



METODOLOGIA EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DE CURVAS J-R DE  
AÇOS API X65 EM MEIO ÁCIDO

Camila Finamore Gomes de Almeida

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Rio de Janeiro

Fevereiro de 2018

METODOLOGIA EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DE CURVAS J-R DE  
AÇOS API X65 EM MEIO ÁCIDO

Camila Finamore Gomes de Almeida

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA  
DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS  
NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS EM  
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

---

Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.

---

Prof.<sup>a</sup> Adriana da Cunha Rocha, D.Sc.

---

Prof. Juan Elias Perez Ipiña, D.Sc.

---

Dr. Eduardo Hippert Júnior, D.Sc.

---

Dr. Mourad Chekchaki, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL  
FEVEREIRO DE 2018

Almeida, Camila Finamore Gomes de

Metodologia Experimental para Determinação de Curvas *J-R* de Aços API X65 em Meio Ácido/ Camila Finamore Gomes de Almeida. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2018.

XXII, 113 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 106-112.

1. Curvas *J-R*. 2. Meio Ácido. 3. Crescimento Subcrítico de Trinca. I. Castrodeza, Enrique Mariano. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

*À memória da minha querida e amada  
Vó Lourdes, por todo amor, sabedoria  
e exemplo de vida.*

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela minha vida e por me permitir concluir mais um importante desafio.

Ao meu querido e amado esposo Marcus, por todo amor, companheirismo, incentivo e compreensão durante o doutorado e sempre.

Aos meus pais, pela minha criação e formação dos meus princípios e valores. À minha amada mãe, em especial, pelo seu amor incondicional, pela confiança, incentivo e torcida em todos os momentos de minha vida. Ao meu irmão Renan e a minha cunhada Gisele, pelas palavras de conforto e incentivo sempre. Aos meus sobrinhos Pedro Daniel.

A toda minha família, por todo incentivo e torcida.

Ao meu orientador e amigo Prof. Enrique Castrodeza, pelo convite para voltar à universidade e cursar o doutorado, pela confiança, pela paciência, pela orientação e dedicação durante o doutorado.

Ao Prof. Juan E. Perez Ipiña, por toda a contribuição e discussões técnicas, que colaboraram muito para o meu aprendizado e amadurecimento desta tese.

Aos amigos e colegas do Laboratório de Mecânica da Fratura: Pablo Melcher, Leandro Morani, João Menezes, Egon Delgado, Bruna Brito, Isabella Horta, Caroline Slikta, Teresa Di Giovanni e Douglas Gama, pelo apoio, discussões técnicas, companheirismo e amizade em todos os momentos.

À equipe do Laboratório de H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> e Corrosividade (LaH<sub>2</sub>S), do INT, em especial ao Dr. Mourad Chekchaki e Dr. Javier Velasco, pelo suporte nos ensaios e todas as discussões técnicas que contribuíram muito para o desenvolvimento desta Tese.

Às amigas Nívea e Marianna, pelas palavras amigas, torcida e apoio sempre.

À Prof.<sup>a</sup> Gabriela Pereira, por todo suporte, apoio e incentivo na fase final desta Tese, que foram imprescindíveis para que eu me mantivesse firme e calma na conclusão deste trabalho.

Ao Prof. Luiz Henrique de Almeida, pelo apoio e contribuição na fase final desta Tese.

Ao Prof. Fernando Luiz Bastian (*in memoriam*), meu agradecimento especial pelos ensinamentos inestimáveis desde a graduação, pela orientação no mestrado, e pelo incentivo, apoio e torcida no doutorado.

Ao Prof. Ericksson Rocha e Almendra, pela torcida e incentivo sempre.

Ao Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela contribuição à minha formação e pelo apoio à realização desta pesquisa.

Ao CNPq pelo apoio financeiro durante o desenvolvimento desta Tese.

Resumo da Tese apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Doutor em Ciências (D.Sc.)

METODOLOGIA EXPERIMENTAL PARA DETERMINAÇÃO DE CURVAS *J-R* DE  
AÇOS API X65 EM MEIO ÁCIDO

Camila Finamore Gomes de Almeida

Fevereiro/2018

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Um dos principais desafios para ensaios de mecânica da fratura em meio ácido está no desenvolvimento de metodologias que reduzam a necessidade de instrumentação bem como na determinação dos parâmetros de teste que permitam reduzir o tempo de ensaio. Com o objetivo de desenvolver uma metodologia experimental para avaliação de curvas *J-R* de aços API X65 em ambientes agressivos, a influência de alguns parâmetros de teste foi analisada, como revestimento, orientação do corpo de prova e taxas de deslocamento. Durante os testes a diferentes taxas de deslocamento, verificou-se a existência de crescimento subcrítico de trinca para taxas muito lentas, o que foi corroborado com os grandes valores de extensão de trinca obtidos após análise na superfície de fratura dos corpos de prova. Além disso, acima de determinadas taxas, foi observada a presença de um tempo de incubação antes do início do crescimento subcrítico, indicando a possibilidade de separação dos mecanismos de crescimento de trinca estável e subcrítico, permitindo obter curvas *J-R* sem influência do crescimento subcrítico. Com base nos resultados obtidos neste trabalho, foi proposta uma metodologia experimental para a determinação de curvas de resistência *J-R* de aços API em meio ácido.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

EXPERIMENTAL METHODOLOGY FOR *J*-R CURVES DETERMINATION OF X65  
API STEELS IN SOUR ENVIRONMENT

Camila Finamore Gomes de Almeida

February/2018

Advisor: Enrique Mariano Castrodeza

Department: Metallurgical and Materials Engineering

One of main challenges for fracture mechanics testing in sour environment is related to the methodology development that reduces instrumentation needs as well defines test parameters to minimize test duration. In this work, with the aim to develop an experimental methodology for *J*-R curves of API steels in aggressive environments, the influence of some test parameters was analyzed for testing in sour environment. During tests with different displacement rates, subcritical crack growth was verified at low displacement rates, which was also corroborated by large crack extensions observed in the fracture surfaces. Above a certain displacement rate, incubation time prior to subcritical crack growth was observed, which indicates that stable and subcritical crack growth mechanisms can be dissociated, allowing the *J*-R curves evaluation without contribution of subcritical crack growth mechanism. Thus, in this work an experimental procedure for *J*-R curves determination of carbon steels in aggressive environments, without subcritical crack growth contribution, is being proposed.

# SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>x</b>
<b>LISTA DE TABELAS</b>	<b>xvii</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b>	<b>xviii</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS</b>	<b>xx</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>4</b>
<b>2.1 Aços API</b>	<b>4</b>
<b>2.2 Trincamento assistido pelo meio</b>	<b>4</b>
2.2.1 Modos de trincamento assistido pelo meio	5
2.2.2 Mecanismos de propagação de trincas por corrosão sob tensão	9
2.2.3 Mecanismos de propagação da trinca por fragilização por hidrogênio	11
2.2.4 Influência do meio agressivo	11
<b>2.3 Conceitos básicos da Mecânica da Fratura</b>	<b>13</b>
2.3.1 Modos básicos de fratura	13
2.3.2 Mecânica da Fratura Linear-Elástica	14
2.3.3 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica	17
2.3.4 Curvas de Resistência ao Crescimento de Trincas	21
<b>2.4 Metodologias de Mecânica da Fratura aplicadas em ambientes agressivos</b>	<b>36</b>
2.4.1 Abordagem da Mecânica da Fratura Linear-Elástica aplicada ao EAC	36
2.4.2 Abordagem da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica no EAC	45
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>48</b>
<b>3.1 Meio ácido</b>	<b>48</b>
<b>3.2 Material</b>	<b>49</b>
3.2.1 Propriedades mecânicas em tração	50
3.2.2 Ensaio de baixa taxa de deformação (BTD)	50
3.2.3 Ensaio em geometria DCB	51



<b>3.3</b>	<b>Testes de fratura em meio ácido</b>	<b>52</b>
3.3.1	Geometria dos corpos de prova	52
3.3.2	Avaliação do crescimento da trinca	53
3.3.3	Parâmetros de teste	57
3.3.4	Procedimento de ensaio no meio corrosivo	60
3.3.5	Obtenção das curvas J-R	62
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>64</b>
<b>4.1</b>	<b>Caracterização do Material</b>	<b>64</b>
4.1.1	Propriedades mecânicas em tração	64
4.1.2	Ensaio de BTD	64
4.1.3	Ensaio em geometria DCB	66
<b>4.2</b>	<b>Ajuste da técnica de queda de potencial elétrico</b>	<b>68</b>
4.2.1	Influência do comportamento elasto-plástico do material	68
4.2.2	Influência do meio corrosivo	72
4.2.3	Influência da intensidade de corrente	74
<b>4.3</b>	<b>Ensaio de fratura em meio ácido</b>	<b>75</b>
4.3.1	Avaliação da influência dos parâmetros envolvidos no teste	75
4.3.2	Definição dos parâmetros de teste	89
4.3.3	Avaliação da presença de crescimento subcrítico de trinca	90
<b>4.4</b>	<b>Adaptação da metodologia normatizada ao ar para avaliação de curvas J-R de aços em meio ácido</b>	<b>102</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>103</b>
<b>6</b>	<b>TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>105</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>106</b>
	<b>ANEXO</b>	<b>113</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Representação esquemática da combinação dos fatores que causam o trincamento assistido pelo meio.	5
Figura 2 –	Ilustração simplificada do processo de reação anódica de corrosão sob tensão na ponta de uma trinca. Adaptado de [9].	7
Figura 3 –	Diagrama de polarização, indicando as regiões de susceptibilidade à corrosão sob tensão. Adaptado de [7,9].	7
Figura 4 –	Esquema do mecanismo de dissolução anódica. Adaptado de [11].	9
Figura 5 –	Diagrama esquemático do mecanismo de adsorção na ponta da trinca. Adaptado de [11].	10
Figura 6 –	Diagrama esquemático do mecanismo de mobilidade atômica superficial. Adaptado de [11].	10
Figura 7 –	Regiões de severidade do ambiente agressivo, em função da pressão parcial de $H_2S$ e do pH, conforme a norma NACE MR0175 [12]. Adaptado de [12].	12
Figura 8 –	Modos de carregamento aplicáveis à trinca. Adaptado de [16].	14
Figura 9 –	Coordenadas a partir da ponta da trinca. Adaptado de [16].	15
Figura 10 –	Representação gráfica da variação da tensão em função da distância da ponta da trinca. Adaptado de [9].	17
Figura 11 –	Limites de aplicabilidade dos conceitos de MFLE e MFEP para descrever o comportamento em fratura. Adaptado de [16].	17
Figura 12 –	Caminho de integração arbitrário ao redor da ponta da trinca. Adaptado de [9].	18
Figura 13 –	Taxa de liberação de energia não-linear. Adaptada de [9].	19
Figura 14 –	Registros carga-deslocamento para (a) material em regime elástico não-linear e (b) material em regime elasto-plástico. Adaptado de [16].	20
Figura 15 –	Representação esquemática do diagrama de curva de resistência e força motriz para curvas de resistência (a) independente do comprimento da trinca e (b) crescente com o comprimento da trinca. Adaptada de [9].	23

Figura 16 – Curva J-R típica de material metálico, mostrando as etapas associadas ao crescimento da trinca no regime elasto-plástico. Adaptada de [9].	23
Figura 17 – Curva J-R, mostrando o ponto de instabilidade e comparando os comportamentos em controle de carga (P) e controle de deslocamento (V). Adaptada de [9].	24
Figura 18 – Área sob o diagrama P-V. Adaptada de [17].	25
Figura 19 – Gráfico P vs. CMOD típico de um teste de descargas parciais. Adaptado de [9].	26
Figura 20 – Representação esquemática do princípio da técnica de queda de potencial. Adaptado de [9,19].	27
Figura 21 – Registros <i>P-V</i> (a) e <i>DCPD-V</i> (b) mostrando o ponto utilizado como início do crescimento estável da trinca. Adaptado de [22].	30
Figura 22 – Registros <i>P-DCPD</i> , mostrando a linha de base usada para determinação do valor de $\phi_0$ a ser usado na equação de Johnson (Eq. 21). Adaptado de [18].	30
Figura 23 – Curva carga normalizada versus deslocamento plástico normalizado para um determinado material. Adaptado de [17].	32
Figura 24 – Instrumentação com extensômetros da face oposta em corpos de prova (a) de flexão em quatro pontos e (b) C(T). Adaptado de [36,37].	32
Figura 25 – Relação entre o comprimento da trinca e os valores de deformação medidos pelos extensômetros da face oposta. Adaptada de [36].	33
Figura 26 – Representação esquemática do posicionamento do extensômetro duplo de face. Adaptado de [39].	34
Figura 27 – Proposta de reposicionamento do segundo clip-gage, para melhorar a sensibilidade da técnica. Adaptado de [39].	35
Figura 28 – Registros de carga e abertura dos extensômetros e correspondência com a posição de CR. Adaptado de [39].	35
Figura 29 – Comportamento típico do crescimento da trinca em ambiente agressivo em condições de carregamento estático. Adaptado de [9].	36
Figura 30 – Teste em carga constante em corpo de prova de flexão em viga em balanço. Adaptado de [9,41].	38

Figura 31 – Curva TTF de corpos de prova de uma liga de titânio Ti-6Al-4V testados a carga constante. Adaptado de [16].	38
Figura 32 – Tempo de incubação e tempo de falha em função do valor de $K_{II}$ aplicado. Adaptado de [16].	39
Figura 33 – Propagação da trinca em ambiente agressivo, a partir de teste em carga constante. Adaptado de [9].	39
Figura 34 – Tempo até a falha versus $K_I$ aplicado, em teste em carga constante em corpo de prova de aço baixa liga de ultra alta resistência. Adaptado de [42].	40
Figura 35 – Montagem do ensaio em deslocamento constante. Adaptado de [9,41].	41
Figura 36 – Gráfico $K_{II}$ versus $K_{ISSC}$ . Adaptado de [43].	41
Figura 37 – Representação esquemática do comportamento de ensaios sob controle de $K$ . Adaptado de [16].	43
Figura 38 – Efeito da taxa de carregamento no valor de $K$ limiar em (a) ambiente contendo hidrogênio gasoso e (b) ambiente contendo $H_2S$ . Adaptado de [46].	44
Figura 39 – Curvas carga vs. deslocamento para ensaios com carga crescente ao ar e em ambiente agressivo, para aço AISI 4340 ( $\sigma_{LE} = 1240$ MPa). Adaptada de [46].	44
Figura 40 – Curvas $J$ - $R$ obtidas para aço baixa liga estrutural, ao ar e em água do mar sintética sob proteção catódica. Adaptado de [40].	46
Figura 41 – Curvas $J$ - $R$ obtidas para aço baixa liga estrutural, ao ar e em água do mar sintética sob proteção catódica. Adaptado de [28].	46
Figura 42 – Curvas $J$ - $R$ de aços C-Mn obtidas ao ar. Adaptado de [48].	47
Figura 43 – Curvas $J$ - $R$ de aços C-Mn obtidas em ambiente ácido. Adaptado de [48].	47
Figura 44 – Gráfico das regiões de severidade do ambiente agressivo (NACE MR0175 [12]), indicando a região do meio ácido utilizado neste trabalho. Adaptado de [12].	48
Figura 45 – Metalografia da seção transversal do tubo, mostrando uma microestrutura predominantemente de ferrita.	50

Figura 46 –	Corpos de prova em geometria DCB.	51
Figura 47 –	Corpo de prova DCB com a cunha posicionada para produzir o deslocamento constante.	51
Figura 48 –	Representação esquemática do corpo de prova SE(B).	53
Figura 49 –	Representação esquemática da direção de retirada dos corpos de prova a partir do tubo.	53
Figura 50 –	Representação do corpo de prova com entalhe embotado.	54
Figura 51 –	Registro típico $P$ -DCPD em um teste ( $a$ representa a linha de base). Adaptado de [30].	56
Figura 52 –	Representação esquemática do posicionamento dos eletrodos para aplicação da corrente e para medição da queda de potencial no corpo de prova.	57
Figura 53 –	(a) Sistema de teste mostrando o corpo de prova imerso na solução, no início do carregamento monotônico. (b) Detalhe do corpo de prova posicionado no dispositivo de flexão em três pontos na célula de teste.	61
Figura 54 –	Definição das linhas de construção e exclusão, dos pontos qualificados e do valor de $J_Q$ . Adaptado de [16].	63
Figura 55 –	Registros $P$ - $V$ dos corpos de prova BTD testados ao ar (A) e no meio ácido (S).	65
Figura 56 –	Superfície de fratura dos corpos de prova BTD1-S (a), BTD2-A (b) e BTD3-S (c).	66
Figura 57 –	Superfície de fratura dos corpos de prova DCB (E – entalhe; PT – pré-trinca de fadiga, CT – crescimento da trinca, FF – fratura frágil em nitrogênio líquido).	67
Figura 58 –	Registros $K_{II}$ vs. $K_{ISSC}$ dos corpos de prova testados.	68
Figura 59 –	Registros $P$ - $V$ dos CPs com entalhe embotado e diferentes razões $a_0/W$ .	69
Figura 60 –	Registros $P$ - $V$ do CP com entalhe embotado e $a_0/W = 0,5$ , mostrando as regiões de comportamento elasto-plástico.	69
Figura 61 –	Registros DCPD- $V$ dos CPs com entalhe embotado e diferentes razões $a_0/W$ .	70

- Figura 62 – Plano central dos ligamentos remanescentes dos corpos de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$  (a) e  $0,7$  (b). 71
- Figura 63 – Registro DCPD-V do corpo de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$ , mostrando as regiões de comportamentos elástico e plástico e o fator de plasticidade. 72
- Figura 64 – Registros  $P-V$  dos corpos de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,6$  testados ao ar e no meio corrosivo. 73
- Figura 65 – Superfície de fratura do corpo de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,6$ ) após o teste no meio ácido. Taxa de deslocamento nominal de  $4 \times 10^{-5}$  mm/s. 73
- Figura 66 – Registros DCPD-V dos corpos de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,6$ ) testados ao ar e no meio corrosivo. 74
- Figura 67 – Registros DCPD-V dos corpos de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,5$ ) testados ao ar com alternância entre duas intensidades de corrente (8 A e 18 A). Em (a), registros originais, e em (b), registros após correção por plasticidade. 75
- Figura 68 – Registros  $P-V$  dos corpos de prova com entalhes laterais (CP1) e sem entalhes laterais (CP2). Os demais parâmetros foram os mesmos para ambos os CPs (orientação L-C, com revestimento, 24 h de encharque e taxa de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s). 77
- Figura 69 – Fractografia dos corpos de prova com entalhes laterais CP1 (a) e sem entalhes laterais CP2 (b). 77
- Figura 70 – Corpo de prova com revestimento polimérico, mostrando a região do entalhe que será exposta ao meio agressivo. 78
- Figura 71 – Registros  $P-V$  dos corpos de prova sem revestimento (CP3) e com revestimento (CP4). Demais parâmetros mantidos para ambos os CPs (sem entalhes laterais, orientação L-C, 24 h de encharque e taxa de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s). 79
- Figura 72 – Fractografia do CP3-SR (a) e do CP4-CR (b). 79
- Figura 73 – Registros DCPD-V (a) e  $a-t$  (b) do CP3-SR e do CP4-CR. 80
- Figura 74 – Pares  $J-\Delta a$ , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova sem (CP3) e com revestimento (CP4). 81

Figura 75 – Registros <i>P-V</i> dos corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6). Demais parâmetros mantidos (sem entalhes laterais, sem revestimento, 24 h de encharque e taxa de $1 \times 10^{-5}$ mm/s).	82
Figura 76 – Fractografia dos corpos de prova L-C, CP3 (a), e C-L, CP6 (b).	82
Figura 77 – Registros DCPD vs. <i>V</i> (a) e <i>a-t</i> (b) dos corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6).	83
Figura 78 – Pares <i>J-Δa</i> , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6).	83
Figura 79 – Registros <i>P-V</i> dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7). Os demais parâmetros mantidos para ambos os CPs (sem entalhes laterais, sem revestimento, C-L e taxa de $1 \times 10^{-5}$ mm/s).	84
Figura 80 – Fractografia dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h, CP6 (a) e 48 h, CP7 (b).	85
Figura 81 – Registros DCPD vs. <i>V</i> (a) e <i>a-t</i> (b) dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7).	85
Figura 82 – Pares <i>J-Δa</i> , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7).	86
Figura 83 – Registros <i>P-V</i> dos corpos de prova para três taxas de deslocamento testadas: $1 \times 10^{-5}$ mm/s (CP4), $4 \times 10^{-5}$ mm/s (CP5) e $8 \times 10^{-5}$ mm/s (CP2). Demais parâmetros: sem entalhe, com revestimento, orientação L-C e 24 h de encharque.	87
Figura 84 – Fractografia dos corpos de prova com taxas de deslocamento de $1 \times 10^{-5}$ mm/s – CP4 (a), $4 \times 10^{-5}$ mm/s – CP5 (b) e $8 \times 10^{-5}$ mm/s – CP2 (c).	88
Figura 85 – Registros DCPD vs. <i>V</i> (a) e <i>a vs. t</i> (b) dos corpos de prova para as três taxas de deslocamento testadas: $1 \times 10^{-5}$ mm/s (CP4), $4 \times 10^{-5}$ mm/s (CP5) e $8 \times 10^{-5}$ mm/s (CP2).	88
Figura 86 – Pares <i>J-Δa</i> , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova nas três taxas de deslocamento testadas: $1 \times 10^{-5}$ mm/s (CP4), $4 \times 10^{-5}$ mm/s (CP5) e $8 \times 10^{-5}$ mm/s (CP2).	89

Figura 87 – Registros $P-V$ dos corpos de prova testados a diferentes taxas de deslocamento, incluindo um corpo de prova testado ao ar.	92
Figura 88 – Registro típico DCPD- $t$ de um corpo de prova testado no ambiente agressivo usado neste trabalho.	93
Figura 89 – Registros $P-t$ e $a-t$ para o corpo de prova MB-S-001.	94
Figura 90 – Registros $P-t$ e $a-t$ para o corpo de prova MB-S-008.	95
Figura 91 – Registros $P-t$ e $a-t$ para o corpo de prova MB-S-028.	95
Figura 92 – Registros $P-t$ e $a-t$ para o corpo de prova MB-S-056.	96
Figura 93 – Perfil de carga vs. tempo para definição da carga de iniciação de trinca. Adaptado de [67]	96
Figura 94 – Superfícies de fratura dos corpos de prova: (a) MB-S-001 e (b) MB-S-008. (PT – pré-trinca de fadiga, CE – crescimento estável, CS – crescimento subcrítico)	98
Figura 95 – Superfícies de fratura dos corpos de prova: (a) MB-S-028 e (b) MB-S-056. (PT – pré-trinca de fadiga, CE – crescimento estável, CS – crescimento subcrítico)	99
Figura 96 – Análise em MEV da superfície de fratura do corpo de prova MB-S-008, indicando as supostas regiões de crescimento estável (a) e crescimento subcrítico de trinca (b).	99
Figura 97 – Análise em MEV na seção transversal da superfície da trinca do corpo de prova MB-S-028, mostrando os mecanismos de propagação da trinca nas supostas regiões de crescimento estável (a) e crescimento subcrítico de trinca (b).	100
Figura 98 – Pares $J-\Delta a$ , os pontos qualificados (marcadores cheios) e as curvas ajustadas para os corpos de prova testados.	100



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química do aço X65MS (% máxima em massa).	49
Tabela 2 – Propriedades em tração ao ar do aço X65.	64
Tabela 3 – Medidas de limite de resistência e redução de área das superfícies de fratura dos corpos de prova BTB.	65
Tabela 4 – Parâmetros do teste de DCB.	67
Tabela 5 – Medidas das áreas das superfícies de fratura dos corpos de prova com entalhe embotado.	71
Tabela 6 – Resumo dos ensaios preliminares.	76
Tabela 7 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP3 e CP4.	79
Tabela 8 – Valores de $J_Q$ para os corpos de prova CP3 e CP4.	80
Tabela 9 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP3 e CP6.	81
Tabela 10 – Valores de $J_Q$ para os corpos de prova CP3 e CP6.	83
Tabela 11 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP6 e CP7.	84
Tabela 12 – Valores de $J_Q$ para os corpos de prova CP6 e CP7.	86
Tabela 13 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP2 e CP4 e CP5.	87
Tabela 14 – Valores de $J_Q$ para os corpos de prova CP2, CP4 e CP5.	89
Tabela 15 – Parâmetros de teste dos corpos de prova usados para avaliação do crescimento subcrítico.	91
Tabela 16 – Comprimentos de trinca inicial e final (físico e estimado por DCPD).	94
Tabela 17 – Duração e propagações da trinca dos corpos de prova testados.	97
Tabela 18 – Valores de $J_Q$ para os corpos de prova testados.	101

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AIDE	Emissão de discordâncias induzidas pelo hidrogênio ( <i>Adsorption-Induced Dislocation Emission</i> )
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
API	<i>American Petroleum Institute</i>
ARBL	Alta resistência e baixa liga
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
BL	Linha de embotamento ( <i>Blunting Line</i> )
BS	<i>British Standard</i>
BTD	Baixa taxa de deformação
CF	Corrosão-fadiga
CMOD	Deslocamento da abertura da boca do entalhe ( <i>Crack-Mouth-Opening Displacement</i> )
CP	Corpo de prova
C(T)	Corpo de prova compacto de tração ( <i>Compact Tension</i> )
CTOD	Abertura da ponta da trinca ( <i>Crack-Tip-Opening Displacement</i> )
DCB	Dupla viga em balanço ( <i>Double Cantilever Beam</i> )
DCPD	Queda de potencial por corrente direta ( <i>Direct Current Potential Drop</i> )
EAC	Trincamento induzido pelo meio ( <i>Environmentally Assisted Cracking</i> )
Eq.	Equação
HE	Fragilização por hidrogênio ( <i>Hydrogen Embrittlement</i> )
HEDE	Decoesão assistida por hidrogênio ( <i>Hydrogen-Enhanced Decohesion</i> )
HELP	Plasticidade localizada assistida pelo hidrogênio ( <i>Hydrogen-Enhanced Localised-Plasticity</i> )
HIC	Trincamento induzido pelo hidrogênio ( <i>Hydrogen Induced Cracking</i> )
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LLD	Deslocamento da linha de carga ( <i>Load-Line Displacement</i> )

LME	Fragilização por metal líquido ( <i>Liquid Metal Embrittlement</i> )
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MFEP	Mecânica da Fratura Elasto-Plástica
MFLE	Mecânica da Fratura Linear Elástica
PSL	Nível de especificação de produto ( <i>Product Specification Level</i> )
RA	Redução de área
RRA	Razão de redução de área
SE(B)	Corpo de prova de flexão em três pontos ( <i>Single Edge Bend</i> )
SENT	Corpo de prova de tração com entalhe simples ( <i>Single Edge Notch Tension</i> )
SCC	Corrosão sob tensão ( <i>Stress Corrosion Cracking</i> )
SOHIC	Trincamento induzido por hidrogênio e orientado por tensão ( <i>Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking</i> )
SSC	Corrosão sob tensão na presença de sulfetos ( <i>Sulphide Stress Cracking</i> )
TTF	Tempo até a falha ( <i>Time-to-Failure</i> )
UOE	Processo de fabricação de tubos a partir de chapas, que inclui a prensagem em U e O, soldagem automática interna e externa por arco submerso, e posterior expansão a frio.

## LISTA DE SÍMBOLOS

$a$	Comprimento da trinca
$a_0$	Comprimento inicial de trinca
$a_f$	Comprimento final de trinca
$a_{PD}$	Comprimento final de trinca estimado por DCPD
$A_0$	Área inicial
$A_f$	Área final
$A_{pl}$	Área plástica sob a curva $P-V$
$b$	Ligamento remanescente ( $W-a$ )
$B$	Espessura do corpo de prova
$B_n$	Espessura local do corpo de prova com entalhes laterais
$da/dt$	Taxa de propagação da trinca
$dK_I/dt$	Taxa de carregamento em termos de fator intensidade de tensões
$DCPD_{cor}$	Registros de queda de potencial após correção devido à plasticidade do material
$DCPD_{pl}$	Componente plástica dos registros de queda de potencial
$E$	Módulo de elasticidade
$f_{ij}$	Função adimensional
$G$	Taxa de liberação de energia com a propagação da trinca
$h$	Meia altura do corpo de prova para ensaio DCB
$I$	Corrente elétrica
$J$	Integral $J$
$J_{IC}$	Tenacidade à fratura do material
$J_{EAC}$	Valor de $J$ limiar, devido à influência do ambiente corrosivo
$J_{IEAC}$	Valor de $J$ no ambiente corrosivo, obtido a partir da intersecção da curva de resistência $J-R$ com a reta paralela à linha de embotamento deslocada de 0,2 mm.

$J_Q$	Valor de $J$ candidato a tenacidade à fratura
$K$	Fator de intensidade de tensões
$\dot{K}_I$	Taxa de variação do fator de intensidade de tensão aplicado ( $dK_I/dt$ )
$K_{apl}$	Fator intensidade de tensões aplicado
$K_I$	Fator de intensidade de tensões em modo I de carregamento
$K_{IC}$	Tenacidade à fratura do material
$K_{IEAC}$	Fator de intensidade de tensões limiar, devido à influência do ambiente corrosivo
$K_{II}$	Fator de intensidade de tensões inicial aplicado, em modo I de carregamento
$K_{I_{max}}$	Fator de intensidade de tensões máximo
$K_{ISCC}$	Fator de intensidade de tensões, em modo I de carregamento, obtido pelo ensaio de trincamento por corrosão sob tensão
$K_{ISSC}$	Fator de intensidade de tensões, em modo I de carregamento, obtido pelo ensaio de trincamento sob tensão por sulfetos
$P$	Carga
$P_L$	Carga de <i>lift-off</i> no ensaio de DCB
$P_{th}$	Carga limiar em testes de carregamento incremental para determinação da fragilização por hidrogênio
$r_p$	Raio de rotação plástica
$r$	Coordenada polar na ponta da trinca
$R$	Resistência do material ao crescimento da trinca
$R_e$	Resistência elétrica
$t_f$	Tempo até a falha
$t_{inc}$	Tempo de incubação
$U$	Energia potencial
$V$	Deslocamento da linha de carga
$V_{pl}$	Componente plástica do deslocamento
$\dot{V}$	Taxa de deslocamento

$W$	Largura do corpo de prova
$y$	Metade da distância entre os eletrodos que medem o potencial elétrico
$Y$	Fator de forma, que depende da geometria da estrutura e do defeito
$\gamma_s$	Energia superficial
$\delta$	Deflexão aplicada nos corpos de prova DCB
$\Delta a$	Extensão da trinca (medida fisicamente)
$\Delta a_{PD}$	Extensão da trinca estimada por DCPD no carregamento monotônico
$\Delta a_h$	Extensão da trinca medida fisicamente no carregamento monotônico
$\varepsilon$	Deformação
$\eta$	Constante adimensional, que depende da geometria do corpo de prova
$\rho$	Resistividade elétrica
$\theta$	Coordenada polar com origem na ponta da trinca
$\sigma$	Tensão trativa
$\sigma_{apl}$	Tensão aplicada
$\sigma_{ij}$	Tensor de tensão
$\sigma_{LE}$	Tensão limite de escoamento
$\sigma_R$	Tensão limite de resistência
$\sigma_Y$	Tensão limite de escoamento efetiva, definida por $\frac{\sigma_{LE} + \sigma_R}{2}$
$\phi_0$	Valor de queda de potencial inicial
$\phi$	Valor de queda de potencial medida

# 1 INTRODUÇÃO

Com a descoberta de novos campos para a exploração e produção de petróleo e gás na camada de pré-sal, a demanda por gasodutos e oleodutos com mais resistência mecânica e à corrosão aumentou, tendo em vista a agressividade do ambiente, devido às elevadas pressão e temperatura de operação, bem como a presença de gases, como  $\text{CO}_2$  e  $\text{H}_2\text{S}$ . Novos desafios têm sido impostos para o desenvolvimento de materiais que apresentem elevada resistência mecânica, à corrosão e alta tenacidade à fratura.

A caracterização do comportamento em fratura dos materiais para tubulações que venham a ser utilizadas sob condições ambientais adversas é imprescindível para o controle da integridade dessas estruturas. A utilização de aços C-Mn com resistência mecânica mais elevada tem se mostrado um desafio para os fabricantes de tubos, que devem assegurar que seus produtos estejam qualificados para uso nos ambientes agressivos dos campos de exploração e produção de petróleo e gás, em especial nas camadas do pré-sal. Para isso, uma das avaliações a ser feita é para a determinação da tenacidade à fratura desses aços em ambientes que contêm  $\text{H}_2\text{S}$  e  $\text{CO}_2$ .

A metodologia para a avaliação experimental da tenacidade à fratura desses materiais ao ar já está bem estabelecida e deve ser feita com base em normas vigentes. Já para essa avaliação em meios agressivos ainda não há uma metodologia experimental normatizada que estabeleça os requisitos mínimos que devem ser considerados durante os ensaios de fratura nesses ambientes. Dessa forma, adaptações às normas existentes bem como cuidados adicionais devem ser aplicados. A presença de um ambiente agressivo reduz a resistência do material ao crescimento de trincas, reduzindo o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) necessário para propagar uma trinca sob esforços monotônicos. Dependendo da combinação material-meio existem metodologias normatizadas da Mecânica da Fratura Linear-Elastica (MFLE) para avaliar o fator de intensidade de tensões que provocará o crescimento da trinca em componentes trincados nesses ambientes. De forma análoga ao que aconteceu com os aços estruturais em testes ao ar, com o desenvolvimento de aços ultra-tenazes e a combinação material-meio utilizada os valores limiares para o crescimento de trincas podem estar muito próximos dos limites da MFLE por deformação plástica. Nessa nova realidade, os parâmetros da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica ( $J$  ou CTOD) devem ser utilizados. A avaliação da tenacidade à fratura de aços no regime elasto-plástico deve ser realizada mediante a determinação de curvas de resistência ao crescimento de trinca. E para a obtenção dessas curvas é necessário avaliar com precisão o

comprimento da trinca durante os testes, o que torna o ensaio mais complexo quando realizado em meio ácido pelas limitações de algumas das técnicas mais tradicionais, que requerem a utilização de extensômetros, além da necessidade de sistemas de neutralização e segurança.

Um dos principais desafios, então, para ensaios de mecânica da fratura em meio ácido está no desenvolvimento de metodologias confiáveis que reduzam a instrumentação necessária e o tempo de ensaio para avaliar a tenacidade à fratura dos aços. Com base nisso, o objetivo geral deste trabalho foi adaptar a metodologia experimental normatizada para testes ao ar para permitir a avaliação experimental de curvas de resistência  $J$ - $R$  de aços em meio ácido.

Inicialmente foram testadas algumas metodologias para a determinação do comprimento de trinca ao longo dos testes (método de queda de potencial elétrico, método de normalização e método das descargas parciais), sendo os resultados das mesmas comparados para testes ao ar e no meio específico. A partir desses testes preliminares optou-se pela utilização do método de queda de potencial elétrico, que foi devidamente avaliado em testes ao ar e em meio ácido, atingindo a confiabilidade requerida.

O primeiro objetivo específico deste trabalho foi para a análise dos parâmetros de teste importantes nos ensaios de mecânica da fratura em meio ácido. Após uma análise comparativa, um conjunto de parâmetros que permitissem obter os resultados mais conservadores foi definido. Dentre os parâmetros mais importantes para testes em meios agressivos destaca-se a taxa de aplicação da força motriz para o crescimento da trinca. Assim sendo, o segundo objetivo específico deste trabalho foi a determinação experimental de uma taxa de deslocamento para a qual as curvas  $J$ - $R$  do material no meio específico ficariam independentes da taxa de deslocamento, o que permitiria determinar o valor limiar de integral  $J$  do material ( $J_{EAC}$ ) em um meio específico no menor tempo de ensaio possível. Entretanto, durante os testes para o desenvolvimento do procedimento experimental, verificou-se a existência de crescimento subcrítico de trinca junto com o crescimento estável de trinca para testes a taxas muito lentas, o que foi evidenciado pelos grandes crescimentos de trinca observados nas superfícies de fratura. Após identificada a ocorrência desse mecanismo para baixas taxas de deslocamento, o procedimento experimental foi levemente modificado com o intuito de verificar a existência ou não de crescimento subcrítico de trinca durante o teste. A proposta passou a incluir uma última etapa no teste que consiste em manter o deslocamento constante por um certo período após o término do carregamento monotônico enquanto o comprimento de trinca continua sendo monitorado.



A metodologia experimental proposta foi aplicada em aços API X65, usados em tubulações, e os resultados indicam que é possível detectar a presença ou não do mecanismo de crescimento subcrítico de trinca durante o teste. Dessa forma, para certas taxas de deslocamento nas quais o crescimento subcrítico está ausente, seria possível avaliar experimentalmente a curva de resistência *J-R* e, conseqüentemente, a tenacidade à fratura de aços em ambientes agressivos específicos. Adicionalmente, mediante a metodologia proposta, uma certa taxa de deslocamento crítica pode ser avaliada, a partir da qual apenas o crescimento estável de trinca esteja presente durante os testes.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aços API

Os aços utilizados em tubulações para transporte de óleo, gás e derivados são geralmente aços baixa liga, fabricados para atender aos requisitos das especificações da *American Petroleum Institute* (API). De acordo com a API, a classificação de aços utilizados em tubulações é feita segundo a especificação API 5L, considerando a aplicação, a composição química e a resistência mecânica requeridas no projeto [1]. A identificação do material é feita pela tensão limite de escoamento mínima especificada para cada grau de aço da seguinte forma: o aço API de grau X65 possui 65 ksi (450 MPa) de tensão limite de escoamento mínima.

A norma API 5L [1] estabelece os requisitos mínimos e mandatórios para dois níveis de especificação de produto (PSL 1 e PSL 2), que definem diferentes requisitos técnicos (em termos de composição química, propriedades mecânicas e ensaios não destrutivos) de acordo com a aplicação do componente. O PSL 1 fornece a faixa de graus de A25 a X70, enquanto que o PSL 2 fornece a faixa de graus de B a X80 [1]. Além disso, essa especificação define as condições finais dos tubos, se serão fornecidos como laminado (L), normalizados (N), temperados e revenidos (Q) ou por laminação controlada (M) e se serão para aplicação em serviço na presença de H<sub>2</sub>S gasoso em solução aquosa, quando, então, recebem a designação S.

A tecnologia de exploração e produção na indústria de petróleo e gás tem exigido uma busca constante por materiais com maior resistência mecânica e à corrosão para aplicação em dutos. O uso de aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), em especial os aços C-Mn, permite a fabricação de dutos com parede de menor espessura, devido às características de elevada resistência mecânica e tenacidade, atribuídas ao controle do processo de fabricação termomecânico [2,3]. Os aços ARBL são constituídos por baixos teores de carbono (0,03-0,25%), elementos formadores de solução sólida (como Mn até 2% e Si) e elementos de liga como nióbio, titânio e vanádio, visando uma combinação desejável de resistência mecânica, soldabilidade e tenacidade [4].

