

EFEITO DA HIDROGENAÇÃO CATÓDICA EM AUSÊNCIA DE  
TENSÃO MECÂNICA E DURANTE ENSAIOS DE  
CORROSÃO SOB TENSÃO EM AÇOS MARTENSÍTICOS



*Sergio de Carvalho Perdigão*

TESE SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DA COORDENAÇÃO DOS PROGRAMAS DE PÓS-GRADUAÇÃO DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA (M.Sc.).

Aprovada por:

*M. Global*

Presidente

*W. M. M. M. M.*

*G. G. G.*

RIO DE JANEIRO  
ESTADO DA GUANABARA - BRASIL  
OUTUBRO DE 1972

A meus pais,  
meus irmãos,  
meus amigos.

## AGRADECIMENTOS

À COPPE/UFRJ que me possibilitou a realização dos estudos de Pós-Graduação.

À CAPES que financiou a pesquisa.

A AÇOS ANHANGUERA S/A pela ajuda técnica prestada.

Ao Dr. UBIRAJARA Q. CABRAL que me orientou durante os trabalhos de tese.

Às equipes do Departamento de Metalurgia e da Oficina do Instituto de Engenharia Nuclear.

Ao Prof. LÚCIO SATHLER pelo apoio recebido.

Aos Professores, colegas e funcionários do Curso de Pós-Graduação do Departamento de Metalurgia.

À DINÃ MOTTA e WANDA F. ROCHA pela ajuda na confecção gráfica deste trabalho.

SUMÁRIO

Três aços baixa liga de alta resistência mecânica temperados de modo a apresentarem uma microestrutura martensítica, foram hidrogenados catódicamente em ausência de tensão mecânica aplicada em solução 1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, sem adição de catalizadores, para verificação de sua tendência à formação de trincas. Os "índices de trincagem" foram maiores para o aço 4340 do que para o aço 8640, diferença particularmente notável a baixas densidades de corrente. Por outro lado, o "índice de trincagem" do aço 8620 é intermediário entre o dos dois aços precedentes, mas suas trincas apresentaram a singularidade de estarem sistematicamente localizadas próximo à periferia da amostra e paralelas à mesma. As trincas dos três materiais eram de caráter essencialmente transgranular, não se formando à superfície do metal. Seu número passava por um máximo à medida que se aprofundava o nível de polimento, sendo então gradativamente substituídos por fendilhamento.

Nos ensaios de Corrosão sob Tensão com e sem hidrogenação catódica, os tempos de ruptura para o aço 8620 foram sempre maiores enquanto que para os aços 4340 e 8640, a circuito aberto, o primeiro se rompia no menor tempo e sob polarização catódica havia uma inversão dos resultados, rompendo-se então o segundo no menor tempo. Nestas condições a natureza das trincas dos três materiais era essencialmente intergranular.

Para os materiais examinados que apresentaram características mecânicas comparáveis (4340 e 8640), os tempos de ruptura nos ensaios de Corrosão sob Tensão a circuito aberto estavam em boa correlação com os "índices de trincagem" obtidos por hidrogenação catódica em ausência de tensão mecânica aplicada, para a menor densidade de corrente.

ABSTRACT

Three low-alloy high strength steels presenting martensitic structures, were hydrogen cathodically charged, in the absence of applied mechanical tension, in a 1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution, free from poisons, to observe their tendency to crack. The "crack index" was larger for the AISI 4340 than for the AISI 8640 and at low applied current densities this difference was very marked. The values of the "index" for the AISI 8620 fell between those for the other steels, but its cracks were systematically localized at the sample's periphery and parallel to it. The nature of the cracks for the three materials was transgranular, almost all being sub-surface and their number increased as the surface was removed by polishing, cracks being gradually replaced by crevicing.

Under stress corrosion tests with and without applied potential, the fracture times were always greater for the AISI 8620. In the absence of applied potential AISI 4340 presented shorter fracture times than AISI 8640, but

under cathodic polarisation the situation was reversed. Under the conditions of stress corrosion, the cracks were essentially intergranular.

For the steels with similar mechanical properties (4340 and 8640), the fracture time due to stress corrosion without applied potential were in good agreement with the "crack index" for the lower value of applied current in the hydrogen induced tests in the absence of mechanical tension.

I N D I C E

Capítulos:	Páginas:
I	INTRODUÇÃO ..... 1
II	MATERIAIS E MÉTODOS ..... 7
	II.1 Materiais ..... 7
	II.1.1 Composição Química ..... 7
	II.1.2 Corpos de Prova ..... 10
	II.1.3 Tratamentos Térmicos ..... 13
	II.2 Métodos ..... 16
	II.2.1 Ensaaios Mecânicos ..... 16
	II.2.2 Difração de Raios X ..... 17
	II.2.3 Ensaaios de Hidrogenação Catódica em Ausência de Tensão Mecânica ..... 17
	II.2.4 Ensaio de C.S.T. em Meio Hidrogenado Catódicamente ..... 22
	II.2.5 Análise Metalográfica após Hidrogenação Catódica ..... 28
	II.2.6 Metalografia e Microfratografia Eletrônica ..... 31



## Capítulos:

## Páginas:

III	RESULTADOS EXPERIMENTAIS .....	33
III.1	Características Mecânicas e Metalográficas dos Materiais .....	33
III.2	Efeito da Hidrogenação Catódica em Ausência de Tensão Mecânica Aplicada .....	35
III.2.1	Amostras Austenitizadas em Atmosfera Redutora (condição B)	35
III.2.2	Amostras Austenitizadas em Atmosfera Oxidante (condição A)	42
III.3	Ensaio de Corrosão sob Tensão com ou sem Hidrogenação Catódica	45
III.4	Ensaio de Fratura Imprevista ..	49
III.5	Características Fractográficas e Microfractográficas .....	49
IV	DISCUSSÃO .....	54
V	CONCLUSÕES .....	60
	BIBLIOGRAFIA .....	63
	MICROGRAFIAS .....	66
	ANEXO I .....	86
	ANEXO II .....	87

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO

A Corrosão sob Tensão (CST) é um fenômeno que conduz à fratura sem deformação plástica importante, de ligas metálicas trabalhando em fluidos (frequentemente aquosos) a tensões estáticas próximas ou inferiores aos seus respectivos limites de escoamento. O seu conhecimento é importante por vários motivos, entre outros:

- a) não se pode prever se um material é sensível ou não à CST em dado fluido;
- b) é de interesse econômico a utilização de ligas metálicas a tensões mecânicas as mais elevadas possíveis a fim de se diminuir a relação peso/volume.

Apesar de todo esforço feito e da abundante literatura existente as causas da CST permanecem objeto de controvêrsia e de continuado estudo.

TROIANO e seus colaboradores <sup>1, 2</sup> estudando intensamente o fenômeno de "fratura imprevista" ("delayed failure") - fratura frágil de ligas metálicas, previamente hidrogenadas, trabalhando ao ar a tensões estáticas próximas ou inferiores aos seus respectivos limites de escoamento - vêm sugerindo há vários anos que os diferentes casos de CST podem ser devidos à ação do hidrogênio. Já MAZANEC e SEJNOHA <sup>3</sup> propõem que o hidrogênio não é um fator essencial, uma vez que puderam obter "fraturas imprevistas" em aços de baixa liga e alta resistência mecânica, previamente desidrogenados. Tais autores concluem que ela se deve à superposição do efeito das dislocações livres geradas durante a transformação martensítica somado ao do enfraquecimento dos contornos de grão da austenita primária que é causado pelo choque dinâmico do crescimento das placas de martensita, sobre os mesmos.

HOAR e HINES <sup>4</sup> e LOGAN <sup>5</sup>, citado pelos primeiros, trabalhando com aços inoxidáveis e ligas nobres admitem a existência de um "caminho ativo" de corrosão que é acelera

do pela tensão; ambos, porém, atribuem especial atenção à ruptura do filme de passivação por efeito da tensão (emergência de planos de escorregamento) como fator importante à CST do material. Já NIELSEN <sup>6</sup> citando uma de suas publicações sobre aço inoxidável austenítico <sup>7</sup> e, também o trabalho de FONTANA e seus colaboradores <sup>8</sup> em aço tipo 347 observa que produtos sólidos de corrosão que se precipitam confinados em microtrincas ou fendas podem exercer a ação de uma cunha, desenvolvendo tensões laterais que conjuntamente com o sistema de tensões presente, podem acionar a trinca de CST.

A maior barreira às idéias de TROIANO (importância do hidrogênio nos processos de CST) era a dificuldade de se imaginar o hidrogênio depositando-se em uma superfície anódica e a sua evolução no sistema aço inoxidável austenítico - solução saturada de cloreto de magnésio em ebulição. BROWN e seus colaboradores <sup>9</sup> estudando o sistema aço AISI 4340 - solução 0.6M NaCl demonstraram que "em todos os casos (corrosão livre, polarização catódica e polarização anódica) as condições eletroquímicas à frente da trinca são tais que há evolução de hidrogênio". BARNARTT e VAN ROOYEN <sup>10</sup> indicaram e NIELSEN <sup>6</sup> evidenciou, em sequência filmada, a evolução de bolhas de hidrogênio no sistema

aço inoxidável 18/8 - solução cloreto de magnésio em ebulição.

Paralelamente à pesquisa das causas e do mecanismo da CST vários estudos foram feitos a fim de correlacionar a resistência de uma liga à CST em um dado meio com algumas de suas características mecânicas determinadas em ensaios ao ar. Tais trabalhos efetuados principalmente para materiais cúbicos de corpo centrado mostraram que os tempos de ruptura em ensaios de CST (em meios hidrogenantes) poderiam ser correlacionados com características diversas (limite de escoamento, dureza, estrição) mas CABRAL<sup>11</sup> propôs que eram a relação  $\sigma_{Me}/\sigma_{Ml}$  ( $\sigma_{Me}$  = limite de resistência do corpo de prova entalhado e  $\sigma_{Ml}$  = limite de resistência do corpo de prova liso) e, principalmente, a temperatura transição da resiliência ( $T_K$ ) as características que melhores correlações forneciam. Trabalho recente de JONES e seus colaboradores<sup>12</sup> estende a aplicabilidade do critério anterior (temperatura de transição da resiliência) aos resultados obtidos estudando a CST de aços baixa liga em soluções de nitrato de amônia e de hidróxido de sódio.

Um outro enfoque recente consiste em estudar isoladamente o efeito de uma hidrogenação do material sem apli

cação de tensões externas. Ensaios de hidrogenação catódica sobre aços de baixa liga revenidos a diferentes condições mostraram assim que trincas podem se formar em números variáveis de acordo com a microestrutura do aço <sup>13</sup>. Por outro lado, BERNSTEIN <sup>14</sup> trabalhando com ferros de alta pureza (Ferrovac EI, Plastiron fundido a vácuo e Ferro III refinado por zona) evidenciou que a densidade planar de trincas (número de trincas por mm<sup>2</sup>) varia com o policristal e com o tempo de hidrogenação catódica.

O objeto do presente trabalho foi:

- a) Examinar a influência de hidrogenação catódica em ausência de tensão mecânica de três aços baixa liga temperados e apresentando microestrutura idêntica.
- b) Realizar ensaios de Corrosão sob Tensão em condição de hidrogenação catódica sobre os mesmos materiais anteriores.
- c) Fazer observações ao microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura visando ob

ter informações sobre a iniciação e propagação das fraturas ocorrentes ao ar (ensaios de tração) e em ambiente hidrogenado (ensaios de CST).

Durante o curso do presente trabalho consideraremos os seguintes termos técnicos:

pite- (pit);

ocorrência de pites (pitting);

fenda (crevice);

fendilhamento (crevicing);

fratura imprevista (delayed failure);

empolamento (blistering).

## CAPÍTULO II

### MATERIAIS E MÉTODOS

#### II.1 - MATERIAIS

##### II.1.1 - *Composição Química.*

Três aços de baixa liga e alta resistência mecânica, respectivamente, AISI-4340, 8640 e 8620, de qualidade comercial e composição química dada na Tabela I foram comprados na forma de barras de 5/8" (4340 e 8640) e 3/4" (8620) tomando-se o cuidado de se assegurar que as diferentes barras de um mesmo aço pertenciam à mesma corrida.

A análise das microinclusões existentes segundo o método JK (ASTM-E-45), vista na Tabela II indica que os aços são de qualidade média; nela os valores entre parêntesis representam campos isolados e os sem parêntesis correspondem aos valores médios para cada amostra.



TABELA I

Composição Química dos Aços

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Cu	Al	Ni
4340	0,38	0,24	0,70	0,020	0,003	0,84	0,24	0,07	0,018	1,82
8640	0,39	0,26	0,86	0,016	0,014	0,52	0,19	0,02	0,026	0,48
8620	0,19	0,28	0,90	0,021	0,016	0,53	0,18	0,03	0,046	0,49

TABELA II

Análise das Microinclusões

	A		B		C		D	
	Fina	Grossa	Fina	Grossa	Fina	Grossa	Fina	Grossa
4340	1,0	-	(2,0)	-	-	-	2,0	-
	(1,5)							
8640	2,0	-	(2,0)	-	-	-	2,0	-
8620	2,0	-	1,5	-	-	-	1,5	-
			(2,5)				(2,0)	

A - sulfetos.

B - alumina.

C - silicatos.

D - óxidos globulares dispersos.

### II.1.2 - *Corpos de Prova.*

A partir das barras foram usinados diretamente corpos de prova de tração e CST com tolerâncias de 1mm a fim de permitir retífica posterior ao tratamento de têmpera sem maiores dificuldades e corpos de prova de hidrogenação catódica com tolerâncias de 0,1mm.

Após os tratamentos térmicos e retífica, os corpos de prova foram levados às dimensões definitivas vistas nas Figuras I, II e III.

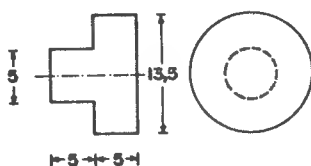


FIGURA I

*Corpo de Prova de Hidrogenação Catódica  
(Medidas em mm)*

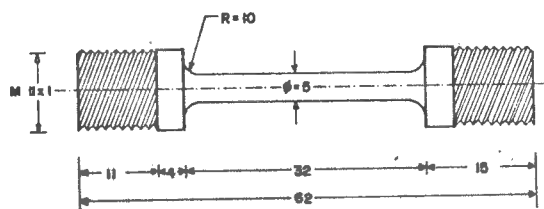


FIGURA II

Corpo de Prova de Tração  
(Medidas em mm)

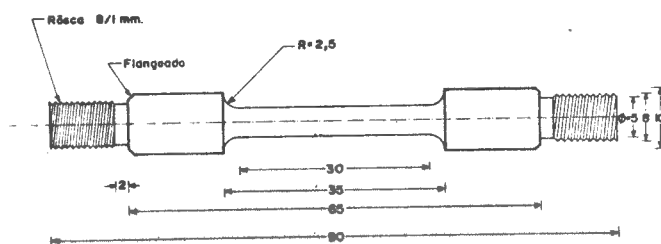


FIGURA III

Corpo de Prova de CST  
(Medidas em mm)

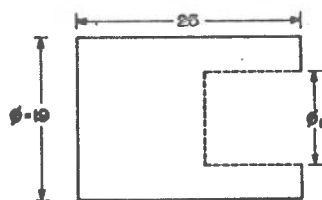


FIGURA IV

*Cápsula Protetora dos Corpos de Prova  
de Tração e de CST  
(Medidas em mm)*

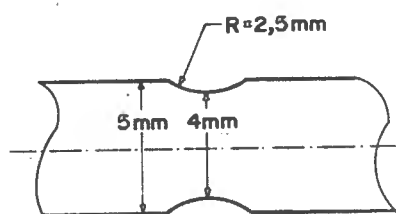


FIGURA V

*Detalhe do Entalhe do Corpo de Prova de Tração  
(Medidas em mm)*

Vale a pena ressaltar certos problemas e soluções adotados devidos à alta dureza e a forma definitiva que os corpos de prova temperados deveriam tomar:

- a) a fim de proteger a rosca, cada corpo de prova foi acoplado antes do tratamento térmico a fêmeas em aço 8620 visando diminuir a velocidade de resfriamento e as tensões de tempera locais. No esquema da Figura IV indica-se a "cápsula protetora" onde  $\phi_1$  é igual a 11mm para os corpos de prova de tração e igual a 8mm para os corpos de prova de CST;
- b) os entalhes dos corpos de prova de tração (cujo detalhe é visto na Figura V) foram feitos antes do tratamento térmico não tendo sido posteriormente retificados por dificuldades técnicas.

