

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais

PPGE3M

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE REVENIMENTO NA  
TENACIDADE À FRATURA DINÂMICA E NA TENACIDADE À FRATURA  
ASSISTIDA PELO AMBIENTE DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI  
420

**Marcelo Moussalle Macedo**

Dissertação para Obtenção do Título de Mestre  
em Engenharia

Porto Alegre  
2016

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais

PPGE3M

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE REVENIMENTO NA  
TENACIDADE À FRATURA DINÂMICA E NA TENACIDADE À FRATURA  
ASSISTIDA PELO AMBIENTE DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI  
420

MARCELO MOUSSALLE MACEDO  
Engenheiro Metalúrgico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre  
2016

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência e Tecnologia dos Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Afonso Reguly, PPGE3M/UFRGS

Prof. Dr. Luiz Carlos Pereira, UFRJ

Dr. Marcio Levi Kramer de Macedo, UFRGS

Prof. Dr. Carlos Perez Bergman  
Coordenador do PPGEM

Dedico esta dissertação aos meus pais, a minha família, aos meus amigos e a todas as pessoas que contribuíram para realização desse trabalho.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais e irmão por sempre me apoiarem, não apenas durante esta etapa, mas por toda a minha vida;

Ao Professor Dr. Telmo Roberto Strohaecker (*In Memoriam*) pela orientação, amizade e por todas as oportunidades oferecidas ao longo desses anos;

Aos colegas do Grupo de Ensaios Mecânicos (GEM) Bill Paiva dos Santos, Jefferson Haag, Vagner Machado Costa e Agnes Martins pelo auxílio na realização dos ensaios de tenacidade à fratura da mecânica da fratura;

Aos colegas do Grupo de Ensaios de Corrosão (GECOR) Pedro Moraes e Lorenzo Félix, pelo auxílio na realização dos ensaios em meio corrosivo;

Ao Eng. Jorge Braz pelo auxílio e contribuição na execução deste trabalho;

Ao Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF/UFRGS), em especial aos colegas do Grupo de Análise de Falhas (GAF), pelo auxílio e amizade ao longo de todo esses anos;

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	VIII
LISTA DE TABELAS .....	XI
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	XII
RESUMO .....	XIII
ABSTRACT .....	XIV
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Aços inoxidáveis martensíticos.....	3
2.1.1 Propriedades dos aços inoxidáveis martensíticos .....	6
2.1.2 Tratamento térmico dos aços inoxidáveis martensíticos.....	8
<b>2.2 Fragilização pelo hidrogênio</b> .....	13
2.2.1 Difusão de Hidrogênio no aço .....	16
2.2.2 Mecanismos de fragilização por Hidrogênio .....	18
2.2.3 Geração de Hidrogênio durante a Proteção Catódica.....	19
<b>2.3 Mecânica da Fratura</b> .....	21
2.3.1 Ensaio de tenacidade à fratura.....	24
2.3.2 Ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente.....	29
2.3.3 Ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.....	30
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	35
<b>3.1 Material</b> .....	35
<b>3.2 Procedimento Experimental</b> .....	35
3.2.1 Dimensões dos corpos de prova.....	35
3.2.2 Tratamento Térmico .....	37
3.2.3 Ensaio de dureza .....	38
3.2.4 Avaliação microestrutural .....	38
3.2.5 Ensaio de Tenacidade à fratura ao ar .....	39
3.2.6 Ensaio de Tenacidade à fratura assistida pelo ambiente .....	39
3.2.7 Ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.....	41
3.2.8 Análise fractográfica .....	41
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	42
<b>4.1 Caracterização do material</b> .....	42

<b>4.2</b>	<b>Ensaio de dureza .....</b>	<b>42</b>
<b>4.3</b>	<b>Caracterização microestrutural.....</b>	<b>43</b>
<b>4.4</b>	<b>Ensaio de tenacidade à fratura ao ar.....</b>	<b>51</b>
<b>4.5</b>	<b>Tenacidade à fratura no meio.....</b>	<b>57</b>
<b>4.6</b>	<b>Tenacidade à fratura dinâmica.....</b>	<b>61</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>69</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>71</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>72</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama de equilíbrio Fe-Cr. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999).....	4
Figura 2: Modificações do campo de estabilidade da austenita em função dos elementos: (a) Carbono; (b) Nitrogênio. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999).....	5
Figura 3: Diagrama pseudobinário Fe-C-13Cr. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999).....	6
Figura 4: Influência da temperatura de revenimento na dureza de um aço inoxidável martensítico AISI 420 (0,22%C). Adaptado de (WINSTON 2011) .....	11
Figura 5: Influência da temperatura de revenimento na resistência à corrosão de um aço inoxidável martensítico AISI 420 (0,40%C – 13,50%Cr). (VILLARES 2005) .....	11
Figura 6: Interação entre os fatores que provocam o fenômeno de fragilização pelo hidrogênio. Adaptado de (AFROOZ 2011).....	15
Figura 7: Esquema do processo de aprisionamento de hidrogênio a frente da trinca. Adaptado de (WEI, et al. 1984 - 6th edition.) .....	16
Figura 8: Representação da interação entre o hidrogênio e a rede cristalina: (a) solução sólida; (b) par hidrogênio-soluto; (c) atmosfera de discordância; (d) acúmulo no contorno de grão; (e) acúmulo na interface matriz-precipitado; (f) hidrogênio recombinado em vazios. (THOMPSON 1980).....	17
Figura 9: Sistema de proteção catódica por corrente impressa em água do mar. Adaptado de (BRITTON e BAXTER 2016) .....	20
Figura 10: Comparação entre as abordagens de projeto de resistência dos materiais. ....	22
Figura 11: Representação esquemática do parâmetro de CTOD. Adaptado de (ANDERSON 2005) .....	24
Figura 12: Geometria dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura: (a) C(T); (b) SE(B). (ANDERSON 2005).....	25
Figura 13: Procedimento para determinação experimental de PQ. (SOUSA 2009) .....	26

Figura 14:Relação entre a abertura da boca do entalhe $V_p$ e abertura da ponta da trinca ( $\delta$ ). (STROHAECKER 1989) .....	28
Figura 15: Procedimento para determinar o valor de $V_p$ . Adaptado de (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991).....	28
Figura 16: Resposta força vs tempo para um aço de média resistência mecânica. (Metals Handbook 2000).....	31
Figura 17: Método da variação da taxa de flexibilidade elástica. Adaptado de (KOBAYASHI, T; YAMAMOTO, I 1993).....	32
Figura 18:Dimensões, em milímetros, dos corpos-de-prova do tipo SE (B) utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura.....	35
Figura 19: Medidas do comprimento da pré-trinca de fadiga. ....	37
Figura 20: Configuração do equipamento utilizado no ensaio de tenacidade à fratura em meio agressivo.....	40
Figura 21: Microestrutura do material na condição de como recebido, apresentando microestrutura composta por ferrita e carbonetos primários. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella .....	45
Figura 22: Microestrutura do material na condição de temperado e revenido a 380°C. Microestrutura composta por martensita revenida e precipitados. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella.....	48
Figura 23: Microestrutura do material na condição de temperado e revenido a 540°C. Microestrutura composta por martensita revenida e precipitados. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella.....	50
Figura 24:Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar: (a) condição 2; (b) condição 3. ....	51
Figura 25:Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura do material na condição 2.....	53
Figura 26:Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura do material na condição 3.....	53
Figura 27: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar. ....	56
Figura 28: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar. ....	56

Figura 29: Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente: (a) condição 2; (b) condição 3.....	57
Figura 30: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente. ....	60
Figura 31: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente. ....	61
Figura 32: Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica: (a) condição 2; (b) condição 3.....	62
Figura 33: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura dinâmica do material na condição 2.....	63
Figura 34: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura dinâmica do material na condição 3.....	63
Figura 35: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.....	67
Figura 36: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.....	67

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1: Composição química dos aços inoxidáveis martensíticos. (LIPPOLD e DAMIAN, K.J 2005).....	7
Tabela 2: Resultado do ensaio de composição química realizado no material estudado (% em massa).....	42
Tabela 3: Resultados do ensaio de dureza Brinell (HB) .....	43
Tabela 4: Valores de $K_{IC}$ obtidos no ensaio de tenacidade à fratura ao ar do material nas condições 2 e 3. ....	54
Tabela 5: Valores de $K$ no qual ocorreu a fratura do corpo de prova no ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente. ....	58
Tabela 6:Valores de $K_{ID}$ obtidos no ensaio de tenacidade à fratura dinâmica .....	64
Tabela 7:Média dos valores obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura. ....	68

**LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS**

AISI - American Iron Steel Institute

UNS - Sistema de Numeração Unificada

CCC - cubica de corpo centrado

CFC - cubica de fase centrado

COD – Crack opening displacement

CTOD – Crack tip opening displacement

K – Fator de intensidade de tensões

$K_{ID}$  – Fator de intensidade crítico dinâmico

$K_{IEAC}$  - Fator de intensidade de tensões crítico assistido pelo ambiente

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MFEP – Mecânica da fratura elasto-plástica

MFLE – Mecânica da fratura linear elástica

TCC - tetragonal de corpo centrado

## RESUMO

Esse trabalho teve como objetivo analisar a influência da temperatura de revenimento na tenacidade à fratura dinâmica e na tenacidade à fratura assistida pelo ambiente de um aço inoxidável martensítico AISI 420. Para realização do tratamento térmico de revenimento as temperaturas de 380 e 540°C foram selecionadas, sendo que esta última situa-se dentro da faixa de fragilização ao revenido desse material. Todos os ensaios reproduzidos neste trabalho foram realizados à temperatura ambiente utilizando corpos de prova da mecânica da fratura do tipo SE(B). As análises dos resultados obtidos mostraram uma grande susceptibilidade desse aço à fragilização ao revenido, inclusive com a mudança dos micromecanismos de fratura envolvidos no processo de falha, quando exposto ao ambiente de água do mar sintética sob proteção catódica de -1100mV<sub>ECS</sub> e a condições dinâmicas de carregamento, onde observou-se, respectivamente, uma redução na ordem de 60% e 30% do valor de tenacidade à fratura do material.

Palavras chaves: Aço inoxidável; Tenacidade à fratura; Fragilização pelo Hidrogênio

## **ABSTRACT**

This study aimed to analyze the influence of tempering temperature on dynamic toughness and environment toughness of a stainless steel AISI 420. To carry out this study the tempering temperatures of 380 and 540°C were selected, with the last one being within the range of the embrittlement of this material. All tests reproduced in this work were performed at room temperature on specimens of the mechanical fracture SE (B). The analysis of the obtained results showed a great susceptibility of this steel to the tempering embrittlement, with the change of fracture micromechanisms involved in the failure process, when exposed to the environment of synthetic sea water under cathodic protection of -1100mVECS and to dynamic conditions of loading, where a reduction in the order of 60% and 30% of the fracture toughness value of the material was observed, respectively.

Key Words: Stainless steel; Fracture toughness; Hydrogen Embrittlement

## 1 INTRODUÇÃO

Em projetos de engenharia, quando se visa garantir a integridade estrutural de componentes metálicos, as propriedades mais rigorosamente exigidas durante a etapa de seleção de materiais são a resistência ao escoamento e a tenacidade. Apesar da avaliação dessas propriedades serem, em muitas situações, suficientes para garantir se um determinado componente irá operar sob condições seguras, elas ignoram totalmente a presença de defeitos na estrutura do material.

Levar em conta a presença desses defeitos é de fundamental importância quando se busca evitar a ocorrência de falhas, uma vez que junto a estas regiões há um aumento localizado das tensões atuantes, podendo ocasionar o processo de falha mesmo sob condições de carregamento inferiores aquelas calculadas em projeto. Neste caso, para caracterização de componentes de alta responsabilidade, especialmente na avaliação de aços de alta resistência, a propriedade mais relevante passa a ser a tenacidade à fratura, a qual fornece dados quantitativos das tensões suportada por um material, contendo defeitos, frente ao processo de fratura.

Para avaliação da tenacidade à fratura de materiais metálicos são realizados ensaios baseados nos conceitos da Mecânica da Fratura, utilizando corpos de prova padronizados, sendo os seus valores medidos em função do fator de intensidades de tensões crítico ( $K_{IC}$ ). Uma vez que a tenacidade não é dependente apenas das características intrínsecas do material, mas também de fatores externos, como a temperatura de operação, a taxa de carregamento e o ambiente ao qual ele está exposto, estes ensaios podem ser realizados de diferentes formas, a fim de simular a condição na qual o componente será solicitado.

O material utilizado neste estudo é uma liga de aço inoxidável martensítico AISI 420, o qual é amplamente utilizado na confecção de instrumentos de corte. Devido as suas versáteis propriedades ele pode, porém, também ser utilizado na

fabricação de eixos, válvulas para água e vapor, turbinas a gás e até mesmo moldes de materiais corrosivos. Essa ampla faixa de aplicação faz com o aço AISI 420, possa ser exposto, em operação, a diversos ambientes sob diferentes solicitações e taxas de carregamento.

A proposta do presente estudo foi, desse modo, verificar a influência da temperatura de tratamento térmico de revenimento sobre a propriedade de tenacidade à fratura de um aço inoxidável AISI 420 em diferentes condições de operação. Para se ter um parâmetro comparativo os primeiros ensaios foram realizados ao ar com a aplicação de uma carga monotônica utilizando corpos de prova da mecânica da fratura do tipo SE(B). A seguir foram realizados ensaios variando a taxa de carregamento, a fim de verificar a sensibilidade desse material à fratura dinâmica, e o ambiente no qual foram realizados o ensaio, a fim de estudar a susceptibilidade do material ao meio agressivo. Para a realização do ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente, os corpos de prova foram submetidos a um ensaio em água do mar sintética sob a aplicação de proteção catódica de  $-1100\text{mV}_{\text{ECS}}$  simulando uma condição de super proteção desse material.

No próximo capítulo será apresentada a revisão bibliográfica utilizada no desenvolvimento deste trabalho. No capítulo 3 será apresentada a descrição do material e os métodos experimentais utilizados. Os resultados obtidos e a discussão será feita no capítulo 4. Por fim, as conclusões finais e as sugestões de trabalhos futuros serão apresentadas, respectivamente, nos capítulos 5 e 6.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Aços inoxidáveis martensíticos

Originalmente desenvolvidos na Inglaterra nos primeiros anos do século XX os aços inoxidáveis são ligas a base de ferro que contém no mínimo 11% em peso de cromo. O cromo, quando em contato com o oxigênio do ar forma, na superfície desses aços, uma camada passiva de óxido muito fina e aderente, que protege o material frente a muitos ambientes corrosivos.

Combinando uma alta resistência a corrosão com uma moderada resistência mecânica, os aços inoxidáveis são, geralmente, designados pelo sistema numérico da American Iron Steel Institute (AISI) ou pelo Sistema de Numeração Unificada (UNS). No Brasil a Associação Brasileira de Normas Técnicas segue a numeração utilizada pela AISI para a designação dos aços inoxidáveis. Os aços inoxidáveis trabalhados (processados termomecanicamente) são divididos em cinco grandes grupos, quatro deles são classificadas de acordo com a estrutura cristalográfica/microestrutura na temperatura ambiente (ferrítica, martensítica, austenítica e duplex) e o último devido ao tipo de tratamento térmico utilizado, o de endurecimento por precipitação. (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Fundamentalmente, os aços inoxidáveis são baseados em três sistemas: ferro-cromo (Fe-Cr), ferro-níquel (Fe-Ni) e ferro-cromo-níquel (Fe-Cr-Ni), podendo ainda conter outros elementos que alteram sua microestrutura e/ou propriedades. A Figura 1 apresenta o diagrama de equilíbrio ferro-cromo, que pode ser utilizado tanto para aços inoxidáveis martensíticos quando ferríticos. Nele é possível observar que, para qualquer relação Fe-Cr, a solidificação se inicia pela fase cubica de corpo centrado (CCC), chamada de ferrita delta ( $\delta$ ). Também é possível observar a existência do campo de fase austenítico e que a sua extensão diminui com o aumento do teor de cromo, estabilizando completamente a ferrita para

teores maiores que 13%. Deste modo a existência da austenita neste sistema é limitada a uma faixa de temperatura entre, aproximadamente, 840 e 1400°C e teores máximos de cromo de 12%.

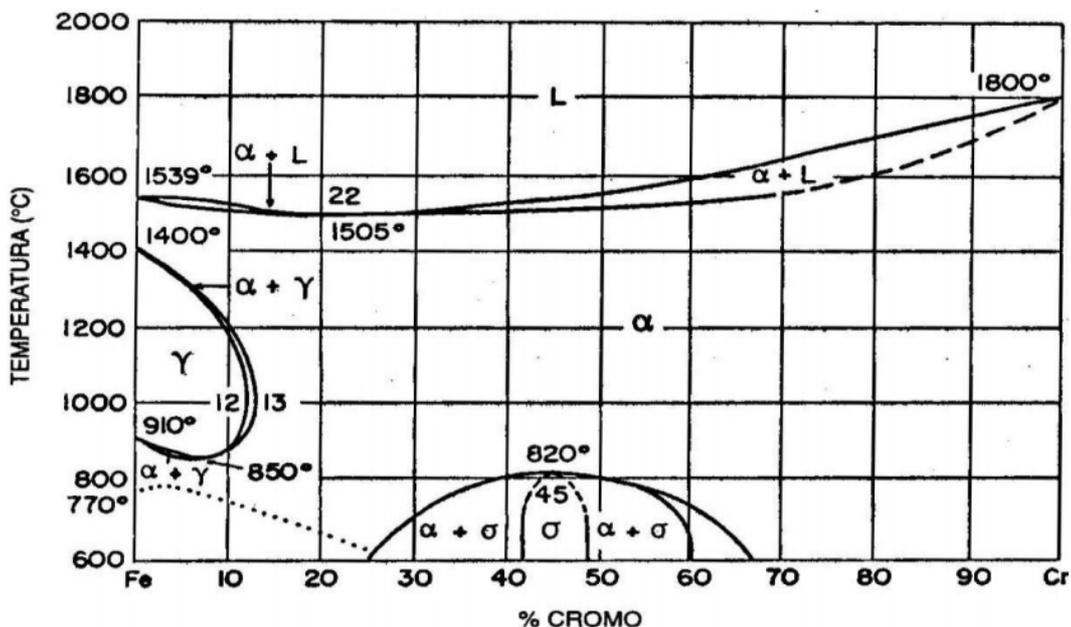


Figura 1: Diagrama de equilíbrio Fe-Cr. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Como as condições necessárias para a existência dos aços inoxidáveis martensíticos são a presença de um campo de fase austenítica, possibilitando assim a obtenção da microestrutura martensítica, e a presença de um teor mínimo de cromo de 11%, necessário para formação da camada passiva, pode-se observar que a composição química dos aços inoxidáveis martensíticos ficaria limitada a uma faixa muito estreita de composição química (entre 11 e 12% de cromo). Sendo assim, existe a necessidade de se ampliar o campo austenítico de forma a viabilizar a produção de aços inoxidáveis martensíticos com maiores teores de cromo. (COLPAERT 2008)

A adição de certos elementos de liga tende a modificar os campos de estabilidade das fases presentes nas ligas ferro-cromo. A influência, principalmente, dos elementos carbono e nitrogênio são bastante significativas, como mostrado na Figura 2, onde se pode observar uma ampliação do campo de

estabilidade da austenita para até cerca de 26% de cromo na presença simultânea de 0,19% de carbono e 0,02% de nitrogênio (figura 2a) ou 0,25% de nitrogênio e 0,05 de carbono (figura 2b) (PADILHA 1994). Vale ressaltar que nesta figura foi omitida a linha que separa as os campos  $\gamma$  e  $\gamma+\alpha$ , ou seja, a linha representada se refere ao limite de  $\gamma+\alpha$  com  $\alpha$ .

Pode-se observar, ainda, que a temperatura de transformação  $\alpha/\gamma$  aumenta à medida em que é elevado o teor de cromo. Já a transformação  $\gamma/\delta$  tem a temperatura diminuída, até que as linhas se encontram em um ponto a partir do qual a ferrita é estável em todas as temperaturas.

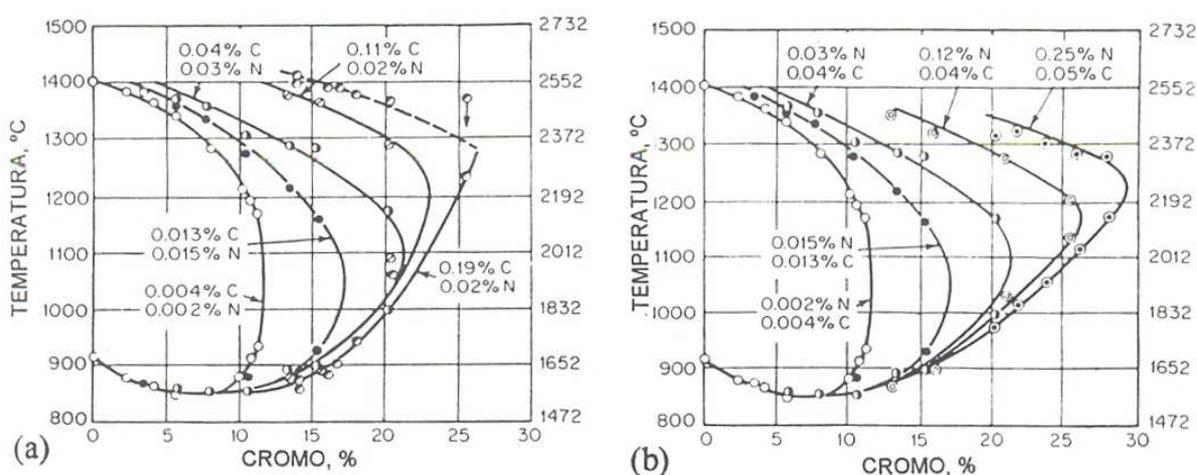


Figura 2: Modificações do campo de estabilidade da austenita em função dos elementos: (a) Carbono; (b) Nitrogênio. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Desde modo, para descrever o equilíbrio de fases dos aços martensíticos o diagrama ternário Fe-Cr-C é mais apropriado. A Figura 3 apresenta uma seção pseudobinária do sistema ternário com uma porcentagem fixa de 13% cromo, onde se pode observar com mais precisão as transformações que ocorrem durante o aquecimento e resfriamento desses aços sob condições de equilíbrio.

Pode-se observar que a adição de carbono no sistema Fe-Cr, além de aumentar o campo de estabilidade da austenita também promove a formação de carbonetos de liga complexos dos tipos  $M_{23}C_6$  e  $M_7C_3$  (identificados, respectivamente, como  $C_1$  e  $C_2$ ), onde o M representa elementos como Fe, Cr, W ou Mo. (LIPPOLD e DAMIAN, K.J 2005). É importante observar que o carboneto

$M_7C_3$ , na temperatura de austenitização, forma-se apenas para aços que possuem teor de carbono superior a 0,3%.