### 2.2 Trincamento assistido pelo meio

O trincamento assistido pelo meio (EAC – *Environmentally Assisted Cracking*) é um processo de falha que ocorre no material devido à combinação de três fatores: ambiente agressivo, material susceptível e tensão trativa, que pode ser primária

(originada por carregamento externo) ou secundária (tensões residuais, térmicas etc.) [5], como esquematizado na Figura 1. Nesse processo, a nucleação e/ou propagação de trincas é induzida ou acelerada pela presença do ambiente agressivo; as taxas de corrosão são baixas e as tensões médias que causam o trincamento não atingem o limite de escoamento do material, podendo ser uma fração relativamente pequena do mesmo [6].

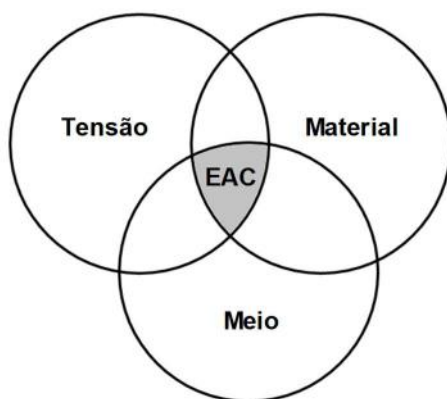


Figura 1 – Representação esquemática da combinação dos fatores que causam o trincamento assistido pelo meio.

### **2.2.1 Modos de trincamento assistido pelo meio**

Dentre seus principais modos de falha estão: a corrosão sob tensão (SCC), a fragilização por hidrogênio (HE – *Hydrogen Embrittlement*), a corrosão-fadiga (CF – *Corrosion-Fatigue*) e a fragilização induzida por metal líquido (LME – *Liquid Metal Embrittlement*). A corrosão sob tensão é um fenômeno no qual a propagação da trinca, que é um processo dependente do tempo, ocorre quando existem as condições eletroquímicas, mecânicas e metalúrgicas necessárias. Já o fenômeno de corrosão-fadiga está relacionado à aplicação de uma carga cíclica, ao invés do carregamento estático da corrosão sob tensão. Na fragilização por hidrogênio a propagação da trinca ocorre quando o hidrogênio é gerado como produto da reação de corrosão. Uma característica comum aos três modos citados é o crescimento subcrítico de trinca, que é um processo dependente do tempo no qual a propagação da trinca pode ocorrer sem acréscimo da força motriz para o crescimento da mesma [7,8], em contraposição aos mecanismos de crescimento estável de trinca, nos quais um aumento da força motriz é sempre requerido. A força motriz para o crescimento da trinca pode ser definida tanto por parâmetros da mecânica da fratura linear-elástica quanto por parâmetros elasto-

plásticos. A fragilização induzida por metal líquido, em geral, não envolve uma reação eletroquímica de corrosão. Nesse caso, a propagação da trinca ocorre quando o metal líquido penetra nos contornos de grão de outro metal em estado sólido.

A seguir serão apresentados sucintamente os principais modos de EAC.

### *2.2.1.1 Corrosão sob Tensão (SCC)*

A corrosão sob tensão ocorre em níveis de tensão relativamente baixos em relação ao limite de escoamento, quando o material é exposto a um ambiente agressivo. Esse fenômeno ocorre devido a uma reação anódica em defeitos pré-existentes, como trincas, porosidades, pites, falta de fusão e outros, que consome o material nessa região levando à propagação da trinca. Esta pode ser transgranular ou intergranular, sendo a direção de propagação da trinca perpendicular à tensão trativa aplicada ao componente em modo I de carregamento [6]. Falhas transgranulares são menos comuns que as intergranulares, entretanto, ambas podem existir no mesmo sistema, ou até uma trinca pode ter início de um modo e se propagar de outro [6]. A Figura 2 ilustra o processo de reação anódica na ponta da trinca, na qual observa-se que a propagação da trinca ocorre porque a taxa de corrosão na sua ponta é maior que a taxa nas faces da trinca, devido ao filme passivo formado que protege essas regiões. A ruptura desse filme ocorre localmente devido às altas tensões na ponta da trinca, levando a exposição dessa região ao eletrólito, e conseqüente propagação da trinca.

A Figura 3 apresenta esquematicamente a curva de polarização anódica, indicando as regiões de susceptibilidade do processo de SCC. Na zona 1, a corrosão sob tensão ocorre na região de transição entre a corrosão ativa e a formação do filme passivo. Já na zona 2, que se refere à faixa de potencial de formação de pites, o processo de SCC pode se iniciar a partir dos pites [6,7,9]. É importante destacar que fatores como temperatura e composição da solução, incluindo pH e óxidos dissolvidos, íons agressivos, e inibidores, podem modificar o comportamento do diagrama de polarização anódica para permitir a corrosão sob tensão. Dessa forma, não é possível prever a susceptibilidade da corrosão sob tensão apenas com o diagrama de polarização anódica [6].

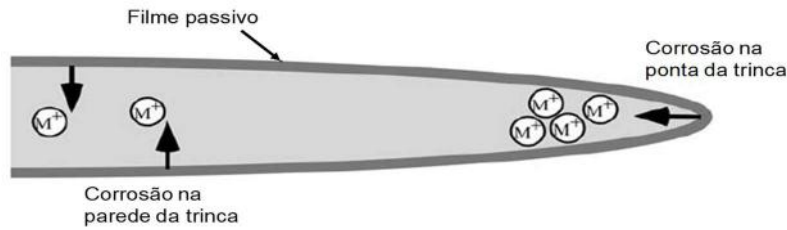


Figura 2 – Ilustração simplificada do processo de reação anódica de corrosão sob tensão na ponta de uma trinca. Adaptado de [9].

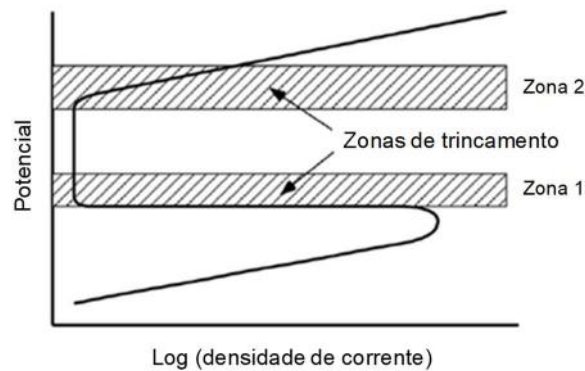


Figura 3 – Diagrama de polarização, indicando as regiões de susceptibilidade à corrosão sob tensão. Adaptado de [7,9].

#### 2.2.1.2 Fragilização por hidrogênio (HE)

O processo de fragilização por hidrogênio é causado pela entrada e difusão de hidrogênio atômico na estrutura cristalina da liga metálica. Devido ao seu pequeno raio atômico, o hidrogênio tende a se difundir mais rapidamente que outros átomos. Dessa forma, ele tende a ser atraído para regiões de alta triaxialidade de tensões trativas, nas quais a estrutura cristalina está mais deformada, por exemplo em regiões à frente da ponta da trinca que estão sob tensão, favorecendo assim a fratura por clivagem [5].

Nos aços a fragilização por hidrogênio tende a aumentar à medida que a resistência mecânica aumenta, embora não seja possível definir com precisão qual o limite de resistência acima do qual esse fenômeno não ocorre, devido à influência de algumas variáveis, como composição química e microestrutura do aço, quantidade de hidrogênio no aço, tensão aplicada e severidade da concentração de tensões [5]. As principais fontes de hidrogênio incluem: processo de soldagem; fluidos/gases do processo, proteção catódica em água do mar, produto de reações de corrosão ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ )

### *2.2.1.3 Corrosão-fadiga (CF)*

A corrosão-fadiga é um fenômeno no qual a falha do material ocorre devido à combinação entre um ambiente agressivo e tensões cíclicas. Dependendo da combinação material-meio e do carregamento cíclico aplicado, as taxas de propagação da trinca podem ser elevadas se comparadas com o processo de fadiga tradicional em ambiente inerte [5]. Além disso, esse fenômeno pode ocorrer até mesmo em situações nas quais o trincamento assistido pelo meio é negligenciável sob carregamento estático [9].

Esse fenômeno consiste de danos múltiplos acumulados em cada ciclo de carregamento no meio agressivo. As superfícies de fratura nesse mecanismo, assim como no processo de fadiga ao ar, apresentam marcas de praia macroscópicas, e os produtos de corrosão se acumulam à medida que a trinca avança. Em escala microscópica, as estrias são frequentes e evidenciam que a cada ciclo ocorre um avanço descontínuo da trinca. A frequência de aplicação das tensões cíclicas é um parâmetro importante nesse mecanismo, uma vez que frequências muito baixas levam a um maior crescimento de trinca por ciclo. Por outro lado, frequências elevadas eliminam o efeito do ambiente corrosivo.

### *2.2.1.4 Fragilização induzida pelo metal líquido (LME)*

A fragilização induzida por metal líquido é um fenômeno caracterizado pela queda significativa na tenacidade de um metal normalmente dúctil quando revestido por um filme fino de um metal líquido e submetido em seguida a um carregamento trativo. O modo de falha muda de dúctil à frágil intergranular ou frágil transgranular, sem que haja qualquer alteração no comportamento do metal sólido. A fratura pode ocorrer em tensões bem abaixo do limite de escoamento do sólido, e, em alguns casos, o início ou a propagação das trincas parece ocorrer instantaneamente. A velocidade de propagação da trinca estimada está entre 10 a 100 cm/s [10].

Nesse modo de EAC, a fragilização do material resulta do enfraquecimento das ligações atômicas na adsorção induzida líquido-sólido nas superfícies e ponta da trinca, facilitando a emissão de discordâncias ou a decoesão.

## 2.2.2 Mecanismos de propagação de trincas por corrosão sob tensão

Há diferentes mecanismos que explicam o fenômeno de corrosão sob tensão na ponta da trinca. Eles podem ser divididos em duas categorias básicas: anódicos e catódicos [7]. Os mecanismos anódicos mais comuns envolvem a dissolução e remoção de material da ponta da trinca. Já os mecanismos catódicos envolvem a evolução do hidrogênio no material: adsorção, difusão e fragilização [7]. Esses mecanismos baseiam-se em quatro processos atômicos essenciais (e na combinação deles) que podem promover a propagação da trinca [11]:

- a) Remoção de átomos da ponta da trinca para a solução;
- b) Movimento de cisalhamento dos átomos na ponta da trinca;
- c) Separação em tração dos átomos na ponta da trinca (decoesão);
- d) Difusão superficial dos átomos a partir da ponta da trinca.

Os principais mecanismos estão descritos a seguir.

### 2.2.2.1 Dissolução anódica

Neste mecanismo, a tensão trativa produz deformação suficiente para a ruptura do filme superficial pela intersecção das bandas de deslizamento com a ponta da trinca. A trinca se propaga devido à dissolução anódica nessa região que ocorre ao longo dos contornos de grão, até que a repassivação ocorra [6,11]. A ponta da trinca irá permanecer livre do filme se a taxa de deformação nessa região for maior que a taxa de repassivação, e dessa forma a propagação da trinca ocorre. Além da ruptura do filme protetor, o processo de deslizamento aumenta o deslocamento da abertura da ponta da trinca, permitindo uma difusão dos íons mais rápida nessa região, de modo que a dissolução não seja reprimida por outros produtos de corrosão [11]. A Figura 4 ilustra esquematicamente o mecanismo de dissolução anódica.

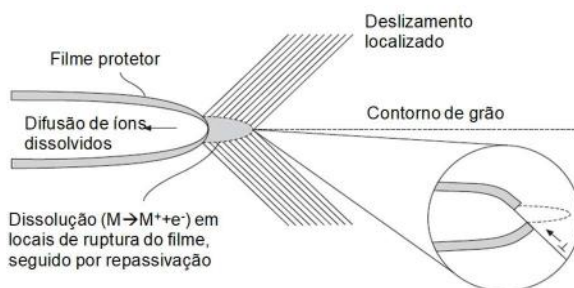


Figura 4 – Esquema do mecanismo de dissolução anódica. Adaptado de [11].

### 2.2.2.2 Adsorção

Nesse mecanismo, as ligações metálicas na ponta da trinca são enfraquecidas pela adsorção de espécies específicas que estão dissolvidas no meio corrosivo [6]. A Figura 5 mostra um diagrama esquemático do mecanismo de adsorção que ocorre na ponta da trinca.

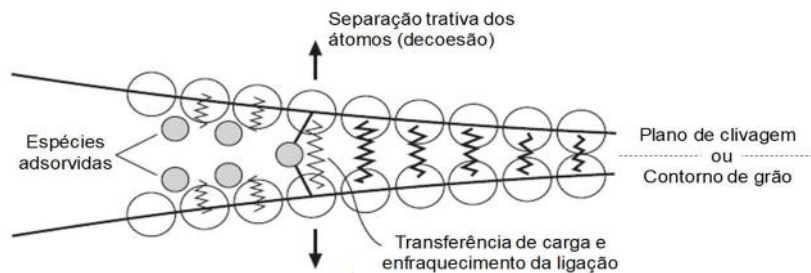


Figura 5 – Diagrama esquemático do mecanismo de adsorção na ponta da trinca.

Adaptado de [11].

### 2.2.2.3 Mobilidade atômica superficial

Esse mecanismo baseia-se na difusão superficial de átomos de uma região tensionada elasticamente na ponta da trinca para uma lacuna adjacente atrás da ponta da trinca. As lacunas são geradas pela dissolução ou por corrosão seletiva na superfície da trinca logo atrás da sua ponta, e a propagação da trinca é controlada pela taxa de movimentação das lacunas ao longo da superfície da trinca [6,11]. Nesse mecanismo, o fenômeno de SCC ocorre então pela captura das lacunas superficiais na ponta da trinca e difusão dos átomos para longe da ponta da trinca. A Figura 6 mostra um esquema do mecanismo de mobilidade atômica superficial.

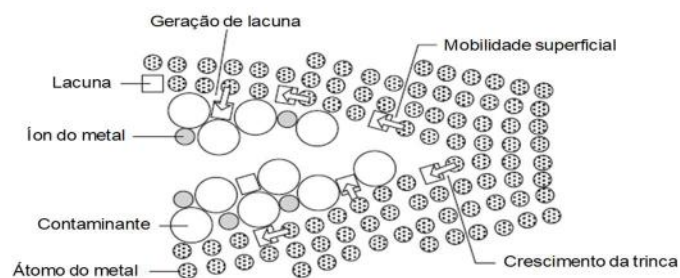


Figura 6 – Diagrama esquemático do mecanismo de mobilidade atômica superficial.

Adaptado de [11].



### **2.2.3 Mecanismos de propagação da trinca por fragilização por hidrogênio**

Esses mecanismos estão associados à fragilização por hidrogênio [11], que envolve diferentes fontes de hidrogênio na ponta da trinca: o hidrogênio adsorvido, o hidrogênio dissolvido e a formação de hidretos.

Os mecanismos baseiam-se no enfraquecimento das ligações interatômicas do substrato devido à presença do hidrogênio, facilitando a liberação da discordância ou decoesão na ponta da trinca [6]. Dentre os principais mecanismos baseados nos efeitos do hidrogênio podemos citar: a decoesão assistida por hidrogênio (HEDE – *Hydrogen-Enhanced Decohesion*), a plasticidade localizada assistida pelo hidrogênio (HELP – *Hydrogen-Enhanced Localised-Plasticity*) e a emissão de discordâncias induzidas pelo hidrogênio (AIDE – *Adsorption-Induced Dislocation Emission*).

Na HEDE, a presença do hidrogênio em regiões de tensões elevadas na ponta da trinca enfraquece as ligações interatômicas, facilitando a decoesão [11]. A HELP envolve a concentração localizada de hidrogênio na ponta da trinca, devido às elevadas tensões hidrostáticas, e as atmosferas de hidrogênio em volta das discordâncias ou os átomos de hidrogênio presentes no núcleo das discordâncias facilitam a movimentação das mesmas. Já na AIDE, os átomos de hidrogênio adsorvidos na superfície enfraquecem as ligações interatômicas, facilitando a emissão de discordâncias a partir da ponta trinca [11].

### **2.2.4 Influência do meio agressivo**

Um ambiente ácido é definido como aquele que contém gases corrosivos como  $H_2S$  e  $CO_2$  dissolvidos no meio aquoso. De acordo com a NACE MR0175 [12], para que o ambiente seja classificado como ácido (*sour*), a pressão parcial de gás sulfeto de hidrogênio ( $H_2S$ ) deve ser maior ou igual que 0,3 kPa (0,05 psi). A Figura 7 apresenta o diagrama das regiões de severidade do ambiente agressivo em termos de pH da solução e pressão parcial do gás  $H_2S$  para aços carbono e aços baixa liga [12]. A região 0 corresponde à região de serviço não ácido (*sweet*), na qual os requisitos de seleção de aços para uso nessas condições não requerem muitas precauções. Já as regiões 1, 2 e 3 correspondem às regiões para uso em serviço ácido, e o grau de severidade desse ambiente aumenta em ordem crescente. Nessas regiões, os requisitos para seleção de aços (como base nas propriedades de dureza e tensão limite de escoamento, no uso ou não de revestimento e tratamento superficial, etc) são mais rigorosos e, em geral, ensaios de qualificação são necessários para assegurar a adequada utilização dos

materiais nesses ambientes.

A severidade do ambiente ácido para o componente depende das características metalúrgicas do material bem como das condições ambientais, como pressão parcial do gás H<sub>2</sub>S, concentração de íons de cloreto presentes no meio aquoso, pH, tensão trativa local, temperatura e tempo de exposição [12].

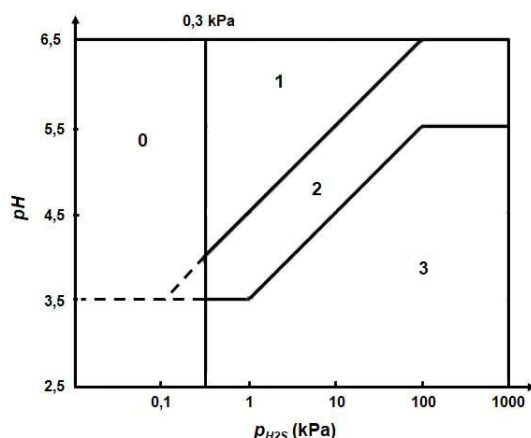


Figura 7 – Regiões de severidade do ambiente agressivo, em função da pressão parcial de H<sub>2</sub>S e do pH, conforme a norma NACE MR0175 [12]. Adaptado de [12].

A corrosão em ambientes aquosos contendo H<sub>2</sub>S/CO<sub>2</sub> representa um problema relevante para a indústria de óleo e gás, uma vez que os efeitos da interação do H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub> nos aços carbonos ainda não estão bem compreendidos.

Na presença de H<sub>2</sub>S a corrosão resulta de uma reação eletroquímica, entre o metal e o meio corrosivo, como mostrado na Eq. 1. A reação anódica do ferro (Eq. 2) e as reações catódicas do sulfeto de hidrogênio (Eqs. 3 e 4) contribuem para a reação local do H<sub>2</sub>S (Eq. 1). Nessa reação, o sulfeto de ferro formado pode atuar ou não como proteção, dependendo das condições de pH, temperatura e pressão parcial do H<sub>2</sub>S.



A exposição dos aços carbono e aços baixa liga a essas condições corrosivas

pode torná-los susceptíveis a diferentes fenômenos de nucleação e propagação de trinca como: trincamento induzido pelo hidrogênio (HIC – *Hydrogen Induced Cracking*), trincamento induzido por hidrogênio e orientado por tensão (SOHIC – *Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking*) e trincamento sob tensão por sulfeto (SSC – *Sulphide Stress Cracking*). A principal diferença entre esses mecanismos de trincamento é que o SSC resulta do hidrogênio atômico no metal, enquanto o HIC e o SOHIC envolvem a recombinação do hidrogênio atômico em hidrogênio molecular nas interfaces mais frágeis do material. Além disso, o mecanismo de HIC pode ocorrer também sem qualquer tensão aplicada [13].

A presença de CO<sub>2</sub> em meio aquoso resulta na sua dissolução na forma de ácido carbônico (Eq. 5), que mesmo sendo um ácido fraco pode ocasionar uma diminuição do pH da solução aquosa, tornando-a mais agressiva. A corrosão por CO<sub>2</sub> em aço carbono leva à formação de FeCO<sub>3</sub> como produto de corrosão, que pode promover uma proteção ao metal ou não [14].



Em sistemas contendo H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub>, os efeitos das interações entre esses gases e o aço carbono ainda não é bem compreendido [14]. Dessa forma, nesse caso, o processo de corrosão do metal depende fortemente do tipo de produto de corrosão formado na superfície do metal. Dependendo da razão entre as pressões parciais de CO<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>S, o processo de corrosão pode ser dominado pelo H<sub>2</sub>S ou pelo CO<sub>2</sub>, e seus respectivos produtos de corrosão (sulfeto ou carbonato). A taxa de precipitação das espécies ou formação dos filmes protetores depende de vários fatores ambientais e da concentração das espécies. A estabilidade e a aderência dos produtos de corrosão no metal determinam a taxa de corrosão [14,15].

## **2.3 Conceitos básicos da Mecânica da Fratura**

### **2.3.1 Modos básicos de fratura**

O crescimento de uma trinca pela ação de tensões aplicadas pode ocorrer segundo três modos básicos, ou mediante uma combinação dos mesmos. A Figura 8 ilustra esses modos. No modo I a tensão trativa é aplicada no sentido perpendicular ao plano da trinca. No modo II a tensão cisalhante é aplicada no plano da trinca, no plano

da chapa. No modo III a tensão cisalhante é aplicada no plano da trinca, no sentido perpendicular ao plano da chapa.

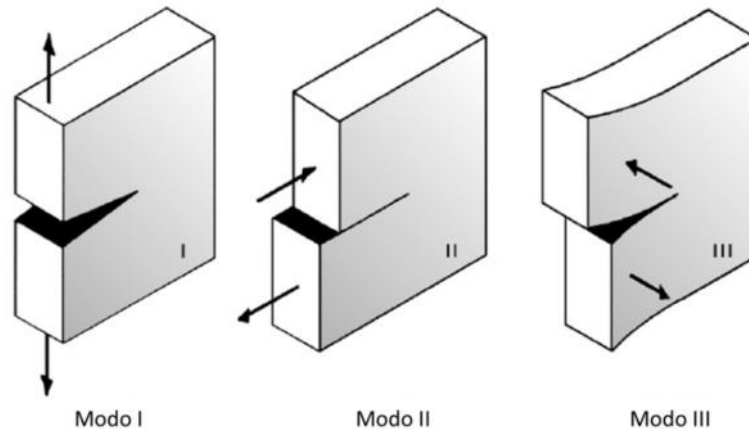


Figura 8 – Modos de carregamento aplicáveis à trinca. Adaptado de [16].

Tecnologicamente, o modo I é o mais importante, pois é nesse modo que ocorre a grande maioria dos casos de fratura, já que trincas crescendo por fadiga e/ou por corrosão sob tensão orientam-se nos planos principais, onde as tensões cisalhantes são nulas [16]. Assim sendo, ao longo do trabalho será discutido o crescimento de trincas apenas em modo I.

### **2.3.2 Mecânica da Fratura Linear-Elástica**

Os conceitos iniciais da Mecânica da Fratura Linear-Elástica (MFLE) foram desenvolvidos a partir do trabalho de Griffith em 1920, cuja análise baseou-se do ponto de vista puramente energético, quando uma trinca é introduzida em uma chapa infinita submetida a um carregamento trativo. Segundo Griffith, para a propagação da trinca ocorrer, a taxa de liberação da energia potencial elástica na estrutura, pelo crescimento da trinca, deve ser superior à energia consumida pela formação de novas superfícies. Partindo da análise proposta por Griffith, para o caso de uma trinca vazante centralizada em uma chapa infinita de um material extremamente frágil, Irwin definiu a taxa de liberação de energia potencial por unidade de comprimento da trinca ( $G$ ), conforme Eq. 7, como a força motriz para o crescimento da trinca [16]. O termo à direita da Eq. 7 representa o aumento da energia superficial por unidade de comprimento da trinca, que é designado como a resistência do material ao crescimento da trinca ( $R$ ). A trinca irá se

propagar quando  $G > R$ .

$$G = \frac{\pi\sigma^2 a}{E} > 2\gamma_s = R \quad \text{Eq. 7}$$

onde  $\sigma$  é a tensão trativa aplicada,  $a$  é o comprimento da trinca,  $E$  o módulo de elasticidade,  $\gamma_s$  a energia superficial.

Na década de 1950, Irwin desenvolveu uma outra abordagem utilizando a teoria da elasticidade linear, que se baseia na distribuição de tensões na região vizinha à ponta da trinca. De acordo com Irwin, esses esforços podem ser escritos da seguinte forma [9,16]:

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad \text{Eq. 8}$$

onde  $\sigma_{ij}$  é o tensor de tensão,  $r$  e  $\theta$  são as coordenadas polares com origem na ponta da trinca,  $f_{ij}$  é uma função adimensional e  $K$  é o fator de intensidade de tensões. A Figura 9 mostra o sistema de coordenadas a partir da ponta da trinca.

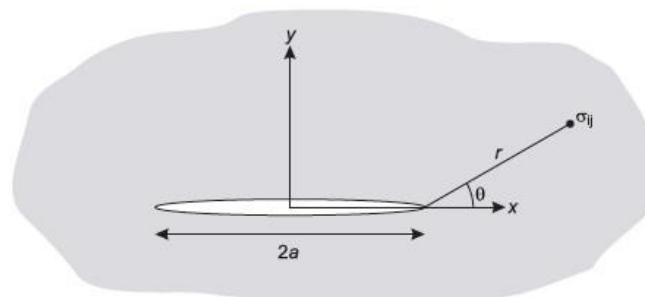


Figura 9 – Coordenadas a partir da ponta da trinca. Adaptado de [16].

Para diferentes geometrias e estados de carregamento, mas sempre em modo I, o fator de intensidade de tensões é definido, de forma geral, como:

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a}, \quad \text{Eq. 9}$$

onde  $Y$  é o fator de forma, que depende da geometria da estrutura e do defeito.

Dessa forma,  $K_I$  (fator de intensidade tensões em modo I, vide Figura 8), depende da geometria, do comprimento da trinca e da tensão aplicada. Como pode ser visto na Eq. 9, para uma trinca de um certo comprimento à medida que a tensão aumenta, a intensidade das tensões na ponta da trinca também aumenta. Ainda de

acordo com a teoria de Irwin, a fratura ocorre quando o fator de intensidade de tensões aplicado ( $K_I$ ) atinge ou supera um valor crítico, que corresponde à tenacidade à fratura do material ( $K_{Ic}$ ). Este parâmetro representa uma propriedade do material que governa sua resistência ao crescimento instável da trinca [9].

Da comparação das Eqs. 7 e 9, tem-se a demonstração da equivalência entre as duas abordagens energética (módulo  $G$ ) e do ponto de vista das tensões (fator de intensidade de tensões  $K_I$ ):

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad (\text{estado plano de tensão})$$
$$G = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E} \quad (\text{estado plano de deformação})$$

Eq. 10

onde  $\nu$  é a razão de Poisson.

A teoria da MFLE, no entanto, possui aplicabilidade limitada a materiais relativamente frágeis ou que apresentam deformação plástica confinada em uma pequena região na ponta da trinca [9,16], uma vez que toda essa teoria está baseada no comportamento do material no regime elástico linear. A solução do campo de tensões vizinho à ponta da trinca baseada na teoria da elasticidade indica que para qualquer tensão aplicada na chapa as tensões na ponta da trinca tenderiam ao infinito à medida que a distância  $r$  da ponta da trinca tendesse a zero (Eq. 8). A solução elástica está representada pela linha tracejada na Figura 10, o que não é real, uma vez que os materiais metálicos se deformam plasticamente quando a tensão limite de escoamento é atingida. Dessa forma, materiais metálicos sempre apresentam deformação plástica na ponta da trinca quando submetidos a carregamento externo. Quando a região deformada plasticamente à frente da trinca se torna significativa comparada às dimensões do componente, o fator de intensidade de tensões  $K$  deixa de ser apropriado para descrever o comportamento do material nessa região [5,9] e não pode ser utilizado como critério de fratura pois fornecerá resultados inconsistentes.

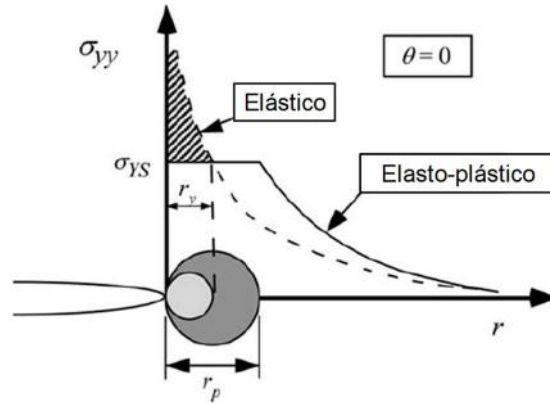


Figura 10 – Representação gráfica da variação da tensão em função da distância da ponta da trinca. Adaptado de [9].

### 2.3.3 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica

A grande maioria dos metais estruturais modernos apresentam grande plasticidade durante o processo de fratura, o que impossibilita a aplicação da MFLE. A Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP) surge, então, como uma metodologia para caracterizar o processo de fratura de materiais que apresentam deformação plástica durante esse processo. Esta metodologia se estende além do regime elástico da MFLE, porém com limitações, não sendo aplicável nos casos em que a falha da estrutura está associada ao colapso plástico. A Figura 11 apresenta esquematicamente as regiões de aplicação dos conceitos de MFLE e MFEP, assim como o conceito de colapso plástico.

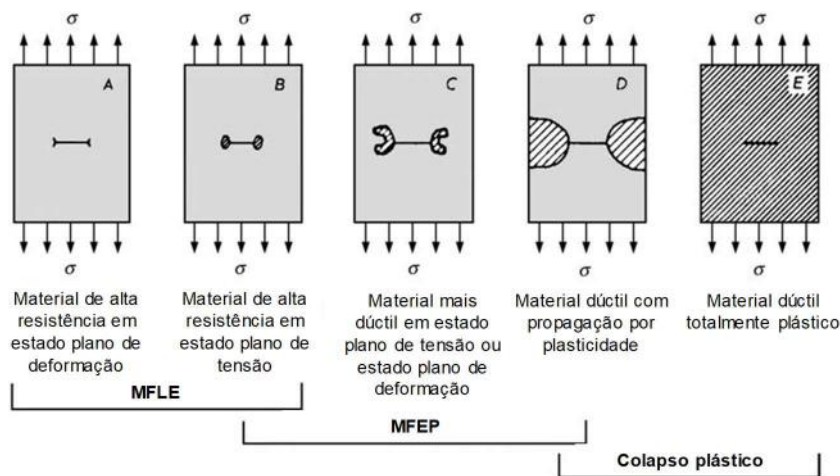


Figura 11 – Limites de aplicabilidade dos conceitos de MFLE e MFEP para descrever o comportamento em fratura. Adaptado de [16].

Para caracterizar a tenacidade à fratura no escopo da MFEP, os dois principais parâmetros utilizados são: o deslocamento de abertura na ponta da trinca (CTOD) e a integral  $J$ . O CTOD é um parâmetro que se baseia na deformação na ponta da trinca, associada a medições de deslocamento na boca do entalhe; enquanto que o conceito da Integral  $J$  é visto como a generalização dos conceitos de intensidade de tensões e das mudanças energéticas envolvidas na propagação da trinca em um material elasto-plástico [16]. Entre esses parâmetros, amplamente utilizados como critérios de fratura, existe uma relação teórica [9].

Considerando um caminho arbitrário na ponta de uma trinca, percorrido no sentido anti-horário, da face inferior à face superior (Figura 12), a integral  $J$  foi proposta como [8]:

$$J = \int_{\Gamma} \left( W dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right), \quad \text{Eq. 11}$$

onde,  $W$  é a densidade de energia de deformação,  $T_i$  é o vetor de tração,  $u_i$  o vetor deslocamento e  $ds$  um infinitesimal do caminho  $\Gamma$ . O valor dessa integral tem unidades de energia por unidade de área, é independente do caminho de integração e pode ser calculado para qualquer geometria e estado de tensões.

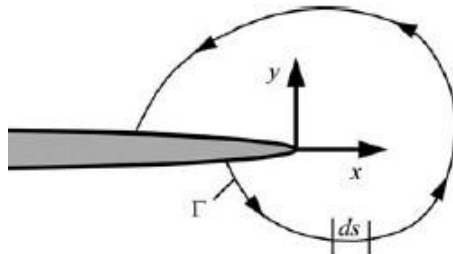


Figura 12 – Caminho de integração arbitrário ao redor da ponta da trinca. Adaptado de [9].

O valor da Integral  $J$  representa a variação na energia potencial elástica em função da mudança no comprimento da trinca (Eq. 12), o que é análogo ao  $G$  em materiais elástico-lineares (Eq. 13). Porém, para os materiais elasto-plásticos, uma parcela elevada da energia é absorvida em forma de deformação plástica e não pode ser recuperada. Nesse caso,  $J$  é visto fisicamente como a diferença de energia absorvida por dois corpos de prova idênticos, com as trincas levemente diferentes [9],



como mostrado na Figura 13.

$$J = -\frac{1}{B} \left( \frac{dU}{da} \right), \quad \text{Eq. 12}$$

sendo  $U$  a energia potencial e  $B$  a espessura do corpo de prova. Para o caso de materiais com comportamento elástico-linear, tem-se:

$$J = G = \frac{K_I^2}{E} \quad (\text{estado plano de tensão}) \quad \text{Eq. 13}$$

$$J = \frac{K_I^2(1-\nu^2)}{E} \quad (\text{estado plano de deformação})$$

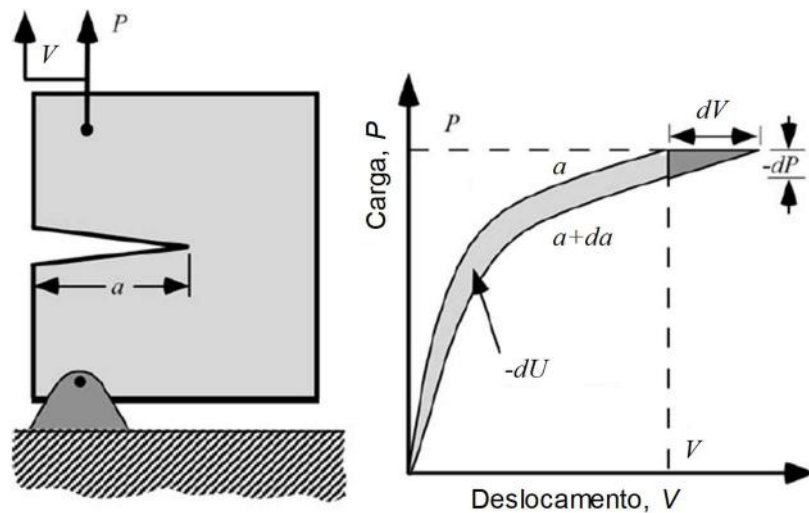


Figura 13 – Taxa de liberação de energia não-linear. Adaptada de [9].

Para resolver analiticamente as equações da metodologia da Integral  $J$  o comportamento de um material elasto-plástico é modelado como um material elástico não-linear, baseado na similaridade das suas curvas tensão-deformação sob carregamento monotônico. A Figura 14 apresenta os comportamentos de um material elasto-plástico e de um material elástico não-linear. Pode-se observar que a diferença entre os comportamentos está no momento do descarregamento, no qual o material elástico não-linear volta a sua forma original, aliviando a carga para o mesmo modo que foi carregado, enquanto que o sólido elasto-plástico não retorna a sua posição original, sendo deformado plasticamente. Se o carregamento for exclusivamente monotônico, os dois materiais apresentam comportamentos idênticos [9].

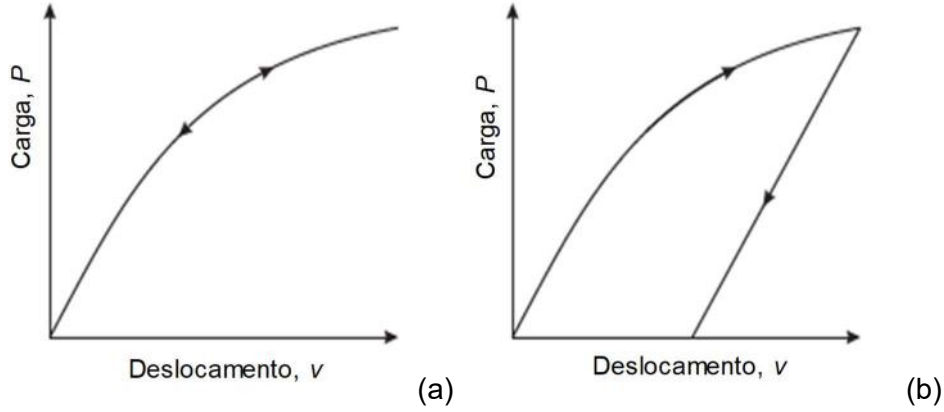


Figura 14 – Registros carga-deslocamento para (a) material em regime elástico não-linear e (b) material em regime elasto-plástico. Adaptado de [16].

A relação tensão-deformação para os materiais com comportamento elasto-plástico é modelada pela equação de Ramberg-Osgood, conforme a Eq. 14:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n, \quad \text{Eq. 14}$$

onde,  $\sigma_0$  e  $\varepsilon_0$  são valores de tensão e deformação de referência, respectivamente,  $\alpha$  é uma constante adimensional e  $n$  é definida como o coeficiente de encruamento do material.

Hutchinson, Rice e Rosengren demonstraram que a Integral  $J$  é um parâmetro que controla os campos de tensões e deformações na região vizinha à ponta de uma trinca em materiais com comportamento elasto-plástico. Os estudos desses três pesquisadores permitiram definir o chamado campo HRR, que descreve as tensões e deformações ao redor da ponta da trinca em função da integral  $J$  [9,16].

$$\sigma_{ij} = \sigma_0 \left( \frac{EJ}{\alpha \sigma_0^2 l_n r} \right)^{\frac{1}{n+1}} \tilde{\sigma}_{ij}(n, \theta) \quad \text{Eq. 15}$$

$$\varepsilon_{ij} = \frac{\alpha \sigma_0}{E} \left( \frac{EJ}{\alpha \sigma_0^2 l_n r} \right)^{\frac{1}{n+1}} \tilde{\varepsilon}_{ij}(n, \theta) \quad \text{Eq. 16}$$

onde,  $l_n$  é uma constante de integração que depende do valor de  $n$ ,  $\tilde{\sigma}_{ij}$  e  $\tilde{\varepsilon}_{ij}$  são funções adimensionais dependentes de  $n$  e do ângulo polar sobre a trinca  $\theta$  [9].

Ao analisar as Eqs. 15 e 16, pode-se observar que as tensões na região vizinha à ponta da trinca variam proporcionalmente a  $(r^{-1/(n+1)})$ . Assim, para valores de  $r$  muito pequenos, as magnitudes dessas tensões tornam-se extremamente elevadas, tendendo ao infinito. Por outro lado, para valores de  $r$  muito grandes, as magnitudes das tensões tornam-se praticamente nulas. Dessa forma, a solução HRR é válida somente para uma certa região, onde as magnitudes das tensões previstas por essas equações são similares às aplicadas realmente no material. Para essa região de validade da solução, a Integral  $J$  controla o processo de fratura do material de forma análoga ao que acontece com o fator de intensidade de tensões  $K$  em materiais elásticos lineares [9,16]. Nesse caso, então, o critério de fratura indica que haverá crescimento de trinca quando  $J_{apl} > J_{IC}$ , que é a tenacidade à fratura do material.

