

Gilberto Fernandes Resende de Brito

**Determinação de propriedades mecânicas e avaliação
da fragilização por hidrogênio do Inconel 718 via
ensaio de puncionamento esférico**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2022

Gilberto Fernandes Resende de Brito

**Determinação de propriedades mecânicas e avaliação
da fragilização por hidrogênio do Inconel 718 via
ensaio de puncionamento esférico**

Projeto de Finalização de Curso apresentado ao Curso de Bacharelado em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica.

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

UBERLÂNDIA-MG

2022

GILBERTO FERNANDES RESENDE DE BRITO

**Determinação de propriedades mecânicas e avaliação
da fragilização por hidrogênio do Inconel 718 via
ensaio de puncionamento esférico**

Projeto de finalização de graduação apresentado à Faculdade de Engenharia
Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia como requisito parcial para a
obtenção do título de Bacharel em Engenharia Mecânica

Aprovado em: 10 de agosto de 2022.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Rosenda Valdes Arencibia
Universidade Federal de Uberlândia

Prof. Dr. Luciano José Arantes
Universidade Federal de Uberlândia

Eng. Rodrigo Freitas da Silva Alvarenga
Universidade Estadual do Norte Fluminense

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha mãe e ao meu pai por todo apoio, compreensão e suporte durante toda a jornada acadêmica.

Agradeço a todo o suporte da equipe do LTAD.

Agradeço ao meu coorientador Rodrigo Freitas e ao meu orientador Sinésio D. Franco por todo o suporte para produzir esse trabalho.

Agradeço também ao apoio da Petrobras financiando projetos de pesquisa no LTAD, permitindo a produção desse trabalho.

Por fim, agradeço a todos que me apoiaram, de forma direta ou indireta na concretização dessa etapa na minha vida profissional.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo avaliar propriedades mecânicas e o efeito da fragilização por hidrogênio de uma superliga de níquel, o Inconel 718, por meio do ensaio de puncionamento esférico. Esse material foi escolhido por ser um material de grande interesse na indústria petroquímica por ter grande capacidade de resistir à corrosão e apresentar excelentes propriedades mecânicas.

Para avaliar o material foi escolhido o ensaio de puncionamento esférico por ser um tipo de ensaio que requer pouco material de amostra, o que permite avaliar materiais de maior valor por um custo muito menor, como é o caso do Inconel 718. Outra vantagem é a possibilidade de se retirar pequenas porções de material de um componente ou equipamento que está sendo utilizado em campo sem prejudicar sua integridade ou operacionalidade. Esse tipo de ensaio ainda é pouco conhecido e utilizado, tendo sido normatizado recentemente, por meio da norma ASTM E3205-20 de 2021.

Os ensaios foram conduzidos, usando diferentes velocidades de puncionamento e diferentes meios de hidrogenação, comparando os resultados com as amostras ensaiadas ao ar. Três amostras de Inconel 718 foram ensaiadas. Essas mesmas foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos previamente aos ensaios. E com esses resultados foi possível determinar o comportamento do Inconel 718 em condições com e sem hidrogênio no material.

O ensaio de puncionamento esférico foi capaz de verificar o efeito do hidrogênio nas amostras de Inconel 718. Foram verificados que o hidrogênio levou à perda das propriedades mecânicas em todas as amostras. A velocidade de puncionamento apresentou efeito apenas para a amostra API(960) que é a que apresentou curvas características de material frágil. Essas análises foram realizadas por meio da análise de variância, ANOVA, para comparar os resultados e apresentar os efeitos das variáveis de modo estatísticos

Palavras-chave: Ensaio de puncionamento esférico, Inconel 718, Fragilização por hidrogênio.

ABSTRACT

This work aimed to evaluate the effect of hydrogen embrittlement of a nickel superalloy, Inconel 718, through the small punch test. This material was chosen because it is a material of great interest in the petrochemical industry because of its great ability to resist corrosion and have excellent mechanical properties.

To validate the material, the small punch test was chosen because it is a type of test that requires little sample material, which allows the evaluation of higher value materials at a much lower cost, as is the case of Inconel 718. This type of test still is little known and used, being standardized recently, through the ASTM E3205-20 of 2021.

The tests were conducted, using different displacement rates and different hydrogen conditions, comparing the results with the samples tested in air. And with these data it was possible to determine the behavior of Inconel 718 in conditions with and without hydrogen in the material.

The small punching test was able to verify the effect of hydrogen on Inconel 718 samples. With hydrogen causing the loss of mechanical properties in all samples. The punching speed had an effect only for the API(960) sample, which is the one that presented characteristic curves of brittle material. The analyses was made using Analysis of Variance (ANOVA) to compare the data and show the effects of the different variances.

Keywords: Small Punch Test, Inconel 718, Hydrogen Embrittlement.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Modelo simplificado SPT (Adaptado de YAO <i>et al.</i> , 2021).....	18
Figura 2: Curva Força x Deslocamento (Adaptado de García <i>et al.</i> , 2014).....	19
Figura 3: Diferentes propostas para determinar P_y (GARCÍA <i>et al.</i> , 2014).....	21
Figura 4: Efeito da fragilização por hidrogênio Adaptado (PAÑEDA, E.,M., <i>et al.</i> , 2020)	24
Figura 5: 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).	25
Figura 6: Diagramas esquemáticos ilustrando o mecanismo HEDE, envolvendo a separação trativa de átomos devido a ligações interatômicas enfraquecidas com (i) hidrogênio na rede cristalina, (ii) hidrogênio adsorvido e (iii) hidrogênio em interfaces partícula/matriz. (LYNCH, 2011b <i>apud.</i> FERREIRA, 2015).	26
Figura 7: Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo HELP, envolvendo um processo de coalescência de microvazios, com plasticidade localizada facilitada em regiões com concentrações elevadas de hidrogênio (LYNCH, 2011b, <i>apud.</i> FERREIRA, 2015).	27
Figura 8: Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo AIDE, envolvendo a o crescimento de trinca por deslizamento alternado a partir da ponta da trinca, permitindo a coalescência da trinca com microvazios formados na zona de processo longo à frente. Adaptado (LYNCH, 2011 <i>apud.</i> FERREIRA, 2015). .	28
Figura 9: Reação de redução do hidrogênio (CALLISTER, 2007).....	29
Figura 10: Desenho esquemático de proteção catódica em um meio salino (MELO, 2019).....	30
Figura 11: Micrografia feita em MEV que mostra as estruturas δ , γ' e γ'' (SOUZA, 2018).	32
Figura 12: Barra de Inconel 718.	36
Figura 13: Equipamento para realização do ensaio de tração.	38
Figura 14: Posição a meio raio de onde foram retiradas as amostras.	39
Figura 15: Geometria e dimensões do corpo de prova de tração.....	39
Figura 16: Amostras para ensaio de puncionamento.	40
Figura 17: Componentes do dispositivo de puncionamento.	43

Figura 18: Equipamento de puncionamento.....	43
Figura 19: Modelo de região do ensaio (Almeida, 2017).....	44
Figura 20: Software de tratamento dados SPT.	45
Figura 21: I) Amostra API(1000); II) Amostra API(960); III) Amostra ASTM.....	47
Figura 22: Pontos que foram realizadas as análises de EDS. (1-Precipitado; 2 – Fase δ)	49
Figura 23: Espectro do precipitado (Ponto 1).....	49
Figura 24: Espectro da fase δ (Ponto 2).....	50
Figura 25: Curvas dos ensaios de tração do Inconel 718.	51
Figura 26: Mapa de dureza da amostra ASTM.....	52
Figura 27: Mapa de dureza da amostra API(1000).	53
Figura 28: Mapa de dureza da amostra API(960).	53
Figura 29: Microscopia ótica da amostra ASTM.....	54
Figura 30: Curva de puncionamento da amostra ASTM sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).	56
Figura 31: Curva puncionamento da amostra ASTM que foi carregado com H por 5 dias em NaCl a -1,1 V e ensaiado a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).	56
Figura 32: Curvas puncionamento da amostra API(1000) sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).....	57
Figura 33: Curvas puncionamento da amostra API(1000) que foi carregada com H por 5 dias à -1,1 V e ensaiado a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).	57
Figura 34: Curva de puncionamento da amostra API(960) sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).....	58
Figura 35: Curvas puncionamento da amostra API(960) que foi carregada com H por 5 dias à -1,1 V e ensaiado a diferentes velocidades ($V1 = 1$ mm/min e $V3 = 0,01$ mm/min).	58
Figura 36: Curvas de puncionamento das amostras ASTM a velocidade 1 mm/min ($V1$) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl.	61
Figura 37: Curvas de puncionamento das amostras ASTM a velocidade 0,01 mm/min ($V3$) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra	

sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H ₂ SO ₄ : Amostras carregadas por H em solução de H ₂ SO ₄).....	61
Figura 38: Curvas de puncionamento das amostras API(1000) a velocidade 1 mm/min (V1) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl.	62
Figura 39: Curvas de puncionamento das amostras API(1000) a velocidade 0,01 mm/min (V3) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H ₂ SO ₄ : Amostras carregadas por H solução de H ₂ SO ₄).....	63
Figura 40: Curvas de puncionamento das amostras API(960) a velocidade 1 mm/min (V1) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl.	64
Figura 41: Curvas de puncionamento das amostras API(960) a velocidade 0,01 mm/min (V3) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H ₂ SO ₄ : Amostras carregadas por H solução de H ₂ SO ₄).....	64
Figura 42: Índice de Hidrogênio	67
Figura 43: Fratura da amostra ASTM sem Hidrogênio.....	68
Figura 44: Fratura da amostra ASTM hidrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.....	69
Figura 45: Fratura da amostra API(1000) ensaiada sem hidrogênio.....	70
Figura 46: Fratura amostra API(1000) hidrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.....	70
Figura 47: Fratura da amostra API(960) sem hidrogênio.	71
Figura 48: Fratura amostra API(960) hidrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.....	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Especificação da composição química típica do Inconel 718 (N07718) em porcentagem de peso (ASTM B637.8621).	31
Tabela 2: Tratamento térmico de acordo com a norma ASTM B637 (2015). ...	33
Tabela 3: Tratamento térmico de acordo com a norma API 6A CRA (2015). ...	34
Tabela 4: Parâmetros de tratamento térmico.	35
Tabela 5: Níveis da matriz de ensaio.	41
Tabela 6: Matriz de ensaios.	42
Tabela 7: Comparação do resultado de composição química com a norma ASTM B637, 2015 (% em peso, valores únicos representam limite máximo).	46
Tabela 8: Resultado do ensaio de tração das amostras de Inconel 718.	50
Tabela 9: Resultado da mediação de dureza das amostras de Inconel 718. ...	52
Tabela 10: Limite de Resistencia a tração calculada pelo SPT para amostras não carregadas com hidrogênio.	55
Tabela 11: Comparação dos resultados médios das curvas de puncionamento realizadas em amostras sem carregamento de H (AR) com diferentes velocidades.	59
Tabela 12: Comparação dos resultados médios das curvas de puncionamento realizadas em amostras com carregamento de H em NaCl, com diferentes velocidades.	59
Tabela 13: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras ASTM.	65
Tabela 14: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras API(1000).	66
Tabela 15: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras API(1000).	66

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

SPT	<i>Small Punch Test</i> (Ensaio de Puncionamento Esférico)
F _m	Força máxima do ensaio SPT
d _m	Deslocamento referente à força máxima
t	Espessura da amostra SPT
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
MO	Microscopia Ótica

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
2.1. Ensaio de puncionamento esférico (<i>Small Punch Test</i>).....	16
2.1.1. Princípio de Funcionamento	17
2.2. Fragilização por Hidrogênio	23
2.2.1. Aprisionamento do Hidrogênio	24
2.2.2. Micromecanismos de Fragilização por Hidrogênio	26
2.2.3. Proteção Catódica	28
2.3. Superliga Inconel 718®.....	30
2.3.1. Composição química e microestrutura	30
2.3.2. Tratamento Térmico do Inconel.....	33
3. METODOLOGIA	35
3.1. Caracterização do Inconel 718.....	35
3.1.1. Análise da composição química	36
3.1.2. Medição de dureza	36
3.1.3. Análise Metalográfica	36
3.1.4. Determinação das propriedades mecânicas do Inconel 718	37
3.2. Fabricação das amostras para o ensaio de puncionamento	40
3.3. Desenvolvimento da metodologia do ensaio SPT	40
3.4. Carregamento de H ex-situ dos corpos de prova.....	42
3.5. Ensaio SPT	42
3.6. <i>Software</i> para análise das curvas SPT	44
4. Resultados da caracterização do material	46
4.1. Análise da composição química.....	46
4.2. Resultado da análise metalográfica via MEV e EDS.....	46

4.3. Ensaio de tração para determinar propriedades mecânicas	50
4.4. Ensaio de dureza no material.....	51
4.5. Microscopia ótica	53
4.6. Ensaio de Puncionamento esférico.....	54
4.6.1. Determinação de propriedades mecânicas	54
4.6.2. Efeito da velocidade de puncionamento	55
4.6.3. Efeito do Hidrogênio nos ensaios de Puncionamento	60
4.7. Análise de Variância ANOVA	65
4.8. Índice de Hidrogênio	66
4.9. Fractografias	67
5. CONCLUSÃO	73
6. Sugestão de trabalhos futuros	73
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	74

CAPÍTULO 1

1. INTRODUÇÃO

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno conhecido há muito tempo, porém se ele tornou um problema mais estudado com o avanço das tecnologias para operação e produção de petróleo que expandiu a operação para ambientes mais extremos de produção e transporte (SOUZA, 2018). Com isso, se tornou necessário o uso de ligas com maior resistência a corrosão e maior resistência mecânica, como é o caso das superligas de níquel. Todavia, esse material ainda pode falhar devido à presença do hidrogênio como mostrado por GANGLOF, (2013) justificando, assim, estudos mais aprofundados nesse material.

A determinação e conhecimento das propriedades mecânicas de um material usado em componentes estruturais é de extrema importância para evitar a ocorrência de falhas. Contudo, os ensaios mais conhecidos para a determinação das propriedades mecânicas necessitam de uma grande quantidade de material para ser realizado. Nesse sentido surgiram os minitestes, como o teste de puncionamento esférico, que tem o objetivo de determinar as propriedades mecânicas com pouco volume de material, podendo assim testar materiais de componentes que estão em operação em campo e permitir verificar se o componente ainda está apto a operar (MANAHAN *et al.*, 1981), assim como possibilitar a identificação destes quando a rastreabilidade é perdida.

O Inconel é um material que vem sendo aplicado na indústria em condições severas de operação, pois mostram uma excelente capacidade de resistir à corrosão e à fragilização por hidrogênio, além de apresentar excelentes propriedades mecânicas sob condições de temperatura e pressão (ANDERSON *et al.*, 2017). Sendo assim, esse é um material de interesse para indústria petroquímica e aeronáutica. Com isso, esse trabalho tem o objetivo de contribuir para o desenvolvimento da metodologia do ensaio de puncionamento esférico e verificar se esse teste tem a capacidade de avaliar os efeitos do hidrogênio em uma superliga de níquel, o Inconel 718.

Para isso, o trabalho consistiu na produção de uma matriz de ensaio para avaliar como as propriedades mecânicas do Inconel 718 são afetadas com a variação de alguns parâmetros de ensaio, como a velocidade de puncionamento e a presença de hidrogênio nas amostras.

No capítulo 2 é feita uma revisão sobre a metodologia de ensaio de puncionamento esférico, os mecanismos de fragilização por hidrogênio e as propriedades e características do Inconel 718. No capítulo 3 é descrito a metodologia e os equipamentos utilizados para realizar o procedimento experimental permitindo as análises mostradas no capítulo 4 e as conclusões do capítulo 5.

CAPÍTULO 2

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Ensaio de puncionamento esférico (*Small Punch Test*)

Com a evolução dos métodos produtivos, surgiu uma grande necessidade de se melhorar a qualidade e capacidade dos materiais usados na indústria, o que levou ao desenvolvimento de novas técnicas para avaliação de propriedades mecânicas dos materiais de forma mais rápida (LECLERC *et al.*, 2021). Esses métodos surgiram em resposta à necessidade de resolver algumas deficiências dos testes convencionais, como a incapacidade de testar pequenos volumes de componentes estruturais e ensaiar componentes que estão em operação (GARCIA *et al.*, 2014).

O *Small Punch Test* (SPT), ensaio de puncionamento esférico, surgiu das necessidades de avaliar as propriedades mecânicas de componentes da indústria nuclear e petrolífera e estimar a vida útil de equipamentos que fornecem alto risco à segurança. De modo que se possa verificar a degradação dos equipamentos com maior precisão enquanto esses estão em operação (GARCÍA *et al.*, 2014; ALMEIDA, 2017). Esse tipo de teste ficou conhecido como miniteste, ou teste em escala miniaturizada, pelo fato de necessitarem de um pequeno volume de material do componente avaliado, de modo a não impedir sua operação ou necessidade de parada de equipamento. Sendo assim, o que em muitos casos caracteriza este ensaio como quase não destrutivo (GARCÍA *et al.*, 2015). Normalmente as amostras desse ensaio apresentam dimensões de 6 a 10 mm de diâmetro e 0,35 a 0,50 mm de espessura.

Uma outra grande vantagem dessa técnica, devido ao pequeno volume de material utilizado, é a possibilidade de se estudar a variação das propriedades mecânicas ao longo da espessura de um componente, o que permite a avaliação da variação das propriedades mecânicas ao longo de uma estrutura devida a mudança na microestrutura, como visto em uniões soldadas (KIM *et al.*, 2011).

Assim sendo, o *Small Punch Test* se apresenta como uma boa alternativa aos métodos convencionais para avaliação das propriedades mecânicas, tendo em vista que este ensaio exige um pequeno volume de material, o que resulta na possibilidade de avaliar a propriedade e condição de um equipamento que

esteja em operação e avaliar as propriedades mecânicas em pequenas regiões e amostras.

2.1.1. Princípio de Funcionamento do SPT

O ensaio de puncionamento esférico é um ensaio relativamente novo que foi normatizado pela ASTM em 2021 através da norma ASTM E3205-20 (2021). Antes disso, a Comissão Europeia de Normalização (CEN) forneceu algumas diretrizes para a realização do SPT em materiais metálicos (CWA 15627,2007). Mas vale ressaltar que ainda muitos autores discordam de alguns métodos e procedimentos do ensaio SPT descrito pelas normas e recomendações supracitadas (GARCÍA *et al.*, 2014).

O SPT é um ensaio que parte dos princípios de conformações de metais. O objetivo do ensaio é aplicar uma deformação no corpo de prova, por meio de um penetrador esférico que se desloca com uma velocidade constante. O deslocamento do penetrador impõe uma deformação no corpo de prova até seu colapso, ou seja, até que haja a propagação de uma trinca.

O porta-amostra é composto por duas matrizes que fixam o corpo de prova para impedir seu deslocamento vertical e uma esfera (penetrador) de material com dureza muito superior à da amostra. Essa esfera é posicionada na matriz superior que possui um orifício que impede a movimentação lateral da mesma e, por fim, a esfera é pressionada contra a amostra por ação de um punção como mostrado na Figura 1.

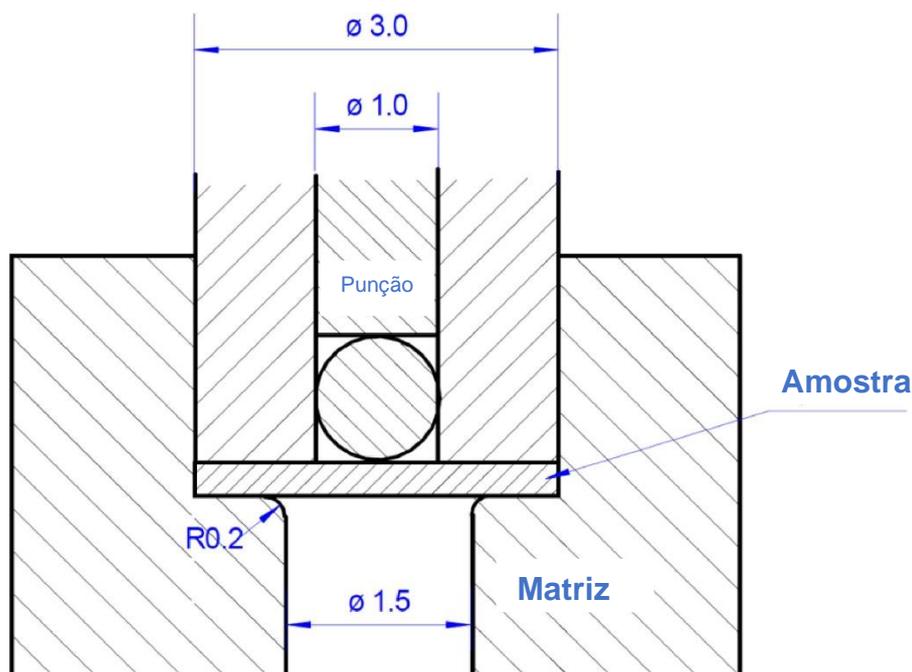


Figura 1: Modelo simplificado SPT (Adaptado de YAO *et al.*, 2021)

As amostras do SPT podem ser quadradas ou circulares. Essa variação na geometria não apresenta influência nos resultados, sendo a única diferença entre essas geometrias a área de contato com as matrizes, em que o corpo de prova quadrado apresenta maior área.

Para os corpos de prova quadrados é recomendada uma geometria de 10 mm de lado e 0,5 mm de espessura (KIM *et al.*, 2011; GARCÍA *et al.*, 2015). Já a CWA 15627 (2007) recomenda o uso de corpos de prova circulares com diâmetro de aproximadamente 8,0 mm e espessura de aproximadamente 0,5 mm. Essa espessura garante que o número de grãos presente ao longo da espessura é suficiente para obter as propriedades volumétricas (ALMEIDA, 2017). O ensaio de puncionamento esférico retorna como dados uma curva de força aplicada pelo penetrador esférico na amostra em função do deslocamento realizado por este. Assim, é possível extrair informações das propriedades mecânicas do material por meio de fórmulas empíricas propostas por alguns pesquisadores que serão apresentadas a seguir.

As informações extraídas do SPT são apresentadas por meio da curva força-deslocamento, de onde é possível obter as propriedades mecânicas do material, como mostrado na Figura 2.

