

EDUARDO RIBEIRO NICOLSI

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA
DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS
DE AÇOS VIA ENSAIO DE MACROINDENTAÇÃO
INSTRUMENTADA**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA

FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2015

EDUARDO RIBEIRO NICOLSI

**AVALIAÇÃO DE MÉTODOS ANALÍTICOS PARA DETERMINAÇÃO
DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS VIA ENSAIO DE
MACROINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

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

UBERLÂNDIA – MG

2015

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

N651a
2015 Nicolosi, Eduardo Ribeiro, 1983-
Avaliação de métodos analíticos para determinação de propriedades mecânicas de aços via ensaio de macroindentação instrumentada / Eduardo Ribeiro Nicolosi. - 2015.
308 f. : il.

Orientador: Sinésio Domingues Franco.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia mecânica - Teses. 2. Aço - Propriedades mecânicas - Teses. I. Franco, Sinésio Domingues, 1962- II. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

CDU: 621

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, Antonio Nicolosi e Silvana Nicolosi,
e à minha esposa, Carolina Nicolosi.

AGRADECIMENTOS

Expresso meus sinceros agradecimentos a todos que participaram, direta ou indiretamente, da realização deste trabalho, principalmente:

- Ao Prof. Sinésio Domingues Franco pela amizade, confiança, exemplo e atenção ao longo da realização deste trabalho;
- Aos professores Rafael Ariza, Sônia A. G. Oliveira e Rosenda V. Arencibia, que compartilharam seus preciosos conhecimentos e contribuíram de forma significativa para melhorar este trabalho;
- Aos técnicos e engenheiros do Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste (LTAD) Flávio Alves, Afrânio Vieira, Fernando Buiatti, Raphael Pires, Juliano Oséias e Denis Soares, que deram grande contribuição técnica a este trabalho;
- Aos alunos de iniciação científica Guilherme Barbosa, Guilherme Rodrigues e Vitor Alberto e ao estagiário Tiago Alves pela enorme ajuda na preparação de amostras/corpos de prova e na realização dos ensaios e simulações;
- À técnica administrativa Sandra Aparecida pela atenção e competência;
- À doutoranda e professora Monique Alves pela contribuição na revisão bibliográfica e interpretação dos modelos matemáticos usados neste trabalho;
- À Vallourec pelo fornecimento das amostras de tubos e das propriedades mecânicas de vários aços usados neste trabalho;
- Ao Eng. Francisco F. Ramos Neto (PETROBRAS/CENPES/PDP/TMEC) pelo compartilhamento de informações e esclarecimento de dúvidas sobre o ensaio de macroindentação instrumentada;
- Ao Eng. Ricardo Reppold Marinho (PETROBRAS/CENPES/PDP/TMEC) pela ajuda na realização das análises de composição química dos aços utilizados no trabalho;
- À Petrobras e, em especial, à Enga. Juliana Soares Lima, gerente do RH/UP/ECTEP/PCPROD, pela oportunidade e total suporte ao longo do período de realização deste trabalho;
- Ao Prof. David George Francis, quem eu tive a honra de conhecer e o tenho como exemplo pessoal e profissional;
- Finalmente, à Universidade Federal de Uberlândia (UFU) e à Faculdade de Engenharia Mecânica (FEMEC) pela oportunidade de concluir o mestrado em um dos melhores programas de pós-graduação do país.

NICOLOSI, E. R. **Avaliação de Métodos Analíticos para Determinação de Propriedades Mecânicas de Aços Via Ensaio de Macroindentação Instrumentada**. 2015. 308 p. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Resumo

O ensaio de macroindentação instrumentada realizado *in situ*, por ser não destrutivo e utilizar equipamentos portáteis, é uma alternativa na determinação de propriedades mecânicas de tração de materiais de estruturas nas quais a remoção de corpos de prova de grandes dimensões, para realização de ensaios de tração, implica em elevados custos devido à interrupção da operação, como é o caso de dutos de escoamento de petróleo. A capacidade dos modelos analíticos de “Haggag *et al.*” e de “Ahn e Kwon” de estimar os limites de escoamento e de resistência de aços foi avaliada através da realização de ensaios de macroindentação instrumentada em amostras de aços usados na indústria de óleo e gás. Para o “Modelo de Haggag *et al.*”, a utilização dos parâmetros de cálculo empíricos $\beta_m = 0,2285$ e $\alpha_m = 1,200$, adotados para aços em vários trabalhos, mostrou-se incapaz de estimar de forma satisfatória os limites de escoamento e de resistência dos aços analisados, pois os erros em relação às propriedades mecânicas determinadas em ensaios de tração atingiram valores de até 35%. Análises estatísticas indicaram que os parâmetros de cálculo β_m e α_m dependem do diâmetro do penetrador e da força máxima usados nos ensaios. Uma metodologia alternativa para calcular o limite de escoamento de aços usando o “Modelo de Haggag *et al.*” é apresentada, através da introdução de um novo parâmetro, b_m (*offset* de escoamento), e novos valores de β_m , b_m e α_m são propostos. Diversas correlações para o cálculo das propriedades de tração a partir da dureza, determinada via ensaio de macroindentação, também foram avaliadas. A metodologia para realização e análise de ensaios de macroindentação instrumentada apresentada e validada no presente trabalho permite estimar as propriedades mecânicas de tração de aços com erros inferiores a 10%. Além disso, os resultados de ensaios em amostras do aço ABNT 8550, expostas ao gás H_2 em alta pressão, sugerem que o ensaio de macroindentação instrumentada pode ser utilizado na detecção da fragilização por hidrogênio em aços.

Palavras Chave: macroindentação instrumentada, métodos analíticos, propriedades mecânicas de tração, fragilização por hidrogênio, aços para a indústria de óleo e gás.

NICOLOSI, E. R. **Evaluation of Analytical Methods for Determination of Mechanical Properties of Steels Using the Instrumented Indentation Test**. 2015. 308 p. M. Sc. Dissertation, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

Abstract

In situ instrumented indentation tests (IIT) can be used to determine tensile properties as a non-destructive alternative to the destructive tension test, especially when the removal of large amounts of test material from in-service structures implies high cost due to the interruption of operations. The ability of the analytical methods proposed by “Haggag *et al.*” and by “Ahn and Kwon” for determination of yield strength and ultimate tensile strength was assessed by instrumented indentation tests performed on steels for the oil and gas industry. For the analytical method proposed by “Haggag *et al.*”, the use of the material parameters $\beta_m = 0.2285$ and $\alpha_m = 1.200$, employed for steels in several studies, proved unable to determine the tensile properties of steels analyzed in the present work. It was found that the indentation results were not in agreement with the tensile data (error up to 35%). Statistical analysis indicated that the empirical parameters β_m and α_m depend on both the indenter diameter and the maximum indentation load. An alternative for determining the tensile properties of steels using “Haggag’s Model” is presented, based on the incorporation of the yield offset parameter, b_m , and new values for the parameters β_m , b_m and α_m . Use of different empirical correlations for estimating the yield strength and tensile strength from indentation hardness measurements was also investigated. The methodology here proposed validated the instrumented indentation test for determination of tensile properties of steels within a range of error of 10%. Furthermore, tests performed on ABNT 8550 steel specimens, exposed to a high hydrogen pressure, suggest that the instrumented indentation test may be applicable for hydrogen embrittlement detection in steels.

Keywords: *instrumented indentation test, analytical methods, tensile properties, hydrogen embrittlement, steels for the oil and gas industry.*

LISTA DE SÍMBOLOS E SIGLAS

Símbolos Latinos:

a	: Raio de contato real entre o penetrador e o material
a^*	: Raio de contato entre o penetrador e o material, desprezando o efeito de <i>pile-up</i> / <i>sink-in</i>
A	: Parâmetro de teste do material; usado para calcular o limite de escoamento através do “Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”
A_1	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de escoamento a partir da dureza de indentação
A_2	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de escoamento a partir da dureza de indentação
B_1	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de resistência a partir da dureza de indentação
B_2	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de resistência a partir da dureza de indentação
b_m	: <i>Offset</i> de escoamento; usado para calcular o limite de escoamento através do “Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”
c	: Parâmetro adimensional que indica a ocorrência de <i>pile-up</i> ou <i>sink-in</i>
d	: Diâmetro da indentação medido com microscopia ótica
D	: Diâmetro do penetrador esférico
d_f	: Diâmetro da indentação após o descarregamento total (término do ensaio)
d_p	: Diâmetro plástico da indentação
d_t	: Diâmetro total da indentação
e	: Número de Euler
E_a	: Módulo de elasticidade do material ensaiado
E_i	: Módulo de elasticidade do material do penetrador
E_e	: Energia de deformação elástica
E_p	: Energia de deformação plástica
E_p	: Energia de deformação total
F	: Força normal de indentação
$F_{máx}$	: Força normal máxima de indentação
H_{ABI}	: Dureza de indentação
HBW	: Dureza Brinell
HV	: Dureza Vickers
h	: Profundidade da indentação
h_c	: Profundidade de contato entre o indentador e o material considerando o efeito de <i>pile-up</i> / <i>sink-in</i>

h_c^*	: Profundidade de contato entre o indentador e o material desprezando o efeito de <i>pile-up</i> / <i>sink-in</i>
h_d	: Profundidade de deflexão elástica
h_e	: Profundidade elástica da indentação
h_f	: Profundidade final após o descarregamento (ver Fig. 2.6)
h_i	: Profundidade após o descarregamento (ver Fig. 2.6)
h_{max}	: Profundidade máxima de indentação
h_p	: Profundidade plástica de indentação
$h_{p/s}$	: Variação na profundidade de contato devido à ocorrência de <i>pile-up</i> / <i>sink-in</i>
h_t	: Profundidade total da indentação
k	: Constante do material na Lei de Meyer
I_α	: Intensidade integrada correspondente ao pico (110) _{α}
I_γ	: Intensidade integrada correspondente ao pico (111) _{γ}
K	: Coeficiente de resistência
K_d	: Constante do material (Lei de Meyer) relacionada ao limite de resistência
K_{Ic}	: Tenacidade à fratura no estado plano de deformação
m	: Coeficiente de Meyer
n	: Expoente de encruamento
p	: <i>p-value</i> ; probabilidade de se obter uma estatística de teste igual ou mais extrema que aquela observada em uma amostra, sob a hipótese nula
R	: Raio do penetrador esférico
R_a	: Rugosidade média
s	: Altura do <i>pile-up</i>
V_γ	: Fração volumétrica de austenita retida

Símbolos Gregos:

α	: Parâmetro de ajuste; usado para calcular a deformação através do “Modelo de Ahn e Kwon”
α_m	: Fator de restrição que depende da sensibilidade à taxa de deformação do material; usado para calcular o parâmetro δ (“Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”)
β_m	: Parâmetro de deformação do material; usado para calcular o limite de escoamento através do “Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”
δ	: Parâmetro que depende do estágio de desenvolvimento da zona plástica sob o indentador; usado para calcular a tensão real através do “Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”
δ_m	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de resistência de aços
Δ_m	: Parâmetro empírico; usado para calcular o limite de resistência de aços
σ_c	: Tensão convencional (ou de engenharia)

σ_r	: Tensão real
σ_R	: Tensão representativa no “Modelo de Ahn e Kwon”
σ_{UTS}	: Limite de resistência à tração
σ_{YS}	: Limite de escoamento
ε_c	: Deformação convencional (ou de engenharia)
ε_L	: Deformação correspondente ao comprimento da banda de Lüders
ε_R	: Deformação representativa no “Modelo de Ahn e Kwon”
ε_r	: Deformação real
$\varepsilon_{r/p}$	: Deformação plástica real; corresponde à parcela plástica da deformação real (ε_r)
ε_{YS}	: Deformação na qual a fase plástica tem início
$\emptyset$	: Parâmetro que representa o estágio de desenvolvimento da zona plástica sob o indentador; usado para calcular o parâmetro δ (“Modelo de Haggag <i>et al.</i> ”)
ω	: constante que depende da geometria do indentador; usada para calcular a profundidade de deflexão elástica (h_d) (“Modelo de Ahn e Kwon”)
ψ	: Fator de restrição plástica; usado para calcular a tensão real através do “Modelo de Ahn e Kwon”

Siglas e abreviaturas:

ABI	: Automated Ball Indentation
ABNT	: Associação Brasileira de Normas Técnicas
API	: American Petroleum Institute
ASTM	: American Society for Testing and Materials
CCT	: Continuous Cooling Transformation
CVN	: Charpy V-Notch Test
DBTT	: Ductile to Brittle Transition Temperature
EDS	: Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy
ISO	: International Organization for Standardization
LTAD	: Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste
LVDT	: Linear Variable Differential Transformer
MEV	: Microscópio Eletrônico de Varredura
MO	: Microscópio Ótico
SPT	: Small Punch Test
TWIP	: Twinning Induced Plasticity
UTS	: Ultimate Tensile Strength
YS	: Yield Strength
ZAC	: Zona Afetada pelo Calor

SUMÁRIO

CAPÍTULO I – INTRODUÇÃO	01
1.1 Motivação	01
1.2 Objetivos	06
1.3 Estrutura da Dissertação	08
 CAPÍTULO II – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	 10
2.1 Ensaio de Macroindentação Instrumentada	10
<i>2.1.1 Modelo de Haggag et al.</i>	<i>15</i>
<i>2.1.2 Modelo de Ahn e Kwon</i>	<i>24</i>
<i>2.1.3 Equipamento de Macroindentação Instrumentada – PropInSitu 2</i>	<i>32</i>
2.2 Correlações para Determinação de Propriedades Mecânicas de Tração a partir de Ensaos de Dureza	35
 CAPÍTULO III – PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	 45
3.1 Procedimentos Utilizados nos Ensaos de Macroindentação Instrumentada	45
<i>3.1.1 Seleção e Caracterização dos Materiais / Amostras</i>	<i>45</i>
<i>3.1.2 Ensaos de Macroindentação Instrumentada</i>	<i>48</i>
<i>3.1.3 Medição do Pile-up / Sink-in via Interferometria</i>	<i>53</i>
<i>3.1.4 Planejamento Experimental</i>	<i>55</i>
3.2 Procedimentos Utilizados nos Ensaos de Validação dos Parâmetros de Cálculo para o “Modelo de Haggag et al.”	60
<i>3.2.1 Seleção e Caracterização dos Materiais</i>	<i>61</i>
<i>3.2.2 Ensaos de Tração Uniaxial</i>	<i>66</i>
<i>3.2.3 Planejamento Experimental</i>	<i>69</i>

3.3 Procedimentos Utilizados nos Ensaios para Detecção da Fragilização por Hidrogênio em Aços via Macroindentação Instrumentada	72
3.3.1 Seleção do Material	73
3.3.2 Hidrogenação das Amostras com Gás Hidrogênio em Alta Pressão	74
3.3.3 Planejamento Experimental	76
 CAPÍTULO IV – RESULTADOS E DISCUSSÕES	 79
4.1 Caracterização dos Materiais Usados nos Ensaios de Macroindentação Instrumentada do Planejamento Fatorial Completo	79
4.1.1 Análise de Composição Química	79
4.1.2 Perfil de Dureza ao Longo da Espessura das Amostras	81
4.1.3 Análise por Difração de Raios-X	83
4.1.4 Análise Metalográfica	85
4.2 Avaliação das Curvas “Força versus Deslocamento”	88
4.3 Avaliação da Dureza de Indentação	92
4.4 Avaliação das Energias de Deformação Total, Plástica e Elástica	102
4.5 Determinação das Propriedades Mecânicas Utilizando o Modelo de Ahn e Kwon	105
4.6 Determinação das Propriedades Mecânicas Utilizando o Modelo de Haggag et al.	112
4.7 Avaliação do Parâmetro de Cálculo Empírico β_m (Modelo de Haggag et al.)	117
4.8 Avaliação do Parâmetro de Cálculo Empírico α_m (Modelo de Haggag et al.)	130
4.9 Cálculo do Coeficiente de Resistência (K) e do Expoente de Encruamento (n) Utilizando o Modelo de Haggag et al.	144
4.10 Avaliação dos Fenômenos de <i>Pile-up</i> / <i>Sink-in</i>	149
4.11 Avaliação do Penetrador Esferocônico ($D = 400 \mu\text{m}$)	157

4.12 Utilização de Correlações para Determinação de Propriedades Mecânicas de Tração a partir da Dureza	176
4.13 Validação dos Parâmetros de Cálculo Empíricos Propostos para o “Modelo de Haggag et al” e Comparação com os Resultados Obtidos Usando as Correlações com a Dureza	186
4.13.1 Aço API 5L X65	187
4.13.2 Aço L80	205
4.13.3 Aço P110	216
4.13.4 Aço ABNT 8550	226
4.13.5 Análise dos Resultados	240
4.14 Detecção da Fragilização por Hidrogênio em Aços via Ensaio de Macroindentação Instrumentada	247
 CAPÍTULO V – CONCLUSÕES	 257
 CAPÍTULO VI – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	 260
 CAPÍTULO VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	 264
 ANEXO E APÊNDICES	 281
<i>Anexo I – Certificados de Calibração dos Penetradores</i>	<i>281</i>
<i>Apêndice I – Relação de Considère</i>	<i>286</i>
<i>Apêndice II – Adaptação do PropInSitu 2</i>	<i>289</i>
<i>Apêndice III – Análise Microestrutural</i>	<i>290</i>
<i>Apêndice IV – Durezas de Indentação (Penetradores Esféricos)</i>	<i>304</i>
<i>Apêndice V – Parâmetro de Cálculo β_m (Penetradores Esféricos)</i>	<i>305</i>
<i>Apêndice VI – Parâmetro de Cálculo α_m (Penetradores Esféricos)</i>	<i>306</i>
<i>Apêndice VII – Parâmetro de Cálculo β_m (Penetrador Esferocônico)</i>	<i>307</i>
<i>Apêndice VIII – Parâmetro de Cálculo α_m (Penetrador Esferocônico)</i>	<i>308</i>

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1.1 Motivação

Eventualmente, e pelas mais diversas razões, a constituição (ex.: composição química e microestrutura) e as propriedades mecânicas (ex.: dureza, limite de escoamento, limite de resistência e tenacidade à fratura) do material usado na fabricação de um equipamento não são devidamente conhecidas. Isso ocorre, por exemplo, com algumas estruturas destinadas ao escoamento de petróleo (dutos, tubulações e vasos), especialmente as mais antigas, para as quais a documentação técnica não é precisa ou mesmo inexistente. Consequentemente, a avaliação da integridade estrutural fica comprometida, tornando-se mais complexa e de maior custo, ou mesmo inviável (KANIA; RUSSELL; GAO, 2004).

A avaliação da integridade de estruturas de escoamento de petróleo exige, dentre inúmeras etapas, a determinação das localizações e dimensões de eventuais danos (ex.: corrosão localizada e trincas), o levantamento das tensões atuantes e o conhecimento das propriedades de tração e de tenacidade à fratura do material. Portanto, no caso de desconhecimento das propriedades mecânicas do material, a garantia da integridade das estruturas, incluindo análises de vida remanescente, requer a realização de ensaios que podem ser de dois tipos: destrutivos, que utilizam corpos de prova de grandes dimensões usinados a partir de amostras retiradas da estrutura a ser analisada, como é o caso do ensaio de tração convencional; ou *in situ* (não destrutivos) com equipamentos portáteis, categoria na qual se insere o ensaio de macroindentação instrumentada. Uma comparação entre as principais características dos ensaios de tração e de macroindentação instrumentada é mostrada na Tab. 1.1.

Tabela 1.1 - Comparação entre os ensaios de tração e de macroindentação instrumentada (ISO/TR 29381, 2008).

	Tração (Convencional)	Macroindentação Instrumentada
Caracterização das Propriedades	Representativa de grande parte do volume do material	Local e representativa apenas da região superficial
Natureza do Teste	Destrutivo	Não Destrutivo
Preparação	Demanda remoção de amostras e usinagem destas	Apenas lixamento da superfície do equipamento/duto analisado
Principais Aplicações	• Ensaios em laboratório • Amostras de grande volume	• Ensaios em campo (<i>in situ</i>) • Amostras de pequeno volume

A macroindentação instrumentada faz parte de um conjunto de ensaios mecânicos que está sendo denominado de "mini testes" (LUCAS, 1983; PARKER; WILSHIRE, 1992; XU *et al.*, 2000; KUMAR; MADHUSOODANAN; RUPANI, 2006), por analisar pequenos volumes de material e permitir o uso de corpos de prova de pequenas dimensões. Neste conjunto também se enquadram, por exemplo, o "mini Charpy" (KAYANO *et al.*, 1991; KURISHITA *et al.*, 1994), o *small punch test* (LACALLE; ÁLVAREZ; SOLANA, 2008; KULKARNI *et al.*, 2013) e o ensaio de tração em corpos de prova miniaturizados (KUMAR; POOLEERY; MADHUSOODANAN, 2014). Mesmo sem comprometer a integridade da estrutura analisada, estes três últimos ensaios requerem a remoção de amostras. Assim, o ensaio de macroindentação instrumentada tem como vantagem a possibilidade de obter, de forma rápida e com boa aproximação, as propriedades mecânicas de tração dos materiais metálicos de estruturas sem que para isso seja necessário retirar qualquer tipo de amostra e, conseqüentemente, sem interrupção da operação (RAMOS NETO, *et al.*, 2004; FRANCO, 2007). Isso é extremamente importante na indústria de óleo e gás, já que a parada de equipamentos/sistemas envolve enormes custos operacionais e lucro cessante.

A Figura 1.1 mostra um exemplo de determinação de propriedades mecânicas *in situ* em um duto de escoamento de petróleo através da realização de ensaio de macroindentação instrumentada utilizando um equipamento portátil.

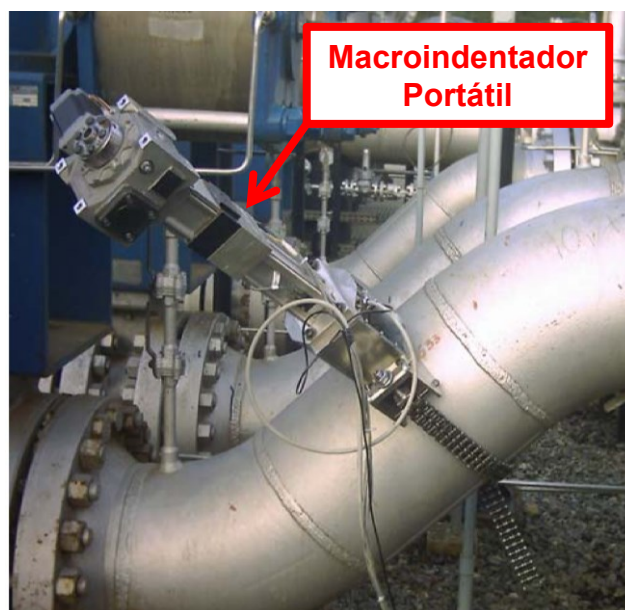


Figura 1.1 - Determinação de propriedades mecânicas de tração *in situ* em um duto de escoamento de petróleo utilizando um macroindentador portátil (FRANCO, 2007).

Outra importante aplicação do ensaio de macroindentação instrumentada é a identificação e quantificação de gradientes de propriedades mecânicas em seções de peças, como ao longo da espessura da parede de tubos (BYUN *et al.*, 1997; RAMOS NETO *et al.*, 2004), e em juntas soldadas (GUBBI; ROWCLIFFE, 1997; MURTY *et al.*, 1999; KHOSHNAW; HAMAKHAN, 2006; GHOSH *et al.*, 2008; DAS *et al.*, 2009; AMBRIZ *et al.*, 2011; KHANDELWAL; SHARMA; CHHIBBER, 2012), incluindo a ZAC (zona afetada pelo calor), já que os ensaios são realizados usando penetradores de pequeno diâmetro, variando de 0,254 mm até 1,575 mm (MURTY *et al.*, 1998a), e a profundidade da indentação não ultrapassa 300 μm (RAMOS NETO *et al.*, 2004).

Quando aplicados em laboratório, os ensaios de macroindentação instrumentada podem ser realizados em amostras de pequenas dimensões e/ou vários ensaios podem ser executados em uma mesma amostra, desde que a zona plástica de uma indentação não se sobreponha à zona plástica de uma indentação vizinha (ISO/TR 29381, 2008). Em função desta vantagem, o ensaio de macroindentação tem sido cada vez mais utilizado em estudos de novas ligas metálicas e na avaliação dos efeitos de tratamentos térmicos (GHOSH; YADAV; DAS, 2008a e 2008b; SHARMA, *et al.*, 2011a), de microestruturas (DAS; GHOSH; GHOSH, 2006; HAMADA; HAGGAG; PORTER, 2012; BARBADIKAR *et al.*, 2014a e 2014b), de trabalho a frio (DAS; GHOSH; SAHAY, 2005; VENKATESWARLU *et al.*, 2006; PATIL *et al.*, 2014) e de fenômenos de degradação, como envelhecimento (MATHEW *et al.*, 1999;

JANG *et al.*, 2005; DAS *et al.*, 2010), fragilização por hidrogênio (JANG *et al.*, 2003; HAGGAG, 2009a) e trabalho em altas temperaturas (LEE *et al.*, 2009; KARTHIK *et al.*, 2010), sobre as propriedades mecânicas de ligas, para os quais a utilização de amostras de pequenas dimensões reduz custos e tempo de preparação de corpos de prova. Além disso, a possibilidade de detecção e quantificação da degradação das propriedades mecânicas através da técnica de macroindentação instrumentada habilita-a como uma forma de monitoramento de estruturas metálicas, ao longo da vida, de maneira rápida e barata (ISO/TR 29381, 2008).

O ensaio de macroindentação instrumentada também tem sido utilizado para estimar tensões residuais, por exemplo, em juntas soldadas, em substituição aos ensaios tradicionais, como o método do furo cego (LEE; JI; KWON, 2004; KWON *et al.*, 2006; FRANCO, 2007; ISO/TR 29381, 2008; SONG *et al.*, 2010). Inúmeros outros trabalhos também propõem o uso de ensaios de macroindentação instrumentada para se avaliar a tenacidade à fratura (K_{Ic}) de aços (HAGGAG *et al.*, 1990; BYUN; KIM; HONG, 1998; MURTY *et al.*, 1998b; BYUN *et al.*, 2000; LEE *et al.*, 2006; DAS *et al.*, 2009; HAGGAG, 2009a e 2011; DAS; PAL; DAS, 2012), estimar a energia absorvida em ensaios de impacto Charpy e determinar a temperatura de transição dúctil-frágil (HAGGAG *et al.*, 1998; MURTY *et al.*, 1998a; MURTY, *et al.*, 1999; MATHEW; MURTY, 1999) e, até mesmo, retardar a propagação de trincas superficiais através da introdução de tensões residuais de compressão originadas por indentações posicionadas próximas à ponta da trinca (SONG; SHEU, 2002).

Segundo Barbadikar *et al.* (2014a), o ensaio de macroindentação instrumentada foi inicialmente desenvolvido e utilizado com o objetivo de avaliar a vida remanescente de estruturas e componentes de aço em usinas nucleares, nos quais o material pode sofrer fragilização por nêutrons rápidos, oriundos do processo de fissão nuclear do combustível (HAGGAG; NANSTAD; BRASKI, 1989). Atualmente, é possível encontrar na literatura uma extensa gama de trabalhos apresentando o uso deste ensaio na determinação de propriedades mecânicas de diversos materiais metálicos, destinados a várias aplicações, incluindo aços-carbono, aços microligados e ligados, aços inoxidáveis, ligas de níquel, ligas de alumínio, molibdênio, etc. (MURTY *et al.*, 1998a; MURTY; MATHEW, 2004; KHANDELWAL, 2011).

O ensaio de macroindentação instrumentada é baseado na indentação controlada, com múltiplos ciclos de carregamento e descarregamento em uma mesma posição, na superfície da estrutura que se deseja analisar. Através da medição contínua da força

aplicada e do deslocamento do penetrador, determina-se uma curva característica do ensaio e, a partir de informações extraídas desta curva, juntamente com o uso de equações oriundas de modelos, é possível estimar algumas propriedades mecânicas do material, tais como: dureza, limite de escoamento, limite de resistência, coeficiente de resistência e expoente de encruamento. Os dois modelos mais utilizados na determinação de propriedades de tração de materiais metálicos via ensaios de macroindentação instrumentada são o “Modelo de Haggag *et al.*” (HAGGAG; NANSTAD; BRASKI, 1989) e o “Modelo de Ahn e Kwon” (AHN; KWON, 2001).

