPERSÃO	
	VERIFICADO	TOLERÂNCIA	VERIFICADO	TOLERÂNCIA
EP08110130 62.1 HRC	62.2	± 1.5	0.4	≤ 0.8
EP09113929 66.7 HR30N	66.9	± 2.0	0.3	≤ 1.2
EP08110338 336.9 HBW 2,5/187,5	336.2	± 6.7	0.1	0.016 mm

DATA: NOVEMBRO/2009


 Chefe Inspeção

 **Mitutoyo Sul Americana Ltda.**

Av. João Carlos da Silva Borges, 1240
 Sto. Amaro - São Paulo - SP
 CEP 04726-002 - Brasil

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE TRAÇÃO (1/4)

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO			
EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON		Página 1 de 4 páginas	
DATA DE EMISSÃO: 10-May-16	NÚMERO DO CERTIFICADO: 16051001MC		
	Equipamentos Científicos Instron Ltda Praça das Begônias, 14 Centro Comercial Alphaville, Barueri, SP 06453-061 Telefone: +55(11) 4689-5481 Fax: +55(41) 3035-9421 E-mail: service_brasil@instron.com	SIGNATÁRIO APROVADO  Gerente Técnico Flavio H. D'Agostini	
Tipo de calibração:	Força		
Padrão relevante:	ISO 7500-1: 2004		
Data da calibração:	10-May-16		
Cliente			
Nome:	UFU - Lab. de Tecnologia em Atrito e Desgaste		
Local:	Av. João Neves de Ávila, 2121 - Campus Santa Mônica Bloco 5F Uberlândia_MG 38408-100		
País:	Brasil		
Temperatura ambiente:	25.8 °C		
O.C./Nº do contrato:			
Contato:	Raphael Rezende Pires	E-mail: raphaelpires@yahoo.com.br	
Máquina		Transdutor	
Fabricante:	INSTRON	Fabricante:	INSTRON
ID do sistema:	8801MTU/6168	ID do transdutor:	2527-111/302718
Tipo:	Servo-Hidráulica	Capacidade:	100 kN
	Intervalo único	Tipo:	Tensão/Compressão
Ano de fabr.:	2015		
Classificação			
A máquina de testes acima foi verificada com os indicadores e nos modos mostrados abaixo somente para o aumento da força, de acordo com a norma ISO 7500-1 usando um equipamento de verificação calibrado de acordo com a norma ISO 376.			
Indicador 1 - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)			
Escala completa			
do intervalo (%)	Intervalo da força testada (kN)	Modo	Sistema Classe *
100	22.4745 a 100.1324	Tensão	1
	-22.555 a -100.043	Compressão	0.5
* A classe do sistema para um intervalo deriva de: erro, repetibilidade, retorno para zero, resolução e classificação do dispositivo de teste.			
Método de verificação			
O cálculo da precisão e do erro de repetibilidade e a classificação do desempenho da máquina de testes foram realizados de acordo com o método especificado no Anexo C da norma ISO 7500-1.			
A máquina de teste foi verificada na condição "conforme encontrada".			
Antes da calibração, a máquina foi inspecionada para se verificar se ela estava em boas condições de funcionamento, tendo			
Instron CalproCR versão 3.29			
Este certificado cumpre os requisitos do Cgcr/Instron, que avaliam a competência do laboratório e atestam sua confiabilidade pelas normas técnicas e internacionais. Os resultados indicados neste certificado e o seguinte relatório estão relacionados apenas aos itens verificados. Quaisquer alterações de uso ou consequência desta verificação serão indicadas nos comentários. Este relatório não deve ser reproduzido, exceto por completo, sem a aprovação do laboratório emissor.			

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE TRAÇÃO (2/4)

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO						NÚMERO DO CERTIFICADO: 16051001MC	
LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)						Página 2 de 4 páginas	
<p>seio comprovado que satisfazia as diretrizes da seção 5 da norma ISO 7500-1. Nenhum acessório vinculado mecanicamente foi montado ao se realizar essa calibração.</p>							
Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)							
TENSÃO							
% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)							
Retorno para 0					0,5		
20	0,11	0,08	-0,05	0,16	1	0,40	0,090
40	0,05	0,02	-0,05	0,10	1	0,39	0,16
60	-0,01	-0,02	-0,06	0,05	1	0,39	0,23
80	0,01	-0,03	-0,08	0,09	1	0,39	0,31
100	-0,06	-0,08	-0,13	0,07	0,5	0,39	0,39
Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)							
COMPRESSÃO							
% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)							
Retorno para 0					0,5		
20	-0,31	-0,23	-0,24	0,08	0,5	0,33	0,075
40	-0,20	-0,15	-0,14	0,06	0,5	0,33	0,13
60	-0,12	-0,09	-0,12	0,03	0,5	0,33	0,20
80	-0,07	-0,06	-0,07	0,01	0,5	0,33	0,26
100	-0,04	-0,03	-0,03	0,01	0,5	0,33	0,33
<p>Classe de pior resolução: 0,3 para 100 Intervalo % (indicador 1: Tensão), 0,2 para 100 Intervalo % (indicador 1: Compressão). * A incerteza expandida relatada baseia-se em uma incerteza padrão multiplicada por um fator de cobertura $k = 2$, proporcionando um nível de confiança de aproximadamente 95%. O estado de incerteza refere-se a valores obtidos durante a calibração e não leva em consideração fatores como efeitos de desvio de longo prazo, temperatura e alinhamento. A influência desses fatores deve ser levada em consideração pelo usuário do dispositivo de medição de força.</p>							
Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)							
TENSÃO							
% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3		
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)							
Retorno para 0	0,001		0,006		0,005		
20	22,500	22,4745	22,501	22,4834	22,500	22,5103	
40	39,999	39,9808	40,000	39,9928	40,003	40,0226	
60	60,000	60,00852	60,003	60,01746	60,002	60,03534	
80	80,036	80,02427	80,024	80,04513	80,009	80,07494	
Instron CalproCR versão 3.29							

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE TRAÇÃO (3/4)

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO						
LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)						NÚMERO DO CERTIFICADO: 16051001MC
						Página 3 de 4 páginas
Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. R.9.374 (kN)						
TENSÃO						
	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
% do intervalo	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)						
100	100.002	100.0668	100.019	100.1028	100.007	100.1324
Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. R.9.374 (kN)						
COMPRESSÃO						
	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
% do intervalo	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)						
Retorno para 0	0.005		-0.004		0.001	
20	-22.498	-22.5669	-22.502	-22.555	-22.509	-22.5639
40	-39.999	-40.0792	-40.001	-40.0613	-40.013	-40.0703
60	-60.002	-60.0711	-60.003	-60.05918	-60.004	-60.07706
80	-80.009	-80.06301	-80.011	-80.06003	-80.003	-80.05705
100	-100.000	-100.043	-100.005	-100.0341	-100.009	-100.037
Equipamento de verificação						
ID do equipamento	Descrição	Capacidade	Data da cal.	Validade de cal.	Ref. do certificado	
114378A	celula de carga	142000 lbf	27-Oct-14	27-Oct-16	102720145A	
975608	indicador de temp.	NA	05-Oct-15	05-Oct-17	TP-10-093.15	
993157	indicador de força	NA	03-Sep-14	03-Sep-16	09032014CB	
<i>A classe do equipamento de verificação foi igual ou melhor que a classe na qual esta máquina de testes foi verificada</i>						
<i>A temperatura média do equipamento durante a verificação foi de 28.7°C</i>						
Utilização do equipamento de verificação						
Intervalo						
Escala completa						
(%)	Modo	ID do equipamento	Precisão(s) do intervalo		Precisão (+/-)	
100	Tensão	114378A	20/ 40/ 60/ 80		0.32% da leitura	
		114378A	100		0.16% da leitura	
100	Compressão	114378A	20/ 40/ 60/ 80/ 100		0.16% da leitura	
Todos	Tensão-Compressão	975608	Todos		1.8 %	
<i>Os padrões de Ineron são rastreáveis ao SI (Sistema Internacional de Unidades) por meio de padrões mantidos pelo Ineron ou pelo Instituto Nacional de Metrologia reconhecido internacionalmente.</i>						
<i>A precisão do indicador de força usado com um dispositivo elástico está incorporada na precisão informada pelo dispositivo.</i>						
Instron CalproCR versão 3.29						

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE TRAÇÃO (4/4)**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO**

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO ACREDITADO No. 0443 (REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO - RBC)

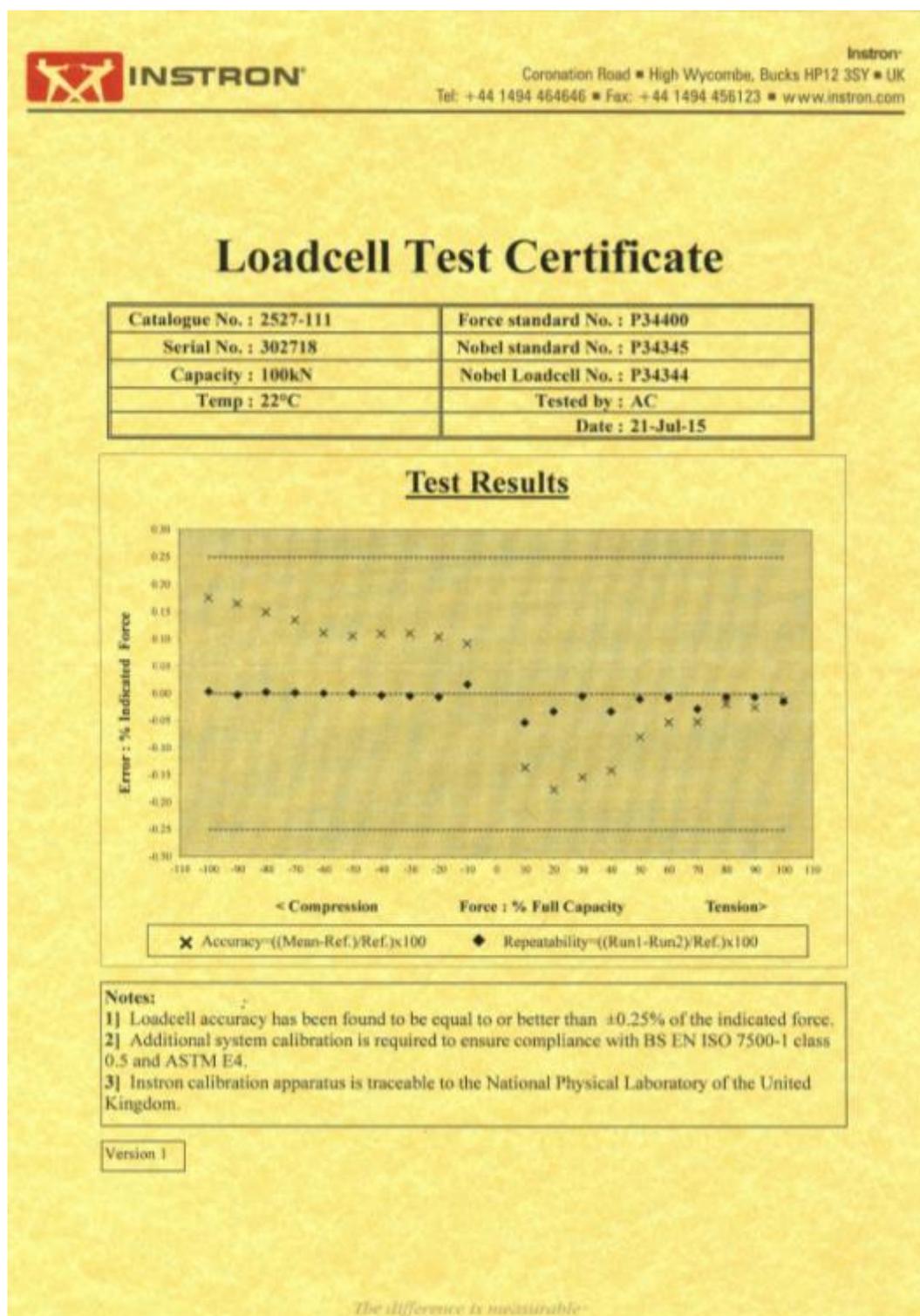
NÚMERO DO CERTIFICADO:
16051001MC

Página 4 de 4 páginas

*A precisão do equipamento de verificação usado foi igual ou melhor que a precisão indicada no rótulo do item.***Comentários**Verificado por: Marcio Campolina
Service Technician

NOTA: O Artigo 9 da norma ISO 7500-1 declara: O tempo entre as calibrações depende do tipo da máquina de testes, do padrão de manutenção e da quantidade de utilizações. A não ser que seja especificado de outra forma, recomenda-se que a calibração seja realizada em intervalos de no máximo 12 meses. Em qualquer caso, a máquina deve ser calibrada se for movida para um novo local com a necessidade de desmontagem ou se sofrer reparos ou ajustes de vulto.

ANEXO D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA DA MÁQUINA DE TRAÇÃO INSTRON (1/3)



ANEXO D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA DA MÁQUINA DE TRAÇÃO INSTRON (2/3)

	INSTRON	Instron Coronation Road • High Wycombe, Bucks HP12 3SY • UK Tel: +44 1494 464646 • Fax: +44 1494 456123 • www.instron.com
---	----------------	---

Accelerometer Test Report

Catalogue No.
2527-111

Transducer Full-scale [KN]
100

Serial No.
302718

Tested By
1462

Tested Date
21 July 2015

Tested Time
10:15 am

IAC Serial No.
W006510

IAC Version No.
08.15.00

Phantom Stiffness - Compensation OFF
12.6886

Phantom Stiffness - Compensation ON : RUN 1
3.409

Phantom Stiffness - Compensation ON : RUN 2
0.476

Phantom Stiffness Average (Run1, Run2)
1.9425

Phantom Stiffness Reduction Factor
6.532

Load Compensation Coefficient - Compensation ON : RUN 1
0.0237

Load Compensation Coefficient - Compensation ON : RUN 2
0.0239

Load Compensation Coefficient Repeatability (Abs)
0.0002

Load Compensation Coefficient Repeatability (%)
0.84

Test Software - DYN_LOAD32.EXE
Version 1.60 01-Mar-2013

Phantom Stiffness Status
PASSED

Load Compensation Status
PASSED

Overall Result
PASSED

The difference is measurable

ANEXO D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA DA MÁQUINA DE TRAÇÃO INSTRON (3/3)


INSTRON

Instron
 Coronation Road • High Wycombe, Bucks HP12 3SY • UK
 Tel: +44 1494 464646 • Fax: +44 1494 456123 • www.instron.com

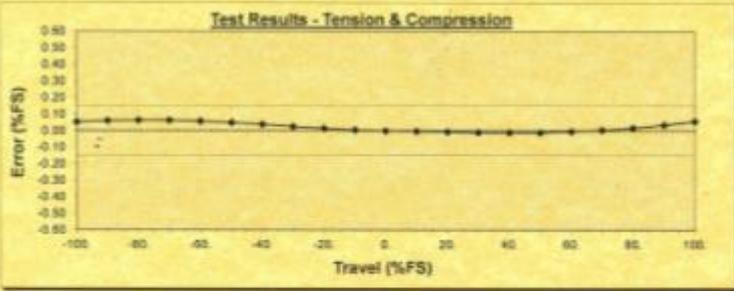
Test Certificate

Cat No. : 2620-601		Readout Device	DK38	EQU-3518
Serial No. : 301432		Displacement Ref.	Heidenhain	EQU-6932
Test No. : 1		Temperature (°C)	23	
Gauge Length : 25	mm	Tested by	D.W. D.H.	
Travel : 5.00 -5.00	mm	Date	22/06/2015	
Span Point : 100%		Span Setting	2.47882	mV/V

Travel mm	Range %FS	EXT %FS		Repeatability %FS	Average O/P Runs 1 & 2	Error %FS
		Run 1	Run 2			
5.0000	100	100.002	100.113	0.111	100.0575	0.058
4.5000	90	89.988	90.088	0.100	90.0380	-0.036
4.0000	80	79.974	80.062	0.088	80.0180	-0.018
3.5000	70	69.960	70.042	0.074	70.0050	-0.005
3.0000	60	59.966	60.026	0.060	59.9960	-0.004
2.5000	50	49.965	50.014	0.049	49.9895	-0.012
2.0000	40	39.972	40.008	0.034	39.9890	-0.011
1.5000	30	29.979	30.002	0.023	29.9905	-0.010
1.0000	20	19.987	20.001	0.014	19.9940	-0.006
0.5000	10	9.995	10.001	0.006	9.9980	-0.002
0.0000	0	0.000	0.000	0.000	0.0000	0.000
-0.5000	-10	-9.991	-9.999	0.008	-9.9952	0.005
-1.0000	-20	-19.975	-19.993	0.018	-19.9840	0.016
-1.5000	-30	-29.958	-29.988	0.030	-29.9730	0.027
-2.0000	-40	-39.940	-39.980	0.040	-39.9600	0.040
-2.5000	-50	-49.923	-49.975	0.053	-49.9495	0.050
-3.0000	-60	-59.908	-59.975	0.067	-59.9415	0.058
-3.5000	-70	-69.897	-69.975	0.079	-69.9365	0.064
-4.0000	-80	-79.880	-79.982	0.092	-79.9300	0.064
-4.5000	-90	-89.886	-89.960	0.106	-89.9260	0.061
-5.0000	-100	-99.889	-100.004	0.115	-99.9465	0.053

	Positive Travel	Negative Travel
Hysteresis (%FS)	0.0505	0.0515
Creep (%FS)	0.001	0.006

Test Results - Tension & Compression



Error (%FS)

Travel (%FS)

Notes :

1) Additional system calibration is required to ensure compliance with ASTM E83 and ISO 9513.