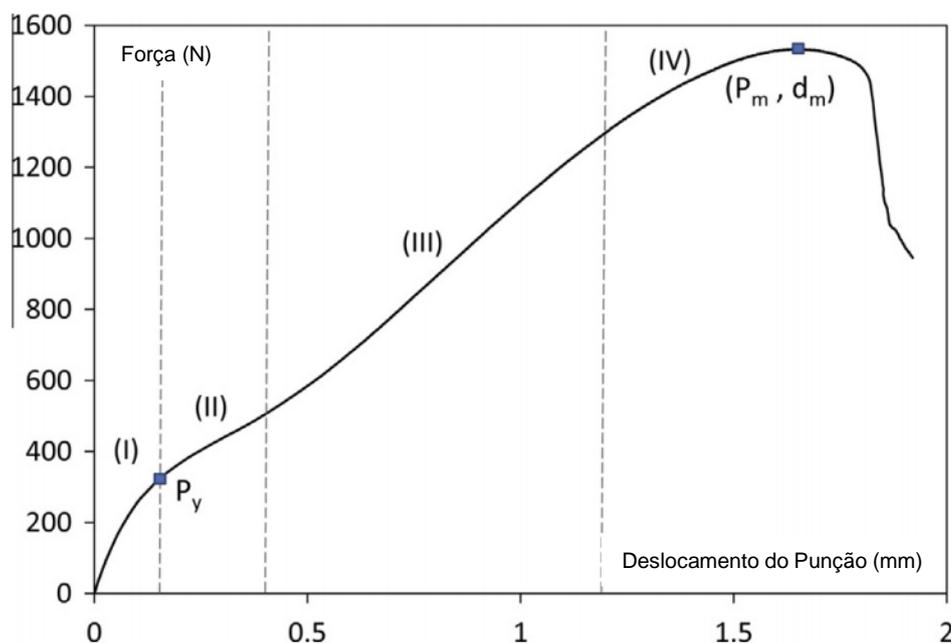


Figura 2: Curva Força x Deslocamento (Adaptado de García *et al.*, 2014).

Alguns autores como Leclerc *et al.* (2021) e García *et al.* (2014) dividem o gráfico SPT em 4 zonas, como mostrado no gráfico da Figura 2, onde cada região apresenta características específicas. Essas regiões são definidas como:

- Região (I): Corresponde à deformação elástica do corpo de prova;
- Região (II): Início da deformação plástica, sendo caracterizada como uma zona de transição entre o regime elástico para plástico do corpo de prova;
- Região (III): Deformação de membrana de tração, especialmente em torno do punção. Nesta fase o material experimenta um afinamento localizado e a formação de microtrincas;
- Região (IV): Desenvolvimento de micromecanismos de falha, onde ocorre o afinamento e depois surgimento de uma trinca visível, levando à diminuição da carga até a falha total da amostra.

Para o cálculo da tensão de escoamento (σ_{ys}) há um consenso entre todos os pesquisadores que existe uma relação linear entre a tensão de escoamento e a força de escoamento (P_y), sendo essa relação apresentada pela equação (1), onde α_1 e α_2 são constantes e t a espessura da amostra (GARCÍA *et al.*, 2014).

$$\sigma_{ys} = \alpha_1 \cdot \frac{P_y}{t^2} + \alpha_2 \quad (1)$$

Contudo, o método para definição da força de escoamento é algo ainda discutido atualmente. Alguns autores definem essa força de acordo com as metodologias explicitadas abaixo:

- Método P_y _Mao: definido por (MAO *et al.*, 1987), onde a força de escoamento é determinada pela interseção entre as tangentes da zona I e II do gráfico SPT;
- Método P_y _CEN: definido pela Comissão Europeia de Normalização (CEN) no documento CWA 15627 (2007), esse método determina que a força de escoamento é o ponto do gráfico onde se projeta verticalmente o ponto de interceptação das tangentes da zona I e II;
- Método P_y _t/10: define P_y como sendo o ponto do gráfico que é a interseção da curva SPT com uma paralela da tangente da zona (I), deslocada (t/10);
- Método P_y _t/100: define P_y como sendo o ponto do gráfico que é a interseção da curva SPT com uma paralela da tangente da zona (I), deslocada (t/100).

A Figura 3 mostra graficamente as diferentes maneiras que se pode considerar a força de escoamento.

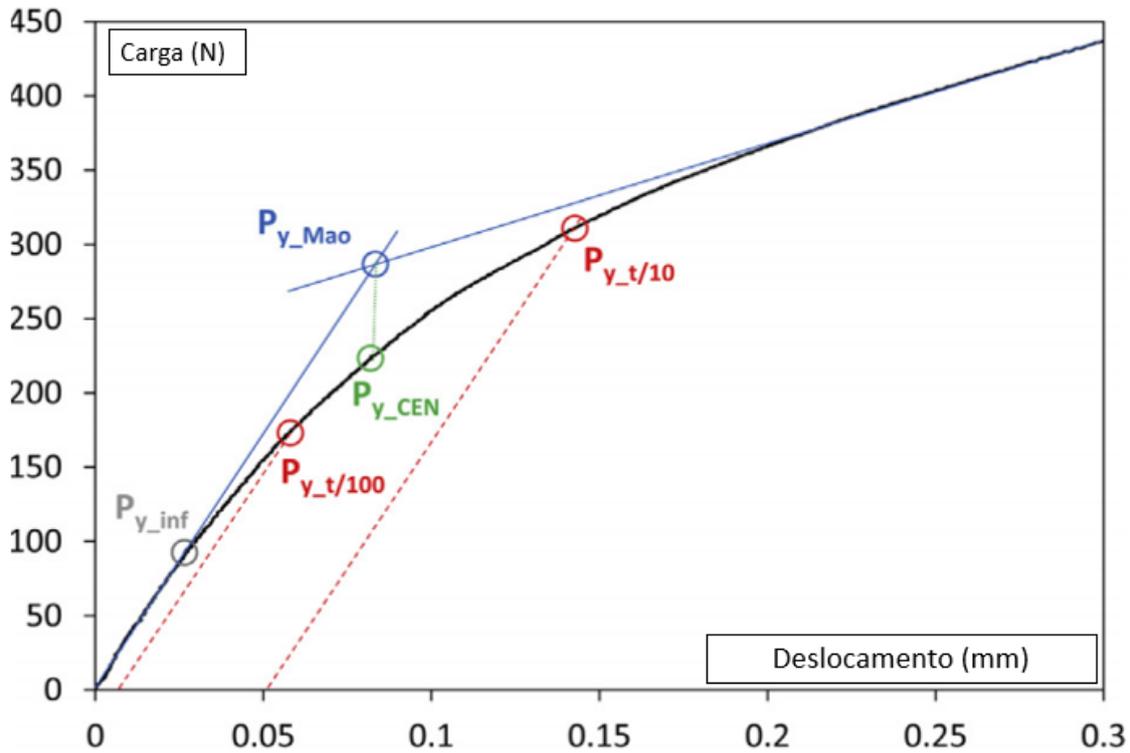


Figura 3: Diferentes propostas para determinar P_y (GARCÍA *et al.*, 2014).

Para o cálculo e análise do limite de resistência à tração (σ_{ut}), grande parte dos autores na literatura estão de acordo que do mesmo modo que o limite de escoamento também existe uma relação linear com a força máxima (P_m) (LECLERC *et al.*, 2021). Contudo, ainda se discute o modelo de cálculo havendo três expressões para esse cálculo (GARCÍA *et al.*, 2014).

$$\sigma_{ut} = \alpha_1 \cdot \frac{Pm}{t^2} + \alpha_2 \quad (2)$$

$$\sigma_{ut} = \alpha'_1 \cdot \frac{Pm}{t} + \alpha'_2 \quad (3)$$

$$\sigma_{ut} = \alpha''_1 \cdot \frac{Pm}{t \cdot dm} + \alpha''_2 \quad (4)$$

Das três equações apresentadas, apenas a expressão (4) leva em consideração o deslocamento do ponto máximo (dm). Essa é a mais recente e que apresenta os melhores resultados, como avaliado por (GARCÍA *et al.*, 2014).

Os parâmetros α_1 , α_2 , α'_1 , α'_2 , α''_1 e α''_2 são constantes (que dependem do material ensaiado), t representa a espessura do corpo de prova.

O alongamento (% Al) pode ser dado por duas relações como mostrado na literatura. Fleury e Ha (1998) descreveram uma relação linear como mostrado pela equação (5), onde γ é uma constante empírica de valor igual 7. Um estudo mais recente foi publicado por Rodríguez *et al.* (2009), onde eles descrevem uma relação linear que leva em consideração a espessura da amostra, como mostrado pela equação (6). Em seu trabalho, a constante empírica $\gamma' = 14$. Com os resultados sendo coerentes a Fleury e Ha 1998.

$$Al (\%) = \gamma \cdot dm \quad (5)$$

$$Al (\%) = \gamma' \cdot dm/t \quad (6)$$

Rodríguez *et al.* (2009) definem que o modelo de elasticidade pode ser relacionado com os dados da primeira fase do gráfico força x deslocamento. Essa relação é descrita na equação (7), onde $(P/d)_{ini}$ é a inclinação da curva SPT no primeiro estágio (ALMEIDA, 2017).

$$E \approx \frac{\left(\frac{P}{d}\right)_{ini}}{t} \quad (7)$$

Outra propriedade que ainda está sendo estudada é a possibilidade do ensaio SPT calcular é a tenacidade à fratura, como apresentado no trabalho de Mao *et al.* (1987). Eles definem a relação entre a tensão de fratura equivalente mostrada na equação (8) e a tenacidade à fratura (J_{IC}), sendo essa relação descrita pela equação (9).

$$\bar{\epsilon}_{qf} = \ln(t/t_0) = \beta(\delta^*/t_0)^2 \quad (8)$$

$$J_{IC} = k \cdot \bar{\epsilon}_{qf} - J \quad (9)$$

As equações (8) e (9) são relações lineares empíricas, em que δ^* é a deflexão da fratura, β é uma constante empírica ($\beta = 0,09$ para um disco de 3 mm

de diâmetro com espessura de 0,25-0,50 mm) e t_0 é a espessura final do corpo de prova.

O ensaio SPT além dessas propriedades, também permite calcular propriedades de fluência, como mostrado por Hyde *et al.* (1996).

2.2. Fragilização por Hidrogênio

As condições na exploração de petróleo e gás requer materiais de alto desempenho para produção dos componentes e estruturas, solicitando que esses materiais resistam a condições adversas de temperatura, pressão e ambientes corrosivos (REZENDE *et al.*, 2015). Dentre os mecanismos de degradação existentes, a fragilização por hidrogênio se destaca em materiais que operam em meios contendo esse elemento, sendo esse um processo que afeta diversos materiais metálicos de construção mecânica.

A fragilização por hidrogênio (FH) é um processo de degradação do material assistido pelo meio, que se aplica a materiais expostos a hidrogênio gasoso, proteção catódica, H_2S ou hidrogênio interno, resultante dos processos de fabricação (FERREIRA, 2017). A fragilização por hidrogênio causa a perda das propriedades de ductilidade do material, como alongamento, como mostrado na Figura 4, o que pode resultar na redução da vida útil de operação de equipamentos e estruturas.

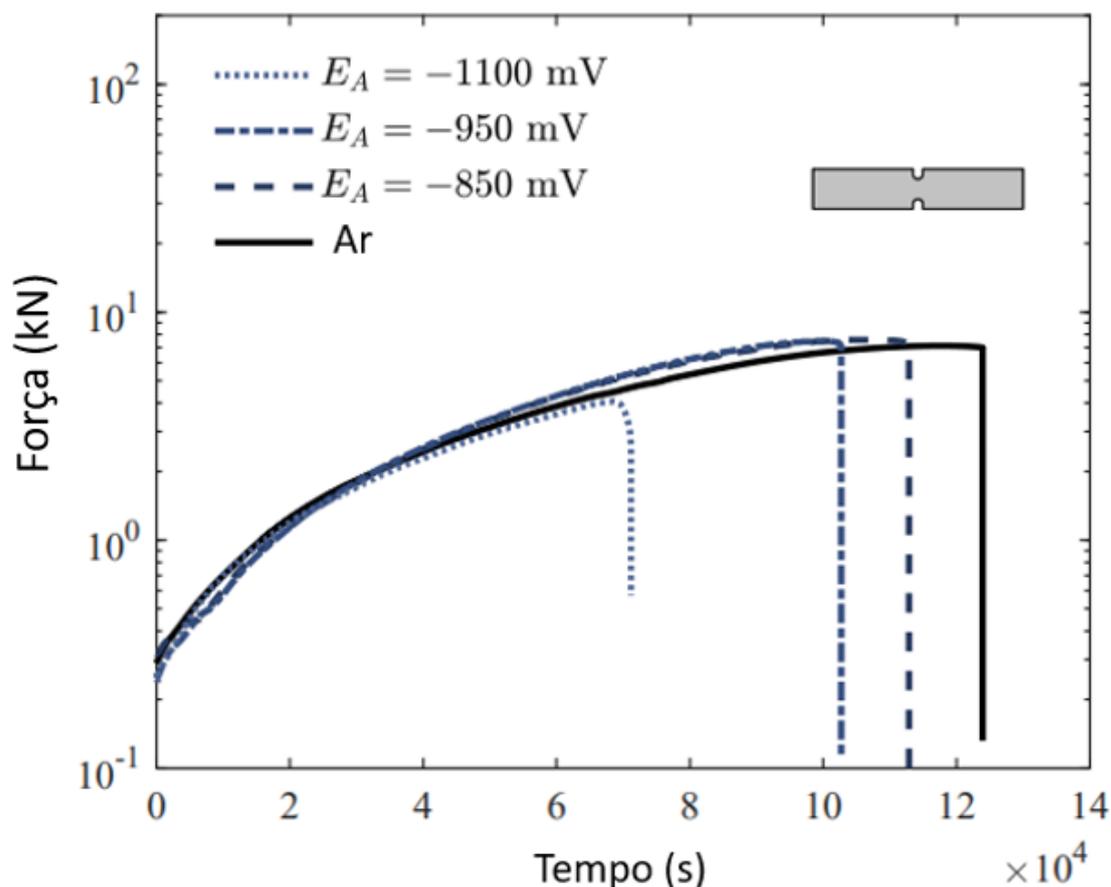


Figura 4: Efeito da fragilização por hidrogênio Adaptado (PAÑEDA, E.,M., *et al.*, 2020)

A FH ocorre a partir do momento em que o material metálico é submetido a um meio com presença de hidrogênio. Um desses casos é em componentes submetidos ao processo de proteção catódica, em que ocorre a formação de hidrogênio atômico que é adsorvido pelo material, ou seja, se prende a sua superfície, o que causa uma diferença de concentração no material. Desse modo, o hidrogênio se difunde na microestrutura dando início aos mecanismos de fragilização, que são amplificados à medida que o hidrogênio se acumula no material, podendo levar a uma condição crítica de fragilização (MELO, 2019).

2.2.1. Aprisionamento do Hidrogênio

Defeitos metalúrgicos presentes no material podem atuar como armadilhas, sendo essas armadilhas classificadas conforme sua energia de interação com o hidrogênio em reversíveis e irreversíveis. Segundo Rezende (2015), a caracterização de sítios de aprisionamento de hidrogênio é de grande importância na determinação da FH em ligas metálicas, como o Inconel 718.

Neste material, nitretos e carbonetos (Nb,Ti)CN agem como fortes e irreversíveis sítios de aprisionamento de hidrogênio, com alta energia. Outras estruturas também participam desse efeito de aprisionamento como os microporos e tricas, no entanto, de forma reversível.

A rede cristalina, contornos de grão, discordâncias, vazios e mesmo precipitados coerentes e incoerentes podem aprisionar o hidrogênio, como esquematizado na figura abaixo. Essas regiões, por apresentarem uma maior energia de interação, tendem a atrair o hidrogênio, o que resulta em um maior tempo de permanência do hidrogênio nesses locais, quando comparado a um sítio normal de difusão (ROSADO, 2011).

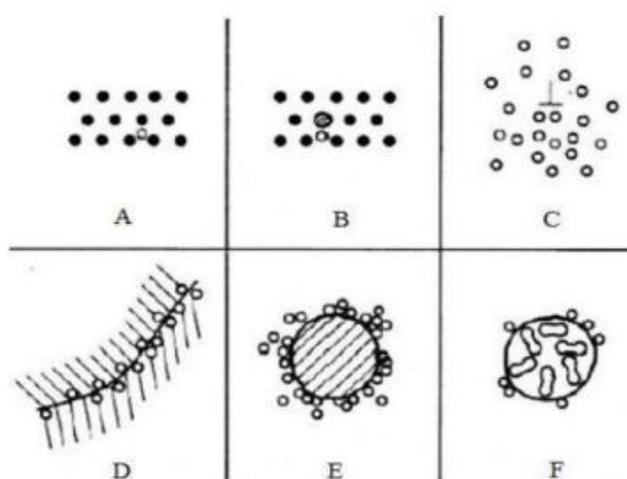


Figura 5: Interação entre o hidrogênio e a microestrutura do material: A) Solução sólida, B) Par hidrogênio e soluto, C) Em discordâncias, D) Nos contornos de grãos, E) Interface entre matriz e partícula, F) H₂ presente nos vazios (THOMPSON, 1980).

O aprisionamento do hidrogênio na microestrutura de materiais metálicos tem grande influência sobre os efeitos da FH nas propriedades mecânicas. Zonas de aprisionamento (*trap sites*) podem impedir que o hidrogênio se acumule em regiões da microestrutura, reduzindo os efeitos da FH (GANGLOFF, 2003).

Resende *et al.* (2015) apresentam os efeitos do H pra diferentes microestruturas do Inconel 718, sendo que para microestruturas com zonas de aprisionamento mais eficazes, a perda das propriedades mecânicas é menos acentuada.

2.2.2. Micromecanismos de Fragilização por Hidrogênio

A modelagem mecânica da trinca devido à fragilização por hidrogênio apresenta possíveis mecanismos propostos, conforme Ferreira (2015) descreveu, sendo esses mecanismos apresentados brevemente a seguir.

- **Decoção assistida por hidrogênio (HEDE – hydrogen-enhanced decohesion)**

Esse mecanismo se deve à concentração de hidrogênio em zonas de tensão hidrostática elevada, onde o hidrogênio enfraquece as ligações interatômicas, o que facilita a decoção. A Figura 6 apresenta de forma esquemática esse mecanismo.

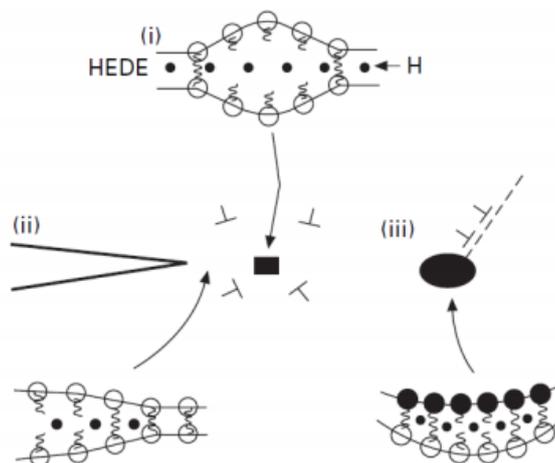


Figura 6: Diagramas esquemáticos ilustrando o mecanismo HEDE, envolvendo a separação tratativa de átomos devido a ligações interatômicas enfraquecidas com (i) hidrogênio na rede cristalina, (ii) hidrogênio adsorvido e (iii) hidrogênio em interfaces partícula/matriz. (LYNCH, 2011b *apud*. FERREIRA, 2015).

- **Plasticidade localizada assistida por hidrogênio (HELP – hydrogen-enhanced localised plasticity)**

O hidrogênio se concentra em zonas de alta tensão hidrostática à frente da trinca, onde a presença do hidrogênio reduz os campos de tensão das discordâncias e de outros defeitos, o que facilita a movimentação. Outro efeito da presença do hidrogênio é o aumento da atividade de fontes de discordâncias, promovendo o crescimento da trinca por deslizamento/coalescência de microvazios.

A movimentação das discordâncias para os contornos de grão, o empilhamento e a possível acomodação destas nos contornos, faz com que o transporte do hidrogênio à frente da trinca seja favorecido, podendo gerar um acúmulo de hidrogênio nos contornos de grão (FERREIRA, 2015). Sendo o transporte de hidrogênio com essa movimentação é maior que o transporte por difusão (DADFARNIA *et al.* 2015). A Figura 7 apresenta de forma esquemática o mecanismo.

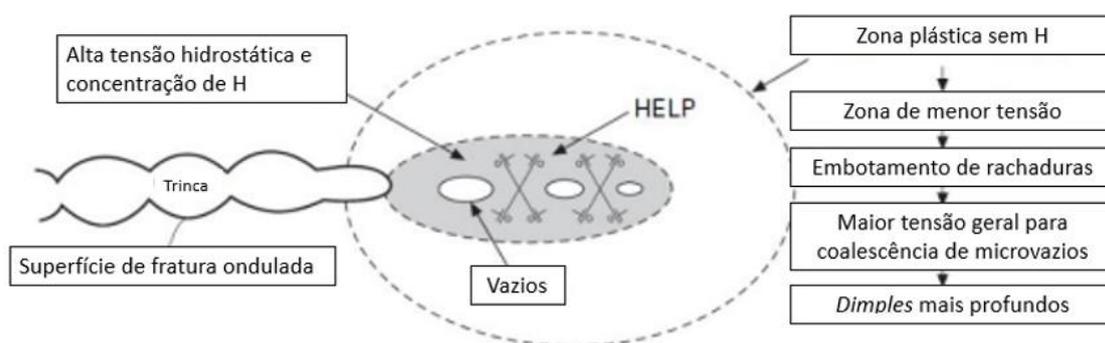


Figura 7: Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo HELP, envolvendo um processo de coalescência de microvazios, com plasticidade localizada facilitada em regiões com concentrações elevadas de hidrogênio (LYNCH, 2011b, *apud.* FERREIRA, 2015).

- **Emissão de discordâncias induzidas por adsorção (AIDE – *absorption-induced dislocation-emission*)**

Neste mecanismo, os átomos de hidrogênio enfraquecem as ligações interatômicas, facilitando a nucleação de discordâncias. A emissão de discordância a partir da ponta da trinca promove a coalescência com os vazios formados na zona plástica à frente da trinca, como mostrado na Figura 8.

