

RODRIGO FREITAS DA SILVA ALVARENGA

**AVALIAÇÃO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO
EM AÇOS ARBL UTILIZANDO ENSAIOS TRATIVOS EM
CORPOS DE PROVA ENTALHADOS**



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

2022

RODRIGO FREITAS DA SILVA ALVARENGA

**AVALIAÇÃO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO EM AÇOS ARBL
UTILIZANDO ENSAIOS TRATIVOS EM CORPOS DE PROVA
ENTALHADOS**

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

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

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

Coorientador: Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho

UBERLÂNDIA – MG

2022

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

A473
2022 Alvarenga, Rodrigo Freitas da Silva, 1995-
Avaliação da fragilização por hidrogênio em aços ARBL
utilizando ensaios trativos em corpos de prova
entalhados [recurso eletrônico] / Rodrigo Freitas da
Silva Alvarenga. - 2022.

Orientador: Prof. Dr.-Ing. Sinésio Domingues Franco.
Coorientador: Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de
Uberlândia, Pós-graduação em Engenharia Mecânica.
Modo de acesso: Internet.
Disponível em: <http://doi.org/10.14393/ufu.di.2022.631>
Inclui bibliografia.

1. Engenharia mecânica. I. Franco, Prof. Dr.-Ing.
Sinésio Domingues, 1962-, (Orient.). II. Bose Filho,
Prof. Dr. Waldek Wladimir, 1959-, (Coorient.). III.
Universidade Federal de Uberlândia. Pós-graduação em
Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDU: 621

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


UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

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


ATA DE DEFESA - PÓS-GRADUAÇÃO

Programa de Pós-Graduação em:	Engenharia Mecânica				
Defesa de:	Dissertação de Mestrado Acadêmico, nº 624, PPGEM				
Data:	15/12/2022	Hora de início:	13:30	Hora de encerramento:	17:05
Matrícula do Discente:	12022EMC012				
Nome do Discente:	Rodrigo Freitas da Silva Alvarenga				
Título do Trabalho:	Avaliação da fragilização por hidrogênio em aços ARBL utilizando ensaios trativos em corpos de prova entalhados				
Área de concentração:	Materiais e Processos de Fabricação				
Linha de pesquisa:	Tribologia e Materiais				
Projeto de Pesquisa de vinculação:	Avaliação de Propriedades Mecânicas e Integridade sob Hidrogenação em Amostras Miniaturas				

Reuniu-se por meio de videoconferência a Banca Examinadora, designada pelo Colegiado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, assim composta: Professores Doutores: Rosenda Valdés Arencibia - FEMEC/UFU; Marcelo Torres Piza Paes - PETROBRAS; Waldek Wladimir Bose Filho (coorientador) - EESC/USP; e Sinésio Domingues Franco - FEMEC/UFU, orientador do candidato.

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

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

Aprovado.

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

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

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



Documento assinado eletronicamente por **Sinesio Domingues Franco, Professor(a) do Magistério Superior**, em 15/12/2022, às 17:12, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Rosenda Valdes Arencibia, Professor(a) do Magistério Superior**, em 15/12/2022, às 17:13, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Marcelo Torres Piza Paes, Usuário Externo**, em 15/12/2022, às 17:18, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Waldek Wladimir Bose Filho, Usuário Externo**, em 15/12/2022, às 17:19, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://www.sei.ufu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **4118232** e o código CRC **4A93E977**.

Dedico essa dissertação à minha grande incentivadora,
Maria Teresinha Freitas da Silva, minha mãe (*In memoriam*).

“You were an angel in the shape of my mum
You got to see the person I have become
Spread your wings and I know
That when God took you back, he said Hallelujah
You're home”
(Supermarket Flowers – Ed Sheeran)

“Aqueles que nos amam nunca nos deixam de verdade.”

(Sirius Black)

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, agradeço a Deus, pelos caminhos nos quais ele me fez percorrer.

Agradeço imensamente a minha mãe, Maria Teresinha Freitas da Silva (*in memoriam*), por tudo o que ela me ensinou com sua vida e por me incentivar a correr atrás dos meus sonhos.

Agradeço ao meu namorado, Nicolas Cáiron, por seu apoio em todos os momentos, em especial naqueles onde a ansiedade e o nervosismo não me deixavam caminhar. Agradeço por deixar os meus dias mais leves e felizes. Agradeço por me ensinar o que é o amor.

Agradeço ao meu pai, Carlos Eduardo Cordeiro Alvarenga, pelo apoio e incentivo que me deu na minha mudança para alcançar novos desafios.

Agradeço ao meu irmão, Lucas Freitas da Silva Alvarenga, pelo apoio e cuidado com o nosso pai e nosso tio. Agradeço também a minha cunhada, Aline Cordeiro Alvarenga, e ao meu sobrinho, Pedro Cordeiro Alvarenga, por ter trazido a esperança e alegria para nossa família.

Agradeço ao meu orientador, Sinésio Domingues Franco, pelo apoio durante todo o estudo, pelas argumentações, dicas e críticas, por todo o conhecimento compartilhado nesse tempo e pela confiança no meu trabalho.

Agradeço ao meu co-orientador, Waldek Wladimir Bose Filho, que por ora fazia papel de pai e amigo. Obrigado pelo apoio, pela companhia, pelas palavras, pelo conhecimento e incentivo dado ao longo dos anos.

Agradeço aos amigos que o estudo da fragilização por hidrogênio me trouxe, Guilherme Antonelli, Luiz Fernando e José Eduardo. Agradeço pelas discussões e argumentações, mas também pelas ajudas, risadas e companhia.

Agradeço a toda a equipe do LTAD, em especial Henry, Felipe, Joyce, Gustavo, Guilherme Bernardes, Caroll Caetano, Carol Xavier, Jeferson Caetano, Raphael Pires e todos os outros por possibilitar que esse trabalho tenha sido realizado.

Agradeço ao engenheiro e amigo Daniel Correia Freire Ferreira que contribuiu de forma significativa nesse trabalho. Agradeço pelas contribuições científicas, mas principalmente pelas conversas e pela amizade.

Agradeço ao engenheiro Luciano Piana pelos grandes conhecimentos, por vezes não técnico-científicos, que pude absorver durante o tempo que trabalhamos juntos e por não me deixar esquecer que promessa é dívida.

Agradeço ao engenheiro Marcelo Torres Piza Paes, por tornar esse trabalho possível, pelo conhecimento transmitido nas discussões e por nos desafiar a sempre ir mais além.

Uma imensa gratidão vai aqui para todos os meus alunos de iniciação científica que me acompanharam nessa jornada, espero que o tempo de trabalho comigo possa ter ajudado vocês a descobrir esse mundo da pesquisa e desenvolvimento. Dentre os muitos, gostaria de citar, em especial: Gilberto, João Vitor Basílio, José Guilherme, Fábio e Remi Dutel. Sem eles, esse trabalho não seria possível.

Agradeço a todos os meus amigos que torcem por mim, pelas risadas e conversas compartilhadas. Dentre muitos, gostaria de citar meus amigos Duques: Leo Peralva, Carol Molais, Alberto Fioravanti, Lívia Teixeira, Rafael Marcelino, Larissa e Igor Velasco, e meus amigos Cavaleiros da UENF: Maria, Laís, Jordana, Kevin e Felipe.

FREITAS, R. **Avaliação da fragilização por hidrogênio em aços ARBL utilizando ensaios trativos em corpos de prova entalhados**. 2022, 154 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG.

RESUMO

A avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio em aços de alta resistência para aplicação em componentes submarinos submetidos a proteção catódica para controle de corrosão é de fundamental importância. Tal estudo pode auxiliar na tomada de decisões e qualificação de materiais para evitar falhas que acarretam danos ambientais, econômicos e à vida humana. Assim sendo, esse trabalho avalia um aço AISI 4340 com durezas de 32, 36 e 40 HRC utilizando três tipos de metodologias: ensaio de tração em baixas taxas de deformação em corpos de prova lisos (BTD) e entalhados (nBTD) e ensaios de carga constante (CLT). Foram realizados ensaios em dois níveis de proteção catódica (-1100 mV e -950 mV, em relação ao eletrodo de referência Ag|AgCl) em solução salina com 3,5 % em peso de NaCl. Foram utilizados três diferentes raios de entalhe. Os resultados obtidos nos ensaios dos corpos de prova entalhados foram comparados com o perfil de tensão hidrostática obtido via simulação de elementos finitos. A superfície de fratura pós-ensaio também foi avaliada via microscopia eletrônica de varredura. Os resultados dos ensaios indicaram um maior índice de fragilização (HI) quanto maior a dureza do material, nível de proteção catódica aplicada e menor raio do entalhe, assim como uma relação entre o HI e o grau de fratura intergranular nas amostras. Os resultados dos ensaios nBTD foram comparados com a tensão limite (σ_{th}) do ensaio CLT e foi observado que uma relação $\sigma_{th} = 90\% \times \sigma_{nBTD_min}$ pode ser usada para obtenção mais rápida desse parâmetro. Adicionalmente, um estudo acerca da tenacidade à fratura dos materiais em meio hidrogenado (K_{Ic-H}) foi realizado por meio da análise da superfície de fratura dos corpos de prova nBTD e CLT, obteve-se valores de $90,2 \pm 5,2$, $88,1 \pm 7,1$ e $79,8 \pm 6,4$ MPa.m^{0.5} para as durezas de 32, 36 e 40 HRC, respectivamente. Para a condição de 40 HRC, ensaios em corpos de prova pré-trincados do tipo C(T) apresentaram os mesmos resultados ao usar velocidades mais altas.

Palavras-Chave: fragilização por hidrogênio, corpos de prova entalhados, ensaio de tração em baixas taxas de deformação, aços de alta resistência e baixa liga.

FREITAS, R. **Hydrogen embrittlement assessment using tensile tests in HSLA notched specimens**. 2022, 154 f. Dissertation, Federal University of Uberlândia, Uberlândia – MG.

Abstract

The evaluation of hydrogen embrittlement susceptibility in high strength steels for application in subsea components subjected to cathodic protection for corrosion control is of fundamental importance. This assessment can help decisions and materials qualification to avoid failures that cause environmental, economic and human life damages. Therefore, this study evaluates an AISI 4340 steel with hardness of 32, 36 and 40 HRC using three types of methodologies: slow strain rate tests in smooth (SSRT) and notched (nSSRT) specimens and constant load tests (CLT). The tests were carried out at two levels of cathodic protection (-950 mV and -1100 mV using Ag|AgCl reference electrode) in saline solution with 3.5 % wt of NaCl. Three different notch radiuses were used. The results obtained in the notched specimens tests were compared with the hydrostatic stress profiles obtained using finite element simulation. The post-test fracture surfaces were also evaluated via scanning electron microscopy. The test results indicated a higher hydrogen index embrittlement (HI) the higher the material hardness, level of cathodic protection applied and smaller notch radius, as well as a relationship between HI and the degree of intergranular fracture in the specimens. The results obtained by the nBTD tests were compared with the stress threshold (σ_{th}) obtained in the CLT test and a relation of $\sigma_{th} = 90\% \times \sigma_{nBTD_min}$ can be used for a faster assess of this parameter. Additionally, fracture toughness test evaluation in hydrogen environment (K_{Ic-H}) was done by analyzing the fracture surface of the nBTD and CLT specimens: $90,2 \pm 5,2$, $88,1 \pm 7,1$ e $79,8 \pm 6,4$ MPa.m^{0.5} was obtained for the hardness of 32, 36 e 40 HRC, respectively, these values were compared with pre-cracked CT specimens for 40 HRC and -1100 mV condition, the results were the same using the highest displacement rate.

Key Words: hydrogen embrittlement, notched specimens, slow strain rate test, high strength low alloy steels.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Condições necessárias para ocorrência do fenômeno de fragilização por hidrogênio.	7
Figura 2.2 - Fraturas de dois corpos de prova de aços de alta resistência ensaiados ao ar (a) e em presença de hidrogênio (b) (VENEZUELA et al., 2018).....	9
Figura 2.3 - Curvas tensão deformação obtidas em ligas de níquel (945X e 718) ao ar e em duas condições de hidrogenação (P1) e (P2) (SAMPATH; AKID; MORANA, 2018).	9
Figura 2.4 - Fractografias obtidas em aço 42CrMo4 após ensaio em presença de hidrogênio, nas durezas de 246 HB (a), 281 HB (b), 307 HB (c) e 335 HB (d) (ZAFRA et al., 2018).....	12
Figura 2.5 - Fractografias obtidas em aço 4130M após ensaio em presença de hidrogênio, nas durezas de 32 HRC (a), 36 HRC (b), 40 HRC (c) e 45 HRC (d) (MARTINIANO, 2021).....	13
Figura 2.6 - Marcas de rio em fratura do tipo quase-clivagem em aço ferrítico API X60 após ensaio em meio hidrogenado (MARTIN et al., 2011).....	13
Figura 2.7 - Região abaixo da fratura apresentando intensa deformação plástica (a - imagem obtida via TEM) e fratura correspondente (b) (WANG et al., 2014b).....	14
Figura 2.8 - Mapa de elementos em 3D obtido por tomografia atômica, indicando a presença de isótopos de hidrogênio (D) próximos a precipitados de carbeto de vanádio (D - deutério; V - vanádio; C - carbono) (TAKAHASHI, KAWAKAMI E TARUI, 2012).	16
Figura 2.9 - Tensão de falha em função da dureza do material em ensaio de carregamento em patamares progressivos para os aços AISI 4340 e 4135 (Adaptado de BRAHIMI; SRIRAMAN; YUE, 2017).....	17
Figura 2.10 - Índices de fragilização (HI), em relação a redução de área da seção transversal de corpo de prova cilíndrico, quando são comparados os ensaios ao ar e em presença de hidrogênio, em função da temperatura de revenimento dos aços (LI et al., 2017).....	17
Figura 2.11 – Resultados tensão máxima (σ_{max}) e redução de área (RA) em aço 42CrMo4 em diferentes durezas ensaiados ao ar e após carregamento em hidrogênio gasoso (ZAFRA et al., 2018).	18
Figura 2.12 – Valores de tensão de fratura em ensaios de carregamento em patamares progressivos em três aços ARBL em diferentes potenciais catódicos (DAS et al., 2018b).....	19
Figura 2.13 – Concentração de hidrogênio e índice de fragilização em aços após ensaios em diferentes potenciais catódicos (ZHANG et al., 2018b).....	20

Figura 2.14 - Gráfico obtido no ensaio de carga constante em meio hydrogenado (Adaptado de ISO, 2015). O eixo das ordenadas pode representar concentração de hidrogênio ou tensão aplicada, enquanto o eixo das abscissas representa o tempo de ensaio.	22
Figura 2.15 - Curva concentração de hidrogênio vs tempo para falha e valores de concentração de tensão no pico de tensão hidrostática (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006).	23
Figura 2.16 - Taxa de deformação a ser utilizada em ensaios de hidrogenação (ASTM G129, 2014).	24
Figura 2.17 - Curva tensão-deformação, obtida em ensaio com baixa taxa de deformação utilizando diferentes potenciais catódicos e ao ar (Adaptado de Zhang et al., 2018).	24
Figura 2.18 - Resultados em diferentes taxas de deformação: alongamento versus taxa de deformação (a) e tensão-deformação (b) (adaptado de MOMOTANI et al., 2017).	25
Figura 2.19 - Sobreposição da superfície de fratura com os resultados numéricos de tensão hidrostática e concentração de hidrogênio (DEPOVER; HERTELÉ; VERBEKEN, 2019).	28
Figura 2.20 – Resultados das simulações via elementos finitos em diferentes condições no aço 3Cr-1Mo-0,25V (CAYÓN et al., 2021b).....	29
Figura 2.21 - Perfis de tensão hidrostática em aço 42CrMo4, revenido a 650 °C, submetido a diferentes carregamentos mecânicos, sendo o perfil 6 a tensão referente a falha.	30
Figura 2.22 - Cálculo do tamanho de trinca efetivo.	31
Figura 2.23 - Esquema de um diagrama FAD.	32
Figura 2.24 - Diagrama FAD modificado (FERREIRA, 2017).	32
Figura 2.25 - Diagrama FAD obtido por CAYON et al (2021).	33
Figura 3.1- Principais etapas e resultados esperados desse trabalho.	35
Figura 3.2 - Esquema dos cortes realizados nas barras.	36
Figura 3.3 - Esquema do corte e medição de dureza nos corpos de prova tratados termicamente para definições das temperaturas de tratamentos térmicos.	37
Figura 3.4 - Sugestão de corpo de prova entalhado recomendado pela norma ISO 16573 (ISO, 2015b).	39
Figura 3.5 - Estudo de convergência de malha para definição do elemento de malha para as simulações desta dissertação.	40
Figura 3.6 - Malha utilizada e detalhe da região do entalhe.	40
Figura 3.7 – Raios de entalhe utilizados nesse trabalho: 1,00 mm (a), 0,20 mm (b) e 0,05 m (c).	41

Figura 3.8 – Curvas tensão-deformação verdadeira utilizadas nas simulações via elementos finitos (até o limite de resistência a tração).	43
Figura 3.9 - Célula eletroquímica utilizada nos ensaios com hidrogenação com o potenciostato fabricado pelo LTAD.	45
Figura 3.10 - Comportamento da corrente em função do tempo, utilizando o <i>software</i> NOVA 2.1. A densidade de corrente para a condição de -1100 mV foi de, aproximadamente, 0,30 mA/cm ² , enquanto para -950 mV foi de 0,05 mA/cm ²	45
Figura 3.11 - Equipamentos de 'peso-morto' utilizados para os ensaios de carga constante. ...	49
Figura 3.12 - Exemplo de carregamento no ensaio CLT seguido de carregamento em patamares.	49
Figura 3.13 – Exemplo de medição da área da região interna, utilizando <i>software</i> ImageJ.	51
Figura 4.1 - Relação entre temperatura de revenimento e dureza do aço AISI 4340 após solubilização a 870 °C e têmpera em óleo. A linha pontilhada representa a regressão linear, também apresentada pela equação e coeficiente de determinação (R ²). As barras de erro indicam um nível de confiança de 95,45 %.	55
Figura 4.2 - Aço AISI 4340 temperado após solubilização a 870 °C por 1h. Ataque: Tropol (revelação do contorno do antigo grão austenítico).	56
Figura 4.3 – Exemplo de região analisada para determinação do teor de inclusão, as setas em vermelho indicam a presença de sulfeto de manganês (inclusões alongadas no sentido da conformação).	56
Figura 4.4 - Imagem das principais inclusões encontradas nas barras: MnS e óxido de Ca-Mg-Al e os espectros obtidos via EDS.	57
Figura 4.5 - Microestrutura das diferentes durezas utilizando as técnicas de microscopia ótica e eletrônica.	58
Figura 4.6 - Curvas tensão-deformação de corpos de prova nos três níveis de dureza analisadas nessa dissertação (32, 36 e 40 HRC).	59
Figura 4.7 - Curvas tensão-deformação do aço AISI 4340 nas durezas de 32, 36 e 40 HRC, ao ar e sob potencial catódico de -950 mV e -1100 mV.	61
Figura 4.8 - Curvas tensão-deformação para o material com 32 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.	62
Figura 4.9 - Curvas tensão-deformação para o material com 36 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.	62

Figura 4.10 - Curvas tensão-deformação para o material com 40 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.....	63
Figura 4.11 - Detalhe da região de escoamento das Figs. 4.8 a 4.10 .	64
Figura 4.12 - Alongamento plástico e HI (%AL) para os aços nas três condições de dureza ensaiadas. Barras de erro indicam índice de confiança de 95,45 %.	66
Figura 4.13 - Redução de área e HI (%RA) para os aços nas três condições de dureza ensaiadas. Barras de erro indicam índice de confiança de 95,45 %.	66
Figura 4.14 - Fraturas dos corpos de prova nos ensaios BTB.	69
Figura 4.15 - Esquema das fraturas dos corpos de prova BTB.	69
Figura 4.16 - Fratura de corpo de prova ensaiado ao ar com 40 HRC e detalhe da região central (microcavidades).	70
Figura 4.17 - Fractografias dos corpos de prova nos três níveis de dureza (a – 32 HRC; b – 36 HRC e c – 40 HRC) sob o potencial catódico de -950 mV (detalhe em maior aumento da região em vermelho).....	71
Figura 4.18 - Fractografias dos corpos de prova nos três níveis de dureza (a – 32 HRC; b – 36 HRC e c – 40 HRC) sob o potencial catódico de -1100 mV (detalhe em maior aumento da região em vermelho).	72
Figura 4.19 - Comparação entre os índices de fragilização em relação à redução de área (HI _{RA}) e os aspectos fractográficos predominantes (QC - quase-clivagem e IN – fratura intergranular).	73
Figura 4.20 - Curvas tensão-deslocamento obtidas ao ar em corpos de prova de 36 HRC, sem entalhe e com entalhes, utilizadas nesse trabalho.	74
Figura 4.21 - Tensão máxima alcançada nos ensaios ao ar (as barras de erro indicam o desvio padrão para um nível de confiança de 68,27 %).	75
Figura 4.22 - Perfis de tensão hidrostática no aço com 32 HRC em diferentes condições de carregamento e raio de entalhe.	77
Figura 4.23 - Perfis de tensão hidrostática no aço com 40 HRC em diferentes condições de carregamento e raio de entalhe.	78
Figura 4.24 - Resultados dos ensaios nBTB para a condição de entalhe R1.....	79
Figura 4.25 - Índices de fragilização (HI) para o raio R1.	79
Figura 4.26 - Resultados dos ensaios nBTB para a condição de entalhe R0,2.....	80
Figura 4.27 - Índices de fragilização (HI) para o raio R0,2.	81
Figura 4.28 - Resultados dos ensaios nBTB para a condição de entalhe R0,05.....	81
Figura 4.29 - Índices de fragilização (HI) para o raio R0,05.	82

Figura 4.30 - Fractografias dos corpos de prova na condição R1 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.	83
Figura 4.31 - Fractografias dos corpos de prova da condição R1 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.	84
Figura 4.32 - Fractografias dos corpos de prova da condição R1 - 40 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.	85
Figura 4.33 - Fractografias dos corpos de prova da condição R0,2 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.	86
Figura 4.34 - Fractografias dos corpos de prova da condição R0,2 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.	87
Figura 4.35 - Fractografias para a condição 40 HRC - R0,2; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.	88
Figura 4.36 – Fractografias para a condição R0,05 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.	89
Figura 4.37 – Fractografias para a condição R0,05 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.	90
Figura 4.38 – Fractografias para a condição R0,05 - 40 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.	91
Figura 4.39 - Correlação entre os índices de fragilização em função da dureza e os aspectos observados na fractografia dos corpos de prova na região de início da falha.	92
Figura 4.40 - Resumo das fractografias em meio hidrogenado da condição R0,2.....	93
Figura 4.41 - Fratura dos corpos de prova na condição a) 32.R0,05 e b) 40.R0,05.	94
Figura 4.42 – Perfis de tensão hidrostática nas tensões de falha de cada condição, obtidos através de simulações via elementos finitos.....	96
Figura 4.43 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 32.R1.950.	99
Figura 4.44 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 36.R1.1100.	99
Figura 4.45 - Fractografias das condições (a) 32.R1.950 e (b) 36.R1.1100.	100
Figura 4.46 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 40.R0,2.1100.	101
Figura 4.47 - Fractografia do CP1 da condição 40.R0,2.1100 após ensaio CLT.	102

Figura 4.48 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 36.R0,05.1100.	102
Figura 4.49 - Fractografias dos CPs 1 e 2 da condição 36.R0,05.1100 após ensaios CLT.	103
Figura 4.50 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 40.R0,05.1100.	104
Figura 4.51 – Fractografias dos CPs 2 e 3 da condição 40.R0,05.1100 após ensaios CLT. ...	104
Figura 4.52 - Resumo das comparações entre a tensão mínima obtida no ensaio nBTD, média nBTD e tensão limite obtida no ensaio CLT.	105
Figura 4.53 - Relação da tensão limite (σ_{th}) com a tensão mínima obtida nos ensaios nBTD (σ_{min_nBTD}).	106
Figura 4.54 – Curvas de resistência J-R do aço AISI 4340 nos três níveis de dureza utilizados nesse trabalho.	107
Figura 4.55 - Valores de tenacidade ao ar (método convencional) e via ensaios nBTD e CLT sob potencial catódico de -1100 mV. As barras de erro indicam um nível de confiança de 95,45 %.	108
Figura 4.56. Resultados de tenacidade a fratura em corpos de prova do tipo C(T) sob polarização catódica de -1100 mV em solução de 3,5 % NaCl. A linha vermelha representa o $K_{JIC-0,2}$ do material ao ar ($123,0 \pm 5,0 \text{ MPa.m}^{0,5}$).	109
Figura 4.57 - Valores de K_{init} em função da taxa de deslocamento aplicada (ISO 7539-9, 2008).	110
Figura 4.58 – Curvas força <i>versus</i> deslocamento de três diferentes corpos de prova e velocidades: CP.04 ($0,400 \text{ MPa.m}^{0,5}/\text{min}$), CP.03 ($0,015 \text{ MPa.m}^{0,5}/\text{min}$) e CP.07 ($0,003 \text{ MPa.m}^{0,5}/\text{min}$).	111
Figura 4.59 – Curva força <i>versus</i> deslocamento e fractografias observadas na região próxima a pré-trinca (a), no meio do comprimento do corpo de prova (b) e no final (c) do CP.03 ensaiado a $0,015 \text{ MPa.m}^{0,5}/\text{min}$, $K_{IH} = 24,7 \text{ MPa.m}^{0,5}$	112
Figura 4.60 - Curva força <i>versus</i> deslocamento e fractografias observadas na região próxima a pré-trinca (a) e no meio do comprimento do corpo de prova (b) do CP.04 ensaiado a $0,400 \text{ MPa.m}^{0,5}/\text{min}$, $K_{IH} = 83,1 \text{ MPa.m}^{0,5}$	113
Figura 4.61. Propagação de trinca em função do fator intensidade de tensão aplicado, indicando os locais de iniciação do crescimento sub-crítico (K_{IH}), falha abrupta do material em meio hidrogenado (K_{IC-H}) e tenacidade à fratura do material ao ar (K_{IC}) (API, 2016).	114

- Figura 4.62. Curva força versus deslocamento (a) do CP.07 ensaiado a taxa de 0,003 MPa.m^{0.5}/min, registro macrográfico da fratura e fractografias na região de propagação inicial (c) e de fratura ao ar. 116
- Figura 4.63 - Diagrama FAD modificado para algumas condições ensaiadas a -1100 mV, o quadrado em vermelho indica a região de não falha quando submetido a condição de proteção catódica (σ_{H_nBTD} e σ_{ar_nBTD} = tensão máxima no ensaio nBTD em meio hydrogenado e ao ar). 116

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Comparação entre as soluções analíticas e a obtida via elementos finitos nas condições de raio de entalhe utilizados nessa dissertação.	41
Tabela 3.2 - Comparação entre os valores de K_t propostos pela literatura e determinados pela solução analítica.	42
Tabela 3.3 – Parâmetros medidos e instrumentos de medição utilizados.	44
Tabela 3.4 - Ensaio preliminares para determinação da velocidade de ensaio dos corpos de prova entalhados.	47
Tabela 3.5 - Variáveis e níveis a serem avaliadas nos ensaios dos corpos de prova entalhados.	47
Tabela 3.6 - Planejamento experimental: condições de ensaios.	48
Tabela 3.7 – Matriz de teste dos ensaios de tenacidade à fratura em corpos de prova do tipo C(T) pré-trincados (dureza de 40 HRC e potencial catódico aplicado de -1100 mV, em todas as condições ensaiadas).	53
Tabela 4.1 - Composição química das barras utilizadas no trabalho (% em peso).....	54
Tabela 4.2 - Teor de inclusão nas diferentes barras utilizadas nesse trabalho (intervalo de confiança de 95 % calculado de acordo com norma ASTM 1245 (2016)).	57
Tabela 4.3 - Média e desvio padrão das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 nas durezas de 32, 36 e 40 HRC, utilizadas nessa dissertação (nível de confiança: 68,7 %).	60
Tabela 4.4 – Avaliação estatística do limite de escoamento e limite de resistência a tração.....	63
Tabela 4.5 - Valores de tensão no escoamento descontínuo.....	65
Tabela 4.6 - Resumo dos ensaios BTM apresentando o limite de escoamento (σ_y), limite de resistência (σ_{TS}), alongamento plástico e redução de área nos três níveis de dureza e dois potenciais catódicos aplicados (Nível de confiança 95,45 %).	68
Tabela 4.7 – Análise estatística <i>one-way</i> ANOVA para avaliação das velocidades de ensaio em duas condições.....	76
Tabela 4.8 - Valores de tenacidade obtido a partir dos ensaios nBTM e CLT nas diferentes durezas e condições de raio de entalhe e para a condição de potencial catódico de -1100 mV.	108

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

AISI – *American iron and steel institute*

ARBL – Aços de alta resistência e baixa liga

ASTM – *American society of testing materials*

BTD – Ensaio de tração em baixas taxas de deformação

CLT – Ensaio de tração em carga constante

FAD – *Failure assessment diagram* (Diagrama de avaliação de falhas)

FEA – *Finite element analysis* (Análise via elementos finitos)

FH – Fragilização por hidrogênio

HEDE – *Hydrogen-enhanced decohesion* (Mecanismo de fragilização por decoesão facilitada pelo hidrogênio)

HELP – *Hydrogen-enhanced localized plasticity* (Mecanismo de fragilização por plasticidade localizada facilitada pelo hidrogênio)

HI – Índice de fragilização

ISL – Ensaio de carregamento em patamares progressivos

ISO – *International organization of standardization*

K_{Ic} – Fator intensidade de tensão crítico do material ao ar

K_{Ic-H} – Fator intensidade de tensão crítico do material em meio hydrogenado

K_{IH} – Fator intensidade de tensão para iniciação de trinca em meio hydrogenado

K_t – Fator concentrador de tensão

K_{TH} – Fator intensidade de tensão limite

MEV – Microscópio eletrônico de varredura

nBTD - Ensaio de tração em baixas taxas de deformação utilizando corpos de prova entalhados

σ_{σ_nBTD} – Tensão máxima obtida em corpos de prova entalhados

σ_Y – Tensão limite de escoamento a 0,2 %

σ_h - Tensão hidrostática

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Objetivo Geral.....	3
1.2. Objetivos Específicos	3
1.3. Justificativa	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	6
2.1. Fragilização por Hidrogênio nos Aços	6
2.1.1. Introdução e Mecanismos.....	6
2.1.2. Fractografia	11
2.1.3. Influência do Material e Meio	14
2.2. Fragilização por Hidrogênio em Fixadores Submarinos.....	20
2.3. Metodologias para Avaliação da Fragilização por Hidrogênio.....	21
2.4. Corpos de prova entalhados, difusão e tensão hidrostática.....	26
2.4.1. Difusão de H: Leis	26
2.4.2. Entalhes e Tensão hidrostática.....	28
3. METODOLOGIA	35
3.1. Caracterização do Material.....	36
3.2. Definição da Geometria dos Corpos de Prova	39
3.3. Fabricação e Verificação Dimensional de Corpos de Prova.....	43
3.4. Ensaio trativos para avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio	44
3.4.1. Ensaioes BTB e nBTB.....	46
3.4.2. Ensaioes CLT	48
3.4.3. Avaliação da tenacidade à fratura em meio hidrogenado	50
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	54

4.1. Caracterização do Material.....	54
4.2. Resultados dos Ensaio BTd	60
4.2.1. Efeito da Dureza e Potencial Catódico.....	60
4.1.2. Fractografias.....	68
4.2. Resultados dos Ensaio nBTd	74
4.2.1. Efeito do Entalhe ao Ar.....	74
4.2.2. Velocidade de ensaio	76
4.2.3. Simulações FEA: tensão hidrostática	77
4.2.4. Efeito da Dureza e Potencial Catódico.....	78
4.2.5. Fractografias.....	82
4.2.5.1. Tensão Hidrostática	94
4.3. Resultados dos Ensaio CLT	98
4.4. Avaliação de Tenacidade à Fratura e Diagrama FAD Modificado	106
5. CONCLUSÕES.....	C117
5.1. Ensaio de tração em baixas taxas de deformação - BTd.....	117
5.2. Ensaio de tração em baixas taxas de deslocamento utilizando corpos de prova entalhados - nBTd	118
5.3. Ensaio de tração em carga constante - CLT	118
5.4. Ensaio de tenacidade	119
6. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	120
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	121
APÊNDICE A – GRÁFICO DE PROBABILIDADES DE RESÍDUOS	129
ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO CÉLULA DE CARGA DO EQUIPAMENTO INTERMETRIC iM1	134
ANEXO B – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO CÉLULA DE CARGA DO EQUIPAMENTO INTERMETRIC Im2	134
ANEXO C - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DOS SISTEMAS DE MEDIÇÃO	136

ANEXO D - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS HMAX (ENSAIOS CLT)
..... 147

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

O fenômeno da fragilização por hidrogênio é responsável por falhas em diversos setores da indústria, entre eles: petrolífero, automotivo, aeronáutica, nuclear e componentes estruturais de forma geral. Além disso, o gás hidrogênio é visto como um dos possíveis combustíveis do futuro, devido ao seu alto poder calorífico e seu baixo nível de poluição atmosférica, quando comparado aos combustíveis fósseis utilizados atualmente. Assim, o estudo desse fenômeno continuará a ser discutido (DWIVEDI; VISHWAKARMA, 2018). A falha de um componente nas indústrias supracitadas pode levar a acidentes ambientais, econômicos e dano à vida humana.

A crescente demanda pela diminuição do peso em componentes estruturais, seja para diminuição de consumo de combustíveis (energia) ou outros motivos, requer a utilização de aços de alta resistência mecânica. Nesse ponto, aços estruturais da classe AISI 43xx e 41xx, possuem teores de elementos de liga baixos, porém em concentrações suficientes para elevar o limite de resistência à tração dos aços para valores superiores a 1000 MPa. Assim sendo, esses aços são normalmente denominados de aços ARBL, ou alta resistência e baixa liga (SILVA; MEI, 2010). O setor automotivo, por exemplo, trabalha com aços avançados de alta resistência (DP, TRIP, TWIP, entre outros) com o objetivo de diminuir o peso do veículo de forma a consumir menos combustível, porém mantendo a segurança dos seus passageiros (VALENTINI, et al, 2019).

Grande parte do setor de óleo e gás, em especial as operações *off-shore*, possuem equipamentos submarinos que são submetidos a procedimentos de controle de corrosão como a proteção catódica por corrente impressa ou por anodo de sacrifício. Muitos desses componentes são feitos de aços de alta resistência ou superligas de níquel que podem ser susceptíveis ao fenômeno da fragilização por hidrogênio. Este elemento é gerado na superfície do componente devido à proteção catódica e acaba se difundindo ao interior do material, podendo provocar a falha do mesmo, em especial em regiões de alta concentração de tensão, como o fundo do filete de fixadores (BRAHIMI, 2014).

A caracterização e a avaliação da resposta do material frente ao fenômeno de fragilização por hidrogênio são essenciais em componentes que irão trabalhar em meio hidrogenado ou que,

no seu processo produtivo, tenham passado por um procedimento que pode ter adicionado esse elemento ao material. Assim, diferentes metodologias podem ser aplicadas para realizar essa avaliação dependendo do objetivo da investigação, a saber: classificar a susceptibilidade do material em relação a determinado índice ou parâmetro, comparação entre diferentes materiais, avaliação da agressividade do meio, entre outros (ISO 7539, 2012; RUDOMILOVA; PROSEK; LUCKENEDER, 2018).

O ensaio a ser realizado depende da aplicação final do material e do objetivo do mesmo, por exemplo, para determinar requisitos mínimos de projeto ou seleção de materiais. Uma dessas metodologias, o ensaio de tração sob carga constante, normatizado pela ISO 16573 (ISO, 2015), é utilizado para determinar a concentração crítica de hidrogênio em determinado material ou a tensão limite à qual o mesmo pode ser submetido em determinada concentração de hidrogênio sem iniciar um processo de nucleação de trincas. Nesse ensaio, o corpo de prova é submetido a uma tensão constante até a falha ou até atingir determinado limite de tempo, normalmente 100 h ou 200 h (nesse caso, considera-se que o material não falha nessas condições). Dessa forma é possível determinar a concentração de hidrogênio ou tensão aplicada limite. Esse é o resultado mais importante obtido nesse ensaio.

O ensaio de tração em baixas taxas de deformação por sua vez se assemelha ao ensaio de tração convencional (ASTM E8, 2016), porém a taxa de deformação aplicada é mais baixa, podendo variar de 10^{-4} s^{-1} a 10^{-7} s^{-1} . Essa baixa taxa é requerida, pois, o fenômeno de fragilização por hidrogênio é dependente do tempo necessário para que esse elemento interaja com a microestrutura. Materiais com menores coeficientes de difusão de hidrogênio, como aços austeníticos ou ligas de níquel, requerem taxas de deformação mais lentas, quando comparados com aços ferríticos ou martensíticos. Esse ensaio gera uma curva tensão-deformação que pode ser comparada à curva do material ensaiado ao ar, podendo, dessa forma, avaliar, de forma quantitativa, a perda de propriedades mecânicas no material devido à presença de hidrogênio (ASTM G129, 2013).

Neste trabalho serão avaliadas três diferentes metodologias aplicadas ao aço AISI 4340, tratado termicamente para as durezas de 32, 36 e 40 HRC. Serão realizados os ensaios de tração em baixa taxa de deformação em corpos de prova lisos e entalhados, além de uma comparação deste com o ensaio de carga constante. Como resultado final busca-se comparar os diferentes tipos de entalhes (concentradores de tensão) usinados nos corpos de prova e os resultados destes ensaios, além de avaliar dois potenciais catódicos que serão aplicados.

1.1. Objetivo Geral

Esse trabalho tem como objetivo geral avaliar a influência do hidrogênio, gerado via processo de proteção catódica, na resistência à tração de um aço AISI 4340, tratado termicamente para atingir diferentes durezas utilizando corpos de prova entalhados.

1.2. Objetivos Específicos

Como objetivos específicos relacionados a esse trabalho, destacam-se:

- a) Determinar os tratamentos térmicos adequados ao aço AISI 4340 para obtenção das durezas de 32, 36 e 40 HRC;
- b) Determinar, via análise de elementos finitos, as geometrias dos corpos de prova a serem utilizados nos ensaios e os perfis de tensão hidrostática correspondentes;
- c) Realizar ensaios de tração em baixa taxa de deformação em meio hidrogenado em corpos de prova lisos, avaliando a influência do hidrogênio nas propriedades de tração do material;
- d) Comparar as tensões máximas obtidas nos ensaios com os perfis de tensão hidrostática dos corpos de prova e suas fractografias;
- e) Comparar os resultados dos ensaios de tração em baixa taxa de deformação dos corpos de prova entalhados e dos ensaios em carga constante;
- f) Avaliar a influência da microestrutura dos aços na resposta ao fenômeno de fragilização por hidrogênio;
- g) Avaliar a influência do valor do potencial catódico aplicado nas propriedades mecânicas do material.

1.3. Justificativa

O fenômeno da fragilização por hidrogênio está presente em diversos campos da indústria, incluindo o setor do óleo e gás. Tal elemento químico pode ser residual decorrente do processo de eletrodeposição de alguns componentes ou incorporado no material durante a vida do componente em condições específicas (proteção catódica, por exemplo). Algumas falhas já foram registradas envolvendo esse fenômeno, levando a prejuízos econômicos e ambientais,

entre elas pode-se citar a falha em parafusos de unidade conectora no Golfo do México (MANN, 2016). Outra falha, não ligada à indústria do óleo e gás, foi a de parafusos do sistema antiterremoto da ponte que liga São Francisco a Oakland nos EUA. Alguns instantes após a instalação dos mesmos, os parafusos falharam e a causa, após estudos, foi determinada como sendo a fragilização por hidrogênio (MORIBER, LARSEN, 2018).

Assim sendo, o estudo acerca do fenômeno da fragilização por hidrogênio, em especial em fixadores, é de extrema importância para evitar falhas que podem levar a acidentes ambientais, econômicos e humanos. Uma das frentes mais estudadas atualmente para entender e prevenir esse fenômeno é a relação entre os perfis de tensão hidrostática relacionados aos filetes de rosca presente nesses componentes com o meio hidrogenado devido ao processo de proteção catódica dos parafusos (WANG, 2006).

Atualmente, existem diferentes metodologias capazes de avaliar o fenômeno da fragilização por hidrogênio, entre elas: carregamento em patamares progressivos (ISL – *Incremental Step Loading*), ensaio de tração em baixas taxas de deformação (BTD), ensaio de carga constante (CLT), entre outras. Porém, existe na literatura técnica uma certa lacuna quando se fala de ensaios em corpos de prova entalhados nos níveis de resistência mecânica próximos aos fixadores submarinos da indústria óleo e gás e em ambiente *in situ*, simulando o processo de proteção catódica. Dessa forma, o estudo mais aprofundado desse ensaio pode ajudar a desenvolver uma metodologia adequada para o estudo desses aços.

Essa dissertação busca avaliar e compreender a relação entre diferentes concentradores de tensão, dureza dos materiais e potenciais catódicos aplicados, para buscar uma forma de auxiliar tomadas de decisões e análises de falhas. Além disso, uma metodologia mais adequada para avaliação dos materiais e uma possível relação entre os concentradores de tensão e as propriedades mecânicas do material em meio hidrogenado será desenvolvida.

1.4. Estrutura do Trabalho

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

No capítulo II uma revisão bibliográfica acerca dos temas abordados nesse estudo é apresentada, abordando temas como mecanismos de fragilização por hidrogênio e superfícies de fratura comumente encontradas, além de parâmetros que podem influenciar esse fenômeno,

como o material e o meio. Em seguida, um tópico trata do fenômeno de fragilização por hidrogênio em fixadores e as principais metodologias encontradas na literatura técnica, e que serão utilizadas nesse trabalho, são citadas. Por fim, um tópico tratando de ensaios e aspectos difusionais do hidrogênio em corpos de prova entalhados é apresentado.

No capítulo III a metodologia utilizada nesse trabalho é apresentada, abordando as técnicas e parâmetros utilizados na caracterização do material de teste, geometria e fabricação dos corpos de prova e nos ensaios em meio hidrogenado.

No capítulo IV os resultados dos ensaios são apresentados, juntamente com análises complementares, assim como as discussões acerca deles.

No capítulo V são apresentadas as principais conclusões obtidas em cada etapa dessa dissertação.

No capítulo VI são apresentadas sugestões de trabalhos futuros complementares aos realizados nessa dissertação.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Fragilização por Hidrogênio nos Aços

O fenômeno da fragilização por hidrogênio (FH) em aços foi descoberto no início da década de 1870 (JOHNSON, 1875). A partir desse momento, em especial nas últimas décadas, foram realizados estudos mais aprofundados acerca da interação do hidrogênio com a microestrutura e seus impactos nas propriedades mecânicas (LYNCH, 2011). Esse efeito se torna mais relevante quando envolve materiais de alta resistência, presentes em diferentes indústrias: óleo e gás, aeronáutica, automobilística, nuclear, entre outras, levando à fratura de componentes (BRAHIMI, 2006, 2014; DJUKIC et al., 2015, 2016; HALDORSEN et al., 2017; VALENTINI et al., 2019).

2.1.1. *Introdução e Mecanismos*

A fragilização por hidrogênio é responsável por deteriorar as propriedades de ductilidade, tenacidade e resistência mecânica de materiais, levando componentes a falhas catastróficas, podendo haver danos à vida humana e ao meio ambiente (DWIVEDI; VISHWAKARMA, 2018). Entre as falhas mais conhecidas da indústria do óleo e gás está uma sequência de falha de fixadores ocorrida no Golfo do México, causando interrupções de produção e aumentando os riscos de desastre ambiental devido a vazamento de óleo no oceano; uma das causas principais foi a fragilização por hidrogênio. Análises posteriores levaram à alteração de normas e especificações técnicas, principalmente alterando a dureza máxima admissível desses componentes (MANN, 2016). Outra falha conhecida foi de fixadores de aços de alta resistência e baixa liga da ponte São Francisco - Oakland que fraturaram alguns dias após a instalação dos mesmos. A principal causa aqui foi a fragilização por hidrogênio devido ao hidrogênio residual do processo de eletrodeposição (TOWNSEND et al., 2016a).

O termo fragilização por hidrogênio pode representar diferentes tipos de falha. Portanto, para uma melhor definição, alguns autores utilizam diferentes terminologias para retratar o fenômeno dependendo da fonte de hidrogênio. O termo “fragilização interna por hidrogênio” (*internal hydrogen embrittlement*) se refere a falhas quando já existe uma concentração desse elemento presente no material (não é introduzido pelo meio) e uma tensão aplicada externamente ou residual promove a falha do componente. Já o “termo fragilização associada ao meio” é dito quando ocorre a propagação subcrítica de trinca em componentes imersos em meio hidrogenado (gasoso ou meio aquoso contendo hidrogênio). Outras formas de fragilização como formação de *blistering* ou de hidretos também podem ser classificadas de forma separada (LYNCH, 2011).

Para ocorrência desse fenômeno, existem condições que devem ser atendidas, baseadas em três tópicos principais: material susceptível, presença de hidrogênio e presença de uma tensão mecânica, conforme esquematizado pelo diagrama de Venn da Fig. 2.1 (DWIVEDI; VISHWAKARMA, 2018). Tais elementos, em níveis e concentrações acima de determinados limites, podem provocar a fratura devido à fragilização por hidrogênio. Alguns materiais são mais susceptíveis do que outros; normalmente, materiais de estrutura cristalina CFC (ligas de níquel, por exemplo) em geral possuem maior resistência à fragilização do que materiais de estrutura CCC/TCC (aços martensíticos, por exemplo) (STENERUD, 2014; YAO; PANG; GAO, 2011). Além disso, é usual afirmar que quanto maior a resistência mecânica e, conseqüentemente, menor ductilidade, maior a susceptibilidade de um material à fragilização por hidrogênio (DAS et al., 2018a; ZAFRA et al., 2018a).

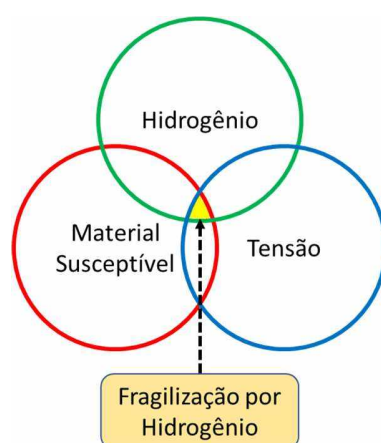


Figura 2.1 - Condições necessárias para ocorrência do fenômeno de fragilização por hidrogênio.

O hidrogênio pode originar a partir de diferentes fontes, tais como: limpeza de superfície utilizando ácidos, processo de fosfatização, aplicação de revestimentos metálicos via eletrodeposição, aplicação de processo de proteção catódica via anodo de sacrifício ou corrente impressa, de meio gasoso com pressão parcial de gás hidrogênio, entre outros. Ao se difundir para o interior do material, o hidrogênio irá interagir de diferentes formas em relação a estrutura cristalina e defeitos (LYNCH, 2019). Porém, é necessário um nível de hidrogênio que irá depender da tensão presente e do material para haver alteração nas propriedades do material. Em baixos níveis de concentração do hidrogênio não há a deterioração destas (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006).

O último fator é a tensão aplicada ao material. Esta pode ser de origem externa, devido aos carregamentos que o componente está submetido ou de origem interna, como no caso de tensões residuais. Como será discutido posteriormente, o fenômeno é dependente da difusão do hidrogênio no material, podendo ocorrer o fenômeno da “fratura atrasada” (*delayed crack*), ou seja, a falha ocorre depois de um tempo após a aplicação de tensão, como foi o caso da falha da ponte de São Francisco, citado anteriormente (TOWNSEND et al., 2016b). Quanto maior a tensão, maior a possibilidade de uma falha por fragilização por hidrogênio e menor o tempo necessário para que isso ocorra (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2005^a). A presença de concentradores de tensão (como entalhes, filetes de rosca, etc.) pode aumentar a susceptibilidade a esse fenômeno, assim como diminuir o tempo necessário para a falha.

De forma macroscópica, o hidrogênio tende a diminuir a capacidade de deformação dos materiais. Assim, a falha irá apresentar pouca ou nenhuma deformação plástica. Tal fato pode ser observado claramente em ensaios de tração em baixa taxa de deformação em aços martensíticos (Fig. 2.2), onde o corpo de prova ensaiado ao ar (a) apresentou uma deformação plástica significativa na região de estrição, enquanto o material ensaiado em meio hidrogenado (b) não apresentou deformação plástica visível (VENEZUELA et al., 2018). Pode-se observar também a influência do hidrogênio no alongamento do corpo de prova no gráfico tensão-deformação apresentado na Fig. 2.3. Os corpos de prova ensaiados nas condições em presença de hidrogênio P1 e P2 apresentaram um menor alongamento quando comparado com os resultados obtidos ao ar (SAMPATH; AKID; MORANA, 2018).

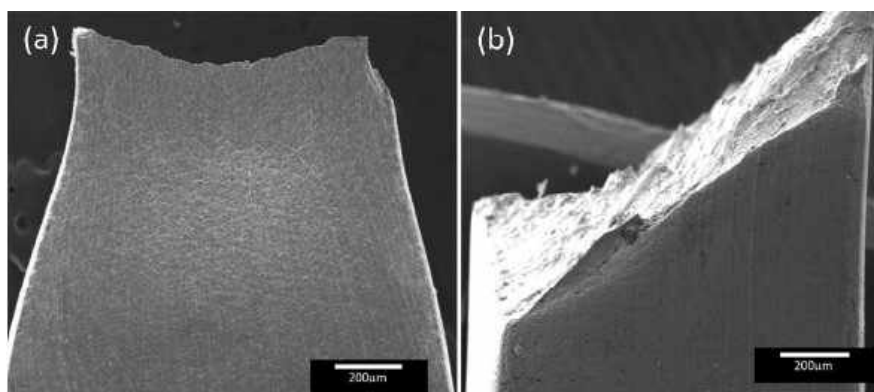


Figura 2.2 - Fraturas de dois corpos de prova de aços de alta resistência ensaiados ao ar (a) e em presença de hidrogênio (b) (VENEZUELA et al., 2018).

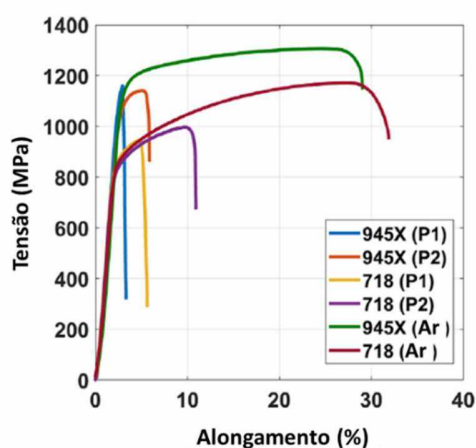


Figura 2.3 - Curvas tensão deformação obtidas em ligas de níquel (945X e 718) ao ar e em duas condições de hidrogenação (P1) e (P2) (SAMPATH; AKID; MORANA, 2018).

Diferentes teorias são propostas para explicar o efeito do hidrogênio na microestrutura do material. As principais são: (i) formação de hidretos, (ii) decoesão facilitada pelo hidrogênio e (iii) deformação plástica localizada facilitada pelo hidrogênio. Entender os principais mecanismos de fragilização por hidrogênio é importante para melhor analisar os resultados de ensaios e fraturas de componentes, assim como para poder desenvolver materiais mais resistentes a esses mecanismos (LYNCH, 2011).

O mecanismo de formação de hidretos pode ser utilizado para explicar a fratura em materiais onde a formação dessa fase é estável, ou seja, depende da estabilidade do hidrogênio com um elemento de liga presente na temperatura de operação do componente. Elementos que podem formar hidretos à temperatura ambiente são: V, Zr, Nb, Ta e Ti. A explicação desse

mecanismo envolve: (i) difusão do hidrogênio para regiões de maior tensão hidrostática (ponta da trinca ou locais de concentração de tensão); (ii) nucleação e crescimento do hidreto nessas regiões; (iii) clivagem do hidreto ao atingir um tamanho crítico e (iv) *crack arrest* na interface matriz/hidreto (LYNCH, 2011).

A teoria da decoesão facilitada pelo hidrogênio (HEDE – *hydrogen-enhanced decohesion*) descreve um enfraquecimento das ligações interatômicas devido à interação do hidrogênio com os átomos do material. Dessa forma, a separação desses átomos é facilitada em relação ao deslizamento de discordâncias. Essa teoria não descarta a ação das discordâncias no processo de fratura. Alguns fatores corroboram para o fortalecimento dessa teoria: a presença de hidrogênio nos contornos de grãos por meio de técnicas adequadas (como o *micro-printing*) (ALLEN; NELSON, 2019) e a ocorrência de fratura intergranular (LYNCH, 2011).

A teoria da plasticidade localizada facilitada pelo hidrogênio (HELP – *hydrogen-enhanced localised plasticity*) propõe que a presença do hidrogênio nos interstícios da estrutura cristalina facilita o movimento de discordâncias. Assim, nos locais de maior tensão hidrostática e concentração de hidrogênio, ocorre uma deformação plástica (movimentação de discordâncias) de forma localizada devido a essa interação hidrogênio-discordância. Por isso, é possível observar em algumas superfícies de fratura microcavidades, embora estas sejam menores e mais rasas quando comparas àquelas formadas sem a ação do hidrogênio (LYNCH, 2011; ROBERTSON et al., 2015). Evidências foram obtidas por Beachem (BEACHEM, 1972) que observou a movimentação das discordâncias por meio de ensaios *in situ* (em meio de hidrogênio gasoso) via microscopia eletrônica de transmissão.

Um mecanismo mais recente do efeito do hidrogênio na microestrutura e estrutura cristalina do material é o da formação de vacâncias induzidas por deformação facilitada pelo hidrogênio (HESIV – *hydrogen enhancement of the strain-induced generation of vacancies*) (NAGUMO; TAKAI, 2019). Tal teoria postula que a nucleação e crescimento da trinca induzida por hidrogênio se deve a uma intensa deformação plástica localizada levando à formação de vacâncias, que vão facilitar a fratura do material.

Outras teorias e mecanismos ainda são propostos e analisados com o avanço das técnicas de microscopias e demais métodos de análise. Além disso, a existência de um mecanismo não exclui outro, visto que pode ocorrer a atuação simultânea destes em um mesmo processo de fratura (DWIVEDI; VISHWAKARMA, 2018; LYNCH, 2019).

2.1.2. Fractografia

A análise das fractografias dos componentes que falharam devido à fragilização por hidrogênio é importante para identificar a morfologia e confirmar os mecanismos atuantes na falha. De forma geral, aços temperados e revenidos em altos níveis de resistência mecânica, apresentam uma fratura tipicamente frágil, de caráter intergranular, causada pela propagação da trinca nos contornos de grão. À medida que a dureza desse material diminui, a morfologia de fratura vai se alterando, indicando uma mudança na susceptibilidade do material. Aços de menor resistência mecânica tendem a apresentar morfologias de fratura do tipo quase-clivagem ou, até mesmo, microcavidades (menos comum) (BRAHIMI, 2014).

Zafra et al. (2018) realizaram ensaios de tração em baixas taxas de deformação em corpos de prova entalhados submetidos a carregamentos prévios de hidrogênio (ensaio *ex situ*). Os autores observaram que a susceptibilidade ao hidrogênio aumentou com o aumento da dureza dos materiais, assim como o caráter intergranular das fraturas obtidas, quando submetidos ao mesmo nível de hidrogênio (Fig. 2.4). Resultado semelhante foi observado por Martiniano (2021), após observação das fraturas em aço 4130M ensaiados via carregamento em patamares progressivos em meio 3,5 % NaCl e potencial catódico aplicado de $-1200 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ (Fig. 2.5). Esse autor observou uma fratura predominantemente por quase-clivagem no corpo de prova com 32 HRC, enquanto para 45 HRC o caráter intergranular foi dominante. Os corpos de prova com dureza intermediária apresentaram uma mistura dos dois micromecanismos de fratura.

Martin et al. (2011) buscaram compreender os fenômenos envolvidos na fratura do tipo quase-clivagem induzida pelo hidrogênio por meio de análise da topografia da fratura obtida em microscopia eletrônica de varredura e análise da microestrutura envolvendo microscopia eletrônica de transmissão Fig. 2.6. Foi demonstrado que as marcas de rio (*ridges*), característica comum observada nesse tipo de fratura, estão correlacionadas com bandas de deformação intensas e localizadas, processo este que é facilitado pela presença de hidrogênio (mecanismo HELP). Outro resultado obtido foi a demonstração que a fratura ocorre devido ao crescimento e coalescimento de vazios que nucleiam e se propagam ao longo da interseção entre bandas de escorregamento. Assim, foi demonstrado que a fratura por quase-clivagem envolve processos relacionados a ductilidade do material (movimentação de discordâncias facilitada pelo hidrogênio) e não processos de clivagem (fratura frágil), apesar do nome. Esse fenômeno também é observado em aços martensíticos (CHO et al., 2021; MALHEIROS et al., 2022; ZAFRA et al., 2018a).

