

CARLOS EDUARDO BORGES MIRANDA

**EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE HIDROGÊNIO E
DA VELOCIDADE DE ENSAIO NA
SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR
HIDROGÊNIO UTILIZANDO ENSAIOS DE TRAÇÃO
TIPO BTB**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
2022**

CARLOS EDUARDO BORGES MIRANDA

**EFEITO DA CONCENTRAÇÃO DE HIDROGÊNIO E DA
VELOCIDADE DE ENSAIO NA SUSCEPTIBILIDADE À
FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO UTILIZANDO ENSAIOS DE
TRAÇÃO TIPO BTB**

Monografia apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **BACHAREL EM ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação.

Orientadora: Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia

UBERLÂNDIA – MG

2022



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
Coordenação do Curso de Graduação em Engenharia Mecânica
Rodovia BR 050, KM 78, Bloco 1D, 2º andar - Bairro Glória, Uberlândia-MG, CEP 38400-902
Telefone: (34) 2512-6773 - www.mecanica.ufu.br - cocme@ufu.br



ATA DE DEFESA - GRADUAÇÃO

Curso de Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	FEMEC41100 - Projeto de Fim de Curso II				
Data:	13/05/2022	Hora de início:	14:00	Hora de encerramento:	15:30
Matrícula do Discente:	11721EMC012				
Nome do Discente:	Carlos Eduardo Borges Miranda				
Título do Trabalho:	Efeito da Concentração de Hidrogênio e da Velocidade de Ensaio na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio Utilizando Ensaio de Tração Tipo BT D				
A carga horária curricular foi cumprida integralmente?	<input checked="" type="checkbox"/> Sim <input type="checkbox"/> Não				

Reuniu-se, na sala de reuniões do **Laboratório de Tribologia, Atrito e Desgaste (LTAD)** no **Campus Santa Mônica** a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Curso de Graduação em Engenharia Mecânica, em **13/05/2022**, assim composta: **Dr. José Eduardo Silveira Leal - LTAD/UFU**, **Prof. MSc. Rafael Ariza Gonçalves – Faculdade de Engenharia Mecânica FEMEC/UFU**, **MSc. Marcus Vinicius Pereira Arruda - Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG** e **Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia – Faculdade de Engenharia Mecânica FEMEC/UFU**, orientador do candidato.

Iniciando os trabalhos, a presidente da mesa, **Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia**, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público, e concedeu aos discentes a palavra, para a exposição do trabalho. A duração da apresentação dos discentes e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do curso.

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

(x) Aprovados sem nota.

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 **Rosenda Valdes Arencibia, Professor(a) do Magistério Superior**, em 13/05/2022, às 16:17, 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 **José Eduardo Silveira Leal, Usuário Externo**, em 13/05/2022, às 16:19, 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 **Rafael Ariza Gonçalves, Professor(a) do Magistério Superior**, em 13/05/2022, às 16:21, 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 **Marcus Vinicius Pereira Arruda, Usuário Externo**, em 16/05/2022, às 09:45, 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 **3580874** e o código CRC **CBFBB985**.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente aos meus pais Luziely de Fátima Borges Miranda e Sergio Miranda por todo apoio e dedicação que tornaram possível o meu desenvolvimento pessoal e profissional. Agradeço também aos meus irmãos e toda minha família.

À minha orientadora Profa. Rosenda Valdés Arencibia pelo assíduo acompanhamento durante este projeto, me apoiando e dando todo o suporte necessário, sendo fundamental para o meu desenvolvimento científico e pessoal.

Ao Prof. Sinésio Domingues Franco por me dar a oportunidade de realizar minha iniciação científica e projeto de conclusão de curso no LTAD, além de todos ensinamentos durante a graduação.

Aos engenheiros Felipe Caixeta, José Leal e Rodrigo Freitas por me orientarem durante toda a minha iniciação científica, dando todo apoio técnico, pelo companheirismo e por contribuírem com o meu aprendizado.

A todos os membros participantes do LTAD que sempre foram muito receptivos e prestativos durante todo o período que fiz parte.

À PETROBRAS pelo apoio financeiro na realização deste trabalho.

A todos amigos que adquiri durante o período de graduação, por me acompanharem em todas as dificuldades encontradas neste período.

MIRANDA, C. E. B. **Efeito da concentração de hidrogênio e da velocidade de ensaio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio utilizando ensaios de tração tipo BTB.** 2022. 116f. Monografia de Projeto de Fim de Curso, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

Aços de alta resistência (HSS) são frequentemente utilizados na indústria automobilística por conta de suas propriedades mecânicas elevadas, que resultam na produção de carros mais leves. No entanto, esses aços são susceptíveis a fragilização por hidrogênio, e um estudo mais aprimorado deve ser realizado para avaliar a interação entre o material e o hidrogênio que é inserido durante a fabricação das chapas/peças. Portanto, neste trabalho foi avaliado um aço *Dual Phase* com limite de resistência a tração de 1198,7 MPa, utilizando ensaios de tração com baixa taxa de deformação (BTB) e corpos de prova fabricados em conformidade com a norma SEP 1970. A influência da velocidade de ensaio e concentração de hidrogênio difusível foi avaliada nos valores obtidos de limite de resistência a tração, limite de ruptura, e deslocamento. Para o carregamento com hidrogênio em valores compatíveis com os encontrados em campo, foi realizado a permeação *Ex-situ*, utilizando eletrólitos de NaOH e H₂SO₄, além de realizar ensaios de extração a quente para determinação da quantidade de hidrogênio difusível. O processo de corte por estampagem promoveu a redução das propriedades mecânicas do CP ao ser comparado com um ensaio de tração convencional, além de aumentar expressivamente a perda de repetibilidade. O aumento da concentração de hidrogênio difusível resultou na progressiva deterioração das propriedades mecânicas, enquanto a utilização da velocidade de 0,1 µm/s resultou na redução das propriedades mecânicas ao considerar a mesma condição de carregamento de hidrogênio, quando comparado com a velocidade de 1 µm/s. A velocidade de ensaio e a concentração de hidrogênio difusível foram responsáveis pelo aumento do índice de fragilização por hidrogênio, sendo que na condição mais crítica assumiu o valor de 77,8 % para o limite de resistência a tração. A análise de ANOVA confirmou que a velocidade de ensaio e a concentração de hidrogênio difusível afetaram de forma estatisticamente significativa o limite de resistência a tração, o limite de ruptura e o deslocamento avaliados.

Palavras-chave: Fragilização por hidrogênio, Baixa Taxa de Deformação, HSS, SEP1970

MIRANDA, C. E. B. **Effect of hydrogen concentration and displacement rate in the susceptibility to hydrogen embrittlement using slow strain rate testing.** 2022 116p. Monography, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

High strength steels (HSS) are often used in automotive industry due to of its high mechanical properties, which result in the production of lighter cars. However, these steels are susceptible to hydrogen embrittlement, and a more refined study should be carried out to evaluate the interaction between the material and the hydrogen that is inserted during the part manufacture. Thus, in this work, a Dual Phase steel with a tensile strength of 1198.7 MPa was evaluated, using slow strain rate testing (SSRT) and specimens manufactured in accordance with the SEP1970 standard. The influence of displacement rate and diffusible hydrogen concentration were evaluated in the tensile strength limit, rupture limit and deformation. To simulate the insertion of hydrogen via manufacture methods, *Ex-situ* permeation was performed, using electrolytes of NaOH and H₂SO₄, in addition to performing thermal desorption analysis (TDA) to determine the amount of resulting diffusible hydrogen. The stamping cutting process promoted a reduction in the specimen mechanical properties when compared to a conventional tensile test, besides to significantly increasing the repeatability loss. The increase of the diffusible hydrogen concentration resulted in a progressive deterioration of the mechanical properties, while the use of the displacement rate of 0.1 $\mu\text{m/s}$ resulted in the reduction of the mechanical properties compared to the use of the displacement rate of 1 $\mu\text{m/s}$, considering the same hydrogen loading condition. The displacement rate and the diffusible hydrogen concentration were responsible for the increase of the hydrogen embrittlement index, and in the most critical condition it assumed the value of 77.8 % for the tensile strength limit. The ANOVA analysis confirmed that the test and the diffusible hydrogen concentration significantly affected the tensile strength limit, the rupture limit and the deformation evaluated.

Keywords: Hydrogen embrittlement, Slow strain rate testing, HSS, SEP1970

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Representação da aplicação dos aços e alumínio na construção da carroceria de um automóvel (Adaptado LAHAIJIE, 2014).	6
Figura 2.2	Representação da microestrutura típica dos aços DP, Multifásico/Complexo e TRIP (Adaptado LOIDL, 2014).	7
Figura 2.3	Representação de diferentes tipos de aços em relação ao limite de resistência e alongamento (Adaptado SCHIMITT; IUNG, 2018).	8
Figura 2.4	Representação das condições necessárias para ocorrer a FH (Adaptado BARNOUSH; VEHOFF, 2010).	9
Figura 2.5	Representação da quantidade de hidrogênio inserido no aço de alta resistência em cada etapa de fabricação da indústria automobilística (Adaptado BERGMANN, 2020).	11
Figura 2.6	Representação esquemática de um ensaio de tração BTD utilizando permeação <i>In-situ</i> (Adaptado FU et al., 2020).	12
Figura 2.7	Representação da célula eletroquímica para carregamento de hidrogênio <i>Ex-situ</i> (Adaptado VALENTINI et al., 2019).	13
Figura 2.8	Ilustração das reações de absorção de hidrogênio em: (a) solução ácida e (b) solução neutra ou alcalina (Adaptado GAO, 2017 apud REHRL et al., 2013).	14
Figura 2.9	Resultado do ensaio de extração a quente no aço DP1180A nas condições: a) como recebido e b) pré-carregado por 30 min (Adaptado GAO, 2017).	15
Figura 2.10	Gráfico da quantidade de hidrogênio difusível por tempo de carregamento dos aços DP1180A e DP1180B (Adaptado GAO, 2017).	16
Figura 2.11	Curva Tensão x Deformação e propriedades mecânicas advindas de sua análise (Adaptado de CALLISTER, 2000; GARCIA et al., 2012; SOUZA, 1982).	18
Figura 2.12	Resultado em diferentes taxas de deformação: (a) CPs sem hidrogênio; (b) CPs carregados com hidrogênio (Adaptado de MOMOTANI et al, 2017).	19

Figura 2.13	Resultado de ensaios BTD <i>In-situ</i> de aços DP em diferentes condições de hidrogênio difusível (Adaptado de DEPOVER et al., 2015).	20
Figura 2.14	Resultados em diferentes taxas de deformação e condições de carregamento de hidrogênio (Adaptado de DEPOVER et al., 2015).	21
Figura 2.15	Resultados de ensaios BTD <i>Ex-situ</i> de aços DP em diferentes condições de hidrogênio difusível (Adaptado de GAO, 2017).	21
Figura 2.16	Ensaio de tração de carga sustentada utilizando CP com furo central puncionado (SEP 1970, 2011).	23
Figura 2.17	Ilustração do processo de puncionamento. (a)-Representação do processo de corte por estampagem; (b) corte transversal de um teste de cisalhamento interrompido (Adaptado SCHARF et al., 2016).	23
Figura 2.18	Simulação numérica de um carregamento de carga constante em um CP SEP de DP1000 (Adaptado SCHARF et al., 2016).	24
Figura 2.19	Representação dos resultados obtidos em ensaios BTD utilizando CPs SEP 1970(SEP, 2011), com velocidade de 0,001 mm/s no material USIBOR 1500 (Adaptado VALENTINI et al., 2019).	25
Figura 2.20	Representação dos resultados obtidos em ensaios BTD utilizando CPs SEP 1970(SEP, 2011), com velocidade de 0,001mm/s no material USIBOR 2000 (Adaptado VALENTINI et al., 2019).	26
Figura 3.1	Geometria e dimensões nominais (Tab. 3.1) do CP para ensaio de tração convencional conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016). ..	29
Figura 3.2	Curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de tração para o aço D-HSS.	30
Figura 3.3	Amostras 40 x 15 mm para quantificação de hidrogênio: (A) Como recebido; (B) Lixada até 600 <i>mesh</i>	31
Figura 3.4	<i>Setup</i> do carregamento eletroquímico de hidrogênio. Componentes: (A)-Potenciostato; (B)-Gaiola de Faraday; (C)-Célula Galvânica.	32
Figura 3.5	Carregamento eletroquímico de hidrogênio. Elementos constituintes: (A)-Fio de platina (Ânodo), (B)-Amostra (Cátodo) e (C)-Eletrólito.	32
Figura 3.6	Analisador de hidrogênio G4 PHOENIX.	34
Figura 3.7	Dimensões nominais e geometria do CP logo após a usinagem por corte de jato d'água.	35
Figura 3.8	Puncionadeira FATHON PC30005.	36

Figura 3.9	Geometria final do CP para ensaio BTD-SEP, com o furo central puncionado (SEP, 2011).	36
Figura 3.10	Mensurandos avaliados durante o controle dimensional do CP: diâmetro do furo puncionado; distância entre a lateral do furo e do CP; espessura do CP; alinhamento dos furos de fixação.	37
Figura 3.11	Carregamento eletroquímico de hidrogênio em CPs BTD-SEP. (A)- CP SEP; (B)- Fio de platina; ambos imersos em eletrólito de 0,1M NaOH. ...	38
Figura 3.12	Etapas de preparação do CP: (A)-Após usinagem por jato d'água; (B)-Lixada até 600 <i>mesh</i> ; (C)-Puncionada; (D)-Permeada de hidrogênio e revestida com zinco.	39
Figura 3.13	Equipamento para tração BTD INTERMETRIC do LTAD. (A)-Equipamento completo; (B)-Detalhe da garra original do equipamento; (C) Detalhe da garra adaptada para ensaios BTD-SEP.	40
Figura 4.1	Resultado de medição da taxa de dessorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,1M de NaOH aplicando um controle de corrente de 10 mA/cm ²	43
Figura 4.2	Resultado de medição da taxa de dessorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,1M de NaOH + 1g/L de Tiocianato de Amônia aplicando um controle de corrente de 10 mA/cm ²	43
Figura 4.3	Resultado de medição da taxa de dessorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,5M de H ₂ SO ₄ + 1g/L de Tioureia aplicando um controle de corrente de 10 mA/cm ²	44
Figura 4.4	Representação das curvas médias obtidas durante o ensaio de extração a quente para as três condições de carregamento de hidrogênio analisadas.	44
Figura 4.5	Valores médios e desvios padrão para nível de confiança de 95 % resultantes da medição do hidrogênio difusível no aço D-HSS.	46
Figura 4.6	Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios ao AR BTD-SEP utilizando velocidade de ensaio de 1 µm/s.	48
Figura 4.7	Imagens dos CPs após a realização dos ensaios BTD-SEP.	49

Figura 4.8	Imagem de um CP fraturado logo após a execução do ensaio BT-D-SEP. Condição ensaiada: 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato com velocidade de 1 μ m/s.	50
Figura 4.9	Sequência de fotografias durante o ensaio BT-D-SEP utilizando velocidade de 0,1 μ m/s que mostram o aparecimento e crescimento da trinca até a ruptura completa.	51
Figura 4.10	Sequência de fotografias durante o ensaio BT-D-SEP utilizando velocidade de 1 μ m/s que mostram o CP antes e após a ruptura completa.	52
Figura 4.11	Curva Tensão x Deslocamento com os resultados de todos os ensaios BT-D-SEP realizados.	52
Figura 4.12	Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de limite de resistência a tração advindos dos ensaios BT-D-SEP.	53
Figura 4.13	Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de limite de ruptura advindos dos ensaios BT-D-SEP.	54
Figura 4.14	Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de deslocamento advindos dos ensaios BT-D-SEP.	55
Figura 4.15	Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de IFH do LRT, LR e Deslocamento advindos dos ensaios BT-D-SEP.	56
Figura 4.16	Curva de efeitos avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível para os parâmetros (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento;	59
Figura 4.17	Curva normal de probabilidade dos resíduos da diferença dos resultados (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento; (D) IFH LRT; (E) IFH LR e (F) IFH Deslocamento avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível usando uma ANOVA fatorial.	60
Figura 4.18	Curva normal de probabilidade dos resíduos da diferença dos resultados (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento; (D) IFH LRT; (E) IFH LR e (F) IFH Deslocamento avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível em uma ANOVA de efeitos principais.	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Valores das dimensões nominais referentes ao CP da Fig. 3.1 para ensaio de tração convencional conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016).	29
Tabela 3.2	Valores das propriedades mecânicas resultantes dos ensaios de tração realizados no aço D-HSS. Valor médio e desvio padrão (D.P.) com confiabilidade de 68,27 %.	31
Tabela 3.3	Parâmetros utilizados durante a aplicação dos três métodos de permeação de hidrogênio para quantificação de hidrogênio difusível utilizando ensaios de extração a quente.	33
Tabela 3.4	Planejamento fatorial 2x3 proposto para avaliar a susceptibilidade a FH do aço D-HSS via ensaios BT-D-SEP.	34
Tabela 3.5	Composição química da solução de galvanização (ISO 16573, 2015)....	38
Tabela 4.1	Resultados dos ensaios de quantificação de hidrogênio difusível. Valores médios e seus respectivos desvios padrão (s).	45
Tabela 4.2	Resultados dos ensaios BT-D-SEP na condição ao Ar e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.	47
Tabela 4.3	Resultados da ANOVA fatorial para o Limite de Resistência (LRT) dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s}^*0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm}^*0,01$).	57
Tabela 4.4	Resultados da ANOVA fatorial para o Limite de Ruptura (LR) dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s}^*0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm}^*0,01$).	58
Tabela 4.5	Resultados da ANOVA fatorial para o Deslocamento dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s}^*0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm}^*0,01$).	58
Tabela 4.6	Resultados da ANOVA de efeitos principais para o LRT dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s}^*0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm}^*0,01$).	60

Tabela 4.7	Resultados da ANOVA de efeitos principais para o LR dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).	61
Tabela 4.8	Resultados da ANOVA de efeitos principais para o Deslocamento dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).	61

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

ANOVA	-	Análise de variância
BTD	-	Baixa taxa de deformação
BTD-SEP	-	Baixa taxa de deformação com a norma SEP1970
CP	-	Corpo de prova
DP	-	<i>Dual Phase</i>
FH	-	Fragilização por hidrogênio
HEDE	-	<i>Hydrogen enhanced decohesion</i>
HELP	-	<i>Hydrogen enhanced localized plasticity</i>
HSS	-	Aço de alta resistência
IFH	-	Índice de fragilização por hidrogênio
LR	-	Limite de ruptura
LRT	-	Limite de resistência a tração
ppm	-	Parte por milhão
SSRT	-	<i>Slow strain rate testing</i>
s	-	Desvio padrão
TCD	-	<i>Termal conductivity detector</i>
TDA	-	<i>Thermal desorption analysis</i>
TRIP	-	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
UHSS	-	Aço de ultra alta resistência

SUMÁRIO

CAPÍTULO I-Introdução.....	1
1.1. Objetivo principal.....	2
1.2. Objetivos secundários.....	3
1.3. Justificativa.....	3
1.4. Contribuição técnico-científica.....	3
1.5. Estrutura do trabalho.....	4
CAPÍTULO II-Revisão bibliográfica.....	5
2.1. Aços de alta resistência (HSS) e aços de ultra alta resistência (UHSS)...	5
2.2. Fragilização por Hidrogênio.....	8
2.2.1 Características necessárias para ocorrência da FH.....	9
2.2.2 Fonte e mecanismos de entrada de hidrogênio nos aços.....	10
2.2.3 Mecanismos da FH.....	16
2.3. Ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD)	17
2.4. SEP 1970.....	22
2.5. Análise de variância (ANOVA).....	26
CAPÍTULO III- Metodologia.....	28
3.1. Determinação das propriedades mecânicas do aço D-HSS.....	28
3.2. Quantificação de hidrogênio difusível.....	31
3.3. Ensaio BTD.....	34
CAPÍTULO IV- Resultados e discussões.....	42
4.1. Quantificação do hidrogênio difusível.....	42
4.2. Resultados BTD-SEP.....	47
CAPÍTULO V- Conclusões.....	63
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65
APÊNDICES	
Apêndice A – Desenho técnico do CP usinado.....	70
Apêndice B – Desenho técnico do CP puncionado.....	71
Apêndice C – Desenho técnico do adaptador BTD-SEP.....	72
Apêndice D – Desenho técnico da garra do proof ring.....	73

Apêndice E – Resultados BTD-SEP.....	74
ANEXOS	
Anexo A – Certificado de calibração da Instron.....	80
Anexo B – Certificado de calibração do termo-higrômetro digital.....	84
Anexo C – Certificado de calibração da balança digital.....	86
Anexo D – Certificado de calibração do paquímetro digital.....	90
Anexo E – Certificado de calibração do micrômetro digital.....	92
Anexo F – Certificado de calibração do projetor de perfil.....	94
Anexo G – Certificado de calibração da Intermetric.....	98

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

A engenharia mecânica moderna busca constantemente desenvolver tecnologias e equipamentos mais avançados, com o intuito de atender demandas de projetos e reduzir seu custo de produção. Dessa forma, aços de alta resistência (HSS) e aços de ultra alta resistência (UHSS) são cada vez mais utilizados na indústria automotiva. Kim et al. (2020) descrevem estes aços como materiais leves, com alta resistência e que possuem capacidade de deformação plástica aprimorada, características essenciais para componentes automobilísticos. Essas características permitem o aumento da segurança e fabricação de carrocerias mais leves, que propiciam a redução do consumo de combustível e emissão de CO₂ (BERGMANN, 2020).

Entretanto, estes materiais são mais susceptíveis a um problema também muito recorrente na indústria de óleo e gás, a fragilização por hidrogênio (FH). A fragilização por hidrogênio está associada à degradação das propriedades mecânicas dos aços, principalmente em relação a plasticidade e ductilidade, o que pode resultar na falha repentina do componente (HIRTH, 1980). Os autores Silva; Ponte; Artem (2007) afirmam que cerca de 25 % das falhas ocorridas na indústria de óleo e gás está associada à FH.

Diferente da indústria de óleo e gás, em que seus dispositivos e componentes estão submetidos ao ambiente marítimo, e assim em constante difusão de hidrogênio para o interior do material, na indústria automobilística, a introdução de hidrogênio difusível ocorre principalmente durante os processos de fabricação e uso das peças. A entrada de hidrogênio neste caso ocorre nas seguintes ocasiões: fabricação do aço (galvanização etc...); construção automotiva (pintura, solda etc...) e corrosão em serviço (BERGMANN, 2020).

Em conhecimento dessas condições impostas aos aços de alta resistência, é necessário estudar o efeito da FH nos mesmos, e para isso podem ser utilizadas diferentes técnicas, tais

como: puncionamento esférico (*Small Punch Test* – SPT), viga dupla em balanço (*Double Cantilever Beam* – DCB), ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD), ensaio de carga sustentada (SLT), e carregamento em patamares progressivos assistido pelo meio (CPPAM).

Dentre os ensaios disponíveis, o ensaio BTD pode ser realizado para caracterização e avaliação dos aços em relação à susceptibilidade a FH, comparando os resultados obtidos com aqueles decorrentes de ensaios ao ar (RUDOMILOVA; PROŠEK; LUCKENEDER, 2018). Devido à natureza acelerada do ensaio, os resultados não representam fidedignamente ao desempenho do material em trabalho, mas permite a detecção da interação ambiente-material, além de observar a alteração de variáveis metalúrgicas durante o processo (ASTM G129, 2014).

O ensaio BTD consiste em um ensaio de tração similar ao convencional, com um diferencial, a taxa de deformação é muito menor, tendo valores entre 10^{-5} s^{-1} e 10^{-8} s^{-1} . A norma ISO 7539-7 (ISO, 2005) descreve o fenômeno de FH como intrinsecamente relacionado com a difusão do hidrogênio na estrutura cristalina do material, ou seja, o tempo é um dos parâmetros que regem o ensaio. Dessa forma, nas taxas de deformação que compõem o ensaio BTD é possível observar a influência do hidrogênio, diferentemente de um ensaio de tração convencional.

A avaliação da FH em aços de alta resistência é de extrema importância para a indústria automobilística, por este motivo, foi criada a norma SEP 1970 (SEP, 2011). O objetivo desta norma é guiar aplicações e interpretações de diferentes ensaios para a avaliação da resistência dos aços HSS nas aplicações automobilísticas em relação à FH causada por processos de fabricação, conforme descrito na norma DIN 50969-1 (DIN, 2009). Esta norma é destinada à testes de dobramento em U e ensaios de tração de carga sustentada, tendo a possibilidade de adaptação para ensaios de tração BTD, previamente realizada por Valentini et al (2019).

1.1. Objetivo principal

Este trabalho tem como objetivo avaliar a susceptibilidade à FH do aço de alta resistência laminado a frio D-HSS, usando ensaios BTD com inserção de hidrogênio *Ex-situ* utilizando elementos adaptados da norma SEP 1970 (SEP, 2011). Será realizado um estudo estatístico de análise de variância (ANOVA) sobre os resultados para avaliar a FH.

1.2. Objetivos secundários

- Ranquear o efeito dos parâmetros velocidade de ensaio e concentração de hidrogênio na susceptibilidade à FH do aço de alta resistência D-HSS.
- Aplicar e avaliar a importância da técnica de permeação de hidrogênio *Ex-situ*.
- Reproduzir e validar a adaptação da norma SEP 1970 (SEP, 2011) à ensaios BTB.

1.3. Justificativa

A utilização de aços de alta resistência na indústria automobilística promoveu grandes avanços em relação a segurança do passageiro e redução da massa da estrutura do automóvel, contribuindo para a eficiência dos combustíveis (GAO et al, 2017). No entanto estes aços são mais propensos a falhas relacionadas ao hidrogênio do que outros tipos de aço (KIUCHI; MCLELLAN, 1983).

Vários autores (GAO et al, 2017; BERGMANN, 2020) descrevem que os processos de fabricação da indústria automobilística acarretam na inserção de hidrogênio difusível nos aços, portanto efeitos da FH podem ocorrer neste tipo de indústria. Dessa forma, um bom entendimento da susceptibilidade a FH nos aços, especialmente os HSS com resistência a tração acima de 1000 MPa, é necessário para a garantia da segurança na aplicabilidade na indústria automobilística (GAO et al,2017).

Portanto, utilizando os conceitos de ensaios BTB, permeação *Ex-situ* e a norma SEP 1970 (SEP, 2011) é possível validar e entender o comportamento do aço D-HSS em relação à FH.

1.4. Contribuição técnico-científica

Neste trabalho a técnica de ensaios de tração BTB (baixa taxa de deformação) será adaptada para utilizar corpos de prova da norma SEP1970 (SEP, 2011). Dessa forma, será possível avaliar a susceptibilidade da fragilização por hidrogênio de materiais para indústria automobilística sem a necessidade de ensaios de alta duração como dispostos na norma

SEP1970 (SEP, 2011), além de obter os valores das propriedades mecânicas do material para cada condição analisada.

1.5.Estrutura do trabalho

Esta monografia está estruturada em cinco capítulos:

O capítulo II apresenta a revisão bibliográfica dos aços de alta resistência, Fragilização por hidrogênio, ensaios BTD, SEP 1970 e ANOVA.

O capítulo III aborda a metodologia e procedimentos utilizados para o desenvolvimento da monografia.

O capítulo IV apresenta e discute os resultados obtidos.

O capítulo V traz as conclusões e propostas para pesquisas futuras.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta a revisão bibliográfica dos tópicos necessários para o desenvolvimento do trabalho, sendo estes: aços de alta resistência (HSS) e aços de ultra alta resistência (UHSS), fragilização por hidrogênio, ensaios com baixa taxa de deformação (BTD), SEP 1970 e análise de variância (ANOVA).

2.1. Aços de alta resistência (HSS) e aços de ultra alta resistência (UHSS)

A indústria automobilística está concentrando seus esforços em aprimorar a eficiência dos combustíveis e reduzir a emissão de CO₂ para economizar recursos naturais e conter a deterioração do meio ambiente global, e assim, a redução da massa do chassi do carro está se tornando cada vez mais importante. Além disso é ideal que também aumente a segurança em relação a acidentes. Espera-se que estes requerimentos sejam atendidos ao se utilizar aços de alta resistência (OIKAWA et al., 2007).

Os aços HSS (limite de resistência maior que 1000 MPa) e UHSS (limite de resistência maior que 1500 MPa) possibilitam o uso de seções mais finas e, conseqüentemente, possibilitam a redução de massa da estrutura e dos componentes mecânicos. Clauzeau et al. (2011) descreveram que o programa FutureSteelVehicle demonstrou que o uso intensivo dos aços HSS combinados com um *design* otimizado, poderia reduzir de 25 % a 35 % a massa das estruturas da carroceria de um automóvel. Liu et al (2016) descrevem os aços HSS e UHSS como detentores de melhor conformabilidade em comparação com os aços convencionais utilizados na construção de automóveis.

Na Figura 2.1 é possível ver a carroceria (*Body in White*-BIW) em que se observa a ampla utilização de aços de alta e ultra alta resistência. Assim, evidencia-se a necessidade do estudo destes aços, para uma melhor compreensão de suas propriedades e limitações, além de estudar sua aplicabilidade industrial.



Figura 2.1 – Representação da aplicação dos aços e alumínio na construção da carroceria de um automóvel (Adaptado LAHAIJE, 2014).

Existem diversos tipos de aços de alta resistência/ultra alta resistência, sendo alguns deles os seguintes:

DP (*Dual Phase*): Consiste em um aço de duas fases, composto por uma matriz ferrítica contendo regiões de martensita. Schimitt e Iung (2018), definem que a fração de volume de martensita pode variar em larga escala, de 10 % a 50 %, e que sua resistência está estritamente dependente da fração do volume e dureza da sua fase martensítica (OLIVER et al., 2007).

TRIP (*Transformation Induced Plasticity*): É um aço que pode ser considerado um material compósito, com uma fase macia (ferrita + bainita + austenita), cuja lei constitutiva

deve ser estimada como multifásica, e uma fase endurecida, composta principalmente por martensita (SCHIMITT e IUNG; 2018). Este aço possui um fator de alongamento considerado alto para estes aços de alta resistência, isso porque esta classe possui uma transformação progressiva da austenita retida em martensita, quando o aço está sendo submetido a uma sollicitação mecânica, endurecendo o material, e aumentando sua capacidade de deformação plástica.

Multifásicos/Complexos: São aços com várias fases, ou de fases muito complexas, geralmente possuem os maiores limites de resistência, mas também são os aços com menor alongamento, e os mais susceptíveis à FH.

Na Figura 2.2 é possível observar o esquema das microestruturas dos aços em questão. Evidencia-se que, apesar de serem a mesma classe de aços, possuem grandes diferenças de composição e organização, o que reflete diretamente nas suas propriedades mecânicas.

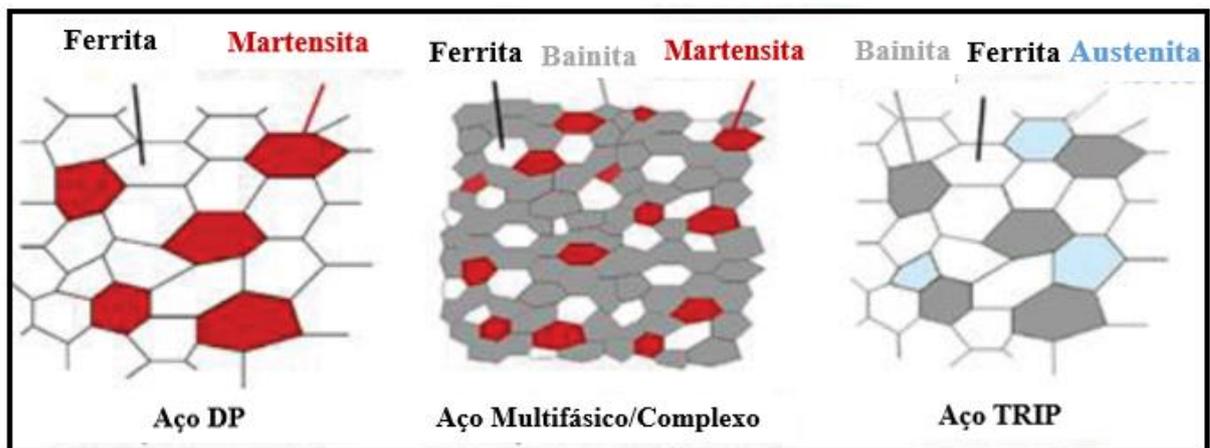


Figura 2.2 – Representação da microestrutura típica dos aços DP, Multifásico/Complexo e TRIP (Adaptado LOIDL, 2014).

Na Figura 2.3, é possível observar os valores de alongamento e limite de resistência a tração de diferentes aços. Se observa que de fato, os aços multifásicos possuem o maior limite de resistência, os aços TRIP, possuem maior alongamento e o aço DP no meio termo entre eles.

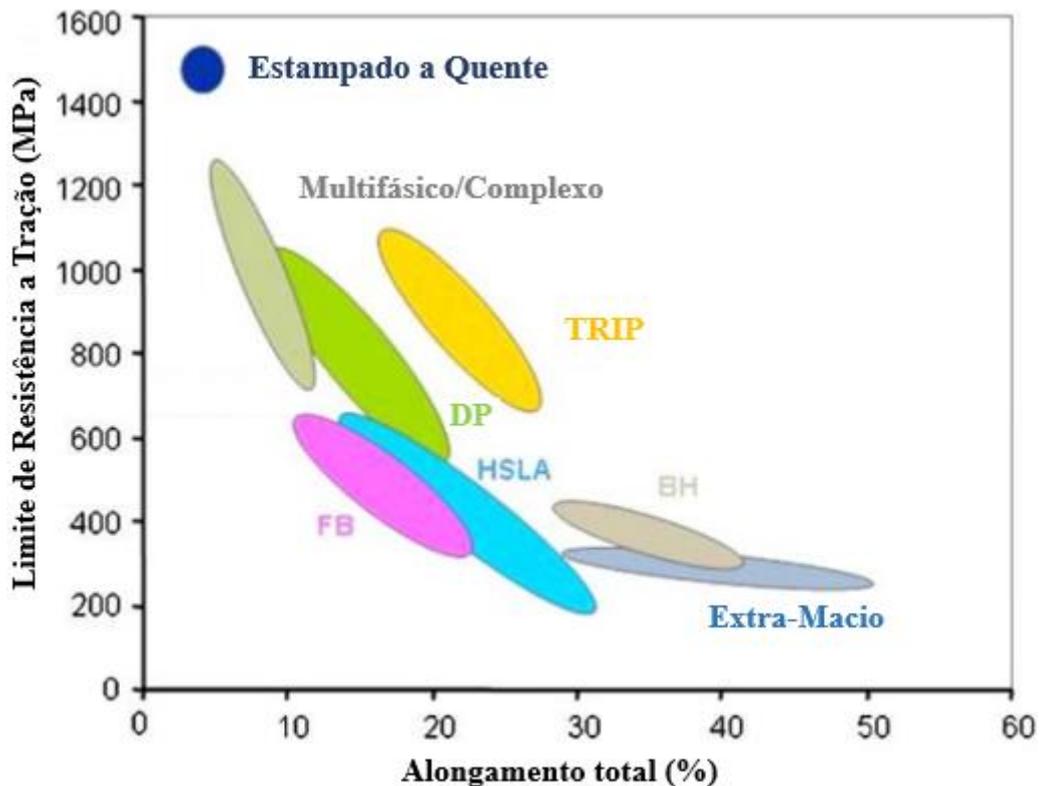


Figura 2.3 – Representação de diferentes tipos de aços em relação ao limite de resistência e alongamento (Adaptado SCHIMITT; IUNG, 2018).

