

ENSAIOS E METODOLOGIAS DE ANÁLISE DE INTEGRIDADE PARA  
EQUIPAMENTOS EM AÇO BAIXA LIGA SUJEITOS À FRAGILIZAÇÃO POR  
HIDROGÊNIO

Daniel Correia Freire Ferreira

Dissertação de Mestrado 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 Mestre em Engenharia Metalúrgica e de  
Materiais.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Rio de Janeiro  
Março de 2017

ENSAIOS E METODOLOGIAS DE ANÁLISE DE INTEGRIDADE PARA  
EQUIPAMENTOS EM AÇO BAIXA LIGA SUJEITOS À FRAGILIZAÇÃO POR  
HIDROGÊNIO

Daniel Correia Freire Ferreira

DISSERTAÇÃO 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 MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

---

Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.

---

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

---

Prof. Gilberto Bruno Ellwanger, D.Sc.

---

Eng. Marcelo Torres Piza Paes, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL  
MARÇO DE 2017

Ferreira, Daniel Correia Freire

Ensaios e metodologias de análise de integridade para equipamentos em aço baixa liga sujeitos à fragilização por hidrogênio / Daniel Correia Freire Ferreira – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

XI, 250p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 238-250.

1. Fragilização por Hidrogênio. 2. Aços baixa liga. 3. Análise de Integridade. I. Castrodeza, Enrique Mariano. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Titulo.

*Dedico este trabalho e esta conquista aos meus pais, que, através de seu exemplo, apoio e torcida incondicionais, são os grandes responsáveis por esta trajetória.*

## AGRADECIMENTOS

À minha namorada e companheira Carolina Kauer, por partilhar todos meus anseios, dificuldades e felicidades neste caminho profissional e, principalmente, por todo o amor e companheirismo em nossa doce trajetória.

Ao grupo do Laboratório de Mecânica da Fratura (LaMeF) da UFRJ, especialmente meu orientador Enrique Castrodeza, Camila Finamore e Mihaela Cristea (Tenaris) pelas discussões de altíssimo nível, no limite do conhecimento sobre mecânica da fratura em meios agressivos.

Ao grupo GECOR do Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) da UFRGS, especialmente Joseane Ortiz, Rômulo Rigoni, Tiago Renck, Pedro Moraes e Prof. Carlos Fortis pela execução dos ensaios hidrogenados e pelos diversos debates técnicos.

Ao amigo, colega de trabalho e referência profissional, Marcelo Piza, pelo incentivo, pela determinação e pela constante disposição em transmitir seus conhecimentos.

Aos colegas dos laboratórios do CENPES/TMC, especialmente Washington Silva, Eduardo Latgé, Marcelo Correa, Rosane Brito e Almir Cardoso pela presteza nos ensaios e nas muitas análises de falha que motivaram o trabalho.

A todos os colegas do Grupo de Integridade Estrutural do CENPES/TMC pelas muitas discussões desde o momento de definição do tema da dissertação até a execução e interpretação dos resultados. Em especial aos amigos Neilon da Silva e Almir Sobral pelos diversos ensinamentos sobre análises numéricas por elementos finitos.

Aos colegas do laboratório de Microscopia Eletrônica do CENPES, Aílton, Rose e Renata pela ajuda e disposição tanto para as amostras do presente trabalho como para as muitas outras já realizadas.

Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES) da PETROBRAS por investir na minha capacitação.

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

**ENSAIOS E METODOLOGIAS DE ANÁLISE DE INTEGRIDADE PARA  
EQUIPAMENTOS EM AÇO BAIXA LIGA SUJEITOS À FRAGILIZAÇÃO POR  
HIDROGÊNIO**

Daniel Correia Freire Ferreira

Março/2017

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O trabalho apresenta inicialmente uma revisão de mecanismos de trincamento assistidos pelo meio, com foco em fragilização por hidrogênio de aços baixa liga. A aplicação de metodologias de análise de integridade e adequação ao uso baseadas em mecânica da fratura neste cenário é apresentada junto com diversas metodologias de ensaio para obtenção dos parâmetros de interesse. Ensaios crescentes em patamares (incrementais) foram utilizados para caracterizar a tenacidade à fratura de um aço baixa liga AISI 4340 temperado e revenido com limite de escoamento de 780 MPa em solução salina com proteção catódica. Os resultados obtidos foram discutidos frente à literatura disponível, onde foi demonstrada a boa correlação. Em seguida, foram utilizados na execução de uma análise de integridade conforme a norma de adequação ao uso *British Standard 7910* (2013). Foram destacadas as vantagens da metodologia para avaliação de integridade de componentes e equipamentos sujeitos à fragilização por hidrogênio. A capacidade de realizar avaliações de integridade com dados confiáveis de tenacidade em meio permite garantir a continuidade operacional de equipamentos de difícil inspeção ou reparo (ex. submarinos), evitando paradas de produção, riscos ambientais ou intervenções de alto custo.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

TESTING AND STRUCTURAL INTEGRITY ANALYSIS METHODOLOGIES FOR  
LOW ALLOY STEEL EQUIPMENTS SUBJECT TO HYDROGEN  
EMBLITTLEMENT

Daniel Correia Freire Ferreira

March/2017

Advisor: Enrique Mariano Castrodeza

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This research work presents initially a review of environmentally assisted cracking mechanics, especially hydrogen embrittlement of low alloy steels. Applicability of structural integrity and fitness for service techniques based on fracture mechanics for this scenario is discussed together with different testing methodologies in order to obtain useful parameters. Rising step loading tests were performed to obtain fracture toughness values of a 780 MPa yield strength quenched and tempered AISI 4340 low alloy steel in brine solution with cathodic protection. Results obtained were discussed vis à vis available literature, showing good correlation. They were then employed in a structural integrity analysis according to fitness for service standard *British Standard 7910* (2013), proving the suitability of this methodology to evaluate the integrity of equipment and components subject to hydrogen embrittlement. The capability to perform fitness for service evaluations in aggressive environments with reliable fracture toughness data allows the safe operation of hard-to-inspect/repair equipment (namely subsea), thus avoiding production losses, environmental hazards and costly interventions.

## INDICE

I	INTRODUÇÃO.....	1
II	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	3
II.1	Trincamento Assistido pelo Meio.....	3
II.1.1	Metodologias para Avaliação de Integridade Estrutural .....	3
II.1.2	Propriedades para Avaliação de Trincamento Assistido pelo Meio.....	8
II.1.3	Modos de Trincamento Assistido pelo Meio.....	12
II.1.4	Modos de falha assistidos por hidrogênio em aços .....	16
II.1.5	Micromecanismos de Fragilização por Hidrogênio.....	18
II.1.6	Geração e transporte de hidrogênio .....	23
II.1.7	Fragilização por hidrogênio em aços baixa liga .....	30
II.2	Ensaios e metodologias para avaliação de Fragilização por Hidrogênio.....	36
II.2.1	Flexibilidade do corpo de prova e modo de controle do ensaio .....	39
II.2.2	Corpos de prova lisos .....	43
II.2.3	Corpos de prova pré-trincados.....	49
II.2.4	Abordagem elasto-plástica para trincamento assistido pelo meio.....	59
II.2.5	Diferenças entre resultados com carregamento estático ou crescente .....	61
II.2.6	Monitoração do crescimento de trinca.....	65
II.2.7	Difusão e Permeação durante o ensaio .....	65
II.2.8	Corrosão-Fadiga e <i>Ripple load</i> .....	70
II.2.9	Avaliação de integridade estrutural com FAD Modificado .....	71
III	MATERIAIS E MÉTODOS.....	75
III.1	Material .....	75
III.1.1	Análise de composição química .....	76
III.1.2	Propriedades em tração.....	76
III.1.3	Propriedades de impacto Charpy .....	77
III.1.4	Propriedades de dureza.....	79

III.1.5	Análise metalográfica .....	79
III.2	Meio agressivo .....	83
III.3	Metodologia de ensaio - <i>Incremental Step Loading</i> (ASTM F1624).....	85
III.3.1	Ensaio de mecânica da fratura ao ar.....	93
III.3.2	Validação da pré-trinca de fadiga .....	99
III.3.3	Matriz de testes para determinação de $K_{TH}$ e $\sigma_{TH}$ .....	102
III.4	Construção do diagrama FAD modificado .....	103
IV	RESULTADOS .....	104
IV.1	Ensaio de CTOD ao ar – <i>Fast Fracture Strength</i> .....	104
IV.2	Ensaio em Corpos de prova C(T) - <i>Incremental Step Loading</i> .....	109
IV.3	Fractografias em MEV – Corpos de prova C(T).....	130
IV.4	Ensaio ao ar e em meio com corpos de prova SE(B) .....	149
IV.5	Tração uniaxial entalhado – <i>Fast Fracture Strength</i> .....	165
IV.6	Tração uniaxial entalhado – <i>Incremental Step Loading</i> .....	167
IV.7	Fractografias – Ensaio de Tração Uniaxial Entalhado .....	177
V	DISCUSSÃO .....	190
V.1	Comparação com resultados de literatura – $\sigma_{TH-EHE}$ .....	190
V.2	Comparação com resultados de literatura – $K_{TH-EHE}$ .....	205
V.3	Análise de Integridade Simplificada – $K_{TH-EHE}$ .....	212
V.4	Análise de Integridade Convencional – $K_{TH-EHE}$ .....	224
V.5	Análise de Integridade - Iniciação – $\sigma_{TH-EHE}$ .....	227
V.6	Considerações finais .....	229
VI	CONCLUSÕES .....	234
VII	PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS .....	236
VIII	REFERÊNCIAS .....	238

## ABREVIATURAS

BTD	Baixa taxa de deformação
CERT	<i>Constant extension rate tensile</i>
CP	Corpo de prova
CST	Corrosão sob Tensão
C(T)	<i>Compact tension</i>
CTOD	<i>Crack tip opening displacement</i> (Abertura na ponta da trinca)
DCB	<i>Double cantilever beam</i>
EAC	<i>Environmentally assisted cracking</i> (Trincamento assistido pelo meio)
EHE	<i>Environment hydrogen embrittlement</i>
FFS	<i>Fast Fracture Strength</i>
HRC	Unidade de dureza Rockwell C
HV	Unidade de dureza Vickers
IHE	<i>Internal hydrogen embrittlement</i>
ISL	<i>Incremental step loading</i>
LE	Limite de escoamento
LIST	<i>Linearly increasing stress test</i>
LR	Limite de resistência
MFLE	Mecânica da fratura linear elástica
MFEP	Mecânica da fratura elasto-plástica
RSL	<i>Rising step loading</i>
SE(B)	<i>Single edge notch bend</i>
SENB	<i>Single edge notch bend</i>
SENT	<i>Single edge notch tensile</i>
SMYS	<i>Specified minimum yield strength</i> (Limite de escoamento mínimo especificado)
SCC	<i>Stress corrosion cracking</i>
SSC	<i>Sulfide stress cracking</i>
TTS	Trincamento sob tensão por sulfetos
TUE	Tração uniaxial entalhado
WOL	<i>Wedge Opening Load</i>

## NOTAÇÃO E SIMBOLOGIA

$K_t$	Fator de concentração de tensões
$K_{tn}$	Fator de concentração de tensões <i>net</i> (seção reduzida)
$K_{tg}$	Fator de concentração de tensões <i>gross</i> (seção remota)
$K$	Fator de intensidade de tensões (Em modo I neste trabalho)
$K_{\text{APLICADO}}$	Fator de intensidade de tensões aplicado
$K_{Ic}$	Fator de intensidade de tensões crítico (ao ar)
$K_J$	Fator de intensidade de tensões convertido a partir da Integral J
$K_{\text{CTOD}}$	Fator de intensidade de tensões convertido a partir do CTOD
$K_{\text{MAT}}$	Fator de intensidade de tensões crítico (ao ar)
$K_{TH}$	Fator de intensidade de tensões limiar ( <i>threshold</i> ) (no meio)
$K_{TH-IHE}$	$K_{TH}$ devido ao hidrogênio interno (ex. eletrodeposição)
$K_{TH-EHE}$	$K_{TH}$ devido ao hidrogênio do meio (ex. proteção catódica)
$K_{TH-SSC}$	$K_{TH}$ devido a corrosão sob tensão
$K_{TH-n}$	$K_{TH}$ correspondente ao teste 'n'
$K_{\text{LIMITE}}$	Fator de intensidade de tensões limiar limite em ensaios de deslocamento constante
$K_{\text{ISCC}}$	Fator de intensidade de tensões limiar em corrosão sob tensão
$K_{\text{ISSC}}$	Fator de intensidade de tensões limiar em trincamento sob tensão por sulfetos
$\sigma_{YS} / \sigma_{LE}$	Tensão limite de escoamento
$\sigma_{TH}$	Tensão limiar (no meio)
$\sigma_{EAC}$	Tensão limiar (no meio)
$K_{EAC}$	Fator de intensidade de tensões limiar (no meio)
$dq/dt$	Taxa de deslocamento em um ensaio dinâmico
$da/dt$	Taxa de crescimento de trinca
$dK/dt$	Taxa de aplicação do fator de intensidade de tensões
$da/dt_{II}$	Taxa de crescimento de trinca na região II
$R$	Razão entre a tensão mínima e máxima em (corrosão-)fadiga
$\delta_{m(B)}$	CTOD de carga máxima em corpo de prova de espessura B
$P_{TH}$	Carga limiar ( <i>threshold</i> ) (no meio)
$P_{TH-EHE}$	$P_{TH}$ devido ao hidrogênio do meio (ex. proteção catódica)
$P_{TH-n}$	$P_{TH}$ correspondente ao teste 'n'
$a_0$	Tamanho inicial da pré-trinca de fadiga
$B$	Espessura do corpo de prova de mecânica da fratura
$W$	Largura do corpo de prova de mecânica da fratura
$S$	Espaço entre roletes em ensaio de flexão 3 pontos ( <i>span</i> )
$f_{\text{SCC}}$	Fator de segurança para valores de tenacidade em meio

## I INTRODUÇÃO

Aços baixa liga são largamente empregados em diferentes indústrias por diversas vantagens, das quais se destacam a possibilidade de obter elevada resistência e boa tenacidade a relativo baixo custo e com adequada disponibilidade, quando comparado a outras ligas metálicas. Em algumas aplicações, como dutos terrestres e submarinos, a busca por aços mais resistentes é constante, de forma a reduzir o peso da estrutura, gerando consideráveis economias e facilitando a instalação. Entretanto, além do compromisso geralmente esperado na ductilidade com o aumento da resistência, aços de alta resistência apresentam maior suscetibilidade a mecanismos de trincamento assistido pelo meio, em especial fragilização por hidrogênio.

Diversos componentes submarinos como amarras, fixadores, *manifolds*, árvores de natal e dutos estão submetidos à proteção catódica de forma a mitigar corrosão por perda de massa. Entretanto, a geração de hidrogênio na reação catódica pode levar à fragilização e falha destes componentes em operação. Casos de falhas assistidas pelo meio com grandes consequências ambientais e financeiras foram observados na indústria de óleo e gás, ocorrendo em aços baixa liga, assim como em aços inoxidáveis austeníticos, duplex e martensíticos e mesmo em ligas de níquel endurecíveis por precipitação.

O fenômeno de trincamento assistido pelo meio envolve aspectos de corrosão e micromecanismos ainda não plenamente esclarecidos, sendo extremamente dependente das condições do meio, da presença de contaminantes, da temperatura e das propriedades do material suscetível. Historicamente, devido a esta complexidade, a abordagem para projetos consistia em estabelecer limites (ex. de dureza, de composição) e combinações material/meio suscetíveis, baseando-se largamente em experiência prévia e ensaios do tipo ‘passa/não-passa’. Esta abordagem difere, certamente, do projeto mecânico baseado em níveis de tensão admissível e em análises de integridade estrutural, com tamanhos de defeito admissíveis (ECA – *engineering critical analysis*).

O arcabouço para realizar análises de integridade com parâmetros de mecânica da fratura obtidos em ensaios em meio agressivo já existe na literatura, embora encontre aplicação limitada. O objetivo final deste trabalho é, portanto, obter os parâmetros necessários para uma avaliação de integridade estrutural em meio agressivo ( $\sigma_{TH}$  e  $K_{TH}$ ) a partir de ensaios mais simples e, em seguida, realizar uma análise de integridade para condições típicas de componentes submarinos. Para tanto, optou-se por utilizar um aço baixa liga com limite

de escoamento de a 776 MPa, aplicado na indústria de óleo e gás e suscetível ao meio planejado de solução salina e proteção catódica.

É interessante frisar que o arcabouço para uma análise de integridade estrutural é o mesmo para os diversos sistemas material/meio, fora algumas particularidades. Por esta razão, embora o mecanismo investigado seja a fragilização por hidrogênio, as discussões neste trabalho foram feitas de maneira ampla, onde possível.

A revisão bibliográfica deste trabalho consiste em duas partes. A primeira parte introduz os conceitos de trincamento assistido pelo meio e os aspectos mais básicos por trás de uma análise de integridade estrutural. Em seguida, discute-se especificamente a fragilização por hidrogênio e suas características em aços baixa liga. A segunda parte trata dos diferentes ensaios disponíveis para obtenção dos parâmetros necessários para uma análise de integridade estrutural em meio agressivo ( $\sigma_{TH}$  e  $K_{TH}$ ), seus limites de aplicação e sua utilização. Foi definido o ensaio com aumento incremental de carga (*ISL – incremental step loading* – ASTM F1624) em corpos de prova C(T) – *compact tension* e SE(B) – *single edge-notch bending*, como ensaios para obtenção de  $K_{TH}$ , devido à simplicidade e rapidez de execução. Para definição de  $\sigma_{TH}$  foi definido o ensaio em corpo de prova de tração uniaxial entalhado (TUE), também com patamares de carga.

O material e a metodologia dos testes está disponível na Seção III, enquanto os resultados são apresentados na seção IV. Finalmente, é feita uma discussão detalhada dos resultados obtidos frente a outros resultados de materiais semelhantes na literatura (Seção V.1) e uma análise de integridade hipotética para um fixador submarino (Seção V.3). Após apresentação das conclusões do trabalho (Seção VI), são feitas diversas recomendações de trabalhos futuros em áreas consideradas cruciais para melhorar o entendimento na aplicação de metodologias de integridade e mecânica da fratura em componentes sujeitos ao trincamento assistido pelo meio (Seção VII).

## II REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### II.1 Trincamento Assistido pelo Meio

Trincamento assistido pelo meio (*Environmentally Assisted Cracking – EAC*) é um processo no qual o trincamento é induzido ou acelerado pela presença de um meio agressivo. É necessária, portanto, a combinação de um meio corrosivo, um material suscetível e uma tensão trativa (aplicada ou residual) (Figura 1). O termo trincamento assistido pelo meio engloba mecanismos de dano como corrosão sob tensão (CST), trincamento sob tensão induzido por sulfetos (*Sulfide Stress Cracking – SSC*), corrosão fadiga e fragilização por hidrogênio. O efeito do meio agressivo pode causar uma redução significativa da tensão de falha do material, mesmo sem apresentar perda de massa típica de processos corrosivos. Os parâmetros utilizados para quantificar o nível de perda de resistência ou tenacidade no meio são derivados daqueles utilizados ao ar, que serão, portanto, descritos a seguir.

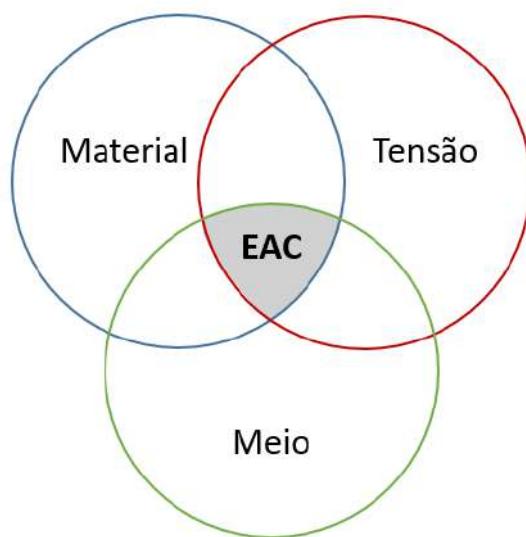


Figura 1 – Combinação dos três fatores necessários para que ocorra Trincamento Assistido pelo Meio: material suscetível, meio agressivo e tensões trativas

#### II.1.1 Metodologias para Avaliação de Integridade Estrutural

Existem procedimentos de avaliação de integridade estrutural para diversos mecanismos de dano, sendo que métodos baseados em mecânica da fratura têm sido utilizados para avaliar a integridade estrutural de equipamentos há algumas décadas. A mecânica da

fratura permite descrever o comportamento e o mecanismo de falha de um componente trincado. A propagação da trinca em geral depende de três variáveis: o tamanho do defeito, as propriedades do material e o estado de tensões na região da trinca. Ao conhecer as relações entre estas três variáveis é possível avaliar o risco de propagação de um defeito.

Os princípios da mecânica da fratura linear elástica (MFLE) foram desenvolvidos nos anos 50 a partir do trabalho de Irwin (1957), em parte baseado no trabalho inicial de Griffith (1920). Foi introduzido o conceito de um fator de intensidade de tensões ( $K$ ), um único parâmetro que representa a força motriz e as características do estado de tensões na ponta da trinca. Quando o fator de intensidade de tensões aplicado supera a tenacidade à fratura do material ( $K_{MAT}$ ), ocorre propagação da trinca. O valor de  $K_{MAT}$  depende da temperatura, meio, taxa de carregamento, microestrutura e geometria (nível de restrição). A equação genérica para cálculo de  $K$  é baseada em um termo dependente da geometria ( $Y$ ), da tensão aplicada na região da trinca ( $\sigma$ ) e do tamanho de trinca ( $a$ ):

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad \text{Equação 1}$$

Entretanto, a teoria da MFLE é limitada a componentes de elevada espessura ou materiais frágeis, que apresentam pouca plasticidade na ponta da trinca, já que assume uma acuidade infinita da trinca e uma resposta puramente elástica do material (Anderson, 1994). Com estas premissas as tensões na ponta da trinca tendem a infinito quando a distância da ponta da trinca tende a zero (Figura 2). Quando a plasticidade à frente da trinca se torna significativa (em relação às dimensões do componente ou do corpo de prova), o parâmetro  $K$  deixa de ser apropriado para descrever o comportamento real.

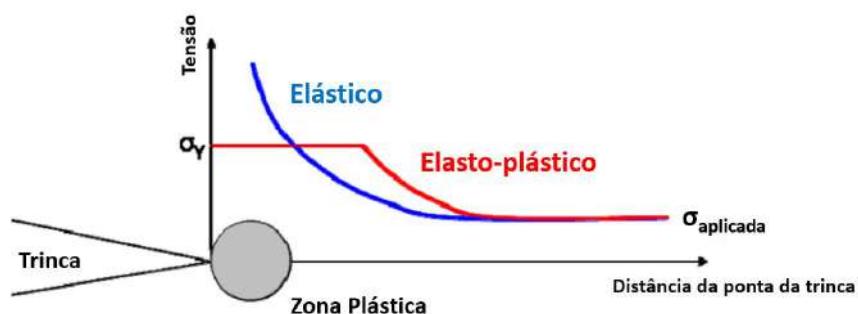


Figura 2 – Variação da tensão em função da distância da ponta da trinca para o caso puramente elástico e após correção da plasticidade (Irwin, 1960 *apud* Holtam, 2010)

Os dois principais parâmetros para caracterizar a tenacidade à fratura desenvolvidos dentro do escopo da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP) são o deslocamento de abertura na ponta da trinca (CTOD) e a integral-J. O CTOD é um parâmetro baseado na deformação na ponta da trinca, que normalmente é inferida a partir de medições da abertura na boca da trinca, embora métodos recentes procurem obter a deformação localmente na ponta da trinca (Schwalbe, 1995). A integral-J é um parâmetro baseado em energia de fratura, que permite caracterizar as tensões e deformações na ponta da trinca em materiais com deformação não linear (Anderson, 1994).

Devido às origens de desenvolvimento dos dois parâmetros, a integral-J apresenta maior aceitação e uso em normas americanas como a ASTM E1820 (2008), enquanto o CTOD é mais amplamente usado em normas britânicas como a BS7448 (1991). É possível realizar conversões entre os dois parâmetros elastoplásticos (CTOD e J), assim como previsões de  $K_{IC}$  a partir de valores de  $J_{IC}$ , embora algumas variações possam ser esperadas.

Métodos de avaliação de integridade estrutural podem ser utilizados na etapa de projeto para estimar o tamanho de defeito máximo que não crescerá até um tamanho de defeito inaceitável durante a vida do componente (crescimento por fadiga, por exemplo); ou para avaliar defeitos existentes encontrados após dado tempo em serviço. Os procedimentos mais utilizados na indústria de óleo e gás são propostos nas normas BS7910 (2013) e API 579-1/ASME FFS-1 (2007). Este tipo de avaliação é comumente realizado utilizando o diagrama FAD – *Failure Assessement Diagram*, empregado pelos documentos citados (Figura 3). O FAD permite representar as propriedades do material, a geometria do defeito e as condições de carregamento, avaliando simultaneamente a possibilidade de fratura e colapso plástico. Para a ocorrência de fratura o fator de intensidade de tensões na ponta da trinca ( $K_I$  ou  $K_J$ ) deverá ser maior que a tenacidade à fratura do material ( $K_{MAT}$  ou  $K_{IC}$ ). Esta avaliação é feita no eixo vertical, com a razão  $K_r$  ( $=K_J/K_{MAT}$ ). Entretanto, a falha por colapso plástico pode ser preponderante, quando as tensões aplicadas são elevadas em relação ao limite de escoamento do material. Este modo de falha é representado pelo eixo horizontal, com a razão de tensões ( $L_r$ ) entre a tensão de referência e o limite de escoamento ou tensão de fluxo. Os eixos são conectados através de uma curva *locus* de falha, dada, por exemplo, pela Equação 2 (ISO 10400, 2007). Pontos

abaixo da curva *locus* representam um defeito estável ou admissível, enquanto um ponto fora da curva *locus* apresenta um defeito não admissível, com risco de falha.

$$K_r = (1 - 0,14L_r^2) * (0,3 + 0,7e^{(-0,65L_r^6)}) \quad \text{Equação 2}$$

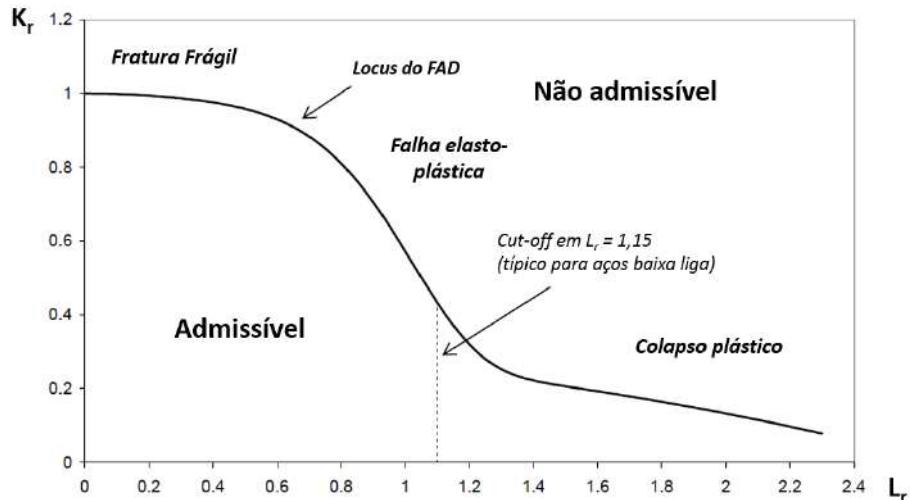


Figura 3 – Diagrama FAD generalizado para avaliação em nível 2A com limite típico de 1,15 para aços baixa liga e soldas (BS 7910, 2013)

Em um processo de falha por fadiga – devido à aplicação de uma carga cíclica, a carga aplicada é caracterizada pela amplitude de tensões aplicada ( $\Delta\sigma$ ) ao invés de um único valor de tensão. Em uma abordagem de mecânica da fratura é utilizada a amplitude do fator de intensidade de tensões ( $\Delta K$ ) (Figura 4). Como os níveis de carregamento envolvidos na grande maioria dos casos de fadiga encontrados são significativamente inferiores à tensão de escoamento do material, o parâmetro  $K$ , da MFLE, descreve de forma adequada o comportamento do componente trincado, não sendo necessário utilizar os parâmetros da MFEP.

Outro parâmetro utilizado para descrever o carregamento em fadiga é a razão de tensões ( $R$ ), definida como a razão entre a tensão mínima e a tensão máxima (Figura 4). As duas abordagens mais comuns para estimar a vida em fadiga são o uso de curvas S-N, baseada somente na amplitude de tensões e no número de ciclos esperado para a vida útil do componente e a abordagem de mecânica da fratura, que utiliza a taxa de crescimento de trinca para prever a vida remanescente. A taxa de crescimento de trincas de fadiga em geral assume a forma da lei de Paris-Erdogan (Equação 3). A lei de Paris-Erdogan

representa a Região II, uma das três regiões distintas identificáveis no gráfico da/dN vs.  $\Delta K$  (Figura 5). A região I representa a região de início de propagação, com taxas crescentes, onde por vezes é possível identificar um  $\Delta K_{TH}$ , abaixo do qual não há propagação de trinca. Na região III, os valores de  $K_{máximo}$  aplicados se aproximam do valor de tenacidade do material ( $K_{lc}$ ) e a taxa de crescimento de trinca aumenta rapidamente.

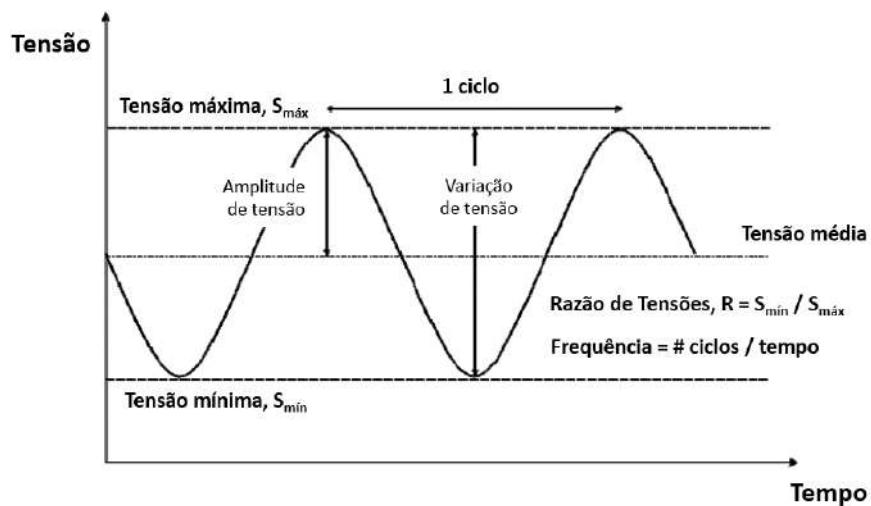


Figura 4 – Carregamento cíclico e os principais parâmetros para caracterização.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad \text{Equação 3}$$

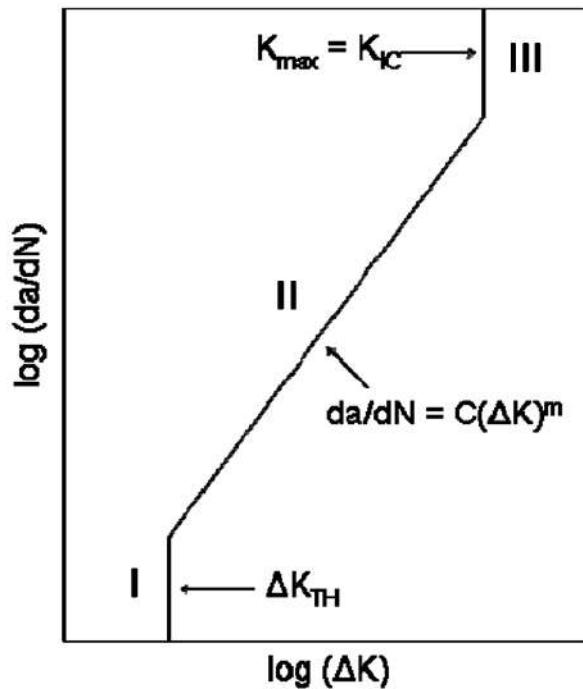


Figura 5 – Gráfico da/dN vs.  $\Delta K$ , indicando as três regiões e a lei de Paris-Erdogan

### II.1.2 Propriedades para Avaliação de Trincamento Assistido pelo Meio

O trincamento assistido pelo meio em condições de carregamento estático (sem cargas cíclicas) pode ser descrito por um nível de tensão limiar ( $\sigma_{EAC}$ ) no caso de componentes não trincados ou por um nível de  $K$  limiar ( $K_{EAC}$ ) no caso de componentes trincados (Figura 6). Para valores de tensão ou  $K$  aplicados acima dos valores limiares ocorre propagação subcrítica da trinca, mesmo sem alterações no valor da carga aplicada. Em alguns casos, os valores limiares ( $\sigma_{EAC}$  e  $K_{EAC}$ ) são inferiores a ~10% dos valores de referência (Limite de escoamento e  $K_{Ic}$ , respectivamente) (Lynch, 2011).

O gráfico da taxa de crescimento da trinca ( $da/dt$ ) em função de  $K$  apresenta um comportamento similar ao gráfico da/dN vs.  $\Delta K$  da fadiga ao ar (Figura 7). Observam-se três regiões distintas: a região I apresenta uma taxa de propagação crescente a partir de um valor de  $K$  limiar; a região II tipicamente apresenta uma taxa de propagação constante (similar a um estado estacionário), embora não seja sempre observada, pois depende do caso material/meio/nível de tensões em questão; na região III os valores de  $K$  já se encontram próximos do valor de tenacidade do material ( $K_{Ic}$ ) e observa-se taxas de propagação crescentes até a falha.

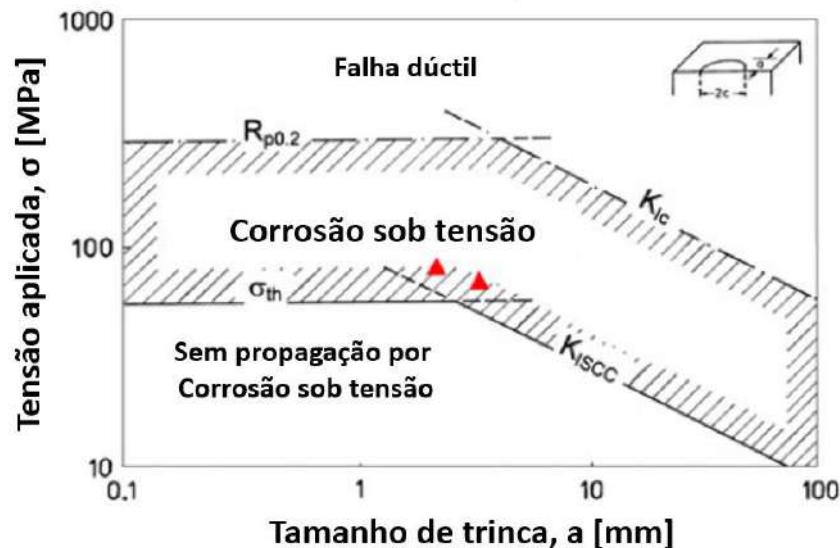


Figura 6 – Relação entre a tensão de falha e o tamanho de trinca. Delimitação de três regiões: sem propagação de trincas por EAC; EAC e falha dúctil (Dietzel, 2000)

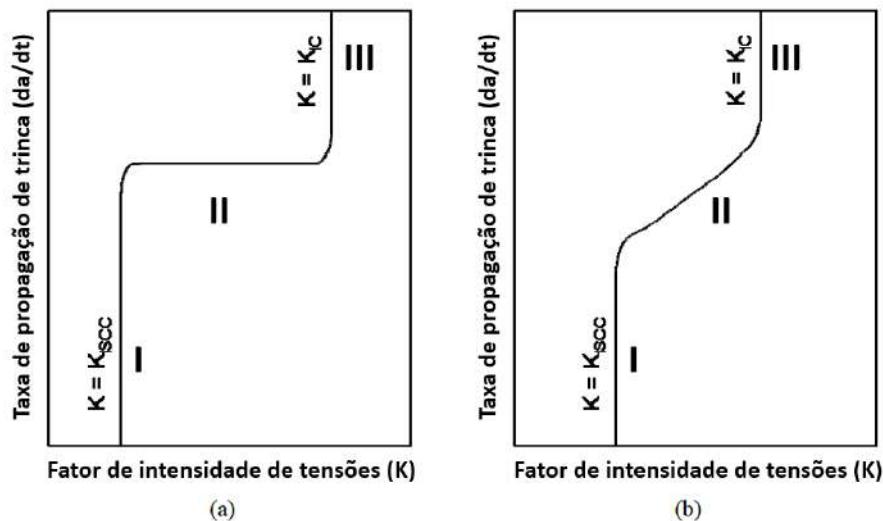


Figura 7 – Representação esquemática de gráficos da/dt vs. K, ilustrando o crescimento de trinca assistido pelo meio. Em (a) observa-se um patamar distinto na região II, enquanto em (b) o crescimento é mais gradual. (BS 7910, 2013)

Como as taxas de propagação de trincas assistidas pelo meio são sensíveis a variações do meio, à tensão aplicada e às metodologias de ensaio, a filosofia básica para avaliação de integridade estrutural é limitar os valores de tensão ou K aplicados aos valores limiares determinados, não permitindo iniciação e propagação. A consequência desta abordagem no diagrama FAD pode ser observada na Figura 8. Os valores de K aplicado e tensão de

referência são comparados com os valores limiares determinados e não com os valores de  $K_{MAT}$  ao ar e limite de escoamento ao ar, criando um FAD ‘retangular’.

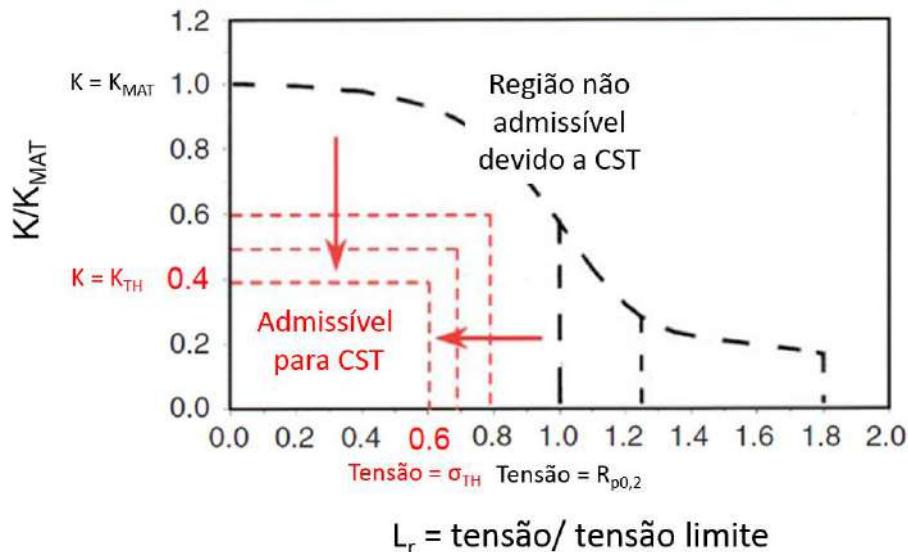


Figura 8 – Diagrama FAD alterado, ilustrando a inclusão de dados de fratura assistida pelo meio. A região aceitável resultante é representada por um retângulo (adaptada de Dietzel & Turnbull, 2007).

No caso de carregamentos cíclicos, o mecanismo é considerado como corrosão-fadiga e a abordagem é similar àquela ao ar, com obtenção de curvas S-N ou da/dN vs.  $\Delta K$  no meio (Figura 9). Em geral, os ensaios são realizados com frequências menores do que ao ar (podendo ser tão baixas como 0,001 Hz, por exemplo) para permitir a ação do meio agressivo e as taxas de propagação tendem a crescer de forma significativa. A Figura 10 apresenta as taxas de propagação de trinca obtidas em  $\Delta K$  constante para um aço C-Mn em 100 MPa de hidrogênio gasoso ( $H_2$ ) e em hélio ( $He$ ) para diferentes frequências. Observa-se um aumento significativo das taxas de propagação em meio, e com a redução da frequência.

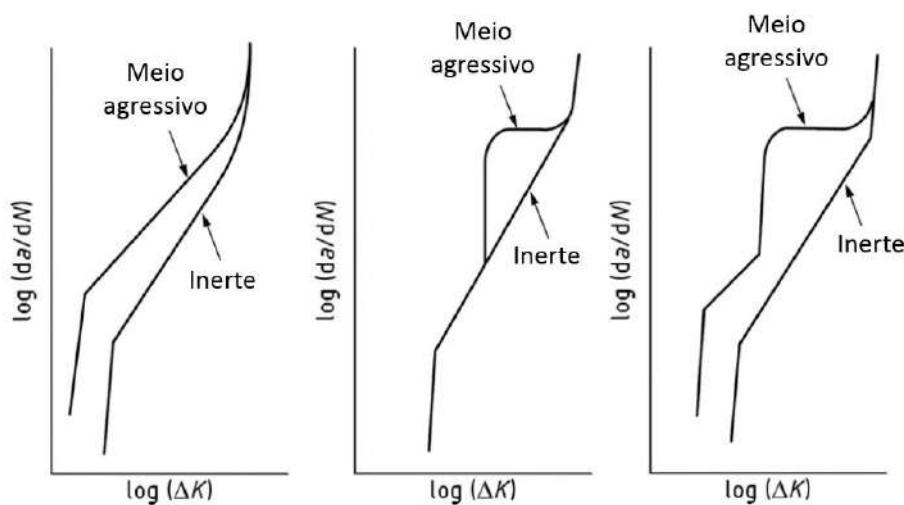


Figura 9 – Tipos de comportamento do crescimento de trinca em corrosão-fadiga (BS 7910, 2013).

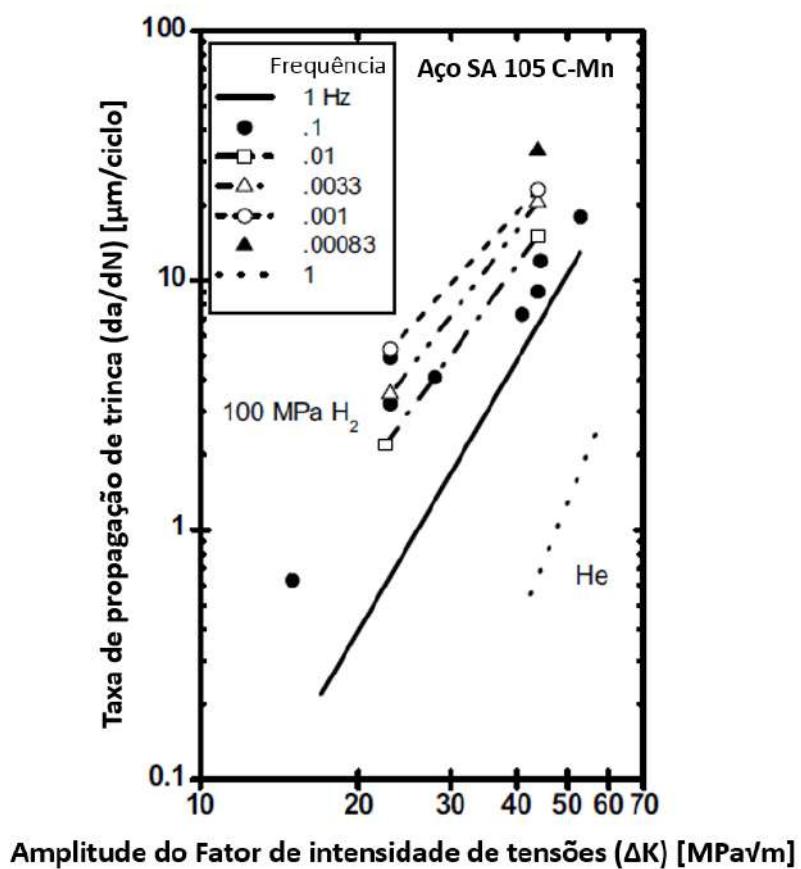


Figura 10 – Taxas de propagação de trinca obtidas em função de  $\Delta K$  obtidos para um aço SA105 em 100 MPa de  $H_2$  e He com ensaios de  $\Delta K$  constante (Gangloff, 2008).

### II.1.3 Modos de Trincamento Assistido pelo Meio

Trincamento assistido pelo meio descreve diferentes formas de mecanismos de dano, conforme discutido anteriormente. Corrosão-sob-tensão (CST) também é geralmente aceito como um descritivo genérico para diversas combinações material/meio, como aços inoxidáveis austeníticos/haletos, ligas de cobre/amônia, etc. Já a fragilização por hidrogênio (HE- *Hydrogen Embrittlement*) se aplica a casos de trincamento subcrítico em materiais expostos a hidrogênio gasoso, proteção catódica,  $H_2S$  ou hidrogênio interno resultante de processos geradores de hidrogênio (ex. soldagem, revestimentos eletrolíticos, fosfatização, decapagem). Entretanto, corrosão-sob-tensão em alguns materiais pode envolver geração e entrada de hidrogênio na ponta da trinca, apresentando características similares à fragilização por hidrogênio (ex. trincamento sob tensão por sulfetos). A fragilização por metal líquido/sólido é ainda outro fenômeno distinto de trincamento assistido pelo meio, apesar de apresentar algumas semelhanças à CST e HE.

As taxas de propagação de trinca também dependem do sistema material/meio, variando de aproximadamente  $10^{-2}$  m/s a taxas menores que  $10^{-11}$  m/s (Lynch, 2011a). Geralmente, as taxas mais elevadas são encontradas em casos de fragilização por metal líquido. Embora existam extensas bases de dados sobre combinações material/meio suscetíveis, ainda ocorrem falhas por EAC, geralmente com consequências catastróficas. Estas falhas se devem, geralmente, a materiais suscetíveis antigos não substituídos, condições ambientais agressivas não previstas (ex. frestas, pites, concentração de contaminantes, evolução de reservatórios de gás/petróleo) ou dificuldade em representar as condições reais em testes de laboratório. Além disso, condições transientes (ex. de partida e parada) podem levar à iniciação e/ou propagação de trincas assistidas pelo meio. A Figura 11 apresenta as taxas de crescimento de trinca para uma liga de titânio e um aço de alta resistência expostos a diferentes meios agressivos. Observa-se claramente a diferença nas taxas de patamar e nos valores de  $K_{EAC}$  para as diferentes combinações.

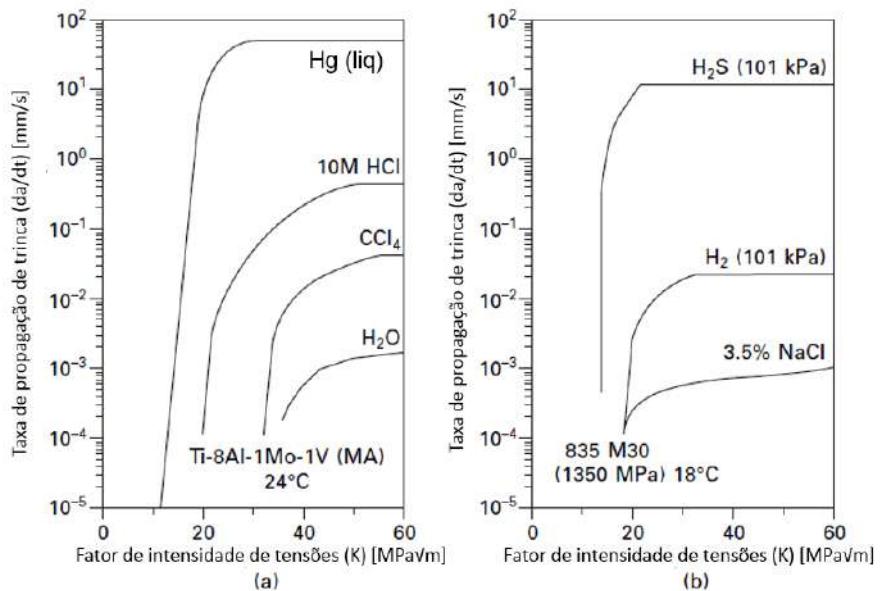


Figura 11 – Gráficos de  $da/dt$  (mm/s) vs.  $K$  para (a) uma liga de titânio e (b) um aço de alta resistência expostos a diferentes meios agressivos. (Lynch, 2011).

A aplicação de cargas flutuantes, mesmo que baixas, pode reduzir significativamente os valores de  $K_{EAC}$  e aumentar os de  $da/dt$ , quando comparado a carregamentos puramente estáticos. Estas cargas, chamadas de *ripple-loads* seriam equivalentes a testes de corrosão-fadiga com elevado  $R$  (0,90 – 0,95) (Figura 12). Já carregamentos cíclicos com valores de  $R$  mais baixos, são tratados diretamente como casos de corrosão-fadiga tradicionais.

A iniciação de trincas pode ocorrer a partir de defeitos pré-existentes como porosidades, pites, trincas de fadiga, falta de fusão, ou a partir de mecanismos como dissolução de banda de deslizamento ou corrosão intergranular. A Figura 13 ilustra diversos casos de iniciação de trinca. A propagação de trincas assistidas pelo meio é geralmente caracterizada por ramificações e trincamento secundário, sendo o modo de propagação intergranular ou transgranular (quasi-clivagem), ao invés da propagação transgranular por coalescência de microvazios (*dimples*) típica do ensaio de materiais dúcteis em meio inerte (Figura 14). Em alguns casos, o modo de propagação assistido pelo meio também se dá por coalescência de microvazios, entretanto mais rasos do que aqueles observados em meio inerte (Figura 15).

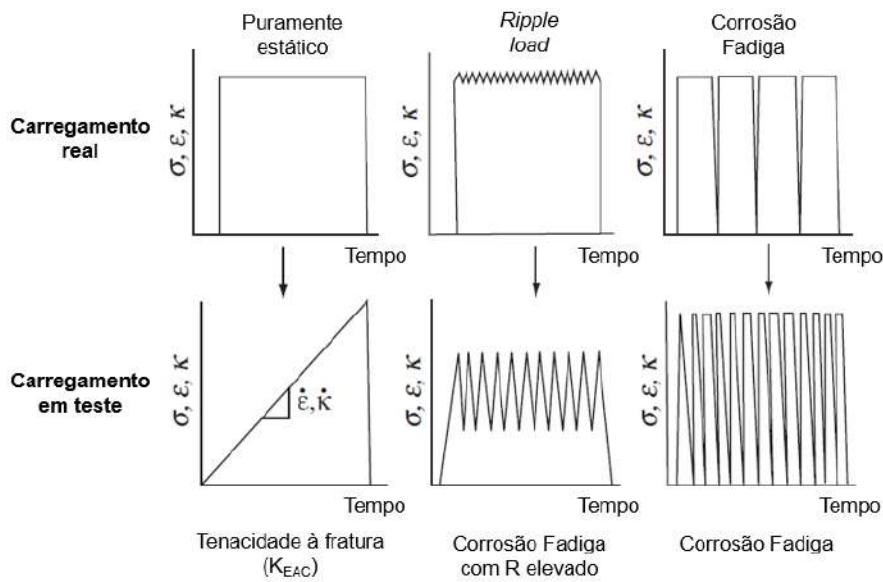


Figura 12 – Representação esquemática dos carregamentos reais e dos carregamentos equivalentes em testes de laboratório para obter os parâmetros de interesse. (Newman, 2010)

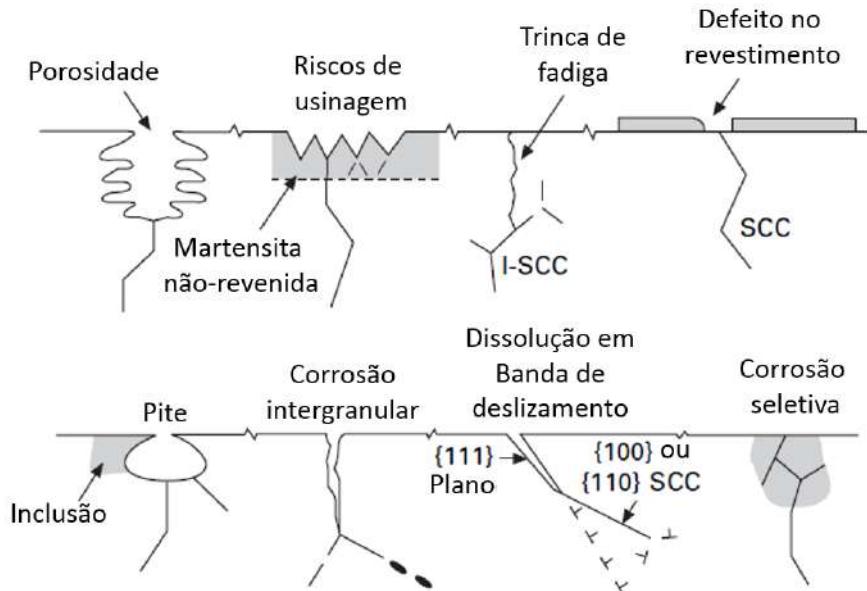


Figura 13 – Diagramas esquemáticos apresentando as formas mais comuns de locais de iniciação de trincas de corrosão sob tensão. (Lynch, 2011).

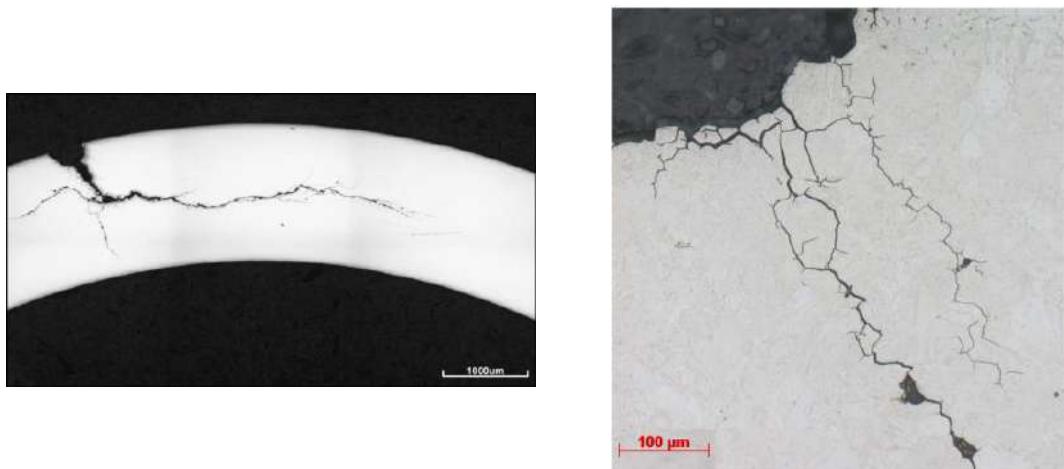


Figura 14 – Metalografias apresentando propagação de trinca (a) transgranular a partir de pite de corrosão em aço 316L testado em solução salina e (b) intergranular em solda de aço inoxidável martensítico.

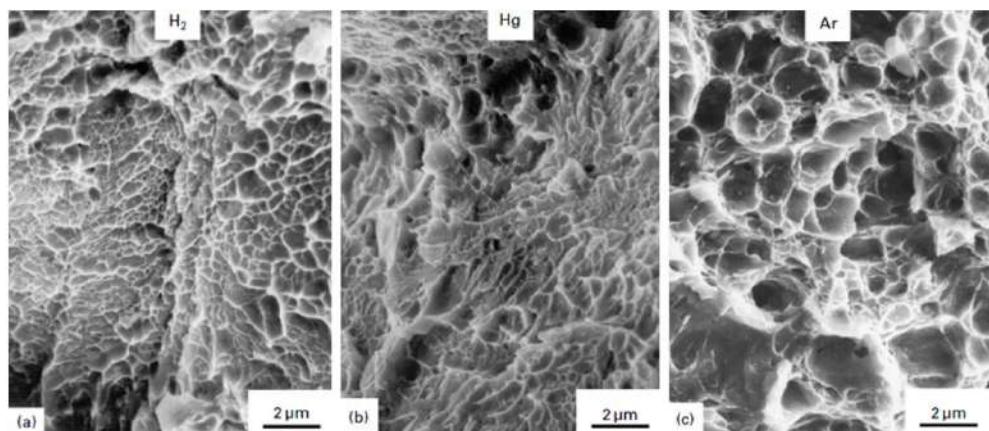


Figura 15 – Fractografias de corpos de prova testados em (a) hidrogênio gasoso e (b) mercúrio líquido apresentando *dimples* rasos, quando comparados com os *dimples* formados no ensaio ao ar (Lynch, 2011b).

O objetivo deste trabalho é caracterizar o comportamento de aços baixa liga sujeitos à fragilização por hidrogênio. Logo, os modos de falha assistidos por hidrogênio em aços serão discutidos em maior detalhe na Seção II.1.4, a seguir. Já os micromecanismos, específicos à fragilização por hidrogênio, serão discutidos na Seção II.1.5. Maiores informações sobre mecanismos de dano e micromecanismos atuantes em corrosão-sob-tensão, fragilização por metal líquido e corrosão-fadiga podem ser obtidos nos trabalhos de revisão de Lynch (2011a, 2011b) e Newman (2010).

## II.1.4 Modos de falha assistidos por hidrogênio em aços

A terminologia para os diferentes efeitos do hidrogênio em aços é, de certa maneira, complexa. Uma distinção inicial entre dois tipos de dano mais gerais pode ser feita:

- **Fragilização por hidrogênio (HE – Hydrogen Embrittlement):** Fratura com aspecto macroscópico geralmente frágil, causada por hidrogênio atômico, mesmo em concentrações extremamente baixas, como no caso de aços de elevada resistência mecânica;
- **Trincamento induzido por hidrogênio (HIC – Hydrogen Induced Cracking):** empolamento e trincamento a partir da formação de hidrogênio molecular em inclusões em aços de menor resistência, devido a fugacidades internas de hidrogênio elevadas, geralmente associado a serviço ácido (com H<sub>2</sub>S);

O termo fragilização por hidrogênio não seria adequadamente preciso, já que induz a noção de que o micromecanismo se dá estritamente de forma frágil. Como será discutido na Seção II.1.5, a fragilização por hidrogênio de aços de alta resistência pode ocorrer devido à facilidade de movimentação de discordâncias e com deformação plástica significativa, embora extremamente localizada. Outros autores empregam o termo trincamento assistido por hidrogênio (*hydrogen assisted cracking* - HAC), que embora correto, é próximo do fenômeno distinto HIC. Consequentemente, como o termo fragilização por hidrogênio é um termo largamente difundido, e o aspecto macroscópico da fratura é de fato frágil (pouca ou nenhuma deformação plástica macroscópica), ele será adotado ao longo deste trabalho. O fenômeno de trincamento sob tensão por sulfetos (SSC – *sulfide stress cracking*), embora apresente uma corrosão por perda de massa limitada, tem como micromecanismo a fragilização por hidrogênio, este gerado pela reação catódica da corrosão. O efeito crítico do H<sub>2</sub>S é como envenenador da reação de combinação do hidrogênio adsorvido em hidrogênio molecular, aumentando a entrada de hidrogênio atômico no aço (mais detalhes na Seção II.1.6).

O trincamento induzido por hidrogênio (HIC) diz respeito somente ao mecanismo também conhecido como empolamento ou trincamento em degraus (*step-wise cracking*), observado em aços de baixa resistência em serviço com H<sub>2</sub>S (Figura 16). Infelizmente, esta terminologia já foi empregada na literatura para casos de fragilização por hidrogênio (McMahon Jr, 2012). Alguns autores empregam o termo trincamento induzido por pressão de hidrogênio, separando claramente este mecanismo daqueles induzidos

diretamente pelo hidrogênio atômico (Fowler, 2010). O fenômeno de trincamento induzido por hidrogênio e orientado por tensão (SOHIC – *stress-oriented hydrogen induced cracking*) apresenta micromecanismos similares aos dois casos extremos descritos.

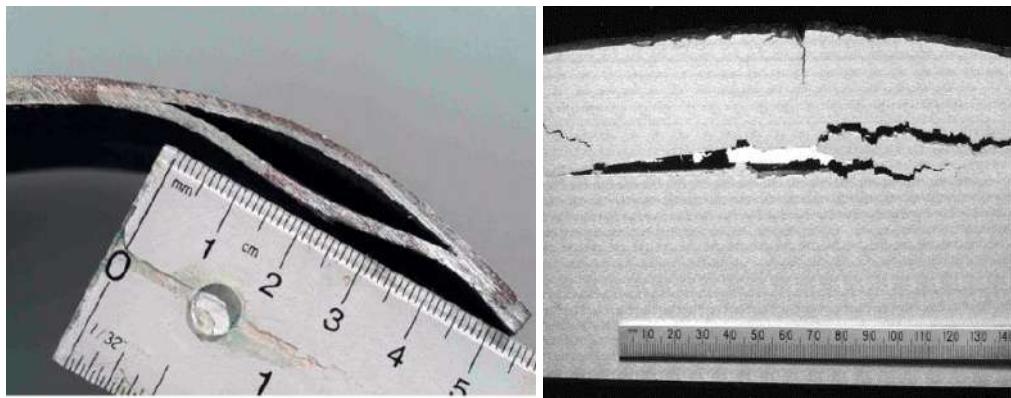


Figura 16 – (a) Empolamento em tubo de aço (b) Trincamento em degraus em chapa de aço (Fowler, 2010).

O termo trincamento sob tensão induzido por hidrogênio (HISC – *Hydrogen-induced stress cracking*) tem sido utilizado na literatura de fragilização por hidrogênio principalmente para aços inoxidáveis duplex e superduplex, mas também para ligas de níquel e mesmo aços baixa-liga. Na opinião do presente autor, não há justificativa clara para a troca de nomenclatura.

O fenômeno conhecido como trinca a frio ou trinca retardada em soldagem é uma forma de fragilização por hidrogênio, sendo favorecida em juntas soldadas pela introdução de hidrogênio na poça de fusão a partir do ambiente ou de fluxos (alta solubilidade na fase líquida), e pelas elevadas tensões residuais. Inclusive, os limites de dureza geralmente estabelecidos de ~350 HV para juntas soldadas (em função do extenso trabalho de Henry Granjon nas décadas de 50-60) são similares aos limites de equipamentos submarinos em aço carbono submetidos à proteção catódica (NORSOK, 2002) (DNV OS F-101, 2012).

Outro mecanismo de dano por hidrogênio é conhecido como ataque por hidrogênio a alta temperatura (HTHA – *high temperature hydrogen attack*). Este fenômeno envolve a dissociação térmica de hidrogênio gasoso, difusão e reação do hidrogênio dissolvido com carbono do aço, gerando elevadas pressões internas de metano, deterioração da microestrutura e subsequente trincamento.

Como o objetivo deste trabalho é caracterizar o comportamento de aços baixa liga sujeitos à fragilização por hidrogênio, os micromecanismos específicos serão discutidos a seguir. Maiores informações sobre outros modos de falha assistidos por hidrogênio e micromecanismos atuantes podem ser obtidos nos trabalhos de revisão de Lynch (2011b), Fowler (2010), Cottis (2010), Ianuzzi (2011).

### **II.1.5 Micromecanismos de Fragilização por Hidrogênio**

Os processos atômicos básicos que podem promover crescimento de trinca em um fenômeno de corrosão sob tensão são descritos por Lynch (2011a) como:

- Remoção de átomos da ponta da trinca para a solução (dissolução);
- Movimentos de cisalhamento de átomos na ponta da trinca – seja por emissão de discordâncias a partir da ponta da trinca ou por chegada de discordâncias de sinal contrário nesta;
- Separação em tração de átomos na ponta da trinca (decoesão), o que pode envolver movimentos de cisalhamento incipientes;
- Difusão superficial de átomos a partir da ponta da trinca;

Para o fenômeno de fragilização por hidrogênio em aços carbono o crescimento por dissolução (remoção de átomos) e por formação de hidretos são descartados. Os outros mecanismos propostos são geralmente combinações dos processos básicos listados. Uma revisão detalhada dos mecanismos propostos foge ao escopo deste trabalho, sendo sugeridas as revisões de Lynch (2011a; 2011b), Cottis (2010), Robertson *et al.* (2012), Robertson *et al.* (2015). Os principais mecanismos propostos são descritos brevemente a seguir.

#### **Decoesão assistida por hidrogênio**

##### **(HEDE – *hydrogen-enhanced decohesion*)**

O mecanismo envolve a concentração de hidrogênio em regiões de tensões hidrostáticas elevadas, onde a rede cristalina está dilatada, em interfaces partícula/matriz ou em contornos de grão. A presença do hidrogênio enfraquece as ligações interatômicas e facilita a decoesão (Figura 17). (Lynch, 2011b) (Gerberich, 2012).

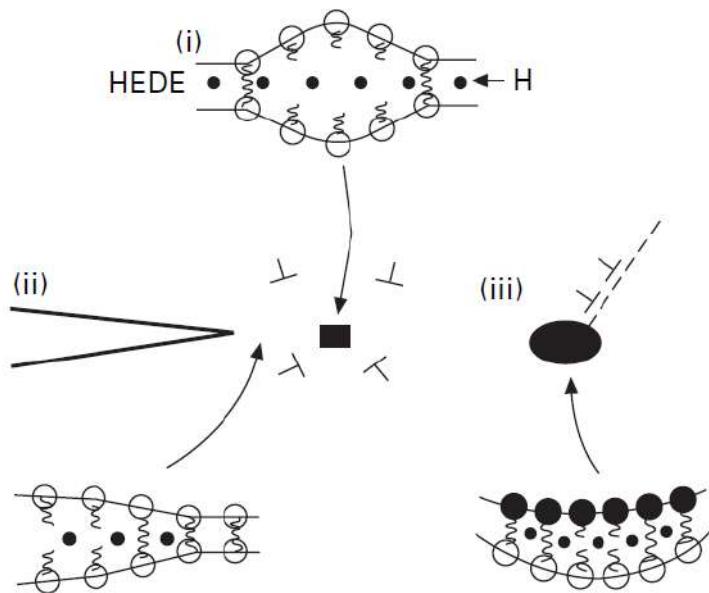


Figura 17 – Diagramas esquemáticos ilustrando o mecanismo HEDE, envolvendo a separação trativa de átomos devido a ligações interatômicas enfraquecidas com (i) hidrogênio na rede cristalina, (ii) hidrogênio adsorvido e (iii) hidrogênio em interfaces partícula/matriz. (Lynch, 2011b)

### Plasticidade localizada assistida por hidrogênio

#### (HELP – *hydrogen-enhanced localised plasticity*)

Também envolve a concentração de hidrogênio em regiões de tensões hidrostáticas elevadas e grande deformação plástica à frente da trinca, onde atmosferas de hidrogênio em volta de discordâncias ou átomos de hidrogênio no núcleo de discordâncias reduzem os campos de tensões das discordâncias e de outros defeitos, consequentemente facilitando a movimentação destas. Além disto, a presença do hidrogênio também aumenta a atividade de fontes de discordâncias. Lynch (2011b) sugere que o aumento da atividade de discordâncias à frente da trinca (na zona plástica) promove o crescimento de trinca por um processo de deslizamento/coalescência de microvazios mais localizado do que aquele observado em ambientes inertes (Figura 18), o que é de fato observado em determinados casos (Figura 15).

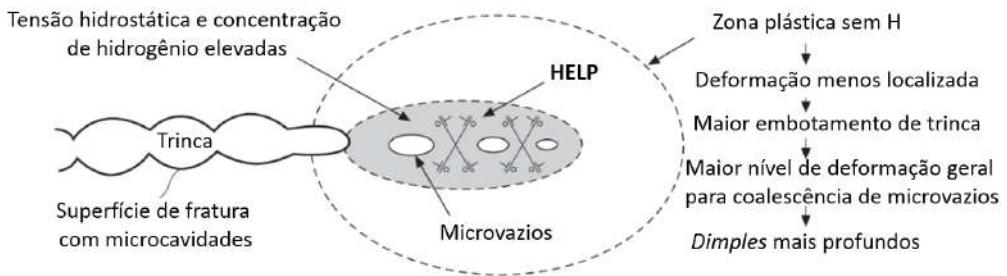


Figura 18 – Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo HELP, envolvendo um processo de coalescência de microvazios, com plasticidade localizada facilitada em regiões com concentrações elevadas de hidrogênio (Lynch, 2011b)

Robertson *et al.* (2015) apresentam um resumo das observações realizadas em microscopia eletrônica de transmissão da movimentação de discordâncias e suas interações com contornos de grão, favorecendo o mecanismo HELP. A Figura 19 ilustra alguns dos resultados - extremamente interessantes - do grupo de trabalho, onde foi demonstrado que superfícies de fratura ~100% intergranulares apresentavam logo abaixo das facetas (ou seja, dos contornos de grão) elevada densidade de discordâncias organizadas em células, indicativo de intensa deformação plástica localizada. Logo, mesmo o aspecto de fratura intergranular, tido como de origem frágil, seria, na realidade, originado por intensa deformação localizada. (Martin *et al.*, 2012) (Wang *et al.*, 2014).

Com a movimentação das discordâncias (carregando átomos de hidrogênio) para os contornos de grão, seu empilhamento e a possível acomodação destas nos contornos, o transporte de hidrogênio à frente da trinca é favorecido, podendo inclusive ocorrer um acúmulo de hidrogênio nos contornos de grão (Robertson *et al.*, 2015). Diversos autores sugerem que este transporte facilitado de hidrogênio com a movimentação de discordâncias pode superar significativamente o transporte por difusão em certas ligas (Dadfarinia *et al.*, 2015).

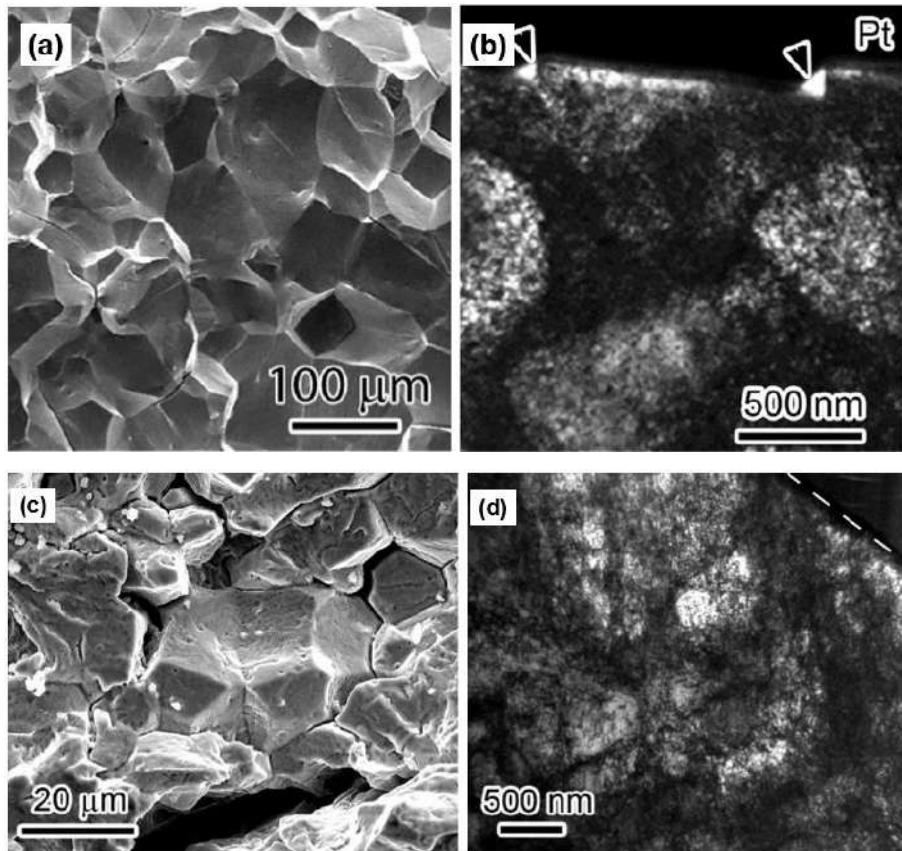


Figura 19 – Fractografias em MEV das superfícies de fratura intergranulares em (a) Níquel 201 e (c) Ferro obtidas em ensaios hidrogenados. Imagens de transmissão logo abaixo de uma faceta intergranular em (b) Ni 201 (d) Fe, evidenciando a microestrutura com densidade elevada de discordâncias organizadas em células (Martin *et al.*, 2012) (Wang *et al.*, 2014) (Robertson *et al.*, 2015).

### **Emissão de discordâncias induzidas por adsorção**

#### **(AIDE – *adsorption-induced dislocation-emission*)**

Neste mecanismo, proposto por Lynch (2011b), átomos de hidrogênio adsorvidos na superfície enfraquecem as ligações interatômicas facilitando, neste caso, não a decoesão, mas a nucleação de discordâncias. A nucleação de discordâncias envolve a formação simultânea de um núcleo de discordância e de um degrau na superfície pelo cisalhamento de átomos, a algumas distâncias atômicas da superfície da trinca. Estes processos são facilitados com o enfraquecimento das ligações interatômicas por adsorção. A emissão facilitada de discordâncias a partir da ponta da trinca promove a coalescência desta com os vazios formados na zona plástica à frente da trinca (Figura 20).

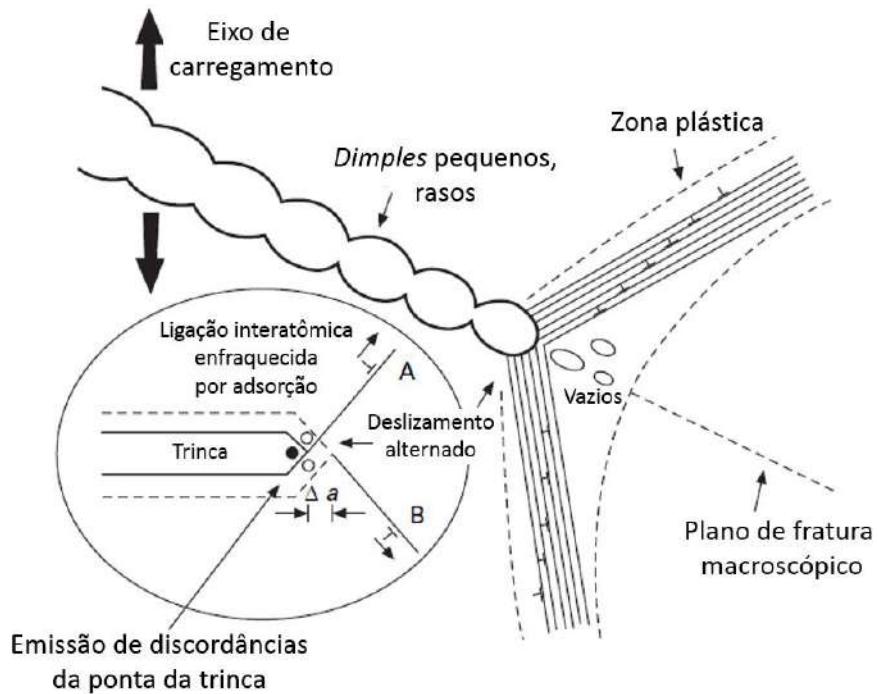


Figura 20 – Diagrama esquemático ilustrando o mecanismo AIDE, envolvendo o crescimento de trinca por deslizamento alternado a partir da ponta da trinca, permitindo a coalescência da trinca com microvazios formados na zona de processo de fratura logo à frente. (Lynch, 2011b)

O mecanismo AIDE foi proposto por Lynch não somente para fragilização por hidrogênio, mas também para outros mecanismos de corrosão sob tensão e fragilização por metal líquido. É interessante observar que enquanto os mecanismos HEDE e HELP necessitam de difusão ou transporte de hidrogênio por discordâncias até a zona de processo de fratura à frente da trinca, o mecanismo AIDE envolve apenas as primeiras camadas atômicas da ponta da trinca. Resultados de cálculos quânticos baseados em primeiros princípios para o sistema Ga/Al demonstram que deve ocorrer uma mistura superficial na primeira camada atômica (Stumpf & Feibelman, 1996 apud Newman, 2010). Embora extremamente superficial, o trincamento assistido pelo meio no sistema Ga/Al apresenta as taxas de propagação mais rápidas registradas (Newman, 2010). Lynch (2011b) apresenta fractografias de aços martensíticos de alta resistência testados em hidrogênio gasoso e mercúrio líquido (Figura 21). Observa-se superfícies de fratura semelhantes, com propagação intergranular, e *dimples* nas facetas intergranulares. É extremamente interessante que meios distintos como hidrogênio gasoso e mercúrio líquido produzam superfícies de fratura tão semelhantes. A impossibilidade de difusão do mercúrio no aço favorece o mecanismo AIDE proposto, baseado somente no efeito de

adsorção. Pode ocorrer ainda uma combinação dos mecanismos propostos, dependendo do sistema em questão (Figura 22). Robertson *et al.* (2015) apresentam críticas ao mecanismo AIDE, sugerindo que características similares na fratura final não garantem que o trincamento seja causado pelo mesmo micromecanismo.

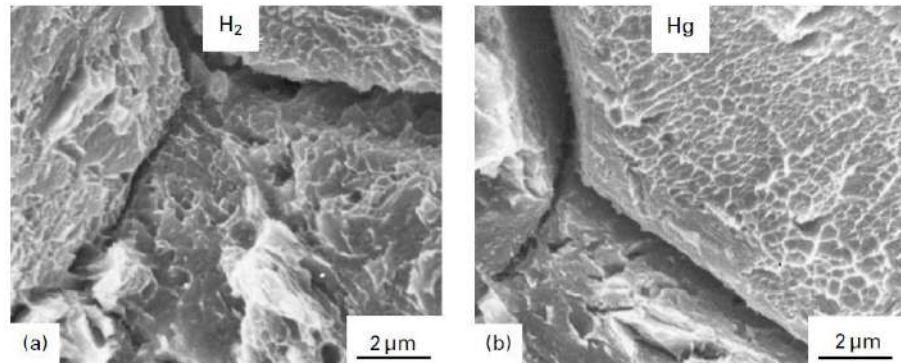


Figura 21 – Fractografias em MEV de aço martensítico de alta resistência testado em (a) hidrogênio gasoso (101kPa) e (b) mercúrio líquido a 20°C. Observam-se facetas intergranulares com *dimples* (Lynch, 2011b).

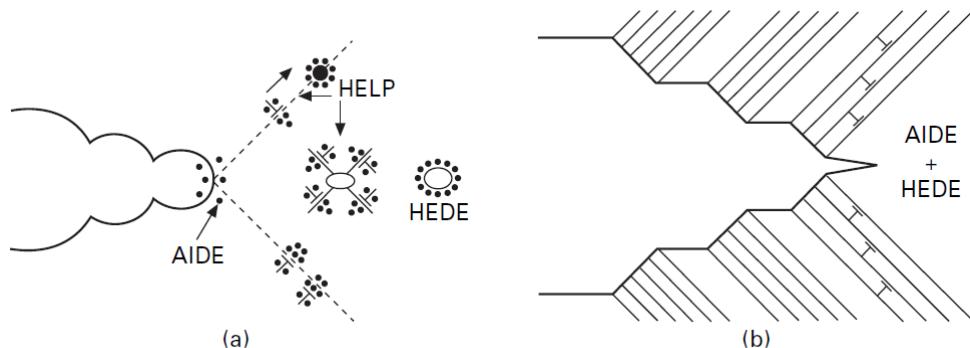


Figura 22 – Diagramas esquemáticos ilustrando mecanismos híbridos (a) AIDE com contribuições de HELP e HEDE, (b) AIDE alternando com HEDE (Lynch, 2011b).

### II.1.6 Geração e transporte de hidrogênio

O hidrogênio pode entrar em aços a partir da fase gasosa ou em meio aquoso. A geração de hidrogênio a partir da fase gasosa envolve geralmente a adsorção da molécula de gás hidrogênio, a sua dissociação térmica em átomos adsorvidos e a absorção e difusão destes para a rede cristalina (Figura 23, Equação 4 e Equação 5) (Cottis, 2010). As etapas de adsorção irão depender da presença de filmes passivos, óxidos e de gases que competem

com o hidrogênio gasoso pela superfície de adsorção. Já a etapa de dissociação térmica é altamente dependente da temperatura.

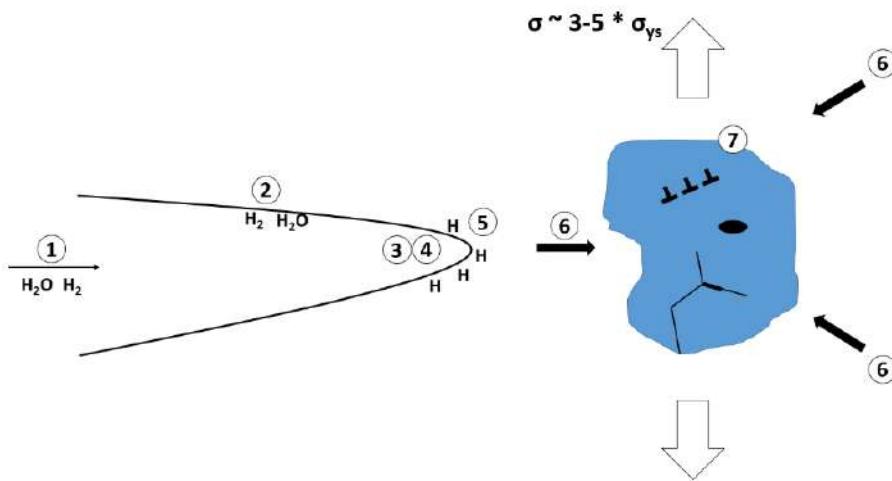
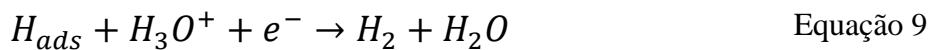


Figura 23 – Diagrama esquemático ilustrando a geração e transporte de hidrogênio a partir de hidrogênio gasoso ou meio aquoso. (1) Transporte molecular (2) Adsorção das moléculas (3)(4) Reações eletroquímicas ou dissociação e adsorção do hidrogênio atômico (5) absorção de hidrogênio na rede cristalina à frente da trinca (6) transporte de hidrogênio da ponta da trinca ou de outras partes do material para a zona de processo da fratura, onde são observadas tensões hidrostáticas da ordem de 3 a 5 vezes o limite de escoamento (7) processos de fratura facilitados na zona de processo devido à presença de hidrogênio. (Adaptada de Gangloff, 2003).



O mecanismo de entrada de hidrogênio pela via eletroquímica em meio aquoso ocorre em duas etapas. A primeira etapa é a transferência inicial de carga que produz um átomo de hidrogênio adsorvido, conhecida como a reação de Volmer. A reação exata depende da concentração de íons hidrogênio no meio, sendo dada pela Equação 6 para meios ácidos e pela Equação 7 para meios neutros ou básicos. Após a adsorção do hidrogênio na superfície do aço ocorrem duas reações em paralelo – a entrada de hidrogênio atômico no metal (Equação 8) e a produção de hidrogênio molecular (Cottis, 2010). Esta última pode ocorrer através de dois mecanismos. O primeiro, conhecido como recombinação química ou reação de Tafel, consiste na combinação de dois átomos de hidrogênio produzindo uma molécula de hidrogênio gasoso (inverso da Equação 4). O segundo mecanismo, conhecido como desorção eletroquímica ou reação de Heyrovsky, consiste em uma reação eletroquímica com hidrogênio adsorvido (Equação 9 e Equação 10). Nas situações

usualmente encontradas, a produção de hidrogênio molecular segue a reação de Tafel. Entretanto, em soluções muito alcalinas ou em sobrepotenciais elevados, a desorção eletroquímica pode governar (Figura 24).



Após entrada no material, o hidrogênio na forma atômica pode se localizar nos sítios intersticiais ou em defeitos, chamados de ‘armadilhas’. As armadilhas incluem lacunas, átomos de soluto, discordâncias, precipitados, contornos de grão, vazios e inclusões não metálicas (Figura 25). As armadilhas são geralmente classificadas como saturáveis ou insaturáveis quanto à existência de um limite de sítios onde hidrogênio pode se localizar. Contornos de grão e discordâncias são armadilhas saturáveis, enquanto vazios são considerados insaturáveis, com o número de sítios variando em função da fugacidade. Outra classificação, em reversíveis ou irreversíveis, diz respeito à energia de ligação da armadilha. Armadilhas irreversíveis (grande energia de ligação) como contornos de grão e interfaces inclusões/matriz aprisionam o hidrogênio a temperatura ambiente. Já armadilhas reversíveis, como discordâncias, permitem que o hidrogênio escape e atue no processo de fratura. Para mais informações a respeito do estado da arte sobre a teoria de armadilhas e as implicações na fragilização por hidrogênio, sugere-se o trabalho de revisão de Alan Turnbull, *Hydrogen diffusion and trapping in metals* (2012), no compêndio *Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy*.

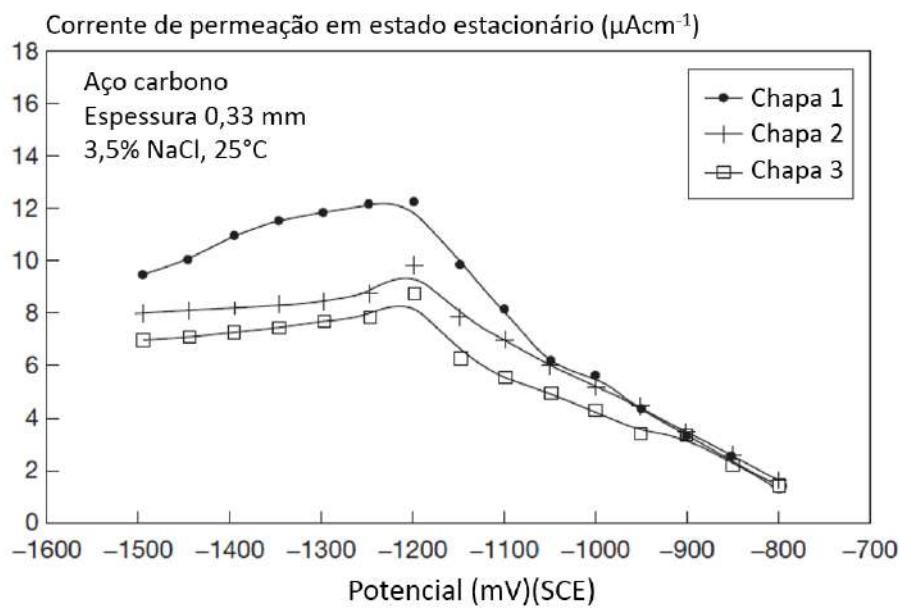


Figura 24 – Corrente de permeação de hidrogênio em função do potencial aplicado em um aço carbono em solução de 3,5% NaCl a 25°C. Observa-se uma mudança da reação governante abaixo de -1200mV (SCE) (Cottis, 2010).

A existência de armadilhas irreversíveis leva à existência de duas concentrações de hidrogênio como referência: a concentração de hidrogênio difusível, que pode participarativamente nos mecanismos de dano e se difundir para as regiões de concentração de tensões à frente da trinca, com a propagação desta, e o hidrogênio não difusível, preso em armadilhas irreversíveis. Estas concentrações podem ser medidas a partir de técnicas como a espectroscopia de desorção térmica. Dadfarnia *et al.* (2011) avaliaram a possibilidade de mitigação da fragilização por hidrogênio utilizando armadilhas irreversíveis, considerando a alternativa inviável com base nos resultados obtidos.

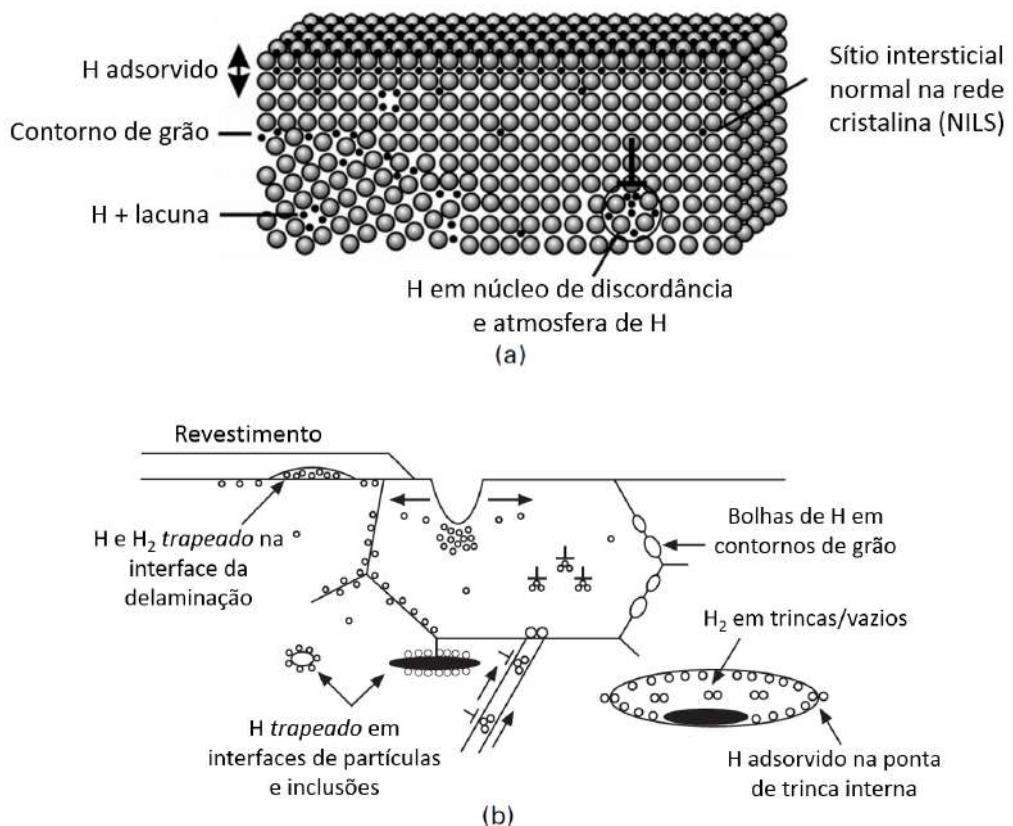


Figura 25 – Representações esquemáticas dos locais e armadilhas para o hidrogênio em materiais (a) em uma escala atômica e (b) em uma escala microscópica (Lynch, 2011b).

O estudo do transporte de hidrogênio em aço é realizado geralmente por ensaios de permeação. Estes ensaios envolvem a permeação de hidrogênio através de uma fina membrana de aço ( $< 1\text{mm}$ ). O ensaio pode ser realizado com hidrogênio gasoso ou com soluções aquosas, geralmente em células de permeação eletroquímica como a desenvolvida por Devanathan e Stachurski (1964) (Figura 26). O ensaio de permeação em célula eletroquímica é normatizado no documento ISO 17081 (2014). A partir do ensaio é possível obter a solubilidade e o coeficiente de difusão para dado meio, material e temperatura. Uma consequência da existência de armadilhas é seu efeito de redução do coeficiente de difusão aparente, já que as armadilhas tendem a aumentar a solubilidade de hidrogênio no material (Griffiths & Turnbull, 1995). Valores típicos do coeficiente de difusão aparente para aços baixa liga a temperatura ambiente são da ordem de  $10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ .

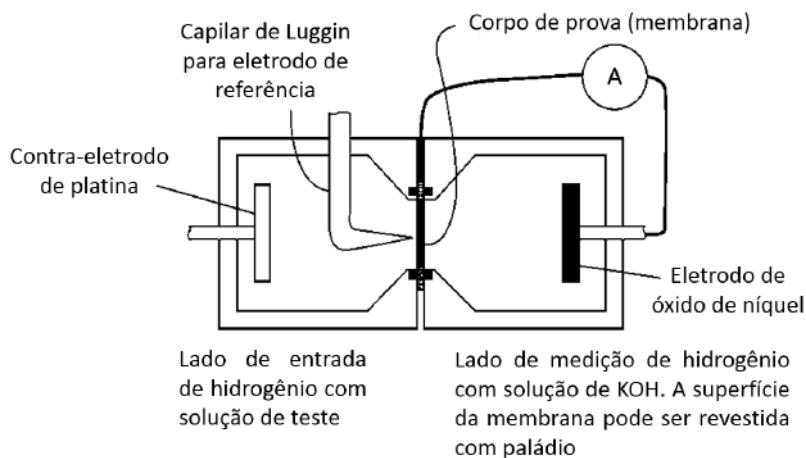


Figura 26 – Representação esquemática de uma célula de permeação Devanathan-Stachurski (Cottis, 2010).

Contaminantes no meio corrosivo exercem grande influência na permeação de hidrogênio em aços. A quantidade de átomos de hidrogênio adsorvidos gerada na superfície de um aço submetido a proteção catódica (~1100 mV SCE) é, geralmente, superior àquela gerada em aço exposto a soluções aquosas com sulfeto de hidrogênio ( $H_2S$ ). Entretanto, o  $H_2S$  funciona como um envenenador da recombinação dos átomos de hidrogênio em hidrogênio molecular, e a permanência dos átomos adsorvidos por mais tempo favorece sua entrada no aço. Existe ainda o possível efeito da pressão hidrostática em altas profundidades (típicas de componentes submarinos), que favoreceria a permeação de hidrogênio e aumentaria a atividade deste no aço (fugacidade) (Festy, 1991, 2001) (Dean *et al.*, 2008). A Figura 27 apresenta resultados de concentrações subsuperficiais de hidrogênio obtidas em ensaios de permeação em aços baixo carbono em água do mar, comparando diferentes potenciais catódicos e o efeito de bactérias redutoras de sulfato (BRS), que geram  $H_2S$ , favorecendo a entrada de hidrogênio. Observa-se que o menor potencial catódico com  $H_2S$ , já apresenta concentração superior ao maior potencial em água do mar estéril.

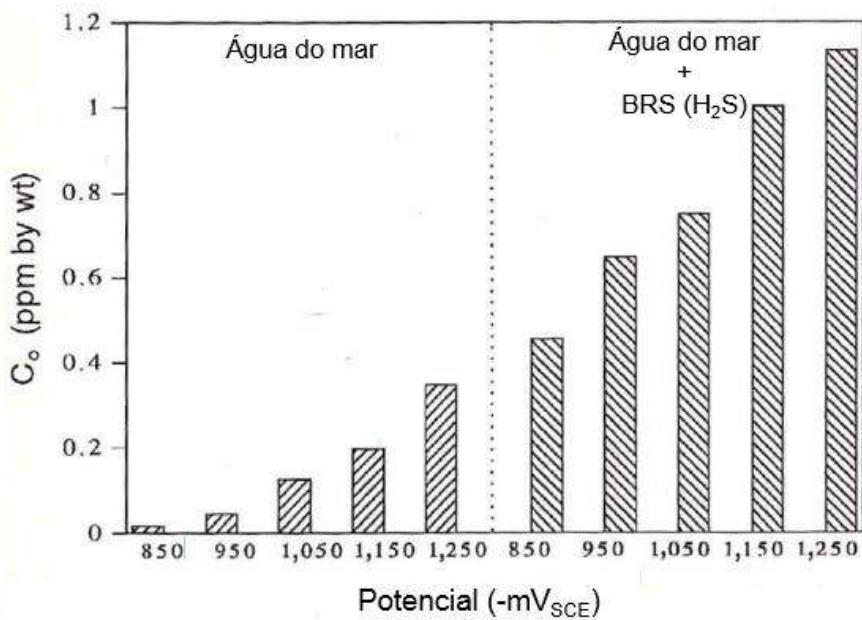


Figura 27 – Concentrações subsuperficiais de hidrogênio obtidas em ensaios de permeação para diferentes potenciais catódicos em água do mar estéril e em água do mar com bactérias redutoras de sulfato (BRS), que geram H<sub>2</sub>S (Robinson & Kilgallon, 1994).

Em soluções salinas neutras (ex. água do mar) desaeradas, a polarização anódica de aços com pouco cromo tende a reduzir a taxa de entrada de hidrogênio (Figura 28), já que a queda no pH com a hidrólise do íon ferroso (Fe<sup>2+</sup>) é limitada e não compensa o aumento de potencial. Entretanto, em soluções aeradas, o íon ferroso pode ser oxidado a íon férrico (Fe<sup>3+</sup>) pelo oxigênio dissolvido, e devido à solubilidade reduzida do íon férrico o pH cai consideravelmente (Cottis, 2010). Já na região entre o potencial de circuito aberto e -1200 mV SCE, a solução desaerada apresenta taxas de permeação significativamente maiores que a solução aerada.