Em 2001, o LTM (Laboratório de Tribologia e Materiais), da Faculdade de Engenharia Mecânica (FEMEC) da Universidade Federal de Uberlândia (UFU), em parceria com o BIOLAB (Laboratório de Engenharia Biomédica e Automática), da Faculdade de Engenharia Elétrica (FEELT), também da UFU, com o apoio financeiro da FINEP e da PETROBRAS, iniciou um projeto intitulado “Avaliação de Propriedades Mecânicas *in situ* Através de Macroindentação Instrumentada”. Como resultado, foi projetado e construído um equipamento portátil, denominado *PropInSitu 1* (CARDOSO, 2004), capaz de avaliar *in situ* as propriedades mecânicas de materiais metálicos. Posteriormente, uma nova versão do equipamento foi desenvolvida, o *PropInSitu 2*, com melhorias em relação à primeira versão (FRANCO, 2007; SOUSA, 2011). Atualmente, o LTAD (Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste), em parceria com a Petrobras, está desenvolvendo uma terceira geração de equipamentos de macroindentação (*PropInSitu 3*), com o objetivo de realizar ensaios submersos, em profundidades de até 30 m, com foco na determinação de propriedades mecânicas de aços de dutos submarinos em operação (MORAES; FRANCO; SOARES, 2014).

Embora o ensaio de macroindentação¹ já seja utilizado em campo, para estimar as propriedades mecânicas de tração de aços de dutos de escoamento de petróleo, ainda há alguns pontos que necessitam de desenvolvimento e avaliação, como por exemplo: (1) identificar, dentre os modelos matemáticos descritos na literatura, o mais adequado ao cálculo dos limites de escoamento e de resistência de aços; (2) determinar os valores dos parâmetros de cálculo (empíricos) mais indicados para uso nestes modelos, principalmente para a estimativa de propriedades mecânicas de aços de alta resistência; (3) avaliar os efeitos das condições de ensaio, como diâmetro do penetrador e força máxima, nos resultados.

¹ No presente trabalho, em muitos momentos a expressão “ensaio de macroindentação” é usada como sinônimo para “ensaio de macroindentação instrumentada”.

As definições do modelo, parâmetros e condições do ensaio de macroindentação adequados são essenciais para se atingir a exatidão no cálculo das propriedades mecânicas requerida em projetos da área de óleo e gás. Tanto valores subestimados como superestimados para as propriedades mecânicas de tração podem levar a acidentes ou prejuízos: valores subestimados podem condenar um equipamento ou duto, implicando na desativação precoce e desnecessária; já valores superestimados podem levar à manutenção da operação em condições de alto risco de ocorrência de acidente.

1.2 Objetivos

Este trabalho tem como meta definir uma metodologia para realização e análise de ensaios de macroindentação instrumentada, incluindo as indicações do melhor modelo analítico, valores de parâmetros de cálculo empíricos e condições de ensaios, para que os erros associados às estimativas das propriedades mecânicas (dureza, limite de escoamento e limite de resistência) de aços² sejam inferiores a 10%, em relação aos valores das propriedades determinados através de ensaios convencionais de dureza e tração.

Para atingir a meta proposta, os seguintes objetivos específicos foram traçados:

1. Realizar o levantamento bibliográfico do estado da arte referente à utilização de ensaios de macroindentação instrumentada para determinação de propriedades mecânicas de tração de materiais metálicos, especialmente aços utilizados na fabricação de estruturas de escoamento de petróleo;
2. Avaliar se o “Modelo de Haggag *et al.*”, com o uso dos parâmetros de cálculo normalmente utilizados e encontrados na literatura para aços ($\beta_m = 0,2285$ e $\alpha_m = 1,200$), é adequado para estimar os limites de escoamento e de resistência de aços com diferentes propriedades mecânicas e microestruturas. Caso estes parâmetros não sejam adequados, determinar novos valores para os mesmos;
3. De forma análoga, avaliar o “Modelo de Ahn e Kwon”, também usando os valores dos parâmetros de cálculo encontrados na literatura para este modelo ($\psi = 3,0$ e $\alpha = 0,14$);

² Aços estruturais e aqueles comumente empregados na fabricação de tubos utilizados na área de óleo e gás.

4. Avaliar os efeitos das condições de ensaio sobre os resultados, dando especial atenção ao diâmetro do penetrador e à força máxima;
5. Definir o modelo, parâmetros de cálculo e força máxima para realização e análise de ensaios de macroindentação instrumentada utilizando um penetrador esferocônico de 400 μm de diâmetro, visando à avaliação de propriedades mecânicas de microrregiões, como a ZAC em operações de reparo por atrito;
6. Investigar se as energias de deformação total, plástica e elástica associadas aos ensaios de macroindentação instrumentada possuem algum potencial de aplicação como parâmetros para avaliação/estimativa da resistência ao impacto e/ou tenacidade à fratura de aços;
7. Analisar os efeitos dos fenômenos de empilhamento (*pile-up*) e afundamento (*sink-in*) de material em torno da indentação sobre os resultados dos ensaios de macroindentação instrumentada;
8. Avaliar a possibilidade de se determinar as propriedades mecânicas de tração (limites de escoamento e de resistência) a partir de diversas correlações com a dureza, encontradas na literatura. Para ser justificável a utilização de ensaios de macroindentação instrumentada, ao invés de simples ensaios de dureza, os erros gerados decorrentes do uso dos modelos de “Haggag *et al.*” ou de “Ahn e Kwon” devem ser menores que os erros associados ao uso das correlações com a dureza;
9. Uma vez definida a metodologia de realização e análise dos ensaios de macroindentação instrumentada, validá-la confrontando os resultados com as propriedades mecânicas determinadas via ensaios de tração;
10. Verificar se o ensaio de macroindentação instrumentada pode ser usado como meio de detecção/monitoramento da fragilização por hidrogênio em aços usados na fabricação de tubos/equipamentos para a indústria de óleo e gás.

Do ponto de vista do tipo de pesquisa, voltada para atingir os objetivos supracitados, este trabalho pode ser classificado, ao menos parcialmente, como (RODRIGUES, 2007):

- **Bibliográfico:** pois busca levantar o estado da arte relacionado ao objeto de pesquisa³ para melhor compreender os problemas pertinentes ao tema;
- **Exploratório:** pois tem como finalidade descortinar o tema e reunir novas informações gerais a respeito do objeto de pesquisa;
- **Explicativo:** pois busca relações do tipo causa e efeito e estabelecimento de um nexos de causalidade;

³ O objeto de pesquisa deste trabalho é o ensaio de macroindentação instrumentada e sua utilização na determinação de propriedades mecânicas de tração de aços usados na fabricação, principalmente, de dutos para escoamento de petróleo.

- **Experimental:** pois está fundamentado na experimentação, manipulando fatores bem definidos, identificados e controlados para verificar os efeitos que o conjunto de fatores pode produzir sobre o objeto estudado;
- **Quantitativo:** pois se baseia predominantemente em dados estatísticos;
- **Aplicado e de desenvolvimento:** pois procura soluções para um problema concreto e objetiva o aperfeiçoamento de um produto⁴.

1.3 Estrutura da Dissertação

Esta dissertação está estruturada em sete capítulos e um conjunto de anexos/apêndices.

O segundo capítulo apresenta uma revisão bibliográfica sobre o tema em estudo, com destaque para os modelos de “Haggag *et al.*” e de “Ahn e Kwon”. Um resumo dos principais trabalhos com aplicações do ensaio de macroindentação instrumentada para determinação de propriedades mecânicas de tração de materiais metálicos é apresentado, dando-se ênfase aos aspectos gerais do estado da arte em detrimento de informações específicas, que podem ser consultadas diretamente nos trabalhos citados. Um destaque especial é dado ao detalhamento do macroindentador portátil *PropInSitu 2*, utilizado no presente trabalho, principalmente quanto à estrutura mecânica, instrumentação e *software* de controle, aquisição e processamento dos dados. Ao final são apresentadas as correlações para determinação de propriedades mecânicas de tração de aços a partir da dureza.

O terceiro capítulo apresenta os procedimentos experimentais, com a descrição da metodologia, recursos laboratoriais e planejamento experimental utilizados.

No quarto capítulo são apresentados os resultados experimentais do estudo, concomitantemente com a discussão sobre os mesmos. Inicialmente são apresentados os resultados referentes à caracterização dos sete aços utilizados nos ensaios de macroindentação. Em seguida são apresentados os resultados dos ensaios de macroindentação, com as respectivas análises sobre a dureza de indentação, energias de deformação, avaliação dos modelos de “Ahn e Kwon” e de “Haggag *et al.*”, avaliação dos fenômenos de *pile-up/sink-in*, avaliação do uso do penetrador esferocônico de 400 µm de

⁴ Macroindentador instrumentado portátil e métodos analíticos para determinação de propriedades mecânicas *in situ*.

diâmetro e os resultados da determinação das propriedades mecânicas a partir de correlações com a dureza. Posteriormente, a validação da metodologia de ensaio e análise proposta no presente trabalho é apresentada, através de comparação entre os resultados dos ensaios de macroindentação e as propriedades mecânicas obtidas em ensaios de tração, para quatro aços: API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550. Por fim, são apresentados os resultados dos ensaios de macroindentação realizados em amostras do aço ABNT 8550, temperado e revenido, expostas ao gás H_2 em alta pressão.

O quinto capítulo traz as conclusões finais e as contribuições advindas dos resultados experimentais.

No capítulo seis é apresentada uma série de sugestões para trabalhos futuros e as referências bibliográficas estão listadas no capítulo sete.

Ao final, há um conjunto de anexos/apêndices com informações adicionais e complementares sobre tópicos discutidos ao longo da dissertação e com os dados experimentais levantados no presente trabalho.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Ensaio de Macroindentação Instrumentada

Os ensaios de indentação consistem na aplicação de uma força estática⁵ a um penetrador, que pode possuir diferentes geometrias (esférica, piramidal de base quadrada, piramidal de base triangular, etc.), medindo-se a força e a área deixada pela impressão na superfície da amostra. Há muito tempo esses ensaios são amplamente utilizados na medição da dureza, para caracterização e controle de qualidade de materiais. Posteriormente, correlações para estimar os limites de escoamento e de resistência de materiais metálicos a partir da dureza foram propostas (CAHOON; BROUGHTON; KUTZAK, 1971) e outras aplicações surgiram, como a avaliação da tenacidade à fratura (K_{Ic}) de materiais frágeis a partir da medição do comprimento médio de trincas superficiais que aparecem em indentações realizadas, por exemplo, com penetrador Vickers (IOST, 2013).

Quando o ensaio é realizado com o registro contínuo dos valores da força aplicada e da profundidade de penetração, por meio de sensores, dá-se o nome de indentação instrumentada (VANLANDINGHAM, 2003).

A indentação instrumentada mostra-se como uma técnica versátil, pois pode ser usada na determinação de propriedades elásticas e plásticas de materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos (AZEVEDO *et al.*, 2009). O ensaio também tem ampla aplicação no estudo de revestimentos e filmes finos (CHUDOBA; SCHWARZER; RICHTER, 2000).

⁵ De forma análoga ao ensaio de tração convencional, considera-se que os ensaios de indentação são estáticos porque a velocidade de aplicação do carregamento é muito baixa.

A norma ISO 14577-1 (2002), a qual especifica os requisitos para execução de ensaios de indentação instrumentada, classifica-os quanto às faixas de força e profundidade de indentação em:

- **Macroindentação:** para forças aplicadas entre 2 N e 30 kN;
- **Microindentação:** para forças aplicadas inferiores a 2 N e profundidades de indentação superiores a 0,2 μm ;
- **Nanoindentação:** para profundidades de indentação inferiores a 0,2 μm .

Apesar de existirem metodologias que utilizam ensaios de micro e nanoindentação instrumentada para estimar as propriedades mecânicas de tração (RODRÍGUEZ; GUTIERREZ, 2003), o presente trabalho trata apenas da aplicação de ensaios de macroindentação instrumentada.

A principal vantagem em se utilizar o ensaio de macroindentação instrumentada na avaliação de propriedades mecânicas, em comparação aos métodos convencionais, como o ensaio de tração, é que, para efeitos práticos, a macroindentação pode ser considerada um ensaio não destrutivo quando realizado em componentes estáticos, pois as profundidades de indentação são inferiores a 300 μm (RAMOS NETO *et al.*, 2004). Além disso, o ensaio pode ser realizado *in situ*, usando equipamentos portáteis, sem a necessidade de interromper a operação, como por exemplo, o fluxo em um duto de escoamento de óleo e/ou gás (HAGGAG, 2011).

Entretanto, apesar do caráter não destrutivo atribuído ao ensaio de macroindentação instrumentada em grande parte das aplicações, é recomendável sempre avaliar as consequências da introdução de indentações na superfície do equipamento ou duto em análise. Por exemplo, Niwa; Shikama; Yonezu (2014), analisando um aço *maraging* de elevada resistência (limites de escoamento e de resistência de 2,40 GPa e 2,45 GPa, respectivamente), mostraram que trincas decorrentes de fragilização por hidrogênio podem nuclear e propagar radialmente em torno de indentações esféricas, devido ao campo de tensões residuais desenvolvido ao redor da indentação, quando o aço é exposto a um ambiente contendo hidrogênio.

O ensaio de macroindentação instrumentada consiste na indentação controlada em uma superfície, usando um penetrador esférico (no caso do presente trabalho), através de múltiplos ciclos de carregamento e descarregamento em um mesmo ponto. Os descarregamentos intermediários normalmente são parciais, enquanto ao final do ensaio ocorre o descarregamento total. A força aplicada e a profundidade de penetração

(deslocamento) são medidas continuamente através de uma célula de carga e de um LVDT (*Linear Variable Differential Transformer*), respectivamente. Geralmente, os ensaios são realizados utilizando esferas de WC-Co, pois este material apresenta elevado módulo de elasticidade e alta dureza em comparação aos aços comumente ensaiados.

Os dados obtidos a partir do levantamento da curva “força *versus* deslocamento” são usados para calcular os valores incrementais de tensão e deformação a partir da combinação de teorias da elasticidade e plasticidade, assim como relações semi-empíricas, que governam o comportamento do material sob carregamentos multiaxiais de indentação (RAMOS NETO *et al.*, 2004). Uma curva típica resultante de um ensaio de macroindentação é mostrada na Fig. 2.1.

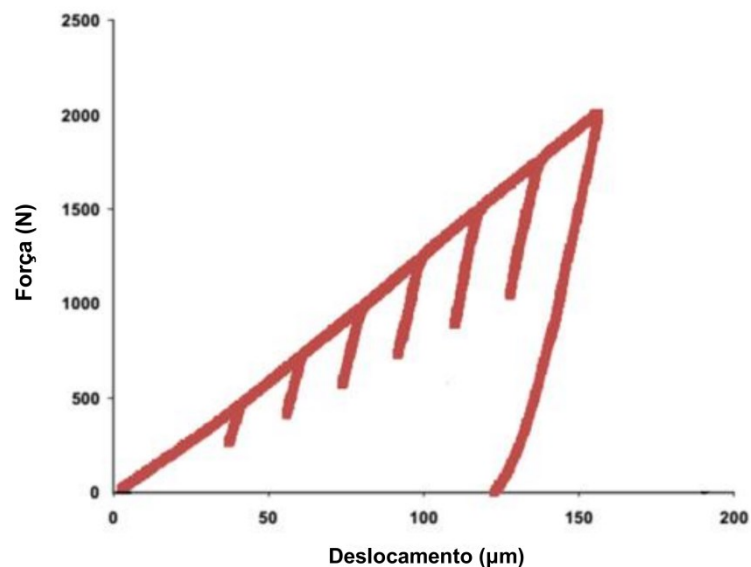


Figura 2.1 - Curva “força *versus* deslocamento” típica para um ensaio de macroindentação instrumentada (FERREIRA, 2010).

Em cada ciclo de carregamento e descarregamento, um volume cada vez maior de material abaixo do indentador sofre deformação plástica e, conseqüentemente, o escoamento e o encruamento ocorrem simultaneamente. Por esta razão, os ensaios de macroindentação instrumentada com penetradores esféricos não apresentam duas fases: linear elástica, seguida de uma não linear com encruamento do material, como ocorre em ensaios de tração uniaxial (RAMOS NETO *et al.*, 2004; FRANCO, 2007). A razão para a relação aproximadamente linear da força com o deslocamento, mostrada na Fig. 2.1, deve-se a dois processos não lineares opostos que ocorrem concomitantemente: o aumento não linear da força com o incremento da profundidade devido à geometria não linear do

penetrador esférico é compensado pelo comportamento não linear de encruamento do material metálico (GHOSH *et al.*, 2008).

Franco (2007) analisou os efeitos do número de ciclos de carregamento e descarregamento e do percentual de descarregamento em ensaios de macroindentação instrumentada realizados em um aço API 5L X60. Os resultados indicam que a utilização de 7 a 10 ciclos é suficiente para se estimar as propriedades mecânicas. Além do mais, descarregamentos parciais entre 10 e 40% não resultam em variações significativas nas propriedades mecânicas. Porém, considerando que o valor de 10% pode resultar em maiores erros nos primeiros ciclos (FRANCO, 2007), sugere-se o uso de descarregamentos de 30 a 40%. Destaca-se que a utilização de um número de ciclos superior a 10 e descarregamentos superiores a 40% podem tornar a duração do ensaio muito longa.

Em relação à influência da topografia superficial nas propriedades mecânicas determinadas através de ensaios de macroindentação instrumentada, Callegari *et al.* (2005), a partir de ensaios com um penetrador esférico de 1,5 mm de diâmetro e força máxima de 1200 N, realizados em amostras de um tubo fabricado com aço API 5L X46, mostraram que o acabamento superficial não influencia de forma significativa os valores das propriedades mecânicas, de forma que a preparação da superfície de teste pode ser realizada em uma única etapa, utilizando lixa de granulometria 60 *mesh*, sem que haja qualquer influência nos resultados. Ainda segundo Callegari *et al.* (2005), o encruamento da superfície causado pela deformação plástica decorrente do lixamento não influenciou nos valores de propriedades mecânicas medidas pelo fato de a profundidade de indentação (160 μm) ter sido muito superior à maior rugosidade total encontrada (7 μm). Kania; Russell; Gao (2004) recomendam que a preparação final da superfície a ser ensaiada seja realizada utilizando, pelo menos, lixa de granulometria 600 *mesh*. Haggag (2009b) também sugere a preparação da superfície com lixa de granulometria 600 *mesh*, especialmente quando penetradores de pequeno diâmetro (0,254 mm) são usados.

Para reduzir a incerteza de medição decorrente do efeito da rugosidade superficial, a norma ISO 14577-1 (2002) determina que a profundidade de indentação deve ser de pelo menos 20 vezes a rugosidade média (R_a). Segundo Callegari *et al.* (2005), a rugosidade média resultante do lixamento da superfície da amostra do aço API 5L X46 com lixa de 60 *mesh* foi de 0,75 μm , o que exigiria uma profundidade de indentação de ao menos 15 μm , segundo a ISO 14577-1 (2002). Isso mostra que, do ponto de vista prático, a preparação da superfície para realização do ensaio de macroindentação instrumentada *in situ* não é um problema, pois um simples lixamento superficial para remoção de óxidos e da

rugosidade excessiva é suficiente. Deve-se atentar, todavia, em relação à possível presença de camadas superficiais descarbonetadas, as quais podem levar à estimativa de propriedades mecânicas não representativas da maior parte da espessura de parede do equipamento ou duto e, conseqüentemente, devem ser removidas.

Os efeitos de tensões nas superfícies de teste, decorrentes do processo de fabricação ou de carregamentos mecânicos, podem influenciar no resultado do ensaio de macroindentação instrumentada (KANIA; RUSSELL; GAO, 2004). Franco (2007) avaliou o efeito da pressão interna em dutos através de ensaios de macroindentação instrumentada realizados em um tubo sem costura confeccionado em aço API 5L X60, com diâmetro interno de 192 mm, diâmetro externo de 218 mm e 750 mm de comprimento, fechado nas extremidades, submetido a pressões internas de 0, 25, 50, 75 e 100 bar. As propriedades mecânicas calculadas a partir dos ensaios não variaram de forma significativa com a pressão interna, na faixa analisada de 0 a 100 bar. Franco (2007) concluiu afirmando que os ensaios de macroindentação instrumentada podem ser realizados em dutos operando (pressurizados), sem que os resultados sofram influência significativa da pressão interna.

O diâmetro do penetrador também tem influência nas propriedades mecânicas calculadas a partir de ensaios de macroindentação instrumentada (KANIA; RUSSELL; GAO, 2004). A fim de obter propriedades mecânicas macroscópicas representativas do material, Haggag (2009b) sugere que o diâmetro da indentação deve ser suficiente para cobrir ao menos três grãos, enquanto que Kania; Russell; Gao (2004) recomendam cinco grãos. Neste sentido, o uso de penetradores de grande diâmetro é recomendado, pois garante exatidão e precisão superiores. Entretanto, quanto maior o diâmetro do penetrador, maiores serão a força máxima requerida, a penetração total e a duração do ensaio.

A pequena profundidade de indentação, apesar de ser uma das grandes vantagens do ensaio de macroindentação instrumentada, pois permite seu uso *in situ*, também pode representar uma limitação, principalmente na avaliação de propriedades mecânicas de dutos e tubulações. Como o ensaio é realizado na superfície do tubo/duto, as propriedades mecânicas estimadas são locais e podem não ser representativas do restante do material ao longo de toda a espessura da parede (ISO/TR 29381, 2008). Essas diferenças nas propriedades podem ser introduzidas pelo processo de fabricação do tubo, o qual pode provocar encruamento do material próximo às paredes externas e internas, além de gerar alterações microestruturais nestas regiões devido à existência de gradientes de temperatura durante a realização de tratamentos térmicos, acarretando numa maior resistência mecânica próxima às paredes (BYUN *et al.*, 1997; KANIA; RUSSELL; GAO, 2004).

A partir da revisão da literatura, verifica-se que os dois principais modelos analíticos utilizados na determinação de propriedades mecânicas de tração de materiais metálicos (limite de escoamento, limite de resistência, coeficiente de resistência e expoente de encruamento) a partir de ensaios de macroindentação instrumentada, usando penetradores esféricos, são o “Modelo de Haggag *et al.*” (HAGGAG; NANSTAD; BRASKI, 1989) e o “Modelo de Ahn e Kwon” (AHN; KWON, 2001).

O “Modelo de Haggag *et al.*” é baseado em relações semi-empíricas e parâmetros de cálculo empíricos que dependem da classe de material a ser ensaiada e não considera o efeito de empilhamento/afundamento (*pile-up/sink-in*) de material em torno da indentação (MATHEW *et al.*, 1999). Apesar de amplamente utilizado, ainda não há uma norma que regulamente o uso deste modelo (SOUSA, 2011).

O “Modelo de Ahn e Kwon” utiliza parâmetros de contato, considerando os efeitos de afundamento (*sink-in*) ou empilhamento (*pile-up*) plástico em torno do indentador, para avaliar as propriedades mecânicas de tração sem a necessidade de uso de parâmetros de cálculo dependentes do material ensaiado (KIM; KIM; KWON, 2010). Este modelo serviu de base para a elaboração da norma ISO/TR 29381 (2008).

2.1.1 Modelo de Haggag *et al.*

Inicialmente, Tabor (1951) foi quem primeiro relacionou a dureza e a deformação próxima a penetradores esféricos com os ensaios de tração uniaxial. Estas correlações são baseadas em três premissas:

- Curvas monotônicas de “tensão real *versus* deformação real” obtidas em ensaios de tração e de compressão são razoavelmente semelhantes;
- A deformação no ensaio de indentação correlaciona-se com a deformação plástica real em um ensaio de tração uniaxial;
- A pressão média da indentação esférica correlaciona-se com a tensão de escoamento no ensaio de tração uniaxial.

As premissas acima são bem estabelecidas para vários materiais (HAGGAG, 1993). Haggag *et al.* (1990) destacam que os ensaios de tração e compressão uniaxial são razoavelmente comparáveis para a maioria dos materiais metálicos homogêneos e isotrópicos. Ainda, os resultados de ensaios de macroindentação instrumentada conduzidos sob carregamento de compressão multiaxial possuem ótima correlação com aqueles

realizados em condição de tração ou compressão uniaxial. Em relação à primeira premissa, as curvas de “tensão *versus* deformação” para carregamentos de tração e compressão correlacionam-se somente até o limite de resistência, uma vez que não ocorre estricção para carregamentos compressivos (MATHEW *et al.*, 1999).

Haggag; Nanstad; Braski (1989) propuseram um modelo que permite estimar os limites de escoamento e de resistência do material a partir dos dados da curva “força *versus* deslocamento”. Os sucessivos carregamentos e descarregamentos parciais permitem que a profundidade de indentação associada à deformação plástica (h_p) seja estimada em cada ciclo (Fig. 2.2a). O diâmetro plástico (d_p), mostrado na Fig. 2.2b, pode ser determinado a partir de h_p se não há ocorrência pronunciada de afundamento (*sink-in*) ou empilhamento (*pile-up*) de material entorno da indentação (MATHEW *et al.*, 1999).

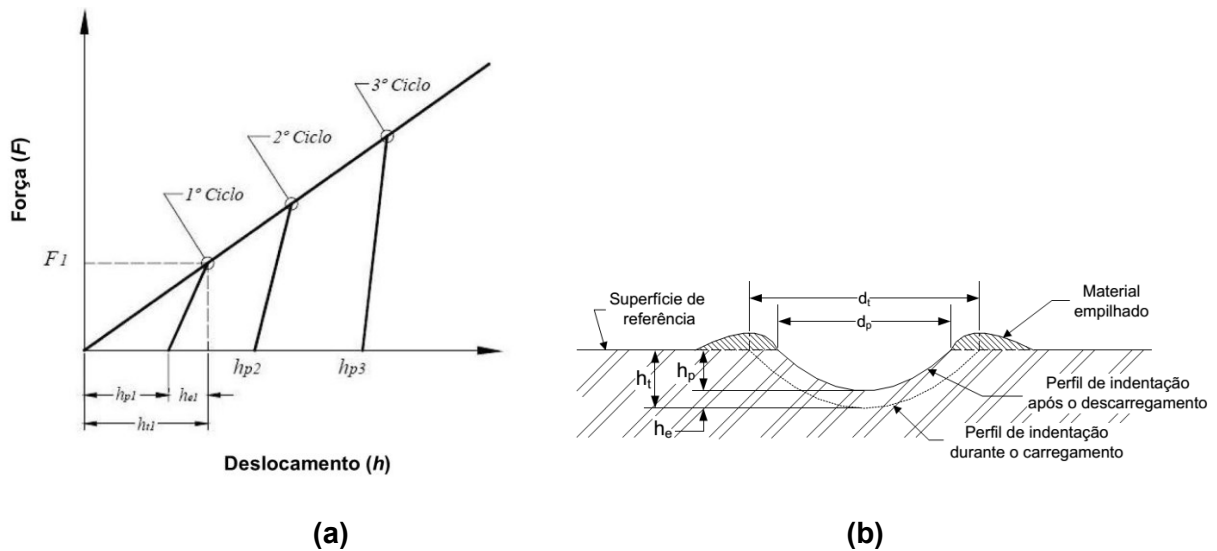


Figura 2.2 - Ensaio de macroindentação instrumentada com a utilização de penetrador esférico: (a) representação esquemática da relação entre a força aplicada e o deslocamento do penetrador, onde h_p é a profundidade plástica, h_e é a profundidade elástica e h_t é a profundidade total; (b) perfil típico de um ciclo de carregamento e descarregamento de indentação (HAGGAG *et al.*, 1990).

Tabor (1951) estabeleceu uma relação entre a deformação plástica real ($\varepsilon_{r/p}$) em um ensaio de tração uniaxial e a deformação de indentação (d_p/D) para penetradores esféricos. Assim, a deformação ($\varepsilon_{r/p}$) e a tensão (σ_r) reais podem ser calculadas a partir das equações (2.1) e (2.2), respectivamente.

$$\varepsilon_{r/p} = 0,2 \cdot \frac{d_p}{D} \quad (2.1)$$

$$\sigma_r = \frac{4.F}{\pi.d_p^2 \cdot \delta} \quad (2.2)$$

Onde: D é o diâmetro do penetrador esférico; F é a força normal de indentação e δ é um parâmetro que depende do estágio de desenvolvimento da zona plástica sob o indentador.