2) Instron certifies that its calibration apparatus is traceable to the National Physical Laboratory, with uncertainty of measurement not exceeding one third of the permissible error of the extensometer under test.

Version 3

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (1/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

Relatório de calibração do MiniCharpy.

Documento do Sistema da Qualidade

Página 1 de 9

1. IDENTIFICAÇÃO DA MÁQUINA:

Minicharpy.

Fabricante: LTAD/UFU

Modelo: MCY-DE-000-01-B

2. RAIO DO CUTELO: 2 mm

3. RESPONSÁVEL E ENDEREÇO DE INSTALAÇÃO:

Projeto e Montagem: Eng. MSc. Fernando Buiatti Rodrigues

Calibração: Profa Dra. Rosenda Valdés Arencibia
Eng. MSc. Fernando Buiatti Rodrigues

Coordenador: Prof. Sinésio Domingues Franco

Local de Instalação: Universidade Federal de Uberlândia – Campus Santa Mônica - Bloco 5F

4. DATA DA VERIFICAÇÃO:

14 de setembro 2018

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

Página 1 de 9

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (2/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

5. PADRÕES UTILIZADOS NA CALIBRAÇÃO

Nome do equipamento	Certificado de calibração	Rastreabilidade
Balança digital, modelo Mark4100 resolução de 0,01 g	1724/13	RBC
Balança digital, modelo AW220 com resolução de 0,0001 g	19112/13	RBC
Três acelerômetros piezelétricos (modelo 352C67)	-	-
Máquina de Medir por Coordenadas (MMC), modelo BR-M443	07081/13	RBC
Paquímetro digital, com resolução de 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm.	07625/13	RBC
Paquímetro digital, com faixa nominal de 0 a 200 mm e resolução de 0,01 mm.	-	-
Esquadro combinado equipado com nível de bolha	-	-
Paquímetro analógico com resolução de 0,02 mm e faixa nominal de 600 mm	-	-
Régua de aço com resolução de 0,5 mm e faixa nominal de 1000 mm.	-	-
Microscópio óptico Olympus, com resolução de 1 µm.	-	-
Relógio comparador digital com resolução de 0,001 mm	07694/13	RBC
Relógio apalpador	-	-
Micrômetro para dimensões externas, digital, com resolução de 0,001 mm e faixa nominal de 25 mm	02633/16	RBC
Termohigrômetro digital, modelo RHT20, com resolução de 0,1 °C e faixa de nominal de -40 °C a 70 °C	TI0322/12	RBC
Termo-higrômetro digital, com resolução de 0,1 °C e faixa nominal de -20 °C a 60 °C	R4996/13	RBC

6. PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

A calibração foi efetuada conforme especificado pelas normas:

- - ABNT NBR ISO 148-2 (ABNT, 2013) intitulada "Materiais metálicos – Ensaio de impacto por pêndulo Charpy. Parte 2: Verificação de máquinas de ensaio".
- - ISO 14556, Steel – Charpy V-notch pendulum impact test – Instrumented test method; ISO, Geneva, Switzerland.

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (3/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

Também foram seguidas as recomendações das seguintes normas e documentos:

- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO NM ISO 1: Standard Reference Temperature for Industrial Length Measurement. Geneva: 2016.
- ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração, 2005, 31p
- ASTM E23-12c, Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, item A1.6.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, BS EN ISO 148-1:2010. Metallic materials – Charpy pendulum impact test – Part 1: Test method. 2010.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, BS EN ISO 148-3:2008. Metallic materials – Charpy pendulum impact test – Part 3: Preparation and characterization of Charpy V-notch test pieces for indirect verification of pendulum impact machines. 2008.
- JCGM 100:2008. Evaluation of Measurement Data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Geneva Switzerland: Bureau International des Poids et Mesures; 2008.

7. RESULTADOS

7.1. VERIFICAÇÃO DIRETA

a) Energia nominal do pêndulo e velocidade do momento do Impacto

Tabela 1: Valores nominais de energia (K_N) e velocidade (V)*

Ângulo de Queda (α)	Energia K_N COM massa adicional [J]	Energia K_N SEM massa adicional [J]	Velocidade [m/s]
120°	11,31862	6,65874	3,06504
130°	12,39606	7,29259	3,20761
140°	13,32613	7,83975	3,32576
150°	14,08056	8,28358	3,41861

*Valores calculados a partir das seguintes informações: Massa do pêndulo COM massa adicional: 3,94151 kg; Massa do pêndulo SEM massa adicional: 2,75065; Posição do CG COM massa adicional: 0,19563 m; Posição do CG SEM massa adicional: 0,16492 m; Gravidade de Uberlândia: 9,78588 m/s²; Distância do centro de rotação ao centro de Impacto: 0,820 m.

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (4/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

b) Energia absorvida perdida devido à resistência do ar e do atrito

Tabela 2: Porcentagem da perda por atrito (p) em função da energia nominal (K_N) considerando o pêndulo COM massa adicional.

Ângulo [°]	Energia K_N COM massa adicional [J]	Perda total de energia (p) COM massa adicional [J]	Relação de p'/K_N [%]
120	11,31862	0,175374	1,55
130	12,39606	0,203289	1,64
140	13,32613	0,231114	1,73
150	14,08056	0,254088	1,80

Tabela 3: Cálculo da porcentagem da perda por atrito (p) em função da energia nominal (K_N) considerando o pêndulo SEM massa adicional.

Ângulo [°]	Energia K_N SEM massa adicional [J]	Perda total de energia (p) SEM massa adicional [J]	Relação de p'/K_N [%]
120	6,65874	0,166397	2,50
130	7,29259	0,184930	2,54
140	7,83975	0,203346	2,59
150	8,28358	0,221336	2,67

De acordo com o item 6.4.5.3 da norma ABNT NBR ISO 148-2:2013, a perda total por atrito não pode exceder 0,5 % da energia nominal. Considerando que a norma ABNT NBR ISO 148-2:2013 refere-se a equipamentos de grandes proporções, o resultado dos desvios de P' e K_N obtidos foram considerados satisfatórios para o equipamento MiniCharpy.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (5/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

Tabela 4: Perda total (p) por atrito para o pêndulo COM massas adicionais.

Medição	Perda total de energia do Pêndulo COM massas [N]			
	120°	130°	140°	150°
1	0,182342	0,209188	0,231924	0,258587
2	0,174778	0,200832	0,230811	0,253463
3	0,174432	0,201787	0,232970	0,254006
4	0,174418	0,202637	0,230311	0,252112
5	0,170901	0,202001	0,229554	0,252272
Média [N]:	0,175374	0,203289	0,231114	0,254088
Desvio padrão [N]:	0,004205	0,003361	0,001348	0,002638
Incerteza expandida [N]:	0,003761	0,003006	0,001206	0,002360

Tabela 5: Perda total (p) por atrito para o pêndulo SEM massas adicionais.

Medição	Perda total de energia do Pêndulo SEM massas [N]			
	120°	130°	140°	150°
1	0,169801	0,188518	0,206827	0,223701
2	0,166749	0,183982	0,202602	0,219312
3	0,165862	0,183708	0,202470	0,221538
4	0,164378	0,185391	0,204358	0,220574
5	0,165197	0,183052	0,200475	0,221553
Média [N]:	0,166397	0,184930	0,203346	0,221336
Desvio padrão [N]:	0,002092	0,002180	0,002382	0,001609
Incerteza expandida [N]:	0,001871	0,00195	0,002131	0,001439

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (6/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

7.2. VERIFICAÇÃO INDIRETA

Tabela 6: Resultados dos ensaios de verificação indireta (Energia absorvida)

Resultados do ensaio e dados de certificados		Cálculo do erro e da Incerteza		
Identificação dos corpos de prova de referência	Energia de referência		AMT	AMCR
SRM 2216 LL124 Lot LL103 (ID: 180130)	1,59 J	\overline{KV}_Y	1,50	1,44
SRM 2216 LL126 Lot LL103 (ID: 180130)	1,59 J	s_Y	0,10	0,09
SRM 2216 LL154 Lot LL103 (ID: 180130)	1,59 J	n_Y	3	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\overline{KV}_Y)$	0,06	0,05
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,12 J	B_Y	-0,09	-0,15
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,06 J	$u(B_Y)$	0,08	0,07
		u_Y	0,12	0,17
		θB_Y	2,00	2,00
SRM 2218 HH115 Lot. HH103 (ID: 180202)	5,65 J	\overline{KV}_Y	5,81	5,76
SRM 2218 HH153 Lot. HH103 (ID: 180202)	5,65 J	s_Y	0,02	0,05
SRM 2218 HH166 Lot. HH103 (ID: 180202)	5,65 J	n_Y	3	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\overline{KV}_Y)$	0,01	0,03
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,10 J	B_Y	0,16	0,11
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,05 J	$u(B_Y)$	0,05	0,05
		u_Y	0,17	0,12
		θB_Y	2,00	2,00
SRM 2219 SH138 Lot SH36 (ID: 180213)	10,08 J	\overline{KV}_Y	10,78	10,66
SRM 2219 SH206 Lot SH36 (ID: 180213)	10,08 J	s_Y	0,08	0,09
SRM 2219 SH269 Lot SH36 (ID: 180213)	10,08 J	n_Y	3	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\overline{KV}_Y)$	0,05	0,05
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,17 J	B_Y	0,70	0,58
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,09 J	$u(B_Y)$	0,09	0,09
		u_Y	0,71	0,59
		θB_Y	2,00	2,00

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (7/9)

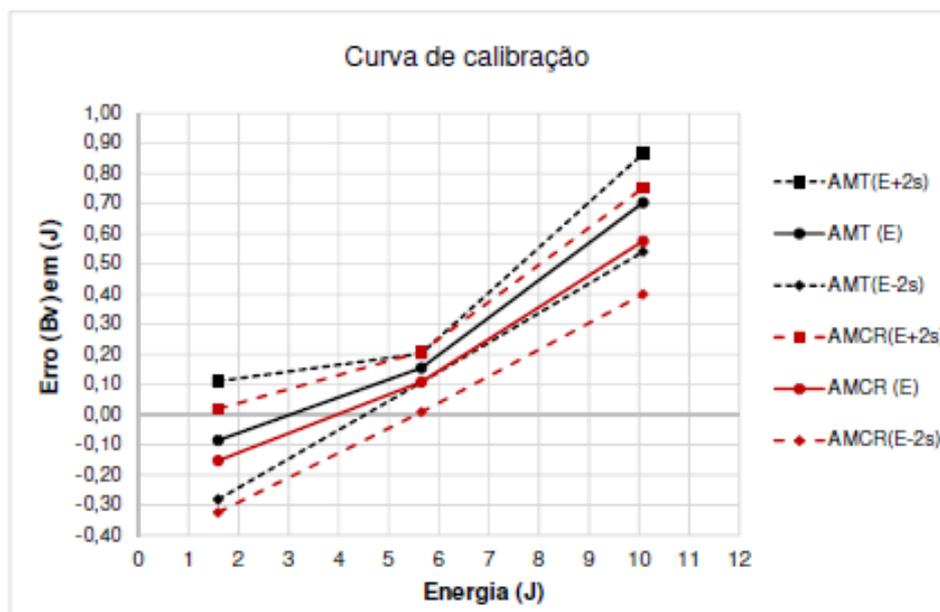


Figura 1: Curva de calibração (Energia absorvida)

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (8/9)



[REL Nº 001] 25 de 09/2018

Tabela 7: Resultados dos ensaios de verificação indireta (Força máxima)

Resultados do ensaio e dados de certificados		Cálculo do erro e da incerteza	
Identificação dos corpos de prova de referência	Força máxima		
SRM 2216 LL124 Lot. LL103 (ID: 180130)	2,43 kN	\bar{F}_V	1,99
SRM 2216 LL126 Lot. LL103 (ID: 180130)	2,43 kN	s_V	0,01
SRM 2216 LL154 Lot. LL103 (ID: 180130)	2,43 kN	n_V	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\bar{F}_V)$	0,01
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,15 kN	E_F	-0,44
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,07 J	$u(F)$	0,07
		u_V	0,46
		θF_V	2,00
SRM 2218 HH115 Lot. HH103 (ID: 180202)	1,78 kN	\bar{F}_V	1,48
SRM 2218 HH153 Lot. HH103 (ID: 180202)	1,78 kN	s_V	0,01
SRM 2218 HH166 Lot. HH103 (ID: 180202)	1,78 kN	n_V	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\bar{F}_V)$	0,01
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,08 kN	E_F	-0,30
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,04 J	$u(F)$	0,04
		u_V	0,31
		θF_V	2,00
SRM 2219 SH138 Lot. SH36 (ID: 180213)	1,79 kN	\bar{F}_V	1,52
SRM 2219 SH206 Lot. SH36 (ID: 180213)	1,79 kN	s_V	0,02
SRM 2219 SH269 Lot. SH36 (ID: 180213)	1,79 kN	n_V	3
Do certificado: graus de liberdade, ν_{MR}	8	$u(\bar{F}_V)$	0,01
Do certificado: Incerteza expandida U_{RM} com 95 % de abrangência e $k=2,306$	0,08 kN	E_F	-0,27
Incerteza padrão combinada u_{CRM} :	0,04 J	$u(F)$	0,04
		u_V	0,28
		θF_V	2,00

Os resultados apresentados neste relatório referem-se exclusivamente aos corpos de prova submetidos a medição nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO E – RELATÓRIO DE CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO PARA ENSAIOS CHARPY MINIATURIZADOS (9/9)

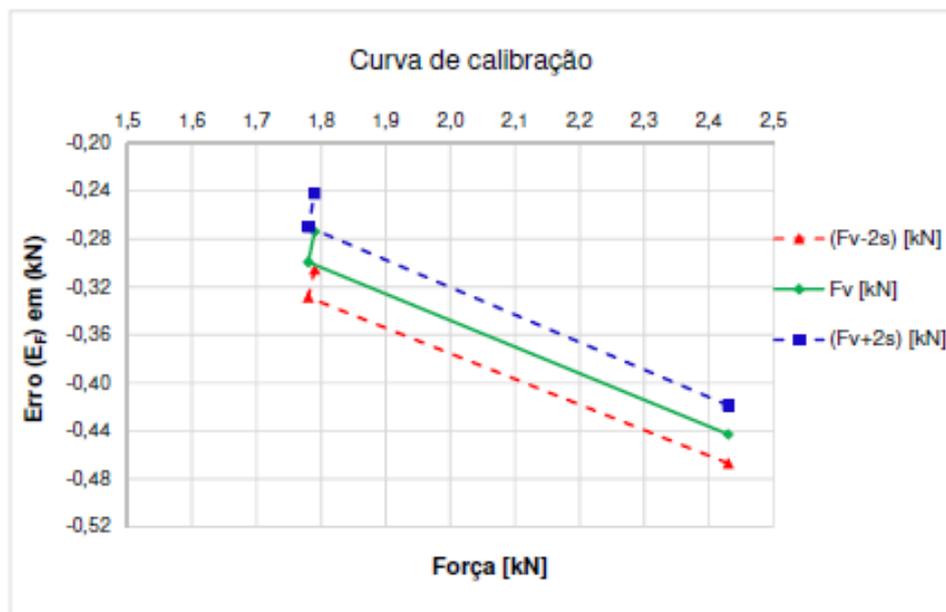


Figura 2: Curva de calibração (Força máxima)

8. INCERTEZA DE MEDIÇÃO

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição *t-Student* com ν_{eff} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de 95 %.