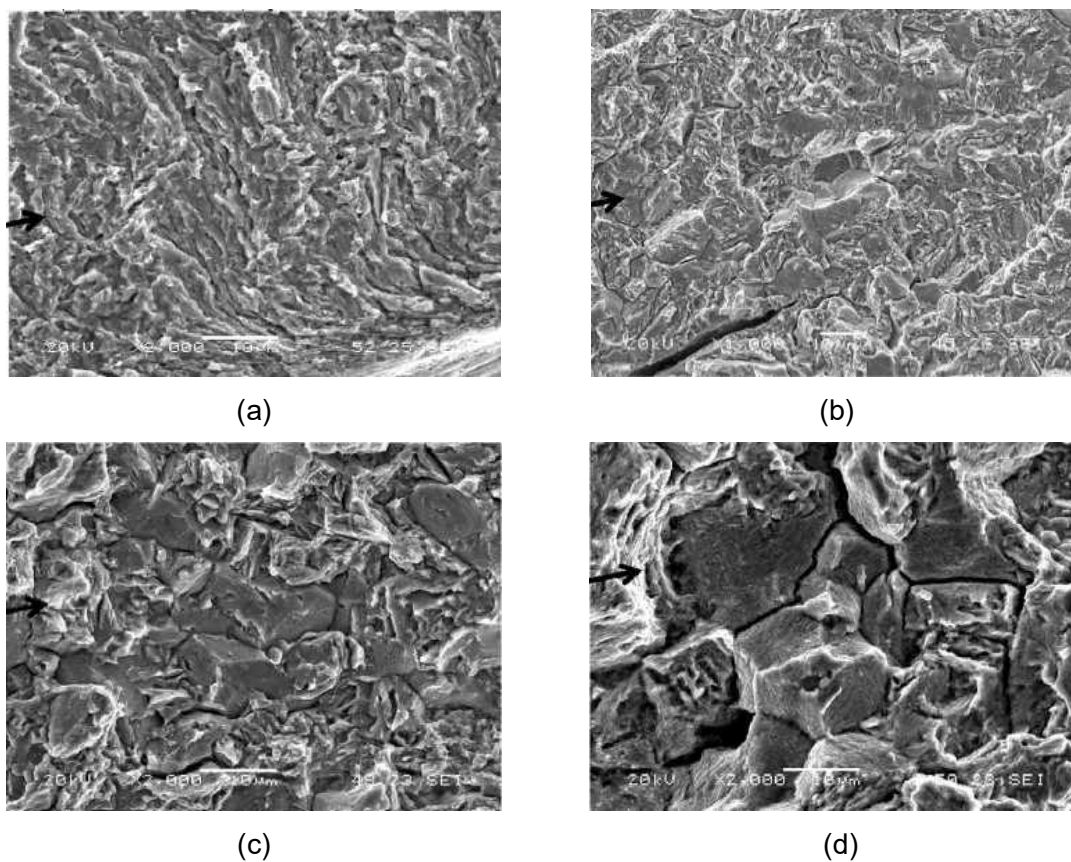


Figura 2.4 - Fractografias obtidas em aço 42CrMo4 após ensaio em presença de hidrogênio, nas durezas de 246 HB (a), 281 HB (b), 307 HB (c) e 335 HB (d) (ZAFRA et al., 2018).

A fratura intergranular envolve a formação e propagação de trinca ao longo do contorno de grão. Esse tipo de fratura é comum em aços martensíticos de alta dureza, como observado nas Figs. 2.4 e 2.5, apresentadas anteriormente. Tal fenômeno pode ser causado por um efeito sinérgico devido à presença do hidrogênio e à presença de fases ou fenômenos que enfraqueçam o contorno de grão (WANG et al., 2014a).

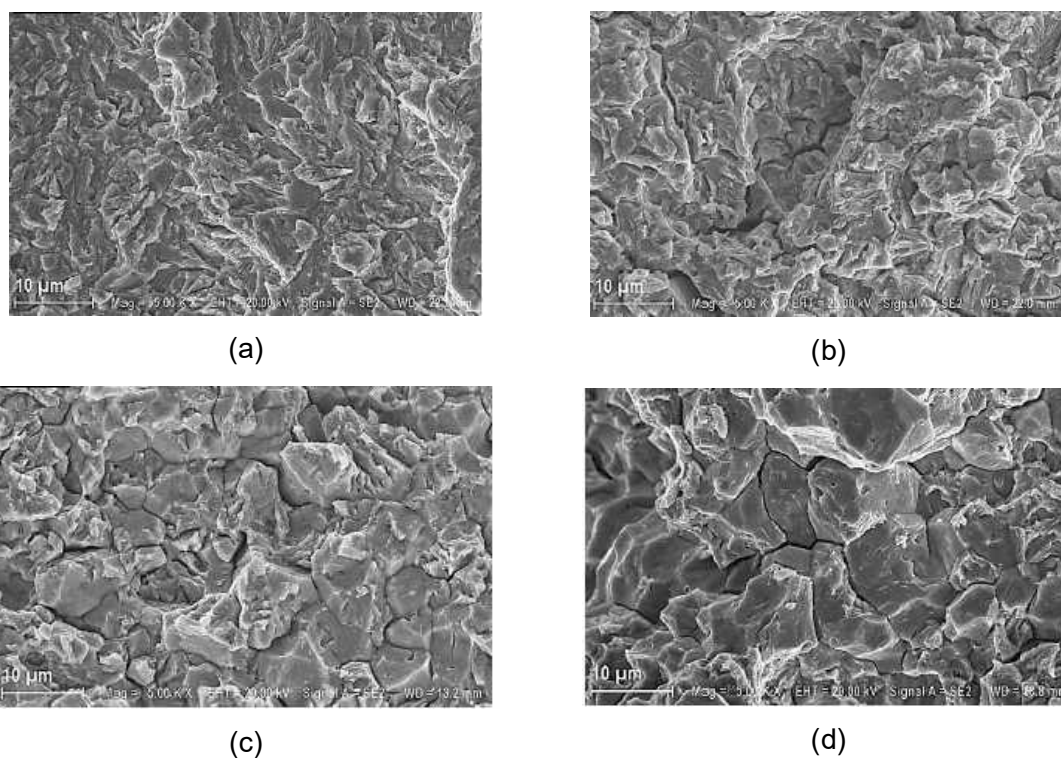


Figura 2.5 - Fractografias obtidas em aço 4130M após ensaio em presença de hidrogênio, nas durezas de 32 HRC (a), 36 HRC (b), 40 HRC (c) e 45 HRC (d) (MARTINIANO, 2021).

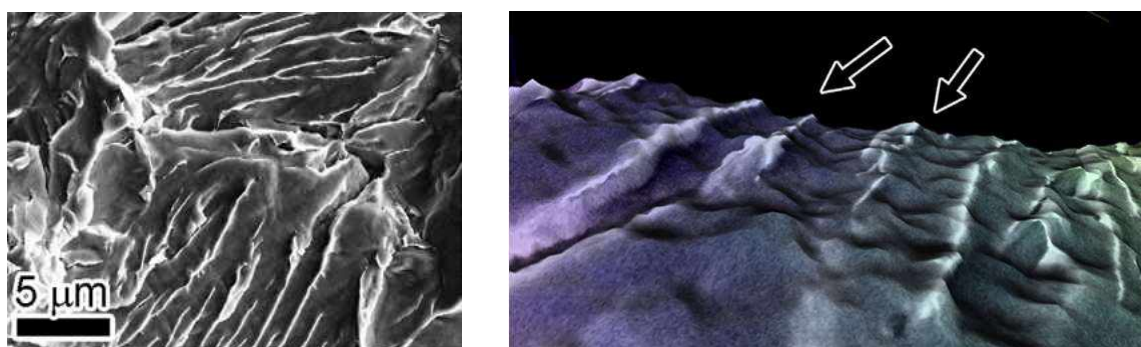


Figura 2.6 - Marcas de rio em fratura do tipo quase-clivagem em aço ferrítico API X60 após ensaio em meio hidrogenado (MARTIN et al., 2011).

Nagao et al. (2018) avaliaram fraturas intergranulares de aços martensíticos com tensão de escoamento próximas a 1000 MPa após ensaios em presença de hidrogênio. Suas análises, envolvendo microscopia eletrônica de transmissão, indicaram que a fratura intergranular ocorre pelo acúmulo de discordâncias nos contornos do grão austenítico prévio, facilitando a decoesão

desses contornos de alto ângulo. Resultado similar foi obtido por WANG et al. (2014), que, após ensaio em ferro quase puro com alto teor de hidrogênio (25,8 ppm em concentração atômica), observaram um acúmulo de discordâncias em regiões abaixo da fratura intergranular. A Figura 2.7 apresenta a fratura e a imagem obtida via microscopia eletrônica de transmissão (TEM) da região logo abaixo da fratura.

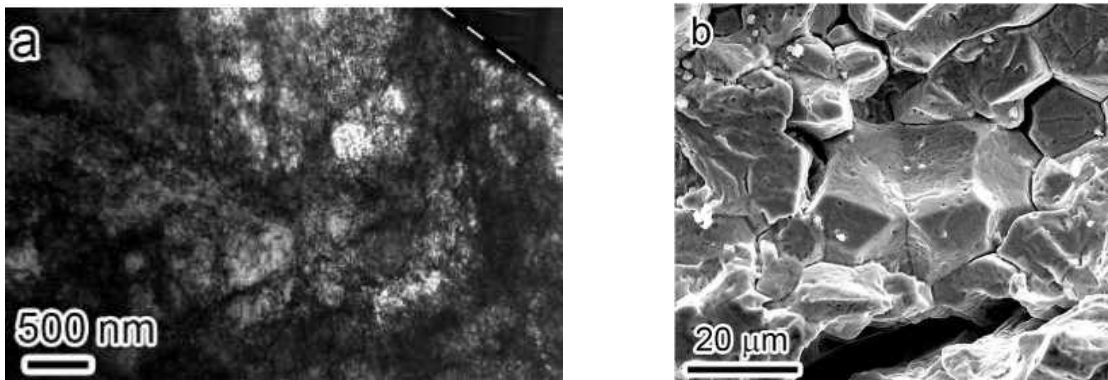


Figura 2.7 - Região abaixo da fratura apresentando intensa deformação plástica (a - imagem obtida via TEM) e fratura correspondente (b) (WANG et al., 2014b).

2.1.3. *Influência do Material e Meio*

A busca pela mitigação da fragilização por hidrogênio é constante e diversos estudos buscam desenvolver materiais que sejam mais resistentes a esse fenômeno, em especial aços martensíticos, que são materiais mais susceptíveis. Bhadeshia (2016) cita alguns fatores que podem auxiliar a mitigação desse fenômeno:

- i. Oxidação negra: promove a formação de óxidos de ferro na superfície do material, diminuindo a permeabilidade do hidrogênio;
- ii. Revestimento de cádmio e níquel: ambos elementos possuem baixo coeficiente de difusão de hidrogênio, porém o processo de eletrodeposição pode inserir hidrogênio no material;
- iii. Revestimentos duros: alumina, TiC, TiN, TiO₂, Cr₂O₃, WC, entre outros, que também apresentam menor coeficiente de difusão do hidrogênio;
- iv. Utilização de armadilhas irreversíveis de hidrogênio que dificultam a difusão do hidrogênio no material.

A aplicação dos três primeiros tipos de mitigação irá depender da aplicação do componente e de outros fatores operacionais, como o meio no qual eles serão utilizados,

temperatura de utilização, resistência a desgaste, custo de revestimento, etc., não sendo, portanto, uma solução de utilização universal.

A fragilização por hidrogênio depende da presença deste elemento no interior do material. Dessa forma, sua difusão no material será um dos parâmetros responsáveis por uma maior ou menor fragilização. Essa movimentação irá depender de fatores como estrutura cristalina, como mencionado anteriormente, e da presença e quantidade de armadilhas que podem ser reversíveis ou irreversíveis. Essa classificação irá depender da energia de interação hidrogênio-armadilhas, quanto maior for essa energia (armadilhas irreversíveis) mais difícil é a difusão do hidrogênio no material (NAGUMO, 2016).

Além das tentativas para evitar a entrada do hidrogênio no material, outra rota é a modificação da microestrutura para aumentar a resistência do material ao hidrogênio por meio de tratamentos térmicos (LI et al., 2017; WANG et al., 2020), ou modificação da composição química. Uma das alternativas mais utilizadas atualmente é a inserção de elementos como molibdênio, vanádio e nióbio nos aços para favorecer a formação de carbetos destes que atuam como armadilhas irreversíveis de hidrogênio, dificultando sua difusão no material.

A adição de vanádio, que apresenta forte afinidade com o carbono, formando carbonetos, é a alternativa mais estudada (ASAHI; HIRAKAMI; YAMASAKI, 2003; LI et al., 2019; PERAL et al., 2019; WANG et al., 2019). Takahashi, Kawakami e Tarui (2012) observaram a presença de deutério (isótopo do hidrogênio) próximo a precipitados de vanádio, mostrando a capacidade deste em reter hidrogênio como uma armadilha irreversível (Fig. 2.8). Uno et al. (2008) desenvolveram uma composição química com a presença de vanádio que elevou a concentração crítica de hidrogênio utilizando ensaios de carga constante, para aplicação em parafusos de altíssima resistência. Cheng et al. (2018) observaram uma diminuição no coeficiente de difusão do hidrogênio quando compararam um aço sem adição de vanádio e outros com 0,039 % e 0,096 % em peso deste elemento, resultado semelhante ao obtido por Zhao, Wang e Li (2021).

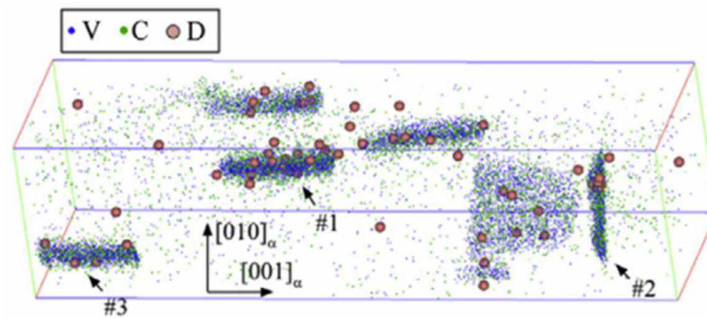


Figura 2.8 - Mapa de elementos em 3D obtido por tomografia atômica, indicando a presença de isótopos de hidrogênio (D) próximos a precipitados de carbeto de vanádio (D - deutério; V - vanádio; C - carbono) (TAKAHASHI, KAWAKAMI E TARUI, 2012).

De forma semelhante ao V, o Nb também é utilizado para diminuir o coeficiente de difusão e também aumentar a resistência à fragilização por hidrogênio dos aços. Zhang et al. (2018a) avaliaram aços de baixa liga e verificaram que a adição de 0,055 % de Nb foi suficiente para diminuir o coeficiente de difusão dos materiais e melhorar a resistência à propagação de trinca induzida pelo hidrogênio. Outros trabalhos confirmam a eficiência do Nb para aumentar a resistência à fragilização por hidrogênio (LIU et al., 2022; ZHANG et al., 2020), assim também como o uso de Mo (JO et al., 2020; SEO et al., 2020).

Outro parâmetro importante a ser avaliado em relação à fragilização por hidrogênio é o efeito de inclusões. Inclusões alongadas, como MnS, podem atuar como concentradores de tensão e, assim, aumentar localmente a tensão hidrostática, favorecendo o acúmulo de hidrogênio, e, conseqüentemente, levando o material a ter uma maior susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (MELO et al., 2019). Outros tipos de inclusão também podem favorecer a nucleação de trincas induzidas por hidrogênio. Li et al. (2017) demonstraram que em um aço baixa liga, temperado e revenido em baixas temperaturas (200 °C a 400 °C), a presença de inclusões esféricas de O-Si-Al-Ca favoreceu o aparecimento de trincas, enquanto para um aço revenido a maior temperatura (600 °C), a influência dessas inclusões não era significativa. Moon, Kim e Lee (2013) demonstraram que a presença de Ca favorece a formação de CaS, diminuindo a quantidade de MnS, aumentando a resistência à fragilização por hidrogênio do material.

Aços martensíticos, materiais mais utilizados para fabricação de fixadores na indústria óleo e gás, tendem a ser mais susceptíveis à fragilização por hidrogênio quanto maior for a dureza deste. Brahimi, Sriraman e Yue (2017) ensaiaram aços AISI 4135 e 4340 sob potencial catódico de -1,2 V em níveis de dureza entre 33 e 54 HRC e observaram que a tensão de falha foi menor, quanto maior a dureza do material (Fig. 2.9). Resultado semelhante foi obtido por Li et al. (2017),

onde ensaios de tração em baixa taxa de deformação revelaram que aços com menor temperatura de revenimento, conseqüentemente maior dureza, apresentaram maior perda de suas propriedades mecânicas (Fig. 2.10). Resultados semelhantes foram obtidos por Martiniano (2021) em ensaios utilizando carregamento em patamares progressivos.

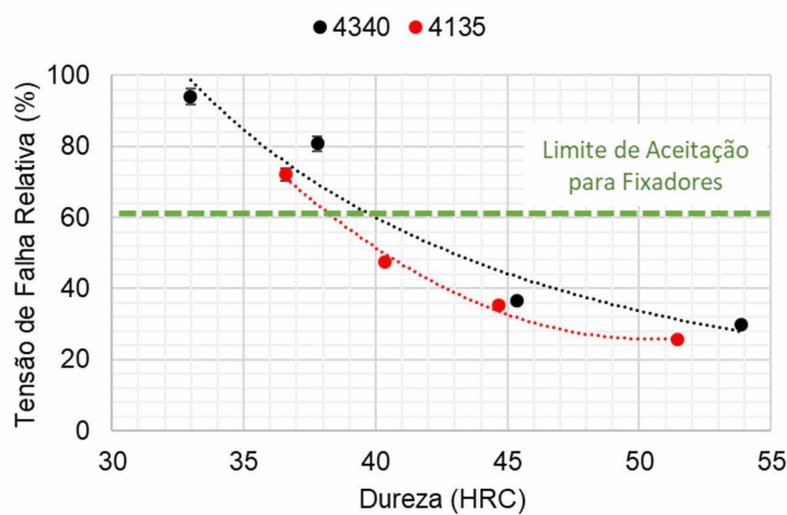


Figura 2.9 - Tensão de falha em função da dureza do material em ensaio de carregamento em patamares progressivos para os aços AISI 4340 e 4135 (Adaptado de BRAHIMI; SRIRAMAN; YUE, 2017).

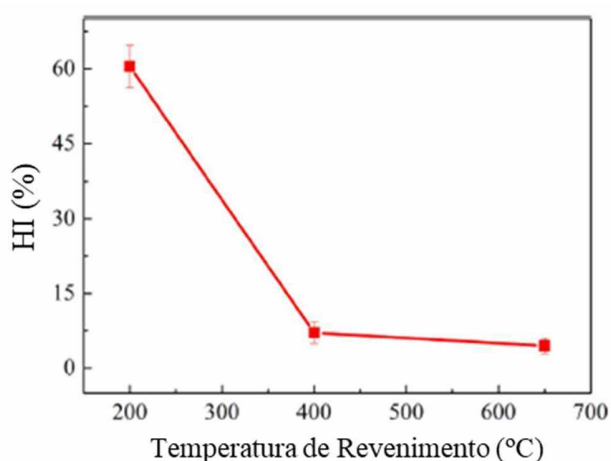


Figura 2.10 - Índices de fragilização (HI), em relação a redução de área da seção transversal de corpo de prova cilíndrico, quando são comparados os ensaios ao ar e em presença de hidrogênio, em função da temperatura de revenimento dos aços (LI et al., 2017).

Aços de maior dureza tendem a suportar maiores tensões quando corpos de prova entalhados são ensaiados ao ar, porém, ao serem ensaiados em meio hidrogenado, observa-se uma queda da tensão máxima quanto maior a dureza dos materiais. Zafra et al. (2018) realizaram ensaios de tração em baixas taxas de deformação em corpos de prova entalhados e observaram uma maior queda da tensão máxima e da redução de área quanto maior a dureza dos aços ensaiados (Fig. 2.11).

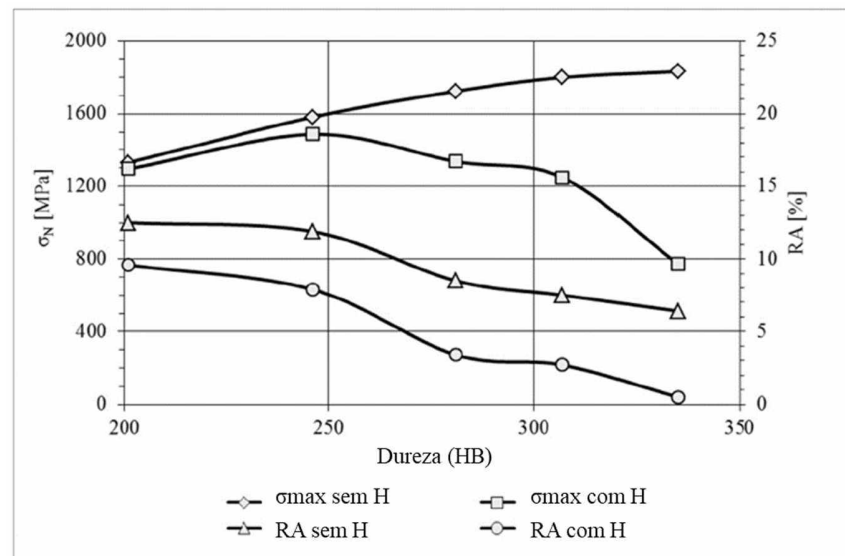


Figura 2.11 – Resultados tensão máxima (σ_{\max}) e redução de área (RA) em aço 42CrMo4 em diferentes durezas ensaiados ao ar e após carregamento em hidrogênio gasoso (ZAFRA et al., 2018).

O aumento da resistência a fragilização por hidrogênio em aços temperados e revenidos a maiores temperaturas, levando a menores valores de dureza, pode ser explicado levando em conta alguns fatores. O aumento da temperatura de revenimento promove a transformação da martensita em carbonetos de ferro e diminuem a densidade de discordâncias devido ao fenômeno de recuperação. O hidrogênio responsável pela fragilização do material é o reversível (ou difusível). Assim, maiores temperaturas de revenimento tendem a aumentar a quantidade de interfaces ferrita/cementita (armadilhas irreversíveis) e diminuir a quantidade de discordâncias (armadilhas reversíveis), aumentando a resistência do material à fragilização (LI et al., 2017; NANNINGA et al., 2010; ZAFRA et al., 2018). Foi observado também que o tratamento de duplo revenimento pode melhorar a resistência do material, devido a essas modificações microestruturais (WANG et al., 2020).

Outro fator que influencia a fragilização por hidrogênio é o meio no qual o material está inserido ou a quantidade de hidrogênio presente no interior dele (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006). Fixadores submarinos utilizados na indústria óleo e gás estão submetidos a processo de proteção catódica via anodos de sacrifícios para controle da corrosão (BRAHIMI, 2014), assim, alguns estudos avaliam a influência do potencial catódico aplicado nos aços. Das et al. (2018) realizaram ensaios de carregamento em patamares progressivos em três aços de alta resistência (35CrMo4, 41Cr4 e 36NiCrMo4) com durezas próximas a 42 HRC em diferentes potenciais catódicos à temperatura ambiente. Foi observado que a tensão de falha diminui quanto mais negativo o potencial aplicado, como pode ser observado na Fig. 2.12, onde potenciais acima ou próximos do potencial de circuito aberto dos aços ($\approx -0,6V$) apresentam pouco ou nenhuma queda na tensão quando comparado ao ar (próximos de 100 %). Enquanto potenciais mais negativos podem atingir até 34 % do valor obtido ao ar, nesses casos também foi observado que a fratura tende a ser mais intergranular. Zhang et al (2018b) avaliaram a influência de diferentes potenciais catódicos na permeação de hidrogênio em aços X70, X80 e X100 e obtiveram maiores valores de difusão, concentração de hidrogênio e índice de fragilização com a aplicação de potenciais mais negativos (Fig. 2.13).

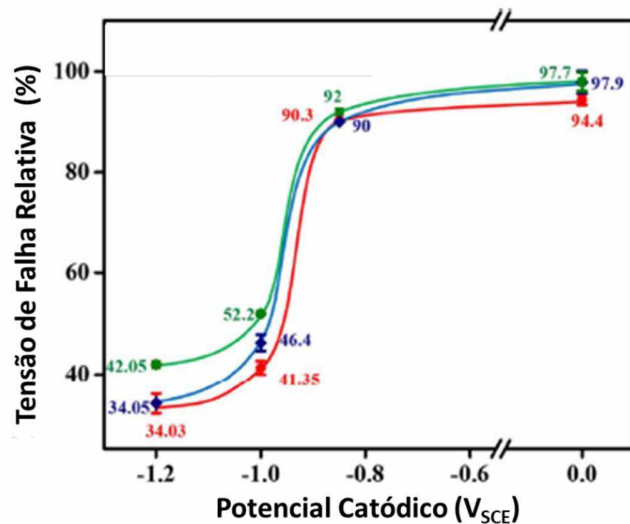


Figura 2.12 – Valores de tensão de fratura em ensaios de carregamento em patamares progressivos em três aços ARBL em diferentes potenciais catódicos (DAS et al., 2018b).

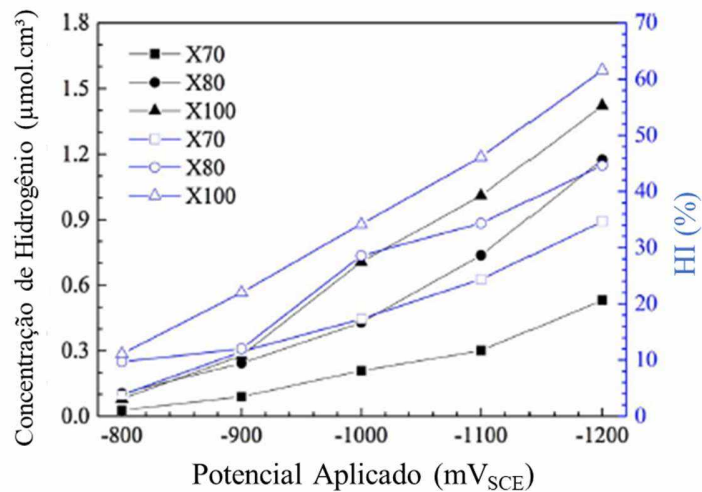


Figura 2.13 – Concentração de hidrogênio e índice de fragilização em aços após ensaios em diferentes potenciais catódicos (ZHANG et al., 2018b).

2.2. Fragilização por Hidrogênio em Fixadores Submarinos

Fixadores são amplamente utilizados em situações nas quais sua falha pode provocar consequências de grande porte: pontes, automóveis, aeronaves, poços de petróleo, entre outros. Por isso, o estudo de fragilização envolvendo esse componente é extenso e ainda objeto de estudo, de forma que toda sua cadeia produtiva é analisada e deve ser gerenciada de forma a minimizar os riscos da ocorrência de fragilização (BRAHIMI, 2006).

Como mencionado anteriormente, para que uma falha ocorra devido à fragilização por hidrogênio, é necessário que três fatores estejam presentes simultaneamente: (i) o material seja susceptível ao fenômeno (grande parte dos fixadores submarinos utilizados na indústria óleo e gás são de aços de alta resistência mecânica, portanto, susceptíveis à fragilização por hidrogênio), (ii) uma tensão mecânica trativa esteja atuando no componente, seja uma tensão externa (aperto do parafuso) ou tensões residuais provenientes da fabricação ou tratamentos térmicos; e (iii) o hidrogênio esteja presente na microestrutura do material em quantidade suficiente. A combinação desses fatores pode levar à fratura, porém, devido ao transporte de hidrogênio pela microestrutura ser um processo difusional, ou seja, dependente do tempo, a falha pode demorar algum tempo para ocorrer, dependendo da severidade dos parâmetros mencionados (BRAHIMI, 2014).

Os átomos de hidrogênio tendem a se difundir para os locais de maior tensão hidrostática, nos casos de fixadores após serem tensionados, essa região é a raiz do filete das primeiras

roscas ou o raio sob a cabeça de um parafuso. À medida que a concentração de hidrogênio aumenta, as propriedades mecânicas do material são deterioradas, fazendo com que um material de comportamento dúctil, passe a se comportar como um material frágil. Assim, uma microtrinca induzida pela presença do hidrogênio (ou criada por algum outro mecanismo) pode crescer e provocar a ruptura do componente (BRAHIMI, 2014).

A relação entre os resultados obtidos em laboratório e as falhas ocorridas em campo ainda é deficiente, ainda que algumas normas e práticas recomendadas procurem minimizar os efeitos do hidrogênio (NAGUMO, TAKAI, 2019). Devido à complexidade do fenômeno e às diversas fontes de hidrogênio que podem surgir desde a produção até aplicação do fixador, as normas podem ser, em algumas situações inadequadas ou super-conversadoras (BRAHIMI, 2014). Dessa forma, a utilização de ensaios com corpos de prova entalhados busca se aproximar ainda mais da realidade e das condições ambientais de um fixador (NAGUMO; TAKAI, 2020; ZAFRA et al., 2018b)

2.3. Metodologias para Avaliação da Fragilização por Hidrogênio

A caracterização e a avaliação da resposta de determinado material frente ao fenômeno de FH são essenciais em componentes que irão trabalhar em meio hidrogenado ou que, no seu processo produtivo, tenha passado por um procedimento que pode ter adicionado hidrogênio ao material. Assim, diferentes metodologias podem ser aplicadas para realizar essa avaliação dependendo do objetivo: classificar a susceptibilidade do material em relação a determinado índice ou parâmetro, comparação entre diferentes materiais, avaliação da agressividade do meio, entre outros (ISO 7539-11, 2012; RUDOMILOVA; PROSEK; LUCKENEDER, 2018). A escolha de qual metodologia utilizar irá depender, principalmente, da aplicação final, do objetivo do ensaio e da relação custo e tempo de ensaio (ISO 7539-11, 2017a). Dentre os ensaios mais comuns, aplicáveis a corpos de prova não trincados, podemos citar os seguintes:

- Ensaio sob carga constante (CLT);
- Ensaio em baixas taxas de deformação (BTD);
- Ensaio em carregamento em patamares progressivos (ISL);
- Ensaio de nanoindentação;
- Ensaio de puncionamento esférico (SPT).

O ensaio de tração sob carga constante (CLT), normatizado pela ISO 16573 (ISO, 2015a), é utilizado para se estabelecer a concentração crítica de hidrogênio no material ou a tensão limite,

à qual o mesmo pode ser submetido em determinada concentração de hidrogênio. Nesse ensaio, o corpo de prova é submetido a uma tensão constante até a falha ou até atingir um limite de tempo, normalmente 100 h ou 200 h. A aplicação do hidrogênio pode ser feita de forma *in situ*, hidrogenação do corpo de prova juntamente com a aplicação da carga mecânica, ou *ex situ*, com hidrogenação e aplicação da carga realizadas em momentos diferentes. Dessa forma é possível, após alguns ensaios, criar um gráfico semelhante ao da Fig. 2.14, onde o eixo das ordenadas pode representar a concentração de hidrogênio ou tensão aplicada e o eixo das abscissas representa o tempo. Assim, a reta horizontal do gráfico representa a concentração ou tensão limite, esse é o resultado mais importante obtido nesse ensaio.

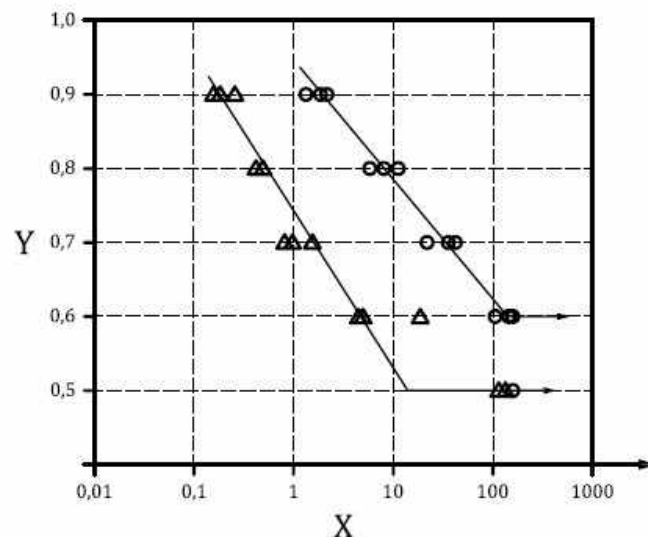


Figura 2.14 - Gráfico obtido no ensaio de carga constante em meio hidrogenado (Adaptado de ISO, 2015). O eixo das ordenadas pode representar concentração de hidrogênio ou tensão aplicada, enquanto o eixo das abscissas representa o tempo de ensaio.

A utilização dos ensaios de carga constante aliada a cálculos numéricos pode fornecer informações importantes acerca dos mecanismos envolvidos na falha. Wang et al (2006) avaliaram um aço AISI em dois níveis de limite de resistência (B15 – 1450 MPa; B13 – 1320 MPa) e duas condições de concentração de tensão ($K_t = 4,9$ e $2,1$), a concentração crítica de hidrogênio se mostrou menor quanto maior o nível de resistência e concentrador de tensão, os resultados obtidos são apresentados na Fig. 2.15. Adicionalmente, por meio de simulações via elementos finitos, eles observaram que, em ensaios na mesma condição, a concentração de hidrogênio no pico de tensão hidrostática foi similar, independentemente do tempo de ensaio, porém tal

concentração foi diferente para cada condição, sendo menor para a condição de maior resistência e concentrador de tensão. Ou seja, para determinada condição de concentrador de tensão e resistência mecânica, a falha irá ocorrer após a região de pico de tensão hidrostática atingir determinada concentração crítica de hidrogênio.

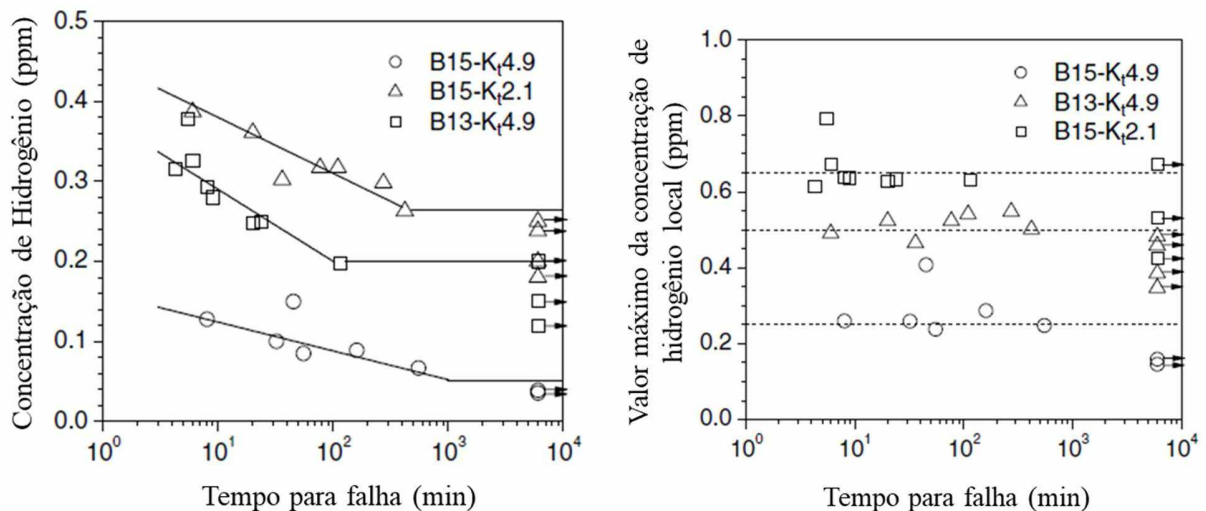


Figura 2.15 - Curva concentração de hidrogênio vs tempo para falha e valores de concentração de tensão no pico de tensão hidrostática (WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006).

O ensaio de tração em baixas taxas de deformação (BTD) se assemelha ao ensaio de tração convencional (ASTM E8, 2016), porém, nesse caso, a taxa de deformação aplicada é mais baixa, podendo variar de 10^{-4} a 10^{-7} s⁻¹. Essa baixa taxa é requerida, pois, o fenômeno de fragilização por hidrogênio é dependente do tempo necessário para que o hidrogênio se difunda aos locais de maiores tensões hidrostáticas. A taxa de deformação a ser escolhida deve ser lenta o suficiente para permitir a difusão do hidrogênio, porém em tempos praticáveis em laboratório, assim sendo, deve ser localizada na região demarcada em vermelho da Fig. 2.16. O uso de taxas de deformação superiores pode levar a uma avaliação errônea de um material, caracterizando-o como permissível de ser utilizado nas condições de serviço, porém taxas de deformações inferiores são capazes de condenar o material, além dessas produzirem melhor reprodutibilidade e repetibilidade (NACE, 2004). O valor da taxa ideal a ser aplicada é dependente do material a ser analisado e do meio de ensaio.

Esse ensaio gera uma curva tensão-deformação que pode ser comparada à curva tensão-deformação do material ensaiado ao ar (Fig. 2.17), podendo, dessa forma, avaliar, de forma

quantitativa, a perda de propriedades mecânicas no material devido à presença de hidrogênio (ASTM G129, 2013).

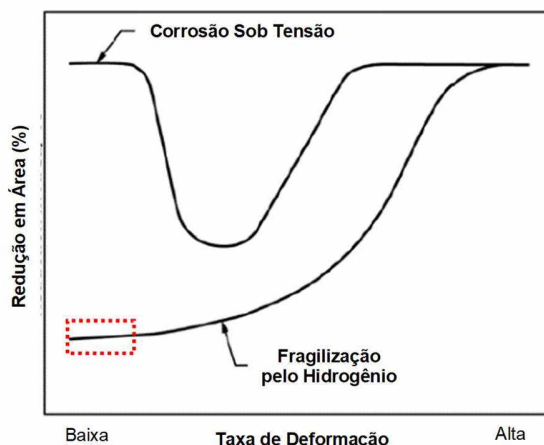


Figura 2.16 - Taxa de deformação a ser utilizada em ensaios de hidrogenação (ASTM G129, 2014).

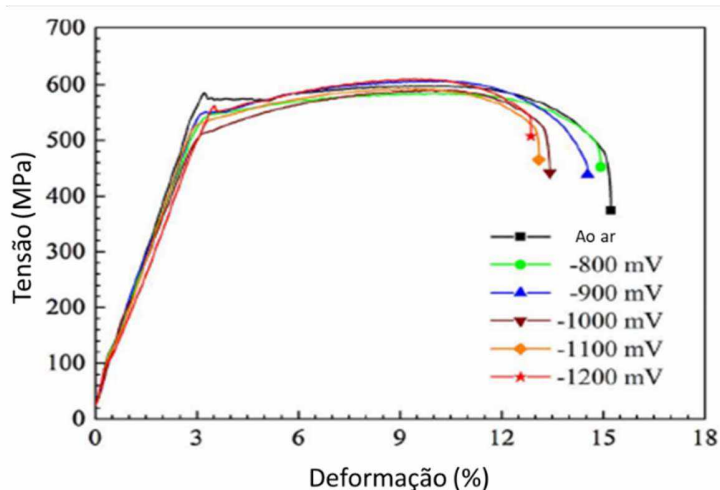


Figura 2.17 - Curva tensão-deformação, obtida em ensaio com baixa taxa de deformação utilizando diferentes potenciais catódicos e ao ar (Adaptado de Zhang et al., 2018).

Diversos trabalhos comparam as taxas de deformação utilizadas nos ensaios BTD (REHRL et al., 2014; ROLLINS et al., 2016; VENEZUELA et al., 2018; WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2005b). Momotani et al (2017) avaliaram diferentes taxas de deformação para um aço carbono com limite de resistência próximo a 1500 MPa em um corpo de prova plano. O gráfico

obtido pelos autores, relacionando alongamento e taxa de deformação, mostrado na Fig. 2.18a, se assemelha ao gráfico da Fig. 2.16, onde os marcadores cheios representam os resultados dos corpos de prova hidrogenados e os marcadores vazios representam os resultados sem hidrogênio. A Figura 2.18b representa os gráficos tensão-deformação obtidos nas diferentes taxas.

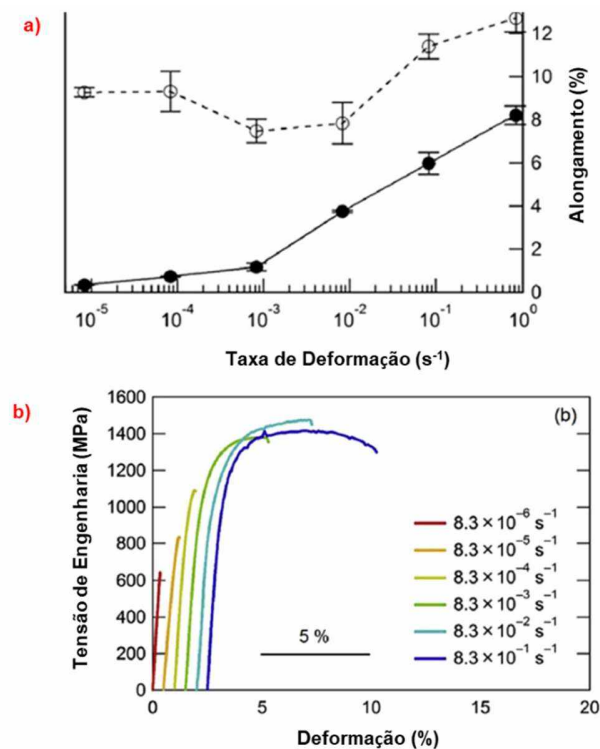


Figura 2.18 - Resultados em diferentes taxas de deformação: alongamento versus taxa de deformação (a) e tensão-deformação (b) (adaptado de MOMOTANI et al., 2017).

O ensaio BTD também pode ser utilizado em corpos de prova entalhados, nesses casos, o principal parâmetro obtido no ensaio é a tensão máxima, podendo ser comparada com a tensão máxima obtida no ensaio ao ar para se determinar um índice de fragilização. Matsumoto e Takai (2016, 2018) utilizaram ensaios em baixa taxa de deformação em corpos de prova entalhados, primeiramente, eles verificaram a velocidade de ensaio adequada para a metodologia e chegaram à conclusão de que velocidades abaixo de 0,01 mm/min são ideais para esse tipo de ensaio em aços de alta resistência. Outro resultado obtido por eles foi a comparação de resultados entre os ensaios BTD e os ensaios de carga constante, onde a tensão limite deste último se aproxima da tensão máxima obtida no primeiro ensaio.

2.4. Corpos de prova entalhados, difusão e tensão hidrostática

Diversos trabalhos e autores corroboram com a ideia de que a distribuição interna de hidrogênio em aços de alta resistência quando submetidos a uma tensão mecânica externa é determinada pela tensão hidrostática. O aumento do espaçamento atômico promovido por esse efeito, favorece a difusão dos átomos de hidrogênio para os locais de maiores tensões hidrostáticas, normalmente próximos à concentradores de tensão como filetes de rosca de fixadores. Assim sendo, um acúmulo de hidrogênio pode atingir uma determinada concentração crítica que, aliada a tensão mecânica aplicada ao componente, pode provocar a falha do mesmo.

2.4.1. Difusão de H: Leis

Ao longo do tempo, diferentes equações para difusão do hidrogênio nos materiais foram propostas, baseadas principalmente no gradiente de concentração desse elemento e na distribuição de tensão hidrostática. Tais equacionamento se baseiam na clássica lei de Fick, Eq. (2.1) (CALLISTER; RETHWISCH, 2016):

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (2.1)$$

A tensão hidrostática é a componente da tensão principal responsável pelo aumento do volume (e conseqüentemente do parâmetro de rede) da estrutura cristalina em caráter elástico, ou seja, sem movimentação de discordâncias, e pode ser calculada como a média das tensões principais (Eq. 2.2). Esse efeito favorece a concentração de hidrogênio além de contribuir para a propagação de trincas, por ser a região de maior estado triaxial de tensões (CAYÓN et al., 2021a).

$$\sigma_h = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \quad (2.2)$$

Atualmente, um dos modelos mais aceitos é o proposto por Krom e Bakker (KROM; BAKKER, 2000) que é baseado em diversos fatores, tais como, no equilíbrio entre o hidrogênio armazenado nas armadilhas e nos interstícios, aquele transportado devido ao gradiente de concentração, o hidrogênio difundido devido a triaxialidade de tensões e deformações plásticas, cujo equacionamento foi sendo desenvolvido e aprimorado ao longo dos anos (Eq. (2.3)) (LUFRAÑO; SOFRONIS, 1998; SOFRONIS; MCMEEKING, 1989).

$$\frac{C_L + C_T(1 - \theta_T)}{C_L} \frac{\partial C_L}{\partial t} - \nabla(D_L \nabla C_L) + \nabla \left(\frac{D_L C_L V_H}{RT} \nabla \sigma_h \right) + \theta_T \frac{dN_T}{d\varepsilon_p} \frac{\partial \varepsilon_p}{\partial t} = 0 \quad (2.3)$$

Onde:

- C_L : Hidrogênio presente nos interstícios;
- C_T : Hidrogênio presente nas armadilhas;
- t : tempo;
- θ_T : ocupação do hidrogênio nas armadilhas (valor de 0 a 1);
- D_L : Coeficiente de difusão do hidrogênio intersticial;
- V_H : volume parcial de hidrogênio em solução sólida, constante, para aços: 2×10^3 mm/mol;
- R : constante universal dos gases (8,314 J/mol.K);
- T : temperatura absoluta (K);
- σ_h : tensão hidrostática;
- ε_p : deformação plástica equivalente;
- N_T : número de armadilhas por unidade de volume.

A Equação (2.3) possibilita uma solução para determinação da concentração de hidrogênio nos interstícios (C_L) em função do tempo, estando esse parâmetro relacionado com C_T . Trabalhos anteriores (TAHA; SOFRONIS, 2001) indicaram também que a parcela relacionada à deformação plástica pode ser desprezada em casos de tempos longos de ensaio e baixas taxas de deformação, nesses casos, a força motriz para difusão do hidrogênio será a tensão hidrostática. Além disso, os ensaios foram realizados em condição quase-estática, havendo deformação plástica quase zero (DEPOVER; HERTELÉ; VERBEKEN, 2019).

Assim sendo, a equação para difusão de hidrogênio pode ser simplificada da seguinte forma:

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} - \nabla(D_{ef} \nabla C_L) + \nabla \left(\frac{D_{ef} C_L V_H}{RT} \nabla \sigma_h \right) = 0 \quad (2.4)$$

Considerando D_{ef} um coeficiente de difusão efetivo, relacionando o hidrogênio armazenado nas armadilhas e o hidrogênio 'livre' para difusão.

2.4.2. Entalhes e Tensão hidrostática

Depover, Hertelé e Verbeken (2019) avaliaram a influência da distribuição de tensão hidrostática e sua relação com a concentração de hidrogênio na fragilização de aços DP, foram utilizados corpos de prova com e sem entalhe e com hidrogenação *in-situ* e *ex-situ*. Simulações utilizando método dos elementos finitos foram realizadas para avaliar a distribuição de tensão hidrostática e de hidrogênio. A Figura 2.19 apresenta uma comparação dos níveis de tensão hidrostática (σ_h) e da concentração de hidrogênio ([H]) calculada pela Eq. (2.4). Observa-se que os locais de maior concentração de hidrogênio e tensão hidrostática são semelhantes e ainda apresentaram caráter de fratura mais frágil no local circulado em branco. Outro fator observado por eles foi a presença deletéria de óxido de alumínio na região do pico de tensão hidrostática que agravou a fragilização.

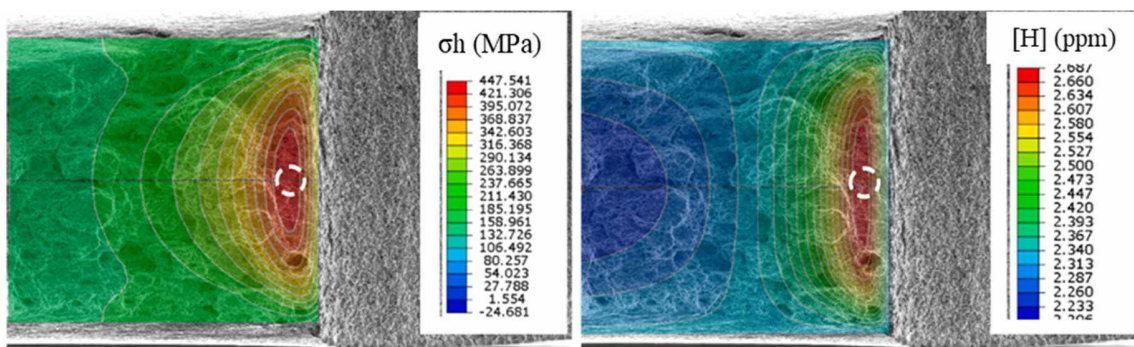


Figura 2.19 - Sobreposição da superfície de fratura com os resultados numéricos de tensão hidrostática e concentração de hidrogênio (DEPOVER; HERTELÉ; VERBEKEN, 2019).

Cayón et al. (2021) avaliaram um aço usado em tubulação da indústria óleo e gás e outro usado em componentes estruturais da indústria petroquímica em relação a fragilização por hidrogênio utilizando corpos de prova de diferentes entalhes. Os autores observaram, após uma simulação via elementos finitos, que os picos de tensão hidrostática e deformação plástica equivalente se encontram ligeiramente afastados e próximo ao entalhe, respectivamente. Esse fato, aliado as fractografias realizadas, indicaram que o processo de nucleação e crescimento de trinca ocorreram nesses locais, devido ao maior acúmulo de hidrogênio (locais de maior tensão hidrostática) e maior triaxialidade de tensões. A Figura 2.20 apresenta o resultado das simulações

envolvendo um aço de composição química 3Cr-1Mo-0,25V, com raio de entalhe de 0,5 mm e 5,0 mm, utilizando a tensão máxima de ensaio em três condições de hidrogenação: 10 mA/cm² (mais agressiva e menor tensão máxima), 5 mA/cm² e 1 mA/cm² (menos agressiva e maior tensão máxima). Observa-se que condições que atingiram uma maior tensão de ensaio (1 mA/cm²), alcançaram maiores valores de tensão hidrostática, ou seja, uma maior quantidade crítica de hidrogênio foi necessária para ocorrer a falha para o caso do raio de 0,5 mm. Enquanto para o raio de 5,0 mm, a fratura da condição menos agressiva de hidrogenação (1 mA/cm²) ocorreu por deformação plástica, sem ação do hidrogênio, mesmo atingindo uma tensão hidrostática mais elevada, a combinação desta com a quantidade de hidrogênio fornecida pelo sistema foi insuficiente para provocar a falha. As demais condições apresentaram pouca ou nenhuma deformação plástica, predominando o mecanismo de fragilização e difusão devido ao acúmulo nos locais de maior tensão hidrostática.

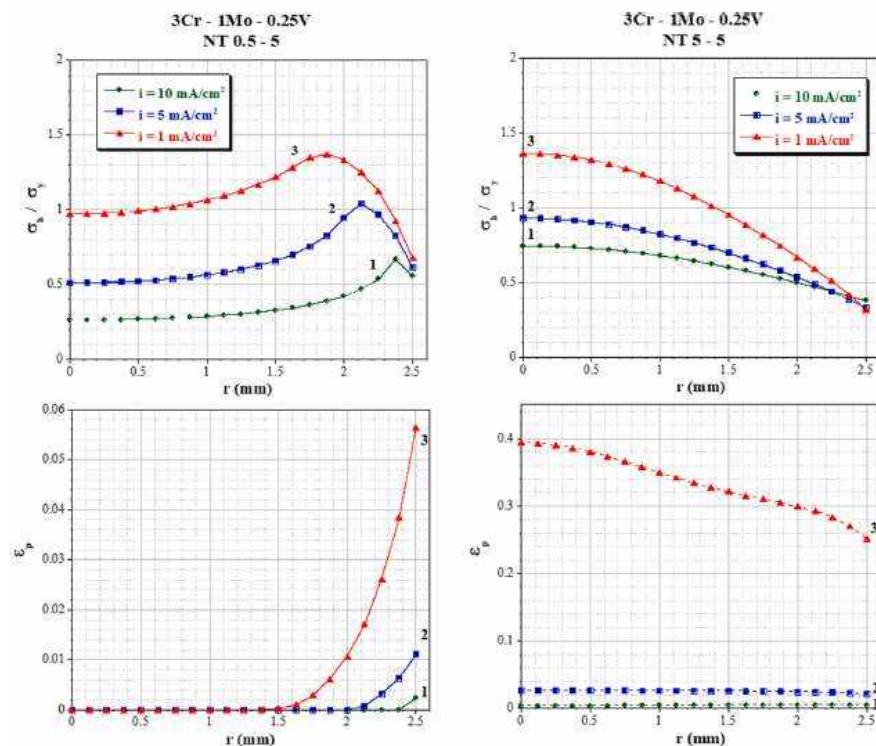


Figura 2.20 – Resultados das simulações via elementos finitos em diferentes condições no aço 3Cr-1Mo-0,25V (CAYÓN et al., 2021b)

Zafra et al. (2018) avaliaram a influência do hidrogênio em aços 42CrMo4 temperados e revenidos utilizando ensaios de tração em corpos de prova lisos e entalhados após carregamento

em hidrogênio gasoso. Os autores observaram uma maior fragilização nos corpos de prova de maior dureza (menor temperatura de revenimento), assim como uma mudança da superfície de fratura, como apresentado na Fig. 2.2. Análises via elementos finitos (Fig. 2.21) apresentam o perfil de tensão hidrostática para diferentes carregamentos até a fratura, observa-se que um aumento da tensão aplicada leva a um aumento da tensão hidrostática e da triaxialidade de tensão, sendo o ponto máximo próximo ao entalhe, porém a medida que a tensão aumenta, o pico tende a se movimentar alguns micrometros se afastando do entalhe.

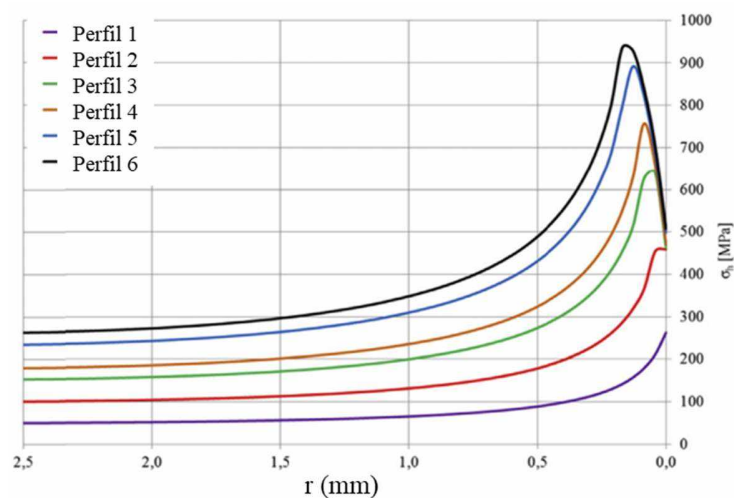


Figura 2.21 - Perfis de tensão hidrostática em aço 42CrMo4, revenido a 650 °C, submetido a diferentes carregamentos mecânicos, sendo o perfil 6 a tensão referente a falha.

A avaliação de parâmetros de tenacidade a fratura, como fator intensidade de tensão crítico (K_{IC}) é de fundamental importância para componentes susceptíveis a fragilização por hidrogênio, para avaliação da integridade estrutural do mesmo. Cayon et al (2021) buscaram avaliar a tenacidade a fratura (K_I) utilizando corpos de prova cilíndricos entalhados com raio de 0,5 mm analisando a superfície de fratura e a força máxima obtida no ensaio, aplicando as Eqs. (2.5) e (2.6) (RAMAN; JONES, 2021). Comparando os resultados com os ensaios de tenacidade a fratura convencional utilizando corpos de prova C(T), foi observado um erro de $\pm 15\%$, podendo ser considerado um método simplificado e adequado para cálculo dessa propriedade.

$$K_I = M_m P_m \sqrt{\pi a} \quad (2.5)$$

$$M_m = \frac{r^{1,5}}{2(r-a)^{1,5}} \left[1 + 0,5 \left(\frac{r-a}{r} \right) + 0,375 \left(\frac{r-a}{r} \right)^2 - 0,363 \left(\frac{r-a}{r} \right)^3 + 0,731 \left(\frac{r-a}{r} \right)^4 \right] \quad (2.6)$$

- K_i : fator intensidade de tensão;
- M_m : coeficiente;
- P_m : tensão de membrana, calculada utilizando a seção maior do corpo de prova (desconsiderando entalhe);
- a : somatório do tamanho da trinca sub-crítica e profundidade do entalhe;
- r : raio da seção do corpo de prova contendo o entalhe.

Algumas fraturas apresentaram crescimento não concêntrico das trincas, dessa forma, um tamanho de trinca efetivo (a_{ef}) é calculado de acordo com o esquema da Fig. 2.22

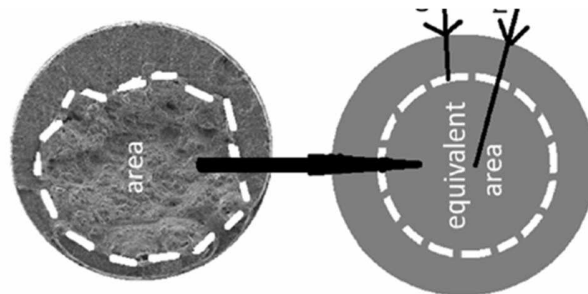


Figura 2.22 - Cálculo do tamanho de trinca efetivo.

A determinação do K_{IC} do material é de fundamental importância para avaliação da integridade estrutural do componente, assim sendo um dos métodos mais utilizados pela indústria óleo e gás é por meio do diagrama FAD – *Failure Assessment Diagram* (Diagrama de Avaliação de Falhas), proposto pelas normas BS 7910 (BS 7910, 2013) e API 579-1/ASME FFS-1 (API; ASME, 2007). Duas relações são analisadas nesse diagrama, enquanto no eixo Y a relação entre o fator intensidade de tensão na ponta da trinca (K_I) e a tenacidade a fratura do material (K_{IC}) é relacionada, o eixo X representa a relação entre a tensão aplicada e a tensão de escoamento do material. Inicialmente, valores dessas relações maiores que 1 representam fratura frágil e colapso plástica, respectivamente. Adicionalmente, uma divisão entre duas regiões no gráfico é realizada utilizando a denominada curva *locus* de falha, pontos acima da curva indicam um risco de falha. Para o caso de aços baixa liga, a curva utilizada é de acordo com a Eq. (2.7), assim sendo o diagrama FAD pode ser exemplificado pela Fig. 2.23.

$$K_r = (1 - 0,14L_r^2) \times (0,3 + 0,7e^{(-0,65 \frac{r}{L_r})}) \quad (2.7)$$

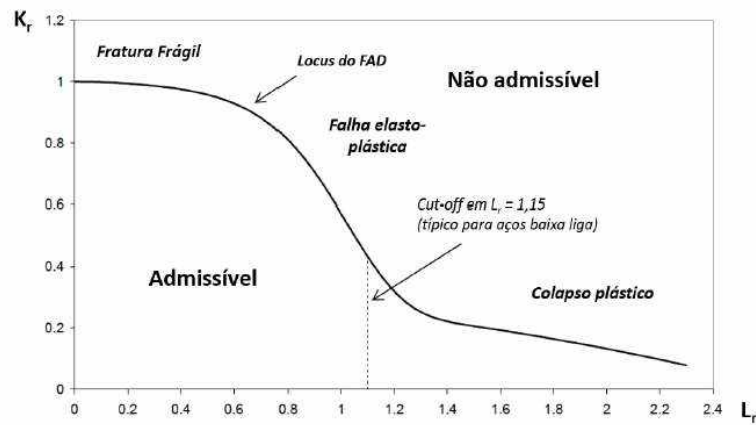


Figura 2.23 - Esquema de um diagrama FAD.