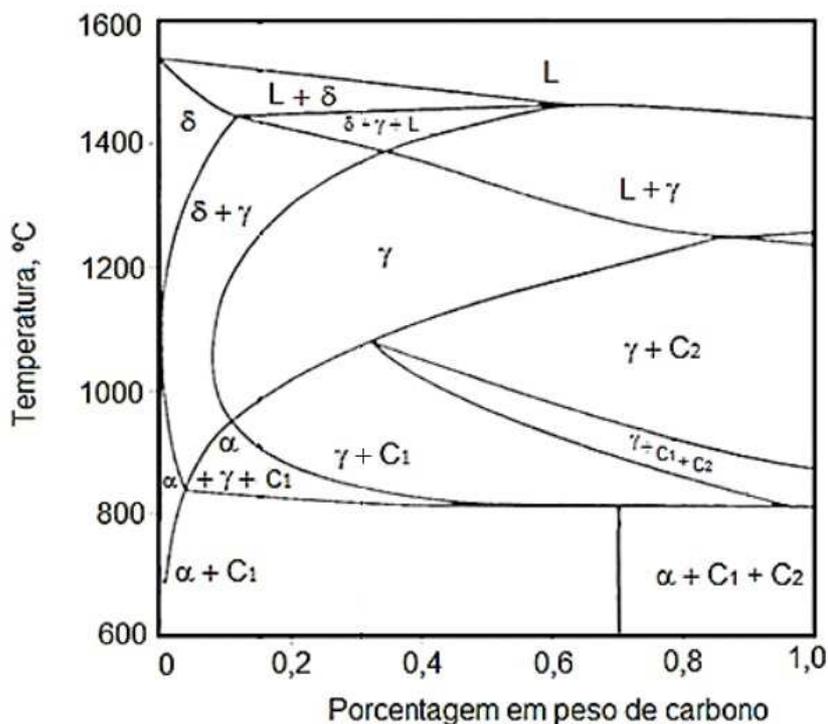


Figura 3: Diagrama pseudobinário Fe-C-13Cr. Adaptado de (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

### 2.1.1 Propriedades dos aços inoxidáveis martensíticos

Como visto, os aços inoxidáveis martensíticos são basicamente ligas Fe-Cr-C, que requerem determinadas condições para a sua produção. Os aços pertencentes a esta família são ligas ferromagnéticas que podem ser endurecidas através de tratamento térmico, apresentando, neste estado, uma estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC), devido a distorção da estrutura CCC provocada pelo excesso de carbono retido em solução sólida. (CALLISTER 2012)

O percentual de cromo nesses aços pode variar entre 11,5 e 18% em peso e com um percentual de carbono geralmente superior a 0,15%. A Tabela 1

apresenta a composição química completa dos principais aços inoxidáveis martensíticos fabricados.

Tabela 1: Composição química dos aços inoxidáveis martensíticos. (LIPPOLD e DAMIAN, K.J 2005)

Tipo	UNS No.	Composição (% em peso)					
		C	Cr	Mn	Si	Ni	Outros
403	S40300	0.15	11.5-13.0	1.00	0.50	-	-
410	S41000	0.15	11.5-13.5	1.00	1.00	-	-
410NiMo	S41500	0.05	11.5-14.0	0.50-1.00	0.60	3.5-5.5	0.50-1.00Mo
414	S41400	0.15	11.5-13.5	1.00	1.00	1.25-2.50	-
416	S41600	0.15	12.0-14.0	1.25	1.00	-	0.15 S min., 0.6 Mo
420	S42000	0.15 min	12.0-14.0	1.00	1.00	-	-
422	S42200	0.20-0.25	11.5-13.5	1.00	0.75	0.5-1.0	0.75-1.25 Mo, 0.75-1.25 W, 0.15-0.3 V
431	S43100	0.20	15.0-17.0	1.00	1.00	1.25-2.50	-
440A	S44002	0.60-0.75	16.0-18.0	1.00	1.00	-	0.75 Mo
440B	S44003	0.75-0.95	16.0-18.0	1.00	1.00	-	0.75 Mo
440C	S44004	0.95-1.20	16.0-18.0	1.00	1.00	-	0.75 Mo
CA-15	-	0.15	11.5-14.0	1.00	1.50	1.00	0.50 Mo
CA-6NM	-	0.06	11.5-14.0	1.00	1.00	3.5-4.5	0.40-1.0Mo

As propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis martensíticos são fortemente afetadas pela concentração de carbono, pelo processo de fabricação e pelos parâmetros de tratamento térmico empregado. Em geral, os aços desta família possuem elevada dureza, boa resistência à fadiga e uma excelente resistência ao desgaste. Eles, porém, apresentam uma menor resistência a corrosão quando comparados com os aços inoxidáveis ferríticos e austeníticos. (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

A combinação dessas propriedades faz com que os aços inoxidáveis martensíticos sejam amplamente utilizados na confecção de instrumentos cirúrgicos e odontológicos, em cutelaria, ferramentas de corte, válvulas, engrenagens, peças de turbinas a vapor, dispositivos de fixação. São indicados ainda para a fabricação de eixos e moldes de materiais corrosivos, como por exemplo, na injeção de polímeros clorados como o PVC (VILLARES 2005)

A adição de níquel e molibdênio aos aços dessa classe faz com que a sua aplicação possa estender-se também, por algumas vezes, nas indústrias de

petróleo e gás, uma vez que eles se mostraram como sendo uma alternativa prática e econômica na fabricação de tubulações em aplicações onshore e offshore, já que possuem uma maior resistência quando comparados a um aço ao carbono, que não contém elementos químicos inibidores de corrosão, e menores preços de produção do que os aços inoxidáveis duplex. (MESQUITA, et al. 2014)

Entre os aços que compõem a família dos inoxidáveis martensíticos, um dos mais comercializados é o AISI 420. Este aço apresenta médio teor de carbono e baixo teor de cromo, quando comparado com os outros aços desta classe. No estado recozido o AISI 420 apresenta baixa dureza (200 - 220 HV) e microestrutura composta de ferrita e carbonetos esferoidizados, não possuindo boa resistência a corrosão atmosférica devido ao fato de que grande parte do cromo presente na liga esteja “aprisionado” na forma de carbonetos ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ), fazendo assim com que o aço não apresente o teor mínimo de 11% de cromo em solução sólida, necessário para a formação da camada passiva. (LIPPOLD e DAMIAN, K.J 2005).

Desse modo, o aço inoxidável AISI 420, bem como todos os martensíticos, necessita ser submetido ao tratamento de têmpera, para obtenção da microestrutura martensítica. Nesta condição, tanto o carbono quanto o cromo estarão dissolvidos na martensita. (ASM Handbook Stainless Steels 1999). O tratamento de têmpera, bem como os outros tratamentos térmicos aplicados nos aços inoxidáveis martensíticos, serão melhores discutidos logo a seguir.

Quando no estado temperado, o AISI 420 apresenta suas melhores características, tanto de resistência à corrosão como mecânica. Apresentando, neste estado, boa resistência contra agentes fracamente agressivo como vapores d'água sem contaminantes, ácidos e álcalis fracos.

### 2.1.2 Tratamento térmico dos aços inoxidáveis martensíticos

Os tratamentos térmicos aplicados nos aços inoxidáveis martensíticos são similares aos utilizados nos aços martensíticos convencionais, sendo estes endurecidos por têmpera, e então revenidos para otimização das propriedades mecânicas. O processo de têmpera, nos aços inoxidáveis martensíticos, consiste no aquecimento da liga até o campo austenítico seguido de um resfriamento rápido (velocidade acima da velocidade crítica) até a temperatura ambiente, de modo a possibilitar a transformação martensítica. Devido à grande quantidade de cromo presente nestas ligas, que abaixa a temperatura de transformação da martensita e produz elevadíssima temperabilidade, elas podem ser resfriadas em óleo ou até mesmo ao ar. (KRAUSS 1990).

O ganho de resistência mecânica pelo tratamento de têmpera é diretamente dependente da quantidade de carbono presente na liga. Aumentando o teor de carbono, aumenta-se também a resistência mecânica do material, porém observa-se uma queda mais acentuada da ductilidade e da tenacidade. Como visto anteriormente, para o caso do aço AISI 420, o tratamento térmico de têmpera nos aços inoxidáveis martensíticos também se faz necessário para dissolver parte dos carbonetos formados nos processos anteriores, onde com essa dissolução, tem-se um maior teor de cromo e carbono dissolvido na matriz proporcionando, conseqüentemente, um aumento da resistência mecânica e da resistência a corrosão do material. (ASM Handbook Stainless Steels 1999).

Desse modo, a temperatura de austenitização, utilizada durante a têmpera, deve ser selecionada de maneira que não seja tão baixa, pois não promoveria a completa dissolução dos carbonetos, mas também não tão alta, a fim de evitar a formação de ferrita delta e o crescimento acentuado dos grãos austeníticos. Em especial para o aço inoxidáveis martensíticos AISI 420 essa faixa de temperatura situa-se entre 980 e 1065°C (ASM Handbook Stainless Steels 1999).

Após a realização do tratamento de têmpera, as tensões residuais presentes no material são tão altas e a ductilidade e a tenacidade são tão baixas que inviabilizam o seu uso na maioria das aplicações. Em função disso é realizado o tratamento térmico de revenimento, que consiste em um reaquecimento do material em temperaturas inferiores a sua temperatura de

austenitização (tratamento subcrítico), aumentando assim a sua ductilidade e a tenacidade, através da conversão da martensita em uma estrutura de finos carbonetos de liga precipitados na ferrita. Essa microestrutura recebe o nome de martensita revenida. (KRAUSS 1990)

O efeito que a temperatura de revenimento exerce sobre as propriedades mecânicas e a resistência a corrosão em um aço inoxidável martensítico AISI 420 podem ser vistos, respectivamente, nas Figura 4 e Figura 5. Observa-se que tanto a tensão de escoamento quando a tensão máxima do material mantem-se elevadas para valores até aproximadamente 450°C, quando a partir deste ponto ocorre uma redução abrupta.

Pode-se notar ainda, que quando revenido próximo a 400°C ocorre um leve aumento da tensão de escoamento. Esse fenômeno, conhecido como endurecimento secundário, é apontado como sendo devido a precipitação de finos carbonetos de liga do tipo  $M_{23}C_6$  na matriz martensítica. Conforme se continua a aumentar a temperatura de revenimento, a resistência mecânica desses aços volta a diminuir devido ao processo de coalescimento destes mesmos carbonetos. (LIM, LAI e MA 1993)

Quanto a resistência a corrosão, é possível observar que ela diminui consideravelmente quando uma maior temperatura de revenimento é utilizada (500°C). Isso ocorre devido ao aumento da precipitação de carbonetos de cromo e o conseqüente empobrecimento da quantidade deste elemento em solução sólida. (CHIAVERINI 1988). Alguns estudos apontam que a baixa taxa de corrosão observada nos aços inoxidáveis revenidos abaixo de 400°C se deve ao fato de que a grande maioria dos carbonetos que precipitam a essa temperatura são ricos em ferro ( $Fe_3C$ ) em vez dos de cromo. (WINSTON 2011)

Ainda com relação a figura 4, observa-se que quanto o AISI 420 sofre revenimento na faixa de temperatura de, aproximadamente, 450 a 560°C ocorre uma grande fragilização desse material, uma vez que componentes tratados dentro desta faixa apresentam os menores valores de resistência ao impacto observados. (ASM Handbook Stainless Steels 1999).

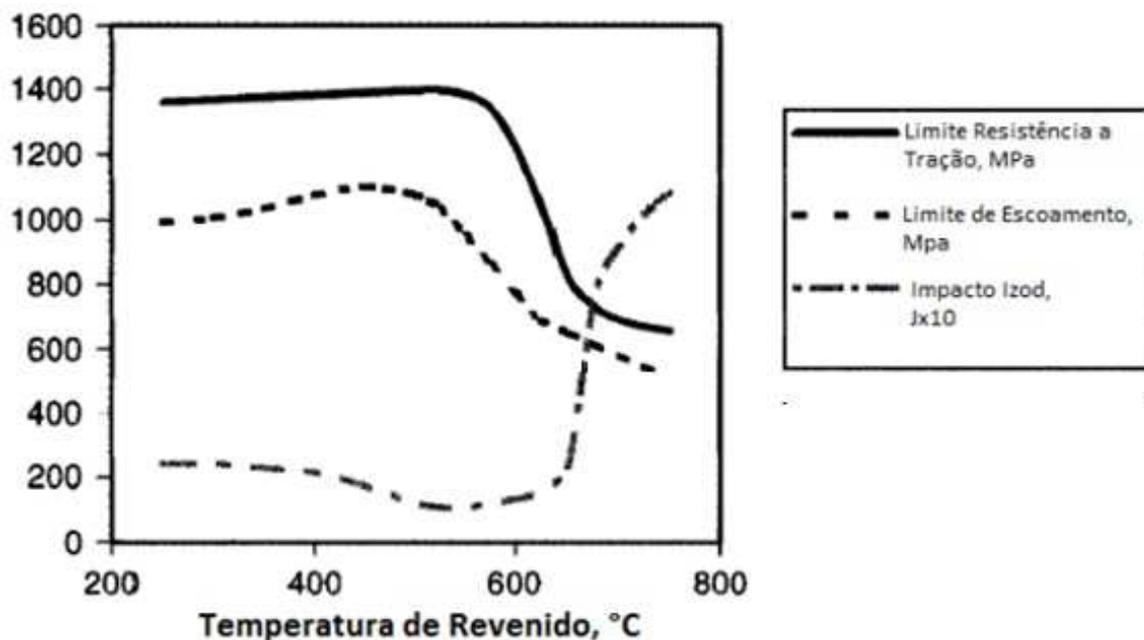


Figura 4: Influência da temperatura de revenimento na dureza de um aço inoxidável martensítico AISI 420 (0,22% C). Adaptado de (WINSTON 2011)

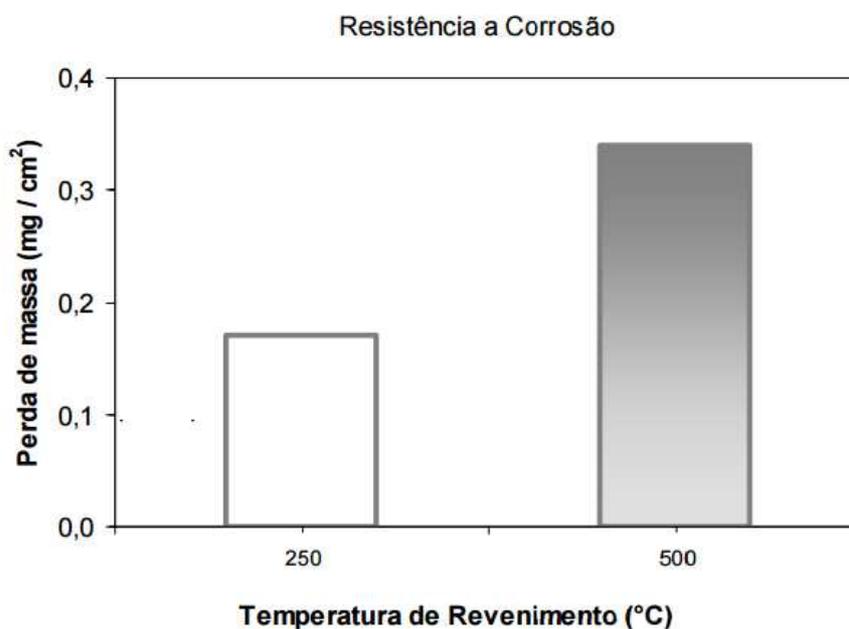


Figura 5: Influência da temperatura de revenimento na resistência à corrosão de um aço inoxidável martensítico AISI 420 (0,40% C – 13,50% Cr). (VILLARES 2005)

Essa perda de tenacidade, chamada de fragilização ao revenida (FR), é um fenômeno bastante comum nos aços temperados e revenidos e ocorre quando os

aços atravessam lentamente, durante o aquecimento ou resfriamento, a faixa crítica de temperatura. Como visto no caso do AISI 420 (figura 4), este tipo de fragilização promove uma acentuada queda na tenacidade do material porém, vale ressaltar, que não afeta de forma significativa a sua dureza e resistência ao escoamento. Para os aços martensíticos convencionais, a cinética de fragilização segue o comportamento de uma curva tipo “C” com a temperatura de revenimento em função do tempo, e com o menor tempo de exposição necessário para que ocorra a fragilização por volta da temperatura de 550°C. (KRAUSS 1990)

Um estudo realizado em um aço AISI 3140 mostra que nesta temperatura o tempo necessário para a fragilização ocorra é de aproximadamente 1 hora, enquanto para temperaturas próximas a 375°C são necessária centenas de horas de exposição para que ele se manifeste. Também é mostrado que o fenômeno de fragilização ao revenido pode ser revertido através do reaquecimento à uma temperatura de aproximadamente 575°C por alguns minutos. (CARR, et al. 1953)

A causa dessa fragilização nos aços martensíticos convencionais é atribuída a segregação impurezas como fosforo, antimônio e arsênio, para os contornos de grão da austenita prévia, o que acaba por causar a decoesão dos contornos dos grãos do material fragilizado. Pequenas quantidades desses elementos, na ordem de 100 ppms (0,01%), já são suficientes para que o fenômeno se manifeste. Silício e manganês em altas concentrações também são prejudiciais. (KRAUSS 1990)

Estudos realizados através de espectroscopia por elétrons identificaram que, além da segregação de impurezas, para materiais tratados dentro da faixa crítica de temperatura ocorre também um gradiente de concentração de elementos de liga, e que este fato pode estimular a segregação dessas impurezas. É indicado que o coeficiente de interação entre as impurezas e os elementos de liga aumentem na seguinte ordem: Níquel, manganês, cromo e molibdênio. (KRAUSS 1990)

No caso dos aços inoxidáveis martensíticos a causa da fragilização ao revenido é atribuída como sendo devida a dois diferentes tipos de mecanismo, podendo eles atuarem isoladamente ou simultaneamente, com diferentes graus

de interação. Alguns pesquisas (PRABHU GAUNKAR, HUNTZ e LACOMBE 1980) e (BHAMBR 1986) indicam que a principal causa da fragilização esteja relacionada a precipitação heterogênea de finos carbonetos ricos em cromo ao longo dos contornos de grãos, gerando um empobrecimento deste elemento nas regiões adjacentes, fenômeno conhecido como sensitização, enquanto outros trabalhos (GUILIOU, GUTTMANN e DUMOULIN 1981) e (TSAY, et al. 2002) atribuem essa fragilização a segregação de impurezas, como o fósforo, para os contornos de grãos austeníticos prévios.

Lim et al (1993) em seu trabalho apontou a precipitação de carbonetos durante o processo de endurecimento secundário de um aço inoxidável martensítico AISI 403 como causa exclusiva da fragilização ao revenido, mesmo esse aço contendo um teor de fosforo superior a 0,02%. (LIM, LAI e MA 1993)

Um outro estudo realizado por Gopa et al (2015), avaliou o processo de fragilização ao revenimento de um aço inoxidável martensítico AISI 410 e apontou a coexistência de carbonetos do tipo  $Fe_2C$  e carbonetos ricos em cromo ( $M_{23}C_6$ ) como a causa deste fenômeno. Ele observou que os carbonetos  $Fe_2C$  por se precipitarem dentro das ripas de martensita, desempenham um papel fundamental no fenômeno de fragilização deste aço. Neste estudo não foi observado a segregação de impurezas de P e S, mesmo em análises via microscópio eletrônico de varredura (MEV). (CHAKRABORTYA, et al. 2015)

## **2.2 Fragilização pelo hidrogênio**

A fragilização nos metais provocado pela ação do hidrogênio é um fenômeno bastante antigo, tendo sido relatado pela primeira vez em 1875 por W.H. Johnson (JOHNSON 1875), e que mesmo assim, apesar de diversos estudos realizados na área ao longo dos anos, permanece sendo um fenômeno ainda não totalmente entendido.

Sabe-se que o hidrogênio deteriora as propriedades mecânicas da maioria dos metais, diminuindo a sua capacidade de deformação plástica e promovendo a

redução de sua resistência mecânica. Sabe-se, também, que o mesmo pode ser absorvido pelo material durante o processo de fabricação ou, posteriormente, em serviço, como resultado de interações com o meio ao qual ele é exposto (AFROOZ 2011). Em serviço a fragilização pelo hidrogênio geralmente ocorre nas regiões dos componentes onde não há corrosão ou nas regiões protegidas contra a corrosão, como por exemplo no caso dos componentes de aços protegidos catodicamente. Isso ocorre pelo fato de que o processo de corrosão ocorre preferencialmente nas região anódicas, enquanto que o hidrogênio (na forma atômica) é gerado na superfície do material (região catódica). (GINGELL 1997).

O grau de fragilização provocada pelo hidrogênio varia dependendo do tipo de material, das propriedades mecânicas, do tipo de carregamento e da concentração de hidrogênio presente no ambiente, como mostrado na Figura 6. Geralmente quanto maior a resistência mecânica, maior é a suscetibilidade à fragilização. Poucas partes por milhão (ppm) de hidrogênio já são suficientes para fragilizar um material suscetível e eventualmente causar a falha do componente (ROGERS 1968).

Em relação ao material, mesmo para aços de mesmo nível de resistência mecânica, essa suscetibilidade ainda varia dependendo da composição química e da sua microestrutura da liga. (NAGUMO, NAKAMURA e TAKAI 2001).

Lai et al (2013), ao estudar o efeito da microestrutura na fragilização pelo hidrogênio em diversos aços inoxidáveis, mostrou que, em especial, a microestrutura martensítica apresenta maior suscetibilidade a essa fragilização do que as outras microestruturas. Esse fenômeno é associado a grande densidade de discordâncias presentes nesta estrutura, as quais podem atuar como sítios de aprisionamento para esse elemento, diminuindo a resistência global do componente e facilitando o surgimento de trincas. (LAI, TSAY e CHEN 2013)

Ainda com relação a microestrutura martensítica, um estudo realizado por Yan Liu et al (2013) identificou que a temperatura de austenitização, utilizada antes do o tratamento de têmpera, exerce um papel importante na susceptibilidade de hidrogênio absorvido por um aço de alta resistência martensítico. Em seu trabalho foi comprovado que a concentração de hidrogênio

no material diminui com o aumento da temperatura de austenitização de 880°C até 1050°C e volta a crescer para temperaturas superiores, até a faixa de 1250°C. Quando austenitizado à 1050°C a concentração de hidrogênio observada foi inferior à metade de que quando austenitizado à 880°C e 1250°C. (LIU, WANG e LIU 2013)

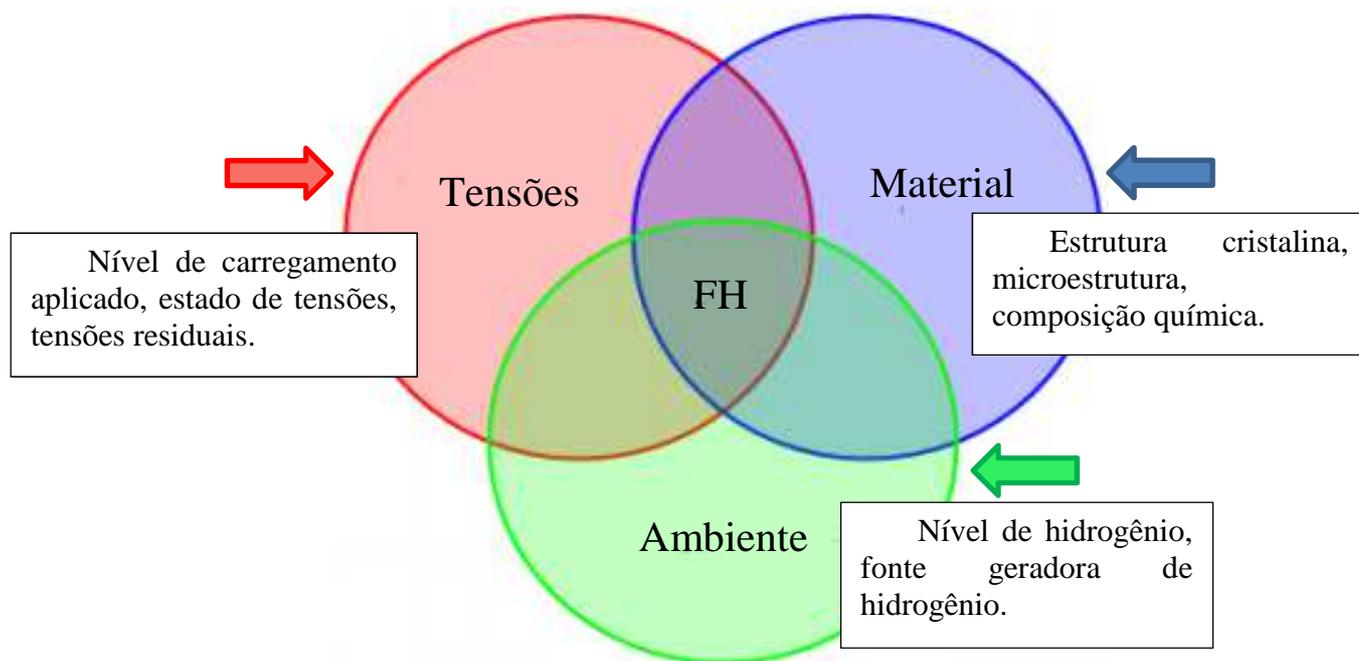


Figura 6: Interação entre os fatores que provocam o fenômeno de fragilização pelo hidrogênio. Adaptado de (AFROOZ 2011)

Além da microestrutura e do meio ambiente, é preciso levar em conta também a influência das tensões existentes no componente, principalmente quando há defeitos em sua estrutura. A presença de trincas, ocasiona um acúmulo de hidrogênio na região frente a ponta dessas defeitos, devido ao desenvolvimento de um estado triaxial de tensões que pode resultar, também, na formação de uma zona de deformação plástica nesta região. Esse acúmulo de hidrogênio se deve ao movimento das discordâncias durante o processo de deformação plástica na região à frente da ponta da trinca, o qual aumenta a taxa de difusão de hidrogênio, favorecendo o fenômeno de fragilização. (GINGELL 1997); (DIAS 2009). A Figura 7 apresenta um desenho esquemático de como o hidrogênio se armazena na região frente a ponta da trinca.

