

**JOÃO VITOR SOUSA BASÍLIO**

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA FRAGILIZAÇÃO POR  
HIDROGÊNIO NA TENACIDADE À FRATURA DO  
AÇO AISI 4340 CALCULADA PELO MÉTODO DA  
INTEGRAL J**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**

**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**2022**

**JOÃO VITOR SOUSA BASÍLIO**

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DA FRAGILIZAÇÃO POR  
HIDROGÊNIO NA TENACIDADE À FRATURA DO  
AÇO AISI 4340 CALCULADA PELO MÉTODO DA  
INTEGRAL J**

**Projeto de Conclusão de Curso** apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Aeronáutica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **BACHAREL** em **ENGENHARIA AERONÁUTICA**.

**Área de Concentração:** Materiais

**Orientadora:** Profa. Dra Rosenda Valdés Arencibia

**UBERLÂNDIA – MG**

**2022**

Ficha Catalográfica Online do Sistema de Bibliotecas da UFU  
com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).

B314 Basílio, João Vítor Sousa, 1997-  
2022 Avaliação do Efeito da Fragilização por Hidrogênio na  
Tenacidade à Fratura do Aço AISI 4340 Calculada pelo  
Método da Integral J [recurso eletrônico] / João Vítor  
Sousa Basílio. - 2022.

Orientadora: Rosenda Valdés Arencibia.  
Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) -  
Universidade Federal de Uberlândia, Graduação em  
Engenharia Aeronáutica.

Modo de acesso: Internet.

Inclui bibliografia.

Inclui ilustrações.

1. Aeronáutica - Engenharia de sistemas. I. Arencibia,  
Rosenda Valdés, 1969-, (Orient.). II. Universidade  
Federal de Uberlândia. Graduação em Engenharia  
Aeronáutica. III. Título.

CDU: 629.7.054

Bibliotecários responsáveis pela estrutura de acordo com o AACR2:  
Gizele Cristine Nunes do Couto - CRB6/2091  
Nelson Marcos Ferreira - CRB6/3074

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter aberto o caminho que me permitiu acessar o ensino superior.

Agradeço aos meus pais, Lilian e Rubério, cujo amor e cuidado me moldam, me ensinam, me orientam e me elevam e sem os quais eu nada seria. Antes de tudo, essa conquista pertence a eles e dela só posso partilhar pela absoluta grandeza com a qual me conduziram até aqui.

Aos meus avós, Sílvio (em memória), Maria Abadia (em memória), Walter e Selma, agradeço pelo amor que emanam, pelo apoio que oferecem e pelo exemplo que são na minha vida, mesmo que nela tenham permanecido por pouco tempo.

Aos meus irmãos, Pedro Henrique e Maria Elisa, agradeço por serem meus melhores confidentes, minhas risadas sinceras e minha esperança na construção de um futuro melhor do que o presente.

Aos bons professores que a Faculdade me permitiu conhecer, em especial Núbia Saad, Mário Luiz, Ana Paula Galves, Priscila Barbosa, Ruham Pablo e Francisco Souza, agradeço o grandioso exemplo de profissionalismo, dedicação, amor à educação e contribuição que oferecem ao ensino público, gratuito e de qualidade que heroicamente se faz neste país.

Ao Engenheiro Rodrigo Freitas, agradeço a parceria e orientação teórica, que por vezes transpassou a fronteira acadêmica e foi suporte emocional, ombro amigo e sem o qual este trabalho não haveria.

À professora Rosenda Valdés Arencibia, agradeço sua dedicação incansável e compromisso com a educação, transmitindo inabalável coragem e vigor em ensinar e motivar, e que foi absolutamente nobre e aprazível durante toda a orientação deste trabalho.

Aos amigos que fiz durante essa jornada e que fizeram dela a experiência mais intensa da minha vida.

---

Basílio, J. V. S. **Avaliação do Efeito da Fragilização por Hidrogênio na Tenacidade à Fratura do Aço AISI 4340 Calculada pelo Método da Integral J.** 2022. 79 f. Projeto de Conclusão de Curso, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

## RESUMO

A fragilização por hidrogênio (FH) é um processo físico-químico que afeta aços usados na indústria aeronáutica e de óleo e gás, degradando as propriedades mecânicas destes. Esse fenômeno é capaz de gerar notáveis problemas em estruturas, uma vez que afeta a capacidade destas para cumprir os requisitos para os quais foram projetadas. Tendo isso em vista, este trabalho tem por objetivo avaliar a influência do hidrogênio na tenacidade à fratura do aço AISI 4340 temperado e revenido (32 HRC) utilizando o método da Integral J. O cálculo da tenacidade é realizado a partir de ensaios conduzidos segundo a norma ASTM E1820. Para tanto, foi proposto um planejamento fatorial com um único fator (nível de hidrogenação) em três níveis, a saber: condição ao ar, sem exposição à meio propício à hidrogenação, esta utilizada como valor de referência para efeitos de comparação; e duas condições de hidrogenação, sendo uma mais agressiva. A partir dos resultados obtidos e com a ajuda de imagens das regiões fraturadas, foi avaliada a influência exercida pelo hidrogênio na tenacidade à fratura do material AISI 4340 e na variação do mecanismo de fratura apresentado. A partir dos resultados verificou-se, portanto, que a condição mais brandamente hidrogenada apresentou pouca variação no valor de tenacidade à fratura e manteve o mecanismo de fratura como sendo dúctil. Já para os corpos de prova hidrogenados em condição mais agressiva, o método da Integral J não se mostrou eficaz para medição da tenacidade, uma vez que o efeito de fragilização, denotado pela alteração do mecanismo de fratura de dúctil para frágil, foi agressivo a ponto de impedir a validação dos resultados para esta condição. O teste de Kruskal-Wallis mostrou que o Hidrogênio promoveu alteração estatisticamente significativa na tenacidade à fratura do aço AISI 4340, denotada pela deterioração desta propriedade à medida em que sua concentração aumenta.

---

*Palavras-Chave: Fragilização por Hidrogênio; Aço AISI 4340; Integral J; Tenacidade à Fratura.*

---

Basílio, J.V.S. **Evaluation of Hydrogen Embrittlement Effect on AISI 4340 Steel Fracture Toughness Using J Integral Method.** 2022. 79 f. Course Conclusion Project, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

### ABSTRACT

Hydrogen embrittlement is a physical-chemical process that affects steels used in the aeronautic and oil and gas industries, degrading its mechanical properties. This phenomenon can generate notable problems in structures since it affects their ability to meet the requirements for which they were designed to. This work aims to evaluate the influence of hydrogen on the fracture toughness of quenched and tempered AISI 4340 steel (32 HRC) using the J Integral method. The calculation of toughness is performed from tests conducted according to ASTM E1820. For this purpose, a factorial design was proposed with a single factor (hydrogenation level) in three levels, namely: air condition, without exposure to an environment propitious to hydrogenation, this one used as a reference value for comparison purposes; and two hydrogenation conditions, one of those being more aggressive. From the obtained results and with the help of fractured region images, the influence of microstructurally diffused hydrogen on the fracture toughness of AISI 4340 material and on the variation of the fracture mechanism presented was evaluated. It was verified, therefore, that the most softly hydrogenated condition presented little variation in the fracture toughness value and maintained the fracture mechanism as ductile. For the hydrogenated specimens in a more aggressive condition, the J Integral method was not effective for toughness measuring, since the embrittlement effect, denoted by the change of the fracture mechanism from ductile to brittle, was aggressive to the point of invalidating the results for this condition. The Kruskal-Wallis test showed that microstructural Hydrogen promoted a statistically significant change in the fracture toughness of AISI 4340 steel, denoted by the deterioration of the property as its concentration increases.

---

*Key Words: Hydrogen embrittlement; AISI 4340 steel; J Integral; Fracture toughness.*

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2. 1 - Configuração da distribuição de energia na ponta da trinca e determinação na região avaliada pela Integral J (DONATO, 2018).....	21
Figura 2. 2 - Esquema de curva R para materiais dúcteis, denotando o ponto onde inicia-se a propagação dúctil da trinca ( $J_{ic}$ ).....	23
Figura 2. 3 - Curva J-R válida típica com dados de ensaio, linhas de construção e limites exigidos pela norma ASTM E1820 .....	23
Figura 2. 4 - Efeito da presença de hidrogênio na ductilidade de um aço com 3 % de Si (MELO, 2019).....	26
Figura 2. 5 - Representação esquemática da interação entre hidrogênio e a microestrutura metálica: A) solução sólida, B) par hidrogênio-soluto, C) atmosfera de discordância, D) acúmulo no contorno de grão, F) hidrogênio recombinado em vazios (THOMPSON, 1980). .....	27
Figura 3. 1 - Fluxograma do processo de fabricação dos corpos de prova.....	30
Figura 3. 2 - Desenho representativo da retirada dos corpos de prova do tipo C(T) TL-S da barra de aço AISI 4340 conforme recebida. ....	32
Figura 3. 3 - Máquina de corte por eletroerosão a fio utilizada para fabricação dos corpos de prova do tipo C(T) TL-S.....	33
Figura 3. 4 – Dimensões e geometria do corpo de prova do tipo C(T) TL-S de acordo com a ASTM E1820 (ASTM, 2018).....	33
Figura 3. 5 - Torno CNC Romi GL 240M utilizado na fabricação dor corpos de prova do ensaio de tração. ....	34
Figura 3. 6 - Corpo de prova utilizado para ensaios de tração, com suas principais dimensões de interesse denotadas (ASTM E8, 2016).....	35
Figura 3. 7 - Medidor de Dureza Rockwell C Reicherter Stiefelmayer KL-4, utilizado na medição de dureza dos corpos de prova do tipo C(T). ....	35
Figura 3. 8 - Corpo de prova C(t) montado no equipamento para abertura de trinca por fadiga .....	37
Figura 3. 9 - Aparato utilizado para condução do procedimento de permeação de hidrogênio nos corpos de prova.....	38
Figura 4. 1 - Gráfico Tensão x Deformação dos CPs do ensaio de tração.....	44
Figura 4. 2 - Gráficos de Propagação de trinca dos CP CTA01, que não foi submetido ao processo de hidrogenação. ....	45
Figura 4. 3 - Gráficos de Propagação de trinca dos CP CTA06, que foi submetido posteriormente ao processo de hidrogenação em solução com NaCl. ....	45

Figura 4. 4 - Gráficos de Propagação de trinca do CP CTA08, que foi submetido ao processo de hidrogenação em solução com NaCl e envenenador tiocianato de amônio..	46
Figura 4. 5: Gráfico do ciclo de carregamentos efetuado durante a execução do ensaio de Integral J para seis CPs, dois em cada uma das condições. ....	47
Figura 4. 6 - Gráficos J-R dos CPs CTA 01, CTA02 e CTA03, que não passaram pelo processo de hidrogenação.....	48
Figura 4. 7 - Fractografia do corpo de prova CTA 03, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 100x; (b) ampliação de 250x; (c) ampliação de 500x; (d) ampliação de 1000x. ....	49
Figura 4. 8 - Gráficos J-R dos CPs CTA 06, CTA07 e CTA09, que passaram pelo processo de hidrogenação em solução aquosa com 3,5 % de NaCl em peso e aplicação de corrente elétrica com diferença de potencial de -1,1 V pelo período de 7 dias.	50
Figura 4. 9 - Fractografia do corpo de prova CTA09, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 100x; (b) ampliação de 250x; (c) ampliação de 500x; (d) ampliação de 1000x. ....	51
Figura 4. 10 - Gráficos J-R dos CPs CTA 04, CTA08 e CTA11, que passaram pelo processo de hidrogenação em solução aquosa com 3,5 % de NaCl e 0,3 % de tiocianato de amônio NH <sub>4</sub> SCN em peso e aplicação de corrente elétrica de -10 mA/cm <sup>2</sup> .	53
Figura 4. 11 - Fractografia do corpo de prova CTA 04, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 250x; (b) ampliação de 500x; (c) ampliação de 1000x; (d) ampliação de 1000x. ....	54
Figura 4. 12 - Gráfico da média dos valores de tenacidade à fratura para cada condição de ensaio com barras de erro.....	56
Figura 4. 13 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para os valores de limite de resistência à tração. ....	57
Figura 4. 14 - Fractografia do Corpo de Prova CTA03, sem hidrogenação. ....	59
Figura 4. 15 - Fractografia da Corpo de Prova CTA04. ....	59
Figura 4. 16 - Fractografia do Corpo de Prova CTA09. ....	60
Figura 4. 17 - Fractografia do corpo de prova CTA 03, com ampliação de 100x. ....	61
Figura 4. 18 - Fractografia do corpo de prova CTA 04, com ampliação de 250 x. ....	61

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 2. 1 - Composição química do aço AISI 4340, em % de peso.....	29
Tabela 3. 1 - Concentração de cada componente químico presente no aço AISI 4340 utilizado nos ensaios comparada com as concentrações definidas pela norma ASTM A322 (ASTM, 2013) .....	31
Tabela 3. 2 - Composição química da solução de galvanização ISO 16573 (ISO, 2015). ....	38
Tabela 3. 3 - Configuração do ensaio para cada CP utilizado.....	40
Tabela 4. 1 - Valores obtidos na verificação dimensional dos corpos de prova.....	42
Tabela 4. 2 - Valores médios de dureza Rockwell C obtidos para os Corpos de Prova ensaiados.....	43
Tabela 4. 3 - Resultados obtidos para os ensaios de tração do Aço AISI 4340.....	43
Tabela 4. 4 - Valores de $J_q$ para cada um dos CPs ensaiados.....	55
Tabela 4. 5 - Resultados de ANOVA para a variação de meio.....	56

## LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

### Lista de símbolos

K	Fator intensidade de tensão
Y	Fator geométrico
$\sigma$	Tensão aplicada no material
a	Comprimento da trinca
G	Taxa de liberação de energia na abertura inicial de trinca
J	Taxa de dissipação de energia potencial elástica na abertura de trinca
$\Gamma$	Linha arbitrária que define a região de avaliação na ponta da trinca no sentido de propagação
w	Densidade de energia de deformação
$T_i$	vetor de tensão aplicada para abertura da trinca
$u_i$	Vetor de deslocamento para abertura de trinca
S	Comprimento do caminho escolhido
U	Energia elástica armazenada durante carregamento para abertura de trinca
$\delta$	Deslocamento de abertura da boca da trinca
P	Carga aplicada por unidade de espessura do CP
$\Delta a_p$	Extensão física da trinca (raiz à ponta)
$\sigma_y$	Tensão de escoamento do material
B	Espessura do corpo de prova
W	Referência de medida pra o corpo de prova do tipo C(T)

### Lista de siglas e abreviaturas

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ANOVA	Análise de Variância
ARBL	Aços de Alta Resistência e Baixa Liga
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
C(T)	Corpo de Prova do Tipo <i>Compact Specimen</i>
CP	Corpo de Prova
CTOD	<i>Crack Tip Opening Displacement</i>

FEG	<i>Field Emission Gun</i>
FH	Fragilização por Hidrogênio
FHAA	Fragilização por Hidrogênio Associada ao Ambiente
MCLA	Aços de Médio Carbono e Baixa Liga
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MFEP	Mecânica da Fratura Elastoplástica
MFLE	Mecânica da Fratura Linear Elástica
UFU	Universidade Federal de Uberlândia

## SUMÁRIO

CAPÍTULO I	INTRODUÇÃO .....	13
CAPÍTULO II	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	17
2.1.	Mecânica da Fratura.....	17
2.1.1.	<i>Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE):</i> .....	17
2.1.2	Mecânica da Fratura Elasto Plástica (MFEP).....	18
2.2.	A Integral J .....	19
2.2.1	Interpretação Física de J .....	21
2.2.2	Gráfico J-R .....	22
2.3.	Fragilização por Hidrogênio .....	25
2.3.1.	Fontes de Hidrogênio: .....	25
2.4.	AÇO AISI 4340: .....	28
CAPÍTULO III	METODOLOGIA .....	30
3.1	Aço SAE/AISI 4340 .....	30
3.3	Tratamento Térmico e Revestimento .....	31
3.2	Fabricação e Verificação Dimensional dos Corpos de Prova .....	32
3.4	Caracterização Mecânica.....	34
3.5	Preparação dos CPs .....	36
3.5.1	Pré-trinca.....	36
3.5.2	Permeação de hidrogênio e revestimento .....	37
3.6	Ensaio de Integral J .....	39
CAPÍTULO IV	RESULTADOS .....	41
4.1	Resultados da Verificação Dimensional dos Corpos de Prova.....	41
4.2	Resultados da Avaliação Mecânica do Material .....	42
4.3	Fabricação da Pré-Trinca nos Corpos de Prova C(T) .....	44
4.4	Resultados da Medição da Tenacidade à Fratura pelo Método da Integral J ..	46
4.3.1	Resultados Obtidos para CPs não hidrogenados (Referência) .....	47

4.3.2 Resultados Obtidos para CPs na Condição de Hidrogenação em Solução de NaCl.....	49
4.3.3 Resultados Obtidos para Amostras na Condição de Hidrogenação em Solução de NaCl e NH <sub>4</sub> SCN .....	52
4.3.4 Tabela de Valores de J dos CPs Ensaçados .....	54
4.5 Resultados da Validação .....	57
4.6 Avaliação Fractográfica .....	58
CAPÍTULO V CONCLUSÃO .....	62
CAPÍTULO VI PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS .....	64
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	65

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO

A mecânica da fratura é um conceito inserido no ramo da Mecânica dos sólidos que estuda a maneira como determinado material se comporta diante da aplicação de uma tensão em um componente com uma trinca pré-existente. Ela busca relacionar quantitativamente três grandezas físicas mensuráveis: a tensão aplicada, as dimensões da trinca e a resistência oferecida pelo material à propagação desta.

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) são comumente utilizados em aplicações que requerem alta resistência mecânica associadas a uma diminuição do peso das estruturas. Assim sendo, diversas áreas da indústria utilizam esse material: aeronáutica, automobilística e óleo e gás. Dentre as metodologias para se avaliar a tenacidade à fratura de um material, tem-se os ensaios propostos pela norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), quais sejam: Integral J, *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) e  $K_{IC}$ . Tais parâmetros são de suma importância para a avaliação das propriedades mecânicas e são a base para o desenvolvimento de projetos de equipamentos e estruturas e reparo de componentes que já estão em operação.

Na esfera da engenharia aeronáutica, aços de médio carbono e baixa liga (MCLA) exibem Limites de Resistência à Tração que variam entre 1000 e 1400 MPa. Esse tipo de material é tipicamente utilizado na fabricação de componentes estruturais críticos aplicados em aviões, assim como nos componentes do sistema de trem de pouso. São também particularmente suscetíveis à fragilização por hidrogênio (FH) e corrosão sob tensão (*Stress Corrosion Cracking*) (BRAHIMI, 2007). Por tal motivo, uma questão bastante importante no estudo dos materiais aplicados em engenharia é a influência que o meio e/ou a quantidade de hidrogênio do material podem exercer nessas propriedades mecânicas, gerando riscos ao desempenho apropriado da estrutura como um todo.

No caso das indústrias supracitadas e seus aços ARBL, enfatiza-se a susceptibilidade à FH. O hidrogênio é um elemento de raio atômico muito reduzido, que pode se difundir na microestrutura desses aços. Este fato, aliado à menor capacidade de deformação plástica

observada nesses materiais, possibilita que o Hidrogênio interaja com a microestrutura do material, reduzindo sua resistência mecânica e trazendo o risco de colapso estrutural.

No histórico da evolução e tecnologias propostas pela engenharia, a ocorrência de fraturas estruturais abruptas gerou desastres que trouxeram prejuízos em um contexto em que o conhecimento científico a respeito dos mecanismos de falha ainda não era sólido, tal qual o observado no maior acidente aéreo da história envolvendo uma única aeronave. Nessa infeliz ocorrência, uma trinca gerada por fadiga em um parafuso de cauda provocou a perda do controle atitudinal da aeronave e 520 pessoas foram mortas.

Neste trabalho, é avaliado o efeito do hidrogênio na tenacidade à fratura do aço AISI 4340, utilizado em larga escala na indústria de óleo e gás e que mantém semelhanças com aqueles usados na indústria aeronáutica. Uma das chaves da evolução do uso de materiais de construção aeronáutica é o domínio da capacidade de se obter alta resistência associada à baixa densidade, se comparado a outros tipos de ligas, como a de titânio. Este fato é parte essencial no aprimoramento da indústria aeronáutica (e de transportes em geral). O aço, devido a sua alta densidade em relação aos materiais comumente utilizados para construção aeronáutica, é utilizado apenas em componentes que requerem altíssimas resistências mecânicas, acima de 1200 MPa, caso do trem de pouso das aeronaves e fixadores, cuja falha traria consideráveis riscos aos usuários deste meio de transporte. Nesse contexto, estuda-se então a influência da permeação de hidrogênio na microestrutura desses aços e quantifica-se o efeito desse fenômeno nas propriedades destes materiais utilizando ensaios controlados. Nesses ensaios, corpos de prova são previamente carregados com hidrogênio para avaliação da tenacidade à fratura, por meio da tipo Integral J. Assim é possível avaliar a influência do hidrogênio na deterioração das propriedades mecânicas, com ênfase na tenacidade à fratura.

A demanda por aços de alta resistência intensifica a suscetibilidade à fragilização de estruturas pela difusão de hidrogênio, uma vez que essas possuem menor capacidade de deformação plástica e são altamente perturbadas pelas tensões geradas devido à presença do hidrogênio (CWIEK, 2009).

