

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

O EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E REVENIDO NA
TENACIDADE À FRATURA DE AÇOS COM ADIÇÃO DE NÍQUEL PARA
APLICAÇÕES EM BAIXAS TEMPERATURAS

Lorenzo Marzari Félix

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2015

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

O EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE TÊMPERA E REVENIDO NA
TENACIDADE À FRATURA DE AÇOS COM ADIÇÃO DE NÍQUEL PARA
APLICAÇÕES EM BAIXAS TEMPERATURAS

LORENZO MARZARI FÉLIX
Engenheiro Mecânico

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
2014

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. Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski

Banca Examinadora:

Dra. Mariane Chludzinski

Dr. Ricardo Callegari Jacques

Dr. Toni Roger Schifelhain de Lima

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker
Coordenador do PPGEM

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha família, sempre importante e presente durante a minha vida acadêmica.

Ao professor Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski pela orientação neste trabalho e pelos conhecimentos compartilhados.

Ao professor Telmo Roberto Strohaecker, por proporcionar minha integração ao Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

Ao professor Afonso Reguly pelos conhecimentos compartilhados.

Aos companheiros de LAMEF, em especial aos colegas dos grupos GECOR, GEM e GAF, pelo apoio e pelos conhecimentos compartilhados durante a pós-graduação.

RESUMO

Uma das regiões produtoras de petróleo *offshore* que representa um papel importante na vanguarda dos desafios de extração em altas profundidades é a província do Pré-Sal, situada na costa brasileira, composta por grandes acumulações de óleo leve de excelente qualidade. O óleo proveniente dos poços do Pré-Sal brasileiro contém CO_2 dissolvido, e após as separações de óleo e gases liberar o CO_2 na atmosfera não condiz com as tentativas da indústria mundial em reduzir a emissão de gases do efeito estufa. Uma alternativa econômica e ecologicamente viável é a injeção do dióxido de carbono nos reservatórios para aumentar o fator de recuperação de óleo e, ao mesmo tempo, garantir a captura e armazenamento geológico deste gás. Caso haja uma descompressão repentina devido a uma falha nas linhas de transporte do CO_2 , uma abrupta redução de temperatura é observada nas paredes do vaso próximas ao vazamento. Uma vez que diretrizes de projeto indicam a utilização de materiais com boa tenacidade em baixas temperaturas, a utilização de aços ligados ao níquel se faz uma boa alternativa no transporte de CO_2 . O presente estudo visa avaliar a influência do tratamento térmico de têmpera e revenido na tenacidade à fratura de aços ligados ao níquel, conhecidos como 5,5Ni e 9Ni, em temperatura ambiente e também a $-100\text{ }^\circ\text{C}$, bem como avaliar a ação do hidrogênio nestes aços quando em baixa temperatura. Foram utilizados corpos de prova do tipo $SE(B)$ da mecânica da fratura sem e com tratamento térmico. Foi possível observar que os tratamentos térmicos de têmpera e revenido foram muito eficientes para manter a tenacidade original do aço 5,5Ni na temperatura de $-100\text{ }^\circ\text{C}$. De fato, na condição de bruto de laminação, os valores de $CTOD$ para esse aço nessa temperatura foram muito inferiores daqueles encontrados na temperatura ambiente, indicando que esse material experimenta uma transição muito importante do comportamento em fratura em baixas temperaturas. Já o aço 9Ni sem tratamentos térmicos apresentou valores praticamente constantes de $CTOD$ nas condições de ensaio, com um leve aumento nos valores médios após a têmpera e revenido, principalmente em baixa temperatura. Não foi verificada grande influência do carregamento de hidrogênio nos resultados da tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni na temperatura de $-100\text{ }^\circ\text{C}$, uma vez que os valores de $CTOD$ nestas condições apresentaram uma leve redução em relação aos valores para os aços sem hidrogenação e ensaiados na temperatura de $-100\text{ }^\circ\text{C}$.

Palavras chave: Injeção do dióxido de carbono. Tenacidade à fratura. Aços ligados ao níquel.

ABSTRACT

One of the regions offshore where the oil production performs an important role in the forefront of the challenges in deep-water extractions is the Pre-salt region, located in Brazilian coast, containing big concentrations of light oil with an excellent quality. The oil from Brazilian Pre-salt oilfields contains dissolved CO_2 , and after the oil and gases separation, simply release the CO_2 in the atmosphere does not match the efforts of the global industries to reduce the greenhouse gases emissions. A viable economic and ecological alternative is the carbon dioxide injection into the reservoirs to enhance the oil recovery factor, meanwhile ensuring geological capture and storage of that gas. In case of a suddenly depressurization in the CO_2 pipelines, a temperature drop is observed in the walls near the leakage. Since project guidelines indicates the use of materials with good low temperature toughness, the use of nickel alloyed steels are a good alternative for the CO_2 transportation. This work aims to evaluate the influence of the heat treatment on fracture toughness of nickel alloyed steels, nominated 5.5Ni and 9Ni, at room temperature and also at $-100\text{ }^\circ\text{C}$, as well as evaluating the hydrogen effect on fracture toughness of these steels in low temperature. *SE(B)* fracture mechanic samples were evaluated with and without quench and temper heat treatments. It was possible to observe that the quench and temper heat treatments were so much efficient to maintain the original toughness of 5.5Ni steel at temperature of $-100\text{ }^\circ\text{C}$. Indeed, in as rolled condition, *CTOD* values for this steel at that temperature were much lower than those found at room temperature, indicating that this material faces a very important transition in fracture behavior at low temperatures. 9Ni steel without heat treatments showed *CTOD* values practically constants for the tests conditions, barely increasing the medium *CTOD* values after the quench and temper, mainly at low temperature. A major influence of hydrogen charging on fracture toughness of 5.5Ni and 9Ni steel at $-100\text{ }^\circ\text{C}$ temperature was not observed, since the *CTOD* values on these conditions showed a slightly reduction when related to values calculated for steels with no hydrogen charging and tested in temperature of $-100\text{ }^\circ\text{C}$.

Keywords: Carbon dioxide injection. Fracture Toughness. Nickel Alloyed Steels.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Representação das etapas de recuperação de óleo em um poço de extração. Fonte: Adaptado de PERSHAD <i>et al</i> , 2012.....	20
Figura 2.2 – (a) Diagrama de fases para o CO_2 puro. (b) Representação esquemática do comportamento do CO_2 quando há uma queda brusca de pressão. Fonte: Adaptado de ELDEVIK <i>et al</i> , 2009.....	22
Figura 2.3 – Representação esquemática da influência da temperatura nos valores de tenacidade ao impacto. Fonte: Adaptado de DIETER, 1988.....	25
Figura 2.4 – Critérios para a obtenção da temperatura de transição obtidos a partir do ensaio Charpy. Fonte: Adaptado de DIETER, 1988.	26
Figura 2.5 – Energia absorvida no teste de impacto Charpy para o aço 5,5Ni em (a) e aço 9Ni em (b) em função do tratamento térmico e da temperatura de teste. Tratamentos térmicos observados: Têmpera (Q), têmpera com revenido de duas horas (QT_2), têmpera com revenido de cem horas (QT_{100}), têmpera seguida de têmpera intercrítica (QL), têmpera seguida de têmpera intercrítica e revenido (QLT), dupla normalização seguida de revenido (NNT). Fonte: Em (a), adaptado de KIM, SYN e MORRIS Jr, 1983. Em (b), adaptado de Nickel Institute, 1975.	27
Figura 2.6 – Micropilha de corrosão ampliada. Fonte: DUTRA e NUNES, 2011.....	29
Figura 2.7 – Processo de migração do hidrogênio para a ponta da trinca. Fonte: BARDAL, 2004.....	32
Figura 2.8 – Comportamento de uma microtrinca sem a presença e com a presença de hidrogênio. Fonte: Adaptado de SONG e CURTIN, 2011.....	33
Figura 2.9 – Representação da ação dos mecanismos de fragilização HEDE e HELP no interior de um grão. Fonte: Adaptado de ICAMS, 2014.	34
Figura 2.10 – Os três tipos de modo de carregamento que levam a fratura. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	37
Figura 2.11 – Representação da tendência da redistribuição e da concentração de tensões na presença de um defeito. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	38
Figura 2.12 – Representação da formação de uma zona de plastificação à frente da trinca. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	38
Figura 2.13 – Estimativas para o tamanho da zona plástica. A área hachurada representa a carga que deve ser redistribuída, resultando em uma maior zona de plastificação. A tensão σ_{yy}	

representa a tensão normal aplicada no plano da trinca, que cresce ao infinito assim que $r \rightarrow 0$. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	39
Figura 2.14 – O modelo Strip-Yield representado esquematicamente. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	40
Figura 2.15 – Forma estimada da zona plástica à frente da trinca para uma solução elástica. Modo I de fratura. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	41
Figura 2.16 – Placa com espessura moderada e com entalhe onde estão posicionados dois cubos elementares: vermelho em condição de tensão plana, e amarelo em condição de deformação plana.....	42
Figura 2.17 – Representação das tensões atuantes nos cubos elementares da Figura 2.16: (a) estado biaxial de tensões ($\sigma_z=0$), (b) estado triaxial de tensões.....	43
Figura 2.18 – Variação da tenacidade com a espessura de uma liga de alumínio 7075-T6. Fonte: STROHAECKER, 2010.....	43
Figura 2.19 – Nucleação e crescimento de vazios em metais dúcteis: (a) nucleação dos vazios, (b) deformação localizada entre os vazios, (c) coalescimento dos vazios e fratura. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	45
Figura 2.20 – Superfície de fratura dúctil. Podem ser observadas inclusões onde ocorre a formação dos vazios Fonte: ASM HANDBOOK, Vol. 12, 1987.	45
Figura 2.21 – Mecanismo para o crescimento de fratura dúctil. Assim que a inclusão é envolvida pelo campo de deformação à frente da trinca cega, o vazio cresce. Fonte: Adaptado de GARRISON Jr e MOODY, 1987.	46
Figura 2.22 – Formação dos <i>shear lips</i> em um corpo de prova de um material dúctil submetido ao Modo I de fratura. Fonte: ANDERSON, 2005.	46
Figura 2.23 – Fractografia de um aço A 508 classe 3 apresentando uma superfície de fratura por clivagem. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	48
Figura 2.24 – Fractografias de um aço API X60 apresentando o mecanismo de quasi-clivagem na superfície de fratura: (a) marcas de rio características deste micromecanismo, (b) ampliação da região apresentando as marcas de rio e suas pontas serrilhadas características. Fonte: MARTIN <i>et al</i> , 2011.	48
Figura 2.25 – Fractografia apresentando a aparência da superfície de fratura quando ocorre o mecanismo de fratura intergranular, resultado da fragilização pelo revenido de um eixo fabricado em aço ligado ao Cr e Mo Fonte: HONDROS <i>et al</i> , 1996.....	49

Figura 2.26 – Definições de <i>CTOD</i> : (a) O deslocamento na ponta da trinca aguda, (b) deslocamento na interseção das linhas com vértice em 90° com as laterais da trinca. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	51
Figura 2.27 – O modelo de rotação em um ponto para estimar δ em corpos de teste de flexão à três pontos. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	52
Figura 2.28 – Modelo para obtenção do δ_{pl} . Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.....	53
Figura 2.29 – Definição de V_p para a determinação de <i>CTOD</i>	53
Figura 2.30 – Corpos de prova para a determinação da tenacidade à fratura de um material: (a) <i>C(T)</i> , (b) <i>SE(B)</i> . Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	55
Figura 2.31 – Orientação para a retirada de corpos de prova para testes de avaliação da tenacidade à fratura de um material: (a) orientação para produtos laminados ou forjados, <i>L</i> longitudinal, <i>T</i> transversal, <i>S</i> espessura; (b) orientação para barras redondas e cilindros ocos, <i>C</i> circunferencial, <i>R</i> radial, <i>L</i> longitudinal. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.	56
Figura 2.32 – Representação do posicionamento da pré-trinca de fadiga. Fonte: Adaptado de BS 7448.	57
Figura 2.33 – Microestrutura do aço 9Ni, revenido durante uma hora a 589,85°C. (a) Imagem obtida através de microscopia óptica. (b) Observação através de microscopia eletrônica de transmissão, onde pode-se observar uma estrutura com poucos carbonetos e discordâncias. Fonte: Adaptado de STRIFE e PASSOJA (1980).	59
Figura 3.1 – Atividades para avaliação da tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni a partir dos materiais como recebidos.	62
Figura 3.2 – Condições para os ensaios de <i>CTOD</i> dos materiais 5,5Ni e 9Ni.	63
Figura 3.3 – (a) Configuração do corpo de prova de tração. (b) Disposição da retirada dos corpos de prova na barra do material como recebido. Dimensões em mm. Demais tolerâncias disponíveis na norma ASTM E8/E8M.	64
Figura 3.4 – Corpo de prova do tipo <i>SE(B)</i> utilizado nos ensaios de <i>CTOD</i> . Dimensões em mm. Demais tolerâncias disponíveis na norma ASTM E1820 e BS 7448.	67
Figura 3.5 – Representação da câmara de isolamento utilizada durante os ensaios em baixa temperatura. Os componentes não estão em escala.	69
Figura 4.1 – Medidas de dureza Vickers para os materiais estudados: D1-5,5Ni como recebido, D2-5,5Ni com <i>QT</i> , D3-5,5Ni somente com <i>Q</i> ; D4-9Ni como recebido, D5-9Ni com <i>QT</i> , D6-9Ni somente com <i>Q</i> . Os valores médios estão numericamente indicados.	73
Figura 4.2 – Curva Tensão x Deformação para o aço 5,5Ni em (a) e para o aço 9Ni em (b). Materiais assim como recebidos.	74

Figura 4.3 – Microestrutura do material 5,5Ni como recebido.	75
Figura 4.4 – Microestrutura do material 9Ni como recebido.	76
Figura 4.5 – Microestrutura do material 9Ni como recebido, em uma maior magnificação. M/A refere-se ao constituinte Martensita-Austenita.	76
Figura 4.6 – Microestrutura do material 5,5Ni com tratamento de têmpera e revenido.	77
Figura 4.7 – Microestrutura do material 9Ni com os tratamentos térmicos de têmpera e revenido.	77
Figura 4.8 – Difractogramas dos aços 5,5Ni em (a) e 9Ni em (b) somente temperados, e difractogramas dos aços 5,5Ni em (c) e 9Ni em (d) com têmpera e revenido.	79
Figura 4.9 – Macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do <i>CTOD</i> para o material 5,5Ni: (a) <i>TA</i> material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com <i>QT</i> na <i>TA</i> , (e) material com <i>QT</i> em -100 °C, (f) material com <i>QT</i> a -100 °C com hidrogenação.....	81
Figura 4.10 – Fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do <i>CTOD</i> do material 5,5Ni. (a) <i>TA</i> material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com <i>QT</i> na <i>TA</i> , (e) material com <i>QT</i> a -100 °C, (f) material com <i>QT</i> a -100 °C com hidrogenação.....	83
Figura 4.11 – Fractografia da superfície de fratura do aço 5,5Ni como recebido, ensaiado a -100 °C sem hidrogenação, apresentando a formação de facetas de clivagem.....	84
Figura 4.12 – Macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do <i>CTOD</i> para o aço 9Ni. (a) <i>TA</i> material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com <i>QT</i> na <i>TA</i> , (e) material com <i>QT</i> em -100 °C, (f) material com <i>QT</i> a -100 °C com hidrogenação..	86
Figura 4.13 – Fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do <i>CTOD</i> do material 9Ni. (a) <i>TA</i> material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com <i>QT</i> na <i>TA</i> , (e) material com <i>QT</i> a -100 °C, (f) material com <i>QT</i> a -100 °C com hidrogenação.	87
Figura 4.14 – Fractografia da superfície de fratura do aço 9Ni na Condição 8, apresentando a formação de facetas de clivagem e alguns <i>dimples</i>	88
Figura 4.15 – Representação gráfica dos valores de <i>CTOD</i> médio calculados para o aço 5,5Ni, juntamente com as variações máximas e mínimas para cada condição estudada.	89

Figura 4.16 – Representação gráfica dos valores de *CTOD* médio calculados para o aço 9Ni, juntamente com as variações máximas e mínimas para cada condição estudada. 90

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Composição de aços ferríticos ligados ao níquel para aplicações em temperaturas subzero. *Valores únicos são os limites máximos aceitos.	28
Tabela 2.2 – Propriedades dos aços 5Ni e 9Ni obtidas na temperatura de 77 K.....	60
Tabela 4.1 – Composição química dos materiais estudados. Porcentagem em peso.	72
Tabela 4.2 – Propriedades mecânicas para os materiais de base 5,5Ni e 9Ni. Ensaio de tração realizados em temperatura ambiente.	74
Tabela 4.3 – Condições de ensaio e <i>CTOD</i> calculado para o aço 5,5Ni.	79
Tabela 4.4 – Condições de ensaio e <i>CTOD</i> calculado para o aço 9Ni.	84

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

a	Comprimento de trinca
a_0	Comprimento da pré-trinca
A_{C1}	Temperatura crítica (fora do equilíbrio) na interface do campo ferrita-cementita com os campos austenita-ferrita ou austenita-cementita.
A_{C3}	Temperatura crítica (fora do equilíbrio) na interface do campo ferrita-austenita com o campo da austenita
AF	Acicular Ferrite
Ag	Prata
$AgCl$	Cloreto de Prata
$ASTM$	American Society for Testing and Materials
B	Espessura do corpo de prova
BSI	British Standards Institution
B_1	Espessura de uma placa com entalhe
c	Parâmetro de rede
C	Carbono
C	Sentido circunferencial, quando especificado
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CCT	Continuous Cooling Transformation
CFC	Cúbica de Faces Centradas
CG	Contorno de Grão
$CMOD$	Crack Mouth Opening Displacement
CO_2	Dióxido de Carbono
$CTOD$	Crack Tip Opening Displacement
CVN	Charpy V-notch
$C(T)$	Compact Specimen
$DBTT$	Ductile-to-brittle Transition Temperature
DQT	Direct Quenching-Tempering
E	Módulo de elasticidade do material em questão
ECS	Eletrodo de Calomelano Saturado
EOR	Enhanced Oil Recovery
f_{ij}	Função adimensional de Θ
$f(a/W)$	Valor adimensional tabelado

<i>Fe-C</i>	Refere-se ao diagrama Ferro-carbono
<i>H</i>	Hidrogênio
<i>HE</i>	Hydrogen Embrittlement
<i>HEDE</i>	Hydrogen-enhanced Decohesion
<i>HELP</i>	Hydrogen-enhanced Local Plasticity
<i>HV</i>	Dureza Vickers
<i>H₂</i>	Hidrogênio molecular
<i>H⁺</i>	Hidrogênio Atômico
<i>i</i>	Refere-se a uma coordenada polar
<i>j</i>	Refere-se a uma coordenada polar
<i>J</i>	Refere-se ao método de avaliação de tenacidade à fratura Integral J
<i>K</i>	Fator intensidade de tensões
<i>K_I</i>	Fator intensidade de tensões para o Modo de abertura I
<i>K_{IC}</i>	Fator intensidade de tensões crítico para o Modo de abertura I
<i>L</i>	Longitudinal
<i>LNG</i>	Liquid Natural Gas
<i>M/A</i>	Martensita-Austenita
<i>MEV</i>	Microscopia Eletrônica de Varredura
<i>MFEP</i>	Mecânica da Fratura Elasto-Plástica
<i>MFLE</i>	Mecânica da Fratura Linear-Elástica
<i>Mn</i>	Manganês
<i>MnS</i>	Sulfeto de Manganês
<i>N</i>	Nitrogênio
<i>Ni</i>	Níquel
<i>NNT</i>	Normalizing-Normalizing-Tempering
<i>O</i>	Oxigênio
<i>OA</i>	Referente a reta OA
<i>OH</i>	Hidroxila
<i>pH</i>	Potencial Hidrogeniônico
<i>P</i>	Fósforo
<i>P₁</i>	Carga no momento de interesse
<i>P'</i>	Referente a carga obtida durante o ensaio de CTOD
<i>QLT</i>	Quenching-Larmellarizing-Tempering
<i>QT</i>	Quenching-Tempering

r	Dimensão da zona plástica
r_p	Tamanho da zona plástica considerando tensões plásticas
r_P	Fator de rotação
r_y	Tamanho da zona plástica, segundo a abordagem de Irwin
r_l	Distância da ponta da trinca
r'	Fator de rotação
R	Radial
S	Enxofre
S	Espessura, quando especificado
$SE(B)$	Single-edge-notched Bend
Si	Silício
T	Transversal
TA	Temperatura Ambiente
TiO_2	Dióxido de Titânio
TiC	Carbeto de Titânio
TTT	Tempo-Temperatura-Transformação
T_1	Temperatura arbitrária acima da qual não há fratura por clivagem no material analisado pelo ensaio Charpy
T_2	Temperatura arbitrária na qual é observado 50% fratura dúctil e 50% fratura frágil na superfície de fratura de um corpo de prova ensaiado pelo ensaio Charpy
V	Abertura da ponta da trinca
V_P	Abertura da ponta da trinca quando há deformação plástica no corpo de prova
W	Altura do corpo de prova
W_l	Largura de uma chapa submetida à uma tensão de tração
X	Sistema de coordenada e orientação na retirada de corpos de prova
Y	Sistema de coordenada e orientação na retirada de corpos de prova
z	Espessura do knife-edge
Z	Sistema de coordenada e orientação na retirada de corpos de prova
α	Denomina a fase (alfa) em que o ferro se encontra
δ	Representação em letra grega do parâmetro CTOD
δ_C	CTOD crítico
δ_{el}	CTOD elástico

δ_{pl}	CTOD plástico
ε_{cr}	Deformação crítica
ε_p	Deformação plástica localizada
ε_Z	Deformação na direção Z
θ	Valor do ângulo considerado
ν	Coefficiente de Poisson do material em questão
π	Constante PI, ou número PI
ρ	Comprimento da zona plástica no modelo Strip-Yield
σ	Tensão aplicada
σ_{cr}	Tensão crítica para que ocorra fratura
σ_{ij}	Tensão atuante em qualquer ponto próximo a ponta da trinca
σ_{UTS}	Limite de resistência à tração
σ_X	Tensão atuante na direção X
σ_{yy}	Tensão normal ao plano da trinca
σ_Y	Tensão atuante na direção Y
σ_{YS}	Tensão de escoamento do material em questão
σ_Z	Tensão atuante na direção Z
ΔK	Variação de K
\perp	Discordância

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
	2.1 O <i>Enhanced Oil Recovery</i> como facilitador na produção de petróleo.....	20
	2.1.1 A utilização do CO_2 no <i>EOR</i>	21
	2.2 O efeito do Níquel no aço.....	22
	2.3 A transição dúctil-frágil.....	24
	2.4 Aços para aplicações em baixas temperaturas.....	27
	2.5 A proteção catódica.....	29
	2.5.1 Critérios de proteção.....	30
	2.5.2 A geração de Hidrogênio durante a proteção catódica.....	31
	2.6 A fragilização causada pelo Hidrogênio em aços.....	31
	2.7 Fundamentos da Fratura.....	36
	2.7.1 Modos de fratura.....	37
	2.7.2 O campo de tensões na presença de defeitos.....	37
	2.7.3 O efeito da espessura em trincas.....	41
	2.8 Mecanismos de fratura em metais.....	44
	2.8.1 Fratura dúctil.....	44
	2.8.2 Fratura por Clivagem.....	46
	2.8.3 Fratura Intergranular.....	48
	2.9 Mecânica da Fratura.....	49
	2.9.1 Mecânica da Fratura Linear-Elástica.....	50
	2.9.2 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica.....	51
	2.10 O ensaio de <i>CTOD</i>	54
	2.10.1 Configuração dos corpos de prova.....	54
	2.10.2 A orientação na retirada dos corpos de prova.....	55

2.10.3	O pré-trincamento em fadiga.....	56
2.11	Tratamentos térmicos e avaliações de tenacidade para aços ligados ao níquel..	57
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	62
3.1	Análise Química	63
3.2	Análise de dureza.....	63
3.3	Ensaio de tração	64
3.4	Análise Metalográfica e Macrográfica	65
3.5	Tratamentos térmicos.....	65
3.6	Ensaio de <i>CTOD</i>	67
3.6.1	Corpos de prova para o ensaio de <i>CTOD</i>	67
3.6.2	Pré-trincamento das amostras em fadiga.....	67
3.6.3	Polarização dos corpos de prova	67
3.6.4	Procedimento para o ensaio de <i>CTOD</i>	68
3.7	Medição do comprimento de trinca após os ensaios de <i>CTOD</i>	70
3.8	Análise da superfície de fratura após os ensaios de <i>CTOD</i>	70
3.9	Análise de austenita retida	70
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	72
4.1	Composição química do material	72
4.2	Análise de dureza.....	72
4.3	Ensaio de tração	73
4.4	Avaliação microestrutural dos materiais.....	75
4.5	Análise de austenita retida	77
4.6	Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura	79
4.6.1	Resultados para o aço 5,5Ni	79
4.6.2	Resultados para o aço 9Ni	84
4.6.3	Considerações finais	88
5	CONCLUSÕES.....	94

6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	96
---	----------------------------------	----

1 INTRODUÇÃO

A extração de petróleo em águas ultraprofundas é uma fronteira de exploração e de desenvolvimento de tecnologias a ser expandida pela indústria mundial do óleo e gás.