### 2.3.4 Curvas de Resistência ao Crescimento de Trincas

A avaliação da tenacidade à fratura de materiais que não apresentam fratura por clivagem e sim apresentam crescimento estável de trinca (dentre eles os aços estruturais) pode ser feita mediante as curvas de resistência ao crescimento de trincas (conhecidas como curvas- $R$ ), que relacionam a força motriz para o crescimento de trincas em função da extensão da trinca ( $\Delta a$ ). Essas curvas, características de cada material específico, são análogas às curvas tensão-deformação, que relacionam a tensão que deve ser aplicada ao material para atingir certo grau de deformação.

O conceito das curvas de resistência é baseado em um balanço energético no qual a fratura ocorre quando a energia disponível para o crescimento da trinca ou taxa de energia liberada ( $G$ ) é maior que a resistência do material ( $R$ ). O crescimento da trinca pode ocorrer de forma estável ou instável, dependendo de como  $G$  ou  $R$  variam com o comprimento da trinca [9]. As condições para crescimento estável de trinca podem ser expressas de acordo com as Eqs. 17 e 18. Já o crescimento instável ocorre quando a Eq. 19 é satisfeita. É importante ressaltar que as curvas de resistência são expressas em termos de propriedade do material ( $K$ ,  $J$  ou CTOD) *versus* extensão da trinca ( $\Delta a$ ). Já as curvas de força motriz são expressas por um gráfico de taxa de liberação de energia ( $G$ ,  $K_{apl}$ ,  $J_{apl}$ , CTOD $_{apl}$ ) *versus* comprimento da trinca.

$$G = R \quad \text{Eq. 17}$$

$$\frac{dG}{da} \leq \frac{dR}{da} \quad \text{Eq. 18}$$

$$\frac{dG}{da} > \frac{dR}{da} \quad \text{Eq. 19}$$

O formato das curvas de resistência depende do comportamento do material e, em menor importância, da configuração do componente trincado [9]. A Figura 15 ilustra esquematicamente, de maneira simplificada, a força motriz e as curvas- $R$  para dois tipos de comportamentos do material, considerando uma chapa infinita contendo uma trinca vazante com comprimento inicial  $2a_0$  e carregada com uma tensão trativa  $\sigma$ . Para o caso da curva reta (Figura 15a), na qual a resistência do material é constante com o comprimento da trinca, quando a tensão é igual a  $\sigma_1$ , a trinca é estável. Nessa situação a fratura ocorre quando a tensão aplicada é igual a  $\sigma_2$ , e a propagação da trinca é instável, uma vez que a força motriz aumenta com o crescimento da trinca e a resistência do material permanece constante. Já para a curva de resistência crescente (Figura 15b), observa-se que a trinca cresce em pequena extensão até que tensão aplicada alcance  $\sigma_2$ , quando então ela para, e só volta a crescer quando a tensão aplicada aumenta. Quando a tensão é fixada em  $\sigma_2$ , a força motriz aumenta a uma taxa menor que a resistência do material. O crescimento estável continua à medida que a tensão aumenta para  $\sigma_3$ . E, finalmente, quando a tensão aplicada alcança  $\sigma_4$ , a propagação da trinca cessa, quando a força motriz é tangencial a curva de resistência. Se a força motriz ultrapassar esse ponto de tangência, o crescimento da trinca torna-se instável.

Materiais frágeis, que fraturam por clivagem, apresentam curvas de resistência retas (independentes do comprimento da trinca), uma vez que a energia superficial é uma propriedade invariante do material. Já materiais que apresentam fratura dúctil possuem curvas de resistência crescentes com o comprimento da trinca, na qual a zona plástica na ponta da trinca aumenta de tamanho à medida que a trinca cresce. Neste caso, a força motriz ( $G$ ,  $K_{apl}$ ,  $J_{apl}$ ) para o crescimento da trinca deve aumentar para manter a propagação da trinca [9].

Na região de estabilidade, a análise das condições de equilíbrio entre força motriz aplicada e comprimento da trinca é baseada no crescimento de trincas unicamente pelo mecanismo de crescimento estável. Isto é, uma vez atingido um certo valor de força motriz aplicada haverá um certo crescimento de trinca associado. Se a força motriz permanece constante, o comprimento de trinca também permanecerá. A única forma de aumentar o comprimento da trinca é aumentando a força motriz aplicada. Existe também nesse caso analogia com as curvas tensão-deformação (uma vez atingida certa tensão, deformação adicional será possível somente a partir do aumento

da tensão aplicada).

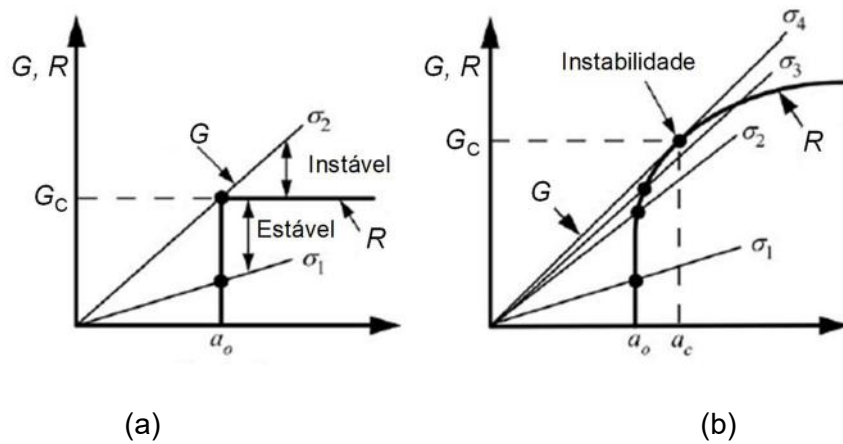


Figura 15 – Representação esquemática do diagrama de curva de resistência e força motriz para curvas de resistência (a) independente do comprimento da trinca e (b) crescente com o comprimento da trinca. Adaptada de [9].

A Figura 16 apresenta, como exemplo, uma curva  $J$ - $R$  típica de material metálico. No estágio inicial, ocorre o embotamento da trinca (situação A), resultando em uma curva linear e em um crescimento aparente da trinca, devido ao arredondamento da ponta da trinca. A partir de um determinado valor de  $J$  ( $J_{IC}$ ), ocorre o crescimento estável da trinca (situações B e C da Figura 16).

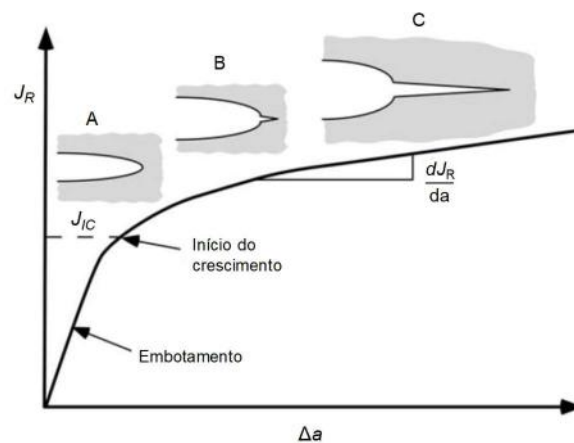


Figura 16 – Curva  $J$ - $R$  típica de material metálico, mostrando as etapas associadas ao crescimento da trinca no regime elasto-plástico. Adaptada de [9].

A Figura 17 ilustra esquematicamente o comportamento do material em testes realizados em controle de deslocamento ( $V$ ) e em controle de carga ( $P$ ). Como pode ser visto, embora a força motriz ao crescimento da trinca, nesse caso representada em termos de  $J$ , para ambas as situações seja a mesma, a taxa de mudança da curva de força motriz depende de como a estrutura é carregada. Em geral, o comportamento em controle de deslocamento tende a ser mais estável do que em controle de carga. Isso porque, em controle de deslocamento, para a maioria das geometrias, a força motriz diminui com a propagação da trinca; sendo necessário um aumento do deslocamento para que a trinca continue a crescer. Já no caso de controle de carga, em geral as geometrias apresentam uma curva de força motriz crescente com o comprimento da trinca e a instabilidade ocorre no ponto de tangência entre a força motriz e a curva de resistência, indicando que se a carga aplicada aumentar, a trinca crescerá de forma instável, podendo levar à fratura catastrófica do componente. Assim, quando as curvas de resistência são determinadas experimentalmente, os testes são realizados em controle de deslocamento, uma vez que as geometrias definidas em normas apresentam curvas de força motriz decrescente em controle de deslocamento, o que permite obter uma quantidade significativa de extensão de trinca sem atingir a instabilidade durante o teste, já que a resposta do material não pode ser definida além do ponto de instabilidade.

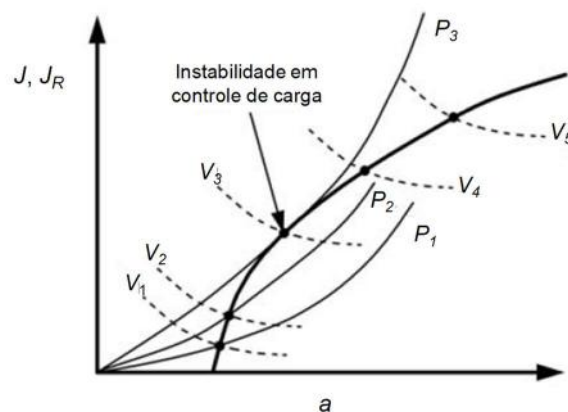


Figura 17 – Curva  $J$ - $R$ , mostrando o ponto de instabilidade e comparando os comportamentos em controle de carga ( $P$ ) e controle de deslocamento ( $V$ ). Adaptada de [9].

### 2.3.4.1 Avaliação experimental de curvas de resistência ao crescimento de trincas

Para a construção das curvas experimentais  $J$ - $R$ , os pares  $J$ - $\Delta a$  devem ser obtidos. Os valores de  $J$  podem ser facilmente calculados a partir dos registros  $P$ - $V$  (carga vs. deslocamento da linha de carga) obtidos experimentalmente. De acordo com a norma ASTM E1820 [17], o valor da integral  $J$ , em uma condição de estado plano de deformações, pode ser obtido mediante o somatório das componentes elástica e plástica, pela Eq. 20, em cada ponto ( $i$ ) da curva  $P$ - $V$ .

$$J_{(i)} = \frac{(1-\nu^2)K_{(i)}^2}{E} + \frac{\eta A_{pl(i)}}{b_{(i)}B}, \quad \text{Eq. 20}$$

onde  $A_{pl}$  é a área plástica sob a curva  $P$ - $V$  (Figura 18),  $b$  é o ligamento remanescente e  $\eta$  é uma constante adimensional, que depende da geometria do corpo de prova.

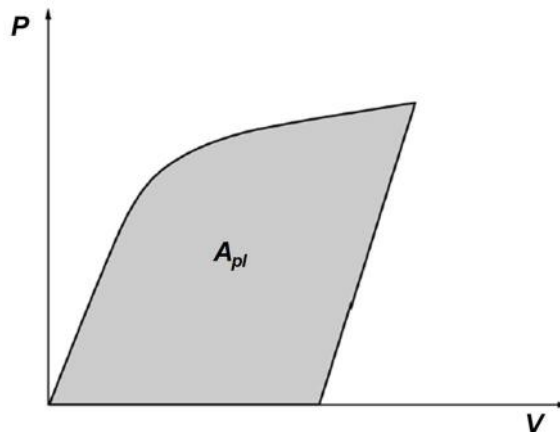


Figura 18 – Área sob o diagrama  $P$ - $V$ . Adaptada de [17].

Para a avaliação da propagação da trinca ao longo do teste é necessário o tratamento adequado dos dados, além de instrumentação específica e equipamentos com alta sensibilidade. Existem diferentes técnicas experimentais para a determinação dos comprimentos de trinca instantâneos durante os testes, todas elas apresentam vantagens e desvantagens que devem ser cuidadosamente avaliadas para cada ensaio. Algumas dessas técnicas serão abordadas no item 2.3.4.2.

De posse das curvas de resistência, e tendo em vista a dificuldade de se determinar com precisão o início do crescimento estável da trinca, a tenacidade à fratura  $J_{IC}$  é definida de forma convencional, como o ponto de intersecção da curva de

resistência e uma linha auxiliar paralela à linha de embotamento que passa por 0,2 mm [17].

#### 2.3.4.2 Metodologias para avaliação do comprimento de trinca ao longo dos testes

##### a) Método das Descargas Parciais

O método das Descargas Parciais, ou método da Variação da Flexibilidade Elástica (*Unloading Elastic Compliance*), é uma técnica para estimar o crescimento da trinca ao longo de um teste de fratura utilizando equações que relacionam o seu comprimento com a variação da flexibilidade do corpo de prova. Esse método permite que o comprimento da trinca seja calculado em intervalos regulares durante o ensaio pelo descarregamento parcial do corpo de prova. À medida que a trinca cresce, o corpo de prova torna-se mais flexível, devido à diminuição do ligamento remanescente gerado pela sua propagação, e essa flexibilidade é então associada ao incremento da extensão da trinca, por meio de ciclos sucessivos de descarregamento e recarregamento parciais. O valor da flexibilidade do material pode ser obtido pela inclinação das curvas de descargas, como mostrado na Figura 19.

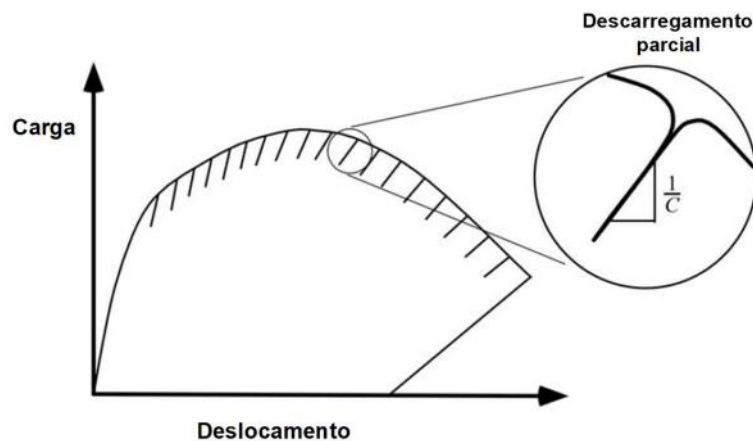


Figura 19 – Gráfico  $P$  vs.  $CMOD$  típico de um teste de descargas parciais. Adaptado de [9].

Para a obtenção do comprimento da trinca durante o ensaio, essa metodologia requer medições precisas da flexibilidade do corpo de prova, necessitando para isso de um extensômetro do tipo *clip-gage* posicionado na boca do entalhe, que mede o  $CMOD$ . A sensibilidade desse método pode ser comprometida pela ocorrência de fricções e



deslizamentos dos pinos de apoio que podem causar rotações involuntárias do corpo de prova ou do extensômetro, provocando efeitos indesejados nos resultados [18].

A partir dos dados de CMOD obtidos, é possível relacionar, de acordo com as equações da norma ASTM E1820 [17], o valor da flexibilidade elástica de um material, para corpos de prova de diferentes geometrias (C(T), SE(B) e DC(T)) com o tamanho de trinca num determinado momento. A partir disso e dos registros de carga e deslocamento, pode-se calcular a evolução dos valores de  $K$  e  $J$ , para então construir as curvas de resistência.

#### b) Método de Queda de Potencial Elétrico

O método de queda de potencial elétrico (PD – *Potential Drop*) é muito utilizado para o monitoramento da iniciação e do crescimento de trinca em ensaios de fratura e fadiga. Esse método consiste da passagem de uma corrente constante através do corpo de prova e da medição do potencial elétrico gerado entre dois pontos opostos e simétricos em relação ao plano da trinca (Figura 20). À medida que a trinca propaga, a resistência à passagem de corrente no ligamento remanescente aumenta devido à menor área, gerando um aumento da densidade de corrente e, portanto, um aumento no potencial elétrico [19,20].

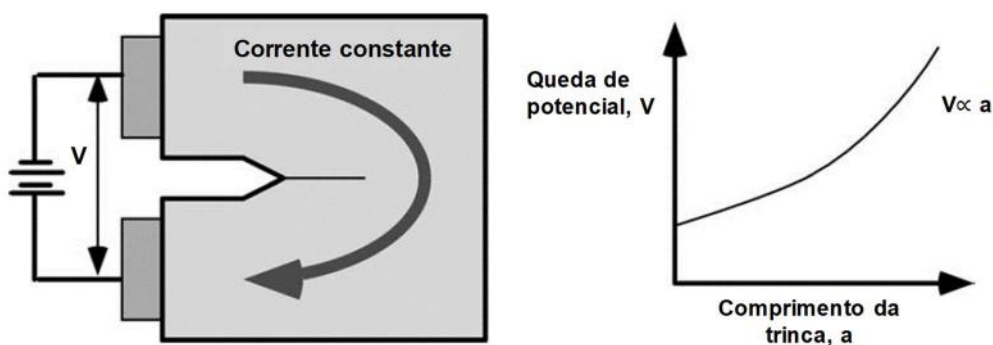


Figura 20 – Representação esquemática do princípio da técnica de queda de potencial. Adaptado de [9,19].

A partir dos valores de queda de potencial obtidos, é necessário correlacioná-los ao tamanho da trinca. Uma das equações mais conhecidas é a equação de Johnson [18,19,21,22]:

$$a = \frac{2W}{\pi} \cos^{-1} \frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cosh\left\{\left(\frac{\phi}{\phi_0}\right) \cosh^{-1}\left[\frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cos\left(\frac{\pi a_0}{2W}\right)}\right]\right\}} \quad \text{Eq. 21}$$

onde,  $\phi$  corresponde à queda de potencial medida;  $y$  corresponde à metade da distância entre os eletrodos de medida de potencial;  $W$  corresponde à largura do corpo de prova;  $a_0$  corresponde ao tamanho inicial da trinca e;  $\phi_0$  corresponde à queda de potencial inicial. A equação de Johnson apresenta algumas vantagens, como boa resolução e sensibilidade, pouco efeito do deslocamento dos eletrodos de medição do potencial, e independência do material, da temperatura do teste, do valor de corrente e da geometria do corpo de prova, devido à forma normalizada ( $\phi/\phi_0$ ) dos valores de queda de potencial [18,19].

O método de queda de potencial pode ser aplicado de duas formas: em corrente alternada (ACPD – *Alternating Current Potential Drop*) ou corrente contínua (DCPD – *Direct Current Potential Drop*). Os ensaios de corrente alternada permitem a obtenção de um valor mínimo de potencial, que pode corresponder à iniciação do crescimento estável da trinca; entretanto, esse valor é dependente da frequência da alternância da corrente [23]. Já a técnica DCPD elimina a variável da frequência da corrente e permite um monitoramento praticamente constante do avanço da trinca [19].

A técnica de DCPD possui algumas vantagens no monitoramento do crescimento da trinca durante testes para a obtenção de curvas *J-R*, dentre as quais podemos destacar o registro contínuo do tamanho da trinca durante o teste, a redução do tempo de ensaio, uma vez que não requer medições de flexibilidade elástica, e a possibilidade de ser usada em condições extremas de taxas de deslocamento e temperatura [19,21]. No entanto, essa técnica possui algumas limitações que precisam ser consideradas. Uma limitação refere-se à deformação plástica do ligamento remanescente que ocorre antes do início do crescimento trinca, durante o carregamento monotônico. Esse efeito amplifica o sinal de queda de potencial, podendo consequentemente superestimar o valor do comprimento da trinca medido [24-27]. Essa limitação pode ser solucionada por meio de correções por plasticidade, que serão melhor explicadas nos itens 3.3.2.2 e 4.2.1. Outra limitação refere-se ao uso dessa técnica em eletrólitos, nos quais alguns cuidados são necessários para avaliar a possível fuga de corrente na solução usada, o que pode afetar os valores queda de potencial medidos [28,29]. Por fim, algumas limitações estão relacionadas à dificuldade em se distinguir precisamente o crescimento aparente de trinca, devido ao

embotamento, do crescimento estável da trinca nos registros de queda de potencial [19,21,22,26,27,30].

Baker [27] utilizou a técnica de DCPD para monitorar a iniciação e propagação da trinca durante testes de fratura em corpos de prova SE(B) de um aço carbono. O autor identificou que deformação do ligamento, embotamento da ponta da trinca e crescimento de vazios na zona de processo da trinca podem ser possíveis fontes de mudança no sinal de queda de potencial em adição ao crescimento da trinca durante os testes para a avaliação das curvas de resistência. Se a influência desses fatores não é considerada na estimativa do tamanho da trinca durante o teste, a técnica de queda de potencial não prevê corretamente os valores de tamanho de trinca, o que pode levar a valores muito mais baixos de  $J_Q$  [19]. Assim sendo, como já mencionado, são necessários métodos de ajustes para minimizar e/ou eliminar esses efeitos.

Com relação à determinação do ponto de iniciação do crescimento da trinca, trata-se de um tema ainda bastante estudado, tendo em vista a dificuldade em se definir com precisão esse ponto. Alguns autores [21,22] relataram o uso dos registros de DCPD *versus* deslocamento da linha da carga para determinar o ponto de iniciação do crescimento estável de trinca. Esse ponto é definido visualmente a partir da mudança de inclinação na parte inicial dos registros, como mostrado na Figura 21. Já Schwalbe *et al.* [18] utilizaram esses mesmos critérios, porém com os registros *P*-DCPD para a determinação do ponto de iniciação. Conforme mostrado na Figura 22, a reta representa a linha de base para determinação do valor de  $\phi_0$ , da Eq. 21. Esse ponto, definido quando o registro desvia da linearidade nos registros, refere-se ao valor de queda de potencial sob carregamento monotônico, porém sem qualquer crescimento de trinca. A partir desse ponto, ocorre o crescimento estável de trinca.

Chen *et al.* [19] realizaram um estudo de queda de potencial em três materiais: aço inoxidável austenítico 316L, liga de níquel 617 e aço ferrítico-martensítico, e também observaram que, para valores baixos de extensão de trinca ( $\Delta a$ ), os pares experimentais  $J$ - $\Delta a$  não seguiam a linha de embotamento, provavelmente devido a efeitos de deformação plástica, embotamento na ponta da trinca e/ou crescimento de microvazios. Os autores propuseram ajustes matemáticos, como a aplicação do filtro de Savitzky-Golay e o cálculo de  $dJ/d\Delta a$ , no tratamento dos dados com o objetivo de considerar os efeitos desses fatores na estimativa do crescimento da trinca. A partir do ponto de inflexão da curva obtida pelos registros  $dJ/d\Delta a$  *versus*  $\Delta a$ , que foi considerado o ponto crítico para distinção entre embotamento e crescimento de trinca, definiu-se o início do crescimento estável da trinca.

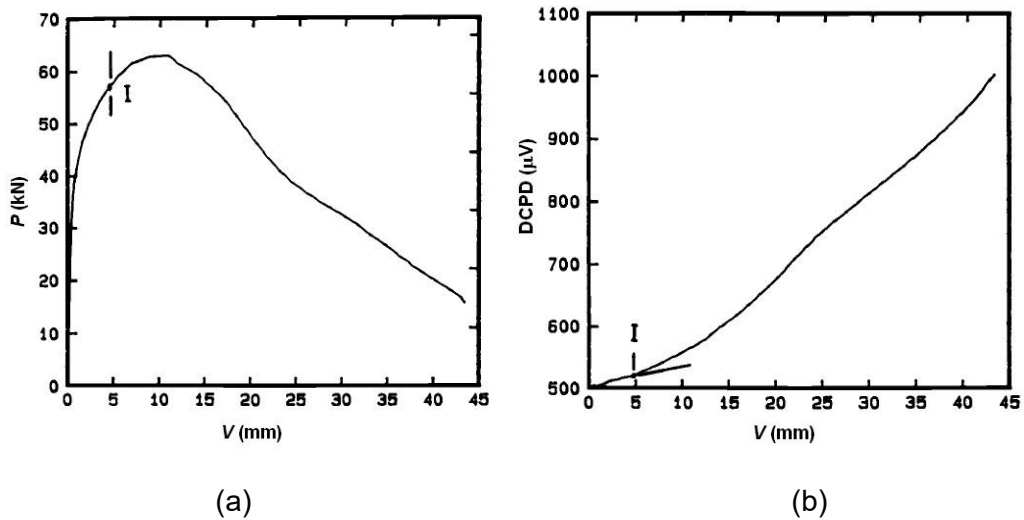


Figura 21 – Registros  $P$ - $V$  (a) e DCPD- $V$  (b) mostrando o ponto utilizado como início do crescimento estável da trinca. Adaptado de [22].

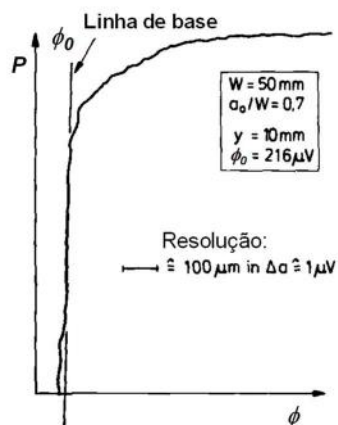


Figura 22 – Registros  $P$ -DCPD, mostrando a linha de base usada para determinação do valor de  $\phi_0$  a ser usado na equação de Johnson (Eq. 21). Adaptado de [18].

### c) Métodos de Normalização

As técnicas de normalização foram desenvolvidas a partir de uma análise dimensional da dependência da carga ( $P$ ), do deslocamento da linha de carga ( $V$ ) e do comprimento de uma trinca, através de uma função de normalização, utilizando a teoria da deformação por plasticidade [31]. Essa metodologia foi posteriormente descrita por Herrera e Landes [32] e incorporada à norma da ASTM E1820 [17], anexo A15. Com essa metodologia, é possível obter valores de  $J$  unicamente a partir de registros de  $P$  e  $V$ , e dos valores iniciais e finais de comprimento da trinca ( $a$ ), medidos fisicamente. Essa

técnica possibilita, então, a construção de curvas de resistência  $J$ - $R$  sem a necessidade de uma instrumentação mais sofisticada e/ou procedimentos para medição da variação da extensão da trinca em tempo real.

O desenvolvimento da metodologia de normalização baseou-se em uma análise da plasticidade no ligamento remanescente de um material contendo uma trinca, considerando que toda a plasticidade estava contida nesse ligamento [31]. Foi demonstrado que os valores de carga ( $P$ ) e deslocamento plástico ( $V_{pl}$ ) deviam ser normalizados com base na Eq. 22. Dessa forma, segundo Ernst *et al.* [31], essa abordagem se mostra correta para condições de tensão-deformação arbitrárias.

$$\frac{P}{W} = f\left(\frac{V_{pl}}{W}; \frac{a}{W}; \frac{B}{W}; \dots\right) \quad \text{Eq. 22}$$

Herrera e Landes [32] observaram que os valores de  $V_{pl}/W$  necessários para a construção da curva  $J$ - $R$  são consideravelmente distintos para cada material. Assim sendo, os autores propuseram uma forma de abordar esse problema genericamente, iniciando a análise do comportamento plástico do material por ajuste de potência e prosseguindo com o ajuste linear à medida que mais deformação plástica fosse aplicada. Com isso, a partir do processamento matemático dos dados experimentais, a determinação de valores normalizados de carga ( $P_N$ ) e deslocamento plástico ( $V_{pl}$ ) deve ser realizada para se obter uma nova curva particular [33-35], estabelecida para cada tipo de geometria. A partir desta curva normalizada, mostrada na Figura 23, é necessário realizar o ajuste de uma determinada função de normalização analítica, a partir de métodos numéricos. Definidos os coeficientes da função analítica, os comprimentos instantâneos de trinca relacionados com os valores de  $P$  e  $V$  do registro são determinados. Com esses valores definidos, então, para cada par de pontos, as equações da norma ASTM E1820 [17] podem ser usadas para calcular os valores da  $J$  em cada ponto e com isso as curvas de resistência  $J$ - $R$  podem ser obtidas.

Essa técnica se mostra inicialmente adequada para obtenção de curvas de resistência de materiais expostos a ambientes agressivos e/ou outras condições complexas, que dificultam, por exemplo, a instrumentação dos corpos de prova para a realização de ensaios de fratura. Isso porque são utilizados apenas os registros de  $P$ - $V$  e as medições do tamanho inicial e final da trinca para os cálculos de  $J$ .

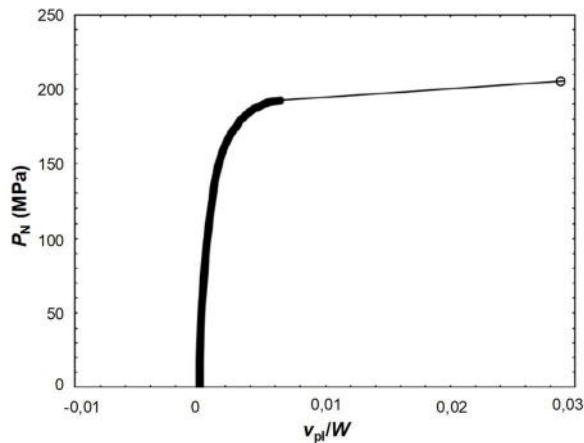


Figura 23 – Curva carga normalizada *versus* deslocamento plástico normalizado para um determinado material. Adaptado de [17].

d) Método do extensômetro na face oposta

Essa técnica permite medir a propagação da trinca posicionando um extensômetro na parte traseira do corpo de prova, na face oposta à que recebe o *clip-gage* para medição do CMOD em testes normalizados, conforme mostrado na Figura 24 para corpos de prova de flexão em quatro pontos e C(T). Diversos trabalhos foram realizados para determinar uma relação entre os deslocamentos medidos pelos extensômetros da face oposta e os comprimentos de trinca [36]. A Figura 25 apresenta as curvas de calibração obtidas por métodos de elementos finitos para corpos de prova C(T), mostrando boa correspondência entre os diferentes resultados. Observa-se, porém, diferenças mais acentuadas para pequenos valores de comprimento de trinca.

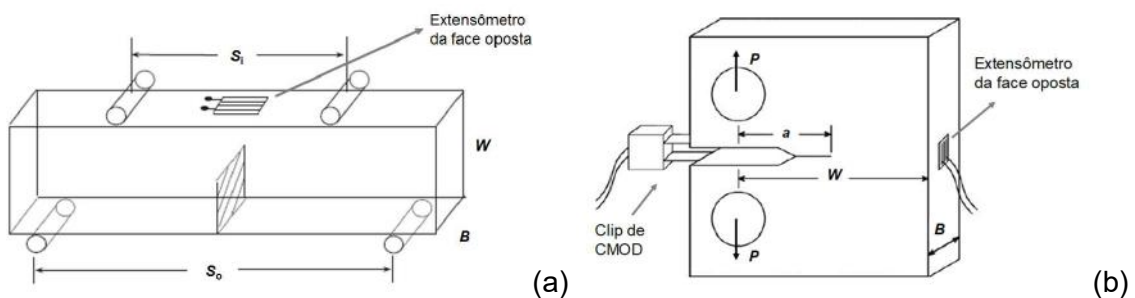


Figura 24 – Instrumentação com extensômetros da face oposta em corpos de prova (a) de flexão em quatro pontos e (b) C(T). Adaptado de [36,37].

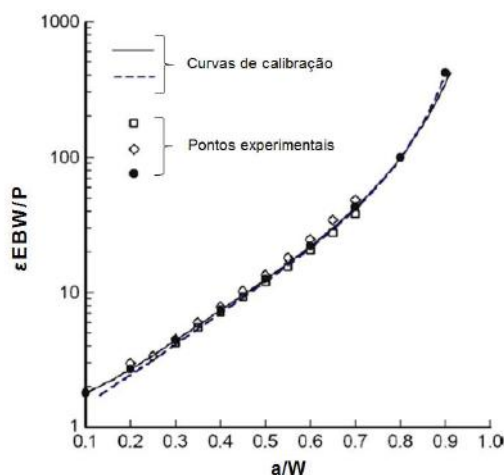


Figura 25 – Relação entre o comprimento da trinca e os valores de deformação medidos pelos extensômetros da face oposta. Adaptada de [36].

Para corpos de prova C(T), o parâmetro dos extensômetros da face oposta é comumente definido como [38]:

$$A^* = \frac{\varepsilon EBW}{P} \quad \text{Eq. 23}$$

onde,  $\varepsilon$  é o deslocamento medido pelo extensômetro.

O estudo de Salem e Ghosn [37] mostrou que para corpos de prova de flexão em quatro pontos a aplicação da técnica do extensômetro da face oposta é mais complexa, porém uma solução coerente com dados experimentais foi obtida.

e) Método do duplo *clip-gage*

No método do duplo *clip-gage* (ou duplo extensômetro de faca), os corpos de prova são considerados, durante o deslocamento plástico nos ensaios de fratura, como duas partes rígidas que giram em torno do ligamento remanescente, que atua como centro de rotação (CR). Nesta metodologia, duas medições são necessárias:  $P-V$  ou  $P-CMOD$  e medições de  $CMOD$  em duas alturas  $Z_1$  e  $Z_2$  conforme apresentado na Figura 26. Na ausência de crescimento de trinca, a rotação é constante, e o registro  $V_1/V_2$  será uma linha reta. Na ocorrência de crescimento de trinca, a variação na inclinação da reta, definida por  $V$ , permitirá obter o comprimento da trinca, conforme as relações das Eqs. 24 e 25 [39].

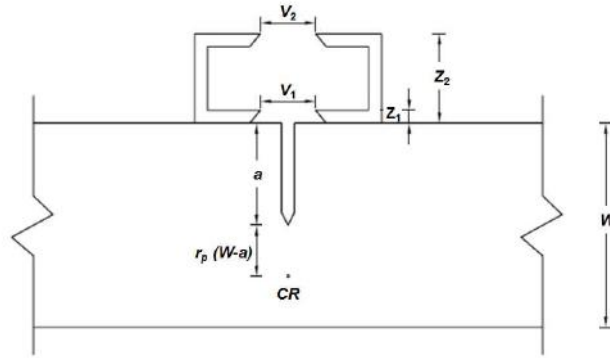


Figura 26 – Representação esquemática do posicionamento do extensômetro duplo de faca. Adaptado de [39].

$$V = \frac{V_1}{V_2} = \frac{r_p \left(1 - \frac{a}{W}\right) + \frac{a}{W} + \frac{Z_1}{W}}{r_p \left(1 - \frac{a}{W}\right) + \frac{a}{W} + \frac{Z_2}{W}} \quad \text{Eq. 24}$$

$$a = \frac{r_p W (1 - V) + Z_1 - Z_2 V}{(1 - r_p)(V - 1)}, \quad \text{Eq. 25}$$

onde,  $r_p$  corresponde ao raio de rotação plástica,  $Z_1$  e  $Z_2$  correspondem às alturas das facas dos extensômetros.

Esse método possui como limitação a sua baixa sensibilidade a pequenas variações no comprimento da trinca. Porém, essa técnica não depende de valores de módulo de elasticidade nem de efeitos de plasticidade na ponta da trinca. Um estudo da sensibilidade da técnica, avaliando a variação da relação  $V_1/V_2$  em função da altura  $Z_1$  e  $Z_2$  das facas dos extensômetros foi realizado, mostrando que, próximo ao centro de rotação (CR), existe uma região de elevada sensibilidade a pequenos crescimentos de trinca [39]. Dessa maneira, os autores propuseram, visando aumentar a sensibilidade da técnica, posicionar o segundo *clip-gage* ligeiramente abaixo do centro de rotação, conforme mostrado na Figura 27.

Dessa maneira, é possível observar uma grande variação de  $V$  em função de pequenas variações de comprimento de trinca com uma resolução até 1000 vezes maior. À medida que o corpo de prova é carregado, a rotação leva a um aumento de  $V_1$  e a uma diminuição de  $V_2$ . Com o crescimento da trinca, o CR se desloca, alcançando em determinado momento o segundo *clip-gage*, levando a um mínimo na curva de  $V_1$  vs.  $V_2$  (Figura 28). Assim, a partir da Eq. 26, são medidos os valores de comprimento de trinca através da componente plástica de  $V$ . O mínimo da curva  $V_1$  vs.  $V_2$  pode ser



visto como um ponto de referência conhecido, além do tamanho final e inicial da trinca, medidos fisicamente. Assim, podemos expressar  $a$  como:

$$a = \frac{Z_2 - r_p W}{1 - r_p} \quad \text{Eq. 26}$$

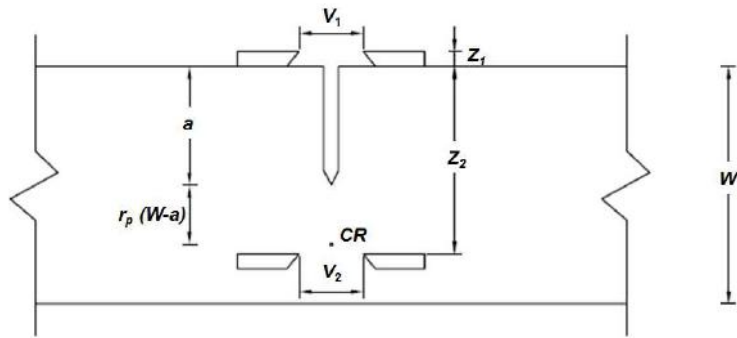


Figura 27 – Proposta de reposicionamento do segundo *clip-gage*, para melhorar a sensibilidade da técnica. Adaptado de [39].

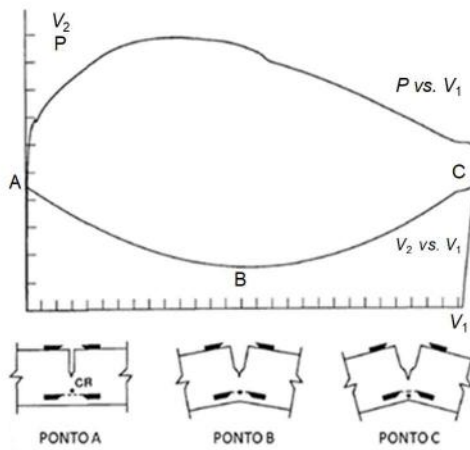


Figura 28 – Registros de carga e abertura dos extensômetros e correspondência com a posição de CR. Adaptado de [39].

## 2.4 Metodologias de Mecânica da Fratura aplicadas em ambientes agressivos

### 2.4.1 Abordagem da Mecânica da Fratura Linear-Elastica aplicada ao EAC

Em geral, o crescimento de trincas em aços estruturais tradicionais devido ao EAC ocorre por mecanismos de fratura frágil e ocorre em níveis de tensões bem abaixo do limite de escoamento, embora possa ocorrer plasticidade localizada na ponta da trinca [40]. Assim sendo, os conceitos da MFLE são aplicados e o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) é o parâmetro utilizado para avaliar o campo de tensões na ponta da trinca de componentes trincados [9].