NOTA: Temperatura ambiente de $21,0 \pm 1,0$ °C

**ANEXO F – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO SENSOR DE
TEMPERATURA PT100 (1/1)**

		MIT-EXACTA IND. E COM. DE SenSORES E AUT. EIRELI-EPP <i>Laboratório de Calibração</i> <i>Laboratório de Calibração Rastreado a Rede Brasileira de Calibração</i> CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº: 2204 - MIT - 3744			
CONTRATANTE: FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO		NºOF: 8560			
ENDEREÇO: RUA: FRANCISCO VICENTE FERREIRA, 126		DATA DA CALIBRAÇÃO: 22/04/2019			
INTERESSADO: O MESMO		DATA DA EMISSÃO: 22/04/2019			
INSTRUMENTOS: TERMORESISTÊNCIA		CONTROLE:			
TIPO: PT100 - CLASSE "A"		MARCA: 			
FAIXA DE OPERAÇÃO: 2° E 70°C		UNIDADE: °C			
COMPRIMENTO: 40mm		Ø: 4,76mm		MONTAGEM: TERMORESISTÊNCIA	
Instrumento Padrão: Termopar Tipo "N" Ø 6 x 800mm Certificado: T00245 - 19 Validade: 01/2020					
Instrumentos de Medição: Calibrador Presys MCS - 10 Certificado: T00248 - 19 Validade: 01/2020					
3- PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO:					
A calibração foi efetuada em um meio termostático com homogeneidade conhecida, efetuada por comparação contra sensor padrão de temperatura segundo as normas internas de trabalho N° IT-012 REV-01					
4- RESULTADOS					
Temperatura Referência (°C)	Profundidade de Imersão(mm)	Média das Medidas do Padrão (M.M.P)	Média das Medidas M.M. (°C)	Desvio (°C)	Incerteza de medição ± (°C)
2	20mm	2,23	2,54	0,31	0,65
70	20mm	70,18	70,4	0,22	0,65
5- NOTAS					
a) Os valores de temperatura apresentados estão em conformidade com a Escala Internacional de Temperatura de 1990.					
b) A incerteza expandida relatada é baseada em uma incerteza padronizada combinada, multiplicada por um fator de abrangência k, para um nível de confiança de aproximadamente 95%					
c) O presente certificado refere-se exclusivamente ao material calibrado, não sendo extensivo a lotes mesmo que similares.					
d) É proibida a reprodução parcial deste certificado.					
e) Desvio = diferença do valor de M.M.P pelo valor M.M., (podendo ser positivo ou negativo o indicando)					
f) M.M. = Média das medidas					
g) Os valores dos campos M.M. (°C) e Desvio (°C) foram referenciados a norma ASTM E-230/98					
6- OBSERVAÇÕES					
<p align="center">  Emitido por: Flávio Ghedini </p> <p align="center">  Conferido por: Daniel Leite </p>					
Rua Marambaia, 300 - Casa Verde - São Paulo / SP - Cep: 02513 - 000 FABX: (11) 3857-0355 - Fax: (11) 3858-6202 - site: www.mitexacta.ind.br - e-mail: vendas@mitexacta.ind.br					

**ANEXO G – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA
INSTALADA EQUIPAMENTO DE ENSAIOS ISL (1/2)**



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Nº 0218-031

Cliente: FAU - FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO
Endereço: Rua Francisco Vicente Ferreira, 126 SI 06 - Santa Mônica - Uberlândia / MG
CEP: 38408-102

DESCRIÇÃO DO ITEM

Nome:	Célula de carga	Fabricante:	HBM
Modelo:	U2B	Nº de série:	O11161
Faixa:	1 kN		

PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO

Baseado na Norma NBR 8197.

PADRÃO(ÕES) UTILIZADO(S)

Descrição	Modelo	Identificação	Origem	Validade
Transdutor de força	HBM/S9M - 2 kN	31198550	IPT/RBC - 159 274-101	08/08/2019
Sistema de aquisição	HBM/PMX - PX455	823871607	HBM - 0517-083	25/06/2018

DADOS ADICIONAIS

Temperatura: 23 ± 3 °C
Umidade: 60 ± 20 %

Data da calibração: 21/02/2018
Data da emissão: 21/02/2018

Hebert Fischer
Responsável da Calibração

Os resultados apresentados refere-se ao item especificado neste certificado, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

ANEXO G – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA CÉLULA DE CARGA INSTALADA EQUIPAMENTO DE ENSAIOS ISL (2/2)



Continuação do Certificado de Calibração Nº 0218-031

V.R. - Valor de Referência (indicação obtida no padrão)
 V.I. - Valor Indicado, média de 3 séries de medições (indicação obtida no item sob calibração)
 Erro (%) : $(V.I. - V.R.) / V.R. \cdot 100$ (erro de indicação do item sob calibração)
 F.E. - Fundo de escala
 U - Incerteza Expandida da Medição

Força

Off set: 0,049 mVV

Sensibilidade adotada: 2,0180 mVV -> 1 kN

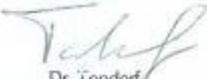
V.R. (kN)	V.I. (kN)	Erro (% F.E.)	Repetibilidade (% F.E.)	U (%)	Gráfico de Erros
-1,0	-0,9988	-0,12	0,006	0,12	
-0,8	-0,7998	-0,04	0,006		
-0,6	-0,5998	-0,02	0,010		
-0,4	-0,4000	0,00	0,006		
-0,2	-0,2000	0,00	0,006		
-0,1	-0,1000	0,00	0,006		
0,0	0,0000	0,00	0,000		
0,1	0,1002	0,02	0,010		
0,2	0,2003	0,03	0,006		
0,4	0,4006	0,06	0,006		
0,6	0,6007	0,07	0,006		
0,8	0,8011	0,11	0,006		
1,0	1,0012	0,12	0,015		

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência $k=2$, que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 %. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

Os resultados apresentados refere-se ao item especificado neste certificado, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

Wet

ANEXO H – DECLARAÇÃO DE CONFORMIDADE DO ENCODER ROTATIVO INSTALADO NO EQUIPAMENTO DE ENSAIOS ISL (1/1)

EG-Konformitätserklärung	Declaration of Conformity
<p>Hersteller/Manufacturer DR. JOHANNES HEIDENHAIN GmbH Dr.-Johannes-Heidenhain-Straße 5 83301 Traunreut, Germany</p>	
<p>erklärt, dass die Kupplungen der Baureihe K17 mit der Kennzeichnung</p>	<p><i>declares that the couplings of the series K17 bearing the marking</i></p>
<p>© II 2 GD c X</p>	
<p>die Vorgaben folgender EG Richtlinien erfüllen:</p>	<p><i>comply with the requirements of the following EC directives:</i></p>
<p>94/9/EG Explosionsschutzrichtlinie / Explosion protection directive</p>	
<p>Die Übereinstimmung mit den Vorgaben der oben genannten Richtlinien wird durch die Einhaltung folgender Normen nachgewiesen:</p>	<p><i>These products comply with these directives by meeting the following standards:</i></p>
<p>EN 13463-1 : 2009 EN 13463-5 : 2011 EN 1127 : 2011</p>	
<p>HEIDENHAIN hinterlegt die technische Dokumentation zur Einsicht bei benannter Stelle : PTB, EU-Kennnummer 0102</p>	<p><i>HEIDENHAIN will file the technical documentation for review at the following location: PTB, EU code 0102</i></p>
<p>Traunreut, 09.10.2014</p>	<p>DR. JOHANNES HEIDENHAIN GmbH</p>
	<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;">  Dr. Tondorf Geschäftsführer Managing Director </div> <div style="text-align: center;">  Heigermoser Qualitätsbeauftragter Quality Officer </div> </div>
<p>Diese Erklärung bescheinigt die Übereinstimmung mit den genannten Richtlinien, beinhaltet jedoch keine Beschaffenheitsgarantie. Die Sicherheitshinweise der mitgelieferten Produktdokumentationen sind zu beachten.</p>	<p><i>This declaration certifies that these products comply with the above directives. It is not, however, a guarantee of quality. Please comply with the safety instructions in the accompanying product documentation.</i></p>
<p>DR. JOHANNES HEIDENHAIN GmbH · 83301 Traunreut, Germany · www.heidenhain.de · ☎ +49 8669 31-0 · 📠 +49 8669 38609</p>	

ANEXO I - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO INTERFERÔMETRO LASER (1/2)

CERTIFICATE OF CALIBRATION		 0026				
Issued By Taylor Hobson Calibration Laboratory						
Issue Date: 15-July-2009	Certificate No: 47596					
Date of Calibration : 14-July-2009		Page 1 of 2 Pages				
	Taylor Hobson Limited 2 New Star Road Leicester, LE4 9JQ England Tel: +44 116 2463104 Fax: +44 116 2463058 E-Mail: calibration-uk.lei@ametek.co.uk Internet: http://www.taylor-hobson.com	APPROVED SIGNATORY C.J.Phillips				
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> Description: Code Number: Serial Number: Manufactured by: Calibrated For: </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> Roughness Standard 112/1534 8556 Taylor Hobson Ltd Taylor Hobson do Brazil Ltd R Gaspar Lourenco 605 CEP Vila Mariana Sao Paulo 04107-001 Brazil </td> </tr> <tr> <td style="vertical-align: top; padding: 5px;"> Acting as Agent for: Customer Order Number: Taylor Hobson Order Number: </td> <td style="vertical-align: top; padding: 5px;"> THB 1321 236710 </td> </tr> </table>			Description: Code Number: Serial Number: Manufactured by: Calibrated For:	Roughness Standard 112/1534 8556 Taylor Hobson Ltd Taylor Hobson do Brazil Ltd R Gaspar Lourenco 605 CEP Vila Mariana Sao Paulo 04107-001 Brazil	Acting as Agent for: Customer Order Number: Taylor Hobson Order Number:	THB 1321 236710
Description: Code Number: Serial Number: Manufactured by: Calibrated For:	Roughness Standard 112/1534 8556 Taylor Hobson Ltd Taylor Hobson do Brazil Ltd R Gaspar Lourenco 605 CEP Vila Mariana Sao Paulo 04107-001 Brazil					
Acting as Agent for: Customer Order Number: Taylor Hobson Order Number:	THB 1321 236710					
<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> Previous Certificate Number: Records Reference: Calibration Temperature Date Received into Laboratory: </td> <td style="width: 50%; vertical-align: top; padding: 5px;"> Not Applicable Network 20°C ±1°C 13-July-2009 </td> </tr> </table>			Previous Certificate Number: Records Reference: Calibration Temperature Date Received into Laboratory:	Not Applicable Network 20°C ±1°C 13-July-2009		
Previous Certificate Number: Records Reference: Calibration Temperature Date Received into Laboratory:	Not Applicable Network 20°C ±1°C 13-July-2009					
<div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: center;"> <div style="text-align: left;">  </div> <div style="text-align: right;"> Certified:  </div> </div>						
<p style="font-size: small;">This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of both the United Kingdom Accreditation Service and ISO.17025. It provides traceability of measurement to recognised national standards, and to units of measurement realised at the National Physical Laboratory or other recognised national standards laboratories. This certificate may not be reproduced other than in full, except with the prior written approval of the issuing laboratory.</p>						
<p style="font-size: small;">The reported uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor k=2, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty evaluation has been carried out in accordance with UKAS requirements.</p>						

ANEXO I - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO INTERFERÔMETRO LASER (2/2)

CERTIFICATE OF CALIBRATION

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY 0026

15 July 2009

Serial Number: 47596

Page 2 of 2

This standard has been calibrated using computerised traceable measuring techniques on a Taylor Hobson Form Talysurf instrument. All measurements were taken using a 90° conisphere diamond tip stylus with a nominally 2µm spherical radius. A traversing speed of 0.5mm per second, an X-axis sampling rate of 0.25µm, Z-axis resolution of 3.2nm and software stylus tip/arcuate correction have been applied throughout the measurements.

The surface finish portion of the standard was calibrated in accordance with ISO 4287:2000 and ISO 4288:1998 utilising a 0.8mm Gaussian filter cut-off with a bandwidth ratio of 300:1. The mean Ra value was calculated from twenty measurements taken 0.8mm apart within the calibration rectangle, the results obtained, rounded to the nearest 0.01µm, are shown in Table 1.

The uncertainty of calibration for amplitude parameters is $\pm(2\%+0.004\mu\text{m})$ of the mean value. When added to the standard deviation of the measurements, this gives a maximum uncertainty of calibration as stated in Tables 1 & 2.

Included in the tabulated results is a calculated imperial equivalent.

Table 1

Mean Ra Value	Standard Deviation	Maximum Uncertainty
6.11µm	0.017µm	$\pm 0.144\mu\text{m}$
241µin	0.7µin	$\pm 5.7\mu\text{in}$

The measured surface finish data was re-analysed using a 0.8mm 2CR filter cut-off with a bandwidth ratio of 100:1, the mean Ra result, rounded to the nearest 0.01µm, is shown in Table 2. This value should be used when calibrating instruments with filter options that do not conform to ISO 4288:1996.

Table 2

Mean Ra Value	Standard Deviation	Maximum Uncertainty
6.05µm	0.017µm	$\pm 0.142\mu\text{m}$
238µin	0.7µin	$\pm 5.6\mu\text{in}$

Upon receipt into the laboratory the standard was marked: 6.00µm
236µin

Certified:



The reported uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor $k=2$, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty evaluation has been carried out in accordance with UKAS requirements.

ANEXO J – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PAQUÍMETRO DIGITAL (1/2)



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70540/18

Data Calibração: 02/05/2018

OB: 468630-A/2018

1 / 2

Solicitante: FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO
RUA ENGENHEIRO DINIZ, 1178, UBERLÂNDIA, MG

Contratante: O MESMO

Características do Instrumento

Descrição: PAQUÍMETRO DIGITAL **Identificação:** PQ-04
Marca: MITUTOYO **Modelo:** DC-8" AX-B
Nº. Serie: 500-171-30B

Condições Ambientais:

Serviço executado nas instalações permanentes do Laboratório.