Os desafios da exploração de óleo e gás na região do Pré-Sal situada na costa sudeste brasileira requer não só um grande desenvolvimento de serviços e infraestrutura, mas também o desenvolvimento de tecnologias e capital humano.

O petróleo em poços do Pré-sal brasileiro pode conter 12% ou mais de dióxido de carbono (CO_2) dissolvido, como é o caso do óleo extraído no campo de Lula (NASCIMENTO, 2012). Ao extrair o petróleo com alto teor de CO_2 , há a separação do óleo e dos gases no *topside* da plataforma de extração, e simplesmente liberar o gás diretamente na atmosfera vai em direção oposta às tendências mundiais na redução dos gases de efeito estufa.

O gás CO_2 tem sido utilizado com sucesso para o *Enhanced Oil Recovery (EOR)* em poços *onshore* de extração de petróleo nos Estados Unidos desde a década de 1970, e pode ser considerado como uma excelente opção para aumentar o fator de recuperação de poços *offshore*, além de apresentar-se como uma opção para a captura e armazenamento de carbono. O CO_2 separado do óleo no *topside* pode ser então reinjetado no poço de produção, sendo conduzido em alta pressão através de tubulações até o reservatório. Segundo Eldevik *et al* (2009) para aumentar a eficiência do transporte através de longas distâncias, o CO_2 deve estar preferencialmente na fase líquida ou no estado supercrítico, a uma pressão de operação de 500 bar ou maior (KNOOPE, RAMÍREZ, e FAAIJ, 2013). Caso haja uma descompressão repentina nas linhas de condução de CO_2 devido a uma trinca passante na parede da tubulação, uma ruptura em um parafuso prisioneiro ou um desalinhamento em um anel de vedação, a pressão irá cair rapidamente e iniciará a formação de vapor de CO_2 , que pode levar a uma abrupta e localizada redução da temperatura para valores tão baixos quanto $-60\text{ }^\circ\text{C}$ ou até menos (MAHGEREFTEH, BROWN e DENTON, 2012).

Em vista da possível redução de temperatura no caso de falhas em tubulações que conduzem o dióxido de carbono, diretrizes de projeto para a construção de poços de injeção de CO_2 consideram que os materiais metálicos utilizados devem manter a tenacidade em condições normais e anormais de operação (Det Norske Veritas, 2011).

O níquel tem sido utilizado como elemento de liga para aumentar a tenacidade e muitas classes de materiais contendo níquel são empregadas pelas indústrias. Com a adição de pelo menos 9% de níquel em peso e um teor de carbono menor do que 0,1% em peso, os aços

mantém suficiente tenacidade para aplicações em temperaturas de até $-196,15\text{ }^{\circ}\text{C}$ (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006). Em aplicações como na estocagem e transporte de gás natural liquefeito (em inglês *Liquefied Natural Gas – LNG*) aços com adição de níquel entre 5% e 9% são empregados, com diferentes tratamentos térmicos que lhes garantem boa tenacidade na temperatura de operação para a estocagem de *LNG*, que é de aproximadamente $-168\text{ }^{\circ}\text{C}$ (PENSE e STOUT, 1975). Além disso, normas especificam aços ligados ao níquel para aplicações em tubulações que operam em baixas temperaturas, como a norma ASTM A333.

A proteção catódica é um método comumente utilizado em estruturas *offshore*, como tubulações, para evitar a corrosão de estruturas de aço ao carbono. Durante o processo de proteção catódica, hidrogênio atômico é produzido e tende a migrar para regiões concentradoras de tensões, como as regiões próximas a ponta de uma trinca já existente, podendo causar um efeito fragilizante que irá reduzir a tenacidade do material em questão. A ação fragilizante do hidrogênio combinada a baixas temperaturas que podem ser alcançadas devido a uma despressurização da linha de condução de CO_2 , por exemplo, podem levar a uma ruptura catastrófica do componente. Um critério utilizado pela indústria do óleo e gás é utilizar valores de *CTOD* obtidos em temperaturas negativas como $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, para evitar potenciais falhas e manutenções em estruturas com defeitos prévios como trincas.

O presente estudo tem como objetivo avaliar a influência do tratamento térmico de têmpera e revenido na tenacidade à fratura (*CTOD*) de aços com teores nominais de níquel de 5,5 e 9% em peso, avaliados na temperatura ambiente, a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sem e com saturação de hidrogênio. Corpos de prova da mecânica da fratura do tipo *SE(B)*, sem tratamentos e com tratamentos térmicos, foram utilizados para a determinação da tenacidade à fratura nos ensaios realizados. Os tratamentos térmicos de têmpera e revenido foram realizados nos corpos de prova já usinados. Os corpos de prova foram previamente carregados com hidrogênio empregando-se o recurso da proteção catódica durante trinta dias sob um potencial de -1.100 mV . A tenacidade dos materiais foi avaliada em $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ com corpos de prova hidrogenados pois uma ação fragilizante do hidrogênio aliada a baixa temperatura pode levar à falhas catastróficas de materiais com uma trinca prévia. Os materiais 5,5Ni e 9Ni foram eleitos para os ensaios deste trabalho de mestrado pois estas classes de materiais com diferentes tratamentos térmicos já são utilizadas em aplicações em baixas temperaturas. Os dados aqui produzidos podem ser empregados para uma tomada de decisão segura no processo de seleção dos materiais que melhor atendem as condições de operação de injeção de

CO_2 para *EOR* e/ou captura e armazenamento de carbono, uma vez que os materiais utilizados nas tubulações de condução de CO_2 devem apresentar boa tenacidade em baixas temperaturas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O *Enhanced Oil Recovery* como facilitador na produção de petróleo

Ao longo da vida produtiva de poços de petróleo, a retenção de óleo nos reservatórios é uma das preocupações da indústria de óleo e gás, sendo que processos que visam uma recuperação adicional do óleo são de fundamental importância na elevação do fator de recuperação em cada poço. Os chamados Métodos de Recuperação são intervenções empregadas aos poços de petróleo com o intuito de interferir nas características do reservatório que favorecem a retenção exagerada de petróleo. Cronologicamente, as etapas de recuperação do óleo em um poço são chamadas de recuperação primária, secundária e terciária (TRIGGIA *et al*, 2001; GODEC, 2011). A Figura 2.1 esquematiza as etapas de recuperação em função do tempo de produção em um poço de extração.

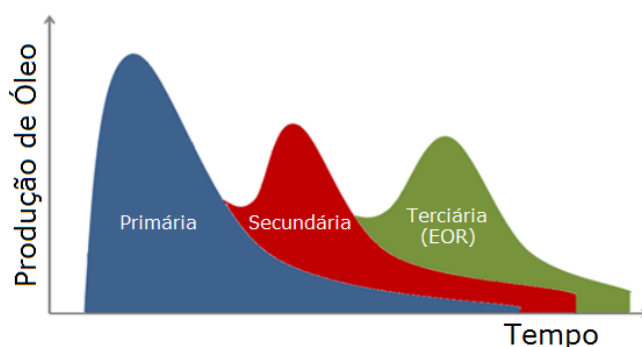


Figura 2.1 – Representação das etapas de recuperação de óleo em um poço de extração. Fonte: Adaptado de PERSHAD *et al*, 2012.

A recuperação primária vale-se da pressão interna do reservatório para facilitar a produção. Com o declínio na produção de óleo através da recuperação primária, são efetuadas injeções de fluidos no reservatório, visando uma maior produção de petróleo do poço perfurado. A injeção de fluidos se dá concomitantemente com a recuperação primária, com o intuito de manter a pressão elevada no interior do reservatório, preservando razoavelmente as características dos fluidos e fluxos (TRIGGIA *et al*, 2001). A recuperação secundária utiliza geralmente a injeção de água ou gás natural com a finalidade de deslocar o óleo para fora dos poros da rocha, mantendo a taxa de produção do reservatório por um maior período de tempo (GODEC, 2011).

Após as tentativas de extração nas recuperações primária e secundária, passa-se à recuperação terciária ou *Enhanced Oil Recovery* (EOR) (GODEC, 2011).

Quatro principais categorias de *EOR* são observadas na indústria de óleo e gás (TRIGGIA *et al*, 2001; GODEC, 2011):

- Recuperação utilizando métodos térmicos;
- Recuperação utilizando métodos químicos;
- Recuperação utilizando a injeção de gases;
- Recuperação utilizando microorganismos ou recuperação microbiológica.

Os gases mais utilizados no *EOR* são o dióxido de carbono (CO_2), o gás natural e o nitrogênio (N) (TRIGGIA *et al*, 2001; GODEC, 2011; TZIMAS *et al*, 2005). Será aqui abordada a utilização do CO_2 como gás de injeção no *EOR*.

2.1.1 A utilização do CO_2 no *EOR*

A utilização do CO_2 no *EOR* tem sido praticada em poços *onshore* de extração de petróleo nos Estados Unidos da América desde a década de 70 como artifício para o aumento da vida produtiva dos poços (PERSHAD *et al*, 2012; TZIMAS *et al*, 2005). A maior quantidade de campos de petróleo que utilizam o CO_2 no *EOR* localiza-se nos estados do Texas e do Mississippi que empregam esse gás principalmente a partir de plantas industriais, como aquelas produtoras de energia (usinas termoeletricas). Nestes casos de *EOR* praticados na América do Norte, o CO_2 é transportado através de tubulações a partir da fonte produtora deste gás até o ponto de injeção (The National Energy Technology Laboratory, 2010).

A injeção *offshore* de CO_2 com o intuito de armazenar este gás foi realizada pioneiramente na costa da Noruega a partir do ano de 1996, no campo de *Sleitner* (CAVANAGH e STUART HASZELDINE, 2014). Existem propostas de injeção de CO_2 para o *EOR* na costa brasileira e também em poços de extração marítimos no Mar do Norte, em poços situados entre o Reino Unido e a Noruega (PERSHAD *et al*, 2012).

O transporte de grandes quantidades de CO_2 por grandes distâncias tem o melhor custo benefício quando realizado através de tubulações (ELDEVIK *et al*, 2009). Geralmente, o transporte do CO_2 em tubulações ocorre quando este fluido está em uma fase líquida ou no estado supercrítico, onde a densidade é alta e a viscosidade baixa, sendo que desta forma é possível realizar o transporte de uma grande quantidade de massa com mínimas perdas de carga (ELDEVIK *et al*, 2009; KNOOPE, RAMÍREZ e FAAIJ, 2013). O CO_2 está em um estágio supercrítico quando a sua temperatura está acima de 31,1 °C e a pressão acima de 7,3 MPa (aproximadamente 72 atm) (KNOOPE, RAMÍREZ e FAAIJ, 2013). Para evitar problemas como cavitação e turbulências desnecessárias nas estruturas de condução do CO_2 , é

recomendado que o fluido conduzido esteja em uma única fase, com pressão de operação mínima acima da pressão de saturação (KNOOPE, RAMÍREZ e FAAIJ, 2013).

A Figura 2.2(b) apresenta um perfil esquemático (linha verde) de pressão e temperatura para uma tubulação de CO_2 puro operando a partir de um estado supercrítico. Ao longo da tubulação, a pressão cai devido às perdas de carga do sistema, e a temperatura é reduzida devido à troca de calor com o ambiente externo. Nestas condições, o CO_2 experimenta uma transição gradual do estado supercrítico para a fase líquida, permanecendo como uma única fase. Se ocorrer uma despressurização repentina no fluido conduzido, seja por uma manobra de campo ou por uma falha na tubulação (vazamento), a pressão do sistema irá cair até que a linha de saturação seja atingida, iniciando-se assim a formação de vapor de CO_2 (linha azul). Se a pressão continuar a cair, o calor pode ser extraído do CO_2 ou da parede do tubo. A mistura de gás e líquido de CO_2 seguirá a linha de saturação, resultando em uma redução de temperatura em função da redução de pressão (ELDEVİK *et al*, 2009). No caso do transporte de CO_2 , dependendo das condições iniciais de operação, um grande resfriamento localizado é observado nas paredes da tubulação em contato com o fluido em escape, resultando em temperaturas na ordem de $-70\text{ }^\circ\text{C}$ (MAHGEREFTEH, BROWN e DENTON, 2012).

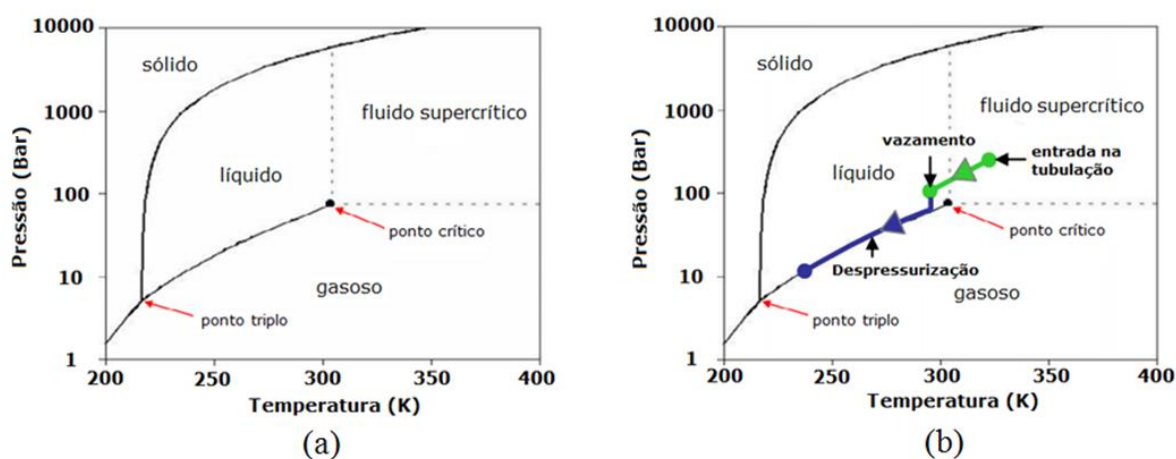


Figura 2.2 – (a) Diagrama de fases para o CO_2 puro. (b) Representação esquemática do comportamento do CO_2 quando há uma queda brusca de pressão. Fonte: Adaptado de ELDEVİK *et al*, 2009.

2.2 O efeito do Níquel no aço

Os aços são ligas ferro-carbono que contêm apreciáveis concentrações de elementos de liga e elementos residuais, sendo possível a fabricação de ligas com diferentes propriedades

mecânicas através da variação da concentração dos elementos ligantes e também da aplicação de variados tratamentos térmicos.

Aços contêm elementos de liga e impurezas que podem formar novas fases ou ser incorporados na estrutura cristalina da austenita, ferrita e cementita (KRAUSS, 2005).

Existem dois grupos de elementos de liga (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006; LESLIE e HORNBOGEN, 1996):

- a) Que expandem o campo austenítico, conhecidos como os elementos estabilizadores da austenita;
- b) Que diminuem o campo austenítico, conhecidos como os elementos estabilizadores da ferrita.

Alguns elementos de liga presentes no aço são estabilizadores da austenita (manganês, níquel), alguns são estabilizadores da ferrita (silício, cromo, nióbio), e alguns são fortes formadores de carbonetos (titânio, nióbio, molibdênio, e cromo). Uma medida do efeito de um elemento de liga no diagrama *Fe-C* se dá quando a temperatura eutetoide é aumentada ou diminuída pela adição do elemento ligante (KRAUSS, 2005). Elementos como o níquel e o manganês reduzem a temperatura do ponto eutetoide (PULS e KIRKALDY, 1972).

Se forem considerados somente aços em que a austenita transforma-se em ferrita e carbonetos durante um resfriamento lento, os elementos de liga podem ser divididos em três categorias (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006):

- a) Elementos que entram somente na fase ferrita (fase α);
- b) Elementos que formam carbonetos estáveis e também entram na fase α ;
- c) Elementos que formam somente carbonetos.

Na primeira categoria, são classificados os elementos como o níquel, o fósforo e o silício, que em aços transformados são normalmente encontrados em solução sólida na fase α , sendo que a solubilidade destes elementos na cementita é muito baixa (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006).

O níquel não endurece o aço através do mecanismo de endurecimento por solução sólida, mas pode causar um aumento de resistência mecânica por refino de grão (GLADMAN, 1997).

A adição do níquel ao aço, apesar de ser um processo dispendioso, é realizada para conferir boa tenacidade principalmente em baixas temperaturas aos aços ferríticos-perlíticos (GLADMAN, 1997; CHIAVERINI, 2012). Os aços com alto teor de níquel e estrutura ferrítica são utilizados em aplicações que requerem boa tenacidade em baixas temperaturas, como a aplicação do aço com 9% em peso de níquel que apresenta boa tenacidade em

temperaturas de até $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006; ASM HANDBOOK, Vol 1, 1993).

Além dos efeitos de refinamento de grão no aço, o níquel também afeta a transformação da austenita pelo deslocamento das curvas do diagrama Tempo-Temperatura-Transformação (*TTT*) para a direita, aumentando a temperabilidade do aço (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006; DOSSETT e BOYER, 2006).

2.3 A transição dúctil-frágil

Um fenômeno associado à microestrutura ferrítica é a perda severa da habilidade de se deformar plasticamente em temperaturas baixas. A mudança a partir de um comportamento dúctil para uma redução severa na habilidade de deformação plástica do material com o decréscimo de temperatura é chamado de transição dúctil-frágil. Aços inoxidáveis, com estrutura austenítica não apresentam uma redução severa na ductilidade em baixas temperaturas. Em aços, muitos fatores como a taxa de deformação, a presença de entalhes, tamanho de grão, partículas de segunda fase, ou porcentagem de perlita determinam a faixa de temperatura onde a transição ocorre (KRAUSS, 2005).

A transição dúctil-frágil em aços é mais comumente determinada pelo ensaio de tenacidade ao impacto *Charpy*, ou *CVN* (do inglês *Charpy V-notch*), onde a energia absorvida durante a fratura por corpos de prova entalhados é determinada em várias temperaturas de teste (KRAUSS, 2005). A Figura 2.3 apresenta uma representação esquemática do gráfico energia absorvida em função da temperatura obtido através de ensaios *Charpy*, onde pode-se observar que materiais com estrutura *CFC* apresentam uma alta tenacidade que mantém-se praticamente constante com a variação da temperatura. Materiais de alta resistência mecânica apresentam baixa tenacidade, sendo que os valores não variam consideravelmente com a temperatura. A tenacidade ao impacto de materiais com estrutura *CCC* é muito influenciada pela temperatura, sendo que a fratura em altas temperaturas de teste produz um platô na energia absorvida, geralmente conhecido como *upper shelf*, que é criado por uma fratura com comportamento dúctil. A energia absorvida na fratura cai muito com o decréscimo da temperatura, até que um patamar inferior de energia é atingido, onde um comportamento de fratura frágil ocorre (KRAUSS, 2005).

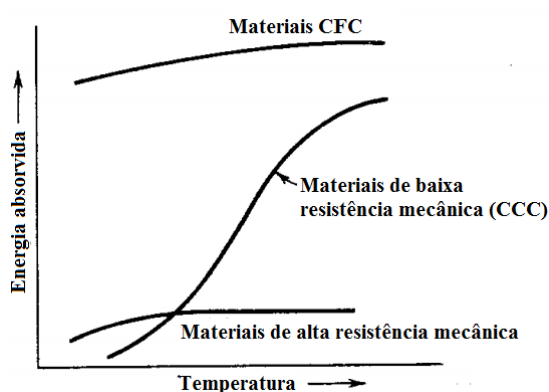


Figura 2.3 – Representação esquemática da influência da temperatura nos valores de tenacidade ao impacto.
 Fonte: Adaptado de DIETER, 1988.

A importância da utilização da curva de transição dúctil-frágil no desenvolvimento de projetos é observada quando é necessário que acima de uma certa temperatura não ocorra fratura frágil quando um componente dimensionado está sob um regime elástico de tensões (DIETER, 1988). Não existe somente um critério para determinação da temperatura de transição em uma análise de tenacidade ao impacto, sendo que aqui serão apresentadas duas abordagens. As duas definições são representadas na Figura 2.4. A abordagem mais conservativa para determinar a temperatura de transição é definir a temperatura T_1 , acima da qual não há fratura por clivagem no material avaliado pelo ensaio *Charpy*, sendo que essa é governada por um mecanismo de fratura dúctil. A temperatura em que esta transição do modo de fratura ocorre é conhecida como a temperatura de transição dúctil frágil (em inglês *Ductile-to-Brittle Transition Temperature – DBTT*) (KRAUSS, 2005). Esta temperatura T_1 corresponde ao início do platô superior (*upper shelf*). A utilização deste critério é muito conservativa e impraticável em muitos momentos do dimensionamento de estruturas mecânicas. Um critério alternativo e menos conservativo é definir uma temperatura T_2 como sendo aquela em que a superfície de fratura do corpo de prova ensaiado é composta por 50% de coalescência de microcavidades e 50% de clivagem (DIETER, 1988).