### II.1.3 - Tratamentos Térmicos.

Em uma primeira etapa todos os corpos de prova,

com as devidas tolerâncias, foram normalizados 30 minutos a 850°C (para os aços 4340 e 8640) e a 30 minutos a 930°C (para o aço 8620), em atmosfera normal oxidante de forno de austenitização (condição A). Em particular, devido à pequena tolerância dos corpos de prova de hidrogenação catódica efetuou-se a normalização de um segundo lote dessas amostras em atmosfera austenitizante redutora, com o auxílio de fragmentos de carvão vegetal, a fim de diminuir ou evitar a descarbonetação superficial (condição B) e tentar detetar a eventual influência desse fator na hidrogenação catódica.

Posteriormente os corpos de prova foram temperados por austenitização de 30 minutos a 850°C seguida de resfriamento em óleo agitado (para os aços 4340 e 8640) e 30 minutos a 930°C com resfriamento em solução de NaOH a 10% (para o aço 8620). Analogamente para os corpos de prova de hidrogenação catódica foram feitas têmperas em duas condições, ou seja, após austenitização em atmosfera oxidante (condição A) e após, austenitização em atmosfera redutora (condição B).

Todos os tratamentos térmicos foram efetuados em um forno Heraeus-Hanau modelo KR-170 sendo a temperatura

controlada por meio de um par termoeletrico Pt-Pt, Rh 13% acoplado a um voltmetro "DC Null Voltmeter" modelo 419A, da Hewlett Packard.

Os esquemas dos tratamentos térmicos efetuados podem ser vistos na Figura VI.

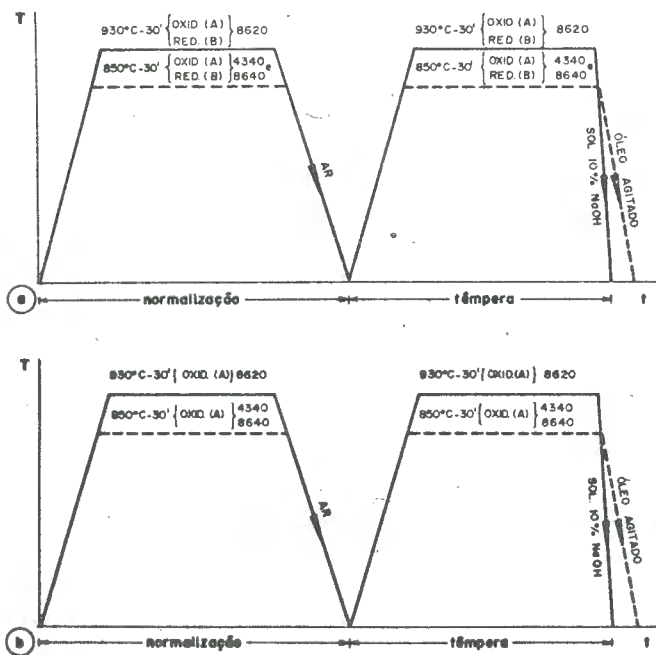


FIGURA VI

Esquema dos Tratamentos Térmicos Efetuados

- Corpos de prova de hidrogenação catódica
- Corpos de prova de tração e C.S.T.



## II.2 - MÉTODOS

### II.2.1 - Ensaaios Mecânicos.

Os ensaios de tração (6 ensaios para cada material e tipo de corpo de prova) foram realizados na máquina de tração Instron modelo TTDML com o auxílio da célula GRM calibrada para a escala de 0 a 5.000kg; a velocidade da ponte era de 0,05cm/min e a da carta 1cm/min.

A fim de se testar a ocorrência de "fratura imprevista" nos materiais, foram realizados na mesma máquina Instron, ensaios a tensões constantes iguais a  $90\% \sigma_{E_{0,2}}$ , para os aços 4340 e 8640.

Os ensaios de dureza foram realizados na máquina de dureza Zwick, à carga de 150kg e tendo como punção o cone de diamante de  $120^{\circ}\text{C}$  (Rockwell C). Foram também realizados ensaios de microdurezas Vickers à carga de 25g, no aparelho Durimet da Leitz.

### II.2.2 - *Difração de Raios X.*

Com o intuito de se caracterizar a estrutura dos materiais, foram efetuados difratogramas de Raios X, após a têmpera das amostras. As características gerais do aparelho e as condições nas quais se realizaram os ensaios são dadas no anexo I.

### II.2.3 - *Ensaio de Hidrogenação Catódica em Ausência de Tensão Mecânica.*

#### a) *Descrição da aparelhagem.*

A aparelhagem consta essencialmente de:

- 1) célula de polarização, conjunto do eletrodo de trabalho (corpo de prova), eletrodo de referência (calomelano) e eletrodo de platina;
- 2) fonte de corrente contínua com resistências, voltímetros e amperímetros convenientemente situados.

A célula de polarização de dimensões internas 150 x 95 x 50mm e capacidade para 500ml foi acoplada a outra de dimensões internas 25 x 95 x 50mm e capacidade para 185ml, à qual está ligada por uma ponte da mesma solução para evitar a contaminação do eletrólito em relação ao qual o eletrodo de referência irá medir o potencial de polarização catódica. Tal célula geminada foi ligada ao recipiente onde se encontrava o eletrodo de referência de calomelano por uma ponte salina de solução saturada de KCl. O nível das duas células e do recipiente deve ser o mesmo para se evitar contaminação por efeito de vasos comunicantes.

Como eletrodo auxiliar foi usado um eletrodo de platina platinizada e para se homogeneizar a solução a mesma foi agitada pela pedra média, ao nível 3, de um agitador Toyo colocado embaixo da célula.

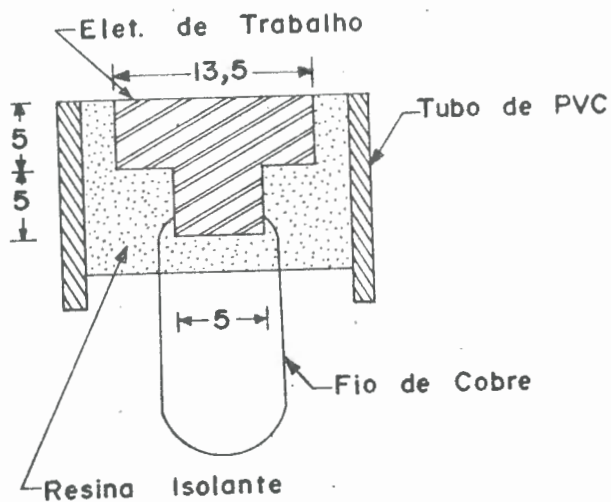
Corpos de prova (eletrodos de trabalho) de seção longitudinal em T e diâmetro principal igual a 13,6mm após sofrerem tratamento térmico de têmpera foram lixados em lixa 600 para a retirada da camada de óxido ficando com dimensões finais vistas na Figura I o que corresponde a uma área de trabalho de  $143\text{mm}^2$ . Foram projetados na forma e dimensões vistas devido à limitação em tamanho exigida pelo Mi

microscópio Eletrônico de Varredura. Fios de cobre foram soldados por ponto aos mesmos, para facilidade de contato elétrico. Foram então desengraxados com tetracloreto de carbono, lavados com álcool etílico, secados e embutidos em tubos de PVC de diâmetro interno de 5/8" que foi preenchido com resina isolante Polylite 8001 (Shell) para se assegurar a constância da área a ser hidrogenada.

Já embutidos foram polidos mecanicamente em lixas d'água, de 100 até a 600 e a seguir nas aluminas 1, 2 e 3, pelo método usual, lavados em água, tetracloreto de carbono e álcool etílico, secados e observados no Microscópio Ótico Neophot-2 da aus Jena, ao aumento de 250 vezes, sendo constatado que o polimento era bom, eram guardados em dessecadores até o momento de serem ensaiados.

O carregamento do conjunto do corpo de prova (eletrodo de trabalho) foi feito por baixo da célula de polarização e para cada material a cada nível de densidade de corrente foram ensaiados 4 corpos de prova.

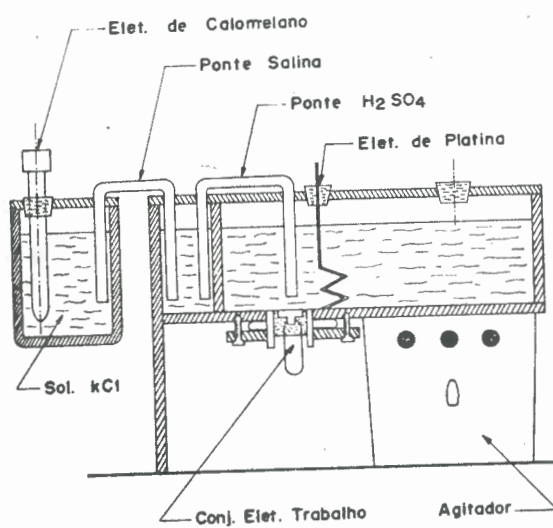
Na Figura VII vemos o esquema do conjunto do eletrodo de trabalho e na Figura VIII o esquema da célula de polarização.



Conj. Elet. de Trabalho

### FIGURA VII

(Dimensões em mm)



Esquema da Célula de Polarização.

### FIGURA VIII

A polarização foi feita pelo método intensiostático sendo usado como fonte de corrente contínua o aparelho de alimentação do sistema de Corrosão sob Tensão que trabalhou à tensão de 32V adaptado para fornecer até 400mA. Para a medição do potencial de polarização do eletrodo de trabalho em relação ao do eletrodo saturado de calomelano, foi usado o medidor de pH Leeds and Northrup como milivoltímetro preciso. O esquema do Sistema de Polarização Catódica é visto no Anexo II.

Ao se vazar o eletrólito dentro e fora da célula respectivamente no início e no fim dos ensaios o sistema de polarização estava completamente ligado de modo que o eletrodo de trabalho nunca esteve a circuito aberto, em contato com a solução.

#### b) Condições Eletroquímicas.

A solução usada foi  $1\text{NH}_2\text{SO}_4$ , sendo os ensaios realizados à temperatura ambiente.

Cada material foi hidrogenado durante 12 horas a três níveis distintos de densidade de corrente, 224, 168 e  $112\text{mA}/\text{cm}^2$ .

II.2.4 - Ensaio de CST em meio hidrogenado ca  
tódicamente.

A chamada micromãquina de CST (licença IRSID) cons  
ta essencialmente de:

- a) Uma cêlula em acrílico contendo o líquido de ensaio, o corpo de prova, entrada e saída con  
veniente para circulação da solução e orifi  
cios apropriados para a introdução de eletrodo  
dos quando necessários (de platina e de re  
ferência);
  
- b) Um dispositivo mecânico de tensões que permi  
te aplicar esforços axiais de tração ao cor  
po de prova mediante um sistema simples a se  
guir descrito: Uma das extremidades do cor  
po de prova é rosqueada em um eixo que se  
desloca verticalmente para cima mediante o  
acionamento de uma porca que em seu movimen  
to descendente comprime molas tronco-cônicas.  
A deformação destas molas pode ser medida  
com precisão por meio do sistema aferidor

(dynamômetro). A Figura IX nos mostra tal dispositivo;

- c) Um reservatório contendo a solução de ensaio e alimentando a renovação da solução na célula graças a um sistema simples (borbulhador de ar) ou uma bomba peristáltica.

Além disto, em casos de ensaios sob polarização catódica ou anódica utiliza-se uma fonte de corrente contínua com capacidade até 3A e contida em uma caixa com circuitos que permitem alimentar até 5 micromáquinas de CST simultaneamente. Enfim, um microcontato elétrico conectado a um contador de tempo permite registrar o momento em que se deu a ruptura do material.

No presente trabalho as seguintes observações podem ser feitas:

- a) em virtude do valor elevado de densidades de corrente utilizadas houve grande acúmulo de gases dentro da célula, rebaixando o nível da solução na mesma, não permitindo a circu



lação do eletrólito. Por isto, ao invés do borbulhador de ar, instalou-se uma bomba peristáltica (Watson Marlow) no circuito, com resultados satisfatórios;

- b) nos primeiros ensaios, quando da rutura, o impacto deslocava os anéis elásticos de retenção, superiores, desmontando o sistema e causando o vazamento da solução corrosiva. O problema foi contornado por meio de uma armação em Dexion, em cujo topo havia um tijolo de chumbo de 10kg que absorvia plasticamente o choque do cabeçote do eixo de tração solidário ao corpo de prova. A fotografia da montagem, sem a armação em Dexion, pode ser vista na Figura X.

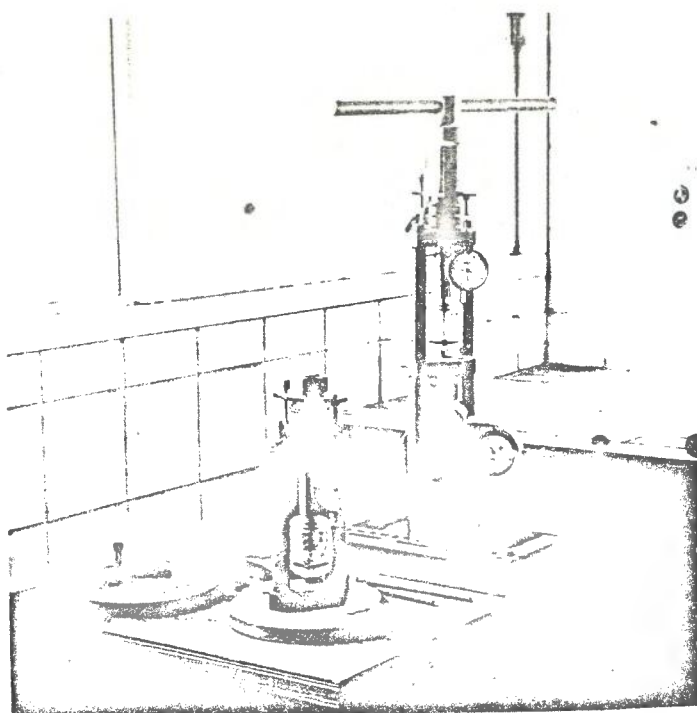


FIGURA IX

*Dispositivo mecânico do equipamento de CST  
e dinamômetro aferidor*

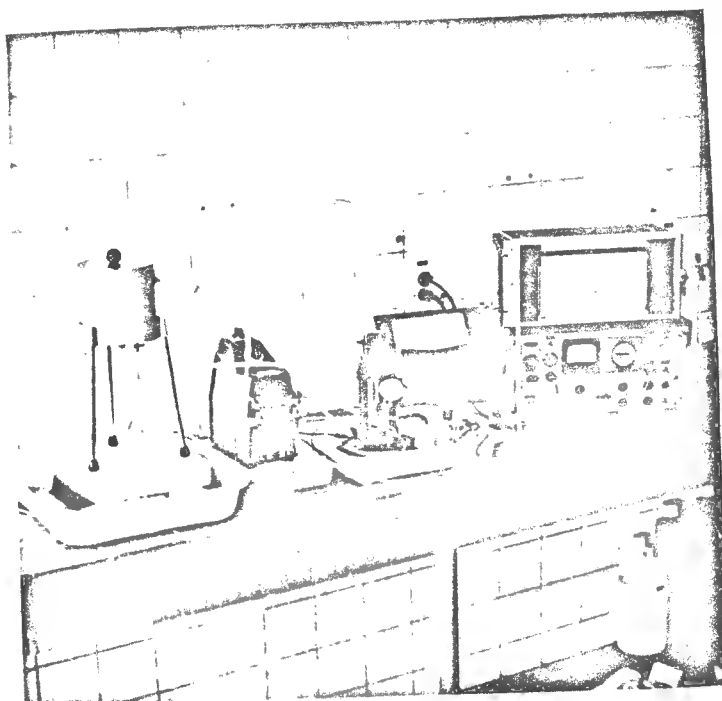


FIGURA X

*Montagem dos Ensaios de CST*

Os ensaios de CST, à temperatura ambiente, em solução  $1\text{NH}_2\text{SO}_4$ , foram realizados a circuito aberto e ao nível de densidade de corrente de  $224\text{mA/cm}^2$ . As tensões mecânicas aplicadas eram de 35, 30 e 25% do limite de escoamento convencional. ( $\sigma_{E_{0,2}}$ ).