Estes aços possuem propriedades mecânicas muito interessantes para as indústrias automobilísticas, no entanto estes são mais propensos a falhas relacionadas ao hidrogênio do que outros tipos de aços o que complica sua aplicabilidade industrial (KIUCHI; MCLELLAN, 1983). No trabalho de Lynch (2012), se descreve que aços de alta resistência martensíticos são extremamente susceptíveis a FH, em que concentrações de 0,5 a 1 ppm de massa de hidrogênio em relação a massa de aço, são suficientes para formação de trincas.

2.2. Fragilização por Hidrogênio

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno estudado a mais de um século, primeiramente reportado por Johnson em 1875 (JOHNSON, 1875). Rosado (2011) descreve o fenômeno da FH como a atuação do hidrogênio aprisionado nos interstícios cristalinos do material ou nos seus defeitos, sendo suas principais formas: hidrogênio iônico (H^+), hidrogênio molecular (H_2) e alguns compostos (CH_4 , H_2O e hidretos).

A fragilização por hidrogênio está associada à degradação das propriedades mecânicas dos aços, principalmente em relação a plasticidade e ductilidade, o que pode resultar na falha repentina do componente (HIRTH,1980).

2.2.1 Características necessárias para ocorrência da FH

Chung et al., (2011) apontam que a FH ocorre quando três fatores combinados estão presentes em um material, sendo: microestrutura passível à FH, existência de uma tensão aplicada externamente ou internamente (residual) e um meio em que o aço é submetido a entrada de hidrogênio difusível. De maneira simplificada a Fig. 2.4 representa as condições necessárias para que ocorra a fragilização por hidrogênio.

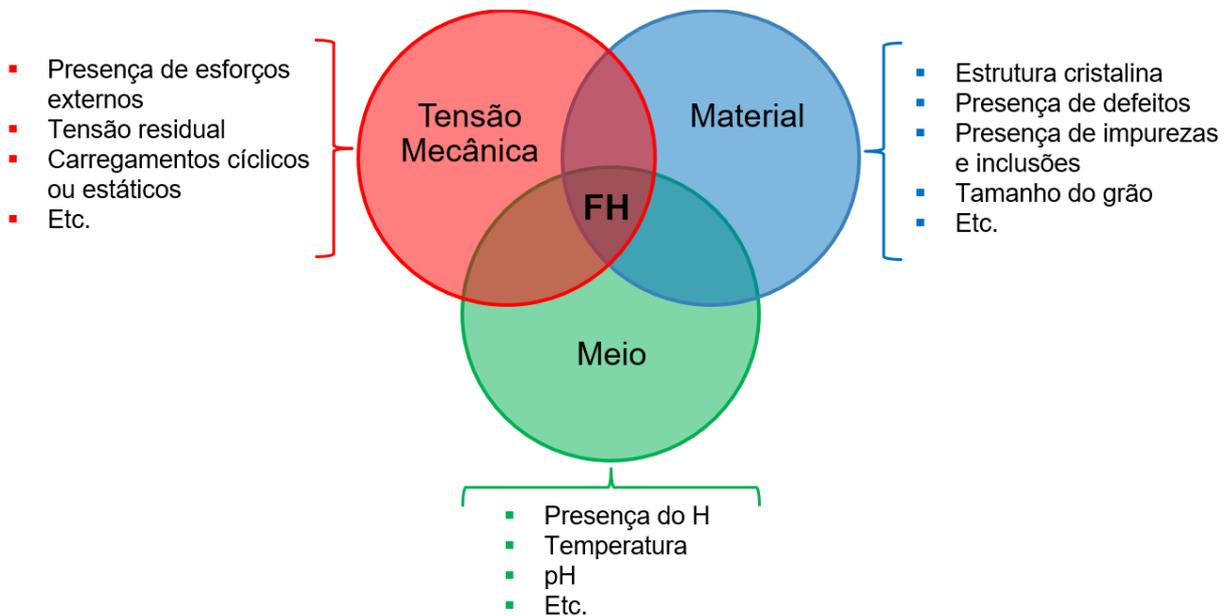


Figura 2.4 – Representação das condições necessárias para ocorrer a FH (Adaptado BARNOUSH; VEHOFF, 2010).

Sendo assim, para que o material fragilize decorrente do hidrogênio, ele primeiramente deve estar sendo submetido a uma sollicitação mecânica, podendo ser: externa (tração, compressão, cisalhamento, flexão, torção ou mista); interna (residual), advinda do método de fabricação do componente; estática ou cíclica, podendo ser um dos fatores para uma possível falha frágil em um componente fixo ou contribuir para uma falha relacionada a fadiga do componente. Isso ocorre porque durante a sollicitação mecânica, a incompatibilidade plástica promove locais para início da trinca, fazendo com que tenha uma região com concentração de tensão e deformação, que se distribui de maneira não homogênea (GAO, 2017). Na presença

do hidrogênio atômico, solicitações mecânicas externas ou tensões residuais internas abaixo dos limites de resistência mecânica ou de elasticidade podem causar falhas catastróficas sem uma deformação significativa (RUDMILOVA et al., 2018).

Em relação ao material, nem todos os aços são suscetíveis a FH, já outros são extremamente influenciados pelo mesmo (LYNCH, 2012). Algumas estruturas cristalinas possuem um espaço intersticial maior que outras, portanto acumulam mais hidrogênio difusível. A presença de defeitos no material também pode auxiliar a fragilização, como por exemplo micro vazios, decorrentes do método de fabricação, podem ser um recipiente de armazenamento de hidrogênio (KIUCHI; MCLELLAN, 1983). Lynch (2012) descreve que materiais que possuem capacidade de formação de hidretos estáveis como Vanádio (V), Zircônio (ZR), Nióbio (Nb), Tântalo (Ta), Titânio (Ti) podem ser fragilizados se a formação do hidreto propiciar o início da trinca no interior da estrutura interna do material, funcionando de maneira semelhante as impurezas no material.

A respeito do meio, o componente deve estar submetido a um ambiente favorável à difusão de hidrogênio, como por exemplos componentes de fixação em uma base marítima que estão em contato com a água de forma perene. Além disso, algumas condições são mais favoráveis à FH, como por exemplo locais com temperaturas elevadas que auxiliam a difusão do hidrogênio para dentro do material. Outra condição que auxilia o fenômeno é o equipamento estar exposto a um ambiente básico ou ácido, em que exista hidrogênio iônico (H^+), e assim facilite a difusão do mesmo para dentro do aço. A inserção do hidrogênio não necessariamente precisa ser contínua, pode ocorrer de forma localizada e concentrada, como por exemplo, durante a fabricação do aço, ou do próprio componente, em que existem processos que propiciam a entrada de hidrogênio, podendo ser citado a galvanização ou pintura eletrolítica (BERGMANN, 2020).

2.2.2 Fonte e mecanismos de entrada de hidrogênio nos aços

O hidrogênio é introduzido ao aço de diferentes maneiras, sendo alguns dos principais difusores de hidrogênio: proteção catódica em ambientes marítimos, fabricação de componentes sob atmosfera de H_2 , procedimentos de eletrodeposição e decapagem, ambientes extremamente corrosivos e etapas de fabricação que podem inserir hidrogênio no material, como pintura e galvanização. Valentini et al. (2019) descrevem que a principal fonte de hidrogênio dos aços HSS é advinda do processo de estampagem a quente, em que existe a

dissociação da água em altas temperaturas, e durante esse processo ocorre adsorção e absorção do hidrogênio pelo aço, e o decorrente aprisionamento, após seu resfriamento.

Bergmann (2020) representa em forma ilustrativa uma estimativa da quantidade de hidrogênio inserido no aço de alta resistência em cada etapa de fabricação da indústria automobilística, Fig. 2.5.

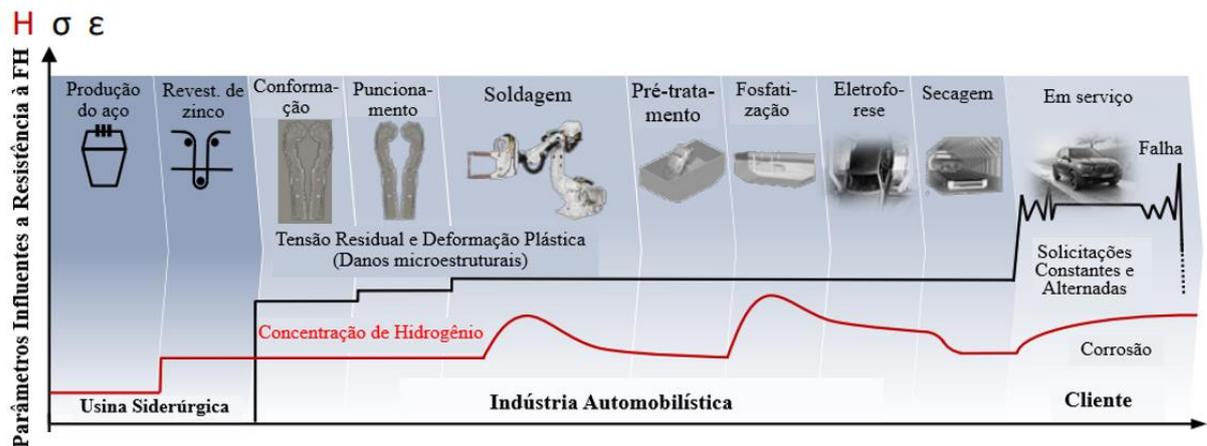


Figura 2.5 – Representação da quantidade de hidrogênio inserido no aço de alta resistência em cada etapa de fabricação da indústria automobilística (Adaptado BERGMANN, 2020).

Na Figura 2.5 se observa que o aço é submetido a diversos tipos de processos de fabricação, em que alguns fornecem maiores quantidade de hidrogênio que outros, como o revestimento de zinco durante a fabricação do aço, a soldagem a ponto durante a fabricação do BIW, da fosfatização e corrosão durante serviço. De maneira similar, os processos de fabricação também implicam em tensões residuais e deformação plástica do material, como nos processos de conformação que pode ser exemplificado pela laminação a frio, do puncionamento para obtenção das partes do BIW e a utilização pelo cliente, em que o automóvel é submetido a solicitações mecânicas constantes e alternadas, contribuindo para a ocorrência da FH.

Bergmann (2018) também afirma que a FH pode ser agravada com a combinação de métodos de produção e condições de serviço, portanto pode ser ainda mais influente do que o estudo separado da influência de cada método de produção. Além disso, em seus trabalhos o autor utiliza técnicas de permeação *Ex-situ* que se baseia em fornecer diferentes níveis de concentração de hidrogênio anteriormente aos ensaios mecânicos, portanto é a realização prévia da permeação, simulando uma situação que o hidrogênio é fornecido ao material antes da solicitação mecânica, o que ocorre principalmente na indústria automobilística durante a

fabricação. Em contrapartida existe a técnica de permeação *In-situ* em que a permeação ocorre simultaneamente ao ensaio mecânico, sendo ideal para simulações em que a entrada do hidrogênio no aço ocorre de forma simultânea à sollicitação mecânica, sendo de extrema importância para a indústria de óleo e gás.

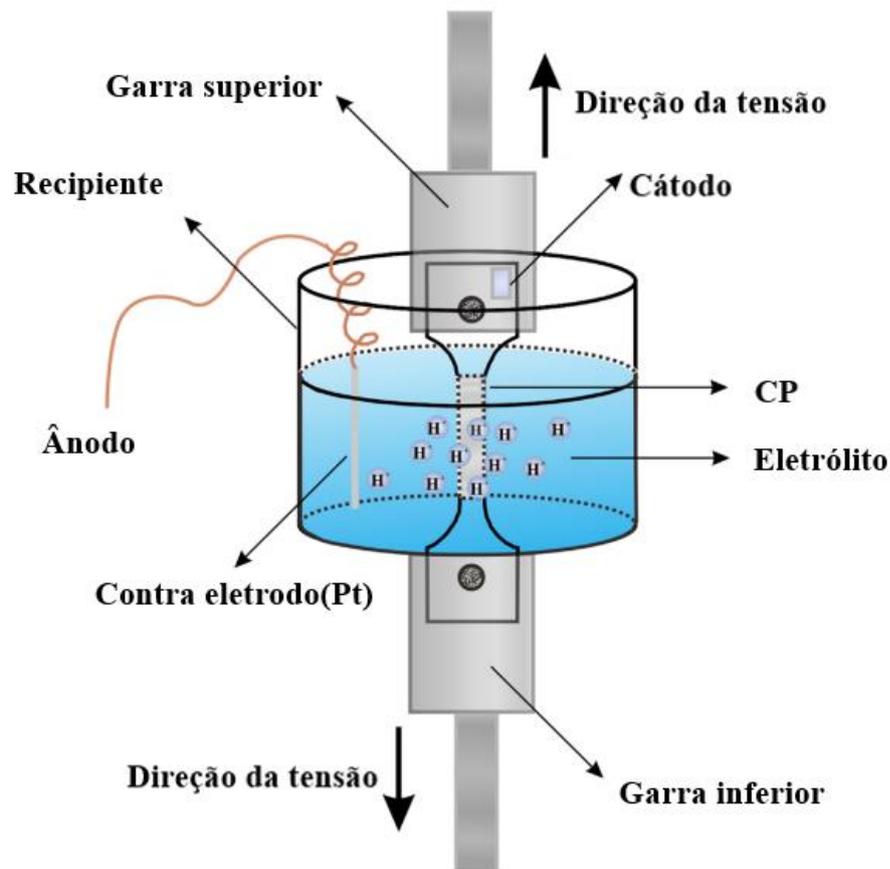


Figura 2.6 – Representação esquemática de um ensaio de tração BTM utilizando permeação *In-situ* (Adaptado FU et al., 2020).

Para a realização experimental laboratorial, diversos autores (BERGMANN, 2020; GAO, 2017; VALENTINI et al., 2019) utilizam técnicas de permeação eletroquímica que simulam a entrada de hidrogênio em processos de fabricação. A permeação eletroquímica é realizada pela inserção do CP imerso em uma solução eletroquímica (eletrólito), em que passa uma corrente elétrica entre o cátodo (CP) e um ânodo (platina, grafite ou outro contra eletrodo) fornecida por um potenciostato ou fonte de corrente. A representação esquemática pode ser observada na Fig. 2.7.

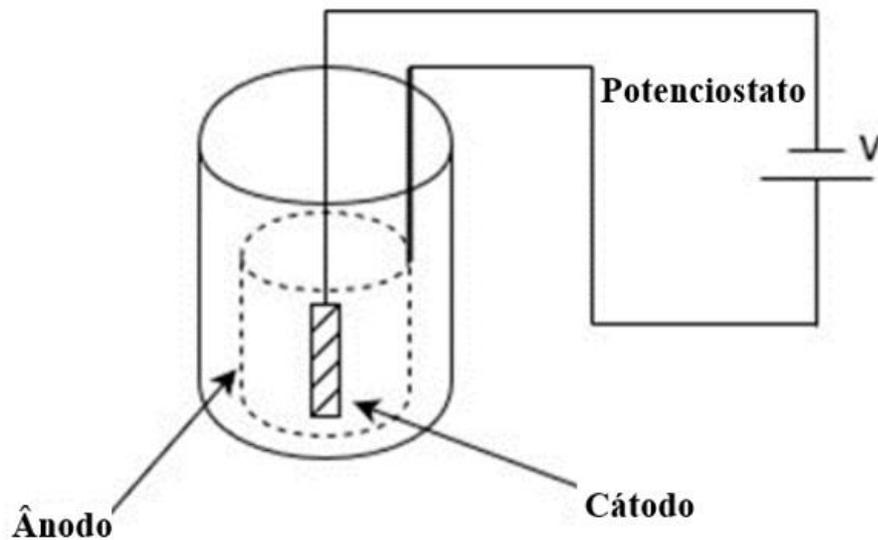
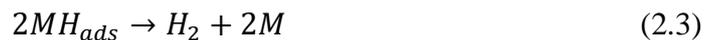
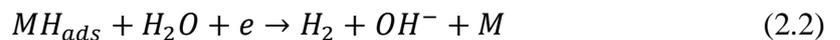


Figura 2.7 – Representação da célula eletroquímica para carregamento de hidrogênio *Ex-situ* (Adaptado VALENTINI et al., 2019).

A entrada do hidrogênio em meios aquosos ocorre pela adsorção de átomos de hidrogênio pela perda de elétrons para se tornar prótons que interagem com a rede cristalina do aço (RUDOMILOVA et al., 2018). A reação de Volmer (Eq. 2.1) compete com as reações de dessorção de Heyrovsky (Eq. 2.2) e Tafel (Eq. 2.3) (RUDOMILOVA et al., 2018 apud LASIA & GRÉGOIRE, 1995), em que moléculas de hidrogênio podem sair da superfície como gás. O processo de recombinação pode ser inibido, aumentando a entrada de hidrogênio no material, através da utilização de envenenadores de recombinação como o arsênio, antimônio, sulfeto, tioureia, tiocianato etc., fazendo com que o metal adsorva o hidrogênio (RUDOMILOVA et al., 2018; apud EAVES et al., 2012).



O termo “M” nas Equações (2.1), (2.2) e (2.3) representa a composição da superfície do aço no qual está ocorrendo o processo de adsorção do hidrogênio. Na Figura 2.8 é possível observar de maneira mais visual a relação da entrada do hidrogênio no aço.

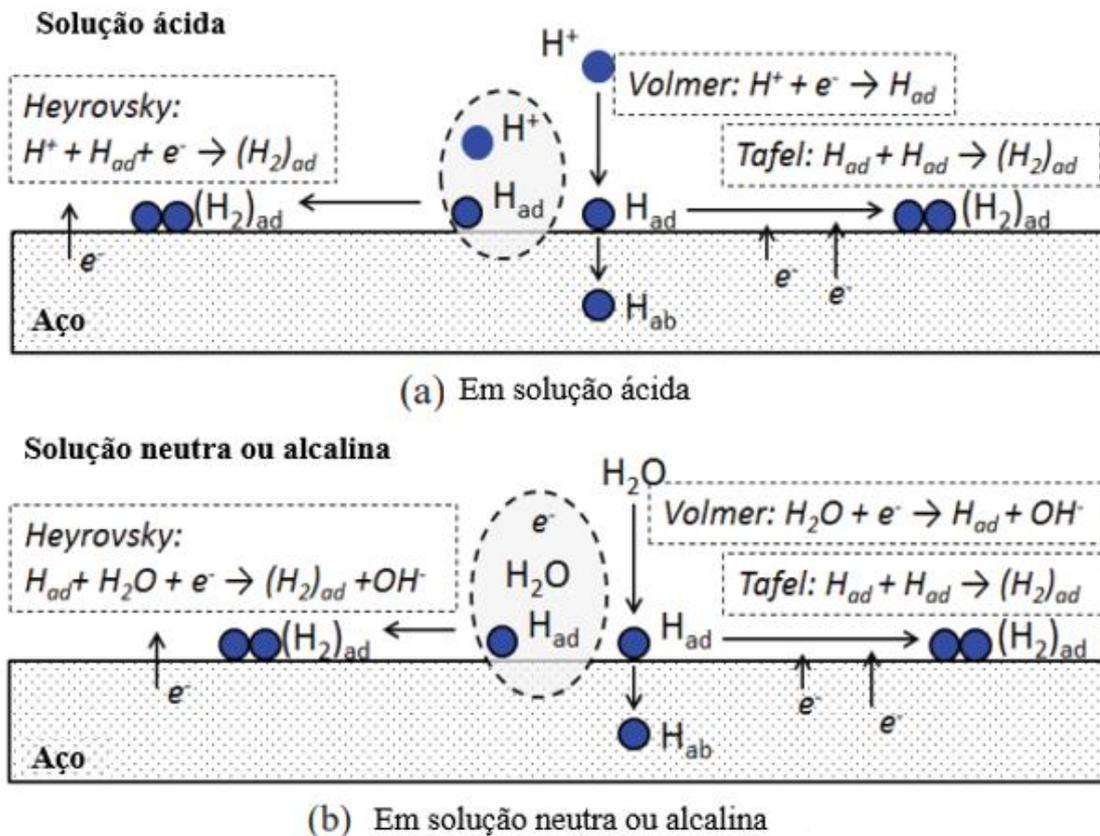


Figura 2.8 – Ilustração das reações de absorção de hidrogênio em: (a) solução ácida e (b) solução neutra ou alcalina (Adaptado GAO, 2017 apud REHRL et al., 2013).

A variação e combinação da corrente aplicada e da composição do eletrólito, em relação à concentração de envenenador, permite a variação da quantificação de hidrogênio absorvido pelo material (VALENTINI et al., 2019). Deste modo, vários autores (Bergmann, 2020; Gao, 2017; Valentini et al., 2019) utilizaram diferentes eletrólitos, com diferentes tipos de envenenadores e diferentes valores de corrente aplicada para obtenção da quantidade de hidrogênio difusível.

Valentini et al, (2019) utilizaram uma solução de 3 % de NaCl com envenenador tiocianato de amônio (NH_4SCN) variando sua concentração de 0,03 a 0,3 %, e uma densidade de corrente variando de 0,25 a 1 mA/cm^2 para permeação dos aços USIBOR1500® e USIBOR2000® obtendo de 0,1 a 2 ppm de hidrogênio difusível. Gao (2017) utilizou uma solução de 3 % de NaCl com envenenador tiocianato de amônio em concentração de 0,3 %, e uma densidade de corrente de 1 mA/cm^2 variando a duração de permeação entre 2,5 minutos até 30 minutos para diferentes aços, sendo que os valores obtidos para os aços DP (DP1180A e DP1180B), resultaram em valores de 0,02 até 1,45 ppm de hidrogênio difusível.

Bergmann (2020) utilizou uma solução de 0,5 molar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) com envenenador de tioureia (CH_4N_2S) variando sua concentração de 0 até 1 mg/L com densidade de corrente de $0,1 A/dm^2$ por duas horas, obtendo de $0,21 \pm 0,10$ ppm até $1,23 \pm 0,25$ ppm. É importante ressaltar que neste trabalho, foi constatado que o aumento da concentração de envenenador aumentou progressivamente o hidrogênio difusível inserido no CP, além de possuir uma variabilidade média considerável.

Para a obtenção dos resultados de hidrogênio difusível vários autores (Bergmann, 2020; Gao, 2017) utilizaram um procedimento conhecido como ensaio de extração a quente (*Thermal Desorption Spectroscopy -TDS*). Neste ensaio o equipamento realiza o aumento da temperatura do CP, e assim ocorre a liberação do hidrogênio difusível e outros gases, que são arrastados por nitrogênio de pureza 99,999 % para serem filtrados por peneiras moleculares e pelo reagente de Schutze, até que apenas estejam presentes o hidrogênio e o nitrogênio puro. Nessa situação, o detector de condutividade térmica TCD (termal conductivity detector) quantifica a presença de hidrogênio ao avaliar a variação obtida em relação a situação da presença única do nitrogênio puro.

Na Figura 2.9 é apresentado um exemplo de ensaio de extração a quente, em que o autor comparou as curvas obtidas de um CP como recebido e um após realizar a permeação de hidrogênio por 30 min. Pode-se concluir que o material em seu estado padrão possui uma quantidade de hidrogênio difusível natural advinda de sua fabricação, e que a permeação de hidrogênio, aumenta sua concentração, podendo obter níveis maiores de hidrogênio difusível.

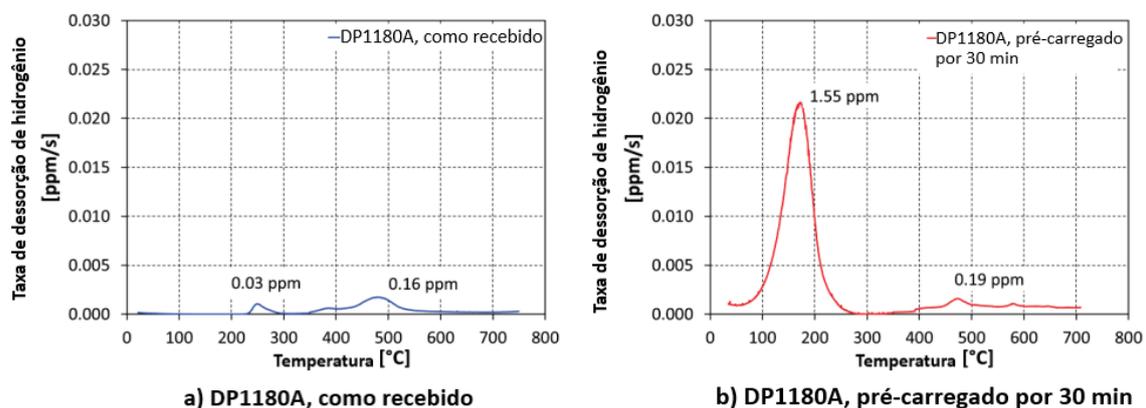


Figura 2.9 – Resultado do ensaio de extração a quente no aço DP1180A nas condições: a) como recebido e b) pré-carregado por 30 min (Adaptado GAO, 2017).

Gao (2017), em seus ensaios, analisou a quantidade de hidrogênio difusível em relação ao tempo de permeação, e assim obteve uma curva de hidrogênio difusível em relação ao tempo

de permeação, demonstrado na Fig. 2.10. É possível constatar que o aumento do tempo de permeação aumentou progressivamente a quantidade de hidrogênio difusível obtido no CP. Portanto, os parâmetros de densidade de corrente, tempo de carregamento, eletrólito e envenenador são determinantes para a obtenção de diferentes quantidades de hidrogênio difusível presente no aço.

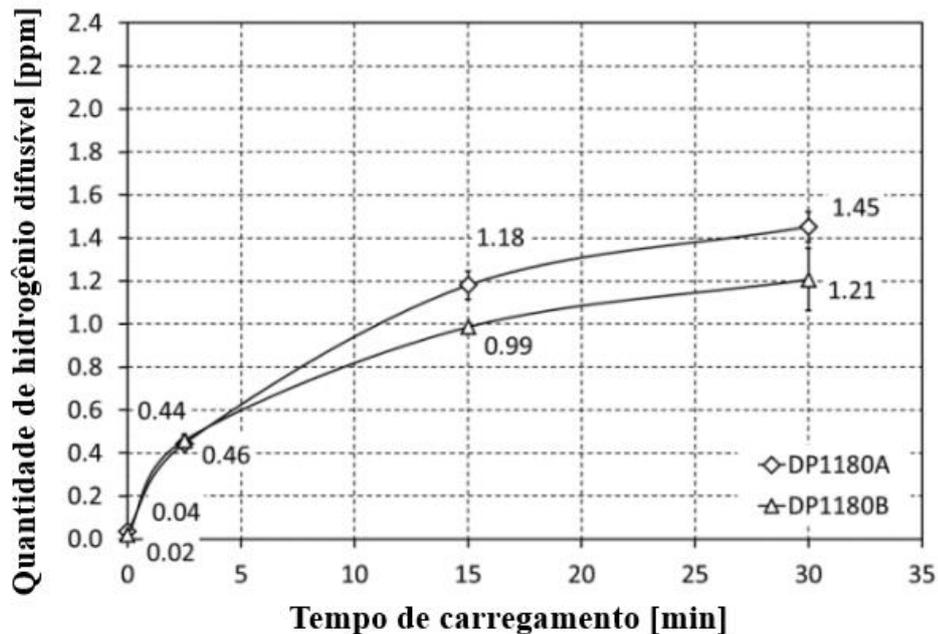


Figura 2.10 – Gráfico da quantidade de hidrogênio difusível por tempo de carregamento dos aços DP1180A e DP1180B (Adaptado GAO, 2017).

2.2.3 Mecanismos da FH

Por se tratar do menor elemento da tabela periódica, a influência do hidrogênio ainda não é completamente compreendida, uma vez que é praticamente impossível apontar a presença do hidrogênio dentro do componente justamente por seu tamanho. Assim ao longo dos anos foram desenvolvidas teorias sobre como o hidrogênio atua no material fragilizando-o.

No trabalho recente de Lynch (2012), são descritos diferentes tipos de mecanismos de FH, sendo alguns destes os seguintes:

Teoria da pressão: Dentro do material, o hidrogênio adsorvido em forma monoatômica recombina-se com outro hidrogênio formando hidrogênio molecular (H_2), o que gera no material bolhas de gás, podendo gerar trincas nos locais em que tenha alta concentração de H_2 .

Teoria da formação de hidretos: Esta teoria é restrita apenas a aços que possuam elementos formadores de hidretos (Ti, Zr, Nb, Mn) em sua composição. Isso porque estes elementos podem se combinar ao hidrogênio difundido no aço e formarem hidretos que são em

sua grande maioria de característica frágil, que leva a uma alta concentração de tensão e decorrente propagação de trinca.

Teoria da decoesão (HEDE - *hydrogen enhanced decohesion*): Nesta teoria o hidrogênio difusível se concentra em regiões do material de alta concentração de tensão, como contornos de grão, ou vacâncias, que acarreta o afastamento dos átomos da estrutura cristalina, reduzindo a energia coesiva do material, e assim, permitindo que a trinca se propague com facilidade nestas regiões. A falha relacionada a essa teoria é uma fratura frágil ou com aspecto de quase-clivagem.

Teoria da plasticidade induzida (HELP – *hydrogen enhanced localized plasticity*): A HELP se baseia na condição que o hidrogênio difusível atua aumentando a mobilidade das discordâncias em certas regiões do material, fazendo com que a tensão necessária para haver deformação plástica seja reduzida, e assim também a tensão necessária para falha. Nesta condição a fratura associada a esse fenômeno é dúctil.

Em condição real, não é possível afirmar que a FH ocorreu unicamente por um mecanismo apenas. Desse modo, a fragilização do material se dá por uma combinação de todas as teorias ocorrendo simultaneamente no aço, alterando assim as propriedades mecânicas do material. Para que seja estudado especificamente um único mecanismo de FH, deve-se estabelecer perfeitas condições para realizar este tipo de análise (BARNOUSH; VEHOFF, 2010).

2.3. Ensaios de tração com baixa taxa de deformação (BTD)

Os ensaios de baixa taxa de deformação são amplamente utilizados na literatura para a caracterização dos materiais em relação a FH. Isso ocorre porque este ensaio permite a fratura total dos corpos de prova, obtendo parâmetros como alongamento, redução e área, limite de resistência, ruptura e escoamento, e dessa forma, o aço pode ser avaliado em relação a susceptibilidade ao hidrogênio, ao se comparar com resultados obtidos com amostras sem a influência do hidrogênio (RUDOMILOVA; PROŠEK; LUCKENEDER, 2018).

Por se tratar de um ensaio de tração semelhante ao convencional, todas as propriedades obtidas ao analisar uma curva tensão x deformação, são válidas e representam importantes características do material. Autores renomados (Callister, 2000; Garcia et al., 2012; Souza,

1982) descrevem em suas obras as propriedades mecânicas e o procedimento para suas determinações, analisando um gráfico tensão x deformação, como representado na Fig. 2.11.

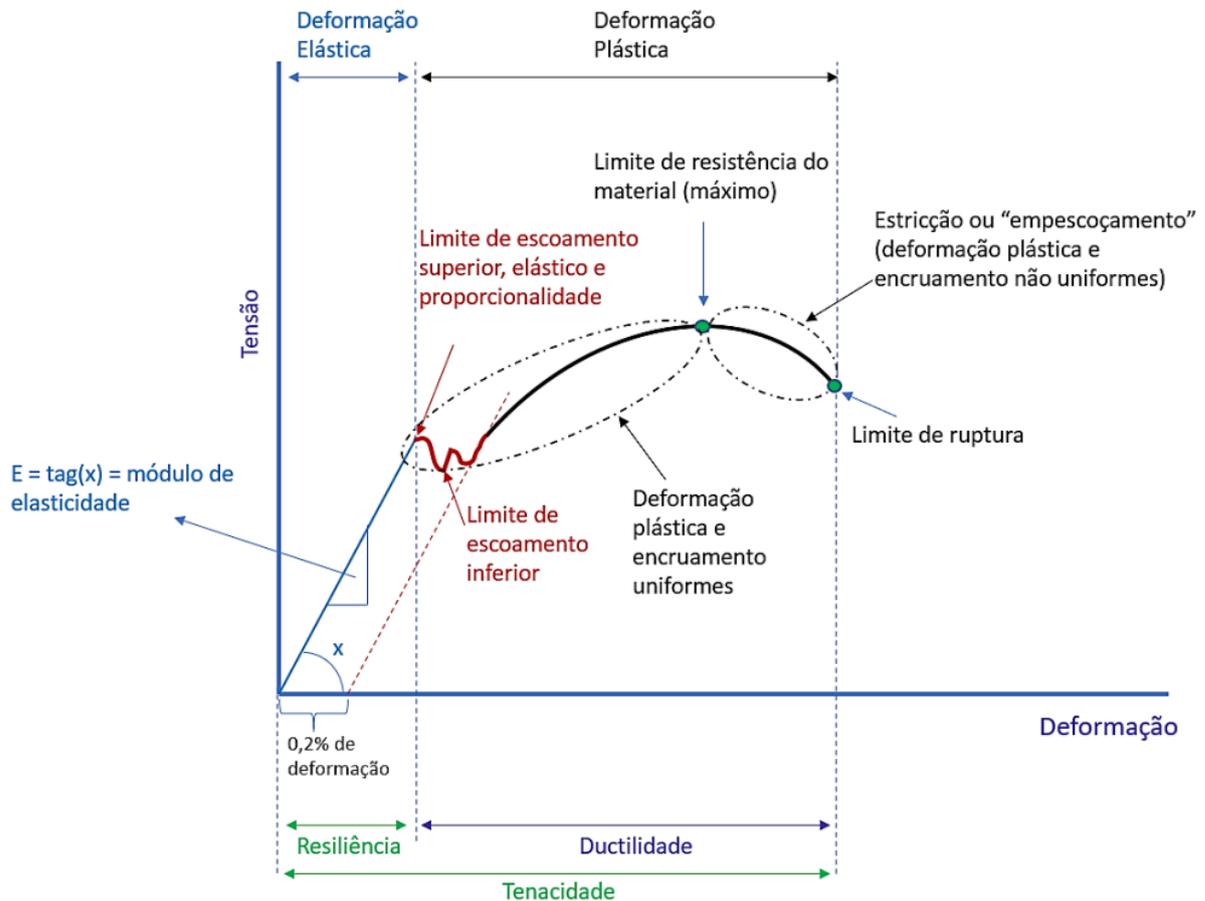


Figura 2.11 – Curva Tensão x Deformação e propriedades mecânicas advindas de sua análise (Adaptado de CALLISTER, 2000; GARCIA et al., 2012; SOUZA, 1982).

Para este trabalho as propriedades mecânicas importantes advindas do ensaio de tração BTD são: Limite de resistência a tração (LRT); Limite de Ruptura (LR) e Deformação total. O limite de resistência é determinado pelo maior valor de tensão obtido durante o ensaio. O limite de ruptura é determinado pelo valor de tensão que está aplicado no momento em que o CP é fraturado. A deformação total é determinada pela relação entre a variação da dimensão do comprimento do CP útil determinado em norma (ASTM, 2020) em relação ao estado original do mesmo.