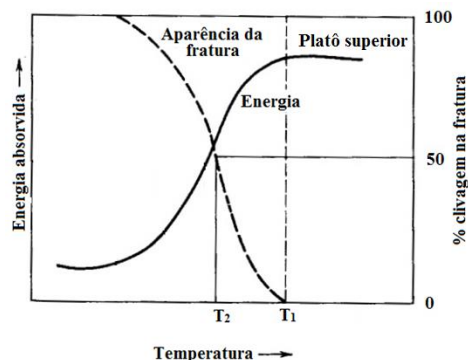


Figura 2.4 – Critérios para a obtenção da temperatura de transição obtidos a partir do ensaio *Charpy*. Fonte: Adaptado de DIETER, 1988.

A baixa habilidade de uma estrutura ferrítica *CCC* se deformar plasticamente em baixas temperaturas é atribuída à dificuldade das discordâncias do tipo hélice em escalar para outro plano de deslizamento. As discordâncias em espiral ou hélice ficam restritas ao seu plano de escorregamento, não conseguindo contornar obstáculos, desta forma não contribuindo para o mecanismo de movimentação de discordâncias, necessário para que ocorra a deformação plástica. A inabilidade de discordâncias do tipo hélice em mudar de plano de deslizamento pode ser atribuída às assimetrias nas estruturas do núcleo de discordâncias que se desenvolvem em baixas temperaturas e a segregação de átomos de impureza nos núcleos de discordâncias (KRAUSS, 2005).

O pequeno tamanho de grão ferrítico dos materiais é uma característica microestrutural que não somente reduz significativamente a temperatura de transição dúctil-frágil mas também eleva o patamar superior (*upper shelf*) de energia absorvida, aumentando a tenacidade em um regime de fraturas dúcteis (KIM, SYN e MORRIS Jr, 1983).

A Figura 2.5 apresenta as curvas de tenacidade ao impacto, obtidas através do ensaio *Charpy*, para os aços 5,5Ni e 9Ni. É possível observar em (a) que os tratamentos térmicos subsequentes à têmpera (*Q*) claramente deslocam a curva de transição dúctil-frágil para a esquerda, transferindo a transição dúctil-frágil para temperaturas inferiores a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Os tratamentos térmicos de revenimento com tempo de forno de duas horas (QT_2) e cem horas (QT_{100}) foram realizados após a têmpera. Como pode-se observar em (a), o tempo de revenimento para o aço 5,5Ni não alterou significativamente os valores de energia absorvida para temperaturas de ensaio superiores a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Para o tratamento de têmpera, seguido de têmpera a partir de uma temperatura intercrítica e revenido (do inglês *Quenching-Larmellarizing-Tempering* – *QLT*) não se observa uma região de transição de modo de fratura para temperaturas superiores a $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$. O aço 5,5Ni com quaisquer tratamentos térmicos apresenta um platô (*upper shelf*) de energia absorvida em temperaturas superiores a $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A Figura 2.5(b) apresenta as curvas de transição dúctil-frágil para o aço 9Ni após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido (do inglês *Quenching – Tempering – QT*) e dupla normalização e revenido (do inglês *Normalizing-Normalizing-Tempering – NNT*). É possível observar que o tratamento térmico *QT* garantiu, tanto para as amostras com entalhe no sentido longitudinal quanto para o transversal, valores de energia absorvida a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-148\text{ }^{\circ}\text{F}$) próximos daqueles encontrados para o patamar superior (*upper shelf*).

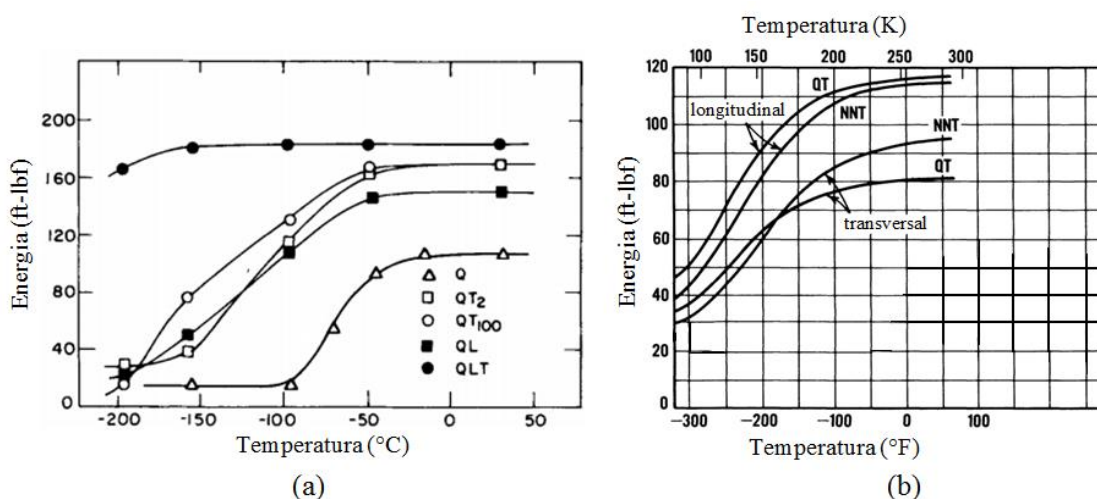


Figura 2.5 – Energia absorvida no teste de impacto Charpy para o aço 5,5Ni em (a) e aço 9Ni em (b) em função do tratamento térmico e da temperatura de teste. Tratamentos térmicos observados: Têmpera (*Q*), têmpera com revenido de duas horas (*QT₂*), têmpera com revenido de cem horas (*QT₁₀₀*), têmpera seguida de têmpera intercristica (*QL*), têmpera seguida de têmpera intercristica e revenido (*QLT*), dupla normalização seguida de revenido (*NNT*). Fonte: Em (a), adaptado de KIM, SYN e MORRIS Jr, 1983. Em (b), adaptado de Nickel Institute, 1975.

2.4 Aços para aplicações em baixas temperaturas

Uma das preocupações da indústria metalmeccânica é a influência do meio em que o material está exposto durante a operação do componente. Os aços inoxidáveis austeníticos seriam os materiais ideais para baixas temperaturas, exceto quando o custo de implementação for muito alto ou quando a resistência mecânica não atender as especificações de serviço. Para operar em baixas temperaturas, aços predominantemente ferríticos devem sofrer modificações em sua composição e/ou microestrutura para atenuar a sua tendência a fraturar de um modo frágil. Em fraturas frágeis, a deformação plástica e a energia absorvida são ínfimas. Na ferrita, as trincas se propagam pelos contornos de grão ou ao longo da família de planos $\{100\}$, sendo que um aço a ser aplicado em baixas temperaturas deve atender o critério de que a sua temperatura de transição dúctil-frágil fique abaixo da temperatura de operação (LESLIE e HORNBOGEN, 1996).

No desenvolvimento de aços ferríticos para aplicações em baixas temperaturas, algumas regras devem ser seguidas, como reduzir o tamanho de grão e fixar o teor de carbono para um máximo de 0,2% em peso. A adição de níquel também se faz necessária e a resistência mecânica deve ser “balizada” por uma estrutura ferrítica acicular ou bainítica de baixo carbono (LESLIE e HORNBOGEN, 1996).

Para aplicações envolvendo exposições a temperaturas entre 0 e -195 °C, os aços ferríticos com alto teor de níquel são tipicamente utilizados. Algumas aplicações incluem o armazenamento de hidrocarbonetos liquefeitos, bem como a operação de estruturas e maquinários em regiões com temperaturas glaciais (ASM HANDBOOK, Vol 1, 1993). A Tabela 2.1 apresenta alguns aços ferríticos utilizados em temperaturas abaixo de 0 °C.

Tabela 2.1 – Composição de aços ferríticos ligados ao níquel para aplicações em temperaturas subzero. *Valores únicos são os limites máximos aceitos.

Especificação ASTM	Composição química, %*					
	C	Mn	P	S	Si	Ni
A 203 A	0,17	0,70	0,035	0,040	0,15-0,30	2,10-2,50
A 203 B	0,21	0,70	0,035	0,040	0,15-0,30	2,10-2,50
A 203 C	0,17	0,70	0,035	0,040	0,15-0,30	3,25-3,75
A 203 D	0,20	0,70	0,035	0,040	0,15-0,30	3,25-3,75
A 645	0,13	0,30-0,60	0,025	0,025	0,20-0,35	4,75-5,25
A 353	0,13	0,90	0,035	0,040	0,15-0,30	8,5-9,5
A 553 I	0,13	0,90	0,035	0,040	0,15-0,30	8,5-9,5
A 553 II	0,13	0,90	0,035	0,040	0,15-0,30	7,5-8,5

Fonte: Adaptado de ASM HANDBOOK, Vol 1, 1993.

Quando o níquel é adicionado na quantidade de 5 ou 9% ao aço, a tenacidade ao impacto de aços ferríticos pode ser equivalente aos aços austeníticos, com um custo de fabricação menor (LESLIE e HORNBOGEN, 1996).

O aço com 9% em peso de níquel duplamente normalizado e revenido é abordado pela norma ASTM A353. Já o aço temperado e revenido com 9% de níquel (tipo I) é descrito pela norma ASTM A553, sendo estas normas para produtos planos. A norma ASTM A333 especifica aços para utilização em tubulações que serão expostas a serviços em baixas temperaturas. A norma ASTM A645 especifica aços com adição de níquel de 5 e 5,5% para aplicações em baixas temperaturas.

2.5 A proteção catódica

Uma abordagem difundida atualmente define o processo de corrosão como sendo a deterioração de um material pela ação do meio (DUTRA e NUNES, 2011). Desde o princípio do desenvolvimento das civilizações, a deterioração dos diversos materiais empregados nos meios de produção tem causado preocupações constantes, o que levou e leva à busca de métodos que previnem a corrosão de materiais.

Cada método ou técnica apresenta vantagens e desvantagens, sendo que a proteção catódica minimiza a possibilidade de corrosão da estrutura protegida catodicamente (DUTRA e NUNES, 2011).

Na proteção catódica, o objeto a ser protegido será o cátodo de uma pilha artificial, sendo que a reação de oxidação da célula galvânica é concentrada no ânodo e a corrosão do cátodo é suprimida na mesma célula (ASM HANDBOOK, Vol. 13, 1987).

Uma estrutura de aço imersa em água do mar, por exemplo, mesmo sem estar ligada a um material mais nobre na série galvânica de materiais metálicos, irá sofrer corrosão pelo fato de existirem pilhas localizadas de corrosão na superfície do aço (DUTRA e NUNES, 2011). A ocorrência de áreas com potenciais diferentes ao longo da estrutura se explica pelas heterogeneidades do material, como inclusões, gradiente de tensões, variações na composição química do componente, e também em heterogeneidades do eletrólito, como variações de concentração e variações no grau de agitação (DUTRA e NUNES, 2011; GENTIL, 1996). A Figura 2.6 apresenta esquematicamente como funciona uma micropilha localizada na superfície de um material em contato com um eletrólito.

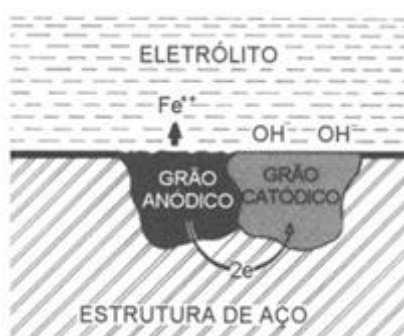


Figura 2.6 – Micropilha de corrosão ampliada. Fonte: DUTRA e NUNES, 2011.

Existem dois tipos de proteção catódica utilizados em campo, sendo que em ambos uma corrente elétrica é imposta à estrutura através do eletrólito, sendo elas a proteção catódica

utilizando ânodos de sacrifício e a proteção catódica por corrente impressa (ASM HANDBOOK, Vol. 13, 1987).

A proteção catódica usando ânodos de sacrifício também é conhecida como proteção catódica galvânica, onde a corrente elétrica é promovida pela força eletromotriz existente entre o metal a ser protegido e o ânodo de sacrifício escolhido. Utilizando ânodos de sacrifício, as diferenças de potenciais galvânicos não são superiores a 1,2 V, dependendo do par considerado (DUTRA e NUNES, 2011). Os principais ânodos de sacrifício escolhidos são ligas de zinco, de magnésio e de alumínio, pois apresentam maiores diferenças de potencial em relação aos materiais metálicos mais utilizados, como o aço (DUTRA e NUNES, 2011). Este tipo de proteção não permite a regulação da corrente imposta, sendo mais utilizada onde o eletrólito tem baixa resistividade, como a água do mar.

O método de proteção catódica usando corrente impressa pode ser empregado quando o eletrólito apresenta baixa, média, alta e altíssima resistividade, pois neste caso a corrente elétrica necessária é fornecida por uma fonte geradora de corrente contínua, usando dispersores de corrente no eletrólito constituídos de ânodos inertes (GENTIL, 1996). Estes ânodos são revestidos com óxidos de metais nobres (DUTRA e NUNES, 2011). Este tipo de proteção é indicado para estruturas de médio e grande porte, por ser um sistema compacto que fornece correntes altas quando necessário.

2.5.1 Critérios de proteção

É fundamental saber se uma estrutura sob proteção catódica está realmente protegida contra a corrosão. Vários critérios podem ser adotados para verificar se há proteção, como aqueles que consideram a densidade de corrente aplicada ou o potencial da estrutura. O critério mais utilizado é o potencial negativo mínimo entre a estrutura e o eletrólito vizinho, medido com o auxílio de um eletrodo de referência (DUTRA e NUNES, 2011).

Segundo o critério de potencial negativo mínimo, uma estrutura estará protegida contra corrosão se ela estiver em um potencial mais negativo que o potencial mínimo (valor absoluto mínimo) estabelecido para aquele tipo de material, em relação ao eletrodo de referência considerado. Para o aço, o potencial negativo mínimo de proteção adotado é de -0,8 V em relação à semicélula de $Ag/AgCl$, e -0,77 V em relação ao eletrodo de calomelano saturado (ECS) (DUTRA e NUNES, 2011; GENTIL, 1996).

Para outros metais e ligas, os potenciais mínimos são diferentes, dependendo do potencial natural de cada um.

2.5.2 A geração de Hidrogênio durante a proteção catódica

Em um sistema sob proteção catódica por corrente impressa, podem ocorrer as seguintes reações (GENTIL, 1996):

Na área anódica, segundo a Equação (1):



Na área catódica e aerada, segundo a Equação (2):



Na área catódica e não aerada, segundo a Equação (3):



Como apresenta a Equação (1), existe a formação de íons H^+ durante as reações. Pode-se observar nas Equações (2) e (3) que há a formação de hidrogênio molecular e hidroxilas em áreas catódicas durante a proteção catódica por corrente impressa.

2.6 A fragilização causada pelo Hidrogênio em aços

A ação do hidrogênio nos aços acarreta em perdas significativas nas propriedades mecânicas. De fato, pode-se observar uma redução na tensão máxima; a ductilidade quando medida pela alongação total ou pela redução de área pode ser reduzida; trincas podem ser formadas; o crescimento de trincas já existentes pode ser acelerado; empolamentos (formação de H_2 a partir do H^+ , o que exerce pressão interna e formação de bolhas na superfície) podem ser formados em aços de baixa resistência, sendo que não há efeitos do hidrogênio favoráveis aos aços (KRAUSS, 2005). É importante considerar que a solubilidade do hidrogênio nos aços é dependente da temperatura, sendo que mesmo na temperatura ambiente (TA) este elemento tem grande mobilidade nos aços (OLDEN, ALVARO e AKSELSEN, 2012).

Aços com fragilização pelo hidrogênio (*Hydrogen Embrittlement – HE*) têm tendência a apresentar modo de fratura transgranular e intergranular. Aços de alta resistência mecânica temperados e revenidos são extremamente sensíveis ao *HE*, apresentando invariavelmente fratura intergranular. Para retirar o hidrogênio do material em aços com alta resistência mecânica, o tratamento térmico conhecido como *Baking* é conduzido a baixas temperaturas, geralmente em torno de 150 °C (KRAUSS, 2005).

Em aços com baixa resistência mecânica, o principal efeito do hidrogênio é promover a formação de cavidades e o crescimento de trincas por decoesão na interface de carbonetos e inclusões (VILLALBA e ATRENS, 2009).

A fragilização pelo hidrogênio em instalações *offshore* e também em tubulações sob proteção catódica em água do mar é uma das preocupações em vista da integridade estrutural destas composições, onde o principal mecanismo de geração de hidrogênio ocorre durante a proteção catódica das estruturas. Alguns átomos de hidrogênio provenientes da reação catódica apresentada na Equação (4) combinam-se formando o H_2 . Outros átomos de hidrogênio difundem para o material, particularmente para regiões onde tensões são elevadas, como por exemplo, na região à frente de uma trinca existente (BARDAL, 2004).



A Figura 2.7 representa sucintamente a região da ponta de trinca quando a trinca propaga induzida (ou assistida) pelo hidrogênio.

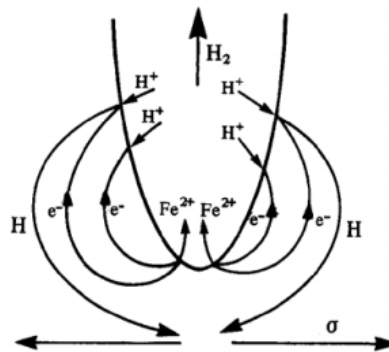


Figura 2.7 – Processo de migração do hidrogênio para a ponta da trinca. Fonte: BARDAL, 2004.

A ação do hidrogênio nos aços aumenta a possibilidade de uma fratura frágil do componente, dificultando a deformação plástica do material e aumentando as concentrações de tensões à frente da trinca, o que leva a uma pequena trinca frágil que se estende no sentido da região mais dúctil do material. Por sua vez, esta região está “encharcada” de hidrogênio e então uma nova etapa de crescimento da trinca é promovida.

A nucleação e a propagação de microtrincas têm importância fundamental em falhas de componentes. A Figura 2.8 apresenta uma representação esquemática desse processo.

A Figura 2.8(a) mostra uma microtrinca em um material sem a presença de hidrogênio. Esta região da ponta da microtrinca sem a presença de hidrogênio desloca e acomoda discordâncias, ocorrendo um processo de embotamento da ponta da trinca (SONG e CURTIN, 2011).

A Figura 2.8(b) mostra que, na presença de suficiente hidrogênio e taxa de difusão, a ponta da microtrinca apresenta comportamento diferente. O hidrogênio atômico difundido migra para a região próxima à ponta da trinca, acumulando-se nesta região devido ao campo

de tensões elevado. Se o hidrogênio se acumular suficientemente rápido, devido à taxa de carregamento aplicada, o deslocamento e a acomodação de discordâncias na ponta da trinca podem ser suprimidos e o material pode sofrer clivagem. Uma vez o material sofrendo clivagem, o hidrogênio pode retornar rapidamente à ponta da trinca por uma difusão localizada, continuando o processo de fratura frágil. Neste caso, deformação plástica em torno da microtrinca ainda ocorre, mas o modo de fratura muda de fratura dúctil com coalescência de microcavidades, com grande dissipação de energia, para um modo de fratura frágil, com alguma deformação plástica localizada (SONG e CURTIN, 2011).

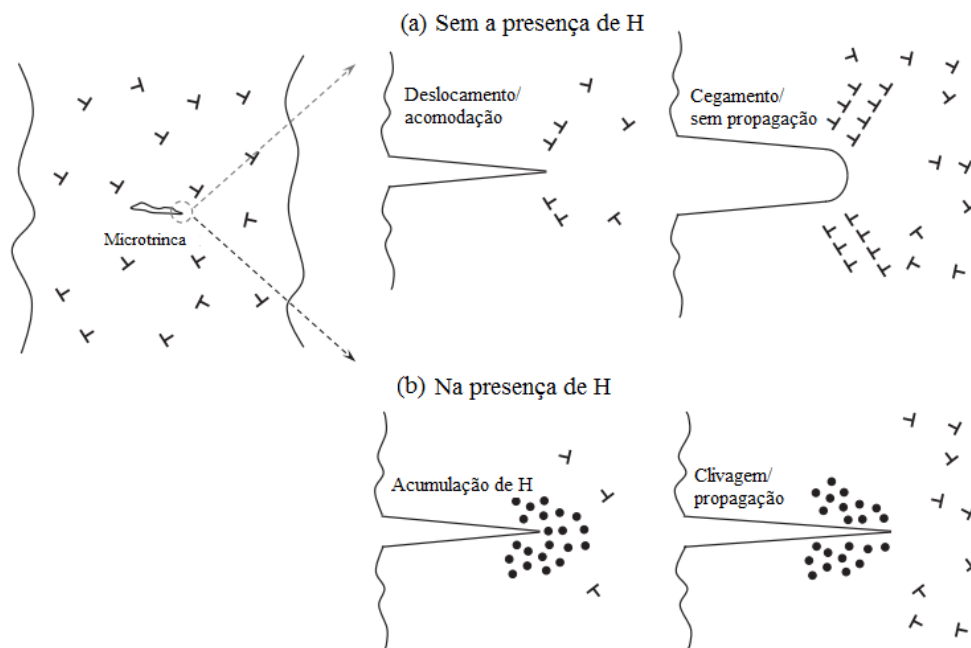


Figura 2.8 – Comportamento de uma microtrinca sem a presença e com a presença de hidrogênio. Fonte: Adaptado de SONG e CURTIN, 2011.

Enquanto que o *HE* de aços ferríticos é uma das áreas de pesquisa bastante exploradas, um dos grandes desafios é o entendimento pleno do mecanismo de fragilização, que não é resolvido em sua totalidade (NEERAJ, SRINIVASAN e LI, 2012).

Muitos estudos experimentais e teóricos têm levado a um número de mecanismos propostos para o *HE*. Três modelos difundidos na comunidade científica serão aqui apresentados: Teoria das pressões internas; Decoção facilitada pelo hidrogênio (*Hydrogen-enhanced Decohesion – HEDE*) e Plasticidade localizada facilitada pelo hidrogênio (*Hydrogen-enhanced Local Plasticity – HELP*) (SONG e CURTIN, 2011; NEERAJ, SRINIVASAN e LI, 2012).

Na Teoria das pressões internas, o hidrogênio atômico se recombina formando o H_2 no interior de defeitos presentes nos materiais, como vazios, trincas e sumidouros, como o MnS . A formação do hidrogênio molecular leva a uma expansão da cavidade do defeito, gerando mais tensões internas no material, o que estimula a nucleação e a propagação de microtrincas (GINGELL, 1997).

O mecanismo de fragilização conhecido como *Hydrogen-enhanced Decohesion* assume que o hidrogênio dissolvido em uma região de grande concentração de tensão causa uma redução nas forças de ligação entre planos atômicos adjacentes na matriz do metal. Este decréscimo nas forças de ligação causa uma fratura planar na presença do hidrogênio, sendo que uma tensão menor é necessária para iniciar ou propagar uma trinca. Os defeitos planares existentes no material podem agir como locais de aprisionamento de hidrogênio, com o hidrogênio retido enfraquecendo as ligações planares (VILLALBA e ATRENS, 2009; ANDERSON, 2005).