Temperatura: 20,8 °C ± 1 °C **Umidade:** 44 %ur ± 5%ur

Procedimentos

Calibração Executada conforme: ITTEC006 **Revisão:** 3

Padrões

Identificação	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0680 ANEL LISO PADRÃO	DIGIMESS	164/17	SENAI-CAL0154	02/2020
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO	DIGIMESS	01229/17	MITUTOYO/CAL0031	03/2020

Resultados Obtidos

BATENTE

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

Faixa de Indicação: 0,00 a 200,00 mm **Resolução:** 0,01 mm

V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
2,5	2,49	-0,01	0,01	0,02	2,00	Infinito
10,3	10,30	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
20,2	20,20	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
100,0	100,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

ENCOSTO

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

Faixa de Indicação: 0,00 a 200,00 mm **Resolução:** 0,01 mm

V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
50,00	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

ANEXO J – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PAQUÍMETRO DIGITAL (2/2)



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70540/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

2 / 2

ORELHA

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

Faixa de Indicação: 0,00 a 200,00 mm Resolução: 0,01 mm

V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
50,00	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

VARETA

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

Faixa de Indicação: 0,00 a 200,00 mm Resolução: 0,01 mm

V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
50,00	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

Observações Gerais**NÃO HOVE 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.
- 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 metroológicas do instrumento, sendo que o limite de erro especificado para esta 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.

Endereço de Emissão: RUA DIVINO LUCAS MARTINS, 330 - SARANA - UBERLÂNDIA - MG

Data de emissão: 02 de maio de 2018

Assinado Eletronicamente
LEANDRO SILVA DE BASTOS
Gerente Técnico



Digitally signed by LEANDRO
SILVA DE BASTOS 09316225699
Date: 2018.05.03 10:39:49 -03:00
Reason: Certificado de Calibração
Location: Laboratorio Medicao
Uberlandia

O CONTEÚDO APRESENTADO NESTE DOCUMENTO/REGISTRO TEM SIGNIFICADO RESTRITO E SE APLICA SOMENTE A ESTA SITUAÇÃO. É PROIBIDA A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DO MESMO SEM A AUTORIZAÇÃO DO EMITENTE.

ANEXO K – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO MICRÔMETRO DIGITAL (1/2)



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

1 / 2

Solicitante: FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO
RUA ENGENHEIRO DINIZ, 1178, UBERLÂNDIA, MG

Contratante: O MESMO

Características do Instrumento

Descrição: MICRÔMETRO DIGITAL **Identificação:** MIC-04
Marca: MITUTOYO
Nº. Serie: 63085404

Condições Ambientais:

Serviço executado nas instalações permanentes do Laboratório.

Temperatura: 20,8 °C ± 1 °C **Umidade:** 43 %ur ± 5%ur

Procedimentos

Calibração Executada conforme: ITTEC002 **Revisão:** 4

Padrões

Identificação	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO	DIGIMESS	01229/17	MITUTOYO CAL0031	03/2020

Resultados Obtidos***DIMENSIONAL***

Faixa de Uso: 0,000 a 25,000 mm

Faixa de Indicação: 0,000 a 25,000 mm 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 L – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PROJETOR DE PERFIL (2/4)

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

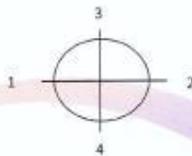
Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pag. 2/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.1 - Resultado Ampliação

Lente de Ampliação de 10 X Número lente: 013012



Item	Posição				Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
	1	2	3	4			
Erro (%)	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01 %	2,00	infinito

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO BRASIL

*Escritório Central: Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chaves: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
*Fábrica: Rod. Ind. TR4qL, 1555 - Bairro Ralfo - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5856 - Fax: (11) 4746-5836 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-6960 - E-mails: metrologia@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5950 - E-mails: assisttec@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0025 - E-mails: ate@mitutoyo.com.br

ANEXO L – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PROJETOR DE PERFIL (3/4)

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág.3/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.2 - Resultado da Indicação

Eixo " X "			Eixo " Y "		
Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)	Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002	0,000	0,000	0,002
2,500	2,500				
5,100	5,100				
7,700	7,700				
10,300	10,300				
12,900	12,900				
15,000	15,000				
17,600	17,600				
20,200	20,200				
22,800	22,800				
25,000	25,000				
30,000	30,000				
35,000	35,001				
40,000	40,000				
45,000	45,000				
50,000	50,001				

Fator de abrangência (k) = 2,03
Graus de liberdade (Veff) = 99

Fator de abrangência (k) = 2,03
Graus de liberdade (Veff) = 99

- Escritório Central: Av. João Carlos de Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04728-002 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5643-3722
 - Filial: Rod. Ind. Tibiriçá, 1556 - Bairro Reflo - CEP: 09620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5936 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br
 Laboratório: Tel.: (11) 4746-6960 - Fax: (11) 4746-6960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assisttec@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0026 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

ANEXO L – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO PROJETOR DE PERFIL (4/4)

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N.º. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0031

Pág. 4/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.3 - Resultado da indicação do Anteparo Goniométrico

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{ef})
0	0 ° 00 '	0 ° 01 '	2,29	11
30	29 ° 59 '			
60	60 ° 00 '			
90	90 ° 00 '			
120	119 ° 59 '			
150	149 ° 59 '			
180	180 ° 00 '			
210	210 ° 00 '			
240	240 ° 01 '			
270	270 ° 00 '			
300	300 ° 01 '			
330	330 ° 02 '			
360	360 ° 02 '			

5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V_{ef} graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota: Temperatura ambiente : { 19,6 ± 0,5 } °C.

• Escritório Central: Av. João Carlos de Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04726-002 - São Paulo - SP - Tronco Chave: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-3722
• Filial: Rod. Indú. Tibiriçá, 1655 - Bairro Rafo - CEP: 09620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5656 - Fax: (11) 4746-5938 - E-mail: azzano@mitutoyo.com.br
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - Fax: (11) 4746-5960 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0029 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

ANEXO M - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (1/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS				
Certificado de Calibração		n.º 265 / 2017			
Data da Calibração: 24-nov-17		Data de Emissão: 20-dez-17			
1. Solicitante do Serviço					
1.1. Cliente: UFU Faculdade de Engenharia Mecânica	1.2. Endereço: Av. João Naves de Avila Nº 2121 Uberlândia - MG				
2. Máquina de Medição por Coordenadas Calibrada					
2.1. Modelo: Contura G2	2.2. Fabricante: Carl Zeiss	2.3. Nº de Série: # 502976			
2.4. Cabeçote: RDS CAA Vast XXT	2.5. Software: Calypso 5.2.06	2.6. Local: LTAD			
3. Especificação do Fabricante					
3.1. Tolerância de Medição Declarada: <small>(ISO 10360-2) (L = mm)</small> E = 1,9 + L / 300 µm	3.2. Erro de Apalpação: 1,9 µm	3.3. Volume de Medição: X = 1000 mm Y = 1200 mm Z = 600 mm			
3.4. Resolução (µm): 0,2					
4. Rastreabilidade dos Padrões de Referência					
4.1. Identificação	4.2. Descrição	4.3. Nº do Certificado	4.4. Emitente	4.5. Data Calibração	4.6. Validade (anos)
IMT-030	Padrão Escalonado 700 mm (SE0700176)	04075/16	Mitutoyo	25/05/2016	2
IMT-082	Termometro Digital (02963B45)	48686/1	Testo	28/04/2016	2
IMT-064	Esfera de Referência 30 mm (L1497)	122 715-101	IPT	25/02/2013	5
5. Procedimento de Calibração Utilizado					
5.1. Baseado no procedimento interno POP-LAB-04 rev. 03 que segue as diretrizes da norma ISO 10360-2.					
6. Notas					
6.1. Este certificado atende aos requisitos de acreditação do CGCRE, o qual avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida;					
6.2. O presente certificado refere-se exclusivamente a Máquina de Medição por Coordenadas submetida à calibração nas condições especificadas;					
6.3. É proibida a reprodução parcial ou total deste certificado, sem prévia autorização.					
EXECUTANTE: Henrique Porto Técnico IMT	SIGNATÁRIO AUTORIZADO:		 Ed Douglas de Sousa Gerência Técnica		

Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (2/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS	
Certificado de Calibração		Pág. 2/11
n.º 265 / 2017		
Data da Calibração: 24-nov-17		Data de Emissão: 20-dez-17

7. Condições de Temperatura durante a Calibração

7.1. Temperatura Ambiente:
(**20,7 ± 0,2**) °C

7.2. Posições Avaliadas	Início da Avaliação				Término da Avaliação			
	Escala X (°C)	Escala Y (°C)	Escala Z (°C)	Padrão (°C)	Escala X (°C)	Escala Y (°C)	Escala Z (°C)	Padrão (°C)
Linear Eixo X	20,0	----	----	20,6	20,0	----	----	20,7
Linear Eixo Y	----	20,0	----	20,6	----	20,0	----	20,6
Linear Eixo Z	----	----	20,0	20,5	----	----	20,0	20,5
Volumétrica 1	20,0	20,0	20,0	20,6	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 2	20,0	20,0	20,0	20,7	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 3	20,0	20,0	20,0	20,5	20,0	20,0	20,0	20,6
Volumétrica 4	20,0	20,0	20,0	20,6	20,0	20,0	20,0	20,6
Plano ZX pos.1	20,0	----	20,0	20,7	20,0	----	20,0	20,6
Plano ZX pos.2	20,0	----	20,0	20,7	20,0	----	20,0	20,6

8. Resultados

8.1. Incerteza de Medição:
A incerteza expandida declarada é obtida multiplicando-se a incerteza padrão combinada pelo fator de abrangência k, para um nível de confiança de aproximadamente 95%.

8.2. Avaliação do Erro de Apalpação:
Utilizando um apalpador com a direção do eixo da haste não paralela aos três eixos da MMC, a esfera de referência padrão (item 4.2) é medida com 25 pontos utilizando o elemento esfera do software de medição. A amplitude dos afastamentos radiais (erro de forma), $R_{max} - R_{min}$, em relação a esfera média calculada utilizando estes 25 pontos, determinada pelo método dos mínimos quadrados (Gauss) é o valor do erro de apalpação, sendo que o valor apresentado a seguir é a média de três medições avaliadas em conjunto.
Desvio Médio: 0,2 μm **Incerteza de Medição Calculada:** $U = \pm 0,5 \mu m$

8.3. Desvios Encontrados:
São determinados pela diferença entre o valor indicado pela MMC e o valor verdadeiro convencional (VVC) das distâncias dos respectivos blocos do padrão escalonado, sendo que os valores apresentados são uma média de 10 medições avaliadas em conjunto.
Desvio = Valor Indicado - Valor Verdadeiro Convencional (VVC)
O padrão escalonado (item 4.2) foi colocado em 9 posições diferentes dentro do volume da MMC, sendo 3 paralelas aos eixos X, Y e Z, 4 diagonais espaciais (volumétricas) e 2 medições lineares no plano ZX.

Desvio Médio: Os desvios médios encontrados durante a calibração estão relatados nas tabelas das páginas 3 a 11 conforme descrito no item 8.3 deste certificado.

Incerteza de Medição Calculada: $U = \pm (0,7 + L/576) \mu m$, onde: L = posição em " mm ", para K = 2,00

Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (3/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS	 CAL 0234
Certificado de Calibração	n.º 265 /2017	<small>Pág. 3/11</small>
Data da Calibração: 24-nov-17	Data de Emissão: 20-dez-17	

8.3.2. Medição Linear do Eixo "X":



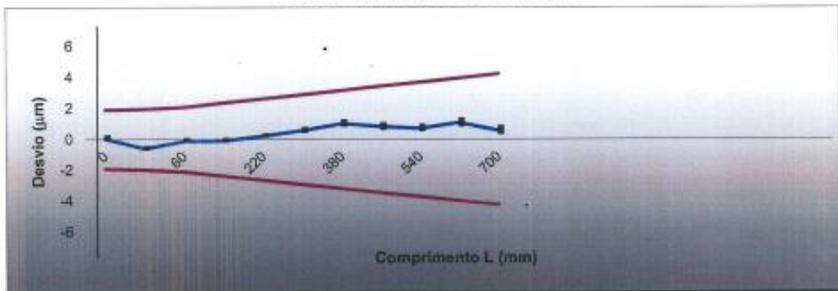
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coefficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0022	-0,6	20,0028	± 2,0					
60	59,9915	-0,1	59,9916	± 2,1					
140	139,9832	-0,1	139,9833	± 2,4					
220	219,9423	0,2	219,9420	± 2,6					
300	299,9582	0,6	299,9576	± 2,9					
380	379,9442	1,0	379,9432	± 3,2					
460	459,9406	0,8	459,9398	± 3,4					
540	539,9021	0,7	539,9014	± 3,7					
620	619,9473	1,1	619,9462	± 4,0					
700	699,9327	0,6	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.
 Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
 Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (4/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**




Certificado de Calibração n.º **265 /2017** Pág. 4/11

Data da Calibração: **24-nov-17** Data de Emissão: **20-dez-17**

8.3.3. Medição Linear do Eixo "Y":



Notas:

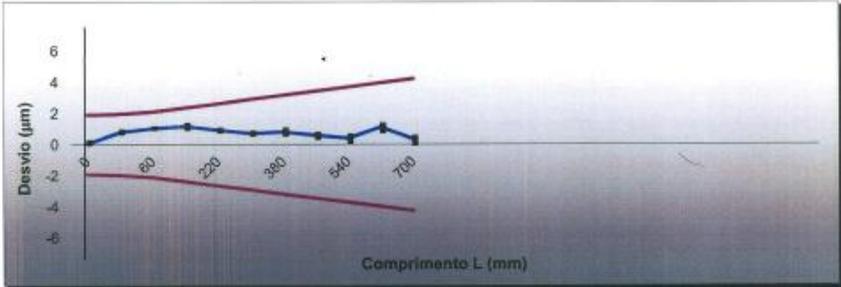
1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 Item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0036	0,8	20,0028	± 2,0					
60	59,9926	1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9845	1,2	139,9833	± 2,4					
220	219,9429	0,9	219,9420	± 2,6					
300	299,9583	0,7	299,9576	± 2,9					
380	379,9440	0,8	379,9432	± 3,2					
460	459,9404	0,6	459,9398	± 3,4					
540	539,9018	0,4	539,9014	± 3,7					
620	619,9473	1,1	619,9462	± 4,0					
700	699,9325	0,4	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (5/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS	
Certificado de Calibração	n.º 265 /2017	Pág. 5/11
Data da Calibração: 24-nov-17	Data de Emissão: 20-dez-17	

8.3.4. Medição Linear do Eixo "Z":



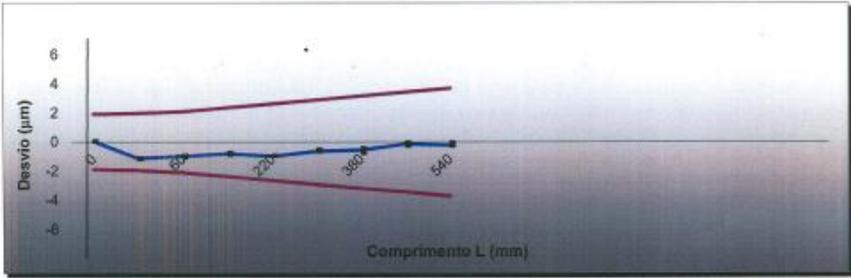
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os palpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0017	-1,1	20,0028	± 2,0					
60	59,9907	-1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9825	-0,8	139,9833	± 2,4					
220	219,9411	-1,0	219,9420	± 2,6					
300	299,9570	-0,6	299,9576	± 2,9					
380	379,9427	-0,5	379,9432	± 3,2					
460	459,9397	-0,1	459,9398	± 3,4					
540	539,9012	-0,2	539,9014	± 3,7					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (6/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**



CAL 0234

Certificado de Calibração n.º **265 /2017**

Data da Calibração: **24-nov-17** Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 6/11