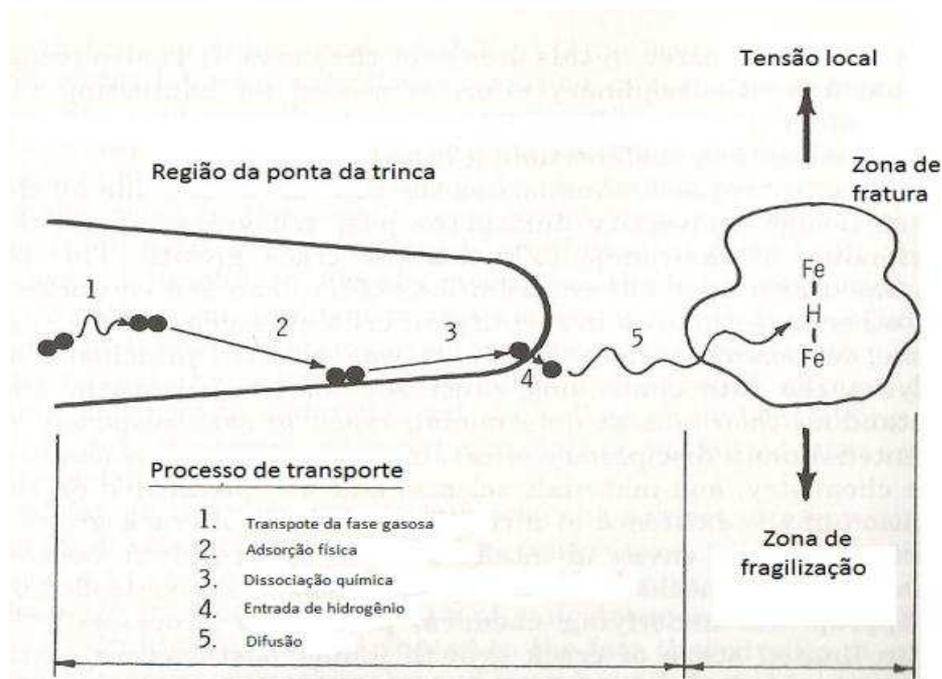


Figura 7: Esquema do processo de aprisionamento de hidrogênio a frente da trinca. Adaptado de (WEI, et al. 1984 - 6th edition.)

Desse modo, em materiais metálicos, pode-se relacionar a perda de tenacidade à fratura, causada pelo hidrogênio, com a elevada taxa de concentração desse elemento nessas regiões. Esse fenômeno pode ser governado por fatores químicos, eletroquímicos ou metalúrgicos. (KEHLER e SCULLY 2008)

### 2.2.1 Difusão de Hidrogênio no aço

O Hidrogênio se difunde nos materiais metálicos no estado atômico. Devido ao seu pequeno volume, ele se difunde facilmente pela rede cristalina mesmo em baixas temperaturas, ocupando preferencialmente os sítios tetraédricos nos metais CCC e os sítios octaédricos nos metais CFC. Uma vez que os interstícios da estrutura CFC são maiores que os da estrutura CCC, a austenita é capaz de dissolver mais facilmente o hidrogênio do que a ferrita. (GINGELL 1997)

Apesar de ocuparem preferencialmente as posições intersticiais da estrutura cristalina, os átomos de hidrogênio também podem estar presos em diferentes tipos de defeitos (sítios de aprisionamento) presentes dentro do material. Esses sítios de aprisionamento são locais na rede cristalina onde o hidrogênio reduz seu potencial químico, quando aprisionado. Ao entrar nesses sítios, o hidrogênio apresenta pouca probabilidade de retornar aos interstícios do reticulado, pois estes são regiões onde os átomos de hidrogênio estão sujeitos a uma força atrativa provocada por campos elétricos, campos de tensões e gradientes de temperatura. (GINGELL 1997)

Segundo Dayal (2003), podem atuar como sítios de aprisionamento de hidrogênio: A rede cristalina (hidrogênio em solução sólida), contornos de grão, discordâncias, vazios e até mesmo interfaces incoerentes entre precipitados e a matriz, como mostra a Figura 8. (DAYAL e PARVATHAVARTHINI 2003)

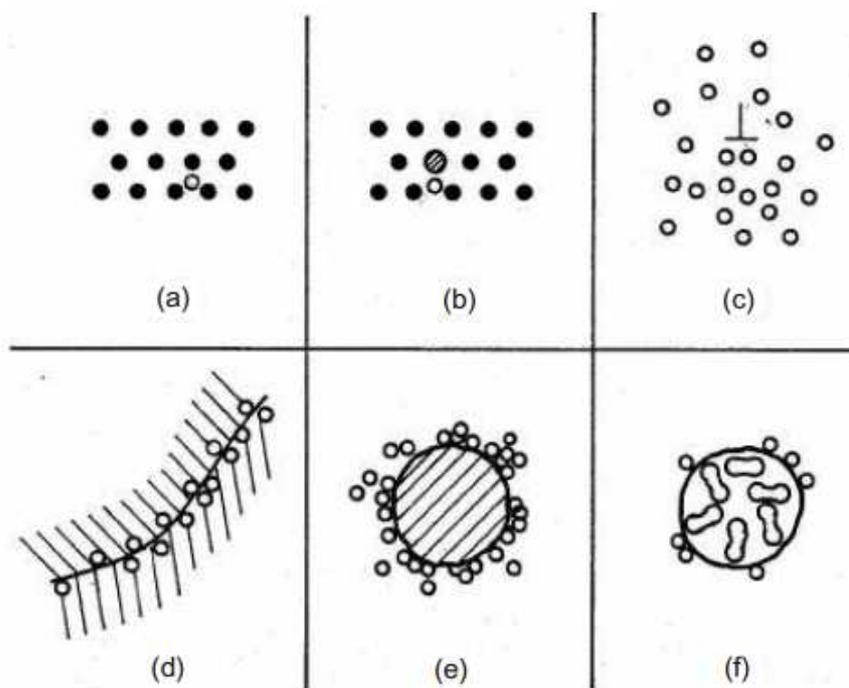


Figura 8: Representação da interação entre o hidrogênio e a rede cristalina: (a) solução sólida; (b) par hidrogênio-soluto; (c) atmosfera de discordância; (d) acúmulo no contorno de grão; (e) acúmulo na interface matriz-precipitado; (f) hidrogênio recombinado em vazios. (THOMPSON 1980)

O estudo do caráter destes sítios de aprisionamento é importante para determinar a reversibilidade da reação. Se a energia de ligação do aprisionador for fraca, o hidrogênio pode escapar facilmente. Por outro lado, se a energia de ativação para deixar um sítio for elevada o hidrogênio fica preso irreversivelmente. (AFROOZ 2011)

### 2.2.2 Mecanismos de fragilização por Hidrogênio

Várias teorias tem sido propostas para explicar a fragilização pelo hidrogênio, não havendo uma única teoria aceita como geral para todos os casos. Entre estas propostas destacam-se: teoria da pressão, teoria da decoesão, teoria da interação com discordâncias e teoria da formação de hidretos. Dependendo do material, das condições microestruturais e das tensões impostas, mais de um mecanismo pode atuar simultaneamente.

**Teoria das pressões internas:** Foi a primeira proposta para explicar a fragilização pelo hidrogênio. Essa teoria baseia-se na recombinação do hidrogênio atômico (H) em hidrogênio molecular ( $H_2$ ) dentro de defeitos internos do material, como vazios, trincas e próximo a interface de inclusões não metálicas. A formação do gás hidrogênio resulta em pressões internas elevadas que atuam de modo a expandir a cavidade do defeito, o que pode levar a formação de microtrincas no material. (Metals Handbook 9<sup>a</sup> Edition 1987)

**Teoria da decoesão:** Nesta teoria assume-se que o hidrogênio atômico difunde para a região frente a ponta de trincas, diminuindo a força coesiva entre os átomos do material. Devido a isso a fratura apresenta-se de modo extremamente frágil, pois se torna mais fácil o rompimento de ligações atômicas do que a deformação plástica. Essa teoria é mais voltada para descrever o efeito do hidrogênio no processo de propagação de trincas e não na nucleação das mesmas.

**Teoria da interação entre discordâncias:** Esta teoria sugere que uma possível interação entre o hidrogênio atômico e as discordâncias, acabando por

dificultar o movimento das mesmas. Este fato ocorre devido a formação de atmosferas de Cottrell, que acabam limitando a mobilidade das discordâncias na região frente a ponta da trinca, dificultando a deformação e fazendo com que a propagação da trinca ocorra com menores níveis de tensão aplicada. (GINGELL 1997)

**Teoria da formação de Hidretos:** Essa última teoria afirma que a formação de uma segunda fase (hidretos metálicos) no interior do material pode promover a sua fragilização. A formação destes hidretos é facilitada pelo aumento da concentração de hidrogênio em regiões do material onde há uma concentração localizada de tensões. A presença destes hidretos metálicos no reticulado cristalino promove a fragilização do material devido ao aumento de volume local no reticulado ou devido a redução da ductilidade do material. (GINGELL 1997)

### 2.2.3 Geração de Hidrogênio durante a Proteção Catódica

A proteção catódica é uma técnica bastante utilizada para proteger componentes e estruturas metálicas em ambientes agressivos, quer elas estejam enterradas ou submersas. O princípio desta técnica baseia-se em levar o potencial de corrosão da estrutura a proteger para valores correspondentes à de imunidade do material. Essa proteção pode ser realizada de duas maneiras: pela aplicação de uma corrente elétrica contínua que pode ser fornecida por uma fonte externa de alimentação (proteção por corrente impressa) ou por um metal de potencial mais negativo (proteção por ânodo de sacrifício).

No sistema de proteção por ânodos de sacrifício, o fluxo de corrente se origina da diferença de potenciais existentes entre o metal a ser protegido e um outro metal de potencial de corrosão inferior. A quantidade, tamanho e distribuição dos ânodos é de fundamental importância para que se obtenha uma proteção efetiva da estrutura. Os ânodos de sacrifício mais utilizados são geralmente o alumínio, o zinco e o magnésio, uma vez que estes apresentam a

maior diferença de potencial em relação aos materiais metálicos utilizados em estruturas a serem protegidas. (GENTIL 2012)

O sistema de corrente impressa, por sua vez, baseia-se na aplicação de uma corrente elétrica, fornecida por uma fonte externa, através do eletrólito, fazendo com que a estrutura a ser protegida transforme-se em um cátodo de uma célula eletroquímica. A Figura 9 ilustra o método de proteção catódica por corrente impressa, considerando um metal exposto em água do mar.

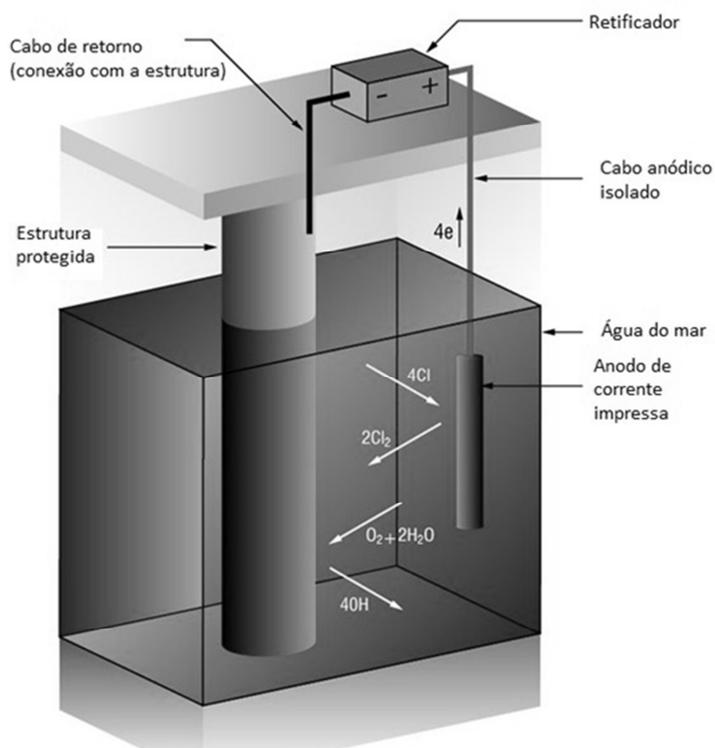


Figura 9: Sistema de proteção catódica por corrente impressa em água do mar. Adaptado de (BRITTON e BAXTER 2016)

Quando a estrutura metálica, submersa em água do mar, é submetida à proteção catódica acaba ocorrendo a eliminação das áreas anódicas da superfície do material, fazendo com que toda a estrutura adquira comportamento catódico, cessando desse modo o fluxo de corrente entre o anodo/cátodo e, conseqüentemente, eliminando o processo corrosivo. Com o surgimento desta célula eletroquímica o metal é conduzido a proteção. (GENTIL 2012)

A reação catódica que ocorre na superfície do material provoca a reação de redução da água do mar, resultando na formação de hidrogênio molecular atômico ( $H^+$ ), que é adsorvido na superfície do material, sendo esta reação é cada vez mais dominante quando mais negativo for o potencial de proteção. Nesta condição, parte dos átomos de hidrogênio tendem a se recombinar sob a forma molecular ( $H_2$ ) e escapar na forma de bolhas de gás, enquanto outra parte é absorvida para o interior do material, seguindo a reação de equilíbrio. (DIAS 2009)



Como consequência da reação anódica do processo de proteção catódica em água do mar, ocorre um gradual diminuição do valor de pH da solução proveniente da acidificação promovida pela decomposição da água. (DIAS 2009)

Alguns compostos como  $S_2^-$ ,  $HS^-$  e  $H_2S$  dificultam o processo de recombinação de átomos de hidrogênio na superfície do material, fazendo com que a reação de absorção seja ainda mais elevada. Mesmo pequenas quantidades desses compostos são suficientes para elevar a quantidade de hidrogênio absorvido. A difusão e a acumulação de hidrogênio atômico nas estruturas metálicas, gerados pelo processo de proteção catódica, dependem ainda de alguns parâmetros, tais como a composição e microestrutura do aço e a temperatura. (TURNBULL e GRIFFITHS 2002)

Desse modo, ao aplicar-se essa técnica em uma estrutura, um cuidado que se deve tomar é para que o potencial de proteção catódica seja mantido dentro de um limite entre o potencial de proteção e o potencial de evolução de hidrogênio, de modo a evitar tanto a corrosão quanto a fragilização por hidrogênio.

### **2.3 Mecânica da Fratura**

Os critérios convencionais de engenharia para a prevenção de falhas em estruturas metálicas baseiam-se em evitar falhas por deformação plástica, tendo como referência apenas a tensão de escoamento e as tensões aplicadas no

componente. Este critério é adequado para diversos casos, porém, é insuficiente quando existe a presença de defeitos (trincas, porosidades, inclusões) no material. A presença desses defeitos acarretam numa perda de resistência mecânica, devido a elevada concentração de tensões nas regiões próximas a estes defeitos, fazendo com que o componente possa apresentar falha mesmo com a aplicação de cargas inferiores aquelas estabelecidas em projeto. (ANDERSON 2005).

A mecânica da fratura surge, desse modo, como uma ferramenta que permite quantificar de uma forma bastante segura os níveis admissíveis de tensões em que um componente, contendo defeitos, poderá operar sem apresentar falha. Para isso é utilizando a relação entre as três principais variáveis envolvidas no processo: a tensão aplicada, o tamanho do defeito e a tenacidade à fratura do material. (STROHAECKER 1989). A Figura 10, apresenta uma comparação entre a abordagem utilizada pela mecânica da fratura e a abordagem convencional utilizada em projetos e seleção de materiais.

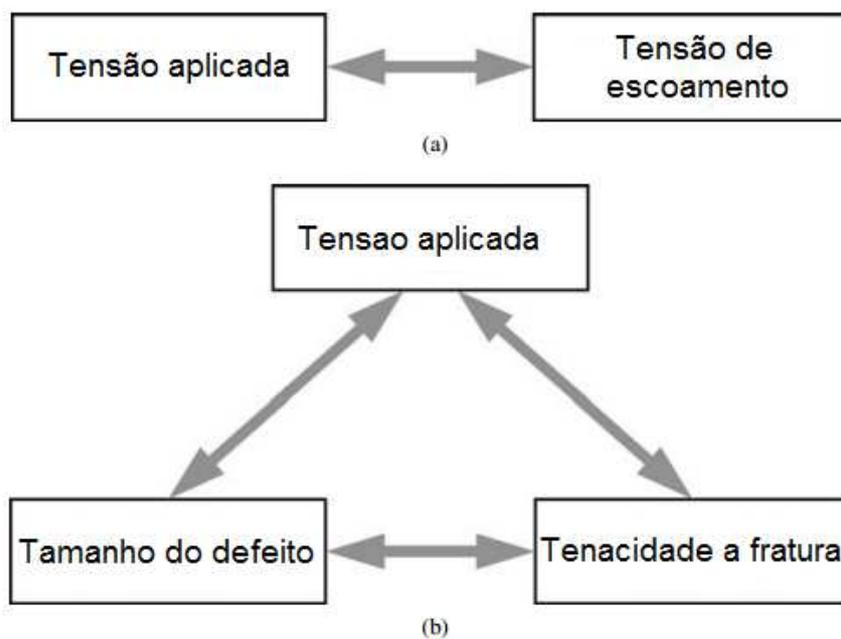


Figura 10: Comparação entre as abordagens de projeto de resistência dos materiais. (a) Abordagem convencional e (b) abordagem da mecânica da fratura. Adaptado de (ANDERSON 2005)

Os conceitos da mecânica da fratura são divididos em duas abordagens, uma regida pelo comportamento linear-elástico (MFLE), que se aplica em casos em que a fratura do material ocorre sem envolver extensa deformação plástica, e a outra pelo comportamento elasto-plástico (MFEP), para o estudo da fratura de materiais que apresentam um comportamento não linear entre carga e deformação.

Com o objetivo de avaliar a tenacidade à fratura, são realizados ensaios que medem a resistência do material, contendo um defeito, à propagação de trincas. Estes ensaios fornecem valores através de parâmetros como o fator de intensidade de tensão ( $K$ ), integral  $J$  ou “Crack Tip Opening Displacement” (CTOD). O fator  $K$  é uma constante que caracteriza as condições de tensões na ponta da trinca do material no regime linear-elástico, sendo portanto aplicado à materiais de alta resistência mecânica que apresentam fratura dentro do regime linear elástico ou com pequenas quantidades de deformação plástica. (ANDERSON 2005)

Os parâmetros de CTOD e integral  $J$ , por outro lado, são empregados em materiais de alta tenacidade e que apresentam fratura no regime elasto-plástico. O parâmetro CTOD é definido como sendo a medida do afastamento das faces da trinca antes da propagação instável e da fratura do material. Esse afastamento tem origem durante o processo de deformação plástica, a qual provoca um arredondamento da ponta da trinca, que antes era aguda (veja a Figura 11). O valor de tenacidade à fratura do material, nesse caso, é obtido quando o CTOD atinge o valor crítico. (ANDERSON 2005)

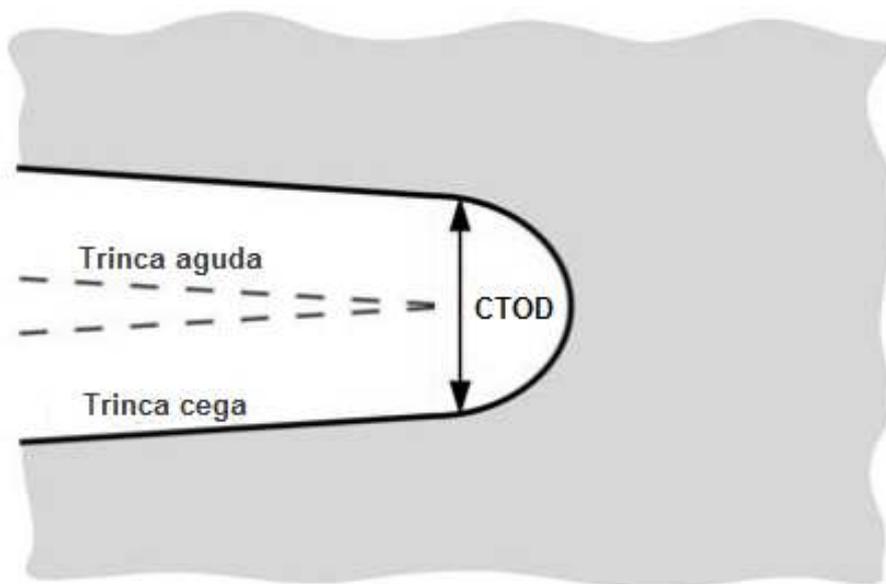


Figura 11: Representação esquemática do parâmetro de CTOD. Adaptado de (ANDERSON 2005)

### 2.3.1 Ensaio de tenacidade à fratura

Os ensaios de tenacidade à fratura são realizados utilizando corpos de prova padronizados mais frequentemente do tipo compacto de tração (C(T)) e flexão em três pontos (SE(B)), como mostra a Figura 12. Para a realização do ensaio os corpos de prova são pré-trincados e posteriormente submetidos a um carregamento monotônico com controle de força ou deslocamento até a fratura. Os resultados destes ensaio são geralmente apresentados na forma de gráficos da carga aplicada em função do deslocamento da abertura da ponta da trinca (COD), os quais são posteriormente utilizados para o cálculo da tenacidade à fratura do material.