No mecanismo conhecido como *Hydrogen-enhanced Local Plasticity*, o hidrogênio dificulta a movimentação de discordâncias, devido à criação de atmosferas de *Cottrell*, levando a uma subsequente falha pelo material não conseguir mais deformar plasticamente ou romper a partir de trincas nucleadas pelo empilhamento de discordâncias. Em contrapartida, esta teoria também aborda que na presença do hidrogênio há um amolecimento local na ponta da trinca devido a facilidade da movimentação de discordâncias, resultando em uma redução localizada da resistência do material (SONG e CURTIN, 2011; OLDEN, ALVARO e AKSELSSEN, 2012). A Figura 2.9 mostra uma representação esquemática de dois possíveis mecanismos de fragilização causados pelo hidrogênio.

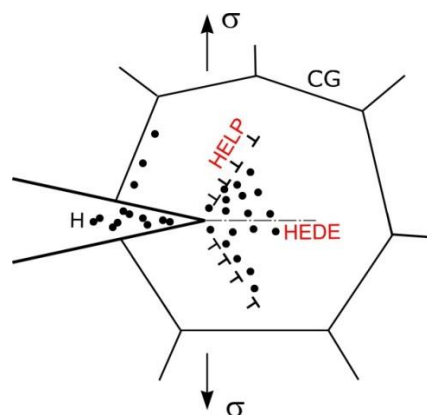


Figura 2.9 – Representação da ação dos mecanismos de fragilização *HEDE* e *HELP* no interior de um grão.
Fonte: Adaptado de ICAMS, 2014.

O carregamento de hidrogênio em aço resulta em uma complexa interação entre os átomos solutos de hidrogênio e todos os componentes microestruturais do material. Os efeitos decorrentes de um carregamento de hidrogênio nas propriedades mecânicas do aço são dependentes de muitos parâmetros: composição, microestrutura (fases, constituintes, componentes e inclusões) e macroestrutura (bandeamento e segregações) do aço, as condições de carregamento de hidrogênio (fonte de hidrogênio, temperatura, condições da superfície, condições de tensão/deformação durante o carregamento), condições de ensaio (temperatura, taxa de deformação, preparação do corpo de prova, orientação e dimensões). Como as variáveis são abundantes, podem ocorrer valores experimentais em ensaios de avaliação de propriedades com resultados aleatórios, muitas vezes contradizentes entre si (FASSINA *et al*, 2012).

O hidrogênio tende a ser atraído para imperfeições no retículo cristalino do aço, como nas interfaces de segunda fase e contornos de grão. Existe uma relação entre a susceptibilidade de um material à fragilização pelo hidrogênio e a habilidade de diferentes estruturas do material em atrair o elemento fragilizante. Quanto menor a difusão do hidrogênio pelo material, maior a eficiência em absorvê-lo, sendo assim maior será a possibilidade de formar e desenvolver um ponto de acúmulo de hidrogênio. É mais favorável para o hidrogênio ficar preso em um ponto de atração do que em espaços intersticiais em temperaturas abaixo de 300 °C (VILLALBA e ATRENS, 2009).

Existem muitos tipos de defeitos na estrutura do aço que podem servir como pontos de atração e concentração do hidrogênio, como contornos de grão, microvazios, trincas, discordâncias, núcleo de discordâncias do tipo cunha, interface entre partículas e interface de inclusões não metálicas (óxidos, *TiC*, *MnS*), assim como elementos de liga que podem atrair o hidrogênio, como o manganês e o cromo (VILLALBA e ATRENS, 2009; PRESSOUYRE, 1983; STEVENS e BERNSTEIN, 1989). Para o níquel e o molibdênio, assim como para outros elementos, existem informações contraditórias na literatura sobre as suas ações de repelir ou atrair o hidrogênio. Segundo Pressouyre (1983), o elemento cobre é considerado um “repulsor” em certos casos, porém em outros pode ter o efeito de atrair os átomos de hidrogênio difundidos pela estrutura do material (TAKANO, YOKKA e TERASAKI, 2004).

Podem ser considerados repulsores de hidrogênio elementos substitucionais com raio atômico maior que o ferro, pois estes introduzem tensões compressivas à rede cristalina, além de inclusões ou partículas que não dissolvem o hidrogênio, bem como regiões da peça onde atuam tensões compressivas em escala macroscópica (PRESSOUYRE, 1983). Como obstáculos, pode-se citar um precipitado coerente que não dissolve o hidrogênio ou um

precipitado incoerente que, devido ao seu estado inicial atrativo ao elemento, satura-se de hidrogênio ao longo do tempo, comportando-se desta forma como um obstáculo volumétrico (VILLALBA e ATRENS, 2009; PRESSOUYRE, 1983).

A baixa resistência mecânica associada a uma fratura frágil assistida pelo hidrogênio é atribuída ao enfraquecimento das forças coesivas entre os átomos de ferro pelo hidrogênio. O hidrogênio é fortemente atraído a núcleos de discordâncias e pode ser transportado através da microestrutura pela movimentação de discordâncias. Em uma microestrutura, pode haver sítios reversíveis de aprisionamento de hidrogênio, como elementos de liga e discordâncias, e sítios irreversíveis de aprisionamento, como carbonetos e inclusões. Os sítios irreversíveis sempre serão pontos de atração para o hidrogênio, porém os sítios reversíveis, dependendo das condições, podem servir de fomento para a fragilização. O hidrogênio também auxilia na elevação da mobilidade de discordâncias do tipo hélice, mas reduz a habilidade destas em realizar a escalagem, causando a concentração de discordâncias em alguns planos de escorregamento. Quando há o empilhamento de discordâncias em obstáculos como carbonetos e inclusões, conhecidamente locais de atração de hidrogênio, a combinação de escorregamento planar e a concentração de hidrogênio reduzem a força coesiva dos planos, levando a uma fratura induzida pelo hidrogênio (KRAUSS, 2005).

2.7 Fundamentos da Fratura

Em um componente fabricado pelas formas usuais de fabricação como laminação, fundição, soldagem, etc., a presença de defeitos como trincas internas é inerente a estes processos de fabricação. Uma trinca não pode existir em um material sem a presença de tensões, como as provocadas por grãos mal acomodados, precipitados, inclusões, assim como tensões atuantes na presença de forças externas aplicadas à superfície do componente ou mesmo tensões residuais (THOMSON, 1996).

O projeto convencional de engenharia não considera a presença de defeitos como trinca, tendo uma abordagem voltada a evitar falhas por colapso plástico, observando nesta abordagem valores normais de tensão de escoamento e coeficientes de segurança. É de conhecimento geral entre a comunidade científica e a indústria que a presença de trincas internas ou externas diminui a resistência global do componente com este tipo de defeito. O efeito de entalhes e trincas será abordado nesta seção, e após serão discutidos os mecanismos de fratura que ocorrem em materiais metálicos submetidos a esforços externos que levam ao crescimento de trincas e a consequente ruptura do componente.

2.7.1 Modos de fratura

Existem três modos de carregamento que podem ser impostos a uma trinca (THOMSON, 1996). Um componente com uma trinca pré-existente pode estar submetido à solicitações mecânicas que proporcionam à trinca um tipo de modo de carregamento, assim como dois modos ou três modos de carregamento combinados. Os três modos de carregamento podem ser observados na Figura 2.10. No Modo de carregamento I, a aplicação da força se dá perpendicularmente ao plano de fratura, tendendo à abertura da trinca. O Modo de carregamento II consiste em cisalhamento puro, sendo que o deslocamento das superfícies ocorre paralelamente. O Modo III consiste no rasgamento das superfícies de fratura.

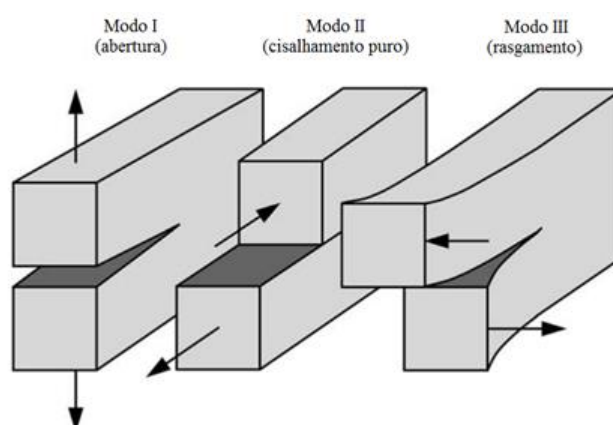


Figura 2.10 – Os três tipos de modo de carregamento que levam a fratura. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

2.7.2 O campo de tensões na presença de defeitos

Em um componente sob carregamento apresentando uma trinca interna ou uma fissura, a região próxima à frente da trinca apresentará uma concentração de tensões devido a uma redistribuição de tensões causada pela descontinuidade. A Figura 2.11 apresenta esquematicamente como a redistribuição de tensões acontece quando uma tensão é aplicada ao componente contendo uma trinca, onde as linhas de força são representadas. A magnitude da tensão local é inversamente proporcional ao espaçamento entre as linhas de força. Uma vez que a tensão trativa não pode ser transmitida através da trinca, as linhas de força contornam a trinca, resultando em uma concentração de tensões localizada.

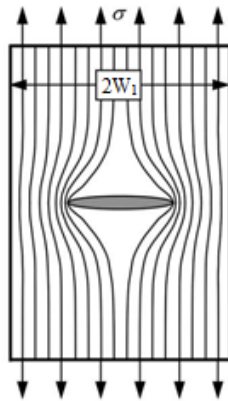


Figura 2.11 – Representação da tendência da redistribuição e da concentração de tensões na presença de um defeito. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

A maioria dos materiais sólidos apresenta uma deformação plástica localizada na região próxima à ponta da trinca quando submetidos a esforços que inferem uma tensão na região da ponta da trinca maior que a tensão de escoamento do material, resultando na formação de uma zona plástica contendo defeitos microestruturais como discordâncias e vazios. A deformação plástica é restringida pelo material ao seu redor, que continua em um regime elástico sob o carregamento (PEREZ, 2004).

A Figura 2.12 apresenta esquematicamente a formação de uma zona plástica de dimensão r à frente de uma trinca de comprimento a presente em uma placa de largura W_1 , submetida a uma tensão de tração.

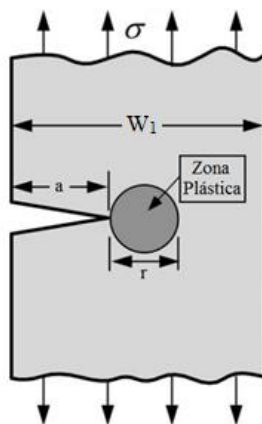


Figura 2.12 – Representação da formação de uma zona de plastificação à frente da trinca. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Uma pequena zona plástica ($r \ll a$) é consequência de um pequeno escoamento localizado. Em contrapartida, um escoamento em larga escala corresponde à formação de uma grande zona plástica, que ocorre em materiais com grande ductilidade, apresentando $r \gg a$ (PEREZ, 2004).

Como consequência da deformação plástica à frente da trinca, a teoria da Mecânica da Fratura Linear-Elastica (*MFLE*) é limitada à situação de $r \ll a$. No entanto, a teoria da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (*MFEP*) controla o processo de fratura nas situações em que se tem extensa deformação plástica ($r \geq a$) (PEREZ, 2004).

Quando há um moderado escoamento à frente da trinca, o tamanho da zona de plastificação pode ser estimado através de dois métodos: a abordagem de Irwin e o Modelo Strip-yield (ANDERSON, 2005).

Segundo a abordagem de Irwin, uma primeira aproximação de r é apresentada pela Equação (5) (ANDERSON, 2005).

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad \text{Equação (5)}$$

sendo $r_y = r$, K_I o fator intensidade de tensões aplicado e σ_{YS} a tensão de escoamento do material.

A Equação (5) não é correta em sua plenitude, porque está baseada em uma abordagem de solução elástica. Quando o escoamento ocorre, as tensões são redistribuídas para satisfazer o equilíbrio. A região hachurada exibida na Figura 2.13 representa as forças que estariam presentes em um material em regime elástico, mas não poderiam estar presentes em um regime elasto-plástico porque as tensões não podem exceder o limite de escoamento. A zona de plastificação deve crescer em tamanho para acomodar estas forças. Um balanço de forças leva a estimar um tamanho de zona plástica r_p conforme a Equação (6) (ANDERSON, 2005).

$$r_p = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad \text{Equação (6)}$$

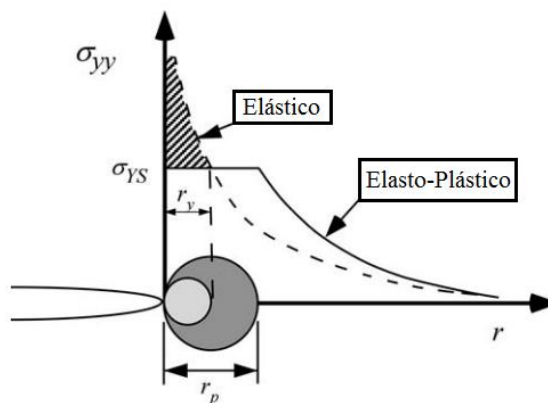


Figura 2.13 – Estimativas para o tamanho da zona plástica. A área hachurada representa a carga que deve ser redistribuída, resultando em uma maior zona de plastificação. A tensão σ_{yy} representa a tensão normal aplicada no plano da trinca, que cresce ao infinito assim que $r \rightarrow 0$. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Através da abordagem do modelo Strip-Yield, que está ilustrada na Figura 2.14, a zona plástica assume uma forma longa e delgada na região da ponta da trinca de um material não encruado em um estado de tensão plana. Esta abordagem considera apenas uma trinca passante localizada em uma chapa de grandes dimensões. A zona plástica no modelo Strip-Yield é modelada assumindo um comprimento de trinca $2a + 2\rho$, onde ρ é o comprimento da zona plástica, com uma tensão compressiva igual a σ_{YS} procurando fechar a ponta da trinca, como pode-se observar na Figura 2.14(b) (ANDERSON, 2005).

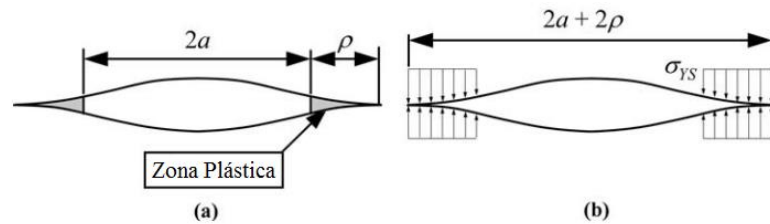


Figura 2.14 – O modelo Strip-Yield representado esquematicamente. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Este modelo estima um comportamento elasto-plástico sobrepondo duas soluções: uma trinca passante submetida a uma tensão trativa e tensões compressivas na ponta da trinca. O comprimento ρ da zona plástica deve ser determinado tal que o fator intensidade de tensões imposto pelas forças de tração e o fator imposto pelas tensões de compressão na ponta da trinca se anulem. A dimensão ρ é determinada pela Equação (7) segundo o modelo Strip-Yield (ANDERSON, 2005).

$$\rho = \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad \text{Equação (7)}$$

Existe uma similaridade entre a Equação (7) e a Equação (6), desde que $1/\pi = 0,318$ e $\pi/8 = 0,392$. Assim, a abordagem de Irwin e o modelo Strip-Yield estimam uma zona de plastificação com tamanho similar.

As estimativas do tamanho da zona plástica que foram apresentadas só foram consideradas para um r situado no plano da trinca, ou seja, $\theta = 0$, sendo θ o ângulo de abertura a partir do plano da trinca.

Para qualquer valor de r quando este estiver posicionado a qualquer valor de ângulo θ em relação ao plano da trinca, pode-se estimar o valor do tamanho da zona plástica para um Modo de carregamento I em função de θ através das Equações (8) e (9).

$$r_y(\theta) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right) \left[1 + \cos \theta + \frac{3}{2} \sin \theta \right] \quad \text{Equação (8)}$$

$$r_y(\theta) = \frac{1}{4\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{YS}} \right) \left[(1-2\nu)^2 (1 + \cos \theta) + \frac{3}{2} \sin^2 \theta \right] \quad \text{Equação (9)}$$

Sendo a Equação (8) uma abordagem para tensão plana e a Equação (9) para deformação plana (ANDERSON, 2005).

As Equações (8) e (9), quando plotadas para vários valores de θ , apresentam uma estimativa da forma da zona de plastificação conforme apresentado na Figura 2.15. Existe uma significativa diferença entre as zonas plásticas para um estado de tensão plana e para um estado de deformação plana, sendo que para esta última condição o escoamento é restringido, resultando em uma menor zona plástica para um dado fator de intensidade de tensões (K_I) aplicado. As abordagens apresentadas pelas Equações (8) e (9) não são estritamente corretas, pois são baseadas em uma análise puramente elástica. No entanto, devido à dificuldade de se estimar corretamente o tamanho da zona plástica para um estado de tensão plana e um estado de deformação plana, as abordagens acima citadas são consideradas satisfatórias (ANDERSON, 2005).

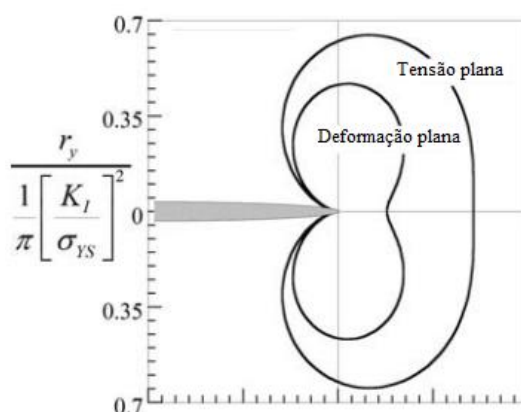


Figura 2.15 – Forma estimada da zona plástica à frente da trinca para uma solução elástica. Modo I de fratura.
Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

2.7.3 O efeito da espessura em trincas

Em uma placa de espessura B_I com entalhe, submetido ao Modo I de carregamento conforme a Figura 2.16, a tensão σ_z que atua na direção da espessura de um corpo deve ser nula na superfície, por que não é possível haver tensão normal em uma superfície livre. Esta condição está representada pelo cubo elementar vermelho (posicionado na superfície da placa) apresentado na Figura 2.16. Quando a espessura é pequena, σ_z não cresce consideravelmente, e uma condição predominantemente de tensão plana irá ocorrer.

Na região central da placa, condição representada pelo cubo elementar amarelo da Figura 2.16, a tensão σ_z pode atingir um valor elevado, apresentando valores determinados

pela Equação (10), onde σ_z pode levar a um valor correspondente a uma situação predominante de deformação plana ($\epsilon_z \approx 0$), com elevado grau de triaxilidade (PEREZ, 2004).

$$\sigma_z = \nu (\sigma_x + \sigma_y) \quad \text{Equação (10)}$$

Uma consequência das duas condições apresentadas na Figura 2.16 é a maneira como o material apresenta deformação, pois o plano de máxima tensão de cisalhamento varia. A fratura ocorre em planos de 45° com o eixo de tração quando em estado de tensão plana e normal ao eixo de tração quando em estado de deformação plana. À medida que o carregamento aumenta sobre a placa, cada um dos elementos romperá sob um nível particular de sollicitação mecânica, por cisalhamento (deslizamento de um plano atômico sobre outro), ou por clivagem (separação direta de planos atômicos) (STROHAECKER, 2010). Conforme abordado na seção 2.7.2, em um estado de deformação plana (cubo amarelo), não há apreciável deformação, não sendo possível uma fratura dúctil, produzindo consequentemente fratura frágil.

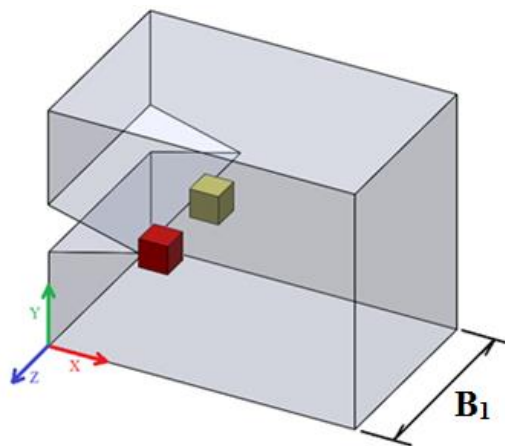


Figura 2.16 – Placa com espessura moderada e com entalhe onde estão posicionados dois cubos elementares: vermelho em condição de tensão plana, e amarelo em condição de deformação plana.

A Figura 2.17 representa as tensões atuantes nos cubos elementares em função da espessura do corpo de prova representado na Figura 2.16.

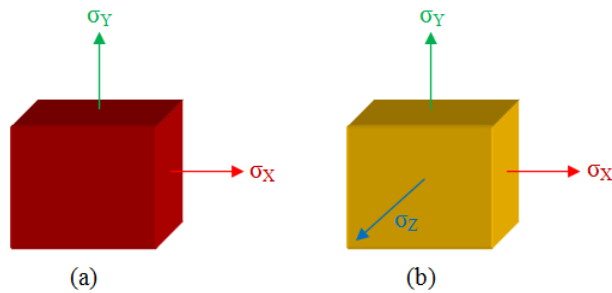


Figura 2.17 – Representação das tensões atuantes nos cubos elementares da Figura 2.16: (a) estado biaxial de tensões ($\sigma_z=0$), (b) estado triaxial de tensões.

Devido à variação dos estados de tensões ao longo da espessura de um corpo de prova entalhado, há uma grande modificação na tenacidade deste material em função da espessura do corpo de prova, como pode-se observar na Figura 2.18 (STROHAECKER, 2010).

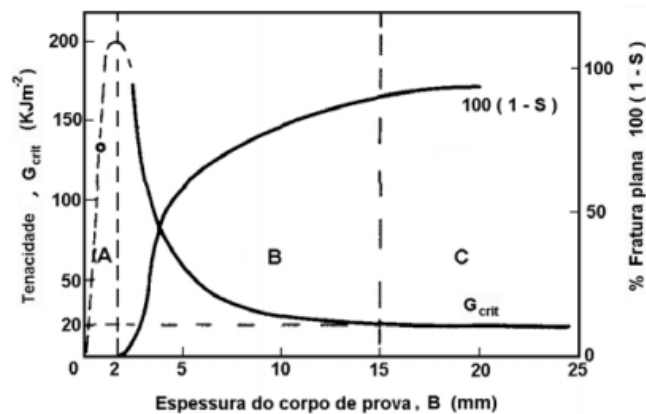


Figura 2.18 – Variação da tenacidade com a espessura de uma liga de alumínio 7075-T6. Fonte: STROHAECKER, 2010.

Na região A da Figura 2.18, ocorre um aumento de tenacidade com o aumento da espessura, pois há um estado predominantemente plano de tensões atuante.

Na região B da Figura 2.18, o corpo de prova não é suficientemente espesso para ter um estado de deformação plana dominante nem espessura pequena para ter tensão plana dominante. A espessura do corpo, para determinado limite de resistência do material, é que irá ditar o modo de fratura. À medida que aumenta a espessura, passa a haver o predomínio de fratura plana em detrimento ao cisalhamento das laterais do corpo. O comportamento em fratura da região B é estudado pela Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (STROHAECKER, 2010).