O diâmetro plástico (d_p) é calculado utilizando a Eq. (2.3).

$$d_p = \left(2,735.F.D \cdot \left(\frac{1}{E_a} + \frac{1}{E_i} \right) \cdot \left(\frac{h_p^2 + 0,25.d_p^2}{h_p^2 + 0,25.d_p^2 - h_p.D} \right) \right)^{1/3} \quad (2.3)$$

Onde: E_a é o módulo de elasticidade do material ensaiado e E_i é o módulo de elasticidade do material do penetrador, normalmente fabricado em metal duro (WC-Co).

A Equação (2.3) evidencia que é necessário o conhecimento prévio da classe de material a ser ensaiado, uma vez que o módulo de elasticidade é um dos parâmetros de entrada. Normalmente isto não é um problema na realização de ensaios *in situ* em dutos, pois os mesmos são, na maior parte dos casos, fabricados em aço-carbono ou de baixa liga e, portanto, pode-se adotar $E_a \cong 210$ GPa.

O parâmetro δ é determinado através do conjunto de Equações (2.4), (2.5), (2.6) e (2.7).

$$\delta = \begin{cases} 1,12 & \phi \leq 1 \\ 1,12 + \tau \cdot \ln \phi & 1 < \phi \leq 27 \\ \delta_{máx} & \phi > 27 \end{cases} \quad (2.4)$$

$$\phi = \frac{\varepsilon_{r/p} \cdot E_a}{0,43 \cdot \sigma_r} \quad (2.5)$$

$$\delta_{máx} = 2,87 \cdot \alpha_m \quad (2.6)$$

$$\tau = \frac{\delta_{máx} - 1,12}{\ln(27)} \quad (2.7)$$

Onde: α_m é um fator de restrição que depende da sensibilidade à taxa de deformação e da capacidade de encruamento do material ensaiado (HAGGAG; NANSTAD; BRASKI, 1989; MATHEW *et al.*, 1999). Segundo Karthik *et al.* (2012), o significado físico de α_m não é claro e necessita ser investigado.

O parâmetro ϕ representa os três estágios de desenvolvimento da zona plástica sob o indentador: (i) região elástica com deformação recuperável ($\phi \leq 1$), (ii) região de transição elástico-plástica ($1 < \phi \leq 27$) e (iii) zona plástica completamente desenvolvida ($\phi > 27$) (FRANCIS, 1976; MATHEW *et al.*, 1999; MATHEW; MURTY, 1999; LEE; LEE; PHARR, 2005).

Para a maior parte dos aços, a curva “tensão real (σ_r) *versus* deformação plástica real ($\epsilon_{r/p}$)” pode ser expressa por meio de uma função potência (Lei Constitutiva de Hollomon), conforme a Eq. (2.8).

$$\sigma_r = K \cdot \epsilon_{r/p}^n \quad (2.8)$$

Onde: K é o coeficiente de resistência e n é o expoente de encruamento do material.

Através de regressão linear, os dados resultantes das Equações (2.1) e (2.2), para cada ciclo de carregamento e descarregamento, são ajustados à Eq. (2.8), de forma a se determinar o coeficiente de resistência e o expoente de encruamento do material. A solução das Equações (2.1) a (2.8) é realizada através de métodos numéricos, pois envolve iteração.

O limite de resistência do material (σ_{UTS} – *Ultimate Tensile Strength*) é calculado a partir da Eq. (2.9), cuja demonstração é apresentada no Apêndice I.

$$\sigma_{UTS} = K \cdot \left(\frac{n}{e} \right)^n \quad (2.9)$$

Onde: $e \cong 2,7182$ (número de Euler).

O limite de escoamento (σ_{YS} – *Yield Strength*), associado ao início da deformação plástica ($\phi \leq 1$), não é determinado usando a metodologia descrita anteriormente, uma vez que as deformações correspondentes são muito pequenas para serem medidas diretamente usando o ensaio de macroindentação (MATHEW *et al.*, 1999). Consequentemente, uma abordagem diferente é usada para estimar o limite de escoamento.

Para cada ciclo do ensaio, a profundidade total (h_t) é medida enquanto a força é aplicada e o diâmetro total (d_t) pode ser calculado através da relação de área projetada do

penetrador esférico, através da Eq. (2.10). Os pontos de todos os ciclos de carregamento são ajustados por uma análise de regressão linear à Lei de Meyer (Eq. (2.11)), que será tratada em detalhes adiante.

$$d_t = 2 \cdot \sqrt{h_t \cdot D - h_t^2} \quad (2.10)$$

$$\frac{F}{d_t^2} = A \cdot \left(\frac{d_t}{D} \right)^{m-2} \quad (2.11)$$

Onde: m é o coeficiente de Meyer e A é um parâmetro de teste do material.

A partir da regressão dos dados de d_t/D versus F/d_t^2 , os valores de A e m são obtidos e o parâmetro de teste (A) pode então ser usado para calcular o limite de escoamento do material (σ_{YS}) através da Eq. (2.12) (GEORGE; DINDA; KASPER, 1976).

$$\sigma_{YS} = \beta_m \cdot A \quad (2.12)$$

Onde: β_m é um parâmetro de deformação (HAGGAG; NANSTAD; BRASKI, 1989) determinado a partir do conhecimento do limite de escoamento, obtido em ensaios de tração, e do valor do parâmetro de teste (A), calculado via ensaio de macroindentação instrumentada (MATHEW *et al.*, 1999).

É alegado que o valor de β_m será o mesmo para uma classe de material específica, independente do tratamento térmico e do trabalho mecânico (DAS *et al.*, 2006). No entanto, Yamamoto *et al.* (1996) encontraram diferentes valores de β_m em função do tratamento térmico para ligas de Fe-Mn-Cu-C e Al-3Mg, analisadas nas condições “como recebido” (maior limite de escoamento) e “recozido” (menor limite de escoamento), identificando menores valores de β_m na condição “recozido”, indicando uma possível redução de β_m com a diminuição do limite de escoamento, para uma mesma classe de material.

No “Modelo de Haggag *et al.*”, os procedimentos de cálculo do diâmetro plástico, usado para estimar o limite de resistência, e do diâmetro total, usado para estimar o limite de escoamento, desprezam os efeitos de empilhamento (*pile-up*) ou de afundamento (*sink-in*) (LEE; LEE; PHARR, 2005). Segundo Mok (1966), o diâmetro da indentação pode ser calculado com base na geometria do indentador e na profundidade de penetração se o efeito de *pile-up* ou de *sink-in* em torno da indentação não for pronunciado. Os fenômenos de *pile-up* e *sink-in* introduzem erros na “medição” do diâmetro plástico (d_p) (BARBADIKAR *et al.*, 2014a) e vários trabalhos têm tratado desta questão (TALJAT; PHARR, 2004; LEE;

LEE; PHARR, 2005; HERNOT *et al.*, 2006; KARTHIK *et al.*, 2012). Das; Pal; Das (2012) afirmam que um fator deve ser usado para corrigir o diâmetro plástico calculado com base na profundidade de penetração medida pelo LVDT, visando levar em conta o efeito de *pile-up/sink-in* ao redor da indentação, originário do encruamento do material, mas os autores não apresentam o procedimento para determinação e aplicação de tal fator. Segundo Karthik *et al.* (2012), negligenciar o fenômeno de *pile-up* em ensaios de macroindentação instrumentada resulta em subestimar a área de contato entre o penetrador e a superfície, levando ao cálculo de tensões reais mais elevadas. Entretanto, Hamada; Haggag; Porter (2012) afirmam que a utilização do diâmetro total (d_t) para calcular o limite de escoamento assegura a aplicabilidade do modelo independente do comportamento do material quanto à ocorrência de *pile-up/sink-in* durante o processo de deformação com o avanço do penetrador. Outros trabalhos de autoria de Haggag também afirmam que seu modelo pode ser utilizado independente do *pile-up* ao redor da indentação (HAGGAG, 2009a).

Alguns trabalhos (BYUN *et al.*, 1997; HAGGAG, 1993 e 1999; KANIA; RUSSELL; GAO, 2004; KULKARNI *et al.*, 2013; BARBADIKAR *et al.*, 2014a e 2014b) sugerem uma generalização da Eq. (2.12), através da introdução de mais um termo, b_m , denominado de “*offset* de escoamento”, de acordo com a Eq. (2.13).

$$\sigma_{YS} = \beta_m \cdot A + b_m \quad (2.13)$$

Barbadikar *et al.* (2014a) propõem o uso do parâmetro b_m como forma de corrigir o erro no cálculo do limite de escoamento devido à presença do *pile-up*. Kulkarni *et al.* (2013) sugerem que o parâmetro β_m na Eq. (2.13) é constante para uma determinada classe de material, mas que b_m pode variar, por exemplo, em função da textura do material, já que os autores encontraram diferenças no valor de b_m ao avaliarem corpos de prova removidos das direções longitudinal e circunferencial de tubos de Zr-2,5%Nb.

A dureza de indentação (H_{ABI}), similar à dureza Brinell (HBW) (HAMADA; HAGGAG; PORTER, 2012), também pode ser determinada a partir do ensaio de macroindentação instrumentada com penetrador esférico. O cálculo é feito considerando a força máxima utilizada no ensaio, $F_{m\acute{a}x}$ (kgf), o diâmetro da impressão ao final do descarregamento total, d_f (mm), e o diâmetro do penetrador, D (mm), usando a Eq. (2.14), conforme a recomendação para o ensaio de dureza Brinell padronizado pela norma ASTM E10 (2012).

$$H_{ABI} = \frac{2.F_{m\acute{a}x}}{\pi.D.(D - \sqrt{D^2 - d_f^2})} \quad (2.14)$$

Pelo exposto anteriormente, o uso do “Modelo de Haggag *et al.*” exige o conhecimento prévio dos parâmetros de cálculo (empíricos) α_m , para a estimativa do limite de resistência, e β_m , para a estimativa do limite de escoamento. Ainda, torna-se essencial definir qual equação é mais indicada (Eq. (2.12) ou Eq. (2.13)) para o cálculo do limite de escoamento e, caso a Eq. (2.13) seja usada, é necessário conhecer também o valor do parâmetro de cálculo b_m .

A Tabela 2.1 mostra alguns valores para os parâmetros α_m , β_m e b_m encontrados na literatura pesquisada. Nesta tabela estão indicados os materiais analisados nos trabalhos, na sua maioria aços, e a equação utilizada (Eq. (2.12) ou Eq. (2.13)) para estimar o limite de escoamento. Também são apresentados os diâmetros de penetrador usados nos ensaios, já que há indicação de que os parâmetros de cálculo dependem, além da classe do material, também da condição de ensaio (HAGGAG, 1999; KANIA; RUSSELL; GAO, 2004).

Tabela 2.1 - Valores dos parâmetros de cálculo empíricos β_m , b_m e α_m usados no “Modelo de Haggag *et al.*”, segundo vários autores.

Referência	Equação	Material	D (mm)	β_m	b_m (MPa)	α_m
Haggag; Nanstad; Braski (1989)	2.12	Aço-Carbono ⁽¹⁾	1,59	0,2285	---	1,0
Haggag <i>et al.</i> (1990)	2.12	Aço-Carbono ⁽¹⁾	1,59	0,2285	---	1,0
	2.12	Aço Inox 316L ⁽²⁾	0,76	0,1910	---	1,14
Yamamoto <i>et al.</i> (1996)	2.12	Fe-Mn-Cu-C ⁽³⁾	---	0,244	---	1,24
		Fe-Mn-Cu-C (recozido) ⁽⁴⁾	---	0,227	---	1,27
		Al-3Mg ⁽⁵⁾	---	0,278	---	1,16
		Al-3Mg (recozido) ⁽⁶⁾	---	0,094	---	1,84
Byun <i>et al.</i> (1997)	2.12	Aços-Carbono ⁽⁷⁾	1,575	0,236	---	1,12
Gubbi; Rowcliffe (1997)	2.12	V-4Cr-4Ti e V-5Cr-5Ti ⁽⁸⁾	0,254	0,25	---	1,15
		Materiais Metálicos	---	0,13 a 0,35	---	0,8 a 1,3
Murty <i>et al.</i> (1998a)	2.12	Aços-Carbono	0,254 a 1,575	0,2285	---	0,90 a 1,25 ⁽⁹⁾
Murty <i>et al.</i> (1998b)	2.12	ASTM A36 ⁽¹⁰⁾	1,57	0,2285	---	1,10 a 1,25 ⁽⁹⁾
Mathew; Murty (1999)	2.12	Aços-Carbono	---	0,2285	---	1,10 a 1,25 ⁽⁹⁾
Mathew <i>et al.</i> (1999)	2.12	Liga de Ni (625) ⁽¹¹⁾	0,75	0,23	---	0,90
Haggag (1999) Kania; Russel; Gao (2004)	2.13	Aços-Carbono ⁽¹²⁾	0,508	0,3585	-239	1,3
			0,762	0,4273	-285	1,2

Tabela 2.1 – Continuação.

Ramos Neto <i>et al.</i> (2004)	2.12	API 5L X60 ⁽¹³⁾	1,5	0,2285	---	1,250
Callegari <i>et al.</i> (2005)	2.12	API 5L X46	1,5	0,2285	---	1,200
Das <i>et al.</i> (2006)	2.12	Superliga de Ni	1 a 2	0,21	---	---
Khoshnaw; Hamakhan (2006)	2.12	Aço Inox 316L ⁽¹⁴⁾	---	0,191	---	---
Franco (2007)	2.12	Aços-Carbono	1,5	0,2285	---	1,200
Ferreira (2010)	2.12	ABNT 8550	1,5	0,2285	---	1,200
Haggag (2009b)	2.12	Ligas de Al (6061 e 7075)	1,57	0,3100	---	1,0
		Aços (1018 e 4142)		0,2600		
		Aços-Carbono	0,762	0,22	---	1,1
Kim <i>et al.</i> (2011a)	2.12	Ligas de Ti ⁽¹⁵⁾	0,5	0,3	---	---
Kulkarni <i>et al.</i> (2013)	2.13	Zr-2,5%Nb ⁽¹⁶⁾	0,508	0,501 ⁽¹⁷⁾	-506 ⁽¹⁷⁾	---
				0,498 ⁽¹⁸⁾	-437 ⁽¹⁸⁾	
Barbadikar <i>et al.</i> (2014a)	2.12	Aço P92 ⁽¹⁹⁾	0,762	0,28	---	1,24
Barbadikar <i>et al.</i> (2014b)	2.13			0,28	(20)	
				0,27		

(1) Limites de escoamento entre 330 MPa e 390 MPa.

(2) Limites de escoamento entre 350 MPa e 390 MPa.

(3) Limite de escoamento de aproximadamente 451 MPa.

(4) Limite de escoamento de aproximadamente 420 MPa.

(5) Limite de escoamento de aproximadamente 247 MPa.

(6) Limite de escoamento de aproximadamente 51 MPa.

(7) Limites de escoamento entre 425 MPa e 475 MPa.

(8) Limite de escoamento de aproximadamente 385 MPa.

(9) Para aços estruturais.

(10) Limites de escoamento entre 300 MPa e 350 MPa.

(11) Limites de escoamento entre 470 MPa e 846 MPa.

(12) Limites de escoamento entre 275 MPa e 620 MPa.

(13) Limite de escoamento de 481 MPa e limite de resistência de 573 MPa.

(14) Limite de escoamento de aproximadamente 290 MPa.

(15) Limites de escoamento entre 885 MPa e 1030 MPa.

(16) Limites de escoamento entre 400 MPa e 800 MPa.

(17) Valor determinado a partir de ensaios de tração em corpos de prova removidos da direção longitudinal de tubos.

(18) Valor determinado a partir de ensaios de tração em corpos de prova removidos da direção circunferencial de tubos.

(19) Aço ferrítico-martensítico contendo entre 9 e 12% de Cr.

(20) O parâmetro b_m (offset de escoamento) varia linearmente com a temperatura de ensaio.

Com base na Tab. 2.1, fica evidente que não há consenso na literatura quanto aos valores dos parâmetros de cálculo (α_m , β_m e b_m) que devem ser usados, ainda que dentro de uma mesma classe de material (ex.: aços-carbono).

Franco (2007) realizou ensaios de macroindentação instrumentada em vários aços-carbono de uso geral (ex.: ABNT 1010 e 1030) e aços amplamente usados na indústria de óleo e gás (ex.: API 5L X60), cujas propriedades mecânicas foram determinadas através de ensaios de tração. Os ensaios de macroindentação foram realizados com $D = 1,5$ mm e

$F_{m\acute{a}x} = 2000$ N, e os limites de escoamento e de resist\^encia foram calculados utilizando o “Modelo de Haggag *et al.*”, adotando a Eq. (2.12), $\beta_m = 0,2285$ e $\alpha_m = 1,200$.

As Figuras 2.3 e 2.4 apresentam os resultados para os limites de escoamento e de resist\^encia, respectivamente, obtidos por Franco (2007) e condensados na forma de gr\^aficos das propriedades mec\^anicas calculadas a partir de ensaios de macroindenta\~ao pelas propriedades mec\^anicas determinadas via ensaios de tra\~ao.

As informa\~oes contidas na Fig. 2.3 sugerem que a utiliza\~ao da Eq. (2.12) e $\beta_m = 0,2285$ permite obter boas estimativas do limite de escoamento para a\~os de baixa resist\^encia ($\sigma_{YS} \cong 350$ MPa), mas n\~ao leva a resultados satisfat\^orios para a\~os com resist\^encia mais elevada ($\sigma_{YS} > 500$ MPa), com os erros em rela\~ao aos ensaios de tra\~ao crescendo \^a medida que o limite de escoamento aumenta.

Em rela\~ao ao limite de resist\^encia (Fig. 2.4), os resultados dos ensaios de macroindenta\~ao, calculados utilizando $\alpha_m = 1,200$, est\~ao pr\^oximos dos obtidos via ensaios de tra\~ao para a\~os com limites de resist\^encia inferiores a 650 MPa, apesar da exist\^encia de alguns pontos destoantes. No entanto, os erros crescem para a\~os com resist\^encia mais elevada ($\sigma_{UTS} > 650$ MPa).

As an\^alises supracitadas, com base nos resultados de Franco (2007), indicam que o uso da Eq. (2.12) e dos par\^ametros $\beta_m = 0,2285$ e $\alpha_m = 1,200$, no “Modelo de Haggag *et al.*”, n\~ao \^e indicado para todos os a\~os, especialmente aqueles de resist\^encia mais elevada.

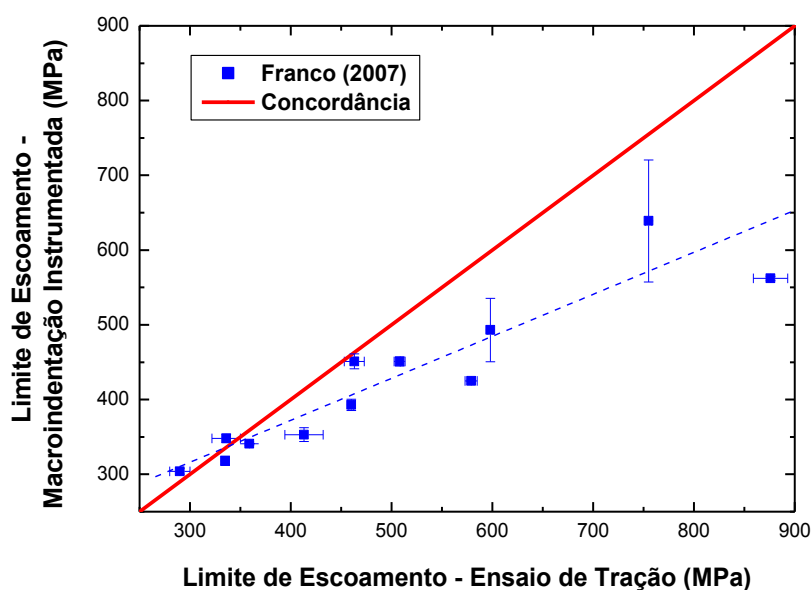


Figura 2.3 - Resultados para o limite de escoamento obtidos por Franco (2007), utilizando o “Modelo de Haggag *et al.*”. A linha tracejada azul \^e apenas um guia para os olhos.

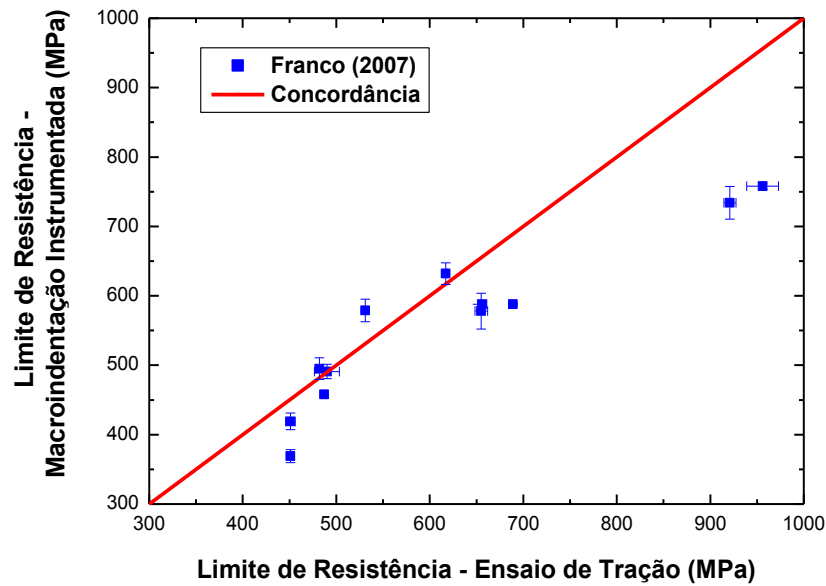


Figura 2.4 - Resultados para o limite de resistência obtidos por Franco (2007), utilizando o “Modelo de Haggag *et al.*”.

2.1.2 Modelo de Ahn e Kwon

Ahn e Kwon (2001) propuseram um modelo para calcular as propriedades mecânicas de tração de materiais metálicos no qual a tensão e a deformação são determinadas a partir de parâmetros de contato. A área de contato real entre o indentador e a amostra é calculada considerando tanto a deflexão elástica quanto o empilhamento (*pile-up*) ou afundamento (*sink-in*) na região da indentação.

Segundo Ahn e Kwon (2001), a profundidade de contato entre o indentador e o material (h_c) para um determinado carregamento usualmente é determinada através da Eq. (2.15), considerando a profundidade de deflexão elástica (DOERNER; NIX, 1986; OLIVER; PHARR, 1992).

$$h_c^* = h_{max} - h_d \quad (2.15)$$

Onde: h_{max} é a profundidade máxima de indentação, h_d é a profundidade de deflexão elástica e o sobrescrito (*) indica que os efeitos de *pile-up* ou *sink-in* não estão sendo considerados. As representações das profundidades h_c^* , h_{max} e h_d são mostradas na Fig. 2.5.

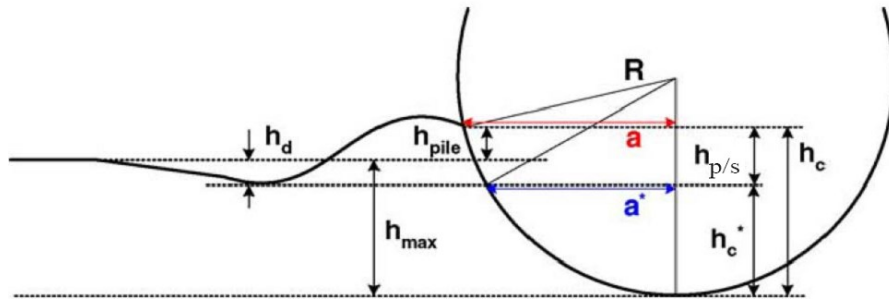


Figura 2.5 – Profundidades utilizadas no cálculo da área de contato real, a qual considera os efeitos da deflexão elástica e do empilhamento plástico (KIM *et al.*, 2006a).

A Equação (2.15) não é correta para materiais que apresentam *pile-up* ou *sink-in*, conforme mostrado na Fig. 2.5. Para estes materiais, a Eq. (2.16) deve ser utilizada.

$$h_c = h_{max} - h_d + h_{p/s} \quad (2.16)$$

Onde: $h_{p/s}$ representa a mudança na profundidade de contato devido à ocorrência de *pile-up* ou *sink-in*.

A profundidade de deflexão elástica (h_d) pode ser obtida analisando o trecho de descarregamento, o qual corresponde à recuperação elástica. A curva “força versus profundidade” para um material elasto-plástico é mostrada esquematicamente na Fig. 2.6. Nesta curva, h_d é calculado analisando-se o trecho de descarregamento, onde a inclinação inicial (S) representa a rigidez. Extrapolando esta reta até uma força nula, a profundidade h_i é determinada.

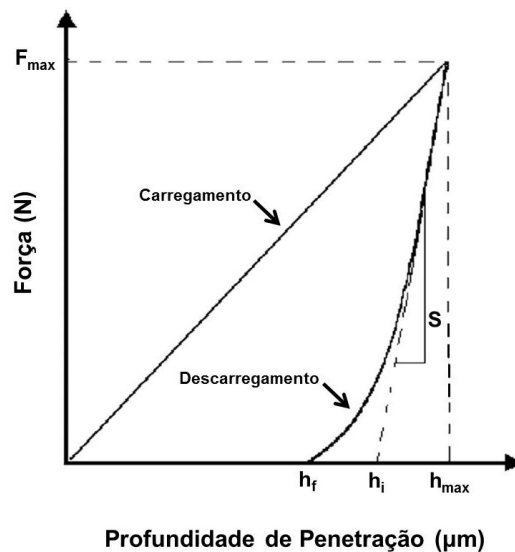


Figura 2.6 – Curva “força versus profundidade” para um material elasto-plástico (JANG *et al.*, 2005). A profundidade final h_f corresponde à deformação plástica do material.

Se não ocorrer mudança na área de contato durante o descarregamento, h_d será igual a $h_{max} - h_i$ (DOENER; NIX, 1986). Se a geometria do indentador é considerada, h_d será determinado através da Eq. (2.17) (OLIVER; PHARR, 1992).

$$h_d = \omega(h_{max} - h_i) \quad (2.17)$$

Onde: ω é uma constante que depende da geometria do indentador: 1 para indentador plano, 0,73 para indentador cônico e 0,75 para um indentador esférico (OLIVER; PHARR, 1992; AHN; KWON, 2001; ISO 14577-1, 2002; JANG *et al.*, 2005).

A ocorrência de *pile-up* ou *sink-in* ao redor da indentação altera a área de contato real (MATTHEWS, 1980; HILL; STORAKERS; ZDUNEK, 1989; TALJAT; ZACHARIA; KOSEL, 1998). Se ocorrer *pile-up*, a área de contato será maior do que a esperada, e se ocorrer *sink-in*, a área de contato será menor.

A extensão do *pile-up/sink-in* pode ser determinada a partir do parâmetro adimensional c , como mostra a Eq. (2.18), proposta por Hill; Storakers; Zdunek (1989).

$$c^2 = \frac{a^2}{a^{*2}} = \frac{5(2-n)}{2(4+n)} \quad (2.18)$$

Onde: a é o raio de contato real (Fig. 2.5), a^* é o raio de contato desconsiderando o *pile-up/sink-in* e n é o expoente de encruamento do material.

A Equação (2.18) é baseada na teoria da elasticidade não linear e foi verificada através de resultados de simulações em elementos finitos. Ela mostra que o fator de influência dominante na forma e no tamanho da zona plástica durante a indentação dos metais está relacionado às características de encruamento. Se a zona plástica abaixo do penetrador for grande para um n pequeno, a zona elástica ao redor não consegue acomodar a mudança de volume causada pela penetração do indentador e, conseqüentemente, ocorre o empilhamento (AHN; KWON, 2001).