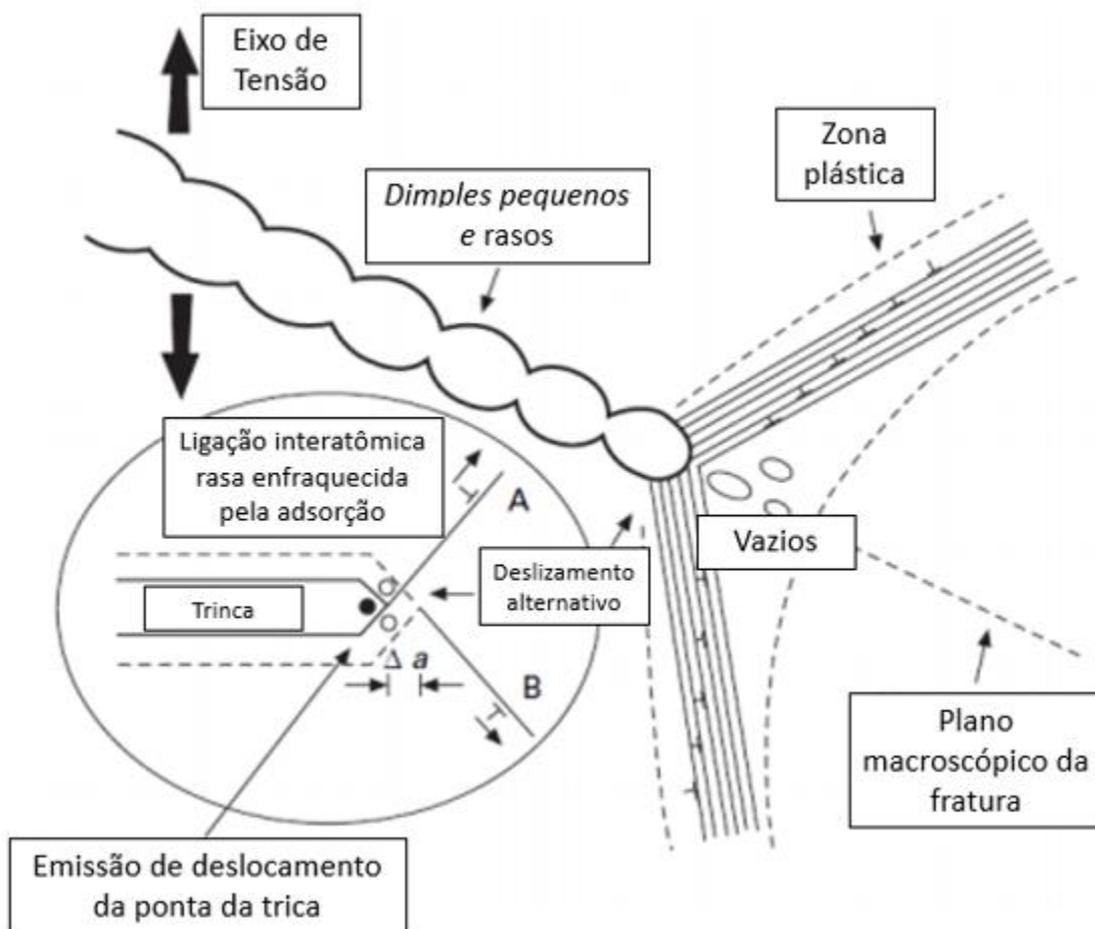


Figura 8: Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo AIDE, envolvendo a o crescimento de trinca por deslizamento alternativo a partir da ponta da trinca, permitindo a coalescência da trinca com microvazios formados na zona de processo longo à frente. Adaptado (LYNCH, 2011 *apud*. FERREIRA, 2015).

2.2.3. Proteção Catódica

A proteção catódica é uma técnica desenvolvida para mitigar a perda de massa por corrosão dos materiais, permitindo uma maior vida útil de equipamentos e componentes estruturais (MELO, 2019). No entanto, esse método de proteção tem como consequência a geração de hidrogênio, produzido na superfície do material, que pode resultar na fragilização do material (BATT *et al.*, 2002).

A proteção catódica tem a capacidade de reduzir a corrosão por oxidação, mas, por outro lado, cria um meio com a presença hidrogênio, o que possibilita a ocorrência da fragilização por hidrogênio. Essa técnica tem como princípio as reações eletroquímicas, onde uma corrente elétrica causa movimentação de íons em uma solução que reagem quimicamente quando tem suas cargas descarregadas em superfície com diferencial de tensão.

Uma reação eletroquímica consiste em uma sequência de passos que devem ocorrer entre o metal (eletrodo) e a solução eletrolítica (meio que contém os íons). Quando é aplicado um potencial entre dois eletrodos imersos na solução eletrolítica, ocorre a movimentação dos íons que se movimentando na direção para cada eletrodo de acordo com sua carga. Com isso, íons positivos se movimentam para o eletrodo de carga negativa (catodo), onde ocorre a redução e os íons com carga negativa se movimentam para o eletrodo de polo positivo (anodo), onde ocorre a oxidação.

A montagem de uma célula eletroquímica, consiste na aplicação de uma carga negativa no metal que se deseja proteger da corrosão, sendo esse eletrodo nomeado como eletrodo de trabalho e uma carga negativa em um eletrodo inerte, ou seja, que não oxida (Eletrodo de Platina), que é nomeado como contra eletrodo. Esses eletrodos devem estar imersos em uma solução eletrolítica, sendo essa uma solução que permite a movimentação dos íons.

Para o caso estudado da proteção catódica, o íon de interesse que se movimenta na solução é o H^+ (Íon de hidrogênio) que apresenta carga positiva. Esse íon durante o processo eletroquímico sofre redução na superfície do catodo, ou seja, o átomo recebe um elétron e se liga a outro íon, formando uma molécula de hidrogênio gasoso (CALLISTER, 2007), como mostrado pela Figura 9.



Figura 9: Reação de redução do hidrogênio (CALLISTER, 2007).

A Figura 10 apresenta a montagem experimental de uma célula eletrolítica usada para ensaios de fragilização por hidrogênio. Nesse processo se aplica um potencial catódico de aproximadamente -1,1 a -1,2 VAg/AgCl em meio salino. O Eletrodo de trabalho (ET) é a peça a ser protegida da corrosão e onde ocorre a geração de hidrogênio. O contra eletrodo (CT), que deve ser inerte à reação,

pode ser de grafite ou platina e o Eletrodo de Referência (ER) é composto por um fio de prata recoberto com cloreto de prata (Ag/AgCl).

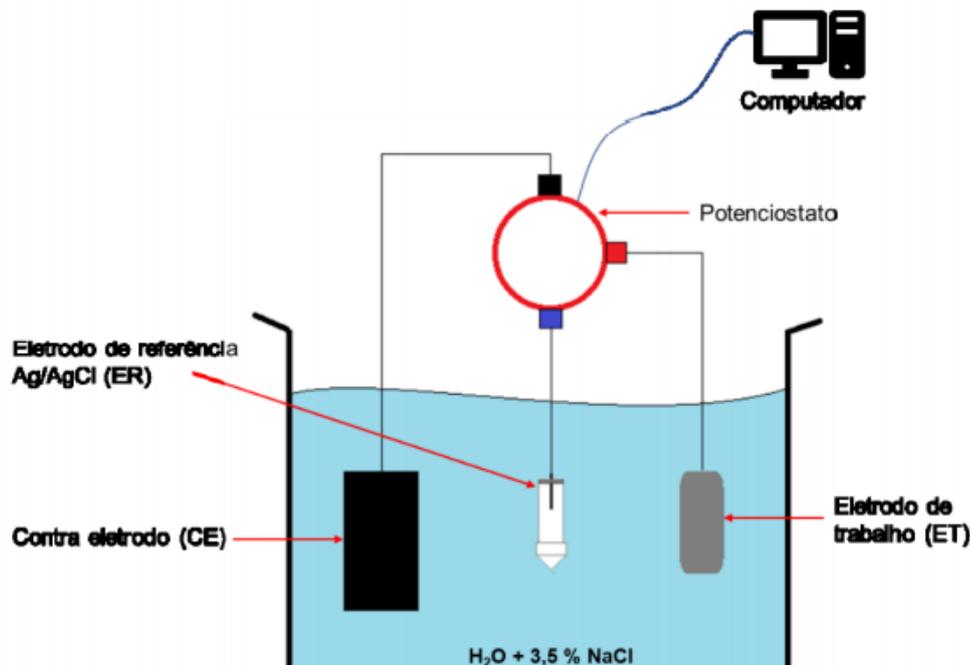


Figura 10: Desenho esquemático de proteção catódica em um meio salino (MELO, 2019).

2.3. Superliga Inconel 718®

O Inconel 718 é uma superliga de níquel, usualmente aplicada em motores a jato, turbinas a vapor, indústria química, petrolífera e em equipamentos cujos requisitos de projeto incluem a operação em altas temperaturas e tensões (WANG *et al.*, 2019; MAHALLE *et al.*, 2021). Essas ligas apresentam como principais elementos o níquel e cromo, que promovem uma alta resistência mecânica em altas temperatura e resistência a corrosão (SOUZA, 2018).

2.3.1. Composição química e microestrutura

O Inconel 718 também é uma marca registrada. Sua nomenclatura pela UNS (Unified Numbering System) é N07718. O material foi desenvolvido nos anos 50, surgindo da necessidade de materiais que pudessem ser utilizados em linha de vapor, operando sob condições críticas de pressão e temperatura

(SOUZA, 2018). A Tabela a seguir apresenta a composição típica do Inconel 718.

Tabela 1: Especificação da composição química típica do Inconel 718 (N07718) em porcentagem de peso (ASTM B637.8621).

(%) Peso	C	Ni	F	Cr	Mn	Nb	Mo	Al
Min.	-	50	Bal.	17	-	4,75	2,80	0,20
Máx.	0,08	55		21	0,35	5,50	3,30	0,80

O Inconel 718 tem sua microestrutura composta por uma matriz de níquel γ com presença de precipitados γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$) e γ'' (Ni_3Nb). Também há um importante precipitado chamado de fase δ , que é incoerente com a matriz e tem mesma composição de γ'' . A disposição e quantidade deste precipitado tem efeito direto nas propriedades mecânicas do material (GAO *et al.*, 2019).

De acordo com Manikandan *et al.* (2019), Anderson *et al.* (2017), Ran *et al.* (2020) e Gao *et al.* (2019), as fases presentes na microestrutura do Inconel 718 são as seguintes:

- Fase γ : Esta fase representa a matriz do Inconel 718; é uma matriz contínua, rica em níquel, com estrutura cúbica de face centrada (CFC). Geralmente, ela contém altas frações de soluto como Co, Cr, Fe e Mo em solução sólida;
- Fase γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$): Esta fase é formada por uma reação de Al e Ti com a matriz γ . Esses precipitados apresentam corpo esférico e sua estrutura cristalográfica é cúbica de face centrada (CFC). Este precipitado é dissolvido a partir de 900 °C, sendo seu crescimento controlado pelo tempo de envelhecimento. Outro fator importante é que a dureza dessa fase se deve diretamente à adição de C, Cr, Ti e Mo (SOUZA, 2018);
- Fase γ'' (Ni_3Nb): Esta fase se destaca das demais como sendo a principal no endurecimento do Inconel 718. Se trata aqui de uma fase com estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), coerente com a matriz γ . O crescimento deste precipitado é um fator determinante no controle das propriedades mecânicas a altas temperatura (SOUZA, 2018);

- Fase δ : Tem mesma composição da fase γ'' , no entanto, com estrutura cristalina ortorrômbico, sendo esta fase incoerente com a matriz. O controle do tamanho e morfologia desta fase apresenta importante efeito nas propriedades mecânicas do Inconel 718, em que amostras com partículas δ tem melhor ductilidade. Usualmente esta fase se precipita nos contornos de grão devido à concentração de Nb. Essa fase se dissolve a 1020 °C e sua morfologia pode ser controlada pelo tempo e temperatura do tratamento térmico (SOUZA, 2018).

A Figura 11 mostra algumas fases presentes no Inconel 718. Adicionalmente, essa liga apresenta outras fases, como carbonetos de nióbio (NbC) e nitretos de titânio (TiN) (SOUZA, 2018, *apud* REZENDE *et al.*, 2015).

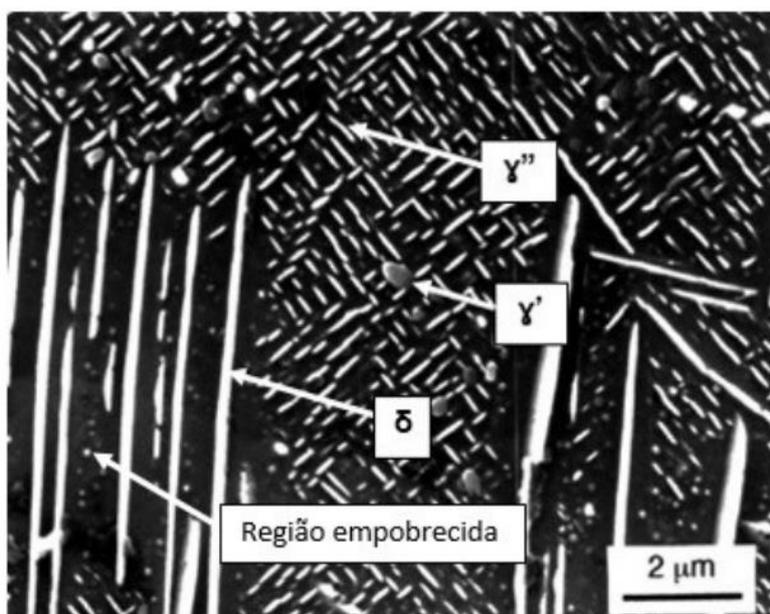


Figura 11: Micrografia feita em MEV que mostra as estruturas δ , γ' e γ'' (SOUZA, 2018).

O Inconel 718 é uma liga susceptível à fragilização por hidrogênio, o que pode afetar a vida útil do componente. A interação do hidrogênio com componentes microestruturais como os carbonetos, γ' , γ'' e a fase δ faz com que haja uma forte relação entre a FH e a microestrutura (REZENDE *et al.* 2015).

A literatura apresenta que partículas (Nb,Ti)CN agem como fortes e irreversíveis sítios de aprisionamento com alta energia. No entanto, as fases γ' , γ'' e δ são consideradas como sítios de aprisionamento fracos e reversíveis, o que promove uma grande influência na fragilização por hidrogênio (REZENDE *et al.* 2015).

2.3.2. Tratamento Térmico do Inconel 718

Para algumas ligas de níquel como o Inconel, o tratamento térmico utilizado é a solubilização seguido de envelhecimento. A solubilização é realizada em faixas de temperatura entre 950 °C e 1100 °C. Com isso, os precipitados inicialmente presentes na liga são solubilizados e seus elementos retornam a matriz da liga metálica.

No envelhecimento ou endurecimento por precipitação, o tratamento ocorre em temperaturas que permitam a difusão dos elementos dissolvidos na matriz de modo que se formam novos precipitados de forma controlada (SOUZA, 2018). Desse modo, se torna possível obter amplas faixas de dureza e resistência mecânica acima de 1000 MPa (ANDERSON *et al.*, 2016).

Os parâmetros do tratamento térmico do Inconel 718 são regidos pelas normas API 6ACRA (2015) e ASTM B637 (2015), as tabelas 2 e 3 apresentam os limites de escoamentos obtidos de acordo com o tratamento térmico sugerido pelas normas.

Tabela 2: Tratamento térmico de acordo com a norma ASTM B637 (2015).

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

Tabela 3: Tratamento térmico de acordo com a norma API 6A CRA (2015).

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

CAPÍTULO 3

3. METODOLOGIA

Neste capítulo são descritos os métodos experimentais e analíticos usados para avaliar a fragilização por hidrogênio pelo método do puncionamento esférico (*Small Punch Test* - SPT) em uma superliga de níquel, Inconel 718, submetida a diferentes tratamentos térmicos de endurecimento por precipitação.

A primeira etapa deste trabalho consiste em caracterizar as propriedades metalúrgicas, mecânicas e metalográficas do material. A segunda etapa consiste na realização dos ensaios de puncionamento e verificação das propriedades mecânicas em meio inerte (ao ar). Por fim, foram realizados os ensaios de puncionamento com as amostras carregadas com hidrogênio e obtidas as relações matemáticas para análise e verificação do efeito da FH no material.

3.1. Caracterização microestrutural do Inconel 718

O material foi recebido em forma de barras laminadas e tratadas termicamente nas condições indicadas na tabela a seguir. Na Tabela 4 apresentam-se os parâmetros de temperatura e tempo de solubilização e envelhecimento do tratamento térmico indicados nas normas API e ASTM, assim como a identificação de cada barra. As barras possuíam dimensões aproximadas de 50 x 50 x 100 mm³, como mostrado na Figura 12.

Tabela 4: Parâmetros de tratamento térmico.

Identificação	Solubilização	Envelhecimento
ASTM	950 °C / 2 h	720 °C/8 h + 620 °C / 8 h
API(1000)	1000 °C / 2 h	780 °C / 8 h
API(960)	960 °C / 2 h	780 °C / 8 h



Figura 12: Barra de Inconel 718.

3.1.1. Análise da composição química

A análise de composição química do material foi realizada por meio de um espectrômetro de emissão óptica por descarga luminescente da fabricante LECO, modelo GDS 500, com resolução de 0,001 % em peso. O resultado foi comparado com a norma de especificação para esse material ASTM B637 (ASTM, 2018).

3.1.2. Medição de dureza

A verificação da dureza foi realizada com um durômetro Stiefelmayer-Reicherter, modelo KL-4. Para tanto, foram realizadas identações Vickers, com carga de 10 kgf e tempo de 15 segundos de aplicação da carga máxima, conforme as determinações da norma ASMT E92 (ASTM, 2017). Esse equipamento também tem a capacidade de realizar conversões de dureza Vickers (HV10) para Rockwell C (HRC), seguindo a norma ISO 18265 (ISO, 2013), com resolução de 0,1 HRC.

3.1.3. Análise Metalográfica

As análises microestruturais do Inconel 718 foram realizadas utilizando microscopia eletrônica de varredura. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – Field Emission Gun) da marca Zeiss, modelo Supra 40, equipado com espectroscopia de energia dispersiva de raios-

X (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy – EDS), a fim de caracterizar as fases presentes.

Para analisar cada material foi retirado um corpo de prova retangular da seção transversal do comprimento da barra que, em seguida, foi lixado em com lixa SiC de 220, 600 e 1200 *mesh*; polido utilizando pasta de diamante com granulometria média de 9, 6, 3 e 1 μm , em uma politriz Arotec VV. Para análise de microscopia ótica, as amostras foram polidas até sílica coloidal 0,05 μm e atacadas com Marble por aproximadamente 5 segundos.

Para análise no MEV e EDS, as amostras foram atacadas com reagente metalográfico Marble por aproximadamente 5 segundos.

.Esse procedimento teve como objetivo verificar a microestrutura do Inconel 718 de forma a analisar qualitativamente as inclusões e fases presente na estrutura do material.

3.1.4. Determinação das propriedades mecânicas do Inconel 718

As propriedades mecânicas do Inconel 718, como o limite de escoamento, o limite de resistência, o módulo de elasticidade e alongamento foram determinados por meio de ensaios de tração, executados em conformidade com a norma ASTM E8/E8M (ASTM, 2018). Para tanto, foi utilizada uma máquina de ensaio de tração universal, da fabricante Instron®, modelo 8801, com faixa nominal de ± 100 kN, mostrada na Figura 13.



Figura 13: Equipamento para realização do ensaio de tração.

Na fabricação dos corpos de prova para tração, foram retiradas barras cilíndricas a meio-raio (Figura 14), com 10 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento dos tarugos por uma máquina de eletroerosão da marca AgieCharmiles, modelo FW2U. Após a usinagem por eletroerosão as barras foram levadas ao torno CNC da fabricante ROMI, modelo GL 240 M, para passar pela etapa final de usinagem e atingir os parâmetros dimensionais desejados, como mostrado na Figura 15.



Figura 14: Posição a meio raio de onde foram retiradas as amostras.

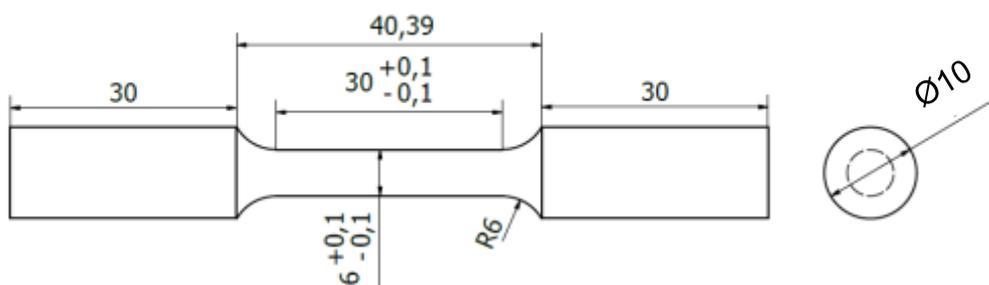


Figura 15: Geometria e dimensões do corpo de prova de tração.

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura de 22 °C e com uma taxa de carregamento igual a 1 mm/min até 3 % de deformação, e 2 mm/min para o restante do ensaio. A deformação do corpo de prova na região elástica foi medida utilizando um extensômetro eletromecânico axial da marca Instron®, modelo 2620-601, com faixa nominal de ± 5 mm e resolução de 0,01 μm . Em seguida, o extensômetro eletromecânico foi removido e a deformação continuou sendo medida pelo LVDT integrado no equipamento até a ruptura do corpo de prova. O limite de escoamento, o módulo de elasticidade, o limite de resistência à tração e o alongamento foram obtidos por meio da curva tensão-deformação resultante dos ensaios.

3.2. Fabricação das amostras para o ensaio de puncionamento

Para fabricação dos corpos de prova para o SPT, foi usada a seção maior do corpo de prova do ensaio de tração, cortando por método de eletroerosão os discos ao longo da amostra com espessura de 0,4 mm, esse processo de usinagem foi realizado pelo mesmo equipamento citado anteriormente. A escolha desse método se deve à pouca perda de material durante o corte, o que permite um maior aproveitamento da amostra.

Após o processo de usinagem as amostras foram lixadas com uma lixa de mesh 320 até atingir a espessura de 0,360 mm e, posteriormente, lixadas com uma lixa de mesh 1200 até atingir a espessura final de 0,35 mm. A Figura 16 apresenta as amostras acabadas.