Dependendo do meio à qual o componente está submetido, pode haver uma alteração das propriedades do mesmo, dessa forma, é adequado adaptar o diagrama FAD para condições onde a intensidade de tensões máxima passa de K_{IC} para K_{TH} e de σ_y para σ_{th} , substituindo as propriedades do material para valores limiares dependentes do meio, dessa forma, um retângulo é criado no diagrama FAD (Fig. 2.24).

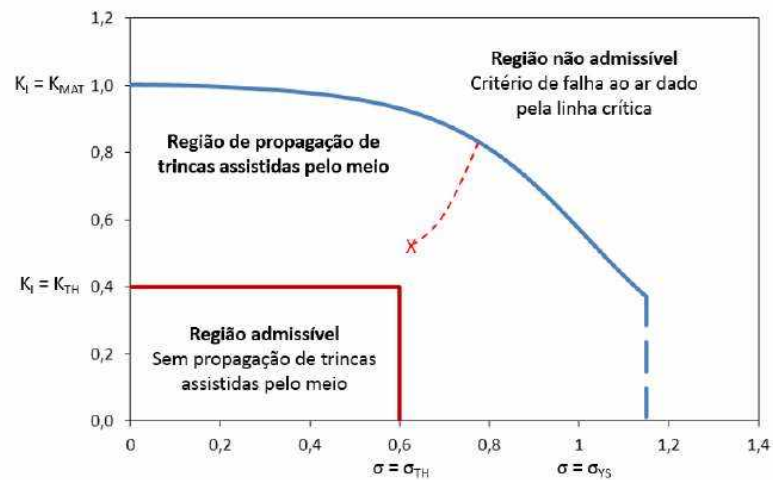


Figura 2.24 - Diagrama FAD modificado (FERREIRA, 2017).

De acordo com Ferreira (2017), a análise com o diagrama FAD modificado é válida quando o componente não está sujeito a carregamentos cíclicos, as condições de ensaio para obtenção dos parâmetros K_{th} e σ_{th} representam os esperados na prática, além de práticas adequadas dos ensaios, como tempo suficiente de ensaio e taxas lentas de deformação. Um fator

de segurança (f_s) pode ser utilizado devido às incertezas de medição e condição de campo para o parâmetro K_{th} , enquanto no eixo X, a determinação de σ_{th} pode ser feita utilizando corpos de prova lisos (sem entalhes ou trincas). Assim sendo, o diagrama FAD modificado apresenta três regiões distintas:

- Região não admissível: critério de falha relacionado as propriedades do material ao ar (K_{IC}) e limite de escoamento do material (σ_y);
- Região de propagação de trinca assistida pelo meio: deterioração das propriedades mecânicas em função de influências do meio, como fragilização por hidrogênio, assim sendo, a substituição de parâmetros para K_{th} e σ_{th} ;
- Região admissível: não há propagação de trincas ou falhas.

CAYON et al (2021) por meio dos resultados obtidos, analisou os resultados utilizando um diagrama tipo FAD (Fig. 2.25), aplicando as Eqs. (2.8) e (2.9). Através dessa ferramenta é possível fazer uma avaliação simultânea do processo de colapso plástico e fratura frágil para componentes estruturais que contenham uma trinca.

$$K_r = \frac{K_{I-H}}{K_{IC-Ar}} \quad (2.8)$$

$$L_r = \frac{P_{max}}{P_{max-a}} = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_y} \quad (2.9)$$

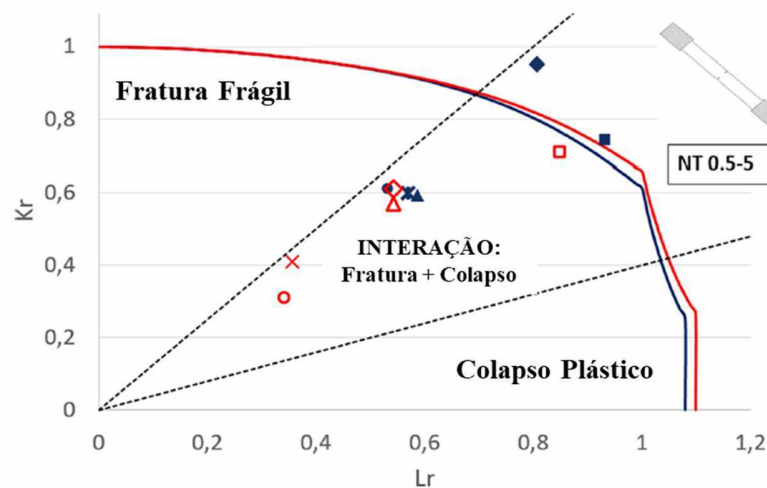


Figura 2.25 - Diagrama FAD obtido por CAYON et al (2021).

Analisando o diagrama FAD da Fig. 2.25, pode ser observado que todos os ensaios apresentaram uma interação de fratura frágil e colapso plástico no modo de fratura, justificando

o uso de tal diagrama para avaliar essas situações. Pode também ser observado que as condições de menor fragilização (quadrados na figura) estão próximas a linha FAL, enquanto casos mais frágeis estão distantes da mesma, indicando que estas falharam devido a um efeito significativo do hidrogênio.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

Neste capítulo são apresentadas as metodologias utilizadas para avaliação da fragilização por hidrogênio de um aço AISI 4340 tratado termicamente com diferentes níveis de dureza, utilizando ensaios de tração em corpos de prova entalhados e lisos. As principais etapas e resultados esperados estão apresentados na Fig. 2.26. Inicialmente são apresentadas as etapas e técnicas utilizadas no tratamento térmico e na caracterização metalúrgica desse material. Em seguida são apresentadas informações acerca das simulações via método dos elementos finitos (FEA) para definição das dimensões dos corpos de prova e perfis de tensão hidrostática (σ_h). Um tópico relacionado a fabricação e verificação dimensional dos corpos de prova é apresentado. Em seguida, os ensaios envolvendo o fenômeno de fragilização por hidrogênio nos corpos de prova lisos (BTD) e entalhados (nBTD e CLT) são apresentados, assim como a metodologia para determinação da tenacidade à fratura em meio hidrogenado.

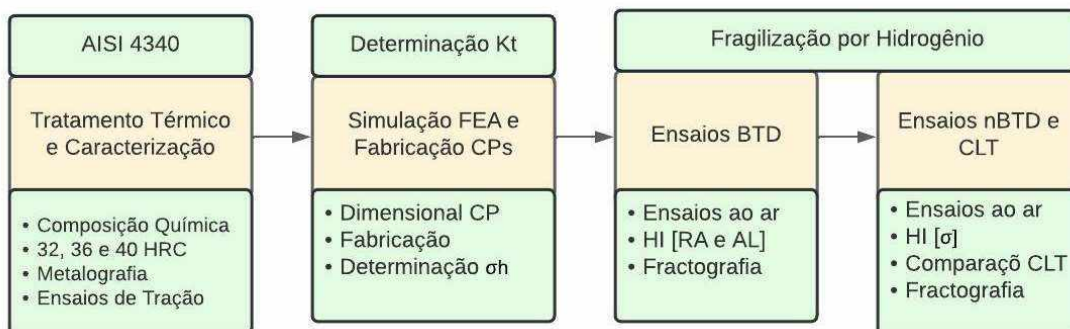


Figura 2.26- Principais etapas e resultados esperados desse trabalho.

3.1. Caracterização do Material

Para este trabalho foi utilizado um aço AISI 4340 comercial, comumente utilizado na indústria óleo e gás em componentes de equipamentos, principalmente fixadores, devido a sua combinação de elevada resistência mecânica, elevada temperabilidade e boa tenacidade. O material foi fornecido em 6 barras de 12,7 mm de diâmetro que passaram por análise de composição química via espectroscopia de emissão ótica por descarga luminescente (GDS – *glow discharge spectrometry*). O equipamento utilizado foi da marca LECO, modelo GDS 500, resolução de 0,001 % em peso. Para determinação dos teores de C e S, foi utilizada a técnica de combustão infravermelho, para avaliação mais precisa desses elementos. O equipamento utilizado foi um analisador automático da marca Quimitron, modelo QCS 1232, acoplado a uma balança de precisão da marca Sartorius.

Em seguida, foram cortadas seções das barras com, aproximadamente, 50 mm de comprimento (Fig. 2.27) e tratadas termicamente. Inicialmente foi realizada uma etapa de solubilização a 870 °C no campo austenítico durante uma hora, seguido de têmpera em óleo. As amostras, então, foram revenidas em diferentes temperaturas durante uma hora utilizando forno Jung, número 5786, Modelo 2513, seguido de resfriamento em óleo para evitar o surgimento de fases deletérias (SILVA; MEI, 2010).

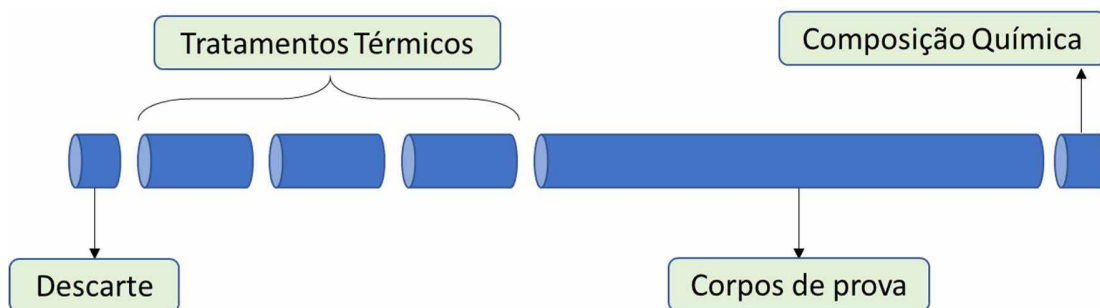


Figura 2.27 - Esquema dos cortes realizados nas barras.

A dureza Vickers desses corpos de prova foi medida utilizando durômetro Stiefelmayer-Reicherter, modelo KL-4, com carga de 10 kgf (HV10), após corte em sua seção transversal para evitar qualquer camada decarbonetada na superfície (Fig. 2.28). Dessa forma, uma relação entre temperatura de revenimento e dureza do material foi obtida para que os corpos de prova a serem utilizados nas etapas posteriores pudessem resultar em durezas de 32, 36 e 40 HRC (durezas

comumente utilizadas em fixadores). A conversão entre dureza Vickers para Rockwell foi feita de acordo com a norma ASTM E140 (ASTM, 2019).

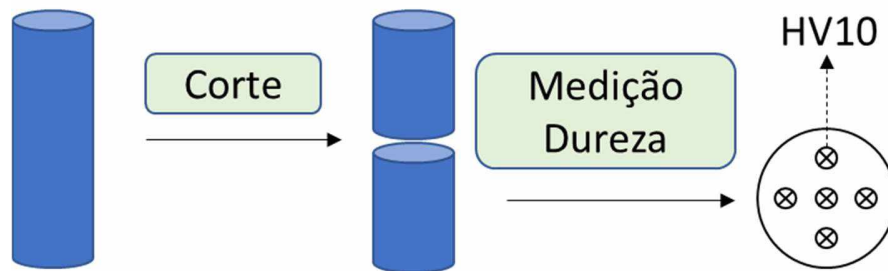


Figura 2.28 - Esquema do corte e medição de dureza nos corpos de prova tratados termicamente para definições das temperaturas de tratamentos térmicos.

As amostras com as durezas de 32, 36 e 40 HRC passaram por uma etapa de caracterização da microestrutura do material. As seguintes técnicas e equipamentos foram utilizados:

- Microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX51M, equipado com câmera digital Zeiss modelo AxioCam ICc5 para aquisição de imagens;
- Microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG) da marca Zeiss, modelo Supra 40;
- Espectrômetro de raios-X por energia dispersiva (EDS) Bruker, modelo XFLash 630M acoplado ao MEV.

Por meio das técnicas supracitadas, foi possível determinar: (i) o tamanho do antigo grão austenítico, (ii) fases e microconstituintes presentes e (iii) teor e composição química e formato das inclusões presentes.

i. Tamanho do antigo grão austenítico:

Para determinação do tamanho do antigo grão austenítico foi utilizada uma amostra que foi apenas temperada (870 °C por 1 h seguido de resfriamento em óleo), preparada metalograficamente na sua seção transversal (semelhante às amostras de dureza) por meio de lixamento e polimento utilizando discos de polimento e suspensão de diamante até granulometria de 1 µm. Em seguida foi realizado ataque com reagente metalográfico Tepol.

O diâmetro médio do antigo grão austenítico foi medido de acordo com a norma ASTM E112 (ASTM, 2021), utilizando o método dos interceptos de Heyn. Foram avaliadas 10 diferentes regiões. O cálculo da incerteza, conforme a norma citada, é realizado por meio da Eq. (3.1):

$$95 \% CI = \frac{t \times s}{\sqrt{n}} \quad (3.1)$$

Sendo t o multiplicador do intervalo de confiança de 95 %, s o desvio padrão, n o número de campos utilizados e 95 % CI o intervalo de confiança de 95 %.

ii. Análise do teor e composição química das inclusões

A quantificação das inclusões foi realizada em seção longitudinal das barras já revenidas por meio de *software* de análise de imagens ZenCore utilizando as imagens obtidas via microscopia ótica. Foram adotados os procedimentos recomendados pelas normas ASTM E45 (ASTM, 2018a) e ASTM E1245 (ASTM, 2016a) quantificação de fases utilizando análise computacional. Para essa etapa, foram registradas imagens de 15 regiões diferentes e aleatórias de uma amostra de cada uma das 6 barras utilizadas nesse trabalho, visto que a temperatura de revenimento utilizada nesse trabalho não afeta a morfologia e/ou possível solubilização das inclusões presentes no aço, principalmente sulfetos de manganês (MnS) (SHAO et al., 2011). As amostras, analisadas em sua seção longitudinal, foram preparadas metalograficamente de forma usual, com lixamento e polimento até suspensão de diamante de 1 μm .

iii. Fases e microconstituintes presentes

Após o tratamento térmico de revenimento nas temperaturas adequadas para atingir as durezas de 32, 36 e 40 HRC, as amostras tiveram suas microestruturas analisadas via microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura após ataque metalográfico com reagente Nital 2%.

iv. Caracterização Mecânica

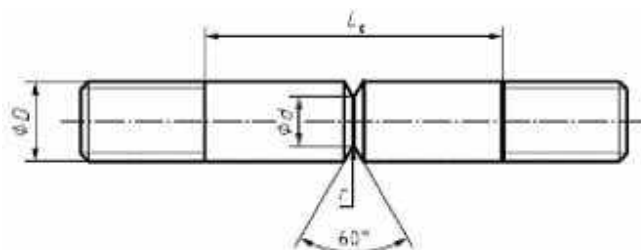
As propriedades mecânicas do material nas condições a serem avaliadas (32, 36 e 40 HRC) foram obtidas por meio de ensaio de tração convencional seguindo a norma ASTM E8 (ASTM, 2016b). Os corpos de prova, com diâmetro da seção útil de $6,00 \pm 0,10$ mm foram usinados em torno do tipo comando numérico computadorizado, do fabricante ROMI modelo GL 240 M, após o tratamento térmico das barras. O equipamento utilizado para o ensaio de tração foi uma máquina de ensaio universal do fabricante Intermetric, modelo iM, com capacidade de 50 kN, acoplado a uma célula de carga HBM U10M de faixa nominal de 50 kN (certificados de

calibração nos Anexos A e B). Foi utilizada uma velocidade de 0,5 mm/min durante todo o ensaio. O limite de escoamento, limite de resistência e alongamento foram determinados com os dados fornecidos pelo equipamento.

Após o ensaio, os corpos de prova tiveram seu diâmetro final medido e a redução de área calculada comparando com o diâmetro inicial do corpo de prova. Ambas as medições foram realizadas utilizando paquímetro digital Mitutoyo, de resolução 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm. Três corpos de prova de cada dureza foram ensaiados, cinco ciclos de medição foram realizados sob temperatura controlada de 20 °C.

3.2. Definição da Geometria dos Corpos de Prova

A norma ISO 16573 (ISO, 2015b) sugere a geometria e as relações entre as dimensões do corpo de prova da Fig. 2.29, utilizando $D = 10$ mm. Porém, a mesma permite que outras configurações de corpos de prova sejam utilizadas. Assim, para adequar a infraestrutura presente no LTAD-UFU, foram escolhidos os seguintes valores: $D = 8,33$ mm, $d = 5,00$ mm, $L_c = 60$ mm. Apenas o valor do raio do entalhe (r) foi variado para se obter diferentes valores de K_t que fossem interessantes para o estudo.



Relação	Valor
d/D	0,6
r/D	0,01 ou 0,02
L_c/D	7

Figura 2.29 - Sugestão de corpo de prova entalhado recomendado pela norma ISO 16573 (ISO, 2015b).

Um dos objetivos do trabalho é avaliar a influência do raio do entalhe e, conseqüentemente, do perfil de tensão hidrostática na fragilização por hidrogênio. A severidade do entalhe pode ser avaliada por meio do fator concentrador de tensão K_t , calculado pela Eq. (3.2):

$$K_t = \frac{\text{Tensão máxima}}{\text{Tensão nominal}} \quad (3.2)$$

Onde o numerador equivale a maior tensão atuante no corpo de prova que será na raiz do entalhe, enquanto o denominador equivale a tensão nominal que está sendo aplicada em relação a seção transversal entre as raízes do entalhe. Essa relação pode ser obtida por soluções numéricas disponíveis na literatura ou por meio de simulação via método dos elementos finitos.

A escolha do valor do raio do entalhe (r) é de fundamental importância, pois ele está diretamente relacionado ao K_t e ao perfil de tensão hidrostática que guia a difusão do hidrogênio no corpo de prova. Assim, foi calculado o fator concentração de tensão da região da raiz do entalhe por meio de uma análise elástica (linear) de elementos finitos utilizando o *software* Ansys, aplicando um modelo 2D-axissimétrico. O tamanho do elemento de malha, do tipo quadrático, foi variado com o objetivo de se realizar um estudo inicial de convergência de malha (Fig. 2.30), para as análises posteriores foi utilizado um elemento de malha de tamanho 0,02 mm (Fig. 2.31).

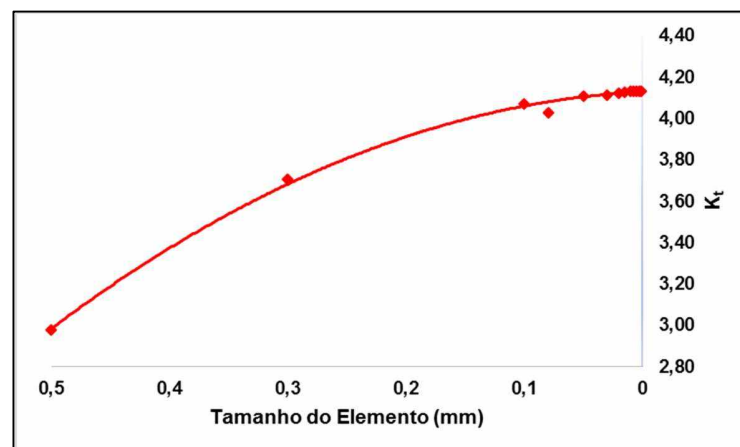


Figura 2.30 - Estudo de convergência de malha para definição do elemento de malha para as simulações desta dissertação.

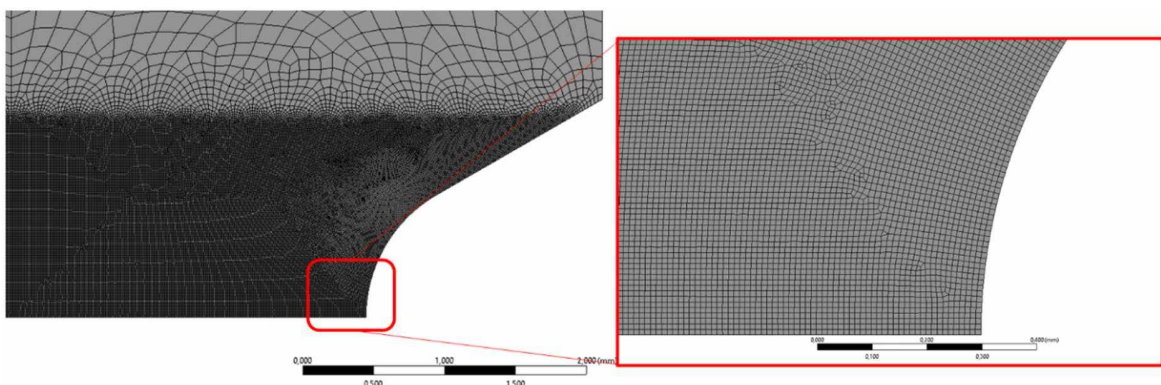


Figura 2.31 - Malha utilizada e detalhe da região do entalhe.

Foram avaliados diferentes raios de entalhe na simulação via elementos finitos e, com as informações obtidas foram escolhidas três configurações para os ensaios a serem realizados posteriormente, observando referências na literatura e ferramentas de usinagem disponível: 1,00 mm (R1), 0,20 mm (R0,2) e 0,05 mm (R0,05) (Fig. 3.7). Esses parâmetros correspondem aos seguintes valores de K_t , respectivamente: 2,3, 4,2 e 7,5. O valor de K_t intermediário (4,2) é semelhante ao encontrado na norma ASTM F519 (ASTM, 2018b).

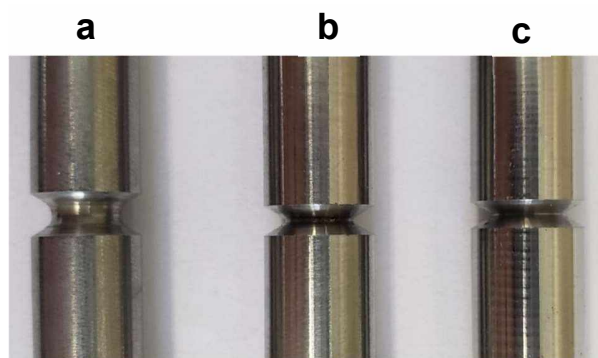


Figura 2.32 – Raios de entalhe utilizados nesse trabalho: 1,00 mm (a), 0,20 mm (b) e 0,05 m (c).

As soluções propostas pela simulação via elementos finitos foram comparadas com os estudos realizados por Noda e Takase (2006) que apresentam uma solução analítica para a determinação do K_t em corpos de prova cilíndricos com entalhe em “V” submetidos a esforços trativos. A Tabela 2.1 apresenta os valores de K_t para as condições utilizadas nesse trabalho utilizando a solução analítica e via simulação de elementos finitos. Essa comparação é importante para facilitar a possível alteração da geometria de corpos de prova para outros estudos.

Tabela 2.1 - Comparação entre as soluções analíticas e a obtida via elementos finitos nas condições de raio de entalhe utilizados nessa dissertação.

Solução	R1.0	R0.2	R0.05
Noda e Takase (2006)	2,32	4,21	7,51
Elementos Finitos	1,93	3,80	7,21
Diferença	20 %	11 %	4 %

Os valores de K_t encontrados em alguns trabalhos de base para esse estudo também foram analisados via as equações de Noda e Takase (2006). As comparações são apresentadas

na Tab. 2.2. É possível perceber que o valor proposto pela norma ASTM F519 (ASTM, 2018b) é similar ao da solução analítica, porém os valores descritos por alguns autores na literatura se diferenciam de forma significativa dos valores encontrados pela solução analítica.

Tabela 2.2 - Comparação entre os valores de K_t propostos pela literatura e determinados pela solução analítica.

Referência	K_t (Proposto)	K_t (Solução Analítica)	Diferença	Dimensões (mm) (ver Fig. 2.29)		
				D	d	r
ASTM F519 (ASTM, 2018b)	3,3	3,21	3 %	6,35	4,45	0,23
(WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2006)	4,9	6,05	19 %	10,0	6,0	0,10
(KIM et al., 2009)	3,3	4,17	21 %	10,0	6,0	0,25
(AKIYAMA et al., 2011)	2,1	2,72	23 %	10,0	6,0	0,80
(ZAFRA et al., 2018a)	4,2	5,14	18 %	9,0	5,0	0,15

Uma das principais análises a serem realizadas nessa dissertação é a relação entre o perfil de tensão hidrostática e a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio dos aços. Assim sendo, uma análise elasto-plástica (não linear) via método dos elementos finitos foi realizada por meio de software Ansys de forma a avaliar a tensão hidrostática e deformação plástica ao longo da espessura do corpo de prova (CAYÓN et al., 2021) utilizando as curvas tensão-deformação verdadeiras obtidas no ensaio de tração (Fig. 3.8). Essa análise deve ser feita visto que, em alguns ensaios hidrogenados, a raiz do entalhe será submetida a condições fora da região elástica, onde o K_t já não é um parâmetro determinante da distribuição das tensões no corpo de prova.

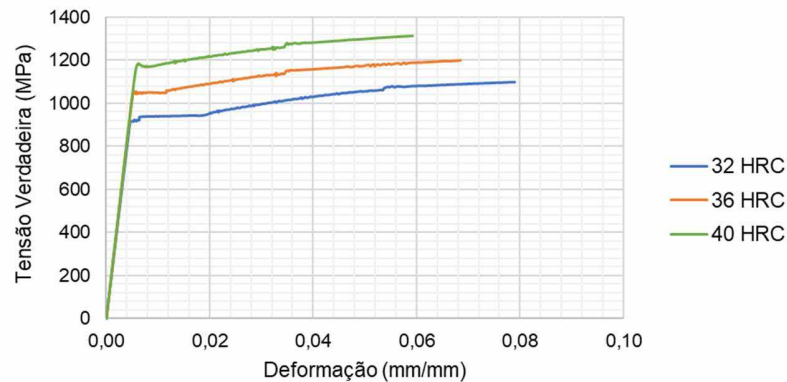


Figura 2.33 – Curvas tensão-deformação verdadeira utilizadas nas simulações via elementos finitos (até o limite de resistência a tração).

3.3. Fabricação e Verificação Dimensional de Corpos de Prova

Os ensaios envolvidos na avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio nos materiais analisados nessa dissertação utilizam corpos de prova lisos, ou seja, sem entalhe (ensaios BTB) e corpos de prova entalhados (nos ensaios nBTB e CLT). O primeiro foi fabricado de acordo com as dimensões e recomendações das normas ASTM E8 (ASTM, 2016b) e ASTM G129 (ASTM, 2014), utilizando diâmetro da seção útil de $6,00 \pm 0,10$ mm e comprimento útil inicial de $30,0 \pm 0,5$ mm. Os corpos de prova entalhados seguiram as recomendações da norma ISO 16573 (ISO, 2015b), cujas principais dimensões foram anteriormente apresentadas (Fig. 2.29).

Os corpos de prova foram usinados utilizando torno CNC do fabricante ROMI modelo GL 240 M, todos foram usinados após o tratamento térmico. Os corpos de prova convencionais (sem entalhe) passaram por um lixamento com granulometria #1200 para atingir a rugosidade recomendada pela norma ASTM G129 (ASTM, 2014) (rugosidade média (Ra) inferior a $0,25 \mu\text{m}$).

Após a fabricação, os corpos de prova tiveram sua geometria e tolerâncias verificadas por meio de paquímetro, micrômetro e projetor de perfil, todos calibrados. Além disso, também foi medida a dureza dos corpos de prova, o resultado desta, para alguns corpos de prova, se encontra disponível no Apêndice A. Os parâmetros medidos e os instrumentos de medição utilizados são explicitados na Tab. 2.3, os certificados de calibração destes se encontra no Anexo C. Foram realizados cinco ciclos de medição, sob temperatura controlada de $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

Tabela 2.3 – Parâmetros medidos e instrumentos de medição utilizados.

Corpo de Prova	Parâmetro	Instrumento de Medição	Fabricante	Resolução	Faixa de Medição
Tração convencional	Diâmetro	Micrômetro Digital	Mitutoyo	0,001 mm	25 mm
	Dureza	Durômetro Rockwell	Mitutoyo	0,5 HRC	70 HRC
	Rugosidade (Ra)	Interferômetro	Taylor Robson	0,002 μ m	-
Tração Entalhado	Diâmetro Externo	Paquímetro Digital	Mitutoyo	0,01 mm	200 mm
	Diâmetro Interno	Projetor de Perfil	Mitutoyo	0,001 mm	50 mm
	Raio do Entalhe	Microscópio Ótico	Zeiss	1,37 μ m	-
	Dureza	Durômetro Rockwell	Mitutoyo	0,5 HRC	70 HRC

3.4. Ensaios trativos para avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio

Para avaliação da susceptibilidade dos materiais ensaiados em relação à fragilização por hidrogênio, foram realizados ensaios de tração em corpos de prova convencionais utilizando baixas taxas de deformação (ensaios BTM) e entalhadas (nBTM) utilizando célula eletroquímica de três eletrodos (Fig. 2.34) de acordo com os seguintes parâmetros:

- Potencial elétrico aplicado: -950 e -1100 mV
- Eletrodo de referência: Ag/AgCl (KCl 3M);
- Pré-hidrogenação de 100 h nas mesmas condições de ensaio;
- Solução aquosa de 3,5 % em peso de NaCl;
- Contra-eletrodo: fio de platina de 50 mm de comprimento e diâmetro de 0,5 mm.

Os potenciais inicialmente foram aplicados utilizando potenciostato da Metrohm, modelo PGSTAT204, com o auxílio do *software* NOVA 2.1. As medições de potencial mantiveram baixa variação, inferior a 1 mV, enquanto as variações de corrente podem ser vistas na Fig. 2.35. Os

valores médios obtidos por meio destas curvas indicaram uma densidade de corrente média de aproximadamente $0,30 \text{ mA/cm}^2$ para o potencial de -1100 mV e $0,05 \text{ mA/cm}^2$ para o potencial de -950 mV . Os demais ensaios foram realizados utilizando potenciostato fabricado pelo próprio LTAD, apresentado na Fig. 2.34 e indicaram valores de corrente semelhantes aos obtidos pelo potenciostato da Metrohm. Os potenciais foram escolhidos com base no potencial que o anodo de sacrifício de liga de alumínio, comumente utilizado nas proteções catódicas de equipamentos submarinos, aplica nos equipamentos a depender da distância do anodo ao componente protegido.

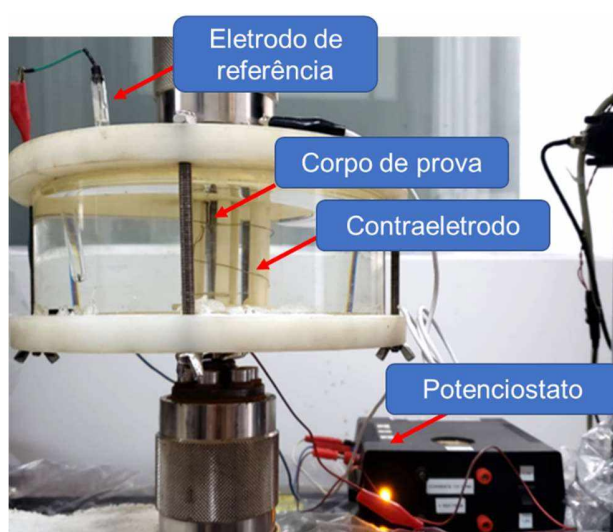


Figura 2.34 - Célula eletroquímica utilizada nos ensaios com hidrogenação com o potenciostato fabricado pelo LTAD.

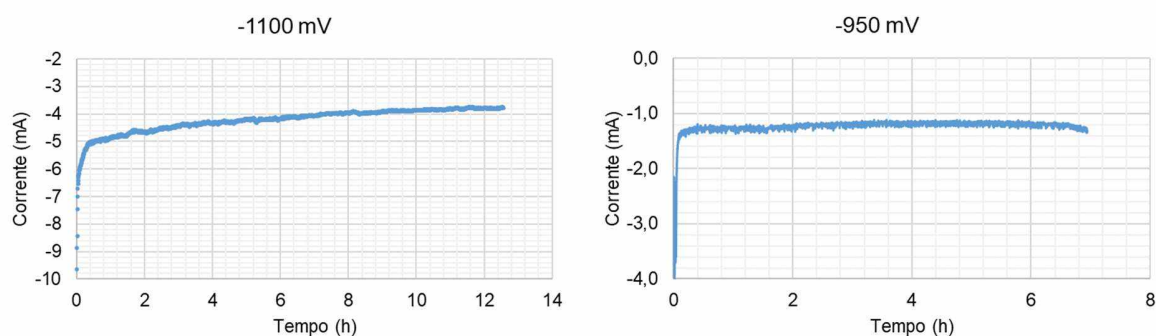


Figura 2.35 - Comportamento da corrente em função do tempo, utilizando o *software* NOVA 2.1. A densidade de corrente para a condição de -1100 mV foi de, aproximadamente, $0,30 \text{ mA/cm}^2$, enquanto para -950 mV foi de $0,05 \text{ mA/cm}^2$.

Na sequência são detalhados os ensaios BTB (ensaios de tração em baixa taxa de deformação convencional), nBTB (ensaios de tração em baixas velocidades utilizando corpos de prova entalhados) e CLT (ensaios em carga constante).

3.4.1. Ensaios BTB e nBTB

Foram realizados ensaios de tração em baixa taxa de deformação nos materiais utilizando hidrogenação *in-situ* em solução com 3,5 % NaCl em peso e aplicando potencial catódico de -950 e -1100 mV Ag/AgCl (KCl 3M). Os resultados obtidos nessas condições foram comparados com os ensaios obtidos ao ar utilizando o índice de fragilização – HI (*hydrogen index*), proposto por inúmeras normas e literaturas (ASTM G129, 2014; ISO 7539-11, 2017b; ZAFRA et al., 2018a) e apresentado na Eq. (3.3):

$$HI = \frac{X_{ar} - X_H}{X_{ar}} \times 100 \% \quad (3.3)$$

Onde HI é o índice fragilização, X_{ar} o valor da propriedade obtido no ensaio ao ar e X_H o valor da propriedade obtido nos ensaios hidrogenados.

Para os ensaios BTB foi utilizada uma taxa de deformação nominal de 10^{-6} s^{-1} (equivalente a uma taxa real de, aproximadamente, $1,6 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$). Os principais parâmetros analisados foram os limites de escoamento e resistência e os parâmetros de ductilidade (alongamento e redução de área). Este último foi calculado medindo o diâmetro inicial e final do corpo de prova com paquímetro digital Mitutoyo, com resolução de 0,01 mm e faixa nominal de 150 mm, cinco ciclos de medição foram realizados. O alongamento (%Al) foi calculado de acordo com a metodologia proposta pela norma ISO 7539-7 (ISO 7539-7, 2017b) (Eq. (3.4)) que propõe o cálculo do alongamento levando em conta apenas a região plástica para facilitar a comparação entre diferentes equipamentos, principalmente nos ensaios onde um extensômetro acoplado ao corpo não é utilizado.

$$\%Al = \left\{ \frac{l_f}{l_0} - \left[\frac{\sigma_f}{\sigma_{LP}} \right] \times \frac{l_{LP}}{l_0} \right\} \times 100 \quad (3.4)$$

Onde, %Al é o alongamento plástico, l_f representa o deslocamento no momento da falha, l_0 o comprimento da seção útil inicial, σ_f a tensão de falha, σ_{LP} o limite de proporcionalidade e l_{LP} o deslocamento no limite de proporcionalidade.

Para os ensaios nBTB foi feita, inicialmente, uma análise estatística via planejamento 2^2 (Tab. 2.4) avaliando duas velocidades de ensaio: 0,005 mm/min (+1) e 0,002 mm/min (-1) e duas condições de hidrogenação: mais agressiva (-1100 mV, 40 HRC, raio de entalhe de 0,05 mm) (+1) e menos agressiva (-950 mV, 32 HRC e raio de entalhe de 1,00 mm) (-1), utilizando três

ensaios por condição. Assim foi avaliada, por meio de análise estatística, qual a velocidade mais adequada para realizar os ensaios, comparando com os resultados de Matsumoto e Takai (2018).

Tabela 2.4 - Ensaios preliminares para determinação da velocidade de ensaio dos corpos de prova entalhados.

Experimento	Velocidade	Condição de Hidrogenação
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1

Após a determinação das velocidades de ensaio para os testes nBTD, foi realizado um planejamento experimental 3 x 3 x 2 avaliando as seguintes variáveis: fator concentrador de tensão do entalhe K_t , dureza do corpo de prova e potenciais catódicos aplicados. Três ensaios por condição foram realizados, a ordem de realização dos ensaios foi aleatória. Para cálculo do índice de fragilização, a tensão máxima dos ensaios ao ar e em meio hidrogenado foram comparadas. Após o ensaio, alguns corpos de prova foram levados ao microscópio eletrônico de varredura de forma a avaliar a fractografia e poder correlacionar a morfologia da fratura com aspectos comuns de fraturas promovidas pelo hidrogênio. O nível das variáveis (Tab. 2.5) e a tabela de planejamento (Tab. 2.6) são apresentados a seguir.

Tabela 2.5 - Variáveis e níveis a serem avaliadas nos ensaios dos corpos de prova entalhados.

Nível	Dureza (HRC)	K_t	Potencial Catódico (mV)
-1	32	1,9	-950
0	36	3,8	x
+1	40	7,2	-1100

Tabela 2.6 - Planejamento experimental: condições de ensaios.

Experimento	Dureza	Kt	Potencial Catódico
1	-1	-1	-1
2	-1	-1	+1
3	-1	0	-1
4	-1	0	+1
5	-1	+1	-1
6	-1	+1	+1
7	0	-1	-1
8	0	-1	+1
9	0	0	-1
10	0	0	+1
11	0	+1	-1
12	0	+1	+1
13	+1	-1	-1
14	+1	-1	+1
15	+1	0	-1
16	+1	0	+1
17	+1	+1	-1
18	+1	+1	+1

3.4.2. Ensaios CLT

Após os resultados obtidos nos ensaios n-BTD, algumas condições foram escolhidas para esta etapa. As condições de hidrogenação foram as mesmas dos ensaios BTD e nBTD. Os ensaios foram realizados em equipamento de “peso-morto” disponível no LTAD (Fig. 2.36) e previamente calibrados (Anexo D).

A metodologia utilizada nessa etapa é baseada nas normas: ASTM F1624 (2018) e ISO 16573 (2015). Esse ensaio pode ser dividido em duas etapas: inicialmente um carregamento trativo utilizando tensão inicial igual a 90 % da menor tensão obtida nos ensaios da etapa anterior (nBTD) para aquela condição (σ_{\min_nBTD}) foi utilizado. Em caso de não-falha dentro de 100 h (*run out*), a tensão foi aumentada gradativamente em 3 % da σ_{\min_nBTD} durante um período de 24 h até a falha. Esse tipo de carregamento foi adotado como uma forma de determinar a tensão limite σ_{th} de forma mais rápida. Um exemplo do carregamento sugerido é apresentado na Fig. 2.37.

Alguns corpos de prova foram selecionados para avaliação da superfície de fratura após a realização dos ensaios de forma a avaliar a morfologia das mesmas e poder correlacionar a morfologia observada com aspectos comuns de falhas promovidas pelo hidrogênio. As fractografias de maior aumento se concentraram, principalmente, em regiões entre 100 – 500 μm de distância do raio do entalhe, onde o pico de tensão hidrostática se encontra. As fractografias realizadas nessa etapa foram também comparadas com as obtidas nos ensaios nBTD das mesmas condições.



Figura 2.36 - Equipamentos de 'peso-morto' utilizados para os ensaios de carga constante.

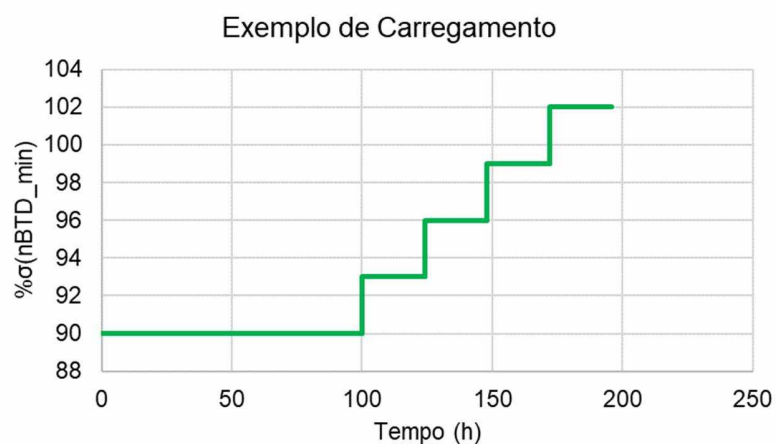


Figura 2.37 - Exemplo de carregamento no ensaio CLT seguido de carregamento em patamares.

3.4.3. Avaliação da tenacidade à fratura em meio hidrogenado

As superfícies de fratura dos corpos de prova dos ensaios nBTD e CLT, analisadas via microscopia eletrônica de varredura, foram usadas para cálculo da tenacidade à fratura utilizando as Eqs. (3.5) e (3.6). A medição dos diâmetros das duas regiões de fratura foi realizada utilizando *software* de análise de imagens ImageJ (Fig. 3.13), baseada na metodologia descrita no item 2.4.2 proposta por Cayon et al. (2021). Para validação desta, foram observadas as seguintes relações: $a > 2r_y$ e $\sigma_n/\sigma_y < 2,5$

$$K_I = M_m P_m \sqrt{\pi a} \quad (3.5)$$

$$M_m = \frac{r^{1,5}}{2(r-a)^{1,5}} \left[1 + 0,5 \left(\frac{r-a}{r} \right) + 0,375 \left(\frac{r-a}{r} \right)^2 - 0,363 \left(\frac{r-a}{r} \right)^3 + 0,731 \left(\frac{r-a}{r} \right)^4 \right] \quad (3.6)$$

$$a > 2r_y \quad (3.7)$$

$$\sigma_n/\sigma_y < 2,5 \quad (3.8)$$

- K_I : fator intensidade de tensão;
- M_m : coeficiente;
- P_m : tensão de membrana, calculada utilizando a seção maior do corpo de prova (desconsiderando entalhe);
- a : somatório do tamanho da trinca sub-crítica e profundidade entalhe;
- r : raio da seção do corpo de prova contendo o entalhe;
- r_y : fator de correção do tamanho da trinca de Irwin;
- σ_n : tensão nominal aplicada;
- σ_y : limite de escoamento do material.

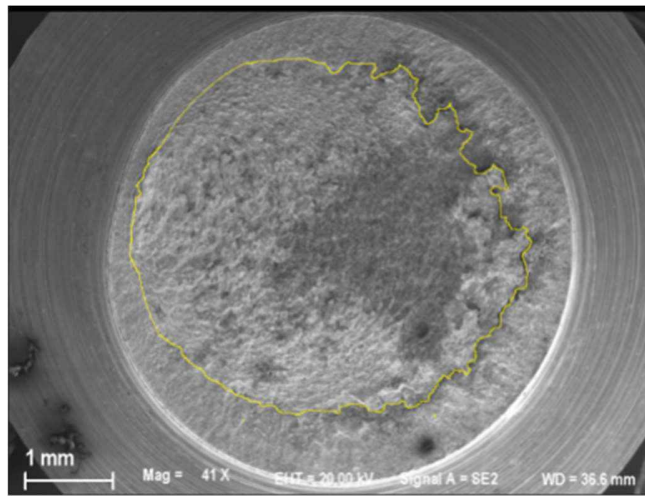


Figura 2.38 – Exemplo de medição da área da região interna, utilizando *software* ImageJ.

De forma a comparar estes resultados com metodologias convencionais para determinação da tenacidade à fratura em materiais metálicos, ensaios conforme as normas ASTM E1820 (2020) e ISO 7539-9 (2008) foram realizados. As barras das quais os corpos de prova cilíndricos foram usinados não possuíam dimensional adequado para retirada de corpos de prova para avaliação da tenacidade à fratura conforme estas normas. Assim, os ensaios para determinação dessa propriedade ao ar e em meio hidrogenado foram realizados em corpos de prova do mesmo material (AISI 4340) nas durezas usadas nesse trabalho retirados de chapas na direção L-T.

Corpos de prova do tipo C(T) com espessura $B = 13$ mm e relação $W/B = 2$ foram utilizados. Nessa etapa, apenas a condição temperado e revenido para 40 HRC e carregado *in-situ* (meio 3,5 % em peso de NaCl e potencial catódico de -1100 mV) foi verificada, dessa forma, blocos de material AISI 4340, foram tratados termicamente nos mesmos parâmetros das barras. Em seguida, foram usinados utilizando equipamento de eletroerosão a fio e fresa e lixados, em todas as superfícies externas até lixa d'água de acabamento #1200. Em uma máquina de fadiga servo-hidráulica Instron modelo 8801, com auxílio de um extensômetro do tipo "clip gauge", uma pré-trinca de fadiga foi gerada submetendo o corpo de prova a um $\Delta K = 25$ MPa.m^{0,5}, $R = 0,1$ e frequência de 20 Hz, até atingir um tamanho de trinca correspondendo a um $a/W = 0,5$, sendo o valor da trinca medido via método da variação da flexibilidade elástica. Ao fim dessa etapa, um entalhe lateral foi usinado nas duas faces do corpo de prova, como sugerido pelas normas, com profundidade igual a 0,10 B. Nesse mesmo equipamento, foram realizados ensaios para obtenção

da curva J-R, regido pela norma ASTM E1820 (2018), para determinação da tenacidade a fratura (K_{JIC}) em meio inerte (ar), sem ação do hidrogênio.

Para os ensaios em meio hydrogenado, os parâmetros de proteção catódica foram semelhantes aos utilizados nos ensaios trativos (BTD e CLT), com exceção do tempo de pré-carregamento que passou para 7 dias, devido a maior espessura do corpo de prova. Uma cuba de acrílico e tecnil foi projetada e fabricada para realização do ensaio. Nesse ensaio, não foi utilizado um extensômetro do tipo clip gauge. Nessa etapa foi utilizada uma máquina de tração Intermetric modelo iM. A montagem do ensaio é apresentada na Fig. 3.14. Diferentes velocidades de ensaio foram utilizadas, todas em controle de deslocamento. Uma pré-carga de 600 N foi aplicada em todos os corpos de prova. A matriz de teste com as velocidades e quantidade de ensaios realizados por condição se encontra na Tab. 3.7. Após os ensaios, as validações determinadas pela norma ASTM E399 (2022) foram verificadas.

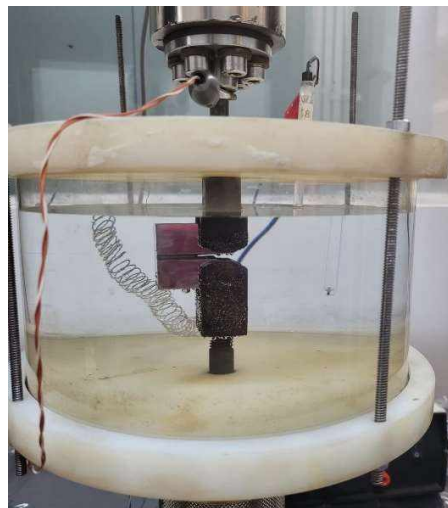


Figura 3.14 – Montagem do corpo de prova para ensaios de tenacidade com proteção catódica *in-situ*.

Tabela 2.7 – Matriz de teste dos ensaios de tenacidade à fratura em corpos de prova do tipo C(T) pré-trincados (dureza de 40 HRC e potencial catódico aplicado de -1100 mV, em todas as condições ensaiadas).

Velocidade Nominal (mm/min)	$\frac{dK}{dt}$ (MPa.m ^{0,5} /min)	Número de ensaios
0,005	0,400	2
0,001	0,070	2
0,0002	0,015	3
0,00004	0,003	3

Para cálculo do K, foram utilizadas as Eqs. (3.9) e (3.10) a seguir (ASTM E399, 2022):

$$K = f\left(\frac{a}{W}\right) \times \frac{P_Q}{\sqrt{Bx} N x \sqrt{W}} \quad (3.9)$$

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \left(2 + \frac{a}{W}\right) \left[\frac{0,886 + 4,64\frac{a}{W} - 13,32\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6\left(\frac{a}{W}\right)^4}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \right] \quad (3.10)$$

Onde:

P_Q – Força determinada pela metodologia apresentada na Fig. 3.15;

B – Espessura do corpo de prova;

B_N – Espessura entre as raízes dos entalhes laterais;

W – Comprimento do corpo de prova.

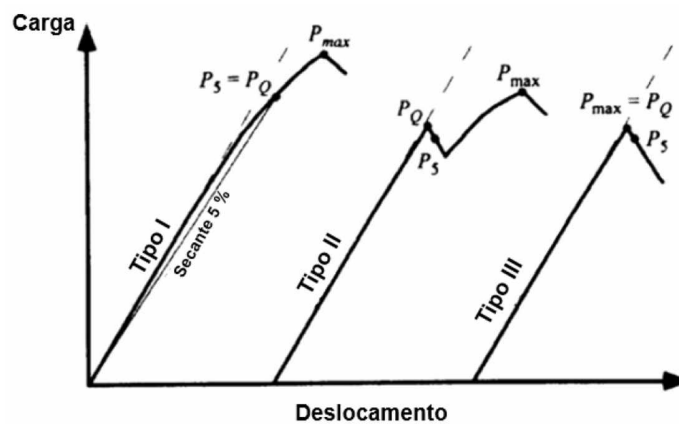


Figura 2.15 - Determinação de P_Q (ASTM E399, 2022).

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização do Material

A Tabela 4.1 mostra o resultado obtido para as diferentes barras utilizadas no trabalho (barras de A a F). Observa-se que não há diferença significativa de composição química entre as barras e os teores dos elementos estão dentro da especificação determinada pela norma ASTM A29 (ASTM, 2020).

Tabela 4.1 - Composição química das barras utilizadas no trabalho (% em peso).

Barra	A	B	C	D	E	F	Norma
C	0,4154	0,4127	0,4213	0,4141	0,4185	0,4296	0,38 – 0,43
S	0,0078	0,0077	0,0075	0,0076	0,0078	0,0075	0,040 max
Mn	0,647	0,663	0,740	0,654	0,742	0,710	0,60 – 0,80
Si	0,326	0,310	0,346	0,326	0,330	0,306	0,15 – 0,35
P	0,018	0,017	0,014	0,019	0,011	0,014	0,035 max
Cr	0,722	0,773	0,760	0,729	0,825	0,831	0,70-0,90
Ni	1,550	1,653	1,317	1,550	1,387	1,600	1,65 - 2,00
Mo	0,205	0,212	0,245	0,210	0,251	0,224	0,20 - 0,30
Al	0,018	0,019	0,020	0,022	0,021	0,018	
Cu	0,155	0,157	0,181	0,155	0,185	0,161	
Ti	0,016	0,014	0,016	0,019	0,011	0,010	
Nb	0,006	0,007	0,011	0,010	0,008	0,006	

O gráfico da Fig. 4.1 apresenta a relação obtida nos tratamentos térmicos. Por meio desse gráfico e da regressão linear realizada, foi possível determinar as temperaturas de revenimento de 615, 560 e 500 °C para atingir as durezas de 32, 36 e 40 HRC, respectivamente. Observa-se

pelas barras de erro e coeficiente de determinação (R^2) obtidos que a relação se mostrou linear e com baixa dispersão de resultados em toda a faixa de temperatura utilizada.

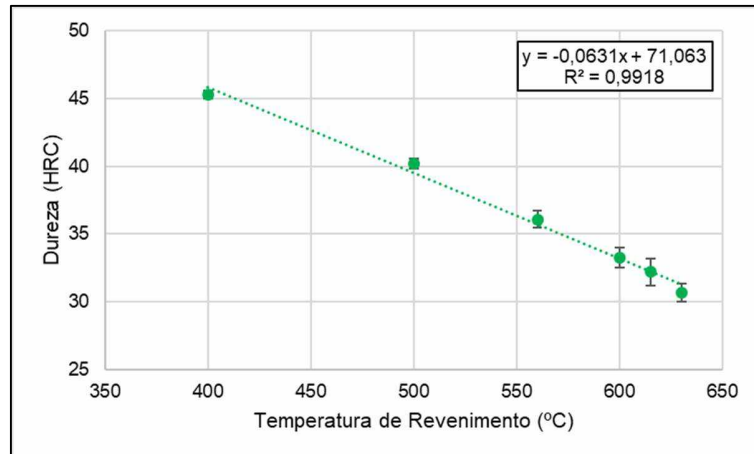


Figura 4.1 - Relação entre temperatura de revenimento e dureza do aço AISI 4340 após solubilização a 870 °C e têmpera em óleo. A linha pontilhada representa a regressão linear, também apresentada pela equação e coeficiente de determinação (R^2). As barras de erro indicam um nível de confiança de 95,45 %.

A Figura 4.2 apresenta uma imagem de uma amostra de aço AISI 4340 temperado e atacado com reagente Tepol. A análise do tamanho do antigo grão austenítico indicou tamanho médio de $15,0 \pm 1,5 \mu\text{m}$. Zafra et al. (2018) atingiram tamanho de grão semelhante ao solubilizar um aço AISI 4140 à temperatura de 845 °C.

O teor de inclusões, obtido por análise de imagens de microscopia ótica (Fig. 4.3) de cada uma das barras analisadas é apresentado na Tab. 4.2. Realizando uma análise estatística do tipo *one-way* ANOVA, determinou-se que os teores de inclusões nas diferentes barras são estatisticamente semelhantes ($p\text{-value} = 0,480$) para um nível de confiança de 95 %. Esse resultado é esperado, visto o teor de enxofre e manganês serem semelhantes em todas as 6 barras.

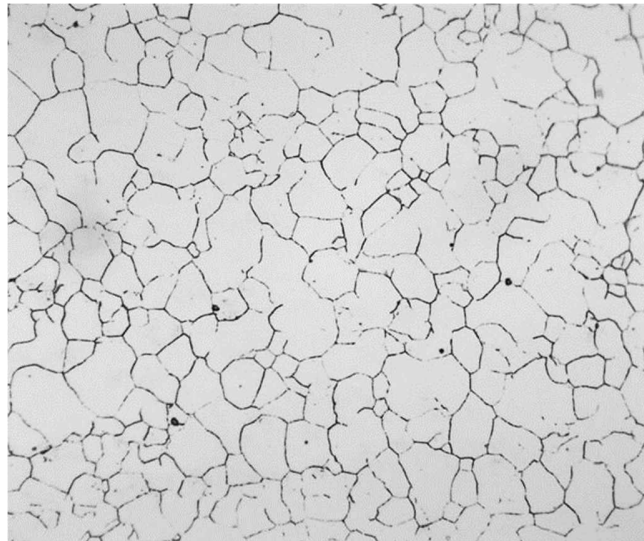


Figura 4.2 - Aço AISI 4340 temperado após solubilização a 870 °C por 1h. Ataque: Tepol (revelação do contorno do antigo grão austenítico).

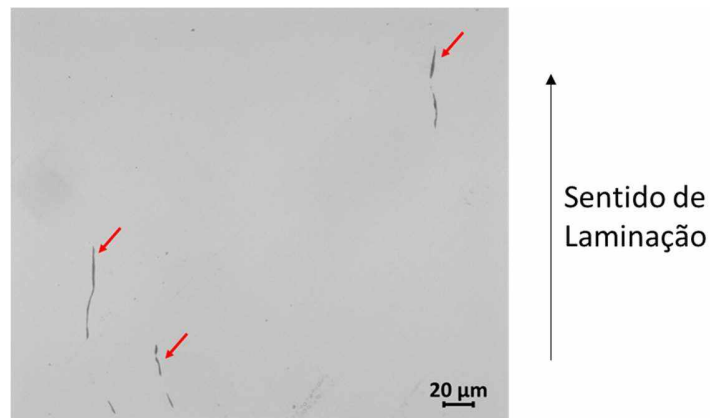


Figura 4.3 – Exemplo de região analisada para determinação do teor de inclusão, as setas em vermelho indicam a presença de sulfeto de manganês (inclusões alongadas no sentido da conformação).

Tabela 4.2 - Teor de inclusão nas diferentes barras utilizadas nesse trabalho (intervalo de confiança de 95 % calculado de acordo com norma ASTM 1245 (2016)).

Barra	Teor de Inclusão (%vol.)
A	0,100 ± 0,071
B	0,092 ± 0,066
C	0,074 ± 0,053
D	0,076 ± 0,054
E	0,082 ± 0,057
F	0,090 ± 0,067

As principais inclusões encontradas nas barras foram inclusões alongadas de sulfeto de manganês e óxidos arredondados de Mg-Ca-Al como mostram as imagens da Fig. 4.4. A seta em vermelho indica o local da microanálise via espectroscopia por energia dispersiva (EDS).

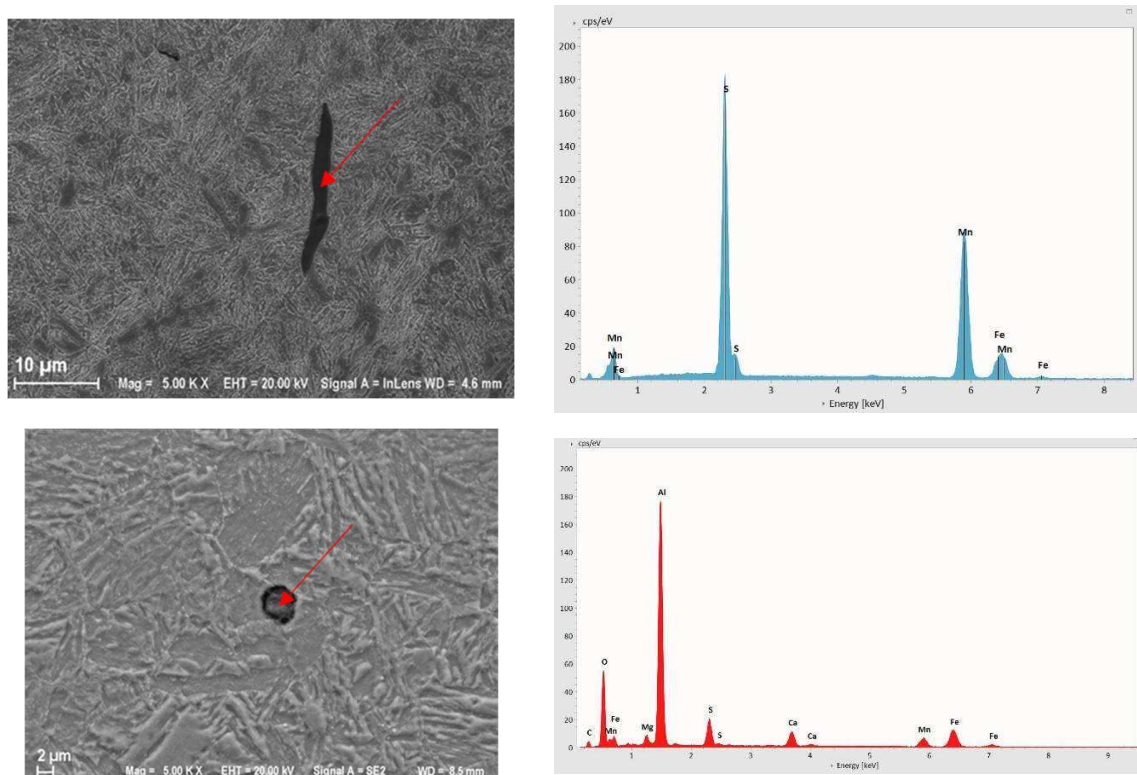


Figura 4.4 - Imagem das principais inclusões encontradas nas barras: MnS e óxido de Ca-Mg-Al e os espectros obtidos via EDS.