Antes de cada ensaio os corpos de prova eram desengraxados em tetracloreto de carbono, lavados em água destilada e secados em álcool etílico. Ao entrar em contato com a solução, o material já se encontrava tracionado e quando fosse o caso, polarizado. Após a ruptura o material era guardado em álcool puro para posterior observação da superfície de fratura.

A medição do potencial das amostras em relação ao eletrodo saturado de calomelano foi feita com o milivoltímetro do medidor de pH Leeds and Northrup, acoplado a um registrador x-t (potencial tempo) Hewlett Packard a fim de acompanhar sua variação até o momento da ruptura. O esquema da montagem dos ensaios de Corrosão sob Tensão é visto na Figura XI.

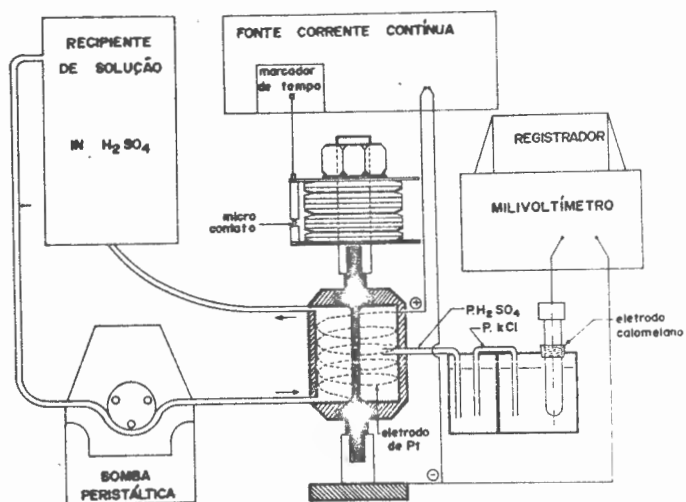


FIGURA XI

Esquema da Montagem dos Ensaio de C.S.T.

### II.2.5 - Análise Metalográfica após Hidrogenação Catódica.

Após a hidrogenação os corpos de prova eram lavados em água destilada e álcool etílico, secados e guardados em dessecadores até o momento da observação metalográfica. A análise metalográfica foi feita sucessivamente sobre as superfícies:

- a) hidrogenadas sem posterior polimento;
- b) hidrogenadas e polidas na alumina 3;
- c) como em (b) polidas na lixa 600 até a alumina 3;
- d) como em (c) polidas na lixa 600 até a alumina 3;
- e) como em (d) polida na lixa 400 até a alumina 3;
- f) como em (e) polida na lixa 400 até a alumina 3.

A Figura XII complementa o que é dito acima.

Em todos os casos a fim de facilitar a localização de trincas foram feitos ataques com Picral (5cc HCl, 1g de ácido pícrico e 100cc de álcool etílico) seguidos de li-geiro polimento à alumina 3.

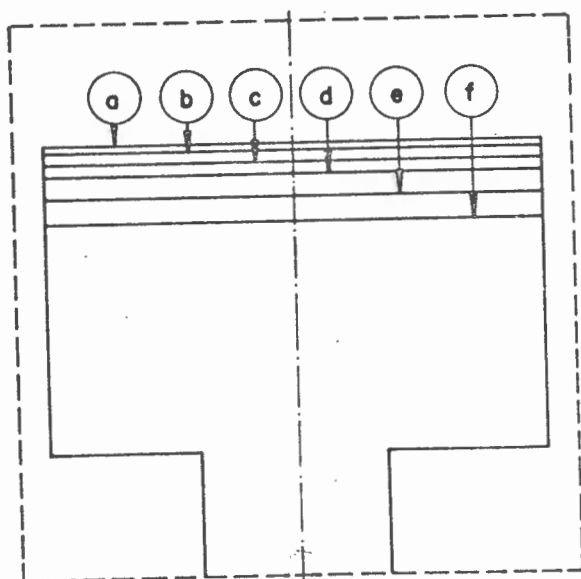


FIGURA XII

*Esquema dos Polimentos Sucessivos Efetuados*

Os seguintes critérios foram adotados:

- a) Para cada nível de polimento dos aços 4340 e 8640 se observou e contou o número de

trincas, por amostra, com o auxílio da tela de projeção, câmara escura e lâmpada de Xenônio do microscópio ótico Neophot 2, sendo efetuadas 10 contagens em diferentes regiões consideradas significativas. A média desta amostragem foi multiplicada por um fator de área ( $1\text{cm}^2/\bar{\text{área da tela em cm}^2}$ ) para se obter um número aproximado de trincas por  $\text{cm}^2$ .

- b) Devido à distribuição especial de trincas do aço 8620, concentradas em área localizada, considerou-se o número total de trincas existentes nessa área localizada, o que foi obtido multiplicando-se a média da amostragem feita identicamente aos casos anteriores por um fator de área ( $\bar{\text{área da tela em cm}^2}/\bar{\text{área de distribuição localizada das trincas em cm}^2}$ ) e corrigindo-se este número para a área de  $1\text{cm}^2$ . (número total de trincas  $1\text{cm}^2/\bar{\text{área total do corpo de prova, em cm}^2}$ ).
- c) Quando o número de trincas fosse muito pequeno não se fazia a amostragem, contando-se di

retamente o número de trincas pela observação total da amostra.

- d) Para efeito de comparação o número de trincas associado a cada amostra era o maior e existente em qualquer dos níveis de polimento.

#### II.2.6 - Metalografia e Microfratografia Eletrônica.

Para este estudo utilizou-se o Microscópio Eletrônico de Varredura "Stereoscan" da Cambridge Instruments.

Dois tipos de observação foram feitos:

- a) as amostras eram examinadas para a obtenção de detalhes de microestrutura;
- b) as superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados por tração e por CST em meio



hidrogenado catódicamente foram analisadas para fins de estudo do mecanismo de propagação.

## CAPÍTULO III

### RESULTADOS EXPERIMENTAIS

#### III.1 - CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS E METALOGRÁFICAS DOS MATERIAIS.

Após a têmpera os materiais estudados apresentaram as características mecânicas vistas na Tabela III.

Como observamos da tabela, os corpos de prova entalhados tiveram seus limites de escoamento, tensão máxima e tensão de ruptura consideravelmente aumentados em relação aos dos corpos de prova lisos, correspondentes. Podemos também verificar que a relação  $\frac{\sigma_{Me}}{\sigma_{Ml}}$  permaneceu praticamente a mesma para todos os materiais.

A evidência da microestrutura essencialmente martensítica das amostras estudadas pode ser vista nas micro

TABELA III

Propriedades Mecânicas dos Materiais

	$\sigma_{E_{0,2}}$ kg/mm <sup>2</sup>	$\sigma_M$ kg/mm <sup>2</sup>	$\sigma_R$ kg/mm <sup>2</sup>	ESTRICÇÃO	$\frac{\sigma_{Me}}{\sigma_{M\ell}}$	DUREZA $R_c$
4340	ENT.	254	254	-	1,20	53
	LISO	174	189	15%		
8640	ENT.	228	246	-	1,13	50
	LISO	176	185	20%		
8620	ENT.	156	139	-	1,18	40
	LISO	120	94	35%		

grafias 1, 2 e 3 após ataque com Nital 2% (2% de  $\text{HNO}_3$  e 98% de álcool etílico). Para se revelar o contorno de grão da austenita primária dos materiais estudados, as amostras foram atacadas com 6g de ácido pícrico que foi dissolvido em 300ml de água destilada contendo 15ml de "Teepol". Para os três aços o tamanho de grão, segundo a tabela ASTM era o de nº 8.

Paralelamente, por difratometria de Raios-X, não foi detetada a existência de qualquer outra fase, além da martensita (ferrita) para os três materiais temperados.

### III.2 - EFEITO DA HIDROGENAÇÃO CATÓDICA EM AUSÊNCIA DE TENSÃO MECÂNICA APLICADA.

#### III.2.1 - Amostras Austenitizadas em Atmosfera Redutora (condição B).

Após a hidrogenação seguida de polimentos, a técnica metalográfica descrita em II.2.5 permitiu determinar para cada aço submetido a diferentes densidades de corren

te, um número relativo de trincas chamado "índice de trinca<sub>gem</sub>" que variava de acordo com a amostra, como representado no histograma da Figura XIII.

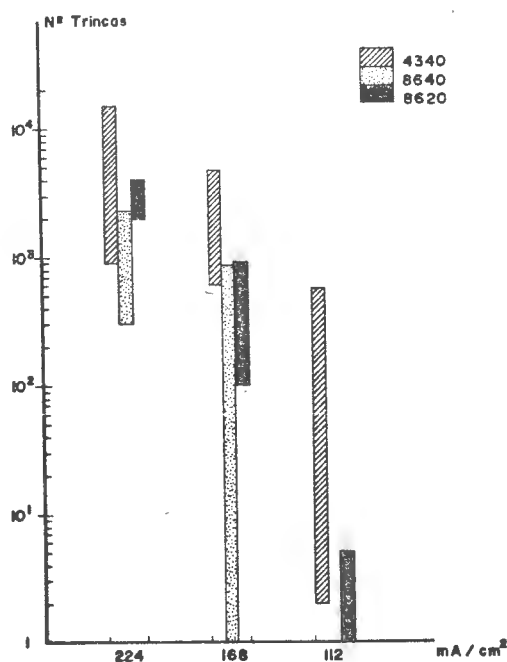


FIGURA XIII

*Variação do "Índice de Trincagem" com a densidade de corrente aplicada*

Como se observa, quando a densidade de corrente varia de 112 a 224mA/cm<sup>2</sup>, o "índice de trincagem" aumenta

consideravelmente para os aços 8640 e 4340 e, também, para o aço 8620 (apesar do Índice de trincagem deste aço ser diferente, como assinalado anteriormente). Na Tabela IV são dados os valores máximos e mínimos dos "Índices de trincagem" encontrados para cada aço a uma dada densidade de corrente.

TABELA IV

Valores Máximos e Mínimos dos "Índices de Trincagem",  
para as Amostras Hidrogenadas

	4340		8640		8620	
	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.
224 mA/cm <sup>2</sup>	15.000	900	2.300	300	4.000	2.000
168 mA/cm <sup>2</sup>	4.700	600	830	-	870	100
112 mA/cm <sup>2</sup>	560	2	-	-	50	1

Na Tabela V estão indicados os potenciais de eletrodo das amostras (em relação ao eletrodo de calomelano) medidas no início (I) e no fim (F) da hidrogenação, revelando um aumento de cerca de 100mV durante o ensaio.

TABELA V

Potenciais de Polarização

		4340	8640	8620
		Pot. Pol. mV	Pot. Pol. mV	Pot. Pol. mV
224 mA/cm <sup>2</sup>	I	-1350	-1350	-1300
	F	-1100	-1250	-1150
168 mA/cm <sup>2</sup>	I	-1200	-1200	-1170
	F	-1100	-1050	-1050
112 mA/cm <sup>2</sup>	I	-1050	-1150	-1150
	F	- 950	-1050	-1050

Por outro lado a observação sistemática dos efeitos da hidrogenação catódica ao microscópio ótico e eletrônico forneceu uma série de informações interessantes:

1. Em nenhum dos aços foram vistas trincas sobre a superfície.

2. As trincas se apresentaram em maior número para o nível de polimento da 2a. passagem pelo papel abrasivo 600.

3. A níveis mais profundos de polimento o "índice de trincagem" vai diminuindo, mas as trincas vão aumentando de tamanho e começa a aparecer fendilhamento localizado na periferia da amostra; ele aumenta em diâmetro e número, espalhando-se em direção ao centro, a polimentos mais profundos.

O fendilhamento pareceu mais importante no aço 8620 diminuindo para os aços 8640 e 4340.

Para que se tenha idéia do seu aspecto, exibimos a seção longitudinal de uma amostra do aço 8620 na micrografia nº 4 e a seção transversal de uma amostra do aço



8640 na micrografia nº 5.

4. Por observações feitas no microscópio eletrônico de varredura verificou-se que grande número de trincas do aço 8620 pareciam associar-se com fendas, como vemos nas micrografias nºs 6 e 7, ao passo que as dos outros dois aços raramente apresentava tal origem, como se vê nas micrografias de nºs 8 a 11.

5. As trincas dos aços 4340 e 8640 apresentavam-se uniformemente distribuídos em toda amostra; seus tamanhos variavam de 20 a 150 $\mu$  sendo o maior número de 40 a 60 $\mu$ . Seu aspecto pode ser visto nas micrografias 12 e 13; eram menores em amostras que apresentavam grande número de trincas e maiores nas que apresentavam menor número de trincas. A níveis mais profundos de polimento foram encontradas trincas de até 200 $\mu$  de comprimento.

6. Para o aço 8620 as trincas se apresentaram localizadas em uma área distando até 800 $\mu$  da periferia, todas paralelas a esta e variando de 10 a 40 $\mu$  de comprimento (micrografia 14), havendo a níveis mais profundos de polimento trincas de até 100 $\mu$ . Poucas amostras apresentaram

trincas fora desta área localizada, possuindo as mesmas formato característico de meia lua, sō observados para estes casos (micrografia 15).

7. Pela observação da mesma área das amostras verificou-se que as trincas vistas aos primeiros nīveis de polimento frequentemente tendiam a fundir-se em uma sō trinca, maior em comprimento, a nīveis mais profundos de polimento. O exame detalhado das micrografias 16, 17 e 18 (nīveis mais profundos de polimento) mostra ao observador esta tendēncia.

8. Duas vezes para o aço 8620 ao nīvel de 224mA/cm<sup>2</sup> e uma vez ao nīvel de 168mA/cm<sup>2</sup> e uma vez para o aço 8640 ao nīvel de 168mA/cm<sup>2</sup> houve formaçāo de macrotrincas, que foram consideradas como casos excepcionais.

9. As trincas causadas pela hidrogenaçāo catōdica em ausencia de tensāo mecānica aplicada sō essencialmente transgranulares como apresentam as micrografias 19, 20 e 21.

III.2.2 - Amostras Austenitizadas em Atmosfera Oxidante (condição A).

Após a hidrogenação, feita somente ao mais alto nível de densidade de corrente ( $224\text{mA/cm}^2$ ), seguida de polimentos de acordo com a técnica descrita em II.2.5, determinamos o índice de trincagem que variava de acordo com a amostra e cujos valores máximos e mínimos são vistos na Tabela VI.

TABELA VI

Valores Máximos e Mínimos dos "Índices de Trincagem", para as Amostras Hidrogenadas (Condição A)

4340		8640		8620	
Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.
2070	460	40	30	100	1

A observação sistemática dos efeitos da hidrogenação catódica ao microscópio ótico forneceu uma série de informações interessantes:

1. Duas das três amostras, ensaiadas, do aço 4340 apresentaram macrotrincas cuja extremidade é vista na micrografia 22, maior número de trincas originadas em fendas como apresenta a micrografia 23 e fendas de grande tamanho tendendo à poligonização, vista na micrografia 24.