Utilizando a relação geométrica $a^{*2} = 2Rh_c^* - h_c^{*2}$, válida para indentações esféricas, e a substituindo na Eq. (2.18), determina-se a Eq. (2.19), a qual pode ser usada para se calcular o raio de contato real entre o indentador e a amostra a partir da curva “força *versus* profundidade”.

$$a^2 = \frac{5(2-n)}{2(4+n)} (2Rh_c^* - h_c^{*2}) \quad (2.19)$$

Onde: R é o raio do penetrador esférico.

A Equação (2.19) mostra que para se determinar o raio de contato real através da curva “força *versus* profundidade” é necessário predizer um valor para n .

Ahn e Kwon (2001) propõem que a deformação (ε_R) e a tensão (σ_R) representativas sejam calculadas utilizando as equações (2.20) e (2.21), respectivamente.

$$\varepsilon_R = \frac{\alpha}{\sqrt{1 - (a/R)^2}} \frac{a}{R} \quad (2.20)$$

Onde: α é uma constante usada para estabelecer uma boa correlação entre ε_R e σ_R , conforme resultados obtidos em ensaios de tração. Vários trabalhos recentes alegam que esta constante é independente do material e sugerem utilizar $\alpha = 0,14$ (KIM *et al.*, 2005; KIM *et al.*, 2006b; JEON *et al.*, 2006; ISO/TR 29381, 2008; KIM; KIM; KWON, 2009 e 2010), enquanto trabalhos mais antigos propõem adotar $\alpha = 0,1$ para aços (AHN; KWON, 2001; JANG *et al.*, 2003 e 2005). Karthik *et al.* (2010) propõem utilizar $\alpha = 0,12$.

$$\sigma_R = \left(\frac{1}{\psi} \right) \left(\frac{F}{\pi a^2} \right) \quad (2.21)$$

Onde: ψ é um fator de restrição plástica. Assim como para a constante α , vários trabalhos sugerem que este fator é independente do material e recomendam adotar $\psi = 3,0$ (AHN; KWON, 2001; JANG *et al.*, 2005; KIM *et al.*, 2005; KIM *et al.*, 2006b; JEON *et al.*, 2006; ISO/TR 29381, 2008; KIM; KIM; KWON, 2009 e 2010). Karthik *et al.* (2010) propõem utilizar $\psi = 2,87$.

O raio do penetrador (R) já é conhecido antes do início do ensaio de macroindentação instrumentada, enquanto a profundidade de deflexão elástica (h_d) é calculada usando a Eq. (2.17), uma vez que h_i é determinado a partir da curva de descarregamento para cada ciclo.

Inserindo o valor de a^* na Eq. (2.18) e assumindo um valor inicial para o expoente de encruamento (n), o valor do raio de contato a é determinado e usado para calcular a tensão e a deformação através das equações (2.20) e (2.21). Este procedimento é executado para cada um dos ciclos de descarregamento intermediários do ensaio.

Posteriormente, o valor de n é modificado, utilizando-se a equação de Hollomon (Eq. (2.8)) para recalculá-lo, ajustando-a aos valores de tensão e deformação. Este

procedimento é repetido até que o valor inicial de n seja igual ao valor final, conforme o critério de convergência adotado para a iteração.

O valor final de n é usado na equação de Hollomon para se determinar o coeficiente de resistência (K).

Uma vez que K e n foram determinados, o limite de escoamento pode ser calculado a partir do ponto de interseção entre as curvas representativas da fase plástica ($\sigma = K\varepsilon^n$) e da fase elástica ($\sigma = E(\varepsilon - 0,002)$), esta última defasada de 0,2% em relação à origem, conforme representado na Eq. (2.22) e mostrado na Fig. 2.7.

$$K\varepsilon_{YS}^n = E(\varepsilon_{YS} - 0,002) \quad (2.22)$$

Onde: ε_{YS} é a deformação na qual tem início a fase plástica, ou seja, a deformação correspondente à σ_{YS} .

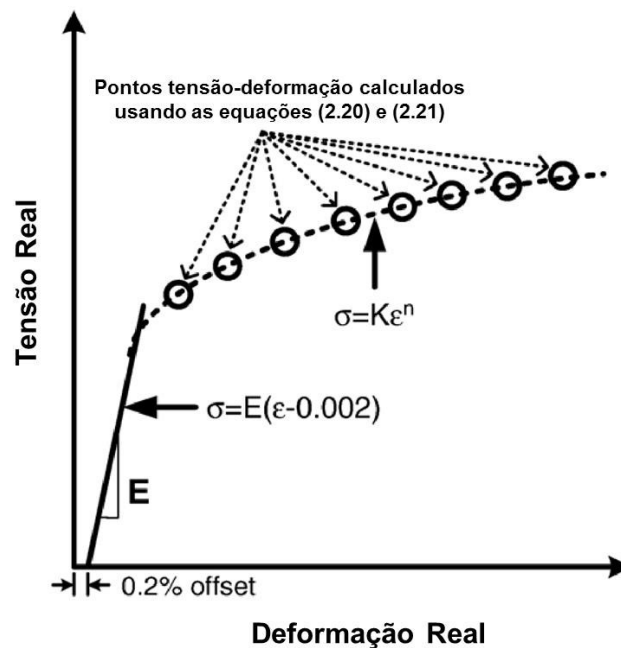


Figura 2.7 – Representação esquemática da determinação do limite de escoamento usando o “Modelo de Ahn e Kwon” (KIM *et al.*, 2006b).

Segundo Kim *et al.* (2006b), a utilização da metodologia esquematicamente mostrada na Fig. 2.7 pode levar a erros na determinação do limite de escoamento, decorrentes do uso da equação de Hollomon e da presença da banda de Lüders em alguns aços.

No caso do uso da equação de Hollomon, a ausência de pontos com deformação inferior a 0,5%, para a qual o escoamento ocorre na maior parte dos metais, afeta o ajuste dos pontos tensão-deformação à equação $\sigma = K\varepsilon^n$, já que o primeiro ciclo de descarregamento em um ensaio de macroindentação normalmente corresponde a uma deformação da ordem de 4% (KIM *et al.*, 2006b). Segundo Jang *et al.* (2005), uma vez que a equação de Hollomon subestima os valores de tensão próximos ao limite de escoamento, este é calculado tomando a deformação no escoamento igual a 0,01, valor este que segundo os autores foi determinado experimentalmente para aços estruturais.

Karthik *et al.* (2010) realizaram ensaios de macroindentação instrumentada em um aço 9Cr-1Mo e utilizaram a equação de Voce como lei constitutiva, ao invés da equação de Hollomon.

Para aços nos quais há presença da banda de Lüders, a Eq. (2.22) deve ser corrigida considerando-se o seu comprimento, conforme mostrado na Eq. (2.23). O problema é que é difícil identificar e quantificar o comprimento da banda de Lüders através de ensaios de macroindentação instrumentada (KIM *et al.*, 2006b).

$$K\varepsilon_{YS}^n = E(\varepsilon_{YS} - 0,002 - \varepsilon_L) \quad (2.23)$$

Onde: ε_L é o comprimento da banda de Lüders.

O limite de resistência (σ_{UTS}) é determinado de forma semelhante à usada no “Modelo de Haggag *et al.*” (KANIA; RUSSELL; GAO, 2004), adotando a metodologia descrita no Apêndice I.

A Figura 2.8 mostra o algoritmo geral usado no “Modelo de Ahn e Kwon” para determinação dos limites de escoamento e de resistência.

Os trabalhos de Kim *et al.* (2006a e 2006b) propõem que a determinação da área de contato real, levando-se em conta o efeito de *pile-up/sink-in*, deve considerar, além do expoente de encruamento (n), também a relação h_{max}/R (onde h_{max} é a profundidade máxima atingida em cada um dos ciclos de descarregamento intermediários) e uma equação para estimativa do *pile-up/sink-in* em função destes dois fatores é apresentada. Isso indica que o *pile-up*, e consequentemente sua influência, é função do comportamento de encruamento do material, da profundidade de indentação e, por conseguinte, também da força máxima de indentação.

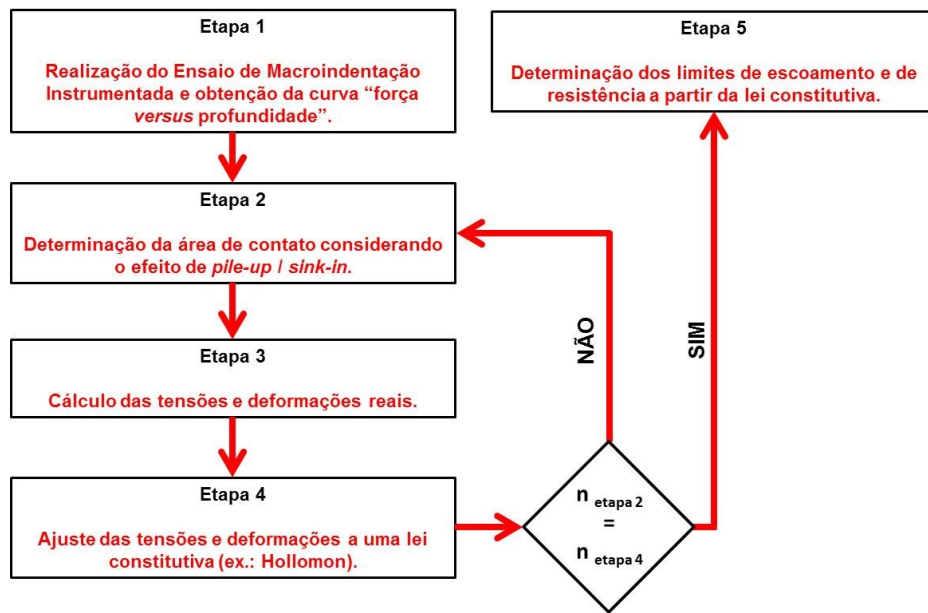


Figura 2.8 – Algoritmo geral para cálculo dos limites de escoamento e de resistência usando o “Modelo de Ahn e Kwon” (JEON *et al.*, 2006; ISO/TR 29381; RO *et al.*, 2010).

Jang *et al.* (2005) afirmam que o uso do “Modelo de Ahn e Kwon” permite a determinação de propriedades mecânicas (σ_{YS} e σ_{UTS}) com erros inferiores a 10% em comparação aos valores obtidos em ensaios de tração. Porém, Kim *et al.* (2006b) reportaram erros superiores a 15% para o limite de escoamento do aço API 5L X65 e superiores a 10% para outros aços. Grande parte dos aços usados em trabalhos que avaliaram os erros associados às propriedades mecânicas calculadas a partir de ensaios de macroindentação instrumentada, utilizando o “Modelo de Ahn e Kwon”, comparando-as com os valores determinados em ensaios de tração, possuíam limites de escoamento entre 237 MPa e 600 MPa (KIM *et al.*, 2006b; KIM; KIM; KWON, 2009 e 2010; KIM *et al.*, 2011b).

Além do “Modelo de Haggag *et al.*”, Franco (2007) também avaliou o uso do “Modelo de Ahn e Kwon” através da realização de ensaios de macroindentação instrumentada em vários aços usados na indústria de óleo e gás. As condições de ensaios foram as mesmas descritas no item 2.1.1⁶. As Figuras 2.9 e 2.10 apresentam os resultados para os limites de escoamento e de resistência, respectivamente, obtidos por Franco (2007) e condensados na forma de gráficos das propriedades calculadas a partir de ensaios de macroindentação instrumentada pelas propriedades determinadas via ensaios de tração.

⁶ Na realidade, Franco (2007) utilizou as mesmas curvas “força versus deslocamento” para calcular as propriedades mecânicas usando tanto o “Modelo de Haggag *et al.*” quanto o “Modelo de Ahn e Kwon”. Há menos pontos nas Figuras 2.9 e 2.10 do que nas Figuras 2.3 e 2.4, pois o “Modelo de Haggag *et al.*” foi avaliado para um número maior de aços.

Franco (2007) destacou que em geral o “Modelo de Haggag *et al.*” gerou melhores resultados, ou seja, menores erros em relação às propriedades determinadas via ensaios de tração, comparado ao “Modelo de Ahn e Kwon”. Além disso, o “Modelo de Ahn e Kwon” gerou maiores desvios, indicados pelas barras verticais nas Figuras 2.9 e 2.10.

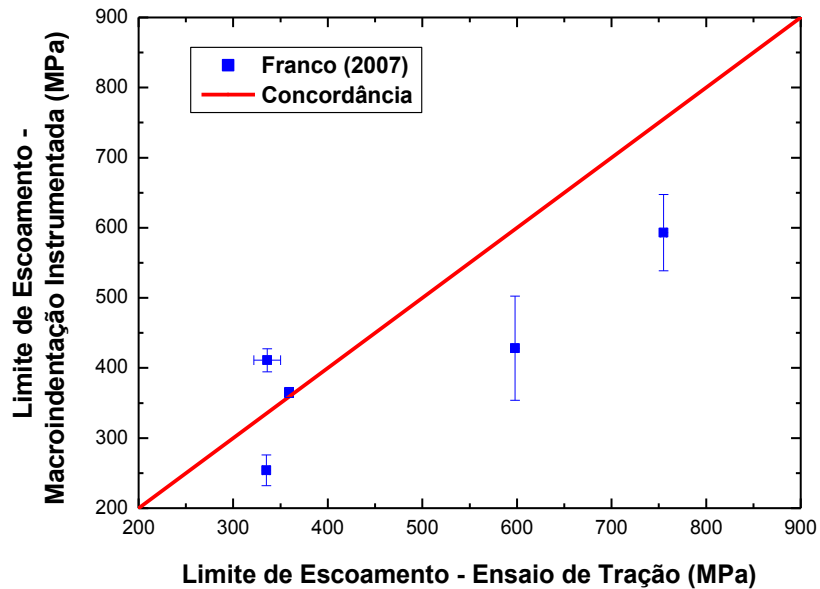


Figura 2.9 - Resultados para o limite de escoamento obtidos por Franco (2007), utilizando o “Modelo de Ahn e Kwon”.

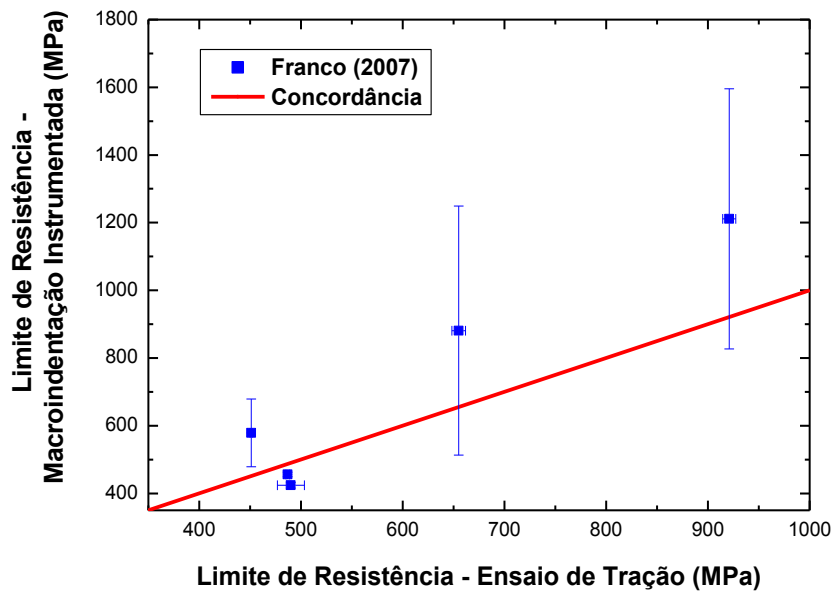


Figura 2.10 - Resultados para o limite de resistência obtidos por Franco (2007), utilizando o “Modelo de Ahn e Kwon”.

O “Modelo de Ahn e Kwon” serviu de base para a elaboração da norma ISO/TR 29381 (2008), a qual descreve métodos para calcular as propriedades mecânicas de tração de materiais metálicos (curva “tensão *versus* deformação” e propriedades derivadas) utilizando ensaios de indentação instrumentada. Esta norma inclui os três métodos seguintes:

- **Método 1:** Tensão e deformação representativas (“Modelo de Ahn e Kwon”);
- **Método 2:** Análise inversa usando modelos de elementos finitos;
- **Método 3:** Utilização de redes neurais.

2.1.3 Equipamento de Macroindentação Instrumentada - *PropInSitu 2*

O equipamento de macroindentação instrumentada portátil denominado de *PropInSitu 2*, desenvolvido numa parceria da Petrobras com a Universidade Federal de Uberlândia (RAMOS NETO *et al.*, 2004) e usado no presente trabalho, pode ser dividido em três unidades principais (SOUSA, 2011): (1) estrutura mecânica, que envolve os elementos de apoio e fixação dos diversos dispositivos, além do sistema de aplicação da força de ensaio; (2) instrumentação e *hardware* de controle, constituído pelo aparato eletrônico necessário para medir a força e o deslocamento, controle do ensaio e transmissão de dados; e (3) *software* de controle, aquisição e processamento dos dados, que é responsável pelo gerenciamento de todo o ensaio, incluindo o processo de indentação, monitoração, coleta de dados e processamento destes para obtenção das propriedades mecânicas. Os componentes básicos do equipamento de macroindentação instrumentada são mostrados na Fig. 2.11.

O sistema de aplicação de força é constituído por um motor de passo conectado a um redutor, responsável por acionar um atuador linear que, por sua vez, movimenta o penetrador em direção à superfície de ensaio. Na extremidade do atuador é conectada uma célula de carga e, em sequência, é montado o porta-penetrador. O sistema foi projetado para aplicar uma força máxima de 5 kN, limitada à capacidade da célula de carga, com deslocamento do atuador de 0,1 μm e velocidade de deslocamento entre 0,76 mm/min a 1487 mm/min (SOUSA, 2011).

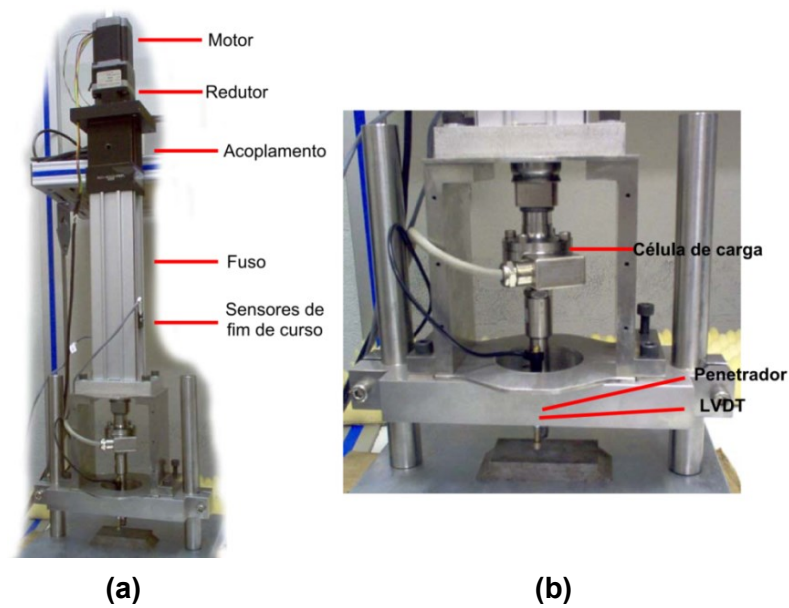


Figura 2.11 - *PropInSitu 2*: (a) unidade principal de indentação montada sobre base fixa para ensaios em laboratório; (b) detalhe mostrando o posicionamento da célula de carga, do LVDT e do penetrador (FRANCO, 2007).

As medições do deslocamento e da força aplicada durante o ensaio são realizadas utilizando um LVDT (Fig. 2.12) e uma célula de carga da marca HBM, modelos WI/2mm-T e U2B/2kN, respectivamente. O LVDT possui intervalo nominal de indicações de 2 mm e desvio de linearidade de $\pm 0,2\%$ (HBM, 2014a), enquanto a célula de carga possui intervalo nominal de indicações de 2 kN, classe de exatidão 0,1, desvio de linearidade inferior a 0,1% e erro de histerese inferior a 0,15% (HBM, 2014b).

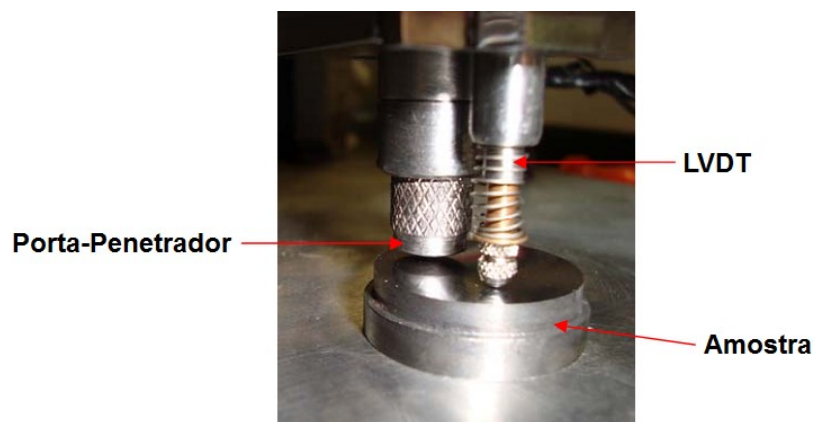


Figura 2.12 – Posicionamento do penetrador e do LVDT sobre a amostra (FERREIRA, 2010). Neste caso, a superfície da amostra é usada como referência para medição do deslocamento do penetrador esférico.

O *software* de controle, aquisição e processamento dos dados foi totalmente desenvolvido em LabVIEW® e possui duas unidades principais (SOUSA, 2011):

- **Ensaio:** responsável pelo controle do deslocamento do penetrador e aquisição de dados de força e deslocamento durante o ensaio, os quais dão origem à curva “força *versus* deslocamento”. Na tela de interface da unidade de ensaio, mostrada na Fig. 2.13, é possível entrar com todas as condições de ensaio que são controladas, incluindo o diâmetro do penetrador, o número de ciclos de indentação, a porcentagem de descarregamento em cada ciclo e a força máxima;
- **Análise:** responsável pelo tratamento dos dados e cálculo das propriedades mecânicas. No *software* do *PropInSitu 2* estão implementados o “Modelo de Haggag *et al.*” e o “Modelo de Ahn e Kwon” (efeito do *pile-up/sink-in* avaliado usando a Eq. (2.18), ou seja, considerando o efeito do expoente de encruamento, mas desconsiderando a relação h_{max}/R). Na tela de interface da unidade de análise, mostrada na Fig. 2.14, é possível entrar com os parâmetros de cálculo empíricos, como β_m , b_m e α_m , no caso do “Modelo de Haggag *et al.*”

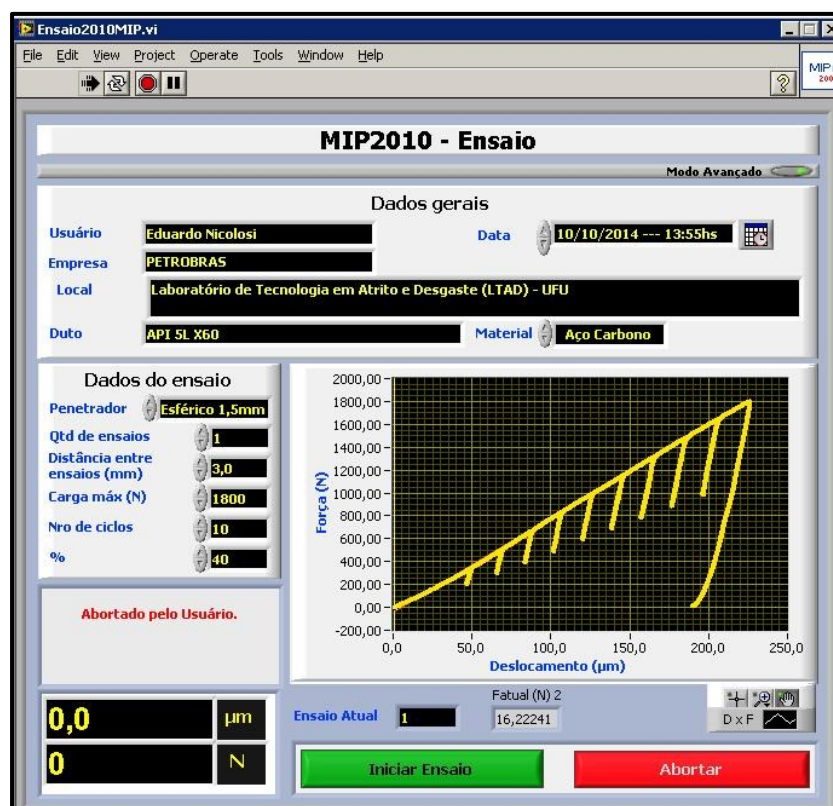


Figura 2.13 – Tela de interface da unidade de ensaio do *software* de controle, aquisição e processamento dos dados do *PropInSitu 2*.

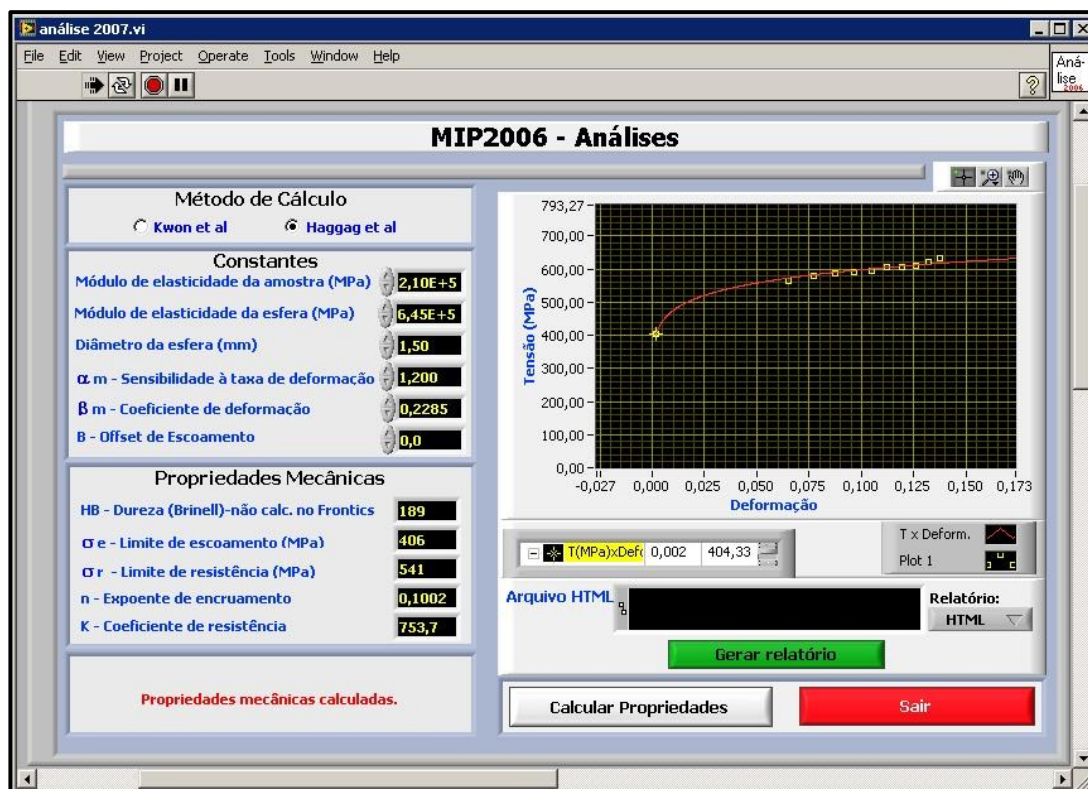


Figura 2.14 – Tela de interface da unidade de análise do *software* de controle, aquisição e processamento dos dados do *PropInSitu 2*.

Para mais detalhes sobre o equipamento de macroindentação portátil *PropInSitu 2*, sugere-se consultar os trabalhos de Ramos Neto *et al.* (2003 e 2004), Cardoso (2004), Franco (2007), Ferreira (2010), Sousa; Soares; Franco (2010) e Sousa (2011), sendo que este último também apresenta uma comparação entre o *PropInSitu 2* e outros equipamentos comerciais disponíveis para realização de ensaios de macroindentação *in situ*.