Devido às suas características fragilizantes, os mecanismos de EAC reduzem o fator de intensidade de tensões necessário para a propagação de uma trinca, a níveis abaixo do  $K_{IC}$  do material. A Figura 29 mostra graficamente a representação do efeito do fator de intensidade de tensões ( $K$ ) na taxa de crescimento da trinca ( $da/dt$ ), em presença de trincamento assistido pelo meio de um corpo de prova sob carregamento estático, a carga constante [9]. Como pode ser observado, no estágio I, a taxa de crescimento da trinca é altamente sensível ao  $K$  aplicado; a taxa é crescente a partir de um valor limiar de  $K$  ( $K_{IEAC}$ ), abaixo do qual não há propagação da trinca. No estágio II, a taxa de crescimento da trinca é insensível ao  $K$  aplicado. Em alguns casos, a taxa de crescimento aumenta com o  $K$  aplicado na região II, porém com a inclinação da curva  $\log(da/dt)$  vs.  $K$  bem menor que aquela do estágio I. Já o estágio III corresponde à fratura final, quando o  $K$  aplicado atinge o valor de tenacidade à fratura do material ( $K_{IC}$ ).

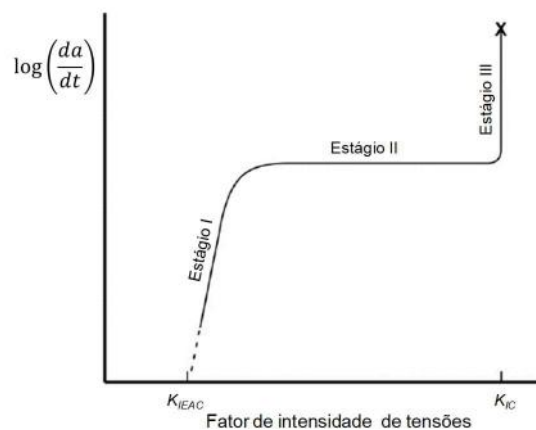


Figura 29 – Comportamento típico do crescimento da trinca em ambiente agressivo em condições de carregamento estático. Adaptado de [9].

O valor de  $K_{IEAC}$  é um parâmetro importante para a avaliação de materiais em ambientes agressivos e pode ser determinado a partir de testes de mecânica da fratura, que podem ser realizados de acordo com as seguintes categorias:

- Carga constante;
- Deslocamento constante;
- Carregamento cíclico; ou
- Controle de  $K$  (carga/deslocamento crescente).

Os dois primeiros tipos são os mais comuns, principalmente pela menor complexidade dos equipamentos necessários para o ensaio. Porém, possuem como principal limitação a definição dos tempos recomendados de ensaio, que pela norma ASTM E1681 são muito longos [41]. Com relação aos testes com carregamento cíclico, que são os testes de corrosão-fadiga, eles seguem os mesmos procedimentos dos testes ao ar, apenas adicionando a complexidade de aparato experimental para testes em ambientes agressivos. Os testes com carregamento cíclico não serão abordados neste trabalho.

#### 2.4.1.1 Ensaio a carga constante

Os testes do tipo tempo até a falha, também conhecidos como TTF, são muito usados em ensaios a carga constante. Nesses testes, o corpo de prova pré-trincado por fadiga é testado a carregamento constante em geometrias nas quais o fator de intensidade de tensões aumenta com o aumento do tamanho da trinca. A falha ocorre quando o  $K_{II}$  aplicado atinge a tenacidade à fratura do material. Esse teste requer a utilização de vários corpos de prova, que são carregados a diferentes níveis de  $K_{II}$  e o tempo até a falha é registrado, para obter a curva TTF. A Figura 30 mostra o teste a carga constante em corpo de prova de flexão em viga em balanço. A parte central do corpo de prova, que contém a pré-trinca de fadiga, é exposta ao ambiente agressivo.

A Figura 31 mostra uma representação típica da curva TTF obtida em testes de carga constante. Nesse gráfico são observados dois valores importantes:  $K_{I_{max}}$  e  $K_{IEAC}$ .  $K_{I_{max}}$  representa a máxima capacidade de carregamento do corpo de prova e em geral é igual a  $K_{IC}$  ou  $K_Q$ , valor válido ou inválido de tenacidade à fratura. Já o  $K_{IEAC}$  é o valor limiar de fator de intensidade de tensões, abaixo do qual não há crescimento de trinca, como já mencionado anteriormente. Esse valor limiar pode ser chamado de  $K_{ISCC}$  (corrosão sob tensão), ou  $K_{ISSC}$  (corrosão sob tensão na presença de sulfetos).

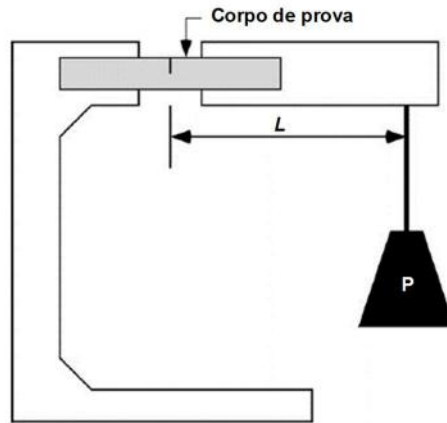


Figura 30 – Teste em carga constante em corpo de prova de flexão em viga em balanço. Adaptado de [9,41].

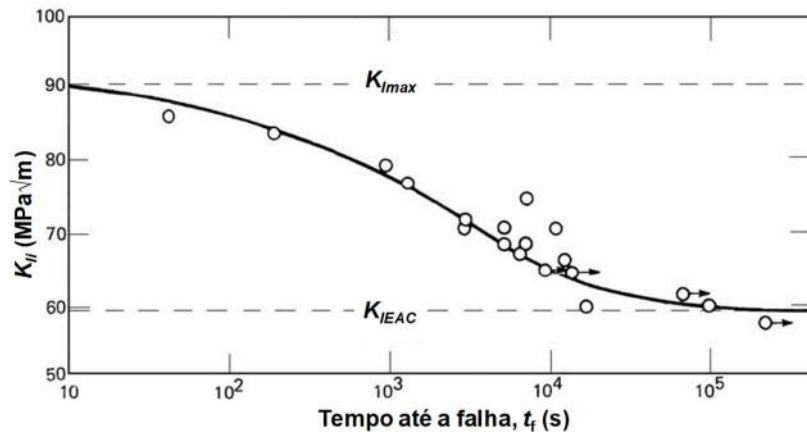


Figura 31 – Curva TTF de corpos de prova de uma liga de titânio Ti-6Al-4V testados a carga constante. Adaptado de [16].

Em geral, esse  $K_{IEAC}$  não é considerado propriedade do material por duas razões: (i) o tempo de teste requerido para determinar o valor de  $K_{IEAC}$  é muito longo, podendo chegar a meses, por exemplo; e, (ii) alguns materiais, como os aços, apresentam um longo período de incubação antes da trinca começar a crescer a partir da pré-trinca. Esse tempo de incubação aumenta com a diminuição do  $K_{II}$  [16], como pode ser visto na Figura 32. Nessa Figura pode-se observar que, em geral, no regime entre  $K_{IEAC}$  e  $K_{I_{max}}$ , o tempo até a falha ( $t_f$ ) inclui o tempo de incubação e o período de crescimento subcrítico da trinca. Esse tempo de incubação depende do material, do ambiente ao qual o corpo de prova está submetido, e da história prévia de carregamento do corpo de prova. Já o período correspondente ao crescimento subcrítico da trinca depende da

geometria do corpo de prova, do tipo de carregamento, da cinética do crescimento da trinca devido à interação material e meio, e da extensão da trinca antes de atingir o  $K_{I\max}$  [16].

A Figura 33 ilustra o comportamento da propagação da trinca no teste de carga constante. Pode-se verificar que quanto mais próximo do  $K_{IEAC}$  está o valor de  $K_I$  aplicado, maior o tempo de duração do ensaio. Por outro lado, pode haver uma superestimação no valor de  $K_{IEAC}$  nesse teste, pois nenhum trincamento poderá ser detectável em um período muito longo de teste. A Figura 34 mostra o tempo de falha em função  $K_I$  inicial aplicado, em corpos de prova de aço baixa liga e ultra alta resistência [42].

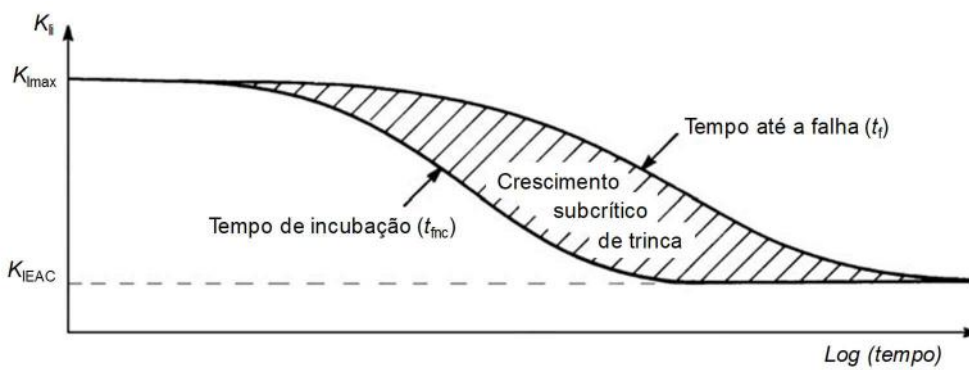


Figura 32 – Tempo de incubação e tempo de falha em função do valor de  $K_{Ii}$  aplicado. Adaptado de [16].

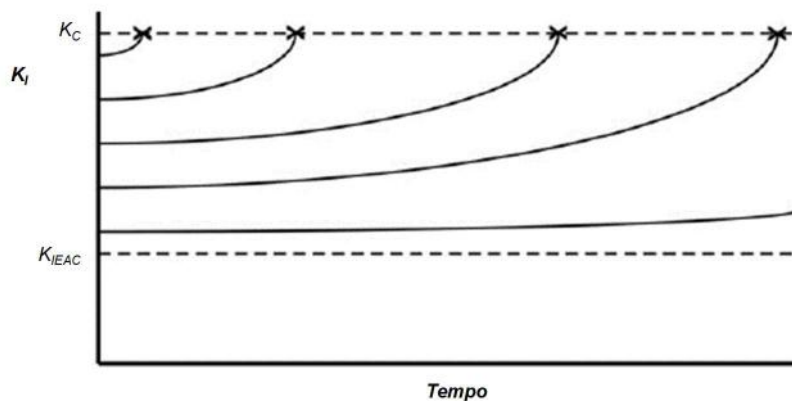


Figura 33 – Propagação da trinca em ambiente agressivo, a partir de teste em carga constante. Adaptado de [9].

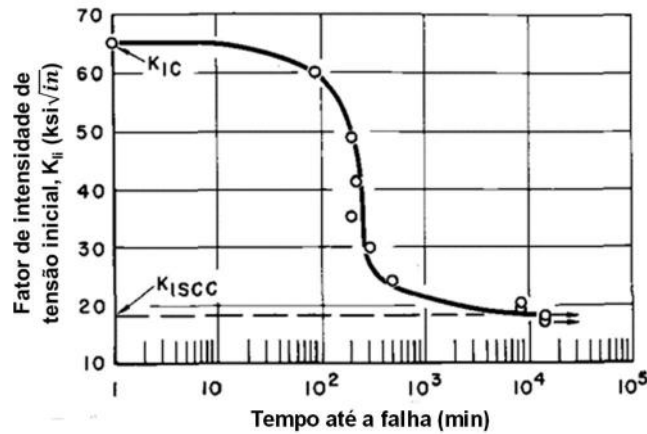


Figura 34 – Tempo até a falha *versus*  $K_I$  aplicado, em teste em carga constante em corpo de prova de aço baixa liga de ultra alta resistência. Adaptado de [42].

#### 2.4.1.2 Ensaios a deslocamento constante

Os testes em deslocamento constante são mais eficientes para estimar o valor  $K$  limiar. As dimensões dos dispositivos de testes e corpos de prova mais compactas permitem a montagem do ensaio em ambientes mais agressivos e em autoclaves. Esses testes são autocarregados (por parafusos ou cunhas, por exemplo), o que significa que não necessitam de equipamento externo para realizar o carregamento. Na Figura 35 pode ser visto o corpo de prova compacto carregado por um parafuso, para produzir o deslocamento constante desejado. Nesse ensaio, o valor de  $K_I$  diminui com o crescimento da trinca, uma vez que o valor de deslocamento, obtido pelo CMOD, é fixado pelo parafuso nesse tipo de corpo de prova. É necessário a aplicação de um valor elevado de  $K_I$  inicial para reduzir o tempo de incubação, conforme ilustrado na Figura 32. Uma vez que o  $K_I$  aplicado atinge o valor limiar, a propagação da trinca cessa. Se possível, é desejável medir os comprimentos da trinca em vários pontos durante o teste, para poder confirmar se a propagação da trinca realmente cessou e o valor limiar foi alcançado [9].

Ernst *et al.* [43,44] e Cravero *et al.* [45] estudaram as diferentes variáveis que influenciam a determinação dos valores de  $K_{I\text{SCC}}$  em ensaios corpos de prova com geometria DCB (*Double Cantilever Beam*), nos quais são utilizados corpos de prova trincados carregados a deslocamento constante. Com o intuito de minimizar o problema de dispersão de resultados devido ao deslocamento inicial aplicado nos ensaios em geometria DCB, foi proposta uma metodologia para determinação de um valor de  $K$  limite ( $K_{IEAC}$ ), que permite a classificação dos materiais em ambientes agressivos.

Segundo essa metodologia, o valor de  $K_{IEAC}$  é definido a partir da intersecção da reta ajustada linearmente pelos pontos  $K_{li}$  ( $K_i$  inicial aplicado) versus  $K_{ISSC}$  com uma reta traçada a  $45^\circ$  ( $K_{li} = K_{ISSC}$ ), como mostra a Figura 36. Essa metodologia enfatiza a influência do valor de  $K_{li}$  no valor de  $K_{ISSC}$  medido, pois afeta o valor de  $K$  final que é alcançado em um tempo fixo de ensaio. Dependendo do valor de  $K_{li}$ , o tempo do ensaio (14 dias) pode não ser suficiente para a trinca crescer e o corpo de prova alcançar o valor de  $K_{ISSC}$ . Isso indica que a taxa de propagação da trinca está relacionada à diferença entre o  $K_{li}$  e o  $K_{ISSC}$ , o que justifica a extrapolação dos valores de  $K_{li}$  versus  $K_{ISSC}$  até a reta identidade, uma vez que para valores de  $K_{li}$  mais próximos de  $K_{ISSC}$ , o tempo necessário para alcançar o  $K_{ISSC}$  seria reduzido [44].

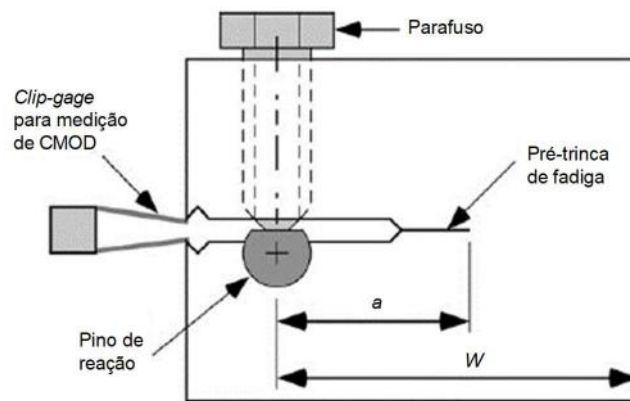


Figura 35 – Montagem do ensaio em deslocamento constante. Adaptado de [9,41].

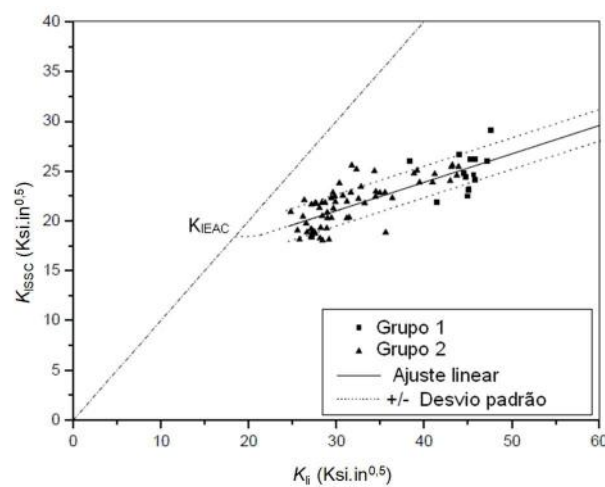


Figura 36 – Gráfico  $K_{li}$  versus  $K_{ISSC}$ . Adaptado de [43].

Colocando de lado as dificuldades inerentes dos testes em carga constante e deslocamento constante, os valores de  $K_{IEAC}$  obtidos por ambos os testes não deveriam apresentar diferenças significativas, considerando que o teste a carga constante possui duração suficiente para superar os efeitos da incubação. Assim sendo, a partir da derivação das equações de MFLE para obtenção  $K_I$  em ambos os casos, tem-se que, quando há propagação da trinca [9]:

- $\dot{K}_I > 0$ , no teste de carga constante;
- $\dot{K}_I < 0$ , no teste de deslocamento constante; e
- $\dot{K}_I \approx 0$ , próximo ao  $K_{IEAC}$ , devido à taxa de crescimento de trinca ser muito pequena próximo a esse ponto.

Onde  $\dot{K}_I$  é taxa de variação do fator de intensidade de tensão aplicado ( $dK_I/dt$ ). Seguindo os princípios da mecânica da fratura, a taxa de variação de carga ou deslocamento, em meio ácido, é melhor caracterizada pela taxa de variação do fator de intensidade de tensão aplicado. Conforme mostrado, os ensaios em deslocamento constante são preferíveis, visto que são mais simples e requerem menor tempo de duração.

#### 2.4.1.3 Evolução do $K$ em testes em meios agressivos

A evolução do fator de intensidade de tensões  $K$  ao longo dos testes pode ser avaliada tanto para testes realizados em controle de carga ou em controle de deslocamento. Nesses testes, a taxa de carregamento ou de deslocamento aplicada é um parâmetro muito importante para a obtenção de  $K$  limiar. Em testes com controle de carga,  $dK_I/dt > 0$  à medida que a trinca propaga. Já em testes de controle de deslocamento,  $dK_I/dt < 0$  à medida que a trinca cresce. A Figura 37 apresenta esquematicamente a diferença de comportamento em testes de  $K$  crescente (carga constante) e  $K$  decrescente (deslocamento constante).

De acordo com o trabalho de Clark e Landes [46], as taxas de crescimento de trinca em ambientes contendo gás  $H_2S$  são maiores que para os ambientes de água do mar sintética e contendo hidrogênio gasoso. A Figura 38 apresenta dois gráficos de  $K_{IEAC}$  vs.  $dK_I/dt$  de um aço de alta resistência AISI 4340, com  $\sigma_{LE} = 180$  ksi (1240 MPa), submetido a testes sob carregamento crescente em um ambiente contendo  $H_2$  gasoso e outro contendo  $H_2S$  [9,46], a diferentes taxas de carregamento ( $dK/dt$  ou  $\dot{K}$ ). Pode-se observar na Figura 38a que o valor de  $K_{ISCC}$  aumenta monotonicamente com a taxa de carregamento [9]. Enquanto que para o ambiente contendo  $H_2S$  (Figura 38b), o mesmo



efeito da taxa de carregamento não foi observado. Isso mostra que quanto mais rápida a propagação da trinca associada ao ambiente agressivo, menor o efeito da taxa de carregamento sobre o valor de  $K_{IEAC}$  medido [46].

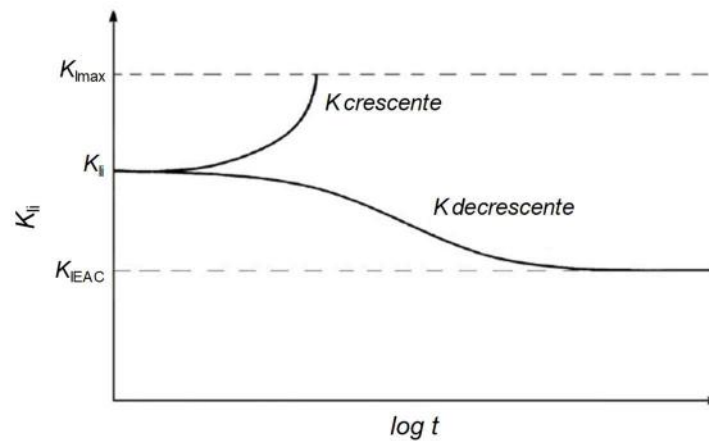
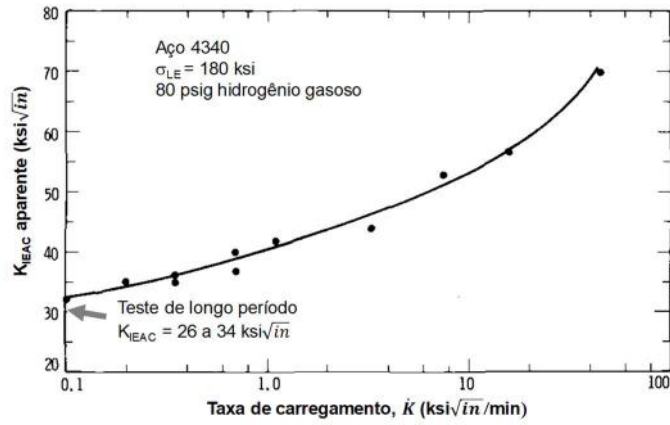
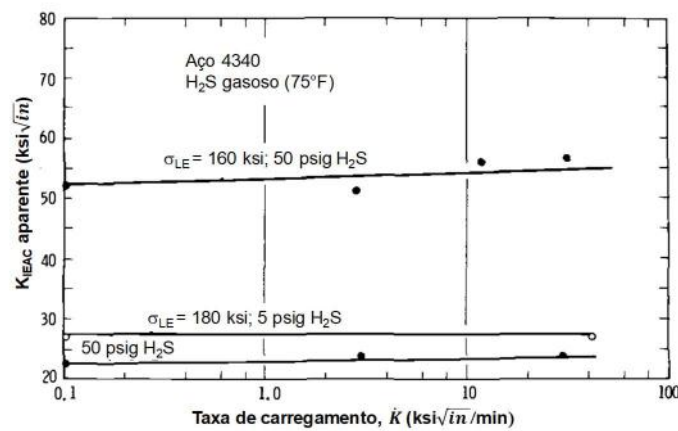


Figura 37 – Representação esquemática do comportamento de ensaios sob controle de  $K$ . Adaptado de [16].

A Figura 39 apresenta as curvas carga *versus* deslocamento para os ensaios sob carregamento crescente realizados ao ar e em ambientes agressivos contendo  $H_2S$ , e contendo hidrogênio gasoso para aço AISI 4340 ( $\sigma_{LE} = 1240$  MPa). Pode-se observar que o ensaio realizado no meio contendo  $H_2S$  apresentou um desvio bem acentuado no registro carga-deslocamento, comparado ao resultado ao ar, e sem qualquer aumento da carga antes do crescimento instável da trinca e subsequente fratura do corpo de prova. Esses registros mostram que o formato dos registros  $P-V$  e o desvio da parte linear da curva são controlados pela relação entre a taxa de carregamento utilizada no teste e a taxa de crescimento da trinca para a condição material-meio estudada. Para menores taxas de crescimento de trinca em determinada combinação material-meio, menor a taxa de carregamento requerida para detectar a propagação da trinca.



(a)



(b)

Figura 38 – Efeito da taxa de carregamento no valor de  $K$  limiar em (a) ambiente contendo hidrogênio gasoso e (b) ambiente contendo  $\text{H}_2\text{S}$ . Adaptado de [46].

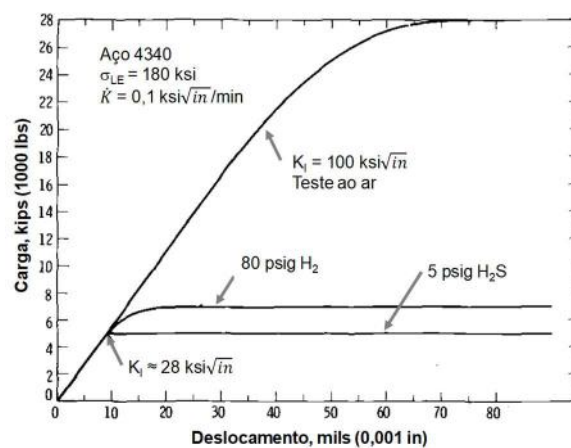


Figura 39 – Curvas carga vs. deslocamento para ensaios com carga crescente ao ar e em ambiente agressivo, para aço AISI 4340 ( $\sigma_{LE} = 1240$  MPa). Adaptada de [46].

Como a taxa de crescimento da trinca em ambiente agressivo é sensível às variações do meio, à tensão aplicada e às metodologias de ensaio [9], os métodos para avaliar o trincamento assistido pelo meio têm como objetivo impedir a ocorrência do fenômeno, limitando a tensão aplicada por um nível de tensão limiar ( $\sigma_{EAC}$ ), para o caso de componentes sem trinca, ou, para o caso de componentes trincados, por um nível de  $K$  limiar ( $K_{IEAC}$ ). Assim sendo, se os valores de tensão ou  $K$  aplicados forem superiores aos valores limiares ( $\sigma_{apl} > \sigma_{EAC}$  ou  $K_{II} > K_{IEAC}$ ) ocorrerá a propagação subcrítica da trinca, mesmo sem alterações no valor da carga aplicada [8].

#### **2.4.2 Abordagem da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica no EAC**

Assim como para os ensaios ao ar, no trincamento assistido pelo meio os conceitos da MFEP devem ser utilizados quando existe uma quantidade significativa de deformação plástica na ponta da trinca. Isso acontece na avaliação de aços estruturais modernos, ultra-tenazes, em meios com agressividade moderada. Dessa forma, a avaliação experimental da tenacidade à fratura para essas combinações material-meio deve ser realizada mediante metodologias elasto-plásticas (Integral  $J$  e/ou CTOD).

Diversos autores têm estudado o comportamento em fratura de aços carbono e aços baixa liga quando submetidos a ambientes agressivos. Um exemplo de investigação pode ser visto nos trabalhos de Dietzel e Schwalbe [40,47] que mostram o efeito da fragilização pelo hidrogênio nas curvas de resistência obtidas em corpos de prova C(T) de um aço baixa liga de alta resistência mecânica, como apresentado na Figura 40. Os testes foram realizados ao ar e em meio corrosivo de água do mar sintética com proteção catódica, a taxas de deslocamento da linha de carga de 30 mm/h e 1  $\mu$ m/h, respectivamente. Pelos resultados, nota-se uma redução na inclinação das curvas de resistência causada pelo ingresso de hidrogênio no material levando à fragilização, além de uma redução significativa no valor do  $J$  de iniciação ( $J_Q$ ) devido ao efeito do meio. Além disso, observa-se pela Eq. 27, e de acordo com os conceitos definido pela Eq. 18, que a força motriz necessária para o crescimento da trinca ( $dJ_{apl}/da$ ) no meio é pequena devido à baixa resistência do material, indicada pela inclinação da curva ( $dJ_{mat}/da$ ) obtida.

$$\frac{dJ_{apl}}{da} \leq \frac{dJ_{mat}}{da} \tag{Eq. 27}$$

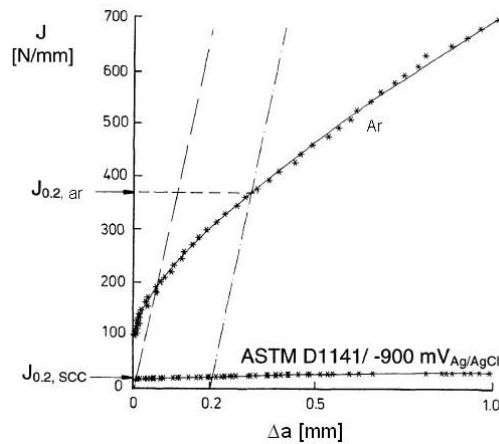


Figura 40 – Curvas  $J$ - $R$  obtidas para aço baixa liga estrutural, ao ar e em água do mar sintética sob proteção catódica. Adaptado de [40].

A Figura 41 apresenta as curvas  $J$ - $R$  para diferentes taxas de deslocamento de testes realizados ar e no meio corrosivo com proteção catódica, no aço baixa liga de alta resistência mecânica [28]. Conforme pode ser visto no gráfico, a resistência do material ao crescimento de trinca diminui drasticamente quando exposto no meio corrosivo.

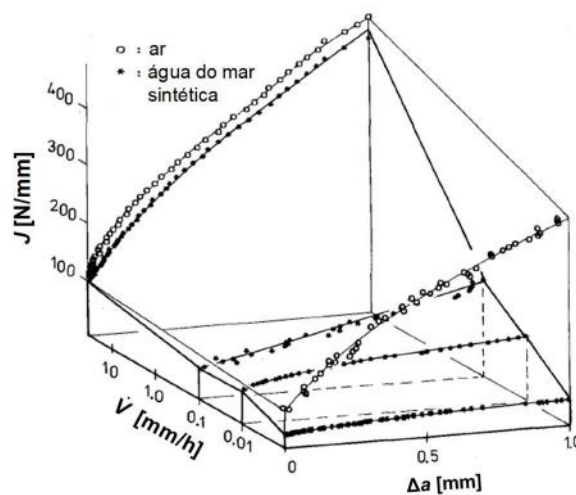


Figura 41 – Curvas  $J$ - $R$  obtidas para aço baixa liga estrutural, ao ar e em água do mar sintética sob proteção catódica. Adaptado de [28].

Chong *et al.* [48] estudaram o efeito do  $H_2S$  nas propriedades mecânicas do metal de base, metal de solda e zona termicamente afetada de aços C-Mn usados em

tubulações para serviços em ambientes ácidos, a partir de uma metodologia proposta pela norma DNV-OS-F101 [49], para corpos de prova SENT. A Figura 42 apresenta as curvas de resistência obtidas em testes ao ar enquanto a Figura 43, em meio ácido (solução A da NACE TM0177 [50]). Os referidos autores verificaram uma redução de aproximadamente 30% na inclinação das curvas  $J$ - $R$  obtidas em meio ácido quando comparadas com as obtidas ao ar, indicando que o comportamento em fratura desses aços em meio ácido é controlado pela concentração de hidrogênio.

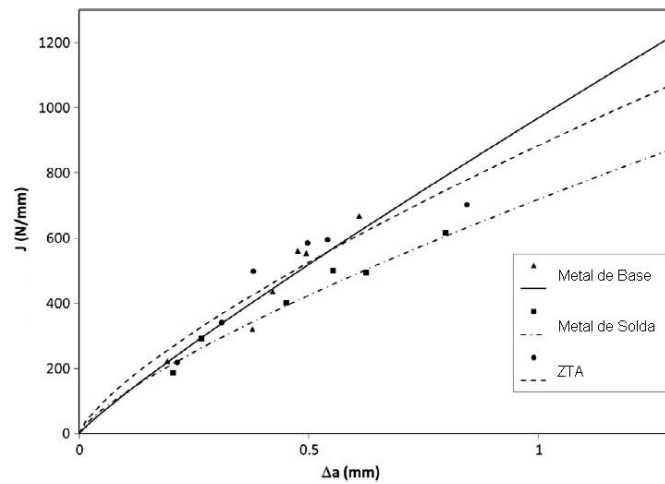


Figura 42 – Curvas  $J$ - $R$  de aços C-Mn obtidas ao ar. Adaptado de [48].

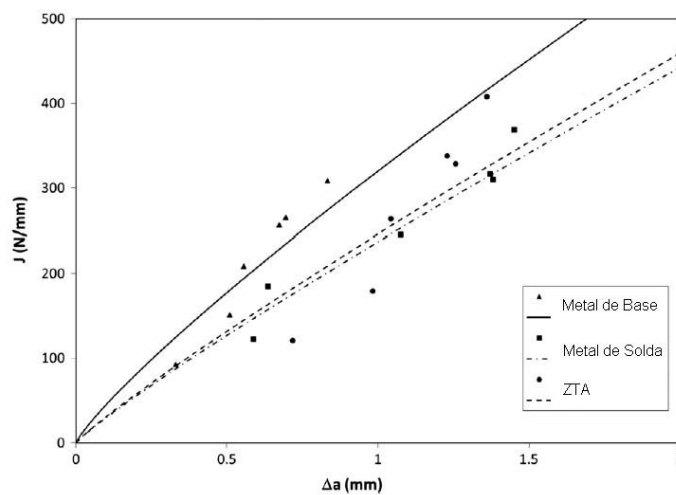


Figura 43 – Curvas  $J$ - $R$  de aços C-Mn obtidas em ambiente ácido. Adaptado de [48].

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Meio ácido

O ambiente agressivo utilizado nos ensaios de mecânica da fratura para este trabalho foi uma solução de água do mar sintética, preparada de acordo com a norma ASTM D 1141 [51], com soluções *stock* n° 1 e n° 2, conforme solicitado pela solução B da norma NACE TM 0284 [52], com adição de mistura de gases com 250 mbar de H<sub>2</sub>S e 750 mbar de CO<sub>2</sub>. Os testes foram realizados a temperatura ambiente e pressão atmosférica. O valor de pH foi medido após a saturação com a mistura de gases e após o término do teste. Os valores inicial e final de pH foram de, aproximadamente, 5,3±0,2 e 5,2±0,1, respectivamente. Considerando a pressão parcial de H<sub>2</sub>S (25 kPa) e o pH do meio utilizado, esse ambiente encontra-se na região 2 do gráfico da norma NACE MR0175 [12], conforme indicado (em vermelho) na Figura 44. Essa é uma região intermediária em severidade dentre as regiões para serviço em ambiente ácido.

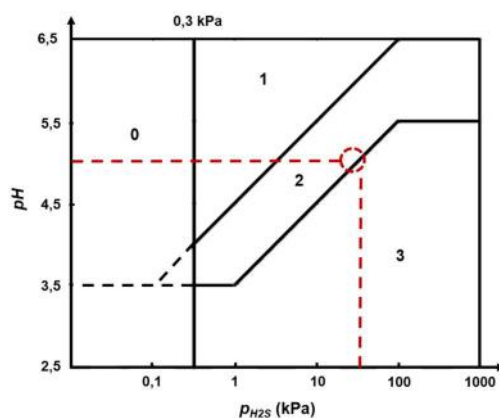


Figura 44 – Gráfico das regiões de severidade do ambiente agressivo (NACE MR0175 [12]), indicando a região do meio ácido utilizado neste trabalho. Adaptado de [12].

De acordo com a literatura, ensaios realizados a temperatura ambiente, baixo pH e elevada pressão parcial de H<sub>2</sub>S tendem a maximizar os efeitos do meio associados à fragilização por hidrogênio [5]. Dessa forma, a escolha por essa solução de teste, temperatura e pH foi para atender aos interesses da indústria para avaliar os materiais expostos às condições que mais se assemelham àquelas encontradas nos campos de exploração de petróleo e gás no Brasil. Os ensaios no meio ácido foram realizados no Laboratório de H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> e Corrosividade do Instituto Nacional de Tecnologia (INT),

### 3.2 Material

Neste trabalho, foi estudado o metal de base de um aço C-Mn que atende à especificação API 5L PSL2 grau X65MS [1], obtido a partir de tubos com costura (solda longitudinal), pelo processo UOE. Conforme explicado anteriormente, a designação M indica o processo de fabricação da chapa, que no caso em questão foi por laminação controlada, e a designação S indica que o aço foi desenvolvido para serviço em ambiente ácido.

O material foi recebido na forma de anel com 609,60 mm (24 in) de diâmetro externo nominal, 28,58 mm (1,125 in) de espessura e 500 mm de comprimento. A composição química desse aço, apresentada na Tabela 1, está de acordo com os valores especificados na norma API 5L [1].

Tabela 1 – Composição química do aço X65MS (% máxima em massa).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Al	Fe
0,059	0,336	1,50	0,019	<0,01	0,042	0,0026	0,106	0,018	0,061	Balanço

A Figura 45 apresenta a metalografia obtida na seção transversal do tubo, na região de metal de base. Como pode-se observar a microestrutura é predominantemente constituída de ferrita. Foi feita uma análise no *software Thermo-calc*, considerando os teores dos diferentes elementos de liga apresentados, e verificou-se que fração de massa estimada para a formação de cementita é menor que 1%, corroborando a observação metalográfica.

Foi realizado também ensaio de dureza Vickers (HV5) no metal de base, conforme norma ASTM E384 [53], na seção transversal do tubo, sendo obtido o valor de  $183 \pm 7$  HV5, estando de acordo com os requisitos das normas API 5L [1] e NACE MR0175 [12] para serviço em ambiente ácido.

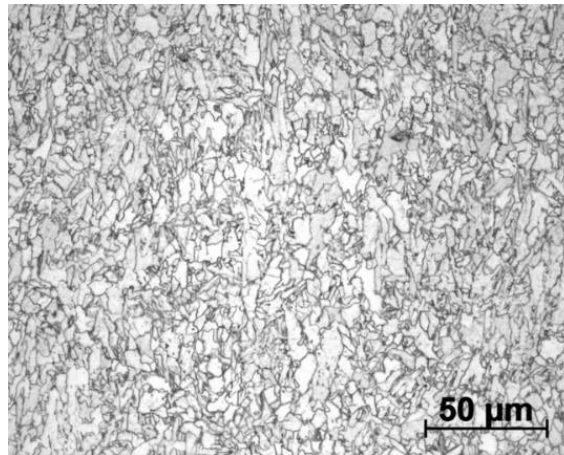


Figura 45 – Metalografia da seção transversal do tubo, mostrando uma microestrutura predominantemente de ferrita.

### **3.2.1 Propriedades mecânicas em tração**

As propriedades em tração do metal de base do material em estudo foram obtidas a partir de testes realizados ao ar, à temperatura ambiente, em corpos de prova cilíndricos com diâmetro nominal de 12,5 mm e comprimento útil de 62,5 mm, conforme a norma ASTM E8 [54]. Os testes foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS Landmark 370 com célula de carga de 100 kN.

### **3.2.2 Ensaio de baixa taxa de deformação (BTD)**

O ensaio de baixa taxa de deformação (BTD), muito utilizado na seleção de materiais para avaliar a susceptibilidade à corrosão sob tensão durante o serviço, foi realizado para avaliar o comportamento em tração do aço API X65 no meio ácido específico, de acordo com a norma NACE TM0198 [55] e ASTM G129 [56].

Foram testados três corpos de prova cilíndricos, com diâmetro nominal de 3,81 mm e comprimento útil de 25,40 mm, sendo um teste ao ar e dois no meio ácido. Os testes foram realizados em uma máquina eletromecânica Instron, com célula de carga de 100 kN, a uma taxa de deslocamento de  $2,5 \times 10^{-5}$  mm/s. O ambiente corrosivo utilizado foi o exposto no item 3.1.



### 3.2.3 Ensaio em geometria DCB

O ensaio em geometria DCB é realizado para determinar o valor de  $K_I$  limiar ( $K_{IEAC}$ ) no ambiente agressivo. Nesse ensaio, o corpo de prova é testado em deslocamento constante por meio de uma cunha posicionada na boca do entalhe. O ensaio baseia-se no critério de parada de trinca, uma vez que em deslocamento constante o fator intensidade de tensões diminui com o tempo, como mostrado na Figura 37.