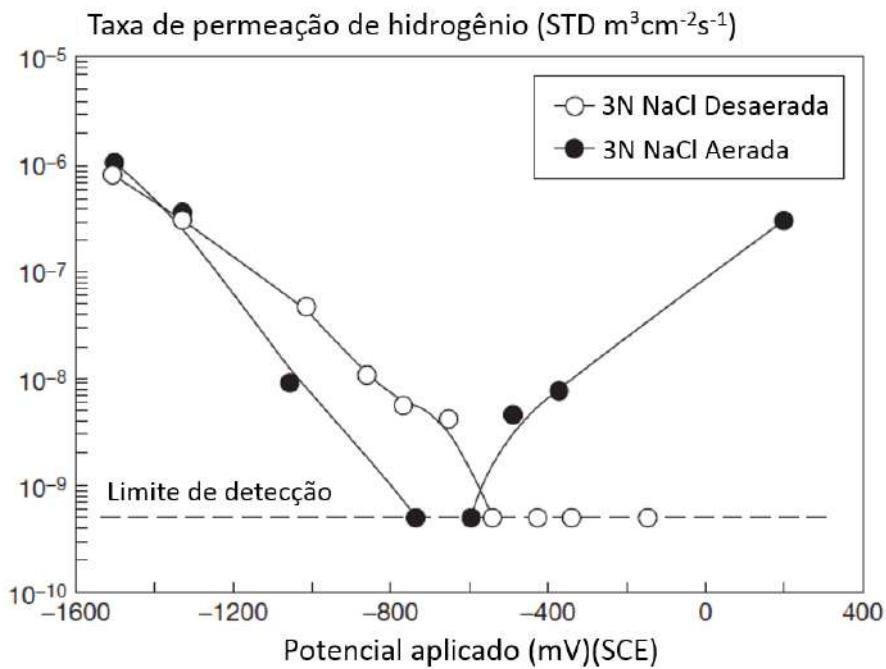


Figura 28 – Correntes de permeação de hidrogênio em função do potencial aplicado em aço baixa liga em soluções aerada e desaerada de 3N de NaCl, evidenciando o efeito do oxigênio (Barth & Troiano, 1972 apud Cottis, 2010)

### II.1.7 Fragilização por hidrogênio em aços baixa liga

Além do compromisso geralmente esperado na ductilidade com o aumento da resistência, aços de alta resistência apresentam uma suscetibilidade muito maior a mecanismos assistidos pelo meio, em especial fragilização por hidrogênio (Figura 29). Concentrações de hidrogênio inferiores a 1 ppm já levam a reduções significativas nos valores de  $K_{TH}$ . Os dados da Figura 29 foram todos obtidos em ensaios com hidrogênio gasoso, e permitem obter uma relação de  $K_{TH}$  com a concentração de hidrogênio. Já a Figura 30 demonstra que a partir de um limite de escoamento de aproximadamente 1500 MPa o valor de  $K_{TH}$  atinge um valor mínimo limite, inferior a  $20 \text{ MPa.m}^{-0.5}$ .

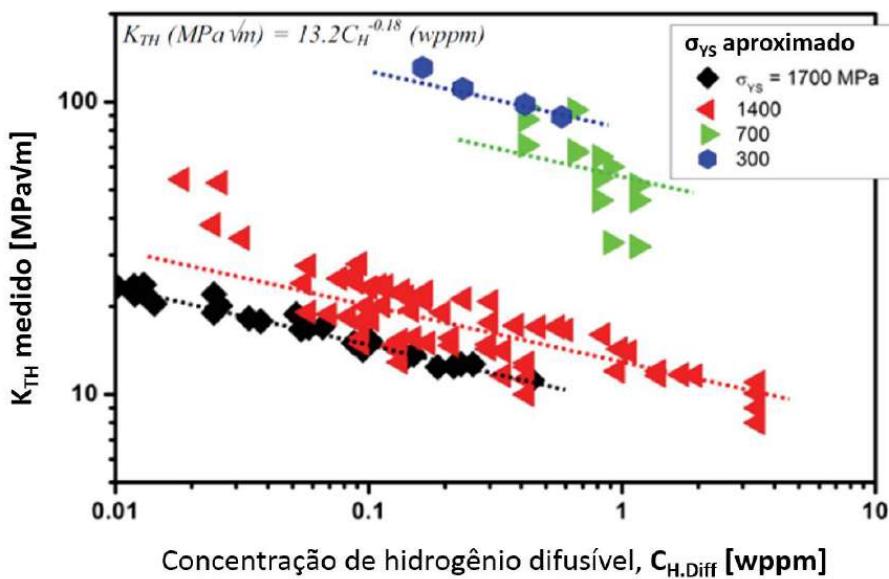


Figura 29 –  $K_{TH}$  medido em ensaios com  $H_2$  em função da concentração de hidrogênio difusível na ponta da trinca para diferentes níveis de limite de escoamento em aços (Gangloff, 2008).

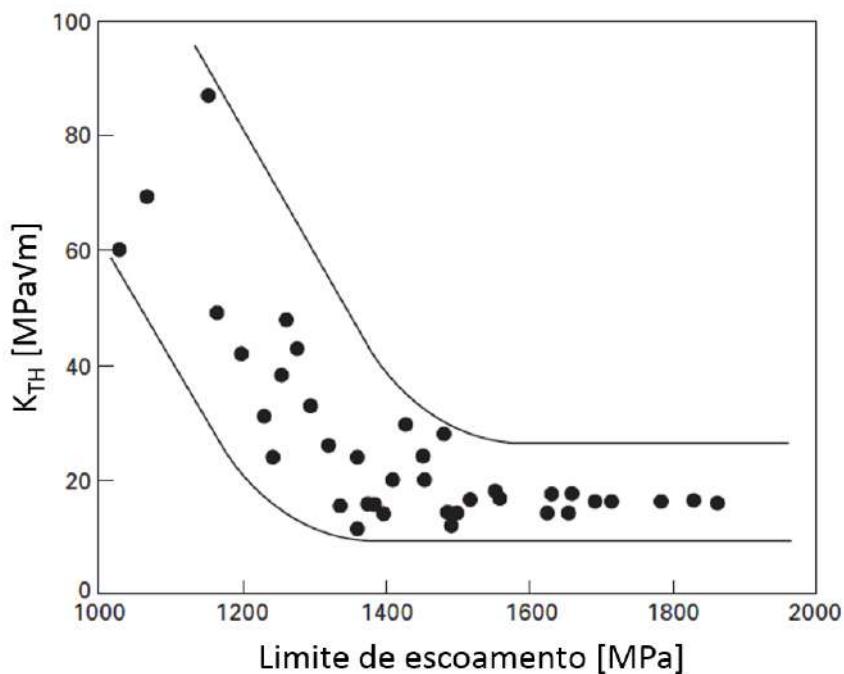


Figura 30 – Fatores de intensidade de tensão limiares para 4340, determinados em testes em  $H_2$ , soluções salinas e amostras pré-carregadas, em função do limite de escoamento (Garrison & Moody, 2012).

A fratura assistida por hidrogênio em aços baixa liga pode apresentar os três modos de propagação – intergranular, quasi-clivagem e coalescência de microvazios (*dimples*) (Figura 31). O modo de propagação é principalmente função do nível de  $K$  aplicado, da

microestrutura e da composição química (teor de impurezas) (Beachem, 1972). É importante frisar que o descritivo quasi-clivagem diz respeito a um modo de fratura fora de planos de clivagem, com linhas que se propagam aproximadamente paralelas à direção de propagação da trinca. Nagao *et al.* (2012) compararam a microestrutura desenvolvida abaixo de uma superfície de quasi-clivagem produzida em um aço martensítico testado com hidrogênio à superfície de quasi-clivagem produzida em um aço martensítico sem hidrogênio, testado a baixa temperatura. O aço hidrogenado apresentava altos níveis de deformação que levavam a falhas nos contornos de ripas. Já no aço sem hidrogênio a microestrutura logo abaixo da superfície de fratura era similar àquela do material sem deformação plástica. A ruptura ao longo dos contornos de ripas e planos de deslizamento está ilustrada na Figura 32 e na Figura 33.

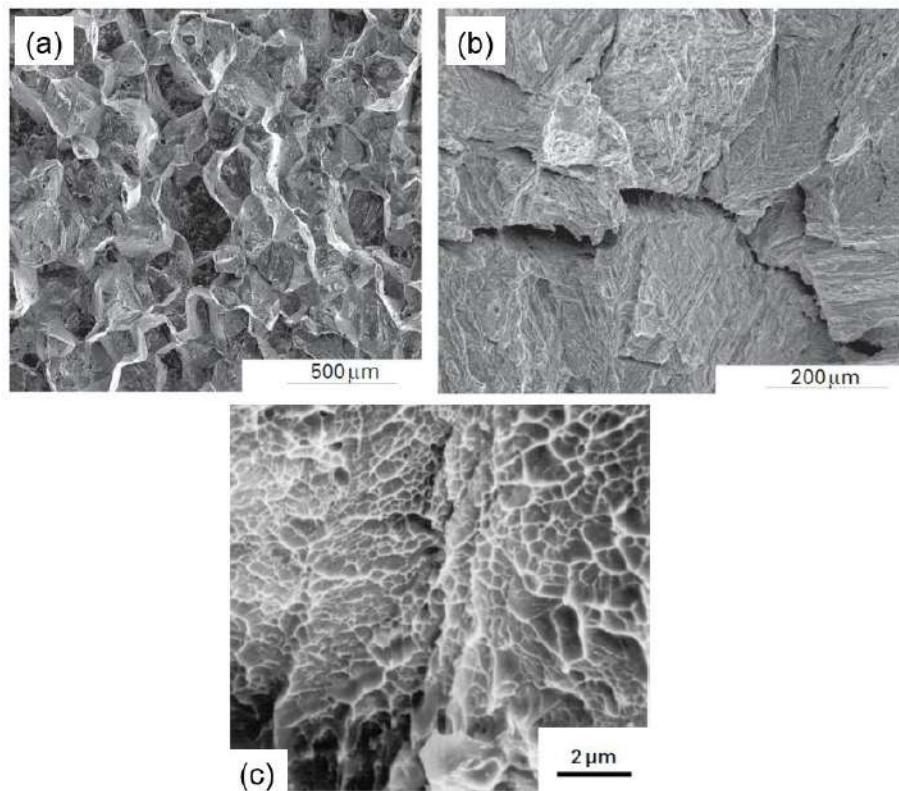


Figura 31 – Propagação (a) intergranular, (b) quasi-clivagem e (c) por coalescência de microvazios em aços baixa liga sujeitos a fragilização por hidrogênio (McMahon Jr, 2012) (Lynch, 2011b).

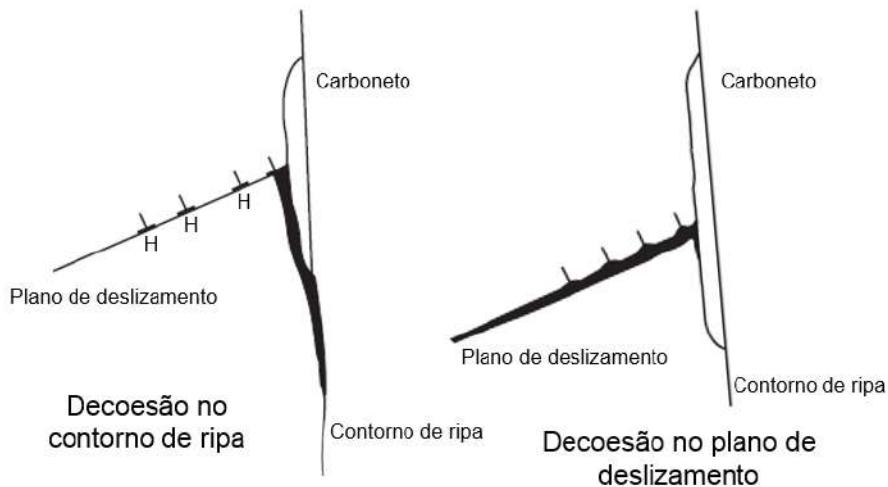


Figura 32 – Representação esquemática da decoesão ao longo de contornos de ripa e ao longo de planos de deslizamento (Adaptada de McMahon Jr, 2012).

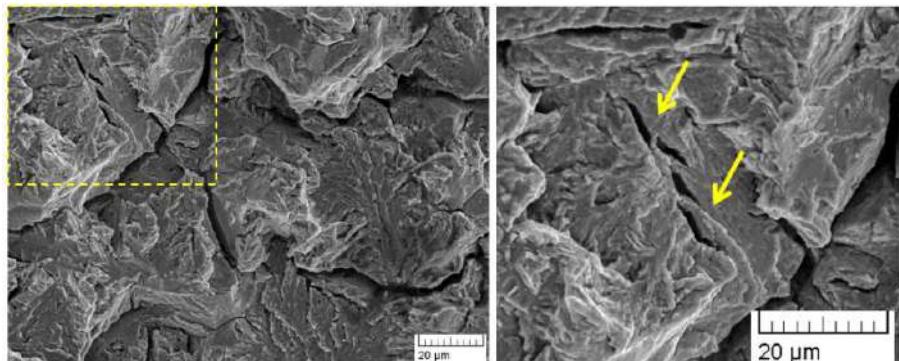


Figura 33 – Fractografia de aço baixa liga temperado e revenido fraturado em ambiente hidrogenado evidenciando as falhas ao longo de contornos de ripa.

A fragilização por hidrogênio depende diretamente da difusão do hidrogênio ou de seu transporte por discordâncias para a zona de processo de fratura. Ambos os mecanismos de transporte são fortemente dependentes da temperatura, observa-se, portanto, uma forte dependência dos valores de  $K_{TH}$  e da  $d/dt$  com a temperatura de ensaio. A Figura 34 mostra valores de  $K_{TH}$  em função da temperatura para aços baixa liga de alta resistência. Ocorre um aumento significativo em  $K_{TH}$  para temperaturas acima da temperatura ambiente, na qual considera-se geralmente que a fragilização por hidrogênio é mais significativa. Em temperaturas mais baixas a difusividade do hidrogênio é reduzida, enquanto para temperaturas mais altas sua difusividade é demasiado elevada e as interações com armadilhas (discordâncias, contornos de grão, partículas) é significantemente reduzida.

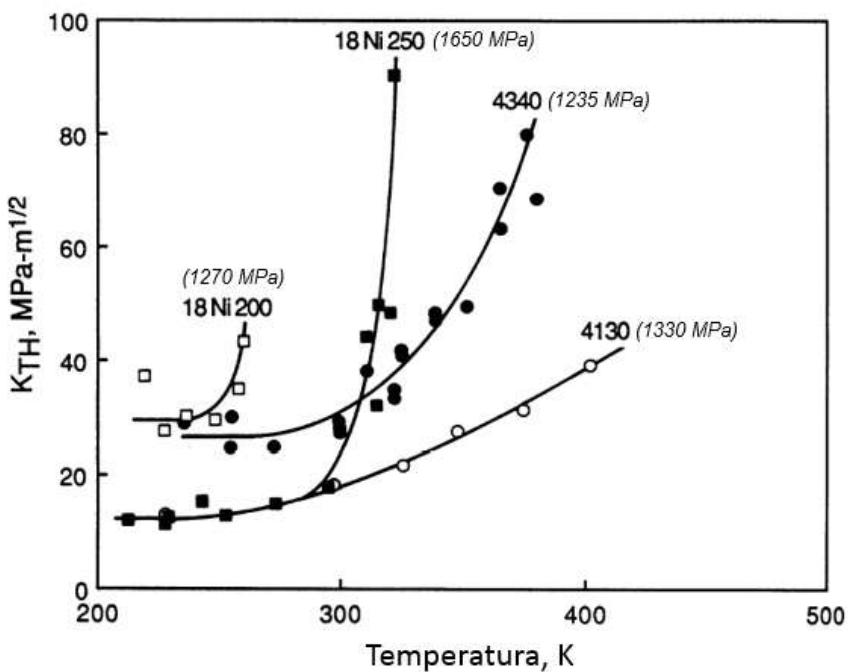


Figura 34 – Dependência da temperatura do  $K_{TH}$  em aços martensíticos de alta resistência testados em  $H_2$  em carga constante ou crescente. Os limites de escoamento de cada aço estão indicados (Adaptada de Gangloff, 2008).

A fragilização por hidrogênio em aços baixa liga temperados e revenidos é função não somente da concentração de hidrogênio, mas também da concentração de impurezas nos contornos de grão. Os mesmos elementos geralmente associados com fragilização ao revenido são responsáveis por agravar o efeito do hidrogênio. Para um aço 5% NiCrMoV com diferentes níveis de Mn e Si testado em 0,21 MPa de hidrogênio gasoso o valor de  $K$  limiar diminui em função do tempo de tratamento a 480°C (quanto maior o tempo, maior a segregação no contorno de grão) (Figura 35). Observa-se ainda que o modo de propagação passa de ‘quase-clivagem’ para intergranular. Efeito similar é observado com adições de Sb, Sn, P e S (McMahon Jr, 2012). O efeito das impurezas pode ser somado ao efeito da concentração de hidrogênio através de uma equação empírica, resultando em uma relação única com  $K_{TH}$ , conforme demonstrado por Bandyopadhyay *et al.* (1983) para aços 4340 de pureza comercial e corridas de laboratório de alta pureza (Figura 36).

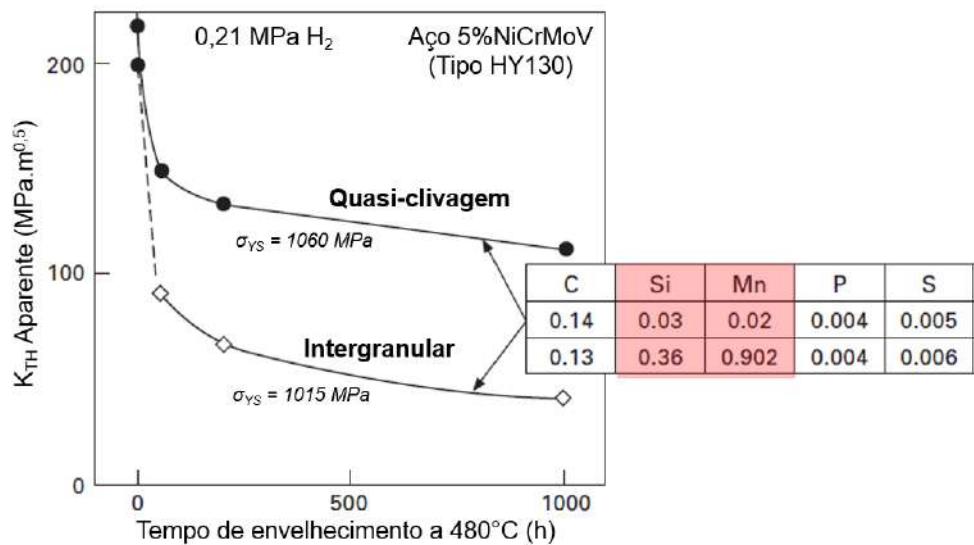


Figura 35 – Efeito do tempo de envelhecimento (aumento da segregação de impurezas nos contornos de grão) no fator de intensidade de tensões limiar para duas corridas de aço 5%NiCrMoV em 0,21 MPa de H<sub>2</sub> (Takeda & McMahon Jr, 1981).

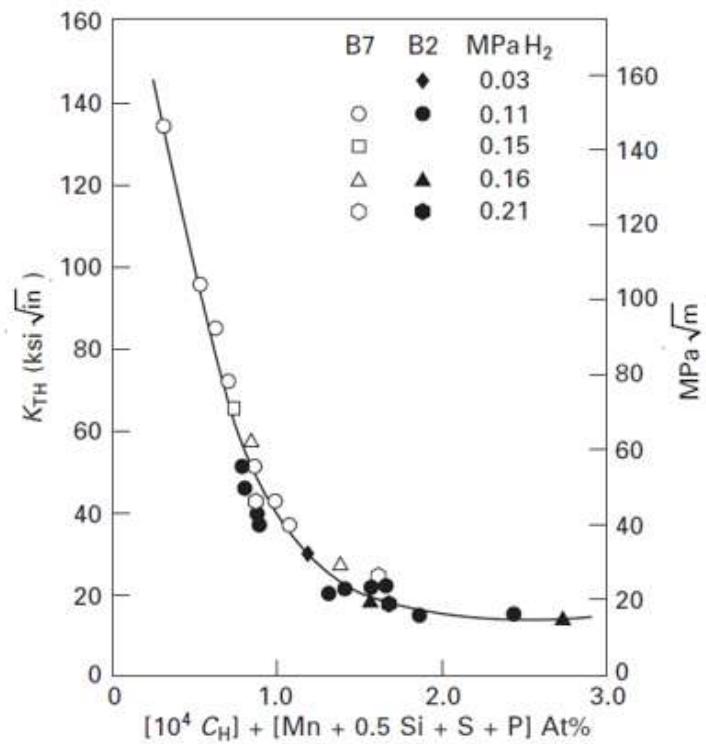


Figura 36 – Resultados de  $K_{TH}$  para duas corridas de aço 4340 de diferentes purezas em função de uma combinação da concentração de hidrogênio na ponta da trinca e de um parâmetro empírico para as impurezas (Bandyopadhyay *et al.*, 1983).

## II.2 Ensaios e metodologias para avaliação de Fragilização por Hidrogênio

Na seção II.1, foram discutidos alguns aspectos da fragilização por hidrogênio e de outros mecanismos de trincamento assistido pelo meio. Como visto, estes mecanismos de dano reduzem os valores críticos de tensão ou do fator de intensidade de tensão (K) para valores chamados ‘limiares’ (*threshold*):  $\sigma_{TH}$  e  $K_{TH}$ .

Estes parâmetros podem ser utilizados para prevenir o trincamento assistido pelo meio em serviço e para reduzir a probabilidade de falha de componentes ainda na etapa de projeto. Ensaios de laboratório são, portanto, de extrema importância, já que não existe uma abordagem analítica abrangente que permita prever combinações material-ambiente suscetíveis ou quantificar a perda em propriedades (ao contrário de projetos mecânicos convencionais baseados em limite de escoamento). O projeto de forma a evitar o trincamento assistido pelo meio depende, portanto, de experiência prévia e/ou de testes laboratoriais e incorre frequentemente em conservadorismo excessivo.

As abordagens de projeto atuais presumem que resultados obtidos em testes de curta duração em escala de laboratório possam ser extrapolados para prever o desempenho em longo prazo de estruturas. Basicamente, estes testes consistem em expor uma peça do material, i.e. o corpo de prova, a um ambiente agressivo, com o objetivo de determinar se e como ocorre trincamento assistido pelo meio durante o período do teste e descartar materiais suscetíveis ou prever o comportamento em longo prazo em serviço.

De forma a prever de forma confiável o comportamento em operação, os testes devem levar em consideração diversos aspectos como condições ambientais, histórico de serviço, tipos de carregamento e traduzir estas condições para um teste acelerado da forma mais realística possível sem condenar desnecessariamente ligas mais baratas e/ou aprovar materiais suscetíveis (Dietzel *et al.*, 2011; Dietzel & Turnbull, 2007; Turnbull, 1992).

Os objetivos dos testes de trincamento assistido pelo meio podem incluir:

- Desenvolvimento de ligas,
- Seleção de materiais,
- Avaliação da agressividade de determinado meio,
- Estudo de medidas mitigatórias,
- Obtenção de dados de projeto,
- Garantia da qualidade,
- Investigação de mecanismos.

Como trincamento assistido pelo meio geralmente se desenvolve e ocorre em tempos longos, testes de laboratório devem ser acelerados ou, alternativamente, terminados após uma duração significativamente inferior àquelas de operação. A aceleração dos testes pode envolver aplicação de ambientes mais agressivos e/ou tensões mais elevadas de carregamento, temperaturas mais altas e aplicação de polarização catódica ou anódica. Em todos os casos, para garantir a representatividade, o mecanismo operando no teste acelerado deverá ser essencialmente o mesmo que ocorre em serviço.

As metodologias de testes de trincamento assistido pelo meio seguem duas filosofias básicas de projeto estrutural (Wanhill, 1991), i.e.:

- Vida útil de projeto e
- Tolerante ao dano;

A filosofia mais antiga, de vida útil de projeto, procura projetar a estrutura para um tempo finito de serviço durante o qual não haverá dano significativo, i.e. não haverá trinca crítica. Consequentemente, essa abordagem não necessariamente inclui inspeção de serviço. Já a abordagem tolerante ao dano, que surgiu posteriormente, também permite operação além do tempo de vida útil previsto, onde ocorre dano significativo. Dano (em geral, trincas ou defeitos planares) devem ser detectados por inspeções programadas antes que atinjam um nível crítico e comprometam a estrutura. Esta abordagem inclui a possibilidade, bem realista, de que defeitos planares já existem em estruturas novas. Neste caso, deve ser garantido através de avaliações de integridade estrutural baseadas em mecânica da fratura (*ECA - Engineering Critical Analysis*) que estas trincas iniciais não irão crescer até um nível crítico durante a vida projetada do componente.

Os testes de laboratório podem ser divididos inicialmente em função do corpo de prova utilizado: lisos ou pré-trincados. A aplicabilidade de cada um irá depender dos objetivos do teste, assim como da natureza da aplicação. A princípio, corpos de prova lisos (sem pré-trinca) representam uma situação prática onde não existe trinca inicial (abordagem de vida útil de projeto – ex. curvas S-N de fadiga, componentes forjados), enquanto corpos de prova pré-trincados simulam a existência de defeitos planares, de acordo com a abordagem tolerante ao dano. A Figura 37 mostra alguns exemplos de corpos de prova. Testes em corpos de prova lisos são geralmente utilizados como forma de *screening*, por serem mais simples, baratos e, geralmente, mais rápidos. Além disto, o grande corpo de dados empíricos e experiência de campo permitem criar classificações (*rankings*) de

materiais para diferentes meios, sem a necessidade de ensaios mais complexos com corpos de prova pré-trincados.

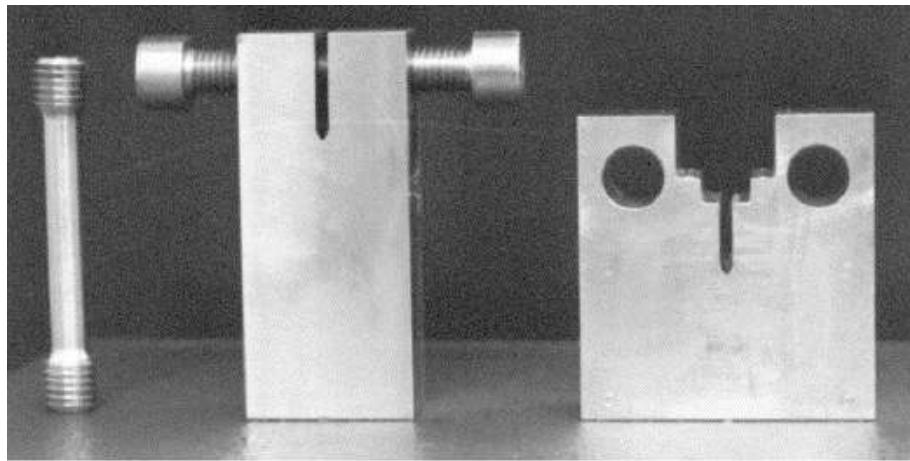


Figura 37 – Corpos de prova tipicamente utilizados para ensaios em meio: tração liso; DCB (*double cantilever beam*) carregado por parafusos; CT (*compact tension*) (Dietzel *et al.*, 2011).

Conforme discutido na seção II.1.2, o trincamento assistido pelo meio engloba o mecanismo de corrosão-fadiga ou a fadiga assistida por hidrogênio. No entanto, como o foco deste trabalho será em fragilização por hidrogênio sob cargas estáticas, ou seja, sem carregamento cíclico significativo, as discussões que se seguem focam somente em ensaios para determinação de  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$ , parâmetros que controlam o crescimento subcrítico em condições de carregamento estático ou monotônico. As consequências de um carregamento cíclico significativo são discutidas brevemente na seção II.2.8.

Em ensaios para determinação de  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$ , a forma de carregamento pode ser dividida em duas classificações básicas: testes de carregamento estático e testes dinâmicos (geralmente em carga ou deslocamento crescente), que combinados com o tipo de corpo de prova resultam em 4 tipos básicos de configurações corpo de prova/carregamento (Tabela 1). A escolha de uma configuração específica está diretamente ligada ao tipo de informação necessária, o tempo disponível e o objetivo do teste.

Por exemplo, um material pode ser imune ao trincamento assistido pelo meio em condições de carregamento estático, mas pode ser altamente suscetível em condições de deformação plástica lenta e contínua (testes dinâmicos) (Parkins, 1993). Já em certos sistemas material/ambiente, como ligas de titânio em meio aquoso, a fragilização significativa obtida em corpos de prova pré-trincados não é revelada em testes com corpos

de prova lisos (Wanhill, 1975). Frequentemente, o ambiente confinado gerado pela trinca possui caráter eletroquímico muito diferente daquele na superfície do corpo de prova, podendo ser inclusive diferente para trincas longas ou curtas (e.g. trincas quimicamente-curtas) (Gangloff, 1985; Holtam, 2010).

Os testes de carregamento estático podem ainda ser divididos em carga constante ou deslocamento constante, enquanto os de carregamento dinâmico são basicamente de carga e deslocamento crescentes. A configuração do corpo de prova e a forma de carregamento geralmente impõe restrições nos equipamentos necessários para realização do ensaio, sendo possível utilizar desde corpos de prova ‘auto-carregados’ (e.g. DCB, WOL), com quadro ‘auto-carregável’ (e.g. C-ring, Bent-beam) e aqueles que necessitam de um quadro externo para carregamento, o que geralmente aumenta a complexidade, os custos e dificulta testes em meios mais agressivos, que necessitam de autoclaves. A Tabela 1 resume as classificações discutidas anteriormente, citando alguns exemplos de corpos de prova ou teste para cada configuração. As próximas seções irão discutir em maior detalhe as diferenças entre corpos de prova lisos ou pré-trincados, carregamento estático ou dinâmico e o controle por carga ou deslocamento constante/crescente. Devido às semelhanças nos ensaios para fragilização por hidrogênio e outros mecanismos de trincamento assistido pelo meio, as discussões serão feitas de forma abrangente, ressaltando quando necessário as particularidades de fragilização por hidrogênio e fornecendo exemplos de resultados obtidos em aços baixa-liga.

### **II.2.1 Flexibilidade do corpo de prova e modo de controle do ensaio**

Antes de discutir os tipos específicos de corpos de prova e ensaios, é importante apresentar o conceito de flexibilidade e as implicações do modo de controle do ensaio (deslocamento ou carga). A flexibilidade ( $C$  – do inglês *compliance*) - o inverso da rigidez, é dada pela razão entre o deslocamento e a carga, ou seja:

$$C = \frac{\delta}{P} \quad \text{Equação 11}$$

Tabela 1 – Exemplos de corpos de prova e testes, em função da existência ou não de pré-trinca, do tipo de carregamento e do controle do ensaio.

Corpos de prova	Carregamento	Controle	Exemplos
Lisos	Estático	Carga constante	Em tração, com/sem entalhe
		Deslocamento constante	Bent beam, C-ring, U-ring
	Dinâmico	Carga/deslocamento crescentes	BTD, CERT, LIST
Pré-trincados	Estático	Carga constante	SENB, CT, SENT
		Deslocamento constante	DCB, WOL
	Dinâmico	Carga/deslocamento crescentes	RSL, <i>step-loading</i>

A flexibilidade de um corpo de prova é função ainda de sua geometria e do tamanho da trinca, aumentando com a propagação da trinca e, consequentemente, alterando a relação entre carga e deslocamento. Este efeito está demonstrado na Figura 38 para o corpo de prova SENB em flexão 3 pontos. Consequentemente, para um ensaio em carga constante, se houver crescimento de trinca, o deslocamento irá aumentar em uma proporção dada pela equação de flexibilidade do corpo de prova (Figura 39). Da mesma forma, em um ensaio de deslocamento constante, o crescimento de trinca leva à diminuição da carga aplicada (Figura 40). Os valores foram calculados a partir da equação de flexibilidade em linha de carga disponível em Anderson (1994).

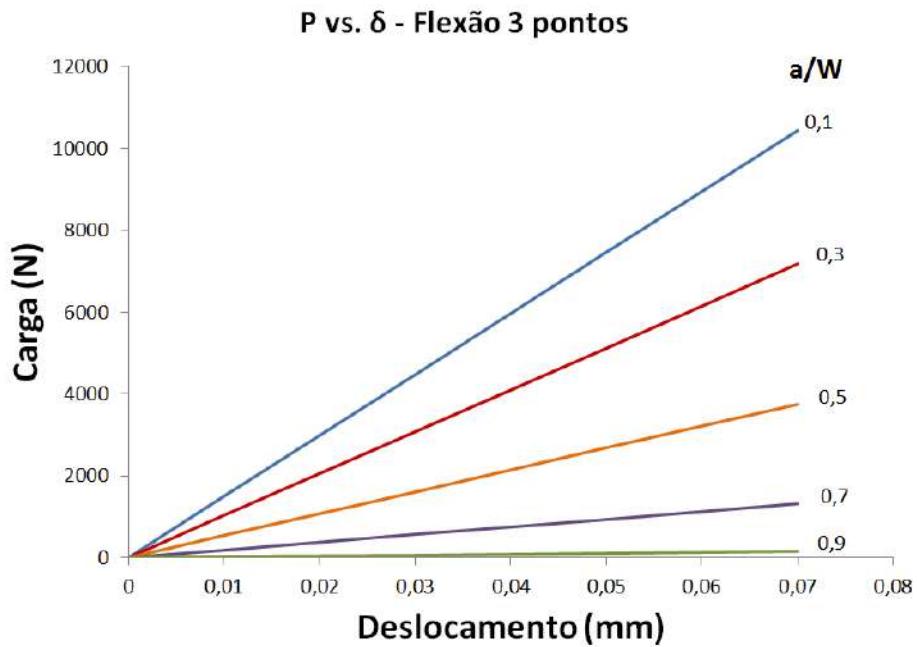


Figura 38 – Relação entre a carga e o deslocamento para o corpo de prova SENB em flexão 3 pontos para diferentes tamanhos de trinca, dados por  $a/W$ .

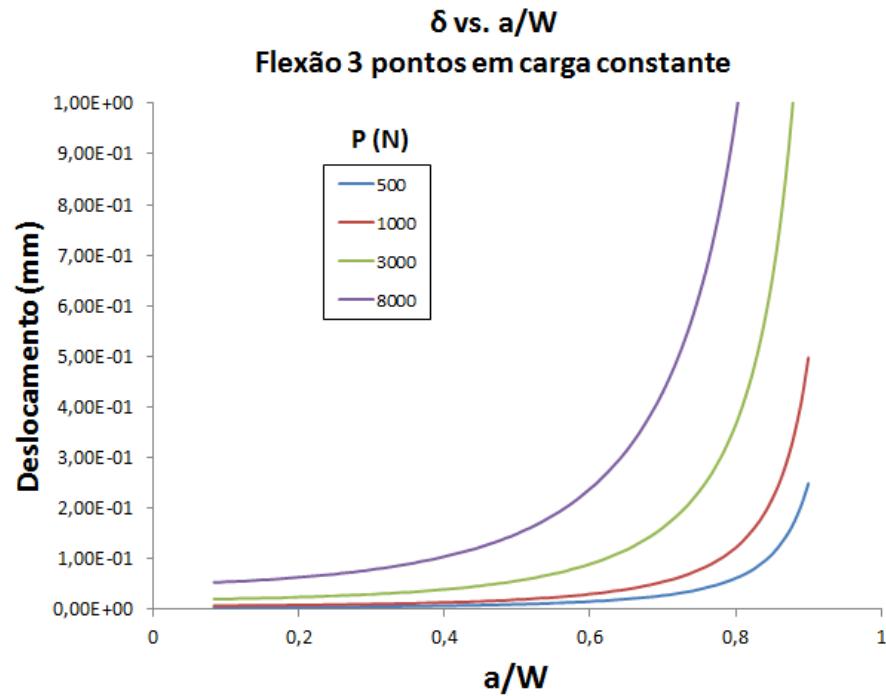


Figura 39 – Variação do deslocamento em função do tamanho de trinca para ensaios de carga constante com o corpo de prova SENB em flexão 3 pontos.

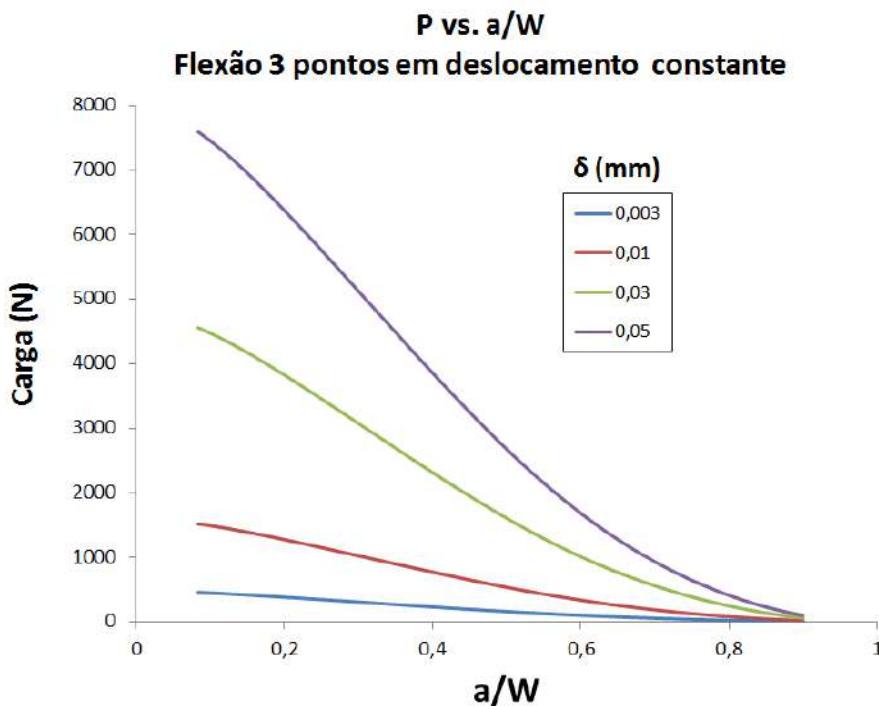


Figura 40 – Variação da carga em função do tamanho de trinca para ensaios de deslocamento constante com o corpo de prova SENB em flexão 3 pontos.

Como o fator de intensidade de tensões é função da geometria e flexibilidade do corpo de prova, da carga e do tamanho de trinca, o modo de controle do ensaio tem implicação direta na variação de  $K$  ao longo do teste. Considerando ensaios de carga e deslocamento constante a partir de um mesmo valor de  $K$  inicial para todos os corpos de prova, a Figura 41 apresenta a variação de  $K$  com o crescimento de trinca. As equações de flexibilidade em linha de carga e de fator de intensidade de tensões para os corpos de prova foram obtidas em Anderson (1994). É evidente que ensaios de carga constante em geral resultam em  $K$  crescente, enquanto ensaios em deslocamento constante resultam – a princípio, em  $K$  decrescente. Entretanto, a resposta é completamente distinta para os diferentes corpos de prova. A taxa de aumento/diminuição de  $K$  com o crescimento de trinca implica diretamente na duração do ensaio e na representatividade do corpo de prova para a aplicação real. Corpos de prova como o SENT certamente falhariam antes do que corpos de prova CT em um ensaio de carga constante, assim como a trinca pararia antes em um corpo de prova CT durante ensaio com deslocamento constante.

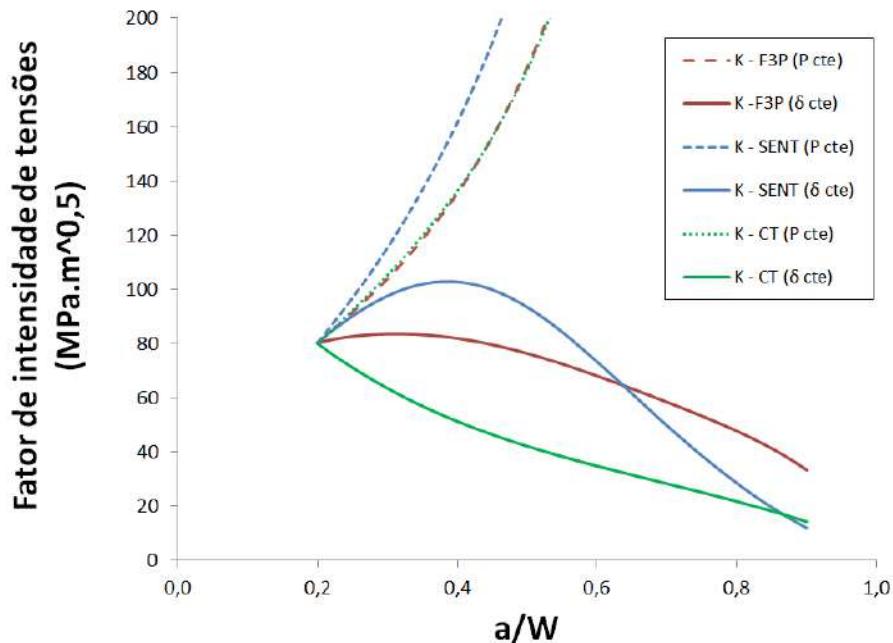


Figura 41 – Variação do fator de intensidade de tensões em função de  $a/W$  para os corpos de prova SENT, SENB3 e CT em carga constante (linhas tracejadas) e deslocamento constante (linhas contínuas).

### II.2.2 Corpos de prova lisos

Corpos de prova lisos podem ser cilíndricos ou planos e entalhados ou não. O modo mais comum de carregamento é em tensão usando corpos de prova cilíndricos. São geralmente utilizados em programas de testes para seleção de materiais, como testes de *screening*, utilizando normas de ensaio e comparando os resultados obtidos com a experiência prévia em ligas similares. A forma de carregamento varia e está descrita a seguir para cada caso.

#### Testes em carga constante

Testes em carga constante podem ser realizados em sistemas de peso morto ou molas (Figura 42). Outro modo de execução de ensaio é sob ‘carga-sustentada’ (*sustained load*), onde o uso de um anel ou mola garante a aplicação da carga durante o ensaio. O exemplo mais comum deste tipo de ensaio é o ensaio de *proof ring* (Figura 42a). Como grande vantagem, o aparato de teste é relativamente simples, assim como os de testes em deslocamento constante, mas o valor de  $K$  durante o ensaio é crescente, levando o corpo de prova à ruptura em tempos mais curtos de ensaio.

O teste de carga constante geralmente produz como resultado final um gráfico da tensão aplicada contra o tempo total para falha ( $t_f$ ) (Figura 43). Este gráfico permite obter a tensão limiar ( $\sigma_{TH}$ ), abaixo da qual não ocorrerá falha por trincamento assistido pelo meio. Por razões práticas, o teste geralmente é terminado após um tempo determinado. Neste caso, a presença de trincas ou o número de trincas é utilizado como critério de falha ou suscetibilidade. O método A da norma NACE TM0177 - largamente utilizado para testes de trincamento sob tensão por sulfetos (SSC), é um exemplo de teste com corpo de prova liso em tensão constante (carga sustentada). Geralmente, são especificados valores de tensão da ordem de 70 a 100% do escoamento real do material. Após 720h (30 dias) de teste, o corpo de prova é investigado sob magnificação ótica para verificar a presença de trincas. Caso haja trincamento, o teste é considerado reprovado. Esta metodologia implica em resultados do tipo ‘passa ou não passa’.

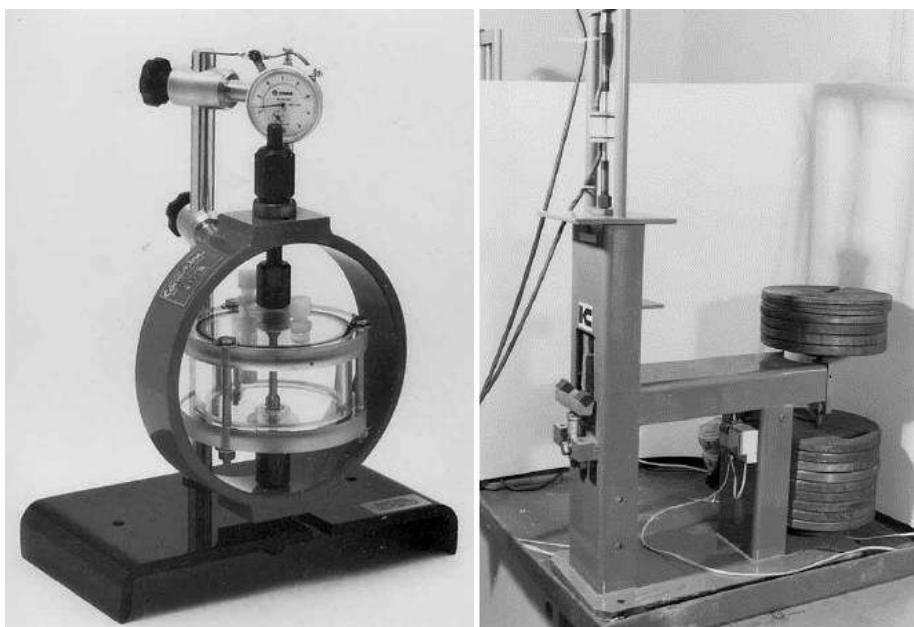


Figura 42 – Sistema de carregamento com (a) quadro auto-carregável (*proof ring*) (b) quadro externo (peso morto) (NACE TM0177, 2005).

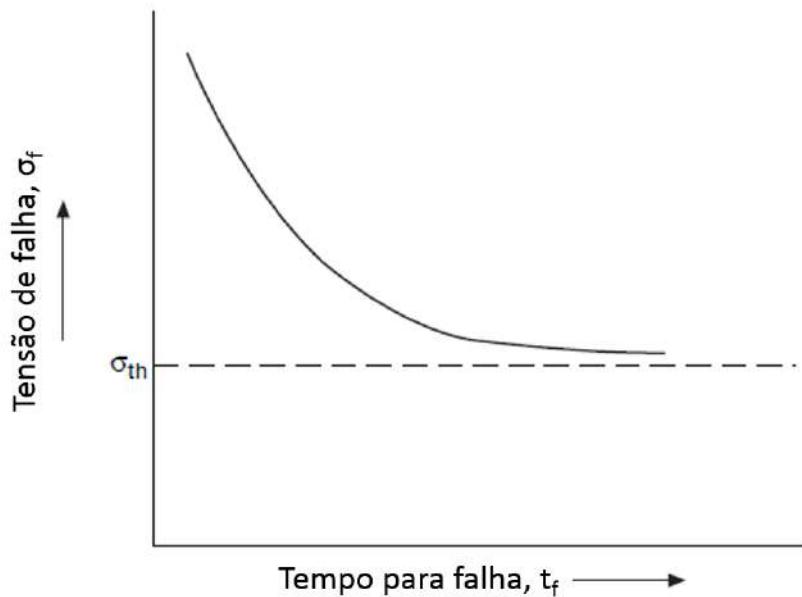


Figura 43 – Resultado do ensaio em carga constante em função da tensão inicial aplicada e do tempo para falha, permitindo a determinação de  $\sigma_{th}$  (Dietzel *et al.*, 2011).

Uma estimativa aproximada da velocidade de propagação de trinca pode ser obtida destes ensaios ao dividir o comprimento da maior trinca encontrada pelo tempo de ensaio. Este cálculo assume que a maior trinca começa a propagar logo no início do ensaio, o que, em geral, leva a valores subestimados de  $da/dt$ . Um valor mais preciso pode ser obtido se a iniciação for monitorada usando, por exemplo, a técnica de queda de potencial (Seção II.2.6).

### Testes em deslocamento constante

Testes em deslocamento constante também são largamente utilizados, sendo geralmente mais simples e baratos. A determinação de um valor de tensão limiar ou do tempo para falha pode ser subjetiva, dada a necessidade de terminar o teste após um tempo de ensaio arbitrário. O critério para reprovação é em geral o aparecimento de trincas ou um cálculo do número e extensão destas para avaliar a suscetibilidade frente a outros materiais. Os tipos mais comuns de corpos de prova lisos testados em deslocamento constante são os corpos de prova *C-ring*, *U-ring*, *bent beam* e flexão 4 pontos, testados em flexão (Figura 44), embora existam dispositivos para testes de corpos de prova em tensão (Figura 44c). A preparação e o uso destes corpos de prova se encontram normatizados nas normas

NACE TM0177 (2005) - Métodos B e C; ISO 7539 (Partes 2 a 5), ASTM G39 (2011) e ASTM G49 (2011).

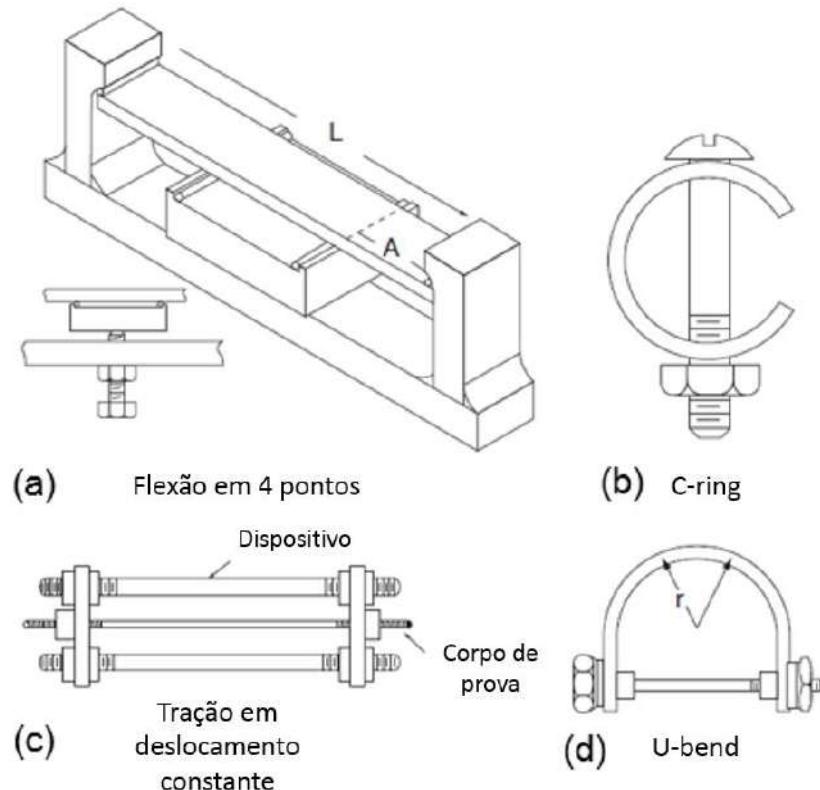


Figura 44 – Corpos de prova para ensaio em deslocamento constante: (a) flexão 4 pontos, (b) C-ring, (c) tração em deslocamento constante e (d) U-bend (Parkins, 2010)

### Testes em baixa taxa de deformação

Os testes em baixa taxa de deformação, conhecidos como BTD (SSRT – *Slow strain rate test*, ou CERT – *Constant extension rate tensile*), são amplamente utilizados e considerados como um teste agressivo para trincamento assistido pelo meio. Neste teste, corpos de prova são submetidos a uma taxa de deslocamento constante, levando a um encruamento progressivo do material, enquanto exposto ao meio agressivo (Parkins, 1993). Testes podem ser conduzidos sob tração ou flexão, em corpos de prova entalhados ou não.

Os resultados são geralmente apresentados na forma de comparativos entre parâmetros obtidos com corpos de prova testados ao ar ou meio inerte e em meio corrosivo. Os parâmetros geralmente utilizados são:

- Tempo para falha;
- Ductilidade (redução de área ou alongamento);
- Carga máxima atingida;
- Energia de fratura – área delimitada pela curva tensão/deformação;
- Percentual de trincamento assistido pelo meio observado na superfície de fratura;
- Tensão de falha na seção reduzida (corpos de prova entalhados);

A Figura 45 apresenta o percentual de redução de área em função da taxa de deformação obtidos para um aço AISI 4340 de 1207 MPa de limite de escoamento, testado em água do mar sintética em dois potenciais catódicos. Observa-se claramente uma grande queda da ductilidade (% redução de área) para taxas de deformação inferiores a  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Taxas maiores que  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  fornecem valores idênticos aos obtidos nos ensaios ao ar. A taxa de deformação deve ser suficientemente lenta para permitir a atuação dos mecanismos de fragilização por hidrogênio (e.g. adsorção, absorção e difusão). O tempo de teste deve ser tal que permita o acúmulo de hidrogênio nas regiões de elevada tensão, conforme discutido na seção II.1.6. Os ensaios devem ser realizados a taxas suficientemente baixas para fornecer resultados invariantes (*lower bound*).

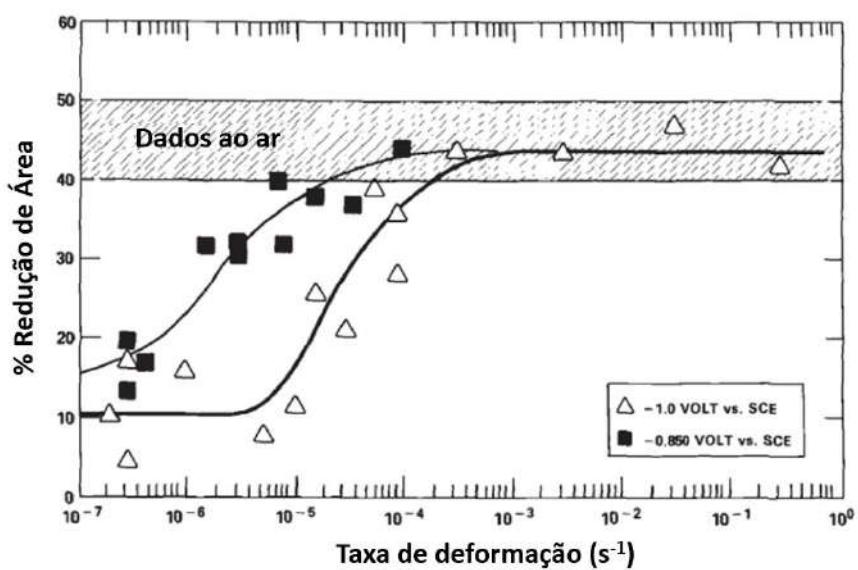


Figura 45 – Percentual de redução de área em função da taxa de deformação para um aço AISI 4340 (LE: 1207MPa) testado em água do mar sintética (ASTM D1141-75) em dois potenciais catódicos (Scully & Moran, 1990).

A realização deste ensaio dinâmico no lugar de um ensaio de carga ou deslocamento constante permite perturbar a camada passiva e expor constantemente a superfície ativa ao meio corrosivo ao longo de todo ensaio (Parkins, 1993). Este fator é extremamente importante para ensaios de ligas passiváveis como aços inoxidáveis ou ligas de níquel. Entretanto, para algumas combinações específicas de material e meio em corrosão sob tensão a susceptibilidade pode diminuir ou inclusive desaparecer para taxas de deslocamento muito baixas (Figura 46), um fenômeno atribuído principalmente a efeitos de repassivação (Parkins, 1993). Já para casos de fragilização por hidrogênio, especialmente em aços baixa-liga, este efeito de recuperação de ductilidade não ocorre e é possível obter uma taxa de deformação crítica abaixo da qual existe um patamar, com valores *lower bound*.

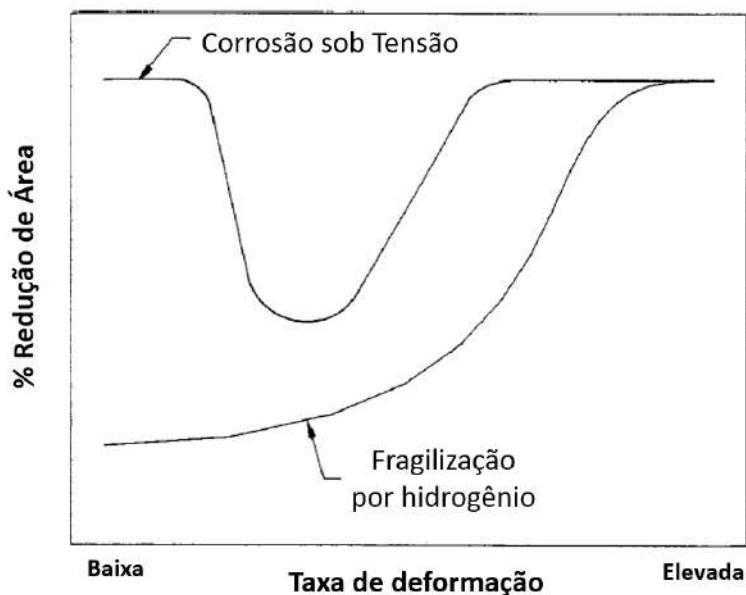


Figura 46 – Representação esquemática da influência da taxa de deformação na perda de ductilidade (% redução de área) para casos de corrosão sob tensão com repassivação e para casos de fragilização por hidrogênio (ASTM G129, 2013)

Uma variação do teste BTD é o teste de crescimento linear de tensão (LIST – *Linearly increasing stress test*) introduzido por Atrens *et al.* (1993). A diferença básica entre os dois testes é a forma de controle, onde no BTD o controle é feito por deslocamento, enquanto o LIST é realizado sob controle de carga. A carga aplicada ao corpo de prova (geralmente em tração) é aumentada continuamente, independente do aumento de flexibilidade do corpo de prova com o trincamento, levando a taxas mais elevadas de

deformação. Isto resulta em um efeito acelerador, quando comparado com o teste BTD. Os testes BTD e LIST são idênticos até o surgimento da trinca. O teste LIST é particularmente adequado para determinação de valores de tensão limiar, ao monitorar, por exemplo, o aumento na velocidade de deslocamento da máquina com a iniciação de trinca ou através da técnica de queda de potencial. (Dietzel and Schwalbe, 1986; Winzer *et al.*, 2008).

Ainda, outra variação dos ensaios BTD ou LIST é a aplicação de carga ou deslocamento de forma incremental ao invés de contínua, com monitoração durante os patamares de carga ou deslocamento. Esta forma de ensaio é conhecida como *incremental step-loading* (ISL) ou *rising step load* (RSL). A norma ASTM F1624 (2012) estabelece os procedimentos para realização de ensaios em RSL com controle de deslocamento. Esta forma de ensaio também é particularmente adequada para determinação de valores de tensão limiar, com maior precisão, já que a monitoração é facilitada em patamares, quando comparada a ensaios contínuos.

### **II.2.3 Corpos de prova pré-trincados**

A abordagem tolerante ao dano leva em consideração a existência de defeitos em estruturas e a mecânica da fratura é utilizada para caracterizar a iniciação e propagação de trincas a partir destes defeitos. Geralmente, trincas assistidas pelo meio são consideradas frágeis, já que ocorrem em níveis de tensão abaixo do escoamento, embora os micromecanismos possam envolver plasticidade localizada (Seção II.1.5). Logo, os conceitos de mecânica da fratura linear elástica são aplicados e o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) é utilizado para quantificar o campo de tensões na ponta da trinca em um corpo de prova pré-trincado ou em uma estrutura. O fator de intensidade de tensões controla a iniciação de trinca e sua propagação. A mecânica da fratura elasto-plástica é empregada para ligas mais dúcteis e em espessuras menores onde os níveis de plasticidade ultrapassam a validade de  $K$  (Seção II.2.4).

Testes com corpos de prova pré-trincados buscam geralmente determinar o valor limiar de  $K$  ( $K_{TH}$ ) e a taxa de crescimento de trinca ( $da/dt$ ). As normas que estabelecem ensaios no meio com corpos de prova pré-trincados exigem que as dimensões dos corpos de prova sejam suficientes para garantir condições predominantes de estado plano de deformações

(triaxialidade de tensões). Estes requisitos mínimos são dados pela Equação 12, onde B é a espessura, a é o tamanho de trinca e (W-a) é o ligamento remanescente.

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 * \left( \frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad \text{Equação 12}$$

Como os mecanismos de trincamento assistido pelo meio são dependentes do tempo, os testes devem ser conduzidos durante tempo suficiente para permitir o crescimento de trinca, de acordo com a cinética de interações material-carregamento-meio. Testes muito curtos levam a superestimações de  $K_{TH}$ , sendo não-conservadores. Consequentemente, normas de teste para determinação de  $K_{TH}$  sob carga ou deslocamento constante recomendam durações de teste de até 10.000 horas (ASTM E1681, 2013). Mais recentemente, testes com carga crescente surgiram como alternativa para redução do tempo de teste, de forma similar aos testes BTD e LIST discutidos para corpos de prova lisos (ASTM F1624, 2012) (ASTM E1820, 2008) (ISO 7539-9, 2008).

Conforme discutido na seção II.1.2, para uma dada combinação material/meio, geralmente existe uma relação única entre o K aplicado e a taxa de crescimento de trinca ( $da/dt$ ) (Figura 47). O gráfico  $da/dt$  vs. K apresenta comumente três regiões, duas nas quais  $da/dt$  cresce rapidamente com K (I e III), separadas por uma região onde  $da/dt$  é praticamente independente de K ou cresce em uma taxa significativamente menor que nas outras regiões (II). O valor de K, chamado de K limiar ( $K_{TH}$ ) caracteriza o fator de intensidade de tensões no qual ocorre o limite mensurável de crescimento de trinca. Entretanto, isto não implica que existe em todos os casos um valor de K limiar como um valor de corte. Pelo contrário, em várias combinações material/meio não é possível determinar um limiar propriamente dito. Entretanto, nestes casos pode se estabelecer um valor de K limiar a partir de uma taxa de propagação de trinca considerada suficientemente lenta, geralmente  $10^{-10}$  m/s. Uma vez acima de  $K_{TH}$  a taxa de propagação cresce rapidamente com K na região I, passando depois para a região II, onde se considera que processos eletroquímicos e de transporte (corrosão, adsorção e difusão de hidrogênio, por exemplo) sejam os parâmetros limitantes, controlando a cinética de crescimento de trinca. Na região III, os valores de K se aproximam da tenacidade à fratura ao ar do material ( $K_{IC}$ ) e a taxa de crescimento de trinca cresce rapidamente. Embora este formato da curva  $da/dt$  vs. K seja relativamente comum, algumas combinações material/meio podem não apresentar as regiões I, II ou III.

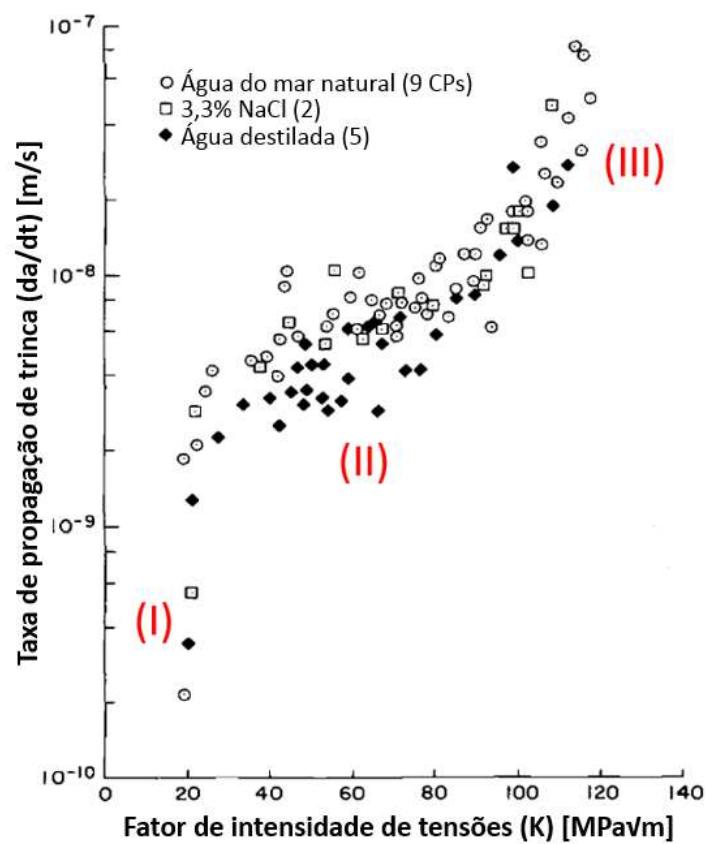


Figura 47 – Taxa de crescimento de trinca ( $da/dt$ ) em função do fator de intensidade de tensões ( $K$ ) para o aço baixa liga D6AC de 1400 MPa, testado água do mar natural, solução de 3,3% NaCl e água destilada.  $K_{TH}$  de  $\sim 20$  MPa.m $^{0,5}$  (Gilbreath & Adamson, 1976)

Da mesma forma que os corpos de prova lisos, os corpos de prova pré-trincados podem ser ensaiados em carga constante, deslocamento constante (testes de parada de trinca) ou em carga/deslocamento crescentes. Novamente, a vantagem principal de ensaios de carga constante e, principalmente, de deslocamento constante é a menor complexidade dos equipamentos necessários para o ensaio. Entretanto, algumas limitações devem ser levadas em consideração, sendo a mais crítica a dificuldade em determinar um tempo para o ensaio (Figura 48). Os tempos recomendados em normas são em geral longos (ASTM E1681, 2013). Além disto, certos programas interlaboratoriais com estas técnicas revelaram uma grande dispersão nos resultados (Wei and Novak, 1987; Yokobori *et al.*, 1988; Dietzel, 2000). Outra limitação está atrelada ao fato dos testes serem realizados em condições estáticas de carregamento. Para certas combinações material/meio (em geral ligas que passavam no dado meio), o carregamento dinâmico (deformação plástica

crescente) parece ser necessário para iniciar as trincas observadas em estruturas e componentes na prática.

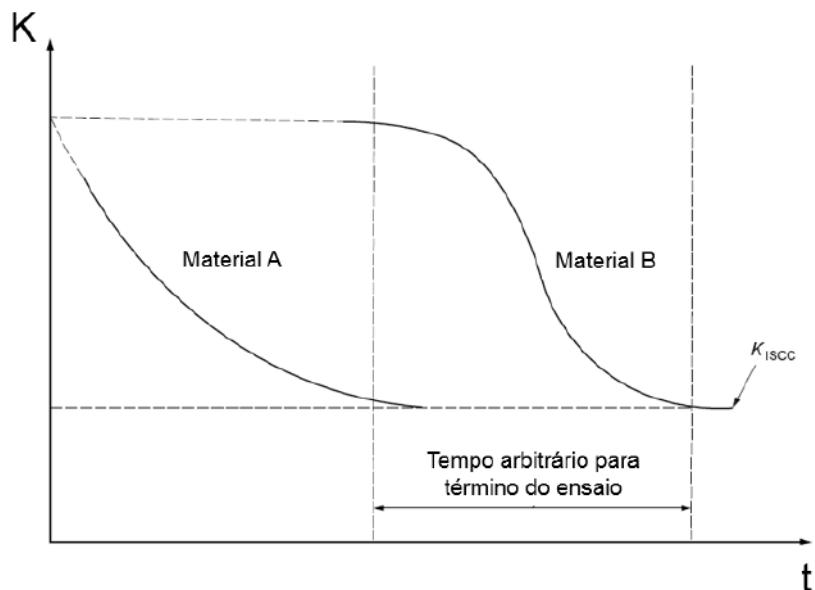


Figura 48 – Representação esquemática do ensaio em carga constante para dois materiais com comportamento distintos, ilustrando a dificuldade em estabelecer um tempo para o ensaio  
(Adaptada de ISO 7539-6, 2011).

### Testes de carga constante

Testes de carga constante podem ser utilizados para determinação de  $K_{TH}$  colocando vários corpos de prova no mesmo meio, com valores de  $K$  aplicado diferentes (Figura 49). Os corpos de prova mais comumente utilizados são o corpo de prova C(T) e o corpo de prova SENB. Em testes de carga constante, conforme explicado na seção II.2.1, a partir da iniciação da trinca, o valor de  $K$  irá aumentar com o crescimento desta, levando o corpo de prova à ruptura total. Além disto, a abertura da trinca torna menos provável que a formação de filmes de óxidos venha a perturbar o ensaio, bloqueando o fechamento da trinca. Este tipo de teste requer um sistema de carregamento externo. Em alguns casos, como para corpos de prova de flexão, o sistema pode ser extremamente simples como um ensaio de viga em balanço (Figura 50); já corpos de prova em tração geralmente necessitam de máquinas de peso morto similares àquelas utilizadas em testes de fluência. Corpos de prova de flexão podem ser testados em 3 ou 4 pontos.

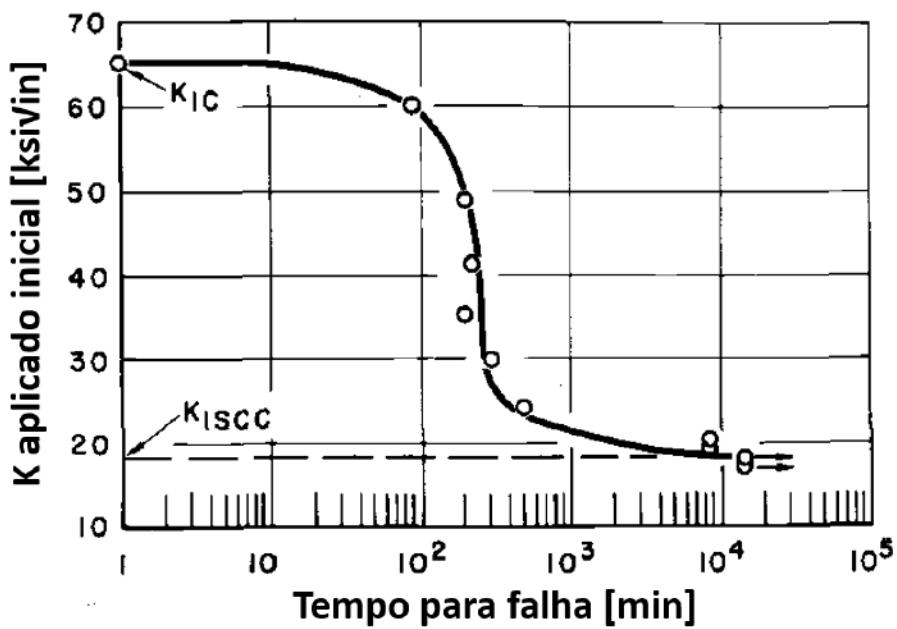


Figura 49 – Tempo para falha em função do  $K$  inicial aplicado em corpos de prova de viga em balanço para aço baixa liga de ultra-alta resistência (1800 MPa) (Waid & Ault, 1976).

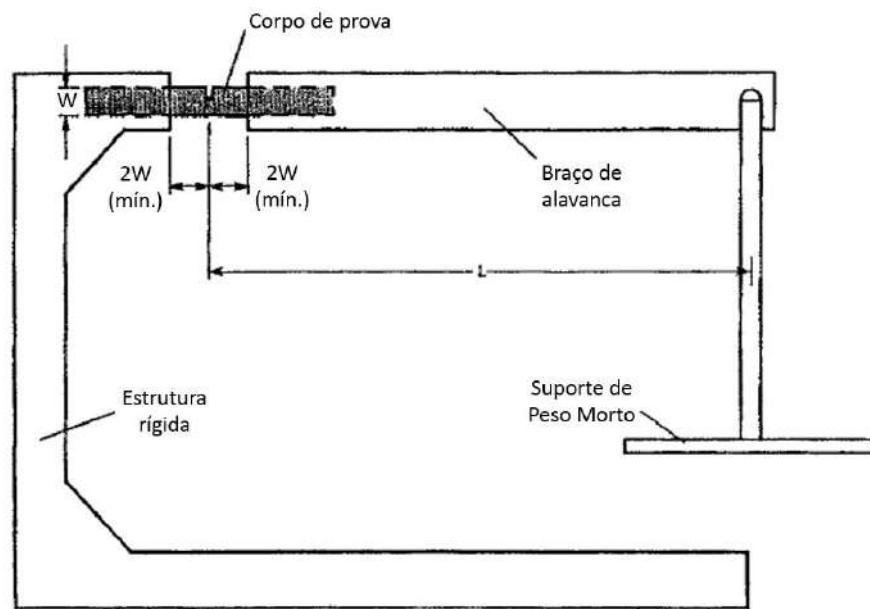


Figura 50 – Representação esquemática do ensaio de flexão com viga em balanço (ASTM E1681, 2013).

## Testes em deslocamento constante

Testes em deslocamento constante são geralmente ‘auto-carregados’ e não necessitam, portanto, de equipamentos externos. As dimensões mais compactas facilitam a sua utilização em meios operacionais mais agressivos e em autoclaves. O seu uso para determinação de  $K_{TH}$  é geralmente feito com ensaios de parada de trinca, já que sob deslocamento constante o fator de intensidade de tensões diminui gradativamente com o crescimento da trinca (Figura 51). Ou seja, a progressão de  $K$  na curva da/dt vs.  $K$  é no sentido contrário ao de ensaios em carga constante ou crescente. Em teoria, um único corpo de prova seria suficiente para determinação de  $K_{TH}$ . Entretanto, na prática, devido principalmente à dispersão de resultados e outros fatores, são necessários mais corpos de prova. A parada efetiva da trinca geralmente é definida como uma taxa de crescimento de trinca abaixo de determinado valor, de forma a limitar o tempo de execução do ensaio. Novamente, o valor tipicamente utilizado é de geralmente  $10^{-10}$  m/s.

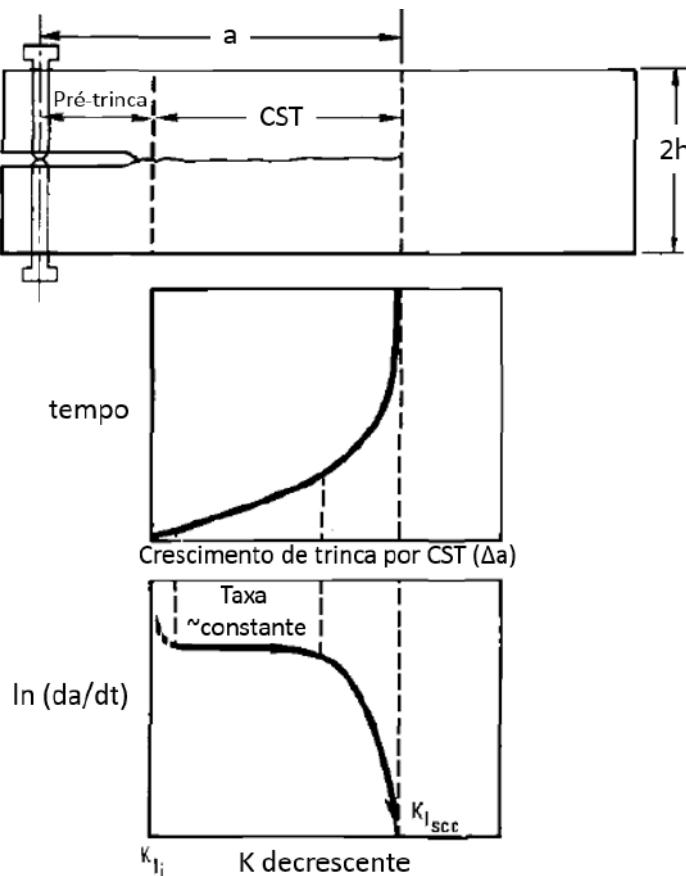


Figura 51 – Representação esquemática do ensaio em deslocamento constante em corpo de prova DCB carregado por parafusos. A variação de  $K$  com o crescimento de trinca é inverso àquele observado para corpos de prova de carga constante (Sprowls *et al.*, 1976).

Algumas das limitações de testes em deslocamento constante:

- A formação de óxidos ou produtos de corrosão pode forçar a abertura das faces da trinca, alterando o deslocamento e carga efetivos na ponta da trinca ou podem bloquear o acesso do meio corrosivo;
- Desvio de trinca ou crescimento fora do plano podem invalidar o ensaio;
- Relaxação elástica do sistema de carga durante crescimento da trinca pode causar um aumento do deslocamento e das cargas;
- A relaxação plástica do sistema devido a processos dependentes do tempo pode levar a aplicação de cargas mais baixas do que esperado;
- O carregamento é feito antes da exposição ao meio, o que pode levar a alterações dos resultados, quando comparado com testes de carga crescente ou constante (ver Seção II.2.5);

Apesar destas limitações, os ensaios em deslocamento constante são extremamente simples e mais econômicos que as outras soluções disponíveis, sendo largamente utilizados. Os corpos de prova pré-trincados mais comumente utilizados em deslocamento constante são os corpos de prova WOL e DCB. Ambos podem ser carregados com cunhas ou parafusos (Figura 52).

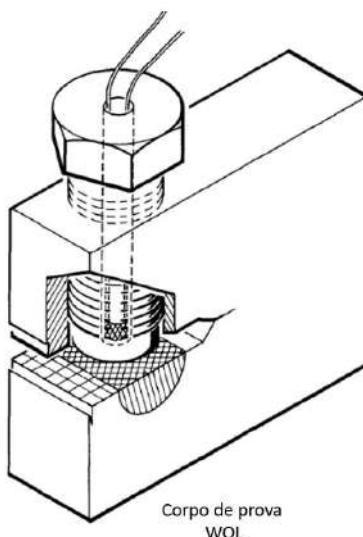


Figura 52 – Corpo de prova WOL modificado carregado por parafuso instrumentado para monitoração da carga (Gilbreath & Adamson, 1976).

## Testes de carga/deslocamento crescentes

Em testes dinâmicos, o aumento do fator de intensidade de tensões na ponta da trinca se dá com o corpo de prova imerso no meio corrosivo. Estes testes podem revelar casos de suscetibilidade que não seriam detectados com testes estáticos. Da mesma forma que os testes em corpos de prova lisos, o teste pode ser executado em controle de carga ou deslocamento e com aumento contínuo ou incremental (RSL). Os testes com controle de carga, tanto contínuo como incremental são especialmente adequados para determinação do valor de  $K_{TH}$ , onde a iniciação da trinca é monitorada, geralmente por uma técnica como queda de potencial ou pela alteração no deslocamento.

Também da mesma forma que em corpos de prova lisos, a taxa de carregamento ou de deslocamento aplicada é o parâmetro mais importante para garantir a obtenção de um valor mínimo e invariante de  $K_{TH}$ . As taxas  $dK/dt$  são da ordem de  $10^{-4}$  MPa.m<sup>0,5</sup>/s, taxas extremamente lentas, quando comparadas a testes ao ar (Figura 53 e Figura 54). Apesar disto, estes são ensaios acelerados (considerando os tempos de ensaio para ensaios de carga/deslocamento constante) e permitem obter informações sobre a suscetibilidade de dada combinação material/meio em um tempo razoável. É importante frisar que na literatura é comumente utilizado o valor de deslocamento do travessão ( $dq/dt$ ) como parâmetro para a taxa de carregamento. Como o fator que de fato governa o trincamento assistido pelo meio é o fator de intensidade de tensões ( $K$ ), o presente autor considera que seja mais correto utilizar  $dK/dt$  da região elástica como parâmetro para a taxa de carregamento, pois independe da geometria e do corpo de prova utilizado, ao contrário da velocidade do travessão.

O maior desafio para ensaios de carga/deslocamento crescente é determinar a taxa mais elevada que forneça um valor mínimo de  $K_{TH}$  invariante (*lower bound*), de forma a explorar ao máximo o potencial de aceleração do ensaio. Em abordagens iniciais uma série de corpos de prova idênticos era testada em diferentes taxas de deslocamento, de forma a encontrar a transição e o valor invariante. A necessidade de testar uma série de corpos de prova em uma máquina servo-hidráulica ou eletro-mecânica adaptada para ensaio em meio encarece consideravelmente o ensaio, além de limitar os laboratórios disponíveis para testes em meios mais agressivos. Além disto, como a solução de teste é específica para cada corpo de prova, deve-se tomar ainda mais precauções para garantir reproduzibilidade nos resultados (testes em deslocamento constante podem, em geral, ser realizados na mesma solução agressiva). Entretanto, após certa experiência com

combinações material/meio, a quantidade de testes pode ser reduzida, ao se estimar taxas de deslocamento já próximas daquelas que forneceriam o *lower bound*.

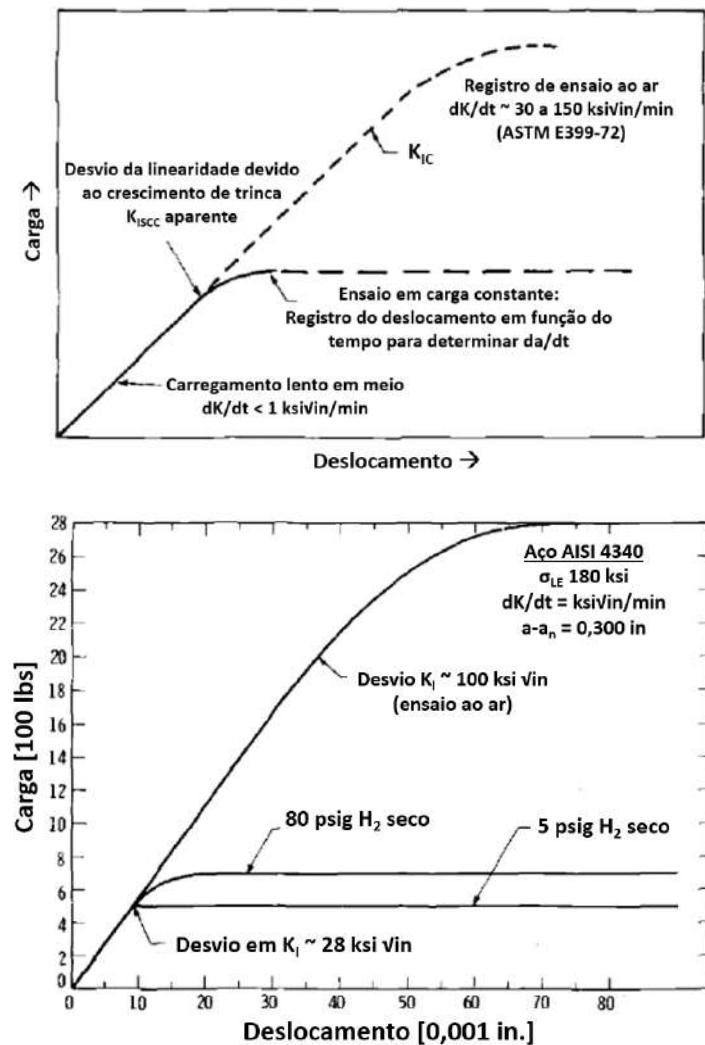


Figura 53 – (a) Representação esquemática das curvas carga vs. deslocamento para ensaios ao ar e ensaios com carga crescente em meio (b) resultados para aço AISI 4340 com limite de escoamento de 1240 MPa em diferentes pressões de hidrogênio gasoso (Clark & Landes, 1976).

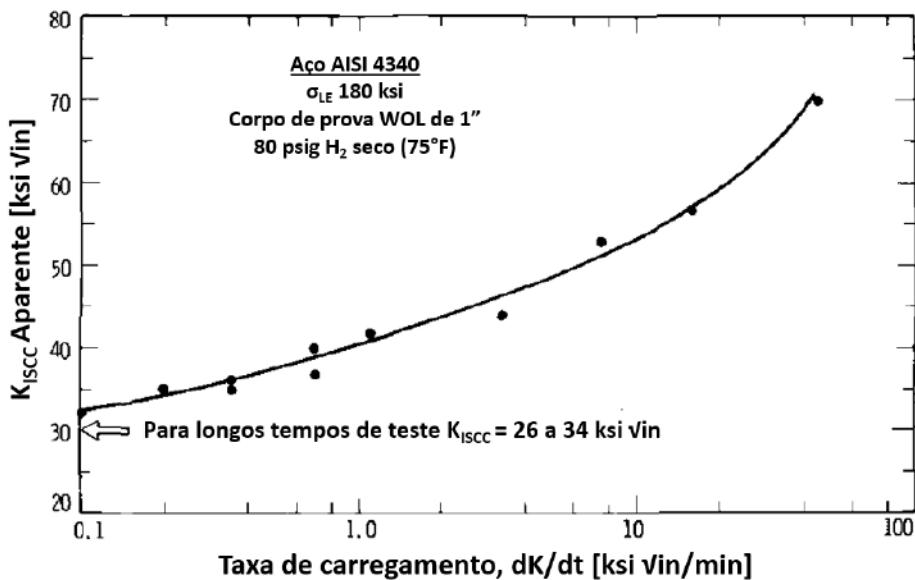


Figura 54 – Efeito da taxa de carregamento ( $dK/dt$ ) no  $K_{ISSC}$  aparente medido em corpos de prova WOL para um aço AISI 4340 com limite de escoamento de 1240 MPa em 80 psig de hidrogênio gasoso (Clark & Landes, 1976).

A norma ISO 7539-9 (2008) apresenta uma metodologia para estimar a taxa de teste baseada em testes ao ar e testes mais simples com corpos de prova lisos ou em carga/deslocamento constante. Outra abordagem consiste em realizar um ensaio extra com 50% da taxa de carregamento do ensaio anterior, até que não ocorra alteração no valor de  $K_{TH}$  obtido. Dietzel & Ghosal (1998) utilizaram a metodologia proposta na norma ISO 7539-9 (2008), obtendo uma taxa de deslocamento ( $dq/dt$ ) estimada de  $1,7 * 10^{-7}$  mm/s. Os resultados obtidos de  $K_{TH}$  em função da taxa de deslocamento estão apresentados na Figura 55. Observa-se que a taxa estimada (linha vermelha) resulta corretamente em um valor mínimo de  $K_{TH}$ . Ainda, na taxa de  $1,4 * 10^{-6}$  mm/s (na região de transição) observa-se uma dispersão significativa dos resultados de  $K$  de iniciação.

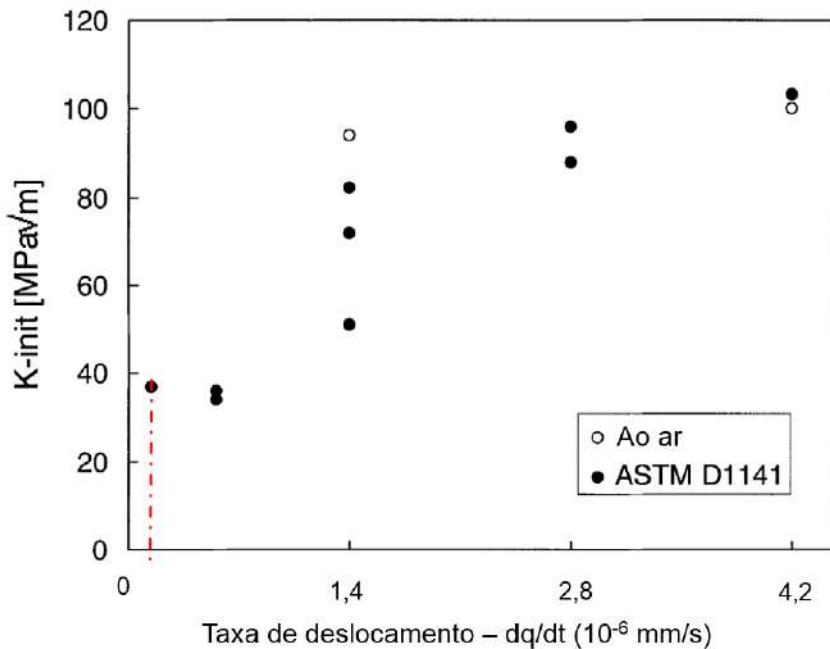


Figura 55 – Efeito da taxa de deslocamento ( $dq/dt$ ) no  $K_{ISCC}$  aparente medido em corpos de prova CT para um aço AISI 4340 com limite de escoamento de 1163 MPa água do mar artificial ASTM D1141 (Dietzel & Ghosal, 1998).

#### II.2.4 Abordagem elasto-plástica para trincamento assistido pelo meio

A aplicabilidade da mecânica da fratura linear elástica a casos de trincamento assistido pelo meio e, consequentemente, o emprego de  $K_I$  como parâmetro se baseiam nas premissas de plasticidade limitada na ponta da trinca e condições predominantes de estado plano de deformações. Da mesma forma que para ensaios ao ar, quando existe uma quantidade significativa de plasticidade devem ser utilizados parâmetros da mecânica da fratura elasto-plástica ( $J$  e  $\delta$ ). Os critérios para garantir a aplicabilidade da mecânica da fratura linear elástica são dados pela Equação 12, já apresentada anteriormente e reproduzida a seguir. Para ligas de menor resistência ou mais dúcteis, os critérios resultam em dimensões de corpo de prova proibitivas. Vale frisar ainda que para fragilização por hidrogênio sob proteção catódica, a difusão de hidrogênio através do corpo de prova é um fator controlador da taxa de propagação da trinca, sendo impactado, portanto, para maiores espessuras e resultando em tempos de ensaio mais longos.

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 * \left( \frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad \text{Equação 12}$$

Por estas razões, o conceito elasto-plástico de integral  $J$  é aplicado, especialmente para aços de menor resistência. A Figura 56 apresenta curvas  $J$ - $R$  obtidas em corpos de prova CT de um aço baixa liga estrutural (FeE 690T) com 693 MPa de limite de escoamento ao ar e sob proteção catódica em água do mar sintética ASTM D1141. É evidente o efeito deletério do meio no  $J_{0,2mm}$ , utilizado como parâmetro de iniciação e na inclinação da curva de resistência, ou seja, em  $\Delta J/\Delta a$ . Ambos ensaios foram realizados com taxa de deslocamento de  $2,8 * 10^{-7}$  mm/s, já que a taxa de deslocamento apresenta nas curvas  $J$  ou CTOD-R o mesmo efeito observado anteriormente em valores de  $K$  (Figura 57).

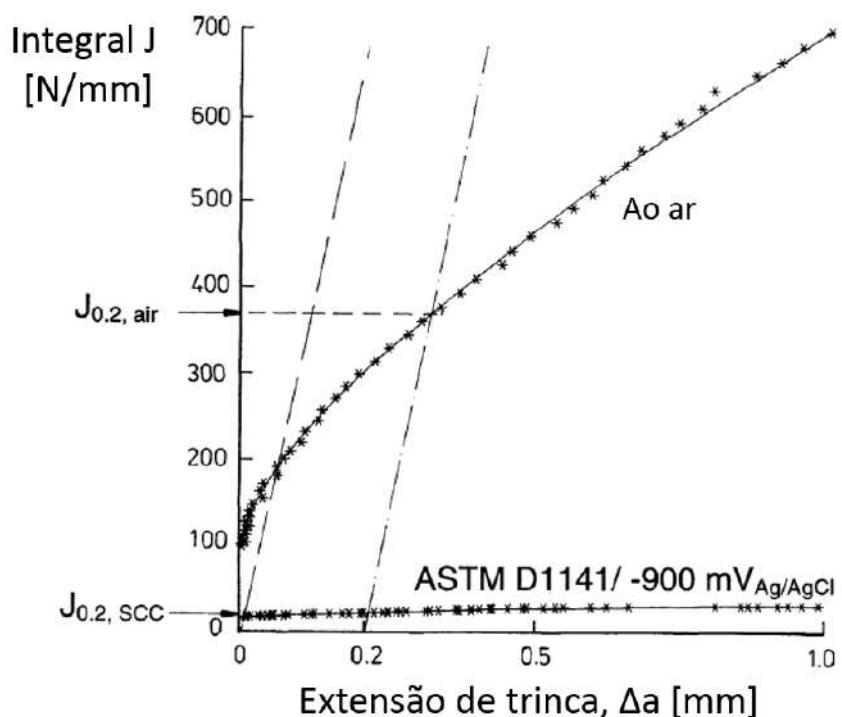


Figura 56 – Curvas  $J$ - $R$  obtidas em corpos de prova CT de um aço baixa liga estrutural (FeE 690T) com 693 MPa de limite de escoamento ao ar e sob proteção catódica em água do mar sintética ASTM D1141. Ambos ensaios realizados com taxa de deslocamento de  $2,8 * 10^{-7}$  mm/s (Dietzel & Schwalbe, 1989 *apud* Dietzel, 2011).

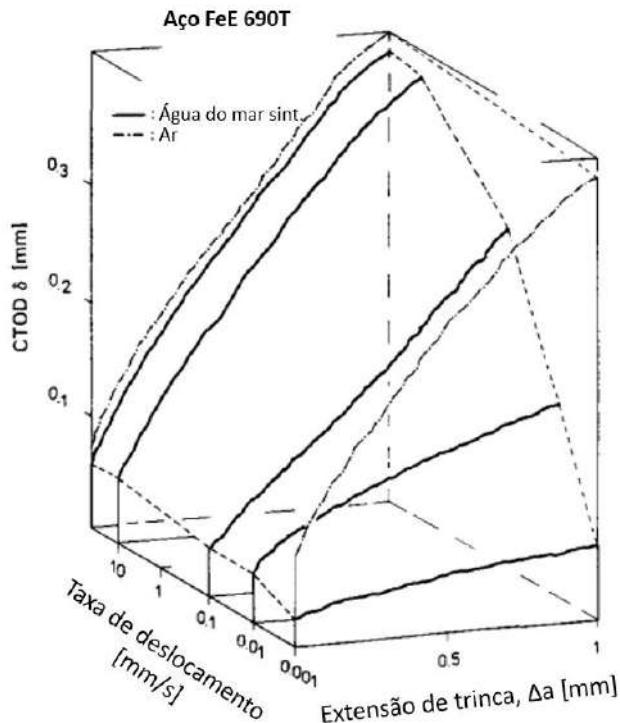


Figura 57 – Efeito da taxa de deslocamento nas curvas CTOD-R obtidas em corpos de prova CT de um aço baixa liga estrutural (FeE 690T) com 693 MPa de limite de escoamento ao ar e sob proteção catódica em água do mar sintética ASTM D1141 (Dietzel & Schwalbe, 1989).

### II.2.5 Diferenças entre resultados com carregamento estático ou crescente

Durante o desenvolvimento da metodologia para ensaios em carga crescente, foram feitas diversas comparações com os resultados de  $K_{TH}$  obtidos em deslocamento/carga constante, em geral gerando resultados similares (Clark & Landes, 1976). Entretanto, à época, o desenvolvimento das metodologias empregava basicamente aços de elevada resistência ( $>1200$  MPa) (Gilbreath & Adamson, 1976) (Waid & Ault, 1976).

Nibur *et al.* (2010, 2013) realizaram ensaios em carga crescente e deslocamento constante para aços ferríticos de diferentes níveis de resistência mecânica em hidrogênio gasoso (103 MPa H<sub>2</sub>), os resultados são apresentados na Figura 58. Observa-se claramente que para limites de escoamento abaixo de 900 MPa os ensaios em deslocamento constante (WOL) apresentaram valores de  $K_{TH}$  muito acima daqueles obtidos em carga crescente. Estes valores confirmam os resultados apresentados por Gangloff (2003), também em hidrogênio gasoso (Figura 59).

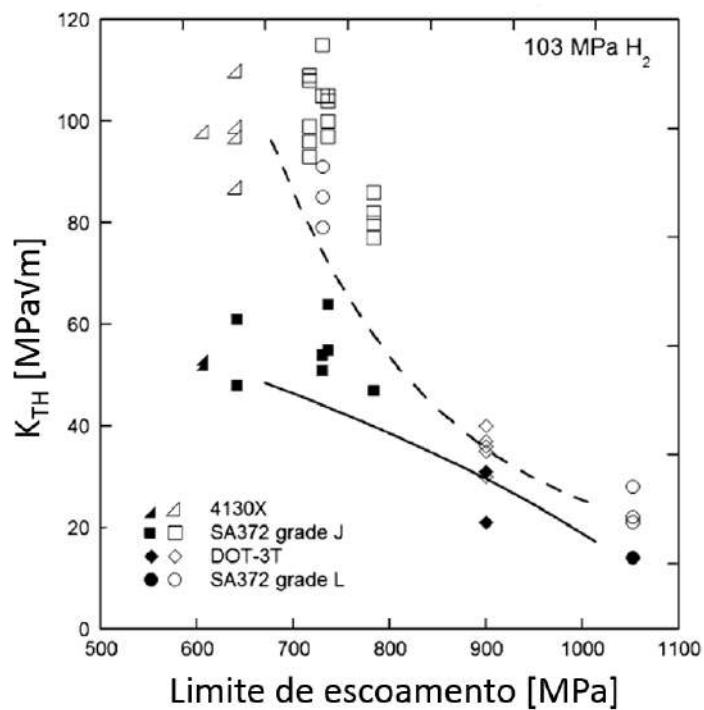


Figura 58 – Valores de K limiar para ensaios de deslocamento constante (marcadores vazios) e ensaios de carga crescente (marcadores cheios) em 103 MPa H<sub>2</sub> para aços de diferentes níveis de resistência (Nibur *et al.*, 2010, 2013).

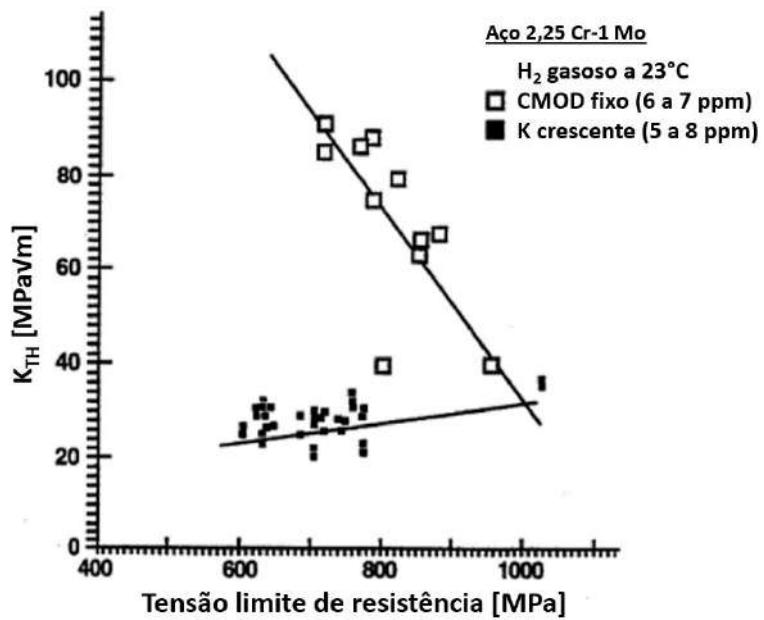


Figura 59 – Valores de K limiar para ensaios de deslocamento constante em H<sub>2</sub> (marcadores vazios) e ensaios de carga crescente pré-carregados com H<sub>2</sub> (marcadores cheios) para aços de diferentes níveis de resistência (Gangloff, 2003).

Nibur *et al.* (2010, 2013) determinaram ainda um valor de  $K$  aplicado mínimo para iniciação ( $K_{THi}^*$ ) para os ensaios em deslocamento constante com corpos de prova WOL (Figura 60). Este valor limiar se refere ao fator de intensidade de tensões aplicado abaixo do qual não há propagação subcrítica, ou seja, mesmo que os valores de  $K$  aplicado se encontrem acima do valor de parada de trinca ( $K_{THa}$ ), somente valores acima de  $K_{THi}^*$  promovem propagação e garantem um ensaio válido. Note-se que os ensaios foram conduzidos até 26.000 horas (~3 anos), sem apresentar propagação de trinca.