## **1.1 Objetivo principal**

O objetivo principal deste trabalho de conclusão de curso é avaliar a influência que a difusão de hidrogênio na microestrutura exerce na propriedade de tenacidade à fratura do material em estudo, o aço AISI 4340, seguindo as determinações da norma ASTM E1820 (ASTM, 2018).

## **1.2 Objetivos secundários**

Como objetivos secundários podem-se citar:

- Avaliar diferentes níveis de fragilização por hidrogênio do aço AISI 4340;
- Avaliar a influência exercida pela presença do hidrogênio na microestrutura do aço AISI 4340;
- Avaliar a influência do meio na agressividade da permeação de hidrogênio nos corpos de prova de aço AISI 4340.

## **1.3 Justificativa**

No contexto das indústrias automobilística, aeronáutica e de óleo e gás, a FH é um processo que acomete aços utilizados em determinadas condições e afeta, basicamente, a capacidade mecânica do material. Esse processo resulta na deterioração de propriedades mecânicas e consequente subdimensionamento estrutural, que pode, eventualmente, conduzir a estrutura à falha. Objetivamente, esse estudo se propõe a avaliar quão agressiva é a redução da tenacidade à fratura do material no aço AISI 4340,

## **1.4 Contribuição**

Durante a pesquisa bibliográfica para embasamento deste trabalho, foram encontradas publicações que tratam a respeito da FH em aços do tipo AISI 4340, essencial à indústria principalmente por sua elevada capacidade de beneficiamento, ou seja, mudança nas propriedades mecânicas a partir de tratamentos físico-químicos. Sendo assim, é de grande valia explorar e revisar o efeito que esse fenômeno pode gerar em um material trabalhado especificamente para que seu desempenho mecânico seja otimizado, mitigando possíveis falhas geradas por subdimensionamento estrutural.

## **1.5 Estrutura do trabalho de conclusão de curso**

Este trabalho de conclusão de curso é estruturado em cinco capítulos, incluindo esta introdução (Capítulo I). O Capítulo II apresenta a revisão bibliográfica, abordando os trabalhos publicados a nível nacional e internacional, para o reconhecimento do estado da arte quanto a: aços ARBL, tenacidade à fratura e fragilização por hidrogênio, bem como a norma ASTM

E1820 (ASTM, 2018). No Capítulo III é apresentada a metodologia proposta para alcançar os objetivos do trabalho. Esta reúne a caracterização do material e os tratamentos térmicos; a usinagem dos corpos de prova e a verificação dimensional e geométrica e os ensaios de tenacidade à fratura. Por sua vez, o Capítulo IV mostra os resultados obtidos e as discussões. Como fechamento do trabalho, no Capítulo V, são apresentadas as conclusões e as propostas para trabalhos futuros.

## CAPÍTULO II

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1. Mecânica da Fratura

A Mecânica da Fratura é uma área da mecânica dos sólidos que assume a existência de uma trinca e se dedica a estudar a evolução dessa descontinuidade a partir da determinação de uma relação quantitativa entre as dimensões da trinca, a resistência do material à sua propagação e as tensões aplicadas na região, responsáveis por alterar as condições iniciais. O crescimento desse defeito pode se dar de maneira catastrófica (Mecânica da Fratura Linear Elástica), quando a deformação linear é desprezível no processo de crescimento da trinca ou, ainda, de forma subcrítica. Nesse caso, assume-se a presença de deformação plástica na ponta da trinca (Mecânica da Fratura Elasto-Plástica), o que exige o desenvolvimento de métodos específicos de avaliação.

##### 2.1.1. Mecânica da Fratura Elástica Linear (MFLE):

Ao conjunto de teorias destinado à descrição do desenvolvimento de fraturas em materiais que apresentam comportamento frágil dá-se o nome de Mecânica da Fratura Linear Elástica. Tal comportamento é resultado das propriedades do material (microestrutura, resistência mecânica etc.) e do efeito da geometria da estrutura, podendo ainda ser afetado por questões ambientais (baixa temperatura para aços ferríticos, por exemplo) (HAAG, 2016).

Nos casos em que há a predominância da MFLE, o parâmetro utilizado para avaliar a tenacidade à fratura dos materiais é o valor crítico do fator de intensidade de tensões,  $K_{IC}$ , que corresponde à uma propriedade intrínseca ao material e relaciona a tensão aplicada com o tipo de defeito e suas dimensões (HAAG, 2016), conforme mostra a Eq. (2.1).

$$K = Y\sigma(\pi a)^{\frac{1}{2}} \quad (2.1)$$

Na Equação (2.1),  $K$  é o fator intensidade de tensões;  $Y$  é fator de forma (influência da geometria no comportamento do material);  $\sigma$  é a tensão aplicada;  $a$  é o tamanho da trinca.

### 2.1.2 Mecânica da Fratura Elasto Plástica (MFEP)

As teorias relativas à MFEP buscam definir questões envolvendo materiais que apresentam deformações plásticas na ponta da trinca, o que pode ser feito segundo duas abordagens: *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) ou Integral-J. O CTOD, desenvolvido por Wells, se baseia no conceito físico da medição da abertura da trinca, enquanto a Integral-J, desenvolvida por Rice (1968), se baseia num balanço de energia feito na ponta da trinca. Adiante, neste capítulo, serão melhor explicados os conceitos de Integral-J e CTOD.

Dentre os diferentes parâmetros existentes para estimar a tenacidade à fratura do material, explica-se com maior clareza as grandezas básicas utilizadas para caracterização de fraturas dentro da MFEL e MFEP:

- Fator Intensidade de Tensão ( $K$ ) (MFEL): Irwin (1957) propôs o conceito do fator  $K$  como sendo o parâmetro que é capaz de descrever a intensidade dos campos elásticos desenvolvidos na ponta de uma trinca e sua utilização simboliza a mecânica da fratura linear (ZHU, 2012).
- Integral-J (MFEP): proposta por Rice (1968), é definida como sendo a taxa de dissipação de energia potencial elástica na ponta da trinca em relação ao seu crescimento. Então, ela descreve a intensidade dos campos elasto-plásticos que se desenvolvem nessa região (BERNARDES, 2020).
- *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) (MFEP): Wells (1963) foi o primeiro a propor o conceito do *CTOD*, que utiliza como parâmetro a medida da abertura na ponta da trinca e é útil como um parâmetro de fratura na engenharia. Em aplicações práticas, é equivalente ao fator  $K$  ou da integral-J. Métodos experimentais distintos foram desenvolvidos para aplicação de cada parâmetro na determinação da tenacidade à fratura.

Neste trabalho, será dado o enfoque no método da Integral-J, modelo escolhido para avaliação da tenacidade à fratura. O método  $K_{IC}$  tem limitações quanto às dimensões do corpo de prova (CP) e limite de força da máquina, que precisam ser maiores; no caso da integral J, essa limitação é menor e o aparato requisitado para testes é mais simples. Zhu e Joyce (2012) observam que o comportamento de um material submetido a um ensaio de tenacidade à fratura pode ser descrito a partir de três aspectos, quais sejam: o comportamento da fratura, o efeito da restrição da geometria e o comportamento da deformação.

Quanto ao primeiro aspecto, as possibilidades de caracterização do comportamento da fratura se limitam basicamente à dúctil, que geram microcavidades esféricas chamadas

*dimples*, e frágil, com aspecto mais grosseiro oriundo do mecanismo de clivagem, caracterizada pelo crescimento da trinca ao longo de planos cristalográficos específicos.

O segundo aspecto citado, restrições geométricas, diz respeito à influência que as dimensões do corpo de prova podem ter sobre as condições de tensão na ponta da trinca, aumento os valores observados para a região. Esse efeito maximiza as tensões atuantes, o que pode promover uma fratura mais frágil ou reduzir o efeito de fratura dúctil observado para o material. O contrário também é verdadeiro: caso a geometria seja pouco restrita, a fratura frágil é mitigada e favorece-se a fratura dúctil. Em ambos os casos, os resultados gerados não são confiáveis.

Já o comportamento da deformação observada no material é caracterizado como sendo linear elástico, não-linear elástico ou elastoplástico. Em geral, essa característica é utilizada como base para que se escolha o parâmetro a ser utilizado na avaliação de tenacidade à fratura (ZHU, 2012). CTOD e a Integral J são duas correntes distintas que visam resolver questões relacionadas à materiais com alta tenacidade e que apresentam deformação plástica na ponta da trinca.

Quando a característica de fratura do material é frágil, a energia necessária para a extensão da trinca após sua iniciação é pequena, o que permite que a tenacidade do material seja apresentada como um valor pontual caracterizado pelo fator K ou pela taxa de liberação de energia no processo de abertura inicial da trinca (G). No caso de materiais com maior resistência, o crescimento da trinca demanda quantidade significativa de energia, impedindo que a tenacidade seja denotada por um ponto e, portanto, a tenacidade do material é caracterizada por uma curva R baseada no fator K; a curva R descreve a evolução da resistência do material à medida em que ocorre o crescimento da trinca.

## **2.2. A Integral J**

Parâmetro que permite quantificar a tenacidade à fratura em condições elastoplásticas, a integral J foi proposta por Rice (1968). Ele demonstrou que, em condições elásticas, J é equivalente à taxa de dissipação de energia potencial elástica relacionada ao crescimento da trinca e que em um contorno arbitrário fechado em torno da ponta da trinca,  $J=0$ .

A integral J, apesar de ser uma grandeza que quantifica deformações não-lineares elásticas, pode ser utilizada para avaliação de resistência em materiais que apresentam fraturas dúcteis, nas quais há predominância de deformação plástica na ponta da trinca (ZHU, 2012). Apesar dessa divergência, em estudo dedicado à demonstração da aplicabilidade do método, Medina (2014) garantiu com robustez que a Integral J funciona como um parâmetro válido de medição da tenacidade à fratura em materiais metálicos elastoplásticos. Nesse

último caso, quando se abordam materiais não lineares, a propagação da trinca ocorre de maneira lenta e estável, consequência justamente da deformação plástica à qual também estão sujeitos (MEDINA, 2014).

Em aços estruturais, nos quais há o supracitado efeito de deformação plástica em larga escala no processo de fratura, a mecânica da fratura linear elástica não é capaz de caracterizar com precisão o comportamento apresentado pelo material e, por isso, faz-se uso do modelo de fratura não linear através da Integral J. Baseado na teoria da plasticidade, Rice (1967) propôs a Eq. (2.2).

$$J = \oint_{\Gamma} (w dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds) \quad (2.2)$$

Na Equação (2.2),  $\Gamma$  é uma linha arbitrária, sem descontinuidades além da própria trinca na qual é feita a integração, percorrida no sentido anti-horário, ao redor da ponta da trinca (Fig. 2.1);  $w$  é a densidade de energia de deformação;  $T_i$  é vetor de tensão aplicada;  $u_i$  é vetor de deslocamento e  $S$  é o comprimento do caminho escolhido.

As direções X e Y são posicionadas de forma que o eixo das ordenadas seja normal à linha da trinca, sendo que a origem das coordenadas fica na ponta da trinca. Uma observação que deve ser é que a Integral J independe do caminho  $\Gamma$  escolhido para a integração, desde que esse esteja contido na zona de deformação elástica (TORRICO, 2006) e que  $J = 0$  nessa região.

Kuan (1996) caracterizou a Integral J dentro da zona plástica da ponta da trinca e mostram que, diferentemente da análise para a região exclusivamente elástica, ela não é independente do caminho de integração. Se esta integral de contorno atravessa a região plástica da ponta da trinca, em materiais que apresentam encruamento, a maior contribuição do valor de J é dada pela energia de deformação plástica compreendida na região da integração. Se o caminho da integração de J inclui toda a zona plástica da ponta da trinca, então o seu valor é independente do caminho (TORRICO, 2006); tais aspectos podem ser visualizados na Fig. 2.1

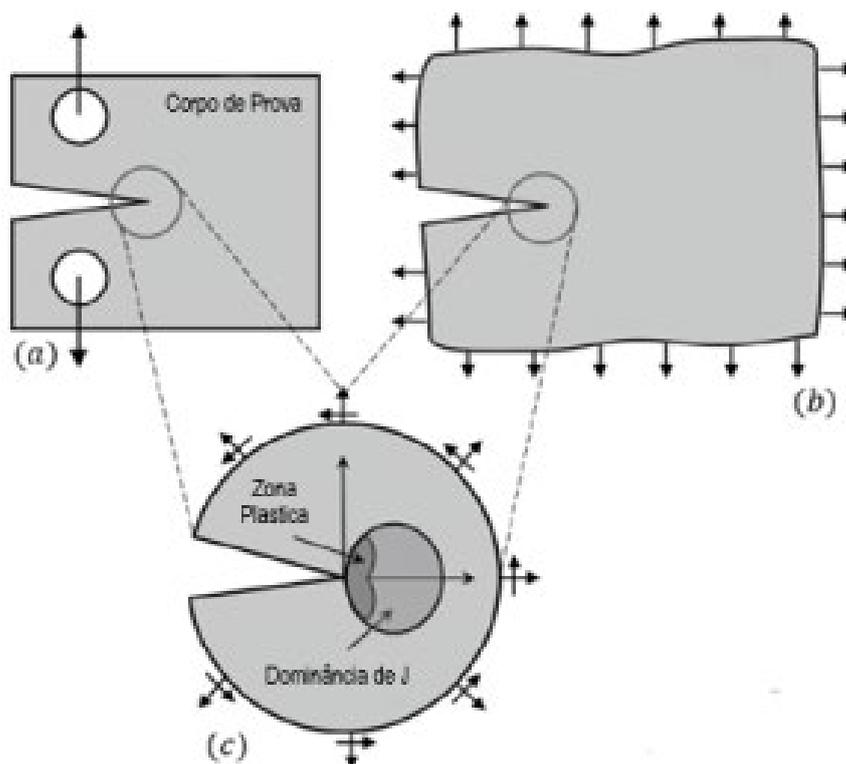


Figura 2. 1 - Configuração da distribuição de energia na ponta da trinca e determinação na região avaliada pela Integral J (DONATO, 2018)

### 2.2.1 Interpretação Física de J

Fisicamente, a interpretação original da Integral J é o valor médio da intensidade do campo de tensões e deformações não-lineares na região da ponta da trinca, o que a aproxima do conceito do Fator K relativo à MFEL, mas no ramo da MFEP. Rice (1968) ainda apresentou uma interpretação alternativa do conceito físico da integral J, sendo essa uma taxa de alívio de energia potencial por unidade de superfície de trinca gerada na propagação, considerando aqui um comportamento prioritariamente elástico (TARPANI, 2017). Isto é, a energia elasticamente armazenada para cada unidade de área do ligamento restante (não fraturado e disponível para sê-lo). Esta definição pode ser matematicamente descrita pela Eq. 2.3.

$$J = -\frac{\partial U}{\partial a} \quad [\delta \text{ ou } P \text{ constantes}] \quad (\text{Eq. 2.3})$$

Na Equação (2.3), U é a energia elástica armazenada durante o carregamento para a abertura da trinca por unidade de espessura do corpo; a é o comprimento da trinca;  $\delta$  é o deslocamento (de abertura da boca da trinca); P é a carga aplicada por unidade de espessura do CP

Tal definição é prática ao mensurar, por meio de grandezas físicas externas e macroscopicamente mensuráveis, o conceito complexo da Integral J. Essa definição, no entanto, assume a completa reversibilidade da energia transferida do sistema de carregamento para o corpo de prova ensaiado. No problema elasto-plástico, no qual uma parcela da deformação do corpo não é reversível, J perde o seu significado físico de energia disponível para a propagação (TARPANI, 1995).

O significado de J para o comportamento elasto-plástico é uma medida da intensidade dos campos de tensão e deformação (do tipo elasto-plásticas) numa dada região, definida por  $\Gamma$  na ponta da trinca (RICE, 1968). Outros estudos tomaram outras definições para o significado de J.

### 2.2.2 Gráfico J-R

A resistência do material à propagação da trinca deve ser interpretada, além como sendo decorrente da energia despendida na criação de novas superfícies de fratura considerando a não ocorrência de clivagem, como o trabalho consumido e dissipado pelo aumento da zona plasticamente deformada e pela movimentação desse volume durante o processo de crescimento da trinca e conseqüentemente deslocamento de sua ponta (TARPANI, 1995). Considerando o exposto, analisa-se o gráfico J-R por ser esta uma curva que mostra a resistência do material à propagação estável da trinca, medida em termos de J, em relação à medida da extensão física da trinca ( $\Delta a_p$ ). As diretrizes para a determinação experimental da curva J-R são discriminadas na norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), que foi desenvolvida especificamente para testes de avaliação de materiais elastoplásticos tendo como parâmetro a grandeza J (ZHU, 2012).

J-R surge então como um instrumento de monitoramento do crescimento do valor de J, a medida em que a plasticidade altera continuamente a resistência do material enquanto ocorre o crescimento da trinca. Dizemos, então, que J denota o aumento da resistência do material à propagação da fratura, podendo ser usado como índice para avaliação da tenacidade do material. A expansão da zona plasticamente deformada do material e a ocorrência de encruamento requerem aumento das forças aplicadas para que o crescimento estável da trinca continue (SILVA, 2004)

Inicialmente, J-R foi utilizada apenas para a definição de  $J_{IC}$ , que é a energia necessária para iniciar a propagação estável de uma trinca (considerava-se estacionária) (SILVA, 2004) (Fig. 2.2). No entanto, a partir da amplificação do domínio dos conceitos associados ao comportamento dos materiais, principalmente metálicos, observou-se que o gráfico poderia ser interpretado como sendo uma caracterização mais precisa do aumento da resistência durante o processo de crescimento de trinca; como critério de projeto,  $J_{IC}$  é

bastante conservador por não considerar esse aumento de resistência previsto para o processo.

Na Figura 2.2 é ilustrado o aspecto esperado para uma curva J-R obtida a partir do ensaio de um material dúctil; na Fig. 2.3 é ilustrada uma curva J-R tradicional, com todas as linhas de avaliação e análise exibidas no gráfico.

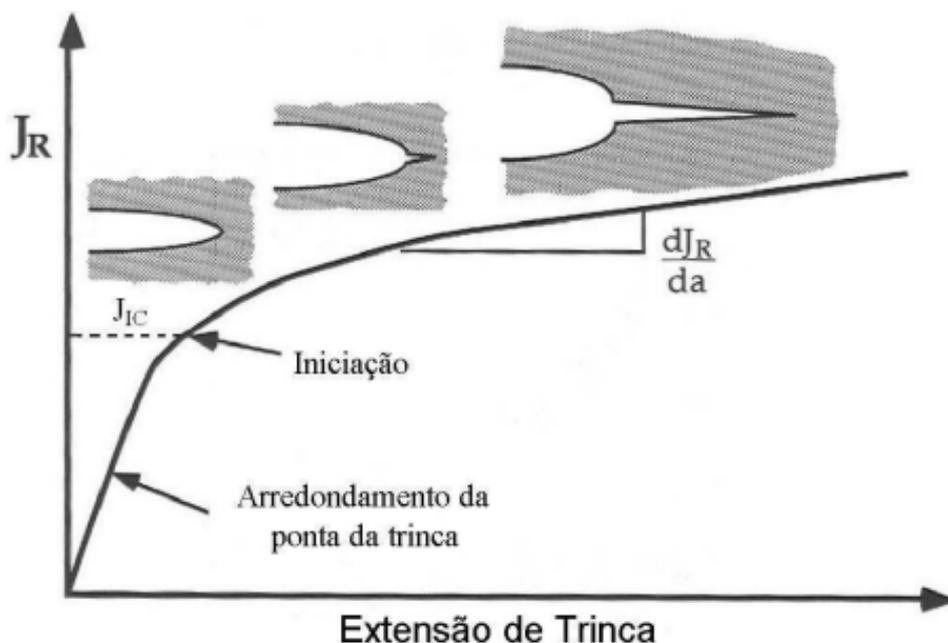


Figura 2. 2 - Esquema de curva R para materiais dúcteis, denotando o ponto onde inicia-se a propagação dúctil da trinca ( $J_{ic}$ )

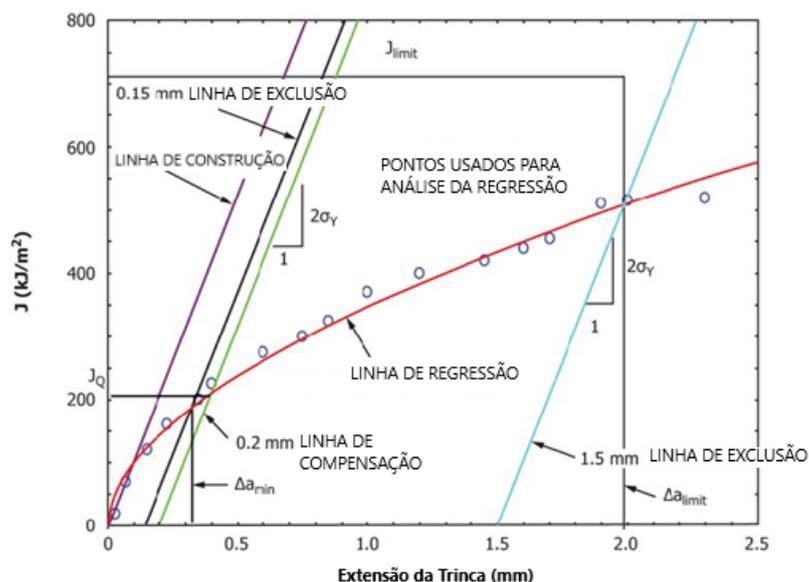


Figura 2. 3 - Curva J-R válida típica com dados de ensaio, linhas de construção e limites exigidos pela norma ASTM E1820

No caso dos ensaios conduzidos para este trabalho, os gráficos J-R foram automaticamente gerados pelo programa computacional associado ao equipamento de ensaios Instron e, portanto, coube-nos qualificar os resultados por meio da avaliação da posição dos pontos medidos nos gráficos, conforme preceitua a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018). A validação é feita através de restrições geométricas impostas ao gráfico com o intuito de mitigar erros oriundos de estimativas dos parâmetros físicos calculados durante os ensaios, a saber, relativos ao tamanho da trinca. Sendo assim, observam-se, no gráfico J-R da Fig. 2 as seguintes linhas adicionais:

- Linha de Regressão
- 0,2 mm Linha de Compensação
- Linha de Construção (Fig. 1. ASTM E1820)
- 0,15 mm Linha de Exclusão
- 1,5 mm Linha de Exclusão

As regras para validação dos dados, a partir das restrições geométricas acima são enunciadas na norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), no Anexo A.9. Nesse sentido as Eqs 2.4 e 2.5 definem dois dos principais parâmetros utilizados na validação dos gráficos obtidos e são calculados antes dos ensaios, diretamente na máquina utilizada para tal.

$$J_{max} = b_0 \sigma_Y / 10 \quad (\text{Eq. 2.4})$$

$$J_{max} = B \sigma_Y / 10 \quad (\text{Eq. 2.5})$$

A capacidade máxima de Integral-J de um CP é dada pelo menor valor obtido de uma das Eqs. 2.4 ou 2.5. Para a trinca propagada pelo ensaio, seu comprimento máximo, a ser contado a partir da raiz até a ponta, é dado por:

$$\Delta a_{max} = 0,25 b_0 \quad (\text{Eq. 2.5})$$

Seguindo o conceito apresentado para a Integral J, é notável que deva existir, durante toda a evolução do ensaio, uma trinca definida. Conseqüentemente, a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018) preceitua que, para o ensaio de Integral J, deve ser aberta uma pré-trinca por fadiga nos corpos de prova. A razão para essa exigência é que as ferramentas mecânicas disponíveis hoje são incapazes de gerar um entalhe que reproduza a geometria aguda de uma trinca com a precisão mínima necessária para que os resultados do ensaio sejam válidos. Sendo assim, o artifício encontrado para gerar uma trinca controlada e de comprimento

conhecido é o carregamento cíclico, ou seja, por fadiga. com um número de ciclos que ficam entre 10<sup>4</sup> e 10<sup>6</sup>, a depender do material e das dimensões definidas para o CP, uma vez que esta pode variar (dentro dos limites estabelecidos pela norma).

