

LUIZ FERNANDO MAIA DE ALMEIDA

**AVALIAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE À
FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO EM AÇOS DE
ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA USANDO
ENSAIOS DE PUNÇONAMENTO ESFÉRICO EM
MEIO ASSISTIDO**



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

2022

LUIZ FERNANDO MAIA DE ALMEIDA

**AVALIAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR
HIDROGÊNIO EM AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA
USANDO ENSAIOS DE PUNÇONAMENTO ESFÉRICO EM MEIO
ASSISTIDO**

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

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientadora: Profa. Dra. Rosenda Valdés Arencibia
Coorientador: Prof. Dr.-Ing. Sinésio D. Franco

UBERLÂNDIA – MG

2022

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

A447a Almeida, Luiz Fernando Maia de, 1992-
2022 Avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio em aços de alta resistência e baixa liga usando ensaios de puncionamento esférico em meio assistido [recurso eletrônico] / Luiz Fernando Maia de Almeida. - 2022.

Orientadora: Rosenda Valdés Arencibia.
Coorientador: Sinésio Domingues Franco.
Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.te.2022.5021>
Inclui bibliografia.

1. Engenharia Mecânica. I. Arencibia, Rosenda Valdés, 1969-, (Orient.). II. Franco, Sinésio Domingues, 1962-, (Coorient.). III. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDU: 621.01

André Carlos Francisco
Bibliotecário – CRB-6/2047


UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

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


ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	Tese de Doutorado Acadêmico, nº 325, COPEM				
Data:	23/06/2022	Hora de início:	13:30	Hora de encerramento:	16:20
Matrícula do Discente:	11723EMC004				
Nome do Discente:	Luiz Fernando Maia de Almeida				
Título do Trabalho:	AVALIAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO EM AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA USANDO ENSAIOS DE PUNÇIONAMENTO ESFÉRICO EM MEIO ASSISTIDO				
Área de concentração:	Materiais e Processos de Fabricação				
Linha de pesquisa:	Processos de Fabricação (Usinagem e Soldagem)				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Avaliação de Propriedades Mecânicas e Integridade sob Hidrogenação em Amostras Miniaturas				

Reuniu-se na Sala de Reuniões do LTAD, bloco 5F a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, assim composta: Professores Doutores: Sinésio Domingues Franco (co-orientador) - FEMEC/UFU; Aldemir Aparecido Cavallini Junior - FEMEC/UFU; João Marcelo Vedovotto - FEMEC/UFU; Waldek Wladimir Bose Filho - EESC-USP; Eng. Marcelo Torres Piza Paes - PETROBRAS; e Rosenda Valdés Arencibia - FEMEC/UFU, orientadora do candidato. Ressalta-se que os Prof. Sinésio Domingues Franco, Aldemir Aparecido Cavallini Junior, João Marcelo Vedovotto, Waldek Wladimir Bose Filho, Marcelo Torres Piza Paes, Rosenda Valdés Arencibia e o Discente participaram por videoconferência.

Iniciando os trabalhos, o presidente da mesa, Dra. Rosenda Valdés Arencibia, apresentou a Comissão Examinadora e o candidato, agradeceu a presença do público, e concedeu ao Discente a palavra para a exposição do seu trabalho. A duração da apresentação do Discente e o tempo de arguição e resposta foram conforme as normas do Programa.

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

Aprovado.

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

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

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



Documento assinado eletronicamente por **Rosenda Valdes Arencibia, Professor(a) do Magistério Superior**, em 23/06/2022, às 16:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **João Marcelo Vedovotto, Professor(a) do Magistério Superior**, em 23/06/2022, às 16:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Aldemir Aparecido Cavalini Junior, Professor(a) do Magistério Superior**, em 23/06/2022, às 16:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Sinesio Domingues Franco, Professor(a) do Magistério Superior**, em 23/06/2022, 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 **Waldek Wladimir Bose Filho, Usuário Externo**, em 24/06/2022, às 08:19, 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 **Marcelo Torres Piza Paes, Usuário Externo**, em 24/06/2022, às 08:36, 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 **3691454** e o código CRC **BF6D14C3**.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado forças e saúde ao longo de toda a vida, em especial destes últimos anos para concretizar este trabalho.

Agradeço, em especial, à minha família, meus pais, Neire e Luiz Antonio, e minha irmã, Andressa, pelo amor dedicado a mim, pelo apoio e carinho constantes, pela compreensão dos momentos que estive ausente e principalmente por sempre acreditarem em mim.

À minha namorada, Amanda, pelo carinho, paciência e companheirismo e, principalmente, por nunca deixar de me incentivar e apoiar nos momentos em que eu mais precisei.

À professora Dra. Rosenda Valdés Arencibia, pela paciência, disposição e companheirismo demonstrados durante a orientação deste trabalho e por me manter sempre interessado pelos estudos e pela pesquisa ao longo de tantos anos de parceria.

Ao meu coorientador, professor Dr.-Ing. Sinésio Domingues Franco, que se mostrou disposto a contribuir com este projeto, sempre com profissionalismo, educação e honestidade.

Aos professores Sonia Aparecida Goulart Oliveira, Waldek Wladimir Bose Filho e Rafael Ariza Gonçalves, pelos conselhos e discussões filosóficas que sempre ajudavam na compreensão e explicação de resultados obtidos.

Aos colegas de doutorado Guilherme Antonelli Martiniano e José Eduardo Silveira Leal pela amizade, pelo apoio e por sempre poder contar para “trocar uma ideia” sobre conhecimentos específicos ou coisas do dia a dia.

Ao aluno de mestrado Guilherme Freitas Melo pela parceria e ajuda fundamental na caracterização dos materiais utilizados neste trabalho.

Aos colegas de pós-graduação Gustavo Vilela Oliveira, Guilherme Bernardes Rodrigues, Edja Iandeyara Freitas Moura, Frederico Costa Souza, Danilo Eduardo Fonseca Souza pelos bons momentos ao longo destes anos de trabalho.

Aos engenheiros Rodrigo Freitas da Silva Alvarenga, Felipe Oliveira Caixeta e Raphael Rezende Pires, pelo apoio técnico e constantes discussões sobre o trabalho.

A todos os demais colegas de LTAD, engenheiros, técnicos, professores e alunos, sem os quais a execução deste trabalho não seria possível.

Aos engenheiros da PETROBRAS Marcelo Torres Piza Paes e Francisco Francelino Ramos Neto, que acompanharam este trabalho sempre contribuindo com sugestões para a melhoria deste trabalho.

Aos amigos que sempre estiveram presentes, mesmo quando eu estava ausente, por nunca deixarem de acreditar em mim.

À Universidade Federal de Uberlândia e ao programa de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica pela oportunidade de realizar esta formação.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

À PETROBRAS pelo apoio financeiro e material.

A todos os demais professores e técnicos da Faculdade de Engenharia Mecânica.

“Tudo o que temos de decidir é o que fazer com o tempo que nos é dado.” – Gandalf em O senhor dos Anéis – A sociedade do Anel (J. R. R. TOLKIEN, 1954)

“O que fazemos em vida ecoa na eternidade” – Gladiador (2000)

“É difícil ver. Sempre em movimento o futuro está!” – Mestre Yoda em Star Wars: Episódio V – O Império Contra-Ataca (1980)

ALMEIDA, L. F. M. **Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio em Aços de Alta Resistência e Baixa Liga usando Ensaios de Puncionamento Esférico em Meio Assistido**. 2022. 150 f. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

Este trabalho avaliou a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH) de aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) utilizados na indústria de óleo e gás por meio de ensaios de puncionamento esférico instrumentado (*Small Punch Test* - SPT). Para a avaliação da SFH por meio desta técnica, foram realizados ensaios com permeação *in situ* de hidrogênio e os efeitos nas propriedades mecânicas foram estudados. Para tanto, foram seguidas três linhas de trabalho: i) avaliação do efeito do fator velocidade de ensaio nas propriedades mecânicas dos aços 4130M, 4137M e 4140 por meio de um planejamento com um único fator em dois níveis (1,0 $\mu\text{m/s}$ e 0,1 $\mu\text{m/s}$); ii) desenvolvimento de uma metodologia para avaliar a força limite de ruptura (P_{th}) por meio de ensaios SPT carregados em patamares (ISPT), em corpos de prova sem e com entalhe; iii) otimização do modelo de cálculo de limite de escoamento. Os resultados obtidos mostraram que: i) Um aumento da SFH foi observado ao reduzir a velocidade de ensaio de 1,0 $\mu\text{m/s}$ para 0,1 $\mu\text{m/s}$, porém, este fator provocou efeitos estatisticamente significativos apenas no limite de resistência à tração do aço 4137M, levando a um decréscimo de aproximadamente 14,1 % no valor desta propriedade; ii) a redução de tempo de patamares de 2 h / 4 h para 20 min / 40 min não afetou os valores de P_{th} , nem alterou o formato das curvas força x deslocamento. Os valores de P_{th-SPT} obtidos dos ensaios com CPs entalhados apresentaram erros sistemáticos menores que -3,0 %, em relação à técnica ISL convencional, indicando excelente exatidão dos resultados. A metodologia proposta para o cálculo de P_{th} baseada na rigidez do material do CP se mostrou robusta, eficiente e de fácil implementação, permitindo separar os efeitos do escoamento e do início de propagação de trinca durante o ensaio ISPT; iii) A nova equação proposta para determinar o limite de escoamento de aços com escoamento maior que 800 MPa exibiu erros menores que 5 % quando comparados aos valores obtidos por ensaio de tração. Quando comparados com a literatura a redução nos valores de erro foi da ordem de até 83 %.

Palavras Chave: Small Punch Test. Fragilização por hidrogênio. Aços ARBL. Propriedades mecânicas.

ALMEIDA, L. F. M. **Evaluation of Hydrogen Embrittlement Susceptibility of High Strength Low Alloy Steels Using Small Punch Test in Assisted Environment.** 2022. 150 p. PhD Dissertation, Federal University of Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

In this work it was evaluated the hydrogen embrittlement susceptibility (HES) of high strength low alloy steels (HSLA) used in the oil and gas offshore industry by means of small punch test (SPT). To evaluate the HES by using this technique, tests with in situ hydrogen charging were performed and its effects on the mechanical properties were investigated. For this purpose, three lines of work were followed: i) evaluation of SPT loading velocity effect on mechanical properties of 4130M, 4137M and 4140 steels through a single factor design on two levels (1.0 $\mu\text{m/s}$ and 0.1 $\mu\text{m/s}$); ii) development of a methodology to evaluate the threshold force (P_{th}) by means of SPT, loaded in incremental steps (ISPT) using specimens with and without notch; iii) optimization of the yield strength calculation model in SPT. The results obtained showed that: i) an increase in the HES was observed when the test velocity was reduced from 1.0 $\mu\text{m/s}$ to 0.1 $\mu\text{m/s}$, however, the test velocity factor caused statistically significant effects only on the tensile strength of 4137M steel, leading to a decrease of approximately 14.1 % in this property value; ii) the step time reduction from 2 h / 4 h to 20 min / 40 min did not affect the P_{th} values or the force x displacement curves. The P_{th_SPT} values obtained from the tests with notched specimens showed systematic errors lower than -3.0 %, when compared to those obtained with the conventional ISL tests, indicating excellent results accuracy. The methodology proposed to calculate P_{th} based on the material specimen stiffness proved to be robust, efficient and easy to implement, allowing the effects of yield and beginning of crack propagation to be separated during the ISPT; iii) the new proposed equation to determine the yield strength of steels with yield higher than 800 MPa using SPT exhibited errors lower than 5 % when compared to values obtained by conventional tensile test. When compared with the literature, the reduction in error values was of the order of up to 83%.

Keywords: Small Punch Test. Hydrogen Embrittlement. HSLA steels. Mechanical properties.

Lista de Figuras

Figura 2.1 – Interação entre o hidrogênio e a microestrutura do material: A) Solução sólida, B) Par hidrogênio e soluto, C) Em discordâncias, D) Nos contornos de grãos, E) Interface entre matriz e partícula, F) H ₂ presente nos vazios (THOMPSON, 1980).	7
Figura 2.2 – Efeito do hidrogênio sobre a energia coesiva (U) e sobre a tensão coesiva (σ) do material (STROE, 2006).	8
Figura 2.3 – Representação esquemática do mecanismo de plasticidade localizada (LYNCH, 2012).	9
Figura 2.4 – (a) Representação esquemática do ensaio SPT de Manahan et al. (1981); (b) curva de força por deslocamento obtida no ensaio com diferentes temperaturas e diâmetros do punção.....	11
Figura 2.5 – Esquema simplificado do dispositivo do ensaio SPT (ALMEIDA et al., 2021). .	12
Figura 2.6 – Exemplos de geometrias de corpos de prova utilizados em estudos de tenacidade à fratura no SPT (TORRES e GORDON, 2021).....	13
Figura 2.7 – Curva força x deslocamento típica dos ensaios SPT (WANG et al., 2008).....	14
Figura 2.8 – Diferentes propostas para determinar P_y (GARCÍA et al., 2014).....	16
Figura 2.9 – Esquema do equipamento utilizado (a) para ensaios sem hidrogênio; (b) para ensaios com carregamento de hidrogênio <i>in-situ</i> (GARCÍA et al., 2015b).....	20
Figura 2.10 – Curvas de resposta para as diferentes condições de ensaio SPT dos aços CrMoV-1 e CrMoV-2 (GARCÍA et al., 2015b).....	21
Figura 2.11 – Fractografias dos corpos de prova de CrMoV-1: (a) sem hidrogênio - visão geral; (b) sem hidrogênio - região da falha; (c) pré-carregada com hidrogênio - visão geral; (d) pré-carregada com hidrogênio - região da falha (GARCÍA et al., 2015b).....	22

Figura 2.12 – Fractografias dos corpos de prova de CrMoV-2: (a) sem hidrogênio - visão geral; (b) sem hidrogênio - região da falha; (c) pré-carregada com hidrogênio - visão geral; (d) pré-carregada com hidrogênio - região da falha (GARCÍA et al., 2015b).....	22
Figura 2.13 – Fractografia do corpo de prova de CrMoV-1 testado com carregamento <i>in-situ</i> (GARCÍA et al., 2015b).....	23
Figura 2.14 – Fractografia do corpo de prova de CrMoV-2 testado com carregamento <i>in-situ</i> (GARCÍA et al., 2015b).....	23
Figura 2.15 – Curvas Força x tempo para o aço TMCR420 obtidas aplicando a técnica de ISL da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018) modificada para os ensaios SPT. As linhas pontilhadas indicam os patamares planejados que não ocorreram após a falha do corpo de prova (ARROYO et al., 2019).	24
Figura 3.1 – Diagrama de Ishikawa da metodologia adotada no trabalho.	25
Figura 3.2 – Microscopia do aço 4137M. a) Seção longitudinal; b) Seção circunferencial/radial.	28
Figura 3.3 – Microscopia do aço 4130M. a) Seção longitudinal; b) Seção circunferencial/radial.	29
Figura 3.4 – Microestrutura dos aços avaliados: a) aço 4137M como recebido; b) aço 4130M como recebido; c) aço 4130M (40 HRC); d) aço 4130M (44 HRC); e) aço AISI 4140.	30
Figura 3.5 – Perfis de dureza ao longo da espessura dos corpos de prova do (a) aço 4137M e (b) aço 4130M. Barra de erros representando o desvio padrão com nível de confiança de 95,45 %.	32
Figura 3.6 – Sequência de fabricação do corpo de prova na máquina de eletroerosão a fio.	34
Figura 3.7 – Dispositivo utilizado no processo de lixamento dos corpos de prova.	35
Figura 3.8 – Equipamento de puncionamento instrumentado a) vista geral; b) vista em detalhe.	36
Figura 3.9 – Componentes do dispositivo para SPT.	37
Figura 3.10 – Modelo da região de ensaio SPT com destaque para o posicionamento do corpo de prova entre as matrizes.....	37

Figura 3.11 – Imagem em perspectiva da cuba eletrolítica para a realização de ensaios com assistência do meio. Os principais componentes da cuba são indicados.....	38
Figura 3.12 – Vista geral da cuba eletrolítica montada.....	39
Figura 3.13 – Suporte inferior do dispositivo de SPT após implementação das modificações.	39
Figura 3.14 – Adaptador preenchido com Celeron para isolamento elétrico do equipamento.	40
Figura 3.15 – Adaptações para isolamento elétrico do equipamento, em destaque pintura da base da cuba e suporte inferior, tubo termo retrátil e lâminas de vidro.	40
Figura 3.16 – Analisador de hidrogênio por extração a quente.	41
Figura 3.17 – Célula eletroquímica utilizada para a permeação de hidrogênio no corpo de prova.	42
Figura 3.18 – Ensaio de SPT preliminar de permeação de hidrogênio na cuba de ensaio...	43
Figura 3.19 – Detalhes do ensaio SPT preliminar com permeação de hidrogênio na cuba de ensaio.....	44
Figura 3.20 – Cubo de ensaio com destaque para os eletrodos utilizados.....	45
Figura 3.21 – Curva Força x Tempo x Rigidez obtida no ensaio ISPT.	48
Figura 3.22 – Geometria e dimensões nominais do corpo de prova entalhado.	49
Figura 3.23 – Esquema do equipamento utilizado para os ensaios ISL: (1) atuador, (2) célula de carga, (3) braço de carregamento, (4) <i>encoder</i> rotativo, (5) suporte inferior, (6) bomba de recirculação, (7) cuba eletrolítica, (8) cuba inferior, (9) corpo de prova (MARTINIANO, 2021).	49
Figura 3.24 – Geometria e dimensões nominais do corpo de prova utilizado nos ensaios ISL (MARTINIANO, 2021).....	50
Figura 3.25 – Interface do programa utilizado para obtenção das forças utilizadas nos cálculos das propriedades mecânicas.	52
Figura 4.1 – Curvas de resposta dos ensaios SPT ao ar para o aço 4137M (velocidade de 0,02 mm/s).....	54

Figura 4.2 – Curvas de resposta dos ensaios SPT ao ar para o aço 4130M (velocidade de 0,02 mm/s).....	54
Figura 4.3 – Curvas de resposta dos ensaios variando a velocidade do ensaio para o aço 4130M (velocidades: 0,02 mm/s, 0,001 mm/s e 0,0005 mm/s).	55
Figura 4.4 – Quantidade de hidrogênio para os diversos tempos de permeação do aço 4130M.	56
Figura 4.5 – Curvas de Força x Deslocamento nos ensaios preliminares de SPT para o aço 4137M (velocidades de 0,02 mm/s).	58
Figura 4.6 – Curvas Força x Deslocamento dos ensaios SPT preliminares para o aço 4130M (velocidades de 0,02 mm/s).	58
Figura 4.7 – Curvas Força x Deslocamento para os aços 4137M, 4130M e 4140, ensaiados em diferentes velocidades.	60
Figura 4.8 – Valores médios de limite de resistência à tração, calculados para os aços 4137M, 4130M e 4140. As barras de erro indicam a incerteza padrão com 68,27 % de probabilidade de abrangência.	61
Figura 4.9 – Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para os valores de limite de resistência à tração dos três aços ensaiados variando a velocidade de ensaio no SPT.	63
Figura 4.10 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4137M após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$) : região da falha.....	64
Figura 4.11 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4130M após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$) : região da falha.....	65
Figura 4.12 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4140 após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$) : região da falha.....	66
Figura 4.13 – Imagem obtida no MEV de inclusões do aço 4137M: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.	69

Figura 4.14 – Imagem obtida no MEV de inclusão do aço 4130M: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.....	69
Figura 4.15 – Imagem obtida no MEV de inclusão do aço 4140: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.....	70
Figura 4.16 – Dimensões e distribuição das inclusões dos três aços avaliados.....	72
Figura 4.17 – Gráfico de Força x Tempo com patamares estabelecidos pela ASTM F1624 (ASTM, 2018) em ensaios SPT para o aço 4130 M (40 HRC).	73
Figura 4.18 – Gráfico de Força x Tempo com patamares conforme metodologia adotada por Arroyo et al. (2019) nos ensaios de SPT para o aço 4130 M (40 HRC).	74
Figura 4.19 – Curvas Força x Deslocamento para o aço 4130M (40 HRC) ao ar e carregado em patamares (S – patamares de 2 h / 4 h; s – patamares de 20 min / 40 min).....	74
Figura 4.20 – Curvas Força x Tempo resultantes dos ensaios ISPT, realizados com patamares conforme metodologia estabelecida por Arroyo et al. (2019). a) aço B-25; c) aço A-32; e) aço B-40 e g) aço B-44. Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios ISPT. b) aço B-25; d) aço A-32; f) aço B-40 e h) aço B-44. (corpos de prova não entalhados).....	76
Figura 4.21 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova não entalhados).	78
Figura 4.22 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-40 e B-44 (corpos de prova não entalhados).	79
Figura 4.23 – Curvas Força x Deslocamento resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova entalhados).	80
Figura 4.24 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova entalhados).	81
Figura 4.25 – Curvas Força x Tempo obtidas nos ensaios ISL. (a) aço B-25 e (b) aço A-32.	82
Figura 4.26 – (a) Valores de força limite para os aços B-25 e A-32 obtidos pelos dois métodos (ISPT e ISL). (b) Erros sistemáticos e erros em porcentagem associados com os valores de $P_{th} - SPT$	83
Figura 4.27 – Imagens MEV dos corpos de prova do aço A-32: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região de falha, (c) carregado com H: visão geral, (d) carregado com H: região de falha. ...	84

Figura 4.28 – Imagens MEV dos corpos de prova do aço B-25: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região de falha, (c) carregado com H: visão geral, (d) carregado com H: região de falha. ...	84
Figura 4.29 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4137M.	85
Figura 4.30 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M.	86
Figura 4.31 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M (40 HRC).....	86
Figura 4.32 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M (44 HRC).....	87
Figura 4.33 – Relação entre o limite de escoamento, obtido por meio de ensaio de tração convencional, e (P_y/t_2) para os materiais ensaiados, utilizando $P_{y_t}/10$. As barras de erros indicam a incerteza padrão associada (68,27 %).	88
Figura 4.34 – Relação entre o limite de escoamento, obtido por meio de ensaio de tração convencional, e (P_y/t_2) para os materiais ensaiados, utilizando P_{y_CEN} . As barras de erros indicam a incerteza padrão associada (68,27 %).	88
Figura 4.35 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço T4340 (35 HRC).	89
Figura 4.36 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço T4140 (32 HRC).	90
Figura 4.37 – Valores médios de limite de escoamento, calculados para os aços T4340 e T4140. As barras de erro indicam a incerteza padrão com 68,27 % de confiança.	90
Figura 4.38 – Erros em porcentagem associados com os valores de σ_y	91
Figura 4.39 – Relação entre o limite de escoamento e (P_y/t_2) para os materiais ensaiados, utilizando $P_{y_t}/10$ (ensaios atuais + Almeida (2017)).	93
Figura 4.40 – Relação entre o limite de escoamento e $P_{y_t}/10$ para diversos materiais com variação do coeficiente de encruamento (CALAF-CHICA et al., 2019).	93
Figura 4.41 – Relação entre o limite de escoamento e $P_{y_t}/10$ para diversos materiais (CALAF-CHICA et al., 2020).	94

Lista de Tabelas

Tabela 3.1 – Valores médios resultantes da análise de composição química dos materiais ensaiados (% em peso).	27
Tabela 3.2 – Composição química de carbono e enxofre obtida pelo processo de combustão para os aços 4137M e 4130M (% em peso).....	27
Tabela 3.3 – Valores médios das propriedades mecânicas dos materiais avaliados, incerteza padrão associada (68,27 %).	33
Tabela 3.4 – Planejamento experimental para o fator velocidade de ensaio em meio hidrogenado.....	44
Tabela 3.5 – Tratamentos térmicos selecionados para a confecção dos corpos de prova dos aços B-40 e B-44 (MARTINIANO, 2021).....	46
Tabela 3.6 – Aços utilizados para desenvolver e validar o modelo de cálculo de σ_y por meio de ensaios SPT. Valores médios de limite de escoamento obtidos por ensaio de tração são mostrados para cada material e a incerteza padrão associada (68,27 %).	51
Tabela 4.1 – Propriedades dos materiais utilizados nos ensaios SPT, obtidos por meio das equações desenvolvidas por Almeida (2017).....	55
Tabela 4.2 – Resultados de ANOVA para o efeito do fator velocidade de ensaio SPT nos valores de limite de resistência à tração para os três aços ensaiados.	62
Tabela 4.3 – Quantificação de inclusões dos aços 4137M, 4130M e 4140 em porcentagem de área.	71
Tabela 4.4 – Valores em % da área abaixo da curva em relação ao ensaio ao ar.	75
Tabela 4.5 – Valores de área relativa obtidos para todos os aços investigados por meio dos ensaios ISPT.	77
Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios ISL realizados nos aços B-25 e A-32; valores médios e incerteza expandida associada (95 % de probabilidade de abrangência).	82

Tabela 4.7 – Limites de escoamento calculados pelas Eq. (3.3), do trabalho de Almeida (2017), e pelas Eq. (4.1) e Eq. (4.2).....	91
--	----

Lista de Símbolos e Siglas

Símbolos latinos:

$A(\%)$	Alongamento
d_i	Valor de posição do punção no patamar i
d_m	Deslocamento no ponto de força máxima do ensaio SPT
E	Módulo de elasticidade
E_S	Erro sistemático
J_{IC}	Tenacidade à fratura
K_{EAC}	<i>Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking</i>
P_{FFS}	Força de ruptura ao ar no ensaio ISL
P_i	Força no final do patamar i
P_m	Força máxima do ensaio SPT
P_{th}	Força limite de ruptura do ensaio ISL
P_{th-SPT}	Força limite de ruptura do ensaio SPT
P_y	Força de transição elástico-plástico no ensaio SPT
P_{y_CEN}	Força P_y obtida pelo método proposto pelo CEN
$P_{y_t/10}$	Força P_y obtida pelo método $t/10$
S	Rigidez (<i>Stiffness</i>)
t	Espessura do corpo de prova do ensaio SPT

Símbolos gregos:

α_1	Constante utilizada na equação de cálculo de σ_y
α_2	Constante utilizada na equação de cálculo de σ_y
β_1	Constante utilizada na equação de cálculo de σ_{ut}
β_2	Constante utilizada na equação de cálculo de σ_{ut}
σ_{th}	Tensão limite de ruptura no ensaio ISL
σ_{ut}	Tensão limite de resistência à tração

σ_y	Tensão limite de escoamento
γ	Constante utilizada na equação de cálculo de $A(\%)$

Siglas e abreviaturas:

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ANOVA	Análise de Variância
ARBL	Alta Resistência e Baixa Liga
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BTD	Baixa Taxa de Deformação
CAD	<i>Computer Aided Design</i>
CEN	Comissão Europeia de Normalização
CP	Corpo de Prova
CTOD	<i>Crack Tip Opening Displacement</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>
FH	Fragilização por Hidrogênio
HEDE	<i>Hydrogen Enhanced Decohesion</i>
HELP	<i>Hydrogen Enhanced Localized Plasticity</i>
ISL	<i>Incremental Step Load</i>
ISPT	<i>Incremental Small Punch Test</i>
LVDT	<i>Linear Variable Differential Transformer</i>
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
SPBT	<i>Small Punch Bulge Test</i>
SPDT	<i>Small Punch Drawing Test</i>
SPT	<i>Small Punch Test</i>
TCD	<i>Thermal Conductivity Detector</i>
ZTA	Zona Termicamente Afetada

SUMÁRIO

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	1
1.1. Objetivos	2
1.2. Contribuição científica alcançada com o desenvolvimento do trabalho.....	3
1.3. Estrutura do trabalho	4
CAPÍTULO II - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1. Aços ARBL	5
2.2. Fragilização por Hidrogênio	6
2.2.1. <i>Teoria da Decoção (HEDE)</i>	7
2.2.2. <i>Teoria da Plasticidade Localizada (HELP)</i>	9
2.3. Ensaio de Puncionamento Esférico (<i>Small Punch Test</i>)	10
2.3.1. <i>Princípio de funcionamento do ensaio de puncionamento esférico</i>	11
2.3.2. <i>Geometria dos corpos de prova</i>	12
2.3.3. <i>Curva Força x Deslocamento e Cálculo das Propriedades Mecânicas</i>	13
2.3.3.1. <i>Determinação da força de transição do regime elástico para o regime plástico (P_y)</i>	18
2.4. Ensaio de puncionamento para avaliar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio	19
CAPÍTULO III - METODOLOGIA.....	25
3.1. Caracterização dos materiais dos corpos de prova.....	26
3.1.1. <i>Análise de composição química</i>	26

3.1.2.	<i>Análise metalográfica</i>	27
3.1.2.1.	<i>Quantificação de inclusões</i>	30
3.1.3.	<i>Propriedades mecânicas</i>	31
3.2.	Fabricação dos corpos de prova para ensaios de puncionamento esférico	33
3.3.	Ensaio de puncionamento esférico (SPT)	35
3.3.1.	<i>Análise da variação da velocidade de ensaio ao ar</i>	36
3.4.	Adaptações no equipamento para a permeação de hidrogênio durante o ensaio ..	38
3.5.	Quantificação do hidrogênio difusível	41
3.6.	Ensaio de puncionamento em meio hidrogenado	42
3.6.1.	<i>Ensaio SPT preliminares em meio hidrogenado</i>	42
3.6.2.	<i>Análise da variação da velocidade de ensaio em meio hidrogenado</i>	44
3.6.3.	<i>Ensaio de puncionamento esférico com carregamentos em patamares (Incremental Small Punch Test - ISPT)</i>	45
3.6.3.1.	<i>Desenvolvimento da metodologia de obtenção de P_{th-SPT}</i>	47
3.6.3.2.	<i>Validação da abordagem proposta para determinar P_{th} baseado na rigidez do material do corpo de prova</i>	48
3.7.	Otimização do modelo de Almeida (2017) para o cálculo do limite de escoamento	50
CAPÍTULO IV - RESULTADOS E DISCUSSÕES		53
4.1.	Resultados da análise do efeito de variação da velocidade nos valores de resistência dos aços 4137M e 4130M em ensaios ao ar	53
4.2.	Quantificação do hidrogênio difusível para determinação do tempo de saturação dos CPs	56
4.3.	Resultados de ensaios SPT preliminares em meio hidrogenado	57
4.4.	Resultados da análise de variação da velocidade de ensaio nos valores de resistência dos aços 4137M, 4130M e 4140 em meio hidrogenado	59
4.5.	Resultados dos ensaios de puncionamento esférico com carregamentos em patamares (ISPT) em meio hidrogenado.....	73
4.5.1.	<i>Resultados dos ensaios ISPT utilizando o método da rigidez para o cálculo de P_{th}</i>	75

4.5.2. Resultados da validação da metodologia para determinação do P_{th-SPT}	80
4.6. Cálculo do limite de escoamento por meio de ensaios SPT ao ar.....	85
CAPÍTULO V - CONCLUSÕES.....	97
5.1. Ensaio de puncionamento esférico instrumentado para avaliar a fragilização por hidrogênio de aços ARBL.....	97
5.2. Avaliação do efeito da velocidade no limite de resistência à tração em meio hidrogenado	98
5.3. Ensaio de puncionamento esférico com carregamento em patamares em meio hidrogenado	99
5.4. Cálculo do limite de escoamento por meio de ensaios SPT ao ar.....	99
5.5. Sugestões para trabalhos futuros	100
CAPÍTULO VI - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	101
ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO DURÔMETRO (VICKERS)	116
ANEXO B – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (ROCKWELL).....	118
ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO MICRÔMETRO DIGITAL.....	119
ANEXO D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA BALANÇA DIGITAL	121
ANEXO E – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO TERMOHIGRÔMETRO DIGITAL	125
APÊNDICE A – LIMITES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO CALCULADOS POR MEIO DOS ENSAIOS SPT EM MEIO HIDROGENADO VARIANDO A VELOCIDADE DE ENSAIO... 	127

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) incluem várias classes de aços que são projetados para fornecer combinações específicas desejáveis de propriedades, tais como resistência mecânica, tenacidade, soldabilidade, resistência à corrosão (DAVIS, 2001). Por essas características, as aplicações dos aços ARBL incluem oleodutos e gasodutos, veículos *off-road*, máquinas agrícolas, equipamentos industriais, tanques de armazenamento, barcas e dragas, cortadores de grama e componentes para automóveis (CABRINI et al., 2011). A alta demanda por aços ARBL na indústria moderna é explicada pela necessidade de componentes cada vez mais leves e mais resistentes (GARCIA, 2017; JINDAL et al., 2011).

Na indústria de óleo e gás, grande parte dos componentes fabricados em aço ARBL é submetida à proteção catódica, com o objetivo de reduzir a perda de massa por corrosão. No entanto, durante esse processo há geração de hidrogênio, podendo acarretar na fragilização e consequente falha dos componentes em operação (falha assistida pelo meio). De acordo com Silva et al. (2007), cerca de 25 % das falhas ocorridas neste tipo de indústria estão associadas à presença do hidrogênio na microestrutura dos metais.

A fragilização por hidrogênio (FH) é um fenômeno severo que afeta quase todos os metais e ligas, dependendo do meio em que estão inseridos (BARNOUSH; VEHOFF, 2010). Devido ao hidrogênio apresentar diâmetro atômico reduzido e fácil mobilidade no estado sólido, ele se difunde facilmente no material, introduzindo defeitos microestruturais, levando, conseqüentemente, à fragilização dos materiais.

Os aços de alta resistência são os materiais mais susceptíveis à FH, pois possuem uma menor capacidade de se deformar plasticamente (ROBERTSON et al., 2015). Assim, a absorção das tensões internas geradas pela presença do hidrogênio em sua microestrutura é reduzida (CWIEK, 2009).

Existem diversas técnicas para se avaliar a susceptibilidade dos aços à FH, dentre elas, citam-se: o ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD), o ensaio com

carregamento em patamares progressivos em meio assistido (*Incremental Step Load* - ISL), o ensaio de tenacidade à fratura (*Crack Tip Opening Displacement* - CTOD), os ensaios de tração com carga constante, os ensaios de nanoindentação instrumentada e os ensaios de puncionamento esférico instrumentado (*Small Punch Test* - SPT).

O ensaio de puncionamento esférico é uma técnica que consiste em carregar um corpo de prova (CP) por meio de um punção esférico, onde são medidos a força exercida pelo punção e o seu deslocamento. A partir da curva de resposta (força x deslocamento) é possível avaliar propriedades mecânicas do material testado, tais como: limite de escoamento, limite de resistência e propriedades de fluência. Este ensaio tem como vantagem principal o pequeno volume de material necessário para ser ensaiado, sendo considerado um ensaio quase não destrutivo, que possibilita a avaliação de componentes que estão em equipamentos em operação. Geralmente são utilizados corpos de prova na forma de disco de 8 mm de diâmetro e 0,5 mm de espessura (CWA 15627, 2007; ASTM E3205, 2020). Além disso, devido à pequena espessura do CP, este ensaio é relativamente rápido quando comparado com outras técnicas, podendo ser realizado em poucos minutos ou horas enquanto o BTM, por exemplo, pode levar dias, dependendo do material e das tensões empregadas.

A utilização dos ensaios de puncionamento esférico instrumentado no estudo da FH é relativamente recente, e, por isso, há poucos resultados decorrentes do uso desta técnica (GARCÍA et al., 2015; ARROYO et al., 2017; ARROYO et al., 2020). O estudo de García et al. (2015) demonstrou a viabilidade do SPT para avaliar a susceptibilidade à FH de aços de alta e média resistência, definindo os parâmetros mais adequados para analisar a redução de propriedades mecânicas.

A técnica do SPT apresenta um grande potencial no estudo da FH, haja vista que, devido às dimensões reduzidas dos corpos de prova, a saturação do hidrogênio ocorre em um tempo menor e, o estudo de casos onde não há disponibilidade de volumes significativos de materiais é viabilizado.

1.1. Objetivos

O objetivo principal deste trabalho é avaliar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços ARBL utilizados na indústria de óleo e gás usando ensaios de puncionamento esférico instrumentado.

Os objetivos específicos são:

- a) Projetar e instalar adaptações no equipamento de puncionamento instrumentado de forma que possam ser realizados ensaios para avaliação da FH;
- b) Desenvolver a metodologia para ensaios de puncionamento instrumentado com permeação *in situ* de hidrogênio para a avaliação de propriedades mecânicas de aços ARBL da indústria de óleo e gás;
- c) Determinar o tempo de enxarque de hidrogênio nos corpos de prova antes do início dos ensaios;
- d) Avaliar o efeito da velocidade de ensaio SPT nas propriedades mecânicas dos materiais sem e com a presença de meio hidrogenado;
- e) Propor uma metodologia para avaliar a força limite de ruptura baseada na norma ASTM F1624 (ASTM, 2018) por meio de ensaios de puncionamento instrumentado carregado em patamares, em corpos de prova sem e com entalhe;
- f) Otimizar o modelo proposto por Almeida (2017), para cálculo de propriedades mecânicas, visando aumentar a confiabilidade dos resultados, principalmente a exatidão para aços de alta resistência.

1.2. Contribuição científica alcançada com o desenvolvimento do trabalho

O ensaio de puncionamento esférico instrumentado é uma técnica que vem demonstrando seu potencial no estudo de propriedades mecânicas de materiais, tais como: limite de escoamento, limite de resistência à tração e propriedades de fluência. O uso de corpos de prova em miniatura viabiliza o uso desta técnica quando não existe um volume significativo de material a ser ensaiado. Desta forma, este trabalho contribui para afirmar essa técnica como uma alternativa no estudo do fenômeno da FH.

- a) Este trabalho amplia os conhecimentos sobre a técnica SPT utilizada na avaliação da susceptibilidade à FH. Por se tratar de uma aplicação recente, ainda há poucos trabalhos sobre o tema na literatura.
- b) Os resultados deste trabalho confirmam a possibilidade de realizar ensaios SPT em meio assistido em baixas velocidades com intuito de avaliar a FH em aços ARBL. Os efeitos da variação da velocidade nas propriedades mecânicas dos materiais em meio hidrogenado foram estudados. Os resultados relacionados a este tópico foram publicados na revista *International Journal of Pressure Vessels and Piping* (ALMEIDA et al., 2021).
- c) Foi desenvolvida uma metodologia que permite ensaiar corpos de prova de SPT em patamares, partindo da ideia global da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018), para

obtenção da força limite de ruptura por meio da rigidez do CP. Corpos de prova entalhados foram utilizados para validar este método com ensaios convencionais ISL para materiais de dureza menores que 33 HRC. Os resultados relacionados foram apresentados em um artigo submetido e aprovado com menores correções na revista *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*.

- d) Foram obtidas equações empíricas para o cálculo das propriedades mecânicas de aços a partir das curvas Força x Deslocamento dos ensaios SPT visando reduzir os erros e aumentar a exatidão dos resultados para aços de alta resistência.

1.3. Estrutura do trabalho

Esta tese está estruturada em seis capítulos, com o conteúdo dividido da seguinte maneira:

O capítulo II apresenta a revisão bibliográfica do trabalho, levantando o estado da arte a respeito dos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) e suas aplicações; da FH e seus mecanismos; dos ensaios de puncionamento esférico, mostrando os aspectos gerais do ensaio, o princípio de funcionamento, a análise da curva de resposta e as metodologias utilizadas para cálculo das propriedades mecânicas e para avaliação da FH.

A metodologia deste trabalho é descrita no capítulo III, englobando a caracterização dos materiais ensaiados e os procedimentos de realização dos ensaios.

Os resultados são mostrados no capítulo IV, juntamente com suas respectivas análises e discussões.

O capítulo V traz as conclusões finais e as sugestões para trabalhos futuros e o capítulo VI lista as referências bibliográficas usadas neste trabalho.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada a revisão bibliográfica do trabalho, levantando o estado da arte a respeito dos principais temas abordados nesta tese. Inicialmente é feito um resumo sobre como são caracterizados os aços de alta resistência e baixa liga e suas principais aplicações. Em seguida, são apresentados os aspectos teóricos sobre FH e seus mecanismos, com ênfase na teoria da decoesão e na teoria da plasticidade localizada. São também abordados os ensaios de puncionamento esférico, dando ênfase nos aspectos gerais do ensaio, no princípio de funcionamento, na análise da curva de resposta e nas metodologias utilizadas para o cálculo das propriedades mecânicas. Por fim, os principais trabalhos publicados sobre avaliação da susceptibilidade à FH por meio desta técnica são apresentados.

2.1. Aços ARBL

Os aços denominados ARBL (Alta Resistência e Baixa Liga) são aços que possuem composição química similar ao aço carbono, com a diferença das microadições de elementos de liga, como Nb, Ti ou V, que garantem boas propriedades mecânicas e boa soldabilidade (HIPPERT JR., 2004). Os aços ARBL são utilizados com sucesso em aplicações que requerem custo relativamente baixo, boa resistência mecânica e boa tenacidade à fratura, podendo ser empregados como aços estruturais, aços para embutimento, aços para tubulações, vasos de pressão, entre outros (SILVA e MEI, 1988).

Estes aços não são considerados aços liga comuns pois eles são fabricados para atingir determinadas propriedades mecânicas ao invés de uma composição química específica. Aços ARBL possuem limite de escoamento acima de 40 ksi (275 MPa) (DAVIS, 2001). Tais aços

são bastante requisitados devido à necessidade da utilização de materiais cada vez mais resistentes e mais leves (CHIAVERINI, 2002).

Segundo Davis (2001), os mecanismos para aumento de resistência de um aço ARBL podem envolver dispersão de segunda fase, encruamento, elementos em solução sólida, precipitação e refino de grão. Dentre esses mecanismos, o refino de grão propicia o aumento tanto do limite de escoamento como da tenacidade.

Por outro lado, os aços ARBL tendem a ser materiais susceptíveis à fragilização por hidrogênio, uma vez que possuem menor capacidade de deformação, implicando em menor absorção de tensões internas geradas pela presença do hidrogênio na sua microestrutura (CWIEK, 2009.)

2.2. Fragilização por Hidrogênio

A fragilização por hidrogênio nos metais é um fenômeno que começou a ser estudado no final do século XIX com Johnson (1875), que observou a redução da resistência mecânica e tenacidade à fratura de arames de aço após serem mergulhados em ácido. Esse fenômeno pode levar ao trincamento induzido por hidrogênio, que depende basicamente de três fatores: a susceptibilidade do material, a presença de hidrogênio no meio onde o material está inserido e a presença de uma tensão aplicada ou residual (HERRING, 2010; FERREIRA, 2017).

A difusão de hidrogênio nos aços pode ocorrer mediante carregamento catódico na presença de soluções eletrolíticas ou em atmosferas gasosas em alta pressão contendo hidrogênio. A evolução eletroquímica do hidrogênio atômico (H) faz parte de uma reação catódica, onde cátions de hidrogênio hidratados (H_3O^+) são transportados por difusão em direção ao cátodo, onde o cátion é reduzido, passando para hidrogênio na forma atômica (ROSADO, 2011). A fragilização por hidrogênio pode, ainda, ter sua origem em processos corrosivos (meio ácidos), processos de fabricação como soldagem, laminação a quente e deposição eletroquímica de revestimentos.

O hidrogênio iônico (H^+) ou hidrogênio molecular (H_2) se localiza nos interstícios cristalinos do material ou nos seus defeitos, locais chamados de sítios aprisionadores de hidrogênio, tais como: discordâncias, contornos de grão e vazios (Fig. 2.1).

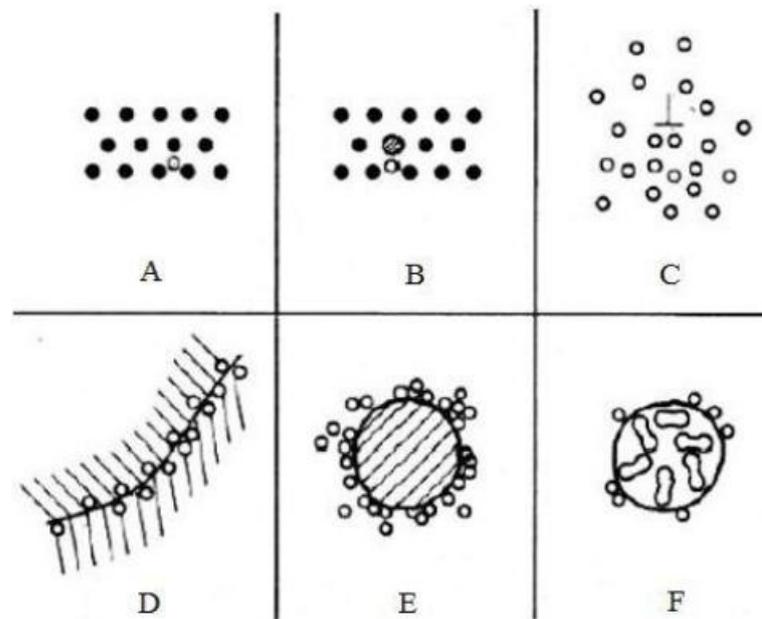


Figura 2.1 – Interação entre o hidrogênio e a microestrutura do material: A) Solução sólida, B) Par hidrogênio e soluto, C) Em discordâncias, D) Nos contornos de grãos, E) Interface entre matriz e partícula, F) H_2 presente nos vazios (THOMPSON, 1980).

Apesar de ser um fenômeno antigo, ainda não existe uma teoria unificada que explique os mecanismos físico-químicos envolvidos na FH (NANNINGA, 2005; DJUKIC et al., 2014). Assim, algumas teorias em destaque na literatura são a teoria da pressão, teoria da formação de hidretos, teoria da decoesão e teoria da plasticidade localizada. Para explicar os efeitos do hidrogênio em aços ARBL, as duas últimas teorias costumam ser mais citadas pela literatura (BARRERA et al. 2018).

2.2.1. Teoria da Decoesão (HEDE)

A teoria da decoesão (*Hydrogen Enhanced Decohesion* – HEDE), formulada por Troiano (1960), baseia-se no enfraquecimento das ligações metálicas devido à presença de uma concentração crítica de átomos de hidrogênio por onde a fratura frágil ocorre. Esse enfraquecimento leva ao trincamento em tensões abaixo das que normalmente seriam necessárias na ausência do hidrogênio (MARTIN et al., 2020), de modo que a decoesão ocorra em planos preferenciais (SOFRONIS et al., 2003).

Este mecanismo pode ser aplicado para fraturas intergranulares, onde elevadas concentrações de hidrogênio se acumulam na região dos contornos de grão, atingindo assim a concentração crítica para ocorrência da fratura frágil (ROSADO, 2011). Esta teoria afirma que o átomo de hidrogênio tem alta solubilidade em regiões de alta concentração de tensão,

como a ponta de trincas (estado triaxial de tensões) ou de uma discordância (OKAMOTO, 2010).

À medida que a quantidade de hidrogênio na ponta da trinca aumenta, os átomos da rede cristalina se afastam uns dos outros, resultando na redução de energia coesiva entre eles, como mostrado na Fig. 2.2. Assim, a concentração de hidrogênio nesta região chega a valores críticos que levam a trinca a se propagar, gerando uma nova ponta de trinca. O hidrogênio se concentrará na extremidade da trinca, causando propagações consecutivas até haver a ruptura do material.

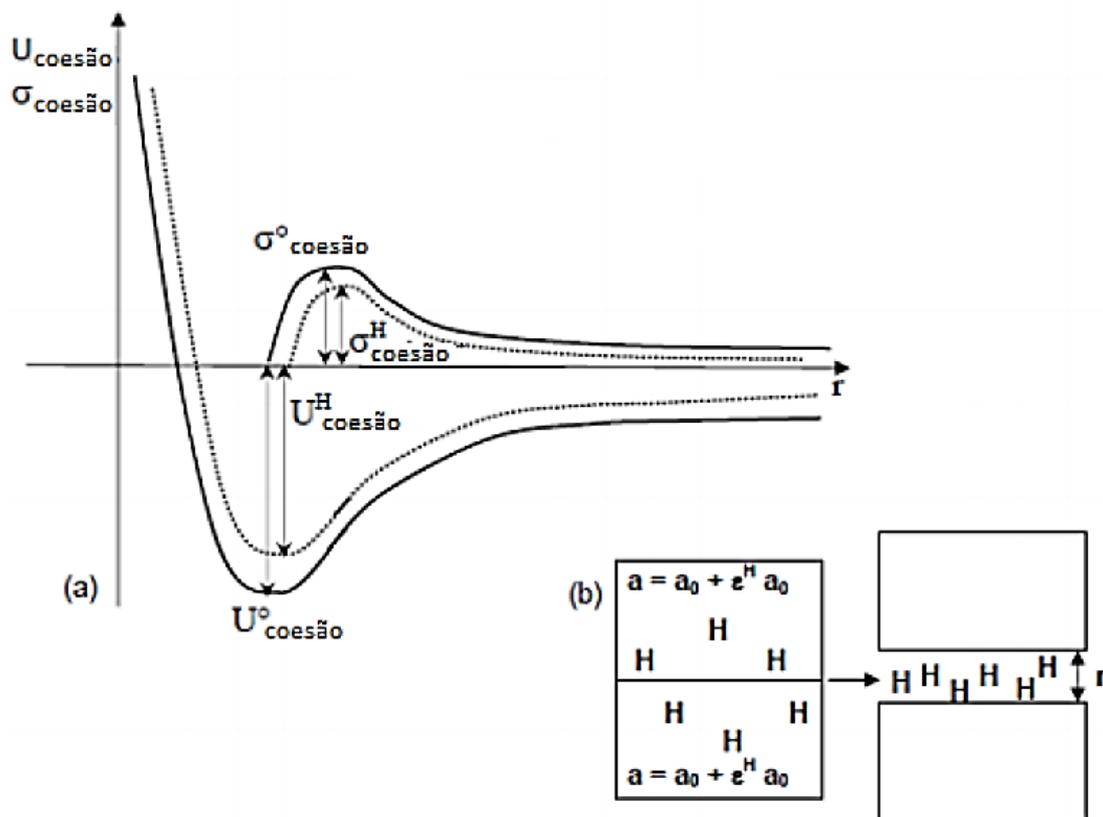


Figura 2.2 – Efeito do hidrogênio sobre a energia coesiva (U) e sobre a tensão coesiva (σ) do material (STROE, 2006).