Os CPs deste ensaio, podem ser advindos de chapas, ou de cilindros, dependendo do objetivo do ensaio. Além disso, os corpos de prova, podem possuir ou não entalhe/concentrador de tensão, para garantir a falha em uma determinada seção do CP. Para regulamentar o ensaio,

são utilizadas algumas normas, tais como a ASTM E8/E8M (ASTM, 2020), ASTM G 129 (ASTM, 2014) e ISO 7539-7 (ISO, 2005).

O ensaio BTD se caracteriza por ser um ensaio de tração semelhante ao convencional, mudando apenas a condição da taxa de deformação, que pode ir de 10^{-5} a 10^{-8} s^{-1} (ASTM, 2014), para providenciar ao hidrogênio difusível tempo necessário para mover-se e concentrar na região plástica (VALENTINI et al., 2019). Além disso, o ensaio BTD evita o problema de determinar um tempo de ensaio, uma vez que sempre finaliza com a falha do material (RUDOMILOVA; PROŠEK; LUCKENEDER, 2018), tendo vantagem em relação a outros ensaios de tração, como o de carga sustentada, que pode possuir uma duração de 30 dias caso não exista falha no corpo de prova.

A taxa de deformação ideal deve ser escolhida ao ser analisado o material a ser ensaiado, e a condição de ensaio, se será aplicado hidrogênio durante o ensaio mecânico ou não. Além disso, o valor deve ser suficientemente baixo para caracterizar um ensaio BTD e garantir a ação do hidrogênio na fratura, mas também não pode ser tão mínima a ponto de inviabilizar laboratorialmente o tempo de ensaio.

Diferentes taxas de deformação podem representar diferentes interações com a FH, em que alguns materiais ao serem submetidos a taxas de deformação menores, se fragilizam mais, devido ao tempo fornecido ao hidrogênio para se difundir pelo aço. Momotani et al. (2017) demonstram a influência da presença do hidrogênio em um ensaio de tração e a influência de diferentes taxas de deformação para valores maiores de FH.

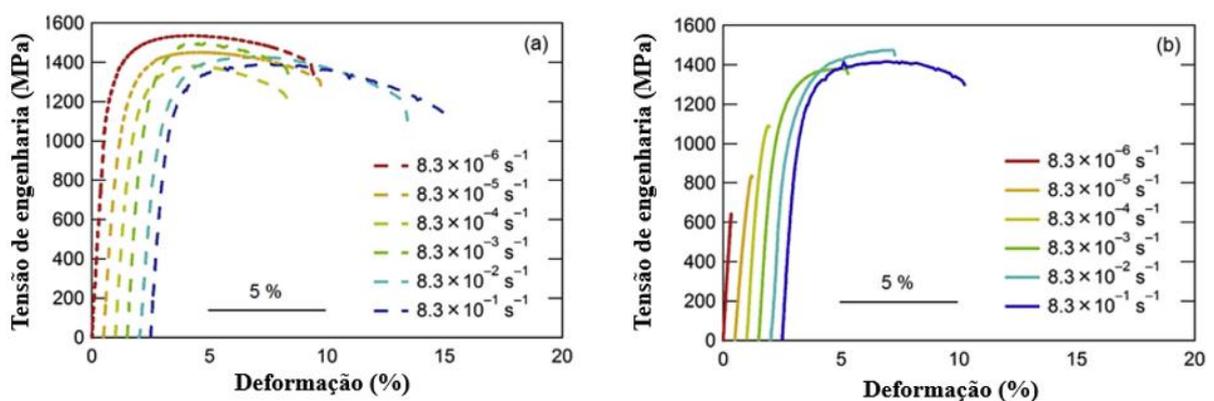


Figura 2.12 – Resultado em diferentes taxas de deformação: (a) CPs sem hidrogênio; (b) CPs carregados com hidrogênio (Adaptado de MOMOTANI et al, 2017).

Analisando a Fig. 2.12 é possível observar que para CPs que não possuíam hidrogênio os valores de limite de resistência mecânica, de ruptura e de deformação eram ligeiramente

semelhantes, e quando estes mesmos CPs eram carregados de hidrogênio, suas propriedades mecânicas eram deterioradas, uma vez que é possível observar uma redução acentuada destas propriedades. Além disso, é possível observar que a redução da taxa de deformação influencia diretamente nas propriedades mecânicas para CPs carregados com hidrogênio, deteriorando progressivamente suas propriedades mecânicas ao reduzir a taxa de deformação, o que não ocorre nos CPs sem presença de hidrogênio.

Depoover et al. (2015) analisaram aços DP utilizando o método de carregamento *In-situ* de 0,5 mol de H_2SO_4 + 1 g/L de tioureia utilizando corrente de 0,8 mA/cm² e descrevem em seu trabalho a influência do tempo de carregamento, ou valor de hidrogênio difusível no aço, e da taxa de deformação na FH. Como esperado, maiores valores de tempo de carregamento, resultam em materiais mais fragilizados como é possível observar na Fig. 2.13, e de maneira semelhante, menores valores de taxa de deformação também são muito influentes para a deterioração das propriedades mecânicas, demonstrado na Fig. 2.14.

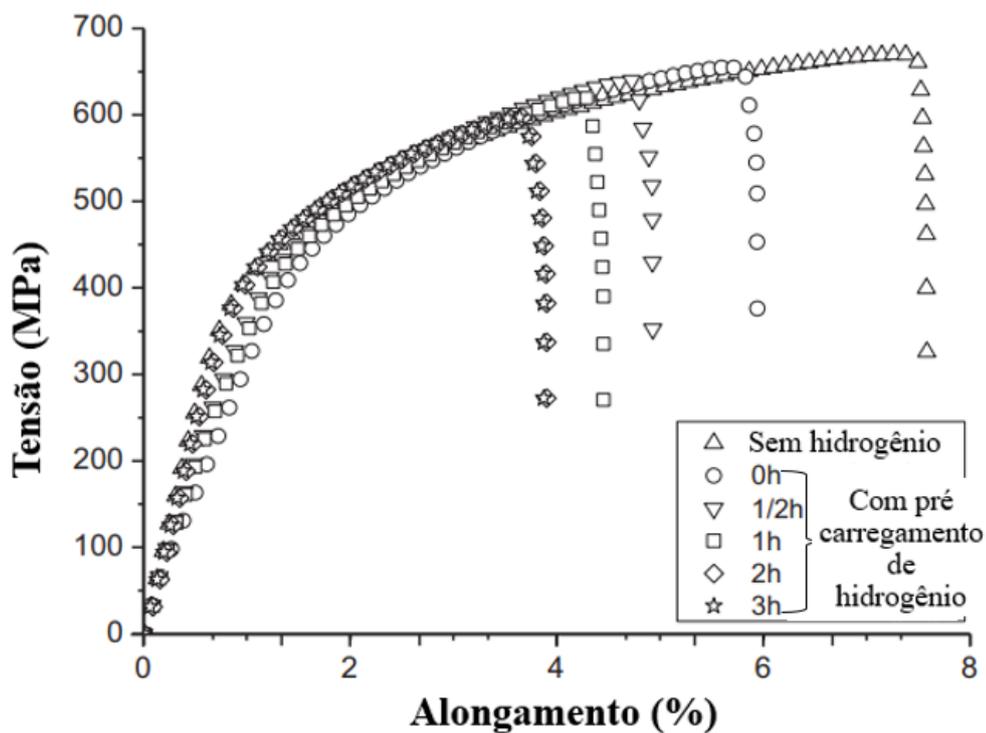


Figura 2.13 – Resultado de ensaios BT-D *In-situ* de aços DP em diferentes condições de hidrogênio difusível (Adaptado de DEPOVER et al., 2015).

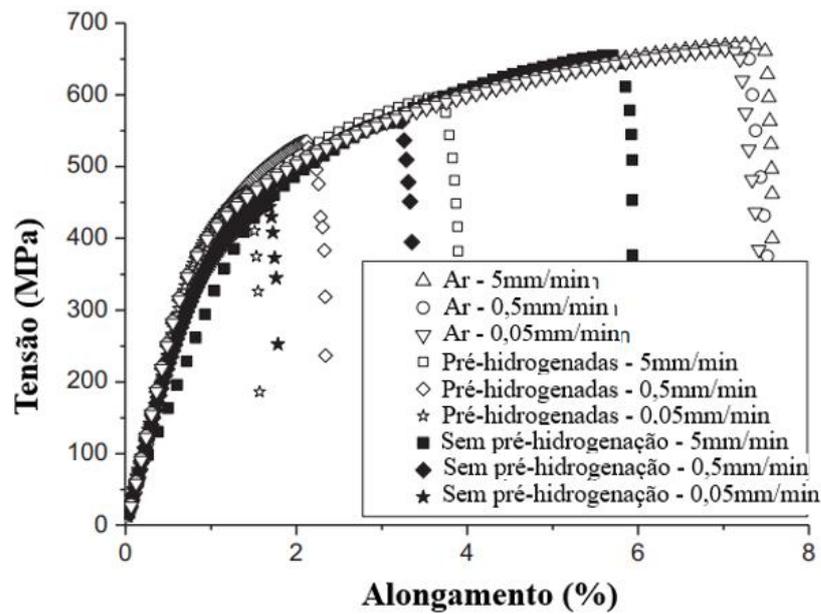


Figura 2.14 - Resultados em diferentes taxas de deformação e condições de carregamento de hidrogênio (Adaptado de DEPOVER et al., 2015).

Gao (2017) realizou ensaios BTB *Ex-situ* em aços DP, analisando diferentes concentrações de hidrogênio e obteve curvas semelhantes (Fig. 2.15) as mostradas na Fig. 2.13, diferenciando apenas na questão que a adição de hidrogênio não afetou o limite máximo de resistência a tensão, mas foi fator muito influente para a deformação total do CP e tensão de ruptura. Vale ressaltar que em ambos os métodos de carregamento, o aumento do hidrogênio difusível aumentou a deterioração das propriedades do aço, portanto válida a equivalência dos dois tipos de carregamento de hidrogênio (*In-situ e Ex-situ*) em relação a avaliação da FH.

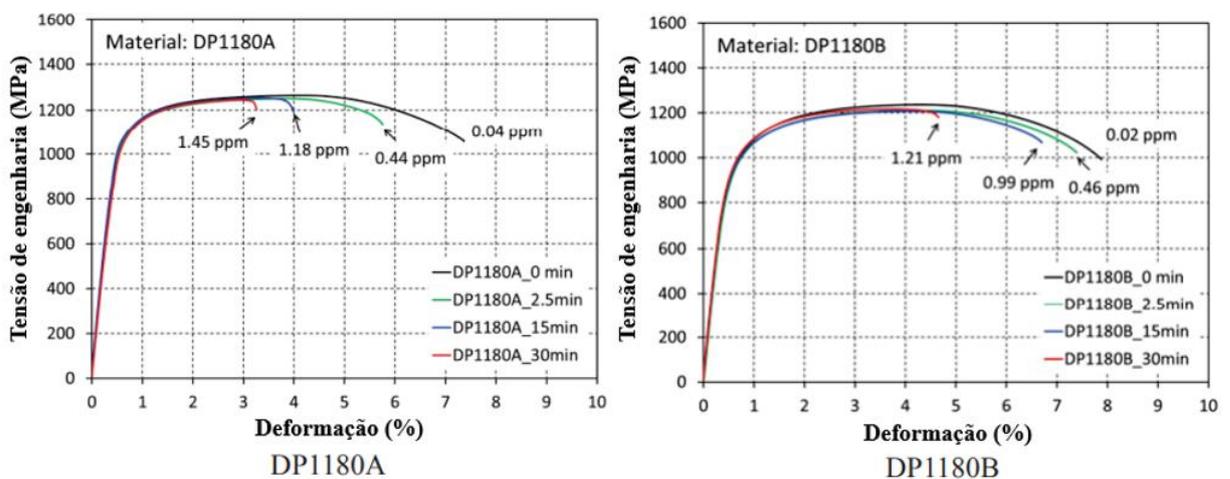


Figura 2.15 - Resultados de ensaios BTB *Ex-situ* de aços DP em diferentes condições de hidrogênio difusível (Adaptado de GAO, 2017).

2.4. SEP 1970

A norma SEP1970 (SEP, 2011) tem o objetivo de seleção, aplicação e interpretação de resultados em diferentes ensaios que podem ser usados para avaliar a resistência de aços HSS e UHSS para aplicações automobilísticas em relação a fraturas relacionadas a FH causadas pelos métodos de fabricação (SEP, 2011). Estes testes fazem parte da *Material Approval Process* no fabricante do aço.

Eles servem como prova de que o aço não exibe susceptibilidade a fraturas advindas da FH no estado como recebido, e no estado que ele fragiliza devido ao hidrogênio contido no mesmo. Os materiais para este tipo de ensaio são advindos de chapas, ou rolos diretamente da linha de produção, sendo aços metalicamente revestidos, que passaram pelo processo de laminação a quente ou a frio (SEP, 2011).

É necessário que após a retirada da chapa/rolo para fabricação dos CPs, deve-se aplicar o mínimo de calor a eles, além de que os procedimentos de fabricação devem consumir o mínimo de tempo possível, para evitar a evasão do hidrogênio do material. Caso não seja possível a fabricação de maneira rápida, os CPs devem estar armazenados em nitrogênio líquido ou gelo seco, para manutenção do hidrogênio.

São descritos dois tipos de ensaios na norma SEP 1970 (SEP, 2011), o ensaio de dobramento em U e o ensaio de tração utilizando CP com furo central puncionado. O ensaio de tração definido é o ensaio de carga sustentada (SLT), e de maneira semelhante ao ensaio de dobramento em U, é um ensaio de característica passa ou não passa. São definidos pela norma, carga e procedimento de implementação do ensaio, além do critério de parada que é relativo a se ocorre fratura ou não em um determinado período. Caso ocorra a fratura, o material é considerado frágil e reprovado, e se não ocorre fratura ou qualquer aparecimento de trincas visíveis, o material é aprovado no ensaio.

Um exemplo dos ensaios que estão descritos na norma SEP 1970 (SEP, 2011) está mostrado na Fig. 2.16.

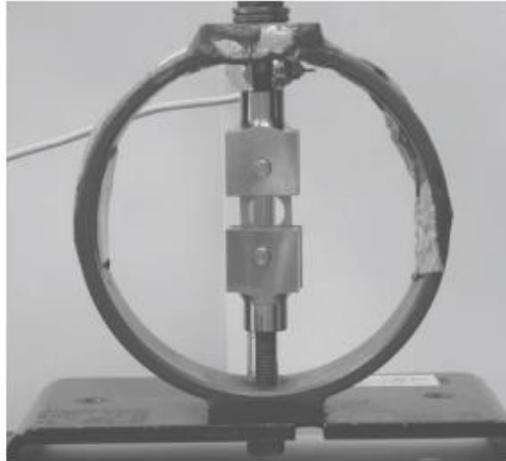


Figura 2.16 – Ensaio de tração de carga sustentada utilizando CP com furo central puncionado (SEP 1970, 2011).

Vários autores (Winzer, 2017; Valentini, 2019; Scharf, 2016) utilizaram desta norma para realização de seus trabalhos, validando e analisando o efeito do hidrogênio sob o seu material de trabalho. Um fator muito importante abordado nestes trabalhos é o fato de o furo central ser feito pelo processo de corte por estampagem, muito usado na indústria automobilística.

Esse procedimento envolve a aplicação de uma tensão muito grande por uma prensa hidráulica, e auxiliado por uma matriz com a geometria desejada, realiza o cisalhamento do material, como na Fig. 2.17. Scharf et al. (2016) descrevem o processo de puncionamento dividido em três fases, uma que o material passa por todo o regime elástico do material, seguindo do regime plástico, até o início da trinca resultando na falha do material, e conclusão do corte.

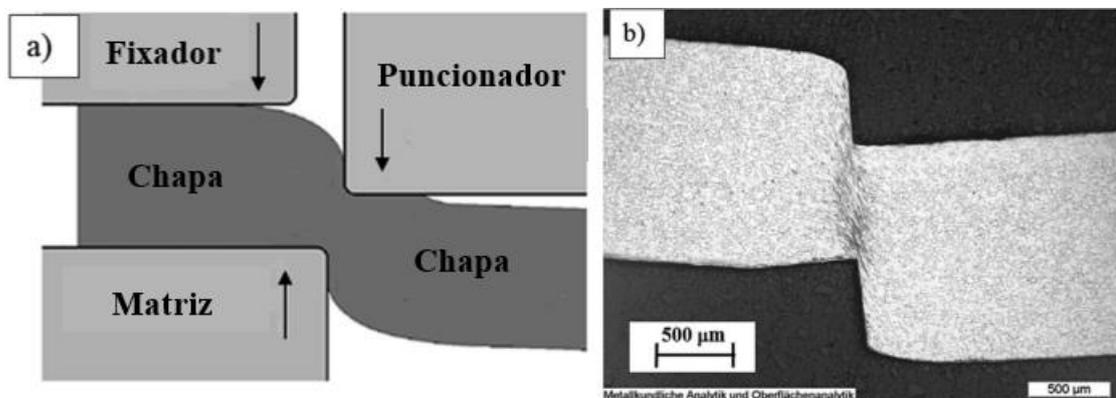


Figura 2.17 – Ilustração do processo de puncionamento. (a)-Representação do processo de corte por estampagem; (b) Corte transversal de um teste de cisalhamento interrompido (Adaptado SCHARF et al., 2016).

Além disso, os autores comentam que o cisalhamento que ocorre nos procedimentos de corte por estampagem resulta em uma zona afetada pelo cisalhamento, que contém micro defeitos, e que tem uma influência severa nos ensaios de avaliação da FH. Essa zona possui diferentes propriedades em relação ao material original, e podem ser o motivo de muitas falhas em componentes puncionados.

Drexler et al. (2021) também descrevem em seus trabalhos que a transformação plástica severa leva a um “dano prévio” na zona afetada pelo cisalhamento, e que isso é crucial para muitos aços de alta resistência na redução de suas propriedades mecânicas. Este dano prévio é explicado qualitativamente pela presença de micro trincas, micro vazios e perda de ductilidade local, além de que estes micro vazios acumulam grandes quantidades de hidrogênio, potencializando efeitos de FH.

Scharf et al. (2016) realizaram uma simulação numérica no *software* Abaqus® FEM, para a determinação do fator de concentração de tensão que a geometria do furo puncionado aplica no CP ao ser solicitado em um ensaio de carga sustentada. O valor encontrado nesta análise foi de 1,5, o que não é um valor muito alto, quando se trata de fator de concentrador de tensão. A aplicação deste trabalho será para ensaios de tração BTB, e o autor utilizou um aço DP1000, mas o perfil de tensão no CP pode ser considerado o mesmo, dessa forma, está representado na Fig. 2.18.

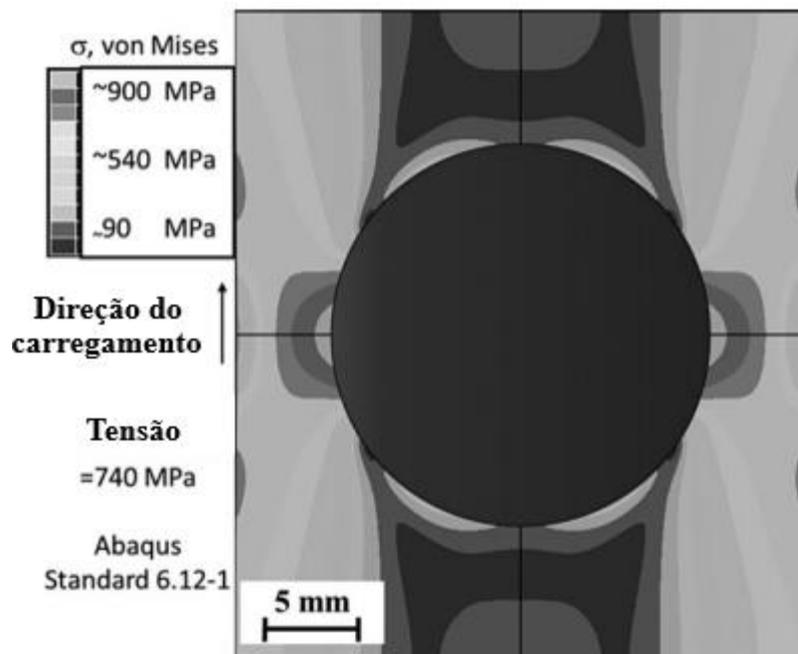


Figura 2.18 – Simulação numérica de um carregamento de carga constante em um CP SEP de DP1000 (Adaptado SCHARF et al., 2016).

Valentini et al. (2019) realizaram ensaios BTB em CPs SEP 1970 (SEP, 2011), em que foi avaliada a variação do limite de resistência a tração em relação a concentração de hidrogênio. Estes autores definiram a velocidade de ensaio de 0,001 mm/s, uma vez que o CP possui um concentrador de tensão, portanto, não possui comprimento útil, para definição de taxa de deformação, mas é uma velocidade que utilizando este CP é suficientemente baixa para configurar um ensaio de baixa taxa de deformação.

Nas Figuras 2.19 e 2.20 podem ser observados os resultados obtidos para dois materiais, em que os materiais não sofrem tanta influência do hidrogênio, em concentrações abaixo de 0,4 ppm, mas quando o valor é superior a isso, evidencia que existe uma grande deterioração devido a FH, aumentando progressivamente enquanto se aumenta a concentração de hidrogênio. Neste trabalho os autores definiram valores de concentração de hidrogênio crítica, correspondentes ao encontro da curva de regressão com a assíntota equivalente a 70 % do valor do limite de resistência do material em questão.

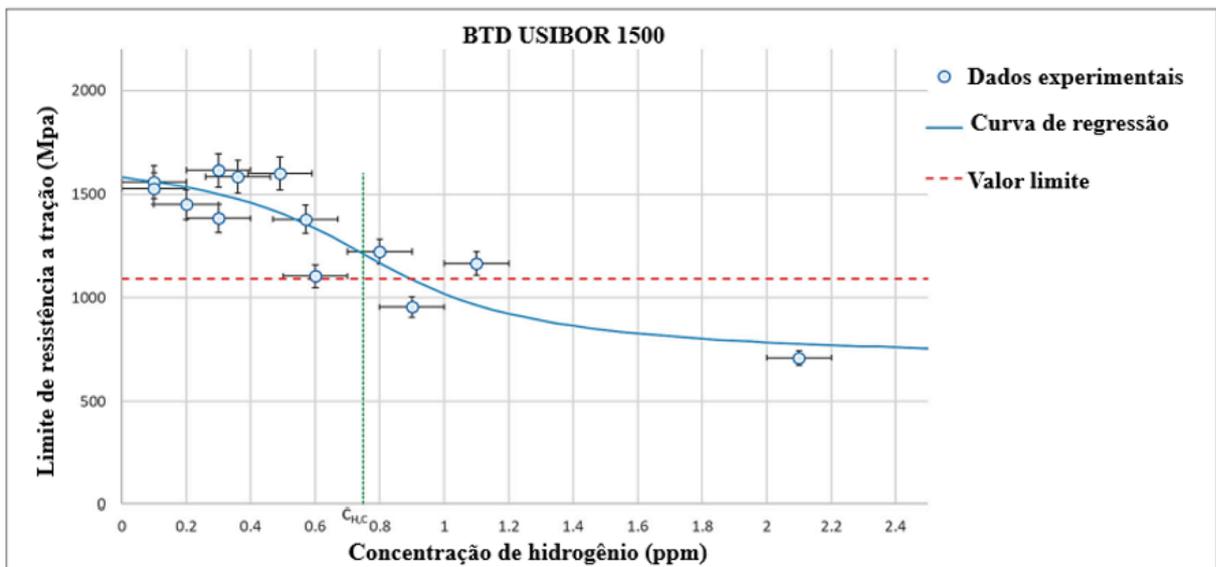


Figura 2.19 – Representação dos resultados obtidos em ensaios BTB utilizando CPs SEP 1970(SEP, 2011), com velocidade de 0,001 mm/s no material USIBOR 1500 (Adaptado VALENTINI et al., 2019).

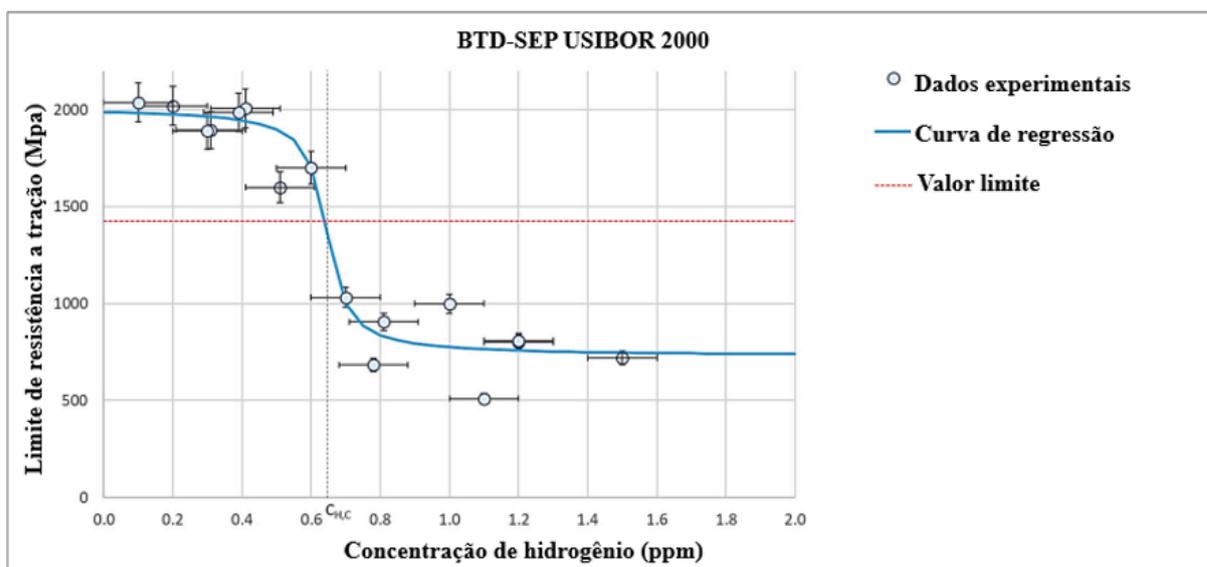


Figura 2.20 – Representação dos resultados obtidos em ensaios BTD utilizando CPs SEP 1970(SEP, 2011), com velocidade de 0,001 mm/s no material USIBOR 2000 (Adaptado VALENTINI et al., 2019).

2.5. Análise de variância (ANOVA)

O planejamento adequado de um experimento é essencial nas pesquisas, uma vez que este influencia de forma direta nos resultados e conclusões decorrentes da análise dos dados obtidos (MONTGOMERY, 2012). A padronização e organização dos ensaios são fundamentais para a obtenção de resultados condizentes, obedecendo padrões e normas, para minimizar o número de ensaios, e conseqüentemente reduzir o tempo de execução e custos.

Para verificar e validar os resultados encontrados durante os experimentos, a análise de variância (ANOVA) pode ser utilizada, uma vez que é uma ferramenta para verificação estatística de resultados. Esta técnica permite concluir, em um determinado grau de confiança estipulado, a existência ou não de diferenças entre duas ou mais médias amostrais (MONTGOMERY, 2012).

Segundo Gomes (1990), uma ANOVA é um modelo estatístico que testa se as médias de duas ou mais populações são iguais ou diferentes, através de duas hipóteses: a hipótese nula e a alternativa (H_0 e H_1 , respectivamente). Na hipótese nula, as médias destas populações são iguais. Isto significa que, estatisticamente, os tratamentos são iguais, em outras palavras não foram significantes. Na hipótese alternativa, as médias destas populações são diferentes, o que

significa que pelo menos um dos tratamentos testados pelo pesquisador apresentou diferença estatística dos demais.

Os conceitos de amostras aleatórias e independentes, populações com distribuição normal e variâncias populacionais iguais são de extrema importância para a análise da variância. Obedecendo as premissas da utilização da técnica da ANOVA, é possível testar a hipótese investigada, por meio de distribuição de probabilidade Fisher-F com nível de significância determinado, sendo que comumente é por volta de 5 %. Além disso, sua aplicação está atrelada a inúmeros *softwares* estatísticos, que auxiliam o pesquisador na utilização da ferramenta, como por exemplo o Statistica 7.1.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Este capítulo apresenta a metodologia utilizada para a realização do trabalho. Desta forma, o capítulo é dividido nos seguintes tópicos: determinação das propriedades mecânicas do aço D-HSS; quantificação do hidrogênio difusível; e ensaios BTB.

3.1. Determinação das propriedades mecânicas do aço D-HSS

O aço D-HSS é um aço de alta resistência do tipo *Dual Phase* possui na sua composição química um teor de carbono de $0,206 \pm 0,006$ %, mensurado via espectrômetro ótico, modelo GDS 500A, do fabricante LECO. O valor apresentado representa a média de 12 medições, sendo três medições por amostra em 4 amostras diferentes, além de um desvio padrão associado para nível de confiança de 95 %.

Para determinação das propriedades mecânicas do aço D-HSS, foram realizados ensaios de tração convencional conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016). Foram removidos três CPs da chapa como recebida, na direção longitudinal, pelo processo de usinagem por eletroerosão a fio ($\varnothing 0,18$ mm), modelo FW2U, do fabricante AgieCharmiles. A geometria e as dimensões do CP para ensaio de tração convencional são mostradas na Fig. 3.1 e Tab. 3.1, respectivamente.

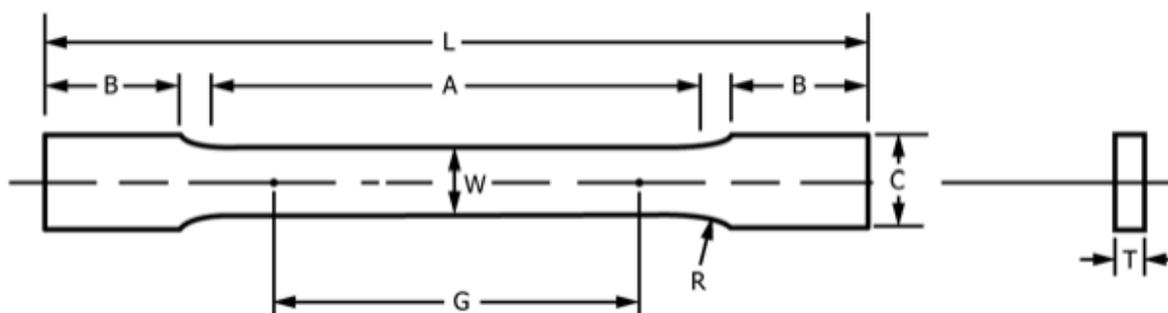


Figura 3.1 – Geometria e dimensões nominais (Tab. 3.1) do CP para ensaio de tração convencional conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016).

Tabela 3.1 – Valores das dimensões nominais referentes ao CP da Fig.3.1 para ensaio de tração convencional conforme a norma ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016).

Dimensões	
Corpo de prova padrão	Modelo-Chapa, 12,5mm
	[mm]
G (Comprimento útil)	$50,0 \pm 0,1$
W (Largura)	$12,5 \pm 0,2$
T (Espessura)	Espessura do material
R (Raio do filete, mínimo)	12,5
L (Comprimento total, mínimo)	200
A (Comprimento da seção paralela reduzida, mínimo)	57
B (Comprimento da seção da garra, mínimo)	50
C (Largura da seção da garra, aproximadamente)	20

Para validação do ensaio sem a atuação do hidrogênio, foi realizado o *baking*, processo em que se colocam os CPs em um forno a 125 °C por 24 horas, fazendo com que todo o hidrogênio presente no CP seja retirado. Esta prática é recomendada pela norma ASTM G148 (ASTM, 2018) que especifica o uso de uma temperatura de 80 °C por um período de 12 horas. Vale destacar que a temperatura utilizada é maior que a recomendada pela norma, uma vez que o valor descrito pela norma é o mínimo recomendado. Kim et al. (2019) descrevem que o processo de retirada de hidrogênio mais eficiente, mantendo as propriedades mecânicas do aço, é expondo o aço a 150 °C por 20 minutos, portanto, aplicando 125 °C por 24 horas e mais que suficiente para retirada total de hidrogênio do aço.

Os ensaios foram conduzidos em uma máquina de teste universal da marca Instron®, modelo 8801, composta por um atuador servo hidráulico de dupla ação com capacidade de força até ± 100 kN, e possui certificado de calibração no Anexo A. Todos os ensaios foram realizados em um ambiente controlado, mantendo a temperatura em 20 ± 1 °C e com taxa de carregamento igual a 1 mm/min até 4 % de deformação, e 2 mm/min para o restante do ensaio. A temperatura foi monitorada por meio do termo-higrômetro, que possui o certificado de calibração disposto no Anexo B.

A deformação do corpo de prova em relação ao comprimento útil inicial foi medida até 3 % de deformação utilizando um extensômetro axial da marca Instron, modelo 2620-601, com faixa nominal de ± 5 mm e resolução de 0,01 μm . Em seguida, o extensômetro foi removido e a deformação continuou sendo medida pelo *Linear Variable Differential Transformer* (LVDT) integrado no equipamento até a ruptura do corpo de prova.

Após a realização dos ensaios, foram obtidas as curvas de tensão-deformação, mostradas na Fig. 3.2. Do mesmo modo, obteve-se os valores de limite de escoamento (σ_y), resistência à tração (σ_{ut}) e alongamento apresentados na Tab. 3.2.

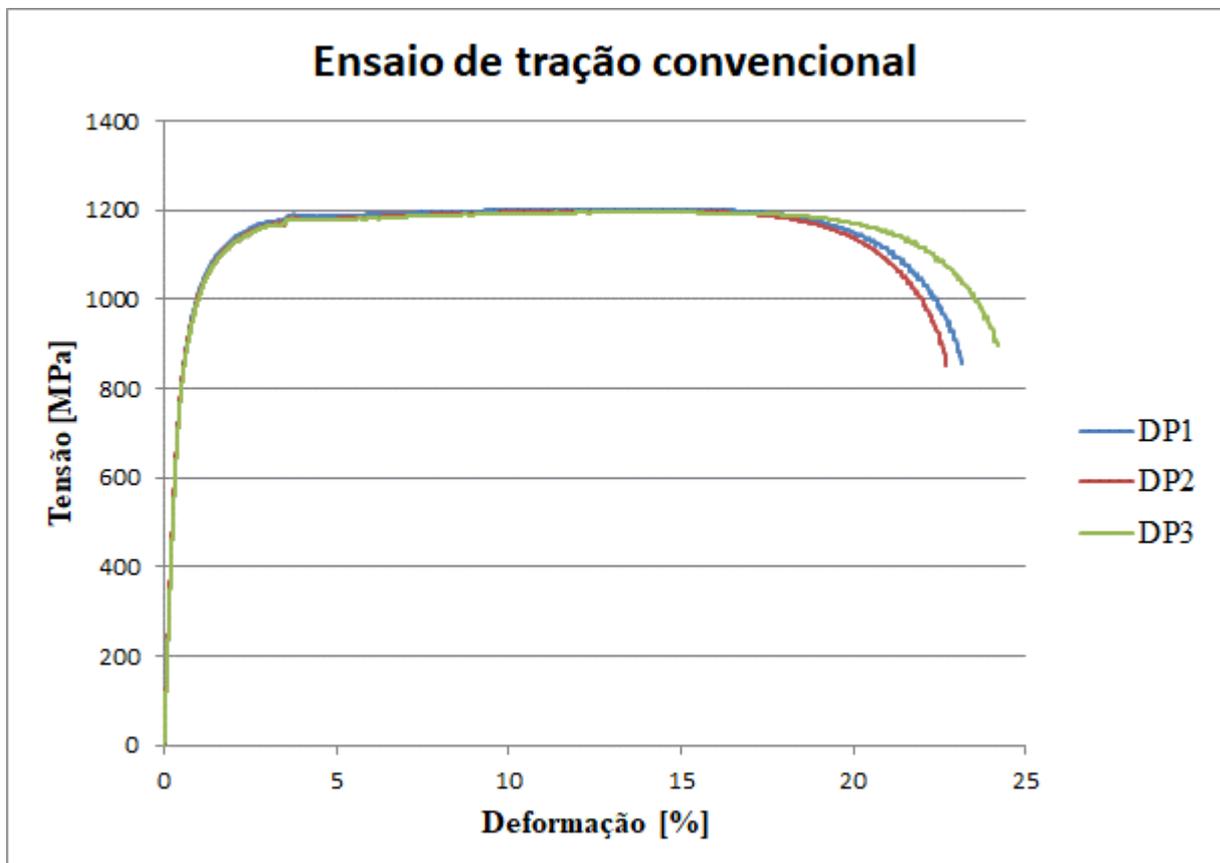


Figura 3.2 – Curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de tração para o aço D-HSS.