Neste trabalho, o ensaio foi realizado de acordo com o método D da norma NACE TM 0177 [50]. Foram testados seis corpos de prova com geometria do tipo DCB (Figura 46) pré-trincados, retirados na direção longitudinal do tubo. Os corpos de prova ficaram imersos na solução de teste e mistura de gases, descritas no item 3.1, por 14 dias, conforme especificado na norma NACE TM 0177 [50]. Para cada corpo de prova foi aplicado um nível de deslocamento na linha de carga, determinado pela espessura da cunha utilizada, o que implica em diferentes valores de  $K_I$  inicial aplicado. A Figura 47 apresenta um dos corpos de prova DCB com a cunha já posicionada.



Figura 46 – Corpos de prova em geometria DCB.

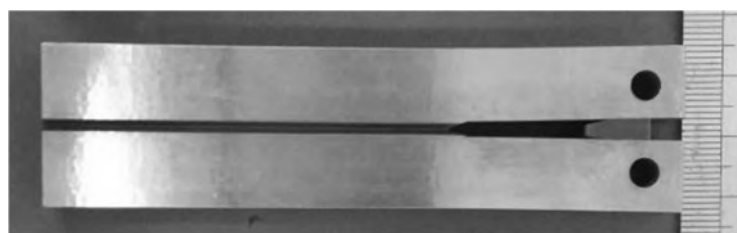


Figura 47 – Corpo de prova DCB com a cunha posicionada para produzir o deslocamento constante.

Após o período do teste, os corpos de prova foram removidos da solução e submetidos a um carregamento trativo para remoção da cunha e determinação da carga de *lift-off* ( $P_L$ ), que corresponde à carga no ponto de mudança de inclinação no registro carga-deslocamento. Em seguida, os corpos de prova foram fraturados em nitrogênio líquido e então foi medido o comprimento de trinca em cada CP.

Os valores de  $K_I$  inicial aplicado ( $K_{II}$ ) são obtidos a partir dos dados de comprimento inicial de trinca e da deflexão ( $\delta$ ) aplicada, conforme Eq. 28.

$$K_{II} = \frac{\delta a_0 E}{h^{1,5}} \left( \frac{2\sqrt{3} + 2,38(h/a_0)}{-9,5168 + 105,71(a_0/h) - 20,447(a_0/h)^2 + 12,054(a_0/h)^3} \right) \left( \frac{B}{B_n} \right)^{1/\sqrt{3}} \quad \text{Eq. 28}$$

onde  $h$  é a metade da altura do corpo de prova DCB.

A partir dos valores de  $P_L$  e do comprimento de trinca final ( $a_f$ ), o valor de  $K_{ISSC}$  para cada corpo de prova é determinado de acordo com a Eq. 29.

$$K_{ISSC} = \frac{P_L a_f (2\sqrt{3} + 2,38 h/a_f) (B/B_n)^{1/\sqrt{3}}}{B h^{3/2}} \quad \text{Eq. 29}$$

Com o resultado de  $K_I$  limiar ( $K_{IEAC}$ ) obtido para um meio específico a partir de um ensaio em geometria DCB, que é um ensaio simples e de duração relativamente pequena, é possível estimar o valor limiar do material no regime elasto-plástico, ou seja, o valor de  $J_{EAC}$ , a partir da Eq. 30:

$$J_{EAC} = \frac{K_{IEAC}^2 (1-\nu^2)}{E}. \quad \text{Eq. 30}$$

### 3.3 Testes de fratura em meio ácido

#### 3.3.1 Geometria dos corpos de prova

Os corpos de prova utilizados nos testes de fratura foram do tipo flexão em três pontos (SE(B)), do tipo  $B \times 2B$  ( $B = 24$  mm), conforme requisitos da norma ASTM E 1820 [17], e razão  $a_0/W \approx 0,5$ . A Figura 48 mostra o corpo de prova SE(B). Foram analisadas duas orientações de retirada de corpos de prova do tubo: L-C, com corpos de prova na direção longitudinal e trinca crescendo na circunferencial, e C-L, sendo os corpos de prova retirados da direção circunferencial, com a trinca crescendo na direção longitudinal [58,59]. A Figura 49 mostra uma representação esquemática da retirada dos

corpos de prova do tubo, nas duas orientações.

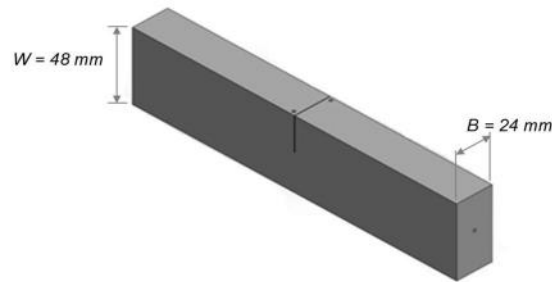


Figura 48 – Representação esquemática do corpo de prova SE(B).

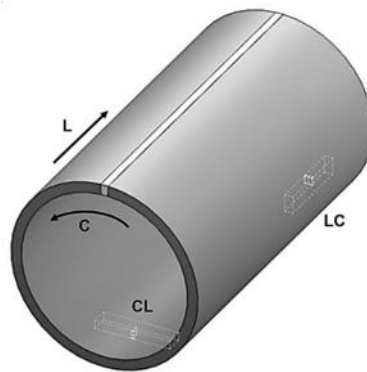


Figura 49 – Representação esquemática da direção de retirada dos corpos de prova a partir do tubo.

### 3.3.2 Avaliação do crescimento da trinca

#### 3.3.2.1 Técnica de queda de potencial elétrico

Neste trabalho, a técnica de potencial elétrico com corrente contínua (DCPD) foi escolhida para a avaliação do crescimento de trinca durante o teste de fratura monotônica no meio ácido, por se tratar de uma metodologia que não necessita de instrumentação complexa. Isso é uma vantagem dessa técnica se comparado à metodologia das descargas parciais, que requer a utilização de extensômetro na boca do entalhe, o que dificulta a sua utilização para ensaios em ambientes ácidos, pois requer uma proteção da eletrônica do extensômetro das ações corrosivas do meio, o que não é muito trivial.

Além disso, essa metodologia permite o monitoramento contínuo do

comprimento da trinca, sem necessitar de acesso visual para esse acompanhamento. Esses fatos tornam viável o uso da técnica de queda de potencial elétrico em ensaios em ambientes ácidos [28,29]. Entretanto, por se tratar de uma técnica que se baseia em uma metodologia analítica, é de extrema importância ter uma equação ajustada às condições do ensaio e geometria dos corpos de prova, de forma a minimizar as limitações que essa técnica apresenta, como a deformação plástica do ligamento remanescente e o possível efeito do eletrólito nos valores de queda de potencial medidos.

### 3.3.2.2 *Influência do comportamento elasto-plástico do material*

Foram realizados ensaios para avaliação da influência do comportamento elasto-plástico do material nos valores de queda de potencial medidos, uma vez que, durante o carregamento monotônico, a deformação plástica do ligamento remanescente pode amplificar os valores de queda de potencial, refletindo em uma superestimação nos valores de comprimento de trinca [24-27]. Os testes foram realizados utilizando corpos de prova com entalhe embotado (Figura 50), que permite, devido a sua geometria, que o comprimento da trinca ao longo do teste permaneça constante. Dessa forma, o carregamento aplicado promove uma grande deformação plástica no ligamento remanescente, levando a um aumento da queda no potencial, sem que haja propagação da trinca. O objetivo do uso desse tipo de entalhe é para facilitar a observação da influência da deformação plástica, pela medida do potencial durante o teste, permitindo obter uma equação para correção dos valores de queda de potencial devido à plasticidade do ligamento remanescente.

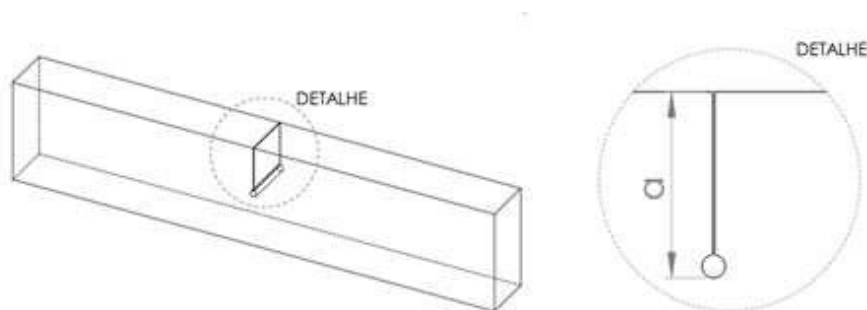


Figura 50 – Representação do corpo de prova com entalhe embotado.

Foram testados três corpos de prova com entalhe embotado, com razões  $a_0/W$

de 0,5, 0,6 e 0,7, em condições atmosféricas, taxa de deslocamento de  $8 \times 10^{-3}$  mm/s e intensidade de corrente de 8 A. Após os testes, os corpos de prova foram fraturados em nitrogênio líquido, e o ligamento remanescente de cada CP foi analisado, para avaliar a influência do comportamento elasto-plástico do material nos valores de queda de potencial medidos. Esse comportamento pode amplificar os valores medidos, levando a uma superestimação do comprimento de trinca obtido.

### 3.3.2.3 *Influência do meio corrosivo*

Para avaliar a influência do meio corrosivo sobre os registros de queda de potencial, foi realizado um ensaio em corpo de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,6$ , no meio corrosivo descrito no item 3.1, e comparado com os registros obtidos no ensaio ao ar. O ensaio foi realizado a taxa de deslocamento de  $4 \times 10^{-5}$  mm/s, e com intensidade de corrente de 8 A.

### 3.3.2.4 *Influência da intensidade de corrente aplicada*

Com o objetivo de avaliar a influência da intensidade de corrente ( $i$ ) nos registros de queda de potencial, foi realizado um teste ao ar, alternando a intensidade de corrente entre 8 A e 18 A, em um corpo de prova com entalhe embotado, com razão  $a_0/W = 0,5$  e taxa de deslocamento de  $8 \times 10^{-3}$  mm/s.

### 3.3.2.5 *Ajuste da técnica de queda de potencial elétrico para utilização no meio ácido*

A técnica de queda de potencial elétrico oferece muitas vantagens para monitoramento da propagação da trinca durante os testes de fratura, como a possibilidade de monitoramento contínuo do comprimento da trinca, a redução do tempo de execução do teste, uma vez que não requer a realização de descargas parciais para a medição da flexibilidade elástica, e a possibilidade de ser usadas em condições extremas de taxas de deslocamento e temperatura [19,21]. Entretanto, como já mencionado, essa técnica apresenta algumas limitações que precisam ser consideradas para sua utilização em ensaios em ambientes agressivos.

Com relação à limitação referente à deformação plástica no ligamento remanescente, ela pode ser solucionada por meio de correções por plasticidade, conforme descrito no item 3.3.2.2 e apresentado no item 4.2.1. Já a limitação

relacionada à possibilidade de fuga de corrente pelo eletrólito, foram realizados ensaios no meio e no ar, conforme itens 3.3.2.3 e 4.2.2.

Finalmente, sobre as limitações relacionadas à dificuldade em se determinar o correto ponto de início de crescimento de trinca, neste trabalho foi adotado o critério apresentado no método 2 do anexo H.8 da norma ISO 12135 [30], que consiste em uma técnica direta de estimativa do comprimento da trinca, baseada nos registros de *P*-DCPD (Figura 51). Dessa forma, considerou-se como o ponto de iniciação do crescimento estável da trinca o registro a partir do qual o valor da variação da queda de potencial passa a ser positivo e crescente ( $\Delta\phi \geq 0$ ). A partir do conhecimento desse ponto, determina-se, por meio da equação de Johnson (Eq. 21), o valor de comprimento da trinca referente ao início do crescimento estável, que se localiza na linha de embotamento da curva de resistência.

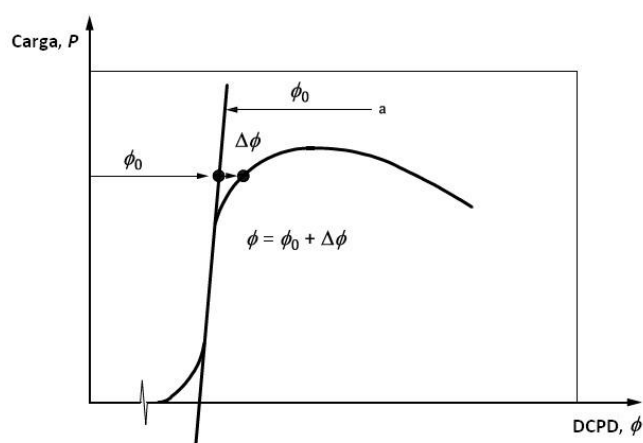


Figura 51 – Registro típico *P*-DCPD em um teste (*a* representa a linha de base).  
Adaptado de [30].

Mais um ajuste necessário refere-se à correção dos valores de comprimento de trinca inicial e final obtidos a partir dos valores de queda de potencial, de acordo com os valores medidos fisicamente pela superfície de fratura do corpo de prova [60,61]. Essa correção foi realizada considerando-se que, uma vez que os valores inicial e final de trinca são corrigidos para os valores físicos, a diferença entre os valores de comprimento de trinca obtidos por queda de potencial e físicos estará distribuída ao longo dos pontos intermediários. Além disso, essa correção não comprometeu os resultados obtidos, tendo em vista que o uso da técnica de queda de potencial permitiu realizar uma comparação entre os corpos de prova, e mostrou uma tendência de comportamento

para o material em estudo. Esse trabalho não teve como objetivo principal determinar o valor exato de tenacidade à fratura do aço API X65 em meio ácido, e sim, apresentar a metodologia experimental e cuidados necessários para avaliação desse material no meio em questão.

A Figura 52 mostra uma representação esquemática do corpo de prova SE(B) com o posicionamento dos eletrodos para aplicação da corrente e para medição da queda de potencial elétrico. Os eletrodos foram conectados ao corpo de prova por parafusos. Após isso, os pontos de contato foram protegidos por um revestimento anticorrosivo à base de uma tinta epóxi. Para o fornecimento da corrente elétrica contínua, foi utilizada uma fonte elétrica Agilent modelo E3633A; enquanto que para a medição da queda de potencial, utilizou-se um multímetro Agilent modelo 3458A, com sensibilidade de 10 nV, conectado ao computador para aquisição dos dados. Os testes foram realizados com intensidades de corrente de 8 A e 18 A. Não foi observado aumento de temperatura dos cabos, dos terminais e do corpo de prova ao longo do teste para nenhum dos dois níveis de intensidade utilizados. Como a intensidade de corrente de 18 A apresentou uma melhor razão sinal/ruído, a mesma foi utilizada na maior parte dos ensaios.

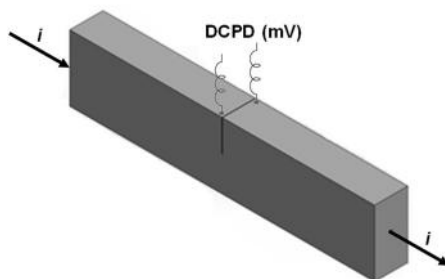


Figura 52 – Representação esquemática do posicionamento dos eletrodos para aplicação da corrente e para medição da queda de potencial no corpo de prova.

### 3.3.3 Parâmetros de teste

Os ensaios em meio ácido requerem um controle muito restrito dos parâmetros de teste que podem influenciar os resultados obtidos. Temperatura, pH da solução e pressões parciais de  $H_2S$  e  $CO_2$  são parâmetros importantes que podem influenciar o comportamento do material no meio ácido, especialmente no que se refere ao efeito do ambiente associado à fragilização por hidrogênio e/ou à corrosão sob tensão [5]. Segundo *TWI*, é recomendado realizar testes sob condições mais próximas possíveis

àquelas de operação dos dutos e *risers* [5], o que nem sempre é muito trivial. Neste trabalho, esses parâmetros foram mantidos constantes. Entretanto, outros parâmetros de teste foram analisados, visando a definição das condições que devem ser considerados para avaliação experimental de curvas de resistência *J-R* de aços em ambientes agressivos. Considerou-se o conjunto de parâmetros que fornecesse o pior cenário, ou seja, o que apresentasse resultados mais conservadores.

Os seguintes parâmetros foram analisados: uso de entalhes laterais, revestimento dos corpos de prova, orientação de retirada dos corpos de prova, tempo de encharque e taxa de deslocamento.

#### *3.3.3.1 Uso de entalhes laterais no corpo de prova*

O objetivo do uso de entalhes laterais é reduzir o efeito das deformações plásticas que podem ocorrer nas bordas dos corpos de prova, e orientar a propagação da trinca durante o ensaio para determinação das curvas de resistência [9]. Além disso, os entalhes laterais removem a zona de baixa triaxialidade de tensões na superfície do corpo de prova, e podem levar a frentes de trinca mais retas [9].

#### *3.3.3.2 Revestimento dos corpos de prova*

Durante a operação do duto rígido, o hidrogênio proveniente do fluido transportado penetra no material apenas em regiões expostas. Dessa forma, a função do revestimento é simular essa situação, protegendo as faces do corpo de prova contra a ação do ambiente corrosivo, deixando somente a região do entalhe exposta ao meio ácido. Isso é feito para assegurar que a geração de hidrogênio e a dissolução do metal ocorram apenas nessa região [48]. Em geral, uma janela de aproximadamente 10 mm de largura é deixada sem revestimento em cada lado do corpo de prova, para permitir a interação do meio com a superfície local e a ponta da trinca [5]. De acordo com a literatura [62], corpos de prova revestidos apresentaram maior tenacidade do que aqueles sem revestimento, devido ao menor nível de hidrogênio que ingressou e difundiu no material. Neste trabalho, foi utilizado um revestimento polimérico de tinta epóxi, conforme a norma Petrobras N2912 [63].



### 3.3.3.3 Orientação de retirada dos corpos de prova no tubo

Com relação à orientação de retirada dos corpos de prova no tubo, neste trabalho, conforme já mencionado, foram utilizadas duas orientações: L-C e C-L [58,59]. A orientação L-C foi escolhida, pois simula defeitos existentes na direção transversal à direção de laminação da chapa que origina o tubo pelo processo de conformação UOE. Já a orientação C-L foi escolhida por simular possíveis defeitos provenientes do processo de laminação da chapa, uma vez que plano da trinca se localiza na direção longitudinal do tubo.

### 3.3.3.4 Tempo de encharque no meio agressivo antes do carregamento

O tempo de encharque consiste no período que o corpo de prova fica imerso no meio agressivo antes do início do carregamento monotônico, para permitir que o hidrogênio difunda pelo material, maximizando o efeito do ambiente. Foram avaliados os tempos de encharque de 24 e 48 h.

O tempo de encharque de 24 h foi definido a partir do tempo necessário para garantir a saturação total do sistema com a mistura de gases  $H_2S/CO_2$ . Considerando o volume da solução usado de aproximadamente 15 L, e a vazão de saturação de 1 L/h, o tempo de saturação mínimo foi de 15 h. Para garantir uma saturação completa e, por questões de facilidades laboratoriais para dar início ao carregamento do corpo de prova, decidiu-se pelo tempo de encharque de 24 h. Há uma tendência na indústria local para a realização desse tipo de ensaio na duração mais curta possível, e dessa forma, tempo de encharque de 48 h vem sendo utilizado. Por esse motivo, para fins comparativos, os corpos de prova foram testados também com tempo de encharque de 48 h.

### 3.3.3.5 Taxa de deslocamento ( $\dot{V}$ )

De acordo com a literatura [5,28,40,47], a taxa de deslocamento tem grande influência no comportamento do material, como, por exemplo, na obtenção das curvas *J-R*, quando submetido a um ambiente contendo  $H_2S$ . Inicialmente, foram utilizadas três taxas nominais de deslocamento:  $8 \times 10^{-5}$  mm/s,  $4 \times 10^{-5}$  mm/s e  $1 \times 10^{-5}$  mm/s. A taxa de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s foi definida a partir do deslocamento final obtido em um teste ao ar, dividido por um período 48 h de teste. A ideia inicial era realizar o ensaio a uma taxa mais lenta para permitir a atuação do meio ácido no material. Já a taxa de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s foi definida por ser a menor taxa permitida pela máquina de teste. E com isso, definiu-se uma taxa

intermediária entre as duas primeiras.

Na sequência da pesquisa, outras taxas de deslocamento foram utilizadas para avaliar a existência de crescimento subcrítico de trinca durante os testes, visando a definição da menor taxa para ser usada para caracterizar o material no meio ácido.

### **3.3.4 Procedimento de ensaio no meio corrosivo**

Como mencionado, os ensaios para a determinação das curvas de resistência em meio ácido foram realizados no Laboratório de H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> e Corrosividade do Instituto Nacional de Tecnologia (INT), em uma máquina eletromecânica Instron 3382, com uma célula de carga de  $\pm 100$  kN. O carregamento monotônico foi realizado sob controle de deslocamento, a diferentes taxas nominais de deslocamento, conforme informado no item 3.3.3. As taxas nominais de deslocamento referem-se aos valores usados durante a programação da máquina de teste. Uma vez que esses valores possuem componentes não legítimos, devido à falta de rigidez da máquina eletromecânica e dispositivos, foi necessário corrigir os valores nominais de deslocamento ( $V$ ), e, conseqüentemente, as taxas reais de deslocamento foram mais baixas. Ao longo do texto, será utilizado o termo taxa de deslocamento para se referir à taxa nominal de deslocamento.

A definição da sequência de testes foi feita pelo *software* Instron Wavemaker®, que permite a programação do teste em blocos. Em todos os testes, o deslocamento do atuador da máquina, o tempo e os valores de DCPD foram registrados digitalmente, sendo utilizada a taxa de aquisição de 1,0 Hz. Todos os corpos de prova, pré-trincados de acordo com a norma ASTM E1820 [17], foram testados imersos na solução agressiva.

A montagem do sistema de teste consiste das seguintes etapas: preparação do corpo de prova pré-trincado e já com os eletrodos conectados, na célula de teste; desaeração da solução de teste com gás inerte (N<sub>2</sub> – grau analítico 5), respeitando a relação de 1 h/L de solução; conexão dos eletrodos nos equipamentos (fonte e multímetro); transferência da solução para a célula de teste; saturação do sistema com a mistura de gases 25% H<sub>2</sub>S balanceada com 75% CO<sub>2</sub>, a uma vazão mínima de 1 L/h, durante as primeiras 24 ou 48 h, dependendo do ensaio, e, após isso, o borbulhamento foi mantido contínuo, com uma vazão reduzida, de poucas bolhas por minuto, até o término do ensaio. Após atingido o tempo de encharque, foi medido o pH da solução; a intensidade de corrente foi aplicada, e o carregamento monotônico iniciado,

simultaneamente com o início da aquisição dos registros de queda de potencial. Após concluído o teste, ou seja, após o carregamento monotônico até um deslocamento final definido, uma alíquota da solução foi retirada para a medição de pH, o borbulhamento da mistura de gases foi interrompido e a purga do sistema com  $N_2$  foi iniciada. O sistema foi, então, desmontado, e o corpo de prova foi limpo, seco e armazenado. Para análise da superfície de fratura, o corpo de prova foi pós-trincado ou imerso em solução de nitrogênio líquido. Essa etapa permite obter a fratura do corpo de prova sem induzir deformação plástica que possa alterar a medição do comprimento de trinca. Para esses corpos de prova, que foram testados em ambiente corrosivo, não foi necessária a etapa de tingimento térmico antes da fratura do CP, uma vez que a atuação do meio ácido na região do entalhe e trinca permitiu uma boa diferenciação das regiões da pré-trinca e do crescimento de trinca.

A Figura 53 apresenta o sistema de teste, com o corpo de prova imerso na solução, no início do carregamento monotônico.

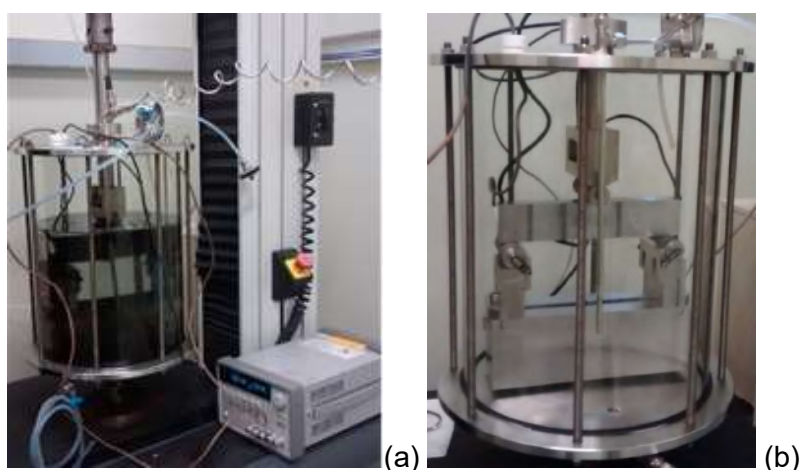


Figura 53 – (a) Sistema de teste mostrando o corpo de prova imerso na solução, no início do carregamento monotônico. (b) Detalhe do corpo de prova posicionado no dispositivo de flexão em três pontos na célula de teste.

Uma consideração importante no procedimento de ensaio refere-se aos testes para verificação do crescimento subcrítico. Após identificada a ocorrência desse mecanismo de crescimento de trinca durante os testes de fratura em meio ácido, nos testes a diferentes taxas de deslocamento, o procedimento de ensaio passou a incluir mais uma etapa que consiste em manter o deslocamento final constante, após o término do carregamento monotônico a uma determinada taxa de deslocamento, por um certo

período, para verificar a existência ou não de tempo de incubação e/ou crescimento subcrítico de trinca. Esse período que o corpo de prova foi submetido a deslocamento final constante é mencionado neste trabalho como *hold*.

### 3.3.5 Obtenção das curvas J-R

Para a construção das curvas de resistência ao crescimento de trinca experimentais (curvas J-R), foram calculados os valores de integral  $J$  em cada ponto de aquisição correspondente ao deslocamento e à carga, a partir dos registros  $P$ - $V$ , conforme Eq. 31:

$$J = J_{e(i)} + J_{pl(i)} = \frac{K_{I(i)}^2(1-\nu^2)}{E} + \frac{\eta A_{pl(i)}}{B(W-a_{(i)})} \quad \text{Eq. 31}$$

onde, neste caso,  $\eta = 1,9$  para corpos de prova SE(B), uma vez que foram utilizados os registros de deslocamento da linha de carga ( $V$ ) [17].

Conforme já mencionado, os valores de comprimento de trinca foram obtidos pelos registros de queda de potencial, por meio da Eq. 21, em cada ponto de aquisição. Os valores de comprimento de trinca inicial e final foram medidos opticamente, em microscópio estereoscópico, após ruptura dos corpos de prova por nitrogênio líquido ou pós-trincamento por fadiga.

De posse dos valores experimentais de  $J$  e de extensão da trinca, os pares  $J$ - $\Delta a$  foram plotados. A partir da construção da linha de embotamento (BL), definida pela Eq. 32 conforme ASTM E1820 [17], e das linhas de exclusão, traçadas paralelamente a linha de embotamento em  $\Delta a = 0,15$  mm e  $\Delta a = 1,5$  mm, os pontos qualificados foram definidos, atendendo também aos valores limites definidos na norma supracitada. Após isso, uma curva seguindo a lei de potência (Eq. 33) foi ajustada e, então, as constantes  $C_1$  e  $C_2$  foram determinadas.

$$J = 2\sigma_y \Delta a \quad \text{Eq. 32}$$

$$J = C_1 (\Delta a)^{C_2} \quad \text{Eq. 33}$$

Considerando a dificuldade existente em se determinar o exato ponto do início do crescimento estável da trinca, na região de transição entre o processo de embotamento e o crescimento real da trinca [12], a norma ASTM E1820 [17] estabelece que um valor candidato a tenacidade à fratura,  $J_Q$ , pode ser obtido a partir da intersecção

da curva ajustada pela lei de potência com uma reta paralela à linha de embotamento deslocada de 0,2 mm.  $J_Q$  é, então, qualificado como valor de tenacidade à fratura ( $J_{IC}$ ) se os seguintes requisitos forem atendidos [17]:

$$\begin{aligned} B &> 10J_Q / \sigma_Y; \\ b_0 &> 10J_Q / \sigma_Y. \end{aligned} \tag{Eq. 34}$$

A Figura 54 exemplifica a definição das linhas de construção para a determinação dos pontos qualificados e do valor de  $J_Q$  [16].

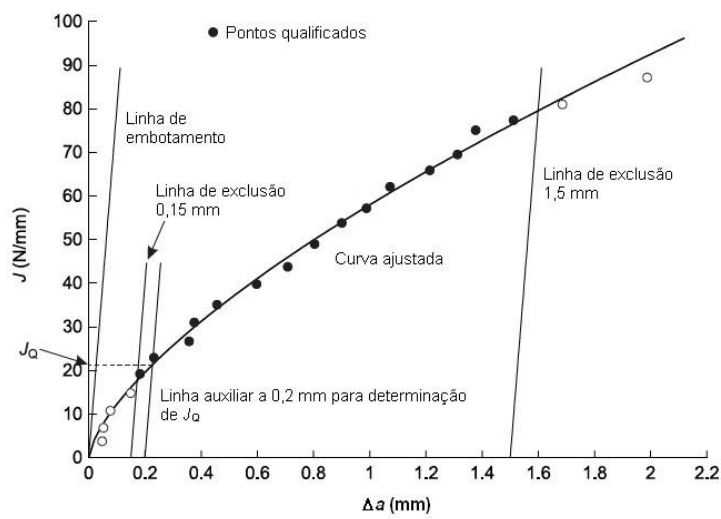


Figura 54 – Definição das linhas de construção e exclusão, dos pontos qualificados e do valor de  $J_Q$ . Adaptado de [16].

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização do Material

#### 4.1.1 Propriedades mecânicas em tração

As propriedades de tração para o aço X65 estudado podem ser encontradas na Tabela 2. De acordo com a literatura [48,64,65], as tensões limite de escoamento e limite de resistência desses materiais não se alteram significativamente quando expostos a ambiente agressivos contendo hidrogênio. Entretanto, ocorre a perda de ductilidade como resultado da fragilização do aço pelo hidrogênio [48]. Os valores obtidos no teste de tração realizado ao ar atendem aos requisitos da norma API 5L [1], em ambas as direções – longitudinal e transversal.

Tabela 2 – Propriedades em tração ao ar do aço X65.

Direção	$\sigma_{LE}$ (MPa)	$\sigma_R$ (MPa)
Longitudinal	477,33	538,62
Transversal	523,90	547,03

#### 4.1.2 Ensaio de BT D

A Figura 55 apresenta os registros carga vs. deslocamento dos corpos de prova BT D testados. Pode-se observar uma sobreposição das três curvas na região elástica, e uma perda de ductilidade para os corpos de prova testados no meio ácido. Isso pode ser confirmado pelas imagens de MEV obtidas (Figura 56), que mostram que os corpos de prova testados no meio agressivo apresentaram ruptura característica de fratura frágil, com pouca ou nenhuma estrição; enquanto que o corpo de prova testado ao ar apresentou uma superfície de fratura dúctil, com grande estrição antes da ruptura e a presença de microvazios. Conforme pode ser visto na Figura 56b, a estrição no corpo de prova ao ar não foi uniforme, evidenciando uma ligeira anisotropia nas propriedades mecânicas. O ensaio de BT D realizado, embora não tenha fornecido resultados quantitativos de tensões limite de escoamento, permitiu observar que a tensão limite de escoamento aparentemente não se alterou no teste realizado no meio ácido, enquanto que a tensão limite de resistência (tensão de engenharia) foi levemente superior àquela obtida ao ar, como pode ser visto na Tabela 3. Esse aumento de resistência para os testes realizados no meio pode estar associado à difusão dos átomos de hidrogênio

para os interstícios da rede cristalina [48], atuando como aprisionadores das discordâncias.

Os valores de redução de área (RA), medidos pela área da superfície de fratura do CP após o teste, estão apresentadas na Tabela 3. Também podem ser observados os valores de razão de redução de área (RRA), que são calculados pela razão entre os valores de redução de área obtidos no ambiente agressivo e os valores obtidos a partir dos testes ao ar. Valores de RRA mais próximos de 1,0 indicam maior resistência ao trincamento pelo meio agressivo, enquanto que valores mais baixos indicam baixa resistência ao trincamento pelo meio [55,65]. Pelos resultados obtidos pelos testes de BTM, pode-se concluir que o material testado apresentou baixa resistência ao trincamento devido ao ambiente agressivo.

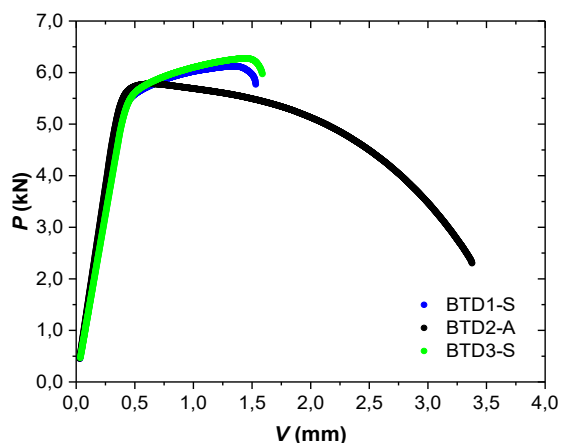


Figura 55 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova BTM testados ao ar (A) e no meio ácido (S).

Tabela 3 – Medidas de limite de resistência e redução de área das superfícies de fratura dos corpos de prova BTM.

CP	Ambiente	$\sigma_R$ (MPa)	RA (%)	RRA
BTM1-S	Meio	537,12	21,29	0,26
BTM2-A	Ar	507,21	81,76	-
BTM3-S	Meio	550,33	11,60	0,14

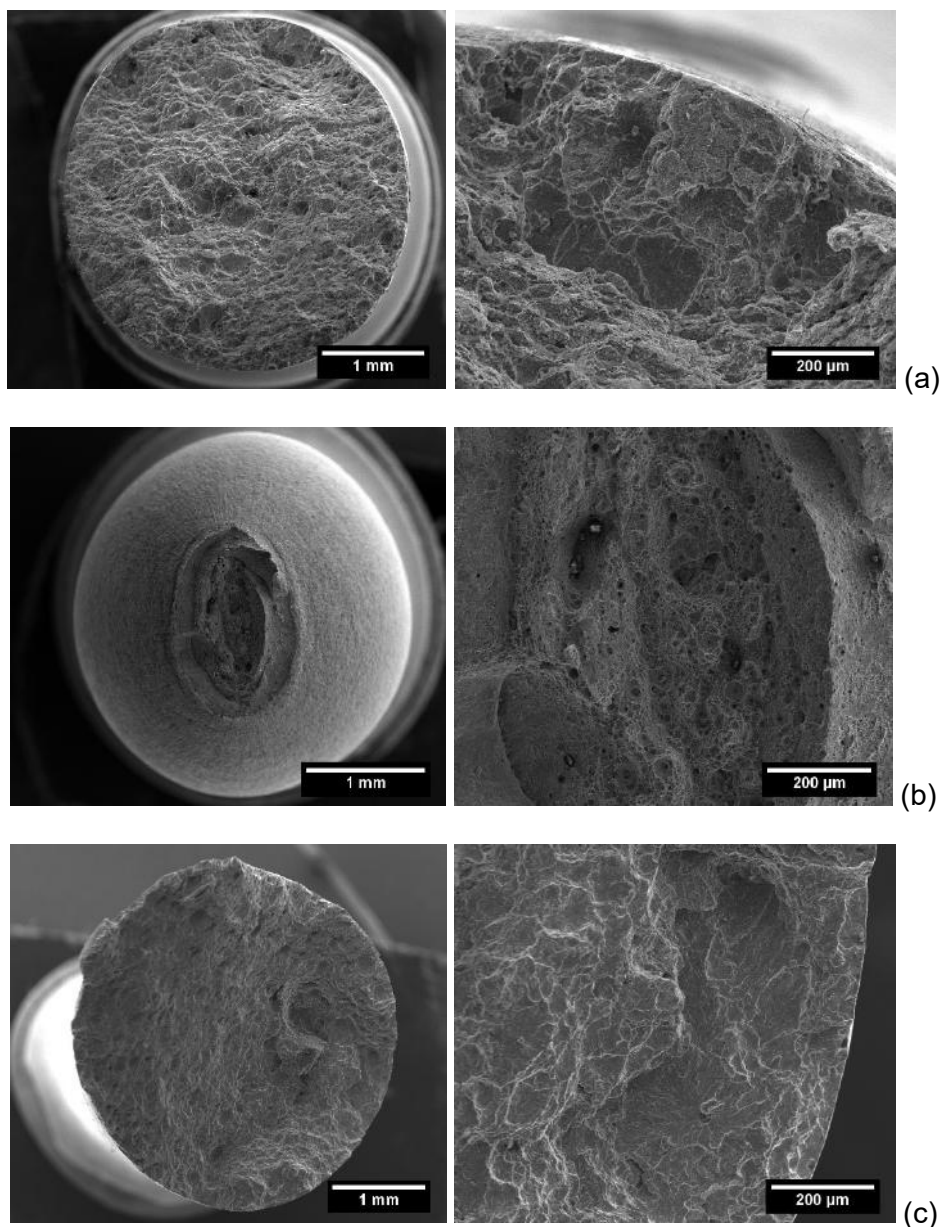


Figura 56 – Superfície de fratura dos corpos de prova BT1-S (a), BT2-A (b) e BT3-S (c).

#### 4.1.3 Ensaio em geometria DCB

A Figura 57 apresenta as superfícies de fratura dos seis CPs testados. Pode-se observar que apenas três CPs apresentaram crescimento de trinca. Isso é um indicativo de que o valor de  $K_{Ii}$  para esses CPs não foi suficiente para promover a propagação da trinca durante o período do ensaio. Assim sendo, foram utilizados os resultados apenas dos três corpos de prova com crescimento de trinca. A Tabela 4 apresenta os valores de comprimentos de trinca inicial e final, a carga de *lift-off*, bem como os valores de  $K_{Ii}$



e  $K_{ISSC}$  obtidos para cada CP.

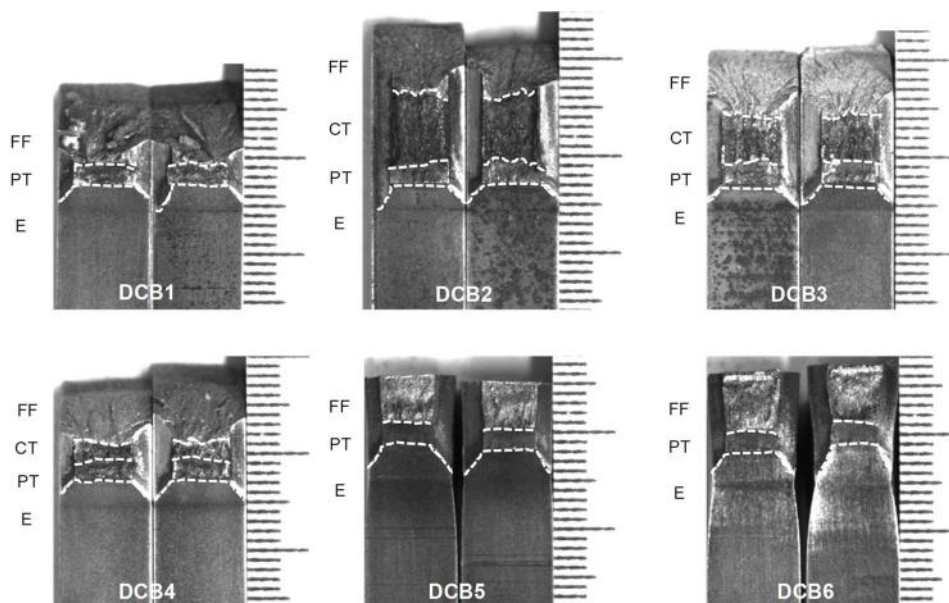


Figura 57 – Superfície de fratura dos corpos de prova DCB (E – entalhe; PT – pré-trinca de fadiga, CT – crescimento da trinca, FF – fratura frágil em nitrogênio líquido).