As imagens obtidas via microscopia ótica e eletrônica após ataque metalográfico são apresentadas na Fig. 4.5, observa-se que a microestrutura é martensítica e, embora as temperaturas de revenimento sejam diferentes, não é possível detectar, por meio dos métodos utilizados, uma diferença significativa na morfologia da estrutura martensítica e dos carbeto precipitados após o revenimento.

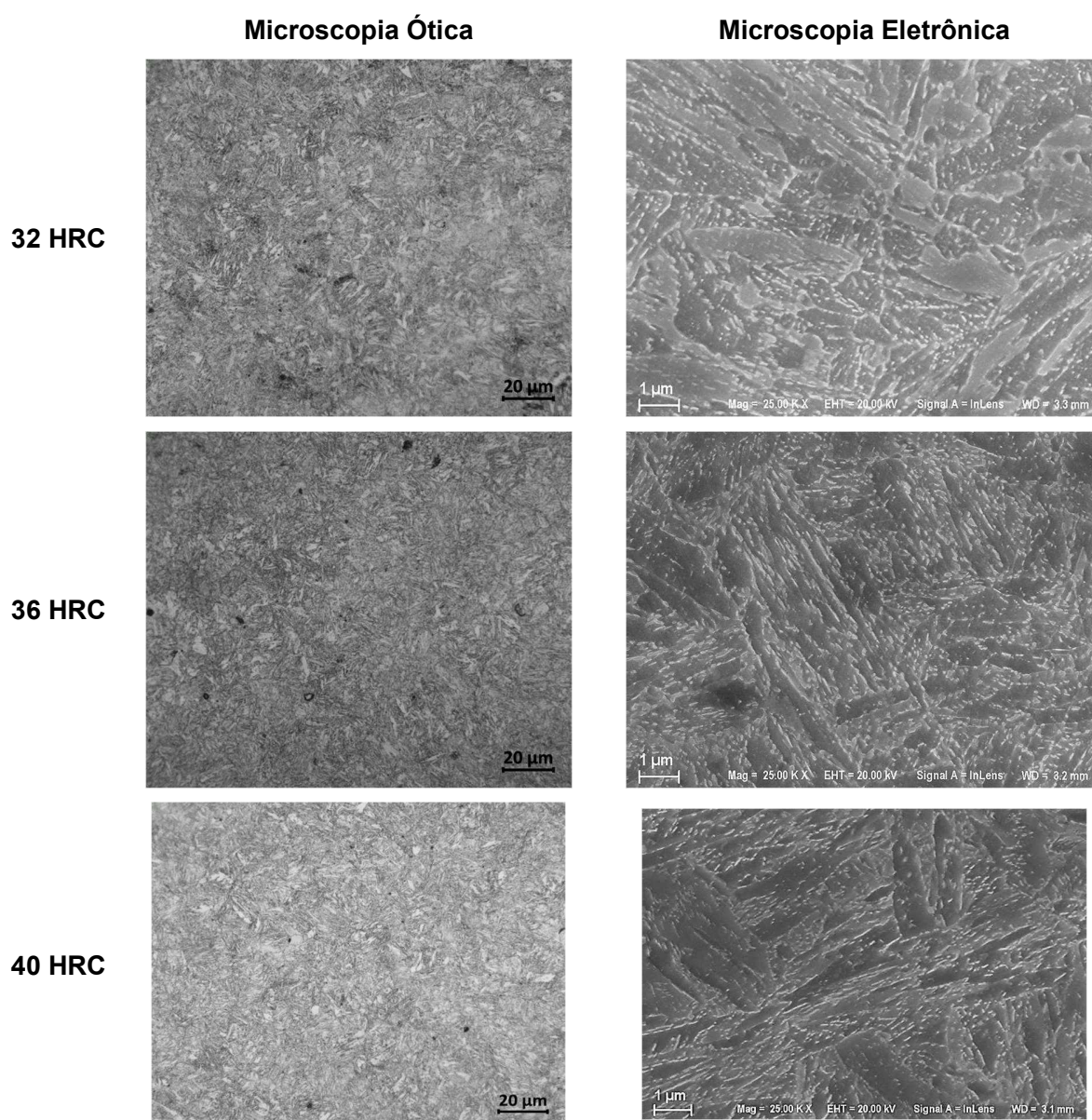


Figura 4.5 - Microestrutura das diferentes durezas utilizando as técnicas de microscopia ótica e eletrônica.

ZAFRA et al. (2018) avaliaram um aço 42CrMo4 (AISI 4140) temperado após solubilização a 845 °C e revenido em diferentes temperaturas: 500, 550, 600, 650 e 700 °C. Foi observado que com o aumento da temperatura de revenimento os carbonetos tendem a formar estruturas mais globulares, porém dentro da faixa de 500 a 600 °C, faixa utilizada no presente estudo, os autores não observaram uma diferença significativa da microestrutura observada utilizando microscopia eletrônica de varredura.

O aumento da temperatura de revenimento, e conseqüentemente diminuição da dureza do material, aumenta, de forma geral, a resistência do material a fragilização por hidrogênio, devido às seguintes alterações microestruturais: diminuição da densidade de discordâncias (armadilhas fracas de hidrogênio), diminuição de tensões residuais, aumento da tenacidade (MARTINIANO, 2021a).

Uma curva tensão-deformação para corpos de prova de cada uma das durezas utilizadas é apresentada na Fig. 4.6. Os valores médios e desvios padrões das propriedades são apresentadas Tab. 4.3. Observa-se que os limites de escoamento e resistência aumentam com o aumento da dureza em detrimento das propriedades de ductilidade (alongamento e redução de área), como esperado. Os valores obtidos serão comparados com os ensaios hidrogenados de baixa taxa de deformação (BTD), visto que a taxa de deformação nos ensaios ao ar não influencia as propriedades mecânicas, possibilitando assim a comparação entre as condições mesmo aplicando diferentes taxas. O alongamento foi determinado como sugere a norma ASTM G129 (ASTM, 2014) para comparação com os ensaios BTD (Eq. (3.4)).

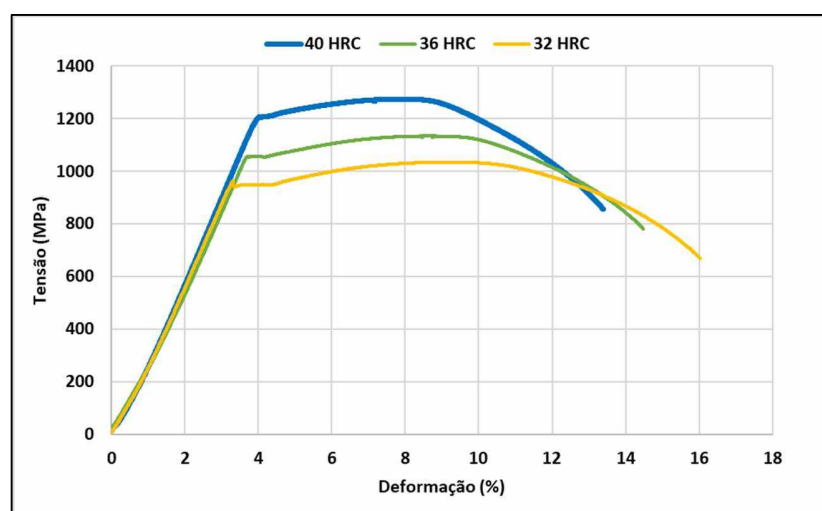


Figura 4.6 - Curvas tensão-deformação de corpos de prova nos três níveis de dureza analisadas nessa dissertação (32, 36 e 40 HRC).

Tabela 4.3 - Média e desvio padrão das propriedades mecânicas do aço AISI 4340 nas durezas de 32, 36 e 40 HRC, utilizadas nessa dissertação (nível de confiança: 68,7 %).

Dureza	32 HRC	36 HRC	40 HRC
Limite de Escoamento (MPa)	947,7 ± 9,8	1056,8 ± 3,4	1200,3 ± 7,3
Limite de Resistência a Tração (MPa)	1035,0 ± 5,7	1140,1 ± 11,7	1267,5 ± 6,6
Alongamento (%)	13,82 ± 0,22	12,19 ± 0,90	10,48 ± 0,42
Redução de Área (%)	62,7 ± 1,4	57,7 ± 1,1	57,8 ± 1,7

4.2. Resultados dos Ensaio BTB

4.2.1. Efeito da Dureza e Potencial Catódico

As curvas tensão-deformação obtidas nos ensaios de tração em baixa taxa de deformação (BTB) foram comparadas com as obtidas nos ensaios convencionais ao ar e são apresentadas a seguir. Na Figura 4.7 é apresentada uma curva para cada condição, enquanto as Figs. 4.8 a 4.10 apresentam todas as curvas obtidas para todas as condições e repetições.

Os resultados obtidos mostraram que o hidrogênio, nas condições ensaiadas, não alterou de forma significativa o comportamento da curva até o limite de resistência à tração, ocorrendo a falha apenas após esse ponto. Dois fatores principais corroboram com esse efeito: ao atingir a tensão máxima de engenharia, ocorre a estrição do corpo de prova onde a deformação plástica irá se concentrar. Dessa forma, a movimentação de discordâncias nesse local pode promover a difusão de hidrogênio para esta região. Além disso, a estrição pode também atuar como um entalhe, aumentando o pico de tensão hidrostática e promovendo também o aumento local da quantidade de hidrogênio numa concentração suficiente para provocar a fratura do corpo de prova.

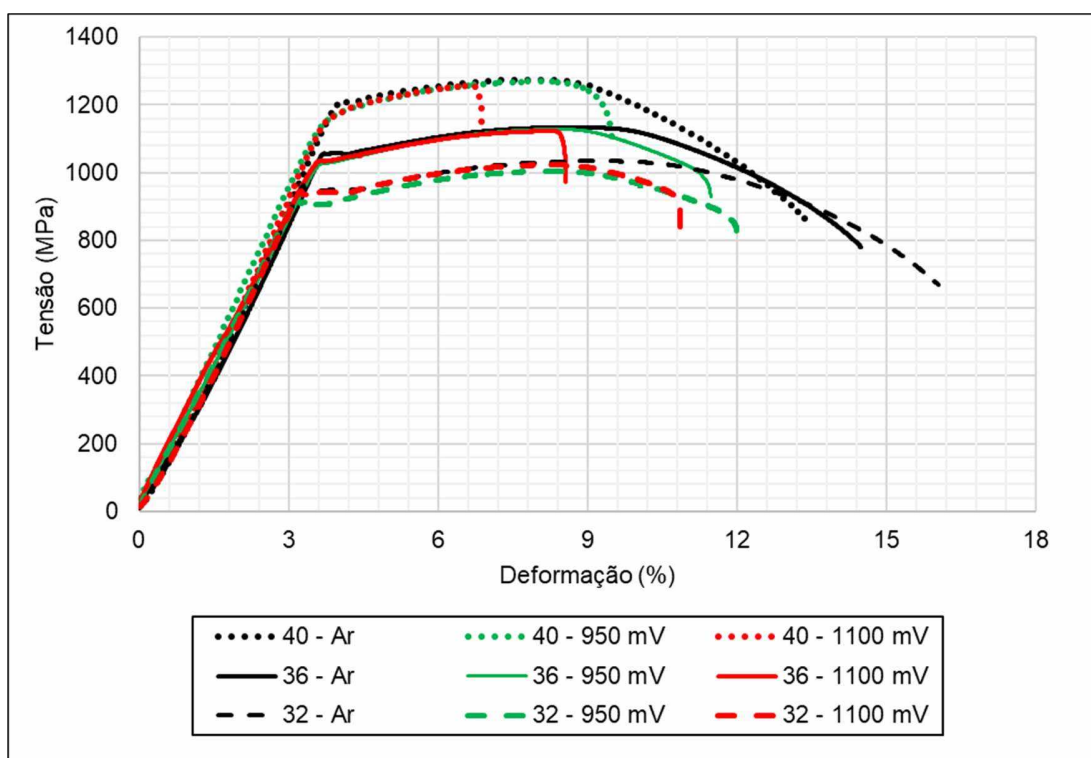


Figura 4.7 - Curvas tensão-deformação do aço AISI 4340 nas durezas de 32, 36 e 40 HRC, ao ar e sob potencial catódico de -950 mV e -1100 mV.

A falha em meio hidrogenado após atingir o limite de resistência também é observado em outros trabalhos (JIANG et al., 2020; KIM, 2020; LI et al., 2017; MEHNER et al., 2019; ZHANG et al., 2019, 2018b). Porém, em condições mais agressivas e materiais de alta susceptibilidade (normalmente materiais de alta dureza) é possível que a falha ocorra antes do limite de resistência ou do limite de escoamento (LI et al., 2014; MOMOTANI et al., 2017; ZHANG et al., 2017). Observa-se também que, em todas as condições ensaiadas, o alongamento dos corpos de prova foi afetado, sendo tanto maior o efeito do hidrogênio, quanto maior a dureza do material e maior potencial aplicado.

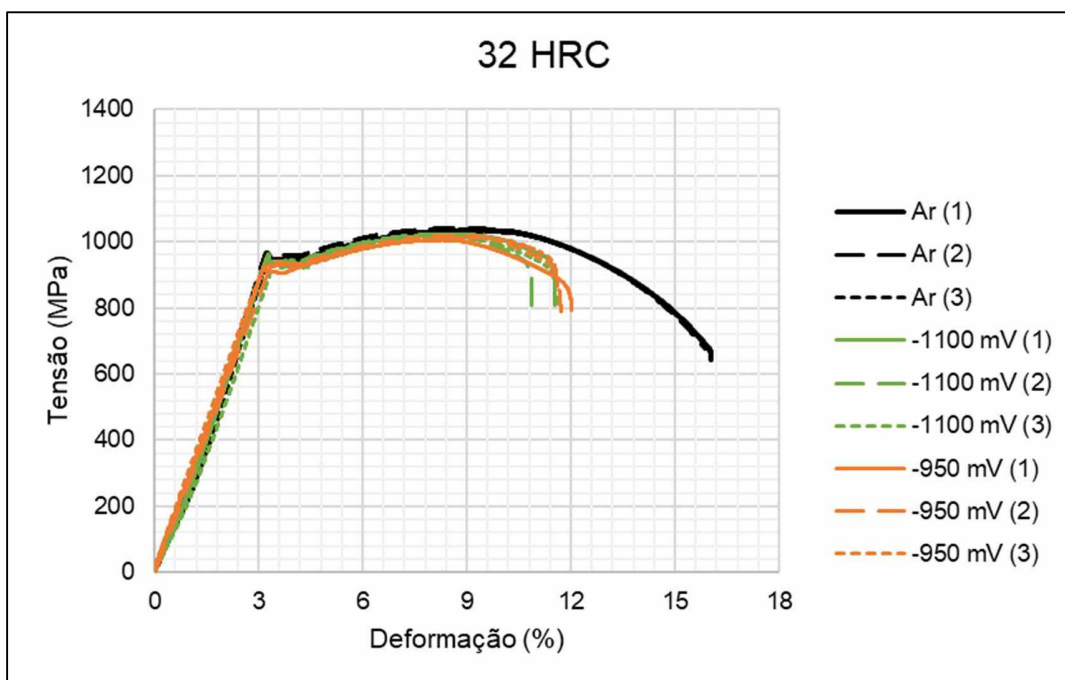


Figura 4.8 - Curvas tensão-deformação para o material com 32 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.

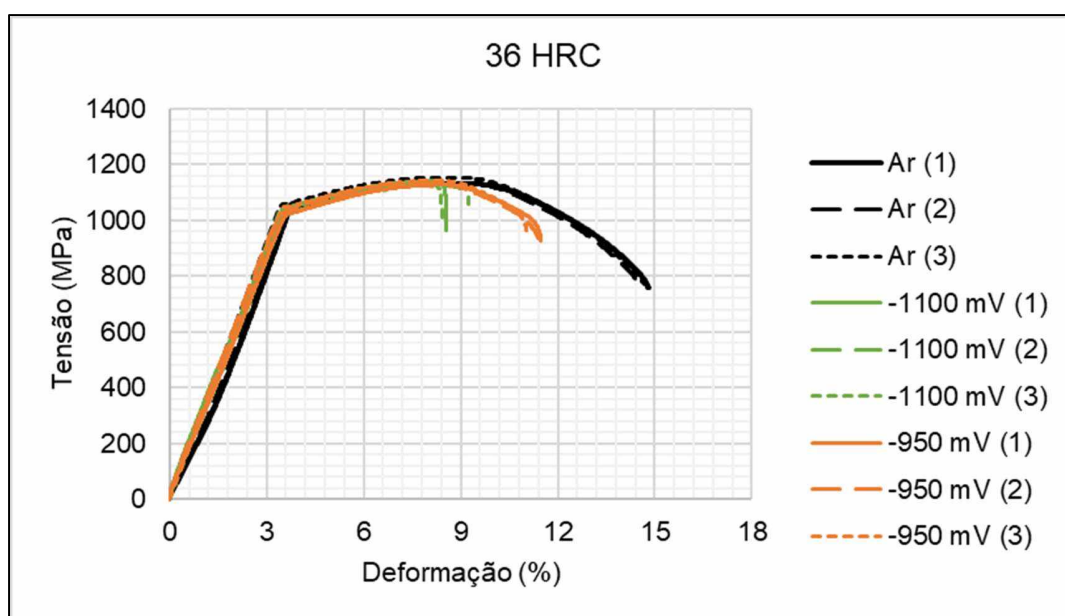


Figura 4.9 - Curvas tensão-deformação para o material com 36 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.

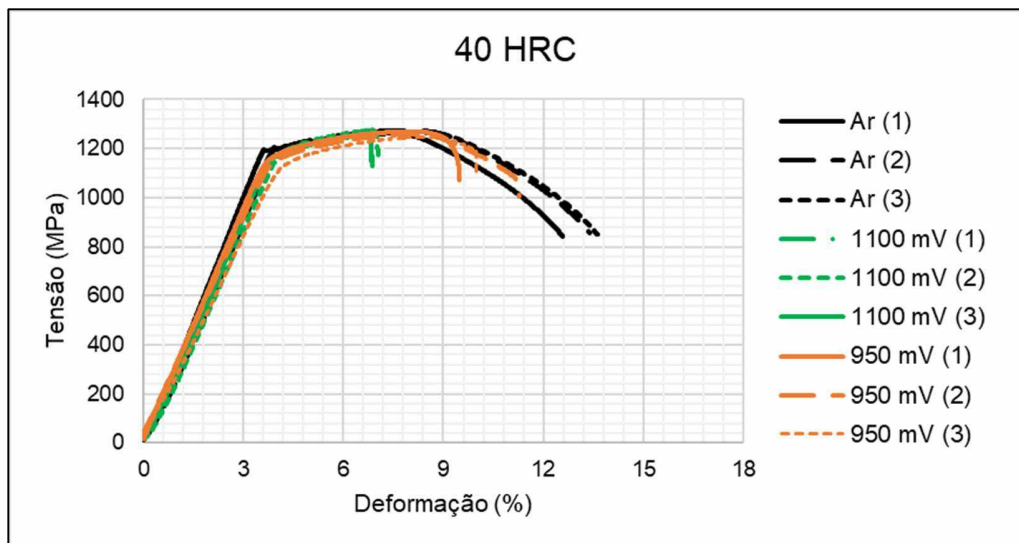


Figura 4.10 - Curvas tensão-deformação para o material com 40 HRC de dureza nas condições ao ar, -950 mV e -1100 mV, três ensaios por condição.

A partir de uma análise estatística (teste de hipóteses) com suporte do *software* Statistica, pode-se concluir que não houve uma diferença significativa no limite de resistência em relação aos ensaios realizados ao ar, para um nível de confiança de 95 %, para as durezas de 36 e 40 HRC como é apresentado na Tab. 4.4. Apenas para a dureza de 32 HRC houve uma alteração desse valor variando de 1035 ± 6 MPa (ao ar) para 1012 ± 7 MPa e 1018 ± 7 MPa, porém, em valores práticos, tal diferença pode ser desconsiderada. O gráfico de probabilidade de resíduos se encontra no Apêndice B.

Tabela 4.4 – Avaliação estatística do limite de escoamento e limite de resistência a tração.

Condição	Limite de Escoamento	Limite de Resistência
	<i>p-value</i>	<i>p-value</i>
32 – 950 mV	0,0490	0,0124
32 – 1100 mV	0,0734	0,0331
36 – 950 mV	0,0027	0,6560
36 – 1100 mV	0,0400	0,4321
40 – 950 mV	0,0059	0,2548
40 – 1100 mV	0,0071	0,2624

Para o limite de escoamento, entretanto, foi observado um p -value inferior a 0,05 em relação aos ensaios realizados ao ar (excetuando a condição 32 – 1100 mV), sendo assim, para um nível de confiança de 95 % há diferença entre as condições, sendo essa propriedade menor em meio hidrogenado, uma diferença entre 13 e 54 MPa para as diferentes condições. Apesar disso, observa-se que os valores são pequenos em relação à grandeza do limite de escoamento, não indicando, portanto, uma variação de grande impacto na prática. Todavia, pode-se afirmar que o hidrogênio tem uma pequena influência nesse fenômeno. Observa-se também que o patamar de escoamento da curva nessa região se alterou em função do potencial aplicado (Fig. 4.11). Vale ressaltar que para aquelas curvas que apresentaram escoamento descontínuo, o limite de escoamento apresentado é referente à tensão de escoamento inferior, enquanto as demais foram determinadas pelo método do *offset* a 0,2% de deformação plástica.

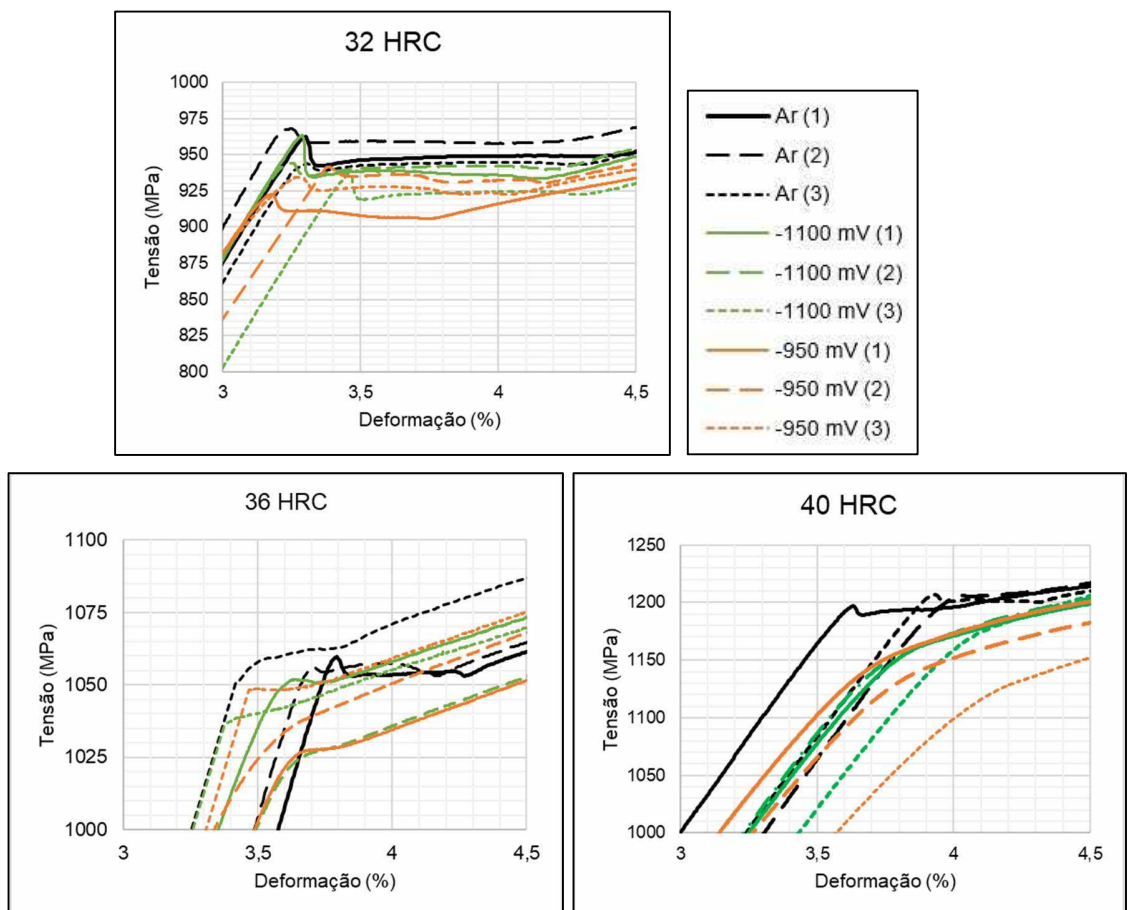


Figura 4.11 - Detalhe da região de escoamento das Figs. 4.8 a 4.10 .

A Figura 4.11 apresenta o detalhe das curvas tensão-deformação das Figs 4.7 a 4.9 na região do escoamento. Observa-se que o patamar de escoamento, presente nos ensaios realizados ao ar, tende a desaparecer ou diminuir com o aumento da dureza e do potencial aplicado. Na condição 40 HRC – 1100 mV já não se observa qualquer indício de um patamar de escoamento. A Tabela 4.5 indica o valor médio de $\Delta\sigma$, sendo este a diferença entre o valor do escoamento descontínuo superior (σ_{sup}) e o valor inferior (σ_{inf}), observa-se que para a dureza de 36 HRC, o valor se aproxima de zero, enquanto para 40 HRC, não existe o patamar ($\Delta\sigma = 0$).

Tabela 4.5 - Valores de tensão no escoamento descontínuo.

$\Delta\sigma = \sigma_{sup} - \sigma_{inf}$	Ao ar	-950 mV	-1100 mV
32 HRC	11,80	8,93	17,40
36 HRC	2,64	0,13	0,22
40 HRC	4,79	0	0

O fenômeno desse patamar no escoamento, ou escoamento descontínuo, comum em aços de baixo carbono, se deve à ocorrência da formação de bandas de escorregamentos de discordâncias (ou banda de Lüders) e o 'bloqueio' destas quando encontram átomos intersticiais (como o carbono). Dessa forma, é necessária uma maior energia para essas bandas vencerem o 'bloqueio' causado pelo campo de tensão local, ou atmosferas de Cottrell, até superar a energia necessária, diminuindo, em seguida, a tensão mecânica aplicada ao sistema. Em aços com baixos teores de elementos intersticiais, como aços *intersticial-free*, ligas de níquel e titânio, esse fenômeno não ocorre.

Observou-se que a presença do hidrogênio diminui a intensidade e ocorrência desse fenômeno. Essa influência também é observada em outros trabalhos experimentais (ZHANG et al., 2018b) e simulações (JIAO; DAN; ZHANG, 2021). Esse fato pode ser utilizado para corroborar com a teoria HELP que sugere que o átomo de hidrogênio diminui a energia necessária para movimentação das discordâncias, facilitando a movimentação das mesmas (LYNCH, 2011; NAGUMO, 2016). Esse fenômeno, na condição mais agressiva mencionada, foi responsável por uma leve diminuição no valor do escoamento do material com 40 HRC: de 1200 ± 7 MPa ao ar para 1171 ± 7 MPa sob potencial de -1100 mV. Tal diminuição não tem efeito prático, visto que é uma redução de apenas 2,4 %. Essa alteração indica que, na presença de hidrogênio, é necessária uma menor tensão para o início da movimentação das discordâncias. O hidrogênio atua como uma blindagem dos campos elásticos causados pelos átomos intersticiais maiores

(carbono) levando a uma diminuição da tensão cisalhante necessária para movimentação das discordâncias.

Por outro lado, os parâmetros envolvendo a ductilidade do material foram afetados pelo hidrogênio de forma mais significativa: alongamento, como observado nos gráficos anteriores, e redução de área, após medição do diâmetro final depois dos ensaios, sendo esse efeito maior sob maiores potenciais catódicos (-1100 mV) e maiores durezas (40 HRC). Os gráficos das Figs. 4.12 e 4.13 apresentam os valores médios obtidos nas diferentes durezas e potenciais catódicos aplicados e o valor do índice de fragilização (HI) para o alongamento plástico (AL) e redução de área (RA), respectivamente.

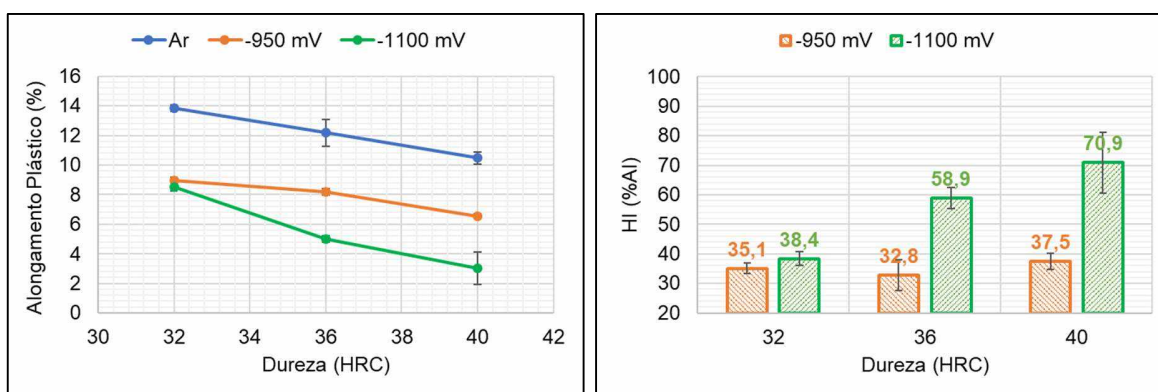


Figura 4.12 - Alongamento plástico e HI (%AL) para os aços nas três condições de dureza ensaiadas. Barras de erro indicam incerteza expandida com probabilidade de abrangência de 95 %.

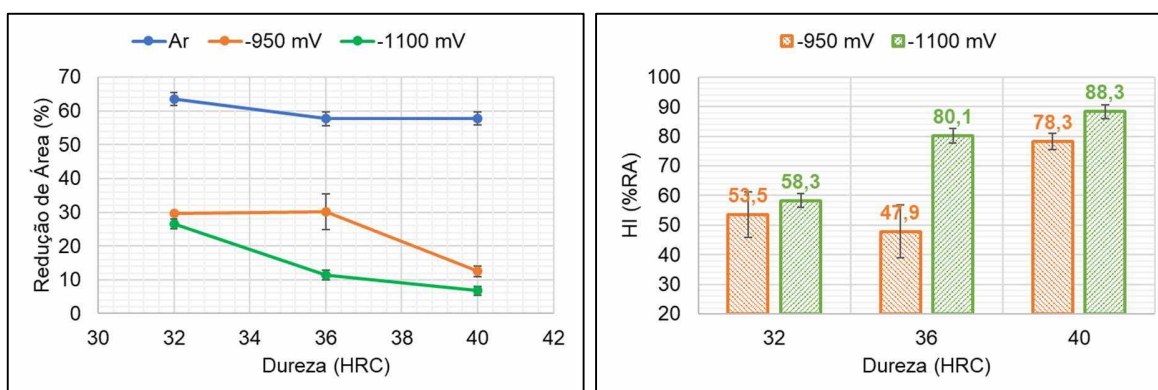


Figura 4.13 - Redução de área e HI (%RA) para os aços nas três condições de dureza ensaiadas. Barras de erro indicam incerteza expandida com probabilidade de abrangência de 95 %.

Os valores de %AI e %RA diminuem com o aumento da dureza e com valores mais negativos de potencial catódico aplicado. A aplicação de potenciais mais negativos favorece a redução do H^+ , fornecendo assim mais hidrogênio disponível para difusão no material. Como a concentração na superfície do material é maior, a força motriz para difusão no interior do material também é superior, levando a um maior valor de coeficiente de difusão e solubilidade. Olden, Thaulow e Johsen (2008) apresentam em seu trabalho valores de coeficiente de difusão para um aço baixa liga em meio de 0,5M de NaCl e referência ao eletrodo de calomelano, para o potencial de -900 mV. Nesse caso, o coeficiente de difusão foi igual a $1,9 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$, enquanto para -1050 mV o valor foi de $1,1 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$, indicando que valores de potenciais mais negativos, aumentam o coeficiente de difusão efetivo.

Para o potencial aplicado de -950 mV, observa-se que os valores de alongamento e redução de área foram semelhantes para os corpos de prova de 32 e 36 HRC, levando, inclusive a um valor ligeiramente superior de HI (maior efeito do hidrogênio) para a condição de 32 HRC (35,1 %) em relação à condição de 36 HRC (32,8 %), visto que o alongamento ao ar é maior para 32 HRC, porém, estatisticamente, levando em conta o valor de incerteza, os índices de fragilização são iguais. Assim sendo, a condição de menor valor de HI, foi 36 HRC – 950 mV, enquanto a condição mais severa foi a 40 HRC – 1100 mV, chegando a valores de HI de 70,9 % e 88,3 %, em relação a AL e RA, respectivamente, mostrando a maior susceptibilidade desse material em altas durezas e maiores potenciais catódicos.

Algumas normas (ASTM F519, 2018b; ASTM F1624, 2018c) determinam a susceptibilidade de um material em relação ao HI, tendo como limites entre 60 – 75 %, dependendo da especificação. Dessa forma, levando em consideração o HI_{RA} , pode-se conceituar como susceptível as condições 40 HRC – 950 mV, 36 HRC – 1100 mV e 40 HRC – 1100 mV. É importante notar que esse resultado corrobora com normas e especificações técnicas internacionais sobre o limite de dureza a ser utilizado em materiais para fixadores submarinos de aços submetidos a proteção catódica, enquanto (BRAHIMI, 2014) cita o limite de 39 HRC. Normas internas de empresa do setor óleo e gás (PETROBRAS, 2018) limitam a dureza máxima para 32 HRC. Por outro lado, o índice HI_{AL} não se mostrou eficiente para realizar essa classificação, por não apresentar resolução suficiente entre as condições ensaiadas. A Tabela 4.6 resume os resultados dos ensaios BTB.

Tabela 4.6 - Resumo dos ensaios BTB apresentando o limite de escoamento (σ_y), limite de resistência (σ_{TS}), alongamento plástico e redução de área nos três níveis de dureza e dois potenciais catódicos aplicados (Nível de confiança 95,45 %).

Condição	σ_y (MPa)	σ_{TS} (MPa)	Along. (%)	RA (%)	
			[HI - %]	[HI]	
32 HRC	-950 mV	924 ± 11	1012 ± 7	9,0 ± 0,2 [35,1]	29,6 ± 0,4 [53,5]
	-1100 mV	931 ± 7	1018 ± 7	8,5 ± 0,3 [38,4]	26,5 ± 1,5 [58,3]
36 HRC	-950 mV	1028 ± 7	1136 ± 8	8,2 ± 0,2 [32,8]	30,1 ± 5,2 [47,9]
	-1100 mV	1022 ± 20	1133 ± 7	5,0 ± 0,2 [58,9]	11,5 ± 1,4 [80,1]
40 HRC	-950 mV	1146 ± 16	1258 ± 11	6,6 ± 1,1 [37,5]	12,5 ± 1,3 [78,3]
	-1100 mV	1171 ± 7	1260 ± 8	3,0 ± 0,1 [70,9]	6,7 ± 1,5 [88,3]

4.1.2. Fractografias

A Figura 4.14 apresenta alguns registros dos corpos de prova após ensaio BTB. Observa-se a perda de ductilidade (redução de área) visível quando comparados os corpos de prova ensaiados ao ar e em meio hidrogenado. Enquanto os ensaios realizados ao ar apresentaram uma configuração típica taça-cone, os demais apresentaram fratura semelhante a corpos de prova de materiais frágeis (CALLISTER; RETHWISCH, 2016), apresentando pequenos índices de estricção nas condições menos severas e nenhum nas condições mais severas.

Pelo menos um corpo de prova de cada condição foi levado ao microscópio eletrônico para avaliação dos micromecanismos da fratura. A Fig. 4.15 apresenta um esquema geral das fraturas. Os corpos de prova ensaiados ao ar apresentaram característica comum de fratura predominantemente dúctil: coalescimento de microvazios na região central do corpo de prova, seguido da fratura abrupta com lábios de cisalhamento (*shear lips*) a 45° junto a superfície. Os ensaios em meio hidrogenado promoveram a fratura com múltiplos locais de iniciação de trinca

na superfície do corpo de prova e uma fratura abrupta por cisalhamento a, aproximadamente, 45° do sentido de aplicação de força.

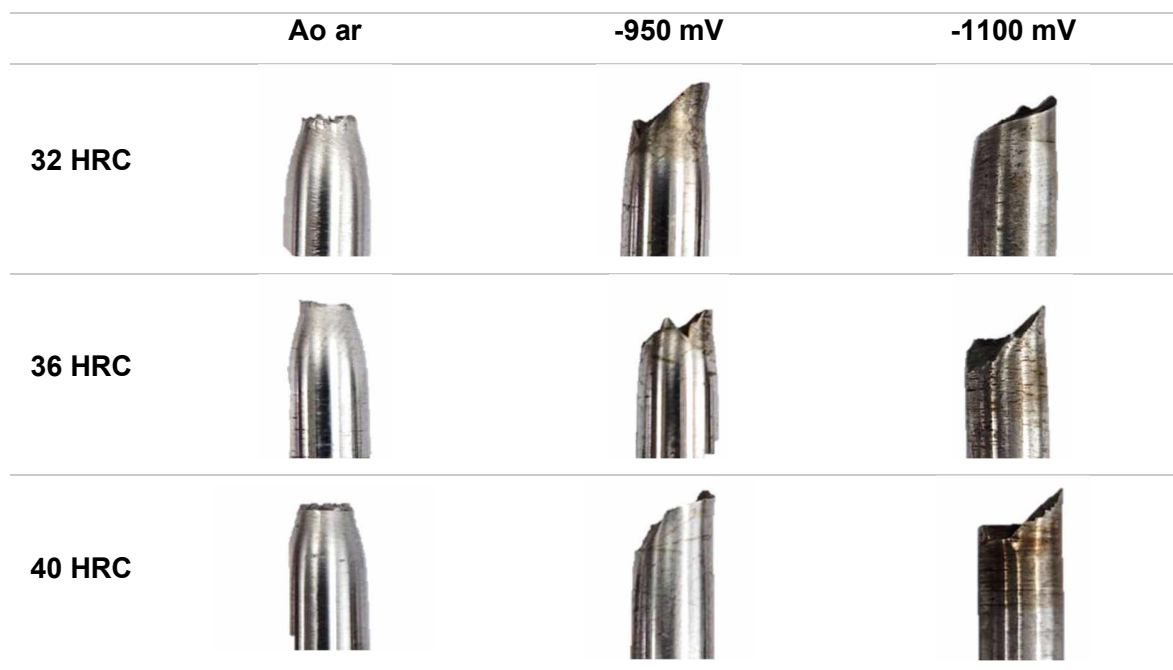


Figura 4.14 - Fraturas dos corpos de prova nos ensaios BTB.

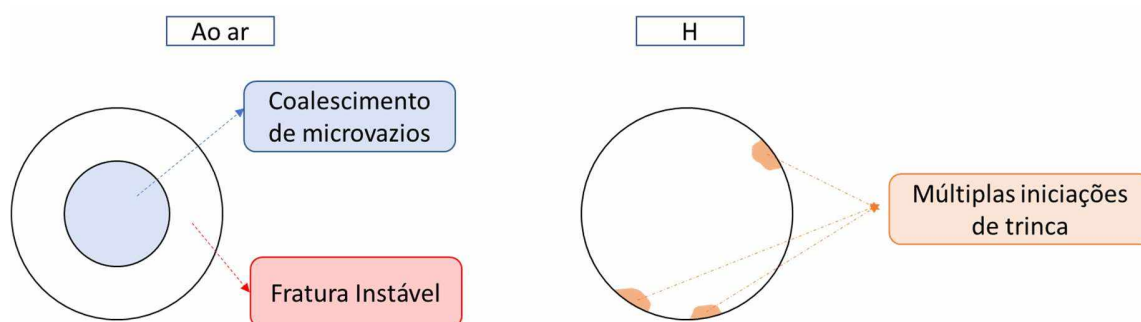


Figura 4.15 - Esquema das fraturas dos corpos de prova BTB.

A fratura dos corpos de prova hidrogenados se inicia na superfície, diferentemente dos ensaios ao ar que se inicia no centro (VENEZUELA et al., 2018). Observou-se também que a quantidade de 'línguas', que indicam a iniciação da trinca nos corpos de prova hidrogenados, como exemplificada na Fig. 4.15, diminui à medida que a dureza aumenta. Esse fato pode estar relacionado à menor tenacidade à fratura destes, ou seja, menor o tamanho de trinca crítica para propagação instável. As fractografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura são

apresentadas nas Figs. 4.16 (ao ar), 4.17(-950 mV) e 4.18 (-1100 mV). Ao ar, todas os corpos de prova apresentaram superfícies de fratura similares: região central dúctil seguido de uma região de propagação instável da trinca.

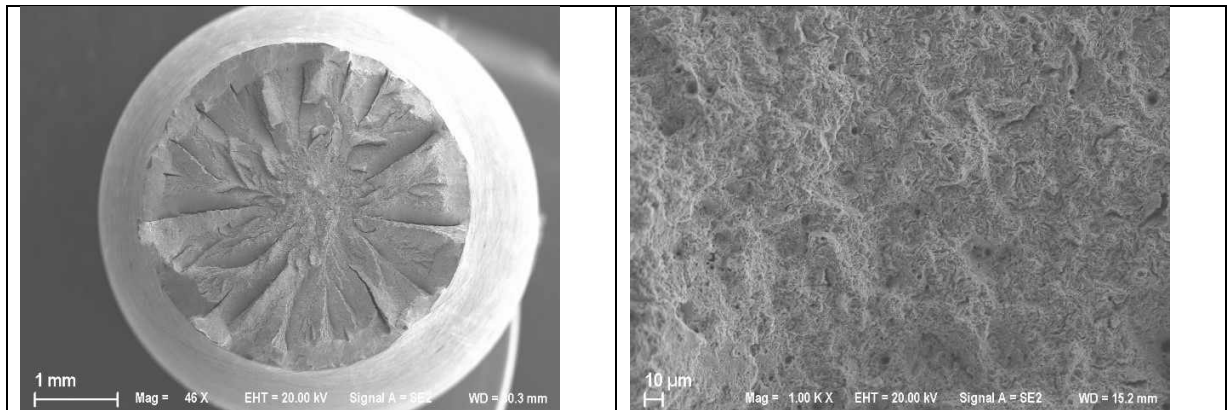


Figura 4.16 - Fratura de corpo de prova ensaiado ao ar com 40 HRC e detalhe da região central (microcavidades).

As fractografias dos corpos de prova com 32 HRC ensaiados em meio hidrogenado apresentaram aspecto de quase-clivagem em ambos os potenciais. Esse aspecto é característico de materiais menos susceptíveis. Os índices de fragilização para essa dureza levando em conta a redução de área foram de: 53,5 % e 58,3 %, para os potenciais de -950 mV e -1100 mV, respectivamente.

Para os corpos de prova com 36 HRC, ensaiados em meio hidrogenado foram encontradas características um pouco diferentes em função do potencial aplicado. Enquanto para o potencial de -950 mV a fratura se assemelha às fraturas de corpos de prova de 32 HRC com aspectos predominantes de quase-clivagem, os ensaios a -1100 mV produziram uma mistura entre características de quase-clivagem e intergranular. Essa mudança pode ser comparada com o HI_{RA} nessas condições: 47,9 % (-950 mV) e 80,1 % (-1100 mV).

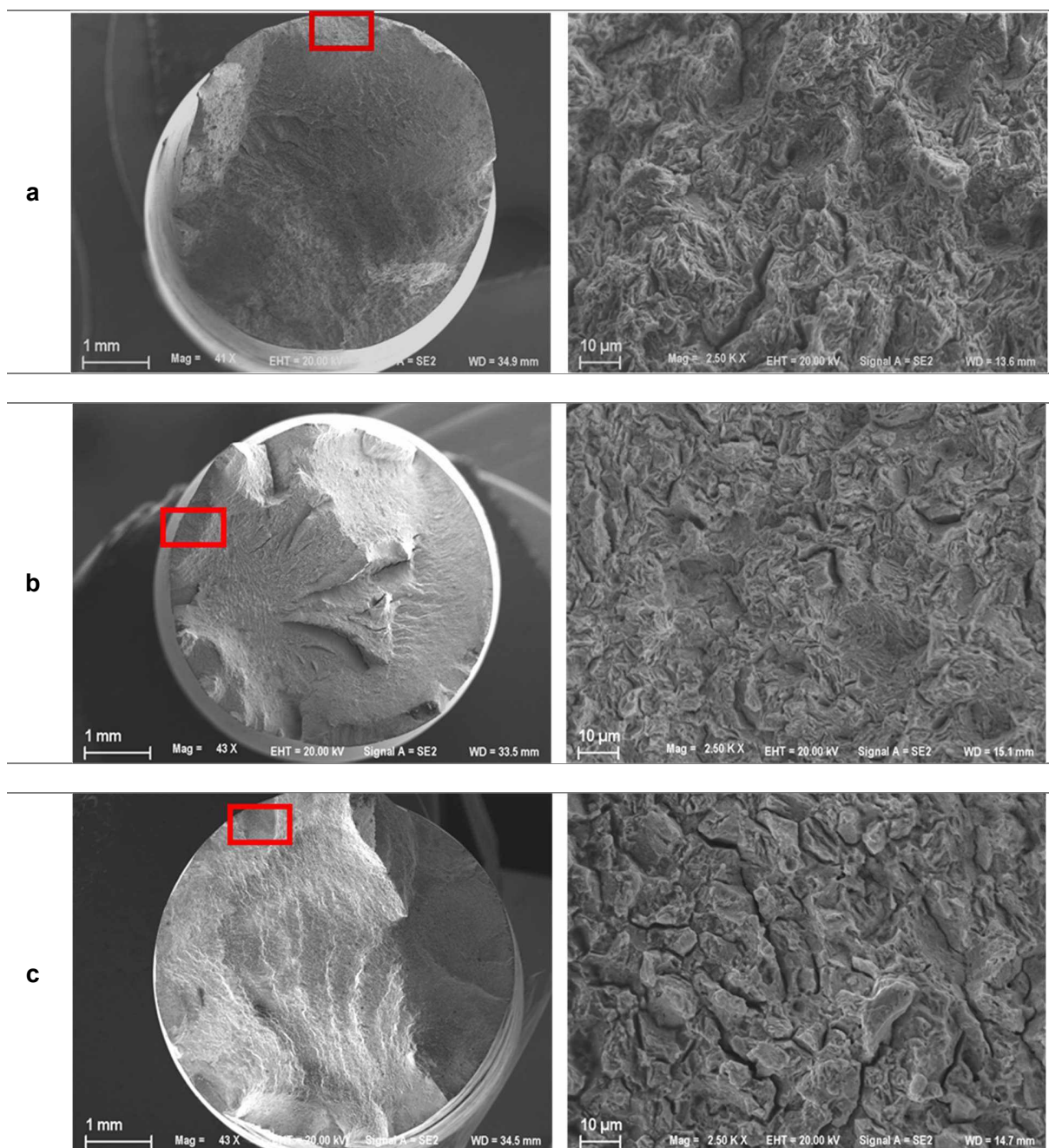


Figura 4.17 - Fractografias dos corpos de prova nos três níveis de dureza (a – 32 HRC; b – 36 HRC e c – 40 HRC) sob o potencial catódico de -950 mV (detalhe em maior aumento da região em vermelho).

Os ensaios realizados a 40 HRC apresentaram caráter predominantemente intergranular, especialmente nos ensaios realizados a -1100 mV. Isso está em conformidade com os resultados da literatura, que indicam que aços mais susceptíveis e/ou condições mais agressivas produzem

uma fratura com característica intergranular (MARTINIANO, 2021b; ZAFRA et al., 2018a). Os ensaios realizados a -950 mV indicaram um HI_{RA} de 78,3 %, enquanto para -1100 mV o HI_{RA} foi de 88,3 %.

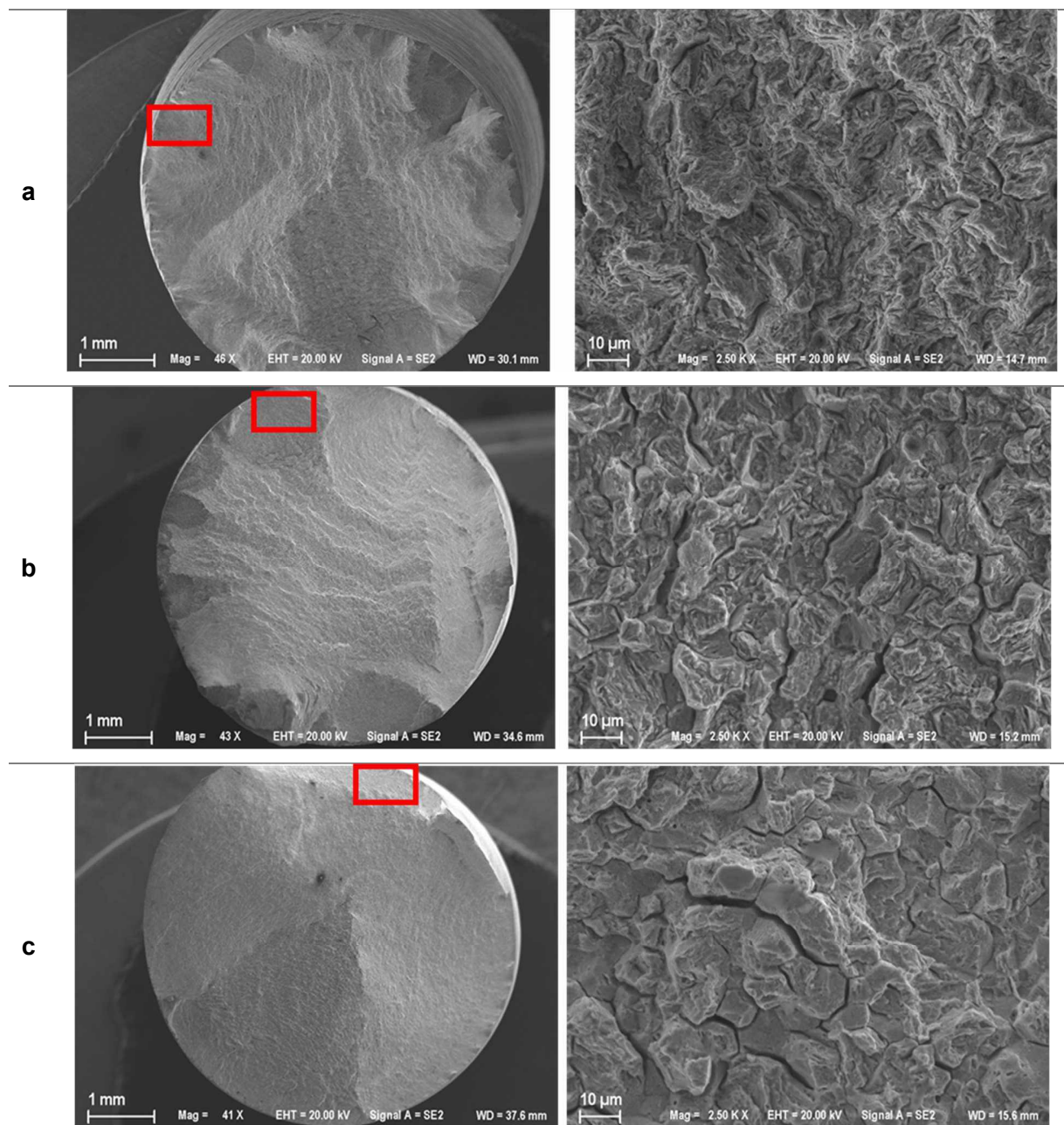


Figura 4.18 - Fractografias dos corpos de prova nos três níveis de dureza (a – 32 HRC; b – 36 HRC e c – 40 HRC) sob o potencial catódico de -1100 mV (detalhe em maior aumento da região em vermelho).

A comparação entre os aspectos das fraturas observados e os resultados de HI_{RA} foi realizada e é apresentada no gráfico da Fig. 4.19. Como citado anteriormente, o aspecto da fratura, embora qualitativo, pode ser relacionado aos índices de fragilização. Para HI_{RA} inferiores a 60 %, a quase-clivagem é o aspecto predominante nas fraturas, enquanto para porcentagens superiores a 80 %, a fratura se apresenta predominantemente intergranular. O intervalo entre esses valores apresenta uma mistura entre esses dois aspectos. É provável que HI_{RA} próximos de zero, ou seja, pouca fragilização, apresentem fraturas semelhantes à fratura ao ar, com presença de *dimples* ou com uma mistura destes com quase-clivagem. Interessante associar os valores limites para aparecimento e totalidade da fratura intergranular com os limites indicados por normas anteriormente citadas.

Igualmente, o índice, mesmo que qualitativo, das porcentagens das diferentes morfologias de fratura pode ser utilizado para avaliar a agressividade do meio ou susceptibilidade de um material após uma falha. Para realizar essa avaliação, é importante mencionar que a relação entre o HI_{AL} e os micromecanismos de fratura, não apresentam uma correlação direta, visto que condições de mesmo HI_{AL} apresentam características de fratura diferentes, como é o caso da condição 32 HRC – 1100 mV [HI_{AL} = 38,4 %] e 40 HRC – 950 mV [HI_{AL} = 37,5 %], enquanto a primeira apresentou predominantemente quase-clivagem, a segunda apresentou uma mistura entre quase-clivagem e fratura intergranular.

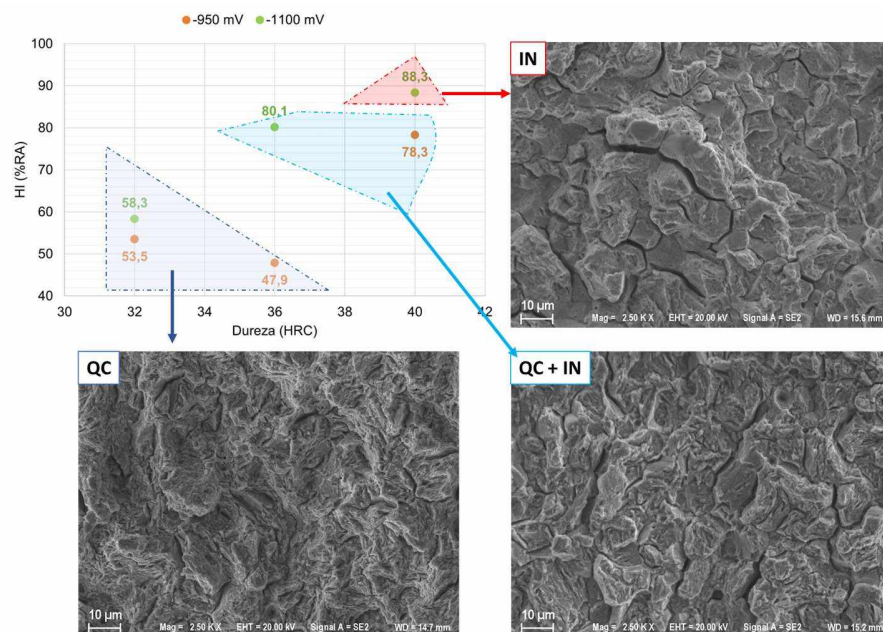


Figura 4.19 - Comparação entre os índices de fragilização em relação à redução de área (HI_{RA}) e os aspectos fractográficos predominantes (QC - quase-clivagem e IN – fratura intergranular).

4.2. Resultados dos Ensaio nBTD

4.2.1. Efeito do Entalhe ao Ar

Para avaliação da susceptibilidade à fragilização por hidrogênio utilizando corpos de prova entalhados, foram comparadas as tensões máximas alcançadas nos ensaios sob proteção catódica (*in-situ*) e nos ensaios ao ar. A presença do entalhe altera o comportamento da curva tensão-deslocamento, visto que, nesses casos a deformação se concentra na região do entalhe, onde as tensões são maiores devido ao fenômeno concentrador de tensão deste, e não uniformemente no corpo de prova, como em ensaios de tração convencionais (sem entalhe). Na Figura 4.20 são comparadas as curvas tensão-deslocamento de um corpo de prova com 36 HRC, obtidas ao ar para as condições seguintes: tração convencional (sem entalhe) e com os entalhes utilizados nesse trabalho (raios de 1,00 mm, 0,20 mm e 0,05 mm). As curvas de tensão-deslocamento para os corpos de prova confeccionados nas outras durezas apresentaram o mesmo comportamento. Vale ressaltar que a tensão é calculada utilizando a seção correspondente à raiz do entalhe (parâmetro 'd' na Fig. 2.29).