8.3.5. Medição Volumétrica - Posição 1:



Notas:

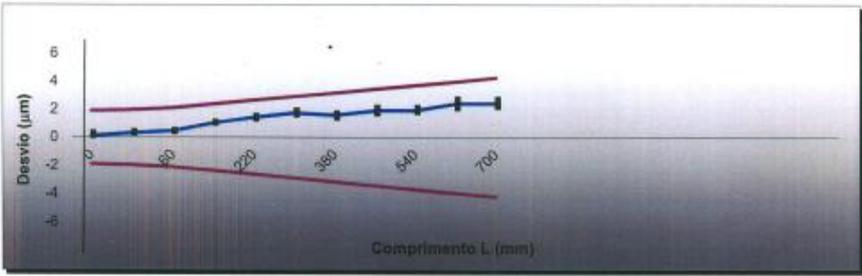
1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0001	0,1	0,0000	± 1,9					
20	20,0032	0,3	20,0028	± 2,0					
60	59,9921	0,5	59,9916	± 2,1					
140	139,9843	1,0	139,9833	± 2,4					
220	219,9434	1,4	219,9420	± 2,6					
300	299,9593	1,7	299,9576	± 2,9					
380	379,9448	1,6	379,9432	± 3,2					
460	459,9417	1,9	459,9398	± 3,4					
540	539,9033	1,9	539,9014	± 3,7					
620	619,9486	2,4	619,9462	± 4,0					
700	699,9345	2,4	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.
 Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
 Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (8/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS	 CAL 0234
Certificado de Calibração		n.º 265 /2017
Data da Calibração: 24-nov-17		Data de Emissão: 20-dez-17
Pág. 8/11		

8.3.7. Medição Volumétrica - Posição 3:



Notas:

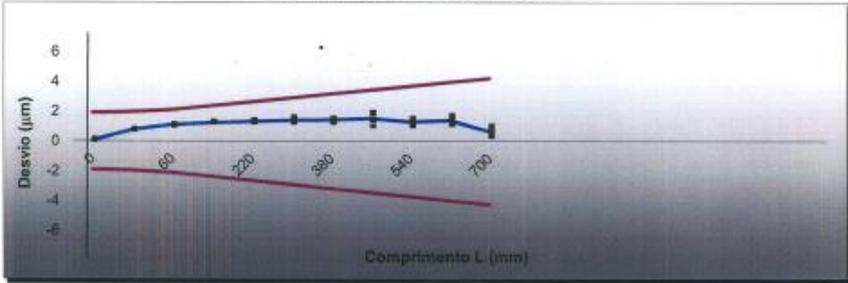
1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	$11,5 \cdot 10^{-6} 1/^{\circ}\text{C}$
Escala:	$0,0 \cdot 10^{-6} 1/^{\circ}\text{C}$

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (μm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (μm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (μm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (μm)
0	0,0001	0,1	0,0000	$\pm 1,9$					
20	20,0036	0,8	20,0028	$\pm 2,0$					
60	59,9927	1,1	59,9916	$\pm 2,1$					
140	139,9846	1,2	139,9833	$\pm 2,4$					
220	219,9433	1,3	219,9420	$\pm 2,6$					
300	299,9590	1,4	299,9576	$\pm 2,9$					
380	379,9446	1,4	379,9432	$\pm 3,2$					
460	459,9413	1,5	459,9398	$\pm 3,4$					
540	539,9027	1,3	539,9014	$\pm 3,7$					
620	619,9476	1,4	619,9462	$\pm 4,0$					
700	699,9328	0,7	699,9321	$\pm 4,2$					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (9/12)



**Laboratório de Calibração na Área Dimensional
IMT SERVIÇOS**



Calibração
NBR ISO/IEC
17025
CAL 0234

Certificado de Calibração

Data da Calibração: **24-nov-17**

n.º 265 / 2017

Data de Emissão: **20-dez-17**

Pág. 9/11

8.3.8. Medição Volumétrica - Posição 4:



Notas:

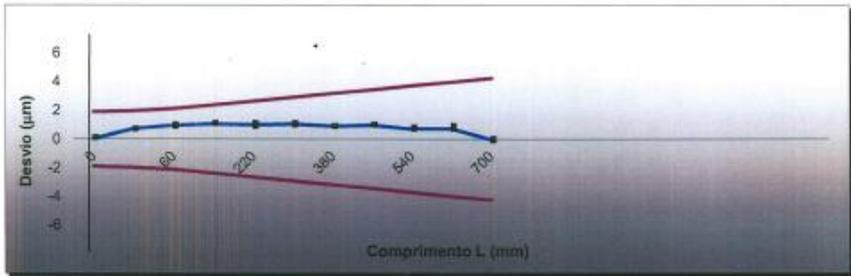
1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;

2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	11,5 * 10E-6 1/°C
Escala:	0,0 * 10E-6 1/°C

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (µm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (µm)
0	0,0000	0,0	0,0000	± 1,9					
20	20,0035	0,7	20,0028	± 2,0					
60	59,9926	1,0	59,9916	± 2,1					
140	139,9844	1,1	139,9833	± 2,4					
220	219,9430	1,0	219,9420	± 2,6					
300	299,9587	1,1	299,9576	± 2,9					
380	379,9441	0,9	379,9432	± 3,2					
460	459,9408	1,0	459,9398	± 3,4					
540	539,9021	0,7	539,9014	± 3,7					
620	619,9469	0,7	619,9462	± 4,0					
700	699,9321	0,0	699,9321	± 4,2					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.
 Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
 Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (11/12)

	Laboratório de Calibração na Área Dimensional IMT SERVIÇOS	 CAL 0234
Certificado de Calibração	n.º 265 /2017	Pág. 11/11
Data da Calibração: 24-nov-17	Data de Emissão: 20-dez-17	

8.3.10. Medição Linear Plano ZX (E150) - Posição 2:



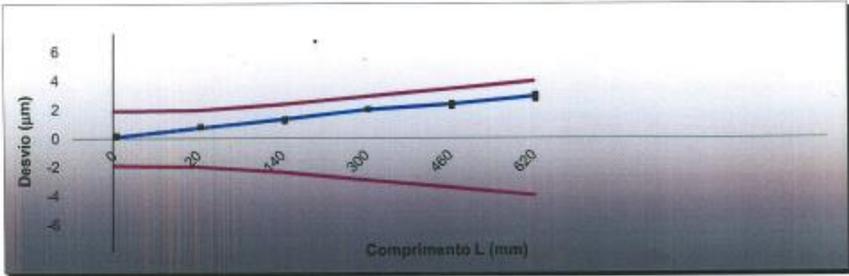
Notas:

- 1) As tolerâncias dos desvios são obtidas através das fórmulas declaradas pelo fabricante descritas na página 1 item 3.1 deste certificado;
- 2) Os apalpadores utilizados para esta medição pertencem ao laboratório da CZB.

Coeficiente de Expansão	
Bloco Padrão:	$11,5 \cdot 10E-6 \text{ 1/}^\circ\text{C}$
Escala:	$0,0 \cdot 10E-6 \text{ 1/}^\circ\text{C}$

L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (μm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (μm)	L Avaliado (mm)	Média das Medições (mm)	Desvio Médio (μm)	VVC do Padrão (mm)	Tolerância dos Desvios (μm)
0	0,0001	0,1	0,0000	$\pm 1,9$					
20	20,0035	0,7	20,0028	$\pm 2,0$					
140	139,9846	1,3	139,9833	$\pm 2,4$					
300	299,9596	2,0	299,9576	$\pm 2,9$					
460	459,9422	2,4	459,9398	$\pm 3,4$					
620	619,9491	2,9	619,9462	$\pm 4,0$					

Gráfico da Média dos Desvios



Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

ANEXO M – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA MÁQUINA DE MEDIR POR COORDENADAS (12/12)

<p>Calibrado em :  nov/17</p> <p>Data da próxima calibração: <small>(preenchido pelo cliente)</small> _____ / _____</p>	<p>Inspeccionado por: Carl Zeiss do Brasil </p> <p>Serviço de Calibração conforme procedimentos internos baseados na Norma ISO 10360-2</p>										
	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%;">Nº do Certificado:</td> <td>265 /2017</td> </tr> <tr> <td>Modelo da MMC:</td> <td>Contura G2</td> </tr> <tr> <td>Nº de série:</td> <td>502976</td> </tr> <tr> <td>Depto. de contato: IMT - Serviços</td> <td>0800 7705556 relacionamento@zeiss.com</td> </tr> <tr> <td>Técnico Executor:</td> <td>Henrique Porto</td> </tr> </table>	Nº do Certificado:	265 /2017	Modelo da MMC:	Contura G2	Nº de série:	502976	Depto. de contato: IMT - Serviços	0800 7705556 relacionamento@zeiss.com	Técnico Executor:	Henrique Porto
Nº do Certificado:	265 /2017										
Modelo da MMC:	Contura G2										
Nº de série:	502976										
Depto. de contato: IMT - Serviços	0800 7705556 relacionamento@zeiss.com										
Técnico Executor:	Henrique Porto										

Carl Zeiss do Brasil Ltda.

Av. das Nações Unidas, 21.711 - CEP 04795-100 - Jurubatuba - São Paulo - SP - Brasil
 Fone: 0800 7705556 - e-mail: relacionamento@zeiss.com

**APÊNDICE A – MICROESTRUTURA DO AÇO 4137-M NA CONDIÇÃO
COMO RECEBIDA, OBTIDA COM DIFERENTES ATAQUES (1/1)**

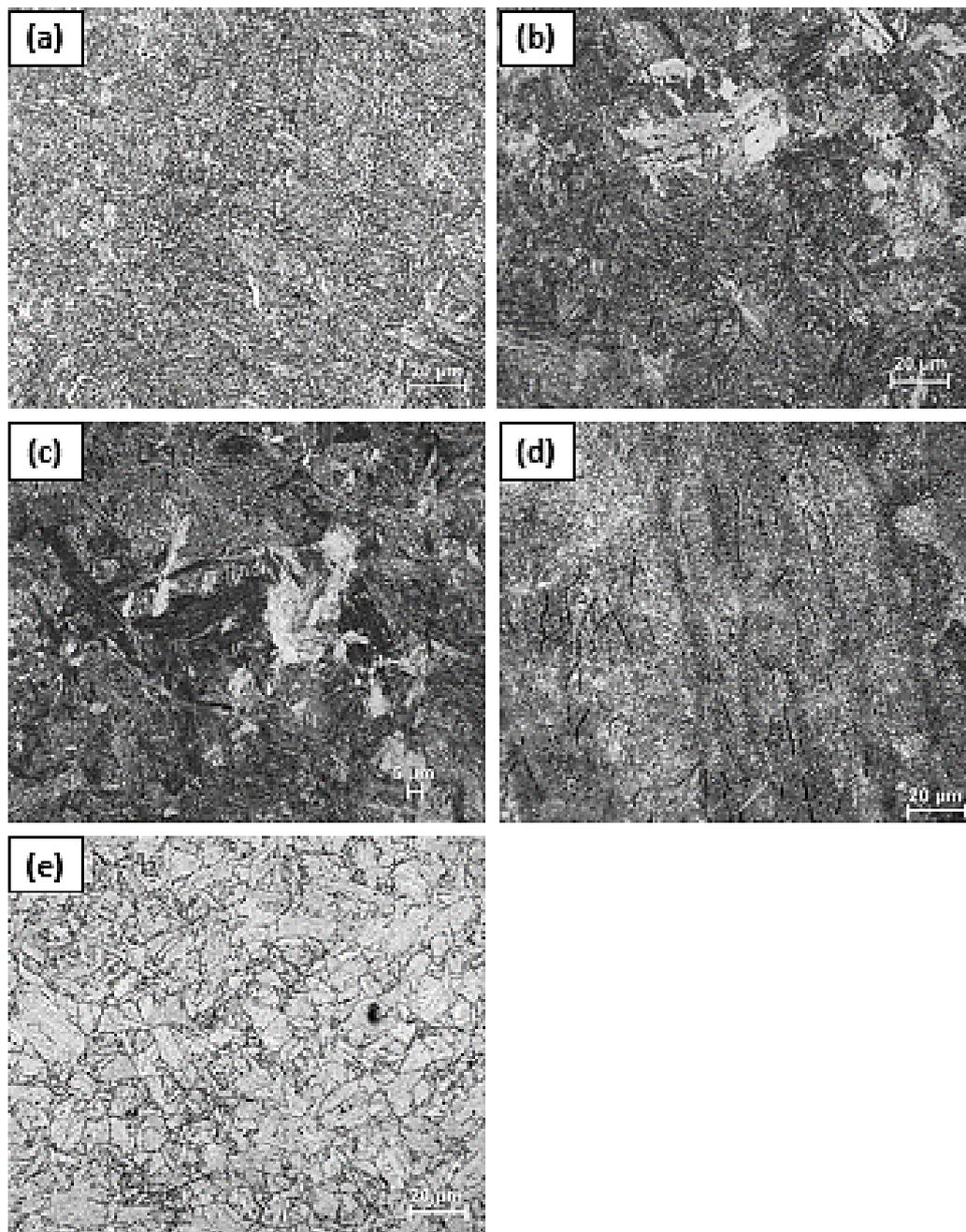


Figura A.1 – Imagem obtida via microscopia óptica da microestrutura do aço 4137-M como recebido. Ataque com (a) Picral, (b) Vilella, (c) solução de Vilella + Nital 2%, (d) solução aquosa de ácido pícrico e éter e (e) tepol.

**APÊNDICE B – ANTIGO GRÃO AUSTENÍTICO PARA OS TRATAMENTOS
TÉRMICOS REALIZADOS COM DIFERENTES TEMPOS E
TEMPERATURAS DE AUSTENITIZAÇÃO (1/3)**

Tabela B.1 – Valores do diâmetro médio do antigo grão austenítico obtido via método dos interceptos de Heyn.