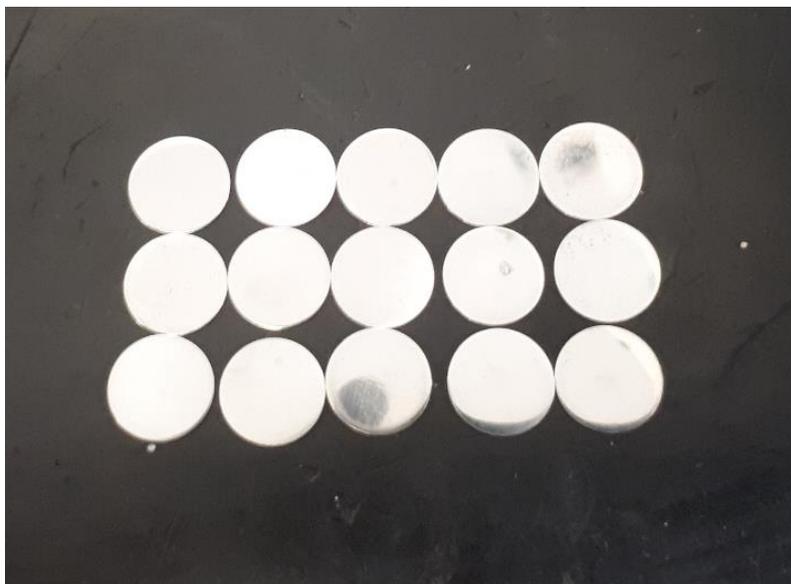


Figura 16: Amostras para ensaio de puncionamento.

3.3. Desenvolvimento da metodologia do ensaio SPT

A metodologia desenvolvida para a determinação das propriedades mecânicas tem como base os trabalhos de Almeida (2017), Leclerc *et al.* (2021) e García *et al.* (2014). Para a avaliação dos efeitos do hidrogênio nas propriedades químicas foram seguidos modelos como os dos trabalhos de Anderson *et al.* (2016), Rezende *et al.* (2015) e Lu *et al.* (2019).

Os ensaios SPT foram realizados de forma a ter como variável a condição de hidrogenação da amostra, a velocidade de deslocamento do ensaio e o tratamento térmico do material. Para tanto, foi feito um planejamento

experimental do tipo fatorial (3x3x2) para cada material, com 3 níveis as variáveis de material e meio e 2 níveis de velocidade, permitindo assim verificar o efeito da velocidade e da condição de hidrogenação para cada tratamento térmico. A Tabela 5 apresenta a matriz de planejamento.

Para a realização dos ensaios foi definido que se usariam duas velocidades de avanço para o punção, sendo essas velocidades definidas de acordo com a capacidade do equipamento utilizado para os experimentos. Assim, foram selecionadas as velocidades 1 mm/min e 0,01 m/min.

A norma ASTM E3105 determina que para ensaios ao ar o ideal é velocidades entre 0,5 e 2 mm/min. Sendo assim, escolheram-se uma velocidade dentro desse intervalo e outra 100 vezes menor para verificar a influência desse parâmetro, visto que a velocidade influencia nos resultados das amostras com hidrogênio

Para os ensaios em que as peças foram fragilizadas em meio ácido (H_2SO_4) foi aplicada a menor velocidade, além de poder se verificar o possível efeito da movimentação do hidrogênio retido no interior do material.

Tabela 5: Níveis da matriz de ensaio.

Fator A		Fator B		Fator C	
Material	Nível	Cond. Hidrogenação	Nível	Vel. de Ensaio (mm/min)	Nível
ASTM	1	Sem H	1	1	1
API(1000)	0	NaCl	0	0,01	-1
API(960)	-1	H_2SO_4	-1	-	-

Tabela 6: Matriz de ensaios.

Modelo	Fator A	Fator B	Fator C
1	1	1	1
2	1	1	-1
3	1	0	1
4	1	0	-1
5	1	-1	-1
6	0	1	1
7	0	1	-1
8	0	0	1
9	0	0	-1
10	0	-1	-1
11	-1	1	1
12	-1	1	-1
13	-1	0	1
14	-1	0	-1
15	-1	-1	-1

3.4. Carregamento de H *ex-situ* dos corpos de prova

Foram utilizadas as seguintes condições de carregamento *ex-situ*, ou seja, realizou-se o carregamento com hidrogênio das amostras e, em seguida, realizou-se o ensaio:

- I) Solução de NaCl 3,5 % sob potencial catódico de -1,1 V durante 5 dias;
- II) Solução de 0,5 mol de H₂SO₄ com envenenador a concentração de 1 g/L de Tioureia, aplicando uma densidade de corrente de 20 mA/cm² por 12 horas.

3.5. Ensaio SPT

Os ensaios de SPT foram realizados em um instrumento de puncionamento instrumentado do LTAD, mostrado na Figura 17. O porta-amostra consiste na montagem dos seguintes componentes: suporte inferior que fornece toda a estrutura e estabilidade para montagem das matrizes, a matriz

inferior que apresenta um pequeno furo no centro, a matriz superior que tem função de fixar a amostra e posicionar a esfera, a porca superior que tem função de aplicar a carga necessária para a fixação da amostra entre as matrizes e, por fim, o punção que comprime a esfera contra a amostra. As figuras 18 e 19 apresentam a sequência de montagem e sistema montado respectivamente.



Figura 17: Componentes do dispositivo de puncionamento.



Figura 18: Equipamento de puncionamento.

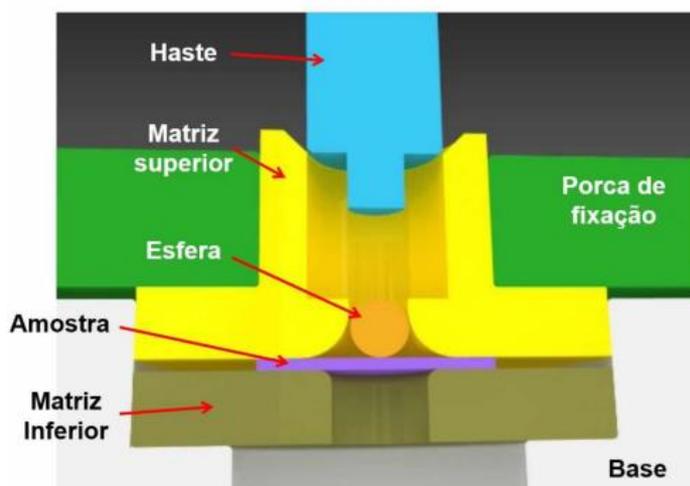


Figura 19: Modelo de região do ensaio (ALMEIDA, 2017).

O ensaio inicia com uma aproximação rápida da punção em direção à amostra, até que o LVDT entre em contato com a superfície de referência (superfície da porca de aperto). A partir do momento em que é detectado o toque pelos LVDT's, a velocidade é reduzida para que não ocorra colisão entre a punção e a esfera. Nesse momento, o sistema passa a verificar a indicação de força que foi configurado para considerar que há um contato efetivo assim que a força atinge 25 N. Alcançada essa condição, a velocidade é reduzida novamente, agora para a velocidade de ensaio e o sistema inicia a coleta dos dados de Força e Deslocamento, tendo como critério de parada uma redução na força de 150 N. Alguns corpos de prova foram levados ao MEV a fim de verificar modelo de fratura que cada condição produziu.

Para a análise da influência das variáveis utilizadas foi utilizado a metodologia de análise de variância (ANOVA) para verificar o quanto significativo elas representam, ou seja, essa metodologia ajuda verificar se realmente as variações nos resultados tem relação direta com a variação dos parâmetros de entrada. Para realizar essas análises estatísticas foi utilizado o *software* Statistica®.

3.6. Software para análise das curvas SPT

Para esse trabalho um *software* foi desenvolvido com o objetivo de deixar o processo mais dinâmico e simples de fazer as análises e tratar os dados fornecidos pelas curvas SPT.

Esse *software* foi feito em código aberto usando a linguagem programação Python . Para sua operação basta entrar com a informação do local virtual onde se encontram as informações da curva fornecida pelo equipamento SPT com o algoritmo retornando como resultado as informações de Força máxima, deslocamento máximo, as forças de Escoamento pelos critérios $t/10$, $t/100$, CEM e MAO e a área abaixo do gráfico, que representa a energia (N.mm).

O uso do *software* permitiu realizar o tratamento dos dados e compará-los de forma mais simples e em maior volume. A Figura 20 apresenta a *main frame* do programa.

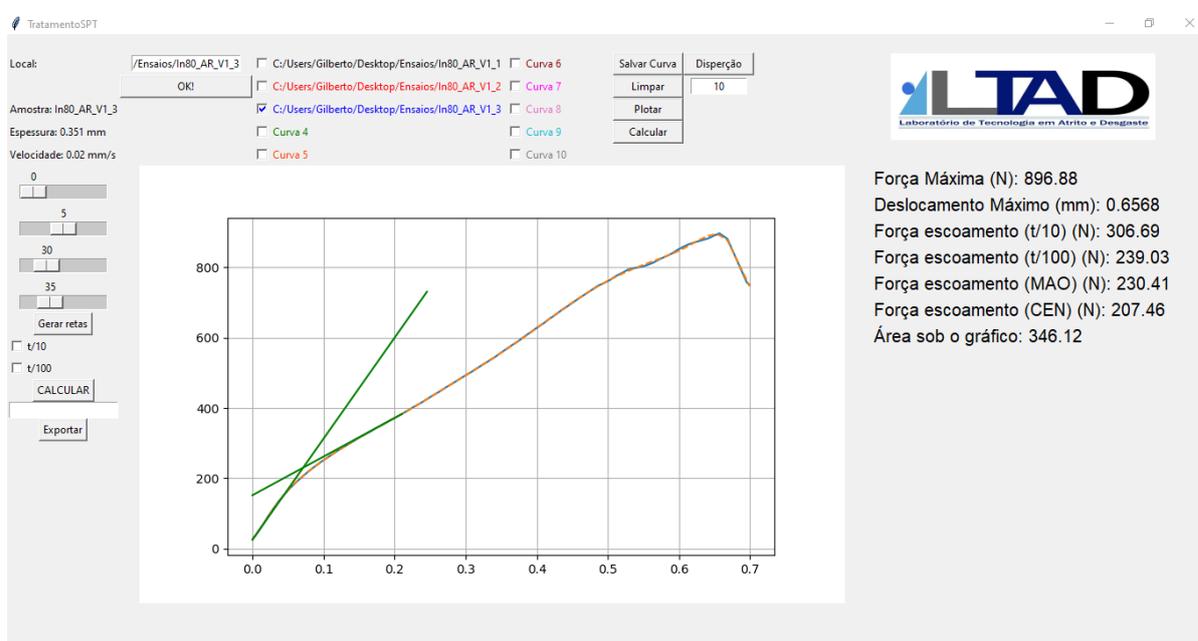


Figura 20: *Software* de tratamento dados SPT.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4. Resultados da caracterização do material

4.1. Análise da composição química

A Tabela 7 apresenta os valores de composição química do Inconel 718® (UNS N07718). De acordo com o resultado obtido concluiu-se que os resultados da análise atendem às especificações da norma ASTM B637 (ASTM, 2015).

Tabela 7: Comparação do resultado de composição química com a norma ASTM B637, 2015 (% em peso, valores únicos representam limite máximo).

Elemento	ASTM B637.8621 (2015)	Média (% peso)	Desv. Padrão (% peso)
C	0,08	0,020	0,001
Mn	0,35	0,061	0,001
Si	0,35	0,102	0,001
P	0,015	0,005	0,001
S	0,015	0,001	0,001
Cr	17-21	17,6	0,1
Co	1	0,350	0,001
Mo	2,8 – 3,30	3,281	0,012
Nb	4,75 – 5,50	5,07	0,01
Ti	0,65 – 1,15	1,03	0,01
Al	0,20 – 0,80	0,579	0,003
B	0,006	0,002	0,001
Fe		19,4	0,1
Cu	0,30	0,066	0,001
Ni	50,0 – 55,0	52,0	0,1

4.2. Resultado da análise metalográfica via MEV e EDS

A análise da microestrutura via microscopia eletrônica de varredura mostrou microestruturas semelhantes, como era de se esperar, de acordo com os tratamentos térmicos executados. Esses tratamentos térmicos foram

executados de tal forma a se ter uma variação da morfologia no desenvolvimento da fase δ . A Figura 21 mostra a microestrutura de cada amostra comparando na ordem que apresenta fase δ mais contínuas e espessas.

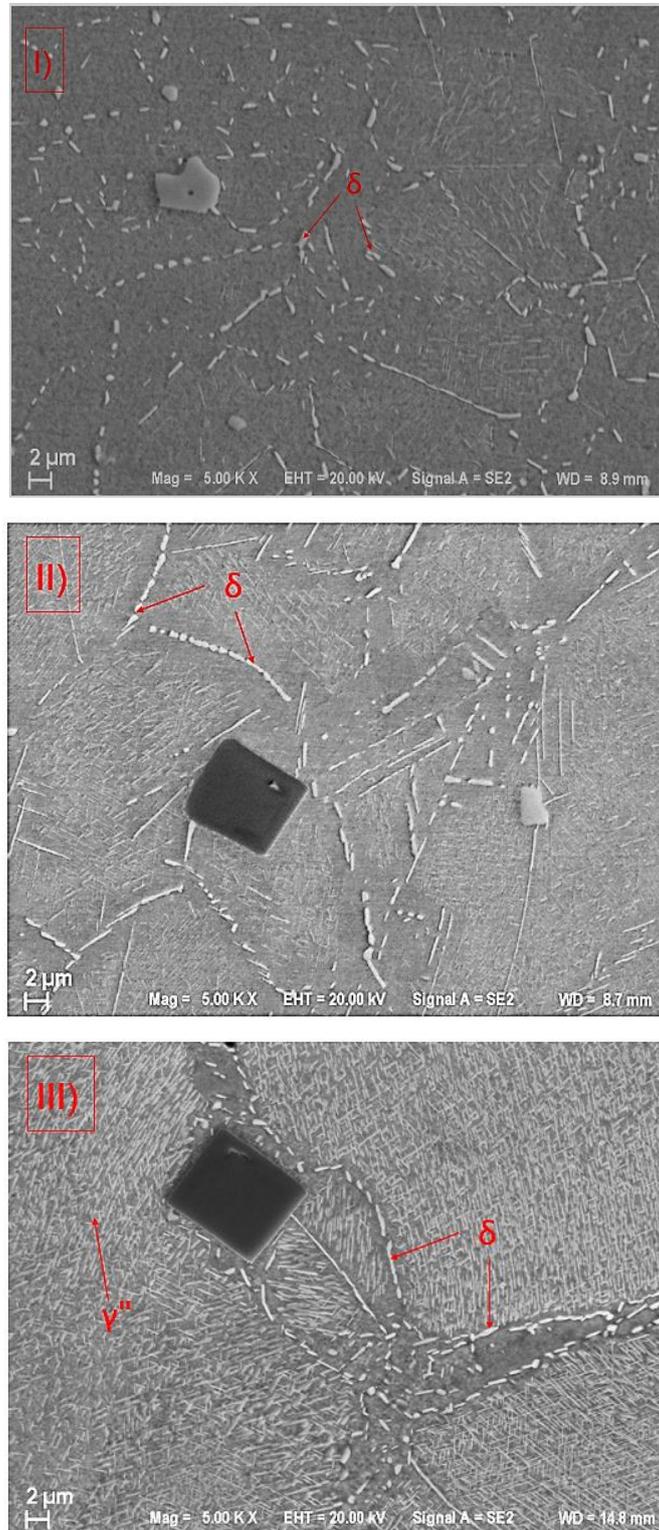


Figura 21: I) Amostra API(1000); II) Amostra API(960); III) Amostra ASTM.

Como mostrado na Figura 21, o desenvolvimento da fase δ pode ser observado na microestrutura. A microestrutura da amostra API(1000) que passou por tratamento térmico com maior temperatura de solubilização e mesmo tempo de envelhecimento da amostra API(960), não apresentou uma fase δ bem definida, ou seja, a fase se mostra segmentada e dispersa, visto que provavelmente houve uma maior solubilização dos microconstituintes nessa etapa do tratamento térmico. A Figura 21 I) mostra também que a fase δ se apresenta mais dispersa em comparação com a das demais condições de tratamento térmico. A amostra API(960) teve o mesmo tempo de envelhecimento que o API(1000), contudo a temperatura de solubilização foi menor, permitindo uma menor solubilização da fase δ já existente. Com isso, notam-se linhas mais contínuas e mais desenvolvidas que o observado na API(1000).

A amostra ASTM foi a que teve o tratamento térmico mais longo, com dois ciclos de envelhecimento de 8 horas. Como resultado, essa amostra apresenta uma fase δ e fase γ bem desenvolvidas, com ambas as fases apresentando estruturas mais espessas e contínuas.

Para verificar a composição das fases encontradas nas microestruturas foi realizada análise de composição química em microrregiões, EDS, de cada fase.

A Figura 22, apresenta os pontos onde foi realizado a espectrografia das fases na amostra ASTM, sendo o ponto 1 um precipitado de (Nb,Ti)CN e o ponto 2 a fase δ com as Figura 23 e Figura 24 apresentam o espectro que indica a proporção da composição química de cada ponto analisado.

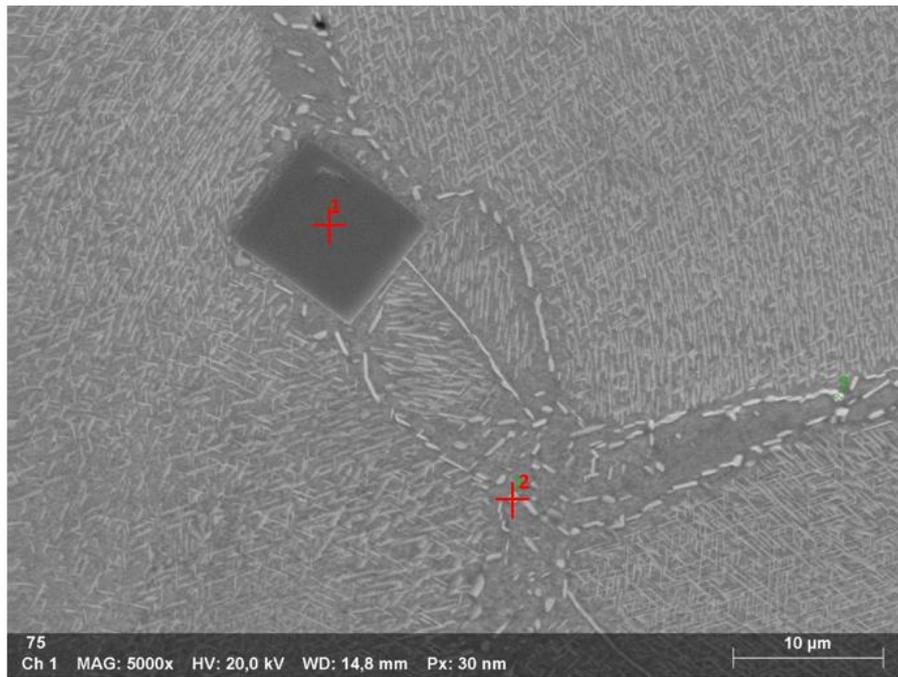


Figura 22: Pontos que foram realizadas as análises de EDS. (1-Precipitado; 2 – Fase δ)

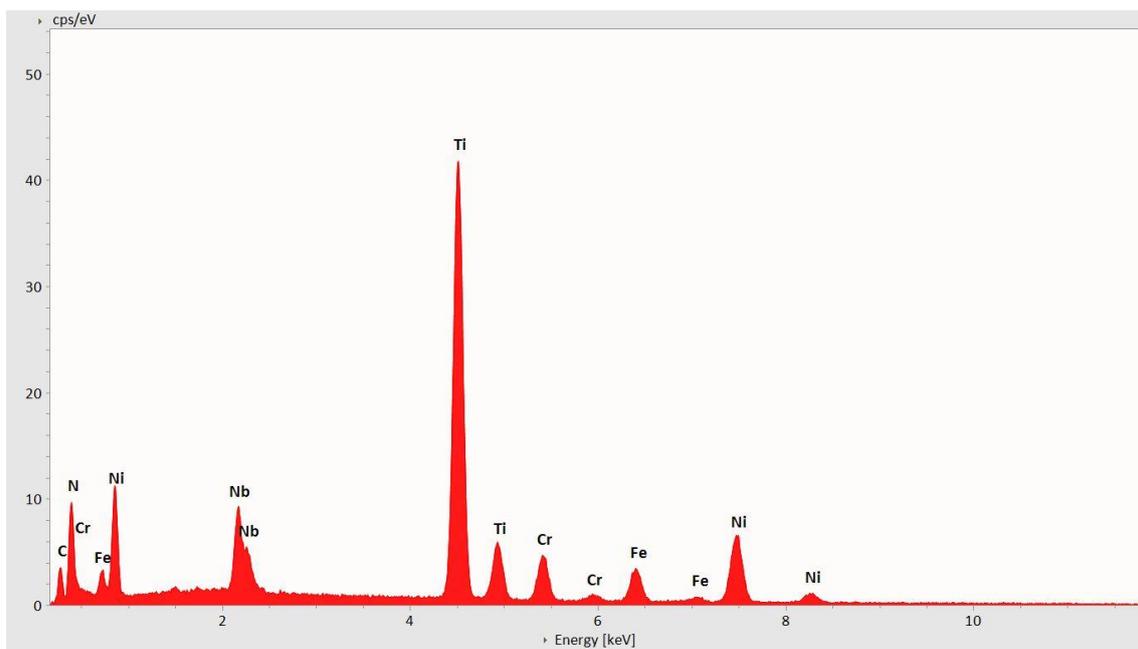


Figura 23: Espectro do precipitado (Ponto 1).

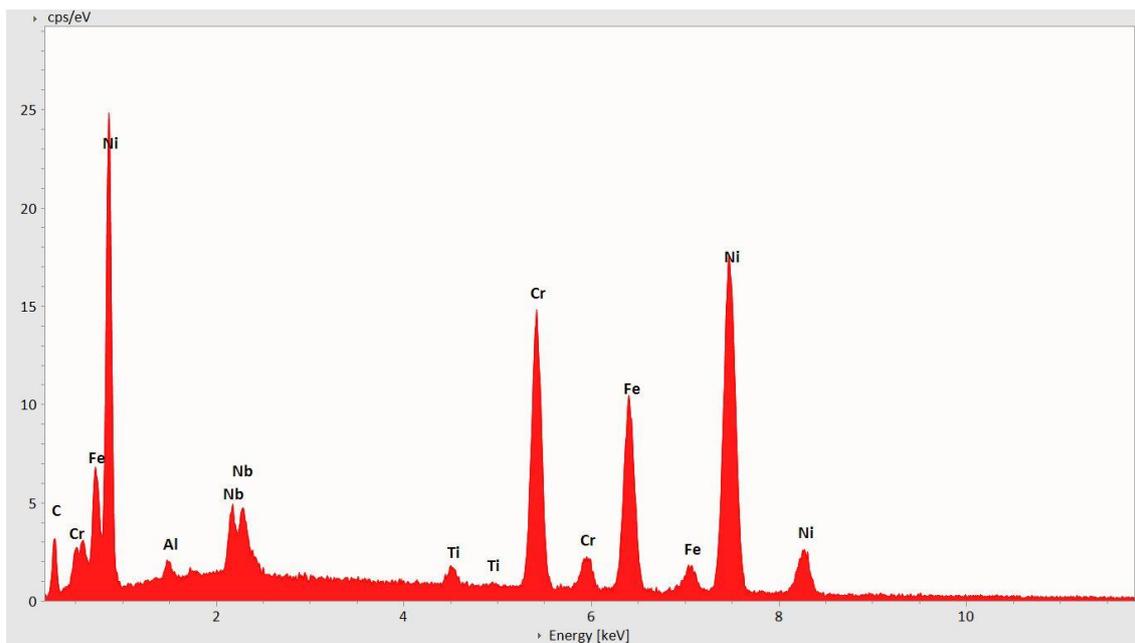


Figura 24: Espectro da fase δ (Ponto 2).