Tabela 3.2 – Valores das propriedades mecânicas resultantes dos ensaios de tração realizados no aço D-HSS. Valor médio e desvio padrão (D.P.) com intervalo de confiança de 68,27 %.

Corpo de Prova	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento (%)
1	890,8	1202,7	11,35
2	871,3	1198,1	11,14
3	879,0	1195,2	11,86
Média	880,4	1198,7	11,45
s	9,8	3,8	0,37

3.2. Quantificação de hidrogênio difusível

A quantificação de hidrogênio difusível foi realizada utilizando ensaios de extração a quente. As amostras para este ensaio foram obtidas utilizando o processo de usinagem por eletroerosão a fio (\varnothing 0,18 mm), na máquina descrita anteriormente. Estas possuem geometria simples, retangular de 40 mm de altura, 15 mm de largura e espessura igual à da chapa, 1,8 mm.

Para este ensaio foi realizado o *baking* por 24 horas, e após isso a amostra deve passar por um tratamento metalográfico. A preparação metalográfica das amostras para quantificação de hidrogênio foi feita utilizando lixas de 80, 320 e 600 *mesh* e quando necessárias, submetidas a limpeza utilizando água deionizada e acetona. Para padronizar o acabamento superficial e minimizar a presença de óxidos na superfície da amostra, estas foram armazenadas em um dessecador a vácuo.

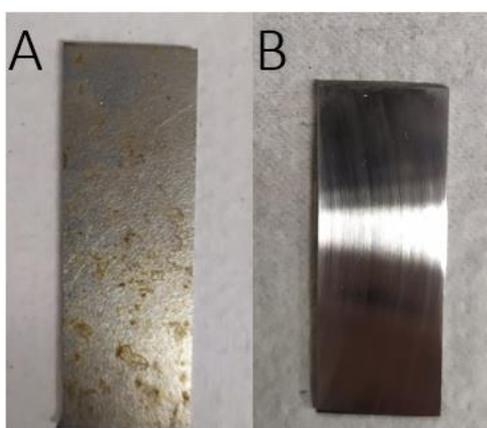


Figura 3.3 – Amostras 40 x 15 mm para quantificação de hidrogênio: (A) Como recebido; (B) Lixada até 600 *mesh*.

A inserção de hidrogênio nas amostras foi realizada utilizando carregamento eletroquímico *Ex-situ*, de maneira semelhante ao conceito de célula galvânica. Nesta configuração a amostra é o cátodo, um fio de platina (contraeletrodo) é o ânodo e estes são imersos em um eletrólito, sendo aplicada uma corrente constante utilizando um potenciostato, juntamente do *software* NOVA 2.0 ambos do fabricante Metrohm. Os equipamentos utilizados para a permeação estão mostrados nas Figs. 3.4 e 3.5.

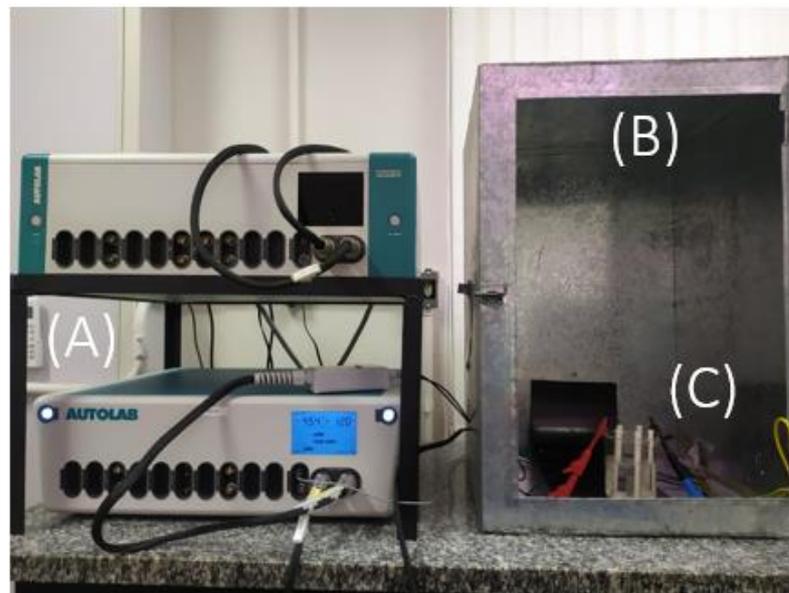


Figura 3.4 – *Setup* do carregamento eletroquímico de hidrogênio. Componentes: (A)-Potenciostato; (B)-Gaiola de Faraday; (C)-Célula Galvânica

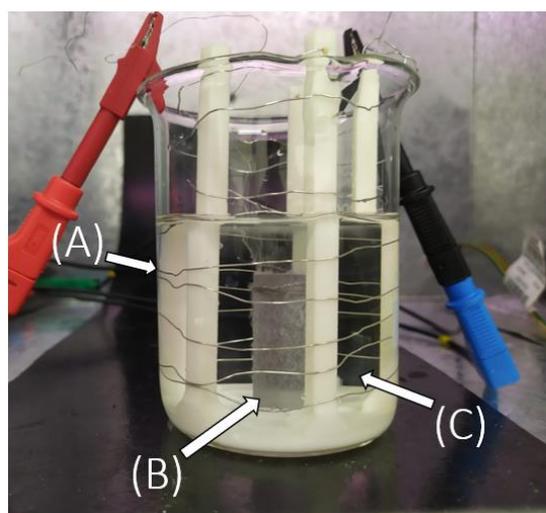


Figura 3.5 – Carregamento eletroquímico de hidrogênio. Elementos constituintes: (A)-Fio de platina (Ânodo), (B)-Amostra (Cátodo) e (C)-Eletrólito.

Três condições de carregamento de hidrogênio, descritas na Tab. 3.3, foram avaliadas, sendo que para cada condição foram realizados cinco ensaios, totalizando 15 ensaios.

Tabela 3.3 – Parâmetros utilizados durante a aplicação dos três métodos de permeação de hidrogênio para quantificação de hidrogênio difusível utilizando ensaios de extração a quente.

Método de permeação de hidrogênio	Eletrólito	Densidade de corrente aplicada [mA/cm²]	Tempo [min]
I	0,1 M NaOH	10	60
II	0,1 M NaOH + 1 g/L Tiocianato de Amônia	10	60
III	0,5 M H ₂ SO ₄ + 1 g/L Tiourea	1	60

Logo após a permeação de hidrogênio a amostra foi retirada do eletrólito e limpa utilizando água deionizada e acetona, e prontamente seca até que não apresente nenhum indício de água ou eletrólito. A amostra limpa foi levada para a medição de massa na balança digital da marca Mettler Toledo com faixa nominal de 220 g e resolução de 0,1 mg (certificado de calibração disponível no Anexo C).

A quantificação de hidrogênio nas amostras foi realizada em um analisador de extração a quente G4 PHOENIX DH, da marca Bruker, com resolução de 0,01 µg/g, mostrado na Fig. 3.6. Para isso, foi utilizado o método de extração a quente por corrente de gás em um forno tubular com um detector de condutividade térmica (*thermal conductivity detector* - TCD) acoplado. O gás de arraste utilizado foi o nitrogênio com pureza de 99,999 % (N₂ 5.0). Esse gás é utilizado devido à grande diferença da sua condutividade térmica quando comparado ao hidrogênio (SALMI et al., 2015). O fator de calibração do sensor TCD foi determinado utilizando gás hidrogênio 5.0 com pureza de 99,999 %, conforme indicado no manual do equipamento.

Os ensaios de extração a quente foram realizados utilizando o forno de indução IR-07, aplicando a temperatura de 850 °C por 5 minutos. Essas condições impostas são suficientes para a retirada de todo hidrogênio difusível presente nas amostras, portanto, foi utilizado o mesmo método de extração para todos os ensaios realizados.



Figura 3.6. – Analisador de hidrogênio G4 PHOENIX.

3.3. Ensaios BTB

Os ensaios mecânicos para avaliação da FH foram realizados utilizando a técnica de ensaios de tração BTB juntamente da norma SEP1970 (SEP, 2011). O efeito de dois parâmetros (velocidade de ensaio e método de carregamento) foram considerados para análise da susceptibilidade a FH, por meio de um planejamento fatorial completo 2x3. Foi avaliado o parâmetro velocidade de ensaio em dois níveis, e o método de carregamento em três, conforme a Tab. 3.4.

Tabela 3.4 – Planejamento fatorial 2x3 proposto para avaliar a susceptibilidade a FH do aço D-HSS via ensaios BTB-SEP

Condição	Velocidade de Ensaio [$\mu\text{m/s}$]	Método de permeação de hidrogênio (Ver Tab. 3.3)
1	1	I
2	1	II
3	1	III
4	0,1	I
5	0,1	II
6	0,1	III

Para cada condição foram realizados quatro ensaios, além de quatro ensaios sem carregamento de hidrogênio, para cálculo da FH, totalizando 28 ensaios. Os dados decorrentes do planejamento de experimentos foram analisados mediante a análise estatística de variância (ANOVA), utilizando o *software* Statistica 7.1.

A fabricação dos CPs para ensaios de tração com Baixa Taxa de Deformação utilizando a norma SEP 1970 (SEP, 2011) (BTD-SEP), foi realizada usando usinagem por jato d'água, respeitando o sentido de laminação da chapa, sempre considerando a situação mais crítica. Se tratando de um aço laminado a frio, a situação mais crítica é definida pela direção perpendicular ao sentido de laminação realizado. As dimensões nominais e a geometria do CP após a usinagem são mostradas na Fig. 3.7, e seu desenho técnico está no Apêndice A.

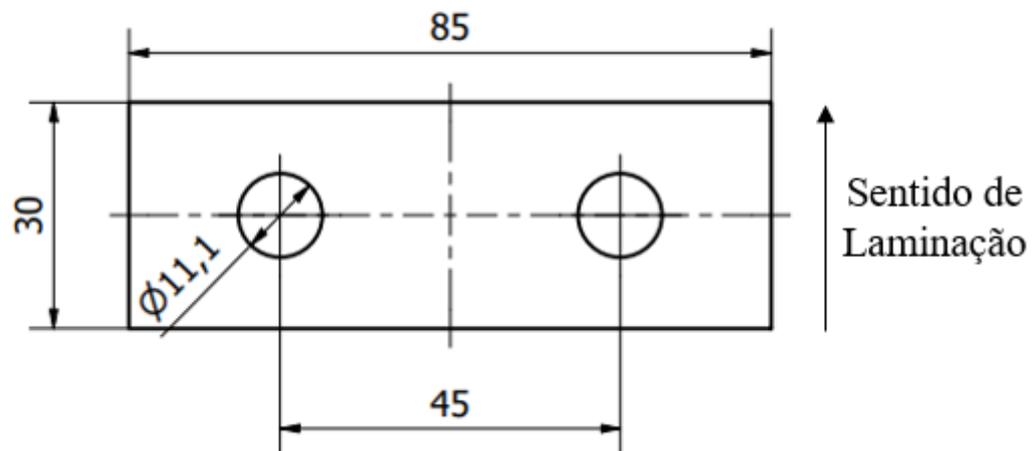


Figura 3.7 – Dimensões nominais e geometria do CP logo após a usinagem por corte de jato d'água.

O procedimento para a preparação dos CPs é semelhante ao realizado para os outros ensaios. Desse modo, todos os CPs são levados ao forno para realização do *baking* a 125 °C por 24 horas, preparados metalograficamente utilizando lixas de 80, 320 e 600 *mesh* e água deionizada e acetona para limpeza, quando necessário.

Após a preparação metalográfica de todos os CPs, estes foram levados até o equipamento de puncionamento, e seguindo a norma SEP1970 (SEP, 2011), foram puncionados os furos centrais com valor nominal de diâmetro de 20 mm. O equipamento utilizado para este processo é a puncionadeira de chapas FATHON PC30005. Utilizando um paquímetro digital com faixa nominal de 200 mm e resolução de 0,01 mm (certificado de calibração no Anexo D), foi medido 5 vezes o valor dos diâmetros do puncionador e da matriz.

Com esses dados é possível calcular a folga, que consiste na diferença entre o valor do diâmetro do puncionador e da matriz, que resultou em um valor médio de 0,19 mm e desvio padrão (68,27 %) de 0,04 mm. Considerando a espessura do CP de 1,7 mm, a folga pode ser expressa em valor percentual de 11,1 %. A folga obtida por este equipamento é maior que a expressa na norma (0,15 mm), mas ainda é um valor aceitável para os fins do trabalho.



Figura 3.8 – Puncionadeira FATHON PC30005.

Vale ressaltar que todos os CPs foram puncionados no mesmo dia, no mesmo equipamento, com todas as condições de puncionamento similares, a fim de reduzir a dispersão de resultados proveniente do ajuste da máquina. A representação da geometria final do CP pode ser observada na Fig. 3.9 e seu desenho técnico está no Apêndice B.

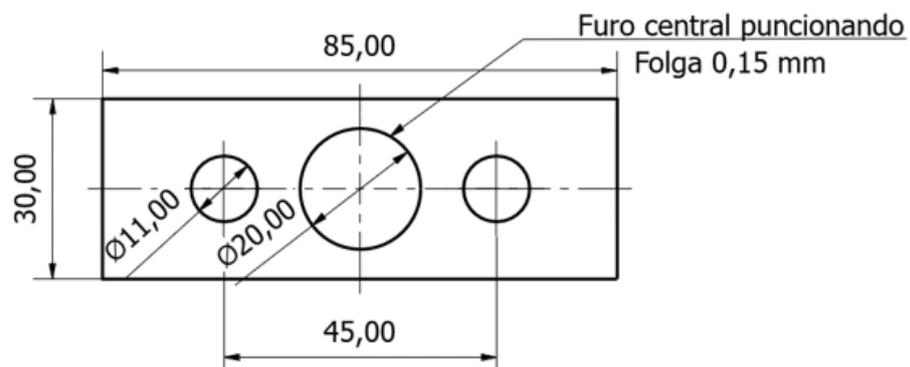


Figura 3.9 – Geometria final do CP para ensaio BT-D-SEP, com o furo central puncionado (SEP, 2011).

A norma SEP1970 (SEP, 2011) prevê que o CP seja puncionado e imediatamente seja ensaiado, para que não ocorra evasão de hidrogênio após o puncionamento. Essa condição é imposta porque foi criada para avaliação de situações nas quais o material a ser analisado é retirado da linha de fabricação, portanto já está carregado de hidrogênio advindo dos processos de fabricação. Neste trabalho, o puncionamento ocorreu antes da permeação de hidrogênio, em uma situação laboratorial, portanto é permitido que o CP seja puncionado antes da etapa de carregamento de hidrogênio.

De posse dos CPs finais, foi realizado o controle dimensional dos mesmos, sendo mensurada a espessura utilizando um micrômetro digital MITUTOYO com faixa nominal de 25 mm e resolução de 0,001 mm (certificado de calibração no Anexo E). Além disso, foi mensurado o valor do diâmetro do furo puncionado, além da distância entre a lateral do furo e a lateral do CP, utilizando o projetor de perfil MITUTOYO de resolução 0,001 mm (certificado de calibração no Anexo F). Também foi verificado o alinhamento dos furos em que serão inseridos os pinos de fixação utilizando o paquímetro digital descrito anteriormente. Os mensurandos avaliados são mostrados na Fig. 3.10.

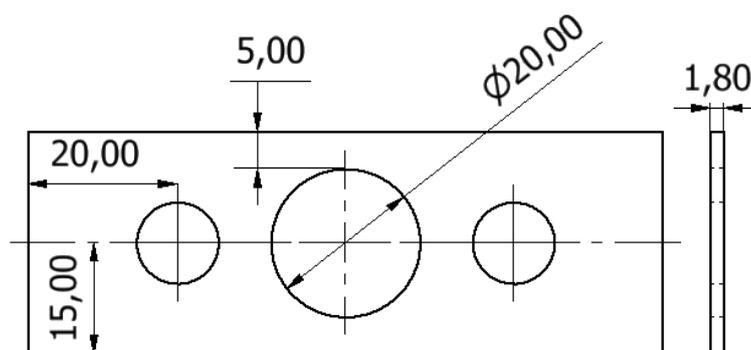


Figura 3.10 – Mensurandos avaliados durante o controle dimensional do CP: diâmetro do furo puncionado; distância entre a lateral do furo e do CP; espessura do CP; alinhamento dos furos de fixação.

A inserção de hidrogênio foi realizada com o mesmo procedimento descrito na quantificação de hidrogênio difusível, com a diferença que após a permeação o CP não é levado para o equipamento de extração a quente, mas é levado para a realização do revestimento de zinco. Por se tratar de ensaios *Ex-situ*, é necessário reduzir a dessorção de hidrogênio durante os ensaios, por isso, revestir o CP eletroquimicamente com zinco em uma solução eletrolítica

ácida contendo cloreto de zinco é o mais adequado. Este procedimento foi realizado conforme orienta a norma ISO 16573 (ISO, 2015).

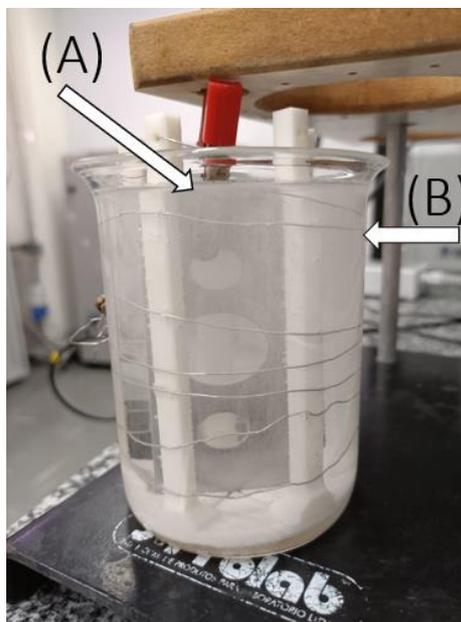


Figura 3.11 – Carregamento eletroquímico de hidrogênio em CPs BTD-SEP. (A)- CP SEP; (B)- Fio de platina; ambos imersos em eletrólito de 0,1M NaOH.

Para o revestimento de zinco foi utilizado novamente o conceito de pilha galvânica, sendo que o CP é o cátodo e uma chapa de zinco é o ânodo, e ambos estão submersos no eletrólito específico para essa finalidade, que contém principalmente cloreto de zinco. Bergmann (2020) define a composição e concentração para a fabricação deste eletrólito, mostrada na Tab. 3.5.

Tabela 3.5 – Composição química da solução de galvanização (ISO 16573, 2015).

Elemento	Tipo	Quantidade
ZnCl ₂	soluto	45 g
KCl	soluto	234 g
H ₃ BO ₄	soluto	21,6 g
Dodecil sulfato de sódio	soluto	0,5 g
H ₂ O (destilado)	solvente	700 ml
pH	-	5 a 6

Realizada a permeação do hidrogênio, e o subsequente revestimento de zinco os CPs foram levados diretamente para a máquina de tração para início do ensaio, evitando evasão do hidrogênio. As etapas da preparação do CP podem ser observadas na Fig. 3.12.

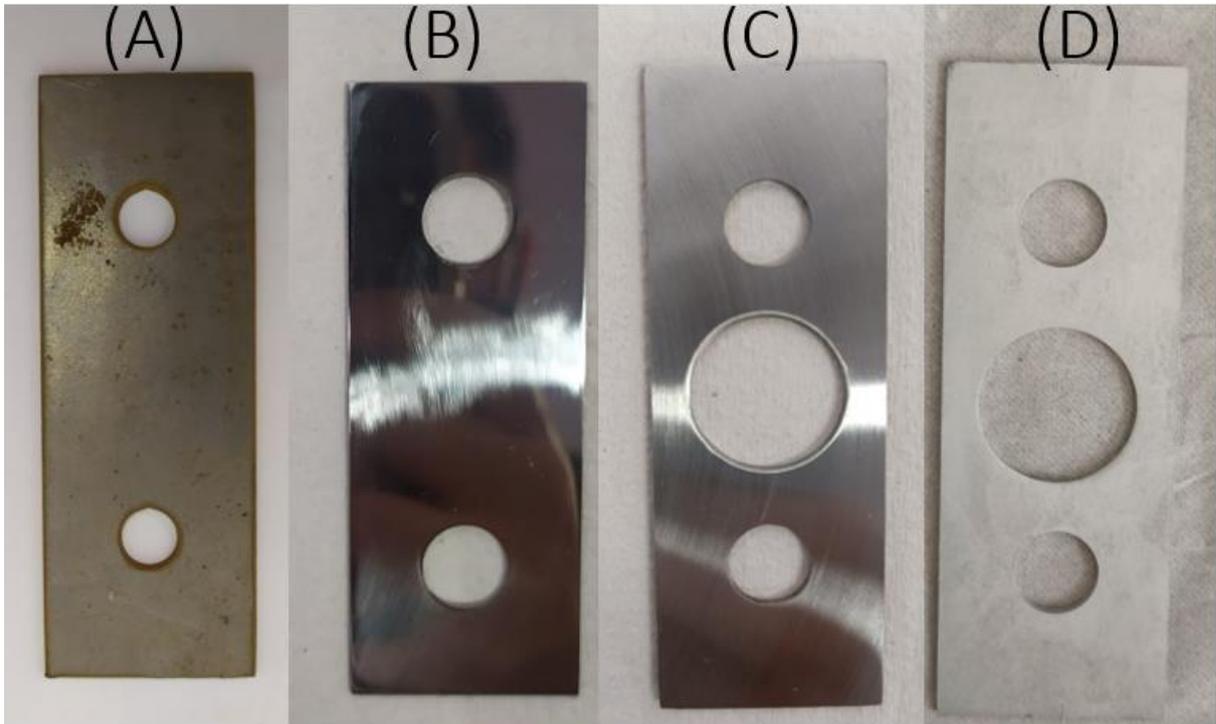


Figura 3.12 – Etapas de preparação do CP: (A)-Após usinagem por jato d'água; (B)-Lixada até 600 *mesh*; (C)-Puncionada; (D)-Permeada de hidrogênio e revestida com zinco.

Os ensaios de tração BTD foram realizados no equipamento de tração INTERMETRIC, modelo iM100S, equipado com uma célula de carga com capacidade de força até ± 100 kN (certificado de calibração no Anexo G). Esse equipamento originalmente possui garras de fixação de CPs cilíndricos rosqueados, mas não existia uma garra específica para CPs advindos de chapas. Dessa maneira, foi necessário o projeto e fabricação de dois adaptadores para a realização de ensaios BTD-SEP, o primeiro utilizando da estrutura do equipamento, e o segundo a própria garra utilizada em ensaios de carga sustentada (SLT), com fixação por pinos (Apêndice C e D). Na Figura 3.13 pode ser observado o equipamento utilizado, além da configuração original das garras, e a adaptação realizada.

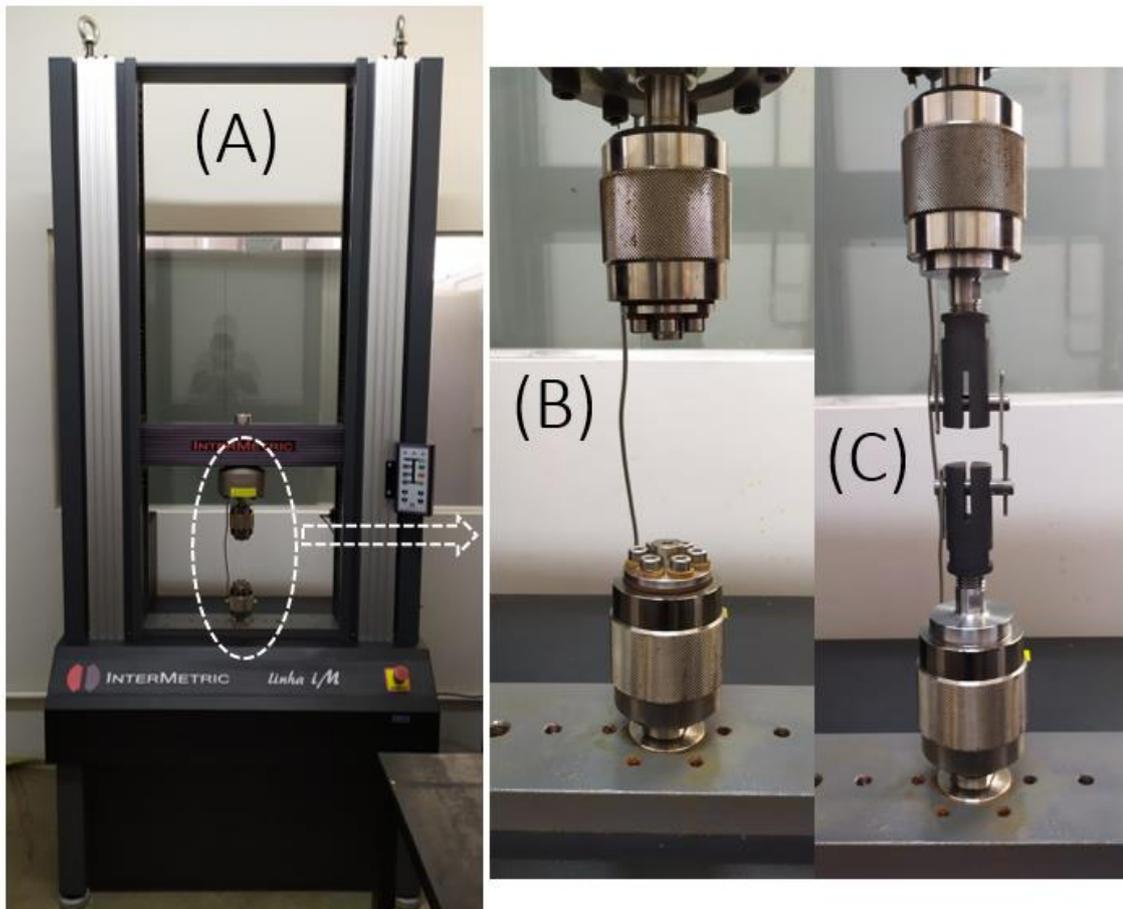


Figura 3.13 – Equipamento para tração BTDC INTERMETRIC do LTAD. (A)- Equipamento completo; (B)-Detalhe da garra original do equipamento; (C) Detalhe da garra adaptada para ensaios BTDC-SEP.

Os ensaios realizados seguiram as condições impostas na Tab. 3.4, sendo importante ressaltar que as velocidades de ensaio correspondem a baixas taxas de deformação, uma vez que o CP SEP (SEP, 2011) possui um concentrador de tensão. Desta forma não possui comprimento útil, igual os CPs normatizados pela ASTM E8/E8M – 16a (ASTM, 2016), tornando a determinação com exatidão adequada da taxa de deformação aplicada ao CP uma tarefa de alta complexidade. Valentini et al. (2019) realizaram ensaios BTDC-SEP utilizando a velocidade de ensaio de $1 \mu\text{m/s}$. Os autores concluíram que essa velocidade de ensaio fornece tempo suficiente para que o hidrogênio atue sobre o CP.

Vale ressaltar que a condição ao ar foi realizada a uma velocidade de ensaio de $1 \mu\text{m/s}$, para validação do método, mesmo que em uma condição sem hidrogênio, a velocidade do ensaio/taxa de deformação não seja um fator influente. Para início dos ensaios, são inseridos os

parâmetros de entrada: velocidade de ensaio, espessura e a soma das duas laterais do furo central, que constituem a seção resistiva do CP para cálculo da tensão aplicada.

Os dados obtidos pelo software após a realização dos ensaios BTD-SEP formam a curva Tensão x Deslocamento do ensaio. Utilizando os conceitos de ensaios de tração é possível determinar o limite de resistência a tração, limite de ruptura e deslocamento. Vale destacar que por não ser possível a determinação de comprimento útil do CP, não é possível também determinar a deformação do CP, uma vez que ele relaciona o deslocamento do fuso da máquina com o comprimento útil original. Desta forma, neste trabalho será considerado como parâmetro o deslocamento do fuso do equipamento, sendo uma variável comparativa, sem valor real na literatura, mas que permite observar a redução da ductilidade dos CPs.

A determinação do limite de ruptura também não é muito abordada na literatura convencional, mas para os ensaios BTD-SEP sua determinação é válida, uma vez que representa a deformação plástica antes da ruptura do CP, após atingir o limite de resistência a tração.

Para a avaliação da FH foi utilizado a variação das propriedades mecânicas do material na condição com hidrogênio em relação a condição sem a presença de hidrogênio. A Equação (3.1) foi utilizada para calcular o índice de fragilização por hidrogênio (IFH).

$$IFH = \frac{\text{Resultado sem hidrogênio} - \text{Resultado com hidrogênio}}{\text{Resultado sem hidrogênio}} \quad (3.1)$$

Todos os resultados obtidos foram avaliados utilizando o *software* Statística 7.1, em que foi efetuada a avaliação da análise de variância (ANOVA) para os fatores investigados neste trabalho.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos. Para um melhor entendimento estes foram divididos em dois tópicos: quantificação do hidrogênio difusível e resultados BTD-SEP.

4.1. Quantificação do hidrogênio difusível

Os resultados obtidos nos ensaios de extração a quente, para a quantificação do hidrogênio difusível, estão representados nas Figs. 4.1, 4.2, e 4.3; sendo que cada figura representa uma condição de permeação de hidrogênio. A partir dessas curvas foi possível obter o fluxo médio de hidrogênio entre todos os resultados, que tem o intuito de simular o comportamento da curva para a condição imposta. A comparação entre as curvas médias das diferentes condições avaliadas pode ser observada na Fig. 4.4, em que mostra claramente que a condição utilizando ácido sulfúrico inseriu a maior quantidade de hidrogênio.

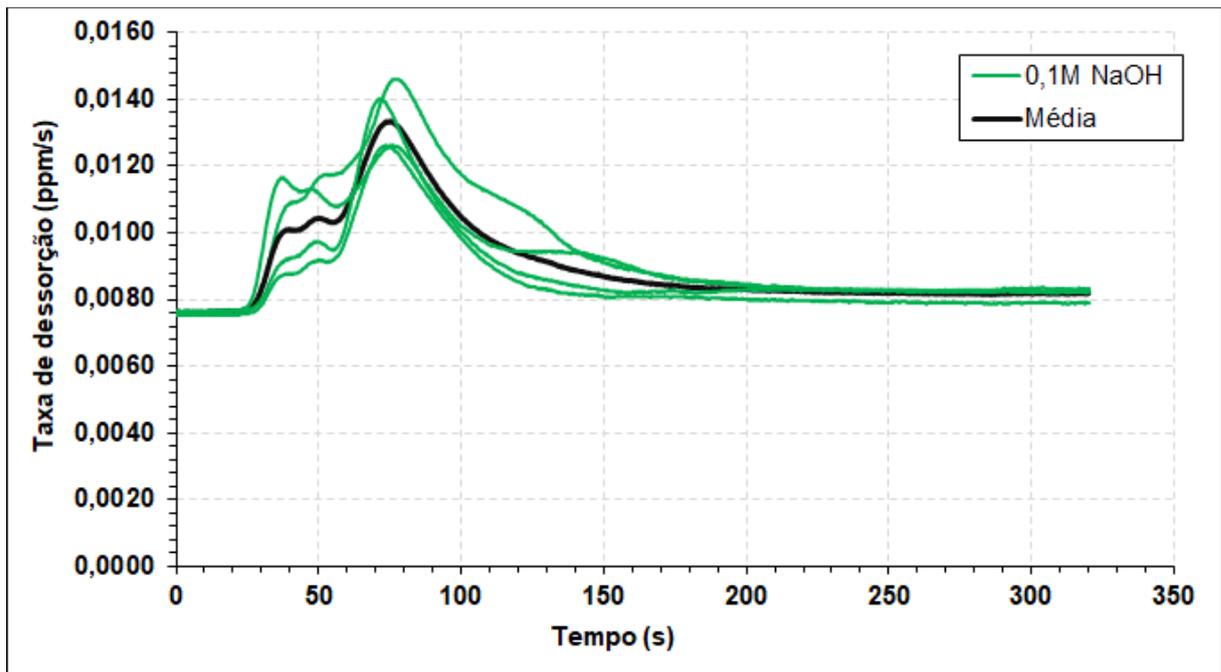


Figura 4.1 – Resultado de medição da taxa de desorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,1M de NaOH aplicando um controle de corrente de 10 mA/cm².

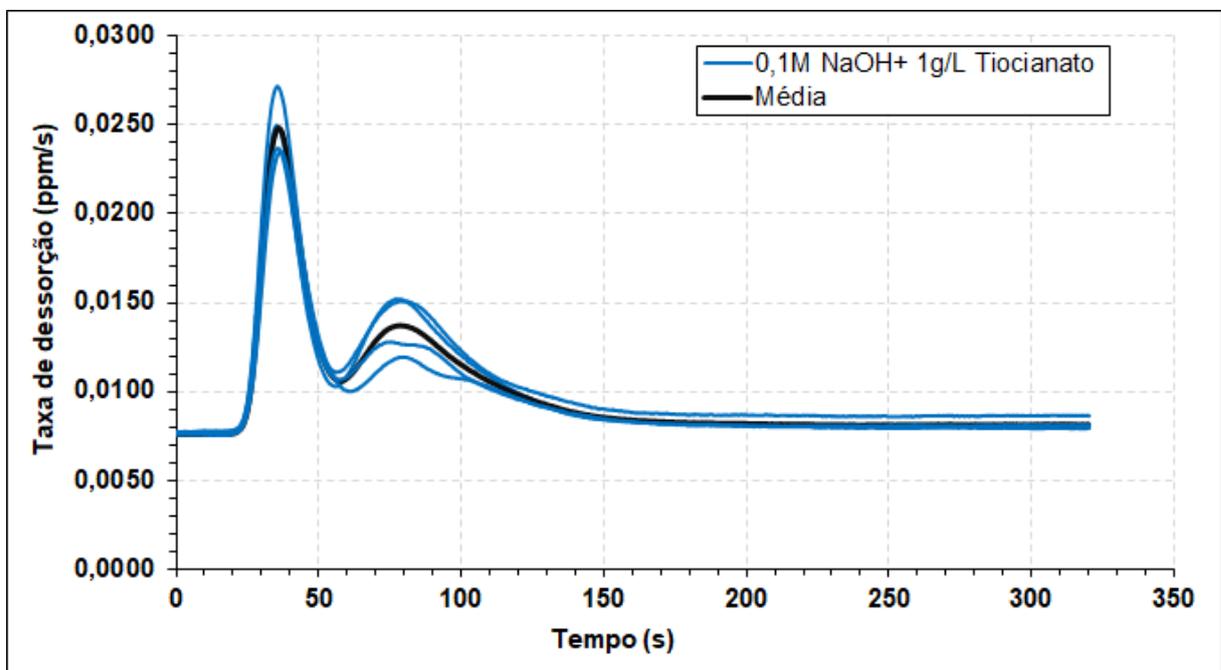


Figura 4.2 – Resultado de medição da taxa de desorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,1M de NaOH + 1g/L de Tiocianato de Amônia aplicando um controle de corrente de 10 mA/cm².