### 2.3. Fragilização por Hidrogênio

O hidrogênio é um gás não poluente e o elemento mais abundante do universo. Largamente presente em compostos essenciais no dia a dia da sociedade, a água e os hidrocarbonetos são as principais fontes de H disponíveis atualmente. Não obstante, é comum que a fragilização por hidrogênio seja caracterizada como causa raiz de falhas, quando na verdade ela é um mecanismo de falha gerado pela aplicação inadequada do componente, o que acaba por reduzir tanto o desempenho quanto a vida útil deste (BRAHIMI, 2014).

No caso dos aços, a interação com esse elemento provoca fenômenos que devem ser estudados devido aos riscos que gera às estruturas, fragilizando os materiais e deixando-as suscetíveis à colapsos não previstos em projeto.

O hidrogênio pode ser observado nos aços como hidrogênio atômico (H) dissolvido intersticialmente, precipitado como hidrogênio molecular (H<sub>2</sub>) ou precipitado na forma de diferentes compostos (CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O, TiH<sub>2</sub> etc.) (ROSADO, 2011).

Melo (2019) cita ainda que os defeitos microestruturais atuam como locais aprisionadores de hidrogênio, lembrando que podem existir nos materiais como discordâncias, contornos de grãos vazios, dentre outros.

#### 2.3.1. Fontes de Hidrogênio:

O elemento químico Hidrogênio pode se apresentar em variadas configurações, utilizando diversos mecanismos de fragilização e promovendo várias teorias que se propõem a explicar os fenômenos observados. Na forma atômica, principal responsável pela ocorrência de fratura atrasada, ele pode ser gerado na superfície do aço através da dissociação da molécula de água (H<sub>2</sub>O) (ROSADO, 2011).

A Figura 2.4 ilustra graficamente o efeito gerado pela presença de hidrogênio na ductilidade de um aço.

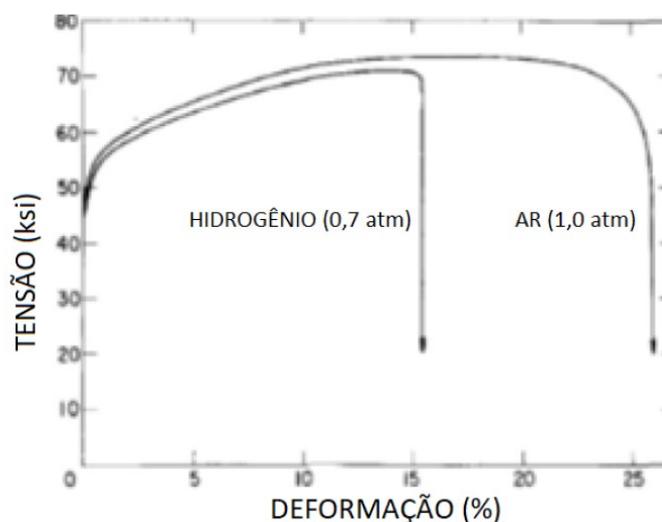


Figura 2. 4 - Efeito da presença de hidrogênio na ductilidade de um aço com 3 % de Si (MELO, 2019).

As principais fontes de hidrogênio atômico residual no aço são descritas a seguir (METALS HANDBOK, 1987; SILVA, 1999):

- Processo de fabricação: como consequência da carga úmida ou por dissociação do vapor d'água no arco elétrico produzido por eletrodos de grafite; outras operações de soldagem nas quais há umidade no revestimento dos eletrodos ou gás protetor e/ou presença de impurezas (como óxidos hidratados) na superfície do material a ser soldado;
- Durante procedimentos termomecânicos, como deformação plástica a frio, aplicação de revestimentos, processos de usinagem que utilizem óleos baseados em hidrocarbonetos, decapagem e soldagem;
- Em serviço num ambiente rico em hidrogênio;
- H resultante da redução de  $H^+$  no cátodo em reações eletrolíticas em meios aquosos ou ácidos.

A absorção de hidrogênio atômico é ainda potencializada quando na presença de compostos específicos que funcionam como catalisadores, tais como  $S_2^-$ ,  $HS^-$ ,  $H_2S$ ,  $A_s$ . Esses compostos, mesmo em pequenas quantidades, dificultam a recombinação dos átomos de hidrogênio na superfície metálica, deixando-os livres na superfície e aumentando a reação de absorção na microestrutura metálica (ROSADO, 2011).

Considerando então que a eletrólise da água é uma das principais fontes de hidrogênio, essa foi utilizada como método de permeação do hidrogênio na microestrutura dos corpos de prova, via carregamento catódico com solução eletrolítica. Alternativamente,

mas com maiores custos e aparato rebuscado, também é possível fazer o procedimento através de atmosferas gasosas em alta pressão.

A difusão do hidrogênio no material ocorre porque, em razão de seu pequeno volume, ele facilmente ocupa os interstícios da microestrutura metálica. Além disso, o H pode ser retido em diferentes tipos de defeitos presentes na estrutura (STROE, 2006).

Esses defeitos funcionam como sítios aprisionadores de hidrogênio e podem ser discordâncias, vazios, contornos de grão, precipitados incoerentes ou a própria rede cristalina. A maior energia de ligação entre o hidrogênio e estas armadilhas resultam num maior tempo de permanência do hidrogênio no local, tornando mais lenta a difusão do elemento na estrutura. A Fig. 2.5 traz uma representação esquemática das interações possíveis entre o átomo de hidrogênio e a microestrutura metálica.

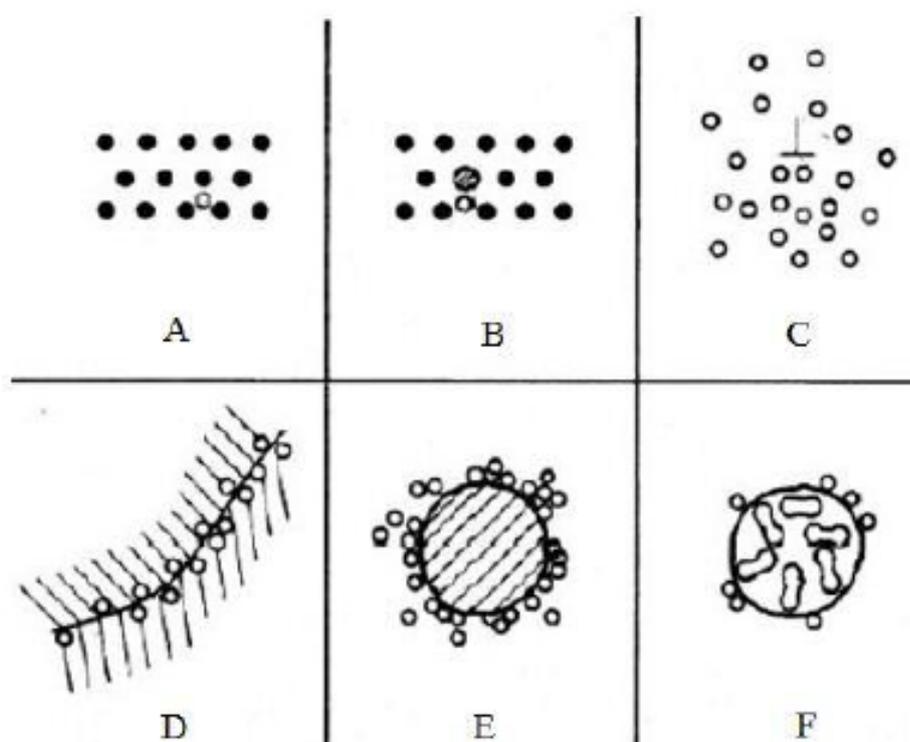


Figura 2. 5 - Representação esquemática da interação entre hidrogênio e a microestrutura metálica: A) solução sólida, B) par hidrogênio-soluto, C) atmosfera de discordância, D) acúmulo no contorno de grão, F) hidrogênio recombina em vazios (THOMPSON, 1980).

A fragilização por hidrogênio pode ser classificada em três tipos. O primeiro deles é caracterizado pela permeação de hidrogênio oriundo do meio no qual o material atua, Fragilização por Hidrogênio Associada ao Ambiente (FHAA), evidenciada pelo tipo de carregamento e pelas situações exemplificadas durante a descrição da motivação do estudo. Uma outra classificação é a chamada Fragilização por hidrogênio interna reversível, também

denominada Fratura Atrasada ou Fragilização em Baixa Taxa de Deformação (ROSADO, 2011). A última classificação é a chamada Fragilização pela Reação do Hidrogênio.

No caso de ensaios realizados para avaliar os efeitos da fragilização do material diante da presença do hidrogênio, o CP é pré-carregado e diz-se, então, que essa fragilização é do tipo interna reversível ou pela reação do hidrogênio (METALS HANDBOOK, 1987)

Quando um metal sujeito à uma condição propícia à permeação de hidrogênio é permeado e está submetido à um campo de tensões, um gradiente de concentração de tensão faz com que o hidrogênio presente na microestrutura migre para as regiões mais tensionadas. Portanto, à medida em que esse fenômeno é observado, os aços alteram seu comportamento de dúctil para frágil e, eventualmente, surgem microtrincas nessas regiões submetidas a maiores níveis de tensão. A movimentação do hidrogênio acompanha a propagação da ponta da trinca, até que haja sobrecarga e ocorra a falha da estrutura (ROSADO, 2011). No entanto, para muitos aços, há um limite mínimo de tensão, associado à resistência do material e ao ambiente, até o qual o hidrogênio não teria efeito crítico sobre as propriedades do material. Normalmente, o limite é mais baixo quanto maior à resistência ao escoamento ou à tração.

A morfologia da fratura observada tende a ser frágil e intergranular e depende no nível de fragilização observado no material, fator influenciado pelas características próprias do aço e da quantidade de hidrogênio difundido na microestrutura.

Quanto aos mecanismos de fragilização por hidrogênio, citamos:

- Teoria da Pressão: baseada na recombinação do hidrogênio atômico em hidrogênio molecular ( $H_2$ ) em sítios aprisionadores na microestrutura do material. O hidrogênio gasoso aumenta a pressão interna, expandindo as cavidades, podendo gerar nucleação e o crescimento de trincas (VYIANIT, 2005) (ROSADO, 2011).
- Teoria da Decoção: considera que a fratura frágil ocorre a partir de contornos de grão onde há concentração crítica de átomos de hidrogênio. Evidências de baixa relação entre decoção de hidrogênio em sistemas com baixa solubilidade de hidrogênio, no entanto, enfraquecem a teoria (ROSADO, 2011).
- Teoria da Plasticidade Localizada: preceitua que a presença do hidrogênio aumenta a mobilidade das discordâncias.

#### **2.4. AÇO AISI 4340:**

O AISI 4340 é considerado um aço para beneficiamento, isto é, possui boa temperabilidade, ligada ao cromo-níquel-molibdênio, e, portanto, suas propriedades

mecânicas variam consideravelmente em função dos diferentes tratamentos térmicos realizados (BERNARDES, 2020).

Ademais, apresenta boa tenacidade, baixa usinabilidade e baixa soldabilidade. É utilizado em peças sujeitas à alta solitação cíclica, por possuir elevada resistência à fadiga. Encontra mercado nas indústrias automobilística, aeroespacial e de máquinas e equipamentos, com ênfase na aplicação em eixos, engrenagens, engrenagens planetárias, colunas, mangas e cilindros, além da indústria de óleo e gás.

Na Tabela 2.1, é apresentada a composição química do aço AISI 4340, considerando seus principais elementos de liga. As concentrações definidas pela própria *American Iron and Steel Institute*.

Tabela 2. 1 - Composição química do aço AISI 4340, em % de peso.

<b>COMPOSIÇÃO QUÍMICA SAE/AISI 4340 (% de peso)</b>	
C	Carbono 0,380 – 0,430
Mn	Manganês 0,600 – 0,800 máx
P	Fósforo 0,035 max
S	Enxofre 0,040 máx.
Si	Silício 0,150 – 0,300
Ni	Níquel 1,650 – 2,000
Cr	Cromo 0,700 – 0,900
Mo	Molibdênio 0,200 – 0,300

## CAPÍTULO III

### METODOLOGIA

Neste capítulo, é apresentada a metodologia proposta para a condução deste trabalho. Objetiva-se, conforme já enunciado nos capítulos anteriores, verificar os efeitos da fragilização por hidrogênio na tenacidade à fratura do aço AISI 4340.

Na Figura 3.1, é exibido um fluxograma simplificado do processo completo de preparação dos corpos de prova para a aplicação nos ensaios de Integral-J.



Figura 3. 1 - Fluxograma do processo de fabricação dos corpos de prova.

#### 3.1 Aço SAE/AISI 4340

O aço SAE/AISI 4340 é considerado pela *American Iron and Steel Institute* (AISI) como um aço para beneficiamento, isto é, possui boa temperabilidade, ligada ao cromo-níquel-molibdênio. Sendo assim, suas propriedades mecânicas variam consideravelmente em função dos diferentes tratamentos térmicos realizados (BERNARDES, 2020).

Ademais, apresenta alta tenacidade, baixa usinabilidade e baixa soldabilidade. É utilizado em peças sujeitas à alta sollicitação cíclica, por possuir elevada resistência à fadiga. Encontra mercado nas indústrias automobilística, aeroespacial e de máquinas e equipamentos, com ênfase na aplicação em eixos, engrenagens, engrenagens planetárias, colunas, mangas e cilindros, além da indústria de óleo e gás (PUCHI-CABRERA, 2006). Na Tabela 3.1 são apresentadas as concentrações dos elementos de liga do material conforme recebido, analisadas a partir do espectrômetro marca Leco modelo GDS 500, de resolução de 0,01 e 0,001 % de peso que funciona a partir de emissão óptica por descarga luminescente.

Três medições foram realizadas e os valores médios e o desvio padrão para 68,27 % de nível de confiança são apresentados na Tab. 3.1.

Tabela 3. 1 - Concentração de cada componente químico presente no aço AISI 4340 utilizado nos ensaios comparada com as concentrações definidas pela norma ASTM A322 (ASTM, 2013).

Elemento	Composição química (% peso)	Desvio Padrão (% peso)	Intervalos de Valor de referência ASTM A322 (% peso)	Validação
C	0,427	0,005	0,380-0,430	Atende
Mn	0,723	0,005	0,600-0,800	Atende
Si	0,33	0,01	0,150-0,350	Atende
P	0,012	0,004	0,035 (máx)	Atende
S	0,001	0,004	0,040 (máx)	Atende
Cr	0,791	0,004	0,700-0,900	Atende
Ni	1,72	0,21	1,650-2,000	Atende
Mo	0,299	0,005	0,200-0,300	Atende

Destacam-se, entre os elementos de liga, o Cromo (Cr), Níquel (Ni) e Molibdênio (Mo), por serem os de maior relevância para as propriedades desse material. São responsáveis por conferir as características desejadas para a liga, como a boa resposta a tratamentos térmicos e ductilidade ASTM A322 (ASTM, 2013).

### 3.3 Tratamento Térmico e Revestimento

Os corpos de prova foram retirados de uma chapa de dimensões 250 x 250 x 32 mm<sup>3</sup> de aço AISI 4340 comercial; o sentido do entalhe conforme é exibido na Fig. 3.2, segue paralelamente o sentido de laminação da chapa. O aço AISI 4340 é conhecido por sua alta temperabilidade, ou seja, suas propriedades são bastante afetadas pelo tratamento térmico utilizado em sua preparação.

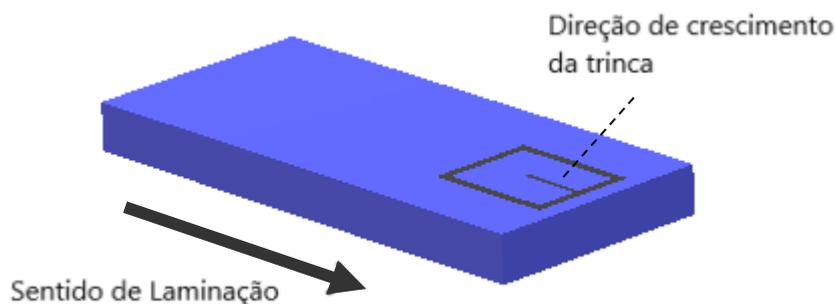


Figura 3. 2 - Desenho representativo da retirada dos corpos de prova do tipo C(T) TL-S da barra de aço AISI 4340 conforme recebida.

Os corpos de prova foram temperados e revenidos. Para a têmpera, os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de 850 °C durante uma hora, com posterior resfriamento rápido em óleo (têmpera). Já para o processo de revenimento, os CPs foram aquecidos até a temperatura de 600 °C durante uma hora e resfriados ao ar. Esse último processo foi conduzido com o intuito básico de amenizar as tensões internas do CP adquirido com o primeiro, a fim de aumentar a tenacidade e ductilidade, sem que haja grandes mudanças na dureza do material. Para ambos os processos, foi utilizado um forno marca Jung, modelo 2513, com 3,8 kW de potência.

### 3.2 Fabricação e Verificação Dimensional dos Corpos de Prova

Os corpos de prova foram fabricados de acordo com a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), após os tratamentos térmicos. A fabricação dos corpos de prova foi feita a partir de corte por eletroerosão a fio na máquina do tipo marca AgieCharmilles, FW 2U, de condução mecânica computadorizada, exibida na Fig. 3.3, que garante o atingimento de tolerâncias restritas pela alta precisão da máquina comparada com outros processos tradicionais de usinagem. Ademais, a influência sobre as propriedades mecânicas e químicas do material é mínima em virtude do fato de que a retirada de material ocorre pela ação gradativa de um potencial elétrico, que gera uma descarga sobre a superfície da peça, fundindo-a. Esse processo de fabricação é altamente indicado para a fabricação de peças em materiais com altas durezas e resistência mecânica, por não ser influenciado por essa propriedade, uma vez que o processo de corte é feito por potencial elétrico e sem contato direto entre o instrumento de corte (fio) e a peça; quanto mais condutor for o material a ser trabalhado, maior será a facilidade para aplicação do método.

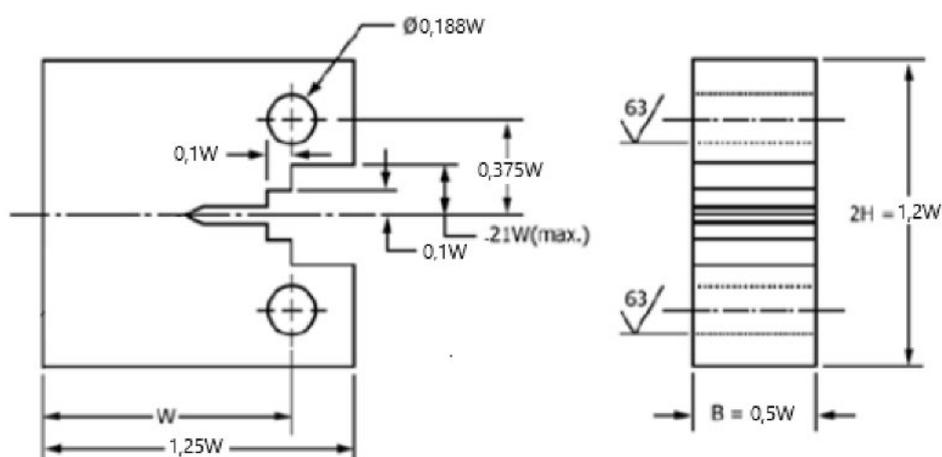
As variáveis desse processo de fabricação são o material do fio, a corrente utilizada na máquina e o vão entre o fio e a superfície do material trabalhado.