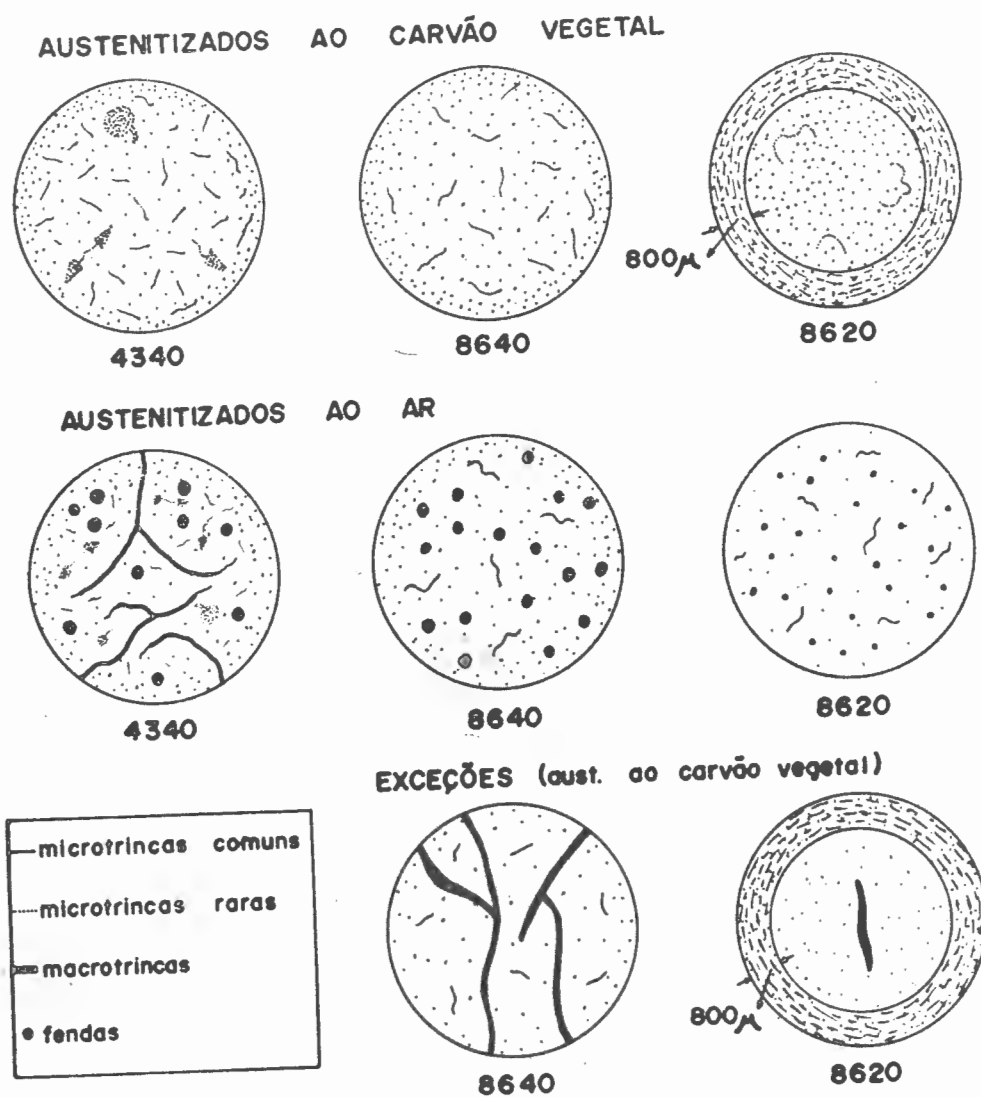
2. As trincas se apresentaram em maior número para o nível de polimento da 2a. passagem pelo papel abrasivo 600, para os três materiais.

3. A níveis mais profundos de polimento o "índice de trincagem" vai diminuindo sendo gradativamente substituído por fendilhamento.

4. Para o aço 8640, como se vê na micrografia 25 o número de fendas foi o maior observado até então, também tendendo ao formato poligonal.

5. Houve mudança radical quanto à disposição e

localização das trincas do aço 8620 nesta condição (A) em relação a outra condição (B). Elas se apresentaram distribuídas aleatoriamente em toda amostra. (Micrografia nº 26).



**ESQUEMA DAS TRINCAS DEVIDO A HIDROGENAÇÃO CATÓDICA.**

**FIGURA XIV**

Na Figura XIV a fim de ilustrar o que foi dito a  
tê o momento fornecemos um desenho esquemático de todas as  
trincas e fendilamentos obtidos até então.

### III.3 - ENSAIOS DE CORROSÃO SOB TENSÃO COM OU SEM HIDROGE NAÇÃO CATÓDICA.

Os materiais estudados foram testados a baixas ten  
sões mecânicas ( $<40\% \sigma_{E_{0,2}}$ ) em meio sulfúrico, a circuito  
aberto ou sob hidrogenação catódica. Os resultados de tais  
ensaios podem ser vistos na Figura XV.

Como se nota, sob hidrogenação catódica e a 25%  
do  $\sigma_{E_{0,2}}$  os tempos de rutura são menores para o aço 8640  
do que para o aço 4340, sendo que para o aço 8620 não ocor  
reu rutura.

Por outro lado, a circuito aberto, o aço 8620 não  
se rompe para tensões iguais a 35% de  $\sigma_{E_{0,2}}$ . Entretanto,  
a 25% de  $\sigma_{E_{0,2}}$ , os tempos de rutura do aço 4340 foram meno  
res do que os do aço 8640.

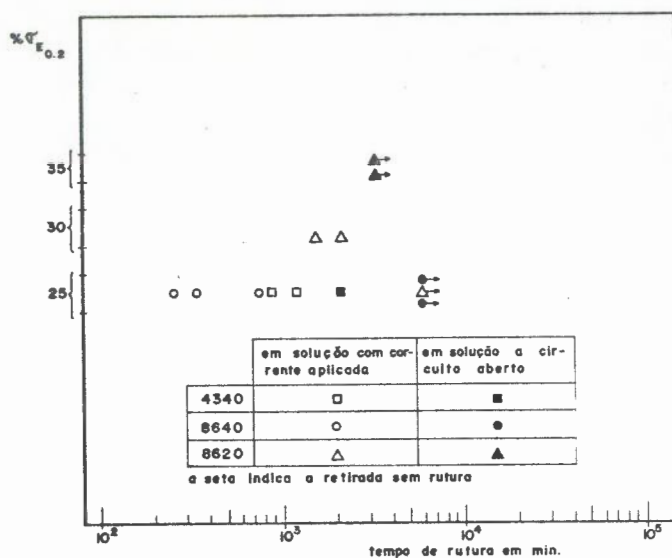


FIGURA XV

*Variação do Tempo de Rutura em Função da Tensão Mecânica Aplicada*

A título de ilustração, damos na Figura XVI os resultados de ensaios que não foram considerados significativos pelo fato das ruturas terem ocorrido na região de adocamento do corpo de prova, ou seja, na concordância entre a parte útil e a "cabeça" do mesmo. Tal fato é devido às tensões decorrentes da retífica e a não utilização de esmalte protetor nestas partes.

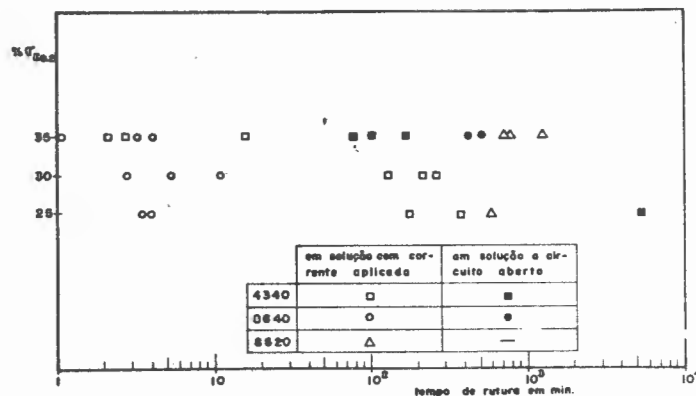


FIGURA XVI

*Variação do Tempo de Rutura em Função da Tensão Mecânica Aplicada.*

Como se pode observar, sob hidrogenação catódica os tempos de rutura permaneceram mais longos para o aço 8620 e apesar da dispersão dos resultados ao nível de tensão de 35% de  $\sigma_{E_{0,2}}$  ou a níveis de tensão aplicada de 30 e 25% de  $\sigma_{E_{0,2}}$  os tempos de rutura permaneceram mais longos para o aço 4340 do que para o aço 8640.

A circuito aberto, como foi anteriormente observada



do, houve uma inversão, pois os tempos de rutura do aço 4340 foram menores do que os do 8640.

Os valores dos potenciais de polarização dos materiais, em relação ao eletrodo de calomelano, durante os ensaios de corrosão sob tensão com ou sem hidrogenação catódica são dados na Tabela VII e a observação a ser feita é que não ocorreu nenhuma modificação digna de nota, nestes potenciais, no momento imediatamente anterior à rutura do material ensaiado.

TABELA VII

Potenciais de Eletrodo dos Materiais durante os  
Ensaio de Corrosão sob Tensão com ou sem  
Hidrogenação Catódica

	Pot. Elet. a 224mA/cm <sup>2</sup> (mV)	Pot. Elet. a circuito aberto (mV)
4340	-1190	-420
8640	-1220	-455
8620	-1170	-465

### III.4 - ENSAIOS DE FRATURA IMPREVISTA.

A fim de se verificar, sem hidrogenação catódica prévia, se os aços martensíticos estudados eram sensíveis ao fenômeno de "fratura imprevista", corpos de prova dos aços mais duros (4340 e 8640) foram submetidos a uma tensão constante igual a 90% de  $\sigma_{E_{0,2}}$  registrando-se graficamente a eventual variação da tensão com o tempo.

Após 96 horas notou-se apenas uma variação muito ligeira da tensão (a carga aplicada cedeu somente 200kg), sendo o ensaio interrompido sem que o fenômeno de "fratura imprevista" se tivesse manifestado.

### III.5 - CARACTERÍSTICAS FRACTOGRÁFICAS E MICROFRACTOGRÁFICAS.

#### 1. Após ensaio de tração.

Na Figura XVII vê-se o aspecto dos corpos de prova rompidos ao ar durante o ensaio de tração.

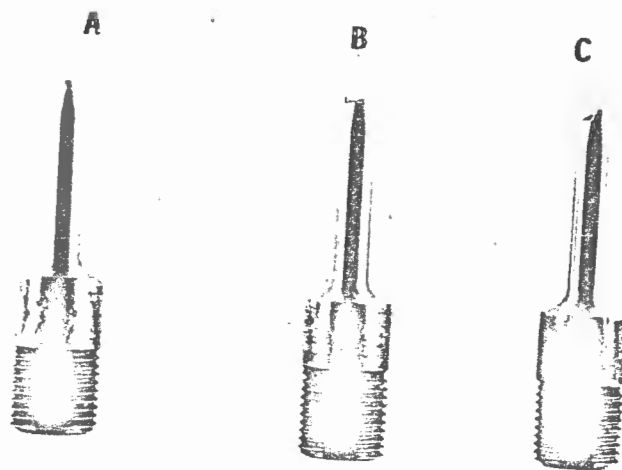


FIGURA XVII

*Corpos de Prova rompidos ao ar (Ensaio de Tração)*

A-8620    B-8640    C-4340

Como se observa, o aço 8620 embora no estado temperado apresenta uma estrição apreciável correspondendo a um valor medido da redução de área de 35% (Figura XVII-A). Os outros aços temperados, 8640 (Figura XVII-B) e 4340 (Figura XVII-C) apresentam também estrição com valores de 20% e 15%, respectivamente.

A observação da superfície de fratura de tais aços, entretanto, ao microscópio eletrônico de varredura e mesmo a olho nũ, revela que a zona central, cuja área é predominante, é do tipo frágil. Tal fato, embora raro, não causa surpresa uma vez que o ferro aproximadamente puro, após se deformar quase 100%, se rompe por clivagem (fratura frágil) <sup>15</sup>.

Nas micrografias óticas de nºs 27, 28 e 29 (corte longitudinal) pode-se observar a superfície de fratura e a presença de trincas dos materiais rompidos ao ar. Vê-se também que as trincas formadas são de caráter essencialmente intergranular.

As microfratografias eletrônicas dos mesmos materiais fornecem detalhes da região central:

- a) com trincas e áreas intergranulares (nº 30);
- b) com áreas intergranulares e áreas de clivagem (nº 31).

2. Após ensaio de Corrosão sob Tensão com ou sem Hidrogenação Catódica.

Na Figura XVIII vê-se o aspecto dos corpos de prova rompidos em meio hidrogenado, sob tensão. Como se observa, para os três materiais examinados desaparece a estricção.

As micrografias óticas de nºs 32, 33, 34 mostram que as trincas apresentam caráter essencialmente intergranular.

Na superfície de fratura pode-se identificar a olho nu três regiões distintas já assinaladas em trabalho anterior<sup>11</sup>, a saber:

- a) região de iniciação (predominante);
- b) região de propagação;
- c) região de arrancamento (quase desprezível).

Zonas de fratura intergranular que são as mais frequentes são vistas na micrografia eletrônica de nº 35,

mas também aparecem zonas de clivagem que podem ser vistas nas micrografias 36 e 37. Na micrografia de nº 38 vemos um interessante caso de trinca propagando na transição de duas regiões da superfície de fratura.

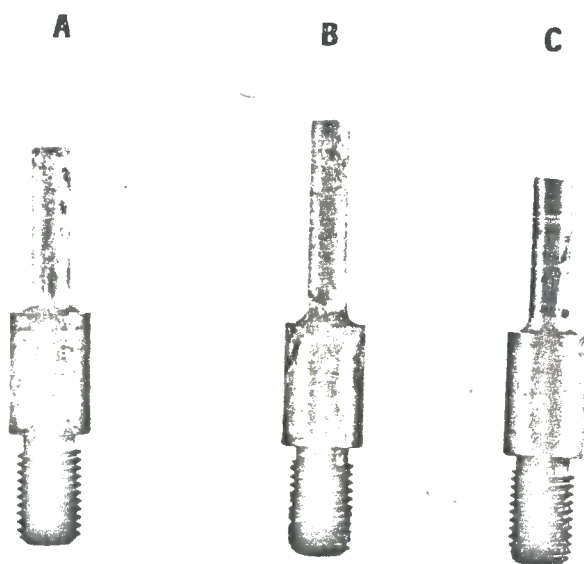


FIGURA XVIII

*Corpos de prova rompidos em ensaio de C.S.T.*

A-8620    B-8640    C-4340

## CAPÍTULO IV

### DISCUSSÃO

Um dos objetivos do presente trabalho foi estudar a iniciação de trincas pela hidrogenação catódica em ausência de tensão mecânica a fim de interpretar os resultados dos ensaios de Corrosão sob Tensão em condições de Hidrogenação Catódica análogas. Os seguintes aspectos puderam ser examinados:

Como vimos, sob Hidrogenação Catódica não se formam em geral trincas à superfície do metal sendo que o "índice de trincagem" varia à medida que se penetra na massa metálica. Esta observação está pertinente com as feitas por CABRAL <sup>13</sup> e FARRELL <sup>16</sup> que estudaram os efeitos de hidrogenação em estruturas de revenido de aços de alta resistência mecânica, mas não com as de KRUPKOWSKI e SMIALOWSKI <sup>17</sup> que hidrogenaram catodicamente corpos de prova de aço doce, tendo então constatado que "em sua camada mais externa for

mam-se trincas abertas à superfície através das quais o hi  
drogênio escapa rapidamente e a maiores profundidades abai  
xo desta camada aparece uma zona com cavidades preenchidas  
pelo hidrogênio molecular". É interessante notar-se que,  
singularmente, esta última observação é consistente com a  
substituição gradativa das trincas por fendas, a maiores  
profundidades, verificada em nossos ensaios.