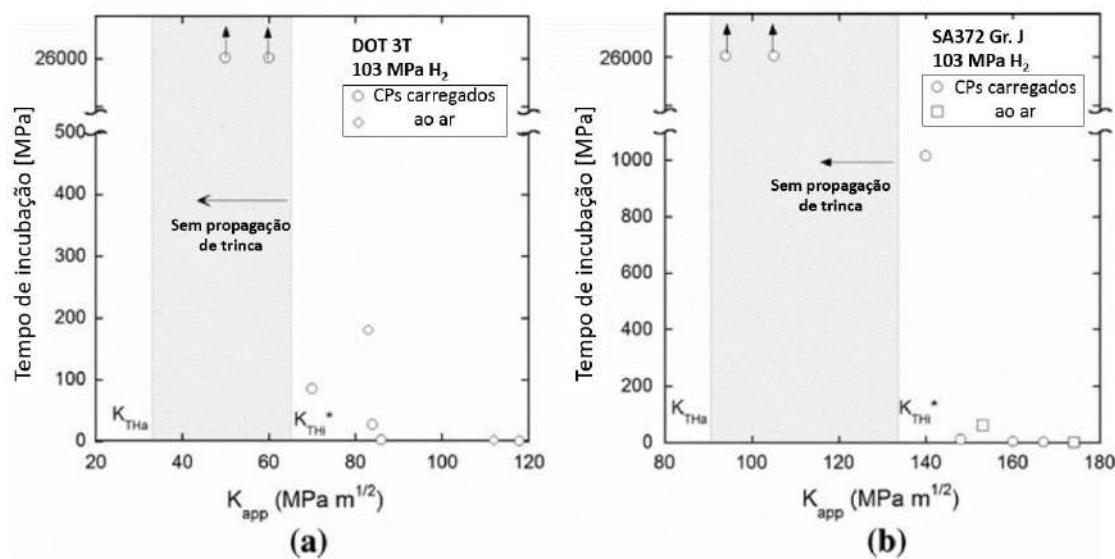


Figura 60 – Gráficos de tempo de incubação em função do  $K$  aplicado inicialmente para (a) aço DOT 3T ( $\sigma_{YS} = 900$  MPa) e (b) aço SA372 Gr. J ( $\sigma_{YS} = 730$  MPa). O deslocamento prescrito foi aplicado ao ar e em Argônio, sem efeito aparente (Nibur *et al.*, 2010, 2013).

Dietzel & Ghosal (1998) reportaram resultados de um aço AISI 4340 com 1163 MPa de escoamento testado em água do mar sintética ASTM D1141 em potencial de circuito aberto, onde ensaios de carga constante resultaram em um  $K_{TH}$  de  $37,5$  MPa.m $^{0,5}$  e ensaios de carga crescente em um  $K_{TH}$  de  $35$  MPa.m $^{0,5}$ . Já Koers *et al.* (2000) testaram um aço API 5L X56 com 400 MPa de escoamento em soluções salinas com  $H_2S$  utilizando ensaios em deslocamento constante (DCB) e em carga crescente. Os resultados estão apresentados na Figura 61. Os valores de  $K_{ISCC}$  obtidos nos ensaios DCB apresentam uma dependência clara do  $K$  inicial aplicado, o que é típico de ensaios em deslocamento constante (Ernst, 2004). Entretanto, a conclusão mais crítica é de que para um aço de 400 MPa de limite de escoamento, os resultados de  $K_{ISCC}$  obtidos por deslocamento constante em meio aquoso com  $H_2S$  são similares ou inferiores àqueles obtidos por carga crescente,

ao contrário do que observa em hidrogênio gasoso. Dietzel (2000) obteve resultados similares não somente de  $K_{ISCC}$ , mas também de  $da/dt$  ao comparar ensaios de carga crescente e deslocamento constante para ligas de alumínio 2024 T351 testadas em solução salina (Figura 62).

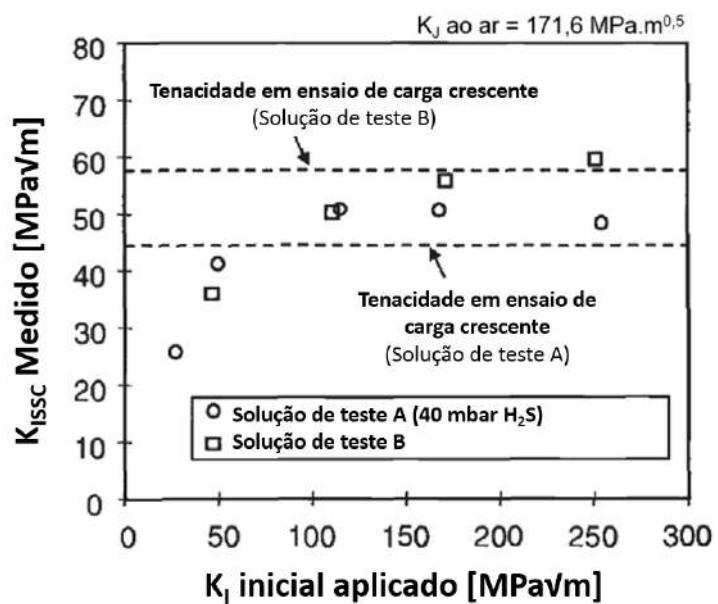


Figura 61 – Resultados de  $K_{ISCC}$  obtidos em soluções salinas com  $H_2S$  através de ensaios DCB (marcadores), em carga crescente (linhas pontilhadas) (Koers *et al.*, 2000).

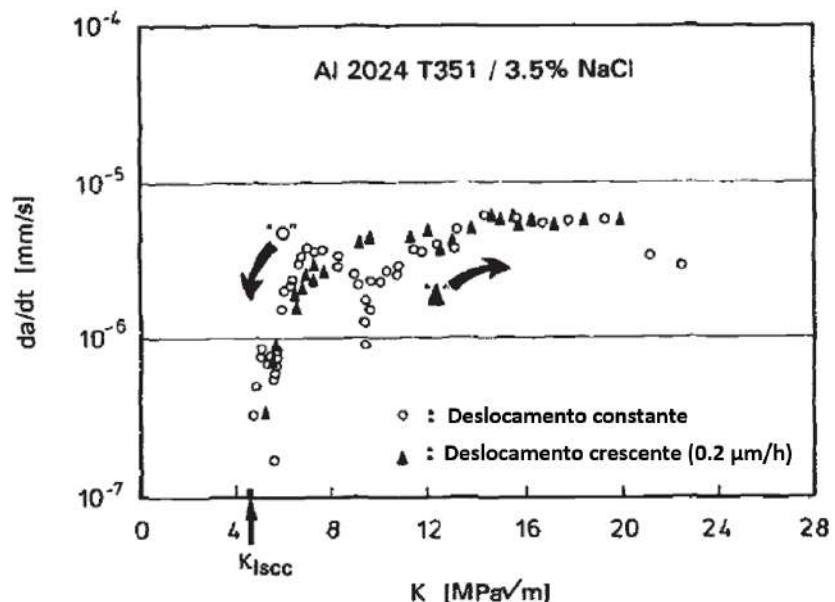


Figura 62 – Resultados de  $K_{ISCC}$  e  $da/dt$  para liga de alumínio 2024 T351 obtidos em solução salina através de ensaios DCB (círculos vazios), em carga crescente (triângulos cheios) (Dietzel, 2000).

## II.2.6 Monitoração do crescimento de trinca

A medição do tamanho de trinca durante o ensaio é extremamente importante, por permitir a detecção mais precisa da iniciação da trinca e o cálculo da taxa de propagação. Métodos ópticos apresentam dificuldades devido à presença do meio e da câmara de teste e, de toda forma, somente acompanham o crescimento da trinca na superfície do corpo de prova. Métodos que permitem a medição de um comprimento médio da trinca através de toda a espessura são preferíveis, como queda de potencial e técnicas de flexibilidade. A queda de potencial pode ser utilizada com corrente contínua ou alternada, sendo sempre necessário verificar se a aplicação de uma corrente não irá influenciar a eletroquímica na ponta da trinca. Técnicas de flexibilidade para uso em meio podem empregar *clip-gages* na boca da trinca ou extensômetros na face traseira do corpo de prova (BFS – *back face strain-gaging*). Mais informações sobre estas técnicas podem ser obtidas nas normas ISO 7539-9 (2008) – Anexo C e ASTM E647 (2013).

A técnica de normalização descrita na norma ASTM E1820 (2013) – Anexo A15, permite obter uma curva J-R diretamente de um registro força vs. deslocamento, junto com os tamanhos inicial e final de trinca, obtidos da superfície de fratura do corpo de prova após aberto. Esta metodologia é extremamente interessante para casos de altas taxas de carregamento (impacto), altas temperaturas ou meios agressivos. Nestas situações, não é possível empregar *clip gages* e métodos de flexibilidade no descarregamento (*unloading compliance*). Técnicas que dispensem a utilização de *clip gages* são extremamente importantes para meios mais agressivos como ambientes típicos de reservatórios alta pressão e alta temperatura com H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub>.

## II.2.7 Difusão e Permeação durante o ensaio

Durante ensaios de aços baixa liga com corpos de prova pré-trincados, submetidos à proteção catódica em potenciais da ordem de anodos de sacrifício a fonte primária de hidrogênio é a superfície externa e não a ponta da trinca, devido à queda de potencial e alterações químicas na região da trinca (ISO 7539-11, 2013) (Kehler & Scully, 2008). A norma ISO 7539-11 (2013) apresenta também recomendações para ensaios em outros sistemas material/meio sujeitos a fragilização por hidrogênio, enquanto a norma ISO 17081 (2014) descreve a metodologia para ensaios eletroquímicos de permeação.

A Figura 63 apresenta a solução da lei de Fick para chapas em função de parâmetros normalizados. O perfil de concentração de hidrogênio através da meia espessura do corpo de prova ( $L$ ) é função do valor de tempo normalizado  $\tau$  ( $tau$ ) =  $D*t/L^2$ , onde  $t$  é o tempo e  $D$  é o coeficiente de difusão efetivo. É importante destacar que o coeficiente de difusão efetivo em metais é função da concentração subsuperficial de hidrogênio devido ao efeito das armadilhas na solubilidade. A Figura 64 exemplifica este efeito para um aço inoxidável supermartensítico a 23°C.

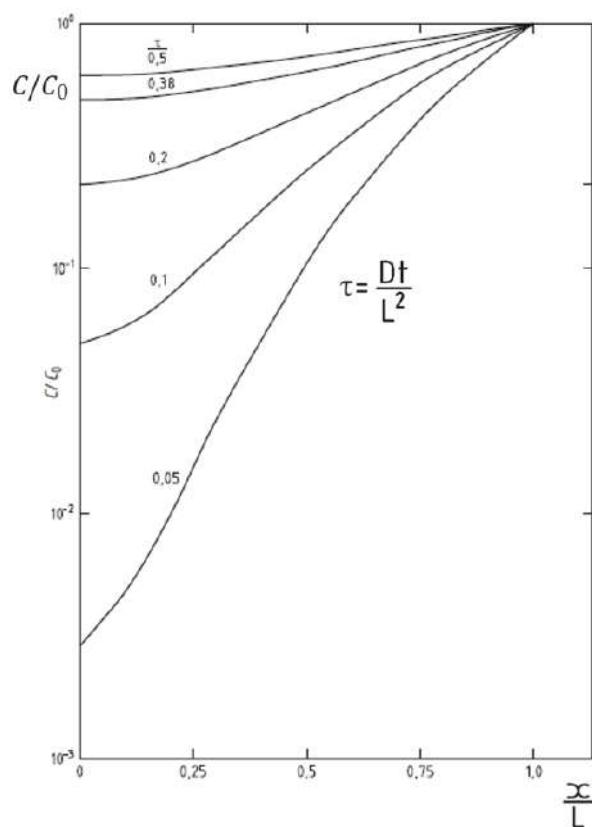


Figura 63 – Soluções da lei de Fick para perfis de concentração de hidrogênio em chapas, onde  $L$  é a meia espessura,  $x$  é a distância a partir da metade do corpo de prova,  $C_0$  é a concentração subsuperficial média,  $D$  é o coeficiente de difusão efetivo e  $t$  é o tempo (ISO 7539-11, 2013).

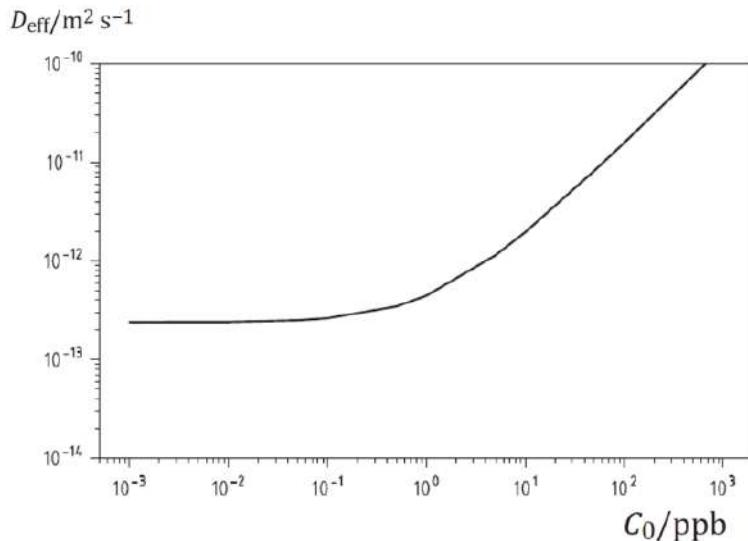


Figura 64 – Valores do coeficiente de difusão efetivo ( $D_{\text{eff}}$ ) em função da concentração subsuperficial de hidrogênio em ppb para um aço super 13Cr a 23°C (ISO 7539-11, 2013).

Utilizando o coeficiente de difusão efetivo de  $1,7 * 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  para um aço AISI 4340 a temperatura ambiente (ISO 7539-11, 2013), foram obtidos os tempos necessários (em dias) para atingir diferentes razões  $C/C_0$  à meia espessura (no centro do corpo de prova) para diferentes espessuras de corpos de prova (Figura 65). O corpo de prova de 24 mm de espessura levaria aproximadamente 200 dias para atingir 60% de  $C_0$ , enquanto os outros corpos de prova levariam tempos inferiores a 50 dias, em especial o corpo de prova equivalente ao DCB *half size* (4,77 mm) que atingiria 60%  $C_0$  em apenas 8 dias (Figura 66).

Estes resultados consideram os corpos de prova somente como chapas, ignorando a existência da trinca e o efeito das tensões na ponta desta na concentração de hidrogênio na zona de processo de fratura. Os valores de concentração calculados são, portanto, estimativas qualitativas baseadas apenas em difusão e não representam a concentração de hidrogênio atuante no processo de fratura. De toda forma, valores de tempo muito longos como os obtidos para corpos de prova de 12 mm e 24 mm já sugerem que um pré-carregamento com hidrogênio antes de ensaios em carga crescente é necessário. Como discutido anteriormente, para obter parâmetros de iniciação e resistência à propagação (inclinação da curva J-R) representativos da aplicação real, as taxas de carregamento devem ser lentas e o perfil de concentração de hidrogênio deve reproduzir o estado estacionário esperado desde o início do ensaio. Já em ensaios de parada de trinca

(deslocamento constante) o fator mais crítico é o perfil de concentração de hidrogênio ao final do ensaio, no momento de parada de trinca.

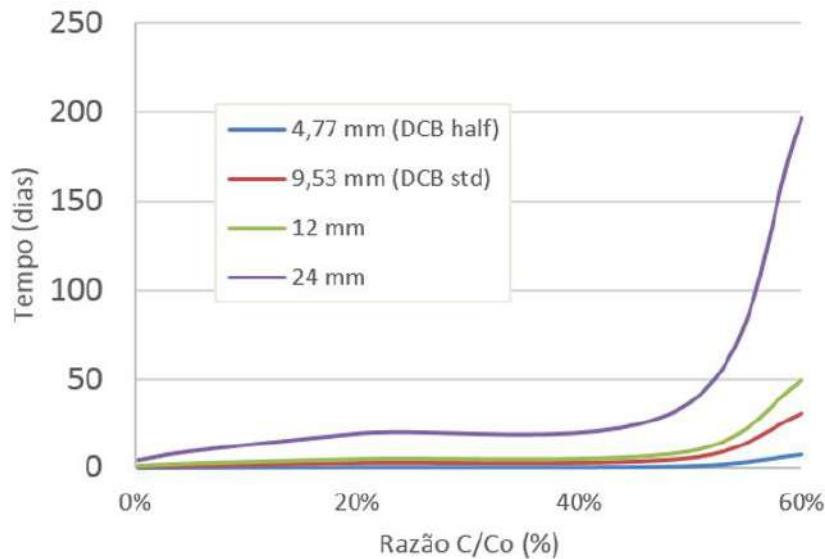


Figura 65 – Tempo em dias para atingir diferentes níveis de concentração de hidrogênio (C/C<sub>0</sub>) a meia espessura em diferentes corpos de prova para um aço AISI 4340 a temperatura ambiente (coeficiente de difusão efetivo de  $1,7 * 10^{-11} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ ).

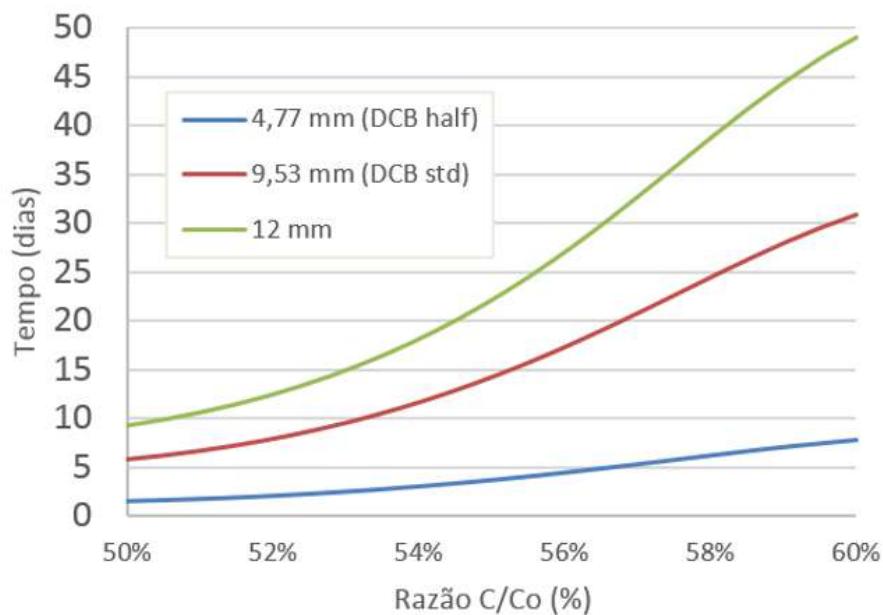


Figura 66 – Detalhe da Figura 65.

O uso de corpos de prova mais finos para acelerar o ensaio está limitado, em geral, a aços de mais alta resistência, pela necessidade de manter condições predominantes de estado plano de deformações (Equação 12). Do contrário, é necessário empregar os parâmetros de mecânica da fratura elasto-plástica.

Outro aspecto crítico para garantia da representatividade do caso real é o perfil de concentração de hidrogênio existente no componente. Na grande maioria dos casos práticos, a entrada de hidrogênio é unilateral, por vezes em um componente de parede grossa. Igualmente importante é a localização esperada de um defeito. A Figura 67 apresenta perfis esquemáticos de concentração de hidrogênio após longos tempos de exposição em um caso unilateral (linha vermelha) e um caso bilateral (linha azul). São evidentes as diferenças decorrentes dos diferentes perfis, por exemplo, ao considerar um defeito localizado do lado oposto ao lado de entrada de hidrogênio (caso unilateral). As concentrações de hidrogênio locais são completamente distintas a depender do caso considerado. De forma a reproduzir um perfil de hidrogênio à frente da trinca similar ao caso real (linha vermelha), algumas metodologias de ensaio aplicam pintura em todas as faces do corpo de prova, exceto a face da trinca. Em contrapartida, o componente estará exposto ao meio hidrogenante por tempos da ordem de 20-30 anos. Todo este período deve ser incorporado aos cálculos de difusão para garantir representatividade dos ensaios.

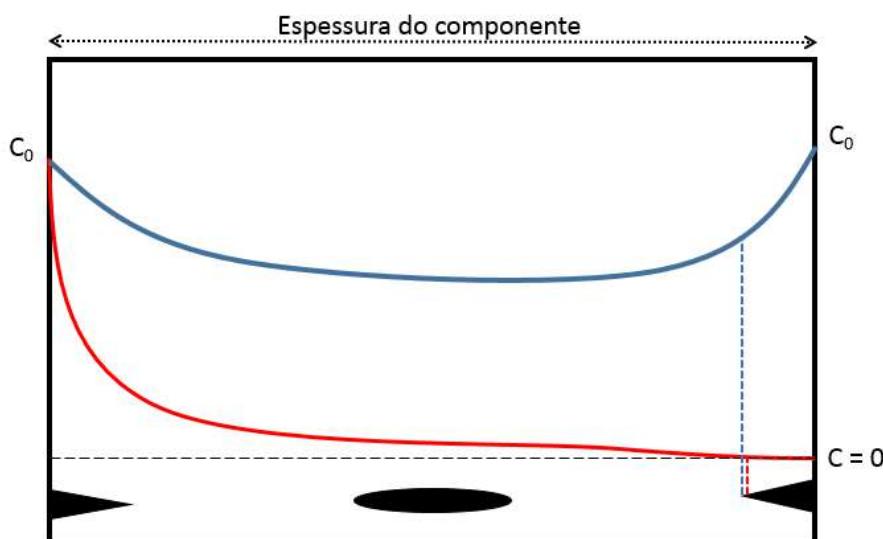


Figura 67 – Perfis esquemáticos de concentração de hidrogênio através da espessura do componente para casos de carregamento unilateral (linha vermelha) e bilateral (linha azul). Localização de trincas superfícies e internas (*embedded*).

## II.2.8 Corrosão-Fadiga e *Ripple load*

Todos os métodos de ensaios discutidos anteriormente – tanto os de carga/deslocamento constante, como os de carga crescente – são utilizados para obter parâmetros relacionados a componentes sob carregamento estático. Estruturas submetidas a carregamentos cíclicos significativos devem ser avaliadas sob a ótica de corrosão-fadiga.

Os ensaios de corrosão-fadiga são ensaios mais complexos, exigem máquinas servo-hidráulicas ou eletromecânicas e geralmente consomem mais tempo de máquina, sendo significativamente mais caros. Entretanto, a presença de cargas cíclicas pode levar à iniciação e propagação de trincas mesmo em condições onde o valor de  $K_{\text{máximo}}$  (da amplitude do fator de intensidade de tensões –  $\Delta K$ ) é inferior ao valor  $K_{\text{TH}}$  determinado em ensaios de carga/deslocamento constante ou carga crescente (Horstmann & Gregory, 1991) (Pao & Bayles, 1991) (Yoder *et al.*, 1988).

O carregamento denominado *ripple load* consiste em cargas cíclicas de baixa amplitude e elevado  $R$  (aproximadamente 0,9), que pode ocorrer em diversos componentes, onde o carregamento principal é basicamente estático (elevado  $\sigma$  médio) (Figura 68a), mas a presença de meio corrosivo e uma pequena amplitude de cargas cíclicas pode levar à iniciação e propagação de trinca por corrosão fadiga abaixo do valor de  $K_{\text{TH}}$  para uma determinada combinação material/meio (Figura 68b).

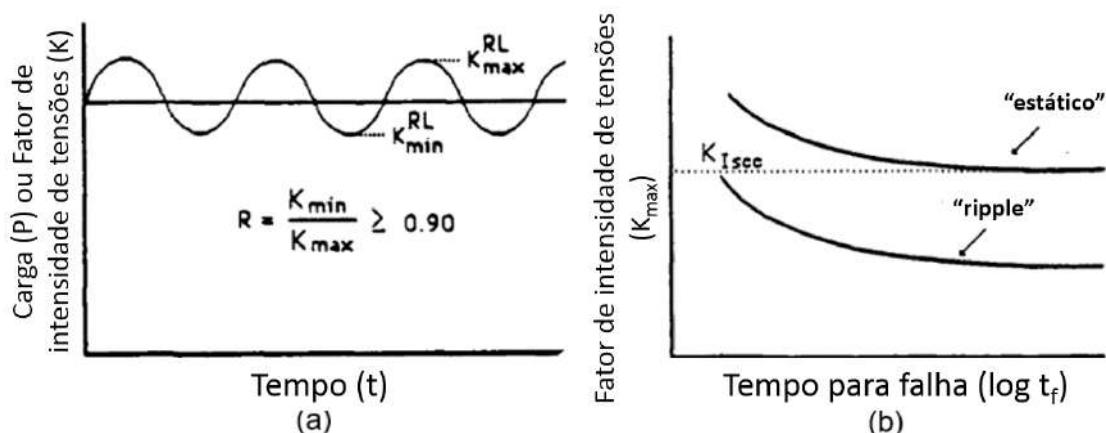


Figura 68 – (a) Representação esquemática de uma carga de *ripple* aplicada sobre uma carga estática ( $R \geq 0,9$ ); (b) Efeito da carga de *ripple* no fator de intensidade máximo crítico (Yoder *et al.*, 1988).

Pao & Bayles (1991) reportaram valores de  $\Delta K_{\text{TH}} = 3,1 \text{ MPa.m}^{0,5}$  e  $K_{\text{MAX}} = 44 \text{ MPa.m}^{0,5}$  em ensaios com  $R = 0,9$  para um aço 5 NiCrMoV em solução de 3,5% NaCl com  $K_{\text{TH}} = 110 \text{ MPa.m}^{0,5}$ , obtido em ensaios estáticos. É importante frisar, que com o crescimento

da trinca por corrosão-fadiga, o valor de  $K$  na ponta desta pode ultrapassar  $K_{TH}$ , sendo a propagação subsequente possível por corrosão sob tensão/trincamento assistido por hidrogênio, mesmo com a remoção das cargas cíclicas.

Como discutido anteriormente, a abordagem de corrosão-fadiga consiste, portanto, em determinar curvas da/dN e, possivelmente, um  $\Delta K$  limiar ( $\Delta K_{TH}$ ). Caso o carregamento em operação seja superior ao valor de  $\Delta K_{TH}$ , deve ser realizado o cálculo da vida útil do componente em corrosão-fadiga e/ou avaliadas as possibilidades de mitigação do fenômeno, seja por alterações no meio corrosivo, no carregamento ou no material (ex. aplicação de revestimentos).

### **II.2.9 Avaliação de integridade estrutural com FAD Modificado**

Como discutido brevemente na Seção II.1.2, para avaliação de integridade estrutural de um componente sujeito a trincamento assistido pelo meio o diagrama FAD pode ser utilizado a partir da modificação dos eixos com os parâmetros  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$  (Figura 69). Esta abordagem é válida, desde que:

- O componente não esteja sujeito a condições de carregamento cíclico significativas (seção II.2.8);
- As condições dos ensaios para obtenção de  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$  representam corretamente ou são mais críticas que aquelas esperadas na prática para o componente;
- Os valores de  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$  representam os valores mínimos que poderiam ser obtidos para a combinação material/meio, ou seja, não foram superestimados devido a taxas de deslocamento elevadas ou tempo insuficiente de ensaio (Seções II.2.2 e II.2.3).

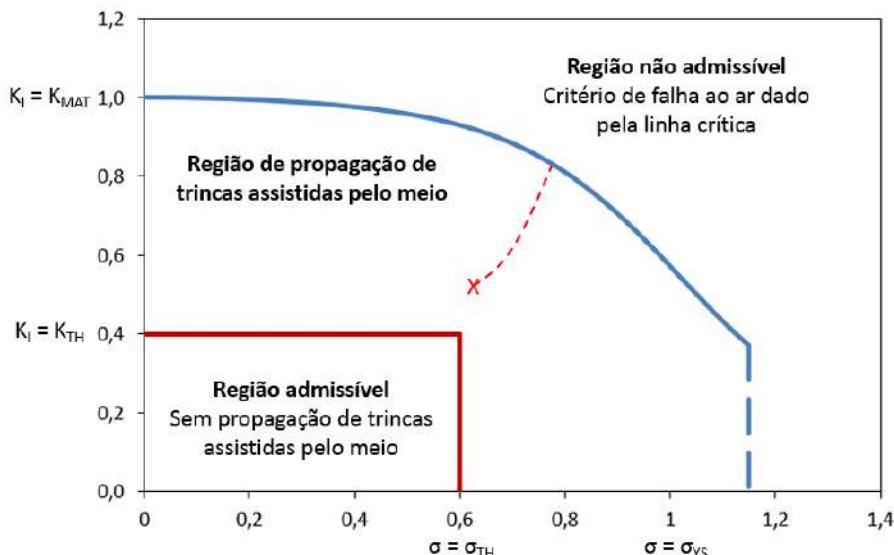


Figura 69 – Diagrama FAD alterado, ilustrando a inclusão de dados de fratura assistida pelo meio. A região aceitável resultante é representada por um retângulo. Um ponto na região de propagação e sua evolução até a falha na linha crítica estão ilustrados.

A modificação do eixo  $K_r$  se dá com a substituição de  $K_{mat}$  por  $K_{TH}$  ou, como recomendado pelas normas BS7910 (2013) e API 579-1/ASME FFS-1 (2007), por  $K_{TH}/f_{EAC}$ , onde  $f_{EAC}$  é um fator de segurança. O uso de um fator de segurança é recomendado, tendo em vista as incertezas geralmente envolvidas na determinação da agressividade do meio corrosivo e das tensões no componente. Já no eixo  $L_r$ , a tensão limite, usualmente o limite de escoamento pode ser substituído por  $\sigma_{TH}$  determinado a partir de corpos de prova lisos. A nova região ‘aceitável’ em relação a imunidade ao trincamento assistido pelo meio é definida, a princípio, como um retângulo. Dependendo da suscetibilidade do material ao dado meio, esta região pode ser consideravelmente inferior à região original obtida a partir de testes ao ar. A área entre as duas regiões representa a região de propagação subcrítica de trinca, assistida pelo meio (Figura 69). Caso disponíveis, os dados de  $da/dt$  vs.  $K$  podem ser utilizados para estabelecer o tempo entre a iniciação da trinca e a reprovação dada pela curva de admissibilidade do FAD. Este cálculo, embora sujeito a diversas incertezas, pode permitir estabelecer intervalos de inspeção e a adoção de medidas preventivas. Uma forma conservadora de realizar este cálculo é utilizar a taxa de crescimento do patamar (região II –  $da/dt_{II}$ ) para todo o espectro de  $K$ , desconsiderando a propagação mais lenta da região I. Um ponto na região de propagação subcrítica de trinca está representado na Figura 69, ilustrando a propagação até a falha na linha crítica.

Como discutido anteriormente na seção II.1.5, alguns dos micromecanismos de trincamento assistido pelo meio envolvem apenas processos na ponta da trinca (ex. dissolução anódica), enquanto outros envolvem a difusão de átomos de hidrogênio à frente da trinca (ex. fragilização por hidrogênio ou trincamento sob tensão por sulfetos). Neste último caso, trincas internas (*embedded*) ou superficiais no lado oposto ao meio corrosivo (Figura 67) devem ser avaliadas, já que o hidrogênio irá difundir preferencialmente para o campo de tensões na ponta destas trincas, ao longo da espessura do componente. Caso a relação  $K$  crítico/concentração de hidrogênio crítica seja conhecida, é possível avaliar o tempo necessário para atingir a concentração de hidrogênio necessária para trincamento (Gangloff, 2009).

Outro aspecto crítico da confiabilidade dos parâmetros  $K_{TH}$  e  $da/dt$  vs.  $K$  obtidos é o efeito do tamanho de trinca na propagação assistida pelo meio. O efeito de trincas curtas nas taxas  $da/dN$  de trincas de fadiga é conhecido e significativo mesmo em ensaios ao ar ou em meio inerte (Holtam, 2010). Neste caso, seriam trincas curtas do ponto de vista mecânico (efeito de plasticidade na ponta da trinca) e/ou microestrutural (em relação ao tamanho de grão). Entretanto, as trincas também podem ser consideradas curtas (ou seja, apresentam comportamento diferente de trincas longas) do ponto de vista químico: o meio na ponta de uma trinca curta difere daquele em uma trinca longa, levando a diferentes taxas de propagação ( $da/dt$  ou  $da/dN$ ), para os mesmos valores de  $K$  ou  $\Delta K$ . As taxas de propagação podem inclusive ser menores para trincas curtas, mas geralmente são significativamente maiores (Holtam, 2010). Consequentemente, é crítico garantir que os dados de  $K_{TH}$  e  $da/dt$  vs.  $K$  obtidos são representativos dos defeitos esperados na prática, que geralmente se apresentam como trincas curtas.

Este trabalho possui como objetivo principal construir um diagrama FAD para um aço baixa liga sujeito à proteção catódica durante operação. Será necessário, portanto, obter os valores de  $K_{TH}$  e  $\sigma_{TH}$  para as condições esperadas. Como apresentado nas seções II.2.2 e II.2.3, existem diversas opções de ensaios, corpos de prova e modos de controle para obtenção destes parâmetros. Para obtenção de  $\sigma_{TH}$  optou-se pelo ensaio de tração uniaxial em corpo de prova cilíndrico entalhado, com aumentos incrementais de tensão (Figura 70). O uso de carga crescente acelera o ensaio, enquanto o uso de aumentos incrementais facilita a detecção da iniciação de trinca. Já para obtenção de  $K_{TH}$ , os corpos de prova *compact tension* – C(T) e *single edge notch bending* – SE(B), também em carregamento

incremental (ISL) foram escolhidos de forma a acelerar o ensaio. O material utilizado e a metodologia dos ensaios serão detalhados a seguir.

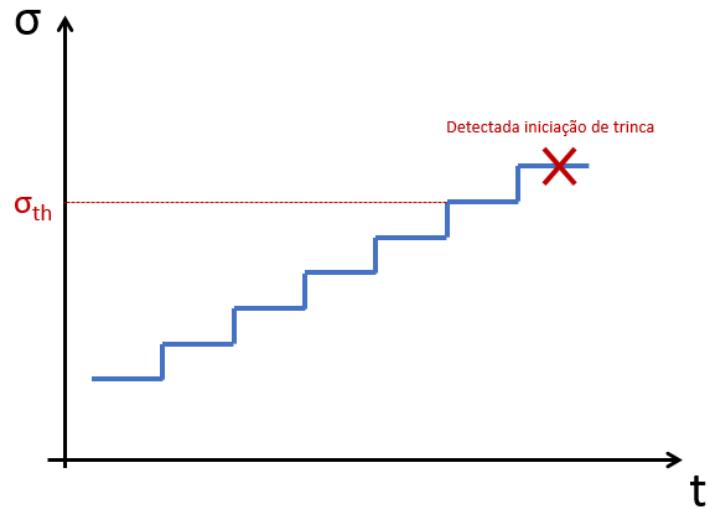


Figura 70 – Ensaio em corpo de prova de tração cilíndrico entalhado com aumento incremental de tensão (*step loading*) até detectar a iniciação de trinca.

### III MATERIAIS E MÉTODOS

#### III.1 Material

O aço utilizado neste estudo consiste em um aço baixa liga forjado, temperado e revenido com um limite de escoamento mínimo especificado (SMYS) de 725 MPa (105 ksi) e composição química conforme AISI 4340 (ASTM A322 – 2013).

A geometria do componente original consiste basicamente em uma barra forjada de seção redonda com diâmetro de 54,61 mm e comprimento de 920 mm. O componente tem função de fixador e possui filetes usinados. O diâmetro externo, considerando os filetes é de 60,33 mm. (Figura 71).

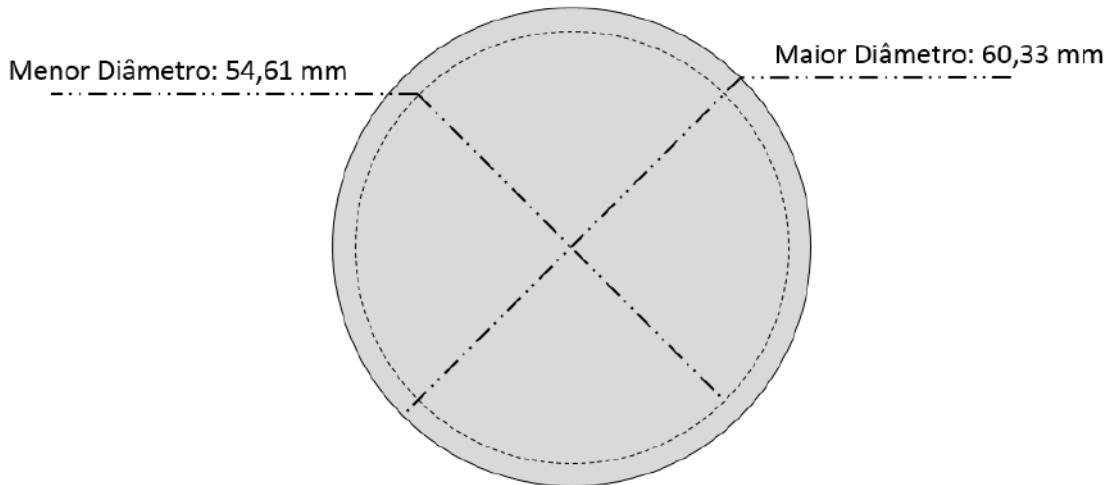


Figura 71 – Dimensões do componente em aço baixa liga forjado temperado e revenido utilizado neste estudo.

A primeira etapa do trabalho consistiu na caracterização metalúrgica e mecânica básica do aço baixa-liga. Estes resultados de caracterização básica serão apresentados nesta seção, logo em seguida. A segunda etapa do trabalho consistiu na realização de ensaios hidrogenados para determinação dos parâmetros  $\sigma_{TH}$  e  $K_{TH}$ . Estes ensaios foram realizados tomando como base a norma ASTM F1624 (2012) e a metodologia utilizada está detalhada na Seção III.3. Finalmente, a terceira etapa consiste na construção de um diagrama FAD modificado e sua aplicação para um caso de carregamento típico de um componente submarino submetido a proteção catódica (Seção III.4).

### III.1.1 Análise de composição química

A análise química foi realizada através do método de Espectrometria de Emissão Ótica, utilizando-se um equipamento marca Spectro, Modelo Spectrolab, conforme norma ASTM E415. A média de três medições está reportada na Tabela 2. Os valores estão, na maior parte, de acordo com os limites para a especificação AISI 4340 (G43400) da norma ASTM A322 (2013), apenas os valores de manganês e cromo se encontram um pouco acima do limite máximo (Tabela 3).

A análise de composição química permite também obter os teores de contaminantes que favorecem a fragilização por hidrogênio, como Mn, Si, P e S (Seção II.1.7).

Tabela 2 – Resultados de composição química para o aço baixa liga utilizado (%p)

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Ni</b>	<b>Al</b>	<b>Co</b>
0,38	0,256	0,828	0,008	0,014	0,937	0,247	1,980	0,040	0,007
<b>Cu</b>	<b>Nb</b>	<b>Ti</b>	<b>V</b>	<b>W</b>	<b>Fe</b>				
0,163	<0,001	0,005	0,007	<0,010	Bal.				

Tabela 3 – Limites de composição química para o grau G434000 conforme ASTM A322 (2013) (%p)

<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Ni</b>
0,38	0,15	0,60			0,70	0,20	1,65
0,43	0,35	0,80	0,035	0,040	0,90	0,30	2,00

\*Valores únicos são valores máximos

### III.1.2 Propriedades em tração

As propriedades de tração ao ar foram obtidas em corpos de prova de seção redonda com 12,5 mm (0,5") de diâmetro e comprimento útil de 50,8 mm (2"). Os ensaios foram conduzidos a temperatura ambiente conforme a norma ASTM E8. Os corpos de prova foram retirados na direção longitudinal com um corpo de prova retirado no núcleo da barra e outro a meio raio (indicado na Figura 72). Os resultados obtidos para estes ensaios estão reportados na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados do ensaio de tração uniaxial

Corpo de prova	Localização	Limite de escoamento (MPa) [ksi]	Limite de Resistência (MPa) [ksi]	Al. (%)	RA%
1	Núcleo	772 [112]	924 [134]	20	62
2	Meio-raio	779 [113]	924 [134]	20,5	64

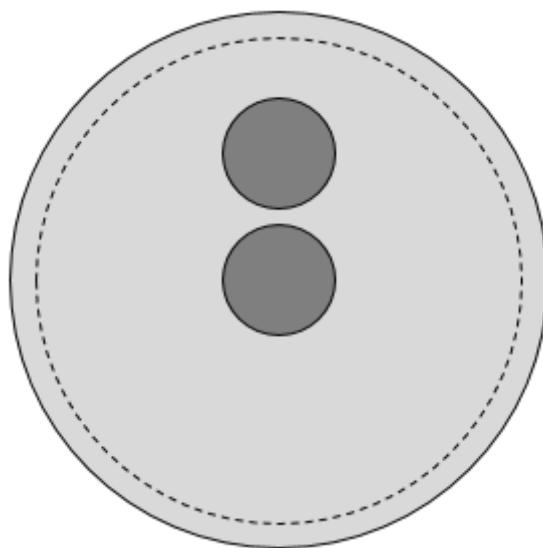


Figura 72 – Localização dos corpos de prova de tração uniaxial a meio-raio e núcleo.

### III.1.3 Propriedades de impacto Charpy

As propriedades de impacto Charpy com entalhe V foram obtidas em corpos de prova tamanho padrão 10 x 10 x 55, conforme norma ASTM E23. Os corpos de prova Charpy foram retirados na longitudinal, com entalhe na direção radial (configuração L-R na Figura 73) tanto no núcleo como a meio raio. Foram realizadas triplicatas em 3 temperaturas:

- 4°C: temperatura de operação mínima esperada para equipamentos submarinos no leito marinho;
- -18°C: temperatura exigida em especificações técnicas de fixadores submarinos e normas como API 6A (2014);

- $-101^{\circ}\text{C}$ : temperatura exigida em norma ASTM A320 para fornecimento do grau L43;

Os resultados estão apresentados na Tabela 5.

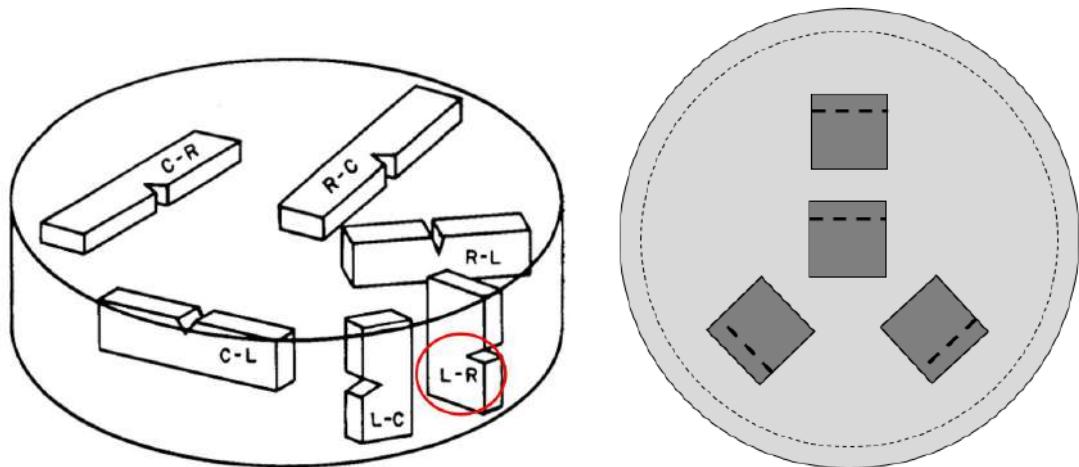


Figura 73 – Orientação L-R e localização dos corpos de prova de impacto Charpy a meio-raio e núcleo.

Tabela 5 – Resultados do ensaio de impacto Charpy

Temperatura	Localização	Energia de Impacto (J)			
		CP1	CP2	CP3	Média
$4^{\circ}\text{C}$	Núcleo	114	111	x	113
$4^{\circ}\text{C}$	Meio-raio	108	104	x	106
$-18^{\circ}\text{C}$	Núcleo	104	94	100	99
$-18^{\circ}\text{C}$	Meio-raio	103	95	104	101
$-101^{\circ}\text{C}$	Núcleo	16	18	18	17
$-101^{\circ}\text{C}$	Meio-raio	22	23	22	22

### III.1.4 Propriedades de dureza

A macrodureza foi avaliada com o método Rockwell C conforme ASTM E18 a meio-raio e núcleo em um corte transversal do componente e na superfície. Os valores médios de 3 indentações estão na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados do ensaio de dureza Rockwell C (valores em Vickers convertidos pela norma ASTM E140)

Localização	Método/Carga	Média
Núcleo	Rockwell C 150 kgf	25 HRC (266 HV)
Meio-raio		26 HRC (272 HV)
Superficial		27 HRC (279 HV)

### III.1.5 Análise metalográfica

A análise metalográfica foi realizada para determinar as características microestruturais nas diferentes orientações (longitudinal e transversal), assim como o nível de inclusões não metálicas e o nível de bandeamento próximo ao núcleo.

O material apresenta inclusões alongadas de sulfeto de manganês, observadas nos cortes longitudinais (Figura 74 a Figura 76), em nível baixo.

A microestrutura consiste majoritariamente de martensita revenida, com pouco bandeamento na superfície (Figura 77), mas significativo a partir de meio-raio (Figura 78). Bandas claras de bainita foram evidenciadas por microdureza Vickers com carga de 200g e metalografia (Figura 79 e Figura 80). A norma API 20E (2012), para fixadores na indústria de Óleo e Gás, exige a medição por microdureza Vickers com carga de 50g em bandas de martensita não revenida evidenciadas pelo ataque metalográfico. Entretanto, no aço do presente trabalho, não foram observadas bandas de martensita não revenida.

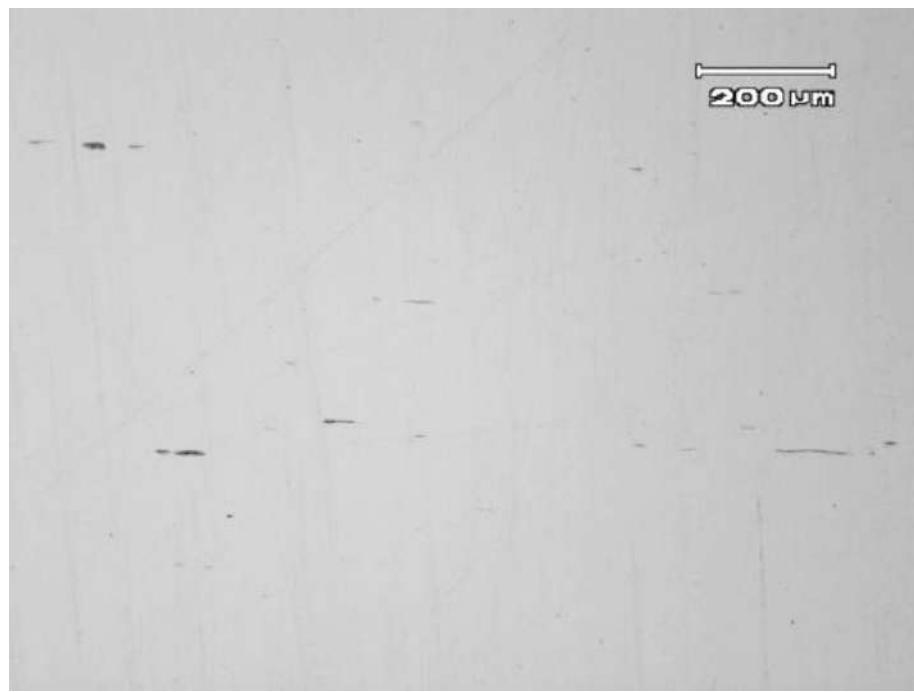


Figura 74 – Micrografia longitudinal próximo à superfície do componente, mostrando inclusões alongadas (sulfetos de manganês)

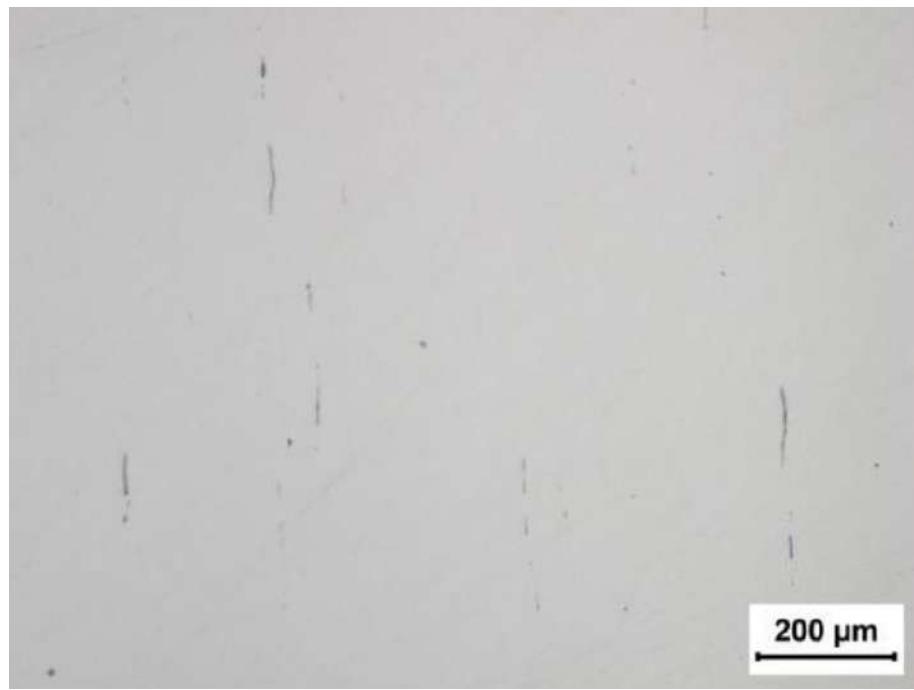


Figura 75 – Micrografia longitudinal próximo ao núcleo do componente, mostrando inclusões alongadas (sulfetos de manganês)

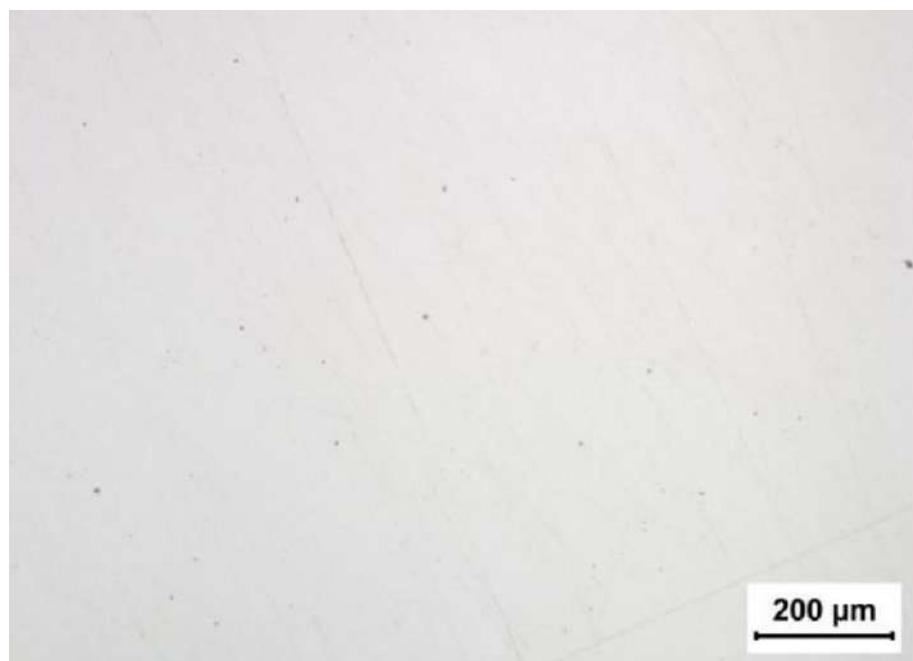


Figura 76 – Micrografia transversal próximo ao núcleo do componente, mostrando inclusões apenas como pontos devido à orientação do corte



Figura 77 – Metalografia da região superficial em corte longitudinal.



Figura 78 – Metalografia da região do núcleo em corte longitudinal. Bandeamento microestrutural evidente.

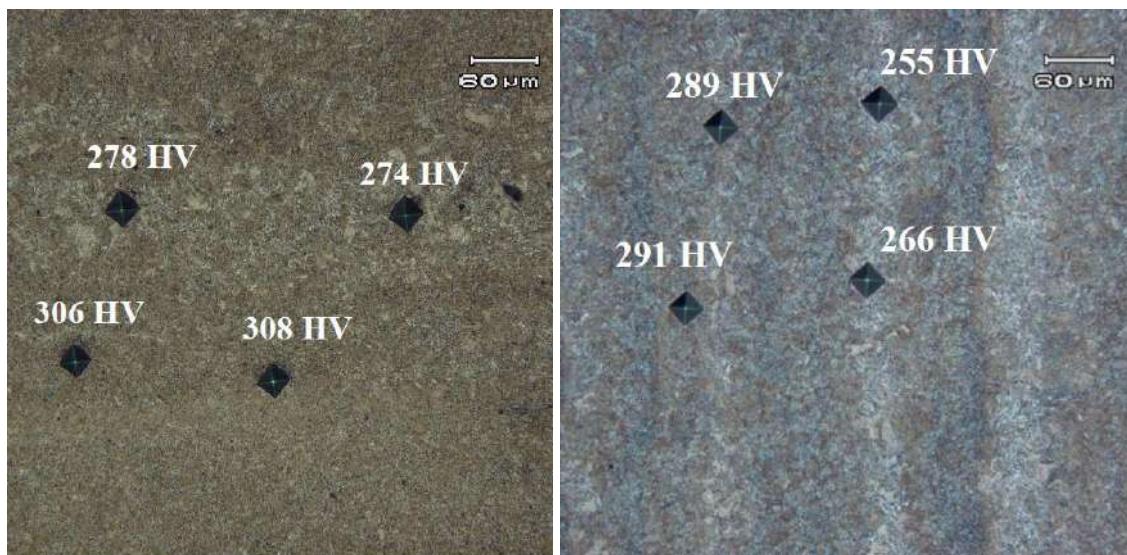


Figura 79 – Medições de microdureza HV0,2 nas bandas claras e escuras do bandeamento

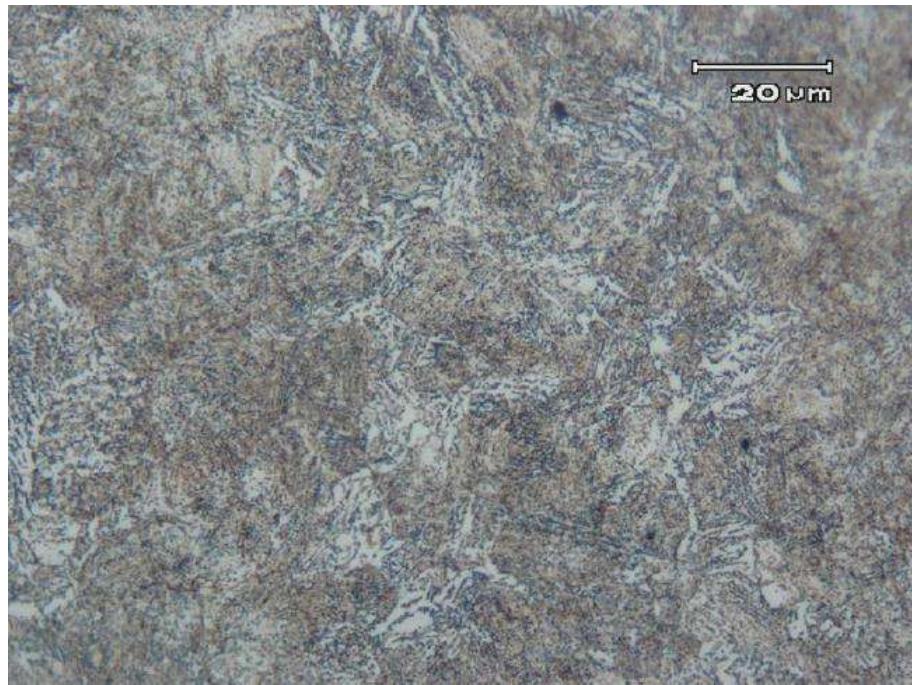


Figura 80 – Metalografia em maior aumento evidenciando bainita nas bandas claras

### III.2 Meio agressivo

O meio agressivo utilizado para os testes foi uma solução salina com 3,5% de NaCl e um potencial catódico de -1100 mV Ag/AgCl, típico de proteção catódica por anodos de sacrifício em equipamentos submarinos. O uso de uma solução salina no lugar de água do mar sintética se deve à possibilidade de formação de camada calco-magnesiana sobre o corpo de prova em ensaios em água do mar sintética. Esta camada calco-magnesiana pode impedir a entrada de hidrogênio, levando a resultados não conservadores. Conforme as curvas de polarização catódica realizadas para aço similar em outro estudo (Scully, 2012), a densidade de corrente necessária para manter o potencial de -1100 mV Ag/AgCl é de aproximadamente  $5,0 \times 10^{-4}$  A/cm<sup>2</sup> (Figura 81). Considerando uma área superestimada para um corpo de prova de mecânica da fratura de 100 cm<sup>2</sup>, a corrente necessária para polarizar cada corpo de prova é de 50 mA, facilmente obtida em potencióstatos disponíveis. A temperatura dos ensaios foi ambiente, já que a fragilização por hidrogênio mostra uma dependência significativa da temperatura, com valores mínimos de K<sub>TH</sub> e σ<sub>TH</sub> próximo da temperatura ambiente.

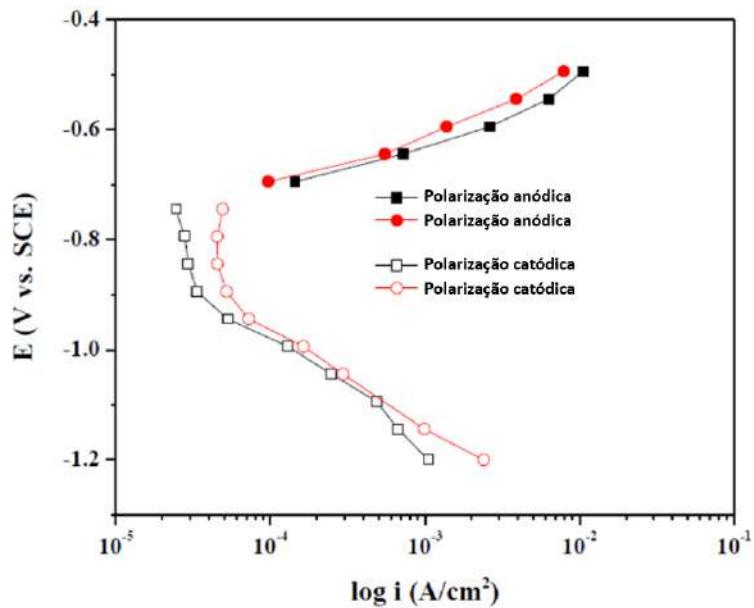


Figura 81 – Curvas de polarização anódica e catódica de aço similar em água do mar sintética (Scully, 2012)

Foram utilizados contra-eletrodos de placas de titânio revestidas com terras raras e eletrodos de calomelano saturado como referência em uma cuba acrílica com capacidade para 8 litros de solução. Devido ao aumento do pH com o decorrer do ensaio, foi estabelecido um procedimento de renovação da solução através de um dreno instalado na parte inferior da cuba. A renovação da solução ocorreu aproximadamente uma vez ao dia. A Figura 82 apresenta o dispositivo de teste para um ensaio com corpo de prova de tração entalhado em meio.

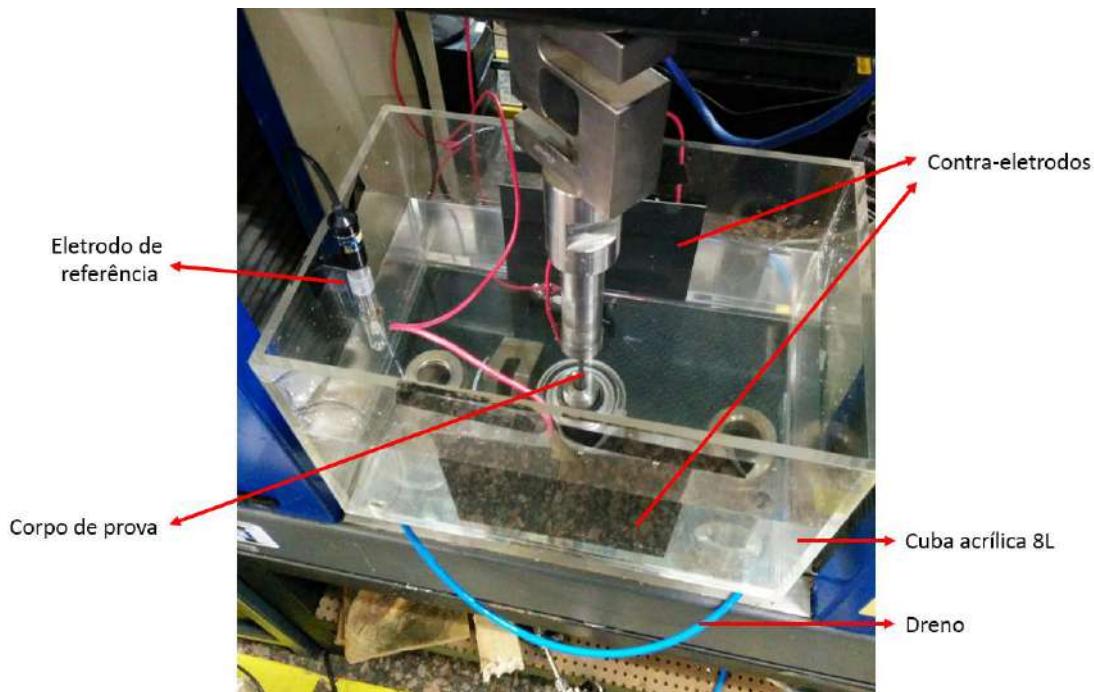
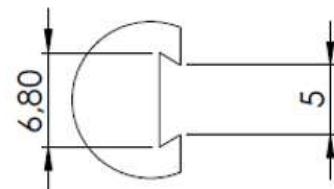
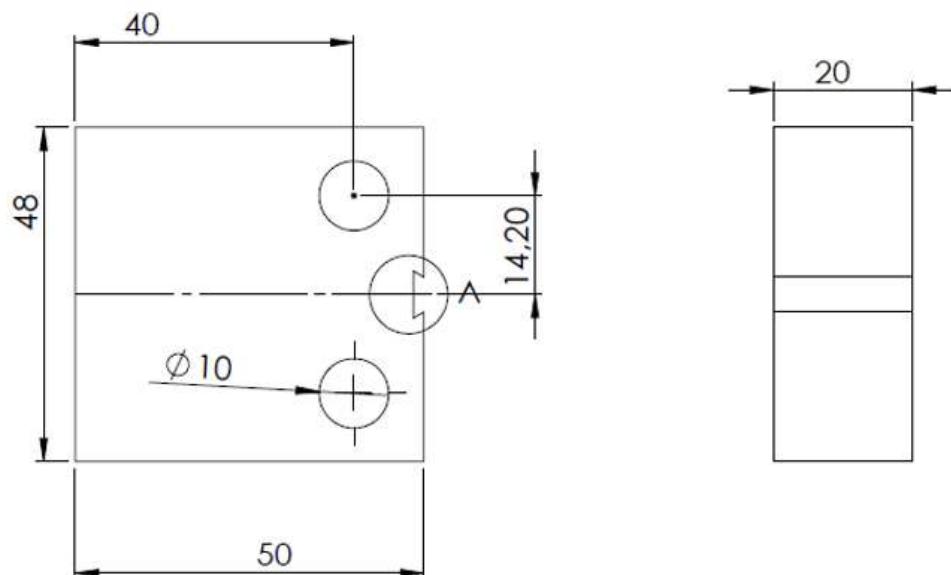


Figura 82 – Setup de teste em meio para corpo de prova de tração entalhado

### III.3 Metodologia de ensaio - *Incremental Step Loading* (ASTM F1624)

A norma ASTM F1624 (2012) apresenta uma metodologia de carregamento incremental em patamares que permite obter os valores de tensão ( $\sigma_{TH}$ ) e fator de intensidade de tensão limiares ( $K_{TH}$ ) em diferentes meios agressivos. A norma estabelece o uso de corpos de prova de mecânica da fratura conforme a norma adequada (ASTM E1820, ASTM E1681, ASTM E399 ou, no caso do presente trabalho, BS 7448) ou corpos de prova que a norma denomina de ‘geometria irregular’. Estes corpos de prova de geometria irregular estão definidos em normas como a ASTM F519 (2013).

Os corpos de prova pré-trincados de mecânica da fratura utilizados neste trabalho para determinação de  $K_{TH}$  foram *compact tension* – C(T) e *single edge notched bend* – SE(B), baseados na norma inglesa BS 7448 (1991) (Figura 83 a Figura 86). Os corpos de prova C(T) com espessura (B) igual a 20 mm e W igual a 40 mm. Já os corpos de prova SE(B) de seção quadrada foram usados com B de 17,5 mm e 21 mm, devido à disponibilidade reduzida de material.



DETALHE A  
ESCALA 2 : 1

Figura 83 – Corpos de prova *Compact Tension* – C(T) - de mecânica da fratura utilizados  
(baseados na norma BS 7448, 1991)

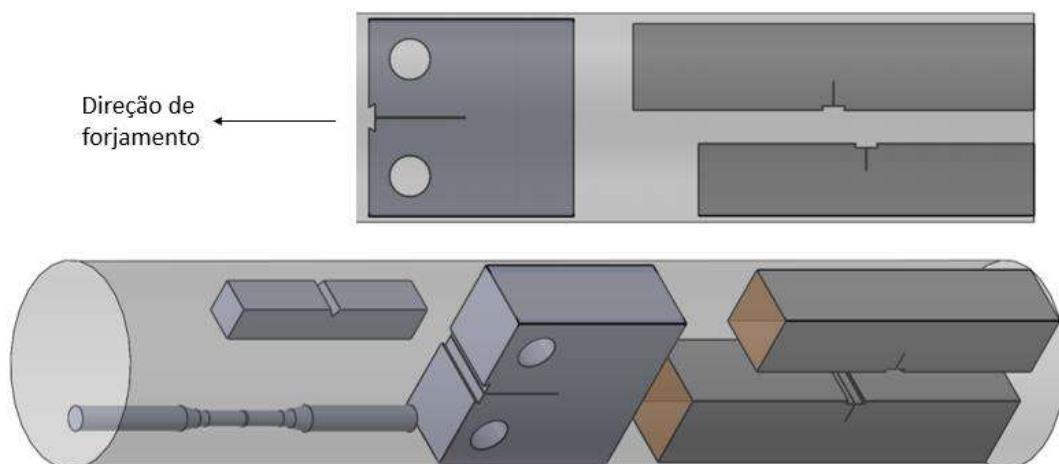


Figura 84 – Localização e orientação dos corpos de prova de mecânica da fratura, tração e impacto

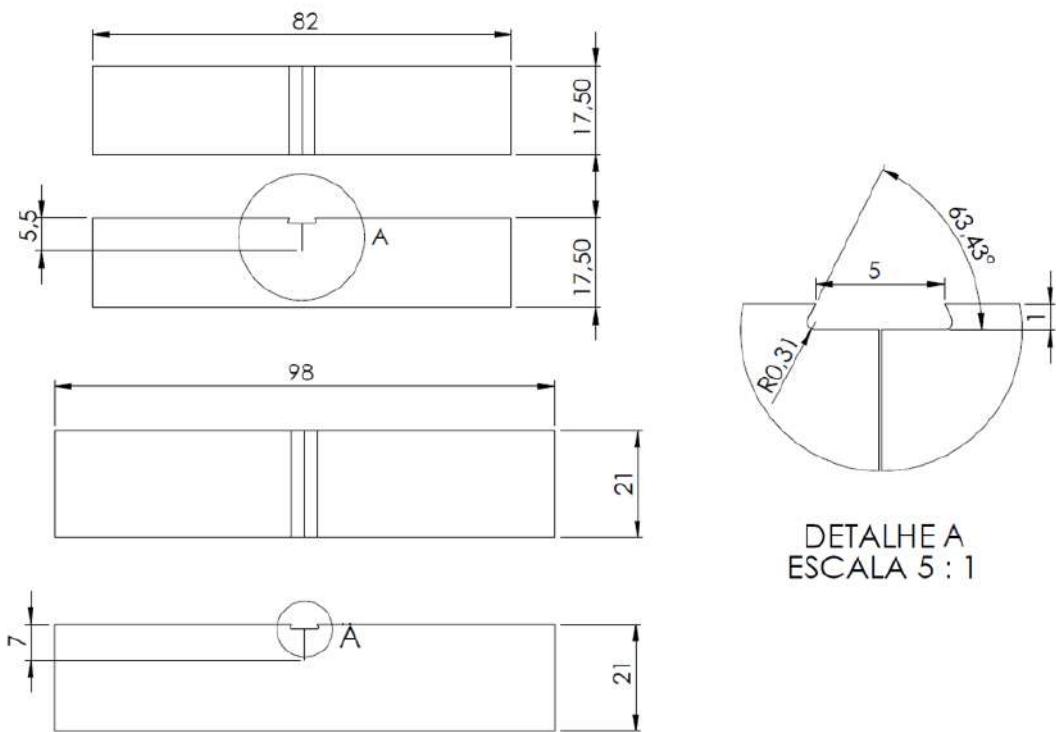


Figura 85 – Corpos de prova Flexão três pontos – SE(B) - de mecânica da fratura utilizados (baseados na norma BS 7448, 1991)

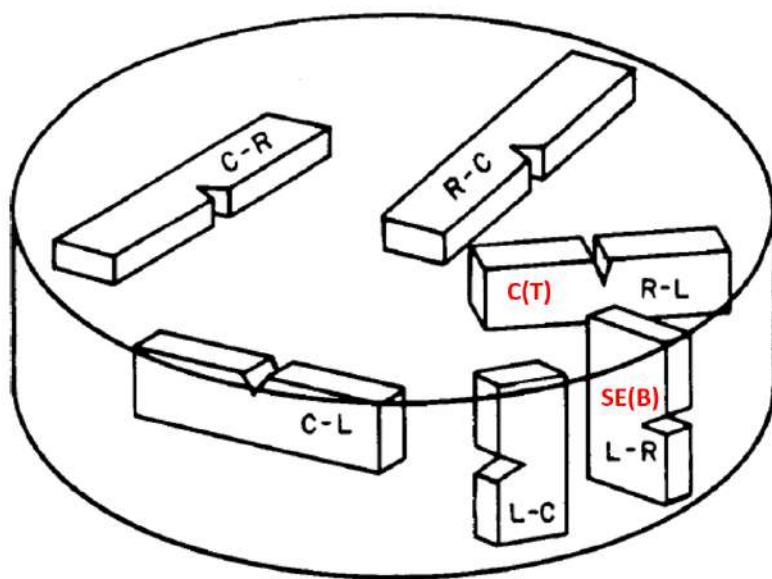


Figura 86 – Orientação dos corpos de prova de mecânica da fratura utilizados (adaptada de ASTM E399, 2012)

Os corpos de prova de tração utilizados para determinação de  $\sigma_{TH}$ , foram similares aos corpos de prova entalhados preconizados na norma ASTM F519 (2013), com seção

redonda (Figura 87). Entretanto, de forma a melhor representar o fator de concentração de tensões do componente real ( $K_t \sim 10$ ), o entalhe foi adaptado para produzir um  $K_t$  semelhante. Os valores de  $K_t$  net ( $K_{tn}$ ) e  $K_t$  gross ( $K_{tg}$ ) correspondentes à seção reduzida e à seção remota, respectivamente, foram calculados com base nas equações de Noda & Takase (1999). O trabalho destes autores é a referência do compêndio *Peterson's Stress Concentration Factors* (Pilkey & Pilkey, 2008) para entalhes em V. Além disto, devido à disponibilidade reduzida de material, os corpos de prova foram usinados conforme as dimensões do corpo de prova padrão para BTD conforme NACE TM0198 (2004): diâmetro da seção remota igual a 3,81 mm e comprimento útil de 25,4 mm. O dimensional do entalhe está na Tabela 7.

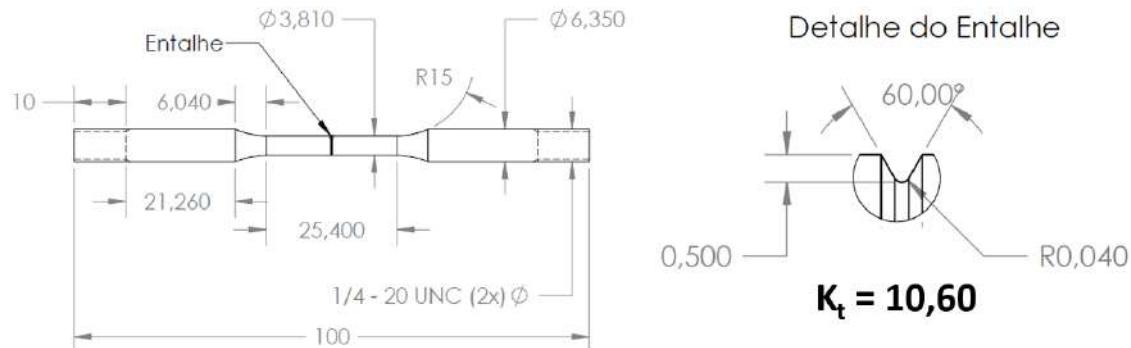


Figura 87 – Desenho dos corpos de prova de tração utilizados

Tabela 7 – Dimensional do entalhe usinado para reproduzir a concentração de tensões do componente real

Profundidade (mm)	Ângulo (°)	Raio (mm)	$K_{tn}$	$K_{tg}$
0,50	60	0,04	5,77	10,60

A metodologia de carregamento incremental em patamares é similar para os dois tipos de corpo de prova. O protocolo de teste exige um mínimo de 3 corpos de prova para estabelecer a carga limiar ( $P_{TH}$ ). O primeiro corpo de prova deve ser testado até ruptura em uma taxa compatível com testes convencionais ao ar (de tração ou CTOD), como ASTM E8 ou ASTM E1820. O objetivo deste teste é definir apenas a tensão ou a carga de falha rápida (FFS – *fast fracture strength/load* –  $P_{FFS}$ ) (Figura 88). O valor de carga  $P_{FFS}$  é empregado em seguida para definir os patamares dos testes incrementais.

A norma ASTM F1624 foi desenvolvida originalmente para teste de aços aeroespaciais com dureza de 50 HRC (Raymond, 2015) e depois expandida para outras faixas de dureza. A menor faixa de dureza proposta na norma - de 33 a 45 HRC - estabelece um perfil de carregamento que consiste em 20 patamares com incrementos de 5% da carga  $P_{MAX}$ , sendo que os primeiros 10 patamares possuem uma duração de 2 horas, enquanto os 10 últimos patamares têm duração de 4 horas. Para o primeiro ensaio incremental, a carga  $P_{MAX}$  é igual à carga  $P_{FFS}$  (Figura 88).

A carga limiar é definida em cada ensaio ( $P_{TH-n}$ ) como a carga do patamar anterior ao início de crescimento subcrítico de trinca (Figura 89). Em ensaios controlados por deslocamento (conforme proposto na ASTM F1624) o crescimento subcrítico é evidenciado por uma queda da carga durante o patamar de deslocamento em valores superiores ao limite de precisão do equipamento de teste. Uma queda igual ou superior a 5% $P_{FFS}$  é sugerida como indicativo de crescimento subcrítico em materiais com taxa de crescimento de trinca elevada. Para materiais com taxa de crescimento de trinca baixa devem ser utilizados valores menores. Qualquer queda de carga com taxa crescente (convexa) deve ser atribuída a crescimento subcrítico de trinca e a carga definida como carga de iniciação de trinca ( $P_i$ ) (Figura 89). A carga limiar do ensaio ( $P_{TH-n}$ ) é a carga do patamar anterior.

Entretanto, as tensões à frente da trinca estão consideravelmente acima do limite de escoamento. Ao testar aços de menor resistência nestes níveis de tensão, ocorre deformação plástica significativa seguida de relaxação a temperatura ambiente, o que pode produzir quedas no registro de carga sem ser considerado um valor de carga limiar. Enquanto o avanço do trincamento por fragilização por hidrogênio tem uma aparência de aceleração da taxa (convexa), a relaxação por escoamento ou fluência tem uma aparência de desaceleração (côncava) – Figura 90 (Tipo B). É possível que a iniciação e propagação de trinca ocorra após certo tempo em um patamar. Neste caso, a curva pode apresentar um aspecto sigmoidal com queda por relaxação seguida de propagação subcrítica (Figura 90 – Tipo C), onde a carga de iniciação de trinca ( $P_i$ ) é definida no ponto de inflexão. A verificação do crescimento subcrítico de trinca é realizada por análise fractográfica em Microscopia Eletrônica de Varredura após abertura do corpo de prova.

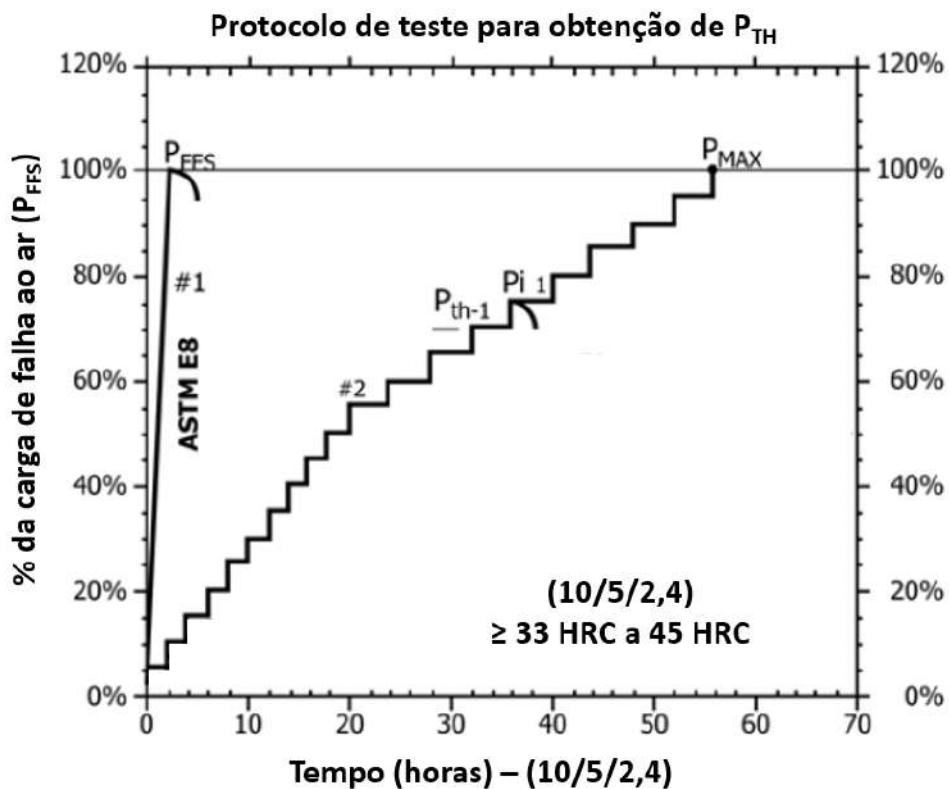


Figura 88 – Curvas de carga vs. tempo típicas para o ensaio convencional ao ar (#1) e para primeiro ensaio em meio, tomando como base a carga  $P_{FFS}$  (adaptada de ASTM F1624, 2012)

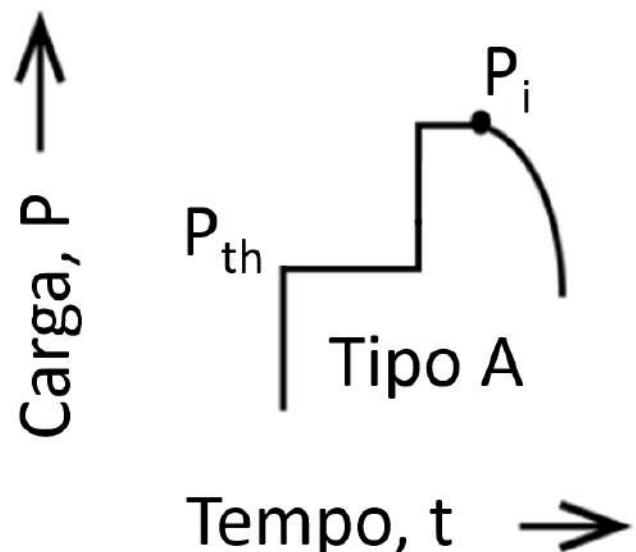


Figura 89 – Perfil de queda de carga do Tipo A – taxa crescente (convexa), indicativo de crescimento subcrítico (adaptada de ASTM F1624, 2012)

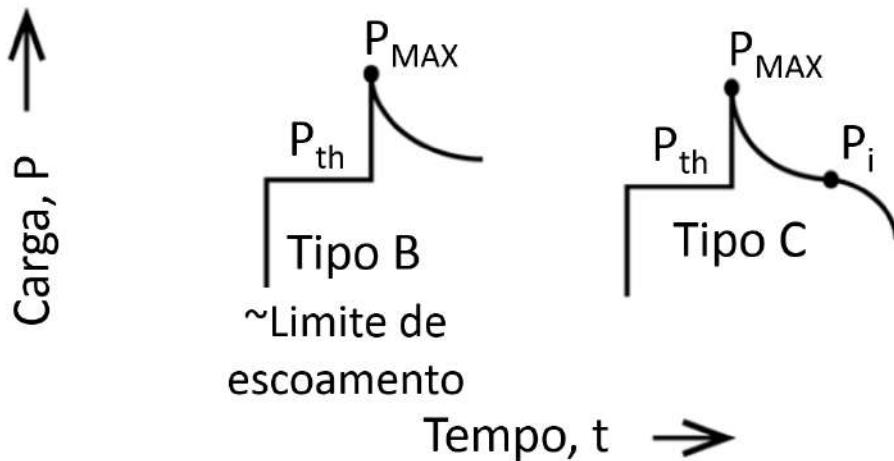


Figura 90 – Perfis de queda de carga do Tipo B e C. Taxa decrescente (côncava), indicativo de relaxação/fluência (Tipo B), com inversão e indicativo de crescimento subcrítico (Tipo C) (adaptada de ASTM F1624, 2012)

Após definição da carga ( $P_{TH-n}$ ) do presente teste, o perfil de carregamento do teste seguinte ( $n+1$ ) é definido em função de uma nova  $P_{MAX} = 110\% P_{TH-n}$ . O objetivo de reduzir a carga de referência é reduzir a taxa de carregamento efetiva e aumentar a resolução do método, já que cada amostra subsequente resulta em incrementos de carga menores (Figura 91).

Uma carga limiar invariante é obtida quando a diferença entre duas cargas limiares subsequentes é inferior a 5% da carga FFS (Equação 13). Este valor invariante pode ser denominado  $P_{TH-EHE}$ ,  $P_{TH-IHE}$  ou  $P_{TH-SCC}$ , para casos de fragilização por hidrogênio do meio (ex. proteção catódica), fragilização por hidrogênio interno (ex. eletrodeposição) ou corrosão sob tensão, respectivamente. No caso do presente trabalho, em meio salino com proteção catódica, o objetivo é encontrar a carga limiar para fragilização por hidrogênio do meio ( $P_{TH-EHE}$ ) nos dois tipos de corpos de prova selecionados.

$$P_{TH-n} = P_{TH-EHE}, \quad \text{Equação 13}$$

$$\text{se } |P_{TH-n} - P_{TH-(n-1)}| < 5\% \times P_{FFS}$$

De posse do valor  $P_{TH-EHE}$ , o valor de  $K_{TH-EHE}$  pode ser calculado para corpos de prova de mecânica da fratura a partir das equações da norma BS 7448 (1991). Estas equações e a metodologia dos ensaios de mecânica da fratura ao ar para obtenção da  $P_{FFS}$  serão

discutidos na seção III.3.1 a seguir. Da mesma forma, a partir do valor  $P_{TH-EHE}$  para os corpos de prova de tração a tensão limiar  $\sigma_{TH-EHE}$  pode ser calculada.

A norma ASTM F1624 sugere ainda que a taxa de deformação efetiva em mm/mm/s pode ser calculada dividindo a taxa de carregamento ( $\Delta\sigma/\Delta t$ ) em unidades de MPa/s pelo módulo de elasticidade em MPa. Este valor pode ser comparado aos valores recomendados na norma ASTM G129 para ensaios de Baixa Taxa de Deformação: de  $10^{-5}$  a  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$

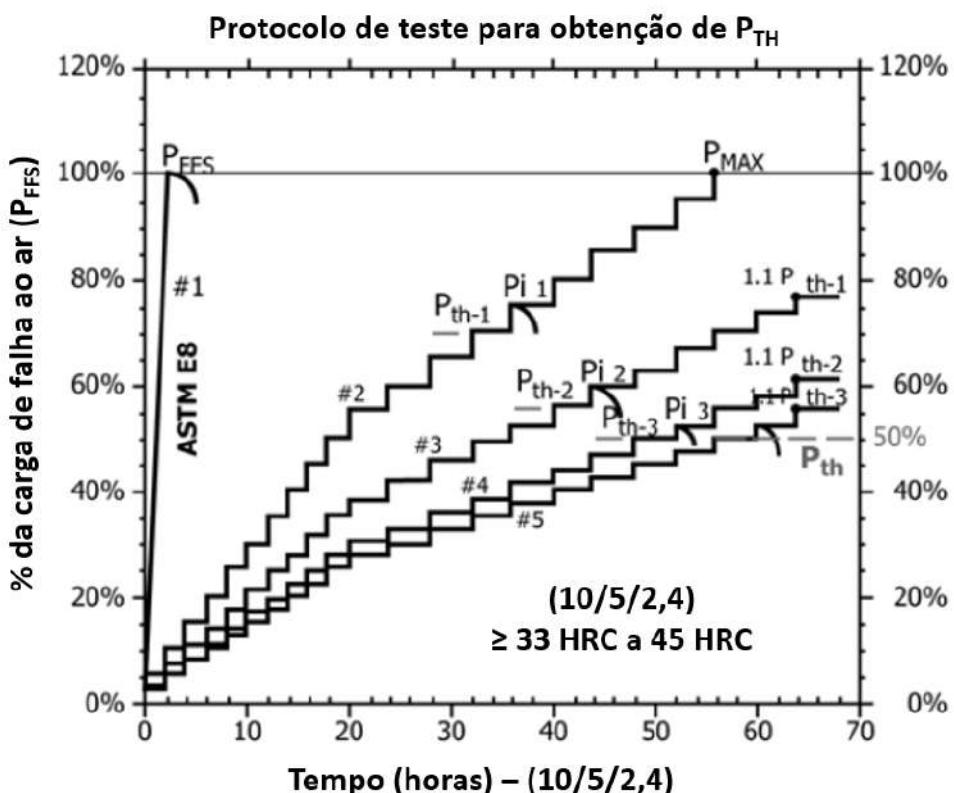


Figura 91 – Curvas de carga vs. tempo típicas para o ensaio convencional ao ar (#1) e para uma sequência de ensaios no meio, com revisão da carga  $P_{MAX}$  a cada ensaio (adaptada de ASTM F1624, 2012)

Como visto, a menor faixa de dureza para qual a norma ASTM F1624 apresenta um protocolo de teste é de 33 HRC a 45 HRC. O material do presente trabalho possui durezas de 25 – 27 HRC, estando, portanto, fora da faixa da norma. De forma a garantir condições suficientemente conservadoras para os testes, o protocolo de teste foi alterado da seguinte forma:

- A duração de todos os 20 patamares foi alterada para 12 horas;

- Foi realizada a pré-hidrogenação dos corpos de prova no mesmo meio de teste durante um tempo mínimo de 10 dias para corpos de prova de mecânica da fratura e 5 dias para corpos de prova de tração;
- A dureza HRC de cada corpo de prova foi medida próxima da região da trinca;
- O critério para definição da carga limiar invariante foi alterado para 5% da carga limiar anterior (Equação 14);

$$P_{TH-n} = P_{TH-EHE}, \quad \text{Equação 14}$$

se  $|P_{TH-n} - P_{TH-(n-1)}| < 5\% \times P_{TH-(n-1)}$

### III.3.1 Ensaios de mecânica da fratura ao ar

Os ensaios para determinação de  $P_{FFS}$  dos corpos de prova de mecânica da fratura foram executados conforme norma BS 7448, com uso de clip-gage em maquina MTS servohidráulica universal. A metodologia da norma BS 7448 (1991) é equivalente àquela da norma ISO 12135 (2014). Existem algumas diferenças relativas à validação pré-trinca de fadiga que serão discutidas em detalhe na Seção III.3.2. Os desenhos dos corpos de prova estão na Figura 83 e na Figura 85. Os apoios para clip-gage (*knife edges*) são usinados no próprio corpo de prova.

Os testes foram executados em controle de deslocamento com uma velocidade de deslocamento de travessão de 0,5 a 1 mm/minuto, atingindo uma taxa de aplicação de  $K$  de 0,7 a 3 MPa.m<sup>0,5</sup>.s<sup>-1</sup> durante a região elástica.

O teste é executado até que o corpo de prova não seja capaz de sustentar um aumento da força aplicada, com registro da curva carga vs. deslocamento (clip-gage) durante toda a execução (Figura 92). Após o teste o corpo de prova é aberto através de ciclos de fadiga com baixa carga e o tamanho de trinca inicial ( $a_0$ ) é registrado. A validação da pré-trinca é discutida em detalhe no item III.3.2.

Um aço baixa-liga com o nível de resistência do presente trabalho apresenta geralmente a curva de carga vs. deslocamento com comportamento do tipo (6), conforme BS 7448 – com um nível de carga máxima e sem a presença de *pop-ins* (instabilidades na propagação de trinca) (Figura 92). O grande nível de plasticidade de uma curva do tipo (6) geralmente

já indica que não será possível obter valores de  $K_{Ic}$  válidos, sendo utilizado o parâmetro de tenacidade elástico-plástico, CTOD.

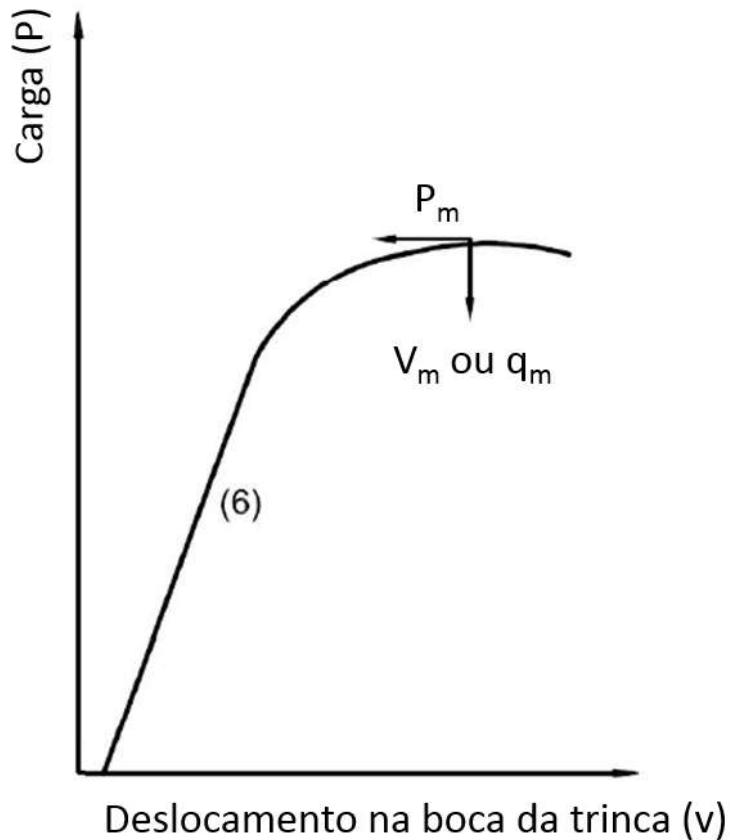


Figura 92 – Curva carga vs. abertura de boca de trinca (CMOD) medida pelo clip-gage. Curva do tipo (6) da norma ISO 12135 – típica para aços do nível de resistência utilizado (adaptada de ISO 12135, 2014)

A determinação de  $K_{Ic}$  inicia com a definição de um valor provisório  $K_Q$  a partir da curva carga vs. deslocamento e a verificação se este valor cumpre os requisitos de tamanho do corpo de prova em função do limite de escoamento para garantir condições de escoamento limitado na ponta da trinca.

Para calcular o valor de  $K_Q$  o valor de carga  $P_Q$  é obtido a partir da interseção entre a curva carga vs. deslocamento e a reta secante com inclinação igual a 95% da inclinação da parte elástica da curva (OA) (Figura 93).

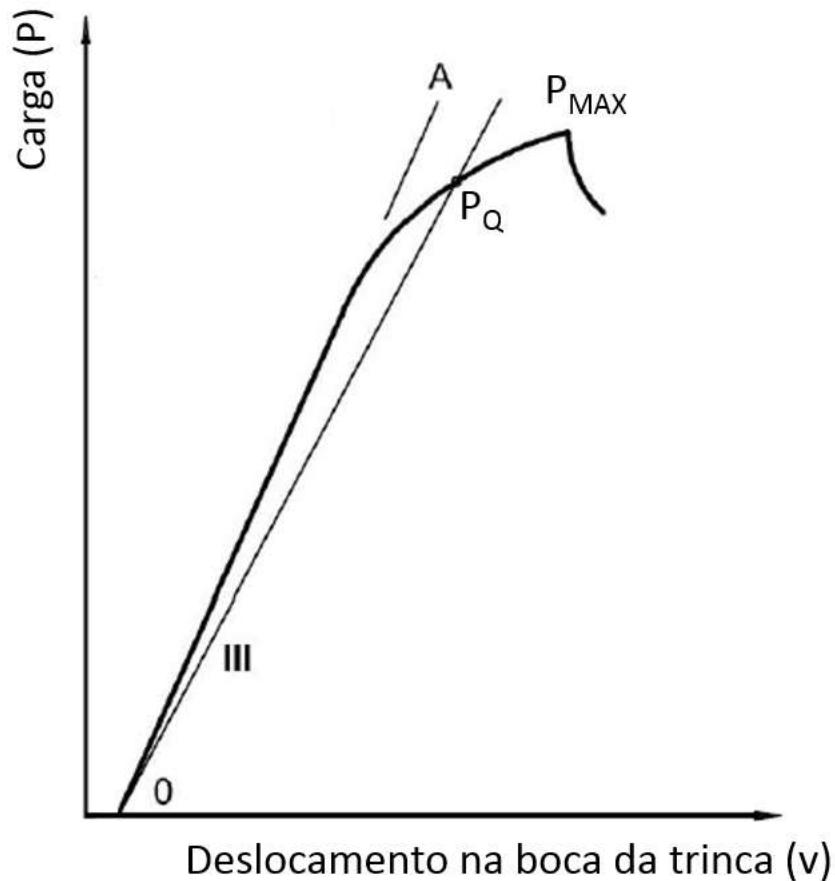


Figura 93 – Determinação da carga  $P_Q$  a partir da curva carga vs. abertura de boca de trinca (CMOD) (adaptada de ISO 12135, 2014).

Deve ser registrada também a carga máxima do ensaio ( $P_{MAX}$ ). Caso a razão  $P_{MAX}/P_Q$  seja superior a 110%, o valor de tenacidade deverá ser calculado a partir do CTOD diretamente. Caso o valor de  $P_{MAX}/P_Q$  seja inferior a 110%, o valor de  $K_Q$  deve ser calculado a partir da Equação 15 e da Equação 16 para corpos de prova C(T) e SE(B), respectivamente. Nestas equações, B é a espessura do corpo de prova, W é a largura do corpo de prova, S é a distância entre roletes para o corpo de prova SE(B) e  $a_0$  é o tamanho de trinca inicial medido após ensaio. Os fatores de forma  $f'(a_0/W)$  e  $f(a_0/W)$  são dados na Equação 17 e na Equação 18 para os corpos de prova C(T) e SE(B), respectivamente.

$$K_Q = \frac{F_Q}{BW^{0,5}} \times f' \left( \frac{a_0}{W} \right) \quad \text{Equação 15}$$

$$K_Q = \frac{F_Q S}{BW^{1,5}} \times f\left(\frac{a_0}{W}\right) \quad \text{Equação 16}$$

$$f'\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a_0}{W}\right) \times \left[0,886 + 4,64\left(\frac{a_0}{W}\right) - 13,32\left(\frac{a_0}{W}\right)^2 + 14,72\left(\frac{a_0}{W}\right)^3 - 5,6\left(\frac{a_0}{W}\right)^4\right]}{\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{1,5}} \quad \text{Equação 17}$$

$$f\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_0}{W}\right)^{0,5} \times \left[1,99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2,15 - 3,93\frac{a_0}{W} + 2,7\frac{a_0^2}{W^2}\right)\right]}{2\left(1 + \frac{2a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{1,5}} \quad \text{Equação 18}$$

Finalmente, a verificação se o valor provisório  $K_Q$  é válido é dada pela Equação 19, onde  $\sigma_y$  é o limite de escoamento. Caso os 3 critérios sejam cumpridos,  $K_{Ic} = K_Q$ . Caso contrário só poderá ser reportado um valor de  $K_Q$  e avaliação de tenacidade deverá ser feita conforme a metodologia para CTOD, discutida a seguir.