4.3. Ensaios de tração para determinar propriedades mecânicas

Foram produzidos 9 corpos de prova de seção circular para serem ensaiados, sendo 3 ensaios para cada tratamento térmico Tabela 8 e a Figura 25 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 8: Resultado do ensaio de tração das amostras de Inconel 718.

Material	ASTM		API(1000)		API(960)	
	\bar{x}	S	\bar{x}	s	\bar{x}	s
Limite de Escoamento (MPa)	890,8	29,1	927,2	8,7	1106,6	13,6
Limite de Resistência à Tração (MPa)	1244,9	13,1	1262,6	5,1	1399,7	3,8
Alongamento (%)	19,45	0,96	27,90	0,26	14,31	0,76

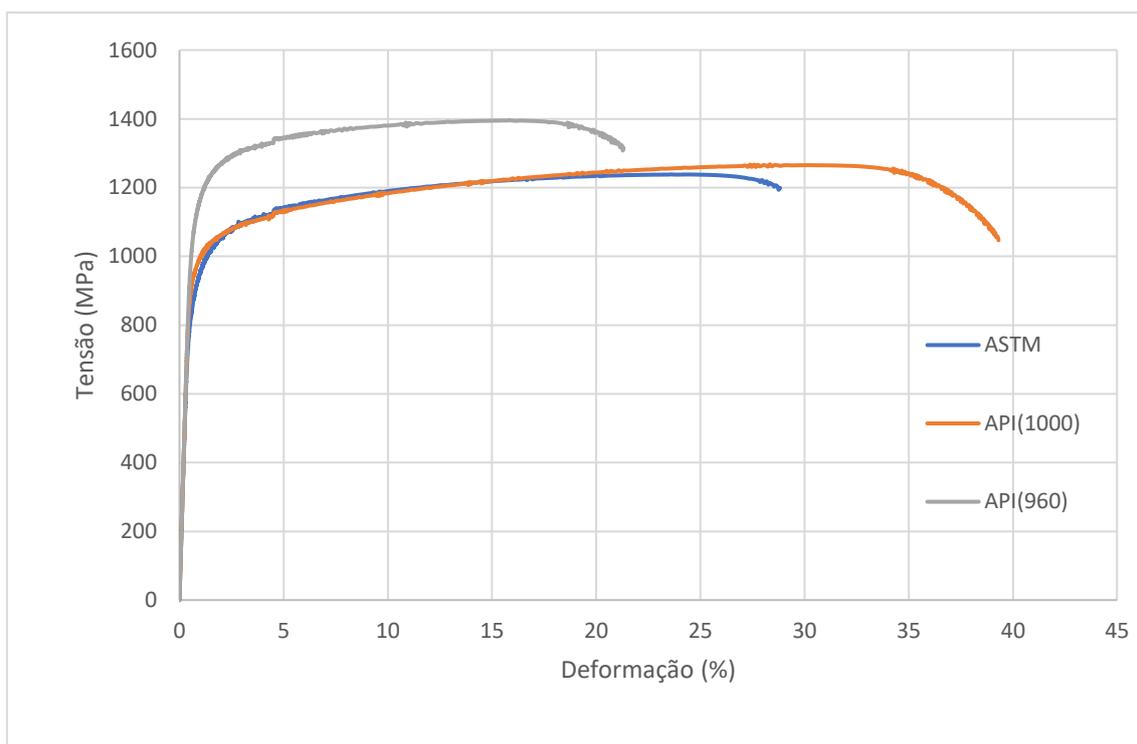


Figura 25: Curvas dos ensaios de tração do Inconel 718.

Pelos dados obtidos observou que o alongamento foi maior no corpo de prova da amostra API(1000), sendo este material o que apresentam a fase δ menos desenvolvida. O maior alongamento se deve à menor quantidade de fase δ , que se forma principalmente nos contornos de grão e que é incoerente com a matriz metálica. Isso afeta significativamente as propriedades mecânicas do material (GAO et al., 2019).

4.4. Ensaio de dureza no material

Os resultados dos ensaios de dureza foram realizados usando uma carga de 10 kgf (HV10) em regiões distintas do perfil da amostra. Os valores são mostrados na tabela a seguir. É possível observar que a amostra API(960) apresenta um maior valor de dureza, enquanto as amostras ASTM e API(1000) apresentam valores semelhantes. Esse fato corrobora os resultados dos ensaios de tração, mostrando que a amostra API(960) é a de mais alta resistência e, sendo assim, é esperado que a mesma tenha uma maior susceptibilidade a fragilização por hidrogênio.

Tabela 9: Resultado da mediação de dureza das amostras de Inconel 718.

Amostra	Média (HV10)	Desv. Padrão
ASTM	417	± 13
API(1000)	404	± 17
API(960)	466	± 9

Para verificar a homogeneidade do perfil das amostras recebidas foi realizado o mapa de dureza das amostras, que é mostrado pelas Figuras 26, 27 e 28. Esse ensaio mostrou a importância de retirar os corpos de prova a meio raio da barra, a fim de evitar uma diferença de propriedades decorrentes do processamento termomecânico das barras.

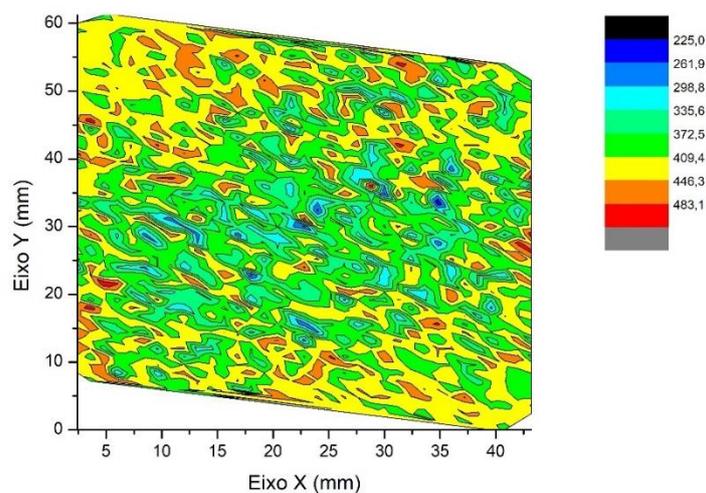


Figura 26: Mapa de dureza da amostra ASTM.

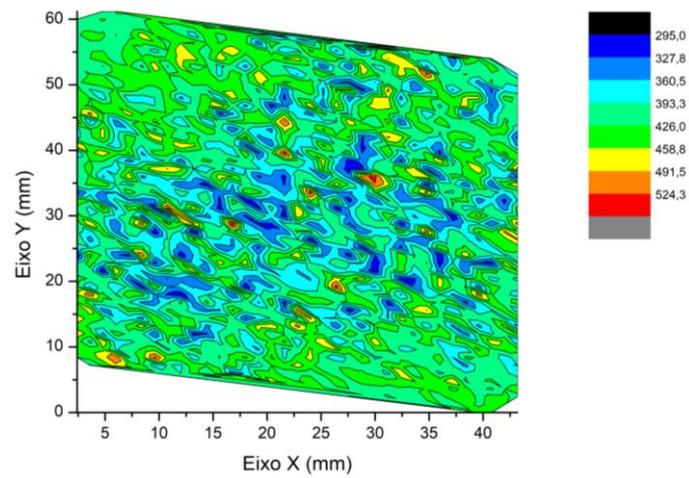


Figura 27: Mapa de dureza da amostra API(1000).

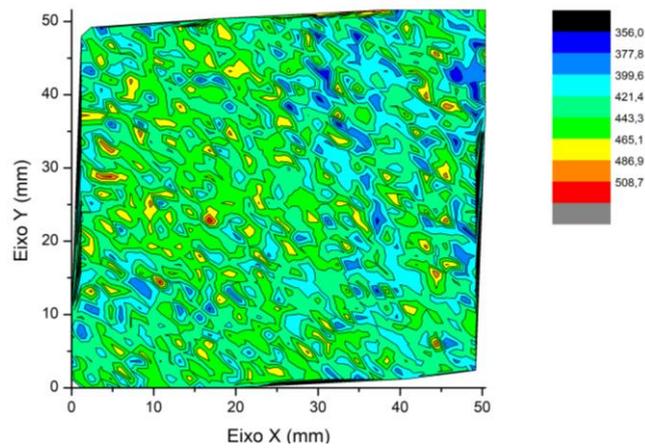


Figura 28: Mapa de dureza da amostra API(960).

4.5. Microscopia ótica

A microestrutura foi revelada usando o reagente Marble. A Figura 29 mostra a microestrutura da amostra ASTM.

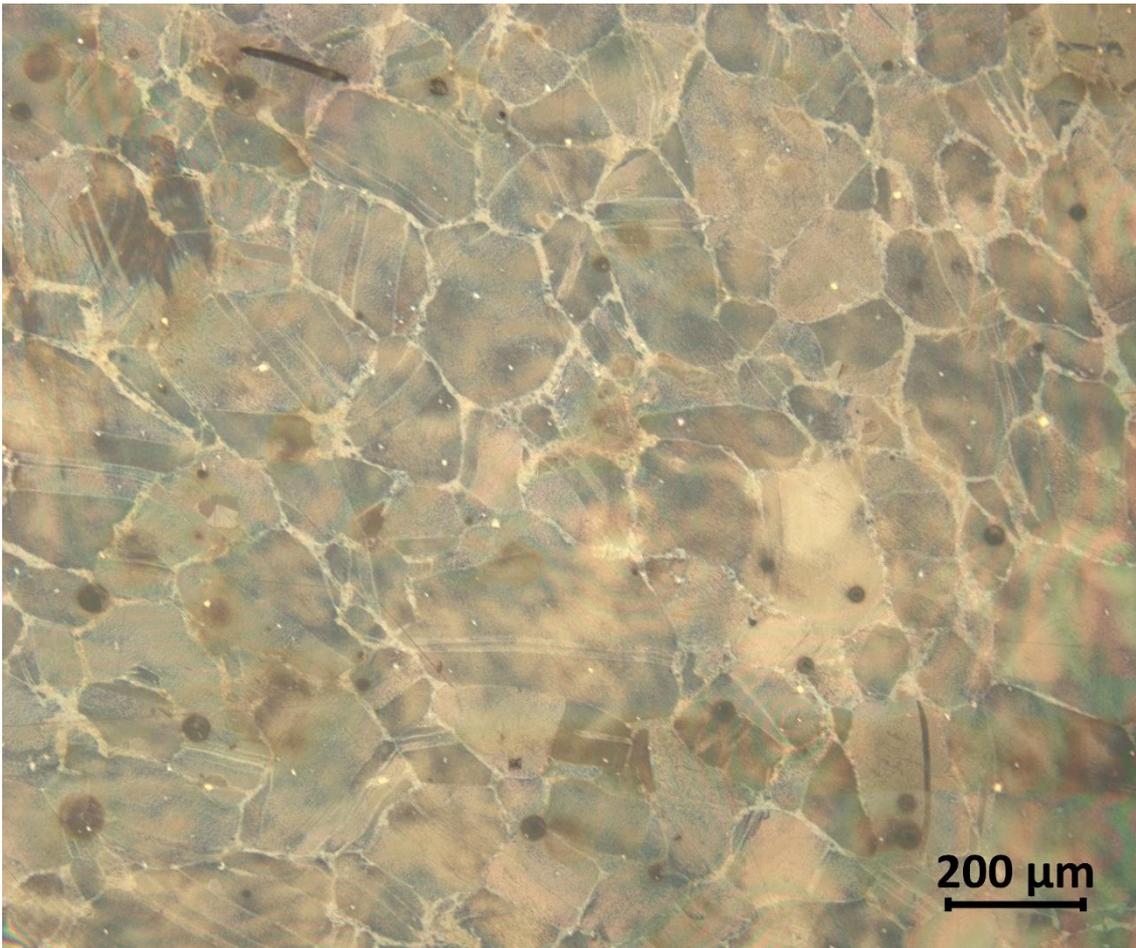


Figura 29: Microscopia ótica da amostra ASTM.

4.6. Ensaio de Puncionamento esférico

O ensaio de puncionamento esférico foi realizado variando a velocidade de puncionamento e o meio em que a amostra foi hidrogenada. Esse modelo permitiu verificar o comportamento do Inconel 718 em diferentes condições de ensaio.

4.6.1. Determinação de propriedades mecânicas

Para determinar o LRT pelo SPT foi aplicado as constantes utilizadas para aços, pelo fato das constantes apresentadas na literatura para ligas apresentar erros superior a 20 %.

Tabela 10: Limite de Resistencia a tração calculada pelo SPT para amostras não carregadas com hidrogênio.

Material	Ensaio Tração	SPT	Erro (%)
ASTM	1244,9 MPa	1114,5 MPa	10,5
API(1000)	1262,4 MPa	1134,7 MPa	10,1
API(960)	1399,7 MPa	1194,3 MPa	14,7

Foi calculada a propriedade de limite de resistência, visto que, como comentado anteriormente, a determinação da força de escoamento ainda é bastante discutida. Os erros encontrados em relação aos resultados de tração foram de no máximo de 15%, como mostrado na Tabela 10. Porém, os coeficientes α''_1 e α''_2 da equação 4 usado foi determinado por meio de ensaios em aço carbono. Dessa forma, para uma determinação mais exata das propriedades utilizando SPT, uma maior quantidade de materiais semelhantes ao Inconel deveriam ser ensaiados, a fim de minimizar os erros. Devido aos erros, os parâmetros a serem comparados nas etapas seguintes serão em relação à força máxima (Pm) e ao deslocamento nesse ponto.

4.6.2. Efeito da velocidade de puncionamento

Inicialmente, foram realizados os ensaios de puncionamento esférico aplicando diferentes velocidade de puncionamento. Com isso, foi possível verificar o efeito da velocidade nas diferentes condições de tratamento térmico e se a presença de hidrogênio influência na resistência à tração.

Para analisar os efeitos da velocidade foi realizado o ensaio a diferentes velocidades e mantendo as condições do material ensaiado, ou seja, foi realizado ensaio com materiais sem carregamento com hidrogênio e com carregamento. Com isso pôde-se avaliar o efeito da velocidade nas diferentes condições. As Figuras de 30 a 35 apresentam as curvas Força (N) por deslocamento (μm) obtidas.

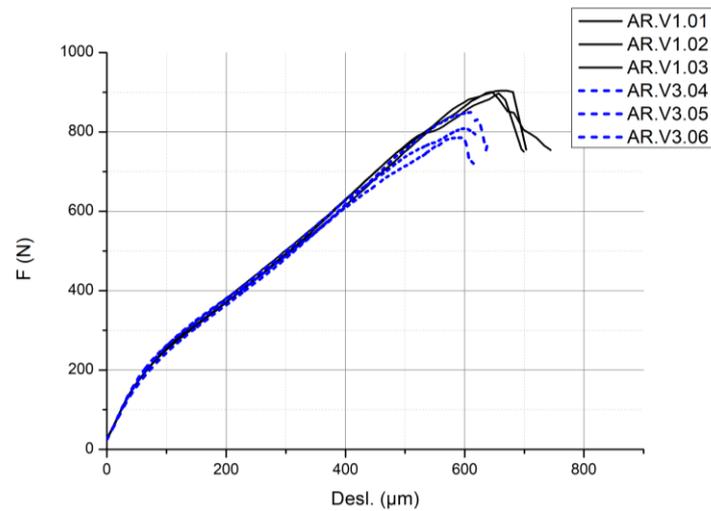


Figura 30: Curva de punção da amostra ASTM sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

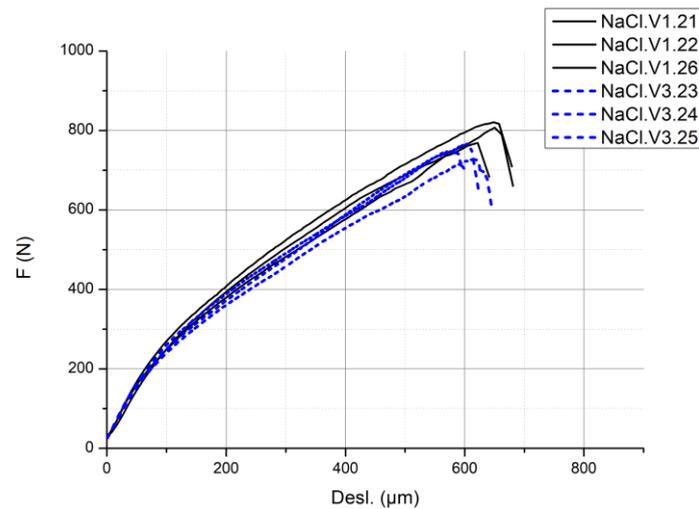


Figura 31: Curva de punção da amostra ASTM que foi carregada com H por 5 dias em NaCl a $-1,1 \text{ V}$ e ensaiada a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

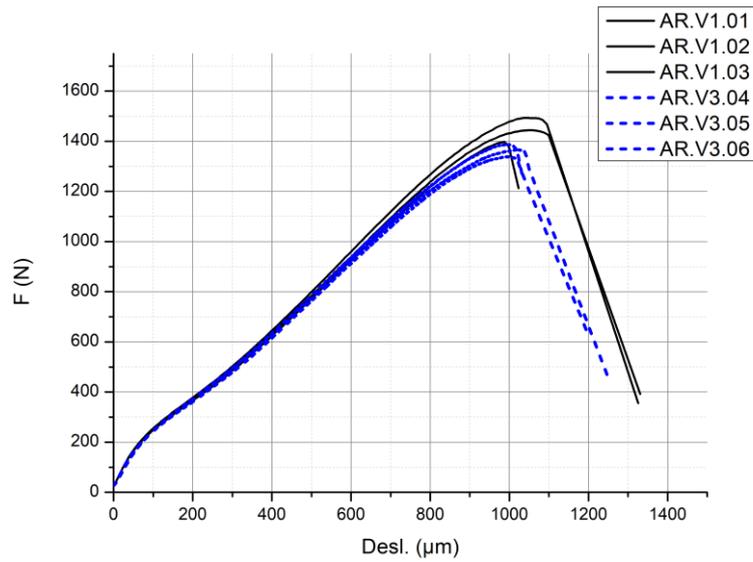


Figura 32: Curvas punção da amostra API(1000) sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

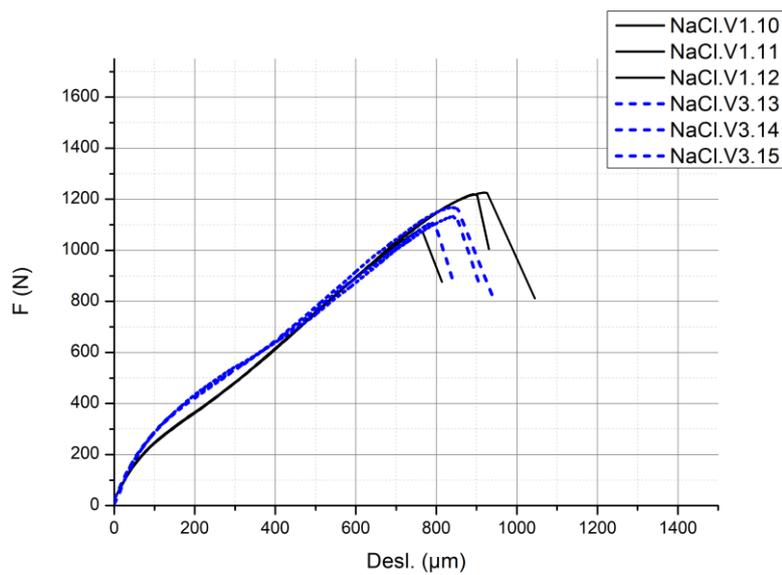


Figura 33: Curvas punção da amostra API(1000) que foi carregada com H por 5 dias à $1,1 \text{ V}$ e ensaiado a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

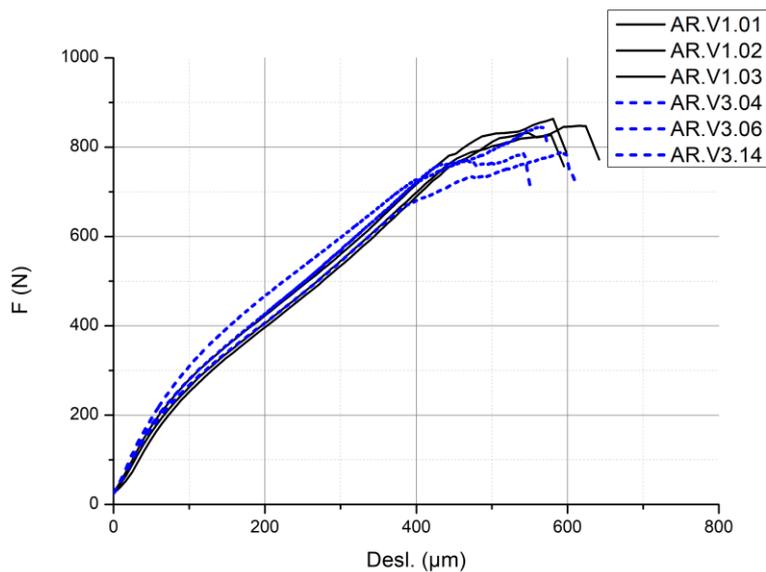


Figura 34: Curva de puncionamento da amostra API(960) sem carregamento de H a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

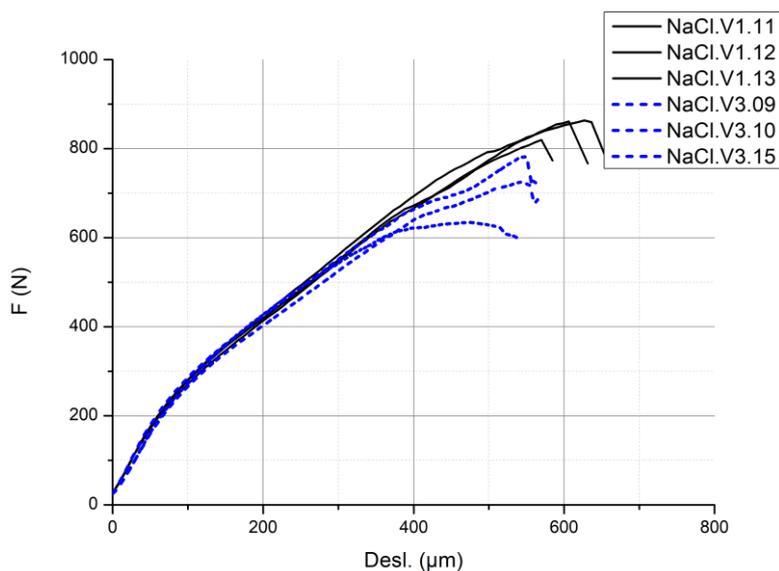


Figura 35: Curvas puncionamento da amostra API(960) que foi carregada com H por 5 dias à - 1,1 V e ensaiado a diferentes velocidades ($V1 = 1 \text{ mm/min}$ e $V3 = 0,01 \text{ mm/min}$).