Do ponto de vista da orientação relativa, FARRELL<sup>16</sup>  
observando a seção longitudinal de amostras hidrogenadas no  
tou que trincas mais próximas da superfície apresentaram-se  
sensivelmente com a mesma inclinação em relação ao eixo lon  
gitudinal enquanto que em corte transversal estas trincas  
eram paralelas à curvatura da superfície. Em nossas amos  
tras as trincas observadas em cortes longitudinais apresen  
taram inclinações variáveis em relação ao eixo longitudinal,  
como se vê na micrografia 39, enquanto que apenas para o  
aço 8620 austenitizado em atmosfera redutora foram deteta  
das trincas paralelas à curvatura da superfície (já vistas  
na micrografia nº 14).

Para ferros de alta pureza foi verificado que as  
trincas são intergranulares e/ou transgranulares de acordo  
com a temperatura de tratamento térmico, a velocidade de



resfriamento e a composição dos intersticiais, independentemente das atmosferas de austenitização controlada usadas (vácuo, argônio e hélio)<sup>14</sup>. Entre os aços de baixa liga que estudamos, com microestrutura martensítica, as trincas eram em geral, transgranulares.

Um fato merece ser lembrado: para o aço 8620 as trincas eram quando austenitizadas em atmosfera redutora (condição B) sistematicamente paralelas à periferia da amostra ao passo que em atmosfera oxidante (condição A) as trincas passaram a ser radiais. Tentando-se examinar se a causa desta singularidade seria uma descarbonetação superficial, foram feitos ensaios de microdureza nas camadas periféricas. Entretanto, mesmo a cargas de 25g as impressões propagavam trincas no aço em questão, nas condições A e B, antes e após a hidrogenação, como se vê na micrografia 40.

Relativamente à dispersão observada na determinação dos índices de trincagem, ela é devida, por um lado às limitações da própria técnica adotada e, por outro lado, provavelmente, à variação da absorção do hidrogênio para as diferentes amostras (irreprodutibilidade do estado da superfície, polida mecânicamente) e ao uso de solução ácida sem catalizadores de hidrogenação ( $As_2O_3$ , por exemplo). Assim

constatou-se que os resultados da absorção do hidrogênio em aços sã foram reprodutíveis quando se adicionou à solução de 4%  $H_2SO_4$  primitiva, uma determinada concentração de arsênico <sup>16</sup>. Por outro lado, DUFLOT <sup>18</sup> citado por SMIALOWSKI, estudando a hidrogenação catódica do Ferro observou que membranas polidas eletroliticamente apresentavam permeabilidade maior e mais estável do que as polidas mecanicamente. Do ponto de vista da composição do aço vimos que apesar da dispersão observada, já analisada, o "índice de trincagem" foi maior para o aço 4340 do que para o 8640, esta diferença sendo particularmente notável a densidades de corrente mais baixas. O aço 8620 embora tendo "índice de trincagem" intermediário entre os dois aços precedentes, apresentou a peculiaridade das trincas paralelas à periferia, já assinaladas.

Os resultados de corrosão sob tensão com ou sem hidrogenação catódica mostraram que o aço 8620 era sensivelmente mais resistente à fragilização pelo hidrogênio do que os outros dois aços. Isto pode ser atribuído por um lado a sua maior utilidade, expressa pelas suas características mecânicas (limite de escoamento convencional, estrição, etc) e por outro lado devido à especial disposição de suas trincas, quando da hidrogenação catódica.

No que diz respeito aos aços 4340 e 8640 o fato relevante é a inversão dos tempos de rutura relativos quando os ensaios são feitos sob hidrogenação ( $224\text{mA}/\text{cm}^2$ ) ou a circuito aberto. Uma interpretação possível poderia ser de natureza dupla:

- a) Como os aços 8640 e 4340 possuem características mecânicas praticamente iguais, os tempos de rutura maiores para o aço 8640 seriam devidos à dificuldade de iniciação de trincas, em ausência de tensão mecânica a circuito aberto (notar na Figura XIII que já à densidade de corrente de  $112\text{mA}/\text{cm}^2$  nenhuma das amostras do aço 8640 apresentou formação de trincas).
  
- b) A maior densidade de átomos de Ni por unidade de superfície no aço 4340 ( $\text{Ni}/\text{Cr} = 2:1$  para o aço 4340 e  $\text{Ni}/\text{Cr} = 1:1$  para o aço 8640) aliada à dissolução preferencial do Fe e do Cr provocaria um enriquecimento de Ni em pontos da superfície o que é reconhecidamente favorável à entrada de hidrogênio no metal.

Um fato importante a ser notado é o caráter intergranular das trincas obtidas em amostras rompidas em ensaios de tração e ensaios de Corrosão sob Tensão com ou sem hidrogenação catódica, contrariamente ao seu caráter transgranular em amostras hidrogenadas catodicamente em ausência de tensão mecânica. Isto significa que a presença de tensão mecânica torna os contornos de grão da austenita primária caminhos preferenciais à propagação das trincas.

Enfim, contrariamente aos resultados de MAZANEC e SEJNOHA <sup>3</sup> que estudaram aços de baixa liga e alta resistência mecânica, não foi registrada a ocorrência de "fratura imprevista" para os aços 4340 e 8640, embora testados a 90% de  $\sigma_{E_{0,2}}$ . Do mesmo modo que não detetamos trincas de têmpera nas amostras não hidrogenadas catodicamente, acreditou-se que para os aços estudados o hidrogênio é fator preponderante para a iniciação e propagação de trincas.

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÕES

Amostras de aços de baixa liga tipo AISI-4340, 8640 e 8620 no estado temperado foram ensaiados em solução 1N de  $H_2SO_4$ , tendo sido verificado que:

1. Sob hidrogenação catódica em ausência de tensão mecânica aplicada.
  - a) O "Índice de trincagem" varia com a densidade de corrente sendo muito maior para o aço 4340 do que para o aço 8640 a baixa densidade de corrente testada ( $112mA/cm^2$ ). Por outro lado, o Índice de trincagem para o aço 8620 é intermediário entre o dos dois aços precedentes, mas suas trincas apresentam a singularidade de serem sistematicamente paralelas à curvatura da superfície.

- b) As trincas formadas nos três materiais raramente cortavam a superfície da amostra, passando o "índice de trincagem" por um máximo correspondente ao nível de polimento da 2a. passagem pelo papel abrasivo nº 600. A polimentos mais profundos as trincas eram gradativamente substituídas por fendilhamento.
- c) A natureza de tais trincas era essencialmente transgranular.
2. Nos ensaios de Corrosão sob Tensão com e sem Hidrogenação Catódica.
- a) Os tempos de rutura para o aço 8620 eram sempre maiores. Por outro lado os tempos de rutura eram maiores para o aço 8640 do que para o aço 4340 em circuito aberto, ao passo que sob Hidrogenação Catódica ao mais alto nível de densidade de corrente ( $224\text{mA/cm}^2$ ) verificou-se uma inversão.

- b) A natureza das trincas era essencialmente intergranular.

Paralelamente, ensaios de tração ao ar originaram trincas intergranulares nos materiais temperados e embora fossem obtidas ruturas com deformação plástica aparente ("cup and cone") as superfícies de fratura eram em todos os casos essencialmente frágeis.

Enfim foi constatado que os materiais não apresentavam o fenômeno de "fratura imprevista".

BIBLIOGRAFIA

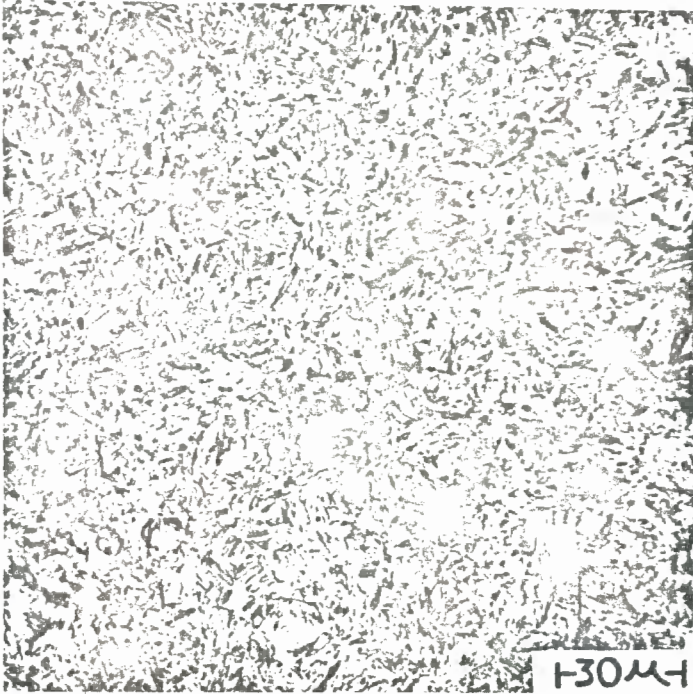
1. BARTH, C.F., STEIGERWALD, E.A., TROIANO, A.R., Corrosion (1969), 25, 353.
2. TROIANO, A.R., FIDELLE, J.P., Congrès International de "L'Hydrogène dans les Métaux" (Paris, maio de 1972), 1, 31.
3. MAZANEC, K, SEJNOHA, R., Transactions of the Metallurgical Society of AIME (1965), 233, 1602.
4. HINES, J.G., Corrosion Science, (1961), 1, 21.
5. LOGAN, H.L., citado na ref. 4, J. Res. Nat. Bur. Stand., (1952), 48, 99.
6. NIELSEN, N.A., Corrosion-NACE, (1971), 27, 173.



7. NIELSEN, N.A., citado na ref. 6, Physical Metallurgy of Stress Corrosion Fracture, Metallurgical Society Conferences, (1969), 4, 121.
8. PICKERING, H.W., BECK, F.H., FONTANA, M.G., citados na ref. 6, Corrosion, (1962), 18, 230.
9. SMITH, J.A., PETERSON, M.H., BROWN, B.F., Corrosion (1970), 26, 539.
10. BARNARTT, S., van ROOYEN, D., citados na ref. 6, Journal of the Electrochemical Society, (1961), 108, 222.
11. CABRAL, U.Q., Tese de Doutorado pela Universidade de Paris.
12. JONES, D.G., NEWMAN, J.F., HARRISON, R.P., "International Congress on Metallic Corrosion" (Tôquio, maio de 1972), 181.
13. CABRAL, U.Q., Metalurgia (1969), 25, 591.

14. BERNSTEIN, I.M., artigo a ser publicado na "Metallurgical Transactions", (março de 1970).
15. BOYD, G.M., Toughness and Brittleness in Metals (1961), Interscience Publishers Inc.
16. FARRELL, K., Corrosion (1970), 26, 105.
17. KRUPKOWSKI, SMIALOWSKI, citados por M. Smialowski em "Hydrogen in Steel" (1962), Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 72.
18. DUFLLOT, citado por M. Smialowski em "Hydrogen in Steel" (1962), Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 108.

## MICROGRAFIA Nº 1



AISI 4340

Estrutura Martensítica

Seção Transversal

Ataque: Nital 2%

Microscopia Ótica (MO)

## MICROGRAFIA Nº 2

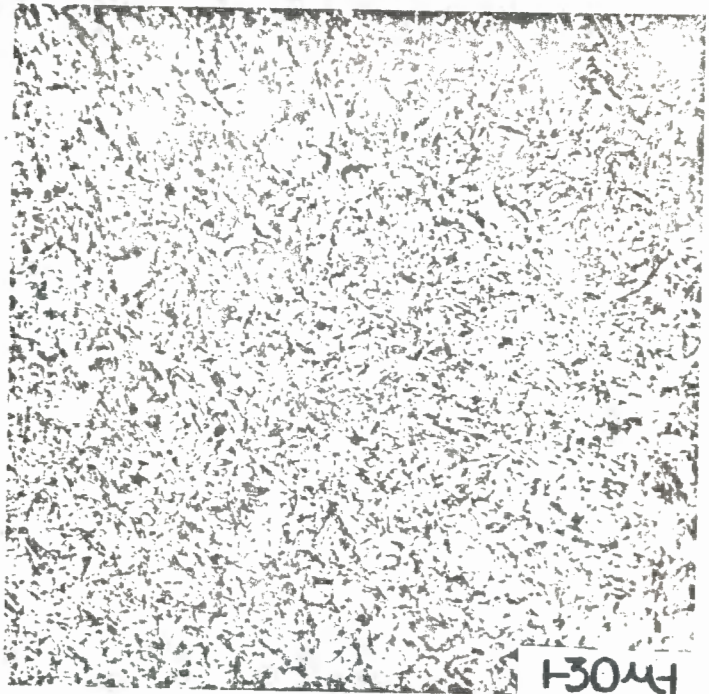
AISI 8640

Estrutura Martensítica

Seção Transversal

Ataque: Nital 2%

MO



## MICROGRAFIA Nº 3

AISI 8620

Estrutura Martensítica

Seção Transversal

Ataque: Nital 2%

M0



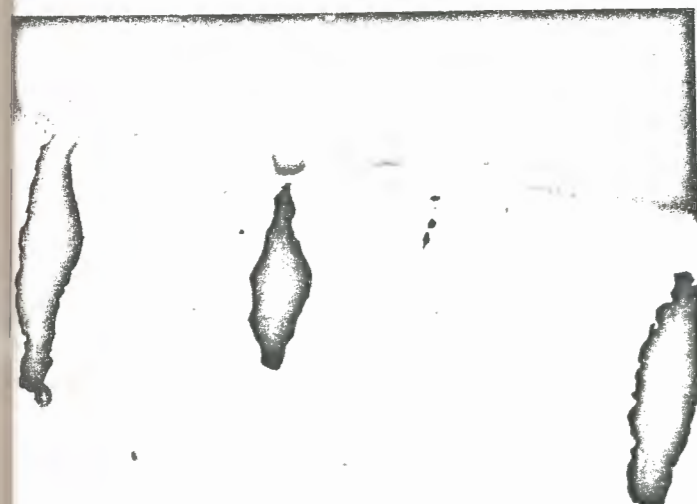
## MICROGRAFIA Nº 4

AISI 8620

Aspecto das fendas

Seção Longitudinal

M0



130μm

## MICROGRAFIA Nº 5

AISI 8640

Aspecto das fendas

Seção Transversal

Ataque: Picral

Microscopia Eletrônica de  
Varredura (MEV)