A Equação 19 estabelece critérios mínimos para as dimensões do corpo de prova com relação ao tamanho da zona plástica à frente da trinca - proporcional à razão  $(K_Q/\sigma_y)^2$ . Os critérios para tamanho de trinca ( $a$ ) e ligamento remanescente ( $W - a$ ) tem como objetivo garantir uma zona plástica suficientemente pequena para que a fratura seja controlada pelo fator de intensidade de tensões ( $K$ ). Já a intenção do requisito de espessura ( $B$ ), baseado em dados experimentais, é garantir um estado triaxial de tensões à frente da trinca. Entretanto, o critério é consideravelmente mais restritivo do que o necessário para garantir condições triaxiais na maior parte da frente de trinca (Anderson, 2005).

$$a, B, (W - a) \geq 2,5 * \left(\frac{K_Q}{\sigma_y}\right)^2 \quad \text{Equação 19}$$

Para a curva do tipo 6 esperada, devem ser determinados os valores de  $P_m$  e  $V_m$  no primeiro ponto onde foi atingida a força máxima (Figura 92). Em seguida, é determinada a componente plástica da abertura de trinca ( $V_p$ ) a partir do gráfico carga vs. deslocamento (Figura 94). Os valores de CTOD máximo ( $\delta_m$ ) podem ser determinados então a partir da Equação 20 e da Equação 21 para corpos de prova C(T) e SE(B), respectivamente. Os termos das equações são conforme explicado anteriormente para cálculo de  $K_Q$ , sendo  $v$

o coeficiente de Poisson,  $z = 0$  para *knife edges* usinadas e  $C$  é o comprimento total do corpo de prova  $C(T) - 50$  mm neste trabalho. Uma das diferenças entre a norma ISO 12135 (2014) e a norma BS 7448 (1991) é a utilização na norma ISO de um subscrito identificando a espessura do corpo de prova para valores de tenacidade que dependam da espessura, como é o caso do CTOD máximo ( $\delta_m$ ). Sendo esta é uma boa prática, os valores de  $\delta_m$  serão reportados neste trabalho com o subscrito  $\delta_{m(B)}$ .

$$\delta = \left[ \frac{F}{BW^{0,5}} \times f' \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left( \frac{1 - \nu^2}{2E\sigma_{YS}} \right) + \frac{0,46(W - a_0)V_P}{0,46W + 0,54a_0 + (C - W) + z} \quad \text{Equação 20}$$

$$\delta = \left[ \frac{FS}{BW^{1,5}} \times f \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left( \frac{1 - \nu^2}{2E\sigma_{YS}} \right) + \frac{0,4(W - a_0)V_P}{0,4W + 0,6a_0 + z} \quad \text{Equação 21}$$

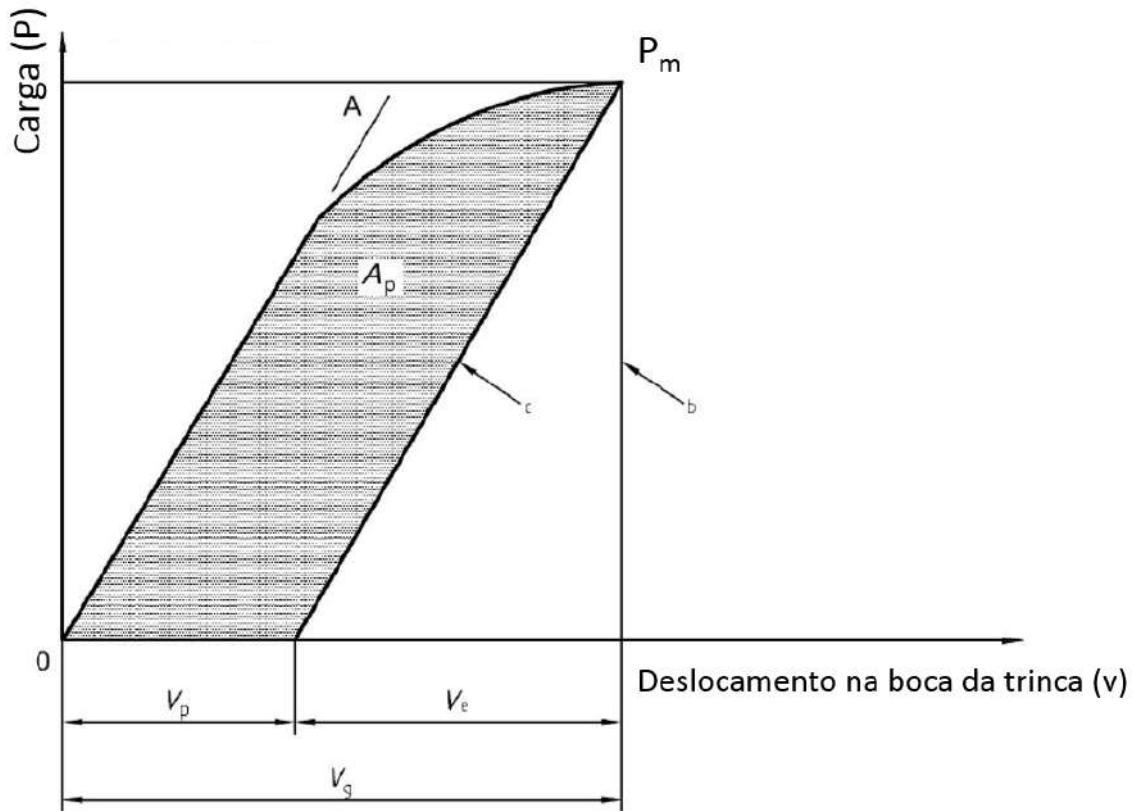


Figura 94 – Determinação da componente plástica da abertura de trinca ( $V_p$ ) a partir da curva carga vs. abertura da boca de trinca (CMOD) (adaptada de ISO 12135, 2014).

Os valores de carga máxima registrados ( $P_m = P_{FFS}$ ) são utilizados para definir o perfil de carregamento dos corpos de prova testados em meio pelo método de carregamento incremental, conforme discutido na Seção III.3. E, de posse do valor  $P_{TH-EHE}$ , o valor de  $K_{TH-EHE}$  é calculado a partir da Equação 15 (C(T)) e Equação 16 (SE(B)). A validade deste valor é em seguida verificada pela Equação 19.

### Conversão de CTOD para K<sub>CTOD</sub>

Para a maior parte dos aços estruturais e baixa-liga utilizados não é possível obter valores de  $K_{IC}$  válidos a partir de corpos de prova convencionais, sendo utilizados, portanto, os valores de  $J$  e/ou CTOD. Entretanto, o parâmetro de tenacidade utilizado em meio agressivo, assim como em normas de adequação ao uso é o  $K$ . Se torna necessário, portanto, converter os valores de CTOD máximo ( $\delta_m$ ) obtidos a partir dos ensaios ao ar para valores de  $K_{CTOD}$ .

A norma API 579-1/ASME FFS-1 (2007) de adequação ao uso sugere a Equação 22 para cálculo de  $K_{CTOD}$ , a partir do valor de CTOD crítico obtido:

$$K_{CTOD} = \sqrt{m_{CTOD} \delta_{crit} E' \sigma_f} \quad \text{Equação 22}$$

Onde,

$m_{CTOD}$  é uma constante de conversão;

$\sigma_f$  é a tensão de fluxo (média entre limite de escoamento e limite de resistência);

$E'$  é o módulo de elasticidade no caso de deformação plana [ $E' = E/(1-\nu^2)$ ];

A norma API 579 sugere um valor de 1,4 para  $m_{CTOD}$ , caso não existam outros valores disponíveis. Já o procedimento SINTAP também de adequação ao uso sugere a Equação 23 para aços:

$$K_{CTOD} = \sqrt{1,5 \delta_{crit} E' \sigma_{YS}} \quad \text{Equação 23}$$

Neste caso, é utilizado um valor de  $m = 1,5$  e o limite de escoamento no lugar da tensão de fluxo. As duas equações são idênticas caso a razão entre o limite de escoamento e o limite de resistência seja de 87,5%.

### III.3.2 Validação da pré-trinca de fadiga

A validação da pré-trinca de fadiga (trinca inicial de tamanho  $a_0$ ) foi realizada de acordo com 3 normas de referência a título comparativo: BS 7448-1 (1991), ASTM E1820 (2015) e ISO 12135 (2014). As metodologias são similares, com diferenças apenas nos valores de precisão e nos critérios exigidos. A metodologia será explicada de forma geral, indicando as diferenças quando necessário.

- Medir o comprimento de trinca até a ponta da pré-trinca de fadiga com uma precisão conforme Tabela 8;
- As medidas devem ser realizadas em 9 pontos igualmente espaçados, com os pontos mais externos a uma distância  $d$  da superfície do corpo de prova (Tabela 9 e Figura 95);
- O tamanho de trinca inicial ( $a_0$ ) é obtido fazendo inicialmente a média dos pontos externos e em seguida tirando a média deste valor junto dos outros 7 pontos, conforme Equação 24:

$$a_0 = \frac{1}{8} \times \left[ \left( \frac{a_1 + a_9}{2} \right) + \sum_{i=2}^8 a_i \right] \quad \text{Equação 24}$$

- Para considerar o teste válido alguns requisitos referentes ao tamanho de trinca inicial ( $a_0$ ) e à frente de trinca devem ser cumpridos. Estes requisitos estão resumidos na Tabela 10 para as três normas.

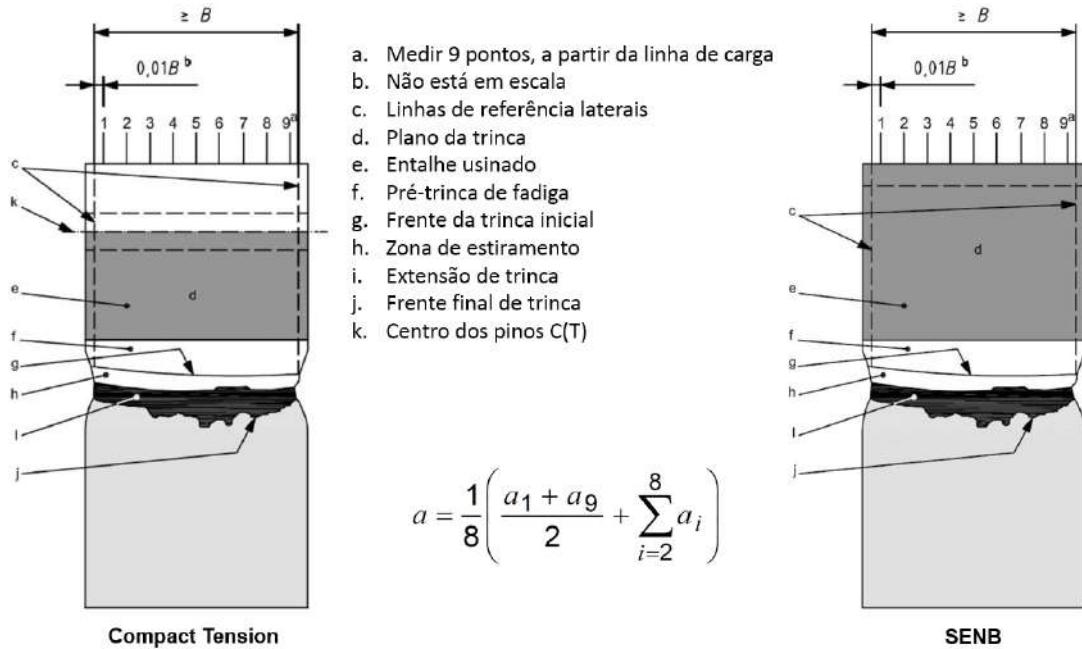


Figura 95 – Protocolo para medição de pré-trinca em corpos de prova C(T) e SE(B) (adaptada de ISO 12135, 2014).

Tabela 8 – Níveis de precisão exigidos para medição da pré-trinca

Norma	Precisão
BS 7448-1 (2002)	$\pm 0,25\%$ ou $\pm 0,05$ mm, o que for maior
ISO 12135 (2014)	$\pm 0,1\%$ ou $\pm 0,025$ mm
ASTM E1820 (2015)	$\pm 0,025$ mm

Tabela 9 – Distância *d* dos pontos externos à superfície do corpo de prova

Norma	Distância <i>d</i>
BS 7448-1 (2002)	1% B
ISO 12135 (2014)	0,5% W (o que nos corpos de prova C(T) = 1% B)
ASTM E1820 (2015)	

Tabela 10 – Resumo dos critérios de norma para validação da pré-trinca de fadiga

	<b>Norma</b>	<b>Critério de norma</b>
a <sub>0</sub> /W	BS 7448-1 (2002)	A razão a <sub>0</sub> /W deve estar entre 0,45 e 0,55
	ASTM E1820 (2015)	
	ISO 12135 (2014)	A razão a <sub>0</sub> /W deve estar entre 0,45 e 0,70, exceto para determinação de K <sub>IC</sub> onde a <sub>0</sub> /W deve estar entre 0,45 e 0,55;
Distância do entalhe	BS 7448-1 (2002)	Nenhuma região da frente da pré-trinca de fadiga deve estar mais próxima do entalhe inicial do que 1,3 mm ou 2,5% W, o que for maior
	ISO 12135 (2014)	
Simetria da frente de trinca	BS 7448-1 (2002)	A diferença entre quaisquer duas das nove medidas de tamanho de trinca deve ser inferior a 10% a <sub>0</sub> $a_{max} - a_{min} < 10\% \times a_0$
	ASTM E1820 (2015)	A diferença entre qualquer uma das medições e a média calculada a <sub>0</sub> deve ser inferior a 5% B $(a_1 \dots a_9) - a_0 < 5\% \times B$
	ISO 12135 (2014)	A diferença entre qualquer um dos 7 pontos centrais e a média total (a <sub>0</sub> ) deve ser inferior a 10% a <sub>0</sub> $(a_2 \dots a_8) - a_0 < 10\% \times a_0$

### III.3.3 Matriz de testes para determinação de $K_{TH}$ e $\sigma_{TH}$

A Tabela 11 resume a matriz de testes para determinação de  $\sigma_{TH}$ . A nomenclatura escolhida define o tipo de teste Tração Uniaxial Entalhado (TUE), o tipo de carregamento/propósito do teste: FFS – determinação da carga  $P_{FFS}$  ou ISL (*incremental step loading*) para determinação da carga  $P_{TH}$ , seguido do número do corpo de prova na ordem de execução.

A Tabela 12 resume a matriz de testes para determinação de  $K_{TH}$ . A nomenclatura escolhida define o tipo de corpo de prova C(T) – *compact tension* ou SE(B) – *single edge notched bend*, o tipo de carregamento/propósito do teste: FFS – determinação da carga  $P_{FFS}$  ou ISL (*incremental step loading*) para determinação da carga  $P_{TH}$ , seguido do número do corpo de prova na ordem de execução.

Tabela 11 – Ensaios para determinação de  $\sigma_{TH}$

Corpo de prova	Modo de carregamento	Meio de ensaio
TUE.FFS.01	Contínuo	Ar
TUE.FFS.02		
TUE.FFS.03		
TUE.ISL.01	Incremental (patamares)	3,5% NaCl - 1100 mV Ag/AgCl
TUE.ISL.02		
TUE.ISL.03		
TUE.ISL.04		

Tabela 12 – Ensaios para determinação de  $K_{TH}$

Corpo de prova	Modo de carregamento	Meio de ensaio
C(T).FFS.01	Contínuo	Ar
C(T).FFS.02		
C(T).FFS.03		
SE(B).FFS.01		
C(T).ISL.01	Incremental (patamares)	3,5% NaCl - 1100 mV Ag/AgCl
C(T).ISL.02		
C(T).ISL.03		
C(T).ISL.04		
SE(B).ISL.01	Incremental (patamares)	3,5% NaCl - 1100 mV Ag/AgCl
SE(B).ISL.02		

### III.4 Construção do diagrama FAD modificado

O diagrama FAD modificado será construído com os valores de  $\sigma_{TH-EHE}$  e  $K_{TH-EHE}$  obtidos nos ensaios descritos acima. Em seguida, a aplicação do diagrama será ilustrada com uma análise de integridade estrutural para um componente submarino.

A metodologia de análise de integridade, baseada na norma de adequação ao uso BS 7910 (2013), será discutida em detalhe na Seção V.3, já que grande parte das premissas e considerações foram feitas com base nos resultados dos ensaios.

## IV RESULTADOS

### IV.1 Ensaios de CTOD ao ar – *Fast Fracture Strength*

Os ensaios de mecânica da fratura ao ar em corpos de prova *Compact Tension* - C(T) foram realizados conforme descrito na Seção III.3.1. As curvas Carga x Deslocamento (CMOD) dos três ensaios estão apresentadas na Figura 96.

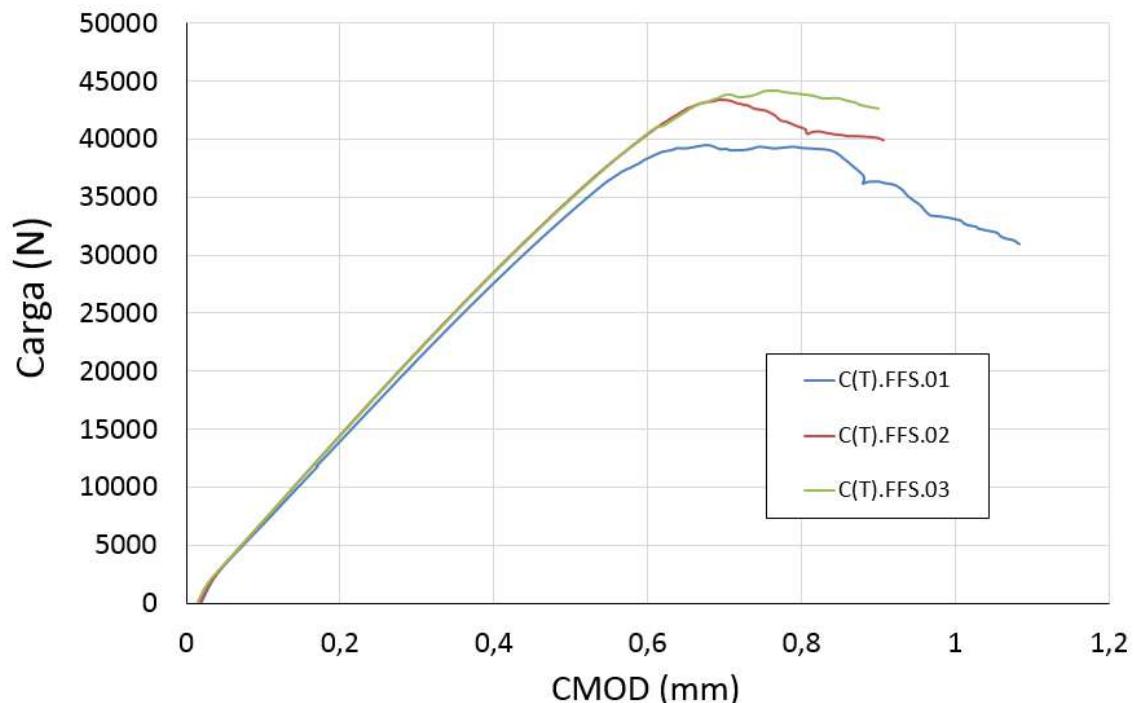


Figura 96 – Curvas carga vs. CMOD para os três corpos de prova C(T).FFS ensaiados ao ar em taxa convencional (0,5 mm/min)

Da Figura 97 a Figura 99 são apresentadas imagens em lupa estereoscópica das pré-trincas de fadiga após abertura dos corpos de prova. A medição das pré-trincas dos três corpos de prova foi realizada em projetor de perfil e comparada com os limites estabelecidos nas normas ASTM E1820, BS 7448 e ISO 12135 (2014) – Tabela 13. Os valores estão conforme norma ISO 12135 (2014), apesar da frente de trinca assimétrica. Os valores não estão conforme as normas BS 7448 (1991) e ASTM E1820, devido às diferenças nos critérios de validação (Seção III.3.2). Os valores fora de norma estão identificados na Tabela 13 pela cor amarela.

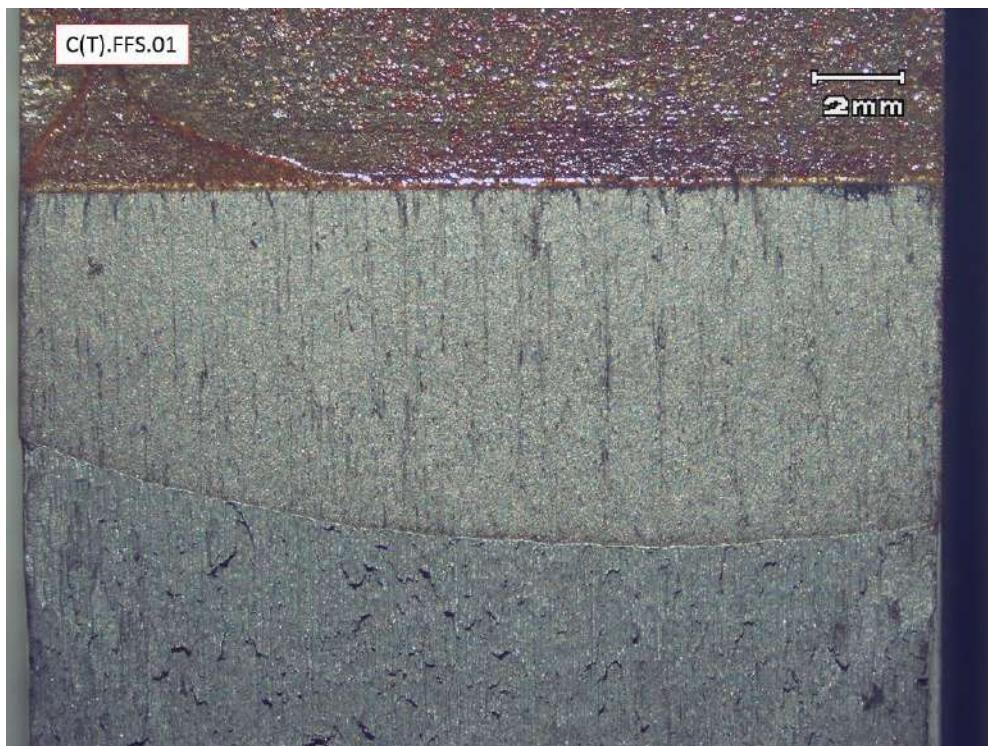


Figura 97 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).FFS.01 ensaiado ao ar



Figura 98 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).FFS.02 ensaiado ao ar

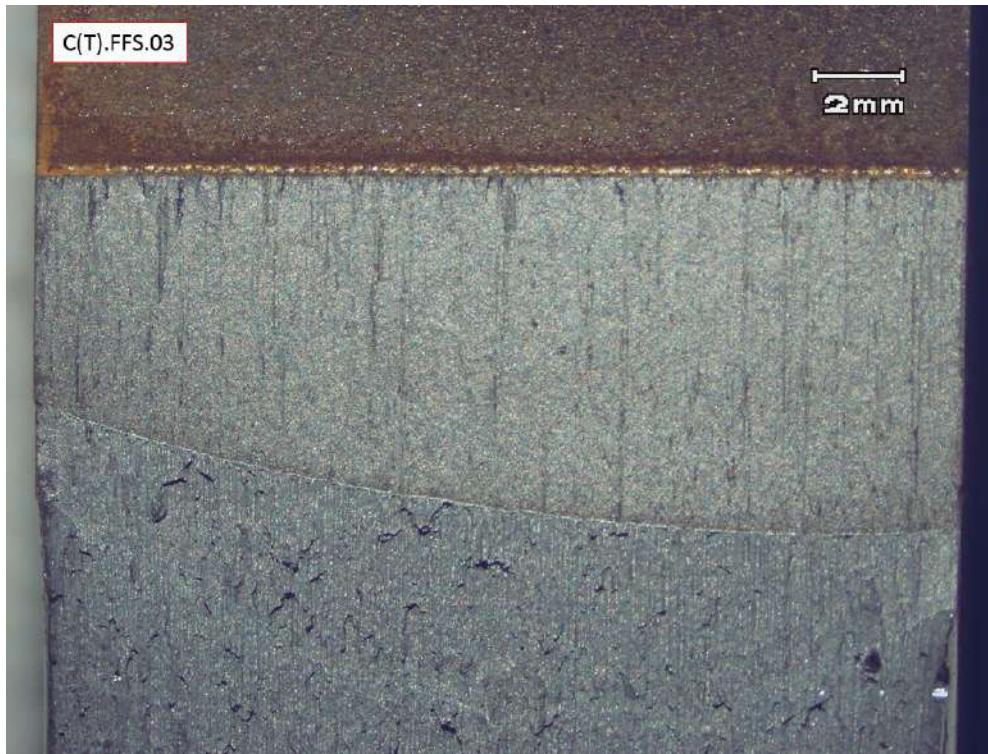


Figura 99 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).FFS.03 ensaiado ao ar

A partir dos valores de pré-trinca medidos foram obtidos os valores de  $K_Q$ , CTOD ( $\delta_{m(20)}$ ), carga máxima e  $K_{CTOD}$  para os 3 corpos de prova, conforme estabelecido na norma BS 7448-1 (Tabela 14). Os valores de  $K_Q$ , mesmo não validados foram reportados como comparativo com os resultados de  $K_{TH}$ . Para cada corpo de prova, foi calculada também a taxa de aplicação de  $K$  ( $dK/dt$ ) durante a parte elástica (Tabela 15). Estes valores serão comparados aos valores obtidos nos ensaios de carregamento incremental.

A média dos valores de carga máxima obtidos representa a carga de fratura em carregamento rápido (*fast fracture strength*) conforme definição da norma ASTM F1624 ( $P_{FFS} = 42333$  N). A partir deste valor, foram definidos os patamares para teste em meio agressivo, cujos resultados serão apresentados a seguir.

Tabela 13 – Medidas do tamanho inicial de trinca e comparação com as normas de referência

C(T).FFS.01	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W	
<b>Medições da pré trinca</b>	20,743	20,452	21,137	21,121	21,155	20,854	20,271	19,808	18,993	20,583	20,000	0,52	OK
<b>ASTM E1820</b>	0,160	0,131	0,554	0,538	0,572	0,271	0,312	0,775	1,590	W (mm)	39,40	5%*B	1,000
<b>ISO 12135</b>		0,131	0,554	0,538	0,572	0,271	0,312	0,775		BS 7448-1	2,162	10%*a <sub>0</sub>	2,058

C(T).FFS.02	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W	
<b>Medições da pré trinca</b>	18,060	18,932	19,689	20,340	20,840	21,148	21,294	21,426	21,297	20,418	20,100	0,52	OK
<b>ASTM E1820</b>	2,358	1,486	0,729	0,078	0,422	0,730	0,876	1,008	0,879	W (mm)	39,10	5%*B	1,005
<b>ISO 12135</b>		1,486	0,729	0,078	0,422	0,730	0,876	1,008		BS 7448-1	3,366	10%*a <sub>0</sub>	2,042

C(T).FFS.03	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W	
<b>Medições da pré trinca</b>	20,803	20,985	21,014	20,886	20,706	20,351	19,917	19,793	18,522	20,414	20,200	0,52	OK
<b>ASTM E1820</b>	0,389	0,571	0,600	0,472	0,292	0,063	0,497	0,621	1,892	W (mm)	39,40	5%*B	1,010
<b>ISO 12135</b>		0,571	0,431	0,303	0,123	0,232	0,666	0,790		BS 7448-1	2,492	10%*a <sub>0</sub>	2,041

Tabela 14 – Resumo dos resultados dos ensaios de tenacidade ao ar

Corpo de Prova	Carga máxima (N)	$K_Q$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	Válido?	$\delta_{m(20)}$ (mm)	$K_{CTOD}^*$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )
C(T).FFS.01	39491	98	Não	0,052	120
C(T).FFS.02	43358	107	Não	0,054	121
C(T).FFS.03	33149	105	Não	0,067	135
<b>Média</b>	<b>42333</b>	<b>103</b>	<b>x</b>	<b>0,058</b>	<b>125</b>

\*Calculado pela Equação 22 (API-579)

Tabela 15 – Valores de taxa de aplicação de K na região elástica de cada ensaio

Corpo de Prova	$dK/dt$ (MPa.m <sup>0,5.s<sup>-1</sup>)</sup>
C(T).FFS.01	0,765
C(T).FFS.02	0,688
C(T).FFS.03	0,692
<b>Média</b>	<b>0,715</b>

## IV.2 Ensaios em Corpos de prova C(T) - *Incremental Step Loading*

O primeiro ensaio em meio (C(T).ISL.01) foi pré-hidrogenado por 10 dias, mas realizado com a configuração de patamares sugerida pela norma ASTM F1624 para a faixa de dureza de 33 HRC a 45 HRC, com patamares de 5% da carga  $P_{FFS}$  e duração de 2 horas nos primeiros 10 patamares e 4 horas nos 10 patamares seguintes. Entretanto, devido a um problema experimental no ensaio, no 12º patamar o tempo de permanência foi de 38 horas no lugar de 4 horas. Logo no patamar seguinte foi observada a falha do corpo de prova e disparo do deslocamento registrado pelo LVDT da máquina (ensaio em controle de carga) (Figura 100).

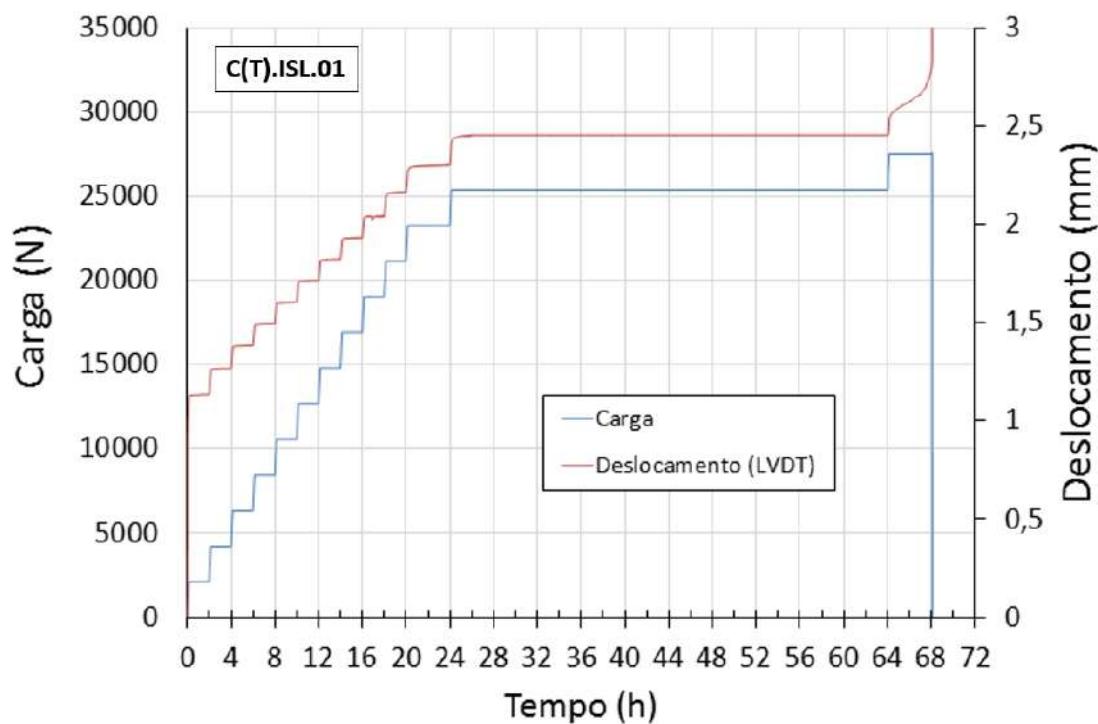


Figura 100 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.01

Foi considerado para cálculo de  $P_{TH-1}$  o patamar logo anterior a falha, conforme a norma ASTM F1624, ou seja, o patamar de 38 horas, com valor de carga de 25402 N. Este valor de carga  $P_{TH-1}$  corresponde a 60% do valor de carga  $P_{FFS}$  médio determinado nos ensaios de CTOD ao ar. Para o ensaio seguinte foi determinada a carga  $P_{MAX}$  como  $1,1 * P_{TH-1} = 27942$  N. Entretanto, de forma a garantir a convergência mais rápida dos resultados de ensaio, todos os 20 patamares foram realizados por 12 horas, totalizando 10 dias de ensaio. Os resultados obtidos com o corpo de prova C(T).ISL.02 estão apresentados na

Figura 101. A carga do patamar onde ocorreu a falha final foi de 26540 N e a carga do patamar anterior ( $P_{TH-2}$ ) foi de 25145 N.

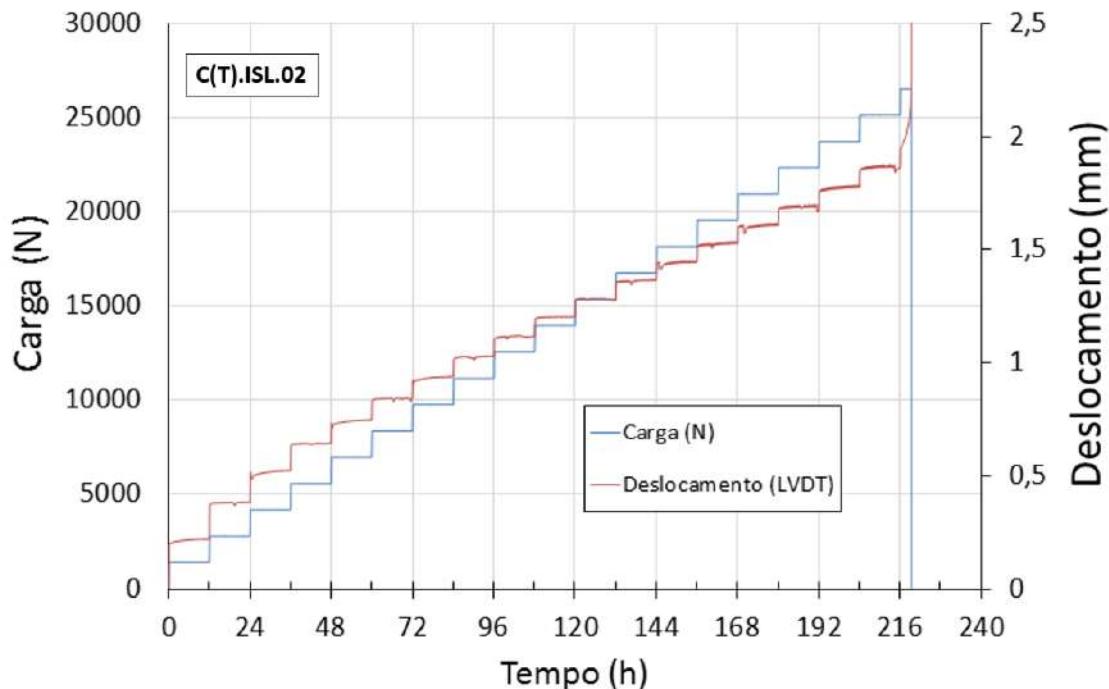


Figura 101 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.02

É interessante observar o comportamento das curvas carga e deslocamento em função do tempo durante os patamares de carga. Da Figura 102 à Figura 104 foram selecionadas partes dos resultados do corpo de prova C(T).ISL.02 em maior detalhe, de forma a melhor ilustrar os comentários a seguir. Naturalmente, como esperado de um ensaio em carga constante, o patamar de carga é mantido de forma eficiente pela máquina eletromecânica. Tomando o patamar de 23749 N como referência, a amplitude de variação de carga corresponde a apenas 0,034% do valor de carga do patamar (Figura 104). De forma correspondente, o registro de deslocamento do LVDT da máquina sofre oscilações ao longo do patamar da ordem de 0,56% do valor de deslocamento inicial. Entretanto, além da oscilação, o deslocamento apresenta um aumento claro, típico de escoamento ou fluência/relaxação. Este efeito é previsto na norma ASTM F1624, embora na norma discuta-se uma queda de carga, já que o ensaio seria realizado em controle de deslocamento (Figura 89 e Figura 90). O aumento de deslocamento observado no patamar de carga 23749 N foi de 1,4% em relação ao valor de deslocamento no início do patamar.

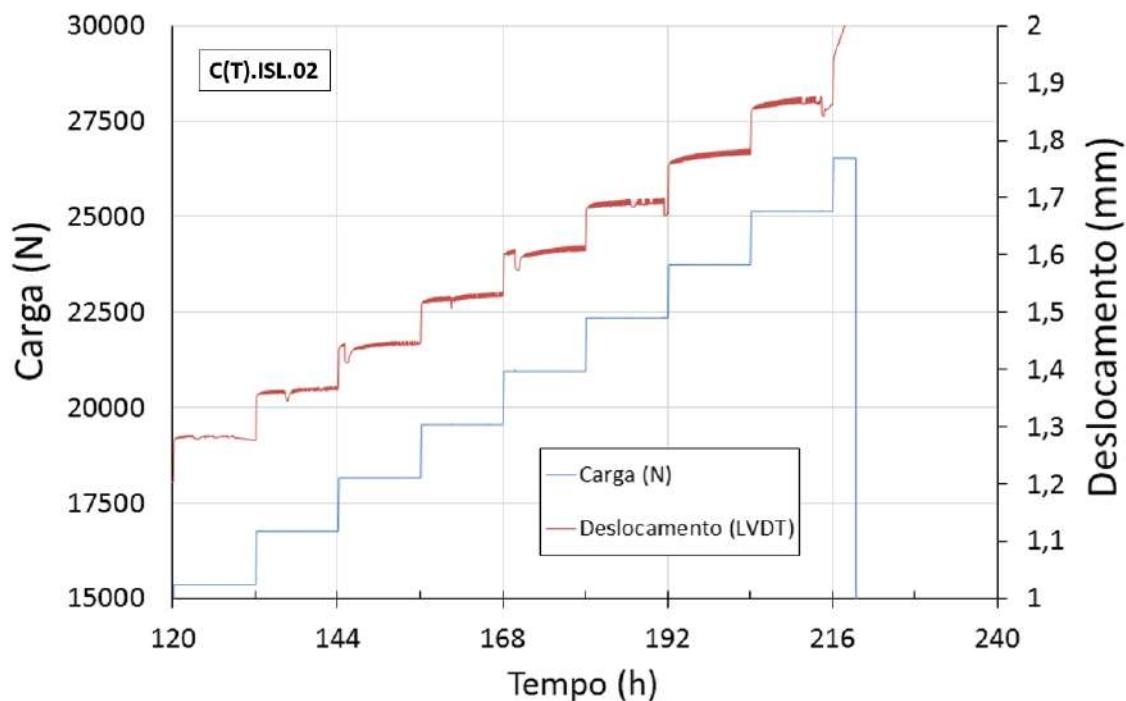


Figura 102 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.02

A diferença entre  $P_{TH-2}$  (C(T).ISL.02) e  $P_{TH-1}$  (C(T).ISL.01) é de aproximadamente 1% (Figura 105 e Tabela 17). Como este valor é inferior a 5%, apenas estes dois ensaios já são suficientes para declarar  $P_{TH-2}$  como  $P_{TH-EHE}$  e calcular  $K_{TH-EHE}$  a partir deste valor (ASTM F1624, 2012). O valor de  $K_{TH-EHE}$  foi calculado pela Equação 15 para os dois corpos de prova a partir dos dados geométricos (Tabela 16) e de ensaio (Tabela 17). Devido à diferença considerável no tamanho de trinca dos corpos de prova, apesar do corpo de prova C(T).ISL.02 apresentar uma carga  $P_{TH-2}$  inferior à carga  $P_{TH-1}$  obtida com o corpo de prova C(T).ISL.01, o valor de  $K_{TH}$  é superior ao valor registrado anteriormente. Como o fator de intensidade de tensões é o fator controlador do fenômeno em corpos de prova pré-trincados, o critério de convergência dos ensaios incrementais deveria ser baseado em valores de  $K_{TH-n}$  e não em valores de  $P_{TH-n}$ . Neste cenário, podemos considerar  $K_{TH-EHE}$  como  $63 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$  - valor obtido a partir da carga  $P_{TH-1}$  com o corpo de prova C(T).ISL.01 (Tabela 17). Ambos os valores foram validados de acordo com a Equação 19.

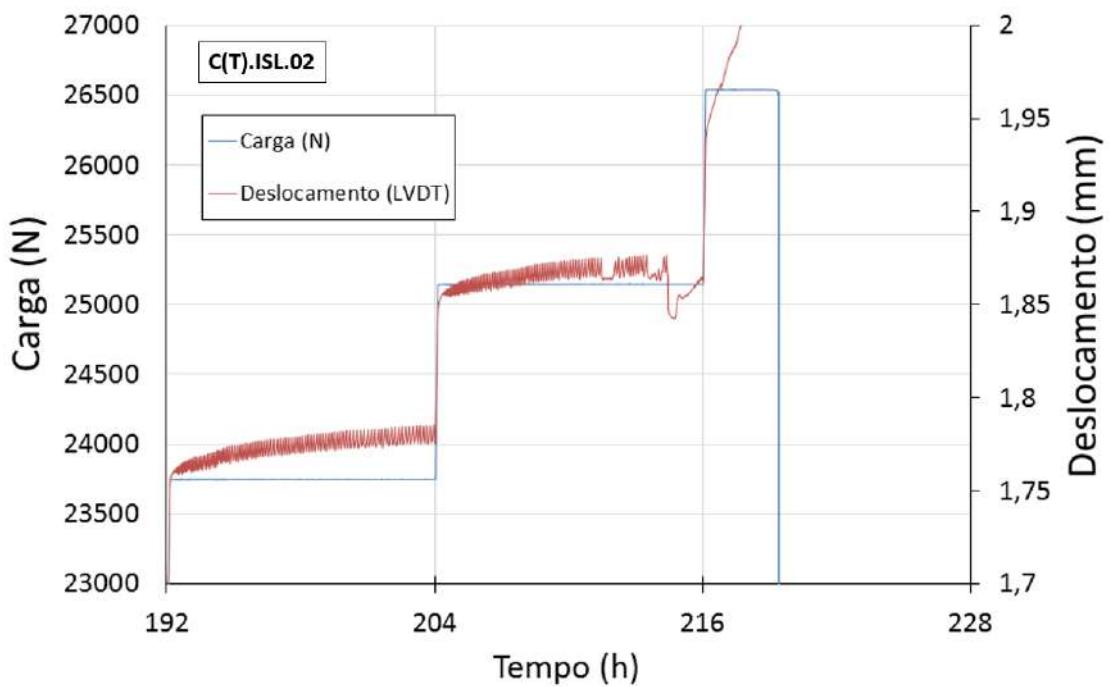


Figura 103 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.02

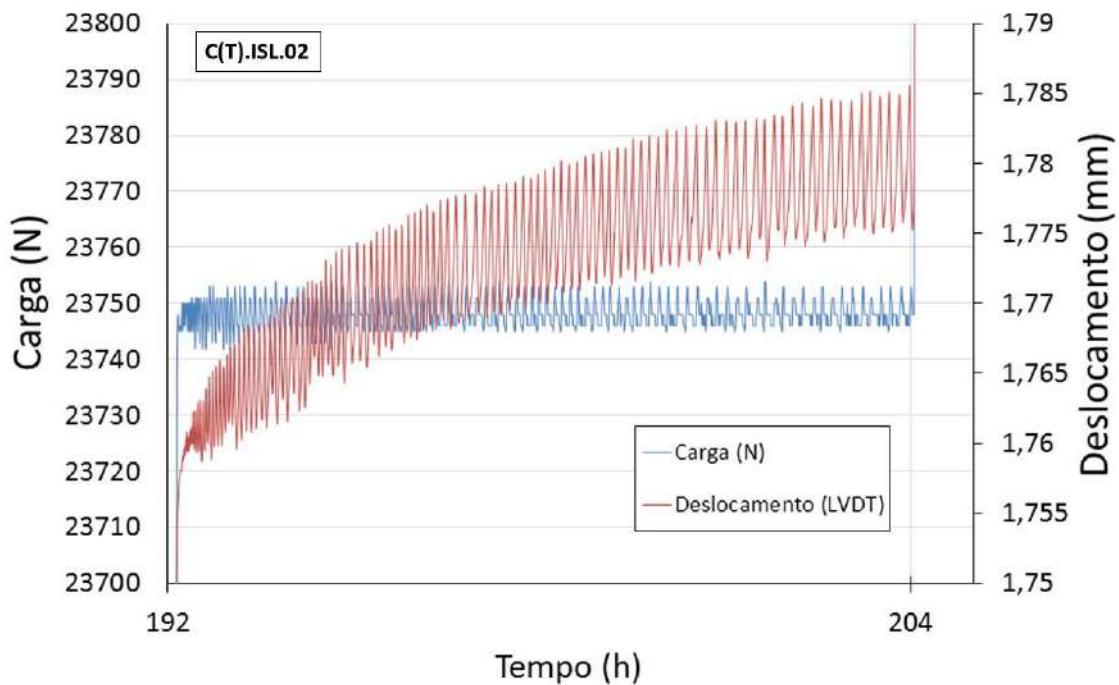


Figura 104 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.02

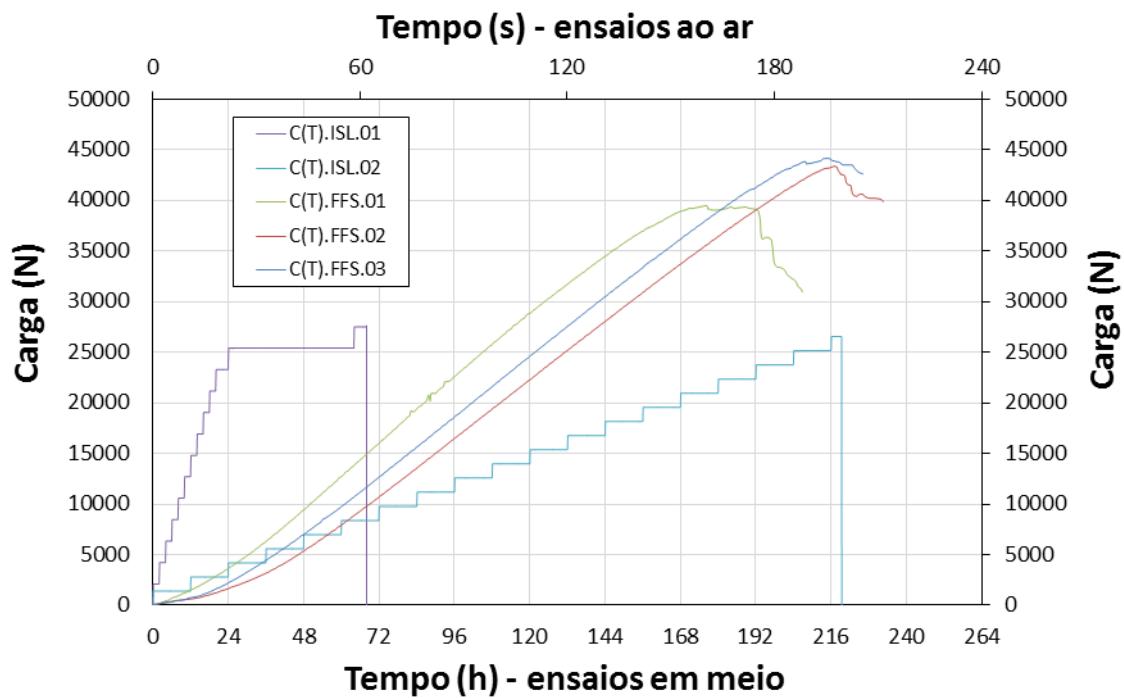


Figura 105 – Curvas carga vs. tempo para os corpos de prova C(T).FFS.01 a 03 e para os corpos de prova C(T).ISL.01 e 02

Tabela 16 – Medidas de geometria e tamanho inicial de trinca para os corpos de prova C(T).ISL.01 e 02

	W (mm)	B (mm)	a <sub>0</sub> (mm)	a <sub>0</sub> /W	f(a/W) - C(T)
<b>C(T).ISL.01</b>	39,55	20,10	20,16	0,51	9,96
<b>C(T).ISL.02</b>	39,98	20,10	20,94	0,52	10,41

Tabela 17 – Resumo dos resultados de carga de falha, P<sub>TH</sub> e K<sub>TH</sub> para os corpos de prova C(T).ISL.01 e 02

	Carga de Falha (N)	%P <sub>FFS</sub>	Carga P <sub>TH-n</sub> (N)	%P <sub>FFS</sub>	a <sub>0</sub> (mm)	K <sub>TH</sub>
<b>C(T).ISL.01</b>	27516	65%	25402	60%	20,16	63
<b>C(T).ISL.02</b>	26540	63%	25145	59%	20,94	65
$(P_{TH-2} - P_{TH-1}) / P_{TH-1} < 5\%?$						1,01%

Apesar do valor já válido de K<sub>TH-EHE</sub> obtido com os corpos de prova C(T).ISL.01 e C(T).ISL.02, foi executado um terceiro ensaio de *step loading* com o corpo de prova C(T).ISL.03, desta vez por controle de deslocamento conforme preconizado na norma ASTM F1624.

A sequência de patamares de deslocamento foi programada a partir dos registros dos corpos de prova ao ar e dos últimos ensaios realizados em controle de carga. Entretanto, como mostrado na Figura 106, a sequência de patamares terminou não sendo idêntica às últimas e apresentando mais patamares. O corpo de prova veio a falhar no 24º patamar, logo após atingir a carga máxima de 27437 N.

Uma primeira observação, já esperada, é a manutenção dos patamares em deslocamento e relaxação da carga ao longo do período de 12 horas. Este efeito de relaxação é mais perceptível nos últimos patamares, próximos da carga de falha (Figura 107). Tomando como referência o patamar de 1,5784 mm (240 h), o registro de deslocamento apresenta uma oscilação de apenas 0,0006% (Figura 108). O registro de carga também não apresenta nenhuma oscilação significativa.

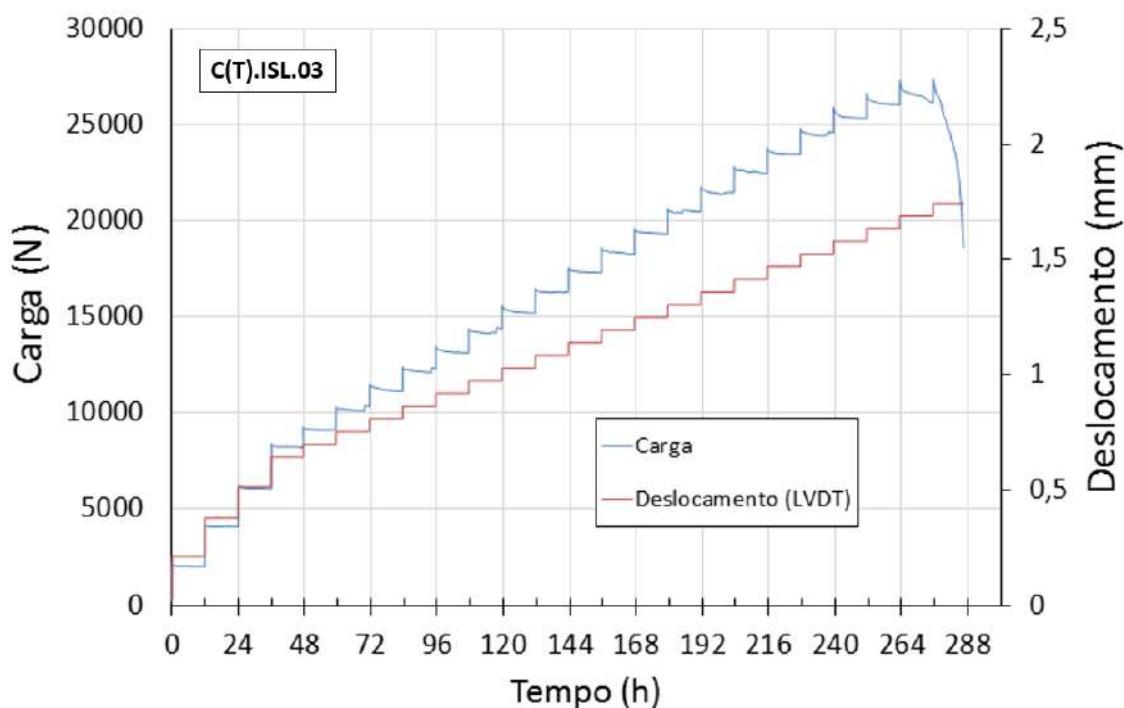


Figura 106 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.03

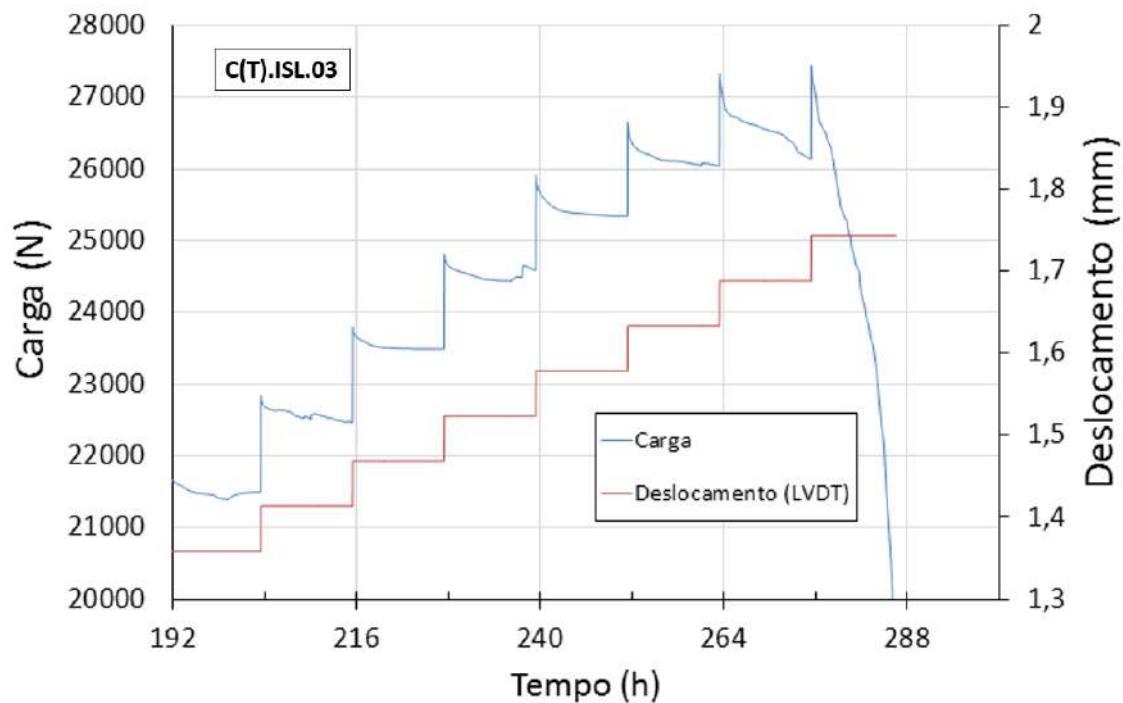


Figura 107 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.03

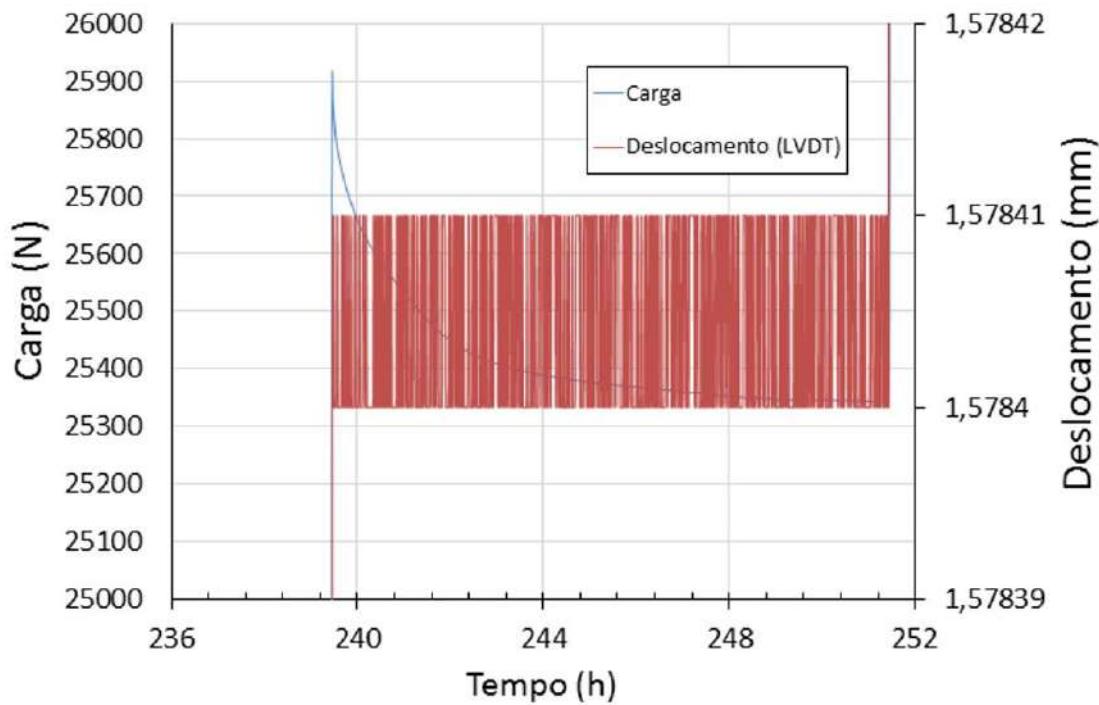


Figura 108 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.03

A carga  $P_{TH-3}$  foi definida a partir da análise das curvas de queda de carga dos últimos patamares de deslocamento (Figura 109). Dos três últimos patamares, os dois primeiros apresentam comportamento do tipo B, com relaxação da carga por relaxação/escoamento (Figura 110). Entretanto, o último patamar apresenta uma inversão na convexidade da curva de carga, estabelecendo uma curva sigmoidal do tipo C (Figura 110). A carga de iniciação  $P_i$  é definida no ponto de inflexão identificado como (1) na Figura 109. Segundo a norma a carga limiar  $P_{TH-3}$  deve ser obtida no último patamar de carga. Entretanto, a carga aplicada do patamar anterior, identificada pelo ponto (2) na Figura 109, é superior ao valor de  $P_i$  e a carga ao final do patamar, identificada pelo ponto (3), não possui relação direta com os patamares de carga aplicados. Por estes motivos a carga programada do patamar anterior, identificada pelo ponto (4) na Figura 109 foi utilizada. A carga  $P_{TH-3}$  foi definida, portanto, como 25914 N. A diferença percentual de  $P_{TH-3}$  e  $P_{TH-2}$  é de 3%, novamente inferior ao critério de 5% estabelecido, validando os resultados prévios agora com um ensaio em controle de deslocamento.

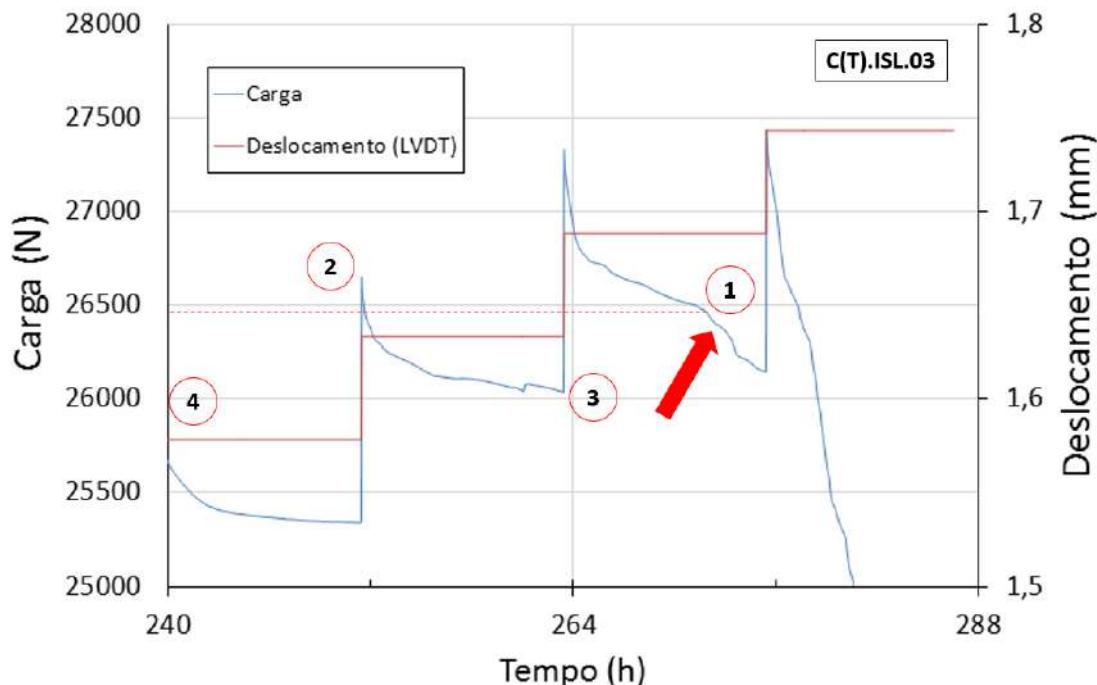


Figura 109 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.03. Ponto (1) identifica a carga de inflexão, ou seja, de iniciação.

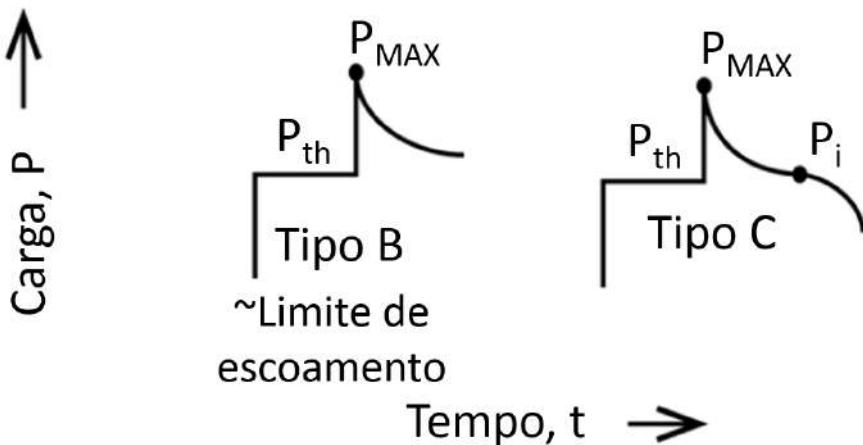


Figura 110 – Perfis de queda de carga do Tipo B e C. Taxa decrescente (côncava), indicativo de relaxação/fluência (Tipo B), com inversão e indicativo de crescimento subcrítico (Tipo C)  
(adaptada de ASTM F1624, 2012)

Outra observação interessante no ensaio em controle de deslocamento C(T).ISL.03 se refere ao nível de relaxação da carga com a progressão do ensaio. A relaxação percentual da carga foi avaliada para os últimos 7 patamares completos registrados (Figura 111). Observa-se uma variação não significativa do patamar 17 ao patamar 20, seguido de um pequeno aumento nos patamares 21 e 22 e um aumento considerável no patamar 23 onde foi observada a iniciação de trinca com inversão de convexidade.

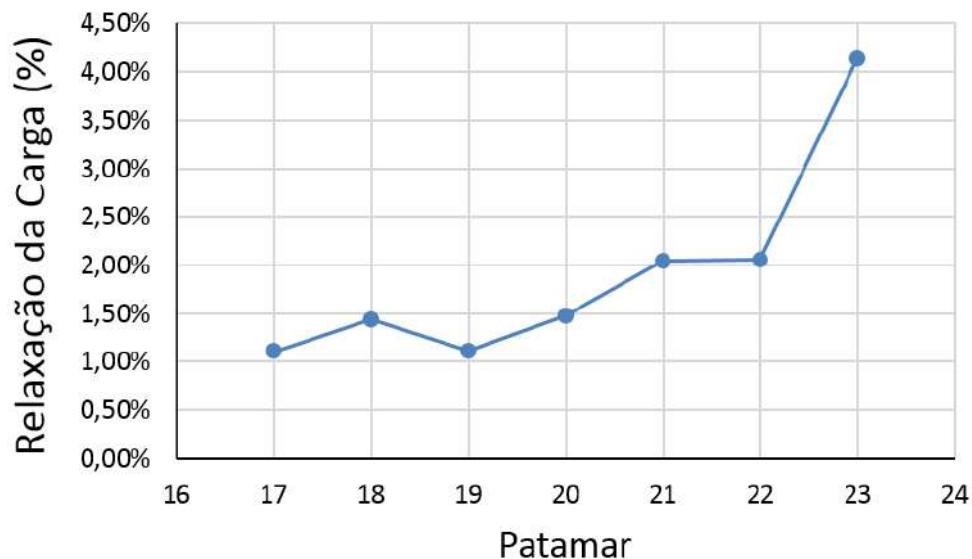


Figura 111 – Valores percentuais de relaxação de carga para vários patamares antes da falha

Um último corpo de prova C(T) foi executado em meio hidrogenado, novamente com a configuração de patamares sugerida pela norma ASTM F1624 para a faixa de dureza de 33 HRC a 45 HRC, com patamares de 5% da carga  $P_{FFS}$  e duração de 2 horas nos primeiros 10 patamares e 4 horas nos 10 patamares seguintes. Desta vez, entretanto, ao contrário do corpo de prova C(T).ISL.01, o controle do ensaio foi por deslocamento. Os resultados para o corpo de prova C(T).ISL.04 estão apresentados na Figura 112. Novamente, por um problema experimental, um dos patamares finais foi mantido por 9 horas. O crescimento de trinca subcrítico foi identificado claramente no patamar seguinte. A Figura 113 e a Figura 114 apresentam em maior detalhe os patamares finais do corpo de prova C(T).ISL.04. Observa-se a relaxação de carga do tipo B em todos os últimos patamares. No entanto, neste caso não ocorreu inversão da convexidade. A detecção da iniciação e propagação ocorreu no início da aplicação de carga em um patamar. A carga  $P_{TH-4}$  foi definida no patamar anterior, como 30330 N. A diferença percentual de  $P_{TH-4}$  e  $P_{TH-3}$  é de 14,6%, superior ao critério de 5%  $P_{TH-n}$  estabelecido neste trabalho. Mesmo utilizando o critério da norma ASTM F1624, a diferença entre  $P_{TH-4}$  e  $P_{TH-3}$  é equivalente a 10,4% da  $P_{FFS}$ , ou seja, fora do critério estabelecido.

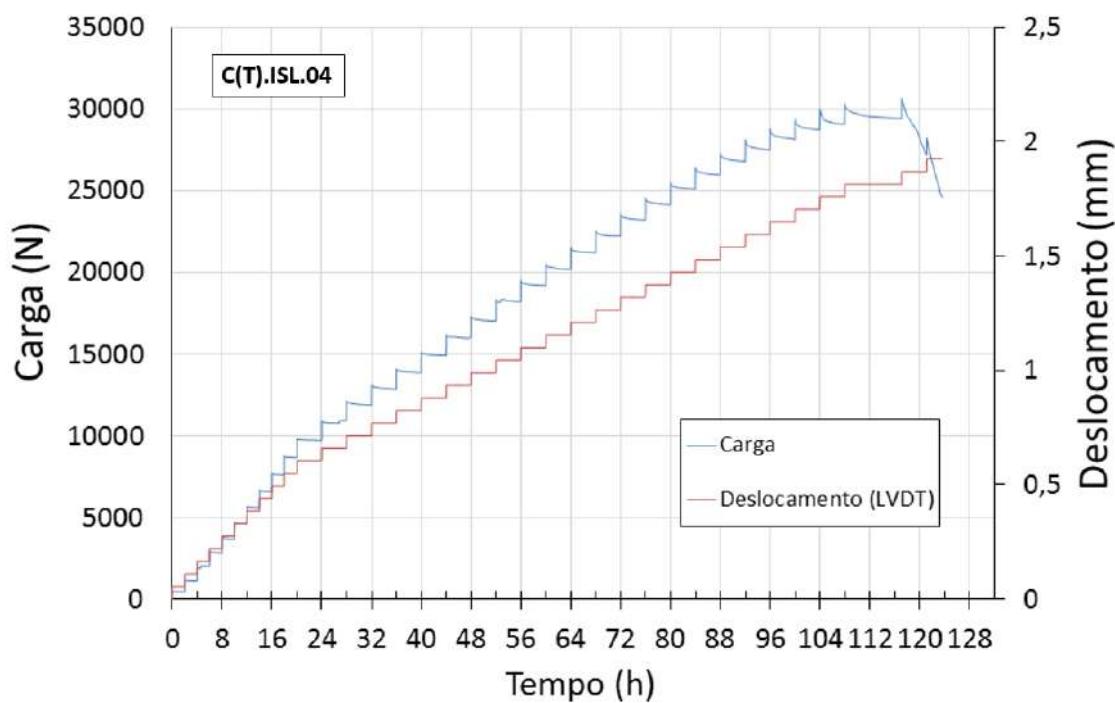


Figura 112 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.04

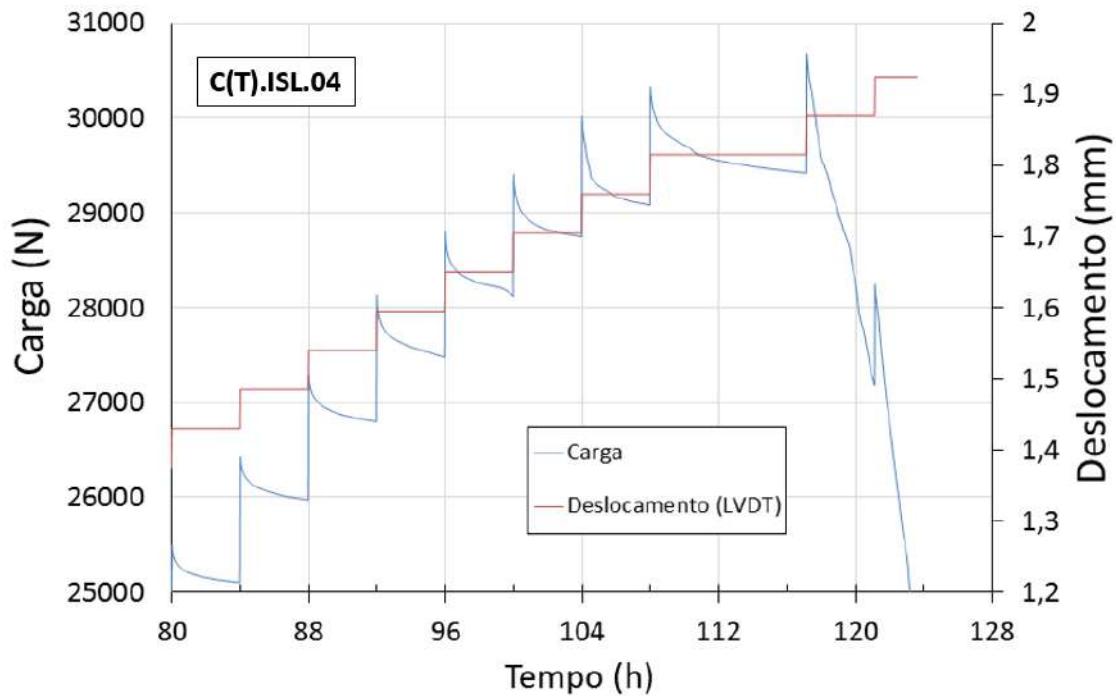


Figura 113 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.04

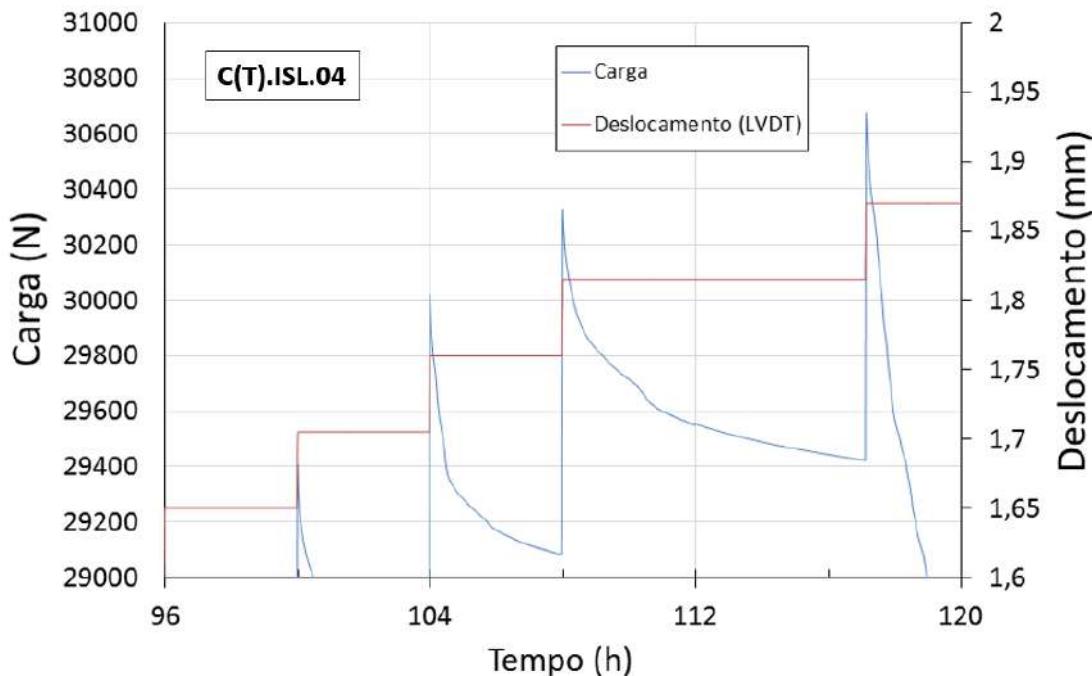


Figura 114 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.04

No patamar de deslocamento de 1,65 mm do corpo de prova C(T).ISL.04, foi observada uma leve inflexão na curva de carga ao final do patamar (Figura 115). Considerar esta inflexão como início de propagação de trinca implica que durante 2 patamares de 4 horas

e 1 patamar de 9 horas subsequentes a propagação de trinca não teria continuado. É considerado, portanto, pouco provável que esta inflexão seja representativa de crescimento subcrítico. De toda forma, os valores de  $P_i$  e  $P_{TH-4}'$  foram registrados como 28208 N e 28134 N, respectivamente. Para este caso a diferença percentual de  $P_{TH-4}'$  e  $P_{TH-3}$  é de 7,9%, superior ao critério de 5% $P_{TH-n}$  estabelecido neste trabalho. A diferença entre  $P_{TH-4}'$  e  $P_{TH-3}$  equivale a 5,2% da  $P_{FFS}$ , ou seja, também fora do critério estabelecido pela ASTM F1624.

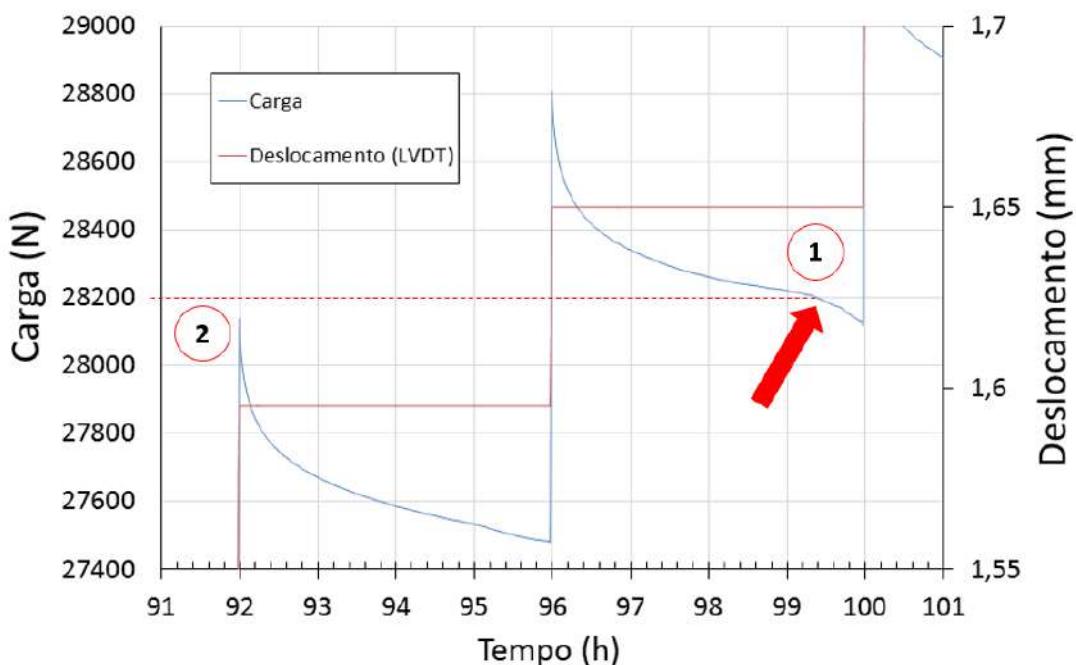


Figura 115 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova C(T).ISL.04

Estas considerações em relação à convergência dos resultados dos C(T).ISL.04 e C(T).ISL.03 demonstram que são necessários patamares mais longos que os estabelecidos na norma para garantir a convergência rápida e a obtenção de valores invariantes de  $K_{TH}$  neste nível de resistência mecânica. De forma a comprovar este efeito, as taxas de aplicação de  $K$  foram calculadas para todos os corpos de prova testados em meio.

A Figura 116 apresenta curvas de  $K$  aplicado vs. tempo para os corpos de prova C(T).ISL.01 e C(T).ISL.04 programados inicialmente conforme ASTM F1624 com patamares de 2 horas e 4 horas, em controle de carga e deslocamento, respectivamente. Como visto, por problemas experimentais o corpo de prova C(T).ISL.01 permaneceu 38 horas em um patamar de carga. Foram calculados então dois valores de  $dK/dt$  para este

corpo de prova, conforme indicado na Figura 116. Já para o corpo de prova C(T).ISL.04, a taxa  $dK/dt$  foi calculada a partir dos patamares de 4 horas, para ser mais representativa.

A Figura 117 apresenta as curvas de  $K$  aplicado vs. tempo para os corpos de prova C(T).ISL.02 e C(T).ISL.03 programados com patamares de 12 horas, em controle de carga e deslocamento, respectivamente. A taxa  $dK/dt$  do corpo de prova C(T).ISL.03 foi calculada a partir de um  $K$  aplicado de  $23 \text{ MPa.m}^{0.5}$  de forma a garantir melhor representatividade. Todos os resultados estão reportados na Tabela 18 e na Figura 118, junto com os valores de  $dK/dt$  dos ensaios C(T).FFS ao ar.

A taxa  $dK/dt$  mais rápida em meio de  $7,27E-04 \text{ MPa.m}^{0.5} \cdot \text{s}^{-1}$  corresponde aos patamares de 2 horas do corpo de prova C(T).ISL.01, com  $P_{\text{MAX}} = P_{\text{FFS}}$ . Não obstante, esta taxa é 1000x menor que as taxas praticadas nos ensaios ao ar. A Tabela 18 reporta a relação percentual dos outros valores de taxa. Foram encontrados valores ainda 10-20x menores, sendo que a menor taxa ocorreu no próprio ensaio C(T).ISL.01, devido ao patamar de 38 horas.

Considerando que o ensaio C(T).ISL.04 resultou em um valor de  $P_{\text{TH-4}}$  distante mais de 5% do valor de  $P_{\text{TH-n}}$  obtido nos outros ensaios, podemos considerar que a taxa  $dK/dt$  de  $1,50E-04 \text{ MPa.m}^{0.5} \cdot \text{s}^{-1}$  não é suficientemente lenta para garantir um valor invariante de  $K_{\text{TH}}$  para um aço de 25-27 HRC. Os resultados de dureza por corpo de prova estão apresentados na Figura 119 e comprovam que a resistência mecânica entre os corpos de prova é similar, não justificando a diferença de resultados.

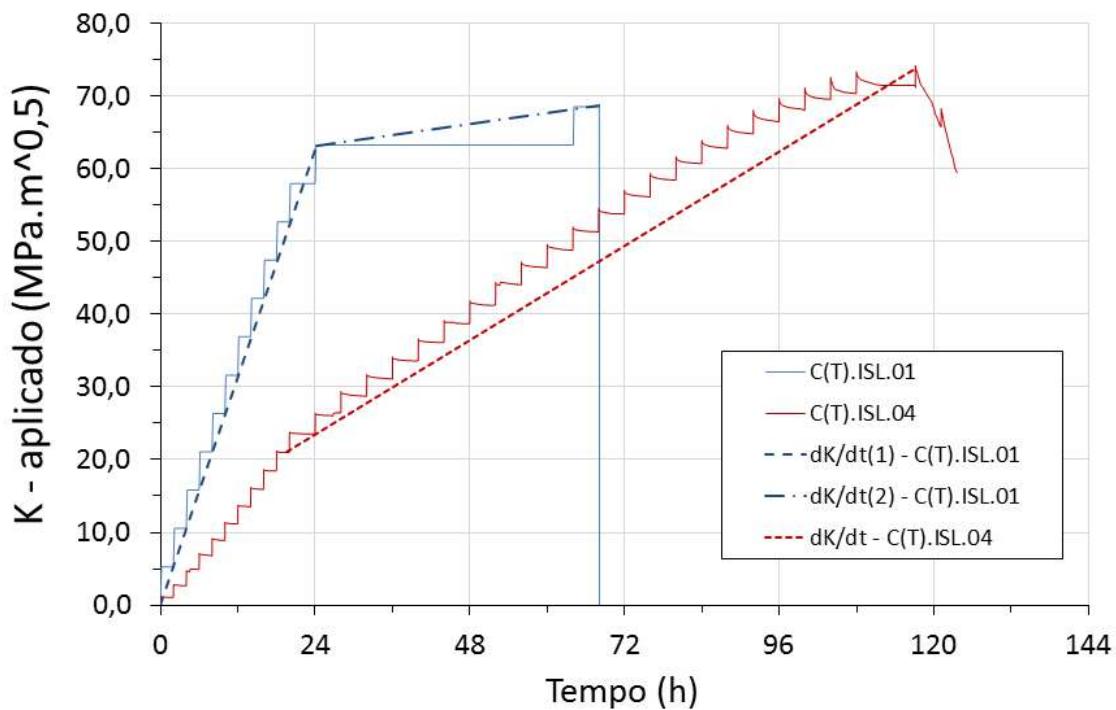


Figura 116 – Curvas K-aplicado vs. tempo para os corpos de prova C(T).ISL.01 e C(T).ISL.04, ambos com protocolo de teste similar ao da norma ASTM F1624

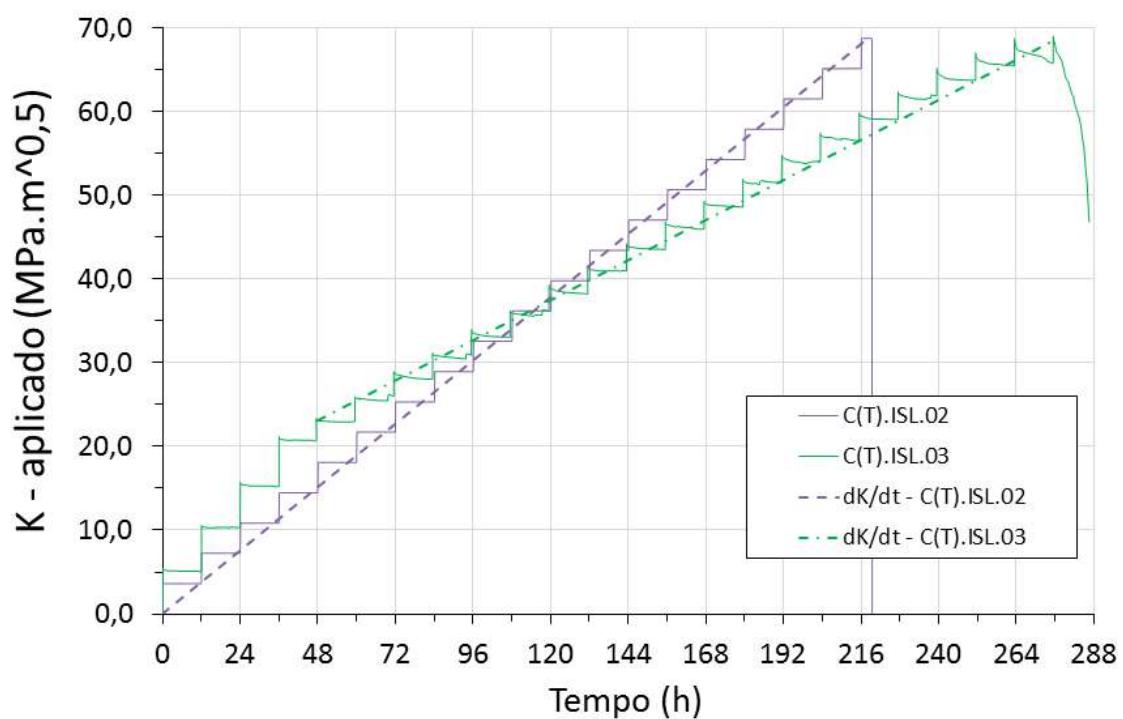


Figura 117 – Curvas K-aplicado vs. tempo para os corpos de prova C(T).ISL.02 e C(T).ISL.03, ambos com protocolo de teste modificado com patamares de 12 horas

Tabela 18 – Valores de taxa de aplicação de K em cada ensaio

Corpo de Prova	dK/dt (MPa.m <sup>0,5</sup> .s <sup>-1</sup> )	Relação entre taxas
<b>C(T).FFS.01</b>	0,765	$\sim 1000x$
<b>C(T).FFS.02</b>	0,688	
<b>C(T).FFS.03</b>	0,692	
<b>C(T).ISL.01</b>	7,27E-04	100%
<b>C(T).ISL.01'</b>	3,48E-05	5%
<b>C(T).ISL.02</b>	8,75E-05	12%
<b>C(T).ISL.03</b>	5,56E-05	8%
<b>C(T).ISL.04</b>	1,50E-04	21%

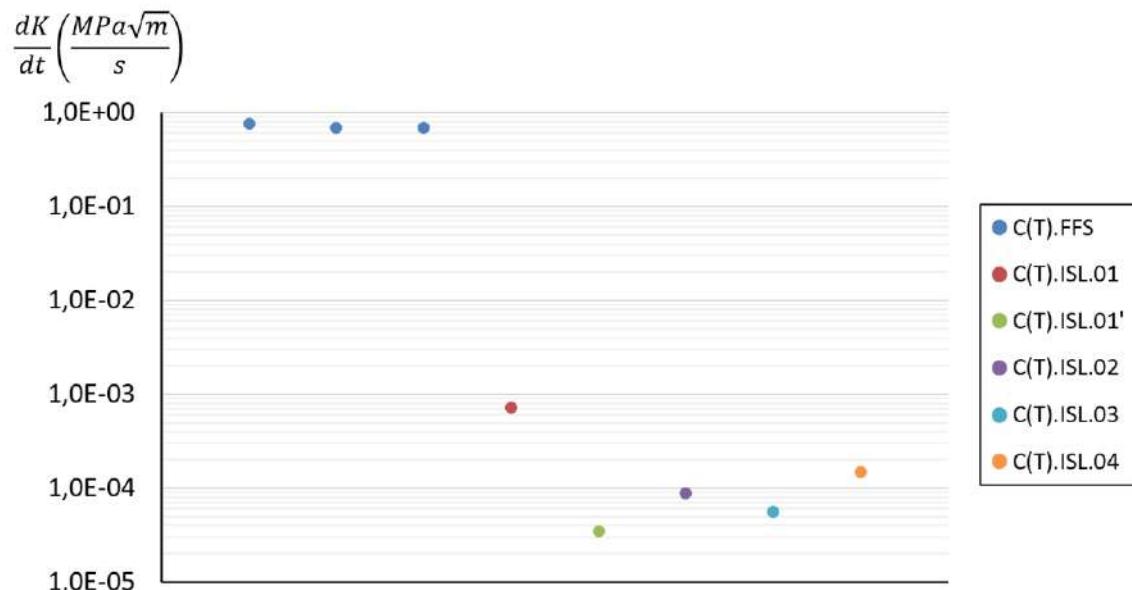


Figura 118 – Valores de taxa de aplicação de K em cada ensaio

## Dureza (HRC)

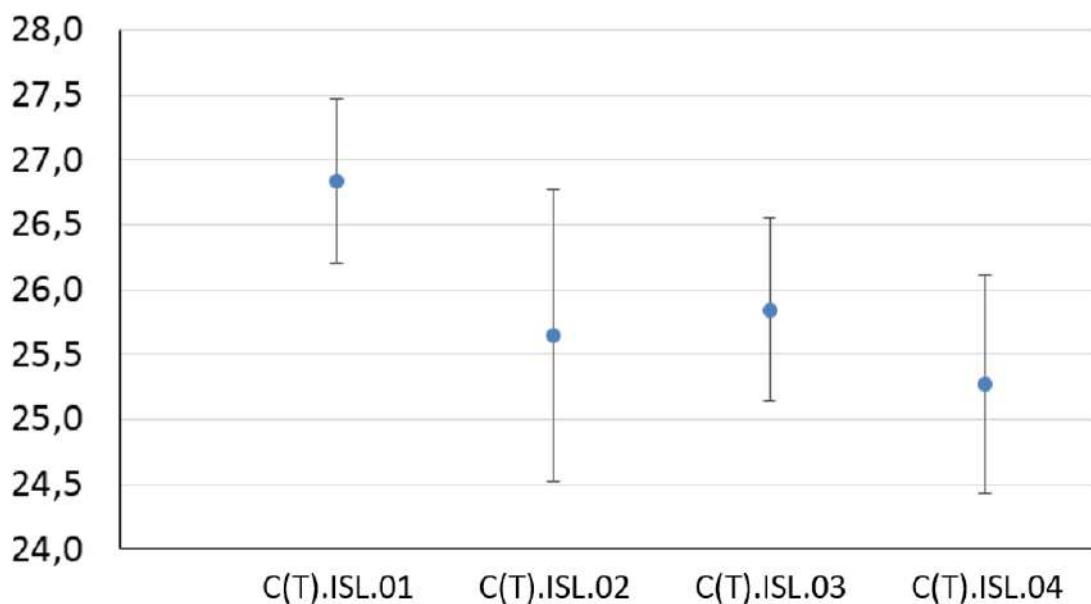


Figura 119 – Valores médios de dureza HRC medidos na lateral dos corpos de prova. Barras de erro indicam o intervalo de confiança 95%

A Tabela 19 resume os resultados de carga e  $K_{TH}$  de todos os corpos de prova. Os dados geométricos de cada corpo de prova estão na Tabela 20. Apenas o valor de  $K_{TH-4}$  não foi validado de acordo com a Equação 19.

Imagens em lupa estereoscópica das pré-trincas de fadiga após abertura dos corpos de prova são apresentadas da Figura 120 a Figura 123. A medição das pré-trincas foi realizada em projetor de perfil e comparada com os limites estabelecidos nas normas ASTM E1820, BS 7448 e ISO 12135 (2014) – Tabela 21. Os valores estão conforme norma ISO 12135 (2014) e BS 7448 (1991) para todos os corpos de prova exceto C(T).ISL.04, que se encontra fora dos limites de validade da BS 7448 (1991). Os valores dos corpos de prova C(T).ISL.01 e C(T).ISL.04 também não estão conforme a norma ASTM E1820, devido à diferença nos critérios de validação (Seção III.3.2). Os valores fora de norma estão identificados na Tabela 21 pela cor amarela.

Durante todos os ensaios foi registrado o valor de pH, em geral a cada 24 horas. O registro era executado antes da renovação da solução e logo após a troca. Os valores pontuais de pH para os corpos de prova *compact tension* estão mostrados na Figura 124 ligado por retas, que indicam o aumento o pH com o decorrer do ensaio, devido à aplicação de proteção catódica tanto nos corpos de prova ativos como de referência para queda de

potencial. O pH variou de 6,0 a 8,0 em todos os corpos de prova, com uma taxa de aumento de dois pontos de pH a cada 24 horas ou 48 horas.

Tabela 19 – Resumo dos resultados de carga de falha,  $P_{TH}$  e  $K_{TH}$  para os corpos de prova C(T)

	<b>Carga de Falha (N)</b>	<b>%P<sub>FFS</sub></b>	<b>Carga P<sub>TH-n</sub> (N)</b>	<b>%P<sub>FFS</sub></b>	<b>a<sub>0</sub> (mm)</b>	<b>K<sub>TH</sub> (MPa.m<sup>0,5</sup>)</b>
<b>C(T).ISL.01</b>	27516	65%	25402	60%	20,16	63,3
<b>C(T).ISL.02</b>	26540	63%	25145	59%	20,94	65,1
<b>C(T).ISL.03</b>	26488	63%	25914	61%	20,48	65,2
<b>C(T).ISL.04</b>	30677	72%	30330	72%	19,89	73,4

Tabela 20 – Medidas de geometria e tamanho inicial de trinca para os corpos de prova C(T).ISL

	<b>W (mm)</b>	<b>B (mm)</b>	<b>a<sub>0</sub> (mm)</b>	<b>a<sub>0</sub>/W</b>	<b>f(a/W) - C(T)</b>
<b>C(T).ISL.01</b>	39,55	20,10	20,16	0,51	9,96
<b>C(T).ISL.02</b>	39,98	20,10	20,94	0,52	10,41
<b>C(T).ISL.03</b>	39,92	20,02	20,48	0,51	10,06
<b>C(T).ISL.04</b>	39,80	20,00	19,89	0,50	9,65



Figura 120 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).ISL.01 ensaiado em meio

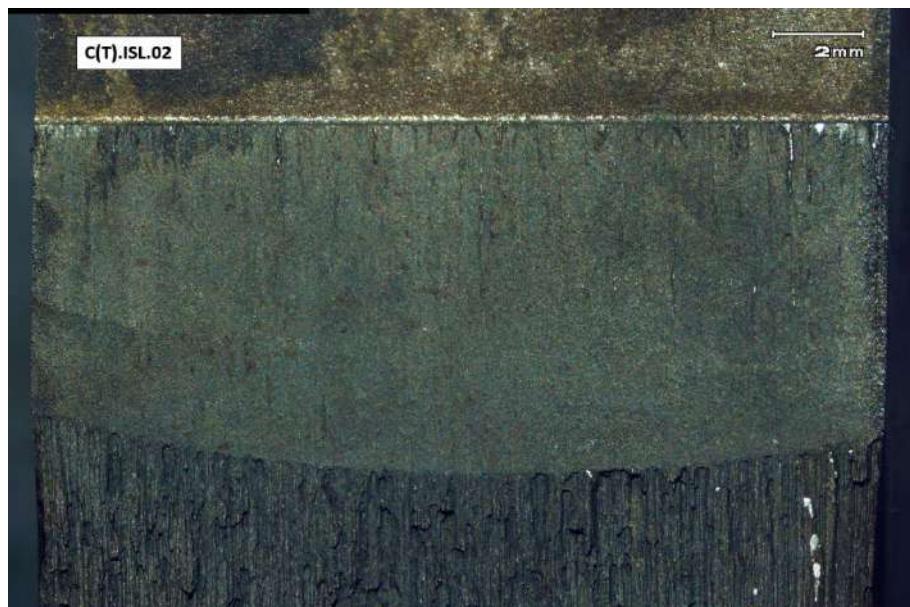


Figura 121 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).ISL.02 ensaiado em meio



Figura 122 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).ISL.03 ensaiado em meio



Figura 123 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova C(T).ISL.04 ensaiado em meio

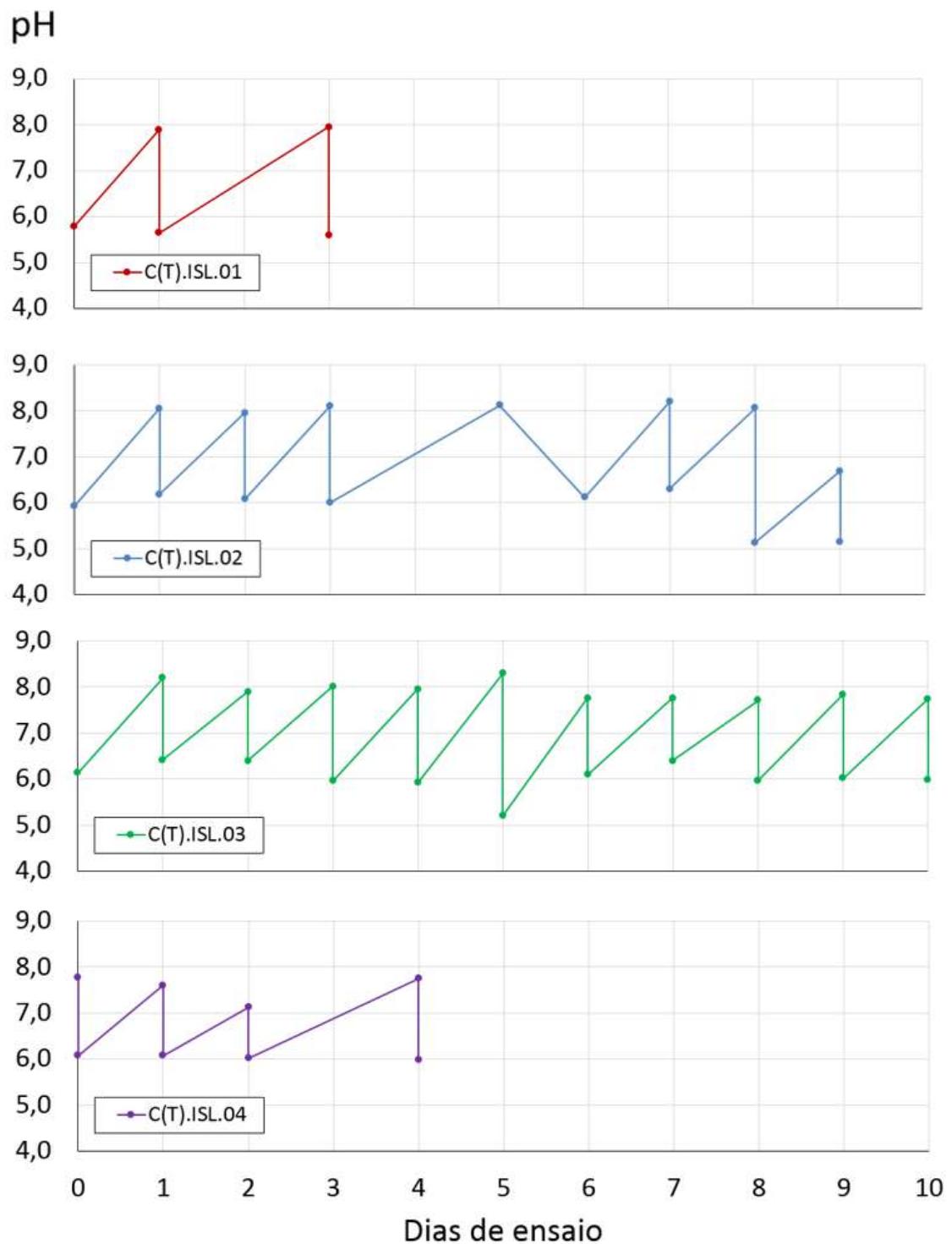


Figura 124 – Medidas de pH ao longo dos ensaios em corpos de prova *Compact Tension*

Tabela 21 – Medidas do tamanho inicial de trinca e comparação com as normas de referência

C(T).ISL.01	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W
<b>Medições da pré trinca</b>	20,520	20,673	20,679	20,630	20,462	20,129	19,766	19,179	19,004	20,160	20,10	0,51
<b>ASTM E1820</b>	0,360	0,513	0,519	0,470	0,302	0,031	0,394	0,981	1,156	<b>W (mm)</b>	39,55	<b>5%*B</b>
<b>ISO 12135</b>		0,513	0,519	0,470	0,302	0,031	0,394	0,981		<b>BS 7448-1</b>	1,675	<b>10%*a<sub>0</sub></b>

C(T).ISL.02	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W
<b>Medições da pré trinca</b>	20,090	20,550	21,010	21,240	21,350	21,300	21,110	20,760	20,280	20,938	20,1	0,52
<b>ASTM E1820</b>	0,848	0,388	0,072	0,302	0,412	0,362	0,172	0,178	0,658	<b>W (mm)</b>	39,975	<b>5%*B</b>
<b>ISO 12135</b>		0,388	0,072	0,302	0,412	0,362	0,172	0,178		<b>BS 7448-1</b>	1,260	<b>10%*a<sub>0</sub></b>

C(T).ISL.03	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W
<b>Medições da pré trinca</b>	19,780	20,190	20,520	20,700	20,760	20,650	21,110	20,220	19,660	20,484	20,02	0,51
<b>ASTM E1820</b>	0,704	0,294	0,036	0,216	0,276	0,166	0,626	0,264	0,824	<b>W (mm)</b>	39,92	<b>5%*B</b>
<b>ISO 12135</b>		0,294	0,036	0,216	0,276	0,166	0,626	0,264		<b>BS 7448-1</b>	1,450	<b>10%*a<sub>0</sub></b>

C(T).ISL.04	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W
<b>Medições da pré trinca</b>	18,211	19,254	19,642	19,968	20,233	20,376	20,353	20,195	20,007	19,891	20,00	0,50
<b>ASTM E1820</b>	1,680	0,638	0,250	0,077	0,342	0,485	0,461	0,304	0,116	<b>W (mm)</b>	39,80	<b>5%*B</b>
<b>ISO 12135</b>		0,638	0,250	0,077	0,342	0,485	0,461	0,304		<b>BS 7448-1</b>	2,165	<b>10%*a<sub>0</sub></b>

#### IV.3 Fractografias em MEV – Corpos de prova C(T)

A Figura 125 apresenta as áreas da superfície de fratura do corpo de prova C(T).FFS.01 após abertura. Estas áreas são similares para todos os outros corpos de prova. A região de maior interesse, especialmente nos corpos de prova ensaiados em meio, é a região de iniciação, na interface entre a pré-trinca e a região de propagação (identificada na figura).