2.2 Correlações para Determinação de Propriedades Mecânicas de Tração a partir de Ensaios de Dureza

Vários pesquisadores (TABOR, 1951; CAHOON; BROUGHTON; KUTZAK, 1971) buscaram determinar correlações que permitissem estimar as propriedades mecânicas de tração, especialmente os limites de escoamento e de resistência, a partir de resultados de ensaios de dureza, em substituição aos convencionais ensaios de tração. Isto se justifica

pelo fato de, em comparação ao ensaio de tração, o ensaio de dureza ser de execução mais simples, mais rápida e menos custosa, pois não necessita da usinagem de corpos de prova com geometria específica, utiliza equipamentos mais simples, pode ser realizado em um pequeno volume de material e não há padronização do corpo de prova, apesar da necessidade de atendimento a alguns requisitos, como em relação à espessura mínima e acabamento superficial da amostra. Além disso, em algumas situações, o ensaio de dureza pode ser classificado como não destrutivo, como é o caso da realização do ensaio em peças que não serão submetidas a carregamentos cíclicos e nas quais a profundidade de indentação é pequena em relação à espessura. Portanto, vê-se que o ensaio de dureza tradicional, com todas as suas vantagens, motivou o desenvolvimento dos modernos ensaios de indentação instrumentada. Destaca-se, ainda, o fato de ser possível estimar a dureza do material analisado a partir de ensaios de macroindentação instrumentada, como mostrado no item 2.1.1 (Eq. (2.14)).

Segundo Davis; Troxell; Hauck (1982), não há correlação confiável entre qualquer tipo de dureza e o limite de escoamento determinado em um ensaio de tração, devido ao caráter quase que completamente plástico da deformação em um ensaio de dureza. Contudo, devido à similaridade entre a deformação plástica em um ensaio de dureza e a deformação em um corpo de prova de tração para tensões próximas do limite de resistência, relações empíricas entre essas duas grandezas têm sido desenvolvidas, ao menos para alguns grupos de aços. Davis; Troxell; Hauck (1982) sugerem que o limite de resistência (em MPa) é aproximadamente 3,5 vezes a dureza Brinell, para aços-carbono e aços-liga comumente utilizados.

Apesar da consideração supracitada, inúmeros autores propõem correlações empíricas entre a dureza e o limite de escoamento, como é apresentando adiante.

Tabor (1951) propôs a seguinte expressão (Eq. (2.24)) para calcular o limite de resistência de materiais metálicos (σ_{UTS}):

$$\sigma_{UTS} = \left(\frac{HV}{2,9} \right) (1 - n) \left(\frac{12,5n}{1 - n} \right)^n \quad [kgf / mm^2] \quad (2.24)$$

Onde: HV é a dureza Vickers do material e n é o expoente de encruamento.

O expoente de encruamento também pode ser estimado por meio de ensaios de dureza. Experiências realizadas por Meyer, usando penetradores esféricos, mostraram que

existe uma relação entre a força aplicada (F) e o diâmetro da impressão (d), de acordo com a Eq. (2.25), que é conhecida como Lei de Meyer (DIETER, 1976).

$$F = k.d^m \quad (2.25)$$

Os valores de k e m são constantes que dependem do material, representando a resistência do mesmo à penetração e o coeficiente de Meyer, respectivamente. Essas duas constantes podem ser determinadas através de ensaios de dureza com penetrador esférico e aplicação de diferentes forças, obtendo-se um gráfico da “força *versus* diâmetro da indentação”. Em escala logarítmica, obtém-se uma relação linear entre F e d , cujo coeficiente angular da reta será igual ao valor de m para o material em questão. Os valores das constantes k e m , esta em menor grau, podem variar em função do diâmetro do penetrador esférico (D) usado no ensaio para gerar as indentações, sendo que a constante k varia inversamente com D (DATSKO; HARTWIG; McCLODY, 2001). A relação entre o expoente de encruamento (n) e o coeficiente de Meyer é dada por: $n = m - 2$.

Cahoon (1972), partindo da metodologia usada por Tabor (1951), propôs outra expressão (Eq. (2.26)) para calcular o limite de resistência a partir de resultados de ensaios de dureza Vickers.

$$\sigma_{UTS} = \left(\frac{HV}{2,9} \right) \left(\frac{n}{0,217} \right)^n \quad [kgf / mm^2] \quad (2.26)$$

Segundo Cahoon (1972), a Eq. (2.26), além de ser mais simples, também se ajusta melhor aos dados experimentais do que a Eq. (2.24), principalmente para materiais com expoentes de encruamento maiores.

Assumindo que o comportamento do material na região plástica de uma curva “tensão *versus* deformação” segue a equação de Hollomon e através da correlação entre resultados de ensaios de dureza Vickers e ensaios de tração, utilizando amostras de aço 1040 submetidas a diferentes graus de encruamento e com diferentes tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, com durezas variando de 207 HV a 363 HV e limites de escoamento entre 343 MPa e 934 MPa, Cahoon; Broughton; Kutzak (1971) propuseram a Eq. (2.27) para estimar o limite de escoamento (σ_{YS}) a partir de ensaios de dureza.

$$\sigma_{YS} = \left(\frac{HV}{3} \right) (0,1)^n \quad [kgf / mm^2] \quad (2.27)$$

A comparação entre os valores do limite de escoamento calculados usando a Eq. (2.27) e os obtidos através de ensaios de tração é mostrada na Fig. 2.15.

Cahoon; Broughton; Kutzak (1971) testaram a validade da Eq. (2.27) para outros materiais e verificaram que as diferenças entre os limites de escoamento previstos por esta equação e aqueles determinados através de ensaios de tração estavam dentro da incerteza associada aos erros de medição. Nestes testes, os expoentes de encruamento (n) foram calculados a partir de ensaios de dureza com penetradores esféricos, utilizando a Lei de Meyer (Eq. (2.25)).

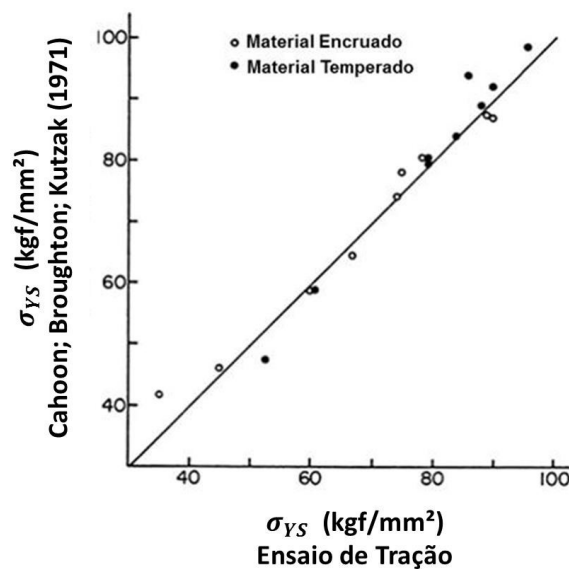


Figura 2.15 – Comparação entre os valores de limite de escoamento calculados usando a Eq. (2.27) e os obtidos via ensaios de tração para corpos de prova do aço 1040 com diversos graus de encruamento e diferentes condições de têmpera e revenimento (CAHOON; BROUGHTON; KUTZAK, 1971).

A utilização prática das equações (2.24), (2.26) e (2.27) exige, antecipadamente, o conhecimento do expoente de encruamento do material analisado, sendo este determinado diretamente, através de ensaios de tração, ou indiretamente, justamente para eliminar a realização destes, através de métodos empíricos alternativos, como por meio da Lei de Meyer.

Visando eliminar esta dependência da obrigatoriedade de conhecimento prévio do expoente de encruamento, Pavlina e Tyne (2008) investigaram a correlação direta entre a dureza Vickers e os limites de escoamento e de resistência para 150 aços não austeníticos,

hipoeutetóides e com uma ampla variedade de composições químicas e microestruturas (ferrita/perlita, martensita, bainita, ferrita acicular e misturas destas, incluindo a presença de austenita retida). Em termos de propriedades mecânicas, o trabalho de Pavlina e Tyne (2008) abrangeu aços com limites de escoamento variando de aproximadamente 300 MPa até 1700 MPa e limites de resistência entre 450 MPa e 2350 MPa. Análise de regressão foi usada para determinar as correlações entre o limite de escoamento/resistência e a dureza Vickers.

Considerando os resultados das análises de regressão linear (Fig. 2.16), Pavlina e Tyne (2008) propuseram as seguintes equações de correlação entre os limites de escoamento (σ_{YS}) e de resistência (σ_{UTS}) e a dureza Vickers (HV):

$$\sigma_{YS} = -90,7 + 2,876 HV \quad [MPa] \quad (R^2 = 0,9212) \quad (2.28)$$

$$\sigma_{UTS} = -99,8 + 3,734 HV \quad [MPa] \quad (R^2 = 0,9347) \quad (2.29)$$

Pavlina e Tyne (2008) também analisaram a influência da microestrutura e do expoente de encruamento sobre as correlações e outras equações foram determinadas para diferentes grupos específicos de aços, em função da microestrutura e da relação σ_{UTS}/σ_{YS} , esta usada como indicativo para se avaliar o expoente de encruamento. Porém, as equações (2.28) e (2.29) devem ser usadas quando não se tem qualquer informação sobre o aço investigado.

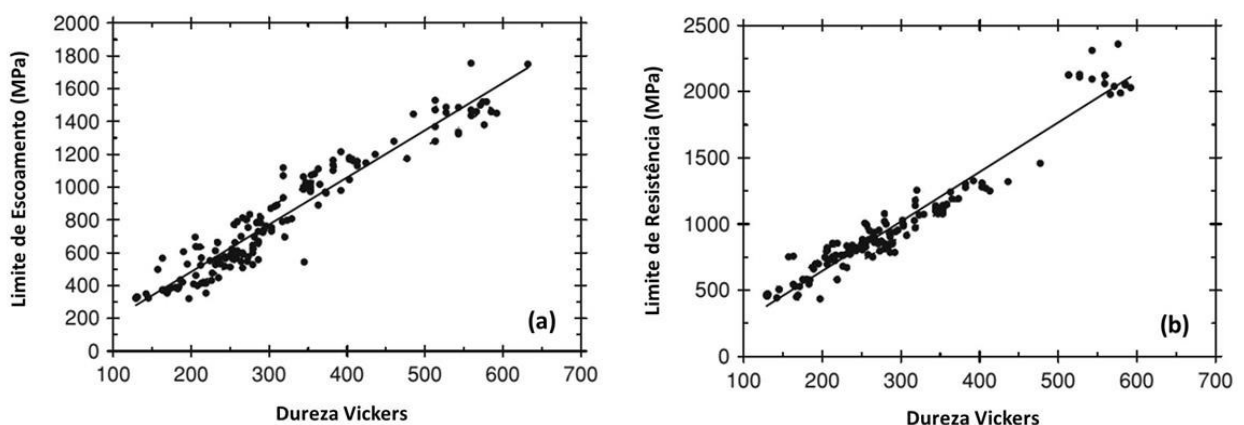


Figura 2.16 – Limite de escoamento (a) e limite de resistência (b) em função da dureza Vickers para diversos aços. As retas indicam os resultados das análises de regressão linear, as quais deram origem às equações (2.28) e (2.29) (PAVLINA; TYNE, 2008).

Como as equações (2.28) e (2.29) foram determinadas a partir de dados provenientes de um grande número de aços e os coeficientes de determinação (R^2) estão próximos da unidade, espera-se que elas forneçam uma estimativa razoável das propriedades mecânicas, sendo usadas principalmente nos casos em que há poucas informações disponíveis sobre o material (PAVLINA; TYNE, 2008).

Hashemi (2011), através de análise estatística baseada em dados de 100 tubos fabricados em aço API 5L X65, determinou correlações entre os limites de escoamento e de resistência e a dureza Vickers (HV_{10}) para este aço. As equações (2.30) e (2.31) podem ser utilizadas para estimar os limites de escoamento e de resistência, respectivamente, do aço API 5L X65.

$$\sigma_{YS} = 105 + 2 HV \quad [MPa] \quad (2.30)$$

$$\sigma_{UTS} = 344 + 1,3 HV \quad [MPa] \quad (2.31)$$

Existem também correlações utilizadas para calcular as propriedades mecânicas de tração a partir da dureza Brinell (HBW), como é o caso da Eq. (2.32), a qual permite estimar o limite de resistência para a maior parte dos aços (CALLISTER, 2000; PAVLINA; TYNE, 2008). Segundo Callister (2000), a interpretação física da Eq. (2.32) está baseada no fato de que tanto o limite de resistência como a dureza são indicativos da resistência à deformação plástica de um metal e, portanto, uma correlação entre essas grandezas é esperada.

$$\sigma_{UTS} = 3,45 HBW \quad [MPa] \quad (2.32)$$

A Equação (2.32) tende a subestimar os valores do limite de resistência para durezas superiores a 450 HBW (PAVLINA; TYNE, 2008).

A norma ISO 18265 (2013), em sua Tabela A.1, fornece uma estimativa do limite de resistência de aços-carbono e microligados em função da dureza (HBW ou HV_{10}). No entanto, uma observação na norma salienta que este procedimento para estimativa do limite de resistência fornece resultados aproximados, pois há grande dispersão causada, por exemplo, por diferenças microestruturais. Por conseguinte, a Tabela A.1 deve ser utilizada com cautela, não dispensando a realização de ensaios de tração (ISO 18265, 2013).

Datsko; Hartwig; McClory (2001), partindo da Lei de Meyer (Eq. (2.25)), propuseram o uso da Eq. (2.33) para estimar o limite de resistência de materiais metálicos a partir de indentações obtidas com penetradores esféricos, em ensaios semelhantes ao de dureza Brinell.

$$\frac{F}{D^2} = K_d \left(\frac{d}{D} \right)^m \quad (2.33)$$

Onde: F é a força aplicada para geração da indentação esférica, D é o diâmetro do penetrador, d é o diâmetro da indentação e K_d e m são constantes do material, sendo esta última o coeficiente de Meyer.

Para indentações geometricamente similares, d/D é constante e, conseqüentemente, F/D^2 também será constante (DATSKO; HARTWIG; McCLORY, 2001). Assim, por exemplo, indentações geometricamente similares são obtidas usando um penetrador de 10 mm de diâmetro e força de 3000 kgf ou um penetrador de 5 mm de diâmetro e força de 750 kgf, pois nos dois casos a relação F/D^2 é de 30 kfg/mm².

Considerando os 31 materiais metálicos estudados por Datsko; Hartwig; McClory (2001), a grande maioria na condição recozida, com limites de resistência entre 88 MPa e 1317 MPa, incluindo oito aços-carbono e de baixa liga, sete aços inoxidáveis (cinco austeníticos e dois martensíticos), nove ligas de cobre, cinco ligas de alumínio, uma liga a base de cobalto e uma liga a base de níquel, os autores determinaram experimentalmente a Eq. (2.34), a qual estabelece uma relação entre K_d e o limite de resistência (σ_{UTS}).

$$\frac{\sigma_{UTS}}{K_d} \cong \frac{1}{3} \quad (2.34)$$

Datsko; Hartwig; McClory (2001) sugeriram o seguinte procedimento, semelhante ao que foi apresentado para o “Modelo de Haggag *et al.*”, mas sem automatização, para determinação de K_d , o qual permite, através da Eq. (2.34), estimar o limite de resistência do material:

- 1) Com o uso de um penetrador esférico, realizar ao menos cinco indentações, cada uma com uma relação d/D distinta, o que pode ser conseguido utilizando diferentes forças;
- 2) Para cada indentação, registrar a força aplicada (F) e medir o diâmetro da indentação (d) com o auxílio de um microscópio. Calcular as razões F/D^2 e d/D ;
- 3) Aplicando o logaritmo à Eq. (2.33), obtém-se a equação Eq. (2.35):

$$\log\left(\frac{F}{D^2}\right) = \log(K_d) + m \cdot \log\left(\frac{d}{D}\right) \quad (2.35)$$

Construindo um gráfico F/D^2 versus d/D , com os eixos em escala logarítmica, pode-se ajustar uma reta ($y = ax + b$; com $y = \log(F/D^2)$ e $x = \log(d/D)$) aos pontos experimentais, através de regressão linear;

- 4) O valor do coeficiente linear (b) da reta de regressão será numericamente igual a $\log(K_d)$. Aplicando-se o anti-logaritmo, obtém-se o valor de K_d .

Para 24 dos 31 materiais testados por Datsko; Hartwig; McClory (2001), o erro associado ao limite de resistência estimado com base no procedimento supracitado, usando as equações (2.33) e (2.34), em comparação ao limite de resistência determinado pelo método convencional, via ensaio de tração, não foi superior a 10%.

Hamada; Haggag; Porter (2012) sugeriram outra metodologia para o cálculo do limite de resistência a partir da dureza. Os autores propuseram uma correlação (Eq. (2.36)) entre o limite de resistência (σ_{UTS}) e a dureza calculada a partir do ensaio de macroindentação instrumentada (H_{ABI} – *Automated Ball Indentation Hardness*⁷), expressa pela Eq. (2.14).

$$\sigma_{UTS} = 416 \cdot \exp(0,00315 \cdot H_{ABI}) \quad [MPa] \quad (R^2 = 0,992) \quad (2.36)$$

A Equação (2.36) foi determinada a partir de ensaios de macroindentação instrumentada realizados com um penetrador esférico de 0,762 mm de diâmetro, em aços com altos teores de Mn e plasticidade induzida por maclação (TWIP – *Twinning Induced Plasticity*), com limites de resistência entre 650 MPa e 965 MPa (HAMADA; HAGGAG; PORTER, 2012).

Outras informações a respeito da determinação dos limites de escoamento e de resistência de materiais metálicos (incluindo aços) a partir de ensaios de dureza podem ser obtidas nos trabalhos de Lai e Lim (1991), Tekhaya (2000), Busby; Hash; Was (2005), Clark e Amend (2009), Zhang; Li; Zhang (2011), Amend (2012) e Krishna *et al.* (2013).

A Figura 2.17 apresenta um mapa conceitual em fluxograma que resume os principais assuntos abordados no presente trabalho, expostos nos Capítulos I e II. O símbolo “?” presente em algumas linhas de relação indica que o assunto necessita ser analisado ou explorado com maior profundidade, pois ainda há questionamentos não resolvidos.

⁷ Segundo Hamada; Haggag; Porter (2012), apesar de a dureza de indentação (H_{ABI}) ser calculada a partir da Eq. (2.14), usada para a dureza Brinell (HBW), há uma diferença entre essas duas medidas de dureza, principalmente quanto ao diâmetro de indentação utilizado no cálculo, como será discutido no Capítulo IV.

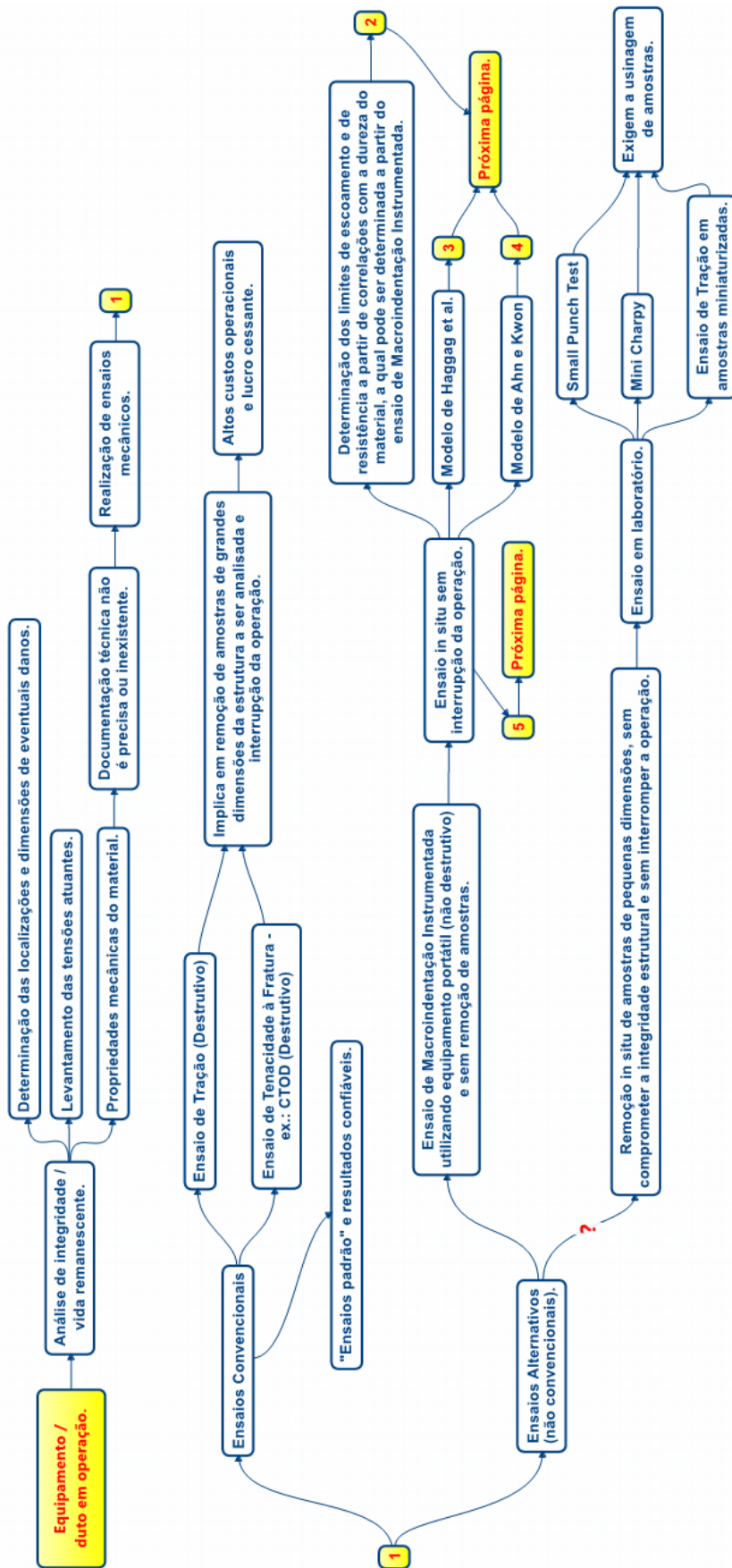


Figura 2.17 – Mapa conceitual em fluxograma dos assuntos tratados no presente trabalho.

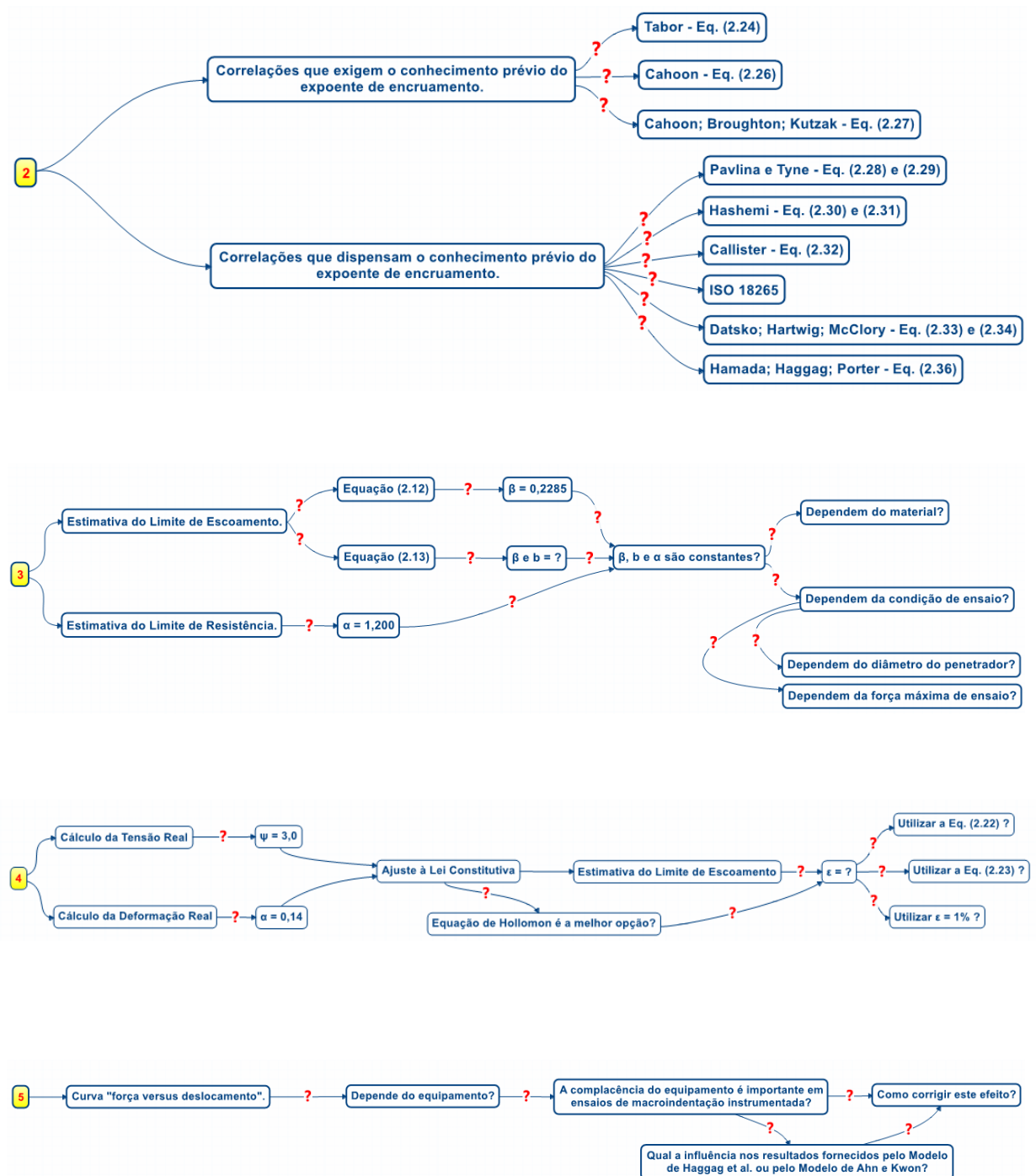


Figura 2.17 – Continuação.

CAPÍTULO III

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1 Procedimentos Utilizados nos Ensaios de Macroindentação Instrumentada

Este item apresenta os procedimentos experimentais referentes à realização dos ensaios de macroindentação instrumentada destinados à avaliação dos parâmetros de cálculo α_m , β_m e b_m utilizados no “Modelo de Haggag *et al.*”. As curvas “força *versus* deslocamento” obtidas nestes ensaios também foram usadas para se avaliar o “Modelo de Ahn e Kwon”.

3.1.1 Seleção e Caracterização dos Materiais / Amostras

Sete aços, denominados “A” à “G” (Tab. 3.1), com propriedades mecânicas, microestruturas e composições químicas distintas, foram utilizados nesta etapa do trabalho. Esses aços têm aplicação estrutural e na fabricação de tubos para a indústria de óleo e gás, usados em dutos, revestimentos de poços e colunas de produção.

As amostras, uma de cada aço, foram retiradas dos tubos por corte mecânico, para realização dos ensaios de macroindentação instrumentada ao longo da espessura das mesmas (correspondente à espessura de parede dos tubos), e disponibilizadas diretamente pelo fabricante dos tubos, que também informou os limites de escoamento e de resistência à tração dos sete aços. Como as dimensões das amostras são reduzidas (Fig. 3.1), não foi possível efetuar a remoção de corpos de prova para realização de ensaios de tração convencionais, com o objetivo de se confirmar as propriedades mecânicas fornecidas pelo fabricante e, portanto, estas foram assumidas como corretas.



Figura 3.1 – Dimensões das amostras fornecidas pelo fabricante dos tubos e usadas nos ensaios de macroindentação instrumentada.

Ainda conforme informações repassadas pelo fabricante, os corpos de prova de tração, usados nos ensaios para determinação das propriedades mecânicas mostradas na Tab. 3.1, foram removidos da direção longitudinal e do meio da parede dos mesmos tubos dos quais foram extraídas as sete amostras usadas nos ensaios de macroindentação instrumentada.

Tabela 3.1 – Limites de escoamento e de resistência dos sete aços utilizados nos ensaios de macroindentação instrumentada. Os valores foram informados pelo fabricante dos tubos.