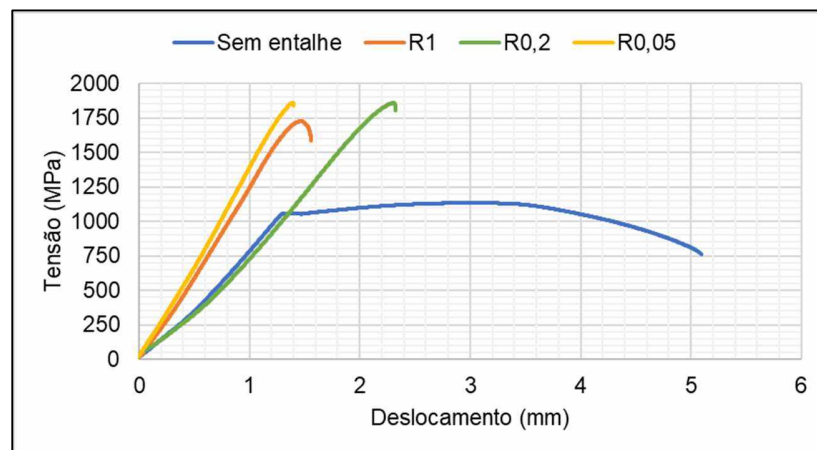


Figura 4.20 - Curvas tensão-deslocamento obtidas ao ar em corpos de prova de 36 HRC, sem entalhe e com entalhes, utilizadas nesse trabalho.

Observa-se que não existe deformação plástica (região não-linear) significativa nos corpos de prova com os diferentes entalhes, quando comparados com os corpos de prova sem entalhe, visto que toda a deformação plástica se encontra na raiz do entalhe. A tensão máxima alcançada nos ensaios com entalhe é superior à tensão limite de resistência para todas as durezas e níveis de entalhe. Esse fenômeno decorre da restrição plástica, que ocorre próximo ao

entalhe (DIETER, 1981). As diferentes inclinações das curvas ocorrem devido ao uso de duas máquinas de tração diferentes que, apesar de serem de mesmo modelo, apresentam rigidez do sistema diferentes. Porém, tal efeito não é danoso ao estudo, visto que a propriedade que está sendo avaliada é a tensão máxima.

A Figura 4.21 apresenta os valores médios das tensões máximas obtidas nos ensaios ao ar dos corpos de prova sem e com os diferentes níveis de entalhe. As barras de erro indicam um nível de confiança de 68,27 %. O uso de entalhe, como mencionado anteriormente, eleva o nível de tensão máxima alcançada pelo corpo de prova. Uma comparação com o limite de resistência à tração (LRT) dos ensaios de tração convencionais pode ser feita. Porém, por apresentar o concentrador de tensão, essa não é uma propriedade intrínseca do material, mas sim dependente da geometria do entalhe, sendo nomeada neste trabalho pela sigla σ_{nBTD} .

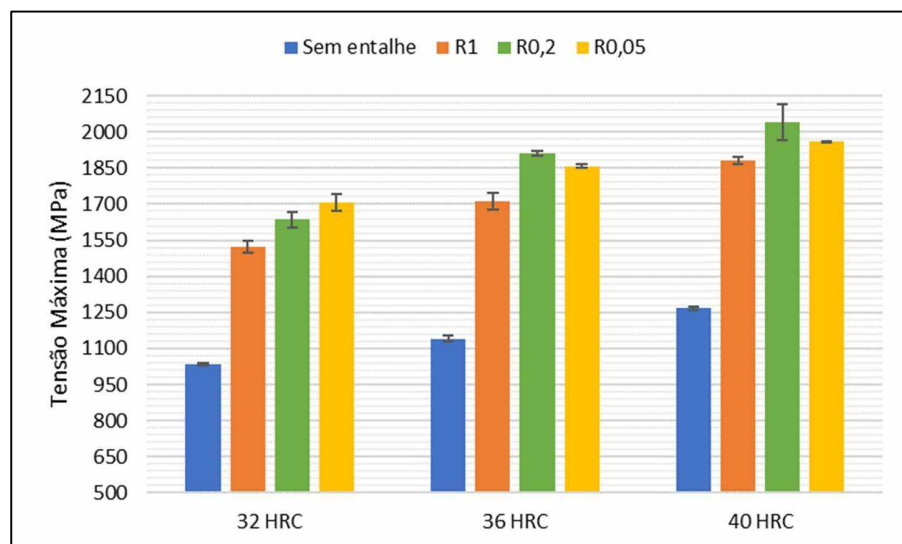


Figura 4.21 - Tensão máxima alcançada nos ensaios ao ar (as barras de erro indicam o desvio padrão para um nível de confiança de 68,27 %).

O uso de entalhes mais agudos (menores valores de raios de entalhe) aumenta o valor de σ_{nBTD} , em especial do raio R1 para R0,2. Todavia, essa diferença é menor quando se comparam os raios R0,2 e R0,05, em especial para as maiores durezas. Observa-se que o aumento da dureza leva também a um aumento da tensão máxima obtida. Os valores obtidos de σ_{nBTD} serão comparados com os valores obtidos nos ensaios hidrogenados para avaliação do índice de hidrogenação $HI_{\sigma nBTD}$.

4.2.2. Velocidade de ensaio

Antes da realização da matriz de teste completa proposta nesse trabalho para os ensaios nBTD, uma pequena matriz foi realizada com o objetivo de determinar a velocidade de ensaio adequada (ASTM G129, 2014). Ensaio envolvendo fragilização por hidrogênio dependem do tempo, visto que o processo é difusional, ou seja, é necessário um tempo adequado para que o hidrogênio se difunda pelo material como determina a Lei de Fick (CALLISTER; RETHWISCH, 2016) e interaja com a microestrutura. Dessa forma, é possível se aproximar de uma condição mais crítica de ensaio, se assemelhando a condição encontrada em campo, onde um componente pode estar submetido a longos tempos de hidrogenação.

Assim sendo, ensaios rápidos não seriam adequados para avaliação dos materiais, sendo necessário determinar uma velocidade adequada, de forma similar à encontrada em outros trabalhos e normas (ASTM G129, 2014; MATSUMOTO; TAKAI, 2017). Com base nesses trabalhos, foram escolhidas as velocidades de teste: 0,005 mm/min e 0,002 mm/min e as condições mais ‘agressivas’ (40 HRC – R0,05 – 1100 mV) e mais ‘suave’ (32 HRC – R1 – 950 mV). Três ensaios foram realizados em cada condição. O ensaio deve ser suficientemente rápido para promover a entrada do hidrogênio no corpo de prova, porém num tempo praticável dentro de laboratório.

Os resultados obtidos são resumidos na Tab. 4.7, juntamente com o resultado do teste estatístico ANOVA *one-way* utilizando *software* Statistica. Os valores de *p-value* obtidos foram de 0,6828 e 0,9557. Assim sendo, considerando um nível de confiança de 95 %, pode-se determinar que não há diferença significativa entre as velocidades 0,005 mm/min e 0,002 mm/min. Resultado semelhante foi encontrado por MATSUMOTO e TAKAI (2017). Além disso, valor semelhante de velocidade foi usado por (ZAFRA et al., 2018a). Portanto, a velocidade de ensaio utilizada nos demais ensaios nBTD foi de 0,005 mm/min, por se encontrar dentro do patamar de velocidade descrito no item 2.3. e ser um tempo de ensaio praticável (8 – 12 h de ensaio).

Tabela 4.7 – Análise estatística *one-way* ANOVA para avaliação das velocidades de ensaio..

Condição	0,005 mm/min	0,002 mm/min	<i>p-value</i>
32 HRC R1 – 950 mV	1534 ± 34	1525 ± 10	0,6828
40 HRC R0,05 – 1100 mV	1015 ± 109	1008 ± 174	0,9557

4.2.3. Simulações FEA: tensão hidrostática

A simulação via elementos finitos para determinação do perfil de tensão hidrostática do material, em função do raio do entalhe utilizado, busca avaliar o efeito desta tensão na fragilização por hidrogênio desses materiais. Essa análise foi realizada, pois tanto a difusão desse elemento, quanto a falha do material são dependentes do pico de tensão hidrostática que o material atinge (CAYÓN et al., 2021a; WANG; AKIYAMA; TSUZAKI, 2005a), especialmente em aços de alta dureza (LUFRAÑO; SOFRONIS, 1998).

As Figuras 4.22 e 4.23 apresentam o perfil de tensão hidrostática obtido via método dos elementos finitos ao longo da espessura do corpo de prova em diferentes níveis de tensão mecânica aplicada e diferentes raios de entalhe. Observa-se que o pico de tensão hidrostática aumenta com o aumento da tensão aplicada e se desloca em direção ao centro do corpo de prova, para um mesmo raio de entalhe utilizado. Porém, esse aumento e deslocamento diminuem quanto menor o raio do entalhe utilizado. Enquanto para o raio de 1,00 mm (R1), o pico se encontra em 770 MPa a 0,42 mm da raiz do entalhe, aproximadamente, quando é aplicado 1000 MPa. A aplicação de 1200 MPa sobre o corpo de prova leva esse pico para cerca de 870 MPa a 0,70 mm da raiz do entalhe, na condição 32 HRC (Fig. 4.22).

O uso de raios de entalhe mais agudos, conseqüentemente maiores valores do fator concentrador de tensão, fazem com que o pico de tensão hidrostática se desloque para uma região mais próxima à raiz do entalhe, para um mesmo nível de tensão aplicada. Por exemplo, para a tensão de 1200 MPa, o pico de tensão se desloca da posição 1450 MPa à 0,22 mm da raiz utilizando raio de 0,20 mm (R0,2), para 1850 MPa à 0,10 mm da raiz utilizando raio de 0,05 mm (R0,05), considerando a dureza de 40 HRC.

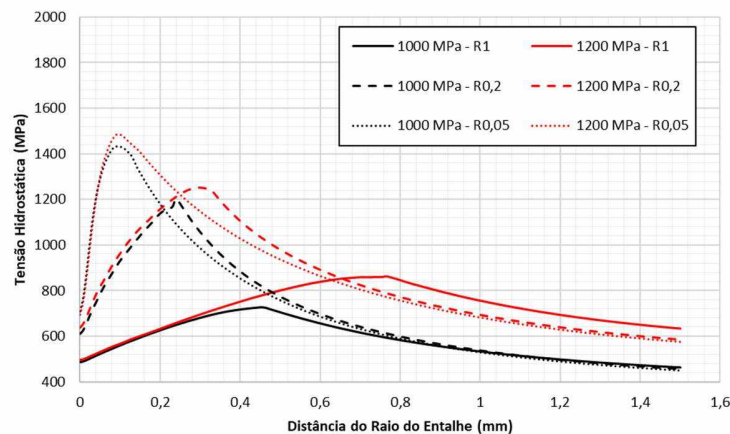


Figura 4.22 - Perfis de tensão hidrostática no aço com 32 HRC em diferentes condições de carregamento e raio de entalhe.

Outro fator a ser observado é o aumento do pico de tensão hidrostática e ligeiro deslocamento do mesmo para locais mais próximos ao entalhe quando a dureza do material, e consequentemente o limite de escoamento, aumenta de 32 HRC para 40 HRC. A condição com 36 HRC apresentou curvas intermediárias entre as apresentadas nas Figs. 4.22 e 4.23.

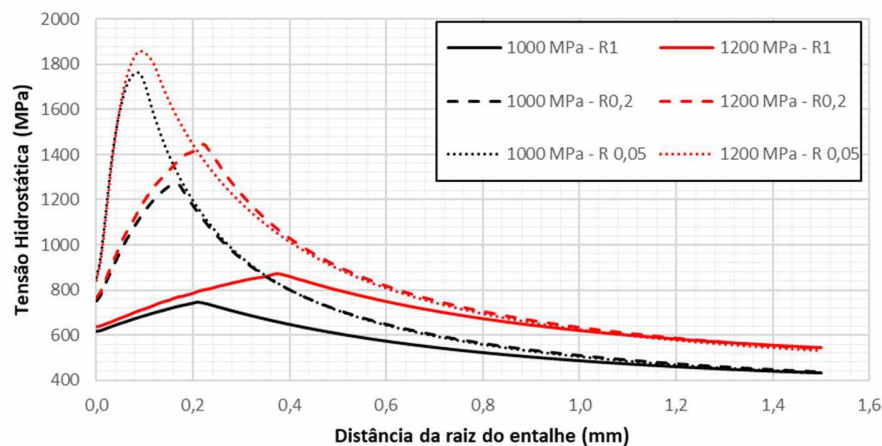


Figura 4.23 - Perfis de tensão hidrostática no aço com 40 HRC em diferentes condições de carregamento e raio de entalhe.

Observa-se que, com exceção da condição 32 HRC – R1, os maiores valores de tensão hidrostática estão numa distância de até 0,50 mm em relação à raiz do entalhe, sendo essa região menor (mais próximo da raiz do entalhe) quanto maior a dureza do material e menor o raio do entalhe. Como será apresentado adiante, a condição 32 HRC – R1 falhou de forma dúctil, sem ação do hidrogênio. Em seções posteriores, o perfil de tensão hidrostática será comparado com o índice de hidrogênio ($HI_{\sigma_n\text{BTD}}$) obtido nos ensaios nBTD e com as fractografias obtidas nesses ensaios.

4.2.4. Efeito da Dureza e Potencial Catódico

O resultado dos ensaios nBTD são apresentados nas Figs. de 4.24 a 4.29: os valores de tensão máximas alcançadas nos ensaios nos diferentes níveis de entalhe, para os três níveis de dureza e os dois níveis de potenciais catódicos, comparados com os valores obtidos ao ar. Os eixos das ordenadas foram ajustados para melhor visualização em cada caso. São apresentados também os valores de $HI_{\sigma_n\text{BTD}}$, calculados de acordo com a Eq. (4.1). Dessa forma, valores mais próximos de 100% indicam um maior índice de susceptibilidade.

$$HI_{n_BTD} = \frac{\sigma_{nBTD_{ar}} - \sigma_{nBTD_H}}{\sigma_{nBTD_{ar}}} \times 100\% \quad (4.1)$$

Na condição de entalhe menos agressiva, ou seja, entalhe mais suave (R1 – Figs. 4.24 e 4.25) é possível perceber que a dureza de 32 HRC não houve diferença significativa entre os valores obtidos ao ar e em meio hidrogenado, para as duas condições (-950 mV e -1100 mV). Enquanto para a dureza de 36 HRC, apenas a condição de -1100 mV apresentou uma queda no valor da tensão máxima, mesmo assim, a queda foi pequena, variando de 1712 ± 35 MPa ao ar para 1659 ± 6 MPa ($HI_{\sigma_{nBTD}} = 3,1 \%$).

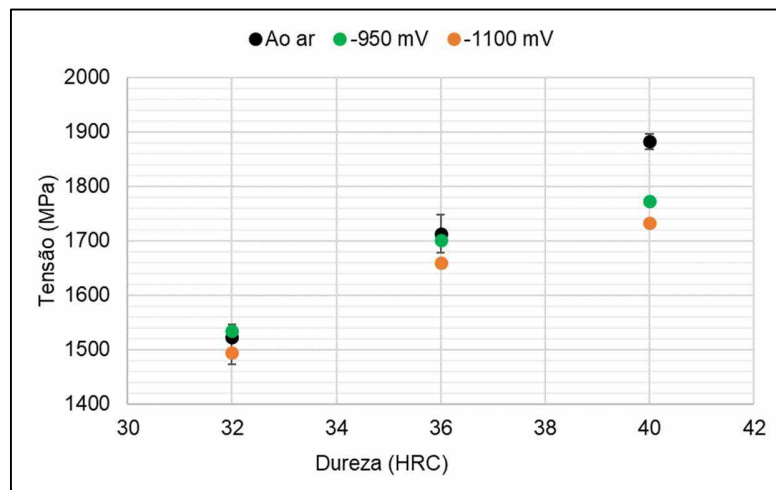


Figura 4.24 - Resultados dos ensaios nBTD para a condição de entalhe R1.

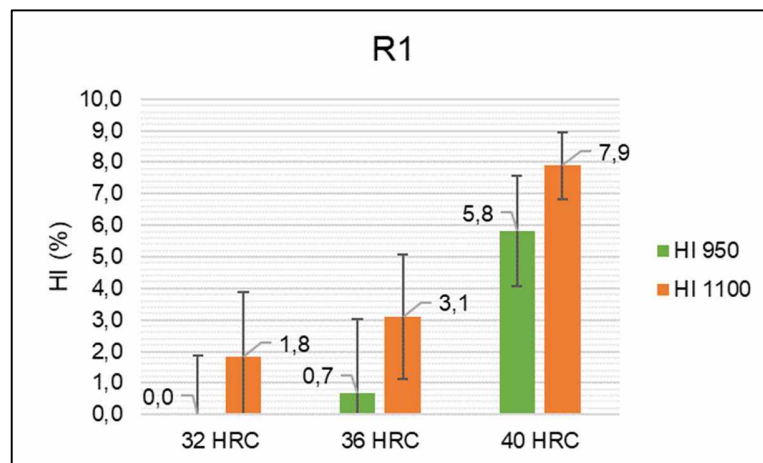


Figura 4.25 - Índices de fragilização (HI) para o raio R1, as barras de erro indicam uma incerteza expandida com probabilidade de abrangência de 95 %.

Nesse valor de raio de entalhe (R1), apenas os corpos de prova com 40 HRC apresentaram uma perda maior da tensão máxima alcançada, caindo de 1882 ± 14 MPa para 1773 ± 30 MPa e 1733 ± 20 MPa, nas condições de -950 mV e -1100 mV, respectivamente. Tais valores indicam um índice de fragilização $HI_{\sigma_n\text{BTD}}$ equivalente a 5,8 % e 7,9 %.

Diminuindo o raio do entalhe (R0,2), conseqüentemente aumentando o valor do pico de tensão hidrostática, observam-se maiores valores das tensões obtidas ao ar, porém menores valores obtidos em meio hidrogenado para todas as condições (Figs. 4.26 e 4.27). Para valores de dureza de 32 HRC, a tensão máxima caiu de 1636 ± 31 MPa para 1482 ± 49 e 1383 ± 40 MPa. Para a dureza de 36 HRC, essa queda foi de 1911 ± 11 MPa para 1532 ± 74 MPa e 1404 ± 99 MPa. A maior queda das propriedades mecânicas foi observada nos corpos de prova de 40 HRC. Sua tensão máxima ao ar foi de 2041 ± 73 MPa. No potencial de -950 mV, o valor foi de 1333 ± 169 MPa e para -1100 mV atingiu 1139 ± 95 MPa.

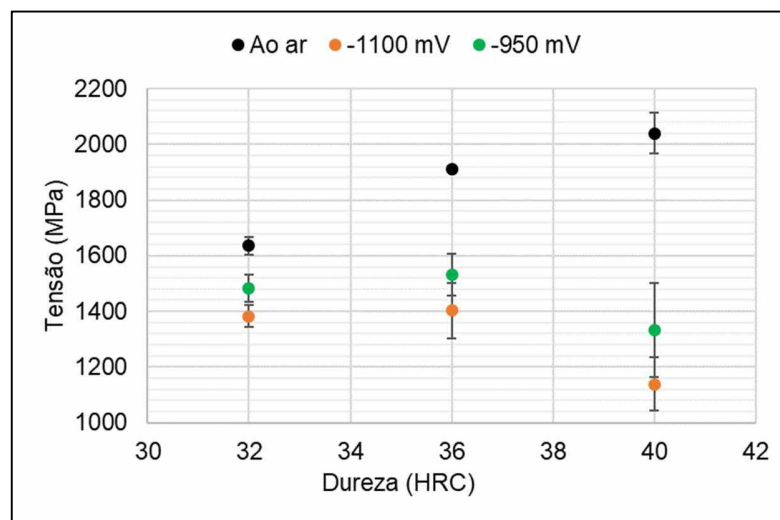


Figura 4.26 - Resultados dos ensaios nBTD para a condição de entalhe R0,2.

O efeito do hidrogênio também pode ser observado avaliando os índices de fragilização envolvendo a tensão máxima (Fig. 4.27), atingindo valores de 44,2 % na condição mais agressiva. Na seção seguinte tais valores serão comparados com as respectivas fractografias. Observa-se que a dispersão dos resultados, representada pelo valor de desvio padrão, evidenciado pelo tamanho das barras de erro, é maior quanto maior a dureza do material. Tal fato será abordado posteriormente.

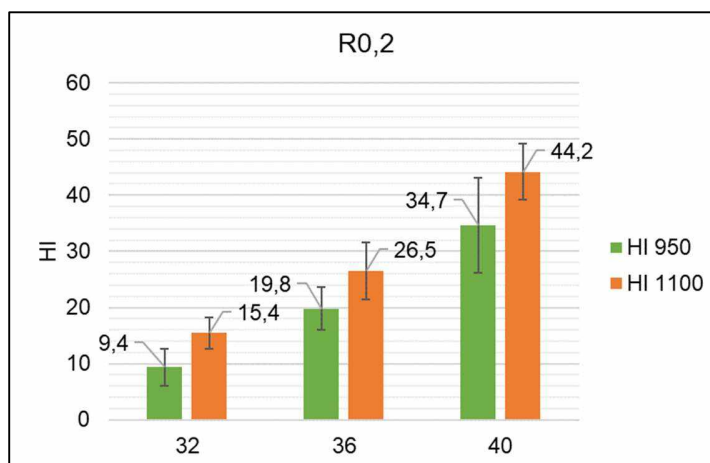


Figura 4.27 - Índices de fragilização (HI) para o raio R0,2, as barras de erro indicam uma incerteza expandida com probabilidade de abrangência de 95 %.

A condição R0,05 (Figs. 4.28 e 4.29) apresentou os maiores valores de HI, ou seja, foi a condição mais agressiva em todos os níveis de dureza e potenciais catódicos aplicados. O maior índice de fragilização obtido foi utilizando os parâmetros 40 HRC -1100 mV, obtendo um $HI_{\sigma_{nBTD}}$ igual a de 48,2 %. Os corpos de prova com 32 HRC e a condição 36 HRC – 950 mV apresentaram $HI_{\sigma_{nBTD}}$ semelhantes à condição R0,2.

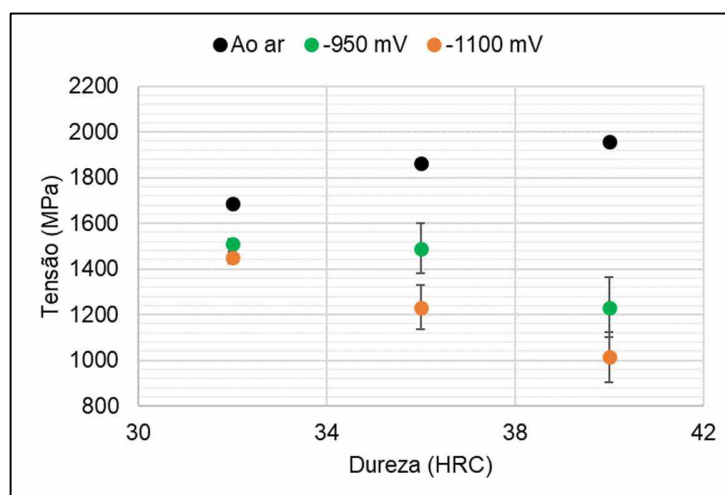


Figura 4.28 - Resultados dos ensaios nBTD para a condição de entalhe R0,05.

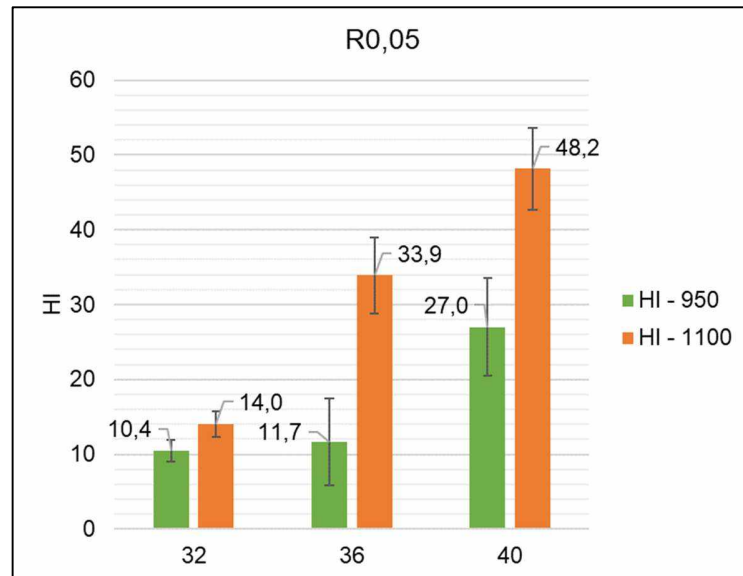


Figura 4.29 - Índices de fragilização (HI) para o raio R0,05, as barras de erro indicam uma incerteza expandida com probabilidade de abrangência de 95 %.

4.2.5. Fractografias

De forma semelhante às fractografias obtidas nos ensaios BTB, os corpos de prova entalhados apresentaram diferentes morfologias de fratura, de acordo com o potencial catódico aplicado, dureza do material e raio do entalhe. Observou-se que, à medida que a agressividade do ensaio aumenta, o nível de fratura intergranular também é aumentado. Inicialmente serão discutidas as fraturas da condição R1, em seguida da R0,2 e R0,05. São apresentadas duas fractografias por condição; uma macrofractografia e um registro de região próxima ao entalhe (até 500 μm), local onde o pico de tensão hidrostática é maior, como observado anteriormente.

Os corpos de prova com raio de entalhe 1,00 mm apresentaram características de fratura dúctil em algumas condições, sendo o mecanismo de falha semelhante aos observados em ensaios de tração convencional em corpos de prova liso em ambiente inerte (ao ar). Esse fato ocorreu nas condições com 32 HRC (Fig. 4.30) e na condição 36 HRC – 950 mV (Fig. 4.31). Apenas nas condições mais agressivas: 36 HRC – 1100 mV e nos ensaios com 40 HRC (Fig. 4.32) em meio hidrogenado, a morfologia da fratura apresenta características comuns de amostras fragilizadas por hidrogênio (quase-clivagem) na região próxima ao entalhe. Considerando os índices de fragilização apresentados anteriormente (Fig. 4.25), é interessante notar que os menores valores de HI (inferior a 3 %) apresentaram, em sua fratura, característica de fratura dúctil, enquanto valores intermediários apresentaram aspectos de quase-clivagem.

A condição do entalhe R1, apresenta um menor nível de pico e gradiente de tensão hidrostática em todos os níveis de dureza, dessa forma a combinação $\sigma_h + [H]$ no pico de tensão hidrostática se mostrou insuficiente para reduzir as propriedades do material, levando a uma falha do material, fazendo com que o mesmo falhe por escoamento plástico de forma dúctil e não pelo efeito do hidrogênio nas suas propriedades nas condições 32 HRC (950 e 1100 mV) e 36 HRC (950 mV).

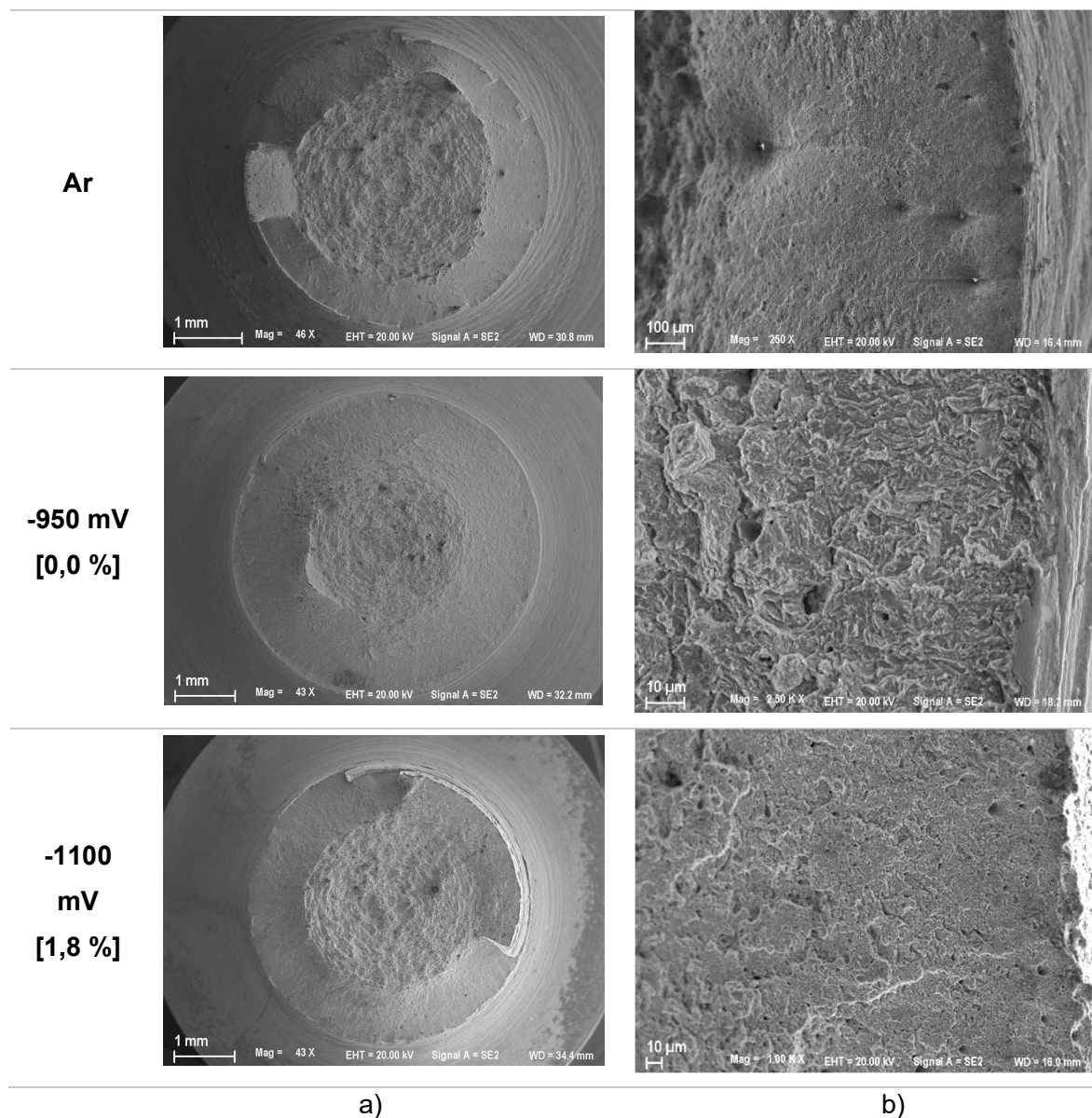


Figura 4.30 - Fractografias dos corpos de prova na condição R1 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.

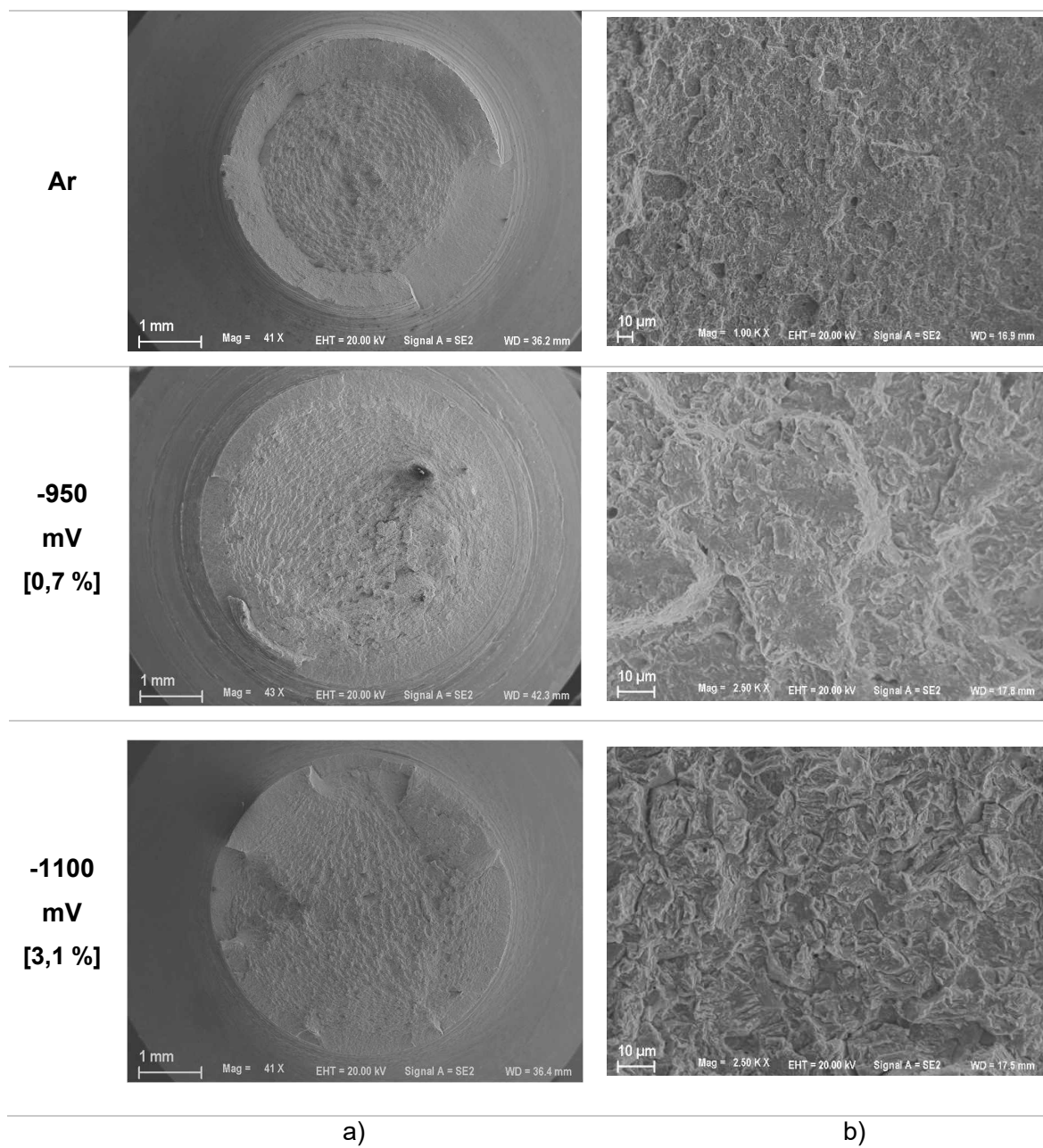


Figura 4.31 - Fractografias dos corpos de prova da condição R1 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.

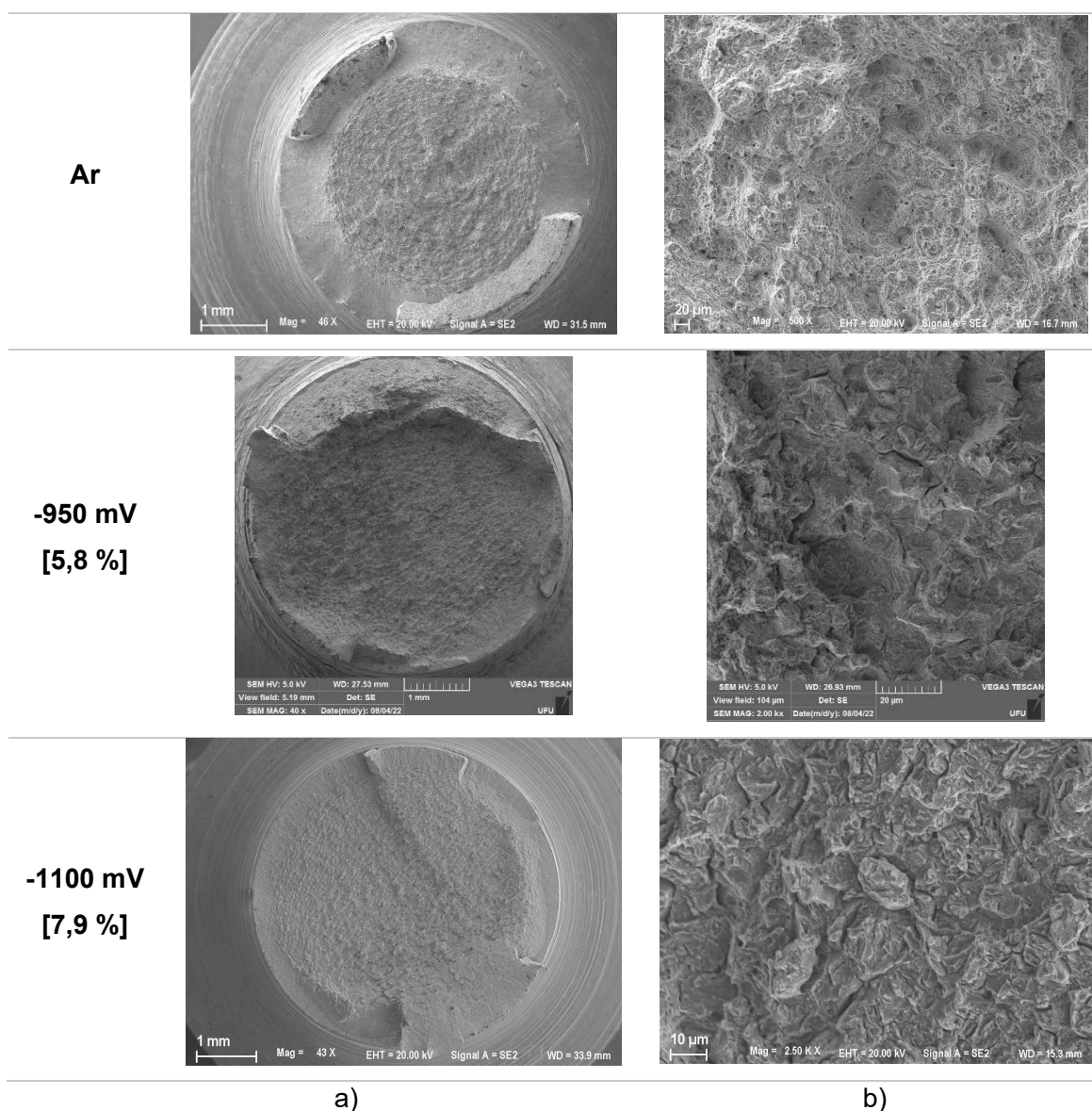


Figura 4.32 - Fractografias dos corpos de prova da condição R1 - 40 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.

Em seguida, as fractografias da condição R0,2 são apresentadas. Nesse caso, todas as fraturas apresentaram características marcantes de falha assistida pelo hidrogênio. Nas menores durezas e menor potencial catódico aplicado, a morfologia predominante foi de quase-clivagem, enquanto para maiores durezas e potencial catódico de -1100 mV, a intergranularidade foi o aspecto dominante. A Fig. 4.33 apresenta as fractografias para a condição R0,2 – 32 HRC. Observa-se que as condições em meio hydrogenado são diferentes ao ensaio realizado em meio

inerte. Ao ar, o corpo de prova apresenta aspectos predominantemente dúctil, enquanto no potencial -950 mV, condição de hidrogenação menos agressiva, a fratura apresenta características de quase-clivagem. A condição -1100 mV, apresenta um misto entre fratura intergranular e quase-clivagem, predominando esse último.

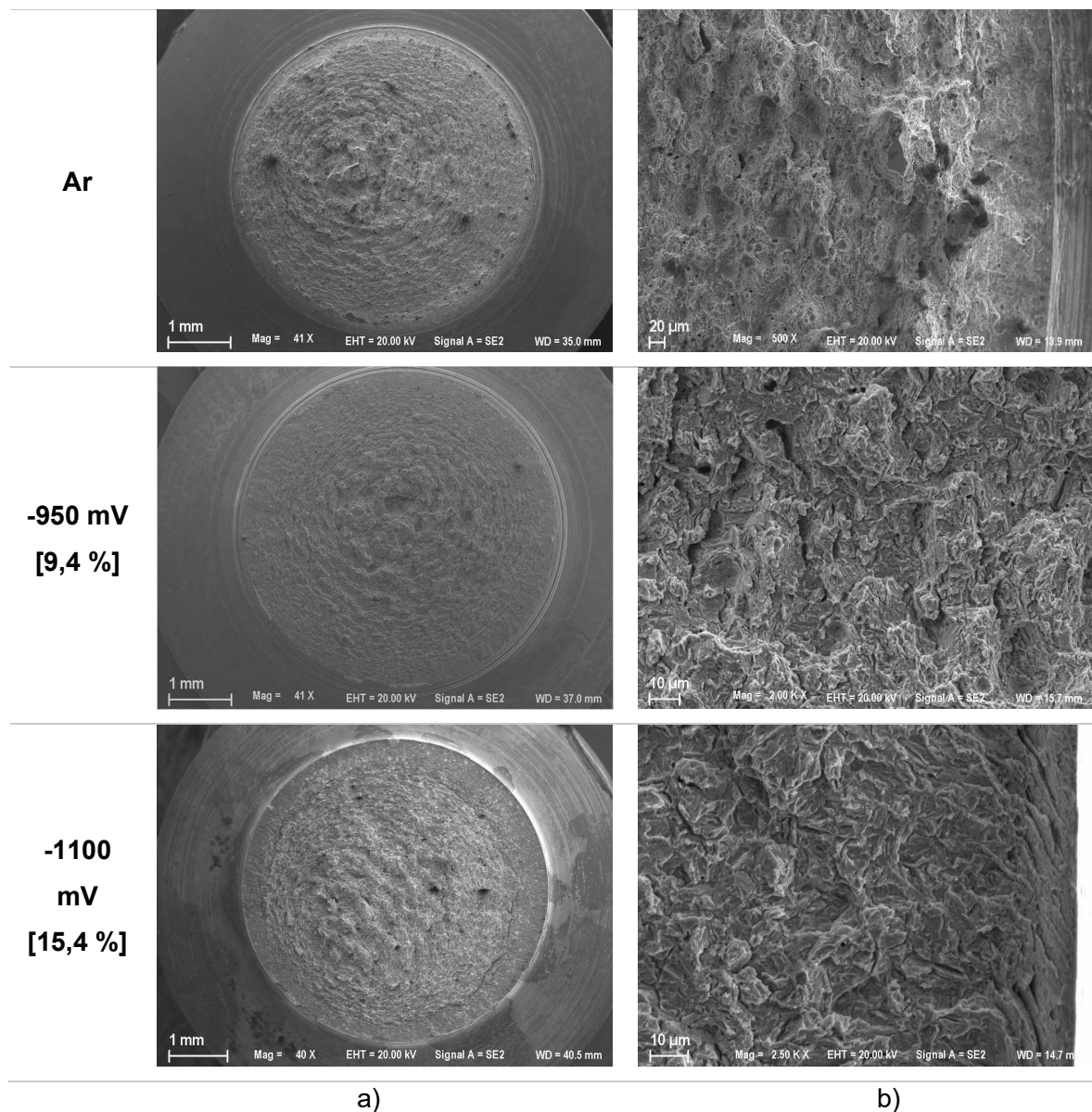


Figura 4.33 - Fractografias dos corpos de prova da condição R0,2 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo à raiz do entalhe.

Os corpos de prova com 36 HRC na condição R0,2 (Fig. 4.34) apresentaram fraturas ao ar semelhante aos casos anteriores. Para a condição -950 mV, a fratura já apresenta um misto de fratura intergranular e quase-clivagem, no ensaio realizado a -1100 mV a fratura apresentou esse misto de morfologias, porém com maior presença de intergranularidade. Nessa condição, os HI_{σ_nBTD} foram de 19,8 % (950 mV) e 26,5 % (1100 mV).

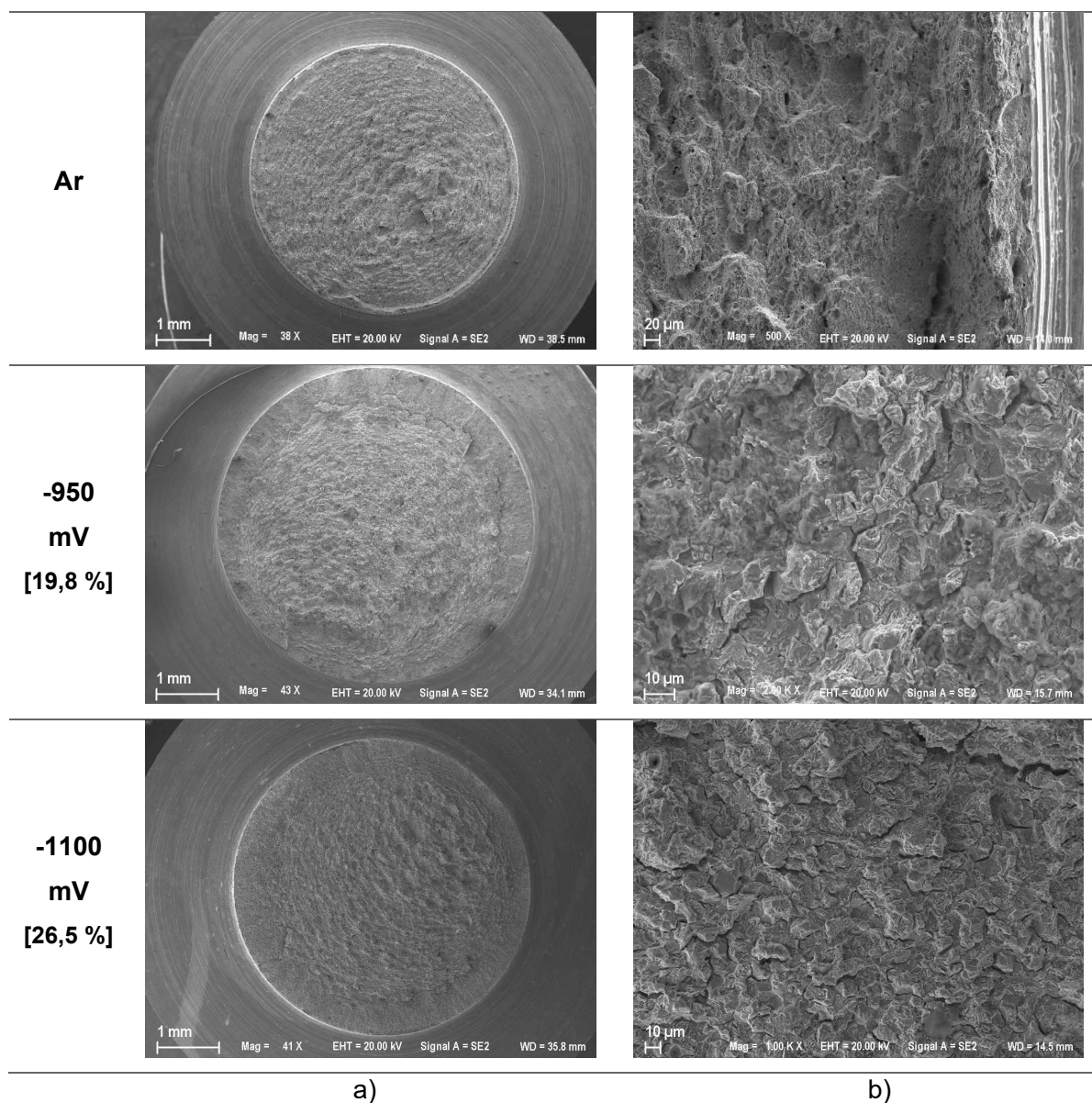


Figura 4.34 - Fractografias dos corpos de prova da condição R0,2 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.

A condição 40 HRC – R0,2 (Fig. 4.35) apresentou características semelhantes a anteriormente apresentada. Ambas as condições de meio hidrogenado (-950 mV e -1100 mV) apresentaram um forte caráter intergranular. Suas tensões de falha foram de 1333 ± 169 MPa e 1139 ± 95 MPa. Quando comparados com o valor da tensão obtida no ensaio ao ar (2041 ± 73 MPa), obtêm-se índices de fragilização equivalentes a 34,7 % e 44,2 % para as condições de -950 mV e -1100 mV, corroborando com o fato de que um maior HI indica um maior fator intergranular nas fraturas.

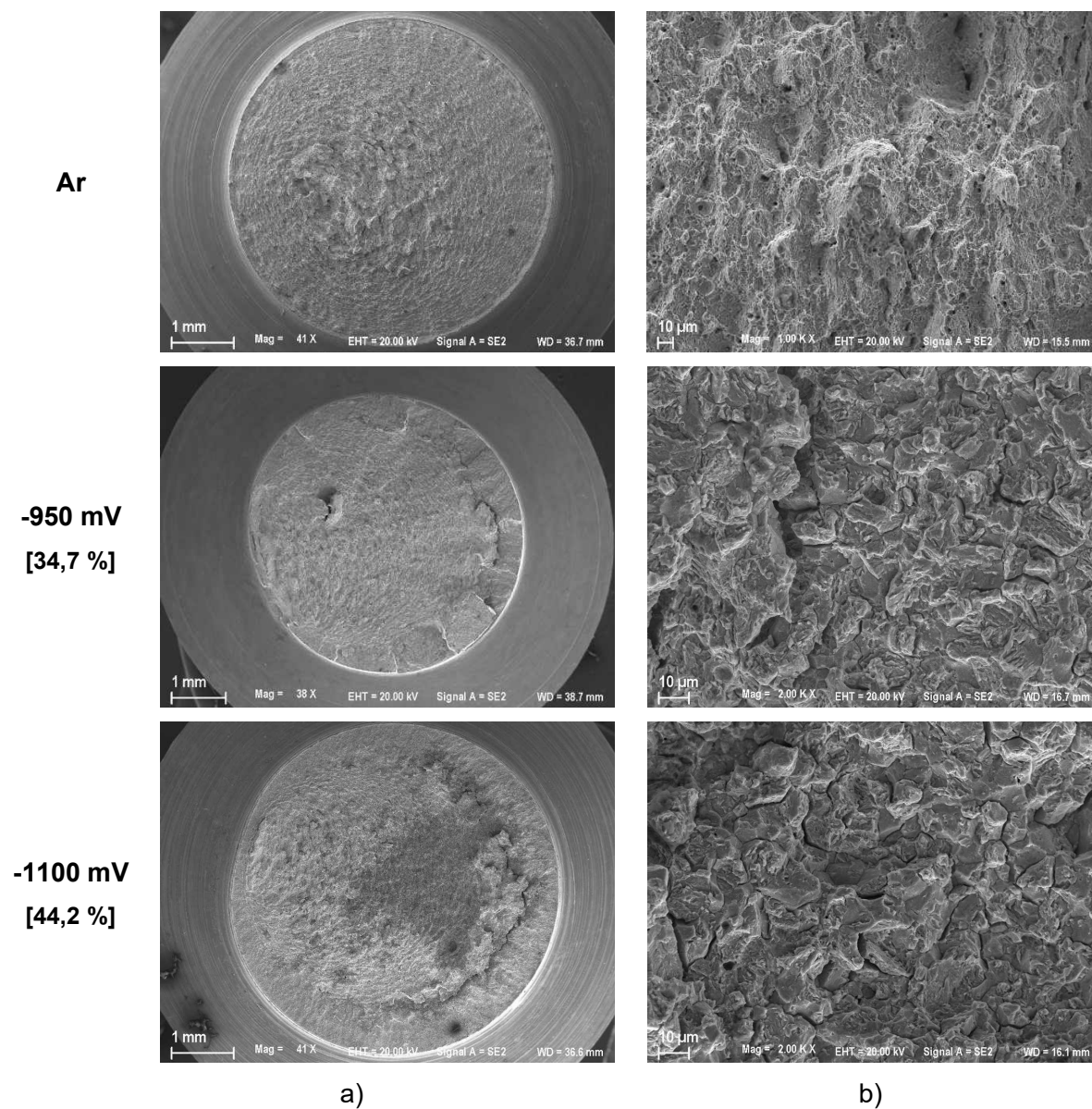


Figura 4.35 - Fractografias para a condição 40 HRC - R0,2; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.

A condição R0,05, menor raio de entalhe utilizado e, conseqüentemente, maiores picos de tensão hidrostática quando comparados às demais configurações, apresentou uma maior presença de fratura intergranular nas fractografias observadas. Os corpos de prova ensaiados com a dureza de 32 HRC (Fig. 4.36) apresentaram uma fratura predominantemente por quase-clivagem, tanto para a condição de -950 mV, quanto para -1100 mV. Ambas as condições de potencial catódico apresentaram índices de fragilização HI semelhantes: 10,4 % e 14,0 %.

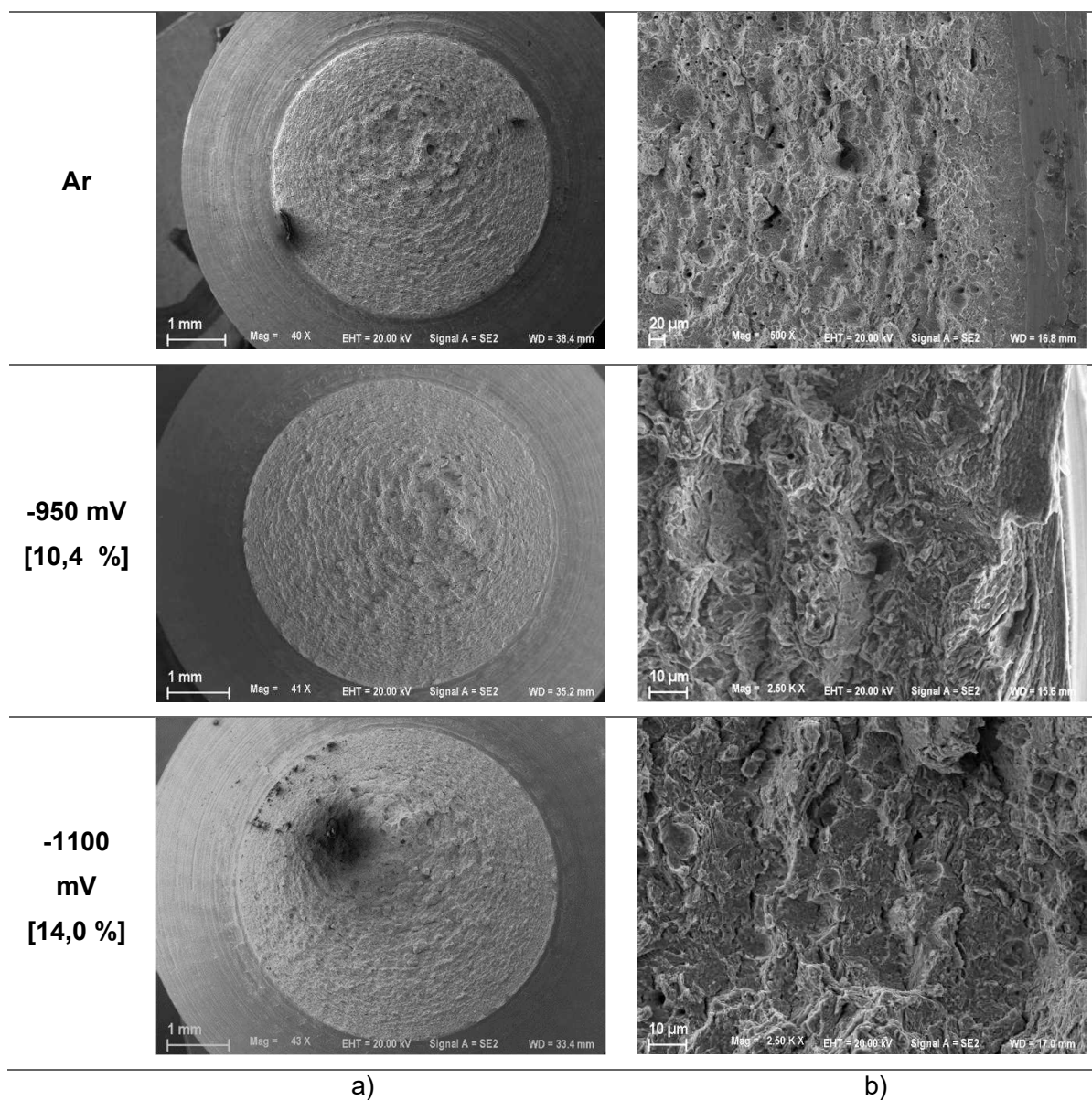


Figura 4.36 – Fractografias para a condição R0,05 - 32 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.

Para os corpos de prova com dureza de 36 HRC (Fig. 4.37), as fraturas em meio hidrogenado apresentaram um misto entre quase-clivagem e fratura intergranular para a condição de -950 mV, cujo HI foi igual a 20,0 %, enquanto sob potencial de -1100 mV a fratura foi predominantemente intergranular; o HI nesta foi de 33,9 %.

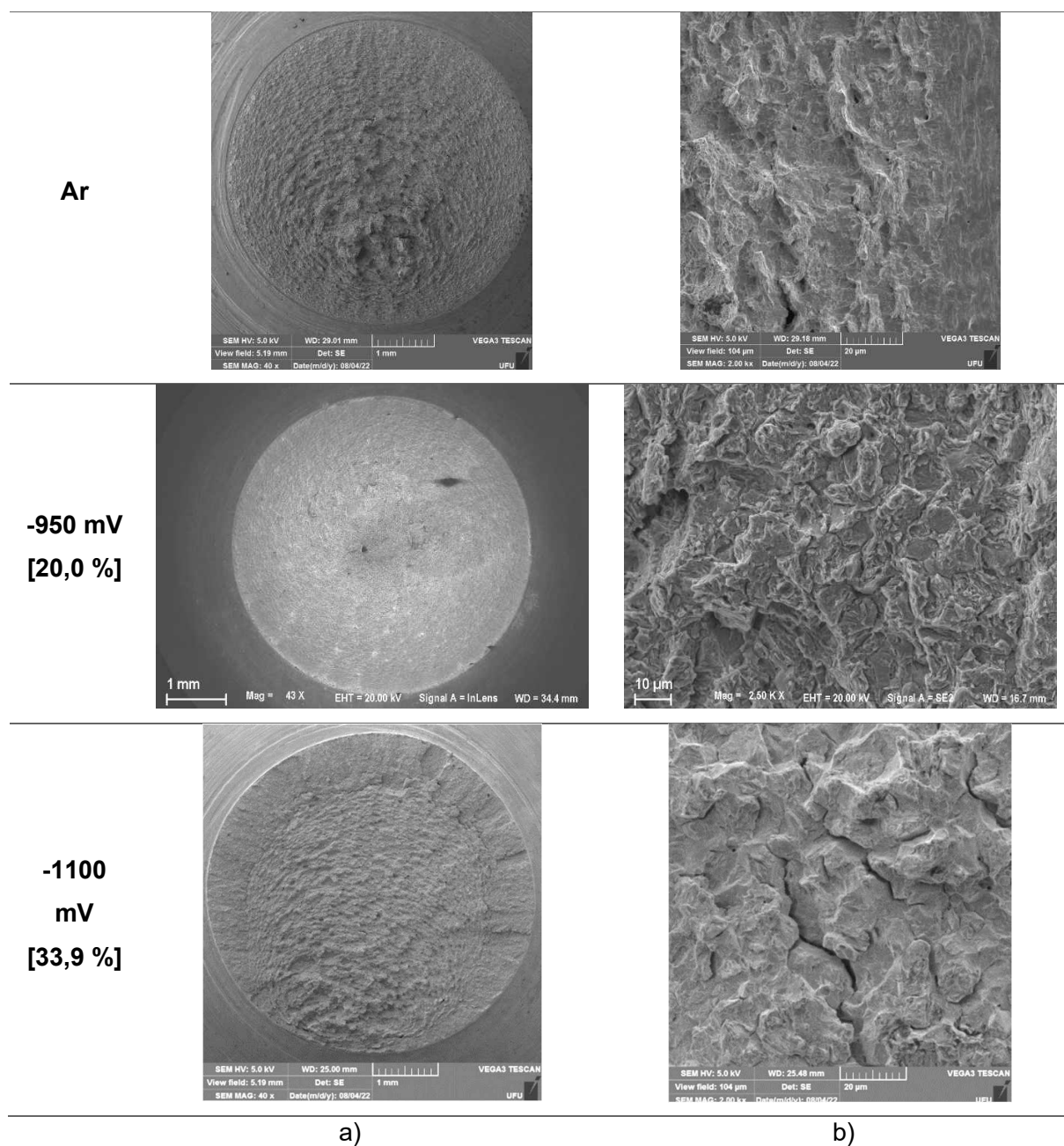


Figura 4.37 – Fractografias para a condição R0,05 - 36 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.