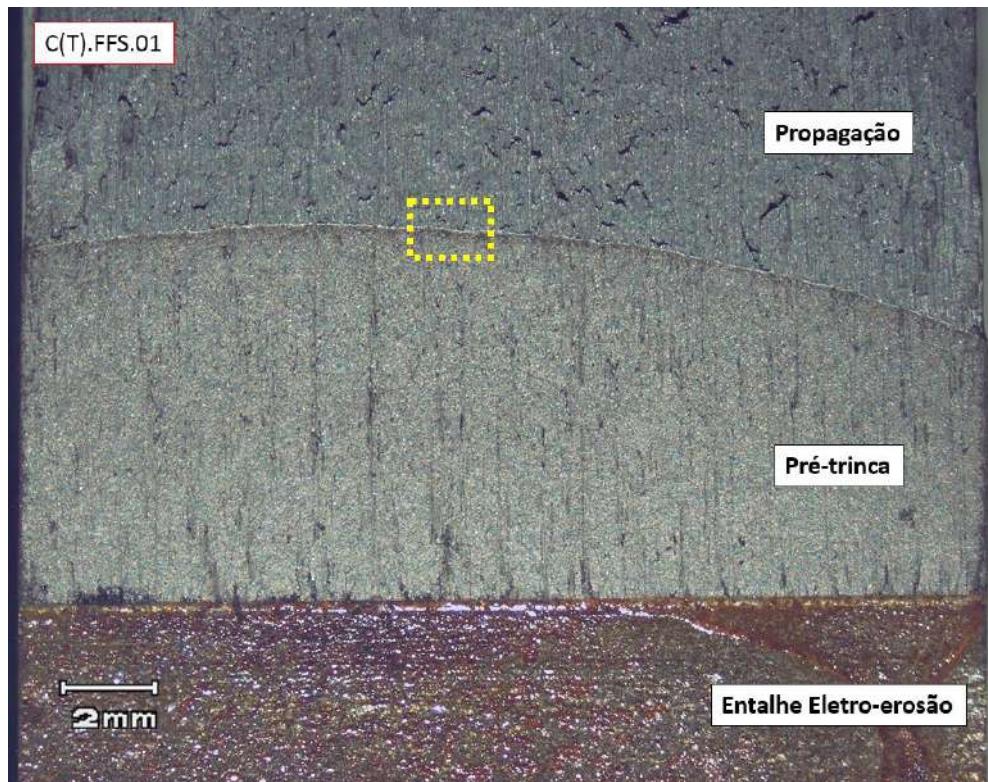
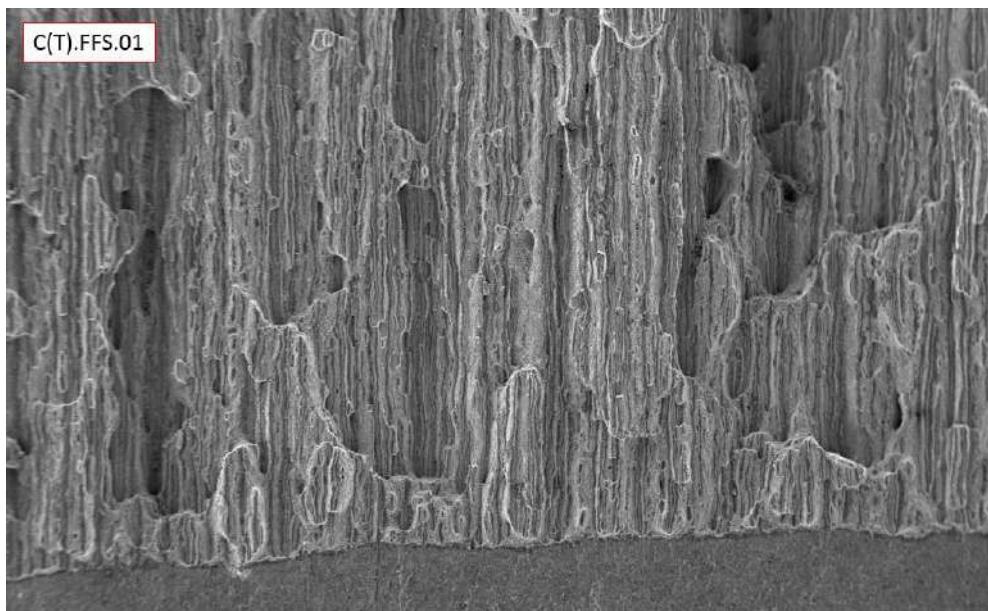
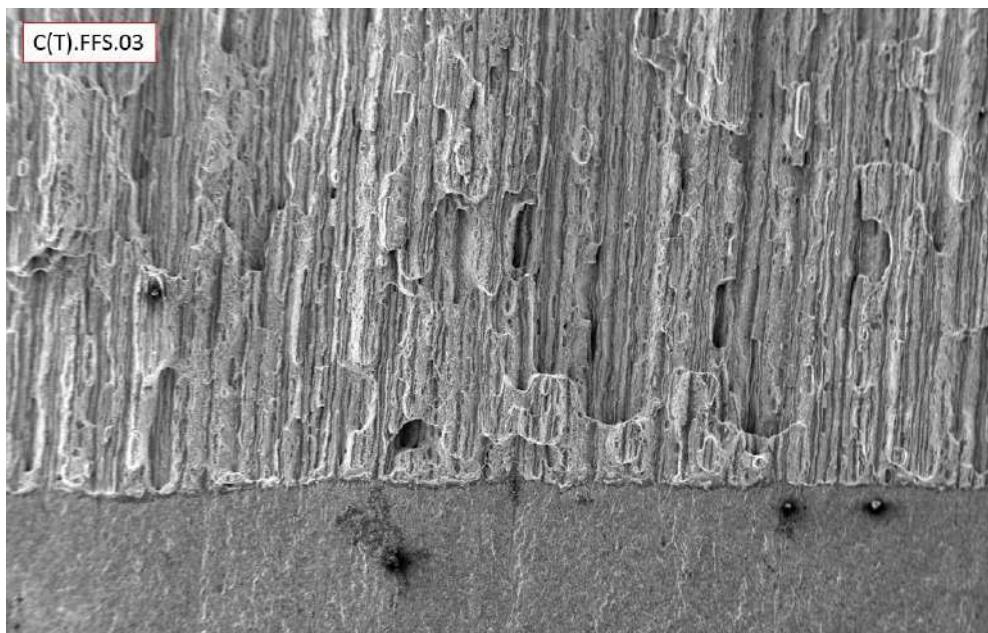


Figura 125 – Imagem em lupa estereoscópica do corpo de prova C(T).FFS.01 identificando as diferentes áreas e a região de maior interesse (quadradão amarelo)

A Figura 126 apresenta fractografias em MEV da região de interesse nos corpos de prova C(T).FFS.01 e 03 com magnificação de 60x. Já é possível identificar a transição de uma propagação plana na região da pré-trinca de fadiga para propagação irregular, com formação de vários patamares orientados na direção de propagação da trinca.



100  $\mu\text{m}$  Mag = 60 X Signal A = SE1 EHT = 20.00 kV  
H WD = 11.5 mm Scan Rotation = 355.0 ° Spot Size = 429



100  $\mu\text{m}$  Mag = 60 X Signal A = SE1 EHT = 20.00 kV  
H WD = 12.5 mm Scan Rotation = 11.0 ° Spot Size = 480

Figura 126 – Fractografias em MEV com magnificação de 60x da região de maior interesse

Imagens em maior aumento desta região de transição permitem identificar uma quantidade significativa de inclusões alongadas (MnS) entre regiões de rasgamento dúctil com microcavidades (*dimples*) (Figura 127 a Figura 129).

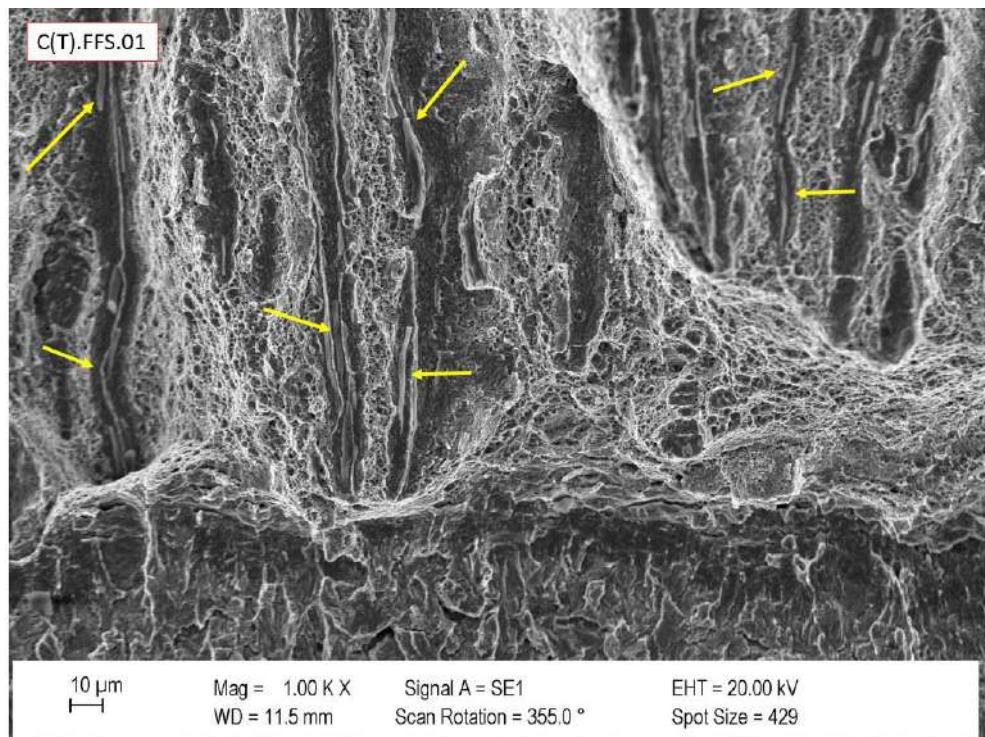


Figura 127 – Fractografia em MEV da região de transição identificando por setas amarelas as inclusões alongadas de sulfeto de manganês (MnS) – C(T).FFS.01 / Magnificação: 1000x

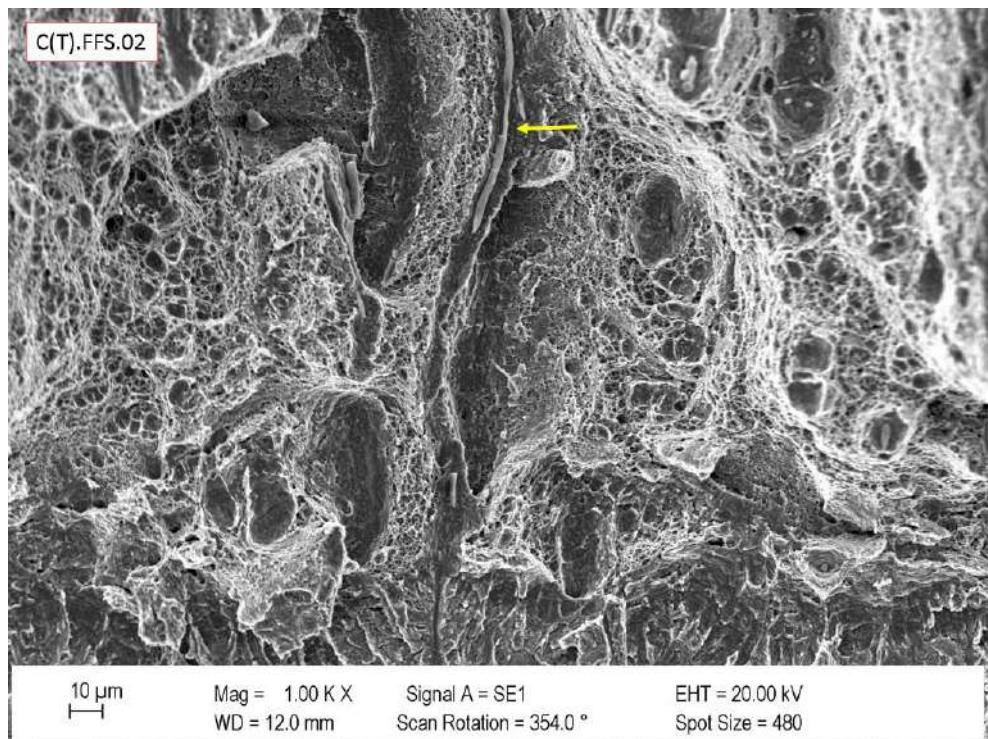


Figura 128 – Fractografia em MEV da região de transição identificando por setas amarelas uma inclusão alongada de sulfeto de manganês (MnS) – C(T).FFS.02 / Magnificação: 1000x

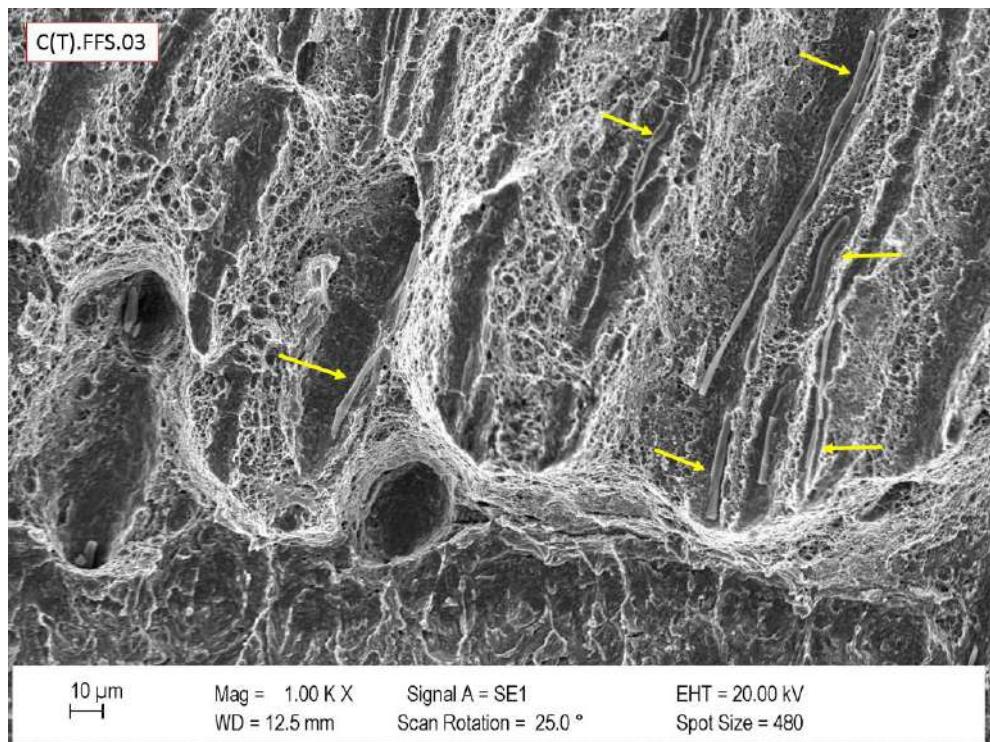


Figura 129 – Fractografia em MEV da região de transição identificando por setas amarelas as inclusões alongadas de sulfeto de manganês (MnS) – C(T).FFS.03 / Magnificação: 1000x

A Figura 130 apresenta uma fractografia MEV em magnificação de 5000x onde é possível perceber mais facilmente a presença das inclusões e as áreas adjacentes com *dimples*. A análise dos espectros obtidos com a técnica de espectroscopia de energia dispersiva - EDS (Figura 131 e Figura 132) confirmam as inclusões como sulfeto de manganês.

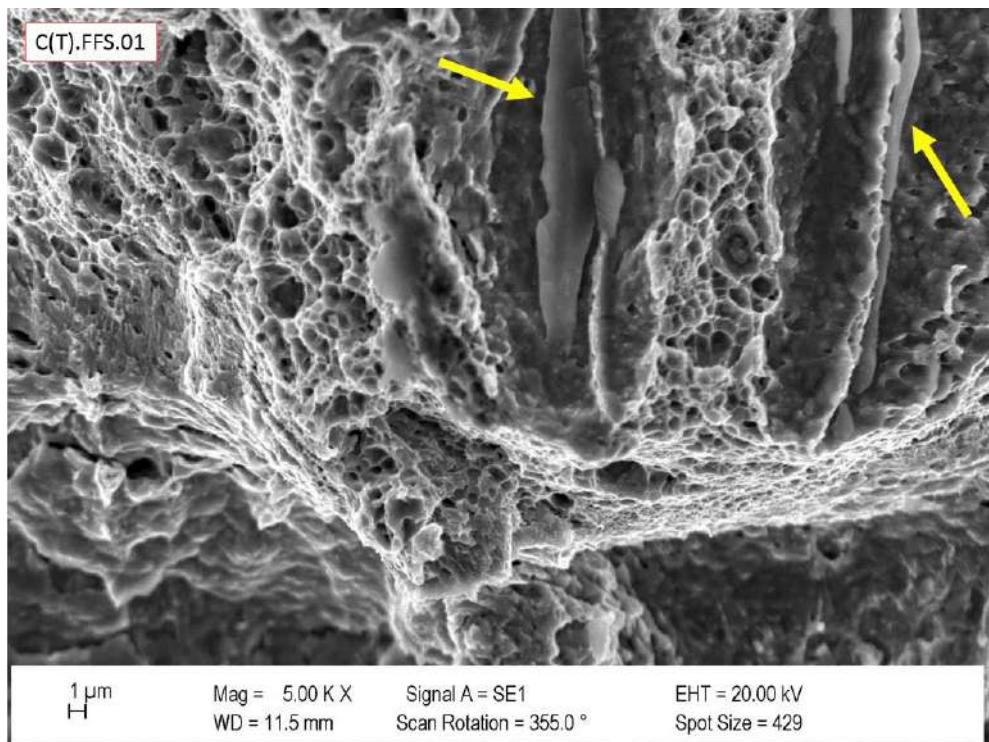


Figura 130 – Fractografia em MEV identificando por setas amarelas as inclusões alongadas de sulfeto de manganês (MnS) – C(T).FFS.01 / Magnificação: 5000x

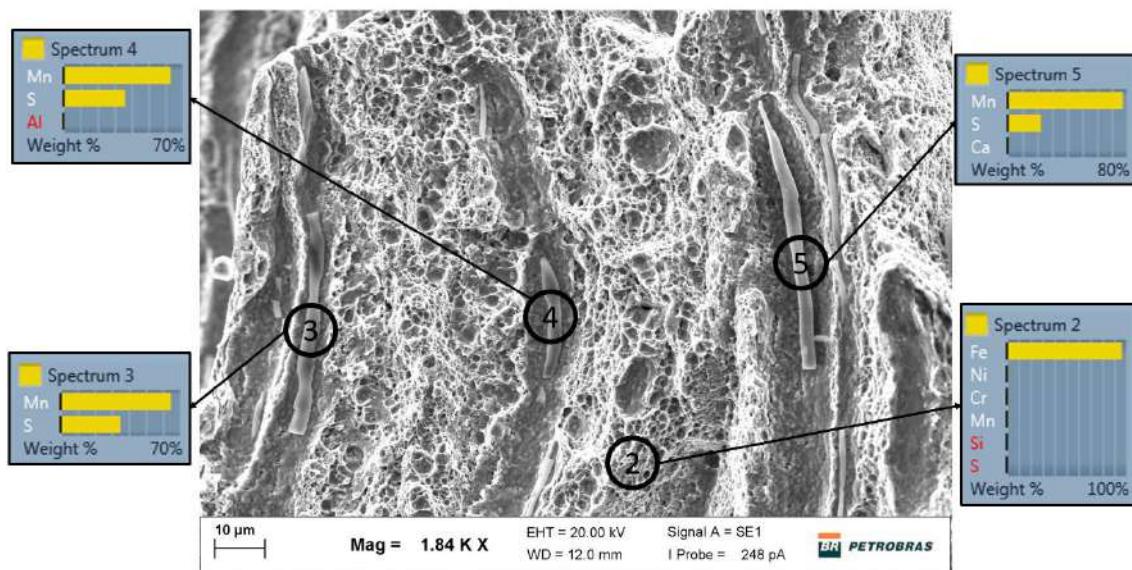


Figura 131 – Posições de análises pontuais de EDS com os respectivos valores pontuais. Os espectros de cada ponto de análise estão apresentados na Figura 132.

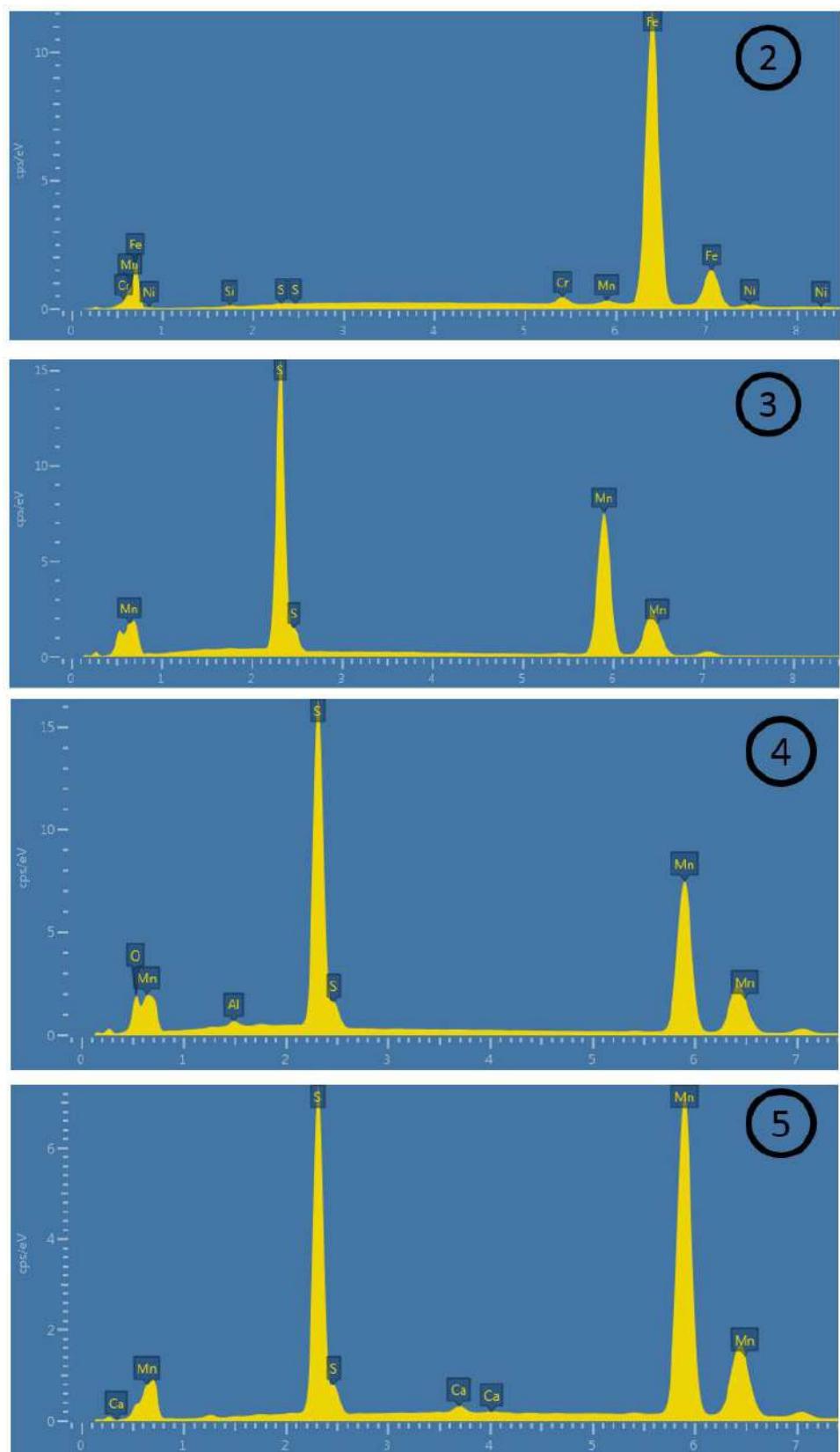


Figura 132 – Espectros EDS do metal base e de inclusões alongadas, identificando picos característicos de manganês e enxofre. Posições identificadas na Figura 131.

Estas observações condizem com a orientação R-L dos corpos de prova C(T) (Figura 133). O plano de propagação de trinca é justamente o plano das inclusões, da direção de forjamento. Pelas dimensões do corpo de prova, a região de amostragem é no núcleo, onde a segregação e a quantidade de inclusões é maior (Figura 134). As inclusões alongadas (Figura 135) fornecem um caminho de menor resistência para a propagação de trinca. Além disto, foi observado em metalografia bandeamento significativo com presença de grandes bandas bainíticas (Figura 136 e Figura 137). A bainita apresenta tenacidade consideravelmente inferior à martensita revenida (Figura 139). Estas observações justificam os baixos valores de tenacidade obtidos ( $\delta_{m(20)}$  e KCTOD –Tabela 14). Ronevich *et al.* (2016) observaram um efeito significativo do bandeamento (ferrita/perlita) na taxa de propagação de trincas de fadiga em um aço X65 bandeado, tanto ao ar como em hidrogênio gasoso. As taxas de propagação de trincas paralelas ao bandeamento foram maiores do que as taxas de propagação de trincas perpendiculares ao bandeamento.

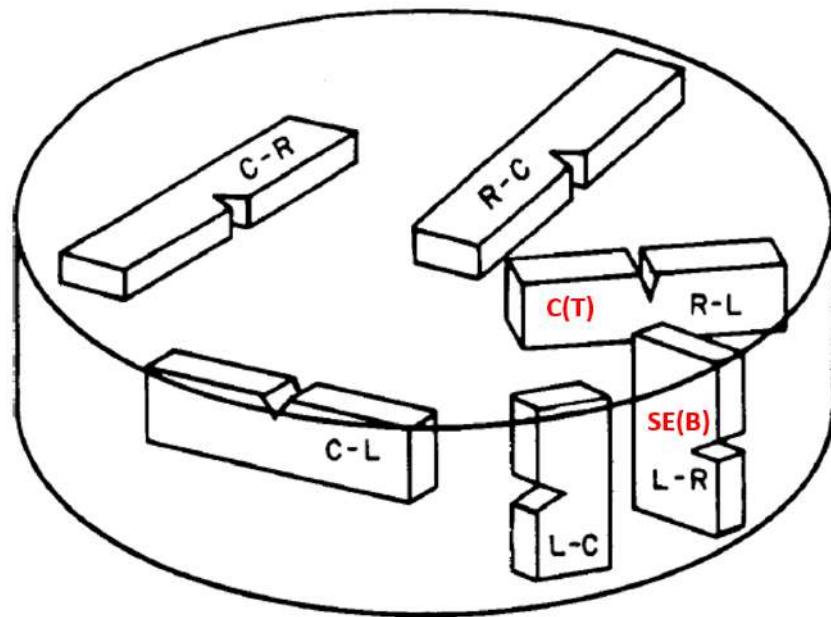


Figura 133 – Orientação dos corpos de prova C(T) e SE(B) em relação à direção de forjamento da barra (Adaptada de E399)

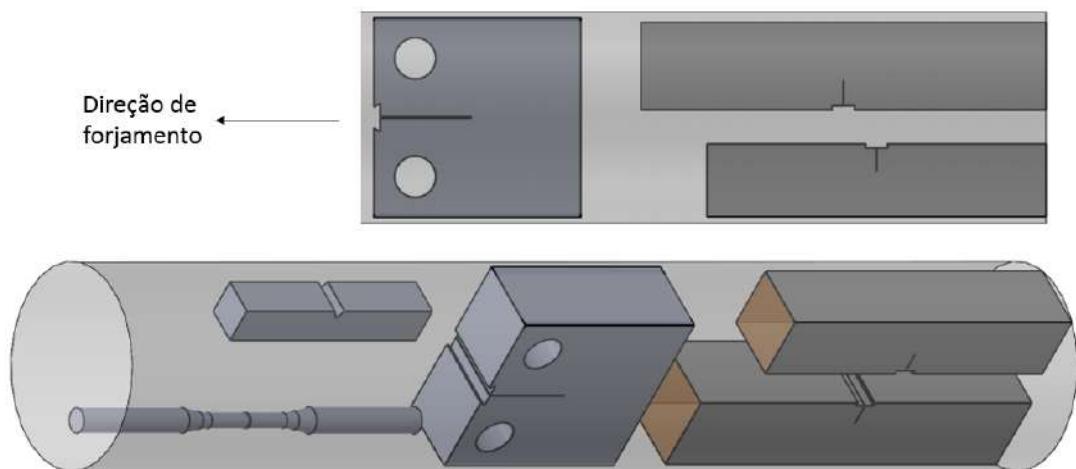


Figura 134 – Orientação e localização dos corpos de prova C(T), SE(B), tração e Charpy em relação à direção de forjamento da barra

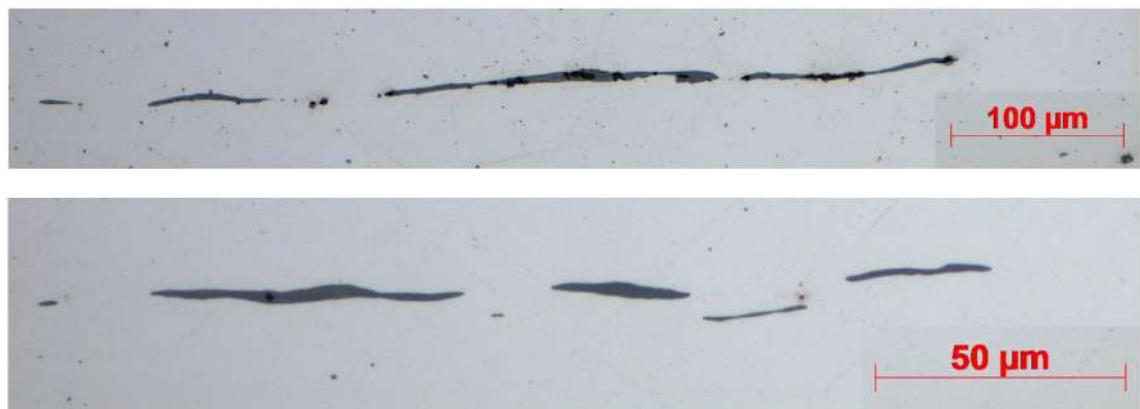


Figura 135 – Inclusões alongadas de sulfeto de manganês (MnS) observadas em metalografia na região do núcleo



Figura 136 – Metalografia em corte longitudinal evidenciando o bandeamento significativo com grande presença de bainita (bandas claras) no lugar da microestrutura ideal de martensita revenida (bandas escuras)

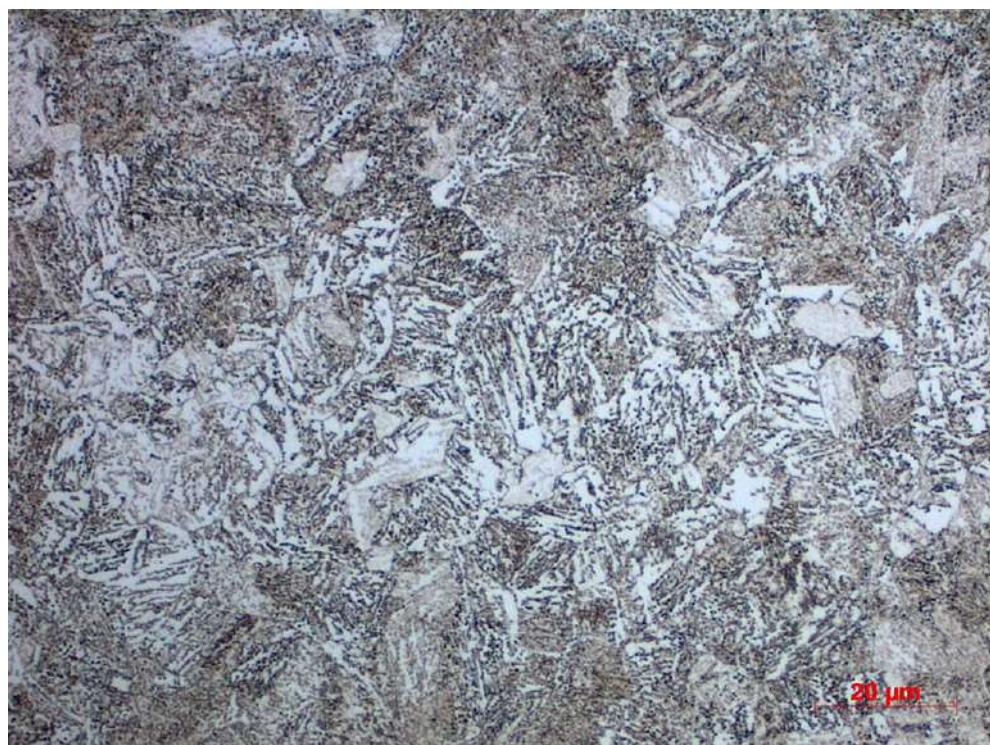


Figura 137 – Metalografia em banda clara com bainita

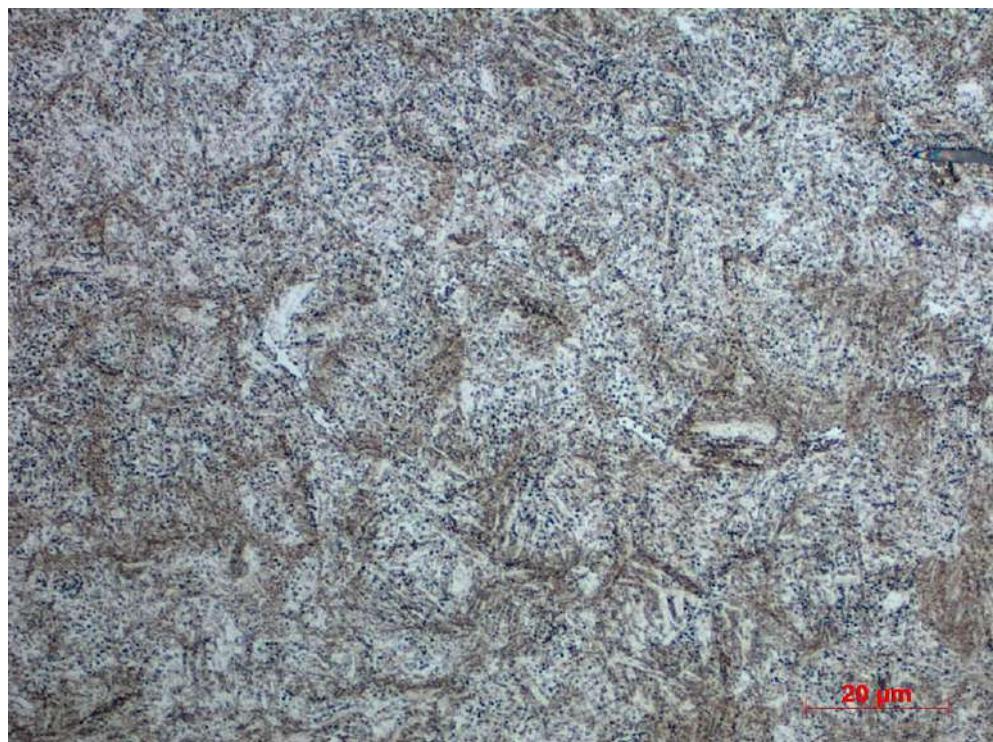


Figura 138 – Metalografia em banda escura com martensita revenida

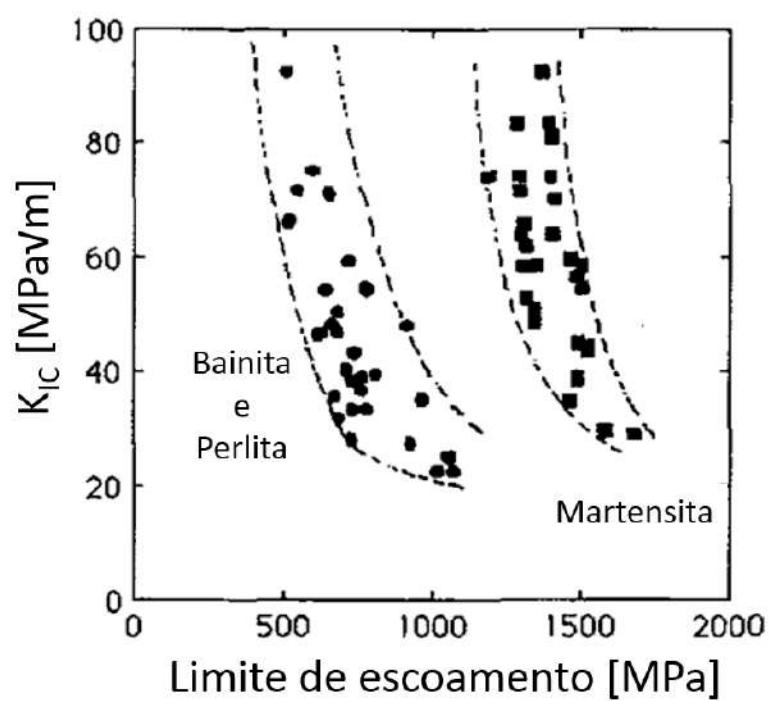


Figura 139 – Tenacidade a fratura  $K_{Ic}$  em função da resistência mecânica para bainita, perlita e martensita (Bowen *et al.*, 1986)

Os corpos de prova ensaiados em meio apresentaram um aspecto macro similar aos ensaios ao ar, com a mesma transição de uma propagação plana na região da pré-trinca de fadiga para propagação irregular, com formação de vários patamares orientados na direção de propagação da trinca (Figura 140). Entretanto, no caso dos ensaios em meio hidrogenado a região da interface apresenta uma faixa da ordem de 150  $\mu\text{m}$  com micromecanismo claro de quasi-clivagem e fratura ao longo de inclusões (Figura 141) – características de crescimento subcrítico devido à fragilização por hidrogênio. A Figura 142 ilustra mais claramente o micromecanismo de quasi-clivagem com magnificações maiores.

A Figura 143 apresenta uma região entre inclusões de sulfeto de manganês, já na região de propagação irregular, com aspecto claro de *dimples* na região entre inclusões. Estas regiões de *dimples* entre inclusões alongadas foram observadas também nas amostras ensaiadas ao ar (Figura 144). Entretanto, ao comparar ambas na mesma magnificação, é possível observar que os *dimples* do ensaio em meio hidrogenado possuem aspecto mais raso e menos ‘regular’ que os *dimples* obtidos no ensaio ao ar por rasgamento dúctil.

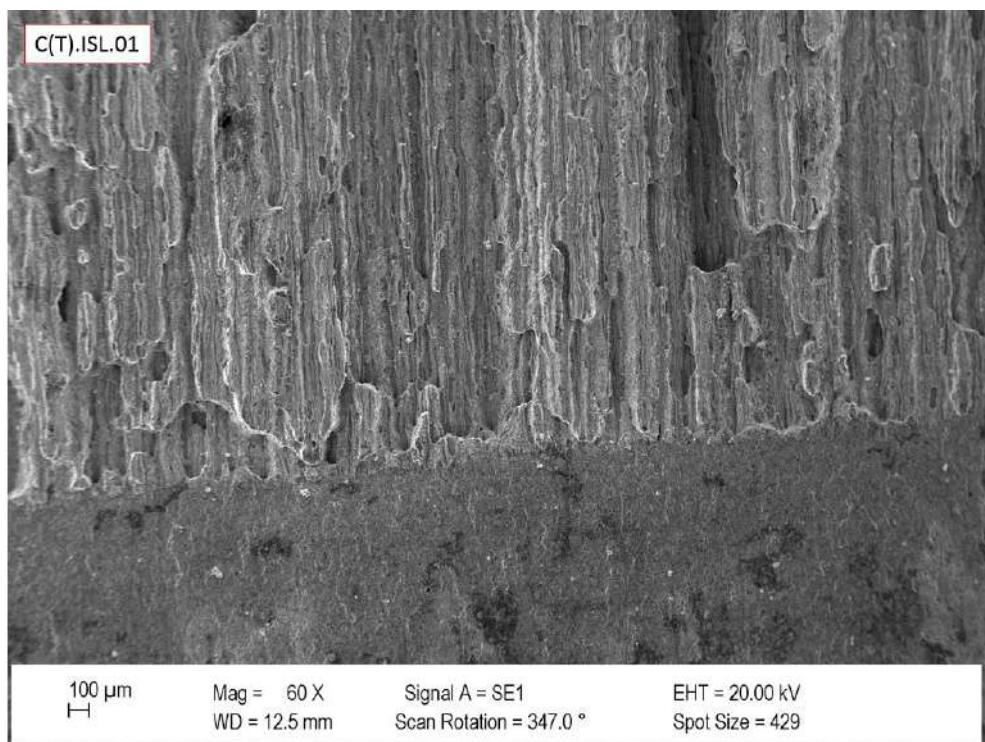


Figura 140 – Fractografia em MEV com magnificação de 60x da região de transição entre a pré-trinca de fadiga e a propagação irregular

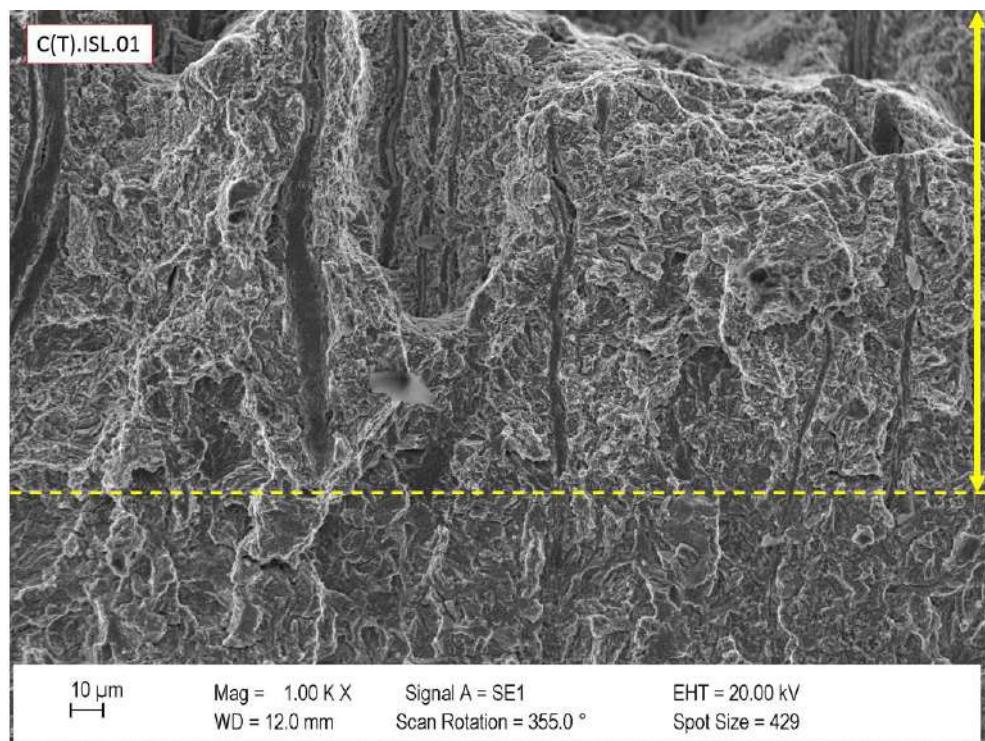


Figura 141 – Fractografia em MEV com magnificação de 1000x da região de transição entre a pré-trinca de fadiga e a propagação irregular, identificando uma faixa onde ocorreu crescimento subcrítico por quasi-clivagem

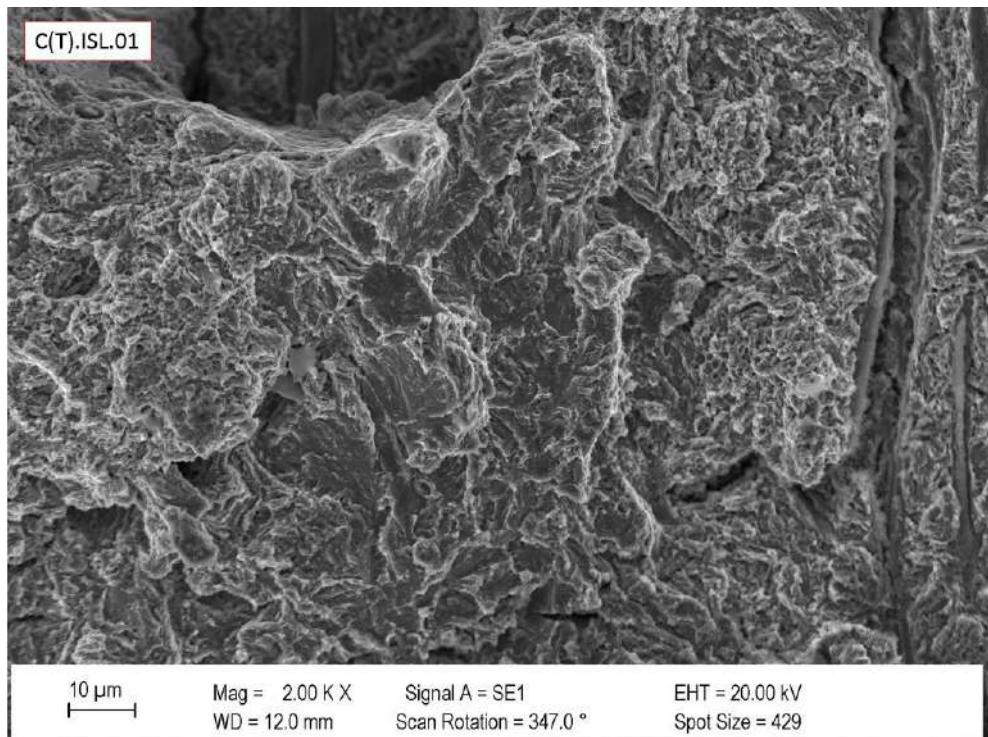


Figura 142 – Fractografias em MEV da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem

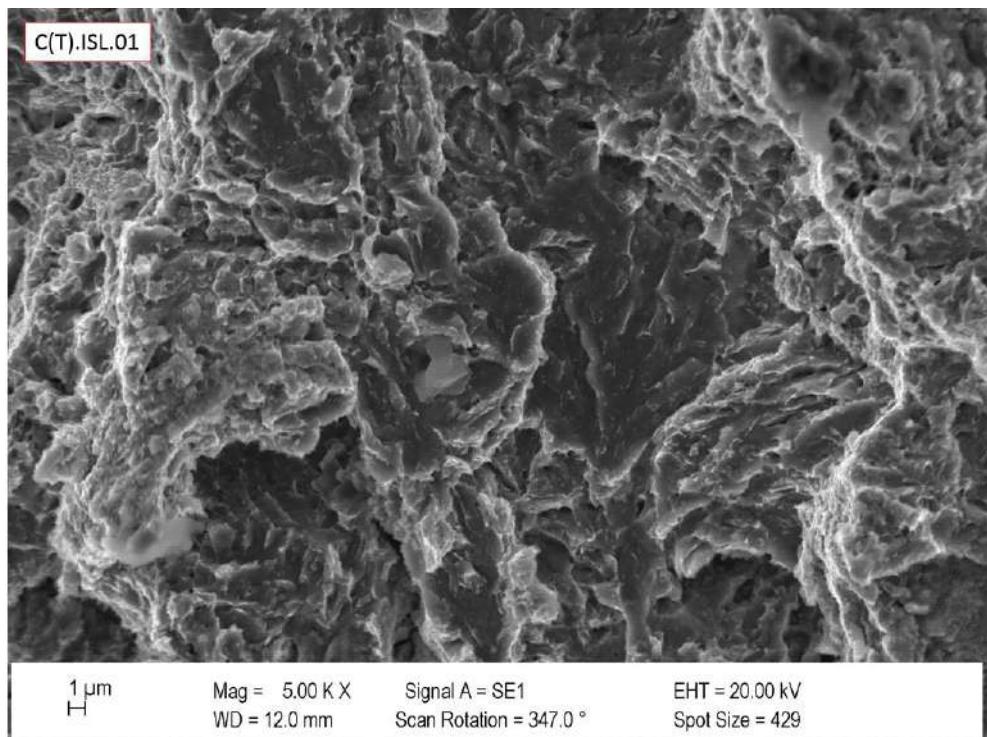


Figura 142 – Fractografias em MEV da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem

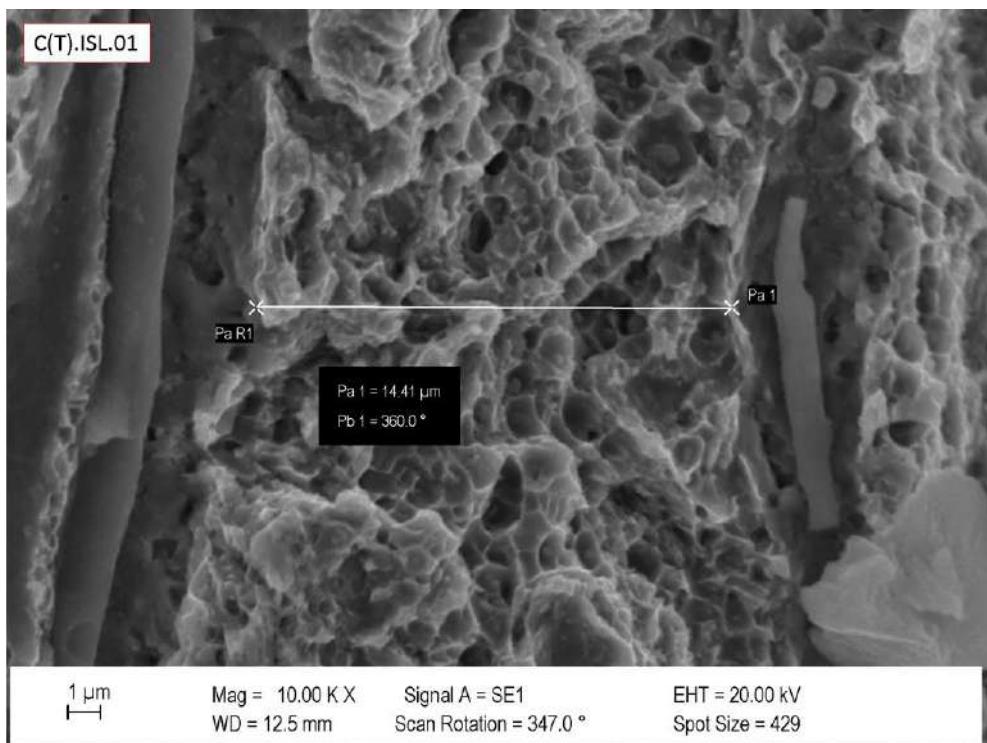


Figura 143 – Fractografia em MEV da região de propagação irregular, evidenciando a presença de *dimples* nos espaços entre inclusões de sulfeto de manganês.

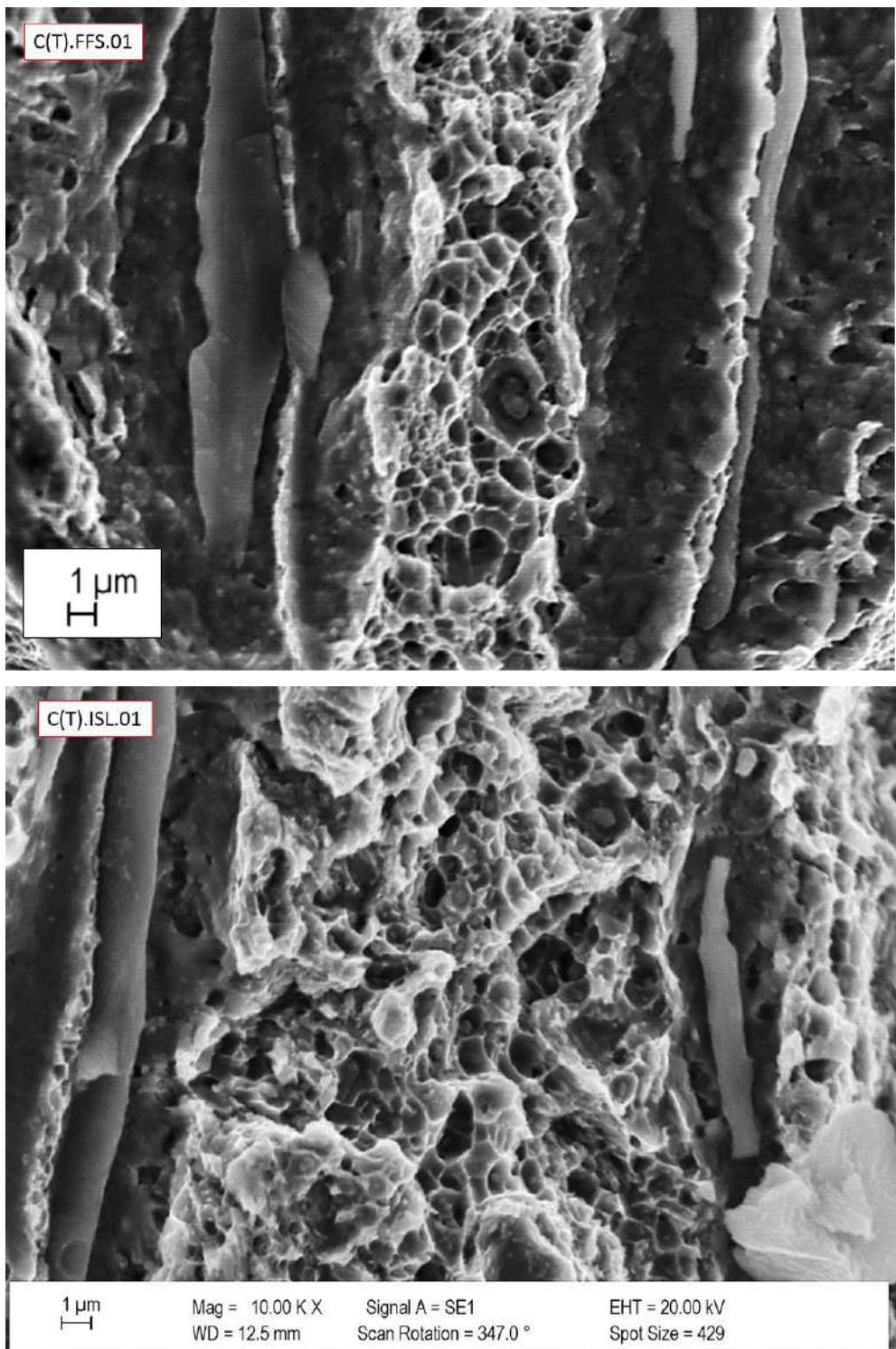


Figura 144 – Fractografias em MEV da região de propagação irregular, comparando o aspecto dos *dimples* nos espaços entre inclusões de sulfeto de manganês entre uma amostra de ensaio rápido ao ar (C(T).FFS.01) e uma amostra de ensaio incremental em meio (C(T).ISL.01)

Os corpos de prova C(T).ISL.02 – 04 apresentaram os mesmos aspectos de propagação observados no corpo de prova C(T).ISL.01 com propagação em quasi-clivagem na região de transição e o restante da propagação de forma irregular, com formação de patamares. Da Figura 145 à Figura 149 são apresentadas fractografias em MEV da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem nestas amostras.

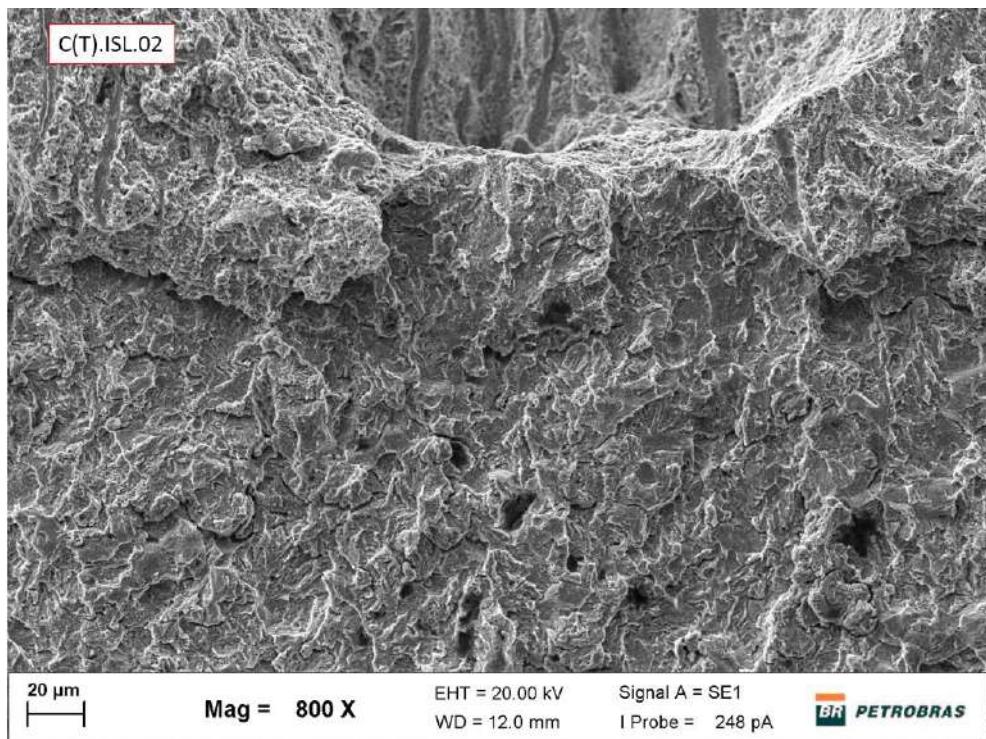


Figura 145 – Fractografia em MEV das regiões de transição entre pré-trinca, crescimento subcrítico por quasi-clivagem e propagação irregular na amostra C(T).ISL.02

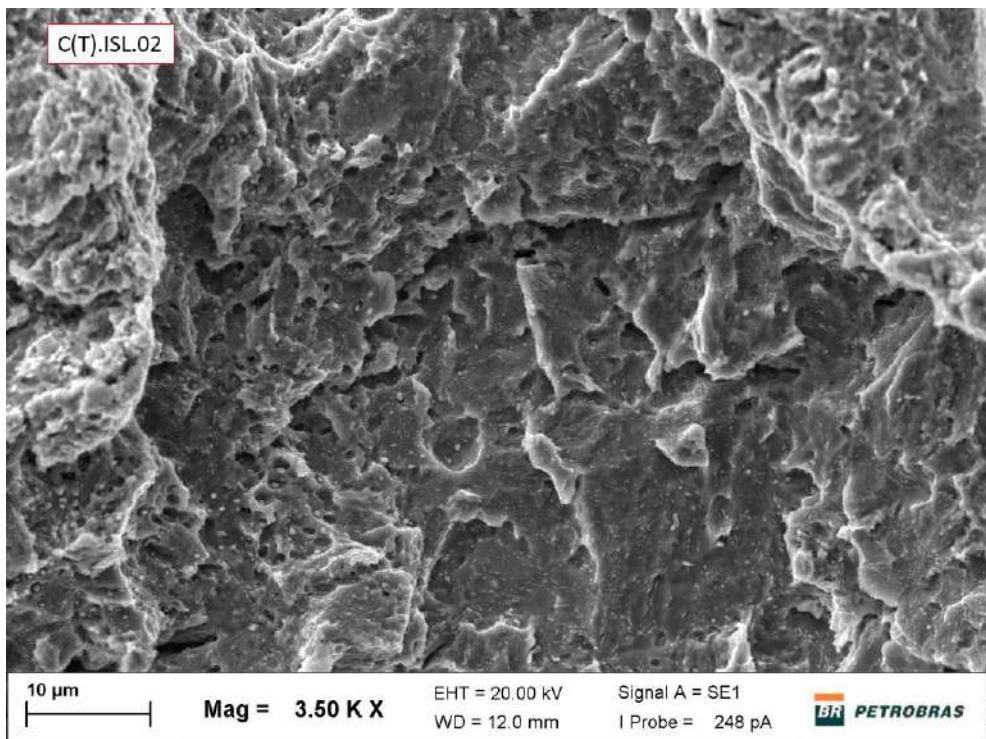


Figura 146 – Fractografia em MEV em magnificação de 3500x da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem na amostra C(T).ISL.02

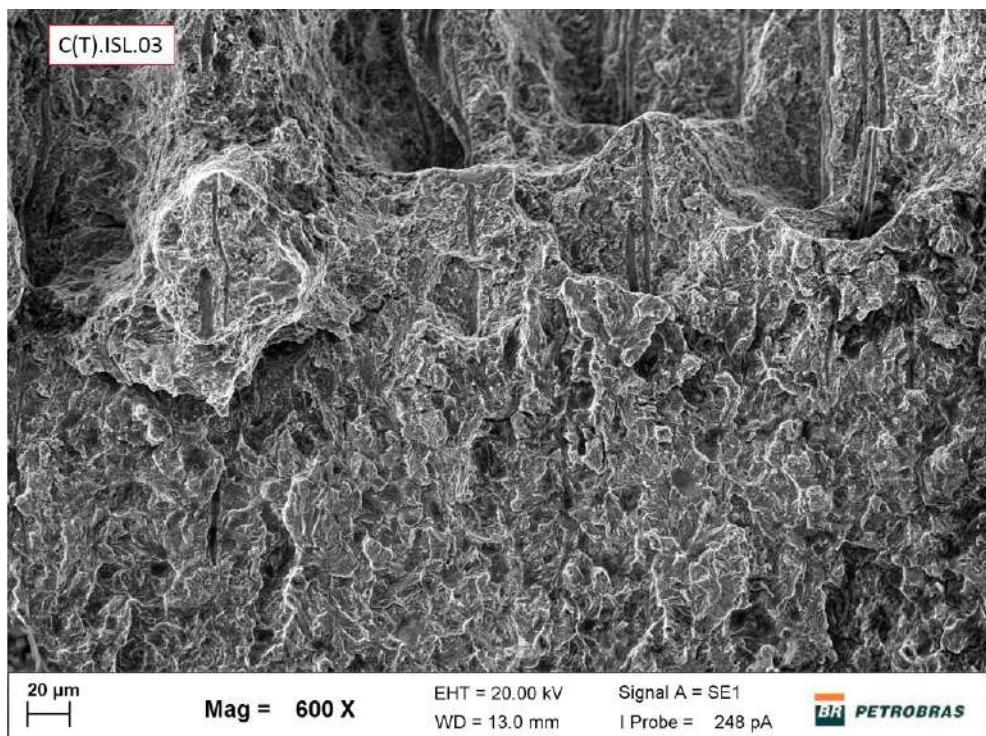


Figura 147 – Fractografia em MEV das regiões de transição entre pré-trinca, crescimento subcrítico por quasi-clivagem e propagação irregular na amostra C(T).ISL.03

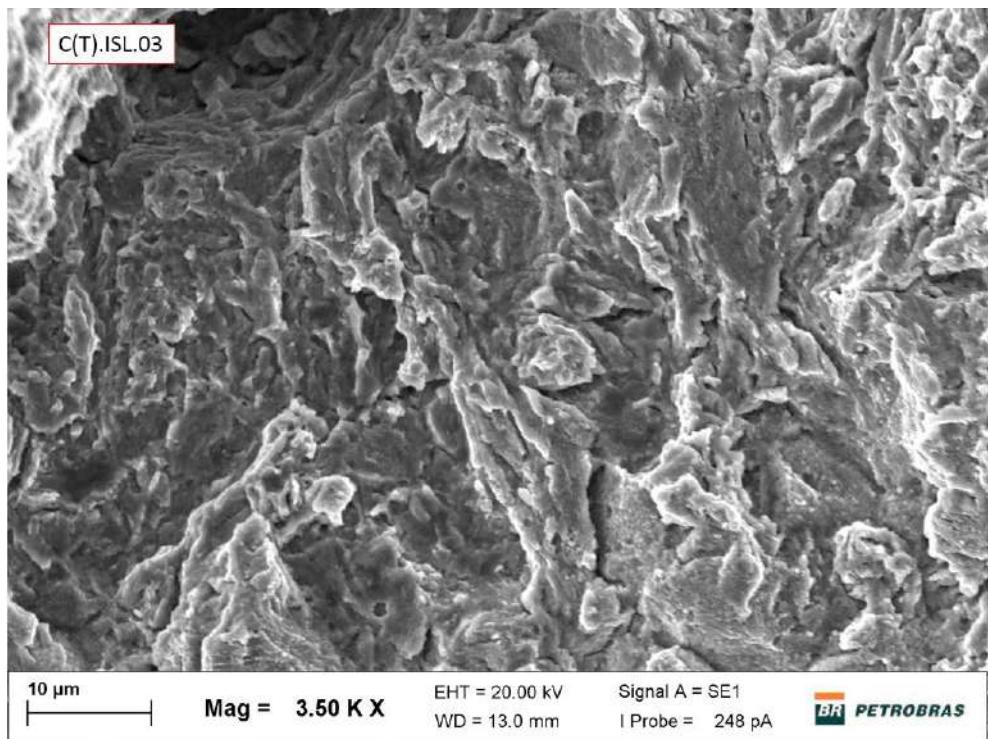
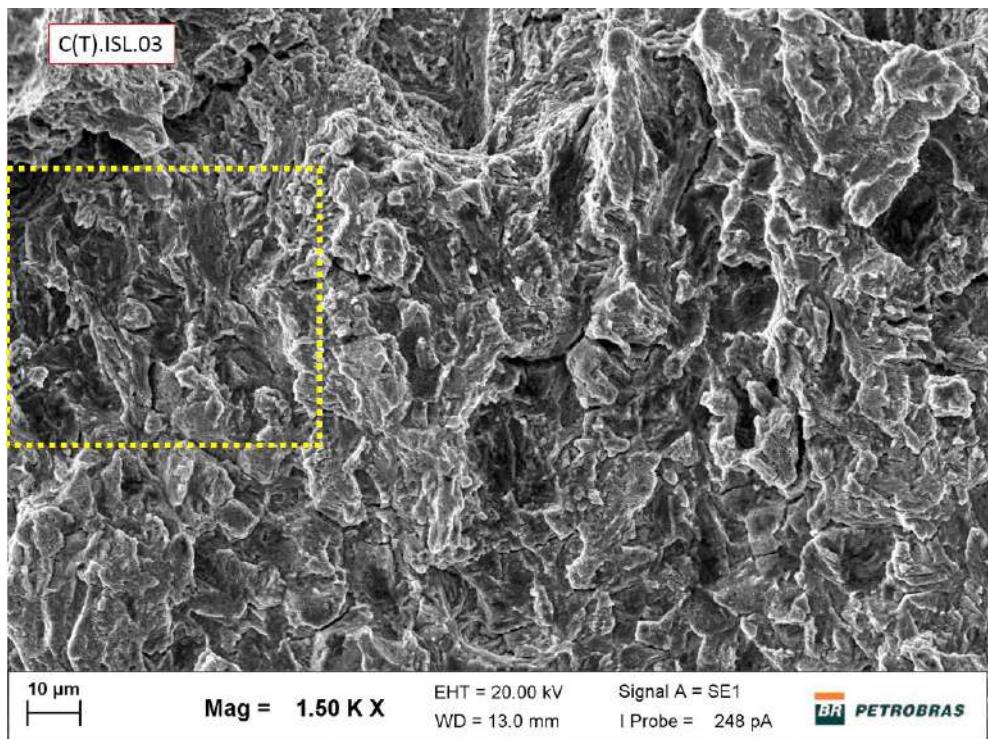


Figura 148 – Fractografias em MEV em magnificações de 1500x e 3500x da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem na amostra C(T).ISL.03

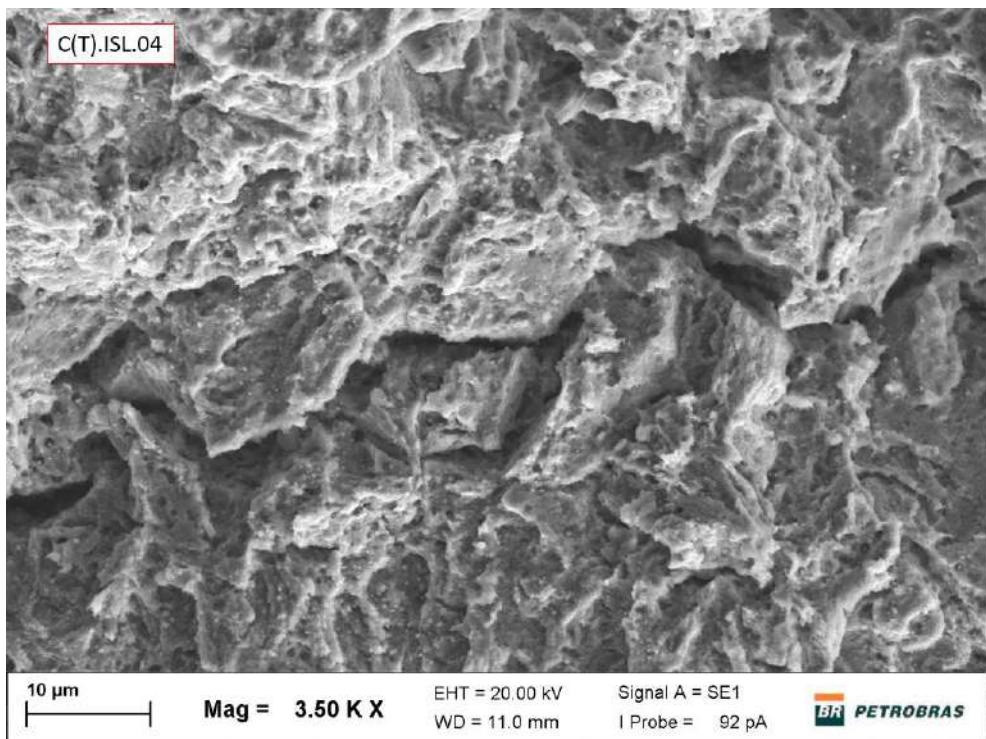


Figura 149 – Fractografia em MEV em magnificação de 3500x da região de crescimento subcrítico por quasi-clivagem na amostra C(T).ISL.04

Todas as observações obtidas a partir da análise fractográfica, em conjunto com as análises metalográficas confirmam o conservadorismo do corpo de prova C(T) na orientação R-L, amostrando a região do núcleo com bandeamento significativo no plano de propagação da trinca – tanto para os ensaios ao ar como para os ensaios em meio. Por esta razão, foi decidido utilizar corpos de prova SE(B) em orientação L-R com a/W igual a 0,5 e seção quadrada (Figura 150 e Figura 151). Foram utilizados dois tamanhos de corpo de prova: 17,5 x 17,5 mm e 21 x 21 mm, devido à disponibilidade de material. Isto permitiu retirar os corpos de prova mais próximos da superfície da barra forjada, com a ponta da pré-trinca amostrando próximo da região de meio-raio (Figura 151). Além disto, os entalhes e as pré-trincas foram executados de forma que a propagação ocorresse em direção ao diâmetro externo – ou seja, em direção a uma microestrutura menos bandeada e menos segregada. Estas medidas de redução do conservadorismo estão de acordo com a expectativa de que a nucleação de trincas neste componente ocorra na superfície externa, junto aos filetes. Os resultados obtidos com os corpos de prova SE(B) serão discutidos a seguir.

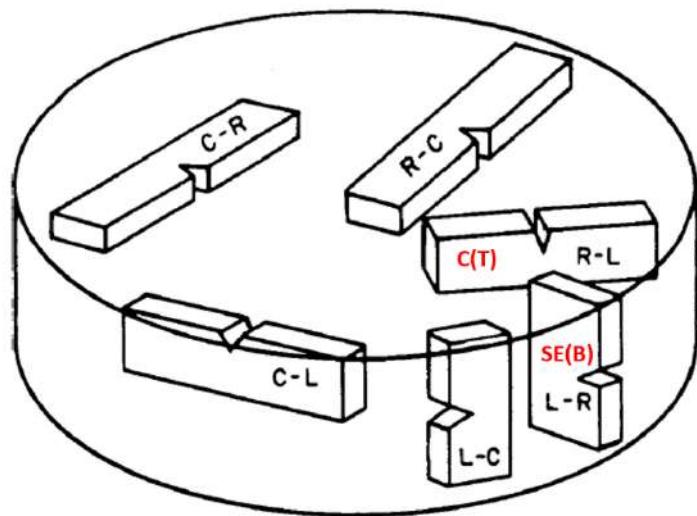


Figura 150 – Orientação dos corpos de prova C(T) e SE(B) em relação à direção de forjamento da barra (Adaptada de E399)

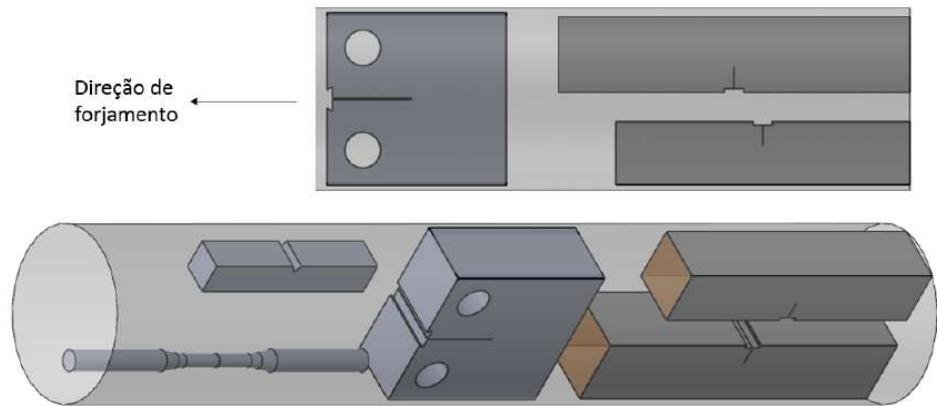


Figura 151 – Orientação e localização dos corpos de prova C(T), SE(B), tração e Charpy em relação à direção de forjamento da barra

#### IV.4 Ensaios ao ar e em meio com corpos de prova SE(B)

Inicialmente, foi realizado um ensaio ao ar com corpo de prova 17,5 x 17,5 mm de forma a obter um valor de  $\delta_m$ ,  $K_{CTOD}$  e carga máxima  $P_{FFS}$  de forma a orientar os ensaios em meio. A curva carga vs. deslocamento do corpo de prova SE(B).FFS.01 está apresentada na Figura 152. O ensaio apresentou uma região plástica muito superior aos ensaios ao ar com corpos de prova C(T).

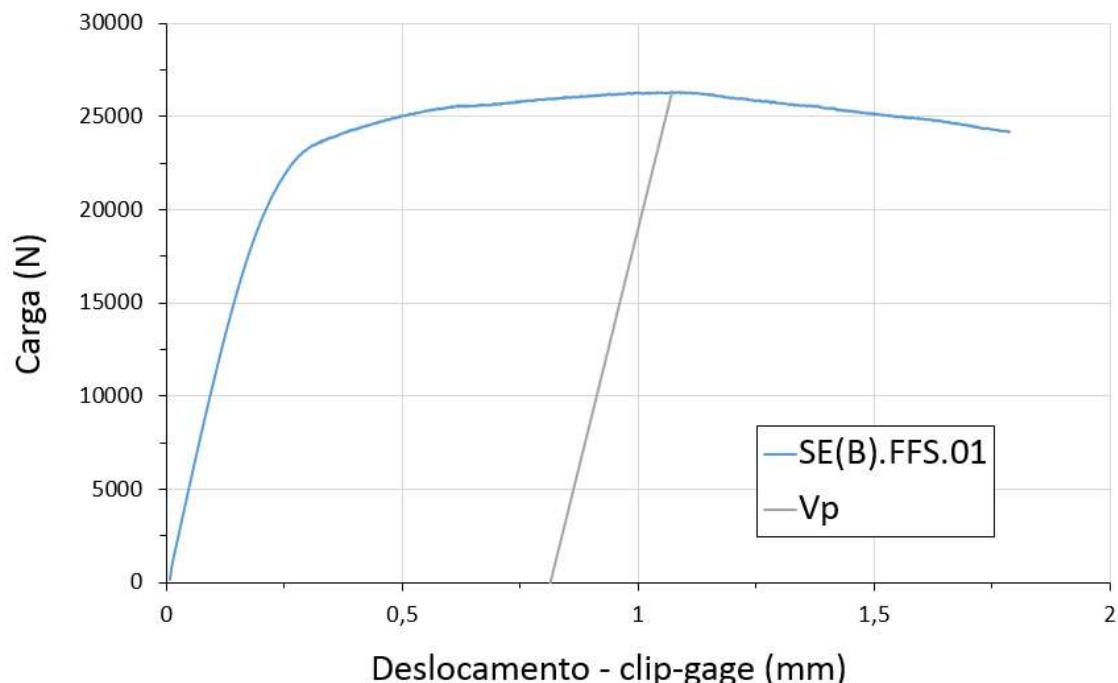


Figura 152 – Curva carga vs. CMOD para o corpo de prova SE(B).FFS.01 ensaiado ao ar em taxa convencional (1,0 mm/min). Reta para determinação de  $V_p$  identificada no gráfico.

A Figura 153 mostra a pré-trinca de fadiga e a região de propagação após abertura do corpo de prova. A medição da pré-trinca foi realizada em projetor de perfil e comparada com os limites estabelecidos nas normas ASTM E1820, BS 7448 e ISO 12135 (2014) – Tabela 23. Os valores estão conforme todas as normas avaliadas.

A partir dos valores de pré-trinca medidos foram obtidos os valores de  $K-Q$ ,  $CTOD$  e carga máxima  $P_{FFS}$ , conforme estabelecido na norma BS 7448-1 (Tabela 22). O valor de  $\delta_{m(17,5)}$  foi de 0,26 mm, o que resulta em um  $K_{CTOD}$  de  $266 \text{ MPa.m}^{0.5}$ . Estes valores evidenciam claramente o efeito da orientação e localização da trinca e do corpo de prova quando comparados aos valores médios de 0,058 mm e  $125 \text{ MPa.m}^{0.5}$  obtidos com os

corpos de prova C(T). O nível de restrição (*constraint*) dos dois tipos de corpos de prova é similar e, por si só, não justificaria a variação observada.

Tabela 22 – Resumo dos resultados dos ensaios de tenacidade ao ar

Corpo de Prova	Carga máxima (N)	$K_Q$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )	Válido?	CTOD (mm)	$K_{CTOD}^*$ (MPa.m <sup>0,5</sup> )
C(T).FFS.01	39491	98	Não	0,052	120
C(T).FFS.02	43358	107	Não	0,054	121
C(T).FFS.03	33149	105	Não	0,067	135
Média C(T).FFS	<b>42333</b>	<b>103</b>	<b>x</b>	<b>0,058</b>	<b>125</b>
SE(B).FFS.01	26315	90	Não	0,260	266

\*Calculado pela Equação 22 (API-579)

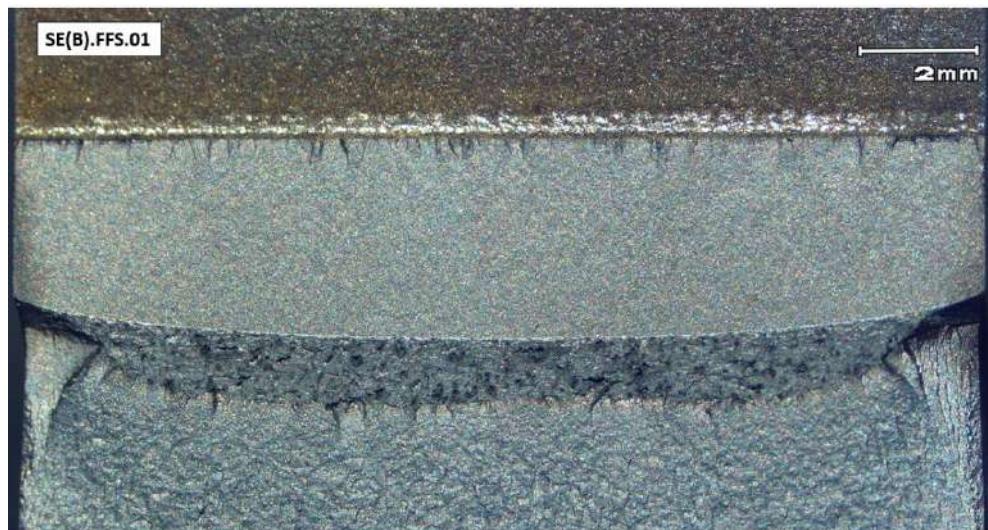


Figura 153 – Imagem em lupa estereoscópica da região da pré-trinca, entalhe e propagação no corpo de prova SE(B).FFS.01 ensaiado ao ar

Tabela 23 – Medidas do tamanho inicial de trinca e comparação com as normas de referência

SE(B).FFS.01	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>4</sub>	a <sub>5</sub>	a <sub>6</sub>	a <sub>7</sub>	a <sub>8</sub>	a <sub>9</sub>	Média (a <sub>0</sub> )	B (mm)	a <sub>0</sub> /W	
<b>Medições da pré trinca</b>	8,468	8,922	9,101	9,196	9,225	9,212	9,142	8,952	8,464	9,027	17,540	0,51	OK
<b>ASTM E1820</b>	0,559	0,105	0,074	0,169	0,198	0,185	0,115	0,075	0,563	W (mm)	17,53	5%*B	0,877
<b>ISO 12135</b>		0,105	0,074	0,169	0,198	0,185	0,115	0,075		BS 7448-1	0,761	10%*a <sub>0</sub>	0,903

A taxa de aplicação de K ( $dK/dt$ ) durante a parte elástica foi calculada como 3,142  $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$ , um pouco acima da faixa recomendada da norma BS 7448 (1991) de 0,5 a 3,0  $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$  (Tabela 24). A diferença entre as taxas dos corpos de prova C(T) e SE(B) se explicam pela aplicação de uma taxa de deslocamento de travessão de 0,5 mm/min e 1 mm/min, respectivamente, além – naturalmente – da diferença de *compliance* dos dois tipos de corpo de prova.

Tabela 24 – Valores de taxa de aplicação de K na região elástica de cada ensaio

Corpo de Prova	$dK/dt$ ( $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$ )
C(T).FFS.01	0,765
C(T).FFS.02	0,688
C(T).FFS.03	0,692
<b>Média</b>	<b>0,715</b>
SE(B).FFS.01	<b>3,142</b>

O primeiro ensaio SE(B) em meio hidrogenado foi programado com uma taxa de 0,272  $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{hora}^{-1}$ , o que equivale a 7,56E-05  $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$ , taxa similar à utilizada nos corpos de prova C(T).ISL.02 e C(T).ISL.03 que forneceram valores de  $K_{TH}$  válidos. Entretanto, já supondo valores de  $K_{TH}$  superiores aos encontrados nos ensaios com C(T), o ensaio foi iniciado em um K aplicado de 46  $\text{MPa.m}^{0,5}$ , seguindo com patamares de 12 horas e acréscimos de 3,2  $\text{MPa.m}^{0,5}$  por patamar.

As curvas carga e deslocamento em função do tempo estão apresentadas na Figura 154 e na Figura 155. A carga de falha foi 17389 N, 68% da  $P_{FFS}$  obtida no ensaio ao ar (Tabela 26). Com isso a carga  $P_{TH-1}$  foi definida no patamar anterior como 17187 N (65% de  $P_{FFS}$ ). A partir do valor de pré-trinca medido, a carga  $P_{TH-1}$  corresponde a um  $K_{TH-1}$  de 85,7  $\text{MPa.m}^{0,5}$  (Tabela 25 e Tabela 26). Este valor de  $K_{TH}$  não está validado pela Equação 19. A espessura mínima de um corpo de prova para garantir um valor de  $K_{TH}$  igual a 85,7  $\text{MPa.m}^{0,5}$  válido neste material seria de 30,5 mm.

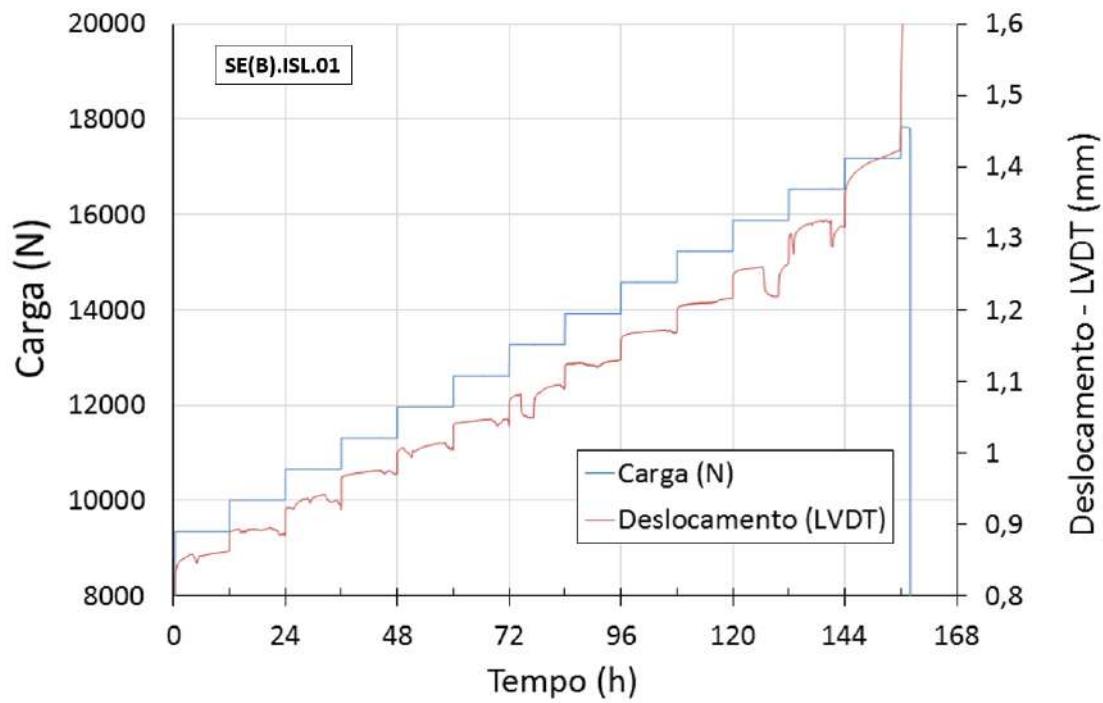


Figura 154 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.01

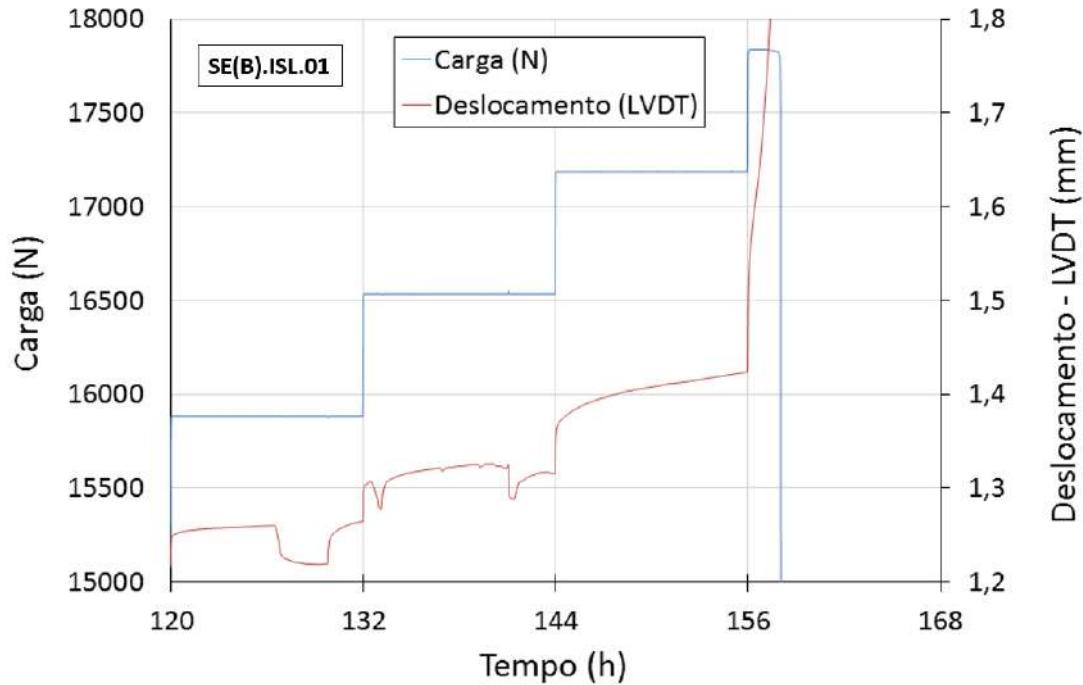


Figura 155 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.01

Tabela 25 – Medidas de geometria e tamanho inicial de trinca para todos os corpos de prova ensaiados em meio

	W (mm)	B (mm)	a <sub>0</sub> (mm)	a <sub>0</sub> /W	f(a/W)
<b>C(T).ISL.01</b>	39,55	20,10	20,16	0,510	9,96
<b>C(T).ISL.02</b>	39,98	20,10	20,94	0,524	10,41
<b>C(T).ISL.03</b>	39,92	20,02	20,48	0,513	10,06
<b>C(T).ISL.04</b>	39,80	20,00	19,89	0,500	9,65
<b>SE(B).ISL.01</b>	17,51	17,46	9,18	0,524	2,88
<b>SE(B).ISL.02</b>	20,90	20,90	11,04	0,528	2,92

Tabela 26 – Resumo dos resultados de carga de falha, P<sub>TH</sub> e K<sub>TH</sub> para todos os corpos de prova ensaiados em meio

	Carga de Falha (N)	%P <sub>FFS</sub>	Carga P <sub>TH-n</sub> (N)	%P <sub>FFS</sub>	a <sub>0</sub> (mm)	K <sub>TH</sub> (MPa.m <sup>0,5</sup> )
<b>C(T).ISL.01</b>	27516	65%	25402	60%	20,16	63,3
<b>C(T).ISL.02</b>	26540	63%	25145	59%	20,94	65,1
<b>C(T).ISL.03</b>	26488	63%	25914	61%	20,48	65,2
<b>C(T).ISL.04</b>	30677	72%	30330	72%	19,89	73,4
<b>SE(B).ISL.01</b>	17839	68%	17187	65%	9,18	85,7
<b>SE(B).ISL.02</b>	25168	x	24739	x	11,04	96,0

É interessante observar que houve inconsistências na leitura de deslocamento pelo LVDT em diversos patamares, sem alteração da carga. A tendência destas inconsistências foi sempre de queda no valor de deslocamento registrado (Figura 154 e Figura 155), o que não é compatível com crescimento subcrítico – e foram, portanto, desconsiderados. O fenômeno de relaxação detectado pelo aumento do deslocamento durante as 12 horas de patamar de carga foi avaliado nos patamares limiar (85,7 MPa.m<sup>0,5</sup>) e de 72,7 MPa.m<sup>0,5</sup> (Tabela 27 e Figura 156). O patamar limiar apresenta uma variação percentual de 5,33% enquanto o patamar de 72,7 MPa.m<sup>0,5</sup> apresenta uma variação percentual de apenas 1,30%. Apesar do valor significativo de relaxação, a taxa de variação de deslocamento é

decrescente, não sendo também indicativo de crescimento subcrítico de trinca em patamar de carga.

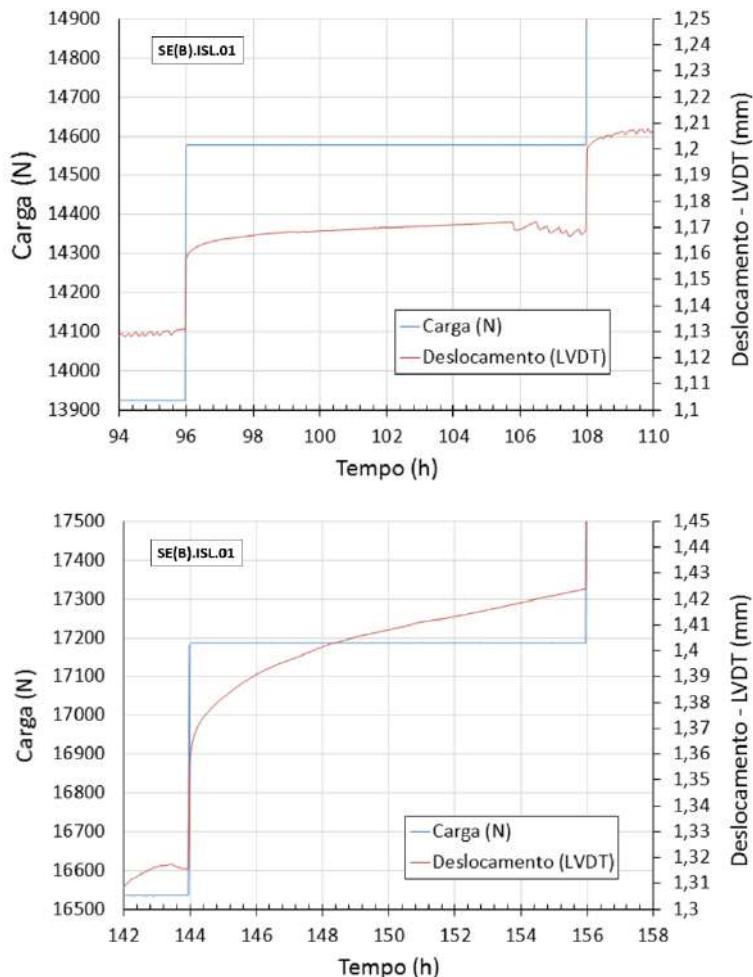


Figura 156 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.01 em dois patamares distintos evidenciando a relaxação através do aumento do deslocamento

Tabela 27 – Variação percentual no registro de deslocamento para o patamar limiar ( $85 \text{ MPa.m}^{0,5}$ ) e o patamar de K aplicado igual a  $72 \text{ MPa.m}^{0,5}$

Carga do patamar (N)	K-aplicado (MPa.m <sup>0,5</sup> )	Deslocamento inicial (mm)	Deslocamento final (mm)	Variação Percentual
<b>14578</b>	72,7	1,158	1,173	+1,30%
<b>17187</b>	85,7	1,352	1,424	+5,33%

A Figura 157 compara a curva Carga vs. tempo para o ensaio em meio e o ensaio ao ar, enquanto a Figura 158 apresenta o cálculo da taxa  $dK/dt$  a partir da curva real de ensaio. Como esperado, a taxa de  $7,56E-05 \text{ MPa.m}^{0,5} \cdot \text{s}^{-1}$  programada foi executada corretamente.