O mecanismo da decoesão é aplicável quando há fraturas frágeis, uma vez que a FH pode ocorrer na ausência de deformação local significativa, podendo ser explicada por cálculos teóricos de mecânica quântica (DAS, 2016). Porém, a associação entre plasticidade e fratura não é compatível com este mecanismo (STROE, 2006; KNARBAKK, 2015).

2.2.2. Teoria da Plasticidade Localizada (HELP)

A teoria da plasticidade localizada (*Hydrogen Enhanced Localized Plasticity* – HELP) baseia-se no aumento de movimentação de discordâncias em certas direções devido à presença do hidrogênio, de modo que elas se movam em tensões abaixo das que normalmente seriam necessárias na ausência deste (BEACHEM, 1972; BIRNBAUM e SOFRONIS, 1994).

De acordo com Stroe (2006), a plasticidade localizada é causada pela redução de interação entre as discordâncias e entre discordâncias e outros obstáculos (átomos de carbono, átomos de impurezas, inclusões, contornos de grão, etc.). Desse modo, as discordâncias passam a se mover mais próximas umas das outras, criando empilhamentos de discordâncias mais densos. Conseqüentemente, regiões de alta deformação (onde houve o aumento da mobilidade das discordâncias) são criadas, cercadas por uma região menos dúctil (onde há o empilhamento de discordâncias). Quando a tensão mecânica nas pequenas regiões de empilhamento de discordâncias ultrapassa o limite de ruptura do material, a falha acontece.

A fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência pode ocorrer devido à facilidade de movimentação de discordâncias e com deformação plástica significativa, mesmo que localizada. Segundo Lynch (2012), o aumento da mobilidade de discordâncias na zona plástica à frente da trinca, promove o crescimento da trinca por um processo de deslizamento/coalescência de microvazios mais localizado que aquele observado em ambientes inertes. Portanto, as discordâncias se movem em tensões mais baixas facilitando a deformação plástica. Uma representação do mecanismo HELP é mostrada na Fig. 2.3.

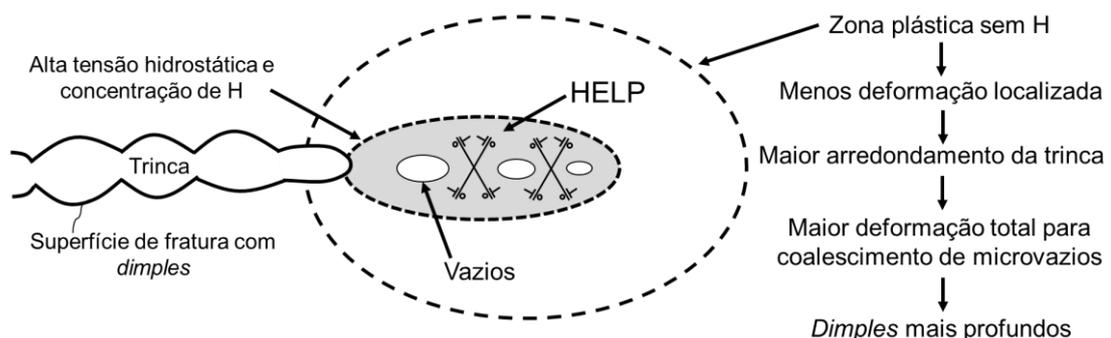


Figura 2.3 – Representação esquemática do mecanismo de plasticidade localizada (LYNCH, 2012).

2.3. Ensaio de Puncionamento Esférico (*Small Punch Test*)

Os ensaios com corpos de prova (CP) miniaturizados servem para obter informação relativa à resistência mecânica dos aços e outros materiais metálicos presentes nos equipamentos em operação, sem comprometer a integridade dos componentes. Com base nos resultados obtidos, é possível determinar a vida útil residual de equipamentos sujeitos a fenômenos de degradação ao longo do tempo.

A indústria nuclear e a petrolífera foram duas das precursoras no desenvolvimento dos "mini testes" para avaliar as propriedades mecânicas dos materiais, em especial do SPT. Um dos primeiros estudos que descrevem esta técnica foi publicado por Manahan et al. (1981), patenteada posteriormente em 1986. Manahan et al. (1981) sugeriram o SPT como uma alternativa às técnicas convencionais de caracterização mecânica, o que reduziria significativamente o volume de material necessário para a caracterização. O seu objetivo centrava-se na obtenção das propriedades mecânicas dos materiais presentes em componentes de equipamentos de centrais term nucleares, a fim de avaliar o seu estado de degradação sob condições de radiação.

A Figura 2.4a ilustra esquematicamente o ensaio utilizado por Manahan et al. (1981), no qual foram utilizados corpos de prova em forma de discos de 3,00 mm de diâmetro e 0,25 mm de espessura. O ensaio consistia em um dispositivo para suporte do CP e um punção que comprimia uniaxialmente o CP. A partir desse ensaio foi gerada uma curva que relaciona a força aplicada em função do deslocamento do punção, como apresentado na Fig. 2.4b. Nesse trabalho foram estudadas as influências do diâmetro do punção utilizado no ensaio, da taxa de deslocamento do mesmo e da temperatura de ensaio na forma da curva obtida.

Após os primeiros trabalhos publicados na década de 1980, a técnica encontrou desenvolvimento em diversas outras áreas, tais como: a) usinas de vapor (HA; FLEURY, 1998) de modo a estudar a degradação devido à fluência dos componentes que trabalhavam com combustíveis fósseis convencionais; b) juntas soldadas (HYDE; SUN, 2001; CHUVAS, 2015) em que as zonas termicamente afetadas (ZTAs) são muito estreitas e a determinação das propriedades nessas regiões do material utilizando as técnicas convencionais se torna impraticável; c) materiais para aplicação em componentes de turbinas aeronáuticas (HURST et al., 2016) para avaliar propriedades de tração e de fluência.

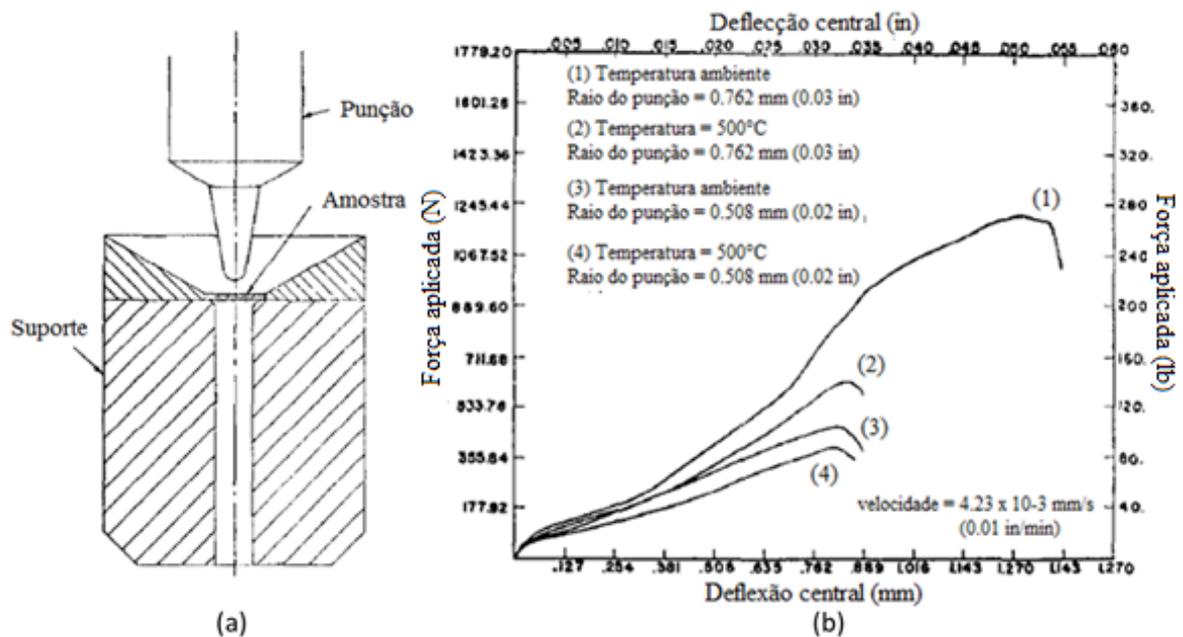


Figura 2.4 – (a) Representação esquemática do ensaio SPT de Manahan et al. (1981); (b) curva de força por deslocamento obtida no ensaio com diferentes temperaturas e diâmetros do punção.

2.3.1. Princípio de funcionamento do ensaio de punção esférico

O uso industrial do SPT foi inicialmente limitado na Europa devido à falta de normas regulamentando o ensaio. A Comissão Europeia de Normalização (CEN) organizou, em 2004, um *Workshop* com objetivo de apresentar algumas diretrizes para a realização do SPT em materiais metálicos. Em 2007, foi publicado o documento CWA 15627 (CEN, 2007), contendo tais diretrizes, o qual foi dividido em duas partes. A primeira parte consistia nas diretrizes para o SPT voltado para retirada de propriedades de fluência, enquanto a segunda trazia diretrizes para o SPT que analisava propriedades de tração e fratura dos materiais.

O documento CWA 15627 (CEN, 2007) apresenta diretrizes quanto à preparação dos corpos de prova do ensaio, ao dispositivo a ser utilizado, ao princípio de funcionamento e condições do ensaio e às características dimensionais e geométricas dos corpos de prova. Além disso, ele apresenta diretrizes sobre a análise dos resultados obtidos para extrair propriedades dos materiais, como: limite de escoamento, limite de resistência, tenacidade à fratura e temperatura de transição dúctil-frágil.

A Figura 2.5 mostra um esquema de dispositivo do ensaio SPT, onde o CP (5) é colocado sobre a matriz inferior (3), sendo pressionado em seguida pela matriz superior (2) e, por fim, carregado na região central por ação de uma haste (1) e uma esfera de WC-Co (4), que irá deformá-lo até a ruptura.

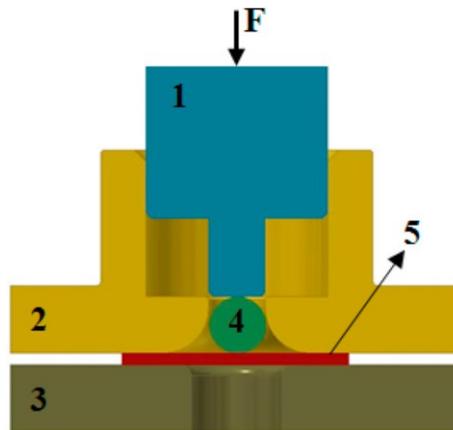


Figura 2.5 – Esquema simplificado do dispositivo do ensaio SPT (ALMEIDA et al., 2021).

De acordo com o documento CWA 15627 (CEN, 2007), existem basicamente dois tipos de ensaios SPT: *Small Punch Bulge Test* (SPBT) e *Small Punch Drawing Test* (SPDT). No SPBT, que é o mais utilizado, o CP é preso firmemente entre as matrizes, fazendo com que a deformação ocorra apenas na região de contato com o punção. Já no SPDT, o CP é apenas apoiado entre as matrizes de forma a impedir o deslocamento vertical.

O objetivo do ensaio SPT é produzir uma curva de força por deslocamento do punção e/ou força por deflexão do CP que contenha informações das deformações elásticas e plásticas e das propriedades de resistência mecânica do material. Na sequência, apresentam-se geometrias dos corpos de prova e metodologias para o cálculo de propriedades mecânicas a partir das curvas de força x deslocamento.

Em 2020, foi publicada a norma ASTM 3205-20 (ASTM, 2020), que sintetizou as principais diretrizes do CWA 15627 (CEN, 2007), cobrindo procedimentos para obtenção do limite de escoamento, limite de resistência à tração e temperatura de transição dúctil-frágil de materiais metálicos por meio de ensaios SPT.

2.3.2. Geometria dos corpos de prova

Os corpos de prova do ensaio podem ter seção transversal circular, como mostrado na Fig. 2.6a ou quadrada (Fig. 2.6b), sendo a primeira a mais utilizada. Qualquer uma destas duas geometrias pode ser utilizada nos ensaios SPT sem influenciar nos resultados. A maior diferença entre as geometrias é a área de contato entre CP e as matrizes. O corpo de prova com seção transversal quadrada possui uma maior área de contato, o que facilita seu engaste no equipamento de ensaio SPBT.

Quanto às dimensões, o CWA 15627 (CEN, 2007) recomenda para os corpos de prova circulares diâmetro e espessura de aproximadamente 8,0 mm e 0,5 mm, respectivamente. A justificativa para essa escolha é que o número de grãos ao longo da espessura de 0,5 mm é

adequado para obter propriedades volumétricas. Já os corpos de prova quadrados, normalmente têm as seguintes dimensões: 10,0 mm de largura e de comprimento e 0,5 mm de espessura (JU; JANG; KWON, 2003; CONTRERAS et al., 2008; GARCÍA et al., 2015b).

O uso de corpos de prova com entalhes é comum no estudo de tenacidade à fratura. Algumas geometrias usadas nos ensaios SPT com entalhes são mostradas na Fig. 2.6, quais sejam: a) convencional circular; b) convencional quadrada; c) com entalhe central (JU; JANG; KWON, 2003); d) entalhe *single-edge* (ALEGRE et al., 2015); e) entalhe circunferencial (TURBA et al., 2011); f) entalhe lateral (ÁLVAREZ et al., 2021).

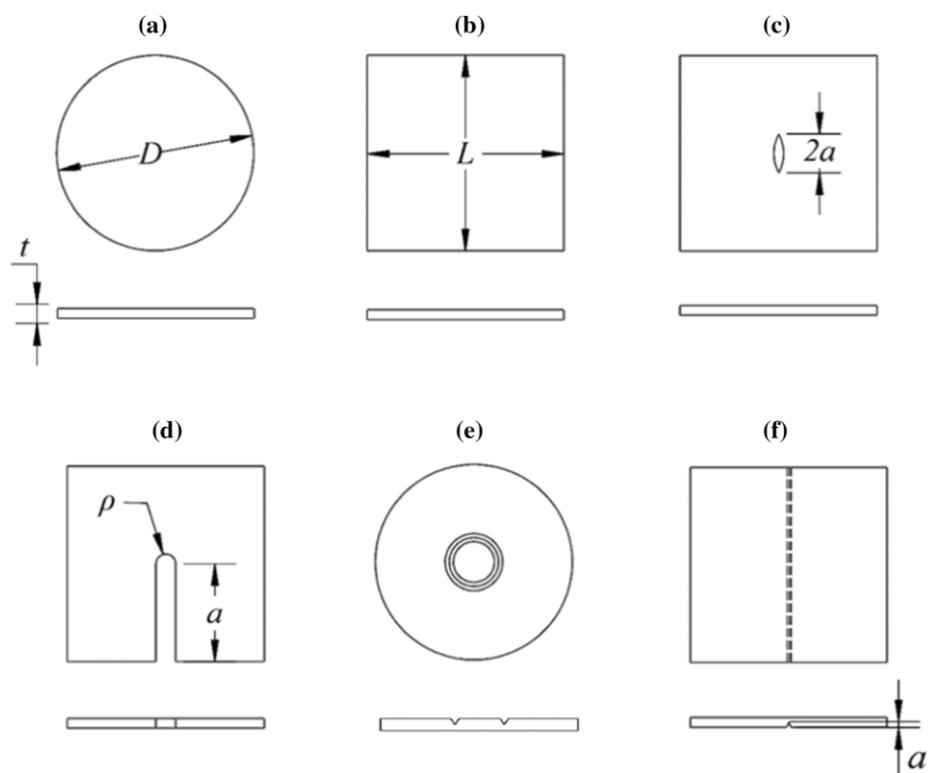


Figura 2.6 – Exemplos de geometrias de corpos de prova utilizados em estudos de tenacidade à fratura no SPT (TORRES e GORDON, 2021).

2.3.3. Curva Força x Deslocamento e Cálculo das Propriedades Mecânicas

O SPT permite a determinação de diversas propriedades mecânicas que, na sua maioria, estão relacionadas à curva de força x deslocamento do punção, como a mostrada na Fig. 2.7. Baik et al. (1986) identificaram na curva força x deslocamento quatro estágios de deformação como indicado na Fig. 2.7. Segundo os autores, o primeiro estágio (I) corresponde à flexão elástica, durante a qual todo o corpo de prova é deformado elasticamente. No segundo estágio (II) inicia-se a deformação plástica, onde o volume de plasticidade que surge no centro do corpo de prova, na região de contato com o punção, aumenta progressivamente na direção da espessura e na direção radial. A partir de um determinado ponto, começa a

ocorrer um comportamento de membrana, que predomina na maior parte do ensaio (III), na qual a deformação não está associada às tensões provocadas pela flexão do corpo de prova, mas sim à alta tensão na área de contato entre a esfera e o corpo de prova.

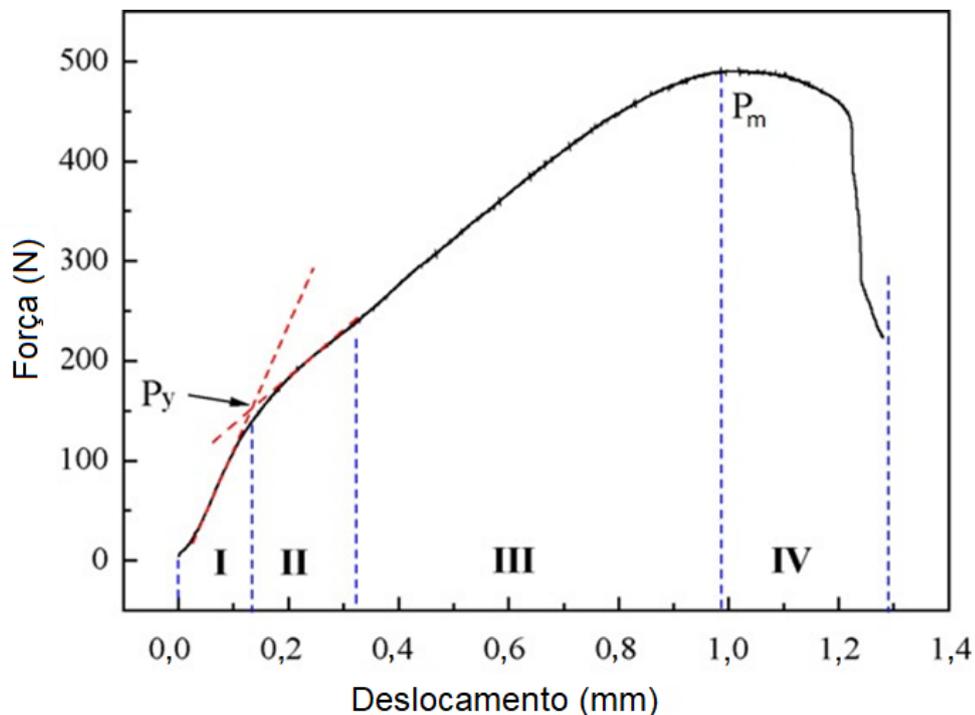


Figura 2.7 – Curva força x deslocamento típica dos ensaios SPT (WANG et al., 2008).

O regime de estiramento da membrana se inicia quando é atingido um determinado estágio do ensaio em que ocorre um deslizamento de camadas simultaneamente com a deformação plástica localizada em algumas regiões. Neste regime, o fluxo de deformação radial torna-se dominante na região do CP que não está presa pelas matrizes e, conseqüentemente, ocorre uma rápida redução na espessura. Por fim, ao aproximar-se da força máxima, a inclinação da curva começa a diminuir à medida que o mecanismo de falha começa a se desenvolver, dando origem ao quarto estágio (IV), onde ocorrerá a propagação da trinca principal que leva à ruptura do CP.

Várias equações foram desenvolvidas para obtenção das propriedades de tração (limite de escoamento e limite de resistência) com base na curva força x deslocamento. Essa curva é relacionada com as propriedades mecânicas por meio de correlações matemáticas, que dependem das propriedades do material, da geometria do CP e do punção utilizado no ensaio.

Rodríguez et al. (2009) destacaram alguns pontos da curva que são mais importantes para a determinação das propriedades:

- P_y = força onde se tem o início da deformação plástica, podendo ser obtido por diferentes técnicas ainda em estudo. Esse ponto pode ser visto na Fig. 2.7;
- P_m = força máxima obtida durante todo o ensaio e considerada para o cálculo do limite de resistência;
- d_m = deslocamento no ponto de força máxima, utilizado para o cálculo do alongamento. Ainda é discutido como esse ponto é escolhido, devido à dificuldade em se determinar com precisão quando o corpo de prova se rompe durante o ensaio.

Mao e Takahashi (1987) estudaram relações entre os dados do ensaio SPT e o limite de escoamento (σ_y), limite de resistência (σ_{ut}) e tenacidade à fratura (J_{IC}) para quatro materiais isotrópicos com comportamento dúctil. Eles relacionaram a mudança de inclinação da curva entre o primeiro e segundo estágios como sendo a força (P_y), correspondente ao início da deformação plástica.

Por meio de um processo empírico, Mao e Takahashi (1987) chegaram a uma relação linear entre o limite de escoamento dos materiais e a força sobre a espessura do CP ao quadrado (t^2), resultando na Eq. (2.1), para P_y expresso em N e t em mm.

$$\sigma_y = 0,360 \left(\frac{P_y}{t^2} \right) \quad (2.1)$$

Mao e Takahashi (1987) também relacionaram a força máxima do ensaio (P_m [N]) com o limite de resistência, obtendo, empiricamente, a Eq. (2.2).

$$\sigma_{ut} = 0,130 \left(\frac{P_m}{t^2} \right) - 320 \quad (2.2)$$

Fleury e Ha (1998) observaram a existência de correlação linear entre os valores de tensão obtidos com base na curva do SPT e os obtidos em ensaios uniaxiais convencionais para diferentes temperaturas em aços Cr-Mo. Os autores notaram a diferença entre a inclinação das retas que são usadas no desenvolvimento das equações empíricas de correlação entre força e tensão para os diferentes materiais.

Devido ao debate gerado pela existência de diversas correlações para cálculos das propriedades mecânicas, García et al. (2014) analisaram cinco métodos desenvolvidos para a obtenção do valor de P_y com base em pesquisas anteriores, como as de Mao e Takahashi (1987) e Rodríguez et al. (2009). O objetivo desse estudo foi tentar desenvolver uma maneira de obter o valor de P_y que resultasse em uma equação para o cálculo do limite

de escoamento. Esta equação deveria ser menos dependente do material e que fornecesse uma boa aproximação com os valores adquiridos por meio dos ensaios convencionais de tração, tanto em temperatura ambiente quanto em temperaturas mais altas.

Na Figura 2.8 é possível observar como o P_y é obtido utilizando estes cinco métodos.

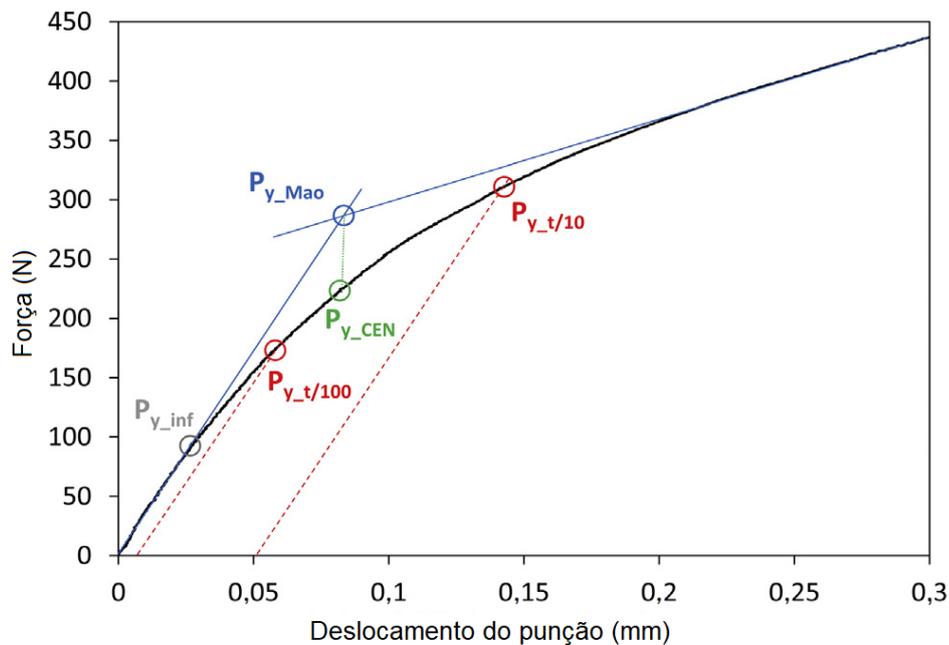


Figura 2.8 – Diferentes propostas para determinar P_y (GARCÍA et al., 2014).

O ponto P_{y_Mao} é calculado de acordo com o método proposto por Mao e Takahashi (1987), no qual eles definiram P_y como o ponto de interseção de duas tangentes, sendo uma do regime elástico (região I) e uma do regime plástico (região II). O ponto P_{y_CEN} utiliza o proposto no documento CWA 15627 (CEN, 2007), no qual é definido como a projeção vertical do ponto de interseção das duas tangentes descritas por Mao e Takahashi (1987). Os pontos $P_{y_t/10}$ e $P_{y_t/100}$ referem-se aos trabalhos de Rodríguez et al. (2009) e Contreras et al. (2008), respectivamente, onde o ponto P_y é obtido através do ponto de interseção entre a curva do SPT e uma reta paralela à inclinação inicial do gráfico (fase elástica) com um deslocamento de $t/10$ ou $t/100$, onde t é a espessura do corpo de prova ensaiado. O último ponto, P_{y_inf} , vem de uma proposta recente de Lacalle et al. (2009), que definiram P_y como a força correspondente ao primeiro ponto de inflexão localizado na região I.

O ponto P_m é descrito por todos os autores citados como o ponto de valor máximo de força obtido durante o ensaio. Já o ponto d_m , devido à dificuldade em se determinar o ponto exato de ruptura do corpo de prova do SPT, é definido como o valor de deslocamento onde a

força é máxima, tendo em vista que após esse ponto, o CP falha rapidamente (GARCÍA et al., 2014).

A partir das equações empíricas de Mao e Takahashi (1987) para o cálculo do limite de escoamento e do limite de resistência (Eqs. (2.1) e (2.2)), Contreras et al. (2008) relacionaram a força da curva do SPT com as tensões de forma mais geral, conforme mostrado nas Eqs. (2.3) e (2.4):

$$\sigma_y = \alpha_1 \cdot \left(\frac{P_y}{t^2} \right) + \alpha_2 \quad (2.3)$$

$$\sigma_{ut} = \beta_1 \cdot \left(\frac{P_m}{t^2} \right) + \beta_2 \quad (2.4)$$

Nas Equações (2.3) e (2.4), α_1 , α_2 , β_1 e β_2 são constantes dependentes principalmente do tipo de material, das dimensões do corpo de prova e dos parâmetros de ensaio e t é a espessura do corpo de prova utilizado, sendo considerada padrão $t = 0,5$ mm.

Segundo García et al. (2014), Lacalle et al. (2008) observaram que a força máxima P_m depende de t e não de t^2 , sendo o limite de resistência calculado de acordo com a Eq. (2.5). Além disso, no trabalho de Hurst e Matocha (2012), foi proposta uma nova relação, que leva em conta o deslocamento do punção quando a força é máxima, d_m , como mostrado na Eq. (2.6).

$$\sigma_{ut} = \beta'_1 \cdot \left(\frac{P_m}{t} \right) + \beta'_2 \quad (2.5)$$

$$\sigma_{ut} = \beta''_1 \cdot \left(\frac{P_m}{t \cdot d_m} \right) + \beta''_2 \quad (2.6)$$

Para o alongamento, são encontradas duas relações diferentes na literatura. Fleury e Ha (1998) descreveram uma relação linear de acordo com a Eq. (2.7), onde γ é uma constante empírica que teve valor igual a sete (7) no seu trabalho. Rodríguez et al. (2009) propuseram uma versão normalizada dessa expressão dividindo d_m pela espessura do CP (Eq. (2.8)), onde em seu trabalho obtiveram uma constante $\gamma' = 14$. Isto se mostrou coerente com o trabalho de Fleury e Ha (1998) que haviam utilizado um valor de espessura de 0,5 mm.

$$A(\%) = \gamma \cdot d_m \quad (2.7)$$

$$A(\%) = \gamma' \cdot \frac{d_m}{t} \quad (2.8)$$

Segundo Rodríguez et al. (2009), o módulo de elasticidade (E) do material pode ser relacionado com a informação do primeiro estágio da deformação curva força x deslocamento, podendo ser obtido de acordo com a Eq. (2.9):

$$E \approx \frac{\left(\frac{P}{d}\right)_{ini}}{t} \quad (2.9)$$

Na Equação (2.9), $(P/d)_{ini}$ é a inclinação da curva força x deslocamento no primeiro estágio de deformação e t é a espessura inicial do CP.

Além dessas propriedades, o ensaio SPT permite calcular propriedades de tenacidade à fratura, bem como propriedades de fluência.

2.3.3.1. Determinação da força de transição do regime elástico para o regime plástico (P_y)

As curvas de Força x Deslocamento dos ensaios SPT se comportam de maneira distinta, dependendo do material ensaiado, de forma que os estágios do ensaio, mostrados na Fig. 2.7, podem não ser tão claramente distinguíveis, principalmente para materiais de alta resistência conforme destacado por Silva (2017) e Almeida et al. (2019). Esse formato mais acentuado das curvas de materiais de alta resistência, pode levar a erros de cálculo do limite de escoamento do material (σ_y), da ordem de até 30 % em relação aos obtidos por ensaio de tração (SILVA, 2017).

Conforme descrito no item 2.3.3, são encontrados vários métodos de obtenção da força de transição elástico-plástico (P_y) do ensaio SPT na literatura. Como a norma ASTM 3205 (ASTM, 2020) foi publicada apenas em 2020, diversos autores buscaram métodos numéricos e empíricos para melhorar a correlação da força P_y com o limite de escoamento dos materiais (JANCA et al., 2016; MORENO, 2018; HÄHNER et al., 2019; CALAF-CHICA et al., 2020). Estes autores destacaram a dificuldade de identificar a região exata de transição elástico-plástico e otimizaram modelos para suas aplicações específicas. Almeida (2017) obteve um modelo para cálculo de σ_y de aços com limite de escoamento de até 830 MPa, conseguindo estimar esta propriedade com erros menores que 5 %. Janca et al. (2016) analisaram que, correlações calibradas para uma classe específica de material funcionam bem e com exatidão.

Na norma ASTM 3205 (ASTM, 2020), é descrito o método proposto no documento CWA 15627 (CEN, 2007) para obter P_y (ver Fig. 2.8). Porém, mesmo após a publicação da norma,

são encontrados trabalhos que buscam melhorar os modelos de cálculo do escoamento existentes (CALAF-CHICA et al., 2021; LANCASTER et al., 2022). Embora estes autores utilizem a Eq. (2.3) para relacionar a força P_y com σ_y , as constantes α são fortemente dependentes do tipo de material ensaiado bem como do equipamento utilizado para os ensaios. Dessa forma, as constantes α não podem assumir valores universais para o cálculo de σ_y de qualquer tipo de material.

2.4. Ensaios de puncionamento para avaliar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio

Tendo em vista que a técnica de ensaio SPT é relativamente recente e a preocupação acerca das consequências da FH em aços tem crescido nas últimas décadas, ainda há poucos estudos disponíveis na literatura sobre esta aplicação da técnica.

Misawa, Hamaguchi e Saito (1988) realizaram ensaios de puncionamento em alta temperatura (250 °C) e alta pressão (atmosfera de argônio) em solução aquosa de tampão borato em dois aços utilizados na indústria nuclear, sendo um aço inoxidável 304 austenítico e um aço ferrítico HT-9. Eles desejavam avaliar os efeitos da corrosão sob tensão nestes metais. Eles obtiveram como resposta a energia para início de trinca como função do potencial elétrico aplicado e da taxa de deformação e conseguiram correlacionar estes resultados com os obtidos via ensaio de tração com baixa taxa de deformação, que é usualmente utilizado para este propósito.

Nambu et al. (2007) utilizaram o SPT com atmosfera gasosa contendo hidrogênio em membranas de nióbio revestidas com paládio para avaliar a FH de corpos de prova revestidos e não revestidos. Eles obtiveram uma curva de transição dúctil-frágil em função da pressão e da quantidade de hidrogênio e conseguiram relacionar a presença do revestimento com a parte de menor quantidade de hidrogênio da curva.

Os estudos mais significativos nesta área surgiram a partir de 2015 com García et al. (2015b). Estes autores desenvolveram uma metodologia para avaliar a susceptibilidade à FH de aços CrMoV realizando permeação de hidrogênio no CP antes e durante os ensaios. Eles utilizaram como eletrólito uma solução 1 N de H_2SO_4 em água destilada com 10 gotas de CS_2 e 10 mg de As_2SO_3 por litro e fizeram a permeação de hidrogênio com uma densidade de corrente de 20 mA/cm². A Figura 2.9 mostra o desenho esquemático do equipamento usado para os ensaios sem hidrogênio e ensaios apenas pré-carregados com hidrogênio (Fig. 2.9a) e para os ensaios com carregamento *in-situ* (Fig. 2.9b).

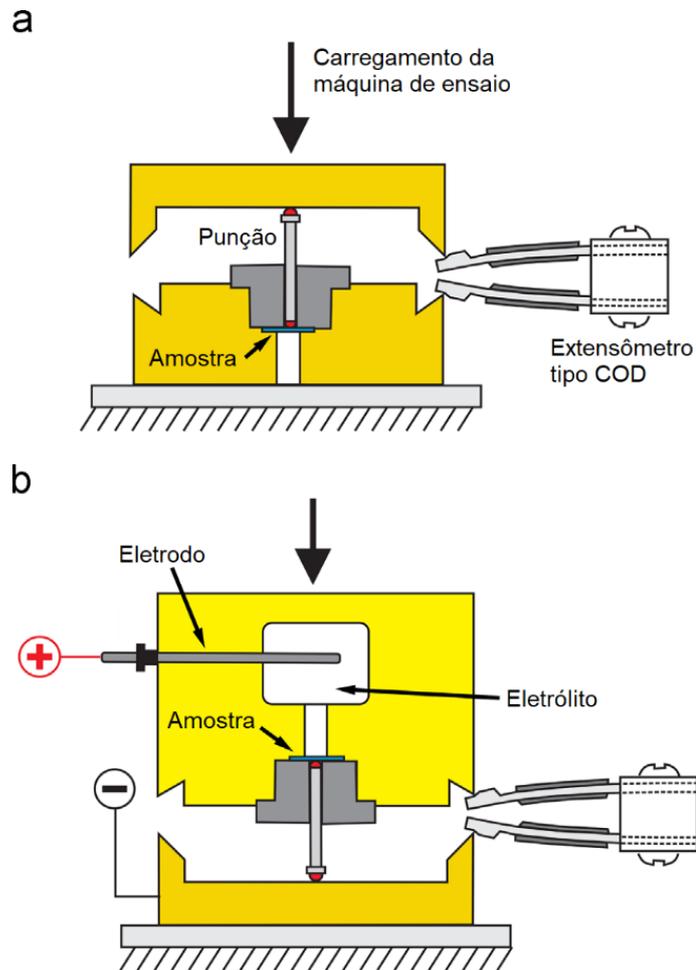


Figura 2.9 – Esquema do equipamento utilizado (a) para ensaios sem hidrogênio; (b) para ensaios com carregamento de hidrogênio *in-situ* (GARCÍA et al., 2015b).

Os dois materiais ensaiados apresentaram resultados distintos quanto à FH, como pode ser visto nas curvas de resposta da Fig. 2.10. As curvas (A) representam os ensaios sem carregamento de hidrogênio, as curvas (B) os ensaios que foram apenas pré-carregados e as curvas (C) os ensaios com carregamento *in-situ*. O aço CrMoV-2 se mostrou mais susceptível à FH, sendo que apenas o pré-carregamento foi suficiente para resultar em uma queda de força máxima e do deslocamento máximo. Já o aço CrMoV-1 só apresentou efeitos de FH quando o carregamento com hidrogênio foi realizado durante o ensaio.

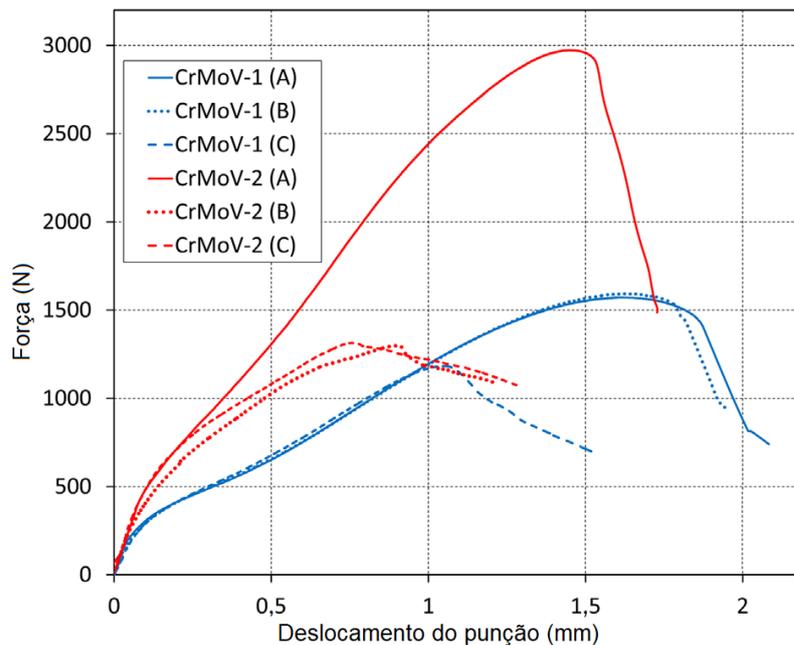


Figura 2.10 – Curvas de resposta para as diferentes condições de ensaio SPT dos aços CrMoV-1 e CrMoV-2 (GARCÍA et al., 2015b).

Além disso, García et al. (2015b) compararam as fractografias dos corpos de prova dos dois aços ensaiados em cada condição, conforme mostrado nas Figs. 2.11, 2.12, 2.13 e 2.14. É possível observar que o aço CrMoV-1 apresentou trincas em forma de meia lua e fraturas dúcteis quando ensaiado ao ar e apenas com pré-carregamento (Fig. 2.11), enquanto o aço CrMoV-2 apresentou trincas radiais na segunda condição (Fig. 2.12c) e fratura frágil (Fig. 2.12d). Na Figura 2.13 é possível ver uma fratura frágil na região das trincas radiais e uma fratura mista na região de trinca meia lua para o aço CrMoV-1, enquanto para o aço CrMoV-2, o CP com carregamento durante o ensaio teve sua fragilidade acentuada (Fig. 2.14).

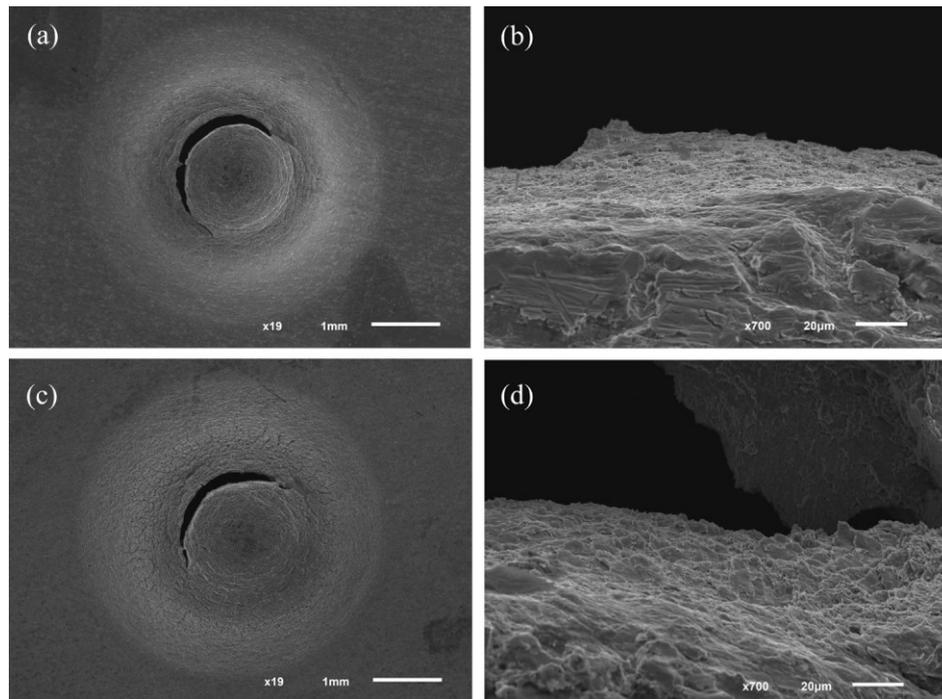


Figura 2.11 – Fractografias dos corpos de prova de CrMoV-1: (a) sem hidrogênio - visão geral; (b) sem hidrogênio - região da falha; (c) pré-carregada com hidrogênio - visão geral; (d) pré-carregada com hidrogênio - região da falha (GARCÍA et al., 2015b).

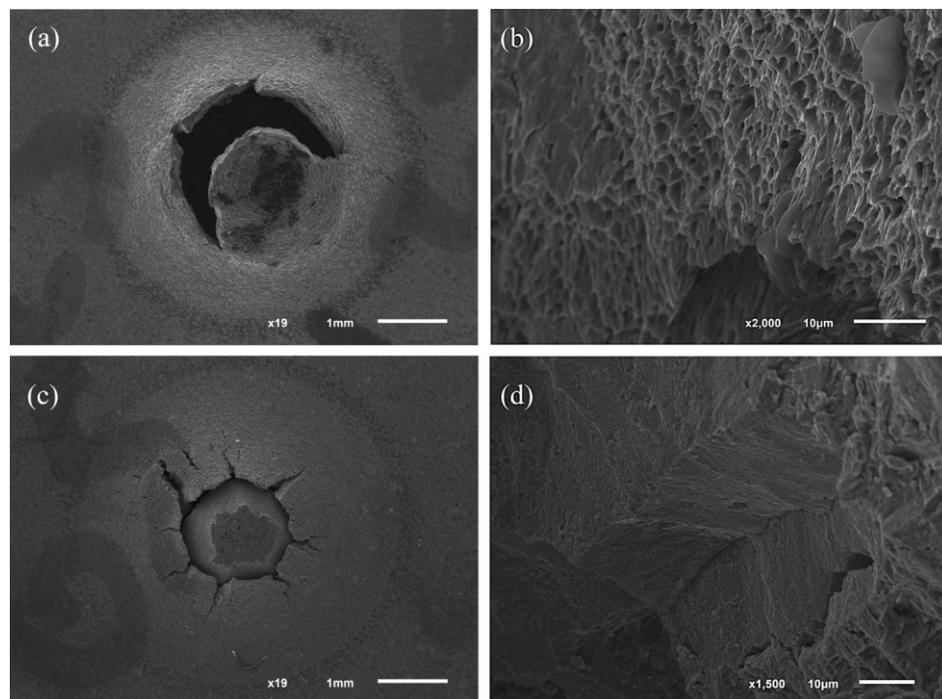


Figura 2.12 – Fractografias dos corpos de prova de CrMoV-2: (a) sem hidrogênio - visão geral; (b) sem hidrogênio - região da falha; (c) pré-carregada com hidrogênio - visão geral; (d) pré-carregada com hidrogênio - região da falha (GARCÍA et al., 2015b).

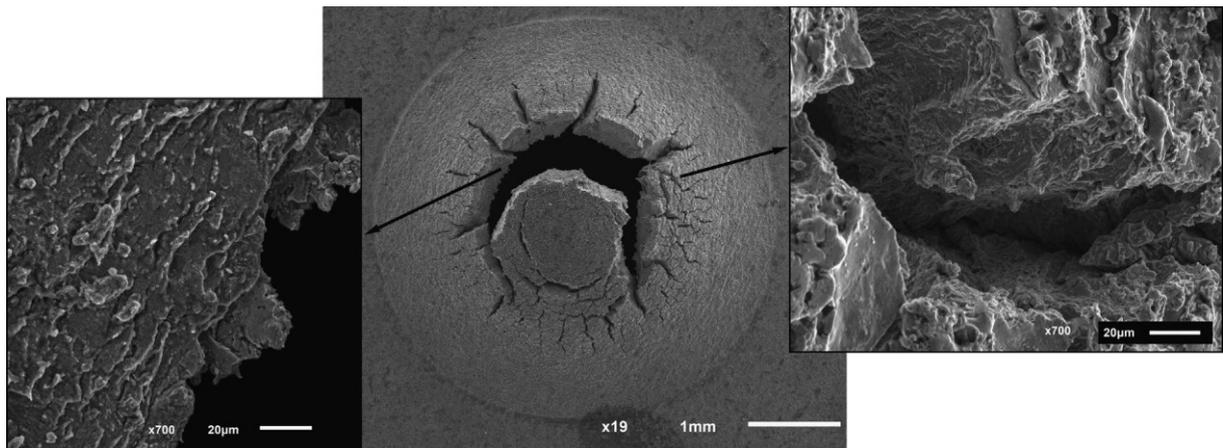


Figura 2.13 – Fractografia do corpo de prova de CrMoV-1 testado com carregamento *in-situ* (GARCÍA et al., 2015b).

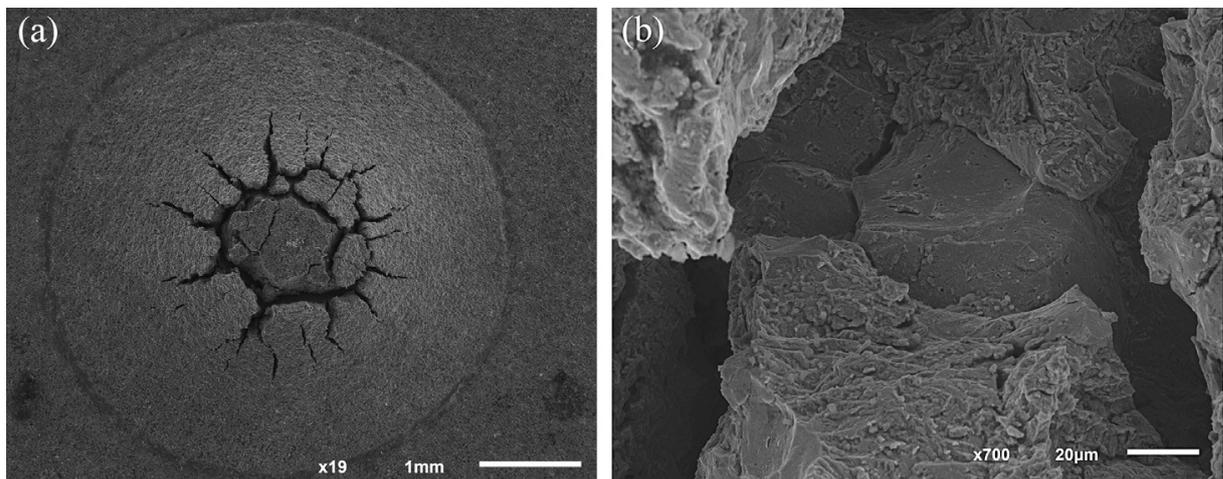


Figura 2.14 – Fractografia do corpo de prova de CrMoV-2 testado com carregamento *in-situ* (GARCÍA et al., 2015b).