A condição de maior dureza (40 HRC – Fig. 4.32) na condição R0,05 apresentou os maiores HI e uma maior presença de fratura intergranular em suas fraturas, tanto para a condição de -950 mV quanto para -1100 mV.

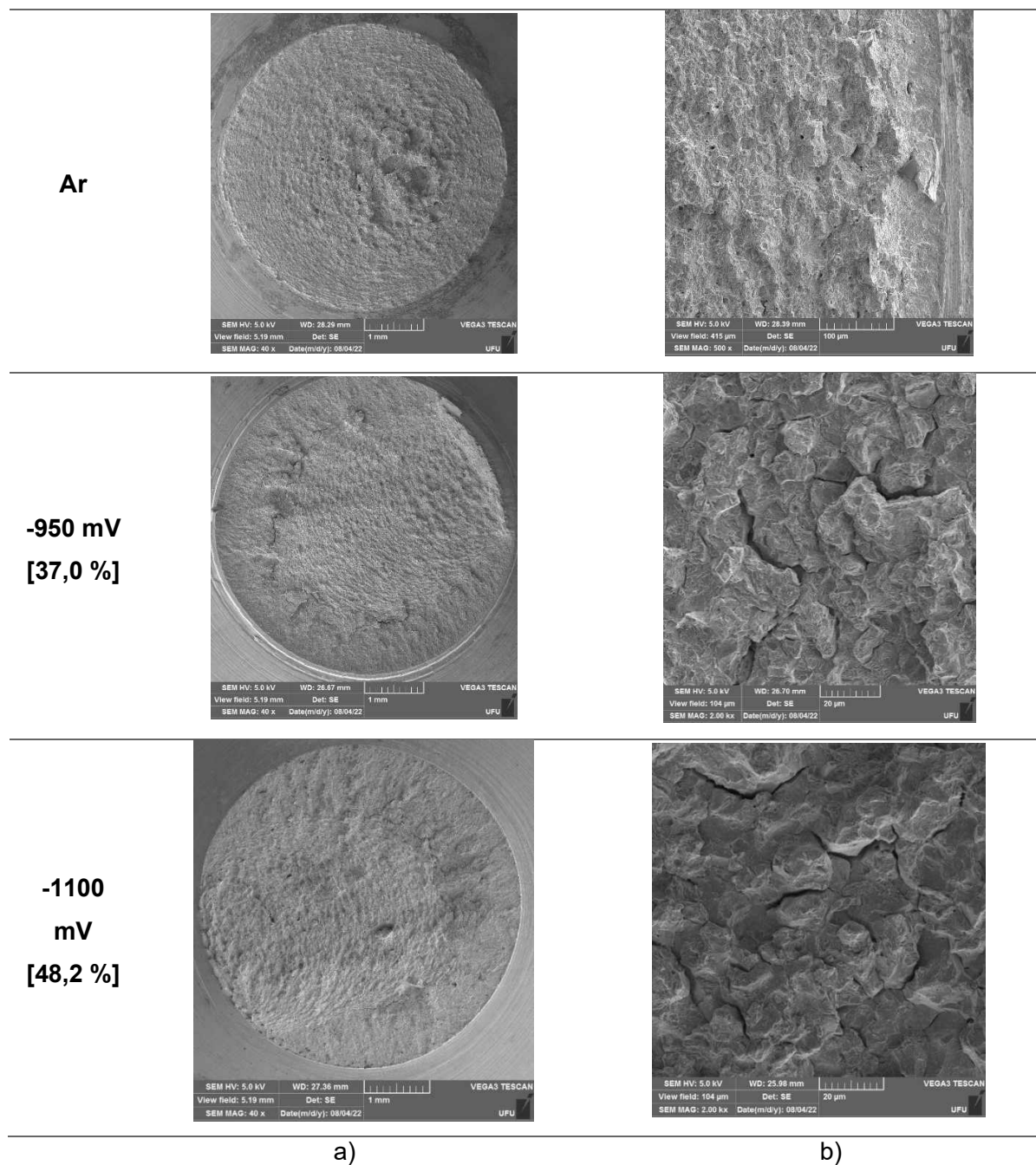


Figura 4.38 – Fractografias para a condição R0,05 - 40 HRC; a) vista geral e b) detalhe próximo a raiz do entalhe.

As fraturas obtidas mostraram que existe uma relação entre o HI e a característica das fraturas, sendo que para maiores índices de fragilização, a fratura intergranular é a morfologia predominante, enquanto que menores valores apresentam aspectos de quase-clivagem e valores intermediários apresentam um misto desses mecanismos. De forma semelhante ao gráfico apresentado na Fig. 4.19, foram comparados os índices de fragilização $HI_{\sigma_{nBTD}}$ com os aspectos das fractografias na Fig. 4.39. É possível determinar uma tendência e uma correlação entre os parâmetros observados.

Apesar de valores diferentes aos observados na Fig. 4.19 (ensaios BTD em corpos de prova lisos), o comportamento das fraturas foi semelhante: com o maior potencial catódico aplicado e maior dureza dos corpos de prova, maior a quantidade de fratura intergranular observado. Um resumo das fractografias para a condição R0,2 é apresentada na Fig. 4.40. Foi possível observar os seguintes intervalos onde as morfologias de fratura presentes são:

- 0 – 3 %: Coalescimento de micro-vazios (DU);
- 3 – 15 %: Quase-clivagem (QC);
- 15 – 35 %: Quase-clivagem e fratura intergranular (QC + IN);
- Acima de 40 %: Fratura intergranular (IN).

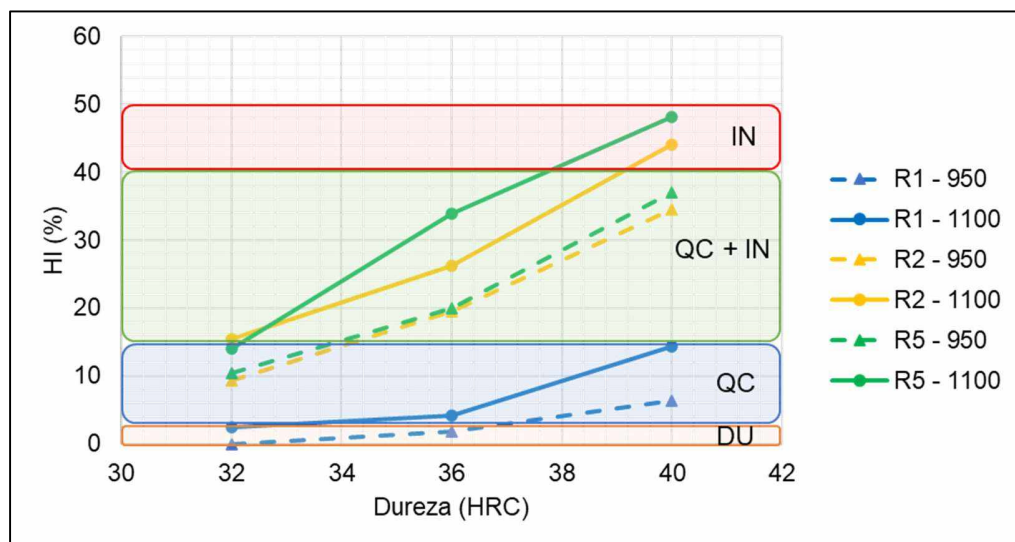


Figura 4.39 - Correlação entre os índices de fragilização em função da dureza e os aspectos observados na fractografia dos corpos de prova na região de início da falha.

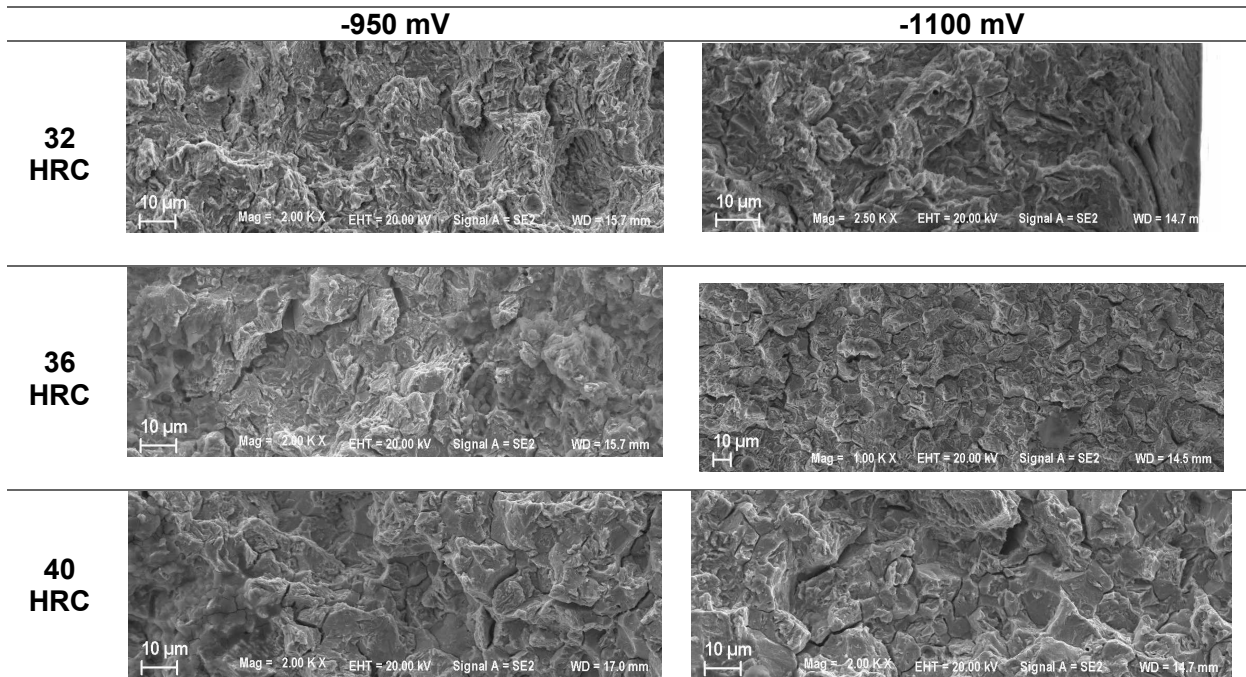


Figura 4.40 - Resumo das fractografias em meio hidrogenado da condição R0,2.

É possível perceber que as fraturas que apresentaram mecanismos de fratura característicos de fragilização por hidrogênio possuem duas regiões quando observadas em menores aumentos (Fig. 4.41). Uma região central com presença de microcavidades e uma região próxima ao entalhe, onde foram observadas as imagens de maiores aumentos apresentadas anteriormente.

Foi possível observar também que alguns corpos de prova apresentaram uma excentricidade dessas regiões, fenômeno mais observado nas condições de maiores durezas e menores raios de entalhe. Tal fenômeno também é observado em outros trabalhos, porém a causa deste não é especificada (IBRAHIM; RIHAN; RAMAN, 2008; IBRAHIM; STARK, 1990; MATSUMOTO; TAKAI, 2018). Possíveis explicações para esse ocorrido são: um desalinhamento do corpo de prova em relação à linha de aplicação de força podendo levar a presença de tensões fletivas e/ou efeito estatístico característico do ensaio, sendo uma distribuição randômica.

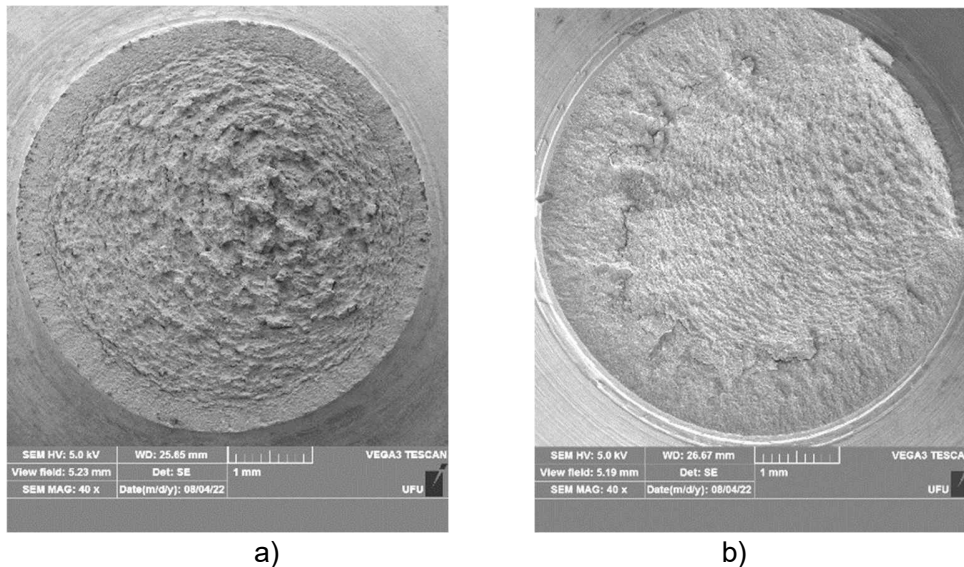


Figura 4.41 - Fratura dos corpos de prova na condição a) 32.R0,05 e b) 40.R0,05.

A presença de regiões não concêntricas nas fraturas coincide com os corpos de prova que fraturaram nas menores tensões e foram os responsáveis pela maior dispersão dos resultados. A maior agressividade do meio, do raio do entalhe e da dureza do corpo de prova fazem com que o material se torne mais susceptível a variações microestruturais, riscos ou defeitos provenientes de usinagem e desalinhamento (apesar dos equipamentos apresentarem componentes evitar que isso ocorra). Observa-se que as condições menos agressivas: 32 HRC e raio R1 (mesmo para maiores durezas) não apresentaram essa excentricidade. Tal susceptibilidade aumentada também é encontrada em falhas ocorridas por fadiga.

4.2.5.1. Tensão Hidrostática

Observa-se nas fraturas em meio hidrogenado a formação de duas regiões com características distintas, com uma espessura aproximada de 0,5 mm. Avaliando os gráficos de tensão hidrostática obtidos utilizando as tensões de falha dos componentes, nota-se que as regiões de fratura frágil se assemelham a distribuição de perfil hidrostática e não de deformação plástica, confirmando a eliminação do termo referente a plasticidade da equação de difusão de hidrogênio, em especial para as condições R0,2 e R0,05.

Os gráficos da Fig. 4.42 e 4.43 apresentam o perfil de tensão hidrostática e deformação plástica equivalente para as três condições de raio de entalhe no momento de falha dos corpos de prova (a tensão média de falha dos ensaios nBTD foi utilizada). As linhas azuis apresentam os valores relacionados a dureza de 32 HRC, as verdes de 36 HRC e para 40 HRC são as linhas

laranjas, as linhas contínuas apresentam os resultados para o potencial de -1100 mV, enquanto as linhas pontilhadas para -950 mV.

Avaliando, inicialmente, a condição de entalhe mais agressivo (R0,05), nota-se que todas as condições apresentaram a mesma característica. A deformação plástica, apesar de atingir um valor elevado (0,6 mm/mm na condição 32 HRC e -950 mV), se concentra em uma região muito pequena, até 0,1 mm da raiz do entalhe. Um pico de tensão próximo ao entalhe, numa distância de aproximadamente 0,1 mm da raiz do entalhe, em seguida, tem-se uma diminuição de tensão até aproximadamente 0,5 mm, valores que se assemelham à região de fratura frágil obtida nos ensaios (Figs. 4.29 e 4.30). Observando a Eq. (4.2) apresentada no item 2.1, nota-se que a difusão de hidrogênio irá ocorrer para as regiões de maiores tensões hidrostática, nesse caso para próximo ao entalhe até 0,5 mm. Assim, havendo uma maior concentração de hidrogênio associada a maiores tensões, nessa região ocorrerá a nucleação e propagação de trinca via mecanismos frágeis, promovendo uma superfície de fratura com presença de regiões intergranulares e/ou quase-clivagem. Após esse ponto, a tensão tende a se manter constante.

$$\frac{\partial C_L}{\partial t} - \nabla(D_{ef} \nabla C_L) + \nabla\left(\frac{D_{ef} C_L V_H}{RT} \nabla \sigma_h\right) = 0 \quad (4.2)$$

Os perfis de tensão hidrostática para a condição R0,2 apresentaram comportamento semelhante. Observa-se também que o valor do pico de tensão hidrostática alcançada é maior quanto maior a dureza, porém menor no potencial de -950 mV. Vale a pena comentar que como o ensaio é quasi-estático, a difusão de hidrogênio pode não atingir o equilíbrio.

Para a condição R1,0, os perfis de tensão hidrostática e deformação plástica não apresentaram características semelhantes às observadas nas outras duas condições. Observa-se que as tensões ao longo do corpo de prova foram superiores em relação as tensões próximas ao entalhe, indicando que a difusão do hidrogênio não ocorreu de forma semelhante às observadas nas demais condições. Porém, a deformação plástica ocorreu ao longo de toda a espessura do corpo de prova, corroborando com a superfície de fratura observada.

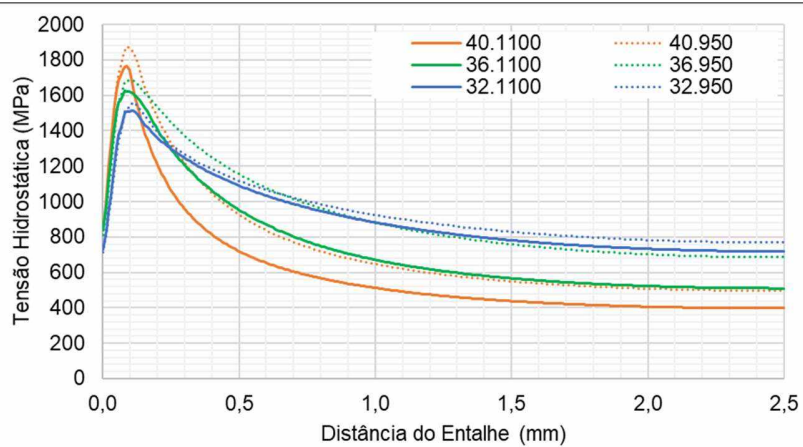
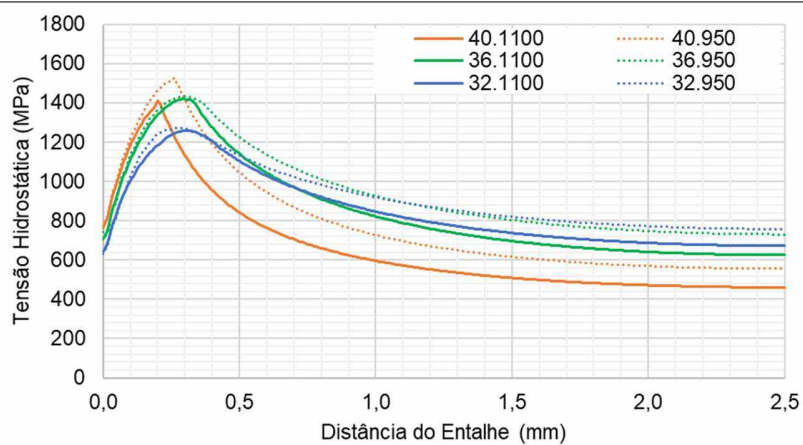
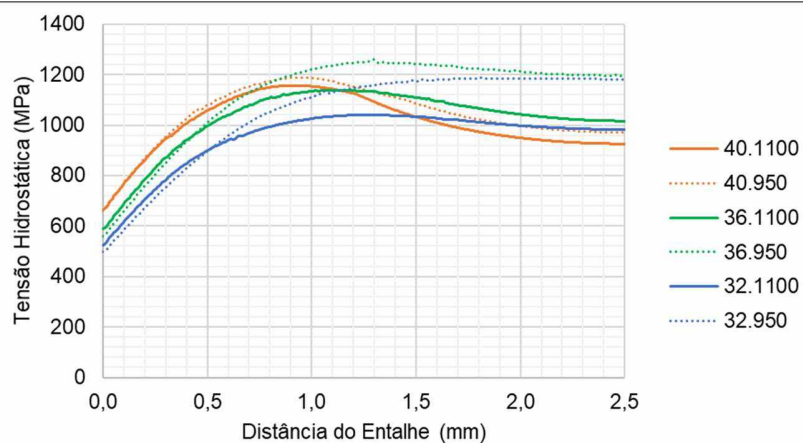
Entalhe R0,05**Entalhe R0,2****Entalhe R1,0**

Figura 4.42 – Perfis de tensão hidrostática nas tensões de falha de cada condição, obtidos através de simulações via elementos finitos.

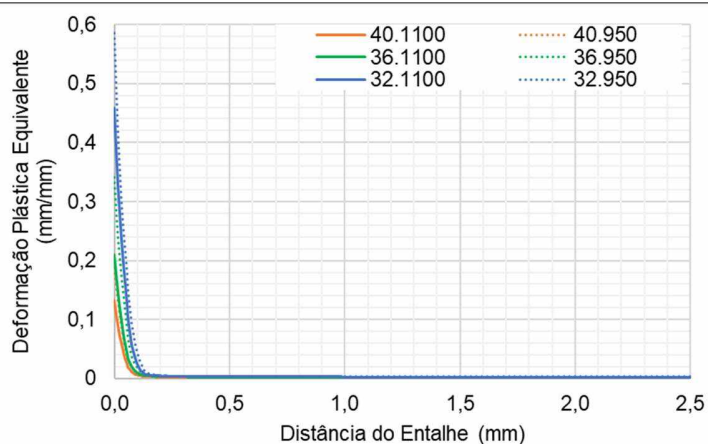
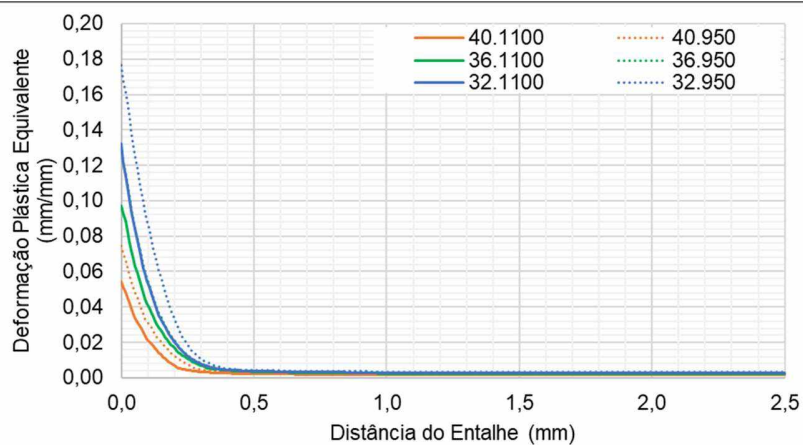
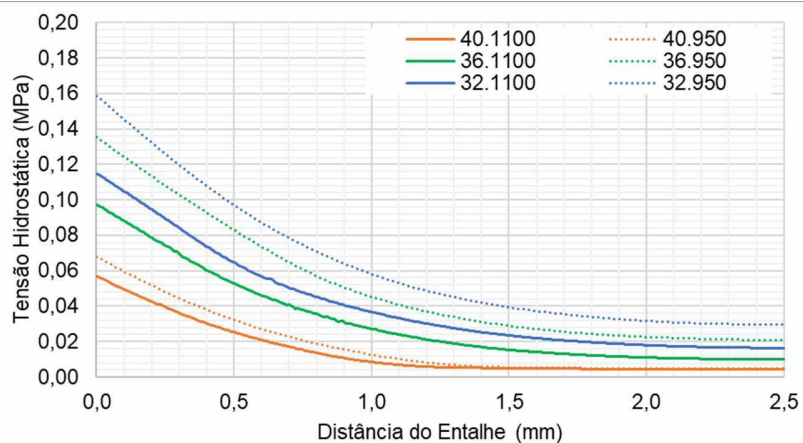
Entalhe R0,05**Entalhe R0,2****Entalhe R1,0**

Figura 4.43 - Perfis de deformação plástica equivalente nas tensões de falha de cada condição, obtidos através de simulações via elementos finitos.

4.3. Resultados dos Ensaio CLT

Para os ensaios em carga constante (CLT), as seguintes condições foram escolhidas:

- 32.R1.950;
- 36.R1.1100;
- 40.R0,2.1100
- 36.R0,05.1100;
- 40.R0,05.1100;

Estas representam as condições de maior (40.R0,05.1100) e menor índice de fragilização (32.R1.950) obtidas no ensaio nBTD e condições intermediárias. Devido à dispersão dos resultados encontrada nos ensaios nBTD, a tensão de referência para início dos ensaios CLT foi a equivalente a 90 % da menor tensão de fratura obtida (σ_{nBTD_min}). Em caso de não-falha após um período de 100 h, aumentos equivalentes a 3 % desta tensão foram realizados em períodos de 24 h. Esse valor de incremento está relacionado à resolução do sistema de aplicação de força e foi considerado um valor incremental adequado para diferenciar as condições. Os resultados são apresentados e discutidos a seguir. Considerando metodologia semelhante à adotada pela norma ASTM F1624 (ASTM, 2018), foi aqui considerado como tensão limite (σ_{th}) a menor tensão anterior ao patamar de falha obtido nos ensaios CLT.

Os resultados apresentados a seguir mostram as curvas dos ensaios CLT para os três corpos de prova ensaiados por condição (CP1, CP2 e CP3). Para melhor entendimento dos gráficos, as linhas representando os CPs 2 e 3 foram transladadas em 24 e 48 h no eixo x, respectivamente. As tensões máximas obtidas nos ensaios nBTD também são apresentadas para efeito comparativo: os valores individuais, a média e o intervalo de confiança de 68,27 % (1σ).

Para a condição R1, que apresentou menor agressividade (menores índices de fragilização), foram ensaiados corpos de prova com dureza de 32 HRC e potencial de -950 mV (Fig. 4.43) e dureza de 36 HRC e -1100 mV (Fig. 4.44). Para ambos os casos, a tensão limite σ_{th} , obtida nos ensaios CLT foi inferior à média dos ensaios nBTD e à tensão mínima obtida neste ensaio. Outro fato a ser mencionado é a baixa dispersão dos resultados observados nos ensaios CLT: para a condição 36.R1.1100, todos os corpos de prova falharam no mesmo nível de tensão e para a condição 32.R1.950 dois corpos de prova falharam em um nível e outro em um nível abaixo. Essa boa repetibilidade também foi observada nos ensaios nBTD dessas condições. Dessa forma, os valores de σ_{th} apresentaram valores ligeiramente inferiores em relação às

tensões $\sigma_{n\text{BTD}_{\min}}$ e $\sigma_{n\text{BTD}}$. É interessante notar também que as falhas sempre ocorreram alguns minutos após o aumento das cargas.

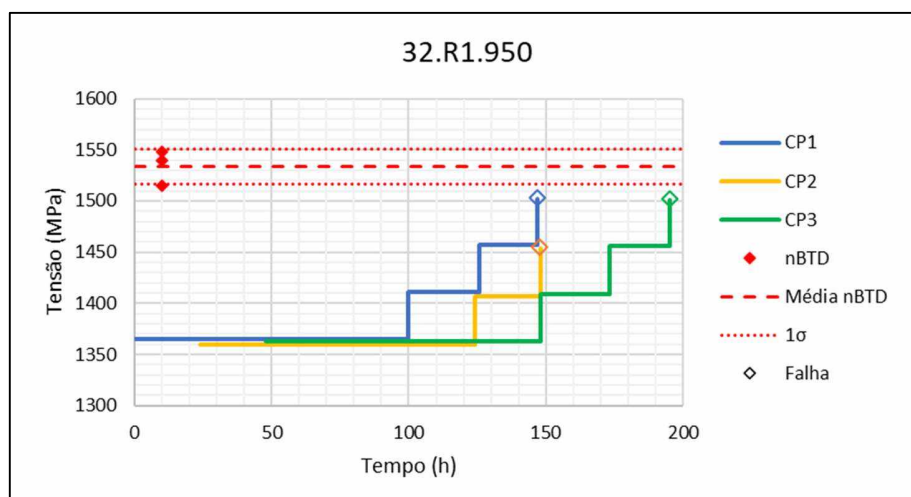


Figura 4.43 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 32.R1.950.

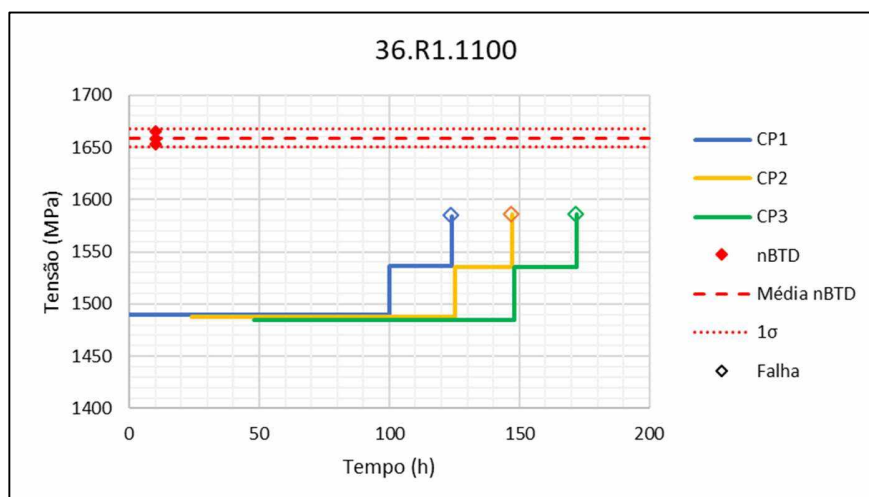


Figura 4.44 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 36.R1.1100.

Considerando que o ensaio nBTD é um ensaio quase-estático, a distribuição de hidrogênio no corpo de prova pode não atingir o equilíbrio, ao contrário do ensaio CLT, onde, os longos tempos de permeação sob tensão mecânica constante aplicada, favorecem a difusão completa, ou quase completa, do hidrogênio para os locais de tensão hidrostática. Como a

mudança de patamar é pequena, em níveis de tensão mecânica, a redistribuição do hidrogênio nesse período ocorre de forma rápida, visto que devido aos longos tempos dos patamares anteriores (100 h ou 24 h) o hidrogênio se encontra em condições de equilíbrio.

Observando as fractografias obtidas após os ensaios (Fig. 4.45), nota-se que as fraturas de ambas as condições foram similares às obtidas nos ensaios nBTD. Enquanto a condição 32.R1.950 apresentou aspectos de fratura dúctil, com pouca ou nenhuma ação do hidrogênio, a condição 36.R1.1100 apresentou aspectos de quase-clivagem e algumas regiões de trincamento secundário e intergranular, validando assim a presença do hidrogênio no mecanismo de fratura.

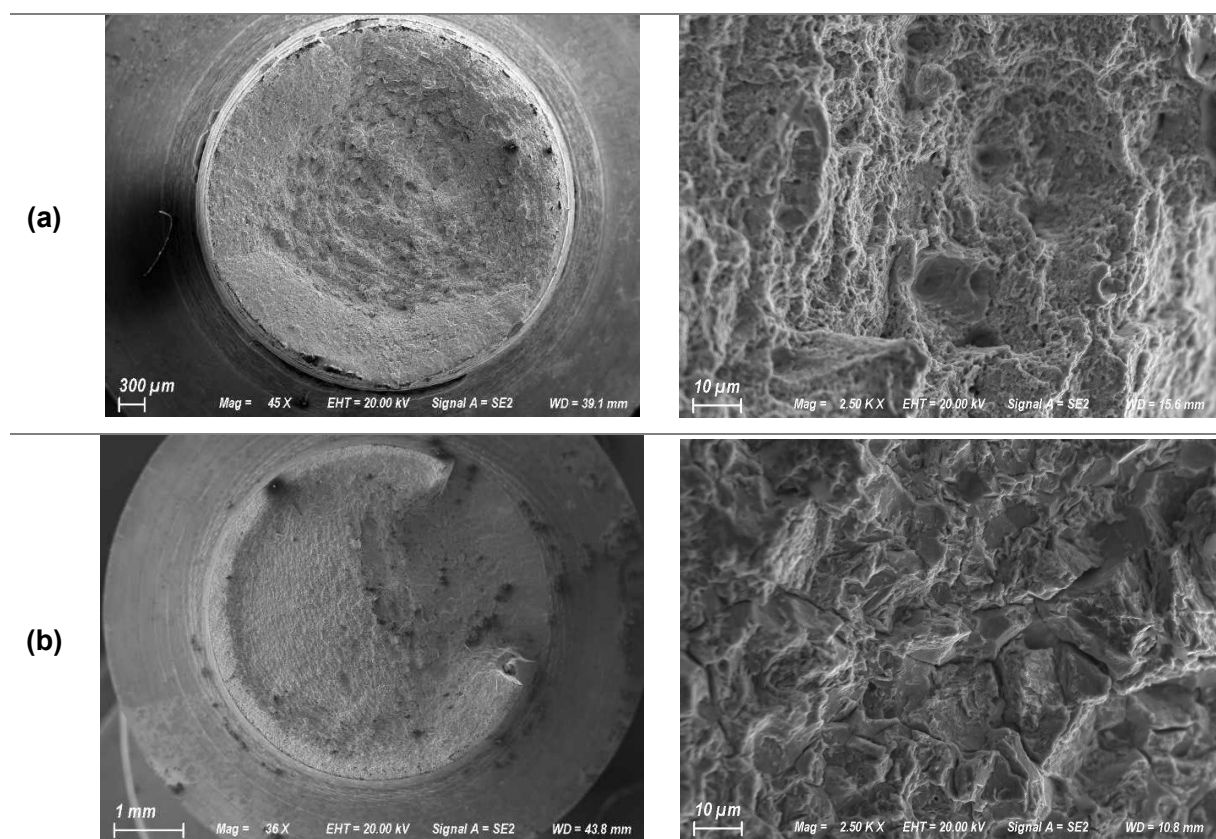


Figura 4.45 - Fractografias das condições (a) 32.R1.950 e (b) 36.R1.1100.

A condição R0,2 apresentou uma dispersão dos resultados superior às observadas nas condições descritas anteriormente. O desvio padrão observado nos ensaios nBTD para as condições 36.R0,2.1100 e 40.R0,2.1100 foi equivalente a 7,9 % e 9,4 % dos respectivos valores médios, respectivamente. Além disso, como comentado na seção 4.2.5, as superfícies de fratura apresentaram uma maior excentricidade em relação aos pontos centrais das regiões para os

corpos de prova que falharam nas menores tensões. A avaliação dessas condições utilizando a metodologia CLT apresentou situações similares.

Analisando o gráfico da Fig. 4.46 (condição 40.R0,2.1100), observa-se que os ensaios CLT apresentaram comportamentos semelhantes: todos os três corpos de prova falharam no mesmo nível de tensão, dentro do intervalo de 68,27 % de confiança do ensaio nBTD. A tensão limite σ_{th} encontrada (1098,5 MPa) é ligeiramente superior à tensão mínima nBTD (1048,5 MPa).

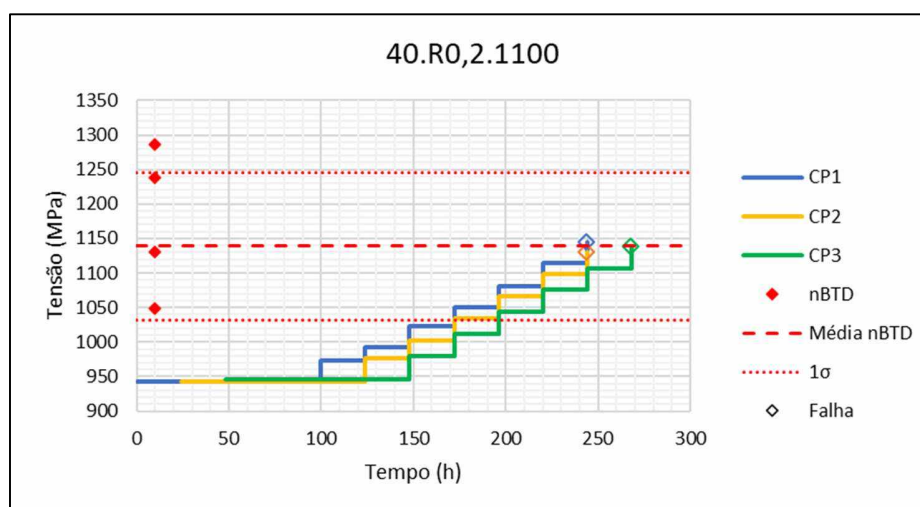


Figura 4.46 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 40.R0,2.1100.

A superfície de fratura do CP1 da condição 40.R0,2.1100 é apresentada na Fig. 4.47. De forma semelhante à fractografia obtida no ensaio nBTD, utilizando os mesmos parâmetros de ensaio, é possível observar duas regiões de fratura, sendo uma próxima às extremidades do corpo de prova apresentando característica de fratura frágil, predominantemente intergranular, e o centro do corpo de prova apresentando a fratura final com características de microcavidades e clivagem. A mesma característica de excentricidade foi observada nessa fratura, apesar de ambas as máquinas apresentarem sistemas para evitar o desalinhamento.

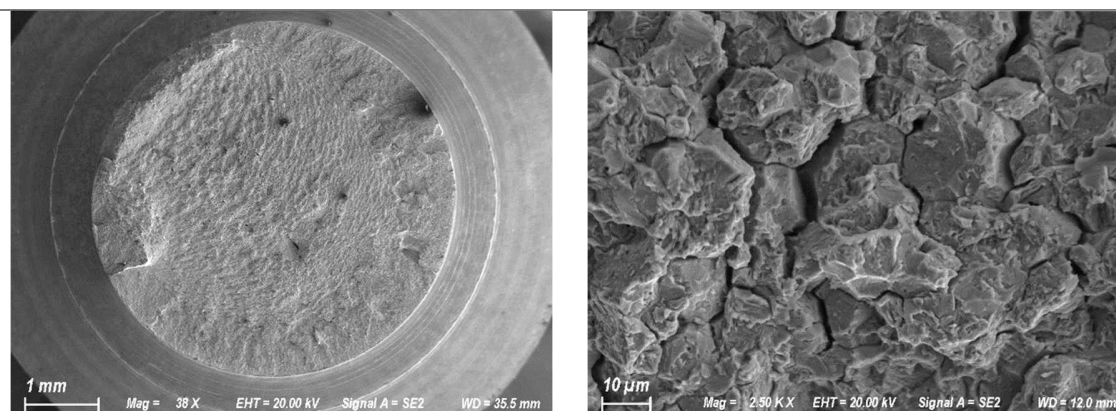


Figura 4.47 - Fractografia do CP1 da condição 40.R0,2.1100 após ensaio CLT.

A Figura 4.48 apresenta os resultados da condição 36.R0,05.1100. Os corpos de prova dos ensaios nBTD e CLT falharam em tensões semelhantes, apresentando uma dispersão dos resultados em ambas as metodologias. Os CPs 1 e 3 falharam em tensões 1306,6 MPa e 1188,7 MPa, tensões superiores a σ_{nBTD_min} , respectivamente, porém dentro do intervalo de confiança de 68,27 % considerando os resultados dos ensaios nBTD. Porém, o CP2 falhou em tensão mais baixa, 1045,7 MPa (93 % σ_{nBTD_min}), semelhante a falha do ensaio nBTD de cerca de 1130 Mpa que falhou em tensão bem abaixo dos demais, dessa forma a tensão limite σ_{th} foi de 1011,4 MPa, equivalente a 89,7 % da σ_{nBTD_min} .

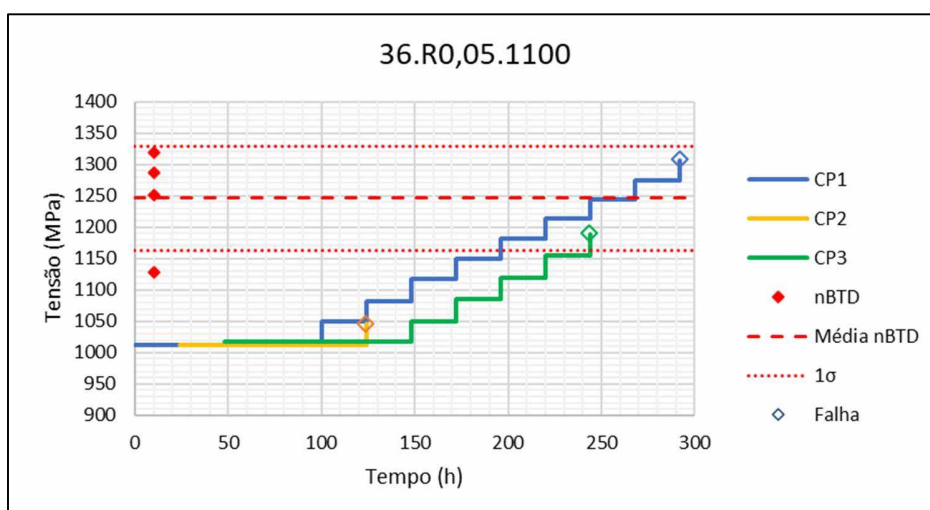


Figura 4.48 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 36.R0,05.1100.

As fractografias dos CPs 1 e 2 (condição 36.R0,05.1100) são apresentadas na Fig. 4.49, não é observada uma diferença significativa entre as mesmas. Ambas apresentam aspectos de fratura intergranular e quase-clivagem nas bordas do corpo de prova, predominando essa última. Nota-se que as duas fraturas apresentaram uma excentricidade entre as regiões, porém, o CP2 (que falhou em um nível de tensão muito baixo), exibe tal fenômeno em um nível mais elevado, de tal forma que a trinca induzida pelo hidrogênio (superfície intergranular/quase-clivagem) não se apresenta em todo o perímetro externo da fratura.

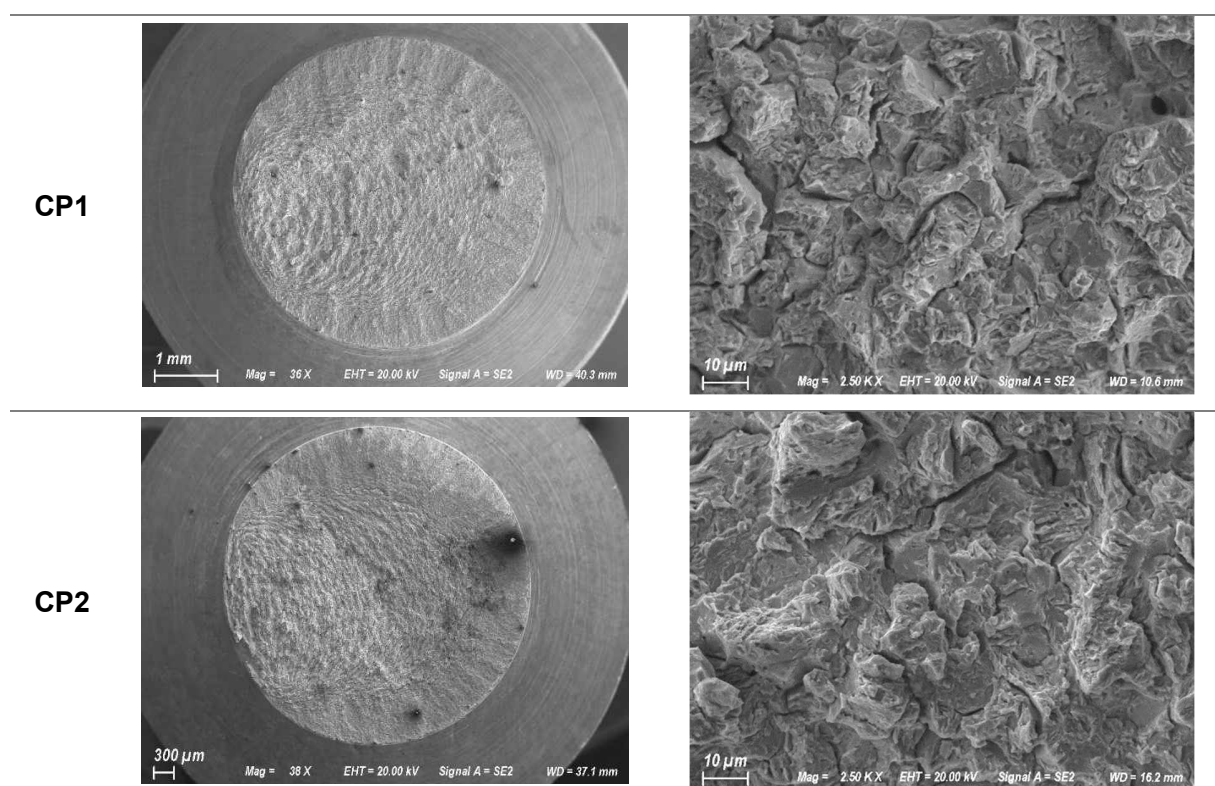


Figura 4.49 - Fractografias dos CPs 1 e 2 da condição 36.R0,05.1100 após ensaios CLT.

A condição mais agressiva (40.R0,05.1100) é apresentada na Fig. 4.50. Nesse caso, enquanto dois CPs falharam próximos à tensão média nBTD, o CP3 falhou em tensão inferior equivalente a 915,4 MPa, levando a considerar uma σ_{th} equivalente a 886,8 MPa (90 % σ_{nBTD_min}). As superfícies de fratura (Fig. 4.51) foram similares às encontradas nos ensaios nBTD dessa condição, apresentando uma região de fratura frágil excêntrica ao corpo de prova, e, mesmo que os CPs CLT tenham apresentado falha em níveis de tensão diferentes, não é possível observar diferença nas superfícies de fratura.

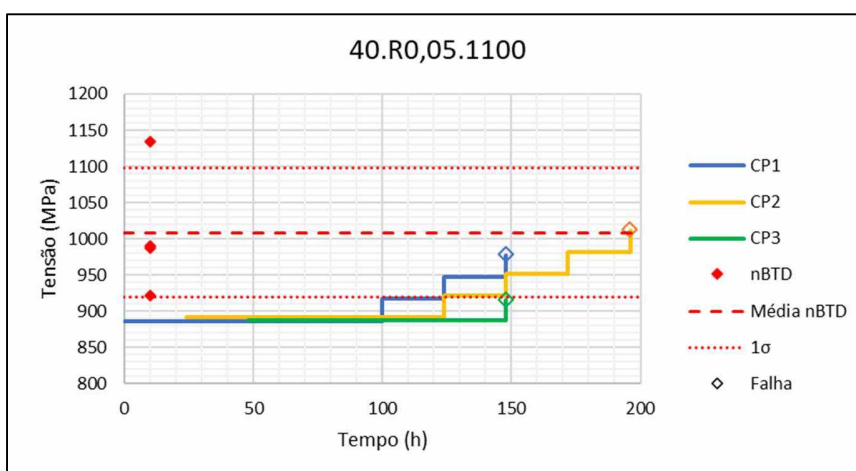


Figura 4.50 - Resultados dos ensaios CLT e comparação com resultados nBTD da condição 40.R0,05.1100.

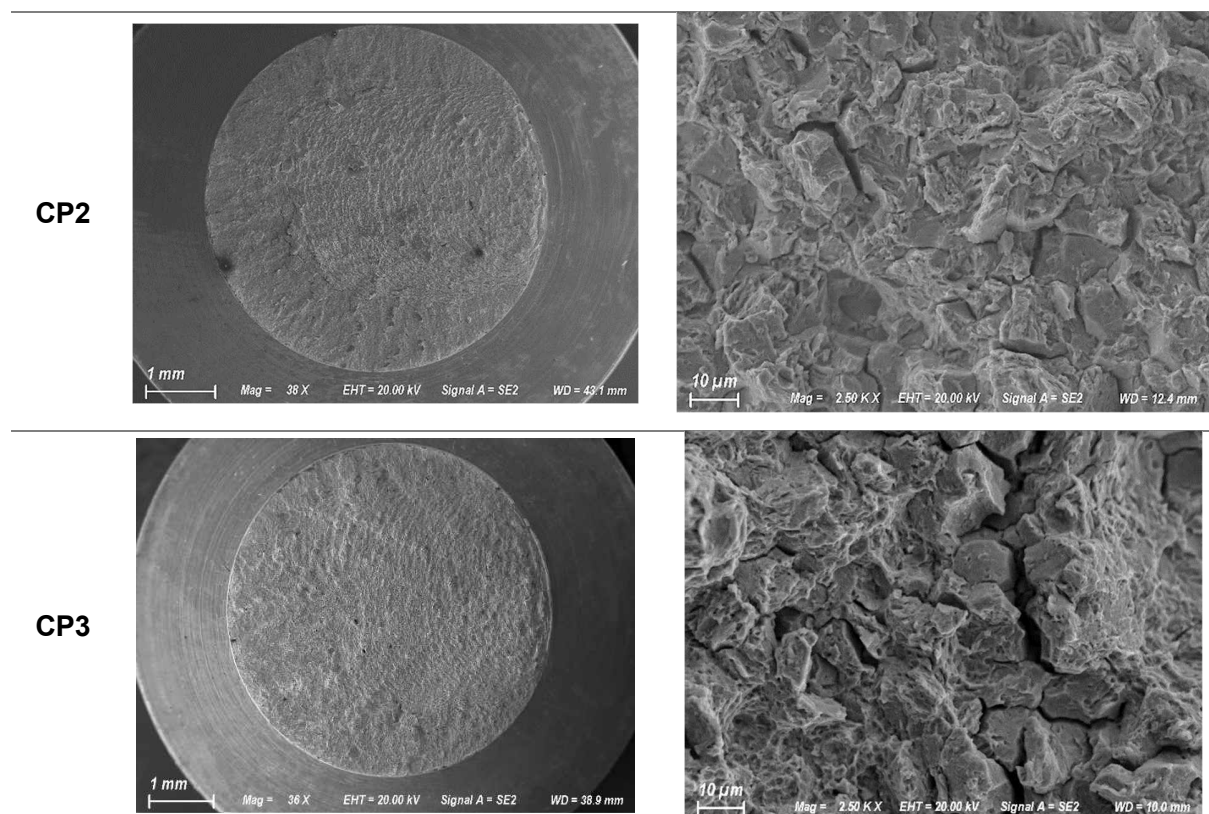


Figura 4.51 – Fractografias dos CPs 2 e 3 da condição 40.R0,05.1100 após ensaios CLT.

A Figura 4.52 resume os resultados obtidos, comparando a tensão mínima e tensão obtida nos ensaios nBTD e a tensão limite obtida no ensaio CLT para as condições ensaiadas. Observa-

se que para as condições de raio R1 e R0,05, a σ_{th} foi inferior e σ_{nBTD_min} , para a condição 40.R0,02 os valores foram próximos e dentro do intervalo de confiança de 68,27 % dos demais ensaios nBTD.

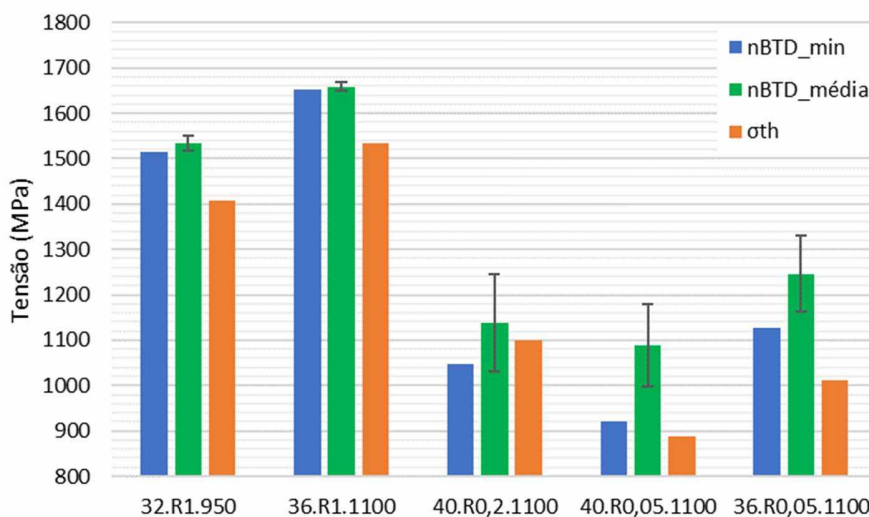


Figura 4.52 - Resumo das comparações entre a tensão mínima obtida no ensaio nBTD, média nBTD e tensão limite obtida no ensaio CLT.

Para uma melhor visualização dos resultados, a Fig. 4.50 apresenta o valor da tensão limite em relação à tensão mínima para todas as condições ensaiadas. Observa-se que todos os valores de $\sigma_{th}/\sigma_{nBTD_min}$ foram superiores, ou próximos, a 90 %. Assim sendo, esse valor de referência para determinação da tensão limite utilizando ensaios nBTD pode ser considerado para uma avaliação mais rápida do material, visto que os ensaios nBTD são mais rápidos e simples do que os ensaios CLT que podem durar mais de 100 h por ensaio. Porém, em algumas ocasiões esse valor de 90 % pode ser considerado conservador, como as condições que apresentaram valores acima de 100 %.

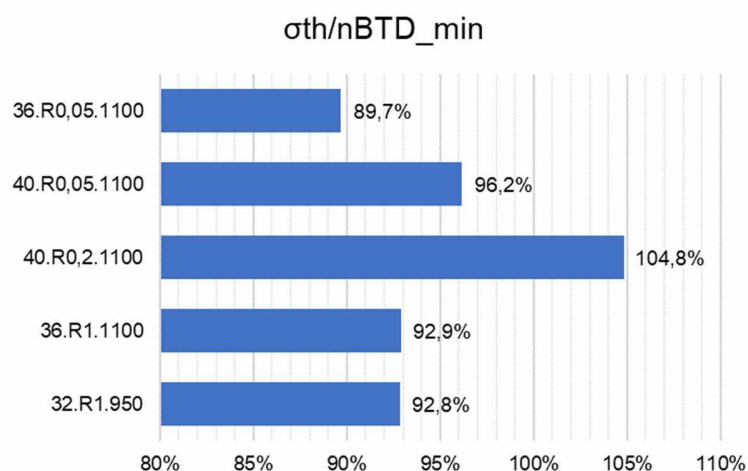


Figura 4.53 - Relação da tensão limite (σ_{th}) com a tensão mínima obtida nos ensaios nBTD (σ_{min_nBTD}).

Os resultados apresentados, indicam que o ensaio nBTD tem um grande potencial para determinação da tensão limite como as obtidas pelos ensaios de carga constante, em menos tempo. Porém, mais ensaios devem ser realizados, acoplados a uma análise estatística mais criteriosa para determinação correta dessa correlação.

4.4. Avaliação de Tenacidade à Fratura e Diagrama FAD Modificado

Inicialmente, os ensaios de tenacidade à fratura ao ar de acordo com a metodologia proposta pela norma ASTM E1820 (2018) (curva J-R), forneceram, para as durezas de 32, 36 e 40 HRC, respectivamente, os valores de $K_{JIC-0,2}$ de $164,9 \pm 2,0$, $138,6 \pm 11,0$ e $123,0 \pm 5,0$ MPa.m^{0,5}. Uma curva obtida em cada uma das condições de dureza é apresentada na Fig. 4.54.

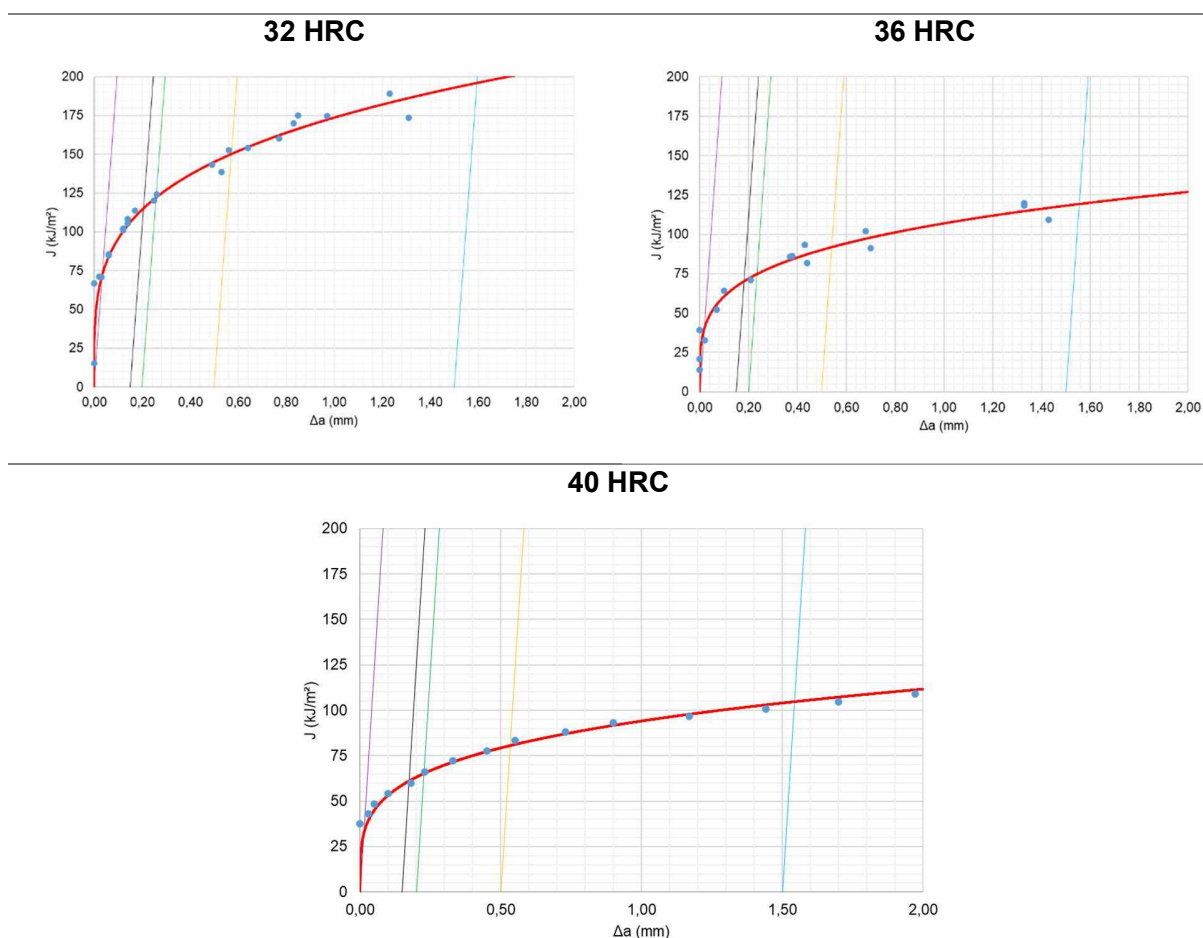


Figura 4.54 – Curvas de resistência J-R do aço AISI 4340 nos três níveis de dureza utilizados nesse trabalho.