Na região C da Figura 2.18, a fratura é plana, pois os corpos de prova são suficientemente espessos para que um estado de deformação plana atue. Neste regime, o

comportamento à fratura do material é descrito, de forma precisa, pela Mecânica da Fratura Linear-Elástica (STROHAECKER, 2010).

2.8 Mecanismos de fratura em metais

Um material metálico submetido a um carregamento monotônico pode apresentar três tipos de micromecanismos de fratura. Materiais dúcteis apresentam uma superfície de fratura contendo coalescência de microcavidades. Materiais frágeis ou fragilizados apresentam uma superfície de fratura do tipo clivagem ou fratura intergranular (ANDERSON, 2005). Estes três tipos de micromecanismos serão abordados nesta seção.

Os mecanismos de formação de uma fratura dúctil e de uma fratura frágil são controlados, respectivamente, por deformação e tensão. A condição crítica para a iniciação de uma fratura frágil ocorre quando em uma distância característica a partir da ponta de uma trinca, a tensão σ_{yy} perpendicular ao plano da trinca (ver Figura 2.13) atinge um valor crítico de tensão (σ_{cr}). O mesmo ocorre para uma fratura dúctil, onde quando a deformação plástica localizada (ε_p) atinge um valor de deformação crítico (ε_{cr}), a fratura dúctil irá ocorrer. O modo de fratura que irá ocorrer no material dependerá de qual condição crítica será primeiro atingida. Se a condição para que ocorra fratura dúctil for alcançada primeiro, a fratura dúctil irá ocorrer, do contrário, a fratura frágil será dominante. Em todos os parâmetros aplicados para avaliar a tenacidade de um material, como a tenacidade à fratura (K_{IC} , $CTOD$ e Integral J) e a tenacidade ao impacto (energia absorvida, $DBTT$), somente a $DBTT$ reflete a variação no modo de fratura apresentado pelo material (QIU *et al*, 2013).

2.8.1 Fratura dúctil

Um material com comportamento dúctil geralmente falha como resultado da nucleação, crescimento e coalescência de vazios microscópicos que iniciam sua formação em inclusões e também em partículas de segunda fase, durante a deformação do material submetido a esforços, criando assim um caminho contínuo para a fratura (GARRISON Jr e MOODY, 1987).

Em materiais onde as partículas de segunda fase e as inclusões estão fortemente ligadas à matriz, a nucleação de vazios é um ponto crítico. Após a nucleação, a fratura ocorre rapidamente. Quando a nucleação ocorre com alguma dificuldade, as propriedades de fratura são controladas pelo crescimento e a coalescência dos vazios. A fratura ocorre quando há uma

instabilidade plástica entre os vazios (ANDERSON, 2005). A Figura 2.19 apresenta uma representação esquemática de como os vazios se formam em um material contendo inclusões e submetido a esforços.

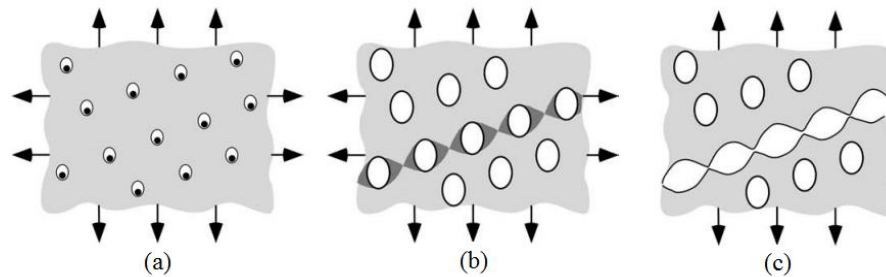


Figura 2.19 – Nucleação e crescimento de vazios em metais dúcteis: (a) nucleação dos vazios, (b) deformação localizada entre os vazios, (c) coalescimento dos vazios e fratura. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

A Figura 2.20 apresenta a fractografia de uma superfície de fratura na qual ocorreu falha por um micromecanismo de fratura predominantemente dúctil.

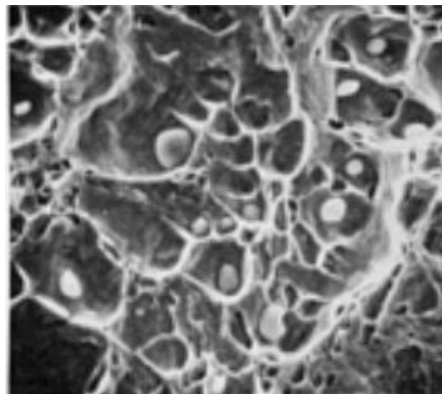


Figura 2.20 – Superfície de fratura dúctil. Podem ser observadas inclusões onde ocorre a formação dos vazios
Fonte: ASM HANDBOOK, Vol. 12, 1987.

No caso de uma trinca já existente, as deformações e tensões locais na região da ponta da trinca (quando a estrutura está submetida a um carregamento) tornam-se suficientes para a nucleação de vazios. Estes vazios crescem e a ponta da trinca cega, sendo que eventualmente os vazios se conectam à trinca principal. Com a repetição desse processo, a trinca cresce (ANDERSON, 2005). A Figura 2.21 representa o cegamento e o crescimento da trinca até o ponto de junção com o microvazio posicionado à frente da trinca.

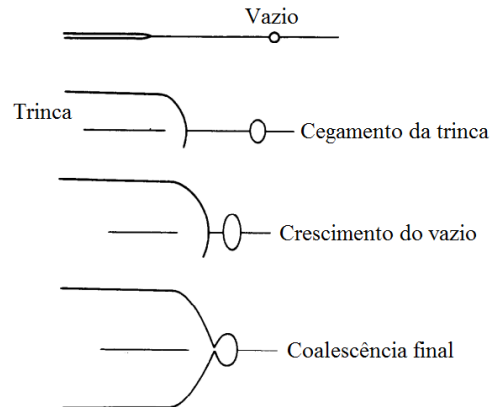


Figura 2.21 – Mecanismo para o crescimento de fratura dúctil. Assim que a inclusão é envolvida pelo campo de deformação à frente da trinca cega, o vazio cresce. Fonte: Adaptado de GARRISON Jr e MOODY, 1987.

Quando uma trinca em um corpo de prova cresce pelo mecanismo de coalescência de microcavidades, a trinca exibe um efeito de tunelamento, isto é, cresce mais rapidamente no centro do corpo de prova devido a maior triaxialidade de tensões. A variação da triaxialidade na espessura do corpo de prova proporciona a formação de lábios, os chamados *shear lips*, onde o crescimento da trinca perto da superfície livre ocorre em um ângulo de 45° com a tensão máxima principal, como ilustrado na Figura 2.22.

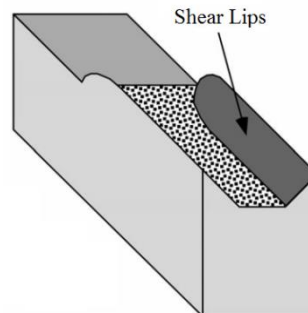


Figura 2.22 – Formação dos *shear lips* em um corpo de prova de um material dúctil submetido ao Modo I de fratura. Fonte: ANDERSON, 2005.

2.8.2 Fratura por Clivagem

A fratura por clivagem pode ser definida como a rápida propagação de uma trinca através de planos cristalográficos particulares a cada estrutura atômica (CALLISTER, 2007).

Os planos cristalográficos preferenciais à fratura por clivagem são aqueles com pequeno fator de empacotamento planar, uma vez que um menor número de ligações devem ser quebradas e o espaçamento entre os planos é maior. No caso de estruturas CCC, a clivagem ocorre na família de planos $\{100\}$. O caminho da fratura em materiais policristalinos é

transgranular. A propagação da trinca muda de direção cada vez que a trinca cruza o contorno de um grão subsequente, sendo que a trinca segue o caminho do plano de propagação preferencial de cada grão (ANDERSON, 2005).

A clivagem é esperada quando o escoamento plástico é limitado. Metais com estrutura *CFC* usualmente não estão susceptíveis à clivagem por que existem muitos sistemas de escorregamento, o que garante um comportamento dúctil em todas as temperaturas. Em baixas temperaturas, metais com estrutura *CCC* falham por clivagem porque existe um limitado número de sistemas de escorregamento (ANDERSON, 2005).

Segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), existem muitos fatores, muitos deles interligados, que influenciam na iniciação da fratura por clivagem, sendo eles:

1. A tensão de escoamento em função da temperatura;
2. O desenvolvimento de um limite de escoamento superior;
3. Nucleação de trincas a partir de maclas de deformação;
4. Nucleação de trincas a partir de partículas de carbonetos;
5. Tamanho de grão.

Valores de tenacidade à fratura de materiais que falharam pelo micromecanismo de clivagem possuem uma grande variação quando valores de tenacidade de dois ou mais corpos de prova do mesmo material e nas mesmas condições de ensaios são validados. Estes corpos de prova idênticos apresentam diferentes valores de tenacidade, pois a localização da iniciação da fratura é aleatória. Se o ponto de iniciação da fratura não está próximo à ponta da trinca, o corpo de prova nesta condição irá apresentar um maior valor de tenacidade à fratura, porque uma maior carga é requerida para elevar a tensão na região até um valor crítico (ANDERSON, 2005).

A Figura 2.23 apresenta uma fractografia típica de uma superfície de fratura onde ocorreu falha pelo micromecanismo de fratura por clivagem. A superfície multifacetada é típica da ocorrência de clivagem em materiais policristalinos, sendo que cada faceta corresponde à clivagem ocorrida em um único grão. Os rios de clivagem observados em cada faceta também são típicos de uma fratura por clivagem (ANDERSON, 2005).

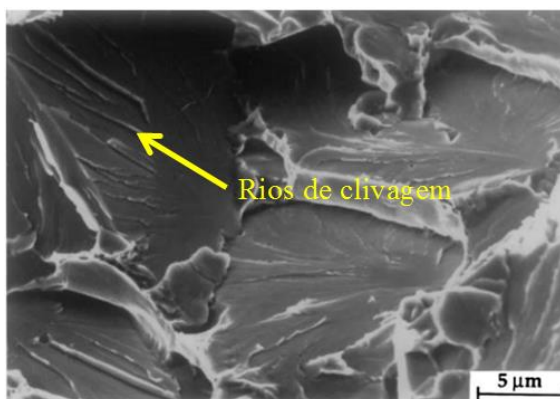


Figura 2.23 – Fractografia de um aço A 508 classe 3 apresentando uma superfície de fratura por clivagem. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Segundo Martin *et al* (2011), a expressão quasi-clivagem é empregada para descrever a fratura em planos em que a clivagem não ocorre, sendo que nestas superfícies de fratura observa-se a ocorrência de linhas finas chamadas de marcas de rio, que se propagam em uma direção aproximadamente paralela a propagação da trinca. Estas marcas de rio tem origem no interior do grão, diferente dos rios de clivagem que se iniciam no contorno de grão. Uma superfície característica de quasi-clivagem é apresentada na Figura 2.24.

A superfície de fratura apresentando marcas de rio, como ilustrado na Figura 2.24, é produzida por um processo de deformação plástica que é aprimorado e acelerado pela presença de hidrogênio (MARTIN *et al*, 2011).

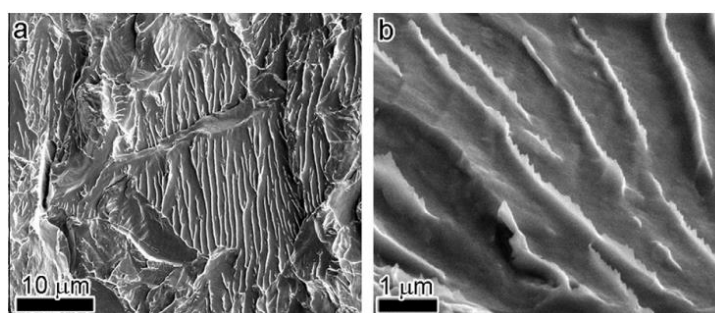


Figura 2.24 – Fractografias de um aço API X60 apresentando o mecanismo de quasi-clivagem na superfície de fratura: (a) marcas de rio características deste micromecanismo, (b) ampliação da região apresentando as marcas de rio e suas pontas serrilhadas características. Fonte: MARTIN *et al*, 2011.

2.8.3 Fratura Intergranular

Neste tipo de micromecanismo de fratura, existe a separação direta ao longo dos contornos de grão do material. Este é um micromecanismo totalmente frágil, que é incentivado por granulação grosseira, precipitação de uma fase frágil no contorno de grão,

fragilidade do revenido, fragilidade da martensita revenida, propagação de trinca assistida pelo meio e corrosão intergranular (ANDERSON, 2005; STROHAECKER, 2010). Pode-se observar na Figura 2.25 uma fractografia demonstrando uma superfície de fratura com aparência de fratura intergranular.

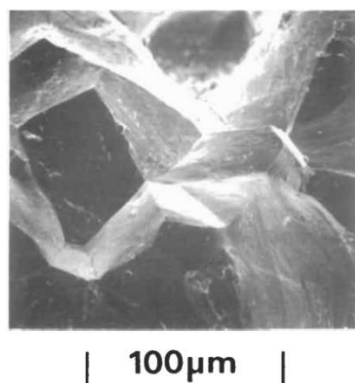


Figura 2.25 – Fractografia apresentando a aparência da superfície de fratura quando ocorre o mecanismo de fratura intergranular, resultado da fragilização pelo revenido de um eixo fabricado em aço ligado ao Cr e Mo
Fonte: HONDROS *et al*, 1996.

2.9 Mecânica da Fratura

O grande aumento da produção industrial para ajustar o crescente consumismo do final do século XIX e início do século XX passou a sedimentar o desenvolvimento e a utilização de novas tecnologias após a segunda revolução industrial. O advento da utilização do aço em grandes construções no início do século XX trouxe a necessidade de se aprimorar os processos de fabricação e a confiabilidade de tais estruturas. Os desafios tecnológicos impostos pela indústria em um mundo pós-segunda guerra mundial também trouxeram a necessidade de se mitigar possíveis falhas catastróficas na pujante indústria aeroespacial e na crescente indústria de óleo e gás. Assim, o desenvolvimento de técnicas que possam prever o comportamento dos materiais de engenharia sob certas condições de aplicação na presença de defeitos prévios como trincas foi uma necessidade da indústria e da academia durante a segunda metade do século XX.

Em um primeiro momento, a abordagem clássica de projetos considerava somente tensões atuantes como critério de aceitação, sendo um material aceito quando as tensões de escoamento ou máxima são maiores que as tensões atuantes (ANDERSON, 2005).

Uma visão contemporânea ao século XXI pode afirmar que os conceitos da mecânica da fratura são adequados à predição do comportamento em fratura de certo material na presença

de defeitos. A abordagem da mecânica da fratura considera além dos esforços aplicados, o tamanho de um defeito em um material sob tensão (STROHAECKER , 2010).

Os parâmetros obtidos a partir dos ensaios da mecânica da fratura podem servir de base para a caracterização de materiais, critérios de aceitação em vista da segurança em reatores nucleares, tubulações em geral, vasos de pressão e tanques de armazenagem para a indústria de óleo e gás, estruturas automotivas, navais e também aeroespaciais (ZHU e JOYCE, 2012).

A mecânica da fratura é dividida em dois ramos de estudos e abordagens: a Mecânica da Fratura Linear-Elastica (*MFLE*) e a Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (*MFEP*) (ANDERSON, 2005).

2.9.1 Mecânica da Fratura Linear-Elastica

O emprego da Mecânica da Fratura Linear-Elastica é realizado quando há a possibilidade de ocorrer fratura do componente sem uma extensa deformação plástica, ou seja, quando ocorre restrição à deformação plástica devido às propriedades intrínsecas do material. Este tipo de abordagem pode ser empregada, por exemplo, em aços de altíssima resistência mecânica, em aços de média resistência mecânica quando um estado plano de deformação for alcançado, quando a espessura for suficiente ou se a temperatura for suficientemente baixa. A abordagem da *MFLE* pode ser empregada com sucesso à medida que a zona plástica à frente da trinca for pequena em relação ao tamanho da trinca e das dimensões da estrutura que a contém (STROHAECKER , 2010).

Para uma trinca passante, sujeita ao Modo I de carregamento com um comprimento de trinca igual a $2a$ em uma placa com dimensões infinitas sujeita a uma tensão trativa σ , as tensões presentes na região próxima à ponta da trinca são definidas pela Equação (11) (STROHAECKER , 2010; ZHAO *et al*, 2011):

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r_1}} f_{ij}(\theta) \quad \text{Equação (11)}$$

Onde i e j denotam as coordenadas polares; K_I é o fator de intensidade de tensões para o Modo I; θ é o ângulo medido a partir do plano de trinca; f_{ij} é uma função adimensional de θ , cujo módulo varia entre 0 e 1, e r_1 é a distância da ponta da trinca. Neste caso, o valor de K_I é dado pela Equação (12) (ANDERSON, 2005; PEREZ, 2004):

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} \quad \text{Equação (12)}$$

Soluções de K para um grande número de geometrias e modos de carregamento podem ser encontrados na literatura (ANDERSON, 2005).

Quando as tensões ou as deformações na ponta da trinca atingirem um valor crítico, a trinca pode crescer, sendo que nestas condições diz-se que o fator de intensidade de tensões atingiu um valor crítico, conhecido como K_{IC} . Neste critério, onde ocorre a fratura em um regime elástico, K_{IC} é um parâmetro conhecido como tenacidade à fratura, descrevendo a resistência do material à fratura (PEREZ, 2004; ZHU e JOYCE, 2012).

2.9.2 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica

A Mecânica da Fratura Elasto-Plástica apresenta duas abordagens que estudam o comportamento dos materiais que apresentam deformação plástica à frente da trinca: o método *Crack Tip Opening Displacement (CTOD)* e o método da Integral J (ANDERSON, 2005). Será abordado neste trabalho o método de avaliação *CTOD*.

Existem muitas formas de definir o parâmetro *CTOD*, também representado por um deslocamento finito (δ). As duas formas de definição mais comuns são apresentadas na Figura 2.26, onde pode-se observar em (a) a diferença na abertura da trinca com cegamento em relação à trinca aguda, e em (b) na interceptação com um ângulo de 90° . Deve-se observar que, se a ponta da trinca cega é um semicírculo, estas duas abordagens acima citadas são equivalentes (ANDERSON, 2005).

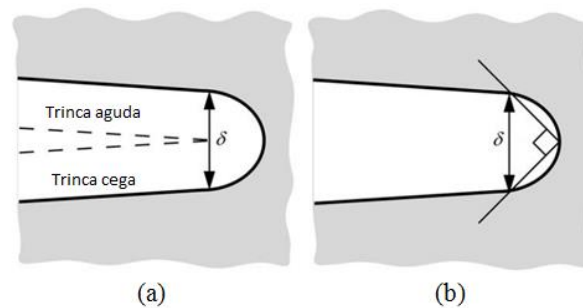


Figura 2.26 – Definições de *CTOD*: (a) O deslocamento na ponta da trinca aguda, (b) deslocamento na interseção das linhas com vértice em 90° com as laterais da trinca. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Primeiramente, pode-se estimar o valor de *CTOD* (δ) considerando-se a formação de uma zona plástica à frente da trinca já existente no material. Pode-se avaliar o δ com o auxílio da abordagem de Irwin e do modelo *Strip-yield* para a determinação do tamanho da zona plástica à frente da trinca. Com o auxílio da primeira abordagem, estima-se δ através da Equação (13), e com o auxílio da segunda abordagem, estima-se δ através da Equação (14) (ANDERSON, 2005; ZHU e JOYCE, 2012).

$$\delta = \frac{4}{\pi} \frac{K_I^2}{\sigma_{YS} E} \quad \text{Equação (13)}$$

$$\delta = \frac{K_I^2}{\sigma_{YS}E} \quad \text{Equação (14)}$$

A abordagem de *CTOD* assume que a fratura ocorre quando um valor crítico de δ (δ_c) é atingido ou excedido (ZHU e JOYCE, 2012).

Em uma nova abordagem para a determinação do parâmetro δ , as representações da Figura 2.27 serão consideradas. Para uma avaliação do δ em ensaios conduzidos recentemente, a abertura V da ponta da trinca é medida ao longo do ensaio, e um ponto de rotação é considerado para as duas metades de um corpo de prova de flexão a três pontos.

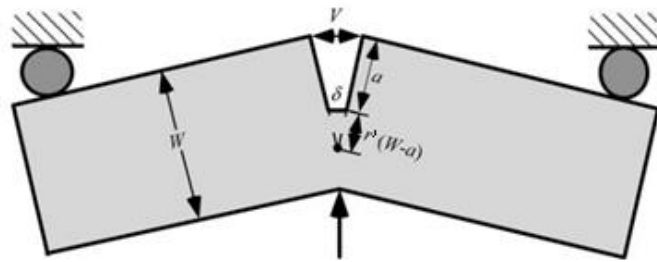


Figura 2.27 – O modelo de rotação em um ponto para estimar δ em corpos de teste de flexão à três pontos. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Observando a Figura 2.27, através de uma similaridade de triângulos, pode-se estimar o valor de *CTOD* pela relação dada na Equação (15) (ANDERSON, 2005):

$$\frac{\delta}{r'(W-a)} = \frac{V}{r'(W-a)+a} \quad \text{Equação (15)}$$

resultando em

$$\delta = \frac{r'(W-a)V}{r'(W-a)+a} \quad \text{Equação (16)}$$

onde r' é um fator de rotação, a o comprimento inicial da trinca, e W a altura do corpo de prova.

Entretanto, o modelo de rotação apresentado acima é impreciso quando há deformações elásticas e plásticas no corpo de prova ensaiado. Então, nestes casos, a mecânica da fratura divide a determinação de *CTOD* em duas componentes, uma elástica e outra plástica (ANDERSON, 2005; ZHU e JOYCE, 2012). O *CTOD* elástico é obtido através da Equação (17) (ANDERSON, 2005):

$$\delta_{el} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{YS}E} \quad \text{Equação (17)}$$

onde K é o fator de intensidade de tensão instantâneo, dado pela Equação (18), e ν é o coeficiente de Poisson do material estudado.

$$K = \frac{P_1}{B\sqrt{W}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad \text{Equação (18)}$$

sendo P_I a carga no momento de interesse, e $f(a/W)$ um valor tabelado que pode ser encontrado em normas e na literatura.

O componente plástico do $CTOD$ é obtido assumindo que o corpo de teste apresenta um ponto de rotação que pode ser observado na Figura 2.28 para um corpo de prova de flexão à três pontos.

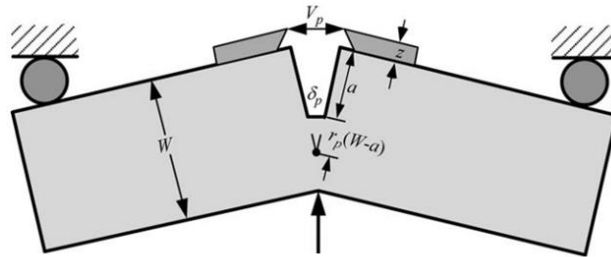


Figura 2.28 – Modelo para obtenção do δ_{pl} . Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Então, através de uma similaridade de triângulos, o componente plástico de $CTOD$ pode ser obtido através da Equação (19) (ANDERSON, 2005):

$$\delta_{pl} = \frac{r_p(W-a_0)V_p}{r_p(W-a_0) + a_0 + z} \quad \text{Equação (19)}$$

onde r_p é um fator de rotação com valor de 0,44 para o tipo de corpo de prova apresentado na Figura 2.28, z é a espessura do “knife-edge”, a_0 é o comprimento da pré-trinca, e V_p é a abertura da ponta da trinca quando há deformação plástica no corpo de prova. Se o “knife-edge” é integrado ao corpo de prova, o valor de z é zero.