Outros trabalhos foram publicados utilizando metodologia semelhante à de García et al. (2015b), dentre eles, tem-se: García et al. (2016), que buscaram comparar os resultados obtidos via ensaios de puncionamento com aqueles decorrentes dos ensaios de tração para avaliação da FH; Arroyo et al. (2016), que fizeram ensaios em corpos de prova entalhados e meios agressivos para estimar o parâmetro de concentração de tensão para trincamento assistido pelo meio (*Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking - K_{EAC}*) a partir de SPT; Arroyo et al. (2017), que avaliaram os principais fatores presentes na FH de aços de média e alta resistência utilizando SPT.

O primeiro trabalho publicado utilizando a metodologia de carregamento em patamares progressivos em meio assistido (*Incremental Step Load - ISL*) em ensaios SPT foi de Arroyo et al. (2019). Neste trabalho os autores ensaiaram um aço TMCR420 (um aço perlítico-ferrítico

com 35 HRC, utilizado na fabricação de componentes *offshore* e vasos de pressão) aplicando polarização catódica em uma solução ácida contendo H₂SO₄. Arroyo et al. (2019) mantiveram a ideia global da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018) e propuseram patamares de 20 min para os 10 primeiros patamares e 40 min para os 10 últimos, de forma que cada corpo de prova pudesse ser ensaiado em até 10 h.

No aço ensaiado por Arroyo et al. (2019), foi realizado um ensaio SPT convencional ao ar, de forma que a força máxima do ensaio equivale à força de ruptura ao ar no ensaio ISL (P_{FFS}) proposta na ASTM F1624 (ASTM, 2018). Em seguida, três ensaios com os carregamentos em patamares foram realizados, conforme mostrado na Fig. 2.15. Neste trabalho eles obtiveram uma força limite invariante (P_{th}) de 42,4 % ao utilizar SPT e uma tensão limite invariante (σ_{th}) de 53,8 % ao utilizar o ensaio de tração da ASTM F1624 (ASTM, 2018).

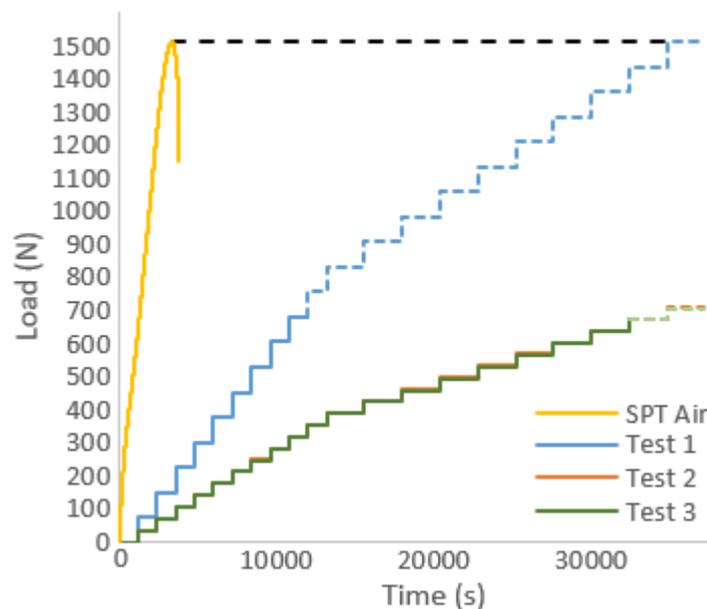


Figura 2.15 – Curvas Força x tempo para o aço TMCR420 obtidas aplicando a técnica de ISL da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018) modificada para os ensaios SPT. As linhas pontilhadas indicam os patamares planejados que não ocorreram após a falha do corpo de prova (ARROYO et al., 2019).

Mais recentemente, Arroyo et al. (2022) realizaram um estudo para otimizar o tempo dos patamares. Foram utilizados tempos entre 10 e 60 min e foi concluído que os tempos de 20 min para os 10 primeiros patamares e 40 min para os 10 últimos foram os que representaram o menor tempo para se obter resultados com boa exatidão.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Neste capítulo é apresentada a metodologia adotada no desenvolvimento deste trabalho. Inicialmente são descritos os procedimentos para a caracterização microestrutural e de resistência mecânica dos materiais ensaiados, quais sejam: análise de composição química, análise metalográfica, ensaios de dureza e ensaios de tração. Em seguida, são apresentadas as metodologias relativas à fabricação dos corpos de prova e à realização dos ensaios experimentais. Em destaque, são mostradas as metodologias para realização de ensaios em meio hidrogenado, englobando ensaios preliminares, análise da variação da velocidade de ensaio SPT convencional e ensaios SPT com patamares. Por fim, foram realizados ensaios para otimizar o modelo proposto por Almeida (2017) para cálculo do limite de escoamento de aços de alta resistência.

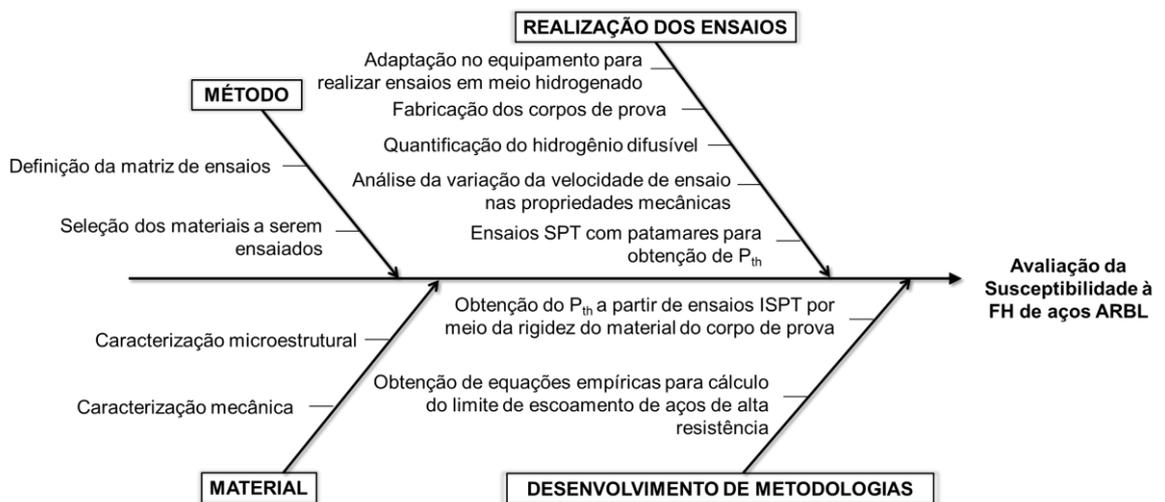


Figura 3.1 – Diagrama de Ishikawa da metodologia adotada no trabalho.

3.1. Caracterização dos materiais dos corpos de prova

No presente trabalho, dois aços ARBL utilizados na fabricação de dutos da indústria de óleo e gás foram selecionados para se avaliar a susceptibilidade à FH por meio de ensaios SPT. Os aços 4137M e 4130M como recebidos, foram utilizados ao longo de todo o trabalho. Além destes, no decorrer do trabalho e segundo a necessidade, outros aços foram avaliados, a saber: o aço AISI 4140 como recebido e o aço 4130M tratado termicamente e caracterizado por Martiniano (2021) para atingir durezas de 40 e 44 HRC. Vale ressaltar que os aços 4137M e 4130M foram caracterizados de forma completa. Para a caracterização dos aços 4137M, 4130M e AISI 4140, foram efetuadas as seguintes análises: composição química, metalografia, ensaios de dureza e ensaios de tração.

3.1.1. Análise de composição química

As análises de composição química dos aços foram realizadas com o intuito de melhor caracterizá-los em relação à quantidade de carbono, enxofre e outros elementos de liga. A quantidade significativa desses elementos pode influenciar as propriedades do material, dentre elas a resistência mecânica, a presença de inclusões em sua microestrutura e, conseqüentemente, a susceptibilidade à FH.

As análises de composição química foram realizadas por meio de um espectrômetro de emissão ótica por descarga luminescente da marca LECO, modelo GDS500A, com resolução de 0,001 % em peso. Os valores médios de composição química decorrentes de três medições podem ser observados na Tab. 3.1. Nesta tabela são apresentados ainda os valores do desvio padrão amostral para um nível de confiança de 95 %.

No entanto, existem técnicas para a quantificação de alguns elementos, como carbono e enxofre, que fornecem resultados com maior confiabilidade. Uma dessas técnicas é o método de combustão, descrito na norma ASTM E1019 (ASTM, 2018). Assim, para os aços 4137M e 4130M foi realizado esse ensaio de maneira complementar, por empresa terceira. O equipamento utilizado para esta finalidade foi um analisador de carbono e enxofre, da marca LECO, modelo CS-600, juntamente com uma balança analítica, da marca Sartorius, modelo CPA 124S.

Nesta análise, três repetições foram efetuadas em cada material e os resultados são mostrados na Tab. 3.2. Os valores obtidos representam a porcentagem em peso de cada elemento, com uma confiabilidade de 95 % (duas vezes o desvio padrão dos valores obtidos).

Tabela 3.1 – Valores médios resultantes da análise de composição química dos materiais ensaiados (% em peso).

Elemento	Material		
	Aço 4137M	Aço 4130M	Aço 4140
Fe	Balanço	Balanço	Balanço
C	0,378 ± 0,002	0,290 ± 0,002	0,442 ± 0,000
S	0,008 ± 0,001	0,003 ± 0,001	0,007 ± 0,000
Mn	0,912 ± 0,011	0,769 ± 0,005	0,861 ± 0,002
Si	0,268 ± 0,005	0,315 ± 0,003	0,378 ± 0,001
Cr	1,140 ± 0,000	1,480 ± 0,012	0,840 ± 0,010
Cu	0,227 ± 0,002	0,216 ± 0,001	0,009 ± 0,000
Ni	0,132 ± 0,003	0,126 ± 0,003	0,038 ± 0,001
Mo	0,321 ± 0,003	0,691 ± 0,004	0,150 ± 0,002
V	0,005 ± 0,000	0,010 ± 0,000	0,004 ± 0,000
P	0,013 ± 0,001	0,014 ± 0,001	0,021 ± 0,000
Al	0,024 ± 0,000	0,038 ± 0,000	0,024 ± 0,000
Ti	0,003 ± 0,000	0,004 ± 0,001	-
Nb	-	0,024 ± 0,002	-
B	0,001 ± 0,000	0,001 ± 0,000	-

Tabela 3.2 – Composição química de carbono e enxofre obtida pelo processo de combustão para os aços 4137M e 4130M (% em peso).

	C (%)	S (%)
Aço 4137M	0,370 ± 0,010	0,009 ± 0,001
Aço 4130M	0,300 ± 0,040	0,004 ± 0,001

Os aços 4137M e 4130M foram assim denominados devido à composição química ser próxima às dos aços AISI 4137 e AISI 4130, especificados na norma ASTM A322-13 (ASTM, 2018). Estes aços foram caracterizados em conjunto com Melo (2019). O aço 4140 segue as especificações da norma ASTM A322-13 (ASTM, 2018) para um aço AISI 4140.

3.1.2. Análise metalográfica

As análises microestruturais dos aços foram realizadas utilizando microscopia óptica e eletrônica de varredura. Para tanto, foi utilizado um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M, equipado com câmera para aquisição de imagens. Foi utilizado também um

microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – *Field Emission Gun*) da marca Zeiss, modelo Supra 40, equipado com EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

Para analisar os aços 4137M e 4130M, foram retirados dois corpos de prova de cada um, a fim de representar as duas direções (longitudinal e radial/circunferencial). Em seguida, foram embutidos em baquelite; lixados com lixa abrasiva SiC de 220, 600 e 1200 *mesh*, utilizando uma lixadora Arotec e; polidos utilizando pastas de diamante com granulometrias médias de 9, 6, 3 e 1 μm , em uma polidora Arotec VV. O acabamento final foi obtido por polimento com sílica coloidal. Entre cada etapa de lixamento e polimento, foi feita a limpeza dos CPs em banhos ultrassônicos com álcool etílico durante cinco minutos.

Após a preparação dos corpos de prova, foi realizado um ataque químico para a revelação da microestrutura, utilizando Nital 2 %, por aproximadamente dez segundos. As imagens obtidas possibilitaram identificar a microestrutura, a existência de orientação e a presença de inclusões. As imagens da microestrutura com menor aumento dos aços 4137M e 4130M podem ser observadas na Figs. 3.2 e 3.3, respectivamente.

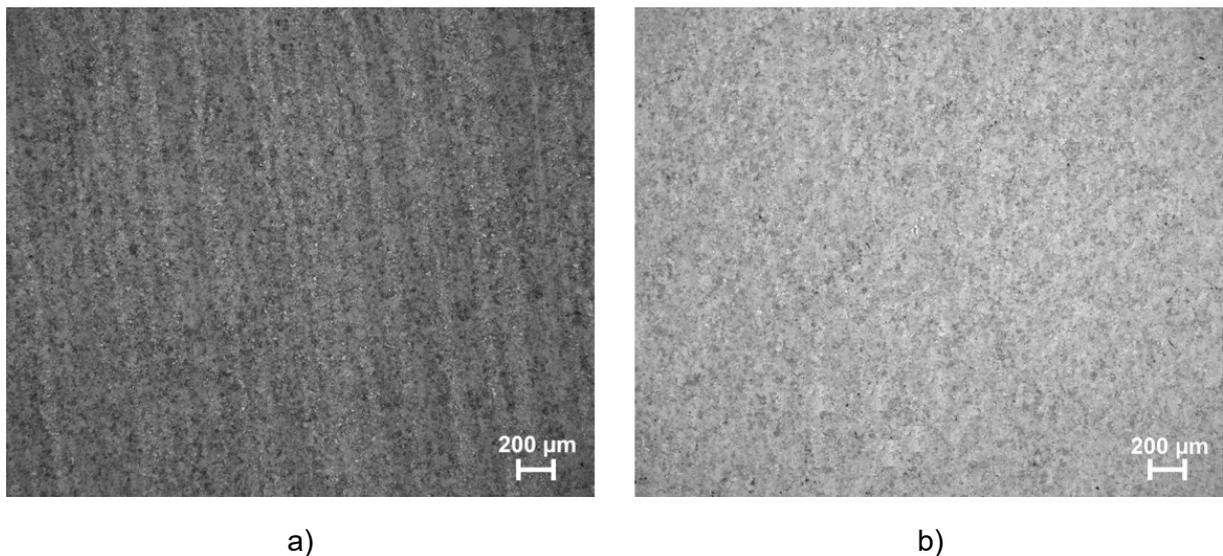


Figura 3.2 – Microscopia do aço 4137M. a) Seção longitudinal; b) Seção circunferencial/radial.

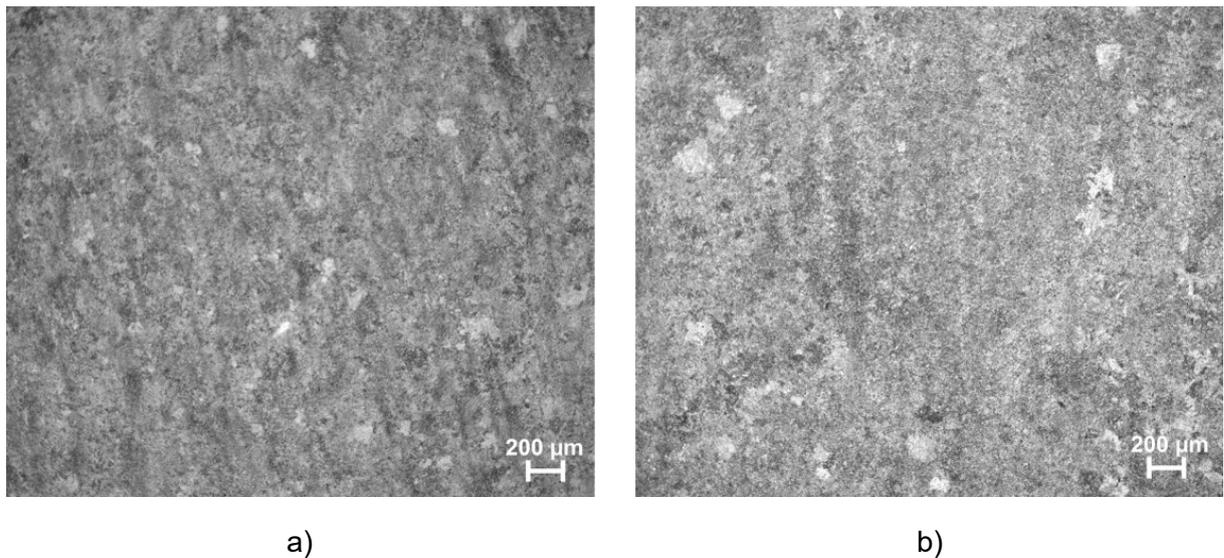


Figura 3.3 – Microscopia do aço 4130M. a) Seção longitudinal; b) Seção circunferencial/radial.

De acordo com a Fig. 3.2, observa-se que o aço 4137M possui um bandeamento apenas na direção longitudinal do tubo. Por outro lado, o aço 4130M apresenta uma orientação menos notável nessa direção (Fig. 3.3-a). Os tratamentos térmicos dos dois aços não foram disponibilizados pelos fabricantes.

Para analisar as microestruturas dos aços, foram retirados CPs apenas na seção longitudinal e as imagens obtidas por meio do MEV/FEG estão representadas na Fig. 3.4. Os aços 4137M (Fig. 3.4-a) e 4130M (Fig. 3.4-b) como recebidos possuem uma microestrutura com matriz predominantemente martensítica/bainítica com grãos de ferrita dispersos. Além disso, nota-se que o aço 4130M possui uma microestrutura mais refinada quando comparado ao aço 4137M. Os aços 4130M (40 HRC), Fig. 3.4-c, e 4130M (44 HRC), Fig. 3.4-d, apresentam uma microestrutura de martensita revenida com a presença de cementita alongada e uma quantidade significativa de precipitados de cementita ao longo do contorno do antigo grão austenítico, como indicado pelas setas em amarelo. Por fim, o aço AISI 4140, Fig. 3.4-e apresenta uma microestrutura típica de martensita revenida.

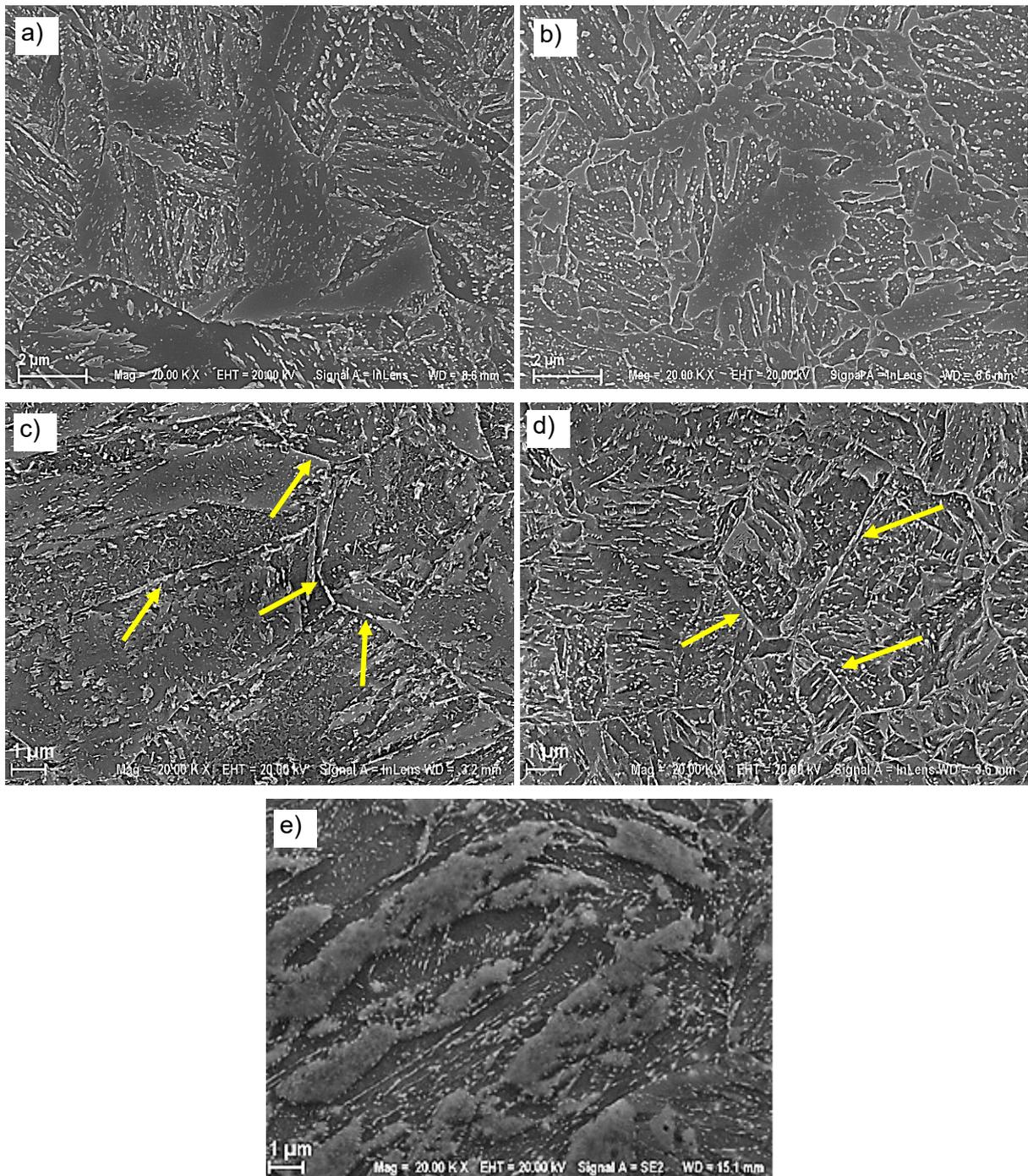


Figura 3.4 – Microestrutura dos aços avaliados: a) aço 4137M como recebido; b) aço 4130M como recebido; c) aço 4130M (40 HRC); d) aço 4130M (44 HRC); e) aço AISI 4140.

3.1.2.1. Quantificação de inclusões

A quantificação de inclusões foi realizada com base nas normas ASTM E45 (ASTM, 2018) e ASTM E1245 (ASTM, 2016) como complementação da primeira, tratando de ensaio por análise automática de imagem. Estas normas recomendam que a quantificação (manual ou automática) de inclusões seja realizada em um CP cuja área total seja de pelo menos

160 mm². Assim, dois corpos de prova (um para cada material) foram preparados conforme o procedimento descrito anteriormente, com a diferença de que esse método dispensa o ataque químico na face de interesse.

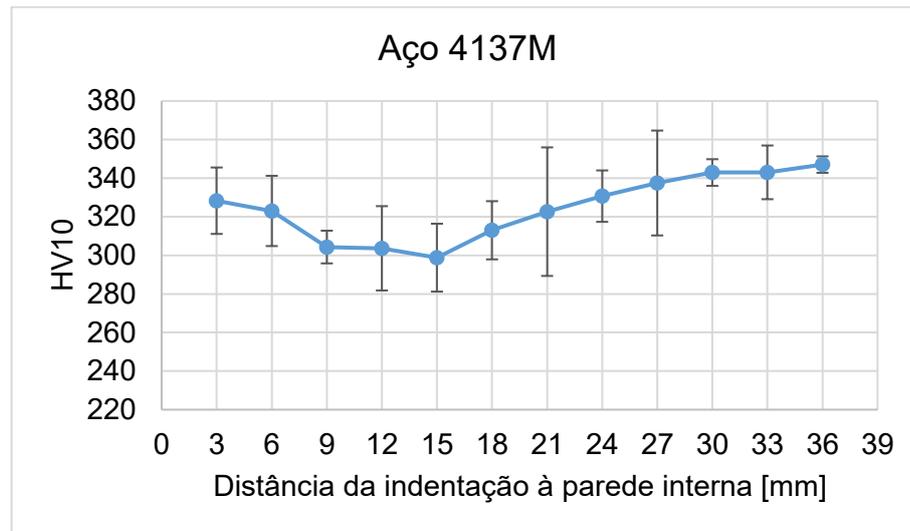
A análise é facilitada com a utilização de um sistema de microscopia óptica em conjunto com um *software* de análise de imagens. Neste trabalho, foi utilizado o *software* AxioVision V4.8, que permite destacar as inclusões por meio de detecção de escalas de cinza nas imagens.

A quantificação foi realizada com a utilização de dez áreas de aproximadamente $280 \times 335 \mu\text{m}^2$, escolhidas aleatoriamente, para a geração das imagens. Os corpos de prova foram observados no microscópio óptico utilizado nas etapas anteriores e, em cada imagem, foi possível quantificar as inclusões em porcentagem de área. Os resultados de quantificação de inclusões obtidos, bem como imagens das mesmas, são mostrados no capítulo subsequente, uma vez que contribuíram para discussão de resultados de ensaios.

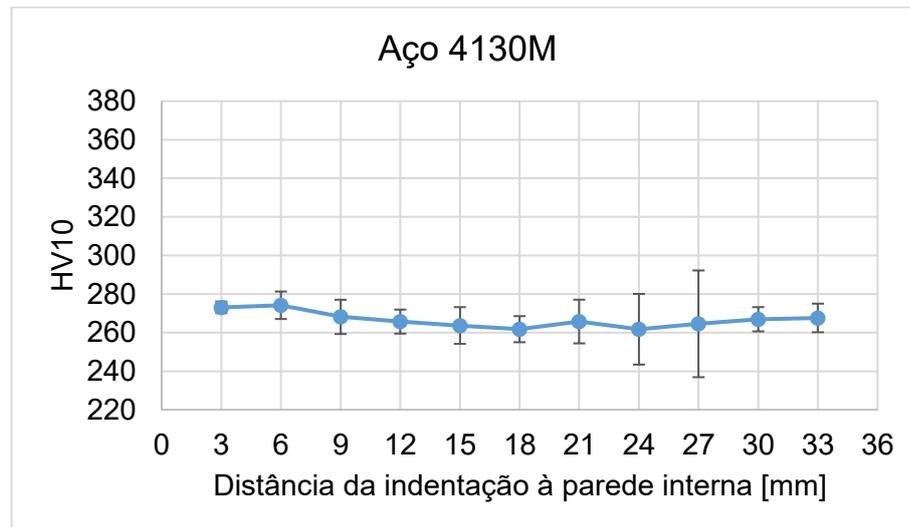
3.1.3. Propriedades mecânicas

A medição do perfil de dureza foi realizada ao longo da espessura dos corpos de prova retirados dos tubos dos aços 4137M e 4130M, objetivando identificar a existência de gradiente de propriedades mecânicas. Para tanto, a dureza Vickers foi medida ao longo da espessura dos corpos de prova com um durômetro Stiefelmayer-Reicherter, modelo KL-4, com resolução de 1 HV10. O certificado de calibração nº 083/18 deste equipamento se encontra no ANEXO A. A medição foi efetuada a temperatura ambiente de $20 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, utilizando força de 10 kgf e tempo de aplicação de 15 segundos, de acordo com as recomendações da norma ASTM E92 (ASTM, 2017).

A Figura 3.5 apresenta os resultados de medição dos perfis de dureza Vickers (HV10) para os aços 4137M e 4130M. Nesta figura as barras de erro representam o desvio padrão com nível de confiança de 95,45 %.



(a)



(b)

Figura 3.5 – Perfis de dureza ao longo da espessura dos corpos de prova do (a) aço 4137M e (b) aço 4130M. Barra de erros representando o desvio padrão com nível de confiança de 95,45 %.

De acordo com a Fig. 3.5, observa-se que o perfil de dureza ao longo da espessura pode ser considerado constante para o aço 4130M, com amplitude de 12 HV10. O aço 4137M apresentou uma amplitude dos valores médios da ordem de 50 HV10. Considerando todas as medições, o valor médio da dureza para o aço 4137M é 325 ± 33 HV10 e para o aço 4130M é 267 ± 8 HV10.

Além disso, para todos os materiais, foram realizados ensaios de dureza Rockwell C (HRC), conforme a norma ASTM E18 (ASTM, 2020). A dureza foi medida utilizando um durômetro Mitutoyo, da série Twintype Plus, modelo DT-20, com resolução de 0,1 HRC. O

certificado de inspeção deste durômetro (ANEXO B) declara que o mesmo possui uma incerteza de 0,4 HRC. Foram efetuadas cinco medições de dureza para cada CP e os valores médios e de incerteza padrão com fator de abrangência de 68,27 % são mostrados na Tab. 3.3.

O ensaio de tração foi realizado com o objetivo de obter as propriedades limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento dos materiais. Para isso, foram ensaiados cinco CPs com formato cilíndrico, conforme determina a norma ASTM E8/E8M (ASTM, 2021). Os ensaios foram realizados em uma máquina de tração servohidráulica da fabricante Instron®, modelo 8801. Os valores médios das propriedades mecânicas e a incerteza padrão associada (68,27 % de probabilidade de abrangência) dos aços ensaiados são mostrados na Tab. 3.3.

Tabela 3.3 – Valores médios das propriedades mecânicas dos materiais avaliados, incerteza padrão associada (68,27 %).

Material	Limite de escoamento σ_y (MPa)	Limite de resistência à tração σ_y (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HRC)
Aço 4137M	949,41 ± 14,15	1052,80 ± 9,83	17,4 ± 0,5	32,6 ± 0,3
Aço 4130M	775,83 ± 2,96	848,42 ± 3,17	24,2 ± 1,1	25,0 ± 0,2
Aço AISI 4140	1132,30 ± 4,10	1202,10 ± 1,60	13,6 ± 0,6	39,1 ± 0,2
Aço 4130 M (40 HRC)	1206,70 ± 5,89	1280,64 ± 5,14	18,2 ± 1,1	39,2 ± 0,4
Aço 4130M (44 HRC)	1352,86 ± 5,93	1431,36 ± 6,09	14,1 ± 0,3	43,1 ± 0,3

3.2. Fabricação dos corpos de prova para ensaios de puncionamento esférico

As dimensões dos corpos de prova SPT foram definidas de acordo com o proposto no documento CWA 15627 (2007), sendo em formato de disco com 8 mm de diâmetro e 0,350 mm de espessura. Primeiramente foi usinada uma barra cilíndrica do tubo, conforme mostra a Fig. 3.6, já com 8 mm de diâmetro por meio de uma máquina de eletroerosão a fio. Em seguida, essa barra foi cortada também via eletroerosão a fio em discos de aproximadamente 0,400 mm de espessura. Por fim, os discos foram lixados com o auxílio de um dispositivo, mostrado na Fig. 3.7, que permite a obtenção de corpos de prova com a

espessura indicada de projeto ($0,350 \pm 0,005$ mm). Para tanto, foi utilizada uma lixa de 1200 *mesh* até que os riscos oriundos do corte desaparecessem e a espessura final estivesse dentro da tolerância de projeto. A espessura dos corpos de prova foi medida cinco vezes utilizando um micrômetro digital para medições externas, com resolução 0,001 mm (certificado de calibração nº 70518/18 – ANEXO C). As medições foram efetuadas à temperatura ambiente de 20 ± 1 °C.

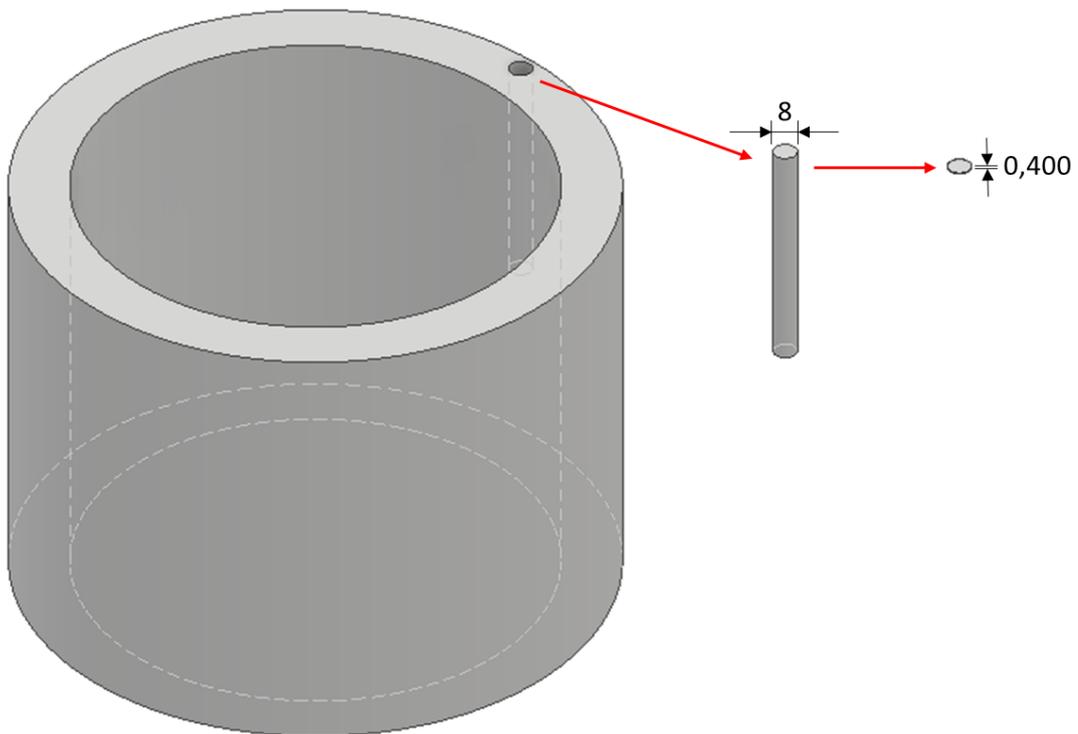


Figura 3.6 – Sequência de fabricação do corpo de prova na máquina de eletroerosão a fio.



Figura 3.7 – Dispositivo utilizado no processo de lixamento dos corpos de prova.

3.3. Ensaio de puncionamento esférico (SPT)

Os ensaios SPT foram realizados em um equipamento de puncionamento instrumentado, mostrado na Fig. 3.8. Os ensaios foram realizados tendo em vista as recomendações da norma ASTM E3205 (ASTM, 2020) e também o desenvolvimento prévio à publicação da norma. O princípio de funcionamento do ensaio é a deformação do corpo de prova mediante uma esfera de metal duro (WC-Co) de 1,5 mm de diâmetro (ALMEIDA, 2017), que é empurrada por uma haste metálica. Essa, por sua vez, está acoplada a uma célula de carga da marca HBM, modelo U2B, com faixa nominal de 2,0 kN, que mede a força aplicada. O deslocamento é medido com dois LVDTs (*Linear Variable Differential Transformer*) da mesma marca da célula de carga, da série WI, com faixa nominal de 2 mm, e os dados obtidos são armazenados através de um programa de controle desenvolvido em LabVIEW, especificamente para este ensaio.

O equipamento conta ainda com uma matriz superior de aperto e uma matriz inferior, ambas de aço 4340 revenido a 280 °C, uma base de suporte e outros componentes de fixação e de acoplamento, mostrados na Fig. 3.9. A Figura 3.10 mostra em detalhe a região de ensaio, indicando os principais componentes.

O ensaio SPT inicia-se com a aproximação rápida do punção em relação ao CP, até que os LVDTs toquem a superfície de referência. Em seguida, a velocidade é reduzida e o movimento continua até que a haste toque a esfera. O programa de controle começa a

armazenar os valores de força e deslocamento quando a célula de carga mede uma força de 30 N. Como critério de parada, o ensaio termina quando a força medida cai em 100 N. Os dados armazenados são então utilizados para traçar a curva de resposta de força x deslocamento.

3.3.1. Análise da variação da velocidade de ensaio ao ar

Para avaliação da velocidade de ensaio ao ar (sem a presença de meio assistido) foram realizados ensaios no aço 4130M. O efeito do fator velocidade nos valores de limite de escoamento e limite de resistência à tração foi investigado utilizando um planejamento de experimentos com um único fator. A velocidade foi investigada em três níveis (0,02 mm/s, 0,001 mm/s e 0,0005 mm/s). Para cada condição foram efetuadas duas repetições, totalizando nove ensaios. Para a análise dos resultados, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) por meio do *software* Statistica versão 7.1.

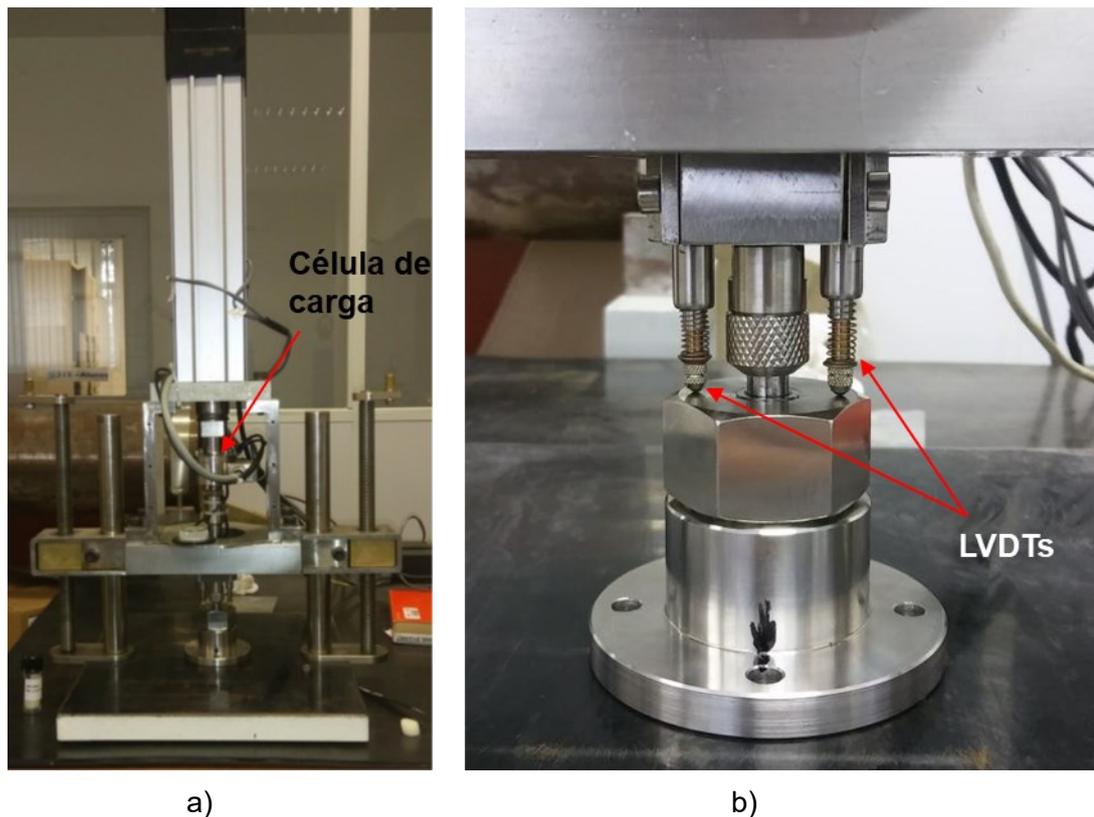


Figura 3.8 – Equipamento de puncionamento instrumentado a) vista geral; b) vista em detalhe.

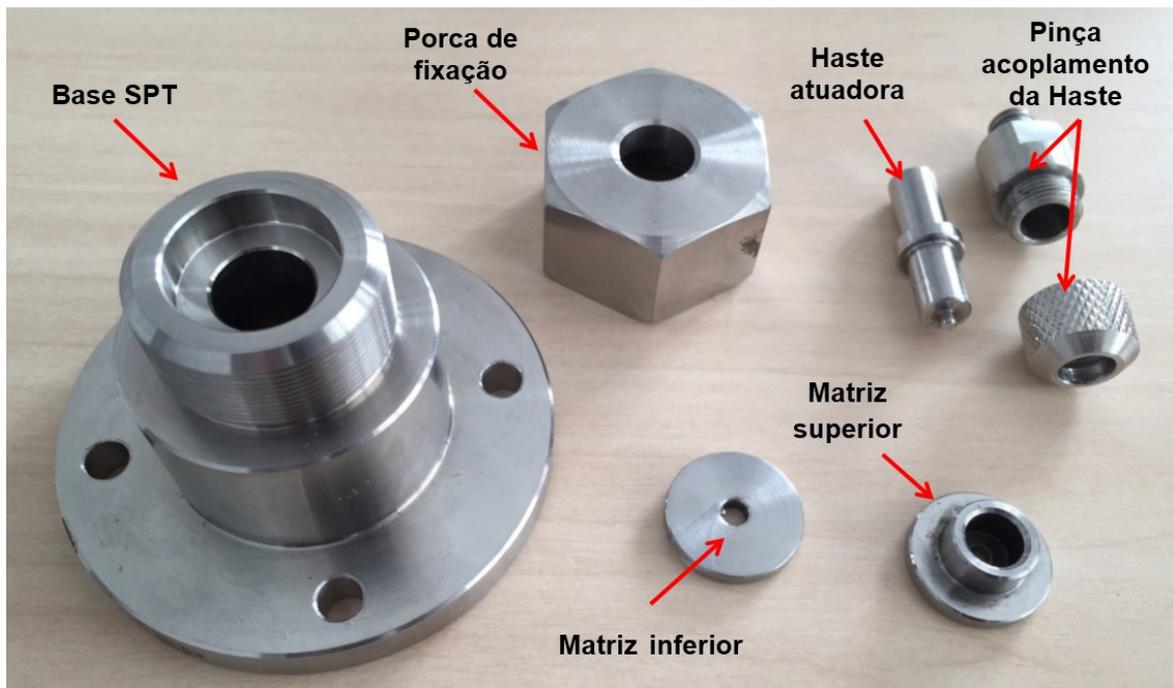


Figura 3.9 – Componentes do dispositivo para SPT.

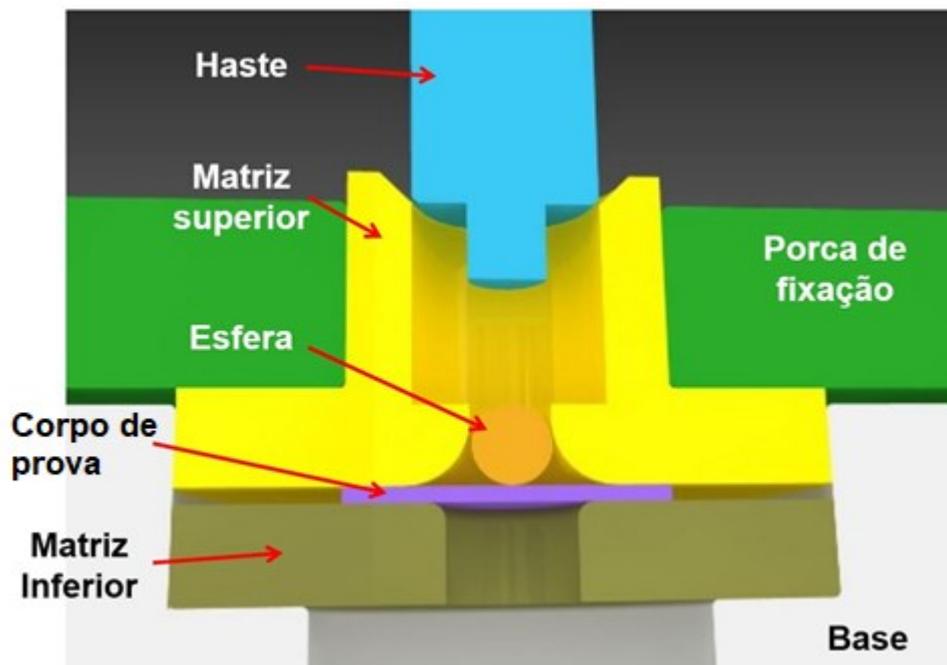
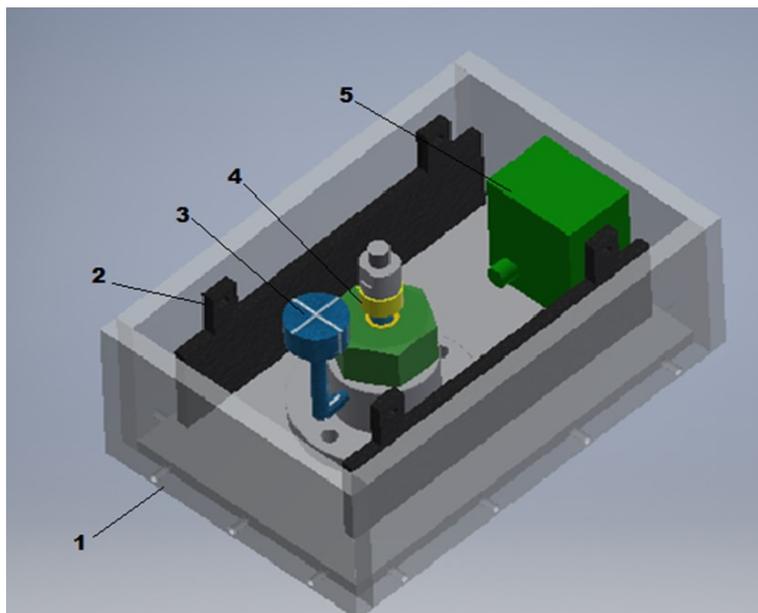


Figura 3.10 – Modelo da região de ensaio SPT com destaque para o posicionamento do corpo de prova entre as matrizes.

3.4. Adaptações no equipamento para a permeação de hidrogênio durante o ensaio

Com o intuito de adaptar o equipamento para realizar ensaios em meio assistido, foi concebida, projetada e construída uma cuba eletrolítica para permeação de hidrogênio no corpo de prova durante o ensaio. O projeto foi realizado usando o *software* de modelagem CAD 3D Autodesk Inventor® Professional 2018. A Figura 3.11 mostra a montagem da cuba em perspectiva, com destaque para os componentes, enquanto a Fig. 3.12 mostra a mesma após fabricação.

As paredes da cuba foram fabricadas em acrílico e a base em aço inoxidável. Para a permeação de hidrogênio, foram projetados dois contra eletrodos de grafite e um eletrodo de referência de Ag/AgCl, cujo corpo é um material polimérico utilizado na fabricação de ponteiros de pipeta. Além disso, foi adicionada uma motobomba submersa com vazão de 60 a 170 l/h com o objetivo de circular a água na cavidade interna do suporte inferior do dispositivo.



- 1) Cuba eletrolítica.
- 2) Contra eletrodo de grafite.
- 3) Eletrodo de referência.
- 4) Dispositivo do *SPT*.
- 5) Bomba de aquário

Figura 3.11 – Imagem em perspectiva da cuba eletrolítica para a realização de ensaios com assistência do meio. Os principais componentes da cuba são indicados.

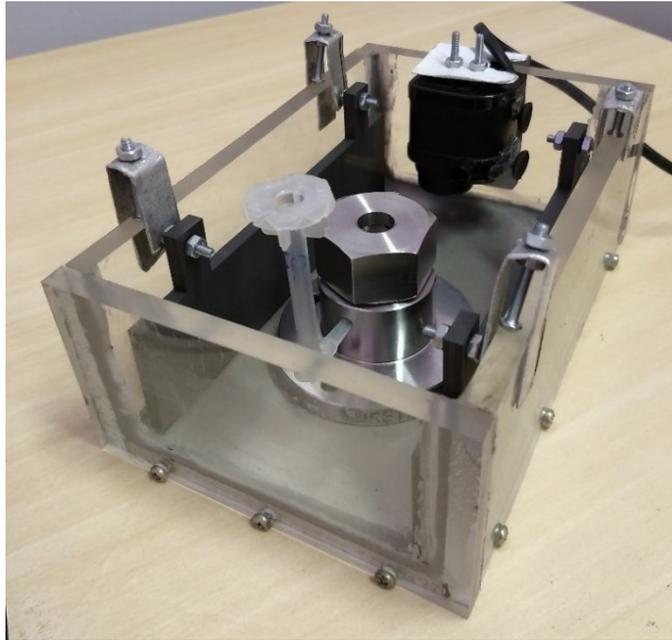


Figura 3.12 – Vista geral da cuba eletrolítica montada.

Foram realizadas outras modificações no suporte inferior, conforme mostrado na Fig. 3.13. Um furo de 4 mm para o alojamento do eletrodo de referência (1); um furo de 4 mm para o tubo com entrada de fluido (2); um furo de 5 mm para saída de fluido (3); quatro furos de 3 mm ao redor do diâmetro para saída de possíveis bolhas de ar entre as matrizes e o corpo de prova (4).