Material (Aço)	Limite de Escoamento - σ_{YS} (MPa)	Limite de Resistência - σ_{UTS} (MPa)
A	300	463
B	462	567
C	473	545
D	586	699
E	736	823
F	779	874
G	896	954

Os aços mostrados na Tab. 3.1 possuem propriedades mecânicas muito distintas, o que permitiu avaliar, por exemplo, se a utilização dos parâmetros de cálculo $\alpha_m = 1,200$ e

$\beta_m = 0,2285$, costumeiramente empregados no “Modelo de Haggag *et al.*”, é válida tanto para aços com “baixa resistência” como para aços com “elevada resistência”. Conforme apresentado na revisão bibliográfica, a partir dos resultados obtidos por Franco (2007), há evidências de que o emprego desses valores para os parâmetros de cálculo α_m e β_m não é adequado para aços de alta resistência.

As seguintes análises foram realizadas com o objetivo de caracterizar os sete aços/amostras:

- Análise de composição química;
- Medição do perfil de dureza ao longo da espessura das amostras, visando identificar a existência de gradiente de propriedades mecânicas ao longo da espessura dos tubos;
- Análise por difração de raios-X, com o objetivo de identificar as fases presentes;
- Análise metalográfica.

As análises de composição química foram realizadas pela PETROBRAS/CENPES, utilizando a técnica de espectroscopia de emissão óptica por centelhamento.

Os perfis de dureza ao longo da espessura das amostras foram determinados através da medição de dureza Vickers, em temperatura ambiente, utilizando carga de 10 kgf e tempo de aplicação de 15 segundos, seguindo as orientações da norma ASTM E92 (2003). Foi utilizado um durômetro Stiefelmayer-Reicherter, modelo KL-4, com certificado de calibração nº 5004176 09-09-11, emitido pelo fabricante. As amostras foram retificadas nas duas faces, para obter um paralelismo entre faces, e as superfícies de medição foram lixadas e polidas (pasta de diamante com granulometria média de 6 μm). Em cada amostra foram realizadas medições ao longo de quatro perfis, paralelos entre si, cobrindo a espessura da mesma. Para cada perfil, a distância entre duas medições consecutivas foi de 1,5 mm, sendo que a mesma distância foi adotada entre dois perfis consecutivos.

A dureza Vickers média (HV10) de cada aço/amostra foi assumida como sendo a média de todas as medições realizadas no levantamento dos perfis de dureza ao longo da espessura da amostra. A tabela A.1 da norma ISO 18265 (2013), válida para aços-carbono e aços de baixa liga, foi usada para conversão da dureza Vickers média (HV10) em dureza Brinell (HBW). Apesar de a própria norma ISO 18265 (2013) indicar que a conversão de durezas deve ser usada com cautela, optou-se por esta alternativa em função da indisponibilidade de um durômetro calibrado para se realizar ensaios de dureza Brinell.

A identificação das fases presentes nos aços foi feita com a técnica de difração de raios-X, utilizando radiação $\text{CuK}\alpha$, cujo comprimento de onda é de 1,542 Å. A varredura de 2θ foi realizada na faixa de 35° a 140°, pois esta engloba os seis primeiros picos de difração da ferrita e da austenita, com velocidade angular de 1,75°/min e aquisição a cada 0,02°. Os ensaios foram executados em um difratômetro Shimadzu, modelo XRD-6000, ajustado com tensão entre eletrodos de 40 kV e corrente do filamento de 30 mA. Amostras de aproximadamente 25x10x3 mm³, lixadas e polidas (pasta de diamante com granulometria média de 6 µm) foram usadas nos ensaios de difração de raios-X.

A caracterização microestrutural foi realizada ainda através de análises metalográficas utilizando microscopia ótica e eletrônica de varredura. As superfícies das amostras foram lixadas com lixa abrasiva de SiC, iniciando com lixa de 220 *mesh* e, em sequência, 600 e 1200 *mesh*. Após o lixamento, as amostras foram limpas em banho ultrassônico com álcool por cinco minutos. Posteriormente, as mesmas foram polidas utilizando pastas de diamante com granulometrias médias de 9, 6, 3 e 1 µm. Por fim, o acabamento final foi obtido por polimento com sílica coloidal.

Os reagentes e o tempo de exposição utilizados nos ataques químicos dependeram da composição química dos aços e, conseqüentemente, da resistência à oxidação dos mesmos. Os reagentes e os tempos de exposição usados nos ataques serão identificados nas legendas das micrografias apresentadas ao longo do trabalho.

As análises metalográficas foram realizadas usando o microscópio ótico (MO) da marca Olympus, modelo BX51M, equipado com câmera para aquisição de imagens, e o microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV/FEG – *Field Emission Gun*) da marca Zeiss, modelo Supra 40, equipado com EDS (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*).

3.1.2 Ensaios de Macroindentação Instrumentada

O equipamento *PropInSitu 2* foi usado na realização dos ensaios de macroindentação instrumentada.

Dois penetradores esféricos de WC-Co, com diâmetros de 1,5 mm e 1,0 mm, e um penetrador esferocônico de diamante, com diâmetro da ponta de 400 µm, foram utilizados nos ensaios. Os certificados de calibração desses penetradores são apresentados no Anexo I, nos quais estão detalhadas as tolerâncias dimensionais.

Os seguintes parâmetros foram mantidos constantes em todos os ensaios:

- Número de ciclos de indentação: 10;
- Porcentagem de descarregamento em cada ciclo: 40%;
- Velocidade de carregamento: 0,76 mm/min (corresponde à menor velocidade que o equipamento *PropInSitu 2* consegue aplicar (SOUSA, 2011)).

Os seguintes valores para os módulos de elasticidade, introduzidos no programa de cálculo para determinação das propriedades mecânicas de tração dos aços analisados, foram utilizados:

- Módulo de elasticidade do material das amostras (aço): 210 GPa;
- Módulo de elasticidade dos penetradores de WC-Co: 645 GPa;
- Módulo de elasticidade do penetrador de diamante: 1140 GPa.

O módulo de elasticidade de 210 GPa foi adotado em vários trabalhos sobre macroindentação instrumentada, os quais buscaram avaliar as propriedades mecânicas de tração de aços-carbono ou de baixa liga (RAMOS NETO *et al.*, 2004; CALLEGARI *et al.*, 2005; FRANCO, 2007; FERREIRA, 2010). Outros trabalhos utilizaram valores ligeiramente diferentes, como 200 GPa (SHARMA *et al.*, 2011b) e 205 GPa (KARTHIK *et al.*, 2012). Porém, como a diferença nos módulos de elasticidade dos aços (carbono e de baixa liga) é relativamente pequena, uma vez que esta propriedade é função principalmente das forças de ligação interatômicas entre os átomos de ferro, sendo pouco afetada pela presença moderada de elementos de liga, o valor de 210 GPa foi adotado para os aços usados neste trabalho.

O módulo de elasticidade do WC-Co é função do teor de Co presente na matriz, variando de aproximadamente 450 GPa, para uma porcentagem volumétrica de 40% de Co, até 707 GPa, para o carboneto de tungstênio puro (JAENSSON; SUNDSTRÖM, 1972). A porcentagem de cobalto nas esferas de WC-Co utilizadas no presente trabalho é de 6% em peso (FRANCO, 2007), que está dentro da faixa exigida pela norma ASTM E10 (2012) para ensaios de dureza Brinell (entre 5 e 7%), e proporciona um módulo de elasticidade próximo de 650 GPa (JAENSSON; SUNDSTRÖM, 1972). O valor de 645 GPa para o módulo de elasticidade de penetradores de WC-Co tem sido adotado em vários trabalhos sobre macroindentação instrumentada (RAMOS NETO *et al.*, 2004; CALLEGARI *et al.*, 2005; FRANCO, 2007; FERREIRA, 2010; SHARMA *et al.*, 2011b; KARTHIK *et al.*, 2012), sendo também usado no presente trabalho.

O módulo de elasticidade de 1140 GPa foi adotado para o penetrador esferocônico, indicado pela norma ISO 14577-1 (2002) para penetradores de diamante.

É importante destacar que pequenas variações nos módulos de elasticidade, tanto da amostra como do penetrador, não devem ter grande impacto no cálculo das propriedades mecânicas, uma vez que essas variações têm pouca influência no cálculo do diâmetro plástico da indentação (d_p), calculado no “Modelo de Haggag *et al.*” através da Eq. (2.3).

Quanto à preparação da superfície para os ensaios de macroindentação, tal como para os ensaios de dureza, executou-se a retificação das faces inferior e superior de cada amostra, garantindo-se a planeza e o paralelismo entre faces. Este procedimento é importante para evitar a movimentação das amostras durante os ensaios, principalmente no início de aplicação da força. Previamente à realização dos ensaios, as superfícies foram lixadas e polidas (pasta de diamante com granulometria média de 6 μm). Apesar de a preparação da superfície de ensaio poder ser realizada exclusivamente por lixamento, sem que haja quaisquer influências nos valores das propriedades mecânicas calculados, como já discutido no item 2.1, o polimento foi realizado para garantir um bom acabamento superficial para posterior análise da topografia das indentações via interferometria com luz branca, a qual será descrita adiante.

Em relação às distâncias entre indentações e espessura das amostras, foram adotadas as três recomendações para ensaios de dureza Brinell, conforme especificações da norma ASTM E10 (2012): a distância entre os centros de duas indentações adjacentes deve ser de no mínimo três vezes o diâmetro da indentação; a distância do centro de qualquer indentação até qualquer aresta da amostra deve ser de no mínimo 2,5 vezes o diâmetro médio da indentação; a espessura da amostra deve ser superior a 10 vezes a profundidade de indentação. Sempre que possível, em função das dimensões das amostras e das indentações, as recomendações das normas ISO 14577-1 (2002) e ISO/TR 29381 (2008), que são mais conservadoras, foram seguidas: distância entre as indentações de no mínimo cinco vezes o maior diâmetro da indentação e distância da indentação até qualquer aresta ou superfície livre de pelo menos três vezes o diâmetro da indentação. As duas primeiras recomendações foram atendidas durante a realização dos ensaios, enquanto que a última recomendação foi atendida na preparação das amostras. Como a profundidade de penetração não supera os 300 μm (RAMOS NETO *et al.*, 2004), as amostras para ensaios de macroindentação instrumentada devem possuir pelo menos 3 mm de espessura e, como pode ser visto na Fig. 3.1, as amostras utilizadas no presente trabalho possuem espessura muito superior a este valor.

Todos os ensaios de macroindentação instrumentada foram realizados em ambiente com temperatura controlada e monitorada. A temperatura foi mantida em $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ e monitorada com o uso de um termohigrômetro digital, da marca Instrutherm, modelo HT-600, com resolução de $0,1^\circ\text{C}$ para a temperatura e 1% para a umidade relativa, e com faixas de medição de -50°C a 70°C e de 0 a 100%, respectivamente. Como não havia certificado de calibração deste instrumento, uma calibração pontual foi realizada usando outro termohigrômetro digital, do fabricante Extech, modelo RHT20, com resolução de $0,1^\circ\text{C}$ para a temperatura e 0,1% para a umidade relativa, com certificado de calibração número TI0322/12. A temperatura na qual os ensaios foram realizados atende às normas ASTM E10 (2012) e ISO 14577-1 (2002), as quais estabelecem que os ensaios de dureza Brinell e de indentação instrumentada, respectivamente, devem ser realizados entre 10°C e 35°C .

Com os dados das curvas “força *versus* deslocamento” obtidas nos ensaios de macroindentação instrumentada e utilizando o programa de análise descrito no item 2.1.3, considerando os modelos de “Haggag *et al.*” e de “Ahn e Kwon”, as propriedades mecânicas dos sete aços foram estimadas.

Para cada uma das amostras dos sete aços, o valor da dureza de indentação foi comparado com os seguintes valores:

- Dureza Brinell convertida a partir da dureza Vickers média (HV10), determinada na medição do perfil de dureza ao longo da espessura. A conversão foi realizada usando a norma ISO 18265 (2013);
- Dureza Brinell determinada a partir da medição dos diâmetros das indentações, ao término dos ensaios de macroindentação instrumentada, usando um microscópio ótico (Olympus BX51M), seguindo o procedimento estabelecido pela norma ASTM E10 (2012). O diâmetro de cada indentação foi medido duas vezes, em direções perpendiculares entre si, e a média foi usada no cálculo da dureza Brinell através da Eq. (2.14), com $F_{m\acute{a}x}$ igual à força máxima utilizada em cada ensaio.

Os valores dos limites de escoamento e de resistência calculados a partir dos ensaios de macroindentação instrumentada foram comparados com os valores fornecidos pelo fabricante dos tubos, mostrados na Tab. 3.1.

Também com base nas curvas “força *versus* deslocamento”, as energias de deformação plástica (E_p), elástica (E_e) e total (E_t) foram calculadas. Para isso, os ciclos de descarregamento e carregamento intermediários foram desconsiderados, com as curvas assumindo a forma característica de ensaios de um único ciclo, como mostra a Fig. 3.2.

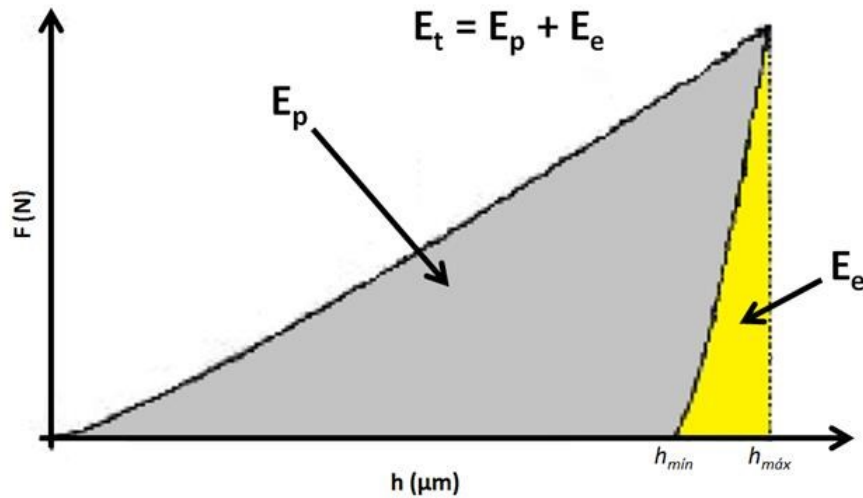


Figura 3.2 – Energias de deformação envolvidas no ensaio de macroindentação instrumentada, desconsiderando os ciclos de descarregamento e carregamento intermediários.

A energia de deformação total (E_t) é equivalente à área total abaixo da curva de carregamento até a profundidade máxima (h_{max}), ou seja, é a energia de deformação durante o carregamento (Eq. (3.1)). A energia de deformação elástica (E_e) equivale à área abaixo da curva de descarregamento entre as profundidades h_{max} e h_{min} (Eq. (3.2)). A determinação da energia de deformação plástica (E_p) é realizada subtraindo a energia de deformação elástica da energia de deformação total (Eq. (3.3)) (ISO 14577, 2002).

$$E_t = \int_0^{h_{max}} F_{carregamento}(h)dh \quad (3.1)$$

$$E_e = \int_{h_{max}}^{h_{min}} F_{descarregamento}(h)dh \quad (3.2)$$

$$E_p = E_t - E_e \quad (3.3)$$

Para cada curva obtida nos ensaios de macroindentação instrumentada, as integrais das Equações (3.1) e (3.2) foram resolvidas numericamente, utilizando um *software* de análise de dados, calculando as áreas abaixo das curvas de carregamento e de descarregamento.

3.1.3 Medição do *Pile-up* / *Sink-in* via Interferometria

A topografia superficial de algumas indentações foi avaliada utilizando-se o interferômetro TALYSURF, modelo CLI 2000, do fabricante Taylor Hobson. Magalhães (2013) realizou uma calibração deste equipamento de acordo com um padrão de rugosidade, com certificado de calibração emitido pela empresa Taylor Hobson Calibration Laboratory.

Um dos objetivos da análise da topografia superficial das indentações foi comparar a profundidade plástica de indentação registrada pelo LVDT ao final do ensaio, ou seja, a profundidade da indentação após o descarregamento final (h_{min} indicado na Fig. 3.2), com aquela medida por interferometria, permitindo fazer uma verificação do LVDT (VIM, 2012). Neste caso, as medições por interferometria foram assumidas como referência. Além disso, a análise topográfica das indentações também foi realizada com o propósito de avaliar a ocorrência de *pile-up/sink-in* e quantificar sua altura/profundidade.

Os seguintes parâmetros foram utilizados nos ensaios de interferometria:

- Medição com luz branca (resolução vertical de 10 nm);
- Área medida: 2,5 x 2,5 mm², com a indentação posicionada na região central;
- Espaçamento entre pontos: 0,5 µm;
- Espaçamento lateral (resolução): 1 µm;
- Velocidade de medição: 500 µm/s.

Os espaçamentos entre pontos e lateral, assim como a velocidade, foram definidos de forma que cada medição tivesse duração de aproximadamente quatro horas.

Todos os ensaios de interferometria foram realizados em ambiente com temperatura e umidade controladas e monitoradas. A temperatura foi mantida em (20±2)°C, enquanto que a umidade foi mantida entre 45% e 75%, já que estas são as faixas recomendadas pelo fabricante do interferômetro para a correta operação do equipamento. O termohigrômetro digital da marca Instrutherm, modelo HT-600, foi utilizado para monitorar a temperatura e a umidade do ambiente.

Os resultados dos ensaios de interferometria foram tratados utilizando o *software* TalyMap Gold®. Para cada indentação, dois perfis transversais foram gerados, defasados de 90°, um Norte-Sul e outro Leste-Oeste (Fig. 3.3), a partir dos quais foram medidas a profundidade da indentação (h) e a altura do *pile-up* (s), adotando-se uma metodologia semelhante à usada por Cipriano (2008), ilustrada na Fig. 3.4. Em cada indentação, os

valores de h e s registrados correspondem às médias das medições nos dois perfis. Destaca-se que, utilizando o software TalyMap Gold®, uma correção da inclinação da superfície da amostra foi efetuada antes da geração dos perfis.

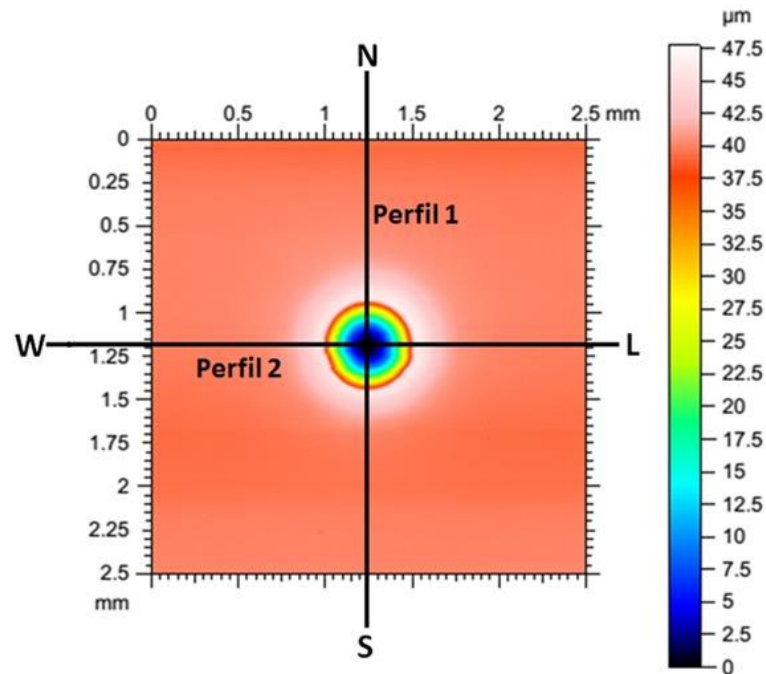


Figura 3.3 – Posições (Norte-Sul e Leste-Oeste) a partir das quais foram gerados os perfis transversais das indentações para medição da profundidade de indentação (h) e da altura do *pile-up* (s).

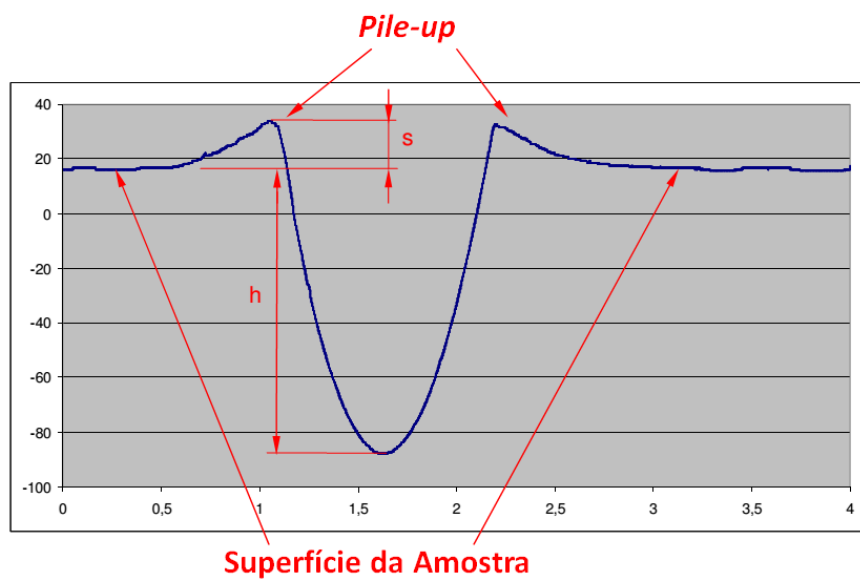


Figura 3.4 – Detalhe do perfil de impressão, mostrando a altura do *pile-up* (s) e a profundidade de indentação (h) (CIPRIANO, 2008).

A análise por interferometria foi realizada nas indentações obtidas nos ensaios com menores cargas e, conseqüentemente, com menores profundidades plásticas de indentação. Esta escolha foi motivada por limitação do interferômetro para medir, utilizando luz branca, a topografia de indentações com grande profundidade, para as quais ocorre dispersão do feixe de luz incidente em decorrência do elevado ângulo de inclinação próximo às bordas da indentação. Conforme informado no manual do equipamento, considerando os parâmetros de ensaio adotados, a máxima inclinação da superfície para a qual ainda é possível realizar a medição é de 25°. A Tabela 3.2 indica as indentações analisadas.

Tabela 3.2 – Indentações cujas topografias foram avaliadas utilizando interferometria.

Diâmetro do Penetrador (mm)	Força Máxima ⁸ (N)	Número de Ensaios Realizados
1,0	294	35 (5 indentações para cada aço)
	533	35 (5 indentações para cada aço)
1,5	662	35 (5 indentações para cada aço)

3.1.4 Planejamento Experimental

Como apresentado no Capítulo I, um dos objetivos deste trabalho é avaliar se o material (aço com diferentes propriedades mecânicas, microestruturas e composições químicas), a força máxima e o diâmetro do penetrador usados no ensaio de macroindentação instrumentada têm influência sobre os parâmetros de cálculo α_m e β_m (“Modelo de Haggag *et al.*”), ou seja, verificar se os tradicionais valores $\alpha_m = 1,200$ e $\beta_m = 0,2285$ podem ser utilizados em qualquer condição de ensaio. Caso os valores normalmente adotados para estes parâmetros de cálculo não sejam adequados para qualquer condição, deseja-se determinar quais são os valores corretos. Além disso, os resultados dos ensaios (curvas “força *versus* deslocamento”) também foram analisados utilizando o “Modelo de Ahn e Kwon”, visando verificar sua aplicabilidade.

Assim, foi proposto um planejamento fatorial completo com três fatores: “material”, “diâmetro do penetrador” e “força máxima”. Ainda, foram usados sete níveis para o fator “material”, dois níveis para o fator “diâmetro do penetrador”, três níveis para o fator “força máxima” e cinco réplicas, para estimativa do erro experimental. Ao todo, 210 ensaios de macroindentação instrumentada foram realizados nesta etapa do trabalho.

⁸ A justificativa para utilização destas forças máximas é discutida no item 3.1.4.

O uso de planejamento fatorial completo com vários níveis para cada fator implica na realização de um grande número de experimentos, ao contrário, por exemplo, de um planejamento fatorial 2^k , no qual k fatores são analisados em dois níveis e é muito utilizado nos estágios iniciais de um trabalho experimental, quando se têm muitas variáveis a se investigar. No entanto, o grande número de experimentos executados no presente trabalho (210 ensaios) não foi um problema, pois o ensaio de macroindentação instrumentada é relativamente rápido (poucos minutos) e simples. Na realidade, o grande custo na execução dos ensaios, principalmente de tempo, é a preparação de cada amostra (retificação das faces e preparação da superfície através de lixamento e polimento). Portanto, uma vez que a amostra está preparada, a realização dos ensaios, mesmo que em grande número, é rápida e não envolve custos adicionais. Outra justificativa para a adoção de um planejamento fatorial completo com vários níveis, ao invés de um 2^k , é que o uso de sete níveis para o fator “material”, com um grande número de ensaios em cada nível, permite avaliar a influência dos sete diferentes aços sobre os valores de α_m e β_m .

Os sete níveis referentes ao fator “material” correspondem aos sete aços identificados na Tab. 3.1.

Os dois níveis para o fator “diâmetro do penetrador” correspondem ao uso dos penetradores esféricos com 1,5 mm e 1,0 mm de diâmetro, ambos de WC-Co. Posteriormente, em outra etapa do presente trabalho, foram realizados ensaios para avaliar a utilização do penetrador esferocônico de diamante, com diâmetro da ponta de 400 μm . Os ensaios com este penetrador não foram considerados no planejamento fatorial completo pelos seguintes motivos:

- Os ensaios do planejamento fatorial completo foram iniciados enquanto estava em andamento a fabricação do porta-penetrador especialmente projetado para o penetrador esferocônico. Assim, para não ocorrer impacto no cronograma dos ensaios e na aleatoriedade dos mesmos, optou-se por uma análise em separado para este penetrador;
- Devido ao diâmetro reduzido do penetrador esferocônico, as profundidades de penetração obtidas nos ensaios são muito pequenas. A priori, havia a expectativa de que isso poderia gerar erros de medição significativos, em função de o LVDT trabalhar próximo ao fundo de escala. Esses erros poderiam impactar a estimativa do erro experimental e, portanto, prejudicar a análise estatística dos resultados;
- Existe uma limitação quanto à máxima profundidade de penetração para o penetrador esferocônico, já que sua geometria muda de esférica para cônica. Assim,

antes da realização dos ensaios definitivos, foi necessário investigar qual a máxima força de ensaio que pode ser aplicada para a qual a geometria da indentação ainda é totalmente esférica.

Pelo fato do uso do penetrador esferocônico de diamante com diâmetro de 400 μm ter sido investigado separadamente, por necessitar de análises específicas, em função dos motivos supracitados, o procedimento experimental usado nos ensaios com este penetrador será descrito posteriormente.

Os três níveis para o fator “força máxima” foram determinados tomando-se como referência o penetrador de 1,5 mm de diâmetro. Foi adotado o valor de 662 N para o nível inferior, determinado com base na norma ASTM E10 (2012), a qual estabelece que para ensaios de dureza Brinell em materiais com durezas entre 95,5 HBW e 650 HBW, faixa esta que engloba todos os aços usados no presente trabalho, a seguinte relação entre a força máxima de ensaio, $F_{\text{máx}}$ (kgf), e o diâmetro do penetrador, D (mm), deve ser utilizada:

$$\frac{F_{\text{máx}}}{D^2} = 30 \quad [\text{kgf} / \text{mm}^2]^9 \quad (3.4)$$

Assim, com base na Eq. (3.4), a força máxima de ensaio para um penetrador com diâmetro de 1,5 mm deve ser de 67,5 kgf ($\approx$ 662 N).

Para o nível superior do fator “força máxima”, referente ao penetrador de 1,5 mm, foi adotado o valor de 1800 N, que corresponde a 90% da capacidade da célula de carga utilizada no *PropInSitu 2* (2 kN) e também está próximo da força máxima usada em vários trabalhos, de 2000 N (RAMOS NETO *et al.*, 2004; FRANCO, 2007; FERREIRA, 2010). Ressalta-se que a norma ISO/TR 29381 (2008) recomenda o uso de forças entre 2 N e 3 kN em ensaios de macroindentação instrumentada.

Por fim, o nível intermediário para o fator “força máxima”, referente ainda ao penetrador de 1,5 mm, foi de 1200 N, que está próximo do valor intermediário entre o nível inferior e o nível superior. Além do mais, a força máxima de 1200 N já fora utilizada nos ensaios de macroindentação instrumentada realizados por Callegari *et al.* (2005).