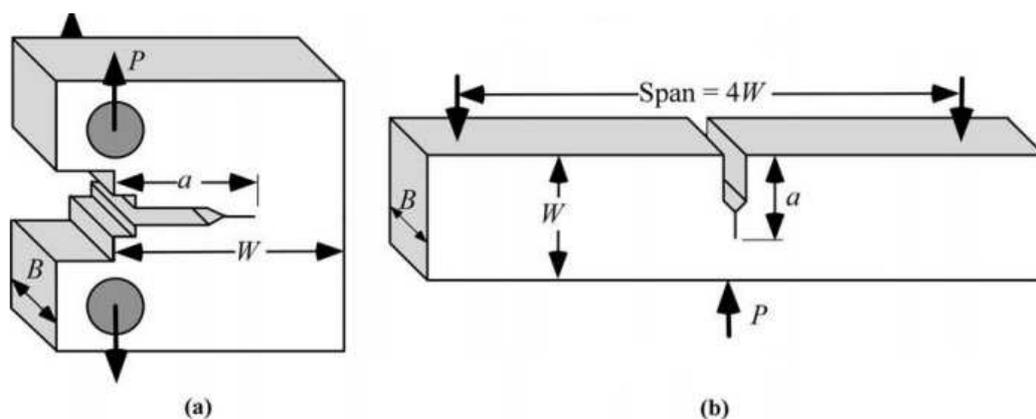


Figura 12: Geometria dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura: (a) C(T); (b) SE(B). (ANDERSON 2005)

Para a avaliação da tenacidade à fratura em materiais que apresentam fratura no regime linear-elástico, as normas ASTM E399-12 e BS7448-1:91 são utilizadas. Os requisitos destas normas são extremamente rigorosos, uma vez, que uma pequena quantidade de deformação plástica invalida as premissas básicas da MFLE. (American Society for Testing and Materials - ASTM E399-09 2009); (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991)

Um importante parâmetro para avaliação da tenacidade à fratura nesses casos é a força crítica para fratura ( $P_Q$ ), a qual pode ser obtida, na prática, através da construção de uma curva secante, no qual o coeficiente angular (inclinação da curva) é 5% menor do que o segmento linear elástico da curva experimental (carga x CMOD). Desse modo, o valor de  $P_Q$  será o ponto de intersecção entre as curvas experimental e secante, como exemplificado na Figura 13.

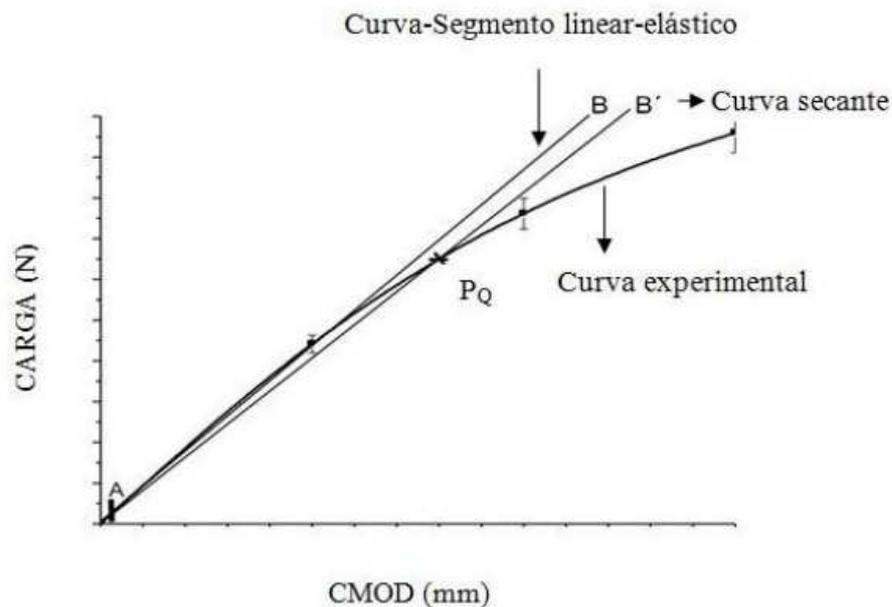


Figura 13: Procedimento para determinação experimental de  $P_Q$ . (SOUSA 2009)

Considerando a geometria dos corpos de prova, nesse caso o do tipo SE(B), e de posse do valor de  $P_Q$  e do tamanho da trinca (medida a partir da superfície de fratura), a tenacidade à fratura provisória ( $K_Q$ ) pode ser calculada utilizando-se a equação 1, onde  $f(a/W)$  é uma função adimensional do tamanho da trinca ( $a$ ) sobre a largura ( $W$ ) e  $S$  é a distância entre os roletes, de centro a centro. (ANDERSON 2005)

$$K_Q = \frac{P_Q S}{B\sqrt{W^3}} f(a/W) \quad \text{Equação 1}$$

Por fim, o valor de  $K_Q$  calculado pela equação 1 será validado como a tenacidade à fratura do material somente se os seguintes requisitos forem atendidos:

- $0,45 \leq \frac{A}{W} \leq 0,55$
- $a, B \geq 2,5 \frac{(K_{Ic})^2}{(\sigma_e)^2}$
- $P_{M\acute{A}X} \leq 1,10P_Q$

Onde:

- B é a espessura do corpo de prova
- W é a largura do corpo de prova
- a é o tamanho da trinca
- $\sigma_e$  é o limite de escoamento do material

Se por algum motivo a relação de  $P_{Máx}/P_Q$  for superior a 1,10, a tenacidade à fratura do material não pode ser avaliada em termos do fator de intensidade de tensões ( $K_{IC}$ ), pois as premissas da MFLE não são atendidas. Nestes casos os conceitos da MFEP, através da técnica de CTOD deverão ser empregados. (American Society for Testing and Materials - ASTM E399-09 2009)

Segundo as normas ASTM E1820-09 e BS 7448-1:91, o valor de CTOD é determinado como sendo a soma das componentes elásticas ( $\delta_{el}$ ) e plásticas ( $\delta_{pl}$ ) (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991), conforme a equação 2. Para obtenção desse parâmetro deve-se levar em conta dados do material, tais como módulo de elasticidade (E), tensão de escoamento ( $\sigma_y$ ), e os dados geométricos do corpo de prova.

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_y E} + \frac{r_p(W-a_0)V_p}{r_p(W-a_0)+a_0+z} \quad \text{Equação 2}$$

Para o cálculo da componente plástica dessa equação é necessário obter-se ainda o valor de  $V_p$ , a qual pode ser obtida assumindo-se que o corpo de prova se deforma ao redor de um eixo aparente de rotação com o centro presente no ligamento (w-a), conforme exemplificado na figura 14. Na prática, esse parâmetro pode ser obtido ao traçar-se uma reta paralela ao regime linear elástico da curva experimental (carga x CMOD), como mostra a Figura 15. A componente elástica, por sua vez, é obtida através do K elástico, calculado a partir da equação 1. (HAAG 2015)

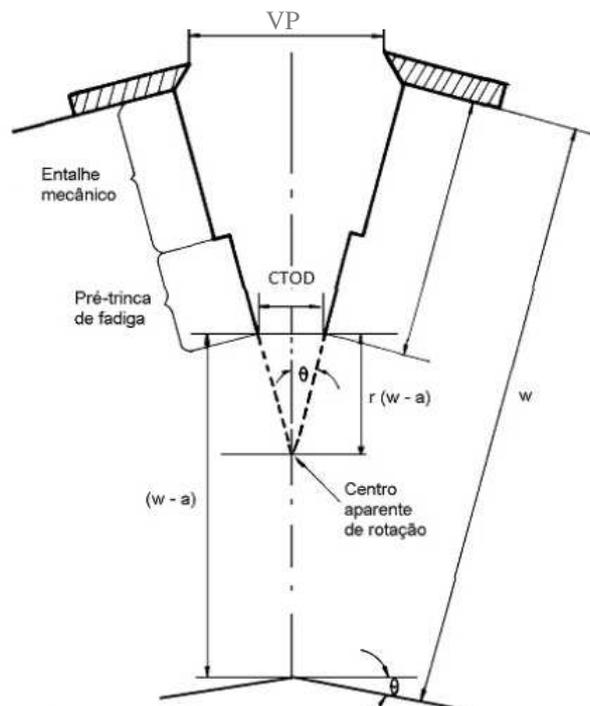


Figura 14: Relação entre a abertura da boca do entalhe  $V_p$  e abertura da ponta da trinca ( $\delta$ ). (STROHAECKER 1989)

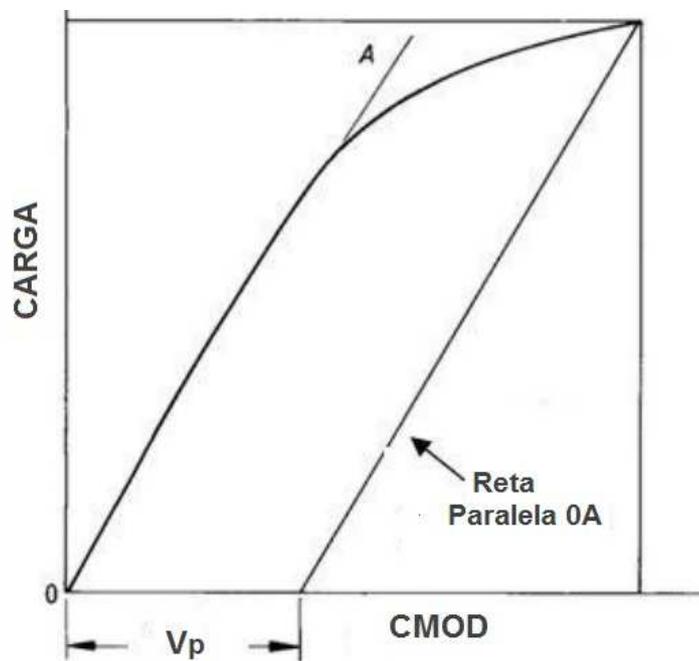


Figura 15: Procedimento para determinar o valor de  $V_p$ . Adaptado de (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991)

### 2.3.2 Ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente

O fenômeno de fratura assistida pelo ambiente é o processo que ocorre quando o material apresenta suscetibilidade à fratura devido a ação conjunta do esforços mecânicos e de meios agressivos, os quais isoladamente não implicariam na falha do componente. (STROHAECKER 1989)

A susceptibilidade de um determinado material frente a um meio agressivo está associada às condições eletroquímicas ou diretamente a ação de elementos fragilizantes, como, por exemplo, o hidrogênio. Como visto anteriormente, os aços de alta resistência estão, principalmente, mais propícios aos efeitos deste processo, como é o caso dos aços inoxidáveis martensíticos. Uma importante característica deste processo é a dependência do tempo para que ele se manifeste, uma vez que este é necessário para que o hidrogênio possa difundir pelo material até se concentrar na região à frente da ponta do defeito (pré-trinca de fadiga) nos ensaios de tenacidade à fratura.

Do mesmo modo que a mecânica da fratura é utilizada para garantir que componentes contendo defeitos possam operar de forma segura, caracterizar o comportamento mecânico de materiais que operaram em condições adversas é de fundamental importância para o desenvolvimento e seleção de materiais. (STROHAECKER 1989). No caso da avaliação da fragilização pelo hidrogênio, os ensaios de tenacidade à fratura são realizados com o objetivo de avaliar a influência do hidrogênio em combinação com cargas aplicadas no material em função do tempo necessário para a fratura, tendo como base a norma ASTM E1681. (American Society for Testing and Materials - ASTM E1681-08 2008)

Neste ensaio os valores de tenacidade são obtidos em função do parâmetro  $K_{IEAC}$ , o qual representa o fator de intensidade de tensões crítico abaixo do qual não ocorre crescimento subcrítico de trinca no material no ambiente avaliado. Um método frequente para a determinação do  $K_{IEAC}$  é a técnica de “step-loading” com incremento do carregamento. Esta técnica foi desenvolvida como uma alternativa aos métodos mais convencionais de carregamento constante e deslocamento constante, uma vez que requer menores tempos de ensaio. A partir desta técnica torna-se possível determinar quantitativamente os parâmetros de

tenacidade à fratura dos materiais considerando-se o efeito da sua exposição em determinados ambientes. (FERNANDES 1996)

### 2.3.3 Ensaio de tenacidade à fratura dinâmica

A avaliação da tenacidade à fratura dinâmica ( $K_{ID}$ ) de um material pode ser realizada através do ensaio de Charpy Instrumentado, o qual é uma modificação do ensaio de impacto Charpy clássico. A forma de instrumentação mais utilizada para a realização deste ensaio é a aplicação de extensômetros elétricos no martelo pendular, transformando-o basicamente em uma célula de carga.

O sinal obtido pelos extensômetros posicionados no martelo pendular é descrito como sendo uma combinação bastante complexa das seguintes componentes: verdadeira resposta do corpo de prova diante da solicitação de impacto, forças inerciais sofridas pela célula de carga provenientes da aceleração do corpo de prova, flutuações de baixa frequência provenientes das ondas de tensões refletidas e ruídos de alta frequência causados pelo sistema eletrônico de amplificação, na ausência de filtros. (IRELAND 1977)

A força exercida pelo martelo sobre o corpo de prova durante o ensaio é registrada como uma função do tempo e do deslocamento do martelo, sendo armazenada a partir do momento em que o martelo intercepta um feixe de luz direcionado a uma fotocélula, o que ocorre imediatamente antes do evento de impacto. O uso de dispositivos com base em raios infravermelhos permite monitorar a deflexão do corpo de prova, enquanto que sensores magnéticos, possibilitam uma precisa medição do tempo para a fratura. (GATTI 2009)

Um método alternativo para a determinação do deslocamento ou deflexão do corpo de prova, a partir do histórico de carregamento (força vs. tempo), envolve a lei de Newton, onde o deslocamento é dito como sendo uma função da integral da velocidade instantânea do martelo com relação ao tempo de impacto, conforme:

$$s(t) = \int_{t_0}^t v(t)dt$$

Equação 3

A Figura 16 mostra o comportamento de um aço de média resistência mecânica em função da temperatura. Como pode ser observado, a instrumentação aplicada permite identificar os vários estágios no processo de fratura. Diferente do ensaio de Charpy clássico, o valor da energia absorvida pode ser determinada em qualquer momento durante o processo de fratura, através da integração numérica da área sob a curva. Alguns parâmetros importantes obtidos neste ensaio são: energia absorvida até a carga máxima (W), a carga máxima ( $P_M$ ) e os pontos de início ( $P_F$ ) e final ( $P_A$ ) de trincamento instável (para o caso de aços que apresentem extensa deformação plástica até a fratura). (Metals Handbook 2000)

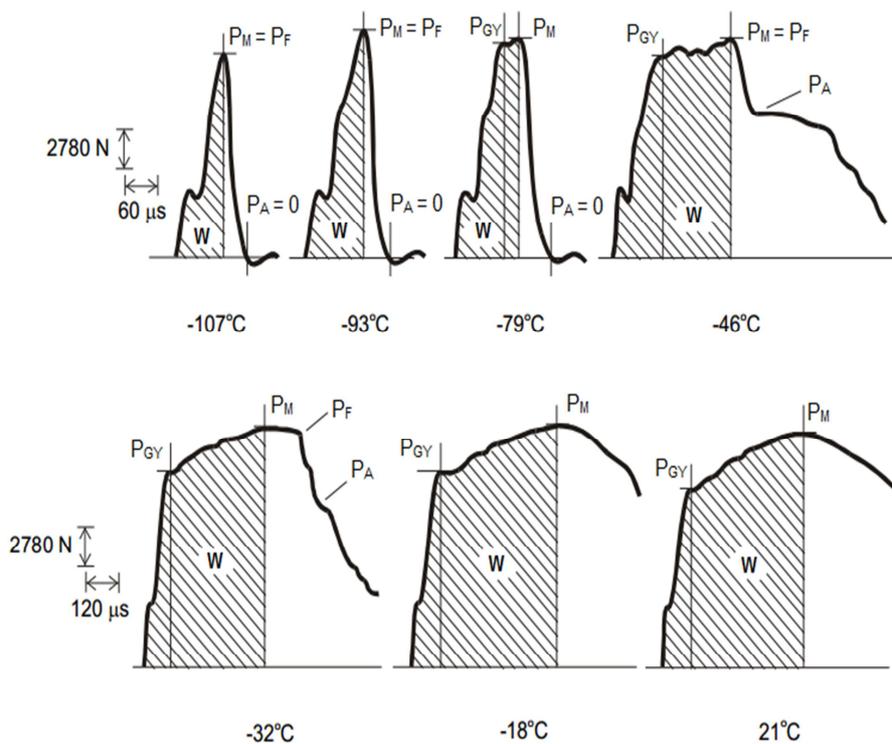


Figura 16: Resposta força vs tempo para um aço de média resistência mecânica. (Metals Handbook 2000).

Para o cálculo da tenacidade à fratura dinâmica de materiais que apresentam considerável nível de deformação plástica na fratura, um outro parâmetro importante é o ponto de início de propagação da trinca ou o limite de escoamento dinâmico ( $P_{GY}$ ), o qual localiza-se antes de se atingir a força máxima, podendo ser determinado utilizando-se um método proposto por Kobayashy (1984). Esse método basicamente consiste em monitorar a deflexão do corpo de prova durante o ensaio e determinar o ponto em que ocorre uma súbita alteração da taxa de variação de flexibilidade. Esse ponto indica, desse modo, o exato local de início de propagação da trinca, como mostra a Figura 17. (KOBAYASHI 1984) (KOBAYASHI, T; YAMAMOTO, I 1993)



Figura 17: Método da variação da taxa de flexibilidade elástica. Adaptado de (KOBAYASHI, T; YAMAMOTO, I 1993)

Para os aços de alta resistência mecânica, onde a ruptura ocorre dentro do regime elástico, ou com muito pouca deformação plástica, pode-se afirmar que o ponto de início de trinca ocorre junto ao ponto de carga máxima ( $P_M$ ). Deste modo os valores de energia  $W$  podem ser considerados como uma energia de iniciação e a tenacidade à fratura dinâmica, dada pelo parâmetro  $K_{ID}$ , pode ser

calculada aplicando-se os conceitos da MFLE, seguindo-se a norma BS7448-1:91. As mesmas equações utilizadas para o cálculo de  $K_{IC}$  no ensaio de flexão a três pontos são utilizados para a determinação do parâmetro  $K_{ID}$ .

Por fim, para que os dados obtidos durante o ensaio de impacto instrumentado apresentem resultados satisfatórios, foi proposto por Server (1980) que três critérios deveriam ser atendidos. O primeiro critério diz respeito a ao intervalo de tempo necessário para a dissipação da força de impacto, uma vez que o contato entre o corpo de prova e o martelo promove oscilações na força de contato. Ficou estabelecido que o intervalo de tempo para que isso ocorra varia entre  $2\tau$  e  $3\tau$ , onde  $\tau$  é o período da oscilação aparente da carga. Quando o tempo é menor que  $2\tau$  não é possível usar o sinal no martelo para medir a porção da força do corpo de prova causada pelos efeitos inerciais. Desde modo, ficou estabelecido que para a avaliação segura da força e do tempo é necessário:

$$t \geq 3\tau \quad \text{Equação 4}$$

O segundo critério de Server (1980) diz respeito ao problema observado do potencial de resposta em frequência do condicionador e amplificador de sinais, o qual é evitado quando:

$$t \geq 1,1T_R \quad \text{Equação 5}$$

onde  $T_R$  é o tempo de resposta da instrumentação a uma atenuação da amplitude do sinal igual a 0,915dB. Tempos de resposta inadequados resultam em sinais atenuados. O ajuste é realizado especificando-se um  $T_R$  mínimo. A amplitude das oscilações observadas é reduzida de modo que a disparidade entre força de

contato e a força devida à deformação e fratura do corpo de prova seja mínima. Para melhores resultados, determinou-se empiricamente que,

$$T_R \geq 1,4 \tau \quad \text{Equação 6}$$

é adequado para o ajuste eletrônico sem que ocorra a alteração global na curva, quando  $t < 3\tau$ . Quando  $t \geq 3\tau$ , não há necessidade de se ajustar a curva, pois a disparidade entre a força de contato e a força de deformação do corpo de prova é menor que cerca de 5%.

O terceiro e último critério estabelece que a velocidade de impacto não seja reduzida mais que 20% até a ocorrência da força máxima. Para que essa redução de velocidade do martelo durante a força de impacto seja então minimizada foi proposto que:

$$E_0 \geq 3W_M \quad \text{Equação 7}$$

onde  $W_M$  é a energia dissipada pelo sistema até a força máxima  $P_M$ . (SERVER e WULLAERT 1980)

### 3 MATERIAIS E METODOS

#### 3.1 Material

O material utilizado no presente estudo trata-se de um aço inoxidável martensítico AISI 420, fornecido pelo fabricante na forma de uma chapa laminada. O material, como recebido apresentou-se na condição de recozido e a sua composição química foi verificada via espectrometria de emissão ótica, utilizando um espectrômetro marca Spectro, modelo Spectrolab.

#### 3.2 Procedimento Experimental

##### 3.2.1 Dimensões dos corpos de prova

Os corpos de prova, utilizados para os ensaios de tenacidade à fratura, foram retirados do centro da chapa laminada e atendem as normas BS 7448:1-91 (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991) e ASTM E1820 (American Society for Testing and Materials - ASTM E1820-11 2011) que determina os valores de tenacidade à fratura de materiais metálicos, sendo as suas dimensões mostradas na Figura 18.

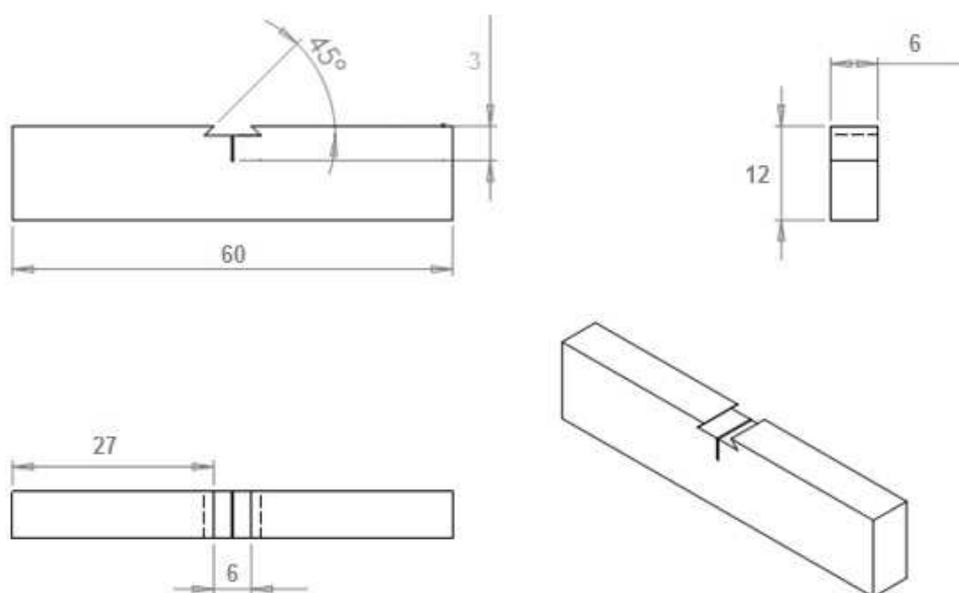


Figura 18: Dimensões, em milímetros, dos corpos-de-prova do tipo SE (B) utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura.

Antes da realização do processo de tratamento térmico, os corpos de prova foram submetidos a um pré-trincamento por fadiga em uma máquina servo-hidráulica MTS 810, a fim de simular um defeito que representa o pior cenário que pode ser encontrado na prática. O comprimento da pré-trinca de fadiga produzida atingiu um valor de aproximadamente  $a/W = 0,5$ , onde “a” é a distância do centro de aplicação da carga até o final da pré-trinca de fadiga e “W” é a largura do corpo de prova. Esta relação corresponde a um fator de forma de  $f(a/w)=2,66$  que, segundo a norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991) é um parâmetro necessário para aplicação dos conceitos da mecânica da fratura.

Os verdadeiros valores de “a” utilizados nos corpos de prova, porém, só foram determinados após a fratura dos corpos de prova, através de um projetor de perfil da marca Insize, modelo ISP Z3015, efetuando-se nove medições equidistantes distribuídas ao longo da espessura do corpo de prova, como mostra a Figura 19. Com a determinação destes valores, para cada corpo de prova, calculou-se a média aritmética dos valores de “a”, sendo designados por “a<sub>0</sub>”. Segundo a norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991 1991) os ensaio de tenacidade à fratura, em termos de K e CTOD são considerados validos se os valores obtidos da relação de “a<sub>0</sub>” e “W” estiverem entre 0,45 e 0,55.