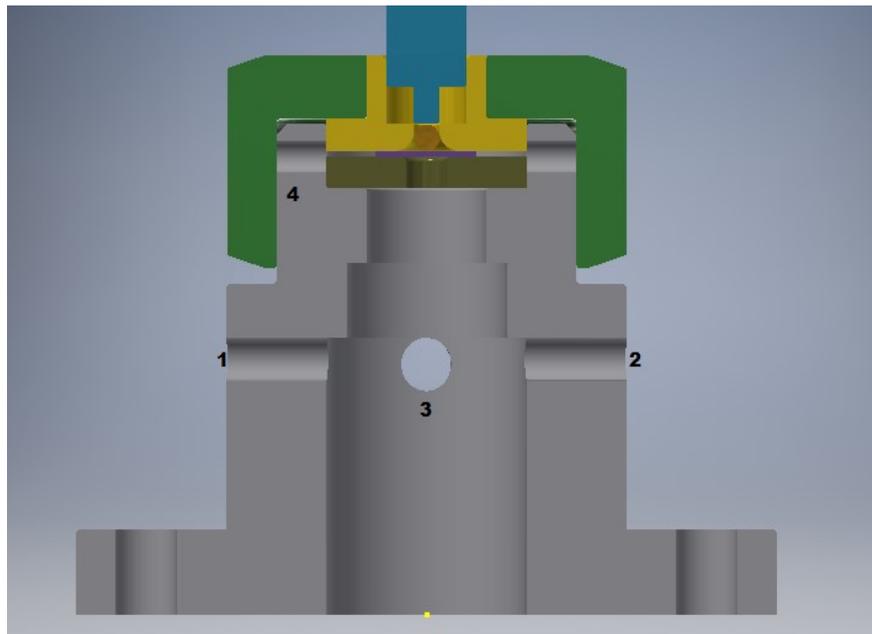


Figura 3.13 – Suporte inferior do dispositivo de SPT após implementação das modificações.

Para o isolamento elétrico do equipamento, foi projetado um adaptador preenchido com Celeron, instalado entre a haste e a célula de carga, conforme mostrado na Fig. 3.14. Além disso, a base da cuba e o suporte inferior foram pintados de modo a diminuir a área metálica submersa no meio. Durante os ensaios preliminares, foi observada uma fuga de corrente no sistema. Para resolver este problema, foi adicionado um tubo termo retrátil na haste na região de contato com o "porta LVDTs" e duas lâminas de vidro na superfície onde os LVDTs tocam a porca de fixação, mostrados em detalhe na Fig. 3.15.

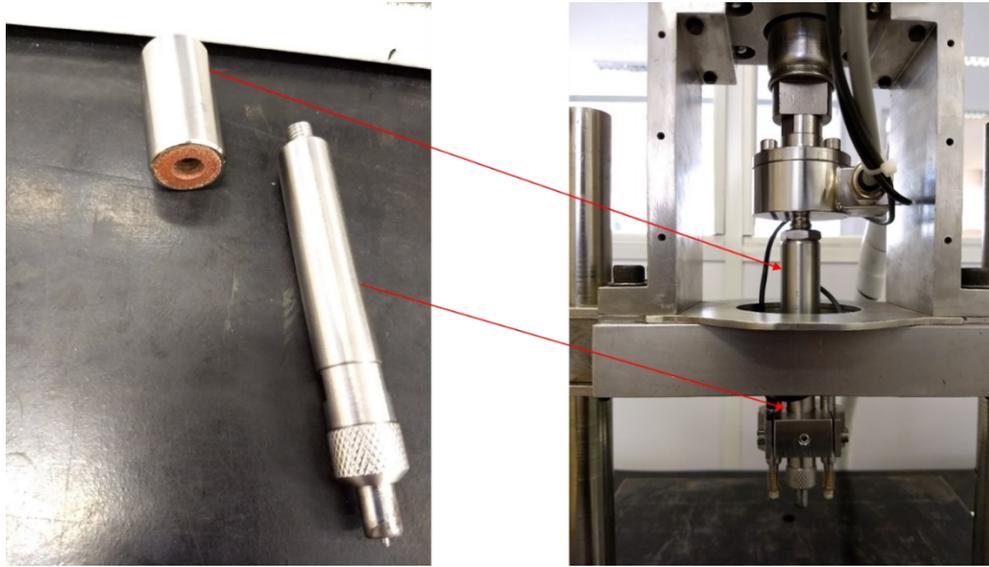


Figura 3.14 – Adaptador preenchido com Celeron para isolamento elétrico do equipamento.

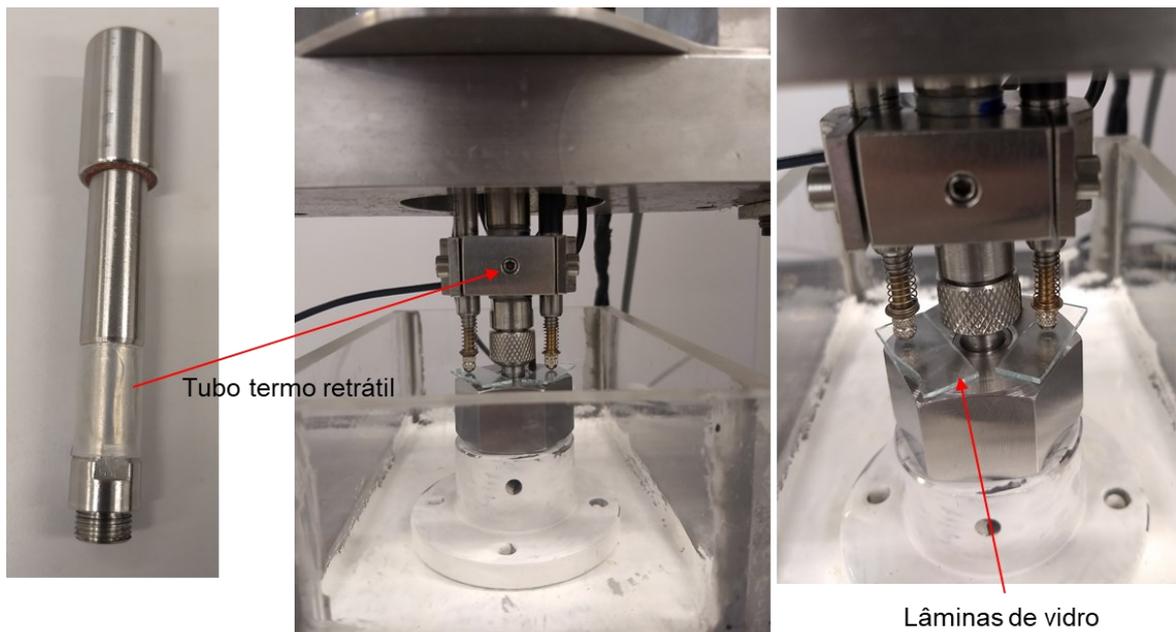


Figura 3.15 – Adaptações para isolamento elétrico do equipamento, em destaque pintura da base da cuba e suporte inferior, tubo termo retrátil e lâminas de vidro.

3.5. Quantificação do hidrogênio difusível

A quantificação de hidrogênio nos corpos de prova foi realizada em um analisador de extração a quente da marca Bruker, modelo G4 PHOENIX DH, com resolução de 0,01 $\mu\text{g/g}$, mostrado na Fig. 3.16. Para tanto, 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 % (N_2 5.0). Esse gás é utilizado devido à grande diferença da sua condutividade térmica quando comparado ao hidrogênio (SALMI et al., 2015).

Os corpos de prova analisados possuem formato de disco com 8 mm de diâmetro e 0,350 mm de espessura, tendo a mesma geometria dos utilizados nos ensaios SPT, de modo a reproduzir as mesmas condições de difusão de hidrogênio. A permeação de hidrogênio foi realizada por meio de proteção catódica, em uma célula eletroquímica com fluido eletrolítico (água deionizada com 3,5 % de NaCl grau técnico) e três eletrodos (Fig. 3.17). Foi utilizado um eletrodo de Ag/AgCl como referência, uma placa de grafite como contra eletrodo e o corpo de prova como eletrodo de trabalho. Foi aplicada uma tensão elétrica constante de -1,2 V considerando diferentes intervalos de tempos a fim de determinar o tempo de saturação do CP.



Figura 3.16 – Analisador de hidrogênio por extração a quente.

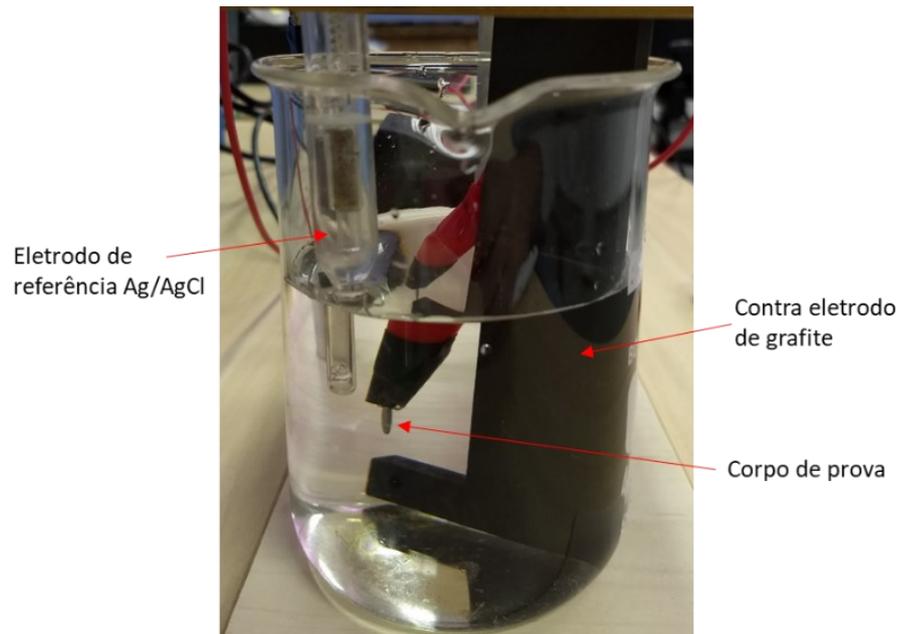


Figura 3.17 – Célula eletroquímica utilizada para a permeação de hidrogênio no corpo de prova.

O procedimento da quantificação de hidrogênio se iniciou com a medição da massa do CP em uma balança digital da marca Mettler Toledo, com faixa nominal de 220 g e resolução de 0,1 mg (Certificado de calibração – ANEXO D). Em seguida, o CP foi posicionado na célula eletroquímica para a permeação de hidrogênio, que ocorreu nos seguintes tempos: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 e 24,0 h. A escolha dos tempos de permeação foi baseada no trabalho de García et al. (2015), que observaram em corpos de prova com geometria similar à dos utilizados no presente trabalho um tempo de saturação de 2 h. Após o tempo de permeação, o CP foi retirado, limpo com acetona, secado com papel toalha e introduzido no analisador em no máximo 30 s para evitar que a quantidade de hidrogênio diminuísse. No analisador, o ensaio foi realizado a uma temperatura de 400 ± 1 °C por 15 min, sendo realizadas três medições da quantidade de hidrogênio para cada tempo de permeação.

3.6. Ensaio de puncionamento em meio hidrogenado

3.6.1. Ensaio SPT preliminares em meio hidrogenado

Os ensaios SPT preliminares em meio hidrogenado foram realizados em duas condições: a) permeação de hidrogênio fora da cuba de ensaio por três horas com ensaio na sequência sem assistência do meio; b) permeação de hidrogênio na cuba por três horas e ensaio em meio hidrogenado. As Figuras 3.18 e 3.19 mostram a cuba com a permeação de

hidrogênio sendo realizada durante o ensaio. Em todos os ensaios foi aplicada uma tensão de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$ e foram realizados a uma velocidade de $0,02 \text{ mm/s}$.

A partir dos resultados, foi possível destacar a importância de se realizar um encharque de hidrogênio antes do ensaio. Além disso, foi definido que nos próximos ensaios seria realizada a permeação fora da cuba e o ensaio com meio hydrogenado na cuba em seguida, de modo a otimizar o tempo de ensaio e garantir uma melhor condição de entrada de hidrogênio no material.

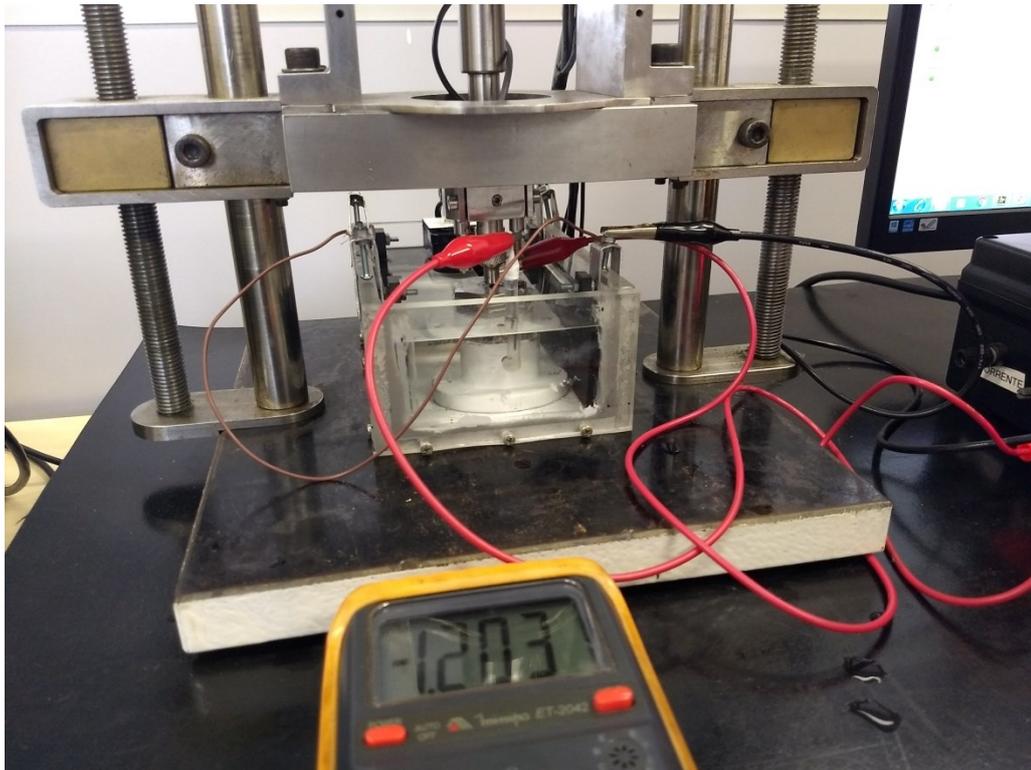


Figura 3.18 – Ensaio de SPT preliminar de permeação de hidrogênio na cuba de ensaio.

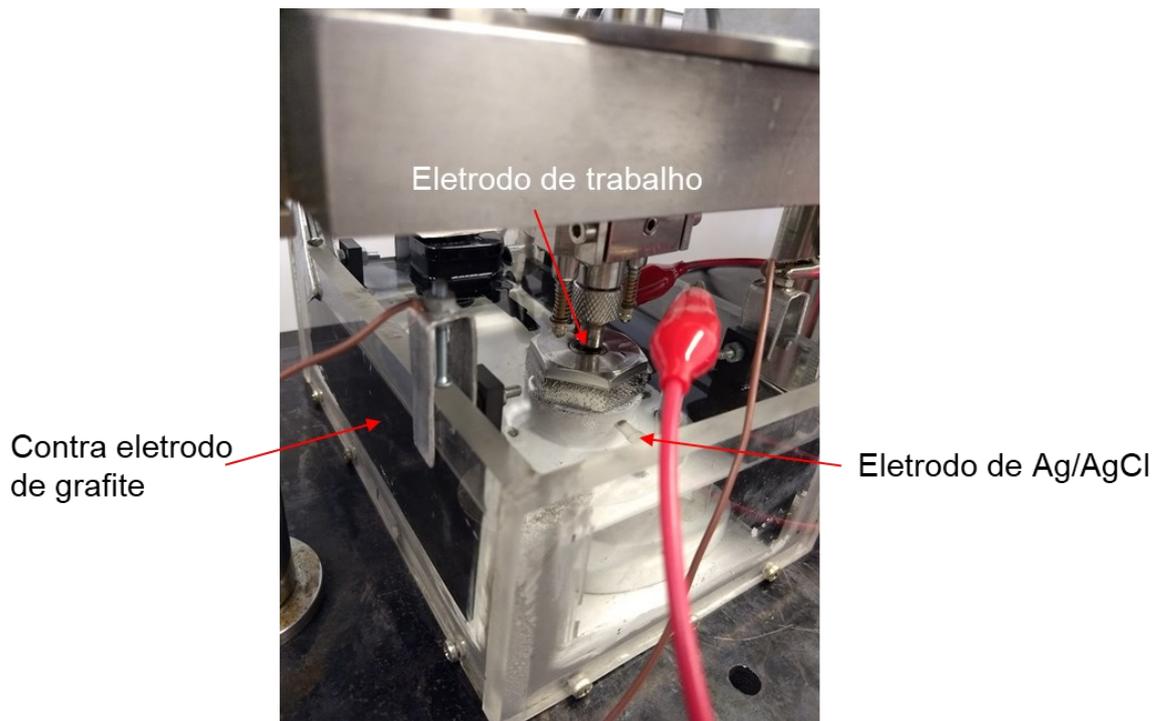


Figura 3.19 – Detalhes do ensaio SPT preliminar com permeação de hidrogênio na cuba de ensaio.

3.6.2. Análise da variação da velocidade de ensaio em meio hidrogenado

Para analisar o efeito da velocidade de ensaio em meio hidrogenado no limite de resistência à tração (σ_{ut}), foi proposto um planejamento experimental de fator único. O fator velocidade foi investigado em dois níveis (1,0 $\mu\text{m/s}$ e 0,1 $\mu\text{m/s}$), como mostrado na Tab. 3.4. Esse planejamento foi aplicado a três aços de alta resistência (4130M, 4137M e 4140). Para cada material, três corpos de prova foram ensaiados por condição. Além disso, para cada material, um CP foi ensaiado ao ar na velocidade convencional de 0,02 mm/s.

Para o cálculo de σ_{ut} a partir das curvas de resposta, foi utilizada a Eq. (2.4), onde as constantes β_1 e β_2 são iguais a 0,1595 e -267,82, respectivamente, conforme determinado por Almeida (2017).

Tabela 3.4 – Planejamento experimental para o fator velocidade de ensaio em meio hidrogenado.

Experimento	Velocidade de ensaio ($\mu\text{m/s}$)
1	0,1 (-1)
2	1,0 (+1)

Os ensaios foram realizados em uma solução aquosa de água deionizada com 3,5 % NaCl. Para simular a proteção catódica, um fio de platina foi usado como contra eletrodo e o eletrodo de Ag/AgCl foi utilizado como referência, como mostrado na Fig. 3.20. Durante os ensaios foi imposto um potencial fixo de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$. Todos os CPs passaram por um encharque de hidrogênio de 3 h antes dos ensaios.



Figura 3.20 – Cuba de ensaio com destaque para os eletrodos utilizados.

Após os ensaios, foi realizada uma análise estatística aplicando a Análise de Variância (ANOVA) por meio do *software* Statistica para identificar se os valores médios de σ_{ut} obtidos nas duas velocidades consideradas apresentavam diferenças entre si. Além disso, corpos de prova ensaiados ao ar e ensaiados em meio hidrogenado foram analisados no MEV após o fim dos ensaios para análise das superfícies de fratura.

3.6.3. Ensaio de puncionamento esférico com carregamentos em patamares (*Incremental Small Punch Test - ISPT*)

Nesta etapa, é descrita a metodologia para os ensaios SPT com carregamentos em patamares, assistidos pelo meio, denominados como ISPT (*Incremental Small Punch Test*). Estes ensaios seguem as ideias globais recomendadas na norma ASTM F1624 (ASTM, 2018), adaptadas para a técnica SPT.

Para tanto, foram ensaiados os aços 4130M e 4137M como recebidos, além do aço 4130M após tratamentos térmicos para durezas de 40 HRC e 44 HRC. Para um melhor entendimento, esses aços foram denominados como: A-32 (4137M - 32 HRC); B-25 (4130M - 25 HRC); B-40 (4130M - 40 HRC) e B-44 (4130M - 44 HRC).

Os tratamentos térmicos para os aços B-40 e B-44 foram similares, consistindo de uma austenitização a 870 °C por uma hora e têmpera em óleo, seguido por uma hora de

revenimento e resfriamento ao ar. As temperaturas de revenimento para os aços B-40 e B-44 foram 553 °C e 444 °C, respectivamente. Esse tratamento térmico é mostrado na Tab. 3.5 e descrito com mais detalhes no trabalho de Martiniano (2021).

Tabela 3.5 – Tratamentos térmicos selecionados para a confecção dos corpos de prova dos aços B-40 e B-44 (MARTINIANO, 2021).

Material	Têmpera em óleo		Revenimento	
	Temperatura de austenitização (°C)	Tempo (h)	Temperatura de revenimento (°C)	Tempo (h)
Aço B-40	870	1	553	1
Aço B-44	870	1	444	1

Para cada material, três CPs foram ensaiados para obtenção da força limite de ruptura via ISPT (P_{th-SPT}). Além disso, um corpo de prova foi ensaiado ao ar na velocidade convencional de 0,02 mm/s para se obter a força máxima (P_m). Os incrementos de força foram adotados conforme recomendações da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018), sendo de 5 % de P_m . Os tempos de patamares foram adotados conforme o trabalho de Arroyo et al. (2019), sendo 20 min para os 10 primeiros patamares e 40 min para os 10 últimos. A cuba de ensaio e eletrodos utilizados são os mesmos descritos anteriormente, mostrados na Fig. 3.20.

Antes dos ensaios definitivos, corpos de prova do aço B-40 foram ensaiados utilizando as duas metodologias de tempo de patamares (de acordo com a ASTM F1624 (ASTM, 2018) e de acordo com Arroyo et al. (2019)). Foram utilizados corpos de prova sem entalhe e com as dimensões definidas no capítulo 3.2 desta tese, ou seja, diâmetro de 8 mm e espessura de 0,350 mm. Para a realização dos ensaios seguindo as duas abordagens mencionadas, todos os corpos de prova foram pré-carregados com hidrogênio por 3 h antes do ensaio, que continuaram com proteção catódica com potencial constante de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$ durante o ensaio.

Os resultados destes ensaios mostraram que a redução do tempo não provocou mudanças na curva Força x Deslocamento. Os valores de P_{th-SPT} obtidos foram de 73,0 % e 74,5 % da força P_m , respectivamente (diferença de -2,0 %). Além disso, uma ANOVA de fator único foi aplicada para identificar se os valores de P_{th} obtidos pelas duas metodologias foram afetados pelo tempo de patamar. A conclusão obtida foi que, com 95 % de confiança, o fator tempo de patamar não provocou efeitos significativos nos valores de P_{th-SPT} para o aço B-40 (p -value = 0,462207). Esse fato corroborou com a adequada exatidão do P_{th} , mesmo quando o tempo de ensaio foi reduzido em aproximadamente seis vezes.

Para melhor observar o efeito da FH nestes ensaios, foi calculada a área abaixo da curva Força x Deslocamento até o ponto de força máxima, utilizando integração numérica,

especificamente o método dos trapézios. Os valores de área obtidos foram comparados com os resultantes dos corpos de prova ensaiados ao ar (valores de referência).

3.6.3.1. Desenvolvimento da metodologia de obtenção de P_{th-SPT}

Uma metodologia para identificação do P_{th-SPT} foi proposta com objetivo de ensaiar aços com dureza abaixo de 33 HRC. Essa abordagem foi baseada na metodologia proposta por Martiniano (2021), que considera a rigidez do material do CP, como alternativa à análise visual das curvas de resposta descrita na ASTM F1624 (ASTM, 2018).

Durante a aplicação da técnica ISPT, o ensaio é conduzido com controle de deslocamento durante o tempo de cada patamar, permitindo que quedas de força sejam perceptíveis ao longo do ensaio. Essa queda de força pode ser causada por fatores como escoamento do material ou início de propagação de trinca. Em uma curva convencional do ensaio SPT (Fig. 2.7), o escoamento ocorre na transição dos estágios I e II, enquanto a região de instabilidade/propagação de trinca ocorre no estágio IV, próximo ao fim do ensaio.

De modo a separar as quedas de força durante os ensaios ISPT, a rigidez do material do corpo de prova foi calculada durante todo o ensaio conforme a Eq. (3.1). A rigidez representa a resistência do corpo de prova ao deslocamento do punção.

$$S = \frac{P_{i+1} - P_i}{|d_{i+1} - d_i|} \quad (3.1)$$

Na Equação (3.1), S é a rigidez (*Stiffness*) em N/mm; P_i e P_{i+1} são os valores de força no final do patamar i e no final do patamar $i + 1$, em N; d_i e d_{i+1} são os valores de posição do punção nos patamares i e $i + 1$, respectivamente, em mm.

Na curva Rigidez x Tempo, é possível notar duas quedas expressivas que correspondem ao escoamento do material e ao início da propagação de trinca, como mostrado na Fig. 3.21. A partir desta curva, o P_{th-SPT} é determinado como o valor de força do patamar a partir do qual a queda da rigidez continua até o fim do ensaio (segunda queda).

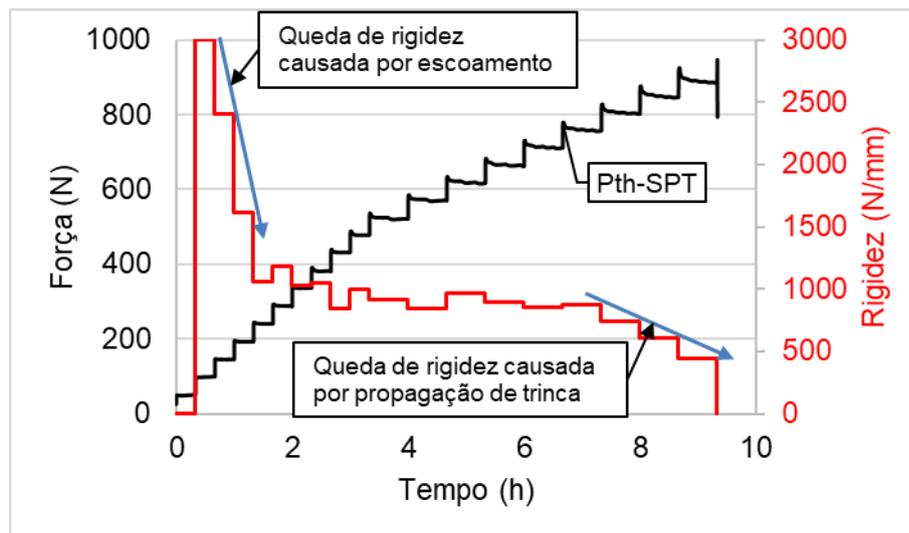


Figura 3.21 – Curva Força x Tempo x Rigidez obtida no ensaio ISPT.

3.6.3.2. Validação da abordagem proposta para determinar P_{th} baseado na rigidez do material do corpo de prova

Para validar a metodologia de obtenção do P_{th-SPT} , corpos de prova entalhados foram fabricados dos aços A-32 e B-25 e ensaiados utilizando as técnicas ISPT e ISL. Todos os parâmetros de ensaio ISPT descritos anteriormente foram mantidos para a validação da metodologia. A única mudança foi o corpo de prova entalhado, do qual a geometria e as dimensões nominais são mostradas na Fig. 3.22. As dimensões do entalhe foram definidas baseando-se no trabalho de Álvarez et al. (2021).

Corpos de prova entalhados no ensaio SPT foram utilizados em alguns trabalhos para aumentar a tensão hidrostática, bem como para estimular a FH (ÁLVAREZ et al., 2021; GARCÍA et al., 2015a; CUESTA et al., 2015).

Os ensaios ISL foram realizados de acordo com as recomendações da norma ASTM F1624 (ASTM, 2018), por meio de um equipamento de ensaio de flexão a 4 pontos (Fig. 3.23). Para cada material, quatro corpos de prova foram ensaiados, sendo um ao ar para determinação de P_{FFS} e os outros três em meio hidrogenado para identificação de P_{th} . A geometria e as dimensões nominais dos corpos de prova utilizados neste ensaio são mostradas na Fig. 3.24.

Para a determinação de P_{FFS} , um corpo de prova ISL foi ensaiado ao ar, aplicando um carregamento constante de acordo com a norma ASTM E8/E8M (ASTM, 2021), até a ruptura. A força P_{FFS} foi determinada como a força máxima durante este ensaio. Os ensaios ISL foram executados sob proteção catódica, conforme descrito acima para os ensaios ISPT. Para cada ensaio, o valor de P_{th} foi determinado como a força de patamar imediatamente anterior ao patamar onde ocorre a queda de força devido ao início de propagação de trinca causada pelo

hidrogênio. O método da rigidez proposto por Martiniano (2021) foi utilizado para obtenção de P_{th} nos ensaios ISL.

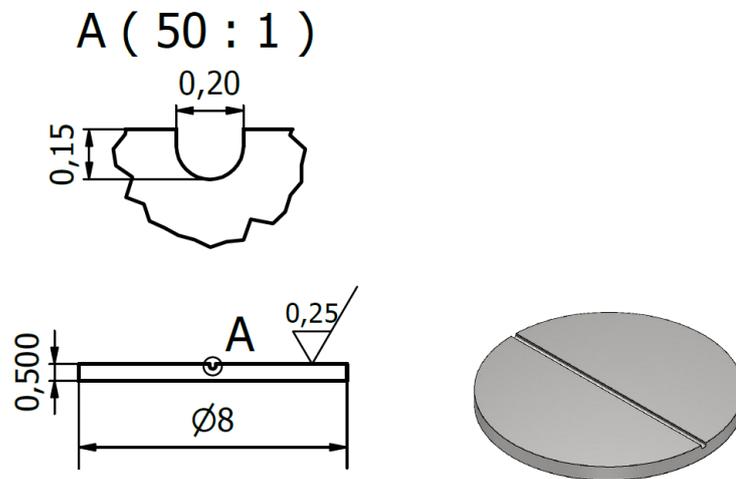


Figura 3.22 – Geometria e dimensões nominais do corpo de prova entalhado.

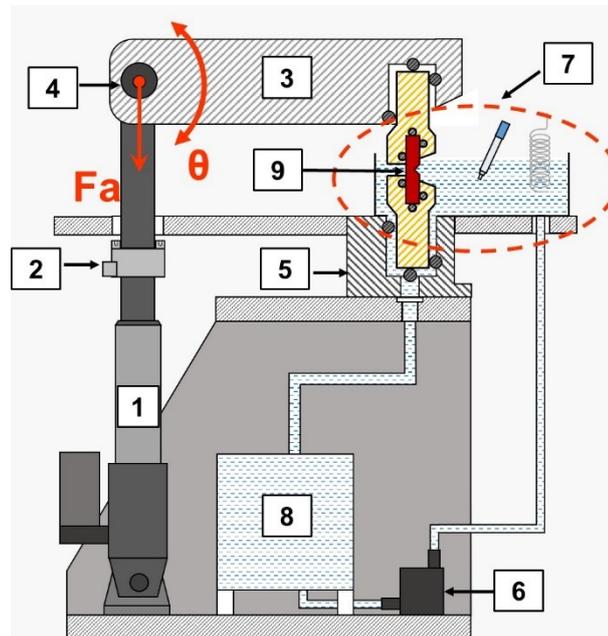


Figura 3.23 – Esquema do equipamento utilizado para os ensaios ISL: (1) atuador, (2) célula de carga, (3) braço de carregamento, (4) *encoder* rotativo, (5) suporte inferior, (6) bomba de recirculação, (7) cuba eletrolítica, (8) cuba inferior, (9) corpo de prova (MARTINIANO, 2021).

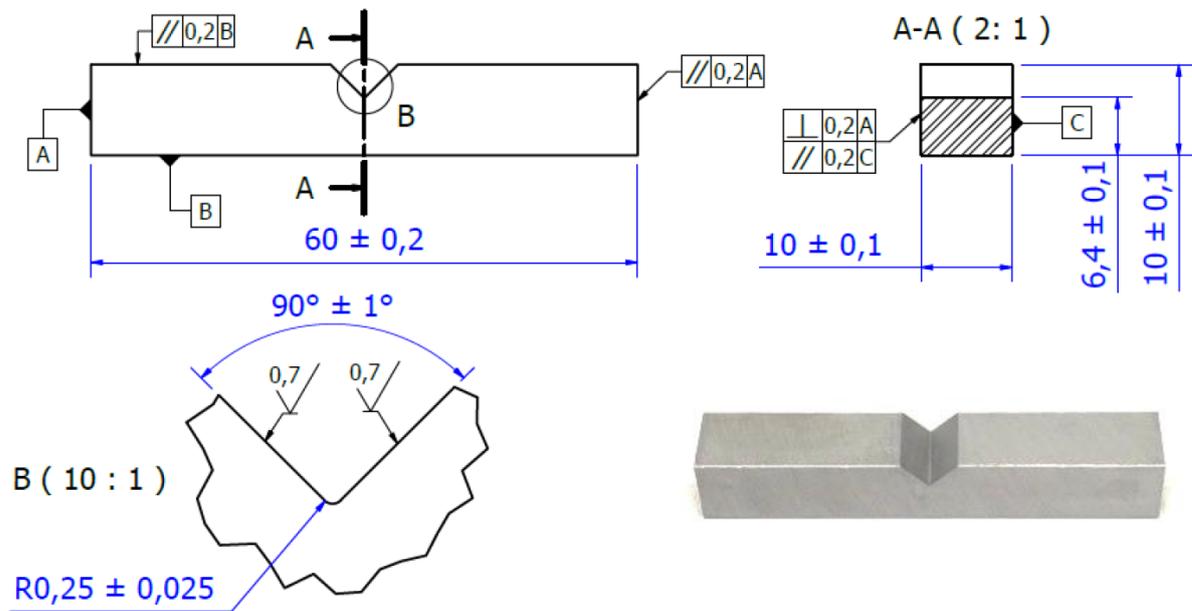


Figura 3.24 – Geometria e dimensões nominais do corpo de prova utilizado nos ensaios ISL (MARTINIANO, 2021).

Após ambos os ensaios, os valores de P_{th-SPT} e P_{th} foram comparados. O erro sistemático (E_S) associado ao P_{th-SPT} foi avaliado como indicado na Eq. (3.2).

$$E_S = P_{th-SPT} - P_{th} \quad (3.2)$$

Na Equação (3.2), P_{th-SPT} e P_{th} são os valores de força limite de ruptura obtidos via ISPT e ISL, respectivamente. O último foi usado como referência.

Para comparação e para identificar os mecanismos de fratura, corpos de prova ensaiados ao ar e ensaiados em meio hidrogenado foram analisados no MEV após o fim dos ensaios.

3.7. Otimização do modelo de Almeida (2017) para o cálculo do limite de escoamento

O modelo desenvolvido por Almeida (2017) para o cálculo das propriedades mecânicas σ_y e σ_{ut} , por meio das curvas Força x Deslocamento obtidas nos ensaios SPT, foi utilizado ao longo deste trabalho. A força de transição entre os regimes elástico e plástico da curva, foi determinada por meio do cálculo de $P_{y,t/10}$ (ver Fig. 2.8). A equação utilizada para relacionar esta força com o limite de escoamento, desenvolvida por Almeida (2017), é mostrada na Eq. (3.3). Nesta equação t representa a espessura do corpo de prova.

$$\sigma_y = 0,3328 \cdot \frac{P_y}{t^2} \quad (3.3)$$

Após ensaios ao ar preliminares, nos aços 4130M e 4137M, foram observados erros importantes (maior que 10 % para o aço 4137M) quando comparado aos valores obtidos por meio de ensaio de tração. A Equação (3.3), de Almeida (2017), foi obtida a partir de aços que possuíam limite de escoamento de até 850 MPa. Assim, para conseguir abranger uma maior gama de aços, de maior resistência, foram realizados ensaios em seis aços de alta resistência para otimizar o modelo de cálculo de σ_y . Destes, quatro foram utilizados para o desenvolvimento do novo modelo e dois para a validação, conforme mostrado na Tab. 3.6. Os materiais foram ensaiados ao ar, com velocidade convencional de 0,02 mm/s e foi calculada a relação (P_y/t^2) para cada ensaio.

Tabela 3.6 – Aços utilizados para desenvolver e validar o modelo de cálculo de σ_y por meio de ensaios SPT. Valores médios de limite de escoamento obtidos por ensaio de tração são mostrados para cada material e a incerteza padrão associada (68,27 %).

	Material	Limite de escoamento σ_y (MPa)
Desenvolvimento	Aço 4137M	949,41 ± 14,15
	Aço 4130M	775,83 ± 2,96
	Aço 4130 M (40 HRC)	1206,70 ± 5,89
	Aço 4130M (44 HRC)	1352,86 ± 5,93
Validação	Aço T4140	939,00 ± 7,00
	Aço T4340	835,00 ± 23,00

De forma a complementar o modelo de Almeida (2017), foi utilizado o método de obtenção de $P_{y,t/10}$. Além disso, como a norma ASTM E3205 (ASTM, 2020) foi publicada durante o desenvolvimento deste trabalho, também foi realizado o cálculo de σ_y a partir de $P_{y,CEN}$, que é o método apresentado na norma.

Para auxiliar na obtenção das forças P_y a partir das curvas de resposta, foi desenvolvido um programa em python, cuja interface é mostrada na Fig. 3.25. A partir da interseção das retas tangentes geradas, obtém-se a força $P_{y,MAO}$ e sua projeção na curva Força x Deslocamento representa a força $P_{y,CEN}$. A força $P_{y,t/10}$ é obtida pela interseção da reta paralela à fase elástica deslocada de $t/10$ com a curva de resposta.

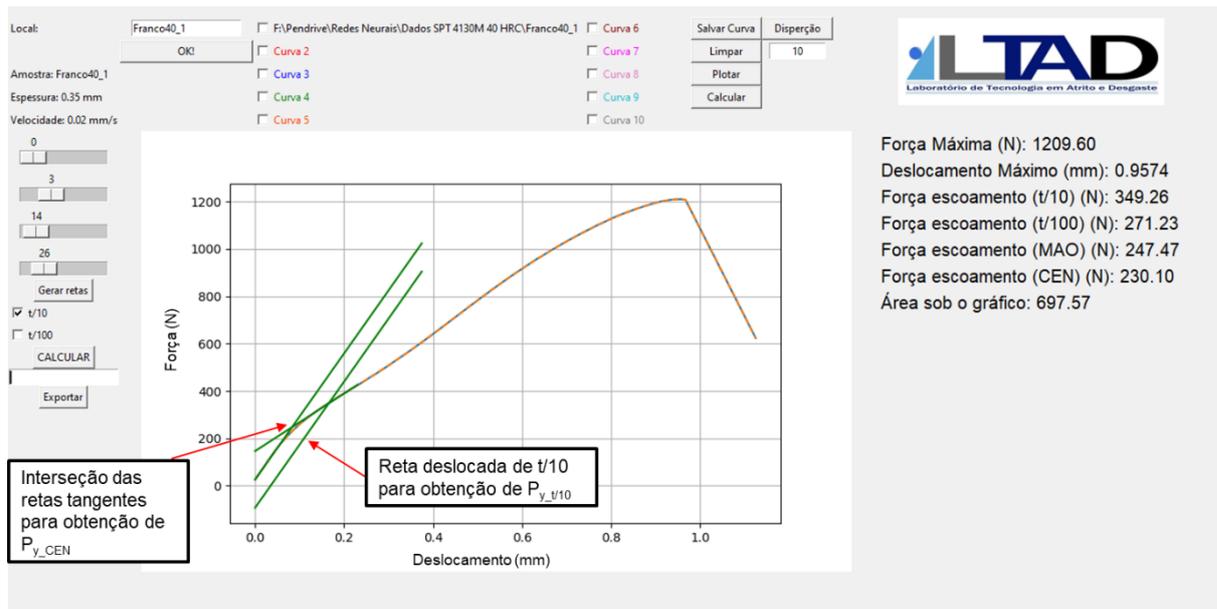


Figura 3.25 – Interface do programa utilizado para obtenção das forças utilizadas nos cálculos das propriedades mecânicas.

Após obtenção das forças P_y de cada ensaio, a relação (P_y/t^2) foi calculada para os materiais da Tab. 3.6 e foi plotado o gráfico dos limites de escoamento conhecidos (por meio de ensaio de tração) pela relação (P_y/t^2) . Por regressão linear, utilizando o método dos mínimos quadrados, foram obtidos os valores das constantes e, para validação, foram estimados os valores de limites de escoamento dos aços T4140 e T4340 com a expressão obtida.

A temperatura ambiente em todas as medições foi monitorada com o termo-higrômetro digital da fabricante Instrutherm, com resolução de 0,1 °C e faixa nominal de (-20,0 a 60,0) °C (certificado de calibração no ANEXO E).

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo mostra os resultados obtidos dos ensaios SPT, bem como as análises e discussões decorrentes. Inicialmente são apresentados os resultados da análise do efeito da variação da velocidade de ensaio nos valores de resistência em ensaios ao ar. Em seguida, são apresentados os resultados de quantificação do hidrogênio difusível nos aços utilizados nos ensaios preliminares em meio hidrogenado, bem como os resultados destes. Em destaque, são apresentados e discutidos os resultados da análise da variação da velocidade de ensaio nos valores de resistência em meio hidrogenado e por fim os resultados dos ensaios SPT com patamares são apresentados juntamente com a validação da metodologia para cálculo do P_{th} .

4.1. Resultados da análise do efeito de variação da velocidade nos valores de resistência dos aços 4137M e 4130M em ensaios ao ar

Os primeiros ensaios de puncionamento foram realizados sem a presença de meio assistido (ao ar). Nestes ensaios as curvas de resposta, que serão comparadas com as curvas obtidas nos ensaios hidrogenados, foram obtidas aplicando a metodologia utilizada por Almeida (2017). Três ensaios foram efetuados nos aços 4137M e 4130M e as curvas de resposta são apresentadas nas Figs. 4.1 e 4.2, respectivamente. Nestas figuras é possível observar que o aço 4137M apresentou forças máximas mais elevadas e deslocamentos do punção menores que o aço 4130M. Isso ocorre, pois ele possui maior resistência à tração e menor ductilidade (como mostrado no ensaio de tração, ver Tab. 3.3). Além disso, a curva de resposta do aço 4130M permite uma maior distinção entre os estágios representados na Fig. 2.7, o que facilita a obtenção do parâmetro P_y utilizado no cálculo do limite de escoamento. Os valores médios das forças P_y e P_m , bem como os valores do limite de

escoamento e limite de resistência calculados são mostrados na Tab. 4.1. Nesta tabela são mostrados ainda os erros relativos associados tomando como referência os valores decorrentes do ensaio de tração.

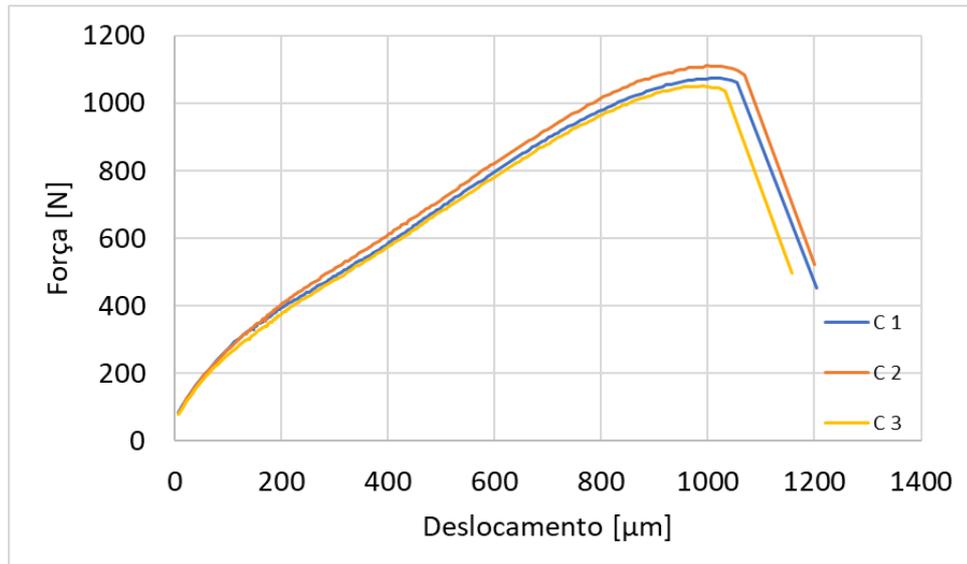


Figura 4.1 – Curvas de resposta dos ensaios SPT ao ar para o aço 4137M (velocidade de 0,02 mm/s).

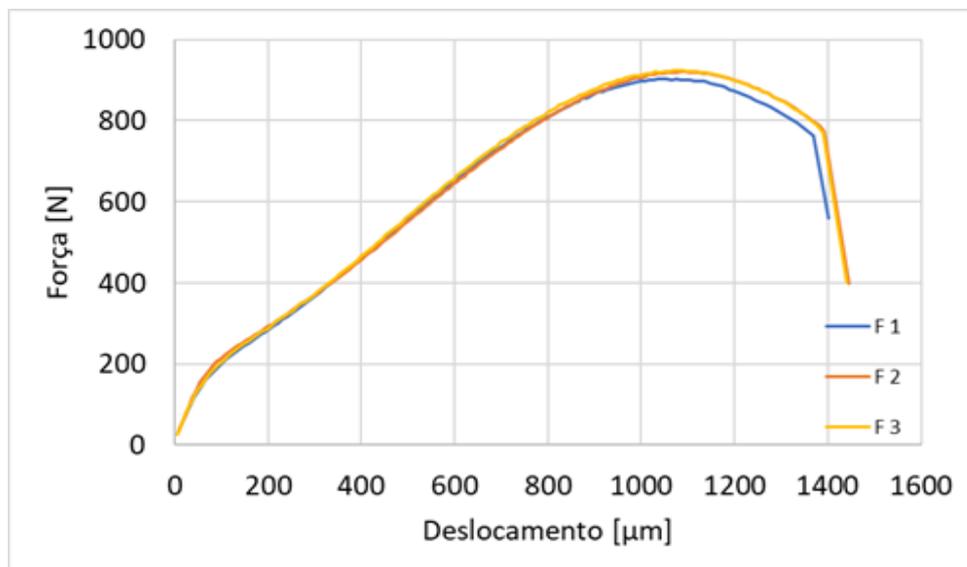


Figura 4.2 – Curvas de resposta dos ensaios SPT ao ar para o aço 4130M (velocidade de 0,02 mm/s).

Tabela 4.1 – Propriedades dos materiais utilizados nos ensaios SPT, obtidos por meio das equações desenvolvidas por Almeida (2017).

Material	P_y (N)	P_m (N)	Limite de escoamento σ_y (MPa)	Erro (%)	Limite de resistência a tração σ_{ut} (MPa)	Erro (%)
Aço 4137M	390	1055	1102,08	16,1	1010,81	-4,0
Aço 4130M	258	915	703,89	-8,5	820,73	-3,3

A partir da Tab. 4.1, se conclui que os modelos matemáticos utilizados foram bem ajustados para o cálculo dos limites de resistência dos dois aços avaliados e do limite de escoamento do aço 4130M. Já o limite de escoamento do aço 4137M apresentou um erro elevado de 16,1 %, devido à dificuldade de se obter o parâmetro P_y na curva de resposta. Este fato é indicativo de baixa exatidão no método, neste caso em particular, que foi melhor explorado no item 4.6 deste trabalho.

A Figura 4.3 mostra um gráfico com uma curva de resposta para cada uma das velocidades avaliadas para o aço 4130M.

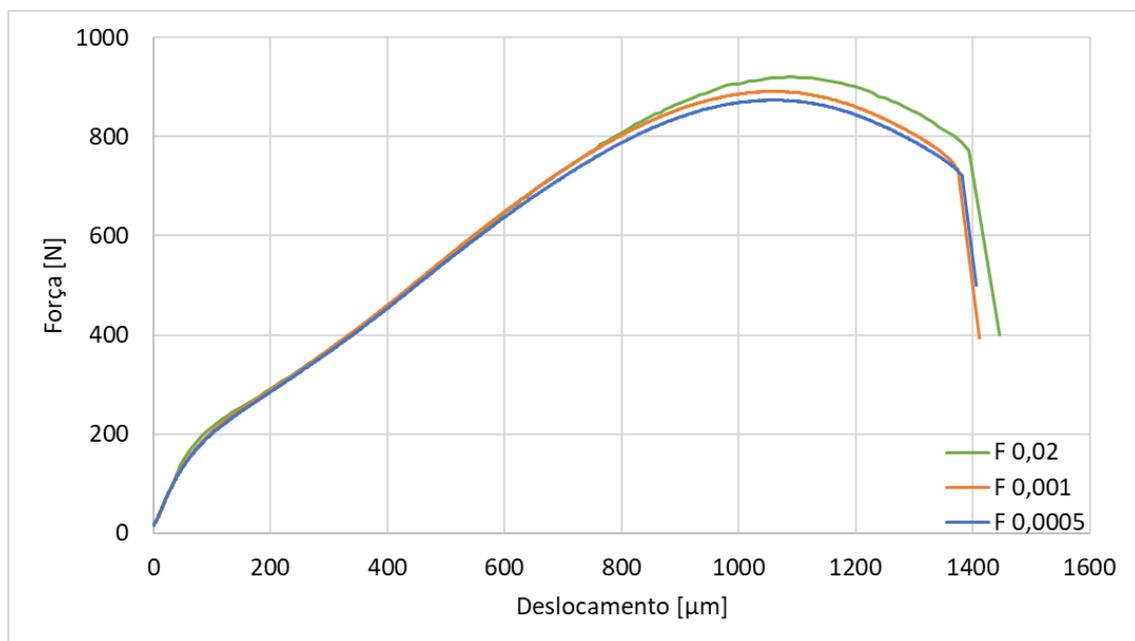


Figura 4.3 – Curvas de resposta dos ensaios variando a velocidade do ensaio para o aço 4130M (velocidades: 0,02 mm/s, 0,001 mm/s e 0,0005 mm/s).