## MICROGRAFIA Nº 6

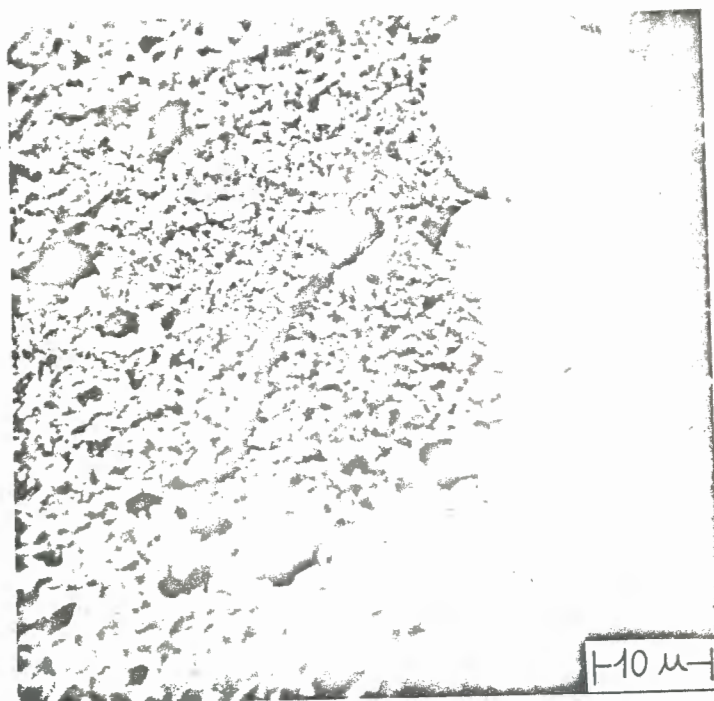
AISI 8620

Trincas se originando em  
fendas

Seção Transversal

Ataque: Picral

MEV



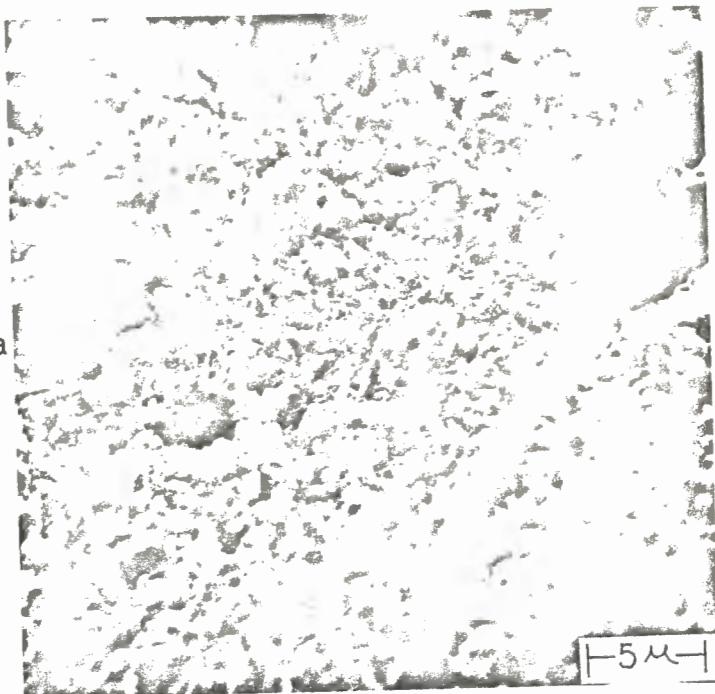


## MICROGRAFIA Nº 7

AISI 8620

Detalhe da Micrografia

nº 6



## MICROGRAFIA Nº 8

AISI 4340

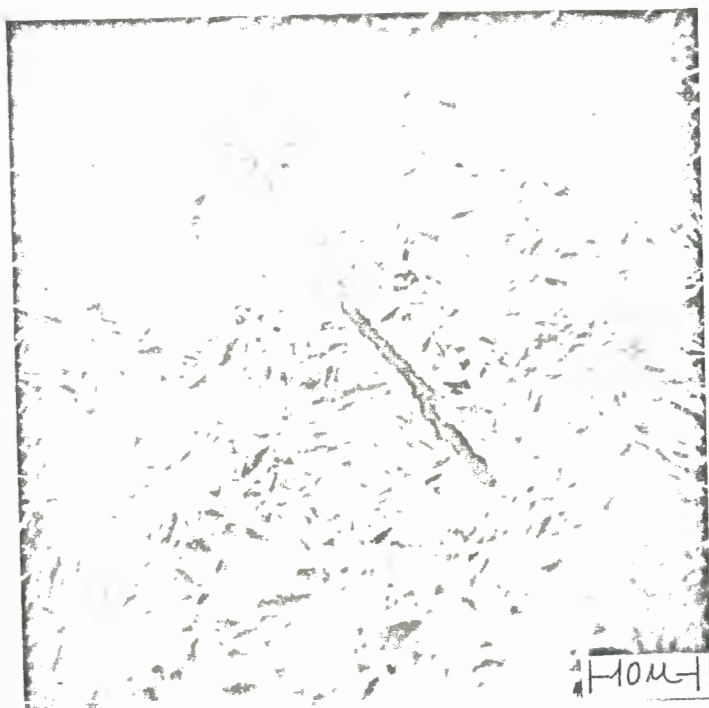
Aspecto das Trincas e Fen

das

Seção Transversal

Ataque Picral

MEV



MICROGRAFIA Nº 9

AISI 4340

Trinca (detalhe)

Seção Transversal

Ataque Picral

MEV

MICROGRAFIA Nº 10

AISI 8640

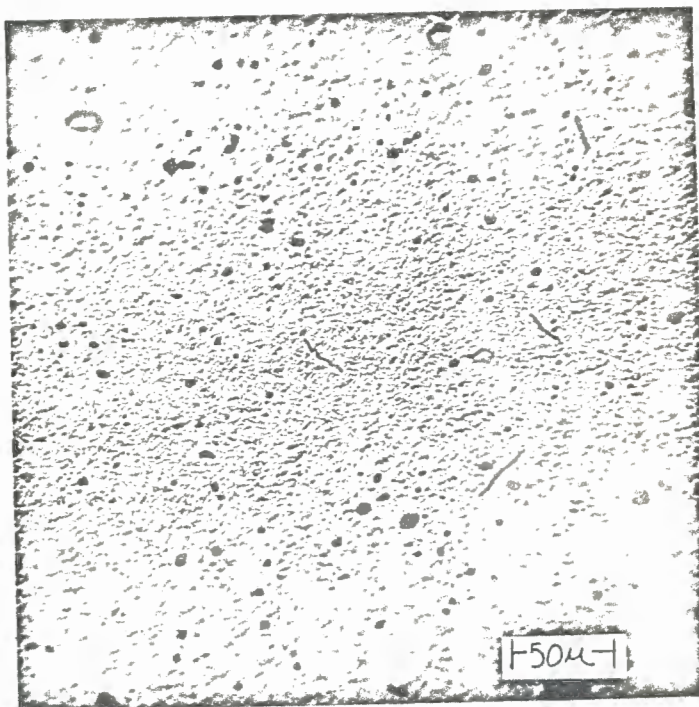
Aspecto das trincas e

fendas

Seção Transversal

Ataque Picral

MEV



## MICROGRAFIA Nº 11

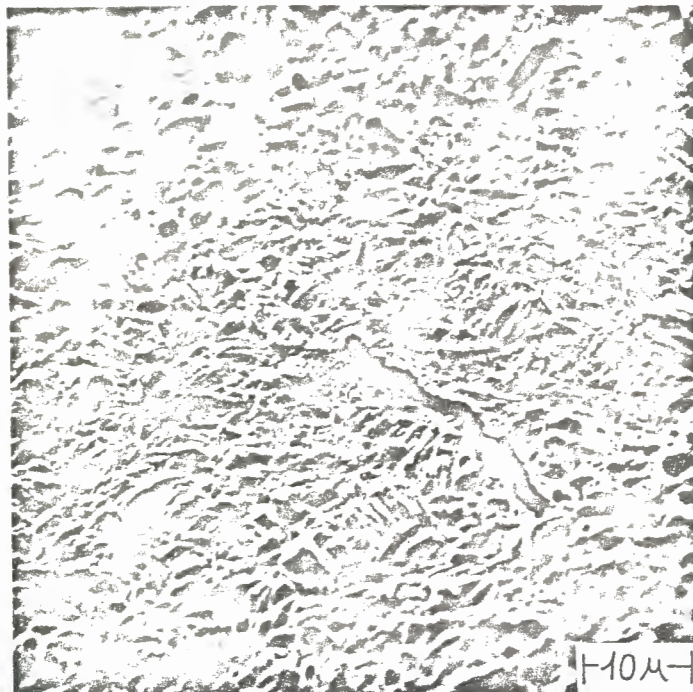
AISI 8640

Trinca (detalhe)

Seção Transversal

Ataque: Picral

MEV



## MICROGRAFIA Nº 12

AISI 4340

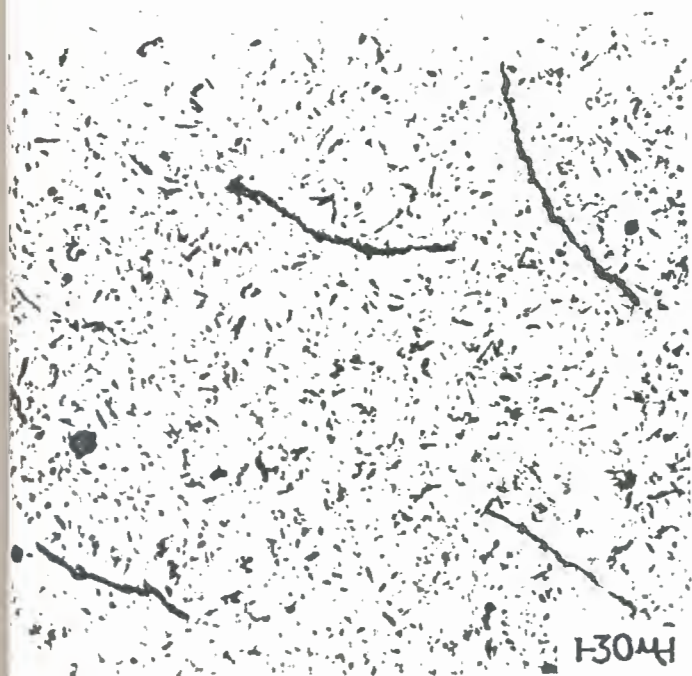
Aspecto das trincas

Seção Transversal

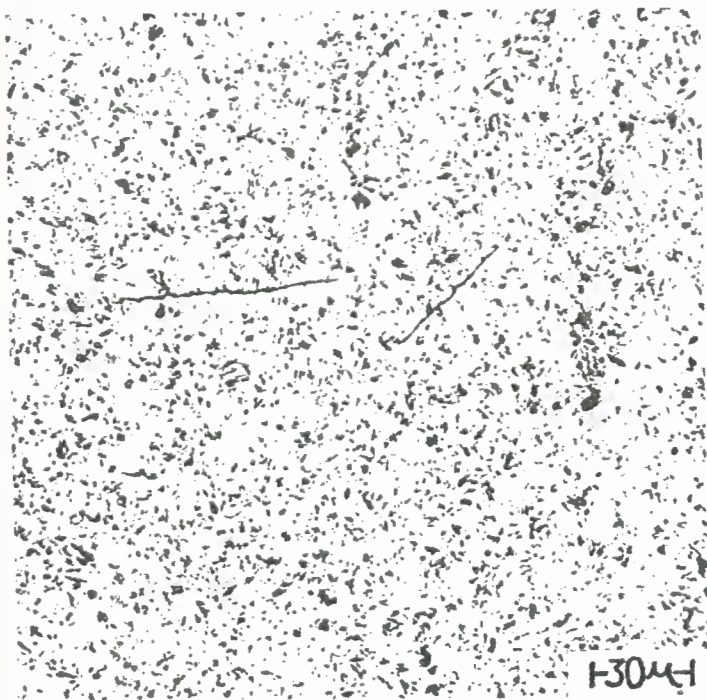
Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO







MICROGRAFIA Nº 13

AISI 8640

Aspecto das Trincas

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO

MICROGRAFIA Nº 14

AISI 8620

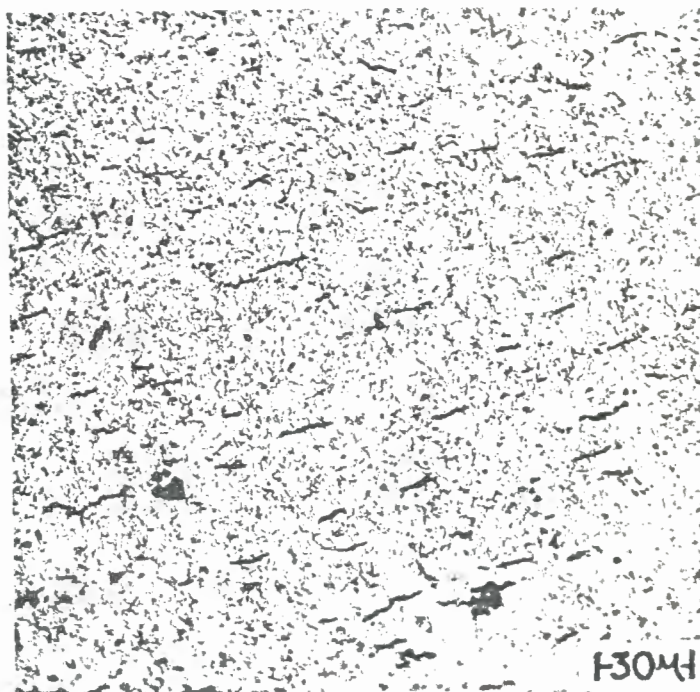
Trincas localizadas e pa  
ralelas à periferia

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO



## MICROGRAFIA Nº 15

AISI 8620

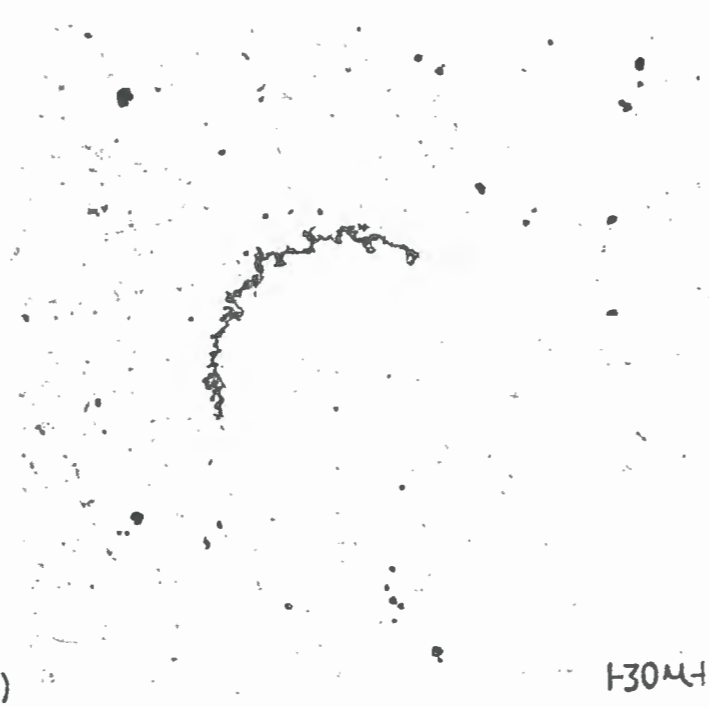
Trinca de formato especi  
al, fora da área loca  
lizada.

Seção Transversal

Ataque; Picral

(parcialmente retirado)

MO



## MICROGRAFIA Nº 16

AISI 4340

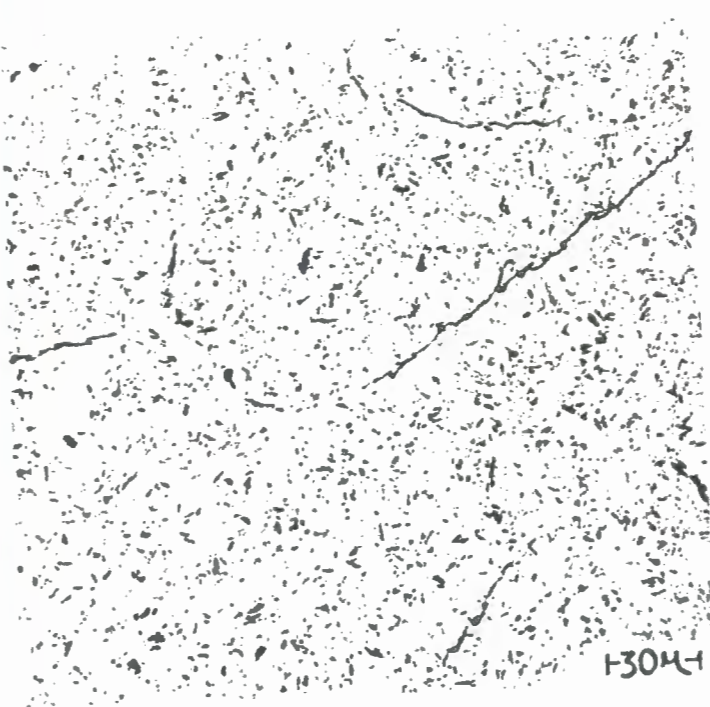
Trincas tendendo a unir-  
-se.