Os gráficos das Figura 30 a 35 apresentam a mesma característica, onde os ensaios realizados com velocidade de puncionamento de 1 mm/min e a $0,01 \text{ mm/min}$ não apresentam agrupamentos muito distintos. Por esse motivo é possível afirmar que a velocidade nessas condições não foi um fator que provocou diferenças de resultado.

As Tabelas 11 e 12 apresentam as relações empíricas Pm/t^2 e $Pm/(dm*t)$ que são os dois métodos mais aplicados na literatura para relacionar com o limite de resistência à tração usando o método de puncionamento.

Tabela 11: Comparação dos resultados médios das curvas de puncionamento realizadas em amostras sem carregamento de H (AR) com diferentes velocidades.

Amostra	Velocidade (mm/min)	Pm/t^2 [N/mm ²]		$Pm/(dm*t)$ [N/mm]	
		Média	D. Padrão	Média	D. Padrão
ASTM	1	7255,5	35,8	3887,2	77,8
ASTM	0,01	6492,5	226,3	3843,3	76,7
API(1000)	1	11505	254,9	3956,5	101,4
API(1000)	0,01	10965	147,0	3855,1	91,6
API(960)	1	6892,2	58,3	4166,2	203,4
API(960)	0,01	6619,2	171,6	4086,9	243,8

Tabela 12: Comparação dos resultados médios das curvas de puncionamento realizadas em amostras com carregamento de H em NaCl, com diferentes velocidades.

Amostra	Velocidade (mm/min)	Pm/t^2 [N/mm ²]		$Pm/(dm*t)$ [N/mm ²]	
		Média	D. Padrão	Média	D. Padrão
ASTM	1	6433,8	200,56	3539,2	32,5
ASTM	0,01	6009,9	106,35	3541,2	169,5
API(1000)	1	9582	555,2	3929,4	152,2
API(1000)	0,01	9274,9	305,03	3943,5	37,8
API(960)	1	6935,3	154,09	4038,1	114,4
API(960)	0,01	5715,6	561,82	3884,2	132,2

A tabela 11 apresenta os valores encontrado variando a velocidade na condição sem hidrogênio e a tabela 12 a variação da velocidade com os materiais que forma hidrogenados em solução de NaCl. Como mostrado, os

valores de resistência à tração tendem a ser menores para os materiais que forma submetidos a uma menor velocidade de puncionamento. Contudo, não é uma redução significativa como mostrado pela análise de variância ANOVA no item 4.7.

4.6.3. Efeito do Hidrogênio nos ensaios de Puncionamento

Para determinar os efeitos do hidrogênio no material, foi seguido a metodologia de planejamento fatorial, que como já explicado anteriormente tem o fundamento a realização de testes variando apenas uma única entrada por vez até que tem se realizado todas as combinações possíveis.

Seguindo a metodologia descrita, foi variado o meio e a velocidade para verificar o efeito que o hidrogênio produz no Inconel 718 com diferentes tratamentos térmicos a diferentes velocidades de puncionamento.

Para tanto, foram realizados os ensaios de puncionamento nos 3 diferentes materiais com 2 condições de velocidade (1mm/min e 0,01 mm/min) e 3 condições de carregamento de Hidrogênio sendo o material sem hidrogênio (AR), carregado durante 5 dias com potência catódico de -1,1 V. Outra condição de hidrogenação aplicada foi em solução de H₂SO₄ com envenenador (1 g/l de Tioureia) com controle de corrente -20 mA/cm² durante 12 horas, sendo essa uma condição mais agressiva para verificar se haveria uma escalada no efeito do hidrogênio no material.

As Figuras 36 e 37 apresentam as curvas de Força por deslocamento dos testes realizados no material ASTM.

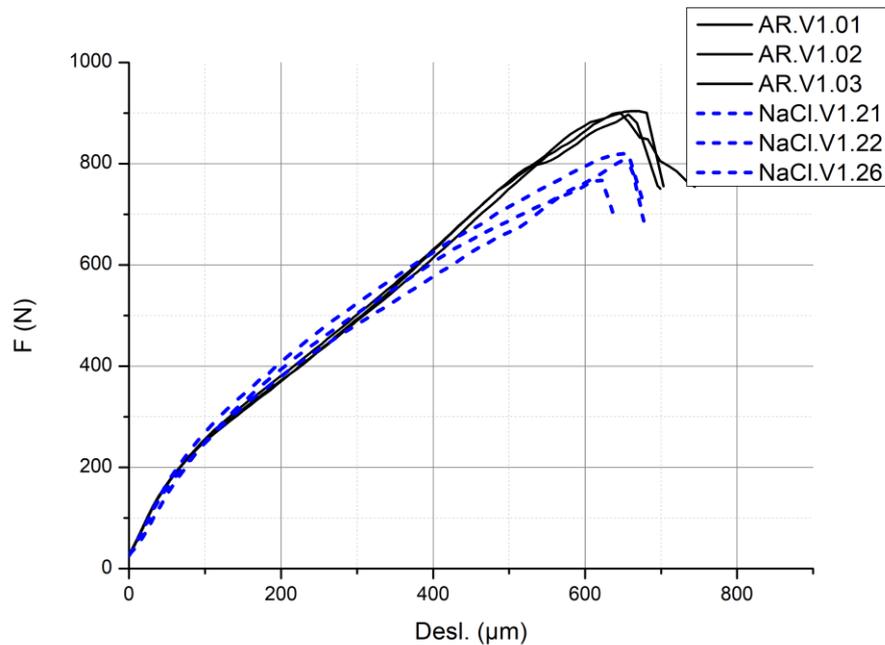


Figura 36: Curvas de punção das amostras ASTM a velocidade 1 mm/min (V1) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl).

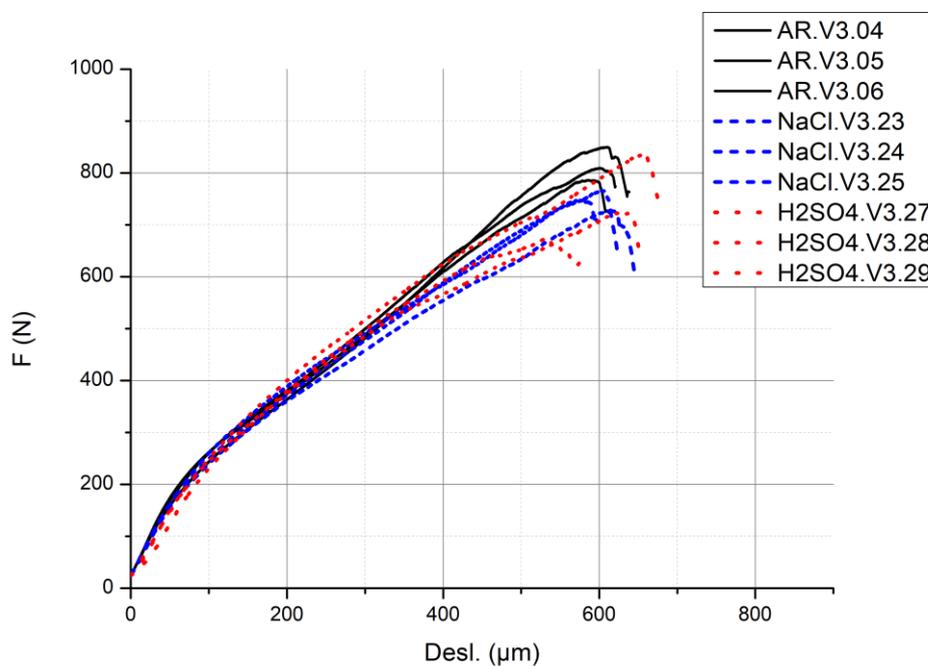


Figura 37: Curvas de punção das amostras ASTM a velocidade 0,01 mm/min (V3) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H₂SO₄: Amostras carregadas por H em solução de H₂SO₄).

Os ensaios realizados a velocidade 1 mm/min são apresentados pelas curvas nas Figura 36, onde foi observado que houve um agrupamento distinto para cada condição de carregamento de hidrogênio. Contudo, a dispersão desses agrupamentos não é muito evidente, necessitando de um tratamento estatístico para determinar o real efeito.

Na Figura 37 são apresentadas as curvas dos ensaios realizados 0,01 mm/min e nessa condição também é observado o mesmo fenômeno, ou seja, para as diferentes condições de carregamento é notado um agrupamento levemente distinto, o que indica um possível efeito do hidrogênio no material.

Os mesmos ensaios realizados para o material API(1000) são apresentados pelas Figuras 38 e 39 que mostram as curvas (Força x deslocamento) produzidas pelos ensaios.

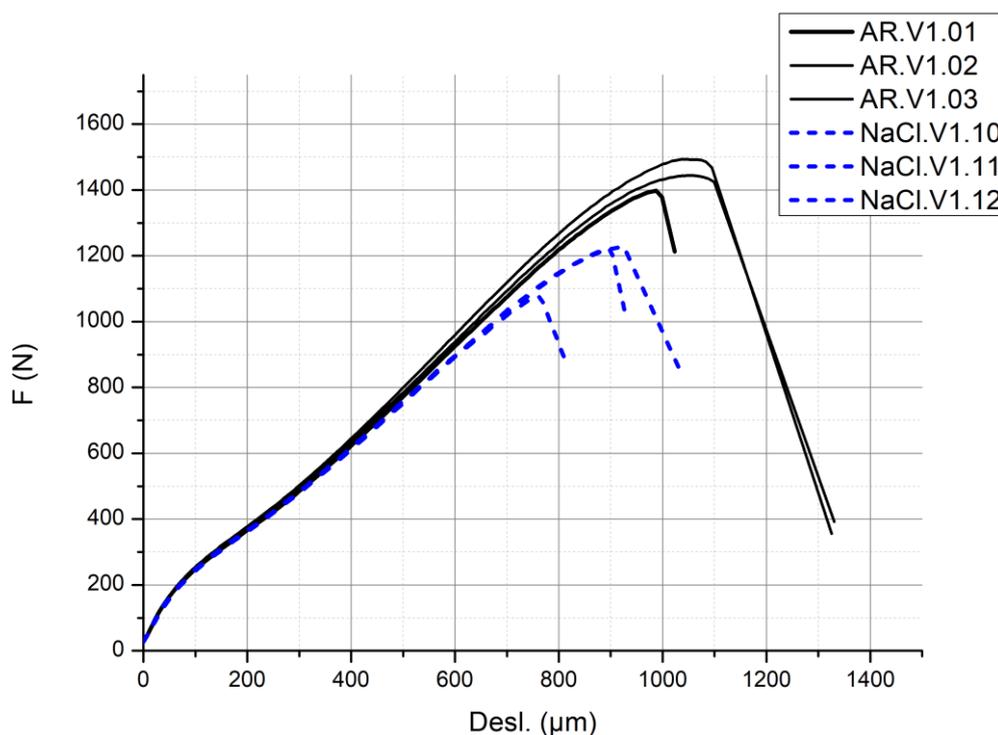


Figura 38: Curvas de punção das amostras API(1000) a velocidade 1 mm/min (V1) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl).

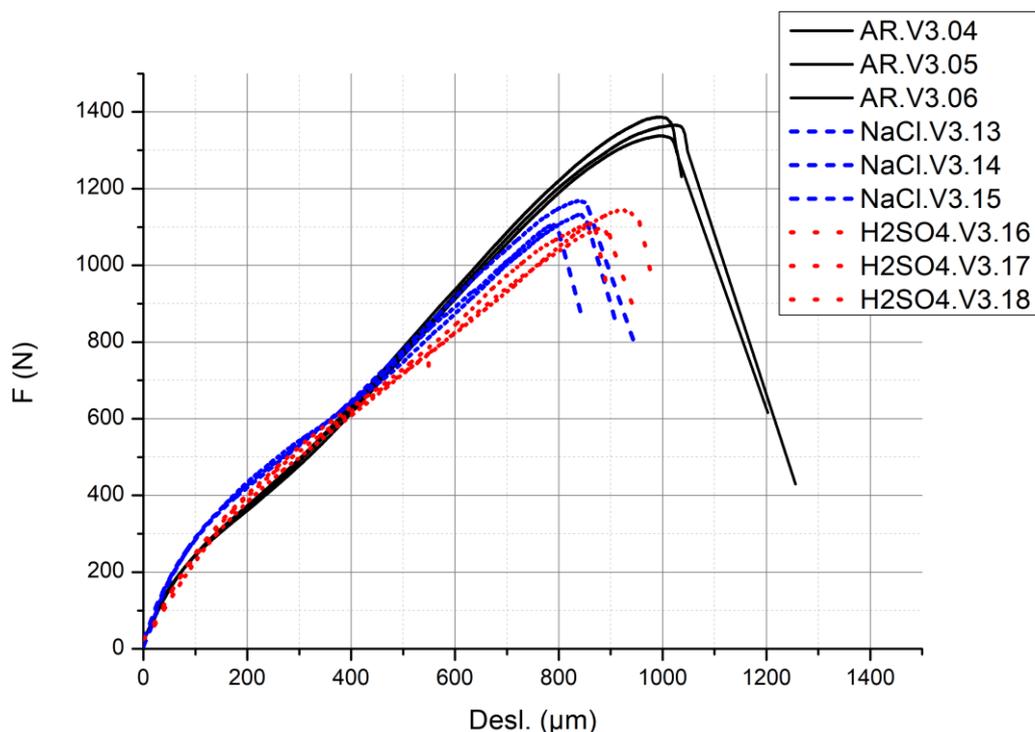


Figura 39: Curvas de puncionamento das amostras API(1000) a velocidade 0,01 mm/min (V3) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H₂SO₄: Amostras carregadas por H solução de H₂SO₄).

Para o material API(1000) também é visto a repetibilidade das curvas para diferentes condições de carregamento. Contudo, para este material o agrupamento é muito evidente, mostrando uma maior distinção entre as curvas das amostras que foram hidrogenadas com as que não foram.

Também foi verificado que as curvas das amostras API(1000) apresentam um comportamento distinto dos demais, pois, notam-se curvas com característica de material dúctil, com os diferentes estágios bem definidos.

Outro aspecto que pode ser visto nas curvas da Figura 38 foi que existe uma grande diferença entre o comportamento do material sem hidrogênio, mas entre as condições de carregamento em NaCl e H₂SO₄ essa diferença não fica muito evidente, indicando que as condições de hidrogenação podem ter a mesma severidade.

A mesma análise foi realizada para o material API(960) e seus resultados são mostrados nas Figuras 40 e 41.

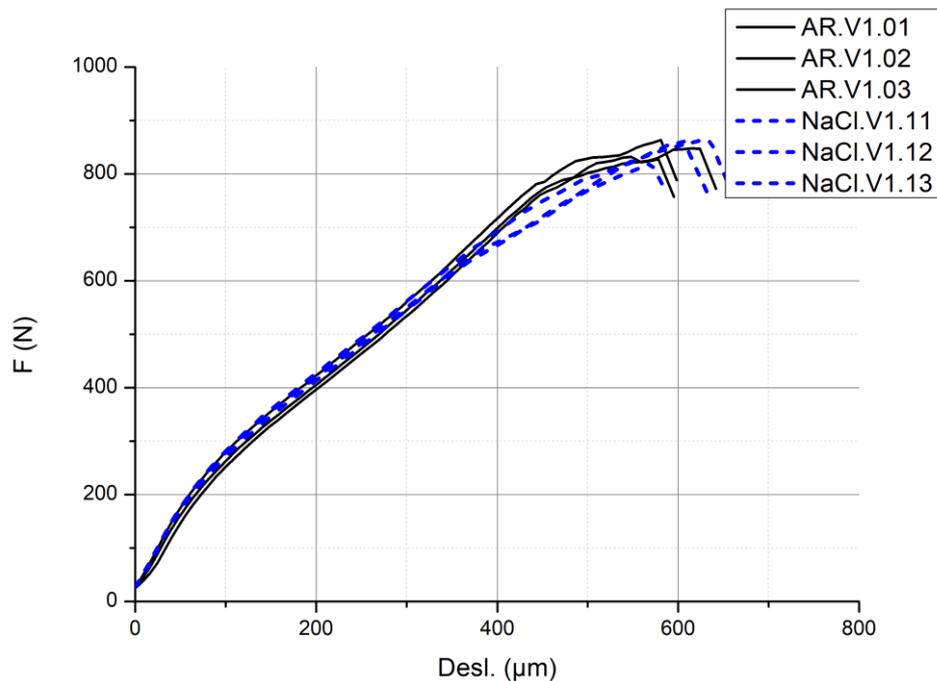


Figura 40: Curvas de punção das amostras API(960) a velocidade 1 mm/min (V1) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl).

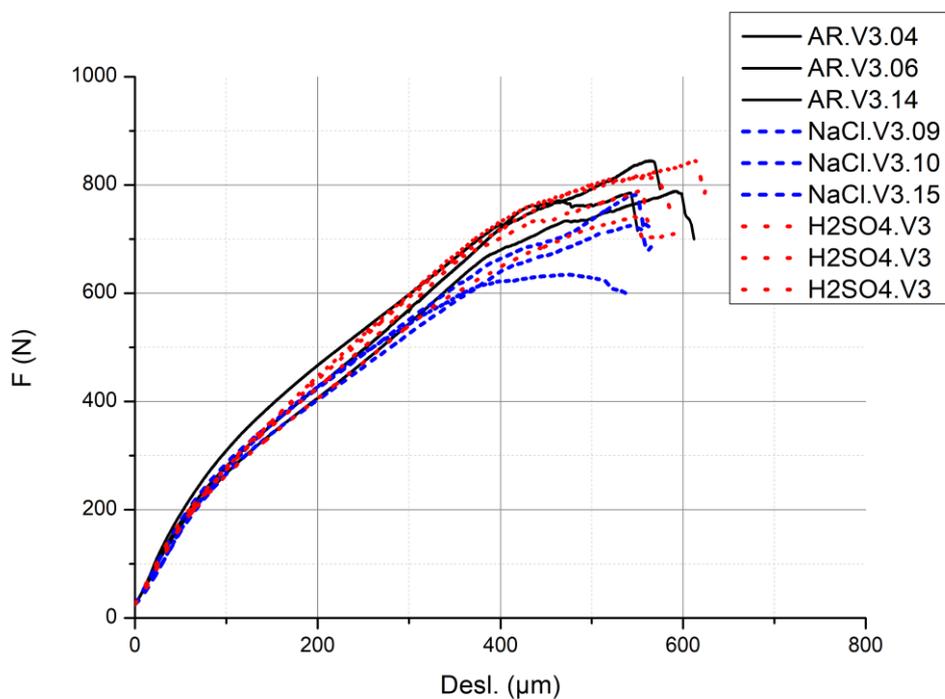


Figura 41: Curvas de punção das amostras API(960) a velocidade 0,01 mm/min (V3) com as diferentes condições de carregamento de H (AR: Amostra sem carregamento de H, NaCl: Amostras carregadas por H em solução de NaCl e H2SO4: Amostras carregadas por H solução de H2SO4).

O material API(960) é o que apresenta menor distinção no agrupamento das curvas, indicando que este material não sofreu efeito do hidrogênio. A análise de variância mostrada na tabela abaixo confirma que tanto o hidrogênio como a velocidade não causaram efeito no resultado dos ensaios.

4.7. Análise de Variância ANOVA

Para verificar os efeitos de cada variável foi realizado a análise de variância ANOVA, para determinar estatisticamente os efeitos observados nos gráficos. Para a realização da ANOVA não foram considerados os ensaios realizados em amostras que foram hidrogenadas em H₂SO₄, visto que os resultados são graficamente muito semelhantes aos ensaios com amostras hidrogenadas em solução de NaCl.

A tabela 13 apresenta os resultados da ANOVA realizada nos dados da amostra ASTM, confirmando que o hidrogênio apresentou efeito no material, no entanto a velocidade não foi uma variável capaz de afetar o resultado usando o critério que leva em consideração o deslocamento máximo (dm), mas apresentou efeito no critério Pm/t².

Tabela 13: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras ASTM.

Variável Analisada	Pm/(dm*t) [MPa]	Pm/t ² [MPa]
Efeito	p-value	p-value
Hidrogênio	0,000565	0,000112
Velocidade	0,731666	0,000215
Velocidade*Meio	0,707512	0,106071

A Tabela 14 apresenta os resultados da ANOVA dos ensaios realizados nas amostras API(1000). Essa amostra apresentou curvas com agrupamentos bem distintos entre as amostras hidrogenadas e sem hidrogênio.

A relação Pm/(dm*t) não mostrou efeito de fragilização pois a redução na força de ruptura foi proporcionalmente igual ao deslocamento de ruptura, mantendo a relação praticamente inalterada para os diferentes meios. Já relação

Pm/t² foi capaz de notar o efeito de redução da força, pelo fato de não considerar o deslocamento.

Tabela 14: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras API(1000).

Variável Analisada	Pm/(dm*t) [MPa]	Pm/t ² [MPa]
Efeito	p-value	p-value
Hidrogênio	0,623751	0,000019
Velocidade	0,488162	0,068952
Velocidade*Meio	0,364572	0,580149

A Tabela 15, apresenta os resultados da ANOVA para as amostras API(960). Foi mostrado que tanto a velocidade como o hidrogênio apresentaram efeito nos ensaios e esse efeito foi percebido apenas na relação empíricas Pm/t².