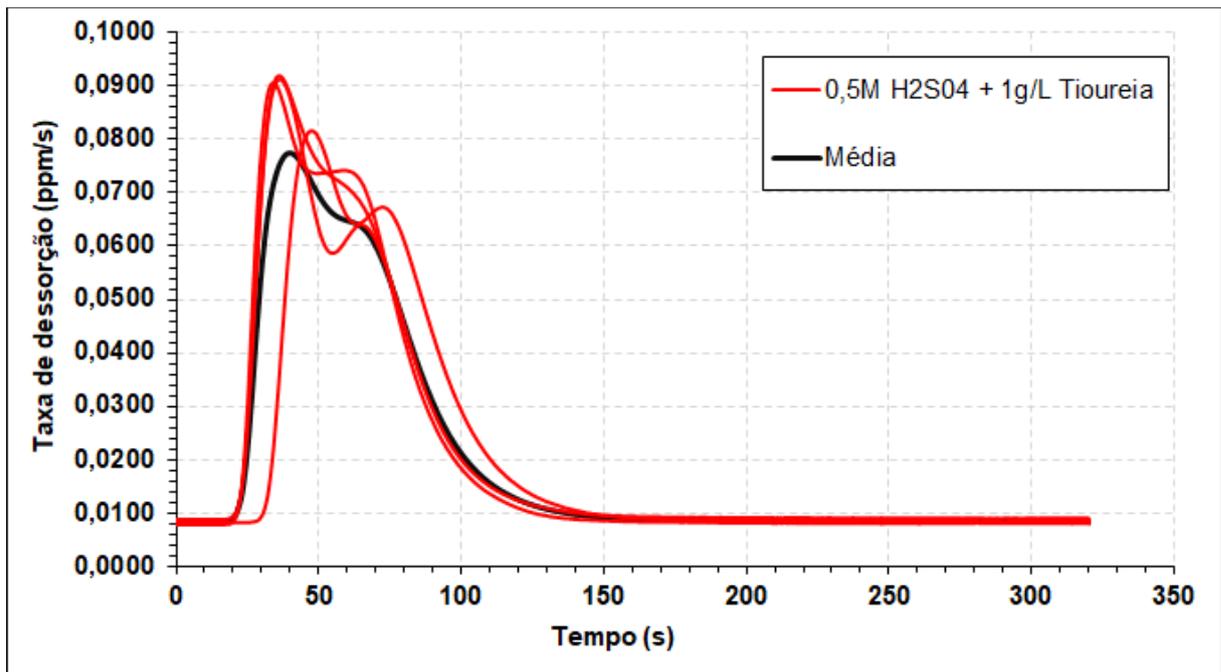


Figura 4.3 – Resultado de medição da taxa de desorção de hidrogênio detectada pelo sensor TCD para a determinação da concentração de hidrogênio no aço D-HSS após carregamento eletrolítico em solução de 0,5M de H₂SO₄ + 1g/L de Tiourea aplicando um controle de corrente de 1 mA/cm².

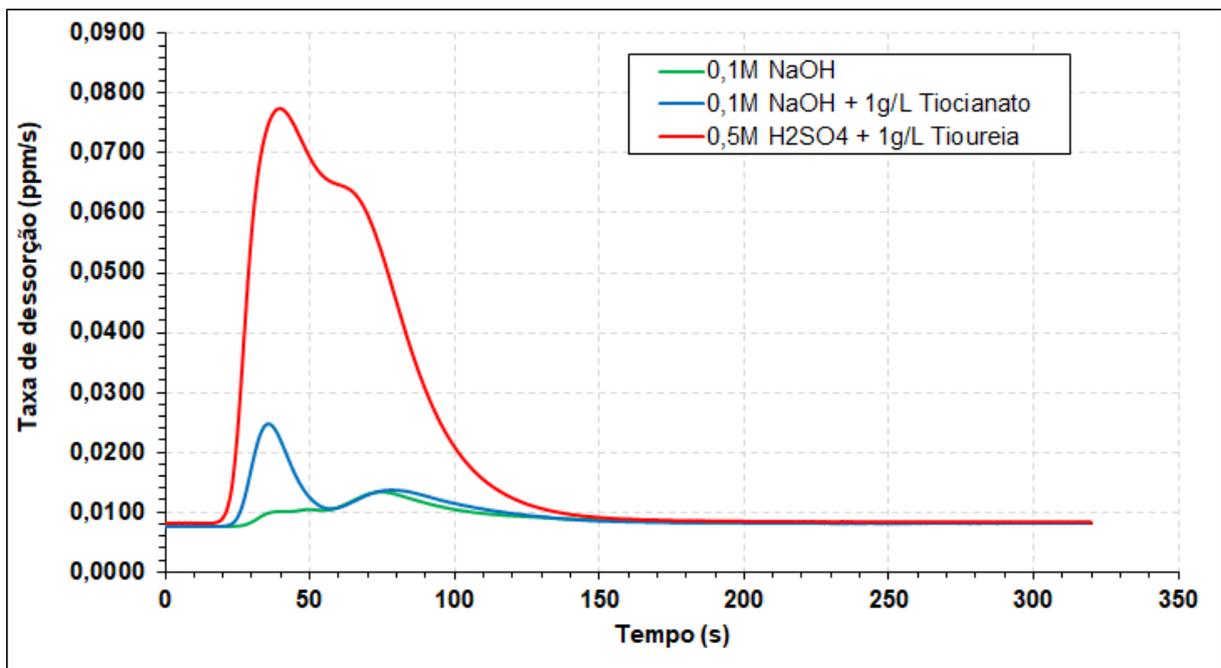


Figura 4.4 – Representação das curvas médias obtidas durante o ensaio de extração a quente para as três condições de carregamento de hidrogênio analisadas.

É possível observar que em todas as condições, as curvas apresentam dois picos de dessorção de hidrogênio, o que pode ser explicado pelo aumento gradual da temperatura da amostra, uma vez que ela está com temperatura ambiente e é inserida em um forno de 850 °C. Conforme a temperatura aumenta, diferentes armadilhas de hidrogênio são afetadas pela temperatura, liberando seu conteúdo. Além disso, é possível observar que os resultados obtidos analisando a condição de NaOH com tiocianato possui um padrão muito bem estabelecido, que abrange todos os ensaios realizados. Por sua vez, os resultados utilizando NaOH sem envenenador e H₂SO₄ apresentam uma maior aleatoriedade no sinal da curva.

Na Tabela 4.1 são mostrados os valores de hidrogênio difusível obtidos por condição, juntamente da média e seu respectivo desvio-padrão para nível de confiança de 95 %. A partir da Tab. 3.1 é possível concluir que a apesar de todo o procedimento de ensaio ter sido respeitado, a inserção de hidrogênio pode ser considerada uma fonte de incerteza, uma vez que o desvio padrão assumiu valores de cerca de 30 % da concentração de hidrogênio da amostra, na condição de NaOH sem envenenador. Entretanto, o aumento da quantidade de hidrogênio contribuiu para a redução da relação entre o desvio padrão e a média, chegando até a 4,5 % na condição utilizando ácido. Bergmann et al. (2018) também obtiveram valores expressivos de dispersão em suas análises de quantificação de hidrogênio difusível, comprovando a hipótese de que é um procedimento que depende de muitas condições serem atendidas para apresentar uma boa repetibilidade.

Tabela 4.1 – Resultados dos ensaios de quantificação de hidrogênio difusível. Valores médios e seus respectivos desvios padrão (s).

Hidrogênio difusível por condição (ppm)			
Amostra	0,1M NaOH	0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato de amônia	0,5M H ₂ SO ₄ + 1g/L Tioureia
1	0,50	0,69	4,08
2	0,37	0,52	3,76
3	0,28	0,57	3,75
4	0,26	0,69	4,04
Média	0,35	0,62	3,91
s	0,11	0,09	0,18

A Figura 4.5 mostra os valores médios de hidrogênio difusível para o aço D-HSS. O desvio padrão associado (nível de confiança de 95 %) é mostrado como sendo barras de erros.

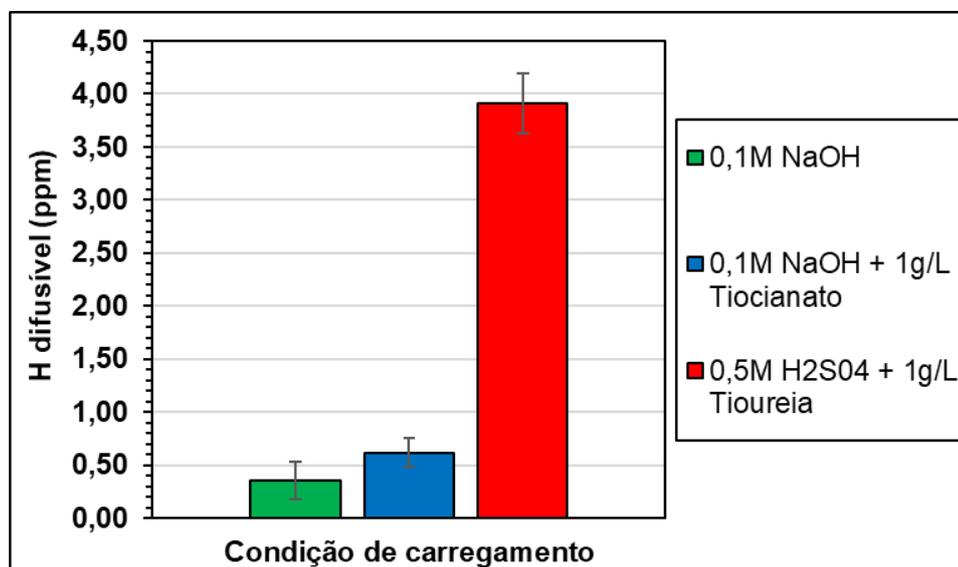


Figura 4.5 – Valores médios e desvios padrão para nível de confiança de 95 % resultantes da medição do hidrogênio difusível no aço D-HSS.

A condição de carregamento utilizando ácido evidentemente inseriu uma maior quantidade de hidrogênio difusível no material, ao ser comparado com as condições utilizando NaOH. Vale destacar que a condição utilizando ácido resulta em uma concentração de hidrogênio muito elevada, impossível de ser atingida por processos de fabricação da indústria automobilística, servindo para uma visualização do efeito da FH em níveis críticos e ajudando estatisticamente na avaliação das condições intermediárias.

Ademais, foi comprovado o efeito da utilização de envenenadores para obtenção de maiores quantidades de hidrogênio difusível inserido no material, sendo que para a condição de NaOH, a utilização de 1g/L de Tiocianato resultou no aumento de 77,14 % (0,27 ppm) em relação ao NaOH sem envenenador. A mesma análise não pode ser realizada para o ácido, uma vez que foi considerada apenas uma concentração de envenenador.

Contudo, outros autores (BERGMANN, 2020; VALENTINI et al., 2019) estudaram diferentes tipos de eletrólito e também obtiveram a relação entre o aumento da concentração de envenenador e o aumento do hidrogênio difusível inserido no material, estes resultados estão em conformidade com os apresentados por Rudomilova et al., (2018). Além disso, a utilização de dois envenenadores diferentes, Tiocianato de Amônia e Tiourea, também pode apresentar diferentes condições de inserção de hidrogênio, mas que não foram avaliadas neste trabalho.

4.2. Resultados BTD-SEP

O controle dimensional dos 28 CPs BTD-SEP demonstrou que os CPs possuíam uma elevada uniformidade, sendo relevante destacar os valores médios e o desvio padrão associado para nível de confiança de 95 % dos seguintes mensurandos: espessura ($1,697 \pm 0,016$ mm); diâmetro do furo central puncionado ($20,209 \pm 0,022$ mm); e largura útil do CP ($10,053 \pm 0,087$ mm). Estes valores resultaram em uma seção resistiva do CP na região do entalhe de $17,054 \pm 0,197$ mm². Além disso, os alinhamentos horizontal e vertical dos furos de fixação apresentaram uma elevada repetibilidade com desvio padrão da ordem de 0,6 % em relação ao valor médio. Portanto, não devem ser considerados possíveis desalinhamentos na fixação do CP como fonte de incerteza nos valores dos resultados do ensaio.

Os resultados dos ensaios na condição ao ar, que foram utilizados como base para a análise das outras condições estão representados na Tab. 4.2. É possível observar que o valor do limite de resistência à tração tem uma diferença significativa em relação ao obtido no ensaio de tração convencional, em que o valor médio desta propriedade foi de 1198,7 MPa no ensaio convencional para 1165,1 MPa utilizando CP puncionado e ensaio BTD. Este fato pode estar relacionado a que o processo de corte por estampagem produz micro defeitos e micro vazios, que deterioram as propriedades mecânicas do aço, efeito já enunciado nos trabalhos realizados por Scharf et al. (2016) e Drexler et al. (2021).

Tabela 4.2 – Resultados dos ensaios BTD-SEP na condição ao Ar e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição ao Ar e 1 μ m/s			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	1198,6	1130,4	1,546
2	1145,2	1101,0	1,341
3	1175,4	1083,2	1,695
4	1141,4	1022,8	1,353
Média	1165,1	1084,4	1,484
s	27,0	45,4	0,169

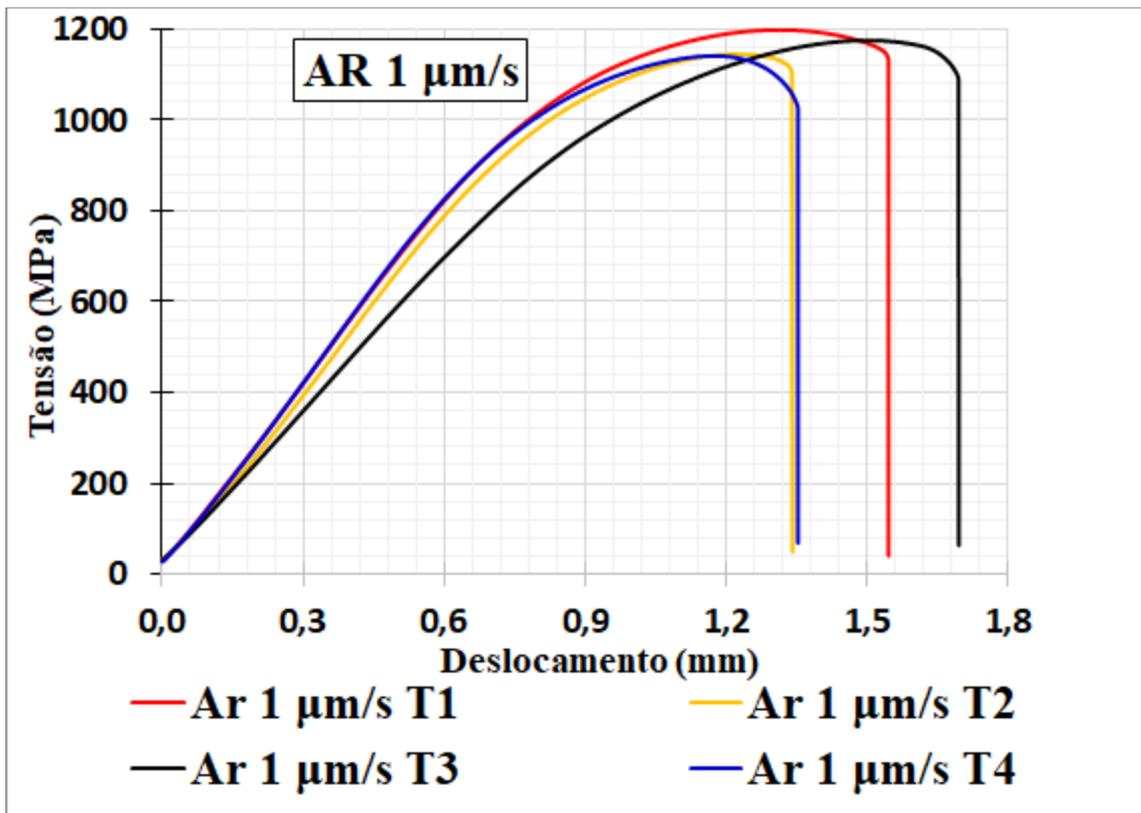


Figura 4.6 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios ao AR BT-D-SEP utilizando velocidade de ensaio de 1 µm/s.

Vale ressaltar que não é possível obter o valor de limite de escoamento nesta configuração, porque o CP utilizado não possui comprimento útil para realização do cálculo da deformação em %, e dessa forma apenas valores de Limite de Resistência a Tração (LRT) e Limite de Ruptura (LR) são propriedades mecânicas do material passíveis de análise. Apesar de não poder calcular a deformação do CP, foi possível coletar os valores de deslocamento realizado pela máquina de tração, e assim, efetuar a comparação entre os valores encontrados em cada ensaio, sendo uma propriedade de efeito comparativo para cálculo de IFH, mas que não possui real valor fora do escopo deste trabalho.

Os valores dos parâmetros avaliados e curvas Tensão x Deslocamento para cada condição analisada está mostrada no Apêndice E. As imagens dos corpos de prova ensaiados estão na Fig. 4.7, em função das condições analisadas.

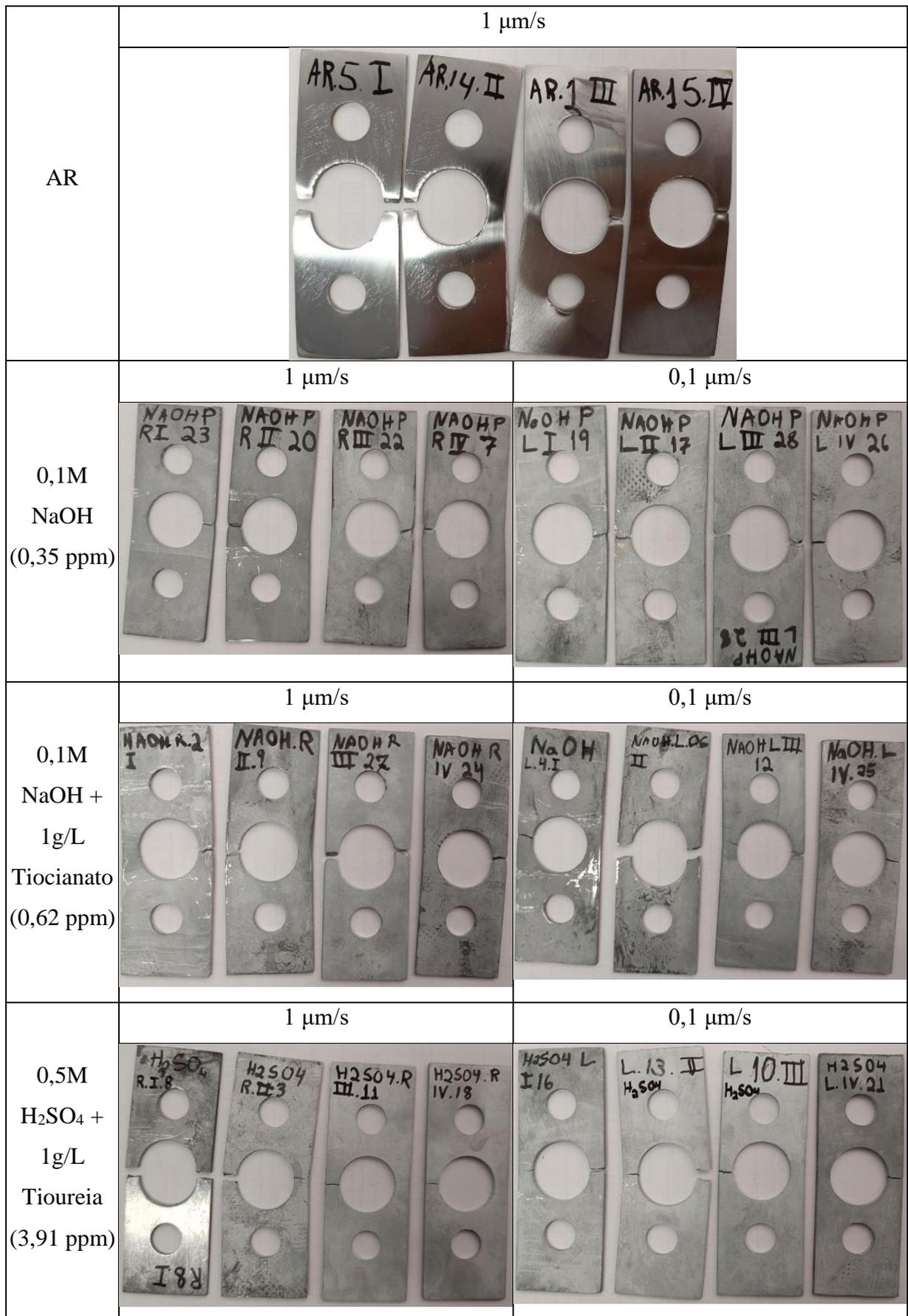


Figura 4.7 – Imagens dos CPs após a realização dos ensaios BT-D-SEP.

Observa-se que o ensaio BTD-SEP realizado ao ar, produziu deformações visíveis nos CPs, em que se destaca o empescoçamento na região da fratura, o que não ocorreu nas condições carregadas com hidrogênio difusível, com exceção de alguns CPs da condição 0,1M NaOH 1 $\mu\text{m/s}$. Além disso, é notório que o aumento da concentração de hidrogênio está relacionado com o comportamento da fratura apresentar visualmente mais aspectos frágeis, em que a trinca se propaga horizontalmente, na menor seção possível do CP, como pode-se observar nas condições de H_2SO_4 , contrapondo ao fato de que nas condições de NaOH algumas fraturas apresentaram inclinação de 45° , característico de falha dúctil.

Outro fator interessante apresentado na Fig. 4.7 é o aparecimento de trincas visíveis nos dois lados do furo puncionado em alguns CPs, e não apenas na região de menor seção, evidenciando uma fragilidade geral do CP e possibilidade de ruptura completa em mais de uma região. Na Figura 4.8 pode ser observado o CP fraturado logo após o ensaio, antes que este seja desmontado e direcionado ao armazenamento na câmara de vácuo.



Figura 4.8 – Imagem de um CP fraturado logo após a execução do ensaio BTD-SEP. Condição ensaiada: 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato com velocidade de 1 $\mu\text{m/s}$.

Nesta imagem pode ser observado o tipo da fratura, sendo que todas as trincas se originaram do lado interno do furo puncionado, e a ruptura ocorreu sempre no lado com menor largura entre o furo e a lateral do CP. Isso comprova o efeito do puncionamento e da criação do

concentrador de tensão decorrente do processo, produz um efeito consistente para originar a fratura sempre na mesma região do CP.

Uma das vantagens do ensaio BTD é a possibilidade de observar o crescimento da trinca e sua progressão até a ruptura, devido à baixa velocidade de ensaio. Na Figura 4.9 são mostradas fotografias obtidas durante o ensaio BTD-SEP de um CP carregado de hidrogênio utilizando 0,1M NaOH utilizando a velocidade de ensaio de $0,1 \mu\text{m/s}$. Esta figura mostra o aparecimento e crescimento de trincas no CP até que o mesmo venha a romper. Todo esse processo, entre o aparecimento da trinca e a ruptura do CP ocorreu em um período de tempo de 20 minutos, em que o ensaio completo durou cerca de 2 horas e 20 minutos.

Para efeito comparativo, as fotografias do ensaio BTD-SEP, utilizando a mesma condição de hidrogênio, mas velocidade de ensaio de $1 \mu\text{m/s}$, são mostradas na Fig. 4.10 sendo que, a aplicação de uma velocidade de ensaio maior resultou em uma ruptura repentina. O tempo entre o aparecimento da trinca e a ruptura completa do CP foi de cerca de 2 segundos, em que o ensaio completo para esta condição durou cerca de 20 minutos.

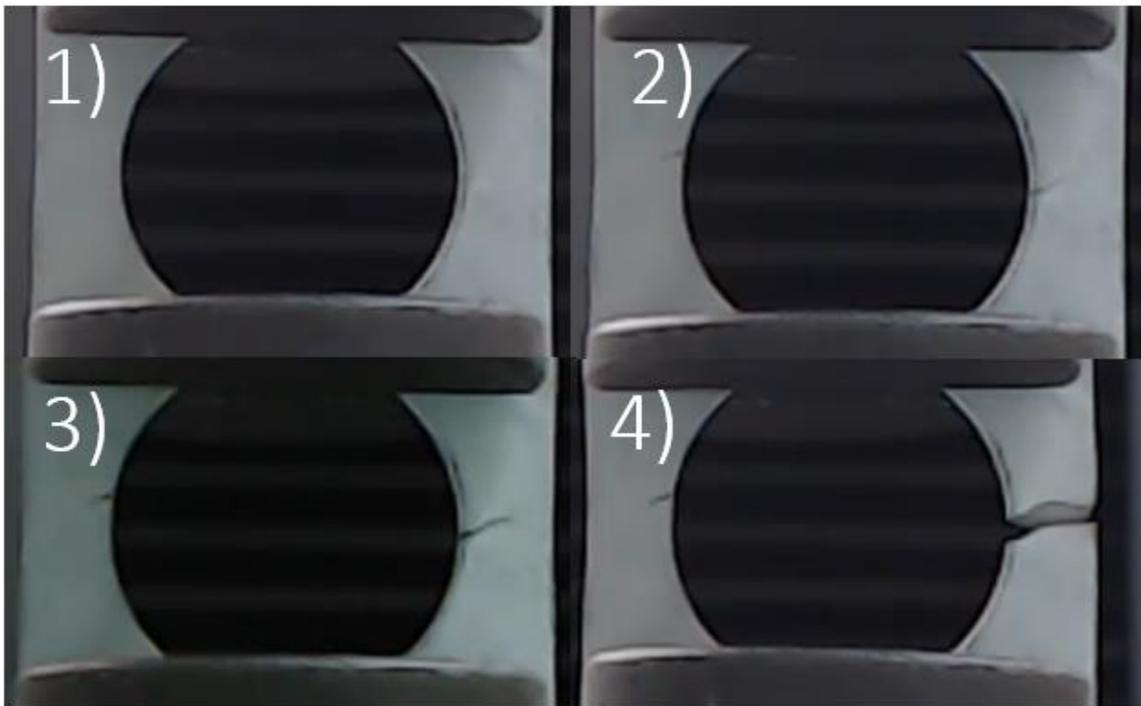


Figura 4.9 – Sequência de fotografias durante o ensaio BTD-SEP utilizando velocidade de $0,1 \mu\text{m/s}$ que mostram o aparecimento e crescimento da trinca até a ruptura completa.

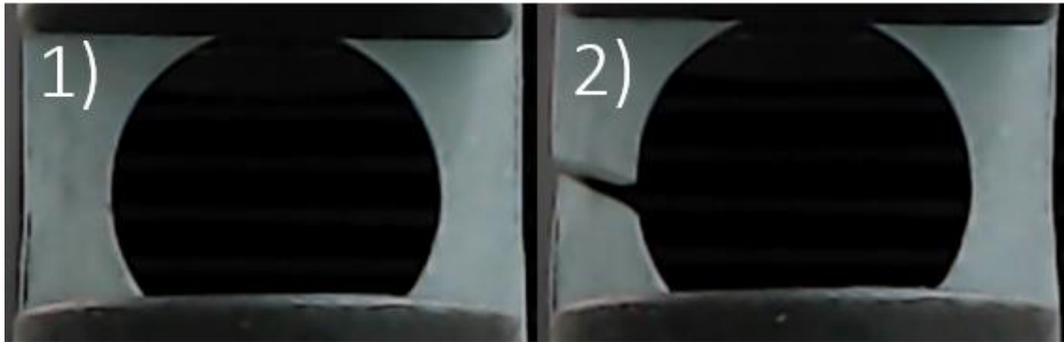


Figura 4.10 – Sequência de fotografias durante o ensaio BTD-SEP utilizando velocidade de $1 \mu\text{m/s}$ que mostram o CP antes e após a ruptura completa.

As curvas Tensão x Deslocamento de todos os ensaios BTD-SEP são mostrados na Fig. 4.11, em que as condições que utilizam a velocidade de $1 \mu\text{m/s}$ são representadas com linhas contínuas, e as que utilizam velocidade de $0,1 \mu\text{m/s}$ são representadas com linhas tracejadas. Além disso, as cores representam o método de carregamento aplicado no CP, sendo que a condição que insere menor quantidade de hidrogênio (0,35 ppm) é caracterizada pela cor verde, a intermediária (0,62 ppm) pela cor azul e a condição mais crítica em relação a inserção de hidrogênio pela cor vermelha (3,91 ppm).

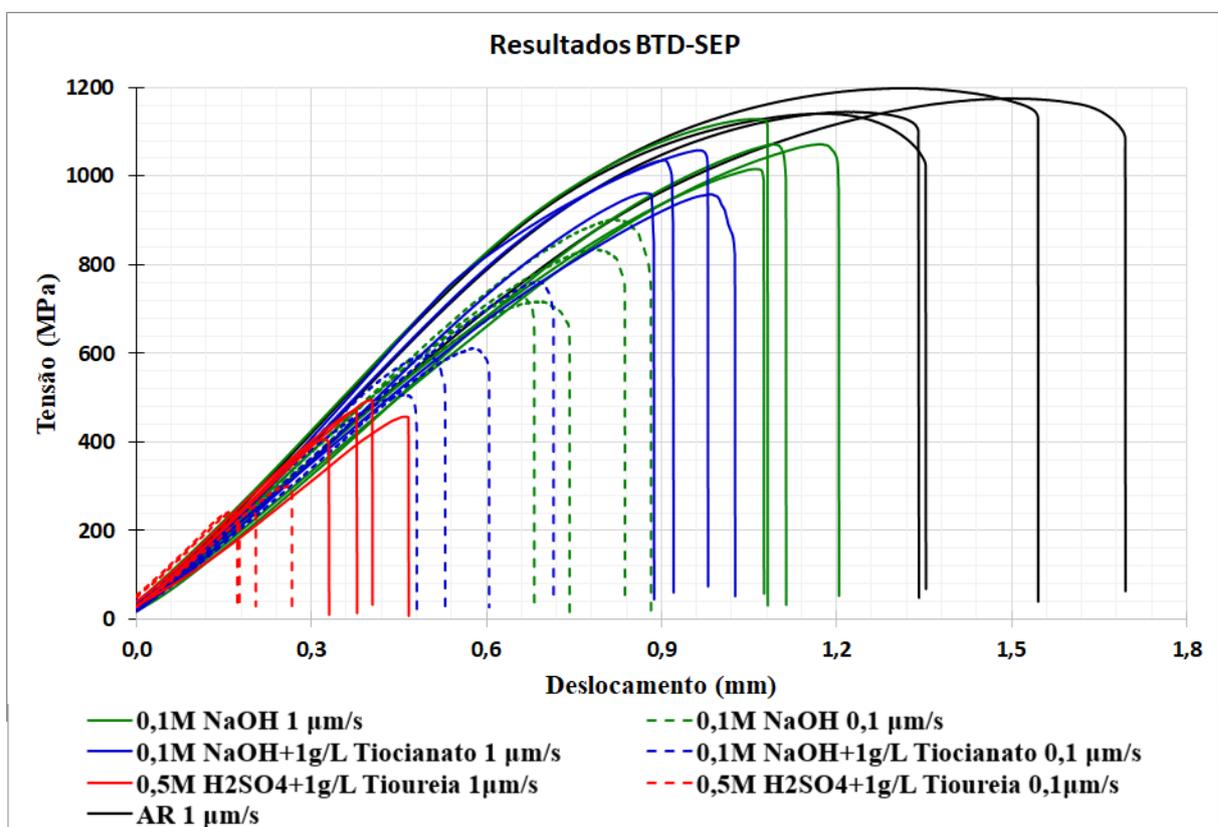


Figura 4.11 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados de todos os ensaios BTD-SEP realizados.

A partir da Figura 4.11 é possível observar claramente o efeito do hidrogênio e a deterioração das propriedades mecânicas, em que o aumento da quantidade de hidrogênio difusível inserido resulta na redução da curva resultante, e desta forma, na redução dos valores das propriedades mecânicas avaliadas. Ademais, evidencia-se a relação da influência da velocidade de ensaio aplicada, em que todas as curvas utilizando a velocidade de $0,1 \mu\text{m/s}$ para uma mesma condição de permeação de hidrogênio, resultaram em menores valores de propriedades mecânicas, interação essa já observada e discutida nos trabalhos de Momotani et al. (2017) e Depover et al. (2015).

Na Figura 4.12 são mostradas as médias dos valores de limite de resistência a tração (LRT) para cada condição analisada juntamente do desvio padrão para nível de confiança de 95 %. É possível observar que todas as condições de carregamento de hidrogênio analisadas influenciaram para a deterioração desta propriedade mecânica, até para a condição de menor hidrogênio difusível (0,35 ppm). Além disso, a velocidade de ensaio foi um fator extremamente influente nos resultados obtidos, em que todos os ensaios com velocidade de $0,1 \mu\text{m/s}$ apresentaram menor limite de resistência a tração, ao ser comparado com o seu semelhante a $1 \mu\text{m/s}$.

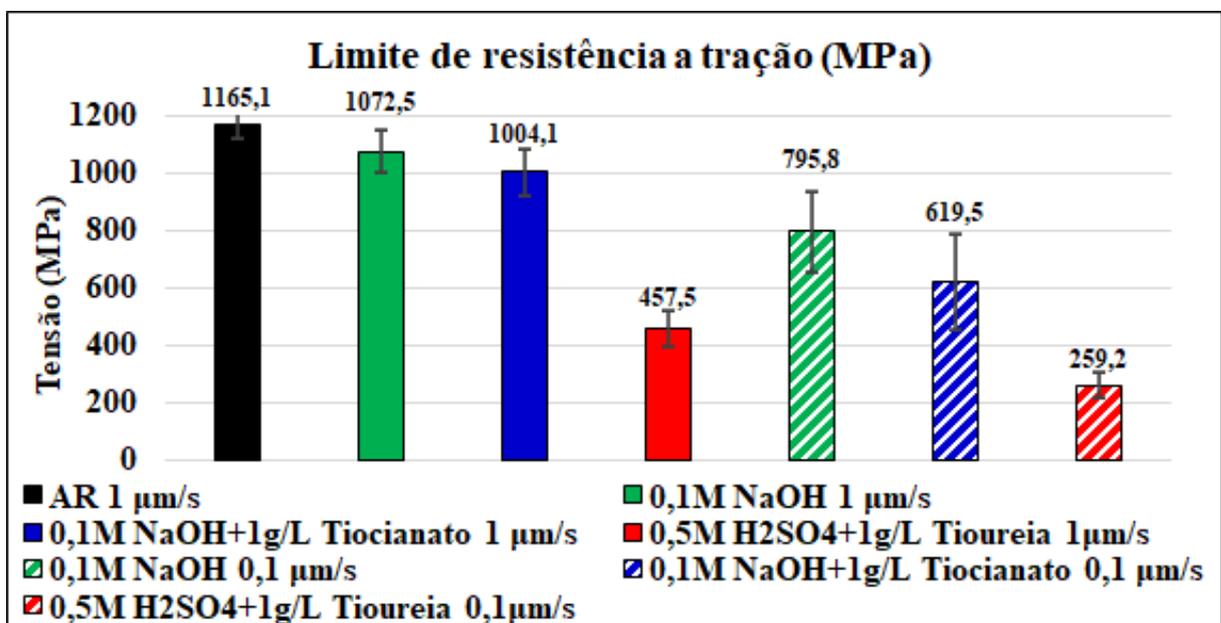


Figura 4.12 – Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de limite de resistência a tração advindos dos ensaios BTD-SEP.