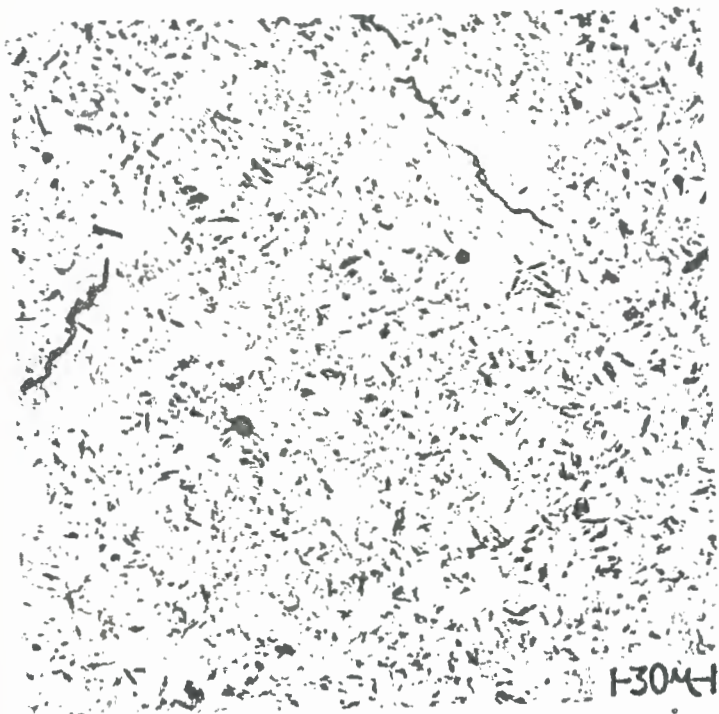
Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO





MICROGRAFIA Nº 17

AISI 8640

Trincas tendendo a unir-  
-se.

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO

F30M-1

MICROGRAFIA Nº 18

AISI 8620

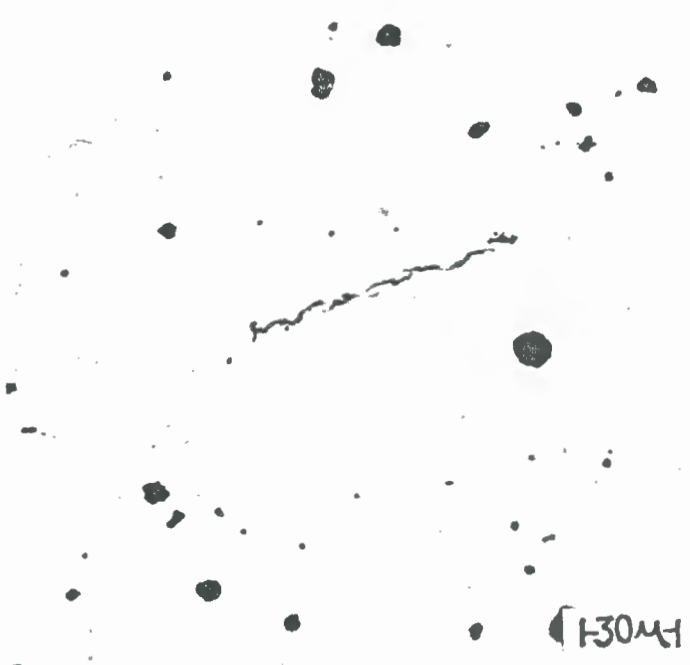
Trincas tendendo a unir-  
-se.

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO



F30M-1

## MICROGRAFIA Nº 19

AISI 4340

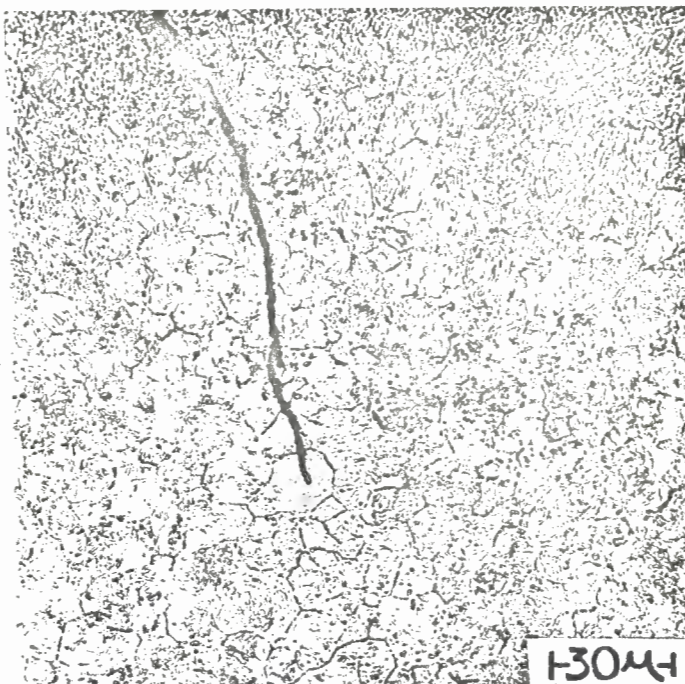
Trinca transgranular de  
vida à hidrogenação  
catódica em ausência  
de tensão mecânica.

Seção Longitudinal

Ataque: Picral com

"Teepol"

M0



## MICROGRAFIA Nº 20

AISI 8640

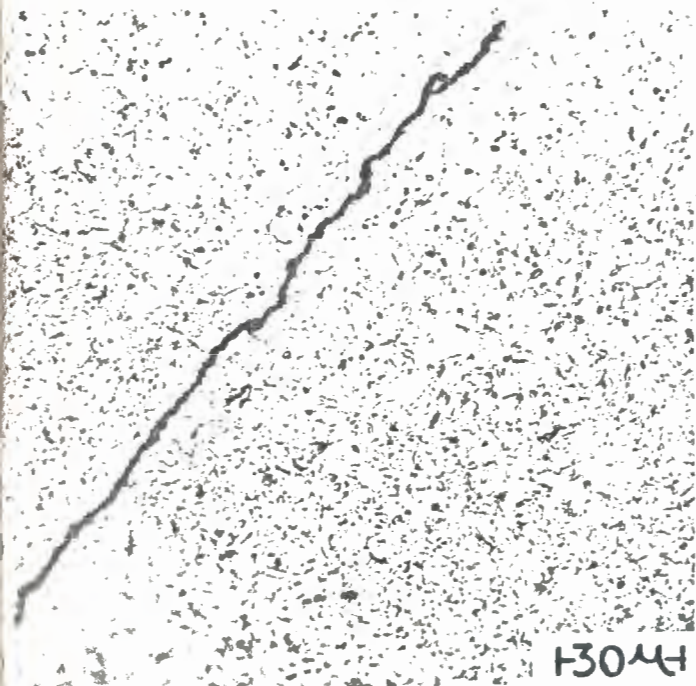
Trinca transgranular de  
vida à hidrogenação  
catódica em ausência  
de tensão mecânica.

Seção Longitudinal

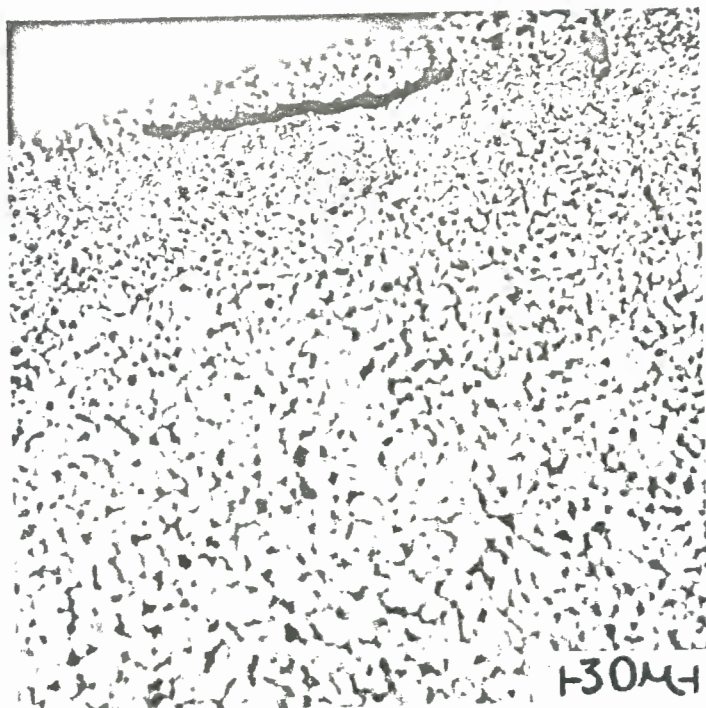
Ataque: Picral com

"Teepol"

M0







## MICROGRAFIA Nº 21

AISI 8620

Trinca transgranular de  
vida à hidrogenação  
catódica em ausência  
de tensão mecânica.

Seção Longitudinal

Ataque: Picral com

"Teepol"

M0

## MICROGRAFIA Nº 22

AISI 4340

Extremidade da macrotrinca  
(austenitização em  
atmosfera oxidante)

Seção Transversal

Ataque: Picral

M0



## MICROGRAFIA Nº 23

AISI 4340

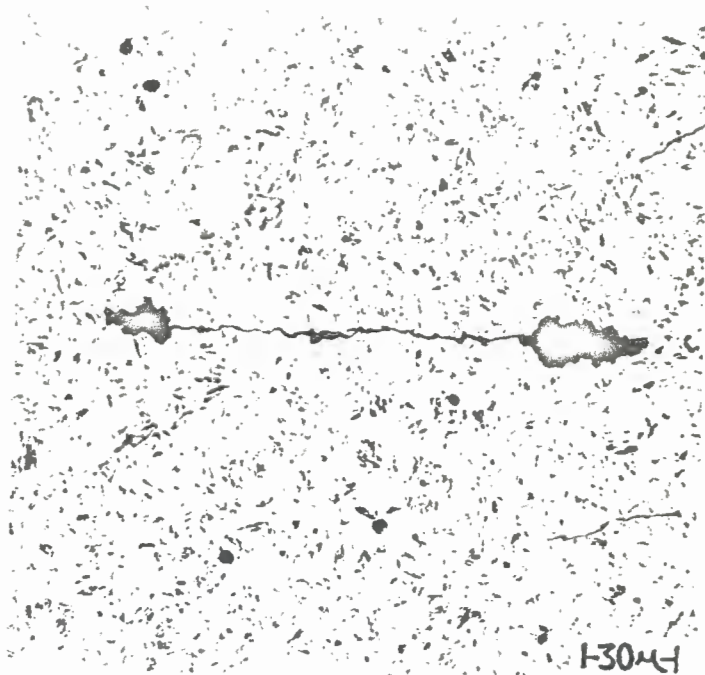
Trinca originada em fen  
das (austenitização  
em atmosfera oxidante).

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO



## MICROGRAFIA Nº 24

AISI 4340

Fenda de grande tamanho e  
tendendo à poligonização  
(austenitização em  
atmosfera oxidante)

Seção Transversal

MO



130µm

## MICROGRAFIA Nº 25

AISI 8640

Amostra com grande nº de  
fendas (austenitiza  
ção em atmosfera oxi  
dante)

Seção Transversal

MO

F3044

## MICROGRAFIA Nº 26

AISI 8620

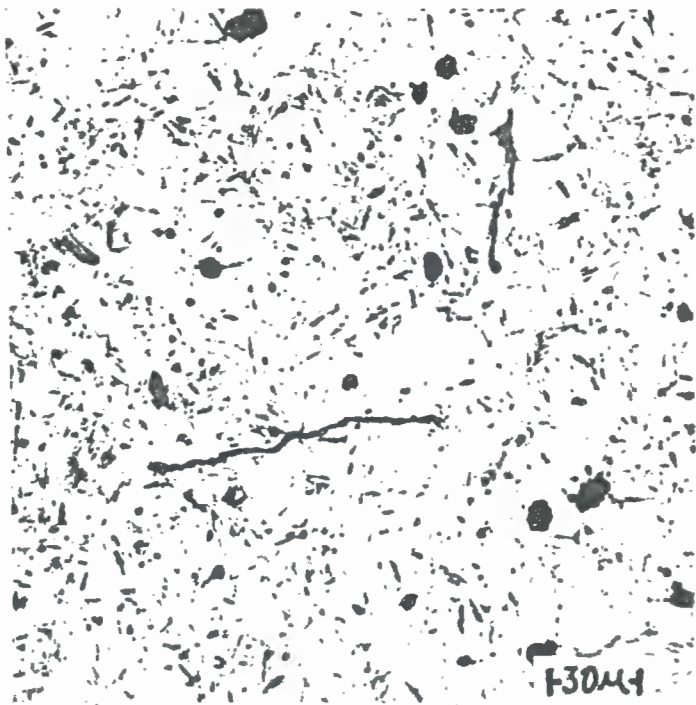
Trincas em área não loca  
lizadas e dispostas  
em duas direções (aus  
tenitização em atmos  
fera oxidante)

Seção Transversal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO



## MICROGRAFIA Nº 27

AISI 4340

Superfície de rutura com  
trinca intergranular  
(ensaio de tração ao  
ar)

Seção Longitudinal

Contraste com Cromo

Ataque: Picral com "Teepol"

M0



## MICROGRAFIA Nº 28

AISI 8640

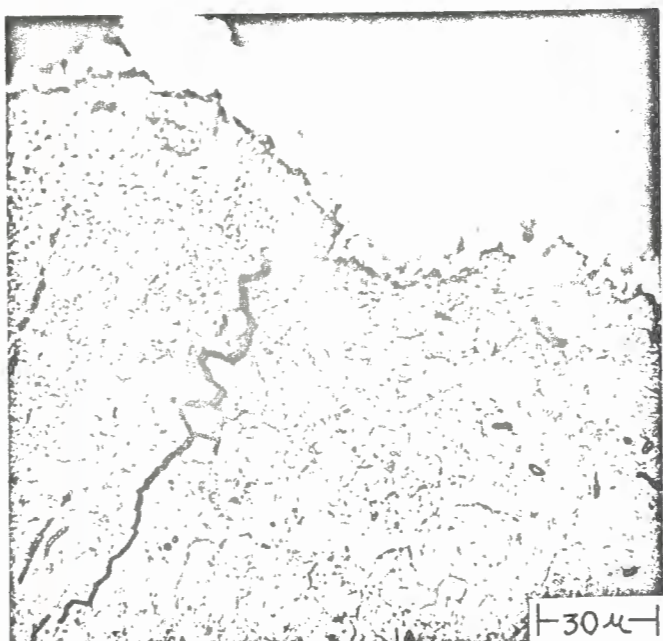
Superfície de rutura com  
trinca intergranular  
(ensaio de tração ao  
ar)

Seção Longitudinal

Contraste com Cromo

Ataque: Picral com "Teepol"

M0





## MICROGRAFIA Nº 29

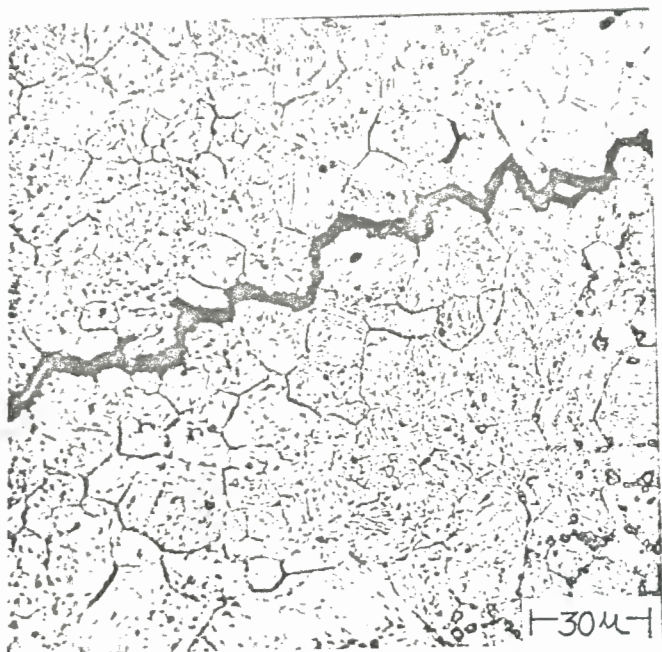
AISI 4340

Trinca intergranular (ensaio de tração ao ar)

Seção Longitudinal

Ataque: Picral com "Teepol"

MO



## MICROGRAFIA Nº 30

AISI 4340

Superfície de rutura com  
trincas e áreas inter  
granulares (ensaio de  
tração ao ar)