A priori, os mesmos três níveis para o fator “força máxima” (662 N, 1200 N e 1800 N) adotados para o penetrador de 1,5 mm não podem ser usados para o penetrador de 1,0 mm, uma vez que as tensões na amostra, na região abaixo do penetrador, seriam

⁹ A unidade kgf/mm^2 , a qual não faz parte do Sistema Internacional de Unidades, foi mantida por ser utilizada na norma ASTM E10 (2012) e ser de uso comum na medição de dureza Brinell.

distintas. Porém, indentações geometricamente similares podem ser obtidas mantendo-se a razão $F_{m\acute{a}x}/D^2$ constante (DIETER, 1976; DATSKO; HARTWIG; McCLORY, 2001). Consequentemente, os três níveis para o fator “força máxima” utilizados nos ensaios com o penetrador de 1,0 mm foram determinados mantendo-se os três níveis da razão $F_{m\acute{a}x}/D^2$ usados com o penetrador de 1,5 mm, conforme apresentado na Tab. 3.3.

Tabela 3.3 – Níveis para o fator “força máxima” usados no planejamento experimental, em função do diâmetro do penetrador.

Nível para o fator “Força Máxima”	Penetrador de 1,5 mm de diâmetro		Penetrador de 1,0 mm de diâmetro	
	Força Máxima (N)	Relação F/D^2 (kgf/mm ²)	Força Máxima (N)	Relação F/D^2 (kgf/mm ²)
Inferior	662	≈ 30,0	294	≈ 30,0
Intermediário	1200	≈ 54,4	533	≈ 54,4
Superior	1800	≈ 81,6	800	≈ 81,6

Logo, apesar de no presente trabalho ser utilizada a nomenclatura “força máxima” para designar um dos fatores envolvidos no planejamento experimental, o fator realmente analisado foi a relação $F_{m\acute{a}x}/D^2$. Porém, o uso do termo “força máxima” será mantido ao longo do trabalho, pois este representa melhor um dos objetivos do planejamento experimental, que é verificar se há influência da força máxima nas propriedades mecânicas de tração calculadas a partir de ensaios de macroindentação instrumentada.

Uma vez que os métodos estatísticos de análise requerem que as observações, ou os erros, sejam variáveis aleatórias distribuídas independentemente, os experimentos, com suas réplicas, devem ser realizados de forma aleatória, de modo a garantir a distribuição equânime de todos os fatores não considerados (CALADO; MONTGOMERY, 2003). Por isso, os ensaios foram realizados em sequência aleatória, definida por sorteio, a fim de eliminar os efeitos de variáveis que causem distúrbios.

Uma matriz de indentações, com cinco linhas e seis colunas (Fig. 3.5), foi usada para definição da sequência dos ensaios, uma vez que o planejamento experimental proposto exige que sejam realizadas 30 indentações em cada amostra dos sete aços analisados. Um procedimento para assegurar que não há dois ensaios com os mesmos níveis dos fatores “força máxima” e “diâmetro do penetrador” em uma mesma linha foi adotado no sorteio da

sequência de realização dos ensaios, o que garante que as réplicas serão realizadas em linhas diferentes (uma réplica por linha), permitindo varrer a espessura das amostras. Isso é importante pelo fato da possibilidade de existência de gradientes de propriedades mecânicas ao longo da espessura das amostras. O posicionamento das indentações foi realizado de forma visual e manual, respeitando as distâncias entre indentações definidas no item 3.1.2.

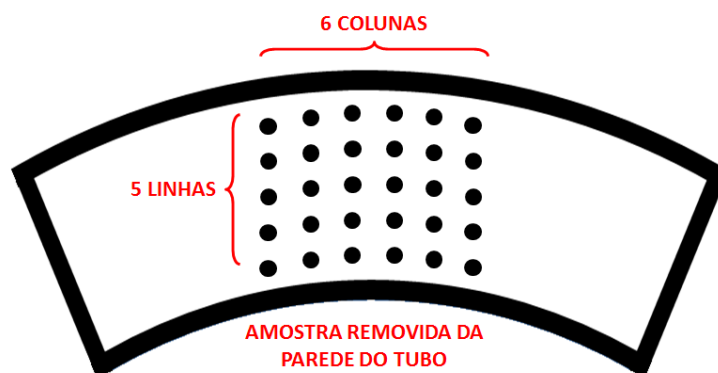


Figura 3.5 – Matriz de indentações para os 30 ensaios realizados em cada uma das amostras dos sete aços analisados.

A Tabela 3.4 apresenta a matriz de ensaios para o planejamento fatorial completo proposto.

Tabela 3.4 – Matriz de ensaios para o planejamento fatorial completo.

Fator “Material” (Sete Níveis)	Fator “Força Máxima” (Três Níveis)		Fator “Diâmetro do Penetrador” (Dois Níveis)	Número de Ensaios
Aço “A”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5
Aço “B”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5

Tabela 3.4 – Continuação.

Aço “C”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5
Aço “D”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5
Aço “E”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5
Aço “F”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5
Aço “G”	30,0 kgf/mm ²	294 N	1,0 mm	5
		662 N	1,5 mm	5
	54,4 kgf/mm ²	533 N	1,0 mm	5
		1200 N	1,5 mm	5
	81,6 kgf/mm ²	800 N	1,0 mm	5
		1800 N	1,5 mm	5

3.2 Procedimentos Utilizados nos Ensaios de Validação dos Parâmetros de Cálculo para o “Modelo de Haggag *et al.*”

Este item apresenta os procedimentos experimentais referentes aos ensaios de macroindentação instrumentada destinados a validar os resultados, conclusões e propostas decorrentes dos ensaios descritos no item 3.1. O objetivo foi realizar outros ensaios de macroindentação instrumentada, em materiais distintos daqueles utilizados no planejamento fatorial completo descrito no item 3.1.4, comparando-os com os resultados de ensaios de tração.

3.2.1 Seleção e Caracterização dos Materiais

Quatro aços foram utilizados nesta etapa do trabalho: API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550. Os três primeiros aços foram escolhidos devido ao amplo uso na fabricação de tubos para a indústria de óleo e gás. Já o aço ABNT 8550 (34 CrAlNi 7) pertence à classe dos “Nitr alloy”, que é um grupo designado para o processo de endurecimento superficial por nitretação, uma vez que possui elementos formadores de nitretos, tais como alumínio, cromo, vanádio e molibdênio, e uma de suas aplicações é na construção de rotores de bombas multifásicas para a produção de petróleo em campos *offshore* (DA SILVA, 2008). A escolha do aço ABNT 8550 foi motivada pela possibilidade de confrontar os resultados do presente trabalho com aqueles obtidos por Ferreira (2010), já que este realizou ensaios de macroindentação instrumentada em amostras do mesmo aço. No entanto, pelo fato de Ferreira (2010) ter utilizado amostras do aço ABNT 8550 submetidas a um tratamento térmico de têmpera e revenimento, o mesmo tratamento térmico foi realizado no presente trabalho para que a comparação entre resultados fosse possível.

Uma barra do aço ABNT 8550 e tubos dos aços API 5L X65, L80 e P110 foram usados. A Tabela 3.5 apresenta as características dimensionais dos tubos e da barra.

Tabela 3.5 – Dimensões da barra do aço ABNT 8550 e dos tubos dos aços API 5L X65, L80 e P110.

Material	Formato	Diâmetro	Comprimento
API 5L X65	Tubo Sem Costura	Externo: 325,0 mm	500 mm
		Interno: 270,0 mm	
L80	Tubo Sem Costura	Externo: 244,5 mm	500 mm
		Interno: 220,5 mm	
P110	Tubo Sem Costura	Externo: 244,5 mm	500 mm
		Interno: 218,5 mm	
ABNT 8550	Barra	30 mm	1250 mm

Amostras dos tubos e da barra foram removidas, por processo de usinagem, e foram realizadas as seguintes análises, para caracterização dos materiais:

- Análise de composição química;
- Medição do perfil de dureza ao longo da espessura das amostras removidas dos tubos e ao longo do diâmetro da amostra removida da barra;
- Análise metalográfica.

Os mesmos procedimentos descritos no item 3.1.1 foram utilizados nas análises supracitadas.

O tratamento térmico de têmpera e revenimento do aço ABNT 8550 seguiu um procedimento semelhante ao utilizado por Ferreira (2010), que consistiu em austenitização a 890°C por 1 hora, seguido de resfriamento em óleo sem agitação e, posteriormente, revenimento a 640°C por 1 hora. A curva CCT (*Continuous Cooling Transformation*) para o aço ABNT 8550 é mostrada na Fig. 3.6.

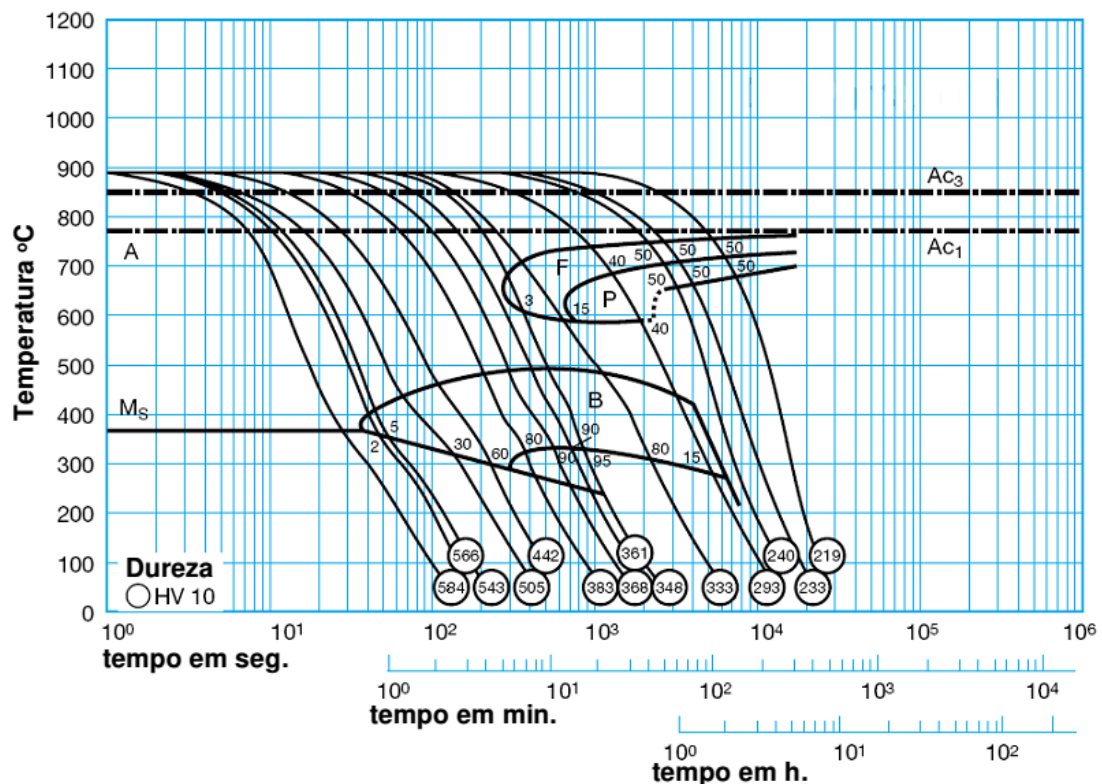


Figura 3.6 – Curva CCT (*Continuous Cooling Transformation*) para o aço ABNT 8550 extraída do catálogo da Thyssen Aços Especiais, fornecedora do aço (DA SILVA, 2008).

Em função da grande quantidade de material a ser tratado, foram realizados diferentes lotes de tratamento do aço ABNT 8550, tomando-se o devido cuidado para garantir a execução do mesmo procedimento em todos eles. No total, foram produzidos cinco lotes do aço ABNT 8550, temperado e revenido, a partir de barras com 30 mm de diâmetro e 250 mm de comprimento. Os lotes foram numerados de 1 a 5, sendo que o lote 1 foi destinado, dentre outras aplicações, à remoção de amostras da região central da barra para avaliação do gradiente de dureza ao longo do diâmetro, enquanto os lotes 2 a 5 foram destinados à usinagem de corpos de prova para ensaios de tração.

Para cada lote, duas amostras foram removidas da extremidade da barra, uma após a têmpera (amostras identificadas com a letra “T”, numeradas de 1 a 5, indicando o lote) e outra após o revenimento (amostras identificadas com a letra “R”, numeradas de 1 a 5, indicando o lote), com dimensões de 30 mm de diâmetro e 15 mm de espessura, para análise da microestrutura e medição de dureza. No lote 1, além das duas amostras da extremidade, também foram removidas duas amostras da região central da barra (identificadas como “Rc1” e “Rc2”), com dimensões de 30 mm de diâmetro e 10 mm de espessura, conforme indicado na Fig. 3.7. Esse procedimento foi adotado para averiguar se a mesma microestrutura foi obtida em todos os lotes, garantindo-se a reprodutibilidade do tratamento térmico. As medições de dureza Vickers (HV10) foram realizadas ao longo do diâmetro das amostras, com o objetivo de verificar se esta propriedade mecânica manteve-se constante em todo o volume do material tratado.

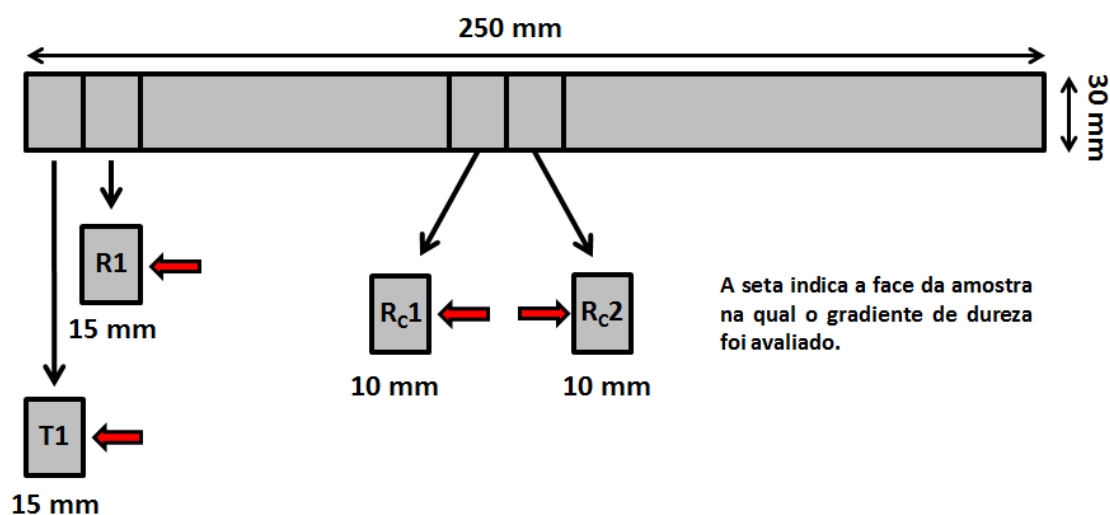


Figura 3.7 – Posições de remoção das amostras T1, R1, Rc1 e Rc2 na barra correspondente ao lote 1 do tratamento térmico realizado no aço ABNT 8550.

Ferreira (2010) realizou o tratamento térmico no aço ABNT 8550 utilizando um forno com atmosfera controlada. Porém, por limitação do forno usado no presente trabalho (marca Jung, modelo 2513), não foi possível adotar o mesmo procedimento de controle da atmosfera. O fato de não usar uma atmosfera adequada no interior do forno leva à intensificação da descarbonetação superficial, principalmente na etapa de austenitização, devido à alta temperatura.

Com o objetivo de realizar alguns testes preliminares para verificar a reprodutibilidade dos tratamentos térmicos, buscando atingir a mesma microestrutura e dureza obtidas por Ferreira (2010), assim como identificar a ocorrência de descarbonetação superficial e quantificar a profundidade da mesma, quatro amostras circulares do aço ABNT 8550 foram usinadas, com diâmetro de 30 mm e espessura de 10 mm, as quais tiveram suas superfícies lixadas até a lixa de 1200 *mesh*. As amostras foram divididas em quatro grupos (Fig. 3.8), em função do revestimento aplicado, a saber:

- Amostra 1: superfície totalmente cobreada;
- Amostra 2: superfície não recebeu revestimento;
- Amostras 3 e 4: metade da superfície foi cobrada.

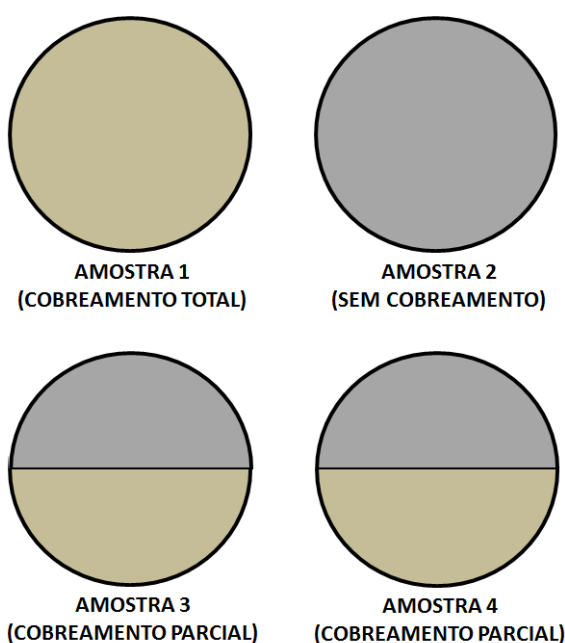


Figura 3.8 – Amostras do aço ABNT 8550 utilizadas nos testes preliminares para verificação da reprodutibilidade do tratamento térmico de têmpera e revenimento e para avaliação da descarbonetação superficial.

O revestimento superficial de cobre atua como barreira à descarbonetação, pois dificulta a difusão dos átomos de carbono e seu efeito é semelhante ao uso de um forno com atmosfera controlada. O cobreamento foi realizado mergulhando as amostras em solução saturada de sulfato de cobre (água destilada + sulfato cúprico pentahidratado + cinco gotas de ácido sulfúrico para cada 100 ml de solução), por cinco segundos.

As quatro amostras foram submetidas ao tratamento térmico de têmpera e, em seguida, os revestimentos de cobre foram removidos através de limpeza e escovação (com escova plástica) com álcool etílico, seguido de banho ultrassônico, também com álcool etílico. Após a limpeza, foram realizadas medições de dureza Vickers (HV10) nas superfícies das amostras, ao longo do diâmetro, com indentações igualmente espaçadas, conforme mostrado na Fig. 3.9.

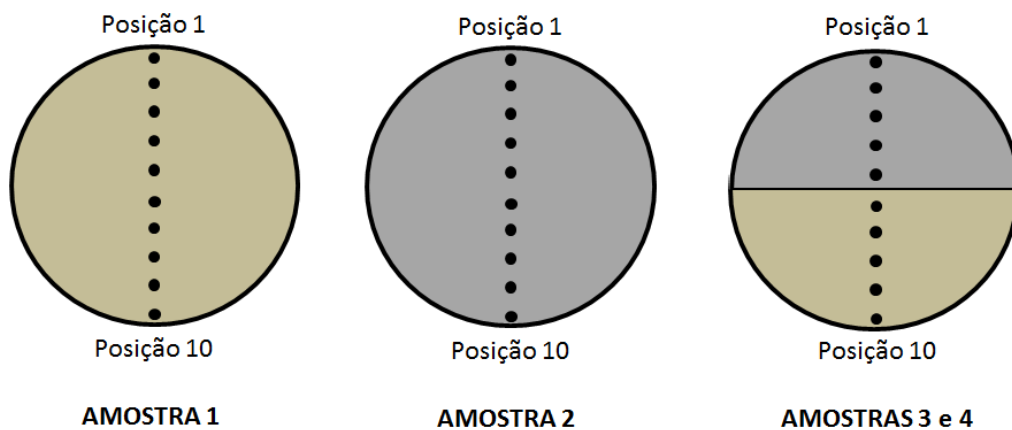


Figura 3.9 – Posições de medição da dureza Vickers (HV10) nas quatro amostras do aço ABNT 8550.

Após a medição da dureza ao longo do diâmetro, em seguida à têmpera, as amostras foram novamente cobreadas, a primeira totalmente e as duas últimas parcialmente, nas mesmas regiões nas quais o cobreamento havia sido realizado, seguindo o mesmo procedimento executado antes do tratamento de têmpera. As amostras foram então submetidas ao tratamento de revenimento e, após o término deste, o cobreamento foi novamente removido, realizando-se novas medições de dureza Vickers (HV10) ao longo do diâmetro.

Para quantificar a profundidade de descarbonetação, a amostra 4 foi cortada transversalmente, tomando-se o cuidado de minimizar qualquer efeito de encruamento, e foram realizadas medições de microdureza Vickers (HV0,1) a partir das superfícies, tanto da

que sofreu cobreamento como da sem cobreamento, conforme mostrado na Fig. 3.10. Três perfis de microdureza Vickers foram traçados a partir de cada superfície.

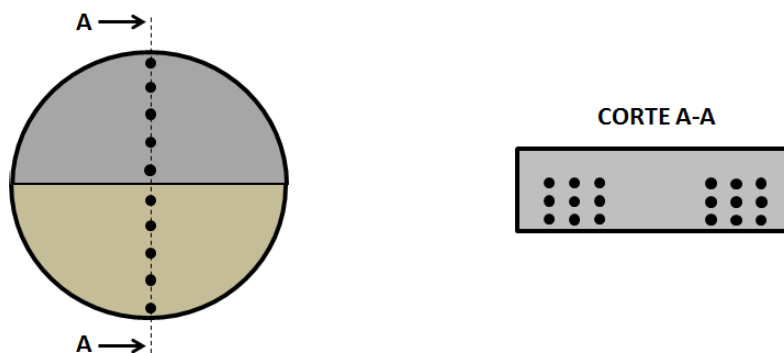


Figura 3.10 – Posições de medição de microdureza Vickers (HV0,1) na amostra 4 do aço ABNT 8550 para determinação da profundidade de descarbonetação após o tratamento térmico de têmpera e revenimento.

O objetivo final da análise de descarbonetação superficial foi decidir pela realização ou não de cobreamento das barras dos lotes 1 a 5, uma vez que a partir destas é que foram usinados os corpos de prova para ensaios de tração do aço ABNT 8550. Além disso, da barra correspondente ao lote 1 também foram extraídos corpos de prova para realização de ensaios de macroindentação instrumentada em amostras hidrogenadas, conforme será descrito adiante (item 3.3).

3.2.2 Ensaios de Tração Uniaxial

Corpos de prova de tração dos aços API 5L X65, L80 e P110 foram usinados a partir dos tubos descritos na Tab. 3.5. A remoção foi feita na direção longitudinal e o mais próximo possível da região central da parede. A Figura 3.11 mostra as dimensões dos corpos de prova de tração com seção retangular removidos dos tubos, definidas conforme os requisitos da norma ASTM E8/E8M (2011).

Destaca-se que as regiões dos corpos de prova nas quais há o contato com as garras da máquina de tração (“cabeças dos corpos de prova”) têm dimensões maiores que as normalmente utilizadas em ensaios deste tipo. Essa opção foi intencional, uma vez que nestas regiões, identificadas na Fig. 3.11, foram realizados os ensaios de dureza e de macroindentação instrumentada, conforme será descrito no item 3.2.3.

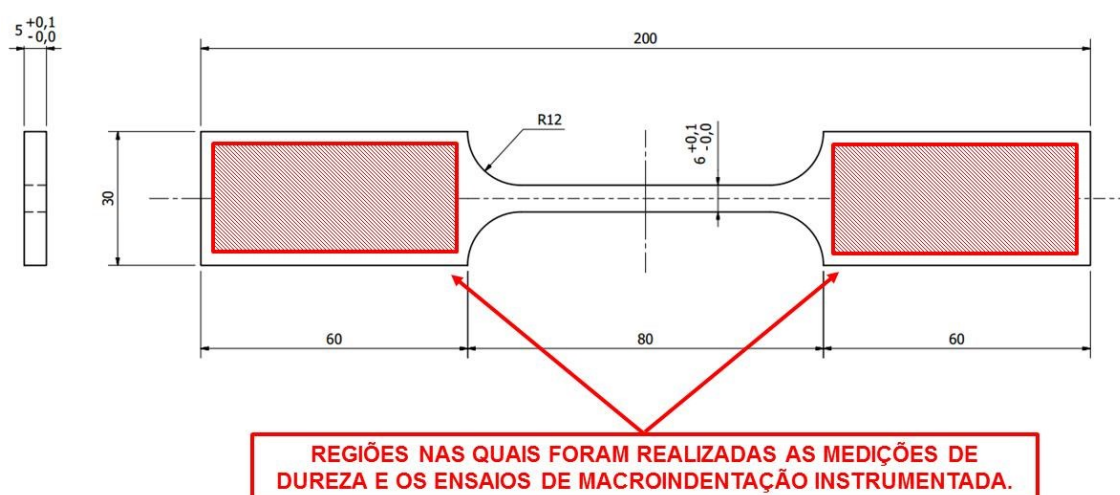


Figura 3.11 – Dimensões dos corpos de prova de seção retangular usados nos ensaios de tração dos aços API 5L X65, L80 e P110.

Para o aço ABNT 8550, os corpos de prova de tração foram usinados a partir das barras dos lotes 2 a 5, após o tratamento térmico de têmpera e revenimento e da avaliação da dureza e da microestrutura usando as amostras retiradas das extremidades das barras ao final de cada etapa do tratamento (amostras “T” e “R”). Assim, garantiu-se que os corpos de prova de tração foram removidos de barras nas quais o tratamento foi corretamente executado. A Figura 3.12 apresenta as dimensões dos corpos de prova com seção circular removidos das barras, também conforme os requisitos da norma ASTM E8/E8M (2011).

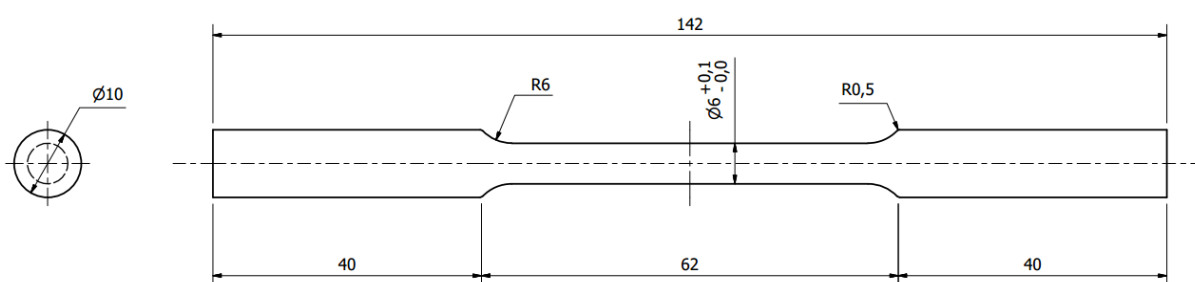


Figura 3.12 – Dimensões dos corpos de prova de seção circular removidos das barras dos lotes 2 a 5 e usados nos ensaios de tração do aço ABNT 8550.

No total, 16 ensaios de tração foram realizados, com quatro corpos de prova para cada aço (API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550).

A área da seção útil de cada corpo de prova foi medida dez vezes, em diferentes pontos ao longo do comprimento útil, antes da realização dos ensaios de tração, utilizando um paquímetro digital do fabricante Mitutoyo, com intervalo nominal de indicações de 150 mm e resolução de 0,01 mm. Este paquímetro possui certificado de calibração nº 07625/13, emitido pelo Laboratório de Metrologia da Mitutoyo Sul Americana.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina de tração da marca MTS, modelo 793, com capacidade máxima de 100 kN em tração. A deformação foi medida utilizando um extensômetro axial da marca MTS, modelo 634.31F-24, com calibração realizada pelo próprio fabricante. A Figura 3.13 mostra o posicionamento do extensômetro no corpo de prova.

Todos os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente e com taxa de carregamento de 2 mm/min.



Figura 3.13 – Máquina de tração utilizada nos ensaios de tração uniaxial (foto da esquerda) e posicionamento do extensômetro no corpo de prova (foto da direita).