Figura 3. 3 - Máquina de corte por eletroerosão a fio utilizada para fabricação dos corpos de prova do tipo C(T) TL-S.

Após o processamento via eletroerosão a fio, os CPs foram retificados utilizando a retífica Yadoya modelo RG-280, para garantir paralelismo entre as faces. Por fim, os furos foram usinados utilizando uma fresadora universal.

Após a fabricação dos corpos de prova, foi feita a verificação dimensional, realizada para garantir que as dimensões e proporções aplicados atendam aos limites de tolerância impostos pela norma. Na Figura 3.4, é mostrado o desenho técnico utilizado como guia para a confecção dos corpos de prova do tipo *Compact Tension*, C(T) TL-S, utilizando B igual a 13 mm ( $W = 26$  mm).



Nota: tolerância em todas as dimensões  $\pm 0,013W$

Figura 3. 4 – Dimensões e geometria do corpo de prova do tipo C(T) TL-S de acordo com a ASTM E1820 (ASTM, 2018).

A verificação dimensional dos CPs é focada na análise das dimensões e proporções solicitadas pela ASTM E1820 (ASTM, 2018) e se basearam no valor de  $W$ , que é a distância perpendicular entre a base do CP e a linha que atravessa o centro dos pontos de fixação na máquina de ensaios.

Nesse procedimento, foram utilizados paquímetro digital da marca Mitutoyo, de resolução 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm, cujo certificado de calibração é apresentado no ANEXO A, e projetor de perfil da marca Mitutoyo, com lente de ampliação de 10X, com resolução de 0,001 mm para medições lineares, cujo certificado de calibração encontra-se no ANEXO B. Todas as medições foram realizadas a uma temperatura ambiente de  $20,0 \pm 1,0$  °C. Para monitorar a temperatura ambiente foi utilizado um termo-higrômetro digital da fabricante Instrutherm, com resolução de 0,1 °C e faixa nominal de (-20,0 a 60,0) °C (certificado de calibração no ANEXO C).

### 3.4 Caracterização Mecânica

Também foram fabricados corpos de prova para o ensaio de tração, utilizando torno de controle numérico por computador (CNC) marca Romi modelo GL 240M, conforme exibido na Fig. 3.5. Foram retiradas barras de 11 mm de diâmetro da chapa inicial, tratadas termicamente como mencionado anteriormente e usinadas para atingir as dimensões demonstradas na Fig. 3.6. Os diâmetros dos corpos de prova de tração foram medidos utilizando micrômetro digital marca Mitutoyo, modelo MDC-Lite, de resolução 0,001 mm e faixa nominal de 25 mm. (certificado de calibração nº 70518/18 – ANEXO D). Foram realizadas três medições para cada mensurando.



Figura 3. 5 - Torno CNC Romi GL 240M utilizado na fabricação dos corpos de prova do ensaio de tração.

Os ensaios de tração foram realizados em máquina de ensaio universal INSTRON modelo 8801. Foram realizados três ensaios de acordo com a norma ASTM E8 (ASTM, 2016), utilizando corpo de prova conforme exibido na Fig. 3.7. A velocidade de deslocamento utilizada no ensaio foi de 0,5 mm/min.

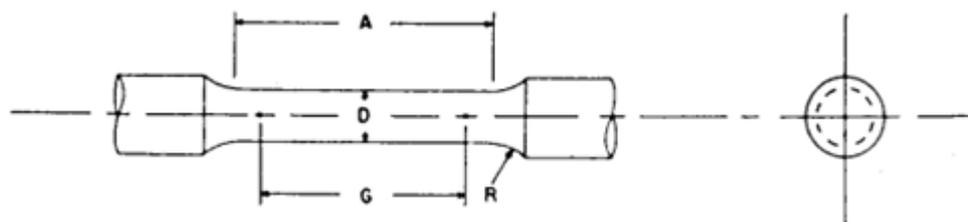


Figura 3. 6 - Corpo de prova utilizado para ensaios de tração, com suas principais dimensões de interesse denotadas (ASTM E8, 2016).

A partir deste ensaio foram obtidos os valores para Limite de Escoamento e de Resistência a Tração, Alongamento e Módulo de Elasticidade do material.

Os corpos de prova C(T) TL-S também foram submetidos a ensaios de dureza utilizando equipamento marca Reicherter Stiefelmayer, (Fig. 3.7) que realiza a medição em termos de dureza Vickers (HV10) (Fig. 3.7) e é capaz de realizar a conversão dos valores para Rockwell C com resolução de 1 HRC, seguindo a norma ISSO 18265 (ISO, 2013). O certificado de calibração nº 083/18 deste equipamento se encontra no ANEXO E. Todos os corpos de prova (tração e tenacidade à fratura) foram submetidos à medição, com cinco indentações realizadas em cada um destes.



Figura 3. 7 - Medidor de Dureza Rockwell C Reicherter Stiefelmayer KL-4, utilizado na medição de dureza dos corpos de prova do tipo C(T).

### 3.5 Preparação dos CPs

#### 3.5.1 Pré-trinca

Como já mencionado anteriormente, o ensaio de integral J exige uma trinca pré-existente no corpo de prova. Apesar da tecnologia existente nos processos de fabricação mecânica, não é possível reproduzir a partir destes, com fidelidade, as características de uma trinca real. Além disso, a realização da pré-trinca impõe aos corpos de prova condições semelhantes no início do ensaio. Sendo assim, o método apresentado pela norma ASTM E1820 (ASTM, 2018) prevê a abertura de uma trinca controlada por fadiga mecânica a partir da aplicação cíclica de força do sentido transversal ao do eixo no qual pretende-se obter a trinca. Antes do início da realização da pré-trinca, os corpos de prova foram marcados, utilizando traçador de altura, em três medições tendo como referência a linha de centro entre os dois furos (local de instalação do extensômetro):

1. 0,45W: valor mínimo de pré-trinca;
2. 0,50W: valor desejado de pré-trinca;
3. 0,75W: valor máximo de pré-trinca.

Para a abertura da pré-trinca foi utilizada a máquina Instron 8801, que conta com sistema de ensaio de fadiga. O procedimento foi realizado de acordo com as recomendações da norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), dessa forma, foi utilizado frequência de 15 Hz e  $\Delta K = 20 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ . Também foi utilizado um extensômetro do tipo *clip gage* na boca da trincada marca Instron. O procedimento foi finalizado ao atingir o comprimento de trinca desejado (0,50 W) calculado pelo equipamento utilizando o método do *compliance*. Na Figura 3.8, observa-se a montagem do corpo de prova na máquina citada.

As forças utilizadas nessa etapa são limitadas pela exigência de que o fator intensidade máximo de tensão,  $K_{\text{máx}}$ , se mantenha consideravelmente abaixo do valor de tenacidade esperado do material (abaixo de 60 % do valor esperado).

O comprimento da pré-trinca foi verificado também por meio de estereomicroscópio. Em seguida, um entalhe lateral foi usinado nos corpos de prova, de acordo com a recomendação da ASTM E1820 (ASTM, 2018), de forma a atingir um valor de  $B_n$  igual a 10 mm.



Figura 3. 8 - Corpo de prova C(t) montado no equipamento para abertura de trinca por fadiga

### 3.5.2 Permeação de hidrogênio e revestimento

A permeação de hidrogênio foi realizada utilizando carregamento catódico em duas condições diferentes, sendo uma mais agressiva (maior fornecimento de hidrogênio do que a outra):

- A. Solução aquosa com concentração de 3,5 % em peso de NaCl e potencial catódico constante aplicado de -1100 mV (Ag|AgCl 3M) durante 7 dias;
- B. Solução aquosa com concentração de 3,5 % em peso de NaCl e 0,3 % em peso de tiocianato de amônio ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) e controle de corrente catódica no valor correspondente a densidade de corrente de  $-10 \text{ mA/cm}^2$  (condição mais agressiva) durante 24 horas.

Para isso, foi utilizada uma configuração de célula eletrolítica de três eletrodos, sendo o eletrodo de trabalho o próprio corpo de prova, contraeletrodo de platina e eletrodo de referência Ag|AgCl (3M). Para controle do potencial e corrente aplicados foi utilizado um potenciostato/galvanostato marca Autolab, controlado por *software* instalado no computador, conforme é observado na Fig. 3.9.



Figura 3. 9 - Aparato utilizado para condução do procedimento de permeação de hidrogênio nos corpos de prova.

Posteriormente, para garantir o aprisionamento do hidrogênio na microestrutura dos corpos de prova permeados, estes foram submetidos a um processo eletroquímico para deposição de uma camada superficial de Zinco (Zn), conduzido a partir das orientações da norma ISO 16573 (ISO, 2015). Sendo assim, na condução do procedimento, os CPs hidrogenadas são lixadas (até 1200 *mesh*) e passam por banho ultrassônico durante 1 minuto; em seguida, para a deposição da camada de Zn, são submersas na solução descrita na Tab. 3.2, junto a uma placa de zinco, onde se aplica uma corrente de  $-20 \text{ mA/cm}^2$  por 5 minutos.

Tabela 3. 2 - Composição química da solução de galvanização ISO 16573 (ISO, 2015).

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

### 3.6 Ensaio de Integral J

Os ensaios para determinação da tenacidade a fratura via Integral J foram realizados de acordo com a matriz de planejamento mostrada na Tab. 3.3. Foi considerado um fator (meio) em três níveis. A saber:

- Condição do material inalterado (ao ar);
- Condição do material permeado com H sob aplicação de tensão igual a  $-1,1$  V por 7 dias em solução de NaCl 3,5 %
- Condição do material permeado com H sob aplicação de corrente igual a  $-1$  mA/cm<sup>2</sup> por 24 horas em solução de NaCl + envenenador tiocianato de amônio (NH<sub>4</sub>SCN), que potencializa a entrada do hidrogênio na microestrutura do material e é capaz de evidenciar com mais robustez o efeito da fragilização no CP.

Para os ensaios realizados ao ar, a velocidade de ensaio utilizada foi de 0,15 mm/min, visto que, como relatado pela literatura, a velocidade de ensaio nesses casos é indiferente. Para as condições com presença de hidrogênio, é necessário a aplicação de velocidades de ensaio mais baixas, de forma a promover a difusão (um processo dependente do tempo) do hidrogênio para a ponta da trinca. Nesses últimos casos, foi utilizada a velocidade de 0,01 mm/min.

Para cada condição foram realizados três ensaios. Para a análise dos resultados, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) por meio do *software* Statistica versão 7.1. Como o objetivo deste trabalho é avaliar a influência da fragilização por hidrogênio na tenacidade à fratura apresentada pelo material, os corpos de prova separados para servirem como base comparativa do material não afetado seguiram diretamente para o ensaio de integral-J propriamente dito e os corpos de prova utilizados para avaliação do efeito do hidrogênio passaram pelo procedimento de hidrogenação descrito no tópico anterior.

Tabela 3. 3 - Configuração do ensaio para cada CP utilizado.

	Velocidade	Meio
CTA01	0,15 cm/min	Ar
CTA02	0,15 cm/min	Ar
CTA03	0,15 cm/min	Ar
CTA04	0,01 cm/min	10 mA/cm <sup>2</sup> ; 48 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN
CTA06	0,01 cm/min	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA07	0,01 cm/min	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA08	0,01 cm/min	10 mA/cm <sup>2</sup> ; 24 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN
CTA09	0,01 cm/min	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA011	0,01 cm/min	-10 mA/cm <sup>2</sup> ; 24 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN

Após as etapas de preparação, os C(T)s foram posicionadas na máquina responsável pela aplicação de força para o ensaio de Integral J (a mesma utilizada para aplicação cíclica de força para abertura da pré-trinca), a saber, Instron 8801 de atuador servo-hidráulico, controlada por um *software* proprietário onde as configurações do ensaio são definidas.

Durante o ensaio, a abertura da trinca foi medida utilizando o mesmo extensômetro da etapa de pré-trinca. Os descarregamentos do ensaio foram iniciados após deslocamento da boca da trinca de 0,15 mm e foram repetidos a cada 0,02 mm, num valor equivalente a 20 % da força. Após o ensaio, todas as verificações requeridas pela norma foram avaliadas de forma a garantir a validade do ensaio.

Seguindo a conclusão do ensaio, um corpo de prova de cada condição especificada foi separado e levado ao microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – *Field Emission Gun*) da marca Zeiss, modelo Supra 40, equipado com EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*) para observação e avaliação da superfície fraturada.

## **CAPÍTULO IV**

### **RESULTADOS**

Neste capítulo, são apresentados e discutidos os resultados obtidos por meio dos ensaios aos quais os corpos de prova foram submetidos. Para uma melhor compreensão, estes são divididos em: resultados da verificação dimensional dos corpos de prova, resultados da caracterização mecânica, resultados dos ensaios definitivos e validação da metodologia. Conforme discutido anteriormente, a avaliação final é feita através dos gráficos J-R.

#### **4.1 Resultados da Verificação Dimensional dos Corpos de Prova**

A Tabela 4.1 apresenta os valores obtidos durante a verificação dimensional dos nove corpos de prova fabricados e ensaiados. Nesta tabela são apresentados os valores médios de cada mensurando e o desvio padrão para um nível de confiança de 68,27 %.

Tabela 4. 1 - Valores obtidos na verificação dimensional dos corpos de prova.

CP	Valor	W (mm)	B (mm)	Bn (mm)	A0 (mm)	1,25W-W (mm)	0,355W (mm)	h/2 (mm)
CTA01	Média	25,99	12,97	10,64	10,99	6,57	9,30	1,89
	Desvio Padrão	0,03	0,01	0,00	0,01	0,00	0,02	0,01
CTA02	Média	26,09	13,00	10,74	11,11	6,48	9,42	1,89
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,04	0,05
CTA03	Média	26,07	12,99	10,75	13,43	6,53	9,15	1,90
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,05	0,01
CTA04	Média	26,00	12,99	10,90	11,00	6,53	9,11	1,90
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,04	0,01
CTA06	Média	25,99	13,02	10,73	10,91	6,48	9,13	1,89
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,04	0,05
CTA07	Média	25,99	13,03	10,73	13,40	6,53	9,13	1,89
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,05	0,01
CTA08	Média	26,07	12,99	10,75	13,43	6,53	9,15	1,90
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,05	0,01
CTA09	Média	26,29	13,06	10,75	13,38	6,53	9,20	1,98
	Desvio Padrão	0,02	0,01	0,00	0,02	0,00	0,05	0,01
CTA11	Média	26,12	13,05	10,69	12,05	6,56	9,10	1,91
	Desvio Padrão	0,03	0,01	0,00	0,02	0,00	0,04	0,01

Conforme pode ser visto na Tab. 4.1, as médias e desvios padrões encontrados são coerentes com o exigido pela norma ASTM E1820 (ASTM, 2018) (Fig. 3.3) e, portanto, os CPs fabricados são adequados para os ensaios de Integral J.

## 4.2 Resultados da Avaliação Mecânica do Material

A Tabela 4.2 mostra os valores médios obtidos para a dureza Rockwell C do aço AISI 4340, bem como o desvio padrão (nível de confiança de 68,27 %) associado à média de cinco medições efetuadas para cada CP.

Tabela 4. 2 - Valores médios de dureza Rockwell C obtidos para os Corpos de Prova ensaiados.

CP	Média (HRC)	Desvio Padrão (HRC)
CTA 01	31,8	0,7
CTA 02	33,0	0,4
CTA 03	32,7	0,6
CTA 04	33,1	0,4
CTA 08	32,2	0,4
CTA 11	31,7	0,6
CTA 06	33,3	0,8
CTA 07	32,6	0,4
CTA 09	32,8	1,1

A partir da Tab. 4.2 se conclui que os valores médios de dureza Rockwell C dos nove CPs fabricados variam entre 31,7 HRC e 33,3, HRC. Por sua vez, o maior valor de desvio padrão observado é de 1,1 HRC para o CP9, este representa 3,4 % da média, indicando excelente repetibilidade dos valores de dureza obtidos.

A Tabela 4.3 exibe os resultados obtidos para o ensaio de tração, medidos com CPs específicos, mostrado na Fig. 3.6. São expostos os valores encontrados para os Limite de escoamento e Limite de Resistência à Tração, ambos expressos em MPa, Alongamento em % e Módulo de Elasticidade em GPa.

Tabela 4. 3 - Resultados obtidos para os ensaios de tração do Aço AISI 4340.

Ensaio	Limite de Escoamento (Mpa)	Limite de Resistencia a Tração (MPa)	Alongamento (%)	Módulo de Elasticidade (GPa)
1	986,4	1092,2	20,6	205,5
2	984,2	1086,1	19,2	203,6
3	988,3	1091,0	20,4	203,4
Média	986,3	1089,8	20,1	204,2
Desvio Padrão	2,1	3,2	0,8	1,2

A partir dos valores exibidos na Tab. 4.3, observa-se que a média dos valores de limite de escoamento é igual a 986,3 MPa, apresentando desvio padrão de 2,1 MPa, o que representa 0,2 % da média. Para a resistência à tração, a média foi de 1089,8 MPa, com desvio padrão de 3,2 MPa, que representa 0,3 % da média. A média obtida para o Módulo de Elasticidade foi 204,2 GPa, com desvio padrão de 1,2 GPa, 0,6 % da média. Pode-se concluir que os valores das três propriedades mecânicas avaliadas apresentam excelente repetibilidade.

A Figura 4.1 exibe o gráfico obtido de Tensão x Deformação obtido através do ensaio de tração.

Adicionalmente, o gráfico Tensão x Deformação do ensaio denota a similaridade entre as curvas encontradas para os três CPs ensaiados.

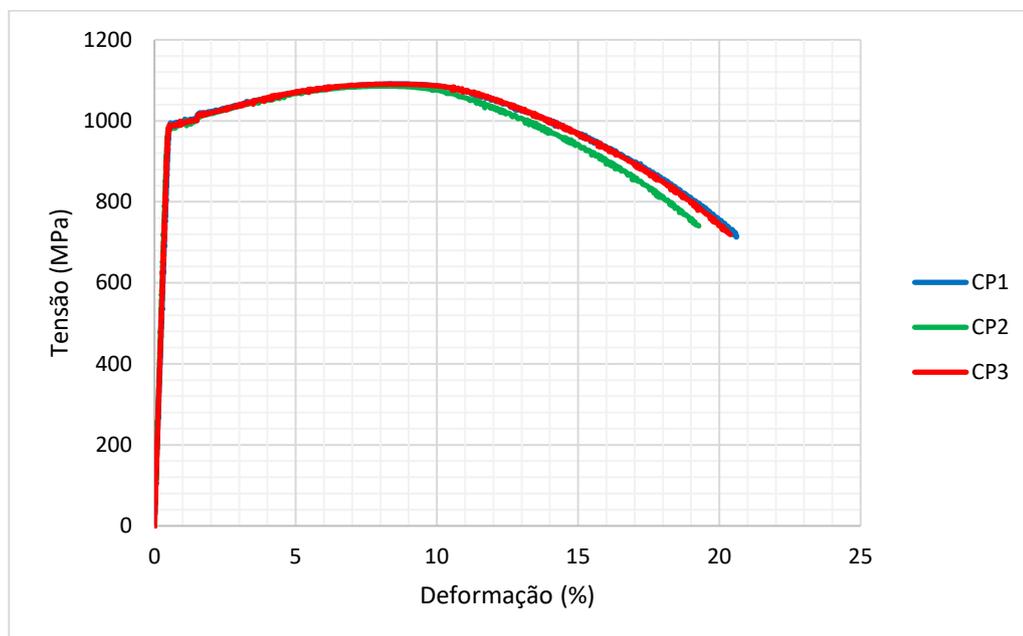


Figura 4. 1 - Gráfico Tensão x Deformação dos CPs do ensaio de tração.

### 4.3 Fabricação da Pré-Trinca nos Corpos de Prova C(T)

A pré-trinca nos CPs, requisito para condução dos ensaios de Integral J e tal qual dito anteriormente, foi aberta por fadiga. Na Figura 4.2 é exibido o gráfico de propagação de trinca controlada, por fadiga, para o CP 01, que não foi submetido ao processo de hidrogenação.

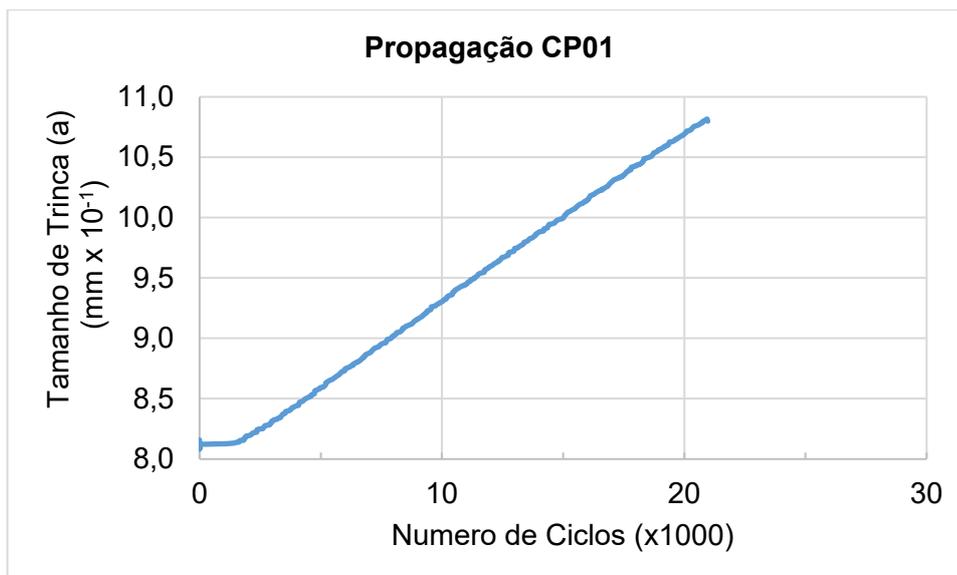


Figura 4. 2 - Gráficos de Propagação de trinca dos CP CTA01, que não foi submetido ao processo de hidrogenação.