Tabela 15: Resultado da ANOVA para os ensaios realizados nas amostras API(960).

Variável Analisada	Pm/(dm*t) [MPa]	Pm/t ² [MPa]
Efeito	p-value	p-value
Hidrogênio	0,152647	0,040394
Velocidade	0,297576	0,002846
Velocidade*Meio	0,730488	0,027595

Os gráficos mostrando o resíduo das análises de variância estão no ANEXO I ao VI, e nesse material mostra a existência de uma relação de distribuição normal. Desse modo, justificando a aplicação da metodologia de ANOVA.

4.8. Índice de Hidrogênio

Para verificar o efeito do hidrogênio e fazer uma comparação entre os materiais foi montado um índice de hidrogênio (HI), em que consiste em produzir um fator que indica a severidade da fragilização por hidrogênio.

Esse fator é a razão entre a relação empírica do fator do limite de resistência do material com hidrogênio pelo fator com a material sem hidrogênio. Sendo, que quanto maior é esse valor, menor é a resistência ao hidrogênio desse material.

A Figura 42 mostra um agrupamento bem definido entre as amostras ASTM e API(960), e como esperado o ASTM foi mais afetado pelo hidrogênio que a amostra API(960) devido à maior quantidade de fase δ . O API(1000) apresenta em média a menor fragilidade ao hidrogênio, o que também é esperado. Contudo, os ensaios da amostra API(1000) apresentaram característica dúctil muito mais proeminente que as demais amostras que apresentaram curvas que tendiam mais a um comportamento frágil. Desse modo, a comparação deve ser feita apenas entre as amostras ASTM e API(960).

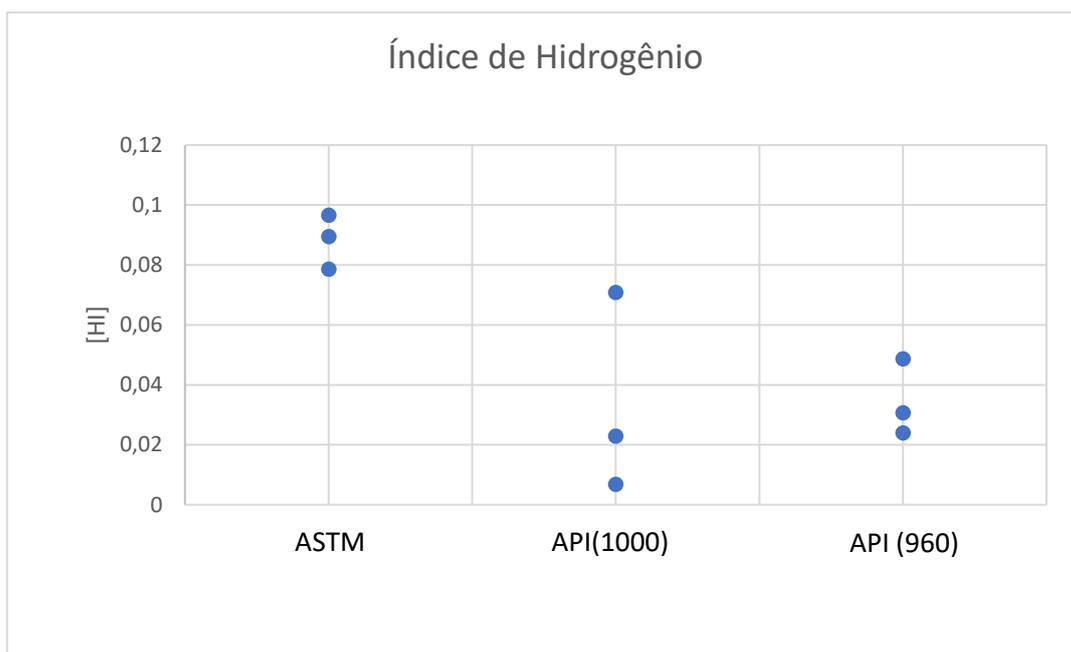


Figura 42: Índice de Hidrogênio

4.9. Fractografias

Analisando a morfologia das trincas é possível verificar a influência do hidrogênio nas amostras. Para isso, foram realizadas imagens de MEV nas amostras ensaiadas com velocidade de puncionamento de 0,01 mm/min na

condição sem hidrogênio e com hidrogênio carregado em solução de NaCl com potencial catódico.

As amostras que foram carregadas com hidrogênio apresentaram aspecto de fratura frágil se comparado aos ensaios sem hidrogênio. As amostras com fraturas de aspecto dúctil tendem a apresentar uma morfologia de meia-lua com poucas ou nenhuma trinca radial. Já as amostras de característica frágil tendem a apresentar trincas radiais com aspecto frágil. As Figuras 43 à 48 apresentam os resultados da fractografia nas amostras.

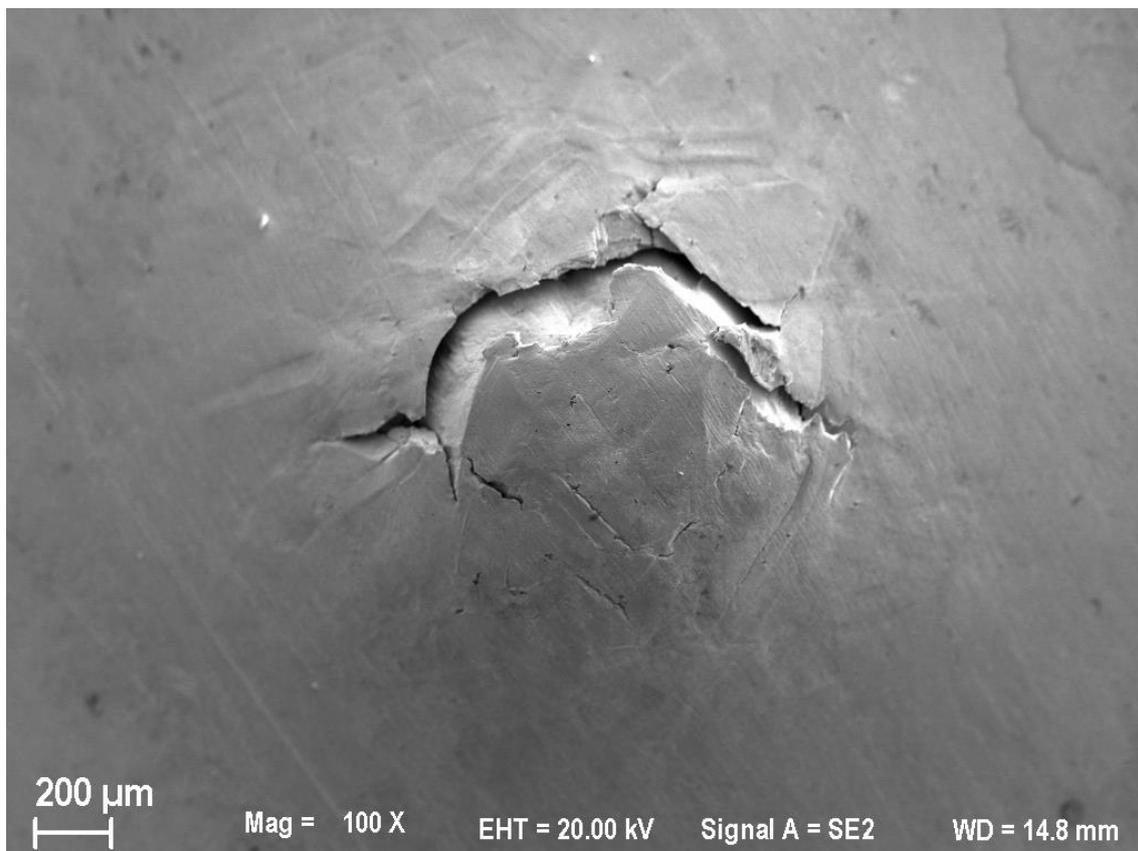


Figura 43: Fratura da amostra ASTM sem Hidrogênio.

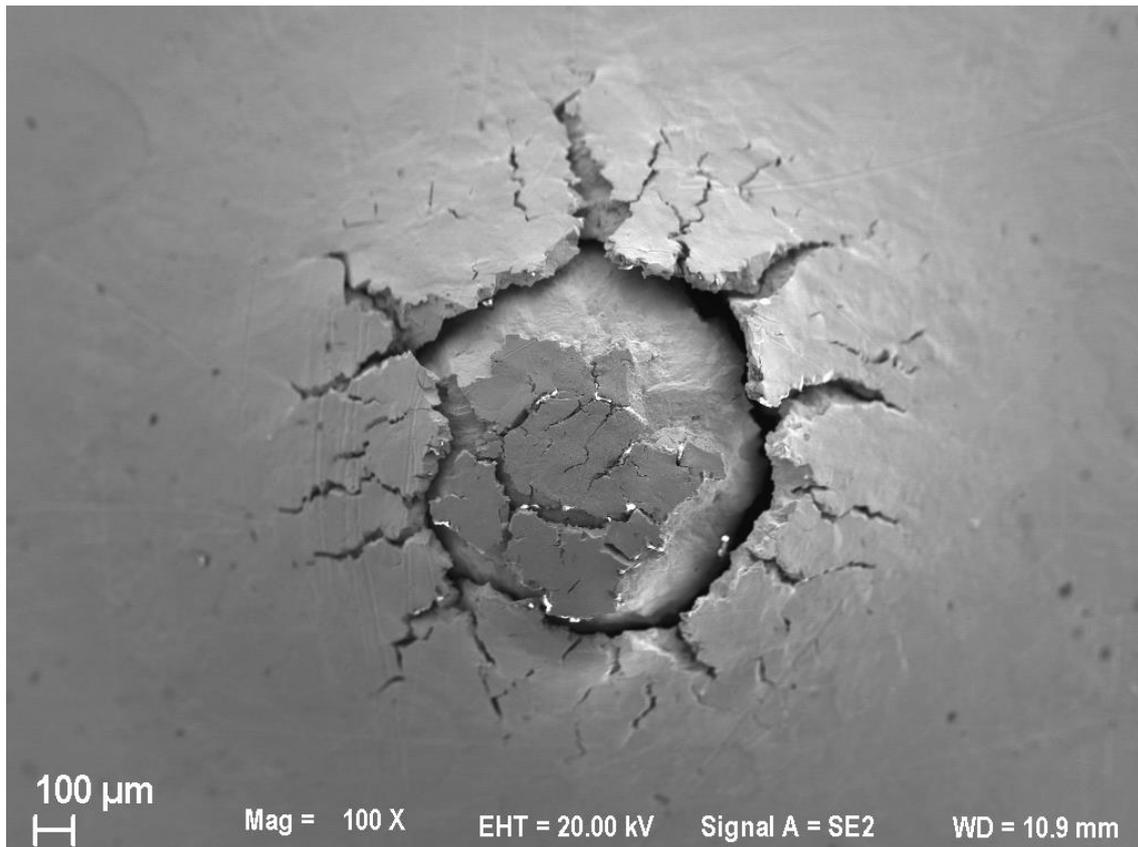


Figura 44: Fratura da amostra ASTM hidrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.

Nas Figuras 42 e 43 é possível notar que há uma clara diferença no tipo da fratura, com a amostra ensaiada sem hidrogênio, apresentando uma fratura em formato de meia lua com praticamente nenhuma trica radial. Já a amostra que foi fragilizada por H apresenta uma fratura com aspecto frágil, com muitas tricas radiais. Desse modo, pela característica das fraturas é possível notar que a presença do hidrogênio afetou as propriedades mecânicas do material.

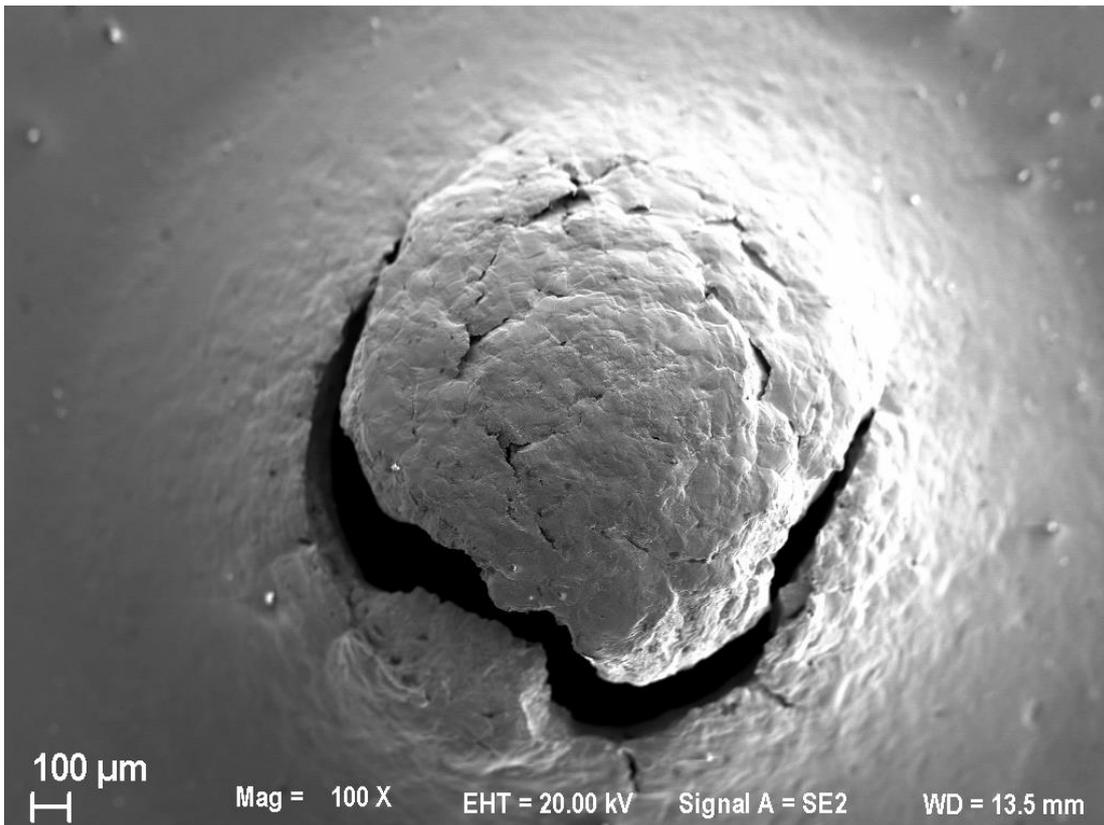


Figura 45: Fratura da amostra API(1000) ensaiada sem hidrogênio.

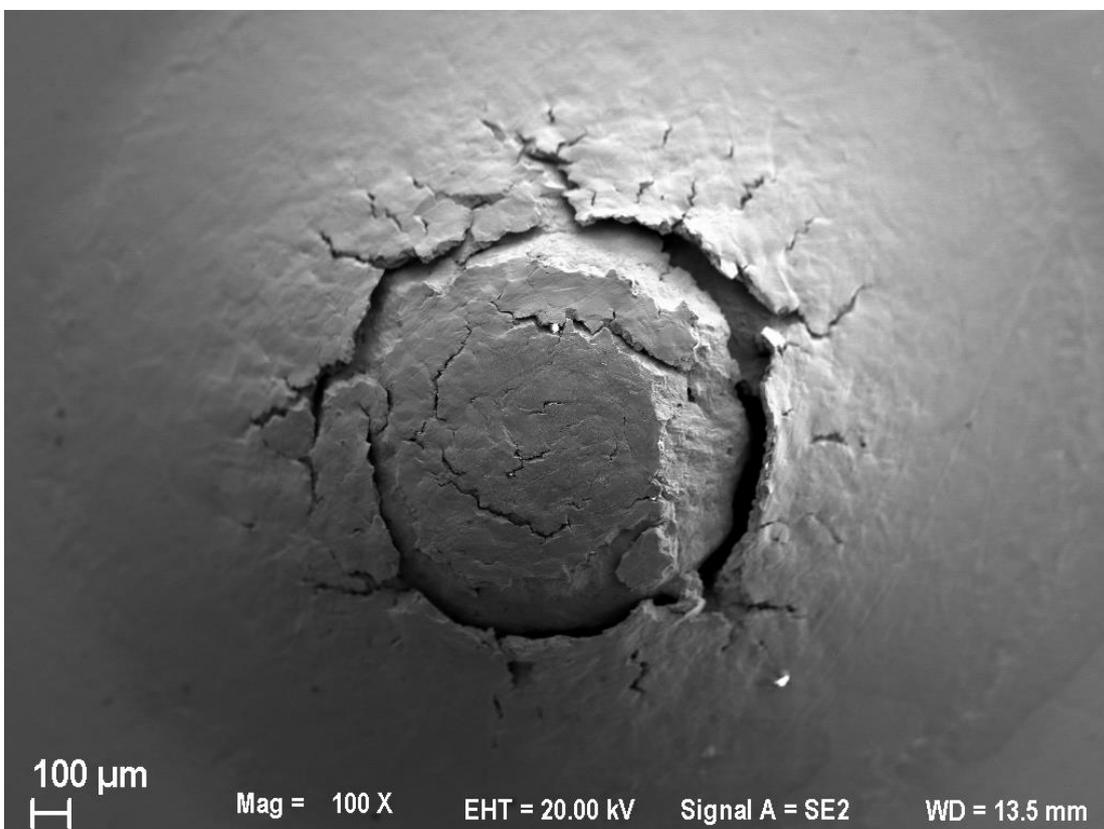


Figura 46: Fratura amostra API(1000) hydrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.

As Figura 44 e 45 apresentam as fraturas do API(1000) com a Figura 44 mostrando uma fratura com característica dúctil, apresentando o formato de meia lua e nenhuma trinca com aspecto frágil. Já na Figura 45 é possível notar que ocorrem trincas radiais e se tem uma fratura de aspecto frágil, também mostrando que o material foi afetado pelo hidrogênio.

Por fim, as Figuras 46 e 47 apresentam as fraturas nas amostras API(960) com e sem hidrogênio. Nesse caso, a amostra já apresentou um aspecto frágil mesmo sem a presença do hidrogênio e esse efeito de fragilização foi agravado pelo hidrogênio que produziu uma fratura com mais trincas radiais e com um aspecto muito mais frágil.

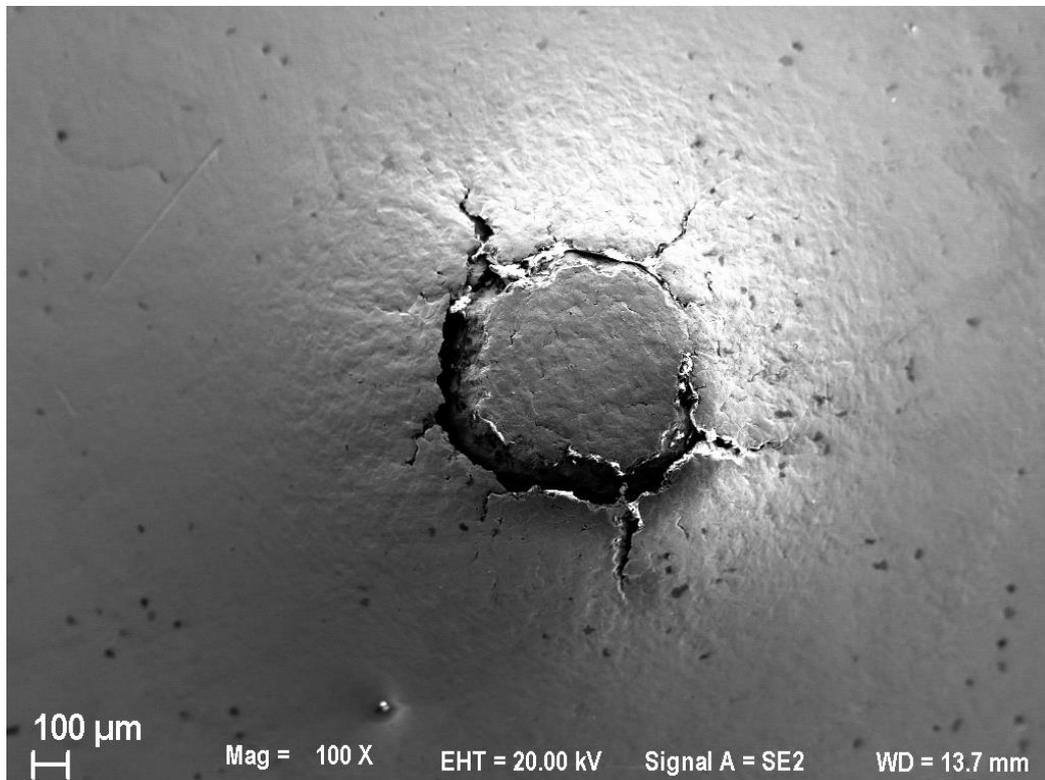


Figura 47: Fratura da amostra API(960) sem hidrogênio.

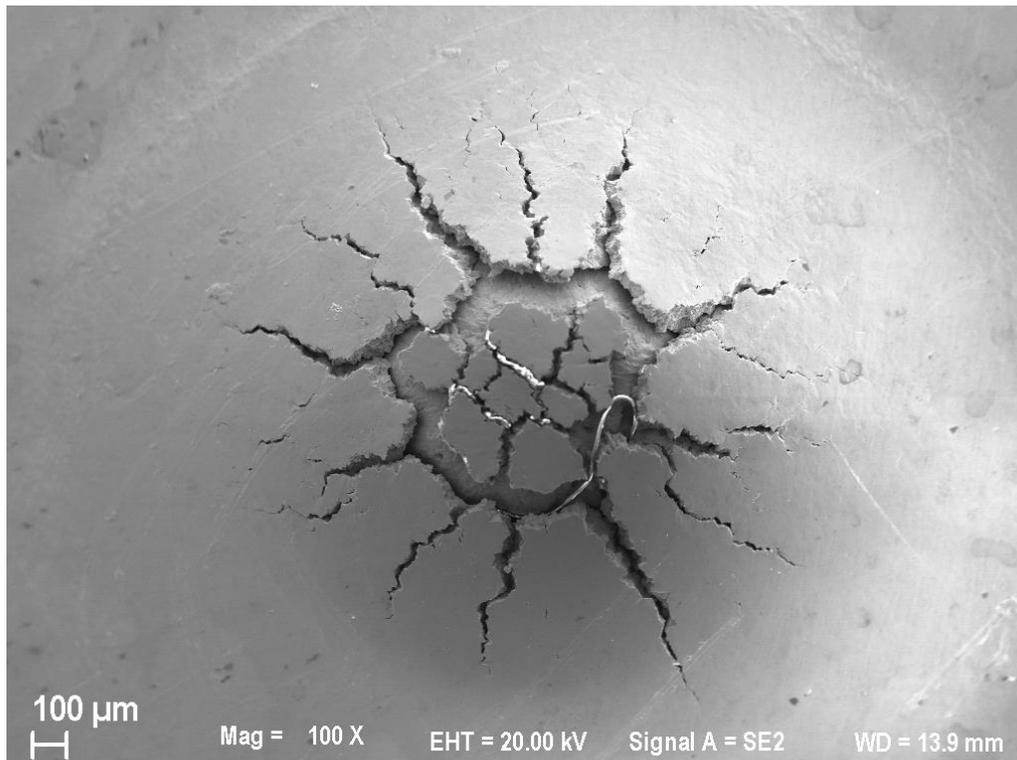


Figura 48: Fratura amostra API(960) hydrogenado em solução de NaCl com potencial catódico.