Seção Transversal

MEV



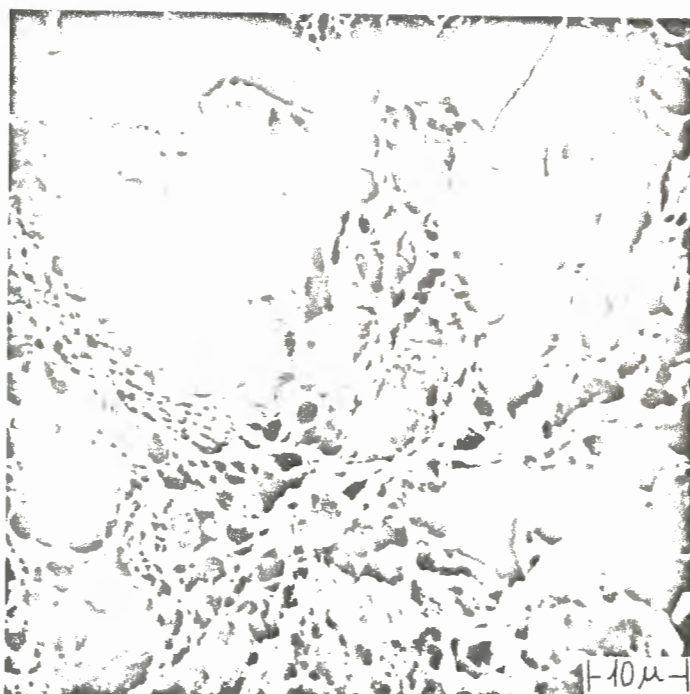
## MICROGRAFIA Nº 31

AISI 8620

Superfície de rutura com  
 áreas intergranulares  
 e área de clivagem (en  
 saio de tração ao ar)

Seção Transversal

MEV



## MICROGRAFIA Nº 32

AISI 4340

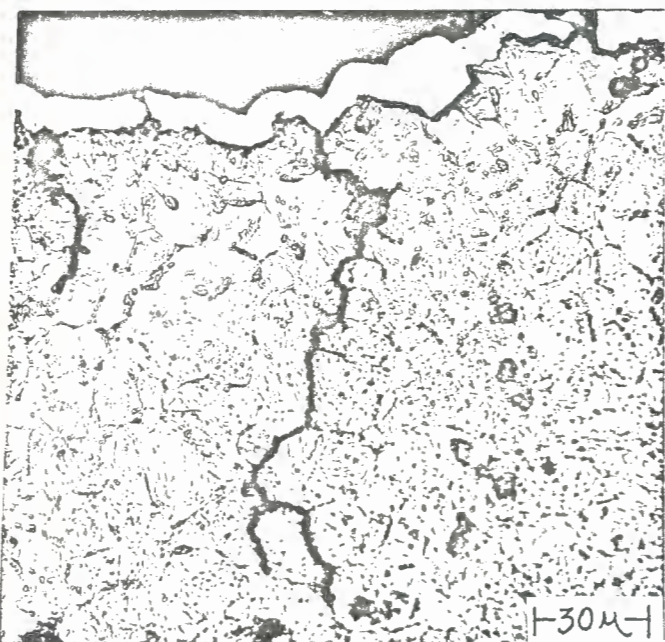
Superfície de rutura com  
 trincas intergranulares (ensaio de Corro  
 são sob Tensão)

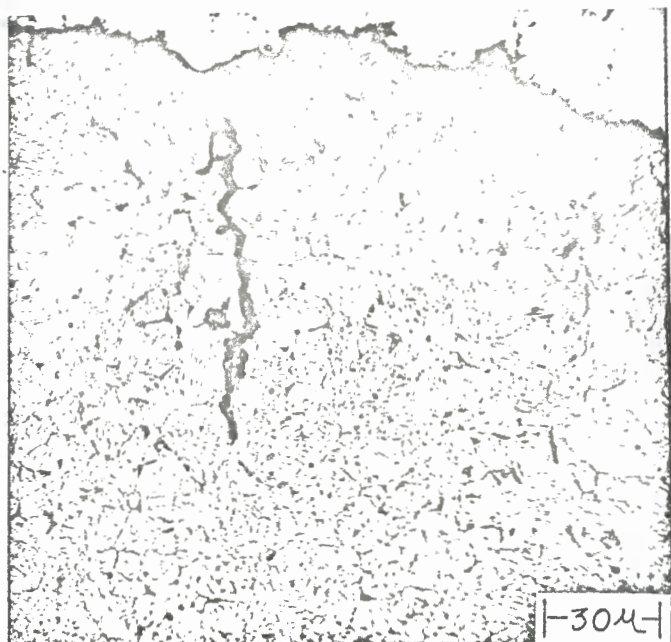
Seção Longitudinal

Contraste com Cromo

Ataque: Picral com "Teepol"

MO





MICROGRAFIA Nº 33

AISI 8640

Superfície de rutura com  
trinca intergranular  
(ensaio de Corrosão  
sob Tensão)

Seção Longitudinal

Contraste com Cromo

Ataque: Picral com "Teepol"

MO

MICROGRAFIA Nº 34

AISI 8620

Superfície de rutura com  
trinca intergranular  
(ensaio de Corrosão  
sob Tensão)

Seção Longitudinal

Contraste com Cromo

Ataque: Picral com "Teepol"

MO



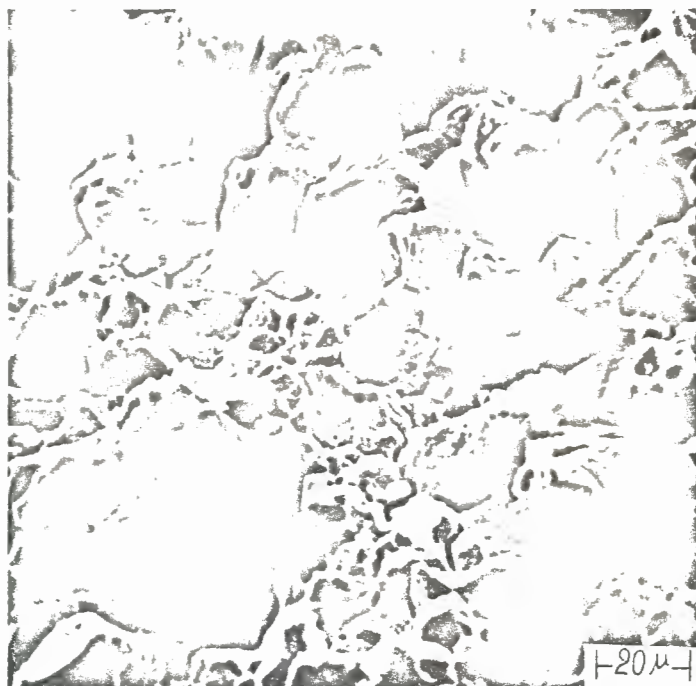
## MICROGRAFIA Nº 35

AISI 4340

Zona intergranular da su  
 perfície de rutura  
 (ensaio de Corrosão  
 sob Tensão)

Seção Transversal

MEV



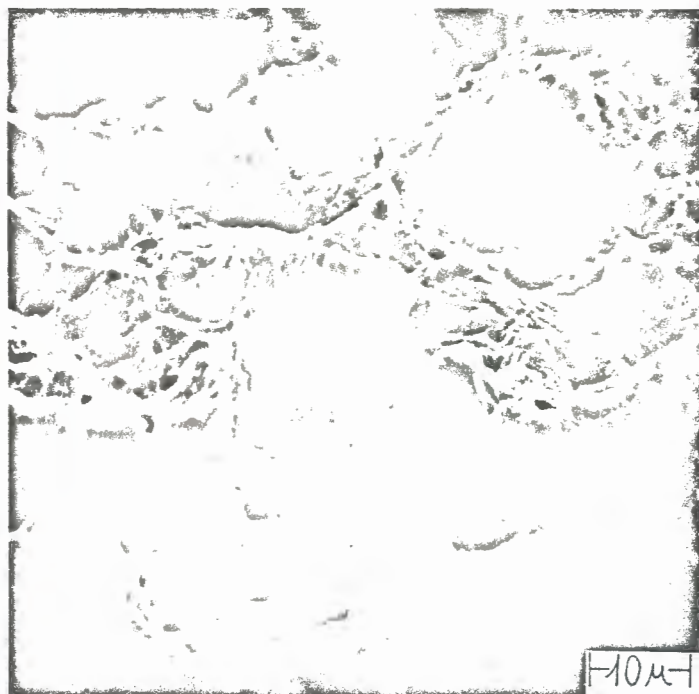
## MICROGRAFIA Nº 36

AISI 8620

Superfície de rutura apre  
 sentando zona intergra  
 nular e zona de cliva  
 gem (ensaio de Corro  
 são sob Tensão)

Seção Transversal

MEV







MICROGRAFIA Nº 37

AISI 8640

Superfície de rutura apre  
sentando zona de cliva  
gem (ensaio de Corro  
são sob Tensão)

Seção Transversal

MEV

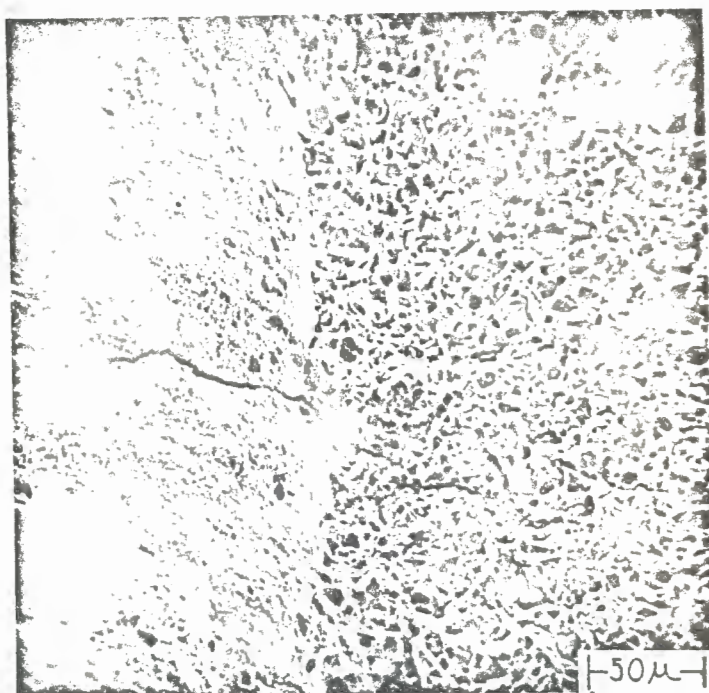
MICROGRAFIA Nº 38

AISI 8640

Trinca se propagando na  
transição de duas re  
giões da superfície de  
rutura (ensaio de Cor  
rosão sob Tensão)

Seção Transversal

MEV



## MICROGRAFIA Nº 39

AISI 4340

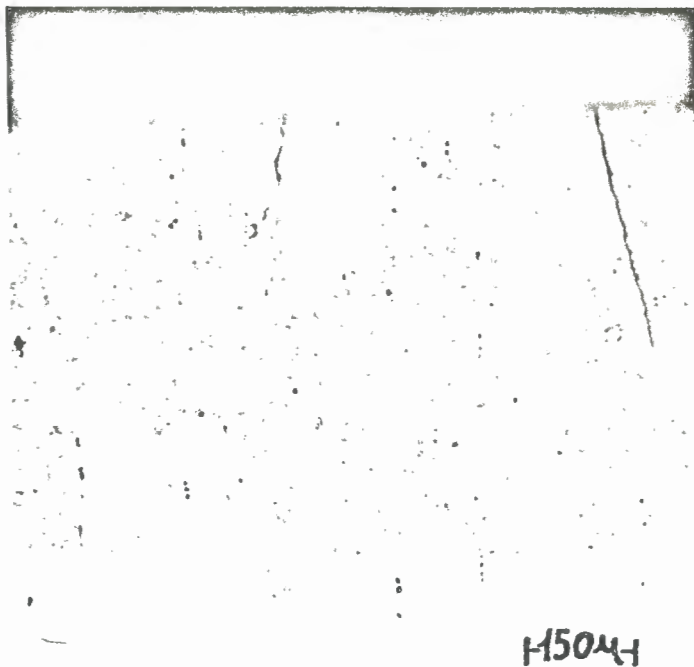
Trincas com inclinações  
variáveis em relação  
ao eixo longitudinal.

Seção Longitudinal

Ataque: Picral

(parcialmente retirado)

MO



## MICROGRAFIA Nº 40

AISI 8620

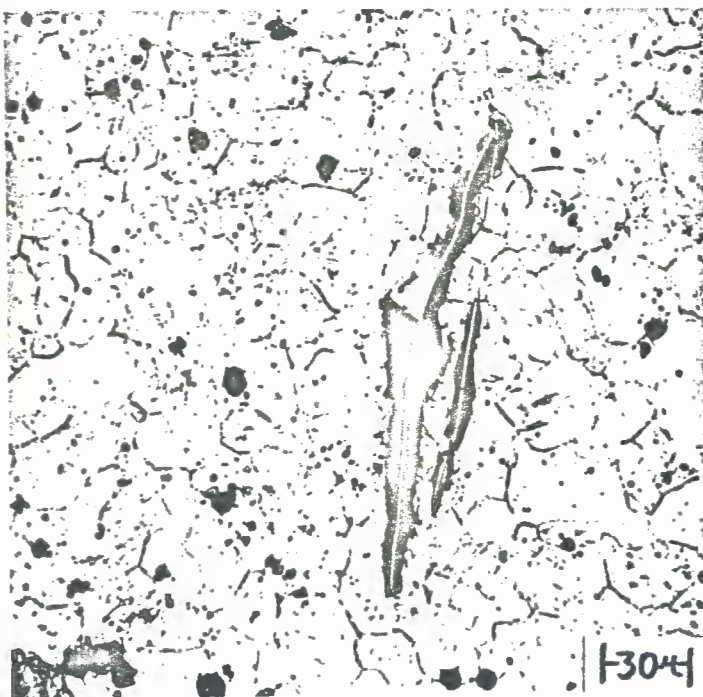
Trinca propagada pelo pun  
ção do instrumento de  
microdureza sob a ação  
da carga de 50g.

Seção Transversal

Ataque: Picral com "Teepol"

(parcialmente retirado)

MO

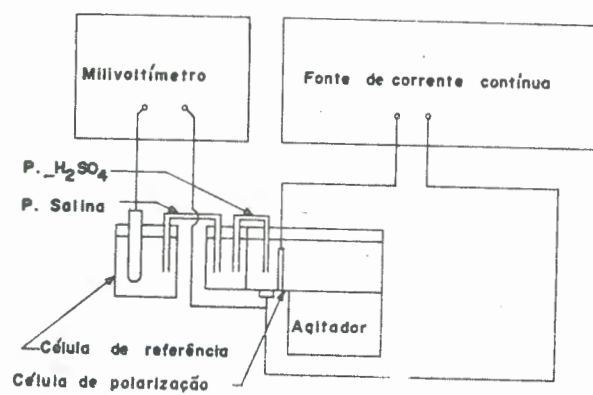


ANEXO I

## Raios X:

Equipamento Philips constando em linhas gerais de:

- a) Unidade básica PW-1010
- b) Goniômetro PW-1050 -  $2^{\circ}/\text{min}$
- c) tubo de anodo de cobre, operando em 40kV e 20mA
- d) filtro: níquel
- e) fendas: receptora: 0,2mm  
"scatter" e "divergence":  $1^{\circ}$
- f) detetor: contador proporcional PW-1965 operando em 1610 Volts
- g) "pulse height analyser": PW-4280  
linha base: 1,50 Volts  
canal (janela): 0,40 Volts  
atenuação:  $Z = 3$
- h) "ratemeter": PW-1362 "range":  $1 \times 10^3 \text{cm}/\text{seg}$   
const. tempo = 2
- i) registrador: PR 2.500.

ANEXO II

Esquema do Sistema de Polarização