De forma a obter os valores de tenacidade à fratura final em meio hidrogenado (K_{Ic-H}), a metodologia utilizada por Cayón et al. (2021) foi aplicada utilizando a superfície de fratura dos corpos de prova nBTD e CLT. Apenas os CPs ensaiados sob potencial de -1100 mV e que apresentaram uma clara divisão entre as duas regiões de fratura (regiões de crescimento estável e instável) bem definidas foram analisados (alguns corpos de prova apresentaram oxidação pós-ensaio, o que atrapalhou a análise). Todas as validações sugeridas pela metodologia foram atendidas (Eqs. 3.7 e 3.8). Os valores são apresentados na Tab. 4.8 e na Fig. 4.38, as células em branco indicam corpos de prova que não foi possível realizar o cálculo por não apresentarem as regiões bem definidas.

Tabela 4.8 - Valores de tenacidade obtido a partir dos ensaios nBTD e CLT nas diferentes durezas e condições de raio de entalhe e para a condição de potencial catódico de -1100 mV.

Dureza (HRC) [K_{JIC} ao ar]	K_{IC-H} , $MPa.m^{0,5}$				
	Raio [mm]	CP1 [nBTD]	CP2 [nBTD]	CP3 [CLT]	CP4 [CLT]
32 [164,9 ± 2,0 $MPa.m^{0,5}$]	0,20	84,6	95,0		
	0,05	91,0			
36 [138,6 ± 11,0 $MPa.m^{0,5}$]	0,20	80,4	98,0	95,6	
	0,05	92,2	84,6	81,6	84,1
40 [123,0 ± 5,0 $MPa.m^{0,5}$]	0,20	77,4	88,4	72,2	81,4
	0,05	71,3	84,1	84,1	

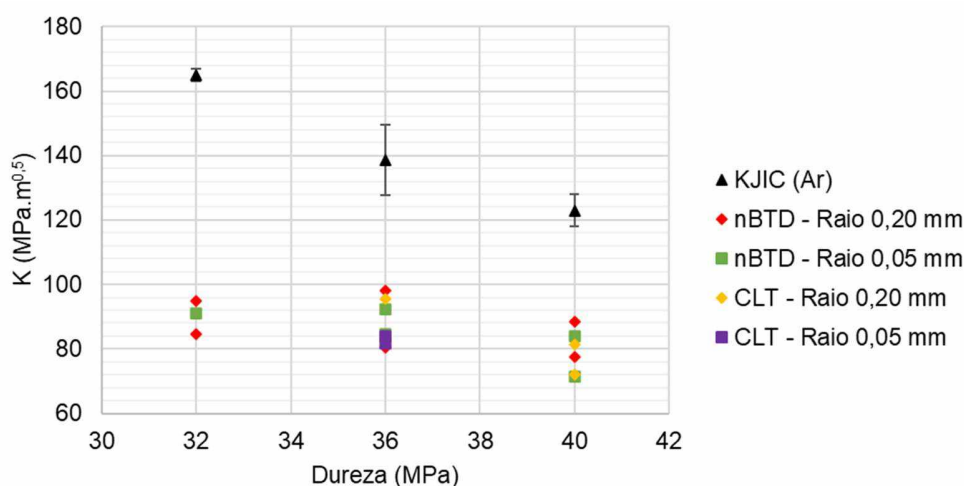


Figura 4.55 - Valores de tenacidade ao ar (método convencional) e via ensaios nBTD e CLT sob potencial catódico de -1100 mV. As barras de erro indicam um nível de confiança de 95,45 %.

É possível observar que os valores de tenacidade em meio hidrogenado (K_{IC-H}) foram inferiores aos valores obtidos ao ar, independentemente do nível de resistência, além disso observa-se uma tendência de menores valores de tenacidade para os níveis de maiores durezas. Os valores de K_{IC-H} não se mostraram significativamente diferentes em relação ao uso dos dois raios de entalhe (0,20 e 0,05 mm), nem às diferentes metodologias de carregamento utilizadas (nBTD e CLT).

Adicionalmente, foram realizados ensaios de tenacidade à fratura em meio hidrogenado utilizando corpo de prova do tipo C(T) com base na norma ISO 7539-9 (ISO, 2008) apenas para a condição 40 HRC – 1100 mV. Diferentes velocidades de ensaio foram utilizadas, descritas em função da taxa dK/dt ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$). Os corpos de prova foram retirados nas mesmas condições dos ensaios de tenacidade ao ar. Os resultados são apresentados na Fig. 4.56. Os tempos totais de ensaio, sem contar o tempo de pré-hidrogenação que foi de 7 dias, foram de, aproximadamente, 4, 16, 30 e 120 h.

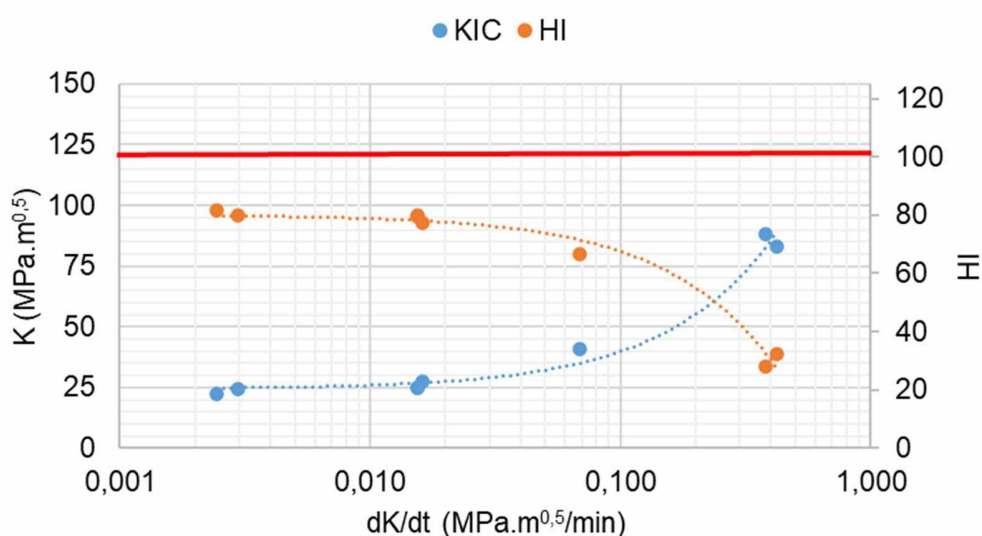


Figura 4.56. Resultados de tenacidade a fratura em corpos de prova do tipo C(T) sob polarização catódica de -1100 mV em solução de 3,5 % NaCl. A linha vermelha representa o $K_{Ic-0,2}$ do material ao ar ($123,0 \pm 5,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$).

Observa-se que os valores de K_H são dependentes da velocidade de ensaio utilizado até o valor de aproximadamente $0,010 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$, abaixo deste não houve alteração significativa. Em maiores taxas dK/dT , obteve-se valores de $85,6 \pm 3,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ ($HI = 30,3 \%$), ensaios mais lentos forneceram valores de $25,8 \pm 1,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ ($HI = 79,0 \%$) e $23,5 \pm 1,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$ ($HI = 80,8 \%$), utilizando taxas de $0,015$ e $0,003 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$. De acordo com a norma ISO 7539-9 (ISO, 2008), caso a diferença entre duas taxas de ensaio for menor que 5% , deve-se considerar o resultado de menor taxa como o K_{IH} do material naquela condição ensaiada. Observa-se uma baixa dispersão de resultados, diferente do observado para os ensaios nBTD. A forma da curva

obtida se assemelha a descrita na norma ISO 7539-9 e apresentada na Fig. 4.55, com forma semelhante à encontrada na norma ASTM G129 para ensaios BTD (Fig. 2.16).

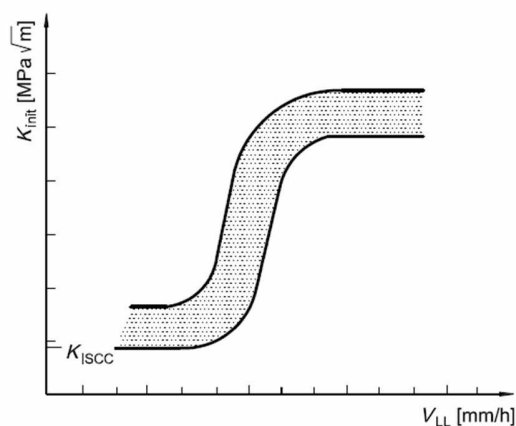


Figura 4.57 - Valores de K_{init} em função da taxa de deslocamento aplicada (ISO 7539-9, 2008).

Fazendo uma comparação entre os valores obtidos nesse ensaio e àqueles apresentados na Tab 4.8, observa-se que apenas o valor obtido na taxa de carregamento mais elevada ($0,40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$), que equivale a velocidade de deslocamento do travessão da máquina de $0,005 \text{ mm/min}$ (mesma utilizada nos ensaios nBTD), se aproxima do valor obtido pela análise da superfície de fratura dos corpos de prova nBTD. Enquanto no ensaio de tenacidade à fratura o valor médio foi de $85,6 \pm 3,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$, na análise de fratura dos CPs nBTD foi de $79,8 \pm 6,4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. É importante destacar aqui que, diferente do realizado por Cayon et al. (2021), os ensaios utilizando corpos de prova pré-trincados do tipo C(T) e entalhados nBTD não apresentaram a mesma condição de taxa de deformação na frente do entalhe/trinca. Dessa forma, é esperada uma certa diferença de resultados, adicionando o fato de, apesar de serem mesmo material e nível de dureza, foram retirados de origens diferentes (chapa e barras, respectivamente).

As curvas força *versus* deslocamento de alguns ensaios são apresentadas na Fig. 4.58. Nota-se que todas apresentaram comportamento do tipo III da Fig. 3.13 ($P_Q = P_{Max}$), o que possibilitou a validação do ensaio mesmo sem o uso de extensômetro do tipo “clip gauge” na abertura da trinca. Outro fato a ser observado, em especial no CP03, é a queda suave da força após atingir o valor máximo, outros corpos de prova na mesma condição e em taxas menores apresentaram o mesmo comportamento. Como o ensaio foi realizado por meio de controle de deslocamento, o crescimento da trinca, após iniciação, passa a ser de modo estável

(ANDERSON, 2005). Fatores envolvendo a difusão do hidrogênio também podem estar relacionados, como será explicado adiante.

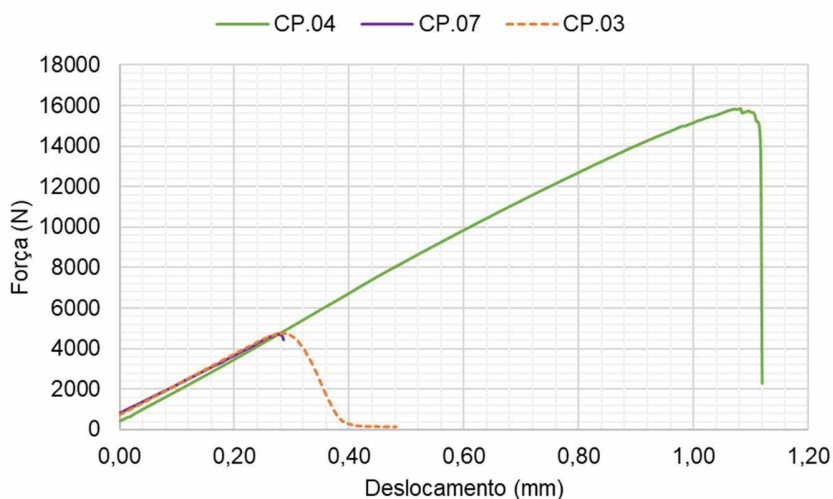


Figura 4.58 – Curvas força *versus* deslocamento de três diferentes corpos de prova e velocidades: CP.04 (0,400 MPa.m^{0,5}/min), CP.03 (0,015 MPa.m^{0,5}/min) e CP.07 (0,003 MPa.m^{0,5}/min).

Nas Figuras 4.58 e 4.59, são apresentadas as superfícies de fratura para duas condições de ensaio: 0,015 MPa.m^{0,5}/min (CP03) e 0,400 MPa.m^{0,5}/min (CP04), respectivamente, ambas em meio hidrogenado. Foram feitos três registros ao longo do comprimento do corpo de prova: próximo a pré-trinca, no meio e no final (próximo a extremidade). O comportamento dos dois corpos de prova foi diferente: o CP.03 apresentou uma fratura predominantemente intergranular ao longo de todo o comprimento do corpo de prova. Enquanto isso, o CP.04 (taxa mais alta) mostrou diferentes mecanismos de fratura ao longo do comprimento da trinca: uma pequena região de fratura intergranular (cerca de 500 μm) próximo a pré-trinca, indicando a ação do hidrogênio na fratura, seguido de uma região de rasgamento plástico com a presença de microcavidades ao longo da maior parte do comprimento da trinca (sem ação significativa do hidrogênio). Com o avanço da trinca e alta velocidade de ensaio, o K aplicado pode ter alcançado uma condição crítica do material, sem a presença do hidrogênio, levando a esse mecanismo de caráter dúctil.

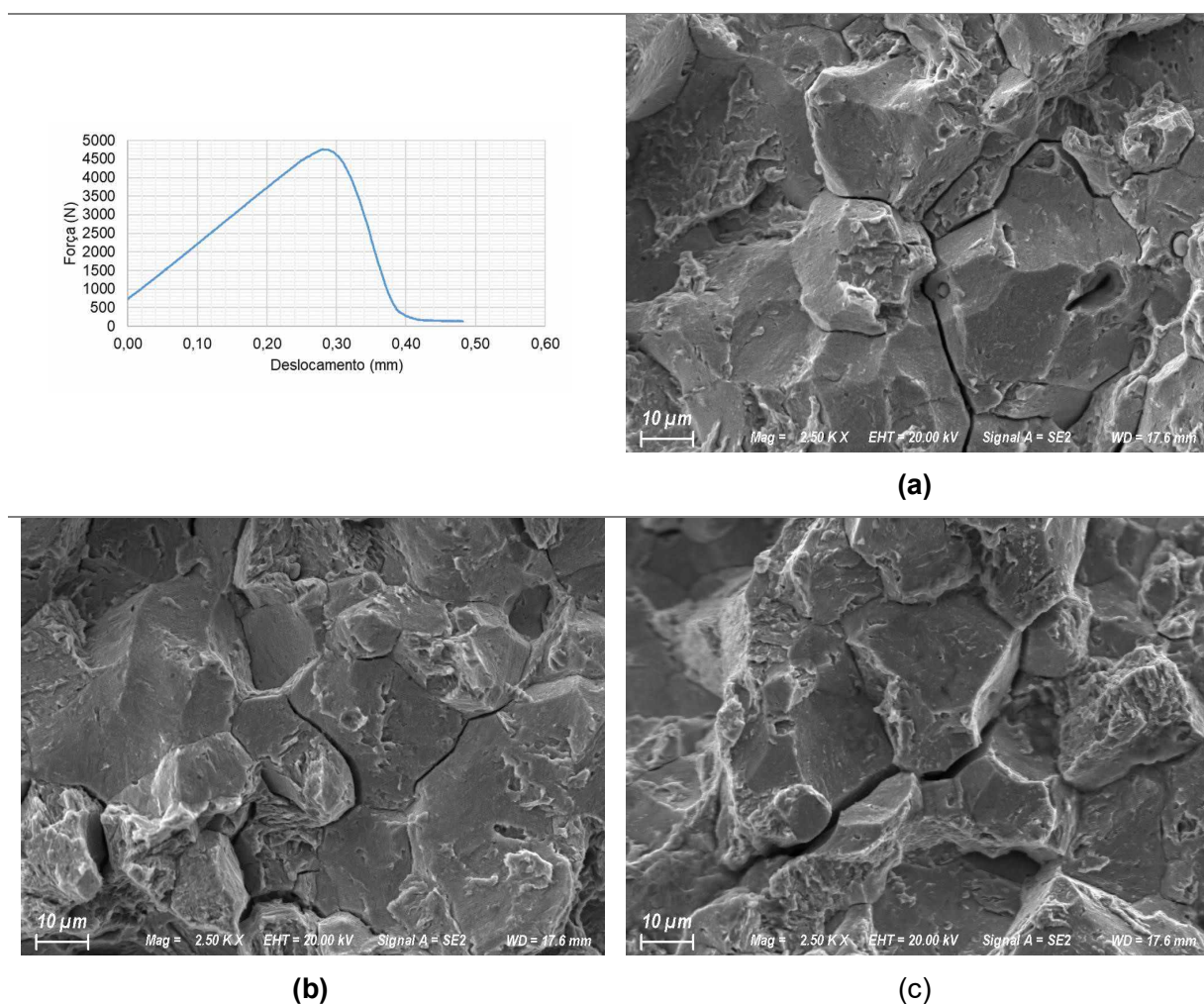


Figura 4.59 – Curva força versus deslocamento e fractografias observadas na região próxima a pré-trinca (a), no meio do comprimento do corpo de prova (b) e no final (c) do CP.03 ensaiado a $0,015 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$, $K_{IH} = 24,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$.

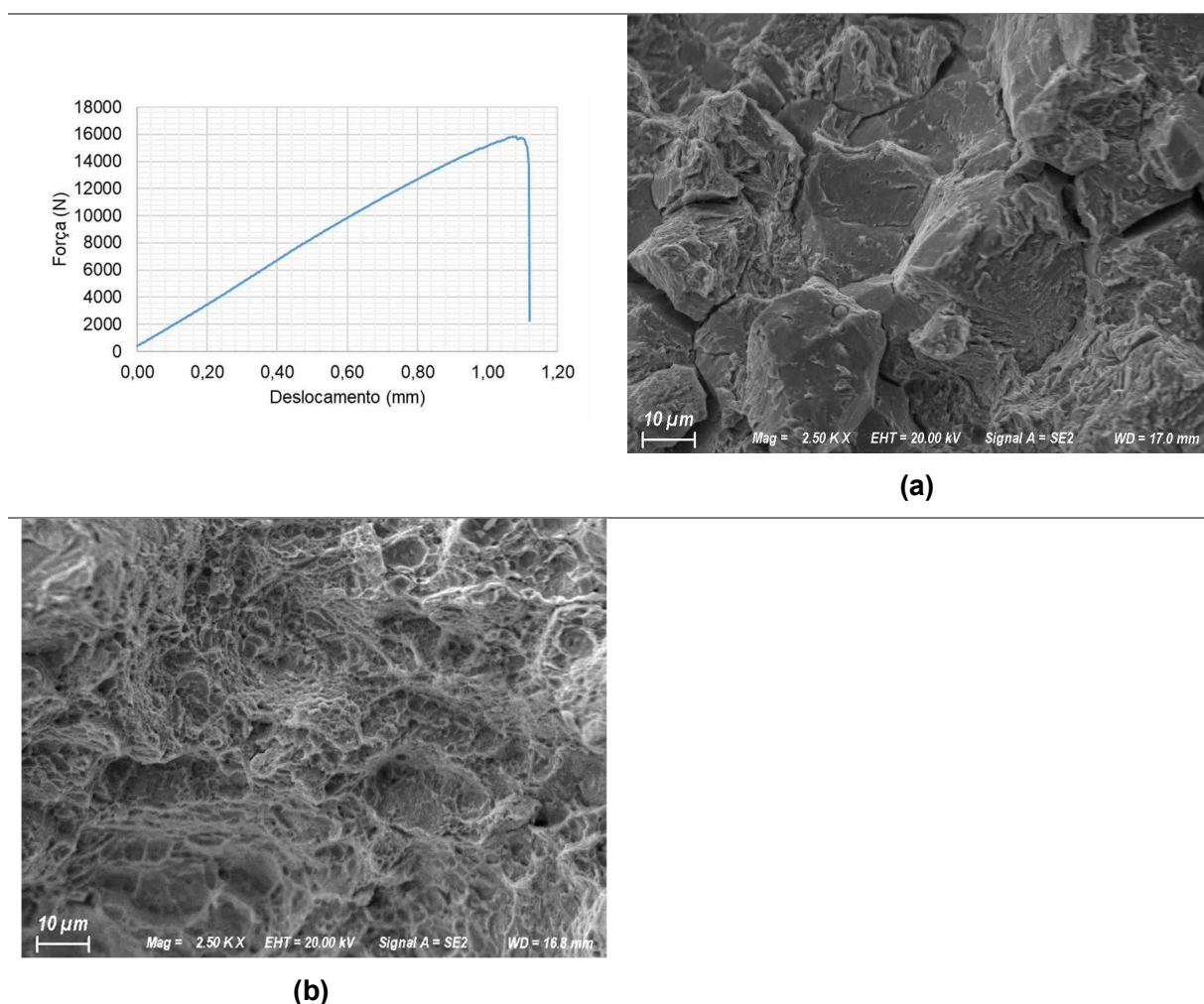


Figura 4.60 - Curva força versus deslocamento e fractografias observadas na região próxima a pré-trinca (a) e no meio do comprimento do corpo de prova (b) do CP.04 ensaiado a $0,400 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$, $K_{IH} = 83,1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$.

Os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura em meio hidrogenado são dependentes de fatores mecânicos e eletroquímicos: a propagação da trinca e a difusão do hidrogênio. Quando o ensaio é realizado ao ar, o material irá falhar de forma instável quando o valor de K aplicado for igual ou maior ao valor de K_{Ic} do material. Ao inserir o hidrogênio no sistema, a ação desse elemento passa a ter um papel importante na propagação da trinca.

A Fig. 4.60 apresenta as etapas de propagação de trinca devido ao fenômeno da fragilização por hidrogênio. O valor apresentado como K_{IH} representa o nível de fator de intensidade de tensões que indica a iniciação do crescimento subcrítico da trinca, devido ao fenômeno de fragilização por hidrogênio. Enquanto o valor indicado no gráfico como K_{Ic-H}

representa o valor onde ocorrerá a falha abrupta do material devido a deterioração das propriedades mecânicas pelo hidrogênio. Nesse caso, esse valor tende a ser inferior ao K_{Ic} do material ao ar, ou seja, a trinca irá iniciar sua propagação quando o K aplicado atingir o valor de K_{IH} , porém a falha abrupta apenas ocorrerá após o valor de K aplicado ultrapassar K_{Ic-H} .

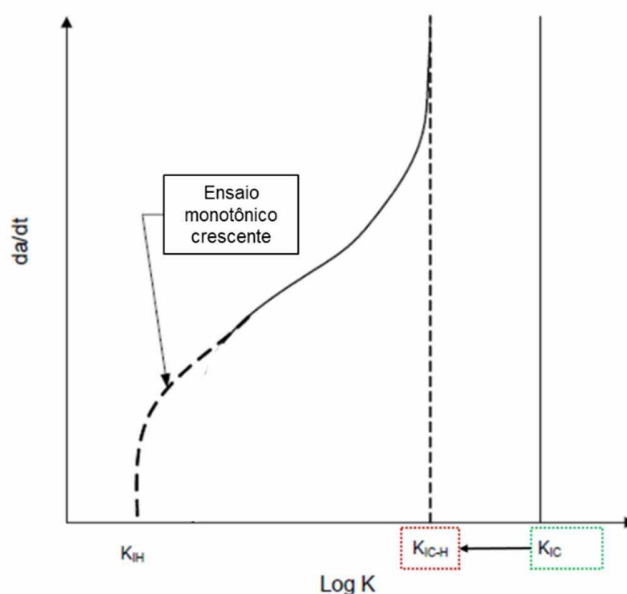


Figura 4.61. Propagação de trinca em função do fator intensidade de tensão aplicado, indicando os locais de iniciação do crescimento sub-crítico (K_{IH}), falha abrupta do material em meio hidrogenado (K_{Ic-H}) e tenacidade à fratura do material ao ar (K_{Ic}) (API, 2016).

A trinca irá iniciar sua propagação ao atingir um valor de K , descrito como K_{IH} , que equivale a uma combinação da tensão mecânica aplicada e nível de hidrogênio, que se difundiu ao local de maior tensão hidrostática (frente da trinca), necessário para propagação da trinca. Ao se propagar, a velocidade de propagação da trinca é superior ao fluxo de hidrogênio até a ponta da trinca, ou seja, o acúmulo de hidrogênio na frente da trinca inicial não conseguirá acompanhar, de forma simultânea, o crescimento desta. Dessa forma, a trinca se propaga até uma nova condição de tensão hidrostática que irá acumular hidrogênio suficiente para promover a propagação da trinca. Nessa fase, espera-se que o K aplicado será crescente, até atingir um valor de K_{Ic-H} , onde ocorrerá a falha final. Esse parâmetro K_{Ic-H} representa o valor da tenacidade do material em função das alterações estruturais ocorridas na condição do meio de teste.

Alguns ensaios monotônicos crescentes para avaliação da tenacidade a fratura em corpos de prova pré-trincados do tipo C(T) foram interrompidos após atingir o valor de P_{Max} , em seguida

foram rompidos ao ar. Um exemplo da superfície de fratura deste é apresentado na Fig. 4.60, juntamente com o gráfico força *versus* deslocamento indicando o ponto de interrupção do ensaio. Observa na Fig. 4.60b as diferentes regiões da fratura: pré-trinca, propagação sub-crítica pela ação do hidrogênio e fratura ao ar após a interrupção do ensaio. A propagação sub-crítica iniciou-se ao atingir o P_{Max} correspondente a $K_{IH} = 24,6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$, após esse valor, a trinca aumentou de tamanho e, pelo ensaio atuar com controle de deslocamento, a força do ensaio diminuiu, até a interrupção proposital do ensaio. Ao se medir a região de propagação e com o valor da força no momento final do ensaio, obtêm-se um K aplicado equivalente a $42,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$. Dessa forma, nesse momento, o ensaio estaria na transição entre os valores de K_{IH} e K_{IC-H} . O uso de extensômetro na abertura da trinca possibilitaria a determinação da taxa da/dt de propagação sub-crítica da trinca.

Assim, as metodologias apresentadas nesse trabalho obtêm dois valores diferentes de tenacidade a fratura do material. Enquanto os ensaios nBTD, por meio da análise de sua superfície de fratura, e os ensaios monotônicos crescentes de corpos de prova pré-trincados do tipo C(T), de mais alta velocidade, determinam os valores de K_{IC-H} , os ensaios em menores velocidades, determinaram os valores de K_{IH} .

Com os resultados obtidos de tensão máxima alcançada nos ensaios nBTD e os valores de tenacidade medidos, é possível determinar o diagrama FAD modificado apresentado na Fig. 4.63. Em componentes estruturais que apresentam alguma trinca, esse diagrama apresenta uma avaliação simultânea da possibilidade de ocorrência de fratura frágil e/ou colapso plástico. Assim, é possível observar que em todos os ensaios o modo de fratura é uma combinação entre a fratura frágil e o colapso plástico.

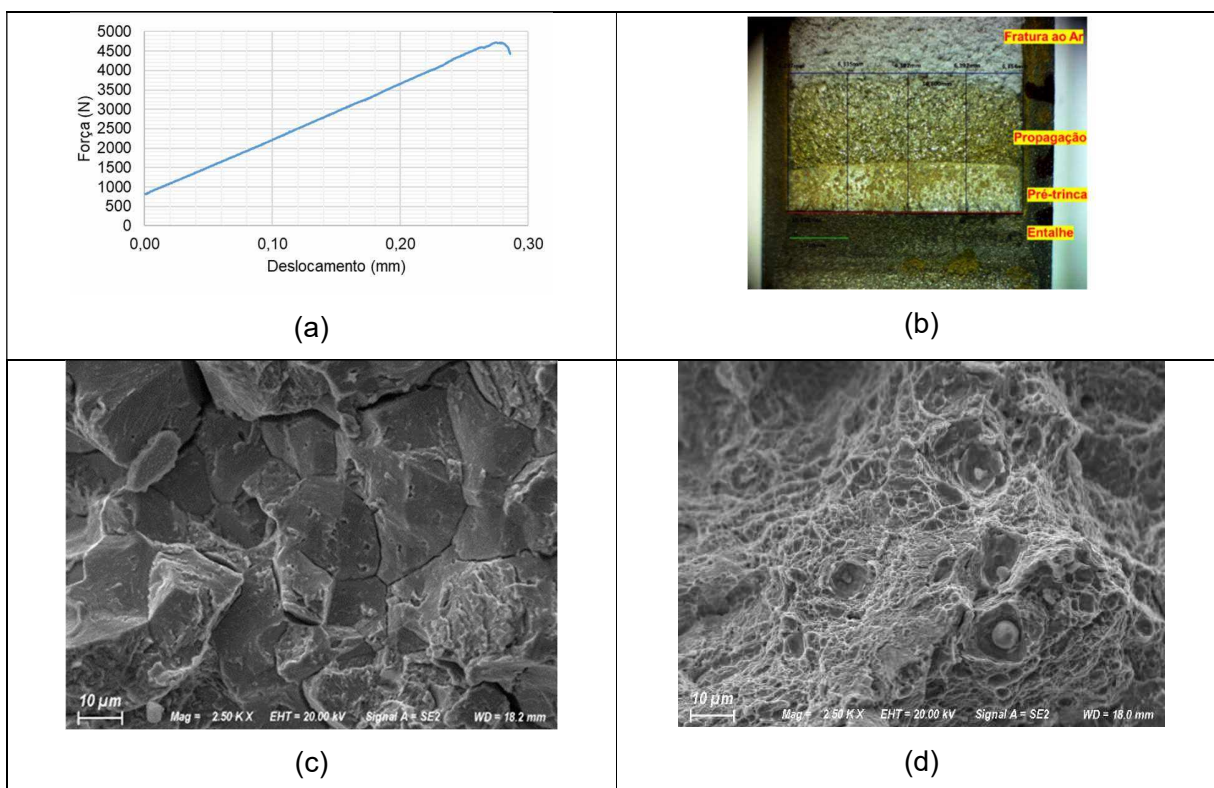


Figura 4.62. Curva força versus deslocamento (a) do CP.07 ensaiado a taxa de $0,003 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}/\text{min}$, registro macrográfico da fratura e fractografias na região de propagação inicial (c) e de fratura ao ar.

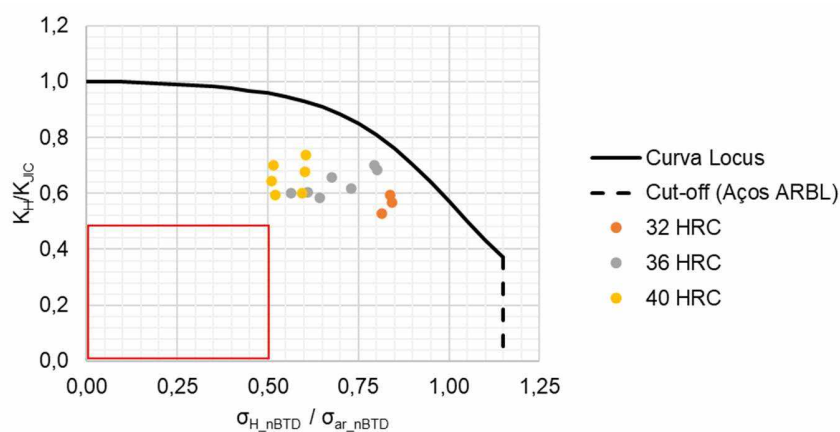


Figura 4.63 - Diagrama FAD modificado para algumas condições ensaiadas a -1100 mV , o quadrado em vermelho indica a região de não falha quando submetido a condição de proteção catódica (σ_{H_nBTD} e σ_{ar_nBTD} = tensão máxima no ensaio nBTD em meio hydrogenado e ao ar).

CAPÍTULO V

CONCLUSÃO

Nesse trabalho foram avaliadas três diferentes metodologias de ensaio em um aço AISI 4340 em três níveis de dureza: 32, 36 e 40 HRC utilizando corpos de prova lisos e entalhados. Além da resistência mecânica do material, outros parâmetros foram avaliados: potencial catódico aplicado nos corpos de prova ($-950 \text{ mV}_{\text{Ag|AgCl}}$ e $-1100 \text{ mV}_{\text{Ag|AgCl}}$) e raio do entalhe (1,00, 0,20 e 0,05 mm). Os ensaios foram realizados em solução salina com 3,5 % em peso de NaCl. Após os ensaios, as superfícies de fratura também foram avaliadas. A partir dos resultados obtidos, pode-se citar as seguintes conclusões.

5.1. Ensaios de tração em baixas taxas de deformação - BTD

Após a realização dos ensaios BTB, foi possível concluir que:

- a. A fragilização por hidrogênio foi maior em aços de maior dureza e sob um potencial catódico aplicado mais negativo;
- b. Dentre as faixas de dureza e condições de ensaio utilizadas, não foi observada uma diferença significativa em relação ao limite de escoamento e limite de resistência dos materiais;
- c. Os materiais quando ensaiados ao ar apresentaram o fenômeno do escoamento descontínuo, porém, ao serem ensaiados sob proteção catódica, houve uma alteração desse patamar, sendo o hidrogênio responsável por diminuir ou eliminar esse efeito;
- d. Para uma melhor comparação entre materiais, a avaliação da redução de área em meio hidrogenado, quando comparada ao ensaio ao ar, se mostrou mais eficiente para diferenciar condições de maior e menor agressividade quando comparado com o alongamento plástico;
- e. Por meio da avaliação das superfícies de fratura, pôde-se confirmar que as fraturas em meio hidrogenado se iniciaram na extremidade do corpo de prova, com propagação da trinca até a falha final, diferentemente do ensaio ao ar que apresentou característica taça-

cone, com o coalescimento de microcavidades no centro do corpo de prova, seguido de propagação instável da trinca;

- f. Foi possível determinar uma relação entre os micromecanismos de fratura e o índice de fragilização HI_{RA} , fraturas de caráter mais intergranulares apresentaram maiores valores.

5.2. Ensaios de tração em baixas taxas de deslocamento utilizando corpos de prova entalhados - nBTD

- a. A inserção de um entalhe no corpo de prova alterou as tensões máximas às quais o corpo de prova consegue suportar, sendo esta, aproximadamente 60 a 70 % superior ao limite de resistência do material;
- b. As simulações via método dos elementos finitos mostraram que a tensão hidrostática atinge maiores valores quanto maior a dureza do material e menor raio de entalhe (maior K_t) utilizado;
- c. Os ensaios em meio hidrogenados indicaram que a susceptibilidade a fragilização por hidrogênio é maior quanto maior a dureza do material, maior o K_t e potencial catódico mais negativo;
- d. Foi possível determinar uma correlação entre o aspecto da superfície de fratura e o índice de fragilização $HI_{\sigma_{nBTD}}$, maiores índices estavam relacionados com maior fator de fratura intergranular;
- e. Os corpos de prova apresentaram duas regiões de fratura diferentes: uma próxima à borda e outra ao centro. A medição dessas áreas possibilitou o cálculo da tenacidade à fratura destes corpos de prova;
- f. Com os valores de tensão de falha σ_{nBTD} e os valores de K_{IC} foi possível construir um diagrama FAD modificado para avaliação da integridade estrutural de componentes fabricados no material utilizado nessa dissertação.
- g. Foi observado que a utilização do raio de entalhe igual à 0,20 mm se mostrou o mais eficaz para a utilização dessa técnica, levando em conta a capacidade de diferenciação entre as condições e facilidade de usinagem e verificação dimensional deste.

5.3. Ensaios de tração em carga constante - CLT

- a. As superfícies de fratura dos corpos de prova CLT foram semelhantes às dos CPs ensaiados utilizando a metodologia nBTD;

- b. Os resultados indicaram que a tensão limite σ_{th} nos ensaios CLT pode ser assumida como sendo 90 % da tensão mínima encontrada no ensaio nBTD, obtendo tal parâmetro utilizando uma metodologia mais rápida.

5.4. Ensaio de tenacidade

- a. A avaliação da tenacidade a fratura em meio hidrogenado (K_{IC-H}) utilizando as fractografias dos ensaios nBTD e CLT não apresentaram uma diferença significativa em função do método de carregamento utilizado ou raio de entalhe. Os valores obtidos foram de $90,2 \pm 5,2$, $88,1 \pm 7,1$ e $79,8 \pm 6,4$ MPa.m^{0,5}, respectivamente para as durezas de 32, 36 e 40 HRC.
- b. Os valores de tenacidade à fratura obtidos nos ensaios utilizando corpos de prova C(T) pré-trincados apresentaram uma forte dependência da velocidade de ensaio. Por meio da análise dessa curva, foi possível determinar, para a condição 40 HRC – 1100 mV, valores de $K_{IH} = 23,5 \pm 1,5$ MPa.m^{0,5} (iniciação do crescimento sub-crítico) e $K_{IC-H} = 85,6 \pm 3,6$ MPa.m^{0,5} (fratura abrupta). Esse fato foi corroborado também com o comportamento da curva após atingir a força máxima, levando em conta a relação entre a difusão do hidrogênio e a propagação da trinca.
- c. Os valores de tenacidade obtidos pela análise das fraturas dos ensaios nBTD e CLT e os ensaios do corpo de prova CT na taxa de 0,40 MPa.m^{0,5} apresentaram valores estatisticamente semelhantes: $79,8 \pm 6,4$ e $85,6 \pm 3,6$ MPa.m^{0,5} MPa.m^{0,5}, considerando um nível de confiança de 95,45 %.

CAPÍTULO VI

SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- a) Realização de ensaios de tração em baixas taxas de deformação em corpos de prova entalhados em ligas de níquel e comparação com ensaios de carga constante;
- b) Realização de ensaios de tenacidade *in-situ* e comparação com os resultados obtidos via ensaios de carga constante e nBTD em corpos de prova com 32 e 36 HRC;
- c) Avaliar aços de mesmos níveis de dureza com presença de elementos formadores de armadilhas irreversíveis, tais como V, Nb e Mo.

CAPÍTULO VII

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKIYAMA, E. et al. Constant-load delayed fracture test of atmospherically corroded high strength steels. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 19, p. 8275–8281, jul. 2011. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.03.037>
- ALLEN, Q. S.; NELSON, T. W. Microstructural evaluation of hydrogen embrittlement and successive recovery in advanced high strength steel. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 265, p. 12–19, mar. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.09.039>
- ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. 4. ed. [s.l.] CRC Press, 2017. <https://doi.org/10.1201/9781315370293>
- API; ASME. **API 579-1/ASME FFS-1: Fitness-for-service**.
- ASAHI, H.; HIRAKAMI, D.; YAMASAKI, S. Hydrogen Trapping Behavior in Vanadium-added Steel. **ISIJ International**, v. 43, n. 4, p. 527–533, 2003. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.527>
- ASTM. G129 - Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking. v. 00, n. Reapproved 2013, p. 1–7, 2014.
- ASTM. E1245 - Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. **Annual Book of ASTM Standards**, v. 3.02, n. April, p. 1–8, 2016a.
- ASTM. E8 - Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. 2016b.
- ASTM. E45 - Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel. p. 1–19, 2018a.
- ASTM. F519 - Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement Evaluation of Plating/Coating and Service Environments. 2018b.
- ASTM. F1624 - Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique. v. 12, n. Reapproved, p. 1–12, 2018c.
- ASTM. E140 - Standard hardness conversion tables for metals relationship among brinell hardness, vickers hardness, rockwell hardness, superficial hardness, knoop hardness, and scleroscope hardness. **Astm**, n. Reapproved, p. 1–21, 2019.

- ASTM. A29 - Standard Specification for General Requirements for Steel Bars, Carbon and Alloy, Hot-Wrought. v. i, p. 1–16, 2020.
- ASTM. E112 - Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. **Astm E112-10**, v. 13, n. Reapproved, p. 1–27, 2021.
- BEACHEM, C. D. A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”). **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 3, n. 2, p. 441–455, 1 fev. 1972. <https://doi.org/10.1007/BF02642048>
- BRAHIMI, S. Hydrogen Embrittlement in Coated Steel Fasteners A review of the literature. n. April, 2006.
- BRAHIMI, S. Fundamentals of hydrogen embrittlement in steel fasteners. **IBECA Technologies Corp**, p. 1, 2014.
- BRAHIMI, S. V.; SRIRAMAN, K. R.; YUE, S. Hydrogen embrittlement characteristics of two tempered martensitic steel alloys for high-strength bolting. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science**, v. 231, n. 17, p. 3214–3227, 2017. <https://doi.org/10.1177/0954406216642476>
- BS 7910. Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures. 2013.
- CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- CAYÓN, A. et al. Hydrogen embrittlement processes in microalloyed steel notched tensile samples. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v. 112, n. December 2020, 2021a. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102878>
- CHENG, X. et al. Hydrogen diffusion and trapping in V-microalloyed mooring chain steels. **Materials Letters**, v. 213, p. 118–121, fev. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.11.029>
- CHO, L. et al. Characteristics and mechanisms of hydrogen-induced quasi-cleavage fracture of lath martensitic steel. **Acta Materialia**, v. 206, p. 116635, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116635>
- DAS, T. et al. A study on the susceptibility of high strength tempered martensite steels to hydrogen embrittlement (HE) based on incremental step load (ISL) testing methodology. **Materials Science and Engineering A**, v. 716, n. January, p. 189–207, 2018a. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.032>
- DEPOVER, T.; HERTELÉ, S.; VERBEKEN, K. The effect of hydrostatic stress on the hydrogen induced mechanical degradation of dual phase steel: A combined experimental and numerical

- approach. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 221, p. 106704, nov. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2019.106704>
- DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 2. ed. [s.l.] Guanabara Dois, 1981.
- DJUKIC, M. B. et al. Hydrogen damage of steels: A case study and hydrogen embrittlement model. **Engineering Failure Analysis**, v. 58, p. 485–498, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2015.05.017>
- DJUKIC, M. B. et al. Towards a unified and practical industrial model for prediction of hydrogen embrittlement and damage in steels. **Procedia Structural Integrity**, v. 2, p. 604–611, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.078>
- DWIVEDI, S. K.; VISHWAKARMA, M. Hydrogen embrittlement in different materials: A review. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 46, p. 21603–21616, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.09.201>
- FERREIRA, D. C. F. **Ensaios e metodologias de análise de integridade para equipamentos em aço baixa liga sujeitos à fragilização por hidrogênio**. [s.l.] UFRJ/COPPE, 2017.
- HALDORSEN, L. M. et al. **Recent experiences with cracking of load bearing dissimilar metal welds on subsea production systems**. Proceedings of the International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering - OMAE. **Anais...Trondheim, Norway: 25 jun. 2017**. <https://doi.org/10.1115/OMAE2017-61176>
- H.K.D.H. BHADESHIA. Prevention of Hydrogen Embrittlement in Steels. **ISIJ International**, v. 56, n. 1, p. 24–36, 2016. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430>
- IBRAHIM, R. N.; RIHAN, R.; RAMAN, R. K. S. Validity of a new fracture mechanics technique for the determination of the threshold stress intensity factor for stress corrosion cracking (K_{Isc}) and crack growth rate of engineering materials. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 75, n. 6, p. 1623–1634, abr. 2008. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2007.06.007>
- IBRAHIM, R. N.; STARK, H. L. Establishing K_{1C} from eccentrically fatigue cracked small circumferentially grooved cylindrical specimens. **International Journal of Fracture**, v. 44, p. 179–188, 1990. <https://doi.org/10.1007/BF00035515>
- ISO. ISO 16573: Steel — Measurement method for the evaluation of hydrogen embrittlement resistance of high strength steels. 2015a.
- ISO 7539-11. Corrosion of metals and alloys. Stress corrosion testing. Part 11: guidelines for assessing the resistance of metals and alloys to hydrogen embrittlement and hydrogen-assisted cracking. 2017a.

- JIANG, D. et al. Combined Effect of Cathodic Potential and Heat Treatment on Stress Corrosion Cracking Behaviour of Low Alloy Steel in Artificial Seawater. **International Journal of Electrochemical Science**, p. 2089–2100, mar. 2020. <https://doi.org/10.20964/2020.03.67>
- JIAO, Y.; DAN, W.; ZHANG, W. Effects of hydrogen on the deformation mechanism of face-centred cubic Fe–C single crystal with nanovoid: A molecular dynamics simulation. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 870, p. 159330, jul. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.159330>
- JO, M. C. et al. Effects of Nb and Mo alloying on resistance to hydrogen embrittlement in 1.9 GPa-grade hot-stamping steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 789, p. 139656, jul. 2020.
- KIM, H.-J. Effects of Prior Austenite Grain Size on Hydrogen Delayed Fracture of Hot-Stamped Boron Martensitic Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 51, n. 1, p. 237–251, 11 jan. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139656>
- KIM, J. S. et al. Microstructural influences on hydrogen delayed fracture of high strength steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 505, n. 1–2, p. 105–110, 2009. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05523-3>
- KROM, A. H. M.; BAKKER, A. Hydrogen trapping models in steel. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 31, n. 6, p. 1475–1482, dez. 2000. <https://doi.org/10.1007/s11663-000-0032-0>
- LI, L. et al. Effect of vanadium content on hydrogen diffusion behaviors and hydrogen induced ductility loss of X80 pipeline steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 742, p. 712–721, 10 jan. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.048>
- LI, X. et al. Effect of pre-strain on hydrogen embrittlement of high strength steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 616, p. 116–122, out. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.085>
- LI, X. et al. Effect of tempering temperature and inclusions on hydrogen-assisted fracture behaviors of a low alloy steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 682, p. 359–369, jan. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.064>
- LIU, B. et al. Effects of the Addition of Nb and V on the Microstructural Evolution and Hydrogen Embrittlement Resistance of High Strength Martensitic Steels. **Scanning**, v. 2022, p. 1–9, 24 fev. 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/4040800>
- LUFRANO, J.; SOFRONIS, P. Enhanced hydrogen concentrations ahead of rounded notches and cracks-competition between plastic strain and hydrostatic stress. **Acta Materialia**, v. 46, n. 5, p. 1519–1526, 1998. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00364-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00364-9)

- LYNCH, S. A review of underlying reasons for intergranular cracking for a variety of failure modes and materials and examples of case histories. **Engineering Failure Analysis**, v. 100, n. November 2018, p. 329–350, jun. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.02.027>
- LYNCH, S. P. Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms. **Stress corrosion cracking: Theory and practice**, n. i, p. 90–130, 2011. <https://doi.org/10.1533/9780857093769.1.90>
- MALHEIROS, L. C. et al. Local fracture criterion for quasi-cleavage hydrogen-assisted cracking of tempered martensitic steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 847, n. April, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143213>
- MANN, T. Underwater Oil-Well Bolts Are Failing, Causing Alarm. **The Wall Street Journal**, 2016.
- MARTIN, M. L. et al. On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels. **Acta Materialia**, v. 59, n. 4, p. 1601–1606, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.11.024>
- MARTINIANO, G. A. **Efeito de parâmetros microestruturais e da temperatura do meio na susceptibilidade à fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência e baixa liga**. [s.l.] Universidade Federal de Uberlândia, 2021a.
- MATSUMOTO, Y.; TAKAI, K. Method of Evaluating Delayed Fracture Susceptibility of Tempered Martensitic Steel Showing Quasi-Cleavage Fracture. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 48, n. 2, p. 666–677, 2017. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3885-9>
- MATSUMOTO, Y.; TAKAI, K. Method of Evaluating Hydrogen Embrittlement Susceptibility of Tempered Martensitic Steel Showing Intergranular Fracture. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 49, n. 2, p. 490–497, 2018. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4435-9>
- MEHNER, T. et al. Hydrogen embrittlement of a quenching and partitioning steel during corrosion and zinc electroplating. **Materials Science and Engineering: A**, v. 744, p. 247–254, jan. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.022>
- MELO, G. F. et al. **Structural Integrity of HSLA Steels under Hydrogen Embrittlement Condition**. Day 3 Thu, October 31, 2019. **Anais...OTC**, 28 out. 2019. <https://doi.org/10.4043/29962-MS>
- MOMOTANI, Y. et al. Effect of strain rate on hydrogen embrittlement in low-carbon martensitic steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 5, p. 3371–3379, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.09.188>

- MOON, J.; KIM, S. J.; LEE, C. Role of Ca treatment in hydrogen induced cracking of hot rolled API pipeline steel in acid sour media. **Metals and Materials International**, v. 19, n. 1, p. 45–48, 2013. <https://doi.org/10.1007/s12540-013-1008-3>
- NAGAO, A. et al. Hydrogen-enhanced-plasticity mediated decohesion for hydrogen-induced intergranular and “quasi-cleavage” fracture of lath martensitic steels. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 112, p. 403–430, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2017.12.016>
- NAGUMO, M. **Fundamentals of hydrogen embrittlement**. [s.l.: s.n.].
- NAGUMO, M.; TAKAI, K. The predominant role of strain-induced vacancies in hydrogen embrittlement of steels: Overview. **Acta Materialia**, v. 165, p. 722–733, fev. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.12.013>
- NAGUMO, M.; TAKAI, K. Critical Assessment 35: Assessment of the intrinsic susceptibility to hydrogen embrittlement for qualification of steels. **Materials Science and Technology (United Kingdom)**, v. 36, n. 10, p. 1003–1011, 2020. <https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1639009>
- NODA, N. A.; TAKASE, Y. Stress concentration formula useful for all notch shape in a round bar (comparison between torsion, tension and bending). **International Journal of Fatigue**, v. 28, n. 2, p. 151–163, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2005.04.015>
- OLDEN, V.; THAULOW, C.; JOHNSEN, R. Modelling of hydrogen diffusion and hydrogen induced cracking in supermartensitic and duplex stainless steels. **Materials and Design**, v. 29, n. 10, p. 1934–1948, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.04.026>
- PERAL, L. B. et al. Effects of hydrogen on the fracture toughness of CrMo and CrMoV steels quenched and tempered at different temperatures. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 44, n. 7, p. 3953–3965, fev. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.12.084>
- PETROBRAS. **ET-3000.00-1500-251-PEK-001: Fixadores em aço baixa liga de alta resistência para aplicação submarina**. , 2018.
- REHRL, J. et al. Mechanical properties and fracture behavior of hydrogen charged AHSS/UHSS grades at high- and low strain rate tests. **Materials Science and Engineering A**, v. 590, p. 360–367, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.044>
- ROBERTSON, I. M. et al. Hydrogen Embrittlement Understood. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 46, n. 6, p. 2323–2341, 28 jun. 2015. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2836-1>
- ROLLINS, B. C. et al. Evaluation of Test Techniques for Determining Susceptibility Nickel Based Alloys to Hydrogen Assisted Cracking in Seawater with CP Conditions. n. 7828, p. 1–16, 2016.