A partir da Fig. 4.3, nota-se que as curvas de resposta são similares ao longo da maior parte do ensaio. Este fato é indicativo de boa repetibilidade dos valores de força. A força

máxima diminui ligeiramente com a redução da velocidade, apresentando um desvio máximo de aproximadamente 20 N (2,2 %) em relação à média.

A partir da ANOVA, com confiabilidade de 95 %, obtiveram-se valores de p de 0,919 para o efeito da velocidade no limite de escoamento e 0,054 para o efeito da velocidade no limite de resistência para o aço 4130M. Como ambos os valores de p foram maiores que $\alpha = 0,05$, não se pode afirmar que a variação da velocidade implica em valores numéricos das propriedades mecânicas avaliadas diferentes. Portanto, pode-se afirmar que esse fator não teve efeito estatisticamente significativo nos valores do limite de escoamento e do limite de resistência do aço 4130M nas condições experimentais avaliadas. Entretanto, o valor de $p = 0,054$ indica que velocidades maiores poderiam provocar aumento nos valores de σ_{ut} .

4.2. Quantificação do hidrogênio difusível para determinação do tempo de saturação dos CPs

A Figura 4.4 mostra os valores médios da quantidade de hidrogênio em ppm para cada tempo de permeação do aço 4130M. As barras de erro indicam o desvio padrão com 95,45 % de nível de confiança.

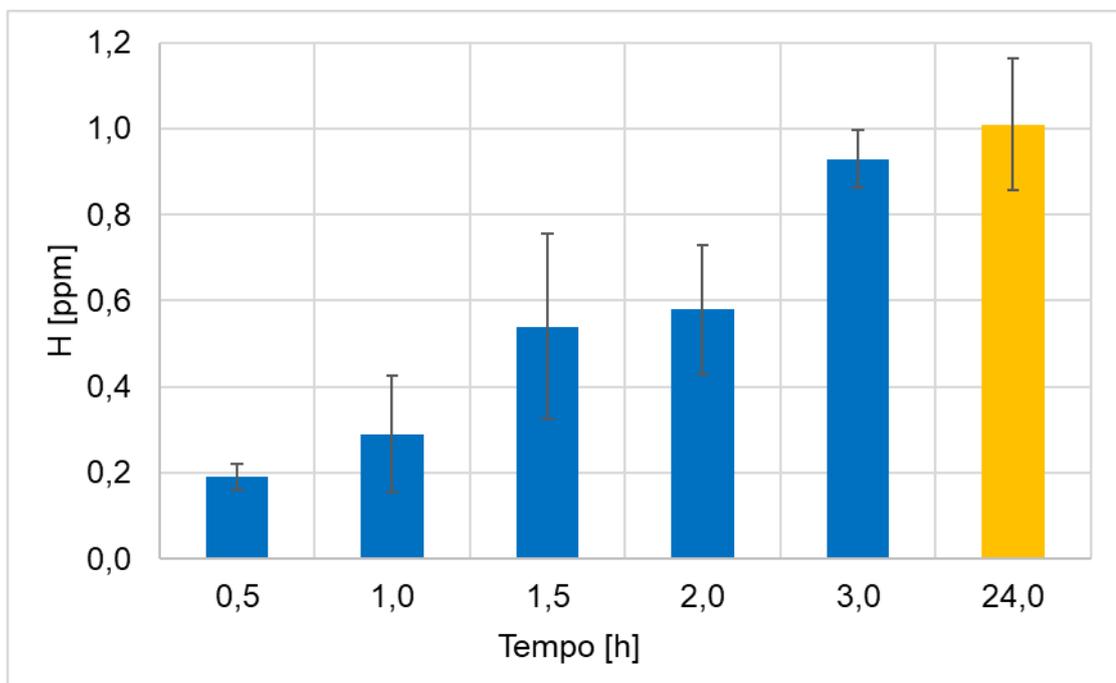


Figura 4.4 – Quantidade de hidrogênio para os diversos tempos de permeação do aço 4130M.

A partir da Fig. 4.4 se observa que a quantidade de H difusível no CP cresce de 0,19 ppm (em 30 min) até 0,58 ppm (em 120 min). A partir desse tempo, a quantidade de hidrogênio tende à saturação, exibindo valores médios de aproximadamente 0,9 ppm. Este resultado está de acordo com os obtidos por Álvarez et al. (2021), que fizeram a permeação de hidrogênio em corpos de prova similares, de aço martensítico, por 24 h e obtiveram valor médio de 1,1 ppm.

Assim, é possível concluir que o tempo de saturação para o presente CP está entre 120 min e 180 min, sendo necessária a realização de análises mais refinadas entre estes dois limites para se obter o valor de tempo mais próximo ao tempo de saturação real do corpo de prova deste material. A partir destes resultados, o tempo de enxarque anterior aos ensaios foi definido em 180 min.

4.3. Resultados de ensaios SPT preliminares em meio hydrogenado

As Figuras 4.5 e 4.6 apresentam as curvas de resposta nas duas condições avaliadas para os aços 4137M e 4130M, respectivamente (com o carregamento de hidrogênio anterior ao ensaio e com carregamento durante o ensaio). Além disso é mostrada a curva de resposta do ensaio ao ar. A partir dos resultados, é possível destacar a importância de se realizar um encharque de hidrogênio antes do ensaio. O aço 4137M se mostrou susceptível à FH após a permeação por três horas, seguido de ensaio sem a assistência do meio, uma vez que o CP ensaiado fraturou com valores de força e de deslocamento do punção menores do que no ensaio ao ar. Já para o aço 4130M, não se detectou a susceptibilidade à fragilização por esse método.

Nos ensaios com permeação de hidrogênio diretamente na cuba de ensaio e durante o ensaio, não se observou fragilização em nenhum dos dois materiais. Isso pode ter ocorrido pela presença de uma maior área metálica submersa, o que muda o tempo de saturação do CP, além de que, nesta configuração, o corpo de prova tem contato com o fluido em uma área reduzida. Assim, foi definido que nos próximos ensaios seria realizada a permeação antes do ensaio fora da cuba e o ensaio com meio hydrogenado na cuba em seguida, de modo a otimizar o tempo de ensaio e garantir uma melhor condição de entrada de hidrogênio no material.

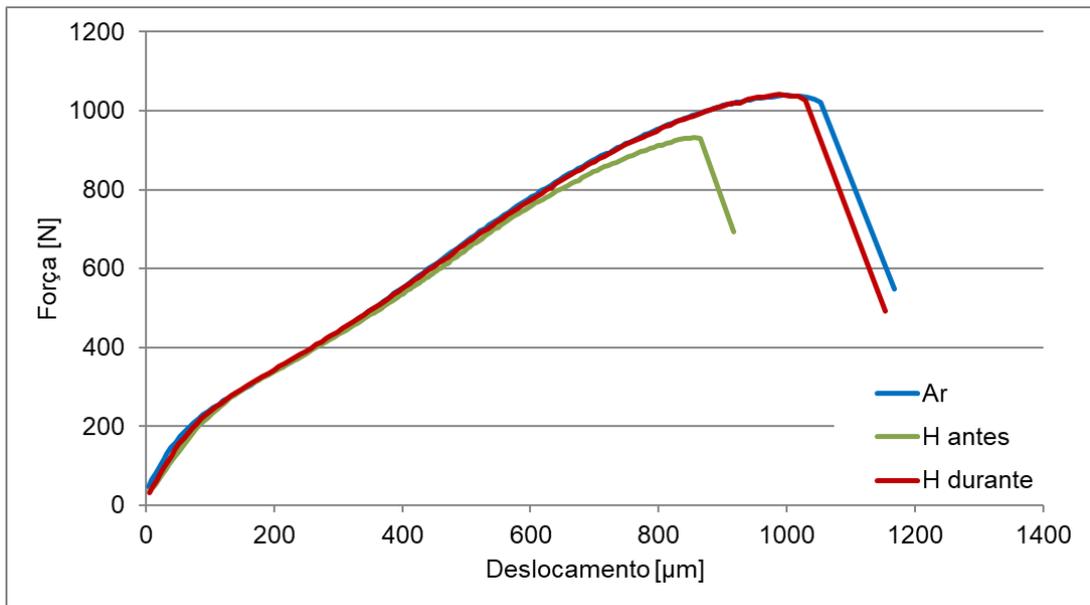


Figura 4.5 – Curvas de Força x Deslocamento nos ensaios preliminares de SPT para o aço 4137M (velocidades de 0,02 mm/s).

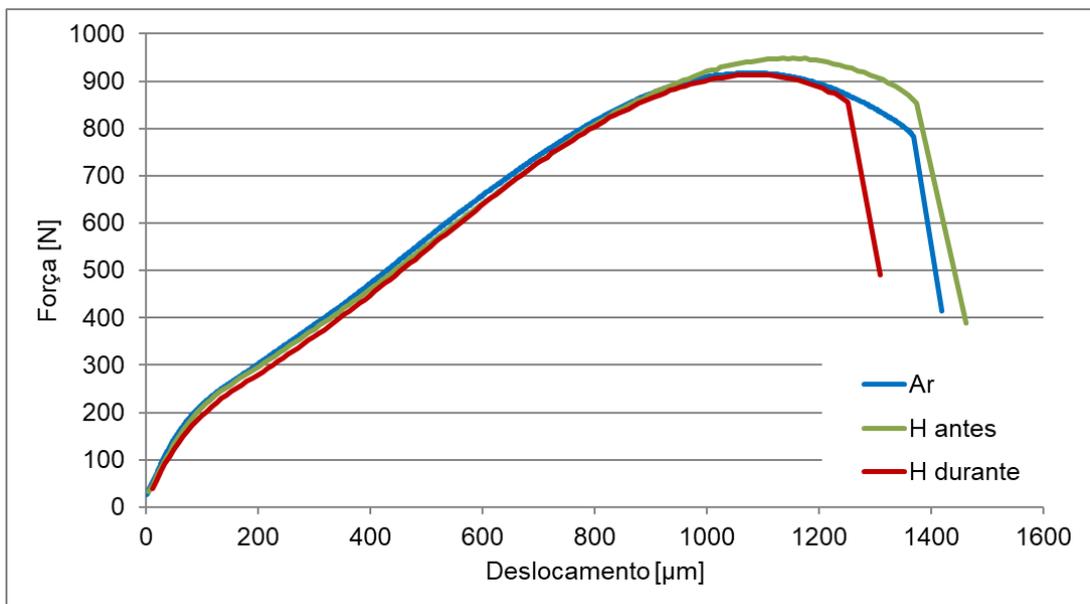


Figura 4.6 – Curvas Força x Deslocamento dos ensaios SPT preliminares para o aço 4130M (velocidades de 0,02 mm/s).

4.4. Resultados da análise de variação da velocidade de ensaio nos valores de resistência dos aços 4137M, 4130M e 4140 em meio hidrogenado

A Figura 4.7 mostra as curvas Força x Deslocamento obtidas para os aços 4137M, 4130M e 4140, ensaiados em diferentes velocidades. Para o 4137M foram realizados mais ensaios, pois para esse material as curvas obtidas mostraram uma grande dispersão, exibindo um comportamento bimodal. Portanto, mais ensaios foram realizados para confirmar essa tendência.

Na Figura 4.7 pode ser observado que os valores de força máxima e deslocamento máximo apresentaram uma tendência decrescente quando a velocidade foi reduzida de 1,0 $\mu\text{m/s}$ para 0,1 $\mu\text{m/s}$, levando a uma redução na média dos valores de σ_{ut} para os três aços. Para um melhor entendimento, a Fig. 4.8 mostra os valores médios de σ_{ut} e a incerteza padrão associada para todos os materiais em todas as condições ensaiadas. Os valores de σ_{ut} calculados a partir de cada ensaio são mostrados no APÊNDICE A.

As diferenças nos valores médios de σ_{ut} entre os CPs ensaiados ao ar e em meio hidrogenado para o 4137M foram de 128,31 MPa (11,8 %) e 263,69 MPa (24,2 %) para as velocidades de 1,0 $\mu\text{m/s}$ e 0,1 $\mu\text{m/s}$, respectivamente, como mostrado na Fig. 4.8a. Isso mostra um expressivo efeito do hidrogênio, indicando que este material é susceptível à FH nas condições experimentais investigadas. Por outro lado, na Fig. 4.8b, para o aço 4130M a diferença observada foi de 0,47 MPa (0,1 %) e 10,33 MPa (1,1 %) para 1,0 $\mu\text{m/s}$ e 0,1 $\mu\text{m/s}$, respectivamente. Baseado nestes resultados pode-se concluir que o aço 4130M não se mostrou susceptível à FH. Finalmente, para o aço 4140, a diferença observada foi de 84,74 MPa (9,7 %) e 134,70 MPa (15,4 %) para 1,0 $\mu\text{m/s}$ e 0,1 $\mu\text{m/s}$, respectivamente, como mostrado na Fig. 4.8c. Isso indica que neste aço a presença do hidrogênio causou uma redução significativa nos valores de σ_{ut} nas duas velocidades avaliadas.

A incerteza padrão associada aos valores de σ_{ut} quando ensaiado em meio hidrogenado representou 3,4 % do valor médio no pior caso (aço 4137M ensaiado na velocidade de 1,0 $\mu\text{m/s}$). Esses resultados indicam uma boa qualidade dos valores de σ_{ut} , e podem ser considerados adequados.

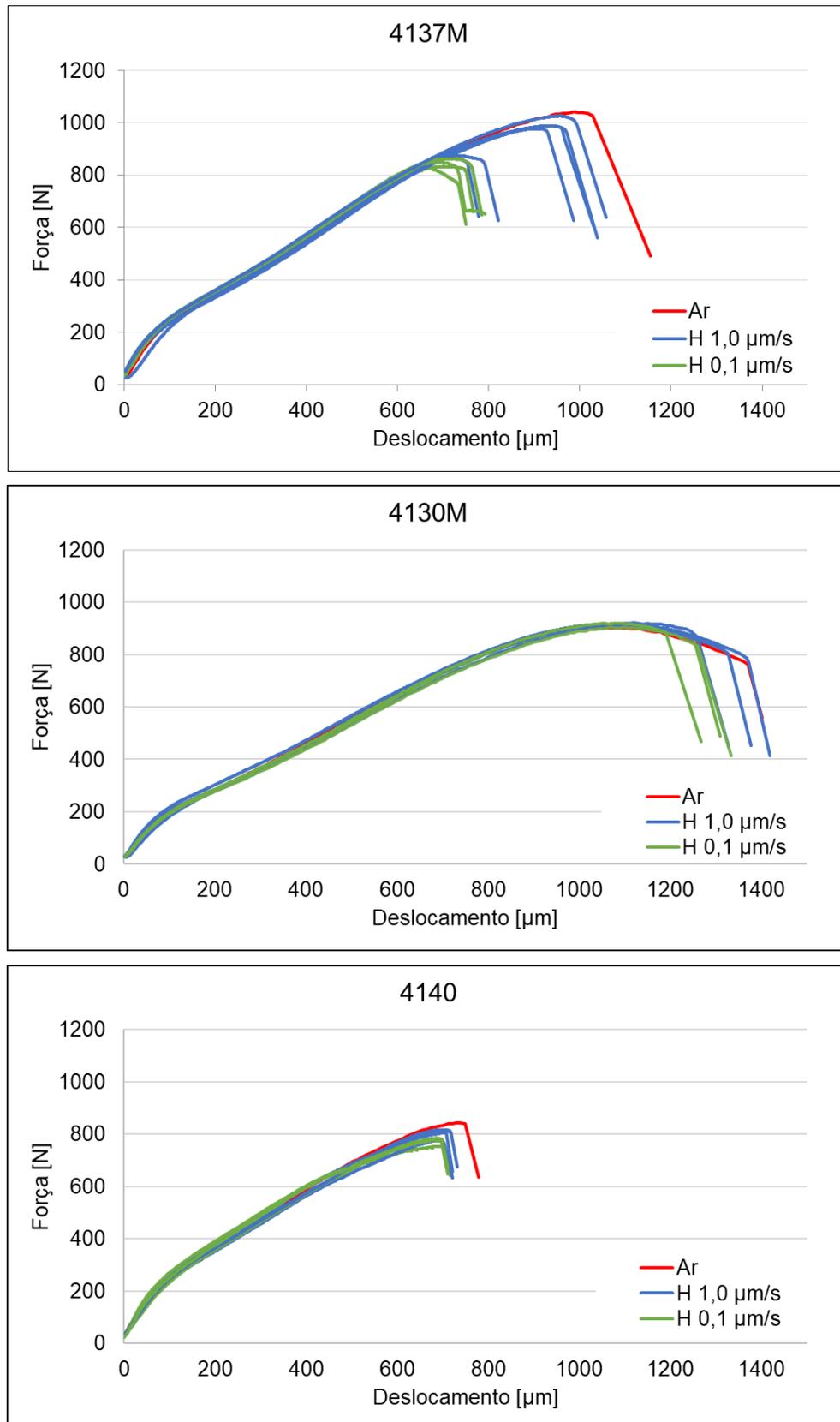


Figura 4.7 – Curvas Força x Deslocamento para os aços 4137M, 4130M e 4140, ensaiados em diferentes velocidades.

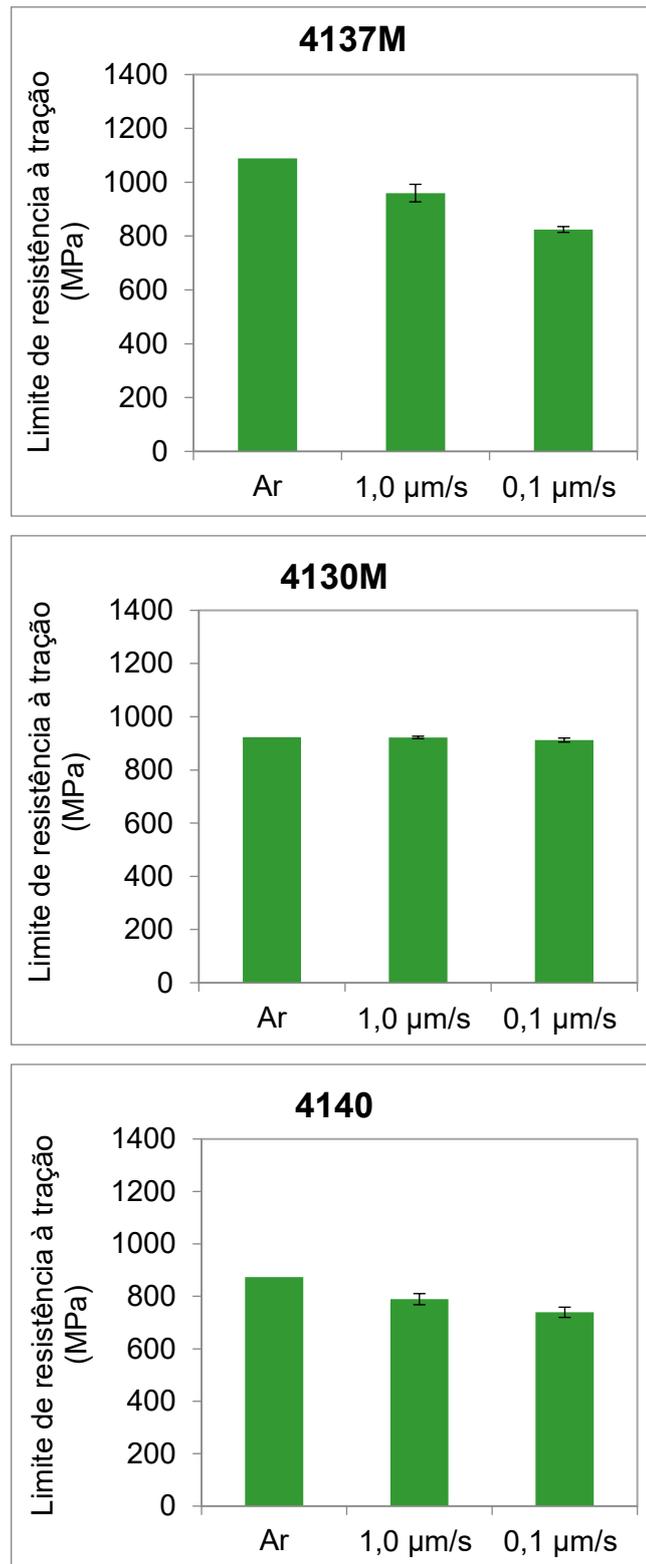


Figura 4.8 – Valores médios de limite de resistência à tração, calculados para os aços 4137M, 4130M e 4140. As barras de erro indicam a incerteza padrão com 68,27 % de probabilidade de abrangência.

Os resultados obtidos pela ANOVA estão mostrados na Tab. 4.2. A partir dessa tabela, é possível concluir que, com 95 % de confiança, o fator velocidade de ensaio provocou efeitos estatisticamente significativos no valor de σ_{ut} para o aço 4137M. Esse resultado se mostra de acordo com Jothi et al. (2016), que investigaram uma superliga de níquel policristalina 718 por meio de ensaios BTB carregados com hidrogênio *in-situ* e Conde et al. (2021) que fizeram ensaios BTB em um aço 34CrMo4. Esses autores concluíram que o maior tempo de ensaio a uma baixa taxa de deformação aumenta o período de aprisionamento de hidrogênio nas discordâncias. Como resultado, a tensão local leva a um aumento na difusão local de hidrogênio.

Por outro lado, para os aços 4130M e 4140, o fator velocidade não produz efeitos estatisticamente significativos. Para o aço 4140 foi observado que a velocidade de 1,0 $\mu\text{m/s}$ foi suficiente para garantir a FH do CP, de modo que a diminuição da velocidade não provocou nenhum efeito nos resultados do ensaio.

Tabela 4.2 – Resultados de ANOVA para o efeito do fator velocidade de ensaio SPT nos valores de limite de resistência à tração para os três aços ensaiados.

Aço	Efeito	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrados médios	Valor F	Valor p
4137M	Intercepto	7639624	1	7639624	1846,934	0,000000
	Velocidades	43986	1	43986	10,634	0,011511
	Erro	33091	8	4136		
	Total	7716701	10	7687747		
4130M	Intercepto	5047315	1	5047315	127709,8	0,000000
	Velocidades	146	1	146	3,700	0,127140
	Erro	158	4	40		
	Total	5047619	6	5047501		
4140	Intercepto	3503909	1	3503909	2807,644	0,000001
	Velocidades	3744	1	3744	3,000	0,158312
	Erro	4992	4	1248		
	Total	3512644	6	3508900		

O gráfico de probabilidade normal dos resíduos é mostrado na Fig. 4.9. Da figura é possível observar que os resíduos estão normalmente distribuídos para os três aços ensaiados.

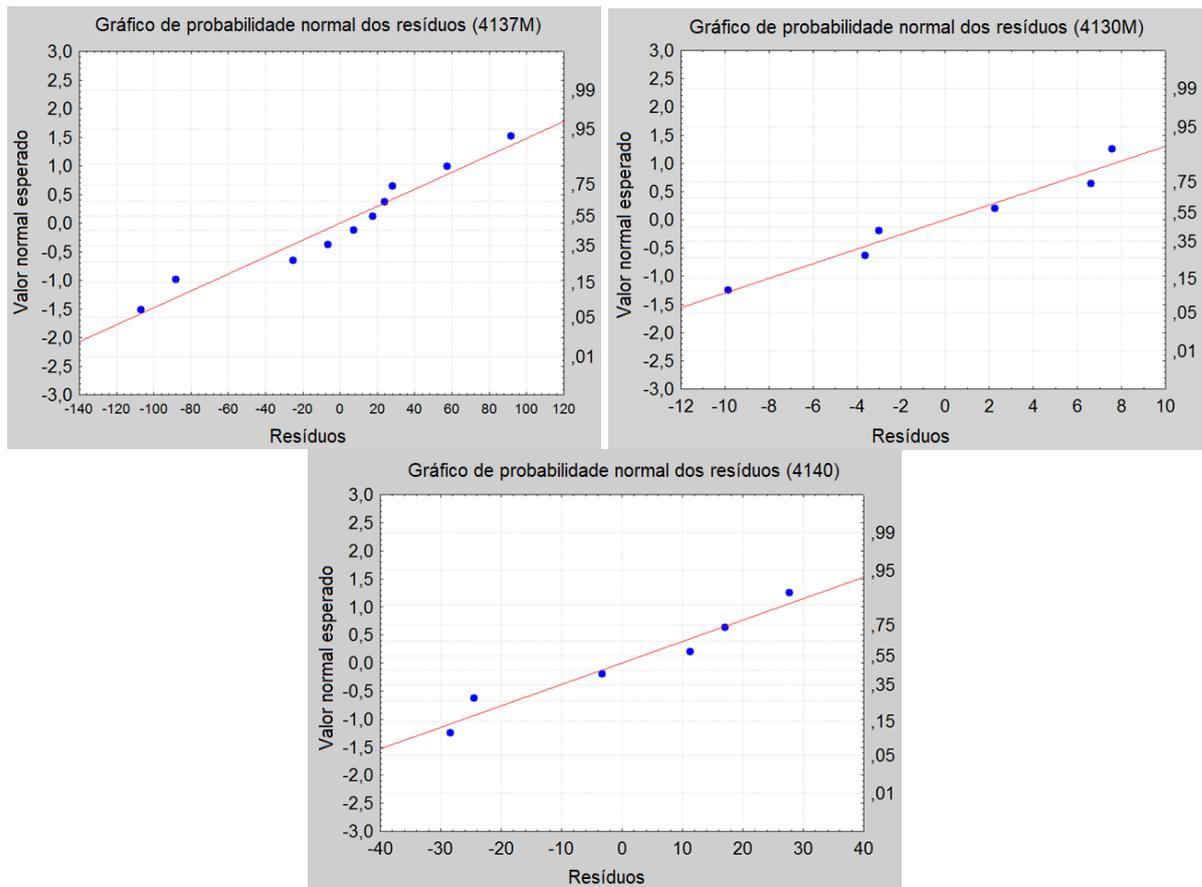


Figura 4.9 – Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para os valores de limite de resistência à tração dos três aços ensaiados variando a velocidade de ensaio no SPT.

As Figuras 4.10 a 4.12 mostram as imagens obtidas no MEV dos CPs ensaiados ao ar e em meio hidrogenado. Para o aço 4137M (Fig. 4.10), todos os corpos de prova exibiram um aspecto típico de fratura dúctil nas três condições investigadas. Nesta figura, trincas circunferenciais desenvolvidas abaixo do diâmetro do punção são observadas. Padrões similares foram observados por García et al. (2015) que ensaiaram um aço CrMoV. Além disso, algumas trincas radiais são observadas na condição carregada com hidrogênio e ensaiada a $0,1 \mu\text{m/s}$, indicando um comportamento frágil. Por outro lado, para o aço 4130M, os CPs apresentam trincas circunferenciais pouco definidas (Fig. 4.11). Para o aço 4140, múltiplas trincas radiais ao redor da trinca circular são observadas juntamente com ramificações dessas trincas (Fig. 4.12).

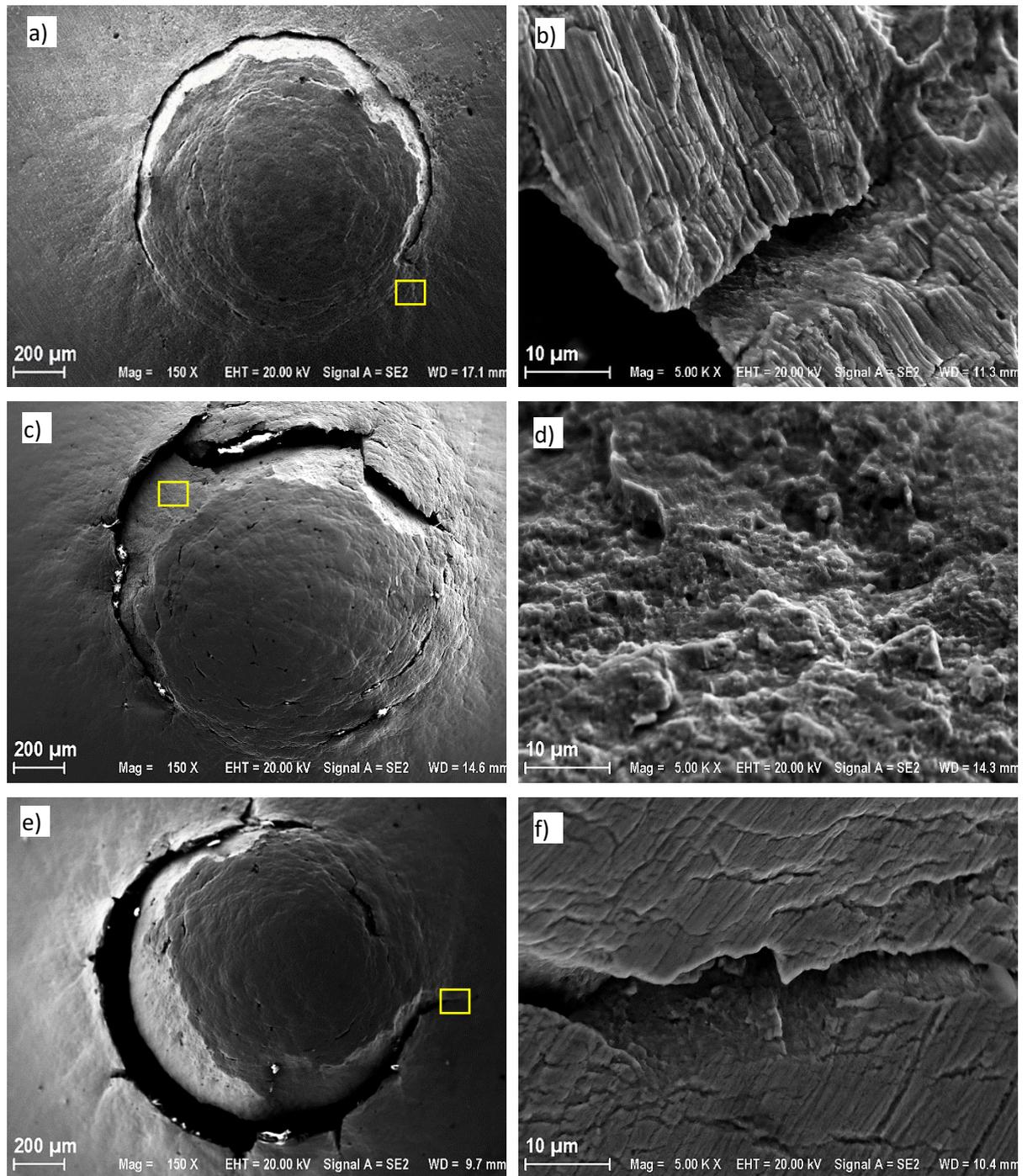


Figura 4.10 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4137M após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 μm/s): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 μm/s): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 μm/s): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 μm/s) : região da falha.

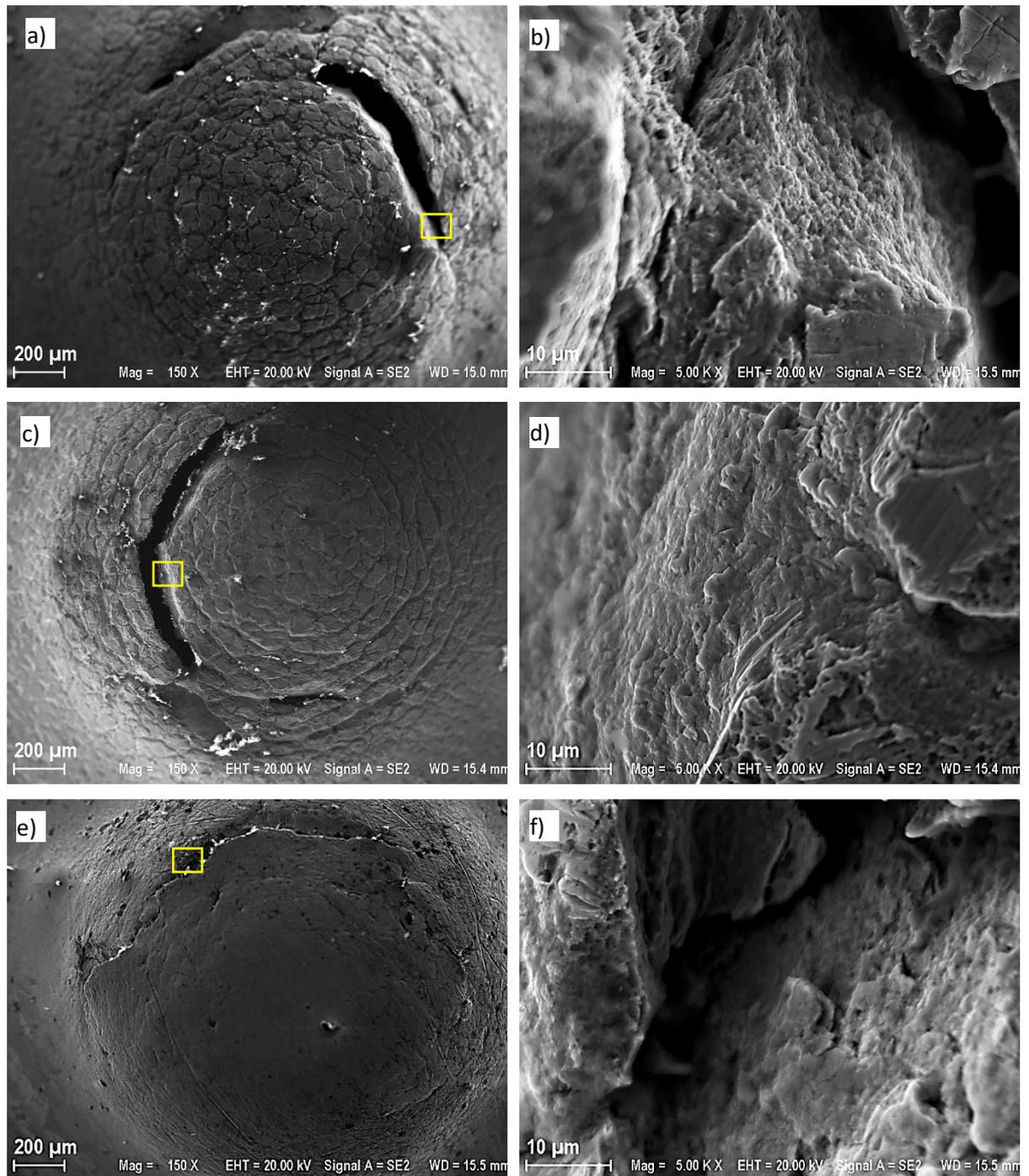


Figura 4.11 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4130M após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): região da falha.

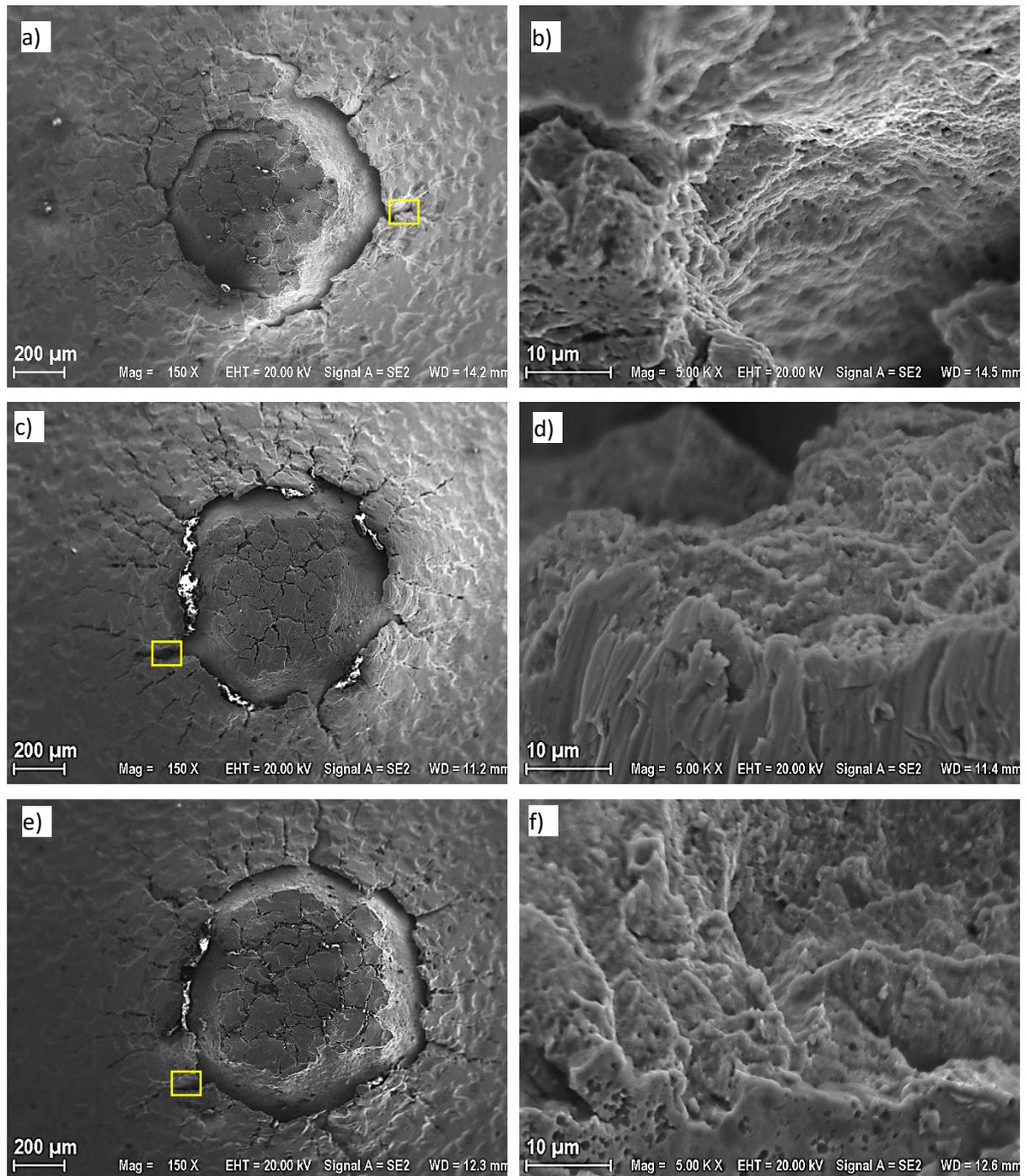


Figura 4.12 – Imagens obtidas no MEV dos corpos de prova do aço 4140 após os ensaios SPT variando a velocidade: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região da falha, (c) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (d) Carregado com H (1,0 $\mu\text{m/s}$): região da falha, (e) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): visão geral, (f) Carregado com H (0,1 $\mu\text{m/s}$): região da falha.

Embora as superfícies de fratura mostradas nas Figs. 4.10 a 4.12 não possibilitem uma clara identificação dos mecanismos de fratura, as seguintes considerações podem ser apresentadas: Há uma mudança no mecanismo de fratura do aço 4137M quando a velocidade de ensaio diminuiu de $1,0 \mu\text{m/s}$ para $0,1 \mu\text{m/s}$. Na Figura 4.10d, uma fratura predominantemente dúctil (microvazios) é observada, enquanto na Fig. 4.10f a fratura apresenta mecanismos frágeis (quase clivagem). O aço 4130M mostrou fraturas predominantemente dúcteis para todas as condições investigadas (Figs. 4.11b, 4.11d e 4.11f). Para o aço 4140, uma fratura predominantemente dúctil é notada no corpo de prova ensaiado ao ar (Fig. 4.12b), enquanto para os corpos de prova ensaiados em meio hidrogenado existe uma fratura mista com componentes dúcteis e frágeis (Figs. 4.12d e 4.12f).

Momotani et al. (2015) notaram uma mudança nos mecanismos de fratura, ao ensaiar um aço martensítico de baixo carbono em diferentes taxas de deformação. Para uma taxa de deformação de $8,3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, os corpos de prova carregados com hidrogênio mostraram fraturas predominantemente intergranulares nos contornos do antigo grão austenítico. Por outro lado, para uma taxa de $8,3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, fraturas dúcteis foram observadas.

Os resultados dos ensaios mostram que há uma tendência crescente da susceptibilidade à FH com a diminuição da velocidade de ensaio. Esse aumento da susceptibilidade à FH quando se diminui a taxa de deformação foi notado por Safyari et al. (2020), que ensaiaram ligas de alumínio laminadas a frio. De acordo com os autores, a razão pela qual o comportamento da FH muda com a taxa de deformação ainda não é clara. A permeação de hidrogênio da atmosfera para o interior do material é assistida pelo efeito do transporte de discordâncias (PRESSOUYRE, 1983; KANG, PYUN, KIM, 1989; ITOH, KOYAMA, KANNO, 1996). A taxa de deformação influencia a densidade e a velocidade de discordâncias móveis que carregam hidrogênio (KANG, PYUN, KIM, 1989; BIRNBAUM, SOFRONIS, 1994; SAFYARI et al., 2020) levando a diferentes acúmulos de hidrogênio nas armadilhas.

Os aços 4137M, 4130M e 4140 apresentaram comportamento mecânico distinto sob as condições experimentais investigadas. Uma análise comparativa desses aços destacando as principais diferenças observadas entre eles é apresentada a seguir.

Primeiro, os três materiais possuem composição química diferente, como mostrado na Tab. 3.1. De acordo com Cabrini et al. (2011), a susceptibilidade à FH do material depende das propriedades mecânicas, microestrutura e composição química. A Tabela 3.1 mostra que o 4137M possui mais enxofre. Esse fato contribui para a maior formação de sulfetos de manganês (MnS), que será discutido adiante. O aço 4130M apresenta a menor quantidade de carbono e tem a maior concentração de elementos de liga (Cr, Mo e V). Por sua vez, o aço 4140 tem uma maior quantidade de C e Si.

Segundo, os três aços apresentam diferenças importantes nos valores de σ_{ut} e de dureza na condição como recebidos. De acordo com Becker e Shipley (2002) e Eliaz et al. (2002), aços com σ_{ut} superior a 1000 MPa são susceptíveis à FH (o aço 4137M possui $1056,80 \pm 21,97$ MPa - Tab. 3.3), e aqueles com σ_{ut} acima de 1200 MPa são especialmente susceptíveis (o aço 4140 possui $1202,10 \pm 2,70$ MPa - Tab. 3.3). Por outro lado, aços com σ_{ut} menores que 700 MPa parecem ser resistentes ao trincamento por hidrogênio (o aço 4130M possui $848,42 \pm 7,08$ MPa - Tab. 3.3). Além disso, Esaklul e Ahmed (2009) e Louthan Jr. (2008) apontaram que a FH é um problema comum entre metais com durezas de pelo menos 30-34 HRC. Quando dois tratamentos térmicos em uma mesma liga são comparados, aquele com maior resistência é normalmente mais susceptível à FH (ESAKLUL, AHMED, 2009; LEE, SU, 1999). Nos estudos de Li et al. (2017) e Zafra et al. (2018), foi observado que um aumento na temperatura de revenimento leva a uma maior resistência à FH. O comportamento dos três aços avaliados é condizente com os valores de dureza Rockwell C mostrados na Tab. 3.3.

A partir dos resultados obtidos por meio da Eq. (2.4) para o limite de resistência à tração, foi observado que o valor de σ_{ut} calculado para o aço 4140 ao ar (873,91 MPa) foi consideravelmente diferente do valor obtido no ensaio de tração (1202,10 MPa). Isso pode ser justificado pelo fato de que na Eq. (2.4), o deslocamento do punção na força máxima não é considerado. Portanto, o limite de resistência à tração deste aço também foi calculado por meio da Eq. (2.6), resultando em 1140,67 MPa. Na Equação (2.6), $\beta_1'' = 0,3187$ e $\beta_2'' = 0$, de acordo com o trabalho de Almeida (2017).

A Equação (2.6) forneceu um resultado mais exato do valor da tensão, com um erro relativo de 5,1 % quando comparado com o obtido por meio de ensaio de tração. Porém, de acordo com García et al. (2015), o decréscimo da resistência à tração devido à FH deve ser avaliado por meio da Eq. (2.4), uma vez que a Eq. (2.6) não é adequada para lidar com materiais susceptíveis à FH. Desse modo, neste trabalho, os valores de tensão avaliados foram aqueles obtidos por meio da Eq. (2.4).

De acordo com Todoshchenko et al. (2014), a quantidade, forma, dimensões e composição química das inclusões afetam a degradação causada pelo hidrogênio nos aços. Dessa forma, um terceiro ponto de ênfase é relacionado à fração volumétrica das inclusões presentes na microestrutura dos aços ensaiados, bem como as dimensões e formato destas. Para a comparação e análise, imagens de inclusões obtidas no MEV para cada aço são mostradas nas Figs. 4.13 a 4.15. É importante ressaltar que as magnificações utilizadas nas imagens das inclusões (Fig. 4.13a, Fig. 4.14a e Fig. 4.15a) são diferentes, uma vez que as dimensões apresentaram diferentes ordens de grandeza. Em relação às dimensões e formato das inclusões, os aços 4137M e 4140 apresentaram inclusões alongadas com $36,5 \mu\text{m}$ e $8,0 \mu\text{m}$ de comprimento, respectivamente, como visto nas Figs. 4.13a e 4.15a, enquanto para

o aço 4130M, a inclusão é aproximadamente esférica com diâmetro de 4,0 μm (Fig. 4.14a). Análises EDS mostraram que as inclusões dos aços 4137M e 4140 são sulfetos de manganês (MnS), como mostrado nas Figs. 4.13b e 4.15b, enquanto para o aço 4130M, uma inclusão de (Ca, Mg, Mn)S foi observada (Fig. 4.14b).

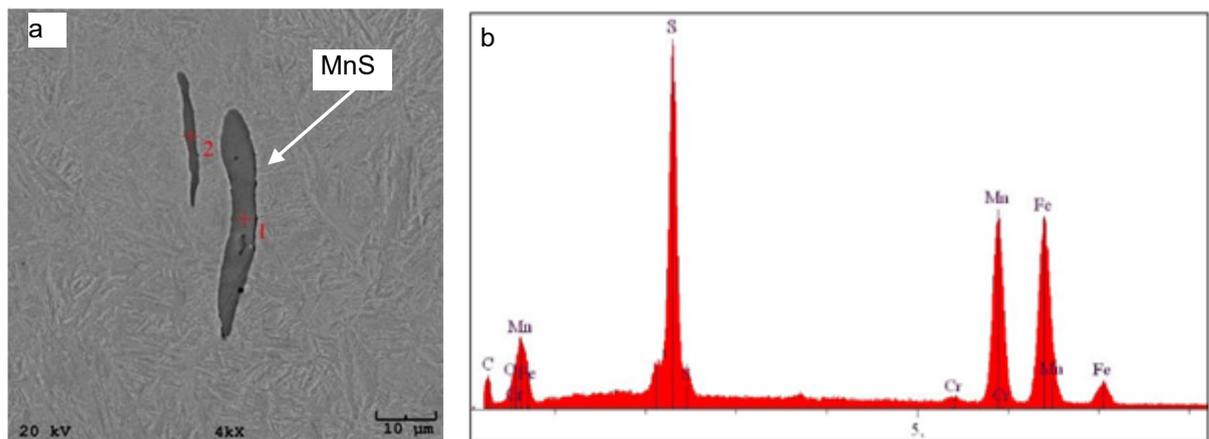


Figura 4.13 – Imagem obtida no MEV de inclusões do aço 4137M: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.

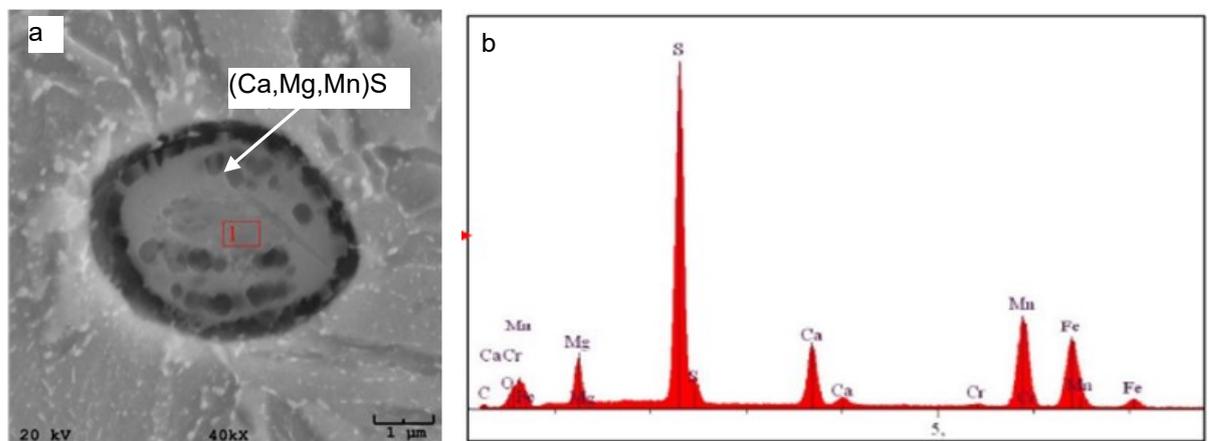


Figura 4.14 – Imagem obtida no MEV de inclusão do aço 4130M: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.