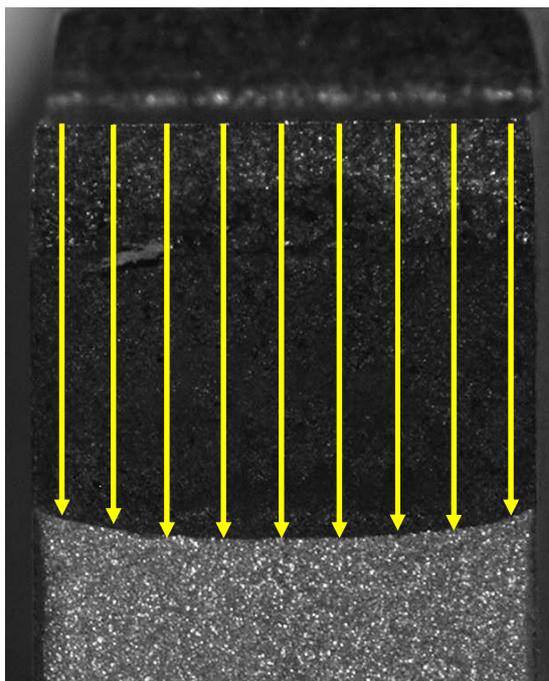


Figura 19: Medidas do comprimento da pré-trinca de fadiga.

### 3.2.2 Tratamento Térmico

As propriedades mecânicas e de tenacidade à fratura ao ar, em água do mar sintética sob proteção catódica e sob condições dinâmicas de carregamento foram avaliadas em função das diferentes condições de tratamento térmico empregada no material. O tratamento térmico foi aplicado nos corpos de prova SE (B) a partir da condição do material original, como recebido. Neste estudo foram avaliadas duas condições distintas de tratamento térmico, variando-se as temperaturas de revenimento, além do material na condição original. Os parâmetros utilizados foram selecionados a fim de se avaliar a influência da temperatura de revenimento na tenacidade à fratura do material. As condições analisadas e os parâmetros utilizados foram as seguintes.

- Condição 1
  - Material como recebido. (Recozido)
- Condição 2
  - Austenitização a 1000°C e resfriamento ao ar.

- Revenimento na temperatura de 380°C por 1 hora e resfriamento ao ar.
- Condição 3
  - Austenitização a 1000°C e resfriamento ao ar.
  - Revenimento na temperatura de 540°C por 1 hora e resfriamento ao ar.

### 3.2.3 Ensaio de dureza

A avaliação da dureza do material foi realizada utilizando-se um durômetro da marca WOLPERT, na escala Brinell (HB), com carga de 187,5KgF, seguindo a norma ABNT NBR NM ISO 6506-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT NBR NM ISO 6506-10 2010).

Os ensaios foram realizados em um corpo de prova de cada uma das condições estudadas. Foram realizadas cinco medições de dureza em cada um dos corpos de prova, sendo calculadas a média e o desvio padrão.

### 3.2.4 Avaliação microestrutural

As análises da microestrutura do material, na condição de como recebido e nas condições de tratadas termicamente, foram avaliadas via microscopia ótica, utilizando um microscópio ótico (MO) marca Olympus, modelo BX 51M, com as micrografias obtidas através de câmera digital acoplada ao microscópio e através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo Shimadzu SSX-550.

A preparação metalográfica das amostras seguiu os procedimentos de corte, embutimento, lixamento e polimento baseado na norma ABNT NBR 13284 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT NBR NM ISO 6506-10 2010). Após, as amostras foram atacadas quimicamente com o reagente Villela (5ml de HCl, 1g de ácido pícrico e 100ml de água) para a revelação da microestrutura.

### 3.2.5 Ensaio de Tenacidade à fratura ao ar

Para avaliação da tenacidade à fratura ao ar do material foi utilizada uma máquina servo-hidráulica MTS 810, seguindo-se a norma BS 7448-1:91. Neste ensaio os corpos de prova SE (B) foram submetidos a um carregamento de flexão em três pontos ao ar até a fratura. Foram realizados três ensaios para cada uma das condições de tratamento térmico (condições 2 e 3), totalizando seis corpos de prova ensaiados.

Os resultados do ensaio de tenacidade à fratura ao ar serão apresentados na forma de gráficos do fator de intensidade (K) em função da medida de abertura da trinca (COD), sendo esta monitorada por um extensômetro de fratura do tipo clip-gage.

### 3.2.6 Ensaio de Tenacidade à fratura assistida pelo ambiente

Os ensaios de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente foram realizados utilizando a metodologia da técnica de “step-loading”, com incremento de carregamento, realizados baseados na norma ASTM E1681-03. Esse ensaio possibilita a determinação do parâmetro  $K_{IEAC}$  de tenacidade assistido pelo ambiente, que é definido como sendo o valor mais alto do fator de intensidade de tensões onde não há fratura. O meio no qual foram realizados os ensaios foi uma solução de água do mar sintética na temperatura ambiente, seguindo a norma ASTM D1141-08. (American Society for Testing and Materials - ASTM D1141-08 2008)

Antes da realização dos ensaios, todas as amostras foram submetidas a um pré carregamento com hidrogênio via sistema de proteção catódica no potencial de  $-1100mV_{ECS}$  durante uma semana. Após este período os corpos de prova foram imediatamente submetidos ao ensaio, a fim de se evitar qualquer perda de hidrogênio para o ambiente.

Os ensaios de “step-loading” foram realizados em três amostras para cada uma das condições de tratamentos térmicos, totalizando nove corpos de prova. A

fim de otimizar o tempo de ensaio foram realizadas, simultaneamente, dois corpos de prova por vez.

O equipamento utilizado para a realização deste ensaio, como pode ser visto na Figura 20, é composto por um braço de alavanca, para a aplicação de uma carga de tração nos corpos de prova, sendo utilizada uma célula de carga para monitorar a carga imposta. Uma cuba de acrílico foi utilizada para armazenar a água do mar sintética onde os corpos de prova ficaram submersos durante o ensaio.

O sistema de proteção catódica utilizado consistia de um potenciostato, para polarização do corpo de prova no ambiente de água do mar, juntamente com um sistema de contra eletrodos de titânio revestido com terras raras e de um eletrodo de referência de calomelano saturado.

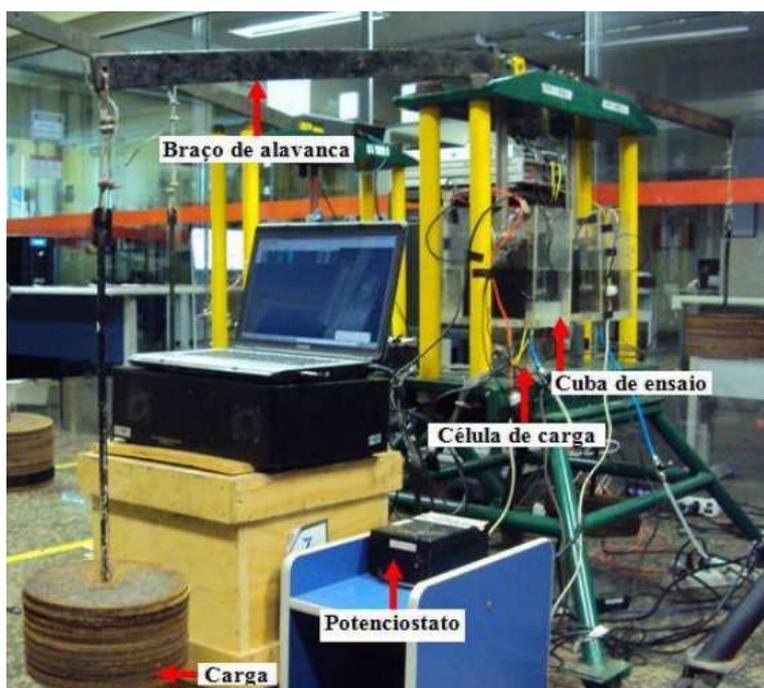


Figura 20: Configuração do equipamento utilizado no ensaio de tenacidade à fratura em meio agressivo.

O procedimento dos ensaios de “step loading” constituiu em um passo inicial da ordem de cinco unidades de  $K$  ( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) que correspondem a uma carga de  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Após o primeiro passo a carga era aumentada, em uma unidade de  $K$ , até a fratura do corpo de prova.

A fim de se avaliar a influência do ambiente na tenacidade à fratura do material foi necessário dar tempo para que o hidrogênio pudesse difundir para a região de maior concentração de tensões (região frente a ponta da trinca). Assim entre cada passo de carregamento a carga foi mantida constante por 12h.

Durante todo o período de ensaio, os corpos de prova estavam submetidos à proteção catódica de  $-1100\text{mV}_{\text{ECS}}$  a fim de simular uma condição de super proteção. O pH da solução de água do mar sintética também foi controlado, sendo esta substituída quando atingia valores inferiores a 7,5.

### 3.2.7 Ensaio de tenacidade à fratura dinâmica

Os ensaio de tenacidade à fratura dinâmica foram conduzidos em um equipamento para ensaio de impacto instrumentado Charpy/Izod da marca Instron modelo SI-1D3 com capacidade de 400J, e que está integrado a um microcomputador que opera com programas computacionais destinados à leitura e tratamento dos dados para a geração dos resultados.

A frequência utilizada para a realização deste ensaio foi de 1MHz, com uma velocidade de impacto do martelo igual a 5,19 m/s. Para cada condição de tratamento térmico, foram realizadas três ensaios e os resultados estão apresentados na forma de gráficos de carga em função do tempo.

### 3.2.8 Análise fractográfica

A análise da superfície de fratura dos corpos-de-prova foi realizada após os ensaios de tenacidade à fratura. As análises foram realizadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando-se um microscópio modelo Shimadzu SSX-550, com o objetivo de estudar os micromecanismos envolvidos na fratura do material nas diferentes condições ensaiadas.

Antes da análise fractográfica, os corpos de prova ensaiados em água do mar foram submetidos à limpeza com ácido nítrico a 60°C por 5 minutos, e posteriormente a um banho de acetona com agitação ultrassônica para remoção dos produtos precipitados durante o ensaio.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização do material

A composição química completa do material utilizado neste estudo é apresentada na Tabela 2.

Com base no resultado obtido neste ensaio constatou-se que o material apresentou composição química adequada para ser classificado como um aço inoxidável martensítico AISI 420, uma vez que o teor de todos elementos. (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Tabela 2: Resultado do ensaio de composição química realizado no material estudado (% em massa)

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Material	0,30	0,361	0,337	0,020	<0,001	12,82	0,029
AISI 420	0,15 mín	1,00 máx	1,00 máx	0,040 máx	0,030 máx	12,00 – 14,00	-
Elemento	Ni	Al	Cu	Nb	Ti	V	Fe
Material	0,148	<0,001	<0,010	0,016	0,003	0,027	Balanço
AISI 420	-	-	-	-	-	-	Balanço

### 4.2 Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza foram realizados, em uma amostra de cada condição estudada. Os resultados destas análises podem ser vistos na Tabela 3, onde são apresentados os valores individuais das medições realizadas na escala Brinell (HB), além da média e do desvio padrão calculados.

Tabela 3: Resultados do ensaio de dureza Brinell (HB)

Tratamento Térmico	Ensaio 1	Ensaio 2	Ensaio 3	Ensaio 4	Ensaio 5	Média	Desvio Padrão
Condição 1	187	194	194	187	194	<b>191</b>	<b>5,8</b>
Condição 2	444	440	444	440	444	<b>442</b>	<b>8,2</b>
Condição 3	399	404	399	392	399	<b>398</b>	<b>8,9</b>

Os valores de durezas obtidos neste ensaio apresentaram-se de acordo com o especificado pela literatura para esta liga, quando submetida aos ciclos de tratamento térmico analisados. (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Como esperado, as amostras tratadas termicamente nas condições 2 e 3 apresentaram os maiores valores de dureza, devido a presença de microestrutura composta predominantemente por martensítica revenida nessas amostras. A variação de dureza observada entre essas duas condições, pode ser atribuída as diferentes temperaturas de revenimento as quais as amostras foram submetidas. Com o aumento da temperatura de revenimento a dureza do material tende a cair, uma vez que a taxa de difusão do carbono é maior à temperaturas mais elevadas, o que resulta numa maior força motriz para decomposição da martensita em ferrita e carbonetos.

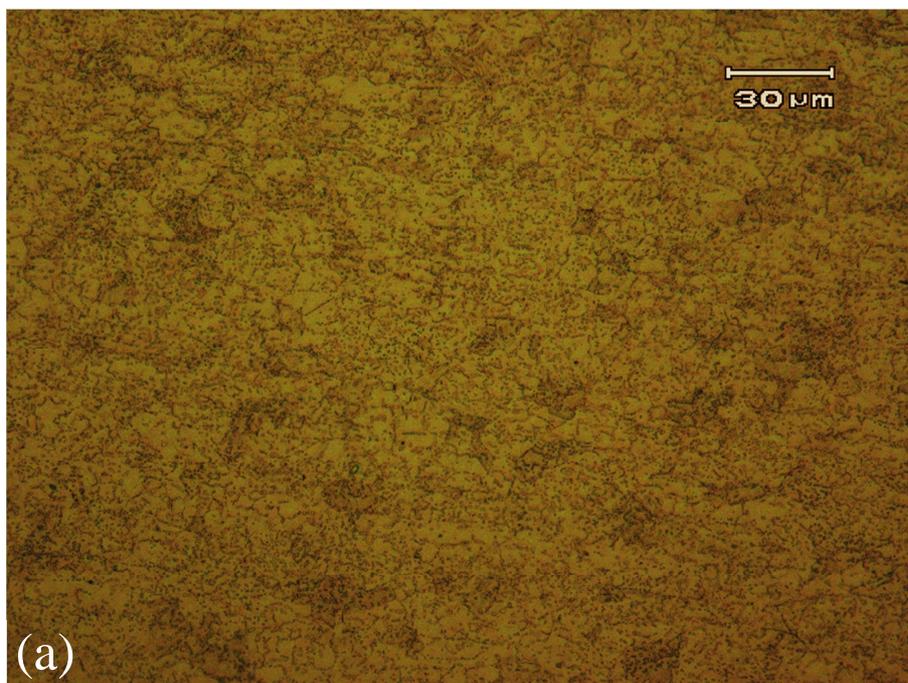
A queda de dureza em função do tratamento térmico de revenimento é um fenômeno bastante conhecido e se deve a fatores como o alívio das tensões internas e a redução da densidade de discordâncias presentes na estrutura martensítica. (KRAUSS 1990)

### **4.3 Caracterização microestrutural**

As análises microestruturais das amostras, nas diferentes condições de tratamento térmico e no material original, foram avaliadas através de microscopia ótica. Para revelação da microestrutura foi utilizando o reagente Villella. Os resultados obtidos foram os seguintes.

### Condição 1:

A análise do material na condição original (como recebido) apresentou-se na condição de recozido, com microestrutura constituída de ferrita e carbonetos ricos em cromo ( $M_{23}C_6$ ) precipitados na matriz e tamanho de grão ASTM 10 (American Society for Testing and Materials - ASTM E112-09 - 2009). Esses carbonetos são oriundos do processo de fabricação do material (carbonetos primários) e fazem com que a resistência à corrosão da liga, nesta condição, seja drasticamente reduzida, uma vez que grande parte do cromo presente encontra-se “aprisionado” na forma de carboneto e não dissolvido em solução sólida (KRAUSS 1990). A Figura 21 apresenta uma microestrutura representativa referente a todas amostras analisadas na condição 1.



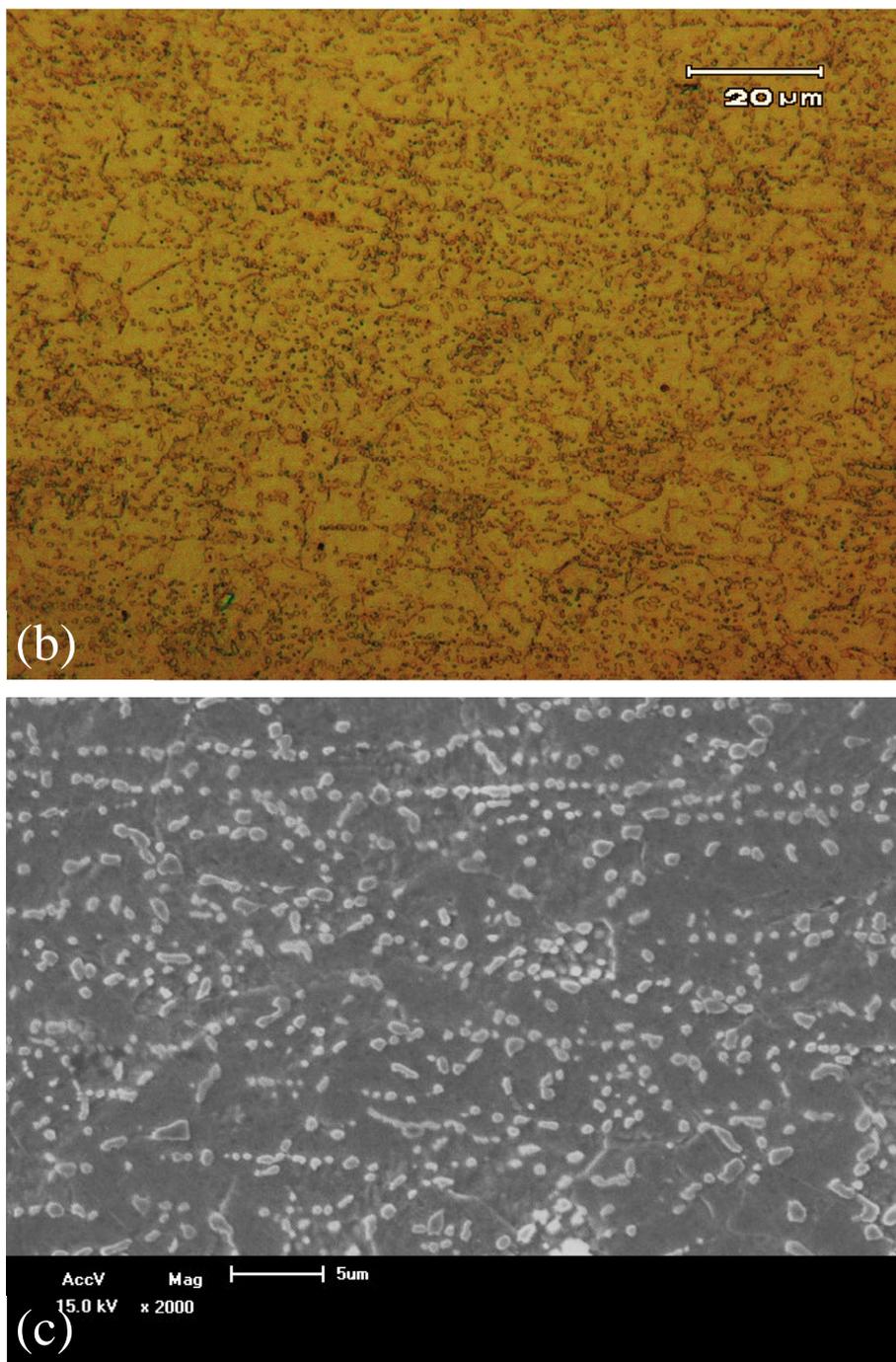


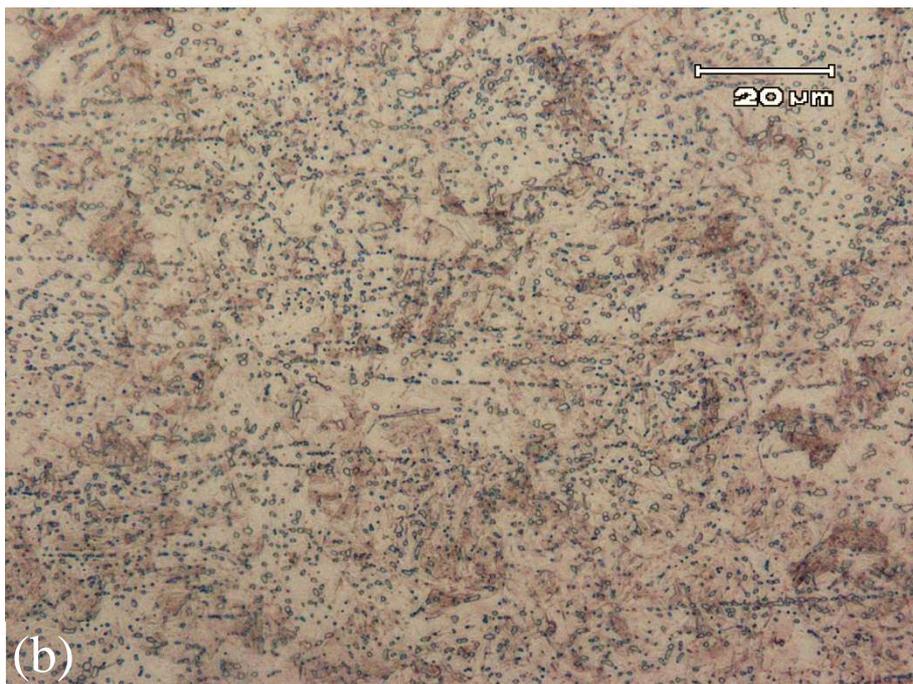
Figura 21: Microestrutura do material na condição de como recebido, apresentando microestrutura composta por ferrita e carbonetos primários. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella

### Condição 2:

O tratamento térmico aplicado ao material nesta condição constituiu de um tratamento de têmpera, seguido por um revenimento em temperatura de 380°C por uma hora e resfriamento ao ar até a temperatura ambiente. A microestrutura observada nesta condição é constituída por martensita revenida com uma grande quantidade de carbonetos de liga dispersos na matriz. Estudos indicam que, quando revenido nesta faixa de temperatura, a grande maioria dos carbonetos precipitados são ricos em ferro, do tipo  $M_3C$ , e não em cromo, garantindo deste modo uma maior resistência a corrosão do material, quando comparado com o elemento tratado na condição original. (SI-YUAN LU, et al. 2015).

Embora a precipitação de carbonetos de liga na matriz martensítica seja uma das etapas do processo de revenimento, é de se esperar que estes sejam bastante refinados e distribuídos uniformemente na matriz. A análise dos corpos de prova tratados nesta condição, porém, evidenciaram a presença de carbonetos alinhados e grosseiros. Esse fato pode ser atribuído a temperatura de austenitização utilizada durante a etapa de têmpera do material, a qual pode não ter sido alta o suficiente para dissolver totalmente os carbonetos primários presentes na microestrutura original. Vale ressaltar, porém, que a aplicação de maiores temperaturas de austenitização podem acarretar um aumento excessivo do tamanho de grão e até mesmo a formação de ferrita delta nestes aços. (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

Por outro lado, como explicado anteriormente, a não completa dissolução desses carbonetos pode afetar a resistência à corrosão da liga, uma vez que a quantidade de cromo mínima em solução sólida (11%), necessária para garantir a formação da camada passiva, talvez não seja alcançada. Convém dizer, porém, que a dureza média medida nos corpos de prova tratados nesta condição foi de 440 HB, estando de acordo com o especificado na literatura para esta liga quando temperada e revenida nesta faixa de temperatura. A Figura 22 apresenta uma microestrutura representativa referente a todas amostras analisadas na condição 2.