- SAMPATH, D.; AKID, R.; MORANA, R. Estimation of crack initiation stress and local fracture toughness of Ni-alloys 945X (UNS N09946) and 718 (UNS N07718) under hydrogen environment via fracture surface topography analysis. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 191, p. 324–343, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.12.010>
- SEO, H. J. et al. Effect of V/Mo ratio on the evolution of carbide precipitates and hydrogen embrittlement of tempered martensitic steel. **Corrosion Science**, v. 176, p. 108929, nov. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108929>
- SHAO, X. et al. Effect of heat treatment conditions on shape control of large-sized elongated MnS inclusions in sulfurized free-cutting steels. **ISIJ International**, v. 51, n. 12, p. 1995–2001, 2011. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.1995>
- SILVA, A.L.V.C.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 3ª ed. São Paulo: [s.n.].
- SOFRONIS, P.; MCMEEKING, R. M. Numerical analysis of hydrogen transport near a blunting crack tip. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 37, n. 3, p. 317–350, jan. 1989. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(89\)90002-1](https://doi.org/10.1016/0022-5096(89)90002-1)
- TAHA, A.; SOFRONIS, P. A micromechanics approach to the study of hydrogen transport and embrittlement. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 68, n. 6, p. 803–837, abr. 2001. [https://doi.org/10.1016/S0013-7944\(00\)00126-0](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(00)00126-0)
- TAKAHASHI, J.; KAWAKAMI, K.; TARUI, T. Direct observation of hydrogen-trapping sites in vanadium carbide precipitation steel by atom probe tomography. **Scripta Materialia**, v. 67, n. 2, p. 213–216, jul. 2012. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.04.022>
- TOWNSEND, H. E. et al. Hydrogen embrittlement testing and results of full-size ASTM A354 grade BD rods in the SFOBB. **Bridge Structures**, v. 11, n. 4, p. 117–130, 18 abr. 2016a. <https://doi.org/10.3233/BRS-160096>
- UNO, N. et al. Super-high-strength bolt, “SHTB®”. **Nippon Steel Technical Report**, n. 97, p. 95–104, 2008.
- VALENTINI, R. et al. Delayed Fracture in Automotive Advanced High Strength Steel: A New Investigation Approach. **Steel Research International**, v. 90, n. 8, p. 1–8, 2019. <https://doi.org/10.1002/srin.201900136>
- VENEZUELA, J. et al. The influence of microstructure on the hydrogen embrittlement susceptibility of martensitic advanced high strength steels. **Materials Today Communications**, v. 17, n. July, p. 1–14, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.07.011>

- WANG, M.; AKIYAMA, E.; TSUZAKI, K. Effect of hydrogen and stress concentration on the notch tensile strength of AISI 4135 steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, n. 1–2, p. 37–46, 2005a. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.03.008>
- WANG, M.; AKIYAMA, E.; TSUZAKI, K. Crosshead speed dependence of the notch tensile strength of a high strength steel in the presence of hydrogen. **Scripta Materialia**, v. 53, n. 6, p. 713–718, 2005b. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.05.014>
- WANG, M.; AKIYAMA, E.; TSUZAKI, K. Determination of the critical hydrogen concentration for delayed fracture of high strength steel by constant load test and numerical calculation. **Corrosion Science**, v. 48, n. 8, p. 2189–2202, 2006. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2005.07.010>
- WANG, S. et al. Hydrogen-induced intergranular failure of iron. **Acta Materialia**, v. 69, p. 275–282, 2014a. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.060>
- WANG, Y. et al. Improved hydrogen embrittlement resistance after quenching–tempering treatment for a Cr-Mo-V high strength steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 44, n. 54, p. 29017–29026, nov. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.09.142>
- WANG, Z. et al. The Effect of Second Tempering on Hydrogen Embrittlement of Ultra-High-Strength Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 51, n. 6, p. 2811–2821, 13 jun. 2020. <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05749-6>
- ZAFRA, A. et al. Effect of hydrogen on the tensile properties of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 43, n. 18, p. 9068–9082, 2018a. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.03.158>
- ZHANG, K. et al. The study of hydrogen embrittlement of 12Cr2Mo1R(H) steel by slow strain rate test with in situ hydrogen charging. **Anti-Corrosion Methods and Materials**, v. 66, n. 5, p. 556–564, 2 set. 2019. <https://doi.org/10.1108/ACMM-04-2019-2111>
- ZHANG, L. et al. Investigation of hydrogen concentration and hydrogen damage on API X80 steel surface under cathodic overprotection. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 50, p. 29888–29896, dez. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.10.116>
- ZHANG, S. et al. Effect of Nb on the hydrogen-induced cracking of high-strength low-alloy steel. **Corrosion Science**, v. 139, p. 83–96, jul. 2018a. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.04.041>
- ZHANG, S. et al. Dual role of nanosized NbC precipitates in hydrogen embrittlement susceptibility of lath martensitic steel. **Corrosion Science**, v. 164, p. 108345, mar. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108345>

ZHANG, T. et al. Comparison of hydrogen embrittlement susceptibility of three cathodic protected subsea pipeline steels from a point of view of hydrogen permeation. **Corrosion Science**, v. 131, n. June 2017, p. 104–115, 2018b. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.11.013>

ZHAO, H.; WANG, P.; LI, J. Effect of vanadium content on hydrogen embrittlement of 1400 MPa grade high strength bolt steels. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 46, n. 70, p. 34983–34997, out. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.08.060>

APÊNDICE A – DUREZA DOS CORPOS DE PROVA

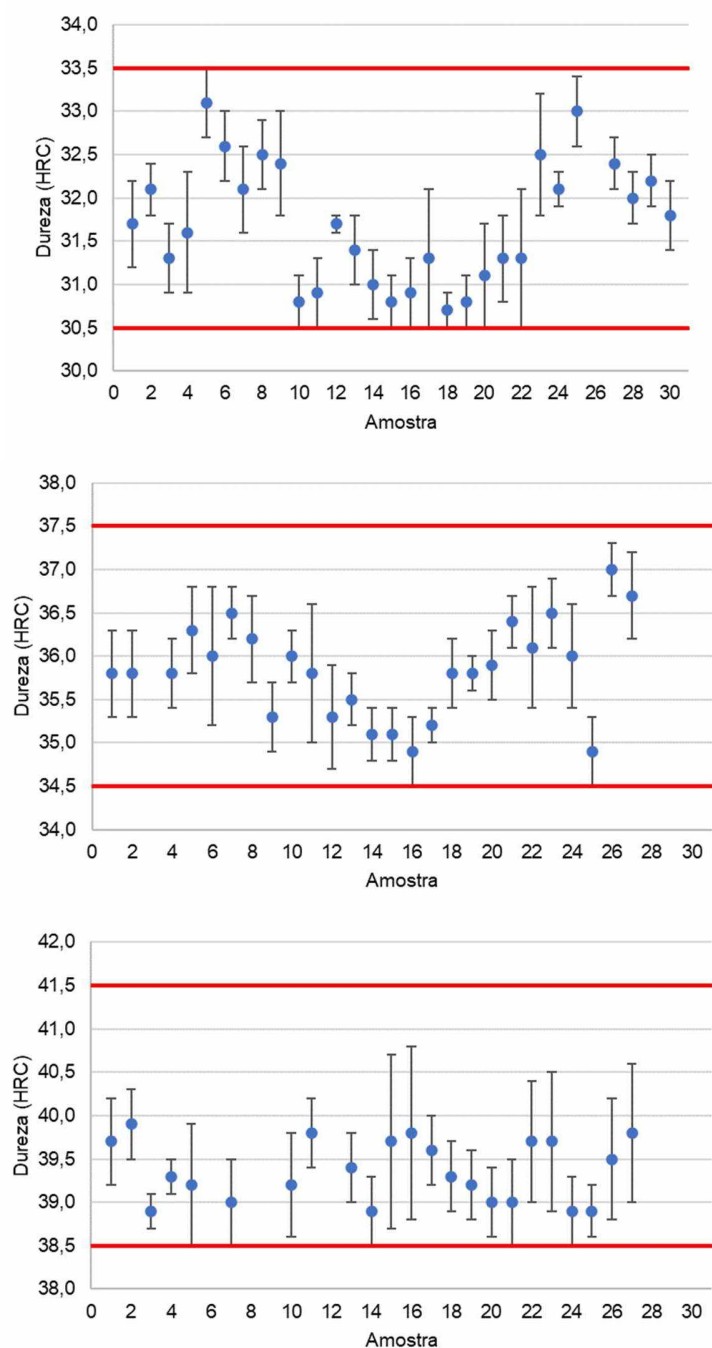
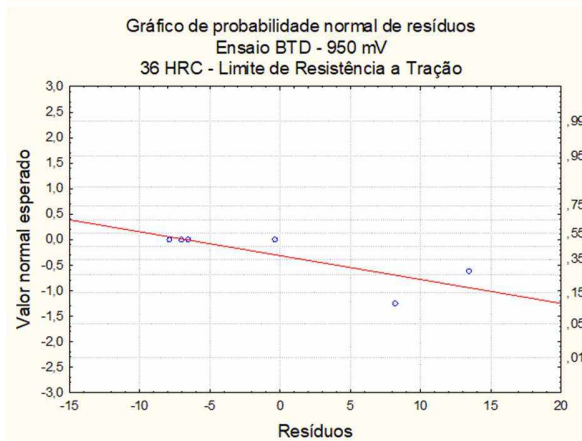
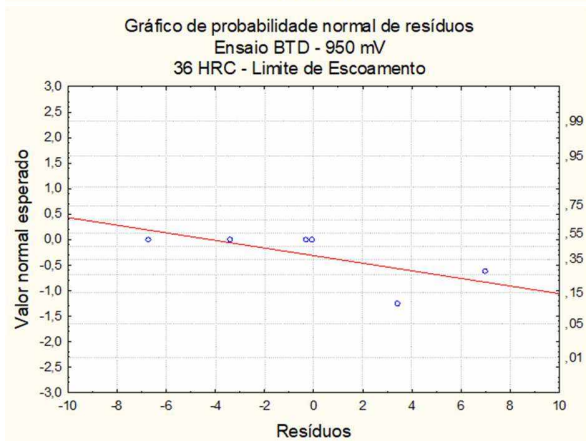
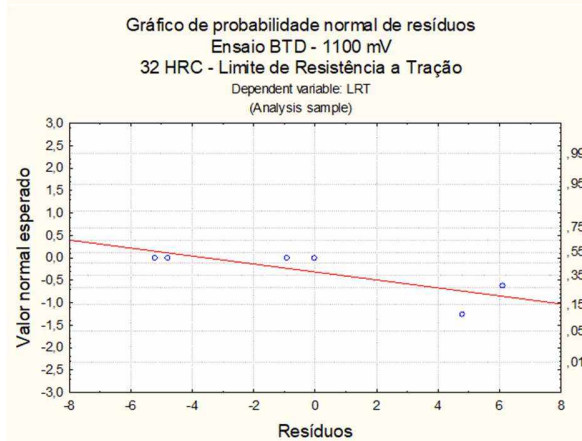
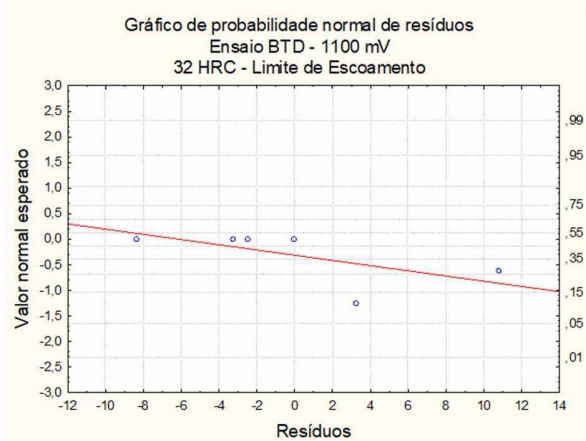
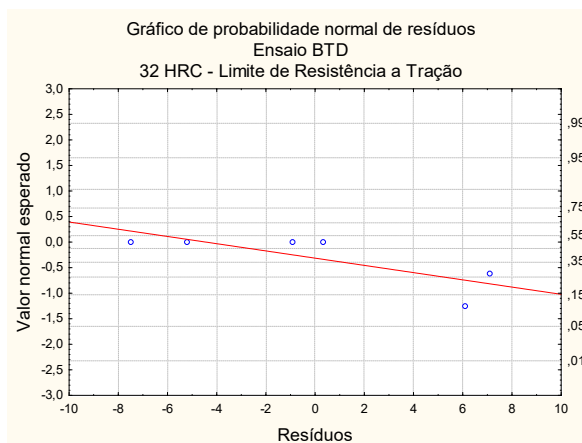
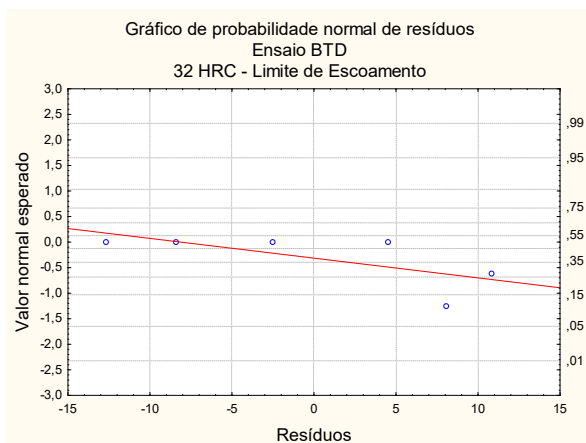
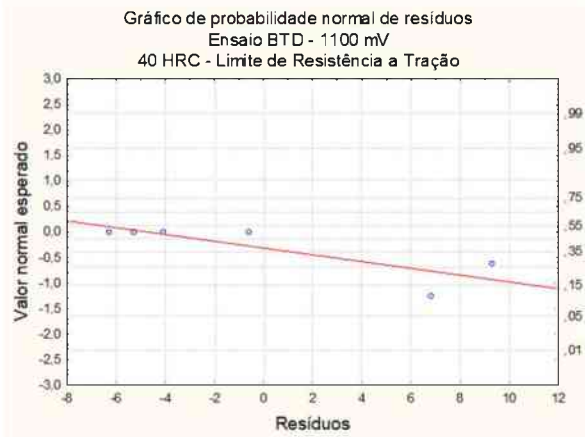
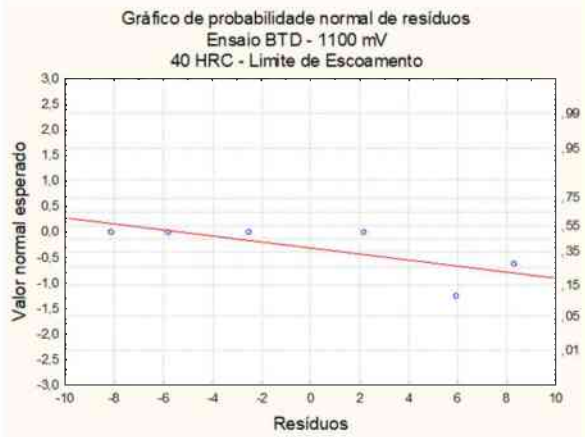
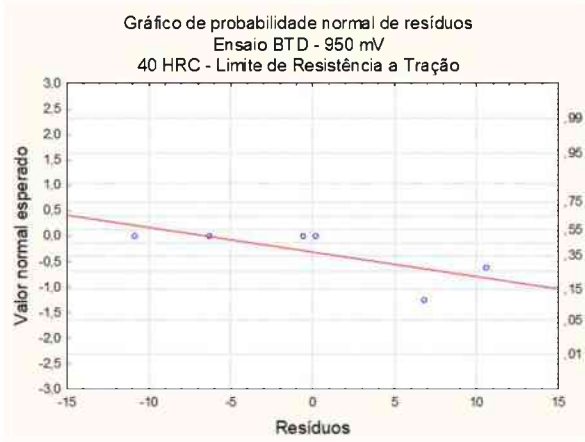
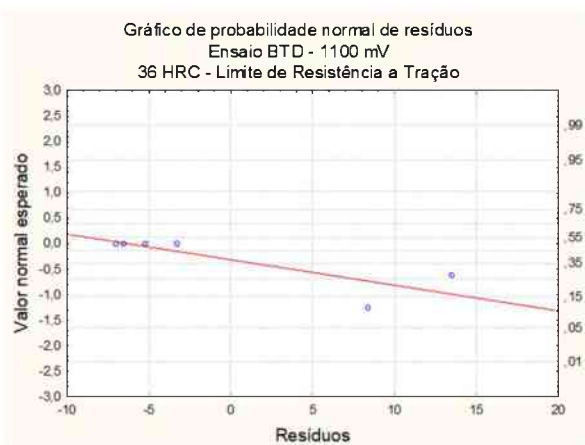
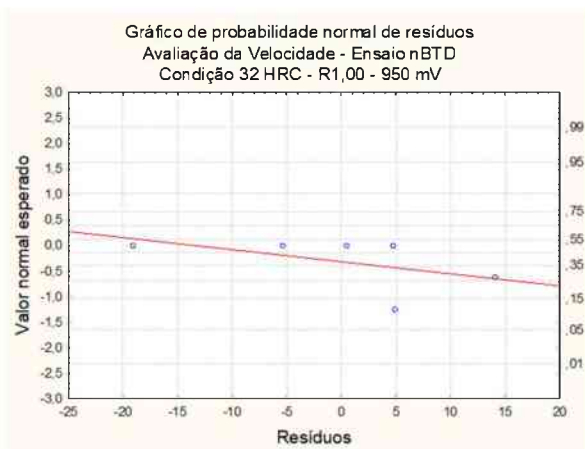
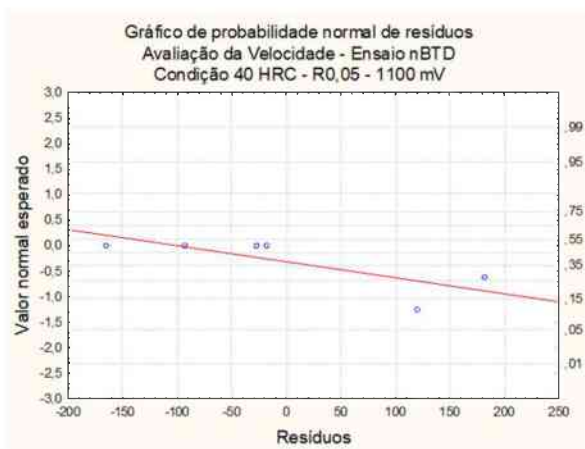


Figura A.1 – Dureza dos corpos de prova BTD (0 a 6) e nBTD (7 a 30) nos três níveis de dureza, as linhas vermelhas indicam os limites máximos e mínimos. As barras de erro indicam um nível de confiança de 68,27 %.

APÊNDICE B – GRÁFICO DE PROBABILIDADES DE RESÍDUOS







ANEXO A – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO CÉLULA DE CARGA DO EQUIPAMENTO INTERMETRIC iM1

Prüfprotokoll

test record / protocole d'essai



Typ: type / type	U10M/50kN	Auftrag: order no / commission	802166380
Justiermessbereich [kN] Adjusted range / étendue de mesure	50.00	Prüfer: examiner / contrôleur	Pucha
IdentNr: serial no / N°-ident	025056S	Datum: test date / date d'essai	2018-11-02

Prüfergebnisse:

test results / résultats d'essai

Eingangsgröße des Messbereichs [kN] input quantity / échelle d'essai	Ausgangsgröße [mV/V] output quantity / résultats	
	Zug tension / traction	Druck compression / compression
0	0.0000	0.0000
10	0.4114	-0.4114
20	0.8230	-0.8230
30	1.2346	-1.2347
40	1.6463	-1.6465
50	2.0580	-2.0584
20	0.8235	-0.8234
0	0.0001	0.0000

Aus den Prüfergebnissen berechnete messtechnische Kenngrößen:

Metrological characteristic quantities computed from the test results:

Grandeurs caractéristiques de mesure calculées à partir des résultats d'essai :

Kennwert C [mV/V] sensitivity / sensibilité	2.0580	-2.0584
Linearitätsabweichung [%vC] linearity deviation / linearité (Abweichung von der bestpassenden Geraden durch das Nullsignal) (deviation from bestfit through zero / écart par rapport à la meilleure droite passant par le zéro)	-0.008	-0.012
Relative Umkehrspanne 0,4 F _{nom} relative hysteresis / hystérésis relatif		
in % vom Istwert in % of reading / en % de lecture	0.061	0.050
in % vom Kennwert C in % of sensitivity / en % de sensibilité	0.024	0.020

Alle aus den Messergebnissen ermittelten Kenngrößen entsprechen den Spezifikationen gemäß Datenblatt.

All characteristic quantities determined from the measurement results correspond to the specifications per datasheet.

Toutes les grandeurs caractéristiques déterminées à partir des résultats de mesure correspondent aux spécifications selon les caractéristiques techniques.

ANEXO B – CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO CÉLULA DE CARGA DO EQUIPAMENTO INTERMETRIC Im2



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

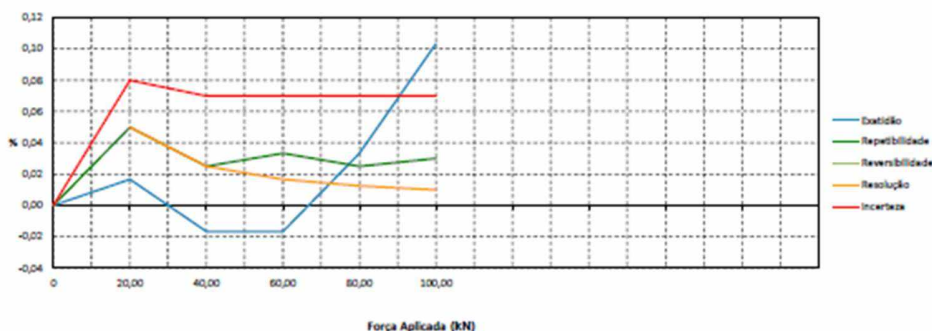
Escala calibrada: 100 kN Tração
Identif. da escala calibrada: 20200708
Classificação (NBR NM-ISO 7500-1:2016): Classe 0,5

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

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

Padrões utilizados na calibração

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



Digitally signed by PAULO ANDRÉ FORTE-09307407904
DN: cn=BR, o=ICP-Brasil, ou=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB, ou=ARCOBREXOS, ou=RFB e-CF E3,
c=PAULO ANDRÉ FORTE-09307407904

F12 Rev. 11

Pág. 2 / 3

ANEXO C - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DOS SISTEMAS DE MEDIÇÃO

C1. Certificado de calibração do paquímetro digital

Mitutoyo
Mitutoyo S.A. Americana Ltda.

LABORATÓRIO DE METROLOGIA
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Calibração
RBC 000100
1983
CAL 0031

Pág. 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: 500-196-20B
N.º de Série: 10901261
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 espaldador	Número: LCF233
Certificado N.º 00997/13 - RBC - Mitutoyo	Validade: 08/2013
Padrão escalonado para paquímetro	Número: 010359
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 Sakake
Gerente do Depto de Garantia da Qualidade

Este certificado valida um registro de medição pelo COCER que valida a conformidade do instrumento e comprova sua rastreabilidade a padrões nacionais de acordo com o Sistema Internacional de Unidades - SI.
A validade deste Certificado depende da presença em vigor e validade da aprovação por parte do cliente.
De acordo com o Certificado emitido ao Instrumento Adquirido a validade dos resultados expostos, não sendo extensivos a outros lotes.

Mitutoyo (Brasil) Av. João Carlos de Sá Rodrigues, 1240 - Santa Amélia - CEP 04050-000 - São Paulo - SP - Brasil - Tel: (11) 5043-0000 - Fax: (11) 5043-0000
Mitutoyo (Brasil) Ltda. Rua 15 de Novembro, 1000 - Bairro Pajuca - CEP 08600-000 - Suzano - SP - Tel: (11) 4749-0000 - Fax: (11) 4749-0000 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br
Mitutoyo (Brasil) Ltda. Rua 15 de Novembro, 1000 - Bairro Pajuca - CEP 08600-000 - Suzano - SP - Tel: (11) 4749-0000 - Fax: (11) 4749-0000 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br
Mitutoyo (Brasil) Ltda. Rua 15 de Novembro, 1000 - Bairro Pajuca - CEP 08600-000 - Suzano - SP - Tel: (11) 4749-0000 - Fax: (11) 4749-0000 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br
Mitutoyo (Brasil) Ltda. Rua 15 de Novembro, 1000 - Bairro Pajuca - CEP 08600-000 - Suzano - SP - Tel: (11) 4749-0000 - Fax: (11) 4749-0000 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br

incutoyo
Métricas Tol. Americanas Ltda.

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

Laboratório de Calibração acreditado pela Cgri 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

Padrão (mm)	Inscrição no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)
1,1	1,10	0,02
1,3	1,05	
1,9	1,90	
4,0	4,00	
8,0	8,00	
15,0	15,00	
20,0	20,00	
50,0	50,00	
75,0	75,00	
100,0	100,00	
150,0	150,00	

Medida Interna

Padrão (mm)	Inscrição no Instrumento (mm)	Incerteza de Medição (mm)
20,0	20,00	0,02
50,0	50,00	
100,0	100,00	
150,0	150,00	

Fator de abrangência (k)	2,00
Graus de liberdade (v)	infinito

Outras Mens.

Item	Resultado (mm)	Incerteza de Medição (mm)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (v)
Ponto zero	0,50	0,01	2,00	infinito
Retidão	0,50	0,01	2,00	infinito
Profundidade	0,01	0,01	3,00	infinito
Paralelo da Chave	0,00	0,01	3,00	infinito
Paralelo da Boca	0,00	0,01	3,00	infinito

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_{inf} graus de liberdade intervalos correspondem a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

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

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

© Incutoyo - Laboratório de Metrologia - Rua Carlos de Faria Borges, 1000 - Jardim Anália - CEP: 04706-000 - São Paulo - SP - Brasil - Telefone: (11) 4784-0000 - Fax: (11) 4784-0001 - E-mail: metrologia@incutoyo.com.br
Laboratório: Tel: (11) 4784-0000 - Fax: (11) 4784-0001 - E-mail: metrologia@incutoyo.com.br
Assessoria Técnica: Tel: (11) 4784-0001 - Fax: (11) 4784-0002 - E-mail: atendimento@incutoyo.com.br
Serviço: Caixa Postal 136 - CEP: 04000-000 - São Paulo - Brasil - E-mail: atendimento@incutoyo.com.br

C2. Certificado de calibração do projetor de perfil



Mitutoyo Soluções Ltda.

LABORATÓRIO DE METROLOGIA

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N.º 12137/12



IMPRESSÃO : " FUNDAÇÃO DE APUVA UNIVERSITÁRIA "

Endereço : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Local da calibração : Av. João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG.

Ordem de Serviço : 034.814/001

Pág.1/4

1 - OBJETO CALIBRADO

PROJETOR DE PERFIL
 Fabricante : Mitutoyo
 Código : 302-714A
 Modelo : PJA3000
 No. de Série : D00101012
 Tambor Micrométrico
 Código : 164-164
 Código : 164-164
 Resolução da unidade de leitura : 0,001 mm
 Resolução do gonômetro : 0° 01'
 Identificação do Proprietário : 063160

N.º série : 000630
N.º série : 000619

2 - PADRÃO UTILIZADO NA CALIBRAÇÃO

Régua Circular de Vidro
 N.º de Série : 21164
 Certificado N.º : 01847/11 Validade: 30/02/2013
 N.º de Série : 24384
 Certificado N.º : UR/56/11 Validade: 30/06/2013

Padrão Angular
 N.º de Série : RCT 1
 Certificado N.º : 110381/101 Validade: 30/06/2013

3 - PROCEDIMENTO DE MEDIÇÃO : PML - 0643 Versão 1/2.

O erro de aplicação e a indicação foi verificado projetando a régua padrão sobre a base do projetor e a medição através da comparação com a régua.

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

Data de validação : 02 de Agosto de 2012
 Data de emissão : 06 de Setembro de 2012

Carlos Kazuo Saito
 Gerente do Opt. de Garantia de Qualidade

Este certificado contém uma declaração de conformidade que constitui um compromisso da Mitutoyo Soluções Ltda. com o cliente e a autoridade competente em matéria de metrologia. A validade deste certificado depende da correta utilização do equipamento calibrado de acordo com as instruções de uso fornecidas pelo fabricante. A Mitutoyo Soluções Ltda. não se responsabiliza por danos ou prejuízos decorrentes do uso incorreto do equipamento calibrado.

Qualquer dúvida, favor entrar em contato com o Serviço ao Cliente (SAC) Mitutoyo Soluções Ltda. em Uberlândia - MG. Tel: (51) 4746-2055 Fax: (51) 4746-2288 E-mail: sac@mitutoyo.com.br

Endereço: Rua João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG. Tel: (51) 4746-2055 Fax: (51) 4746-2288 E-mail: sac@mitutoyo.com.br

Endereço: Rua João Naves de Ávila, 2121, Bloco 1M, Campos Santa Mônica - Uberlândia - MG. Tel: (51) 4746-2055 Fax: (51) 4746-2288 E-mail: sac@mitutoyo.com.br

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

Laboratório de Calibração acreditado pelo Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob número CAL 0001

Pág. 2/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.1 - Resultado Ampliação

Lente de Ampliação de 10 X Número lente: 013012

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

LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO BRASIL

* Rua Santa Cruz, 100 - Jd. Capão de São Roque, 1340 - Santo Amaro - CEP 04708-000 - São Paulo - SP - Fone Casa: (11) 5643-0000 - Fax: (11) 5641-0122
 * Rua da Realidade, 1000 - Santa Ruffa - CEP: 08020-100 - Sorocaba - SP - Tel: (11) 4748-0088 - Fax: (11) 4748-0098 - E-mail: calibracao@mitutoyo.com.br
 Laboratório: Tel: (11) 4748-0300 - Fax: (11) 4748-0305 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica: Tel: (11) 4748-0857 - Fax: (11) 4748-0860 - E-mail: atendimento@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica Exterior: Tel: (11) 5940-3027 - Fax: (11) 5940-3030 - E-mail: ga@mitutoyo.com.br

Mitutoyo

Mitutoyo S&A Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12

REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág. 34

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.2 - Resultado da indicação

Eixo " X "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza na medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,500	
5,100	5,100	
7,700	7,700	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
30,000	30,001	
40,000	40,000	
45,000	45,000	
60,000	60,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03
Graus de liberdade (Veff) = 99

Eixo " Y "

Indicação (mm)	Resultado (mm)	Incerteza de medição (mm)
0,000	0,000	0,002
2,500	2,499	
0,100	0,100	
7,700	7,701	
10,300	10,300	
12,900	12,900	
15,000	15,000	
17,600	17,600	
20,200	20,200	
22,800	22,800	
25,000	25,000	
30,000	30,000	
35,000	35,000	
40,000	40,001	
45,000	45,001	
60,000	60,001	

Fator de abrangência (k) = 2,03
Graus de liberdade (Veff) = 99

Mitutoyo
Mitutoyo Sul Americana Ltda.

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO N°. 12137/12
REDE BRASILEIRA DE CALIBRAÇÃO

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

Pág. 4/4

4 - RESULTADO DA CALIBRAÇÃO :

4.3 - Resultado da Indicação do Anteparo Goniométrico

Indicação	Resultado	Incerteza de Medição (U)	Fator de abrangência (k)	Graus de liberdade (V _{eff})
0	0° 00'	0° 01'	2,28	11
30	29° 59'			
60	60° 00'			
90	90° 00'			
120	119° 59'			
150	149° 59'			
180	180° 00'			
210	210° 00'			
240	240° 01'			
270	270° 00'			
300	300° 01'			
330	330° 02'			
360	360° 02'			

5 - INCERTEZA DE MEDIÇÃO :

A incerteza expandida da 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 : (19,6 ± 0,5) °C.

© 2012 Mitutoyo. Av. João Carlos da Silva Brasil, 1240 - Santo Amaro - CEP 04796-007 - São Paulo - SP - Telefone: (11) 5943-0000 - Fax: (11) 5941-0100
 Filial: Rua Paulista, 1306 - São Paulo - CEP 05023-000 - São Paulo - SP - Tel: (11) 4748-0958 - Fax: (11) 4748-5836 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br
 Laboratório: Tel: (11) 4748-0958 - Fax: (11) 4748-0958 - E-mail: metrologia@mitutoyo.com.br
 Escritório - Avenida Paulista, 100 - (11) 4748-0051 - Fax: (11) 4748-0050 - E-mail: suporte@mitutoyo.com.br
 Assistência Técnica: Tel: (11) 5943-0007 - Fax: (11) 5943-0008 - E-mail: atendimento@mitutoyo.com.br

C3. Certificado de calibração do micrômetro digital



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 468630-A/2018

1 / 2

Solicitante: FUNDACAO DE APOIO UNIVERSITARIO
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 %aur ± 5%aur**

Procedimentos

Calibração Executada conforme: ITTEC002

Revisão: 4

Padrões

Identificação	Marca	Certificado	Calibrado por	Validade
PTM-0685 JOGO DE BLOCO PADRAO	DIGIMESS	01229/17	MITUTOYO/CAL.0031	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)	VeR
mm	mm	mm	mm	mm		
2,5	2,502	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito
5,1	5,108	0,008	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
17,5	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	22,806	0,006	0,001	0,008	2,00	Infinito
25,0	25,002	0,002	0,001	0,003	2,00	Infinito

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



Certificado de Calibração Laboratório Medição Uberlândia

Certificado: 70518/18

Data Calibração: 02/05/2018

OS: 488630-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 ν 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 EIA-402.
- A condição de Aprovado/Reprovado se restringe apenas as grandezas metrologicas 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 apresentado neste certificado, é de responsabilidade do cliente.

Endereço de Emissão: RUA DIVINO LUCAS MARTINS, 330 - SARAIVA - UBERLÂNDIA - MG
Data de emissão: 02 de maio de 2018

Leandro Silva de Sales

Assinado Eletronicamente
LEANDRO SILVA DE SALES
Gerente Técnico



Digitally signed by LEANDRO
SILVA DE SALES, DN: cn=LEANDRO
SILVA DE SALES, o=Laboratório Medição
Uberlândia

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.

C4. Certificado de calibração do interferômetro laser

CERTIFICATE OF CALIBRATION		 0026
Issued By Taylor Hobson Calibration Laboratory Issue Date: 15-July-2009 Certificate No: 47596 Date of Calibration: 14-July-2009		
		Page 1 of 2 Pages APPROVED SIGNATORY C.J.Phillips
Taylor Hobson Limited 2 New Star Road Leicester, LE4 9JQ England Tel: +44 116 2663104 Fax: +44 116 2463058 E-Mail: calibration-uk.le@metek.co.uk Internet: http://www.taylor-hobson.com		
Description: Code Number: Serial Number: Manufactured by: Calibrated For:	Roughness Standard 112/1534 8556 Taylor Hobson Ltd Taylor Hobson do Brazil Ltd R Gaspar Lourenco 605 CEP Vila Mariana Sao Paulo 04107-001 Brazil	
Acting as Agent for: Customer Order Number: Taylor Hobson Order Number:	THB 1321 236710	
Previous Certificate Number: Records Reference: Calibration Temperature: Date Received into Laboratory:	Not Applicable Network 20°C ±1°C 13-July-2009	
		Certified: 
This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of both the United Kingdom Accreditation Service and ISO 17025. It provides traceability of measurement to recognised national standards, and to units of measurement realised at the National Physical Laboratory or other recognised national standards laboratories. This certificate may not be reproduced other than in full, except with the prior written approval of the issuing laboratory.		
The reported uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor k=2, providing a level of confidence of approximately 95%. The uncertainty evaluation has been carried out in accordance with UKAS requirements.		

CERTIFICATE OF CALIBRATION

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY 0026

15 July 2007

Serial Number: 47596

Page 2 of 2

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

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

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

Included in the tabulated results is a calculated imperial equivalent.

Table 1		
Mean Ra Value	Standard Deviation	Maximum Uncertainty
4.11µm 241µin	0.013µm 0.7µin	$\pm 0.144\mu\text{m}$ $\pm 8.7\mu\text{in}$

The measured surface finish data was re-analysed using a 0.8mm 20R filter cut-off with a bandwidth ratio of 100:1, the mean Ra result, rounded to the nearest 0.01µm, is shown in Table 2. This value should be used when calibrating instruments with filter options that do not conform to ISO 4288:1998.

Table 2		
Mean Ra Value	Standard Deviation	Maximum Uncertainty
4.05µm 238µin	0.017µm 0.7µin	$\pm 0.142\mu\text{m}$ $\pm 8.6\mu\text{in}$

Upon receipt into the laboratory the standard was marked:

4.00µm
236µin

Certified:



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

C4. Certificado de calibração do durômetro Rockwell

Mitutoyo CERTIFICADO DE INSPEÇÃO

DURÔMETRO ROCKWELL TWINTYPE PLUS

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


CODIGO: 963-103-01 NÚMERO SERIE: 0157911

PENETRADOR DIAMANTE: 0555907 RELÓGIO INDICADOR: LSR008


PENETRADOR ESFERA \varnothing 1/16" (W): 0356905 PENETRADOR ESFERA \varnothing 2.5 mm (W): 0467906

PADRÃO DE DUREZA	MÉDIA	DISPERSÃO	
		VERIFICADO	TOLERÂNCIA
EP08110130 62.1 HRC	62.2 \pm 1.5	0.4	\leq 0.8
EP09113929 66.7 HR30N	66.9 \pm 2.0	0.3	\leq 1.2
EP08110338 336.9 HBW 2.5/187.5	336.2 \pm 6.7	0.1	0.016 mm

DATA: NOVEMBRO/2009

 Mitutoyo Sul Americana Ltda.

Av. João Carlos da Silva Berges, 1240
 Sto. Amaro - São Paulo - SP
 CEP 04728-002 - Brasil


 Chefe Inspeção

ANEXO D - CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS HMAX (ENSAIOS CLT)

**Certificado de Calibração
Equipamento HMax**

**Data de Calibração:
27/11/2019**

Documento do Sistema da Qualidade

Página 1 de 10

TÍTULO: Certificado de Calibração Equipamento HMax

Responsável: Eng. Rodrigo Freitas da S. Alvarenga

1. Objeto Calibrado: Equipamentos HMax

- **Faixa Nominal:** 0 – 40 kN

2. Padrões Utilizados na Calibração

- Massas-padrão calibradas internamente (certificado de calibração em anexo);
- Célula de Carga HBM U2B, faixa nominal 0 – 50 kN, resolução 0,1 kgf (certificado de calibração em anexo);

3. Procedimento de Medição

O equipamento **HMax** foi calibrado aplicando as massas padrão no suporte de pesos e a leitura da indicação efetuada por meio da célula de carga, tal procedimento foi realizado por **três** vezes em sentido crescente de carga.

Os cálculos foram realizados utilizando o método GUM, de acordo com o modelo matemático:

$$F = X + \Delta R + \Delta C + \Delta DL + A. \Delta m$$

Sendo:

F: Resultado final da força;

X: Variabilidade das leituras;

ΔR : Resolução finita do sistema de medição;

ΔC : Calibração do sistema de medição;

ΔDL : Desvio de linearidade do sistema de medição;

A: Fator de multiplicação relacionado ao braço do equipamento;

Δm : Incerteza relacionada às massas padrão.

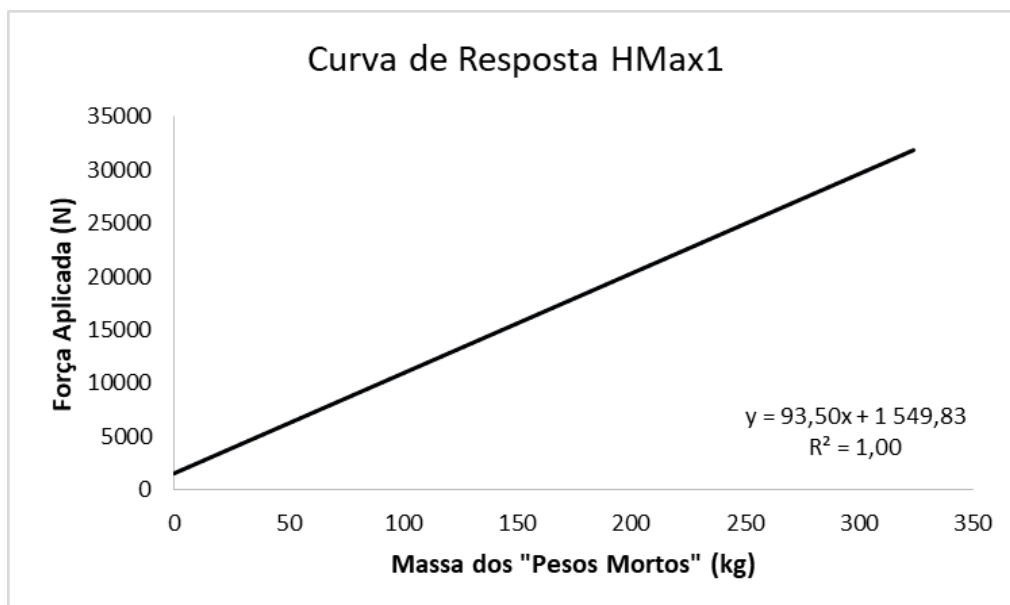
Durante os cálculos, o valor referente ao fator A. Δm se mostrou valor muito pequeno, sendo, portanto, desconsiderado nos cálculos.

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

4. Resultado da Calibração

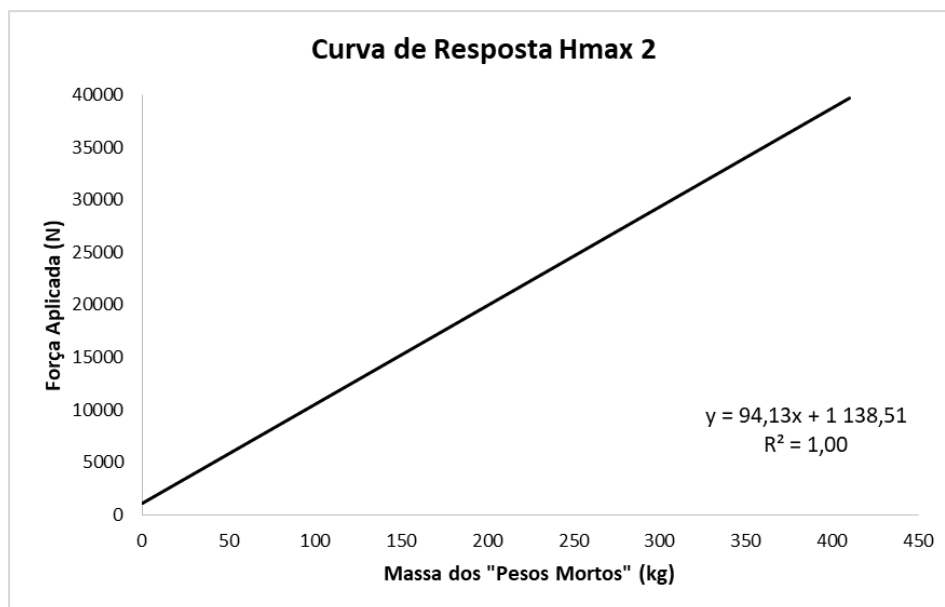
Equipamento HMax1

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 318,5	1 330,2	1 338,1	1 328,9	9,9	2	24,6	1,85%
3 672,9	3 683,7	3 681,7	3 679,4	5,7		14,5	0,39%
6 005,7	6 014,5	6 019,4	6 013,2	7,0		17,5	0,29%
8 336,5	8 360,1	8 368,9	8 355,2	16,7		41,6	0,50%
10 673,3	10 675,2	10 700,7	10 683,1	15,3		38,2	0,36%
12 998,3	13 015,9	13 032,6	13 015,6	17,2		42,7	0,33%
15 314,4	15 349,7	15 363,4	15 342,5	25,3		62,9	0,41%
17 616,8	17 671,7	17 689,4	17 659,3	37,9		94,1	0,53%
19 986,9	20 044,8	20 056,5	20 029,4	37,3		92,6	0,46%
22 320,7	22 386,4	22 374,6	22 360,6	35,0		87,1	0,39%
24 636,8	24 683,9	24 708,4	24 676,4	36,4		90,5	0,37%
25 559,0	25 638,4	25 648,2	25 615,2	49,0		121,6	0,47%
26 502,7	26 568,4	26 586,1	26 552,4	43,9		109,2	0,41%
27 453,3	27 515,1	27 557,3	27 508,5	52,3		129,9	0,47%
28 406,8	28 430,4	28 486,3	28 441,2	40,8		101,5	0,36%
29 354,5	29 401,6	29 416,3	29 390,8	32,3		80,3	0,27%
29 816,5	29 863,6	29 872,4	29 850,8	30,1		74,8	0,25%
30 263,9	30 324,7	30 330,6	30 306,4	36,9		91,8	0,30%
30 721,0	30 772,0	30 783,8	30 758,9	33,4		83,0	0,27%
31 187,0	31 239,9	31 247,8	31 224,9	33,1		82,3	0,26%
31 652,0	31 700,0	31 698,1	31 683,4	27,2	67,8	0,21%	



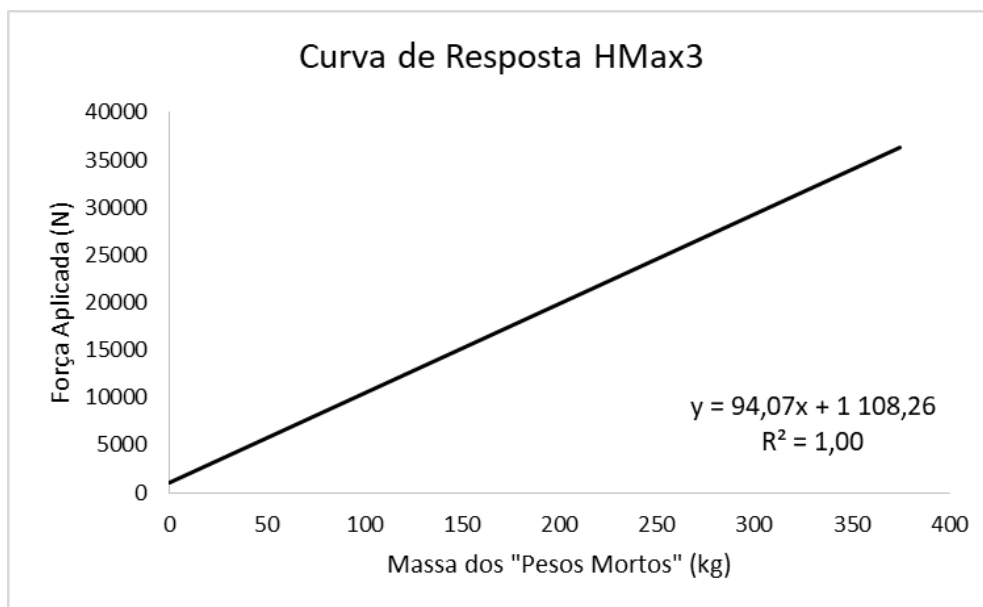
Equipamento HMax2

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 135,0	1 147,8	1 138,0	1 140,2	6,7	2	16,8	1,47%
3 493,3	3 492,4	3 480,6	3 488,8	7,1		17,8	0,51%
5 834,0	5 830,1	5 824,2	5 829,4	4,9		12,5	0,21%
8 178,6	8 166,8	8 165,8	8 170,4	7,1		17,8	0,22%
10 521,2	10 509,5	10 496,7	10 509,1	12,3		30,6	0,29%
12 866,8	12 854,0	12 846,2	12 855,7	10,4		26,0	0,20%
15 209,4	15 187,8	15 172,1	15 189,8	18,7		46,6	0,31%
17 534,4	17 534,4	17 541,3	17 536,7	4,0		10,5	0,06%
19 878,0	19 871,1	19 847,6	19 865,6	15,9		39,8	0,20%
22 221,6	22 217,7	22 201,0	22 213,4	10,9		27,5	0,12%
24 547,6	24 555,4	24 543,6	24 548,9	6,0		15,6	0,06%
26 930,4	26 943,2	26 900,0	26 924,5	22,2		55,3	0,21%
29 292,7	29 410,4	29 299,5	29 334,2	66,1		164,1	0,56%
31 652,0	31 673,5	31 613,7	31 646,4	30,3		75,4	0,24%
34 012,3	34 050,5	34 018,1	34 027,0	20,6		51,5	0,15%
36 390,2	36 411,8	36 353,9	36 385,3	29,2		72,9	0,20%
38 749,5	38 773,0	38 743,6	38 755,4	15,6		39,2	0,10%
39 687,3	39 742,3	39 667,7	39 699,1	38,6		96,2	0,24%



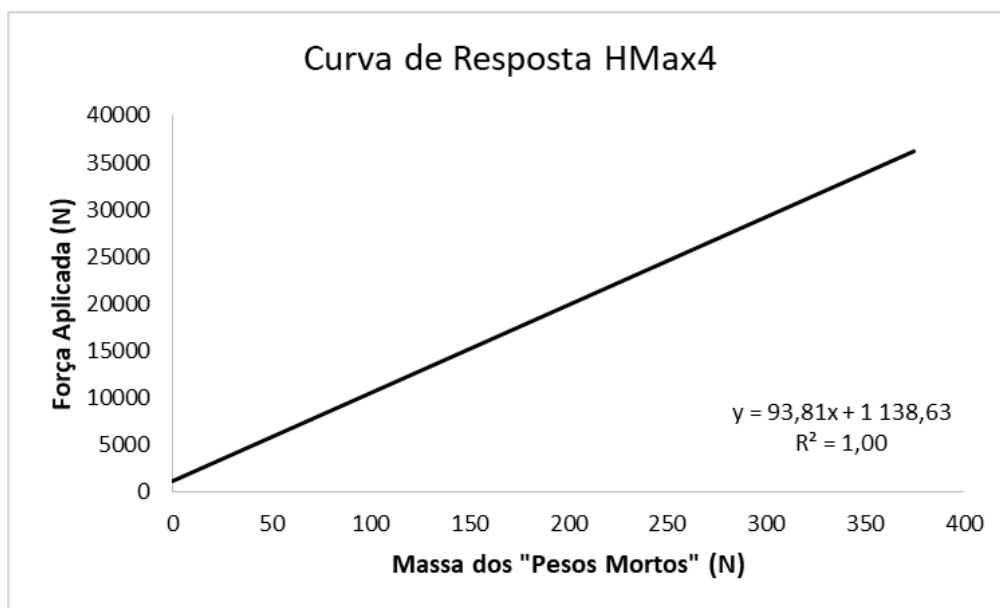
Equipamento HMax3

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 078,1	1 080,1	1 086,9	1 081,7	4,6	2	11,8	1,09%
3 450,2	3 435,5	3 437,4	3 441,0	8,0		20,0	0,58%
5 815,4	5 782,0	5 793,8	5 797,1	16,9		42,1	0,73%
8 157,0	8 125,6	8 134,5	8 139,0	16,2		40,3	0,49%
10 504,5	10 469,2	10 464,3	10 479,4	21,9		54,6	0,52%
12 835,4	12 814,8	12 819,7	12 823,3	10,8		26,9	0,21%
15 178,0	15 154,5	15 158,4	15 163,6	12,6		31,5	0,21%
17 514,8	17 509,9	17 504,0	17 509,5	5,4		13,9	0,08%
19 860,3	19 821,1	19 823,1	19 834,8	22,1		55,0	0,28%
22 194,1	22 186,3	22 158,8	22 179,8	18,5		46,2	0,21%
24 542,7	24 513,2	24 512,2	24 522,7	17,3		43,1	0,18%
26 921,6	26 899,0	26 865,7	26 895,4	28,1		70,0	0,26%
29 274,0	29 252,4	29 257,3	29 261,3	11,3		28,6	0,10%
31 607,8	31 624,5	31 603,9	31 612,1	10,9		27,7	0,09%
33 972,0	33 975,0	33 958,3	33 968,4	8,9		22,9	0,07%
36 302,9	36 295,0	36 321,5	36 306,5	13,6		34,3	0,09%
38 749,5	38 773,0	38 743,6	38 755,4	15,6		39,2	0,10%
39 687,3	39 742,3	39 667,7	39 699,1	38,6		96,2	0,24%



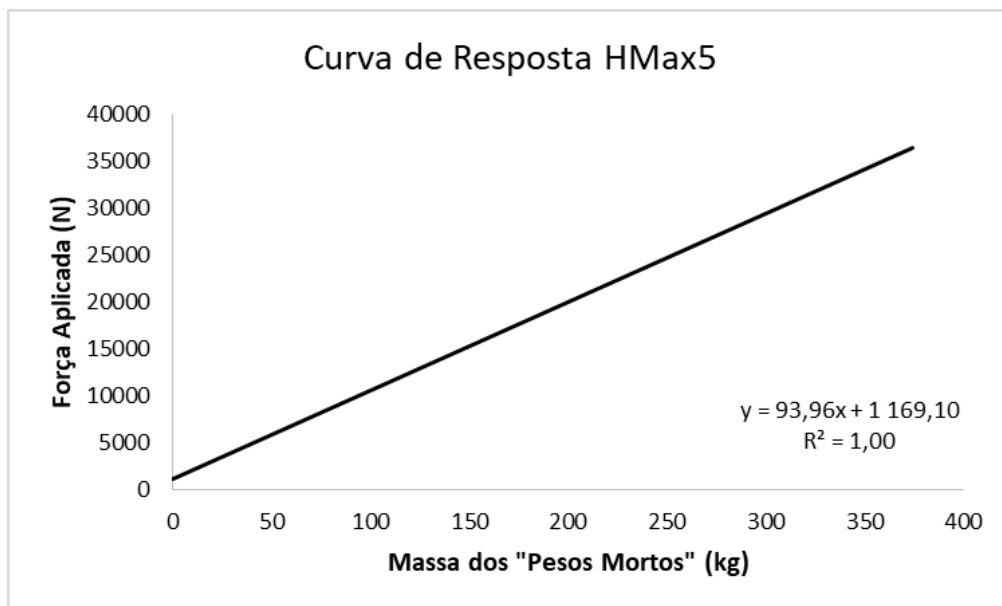
Equipamento HMax4

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 145,8	1 145,8	1 149,7	1 147,1	2,3	2	6,1	0,53%
3 489,4	3 478,6	3 484,5	3 484,2	5,4		13,6	0,39%
5 831,1	5 800,7	5 813,4	5 815,0	15,3		38,0	0,65%
8 164,9	8 144,3	8 136,4	8 148,5	14,7		36,6	0,45%
10 505,5	10 458,4	10 454,5	10 472,8	28,4		70,5	0,67%
12 856,0	12 789,3	12 780,5	12 808,6	41,3		102,6	0,80%
15 182,0	15 129,0	15 112,3	15 141,1	36,4		90,4	0,60%
17 505,9	17 484,4	17 446,1	17 478,8	30,3		75,3	0,43%
19 841,7	19 799,5	19 756,4	19 799,2	42,7		106,0	0,54%
22 179,4	22 150,0	22 099,0	22 142,8	40,7		101,1	0,46%
24 483,8	24 478,9	24 406,3	24 456,3	43,4		107,8	0,44%
26 868,6	26 851,0	26 785,2	26 834,9	43,9		109,2	0,41%
29 222,0	29 219,1	29 187,7	29 209,6	19,0		47,5	0,16%
31 596,0	31 596,0	31 507,8	31 566,6	51,0		126,7	0,40%
33 959,3	33 939,7	33 861,2	33 920,0	51,9		129,0	0,38%
36 291,1	36 330,4	36 211,7	36 277,7	60,5		150,3	0,41%



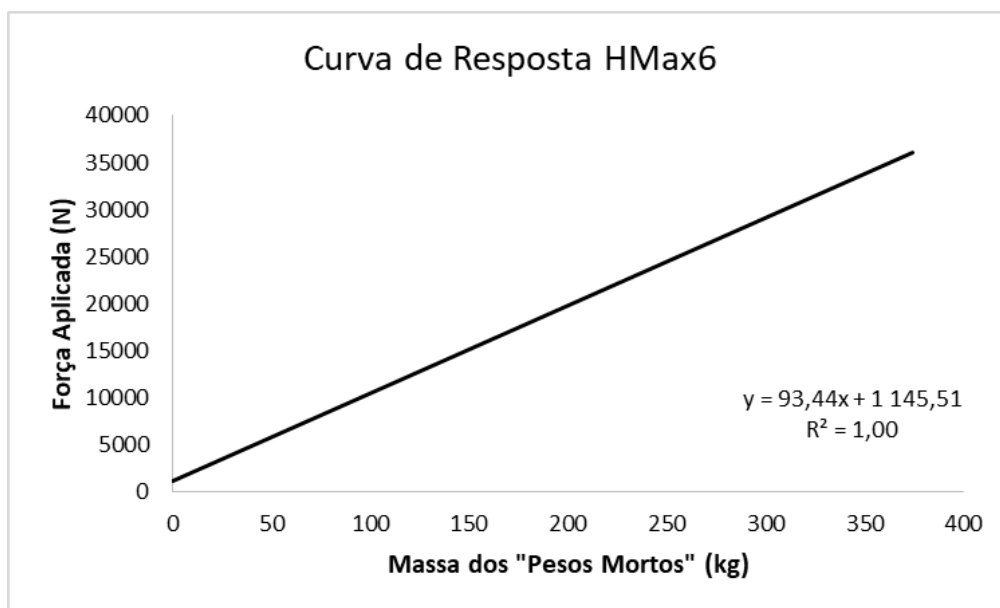
Equipamento HMax5

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 151,7	1 151,7	1 140,9	1 148,1	6,2	2	15,7	1,36%
3 513,9	3 496,3	3 498,2	3 502,8	9,7		24,2	0,69%
5 853,6	5 849,7	5 838,9	5 847,4	7,6		19,1	0,33%
8 218,8	8 182,5	8 183,5	8 194,9	20,7		51,4	0,63%
10 558,5	10 507,5	10 523,2	10 529,7	26,1		64,9	0,62%
12 891,3	12 875,6	12 856,0	12 874,3	17,7		44,0	0,34%
15 202,6	15 197,7	15 175,1	15 191,8	14,6		36,5	0,24%
17 547,1	17 557,0	17 545,2	17 549,8	6,3		16,1	0,09%
19 877,0	19 892,7	19 847,6	19 872,4	22,9		57,0	0,29%
22 214,7	22 240,3	22 208,9	22 221,3	16,7		41,6	0,19%
24 543,6	24 580,9	24 514,2	24 546,3	33,4		83,1	0,34%
26 915,7	26 976,5	26 881,4	26 924,5	48,2		119,7	0,44%
29 264,2	29 334,8	29 278,9	29 292,7	37,3		92,7	0,32%
31 622,5	31 667,7	31 606,8	31 632,3	31,6		78,6	0,25%
33 953,4	34 014,2	33 954,4	33 974,0	34,8		86,7	0,26%
36 309,8	36 422,6	36 305,8	36 346,1	66,3		164,7	0,45%



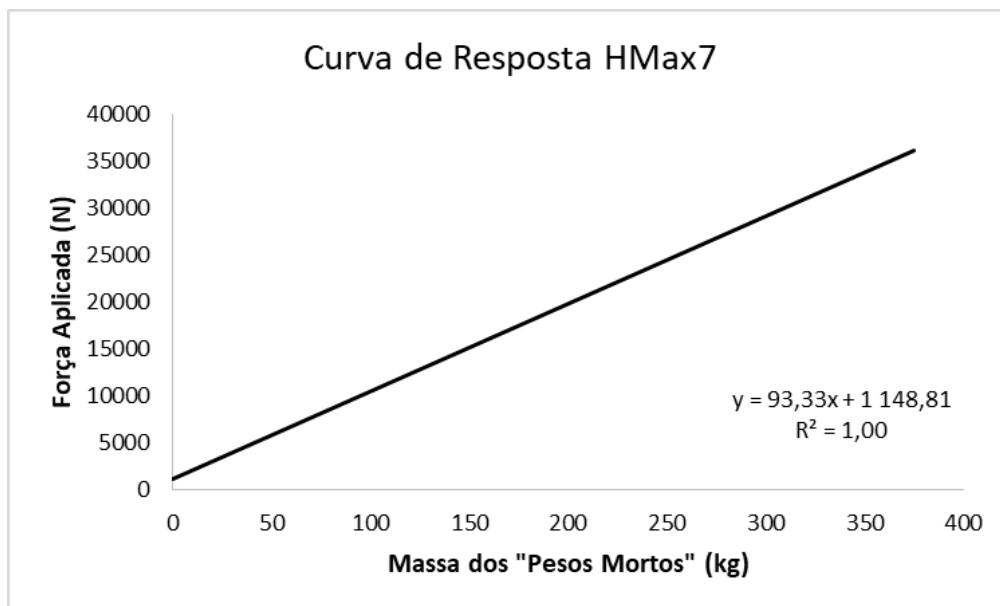
Equipamento HMax6

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 146,8	1 144,8	1 149,7	1 147,1	2,5	2	6,6	0,58%
3 464,9	3 457,0	3 472,7	3 464,9	7,8		19,6	0,57%
5 797,7	5 801,6	5 818,3	5 805,9	10,9		27,3	0,47%
8 124,6	8 108,9	8 126,6	8 120,1	9,7		24,2	0,30%
10 442,7	10 428,0	10 469,2	10 446,7	20,9		51,9	0,50%
12 768,7	12 753,0	12 781,4	12 767,7	14,2		35,5	0,28%
15 102,5	15 078,0	15 158,4	15 113,0	41,2		102,4	0,68%
17 453,0	17 402,0	17 454,9	17 436,6	30,0		74,7	0,43%
19 774,0	19 734,8	19 760,3	19 756,4	19,9		49,6	0,25%
22 096,0	22 031,3	22 078,4	22 068,6	33,5		83,2	0,38%
24 403,4	24 345,5	24 390,6	24 379,8	30,4		75,6	0,31%
26 763,6	26 691,0	26 707,7	26 720,8	38,0		94,5	0,35%
29 121,0	29 028,8	29 134,7	29 094,8	57,6		143,1	0,49%
31 464,6	31 387,1	31 462,6	31 438,1	44,2		109,8	0,35%
33 827,8	33 755,2	33 806,2	33 796,4	37,3		92,7	0,27%
36 180,3	36 072,4	36 202,8	36 151,8	69,7		173,2	0,48%



Equipamento HMax7

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 084,0	1 100,7	1 108,5	1 097,7	12,5	2	31,2	2,84%
3 438,4	3 439,4	3 452,1	3 443,3	7,7		19,2	0,56%
5 766,3	5 802,6	5 788,9	5 785,9	18,3		45,6	0,79%
8 097,2	8 139,4	8 118,8	8 118,4	21,1		52,4	0,65%
10 447,7	10 480,0	10 448,6	10 458,8	18,4		45,8	0,44%
12 778,5	12 853,1	12 787,3	12 806,3	40,7		101,2	0,79%
15 110,3	15 135,8	15 091,7	15 112,6	22,2		55,1	0,36%
17 425,5	17 445,1	17 410,8	17 427,1	17,2		42,9	0,25%
19 745,6	19 725,0	19 715,2	19 761,9	56,7		38,7	0,20%
22 059,7	22 097,0	22 037,2	22 064,7	30,2		75,1	0,34%
24 388,6	24 381,8	24 333,7	24 368,0	29,9		74,5	0,31%
26 765,6	26 744,0	26 664,6	26 724,7	53,2		132,2	0,49%
29 104,3	29 119,0	29 010,1	29 077,8	59,1		146,8	0,50%
31 410,6	31 430,3	31 343,9	31 394,9	45,3		112,5	0,36%
33 763,1	33 754,2	33 685,6	33 734,3	42,4		105,5	0,31%
36 059,6	36 122,4	36 006,6	36 062,9	57,9		144,0	0,40%



Equipamento HMax8

1ª Sequência (N)	2ª Sequência (N)	3ª Sequência (N)	Média (N)	Desvio Padrão (N)	k	U (N)	U (%)
1 148,8	1 151,7	1 167,4	1 155,9	10,0	2	25,0	2,16%
3 490,4	3 491,4	3 499,2	3 493,7	4,8		12,3	0,35%
5 834,0	5 819,3	5 819,3	5 824,2	8,5		21,3	0,36%
8 151,1	8 145,2	8 140,3	8 145,6	5,4		13,7	0,17%
10 467,3	10 463,3	10 461,4	10 464,0	3,0		8,0	0,08%
12 815,8	12 803,0	12 793,2	12 804,0	11,3		28,3	0,22%
15 139,8	15 130,9	15 114,3	15 128,3	13,0		32,3	0,21%
17 475,5	17 456,9	17 446,1	17 459,5	14,9		37,1	0,21%
19 801,5	19 776,0	19 769,1	19 782,2	17,1		42,5	0,21%
22 143,1	22 084,3	22 102,9	22 110,1	30,1		74,8	0,34%
24 454,4	24 392,6	24 425,9	24 424,3	30,9		76,9	0,31%
26 815,6	26 764,6	26 793,1	26 791,1	25,6		63,6	0,24%
29 156,3	29 122,9	29 152,4	29 143,9	18,2		45,6	0,16%
31 504,8	31 451,8	31 497,9	31 484,9	28,8		71,7	0,23%
33 851,4	33 802,3	33 859,2	33 837,6	30,8		76,8	0,23%
36 206,7	36 144,0	36 185,2	36 178,6	31,9		79,4	0,22%