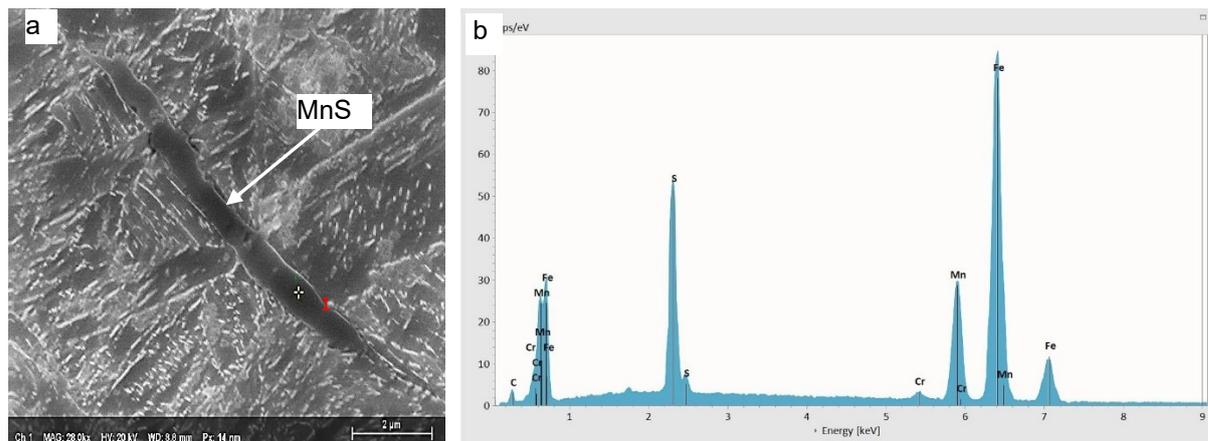


Figura 4.15 – Imagem obtida no MEV de inclusão do aço 4140: (a) visão geral; (b) espectro da inclusão a partir do ponto 1.

O formato alongado das inclusões observadas nos aços 4137M e 4140 pode ser atribuído ao processo de laminação destes, enquanto a inclusão de formato esférico observado no aço 4130M pode ser explicado pelo fato deste material ter sido tratado com cálcio. Essa afirmação foi confirmada pelos resultados obtidos na análise de EDS. Na Figura 4.14b, se observa um pico de cálcio proeminente no espectro da inclusão do aço 4130M. De acordo com Andersson e Seetharaman (2000) e Turkdogan (1996), o cálcio contribui para modificar a morfologia do MnS, assim como melhorar a distribuição das inclusões. Além disso, há uma melhoria nas propriedades do material, como ductilidade, tenacidade e usinabilidade. O estudo de Wilson (1979) apontou que o tratamento com cálcio nos metais reduz significativamente os níveis de inclusões não metálicas indesejadas, quando comparado com aqueles produzidos utilizando técnicas convencionais. Além disso, Ohaeri et al. (2018) sugeriram que o cálcio captura o enxofre durante a solidificação do aço e previne a precipitação de inclusões de MnS. Andersson e Seetharaman (2000) apontaram ainda que o cálcio tende a reduzir a FH de aços ARBL.

A presença de inclusões não metálicas afeta as propriedades mecânicas dos aços (GRAJCAR et al., 2011). Inclusões não metálicas são frequentemente motivo de queda na resistência ao trincamento, na tensão de fadiga e na resistência à corrosão de aços com alto teor de manganês (GRAJCAR et al., 2010). De acordo com Lankford (1977), um dos principais fatores que levam à falha por tração é a tensão local causada por inclusões não metálicas.

Yu e Li (1976) avaliaram o efeito do formato das inclusões esféricas e concluíram que o formato alongado é mais susceptível à FH que o formato esférico. De acordo com os autores, a fração volumétrica de inclusões é mais relevante do que as dimensões das mesmas. Para Shen et al. (2019), menores inclusões podem levar a menores concentrações de tensão e, conseqüentemente, reduzir a possibilidade de iniciação de trinca. Sítios com

inclusões não metálicas alongadas favorecem a iniciação de microtrincas (GRAJCAR et al., 2010). Conforme a tensão aumenta, o efeito de entalhe da inclusão se torna mais significativo (THORNTON, 1971).

A Figura 4.16 mostra as inclusões observadas nas microestruturas dos aços avaliados, bem como a distribuição destas. A fração volumétrica de inclusões, em %, para os três materiais é mostrada na Tab. 4.3.

Tabela 4.3 – Quantificação de inclusões dos aços 4137M, 4130M e 4140 em porcentagem de área.

Imagem	Aço 4137M	Aço 4130M	Aço 4140
1	0,16	0,02	0,17
2	0,15	0,03	0,08
3	0,14	0,08	0,27
4	0,03	0,01	0,11
5	0,39	0,07	0,25
6	0,13	0,03	0,20
7	0,34	0,02	0,21
8	0,26	0,02	0,20
9	0,15	0,02	0,25
10	0,17	0,04	0,27
11	0,19	0,05	0,08
12	0,17	0,02	0,27
13	0,20	0,02	0,25
14	0,12	0,11	0,21
15	0,04	0,01	0,20
16	0,13	0,06	0,20
17	0,11	0,02	0,25
18	0,14	0,12	0,27
19	0,16	0,17	0,17
20	0,37	0,05	0,11
Média	0,18	0,05	0,20
u	0,02	0,01	0,02

A fração volumétrica média de inclusões e a incerteza padrão associada (68,27 %) foi de $0,18 \pm 0,02$ % para o aço 4137M, $0,05 \pm 0,01$ % para o aço 4130M e $0,20 \pm 0,06$ % para o aço 4140. A partir desses resultados, se conclui que no aço 4130M a fração volumétrica total de inclusões é 72 % e 75 % inferior do que a observada nos aços 4137M e 4140, respectivamente. Inclusões não metálicas funcionam como armadilha para os átomos de hidrogênio (PRESSOUYRE, 1983; MYERS et al., 1992; DWIVEDI, VISHWAKARMA, 2019). A presença de um maior número de inclusões na microestrutura do aço 4137M pode resultar em uma maior susceptibilidade à FH, uma vez que há mais concentradores de tensão no material (MABHO et al., 2010; CHATTORAJ, 1995).

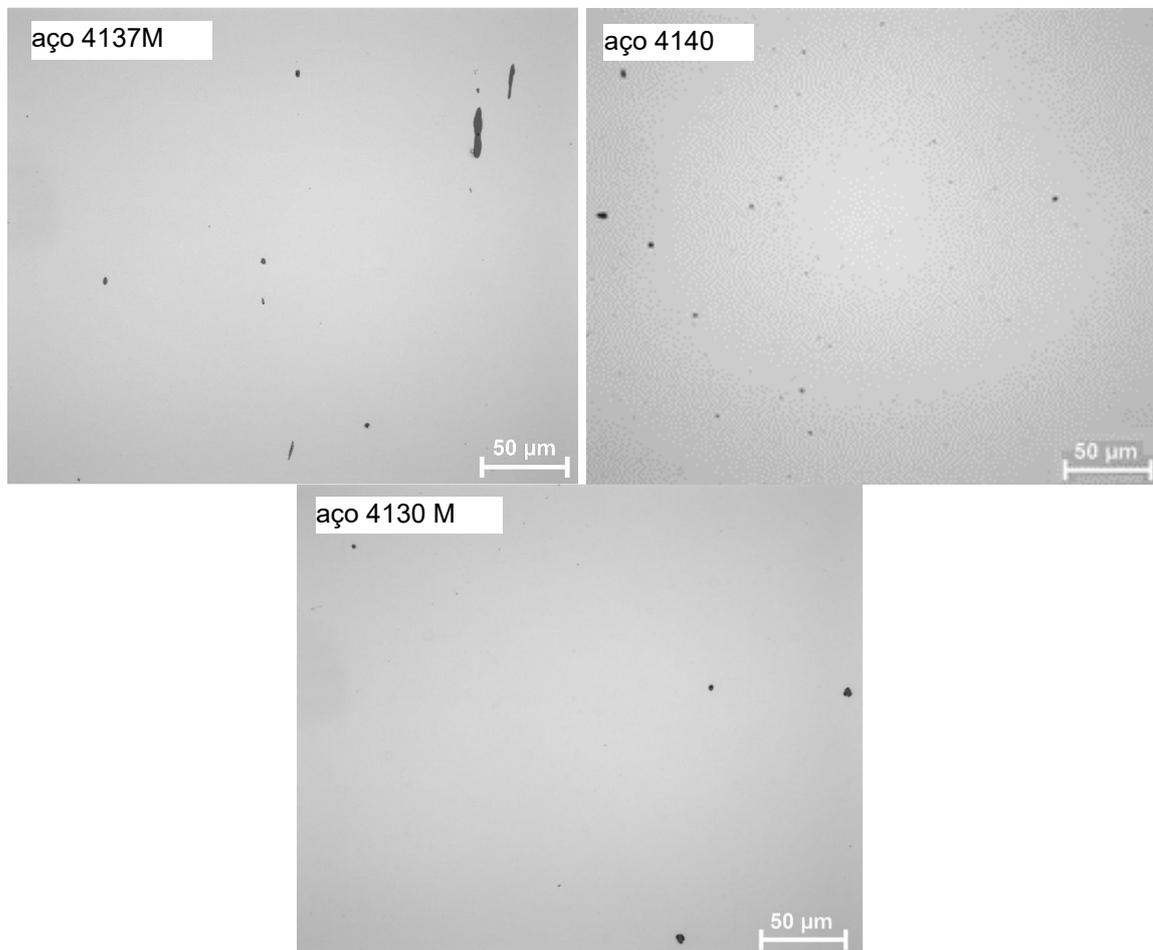


Figura 4.16 – Dimensões e distribuição das inclusões dos três aços avaliados.

Do exposto, a conclusão a que se chega é que o aço 4130M pode ser classificado, de acordo com Davis (2001), como um "aço controlado pela forma da inclusão". Essa categoria inclui aços que apresentam ductilidade e tenacidade ao longo da espessura melhoradas pela pequena adição de cálcio, zircônio ou titânio, de forma que o formato das inclusões de sulfetos é modificado de grandes e alongadas para pequenos glóbulos dispersos, quase esferoidais.

4.5. Resultados dos ensaios de puncionamento esférico com carregamentos em patamares (ISPT) em meio hidrogenado

A Figura 4.17 mostra as curvas de força x tempo com patamares de 2 h / 4 h para o aço 4130M (40 HRC). Já a Fig. 4.18 mostra as curvas de Força x Tempo com patamares de 20 min / 40 min. Observa-se nas Figs. 4.17 e 4.18 que não houve uma mudança significativa nos valores da força limite de ruptura (P_{th}) entre os ensaios realizados com tempo de patamares diferentes, sendo que para o primeiro obteve-se 73,0 % da força máxima e para o segundo 74,5 %. A diferença observada entre os valores do P_{th} obtidos aplicando ambas as metodologias é da ordem de -2,0 %, e o tempo de ensaio se reduz expressivamente, de aproximadamente 50 h (ASTM F1624) para em torno de 8 h (ARROYO et al., 2019) para cada ensaio. Estes resultados corroboram a viabilidade da redução do tempo de patamar proposta por Arroyo et al., (2019) e atribuem ao SPT importantes vantagens quando comparado com a técnica ISL, quais sejam: corpos de prova com dimensões reduzidas e tempo de ensaio seis vezes menor. Desse modo, para os próximos materiais, foram utilizados tempos de patamares de 20 min / 40 min.

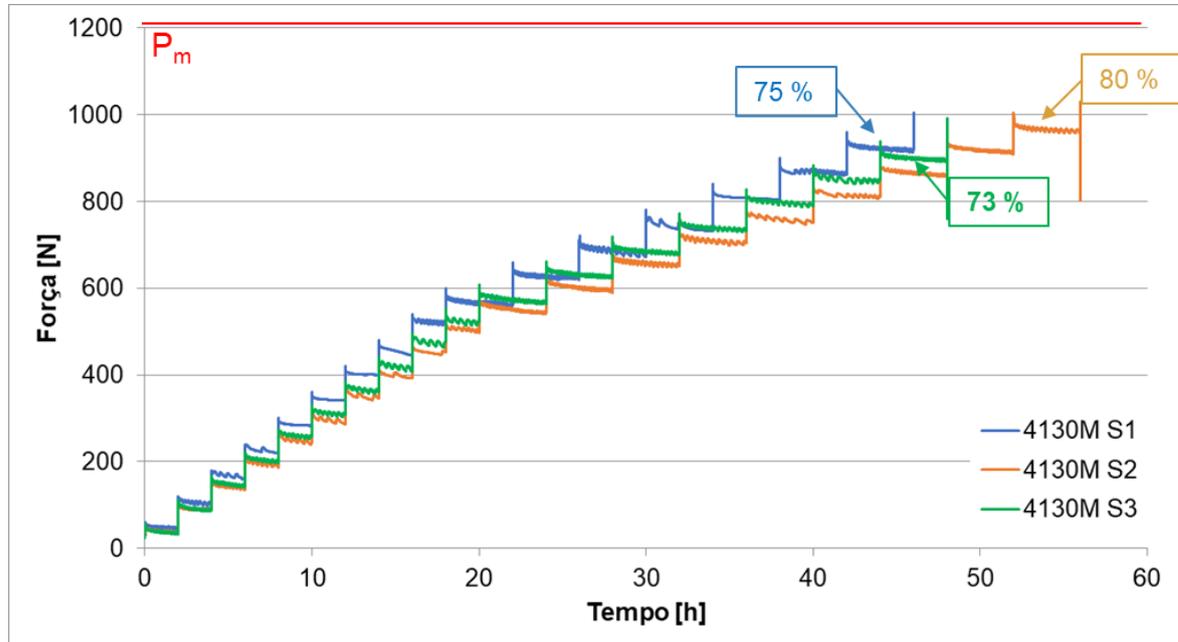


Figura 4.17 – Gráfico de Força x Tempo com patamares estabelecidos pela a ASTM F1624 (ASTM, 2018) em ensaios SPT para o aço 4130 M (40 HRC).

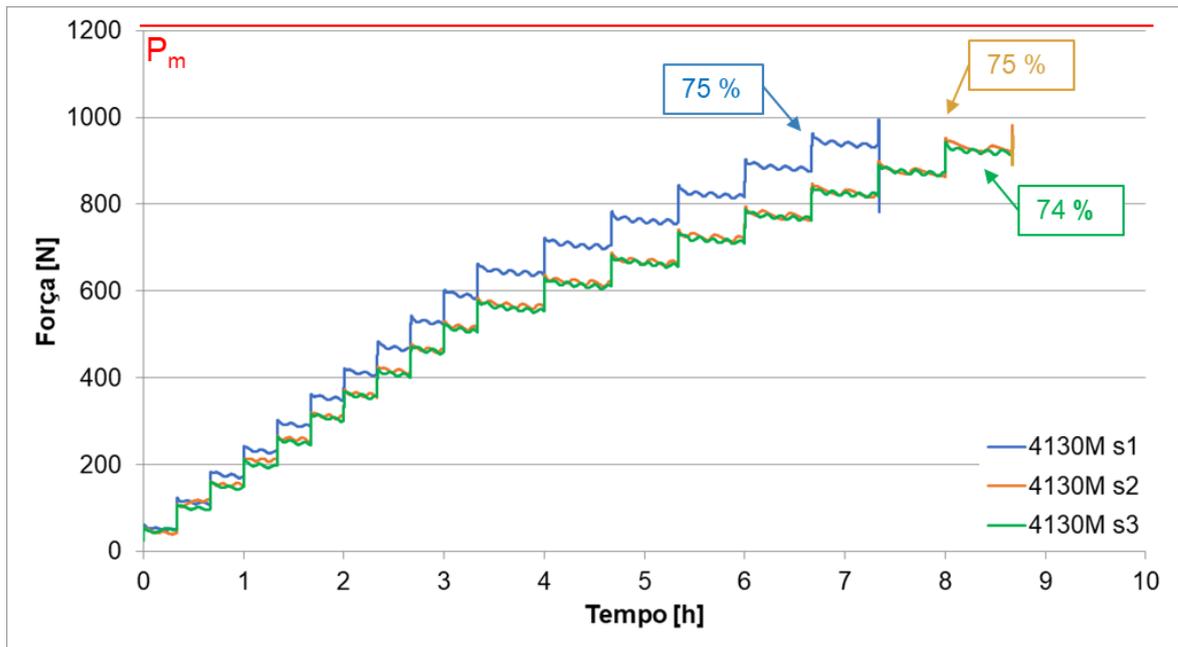


Figura 4.18 – Gráfico de Força x Tempo com patamares conforme metodologia adotada por Arroyo et al. (2019) nos ensaios de SPT para o aço 4130 M (40 HRC).

Os gráficos de Força x Deslocamento dos ensaios nas duas condições de tempos de patamares são mostrados na Fig. 4.19, enquanto os valores da área relativa ao ensaio ao ar são mostrados na Tab. 4.4.

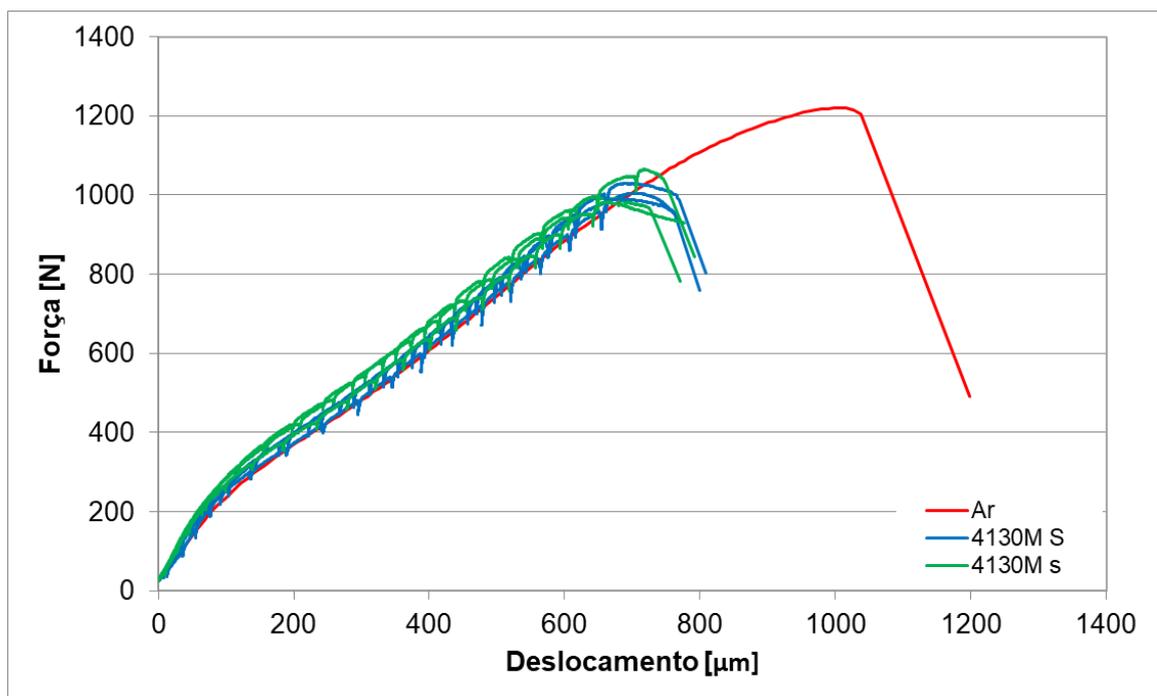


Figura 4.19 – Curvas Força x Deslocamento para o aço 4130M (40 HRC) ao ar e carregado em patamares (S – patamares de 2 h / 4 h; s – patamares de 20 min / 40 min).

Tabela 4.4 – Valores em % da área abaixo da curva em relação ao ensaio ao ar.

Condição	Ensaio	Área (%)
Ao ar	Ao ar	100
Carregado em patamares de 2 h / 4 h ASTM F1624 (ASTM, 2018).	4130M S1	59
	4130M S2	61
	4130M S3	60
Carregado em patamares de 20 min / 40 min Arroyo et al., (2019)	4130M s1	58
	4130M s2	61
	4130M s3	62

Os valores de área abaixo das curvas resultantes dos ensaios em patamares realizados segundo a ASTM F1624 (ASTM, 2018) e Arroyo et al., (2019) ficaram muito próximos entre si, sendo aproximadamente 60 % da área do ensaio ao ar. A análise de variância *One-Way* ANOVA, utilizada para investigar se os valores de P_{th} decorrentes da aplicação das duas abordagens são diferentes, resultou em uma p-valor igual a 0,462207. Este resultado é indicativo de que não há diferenças estatisticamente significativas entre os valores de P_{th} . Em ambos os casos, a dispersão dos valores de área é baixa, com desvio padrão da ordem de 1,0 % e 2,1 %, respectivamente, indicando excelente repetibilidade.

4.5.1. Resultados dos ensaios ISPT utilizando o método da rigidez para o cálculo de P_{th}

Figura 4.20A Figura 4.20 mostra as curvas Força x Tempo e Força x Deslocamento resultantes dos ensaios ISPT para todos os aços avaliados. As curvas obtidas nos ensaios dos CPs ao ar também são mostradas. A partir da Fig. 4.20 é possível notar que o tempo máximo de ensaio foi de 10 h (A-32), 12 h (B-25), 14 h (B-40) e 16 h (B-44).

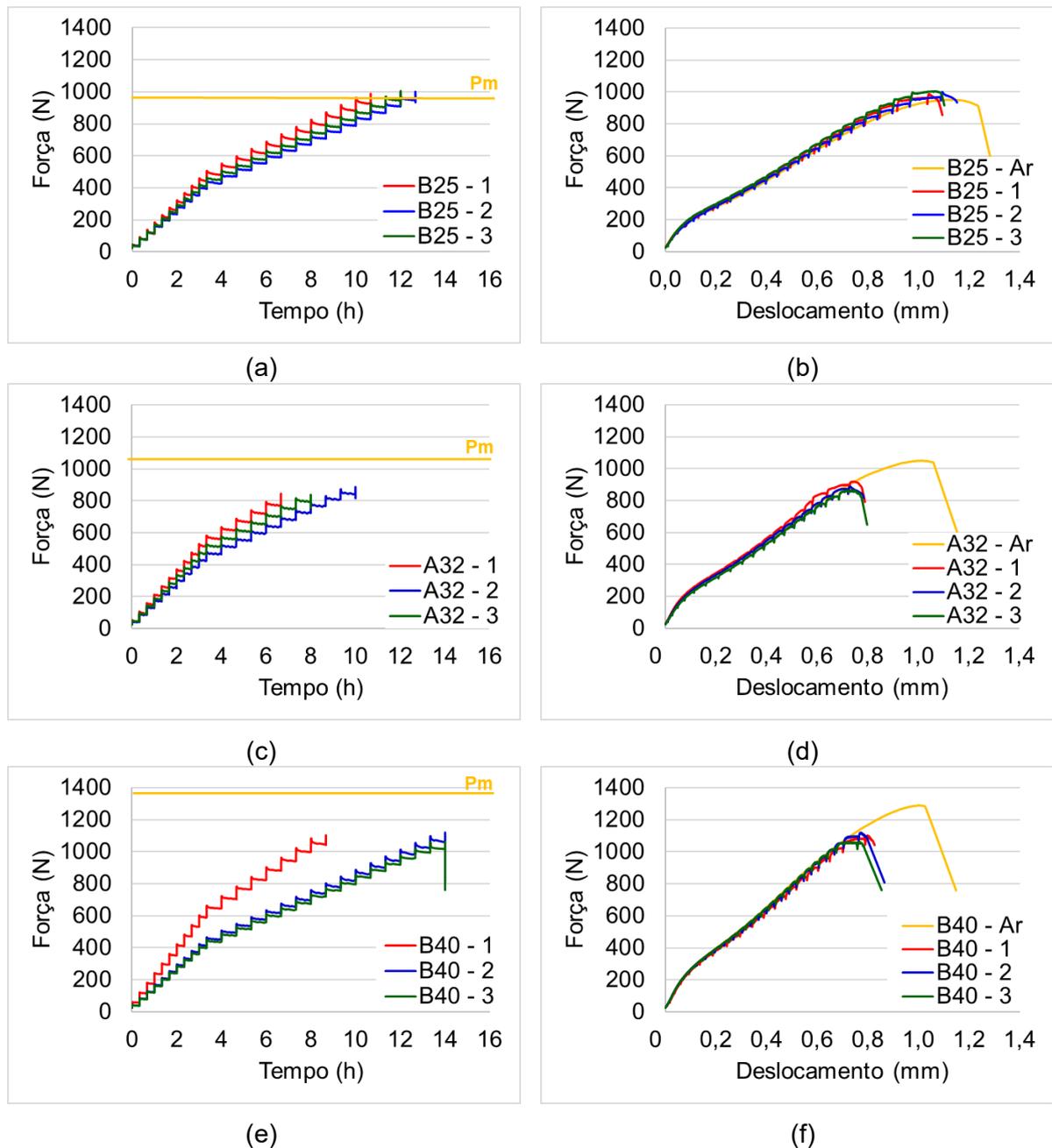


Figura 4.20 – Curvas Força x Tempo resultantes dos ensaios ISPT, realizados com patamares conforme metodologia estabelecida por com Arroyo et al. (2019). a) aço B-25; c) aço A-32; e) aço B-40 e g) aço B-44. Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios ISPT. b) aço B-25; d) aço A-32; f) aço B-40 e h) aço B-44. (corpos de prova não entalhados).

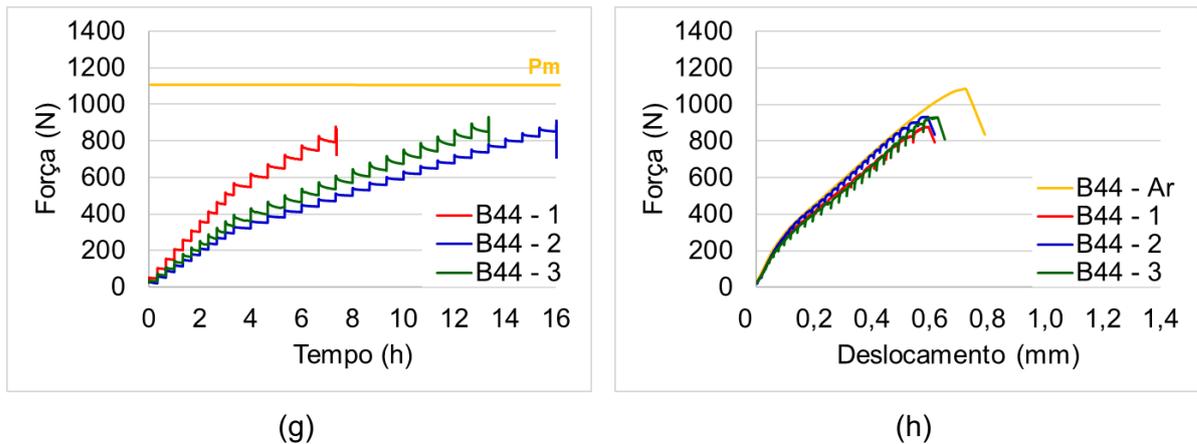


Figura 4.20 – Continuação.

Todos os corpos de prova do aço B-25 fraturaram com uma força próxima à força máxima (Fig. 4.20b). Este fato é indicativo de que este material não é susceptível à FH. Por outro lado, os CPs dos outros três aços fraturaram com uma força expressivamente menor que a força máxima (Figs. 4.20d, 4.20f e 4.20h). Além disso, a partir das curvas Força x Deslocamento, observa-se que o aço B-44 apresenta o menor deslocamento do punção até a ruptura para o corpo de prova ensaiado ao ar (0,8 mm), indicando baixa ductilidade deste material. Na presença do hidrogênio, o valor de deslocamento decresceu até aproximadamente 0,6 mm, corroborando com sua alta susceptibilidade à FH.

A Tabela 4.5 apresenta os valores de área relativa obtidos para todos os aços investigados. A partir da Tab. 4.5, os valores médios de área relativa para cada aço foram 82,0 % (B-25), 59,3 % (A-32), 55,7 % (B-40) e 60,0 % (B-44). Para todos os aços, o desvio padrão (68,27 %) é menor que 3,0 %, indicando boa repetibilidade dos resultados. De acordo com estes resultados, conclui-se que o aço B-25 não foi susceptível à FH nas condições experimentais investigadas. Por outro lado, os outros três aços são susceptíveis à FH.

Tabela 4.5 – Valores de área relativa obtidos para todos os aços investigados por meio dos ensaios ISPT.

Ensaio	Área Relativa (%)			
	aço B-25	aço A-32	aço B-40	aço B-44
1	79	62	57	57
2	84	59	56	60
3	83	57	54	63
Média	82,0	59,3	55,7	60,0
Desvio Padrão	2,6	2,5	1,5	3,0

As Figuras 4.21 e 4.22 mostram as curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes da aplicação da técnica ISL ao SPT para todos os aços ensaiados. Em todos os ensaios, observam-se duas quedas notáveis nos valores de rigidez. A primeira queda pode ser atribuída ao escoamento do material, enquanto a segunda é atribuída ao início da propagação de trinca. A partir da Fig. 4.21, o valor de P_{th-SPT} do aço B-25 foi de 77 % da força máxima, indicando que este material não é susceptível à FH nas condições experimentais investigadas. Para os outros três aços, os valores de P_{th-SPT} foram de 59 % (A-32), 56 % (B-40) e 55 % (B-44) da força máxima, indicando que estes materiais são susceptíveis à FH.

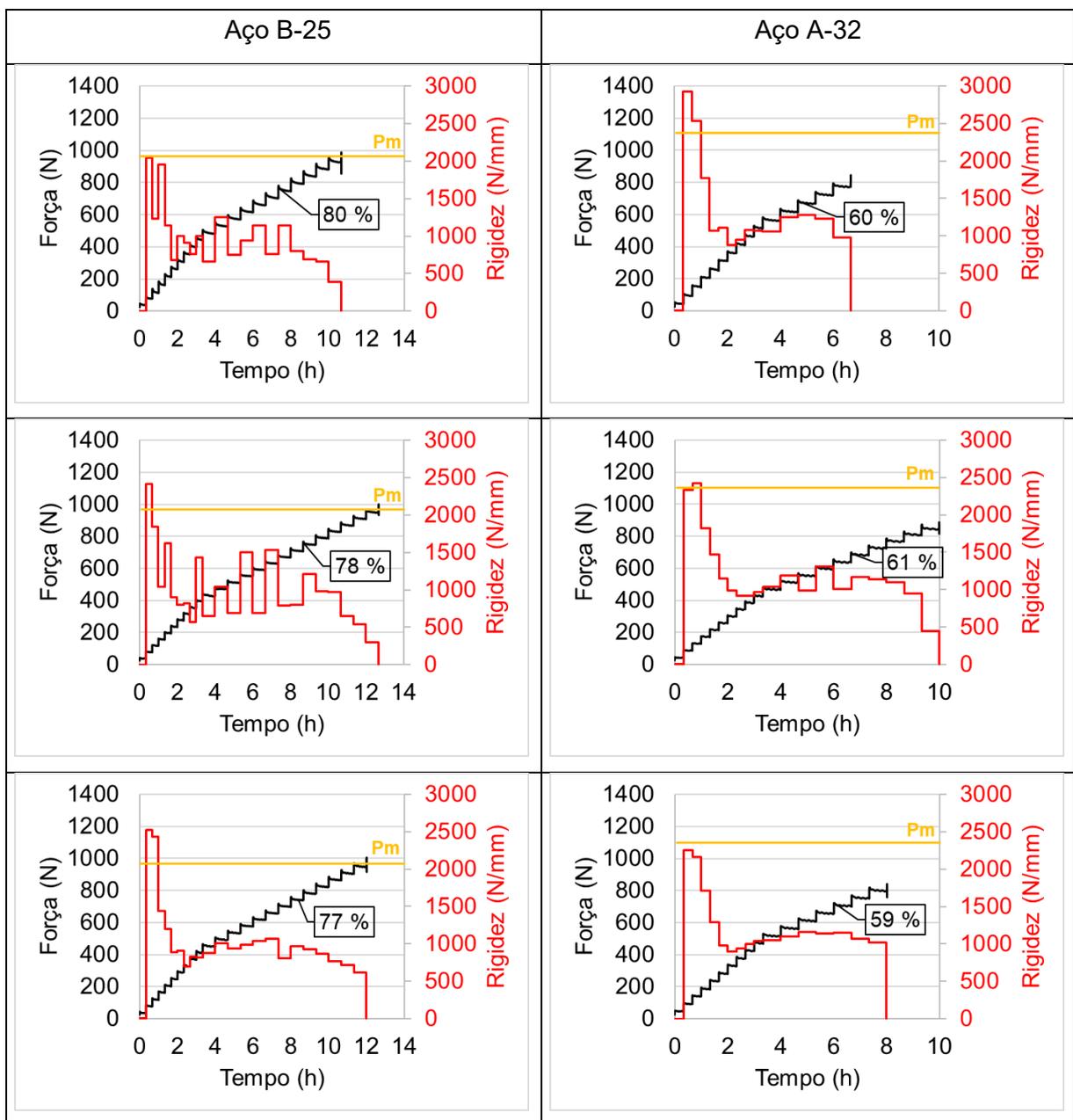


Figura 4.21 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova não entalhados).

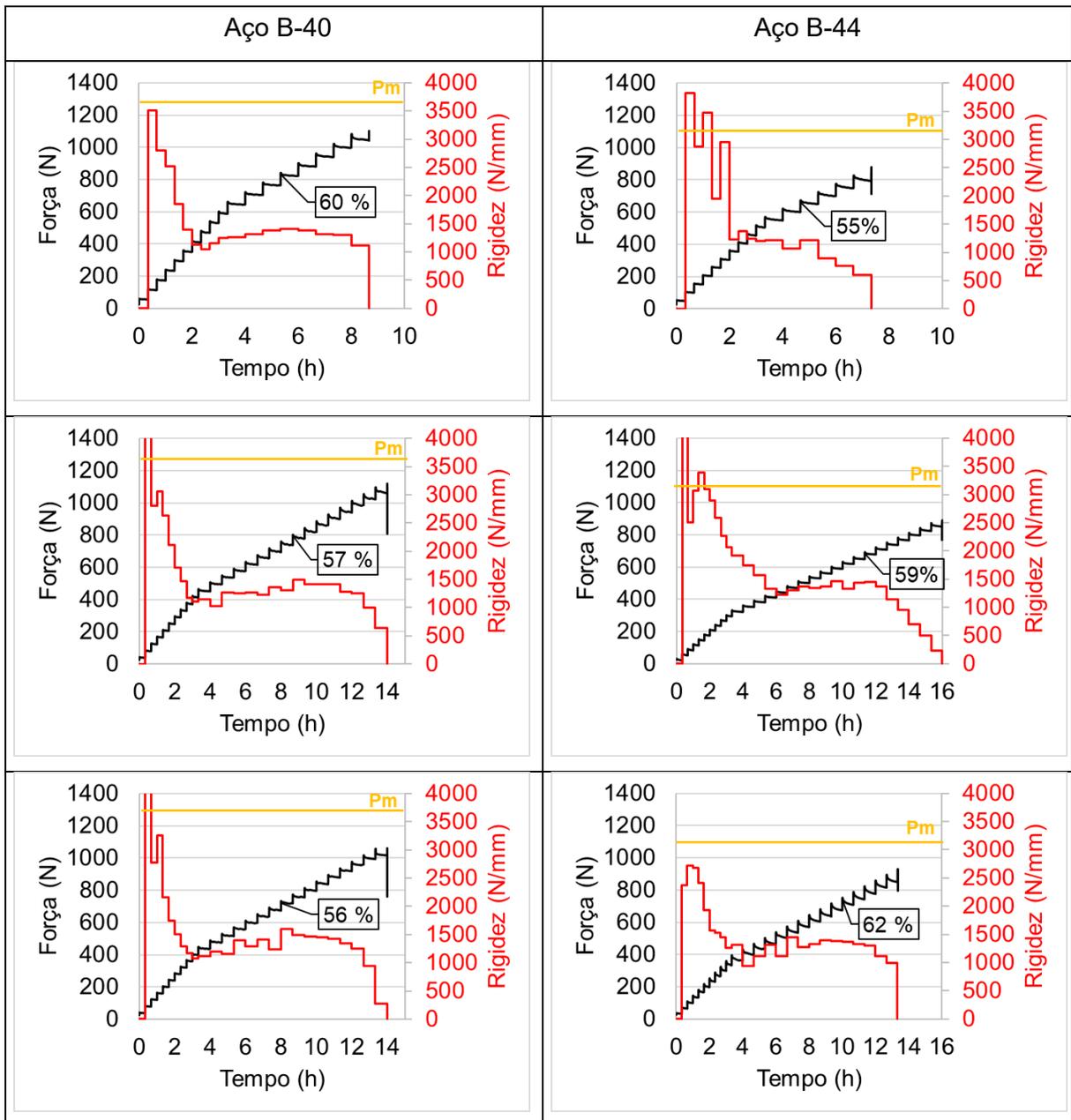


Figura 4.22 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-40 e B-44 (corpos de prova não entalhados).

O aço B apresentou uma tendência decrescente de valores de P_{th-SPT} conforme a dureza aumenta, com o aço B-44 sendo o mais susceptível à FH e o aço B-25 não sendo susceptível. Este resultado está de acordo com a literatura, como discutido a seguir. Nos estudos de Lee e Su (1999) e Esaklul e Ahmed (2009), quando dois tratamentos térmicos de um aço-liga são comparados, aquele com maior resistência é normalmente mais susceptível à FH. Por fim, o aço B-44 se mostrou ligeiramente mais susceptível à FH que o aço B-40. As temperaturas de revenimento foram de 553 °C e 444 °C para os aços B-40 e B-44, respectivamente. Nesse sentido, a literatura (PERAL et al., 2019; ZAFRA et al., 2018; LI et

al., 2017; BRAHIMI et al., 2017) destaca que um aumento na temperatura de revenimento leva a uma maior resistência à FH.

4.5.2. Resultados da validação da metodologia para determinação do P_{th-SPT}

A Figura 4.23 mostra as curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios ISPT para os aços B-25 e A-32, utilizando CPs entalhados. Todos os corpos de prova do aço B-25 fraturaram com uma força próxima à força máxima (Fig. 4.23a), enquanto os corpos de prova do aço A-32 fraturaram com força abaixo da máxima.

A Figura 4.24 apresenta as curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes dos ensaios ISPT para os dois aços ensaiados. Uma tendência estritamente decrescente dos valores de rigidez foi notada a partir do início da propagação de trinca para ambos os aços (Fig. 4.24), assim como observado nas Fig. 4.21 e Fig. 4.22. Além disso, o valor de P_{th-SPT} para os corpos de prova entalhados do aço B-25 foi 10 % menor que o observado para corpos de prova não entalhados. Essa diferença pode ser explicada pela presença do entalhe, que aumenta a triaxialidade na região próxima a ele.

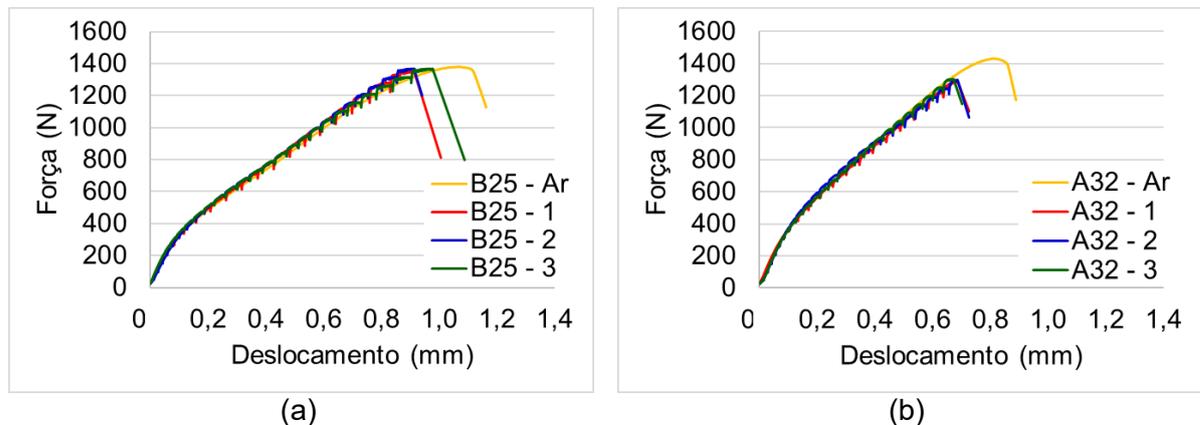


Figura 4.23 – Curvas Força x Deslocamento resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova entalhados).

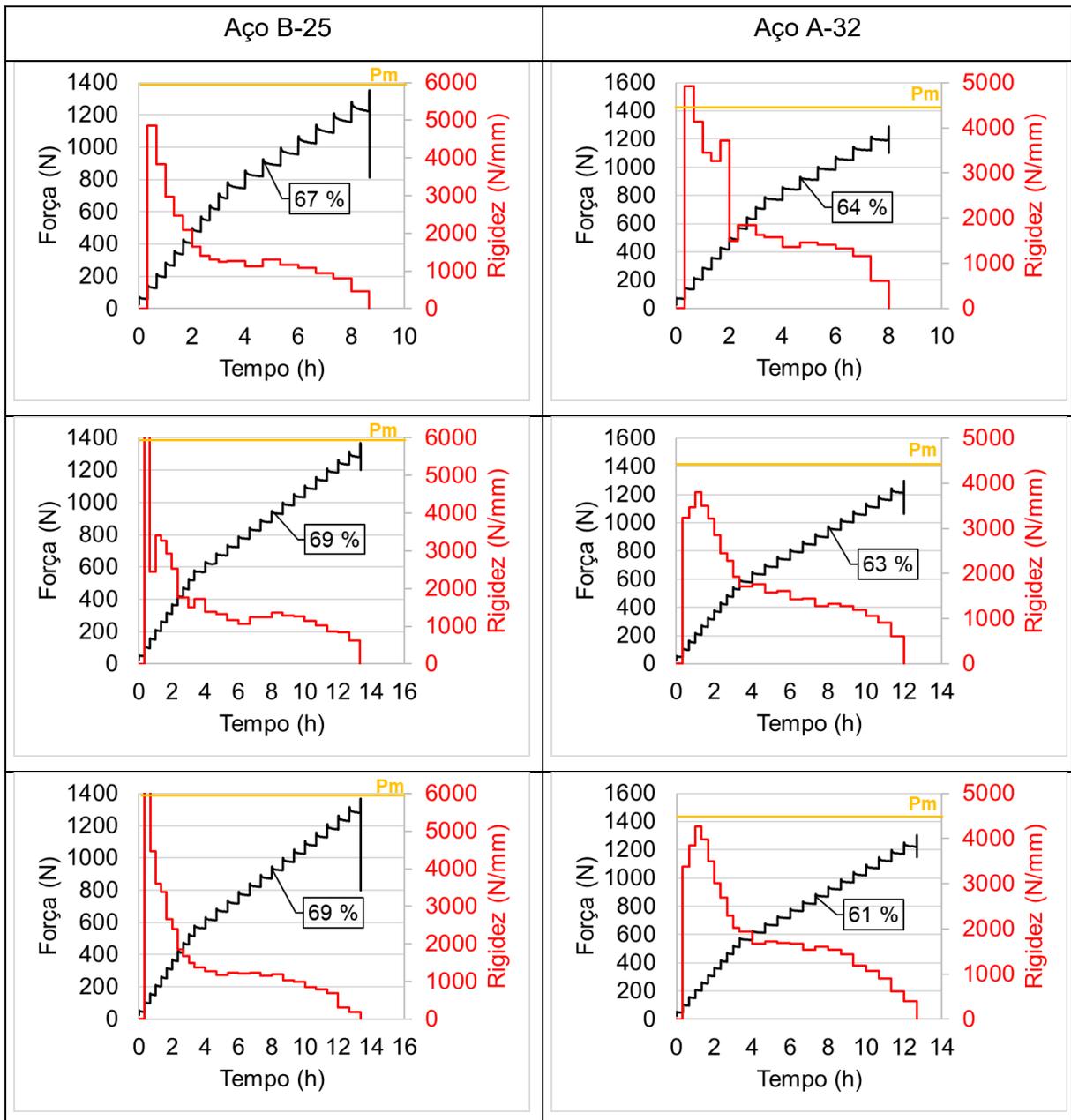


Figura 4.24 – Curvas Força x Tempo x Rigidez resultantes do ensaio ISPT para os aços B-25 e A-32 (corpos de prova entalhados).

A Figura 4.25 mostra as curvas Força x Tempo obtidas nos ensaios ISL convencionais para os aços B-25 e A-32. O aço B-25 apresentou valor de P_{th} , em %P_{FFS}, maior que o aço A-32. Esse resultado era esperado, uma vez que o aço B-25 possui menor dureza e, conseqüentemente, maior tenacidade. Por outro lado, ambos os aços apresentaram valores próximos de tensão limite de ruptura (σ_{th}), 1180,8 MPa (B-25) e 1221,5 MPa (A-32), como mostrado na Tab. 4.6. Um comportamento similar foi observado nos estudos de Zafra et al. (2018) e Nanninga et al. (2010). Porém, é importante ressaltar que, apesar de se obter valores de P_{th} para o aço B-25 em torno de 70 %P_{FFS}, foram necessários vários patamares após esse

valor até o final do ensaio. Já para o aço A-32, a queda de força necessária para o final do ensaio foi atingida no patamar imediatamente após o P_{th} . Esse comportamento demonstra a maior resistência à FH do aço B-25 em relação ao A-32, uma vez que esse aço tem a capacidade de retardar o avanço da trinca induzida por hidrogênio. Devido à sua baixa dureza e, conseqüentemente, grande capacidade de deformação plástica, ocorre um embotamento da trinca, diminuindo a concentração de tensão na ponta da trinca e, assim, retardando sua propagação (NANNINGA et al., 2010).

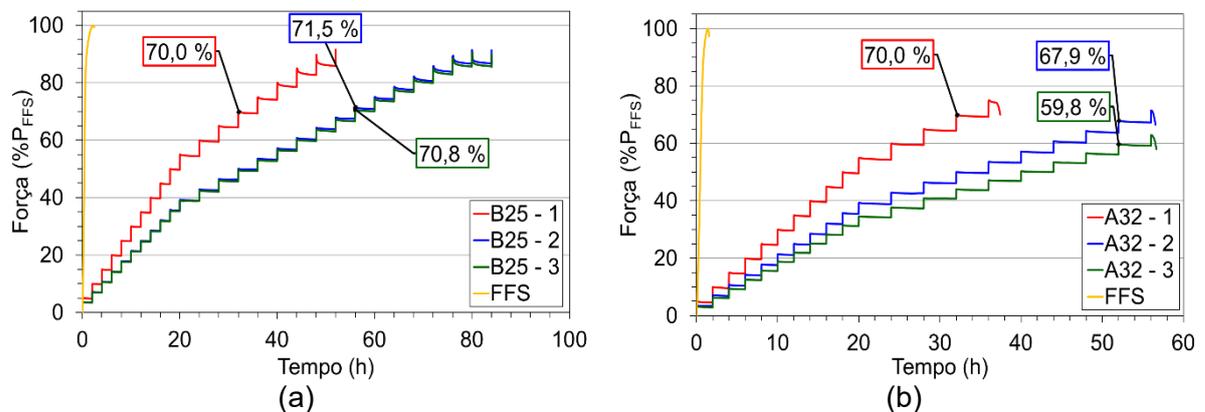


Figura 4.25 – Curvas Força x Tempo obtidas nos ensaios ISL. (a) aço B-25 e (b) aço A-32.

Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios ISL realizados nos aços B-25 e A-32; valores médios e incerteza expandida associada (95 % de probabilidade de abrangência).