Dentre as imagens analisadas as amostras ASTM e API(960) apresentaram sofrer a maior influência do hidrogênio, pois houve o maior surgimento de trincas radiais com aspecto frágil. As amostras API(1000) apresentaram a menor influência do hidrogênio apresentando uma menor quantidade de trincas e com o aspecto menos frágil se comparado aos demais.

CAPÍTULO 5

5. CONCLUSÃO

O trabalho teve o objetivo de ampliar o conhecimento sobre o ensaio de puncionamento esférico na avaliação da fragilização por hidrogênio no Inconel 718. Vários ensaios foram realizados a fim de verificar os efeitos do hidrogênio nas amostras por meio do método de puncionamento.

Com base nos resultados obtidos foi possível correlacionar a fragilização causada pelo hidrogênio nas amostras de Inconel com uma maior quantidade de fase δ de fase delta observada na microestrutura. Outra conclusão do trabalho foi que a relação empírica Pm/t^2 apresentou maior capacidade de verificar variações nas propriedades mecânicas causada pelo hidrogênio.

A velocidade de puncionamento apresentou efeito apenas nas amostras mais frágeis ASTM e API(960) e apenas quando utilizado a relação empírica Pm/t^2 .

6. Sugestão de trabalhos futuros

Como sugestões para trabalhos futuros tem-se:

- Realização dos ensaios *In-situ*, ou seja, com aplicação de hidrogênio durante a realização do ensaio de puncionamento, para assim verificar o efeito da velocidade com o material sob tensão, o que pode aumentar o efeito da fragilização.
- Ensaiar mais materiais, em especial ligas de níquel, para determinação dos coeficientes empíricos de forma mais precisa.

CAPÍTULO 6

7. REFERÊNCIAS

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.

ALMEIDA, L. F. M.; OLIVEIRA, S. A. G.; PAES, M. T. P. P.; NETO, F. F. R.; FRANCO, S. D.; ARENCICIA, 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*, v. 194, 2021.

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

ASTM B637.8621, “Precipitation-Hardening and Cold Worked Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for Moderate or High Temperature Service”, ASTM International, 2018.

ASTMA E3205 – 20, “Standard Test Method for Small Punch Testing of Metallic Materials”, ASTM International, 2021.

ASTM E8/E8M-16a. “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”. ASTM International, 2018.

ASTM E92, “Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials”. ASTM International, West Conshohocken, 2017.

BATT, C.; DODSON, J.; ROBONSON, M. J., Hydrogen embrittlement of cathodically protected high strength steel in sea water and seabed sediment, Published by Maney for the Institute of Materials, Minerals and Mining, 2002.

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

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.

GAO, Y.; ZHANG, D.; CAO, M.; CHEN, R.; FENG, Z.; POPRAWA, R.; SCHLEIFENBAUM, J., H.; ZIEGLER, S., Effect of δ phase on high temperature mechanical performances of Inconel 718 fabricated with SLM process, *Materials Science & Engineering: A*, vol. 767, 2019.

GARCÍA, T. E.; RODRÍGUEZ, C.; BELZUNCE, F. J.; PENUELAS, 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, 2015.

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.

GANGLOFF, R., P., Hydrogen-assisted Cracking, *Comprehensive Structural Integrity*, v. 6, (ISBN: 0-08-044153-X), p. 31–101, 2003.

HA, J. S.; FLEURY, E. Small punch tests on steels for steam power plant. *Journal of Mechanical Science and Technology*, vol. 12, p. 818-835, 1998.

HYDE, T. H.; SUN, W.; BECKER, A. A. Analysis of the impression creep test method using a rectangular indenter for determining the creep properties in welds. *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 38, num. 10, p. 1089-1102, 1996.

ISO 18265:2013, “Metallic Materials – Conversion of hardness values”, International Organization for Standardization, 2013.

KIM, B.; SIM, Y. B.; LEE, J. H.; KIM, M. K.; LIM, B. S. Application of small punch creep test for Inconel 617 alloy weldment. *Procedia Engineering*, vol. 10, p. 2579-2584, 2011.

LECLERC, N.; KHOSRAVANI, A.; HASHEMI, S. Correlation of Measured Load-Displacement Curves in Small Punch Test with Tensile Stress-Strain Curves. *Acta Materialia*, vol. 204, p. 116-501, 2021.

LYNCH, S.P., Mechanistic and fractographic aspects of stress-corrosion cracking (SCC); in: 'Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice', Raja, V.S. & Shoji, T. (eds) Woodhead Publishing, 2011.

MAHALLE, G.; KOTKUNDE, N.; GUPTA, A. K.; SINGH, S. K., Na improved M-K model coupled with different ductile criteria for fracture limit prediction of Inconel 718 alloy, Journal of Materials Research and Technology, vol. 11, p. 1162-1174, 2021.

MANIKANDAM, S. G. K.; SIVAKUMAR, D.; KAMARAJ, M., 1-Physical metallurgy of alloy 718, Welding the Inconel 718 Superalloy, p. 1-19, 2019. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818182-9.00001-3>.

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.

PAÑAEDA, E. M., On the suitability of slow strain rate tensile testing for assessing hydrogen embrittlement susceptibility, Corrosion Science, vol. 163, 2020.

RAN, R.; WNAG, Y.; ZHANG, Y.; FANG, F.; WANG, H.; YUAN, G., Microstructure, precipitates and mechanical properties of Inconel 718 alloy produce by two-stage cold rolling method, Material Science & Engineering A, vol. 793, 2020.

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

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.

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

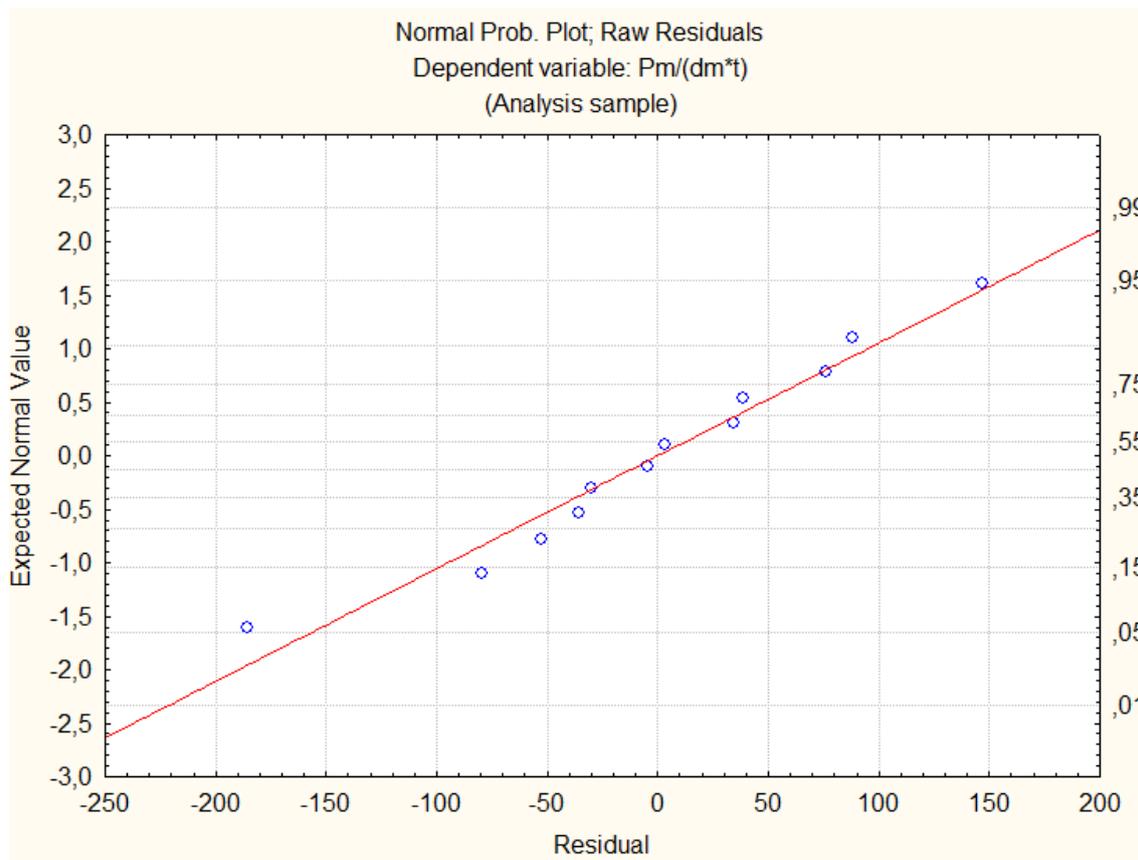
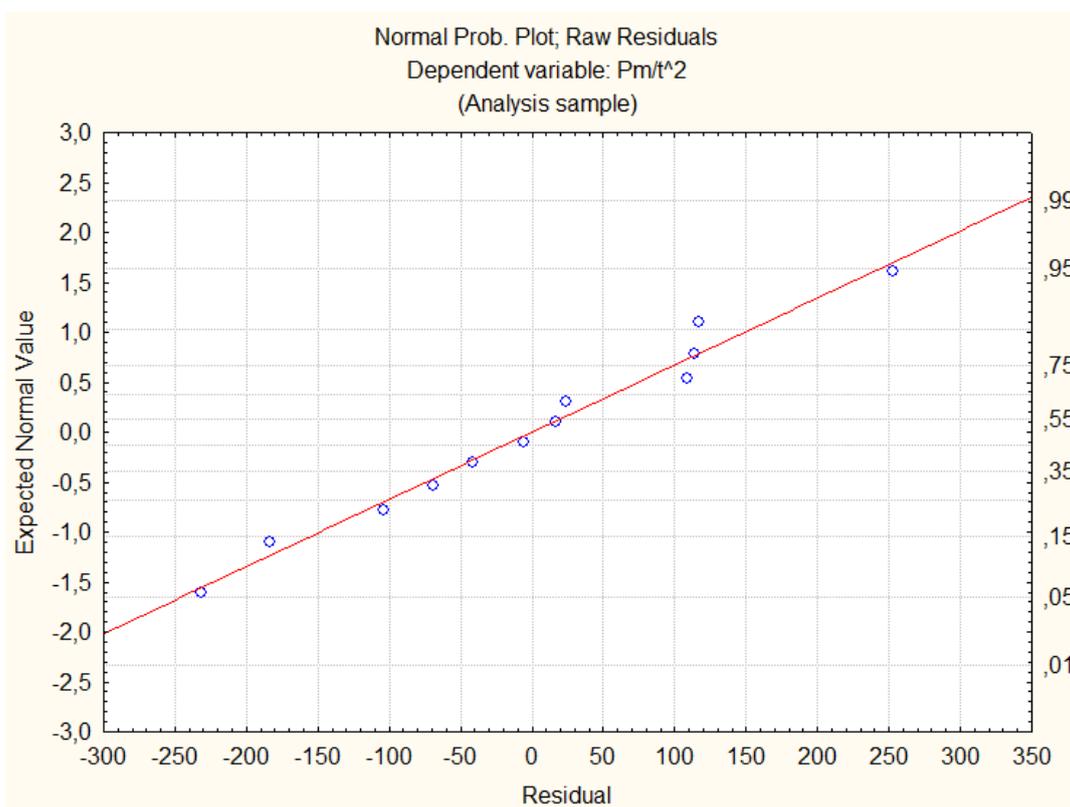
STOLOF, N. S., ASM Handbook Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys, Rensselaer Polytechnic Institute, vol. 1, 2005

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

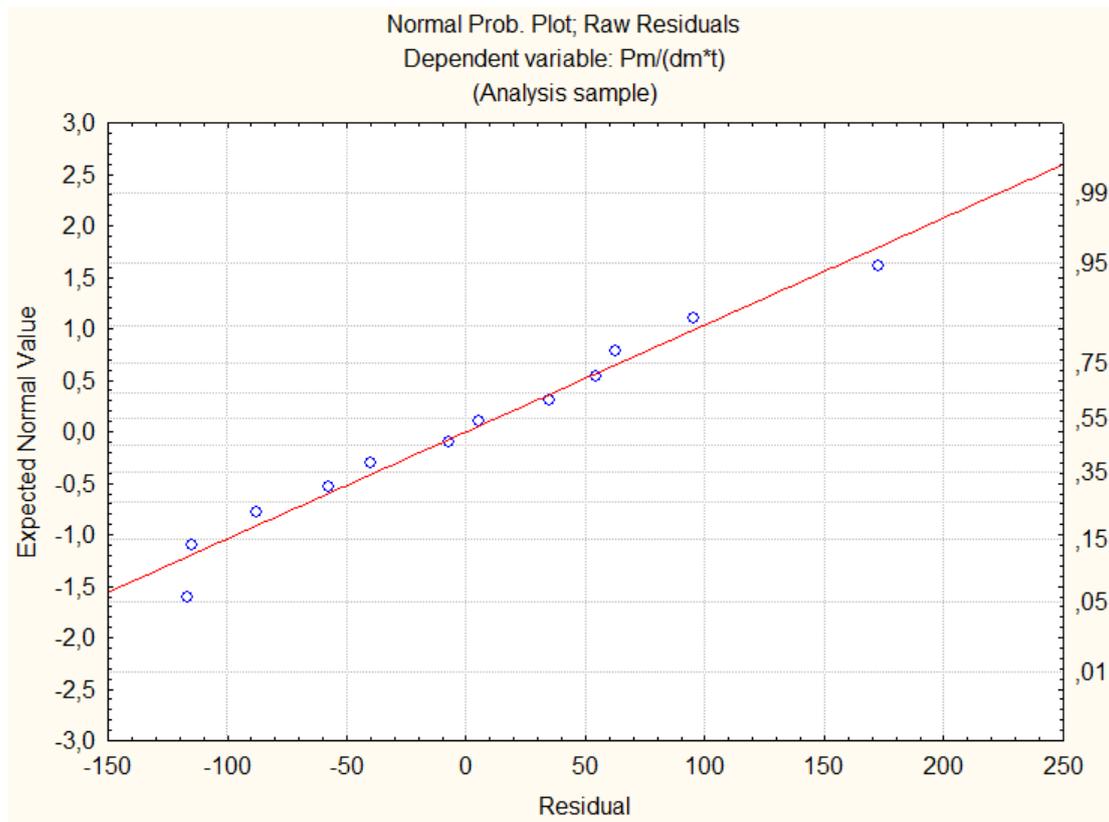
YAO, C. F.; DAI, Y.; DBTT shift of Optifer-IX, Eurofer 97 and MA956 steels after irradiation evaluated with small punch test. Journal of Nuclear Materials, vol. 544, p. 152-725, 2012.

YANG, S.; XUE, L.; LU, W.; LING, X. Experimental study on the mechanical strength and dynamic strain aging of Inconel 617 using small punch test. Journal of Alloys Compounds, vol. 815, p. 152-447, 2020.

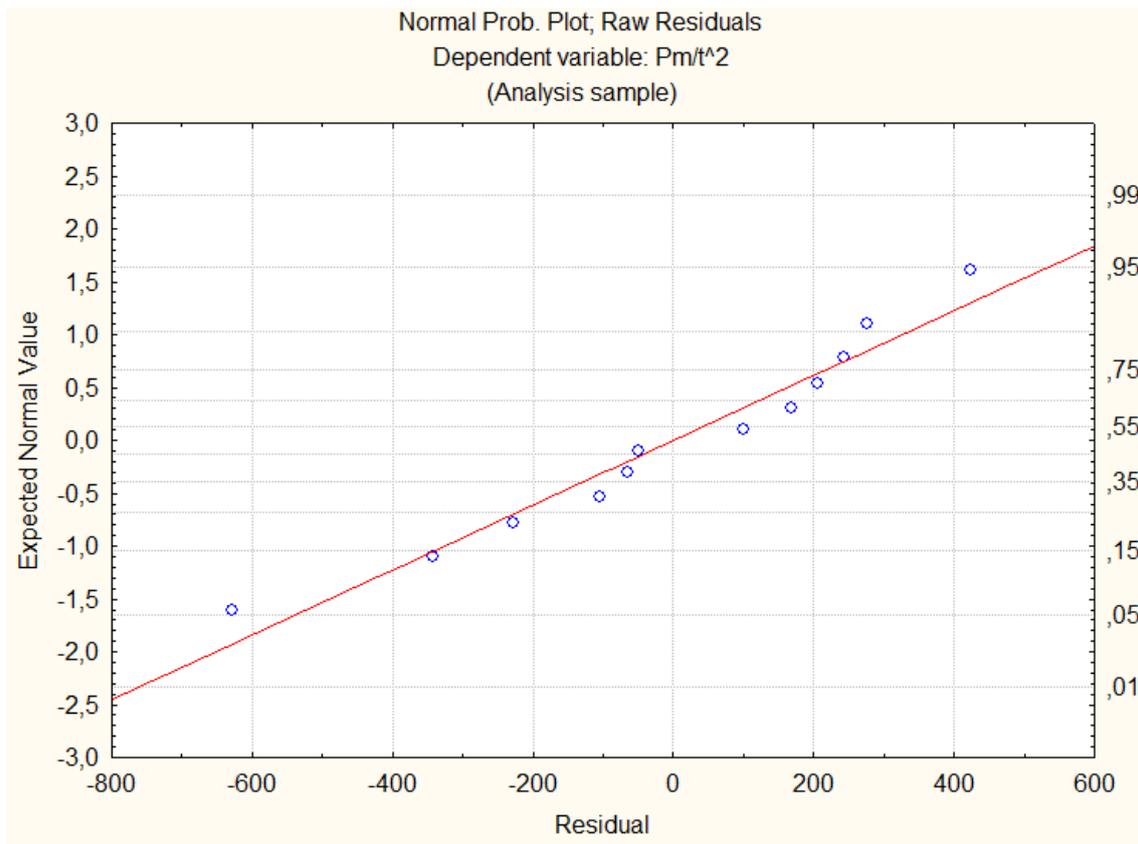
WANG, L. Y.; ZHOU, Z. J.; LI, C. P.; CHEN, G. F.; ZHANG, G. P., Comparative investigation of small punch creep resistance of Inconel 718 fabricated by laser melting, Materials Science & Engineering, vol. 745, p. 31-38, 2019.

ANEXO I – GRÁFICO RESIDUO ANOVA ASTM PARA RELAÇÃO $Pm/(dm \cdot t)$ **ANEXO II – GRÁFICO RESIDUO ANOVA ASTM PARA RELAÇÃO Pm/t^2** 

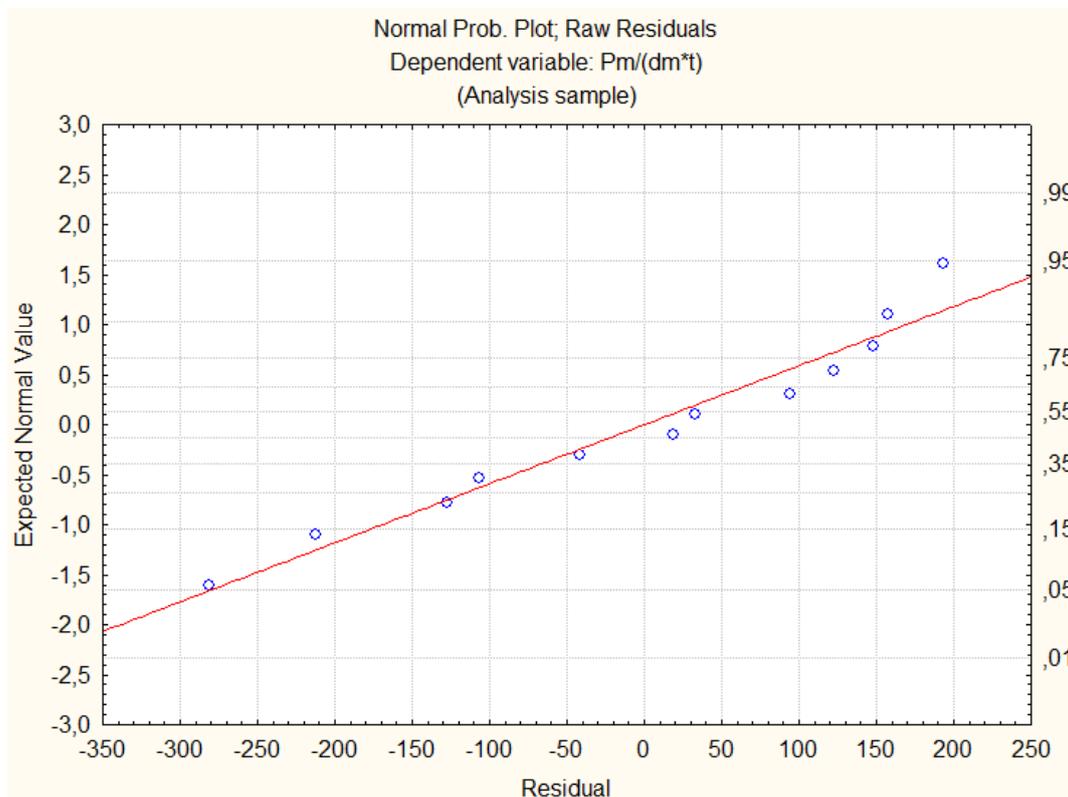
**ANEXO III – GRÁFICO RESIDUO ANOVA API(1000) PARA RELAÇÃO
 $P_m/(dm \cdot t)$**



ANEXO IV – GRÁFICO RESIDUO ANOVA API(1000) PARA RELAÇÃO P_m/t^2



**ANEXO V – GRÁFICO RESIDUO ANOVA API(960) PARA RELAÇÃO
 $Pm/(dm*t)$**



ANEXO IV – GRÁFICO RESIDUO ANOVA API(960) PARA RELAÇÃO Pm/t^2 