Na Figura 4.3, é exibido o gráfico de propagação de trinca controlada, por fadiga, para o CP 06, hidrogenado posteriormente em solução salina, com 3 % de NaCl em peso.

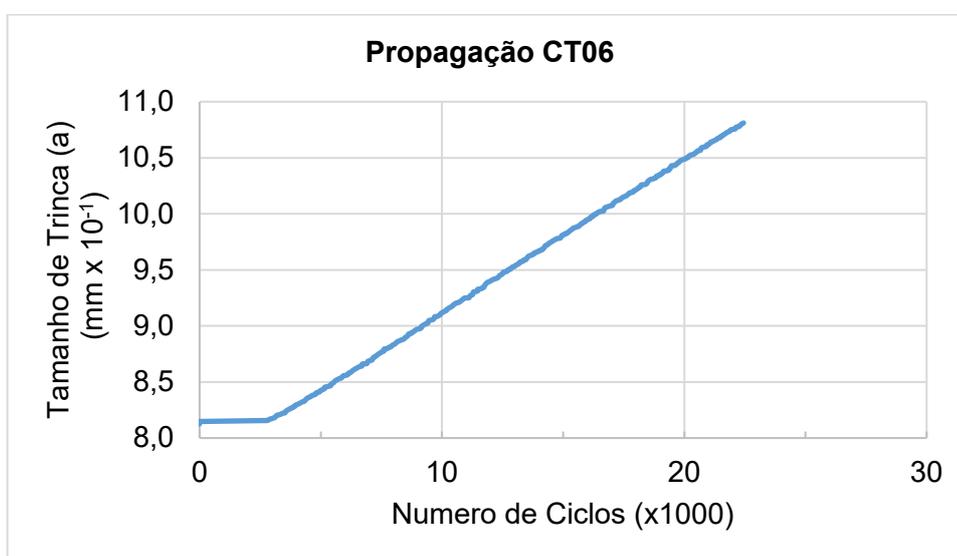


Figura 4. 3 - Gráficos de Propagação de trinca dos CP CTA06, que foi submetido posteriormente ao processo de hidrogenação em solução com NaCl.

Na Figura 4.4, é exibido o gráfico de propagação de trinca controlada, por fadiga, para o CP 06, hidrogenado em solução salina com envenenador tiocianato de amônio, com 3 % de NaCl em peso e 0,3 % de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  em peso.

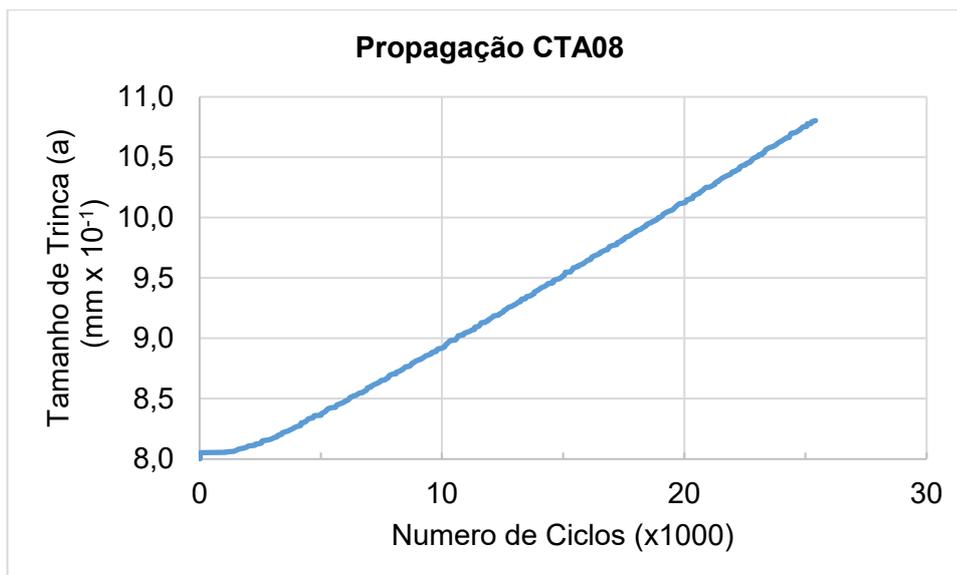


Figura 4. 4 - Gráficos de Propagação de trinca do CP CTA08, que foi submetido ao processo de hidrogenação em solução com NaCl e envenenador tiocianato de amônio

Os gráficos de propagação de trinca evidenciam a repetibilidade dos padrões alcançados entre os três tipos de CP. Sendo assim, nessa etapa do procedimento do ensaio, não foram observadas condições que afetassem a confiabilidade da condução dos ensaios de Integral-J.

#### 4.4 Resultados da Medição da Tenacidade à Fratura pelo Método da Integral J

Pelo método da Integral-J, a tenacidade à fratura do material é medida através da avaliação do gráfico J-R, gerado pelo ensaio. Cada um dos corpos de prova gerou um gráfico, que permitiu a comparação dos valores encontrados para que haja uma visualização do efeito gerado pela FH. Durante a realização do ensaio de Integral J, o ciclo de carregamentos e descarregamentos aplicados nos corpos de prova foi feito segundo o especificado na seção 3.6 e é exibido no gráfico da Fig. 4.5 para seis dos nove CPs ensaiados.

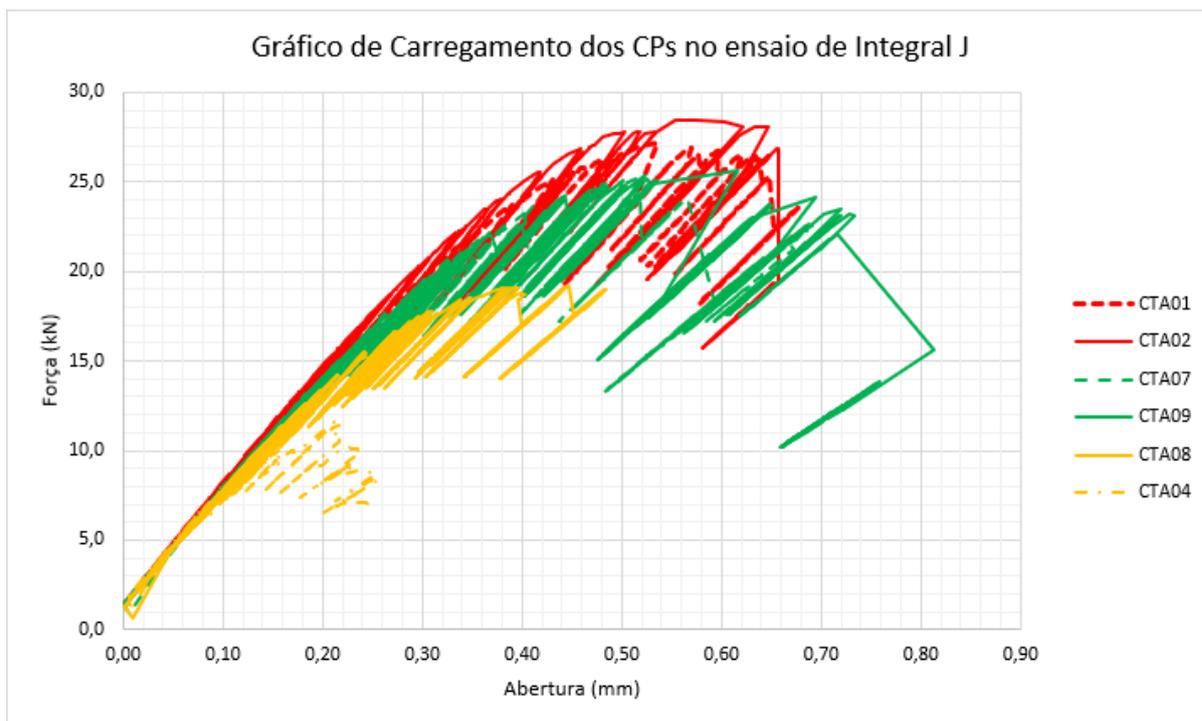


Figura 4. 5: Gráfico do ciclo de carregamentos efetuado durante a execução do ensaio de Integral J para seis CPs, dois em cada uma das condições.

A Figura 4.5 denota a redução da capacidade de resistir à deformação para os CPs das condições em que houve hidrogenação, sendo esse efeito mais intenso apresentado na condição 3, em que houve hidrogenação em solução com envenenador. A seguir, cada um dos gráficos, de 1 a 9, exibe o resultado da realização do para cada um dos CPs. A fim de recordar o tipo de ataque ao qual cada CP foi submetido, sugere-se rever a Tab.3.3.

#### 4.3.1 Resultados Obtidos para CPs não hidrogenados (Referência)

A Figura 4.6 apresenta os gráficos obtidos a partir dos ensaios realizados com os corpos de prova de referência, ou seja, que não passaram pelo processo de hidrogenação. O valor de Integral J obtidos pela interseção da curva J-R com a linha de compensação 0,2 mm é denominado  $J_q$ , que caso atenda todas as validações passa chamar-se  $J_{IC}$ . Dessa forma, o valor médio dos três ensaios ao ar foi de  $121,96 \pm 2,76 \text{ kJ/m}^2$ .

Os gráficos sugerem o comportamento esperado para os corpos de prova em condição padrão, ou seja, ao ar. Os valores apresentados para a Integral J nessa condição devem ser utilizados como referência para comparação dos valores de tenacidade do aço AISI 4340 encontrados nas condições em que os CPs utilizados foram hidrogenados.

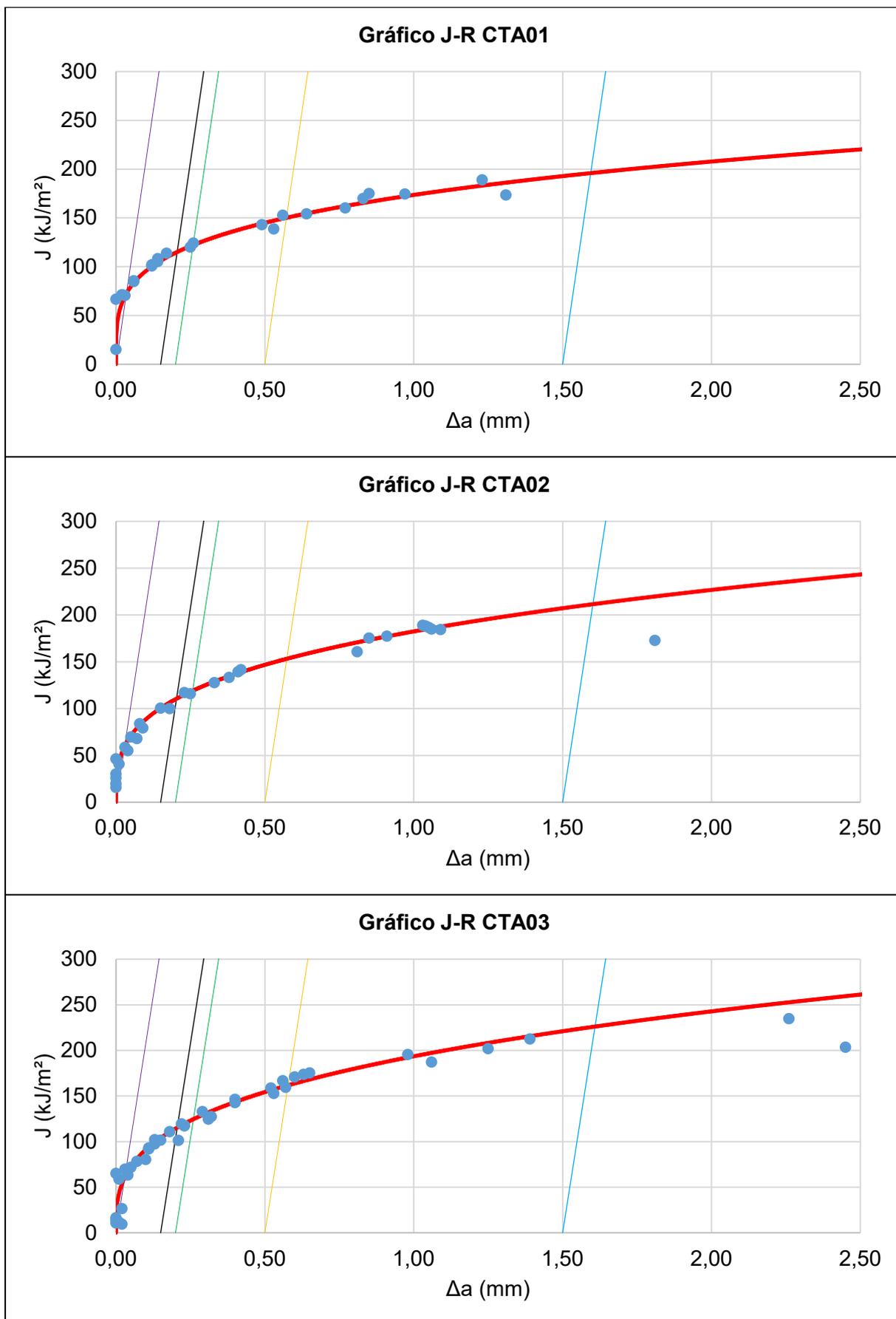


Figura 4. 6 - Gráficos J-R dos CPs CTA 01, CTA02 e CTA03, que não passaram pelo processo de hidrogenação

Na Figura 4.7, são dispostas as imagens de uma das superfícies fraturadas, obtidas a partir de Microscópio Eletrônico de Varredura, com diferentes ampliações. O corpo de prova utilizado para a avaliação fractográfica foi o CTA 03.

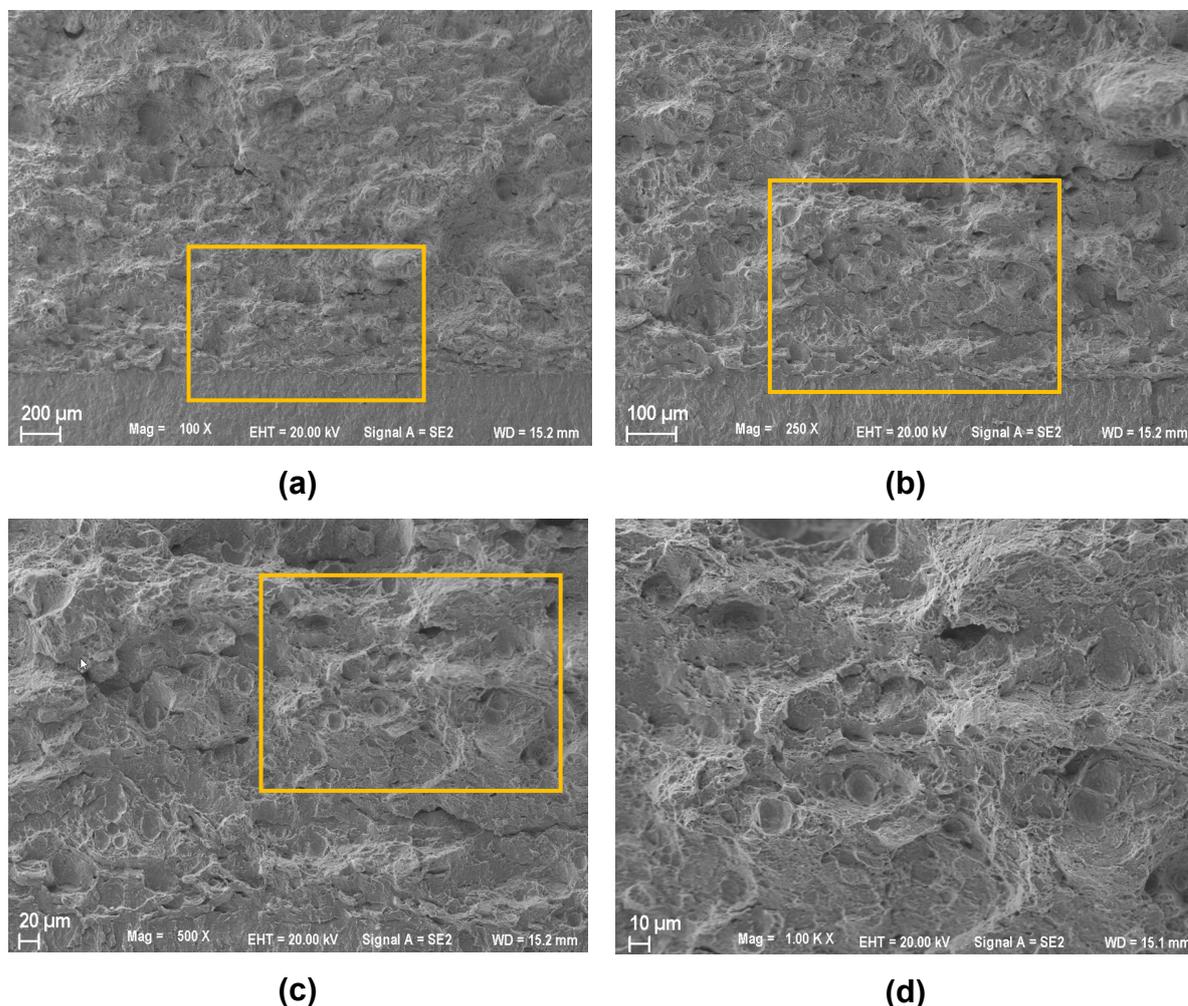


Figura 4. 7 - Fractografia do corpo de prova CTA 03, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 100x; (b) ampliação de 250x; (c) ampliação de 500x; (d) ampliação de 1000x.

A partir da avaliação das imagens exibidas na Fig. 4.7, é notável a prevalência do mecanismo de ruptura dúctil pela existência de microcavidades ao longo de toda a extensão da trinca.

#### 4.3.2 Resultados Obtidos para CPs na Condição de Hidrogenação em Solução de NaCl

As imagens, exibidas na Fig. 4.8 apresentam os gráficos obtidos a partir dos ensaios realizados com os CPs hidrogenados em solução de NaCl, conforme as condições já especificadas na Tab. 3.3. Essa condição é intermediária, considerando as condições propostas nesse trabalho.

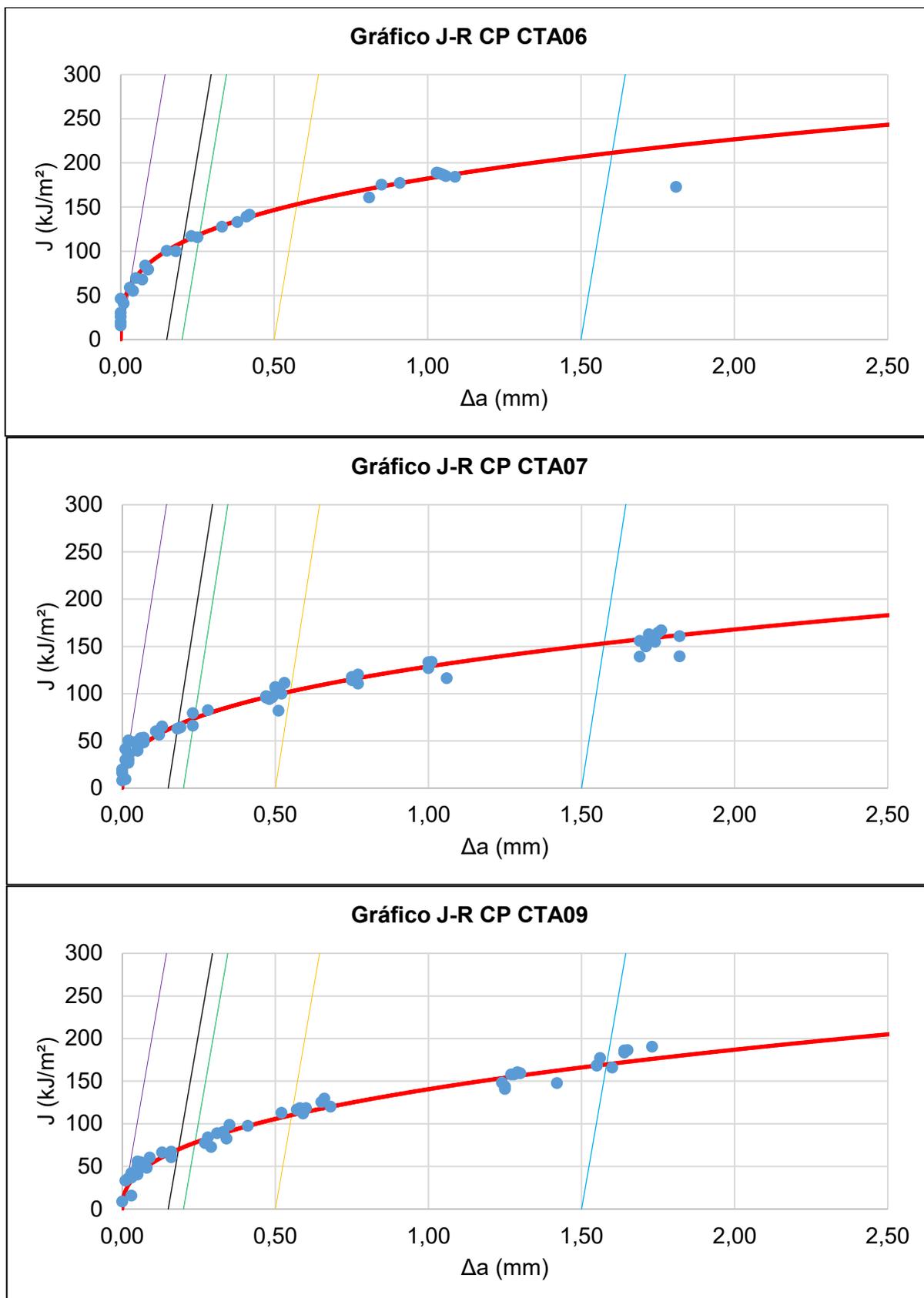


Figura 4. 8 - Gráficos J-R dos CPs CTA 06, CTA07 e CTA09, que passaram pelo processo de hidrogenação em solução aquosa com 3,5 % de NaCl em peso e aplicação de corrente elétrica com diferença de potencial de -1,1 V pelo período de 7 dias.