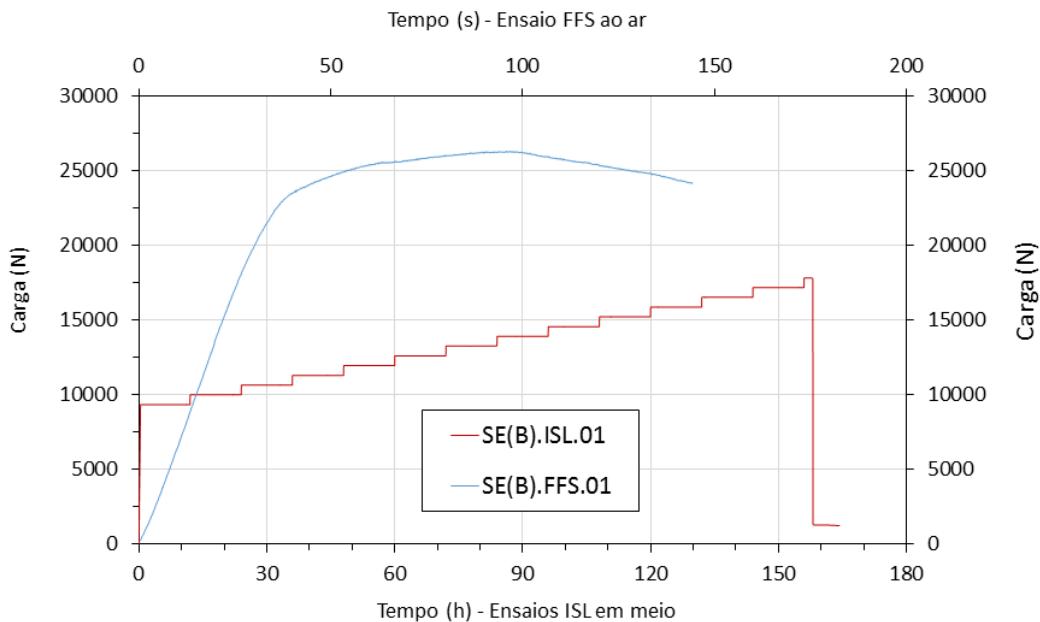


Figura 157 – Curvas carga vs. tempo para os corpos de prova SE(B).FFS.01 e SE(B).ISL.01

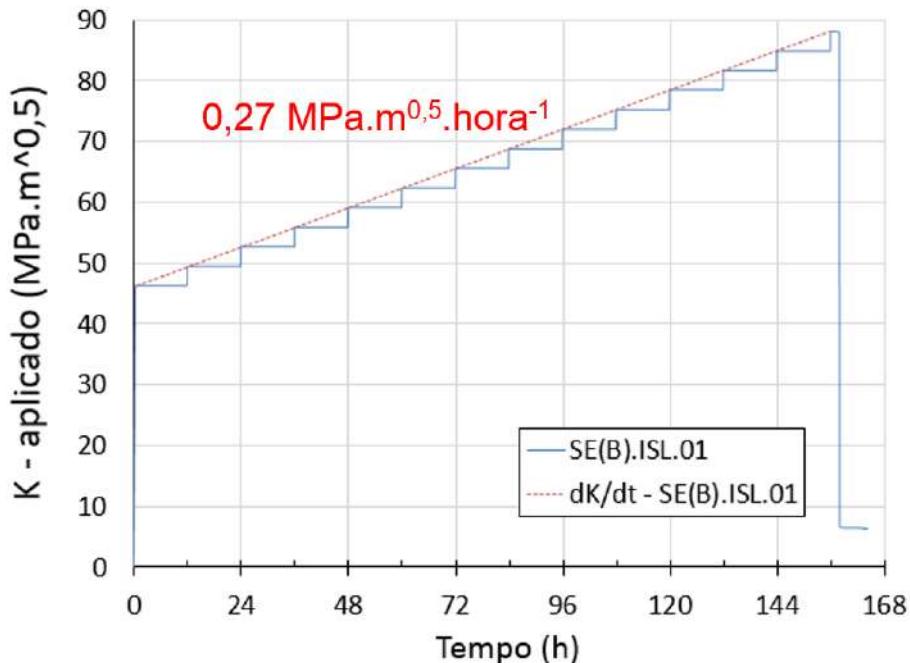


Figura 158 – Curva K-aplicado vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.01 com protocolo de teste modificado com patamares de 12 horas

De forma similar, o ensaio seguinte (SE(B).ISL.02) foi programado de maneira alternativa ao preconizado na norma. A norma ASTM F1624 estabelece que uma nova carga  $P_{MAX}$  seria calculada a partir de  $P_{TH-1}$ . Em termos de fator de intensidade de tensões teríamos um  $K_{MAX}$  de  $93,5 \text{ MPa.m}^{0,5}$ . Dividindo este valor pelos 20 patamares estabelecidos (iniciando em zero), temos um acréscimo por patamar de  $4,68 \text{ MPa.m}^{0,5}$ . A Tabela 28 resume as taxas  $\Delta K/\Delta t$  obtidas para tempos de patamar de 2 horas, 4 horas (conforme norma) e 12 horas, conforme o presente trabalho. Observa-se que mesmo para tempos de 12 horas a taxa  $\Delta K/\Delta t$  aplicada é superior às taxas utilizadas neste trabalho e similar à taxa do corpo de prova C(T).ISL.04, que forneceu valores de  $K_{TH-4}$  16% acima do valor de  $K_{TH-EHE}$  encontrado. Por estes motivos a definição do ensaio SE(B).ISL.02 seguiu a filosofia do ensaio anterior, iniciando em um  $K$  aplicado de  $59,5 \text{ MPa.m}^{0,5}$ , com patamares de 12 horas e acréscimos de  $1,5 \text{ MPa.m}^{0,5}$ . Este protocolo de teste resulta em uma taxa  $\Delta K/\Delta t$  de  $0,125 \text{ MPa.m}^{0,5}.\text{hora}^{-1}$ , o que equivale a  $3,47E-05 \text{ MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$ . Estes valores são equivalentes ao que foi observado para o corpo de prova C(T).ISL.01, na região onde houve um patamar de 38 horas e que determinou o valor de  $K_{TH-EHE}$  para os corpos de prova C(T).

Tabela 28 – Taxas  $\Delta K/\Delta t$  para diferentes protocolos de ensaio

$K_{MAX}$ ( $\text{MPa.m}^{0,5}$ )	$\Delta K/\text{patamar}$ ( $\text{MPa.m}^{0,5}$ )	Tempo de patamar (h)	$\Delta K/\Delta t$ ( $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{hora}^{-1}$ )	$\Delta K/\Delta t$ ( $\text{MPa.m}^{0,5}.\text{s}^{-1}$ )
93,5	4,68	2	2,34	6,49E-04
		4	1,17	3,25E-04
		12	0,39	1,08E-04
	1,5	12	0,125	3,47E-05

As curvas carga e deslocamento em função do tempo do corpo de prova SE(B).ISL.02 estão apresentadas na Figura 159. A carga de falha foi 25168 N, não comparável diretamente aos resultados dos corpos de prova SE(B).FFS.01 ou SE(B).ISL.01 devido às diferenças de geometria. A carga limiar  $P_{TH-2}$  foi definida no patamar anterior como 24739 N, o que corresponde a um  $K_{TH-2}$  de  $96,0 \text{ MPa.m}^{0,5}$  (Tabela 25 e Tabela 26). Este valor de  $K_{TH}$  não está validado pela Equação 19. A espessura mínima de um corpo de

prova para garantir um valor de  $K_{TH}$  igual a 96,0 MPa.m<sup>0,5</sup> válido neste material seria de 39,3 mm. A Figura 160 apresenta o cálculo da taxa  $dK/dt$  a partir da curva real de ensaio. A taxa executada de 3,92E-05 MPa.m<sup>0,5</sup>.s<sup>-1</sup> foi próxima da taxa de 3,47E-05 MPa.m<sup>0,5</sup>.s<sup>-1</sup><sup>1</sup> programada (Figura 161 e Tabela 29).

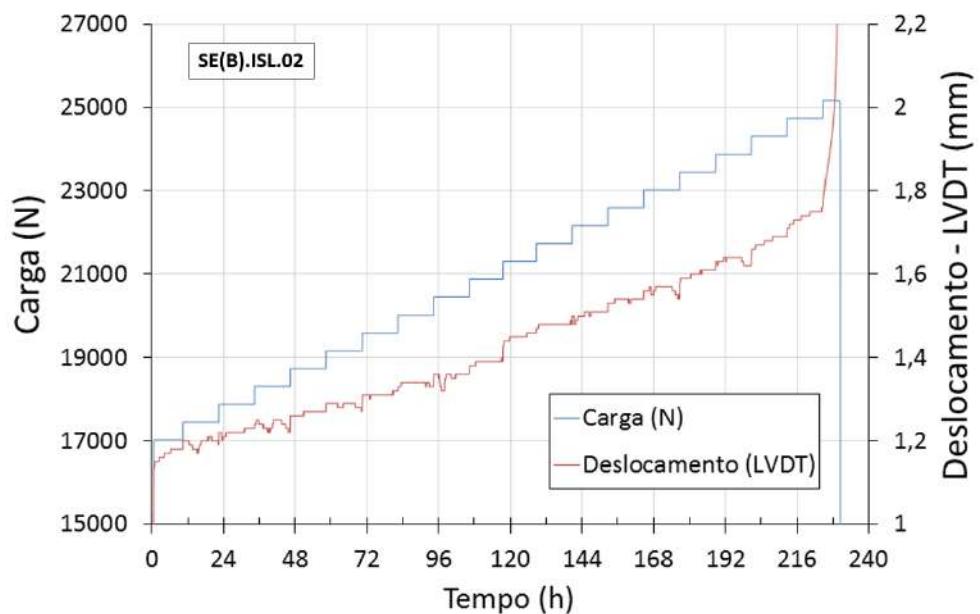


Figura 159 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.02

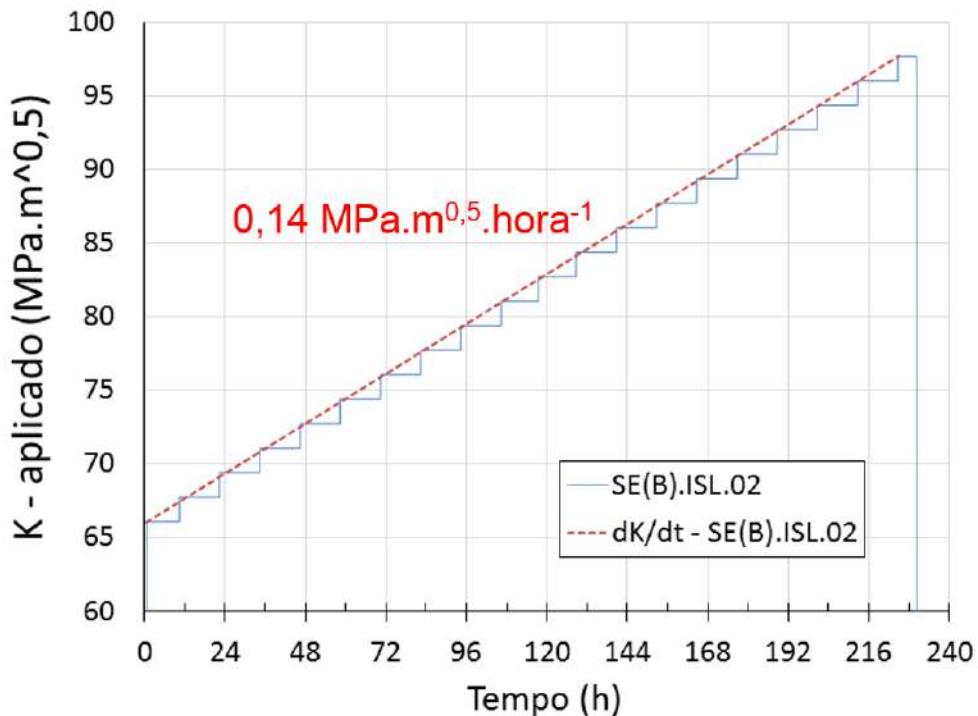


Figura 160 – Curva K-aplicado vs. tempo para o corpo de prova SE(B).ISL.02 com protocolo de teste modificado com patamares de 12 horas

Tabela 29 – Valores de taxa de aplicação de K em cada ensaio

Corpo de Prova	dK/dt (MPa.m <sup>0,5</sup> .s <sup>-1</sup> )	Relação entre taxas
C(T).FFS.01	0,765	~1000x
C(T).FFS.02	0,688	
C(T).FFS.03	0,692	
C(T).ISL.01	7,27E-04	100%
C(T).ISL.01'	3,48E-05	5%
C(T).ISL.02	8,75E-05	12%
C(T).ISL.03	5,56E-05	8%
C(T).ISL.04	1,50E-04	21%
SE(B).ISL.01	7,56E-05	10%
SE(B).ISL.02	3,92E-05	5%

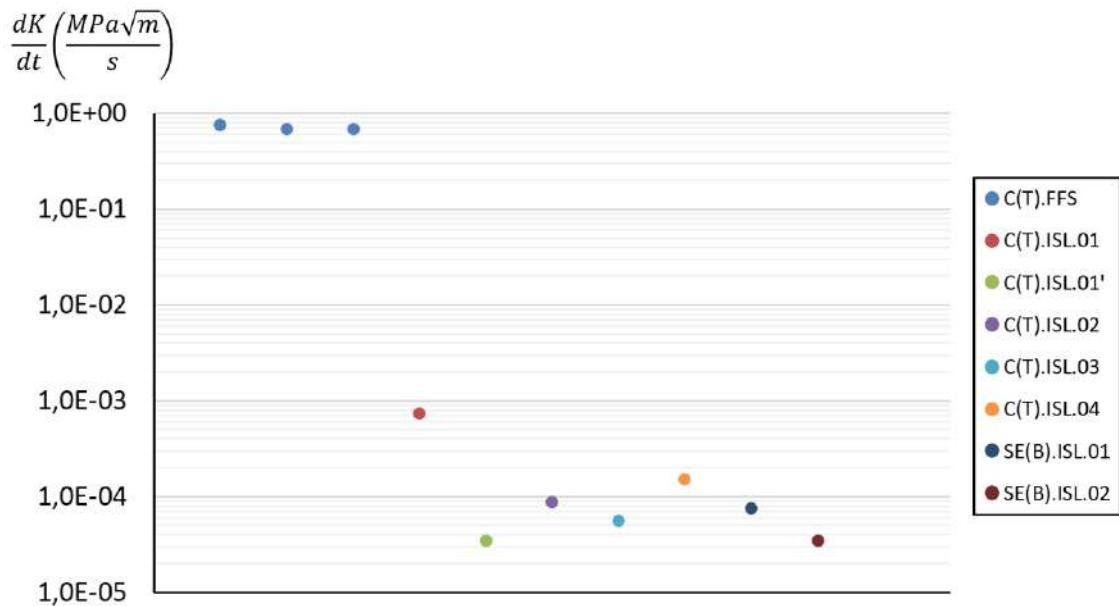


Figura 161 – Valores de taxa de aplicação de K em cada ensaio

O resultado de um valor de  $K_{TH-2}$  superior ao valor de  $K_{TH-1}$  é, à primeira vista, inesperado, considerando que o ensaio SE(B).ISL.02 foi realizado em taxa de aplicação de K de 50% do ensaio anterior e em corpo de prova 21 x 21 mm, contra 17,5 x 17,5 mm. Ambos aspectos favoreceriam resultados inferiores. Apesar disto, ambos os resultados são extremamente elevados, quando comparados com os dados ao ar. A Figura 162 e Figura 163 apresentam as curvas K-aplicado vs. CMOD para todos os corpos de prova SE(B). Os ensaios no meio foram monitorados por um clip-gage com a parte eletrônica fora do meio agressivo e protegida. Vale frisar que valores calculados de K aplicado acima de 65 MPa.m<sup>0,5</sup> e 71 MPa.m<sup>0,5</sup> não são válidos pela Equação 19 para os corpos de prova 17,5 x 17,5 mm e 21 x 21 mm, respectivamente.

A primeira observação é em relação ao aumento de CMOD em níveis de carga constante (Figura 164 – SE(B).ISL.02 em detalhe). O aumento de CMOD para todos os patamares é condizente com o efeito de relaxação observado também através do LVDT da máquina de teste (Figura 155). Este efeito é maior quanto mais próximo da carga de falha e acaba por alterar a “flexibilidade efetiva” do corpo de prova em relação ao corpo de prova ao ar, mesmo sem propagação real de trinca. No valor de K da falha o CMOD dispara, condizente com a região III de propagação de trincas em meio.

A segunda observação (crítica e que pode justificar a dispersão dos resultados) é que os patamares de  $K$  próximos da falha estão em valores próximos e inclusive acima de  $K_Q$  e, consequentemente, em níveis de perda de linearidade da curva  $K$  x CMOD ao ar. Logo, a região à frente da trinca apresenta níveis de deformação plástica significativos e distantes da condição linear elástica.

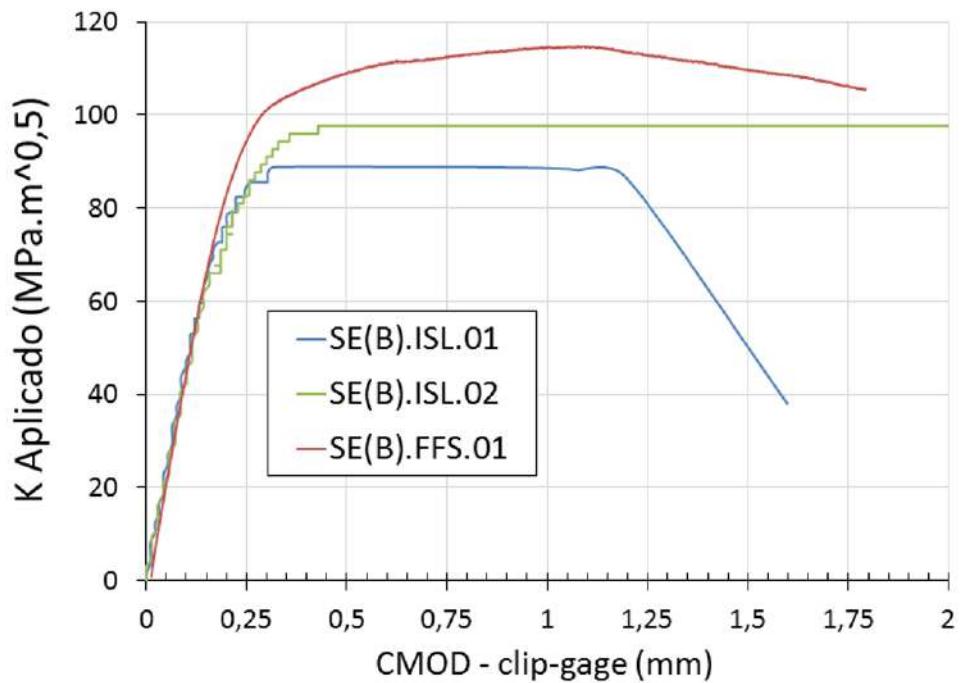


Figura 162 – Curvas  $K$ -aplicado vs. CMOD para os corpos de prova SE(B).FFS.01, SE(B).ISL.01 e SE(B).ISL.02

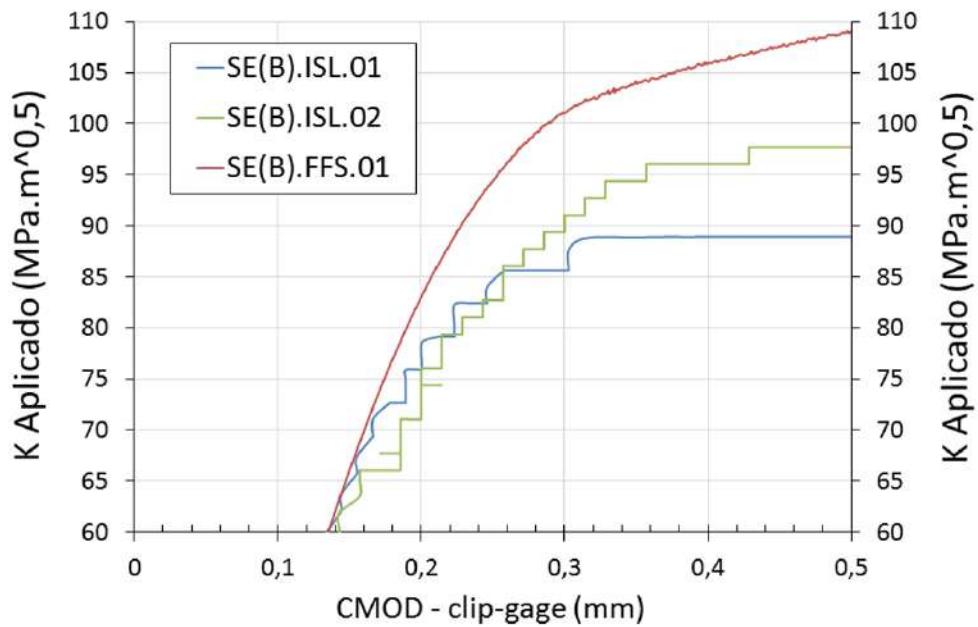


Figura 163 – Detalhe da Figura 162. Curvas K-aplicado vs. CMOD para os corpos de prova SE(B).FFS.01, SE(B).ISL.01 e SE(B).ISL.02

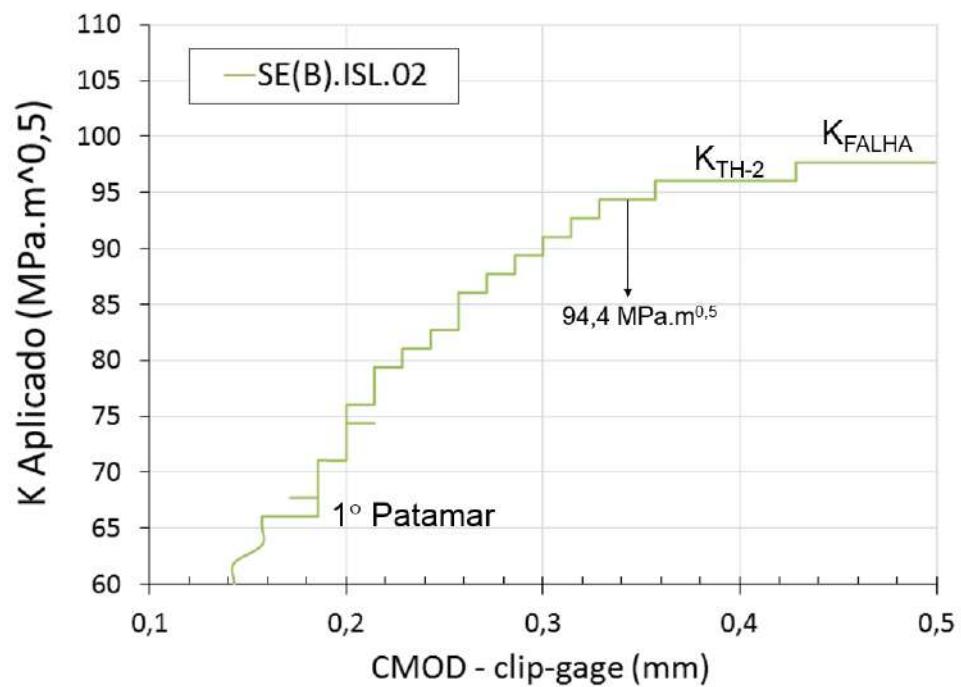


Figura 164 – Curva K-aplicado vs. CMOD para o corpo de prova SE(B).ISL.02 identificando os patamares de interesse.

As fractografias em MEV dos corpos de prova SE(B) refletem a diferença de comportamento mecânico observada nos ensaios ao ar e nos ensaios em meio (Figura 165 a Figura 167). Apesar do crescimento subcrítico de trinca devido à fragilização por hidrogênio, o aspecto da região de propagação difere completamente do que foi observado nos corpos de prova C(T) com orientação R-L. Os patamares perpendiculares à frente de trinca, causados pelas inclusões alongadas, não foram observados.

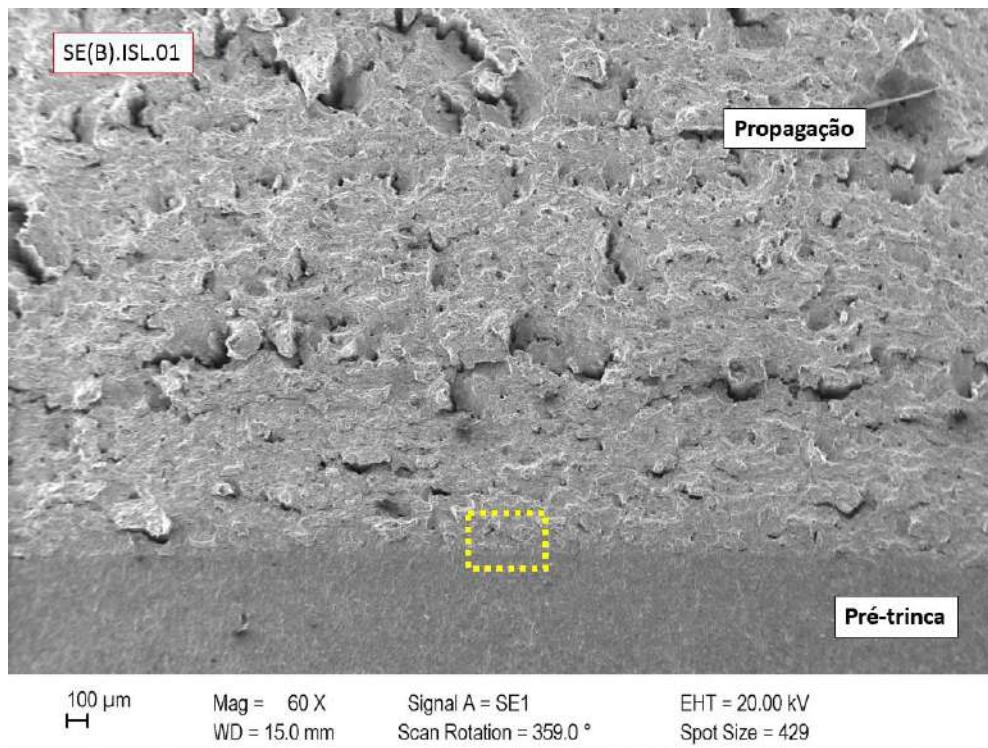


Figura 165 – Fractografia em MEV com magnificação de 60x da região de transição entre a pré-trinca de fadiga e a propagação subcrítica – SE(B).ISL.01

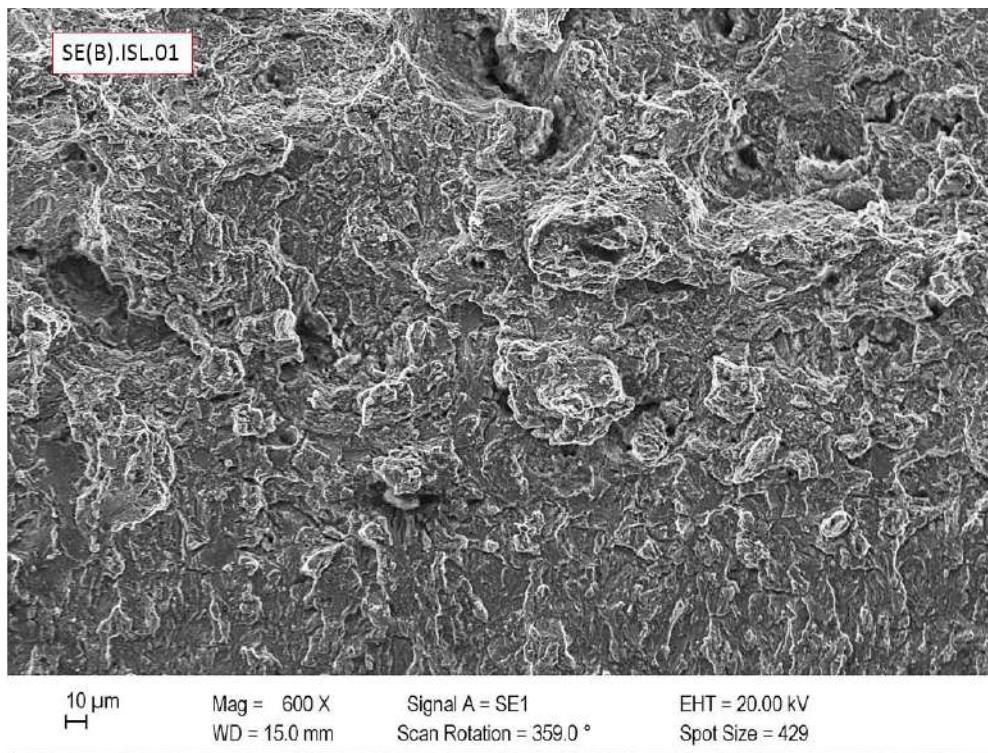


Figura 166 – Fractografia em MEV com magnificação de 600x da região de transição entre a pré-trinca de fadiga e o crescimento subcrítico por mecanismo de quasi-clivagem – SE(B).ISL.01

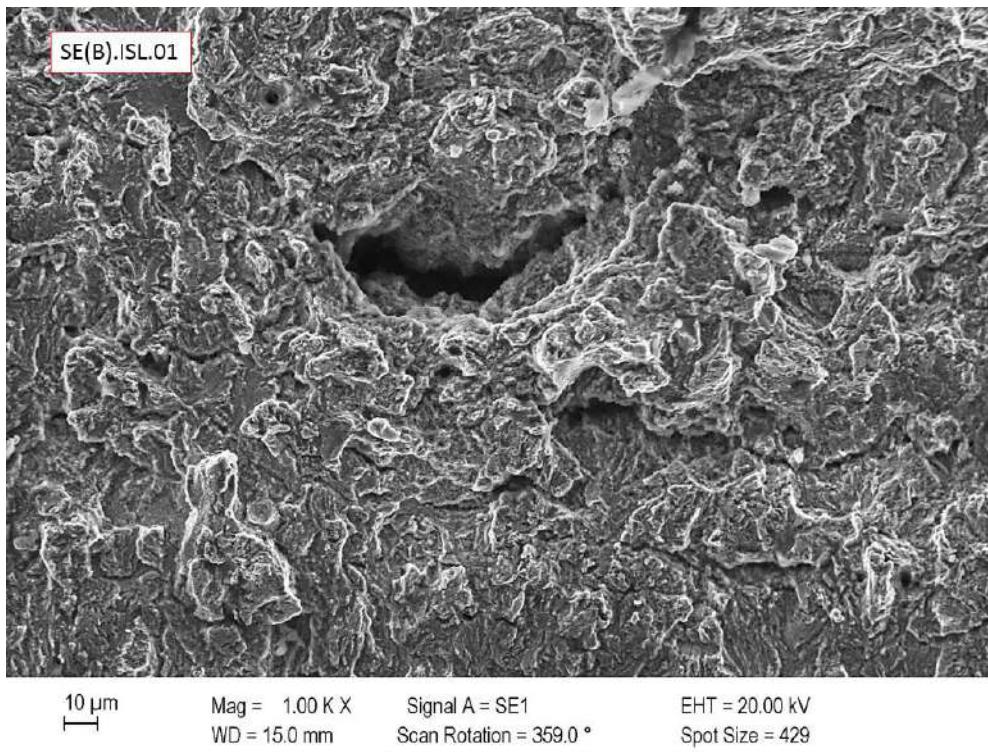


Figura 167 – Fractografia em MEV com magnificação de 1000x da região de transição entre a pré-trinca de fadiga e o crescimento subcrítico por mecanismo de quasi-clivagem – SE(B).ISL.01

#### IV.5 Tração uniaxial entalhado – *Fast Fracture Strength*

As curvas Carga x Deslocamento dos ensaios ao ar em taxa convencional são apresentadas na Figura 168. Foi utilizado o deslocamento registrado pelo LVDT da máquina de tração, já que não foi empregado extensômetro axial devido à impossibilidade de utilizá-lo no meio agressivo e pelo fato da deformação se concentrar na região do entalhe. As três curvas apresentaram comportamento semelhante, com valores de carga máxima próximos (Tabela 30).

A tensão remota (longe do entalhe) e na seção reduzida do entalhe (tensão entalhe) foram calculadas a partir dos valores de carga máxima e estão reportadas na Tabela 30. A Figura 169 apresenta as curvas de ambas as tensões em função do deslocamento para o corpo de prova TUE.FFS.01. Os limites de escoamento e resistência desta mesma corrida de material estão identificados no gráfico. Observa-se que o cálculo de tensão na seção remanescente é consideravelmente superior ao limite de resistência em corpo de prova liso, evidenciando o efeito de restrição da deformação plástica causado pelo entalhe.

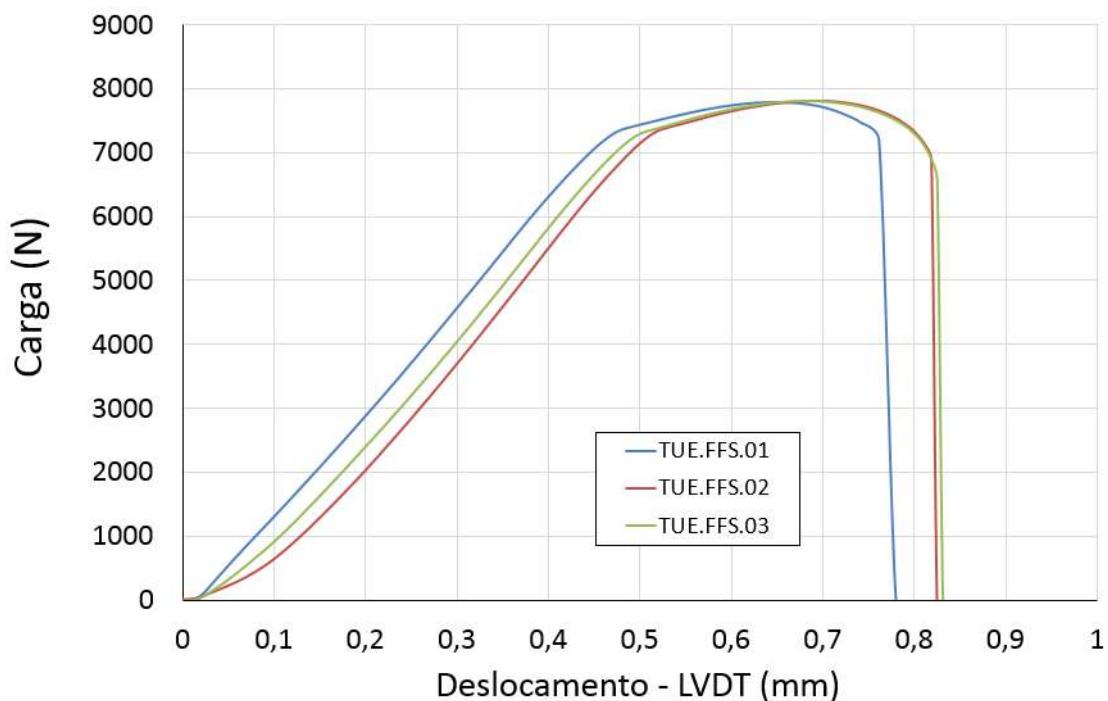


Figura 168 – Curvas carga vs. deslocamento (LVDT) para os ensaios ao ar TUE.FFS em taxa convencional

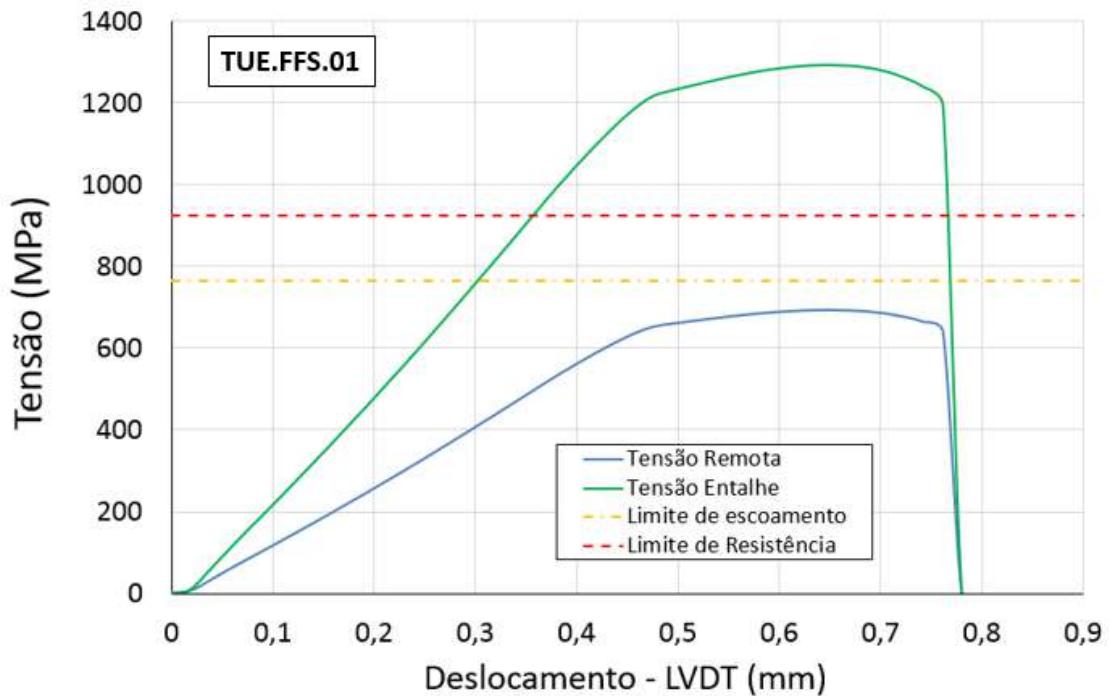


Figura 169 – Curvas tensão vs. deslocamento para a tensão remota e a tensão calculada na seção remanescente do entalhe – Corpo de prova TUE.FFS.01

Tabela 30 – Resumo dos resultados dos ensaios de tração ao ar (TUE.FFS)

	Raio do entalhe	Diâmetro do entalhe	Carga Máxima (N)	Tensão no entalhe (MPa)	%Limite de Resistência
<b>TUE.FFS.01</b>	0,049	2,778	7786	1285	139%
<b>TUE.FFS.02</b>	0,049	2,768	7802	1297	140%
<b>TUE.FFS.03</b>	0,051	2,817	7799	1251	135%
		<b>Média</b>	7796	1277	138%

#### IV.6 Tração uniaxial entalhado – *Incremental Step Loading*

Tomando como base o valor de  $P_{FFS}$  médio de 7796 N definido pelos ensaios ao ar em taxa convencional, o primeiro ensaio em meio foi conduzido com 20 patamares de 5% desta carga e duração de 12 horas cada. O corpo de prova TUE.ISL.01 falhou com uma carga de 7372 N, ou seja, 95%  $P_{FFS}$ , indicando pouca suscetibilidade ao meio hidrogenado nesta configuração (Figura 170 e Figura 171). A carga  $P_{TH-1}$  foi de 7015 N – 90%  $P_{FFS}$ . A definição de  $P_{MAX}$  para o ensaio seguinte conforme a norma ASTM F1624 consiste em multiplicar  $P_{TH-1}$  por 1,1, o que neste caso resulta em uma carga similar à  $P_{FFS}$  utilizada no primeiro ensaio. O perfil de carregamento foi baseado portanto em  $P_{MAX}$  e, novamente, a carga de falha foi de 94%  $P_{FFS}$ , enquanto a carga  $P_{TH-2}$  foi de 89%  $P_{FFS}$  (Figura 172 e Figura 173).

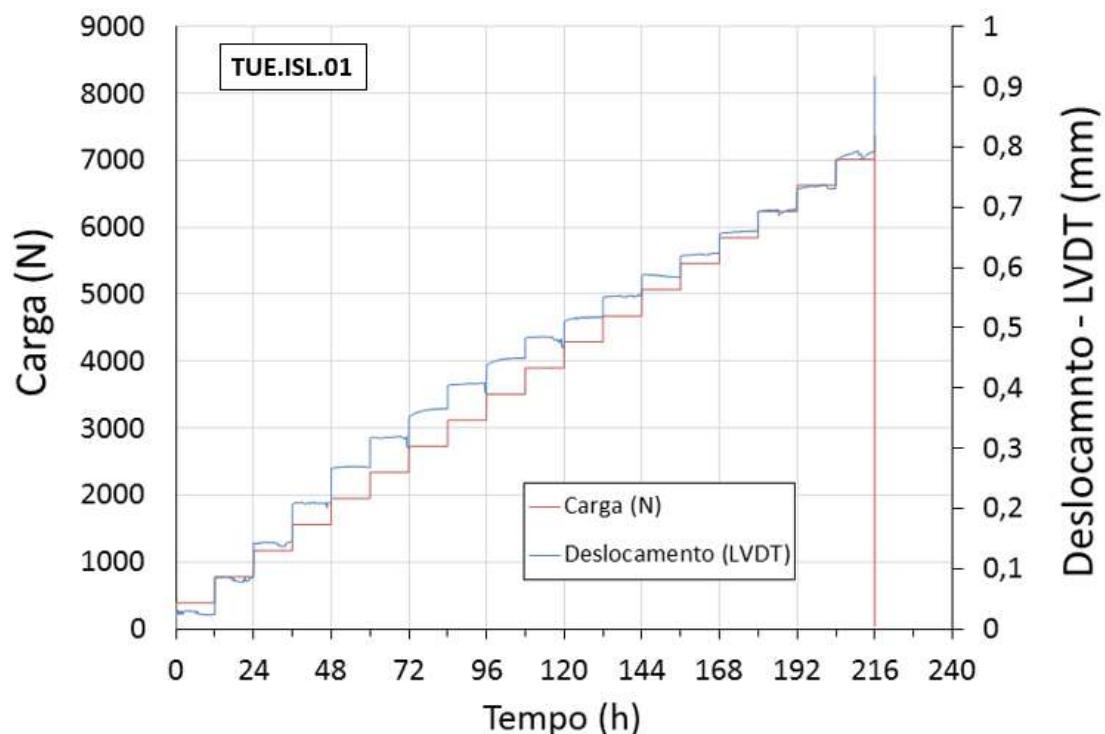
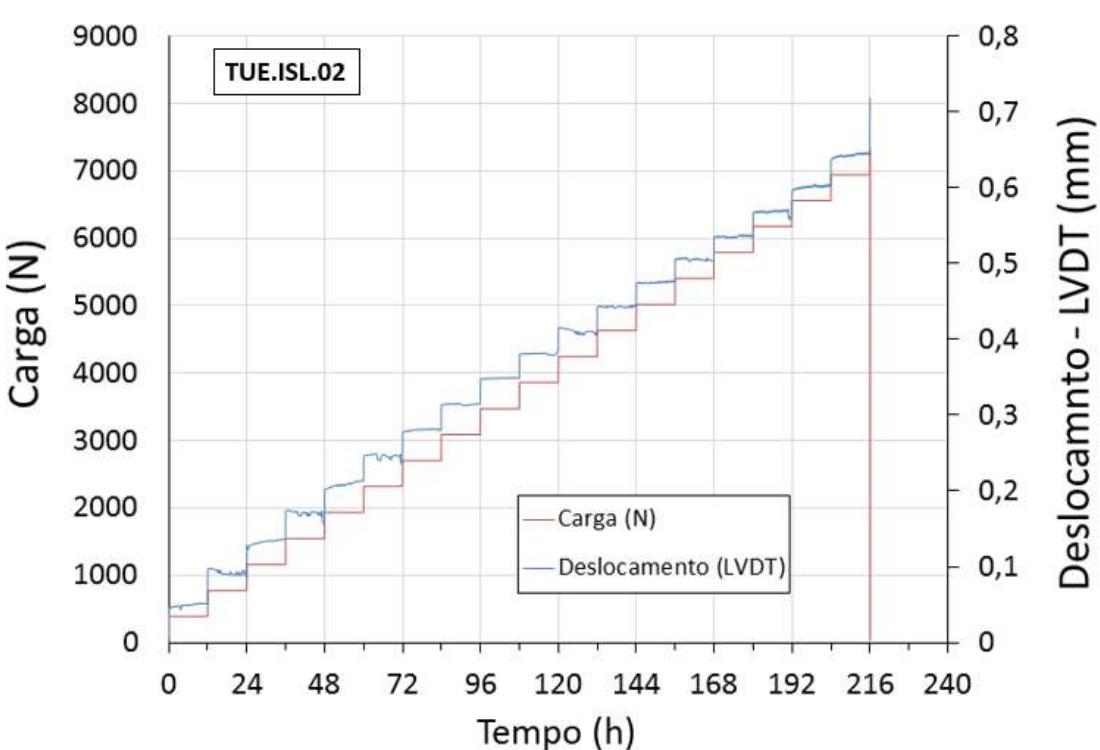
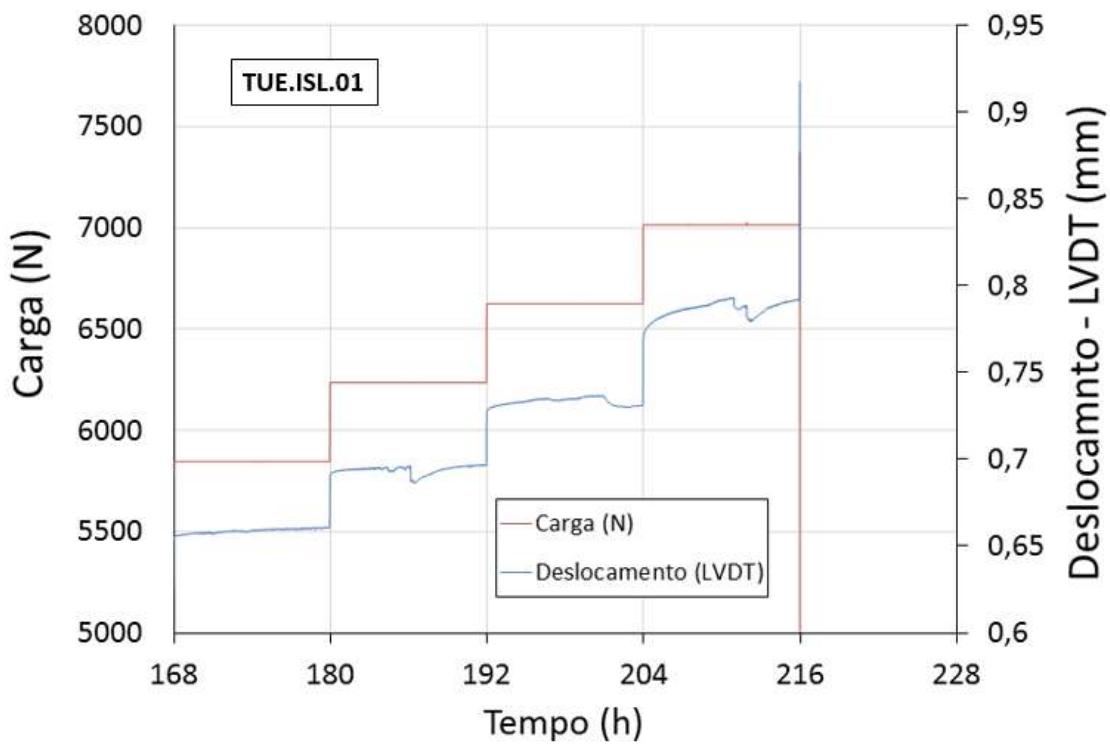


Figura 170 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova TUE.ISL.01



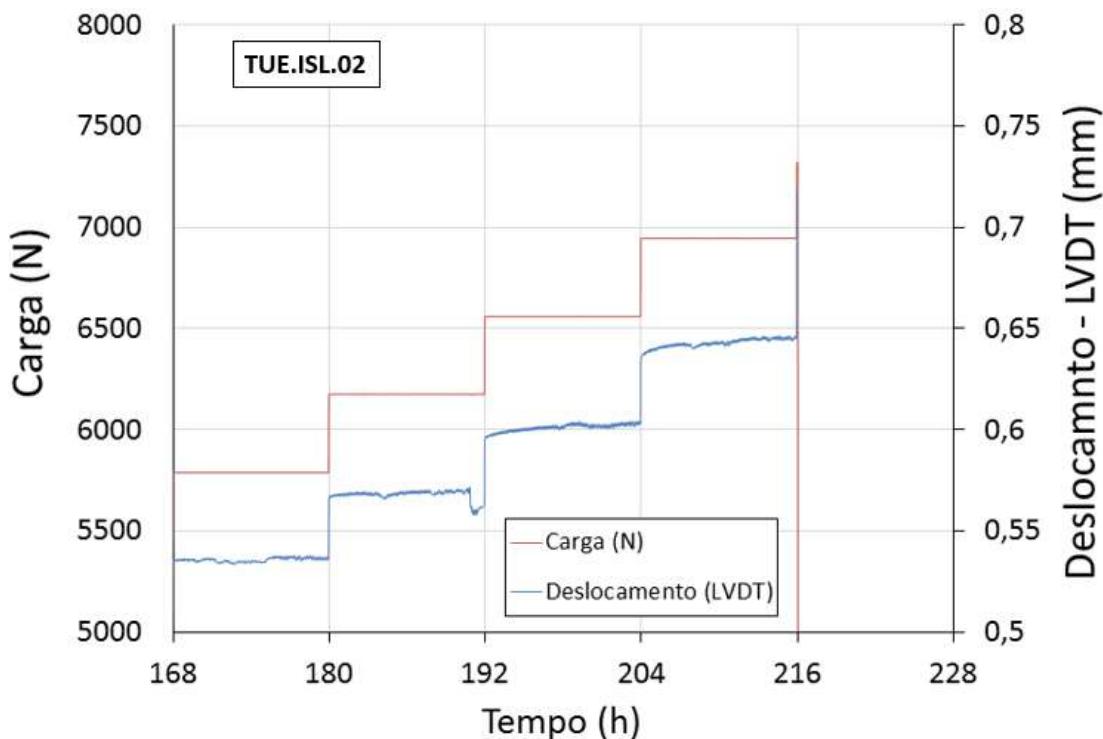


Figura 173 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova TUE.ISL.02

Os valores de  $P_{TH-1}$  e  $P_{TH-2}$  já são válidos pelo critério de 5% de diferença entre valores de  $P_{TH}$ . Entretanto, de forma a verificar se os ensaios estão sendo suficientemente críticos foi realizado um terceiro ensaio aumentando o nível de carga inicial para 75%  $P_{FFS}$  e executando patamares de 24 horas. O corpo de prova TUE.ISL.03 chegou à falha no patamar de carga de 6945 N, com uma carga  $P_{TH-3}$ , portanto, de 6752 N (87%  $P_{FFS}$ ) (Figura 174). A redução em relação aos ensaios anteriores não é significativa e o valor de  $P_{TH-3}$  pode ser considerado como  $P_{TH-EHE}$  com relação tanto ao valor de  $P_{TH-1}$  ou  $P_{TH-2}$ .

Um último ensaio (TUE.ISL.04) foi realizado com apenas 3 patamares de carga, com duração de 80 horas cada um. Os patamares foram de 6361 N, 6557 N e o último 6752 N – exatamente a carga limiar  $P_{TH-3}$  encontrada com TUE.ISL.03, de forma a confirmar este valor de carga como limiar. O ensaio foi conduzido até o final (240 horas – 10 dias), sem ruptura (Figura 175). O corpo de prova foi levado ao forno por 1 hora a 204°C, de forma demarcar por oxidação (*heat tinting*) qualquer trinca nucleada no fundo do entalhe. Em seguida, o corpo de prova foi imerso em nitrogênio líquido e aberto em taxas dinâmicas de forma a conservar a superfície de fratura e destacar a fratura de abertura como clivagem clássica. Não foi observada nenhuma nucleação de trinca. As fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.04 são discutidas em detalhe na Seção IV.7.

Os resultados de cargas de falha e cargas limiares estão resumidos na Tabela 31. Já a Figura 179 resume os resultados de todos os corpos de prova de tração uniaxial entalhados ao ar e em meio em um único gráfico Carga x Tempo. O dimensional de todos os corpos de prova, obtido em projetor de perfil está reportado na Tabela 33

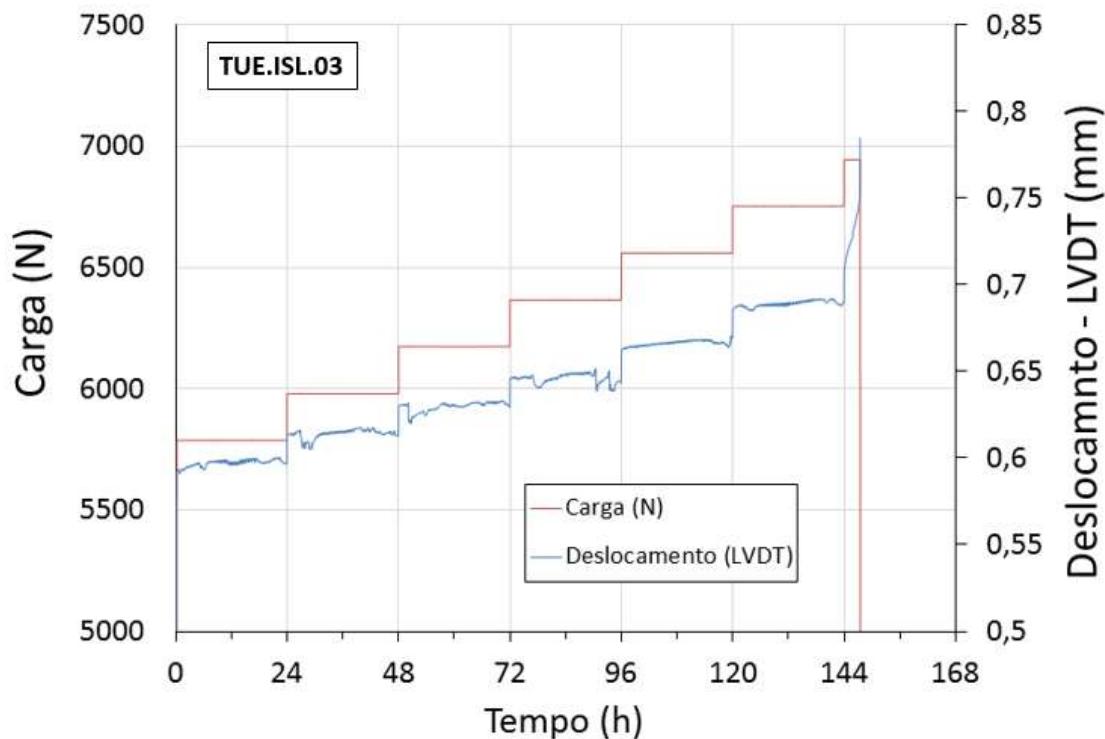


Figura 174 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova TUE.ISL.03

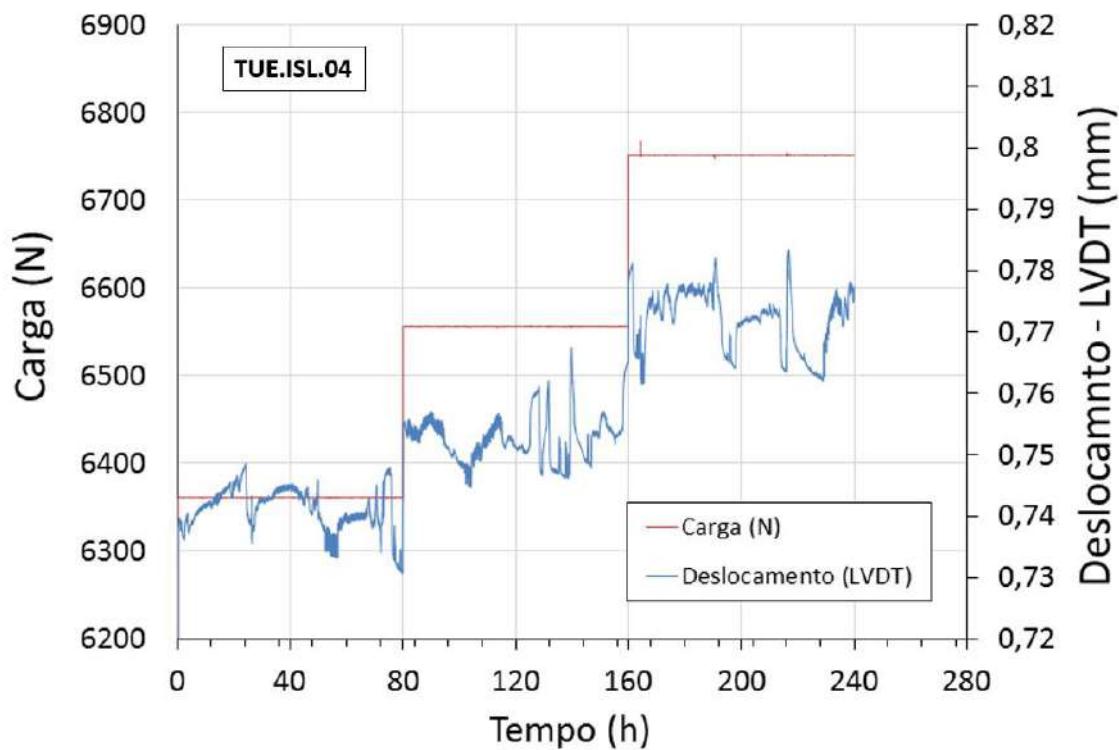


Figura 175 – Curvas carga e deslocamento vs. tempo para o corpo de prova TUE.ISL.04

Tabela 31 – Resumo dos resultados dos ensaios de tração em meio (TUE.ISL)

	Raio do entalhe (mm)	Diâmetro do entalhe (mm)	Carga de Falha (N)	%P <sub>F</sub> FS	P <sub>TH-n</sub> (N)	%P <sub>F</sub> FS
<b>TUE.ISL.01</b>	0,046	2,764	7372	95%	7015	90%
<b>TUE.ISL.02</b>	0,043	2,791	7322	94%	6944	89%
<b>TUE.ISL.03</b>	0,040	2,777	6945	89%	6752	87%
<b>TUE.ISL.04</b>	0,040	2,778				

A taxa de deformação efetiva em todos os ensaios foi calculada a partir da metodologia sugerida na norma ASTM F1624: dividindo a taxa de carregamento ( $\Delta\sigma/\Delta t$ ) em unidades de MPa/s pelo módulo de elasticidade em MPa (210.000 MPa). Os valores encontrados estão reportados na Tabela 32. A Figura 176 ilustra a taxa de aplicação de carga nos ensaios em meio. A maior taxa efetiva aplicada nos ensaios em meio foi de 7,17E-09 (TUE.ISL.01), enquanto a menor taxa foi de 5,32E-10 (TUE.ISL.04), ambos valores são inferiores ao limite mínimo de  $10^{-8} \text{ s}^{-1}$  sugerido na norma ASTM G129 para ensaios de

Baixa Taxa de Deformação e inferiores ao valor de taxa de deformação invariante nos ensaios de Scully & Moran (1990) – Figura 177 replicada a seguir.

Tabela 32 – Valores de taxa de aplicação de carga, tensão e taxa de deformação para todos os corpos de prova

Identificação CP	$\Delta P/\text{patamar}$	Duração	$\Delta P/\Delta t$	$\varnothing$ Entalhe	$\Delta \sigma/\Delta t$	Taxa de deformação
	(N)	(h)	FFS (N/s) ISL (N/h)	(mm)	(MPa/s)	(s <sup>-1</sup> )
<b>TUE.FFS.01</b>	-	-	107,7	2,778	1,78E+01	8,46E-05
<b>TUE.FFS.02</b>	-	-	107,8	2,768	1,79E+01	8,53E-05
<b>TUE.FFS.03</b>	-	-	106,4	2,817	1,71E+01	8,13E-05
<b>TUE.ISL.01</b>	390	12	32,5	2,764	1,50E-03	7,17E-09
<b>TUE.ISL.02</b>	386	12	32,2	2,791	1,46E-03	6,95E-09
<b>TUE.ISL.03</b>	192	24	8,0	2,777	3,68E-04	1,75E-09
<b>TUE.ISL.04</b>	195	80	2,4	2,778	1,12E-04	5,32E-10

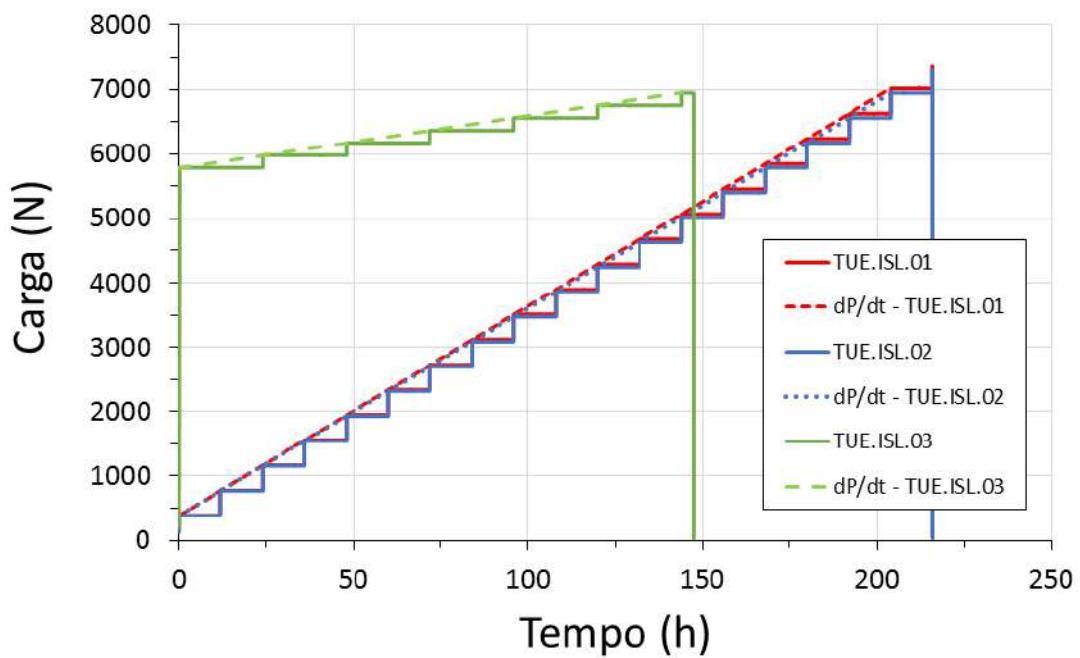


Figura 176 – Curvas carga vs. tempo para cálculo da taxa de aplicação de carga ( $\Delta P/\Delta t$ ) nos ensaios em meio (TUE.ISL)

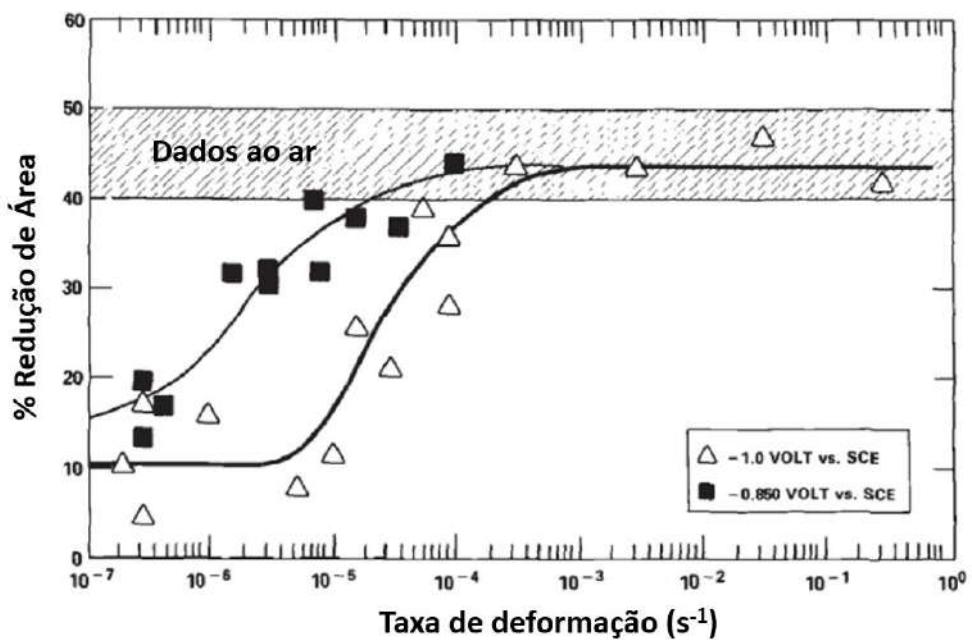


Figura 177 – Percentual de redução de área em função da taxa de deformação para um aço AISI 4340 (LE: 1207MPa) testado em água do mar sintética (ASTM D1141-75) em dois potenciais catódicos (Scully & Moran, 1990).

Da mesma forma que para os corpos de prova de mecânica da fratura, durante todos os ensaios foi registrado o valor de pH, em geral a cada 24 horas. O registro era executado antes da renovação da solução e logo após a troca. Os valores pontuais de pH para os corpos de prova *de* tração entalhados estão mostrados na Figura 178 ligado por retas, que indicam o aumento o pH com o decorrer do ensaio, devido à aplicação de proteção catódica. O pH variou de 6,0 a 8,0 em todos os corpos de prova, com uma taxa de aumento de um a dois pontos de pH a cada 24 horas ou 48 horas.

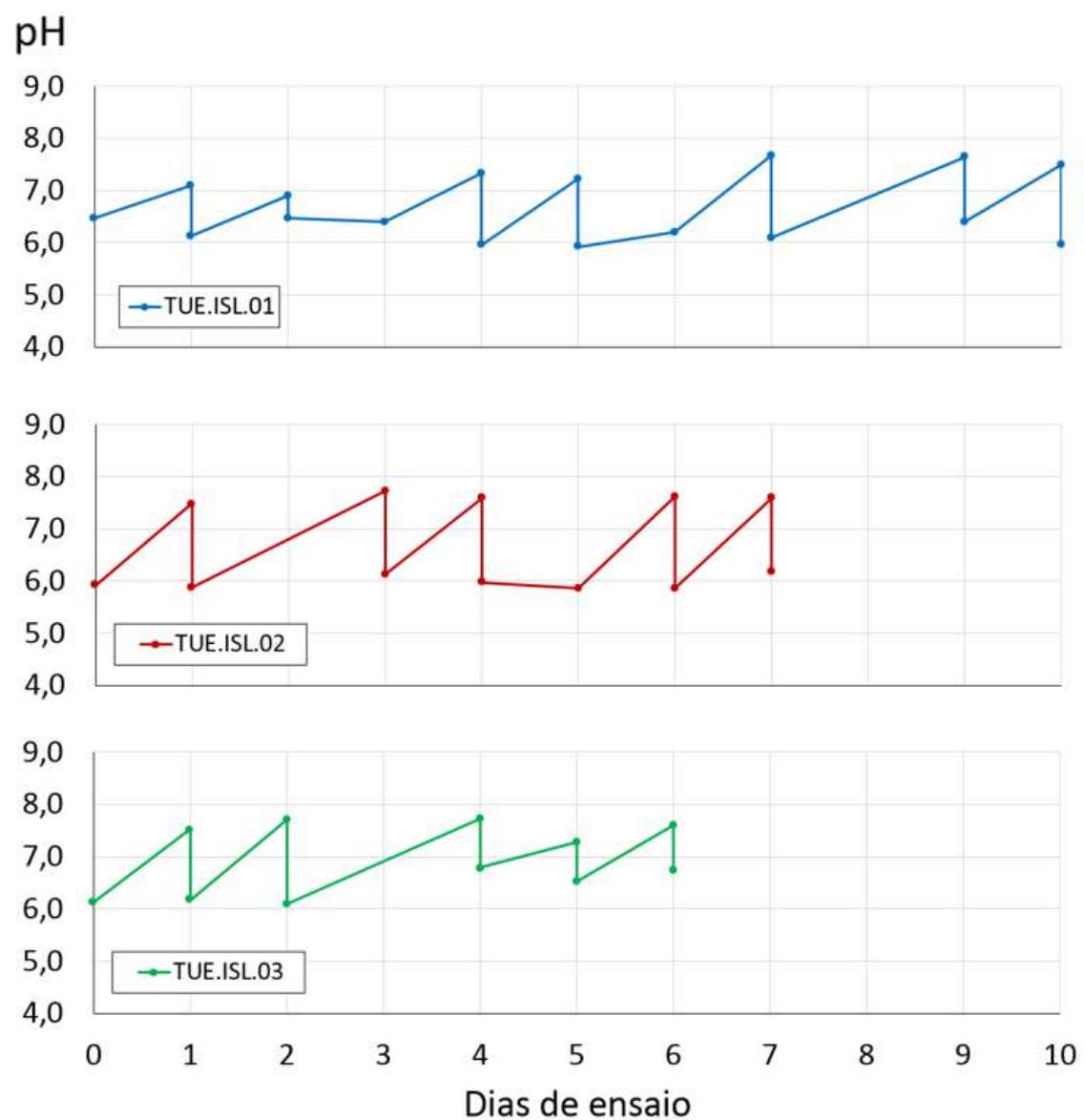


Figura 178 – Medidas de pH ao longo dos ensaios em corpos de prova de tração entalhados

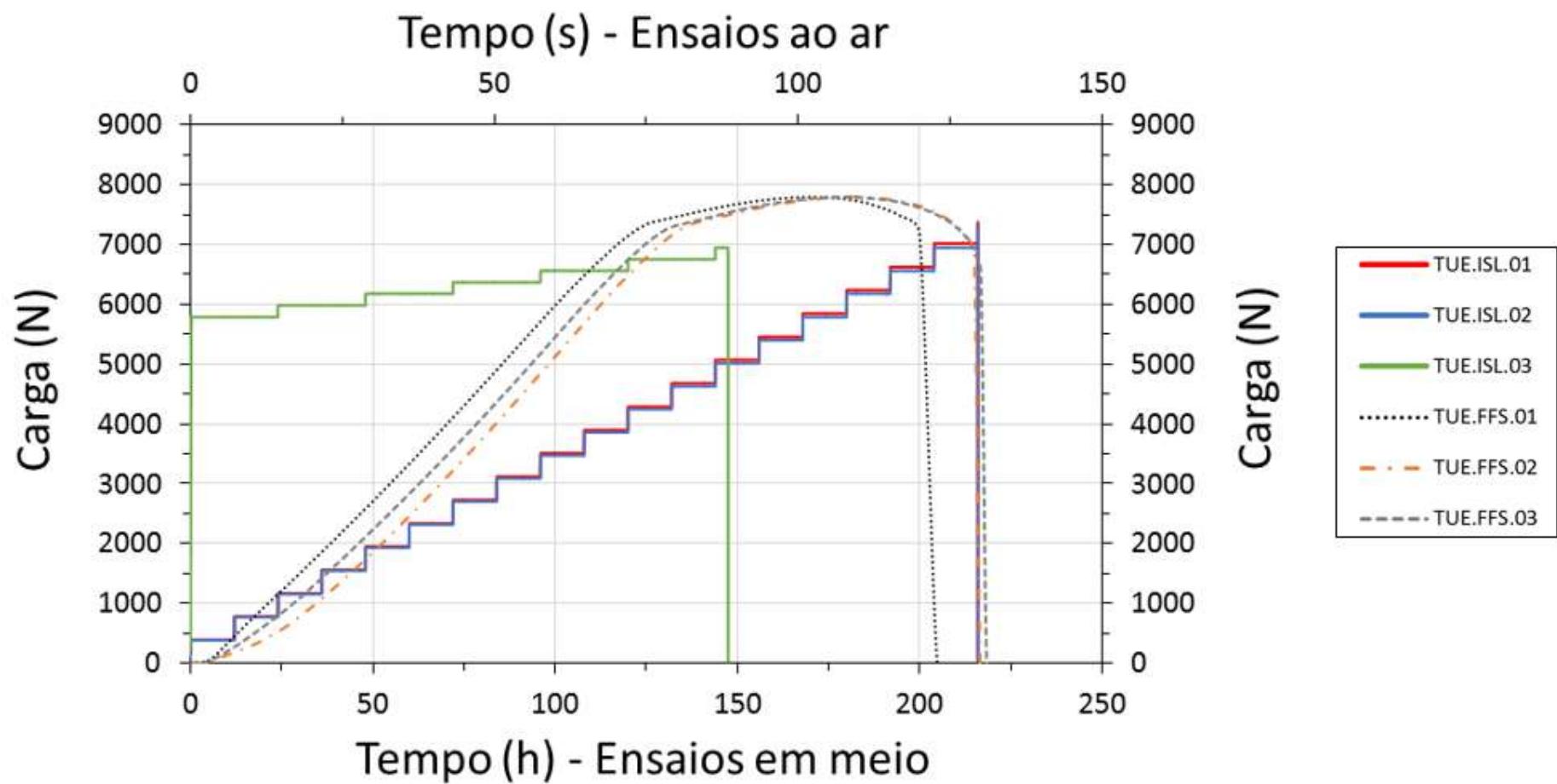


Figura 179 – Curvas carga vs. tempo para os ensaios ao ar em taxa convencional (TUE.FFS) e para os ensaios em meio (TUE.ISL)

Tabela 33 – Dimensional de todos corpos de prova obtido em projetor de perfil

Identificação CP	Raio do Entalhe	Inclinação do entalhe	Abertura do entalhe	Profundidade do entalhe	Comprimento Total	Raio adoçamento	Comprimento Útil	Diâmetro do Entalhe
	(mm)	(°)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)
<b>TUE.FFS.01</b>	0,049	60,130	0,600	0,502	100,020	24,800	24,910	2,778
<b>TUE.FFS.02</b>	0,049	60,150	0,609	0,508	99,980	24,560	26,440	2,768
<b>TUE.FFS.03</b>	0,051	60,190	0,599	0,487	100,030	18,220	25,380	2,817
<b>TUE.ISL.01</b>	0,046	59,450	0,596	0,509	100,110	17,710	24,670	2,764
<b>TUE.ISL.02</b>	0,043	59,860	0,614	0,507	100,060	25,450	24,990	2,791
<b>TUE.ISL.03</b>	0,040	59,780	0,602	0,498	99,990	26,030	24,270	2,777
<b>TUE.ISL.04</b>	0,040	60,340	0,611	0,495	100,030	20,580	25,080	2,778

#### IV.7 Fractografias – Ensaios de Tração Uniaxial Entalhado

Devido ao efeito de restrição à deformação plástica causado pelo entalhe, não é observada a fratura taça cone típica de ensaios de tração nem mesmo nos corpos de prova ao ar (Figura 180).

Da Figura 181 a Figura 183 são apresentadas as fractografias dos corpos de prova TUE.FFS.01 a 03, com uma visão geral do corpo de prova e uma fractografia em detalhe da região do fundo de entalhe. A superfície de fratura apresenta características de rasgamento dúctil a partir do fundo do entalhe até o centro do corpo de prova, com uma superfície de fratura inclinada já a partir do fundo do entalhe. A região mais próxima do fundo do entalhe apresenta *dimples* irregulares com características de cisalhamento, enquanto pouco depois desta região já se observam *dimples* mais regulares. Estas observações são similares em todo o perímetro das amostras.

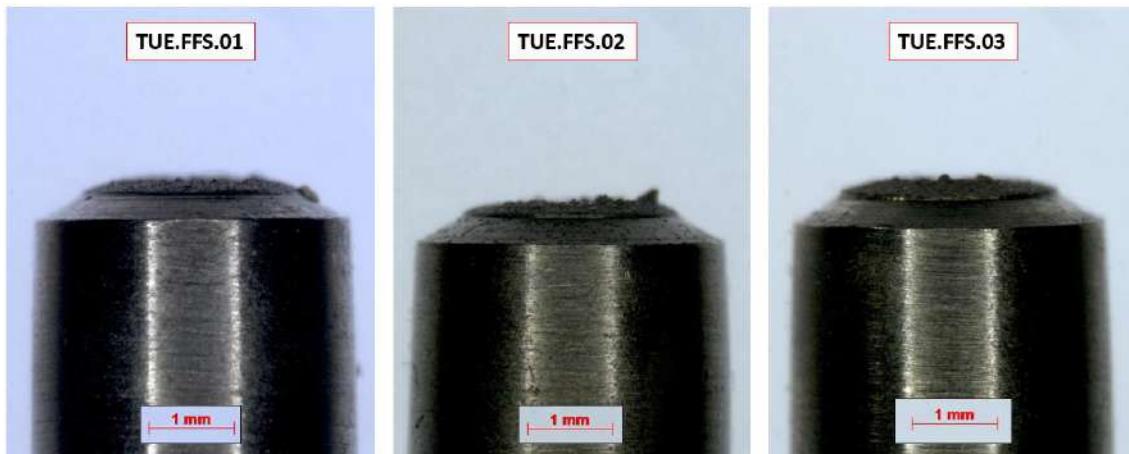


Figura 180 – Fotos em lupa estereoscópica da lateral dos corpos de prova ensaiados ao ar

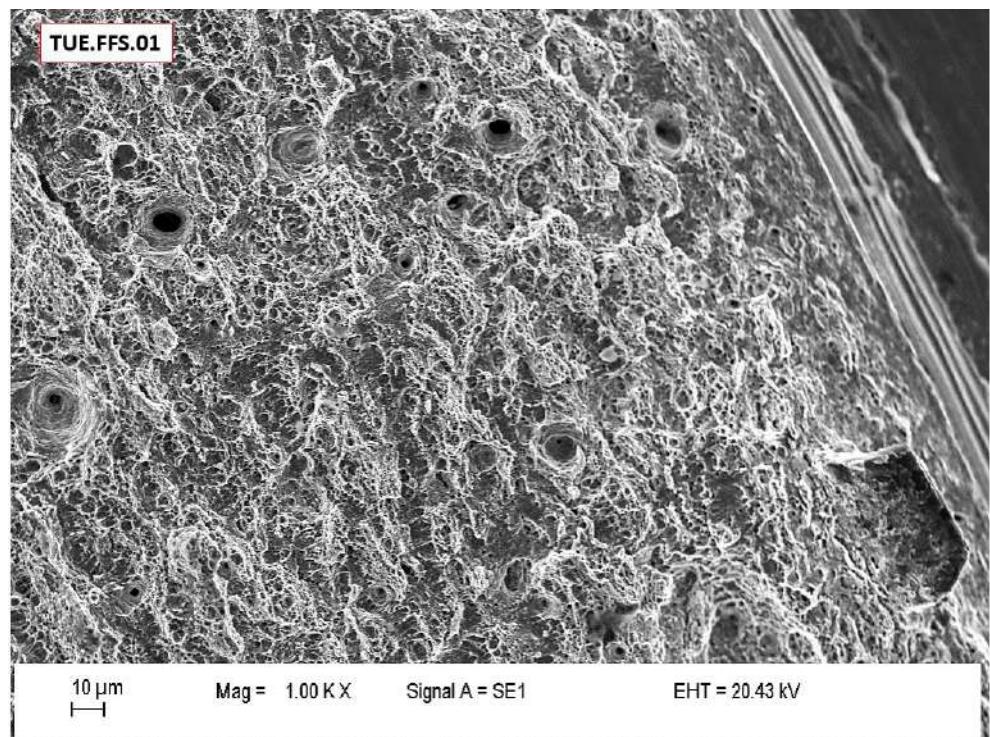
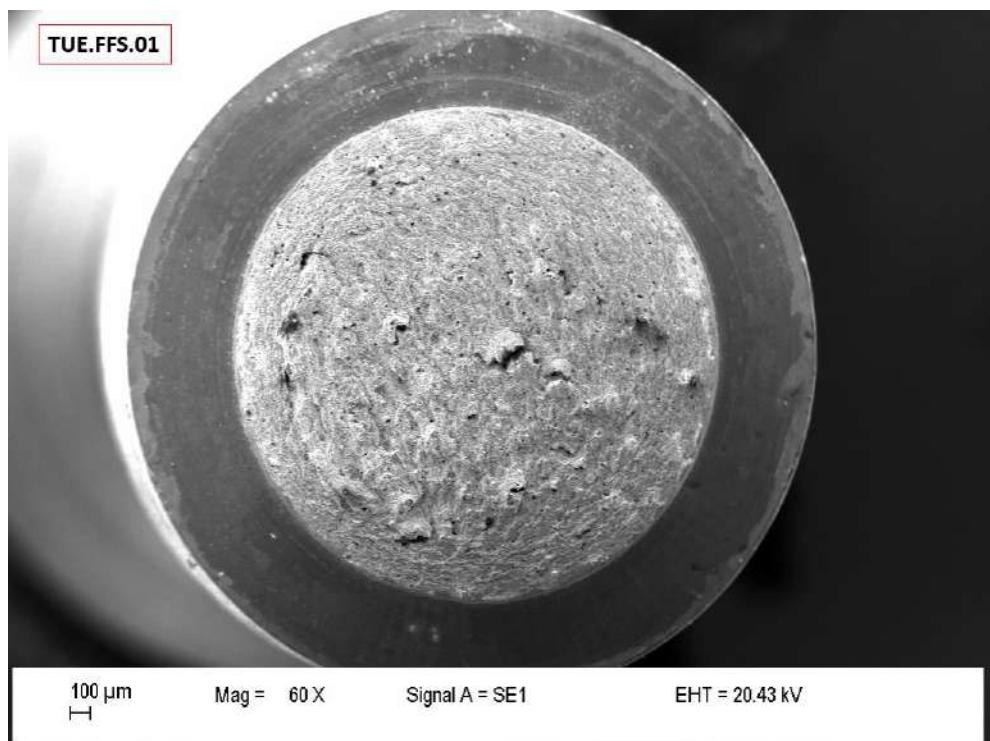


Figura 181 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.FFS.01. Visão geral e detalhe do fundo do entalhe.

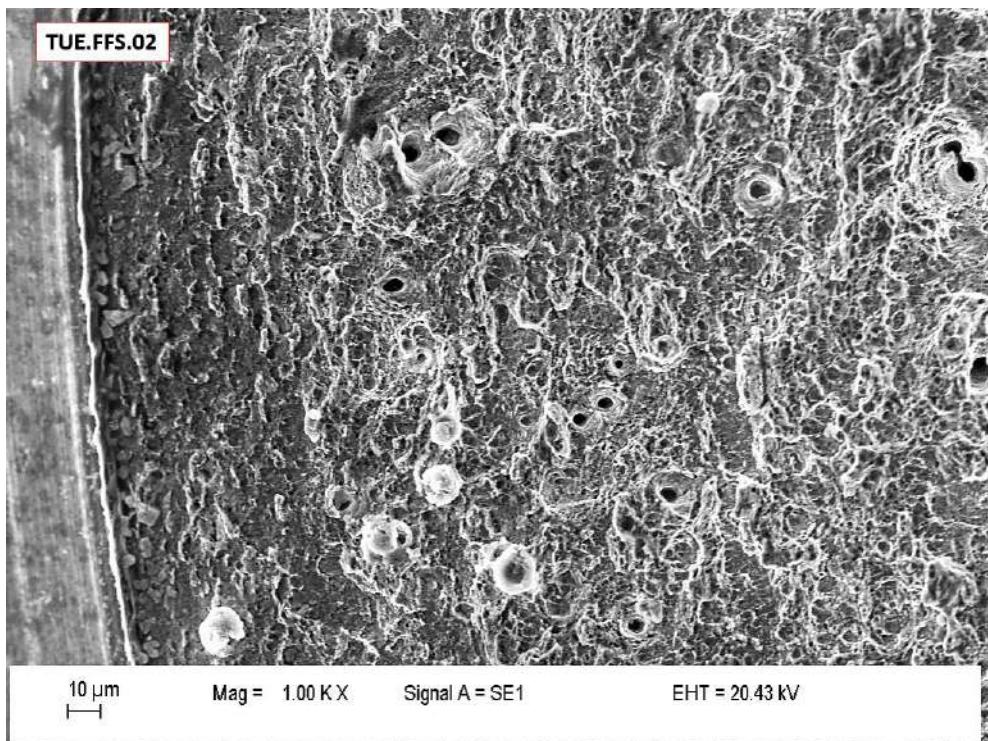
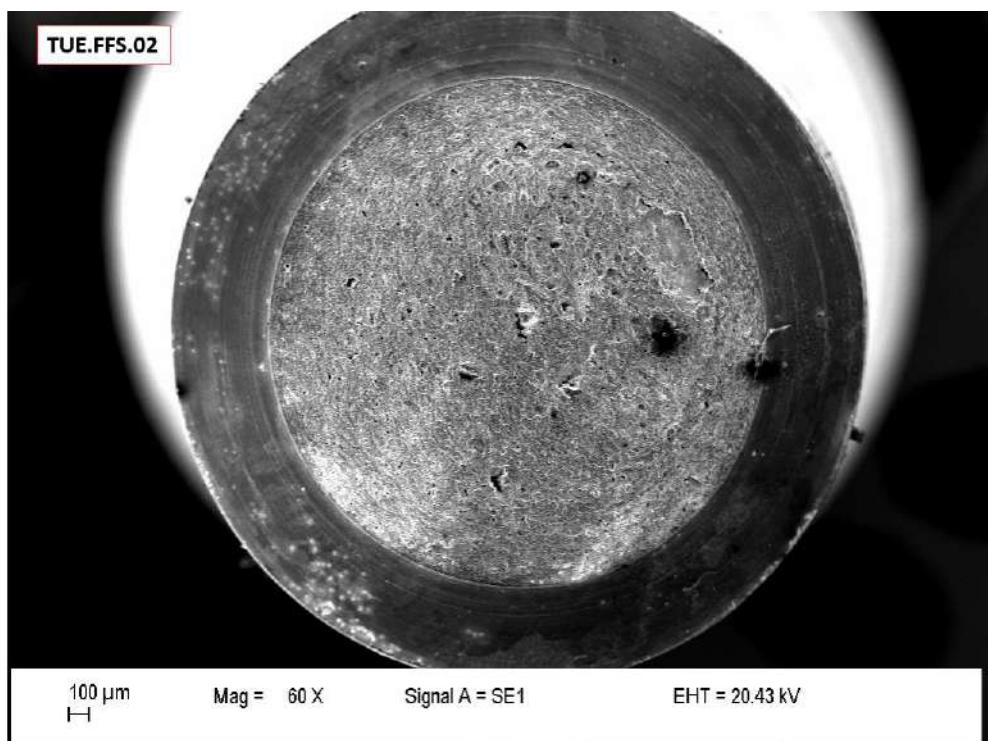


Figura 182 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.FFS.02. Visão geral e detalhe do fundo do entalhe.

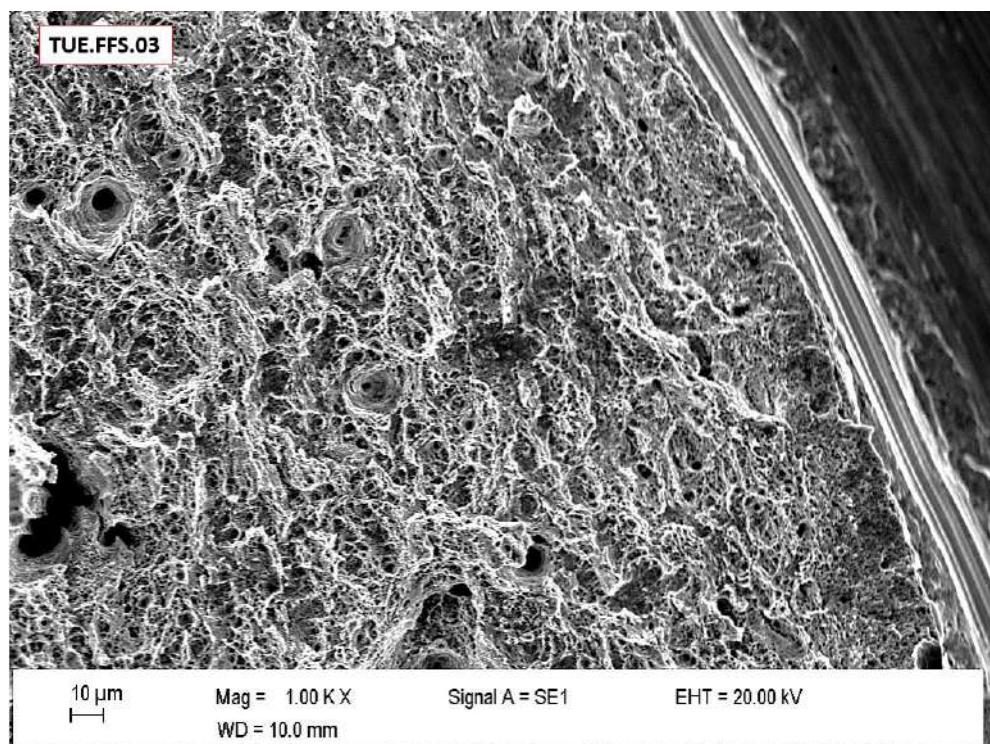
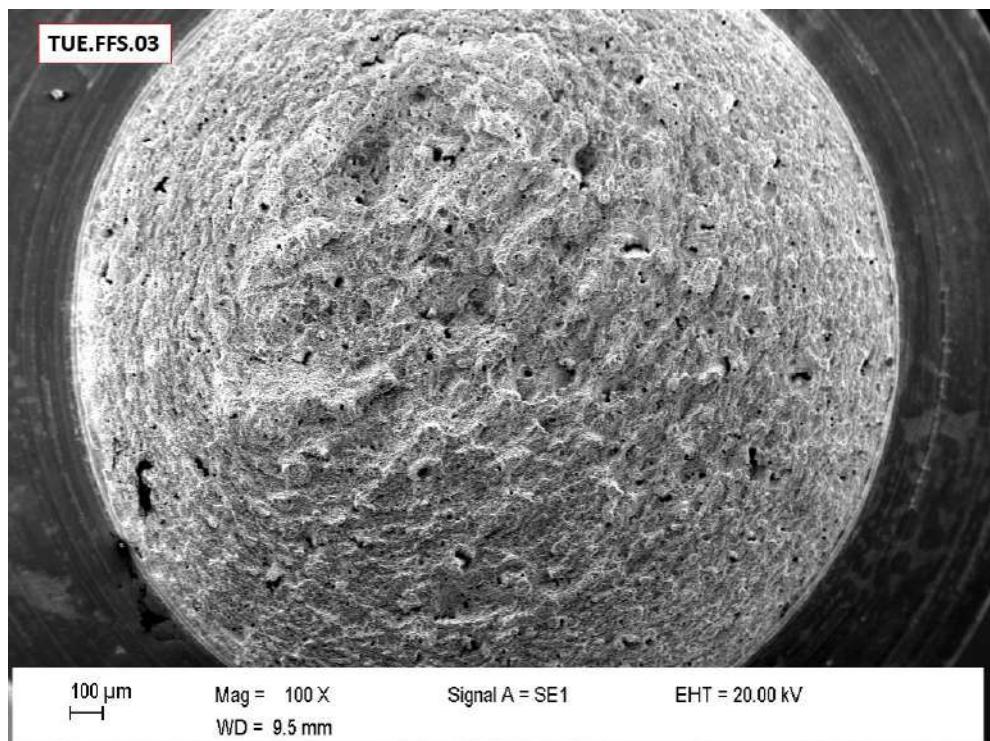


Figura 183 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.FFS.03. Visão geral e detalhe do fundo do entalhe.

A primeira distinção mais clara entre a superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados em meio hidrogenado e aqueles ao ar é o surgimento de um anel de propagação plana a partir do fundo do entalhe e ao redor de toda a amostra, sendo visível mesmo em lupa estereoscópica (Figura 184). Este modo de falha corresponde a aproximadamente 15% da área de fratura nos corpos de prova TUE.ISL.01 e TUE.ISL.02, com os 85% restantes correspondendo à fratura fibrosa e inclinada no centro do corpo de prova. A profundidade desta zona foi de 170  $\mu\text{m}$ , valor obtido a partir da média de oito medições em diferentes quadrantes, no corpo de prova TUE.ISL.02.

Da Figura 185 à Figura 189 são apresentadas as fractografias em detalhe dos corpos de prova TUE.ISL.01 a 03, com uma visão geral do corpo de prova e fractografias em maior magnificação da região do fundo de entalhe. A região de propagação plana a partir do fundo do entalhe corresponde ao crescimento subcrítico devido à fragilização por hidrogênio, com características claras de quasi-clivagem. Após esta região a superfície de fratura é inclinada com presença de *dimples*, similar ao que foi anteriormente observado nos corpos de prova ao ar. Esta sequência de propagação está de acordo com as observações de Beachem (1972) – Seção II.1.5.



Figura 184 – Fractografia em lupa estereoscópica do corpo de prova TUE.ISL.01.