Material	P_{FFS} (N)	σ_{FFS} (MPa)	P_{th} (% P_{FFS})	σ_{th} (MPa)
B-25	306.1	1736.6 ± 5.6	70.0 ± 0.1	1180.8 ± 4.6
A-32	370.2	2055.5 ± 8.4	59.8 ± 01	1221.5 ± 4.5

Os valores de força limite dos aços B-25 e A-32 obtidos pelos dois métodos (ISPT e ISL) são mostrados na Fig. 4.26a, enquanto a Fig. 4.26b mostra os erros sistemáticos e erros em porcentagem associados. Destaca-se, a partir da Fig. 4.26a, que os valores de força limite obtidos pelos dois métodos são similares. Os valores de P_{th-SPT} obtidos pelo ISPT apresentaram um erro de -3,0 % e 1,2 % para os aços B-25 e A-32, respectivamente, em relação ao ensaio ISL. Esses erros, em porcentagem, representam -3,3 % e 2,0 %, respectivamente, indicando uma boa exatidão dos resultados.

No trabalho de Arroyo et al. (2019), a técnica ISL foi aplicada ao SPT para medir o limite à FH de um aço TMCR420 sob carregamento catódico com 5 mA/cm². Os autores concluíram que a razão de sensibilidade à fragilização foi de 53,75 % para o ensaio de tração e 42,38 % para os ensaios SPT. A diferença observada entre os valores obtidos pelos dois métodos foi

da ordem de -11,4 % (erro sistemático), o que representa um erro em porcentagem de -21,2 %.

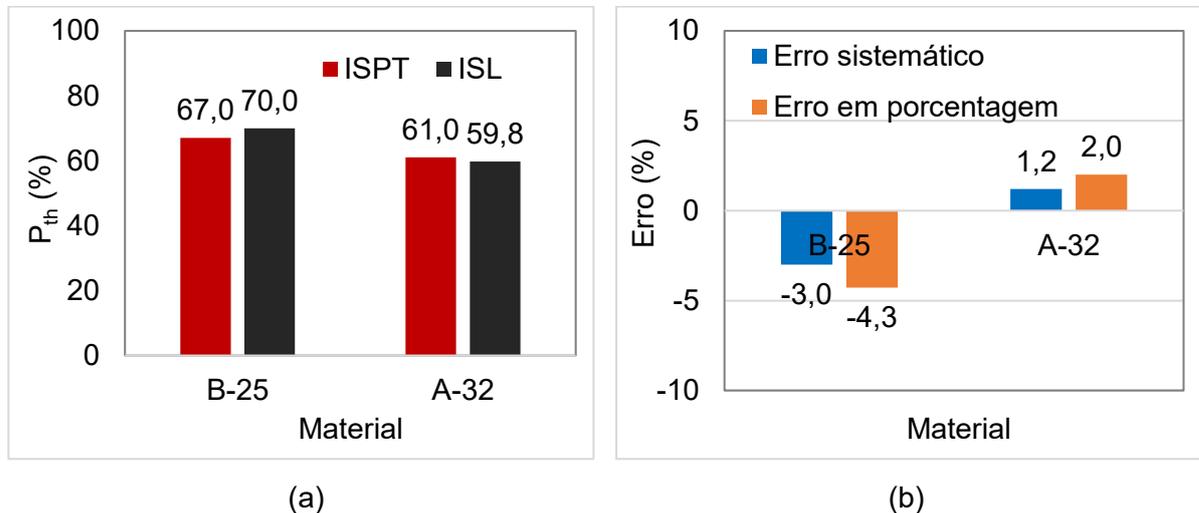


Figura 4.26 – (a) Valores de força limite para os aços B-25 e A-32 obtidos pelos dois métodos (ISPT e ISL). (b) Erros sistemáticos e erros em porcentagem associados com os valores de P_{th-SPT} .

Portanto, é possível concluir que os valores de P_{th-SPT} obtidos pelo ensaio ISPT nas condições experimentais investigadas são adequados e promissores. Esses resultados corroboram que: a) o carregamento em patamares, proposto por Arroyo et al. (2019) é capaz de estimar o valor de P_{th} ; b) a metodologia proposta para obter o P_{th-SPT} baseada na rigidez do corpo de prova se mostrou robusta, eficiente e de fácil implementação. Portanto, o ISPT pode ser usado como uma alternativa à avaliação de P_{th} para aços, com durezas menores que 33 HRC.

Um comparativo das imagens obtidas no MEV dos CPs ensaiados no ISPT, ao ar e no meio hidrogenado, é mostrado na Fig. 4.27 e na Fig. 4.28 para os aços A-32 e B-25, respectivamente. Ambos os aços exibiram micromecanismos de fratura dúcteis quando ensaiados ao ar (Fig. 4.27b e Fig. 4.28b). No meio hidrogenado, o modo de fratura do aço B-25 não mudou, permanecendo dúctil (Fig. 4.28d). Esse é um fato adicional que corrobora com a baixa susceptibilidade à FH deste material. Por outro lado, para o aço A-32, trincas alongadas foram observadas ao longo do comprimento do entalhe (Fig. 4.27c). Em maior detalhe (4.27d), a superfície de fratura de uma dessas trincas mostra um comportamento frágil (quase clivagem).

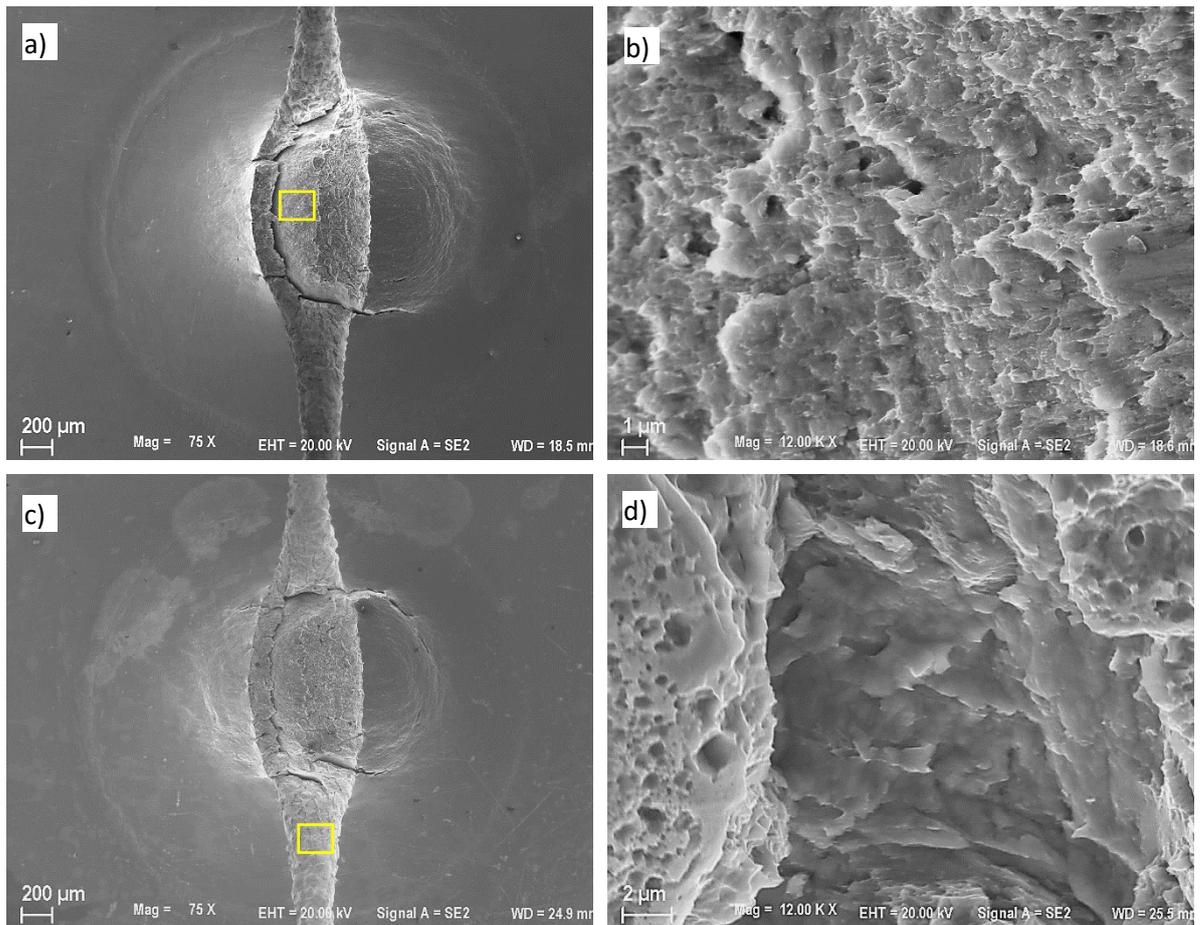


Figura 4.27 – Imagens MEV dos corpos de prova do aço A-32: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região de falha, (c) carregado com H: visão geral, (d) carregado com H: região de falha.

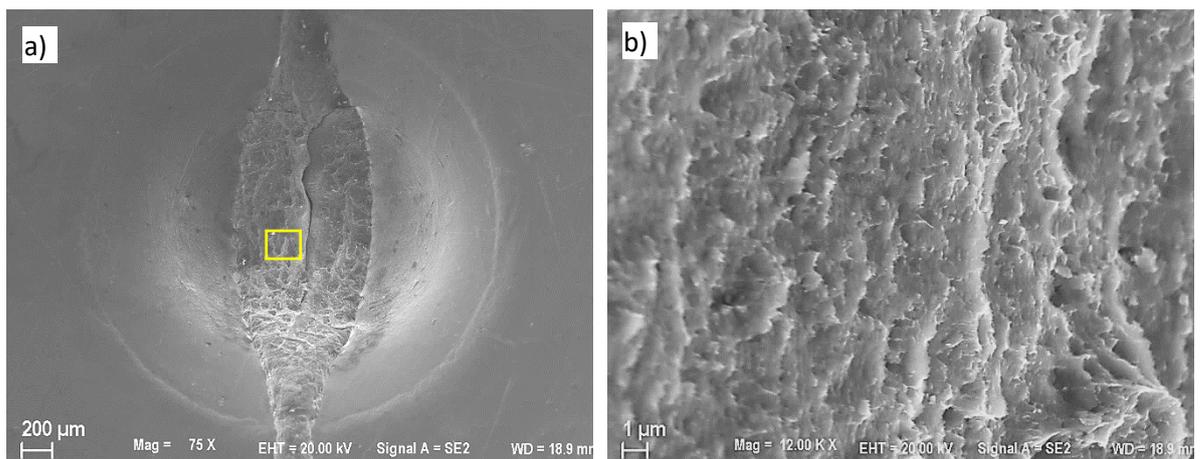


Figura 4.28 – Imagens MEV dos corpos de prova do aço B-25: (a) Ar: visão geral, (b) Ar: região de falha, (c) carregado com H: visão geral, (d) carregado com H: região de falha.

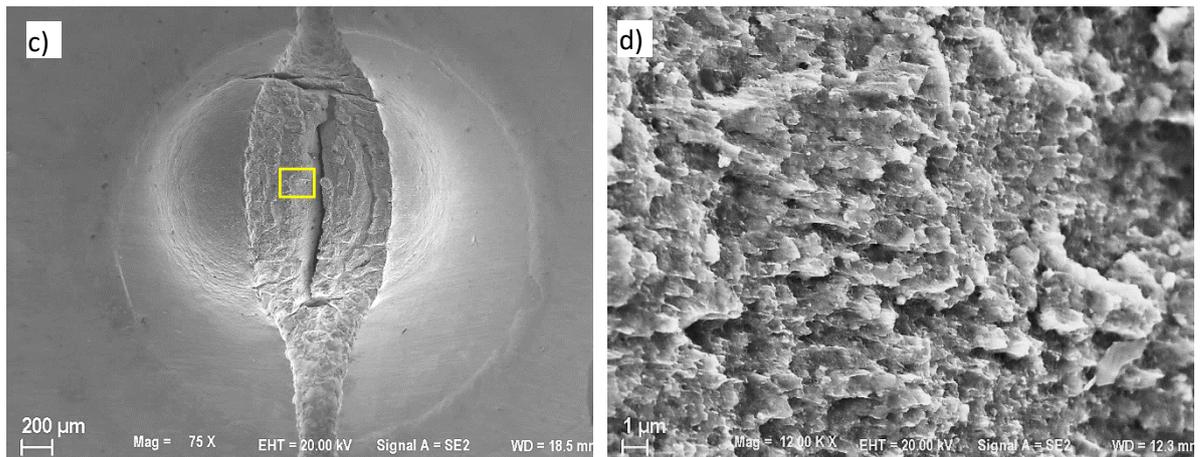


Figura 4.28 – Continuação.

4.6. Cálculo do limite de escoamento por meio de ensaios SPT ao ar

As Figuras 4.29 a 4.32 mostram as curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar nos aços utilizados para o desenvolvimento do modelo de cálculo do limite de escoamento.

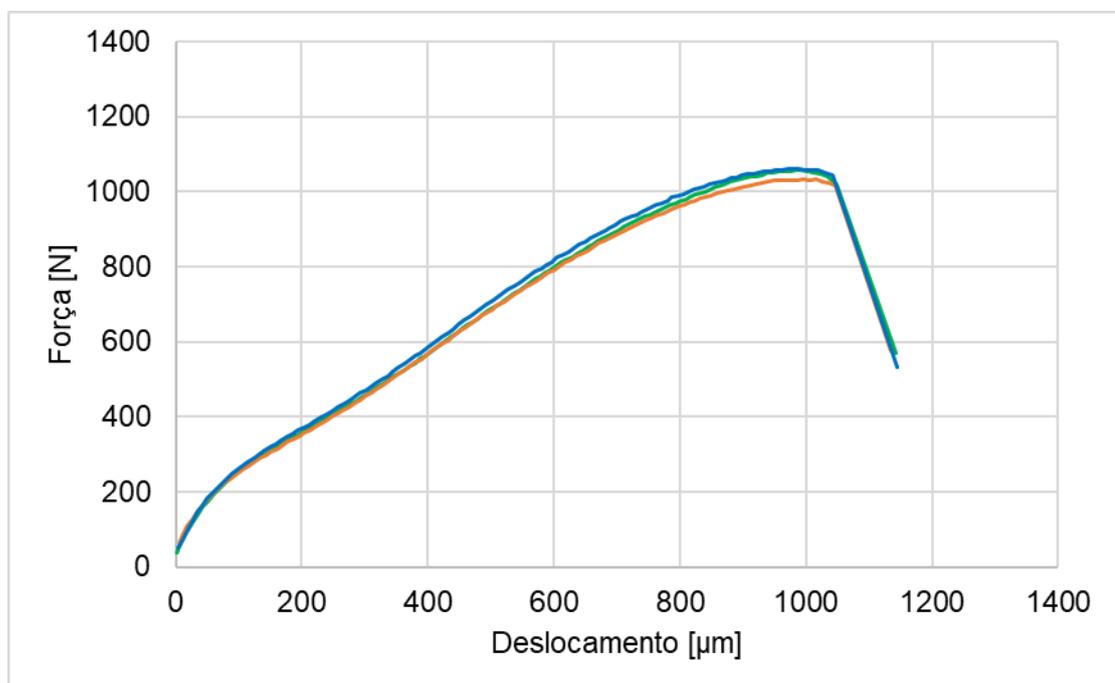


Figura 4.29 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4137M.

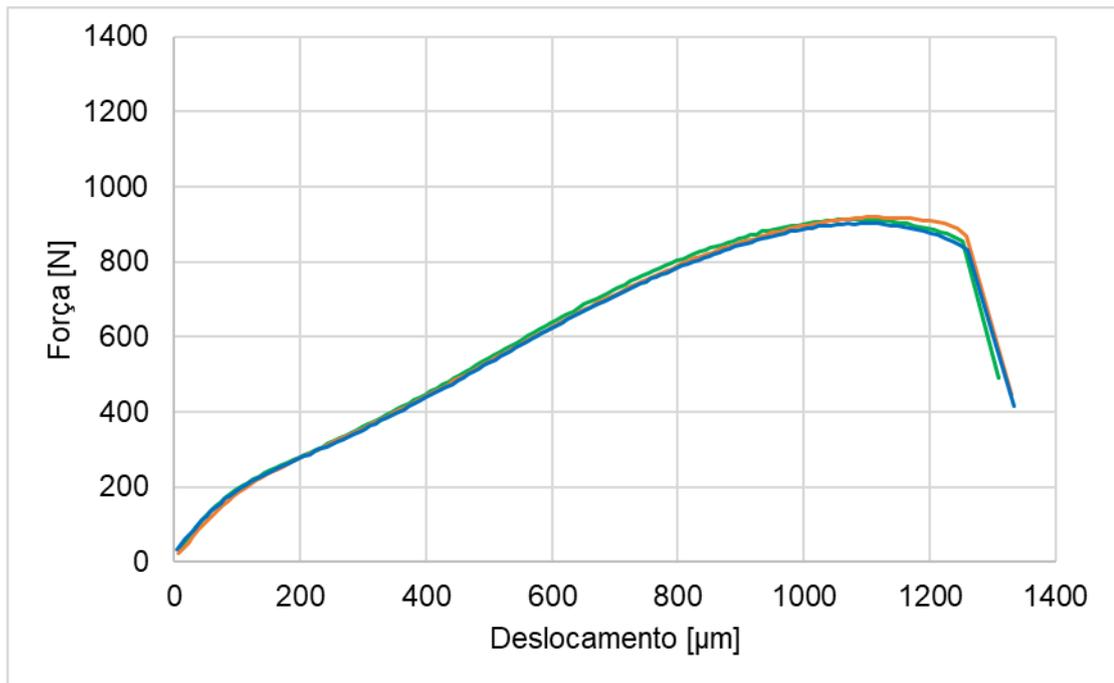


Figura 4.30 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M.

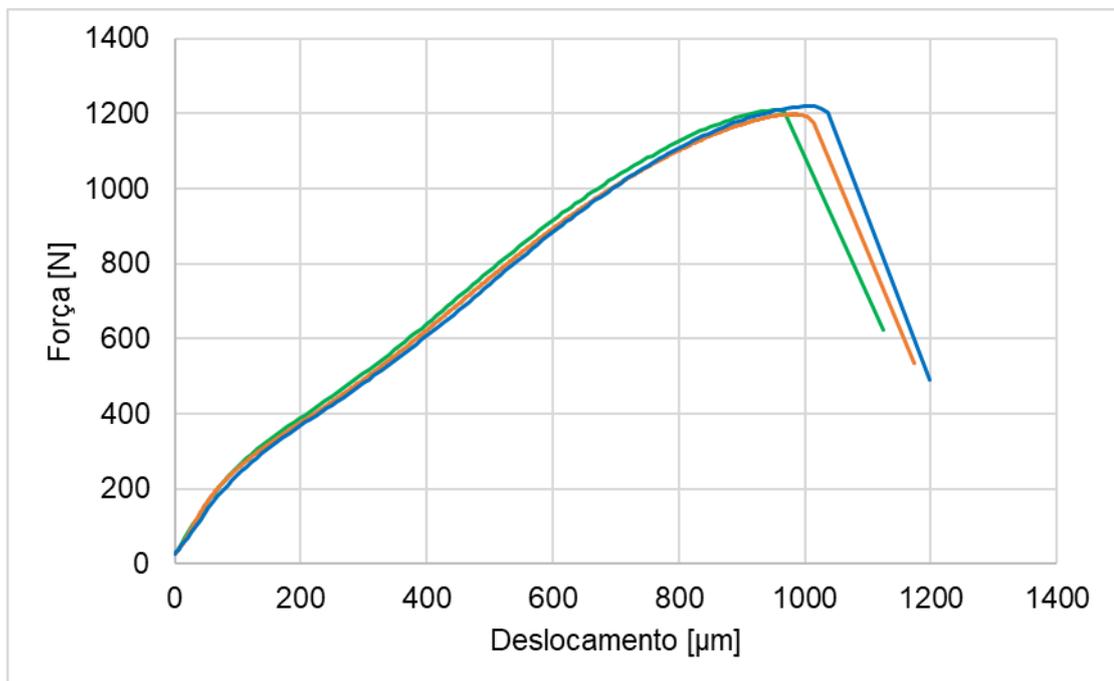


Figura 4.31 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M (40 HRC).

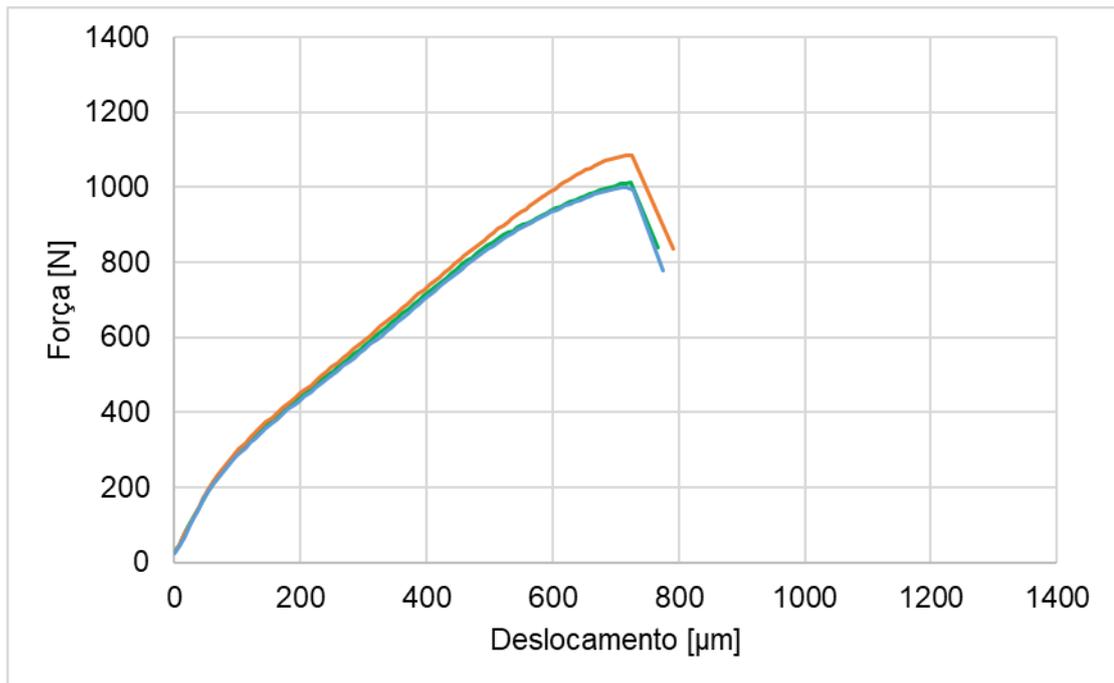


Figura 4.32 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço 4130M (44 HRC).

Em cada ensaio foram obtidos $P_{y_{t/10}}$ e $P_{y_{CEN}}$ e a relação P_y/t^2 foi calculada. As Figuras 4.33 e 4.34 apresentam os gráficos de relação entre o limite de escoamento obtido por meio de ensaio de tração e o valor médio da relação P_y/t^2 dos ensaios SPT de cada material, utilizando $P_{y_{t/10}}$ e $P_{y_{CEN}}$, respectivamente.

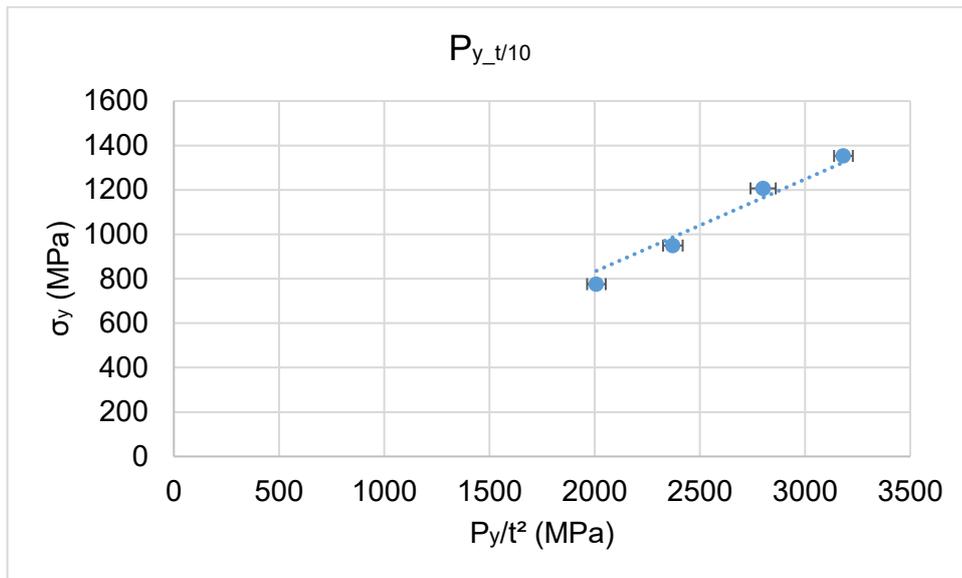


Figura 4.33 – Relação entre o limite de escoamento, obtido por meio de ensaio de tração convencional, e (P_y/t^2) para os materiais ensaiados, utilizando $P_{y,t/10}$. As barras de erros indicam a incerteza padrão associada (68,27 %).

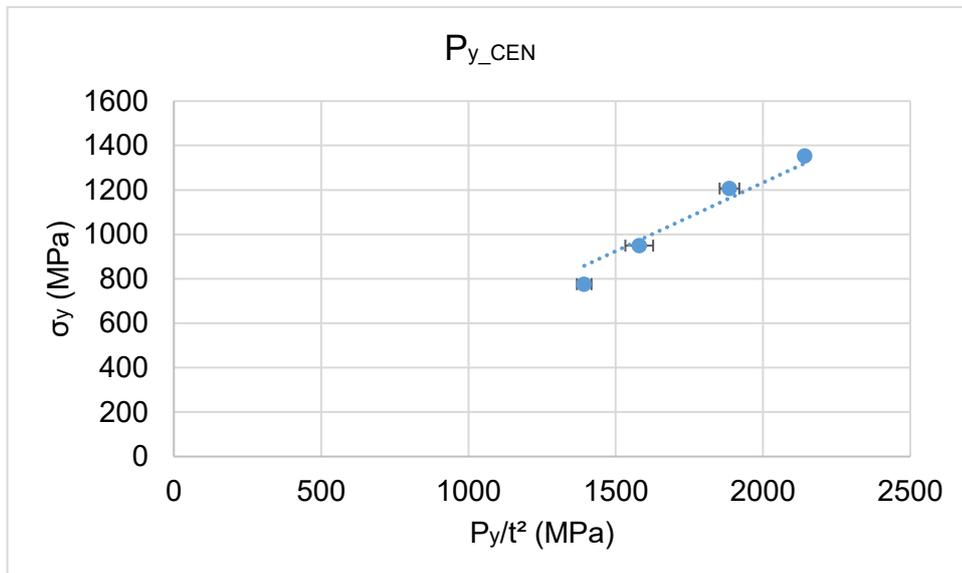


Figura 4.34 – Relação entre o limite de escoamento, obtido por meio de ensaio de tração convencional, e (P_y/t^2) para os materiais ensaiados, utilizando $P_{y,CEN}$. As barras de erros indicam a incerteza padrão associada (68,27 %).

Por regressão linear e o método do mínimos quadrados foram obtidos os valores das constantes para cada método, resultando nas Eq. (4.1) e Eq. (4.2), para $P_{y,t/10}$ e $P_{y,CEN}$, respectivamente. O coeficiente de determinação (R^2) foi determinado em cada caso.

$$\sigma_y = 0,416 \left(\frac{P_y}{t^2} \right) \quad (R^2 = 0,9984) \quad (4.1)$$

$$\sigma_y = 0,6163 \left(\frac{P_y}{t^2} \right) \quad (R^2 = 0,9978) \quad (4.2)$$

Para validação das novas equações, foram ensaiados os aços T4340 e T4140 e as curvas de resposta são mostradas nas Figs. 4.35 e 4.36, respectivamente. Os valores de P_y foram obtidos aplicando os métodos $P_{y_{t/10}}$ e $P_{y_{CEN}}$ e o limite de escoamento para esses dois materiais foi calculado utilizando as Eq. (3.3), do trabalho de Almeida (2017), e as Eqs. (4.1) e (4.2).

Os valores de σ_y dos dois materiais obtidos por meio de ensaio de tração, bem como os calculados pelas três equações são mostrados na Fig. 4.37. As barras de erro indicam a incerteza padrão com 68,27 % de probabilidade de abrangência. A Figura 4.38 mostra os erros relativos, em porcentagem, associados aos valores de σ_y obtidos pelas três equações em comparação aos valores obtidos por ensaio de tração.

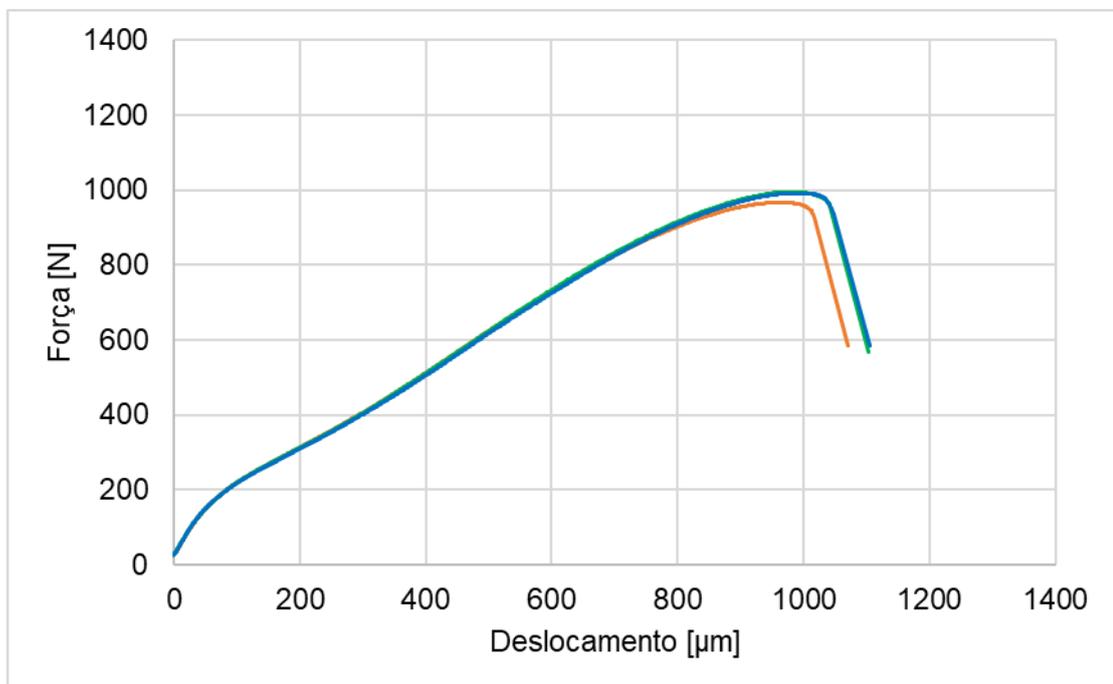


Figura 4.35 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço T4340 (32 HRC).

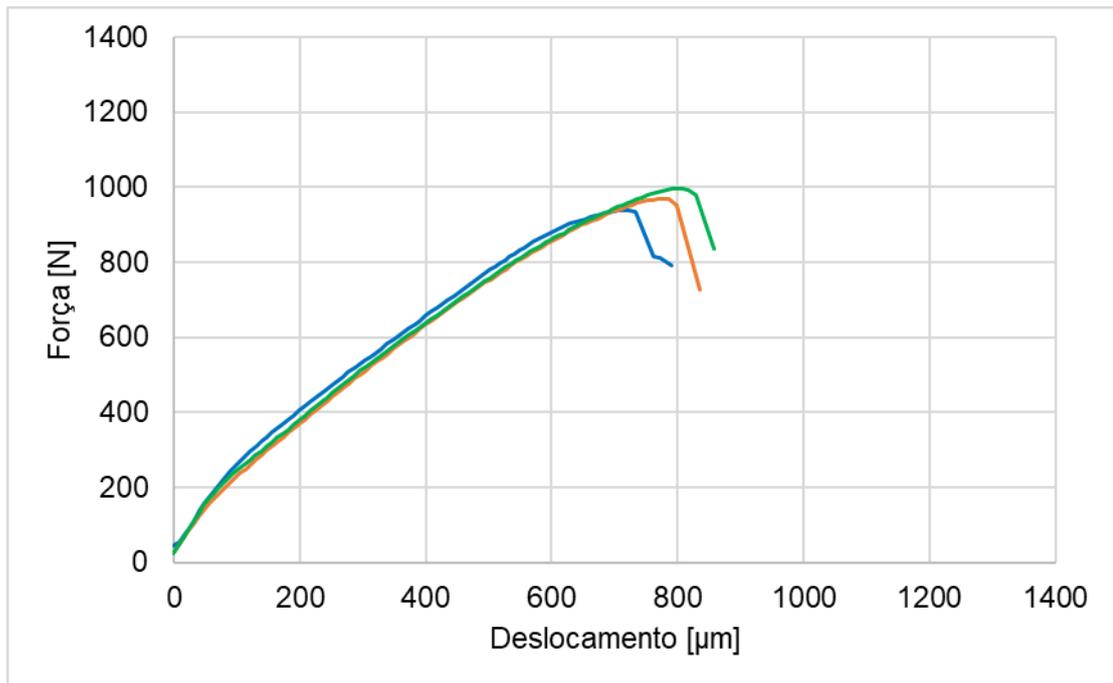


Figura 4.36 – Curvas Força x Deslocamento resultantes dos ensaios SPT ao ar no aço T4140 (35 HRC).

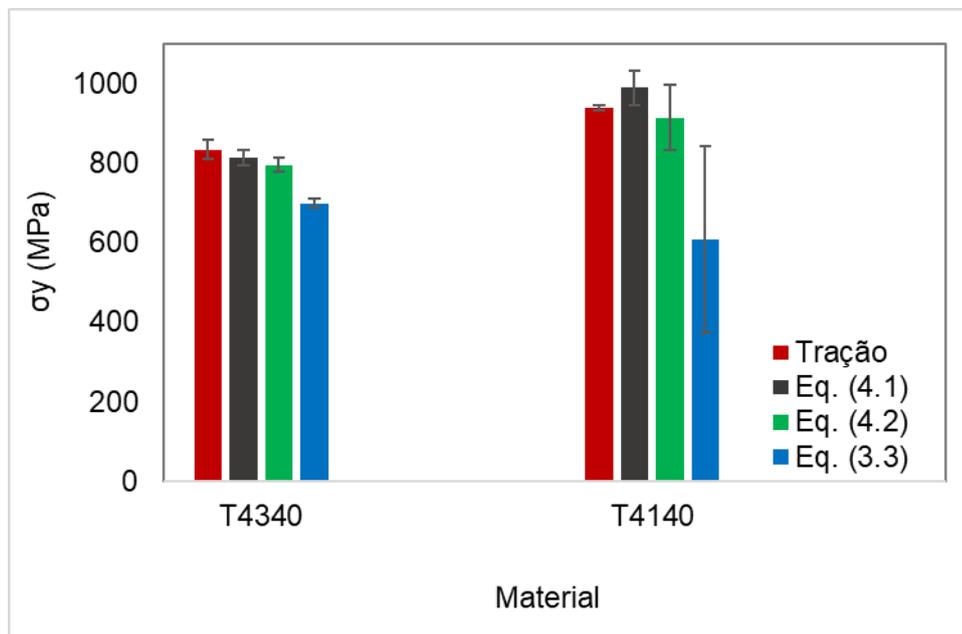


Figura 4.37 – Valores médios de limite de escoamento, calculados para os aços T4340 e T4140. As barras de erro indicam a incerteza padrão com 68,27 % de confiança.

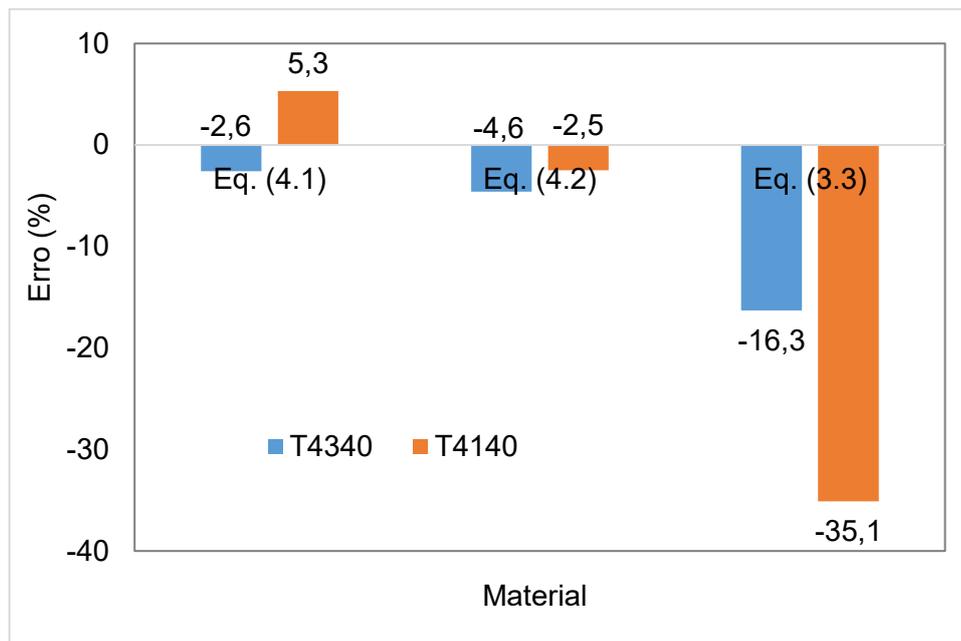


Figura 4.38 – Erros em porcentagem associados com os valores de σ_y .

Destaca-se, a partir da Fig. 4.37, que os valores de σ_y obtidos pelas duas novas equações (Eq. (4.1) e Eq. (4.2)) são mais próximos aos valores do ensaio de tração do que aqueles obtidos pela Eq. (3.3). Os valores de σ_y obtido pela Eq. (4.1) apresentaram erros sistemáticos de -21,88 MPa e 50,43 MPa para os aços T4340 e T4140, respectivamente, como mostrado na Tab. 4.7. Esses erros, em porcentagem, representam -2,6 % e 5,3 %, respectivamente, indicando boa exatidão dos resultados. Já a Eq. (4.2) forneceu valores com erros sistemáticos de -38,84 MPa e -23,86 MPa para os aços T4340 e T4140, respectivamente. Esses erros também indicam uma boa exatidão dos resultados, representando -4,6 % e -2,5 % em relação aos valores obtidos por ensaio de tração. Por fim, os valores obtidos por meio da Eq. (3.3) não se mostraram adequados, apresentando erros, em porcentagem, de -16,3 % e -35,1 %, como mostrados na Fig. 4.38 e Tab. 4.7.

Tabela 4.7 – Limites de escoamento calculados pelas Eq. (3.3), do trabalho de Almeida (2017), e pelas Eq. (4.1) e Eq. (4.2).

	Aço T4340			Aço T4140		
	σ_y (MPa)	E.S. (MPa)	E.R. (%)	σ_y (MPa)	E.S. (MPa)	E.R. (%)
Eq. (4.1)	813,12	-21,88	-2,6	989,43	50,43	5,3
Eq. (4.2)	796,16	-38,84	-4,6	915,14	-23,86	-2,5
Eq. (3.3)	698,81	-136,19	-16,3	608,91	-330,08	-35,1

Ao analisar os resultados obtidos por meio da Eq. (4.2) isolados, pode-se concluir que ela conseguiu estimar a propriedade σ_y para os materiais utilizados neste trabalho, com erros menores que 5 %. Vale ressaltar que utilizando P_{y_CEN} foram utilizados quatro aços para obtenção da equação e mais dois valores para validação.

Quando as Eqs. (3.3) e (4.1) são comparadas, observa-se uma mudança da constante α de 0,3328 para 0,416, indicando uma variação da inclinação da reta obtida pela relação entre σ_y e (P_y/t^2) . A comparação é válida, uma vez que ambas as equações utilizaram $P_{y_t/10}$ nos cálculos. Ao juntar os dados obtidos no trabalho de Almeida (2017) com os obtidos neste trabalho por meio de $P_{y_t/10}$, foi obtido o gráfico da Fig. 4.39.

A partir da Fig. 4.39, é possível observar duas inclinações distintas, sendo uma que engloba materiais de menores valores de σ_y e outra com maiores valores de σ_y . Além disso, os materiais com σ_y próximos a 800 MPa apresentaram uma maior dispersão de (P_y/t^2) .

Um comportamento semelhante foi observado nos trabalhos de Calaf-Chica et al. (2019) e Calaf-Chica et al. (2020). No primeiro, os autores observaram um aumento na dispersão dos valores de σ_y em função de $P_{y_t/10}$ conforme o limite de escoamento aumentava (Fig. 4.40). Eles associaram essa dispersão ao fato de que as constantes das equações para se obter o limite de escoamento eram dependentes de mais de uma propriedade mecânica. Neste caso, além do escoamento, eles associaram a dependência da constante α com o coeficiente de encruamento n dos materiais. No segundo trabalho, eles buscaram otimizar o método $P_{y_t/10}$ a partir de um modelo que leva em conta a inclinação mínima do terceiro estágio da curva Força x Deslocamento. Na Figura 4.41 é possível observar uma dispersão expressiva quando o limite de escoamento possui valores acima de 1000 MPa, bem como uma dispersão localizada na região próxima aos 800 MPa.

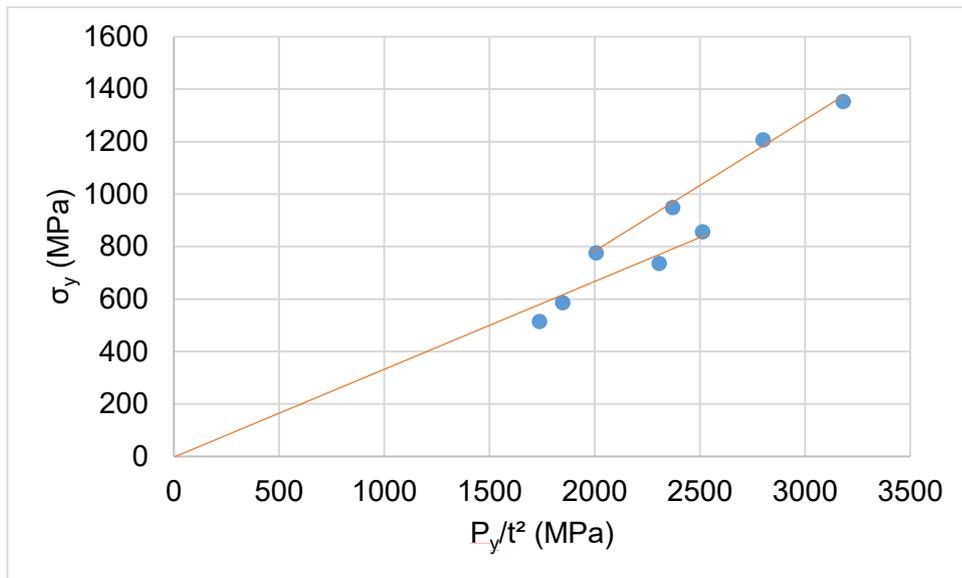


Figura 4.39 – Relação entre o limite de escoamento e (P_y/t^2) para os materiais ensaiados, utilizando $P_{y,t/10}$ (ensaios atuais + Almeida (2017)).

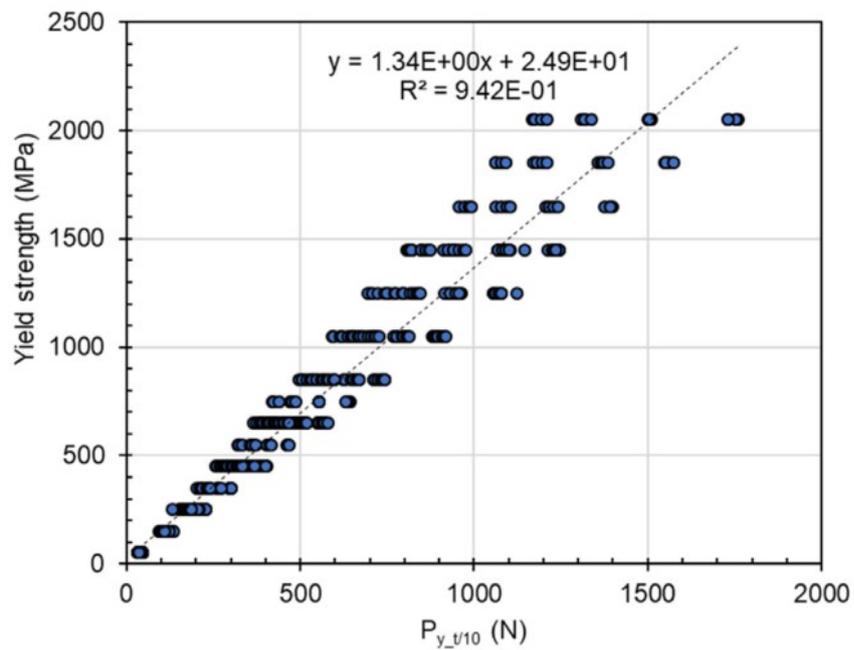


Figura 4.40 – Relação entre o limite de escoamento e $P_{y,t/10}$ para diversos materiais com variação do coeficiente de encruamento (CALAF-CHICA et al., 2019).

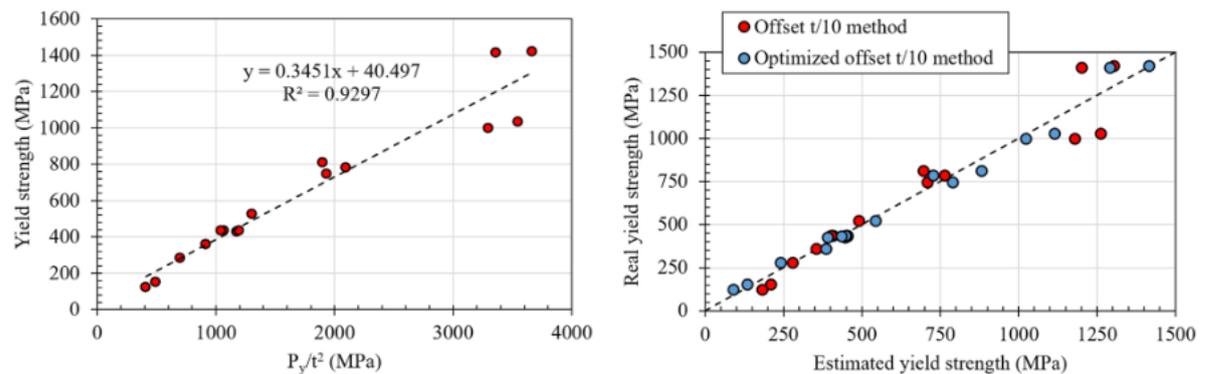


Figura 4.41 – Relação entre o limite de escoamento e $P_{y,t/10}$ para diversos materiais (CALAF-CHICA et al., 2020).

Janca et al. (2016) avaliaram os diversos métodos para se obter a força P_y e concluíram que devido à natureza suavemente curvada da curva típica Força x Deslocamento/Deflexão, todos os métodos requerem a determinação de um intervalo finito usado para o ajuste sem nenhuma base física. Os autores concluíram ainda que, correlações calibradas para uma classe de material funcionam bem e com exatidão. Porém, uma correlação empírica calibrada para uma classe ou liga geralmente não funciona com materiais de classes ou ligas diferentes.

Na literatura é possível encontrar diversos trabalhos onde métodos de correlação baseados em características tradicionais dos ensaios SPT não funcionam satisfatoriamente quando aplicados a um conjunto de várias ligas (MAO e TAKAHASHI, 1987; GARCÍA et al., 2014; MORENO, 2018).

Moreno (2018) destacou que não existe uma transição repentina do regime puramente elástico para o regime plástico nos ensaios SPT. Assim, o debate é voltado para como se selecionar o valor de P_y adequado, tendo em vista os diversos critérios que já foram propostos. Moreno (2018) mostrou a vantagem de se usar corpos de prova com espessura entre 0,350 mm e 0,400 mm para alguns aços e alumínio para melhor detectar a transição entre os regimes típicos da curva Força x Deslocamento.

Hähner et al. (2019) listaram valores da constante α encontrados em trabalhos da literatura, onde a maioria dos valores calibrados para ensaios em aços estavam entre 0,31 e 0,39. Apesar disso, ao variar o valor do coeficiente de encruamento, os autores chegaram à conclusão de que mesmo para uma determinada classe de material, α não pode ser tomado como uma constante única.

A partir dos resultados obtidos neste trabalho e por Almeida (2017) e pelo visto na literatura, o uso de duas equações para caracterizar o limite de escoamento de aços com diferentes faixas de escoamento é justificável. A região de dispersão dos valores de

escoamento próxima a 800 MPa pode ser explicada pela ausência do escoamento nítido (banda de Lüders) de alguns dos aços ensaiados.

Em ensaios de tração convencionais, o escoamento é um tipo de transição heterogênea e localizada entre a deformação elástica e plástica. Quando um material exhibe o fenômeno do escoamento, a tensão durante o ensaio de tração atinge um valor máximo, chamado de limite de escoamento superior, antes da queda repentina da força (começo da deformação plástica no escoamento). Após a estabilização da força ou da tensão, o material experimenta uma deformação relativamente grande sem aumento da tensão, que é o patamar de escoamento (SOUZA, 1982).