Amostra	Temperatura de austenitização [°C]	Tempo de austenitização [horas]	Diâmetro do Grão Austenítico [μm]
4130-M	900	1	5,93 \pm 0,24
	900	2	5,90 \pm 0,44
	900	3	6,68 \pm 0,23
	900	4	6,34 \pm 0,32
	870	1	4,40 \pm 0,44
	870	4	4,47 \pm 0,22
	970	1	6,54 \pm 0,27
	970	4	7,84 \pm 0,37
	1070	1	24,15 \pm 1,46
	1070	4	26,34 \pm 1,17
4137-M	900	1	10,68 \pm 1,07
	900	2	10,55 \pm 0,77
	900	3	12,10 \pm 1,22
	900	4	11,23 \pm 0,71
	870	1	7,84 \pm 0,56
	870	4	8,43 \pm 0,52
	970	1	12,51 \pm 0,58
	970	4	13,22 \pm 0,75
	1070	1	31,91 \pm 2,40
	1070	4	32,63 \pm 2,15

**APÊNDICE B – ANTIGO GRÃO AUSTENÍTICO PARA OS TRATAMENTOS
TÉRMICOS REALIZADOS COM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS DE
AUSTENITIZAÇÃO (2/3)**

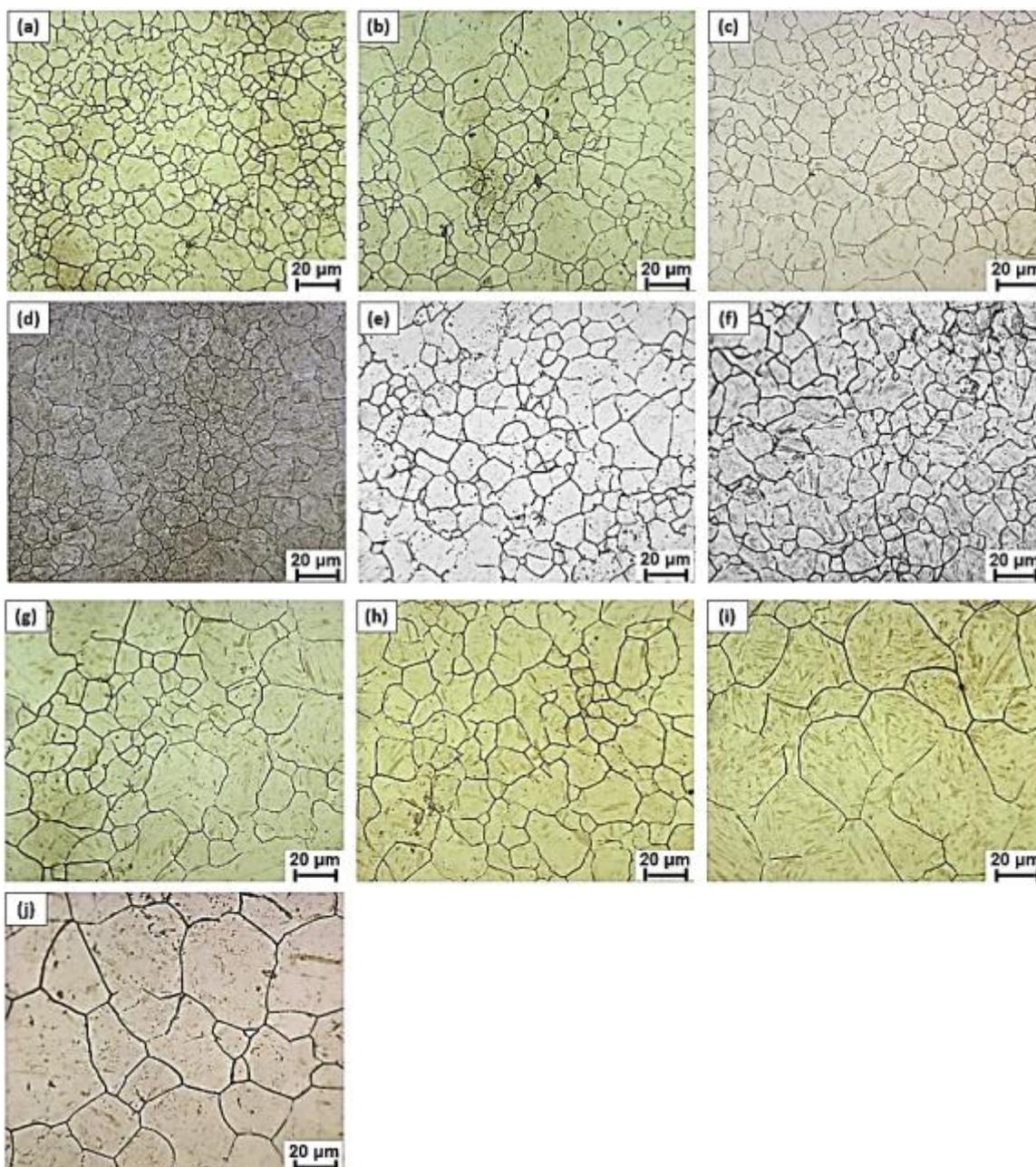


Figura B.1 - Contorno do antigo grão austenítico do aço 4137-M austenitizado a (a) 870 °C por 1 hora, (b) 870 °C por 4 horas, (c) 900 °C por 1 hora, (d) 900 °C por 2 horas, (e) 900 °C por 3 horas, (f) 900 °C por 4 horas, (g) 970 °C por 1 hora, (h) 970 °C por 4 horas, (i) 1070 °C por 1 hora e (j) 1070 °C por 4 horas. Ataque com tepol.

**APÊNDICE B – ANTIGO GRÃO AUSTENÍTICO PARA OS TRATAMENTOS
TÉRMICOS REALIZADOS COM DIFERENTES TEMPOS E TEMPERATURAS DE
AUSTENITIZAÇÃO (3/3)**

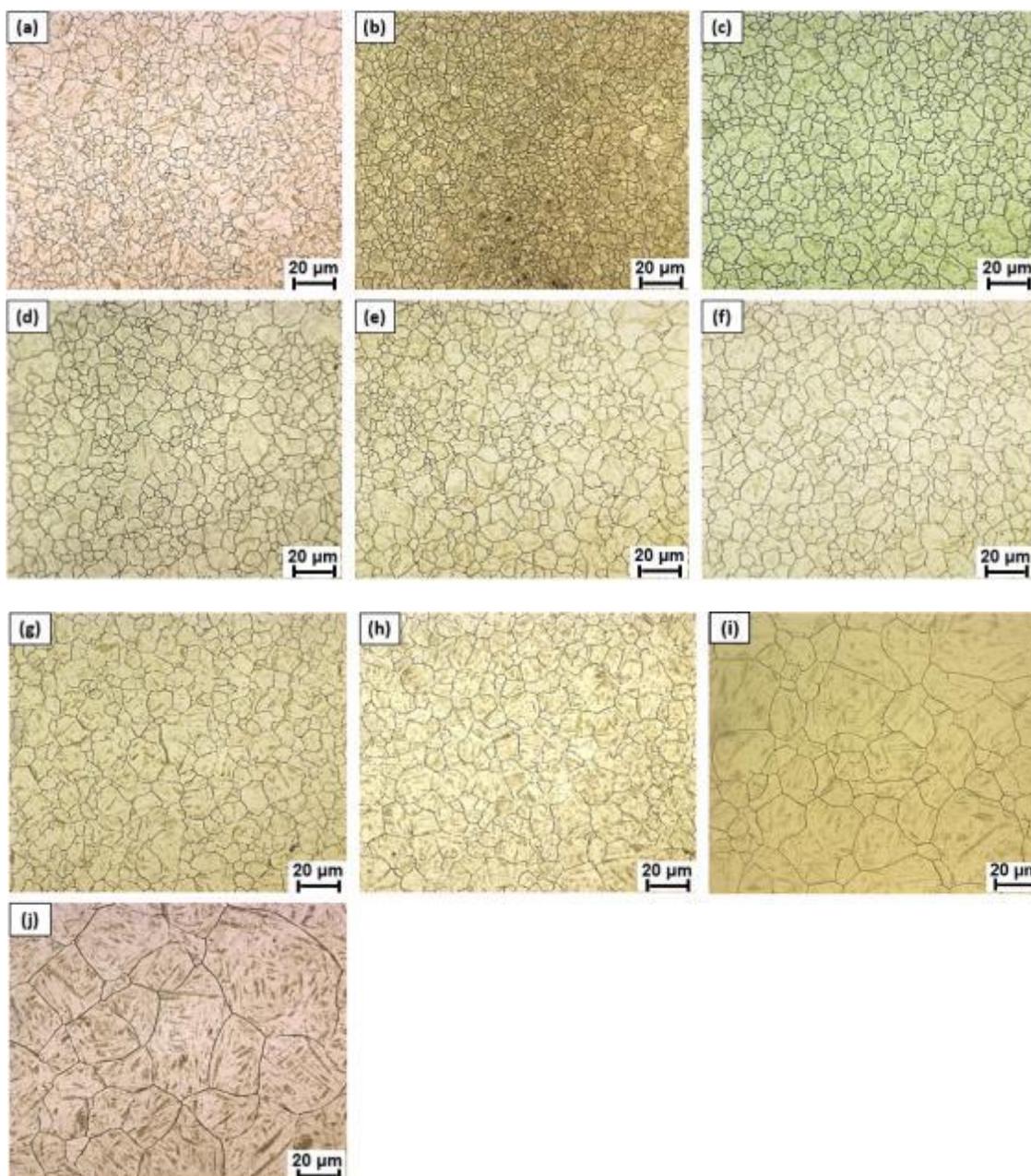


Figura B.2 - Contorno do antigo grão austenítico do aço 4130-M austenitizado a (a) 870 °C por 1 hora, (b) 870 °C por 4 horas, (c) 900 °C por 1 hora, (d) 900 °C por 2 horas, (e) 900 °C por 3 horas, (f) 900 °C por 4 horas, (g) 970 °C por 1 hora, (h) 970 °C por 4 horas, (i) 1070 °C por 1 hora e (j) 1070 °C por 4 horas. Ataque com tepol.

APÊNDICE C – DUREZAS OBTIDAS APÓS TRATAMENTO TÉRMICO DE BENEFICIAMENTO (TÊMPERA E REVENIMENTO) E TÊMPERA NA ZONA INTERCRÍTICA (1/1)

Tabela C.1 – Valores de dureza Rockwell C obtidos após revenimento em diferentes temperaturas. Antes do revenimento as amostras foram austenitizadas a 870 °C por 1 hora e temperadas em óleo.

Amostra	Temperatura de Revenimento [°C]	HRC
4137-M	400	45,0 ± 1,2
4137-M	419	43,5 ± 0,9
4137-M	490	39,4 ± 0,8
4137-M	500	39,4 ± 1,2
4137-M	505	39,8 ± 0,9
4137-M	547	35,8 ± 0,8
4137-M	590	31,6 ± 0,8
4137-M	600	30,9 ± 1,2
4130-M	400	46,3 ± 0,9
4130-M	425	45,3 ± 0,8
4130-M	444	43,0 ± 0,8
4130-M	470	41,8 ± 0,8
4130-M	476	41,5 ± 0,8
4130-M	480	43,2 ± 0,8
4130-M	500	42,6 ± 0,8
4130-M	537	41,6 ± 0,8
4130-M	544	41,3 ± 0,8
4130-M	553	40,2 ± 0,8
4130-M	585	36,8 ± 0,8
4130-M	590	35,8 ± 0,8
4130-M	600	34,7 ± 0,8
4130-M	625	32,1 ± 0,8

Tabela C.2 – Valores de dureza Rockwell C obtidos após têmpera na zona intercrítica em diferentes temperaturas.

Amostra	Temperatura de Austenitização [°C]	HRC
4130-M	750	20,5 ± 1,2
4130-M	770	39,8 ± 0,8
4130-M	790	43,6 ± 0,8
4130-M	810	49,6 ± 1,0
4130-M	830	50,0 ± 0,9

**APÊNDICE D – DUREZAS OBTIDAS NO ENSAIO DE NANOINDENTAÇÃO
(1/1)**

Tabela D.1 – Dureza Vickers (HV0,025) do aço 4130-M com dureza de 40 HRC com as microestruturas *dual-phase*, martensita com grão grande e martensita com grão pequeno.

Condição	F40-DP - Martensita	F40-DP - Ferrita	F40-G	F40-g
Indentação 1	607,600	483,664	505,090	521,470
Indentação 2	612,324	417,977	555,618	580,976
Indentação 3	603,142	467,099	555,521	583,465
Indentação 4	598,510	514,441	509,979	554,912
Indentação 5	648,831	477,230	570,739	541,600
Indentação 6	706,446	483,664	624,866	569,220
Indentação 7	786,300	-	574,914	546,197
Indentação 8	750,175	-	493,499	588,502
Indentação 9	628,553	-	660,548	561,043
Indentação 10	779,644	-	563,185	509,730
Indentação 11	775,845	-	607,554	592,876
Indentação 12	594,643	-	613,533	546,145
Indentação 13	595,865	-	664,099	583,159
Indentação 14	769,718	-	579,158	537,002
Indentação 15	793,709	-	505,566	581,902
Indentação 16	796,924	-	656,832	508,987
Indentação 17	647,821	-	-	-
Indentação 18	731,091	-	-	-
Indentação 19	698,528	-	-	-
Indentação 20	605,405	-	-	-
Indentação 21	651,865	-	-	-
Indentação 22	749,976	-	-	-
Indentação 23	738,190	-	-	-
Indentação 24	646,920	-	-	-
Indentação 25	713,422	-	-	-
Indentação 26	661,725	-	-	-
Indentação 27	651,477	-	-	-
Indentação 28	565,620	-	-	-
Indentação 29	664,374	-	-	-
Média	681,884	472,082	577,544	556,699
Desvio Padrão	72,272	35,025	56,798	27,930

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA

(1/7)

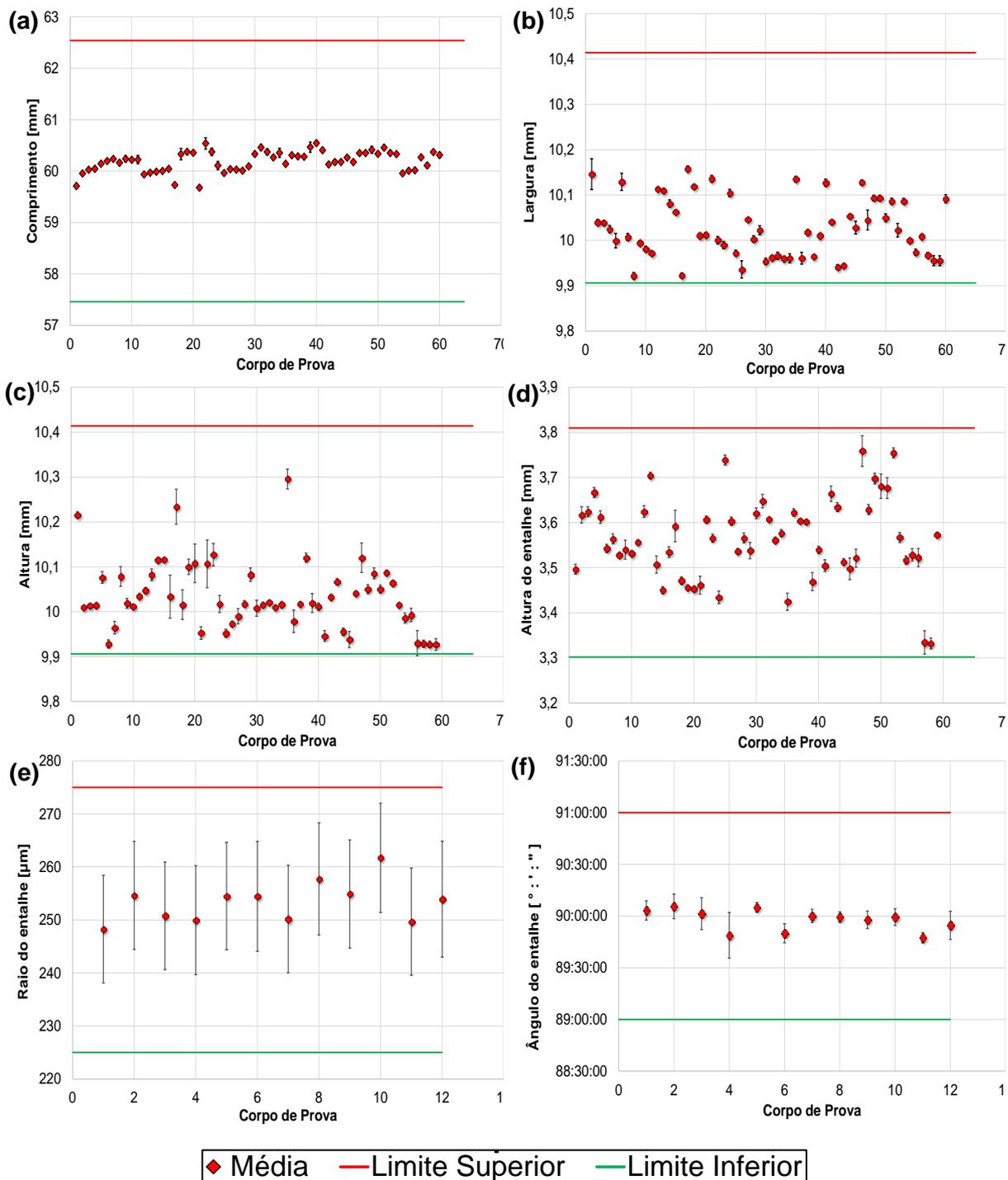


Figura E.1 – Resultados das medições dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM com a incerteza expandida representada na forma de barra de erros. (a) comprimento, (b) largura, (c) altura, (d) profundidade do entalhe, (e) raio do entalhe e (f) ângulo de abertura do entalhe.