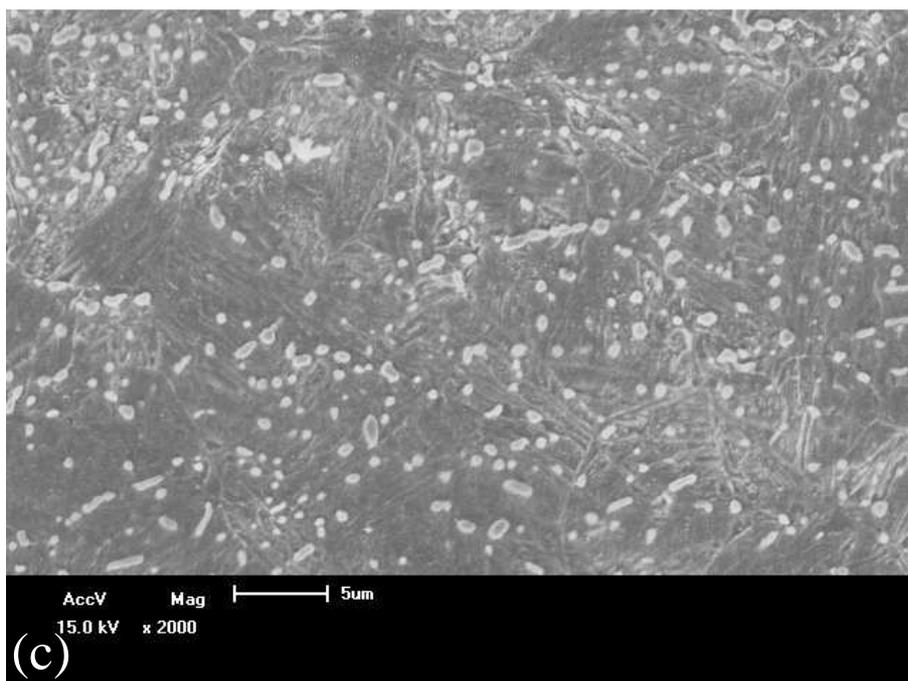


Figura 22: Microestrutura do material na condição de temperado e revenido a 380°C. Microestrutura composta por martensita revenida e precipitados. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella

### Condição 3:

O tratamento térmico aplicado ao material nesta condição constituiu de um tratamento de têmpera, seguido por um revenimento em temperatura de 540°C por uma hora e resfriamento, ao ar até a temperatura ambiente.

Geralmente com o aumento da temperatura de revenimento é esperado um aumento na resistência ao impacto do material em função da perda de resistência mecânica. Porém, no caso do AISI 420 sabe-se que este aço apresenta um queda em ambas as propriedades quando revenido na faixa entre 450 e 560°C ou caso sofra resfriamento muito lento nesta faixa de temperatura durante o tratamento de têmpera. Esse fenômeno, característico de aços martensíticos revenidos dentro dessa faixa de temperatura, é conhecido como fragilização do revenido (ASM Handbook Stainless Steels 1999)

A causa dessa fragilização nos aços inoxidáveis martensíticos é, muitas vezes, atribuída à interação entre dois fenômenos: a segregação de impurezas, principalmente fósforo, e a precipitação de finos carbonetos de cromo ( $C_{23}C_6$ ),

ambos ao longo dos contornos de grãos austeníticos prévios. (LEMBLE, et al. 1980)

Um estudo realizado por Bhambri atribuiu, porém, a segregação de impurezas para os contornos de grão como o fenômeno predominantemente responsável pela fragilização nos aços com 13% de cromo (composição similar ao AISI 420). Aparentemente a fragilização causada pela precipitação de carbonetos desempenha um papel mais relevante nos aços inoxidáveis martensíticos com maiores teores de liga, nos quais o fenômeno de endurecimento secundário é mais acentuado. (BHAMBRI 1986)

A microestrutura observada para o material tratado nesta condição é constituída por uma matriz de martensita revenida e uma grande quantidade precipitados de liga dispersos. Os mesmos carbonetos primários observados nas amostras tratadas termicamente da condição 2 também são observados nestas amostras. A dureza média medida nos corpos de prova tratados nesta condição foi de 400 HB. A Figura 23 apresenta uma microestrutura representativa referente a todas amostras analisadas na condição 3.



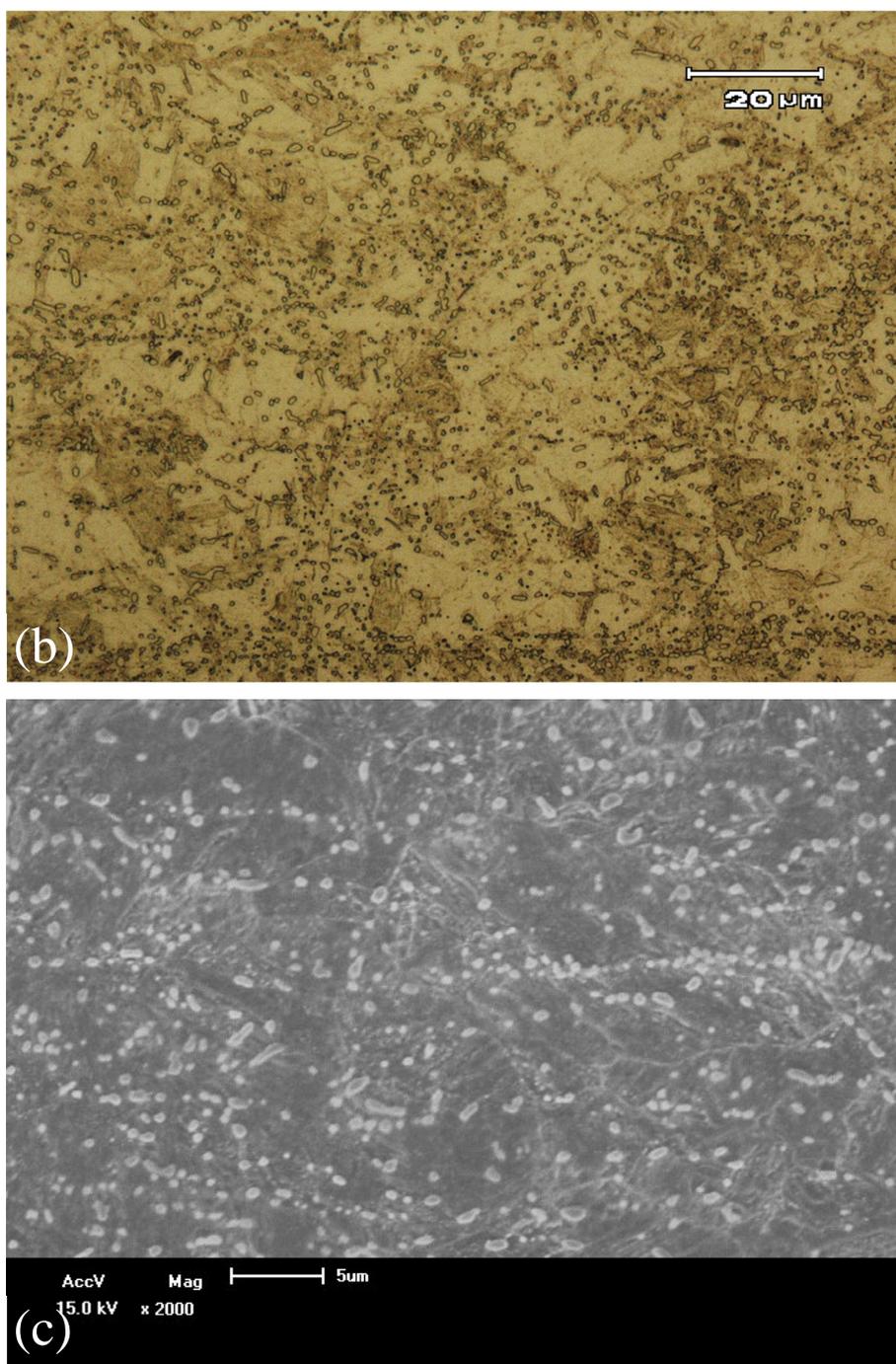


Figura 23: Microestrutura do material na condição de temperado e revenido a 540°C. Microestrutura composta por martensita revenida e precipitados. (a) e (b) imagens em MO e (c) imagem via MEV. Ataque: Villella

#### 4.4 Ensaio de tenacidade à fratura ao ar

A avaliação da tenacidade à fratura do material ao ar nas diferentes condições de tratamento térmico (condições 2 e 3) foi realizada utilizando uma máquina de ensaio universal MTS, sendo os resultados obtidos neste ensaio utilizados como valores de referência para as análises posteriores. Neste ensaio os corpos de prova foram submetidos a um carregamento monotônico de flexão em três pontos até a fratura. A Figura 24 apresenta uma imagem representativa de um corpo de prova, de cada uma das condições analisadas, após o ensaio. São indicados na imagem as localizações do entalhe, da pré-trinca de fadiga e da fratura.

Através da análise da superfície de fratura dos corpos de prova pode-se observar que o material apresentou um comportamento essencialmente frágil, com aparentemente muito pouca deformação plástica para ambas as condições analisadas, embora nos corpos de prova da condição 2 seja possível observar a presença de marcas de cisalhamento (shear lips) nas laterais do corpo de prova, sugerindo uma maior ductilidade do material nesta condição quando comparado com a condição 3.

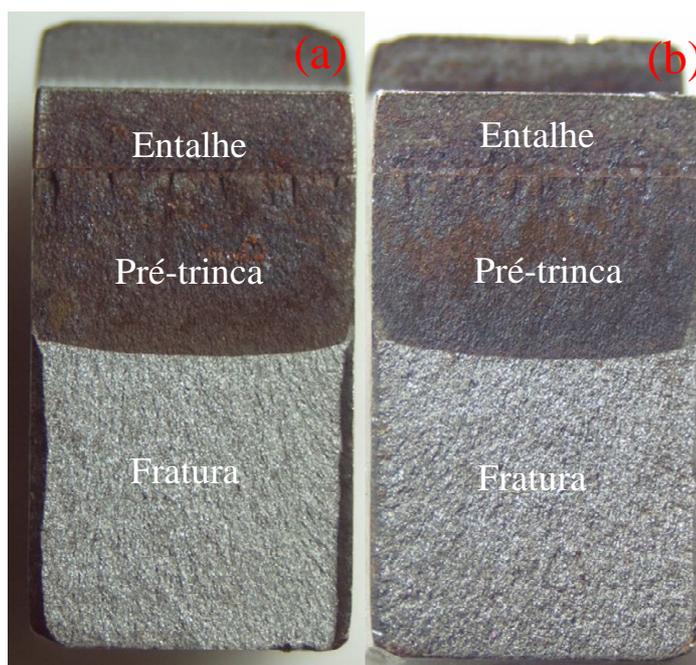


Figura 24:Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar: (a) condição 2; (b) condição 3.

Através das cargas impostas e da geometria dos corpos de prova (SE(B)), foi possível gerar gráficos do fator de intensidade de tensões ( $K$ ) em função da medida da abertura da trinca (COD). Os gráficos obtidos neste ensaio, para as condições analisadas, podem ser vistos nas figuras 25 e 26.

Como pode-se observar, o material apresentou comportamento essencialmente frágil, vindo a fraturar dentro da região elástica. Desde modo, para a avaliação da tenacidade à fratura dos corpos de prova ensaiados nestas condições, os conceitos da mecânica da fratura elasto-plástica (MFEP), em função do parâmetro de  $K_{IC}$ , foram utilizados.

De posse dos dados obtidos, através do ensaio, e das equações apresentadas no capítulo 2.3.1 foi possível calcular o valor provisório de tenacidade à fratura ( $K_Q$ ). Posteriormente, para a validação desses valores, foi realizada a medição do tamanho das pré-trincas de fadiga dos corpos de prova, o qual estabelece-se que deve respeitar a relação de  $(a_0/W)$  entre 0,45 e 0,55. Apenas após essa medição, os valores de  $K_Q$ , obtidos anteriormente, puderam ser, por fim, validados como a tenacidade à fratura do material.

Os valores de tenacidade à fratura ao ar, medidos termos de  $K_{IC}$ , para as condições 2 e 3 são apresentados na Tabela 4. Em relação aos valores de  $K$  máximo suportado observa-se que quando tratado na condição 3 o material apresentou pior desempenho. Essa perda de tenacidade observada para esta condição já era esperada e pode ser atribuída a temperatura de revenimento aplicada no material nesta condição, a qual situa-se dentro da faixa de fragilização ao revenido do mesmo.

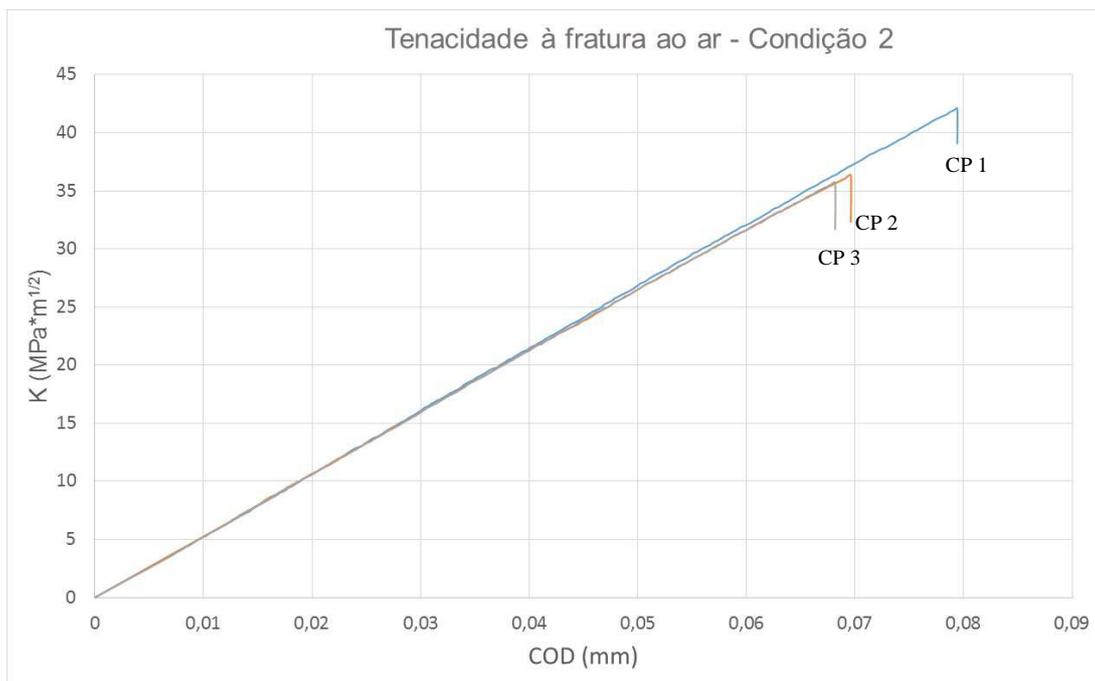


Figura 25: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura do material na condição 2.

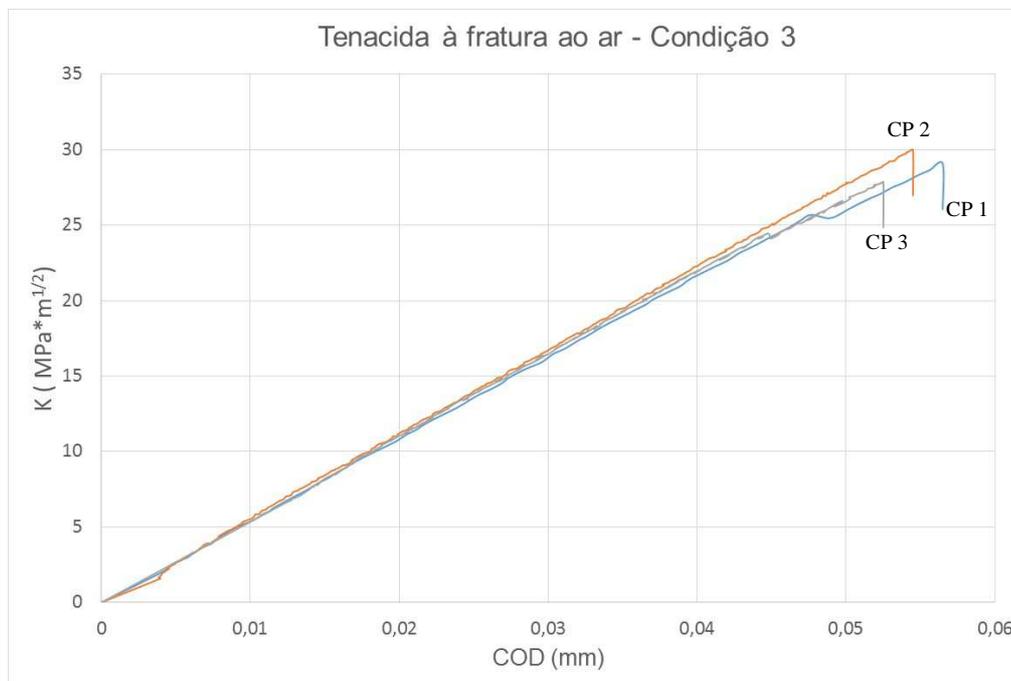


Figura 26: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura do material na condição 3.

Tabela 4: Valores de  $K_{IC}$  obtidos no ensaio de tenacidade à fratura ao ar do material nas condições 2 e 3.

Ensaio de tenacidade à fratura ao ar			
Tratamento Térmico	$K_{IC}$ (MPa $\sqrt{m}$ )		
	CP 1	CP 2	CP 3
Condição 2	42,0	36,3	35,7
Condição 3	29,8	27,9	29,1

A análise fractográfica das amostras ensaiados ao ar revelou um micromecanismo predominantemente frágil, por quase clivagem para as amostras da condição 2, embora ainda seja observada também uma pequena parcela de coalescência de microcavidades (dimples). As amostras da condição 3, as quais apresentaram pior desempenho no ensaio de tenacidade à fratura ao ar, mostraram modo de fratura quase que exclusivamente frágil, por quase clivagem.

Embora a presença de fratura intergranular seja um indicador inquestionável da fragilização ao revenido, é importante destacar que ele não é necessariamente um pré-requisito para esse fenômeno. A fratura intergranular ocorre mais facilmente quando os agentes fragilizantes estão presentes nos contornos de grãos e a tenacidade à fratura da matriz é relativamente alta. Porém nem sempre esses agentes incidem apenas nos contornos de grãos, eles podem ocorrer também no interior do grão, provocando, desse modo, uma fratura transgranular, como a observada nas amostras tratadas da condição 3.

A temperatura de austenitização utilizada no tratamento dos corpos de prova, nesse sentido, pode ter desempenhado um papel fundamental, uma vez que quando maiores temperaturas de austenitização são utilizadas ocorre também um aumento na predominância de fratura intergranular, devido a

solubilização de impurezas e, conseqüentemente, maior precipitação destas nos contornos de grãos durante o tratamento de revenimento. (ELIAZ, et al. 2002)

A presença de uma grande quantidade de carbonetos primários não dissolvidos durante a o processo de têmpera também pode ter contribuído para a não ocorrência de fratura intergranular, uma vez a quantidade de carbono dissolvido na austenita é diretamente responsável por esse fenômeno. (KRAUSS 1990)

As figuras 27 e 28 apresentam uma fractografia representativa da superfície de fratura de um corpo de prova de cada uma das condições analisadas. Nas imagens pode ser observada, além da região da pré-trinca de fadiga e de fratura, a formação de uma zona estirada, mesmo que bastante pequena, na região junto a ponta da pré-trinca trinca de fadiga. A formação dessa zona se deve ao processo de deformação plástica que ocorre na ponta da trinca, o qual acaba por promover o fenômeno de “cegamento” da mesma, como foi mostrado na figura 11. A presença dessa zona indica a ocorrência de deformação plástica antes da propagação da trinca, e reflete diretamente nos valores de tenacidade à fratura do material, motivo esse que faz com que ela seja mais facilmente observada nos corpos de prova tratados na condição 2 (figura 28).

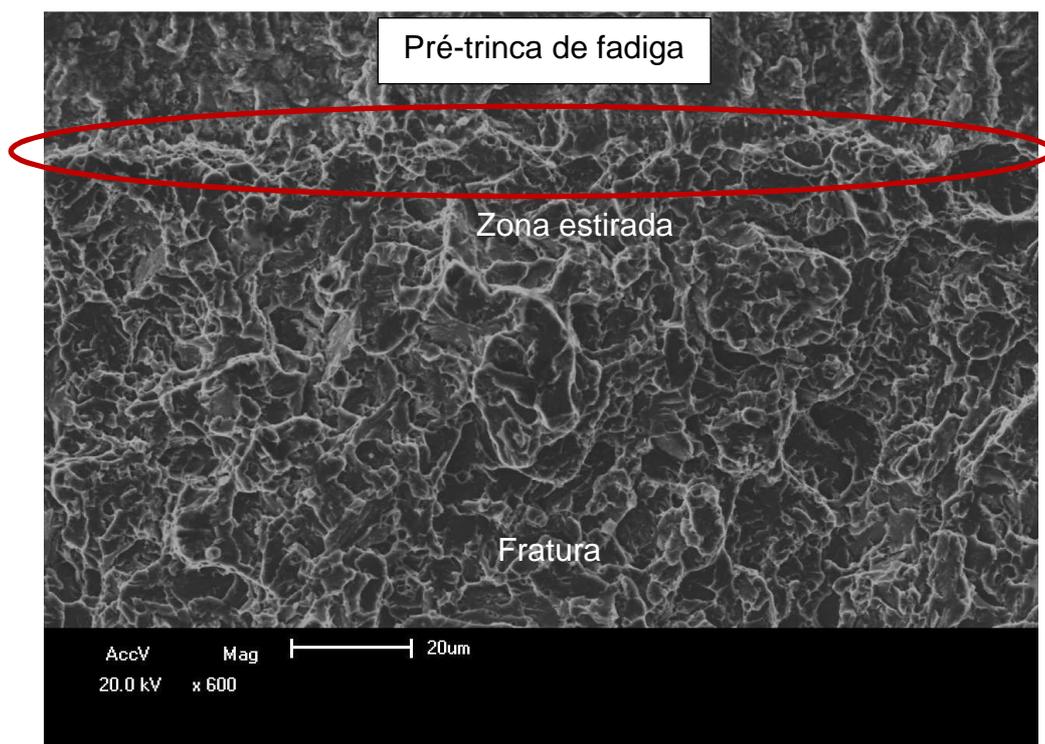


Figura 27: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar.

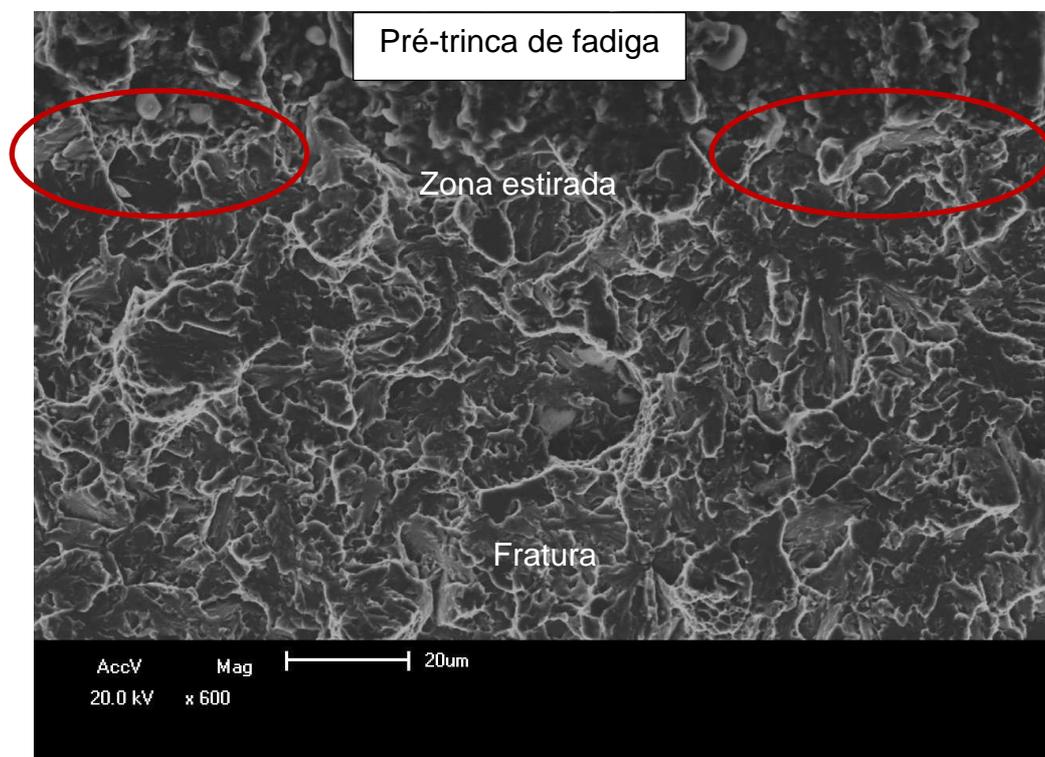


Figura 28: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar.