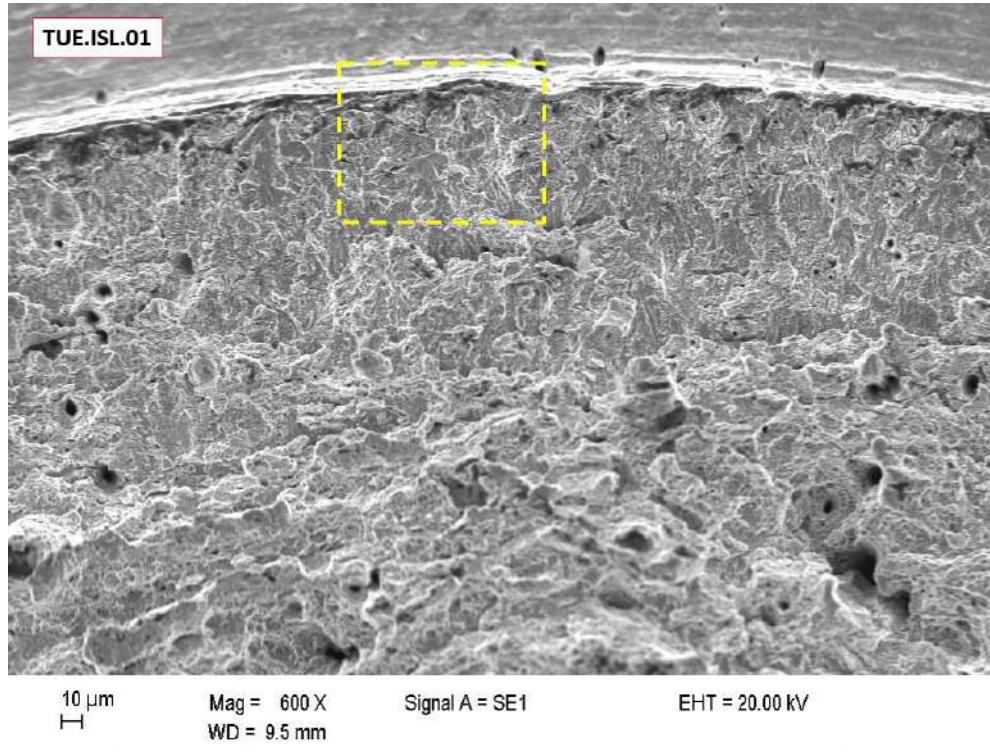
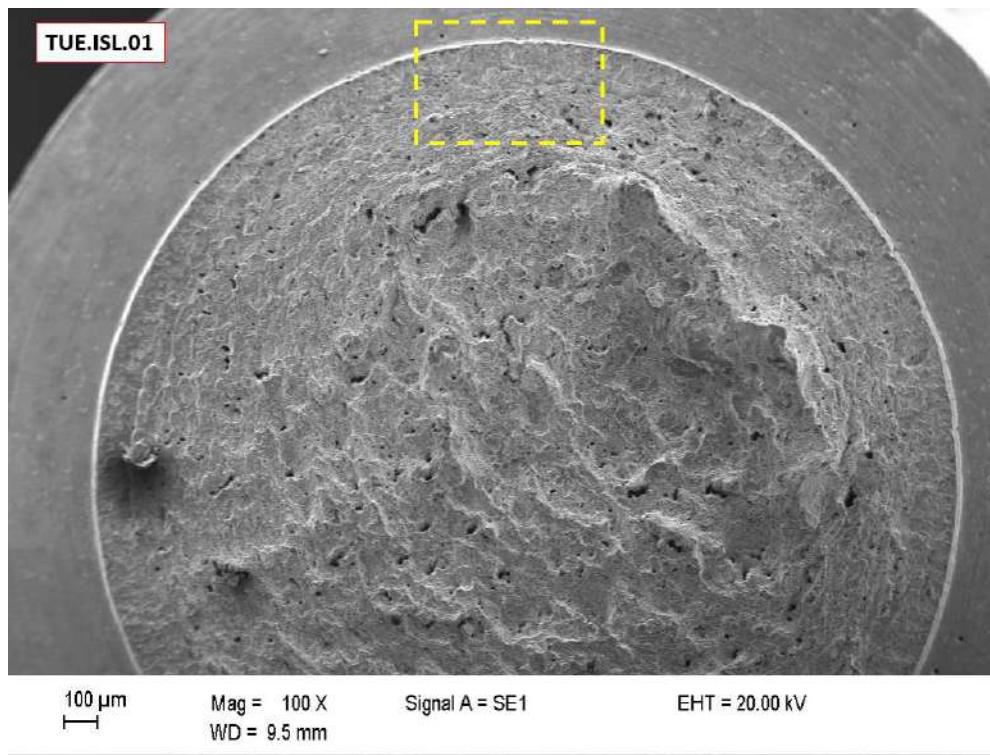


Figura 185 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.01. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo

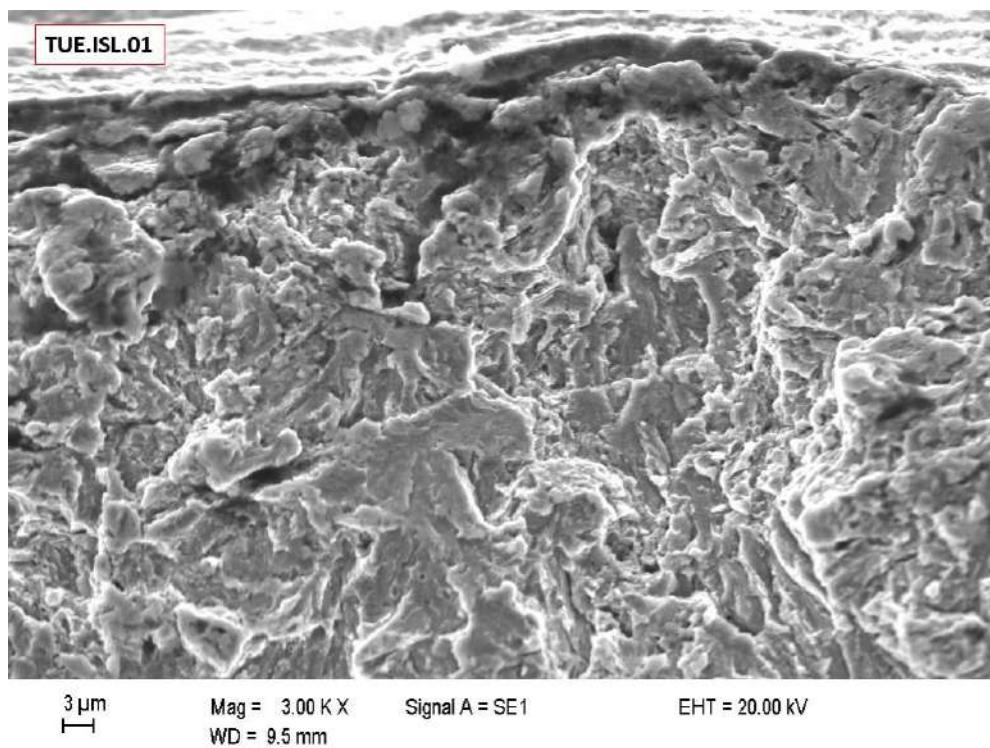


Figura 185 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.01. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo

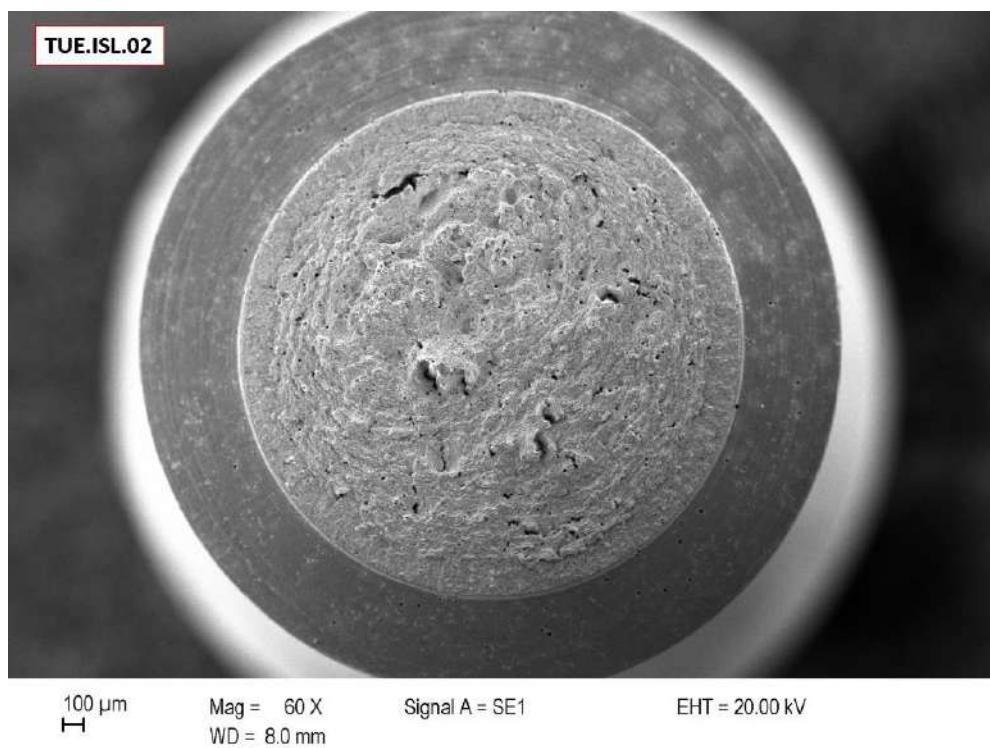


Figura 186 – Fractografia em MEV do corpo de prova TUE.ISL.02

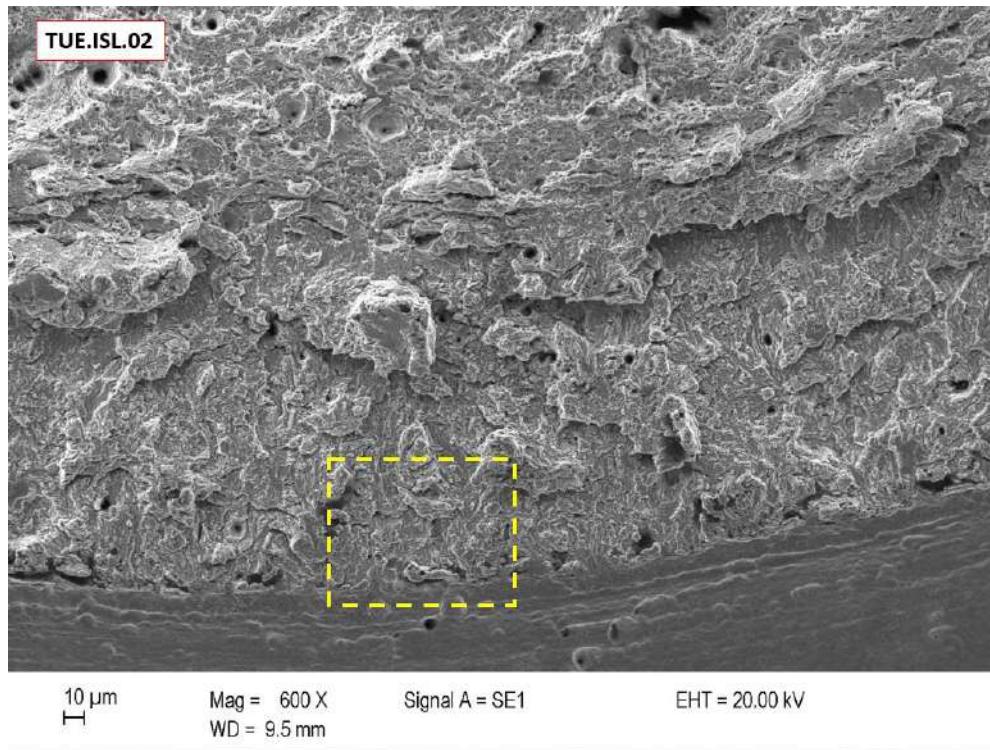
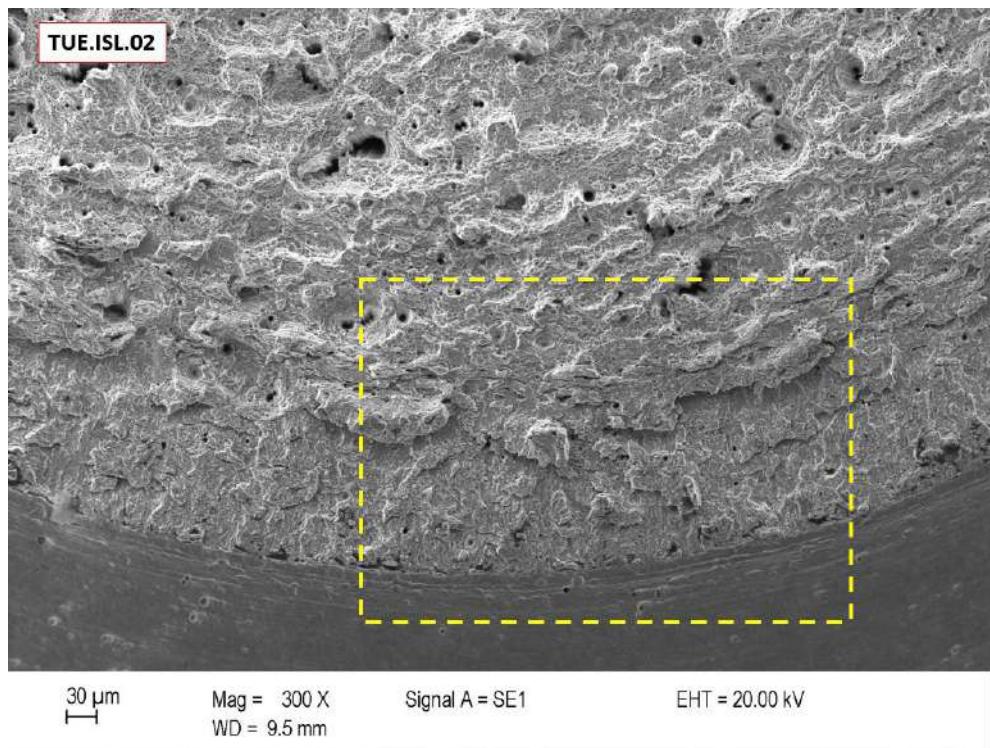


Figura 187 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.02. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo.

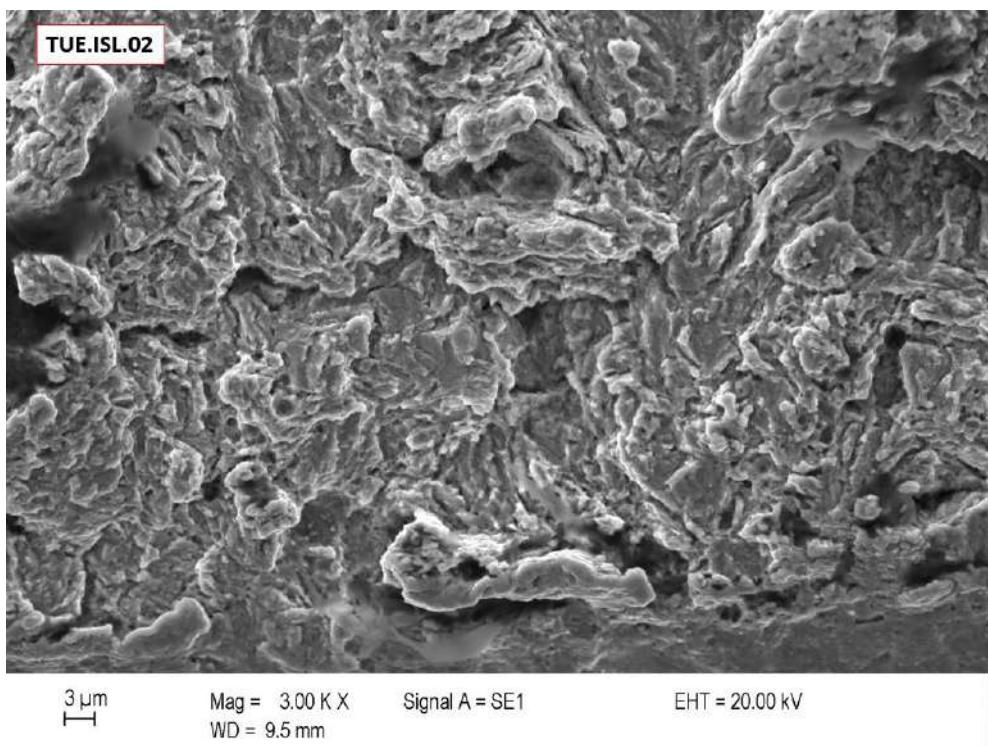
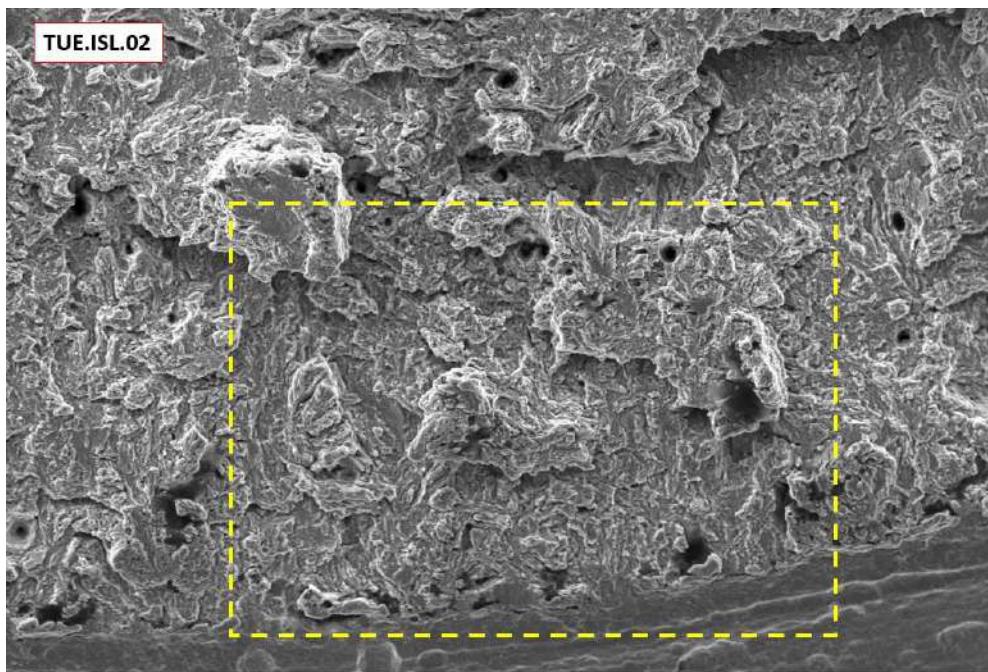


Figura 187 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.02. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo.

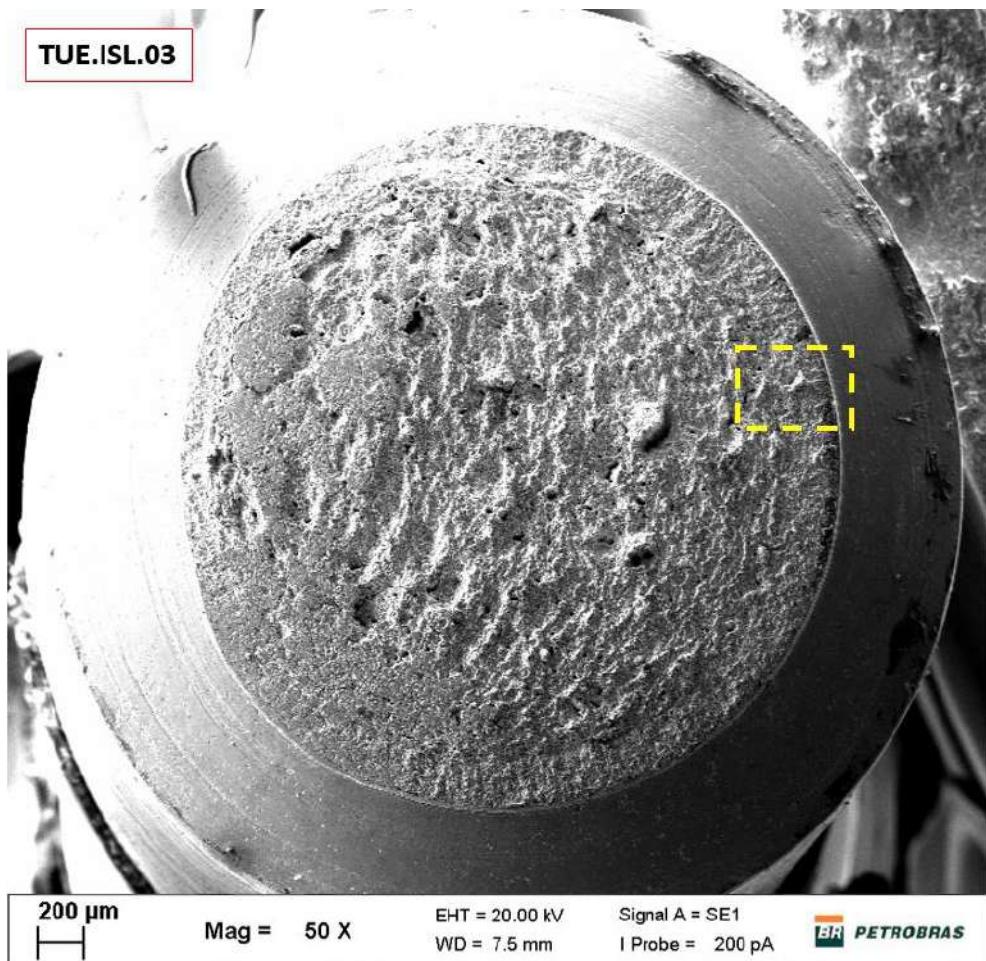


Figura 188 – Fractografia em MEV do corpo de prova TUE.ISL.03

As fractografias da região do fundo do entalhe do corpo de prova TUE.ISL.04 (ensaiado até a carga  $P_{TH-3}$  sem apresentar ruptura) estão na Figura 190. Observa-se claramente que a clivagem típica de aços ferríticos em baixa temperatura inicia junto ao fundo do entalhe, sem nenhuma região com aparência de quasi-clivagem ou *dimples*. A Figura 191 compara os aspectos da região de iniciação entre os corpos de prova TUE.ISL.02 e 04, evidenciando as diferenças entre o mecanismo de clivagem em baixa temperatura e de propagação subcrítica devido à fragilização por hidrogênio (“quasi-clivagem”).

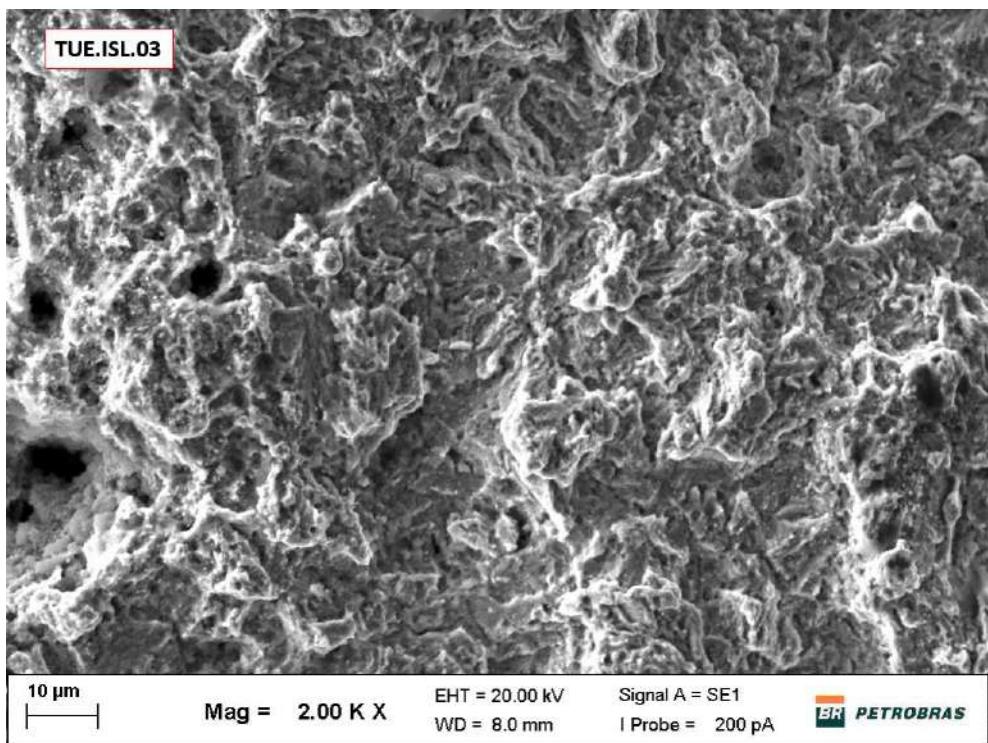
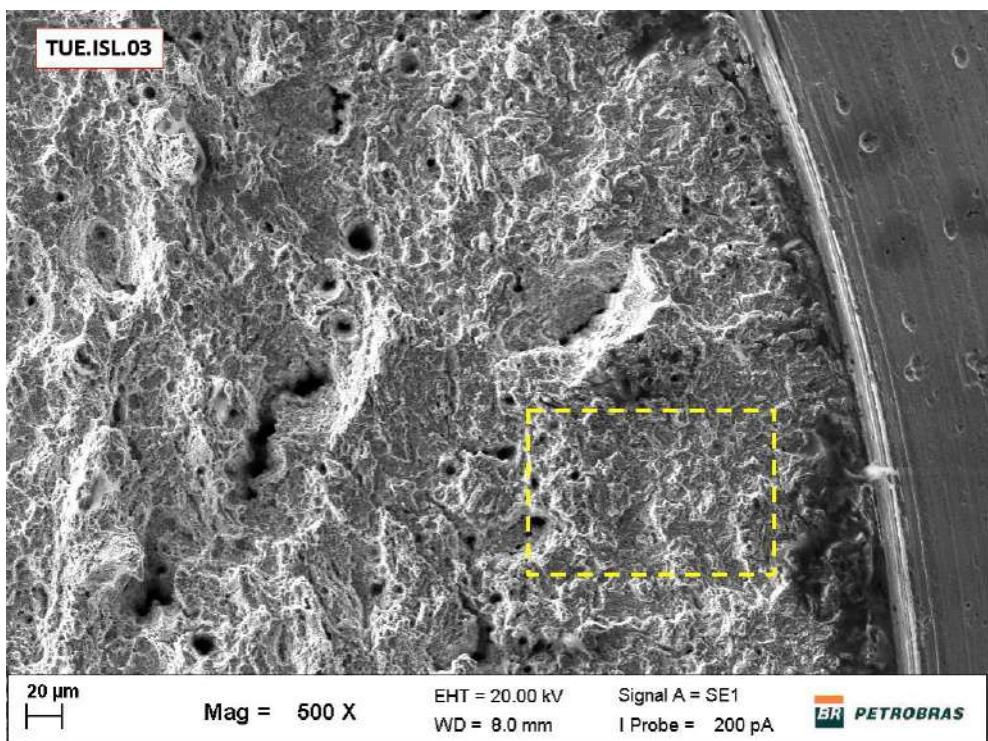


Figura 189 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.03. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo.

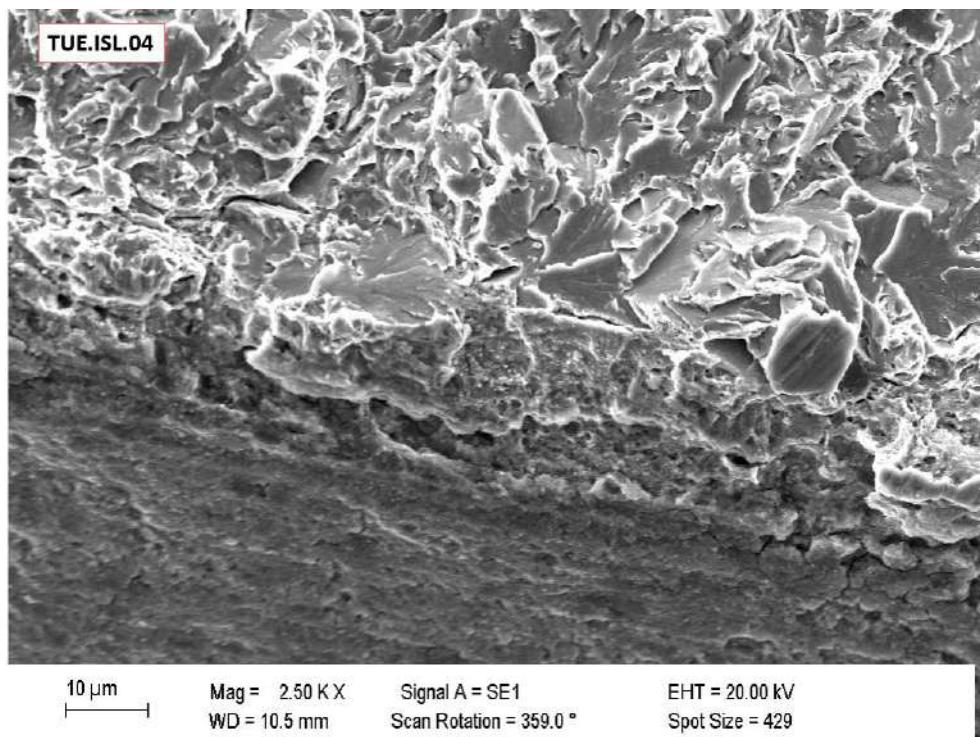
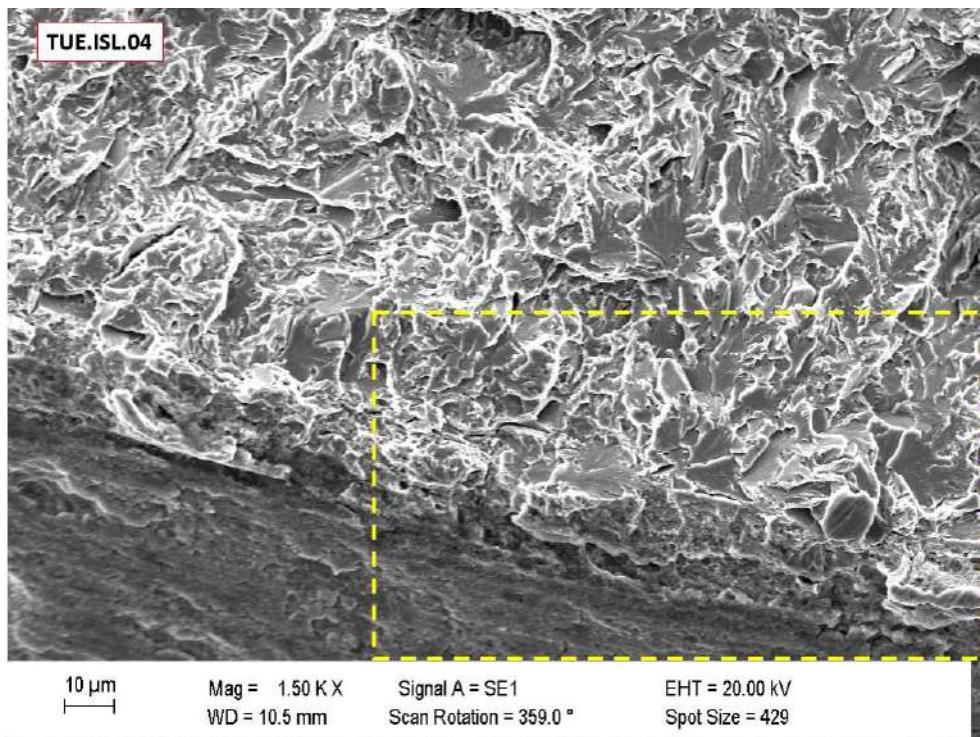


Figura 190 – Fractografias em MEV do corpo de prova TUE.ISL.04. Regiões observadas em maiores magnificações estão destacadas em amarelo.

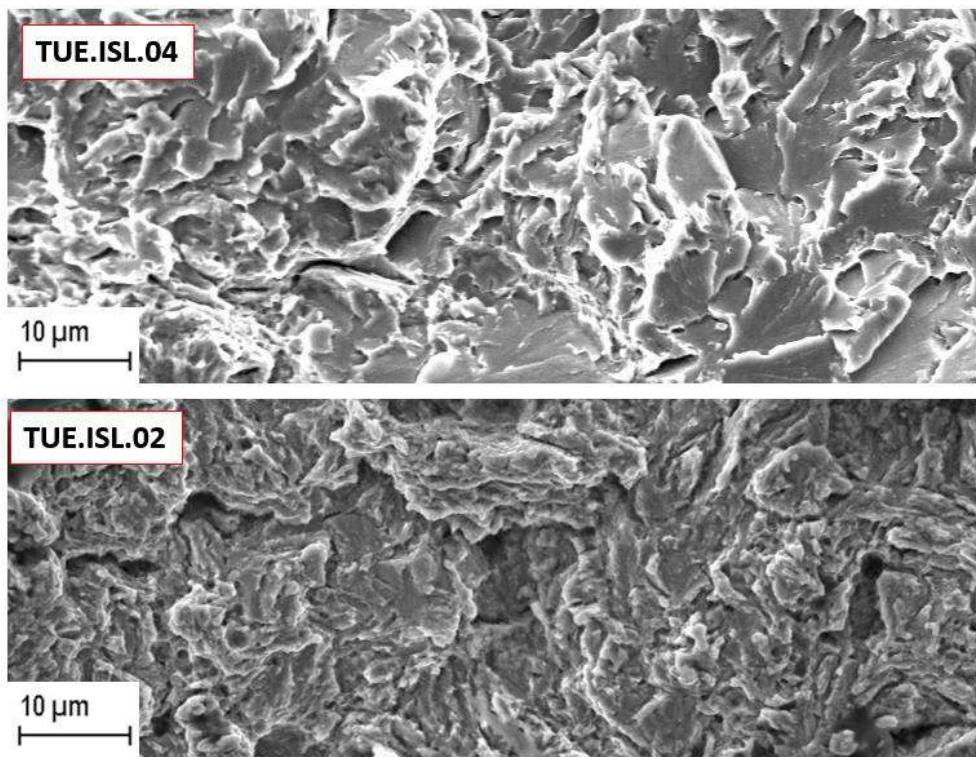


Figura 191 – Detalhes da região de iniciação nas superfícies de fratura dos corpos de prova TUE.ISL.02 e 04, evidenciando a diferença entre o mecanismo de clivagem em baixa temperatura e de propagação subcrítica devido à fragilização por hidrogênio

## V DISCUSSÃO

### V.1 Comparação com resultados de literatura – $\sigma_{TH-EHE}$

Conforme exposto e explicado nas seções anteriores, foram obtidos valores de  $K_{TH-EHE}$  de 63 MPa.m<sup>0,5</sup> e 85 MPa.m<sup>0,5</sup> para os corpos de prova C(T) e SE(B), respectivamente. Esta diferença significativa se deve ao efeito de orientação (R-L vs. L-R) e localização da trinca (núcleo vs. meio raio) – (Figura 133 e Figura 134).

Os resultados de tração uniaxial em corpos de prova entalhados resultaram em uma carga limiar 87% da  $P_{FFS}$  e correspondente a uma tensão remota de 604 MPa (diâmetro da seção de 3,77 mm). A tensão correspondente na seção reduzida, do entalhe, é de 1115 MPa (diâmetro da seção de 2,78 mm).

Nesta seção, estes valores serão comparados a valores da literatura e discutidos. É importante frisar que ensaios em meio agressivo possuem uma dependência significativa dos procedimentos experimentais, do tipo de corpo de prova utilizado, da agressividade do meio e do material empregado. Existe na literatura uma grande quantidade de resultados quantitativos para aços de alta-resistência e ultra-alta-resistência. Para aços baixa liga de menor resistência é mais comum encontrar resultados de ensaios comparativos como baixa taxa de deformação (BTD – Seção II.2). Os resultados encontrados serão comentados quando houver divergências significativas em relação aos procedimentos utilizados neste trabalho.

A Figura 192 apresenta resultados de razão de tensão de falha em corpos de prova entalhados com diferentes fatores de concentração de tensão para aços baixa-liga Fe-Ni-Cr-Mo e Fe-Cr-Mo testados em hidrogênio gasoso e ao ar. Estes resultados foram obtidos a partir dos documentos “Technical Reference on Hydrogen Compatibility of Materials - Low-Alloy Ferritic Steels” editados por San Marchi & Somerday (2005) para o Sandia National Laboratories. Os artigos de referência para os resultados são Loginow & Phelps (1975) e Walter. & Chandler (1969). Os resultados foram obtidos em 69 MPa H<sub>2</sub>, resultando possivelmente em valores de concentração de hidrogênio difusível superiores ao meio de proteção catódica a -1100 mV Ag/AgCl utilizado neste trabalho. Isto justificaria as razões menores mesmo para entalhes menos críticos. A importância do meio de ensaio será discutida na seção V.2.

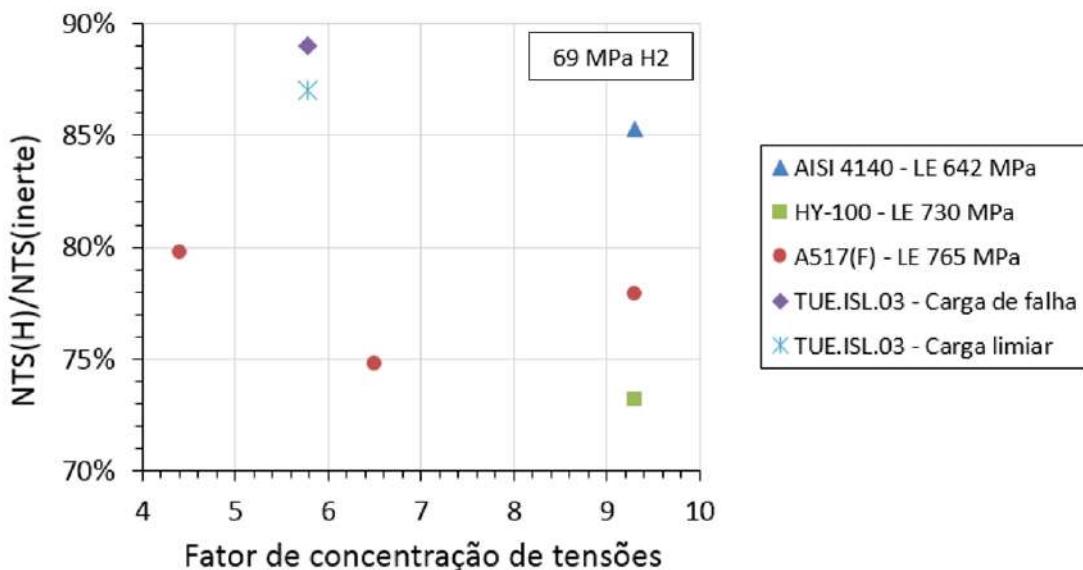


Figura 192 – Razão entre a tensão de falha em meio e ao ar para corpos de prova entalhados testados em hidrogênio gasoso (Loginow & Phelps (1975) e Walter. & Chandler (1969) *apud* San Marchi & Somerday (2005)).

Rorvik *et al.* (2014) realizaram uma série de testes simplificados em parafusos M10x80 que apresentaram falha em operação. Os ensaios foram realizados em controle de deformação, registrando a deformação global aplicada – calculada a partir do alongamento uniforme da cabeça do parafuso até a primeira região de filetes. Os fixadores foram ensaiados sem usinagem, em um dispositivo mostrado na Figura 193. O dispositivo e os fixadores foram imersos em água do mar sintética e polarizados por anodos de alumínio conectados ao dispositivo. Parafusos com diferentes níveis de dureza foram pré-carregados em vários níveis de deformação e expostos no meio de teste de 2 semanas a 1 mês. Os resultados obtidos estão reproduzidos na Figura 194.

Observa-se que para durezas abaixo de 400-420 HV só ocorrem falhas devido à fragilização por hidrogênio em níveis de deformação plástica significativa e em valores já próximos da falha ao ar, especialmente abaixo de 380 HV. Nos níveis de dureza próximos e acima de 420 HV, as falhas ocorrem próximo do escoamento, em níveis de deformação muito abaixo do valor registrado ao ar. São necessárias algumas observações em relação ao procedimento de ensaio:

- O uso de água do mar sintética favorece a deposição de camada calco-magnesiana que pode prejudicar a entrada de hidrogênio, reduzindo a severidade do meio;

- A polarização por anodo de alumínio imerso na mesma solução ao invés de potencióstatos pode favorecer a contaminação da solução com subprodutos das reações de corrosão e acarretar um aumento mais significativo do pH da solução. Os autores não mencionaram nenhum procedimento de troca de solução;
- O uso de fixadores e não corpos de prova, aliado ao uso da deformação global como parâmetro de referência dificulta a obtenção de critérios claros e independentes da geometria e do set-up utilizado;

Não obstante, os resultados apresentam tendências esperadas para a resistência à fragilização por hidrogênio em relação à resistência mecânica (representada pela dureza). Tomando os resultados com durezas próximas de 280 HV e, portanto, próximas dos valores do material testado nesta dissertação, observa-se que deformações globais de 2,9% a 3,3% levaram à falha devido à fragilização por hidrogênio. Estes valores são de 83% a 94% do valor de falha ao ar (~3,5%). Embora seja uma razão de deformações plásticas, o resultado é condizente com o observado para os corpos de prova de tração uniaxial entalhados. Ou seja, os valores de carga para falha na presente dissertação também foram significativamente próximos dos valores de falha ao ar e a iniciação é controlada, provavelmente, pelo nível de deformação no fundo do entalhe em V. O entalhe no caso apresenta um efeito de concentração de tensões muito superior ao geralmente observado em fixadores ( $K_{tg} \sim 10,6$ ). Colocando de outra forma: corpos de prova de tração ou fixadores em aços baixa liga com durezas inferiores a 380 HV podem apresentar fragilização por hidrogênio em condições de proteção catódica típicas, desde que exista um concentrador de tensões: uma região de fundo de filete ou de transição de geometria (cabeça de parafusos), o que garante deformação plástica significativa e níveis de tensão superiores aos limites de escoamento e resistência.



Figura 193 – Foto do dispositivo de teste de fixadores com anodo de alumínio conectado. O dispositivo e o anodo são imersos em cubas de vidro com água do mar sintética (Rorvik *et al.*, 2014)

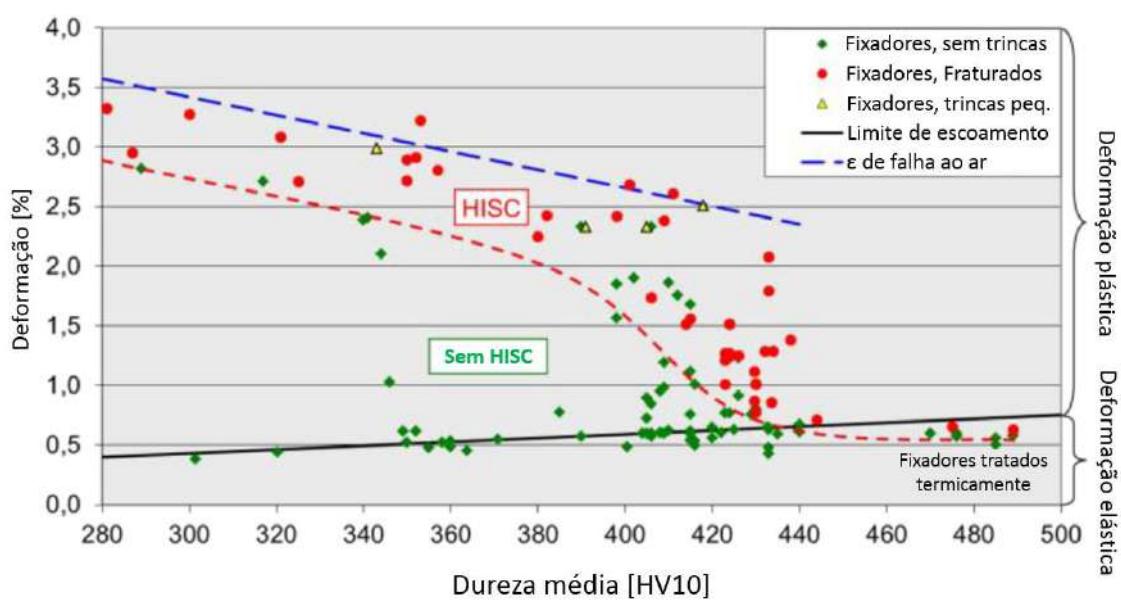


Figura 194 – Resultados de falha ou resistência à fragilização por hidrogênio para diferentes níveis de dureza e deformação aplicada (Rorvik *et al.*, 2014)

Nanninga (2015) realizou ensaios em aços baixa liga com corpos de prova de tração uniaxial entalhados, em meio de proteção catódica e ao ar, também pela técnica de carregamento incremental. Foram realizados testes para diferentes composições químicas, microestruturas e tratamentos térmicos. Entretanto, existem algumas divergências com o procedimento experimental da presente dissertação:

- As amostras foram revestidas por epoxy em toda a seção útil, exceto pelo entalhe;
- A solução de 3,5% NaCl foi colocada em copos de isopor (*Styrofoam®*) adaptados aos corpos de prova. O potencial de polarização foi de -1200 mV<sub>SCE</sub>;
- Não foi mencionado nenhum procedimento de troca de solução ou monitoração do pH;
- O perfil de carregamento mais lento usado é do tipo (10/5/1,4), totalizando 50 horas de ensaio apenas;
- Não foi realizada pré-hidrogenação;
- O corpo de prova tem dimensões distintas, resultando em um fator de concentração de tensões menos crítico;

O fator de concentração de tensões foi avaliado também através da metodologia apresentada em Noda & Takase (1999). A Figura 195 apresenta a posição relativa dos dois entalhes no diagrama de definição do tipo de entalhe. O entalhe de Nanninga (2005) se encontra na fronteira entre a região 1 e a região 3, sendo calculado pela região 1, com as equações para entalhes agudos, da mesma forma que o entalhe dos corpos de prova usados na presente dissertação. Os resultados estão na Tabela 34.

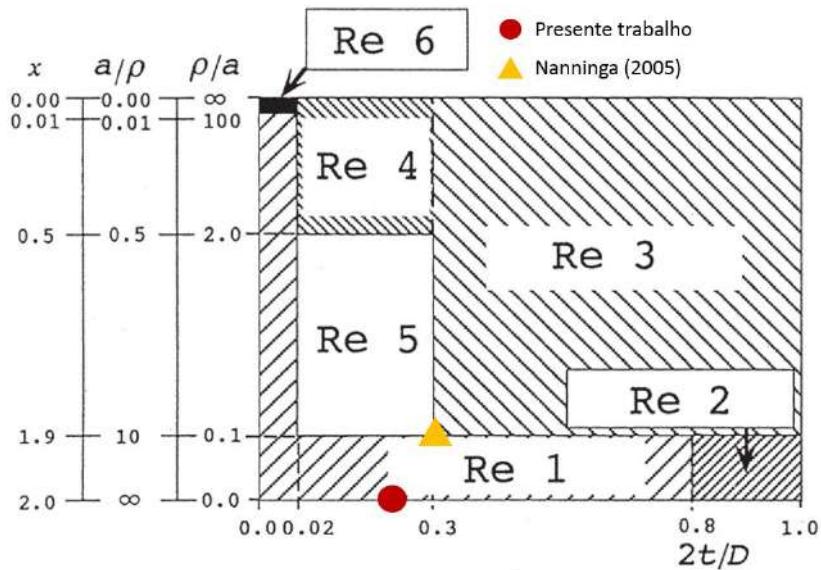


Figura 195 – Diagrama de definição do tipo de entalhe conforme metodologia de Noda & Takase (1999). Os entalhes comparados estão marcados no gráfico.

Tabela 34 – Fatores de concentração de tensões para os corpos de prova de tração entalhados conforme Noda & Takase (1999).

Fatores de concentração de tensões	Dissertação	Nanninga (2005)
$K_{tn}$	5,77	3,38
$K_{tg}$	10,60	7,15

A Figura 196 apresenta o resumo dos resultados de Nanninga (2005) para os ensaios ao ar e para os ensaios em meio. Observa-se que o valor da tensão de falha (calculada na seção reduzida) aumenta com o aumento de dureza para os ensaios ao ar, enquanto no meio ocorre o oposto. As linhas de tendência para ambos os grupos de dados apontam um valor de convergência em 310 HV e 1606 MPa. Poderíamos considerar que para durezas abaixo de 310 HV – e na configuração de corpo de prova do trabalho de Nanninga (2005) – o efeito do meio não seja perceptível, tendo resultados de tensão de falha similares aos dos corpos de prova ao ar. Este não era o caso para os ensaios controlados por deformação de Rorvik *et al.* (2014) – Figura 194.

Infelizmente, não estão disponíveis resultados de Nanninga (2005) em níveis de dureza inferiores a 330 HV. Os resultados do presente trabalho foram plotados para o valor de dureza de 26 HRC (272 HV), correspondente à localização de meio-raio onde foram retirados os corpos de prova de tração. Foram plotados os três resultados ao ar e o valor

de tensão limiar na seção reduzida, correspondente à carga limiar  $P_{TH-EHE}$  obtida no corpo de prova TUE.ISL.03 (6752 N). A correlação dos resultados ao ar com o ajuste logarítmico extrapolado é razoável, considerando a dispersão dos resultados usados para o ajuste. A partir das observações de Rorvik *et al.* (2014), onde resultados abaixo de 360 HV apresentam uma diferença praticamente constante entre a tensão limiar de falha em meio e ao ar, a curva de ajuste dos ensaios ao ar foi rebaixada para representar os resultados esperados em meio para ensaios abaixo de 360 HV. Novamente, observa-se uma boa correlação com o resultado apresentado neste trabalho e a estimativa do ajuste logarítmico extrapolado.

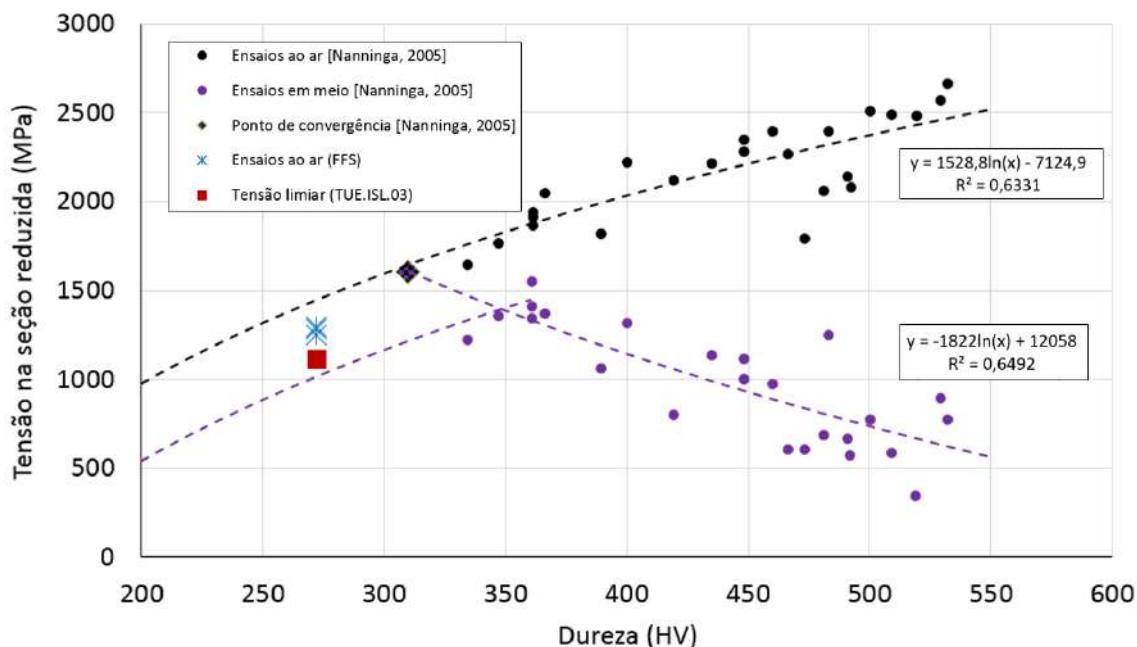


Figura 196 – Dados de tensão de falha na seção reduzida para ensaios ao ar e tensão limiar em meio do trabalho de Nanninga (2005), com ajustes logarítmicos e comparação com os resultados do presente trabalho.

Estas correlações apesar de razoáveis não possuem uma justificativa física direta, já que o parâmetro de comparação utilizado é somente a tensão na seção reduzida, o que não leva em consideração os valores de concentração de tensão distintos (Tabela 34). A Figura 197 apresenta estes valores corrigidos com o fator de concentração de tensões. Os valores do presente trabalho se encontram completamente fora das linhas de tendência construídas a partir dos resultados de Nanninga (2005). Em um primeiro momento, isto causa certa surpresa, já que os valores de tensão corrigidos estariam mais próximos da

tensão real no fundo do entalhe em cada um dos corpos de prova com geometria distinta. Entretanto, o fator de concentração de tensões é um fator teórico, baseado na teoria da elasticidade e desconsidera a curva tensão x deformação verdadeira do material (Pilkey & Pilkey, 2008). Na realidade, a tensão no fundo do entalhe é limitada pelo escoamento e deformação plástica. Inclusive, dependendo do nível de resistência mecânica do aço, a fragilização por hidrogênio pode ser controlada por tensão ou deformação.

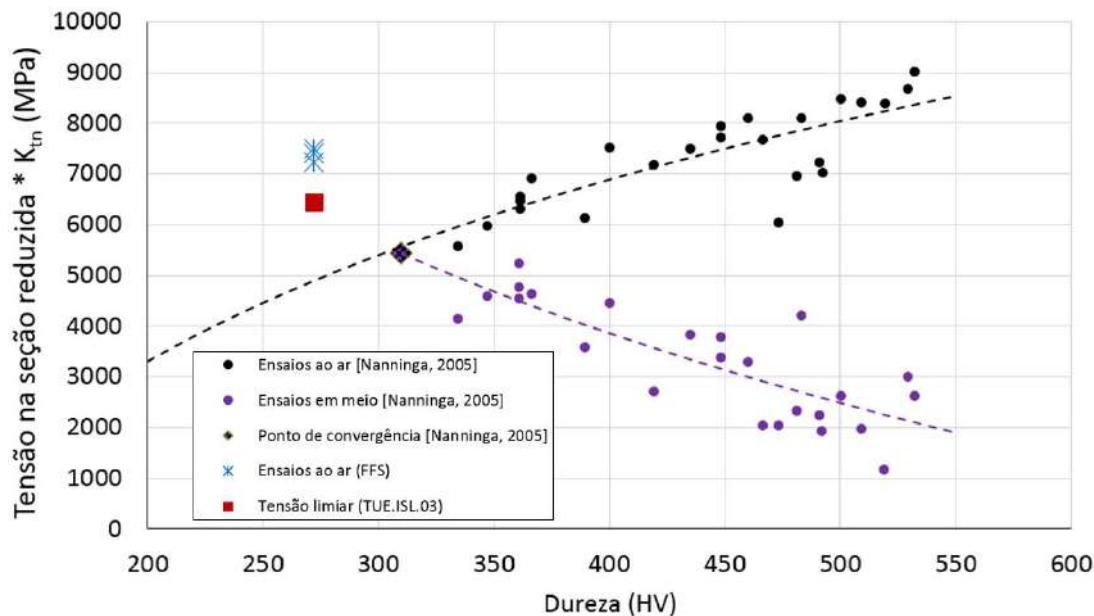


Figura 197 – Dados de tensão de falha na seção reduzida para ensaios ao ar e tensão limiar em meio da Figura 196 corrigidos pelos fatores de tensões (Tabela 34) com ajustes logarítmicos e comparação com os resultados do presente trabalho.

Lufrano & Sofronis (1998a) demonstraram através de análise numérica que em temperatura ambiente e em sistemas de baixa fugacidade, como ferro e aços de baixa resistência (limite de escoamento simulado de 250 MPa), hidrogênio tende a acumular mais nas regiões de elevada deformação plástica, onde a quantidade de armadilhas é maior (especialmente discordâncias). Portanto, em aços de baixa resistência e situações de elevada deformação plástica, como em entalhes ou trincas embutidas, com deformação plástica superior a ~2,0%, a concentração de hidrogênio próxima à superfície da trinca ou do entalhe será superior à concentração de hidrogênio no pico de tensão hidrostática. Já em um aço de alta resistência (limite de escoamento simulado de 1200 MPa), mesmo com valores de deformação plástica de 2,3%, a concentração máxima de

hidrogênio ocorre no pico de tensão hidrostática e não na superfície do entalhe. Estas conclusões foram corroboradas por diversos outros trabalhos: Lufrano & Sofronis (1996, 1998b), Sofronis & Lufrano (1999), Nibur *et al.* (2010), Nibur *et al.* (2013), Dadfarnia *et al.* (2011).

A Figura 198 apresenta os resultados de Wang *et al.* (2005a) com corpos de prova entalhados para um aço de alta resistência (1320 MPa). Os autores utilizaram 3 tipos de entalhes com diferentes fatores de concentração de tensão (2,1; 3,3 e 4,9) e mediram o teor de hidrogênio difusível após ensaio através da técnica de espectrometria de dessorção térmica (TDS). Os ensaios foram realizados em baixa taxa de deformação (BTD), com registro da tensão máxima na seção reduzida (NTS - *Notch Tensile Strength*). A taxa de deslocamento máxima para garantir valores invariantes foi definida em outro trabalho dos autores (Wang *et al.*, 2005c). Os resultados de tensão máxima na seção reduzida em função do teor de hidrogênio difusível estão na Figura 198a. As curvas apresentam o comportamento esperado com redução da tensão com aumento do teor de hidrogênio e valores menores para os entalhes mais agudos. Com o auxílio de análise numérica os autores avaliaram a tensão máxima principal e a concentração de hidrogênio à frente dos entalhes (Figura 198b e Figura 198c). Observa-se claramente que o pico de concentração de hidrogênio acompanha a localização do pico de tensão máxima principal. E, conforme sugerido pelas conclusões de Lufrano & Sofronis (1998), ao plotar os resultados em função dos picos de tensão máxima principal e dos picos de concentração de hidrogênio (Figura 198d), todos os entalhes convergem para uma única curva, comprovando o controle do mecanismo por tensão para este aço de alta resistência.

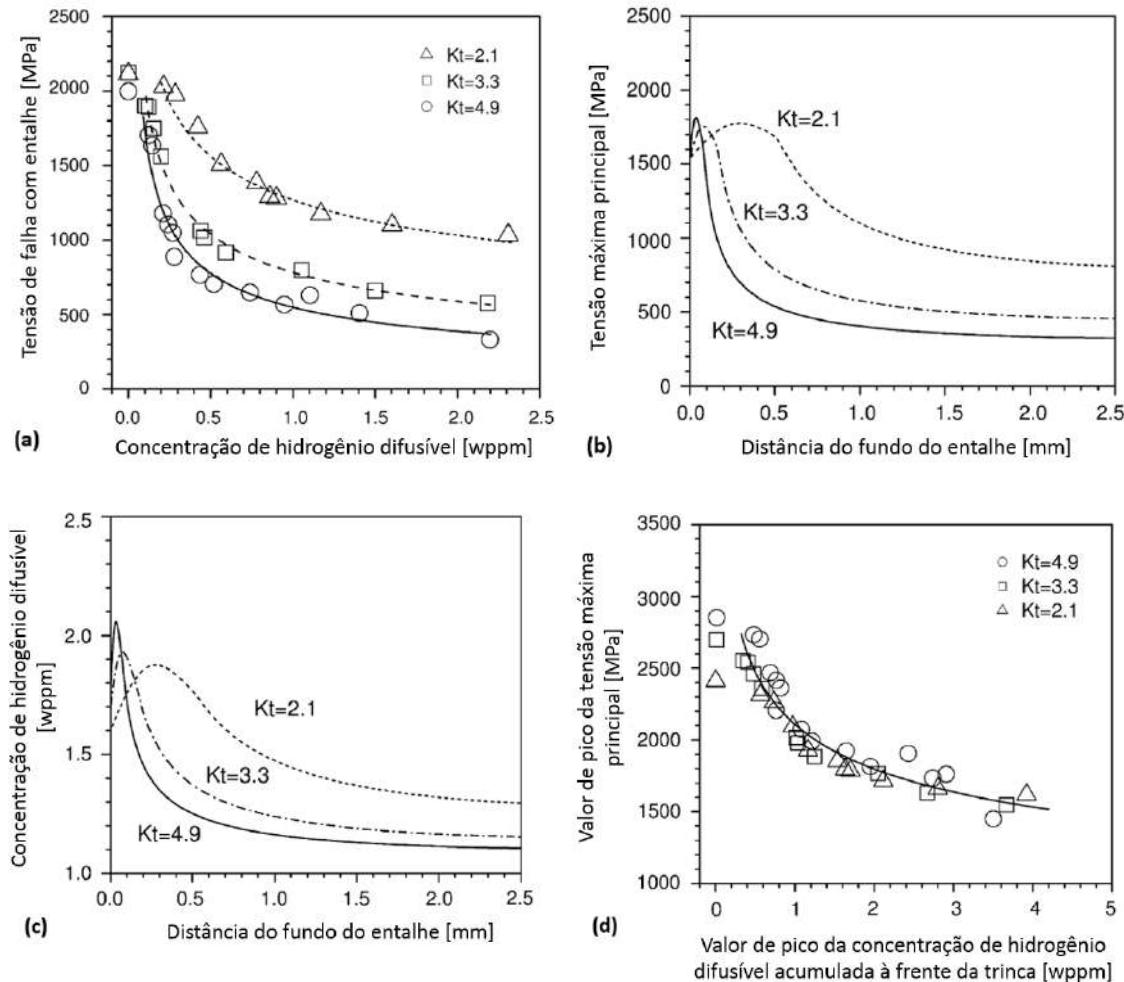


Figura 198 – (a) Resultados de tensão na seção reduzida para diferentes entalhes em função do teor de hidrogênio difusível medido por espectrometria de dessorção térmica (b) Perfis de tensão máxima principal à frente do entalhe obtidos por elementos finitos ( $C_{\text{Hdiff}} = 1 \text{ ppm}$ ) (c) Perfis da concentração de hidrogênio difusível à frente do entalhe obtidos por elementos finitos ( $C_{\text{Hdiff}} = 1 \text{ ppm}$ ) (d) Ajuste de todas as curvas de (a), em função apenas do pico de tensão máxima principal e do pico de hidrogênio difusível no momento da falha (Wang *et al.*, 2005a)

Estes resultados são corroborados por observações do presente autor em metalografia de fixadores em aço alta resistência (44 HRC) sujeitos a fragilização por hidrogênio (Figura 199) e pelos próprios autores (Wang *et al.*, 2005a) nas superfícies de fratura onde detectaram “lábios de cisalhamento” no fundo do entalhe, seguidos depois por propagação intergranular, micromecanismo típico de aços de alta resistência (Figura 200). Os “lábios de cisalhamento” são maiores quanto menos crítico o entalhe e menor o teor de hidrogênio. A iniciação do trincamento intergranular a uma distância da superfície do entalhe é condizente com o pico de tensão máxima principal e hidrogênio. Entretanto, a nomenclatura “lábio de cisalhamento” (*shear lip*) não é necessariamente adequada – a

única imagem em grande magnificação fornecida pelos autores sugere um mecanismo misto de quasi-clivagem e microcavidades, certamente facilitado pela presença de hidrogênio. A Figura 201 apresenta uma fractografia da amostra TUE.ISL.02 em grande aumento na região do fundo do entalhe. Assim como para todas as outras amostras, o mecanismo de quasi-clivagem foi observado diretamente a partir do fundo do entalhe, progredindo para uma propagação por coalescimento de microcavidades após uma distância de aproximadamente 180  $\mu\text{m}$ . Esta observação, junto com as conclusões de Lufrano & Sofronis (1998), indicam que o fator de controle para a nucleação e propagação de trinca a partir dos entalhes no material da presente dissertação não é a tensão máxima principal e, sim, a deformação plástica. Seria necessário atingir um nível de deformação plástica suficiente para acúmulo de hidrogênio junto à superfície do entalhe, altamente deformada (Figura 202 adaptada de Wang *et al.*, 2005a).

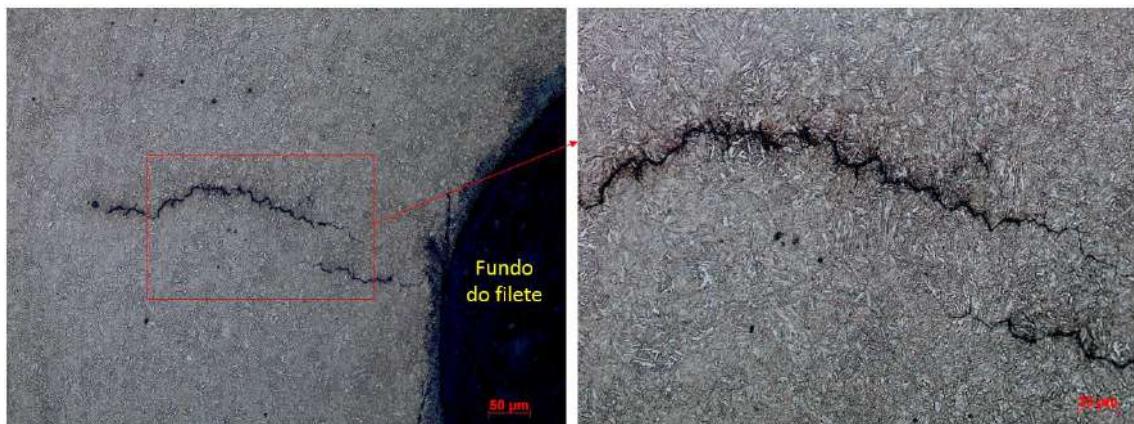


Figura 199 – Trincas intergranulares de fragilização por hidrogênio nucleadas à frente do fundo do filete de um fixador em aço de alta resistência (44 HRC).

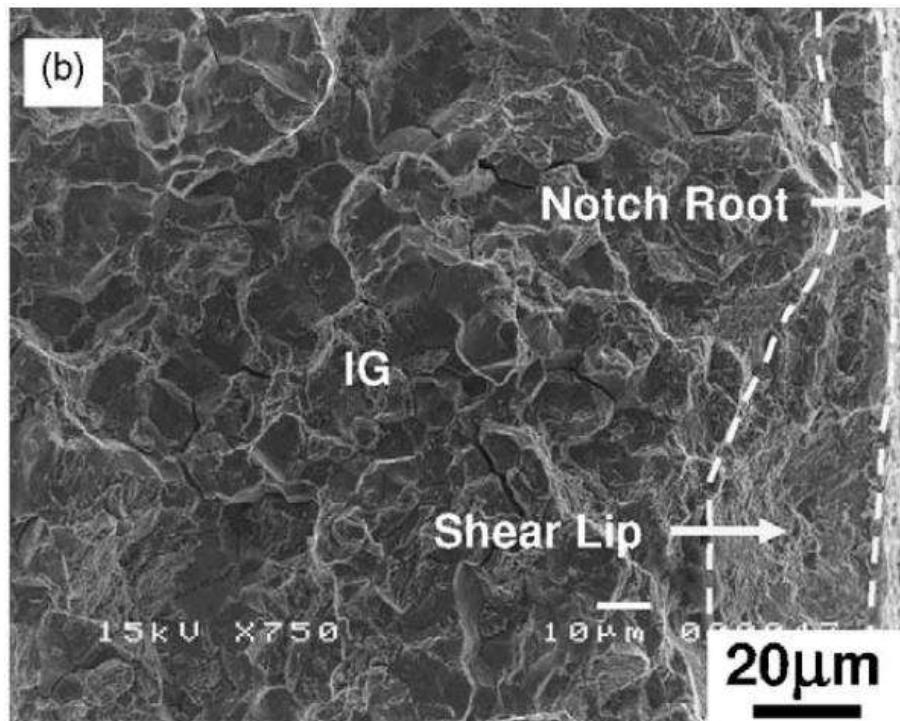


Figura 200 – Fractografia em MEV da região de iniciação em corpo de prova de  $K_t = 3,3$  e teor de hidrogênio de 1 ppm. Estão identificados o fundo do entalhe (*notch root*), o lábio de cisalhamento (*shear lip*) e a região de propagação intergranular (*IG*) (Wang *et al.*, 2005a).

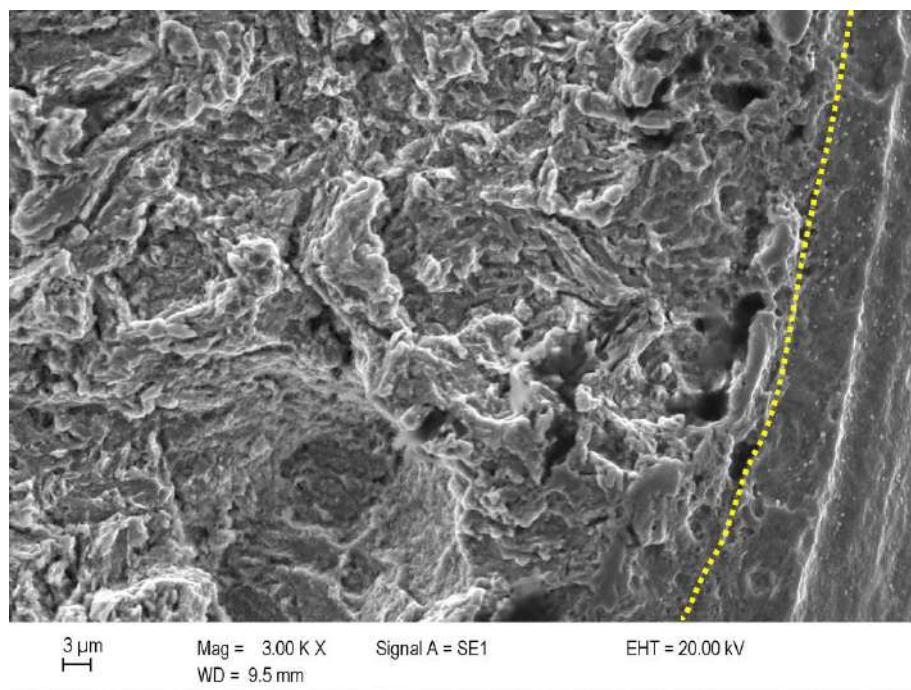


Figura 201 – Fractografia em MEV do corpo de prova TUE.ISL.02 do presente trabalho mostrando a nucleação diretamente do fundo do entalhe já em micromecanismo de quasi-clivagem

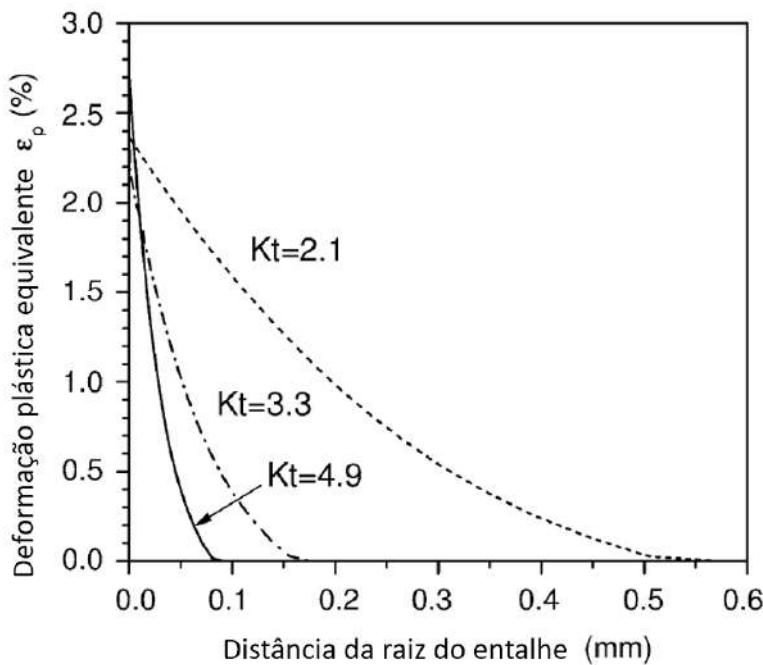


Figura 202 – Perfis de deformação plástica equivalente à frente do entalhe obtidos por elementos finitos ( $C_{H\text{diff}} = 1$  wppm) (Wang *et al.*, 2005a).

De forma a investigar o perfil de tensões e deformações à frente do entalhe no corpo de prova TUE.ISL.03 na carga limiar foi realizada uma análise de elementos finitos axissimétrica do corpo de prova. Foram utilizados o limite de escoamento e resistência do aço baixa-liga (776 MPa e 924 MPa, respectivamente) para construção de uma curva tensão x deformação verdadeira pela metodologia MPC (API 579, 2017). A análise elastoplástica foi executada com elementos quadráticos no software Abaqus®. Os resultados dos perfis estão apresentados na Figura 203. Assim como nos resultados de Wang *et al.* (2005a), observa-se um pico de tensão máxima principal (1714 MPa) a uma distância de 56  $\mu\text{m}$  do fundo do entalhe e um pico de deformação plástica equivalente (16,86%) diretamente no fundo do entalhe, junto com um pico de tensão equivalente de 1076 MPa. Vale notar que o valor do pico de tensão máxima principal é próximo do valor de  $\sim 1800$  MPa observado por Wang *et al.* (2005a) para o corpo de prova com  $K_t$  de 4,9. Entretanto, nenhum dos picos de deformação plástica equivalente em Wang *et al.* (2005a) ultrapassa 3%, sendo muito inferiores ao valor de 16,86% encontrado. Estas discrepâncias estão diretamente ligadas à diferença de limite de escoamento (776 MPa vs. 1320 MPa). Elas sugerem, inclusive - tomando como referência os resultados de Lufrano & Sofronis (1998) - que para o aço de 776 MPa o controle do processo de fragilização por hidrogênio seja de fato pelo nível de deformação plástica. O aumento significativo de discordâncias

nesta região, funcionando como armadilhas reversíveis aumentaria localmente a concentração de hidrogênio difusível até níveis capazes de nuclear trincas. Esta conclusão tem consequências interessantes do ponto de vista de modelagem numérica do processo de fratura por hidrogênio, já que a participação das armadilhas reversíveis é crítica e o processo não é controlado apenas pelo pico de tensão hidrostática.

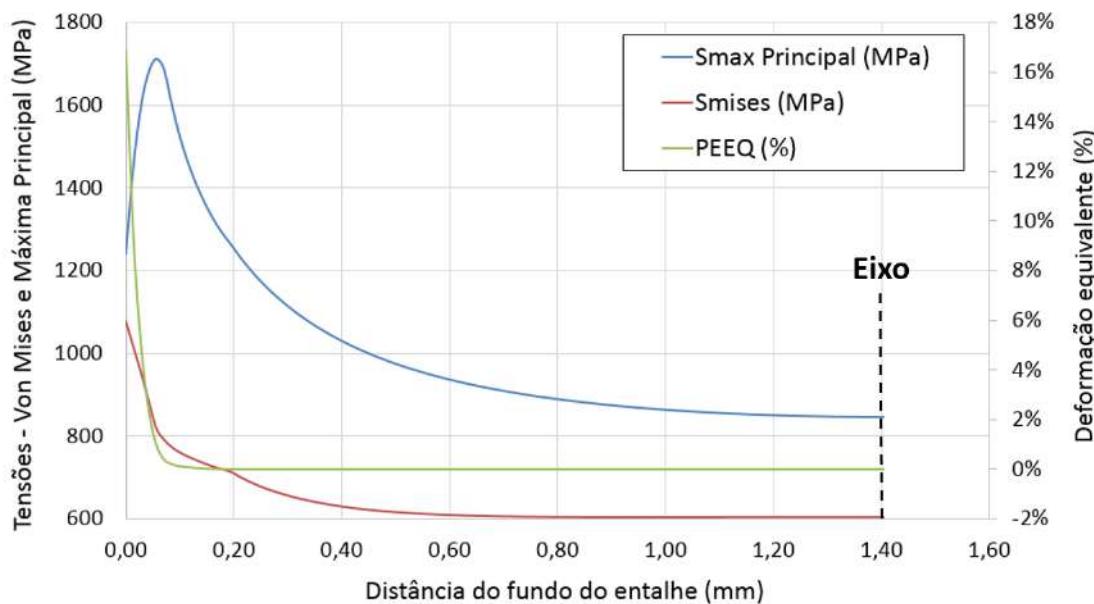


Figura 203 – Perfis de deformação plástica equivalente (PEEQ), tensão máxima principal e tensão equivalente (Von Mises) à frente do entalhe do corpo de prova TUE.ISL.03 obtidos pelo método de elementos finitos

Resultados de ensaios de baixa taxa de deformação corroboram a necessidade de níveis de deformação significativos para falha em aços baixa liga com durezas inferiores a 35 HRC (Figura 204). Foram obtidas curvas tensão x deformação para um aço AISI 4140 temperado e revenido com dureza de 35 HRC em corpos de prova lisos ( $\varnothing$  6 mm) ao ar e em meio hidrogenado idêntico ao do presente trabalho (3,5% NaCl com potencial aplicado de  $-1100$  mV Ag/AgCl). As taxas de deformação aplicadas em meio foram de  $1,0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  e  $5,0 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , resultando em tempos para falha de 17 dias e 32 dias, respectivamente. É interessante observar que ambos ensaios em meio atingiram a carga máxima (o limite de resistência) e o nível de deformação uniforme dos ensaios ao ar. Somente após a instabilidade e o empescoçamento ocorre a falha em um nível de deformação plástica total significativamente menor que o observado nos ensaios ao ar. O

empescoçamento consiste, justamente, em um acúmulo de deformação plástica localizado.

Outra observação é relativa à diferença de ductilidade entre os ensaios com taxas de  $1,0 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  e  $5,0 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Isto é, apesar dos valores baixos de taxa de deformação, o nível de fragilização medido não é invariante. Seriam necessários novos testes em taxas ainda menores para identificar o maior valor de taxa que fornece resultados invariantes.

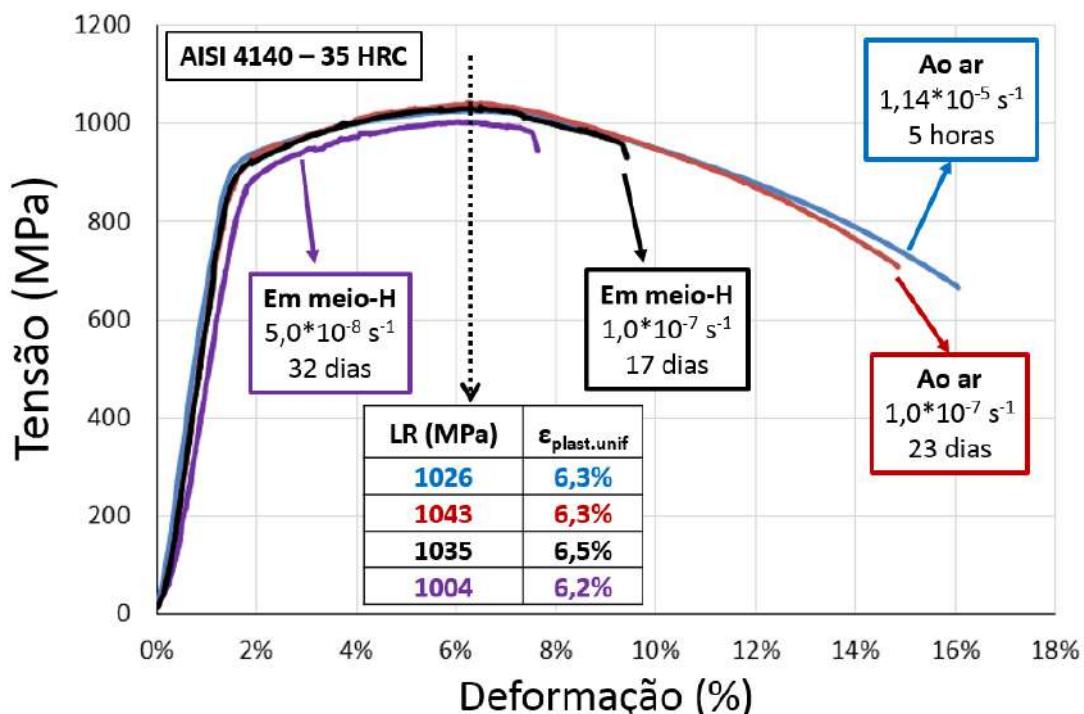


Figura 204 – Curvas de ensaio baixa taxa de deformação (carregamento contínuo) em corpos de prova lisos de aço baixa liga AISI 4140 de 35 HRC. Curvas ao ar e em meio de 3,5% NaCl/-1100 mV Ag/AgCl. As taxas de deformação aplicadas e os tempos até falha estão identificados, assim como os valores de Limite de Resistência (LR) e deformação plástica uniforme das 4 curvas (trabalho próprio, não publicado)

## V.2 Comparação com resultados de literatura – $K_{TH-EHE}$

Como comentado anteriormente, ensaios em meio agressivo possuem uma dependência significativa dos procedimentos experimentais, do tipo de corpo de prova utilizado, da agressividade do meio e do material empregado. Existe na literatura uma grande quantidade de resultados quantitativos para aços de alta-resistência e ultra-alta-resistência. Para aços baixa liga de menor resistência é mais comum encontrar resultados de ensaios comparativos como baixa taxa de deformação (BTD) ou resultados em meios agressivos diferentes, como hidrogênio gasoso e soluções salinas com  $H_2S$ .

A Figura 205 apresenta resultados de  $K_{TH}$  para aços baixa-liga Fe-Ni-Cr-Mo e Fe-Cr-Mo em hidrogênio gasoso obtidos a partir dos documentos “*Technical Reference on Hydrogen Compatibility of Materials - Low-Alloy Ferritic Steels*” editados por San Marchi & Somerday (2005) para o *Sandia National Laboratories*. Os artigos de referência para os resultados são, novamente, Loginow & Phelps (1975) e Walter. & Chandler (1969). Os valores de  $K_{TH-EHE}$  obtidos para os corpos de prova C(T) e SE(B) estão mostrados como retas tracejadas. A primeira observação é em relação à dispersão de resultados. Diversos valores fogem das tendências claras de menores valores de  $K_{TH}$  para maiores limites de escoamento e maiores pressões de hidrogênio. A segunda observação é que, devido à dispersão, os valores de  $K_{TH-EHE}$  do presente trabalho estão na mesma faixa dos valores obtidos em hidrogênio gasoso desde pressões de 21 MPa até aproximadamente 62 MPa. Infelizmente, a comparação de valores obtidos em diferentes meios e diferentes aços não é trivial. Seria necessário calcular para cada pressão de hidrogênio e aço usado a concentração de hidrogênio difusível, ou seja, o hidrogênio na rede cristalina e em armadilhas reversíveis que pode participar do processo de fratura. Embora estes dados possam ser obtidos a partir de ensaios de permeação, efeitos da quantidade e tipo de armadilhas reversíveis e irreversíveis em cada aço e do procedimento experimental para os diferentes meios dificultam a transferência e comparação de resultados (Griffiths & Turnbull, 1995) (Grabke & Riecke, 2000).

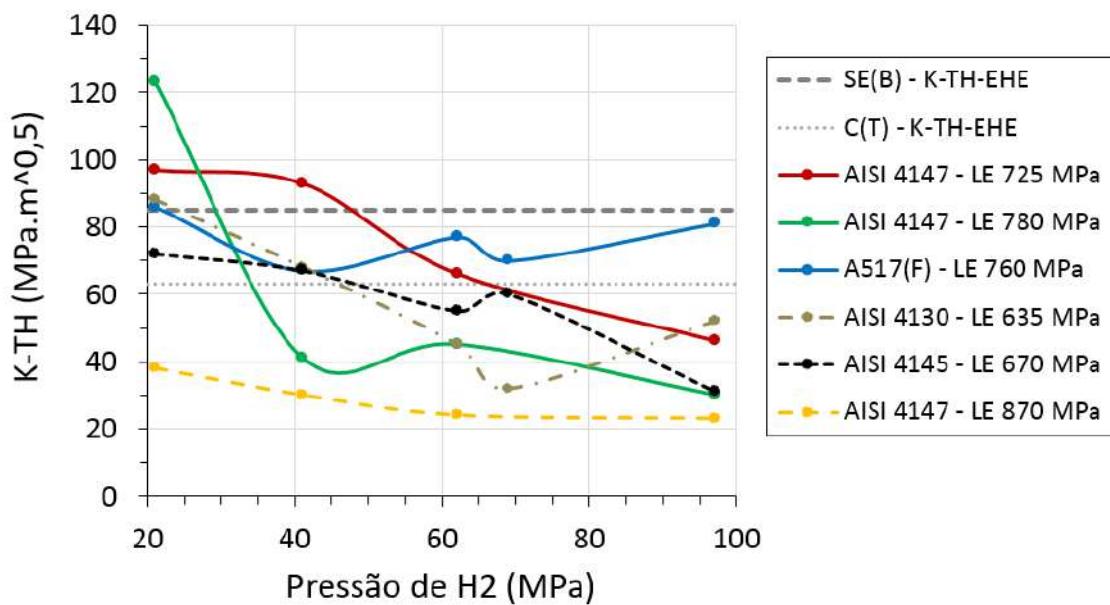


Figura 205 – Resultados de  $K_{TH}$  em hidrogênio gasoso para diferentes aços de limite escoamento próximo do utilizado neste trabalho, em função da pressão de hidrogênio (Loginow & Phelps (1975) e Walter. & Chandler (1969) *apud* San Marchi & Somerday (2005)).

Para permitir a comparação de resultados com maior confiabilidade, foram verificados em trabalhos na literatura os valores de concentração de hidrogênio difusível ( $C_{H\text{diff}}$ ) em solução salina com potencial catódico aplicado. Todos estes resultados estão reportados na Figura 206. Robinson & Kilgallon (1994) realizaram ensaios de permeação em membrana de aço baixa-liga encruado com polarização catódica, com e sem  $H_2S$ , devido à presença de bactérias redutoras de sulfato. Os valores obtidos com  $H_2S$  também estão reportados a título comparativo apenas. Hörnlund *et al.* (2007) realizaram ensaios em aço carbono 520M em solução salina com proteção catódica e diversos contaminantes. Apenas os resultados sem contaminantes estão reportados. Scully (2012) realizou ensaios de permeação e célula de Barnacle em água do mar artificial a 40°C com proteção catódica para determinação dos teores de hidrogênio difusível ( $C_{H\text{diff}}$ ). Os valores obtidos para as células de Barnacle foram calculados com coeficientes de difusão de 1 a  $4 \times 10^{-7}$   $\text{cm}^2/\text{s}$ . Além disto, o autor também realizou medições de hidrogênio total através da técnica de espectrometria de dessorção térmica (TDS); estes valores também estão reportados a título comparativo.

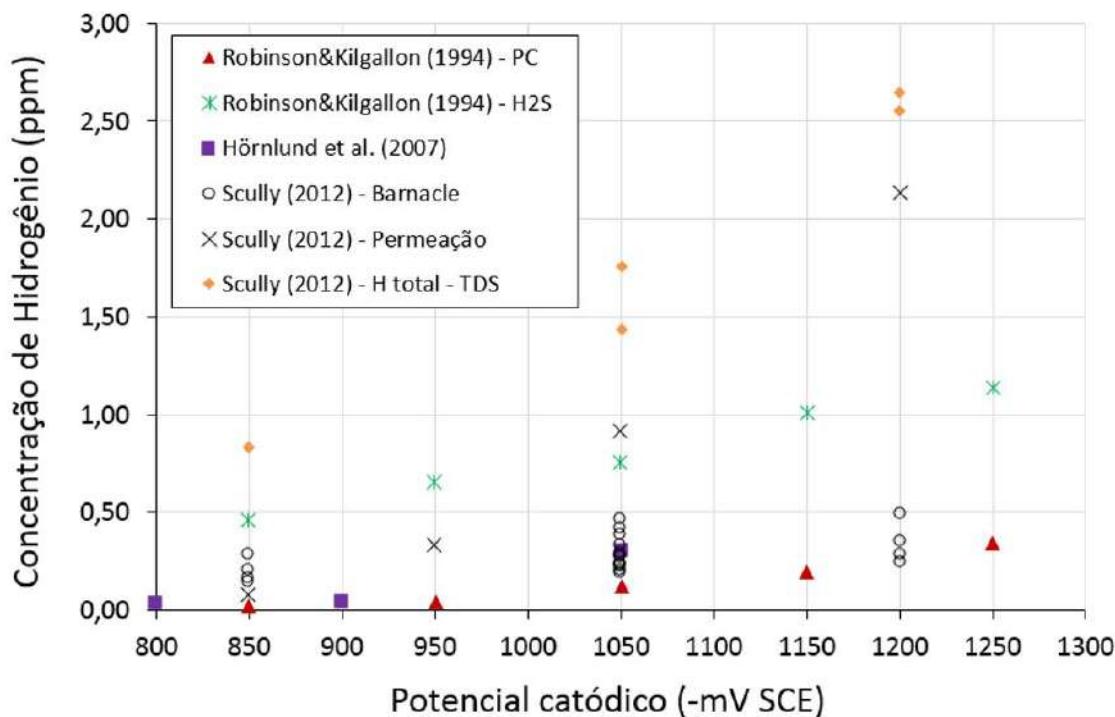


Figura 206 – Valores de hidrogênio difusível e hidrogênio total para diferentes potenciais catódicos aplicados em soluções salinas. Referências na legenda.

Estes resultados estão apresentados em maior detalhe na faixa de interesse na Figura 207. Observa-se uma dispersão significativa dos resultados, em especial entre os resultados da célula de Barnacle e de permeação de Scully (2012), assim como dentre os resultados da célula de Barnacle em função do coeficiente de difusão utilizado. Para o potencial catódico utilizado neste trabalho de -1150mV SCE (-1100mV Ag/AgCl), podemos considerar que os resultados variam de 0,2 ppm (Robinson & Kilgallon, 1994) até os resultados máximos de Scully (2012) para -1050mV SCE e -1200mV SCE, próximos de 0,5 ppm. Estes limites foram usados, portanto, para comparação com resultados de literatura a seguir.

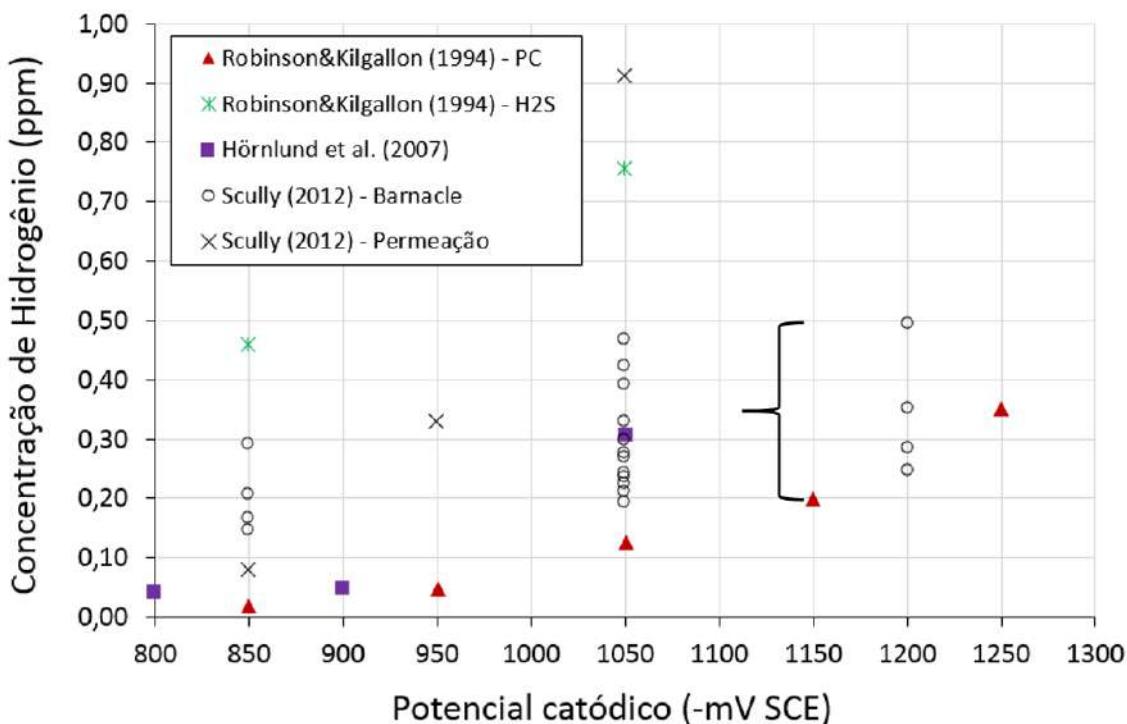


Figura 207 – Valores de hidrogênio difusível e hidrogênio total para diferentes potenciais catódicos aplicados em soluções salinas. Referências na legenda.

A dependência de  $K_{TH-EHE}$  em função do limite de escoamento e da concentração de hidrogênio difusível é bem estabelecida na literatura. Exemplo desta dependência são os resultados da Figura 205 em hidrogênio gasoso. Gangloff (2008) compilou diversos resultados de  $K_{TH-EHE}$  obtidos em hidrogênio gasoso para 4 níveis de limite de escoamento em função da concentração de hidrogênio difusível (Figura 208). O ajuste realizado para os resultados de 1400 MPa é dado por uma equação de potência (Equação 25). Os ajustes dos limites de escoamento de 700 MPa e 300 MPa foram realizados com a mesma equação de base, mantendo a inclinação da reta.

$$K_{TH}(MPa\sqrt{m}) = 13,2 \times C_{Hdiff}^{-0,18} (wppm) \quad \text{Equação 25}$$

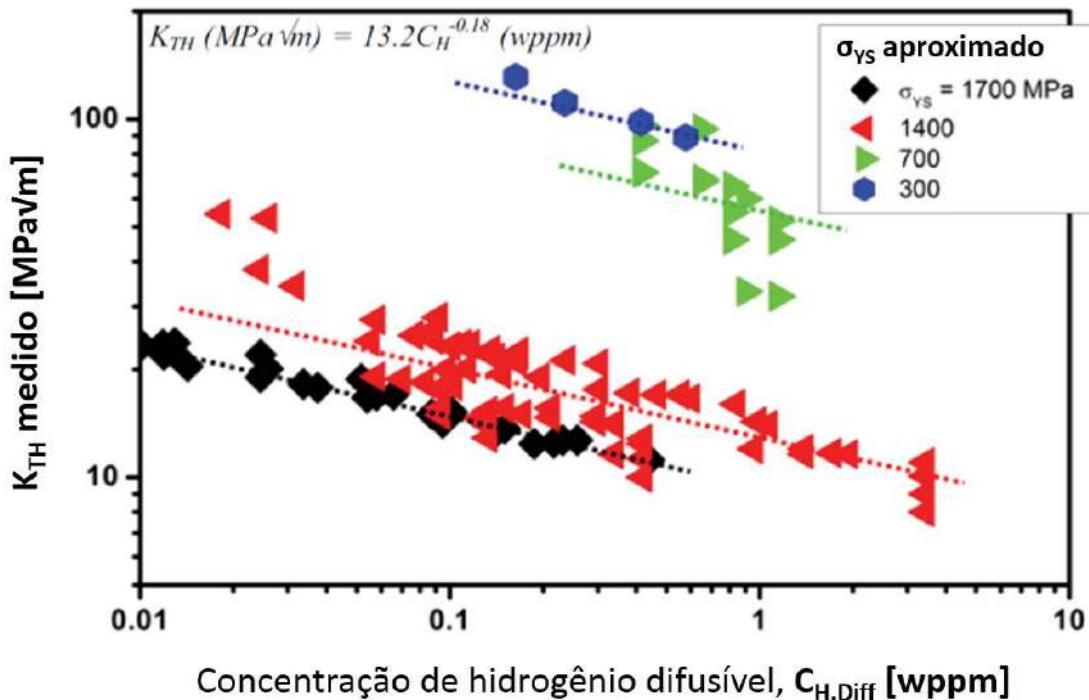


Figura 208 –  $K_{TH}$  medido em ensaios de hidrogênio gasoso em função da concentração de hidrogênio difusível para diferentes níveis de limite de escoamento em aços (Gangloff, 2008)

Os dados de Gangloff (2008) para o limite de escoamento de 700 MPa foram utilizados como base para o comparativo com os dados obtidos nesta dissertação, considerando os valores de concentração de 0,2 e 0,5 ppm como representativos do potencial de -1100 mV Ag/AgCl usado (Figura 209). Junto com os dados, foi plotada também a curva de ajuste proposta por Gangloff na Figura 208, com mesma inclinação que o ajuste dos dados de 1400 MPa. A equação desta curva é dada pela Equação 26. Além disto, foi refeito o ajuste dos dados de limite de escoamento de 700 MPa, mantendo a função polinomial, o resultado deste novo ajuste é dado pela Equação 27 e também está mostrado na Figura 209.

O novo ajuste tem validade limitada à faixa de valores de concentração onde foi obtido. Extrapolações para valores inferiores a 0,2 ppm tendem a estimar valores excessivamente elevados de  $K_{TH}$ . Considerando a dispersão elevada de resultados para este nível de limite de escoamento, os resultados de  $K_{TH-EHE}$  do presente trabalho apresentam boa correlação com as curvas de ajuste, sendo que para 0,2 ppm a correlação é melhor com o ajuste de Gangloff (2008) – Equação 26, enquanto para 0,5 ppm a correlação é melhor com o novo ajuste – Equação 27.

$$K_{TH}(MPa\sqrt{m}) = 55,19 \times C_{Hdiff}^{-0,197}(wppm) \quad \text{Equação 26}$$

$$K_{TH}(MPa\sqrt{m}) = 49,76 \times C_{Hdiff}^{-0,60}(wppm) \quad \text{Equação 27}$$

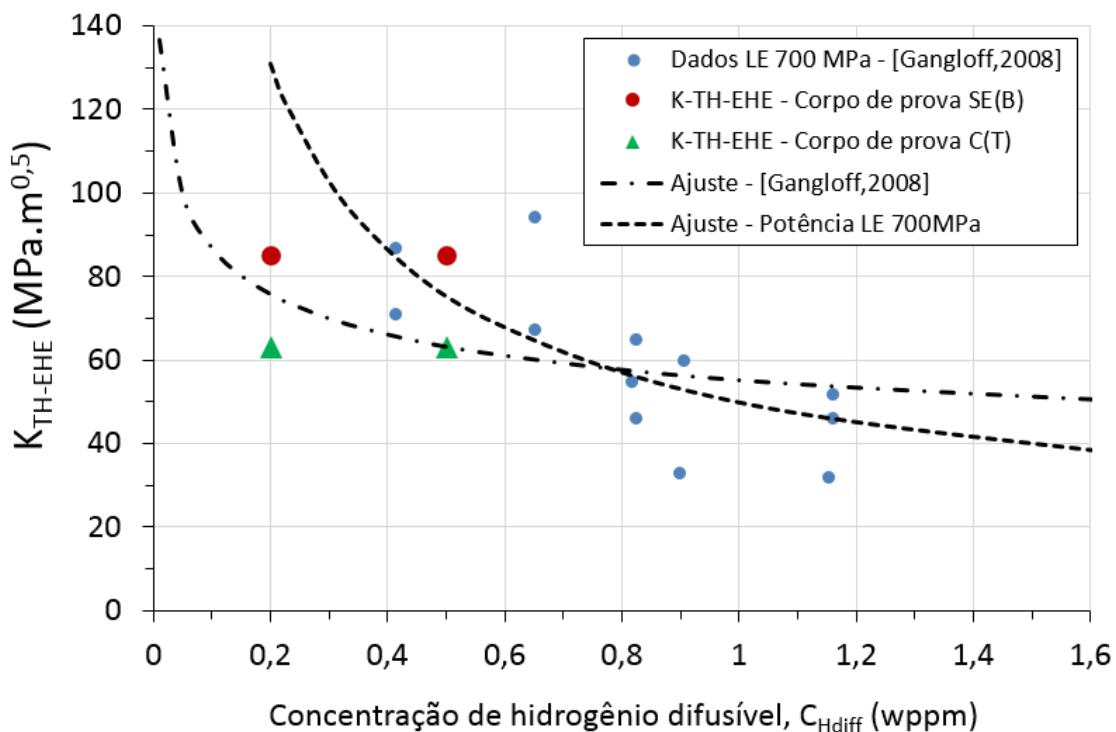


Figura 209 – Dados de  $K_{TH}$  para o limite de escoamento 700 MPa da Figura 208, junto com curvas de ajuste dadas pela Equação 26 e pela Equação 27. Os dados de  $K_{TH-EHE}$  do presente trabalho estão plotados para os dois valores limites de concentração de hidrogênio difusível: 0,2 e 0,5 ppm.

A partir da comparação com dados de literatura, foi possível observar que os resultados experimentais obtidos para corpos de prova entalhados e pré-trincados apresentam boas correlações com os dados disponíveis. Na seção seguinte, estes resultados serão utilizados para uma análise de adequação ao uso em um fixador submarino hipotético. Apesar da boa correlação, os resultados experimentais de  $K_{TH-EHE}$  têm seu uso limitado:

- Os resultados de C(T) foram obtidos em orientação mais crítica e próximos à região do núcleo do corpo de prova;

- Os resultados de SE(B) não foram validados através da Equação 19 para  $K_{Ic}$ , que busca garantir condições de controle de  $K$  e triaxialidade;

Por estes motivos, o valor de tenacidade  $K_{TH-EHE}$  a ser utilizado nas análises de adequação ao uso será o limite de valor válido para o corpo de prova SE(B):  $71 \text{ MPa.m}^{0.5}$  (calculado pela Equação 19). Este valor apresenta um fator de segurança de 1,2 em relação ao resultado original de  $85 \text{ MPa.m}^{0.5}$ . O uso de  $71 \text{ MPa.m}^{0.5}$  para as análises de integridade está, portanto, de acordo com a norma BS 7910 que sugere um fator de segurança para valores de tenacidade em meio ( $f_{SCC}$ ).