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (2/7)

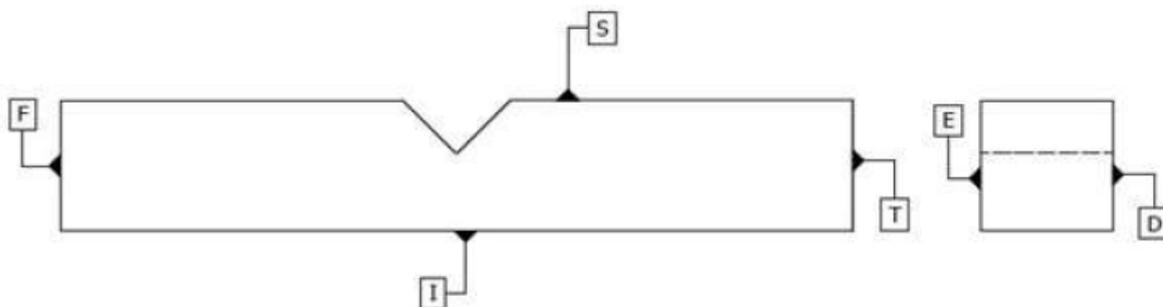


Figura E.1 – Identificação das faces do corpo de prova para medição das tolerâncias de orientação.

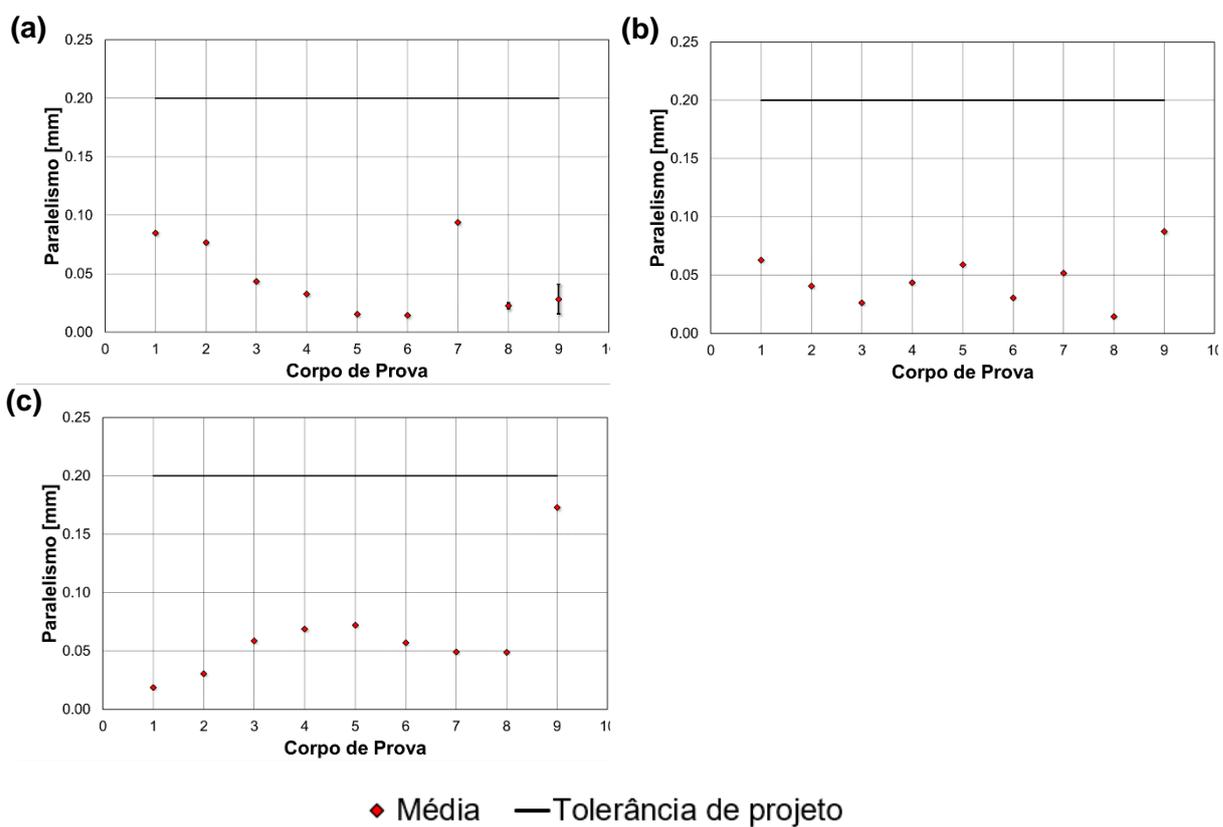


Figura E.2 – Resultados das medições de paralelismo dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM com a incerteza expandida representada na forma de barra de erros. Faces (a) E e D, (b) F e P, (c) S e I da Fig. E.1.

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (3/7)

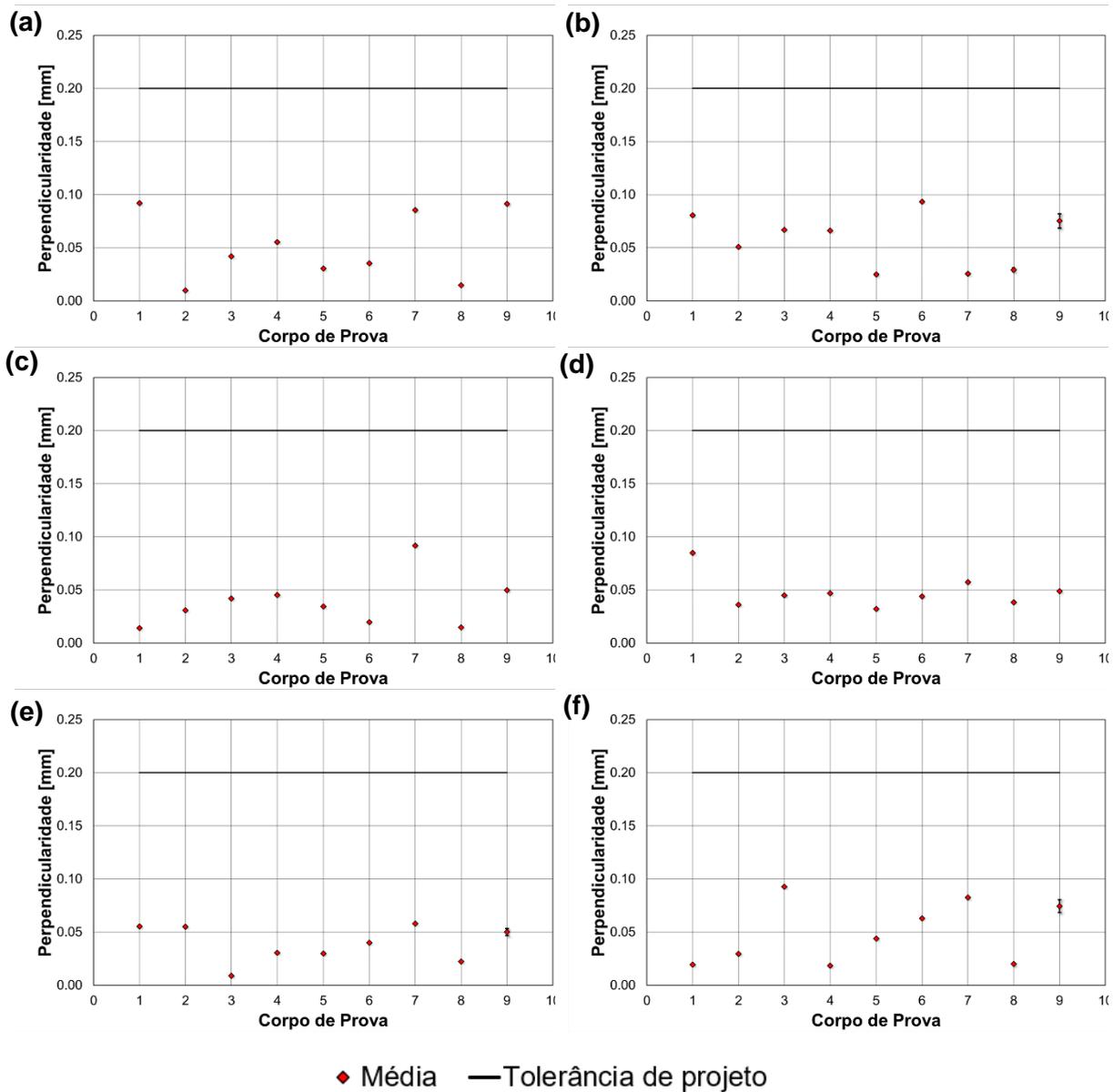


Figura E.3 – Resultados das medições de perpendicularidade dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM com a incerteza expandida representada na forma de barra de erros. Faces (a) I e D, (b) I e E, (c) I e F, (d) S e D, (e) S e E, (f) S e F da Fig. E.1.

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (4/7)

Tabela E.1 – Média das leituras das dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM considerando cinco leituras juntamente com a incerteza de medição para um intervalo de confiança de 95 %.

Corpo de Prova		Comprimento [mm]		Largura [mm]		Altura [mm]		Profundidade do entalhe [mm]	
		Média	U	Média	U	Média	U	Média	U
4130-M	1	59,71	0,03	10,146	0,034	10,216	0,007	3,497	0,011
4130-M	2	59,95	0,02	10,040	0,006	10,009	0,003	3,617	0,018
4130-M	3	60,03	0,03	10,038	0,005	10,013	0,003	3,624	0,011
4130-M	4	60,04	0,03	10,025	0,008	10,015	0,003	3,667	0,011
4130-M	5	60,14	0,04	9,999	0,016	10,076	0,013	3,612	0,014
4130-M	6	60,20	0,03	10,129	0,019	9,928	0,009	3,543	0,009
4130-M	7	60,24	0,03	10,007	0,008	9,964	0,014	3,564	0,011
4130-M	8	60,16	0,05	9,922	0,007	10,078	0,022	3,528	0,004
4130-M	9	60,24	0,06	9,995	0,004	10,019	0,011	3,540	0,021
4130-M	10	60,22	0,04	9,981	0,006	10,012	0,004	3,532	0,005
4130-M	11	60,22	0,08	9,972	0,005	10,035	0,004	3,557	0,004
4130-M	12	59,93	0,02	10,114	0,003	10,047	0,006	3,625	0,013
4130-M	13	59,97	0,03	10,110	0,005	10,082	0,013	3,705	0,007
4130-M	14	59,99	0,03	10,081	0,008	10,116	0,004	3,507	0,019
4130-M	15	60,00	0,02	10,063	0,004	10,116	0,003	3,450	0,008
4130-M	16	60,04	0,03	9,923	0,005	10,034	0,048	3,535	0,012
4130-M	17	59,73	0,04	10,158	0,006	10,234	0,039	3,592	0,035
4130-M	18	60,33	0,11	10,119	0,004	10,016	0,033	3,471	0,008
4130-M	19	60,37	0,02	10,011	0,005	10,100	0,017	3,456	0,006
4130-M	20	60,36	0,03	10,013	0,004	10,108	0,043	3,453	0,005
4130-M	21	59,68	0,04	10,136	0,007	9,952	0,014	3,461	0,020
4130-M	22	60,54	0,11	10,000	0,008	10,107	0,053	3,607	0,008
4130-M	23	60,37	0,07	9,989	0,008	10,127	0,025	3,565	0,009
4130-M	24	60,11	0,08	10,104	0,008	10,017	0,019	3,434	0,014
4130-M	25	59,96	0,03	9,972	0,006	9,952	0,009	3,739	0,011
4130-M	26	60,04	0,02	9,936	0,019	9,973	0,006	3,603	0,009
4130-M	27	60,03	0,02	10,046	0,003	9,990	0,017	3,537	0,006
4130-M	28	60,01	0,02	10,003	0,007	10,018	0,007	3,566	0,011
4130-M	29	60,09	0,03	10,022	0,010	10,083	0,015	3,538	0,018
4130-M	30	60,33	0,04	9,954	0,007	10,008	0,018	3,621	0,012
4130-M	31	60,46	0,06	9,962	0,004	10,016	0,005	3,648	0,015
4130-M	32	60,37	0,06	9,966	0,008	10,020	0,004	3,607	0,004

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (5/7)

Tabela E.1 – Continuação.

Corpo de Prova		Comprimento [mm]		Largura [mm]		Altura [mm]		Profundidade do entalhe [mm]	
		Média	U	Média	U	Média	U	Média	U
4130-M	33	60,27	0,04	9,960	0,003	10,009	0,004	3,561	0,006
4130-M	34	60,35	0,09	9,960	0,010	10,017	0,004	3,577	0,008
4130-M	35	60,14	0,03	10,135	0,006	10,296	0,022	3,425	0,019
4130-M	36	60,31	0,03	9,961	0,013	9,979	0,025	3,623	0,008
4130-M	37	60,29	0,04	10,018	0,005	10,018	0,004	3,604	0,004
4130-M	38	60,28	0,02	9,964	0,003	10,120	0,010	3,602	0,005
4130-M	39	60,47	0,10	10,011	0,004	10,019	0,021	3,469	0,020
4130-M	40	60,54	0,04	10,127	0,008	10,011	0,008	3,540	0,008
4137-M	41	60,41	0,04	10,041	0,004	9,946	0,012	3,505	0,013
4137-M	42	60,13	0,02	9,941	0,005	10,033	0,004	3,664	0,017
4137-M	43	60,18	0,05	9,944	0,004	10,067	0,007	3,634	0,010
4137-M	44	60,18	0,03	10,053	0,004	9,956	0,008	3,513	0,007
4137-M	45	60,26	0,04	10,028	0,014	9,938	0,018	3,498	0,024
4137-M	46	60,18	0,02	10,128	0,005	10,041	0,005	3,521	0,020
4137-M	47	60,35	0,04	10,045	0,022	10,120	0,033	3,759	0,034
4137-M	48	60,35	0,02	10,093	0,006	10,050	0,010	3,629	0,011
4137-M	49	60,41	0,07	10,093	0,006	10,086	0,012	3,698	0,012
4137-M	50	60,34	0,03	10,050	0,009	10,050	0,009	3,681	0,027
4137-M	51	60,46	0,05	10,086	0,007	10,086	0,006	3,677	0,023
4137-M	52	60,35	0,05	10,022	0,015	10,064	0,005	3,755	0,011
4137-M	53	60,33	0,02	10,087	0,006	10,016	0,003	3,567	0,011
4137-M	54	59,96	0,02	10,000	0,004	9,986	0,011	3,517	0,009
4137-M	55	60,01	0,02	9,974	0,007	9,993	0,015	3,528	0,014
4137-M	56	60,02	0,02	10,009	0,004	9,930	0,028	3,523	0,020
4137-M	57	60,27	0,04	9,968	0,005	9,929	0,008	3,334	0,026
4137-M	58	60,11	0,05	9,955	0,011	9,928	0,007	3,332	0,012
4137-M	59	60,37	0,03	9,955	0,011	9,927	0,013	3,574	0,005

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (6/7)

Tabela E.2 - Média das leituras do raio e do ângulo de abertura dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM considerando cinco leituras juntamente com a incerteza de medição para um intervalo de confiança de 95 %.