Para a determinação de V_p , o gráfico carga (P') suportada pelo corpo de prova em função da abertura da boca da trinca (*Crack Mouth Opening Displacement* – $CMOD$) é construído, como pode-se observar na Figura 2.29. A reta 1 é construída paralela à reta OA , sendo que a reta 1 intercepta o ponto de interesse ($V; P'$) e o eixo das abscissas, e quando a reta 1 intercepta este eixo, este será o valor de V_p a ser inserido na Equação (19).

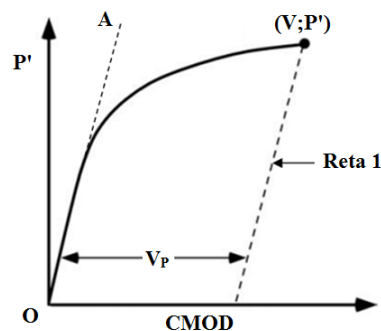


Figura 2.29 – Definição de V_p para a determinação de $CTOD$.

Então, o valor de *CTOD* é a soma dos componentes plásticos e elásticos, conforme mostra a Equação (20) (ANDERSON, 2005):

$$\delta = \delta_{el} + \delta_{pl} \quad \text{Equação (20)}$$

2.10 O ensaio de *CTOD*

Um teste de tenacidade à fratura avalia a resistência de um dado material ao crescimento de uma trinca. Este teste pode prover tanto um valor numérico de tenacidade à fratura como uma curva de resistência, onde um parâmetro de tenacidade como *K*, *J* ou *CTOD* é apresentado em função do crescimento da trinca (ANDERSON, 2005).

O teste para obtenção do parâmetro de tenacidade à fratura *CTOD* para materiais metálicos é abordado por diversos sistemas normativos. Duas das normas mais utilizadas no desenvolvimento destes testes foram elaboradas pela American Society for Testing and Materials (*ASTM*) e British Standards Institution (*BSI*), respectivamente as normas *ASTM E1820* e *BS 7448*.

Neste trabalho, as observações sobre o ensaio de obtenção de δ irão considerar o Modo I de carregamento. As considerações gerais sobre as configurações dos corpos de prova utilizados, as orientações para a retirada dos corpos de prova a partir dos componentes fabricados nas condições a serem avaliadas e a inserção de uma trinca no corpo de prova serão abordadas a seguir.

2.10.1 Configuração dos corpos de prova

A grande maioria dos ensaios para a determinação da tenacidade à fratura emprega corpos de prova com configurações conforme Figura 2.30, sendo em (a) a geometria *compact tension (C(T))* e em (b) a configuração *single-edge-notched bend (SE(B))*. Outras configurações de corpos de teste podem ser encontradas na literatura e nas normas citadas para o ensaio. A escolha de cada tipo de corpo de prova dependerá da quantidade de material e da posição no componente em que irá se desenvolver o estudo de mecânica da fratura, além da capacidade dimensional e de carga dos equipamentos disponíveis para a realização dos ensaios.

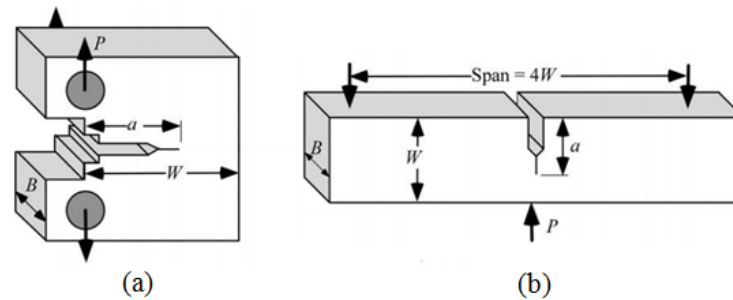


Figura 2.30 – Corpos de prova para a determinação da tenacidade à fratura de um material: (a) $C(T)$, (b) $SE(B)$.
Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Cada tipo de corpo de teste tem em comum três dimensões características importantes: (a) comprimento da trinca, (W) a largura, (B) a espessura. Na maioria dos casos, $W = 2B$ e $a/W \approx 0,5$ (ANDERSON, 2005). As demais dimensões dos corpos de prova, proporções, posicionamentos de furos, detalhes de entalhe, etc., podem ser observadas nas normas ASTM E1820 e BS 7448.

2.10.2 A orientação na retirada dos corpos de prova

A orientação dos corpos de prova deve ser dada em todos os ensaios de tenacidade à fratura para uma melhor interpretação dos resultados, e deve ser escolhida conforme as solicitações que determinado material ou estrutura estará exposto em serviço.

A norma *ASTM* que aborda a orientação para a retirada dos corpos de prova para os ensaios de tenacidade à fratura é a norma ASTM E1823. Na Figura 2.31 (a) apresenta-se a notação para um produto laminado ou forjado, sendo as letras L para a direção longitudinal, T transversal e S para a espessura. Na Figura 2.31(b) é representada a orientação para barras redondas e cilindros ocos, sendo C a designação para a direção circunferencial, R para radial, e L para longitudinal.

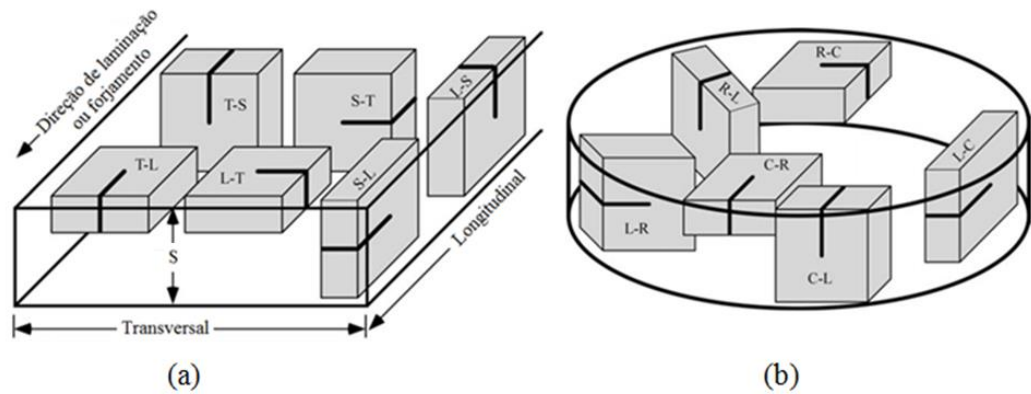


Figura 2.31 – Orientação para a retirada de corpos de prova para testes de avaliação da tenacidade à fratura de um material: (a) orientação para produtos laminados ou forjados, *L* longitudinal, *T* transversal, *S* espessura; (b) orientação para barras redondas e cilindros ocos, *C* circunferencial, *R* radial, *L* longitudinal. Fonte: Adaptado de ANDERSON, 2005.

Segundo a norma ASTM E1823, duas letras são necessárias para identificar a orientação de um corpo de prova da mecânica da fratura: a primeira letra indica a direção normal ao plano de trinca, enquanto a segunda letra designa a direção de propagação da trinca. A norma BS 7448 adota um sistema similar de orientação para a retirada de corpos de prova, porém utiliza um sistema de coordenadas *X*, *Y* e *Z* para determinar a orientação dos corpos de prova.

2.10.3 O pré-trincamento em fadiga

A teoria da mecânica da fratura só é aplicável a trincas que apresentam na ponta um raio muito pequeno, previamente ao carregamento. A forma mais eficaz de se produzir uma trinca tão aguda é através de um carregamento cíclico (ANDERSON, 2005).

Uma trinca obtida por um carregamento cíclico propaga a partir de um entalhe previamente usinado no corpo de prova, paralelo ao plano de propagação da trinca, sendo essa chamada de pré-trinca de fadiga. A Figura 2.32 representa em detalhe o entalhe previamente usinado e a direção de propagação da pré-trinca de fadiga. O valor de a_0 , como observado na Figura 2.32, consiste na dimensão a partir do topo do corpo de prova até a ponta da pré-trinca de fadiga, sendo que esta medida deve ser mensurada após o ensaio de *CTOD*, através de lupas, análise de imagens ou projetores de perfil, e depois inserida na Equação (19) para o cálculo de δ .

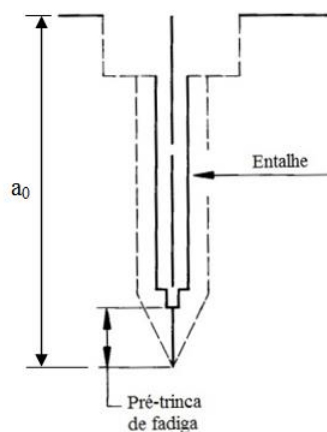


Figura 2.32 – Representação do posicionamento da pré-trinca de fadiga. Fonte: Adaptado de BS 7448.

O procedimento para a execução do pré-trincamento dos corpos de prova pode ser obtido nas normas ASTM E1820 e BS 7448.

2.11 Tratamentos térmicos e avaliações de tenacidade para aços ligados ao níquel

Os tratamentos térmicos aplicados às ligas metálicas também são artifícios da indústria para conferir propriedades requeridas às ligas de escolha para uma dada aplicação em particular. A fim de se elevar os valores de tenacidade em temperaturas criogênicas, os tratamentos térmicos de têmpera, têmpera a partir de uma temperatura intercrítica e revenido (do inglês *QLT – Quenching-Larmellarizing-Tempering*), têmpera e revenido (do inglês *QT – Quenching-Tempering*), dupla normalização e revenido (do inglês *NNT – Normalizing-Normalizing-Tempering*), e resfriamento brusco após a cementação e posterior revenido (do inglês *DQT– Direct Quenching-Tempering*), podem ser utilizados em aços com adição de níquel para aplicações criogênicas (JANG, *et al*, 1997; ZHAO, *et al*, 2011; JANG, *et al*, 2003; Arcelor Mittal, 2010; KIM, JAE KIM e MORRIS Jr, 1984).

Jang *et al* (1997) em suas avaliações de *CTOD* de uma junta soldada com eletrodo revestido, realizada em chapas de aço 9Ni com tratamento *QLT*, verificou que os valores de *CTOD* para as três condições de temperatura estudadas (temperatura ambiente, 173 K e 111 K) não apresentaram variações significativas quando os testes foram realizados a sete milímetros da zona de fusão, ou seja, quando o entalhe foi posicionado no metal base. Os valores de *CTOD* encontrados para as condições citadas anteriormente foram de aproximadamente 0,65 mm. Neste trabalho, também foram analisadas as quantidades de austenita retida no material através da técnica de difração de raios X, em várias distâncias a

partir da linha de fusão, sendo que a uma distância de sete milímetros da zona de fusão foi encontrado um valor de aproximadamente 6% em volume de austenita retida, e coincidindo com a linha de fusão o valor de austenita retida foi de aproximadamente 0,7% em volume. Na região de metal de base em ensaios realizados a 111 K, a superfície de fratura analisada apresentou uma aparência de fratura dúctil, sendo que a superfície apresentada não demonstra a transição pré-trinca de fadiga/trinca, o que pode não ser representativo. Jang *et al* (1997) não especifica as dimensões dos corpos de prova utilizados, indicando somente que esses eram do tipo *SE(B)*.

Zhao *et al* (2011) avaliou a tenacidade ao impacto em temperatura de 77 K do aço 9Ni com o tratamento *QLT*, variando a temperatura de revenido. Inicialmente, o material foi austenitizado e temperado a partir de uma temperatura de 800 °C. Após foi realizado o tratamento de têmpera intercrítica, onde o material foi aquecido até uma temperatura de 660 °C na zona intercrítica, sendo em seguida realizada a têmpera. Os meios de resfriamento na têmpera não foram especificados. O revenido foi realizado a diferentes temperaturas para cada condição de ensaio: 500, 520, 540, 560, 580 e 600 °C. A presença de austenita reversa foi verificada através de difração de raios X, com o material na temperatura ambiente e também após os ensaios na temperatura de 77 K. Após o material submetido a temperatura de 77 K, os valores de austenita reversa observada ficaram em torno de 0% para revenido de 500 e 520 °C, e em torno de 2% para revenido em temperaturas de 540 a 600 °C. Com o material mantido na temperatura ambiente, os valores de austenita reversa constatados foram de aproximadamente 5% para temperaturas de 500, 520 e 540 °C, em torno de 13%, 20% e 15% respectivamente para 560, 580 e 600 °C. A tenacidade ao impacto apresentou valores mais altos quando o revenido foi realizado nas temperaturas de 540 e 580 °C, sendo que quando o revenido foi realizado a 600 °C, o valor de tenacidade ao impacto caiu drasticamente, atingindo valores mínimos. Zhao *et al* (2011) atribuíram o aumento de tenacidade ao decréscimo da precipitação da cementita em contorno de grão quando revenido em 540 °C, sendo que quando há a presença de níquel, formam-se estruturas lamelares que proporcionam a precipitação da cementita junto a estas estruturas, o que evita a precipitação em contorno de grão, o que é um ponto preferencial de nucleação de trincas. Quando os corpos de prova foram revenidos nas temperaturas de 560 e 580 °C, a austenita reversa gerada tem grande concentração de elementos ligantes, o que a mantém estável mesmo a 77 K. A austenita reversa é macia, podendo absorver energia por deformação e por transformação de fase. Mesmo ocorrendo a transformação da austenita reversa em martensita, que é dura, a

martensita é formada com largura entre 70 e 120 nm. Segundo Zhao *et al* (2011), todos estes mecanismos aumentam a energia ao impacto em temperaturas criogênicas para o aço 9Ni.

Strife e Passoja (1980) realizaram ensaios de tenacidade nos aços 5Ni e 9Ni, sendo que foram aplicados para o aço 5Ni os tratamentos *QT* e *QLT* com diferentes tempos e temperaturas de revenido, e para o 9Ni aplicaram-se os tratamentos *QT* com diferentes tempos e temperaturas de revenido. Para determinar os parâmetros de tratamento térmico, foi realizado um ensaio dilatométrico para cada material, sendo que as temperaturas de A_{C1} e A_{C3} foram determinadas. Para o aço 5Ni, essas temperaturas foram de 923 K (649,85 °C) e 1073 K (799,85 °C), enquanto que para o aço 9Ni de 863 K (589,85 °C) e 1013 K (739,85 °C). O aço 9Ni foi então austenitizado a uma temperatura de 842,85 °C para remover quaisquer efeitos dos tratamentos térmicos prévios, sendo posteriormente revenido por uma hora na temperatura de 589,85 °C. O aço 5Ni foi austenitizado durante uma hora na temperatura de 884,85 °C, e posteriormente revenido durante o mesmo período de tempo na temperatura de 599,85 °C. Os meios de resfriamento não foram especificados. As análises micrográficas foram realizadas seguindo os procedimentos convencionais de preparação metalográfica, porém não foi especificado qual o reagente utilizado para revelar as microestruturas. As análises de austenita retida foram realizadas via difração de raios X. A Figura 2.33 apresenta a microestrutura do aço 9Ni nas condições apresentadas, sendo em (a) uma micrografia em microscópio óptico e em (b) uma imagem obtida via microscopia eletrônica de transmissão, onde se pode observar uma estrutura com baixa presença de discordâncias e carbonetos precipitados.

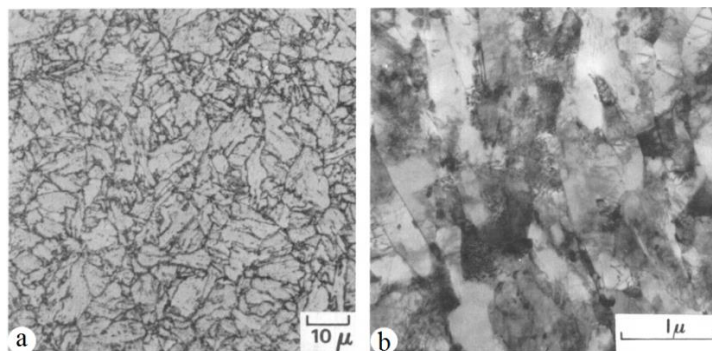


Figura 2.33 – Microestrutura do aço 9Ni, revenido durante uma hora a 589,85°C. (a) Imagem obtida através de microscopia óptica. (b) Observação através de microscopia eletrônica de transmissão, onde pode-se observar uma estrutura com poucos carbonetos e discordâncias. Fonte: Adaptado de STRIFE e PASSOJA (1980).

Strife e Passoja (1980) sugerem que a austenita retida no aço 9Ni com o tratamento térmico especificado (*QT* com revenido em 589,85 °C durante uma hora), em torno de 5,2%,

dissolve o carbono, o que pode explicar a pequena quantidade de carbonetos precipitados. Não foram apresentadas as microestruturas para o aço 5Ni com o tratamento *QT* com tempo de revenido de uma hora. Os testes de tração foram realizados em nitrogênio líquido (77 K), com corpos de prova de seção redonda com comprimento útil de 25,4 mm e diâmetro de 6,4 mm. Os resultados de tenacidade à fratura foram obtidos na temperatura de -196,15 °C, utilizando-se corpos de prova do ensaio *Charpy* (já pré-trincados) sob flexão, com o plano de propagação da trinca perpendicular à direção de laminação. Os resultados de tenacidade ao impacto foram adquiridos ensaiando corpos de prova padrão do ensaio *Charpy*, com entalhe perpendicular à direção de laminação, com ensaios realizados na temperatura de -196,15 °C.

A Tabela 2.2 apresenta os resultados obtidos por Strife e Passoja (1980) em relação aos testes mecânicos e também à análise de austenita retida. Os valores de K_{IC} foram estimados utilizando uma abordagem que difere de normas da mecânica da fratura, como a norma ASTM E1820, pois foram adaptados corpos de prova *Charpy* sob flexão para esta avaliação, com medição do *COD* destes corpos de prova. Então, os valores de K_{IC} apresentados na Tabela 2.2 serão considerados apenas como estimativos, e não como números absolutos. Strife e Passoja (1980) concluem que, para o aço 5Ni, os valores de tenacidade à fratura e tenacidade ao impacto são menores que os valores para o aço 9Ni, porque para o primeiro aço a adição de elemento de liga não é suficiente para transferir a *DBTT* para valores abaixo de 77 K, considerando a condição de têmpera e revenido. Os maiores valores de tenacidade à fratura e ao impacto do aço 9Ni, em relação ao aço 5Ni, são correlacionados com a formação de austenita retida. Esses efeitos na tenacidade do aço 9Ni são atribuídos ao decréscimo no limite convencional da elasticidade e ao encruamento localizado exibidos nos corpos de prova contendo austenita retida.

Tabela 2.2 – Propriedades dos aços 5Ni e 9Ni obtidas na temperatura de 77 K.

Liga	σ_{YS} (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	K_{IC} (MPa*m ^{0,5})	% austenita retida	Tenacidade ao impacto (joules)
5Ni	1118	1147	177	<0,5	17
9Ni	998	1157	99	5,2	144

Fonte: Adaptado de STRIFE e PASSOJA (1980).

A estocagem de gás natural liquefeito (em inglês *Liquid Natural Gas – LNG*) é realizada em tanques de armazenamento, onde este líquido está a uma temperatura de -162 °C. A tenacidade à fratura dos materiais empregados na fabricação das paredes dos tanques é de fundamental determinação e conhecimento, e com vista nesta premissa, Furuya *et al* (2011) realizaram estudos de tenacidade à fratura do aço 6%Ni em temperaturas de -165 °C, sendo

que este aço foi considerado como uma alternativa ao aço 9%Ni para a construção de tanques de estocagem de *LNG*.

Furuya *et al* (2011) realizaram ensaios de *CTOD* em metal de base no aço 6%Ni com o tratamento *QLT*, em corpos de prova retirados de um produto plano de 36 mm de espessura. Os resultados obtidos para o 6%Ni foram comparados com resultados da literatura para o aço 9%Ni. Furuya *et al* (2011) obtiveram valores de *CTOD* para a direção longitudinal na ordem de 1 mm, e para a direção transversal na ordem de 0,4 mm para o aço 6%Ni, sendo que estes valores estão dentro da variação de valores de *CTOD* para o 9%Ni obtidos na literatura pelos autores.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os aços 5,5Ni e 9Ni utilizados neste trabalho foram recebidos em barras laminadas, com perfil redondo de diâmetro 1.1/8” e comprimento de 1 m. Este material foi recebido no estado bruto de laminação, sem tratamentos térmicos.

A Figura 3.1 apresenta as etapas realizadas para a avaliação da tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni.

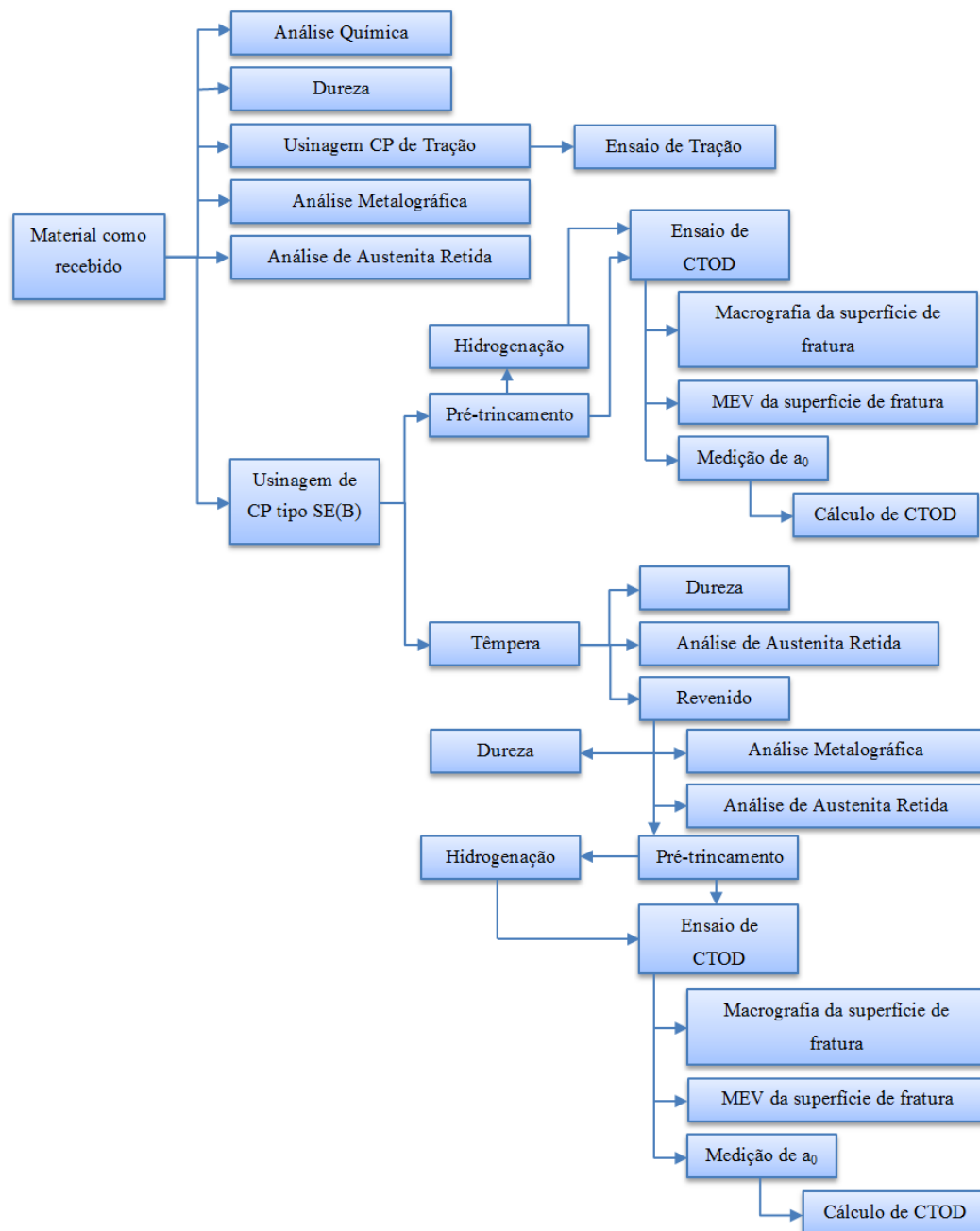


Figura 3.1 – Atividades para avaliação da tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni a partir dos materiais como recebidos.