Tabela 4 – Parâmetros do teste de DCB.

CP	$P_L$ (kN)	$a_0$ (mm)	$a_f$ (mm)	$K_{li}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	$K_{ISSC}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )
DCB2	3,45	33,70	40,84	106,24	58,43
DCB3	3,69	33,84	39,13	79,76	60,24
DCB4	4,83	33,74	37,87	100,00	76,77

Para a obtenção do valor de  $K_I$  limiar, foi utilizada a metodologia proposta por Ernst *et al.* [43-45,57], que consiste em construir um gráfico com os valores de  $K_{li}$  vs.  $K_{ISSC}$  e fazer um ajuste linear desses pontos. A partir do ponto de intersecção da reta ajustada com uma reta traçada a 45° define-se o  $K_{IEAC}$ . Na Figura 58, encontram-se os registros  $K_{li}$  vs.  $K_{ISSC}$ , indicando o valor de  $K_{IEAC}$  de 59,84 MPa.m<sup>1/2</sup>. É importante ressaltar a necessidade de se realizar testes em mais corpos de prova para permitir um melhor ajuste linear dos dados; entretanto, para fins comparativos, neste trabalho o valor obtido foi usado como um valor estimado de  $K_{IEAC}$  do material no ambiente agressivo em questão.

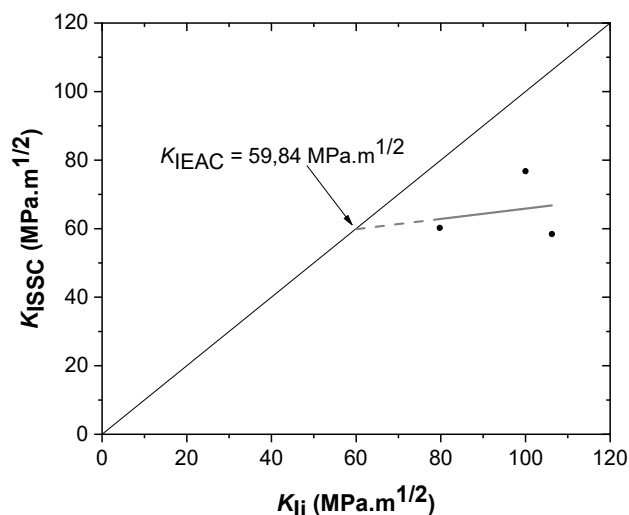


Figura 58 – Registros  $K_{II}$  vs.  $K_{ISSC}$  dos corpos de prova testados.

## 4.2 Ajuste da técnica de queda de potencial elétrico

### 4.2.1 Influência do comportamento elasto-plástico do material

A Figura 59 apresenta os registros  $P-V$  dos três CPs testados, com diferentes  $a_0/W$ , mostrando a mesma tendência de comportamento, com diferença apenas no nível de carga para o início da deformação plástica. Além disso, observa-se que as três curvas apresentaram duas regiões distintas: uma primeira associada ao comportamento elástico, na qual a carga varia linearmente com o deslocamento da linha de carga, e uma segunda na qual há uma variação não-linear com o deslocamento, que pode ser considerada como início do comportamento plástico. A Figura 60 exemplifica esse comportamento para o corpo de prova com  $a_0/W = 0,5$ , que é representativo dos demais CPs usados nos testes para essa avaliação da técnica de queda de potencial.

De acordo com a Figura 61, que apresenta os registros DCPD vs.  $V$  dos três CPs testados, os valores de queda de potencial aumentam com a diminuição do ligamento remanescente, ou seja, com o aumento da razão  $a_0/W$ . Isso pode ser explicado pelas primeira (Eq. 35) e segunda (Eq. 36) leis de Ohm, que mostram a relação direta da queda de potencial elétrico (DCPD) com a resistência elétrica ( $R_e$ ) e a relação inversamente proporcional desta com o ligamento remanescente.

$$DCPD = R_e \cdot i$$

Eq. 35

$$R_e \propto \rho \frac{1}{(W-a) \cdot B}$$

Eq. 36

Onde  $\rho$  é a resistividade elétrica do material.

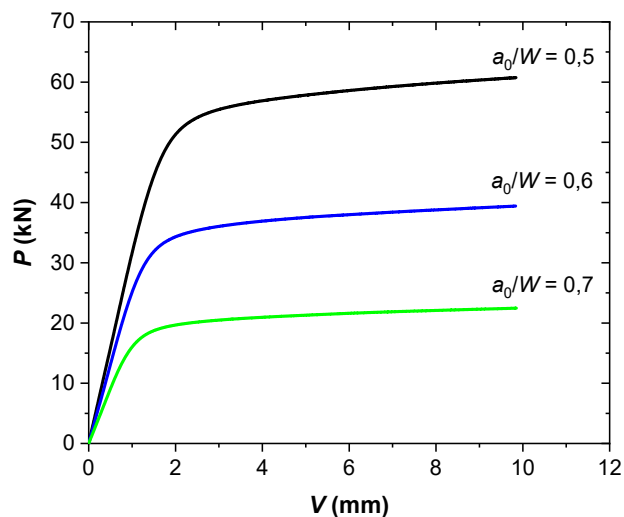


Figura 59 – Registros  $P$ - $V$  dos CPs com entalhe embotado e diferentes razões  $a_0/W$ .

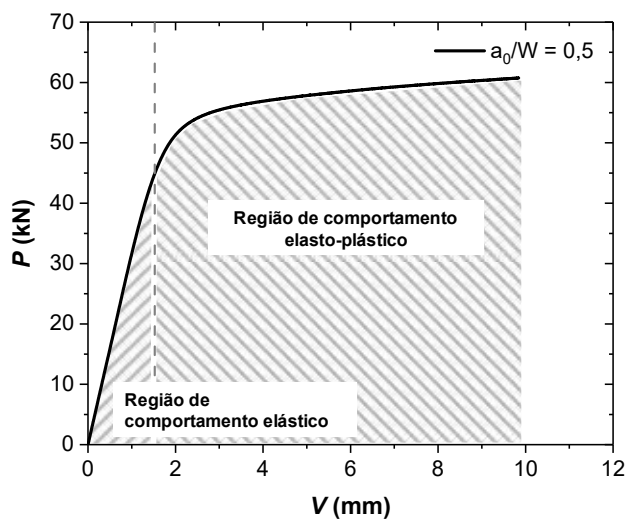


Figura 60 – Registros  $P$ - $V$  do CP com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$ , mostrando as regiões de comportamento elasto-plástico.

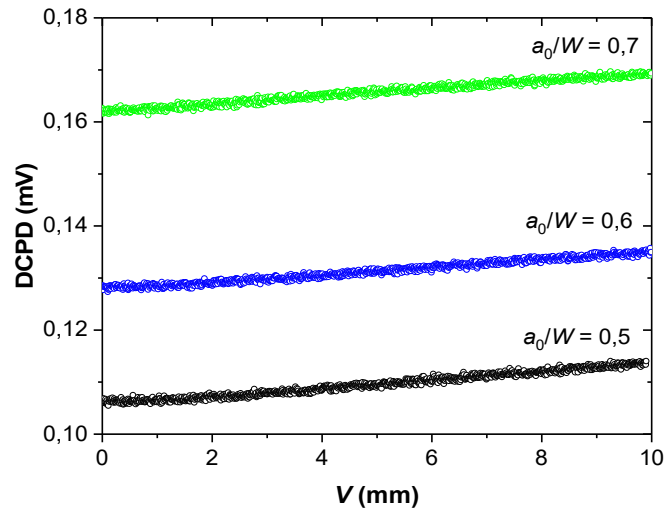


Figura 61 – Registros DCPD-V dos CPs com entalhe embotado e diferentes razões  $a_0/W$ .

Para avaliar uma possível mudança na área do ligamento remanescente dos corpos de prova com entalhe embotado após o ensaio, foi realizado corte, mediante eletroerosão a fio, no plano médio do ligamento dos corpos de prova com  $a_0/W = 0,5$  e  $0,7$ . A Figura 62 mostra o plano central do ligamento remanescente de ambos os corpos de prova após o corte. Como pode ser visto, embora exista mudança na geometria do ligamento, as áreas iniciais e finais permaneceram praticamente estáveis, com diferença menor que 1%, como pode ser comprovado pelas medições das áreas, por análise de imagens, de cada corpo de prova apresentadas na Tabela 5.

Dessa forma, considerando que não houve mudança nas dimensões do ligamento remanescente, pode-se inferir que a variação linear ocorrida nos registros de queda de potencial ao longo dos testes em corpos de prova com entalhe embotado foi originada, fundamentalmente, pela mudança da resistividade do material devido à deformação plástica. Esse resultado mostra que a plasticidade que ocorre durante o carregamento monotônico amplifica os valores de queda de potencial durante o ensaio e, conseqüentemente, os valores de comprimento da trinca são superestimados, como já exposto na literatura [24-27].

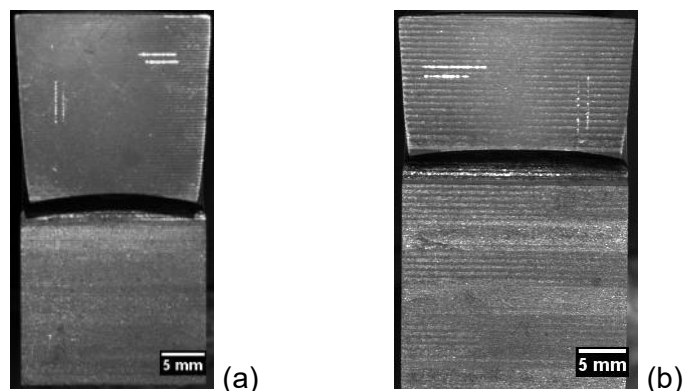


Figura 62 – Plano central dos ligamentos remanescentes dos corpos de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$  (a) e  $0,7$  (b).

Tabela 5 – Medidas das áreas das superfícies de fratura dos corpos de prova com entalhe embotado.

$a_0/W$	Área inicial (mm <sup>2</sup> )	Área final (mm <sup>2</sup> )	Diferença (%)
0,5	576,0	572,0	-0,70
0,7	345,6	346,2	+0,17

Assim, verifica-se que os registros de queda de potencial englobam duas componentes: uma que traduz a propagação da trinca, e outra relacionada ao escoamento plástico do material. Com isso, faz-se necessário corrigir os valores de queda de potencial para subtrair o efeito da componente plástica. Essa correção é feita primeiramente a partir da medição do fator de plasticidade (Eq. 37), obtido pela inclinação dos registros DCPD vs.  $V$ , conforme mostrado na Figura 63. Após isso, calcula-se a componente plástica pela Eq. 38, e, finalmente, os valores de queda de potencial são corrigidos conforme Eq. 39.

$$\text{Fator de plasticidade} = \frac{\Delta DCPD}{\Delta V} \quad \text{Eq. 37}$$

$$DCPD_{pl} = V_{pl} \cdot \left( \frac{\Delta DCPD}{\Delta V} \right) \quad \text{Eq. 38}$$

$$DCPD_{cor} = DCPD - DCPD_{pl} \quad \text{Eq. 39}$$

onde  $DCPD_{pl}$  é a componente plástica dos registros de queda de potencial elétrico medidos,  $V_{pl}$  é a componente plástica do deslocamento,  $DCPD_{cor}$  é o valor de queda de potencial corrigido por plasticidade.

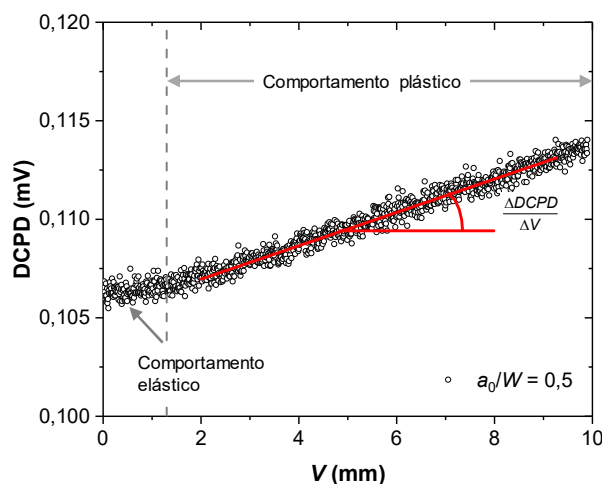


Figura 63 – Registro DCPD-V do corpo de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$ , mostrando as regiões de comportamentos elástico e plástico e o fator de plasticidade.

#### 4.2.2 Influência do meio corrosivo

Os registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova testados ao ar e no meio, com  $a_0/W = 0,6$ , podem ser vistos na Figura 64. Como pode ser observado, as duas curvas apresentam comportamento similar na região elástica até aproximadamente 32 kN, quando os comportamentos se tornam distintos à medida que o carregamento aumenta. Para o ensaio ao ar, a curva mostra claramente a existência de escoamento plástico na região do entalhe embotado, como já mencionado. Já no caso da curva obtida no meio ácido, é possível observar uma queda acentuada do carregamento após a carga máxima, que pode ser associada à nucleação e propagação de uma trinca a partir do entalhe embotado, como pode ser visto na Figura 65.

O crescimento de trinca observado no corpo de prova testado no meio ácido não era esperado para o tipo de entalhe usado nesse CP, o que levantou a suspeita de ocorrência de crescimento subcrítico durante os testes de fratura no meio ácido. Esse fato motivou o estudo para analisar a coexistência dos mecanismos de crescimento estável e subcrítico de trinca durante o teste monotônico em ambiente corrosivo.

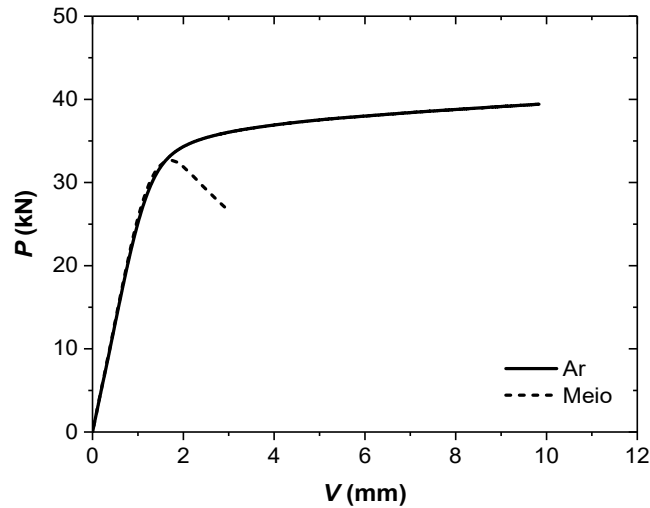


Figura 64 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,6$  testados ao ar e no meio corrosivo.

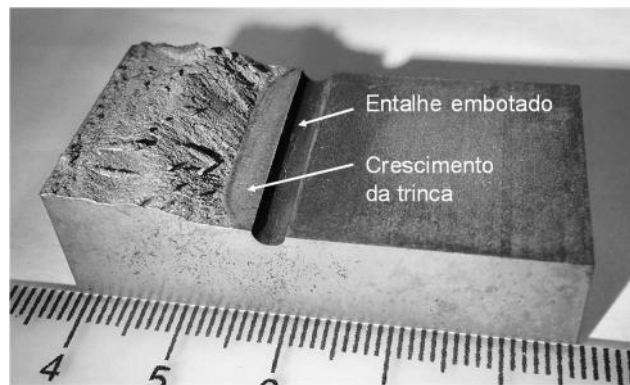


Figura 65 – Superfície de fratura do corpo de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,6$ ) após o teste no meio ácido. Taxa de deslocamento nominal de  $4 \times 10^{-5}$  mm/s.

A Figura 66 apresenta os registros DCPD vs.  $V$  dos corpos de prova testados ao ar e no meio. Pode-se observar que há uma sobreposição dos registros na região de carregamento elástico. Dessa forma, com base nos resultados obtidos, é importante ressaltar que o meio ácido utilizado neste trabalho não afetou as medições de queda de potencial elétrico para o período de teste utilizado.

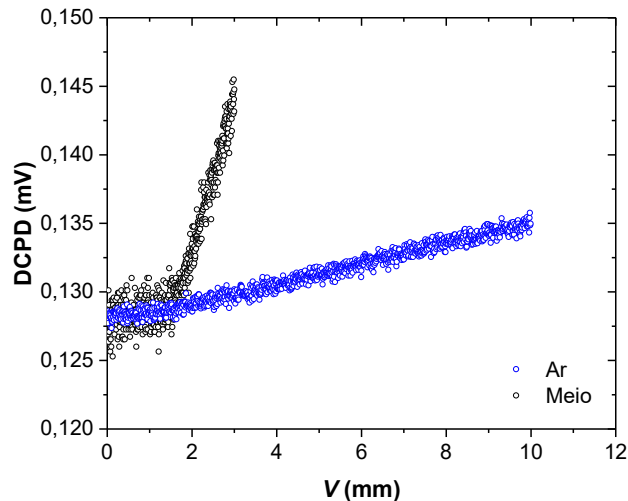


Figura 66 – Registros DCPD-V dos corpos de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,6$ ) testados ao ar e no meio corrosivo.

#### 4.2.3 Influência da intensidade de corrente

A Figura 67 apresenta os registros de queda de potencial *versus* deslocamento originais e corrigidos por plasticidade para o corpo de prova com entalhe embotado e  $a_0/W = 0,5$  testado ao ar, variando a intensidade de corrente entre 8 A e 18 A. Pode-se observar a amplificação diretamente proporcional do valor de queda de potencial com o aumento da intensidade de corrente, como previsto teoricamente pela Eq. 35. Após a correção por plasticidade, conforme explicado no item 4.2.1, os registros se mantêm aproximadamente constantes ao longo do teste, como esperado para um corpo de prova com comprimento de trinca constante. Por outro lado, os registros corrigidos por plasticidade mantêm a proporcionalidade teórica definida pela Eq. 35. Dessa forma pode-se afirmar que o aumento da intensidade de corrente, dentro da faixa testada, não modifica a aplicabilidade dessa técnica. Por último, as densidades de corrente utilizadas (razão entre a corrente e a área do ligamento remanescente) não provocaram aumento de temperatura perceptível nos corpos de prova.



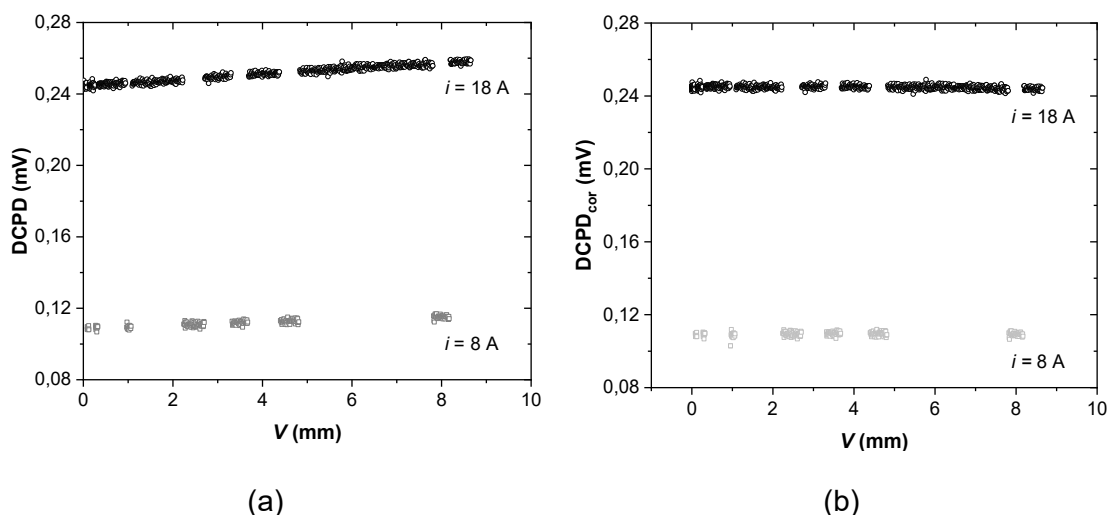


Figura 67 – Registros DCPD-V dos corpos de prova com entalhe embotado ( $a_0/W = 0,5$ ) testados ao ar com alternância entre duas intensidades de corrente (8 A e 18 A).

Em (a), registros originais, e em (b), registros após correção por plasticidade.

## 4.3 Ensaios de fratura em meio ácido

### 4.3.1 Avaliação da influência dos parâmetros envolvidos no teste

Conforme exposto anteriormente, foram analisados os principais parâmetros utilizados em testes de mecânica da fratura em ambiente agressivos, relacionados tanto à geometria e preparo do corpo de prova (uso de entalhes laterais, revestimento e orientação de retirada do corpo de prova no tubo); como também relacionados ao teste em si (tempo de encharque e taxa de deslocamento). O objetivo dessa análise foi verificar quais parâmetros poderiam ser utilizados para caracterizar o material quando submetido a ambientes agressivos.

Essa avaliação da influência dos parâmetros foi denominada neste trabalho como ensaios preliminares para definição daqueles que devem ser utilizados no procedimento experimental para ensaios de mecânica da fratura do aço estudado no ambiente agressivo específico, descrito no item 3.1. A Tabela 6 apresenta o resumo dos parâmetros analisados.

Tabela 6 – Resumo dos ensaios preliminares.

Corpo de prova	Entalhes laterais	Revestimento do CP	Orientação do CP	Tempo de encharque (h)	$\dot{V}$ (mm/s)	$\dot{V}_{real}$ (mm/s)
CP1	Sim	Sim	L-C	24	$8 \times 10^{-5}$	$7,3 \times 10^{-5}$
CP2	Não	Sim	L-C	24	$8 \times 10^{-5}$	$7,3 \times 10^{-5}$
CP3	Não	Não	L-C	24	$1 \times 10^{-5}$	$0,8 \times 10^{-5}$
CP4	Não	Sim	L-C	24	$1 \times 10^{-5}$	$0,7 \times 10^{-5}$
CP5	Não	Sim	L-C	24	$4 \times 10^{-5}$	$3,7 \times 10^{-5}$
CP6	Não	Não	C-L	24	$1 \times 10^{-5}$	$0,6 \times 10^{-5}$
CP7	Não	Não	C-L	48	$1 \times 10^{-5}$	$0,8 \times 10^{-5}$

A seguir serão apresentados os resultados, de forma comparativa entre dois corpos de prova, mantendo-se os demais parâmetros constantes, da influência do parâmetro analisado nas curvas *J-R*.

#### 4.3.1.1 Entalhes laterais

Para avaliar a influência do uso de corpos de prova com entalhes laterais nas curvas *J-R*, em ambientes agressivos, foram realizados testes com os seguintes parâmetros: revestimento do corpo de prova, orientação L-C, tempo de encharque de 24 h e taxa de deslocamento de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s, variando apenas o uso ou não de entalhes laterais, conforme informado na Tabela 6. A Figura 68 apresenta os registros *P-V* dos corpos de prova testados. Pode-se observar uma redução na carga máxima para o corpo de prova com entalhes laterais (CP1). Além disso, pelas fractografias apresentadas na Figura 69, verifica-se que houve uma propagação da trinca a partir das bordas do corpo de prova com entalhes laterais, o que não foi observado no corpo de prova sem entalhes laterais, que apresentou um aspecto uniforme de propagação da trinca. Esse comportamento pode ser devido ao efeito do meio corrosivo em conjunto com a acuidade dos entalhes laterais, que atuou como concentrador de tensões, favorecendo a propagação da trinca maior na região das bordas do CP, se comparada com o seu centro.

Tendo em vista a ocorrência do crescimento da trinca a partir dos entalhes laterais, o teste foi invalidado, e não foi possível a construção e comparação das curvas de resistência nesse caso. A partir desse resultado, decidiu-se por não utilizar entalhes

laterais nos ensaios.

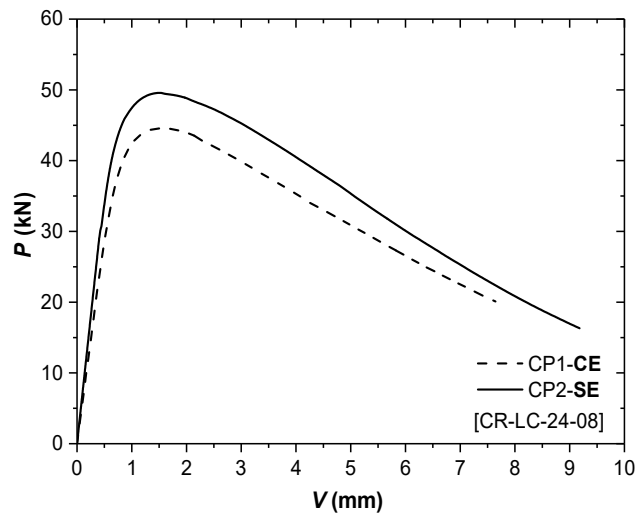


Figura 68 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova com entalhes laterais (CP1) e sem entalhes laterais (CP2). Os demais parâmetros foram os mesmos para ambos os CPs (orientação L-C, com revestimento, 24 h de encharque e taxa de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s).

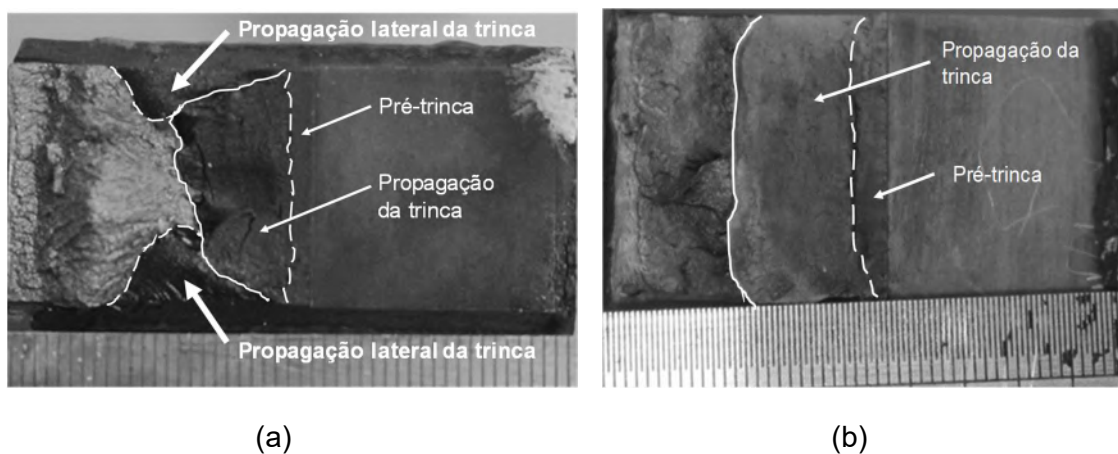


Figura 69 – Fractografia dos corpos de prova com entalhes laterais CP1 (a) e sem entalhes laterais CP2 (b).

#### 4.3.1.2 Revestimento do corpo de prova

Foi estudada também a influência do revestimento polimérico nas superfícies do corpo de prova, exceto na região do entalhe, no comportamento do material, com relação à propagação da trinca e conseqüentemente nas curvas  $J$ - $R$ . Foram testados

dois corpos de prova, com e sem revestimento, sem entalhes laterais, orientação L-C, tempo de encharque de 24 h e taxa de deslocamento de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s. A Figura 70 apresenta o corpo de prova já revestido, evidenciando a região do entalhe exposta ao ambiente agressivo, além de mostrar os cabos para medição da variação dos valores de queda de potencial já fixados.



Figura 70 – Corpo de prova com revestimento polimérico, mostrando a região do entalhe que será exposta ao meio agressivo.

A Figura 71 apresenta os registros *P-V* dos corpos de prova testados com e sem revestimento. Pode-se observar uma redução na carga máxima no CP sem revestimento, assim como o desvio da região linear que ocorre para um nível de carregamento mais baixo, indicando que esse corpo de prova foi mais afetado pelo ambiente corrosivo. Isso está de acordo com a Tabela 7 e a Figura 72, que apresentam, respectivamente, os valores de comprimento inicial e de propagação da trinca obtidos opticamente, e as fractografias de ambos os corpos de prova testados. De acordo com a Tabela 7, observa-se que o corpo de prova sem revestimento (CP3) apresentou maior propagação de trinca que o corpo de prova com revestimento (CP4). Além disso, pelas fractografias da Figura 72, verifica-se uma grande diferença no aspecto das superfícies de fratura dos corpos de prova testados. No caso do CP3, sem revestimento, verifica-se uma superfície de fratura com aspecto mais rugoso e com maior tunelamento (curvatura da frente da trinca), enquanto que o CP4, com revestimento, apresentou uma frente de trinca mais uniforme e reta.

Tabela 7 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos opticamente, para os CP3 e CP4.

Corpo de prova	$\dot{V}$ (mm/s)	$V_f$ (mm)	$a_0/W$	$a_0$ (mm)	$\Delta a$ (mm)
CP3-SR	$1 \times 10^{-5}$	2,24	0,51	24,59	8,60
CP4-CR		1,88	0,51	24,63	3,45

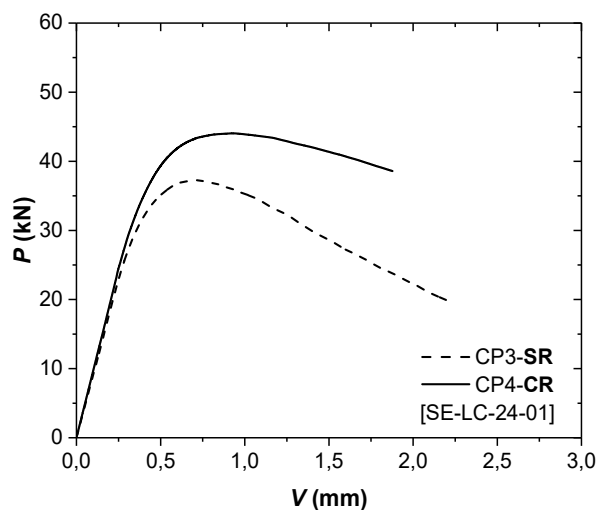


Figura 71 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova sem revestimento (CP3) e com revestimento (CP4). Demais parâmetros mantidos para ambos os CPs (sem entalhes laterais, orientação L-C, 24 h de encharque e taxa de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s).

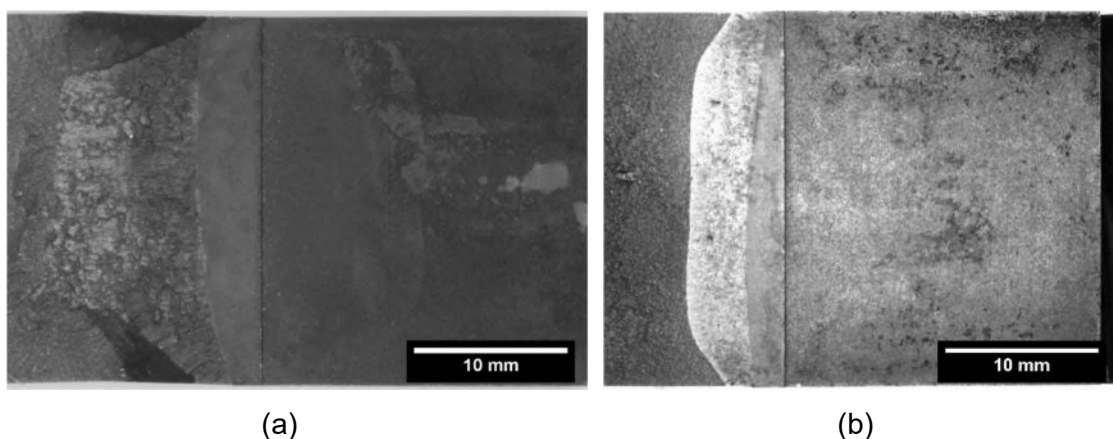


Figura 72 – Fractografia do CP3-SR (a) e do CP4-CR (b).

Os registros de queda de potencial elétrico (DCPD) vs. deslocamento ( $V$ ) e comprimento de trinca ( $a$ ) vs. tempo ( $t$ ) podem ser vistos na Figura 73. Embora o CP4

tenha sido testado com intensidade de corrente de 8 A, os registros desse corpo de prova foram corrigidos por plasticidade e normalizados tendo a curva de 18 A como referência, apenas para fins comparativos com o CP3. Como pode ser observado, o CP4 apresentou menor taxa de crescimento de trinca comparado ao CP3. As curvas de resistência  $J$ - $R$  podem ser visualizadas na Figura 74, mostrando que o corpo de prova sem revestimento (CP3) apresentou menor resistência ao crescimento da trinca, com menor valor de  $J_Q$ , como pode ser visualizado na Tabela 8. Esse resultado está de acordo com a literatura [5,48,62], que indica que corpos de prova revestidos apresentam maior tenacidade à fratura, uma vez que o efeito da fragilização pelo hidrogênio atua principalmente na ponta da trinca. Já em corpos de prova sem revestimento, existem mais superfícies expostas ao ambiente ácido, favorecendo a adsorção do hidrogênio pelo material e sua difusão à região de processo.

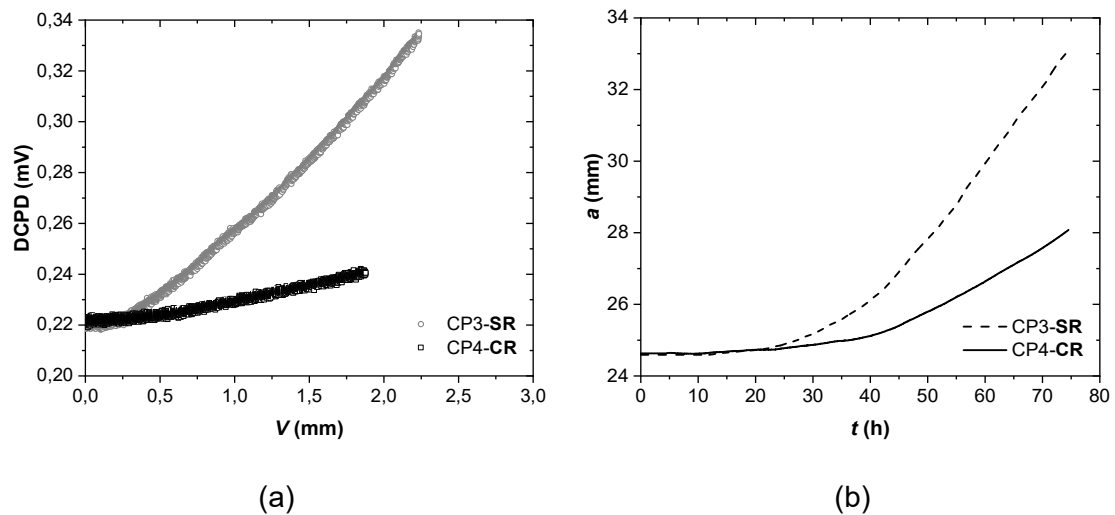


Figura 73 – Registros DCPD- $V$  (a) e  $a$ - $t$  (b) do CP3-SR e do CP4-CR.

Tabela 8 – Valores de  $J_Q$  para os corpos de prova CP3 e CP4.

Corpo de prova	$J_Q$ (kJ/m <sup>2</sup> )
CP3-SR	23,18
CP4-CR	43,30

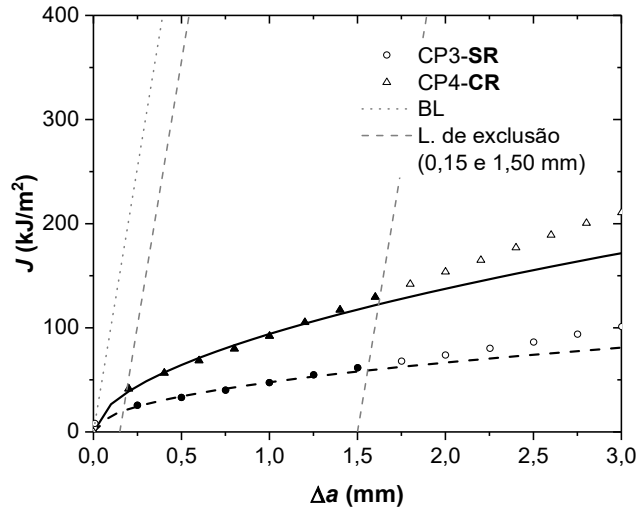


Figura 74 – Pares  $J-\Delta a$ , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova sem (CP3) e com revestimento (CP4).

#### 4.3.1.3 Orientação do corpo de prova

Com relação à orientação do corpo de prova, foram avaliadas duas orientações: C-L e L-C, conforme normas BS 7448 [58] e ASTM E1823 [59]. Os registros  $P-V$  dos corpos de prova testados nas orientações C-L e L-C estão apresentados na Figura 75. Como pode ser observado, o CP3, cuja orientação é L-C, apresentou valor de carga máxima menor que o CP6, de orientação C-L, além de maior valor de propagação da trinca, conforme apresentado na Tabela 9 e nas fractografias da Figura 76.

Tabela 9 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP3 e CP6.

Corpo de prova	$\dot{V}$ (mm/s)	$V_f$ (mm)	$a_0/W$	$a_0$ (mm)	$\Delta a$ (mm)
CP3-LC	$1 \times 10^{-5}$	2,24	0,51	24,59	8,60
CP6-CL		1,27	0,50	24,04	2,43

A Figura 77 mostra os registros DCPD- $V$  e  $a-t$  dos corpos de prova CP3 (L-C) e CP6 (C-L). Os registros de DCPD do corpo de prova CP6 foram corrigidos por plasticidade e normalizados tendo a corrente de 18 A como referência, para melhor comparação com o CP3. Como pode ser observado, o CP3, retirado na orientação L-C, apresentou maior taxa de crescimento de trinca que o CP6, de orientação C-L. Isso

pode estar possivelmente associado à anisotropia de propriedades. Além disso, o CP6 pode ter sofrido deformação plástica a frio durante sua remoção a partir do tubo, o que não é previsto de acordo com o procedimento descrito na norma BS7448 [66], conhecido como asa de gaivota. Esse procedimento é adotado para reduzir a curvatura do tubo e permitir a retirada do corpo de prova sem influência de deformação plástica. Embora os corpos de prova tenham apresentado valores próximos de  $J_Q$  (Tabela 10), o CP3 apresentou uma curva de resistência ao crescimento de trinca mais baixa, como pode ser visto na Figura 78.

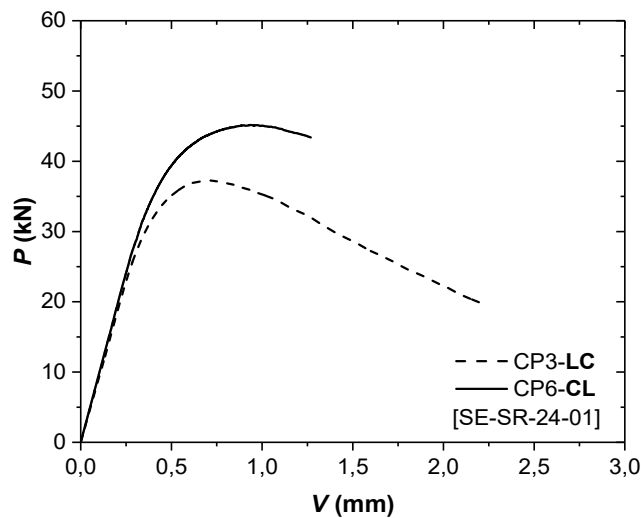


Figura 75 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6). Demais parâmetros mantidos (sem entalhes laterais, sem revestimento, 24 h de encharque e taxa de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s).