### V.3 Análise de Integridade Simplificada – $K_{TH-EHE}$

Fixadores estão sujeitos geralmente a dois mecanismos principais de falha: fadiga e trincamento assistido pelo meio (Bickford, 1998). Um dos princípios básicos para evitar falhas por fadiga é aplicar uma pré-carga suficientemente elevada de forma a garantir o aperto da junta e evitar a transferência de cargas cíclicas aos fixadores. Por outro lado, pré-cargas excessivamente elevadas favorecem os mecanismos de trincamento assistido pelo meio.

A análise de integridade de fixadores é simplificada de diversas formas. Um primeiro exemplo é o uso de corpos de prova de tração entalhados para representar os filetes e o efeito de concentração de tensões, conforme realizado neste trabalho e na norma ASTM F519, por exemplo. Uma abordagem de mecânica da fratura simplificada e conservadora pode ser utilizada para avaliar o efeito de pré-carga. Esta abordagem foi detalhada por Louis Raymond em uma série de cinco artigos e será discutida a seguir (Raymond, 1989, 1990a-d).

Considerando as dimensões básicas de um fixador: D (diâmetro maior) e d (diâmetro menor), a altura do filete é dada por  $(D - d)/2$ . A abordagem proposta por Raymond (1989) consiste em definir um tamanho de trinca (a) igual à altura do filete, partindo do fundo deste (Figura 210). No caso do componente utilizado como referência neste trabalho, as dimensões D, d e a são, respectivamente, 60,33 mm; 54,61 mm e 2,86 mm.

A equação do fator de intensidade de tensões aplicado é dada, portanto, pela Equação 13, onde Y é o fator de correção e consiste em uma função da geometria, enquanto  $\sigma$  corresponde às tensões aplicadas. No caso de fixadores, podemos considerar que só existem contribuições de tensões primárias, descartando quaisquer efeitos de tensões secundárias (ex. tensões térmicas ou residuais).

$$K_I = (Y\sigma) \times \sqrt{\pi \times \frac{(D - d)}{2}} \quad \text{Equação 28}$$

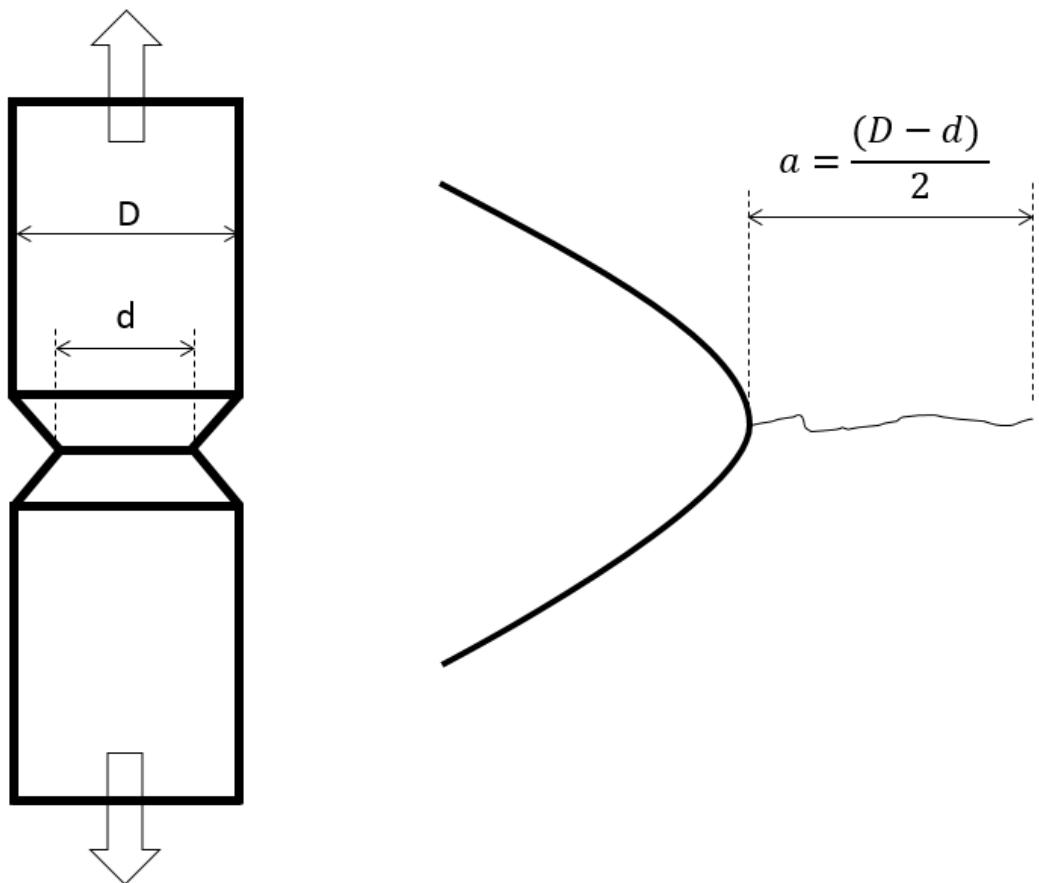


Figura 210 – Representação esquemática de um fixador como uma barra redonda com entalhe circunferencial indicando as principais dimensões e a aproximação de uma trinca no fundo do filete

A norma BS 7910 apresenta soluções para diferentes configurações de componentes e trincas a partir de equações gerais para os fatores geométricos e as tensões aplicadas, que são ajustadas a partir de diversos fatores de magnificação e correção. A equação geral para tensões primárias é dada pela Equação 29:

$$(Y\sigma)_p = M f_w \{ k_{tm} M_{km} M_m P_m + k_{tb} M_{kb} M_b [P_b + (k_m - 1)P_m] \} \quad \text{Equação 29}$$

Onde,

$M$  Fator de correção para *bulging*

$f_w$	Fator de correção relativo à seção remanescente
$k_{tm}$	Fator de concentração de tensões para tensão de membrana
$P_m$	Tensão de membrana
$k_{tb}$	Fator de concentração de tensões para tensão de flexão
$M_{km}$	
$M_m$	Fatores de magnificação da intensidade de tensões
$M_{kb}$	
$M_b$	
$P_b$	Tensão de flexão
$k_m$	Fator de magnificação devido ao desalinhamento

Em ambas as soluções tipicamente utilizadas para fixadores, a Equação 29 pode ser simplificada, já que grande parte dos fatores de correção e magnificação são unitários e a tensão de flexão pode, em um primeiro momento ser considerada como nula (Equação 30 e Equação 31). A equação geral pode ser reduzida para depender apenas dos parâmetros  $k_{tm}$ ,  $M_m$  e da tensão de membrana, diretamente relacionada à pré-carga aplicada (Equação 32).

$$M = f_w = M_{km} = M_{kb} = k_m = 1 \quad \text{Equação 30}$$

$$P_b = 0$$

$$(Y\sigma)_p = k_{tm} M_m P_m \quad \text{Equação 31}$$

$$K_I = k_{tm} M_m P_m \times \sqrt{\pi \times \frac{(D - d)}{2}} \quad \text{Equação 32}$$

As geometrias utilizadas tipicamente para fixadores consistem nas soluções de trinca circunferencial completa em uma barra redonda (Figura 211a) e em trincas semielípticas em fixadores (Figura 211b) (BS 7910, 2013). Entretanto, a solução de trincas

semielípticas está mais associada a propagações por fadiga (ex. Figura 212), onde a frente de trinca pode de fato se tornar reta e geralmente existe um efeito muito mais significativo de flexão. No caso de falha de fixadores por trincamento assistido pelo meio em materiais de elevada tenacidade, o efeito de concentração de tensões do filete é em geral preponderante e a trinca apresenta uma propagação de forma concêntrica, ao longo de praticamente todo o perímetro, mais próximo da solução para barras redondas. O uso da solução mais adequada para trincamento assistido pelo meio deve ser avaliada caso a caso, em função do material de interesse e do meio agressivo em questão. Baggerly (1997), por exemplo, utilizou a solução de trinca semielíptica de Liu (1995) para discutir a fragilização por hidrogênio em fixadores de aço baixa liga. Entretanto, em análises de componentes de aço baixa liga similares ao estudo nesta dissertação com durezas de até 37 HRC foram observadas frentes de propagação concêntricas. Logo, a solução utilizada neste trabalho foi de trinca circumferencial completa em uma barra redonda.

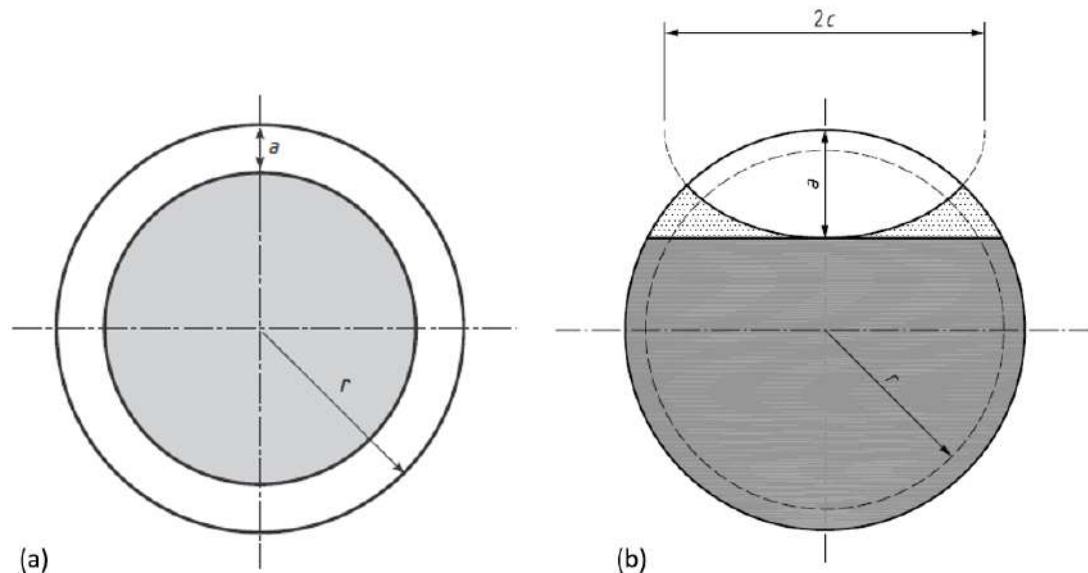


Figura 211 – Definição das geometrias de (a) trinca circumferencial completa em barra redonda e (b) trinca semielíptica em fixador (Adaptadas de BS 7910, 2013)



Figura 212 – Foto em lupa estereoscópica da superfície de fratura de um fixador ilustrando a região de propagação subcrítica em fadiga (parte reta inferior) e a região de propagação abrupta

A solução da BS 7910 (2013) para o fator de intensidade de tensões de uma trinca circumferencial completa em uma barra redonda tem como referência o trabalho de Tada *et al.* (1973) e o fator  $M_m$  é dado pela Equação 33. O fator  $M_b$  não é necessário nesta avaliação já que a tensão de flexão é nula.

$$M_m = \frac{r^{1,5}}{2(r-a)^{1,5}} \left[ 1 + 0,5 \left( \frac{r-a}{r} \right) + 0,375 \left( \frac{r-a}{r} \right)^2 - 0,363 \left( \frac{r-a}{r} \right)^3 + 0,731 \left( \frac{r-a}{r} \right)^4 \right] \quad \text{Equação 33}$$

Onde,

$$r = \frac{d}{2}$$

Já a solução da BS 7910 (2013) para a tensão de referência (utilizada na avaliação de  $L_r$  no diagrama FAD) de uma trinca circumferencial completa em uma barra redonda tem como referência o trabalho de Miller (1988), sendo dada pela Equação 34.

$$\sigma_{ref} = \frac{P_m}{\left(1 - \frac{a}{r}\right)^2} + \frac{3\pi P_b^0}{16 \left(1 - \frac{a}{r}\right)^3}$$
Equação 34

$$L_r = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_{limite\ de\ escoamento}} = \frac{P_m}{\sigma_{LE}} \times \frac{1}{\left(1 - \frac{a}{r}\right)^2}$$
Equação 35

A solução escolhida de barra redonda tem a desvantagem de não considerar o efeito de concentração de tensões diretamente embutido na solução da BS 7910 (2013) como as soluções mencionadas de trinca elíptica em fixadores. Para contabilizar este efeito nos cálculos de  $K$  aplicado é necessário obter o decaimento do fator de concentração de tensões à frente do filete. Neste caso, o fator de concentração de tensões  $k_{tm}$  é tratado como função do tamanho de trinca, e a Equação do fator de intensidade de tensões é dada pela Equação 36. Para o presente caso, ao igualar o tamanho de trinca à altura de filete, temos que  $k_{tm} \sim 1$  (Equação 37).

$$K_I = k_{tm}(a) \times M_m \times P_m \times \sqrt{\pi \times \frac{(D - d)}{2}}$$
Equação 36

$$k_{tm}(a) = k_{tm}\left(\frac{D - d}{2}\right) = k_{tm}(2,86\ mm) = 1$$
Equação 37

A tensão de membrana (tensão média ao longo da seção) pode ser considerada como exatamente o valor de pré-carga projetado para o fixador. Este valor de pré-carga é geralmente estabelecido como um percentual do limite de escoamento mínimo das ligas utilizadas. Por exemplo, para as normas de equipamentos submarinos API SPEC 6A e API SPEC 17D, a pré-carga em uma junta flangeada pode variar de 50 a 73% do limite de escoamento mínimo de 725 MPa (105 ksi) de aços baixa-liga como os graus B7

(ASTM A193, 2016), L7 e L43 (ASTM A320, 2015). A própria aplicação da pré-carga está sujeita a variações inerentes aos equipamentos de aplicação de torque, sua calibração e incertezas associadas aos coeficientes de atrito utilizados (que por sua vez são função de revestimentos e graxa). Segundo a norma ISO 13628-7 (2005) e outros projetos multiclientes de juntas flangeadas esta variação pode chegar a  $\pm 30\%$  para aplicação de pré-carga com registro apenas do torque. Por estes motivos foi realizada uma análise de sensibilidade com o valor da tensão de membrana variando-o de 35% a 100% do limite de escoamento mínimo de 725 MPa.

A curva de avaliação do diagrama FAD foi construída com as propriedades mecânicas médias do material: limite de escoamento de 776 MPa, limite de resistência de 924 MPa e módulo de elasticidade de 206.000 MPa. Inicialmente é definido o valor de *cut-off*, com o limite máximo de  $L_r$  (Equação 38) e em seguida são utilizadas as equações da BS 7910 (2013) da Opção 1 para materiais sem descontinuidade no limite de escoamento (Equação 39 a Equação 42). A curva construída é apresentada na Figura 152.

$$L_{r,max} = \frac{\sigma_{LE} + \sigma_{LR}}{2\sigma_{LE}} \quad \text{Equação 38}$$

Para  $L_r \leq 1$ ,

$$K_r = f(L_r) = \frac{[0,3 + 0,7\exp(-\mu L_r^6)]}{\sqrt{1 + \frac{L_r^2}{2}}} \quad \text{Equação 39}$$

Para  $1 < L_r < L_{r,max}$

$$K_r = f(L_r) = f(1) \times L_r^{\frac{(N-1)}{(2N)}} \quad \text{Equação 40}$$

$$\mu = \min\left(0,001 \times \frac{E}{\sigma_{LE}}; 0,6\right) \quad \text{Equação 41}$$

$$N = 0,3 \times \left(1 - \frac{\sigma_{LE}}{\sigma_{LR}}\right) \quad \text{Equação 42}$$

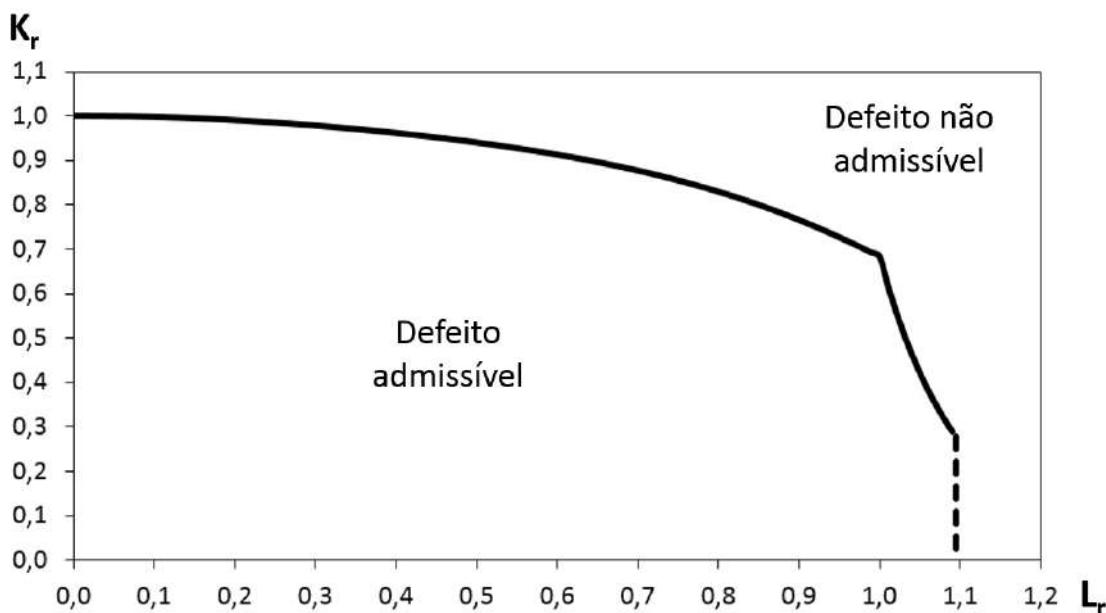


Figura 213 – Curva de admissibilidade do diagrama FAD-EHE construída a partir das propriedades mecânicas do material avaliado e das equações da BS 7910 (2013)

A definição dos pares ( $L_r$ ;  $K_r$ ) para os diferentes valores de tensão de membrana foram obtidos a partir da Equação 35 e da Equação 43. Ao contrário das recomendações da BS 7910 (2013) para utilização de um valor *lower bound* do limite de escoamento na Equação 35, foi utilizado o valor de limite de escoamento médio, devido ao conservadorismo implícito nesta análise simplificada. O valor de  $K_{TH-EHE}$  foi considerado como 71 MPa.m<sup>0,5</sup>, conforme definido ao final da Seção V.2. A correção dos valores obtidos nos ensaios para o limite de valor válido no corpo de prova de 21 x 21 mm já implica em um fator de segurança de 1,20 (= 85/71) não sendo necessário utilizar outro fator (f<sub>SCC</sub>).

$$K_r = \frac{K_I}{K_{TH-EHE}} = \frac{P_m(\text{MPa}) \times 0,10951\sqrt{m}}{71 \text{ MPa}\sqrt{m}} \quad \text{Equação 43}$$

O uso de  $K_{TH-EHE}$  diretamente na definição de  $K_r$  significa que, para a curva de admissibilidade de FAD da Figura 152,  $K_r=1$  corresponde ao valor de tenacidade à fratura em meio. A curva de admissibilidade FAD apresenta uma queda com aumento de  $L_r$ , evidenciando um efeito sinérgico do nível da tensão de referência aplicada e do fator de

intensidade de tensões, que se refere ao mecanismo de falha por colapso plástico e não trincamento assistido pelo meio. Infelizmente, o formato da curva nesta região de sinergia não está disponível para trincamento assistido pelo meio. Inclusive, grande parte da literatura trata o FAD-EHE como uma região retangular dentro do FAD ao ar, sem nenhum efeito sinérgico do aumento de  $K_I$  aplicado concomitante com aumento de tensão de referência. Pelo fato da tenacidade em meio deste material ser próxima dos valores obtidos ao ar e pelas razões expostas acima, o formato da curva FAD-EHE foi considerado o mesmo proposto pela BS 7910 (2013) para situações de colapso plástico. Já a discussão dos corpos de prova entalhados com auxílio de análise numérica (Figura 203) sugere que fatores de concentração significativos são necessários para nuclear trincas por hidrogênio a partir de superfícies lisas. Ou seja, mesmo tensões locais próximas e logo acima do limite de escoamento não devem ser suficientes para nuclear uma trinca por hidrogênio. Desta forma, o limite horizontal da curva de admissibilidade do diagrama FAD foi mantida, inclusive com valores de  $L_r$  superiores a 1.

Os resultados estão apresentados na Figura 214, onde observa-se que uma tensão de membrana de 72% do limite de escoamento mínimo já resulta em um ponto fora da curva de admissibilidade. Esta avaliação simplificada indica que valores de pré-carga nominais de 67 a 73% do limite de escoamento resultam em valores não admissíveis considerando a dispersão da pré-carga (~30%). Já um valor de pré-carga nominal de 50% do limite de escoamento apresentaria uma dispersão de 35% a 65%, resultando em pontos admissíveis. Colocando de outra forma, esta análise preliminar, com uma trinca circunferencial completa de 2,86 mm de profundidade e valor de tenacidade com fator de segurança de 1,2 já resulta em valores admissíveis caso a tensão de membrana (pré-carga) seja de no máximo 72%.

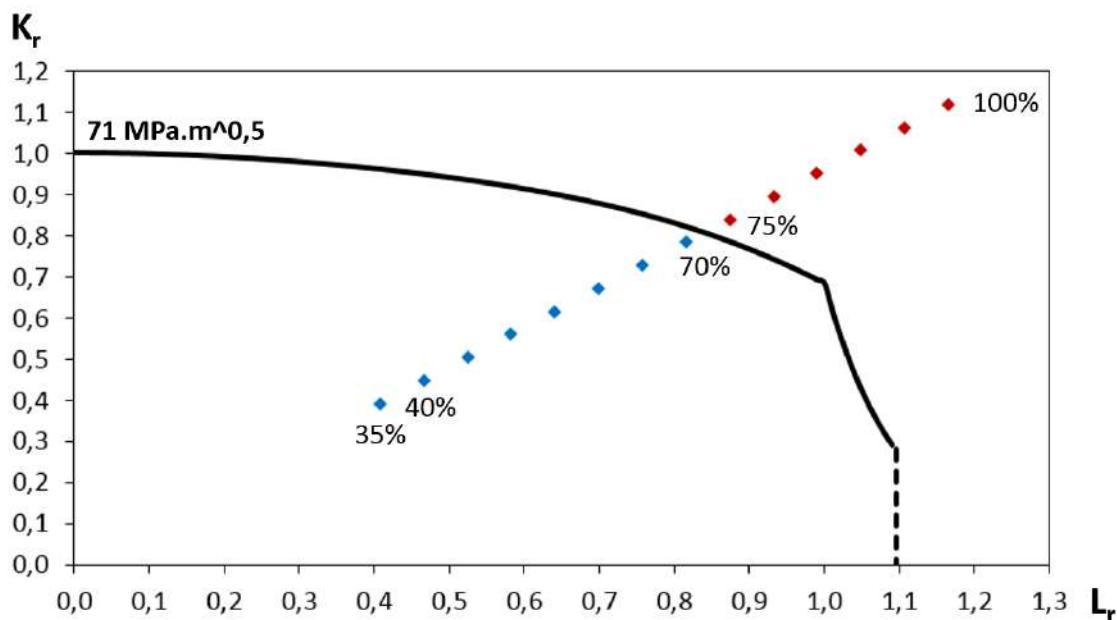


Figura 214 – Diagrama FAD-EHE com pontos ( $L_r; K_r$ ) correspondentes a valores de pré-carga em percentuais do escoamento mínimo de 725 MPa

Os resultados da Figura 214 ilustram claramente o efeito da pré-carga aplicada (tensão de membrana). Foram feitos novos cálculos de forma a avaliar o efeito de  $K_{TH-EHE}$  nos valores de pré-carga admissíveis. Eles estão apresentados na Figura 215 e na Figura 216 para valores de  $K_{TH-EHE}$  de  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$  (típico de aços baixa liga de maior resistência – 35-40 HRC) e  $91 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$  (valor médio obtido nos ensaios SE(B), que apresentaram dispersão significativa). É importante frisar que para o caso de um material com  $K_{TH-EHE}$  de  $50 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$  é possível que a tensão local para nucleação de trinca seja inferior ou próxima ao limite de escoamento. Por não possuir este valor e este não afetar a análise atual, o limite horizontal da curva de admissibilidade do diagrama FAD foi mantido. Os valores limites para pré-carga são 55% e 82% para estas novas análises, evidenciando o efeito significativo do valor de  $K_{TH-EHE}$ . Todas as curvas podem ser apresentadas em um mesmo diagrama FAD-EHE, rebaixando as curvas em funções das razões entre os valores de tenacidade (Figura 217).

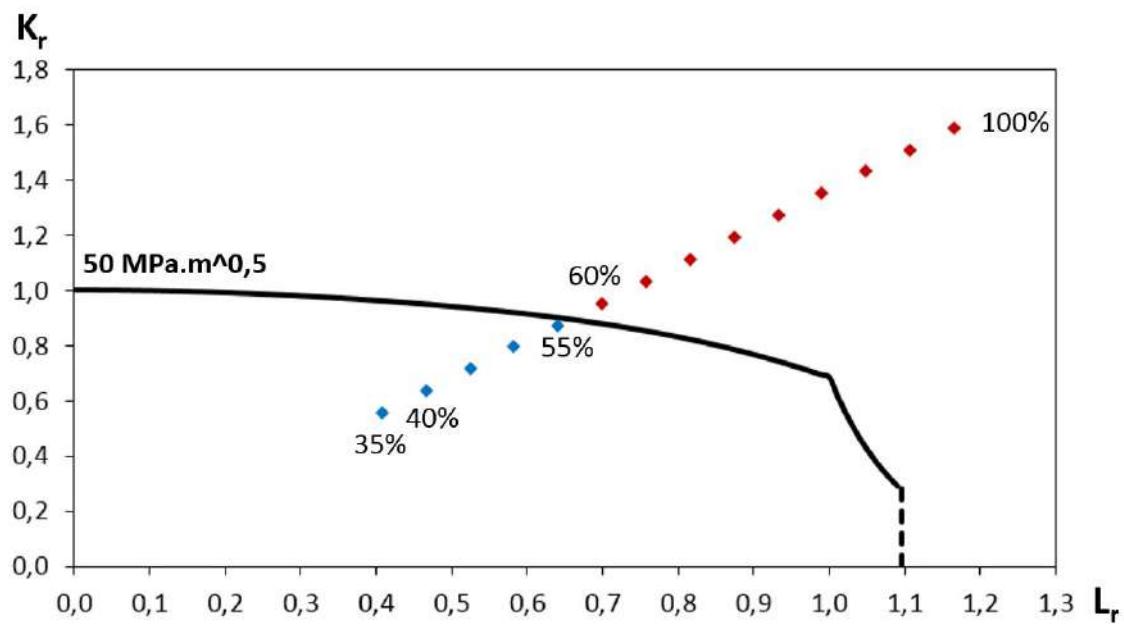


Figura 215 – Diagrama FAD-EHE com pontos  $(L_r; K_r)$  correspondentes a valores de pré-carga em percentuais do escoamento mínimo de 725 MPa

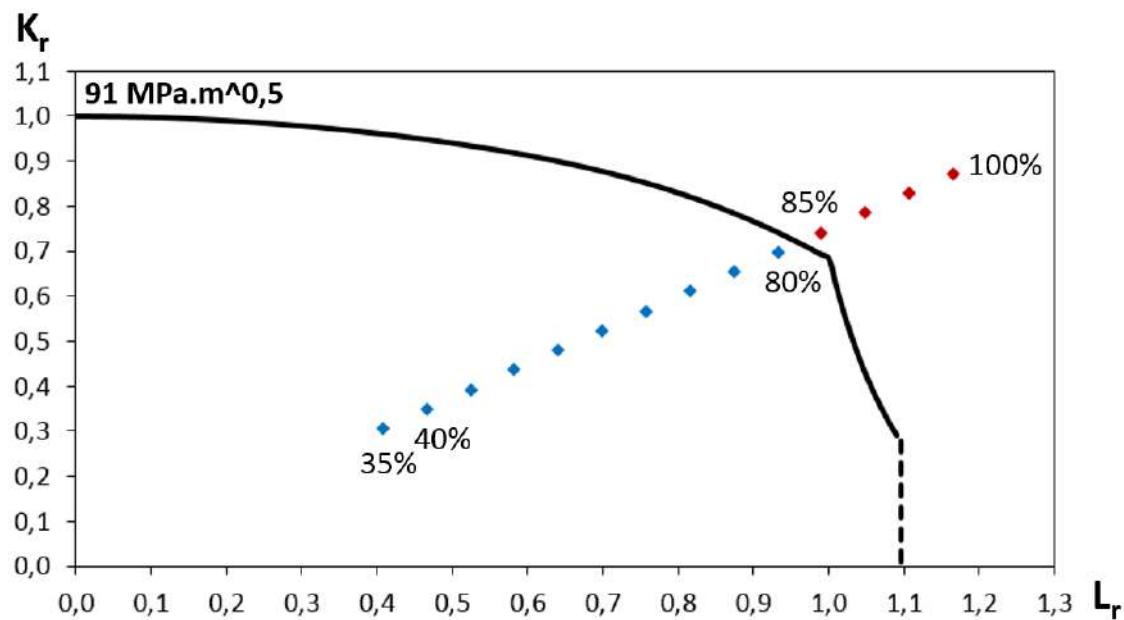


Figura 216 – Diagrama FAD-EHE com pontos  $(L_r; K_r)$  correspondentes a valores de pré-carga em percentuais do escoamento mínimo de 725 MPa

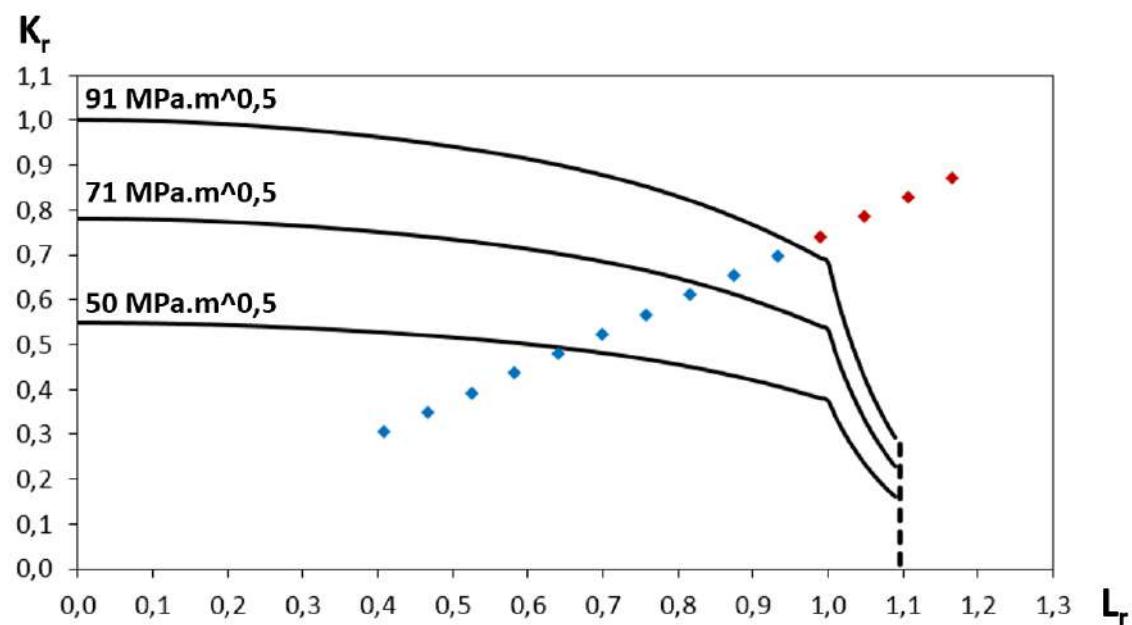


Figura 217 – Diagrama FAD-EHE com pontos ( $L_r; K_r$ ) correspondentes a valores de pré-carga em percentuais do escoamento mínimo de 725 MPa e curvas de admissibilidade alteradas para 3 diferentes níveis de tenacidade à fratura em meio

#### V.4 Análise de Integridade Convencional – $K_{TH-EHE}$

A análise de integridade da seção anterior permite simplificar a avaliação ao estimar um tamanho de trinca em função da geometria do fixador, o que em geral torna o fator de concentração de tensões da tensão de membrana unitário. Esta aproximação possui um conservadorismo implícito. Por este motivo, nesta seção será realizada uma análise de sensibilidade em função do tamanho de trinca e da carga aplicada. Para tal, é necessário obter a equação que representa o decaimento do fator de concentração de tensões em função do tamanho de trinca (Equação 44).

$$K_I = k_{tm}(a) \times M_m \times P_m \times \sqrt{\pi a} \quad \text{Equação 44}$$

Foi utilizado o decaimento obtido para o corpo de prova de tração, já que o valor de concentração de tensão do entalhe é similar ao do filete no componente real. Os valores de tensão à frente do entalhe no corpo de prova de tração foram obtidos pelo método de elementos finitos e convertidos em fator de concentração de tensões relativo à tensão remota. O ajuste da curva foi realizado a partir da Equação 45, proposta no trabalho de Castro *et al.* (2014) para entalhes semielípticos. Como se observa na Figura 218, o ajuste apresentou uma correlação muito boa com os valores obtidos por elementos finitos, mesmo se tratando de um entalhe em V. O valor de  $K_t$  na superfície do entalhe por análise numérica foi de 10,4, muito próximo do valor de 10,6 calculado pela equação analítica de Noda & Takase (1999).

$$k_{tm}(a) = K_t \times \sqrt{\frac{1 - \exp(-K_t^2 \times s)}{K_t^2 \times s}} \quad \text{Equação 45}$$

Onde,

$$s = \frac{a}{(a + b)}$$

$b$ , é a profundidade do entalhe (0,5 mm para o corpo de prova de tração)

$K_t$ , é o fator de concentração de tensões na superfície do entalhe, que pode ser obtido por análise numérica ou pelas equações de Noda & Takase (1999)

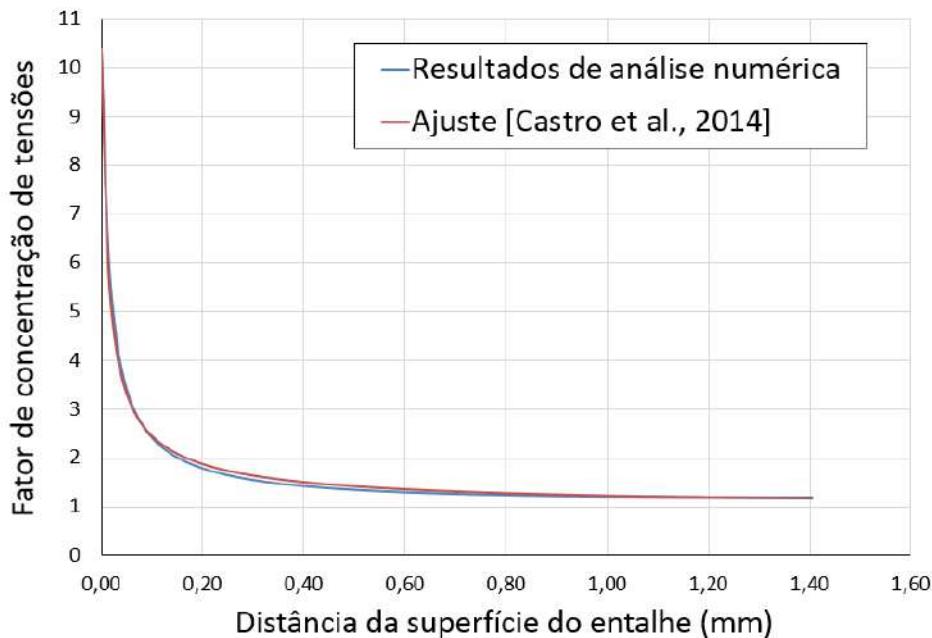


Figura 218 – Decaimento do fator de concentração de tensões relativo à tensão remota com a distância do fundo do entalhe – resultados de análise numérica e da curva de ajuste de Castro *et al.* (2014)

A análise de sensibilidade foi realizada para tamanhos de trinca desde 14  $\mu\text{m}$  a 5 mm e para níveis de pré-carga correspondentes a 65%, 70%, 75%, 80% e 85% do limite de escoamento mínimo especificado (SMYS). As curvas de sensibilidade estão apresentadas na Figura 219 para o valor de  $K_{\text{TH-EHE}}$  igual a 71 MPa.m<sup>0,5</sup>. Observa-se uma curvatura pronunciada no início das curvas, que corresponde ao efeito de decaimento do fator de concentração de tensões para pequenos tamanhos de trinca. Os tamanhos críticos de trinca para cada nível de carga estão reportados na Tabela 35.

Considerando o tamanho de trinca de 2,86 mm, observa-se que o ponto  $(L_r; K_r)$  é não admissível para a carga de 70%, ao contrário do observado anteriormente (Figura 214 e Figura 220). Esta diferença se justifica pelo perfil de decaimento do fator de concentração de tensões obtido no corpo de prova de tração (pequeno diâmetro). O valor de concentração de tensões a uma distância de 2,86 mm do fundo do entalhe é de 1,084, o que torna os valores de  $K$  aplicado mais críticos (Figura 220). Conforme a BS 7910

(2013), considerando colapso plástico, o fator de concentração de tensões não afeta o cálculo de  $L_r$ .

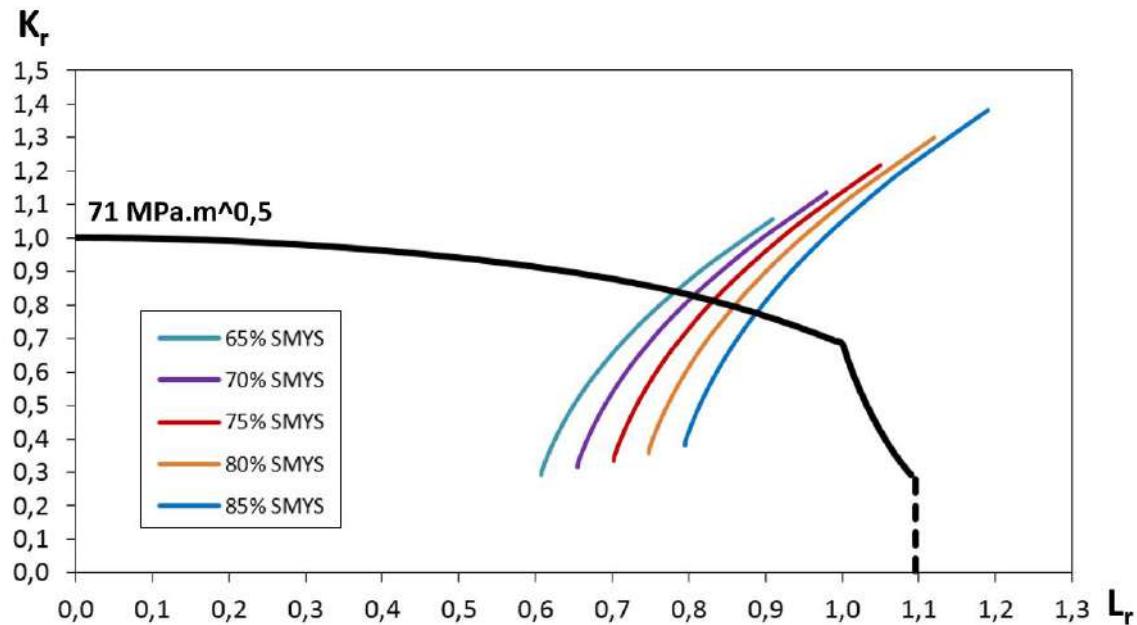


Figura 219 – Diagrama FAD-EHE para tenacidade de  $71 \text{ MPa.m}^{0,5}$  com análise de sensibilidade no tamanho de trinca em 5 níveis de pré-carga

Tabela 35 – Tamanhos de trinca críticos para cada nível de pré-carga

Pré-carga (% SMYS)	Tamanho de trinca crítico (mm)
65%	3,25
70%	2,71
75%	2,23
80%	1,83
85%	1,47

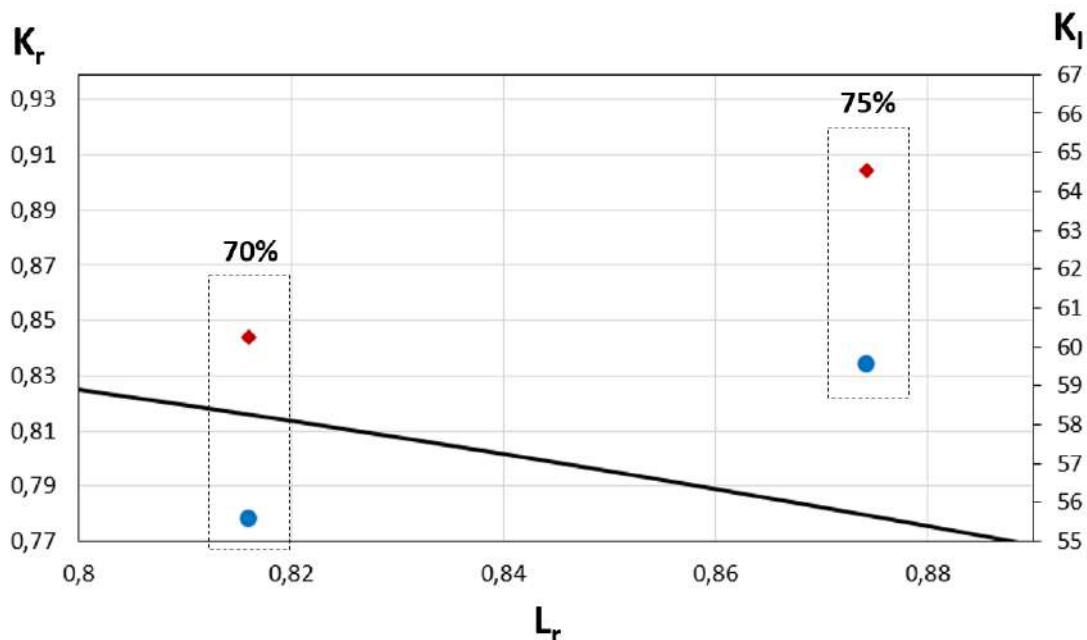


Figura 220 – Detalhe do diagrama FAD-EHE para tenacidade de  $71 \text{ MPa.m}^{0,5}$  para uma trinca de 2,86 mm na abordagem simplificada – pontos azuis ( $k_{tm} = 1$ ) e na abordagem convencional – pontos vermelhos ( $k_{tm} = 1,084$ )

## V.5 Análise de Integridade - Iniciação – $\sigma_{TH-EHE}$

Uma análise de integridade para iniciação, ou nucleação, consiste – em sua forma mais básica – em comparar o máximo valor de tensão no componente com um valor de tensão limiar. A analogia direta com o cenário em meio inerte é o uso do limite de escoamento como tensão limiar. Para materiais suscetíveis ao trincamento assistido pelo meio esta tensão limiar ( $\sigma_{TH-EAC}$ ) pode ser um valor inferior ao limite de escoamento (como será visto no exemplo da Seção V.6) ou pode ser um valor superior ao limite de escoamento, que necessita da existência de um concentrador de tensões para acúmulo de deformação plástica ou para atingir valores de tensão máxima principal suficientes para nucleação (Figura 198 – Wang *et al.*, 2015). Este é o caso do sistema material-meio analisado nesta dissertação. O aço baixa-liga estudado (com dureza da ordem de 26 HRC) apresentou nucleação de trincas por hidrogênio no meio de 3,5% NaCl -1100mV Ag/AgCl somente em cargas próximas da falha ao ar, condizentes com um estado de extrema deformação plástica e tensão máxima principal elevada (Figura 221).

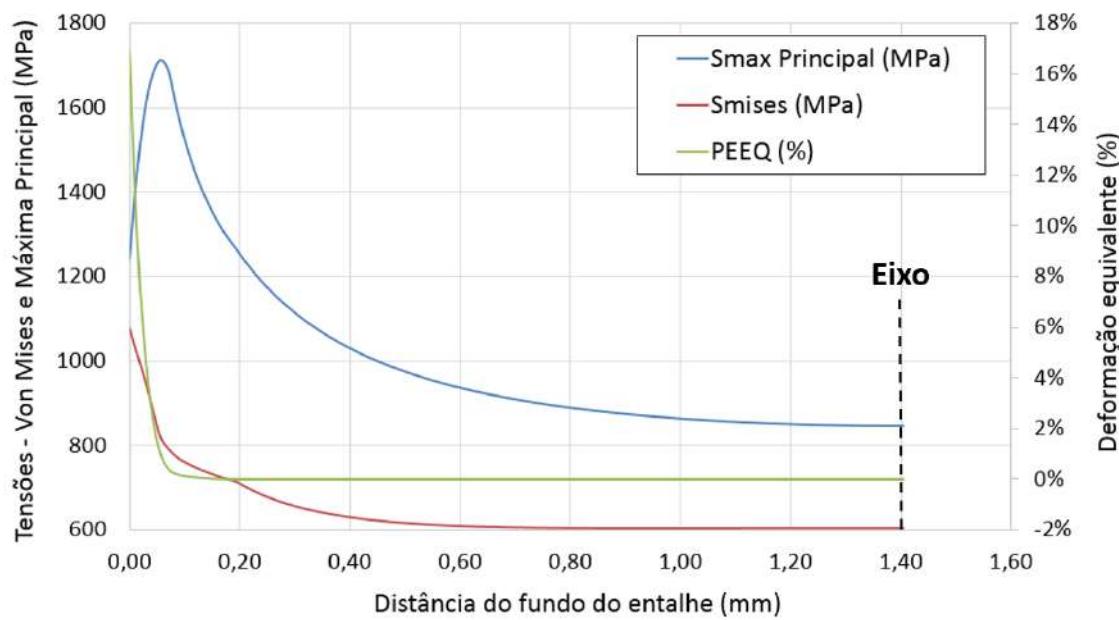


Figura 221 – Perfil da tensão máxima principal, da tensão de Von Mises e da deformação plástica equivalente à frente do entalhe no corpo de prova de tração TUE.ISL.03 na carga limiar determinada de 6752 N

A análise de integridade para iniciação sugerida neste caso consiste em utilizar como critério os valores máximos de deformação plástica equivalente e tensão máxima principal obtidos na carga limiar: 16,86% e 1714 MPa, respectivamente. Estes valores podem ser comparados com valores obtidos em modelos de elementos finitos elastoplásticos de componentes reais, em regiões de concentração de tensões. A princípio, a geometria e o fator de concentração de tensões não precisam ser idênticos aos do corpo de prova onde foram obtidos estes resultados, já que estes parâmetros serviriam para garantir a similitude entre estados de tensão e deformação de diferentes configurações.

Embora estes parâmetros possuam influência confirmada no mecanismo de fragilização por hidrogênio (ver Seção V.1), o uso deles como critérios de integridade ainda carece de confirmações experimentais para a faixa de resistência mecânica do aço baixa-liga estudado. Inclusive, a distinção entre qual dos parâmetros de fato governa o mecanismo de dano – deformação plástica equivalente ou tensão máxima principal? – carece de confirmações experimentais. Por estes motivos, aliados à necessidade de modelagem numérica elasto-plástica, não foi realizado o comparativo destes valores máximos com resultados de um componente real.

Recomenda-se, como trabalho futuro, um levantamento mais detalhado da literatura para ensaios com corpos de prova entalhados, incluindo outros meios agressivos e diferentes

níveis de resistência mecânica. Além disto, a realização de ensaios em corpos de prova com entalhes de diferentes fatores de concentração de tensão ajudaria a elucidar a representatividade destes parâmetros para aços de menor resistência mecânica (25 – 35 HRC), já que grande parte da literatura disponível trata de aços baixa-liga de alta resistência.

## V.6 Considerações finais

A partir dos resultados apresentados, podemos considerar que esta metodologia de análise de integridade é extremamente útil para avaliação de componentes sujeitos a trincamento assistido pelo meio. A dissertação tratou do sistema aço baixa-liga em água do mar com proteção catódica, mas a mesma abordagem pode ser utilizada para outras ligas metálicas e outros meios agressivos. Um aspecto importante desta avaliação é o efeito de concentradores de tensão representado na Equação 44 e na Equação 45. Para componentes reais com diferentes geometrias ou em carregamentos mais complexos o decaimento do fator de concentração de tensões pode ser obtido diretamente a partir de modelos de elementos finitos. Caso isto não seja possível, estimar tamanhos de trinca a partir da geometria do componente ou mesmo a partir dos limites de detecção das técnicas de ensaios não-destrutivos (ex. Anexo T da norma BS 7910, 2013) permite realizar análises simplificadas (Figura 217).

Os parâmetros necessários para estas análises são a tenacidade à fratura em meio agressivo ( $K_{TH-EAC}$ ) e a tensão limiar ( $\sigma_{TH-EAC}$ ). No presente caso, não seria possível determinar um valor de tensão limiar ( $\sigma_{TH-EAC}$ ) no regime elástico, com corpos de prova lisos. Conforme discutido na Seção V.1, os critérios para falha para descrição do campo de tensões e deformações foram então retirados a partir de um modelo em elementos finitos elasto-plástico: deformação plástica equivalente e tensão máxima principal. Estes valores podem ser comparados inclusive com outras geometrias e outros fatores de concentração de tensão através de modelos de elementos finitos. Entretanto, vale frisar que, assim como  $K_{TH-EAC}$ , estes parâmetros apresentam grande dependência das propriedades mecânicas do material sendo avaliado.

Como um exemplo de sistema material-meio com valores de  $\sigma_{TH-EAC}$  e  $K_{TH-EAC}$  significativamente inferiores aos valores ao ar, foram utilizados para construir um

diagrama FAD-EAC os resultados de Castro *et al.* (2015) obtidos com um aço baixa-liga AISI 4140 em solução salina com H<sub>2</sub>S. As propriedades mecânicas, o descritivo do meio agressivo e os valores de  $\sigma_{TH-SSC}$  e  $K_{TH-SSC}$  estão apresentados na Tabela 36. O valor de tenacidade ao ar ( $K_{MAT}$ ) não foi mencionado pelos autores, sendo estipulado como o valor limite para *lower bound* de aços de alto enxofre na norma API 579 – 110 MPa.m<sup>0,5</sup>.

A Figura 222 apresenta os diagramas FAD construídos com as propriedades ao ar e as propriedades obtidas em meio. A primeira distinção clara é que para este par material-meio, existe uma tensão limiar  $\sigma_{TH-SSC}$  clara ainda na região elástica, com valor de aproximadamente 50% do limite de escoamento do material.

Tabela 36 – Resultados de propriedades mecânicas e valores limiares obtidos em meio agressivo no trabalho de Castro *et al.* (2015)

Aço Baixa Liga AISI 4140	Valores críticos	Meio de ensaio
<b>Limite de Escoamento (MPa)</b>	670	NACE TM0177 Solução B Temperatura ambiente 5% NaCl 2,5% CH <sub>3</sub> COOH 0,41% CH <sub>3</sub> COONa pH 3,4 – 3,6
<b>Limite de Resistência (MPa)</b>	976	Pressão total 1 bar Pressões parciais: 125 mbar H <sub>2</sub> S 875 mbar CO <sub>2</sub>
<b>K<sub>MAT</sub> (MPa.m<sup>0,5</sup>) (lower bound API 579)</b>	110	
<b>Tensão Limiar em meio (MPa)</b>	332 ± 11,3	
<b>K<sub>TH-SSC</sub> (MPa.m<sup>0,5</sup>)</b>	34,2	

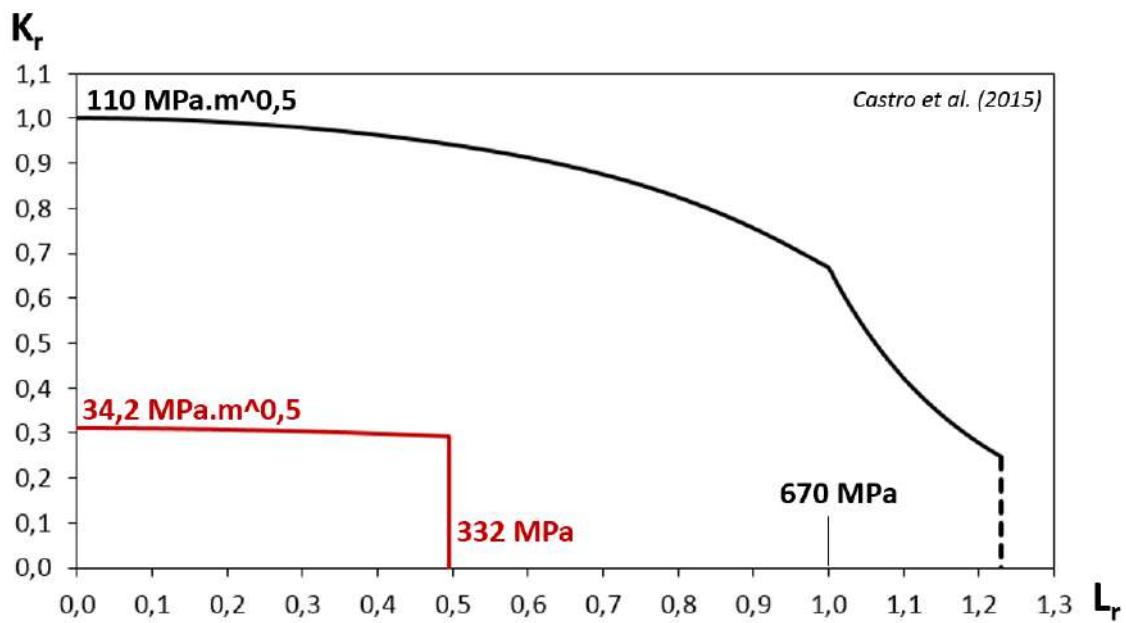


Figura 222 – Diagrama FAD ao ar e FAD-SSC para os resultados de Castro *et al.* (2015) reportados na Tabela 36

Outra observação importante diz respeito ao formato da curva de admissibilidade para casos de trincamento assistido pelo meio (Figura 223). Como comentado anteriormente, algumas das referências de literatura consideram um FAD-EAC retangular construído diretamente a partir dos valores de  $\sigma_{\text{TH-SSC}}$  e  $K_{\text{TH-SSC}}$ , como foi visto na revisão bibliográfica (Seção II.1.2) (Dietzel & Turnbull, 2007) (Dietzel *et al.*, 2011) (Dietzel, 2000). O uso do formato da curva de admissibilidade para colapso plástico da BS 7910 rebaixada para o nível de  $K_{\text{TH-SSC}}$  apresenta alguma redução na região próxima dos limites  $\sigma_{\text{TH-SSC}}$  e  $K_{\text{TH-SSC}}$ , mas não possui nenhuma justificativa física ou confirmação empírica para o cenário de trincamento assistido pelo meio. Este efeito sinérgico pode ser inexistente ou, pelo contrário, pode ser muito mais significativo (curva roxa na Figura 223). É provável que este comportamento varie entre sistemas material-meio.

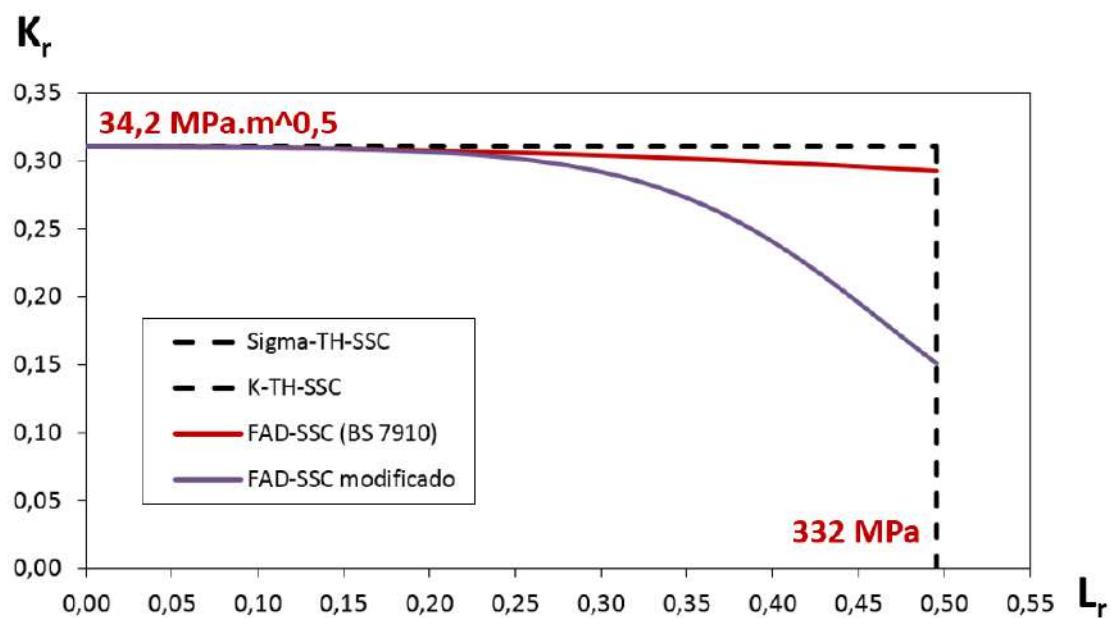


Figura 223 – Diagrama FAD-SSC para trincamento sob tensão por sulfetos com diferentes limites

Este efeito sinérgico e punitivo é similar ao observado nos diagramas Kitagawa-Takahashi modificados nos trabalhos de Castro *et al.* (2014), Castro *et al.* (2015) e Landim (2013) – usados tanto para fadiga como para trincamento assistido pelo meio com as correções baseadas nos trabalhos de El Haddad *et al.* (1979a, 1979b) e Bazant (1997). Estes diagramas estão exemplificados na Figura 224 e na Figura 225 para casos de fadiga. Os autores utilizaram esta abordagem para definir critérios de trincas não-propagantes a partir de entalhes.

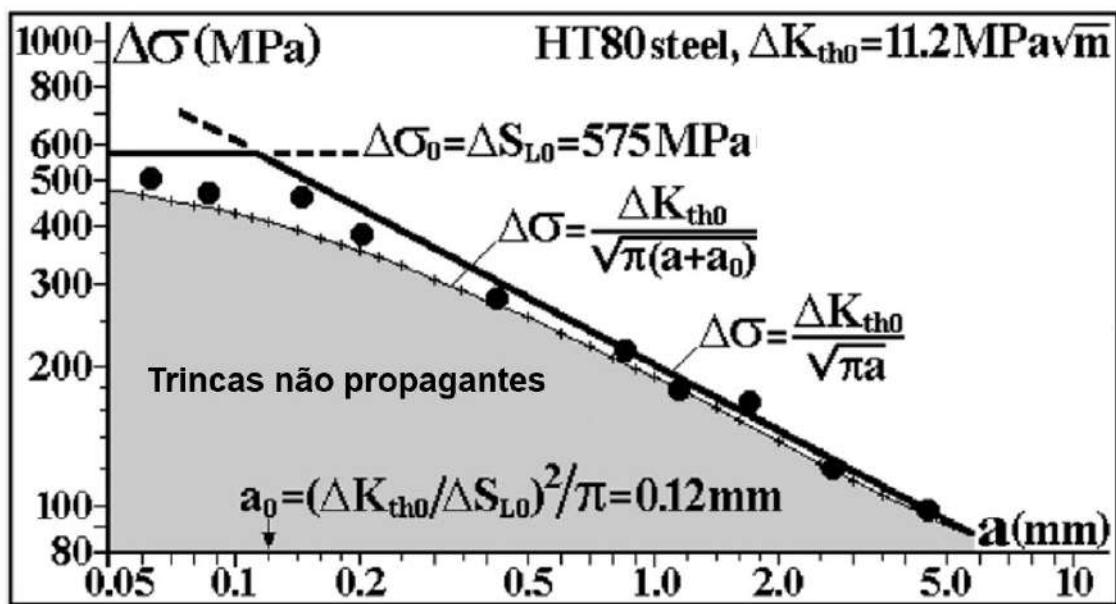


Figura 224 – Diagrama de Kitagawa-Takahashi para fadiga modificado. (Castro *et al.*, 2014)

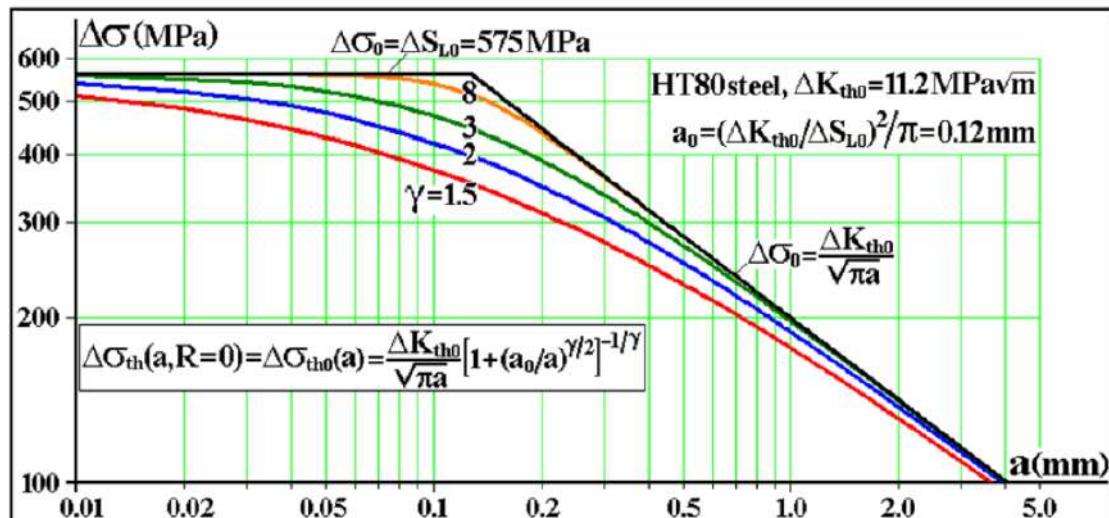


Figura 225 – Diagrama de Kitagawa-Takahashi para fadiga modificado (Castro *et al.*, 2014)

## VI CONCLUSÕES

A proposta inicial da dissertação, que consistia em avaliar metodologias de ensaio e análise de integridade em aços baixa liga sujeitos a proteção catódica, foi concluída com êxito. A partir das dificuldades experimentais encontradas e da avaliação dos resultados, surgiram uma série de observações e conclusões – detalhadas a seguir:

1. Aços de alta resistência com limite de escoamento na faixa de 770 MPa já apresentam elevada plasticidade, dificultando o tratamento de dados dentro do escopo da mecânica da fratura linear elástica;
2. Este efeito é ainda mais crítico ao considerar diâmetros típicos de fixadores, que são muito inferiores aos 54,61 mm do componente utilizado. Com menores dimensões se torna impraticável retirar corpos de prova que gerem valores de  $K$  válidos;
3. A opção de retirar corpos de prova em orientações alternativas ao esperado no componente também deve ser evitada, já que foi observada uma diferença significativa nos valores de tenacidade ao ar e em meio para ensaios na orientação R-L e L-R;
4. O nível de plasticidade pode justificar a dispersão de resultados para os corpos de prova  $SE(B) - 85 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$  e  $96 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$ . Entretanto, o ideal seria executar mais ensaios, em condições ainda mais lentas e com corpos de prova de maior espessura;
5. De acordo com as tensões de falha obtidas nos corpos de prova de tração entalhados, pode-se afirmar que este aço (no meio de proteção catódica avaliado) não nuclearia trincas em um corpo de prova liso em tensões abaixo do limite de escoamento. É necessário um acúmulo de deformação plástica expressivo, além do efeito de concentração local de hidrogênio devido à concentração de tensões para garantir a nucleação – observada apenas para cargas maiores 89% da carga de falha ao ar;
6. Devido ao efeito preponderante do nível de deformação plástica na iniciação e propagação de trincas neste material, a definição de um critério de tensão limiar ou deformação limiar é dificultado. Como uma primeira abordagem recomenda-se comparar parâmetros do campo de tensões e deformações à frente do entalhe, como tensão máxima principal, deformação plástica equivalente e tensão hidrostática;

7. Estes aspectos levam a um uso mais intensivo de análises de elementos finitos para avaliação da integridade em fragilização por hidrogênio. A literatura apresenta diversos resultados de análise numérica acoplando análise de tensões, mecânica da fratura e difusão. Incluindo também o efeito de armadilhas;
8. Como o efeito de entalhes é necessário para evidenciar a nucleação de trincas por hidrogênio neste nível de resistência, se espera que o método de teste em baixa taxa de deformação com corpos de prova lisos apresente falha somente após o nível de deformação plástica uniforme, com a instabilidade (empescoçamento);
9. O mecanismo de iniciação e propagação de trinca subcrítica devido à fragilização por hidrogênio foi comprovado também pelas observações fractográficas que identificaram os micromecanismos de quasi-clivagem e microcavidades (*dimples*). Não foram observadas propagações intergranulares;
10. Os resultados obtidos nos ensaios apresentaram boa correlação com resultados de literatura, levando em conta os grandes níveis de dispersão observados tanto para os resultados de concentração subsuperficial de hidrogênio difusível quanto para os resultados de tenacidade disponíveis;
11. Duas metodologias de análise de integridade foram utilizadas e comparadas, variando no nível de complexidade e conservadorismo. Ambas foram extremamente úteis para avaliação do nível de tensão aplicada (ex. pré-carga) aceitável para o material avaliado em meio de proteção catódica;
12. Foram realizadas análises de sensibilidade tanto em relação à carga, como ao tamanho de trinca e valores de tenacidade, evidenciando os efeitos esperados nos níveis aceitáveis de utilização;

## VII PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS

A partir do desenvolvimento experimental e das conclusões obtidas nos ensaios hidrogenados e nas avaliações de integridade, foi possível identificar diversas lacunas de conhecimento e possibilidades de investigação.

Aços considerados de alta resistência, na faixa de 725 MPa (limite mínimo típico de fixadores) já apresentam plasticidade considerável. É necessário, portanto, avaliar metodologias de ensaio baseadas em mecânica da fratura elastoplástica e definir como estes valores poderiam ser utilizados em análise de integridade. A revisão bibliográfica realizada já menciona ensaios em curvas de resistência (J-R ou  $\delta$ -R). Estes ensaios em meio são de execução e interpretação mais complexas, além de utilizarem um método de carregamento monotônico crescente, o que não condiz necessariamente com os cenários de utilização – tipicamente em carga constante. De toda forma, uma atenção especial deve ser dada a ensaios elasto-plásticos, sejam eles por curva J-R, sejam por metodologias de carregamento incremental modificadas.

Existem diversos resultados de literatura disponíveis para modelagem numérica dos processos de difusão do hidrogênio em campos de tensões de entalhes e ponta de trincas. Apesar das incertezas atreladas aos dados de entrada (concentração de hidrogênio para o meio em questão, quantidade de armadilhas, etc.) o método de análise numérica já é de grande valia para resultados qualitativos ou comparativos – especialmente na etapa de planejamento de testes, de forma a garantir valores invariantes (*lower bound*) nos ensaios. O seu uso para análise de integridade já seria uma etapa mais complexa, mas promissor como campo de conhecimento e utilização prática.

O efeito de cargas flutuantes (*ripple-loading*) não foi considerado neste trabalho, mas é uma realidade para diversos componentes e estruturas em condição de trincamento assistido pelo meio. Trabalhos de investigação em diferentes níveis de resistência mecânica e meios agressivos seriam de grande valia para verificar se a tratativa estática/monotônica é pouco conservadora ou suficiente para avaliação de integridade. Os ensaios de *ripple loading* são mais longos e complexos sendo, portanto, mais caros. Evitar sua execução traz grandes benefícios.

A seção de análise de integridade utilizou a curva de admissibilidade do FAD ao ar, rebaixada para os níveis de tenacidade em meio. O formato da curva foi mantido, sem justificativa física específica. O efeito sinérgico entre o nível de tensão e o nível do fator

de intensidade de tensões aplicados não foi avaliado para a situação de fragilização por hidrogênio ou trincamento assistido pelo meio. Logo, não é possível tratar o FAD apenas como um formato retangular, mesmo porque para o presente caso o material apresenta elevada tenacidade e os limites de tensão são dados de fato pelo FAD ao ar. Este efeito de sinergia é observado em diagramas de Kitagawa-Takahashi para trincas curtas. Outro desenvolvimento, portanto, consiste em avaliar o formato ideal da curva FAD e, possivelmente, a resposta de trincas curtas em trincamento assistido pelo meio, já que, geralmente, as trincas existentes em estruturas ou nucleadas a partir de concentradores de tensão se comportam como trincas curtas. Este desenvolvimento já foi realizado para o outro mecanismo típico de crescimento subcrítico: fadiga. Seria interessante verificar a literatura disponível sobre trincas curtas em meio agressivo, sua resposta em propriedades de tenacidade e as consequências na avaliação de integridade. Um ponto de partida é o trabalho de Colum Holtam (2010) em aços de dutos sujeitos a H<sub>2</sub>S, e o trabalho de Richard Gangloff (2016), com detecção por queda de potencial.

## VIII REFERÊNCIAS

- ANDERSON, T.L. (1994), *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 2<sup>nd</sup> edition, CRC Press
- ANDERSON, T.L. (2005), *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*, 3<sup>rd</sup> edition, CRC Press
- API 579-1/ASME FFS-1 (2007), *Fitness-for-service*, The American Petroleum Institute and The American Society of Mechanical Engineers, Washington, 1st Edition.
- API SPEC 20E (2012), *Specification for Alloy and Carbon Steel Bolting for Use in the Petroleum and Natural Gas Industries*, American Petroleum Institute.
- API SPEC 5CT (2011), *Specification for Casing and Tubing*, American Petroleum Institute.
- ASTM A322 (2013), *Standard Specification for Steel Bars, Alloy, Standard Grades*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM E1820 (2008), *Standard test method for measurement of fracture toughness*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM E399 (2012), *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{Ic}$  of Metallic Materials*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM E415 (2015), *Standard Test Method for Atomic Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low Alloy Steel*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM E45 (2015), *Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM E647 (2013), *Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.
- ASTM F1624 (2012), *Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.

ASTM F519 (2013), *Standard Test Method for Mechanical Hydrogen Embrittlement Evaluation of Plating/Coating Processes and Service Environments*, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, USA.

BAGGERLY, R.G. (1997), "Environmental Failures of High Strength Bolts", *Case Histories on Integrity and Failures in Industry*, 1997

BANDYOPADHYAY N., MCMAHON JR., C. J., (1983), 'The Micro-mechanisms of Tempered Martensite Embrittlement in 4340-type Steels', *Met. Trans. A*, 14A, 1313.

BANDYOPADHYAY, N. KAMEDA J., MCMAHON JR., C. J., (1983), 'Hydrogen-induced Cracking in 4340-Type Steel: Effects of Composition, Yield Strength and H2 Pressure', *Met. Trans. A*, 14A, 881.

BANNISTER, A. (1999) - 'SINTAP - Structural Integrity Assessment Procedure for European Industry', Brite Euram Project BRPR-CT95-0024 Final Report, British Steel Swinden Technology Centre, UK, 1999.

BAZANT, Z. P. (1997) "Scaling of quasibrittle fracture: asymptotic analysis". *Int. J. Fract.*, 83, 19–40.

BEACHEM, C. D. (1972) "A New Model for Hydrogen Assisted Cracking ("Hydrogen"Embrittlement")", *Metall. Trans.*, Vol 3 (No. 2), 1972, p 437-451

BICKFORD, J. (1998), 'Handbook of Bolts and Bolted Joints', CRC Press, April 28, 1998

BOWEN, P., DRUCE, S. G. E KNOTT, J. F. (1986) – 'Effects of microstructure on cleavage fracture in pressure-vessel steel', *Acta Metallurgica* 34 (1986) 1121-1131

BS 7448-1 (1991) 'Fracture mechanics toughness tests, Part 1: Method for determination of KIC. Critical CTOD and critical J values of metallic materials', British Standards Institution, London.

BS 7448-2 (1997) *Fracture mechanics toughness tests, Part 2: Method for determination of KIC. Critical CTOD and critical J values of welds in metallic materials*, British Standards Institution, London.

BS 7448-4 (1997) *Fracture mechanics toughness tests, Part 4: Method for determination of fracture resistance curves and initiation values for stable crack extension in metallic materials*, British Standards Institution, London.

BS 7608 (1993), ‘*Code of practice for fatigue design and assessment of steel structures*’, British Standards Institution, London.

BS 7910 (2013), ‘*Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures*’, British Standards Institution, London.

BS ISO 12108 (2002), ‘*Metallic materials - Fatigue testing - Fatigue crack growth method*’, British Standards Institution, London.

CANCIO, M.J., VALDEZ, M., KISSNER, G. (2014), “Effect of Electrical Discharge geometry and machining parameters on KISSL of low alloy steels”, *CORROSION 2014*, NACE International.

CASTRO, J.T.P., LANDIM, R.V., LEITE, J.C.C *et al.* (2014), “Prediction of notch sensitivity effects in fatigue and in environmentally assisted cracking”, *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 00, 1–19

CASTRO, J.T.P., LANDIM, R.V. & MEGGIOLARO, M.A. (2015), “Defect tolerance under environmentally assisted cracking conditions”, *Corros Rev 2015*; aop

CLARK W G JR & LANDES J D (1976), ‘An evaluation of rising load KISCC testing’, in: *Stress Corrosion – New Approaches, ASTM STP 610*, H L Craig Jr (ed.), American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 108–127

COTTIS, R.A. (2010), Hydrogen Embrittlement; in: ‘*Shreir’s Corrosion*’, Richardson, T.J.A. (eds) Elsevier B.V.

DADFARNIA M., SOFRONIS P., NEERAJ T. (2011), ‘Hydrogen interaction with multiple traps: Can it be used to mitigate embrittlement?’, *International journal of hydrogen energy* Vol. 36, 2011 pg 10141 - 10148

DADFARNIA, M., MARTIN, M.L., NAGAO, A. *et al.* (2015),’ Modeling hydrogen transport by dislocations’, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 78 (2015) 511–525

DEAN, F., POWELL, S., MUCKHERJEE, B. *et al.* (2008), ‘The effect of pressure on hydrogen charging of carbon steel under cathodic protection’, *Corrosion 2008*

DEVANATHAN, M. A. V.; STACKURSKI (1964), *Z. J. Electrochem. Soc.* 1964, 111(5), 619.

DIETZEL W (2000), ‘Standardization of rising load/rising displacement SCC testing’, in: *Environmentally Assisted Cracking: Predictive Methods for Risk Assessment and Evaluation of Materials, Equipment and Structures, ASTM STP 1401*, R D Kane (ed.), American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 317–326.

DIETZEL W. & GHOSAL, K. (1998), ‘Effect of displacement rates on EAC of AISI 4340 steel’, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol 21, 1279–1286, 1998

DIETZEL W & SCHWALBE K-H, (1989), ‘The effect of deformation rates on hydrogen embrittlement’, in *Hydrogen Effects on Material Behaviour*, N.R. Moody and A.W. Thompson, eds., The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1989, pp. 975–83.

DIETZEL W & SCHWALBE K-H (1993), ‘Application of the rising displacement test to SCC investigations’, in: *Slow Strain Rate Testing for the Evaluation of Environmentally Induced Cracking: Research and Engineering Applications, ASTM STP 1210*, R D Kane (ed.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 134–148.

DIETZEL W & TURNBULL A (2007), ‘Stress corrosion cracking’, in: *Comprehensive Structural Integrity, New Online Volume 11: Mechanical Characterization of Materials*, K-H Schwalbe (ed.), Elsevier, Oxford, 43–74.

DIETZEL, W.; BALA SRINIVASAN, P. & ATRENS, A. (2011), “Testing and evaluation methods for stress corrosion cracking (SCC) in metals”; in: ‘*Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice*’, Raja, V.S. & Shoji, T. (eds) Woodhead Publishing

EL HADDAD, M. H., TOPPER, T. H. & SMITH, K. N. (1979a) “Prediction of non-propagating cracks”. *Eng. Fract. Mech.*, 11, 573–584.

EL HADDAD, M. H., SMITH, K. N. & TOPPER, T. H. (1979b) “Fatigue crack propagation of short cracks”. *J. Eng. Mater. Tech.*, 101, 42–46.

ERNST, H., PEREZ, T.E., MORALES, C. *et al.* (2004). “Effect of Different Test Variables on The KI<sub>ssc</sub> Value”. *CORROSION 2004*, NACE International.

ERNST, H., VILLASANTE, J., & PACHAO, N. (2002). “Specimen Geometry Effects on Crack Growth in Sour Environments”. *CORROSION 2002*, NACE International.

FESTY D. (1991), ‘The effect of hydrostatic pressure upon the hydrogen embrittlement of a HSLA steel’, *High Pressure Research*, Volume 7, Issue 1-6, 1991

FESTY, D. (2001), “Cathodic Protection of Steel in Deep Sea - Hydrogen Embrittlement Risk and Cathodic Protection Criteria”, *Corrosion 2001*

FOWLER, C.M. (2010), “Cracking stimulated by hydrogen”; in: ‘*Shreir’s Corrosion*’, Richardson, T.J.A. (eds) Elsevier B.V.

GARRISON JR, W. M., MOODY N. R. (2012), Hydrogen embrittlement of high strength steels in: *Gaseous Hydrogen Embrittlement of materials in Energy Technologies*, Gangloff, R.P., Somerday B.P. (eds.) Woodhead Publishing

GANGLOFF R P (1985), ‘Crack size effects on the chemical driving force for aqueous corrosion fatigue’, *Metallurgical Transactions A*, 16A, pp953-969.

GANGLOFF, R.P. (2008), “Science-based prognosis to manage structural alloy performance in hydrogen”, *Effects of Hydrogen on Materials, Proceedings of the 2008 International Hydrogen Conference*, Brian Somerday, Petros Sofronis, Russell Jones, editors, p 1-21

GILBREATH, W.P., ADAMSON, M.J. (1976), ‘Aqueous stress-corrosion cracking in high-toughness D6AC steel’, in: *Stress Corrosion – New Approaches, ASTM STP 610*, H L Craig Jr (ed.), American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 176–187.

GRABKE, H.J. & RIECKE, E. (2000), “Absorption and diffusion of hydrogen in steels”, *Materiali in Tehnologije* 34, 6, 331

GRIFFITHS, A.J. & TURNBULL, A. (1995), “On the effective diffusivity of hydrogen in low alloy steels”, *Corrosion Science*, Vol. 37, No 11, pp. 1879-1881, 1995

GUNTZ, G. C., LINNE, C., PUISSOCHE, F. *et al.* (1999). “DCB Test: A Review of Critical Parameters”. *CORROSION 99*, NACE International

HEADY, R. B. (1977), “Evaluation of sulfide corrosion cracking resistance in low alloy steels” *Corrosion*, 33(3), 98–107.

HICKS, M.A. & PICKARD, A.C. (1982) – ‘A comparison of theoretical and experimental methods of calibrating the potential drop technique for crack length determination’, *International Journal of Fracture*, No. 20, 1982, pp. 91-101

HOLTAM, C. (2010), *Structural Integrity Assessment of C-Mn Pipeline Steel Exposed to Sour Environments*, tese de dissertação para o grau de EngD, Loughborough University

HÖRNLUND, E., FOSSEN, J.K.T., HAUGER, S. *et al.* (2007), “Hydrogen Diffusivities and Concentrations in 520M Carbon Steel under Cathodic Protection in 0.5M NaCl and the Effect of Added Sulphite, Dithionite, Thiosulphate, and Sulphide”, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 2 (2007) 82 - 92

HORSTMANN M. & GREGORY J.K. (1991), “Observations on the “Ripple loading effect””, *Scripta Met. & Mat.*, Vol. 25, pp. 2503-2506, 1991

HUIZINGA, S., MIGLIN, B., GONZALEZ, M. *et al.* (2015), ‘Fit for purpose qualification of casings in HPHT service – a multi-disciplinary approach’, *CORROSION 2015*, NACE International

IANNUZZI, M. (2011), “Environmentally assisted cracking (EAC) in oil and gas production”; in: ‘*Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice*’, Raja, V.S. & Shoji, T. (eds) Woodhead Publishing

ISO 12135 (2014) - *Metallic materials — Unified method of test for the determination of quasi-static fracture toughness*, International Standards Organization

ISO 7539-2 (1995). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 2: *Preparation and use of bent-beam specimens*. International Standards Organization

ISO 7539-3 (1995). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 3: *Preparation and use of bent-beam specimens*. International Standards Organization

ISO 7539-4 (1995). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 4: *Preparation and use of uniaxially loaded tension specimens*. International Standards Organization

ISO 7539-5 (1995). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 5: *Preparation and use of C-ring specimens*. International Standards Organization

ISO 7539-7 (2005). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 7: *Method for slow strain rate testing*. International Standards Organization

ISO 7539-9 (2008). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 9: *Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under rising load or rising displacement*. International Standards Organization

ISO 7539-6 (2011). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 6: *Preparation and use of precracked specimens for tests under constant load or constant displacement*. International Standards Organization

ISO 7539-1 (2012). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 1 - *General guidance on testing procedures*. International Standards Organization

ISO 7539-11 (2013). Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing — Part 11: *Guidelines for testing the resistance of metals and alloys to hydrogen embrittlement and hydrogen-assisted cracking*. International Standards Organization

KAMEDA, J., MCMAHON JR., C. J. (1983), 'Solute Segregation and Hydrogen-Induced Intergranular Fracture in an Alloy Steel', *Met. Trans. A*, 14A, 903.

KOBAYASHI, K., UEDA, M., NAKAMURA, K. *et al.* (2006), "Effect of Testing Temperature on SSC Properties of Low Alloy Steel". *CORROSION 2006*, NACE International.

KOERS, R.W.J., KROM, A.H.M. & BAKKER, A. (2000), 'Hydrogen Embrittlement – loading rate effects in fracture mechanics testing', *Environmentally assisted cracking: predictive methods for ris assessment and evaluation of materials, equipment and structures – ASTM STP 1401*, R.D. Kane, Ed. ASTM, Philadelphia, 2000

KONDO, K., AMAYA, H., TAKABE, H. *et al.* (2014), "Effect of Crack Starter on K1ssc and Compliance for DCB test", *CORROSION 2014*, NACE International.

LANDIM, R.V. (2013), *Efeito da sensibilidade ao entalhe em condições de trincamento assistido pelo meio*, Dissertação de Mestrado – PUC-RIO, Maio 2013

LEYER, J., SUTTER, P., MARCHEBOIS, H. *et al.* (2006), "Understanding and Controlling Variations in DCB Test Results". *CORROSION 2006*, NACE International.

LIU, A. (1995), 'Behavior of Fatigue Cracks in a Tension Bolt', em *ASTM STP 1236, Structural Integrity of Fasteners*', ed. Pir M. Toor, 1995

LOGINOW, A.W. & PHELPS, E.H., (1975) "Steels for Seamless Hydrogen Pressure Vessels", *Corrosion*, vol. 31, 1975, pp. 404-412.

LUFRANO, J. & SOFRONIS, P. (1996), "Numerical Analysis of the Interaction of Solute Hydrogen Atoms with the Stress Field of a Crack", *Int. J. Solids Structures* Vol. 33, No. 12, pp. 1709-1723, 1996

LUFRANO, J. & SOFRONIS, P. (1998a), "Enhanced Hydrogen Concentrations Ahead of Rounded Notches and Cracks - Competition between Plastic Strain and Hydrostatic Stress", *Acta mater.* Vol. 46, No. 5, pp. 1519±1526, 1998

LUFRANO, J. & SOFRONIS, P. (1998b), "Hydrogen Transport and Large Strain Elastoplasticity near a Notch in Alloy X-750", *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 59, No. 6, pp. 827±845, 1998

LYNCH, S.P. (2011a), "Mechanistic and fractographic aspects of stress-corrosion cracking (SCC)"; in: 'Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice', Raja, V.S. & Shoji, T. (eds) Woodhead Publishing

LYNCH, S.P. (2011b), "Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms"; in: 'Stress Corrosion Cracking: Theory and Practice', Raja, V.S. & Shoji, T. (eds) Woodhead Publishing

MARTIN M.L., SOMERDAY, B.P., RITCHIE, R.O. *et al.* (2012), *Acta Materialia*, 2012, vol. 60, pp. 2739–45.

MCMAHON JR., C. J. (1981), 'Effects of Hydrogen on Plastic Flow and Fracture in Iron and Steel', *Hydrogen Effects in Metals*, TMSY.

MCMAHON JR., C.J. (2012), "The role of grain boundaries in hydrogen induced cracking (HIC) of steels", in: *Gaseous Hydrogen Embrittlement of materials in Energy Technologies*, Gangloff, R.P., Somerday B.P. (eds.) Woodhead Publishing

MILLER, A.G. (1988), "Review of limit loads of structures containing defects", *International Journal of Pressure Vessel and Piping*, 1988, 32 (1-4): 197-327

MODERER, L., HOLZER, C., MORI, G. *et al.* (2013) – 'Influence of Key Parameters on NACE Standard TM0177 DCB Sour Gas Test', *BHM*, 158. Jg. (2013), Heft 9

MORALES, C. R., PEREZ, T. E., & FITZSIMONS, G. L. (1997). "Sulfide Stress Cracking: Some Osbservations About The DCB Test". *Corrosion97*, NACE International.

NACE TM0177 (2005). *Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H2S Environments*. NACE International.

NAGAO A., SMITH, C.D., DADFARNIA, M. *et al.* (2012), 'The role of hydrogen in hydrogen embrittlement fracture of lath martensitic steel', *Acta Mater*, 2012, vol. 60, pp. 5182–89.

NANNINGA, N. E. (2005), "Effect of microstructure and alloying elements on the resistance of fastener grade steels to hydrogen assisted cracking ", Tese de Mestrado, Michigan Technological University, 2005.

NANNINGA, N., GROCHOWSKI, J. HELDT, L. *et al.* (2010), "Role of microstructure, composition and hardness in resisting hydrogen embrittlement of fastener grade steels", *Corrosion Science* 52, pp 1237-1246, 2010

NEWMAN, R.C. (2010), "Environmentally assisted cracking overview"; in: 'Shreir's Corrosion', Richardson, T.J.A. (eds) Elsevier B.V.

NIBUR, K.A., SOMERDAY, B.P., MARCHI, C.S. *et al.* (2010), *Measurement and interpretation of threshold stress intensity factors for steels in high-pressure hydrogen gas*, Sandia Report SAND2010-4633, Sandia National Laboratories, Livermore, CA, 2010.

NIBUR, K.A., SOMERDAY, B.P., MARCHI, C.S. *et al.* (2013), "The Relationship Between Crack-Tip Strain and Subcritical Cracking Thresholds for Steels in High-Pressure Hydrogen Gas", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol 44A, 2013

NODA, N. A. & TAKASE Y. (1999), "Stress concentration formulae useful for any shape of notch in a round test specimen under tension and under bending", *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 22, 1071–1082

PAO P. S. & BAYLES R. A. (1991), *Effect of ripple load on stress corrosion cracking in structural steels*, NRL Publication 190-6320

PARKINS R N (1993), 'Slow strain rate testing – 25 years experience'; in: *Slow Strain Rate Testing for the Evaluation of Environmentally Induced Cracking, Research and Engineering Applications; ASTM STP 1210*, R D Kane (ed.), American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 7–21.

PARKINS, R.N. (2010), 'Environmentally Assisted Cracking Test Methods', in: 'Shreir's Corrosion', Richardson, T.J.A. (eds) Elsevier B.V.

PEARSON, R. K., NEUVO, Y., ASTOLA, J., & GABBOUJ, M. (2016). "Generalized Hampel Filters". *Eurasip Journal on Advances in Signal Processing*, 2016(1), [87]. DOI: 10.1186/s13634-016-0383-6

PILKEY, W.D. & PILKEY, D.F. (2008), *Peterson's Stress Concentration Factors*, 3<sup>rd</sup> Edition, editado por Pilkey W.D. & Pilkey, D.F., John Wiley & Sons, Inc., 2008

RAYMOND, L. (1989) – ‘Fracture Mechanics Applied to Tensile Fasteners – Part One in a Series... Failure Mode’, *American Fastener Journal*, Oct/Nov, 1989

RAYMOND, L. (1990a) – ‘Fracture Mechanics Applied to Tensile Fasteners – Part Two in a Series... Material Selection’, *American Fastener Journal*, Jan/Feb, 1990

RAYMOND, L. (1990b) – ‘Fracture Mechanics Applied to Tensile Fasteners – Part Three in a Series... Environmental Effects’, *American Fastener Journal*, Mar/Apr, 1990

RAYMOND, L. (1990c) – ‘Fracture Mechanics Applied to Tensile Fasteners – Part Four in a Series... Test Methods’, *American Fastener Journal*, May/Jun, 1990

RAYMOND, L. (1990d) – ‘Fracture Mechanics Applied to Tensile Fasteners – Last in a Five Part Series... Hydrogen Embrittlement’, *American Fastener Journal*, Sept/Oct, 1990

RAYMOND, L. (2015) – ‘*San Francisco Oakland Bay Bridge Self Anchored Suspension Bridge – Report – Evaluation of the ASTM A354 Grade BD Rods*’

ROBERTSON, I.M.; MARTIN, M.L.; FENSKE, J.A. (2012), “Influence of hydrogen on the behavior of dislocations”, in: *Gaseous Hydrogen Embrittlement of materials in Energy Technologies*, Gangloff, R.P., Somerday B.P. (eds.) Woodhead Publishing

ROBERTSON, I.M., SOFRONIS, P., NAGAO, A. *et al.* (2015), “Hydrogen embrittlement understood”, *Met. & Mat. Trans. A*, 46A, 2015.

ROBINSON, M.J. & KILGALLON, P;J. (1994), ‘Hydrogen embrittlement of cathodically protected high-strength, low-alloy steels exposed to sulfate-reducing bacteria’, *Corrosion Science*, Vol. 50, No 8, 1994.

RONEVICH, J.A., SOMERDAY, B.P., SAN MARCHI, C.W. (2016), “Effects of microstructure banding on hydrogen assisted fatigue crack growth in X65 pipeline steels”, *International Journal of Fatigue*, Volume 82, Part 3, Jan 2016, pp 497–504

RORVIK, G., HAALAND, B. O. E KIRKEMO, F. (2014), ‘Fasteners in subsea applications – end user experiences and requirements’, *Proceedings of the ASTM 2014 33<sup>rd</sup> OMAE*, San Francisco, California, USA

SAN MARCHI, C., SOMERDAY, B.P. (2005), *Technical Reference on Hydrogen Compatibility of Materials - Low-Alloy Ferritic Steels: Tempered Fe-Ni-Cr-Mo Alloys* (code 1212), Sandia National Laboratories

SCHWALBE K.-H. (1995), 'Introduction of  $\delta_5$  as an operational definition of the CTOD and its practical use', in *Fracture Mechanics—26th Volume*, W.G. Reuter, J.H. Underwood, and J.C. Newman, eds., ASTM, West Conshohocken, PA, 1995, pp. 763–78.

SCULLY, J.R. & MORAN, P.J. (1990), 'Influence of strain on hydrogen assisted cracking of cathodically polarized high-strength steel', *Environmentally assisted cracking: science and engineering – ASTM STP 1049*, W.B. Lisagor, T.W Crooker, e B.N.Leis, Eds. ASTM, Philadelphia, 1990, pp. 5-29

SCULLY, J.R. (2012), *Relatório de determinação da concentração de hidrogênio em aço baixa-liga através de testes de Permeação e Barnacle*, não publicado.

SOFRONIS, P. & LUFRANO, J. (1999), "Interaction of local elastoplasticity with hydrogen: embrittlement effects", *Materials Science and Engineering A* 260 (1999) 41–47

SPONSELLER, D. L. (1992). "Interlaboratory Testing of Seven Alloys for SSC Resistance by the Double Cantilever Beam Method". *Corrosion Engineering*, 48.

SPONSELLER, D. L., PADFIELD, C. J., & URBAND, B. E. (2003). "Factors Affecting Crack Path, Edge Cracking, and KISSL Rating During Testing of Low-Alloy Steels by the NACE Double-Cantilever-Beam Method of TM0177-96(D)". *CORROSION 2003*, NACE International.

SPONSELLER, D. L., SPONSELLER, T. E., & BRUCE, E. (2008). "Sulfide Fracture Toughness of Low-Alloy Steel OCTG In Mild Conditions At Room Temperature And 40° F". *CORROSION 2008*, NACE International.

SPROWLS, D. O., COURSEN, J. W., AND WALSH, J. D. (1976), "Evaluating Stress-Corrosion Crack-Propagation Rates in High-Strength Aluminum Alloys with Bolt Loaded Precracked Double-Cantilever-Beam Specimens," *Stress Corrosion—New Approaches, ASTM STP 610*, American Society for Testing and Materials, 1976, pp. 143-156.

SZKLARZ, K. E. (2001). "Understanding the Size Effect in NACE TM0177 Method D (DCB) Testing and Implications for Users". *CORROSION 2001*, NACE International.

SZKLARZ, K. E. (2008). "Interpreting And Using The Nace Double Cantilever Beam (DCB) Test". *CORROSION 2008*, NACE International.

SZKLARZ, K. E. (2009). “The Introduction Of Kiapplied To Tm0177 Method D (DCB) And Use Of “Offspec” Results”. *CORROSION 2009*, NACE International.

SZKLARZ, K. E. (2011). “Klimit In Nace Tm0177 - Method D (DCB): Defintion, Measurement And Use”. *CORROSION 2011*, NACE International.

SZKLARZ, K. E., & PEREZ, T. E. (1995). “Observations on the use of the Double Cantilever Beam specimen for sulfide stress corrosion tests”. *Corrosion 95*.

SZKLARZ, K. E., SUTTER, P., LEYER, J. *et al.* (2003). “NACE TM0177 Method D Test Procedure (DCB) Learnings from Comparative Laboratory Testing”. *CORROSION 2003*, NACE International.

TADA, H., PARIS, P. & IRWIN, G. (1973), *The stress analysis of cracks handbook*, Hellertown, MA: Del Research Corporation, 1973

TAKEDA Y., MCMAHON JR., C. J. (1981), ‘Strain Controlled vs. Stress Controlled Hydrogen Induced Fracture in a Quenched and Tempered Steel’, *Met. Trans. A*, 12A, 1255.

THEBAULT, F., BUREAU-BAYART, A.S., DELATTRE, L. *et al.* (2013), “Accurate determination of K<sub>IA</sub>PLIED for NACE TM0177 Method D test”, *CORROSION 2013*, NACE International.

THEBAULT, F., BUREAU-BAYART, A.S., PINEAU, F. *et al.* (2014), “Klimit of C110 in NACE TM0177 Solution A Influence of the specimen size and the initial crack length”. *CORROSION 2014*, NACE International.

TORIBIO, J. & AYASO, F. J. (2002) – ‘On the Most Adequate Round Notched Specimen for Hydrogen Embrittlement Testing’

TORIBIO, J. (1994) – ‘Stress corrosion testing with notched specimens: choice of the adequate kinematic variable’, *EFC 10 – Structural Integrity: Experiments, Models and Applications*

TURKALJ, T., CRAVERO, S., ERNST, H. *et al.* (2015), ‘Effect of high arm displacement on DCB specimen testing’, *CORROSION 2015*, NACE International

TURKALJ, T., SCHIFINI, R., CRAVERO, S. *et al.* (2015), ‘Uncertainty assessment in DCB testing’, *CORROSION 2015*, NACE International

TURNBULL A (1992), 'Test methods for environment-assisted cracking', NPL Report DMM(A)66, National Physical Laboratory, Teddington, Middlesex

TURNBULL, A. (2012), "Hydrogen diffusion and trapping in metals", in: *Gaseous Hydrogen Embrittlement of materials in Energy Technologies*, Gangloff, R.P., Somerday B.P. (eds.) Woodhead Publishing

WAID, G.M., AULT, R.T. (1976), 'Effects of composition on stress-corrosion cracking resistance of ultrahigh-strength steels', in: *Stress Corrosion – New Approaches*, ASTM STP 610, H L Craig Jr (ed.), American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 199–212.

WALTER, R.J. & CHANDLER, W.T. (1969), "Effects of High-Pressure Hydrogen on Metals in Ambient Temperatures Final Report," R-7780-1 (NASA contract NAS8-14), Rocketdyne, Canoga Park CA, 1969.

WANG, M., AKIYAMA, E., TSUZAKI, K, (2005a), "Effect of hydrogen and stress concentration on the notch tensile strength of AISI 4135 steel", *Materials Science and Engineering A* 398 (2005) 37–46

WANG, M., AKIYAMA, E., TSUZAKI, K, (2005b), "Hydrogen degradation of a boron-bearing steel with 1050 and 1300MPa strength levels", *Scripta Materialia* 52 (2005) 403–408

WANG, M., AKIYAMA, E., TSUZAKI, K, (2005c), "Crosshead speed dependence of the notch tensile strength of a high strength steel in the presence of hydrogen", *Scripta Materialia* 53 (2005) 713–718

WANG S., MARTIN, M.L., SOFRONIS, P. *et al.* (2014), *Acta Materialia*, 2014, vol. 69, pp. 275–82.

WANHILL R J H (1991), "Fracture control guidelines for stress corrosion cracking of high strength alloys", *NLR Technical Publication TP 91006 L*, Amsterdam, The Netherlands.

YODER G. R., PAO P. S. & BAYLES R. A. (1988), "Theoretical Prediction of Ripple-Load Effect on Stress-Corrosion Cracking", *NRL Memorandum Report 6215*

YU, J., BARKER, J.C. & BROOK, R. (1995), "Optimization Of Crack Length Measurement By DCPD In DCB Specimens", *International Journal of Offshore and Polar Engineering*, Vol. 5, No.2, June 1995