#### 4.5 Tenacidade à fratura no meio

Os ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente, através da técnica de “step loading” foram realizadas em água do mar sintética, submetendo os corpos de prova à proteção catódica no potencial de  $-1100\text{mV}_{\text{ECS}}$ , a fim de simular uma condição de super proteção do material contra a corrosão.

Os corpos de prova fraturados neste ensaio podem ser vistos na Figura 29, onde uma amostra representativa de cada condição analisada é apresentada. Através da análise visual das superfícies de fratura, observa-se que o material apresentou fratura extremamente frágil quando tratado termicamente, nas condições 2 e 3.

Os resultados do ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente estão apresentados na Tabela 5, na forma de K nos quais foram ocorreram as fraturas dos corpos de prova.

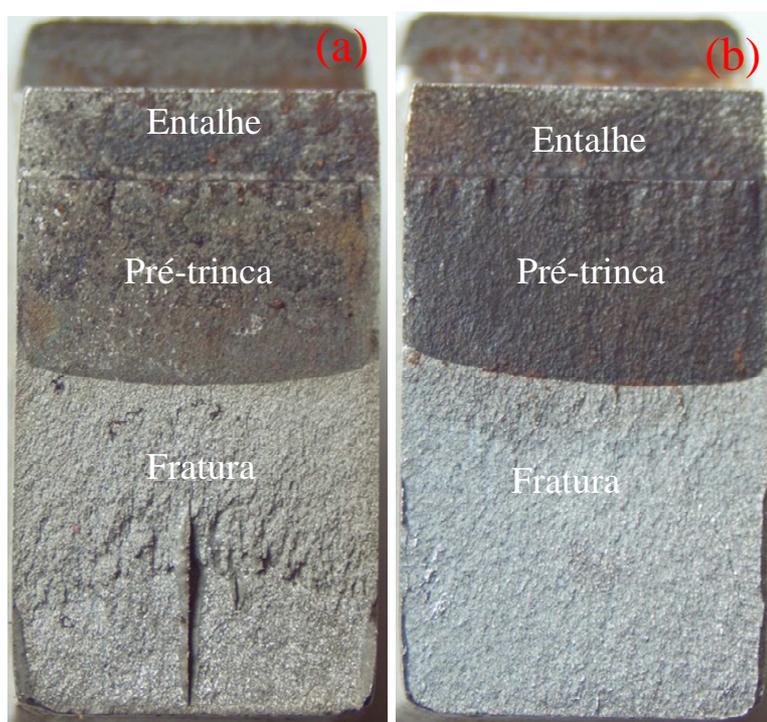


Figura 29: Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente: (a) condição 2; (b) condição 3.

Tabela 5: Valores de K no qual ocorreu a fratura do corpo de prova no ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente.

Ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente			
Tratamento Térmico	K de fratura ( $\text{MPa}\sqrt{m}$ )		
	CP 1	CP 2	CP 3
Condição 2	13	15	13
Condição 3	13	10	12

Comparando os resultados obtidos nos ensaios ao ar, em termos de K máximo, com os dos ensaios assistidos pelo ambiente é possível observar uma redução significativa na tenacidade à fratura do material para ambas as condições analisadas, mostrando desse modo a grande susceptibilidade do AISI 420 ao meio avaliado (água do mar sintética).

Observou-se que a influência do ambiente é bastante acentuada no caso do material quando tratado termicamente, onde se pode observar que esta redução atinge valores da ordem de aproximadamente 60% quando comparado com os resultados obtidos ao ar, evidenciando, desse modo, que a aplicação do tratamento térmico de têmpera e revenido tornam o AISI 420 susceptível à fragilização.

A razão dessa fragilização pode ser associada ao carregamento de hidrogênio no material, promovido pela técnica de proteção catódica. Segundo Fernandes (FERNANDES 1996) o fenômeno de fragilização ocorre devido a ação conjunta do hidrogênio e de tensões atuantes, mesmo que estas sejam inferiores a tensão de escoamento do material. A presença do entalhe e de uma pré trinca de fadiga nos corpos de prova ensaiados, favoreceram ainda mais o fenômeno de fragilização, uma vez que na região frente à ponta da trinca ocorre um acúmulo de hidrogênio, devido a existência de um campo de tensões trativas e a presença de uma zona plástica. (BILMES, SOLARI e LORENTE 2001). Este tipo de mecanismo de fragilização por hidrogênio é explicado através da teoria da decoesão, a qual foi apresentada no capítulo 2.2.2.

Sabe-se que mesmo para aços de mesmo nível de resistência mecânica, a intensidade da fragilização provocada pelo hidrogênio varia dependendo da sua microestrutura, uma vez que esta altera a solubilidade e a difusibilidade do hidrogênio no material (ROGERS 1968). Desde modo, a perda de tenacidade à fratura mais acentuada, observada no caso das amostras tratadas termicamente das condições 2 e 3, pode ser atribuída a microestrutura predominantemente martensítica do material nestas condições, a qual, segundo alguns estudos (DELAFOSSÉ e MAGNIN 2001) e (LIU, WANG e LIU 2013) é mais suscetível a formação de trincas induzidas pelo hidrogênio.

A variação da solubilidade de hidrogênio, no caso dos aços martensíticos, está ligada diretamente a elevada quantidade de discordâncias e precipitados presentes nessa microestrutura, os quais atuam como sítios de aprisionamento para esse elemento. (DAYAL e PARVATHAVARTHINI 2003)

A presença de carbonetos primários (não dissolvidos durante o tratamento térmico de austenitização do material), observados através da análise microestrutural, podem ter influenciado ainda mais na perda de tenacidade à fratura do material quando exposto ao meio agressivo. Isso porque é sugerido que a interação entre o hidrogênio e os carbonetos não depende apenas da quantidade dos mesmos na matriz, mas também do seu tamanho e forma. A presença de carbonetos grosseiros podem acarretar em um aumento da deformação da rede cristalina e, conseqüentemente, da densidade de discordâncias ancoradas a eles. (GESNOUIN, et al. 2004)

A segregação de impurezas para os contornos de grãos austeníticos prévios durante o tratamento térmico, as quais assumiu-se como sendo a principal causa do fenômeno de fragilização ao revenido no material estudado, não podem ser atribuídos, neste caso, como responsáveis pela fragilização destes aços quando expostos ao meio agressivo, uma vez que este mesmo comportamento teria que ter sido observado nos ensaios de tenacidade à fratura realizados ao ar.

Após a realização dos ensaios, seguindo a norma BS 7448-1:91 e visando garantir a confiabilidade dos resultados de tenacidade à fratura obtidos, foi realizado a medição do tamanho da pré-trinca de fadiga dos corpos de prova,

conforme o procedimento descrito no item 3.2.1, a qual deve respeitar a relação de  $(a_0/W)$  entre 0,45 e 0,55.

Todos os corpos de prova ensaiados apresentaram valores de  $(a_0/W)$  dentro da faixa especificada, o que permitiu a validação dos K de fratura obtidos na tabela 5 como o  $K_{IEAC}$  do material. A validação dos ensaios é de fundamental importância, não só pelo caráter científico, mas também por permitir com que os resultados obtidos possam ser utilizados em projetos de estruturas reais.

A análise fractográfica dos corpos de prova ensaiados em água do mar sintética sob proteção catódica revelou micromecanismos de fratura frágil intergranular, além da presença trincas secundárias ao longo da superfície de fratura, indicando a extrema fragilização do material nestas condições. As Figuras 30 e 31 apresentam uma fractografia representativa das superfícies de fratura de um corpo de prova para cada condição ensaiada.

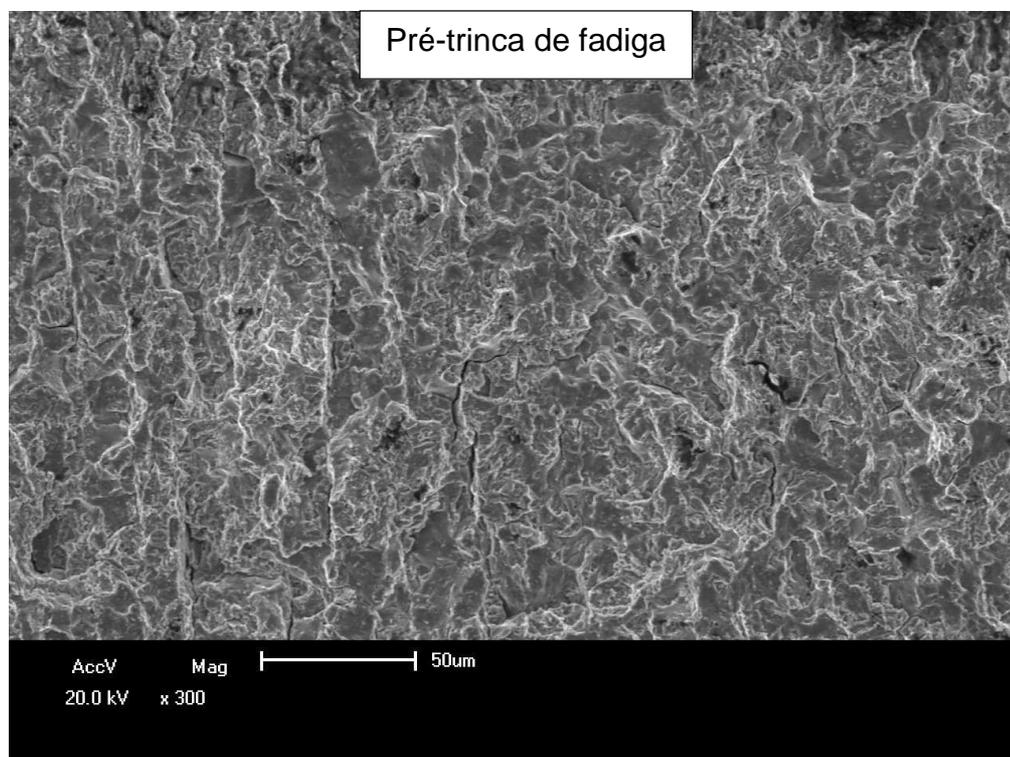


Figura 30: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente.

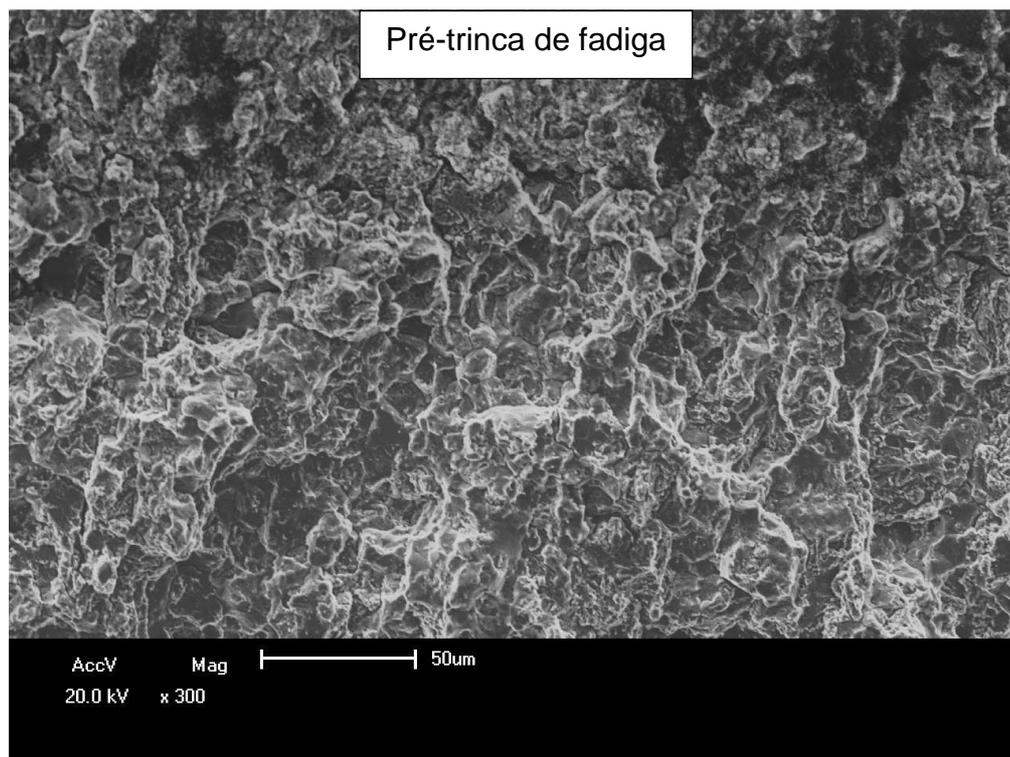


Figura 31: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente.

#### 4.6 Tenacidade à fratura dinâmica

A tenacidade à fratura dinâmica das amostras foram obtidos através do ensaio de Charpy instrumentado, utilizando um equipamento da marca Instron modelo SI-1D3. Para a execução dos ensaio a velocidade de impacto do martelo utilizada foi de 5,19 m/s.

Os corpos de prova fraturados após a realização do ensaio podem ser vistos na Figura 32, onde uma amostra representativa de cada condição analisada é apresentada. A análise macroscópica da superfície de fratura dessas amostras evidenciou que quando ensaiados sob condições dinâmicas de carregamento, os corpos de prova mostraram um comportamento essencialmente frágil, com pouca deformação plástica associada, similar aquele observado sob condições lentas (ao ar).

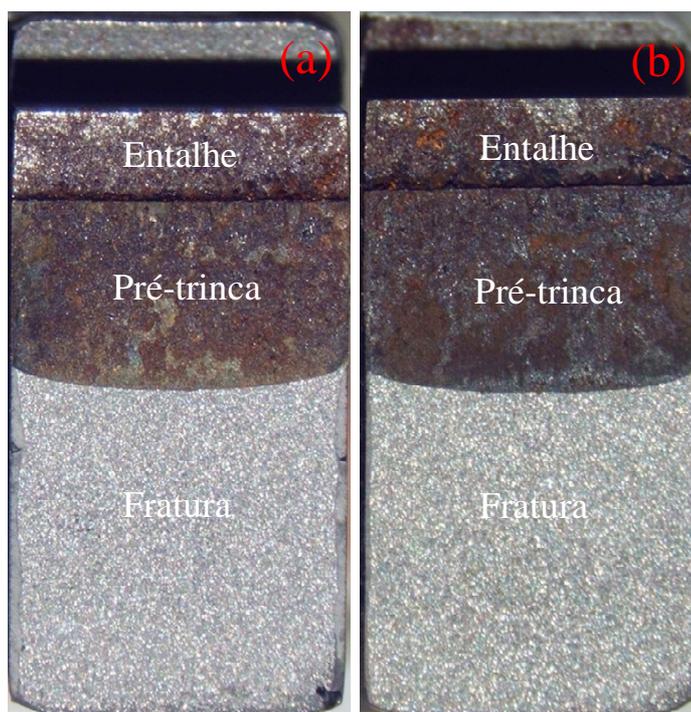


Figura 32:Corpos de prova após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica: (a) condição 2; (b) condição 3.

Através dos dados obtidos nestes ensaio, foi possível gerar curvas do tipo carga em função do deslocamento, necessárias para a determinação da tenacidade à fratura dinâmica do material ( $K_{ID}$ ). As figuras 33 e 34 apresentam os resultados obtidos neste ensaio. Neles foi possível observar, que para ambas as condições ensaiadas, o corpos de prova apresentam fratura sem apreciável escoamento plástico.

Desse modo, para a realização dos cálculos foram utilizados os conceitos da MFLE, baseados na norma BS 7448-1:91, assumindo-se o ponto de início de propagação instável da trinca como o ponto de carga máxima, como foi explicado no capítulo 2.3.3. As mesmas equações utilizados para o cálculo de  $K_{IC}$  no ensaio de flexão a três pontos foram utilizadas para a determinação do parâmetro  $K_{ID}$ . Os resultados deste ensaio podem ser vistos na Tabela 6.

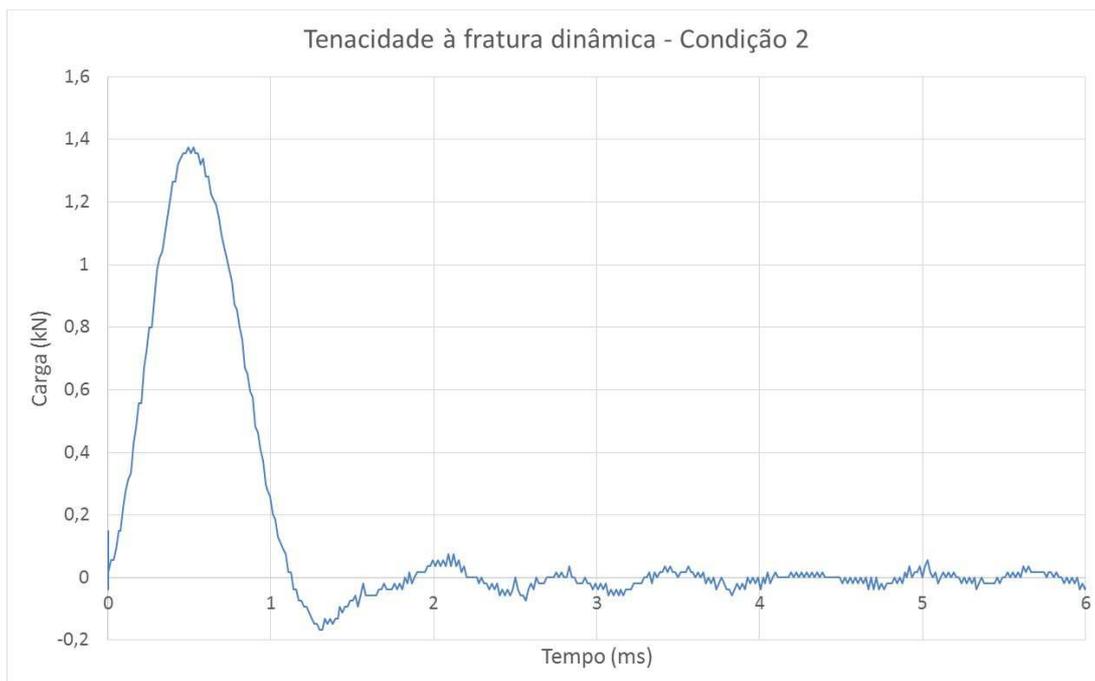


Figura 33: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura dinâmica do material na condição 2.

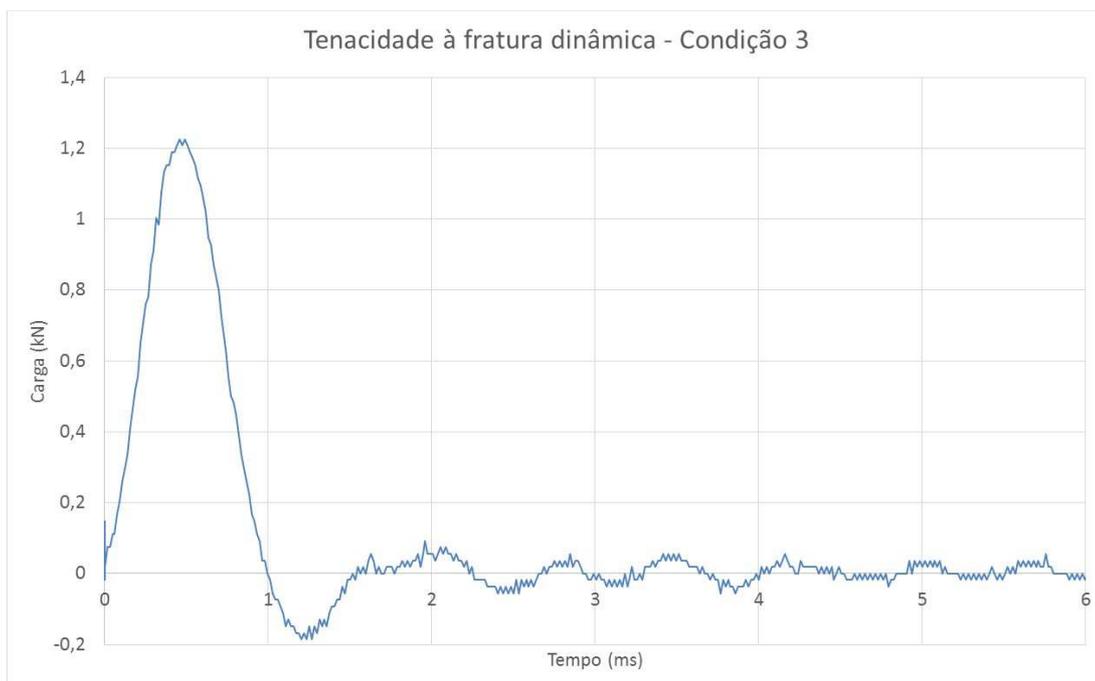


Figura 34: Gráfico apresentando o resultado do ensaio de tenacidade à fratura dinâmica do material na condição 3.

Tabela 6: Valores de  $K_{ID}$  obtidos no ensaio de tenacidade à fratura dinâmica

Ensaio de tenacidade à fratura dinâmica			
Tratamento Térmico	$K_{id}$ (MPa $\sqrt{m}$ )		
	CP 1	CP 2	CP 3
Condição 2	22,8	22,7	23,1
Condição 3	19,7	20,3	20,3

A partir dos resultados obtidos pode-se observar que o material apresentou, sob condições dinâmicas de carregamento, uma tendência similar àquela observada nos ensaios anteriores, com a tenacidade à fratura diminuindo com o aumento da temperatura de revenimento. As amostras da condição 3 voltaram a apresentar o pior desempenho, embora esses valores não sejam tão distantes daqueles observados para as amostras na condição 2. Aparentemente a variação da temperatura de revenimento aplicada nestes corpos de prova, as quais provocaram consideráveis alterações na dureza e na tenacidade à fratura em condições lentas de carregamento, não apresentaram influencia tão significativa na tenacidade à fratura do material quando maiores taxas de carregamento foram aplicadas.

A redução da tenacidade à fratura observada, quando comparada com os resultados obtidos ao ar, sobre condições lentas de carregamento, pode ser diretamente associado justamente a alta taxa de carregamento utilizada durante a realização do ensaio. Quando um determinado carregamento é aplicado no material, ocorre o processo de deformação plástica na região à frente da ponta da trinca de fadiga, no sentido de tentar dificultar a propagação da mesma. Quanto maior for a ductilidade do material, maior será a sua capacidade de absorver energia e mais dominante será o processo de deformação sobre o mecanismo de

propagação. Durante a realização do ensaio dinâmico, o impacto do martelo com o corpo de prova ocorreu com uma velocidade de 5,19 m/s, imprimindo, desse modo, uma alta taxa de carregamento. O aumento da velocidade de ensaio atua no sentido de diminuir ainda mais resistência oferecida pelos corpos à deformação plástica, uma vez que ocorre uma maior restrição ao movimento das discordâncias associada a esse fenômeno, favorecendo o processo de fratura e fazendo, conseqüentemente, com que a tenacidade do material diminua.