Partindo da condição de referência apresentada pela Fig. 4.6, a análise da Fig. 4.8 permite observar que há uma redução próxima a 10 % do valor máximo obtido para J medido para os CPs que passaram pelo processo de hidrogenação. Sendo assim, não se pode afirmar, apenas através da avaliação dos gráficos, que houve grande efeito de fragilização dos corpos de prova.

Na Figura 4.9, são dispostas as imagens de uma das superfícies fraturadas, obtidas a partir de Microscópio Eletrônico de Varredura, com diferentes ampliações. O corpo de prova utilizado para a avaliação fractográfica foi o CTA09.

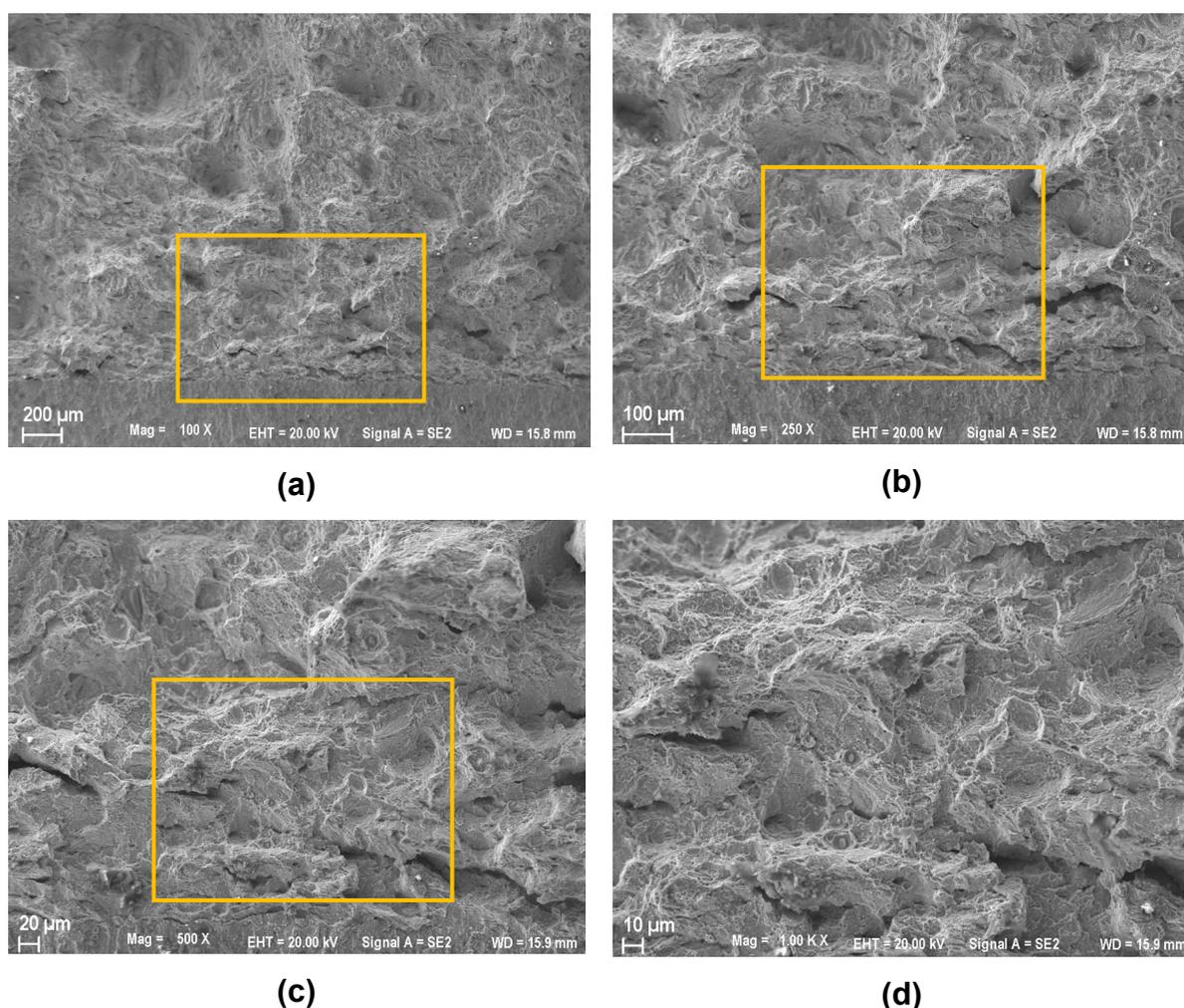


Figura 4. 9 - Fractografia do corpo de prova CTA09, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 100x; (b) ampliação de 250x; (c) ampliação de 500x; (d) ampliação de 1000x.

Mesmo havendo proximidade considerável entre os valores e formatos da curva J-R entre os grupos de CPs de referência e hidrogenados em solução com NaCl, a Fig. 4.9 evidencia combinação entre a presença de microcavidades (evidência de fratura dúctil) e pequenas regiões de clivagem, característica comum em fraturas associadas ao hidrogênio.

#### *4.3.3 Resultados Obtidos para Amostras na Condição de Hidrogenação em Solução de NaCl e NH<sub>4</sub>SCN*

A Figura 4.10 apresenta os gráficos obtidos a partir dos ensaios realizados com os CPs hidrogenados em solução de NaCl e envenenador tiocianato de amônio (NH<sub>4</sub>SCN), também conforme as condições já especificadas na Tab. 3.3. Essa condição é a mais agressivamente afetada pelo meio na qual foi preparada, considerando as condições propostas neste trabalho.

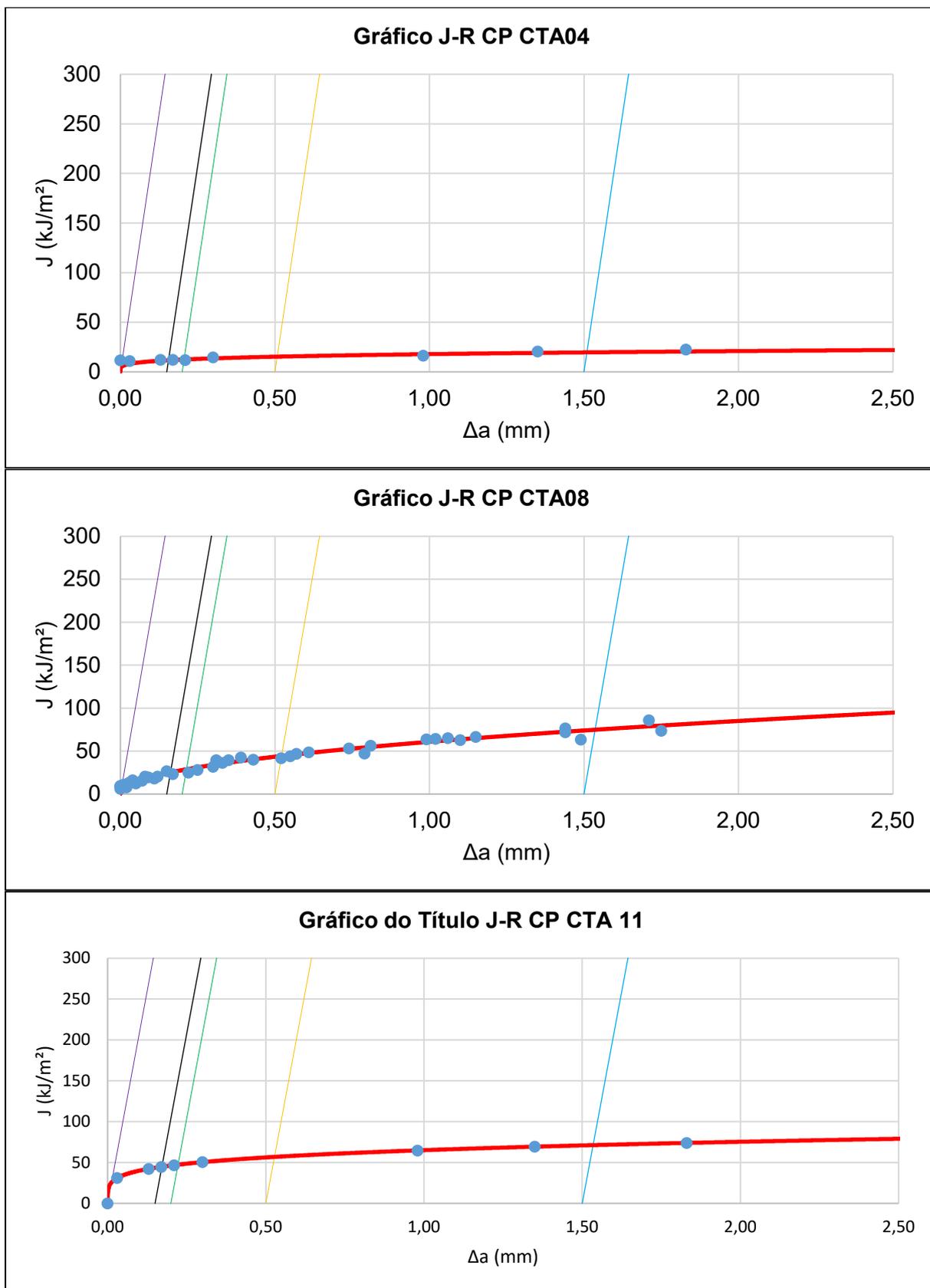


Figura 4. 10 - Gráficos J-R dos CPs CTA 04, CTA08 e CTA11, que passaram pelo processo de hidrogenação em solução aquosa com 3,5 % de NaCl e 0,3 % de tiocianato de amônio  $\text{NH}_4\text{SCN}$  em peso e aplicação de corrente elétrica de  $-10 \text{ mA/cm}^2$ .

Os gráficos obtidos para os CPs hidrogenados em solução com envenenador evidenciam um notável efeito de fragilização dos CPs, com deterioração da tenacidade do material percebida pela redução significativa dos valores de Integral-J.

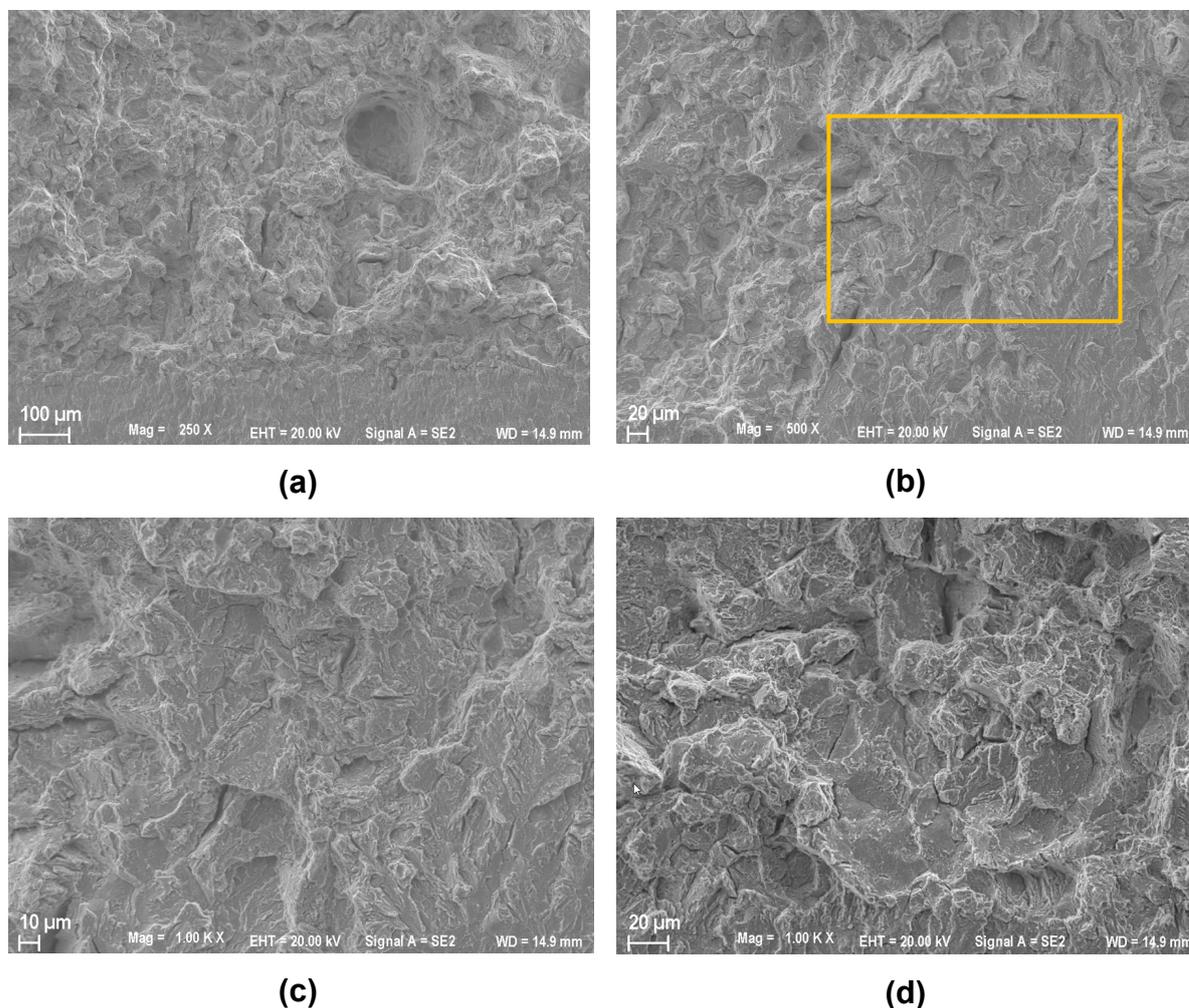


Figura 4. 11 - Fractografia do corpo de prova CTA 04, com imagens feitas em diferentes ampliações: (a) ampliação de 250x; (b) ampliação de 500x; (c) ampliação de 1000x; (d) ampliação de 1000x.

Seguindo o esperado, considerando o aspecto das curvas J-R para os CPs hidrogenados com envenenador, a fractografia dos CPs evidencia a FH através da existência de grandes planos de rompimento na superfície fraturada, indicando clivagem, mecanismo de fratura do tipo frágil, além da presença de regiões de fratura intergranular, que indica a maior severidade da ação do hidrogênio.

#### 4.3.4 Tabela de Valores de J dos CPs Ensaados

Na Tabela 4.4, são exibidos os valores máximos de Integral J obtidos para cada um dos CPs nos ensaios conduzidos.

Tabela 4. 4 - Valores de  $J_q$  para cada um dos CPs ensaiados.

<b>CP</b>	<b><math>J_q</math> (kJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>Meio</b>
CTA01	122,2	Ar
CTA02	119,09	Ar
CTA03	124,60	Ar
CTA06	82,71	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA07	73,94	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA09	77,90	-1,1 V; 7 dias 3,5 % NaCl
CTA04	12,43	-10 mA/cm <sup>2</sup> ; 48 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN
CTA08	28,81	-10 mA/cm <sup>2</sup> ; 48 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN
CTA11	49,72	-10 mA/cm <sup>2</sup> ; 48 h 3,5 % NaCl + 0,3 % NH <sub>4</sub> SCN

O valor final de Integral J obtido para os corpos de prova indica deterioração da tenacidade nos CPs hidrogenados em solução salina com envenenador, como pode ser visto na Fig. 4.12. Para o caso dos CPs hidrogenados em solução salina (apenas NaCl), os valores finais obtidos evidenciam perda dessa propriedade mecânica, porém em menor intensidade. Observa-se, ainda, grande variação de resultado entre os CPs hidrogenados, principalmente CTA11 e CTA06, cuja possível explicação pode ser uma má aplicação da camada de Zn ou, ainda, defeitos no CP, possibilitando a fuga do hidrogênio antes da execução do ensaio.

A Figura 4.12 mostra os valores médios e o desvio padrão associado (barras de erro) para nível de confiança de 68,27 % para as três condições ensaiadas.

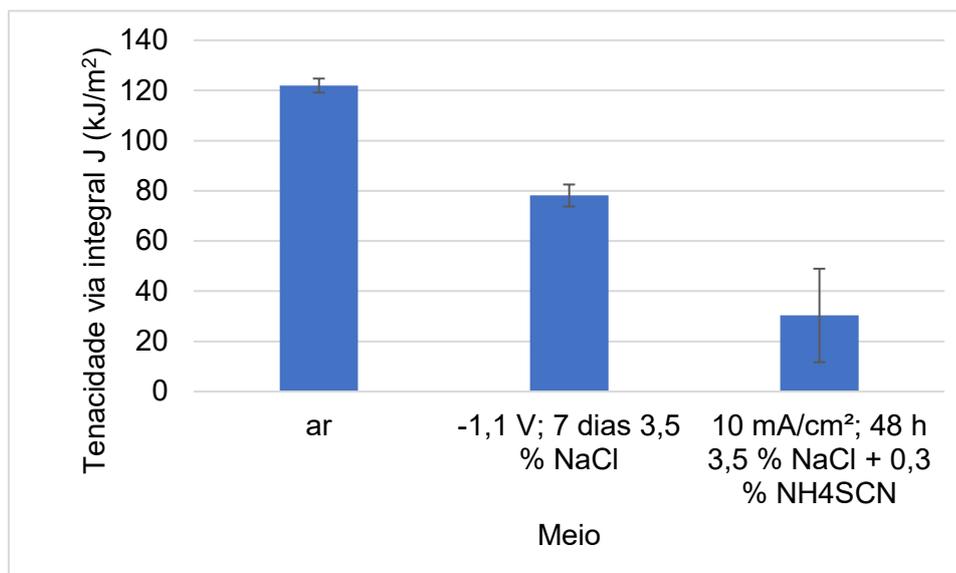


Figura 4. 12 - Gráfico da média dos valores de tenacidade à fratura para cada condição de ensaio com barras de erro.

Com base nos resultados exibidos no gráfico da Fig. 4.12, a redução da tenacidade à fratura foi reduzida em 50,63 % para os CPs hidrogenados em solução salina e em 60,41 % para os CPs hidrogenados em solução salina com envenenador. Para a verificação da influência do meio, ou seja, da solução, diferença de potencial e tempo aplicados no processo de hidrogenação de cada CP, os valores obtidos foram colocados no software ANOVA. A Tab. 4.5 mostra o resumo dos dados calculados através do *one-way* ANOVA.

Tabela 4. 5 - Resultados de ANOVA para a variação de meio.