Vale destacar ainda, que os maiores valores de desvios padrão foram obtidos nas condições de $0,1 \mu\text{m/s}$ com ambos os carregamentos de NaOH, o que pode estar atrelado à

incerteza da inserção de hidrogênio nestas condições, ou até mesmo à alguma característica do próprio CP, podendo citar a presença de inclusões na região da fratura, por exemplo. Em contrapartida, as condições que utilizaram H_2SO_4 apresentaram as menores barras de erros e, portanto, a maior repetibilidade, podendo ser interpretada como uma condição mais homogênea no âmbito da inserção de hidrogênio, em que nos ensaios de extração a quente já apresentavam essa característica, além de ser uma condição de altíssima concentração de hidrogênio, que não é atingida por processos convencionais de fabricação.

O aço de alta resistência em questão é laminado a frio originalmente possui um limite de resistência a tração de 1200 MPa, e ao ser submetido a condição mais crítica exibiu uma redução importante do valor numérico desta propriedade mecânica, atingindo 259,2 MPa, que de acordo com Callister (2000), é praticamente o mesmo obtido ao ensaiar latão (70Cu-30Zn) no estado recozido. Dessa forma, um material que possui alta tecnologia para fabricação, além de um longo processo de fabricação, nessa condição de hidrogênio pode ser comparado com um material comum, que não possui um alto de limite de resistência atração.

Na Figura 4.13 são apresentados os valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de limite de ruptura (LR) para cada condição analisada. É possível observar que os resultados foram muito semelhantes aos obtidos para a propriedade de LRT, em que a maior quantidade de hidrogênio difusível e a menor velocidade de ensaio resultaram em valores progressivamente menores de LR.

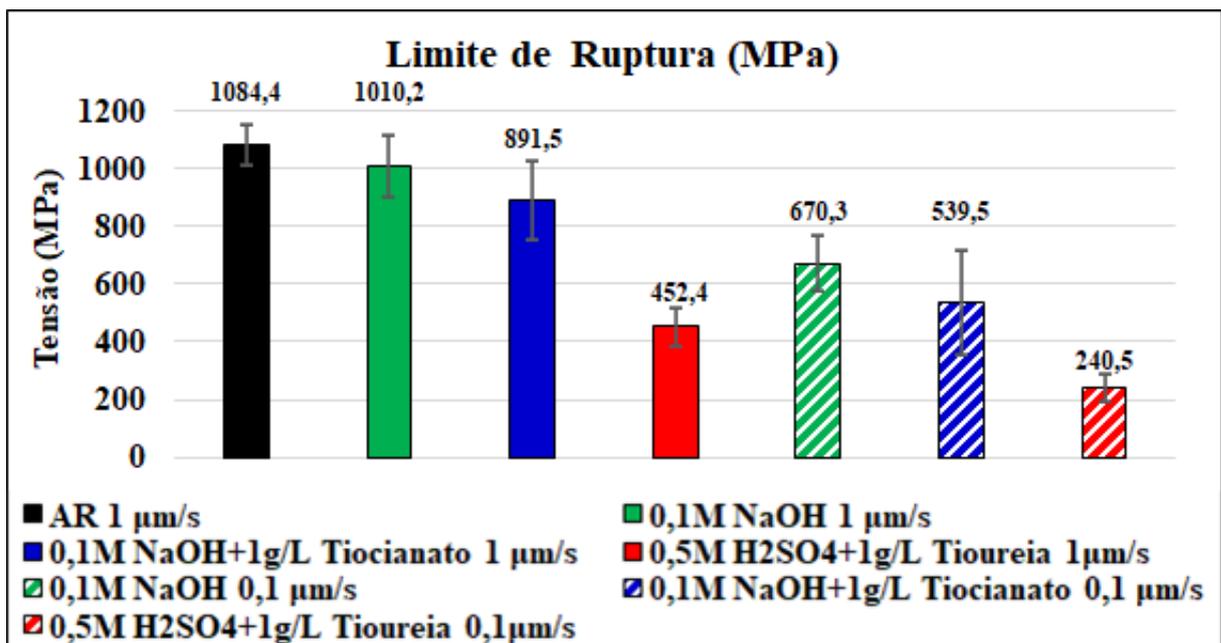


Figura 4.13 – Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de limite de ruptura advindos dos ensaios BT-D-SEP.

Além disso, vale destacar que as barras de erros associadas a essa propriedade foram maiores que as encontradas para o LRT. Isso pode estar relacionado ao fato de alguns CPs romperem instantaneamente após alcançar o LRT, e outros ainda conseguiram deformar um pouco após isso, mas que não existe um motivo aparente para determinar tal fenômeno.

Em adição as propriedades mecânicas LRT e LR, foi avaliado o comportamento do deslocamento para as diferentes condições avaliadas, sendo representado pela Fig. 4.14. De maneira semelhante às encontradas para LRT e LR, a velocidade de ensaio e hidrogênio difusível foram bem influentes para os resultados obtidos.

Para essa propriedade, evidencia-se que o maior intervalo de confiança obtido foi na condição ao ar, diferentemente das outras propriedades já analisadas, o que pode evidenciar um processo de variabilidade devido a presença de inclusões ou micro defeitos devido ao puncionamento que não permitiram o alongamento total em algumas situações e levou ao rompimento antecipado.

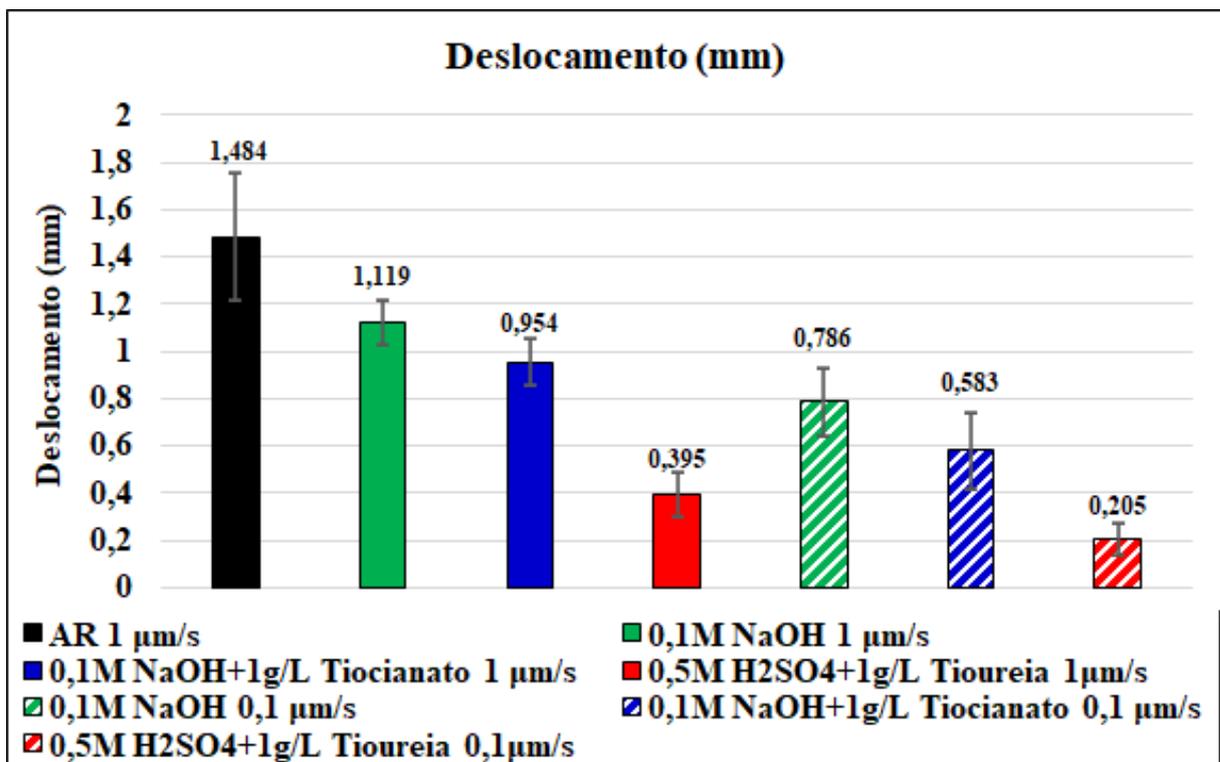


Figura 4.14 – Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de deslocamento advindos dos ensaios BT-D-SEP.

Vale destacar que não foi possível analisar os CPs no MEV, por conta de problemas técnicos com o equipamento do laboratório, portanto, é impossível determinar com garantia a

suposição de possíveis inclusões nos CPs. Além disso, a falta das imagens de MEV, não permite determinar o tipo de fratura para cada condição, se é frágil ou dúctil, sendo uma perda muito grande para melhores explicações sobre os possíveis fenômenos que ocorreram durante os ensaios, bem como justificar a expressiva dispersão observada.

De posse dos valores dos parâmetros LRT, LR e deslocamento para cada condição foi realizado o cálculo do Índice de Fragilização por Hidrogênio (IFH) para cada parâmetro e cada condição avaliada. Na Figura 4.15 são mostrados os valores em % dos IFH encontrados. Como esperado, o aumento da quantidade de hidrogênio difusível resultou em um crescimento do IFH, além de que a velocidade de ensaio de 0,1 $\mu\text{m/s}$ fornece valores maiores de IFH do que a velocidade de 1 $\mu\text{m/s}$.

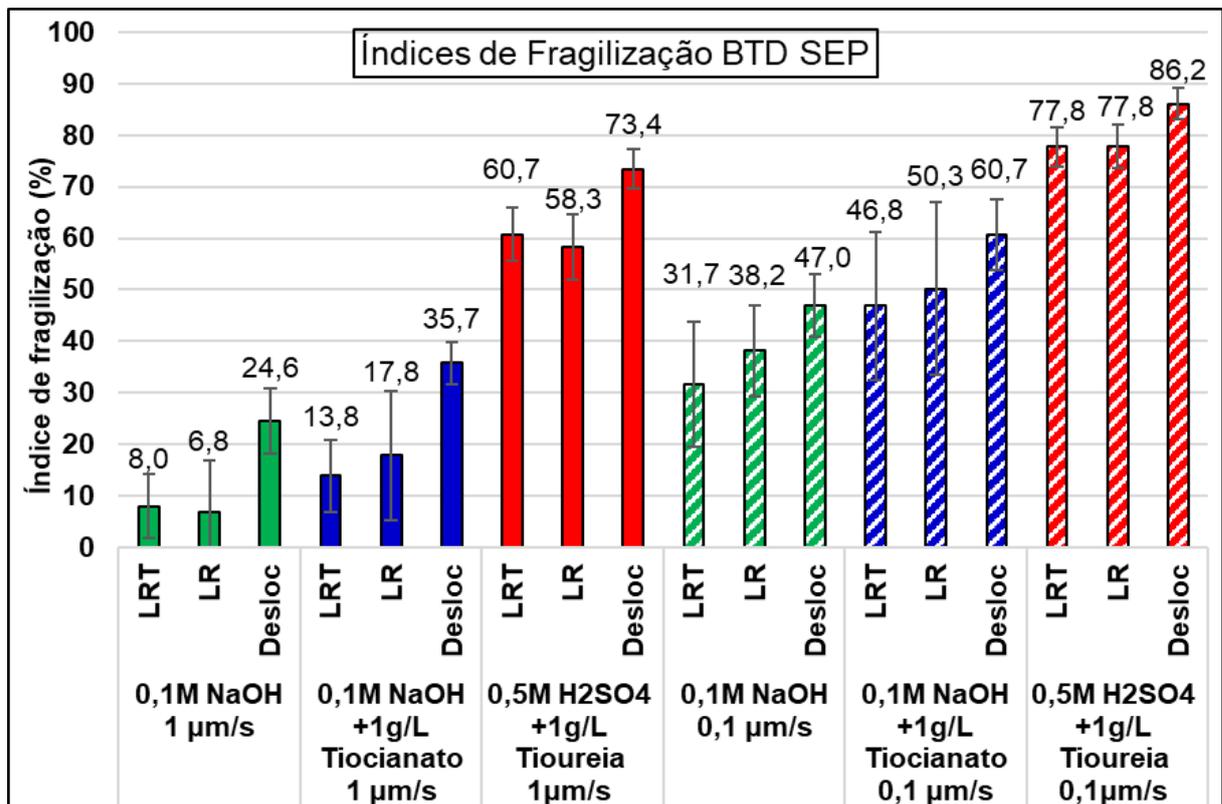


Figura 4.15 – Valores médios e desvio padrão para nível de confiança de 95 % para os valores de IFH do LRT, LR e Deslocamento advindos dos ensaios BT-D-SEP.

Um fator interessante a ser destacado é que para todas as condições avaliadas, o IFH maior sempre foi o relacionado ao deslocamento. Isso sugere que a inserção de hidrogênio influencia diretamente na capacidade de deformação elástica e plástica do material. Além disso, vale destacar que a barra de erros para os IFH do LR para a maioria das condições foi muito

expressiva, uma vez que o cálculo do IFH envolve a relação entre o resultado ao ar e o resultado com hidrogênio. Vale ressaltar que estes resultados, apresentaram grande dispersão para algumas condições, tornando a incerteza para esses valores, muito significativa.

Além disso, a Fig. 4.15 mostra o quanto o material teve sua propriedade mecânica deteriorada devido ao hidrogênio, em que situações de pouca inserção de hidrogênio e velocidade de 1 $\mu\text{m/s}$ apresentaram apenas de 6,0 a 24,6 %, e modificando a velocidade 0,1 $\mu\text{m/s}$ obteve de 31,7 a 47,0 %, mostrando um elevado crescimento da IFH apenas pela mudança da velocidade de ensaio. Analisando a condição mais crítica, o material chegou a apresentar um IFH de até 86,2 % para o deslocamento. O deslocamento nesse caso foi de apenas 13,8 % do deslocamento encontrado no ensaio ao ar, justificando a expressiva deterioração das propriedades mecânicas nesta condição.

Para validação e verificação da influência dos parâmetros velocidade de ensaio e concentração de hidrogênio difusível na FH para ensaios BTD-SEP foram realizados duas ANOVAs. A primeira do tipo fatorial foi realizada com dados provenientes dos CPs com hidrogênio, e a segunda feita do tipo efeitos principais com dados dos ensaios ao ar e com hidrogênio. A primeira teve como intuito levantar a influência dos dois parâmetros e sua interação, e seus resultados são mostrados nas Tabs. 4.3 a 4.5. Por sua vez, a segunda teve como objetivo comprovar os efeitos principais abrangendo os resultados ao ar também. Os resultados decorrentes desta última são mostrados nas Tabs. 4.6 a 4.8.

Tabela 4.3 – Resultados da ANOVA fatorial para o Limite de Resistência (LRT) dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

LRT	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	492647	1	492647	113,889	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	1472270	2	736135	170,178	0,000000
VE*HD	34955	2	17478	4,040	0,035527
Erro	77862	18	4326		

Tabela 4.4 – Resultados da ANOVA fatorial para o Limite de Ruptura (LR) dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

LR	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	544703	1	544703	103,813	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	1054938	2	527469	100,528	0,000000
VE*HD	24101	2	12051	2,297	0,129307
Erro	94445	18	5247		

Tabela 4.5 – Resultados da ANOVA fatorial para o Deslocamento dos ensaios BT-D-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

Deslocamento	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	0,53287	1	0,53287	102,998	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	1,80913	2	0,90456	174,841	0,000000
VE*HD	0,03658	2	0,01829	3,536	0,050682
Erro	0,09313	18	0,00517		

A partir dos resultados da ANOVA, pode-se concluir com uma confiabilidade de 95 % que os parâmetros velocidade de ensaio e hidrogênio difusível afetaram de forma estatisticamente significativa todos os parâmetros avaliados neste trabalho por meio dos ensaios BT-D-SEP. Adicionalmente, a interação entre ambos os parâmetros só foi influente para o limite de resistência a tração, mas vale ressaltar que para a condição avaliando quase atingiu o critério de 95 %, atingindo o fator de 94,94 % de chance da interação ser estatisticamente significativa.

Vale destacar também que não foi realizado a ANOVA dos índices de fragilização por hidrogênio, uma vez que estes dependem diretamente das propriedades mecânicas que já foram avaliadas na ANOVA, portanto, sua análise não resultaria em informações significativas. Para um melhor entendimento a Fig. 4.16 mostra os gráficos do efeito da velocidade de ensaio e

hidrogênio difusível para cada parâmetro avaliado, considerando intervalo de confiança de 95 %.

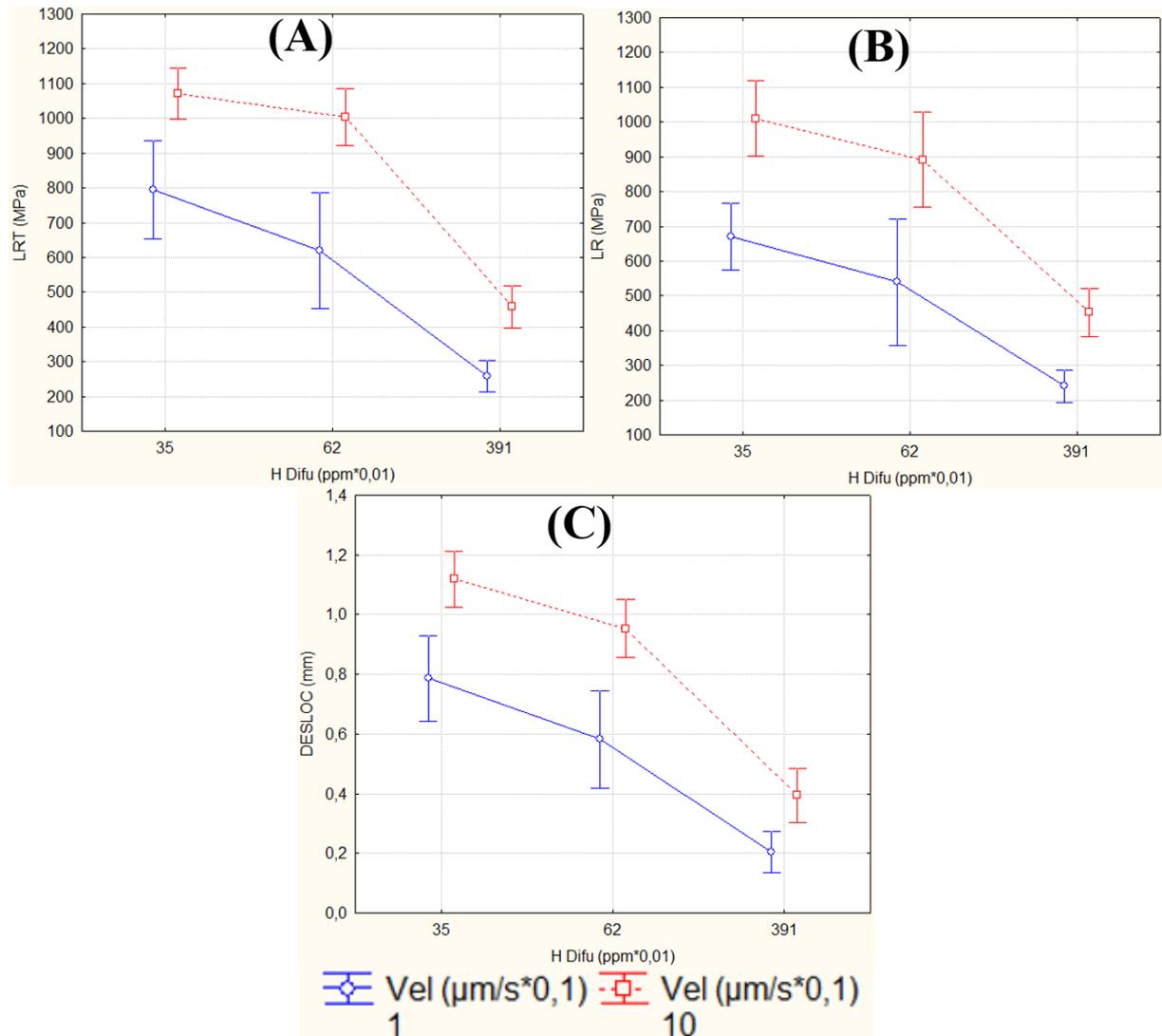


Figura 4.16 – Curva de efeitos avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível para os parâmetros (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento.

A Figura 4.17 mostra os gráficos de probabilidade normal dos resíduos para todos os parâmetros avaliados (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento para a ANOVA fatorial realizada.

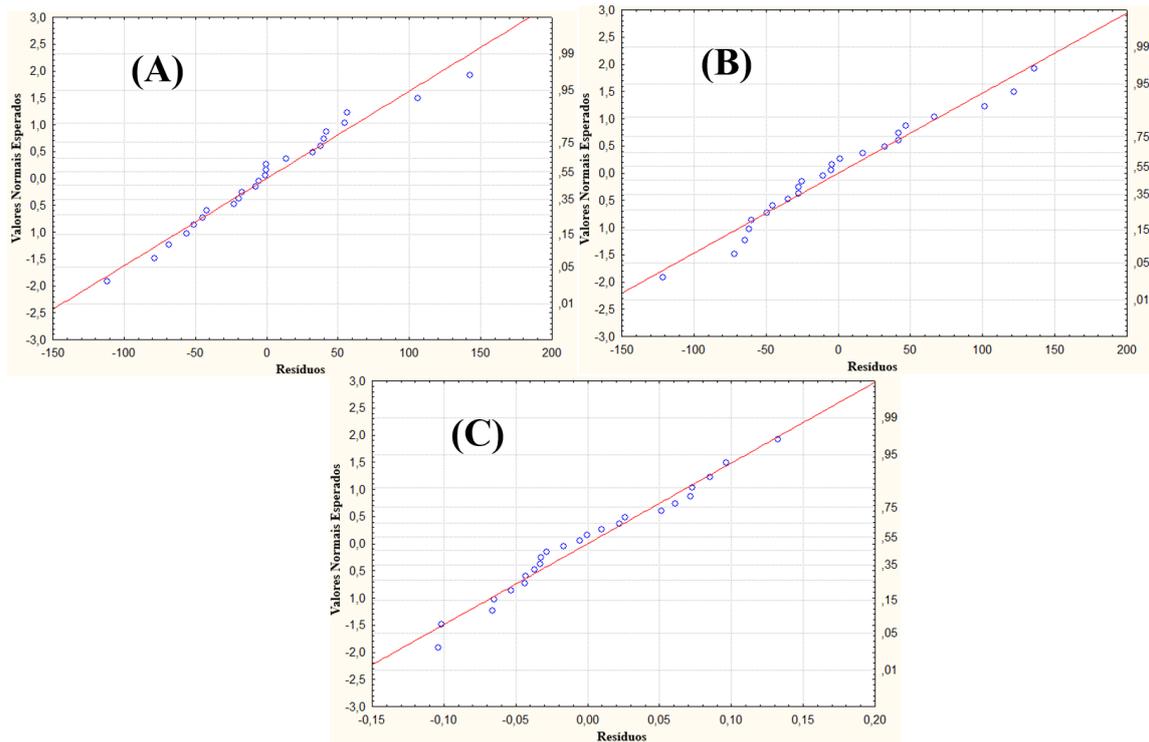


Figura 4.17 – Curva normal de probabilidade dos resíduos da diferença dos resultados (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento; avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível usando uma ANOVA fatorial.

Da Figura 4.17 se conclui que os resíduos têm distribuição próxima da normal para os três parâmetros avaliados.

Os resultados da ANOVA avaliando os efeitos principais de todos os ensaios realizados, obtiveram os resultados dispostos nas Tabs. 4.6 a 4.8. Além disso, as curvas normais de probabilidade de resíduos associados aos resultados são mostradas na Fig. 4.18.

Tabela 4.6 – Resultados da ANOVA de efeitos principais para o LRT dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

LRT	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	492647	1	492647	98,526	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	1780324	3	593441	118,685	0,000000
Erro	115004	23	5000		

Tabela 4.7 – Resultados da ANOVA de efeitos principais para o LR dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

LR	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	544703	1	544703	100,443	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	1324319	3	441440	81,401	0,000000
Erro	124730	23	5423		

Tabela 4.8 – Resultados da ANOVA de efeitos principais para o Deslocamento dos ensaios BTD-SEP analisando a relação dos parâmetros: velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$) e concentração de hidrogênio difusível ($\text{ppm} \cdot 0,01$).

Deslocamento	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	F	<i>p</i>
Velocidade de ensaio (VE) ($\mu\text{m/s} \cdot 0,1$)	0,53287	1	0,53287	56,840	0,000000
Hidrogênio difusível (HD) ($\text{ppm} \cdot 0,01$)	3,12132	3	1,04044	110,982	0,000000
Erro	0,21562	23	0,00937		

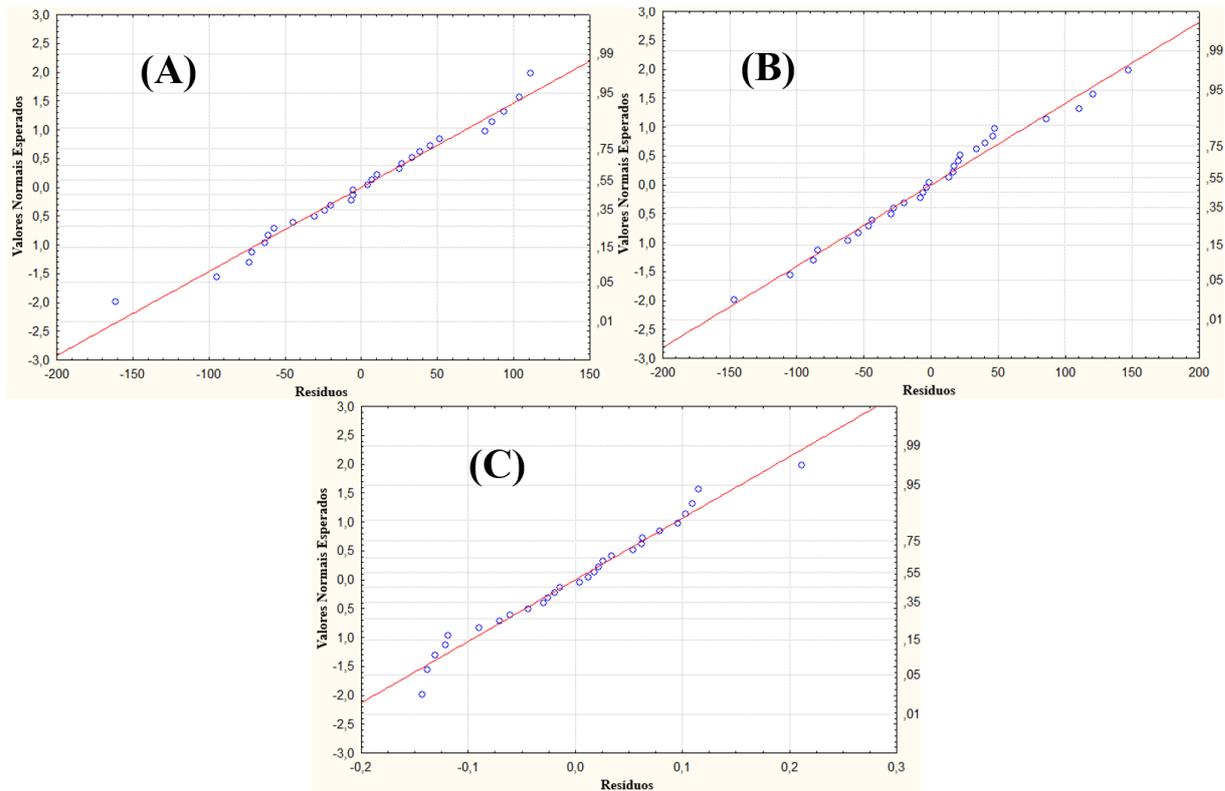


Figura 4.18 – Curva normal de probabilidade dos resíduos da diferença dos resultados (A) LRT; (B) LR; (C) Deslocamento; avaliando a influência da velocidade de ensaio e hidrogênio difusível em uma ANOVA de efeitos principais.

A partir dos resultados da ANOVA de efeitos principais, foi possível obter a confirmação que para todos os parâmetros avaliados via ensaios BT-D-SEP, a velocidade de ensaio e hidrogênio difusível foram influentes. Portanto, foi comprovado que ambas as suposições são verdadeiras, em que o aumento da concentração do hidrogênio difusível e a redução da velocidade de ensaio, em ensaios BT-D, são influentes para uma maior fragilização por hidrogênio em aços de alta resistência.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Este trabalho investigou a influência da fragilização por hidrogênio no aço de alta resistência laminado a frio D-HSS, usando ensaios BT-D-SEP com inserção de hidrogênio *Ex-situ*, considerando dois parâmetros influentes: concentração de hidrogênio difusível e velocidade de ensaio. A seguir são apresentadas as principais conclusões deste trabalho.

- A técnica de permeação de hidrogênio *Ex-situ* permite discretizar níveis de hidrogênio difusível compatíveis que podem ser encontrados em campo, devido aos processos de fabricação da indústria automotiva.
- O processo de preparação de amostra, e preparação do método de permeação de hidrogênio deve ser cuidadosamente padronizado, uma vez que este fator influenciou nos ensaios de extração a quente, adicionando incerteza no processo.
- A presença de envenenador no eletrólito permite o aumento do hidrogênio difusível inserido no material em 77,14 % (0,27 ppm) nas condições usando NaOH.
- A permeação de hidrogênio utilizando H₂SO₄ (3,91 ppm) apresentou uma inserção de hidrogênio superior do que as condições que utilizaram NaOH (0,35 e 0,62 ppm), além de resultar em melhor repetibilidade nos resultados dos ensaios de extração a quente.
- As propriedades do CP SEP1970 (SEP, 2011) no ensaio BT-D-SEP na condição ao ar apresentaram grande dispersão de resultados, além de divergir do comportamento e propriedades obtidas no ensaio de tração convencional. Esse fato pode ser explicado pelos micros defeitos inseridos durante o processo de criação do furo central, que utiliza a técnica de corte por estampagem. A confirmação dessa interação pode ser desenvolvida em trabalhos futuros, com anteparo da microscopia ótica.

- O aumento da concentração de hidrogênio difusível nos ensaios BTD-SEP resultou na progressiva deterioração das propriedades mecânicas avaliadas (limite de resistência a tração, limite de ruptura e deslocamento), e consequentemente aumentando os índices de fragilização por hidrogênio obtidos. Dessa forma, a concentração de hidrogênio difusível é um parâmetro influente para o aumento do IFH no aço D-HSS.
- Os resultados obtidos para o mesmo método de carregamento, variando apenas a velocidade de ensaio, mostraram que a velocidade de 0,1 $\mu\text{m/s}$ foi significativamente mais influente para a deterioração das propriedades mecânicas do que a velocidade de 1 $\mu\text{m/s}$. Dessa forma, a velocidade de ensaio é um parâmetro influente para o aumento do IFH no aço D-HSS.
- As ANOVA(s) realizadas confirmaram que a concentração de hidrogênio difusível e a velocidade de ensaio são parâmetros estatisticamente significativos nos valores dos parâmetros LRT, LR, Deslocamento, IFH LRT, IFH LR e IFH Deslocamento obtidos via ensaios BTD-SEP. No entanto, a interação entre os dois parâmetros só foi influente para os resultados do limite de resistência a tração e no índice de fragilização por hidrogênio desta propriedade mecânica.

Para dar continuidade no estudo da influência da fragilização por hidrogênio nos aços de alta resistência são sugeridos os seguintes tópicos para trabalhos futuros:

- Realização de ensaios BTD-SEP em outros aços de alta resistência.
- Realização de ensaios considerando mais valores de velocidade de ensaio, a fim de obter a velocidade de ensaio em que este parâmetro não seja mais influente.
- Realização do estudo analisando mais métodos de permeação de hidrogênio, a fim de determinar o valor de hidrogênio crítico, como o desenvolvido por Gao (2017), utilizando também a norma SEP1970 (SEP, 2011).
- Realização do estudo da influência da condição de corte sobre a FH em aços de alta resistência, estudando também a avaliação da quantidade de deformação e geração de danos localizados nessas regiões de corte.

REFERÊNCIAS

ASTM E8/E8M. **Standard Test Methods for Tensions Testing of Metallic Materials** ASTM International, 2020

ASTM G129. **Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking** 1. v. 00, n. Reapproved 2013, p. 1– 7, 2014

ASTM. ASTM G148 - 97 **Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique**. n. Reapproved, p. 1–10, 2018.

BARNOUSH, Afrooz; VEHOFF, Horst. **Recent developments in the study of hydrogen embrittlement: Hydrogen effect on dislocation nucleation**. Acta Materialia, v. 58, n. 16, p. 5274-5285, 2010.

BERGMANN. C. et al. **Hydrogen embrittlement resistance evaluation of advanced high strength steel grades in automotive applications BMW Group**, Germany. SteelyHydrogen, n. 1, p.A01, 2018

BERGMANN. C. **Hydrogen embrittlement resistance evaluation of advanced high strength steel grades in automotive applications**. 2020.

CALLISTER, W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. LTC Editora, 5a edição. Rio de Janeiro, 2000.

CHUNG, K. et al. **Formability of TWIP (twinning induced plasticity) automotive sheets**. International Journal of Plasticity, v. 27, n. 1, p. 52-81, jan. 2011.

CLAUZEAU, O. et al. **Hydrogen embrittlement and delayed fracture of advanced high-strength steels for the automotive industry**. Research report, Institut de la Corrosion 2011: 4.

DEPOVER, Tom; WALLAERT, Elien; VERBEKEN, Kim. **Fractographic analysis of the role of hydrogen diffusion on the hydrogen embrittlement susceptibility of DP steel**. Materials Science and Engineering: A, v. 649, p. 201-208, 2016.

DIN 50969-1: **Prevention of Hydrogen-Induced Brittle Fracture of High-Strength Steel Building Elements: Part 1: Advice on the Prevention**. Beuth, Berlin, Germany, 2009.

EAVES, D.; WILLIAMS, G.; MCMURRAY, H. N. **Inhibition of self-corrosion in magnesium by poisoning hydrogen recombination on iron impurities**. Electrochimica Acta, v. 79, p. 1-7, 2012.

FU, Hao et al. **Study of hydrogen-induced delayed fracture in high-Mn TWIP/TRIP steels during in situ electrochemical hydrogen-charging: Role of microstructure and strain rate in crack initiation and propagation**. Corrosion Science, v. 162, p. 108191, 2020.