A deformação que ocorre durante o alongamento do escoamento é heterogênea. No limite de escoamento superior uma faixa (banda) discreta do metal deformado aparece numa concentração de tensões, causada pelo esforço durante o ensaio, como um filete ou um cordão e, coincidente com a formação da banda, a força cai até o limite de escoamento inferior. A faixa então se propaga ao longo do comprimento do corpo de prova, causando o alongamento durante o escoamento. Em geral, várias bandas se formam em diversos pontos de concentração de tensões, estando essas bandas sempre alinhadas a 45° do eixo longitudinal do CP. Essas faixas de deformação são conhecidas como bandas de Lüders. Cada oscilação da força durante o escoamento corresponde à formação de uma nova banda de Lüders. O escoamento termina depois que todas as faixas cobrem o comprimento total do CP (SOUZA, 1982)

Esse fenômeno, observado em alguns materiais metálicos durante a transição do comportamento elástico para o comportamento plástico é classicamente associado à interação das discordâncias com átomos de soluto intersticiais, que agem no sentido de imobilizá-las com a formação de atmosferas (REED-HILL, 1982; DIETER, 1988), em posições de menor energia na rede cristalina (atmosferas de Cottrell).

Em geral, nos ensaios de tração, a probabilidade de não ser possível a observação do escoamento nítido é grande, de modo que se deve estar sempre preparado para a determinação do limite "n". Este limite é um valor convencional adotado internacionalmente para substituir o limite de escoamento, sendo que seu valor geralmente é especificado em 0,2 % (para os metais e ligas metálicas em geral), o que significa uma deformação plástica de 0,002, por unidade de comprimento.

Porém, segundo Souza (1982), para ligas metálicas que possuem uma região de plasticidade muito pequena (aços ou ligas não-ferrosas muito duros), pode-se tomar para "n" o valor de 0,1 % ou mesmo 0,01 % (aço para molas). Isso reflete diretamente nos vários modelos para se obter a força P_y nos ensaios SPT, bem como a maior dispersão de resultados ao calcular valores de escoamento mais elevados.

Entre os aços ensaiados neste trabalho e aqueles utilizados no modelo de Almeida (2017), aqueles com limite de escoamento abaixo de 800 MPa apresentaram escoamento nítido nos ensaios de tração, enquanto aqueles acima de 1000 MPa não apresentaram (4130M (40 HRC) e 4130M (44 HRC)). Os aços com limite de escoamento entre 800 MPa e 1000 MPa apresentaram o escoamento nítido no caso do aço 4130M e aço T4340 e não apresentaram no caso do aço 4137M e aço T4140. O aço P110, caracterizado no trabalho de Nicolosi (2015) apresentou uma pequena banda de Lüders em três dos cinco ensaios de tração realizados.

Dessa forma, neste trabalho fica sugerido o uso da Eq. (3.3), de Almeida (2017) para aços de até 800 MPa de escoamento e da Eq. (4.1) ou Eq. (4.2) para aços com limite de escoamento superior a 800 MPa para ensaios SPT em aços no equipamento utilizado neste trabalho.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Neste trabalho, investigaram-se os efeitos da fragilização por hidrogênio em aços ARBL por meio de ensaios de puncionamento esférico instrumentado. Foi possível ampliar os conhecimentos sobre a técnica SPT utilizada na avaliação da susceptibilidade à FH. Os efeitos da variação da velocidade nas propriedades mecânicas dos materiais em meio hydrogenado foram estudados. Além disso, uma metodologia que permite ensaiar corpos de prova de SPT em patamares foi formalizada. Por fim, foi proposto um novo modelo para cálculo do limite de escoamento ao ar de materiais de alta resistência. Ao final deste trabalho as seguintes conclusões foram elaboradas. Para um melhor entendimento as mesmas foram divididas por tópicos.

5.1. Ensaios de puncionamento esférico instrumentado para avaliar a fragilização por hidrogênio de aços ARBL

As transições entre os estágios elástico e plástico das curvas de resposta (força x deslocamento) dos materiais de alta resistência ensaiados neste trabalho são difíceis de serem percebidas, de modo que o limite de escoamento para estes materiais deve ser obtido por meio de modelos diferentes daqueles utilizados para materiais de menor resistência.

O ensaio de puncionamento forneceu valores de limite de resistência similares aos obtidos em ensaios de tração, se mostrando uma boa alternativa quando não existe material disponível para fabricar CPs com as dimensões requisitadas para realização de ensaios convencionais.

A variação da velocidade dos ensaios ao ar não provocou efeito estatisticamente significativo nas curvas de resposta decorrentes. Desse modo, as curvas obtidas nos ensaios

preliminares podem ser utilizadas como referência para efeitos de comparação com as dos ensaios em meio assistido.

O tempo de saturação para os CPs de ensaios de puncionamento esférico de aço 4130M está entre 120 e 180 min. Uma permeação de hidrogênio em um tempo superior ao de saturação não acrescentou hidrogênio ao CP de forma significativa, bem como não melhorou a repetibilidade dos resultados.

O aço 4137M se mostrou mais susceptível à FH que o aço 4130M, o qual não se fragilizou a partir dos ensaios iniciais. Além disso, o encharque de hidrogênio anterior ao ensaio é importante para otimizar o tempo de ensaio e garantir uma melhor condição de entrada de hidrogênio no CP.

5.2. Avaliação do efeito da velocidade no limite de resistência à tração em meio hidrogenado

O limite de resistência à tração dos aços 4130M, 4137M e 4140 avaliado em meio hidrogenado teve seu valor médio reduzido quando a velocidade foi alterada de 1,0 $\mu\text{m/s}$ para 0,1 $\mu\text{m/s}$. A força máxima e o deslocamento máximo dos ensaios apresentaram tendência decrescente com a diminuição da velocidade.

O fator velocidade provocou efeitos estatisticamente significativos no valor de σ_{ut} para o aço 4137M, levando a um decréscimo de aproximadamente 14,1 % com a diminuição da velocidade de 1,0 $\mu\text{m/s}$ para 0,1 $\mu\text{m/s}$. Para o aço 4130M, não foi observado efeito estatisticamente significativo, sendo que o material não apresentou susceptibilidade à FH nas condições investigadas. Já o aço 4140 teve uma redução de σ_{ut} de 9,7 % quando comparado ao ensaio ao ar, mas não apresentou mudanças significativas na propriedade σ_{ut} com a diminuição da velocidade, indicando que a velocidade de 1,0 $\mu\text{m/s}$ foi suficiente para levar a uma saturação de hidrogênio deste material durante o teste.

O comportamento distinto demonstrado pelos aços 4137M, 4130M e 4140, nas condições experimentais investigadas, pode ser atribuído a uma combinação de diversos fatores: velocidade de ensaio no meio hidrogenado; formato e fração volumétrica das inclusões não-metálicas; adição de cálcio; limite de resistência e dureza ao ar na condição como recebido. Mais estudos podem ser realizados para aumentar o entendimento atual da interação destes fatores com a fragilização por hidrogênio.

5.3. Ensaios de puncionamento esférico com carregamento em patamares em meio hidrogenado

Foi possível realizar com sucesso ensaios SPT carregados em patamares no aço 4130M (40 HRC) seguindo as recomendações da ASTM F1624 (ASTM, 2018). Os resultados dos ensaios ISPT no aço 4130M (40 HRC) mostraram que a redução de tempo de patamares de 2 h / 4 h (de acordo com a ASTM F1624) para 20 min / 40 min (de acordo com Arroyo et al. (2019)) não afetou os valores de P_{th} nem alterou o formato das curvas força x deslocamento. Estes foram de 73,0 % do valor da força máxima e de 74,5 %, respectivamente. A diferença observada entre os valores do P_{th} obtidos aplicando ambas as metodologias é da ordem de -2,0 %. Este fato é indicativo da manutenção da exatidão dos valores de P_{th} mesmo quando o tempo de ensaio foi reduzido em mais de 80 %.

O aço B-25 não foi susceptível à FH nas condições investigadas. Este aço apresentou a menor resistência à tração ao ar (848,42 MPa) e dureza (25,0 HRC) entre os aços ensaiados. Neste trabalho, esse material apresentou um valor de P_{th-SPT} de 77 % (CP não entalhado) e 67 % (CP entalhado) e o valor de área relativa média foi de 88 %. Por outro lado, os outros três aços ensaiados se mostraram susceptíveis à FH.

Os valores de área relativa resultantes do ISPT foram em média 82,0 % (B-25), 59,2 % (A-32), 55,7 % (B-40) e 60,0 % (B-44). Para todas as condições, o desvio padrão (68,27 %) foi menor que 3,0 %, indicando boa repetibilidade dos resultados.

Os valores de P_{th-SPT} obtidos dos ensaios com CPs entalhados apresentaram erros sistemáticos de -3,0 % e 1,2 para os aços B-25 e A-32, respectivamente, em relação à técnica ISL convencional, indicando uma excelente exatidão dos resultados. Os valores de P_{th} obtidos por meio do ISPT nas condições experimentais investigadas são adequados e promissores.

A metodologia proposta para o cálculo de P_{th} baseada na rigidez do material do CP se mostrou robusta, eficiente e de fácil implementação, permitindo separar os efeitos do escoamento e do início de propagação de trinca durante o ensaio ISPT.

5.4. Cálculo do limite de escoamento por meio de ensaios SPT ao ar

A partir das equações empíricas desenvolvidas neste trabalho para cálculo de σ_y por meio de ensaios SPT em aços ARBL, pode-se concluir que os resultados obtidos apresentaram boa exatidão quando comparados aos obtidos via ensaio de tração convencional. Os erros relativos ficaram na ordem de 5 % para os aços utilizados na validação dos modelos (5,3 % para o pior caso).

Foi observado que uma única equação não pode ser utilizada para estimar o valor de σ_y de aços de alta resistência e de baixa resistência, uma vez que existe uma transição no valor da constante α_1 . Foi sugerido o uso de duas equações, uma proposta por Almeida (2017) para aços com limite de escoamento de até 800 MPa e outra desenvolvida neste trabalho para aços com limite de escoamento superior a 800 MPa. Essa transição foi relacionada à presença ou não do escoamento definido observada nos ensaios de tração dos materiais avaliados. Vale ressaltar que para aumentar a confiabilidade dos valores de σ_y calculados aplicando essas equações, mais ensaios em aços diferentes devem ser realizados.

5.5. Sugestões para trabalhos futuros

A seguir são apresentadas as sugestões para trabalhos futuros:

- a) Desenvolver adaptações no equipamento para possibilitar a realização de ensaios em temperaturas abaixo da temperatura ambiente e meio hidrogenado;
- b) Explorar o uso de corpos de prova entalhados em aplicações voltadas para a determinação da tenacidade à fratura via ensaios SPT;
- c) Realizar ensaios experimentais em aços englobando uma maior faixa de valores de limite de escoamento para continuar melhorando os modelos de cálculo de propriedades e
- d) Utilizar redes neurais artificiais para determinar as propriedades mecânicas dos materiais diretamente a partir das curvas obtidas nos ensaios SPT como alternativa às equações empíricas.

CAPÍTULO VI

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALEGRE, J. M.; CUESTA, I. I.; BARBACHANO, H. L. Determination of the fracture properties of metallic materials using pre-cracked small punch tests. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, vol. 38, p. 104-112, 2015. <https://doi.org/10.1111/ffe.12222>

ALMEIDA, L. F. M. **Simulação de Ensaios de Puncionamento Esférico Utilizando o Método dos Elementos Finitos**. 2017. 86 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2017.323>

ALMEIDA, L. F. M.; ARENCIBIA, R. V.; FRANCO, S. D.; MORAES, J. O. Análise da variação da velocidade nas propriedades mecânicas obtidas via ensaios de puncionamento esférico. In: 10º COBEF, 10, 2019, São Carlos – SP. <http://dx.doi.org/10.26678/ABCM.COBEF2019.COF2019-0500>

ALMEIDA, L. F. M.; OLIVEIRA, S. A. G.; PAES, M. T. P.; RAMOS NETO, F. F.; FRANCO, S. D.; ARENCIBIA, R. V. Effect of test velocity on the tensile strength of high strength steels using the small punch test in a hydrogen environment. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, vol. 194, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2021.104552>

ÁLVAREZ, G.; ZAFRA, A.; BELZUNCE, F. J.; RODRÍGUEZ, C. Hydrogen embrittlement testing procedure for the analysis of structural steels with Small Punch Tests using notched specimens. **Engineering Fracture Mechanics**, vol. 253, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.107906>

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

ARROYO, B.; ÁLVAREZ, J. A.; LACALLE, R. Study of the energy for embrittlement damage initiation by SPT means. Estimation of K_{EAC} in aggressive environments and rate considerations. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, vol. 86, p. 61-68, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.08.019>

ARROYO, B.; ÁLVAREZ, J. A.; LACALLE, R.; URIBE, C.; GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C. Analysis of key factors of hydrogen environmental assisted cracking evaluation by small punch test on medium and high strength steels. **Materials Science and Engineering A**, vol. 691, p. 180-194, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.006>

ARROYO, B.; ANDREA, L.; GUTIÉRREZ-SOLANA, F.; ÁLVAREZ, J. A.; Time optimization of the step loading technique in hydrogen embrittlement small punch tests. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, vol. 117, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2021.103206>

ARROYO, B.; ANDREA, L.; GUTIÉRREZ-SOLANA, F.; ÁLVAREZ, J. A.; GONZÁLEZ, P. Threshold stress estimation in hydrogen induced cracking by Small Punch tests based on the application of the incremental step loading technique. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, vol. 110, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102839>

ARROYO, B.; GONZÁLEZ, P.; ANDREA, L.; ÁLVAREZ, J. A.; LACALLE, R. **Application of the Incremental Step Loading technique to Small Punch Tests in hydrogen embrittlement**. In: Proceedings of the ASME 2019 Pressure Vessels & Piping Conference (PVP2019), 2019, San Antonio – USA. <https://doi.org/10.1115/PVP2019-93550>

ASTM A322-13 **Standard Specification for Steel Bars, Alloy, Standard Grades**. American Society for Testing and Materials, 2018. <https://doi.org/10.1520/A0322-13R18E01>

ASTM E8/E8M **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials, 2021. https://doi.org/10.1520/E0008_E0008M-21

ASTM E18-20 **Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials, 2020. <https://doi.org/10.1520/E0018-20>

ASTM E45-18 **Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel**. American Society for Testing and Materials, 2018. <https://doi.org/10.1520/E0045-18>

ASTM E92-17 **Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials, 2017. <https://doi.org/10.1520/E0092-17>

ASTM E1019-18 **Standard Test Methods for Determination of Carbon, Sulfur, Nitrogen, and Oxygen in Steel, Iron, Nickel, and Cobalt Alloys by Various Combustion and Fusion Techniques**. American Society for Testing and Materials, 2018. <https://doi.org/10.1520/E1019-18>

ASTM E1245-03 **Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis**. American Society for Testing and Materials, 2016. <https://doi.org/10.1520/E1245-03R16>

ASTM E3205-20 **Standard Test Method for Small Punch Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing and Materials, 2020. <https://doi.org/10.1520/E3205-20>

ASTM F1624-12 **Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique**. American Society for Testing and Materials, 2018. <https://doi.org/10.1520/F1624-12R18>

BAIK, J. M.; KAMEDA, J.; BUCK, O. The Use of Small-Scale Specimens for Testing Irradiated Material. In: ASTM STP 888, 1986, Philadelphia. **Development of Small Punch Tests for Ductile-Brittle Transition Temperature Measurement of Temper Embrittled Ni-Cr Steels**. p. 92-111. <https://doi.org/10.1520/STP32997S>

BARNOUSH, A.; VEHOFF, H. Recent developments in the study of hydrogen embrittlement: Hydrogen effect on dislocation nucleation. **Acta Materialia**, vol. 58, no. 16, p. 5274–5285, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.05.057>

BARRERA, O; BOMBAC, D.; CHEN, Y.; DAFF, T. D.; GALINDO-NAVA, E.; GONG, P.; HALEY, D.; HORTON, R.; KATZAROV, I.; KERMODE, J. R.; LIVERANI, C.; STOPHER, M.; SWEENEY, F. Understanding and mitigating hydrogen embrittlement of steels: a review of

experimental, modelling and design progress from atomistic to continuum. **Journal of Materials Science**, vol. 53, n. 9, p. 6251-6290, 2018. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1978-5>

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

BECKER, W. T.; SHIPLEY, R. J. **ASM Handbook Volume 11: Failure Analysis and Prevention**. ASM International, 107 p., 2002. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v11.9781627081801>

BIRNBAUM, H. K.; SOFRONIS, P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. **Materials Science and Engineering: A**, vol. 176, p. 191-202, 1994. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90975-X](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90975-X)

BRAHIMI, S. V.; YUE, S.; SRIRAMAN, K. R. Alloy and composition dependence of hydrogen embrittlement susceptibility in high-strength steel fasteners. **Philosophical Transactions of the Royal Society A**, vol. 375, 2017. <https://doi.org/10.1098/rsta.2016.0407>

CABRINI, M.; LORENZI, S.; MARCASSOLI, P.; PASTORE, T. Hydrogen embrittlement behavior of HSLA line pipe steel under cathodic protection. **Corrosion Rev**, vol. 29, p. 261-271, 2011. <https://doi.org/10.1515/CORRREV.2011.009>

CALAF-CHICA, J.; DÍEZ, P. M. B.; CALZADA, M. P.; BALLORCA-JUEZ, D. A systematic FEM analysis of the influence of mechanical properties in the reliability of the correlation methods in the small punch test. **International Journal of Mechanical Sciences**, vol. 153-154, p. 299-309, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.02.013>

CALAF-CHICA, J.; DÍEZ, P. M. B.; CALZADA, M. P.; GARCIA-TARRAGO, M-J. Optimization of the t/10 offset correlation method to obtain the yield strength with the Small Punch Test. **Journal of Nuclear Materials**, vol. 534, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152177>

CALAF-CHICA, J.; PALMORA, M. S.; DÍEZ, P. M. B.; CALZADA, M. P. Deviations in yield and ultimate tensile strength estimation with the Small Punch Test: Numerical analysis of pre-

straining and Bauschinger effect influence. **Mechanics of Materials**, vol. 153, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103696>

CEN Workshop Agreement. **Small-Punch Test Method for Metallic Materials**. CWA 15627:2007, European Committee for Standardization, Brussels, Belgium, 2007.

CHATTORAJ, I. The effect of hydrogen induced cracking on the integrity of steel components. **Sadhana**, vol. 20, p. 199-211, 1995. <https://doi.org/10.1007/BF02747290>

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 7 ed. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo: ABM, 2002. 599p.

CHUVAS, T. C. **Influência do tratamento térmico no comportamento mecânico e nas tensões residuais de juntas soldadas de aços Cr-Mo**, 2015. 145 f. Tese de Doutorado – Universidade Federal Fluminense, Niterói.

CONDE, A.; de DAMBORENEA, J. J.; LÓPEZ-ESCOBAR, J. M.; PÉREZ-ARNAEZ, C. Slow strain rate technique for studying hydrogen induced cracking in 34CrMo4 high strength steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 46, p. 34970-34982, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.08.026>

CONTRERAS, M. A.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; BETEGÓN, C. Use of the small punch test to determine the ductile-to-brittle transition temperature of structural steels. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, vol. 31, no. 9, p. 727-737, 2008. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2008.01259.x>

CUESTA, I. I.; ALEGRE, J. M.; GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C. Influence of the notch shape of pre-notched small punch specimens on the creep failure time. **Engineering Failure Analysis**, vol. 56, p. 332-337, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2015.01.008>

CWIEK, J. Hydrogen degradation of high-strength steels. **Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering**, vol 37, no 2, p. 193-212, 2009.

DAVIS, J. R. **Alloying: Understanding the Basics**. ASM International, 2001. 647 p. <https://doi.org/10.31399/asm.tb.aub.9781627082976>

DAS, T. **Hydrogen Embrittlement (HE) Susceptibility of high strength Tempered Martensite Steels**. 2016. 122 f. Dissertação de Mestrado, McGill University, Montreal.

DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. 2 ed. London: McGraw-Hill, 1988. 751 p.

DJUKIC, M. B.; ZERAVCIC, V. S.; BAKIC, G.; SEDMAK, A.; RAJICIC, B. Hydrogen Embrittlement of Low Carbon Structural Steel. **Procedia Materials Science**, vol. 3, p. 1167-1172, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.06.190>

DWIVEDI, S. K.; VISHWAKARMA, M. Effect of hydrogen in advanced high strength steel materials. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 44, p. 28007-28030, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.08.149>

ELIAZ, N.; SHACHAR, A.; TAL, B.; ELIEZER, D. Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels. **Engineering Failure Analysis**, vol. 9, p. 167-184, 2002. [https://doi.org/10.1016/S1350-6307\(01\)00009-7](https://doi.org/10.1016/S1350-6307(01)00009-7)

ESAKLUL, K. A.; AHMED, T. M. Prevention of failures of high strength fasteners in use in offshore and subsea applications. **Engineering Failure Analysis**, vol. 16, p. 1195-1202, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2008.07.012>

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

FLEURY, E.; HA, J. S. Small punch tests to estimate the mechanical properties of steels for steam power plant: I. Mechanical strength; **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, vol. 75, p. 699-706, 1998. [https://doi.org/10.1016/S0308-0161\(98\)00074-X](https://doi.org/10.1016/S0308-0161(98)00074-X)

GARCIA, C. I. High strength low alloyed (HSLA) steels. **Automotive Steels**, Elsevier, p. 145-167, 2017. <https://doi.org/10.1016/C2015-0-00236-2>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; CUESTA, I. I. Effect of hydrogen embrittlement on the tensile properties of CrMoV steels by means of the small punch test.

Materials Science and Engineering A, vol. 664, p. 165-176, 2016.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.134>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; CUESTA, I. I. Development of a new methodology for estimating the CTOD of structural steels using the small punch test. **Engineering Failure Analysis**, vol. 50, p. 88-99, 2015a.
<https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2015.01.011>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; PEÑUELAS, I.; ARROYO, B. Development of a methodology to study the hydrogen embrittlement of steels by means of the small punch test. **Materials Science and Engineering**, vol. 626, p. 342-351, 2015b.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.083>

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; SUÁREZ, C. Estimation of the mechanical properties of metallic materials by means of the small punch test. **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 582, p. 708-717, 2014.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.009>

GRAJCAR, A.; GALISZ, U.; BULKOWSKI, L. Non-metallic inclusions in high manganese austenitic alloys. **Archives of Materials Science and Engineering**, vol. 50, p. 21-30, 2011.

GRAJCAR, A.; KOLODZIEJ, S.; KRUKIEWICZ, W. Corrosion resistance of high-manganese austenitic steels. **Archives of Materials Science and Engineering**, vol. 41, p. 77-84, 2010.

HA, J. S.; FLEURY, E. Small punch tests on steels for steam power plant (I). **Journal of Mechanical Science and Technology**, vol. 12, p. 818-835, 1998.
<https://doi.org/10.1007/BF02945549>

HÄHNER, P.; SOYARSLAN, C.; ÇAKAN, B. G.; BARGMANN, S. Determining tensile yield stresses from Small Punch tests: A numerical-based scheme. **Materials and Design**, vol. 182, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107974>

HERRING, D. H. Hydrogen Embrittlement. **Wire Forming Technology International**, p. 4, 2010.

Disponível em: <<http://www.heat-treat-doctor.com/documents/hydrogen%20embrittlement.pdf>> Acesso em: 12 out. 2021

HIPPERT JR. E. **Investigação experimental do comportamento dúctil de aços API-X70 e aplicação de curvas de resistência J- Δ a para previsão de colapso em dutos**. 2004. 143 f. Tese de Doutorado – Universidade de São Paulo, São Paulo. <https://doi.org/10.11606/T.3.2004.tde-08092004-114717>

HURST, R. C.; LANCASTER, R. J.; JEFFS, S. P.; BACHE, M. R. The contribution of small punch testing towards the development of materials for aero-engine applications. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, vol. 86, p. 69-77, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.07.013>

HURST, R. C.; MATOCHA, K. Where are we Now with the European Code of Practice for Small Punch Testing? In: 2nd INTERNATIONAL CONFERENCE SSTT, 2, 2012, Ostrava, Czech Rep. **Determination of Mechanical Properties of Materials by Small Punch and other Miniature Testing Techniques**. p. 4-18.

HYDE, T. H.; SUN, W. Multi-step load impression creep tests for a 1/2Cr1/2Mo1/4V steel at 565°C. **Strain**, vol. 37, p. 99-103, 2001. <https://doi.org/10.1111/j.1475-1305.2001.tb01238.x>

ITOH, G.; KOYAMA, K.; KANNO, M. Evidence for the transport of impurity hydrogen with gliding dislocations in aluminum. **Scripta Materialia**, vol. 35, p. 695-698, 1996. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00200-X](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00200-X)

JANCA, A.; SIEGL, J.; HAUSILD, P. Small punch test evaluation methods for material characterisation. **Journal of Nuclear Materials**, vol. 481, p. 201-213, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.09.015>

JINDAL, S.; CHHIBBER, R.; MEHTA, N. P. Issues in welding of HSLA steels. **Advanced Materials Research**, vol. 365, p. 44-49, 2011. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.365.44>

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**, vol. 23, p. 168–179, 1875. <https://doi.org/10.1098/rspl.1874.0024>

JOTHI, S.; MERZLIKIN, S. V.; CROFT, T. M.; ANDERSSON, J.; BROWN, S. G. R. An investigation of micro-mechanisms in hydrogen induced cracking in nickel-based superalloy

718. **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 664, p. 664-681, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.01.033>

JU, J.-B.; JANG, J.; KWON, D. Evaluation of fracture toughness by small-punch testing techniques using sharp notched specimens. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, vol. 80, no. 4, p. 221-228, 2003. [https://doi.org/10.1016/S0308-0161\(03\)00042-5](https://doi.org/10.1016/S0308-0161(03)00042-5)

KANG, I.-W.; PYUN, S.-I.; KIM, K.-T. The effects of dislocations on the trapping and transport of hydrogen in 3.3 Ni - 1.6 Cr steel during plastic deformation. **Scripta Metallurgica**, vol. 23, p. 223-226, 1989. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(89\)90415-8](https://doi.org/10.1016/0036-9748(89)90415-8)

KNARBAKK, K. **Hydrogen Induced Stress Cracking of Inconel 718 under Cathodic Polarization. Effect of Hydrogen on the Initiation and Propagation of Cracks**. Norwegian University of Science and Technology, 2015.

LACALLE, R.; ÁLVAREZ, J. A.; GUTIÉRREZ-SOLANA, F. Analysis of key factors for the interpretation of small punch test results. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, vol. 31, no. 10, p. 841-849, 2008. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2008.01262.x>

LACALLE, R.; GARCÍA, J.; ÁLVAREZ, J. A.; GUTIÉRREZ-SOLANA, F. **Obtención mediante el ensayo small punch de las propiedades de tracción de materiales metálicos**. In: *Anales de Mecánica de la Fractura*, vol. 2, 2009, Santander, Spain. p. 501-506.

LANCASTER, R. J.; JEFFS, S. P.; HAIGH, B. J.; BARNARD, N. C. Derivation of material properties using small punch and shear punch test methods. **Materials & Design**, vol. 215, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110473>

LANKFORD, J. Effect of oxide inclusions on fatigue failure. **International Metals Reviews**, vol. 22, p. 221-228, 1977. <https://doi.org/10.1179/imtr.1977.22.1.221>

LEE, W.-S.; SU, T.-T. Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high-strength alloy steel under quenched and tempered conditions. **Journal of Materials Processing Technology**, vol. 87, p. 198-206, 1999. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(98\)00351-3](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(98)00351-3)

LI, X.; ZHANG, J.; SHEN, S.; WANG, Y.; SONG, X. Effect of tempering temperature and inclusions on hydrogen-assisted fracture behaviors of a low alloy steel. **Materials Science and Engineering: A**, vol. 682, p. 359-369, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.064>

LOUTHAN JR., M. R. Hydrogen Embrittlement of Metals: A Primer for the Failure Analyst. **Journal of Failure Analysis and Prevention**, vol. 8, p. 289-307, 2008. <https://doi.org/10.1007/s11668-008-9133-x>

LYNCH, S. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. **Corrosion Reviews**, vol. 30, n. 3-4, p. 105-123, 2012. <https://doi.org/10.1515/corrrev-2012-0502>

MABHO, N.; BERGERS, K.; FLOCK, J.; TELGHEDER, U. Determination of diffusible and total hydrogen concentration in coated and uncoated steel using melt and solid extraction techniques: Part I. **Talanta**, vol. 82, p. 1298-1305, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2010.06.045>

MANAHAN, O. K.; ARGON, M. P.; HARLING, A. S. The development of a miniaturized disk bend test for the determination of postirradiation mechanical properties. **Journal of Nuclear Materials**, vol. 104, p. 1545-1550, 1981. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(82\)90820-0](https://doi.org/10.1016/0022-3115(82)90820-0)

MISAWA, T.; HAMAGUCHI, Y.; SAITO, M. Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement studies of austenitic and ferritic steels by small punch test. **Journal of Nuclear Materials**, vol. 155-157, p. 749-753, 1988. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(88\)90409-6](https://doi.org/10.1016/0022-3115(88)90409-6)

MAO, X.; TAKAHASHI, H. Development of a further-miniaturized specimen of 3 mm diameter for tem disk (\varnothing 3 mm) small punch tests. **Journal of Nuclear Materials**, vol. 150, p. 42-52, 1987. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(87\)90092-4](https://doi.org/10.1016/0022-3115(87)90092-4)

MARTIN, M. L.; CONNOLLY, M. J.; DELRIO, F. W.; SLIFKA, A. J. Hydrogen embrittlement in ferritic steels. **Applied Physics Reviews**, vol. 7, n. 4, p. 041301, 2020. <https://doi.org/10.1063/5.0012851>

MARTINIANO, G. A. **Efeito de Parâmetros Microestruturais e da Temperatura do Meio na Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio de Aços de Alta Resistência e Baixa Liga**. 2021. 247 f. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. <https://doi.org/10.14393/ufu.te.2021.5554>

MELO, G. F. **Tenacidade à fratura e fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga**. 2019. 184 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. <http://dx.doi.org/10.14393/ufu.di.2019.54>

MOMOTANI, Y.; SHIBATA, A.; TERADA, D.; TSUJI, N. Hydrogen embrittlement behavior at different strain rates in low-carbon martensitic steel. **Materials today: proceedings**, vol. 2, p. S735-S738, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.387>

MORENO, M. F. Effects of thickness specimen on the evaluation of relationship between tensile properties and small punch testing parameters in metallic materials. **Materials and Design**, vol. 157, p. 512-522, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.07.065>

MYERS, S. M.; BASKERS, M. I.; BIRNBAUM, H. K.; CORBETT, J. W.; DELEO, G. G.; ESTREICHER, S. K.; HALLER, E. E.; JENA, P.; JOHNSON, N. M.; KIRCHHEIM, R.; PEARTON, S. J.; STAVOLA, M. J. Hydrogen interactions with defects in crystalline solids. **Reviews of Modern Physics**, vol. 64, 1992. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.64.559>

NAMBU, T.; SHIMIZU, K.; MATSUMOTO, Y.; RONG, R.; WATANABE, N.; YUKAWA, H.; MORINAGA, M.; YASUDA, I. Enhanced hydrogen embrittlement of Pd-coated niobium metal membrane detected by in situ small punch test under hydrogen permeation. **Journal of Alloys and Compounds**, vol. 446-447, p. 588-592, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.02.063>

NANNINGA, N. E. **Effect of microstructure and alloying elements on the resistance of fastener grade steels to hydrogen assisted cracking**. 2005. Master's Thesis, Michigan Technological University. <https://doi.org/10.37099/mtu.dc.ets/24>

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

NICOLOSI, E. R. **Avaliação de métodos analíticos para determinação de propriedades mecânicas de aços via ensaio de macroindentação instrumentada**. 2015. 308f. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. <https://doi.org/10.14393/ufu.di.2015.113>

OHAERI, E.; EDUOK, U.; SZPUNAR, J. Hydrogen related degradation in pipeline steel: A review. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 43, p. 14584-14617, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.06.064>

OKAMOTO, M. A. **Danos causados pelo Hidrogênio em Aços para Tubos API 5L X65 e X80**. São Paulo, SP, Brasil: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2010.

PERAL, L. B.; ZAFRA, A.; BELZUNCE, J.; RODRÍGUEZ, C. Effects of hydrogen on the fracture toughness of CrMo and CrMoV steels quenched and tempered at different temperatures. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 44, p. 3953-3965, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.12.084>

PRESSOUYRE, G. M. Hydrogen traps, repellers, and obstacles in steel; Consequences on hydrogen diffusion, solubility, and embrittlement. **Metallurgical Transactions A**, vol. 14, p. 2189-2193, 1983. <https://doi.org/10.1007/BF02662391>

REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. 2. Ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982. 776 p.

ROBERTSON, I. M.; SOFRONIS, P.; NAGAO, A.; MARTIN, M. L.; WANG, S.; GROSS, D. W.; NYGREN, K. E. Hydrogen Embrittlement Understood. **Metallurgical and Materials Transactions A**, vol. 46, no. 3, p. 2323-2341, 2015. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2836-1>

RODRÍGUEZ, C.; GARCÍA, J.; CÁRDENAS, E.; BELZUNCE, F. J.; BETEGÓN, C. Mechanical Properties Characterization of Heat-Affected Zone Using the Small Punch Test. **Welding Journal**, vol. 88, p. 188-192, 2009.

Disponível em: <<https://app.aws.org/wj/supplement/wj0909-188.pdf>>. Acesso em: 13 ago. 2019.

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

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**. vol. 59, p. 137-144, 2015. <https://doi.org/10.1007/s40194-014-0186-z>

SHEN, S.; SONG, X.; LI, Q.; ZHU, R.; YANG, G. A study on stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of Jethete M152 martensitic stainless steel. **Materials Science and Engineering: A**, vol. 704-741, p. 243-251, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.091>

SILVA, A. G. S. G.; PONTE, H. A.; PASHCHUK, A. **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.

Disponível em: < http://www.portalabpg.org.br/PDPetro/4/resumos/4PDPETRO_4_2_0185-1.pdf>. Acesso em: 21 ago. 2018.

SILVA, A. L. C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 2 ed. Sumaré, SP: Eletrometal S. A. Metais Especiais, 1988. 512p.

SILVA, T. C. **Avaliação de propriedades mecânicas de arames de armadura de tração usando SPT**. 2017. 68 f. Trabalho de Conclusão de Curso, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

SOFRONIS, P.; ROBERTSON, M.; LIANG, Y.; TETER, D. F.; ARAVAS, N. **Recent advances in the study of hydrogen embrittlement at the University of Illinois**. International Conference on Hydrogen Effects on Material Behaviour and Corrosion Deformation Interactions. 1 dez. 2003.

SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos** – Fundamentos teóricos e práticos. 5 ed. São Paulo: Blucher, 1982. 286 p.

STROE, M. E. **Hydrogen embrittlement of ferrous materials**. Tese de Doutorado - Faculty of Applied Science - Université Libre de Bruxelles, 2006.

THOMPSON, A. W.; BERNSTEIN, I. M. The role of metallurgical variable in hydrogen-assisted environmental fracture. **Advances in Corrosion Science and Technology** FONTANNA, M. G.; STAEHLE, R. W., eds, (New York: Plenum), vol. 7, p. 53-173, 1980. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-9065-1_2

THORNTON, P. A. The influence of nonmetallic inclusions on the mechanical properties of steel: A review. **Journal of Materials Science**, vol. 6, p. 347-356, 1971. <https://doi.org/10.1007/PL00020378>

TODOSHCHENKO, O. M. I.; YAGODZINSKY, Y.; SAUKKONEN, T.; HÄNNINEN, H. Role of Nonmetallic Inclusions in Hydrogen Embrittlement of High-Strength Carbon Steels with Different Microalloying. **Metallurgical and Materials Transactions A**, vol. 45, p. 4742-4747, 2014. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2447-2>

TORRES, J.; GORDON, A. P. Mechanics of the small punch test: a review and qualification of additive manufacturing materials. **Journal of Materials Science**, vol. 56, p. 10707-10744, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-05929-8>

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

TURBA, K.; GÜLÇİMEN, B.; LI, Y. Z.; BLAGOEVA, D.; HÄHNER, P.; HURST, R. C. Introduction of a new notched specimen geometry to determine fracture properties by small punch testing. **Engineering Fracture Mechanics**, vol. 78, p. 2826-2833, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2011.08.014>

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

WANG, Z.-X.; SHI, H.-J.; LU, J.; SHI, P.; MA, X.-F. Small punch testing for assessing the fracture properties of the reactor vessel steel with different thicknesses. **Nuclear Engineering and Design**, vol. 238, no. 12, p. 3186-3193, 2008. <https://dx.doi.org/10.1016/j.nucengdes.2008.07.013>

WILSON, A. D. **Calcium treatment of plate steels and its effect on fatigue and toughness properties**. In: Proceedings of the Annual Offshore Technology Conference, Houston, Texas, April 1979. <https://doi.org/10.4043/3465-ms>

YU, H. Y.; LI, J. C. M. Hydrogen embrittlement due to hydrogen-inclusion interactions. **Nucl. Metall.** (United States), 1976.

ZAFRA, A.; PERAL, L. B.; BELZUNCE, J. RODRÍGUEZ, C. Effect of hydrogen on the tensile properties of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 43, p. 9068-9082, 2018.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.03.158>

ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO DURÔMETRO (VICKERS)



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº.: 083/18

Cliente: FUNDAÇÃO DE APOIO UNIVERSITÁRIO.
Endereço: Av. João Naves de Ávila, 2121 - Uberlândia - MG

1 - Características do Objeto:

Objeto:	Microdurômetro	Ano de Fabricação:	2009
Fabricante:	Reicherter	Escalas:	HV 0,05 / HV 1 / HV 5.
Modelo:	KL-4	Resolução:	0,0001 mm
Série:	5004176-1	TAG / Identificação:	310215

2 - Procedimentos e/ou Normas Aplicadas:

Procedimento de Calibração: Calibração efetuada baseado na Norma ABNT NBR NM ISO 6507-2 :2008.

3 - Condições Ambientais:

Temperatura: 21,8°

4 - Observações Gerais:**Notas:**

- 1 - A incerteza expandida relatada é baseada em uma incerteza padronizada combinada, multiplicada por um fator de abrangência $k=2$, que para uma distribuição normal corresponde a um nível de confiança de aproximadamente 95%.
- 2 - Os resultados deste certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivos a quaisquer lotes.
- 3 - O objeto referenciado no certificado encontra-se funcional e em condição de ser calibrado, mas não o isenta do controle metrológico estabelecido na Regulamentação Metrologica.

Data da Calibração: 03/07/2018
Local da Calibração: UFU - LTAD - Santa Mônica - Bloco 5F



Álvaro Correa

Responsável Técnico/Calibrador

Instrumental Instrumentos de Medição Ltda.
 Av. Leonardo da Vinci, 1051A - Loja 07 - Centro Comercial Jabaquara
 Vila Guarani - São Paulo - SP - Cep 04313-000
 Tel. (11) 5011-0901 - instmed@instmed.com.br
www.instmed.com.br

Fls.1/2



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº.: 083/18

Resultados da Calibração da Força de Ensaio:

Escala de Força (kgf)	Valor Encontrado Médio (Kgf)	Erro de Exatidão (%)	Repetitividade (%)	Incerteza de medição (%)	Desvio ΔF_{max} (%)
0,050	0,0499	-0,20	0,40	0,30	0,50
1,000	0,9965	-0,35	0,40	0,25	0,60
5,000	4,9810	-0,38	0,30	0,20	0,58

Resultados da Calibração de Dureza Método Vickers: Penetrador nº 6926

Escala de Dureza	Valor do Padrão (HV)	Valor Encontrado Médio (HV)	Erro de Exatidão (%)	Repetitividade (%)	Incerteza de medição (%)	Desvio $\Delta H_{HTM max}$ (%)
HV 0,05	730,00	739,00	1,23	1,30	1,50	2,73
HV 1	539,00	545,00	1,11	1,20	1,10	2,21
HV 5	706,00	712,00	0,85	1,05	1,07	1,92
HV 5	246,00	247,50	0,61	0,90	1,05	1,66

Resultado da Calibração do sistema óptico de medição:

Ampliação	Valor (mm)	Valor encontrado (mm)	Desvio (%)	Incerteza de medição (%)	Desvio ΔL_{max} (%)
30X	0,200	0,2010	0,50	0,35	0,85
40X	0,200	0,2008	0,40	0,30	0,70
50X	0,100	0,1005	0,50	0,30	0,80
75X	0,100	0,1004	0,40	0,25	0,65
100X	0,060	0,0602	0,33	0,20	0,53

Legendas

Desvio ΔF_{max} é o desvio relativo máximo da força de ensaio incluindo a incerteza de medição.

Desvio $\Delta H_{HTM max}$ é o desvio máximo da máquina de ensaio incluindo a incerteza da medição.

Desvio ΔL_{max} é o desvio relativo máximo do sistema de medição incluindo a incerteza de medição.

Padrões Utilizados:

Descrição:	Escala:	Valor:	Nº. Série:	Nº. Certif.:	Emissor:	Validade:
Bloco Padrão	HV 0,05	730,00	6967001	6967001	DKD	22/09/2021
Bloco Padrão	HV 1	539,00	5751501	5751501	DKD	09/09/2019
Bloco Padrão	HV 5	706,00	8151722	8151722	DKD	02/07/2022
Bloco Padrão	HV 5	246,00	5143001	5143001	DKD	17/09/2018
Célula Carga	Força	1 Kgf	782875	1608-035	Tecmetro	08/08/2019
Célula Carga	Força	50 Kgf	57712	1702-004	Tecmetro	31/02/2019
Régua graduada	Dimensional	1,0 mm	79230	02556/14	Mitutoyo	06/03/2019
Termômetro	Temperatura	°C	0720	RBC 4818/17	Masterlabor	26/05/2019

Instrumental Instrumentos de Medição Ltda.
 Av. Leonardo da Vinci, 1051A - Loja 07 - Centro Comercial Jabaquara
 Vila Guarani - São Paulo - SP - Cep 04313-000
 Tel. (11) 5011-0901 - instmed@instmed.com.br
www.instmed.com.br

ANEXO B – CERTIFICADO DE INSPEÇÃO DO DURÔMETRO (ROCKWELL)

Mitutoyo CERTIFICADO DE INSPEÇÃO

DURÔMETRO ROCKWELL TWINTYPE PLUS

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

CÓDIGO: 963-103-01 **NÚMERO SÉRIE: 0157911**

PENETRADOR DIAMANTE: 0555907 **RELÓGIO INDICADOR: LSR008**

PENETRADOR ESFERA Ø 1/16" (W): 0356905 **PENETRADOR ESFERA Ø 2,5 mm (W): 0467906**

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

DATA: **NOVEMBRO/2009**

 **Mitutoyo Sul Americana Ltda.**

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



 Chefe Inspeção

ANEXO C – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO 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	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO	DIGIMESS	01229/17	MITUTOYO/CAL0031	03/2020

Resultados Obtidos**DIMENSIONAL**

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

Faixa de Indicação: 0,000 a 25,000 mm Resolução: 0,001 mm

V.R	V.I	Erro de Medição	Incerteza Expandida	Incerteza Expandida + Erro	(k)	Veff
mm	mm	mm	mm	mm		
2,5	2,502	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito
5,1	5,106	0,006	0,001	0,007	2,00	Infinito
7,7	7,707	0,007	0,001	0,008	2,00	Infinito
10,3	10,304	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito
12,9	12,904	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito
15,0	15,004	0,004	0,001	0,005	2,00	Infinito
17,6	17,607	0,007	0,001	0,008	2,00	Infinito
20,2	20,201	0,001	0,001	0,002	2,00	Infinito
22,8	22,805	0,005	0,001	0,006	2,00	Infinito
25,0	25,002	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito

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: 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.09319226699
Date: 2018.05.03 10:39:18 -03:00
Reason: Certificado de Calibração
Location: Laboratório 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 D – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DA BALANÇA DIGITAL

Declaration of Conformity

Konformitätserklärung

Mettler-Toledo GmbH
Laboratory Weighing

Erstelldatum: Dienstag, 9. Februar 2016

Geräteidentifikation

Modell	ME204
Seriennummer	B605074289
Auftragsnummer	11002368855

Metrologische Daten

Messbereich(e)	Höchstlast	d1=	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
 	12V = 0.84A	Im Langacher 44
May be covered by one or more patent(s), see: www.mt.com/patentmarking		8606 Greifensee
SNR B605074289		Switzerland
		
A TA0011.003 Auftrag: 11002368855		

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 E – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DO TERMOHIGRÔMETRO DIGITAL

	<i>Certificado de Calibração</i>	
	<i>Laboratório de Temperatura & Umidade</i>	
	<i>Número do Certificado</i> R4996/13 <i>Folha</i> 1 / 2	
CONTRATANTE : ENDEREÇO : INTERESSADO : ENDEREÇO :	Universidade Federal de Uberlândia - UFU Av. João N. de Ávila, 2121, Bl. 1M - Campus Sta. Mônica - Uberlândia - MG O mesmo O mesmo	
INSTRUMENTO : FABRICANTE : MODELO : IDENTIFICAÇÃO : NÚMERO DE SÉRIE :	<u>Termohigrômetro Digital</u> Instrutherm HT-260 Não especificado 06120362	
DATA DA CALIBRAÇÃO : PRÓXIMA CALIBRAÇÃO : DATA DA EMISSÃO :	19/06/2013 Determinado pelo cliente 20/06/2013	LOCAL DA CALIBRAÇÃO: Laboratório Elus TEMPERATURA DO AR : 23°C ± 5°C 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 <hr/> RODRIGO GOMES CORDEIRO GERENTE TÉCNICO	
<small>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 e 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.</small>		
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

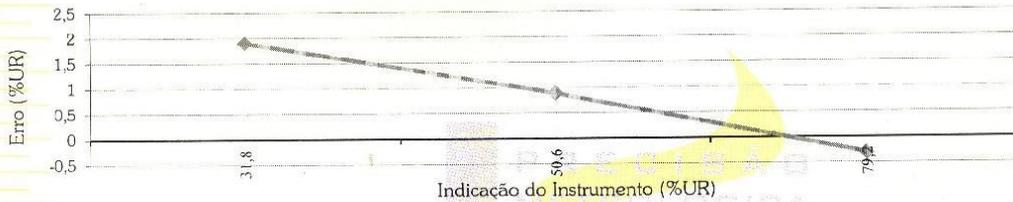
Laboratório de Calibração acreditado pelo CGCRE de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0439.

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.

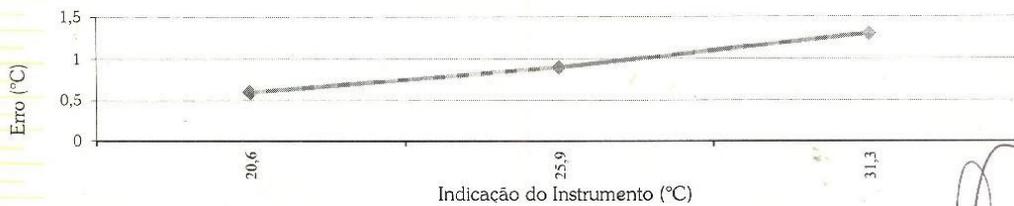
Indicação do Instrum. (%UR)	Valor Verdadeiro (%UR)	Erro (%UR)	I.M. (%UR)	k	Veff
31,8	29,9	1,9	1,0	2,00	∞
50,6	49,7	0,9	1,0	2,00	∞
79,2	79,5	-0,3	1,3	2,00	∞



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 desta 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.

APÊNDICE A – LIMITES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO CALCULADOS POR MEIO DOS
ENSAIOS SPT EM MEIO HIDROGENADO VARIANDO A VELOCIDADE DE ENSAIO

Tabela A.1 – Valores de limite de resistência à tração calculados a partir dos ensaios SPT em meio hidrogenado com variação de velocidade de ensaio ($V1 = 1,0 \mu\text{m/s}$; $V2 = 0,1 \mu\text{m/s}$) para os aços 4137M, 4130M e 4140.

Ensaio	Limite de resistência à tração (MPa)					
	Aço 4137M		Aço 4130M		Aço 4140	
	V1	V2	V1	V2	V1	V2
1	989,64	798,05	925,74	921,05	769,19	700,23
2	1018,39	840,58	923,60	908,25	766,75	756,02
3	846,71	843,16	916,98	907,45	831,56	761,38
4	1045,16	815,74				
5	981,57					
6	877,11					
Média	959,76	824,38	922,11	912,25	789,17	739,21
Desvio Padrão	79,63	21,47	4,56	7,63	36,73	33,86