Corpo de Prova		Raio do entalhe [μm]		Ângulo do entalhe [° : ' : "]	
		Média	U	Média	U
4130-M	1	248,27	10,16	90:03:12	0:05:36
4130-M	2	254,63	10,20	90:05:36	0:07:08
4130-M	3	250,78	10,14	90:01:24	0:09:17
4130-M	4	249,96	10,28	89:48:48	0:13:15
4130-M	5	254,50	10,13	90:05:00	0:02:51
4130-M	6	254,45	10,38	89:50:00	0:05:30
4130-M	7	250,18	10,15	90:00:00	0:03:51
4130-M	8	257,74	10,57	89:59:24	0:03:03
4137-M	9	254,89	10,21	89:57:48	0:05:05
4137-M	10	261,72	10,30	89:59:24	0:04:52
4137-M	11	249,69	10,11	89:47:24	0:03:03
4137-M	12	253,93	10,94	89:54:36	0:08:08

APÊNDICE E – CONTROLE DIMENSIONAL DOS CORPOS DE PROVA (7/7)

Tabela E.3 - Média das leituras das tolerâncias de orientação dos corpos de prova utilizados nos ensaios CPPAM considerando três leituras juntamente com a incerteza de medição para um intervalo de confiança de 95 %.

Corpo de Prova		Paralelismo ED		Paralelismo SI		Paralelismo FP	
		Média	U	Média	U	Média	U
4130-M	1	0,0482	0,0011	0,0259	0,0009	0,0093	0,0009
4130-M	2	0,0022	0,0008	0,0027	0,0007	0,0014	0,0010
4130-M	3	0,0053	0,0008	0,0062	0,0008	0,0026	0,0008
4130-M	4	0,0908	0,0008	0,0885	0,0011	0,0301	0,0008
4130-M	5	0,0903	0,0009	0,0881	0,0008	0,0299	0,0008
4130-M	6	0,0900	0,0009	0,0876	0,0007	0,0297	0,0008
4130-M	7	0,0904	0,0008	0,0881	0,0008	0,0299	0,0008
4130-M	8	0,0004	0,0026	0,0013	0,0007	0,0015	0,0007
4137-M	9	0,0012	0,0125	0,0052	0,0020	0,0066	0,0011
Corpo de Prova		Perpendicularidade SD		Perpendicularidade SE		Perpendicularidade SF	
		Média	U	Média	U	Média	U
4130-M	1	0,0867	0,0009	0,0438	0,0009	0,0152	0,0010
4130-M	2	0,0873	0,0007	0,0440	0,0008	0,0152	0,0009
4130-M	3	0,0006	0,0009	0,0007	0,0008	0,0008	0,0008
4130-M	4	0,0011	0,0008	0,0010	0,0008	0,0009	0,0008
4130-M	5	0,0489	0,0008	0,0249	0,0008	0,0088	0,0012
4130-M	6	0,0485	0,0007	0,0246	0,0007	0,0087	0,0008
4130-M	7	0,0486	0,0007	0,0247	0,0009	0,0088	0,0009
4130-M	8	0,0487	0,0007	0,0247	0,0008	0,0087	0,0027
4137-M	9	0,0002	0,0008	0,0005	0,0081	0,0031	0,0152
Corpo de Prova		Perpendicularidade ID		Perpendicularidade IE		Perpendicularidade IF	
		Média	U	Média	U	Média	U
4130-M	1	0,0003	0,0008	0,0804	0,0009	0,0274	0,0009
4130-M	2	0,0007	0,0007	0,0508	0,0008	0,0174	0,0008
4130-M	3	0,0507	0,0007	0,0668	0,0007	0,0227	0,0007
4130-M	4	0,0552	0,0008	0,0662	0,0007	0,0226	0,0008
4130-M	5	0,0509	0,0008	0,0250	0,0014	0,0091	0,0007
4130-M	6	0,0522	0,0008	0,0932	0,0007	0,0316	0,0007
4130-M	7	0,0042	0,0009	0,0256	0,0011	0,0092	0,0007
4130-M	8	0,0103	0,0007	0,0293	0,0042	0,0114	0,0008
4137-M	9	0,0324	0,0011	0,0752	0,0163	0,0457	0,0007

APÊNDICE F – IDENTIFICAÇÃO DO P_{TH} DO AÇO 4130-M COM 36 HRC UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)

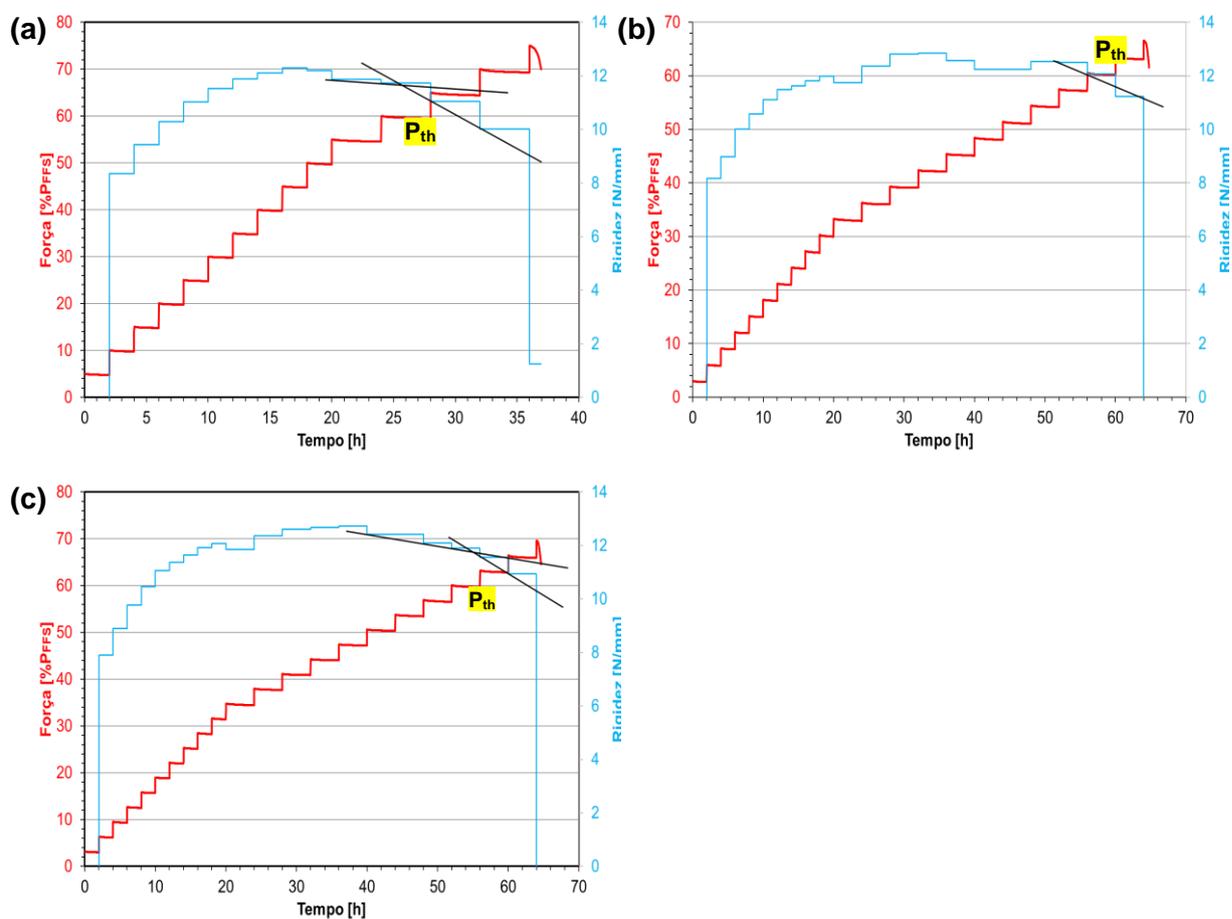


Figura F.1 – Utilização do método da rigidez na identificação do P_{th} no ensaio do aço 4130-M na condição F36-g. (a) ensaio 1, (b) ensaio 2 e (c) ensaio 3. Na figura (b), referente ao ensaio 2, foi possível traçar apenas a reta do escoamento pois a trinca propagou-se apenas por 1 patamar antes de chegar ao critério de parada, neste caso o P_{th} foi tomado no patamar antes da queda causada pela trinca.

**APÊNDICE G – IDENTIFICAÇÃO DO P_{th} DO AÇO 4130-M COM 32 HRC
UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)**

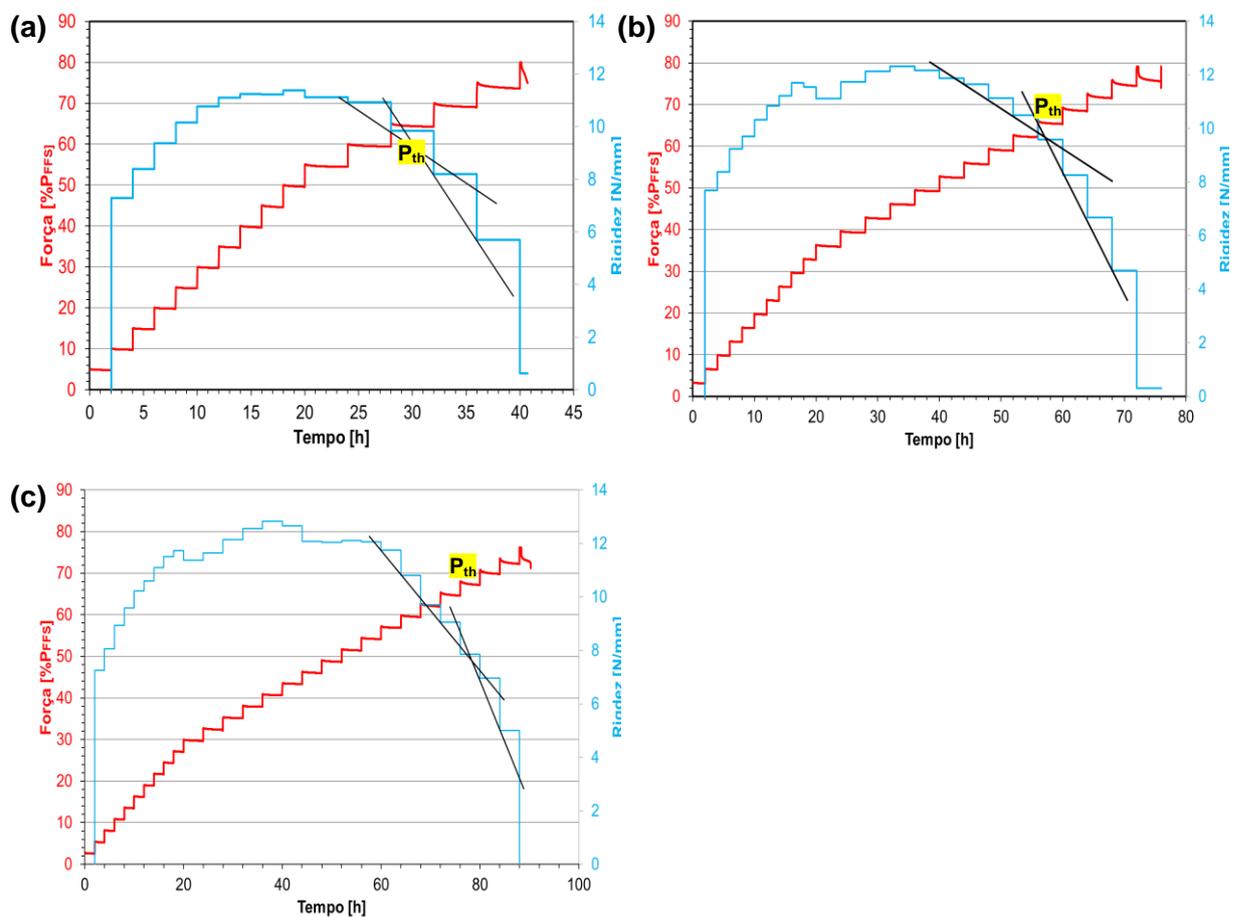


Figura G.1 – Utilização do método da rigidez na identificação do P_{th} no ensaio do aço 4130-M na condição F32-g. (a) ensaio 1, (b) ensaio 2 e (c) ensaio 3.

APÊNDICE H – IDENTIFICAÇÃO DO P_{th} DO AÇO 4137-M COM 32 HRC UTILIZANDO O MÉTODO DA RIGIDEZ (1/1)

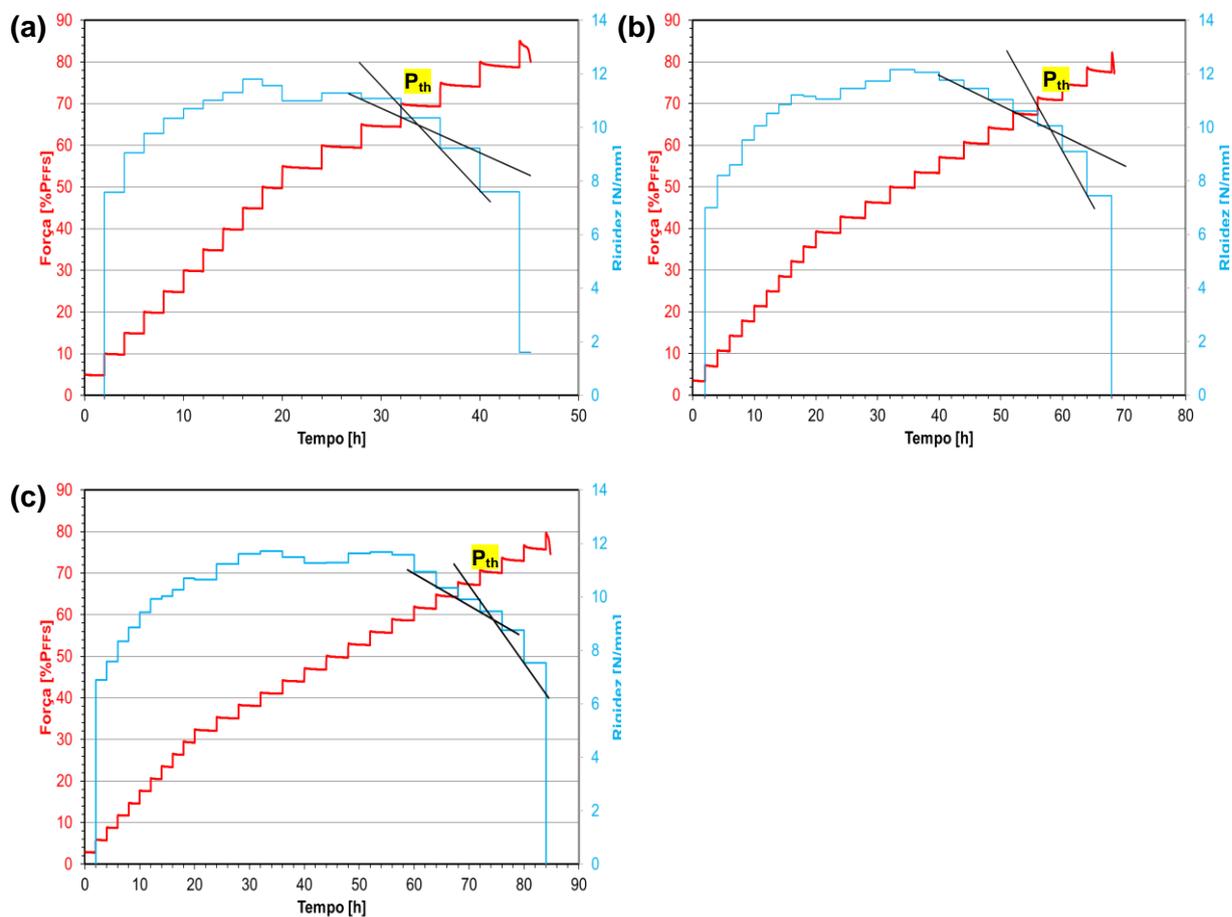


Figura H.1 – Utilização do método da rigidez na identificação do P_{th} no ensaio do aço 4137-M na condição C32-g. (a) ensaio 1, (b) ensaio 2 e (c) ensaio 3.