GAO, Qi; BLECK, Wolfgang; ZANDER, Brita Daniela. **Investigations on Hydrogen Embrittlement of Advanced High Strength Steels for Automotive Applications**. Lehrstuhl und Institut für Eisenhüttenkunde, 2017.

GARCIA, A.; SANTOS, C.A.; SPIN, J.A. **Ensaio dos Materiais**. Editora: LTC, 2ª edição. Rio de Janeiro, 2012.

GOMES, F. P. **Curso de estatística experimental**. 13. ed. Piracicaba: Nobel, 1990.

HIRTH, J. P. **Effects of hydrogen on the properties of iron and steel**. Metallurgical Transactions A, v. 11, n. 6, p. 861-890, jun. 1980.

ISO 16573 Steel — **Measurement method for the evaluation of hydrogen embrittlement resistance of high strength steels**. v. ISO 16573, 2015.

ISO 7539-7. Corrosion of metals and alloys - Stress corrosion testing - Part 7: Method for slow strain rate testing. v. 3, 2005.

JOHNSON, W. H. On Some Remarkable Changes Produced in Iron and Steel by the Action of Hydrogen and Acids. Proceedings of the Royal Society of London, v. 23, p. 168–179, 1875.

KIM, Hye-Jin et al. Baking effect on desorption of diffusible hydrogen and hydrogen embrittlement on hot-stamped boron martensitic steel. Metals, v. 9, n. 6, p. 636, 2019.

KIM, H-J. et al. Diffusible hydrogen behavior and delayed fracture of cold rolled martensitic steel in consideration of automotive manufacturing process and vehicle service environment. Journal of Materials Research and Technology, v.9, n. 6, p.13483-13501, Nov. 2020.

KIUCHI, K.; MCLELLAN, R. B. The solubility and diffusivity of hydrogen in well-annealed and deformed iron. Acta Metallurgica, v. 3, n. 7, p. 961-984, Jul, 1983.

LAHAJIE C., Blowey A., Loisaux J., Ennis B., Mass Saving Potential of dual phase steels with improved formability, Proceedings of 4th International Conference on Steels in Cars and Trucks, 2014, Braunschweig, 103-108.

LASIA A, Grégoire D. General-model of electrochemical hydrogen absorption into metals. J Electrochem Soc 1995; 142: 3393–3399.

LOIDL, M. Entwicklung einer Prüfmethodik zur Charakterisierung höchstfester Karosseriestähle hinsichtlich des Risikos zur Wasserstoff induzierten Rissbildung. PhD thesis, Universität Stuttgart, 2014.

LIU, Q. et al. A review of the influence of hydrogen on the mechanical properties of DP, TRIP, and TWIP advanced high-strength steels for auto construction. Corrosion Reviews, v.34, n.3, p.127-152, 1 jun. 2016.

LYNCH, Stan. **Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms**. Corrosion reviews, v. 30, n. 3-4, p. 105-123, 2012.

MOMOTANI, Yuji et al. **Effect of strain rate on hydrogen embrittlement in low-carbon martensitic steel**. International Journal of Hydrogen Energy, v. 42, n. 5, p. 3371-3379, 2017.

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. 8. ed. New York: John Wiley & Sons, 2012.

OIKAWA, H; et al. **Resistance Spot Weldability oh High Strength Steel (HSS) Sheets for Automobiles**. NIPPON STEEL TECHNICAL REPORT. n.95, Jan, 2007.

OLIVER, S. et al. **Dual phase versus TRIP strip steels: microstructural changes as a consequence of quasi-static and dynamic tensile testing**. Materials Characterization 58 (2007), 4, 390-400.

ROCHA, Keslei Rosendo; JÚNIOR, Arilton Januário Bacelar. **ANOVA medidas repetidas e seus pressupostos: análise passo a passo de um experimento**. Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia-ISSN: 1984-5693, v. 10, p. 29, 2018.

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

RUDOMILOVA, D.; PROŠEK, T.; LUCKENEDER, G. **Techniques for investigation of hydrogen embrittlement of advanced high strength steels**. Corrosion Reviews, v. 36, n. 5, p. 413–434, 2018.

SALMI, S.; RHODE, M.; JÜTTNER, S.; ZINKE, M. **Hydrogen determination in 22MnB5 steel grade by use of carrier gas hot extraction technique**. Welding in the World, v. 59, n. 1, p. 137–144, 31 jan. 2015.

SCHARF, R. et al. **Hydrogen embrittlement of DP-1000 flat steel sheet: Influence of mechanical properties, specimen geometry, pre-damaging and electrolytically zinc galvanizing.** Materials and Corrosion, v. 67, n. 3, p. 239-250, 2016.

SCHIMITT, J. H.; IUNG, T.; **New developments of advanced high-strength steels for automotive applications.** Comptes Rendus Physique, p.642-655, 2018.

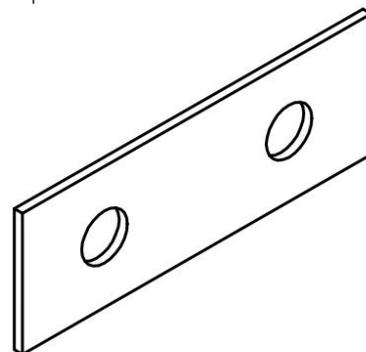
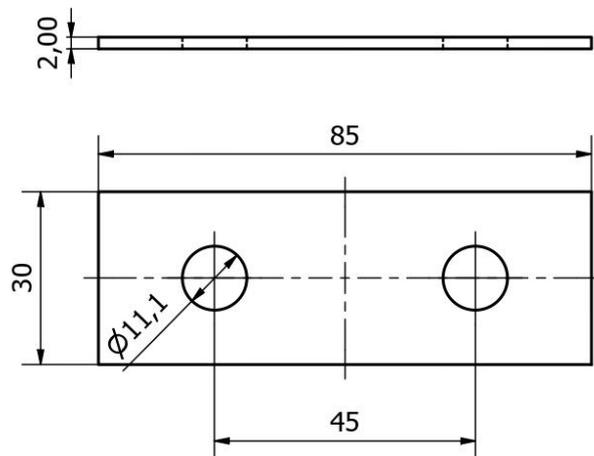
SEP 1970: STAHLINSTITUTS VDEH. 2011-05: **Test of the resistance of Advanced High Strength Steels (AHSS) for automotive applications against production related hydrogen induced brittle fracture.** 2011.

SOUZA, S. A.; **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos: fundamentos teóricos e práticos.** Editora: Edgard Blücher Ltda, 5a edição. São Paulo, 1982.

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

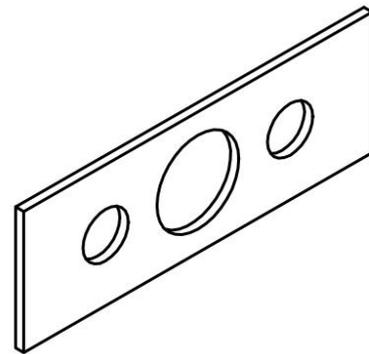
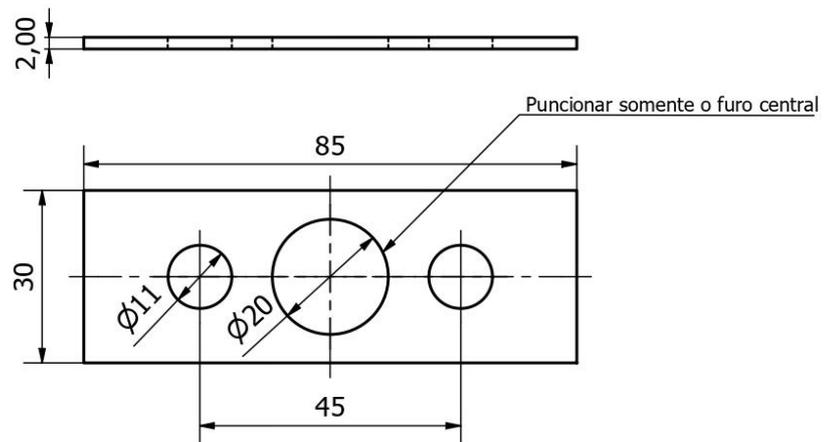
VALENTINI, Renzo et al. **Investigation of mechanical tests for hydrogen embrittlement in automotive PHS steels.** Metals, v. 9, n. 9, p. 934, 2019.

Apêndice A – Desenho técnico do CP usado

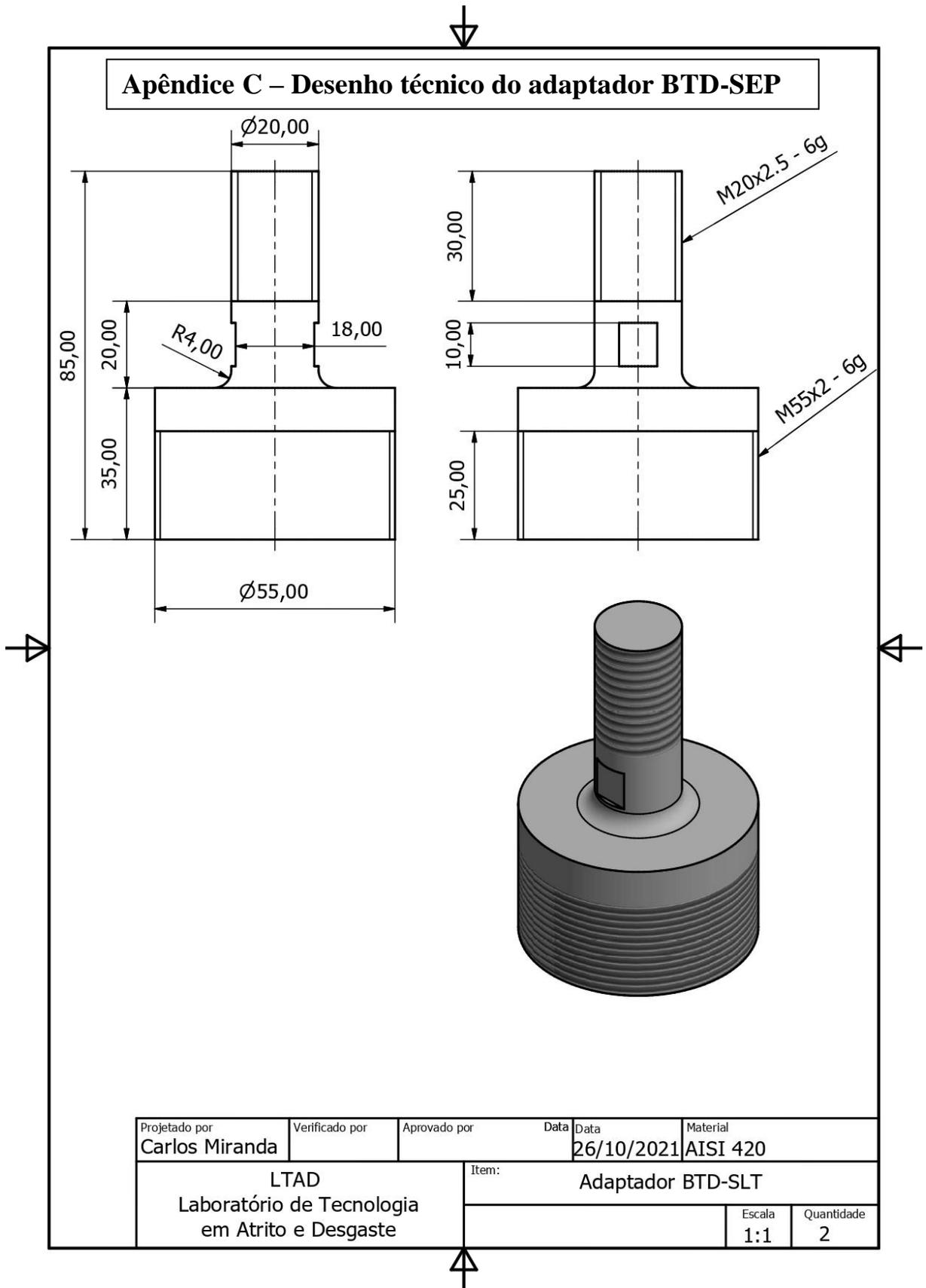


Projetado por Luiz Fernando	Verificado por	Aprovado por	Data 16/08/2021	Material
			CP Puncionado SEP	
			Escala 1 : 1	Quantidade 10

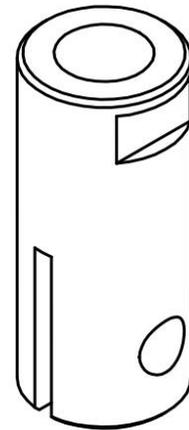
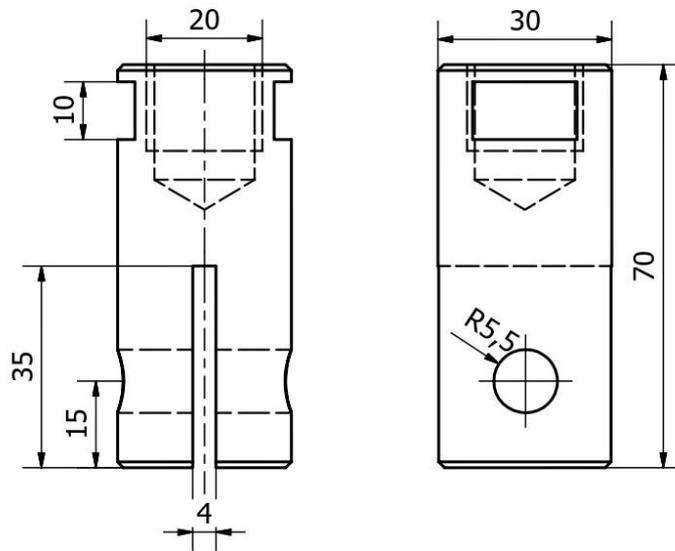
Apêndice B – Desenho técnico do CP puncionado



Projetado por Luiz Fernando	Verificado por	Aprovado por	Data 16/08/2021	Material
 Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste		CP Puncionando SEP		
		CP Puncionado SEP	Escala 1 : 1	Quantidade 18



Apêndice D – Desenho técnico da garra do proof ring



Projetado por Luiz Fernando	Verificado por	Aprovado por	Data 06/07/2020	Material Aço inoxidável
			Garra Proof Ring (USIM1)	
			Escala 1 : 1	Quantidade 2

Apêndice E – Resultados BTD-SEP

Tabela E.1 – Resultados dos ensaios BTD-SEP na condição 0,1M NaOH e 1 $\mu\text{m/s}$ e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,1M NaOH 1 $\mu\text{m/s}$			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	1016,6	983,2	1,076
2	1071,9	984,9	1,114
3	1072,3	961,2	1,204
4	1129,1	1111,7	1,082
Média	1072,5	1010,2	1,119
s	45,9	68,5	0,059

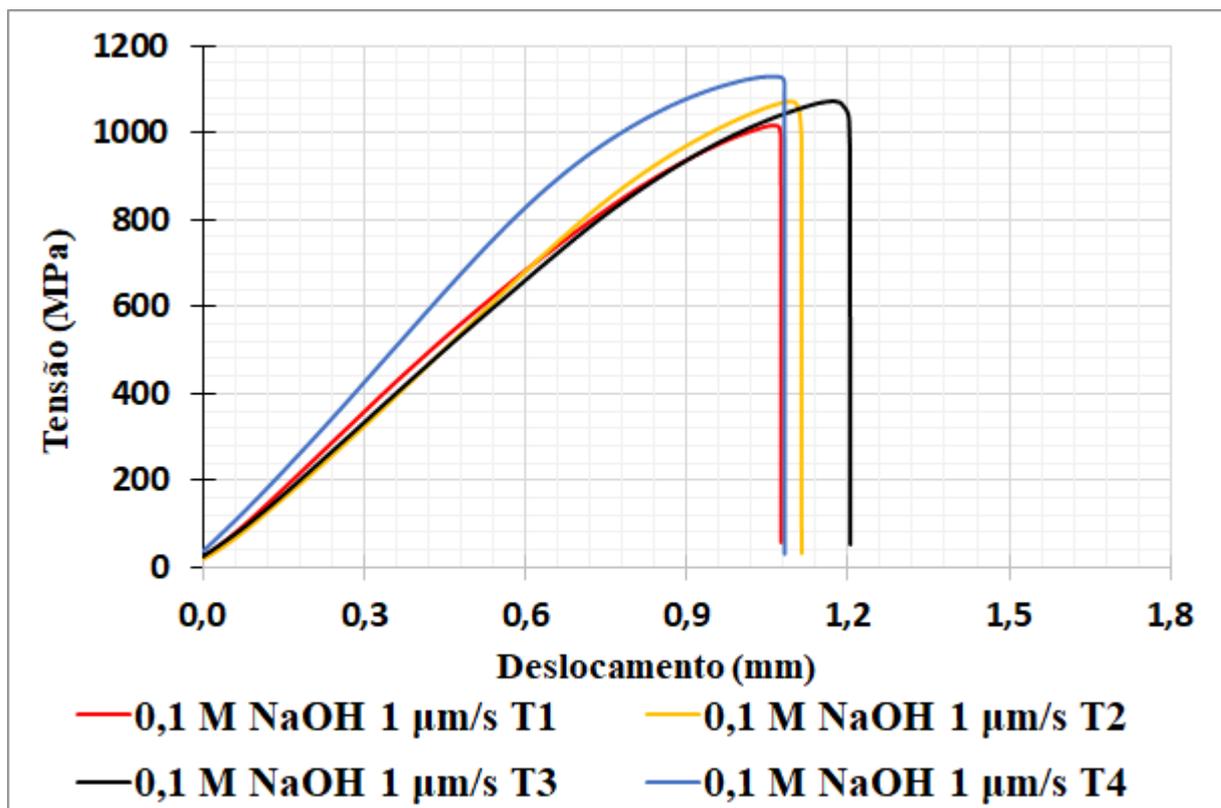


Figura E.1 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BTD-SEP na condição de carregamento utilizando 0,1M NaOH e velocidade de ensaio de 1 $\mu\text{m/s}$.

Tabela E.2 – Resultados dos ensaios BT-D-SEP na condição 0,1M NaOH e 0,1 $\mu\text{m/s}$ e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,1M NaOH 0,1 $\mu\text{m/s}$			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	902,0	737,2	0,882
2	717,5	605,7	0,743
3	836,0	702,8	0,837
4	727,6	635,5	0,682
Média	795,8	670,3	0,786
s	88,9	60,3	0,091

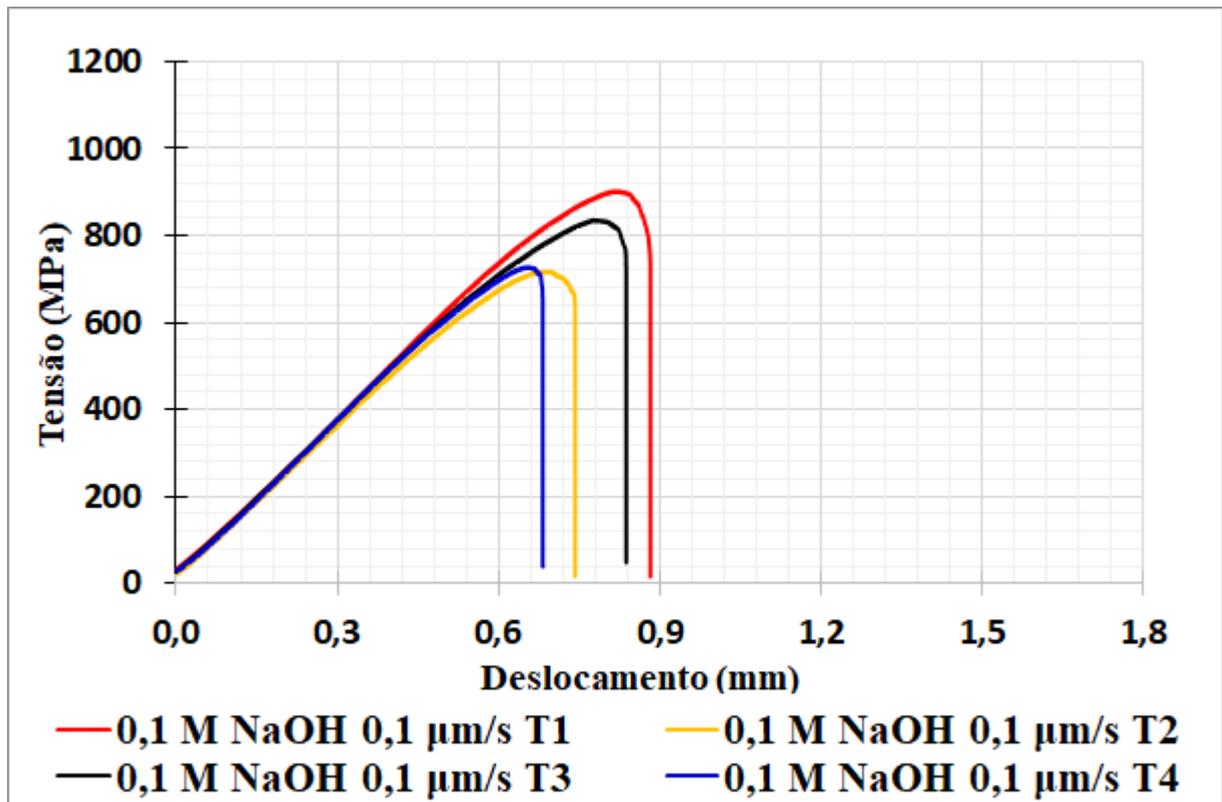


Figura E.2 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BT-D-SEP na condição de carregamento utilizando 0,1M NaOH e velocidade de ensaio de 0,1 $\mu\text{m/s}$.

Tabela E.3 – Resultados dos ensaios BTD-SEP na condição 0,1M NaOH+ 1g/L Tiocianato e 1 $\mu\text{m/s}$ e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato 1 $\mu\text{m/s}$			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	959,2	820,0	1,026
2	1036,4	886,8	0,921
3	1058,8	1013,1	0,980
4	961,9	846,1	0,887
Média	1004,1	891,5	0,954
s	51,1	85,6	0,062

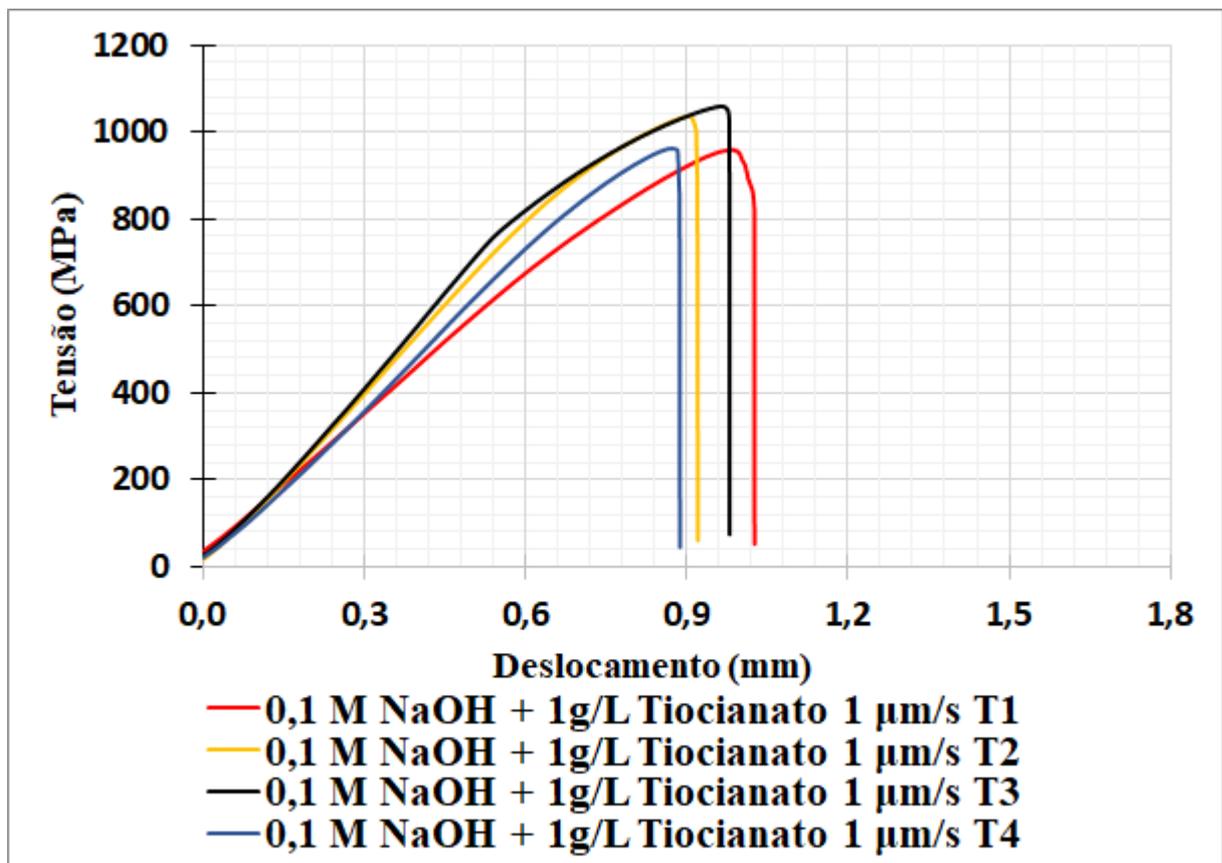


Figura E.3 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BTD-SEP na condição de carregamento utilizando 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato e velocidade de ensaio de 1 $\mu\text{m/s}$.

Tabela E.4 – Resultados dos ensaios BTD-SEP na condição 0,1M NaOH+ 1g/L Tiocianato e 0,1 $\mu\text{m/s}$ e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato 0,1 $\mu\text{m/s}$			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	761,9	675,4	0,715
2	507,6	418,2	0,481
3	596,8	477,6	0,529
4	611,7	586,6	0,605
Média	619,5	539,5	0,583
s	105,5	114,4	0,102

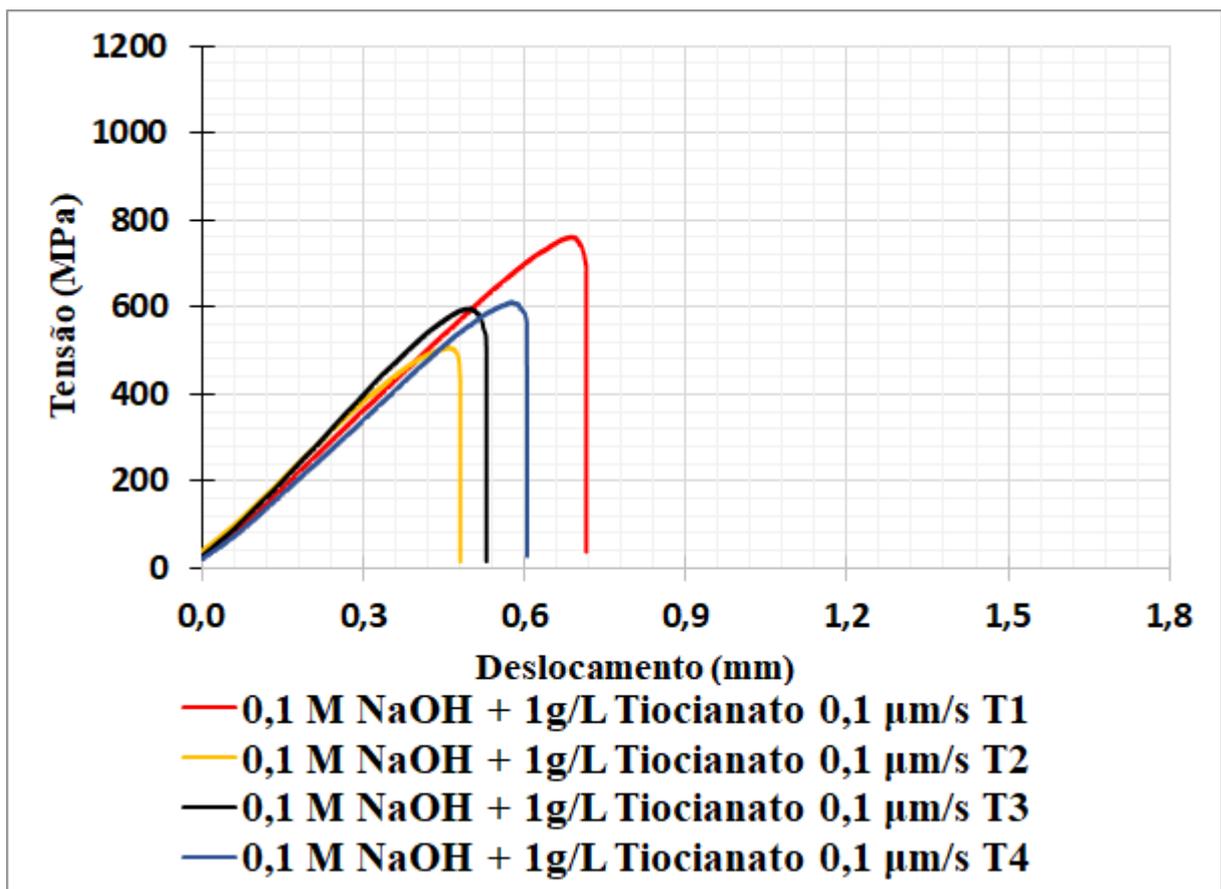


Figura E.4 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BTD-SEP na condição de carregamento utilizando 0,1M NaOH + 1g/L Tiocianato e velocidade de ensaio de 0,1 $\mu\text{m/s}$.

Tabela E.5 – Resultados dos ensaios BTD-SEP na condição 0,5M H₂SO₄ + 1g/L Tiourea e 1 μm/s e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,5M H ₂ SO ₄ + 1g/L Tiourea 1 μm/s			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	761,9	675,4	0,715
2	507,6	418,2	0,481
3	596,8	477,6	0,529
4	611,7	586,6	0,605
Média	619,5	539,5	0,583
s	105,5	114,4	0,102

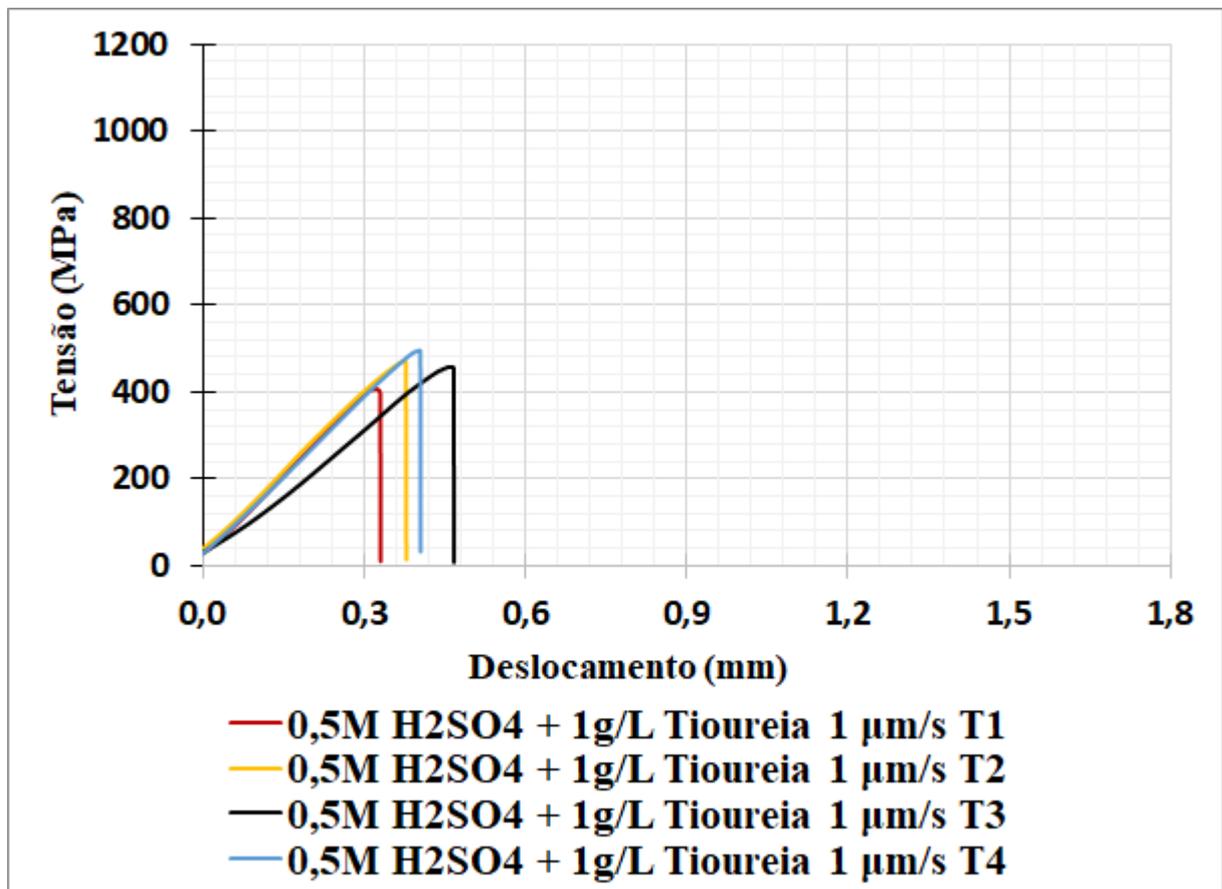


Figura E.5 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BTD-SEP na condição de carregamento utilizando 0,5M H₂SO₄ + 1g/L Tiourea e velocidade de ensaio de 1 μm/s.

Tabela E.6 – Resultados dos ensaios BT-D-SEP na condição 0,5M H₂SO₄ + 1g/L Tioureia e 0,1 μm/s e os valores médios e seus respectivos desvios padrão com nível de confiança de 95 %.