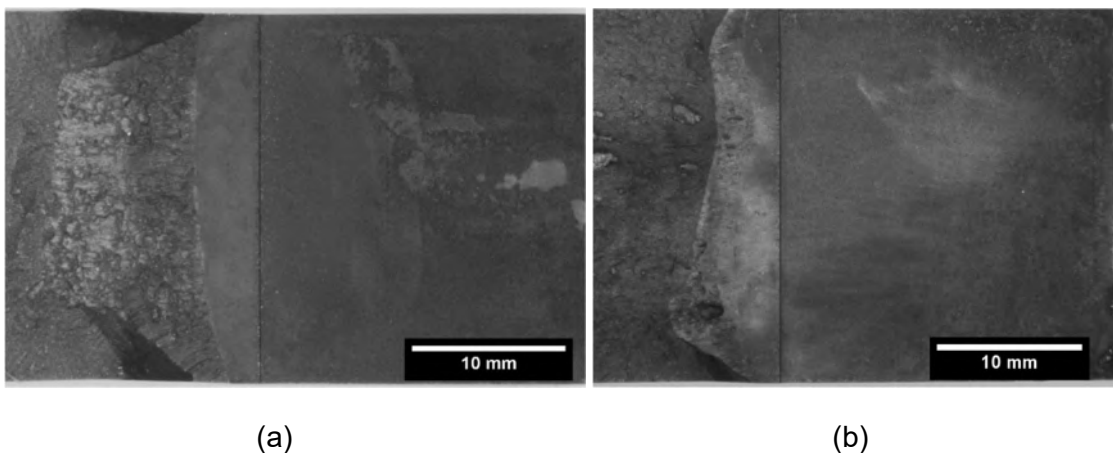


Figura 76 – Fractografia dos corpos de prova L-C, CP3 (a), e C-L, CP6 (b).



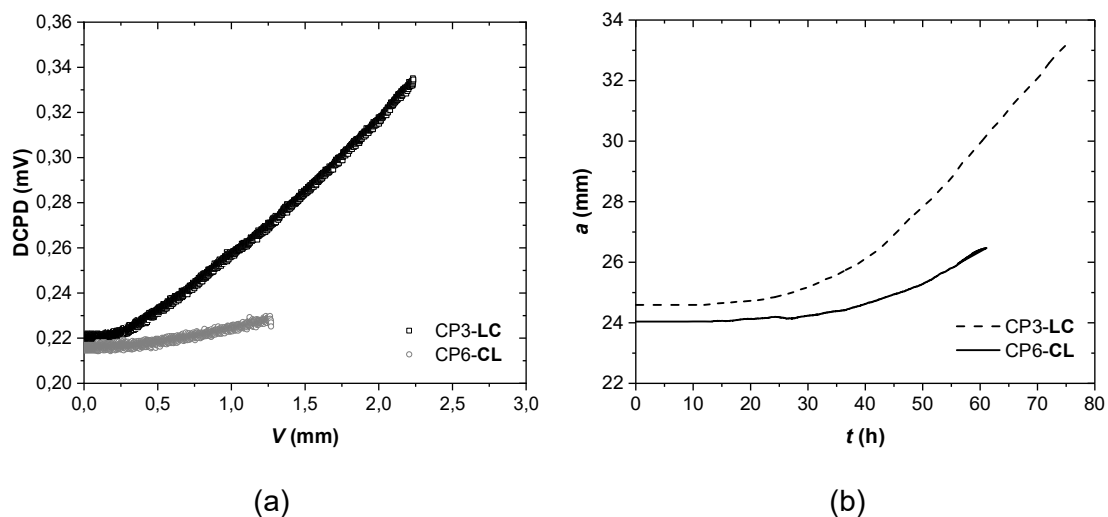


Figura 77 – Registros DCPD vs.  $V$  (a) e  $a-t$  (b) dos corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6).

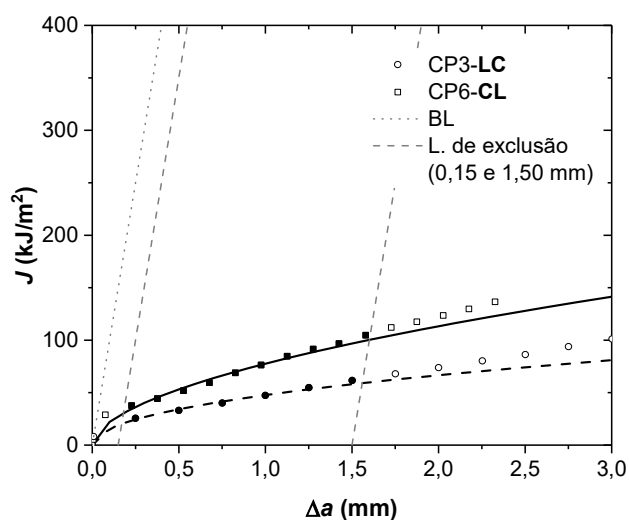


Figura 78 – Pares  $J-\Delta a$ , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova L-C (CP3) e C-L (CP6).

Tabela 10 – Valores de  $J_Q$  para os corpos de prova CP3 e CP6.

Corpo de prova	$J_Q$ (kJ/m <sup>2</sup> )
CP3-LC	23,18
CP6-CL	35,18

#### 4.3.1.4 Tempo de encharque

Com relação ao tempo de encharque, foram analisados tempos de 24 h e de 48 h. Os registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova CP6 (24 h) e CP7 (48 h) podem ser vistos na Figura 79, mostrando que não há uma diferença muito significativa entre os dois CPs no que diz respeito à carga máxima. No caso do CP7, houve uma pequena redução na carga máxima, de aproximadamente 3%. As fractografias podem ser visualizadas na Figura 80. De acordo com a Tabela 11, observa-se que o CP7 (48 h) apresentou maior propagação da trinca que o CP6 (24 h), o que pode ser explicado pelo maior deslocamento durante o teste.

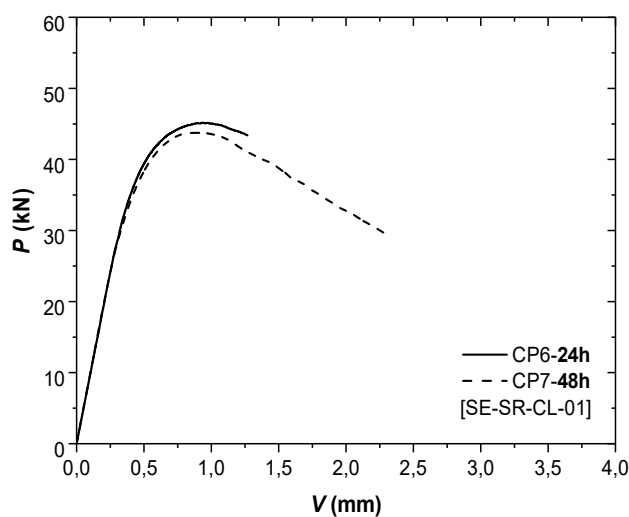


Figura 79 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7). Os demais parâmetros mantidos para ambos os CPs (sem entalhes laterais, sem revestimento, C-L e taxa de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s).

Tabela 11 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os CP6 e CP7.

Corpo de prova	$\dot{V}$ (mm/s)	$V_f$ (mm)	$a_0/W$	$a_0$ (mm)	$\Delta a$ (mm)
CP6-24h	$1 \times 10^{-5}$	1,27	0,50	24,04	2,43
CP7-48h		2,33	0,49	23,43	6,78

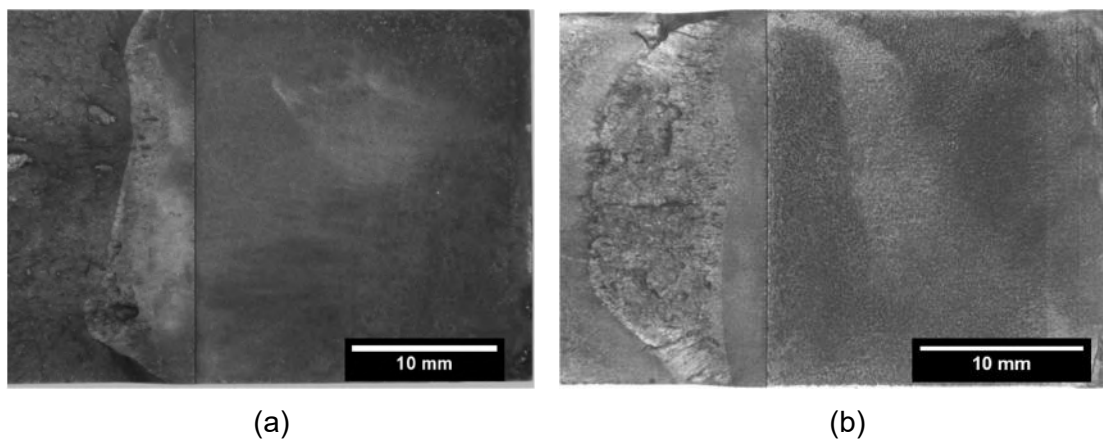


Figura 80 – Fractografia dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h, CP6 (a) e 48 h, CP7 (b).

Os registros DCPD- $V$  e  $a-t$  podem ser visualizados na Figura 81. Como pode ser observado, pelos registros DCPD- $V$ , os corpos de prova apresentam a mesma tendência, com uma pequena diferença na inclinação desses registros, que fica mais evidente nos registros  $a-t$ , nos quais o CP7 (48 h) apresentou maior taxa de propagação da trinca que o CP6 (24 h). Esse comportamento foi verificado pelo comprimento final da trinca, medido opticamente, após o ensaio, como mostrado na Tabela 11.

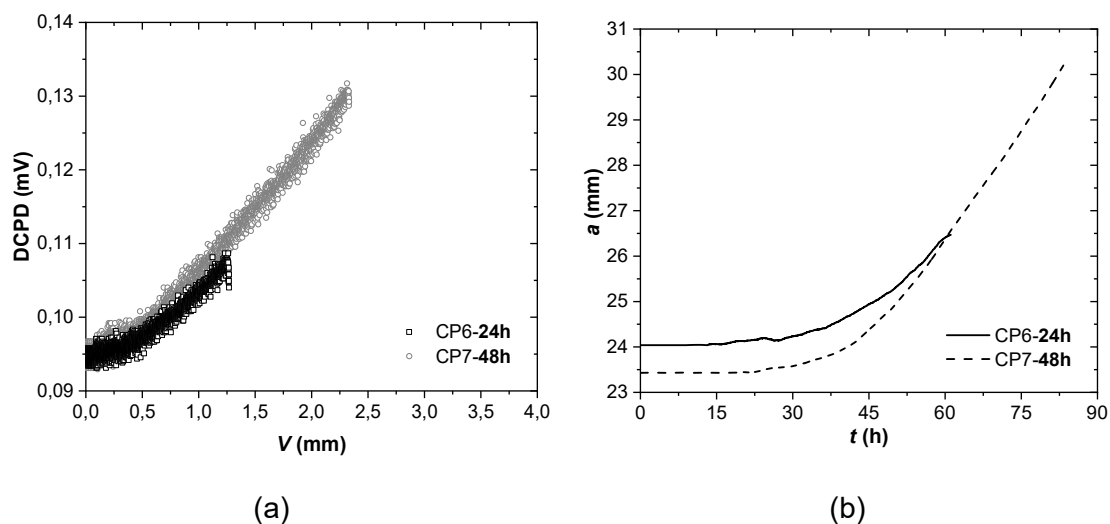


Figura 81 – Registros DCPD vs.  $V$  (a) e  $a-t$  (b) dos corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7).

As curvas  $J-R$  dos corpos de prova analisados encontram-se na Figura 82. Como pode ser visto, as curvas apresentam superposição no início da curva, até

aproximadamente o ponto de intersecção das curvas com a reta paralela a linha de embotamento deslocada de 0,2 mm (BL + 0,2 mm). A partir desse ponto, as curvas apresentam diferença no comportamento, com a curva do CP7 (48 h) indicando menor resistência ao crescimento da trinca. Os valores de  $J_Q$  são muito próximos, como mostrado na Tabela 12.

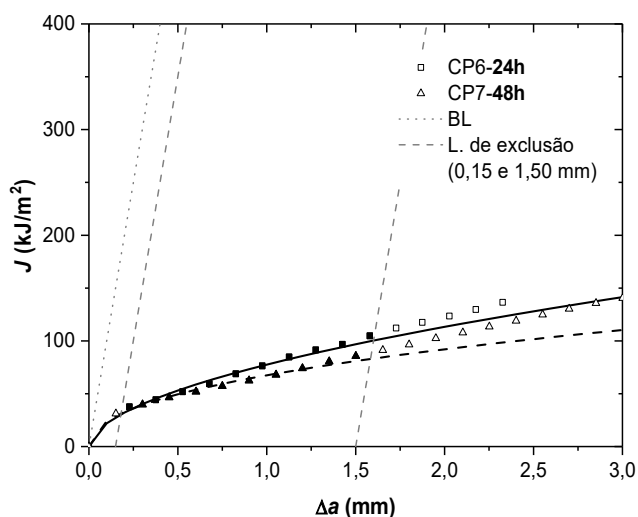


Figura 82 – Pares  $J-\Delta a$ , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova com tempos de encharque de 24 h (CP6) e 48 h (CP7).

Tabela 12 – Valores de  $J_Q$  para os corpos de prova CP6 e CP7.

Corpo de prova	$J_Q$ (kJ/m <sup>2</sup> )
CP6-24h	35,18
CP7-48h	35,27

#### 4.3.1.5 Taxa de deslocamento ( $\dot{V}$ )

Inicialmente, foram avaliadas três taxas de deslocamento:  $1 \times 10^{-5}$  mm/s (CP4),  $4 \times 10^{-5}$  mm/s (CP5) e  $8 \times 10^{-5}$  mm/s (CP2), para avaliar a influência das taxas nas curvas  $J-R$ , conforme exposto na literatura [5,28,40,47]. A Figura 83 apresenta os registros  $P-V$  dos corpos de prova testados. Como mostrado, os valores de carga máxima diminuem para as taxas menores, assim como a área associada à deformação plástica na ponta da trinca. Os valores de comprimento inicial e propagação da trinca, obtidos oticamente, para os corpos de prova CP2, CP4 e CP5 encontram-se na Tabela 13. A Figura 84

apresenta as superfícies de fratura dos três CPs testados.

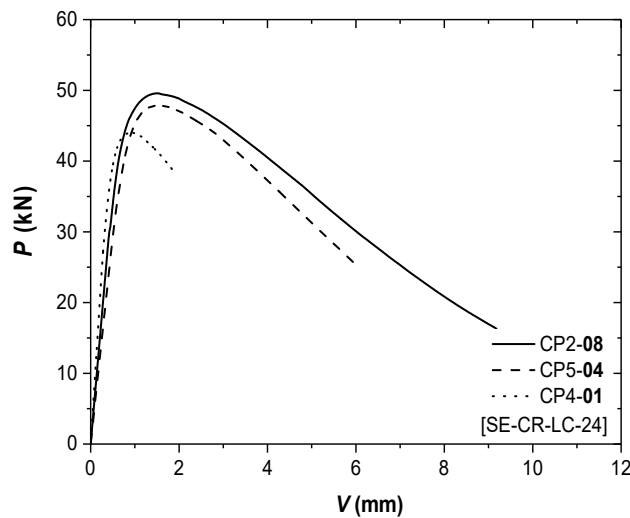


Figura 83 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova para três taxas de deslocamento testadas:  $1 \times 10^{-5}$  mm/s (CP4),  $4 \times 10^{-5}$  mm/s (CP5) e  $8 \times 10^{-5}$  mm/s (CP2). Demais parâmetros: sem entalhe, com revestimento, orientação L-C e 24 h de encharque.

Tabela 13 – Valores de comprimento inicial da trinca e propagação da trinca, obtidos opticamente, para os CP2 e CP4 e CP5.

Corpo de prova	$\dot{V}$ (mm/s)	$V_i$ (mm)	$a_0/W$	$a_0$ (mm)	$\Delta a$ (mm)
CP4-01	$1 \times 10^{-5}$	1,88	0,51	24,63	3,45
CP5-04	$4 \times 10^{-5}$	6,08	0,51	24,36	9,01
CP2-08	$8 \times 10^{-5}$	9,18	0,50	23,90	11,59

A Figura 85 apresenta os registros DCPD- $V$  e  $a$ - $t$  para os três corpos de prova testados. Os registros DCPD- $V$  mostram que para o mesmo nível de deslocamento, o corpo de prova com a menor taxa de deslocamento (CP4) apresentou o maior valor de queda de potencial elétrico, o que indica maior valor de comprimento de trinca para esse deslocamento.

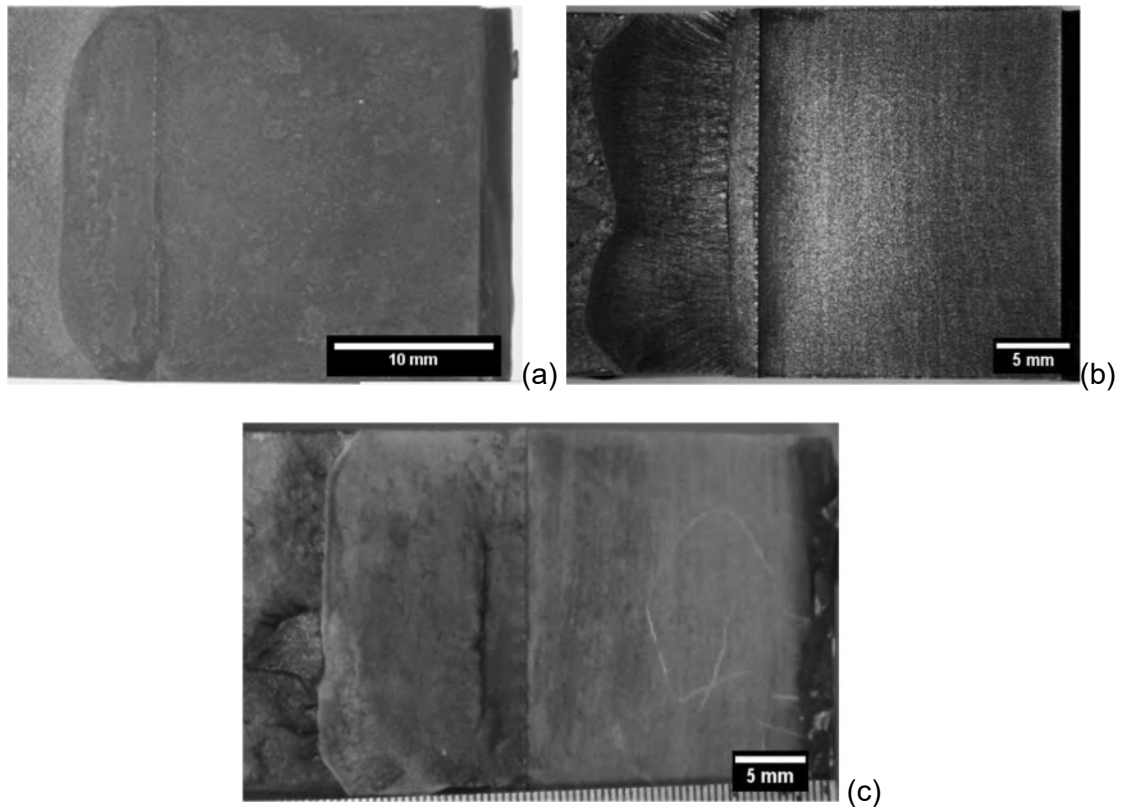


Figura 84 – Fractografia dos corpos de prova com taxas de deslocamento de  $1 \times 10^{-5}$  mm/s – CP4 (a),  $4 \times 10^{-5}$  mm/s – CP5 (b) e  $8 \times 10^{-5}$  mm/s – CP2 (c).

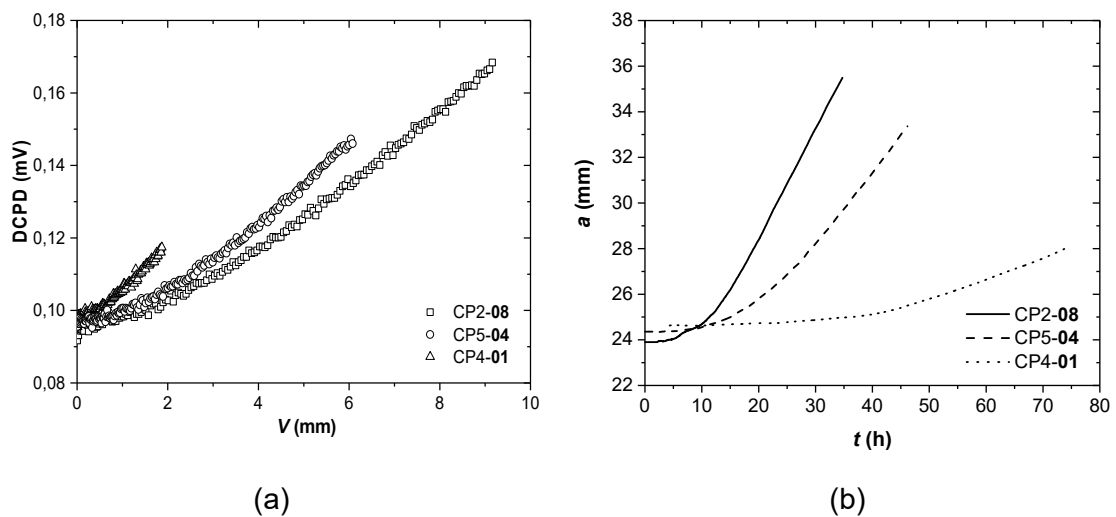


Figura 85 – Registros DCPD vs.  $V$  (a) e  $a$  vs.  $t$  (b) dos corpos de prova para as três taxas de deslocamento testadas:  $1 \times 10^{-5}$  mm/s (CP4),  $4 \times 10^{-5}$  mm/s (CP5) e  $8 \times 10^{-5}$  mm/s (CP2).

As curvas  $J$ - $R$  para as três taxas testadas podem ser vistas na Figura 86,

indicando a dependência da curva de resistência com a taxa de deslocamento utilizada, mostrando uma perda da resistência à medida que a taxa de deslocamento diminui. Como esperado, os valores de  $J_Q$  diminuiram com a diminuição da taxa de deslocamento, conforme apresentado na Tabela 14. Esse comportamento é devido ao maior tempo que o material ficou exposto ao ambiente agressivo durante o carregamento, para menores taxas de deslocamento.

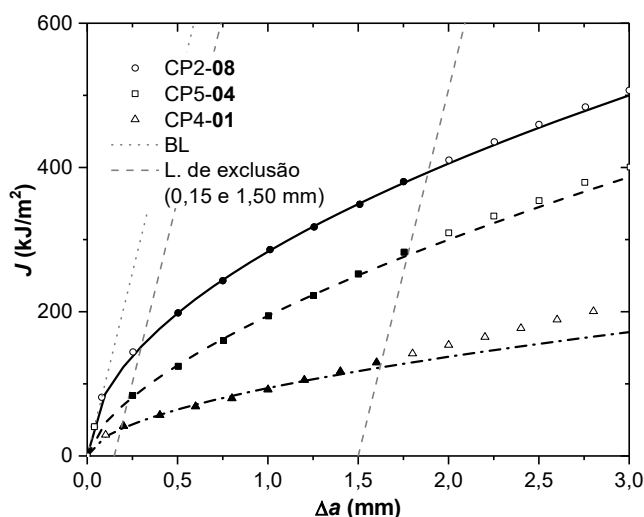


Figura 86 – Pares  $J-\Delta a$ , pontos qualificados (marcadores cheios) e curvas ajustadas para os corpos de prova nas três taxas de deslocamento testadas:  $1 \times 10^{-5}$  mm/s (CP4),  $4 \times 10^{-5}$  mm/s (CP5) e  $8 \times 10^{-5}$  mm/s (CP2).

Tabela 14 – Valores de  $J_Q$  para os corpos de prova CP2, CP4 e CP5.

Corpo de prova	$J_Q$ (kJ/m <sup>2</sup> )
CP4-01	43,30
CP5-04	88,86
CP2-08	168,32

#### 4.3.2 Definição dos parâmetros de teste

Com base nos resultados obtidos a partir dos testes preliminares, conforme apresentado no item 4.3.1 acima, os seguintes parâmetros foram definidos para dar continuidade aos testes para avaliação das curvas de resistência dos aços API X65 no ambiente agressivo específico deste trabalho:

- Sem entalhes laterais;
- Sem revestimento do corpo de prova;
- Orientação do corpo de prova L-C; e
- Tempo de encharque antes do início do carregamento de 48 h.

Esses parâmetros foram definidos considerando o fato de terem apresentado um resultado mais conservador, indicando menor resistência ao crescimento de trinca no referido ambiente agressivo, com curvas de resistência mais baixas e consequentemente menores valores candidatos à tenacidade à fratura do material. No que se refere à orientação, considerando o comportamento apresentado pelo CP na orientação L-C, e também a facilidade de usinagem dos corpos de prova nessa orientação, a mesma foi selecionada para os testes subsequentes.

Com relação ao tempo de encharque, optou-se pelo tempo de 48 h, visto que, embora tenha apresentado valor de  $J_Q$  muito próximo do corpo de prova testado com 24 h, esse corpo de prova apresentou resultado mais conservador, apresentado curva  $J-R$  com menor inclinação.

Por outro lado, uma vez estabelecida uma metodologia experimental consistente, tanto o tempo de encharque quanto a orientação dos corpos de prova estão entre os principais parâmetros que devem ser mais cuidadosamente analisados.

Já sobre a taxa de deslocamento, nesse momento não foi definida uma taxa para caracterizar o material nesse ambiente, apenas verificou-se que as curvas  $J-R$  são fortemente afetadas pelas taxas de deslocamento utilizadas, conforme já discutido e apresentado na literatura [28,40,47]. Mais testes foram necessários para complementar o estudo, visando a determinação aproximada da menor taxa de deslocamento para caracterizar o material em questão no meio agressivo usado neste estudo.

#### **4.3.3 Avaliação da presença de crescimento subcrítico de trinca**

A partir dos ensaios para avaliação da influência do meio ácido sobre os valores de queda de potencial medidos, em corpos de prova do tipo entalhe embotado, verificou-se uma propagação de trinca inesperada para essa geometria de entalhe, quando carregado em baixa taxa de deslocamento ( $4 \times 10^{-5}$  mm/s), como mostrado na Figura 65. A ocorrência desse crescimento de trinca indica, provavelmente, que a combinação da redução da resistência do material ao crescimento de trinca e das baixas taxas de deslocamento poderiam levar a uma possível coexistência de mecanismos de



crescimento estável e crescimento subcrítico de trinca em testes de fratura monotônica. Com o intuito de investigar a ocorrência desses dois mecanismos de crescimento de trinca durante os testes de fratura monotônica no ambiente agressivo específico (conforme descrito no item 3.1), foram realizados testes de fratura em corpos de prova SE(B) carregados com diferentes taxas nominais de deslocamento, mantendo o deslocamento final constante por um certo período. Os resultados apresentados a seguir foram realizados mantendo constantes os parâmetros apresentados no item 4.3.2, variando apenas o deslocamento final e a taxa de deslocamento. A Tabela 15 apresenta as taxas de deslocamento utilizadas bem como o deslocamento final para cada corpo de prova testado. Para fins comparativos, os resultados obtidos de um teste realizado ao ar foram apresentados. Nesta etapa, todos os ensaios foram realizados com intensidade de corrente de 18 A.

Tabela 15 – Parâmetros de teste dos corpos de prova usados para avaliação do crescimento subcrítico.

Corpo de prova	Ambiente	$a_0/W$	$V_f$ (mm)	$\dot{V}$ (mm/s)	$\dot{V}_{real}$ (mm/s)
MB-S-001	Ácido	0,55	2,6	$1 \times 10^{-5}$	$0,9 \times 10^{-5}$
MB-S-008	Ácido	0,53	2,2	$8 \times 10^{-5}$	$5,9 \times 10^{-5}$
MB-S-028	Ácido	0,53	7,4	$28 \times 10^{-5}$	$25,7 \times 10^{-5}$
MB-S-056	Ácido	0,51	7,1	$56 \times 10^{-5}$	$49,1 \times 10^{-5}$
MB-A-833	Ar	0,51	11,9	$833 \times 10^{-5}$	$801,0 \times 10^{-5}$

#### 4.3.3.1 Registros P-V

Os registros P-V dos corpos de prova testados nesta etapa do trabalho podem ser visualizados na Figura 87. Como pode ser observado, existe uma tendência da redução da carga máxima à medida que a taxa de deslocamento diminui, mesmo para razões  $a_0/W$  similares.

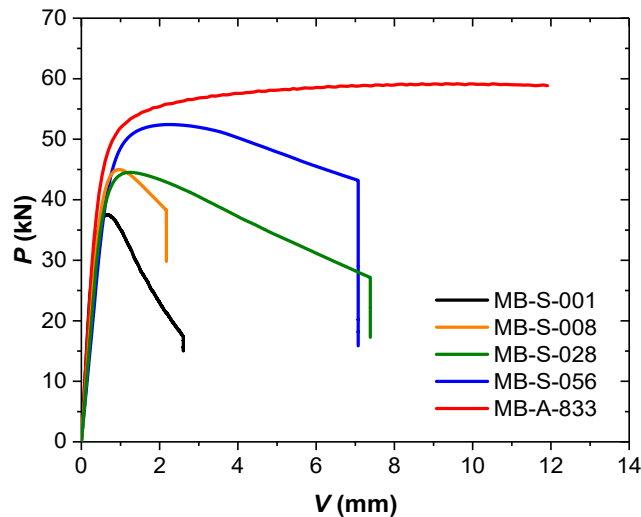


Figura 87 – Registros  $P$ - $V$  dos corpos de prova testados a diferentes taxas de deslocamento, incluindo um corpo de prova testado ao ar.

#### 4.3.3.2 Registros $P$ - $t$ e $a$ - $t$

A Figura 88 mostra um registro experimental típico DCPD vs. tempo e  $P$  vs. tempo para um corpo de prova SE(B) testado no ambiente agressivo usado neste trabalho. A partir desses registros é possível observar a existência de três regiões distintas, descritas a seguir. Na região A, que ocorre durante o carregamento monotônico, há um aumento nos valores de DCPD, que corresponde ao crescimento da trinca nessa região, conforme esperado em testes de carregamento monotônico. A região C corresponde à condição de descarregamento completo do corpo de prova ( $P = 0$  kN), na qual os valores de DCPD permanecem constante e não há crescimento de trinca esperado, devido à ausência de força motriz para o seu crescimento. Já a região B corresponde à condição de deslocamento constante. Nessa região, há três comportamentos possíveis para os registros de  $P$ - $t$  e DCPD- $t$ :

- I. os valores de carga e DCPD permanecem constantes;
- II. os valores de carga diminuem e os valores de DCPD aumentam imediatamente após o início do *hold* ( $V_f$  constante);
- III. os valores de carga e DCPD permanecem constantes por um certo período, definido como tempo de incubação ( $t_{inc}$ ), seguido pela diminuição dos valores de carga aplicada e aumento dos valores de DCPD.

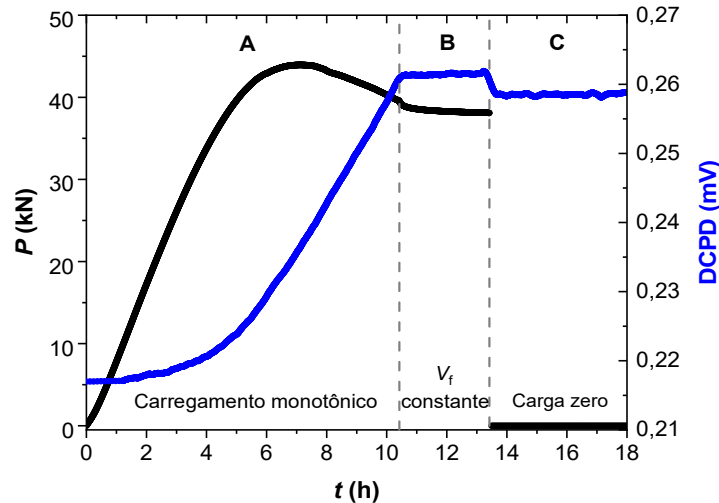


Figura 88 – Registro típico DCPD- $t$  de um corpo de prova testado no ambiente agressivo usado neste trabalho.

Conforme já explicado, valores constantes de DCPD indicam ausência de crescimento de trinca. Quando ocorrido na região B, esse fato está associado ao tempo de incubação. Assim, para essa geometria quando submetida à condição de deslocamento constante, o aumento nos registros de DCPD e a diminuição da carga estão associados ao crescimento subcrítico de trinca por corrosão sob tensão, conforme descrito na literatura [8]. O monitoramento do comportamento combinado de carga e DCPD na região B tem grande importância para a determinação dos mecanismos de crescimento de trinca presentes durante o teste de fratura com carregamento monotônico.

A Tabela 16 apresenta os comprimentos de trinca inicial e final (físico e estimado por DCPD a partir da Eq. 21). Considerando que a técnica de queda de potencial estima valores de comprimento de trinca final inferiores aos obtidos fisicamente [61], como também pode ser observado na Tabela 16, os valores de comprimento de trinca estimados por DCPD foram ajustados linearmente de forma que o valor de comprimento final coincidisse com o valor obtido fisicamente, conforme informado no item 3.3.2.5. A partir de então, os valores corrigidos de comprimento de trinca estimados por queda de potencial foram usados para as análises subsequentes.

Tabela 16 – Comprimentos de trinca inicial e final (físico e estimado por DCPD).

Corpo de prova	$a_0$ (mm)	$a_f$ (mm)	$a_{PD}$ (mm)	$a_f - a_{PD}$ (%)
MB-S-001	26,48	38,23	36,49	4,55
MB-S-008	25,42	31,98	31,02	3,00
MB-S-028	25,23	36,64	34,79	5,05
MB-S-056	24,37	36,69	34,40	6,24

As Figuras 89 a 92 mostram os registros  $P-t$  e  $a-t$  dos corpos de prova testados. Observando os registros  $a-t$  da Figura 89, nota-se que para o corpo de prova MB-S-001, que foi testado com a menor taxa de deslocamento, a trinca continuou a propagar após o *hold*, quando o CP foi submetido a deslocamento constante, após o final do carregamento monotônico. A ocorrência desse crescimento de trinca sem o aumento da força motriz é uma evidência clara de crescimento subcrítico de trinca, sem a existência de tempo de incubação (situação II na região B da Figura 88). Já as curvas das Figuras 90 a 92, referentes aos corpos de prova MB-S-008, MB-S-028 e MB-S-056, respectivamente, mostram também um crescimento de trinca a deslocamento constante, porém, nesses casos, verifica-se a presença de um tempo de incubação anterior ao início do crescimento subcrítico de trinca (situação III na região B da Figura 88).

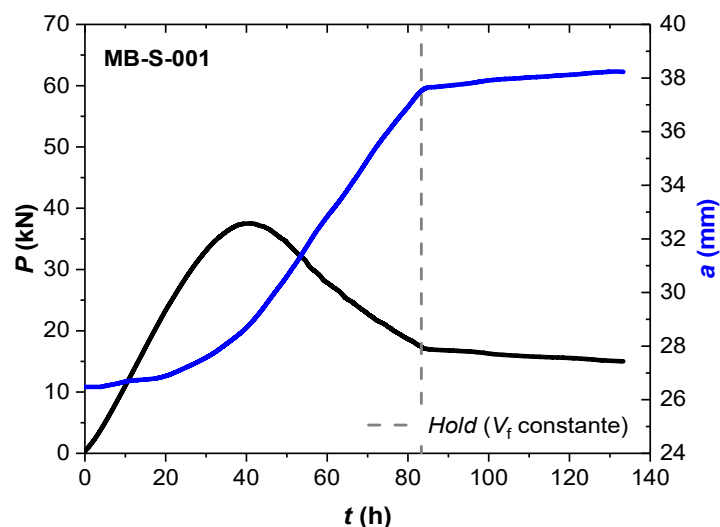


Figura 89 – Registros  $P-t$  e  $a-t$  para o corpo de prova MB-S-001.

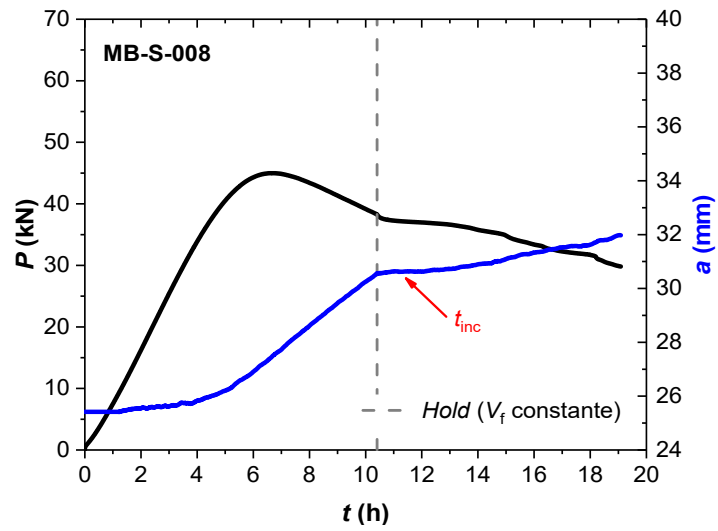


Figura 90 – Registros  $P-t$  e  $a-t$  para o corpo de prova MB-S-008.

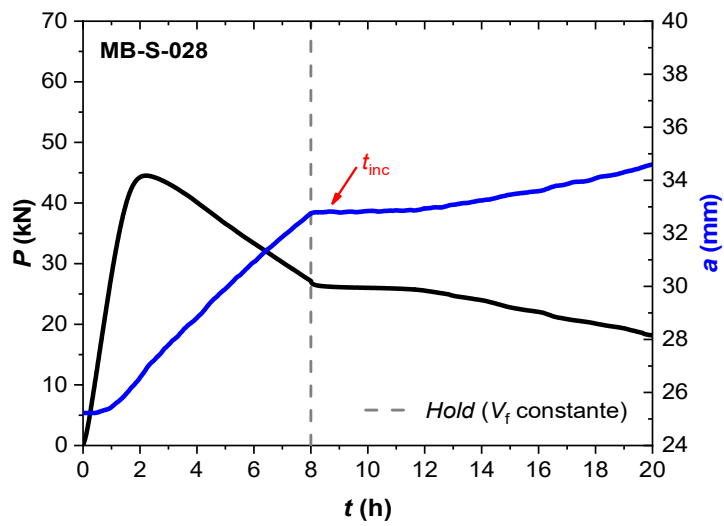


Figura 91 – Registros  $P-t$  e  $a-t$  para o corpo de prova MB-S-028.