Os resultados obtidos para o AISI 420, na condição de temperado e revenido, apresentaram tendência similar, quando tratados dentro da zona de fragilização, aos encontrados na literatura para um aço de alta resistência AISI 4340. No trabalho realizado por Kruger (2009), em aços de alta resistência, a propriedade de tenacidade à fratura dinâmica, medida através do parâmetro  $K_{ID}$  de força e máxima e ponto de início de propagação da trinca, foi avaliada em função de diferentes temperaturas de revenimento. Quando ensaiado sob altas taxas de carregamento, dentro da região de fragilização, o material apresentou uma redução de um pouco mais de 35% da tenacidade à fratura quando comparado com o ensaio monotônico. Quando outras temperaturas de revenimento foram utilizadas foi observada, porém, uma excelente aproximação entre os valores de  $K_{IC}$  e  $K_{ID}$  obtidos. (KRUGER 2009)

Um outro estudo realizado por Rodrigues (2001), visando avaliar o efeito da velocidade de ensaio na tenacidade à fratura dinâmica de aços de diferentes níveis de resistência mecânica, identificou que para materiais de alta ductilidade, os quais apresentavam considerável deformação plástica antes da fratura, o aumento da velocidade de ensaio afeta significativamente a propriedade de tenacidade à fratura, porém conforme a resistência do material aumenta, a sua sensibilidade a taxa de deformação diminuí. (RODRIGUES 2001) Uma possível explicação para esse fenômeno pode ser relacionada a microestrutura desses materiais. Para aços de baixa resistência o aumento da velocidade de ensaio age no sentido de restringir o deslocamento de discordâncias associada ao processo de deformação plástica do material, favorecendo o processo de fratura. No caso de aços de alta resistência essa fenômeno não é tão acentuado, uma vez que a

microestrutura martensítica, por si só já possui uma elevada densidade de discordâncias em sua estrutura, dificultando o processo de deformação plástica.

Embora esse comportamento dos aços martensíticos tenha sido reportado também em outros trabalhos, ele não foi observado no caso AISI 420. Uma vez que comparando os resultados obtidos no ensaio de Charpy instrumentado com aqueles obtidos na condição monotônica, através do ensaio de flexão em três pontos, os corpos de prova tratados termicamente apresentaram uma redução de aproximadamente 30% na tenacidade à fratura do material.

As análises fractográficas das condições analisadas voltaram a apresentar micromecanismo de fratura predominantemente frágil, por quase clivagem. Embora o mesmo micromecanismo de fratura tenha sido observado nos corpos de prova ensaiadas ao ar e sob condição dinâmicas de carregamento, nestes últimos não foi perceptível a formação de uma zona estirada na região à frente da pré-trinca de fadiga. A não existência dessa zona indica que não ocorreu nenhuma significativa quantidade de deformação plástica antes da propagação da trinca, o que reflete na queda de tenacidade à fratura observada no material nessas condições, quando comparado com os resultados obtidos ao ar. As figuras 35 e 36 apresentam uma fractografia representativa da superfície de fratura de um corpo de prova de cada uma das condições analisadas.

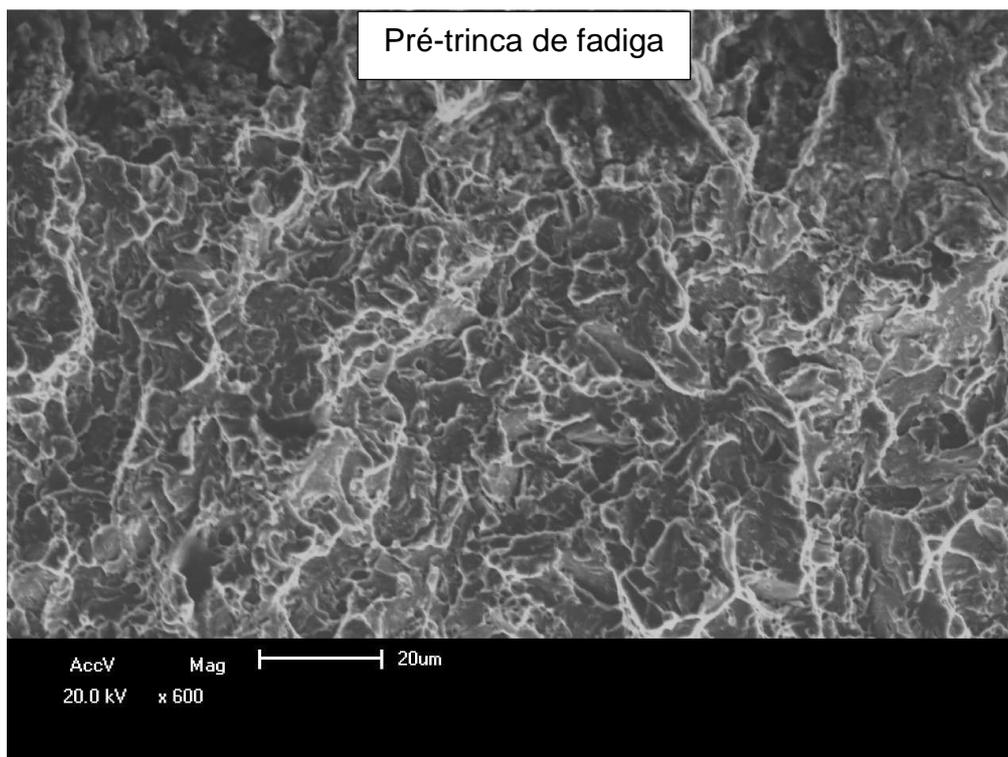


Figura 35: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 2 após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.

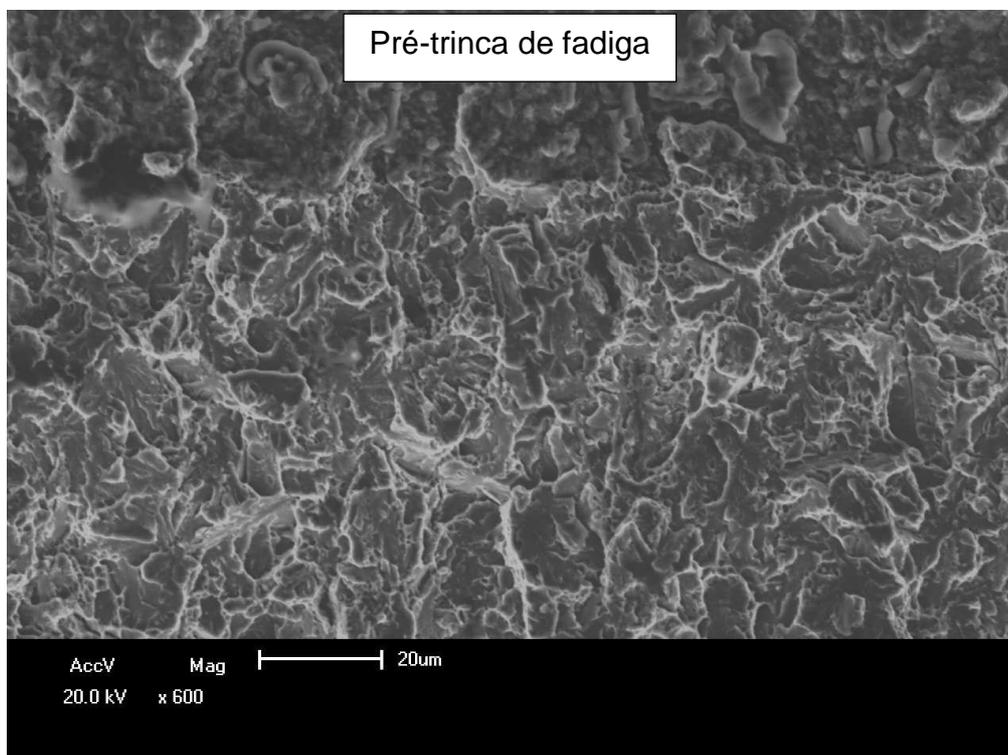


Figura 36: Fractografia representativa dos corpos de prova da condição 3 após o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica.

Por fim, a Tabela 7 apresenta a média de todos os resultados obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura realizados. Pode-se observar que nos caso dos ensaios realizados ao ar o fenômeno de fragilização ao revenido, presente nas amostras temperadas e revenidas a 540°C, acarretou em uma perda de resistência considerável do material, uma vez que estas amostras apresentaram uma queda de aproximadamente 25% do valor de tenacidade à fratura do material quando comparada com as amostras revenidas a 380°C.

Por outro lado, quando avaliado sob condições dinâmicas de carregamento e em meio agressivo pode-se verificar que estas condições de operação provocaram uma queda tão acentuada na tenacidade à fratura do material em ambas as condições analisadas, que a influência associada a fragilização ao revenido é pouco notada.

Tabela 7: Média dos valores obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura.

Ensaio Tratamento Térmico	Tenacidade à fratura ao ar (MPa $\sqrt{m}$ )	Tenacidade à fratura assistida pelo ambiente (MPa $\sqrt{m}$ )	Tenacidade à fratura dinâmica (MPa $\sqrt{m}$ )
380°C	38,0	13,6	22,9
540°C	29,0	11,6	20,1

## 5 CONCLUSÕES

O presente trabalho teve como proposta avaliar a influência da temperatura de revenimento na tenacidade à fratura dinâmica e na tenacidade à fratura assistida pelo ambiente em uma liga de aço inoxidável AISI 420. Com essa finalidade os ensaios foram realizados utilizando-se corpos de prova da mecânica da fratura SE(B) e as conclusões obtidas foram as seguintes:

- Quando submetido a um tratamento térmico de revenimento à 540°C o aço inoxidável AISI 420 apresentou o seu pior desempenho no ensaio de tenacidade à fratura ao ar. Esse fato pode ser atribuído ao fenômeno de fragilização ao revenido, o qual ocorre na faixa entre 450-560°C nesses aços e o qual, segundo a literatura, está associado principalmente a segregação de impurezas para os contornos de grãos de austenita prévios. Não foi possível observar alterações microestruturais significativas nas amostras tratadas nesta condições para aquelas temperadas e revenidas a 380°C.
- Nos ensaios realizados no meio agressivo (água do mar sintética), pode-se observar que a aplicação de um potencial de proteção catódica de  $-1100V_{x ECS}$ , simulando uma condição de super proteção do material, desencadeou fenômenos de fragilização por hidrogênio nesse aço, o qual foi responsável pela redução da tenacidade à fratura do material, facilitando a nucleação e propagação de trincas.
- As amostras tratadas termicamente (temperadas e revenidas), mostraram-se bastante susceptíveis ao fenômeno de fragilização pelo hidrogênio, apresentando uma perda de aproximadamente 60% do valor de tenacidade à fratura, quando comparadas com os resultados obtidos ao ar. O fato dessas amostras possuírem microestrutura predominantemente martensítica foi determinante para a queda acentuada de tenacidade observada nesses aços. A tenacidade à fratura dos aços tratados termicamente quando expostos ao meio agressivo foi tão baixa que qualquer influência associada a fragilização ao revenido (amostras revenidas a 540°C) é praticamente suprimida.

- Quando submetidos a proteção catódica em água do mar sintética, observou-se uma mudança nos micromecanismos de fratura do AISI 420. A aplicação do tratamento térmico promoveu a incidência de fratura intergranular nessas amostras.

- Quando avaliado a tenacidade à fratura do material sobre condições dinâmicas de carregamento, através do ensaio de Charpy instrumentado, foi observado uma diferença constante para todas as condições analisadas entre os resultados obtidos sob condições lentas ( $K_{IC}$ ). O fato de uma alta taxa de carregamento ser utilizada neste ensaio, acabou por restringir o processo de deformação plástica dos corpos de prova, através da restrição do movimento das discordâncias. As amostras tratadas termicamente nesta condição apresentaram uma redução de aproximadamente 30% quando comparada com os ensaios realizados ao ar.

- Embora o micromecanismo de fratura observado, tanto nos ensaios realizados sobre condições dinâmicas de carregamento quando nos ensaios realizados sob condições lentas (ao ar), o micromecanismos de fratura observado foi o de quase clivagem. Nas amostras ensaiadas sob condições lentas, porém, foi possível observar a presença de uma zona estirada frente a ponta da trinca de fadiga. Essa zona indica a ocorrência de deformação plástica do material antes do processo de fratura, o que reflete diretamente nos maiores valores de tenacidade à fratura observados nas amostras ensaiadas sob condições lentas de carregamento.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a tenacidade à fratura do AISI 420 utilizando diferentes temperaturas de austenitização durante a etapa de têmpera do material.
- Empregar diferentes taxas de carregamento durante o ensaio de tenacidade à fratura dinâmica, afim de avaliar sensibilidade do material á diferentes velocidades de ensaio.
- Empregar outras técnicas de análise, como: Difração de raio-x e microscopia eletrônica de transmissão (MET), para avaliar a composição química dos carbonetos precipitados nas diferentes temperaturas de revenimento.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AFROOZ, B. *Hydrogen Embrittlement*. 2011.

“American Society for Testing and Materials - ASTM D1141-08.” *Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water*. 2008.

“American Society for Testing and Materials - ASTM E1681-08.” *Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted* . 2008.

“American Society for Testing and Materials - ASTM E1820-11.” *Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness*. 2011.

“American Society for Testing and Materials - ASTM E399-09.” *Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{Ic}$  of Metallic Materials*. 2009.

ANDERSON, T.L. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, Thrid Edition*. New York: CRC Press, 2005.

*ASM Handbook Stainless Steels*. ASM International, 1999.

“ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT NBR NM ISO 6506-10.” *Materiais metálicos – Ensaio de dureza Brinell Parte 1: Método de ensaio (ISO 6506-1:2005, IDT)*. 2010.

BHAMBR, S.K. “Intergranular fracture in 13 wt.% chromium martensitic stainless steel.” *Mater. Sci.* 21, 1986: 1741–1746.

BHAMBRI, S.K. “Intergranular fracture in 13wt % chromium martensitic stainless steel.” *Journal of Material and Science*, 1986: 1741-1746.

BILMES, P.D, M SOLARI, e C.L LORENTE. “Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of 13Cr-NiMo Martenstitic Steel Weld Metals.” *Materials Characterization* 46, 2001: 285-296.

“BRITISH STANDARDS INSTITUTION - BS 7448-1:1991.” *Fracture mechanics toughness test - Part 1: Determination of  $K_{Ic}$ , critical CTOD and Critical J values of metallic materials*. 1991.

BRITTON, J, e R BAXTER. *Offshore Cathodic Protection 101:What it is and how it works*. 14 de 03 de 2016. <http://www.cathodicprotection101.com>.

CALLISTER, W. D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução 8ª edição*. LTC, 2012.

CARR, F. L, M GOLDAN, L. D JAFFEE, e D. C BUFFUM. “Isothermal Temper Embrittlement of SAE 3140 Steel.” *Trans TMS-AIME* 197 (1953).

CHAKRABORTYA, GOPA, et al. “Study on tempering behaviour of AISI 410 stainless steel.” *Materials Characterization* 100, 2015: 81–87.

CHIAVERINI, V. *Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos*,. ABM, 1988.

COLPAERT, H. *Metalografia dos produtos siderurgicos comuns*. Blucher, 2008.

DAYAL, R.K, e N PARVATHAVARTHINI. “Hydrogen embrittlement in power plant steels.” *Aqueous Corrosion and Surface Studies Section*, 2003: 431–451.

DELAFOSSÉ, D, e T MAGNIN . “Hydrogen Induced Plasticity in Stress Corrosion Cracking of Engineering Systems.” *Engineering Fracture Mechanics* 68, 2001: 697-729.

DIAS, G. P. “Avaliação da tenacidade a fratura de um aço inoxidável supermartensítico submetido à proteção catódica em água do mar.” *Dissertação PPGE3M*, 2009.

ELIAZ, N, A SHACHAR, B TAL, e D ELIEZERC. “Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high – strength steels.” *Engineering Failure Analysis*, 2002: 167 – 184.

FERNANDES, P. J. L. “Effect of crack blunting in liquid metal environments on K-IEAC determined by the rising load test.” *Engineering Failure Analysis*, pg 227-230 (Engineering Failure Analysis), 1996.

- GATTI, M. C. A. “Tenacidade á fratura transminar dinâmica de um laminado híbrido fibra-metal titânio- grafite de grau aeronáutico.” tese de doutorado, 2009.
- GENTIL, V. *Corrosão*. LTC, 2012.
- GERDAU. “Catálogo Técnico.” 2005.
- GESNOUIN, C, A HAZARABEDIAN, P BRUZZONI, J OVEJERO-GARCIA, P BILMES, e C LLORENTE. “Effect of post-weld heat treatment on the microstructure and hydrogen permeation of 13CrNiMo steels.” *Corrosion Science*, 2004: 1633–1647.
- GGD, Metals. “Aços Inoxidáveis - Catálogo Técnico.” s.d.
- GINGELL, A. “A Bibliographical study of hydrogen trapping and embrittlement in line pipe steels.” IRSID Usinor Sacilor, Rapport Interne, 1997, 1-15.
- GUILIOU, R, M GUTTMANN, e PH DUMOULIN. “Role of molybdenum in phosphorousinduced temper embrittlement of 12% Cr martensitic stainless steel.” *Mater. Sci. 15*, 1981: 63–72.
- HAAG, J. “Influência da geometria do corpo de prova e do tamanho da trinca na tenacidade a fratura do aço API 5DP tool joint.” *Dissertação PPGE3M*, 2015.
- IRELAND, D.R. “Critical review of instrumented impact testing.” *Journal of Dynamic Fracture*, 1977: 47-62.
- JOHNSON, W.H. *On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids*. 1875.
- KEHLER, B. A, e J. R SCULLY. “Predicting the effect of applied potential on crack tip hydrogen concentration in low alloy martensitic steels.” *CORROSION*, 2008: 465-477.
- KOBAYASHI, T. “ANALYSIS OF IMPACT PROPERTIES OF A533 STEEL FOR NUCLEAR REACTOR PRESSURE VESSEL BY INSTRUMENTED CHARPY TEST.” *Engineering Fracture Mechanics* , 1984: 49-65.

- KOBAYASHI, T; YAMAMOTO, I. "Evaluation Method of Dynamic Fracture Toughness by the Computer-Aided Instrumented Charpy Impact Testing System." *Int. J. Pres. Ves. & Piping*, 1993: 295-312.
- KRAUSS, G. *STEELS: Heat treatment and Processing Principles*. ASM, 1990.
- KRUGER, E.L. *Charpy Instrumentado: Análise da Instrumentação e da Influência de Condições Metalúrgicas de um Aço de Ultra-alta Resistência Mecânica na Tenacidade à Fratura Dinâmica*. Campinas; Tese (Doutorado), 2009.
- KWIETNIEWSKI, C F, e F J KISS. *Metalografia e Tratamentos térmico de aços e ferros fundidos*. UFRGS, 2011.
- LAI, C.L., L.W TSAY, e C CHEN. "Effect of microstructure on hydrogen embrittlement of various." *Materials Science & Engineering*, 2013: 14-20.
- LEE, W.S., e T.T. SU. "Mechanical properties and microstructural features of AISI 4340 high strength alloy steel under quenched and tempered conditions." *Journal of Materials Processing Technology*, 1999: 198 – 206.
- LEMBLE, P, A PINEAU, J. L CASTAGNE, P DUMOULIN, e M GUTTMANN. "Role of carbon in embrittlement phenomena of tempered martensitic 12Cr-0.15% C steel." 1980: 241–252.
- LIM, L. C, M. O LAI, e J MA. "Tempering of AISI 403 stainless steel." *Mater. Sci. Eng. A* 171, 1993: 13–19.
- LIPPOLD, C.J, e DAMIAN, K.J. *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. Wiley, 2005.
- LIU, Y, M WANG, e G LIU. "Hydrogen trapping in high strength martensitic." *International Journal of Hydrogen Energy* 38, 2013: 14364-14368.
- MESQUITA, T. J, E CHAVEAU, M MANTE, N BOUVIER, e D KOSCHEL. "Corrosion and metallurgical investigation of two supermartensitic." *Corrosion Science*, 2014: 152–161.
- Metals Handbook 9<sup>a</sup> Edition, Vol. 13, Corrosion. 1987.

Metals Handbook, Vol. 8, Mechanical Testing and Evaluation. 2000.

NAGUMO, M, M NAKAMURA, e K TAKAI. “Hydrogen Thermal Desorption Relevant to Delayed-Fracture.” *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*, 2001: 339-347.

PADILHA, A.F. e GUEDES, L.C. *Aços Inoxidáveis Austeníticos*. Hemus, 1994.

PARVATHAVARTHINI, N. “Studies on Hydrogen Permeability of 2,25%Cr-1%Mo Ferritic Steel: Correlation with microstructure.” *Journal of Nuclear Materials*, 2001: 187-196.

PRABHU GAUNKAR, G. V, A.M HUNTZ, e P LACOMBE. “Role of carbon in embrittlement phenomena of tempered martensitic 12Cr-0.15%C steel.” *Mater. Sci. 14*, 1980: 241-252.

RODRIGUES, A.R. *Charpy Instrumentado - Determinação da tenacidade à fratura dinâmica de materiais metálicos*. Ilha Solteira; Dissertação (Mestrado), 2001.

ROGERS, H. C. “Hydrogen Embrittlement of Metals.” 1968.

SERVER, W.L, e R.A WULLAERT. “SMALL SPECIMEN PREDICTIONS OF FRACTURE TOUGHNESS FOR NUCLEAR PRESSURE VESSEL STEELS.” *Nuclear Engineering and Design*, 1980: 153-173.

SI-YUAN LU, KE-FU YAO, YUN-BO CHEN;, MIAO-HUI WANG, XUE LIU, e XUEYUAN GE. “The effect of tempering temperature on the microstructure and electrochemical properties of a 13 wt.% Cr-type martensitic stainless steel.” *Electrochimica Acta*, 2015: 45-55.

SOUSA, F. A. “Avaliação de Propagação de Entalhes em PVDF.” Rio de Janeiro, 2009.

SREENIVASAN, P.R., S.K. RAY, S.L. MANNAN, e P. RODRIGUEZ. “Dynamic fracture toughness and Charpy impact properties of an AISI 403 martensitic stainless steel.” *Journal of Nuclear Materials*, 1996: 338-345.

STROHAECKER, T. R. “Comportamento à fratura de aços estruturais de alta resistência mecânica frente a ambientes agressivos.” Tese de doutorado, 1989.

- THOMPSON, A. W. “The Role of Metallurgical Variables in Hydrogen-Assisted Environmental Fracture.” Em *Advances in Corrosion Science and Technology*, 53-175. 1980.
- TROIANO , A.R. “The Role of Hydrogen and others Interstitial in the Mechanical Behaviour of Metals.” *Trans. ASM.*, Vol. 52, 1960: 54-80.
- TSAY, L.W., Y.M. CHANG, S. TORNG, e H.C. WU. “Improved Impact Toughness of 13Cr Martensitic Stainless Steel Hardened by Laser.” *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2002: 422-427.
- TURNBULL, A, e A GRIFFITHS. *Corrosion and Cracking of Weldable 13 Cr Martensitic Stainless Steels - A Review*. NPL, 2002.
- VILLARES, METALS. “Aços Ferramenta Villares - Catálogo Técnico.” 2005.
- WEI, R. P, KIER. K, SIMMONS. G. W, e CHOU. Y. T. *Fracture mechanics and surface chemistry investigations of environment assisted crack growth*. Bethlehem, PA, United States, 1984 - 6th edition.
- WINSTON REVIE, R. *Uhlig's Corrosion Handbook*. ECS, 2011.