Resultados na condição 0,5M H ₂ SO ₄ + 1g/L Tioureia 0,1 μm/s			
CP	Limite de resistência a tração (MPa)	Limite de Ruptura (MPa)	Deslocamento (mm)
1	253,8	230,2	0,205
2	239,9	213,1	0,177
3	242,1	236,4	0,173
4	300,9	282,2	0,267
Média	259,2	240,5	0,205
s	28,5	29,5	0,043

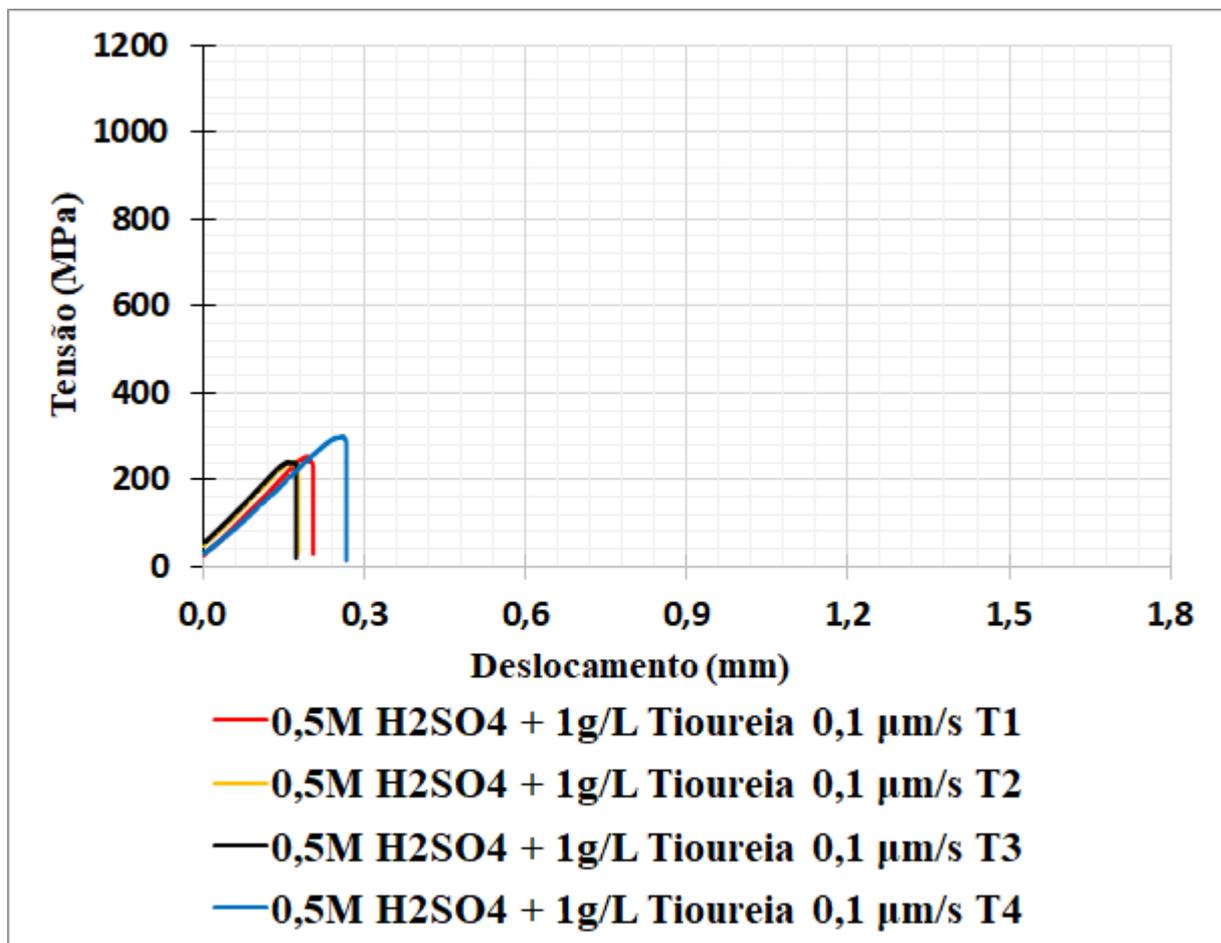


Figura E.6 – Curva Tensão x Deslocamento com os resultados dos ensaios BT-D-SEP na condição de carregamento utilizando 0,5M H₂SO₄ + 1g/L Tioureia e velocidade de ensaio de 0,1 μm/s.

Anexo A – Certificado de calibração da Instron

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON

DATA DE EMISSÃO:
10-May-16

NÚMERO DO CERTIFICADO:
16051001MC



Equipamentos Científicos Instron Ltda

Praça das Begônias, 14 Centro Comercial
Alphaville, Barueri, SP 06453-061
Telefone: +55(11) 4689-5481
Fax: +55(41) 3035-9421
E-mail: service_brasil@instron.com

Página 1 de 4 páginas

SIGNATÁRIO APROVADO

Flavio H. D'Agostino
Gerente Técnico
Flavio H. D'Agostino

Tipo de calibração: Força
Padrão relevante: ISO 7500-1: 2004
Data da calibração: 10-May-16

Ciente

Nome: UFU - Lab. de Tecnologia em Atrito e Desgaste
Local: Av. João Naves de Ávila, 2121 - Campus Santa Mônica Bloco 5F
Uberlândia_MG 38408-100
País: Brasil
Temperatura ambiente: 25.8 °C
O.C./Nº do contrato:
Contato: Raphael Rezende Pires E-mail: raphaelpires@yahoo.com.br

Máquina

Fabricante: INSTRON
ID do sistema: 8801MTU6168
Tipo: Servo-Hidráulica
Intervalo único
Ano de fabr.: 2015

Transdutor

Fabricante: INSTRON
ID do transdutor: 2527-111/302718
Capacidade: 100 kN
Tipo: Tensão/Compressão

Classificação

A máquina de testes acima foi verificada com os indicadores e nos modos mostrados abaixo somente para o aumento da força, de acordo com a norma ISO 7500-1 usando um equipamento de verificação calibrado de acordo com a norma ISO 376.

Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)

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 do seguinte: erro, repetitividade, retorno para zero, resolução e classificação do dispositivo de teste.

Método de verificação

O cálculo da precisão e do erro de repetitividade e a classificação do desempenho da máquina de testes foram realizados de acordo com o método especificado no Anexo C da norma ISO 7500-1.

A máquina de teste foi verificada na condição "conforme encontrada".

Antes da calibração, a máquina foi inspecionada para se verificar se ela estava em boas condições de funcionamento, tendo

Instron CalproCR versão 3.29

Este certificado cumpre os requisitos do Cgcre/Inmetro, que avaliaram a competência do laboratório e atestaram sua rastreabilidade pelas normas nacionais e internacionais. Os resultados indicados neste certificado e o seguinte relatório estão relacionados apenas aos itens verificados. Quaisquer limitações de uso em consequência dessa verificação serão indicadas nos comentários. Este relatório não deve ser reproduzido, exceto por completo, sem a aprovação do laboratório emissor.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

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

NÚMERO DO CERTIFICADO:
16051001MC

Página 2 de 4 páginas

sido comprovado que satisfazia as diretrizes da seção 5 da norma ISO 7500-1.
Nenhum acessório vinculado mecanicamente foi montado ao se realizar essa calibração.

Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)**TENSÃO**

% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)							
Retorno para 0					0.5		
20	0.11	0.08	-0.05	0.16	1	0.40	0.090
40	0.05	0.02	-0.05	0.10	1	0.39	0.16
60	-0.01	-0.02	-0.06	0.05	1	0.39	0.23
80	0.01	-0.03	-0.08	0.09	1	0.39	0.31
100	-0.06	-0.08	-0.13	0.07	0.5	0.39	0.39

Resumo de dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)**COMPRESSÃO**

% do intervalo	Erro na execução 1 (%)	Erro na execução 2 (%)	Erro na execução 3 (%)	Erro de repetitividade (%)	Classe	Incerteza relativa*	Incerteza da medição* (± kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)							
Retorno para 0					0.5		
20	-0.31	-0.23	-0.24	0.08	0.5	0.33	0.075
40	-0.20	-0.15	-0.14	0.06	0.5	0.33	0.13
60	-0.12	-0.09	-0.12	0.03	0.5	0.33	0.20
80	-0.07	-0.06	-0.07	0.01	0.5	0.33	0.26
100	-0.04	-0.03	-0.03	0.01	0.5	0.33	0.33

Classe de pior resolução: 0.5 para 100 Intervalo % (indicador 1: Tensão), 0.5 para 100 Intervalo % (indicador 1: Compressão).

* A incerteza expandida relatada baseia-se em uma incerteza padrão multiplicada por um fator de cobertura $k = 2$, proporcionando um nível de confiança de aproximadamente 95%.

O estado de incerteza refere-se a valores obtidos durante a calibração e não leva em consideração fatores como efeitos do desvio de longo prazo, temperatura e alinhamento. A influência desses fatores deve ser levada em consideração pelo usuário do dispositivo de medição de força.

Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)**TENSÃO**

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)						
Retorno para 0	0.001		0.006		0.005	
20	22.500	22.4745	22.501	22.4834	22.500	22.5103
40	39.999	39.9808	40.000	39.9928	40.003	40.0226
60	60.000	60.00852	60.003	60.01746	60.002	60.03534
80	80.036	80.02427	80.024	80.04513	80.009	80.07494

Instron CalproCR versão 3.29

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. 8.9.374 (kN)**TENSÃO**

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: 100.1324 kN)						
100	100.002	100.0668	100.019	100.1026	100.007	100.1324

Dados - Indicador 1. - Leitura digital: Console v. 8.9.374 (kN)**COMPRESSÃO**

% do intervalo	Execução 1		Execução 2		Execução 3	
	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)	Indicado (kN)	Aplicado (kN)
100 Intervalo % (escala completa: -100.043 kN)						
Retorno para 0	0.005		-0.004		0.001	
20	-22.498	-22.5669	-22.502	-22.555	-22.509	-22.5639
40	-39.999	-40.0792	-40.001	-40.0613	-40.013	-40.0703
60	-60.002	-60.0711	-60.003	-60.05918	-60.004	-60.07706
80	-80.009	-80.06301	-80.011	-80.06003	-80.003	-80.05705
100	-100.000	-100.043	-100.005	-100.0341	-100.009	-100.037

Equipamento de verificação

ID do equipamento	Descrição	Capacidade	Data da cal.	Validade da cal.	Ref. do certificado
114378A	célula de carga	142000 lbf	27-Oct-14	27-Oct-16	10272014SA
975608	indicador de temp.	NA	05-Oct-15	05-Oct-17	TP-10-093/15
J93157	indicador de força	NA	03-Sep-14	03-Sep-16	09032014CB

A classe do equipamento de verificação foi igual ou melhor que a classe na qual essa máquina de testes foi verificada.

A temperatura média do equipamento durante a verificação foi de 28.5°C.

Utilização do equipamento de verificação

Intervalo (%)	Modo	ID do equipamento	Percentual(is) do intervalo	Precisão (+/-)
100	Tensão	114378A	20/ 40/ 60/ 80	0.32% da leitura
		114378A	100	0.16% da leitura
100	Compressão	114378A	20/ 40/ 60/ 80/ 100	0.16% da leitura
Todos	Tensão-Compressão	975608	Todos	1.8 °F

Os padrões da Instron são rastreáveis ao SI (Sistema Internacional de Unidades) por meio de padrões mantidos pelo Inmetro ou outro Instituto Nacional de Metrologia reconhecido internacionalmente.

A precisão do indicador de força usado com um dispositivo elástico está incorporada na precisão informada pelo dispositivo.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

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

NÚMERO DO CERTIFICADO:

16051001MC

Página 4 de 4 páginas

A precisão do equipamento de verificação usado foi igual ou melhor que a precisão indicada na tabela acima.

Comentários

Verificado por: Marcio Campolina
Service Technician

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

Anexo B – Certificado de calibração do termo-higrômetro digital



Certificado de Calibração

Laboratório de Temperatura & Umidade

Número do Certificado R4996/13 *Folha* 1 / 2



CONTRATANTE : Universidade Federal de Uberlândia - UFU
 ENDEREÇO : Av. João N. de Ávila, 2121, Bl. 1M - Campus Sta. Mônica - Uberlândia - MG
 INTERESSADO : O mesmo
 ENDEREÇO : O mesmo

INSTRUMENTO : Termohigrômetro Digital
 FABRICANTE : Instrutherm
 MODELO : HT-260
 IDENTIFICAÇÃO : Não especificado
 NÚMERO DE SÉRIE : 06120362

DATA DA CALIBRAÇÃO : 19/06/2013 LOCAL DA CALIBRAÇÃO : Laboratório Elus
 PRÓXIMA CALIBRAÇÃO : Determinado pelo cliente TEMPERATURA DO AR : 23°C ± 5°C
 DATA DA EMISSÃO : 20/06/2013 UMIDADE RELATIVA AR : 45%UR a 70%UR

PADRÕES UTILIZADOS :
 Termohigrômetro Digital identificação EL-225 rastreado por Laboratório RBC - CAL 0439 em 28/02/2013 sob certificado R1678/13 válido até fevereiro/2014.

PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO :
 - A calibração foi realizada pelo método comparativo contra padrões de referência, seguindo os procedimentos internos: PCT-003 rev. 01 / PCT-012 rev. 02.

OBSERVAÇÕES :
 - Este certificado atende aos requisitos de acreditação pelo CGCRE, o qual avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida.
 - A calibração foi realizada em 3 medições por ponto. O Valor Verdadeiro foi herdado pela média de 3 medições obtidas pelo padrão em cada ponto.
 - Os valores de temperatura apresentados estão em conformidade com a Escala Internacional de Temperatura de 1990.
 - k = fator de abrangência (fator multiplicativo adimensional) / v_{eff} = graus de liberdade efetivo. / I.M. = Incerteza de Medição.

TÉCNICO EXECUTANTE: CAIO CESAR SILVA

Julio Cesar Pereira de Souza
 Gerente Técnico Substituto
 RODRIGO BOMES CORDEIRO
 GERENTE TÉCNICO

A reprodução deste certificado só poderá ser total, sem nenhuma alteração. Os Resultados deste certificado referem-se somente ao item calibrado ou ensaiado. Este certificado atende os requisitos estabelecidos pela norma NBR ISO/IEC 17025. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência "k" 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.

Rua Dendezeiro, 29 | Jd. Matarazzo | São Paulo | SP | 03813-130 | Tel 11 2214-0049 | Email: atendimento@elusinstrumentacao.com.br



Certificado de Calibração

Laboratório de Temperatura & Umidade

Número do Certificado R4996/13 *Folha* 2 / 2

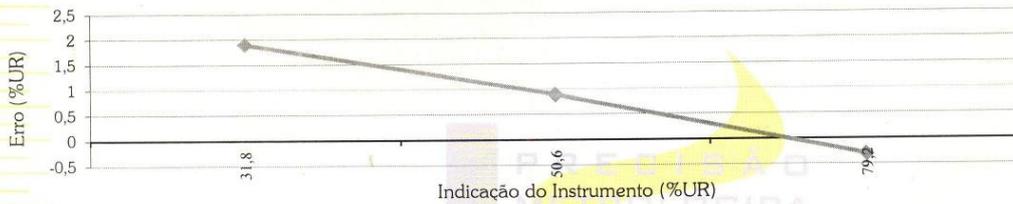
Laboratório de Calibração acreditado pelo CGCRE de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0439.

RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO :

UMIDADE RELATIVA DO AR SENSOR EXTERNO : TEMPERATURA DA CALIBRAÇÃO - 20°C

Sensor - Fabricante: Não especificado; Modelo: Não especificado; Id.: Não especificado; n°.s.: Não especificado
Faixa de medição: 0 ~ 100 %UR, divisão de escala: 0,1 %UR.

Indicação do Instrum. (%UR)	Valor Verdadeiro (%UR)	Erro (%UR)	I.M. (%UR)	k	Veff
31,8	29,9	1,9	1,0	2,00	∞
50,6	49,7	0,9	1,0	2,00	∞
79,2	79,5	-0,3	1,3	2,00	∞



TEMPERATURA SENSOR EXTERNO :

Sensor - Fabricante: Não especificado; Modelo: Não especificado; Id.: Não especificado; n°.s.: Não especificado
Faixa de medição: -20 ~ 60 °C, divisão de escala: 0,1 °C.

Imersão (mm)	Indicação do Instrum. (°C)	Valor Verdadeiro (°C)	Erro (°C)	I.M. (°C)	k	Veff
---	20,6	20,0	0,6	0,3	2,00	∞
---	25,9	25,0	0,9	0,3	2,00	∞
---	31,3	30,0	1,3	0,3	2,00	∞



A reprodução deste certificado só poderá ser total, sem nenhuma alteração. Os Resultados deste certificado referem-se somente ao item calibrado ou ensaiado. Este certificado atende os requisitos estabelecidos pela norma NBR ISO/IEC 17025. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência "k" 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.

Anexo C – Certificado de calibração da balança digital

Declaration of Conformity

Konformitätserklärung

Mettler-Toledo GmbH
Laboratory Weighing

Erstelldatum: Dienstag, 9. Februar 2016

Geräteidentifikation

Modell	ME204
Serienummer	8605074289
Auftragsnummer	11002368855

Metrologische Daten

Messbereich(e)	Höchstlast	Ablesbarkeit	Eichwert
Max1	220 g	d1 = 0.1 mg	e1 = ---
Max2	---	d2 = ---	e2 = ---
Genauigkeitsklasse gemäss OIML	---		
Bauartzulassung	---		

METTLER TOLEDO

EG-Konformitätserklärung



Die Unterzeichner, die den nachstehenden Hersteller vertreten

Mettler-Toledo GmbH
Im Langacher 44
8606 Greifensee
Switzerland

erklären hiermit, dass das Produkt die folgenden Europäischen Richtlinien erfüllt:

2006/95/EG	Elektrische Betriebsmittel zur Verwendung innerhalb bestimmter Spannungsgrenzen
2004/108/EG	Elektromagnetische Verträglichkeit

Folgende harmonisierte Normen wurden angewandt, um die Anforderungen der aufgelisteten Richtlinien zu erfüllen:

EN 61010-1	Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte - Allgemeine Anforderungen
EN 61326-1	Elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte - Elektromagnetische Verträglichkeit - Allgemeine Anforderungen ⁽¹⁾

Mettler-Toledo GmbH
Laboratory Weighing

Peter Aggersbjerg
Geschäftsführer

Marcel Strotz
Leiter SBU Basic Weighing

(1) Die EMV-Fachgrundnormen der EN 61000 Serie sehen vor, dass Produktnormen an Stelle der Fachgrundnormen angewendet werden, sofern diese verfügbar sind. Diese Forderung wird für das hier beschriebene Gerät durch die Anwendung der EN 61326-1 umgesetzt. Diese Norm nimmt auch Bezug auf die anwendbaren Testnormen der EN 61000 Serie und deckt sowohl Anforderungen bezüglich Emission als auch bezüglich Immunität ab.

Im Weiteren erfüllt das Gerät die Anforderungen, die in den folgenden Vorschriften festgelegt sind:

USA, Kanada	 	<p>Title 47, CFR 15 "Federal Communications Commission FCC - Radio Frequency Devices - EMC emissions, Class A"</p> <p>UL 61010-1 (3rd edition) "Electrical Equipment for Laboratory Use: General Requirements"</p> <p>CAN/CSA C22.2 No. 61010-1-12 "Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control and Laboratory Use: General Requirements"</p>
Australien, Neuseeland		<p>AS/NZS CISPR 11 "Industrial scientific and medical (ISM) radio-frequency equipment - Electromagnetic disturbance characteristics - Limits and methods of measurement"</p> <p>AS/NZS 61000.4.3 "Electromagnetic Compatibility (EMC) - Testing and Measurement Techniques - Radiated Radio-Frequency - Electromagnetic Field Immunity Test"</p>
Weltweit		<p>IEC 61010-1 "Safety Requirements for Electrical Equipment for Measurement, Control and Laboratory Use - General Requirements"</p>

FCC-Bescheinigung bezüglich der Beeinflussung durch elektromagnetische Strahlung (nur englisch)

This device complies with Part 15 of the FCC Rules and Radio Interference Requirements of the Canadian Department of Communications. Operation is subject to the following conditions: (1) this device may not cause harmful interference, and (2) this device must accept any interference received, including interference that may cause undesired operation.

This equipment has been tested and found to comply with the limits for a Class A digital device, pursuant to Part 15 of the FCC rules. These limits are designed to provide reasonable protection against harmful interference when the equipment is operated in a commercial environment. This equipment generates, uses, and can radiate radio frequency energy and, if not installed and used in accordance with the instruction manual, may cause harmful interference to radio communications. Operation of this equipment in a residential area is likely to cause harmful interference in which case the user will be required to correct the interference at his own expense.

Werksbescheinigung der Übereinstimmung mit den Technischen Spezifikationen

Zum Zeitpunkt der Auslieferung erfüllt das Gerät, das in dieser Konformitätserklärung beschrieben ist, die anwendbaren technischen Spezifikationen, die von METTLER TOLEDO festgelegt und als Technische Daten veröffentlicht wurden. Das Gerät ist werksgeprüft, wozu definierte und freigegebene Arbeitsanweisungen verwendet werden. Die Prüfungen umfassen unter anderem die Bestimmung der Wiederholbarkeit, Empfindlichkeit, Eckenlast und Linearität. Hiermit wird bescheinigt, dass die Prüfergebnisse für das Gerät innerhalb der festgelegten Akzeptanzkriterien liegen.

Typenschild(er) auf dem Gerät

Model: ME204	Max 220 g	www.mt.com
 16   	d = 0.1 mg	Mettler-Toledo GmbH
May be covered by one or more patent(s), see: www.mt.com/patentmarking	12V \approx 0.84A	im Langacher 44
SNR B605074289		8606 Greifensee
A TA0011.003_Auftrag: 11002368855		Switzerland

www.mt.com

For more information

Mettler-Toledo AG
CH 8606 Greifensee
Switzerland

Phone +41 44 944 22 11
Fax: +41 44 944 30 60

www.mt.com



11781213



B605074289

**Quality certificates**

Development, production and testing under ISO 9001.
Environment management system under ISO 14001.



"Communauté Européenne"
This mark assures you that our products comply with the applicable European Directives.

Anexo D – Certificado de calibração do paquímetro digital



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 63566/18

Data Calibração: 13/04/2018

OS: 460787-A/2018

1 / 2

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

Contratante: O MESMO

Características do Instrumento

Descrição: PAQUÍMETRO DIGITAL Identificação: PQ-02
 Marca: MITUTOYO Modelo: CD-8" AX-B
 Nº. Serie: 500-172-30B

Condições Ambientais:

Serviço executado nas instalações permanentes do Laboratório.

Temperatura: 23,7 °C ± 1 °C Umidade: 48 %ur ± 5%ur

Procedimentos

Calibração Executada conforme: ITTEC006

Revisão: 3

Padrões

Identificação	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0886 JOGO DE BLOCO PADRÃO	STARRETT	00569/17	MITUTOYO	02/2020

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		
10,3	10,30	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
25,0	25,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
75,0	75,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
100,0	100,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito
150,0	150,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

ENCOSTO

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

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		
50,0	49,99	-0,01	0,01	0,02	2,00	Infinito

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		
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

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.



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 63566/18

Data Calibração: 13/04/2018

OS: 460787-A/2018

2 / 2

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		
50,0	50,00	0,00	0,01	0,01	2,00	Infinito

Observações Gerais

NÃO HOUVE AJUSTE

- V.R: Valor de Referência na unidade de medição do padrão.
- V.I: Valor médio indicado no instrumento na unidade de medição do mesmo.
- A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com Veff graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
- A condição de Aprovado/Reprovado se restringe apenas as grandezas metrológicas do instrumento, sendo que o limite de erro especificado para esta condição 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 - SARAIVA - UBERLÂNDIA - MG
Data de emissão: 19 de abril de 2018

Leandro Silva de Bastos

Assinado Eletronicamente
LEANDRO SILVA DE BASTOS
Gerente Técnico



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 E – Certificado de calibração do micrômetro digital



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
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO

Marca
DIGIMESS

Certificado
01229/17

Calibrado por
MITUTOYOLOCAL0031

Validade
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



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

2 / 2

Observações Gerais

NÃO HOUVE AJUSTE

- V.R: Valor de Referência na unidade de medição do padrão.
- V.I: Valor médio indicado no instrumento na unidade de medição do mesmo.
- A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com Veff graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
- A condição de Aprovado/Reprovado se restringe apenas as grandezas metrológicas do instrumento, sendo que o limite de erro especificado para esta condição 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 - SARAIVA - UBERLÂNDIA - MG
Data de emissão: 02 de maio de 2018

Leandro Silva de Bastos

Assinado Eletronicamente
LEANDRO SILVA DE BASTOS
Gerente Técnico



Digitally signed by LEANDRO
SILVA DE BASTOS:09319225699
Date: 2018.05.03 10:39:18 -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 F – Certificado de calibração do projetor de perfil



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**LABORATÓRIO
DE
METROLOGIA**

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 00587/20



Interessado : FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO

Endereço : Rua Francisco Vicente Ferreira, N° 126 - Uberlândia - MG - CEP: 38408.102

Local da calibração : Rua Francisco Vicente Ferreira, N° 126 - Uberlândia - MG - CEP: 38408.102

Pág.1/4

Ordem de Serviço : 051.037/001

1 - OBJETO CALIBRADO

PROJETOR DE PERFIL

Fabricante : Mitutoyo

Código : 302-714A

Modelo : PJ-300

No. de Série : D00101012

Tambor Micrométrico

Código : 164-164

N°. série : 000636

Código : 164-164

N°. série : 000619

Resolução da unidade de leitura : 0,001 mm

Resolução do goniômetro : 0 ° 01 '

Identificação do Proprietário : 088180

2 - PADRÃO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO

Régua Graduada de Vidro

N°. de Série : 28728

Certificado N°. : 05148/18 - RBC - Mitutoyo Validade: 08/2020

N°. de Série : 27151

Certificado N°. : 05149/18 - RBC - Mitutoyo Validade: 08/2020

Padrão Angular

N°. de Série : RET-03

Certificado N°. : 1397/19 - RBC - IPT Validade: 04/2021

3 - PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO : PML - 0043 Versão 1/2.

O erro de ampliação e a indicação foi verificado projetando a régua padrão sobre a tela do projetor e a medição através de comparação com a régua.

O erro de indicação do goniômetro foi verificado comparativamente com um padrão angular projetado sobre a tela e a leitura feita no goniômetro.

Data de calibração : 03 de Fevereiro de 2020

Data de emissão : 06 de Fevereiro de 2020


Cláudio Bueno de Moraes
Signatário Autorizado

Este certificado atende aos requisitos de acreditação da Cgcre que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidade - SI).
A reprodução deste certificado só poderá ser total e depende da aprovação por escrito da Mitutoyo.

Os resultados deste Certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivo a quaisquer lotes.

Endereço: Rod. Índio Tibiricã, 1555 - Bairro Raffo - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0026 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br



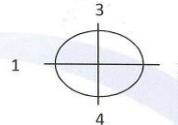
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 00587/20

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág.2/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :**4.1 - Resultado Ampliação**

Lente de Ampliação de 10 X

Número lente: 013012

Item	Posição				Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
	1	2	3	4			
Erro (%)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01 %	2,00	infinito

LABORATÓRIO DE
CALIBRAÇÃO
BRASIL

Endereço: Rod. Índio Tibiriçá, 1555 - Bairro Raffo - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0026 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br





Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N° 00587/20

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág.3/4

4.2 - Resultado da Indicação

Eixo " X "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,099	
7,700	7,700	
10,300	10,299	
12,900	12,899	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,199	
22,800	22,801	
25,000	25,000	
30,000	30,001	
35,000	35,001	
40,000	40,002	
45,000	45,001	
50,000	50,002	

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

Eixo " Y "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,099	
7,700	7,700	
10,300	10,299	
12,900	12,900	
15,000	14,999	
17,600	17,599	
20,200	20,198	
22,800	22,799	
25,000	24,999	
30,000	30,000	
35,000	34,999	
40,000	40,000	
45,000	45,000	
50,000	50,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03

Graus de liberdade (Veff) = 99

Endereço: Rod. Índio Tibiriçá, 1555 - Bairro Raffo - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0026 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br



Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N.º. 00587/20

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

4.3 - Resultado da indicação do Anteparo Goniométrico

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
0 °	0 ° 00 '			
30 °	29 ° 59 '			
60 °	59 ° 59 '			
90 °	90 ° 00 '			
120 °	120 ° 00 '			
150 °	149 ° 59 '			
180 °	180 ° 01 '	0 ° 01 '	2,29	11
210 °	210 ° 00 '			
240 °	240 ° 00 '			
270 °	270 ° 00 '			
300 °	300 ° 00 '			
330 °	330 ° 00 '			
360 °	360 ° 00 '			

5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :

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

A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

6 - Nota: Temperatura ambiente : (20,1 ± 0,5) °C.

Endereço: Rod. Índio Tibiricá, 1555 - Bairro Raffo - CEP: 08620-000 - Suzano - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - E-mail: suzano@mitutoyo.com.br

Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5957 - E-mail: assistec@mitutoyo.com.br

Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5643-0026 - E-mail: ate@mitutoyo.com.br

Anexo G – Certificado de calibração da INTERMETRIC



Embracal
Manutenção e Calibração

Certificado de Calibração
Nº 137 / 2020



Calibração
NBR ISO/IEC
17025
em
CAL 0556

1. Dados do Cliente

Cliente: **Fundação de Apoio Universitário - FAU**
 Logradouro: **Rua Francisco Vicente Ferreira, 126**
 Cidade: **Uberlândia**
 Estado: **MG**
 Cep: **38408-102**

2. Dados do Equipamento

Equipamento calibrado: **Máquina de Ensaios**
 Fabricante: **Intermetric** Modelo: **IM1005** Nº Série: **110024**
 Identificação do Cliente: **Não consta**
 Escalas Calibradas: **100 kN Tração - 100 kN Compressão**

3. Generalidades

Data da calibração: **29/07/2020** Data da emissão: **08/09/2020**
 Local da calibração: **Intermetric** Setor: **Laboratório**
 Temp. no Laboratório: **(21,5 ± 0,4) °C**
 Procedimento: **P-08, Rev. 04, baseado na norma ABNT NBR NM-ISO 7500-1:2016**

Observações:

PAULO ANDRE
 FORTE:
 09507407804

Paulo André Forte
 Signatário autorizado



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).
 Este certificado é válido exclusivamente para o equipamento calibrado nas condições desta ocasião, não sendo estendido a quaisquer outros lotes, mesmo que similares.
 Este certificado só deve ser reproduzido completo. Reprodução de partes requer aprovação escrita do laboratório.
 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 de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

Laboratório de calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0556

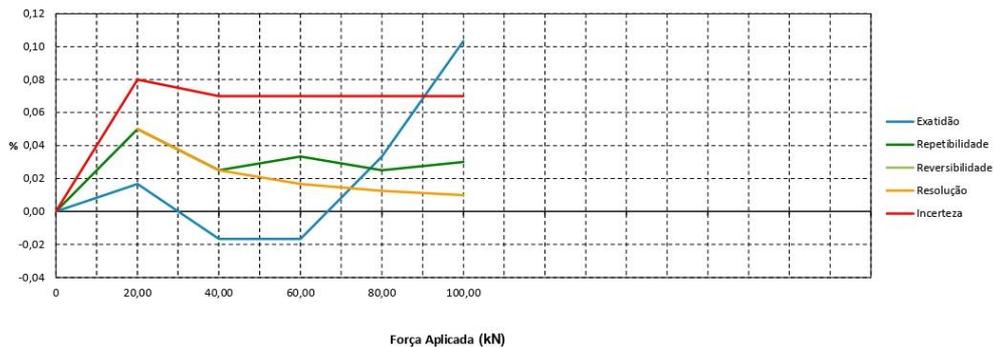
Escala calibrada: 100 kN Tração
Identif. da escala calibrada: 20200708
Classificação (NBR NM-ISO 7500-1:2016): Classe 0,5

Indicação equivalente do padrão (%)	Valor de uma divisão (kN)	Média das indicações na máquina (kN)	Erro de exatidão (%)	Erro de repetibilidade (%)	Erro de reversibilidade (%)	Resolução relativa (%)	Incerteza U (kN)	Grau de liberdade efetivo v_{eff}	Fator de abrangência k		
0	0,00	0,01	0,000	-----	-----	-----	-----	-----	-----		
20	20,00	0,01	20,003	0,02	0,05	-----	0,05	0,016	0,080	42	2,06
40	40,00	0,01	39,993	-0,02	0,02	-----	0,03	0,028	0,070	66	2,04
60	60,00	0,01	59,990	-0,02	0,03	-----	0,02	0,042	0,070	26	2,10
80	80,00	0,01	80,027	0,03	0,03	-----	0,01	0,056	0,070	36	2,07
100	100,00	0,01	100,103	0,10	0,03	-----	0,01	0,070	0,070	26	2,10

Erro relativo de zero	série 1 $f_0 = 0,00\%$	série 2 $f_0 = -0,01\%$	série 3 $f_0 = -0,01\%$

Padrões utilizados na calibração

Padrão	Faixa de medição	Identificação	Certificado	Órgão	Classe	Calibração	Validade
Célula de carga	100 kN	5254647	169 092 - 101	IPT	0,5	23/10/2018	23/12/2020
Termômetro	(10 à 40) °C	T - 014	7RV8YA19	MEC-Q	Não aplicável	02/07/2019	02/09/2021
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----


 Digitally signed by PAULO ANDRE FORTE, 09507407804
 DN: cn=BR, ou=ICP-Brasil, ou=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB, ou=ARCORREIOS, ou=RFB e CPF A3, cn=PAULO ANDRE FORTE, 09507407804

F12 Rev. 11

Pág. 2 / 3

Laboratório de calibração acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0556

Escala calibrada: **100 kN Compressão**

Identif. da escala calibrada: **20200708**

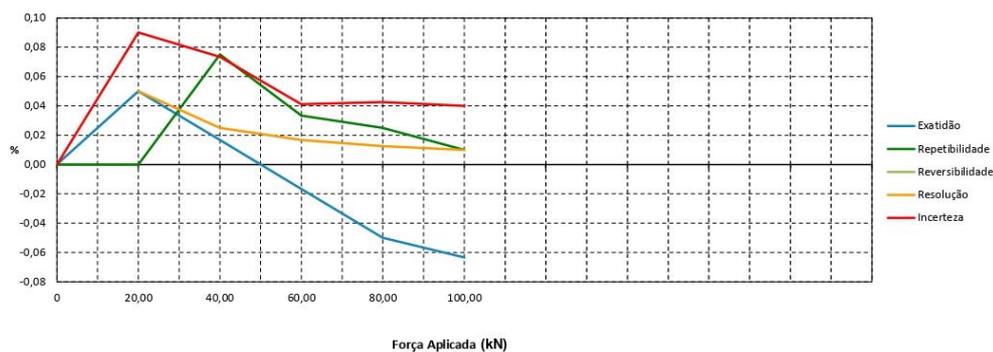
Classificação (NBR NM-ISO 7500-1:2016): **Classe 0,5**

Indicação equivalente do padrão (%)	Valor de uma divisão (kN)	Média das indicações na máquina (kN)	Erro de exatidão (%)	Erro de repetibilidade (%)	Erro de reversibilidade (%)	Resolução relativa (%)	Incerteza U (kN)	Grau de liberdade efetivo v_{eff}	Fator de abrangência k		
0	0,00	0,01	0,000	-----	-----	-----	-----	-----	-----		
20	20,00	0,01	20,010	0,05	0,00	-----	0,05	0,018	0,090	∞	2,00
40	40,00	0,01	40,007	0,02	0,08	-----	0,03	0,029	0,073	8	2,37
60	60,00	0,01	59,990	-0,02	0,03	-----	0,02	0,025	0,042	36	2,07
80	80,00	0,01	79,960	-0,05	0,02	-----	0,01	0,034	0,043	147	2,02
100	100,00	0,01	99,937	-0,06	0,01	-----	0,01	0,040	0,040	470	2,01

Erro relativo de zero	série 1 $f_0 = -0,01 \%$	série 2 $f_0 = 0,00 \%$	série 3 $f_0 = 0,00 \%$

Padrões utilizados na calibração

Padrão	Faixa de medição	Identificação	Certificado	Órgão	Classe	Calibração	Validade
Célula de carga	100 kN	5254647	169 092 - 101	IPT	0,5	23/10/2018	23/12/2020
Termômetro	(10 à 40) °C	T - 014	7RV8YA19	MEC-Q	Não aplicável	02/07/2019	02/09/2021
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----



Digitally signed by PAULO ANDRE FORTE, 09507407804
 DN: cn=BR, ou=ICP-Brasil, ou=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB, ou=ARCORREIOS, ou=RFB e-CPFA3, cn=PAULO ANDRE FORTE, 09507407804

F12 Rev. 11

Rua João Batista Pedroso, 148 - Residencial Flamboyant - Itaquaquecetuba / SP
 Fones: (11) 4648 6184 / (11) 4256 1288 - Site: www.embracal.com

Pág. 3 / 3