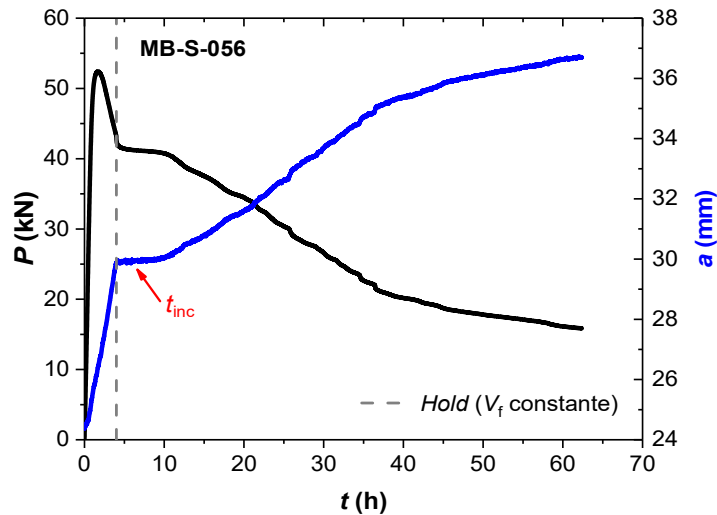


Figura 92 – Registros  $P-t$  e  $a-t$  para o corpo de prova MB-S-056.

Com base nos registros  $P-t$  das Figuras 89 a 92, pode-se observar que o comportamento da carga durante o *hold* é coerente com o que foi discutido, com sua relaxação imediatamente após o *hold* e então sua estabilização. Após isso, a carga diminuiu continuamente devido ao crescimento subcrítico. Esse comportamento é típico de existência de crescimento subcrítico quando corpos de prova são carregados a deslocamento constante. De acordo com a norma ASTM F1624 [67], essa queda da carga é usada como critério para definição da carga na qual a trinca começa a propagar (registros A e C na Figura 93). A definição da carga limiar ( $P_{th}$ ) para fragilização por hidrogênio em aços é feita a partir de teste de carregamento incremental conforme a norma ASTM F1624 [67].

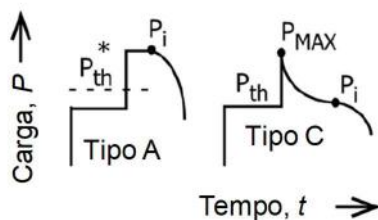


Figura 93 – Perfil de carga vs. tempo para definição da carga de iniciação de trinca.

Adaptado de [67]

As durações total e da parte monotônica dos testes, bem como os valores de propagação da trinca, e os tempos de incubação para cada corpo de prova encontram-

se na Tabela 17. Para o corpo de prova MB-S-001 não houve tempo de incubação, conforme já apresentado na Figura 89. Entretanto, a extensa propagação da trinca observada na Figura 94a evidencia a existência de crescimento subcrítico de trinca durante o carregamento monotônico. Para os demais corpos de prova, testados com maiores taxas de deslocamento, que apresentaram tempo de incubação antes do crescimento subcrítico, os resultados sugerem a possibilidade de separação desses mecanismos durante os testes de fratura em ambiente agressivo. Dessa forma, para essas taxas de deslocamento, a propagação da trinca aparenta ser estável durante o carregamento monotônico, e, após o período de incubação, a trinca se propaga apenas pelo mecanismo de crescimento subcrítico, sem aumento da força motriz.

Tabela 17 – Duração e propagações da trinca dos corpos de prova testados.

Corpo de prova	Duração total (h)	Carregamento monotônico			Tempo de incubação (h)	$\Delta a$ total (mm)
		Duração (h)	$\Delta a_{PD}$ (mm)	$\Delta a_h$ (mm)		
MB-S-001	133,33	83,33	11,10	-	0,00	11,75
MB-S-008	19,09	10,41	5,10	5,06	1,93	6,56
MB-S-028	20,71	8,00	8,95	9,25	3,50	11,41
MB-S-056	62,38	4,00	5,50	4,65	6,10	12,33

#### 4.3.3.3 Superfícies de fratura

As superfícies de fratura dos corpos de provas testados com diferentes taxas de deslocamento podem ser vistas nas Figuras 94 e 95. Conforme pode ser observado, com exceção do corpo de prova MB-S-001 (Figura 94a), as superfícies de fratura indicam duas regiões distintas, além da pré-trinca, que podem estar associadas aos mecanismos de crescimento estável e crescimento subcrítico de trinca. Comparando os valores de extensão de trinca estimados por queda de potencial ( $\Delta a_{PD}$ ) durante o carregamento monotônico com os valores medidos fisicamente na superfície de fratura na suposta região de crescimento estável de trinca, observa-se uma diferença máxima aproximada de 18%, o que está de acordo com a literatura, que menciona diferenças de até 28% [68]. Isso nos permite distinguir, com cautela, essas regiões, pois, nesse caso, devemos considerar as limitações da medição física, tendo em vista a dificuldade de definir com precisão as regiões de transição. A análise em MEV dessas regiões, entretanto, não indicou diferença conclusiva na morfologia, como mostrado na Figura 96, para a superfície de fratura do corpo de prova MB-S-008.

Para esclarecer o mecanismo de propagação da trinca nessas duas regiões, se intergranular ou transgranular, foi realizada análise em MEV no plano perpendicular à superfície de fratura, no centro do corpo de prova MB-S-028 (Figura 97). Como pode ser observado, devido ao pequeno tamanho de grão, essa análise não é trivial. Entretanto, na suposta região de crescimento estável, o mecanismo de crescimento de trinca é transgranular, enquanto que na suposta região de crescimento subcrítico, o mecanismo é intergranular. Mais investigações são necessárias sobre esse tópico para melhor esclarecer as diferentes regiões bem como o mecanismo de propagação da trinca.

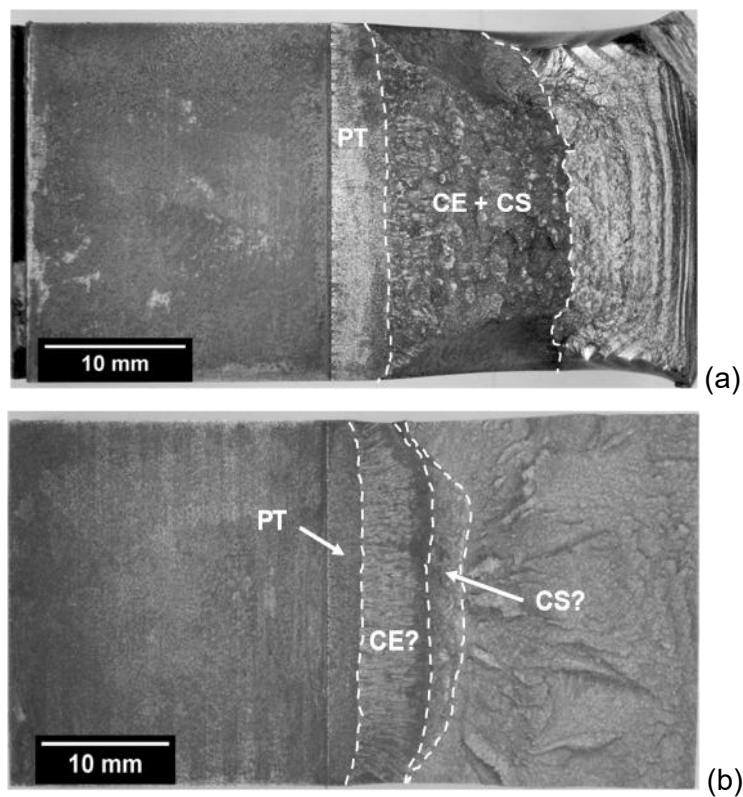


Figura 94 – Superfícies de fratura dos corpos de prova: (a) MB-S-001 e (b) MB-S-008. (PT – pré-trinca de fadiga, CE – crescimento estável, CS – crescimento subcrítico)



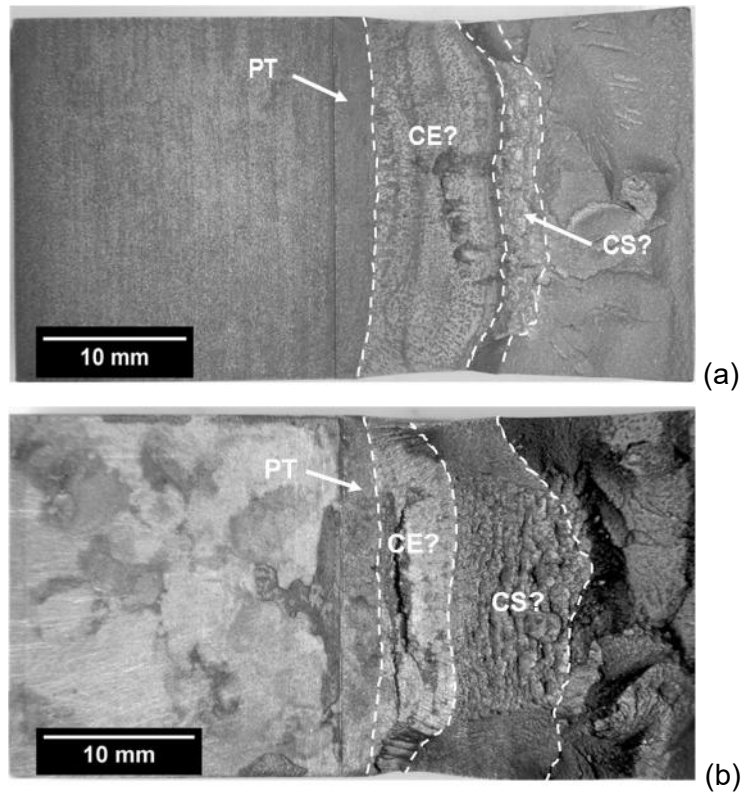


Figura 95 – Superfícies de fratura dos corpos de prova: (a) MB-S-028 e (b) MB-S-056. (PT – pré-trinca de fadiga, CE – crescimento estável, CS – crescimento subcrítico)

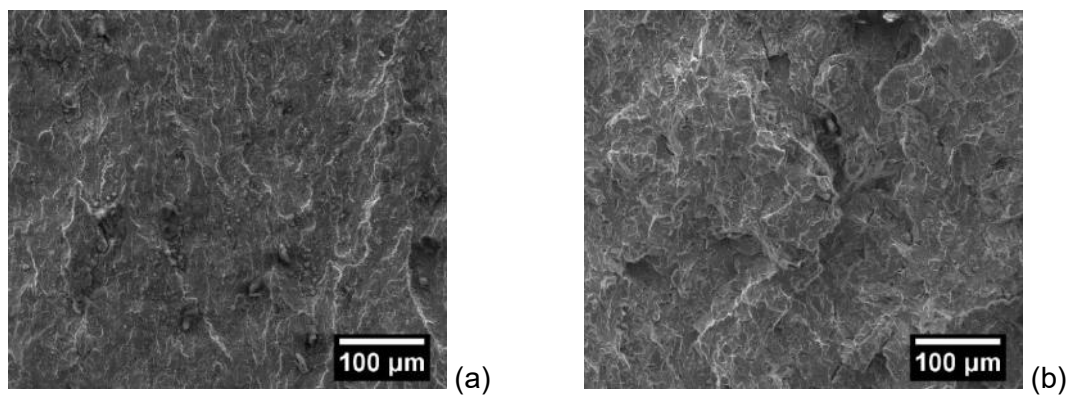


Figura 96 – Análise em MEV da superfície de fratura do corpo de prova MB-S-008, indicando as supostas regiões de crescimento estável (a) e crescimento subcrítico de trinca (b).

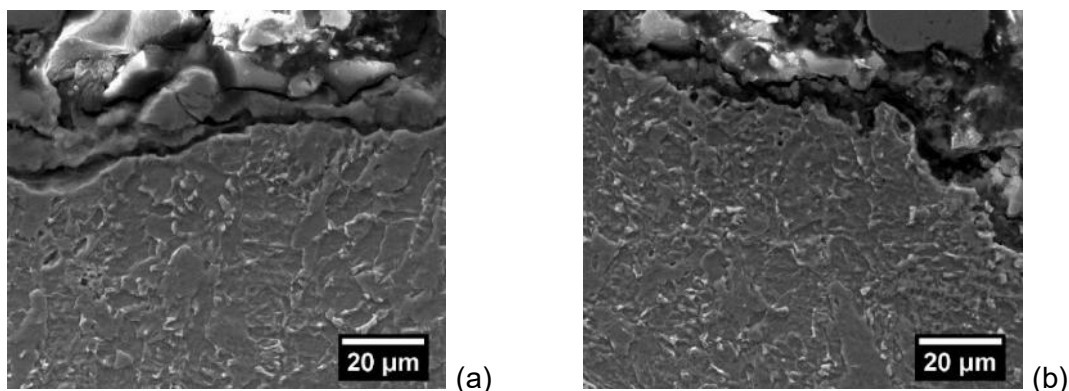


Figura 97 – Análise em MEV na seção transversal da superfície da trinca do corpo de prova MB-S-028, mostrando os mecanismos de propagação da trinca nas supostas regiões de crescimento estável (a) e crescimento subcrítico de trinca (b).

#### 4.3.3.4 Curvas $J$ - $R$

A Figura 98 apresenta os pares  $J$ - $\Delta a$ , os pontos qualificados de acordo com a norma ASTM E1820 [17], e as curvas ajustadas para os corpos de prova testados, indicando a forte dependência das curvas de resistência com as taxas de deslocamento.

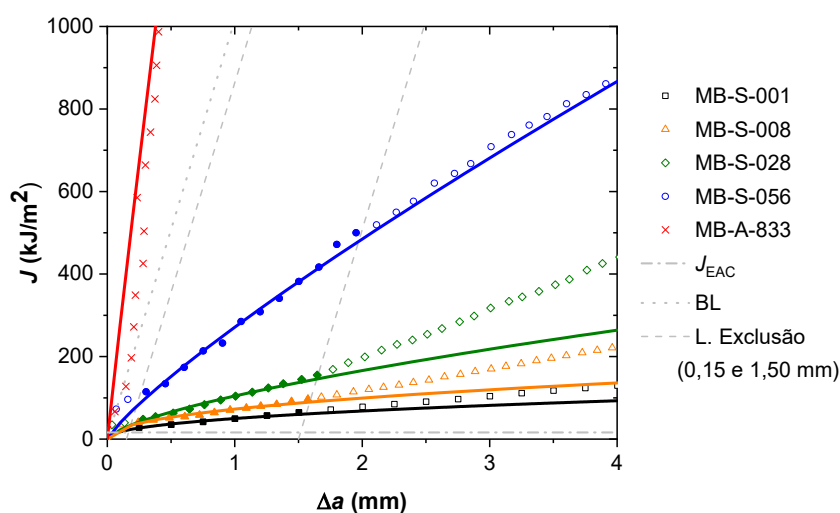


Figura 98 – Pares  $J$ - $\Delta a$ , os pontos qualificados (marcadores cheios) e as curvas ajustadas para os corpos de prova testados.

De acordo com os registros  $P$ - $t$  e  $a$ - $t$ , a ocorrência do crescimento subcrítico de trinca sem a existência do tempo de incubação para o teste realizado a taxa mais baixa de deslocamento (MB-S-001) indica que os mecanismos de crescimento estável e

crescimento subcrítico de trinca coexistem e podem interagir durante o teste de fratura monotônica. Por outro lado, para as demais taxas usadas neste trabalho, o crescimento subcrítico de trinca só foi observado após o período de incubação, o que indica a possibilidade de evitar a ocorrência desse mecanismo. Dessa forma, é possível que a determinadas taxas de deslocamento o material apresente uma curva  $J$ - $R$  verdadeira, isto é, no sentido real do conceito de curvas de resistência, com apenas crescimento estável de trinca, uma vez que não será afetada pelo mecanismo de crescimento subcrítico [9,16]. A avaliação de curvas  $J$ - $R$  verdadeiras em meios agressivos é importante, do ponto de vista tecnológico, pois em casos de eventos inesperados durante a operação dos equipamentos, como por exemplo um aumento de pressão repentina, estes não ocorreriam por longos períodos e muito menos a taxas lentas. Isso indica, em outras palavras, que esses eventos teriam duração menor que o tempo de incubação, e nesse caso, o material apresentaria apenas o crescimento estável de trinca. Assim sendo, é de grande importância determinar a menor taxa acima da qual a curva  $J$ - $R$  não possui a contribuição do crescimento subcrítico de trinca. A partir da avaliação experimental da curva  $J$ - $R$  nessa taxa, é possível caracterizar o material e determinar a sua tenacidade à fratura em um meio agressivo específico.

A Tabela 18 apresenta os valores de  $J_Q$  obtidos de acordo com a norma ASTM E1820 [17]. Pode-se observar que o teste realizado a taxa de deslocamento mais baixa ( $1 \times 10^{-5}$  mm/s) apresentou um valor de  $J_Q$  muito próximo do valor de  $J_{EAC}$  ( $15,41$  kJ/m<sup>2</sup>), obtido a partir do valor de  $K_{IEAC}$ , conforme Eq. 30. Diante do que foi discutido anteriormente, para essa taxa de deslocamento, o valor de  $J_Q$  obtido não pode ser considerado tenacidade à fratura no meio específico ( $J_{IEAC}$ ), uma vez que apresentou crescimento subcrítico de trinca durante o carregamento monotônico.

Tabela 18 – Valores de  $J_Q$  para os corpos de prova testados.

Corpo de prova	$J_Q$ (kJ/m <sup>2</sup> )	$J_Q = J_{IEAC}$ ?
MB-S-001	21,26	Não
MB-S-008	38,02	Sim
MB-S-028	40,17	Sim
MB-S-056	97,94	Sim

Assim sendo, considerando os resultados obtidos neste trabalho, com os parâmetros de teste utilizados, verificamos que a taxa de deslocamento que pode ser usada para caracterizar o material em questão no ambiente agressivo citado no item 3.1

deve estar próxima de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s, pois apresentou o menor tempo de incubação, indicando que durante o carregamento monotônico (região A da Figura 88) apenas o mecanismo de crescimento estável de trinca estava presente.

#### **4.4 Adaptação da metodologia normatizada ao ar para avaliação de curvas *J-R* de aços em meio ácido**

Com base no exposto neste trabalho, para um aço API X65 e ambiente descrito no item 3.1, para a avaliação experimental da tenacidade à fratura de aços em ambientes agressivos, o procedimento experimental deve considerar as seguintes etapas:

- 1) realizar o teste monotônico em controle de deslocamento;
- 2) ao final do carregamento monotônico (região A da Figura 88), manter o deslocamento constante por um certo tempo, monitorando continuamente o comprimento da trinca (região B da Figura 88).

Se, imediatamente após o início do *hold* (deslocamento constante), for observado um crescimento de trinca a deslocamento constante, isto é, sem presença de tempo de incubação, isso significa que a curva *J-R* obtida apresenta influência do crescimento subcrítico de trinca. Por outro lado, se após o *hold* houver a presença de tempo de incubação antes do crescimento subcrítico, a curva *J-R* obtida terá a influência apenas do mecanismo estável de crescimento de trinca.

Para a determinação da taxa de deslocamento que deve ser usada na avaliação experimental de curvas de resistência *J-R*, é necessário que esse procedimento seja repetido para diferentes taxas de deslocamento até que seja obtida aquela que apresente o menor tempo de incubação. Dessa forma, será possível avaliar experimentalmente a curva de resistência e então determinar o valor de tenacidade à fratura do aço sem a contribuição do mecanismo de crescimento subcrítico de trinca.

## 5 CONCLUSÕES

Tendo em vista a combinação material-meio deste trabalho e de acordo com os resultados e a discussão apresentados, pode-se concluir que:

- Após os ajustes discutidos, a técnica de queda de potencial elétrico com corrente contínua utilizada mostrou-se adequada para os testes de fratura do material no meio específico, permitindo uma avaliação confiável do comprimento de trinca ao longo dos testes.
- Nos testes para avaliação dos parâmetros a serem utilizados no procedimento experimental, verificou-se que:
  - a utilização de corpos de prova com entalhes laterais nos padrões definidos pelas normas para testes ao ar não é recomendada.
  - o corpo de prova testado sem revestimento polimérico anticorrosivo apresentou curva de resistência mais baixa que a do corpo de prova com revestimento. Quando valores de tenacidade à fratura mais conservadores forem requeridos, corpos de prova não revestidos devem ser utilizados.
  - o corpo de prova removido segundo a orientação L-C apresentou curva *J-R* com menor inclinação que na orientação C-L. Adicionalmente, os CPs em orientação L-C são mais fáceis de obter a partir de tubos (não requerendo processos de deformação a frio do tipo “asa de gaivota”). Assim sendo, a orientação L-C é preferível.
  - os corpos de prova testados com 24 h e 48 h de tempo de encharque apresentaram curvas *J-R* sobrepostas até o ponto de determinação do valor de  $J_Q$ . Após esse ponto, o corpo de prova testado com 48 h de encharque apresentou curva *J-R* com menor inclinação.
- O ambiente agressivo utilizado reduziu a resistência ao crescimento de trincas do aço API X65 testado. As curvas *J-R* do material no meio específico ficaram mais baixas à medida que as taxas de deslocamento eram menores. Para a taxa de deslocamento mais baixa utilizada ( $1 \times 10^{-5}$  mm/s) foi detectada a coexistência de mecanismos de crescimento estável e subcrítico de trinca.
- Para certas taxas de deslocamento, acima de uma certa taxa crítica, é possível evitar o crescimento subcrítico de trinca, permitindo a obtenção de curvas de resistência experimentais sem a influência desse mecanismo.
- Considerando os parâmetros de teste utilizados, a taxa de deslocamento que

pode ser usada para caracterizar o API X65 em questão no ambiente agressivo específico deve estar próxima de  $8 \times 10^{-5}$  mm/s, pois esta apresentou o menor tempo de incubação, indicando que durante o carregamento monotônico apenas o mecanismo de crescimento estável de trinca estava presente.

- A metodologia experimental proposta mostrou-se adequada para a avaliação de curvas de resistência *J-R* do aço API X65 no meio específico sem crescimento subcrítico de trinca, sendo os valores da tenacidade à fratura para o material naquele meio, obtidos a partir dessas curvas, coerentes com a redução esperada se comparado com os testes ao ar.

## 6 TRABALHOS FUTUROS

Como trabalhos futuros, sugerimos:

- Dar sequência a testes de aços carbono em meios com aproximadamente o mesmo grau de severidade de acordo à metodologia proposta, estudando mais profundamente os efeitos dos diferentes parâmetros envolvidos (orientação dos CPs, revestimento, etc.), assim como a repetibilidade dos resultados.
- Aprofundar o estudo da influência do tempo de encharque na tenacidade à fratura do material no meio, incluindo encharque com ou sem a aplicação de tensões.
- Aprofundar a análise e desenvolver metodologias para determinar, se possível, a coexistência e separabilidade dos mecanismos de crescimento de trinca estável e subcrítico em testes monotônicos de fratura de aços em meios agressivos.
- Usar técnicas alternativas, como método de normalização e método de separabilidade de variáveis (SPB) por exemplo, para a avaliação de curvas de resistência em meio ácido, e comparar com a técnica de queda de potencial.

## REFERÊNCIAS

- [1] API SPEC 5L, *Specification for line pipe*, 45 ed., American Petroleum Institute (API), USA, 2012.
- [2] ZHAO, M. C., YANG, K., SHAN, Y-Y., “The Effects of Thermo-mechanical Control Process on Microstructures and Mechanical Properties of a Commercial Pipeline Steel”, *Materials Science and Engineering A*, v. 335, pp. 14 – 20, 2002.
- [3] ASM HANDBOOK, *Properties and Selection: Iron, Steels and High-Performance Alloys*. 10 ed. vol. 1, ASM International, 1990.
- [4] TOTTEN, G. E., *Steel Heat Treatment – Metallurgy and Technologies*. 2 ed. Boca Raton, CRC Press, 2006.
- [5] HOLTAM, C. M., *Structural Integrity Assessment of C-Mn Pipeline Steels Exposed to Sour Environments*, EngD Thesis, Loughborough University, Loughborough, UK, 2010.
- [6] JONES, D. A. *Principles and Prevention of Corrosion*. 2 ed. Upper Saddle River, Prentice-Hall, 1996.
- [7] JONES, R. H. and RICKER, R. E., “Mechanisms of Stress Corrosion Cracking”. In: JONES, R. H. (ed), *Stress-Corrosion Cracking Materials Performance and Evaluation*, chapter 1, Metals Park, OH, ASM International, 1992.
- [8] WEI, R. P., *Fracture Mechanics - Integration of Mechanics, Materials Science, and Chemistry*, 1 ed. New York, Cambridge University Press, 2010.
- [9] ANDERSON, T. L., *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 3 ed, Boca Raton, CRC Press, 2005.
- [10] KAMDAR, M. H., “Liquid Metal Embrittlement”. In: *ASM Handbook*, v. 13, *Corrosion*, ASM International, pp. 389-429, 1992.
- [11] LYNCH, S. P., “Mechanistic and fractographic aspects of stress-corrosion cracking (SCC)”. In: RAJA, V. S. and SHOJI, T. (eds), *Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice*, 1 ed., chapter 1, Cornwall, UK, Woodhead Publishing Limited, 2011.
- [12] NACE MR0175/ISO 15156, *Petroleum and natural gas industries — Materials for use in H<sub>2</sub>S-containing environments in oil and gas production*, National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA, 2010.
- [13] KANE, R. D. and CAYARD, M. S. “Roles of H<sub>2</sub>S in the Behavior of Engineering Alloys: A Review of Literature and Experience”. *Corrosion* 98, 274, San Diego, CA,



USA, March 1998.

- [14] KOTEESWARAN, M., *CO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub>S Corrosion in Oil Pipelines*, Master Thesis, University of Stavanger, Stavanger, Norway, 2010.
- [15] REBAK, R. B., PEREZ, T. E., "Effect of Carbon Dioxide and Hydrogen Sulfide on the Localized Corrosion of Carbon Steels and Corrosion Resistant Alloys". NACE International *Corrosion 2017 Conference & Expo*, 8933, New Orleans, LA, USA, May 2017.
- [16] JANSSEN, M., ZUIDEMA, J., WANHILL, R., *Fracture Mechanics*, 2 ed., Delft, VSSD, 2004.
- [17] ASTM E1820, *Standard test method for measurement of fracture toughness*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2015.
- [18] SCHWALBE, K. H., HELLMANN, D., HEERENS, J. *et al.*, "Measurement of Stable Crack Growth Including Detection of Initiation of Growth Using the DC Potential Drop and the Partial Unloading Methods", In: *Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User's Experience*, ASTM STP 856, WESSEL, E. T. and LOSS, F. J. (eds), v. 1, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 338-362, Philadelphia, PA, USA, 1985.
- [19] CHEN, X., NANSTAD, R. K., SOKOLOV, M. A., "Application of Direct Current Potential Drop for the J-Integral vs. Crack Growth Resistance Curve Characterization" in: *Evaluation of Existing and New Sensor Technologies for Fatigue, Fracture and Mechanical Testing*, STP 1584, KANG, J., JABLONSKI, D., DUDZINSKI, D. (eds), American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 97-112, West Conshohocken, PA, USA, 2015.
- [20] HICKS, M. A., PICKARD, A. C., "A comparison of theoretical and experimental methods of calibrating the electrical potential drop technique for crack length determination", *International Journal of Fracture*, v. 20, pp. 91-101, 1982.
- [21] MARSCHALL, C. W., HELD, P. R., LANDOW, M. P., MINCER, P. N., "Use of the Direct-Current Electric Potential Method to Monitor Large Amounts of Crack Growth in Highly Ductile Metals". In: *Fracture Mechanics Twenty-First Symposium*, ASTM STP 1074, GUDAS, J. P., JOYCE, J. A. and HACKETT, E. M. (eds). American Society for Testing and Materials (ASTM) International, Philadelphia, PA, p. 581-593, 1990.
- [22] LANDOW, M. P., MARSCHALL, C. W., "Experience in Using Direct Current Electric Potential to Monitor Crack Growth in Ductile Metals". In: *Elastic-Plastic*

- Fracture Test Methods: The User's Experience*, ASTM STP 1114, v. 2, JOYCE, J.A. (ed). American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, p. 163-177, 1991.
- [23] WALLIN, K., SAARIO, T., AUERKARI, P. *et al.*, "Comparison of Potential Drop and Unloading Compliance Methods in Determining Ductile Crack Extension", In: *Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User's Experience*, ASTM STP 856, WESSEL, E. T. and LOSS, F. J. (eds), v. 1, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 363-374, Philadelphia, PA, USA, 1985.
- [24] WILKOWSKI, G. M. and MAXEY, W. A. "Review and Applications of the Electric Potential Method for Measuring Crack Growth in Specimens, Flawed Pipes, and Pressure Vessels". In: *Fracture Mechanics: Fourteenth Symposium – Vol II: Testing and Applications*, ASTM STP 791, LEWIS, J. C. and SINES, G. (eds), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, p. II-266–II-294, 1983.
- [25] OKUMURA, N., VENKATASUBRAMANIAN, T. V., UNVALA, B. A., *et al.* "Application of the AC Potential Drop Technique to the Determination of R Curves of Tough Ferritic Steels". *Engineering Fracture Mechanics*, 14, pp. 617-625, 1981.
- [26] KONOSU, S., SHIMAZU, H. and FUKUDA, R. "Tearing Resistance Properties of Cr-Mo Steels with Internal Hydrogen Determined by the Potential Drop Method". *Metall. Mater. Trans. A*, 46A, pp. 5626-37, 2015.
- [27] BAKER, A. "A DC Potential Drop Procedure for Crack Initiation and R-Curve Measurements During Ductile Fracture Tests". In: *Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User's Experience*, ASTM STP 856, WESSEL, E. T. and LOSS, F. J. (eds), v. 1, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 394-410, Philadelphia, PA, USA, 1985.
- [28] DIETZEL, W., SCHWALBE, K-H., "Application of the Rising Displacement Test to SSC Investigations". In: *Slow Strain Rate Testing for the Evaluation of Environmentally Induced Cracking: Research and Engineering Applications*, ASTM STP 1210, KANE, R. D. (ed), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, p. 134-148, 1993.
- [29] DIETZEL, W., BALA SRINIVASAN, P., ATRENS, A., "Testing and evaluation methods for stress corrosion cracking (SCC) in metals". In: RAJA, V. S. and SHOJI, T. (eds), *Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice*, 1 ed., chapter 3, Cornwall, UK, Woodhead Publishing Limited, 2011.

- [30] ISO 12135, *Metallic Materials – Unified method of test for the determination of quasi-static fracture toughness*, International Standards Organization (ISO), Switzerland, 2016.
- [31] ERNST, H., PARIS, P. C., ROSSOW, M. *et al.*, “Analysis of Load-Displacement Relationship to Determine J-R Curve and Tearing Instability Material Properties”. In: *Fracture Mechanics*, ASTM STP 677, SMITH, C. W. (ed), American Society for Testing and Materials (ASTM) International, pp. 581-599, USA, 1979.
- [32] HERRERA, R., LANDES, J. D., “Direct J-R Curves Analysis: A Guide to the Methodology”. In: *Fracture Mechanics: Twenty-First Symposium*, ASTM STP 1074, GUDAS, J. P., JOYCE, J. A. and HACKETT, E. M. (eds). American Society for Testing and Materials (ASTM) International, Philadelphia, PA, pp. 24-43, 1990.
- [33] ZHU, X. K.; JOYCE, J. A., “J-Resistance curve testing of HY80 steel using SE(B) specimens and normalization method”, *Engineering Fracture Mechanics*, 74, pp. 2263-2281, 2007.
- [34] SCIBETTA, M., LUCON, E., SCHUURMANS, J. *et al.* “Numerical simulations to support the normalization data reduction technique”, *Engineering Fracture Mechanics*, 73, pp. 524-534, 2006.
- [35] DZUGAN, H.; VIEHRIG, H. W., “Application of the normalization method for the determination of J-R curves”, *Materials Science and Engineering, A* 387-389, pp. 307-311, 2004.
- [36] NEWMAN JR., J. C., YAMADA, Y., JAMES, M. A., “Back-face strain compliance relation for compact specimens for wide range in crack lengths”, *Engineering Fracture Mechanics*, 78, pp. 2707-2711, 2011.
- [37] SALEM, J. A., GHOSN, L. J., “Back-face Strain for Monitoring Stable Crack Growth Extension in Precracked Flexure Specimens”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 93, n. 9, pp. 2804-2813, 2010.
- [38] RIDDELL, W. T., PIASCIK, R. S., “A back-face strain compliance expression for the compact tension specimen”, *NASA/TM-1998-208453*, National Aeronautics and Space Administration, Hampton, Virginia, USA, 1998.
- [39] MANZIONE, P., PEREZ IPIÑA, J. E., “Sensitivity Analysis of the Double Clip Gauge Method”, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, v. 14, n. 9, pp. 887-896, 1991.
- [40] DIETZEL, W. “Rising Displacement Stress Corrosion Cracking Testing”, *Metall. Mater. Trans. A*, 42A, pp. 365-372, 2011.

- [41] ASTM E1681, *Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2003.
- [42] WAID, G. M., AULT, R. T., “Effects of composition on stress-corrosion cracking resistance of ultrahigh-strength steels”. In: *Stress Corrosion – New Approaches*, ASTM STP 610, CRAIG Jr, H. L. (ed.), American Society for Testing and Materials (ASTM) International, Philadelphia, PA, pp. 199–212, 1976.
- [43] ERNST, H. A., ECHANIZ, G., BRAVO, R. *et al.*, “Effect of Different Test Variables on the  $K_{ISSC}$  Value”, *Corrosion 2004*, 04132, New Orleans, LA, March 2004.
- [44] ERNST, H. A., BRAVO, R., PEREZ, T. *et al.*, “Assessment of the Effect of Different Test Variables on the Measured  $K_{ISSC}$  Value”, *Corrosion 2005*, 05087, Houston, TX, April 2005.
- [45] CRAVERO, S., BRAVO, R., ERNST, H. *et al.*, “Evaluation of Testing Conditions Effects on the Resistance to Stress Sulfide Stress Cracking”, *NACE International Corrosion 2009 Conference & Expo*, 09309, Atlanta, GA, March 2009.
- [46] CLARK Jr, W. G., and LANDES, J. D., “An evaluation of rising load KISSC testing”. In: *Stress Corrosion – New Approaches*, ASTM STP 610, CRAIG Jr, H. L. (ed.), American Society for Testing and Materials (ASTM) International, Philadelphia, PA, pp. 108-127, 1976.
- [47] DIETZEL, W., SCHWALBE, K-H., “A study of the hydrogen induced stress corrosion cracking of a low alloy steel using fracture mechanics techniques”. In: MOODY, N. R. and THOMPSON, A. W. (eds), *Hydrogen Effects on Material Behavior*. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 975-983, 1990.
- [48] CHONG, T. S., KUMAR, S. B., LAI, M. O. *et al.*, “Effects of wet H<sub>2</sub>S containing environment on mechanical properties of NACE grade C–Mn steel pipeline girth welds”, *Engineering Fracture Mechanics*, v.131, pp. 485-503, 2014.
- [49] DNV-OS-F101, *Submarine Pipeline Systems*, Det Norske Veritas As (DNV), 2013
- [50] NACE TM0177, *Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H<sub>2</sub>S Environments*, National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA, 2005.
- [51] ASTM D1141, *Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2013.
- [52] NACE TM 0284, *Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance*

to *Hydrogen-Induced Cracking*, National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA, 2003.

- [53] ASTM E384, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2016.
- [54] ASTM E8/E8M, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2015.
- [55] NACE TM0198, *Slow Strain Rate Test Method for Screening Corrosion-Resistant Alloys (CRAs) for Stress Corrosion Cracking in Sour Oilfield Service*, National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA, 2004.
- [56] ASTM G129, *Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2013.
- [57] BRAVO, R., CRAVERO, S., ERNST, H., KISSNER, G., "Specimen Geometry and Orientation Effect on Fracture Toughness in Sour Environment". *31th International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering*, OMAE2012-84072, Rio de Janeiro, Brazil, June 2012.
- [58] BS 7448-1, *Fracture mechanics toughness tests. Part 1: Method for determination of  $K_{IC}$  critical CTOD and critical J values of metallic materials*, British Standards Institution (BSI), London, UK, 1991.
- [59] ASTM E1823, *Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2011.
- [60] ASTM E647, *Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2015.
- [61] NIBUR, K. A., SOMERDAY, B. P., MARCHI, C. S. *et al.* "The Relationship Between Crack Tip Strain and Subcritical Cracking Thresholds for Steels in High-Pressure Hydrogen Gas", *Metall. Mater. Trans. A*, 44A, pp. 248-69, 2013.
- [62] ALI, M., PARGETER, R., "Techniques for determining the effect of a sour environment on fracture toughness of steel". In: *Steely Hydrogen 2014 Conference Proceedings*, pp. 256-267, Belgium, 2014.
- [63] Norma Petrobras N2912 A – Tinta Epóxi "NOVOLAC", 2016.
- [64] DONG, C. F., LIU, Z. Y., LI, X. G. *et al.*, "Effects of hydrogen-charging on the susceptibility of X100 pipeline steel to hydrogen-induced cracking", *Journal of Hydrogen Energy*, v. 34, pp. 9879-9884, 2009.

- [65] CONTRERAS, A., SALAZAR, M., ALBITER, A. *et al.*, “Assessment of Stress Corrosion Cracking on Pipeline Steels Weldments Used in the Petroleum Industry by Slow Strain Rate Tests”. In: *Arc Welding*, SUDNIK, W. (ed.), ISBN: 978-953-307-642-3, InTech, 2011. Disponível em: <http://www.intechopen.com/books/arc-welding/assessment-of-stress-corrosion-cracking-on-pipeline-steelsweldments-used-in-the-petroleum-industry>. Acesso em: 16 nov. 2016.
- [66] BS 7448-2, *Fracture mechanics toughness tests. Part 2: Method for determination of  $K_{IC}$  critical CTOD and critical J values of welds in metallic materials*, British Standards Institution (BSI), London, UK, 1997.
- [67] ASTM F1624, *Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Load Technique*, American Society for Testing and Materials (ASTM) International, USA, 2012.
- [68] TARNOWSKI, K. M., DAVIES, C. M., DEAN, D. W., NIKBIN, K. M., “The Influence of Plasticity on Crack Length Measurements Using the Potential Drop Technique”. In: *Evaluation of Existing and New Sensor Technologies for Fatigue, Fracture and Mechanical Testing*, ASTM STP 1584, KANG, J., JABLONSKI, D., DUDZINSKI (eds), ASTM International, pp. 73-96, West Conshohocken, PA, USA, 2015.

## ANEXO

Os resultados obtidos neste estudo foram divulgados por meio de publicação de artigo em periódico internacional na área de Mecânica da Fratura e apresentação de trabalho em conferência internacional:

*Effect of displacement rate and subcritical crack growth on J-R curves of API X65 steels in sour environment.*

C. Finamore, E.M. Castrodeza, J.E.P. Ipiña, M.E. Cristea, M. Chekchaki. Engineering Fracture Mechanics, v. 190, pp. 134-145, 2018.

<https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2017.12.011>

*Crack Growth Behaviour During Elastic-Plastic Fracture Testing of API X65 Steels in Sour Environment*

C. Finamore, E.M. Castrodeza, J.E.P. Ipiña, M.E. Cristea, M. Chekchaki, 14th International Conference on Fracture (ICF 14), Rhodes, Greece, June 18-23, 2017.