Efeito	Soma de Quadrados	Grau de liberdade	Quadrados Médios	Valor F	Valor P
Intercepto	53114,88	1	53114,88	423,4887	0,000001
Variância	12606,09	2	6303,04	50,2546	0,000179
Erro	752,53	6	125,42		

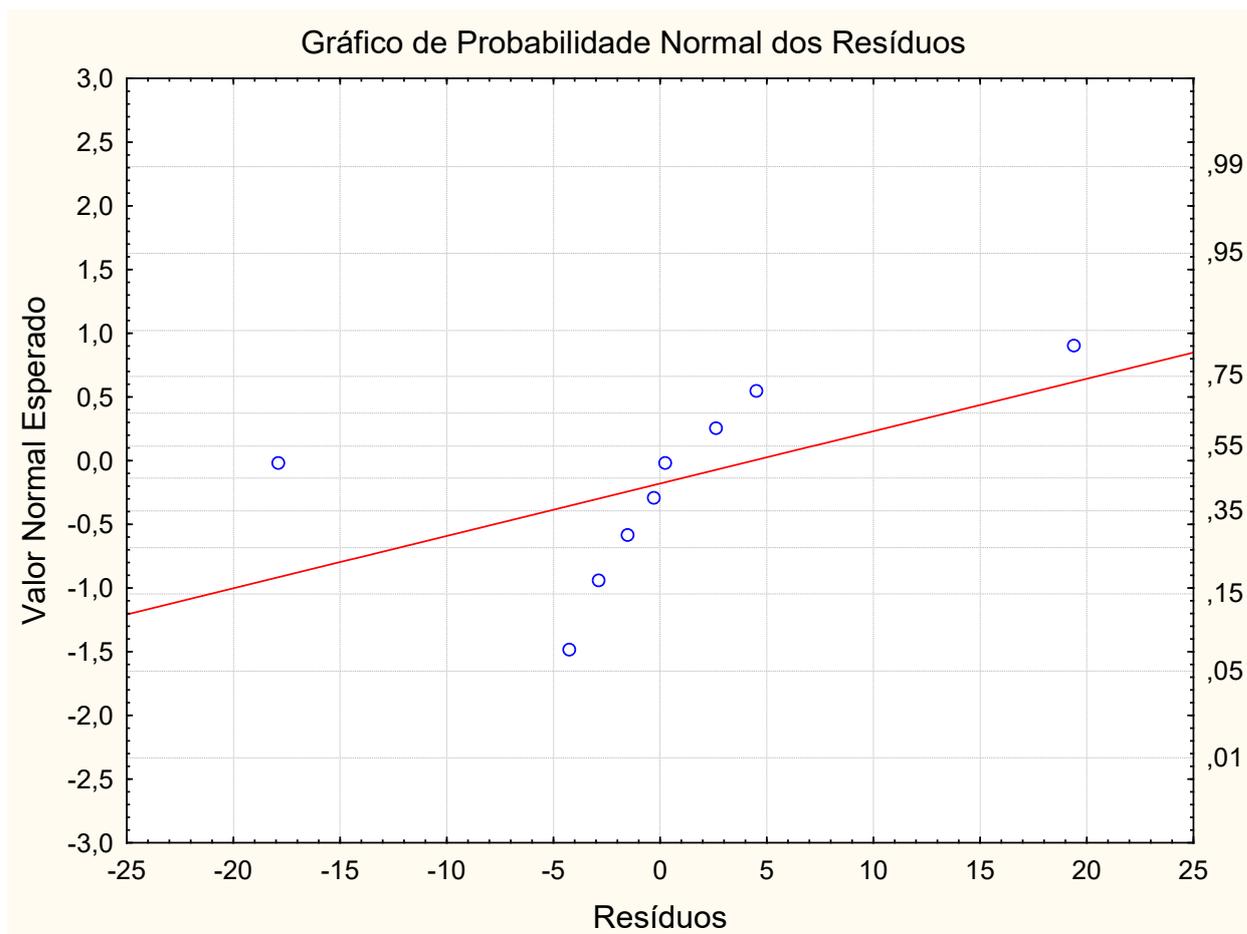


Figura 4. 13 - Gráfico de probabilidade normal dos resíduos para os valores de limite de resistência à tração.

A Figura 4.13 exibe o gráfico resultante da análise da normalidade dos resíduos. Como os valores de P, exibidos na Tabela 4.5, são menores que 0,05, considerando um nível de confiança de 95 %, há o indicativo de que houve influência dos fatores do meio na redução da tenacidade à fratura. No entanto, a disposição apresentada pelos pontos não apresentou no gráfico de probabilidade não comportamento normal.

Em razão da distribuição não normal dos resíduos, foi conduzido o teste não-paramétrico de Kruskal-Wallis, gerando um valor de P resultante de 0,0429, indicando que de fato há efeitos estatisticamente significativos do meio no valor de tenacidade à fratura

#### 4.5 Resultados da Validação

Segundo o que determina a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018) em seu Anexo A, estão as prerrogativas para validação dos ensaios, quais sejam:

- Pelo menos cinco pontos medidos devem estar alocados entre  $\Delta_{amin}$ ,  $\Delta_{limit}$ , e  $J_{limit}$ , que são calculados antes do ensaios, conforme foi dito no capítulo anterior.
- Pelo menos um ponto  $J-\Delta a$  localizado entre a linha de exclusão de 0,15 mm e uma paralela com compensação de 0,5 mm
- Pelo menos um ponto  $J-\Delta a$  localizado entre a paralela com compensação de 0,5 mm e linha de exclusão de 1,5 mm.

Considerando tais exigências e de acordo com os resultados obtidos, conclui-se que alguns ensaios da condição mais agressiva (CTA04 e CTA11) não atenderam aos critérios de validade preceituados pela norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), invalidando os resultados. Neste caso, para os CPs submetidos ao meio mais agressivo quanto à disponibilidade de H apresentaram propagação instável da trinca, caracterizada, durante o ensaio, pela ruptura súbita do CP.

Diferentemente, os CPs de referência, não hidrogenados, e os CPs hidrogenados em solução salina tiveram seus resultados validados pela norma, uma vez que foi possível observar a quantidade de pontos tal qual especifica a norma para cada uma das regiões do gráfico. Sendo assim, pode-se afirmar que a fragilização provocada pela difusão do hidrogênio na microestrutura do aço na condição 2 não afetou o material de maneira a torná-lo frágil.

Para determinação da tenacidade à fratura na condição mais agressiva, faz-se necessário seguir os procedimentos descritos pela norma ASTM E399 (2019), que descrevem os procedimentos para determinação do  $K_{1C}$  em materiais frágeis.

Outras validações especificadas pela norma ASTM E1820 (ASTM, 2018), como verificação do comprimento da pré-trinca e trinca no sentido de crescimento, não foram colocadas na versão final deste trabalho, uma vez que todas atenderam aos requisitos.

#### 4.6 Avaliação Fractográfica

A partir de uma apreciação simplista dos gráficos J-R e do valor final de  $J_q$ , pode-se inferir que o efeito de fragilização gerado pela permeação de Hidrogênio nos corpos de prova 6, 7 e 9, hidrogenados em solução sem substância envenenadora foi relevante, afetando em cerca de 50 % a tenacidade do material, segundo informado na Fig. 4.12. Por sua vez, os CPs hidrogenados em solução com envenenador exibiram fragilização um pouco mais intensa, com 60% de tenacidade afetado, a ponto de afetar a validade dos ensaios. No entanto, para uma avaliação mais detalhada, é importante entender os mecanismos de fratura observados em cada uma das condições.

A Figura 4.14 exibe uma imagem obtida por MEV a partir da superfície fraturada durante o ensaio de Integral J de um dos CPs do grupo de referência, a saber, CP CTA03, que não passou pelo processo de hidrogenação

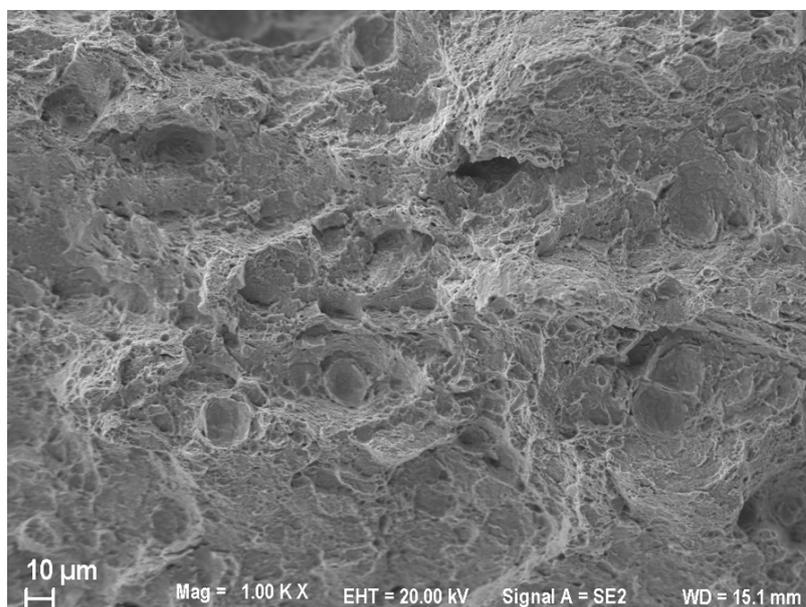


Figura 4. 14 - Fractografia do Corpo de Prova CTA03, sem hidrogenação.

Já na Figura 4.15 é mostrada a imagem obtida por MEV a partir da superfície fraturada de um corpo de prova que foi hidrogenado com solução contendo envenenador  $\text{NH}_4\text{SCN}$ . Portanto, este faz parte do grupo de CPs que exibiram mais fortemente o efeito da fragilização, evidenciado pelos gráficos exibidos na seção 4.3.

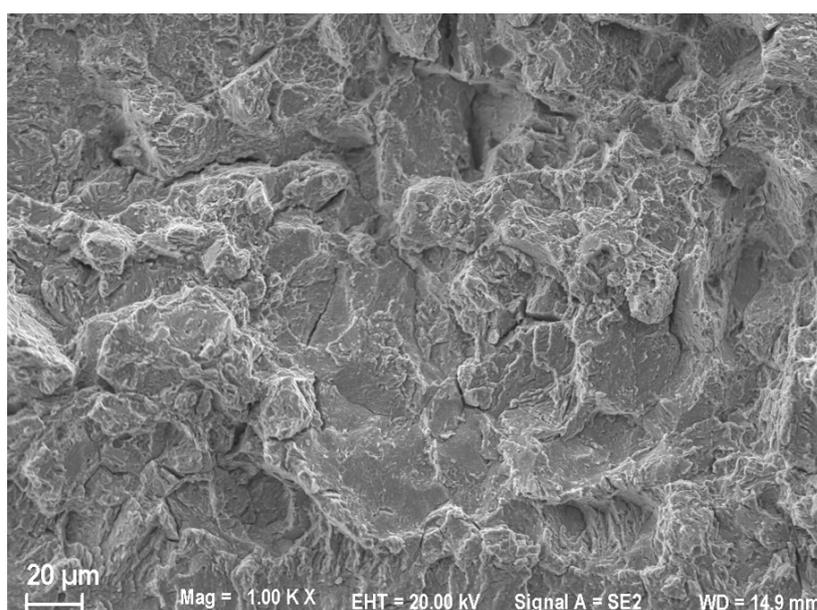


Figura 4. 15 - Fractografia da Corpo de Prova CTA04.

Na Figura 4.16, é exibida a fractografia do corpo de prova CTA 09, condição intermediária entre as promovidas neste trabalho, que foi hidrogenado em solução de NaCl.

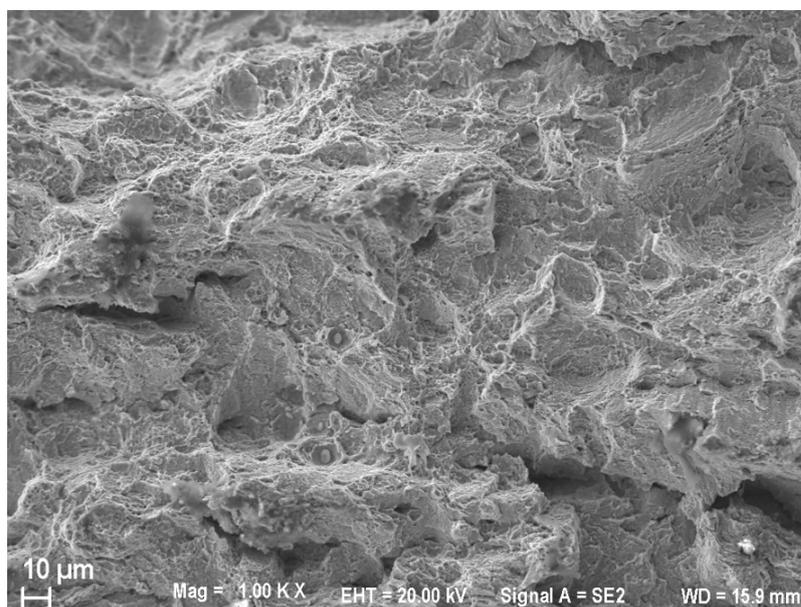


Figura 4. 16 - Fractografia do Corpo de Prova CTA09.

Entre as duas condições extremamente opostas nas condições deste trabalho, a saber, corpo de prova (ao ar) e corpo de prova submetido à permeação de hidrogênio em solução com envenenador  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , é possível observar mais claramente a diferença entre os aspectos de fratura gerados nos CPs. Enquanto na Figura 4.14 é possível observar pequenas cavidades ao longo da fratura, na Fig. 4.15 percebe-se a existência de regiões com aspecto mais plano.

Essa diferença evidencia que o efeito gerado pela fragilização causou uma alteração no mecanismo de fratura, que passou a gerar planos de ruptura, visíveis nas fractografias, e que evidenciam o processo de clivagem na propagação da trinca, quando há a rompimento consecutivo de ligações atômicas ao longo de determinados planos cristalográficos, gerando um aspecto tal qual o observado na Fig. 4.15 e, em muito menor proporção, na Fig. 4.16, com grandes regiões planificadas na superfície fraturada. Esse resultado é bastante relevante, uma vez que demonstra uma redução de tenacidade aproximada para as duas condições de hidrogenação (50% e 60% para condições 2 e 3, respectivamente) e, ao mesmo tempo, a alteração evidente do mecanismo de fratura é vista apenas nos CPs da condição 3, a mais agressiva. Logo, pode-se afirmar que a técnica de hidrogenação foi efetiva para alteração da capacidade de tenacidade à fratura do material na Condição 2, sem que afetasse de maneira relevante o mecanismo de fratura dúctil do aço, permitindo a propagação estável da trinca.

Na imagem do corpo de prova CTA 03, o tipo de fratura dúctil é denotado pela grande presença de microcavidades em toda a extensão observável da fratura, com a clara

demonstração de deformação generalizada na superfície. Tal fato pode ser observado numa imagem menos ampliada da fratura do CTA 03, exibida na Fig. 4.17.

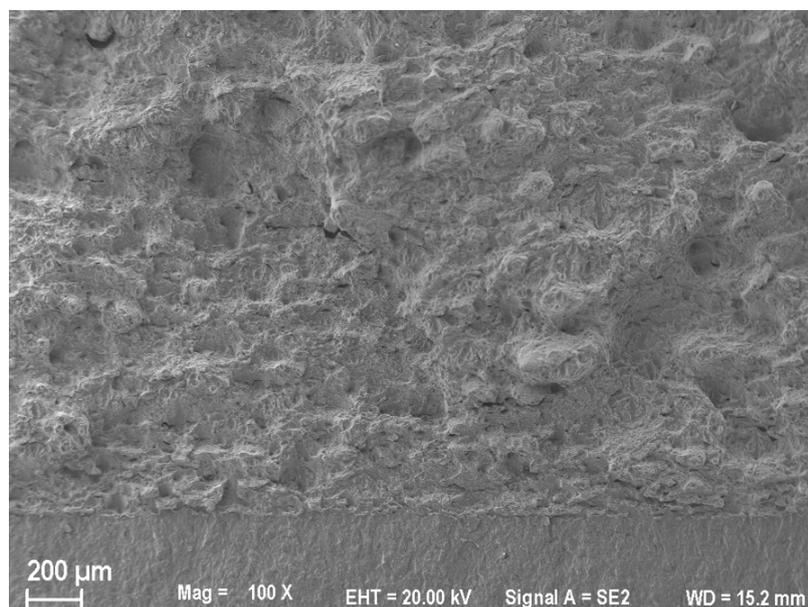


Figura 4. 17 - Fractografia do corpo de prova CTA 03, com ampliação de 100x.

Já na imagem menos ampliada do corpo de prova CTA 04, exibida na Fig. 4.18 com ampliação de 250 vezes, descontinuidades mais abruptas são observadas e há uma predominância de textura facetada, gerada como resultado dos planos de clivagem. É inclusive possível verificar que, na região da fratura controlada da peça (parte inferior da imagem), a fratura se apresenta com aspecto mais liso se comparada com a mesma região do CP CTA 03.

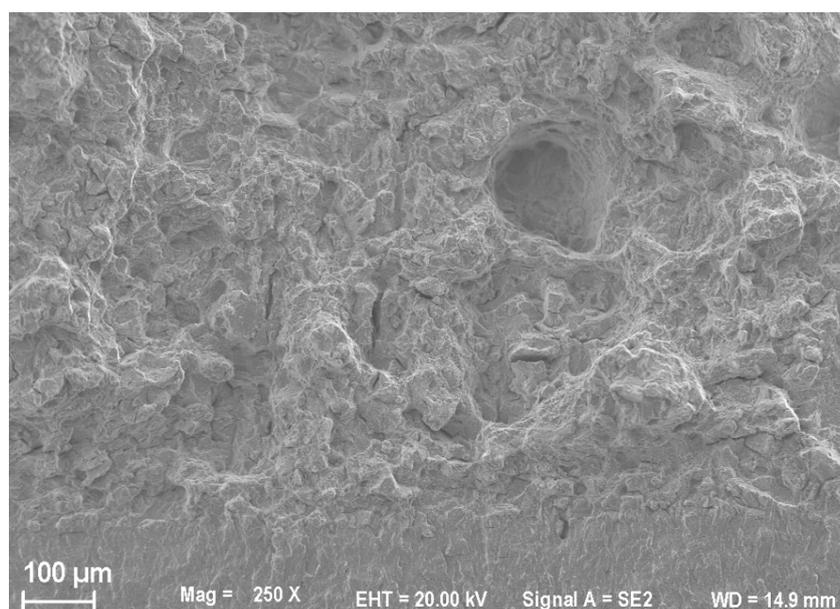


Figura 4. 18 - Fractografia do corpo de prova CTA 04, com ampliação de 250 x.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÃO

Sinteticamente, neste trabalho foram conduzidos ensaios de tenacidade à fratura do tipo Integral J, com o objetivo de avaliar o efeito produzido nessa propriedade pela introdução de hidrogênio na microestrutura do material. Tal efeito foi produzido através de hidrogenação forçada em meio aquoso por aplicação de potencial elétrico, em duas condições distintas. As principais conclusões obtidas a partir da avaliação dos resultados dos ensaios são apresentadas a seguir.

- a) Foi possível obter o valor da tenacidade à fratura do aço AISI 4340, em condição padrão (sem influência do hidrogênio), utilizando o método da Integral J para execução dos ensaios, com validade verificada conforme determina a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018).
- b) Assim como ocorreu com a condição padrão, foi possível obter o valor da tenacidade à fratura do aço AISI 4340, hidrogenado em solução aquosa com 3% de NaCl com aplicação de potencial de -1,1 V durante 7 dias, utilizando método da Integral J para a execução dos ensaios, estes com validade verificada conforme determina a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018).
- c) A presença do envenenador tiocianato de amônio  $\text{NH}_4\text{SCN}$  na solução de hidrogenação, associada à alteração no método de controle da aplicação de corrente elétrica, gerou fragilização agressiva dos corpos de prova e, por isso, não foi possível validar os resultados obtidos para a Integral J destes, segundo a norma ASTM E1820 (ASTM, 2018).
- d) O Hidrogênio promoveu alteração significativa nas propriedades mecânicas do aço AISI 4340, denotado pela redução do valor da tenacidade, à medida em que sua

concentração aumenta. O efeito do meio na redução da propriedade mecânica do material foi atestado através de avaliação estatística de Kruskal-Wallis.

- e) O desempenho do método da Integral J para avaliação da tenacidade à fratura em materiais de baixa resistência mecânica é limitado, uma vez que os próprios mecanismos de validação dos ensaios não são capazes de serem verificados para materiais frágeis.
- f) O mecanismo de fratura observado no aço AISI 4340 foi alterado, de dúctil com presença de microcavidades para frágil com clivagem, em função da fragilização gerada pela presença de Hidrogênio no material.

## CAPÍTULO VI

### PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

Como parte da avaliação final dos resultados obtidos a partir deste trabalho, apresenta-se a seguir as propostas para trabalhos futuros:

- Avaliar o efeito da variação do potencial sobre a concentração de hidrogênio permeado nos corpos de prova;
- Avaliar o efeito do envenenador tiocianato de amônio sobre a susceptibilidade de permeação de hidrogênio;
- Comparar os resultados obtidos com Integral J ao método CTOD e K<sub>ic</sub>, considerando as limitações de cada um destes;
- Avaliar a concentração final de Hidrogênio na microestrutura dos materiais hidrogenados sob condições diversas utilizando técnicas de análise adequadas.
- Realizar ensaios de acordo com a norma ASTM E399 para a condição mais agressiva.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUIRRE, Ivan Félix. Tenacidade à Fratura em Condições Elasto-Plásticas em Corpos de Prova Não Normalizados para Aços API 5L: Análise Numérica e Experimental. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 160 p. Tese (Doutorado).

ASTM E1820, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness". **ASTM International**, West Conshohocken, 2018.

ASTM E399, "Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials". **ASTM International**, West Conshohocken, 2019.

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

BRAHIMI S. Fundamentals of Hydrogen Embrittlement in Steel Fasteners. July 2014; IBECA Technologies Corp.

BRAHIMI S. Hydrogen Embrittlement in Coated Steel Fasteners, A review of the literature. April 2006; IBECA Technologies Corp.

BRAHIMI S. Integrity of High Strength Fasteners for Aircraft Structures, A review of the literature. April 2007; IBECA Technologies Corp.

BRAHIMI SV, Yue S, Sriraman KR. 2017 Alloy and composition dependence of hydrogen embrittlement susceptibility in high-strength steel fasteners. Phil. Trans. R. Soc. A 375: 20160407. <http://dx.doi.org/10.1098/rsta.2016.0407>

DONATO, G. H. B. Gustavo Henrique Bolognesi Donato, Felipe Cavalheiro Moreira, Validity limits of the one-parameter elastic-plastic fracture mechanics (J-integral) considering SE(B), C(T) and clamped SE(T) specimens, Procedia Structural Integrity, Volume 13, 2018, Pages 1879-1887, ISSN 2452-3216, <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2018.12.325>.

H.F. Li, S.G. Wang, P. Zhang, R.T. Qu and Z.F. Zhang, Crack propagation mechanisms of AISI 4340 steels with different strength and toughness, *Materials Science & Engineering A*, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.056>

HAAG, J. "Propagação de Trincas por Fadiga em Arames de Alta Resistência Mecânica". 2012. 55p. Trabalho de Conclusão de Curso - Departamento de Metalurgia, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

J.T. Foster, W. Chen, V.K. Luk, Dynamic crack initiation toughness of 4340 steel at constant loading rates, *Engineering Fracture Mechanics*, Volume 78, Issue 6, 2011, Pages 1264-1276, ISSN 0013-7944, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2011.02.019>.