Para cada aço, um ensaio preliminar foi realizado a fim de avaliar a deformação a partir da qual o fenômeno de estricção tem início. Assim, a medição da deformação com o extensômetro foi realizada até próximo ao início da estricção, quando o ensaio foi interrompido, efetuando-se a remoção do extensômetro, e retomado até a ruptura do corpo de prova, considerando-se o deslocamento da garra superior da máquina de tração para o

cálculo da deformação. O módulo de elasticidade e os limites de escoamento e de resistência de cada aço foram determinados a partir das curvas “tensão *versus* deformação”.

3.2.3 Planejamento Experimental

Conforme descrito anteriormente, esta etapa do trabalho tem o objetivo principal de comparar os valores das propriedades mecânicas calculados a partir de ensaios de macroindentação instrumentada com aqueles determinados via ensaios de tração, visando validar os resultados obtidos com os ensaios descritos no item 3.1.

Para que a comparação entre propriedades mecânicas fosse possível, os ensaios de macroindentação instrumentada foram realizados nos próprios corpos de prova usados nos ensaios de tração (Fig. 3.14), antes da realização destes, nas regiões indicadas na Fig. 3.11, as quais tiveram as superfícies lixadas (1200 *mesh*). Ensaios de dureza Vickers (HV10) também foram realizados nestas regiões. Caso os ensaios de macroindentação instrumentada e de dureza fossem realizados em outras amostras retiradas dos tubos, ao invés de diretamente nos corpos de prova de tração, correr-se-ia o risco de se avaliar e comparar regiões com diferentes propriedades mecânicas, já que os tubos podem apresentar gradiente de propriedades ao longo da espessura e do comprimento.

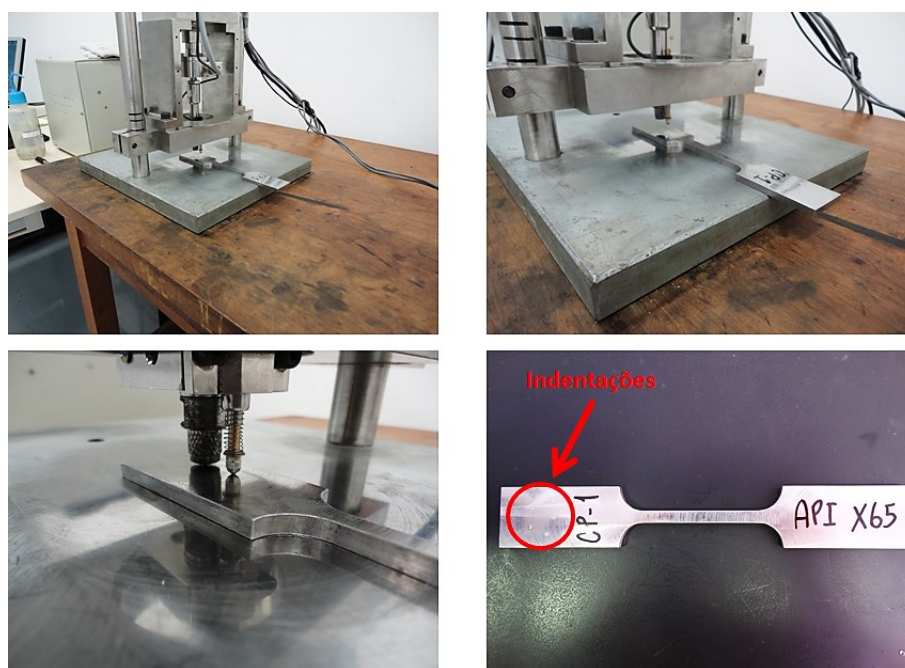


Figura 3.14 – Realização dos ensaios de macroindentação instrumentada nos corpos de prova de tração dos aços API 5L X65, L80 e P110.

Todavia, a realização dos ensaios de macroindentação instrumentada diretamente nos corpos de prova de tração só foi possível para os aços API 5L X65, L80 e P110, para os quais foram usados corpos de prova de seção retangular. No caso do aço ABNT 8550, como os corpos de prova de tração são cilíndricos, não foi possível realizar os ensaios de macroindentação diretamente nos mesmos. Por isso, trechos das barras usadas na confecção dos corpos de prova de tração foram fresados, nas partes superior e inferior, com a remoção de 4 mm de material (Fig. 3.15), para realização dos ensaios de macroindentação (Fig. 3.16). Os parâmetros de usinagem foram escolhidos visando minimizar ao máximo possível qualquer efeito de encruamento próximo à superfície. As superfícies obtidas após a etapa de fresamento foram retificadas, visando garantir o paralelismo entre faces, e uma delas, a usada nos ensaios de macroindentação e dureza, foi lixada (1200 *mesh*).

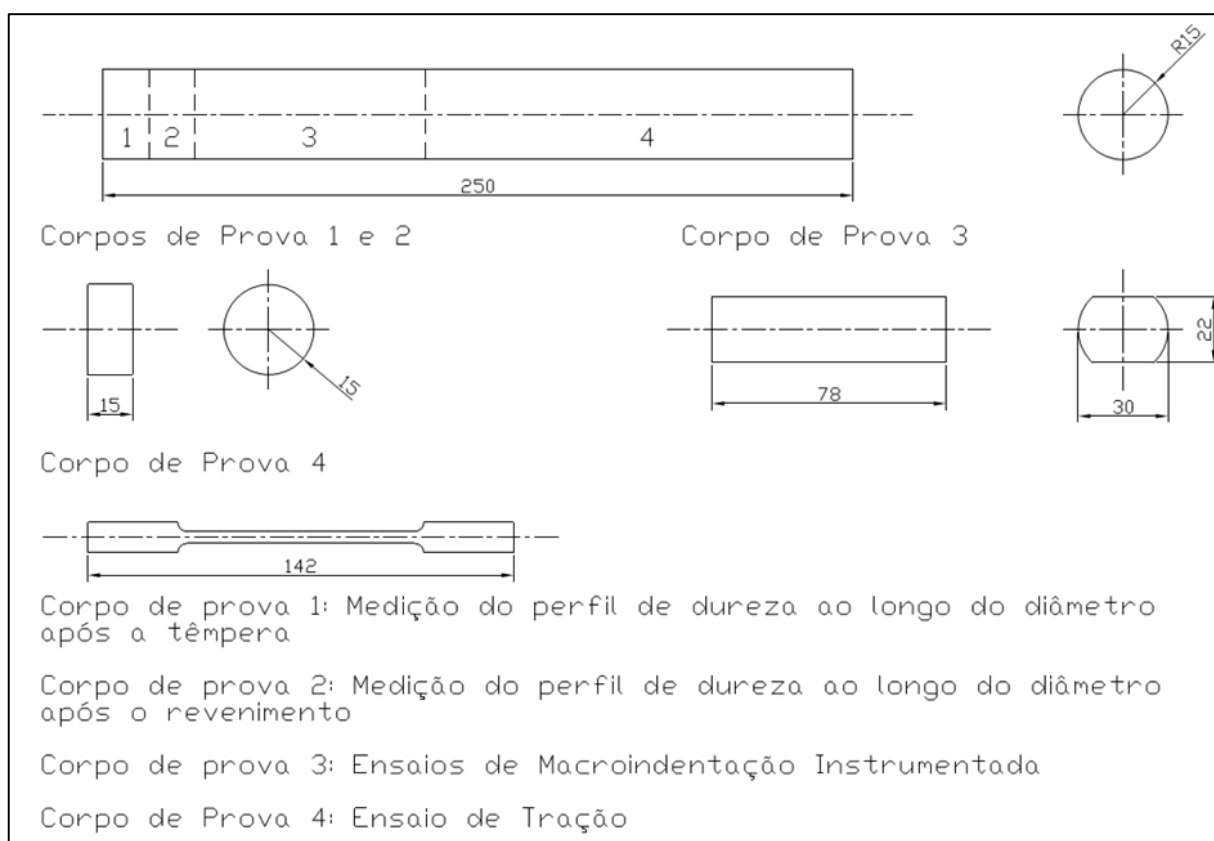


Figura 3.15 – Esquema mostrando a retirada de corpos de prova/amostras das barras referentes aos lotes 2 a 5 usadas no tratamento térmico de têmpera e revenimento do aço ABNT 8550.



Figura 3.16 – Ilustração da realização dos ensaios de macroindentação instrumentada nos trechos removidos das barras dos lotes 2 a 5 do aço ABNT 8550 (foto da esquerda). Trecho usinado por fresamento (foto da direita), com remoção de 4 mm de material de ambos os lados, correspondente ao corpo de prova 3 da Fig. 3.15.

É importante destacar que, para fins de comparação com as propriedades mecânicas determinadas via ensaios de tração, os trechos das barras de aço ABNT 8550 usados nos ensaios de macroindentação instrumentada (corpo de prova 3 mostrado na Fig. 3.15) não podem apresentar gradiente de propriedades mecânicas, tanto ao longo do diâmetro como ao longo do comprimento, caso contrário, regiões com propriedades mecânicas distintas seriam avaliadas e comparadas. Além disso, foi necessário averiguar se a remoção de 4 mm de material no fresamento é suficiente para eliminar a região correspondente à camada descarbonetada durante o tratamento térmico.

Apenas o penetrador esférico de 1,5 mm de diâmetro (WC-Co) foi usado nos ensaios de macroindentação instrumentada realizados nos corpos de prova dos aços API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550. Os mesmos parâmetros e condições de ensaio descritos no item 3.1.2 foram adotados, incluindo a aleatoriedade dos ensaios. A Tabela 3.6 apresenta as forças máximas utilizadas e a quantidade de ensaios de macroindentação realizados.

As forças máximas de indentação mostradas na Tab. 3.6 correspondem àquelas usadas no planejamento fatorial completo, para o penetrador esférico de 1,5 mm de diâmetro, descrito no item 3.1.4. Como o objetivo final dos ensaios descritos na Tab. 3.6 é validar as conclusões e propostas levantadas a partir dos resultados do planejamento descrito no item 3.1, não foi necessário realizar ensaios com todas as forças máximas em todos os materiais, de forma que se optou pelo uso das forças de 662 N e 1800 N para os ensaios nos aços API 5L X65 e L80, enquanto que a força de 1200 N foi usada para os ensaios nos aços P110 e ABNT 8550.

Tabela 3.6 – Ensaio de macroindentação realizados nos corpos de prova de tração dos aços API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550. O penetrador esférico (WC-Co) com diâmetro de 1,5 mm foi usado em todos os ensaios.

Material	Força Máxima de Indentação	Número de Ensaio de Macroindentação	Número Total de Ensaio de Macroindentação
API 5L X65	662 N	5 / corpo de prova de tração	$2 \times 5 \times 4^{(1)} = 40$ ensaios
	1800 N	5 / corpo de prova de tração	
L80	662 N	5 / corpo de prova de tração	$2 \times 5 \times 4 = 40$ ensaios
	1800 N	5 / corpo de prova de tração	
P110	1200 N	5 / corpo de prova de tração	$1 \times 5 \times 4 = 20$ ensaios
ABNT 8550	1200 N	5 / corpo de prova de tração	$1 \times 5 \times 4 = 20$ ensaios

(1) Para cada material, os ensaios de tração foram realizados em quatro corpos de prova.

Neste ponto também é importante justificar o motivo pelo qual não foram realizados ensaios com os penetradores de 1,0 mm (esférico) e 400 µm (esferocônico) nos aços API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550. Como todos os ensaios descritos no item 3.1 seguiram o mesmo procedimento de execução e análise, independente do diâmetro do penetrador utilizado, a validação dos resultados para o penetrador de 1,5 mm também pode ser, a priori, extrapolada para os outros dois penetradores, pois o que está em avaliação é a metodologia usada na interpretação dos resultados levantados seguindo os procedimentos descritos no item 3.1.

Além dos ensaios de macroindentação instrumentada, em cada corpo de prova de tração dos aços API 5L X65, L80, P110 e ABNT 8550 também foram realizadas cinco medições de dureza Vickers (HV10).

3.3 Procedimentos Utilizados nos Ensaio para Detecção da Fragilização por Hidrogênio em Aços via Macroindentação Instrumentada

Este item apresenta os procedimentos experimentais referentes aos ensaios destinados a avaliar a possibilidade de detecção da fragilização por hidrogênio em aços via macroindentação instrumentada. Para isso, ensaios de macroindentação instrumentada

foram realizados em amostras do aço ABNT 8550, temperado e revenido, antes e após a exposição ao gás hidrogênio (H_2) em alta pressão (condições “não hidrogenada” e “hidrogenada”, respectivamente). O objetivo foi verificar se a hidrogenação, com consequente possível fragilização do aço, provoca alguma alteração nas propriedades mecânicas de tração que seja passível de identificação através de ensaios de macroindentação instrumentada.

A fragilização por hidrogênio é um fenômeno complexo, cujos mecanismos e consequências para as propriedades mecânicas dos aços não são totalmente conhecidos e ainda são amplamente estudados. Como o presente trabalho não tem a finalidade de se aprofundar neste tema, sugere-se consultar os trabalhos de Louthan e Caskey (1976), Thompson (1977), Carter e Cornish (2001), Stroe (2006) e Rosado (2011) para mais informações sobre questões relacionadas à fragilização por hidrogênio em aços.

3.3.1 Seleção do Material

Nesta etapa do trabalho foram utilizadas amostras do aço ABNT 8550, temperado e revenido, conforme tratamento térmico descrito no item 3.2.1. As justificativas para a escolha deste material estão listadas a seguir:

- O aço ABNT 8550, temperado e revenido, foi usado na análise descrita no item 3.2 (ensaios de tração). Assim, economizou-se tempo e dinheiro utilizando o mesmo aço em duas análises distintas. Além disso, como foram realizados ensaios de tração em corpos de prova deste aço, as propriedades mecânicas são conhecidas e, portanto, podem ser utilizadas como referência para se avaliar a condição “não hidrogenada”;
- O aço ABNT 8550, temperado e revenido, apresenta uma microestrutura martensítica. De acordo com estudos realizados por Parvathavarthini *et al.*¹⁰ (*apud* ROSADO, 2011) sobre a permeação do hidrogênio em aços ASTM 2,25Cr-1Mo, a microestrutura martensítica apresenta maior solubilidade para este elemento em comparação com outras microestruturas estudadas no presente trabalho, pois possui alta densidade de discordâncias, as quais atuam como eficientes aprisionadores de hidrogênio. Ainda, a martensita em ripas possui grande área de contorno (entre ripas), resultando em um grande número de sítios aprisionadores, e por isso

¹⁰ PARVATHAVARTHINI, N. *et al.* **Studies on Hydrogen Permeability of 2,25%Cr-1%Mo Ferritic Steel: Correlation with Microstructure.** *Journal of Nuclear Materials*, 288, p. 187-196, 2001.

apresenta características físicas energeticamente favoráveis ao aprisionamento reversível do hidrogênio atômico (ROSADO, 2011);

- Conforme encontrado na literatura (FERREIRA, 2010), o aço ABNT 8550, temperado e revenido, possui elevada resistência. Rosado (2011) destaca que a fragilização por hidrogênio é especialmente preocupante em aços de alta resistência ($\sigma_{YS} > 600$ MPa);
- Os teores de elementos de liga presentes no aço ABNT 8550, cujas faixas são indicadas na Tab. 3.7, conferem-lhe alta temperabilidade e, conseqüentemente, facilita a obtenção de microestrutura totalmente martensítica e homogênea.

Tabela 3.7 – Composição química (% em peso) do aço ABNT 8550 (FERREIRA, 2010).

C	S	P	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Al
0,300 a 0,370	< 0,035	< 0,025	0,400 a 0,700	< 0,400	1,500 a 1,800	0,850 a 1,150	0,150 a 0,250	0,800 a 1,200

Seis amostras do aço ABNT 8550, com dimensões de 25,4 mm de diâmetro e 9,4 mm de espessura, foram usinadas a partir da barra correspondente ao lote 1, após o tratamento térmico de têmpera e revenimento. Estas dimensões são compatíveis com as dimensões da câmara de hidrogenação.

3.3.2 Hidrogenação das Amostras com Gás Hidrogênio em Alta Pressão

As amostras circulares do aço ABNT 8550 foram posicionadas no interior de uma câmara (Fig. 3.17) especialmente projetada para permitir a realização de ensaios de macroindentação em amostras submetidas à exposição ao gás hidrogênio (H_2) pressurizado.

A câmara, desenvolvida pela empresa ATC[®] (Advanced Technology Corporation), foi usada por Haggag (2009a) para investigar a alteração nas propriedades mecânicas de aços Gr. B, X52, X70 e X80 em função do tempo de hidrogenação (exposição ao gás hidrogênio pressurizado). A câmara permite a hidrogenação simultânea de seis amostras e a pressão máxima de trabalho é de 68,95 MPa (10000 psi). Apenas uma das faces de cada amostra fica em contato direto com o gás hidrogênio pressurizado, enquanto a outra face, exposta às condições atmosféricas, é usada na realização dos ensaios de macroindentação

instrumentada. Portanto, existe um gradiente de concentração de hidrogênio, maior na face inferior da amostra, que fica em contato direto com o gás hidrogênio, e menor na face superior, na qual são realizados os ensaios de macroindentação instrumentada. Segundo Haggag (2009a), essa condição é mais apropriada para simular a situação que ocorre em tubulações/dutos, uma vez que, diferentemente de ensaios nos quais a amostra fica completamente imersa em um ambiente com hidrogênio, em tubos de escoamento o meio com hidrogênio fica em contato apenas com a parede interna, enquanto que os ensaios de macroindentação instrumentada *in situ* são realizados na parede externa, já que a parede interna é inacessível.

A câmara é equipada com um manômetro, para monitoramento da pressão interna, e com uma válvula para alívio da pressão, conforme mostrado na Fig. 3.17. Uma vez que o volume de gás hidrogênio no interior da câmara é pequeno (36000 mm^3), o alívio da pressão pode ser realizado diretamente para a atmosfera, sem qualquer risco de acidente. Apesar disso, toda a infraestrutura usada na hidrogenação das amostras foi mantida em uma sala isolada, com acesso restrito e ventilação para o meio externo.

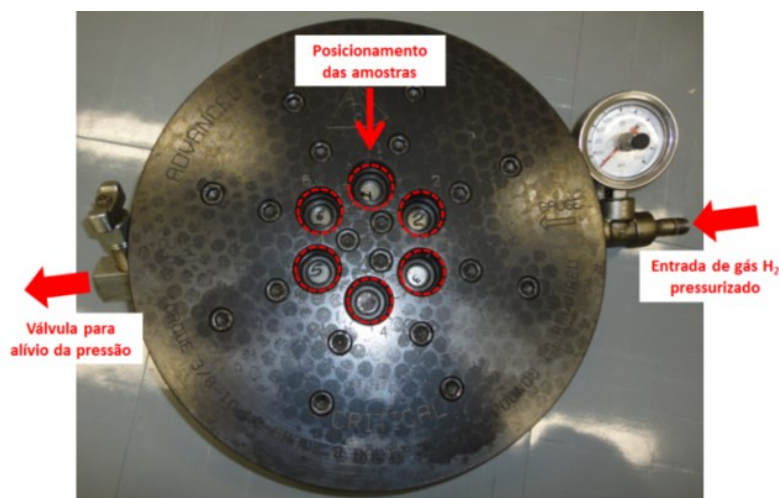


Figura 3.17 – Câmara para realização de ensaios de macroindentação instrumentada em amostras hidrogenadas. O contato do gás H₂ pressurizado com as amostras ocorre nas faces inferiores e as indentações são realizadas nas faces superiores (mostradas na foto).

Um sistema composto por um cilindro com gás hidrogênio, com pressão de 13,79 MPa (2000 psi) e pureza de 99,999%, uma válvula reguladora de pressão, dotada de manômetros na entrada e na saída, e uma tubulação de aço inoxidável austenítico, com

diâmetro interno de 1/8", foi usado para abastecimento da câmara com gás hidrogênio (Fig. 18a).

As seis amostras do aço ABNT 8550, temperado e revenido, tiveram as duas faces retificadas e as superfícies foram lixadas e polidas (pasta de diamante com granulometrias médias de 9, 6, 3 e 1 μm , seguido de polimento com sílica coloidal) antes da colocação na câmara. Essa qualidade no acabamento superficial das amostras não é uma exigência relacionada aos ensaios de macroindentação instrumentada, e sim à necessidade de garantir a vedação entre amostras e câmara para manutenção da pressão.

Antes do início da hidrogenação das amostras, a câmara foi pressurizada com gás hidrogênio e aliviada logo em sequência, repetindo-se esse procedimento três vezes, visando remover o ar do interior da câmara, já que a infraestrutura de ensaio não conta com um sistema de purga com N_2 .

Para hidrogenação das amostras, a pressão no interior da câmara foi mantida em 13,79 MPa (2000 psi), durante 480 horas (20 dias). A pressão interna foi monitorada através dos manômetros posicionados na entrada da câmara e na saída da válvula reguladora de pressão, com inspeção a cada 24 horas. Sempre que uma redução da pressão interna próxima a 0,35 MPa (50 psi) era verificada, efetuava-se a repressurização da câmara. Além disso, todo o volume de gás hidrogênio no interior da câmara foi renovado a cada 72 horas. O procedimento de despressurização e repressurização da câmara leva poucos segundos.

A pressão de 13,79 MPa (2000 psi), a máxima possível de se conseguir com o sistema utilizado, foi a mesma utilizada por Haggag (2009a).

Mais informações sobre a fragilização por hidrogênio de aços decorrente da exposição ao gás H_2 em alta pressão, incluindo os efeitos da temperatura, pressão e pureza do gás, podem ser obtidas consultando os trabalhos de Louthan e Swanson (1985), Lee *et al.* (2011), Barthélémy (2011) e Zheng *et al.* (2012).

3.3.3 Planejamento Experimental

O equipamento *PropInSitu 2* foi adaptado para ser acoplado à câmara de hidrogenação (Fig. 18b). Basicamente, foram projetadas e construídas: (1) uma estrutura com bases magnéticas, para fixação do equipamento à parte superior da câmara; (2) uma extensão em alumínio para o eixo principal do equipamento, no qual é montado o porta-penetrador, para permitir o contato entre o penetrador e as amostras e, consequentemente,

a realização dos ensaios de macroindentação instrumentada, já que as faces superiores das amostras não ficam faceadas com a placa superior da câmara; e (3) um adaptador cilíndrico responsável por permitir o contato do LVDT com a parte superior da câmara, uma vez que, devido à reduzida área da face superior das amostras que é acessível, esta não pode ser utilizada como referência para a medição da profundidade de penetração pelo LVDT. A Figura 3.18 mostra toda a infraestrutura para realização dos ensaios de macroindentação nas amostras hidrogenadas, incluindo o posicionamento do *PropInSitu 2* sobre a câmara de hidrogenação, o qual é detalhado no desenho técnico apresentado no Apêndice II.

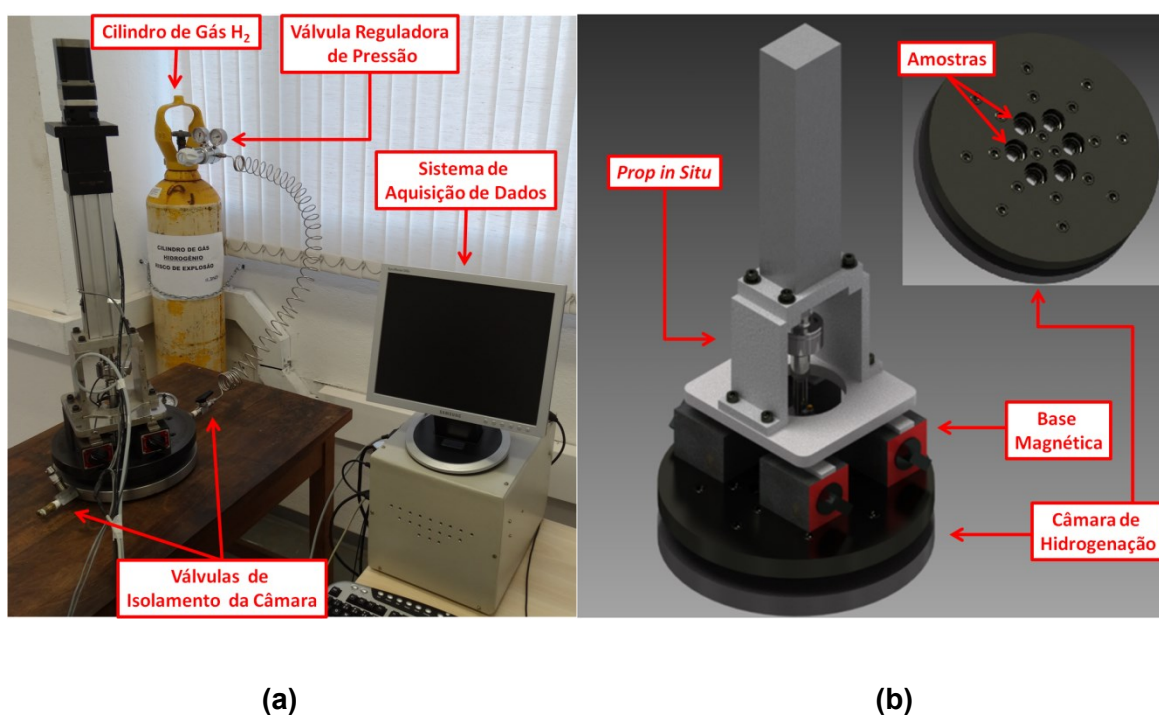


Figura 3.18 – (a) Infraestrutura para realização dos ensaios de macroindentação instrumentada em amostras hidrogenadas. (b) Adaptação e posicionamento do *PropInSitu 2* sobre a câmara de hidrogenação.

Cada uma das seis amostras do aço ABNT 8550 foi submetida a dois ensaios de macroindentação instrumentada: um na condição “não hidrogenada” e outro na condição “hidrogenada”, este último realizado após a manutenção da pressão na câmara por 20 dias.

Para execução dos ensaios na situação “não hidrogenada”, as seis amostras foram posicionadas na câmara e imediatamente antes do início do ensaio a mesma foi pressurizada (2000 psi), mantendo-se a pressão durante todo o ensaio. Esse procedimento

foi adotado com o intuito de reproduzir as mesmas condições de ensaio da situação “hidrogenada”, na qual os ensaios também foram realizados com a câmara pressurizada. A realização de ensaios com a câmara despressurizada não é recomendada, pois nesta situação o aumento da força durante o ensaio pode provocar a compressão dos anéis de vedação elastoméricos (ver Apêndice II), alterando totalmente a curva “força *versus* deslocamento” em decorrência da grande complacência que o sistema passa a ter. Como o ensaio de macroindentação instrumentada é rápido (poucos minutos), não houve tempo suficiente para ocorrer difusão significativa de hidrogênio ao longo da espessura das amostras durante a pressurização da câmara para os ensaios na situação “não hidrogenada”. Além disso, a câmara permaneceu despressurizada nos intervalos entre ensaios em amostras diferentes.

Após o término dos ensaios na situação “não hidrogenada”, as faces das amostras foram invertidas, ou seja, as faces nas quais os ensaios na condição “não hidrogenada” tinham sido realizados foram posicionadas para baixo. O ideal seria fazer os ensaios nas condições “não hidrogenada” e “hidrogenada” na mesma face, o que foi impossível devido à pequena área da face superior da amostra que fica exposta e disponível para realização dos ensaios de macroindentação. A câmara foi pressurizada, após a inversão das faces, para execução dos ensaios na condição “hidrogenada”.

Os ensaios de macroindentação foram realizados com o penetrador esférico de 1,5 mm de diâmetro (WC-Co) e força máxima de 1200 N. Como foram utilizados os mesmos parâmetros e condições de ensaio descritos no item 3.2, para o aço ABNT 8550, foi possível efetuar a comparação entre propriedades mecânicas determinadas nas condições: (1) “não hidrogenada”, a partir dos ensaios realizados com o *PropInSitu 2* na bancada (descrita no item 3.2.3); (2) “não hidrogenada”, a partir dos ensaios com o *PropInSitu 2* posicionado sobre a câmara; (3) “hidrogenada” (também com o *PropInSitu 2* posicionado sobre a câmara); (4) além da comparação com as propriedades mecânicas determinadas nos ensaios de tração, que correspondem à condição “não hidrogenada”.