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.

RODRIGUES, G. B. Avaliação da tenacidade à fratura: método Teste de Torção em Entalhe Helicoidal. 2020. 137 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

ROSADO, D. B. Comparação do Efeito da Fragilização por Hidrogênio em Aços com Resistência à Tração acima de 1000 MPa. PPGE3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

TARPANI, José Ricardo. Avaliação de estabilidade de trincas em componentes estruturais por meio do parâmetro elasto-plástico integral-J e comparação com resultados obtidos via mecânica da fratura elástica-linear / José Ricardo Tarpani – São Carlos, 1995. 2v, T191a.

WELLS, A. A., "Application of fracture mechanics at and beyond general yielding". *Br Weld J*, 1963. 10:563-70.

ZHU, X. K., JOYCE, J. A., "Review of fracture toughness (G, J, CTOD, CTOA) testing and standardization". **Engineering Fracture Mechanics**, p. 1-42, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.02.001>

## ANEXO A – Certificado de calibração do Paquímetro Digital (página 1/2)

**Mitutoyo**  
Mitutoyo S/A Americana Ltda.

**LABORATÓRIO DE METROLOGIA**  
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Calibração NBR 15012C 1999a  
CAL 0031

Pag: 1 / 2

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N.º 07625/13**

Cliente : " UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA."  
Endereço : Avenida João Naves de Avila, 2121 - Uberlândia - MG.  
Ordem de serviço: 068.189

**1 - Objeto Calibrado**

**PAQUÍMETRO DIGITAL**  
Fabricante: Mitutoyo  
Código: 500-106-20B  
N.º de Série: 10901281  
Faixa nominal : 150 mm  
Resolução : 0,01 mm  
Identificação do proprietário : Não consta

**2 - Padrões utilizados na Calibração:**

Blocos padrão	Número: 00112
Certificado N.º 00199/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 01/2014
Relógio apalpador	Número: LCF233
Certificado N.º 00997/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 08/2013
Padrão escalonado para paquímetro	Número: 010259
Certificado N.º 05825/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 12/2013

**3 - Procedimento de Medição: PML - 0013 Versão 5**

Os valores de Indicação do paquímetro foram verificados comparativamente com padrão escalonado e Blocos-padrão e a leitura da indicação tomada no paquímetro.

Data da calibração: 23 de Julho de 2013  
Data da emissão: 23 de Julho de 2013

Carlos Kazuo Saitake  
Gerente do Depto de Garantia da Qualidade

Este certificado atende aos requisitos de acreditação pelo COCER sob o âmbito de competência do laboratório e compromete sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI) e a reprodução deste Certificado só poderá ser feita a partir da aprovação por escrito da Mitutoyo.  
Os resultados deste Certificado referem-se exclusivamente ao instrumento submetido à calibração nas condições especificadas, não sendo extensivos a qualquer outro.

Mitutoyo Center: Av. João Carlos de Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP 04720-002 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5043-0000 - Fax: (11) 5041-3732  
Mitutoyo Prod. Ind. Ltda: Rua Tiberius, 1325 - Bairro Paulo - CEP 08020-000 - Sorocaba - SP - Tel: (11) 4745-5850 - Fax: (11) 4745-5836 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br  
Laboratório: Tel: (11) 4745-5850 - Fax: (11) 4745-5845 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br  
Associação Técnica Interat: Tel: (11) 4745-0952 - Fax: (11) 4745-5880 - E-mail: assocat@mitutoyo.com.br  
Associação Técnica Extrema: Tel: (11) 5043-0027 - Fax: (11) 5043-0028 - E-mail: ato@mitutoyo.com.br

## ANEXO A – Certificado de calibração do Paquímetro Digital (página 2/2)

**metutoyo**  
Métodos Sul Americana Ltda.

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 07625/13**  
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pag: 2 / 2

**4 - Resultado da calibração:** O resultado é a média das calibrações.

Medida Externa			Medida Interna			
Padrão (mm)	Indicação no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)	Padrão (mm)	Indicação no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)	
1,1	1,10	0,02	20,0	20,00	0,02	
1,5	1,50		50,0	50,00		
1,9	1,90		100,0	100,01		
4,0	4,00		150,0	150,02		
8,0	8,00		Fator de abrangência (k)			2,03
16,0	16,00		Graus de liberdade ( $V_{eff}$ )		96	
20,0	20,00					
50,0	50,00					
75,0	75,00					
100,0	99,99					
150,0	150,00					

Item	Resultado (mm)	Incerteza de Medição (mm)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade ( $V_{eff}$ )
Ponto zero	0,00	0,01	2,00	infinito
Ressalto	0,00	0,01	2,00	infinito
Profundidade	0,01	0,01	2,00	infinito
Paralelo da Cadeira	0,00	0,01	2,00	infinito
Paralelo da Boca	0,00	0,01	2,00	infinito

**5 - Incerteza de Medição:**

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

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

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

© Metutoyo Control - Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP: 04735-000 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-0722  
 Metutoyo - Av. João Carlos da Silva Borges, 1240 - Santo Amaro - CEP: 04735-000 - São Paulo - SP - Tel.: (11) 4746-5858 - Fax: (11) 4746-5858 - E-mail: suporte@metutoyo.com.br  
 Laboratório: Tel.: (11) 4746-5859 - Fax: (11) 4746-5860 - E-mail: metrologia@metutoyo.com.br  
 Associação Técnica Brasileira: Tel.: (11) 4746-5857 - Fax: (11) 4746-5858 - E-mail: associacao@metutoyo.com.br  
 Associação Técnica Italiana: Tel.: (11) 5643-0027 - Fax: (11) 5643-0028 - E-mail: ata@metutoyo.com.br

## ANEXO B – Certificado de calibração do Projeto de Perfil (página 1/4)

**Mitutoyo**  
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**LABORATÓRIO DE METROLOGIA**  
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº. 00587/20**

Calibração  
RBC 10000  
1  
CAL 0001

Interessado : FUNDACAO DE APOIO UNIVERSITARIO  
Endereço : Rua Francisco Vicente Ferreira, Nº 126 - Uberlândia - MG - CEP: 38408.102  
Local da calibração : Rua Francisco Vicente Ferreira, Nº 126 - Uberlândia - MG - CEP: 38408.102

Ordem de Serviço : 051.037.001

Pág.1/4

**1 - OBJETO CALIBRADO**

**PROJETOR DE PERFIL**  
Fabricante : Mitutoyo  
Código : 302-714A  
Modelo : PJ-300  
No. de Série : D00101012  
Tambor Micrométrico  
Código : 164-164 Nº. série : 000535  
Código : 164-164 Nº. série : 000519  
Resolução da unidade de leitura : 0,001 mm  
Resolução do goniômetro : 0° 01'  
Identificação do Proprietário : 086100

**2 - PADRÃO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO**

**Régua Graduada de Vidro**  
Nº de Série : 28728  
Certificado Nº. : 06148/18 - RBC - Mitutoyo Validade: 08/2020  
Nº de Série : 27151  
Certificado Nº. : 05148/18 - RBC - Mitutoyo Validade: 08/2020

**Padrão Angular**  
Nº de Série : RET-03  
Certificado Nº. : 1397/19 - RBC - IPT Validade: 04/2021

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

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

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

Data de calibração : 03 de Fevereiro de 2020  
Data de emissão : 06 de Fevereiro de 2020

  
Cláudio Bueno de Moraes  
Signatário Autorizado

Este certificado atesta em respeito ao protocolo do Cgip que avalia a competência de laboratório comparado sua credibilidade e padrões nacionais de medição (ou de International Union of Pure and Applied Chemistry - IUPAC).  
A validade deste certificado depende das condições de preservação do mesmo por parte do cliente.  
Este certificado não representa o reconhecimento do INMETRO (BRASIL) pelo ISO 9001:2015/ISO 15001:2015, ISO 9001:2015 e qualquer outra.

**Endereço:** Rod. Índia Tiboga, 1555 - Bairro Taíba - CEP: 8620-000 - Foz de Iguaçu - SP - Tel.: (11) 4136-9999 - E-mail: vendas@mitutoyo.com.br  
**Laboratório:** Tel.: (11) 4136-9966 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br  
**Assistência Técnica Internet:** Tel.: (11) 4136-9157 - E-mail: assist@mitutoyo.com.br  
**Assistência Técnica Telefone:** (11) 5443-0025 - E-mail: assist@mitutoyo.com.br

## ANEXO B – Certificado de calibração do Projeto de Perfil (página 2/4)

**Mitutoyo**  
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 00587/20**

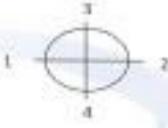
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág 2/4

**4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :**

**4.1 - Resultado Ampliação**



Lente de Ampliação de 10 X

Número lente: 013012

Item	Posição				Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V <sub>95</sub> )
	1	2	3	4			
Erro (%)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01 %	2,00	Infinito

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO BRASIL

Indústria: Av. João Stange, 155 - Bairro Refin - CEP 88620-880 - São José - SC - Tel.: (11) 4746-5858 - E-mail: sct@mitutoyo.com.br  
Laboratório: Tel.: (11) 4746-5950 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br  
Assistência Técnica Interna: Tel.: (11) 4746-5967 - E-mail: assist@mitutoyo.com.br  
Assistência Técnica Externa: Tel.: (11) 5461-9026 - E-mail: at@mitutoyo.com.br

## ANEXO B – Certificado de calibração do Projeto de Perfil (página 3/4)

**Mitutoyo**

Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 00587/20**

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág 3/4

**4.2 - Resultado da Indicação**

**Eixo " X "**

Indicação ( mm )	Resultado ( mm )	Incerteza de medição ( mm )
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,099	
7,700	7,700	
10,300	10,299	
12,900	12,899	
15,000	15,000	
17,600	17,599	
20,200	20,199	
22,800	22,801	
25,000	25,000	
30,000	30,001	
35,000	35,001	
40,000	40,002	
45,000	45,001	
50,000	50,002	

**Eixo " Y "**

Indicação ( mm )	Resultado ( mm )	Incerteza de medição ( mm )
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,099	
7,700	7,700	
10,300	10,299	
12,900	12,900	
15,000	14,998	
17,600	17,599	
20,200	20,198	
22,800	22,799	
25,000	24,998	
30,000	30,000	
35,000	34,999	
40,000	40,000	
45,000	45,000	
50,000	50,001	

Fator de abrangência ( k ) = 2,00  
Graus de liberdade ( Veff ) = 99

Fator de abrangência ( k ) = 2,00  
Graus de liberdade ( Veff ) = 99

Endereço: Rua. João Tibério, 155 - Bairro: Itaipó - CEP: 86259-000 - Sorocaba - SP - Tel.: (11) 4746-9898 - E-mail: [suaordem@mitutoyo.com.br](mailto:suaordem@mitutoyo.com.br)  
Laboratório: Tel.: (11) 4746-0950 - E-mail: [metrologia@mitutoyo.com.br](mailto:metrologia@mitutoyo.com.br)  
Assistência Técnica: Tel.: (11) 4746-9967 - E-mail: [at@mitutoyo.com.br](mailto:at@mitutoyo.com.br)  
Assistência Técnica Extrema: Tel.: (11) 5943-9026 - E-mail: [ate@mitutoyo.com.br](mailto:ate@mitutoyo.com.br)

## ANEXO B – Certificado de calibração do Projeto de Perfil (página 4/4)

**Mitutoyo**

Mitutoyo Sul Americana Ltda.

**CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 00587/20**

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág.4/4

**4.3 - Resultado da indicação do Anteparo Goniométrico**

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V <sub>eff</sub> )
0°	0° 00'			
30°	29° 59'			
60°	59° 59'			
90°	90° 00'			
120°	120° 00'			
150°	149° 58'			
180°	180° 01'	0° 01'	2,29	11
210°	210° 00'			
240°	240° 00'			
270°	270° 00'			
300°	300° 00'			
330°	330° 00'			
360°	360° 00'			

**5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :**

A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k , o qual para uma distribuição t com V<sub>eff</sub> graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

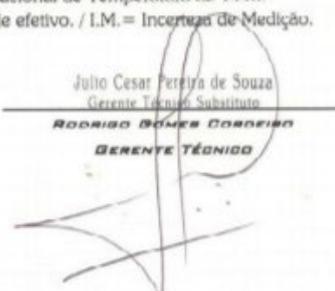
A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

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

*[Assinatura]*

Endereço: Rod. Ind. 10/04, 333 - Bairro Sefro - CEP: 0820-008 - Suzano - SP - Tel.: (011) 4148-9898 - E-mail: suz@mitutoyo.com.br  
 Laboratório: Tel.: (11) 4046-0868 - E-mail: red@mitutoyo.com.br  
 Assistência Técnica Suzano: Tel.: (11) 4148-9887 - E-mail: asst@mitutoyo.com.br  
 Assistência Técnica Araraquã: Tel.: (13) 3445-8025 - E-mail: ar@mitutoyo.com.br

## ANEXO C – Certificado de calibração do Termo-higrômetro (página 1/2)

		<i>Certificado de Calibração</i>		
		<i>Laboratório de Temperatura &amp; Umidade</i>		
		<i>Número do Certificado</i>		<i>R4996/13 Folha 1 / 2</i>
CONTRATANTE :	Universidade Federal de Uberlândia - UFU			
ENDEREÇO :	Av. Joao N. de Ávila, 2121, Bl. 1M - Campus Sta. Mônica - Uberlândia - MG			
INTERESSADO :	O mesmo			
ENDEREÇO :	O mesmo			
INSTRUMENTO :	<u>Termohigrômetro Digital</u>			
FABRICANTE :	Instrutherm			
MODELO :	HT-260			
IDENTIFICAÇÃO :	Não especificado			
NUMERO DE SÉRIE :	06120362			
DATA DA CALIBRAÇÃO :	19/06/2013	LOCAL DA CALIBRAÇÃO:	Laboratório Elus	
PRÓXIMA CALIBRAÇÃO :	Determinado pelo cliente	TEMPERATURA DO AR :	23°C ± 5°C	
DATA DA EMISSÃO :	20/06/2013	UMIDADE RELATIVA AR :	45%UR a 70%UR	
PADRÕES UTILIZADOS :	Termohigrômetro Digital identificação EL-225 rastreado por Laboratório RBC - CAL 0439 em 28/02/2013 sob certificado R1678/13 válido até fevereiro/2014.			
PROCEDIMENTO DE CALIBRAÇÃO :	- A calibração foi realizada pelo método comparativo contra padrões de referência, seguindo os procedimentos internos: PCT-003 rev. 01 / PCT-012 rev. 02.			
OBSERVAÇÕES :	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Este certificado atende aos requisitos de acreditação pelo CGCRE, o qual avaliou a competência do laboratório e comprovou sua rastreabilidade a padrões nacionais de medida.</li> <li>- A calibração foi realizada em 3 medições por ponto. O Valor Verdadeiro foi herdado pela média de 3 medições obtidas pelo padrão em cada ponto.</li> <li>- Os valores de temperatura apresentados estão em conformidade com a Escala Internacional de Temperatura de 1990.</li> <li>- k= fator de abrangência (fator multiplicativo adimensional) / Veff= graus de liberdade efetivo, / I.M.= Incerteza de Medição.</li> </ul>			
TÉCNICO EXECUTANTE:	GABRIEL CESAR SILVA			
	 Julio Cesar Pereira de Souza Gerente Técnico Substituto RODRIGO DOMES CORDEIRO GERENTE TÉCNICO			
<small>A reprodução deste certificado só poderá ser total, sem nenhuma alteração. Os resultados deste certificado referem-se somente ao item calibrado ou ensaiado. Este certificado atende os requisitos estatísticos pela norma NBR ISO/IEC 17025. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão da medição multiplicada pelo fator de abrangência "k" que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-402.</small>				
<small>Rua Dendzeiro, 29   Jd. Matarazzo   São Paulo   SP   03813-130   Tel 11 2214-0049   Email: atendimento@elusinstrumentacao.com.br</small>				

## ANEXO C – Certificado de calibração do Termo-higrômetro (página 2/2)



## Certificado de Calibração

Laboratório de Temperatura & Umidade

Número do Certificado R4996/18 Folha 2/2

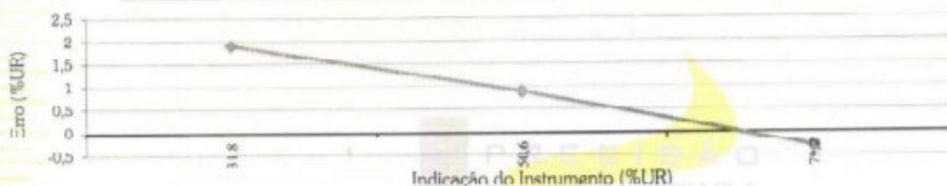
Laboratório de Calibração acreditado pelo CGCRE de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CAL 0439.

### RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO:

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

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

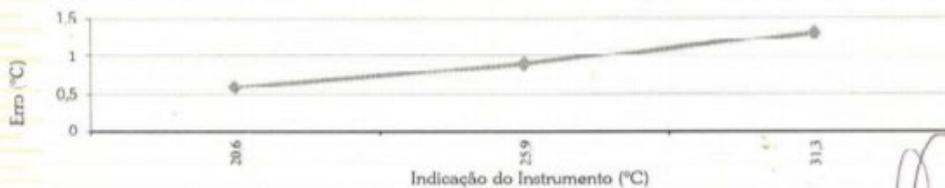
Indicação do Instrum. (%UR)	Valor Verdadeiro (%UR)	Erro (%UR)	I.M. (%UR)	k	Veff
31,8	29,9	1,9	1,0	2,00	∞
50,6	49,7	0,9	1,0	2,00	∞
79,2	79,5	-0,3	1,3	2,00	∞



### TEMPERATURA SENSOR EXTERNO:

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

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



A reprodução deste certificado só poderá ser total, sem nenhuma alteração. Os Resultados deste certificado referem-se somente ao item calibrado ou ensaiado. Este certificado atende os requisitos estabelecidos pela norma NBR ISO/IEC 17025. A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência "k" que para uma distribuição normal corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão de medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.

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

## ANEXO D – Certificado de calibração do Micrômetro (página 1/2)


**Certificado de Calibração**  
**Laboratório Medição Uberlândia**

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

1 / 2

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

**Contratante:** O MESMO

**Características do Instrumento**

Descrição: MICRÔMETRO DIGITAL

Identificação: MIC-04

Marca: MITUTOYO

Nº. Serie: 63085404

**Condições Ambientais:**

Serviço executado nas instalações permanentes do Laboratório.

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

**Procedimentos**

Calibração Executada conforme: ITTEC002

Revisão: 4

**Padrões**

Identificação	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO	DIGIMESS	01229/17	MITUTOYOCAL0031	03/2020

**Resultados Obtidos****DIMENSIONAL**

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

Faixa de Indicação: 0,000 a 25,000 mm

Resolução: 0,001 mm

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

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

**ANEXO D – Certificado de calibração do Micrômetro (página 2/2)****Certificado de Calibração  
Laboratório Medição Uberlândia**

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

2 / 2

**Observações Gerais**

NÃO HOUVE AJUSTE

- V.R: Valor de Referência na unidade de medição do padrão.
- V.I: Valor médio indicado no instrumento na unidade de medição do mesmo.
- A incerteza expandida de medição relatada é declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k, o qual para uma distribuição t com Veff graus de liberdade efetivos corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%. A incerteza padrão da medição foi determinada de acordo com a publicação EA-4/02.
- A condição de Aprovado/Reprovado se restringe apenas as grandezas metrológicas do instrumento, sendo que o limite de erro especificado para esta condição é de responsabilidade do Cliente.
- A operação de ajuste / regulagem não faz parte do escopo dos serviços
- A validade de calibração do instrumento, quando apresentada neste certificado, é de responsabilidade do cliente.

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

Data de emissão: 02 de maio de 2018

Assinado Eletronicamente  
LEANDRO SILVA DE BASTOS  
Gerente Técnico



Digitally signed by LEANDRO  
SILVA DE BASTOS 09319225699  
Date: 2018.05.03 10:39:18 -03:00  
Reason: Certificado de Calibração  
Location: Laboratorio Medicao  
Uberlandia

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

## ANEXO E – Certificado de calibração do Medidor de Dureza (página 1/2)



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº.: 083/18

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

**1 - Características do Objeto:**

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

**2 - Procedimentos e/ou Normas Aplicadas:**

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

**3 - Condições Ambientais:**

**Temperatura:** 21,8°

**4 - Observações Gerais:****Notas:**

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

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

  
**Álvaro Correa**  
Responsável Técnico/Calibrador

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

Fls.1/2

## ANEXO E – Certificado de calibração do Medidor de Dureza (página 2/2)



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO Nº.: 083/18

## Resultados da Calibração da Força de Ensaio:

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

## Resultados da Calibração de Dureza Método Vickers: Penetrador nº 6926

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

## Resultado da Calibração do sistema óptico de medição:

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

## Legendas

Desvio  $\Delta F_{max}$  é o desvio relativo máximo da força de ensaio incluindo a incerteza de medição.Desvio  $\Delta H_{HTM max}$  é o desvio máximo da máquina de ensaio incluindo a incerteza da medição.Desvio  $\Delta L_{max}$  é o desvio relativo máximo do sistema de medição incluindo a incerteza de medição.

## Padrões Utilizados:

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

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