As temperaturas e condições para os ensaios de *CTOD* dos materiais 5,5Ni e 9Ni podem ser verificadas na Figura 3.2.

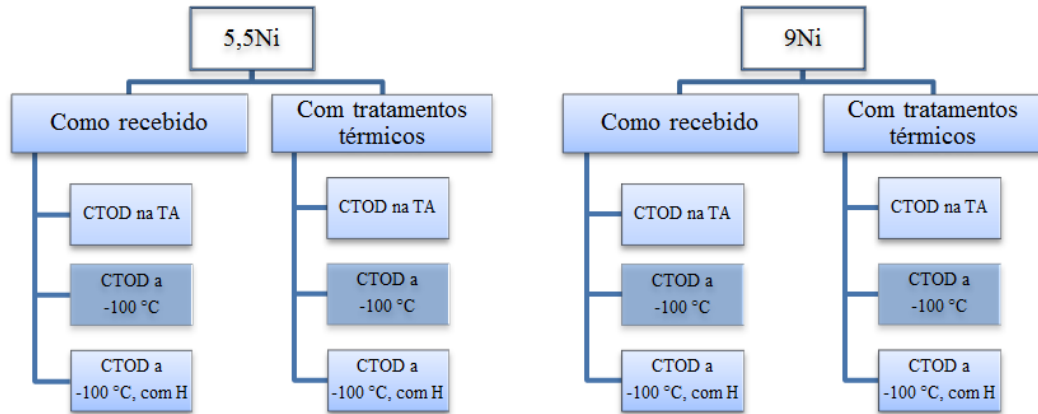


Figura 3.2 – Condições para os ensaios de *CTOD* dos materiais 5,5Ni e 9Ni.

A seguir serão abordados em detalhes os procedimentos experimentais utilizados neste trabalho de mestrado.

3.1 Análise Química

A análise química foi realizada com base na norma ASTM E415, utilizando um espectrômetro de emissão óptica, equipamento Spectro, modelo Spectrolab.

As amostras foram seccionadas e lixadas com lixa de granulometria 80. A temperatura da sala estava em 19 °C e a umidade relativa do ar em 52%. Foram realizadas três análises em cada material.

3.2 Análise de dureza

Ensaio de dureza Vickers foram realizados nos materiais estudados por este trabalho. Foram realizadas ao menos cinco análises de dureza por condição estudada para cada material, sendo que foram realizadas análises nos materiais como recebido e nos corpos de prova que foram submetidos aos tratamentos térmicos de têmpera e revenido desenvolvidos para este trabalho. Estes ensaios de dureza Vickers foram baseados na norma ASTM E384. As análises de dureza foram realizadas em um durômetro Wolpert com carga aplicada de 125 kgf.

3.3 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados no equipamento Instron 5585H, com taxa de deslocamento de 0,375 mm/min. O valor do módulo de elasticidade do material (E) não foi obtido pois o método que foi utilizado (usando *clip-gauge*) para a obtenção da σ_{YS} e σ_{UTS} não é o mais indicado para obtenção do E devido a problemas operacionais, que acabam gerando muitas incertezas na medição do E . A Figura 3.3(a) apresenta a configuração do corpo de prova que foi baseada na norma ASTM E8/E8M. A Figura 3.3(b) apresenta a disposição da retirada dos corpos de prova da barra do material como recebido.

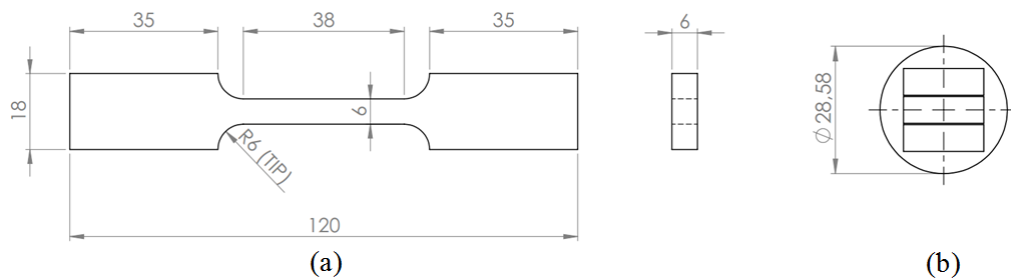


Figura 3.3 – (a) Configuração do corpo de prova de tração. (b) Disposição da retirada dos corpos de prova na barra do material como recebido. Dimensões em mm. Demais tolerâncias disponíveis na norma ASTM E8/E8M.

Foram realizados três ensaios de tração apenas para os materiais na condição de como recebidos (sem tratamento térmico) na temperatura ambiente.

Ao considerar o diagrama *TTT* para o aço 9Ni, apresentado por Pense e Stout (1975), é possível visualizar que estruturas formadas por difusão a partir de um estado austenítico iniciam sua formação em tempos de resfriamento superiores a 50 segundos. Para o aço 5Ni, é possível observar com o auxílio do diagrama *TTT*, apresentado por Pense e Stout (1975), a formação de ferrita em tempos de resfriamento a partir de aproximadamente 2,5 segundos.

Cogitou-se a possibilidade de realizar a têmpera e o revenido da barra do material como recebido e posteriormente usinar a barra para retirada dos corpos de prova de tração. No caso de realizar a têmpera em uma barra com diâmetro de 1.1/8" do aço 5,5Ni, corre-se o risco de não alcançar-se uma taxa de resfriamento no centro da barra que evitaria a formação de estruturas formadas por difusão no aço, o que prejudicaria a obtenção de uma estrutura martensítica no núcleo da barra.

Também foi analisada a possibilidade de se realizar a têmpera e o posterior revenido nos corpos de prova de tração já usinados, mas a eventualidade de empenamento da peça,

principalmente na região de seção útil do corpo de prova, inibiu o emprego desse procedimento.

3.4 Análise Metalográfica e Macrográfica

O material a ser analisado através de análise metalográfica foi seccionado em máquina de corte Buehler Isomet 2000, utilizando disco abrasivo, rotação de 4000 rpm e lubrificação durante o corte. As amostras foram então embutidas com o auxílio do equipamento Struers LaboPress-3.

A preparação metalográfica seguiu o procedimento padrão de preparação, sendo as amostras lixadas com lixas de granulometria 120, 220, 320, 400, 600, 1200.

Após o lixamento, as amostras foram polidas em politriz Struers DP-10, com rotação de 600 rpm, utilizando primeiramente pasta de diamante de granulometria 4 μm , e após pasta de diamante de 1 μm , sempre empregando álcool etílico (96 °GL) como lubrificante. As amostras foram polidas até que todos os riscos do lixamento fossem eliminados.

Após o polimento, as amostras foram submetidas ao ataque químico por imersão para revelar a microestrutura com o reagente nital (2%), sendo o tempo de imersão de cinco segundos. Após o ataque, a peça foi lavada em água corrente, borrifada com álcool etílico (96 °GL) e seca com o auxílio de ar quente. Após este processo de ataque e secagem, as amostras foram observadas em microscópio óptico Olympus, modelo BX 51M, equipado com a câmera Olympus DP12.

As superfícies de fratura dos corpos de prova submetidos aos ensaios de *CTOD* foram observadas em lupa Olympus SZ-40, sendo em seguida registradas as macrografias com câmera Olympus DP12.

3.5 Tratamentos térmicos

Os corpos de prova dos dois materiais avaliados aqui sofreram os tratamentos térmicos já em suas dimensões finais para os ensaios de *CTOD*. Esta prática foi adotada porque não se tinha certeza de que o tratamento da barra como recebida iria produzir uma estrutura totalmente martensítica no centro para o aço 5,5Ni de menor temperabilidade.

Os corpos de prova foram inseridos em envelopes de aço inoxidável, juntamente com pequenos pedaços de titânio ligado para se reduzir os efeitos da oxidação, sendo em seguida

os envelopes lacrados e levados ao forno. Cada material foi tratado termicamente em envelopes individuais. Esse procedimento foi realizado para os tratamentos térmicos de têmpera e revenido para cada material estudado.

Para a realização dos tratamentos térmicos, foi utilizado o forno do tipo mufla Sanchis, com aquecimento por resistência elétrica. Antes de se colocar os envelopes no forno, para cada tipo de tratamento térmico, esse foi aquecido durante quatro horas na temperatura requerida para uma melhor homogeneização da temperatura.

As temperaturas críticas de um determinado aço são sensíveis à composição química e às taxas de resfriamento e aquecimento do material. Geralmente, a determinação de A_{C1} e A_{C3} de um determinado aço se dá experimentalmente. No entanto, algumas fórmulas empíricas, que relacionam os efeitos dos elementos de liga nas temperaturas críticas dos aços, foram desenvolvidas, conforme apresentam as Equações (21) para a determinação de A_{C1} em graus Celsius, e a Equação (22) para a determinação de A_{C3} em graus Celsius (KRAUSS, 2005).

$$A_{C1} = 723 - 10,7Mn - 16,9Ni + 29,1Si + 16,9Cr + 290As + 6,38W \quad \text{Equação (21)}$$

$$A_{C3} = 910 - 203\sqrt{C} - 15,2Ni + 44,7Si + 104V + 31,5Mo + 13,1W \quad \text{Equação (22)}$$

Valendo-se das Equações (21) e (22), juntamente com as porcentagens em massa dos elementos de liga presentes nos aços 5,5Ni e 9Ni aqui estudados, dados pela Tabela 4.1, foi possível determinar as temperaturas críticas A_{C1} e A_{C3} para os aços 5,5Ni e 9Ni. Para o aço 5,5Ni, as temperaturas A_{C1} e A_{C3} são, respectivamente, 630,23 °C e 799,13 °C. Para o aço 9Ni, as temperaturas A_{C1} e A_{C3} são, respectivamente, 584,44 °C e 752,66 °C.

A temperatura escolhida para o tratamento térmico de têmpera foi de 800 °C para os dois aços aqui estudados. A temperatura escolhida para o tratamento térmico de revenimento foi de 580 °C para os aços 5,5Ni e 9Ni. Após a têmpera e após o revenido as amostras foram resfriadas em água. As temperaturas e o meio de resfriamento para os tratamentos térmicos foram escolhidos com base nas indicações das normas ASTM A645 e ASTM A333. Demais trabalhos encontrados na literatura utilizaram temperaturas de austenitização e revenimento similares as deste trabalho, como Zhao *et al*, (2011), e também Kim, Jae Kim e Morris Jr (1984).

Os envelopes foram inseridos na posição vertical dentro do forno, para facilitar a sua abertura. O tempo na temperatura de austenitização e de revenimento foi de 18 minutos a partir do fechamento do forno.

3.6 Ensaio de *CTOD*

3.6.1 Corpos de prova para o ensaio de *CTOD*

Os corpos de prova do tipo *SE(B)* para os ensaios de *CTOD* foram usinados através de eletroerosão a fio, a partir das barras dos materiais como recebidos (ver Figura 3.4). Segundo a norma ASTM E1823, a orientação dos corpos de prova ensaiados neste trabalho é L-R.

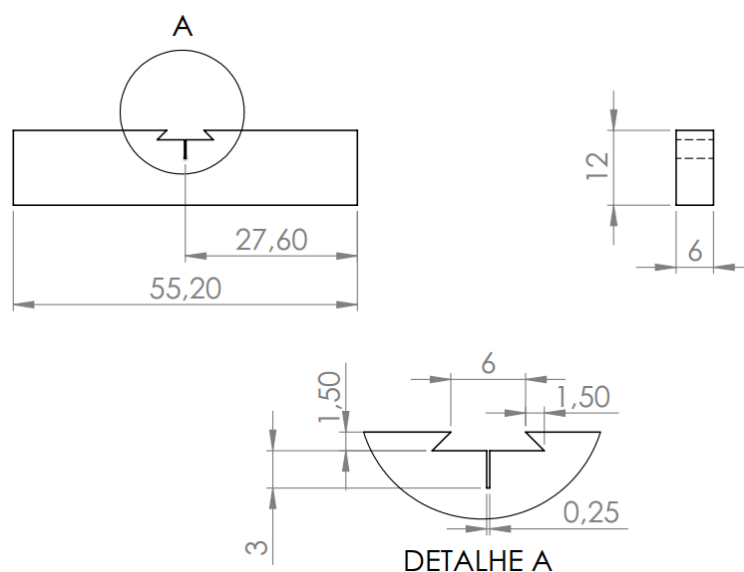


Figura 3.4 – Corpo de prova do tipo *SE(B)* utilizado nos ensaios de *CTOD*. Dimensões em mm. Demais tolerâncias disponíveis na norma ASTM E1820 e BS 7448.

3.6.2 Pré-trincamento das amostras em fadiga

O pré-trincamento das amostras foi realizado ao ar, na temperatura ambiente, utilizando o equipamento MTS 810, com capacidade de 100 kN. O pré-trincamento em fadiga foi realizado conforme o procedimento experimental de decréscimo de ΔK com taxa de carregamento de 0,1 e frequência de 20 Hz, utilizando-se um extensômetro de fratura do tipo *clip-gauge* para monitorar o *CMOD* do corpo de prova durante o pré-trincamento. Os corpos de prova submetidos ao tratamento térmico foram pré-trincados após os tratamentos térmicos *QT* (têmpera e revenido).

3.6.3 Polarização dos corpos de prova

Os corpos de prova submetidos à polarização para hidrogenação foram protegidos catódicamente durante trinta dias imersos em água do mar sintética. Para o sistema de proteção catódica, foi utilizado um potenciostato para aplicação do potencial de proteção de -

1100 mV em relação ao eletrodo de calomelano saturado, juntamente com um sistema de contra-eletrodos de titânio revestidos com terras raras e de um eletrodo de referência de calomelano saturado. Durante a hidrogenação, o potencial foi aferido diariamente juntamente com o *pH* da água do mar onde os corpos de prova estavam imersos. Quando o *pH* da água atingia valores inferiores a 7,5 a água do mar sintética era substituída. A preparação da água do mar sintética foi baseada na norma ASTM D1141.

Após os trinta dias de hidrogenação, os corpos de prova foram retirados da cuba de hidrogenação e armazenados em nitrogênio líquido até o momento do ensaio de *CTOD*.

3.6.4 Procedimento para o ensaio de *CTOD*

O procedimento para os ensaios de *CTOD* foram baseados nas normas ASTM E1820 e BS 7448. Segundo a norma BS 7448, a taxa de deslocamento empregada para os ensaios de *CTOD* deve garantir um crescimento no fator intensidade de tensões entre $0,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}/\text{s}$ e $3,0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}/\text{s}$ durante a deformação plástica inicial. Os ensaios realizados por este trabalho utilizaram uma taxa de deslocamento de 0,5 mm/min, o que garante os critérios estabelecidos em norma.

Os ensaios de *CTOD* foram realizados nos equipamentos Instron 5585H e MTS 810. Os dados de carga aplicada em tempo real durante o ensaio foram adquiridos através dos dados da célula de carga de cada equipamento e o *CMOD* foi adquirido utilizando um extensômetro de fratura do tipo *clip-gauge*.

Para os ensaios realizados a $-100 \text{ }^\circ\text{C}$, foi utilizada uma câmara de isolamento que mantinha a temperatura requerida durante o ensaio. A temperatura foi monitorada utilizando um termopar do tipo T fixado junto ao corpo de prova próximo a pré-trinca de fadiga. Foi utilizado nitrogênio líquido para atingir a temperatura de $-100 \text{ }^\circ\text{C}$. O nitrogênio era adicionado à câmara em pequenas quantidades até atingir a temperatura de ensaio, criando-se assim uma atmosfera de baixa temperatura dentro da câmara. Após alcançar a temperatura de ensaio, os corpos de prova eram mantidos nesta temperatura durante 10 minutos até o início dos testes. A temperatura durante o ensaio não variou mais de $2 \text{ }^\circ\text{C}$ para mais ou para menos de $-100 \text{ }^\circ\text{C}$. A Figura 3.5 demonstra uma representação da câmara de isolamento utilizada para os ensaios em baixa temperatura.

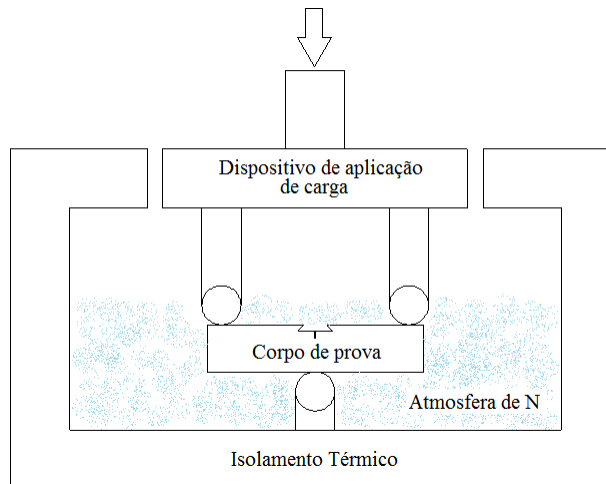


Figura 3.5 – Representação da câmara de isolamento utilizada durante os ensaios em baixa temperatura. Os componentes não estão em escala.

Os ensaios de *CTOD* foram realizados em duplicata para cada condição dos materiais estudados.

O procedimento para o cálculo do parâmetro da mecânica da fratura *CTOD* (δ) foi baseado nos procedimentos descritos no item 2.9.2, que considera as observações necessárias para a determinação de δ . Todo o procedimento de cálculo de *CTOD* é embasado pela norma BS 7448.

O valor de δ para as condições determinadas foi calculado conforme dispõe a Equação (20). A carga máxima suportada por cada corpo de prova foi o parâmetro utilizado para o cálculo de *CTOD* de carga máxima e também para determinar o valor de V_p de cada corpo de prova ensaiado, conforme explica a Figura 2.29.

Para o cálculo da componente elástica (δ_{el}) de *CTOD*, dada pela Equação (17), foram utilizados os valores de σ_{YS} apresentados pela Tabela 4.2. Valores de tensão de escoamento e tensão de ruptura para os materiais 5Ni e 9Ni com tratamento térmico foram retirados da literatura (PENSE e STOUT, 1975). O módulo de elasticidade utilizado para os cálculos foi de 207 GPa para todas as condições de ensaio. O coeficiente de Poisson utilizado para os cálculos foi de 0,3, que é o coeficiente de Poisson dos aços. A determinação de a_0 seguiu orientações da norma BS 7448, e a média de a_0 foi inserida na Equação (19) para o cálculo da componente plástica de δ . O valor de z inserido na Equação (19) é zero, pois o “*knife edge*” é integrado ao corpo de prova, como pode-se observar na Figura 3.4.

3.7 Medição do comprimento de trinca após os ensaios de *CTOD*

Após os ensaios de *CTOD*, o comprimento da pré-trinca de fadiga foi medido em todos os corpos de prova para o cálculo de δ . Foram realizadas nove medidas por corpo de prova, baseando-se na norma ASTM E1820. Todas as medidas atenderam os critérios de aceitação descritos na norma. As medidas foram realizadas no projetor de perfil Insize ISP-Z3015.

3.8 Análise da superfície de fratura após os ensaios de *CTOD*

Após os ensaios de *CTOD*, as superfícies de fratura dos corpos de prova foram analisadas no Microscopia Eletrônica de Varredura (*MEV*), marca Shimadzu, modelo Superscan SSX-550. Imagens foram capturadas na região de interface entre a pré-trinca de fadiga e o início da fratura produzida pelos testes de tenacidade à fratura, na região central do corpo de prova. Os corpos de prova que sofreram proteção catódica foram limpos anteriormente a análise fractográfica, através de imersão em água oxigenada 10 volumes durante 5 minutos.

Todas as fractografias que aqui serão expostas e discutidas foram adquiridas através de microscopia eletrônica de varredura, onde serão analisadas as superfícies de fratura na região central dos corpos de prova na região de transição da pré-trinca de fadiga para a trinca de ensaio. As fractografias apresentarão na parte superior das imagens a região da pré-trinca de fadiga e na parte inferior a região da trinca de ensaio, onde poderão ser observados os mecanismos dominantes de formação da fratura. Quando especificado, serão apresentadas fractografias de outras regiões das superfícies de fratura.

3.9 Análise de austenita retida

Para verificação da presença de austenita retida nos materiais como recebidos e nos materiais tratados termicamente (com *QT* e somente *Q*) foram realizadas análises de difração de raios X utilizando-se o difratômetro GE, modelo Seifert Charon XRDM. O elemento fonte de raios X foi o cromo, sendo que o equipamento operou com uma tensão de 30 kV e corrente de 50 mA. O modo de varredura foi utilizado para cobrir uma faixa angular de 0° até 170°, sendo o passo de varredura de 0,1° e o tempo de passo de 15 s. Anteriormente às análises, as amostras foram lixadas e polidas empregando-se os procedimentos usuais de preparação

metalográfica. O próprio software de operação do equipamento, Rayflex Analyze, versão 2.5.3, forneceu a porcentagem de austenita retida no material analisado.

Foram realizadas análises de austenita retida nos materiais 5,5Ni e 9Ni após os ensaios de *CTOD* ao ar e a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, nas extremidades dos corpos de prova, pois como esses foram resfriados até $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ o superesfriamento poderia transformar uma possível austenita retida em martensita.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Composição química do material

A Tabela 4.1 apresenta os resultados das análises químicas realizadas nos materiais estudados neste trabalho.

Tabela 4.1 – Composição química dos materiais estudados. Porcentagem em peso.

Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Nb	Ti	Al
5,5Ni	0,031	0,171	0,560	0,008	0,004	0,081	0,031	5,510	0,004	0,002	0,002
9Ni	0,031	0,166	0,570	0,009	0,004	0,071	0,030	8,550	0,006	0,002	0,004

O aço aqui referido como 5,5Ni apresentou a porcentagem de elementos de liga em sua maioria dentro das especificações da norma ASTM A645, grau B, norma que especifica aços planos para aplicações a baixa temperatura. Porém, alguns elementos como o Mn, Mo e Al ficaram abaixo dos valores especificados pela norma. Já o aço aqui referido como 9Ni apresentou os teores dos elementos de liga conforme estabelecidos para o grau 8 pela norma ASTM A333, norma que especifica aços para operação de tubulações em baixas temperaturas.

4.2 Análise de dureza

A Figura 4.1 apresenta os valores médios e as variações de dureza Vickers (HV) medidos para os materiais estudados sem tratamentos térmicos (D1 para o 5,5Ni e D4 para o 9Ni), e com os tratamentos térmicos de têmpera e revenido (D2 para o 5,5Ni e D5 para o 9Ni). Também estão apresentados os valores médios de dureza para os materiais 5,5Ni e 9Ni somente temperados, respectivamente referenciados nas indicações D3 e D6.

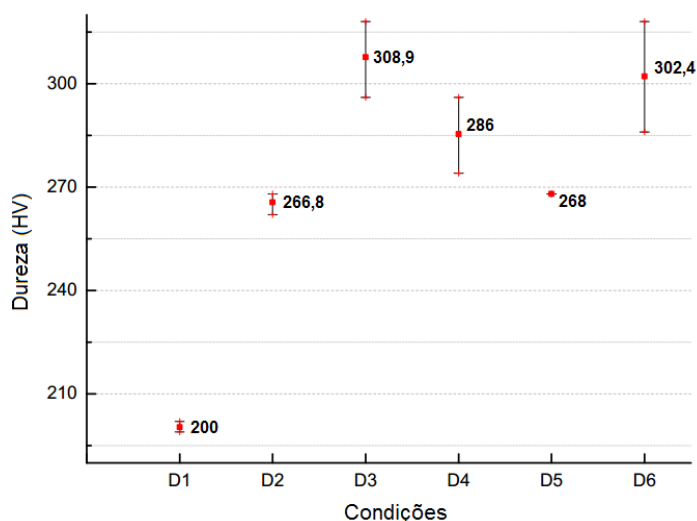


Figura 4.1 – Medidas de dureza Vickers para os materiais estudados: D1-5,5Ni como recebido, D2-5,5Ni com *QT*, D3-5,5Ni somente com *Q*; D4-9Ni como recebido, D5-9Ni com *QT*, D6-9Ni somente com *Q*. Os valores médios estão numericamente indicados.

É possível observar com base na Figura 4.1 que a dureza aumentou para o aço 5,5Ni após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido (comparar D1 com D2). Já para o aço 9Ni, observou-se uma ligeira redução nos valores médios de dureza com os tratamentos térmicos empregados (comparar D4 com D5). Uma hipótese que se cogita para explicar esse resultado um tanto contraditório, era a formação de uma apreciável quantidade de austenita retida após a têmpera do aço 9Ni, estabilizada pela quantidade de Ni no aço 9Ni. Assim, foram realizadas análises de difração de raios X na superfície das peças somente temperadas para os dois aços. Não foi constatada a presença de austenita retida em nenhum dos aços, como pode ser visto no item 4.5. Desta forma, não foi possível determinar o porque da queda de dureza após o revenimento do aço 9Ni. É possível afirmar que os dois aços partiram de uma condição de dureza similar após a têmpera (comparar D3 com D6), sendo que o posterior revenido na mesma temperatura produziu uma microestrutura com valores de dureza muito próximos (D2 e D5).

4.3 Ensaio de tração

A Tabela 4.2 apresenta as propriedades mecânicas dos materiais estudados obtidas a partir de ensaios de tração. Os valores dados na tabela são referentes à média de três ensaios realizados para cada material.

Tabela 4.2 – Propriedades mecânicas para os materiais de base 5,5Ni e 9Ni. Ensaios de tração realizados em temperatura ambiente.

Material	Tensão de escoamento (MPa)	Resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)
5,5Ni	457,95	614,12	32,85
9Ni	684,24	860,70	23,71

A Figura 4.2 apresenta as curvas Tensão x Deformação obtidas para os aços 5,5Ni e 9Ni, onde é possível observar em (a) uma maior deformação plástica e em (b) um material com maior resistência mecânica. Esta elevação na tensão de escoamento do aço 9Ni em relação ao aço 5,5Ni pode ser atribuída a uma maior dispersão de partículas de segunda fase no interior dos grãos do aço 9Ni, observada nas microscopias ópticas deste material assim como recebido.

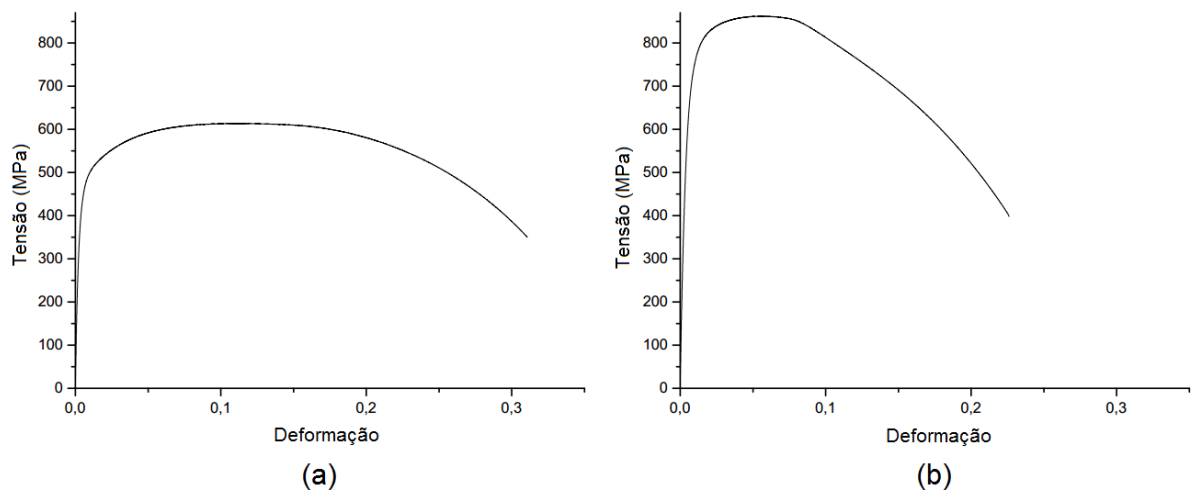


Figura 4.2 – Curva Tensão x Deformação para o aço 5,5Ni em (a) e para o aço 9Ni em (b). Materiais assim como recebidos.

4.4 Avaliação microestrutural dos materiais

A microestrutura do aço 5,5Ni na condição de como recebido pode ser observada na Figura 4.3.

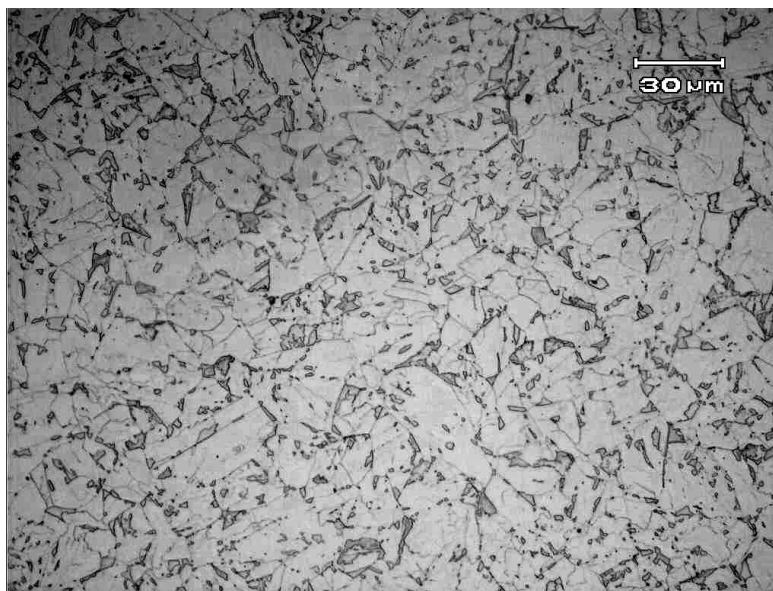


Figura 4.3 – Microestrutura do material 5,5Ni como recebido.

A microestrutura apresentada na Figura 4.3 pode ser comparada com a morfologia da ferrita granular (em inglês *Granular Ferrite – GF*) apresentada por Krauss (2005), que define esta microestrutura como ilhas de austenita retida ou o que é comumente conhecido como Martensita-Austenita (em inglês *Martensite-Austenite – M/A*), dispersos em uma matriz ferrítica com formato granular ou equiaxial. As regiões claras observadas na Figura 4.3 são ferrita, e as regiões escuras podem ser o constituinte *M/A*.

Na Figura 4.4 pode-se observar a microestrutura do aço 9Ni, que pode ser comparada à ferrita acicular (em inglês *Acicular Ferrite – AF*) apresentada por Krauss (2005). As estruturas escuras, paralelas e alinhadas, que podem ser observadas na Figura 4.5, podem ser o constituinte *M/A*, que segundo Krauss (2005) podem ser retidos entre os cristais da ferrita acicular e apresentar estas formas alongadas.

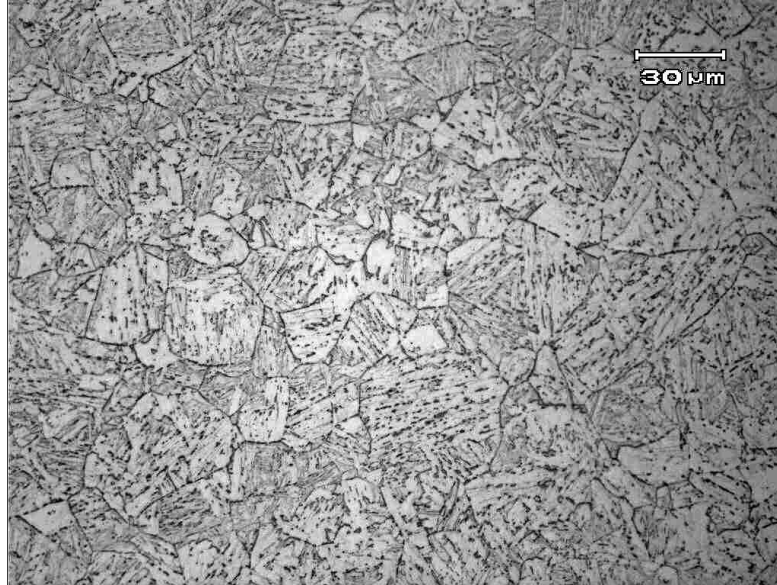


Figura 4.4 – Microestrutura do material 9Ni como recebido.

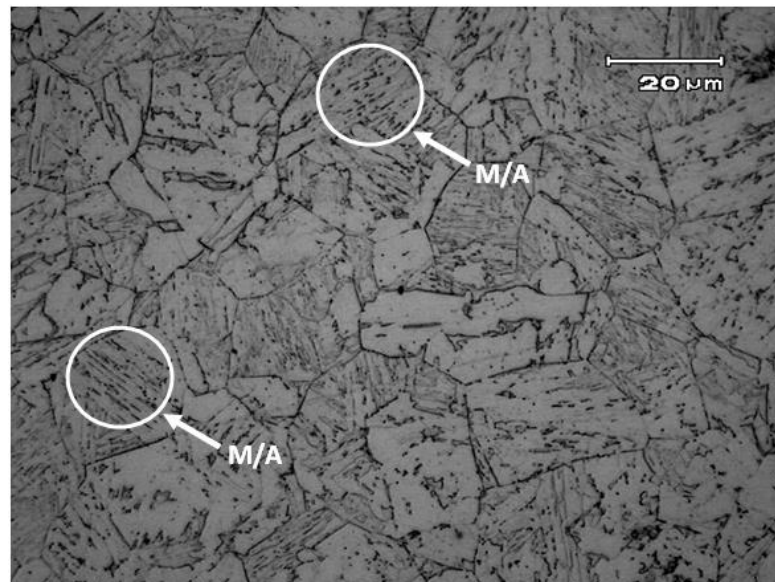


Figura 4.5 – Microestrutura do material 9Ni como recebido, em uma maior magnificação. M/A refere-se ao constituinte Martensita-Austenita.

As Figura 4.6 e 4.7 apresentam respectivamente as microestruturas dos materiais 5,5Ni e 9Ni com os tratamentos térmicos de têmpera e revenido. A microestrutura produzida é martensita revenida (ripas) de baixo carbono.



Figura 4.6 – Microestrutura do material 5,5Ni com tratamento de têmpera e revenido.

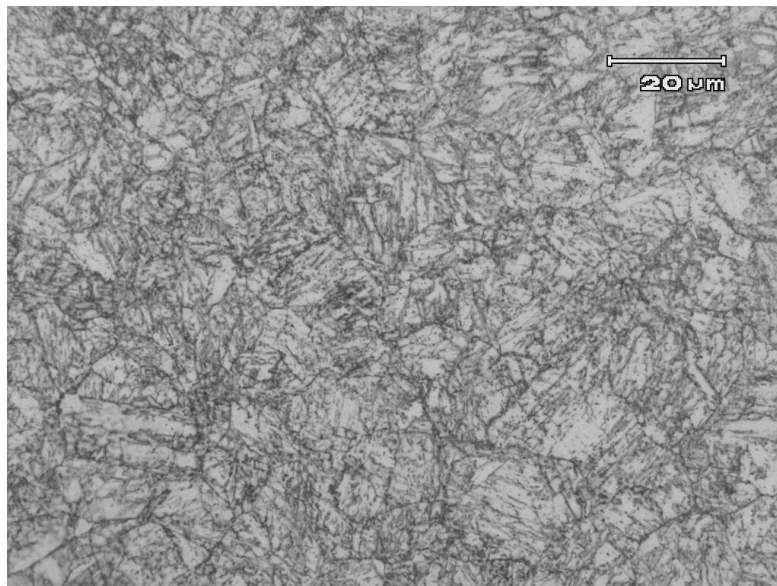


Figura 4.7 – Microestrutura do material 9Ni com os tratamentos térmicos de têmpera e revenido.

4.5 Análise de austenita retida

As análises via difração de raios X para verificação da presença de austenita retida, realizadas nos aços 5,5Ni e 9Ni, com e sem os tratamentos térmicos de têmpera e revenido, não detectaram a presença de austenita retida.

Strife e Passoja (1980) em seus estudos verificaram a presença de austenita retida abaixo de 0,5% para o aço 5Ni com tratamentos térmicos *QT*. Para o aço 9Ni, a quantidade de austenita retida detectada através de difração de raios X foi de 5,2%, porém a temperatura de revenido foi de 589,85 °C, mesma temperatura encontrada pelos autores para A_{C1} do aço 9Ni.

Strife e Passoja (1980), quando realizaram o revenido em uma temperatura mais baixa, de 539,85 °C, encontraram porcentagens menores que 0,5% de austenita retida no aço 9Ni. Pelo o que é possível observar no trabalho de Strife e Passoja (1980), o revenido realizado na temperatura igual a temperatura de A_{CI} proporcionou a precipitação da fase austenita no aço 9Ni, enquanto o revenido na temperatura de 539,85 °C possibilitou a dissociação de uma possível presença de austenita nos demais constituintes.

Kim, Syn e Morris Jr (1983) em seu trabalho observaram a formação de 5,9% de austenita retida no aço 5,5Ni após um revenido de duas horas na temperatura de 600 °C, subsequente à têmpera. Após revenido de 100 horas na mesma temperatura, foi observada a formação de 8,2% de austenita retida. Os materiais tratados tinham as dimensões (100x100x30) mm. O maior tempo de revenimento juntamente com uma temperatura mais próxima de A_{CI} podem ter influenciado em uma maior formação de austenita retida para os casos aqui abordados do trabalho de Kim, Syn e Morris Jr (1983).

Os resultados obtidos por este trabalho não observam a fase austenita presente nos aços após os tratamentos térmicos de têmpera e têmpera seguida de revenido nos aços 5,5Ni e 9Ni. Com o equipamento utilizado para estas análises, podem ser alcançadas comprovações de até aproximadamente 1% de austenita retida, sendo que valores abaixo deste não se deixam reproduzir com segurança mesmo quando a duração da medição é aumentada enormemente. Sendo desta forma, porcentagens de austenita retida abaixo de 1% que poderiam estar presentes nos aços 5,5Ni e 9Ni dificilmente seriam detectadas com precisão pelo equipamento e software utilizado.

Os difractogramas obtidos nas análises de raios X dos aços 5,5Ni e 9Ni somente temperados são apresentados respectivamente na Figura 4.8(a) e (b), enquanto os difractogramas para o 5,5Ni e 9Ni tratados termicamente com têmpera e revenido são apresentados respectivamente na Figura 4.8(c) e (d). Não é observada a existência de picos de difração da austenita na Figura 4.8(a), (b), (c) e (d). São representados os picos de difração da ferrita e onde eram esperados os picos de difração da austenita. É importante salientar que através destas análises de difração de raios X, os picos de difração da martensita e da ferrita são representados sobrepostos nos difractogramas, o que impossibilita a diferenciação entre estes picos.

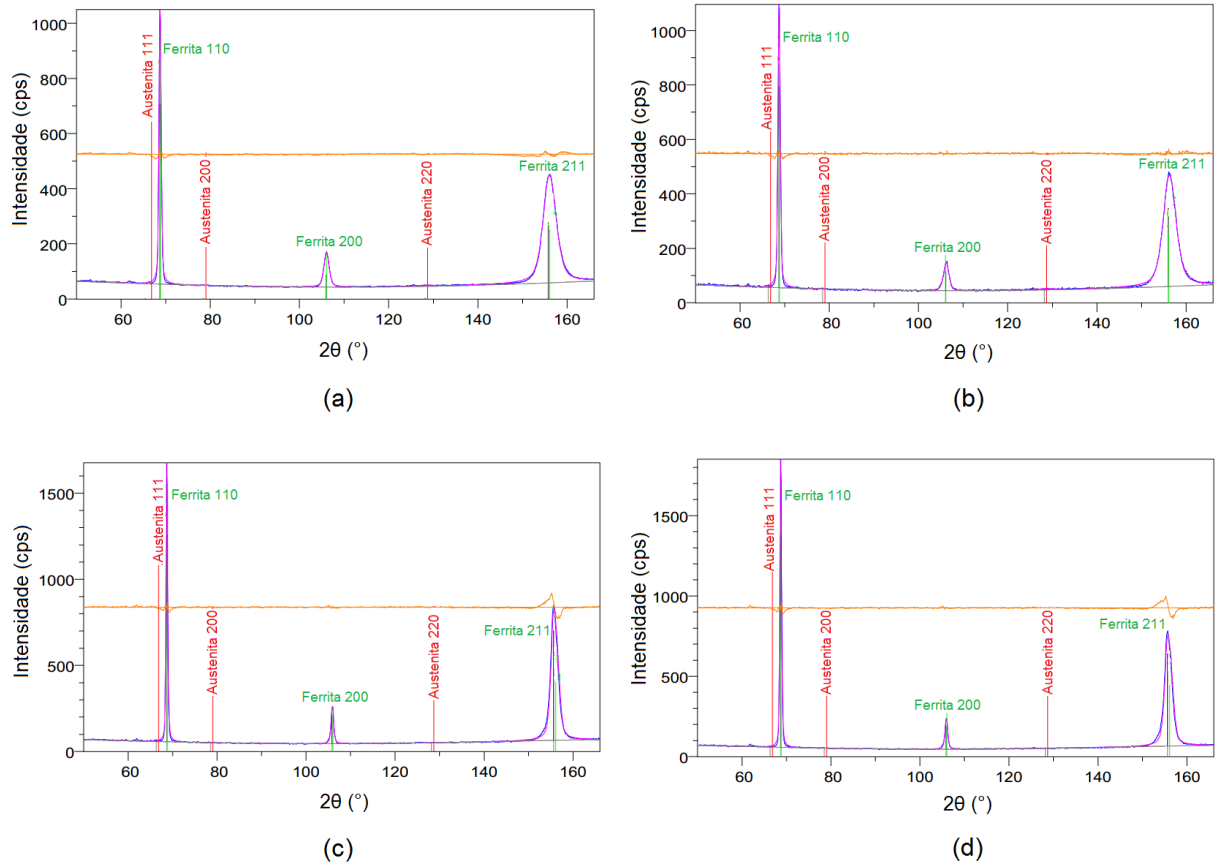


Figura 4.8 – Difractogramas dos aços 5,5Ni em (a) e 9Ni em (b) somente temperados, e difractogramas dos aços 5,5Ni em (c) e 9Ni em (d) com têmpera e revenido.

4.6 Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura

4.6.1 Resultados para o aço 5,5Ni

A Tabela 4.3 resume as condições de ensaio para o material 5,5Ni, também apresentando os valores calculados para o *CTOD* nas referidas condições.

Tabela 4.3 – Condições de ensaio e *CTOD* calculado para o aço 5,5Ni.

Condição	Tratamento térmico	Temperatura	Corpo de prova hidrogenado	CTOD médio	CTOD máximo e mínimo	
1	sem	ambiente	não	0,591	0,592	0,589
2	sem	-100 °C	não	0,021	0,023	0,019
3	sem	-100 °C	sim	0,026	0,028	0,023
4	QT	ambiente	não	0,333	0,348	0,318
5	QT	-100 °C	não	0,407	0,465	0,348
6	QT	-100 °C	sim	0,341	0,360	0,321

Com o auxílio da Tabela 4.3, pode-se observar uma redução em torno de 44% na média dos valores calculados de *CTOD* assim que o aço 5,5Ni sofreu tratamento térmico e foi ensaiado em temperatura ambiente, em comparação com o material como recebido ensaiado na *TA*. Após os tratamentos térmicos aplicados ao aço 5,5Ni, uma elevação nas propriedades mecânicas como a elevação na tensão de escoamento é possível. Qiu *et al* (2014) verificou que a contribuição do *CTOD* elástico (δ_{el}) com o *CTOD* global (δ) não é tão significativa quanto a parcela de contribuição do *CTOD* plástico (δ_{pl}). A elevação na tensão de escoamento do material acarreta uma baixa capacidade de deformação plástica do material, o que reduz a parcela significativa do δ_{pl} no cálculo do *CTOD* global. Em vista do que foi colocado, a provável elevação na tensão de escoamento do aço 5,5Ni após o tratamento térmico pode explicar a redução nos valores de *CTOD* calculados para o material com tratamento térmico ensaiado na *TA*.

É possível observar na Tabela 4.3 a disparidade entre os valores de *CTOD* médio para o material 5,5Ni com e sem tratamento térmico, submetido a ensaios na temperatura de -100 °C e sem hidrogenação. É observada uma grande elevação nos valores médios de *CTOD* após o tratamento térmico deste material quando ensaiado em baixas temperaturas, com elevações na ordem de 1838%.

Os valores de *CTOD* calculados para o material 5,5Ni após ensaios realizados na temperatura de -100 °C com corpos de prova hidrogenados por trinta dias podem ser conferidos na Tabela 4.3. Pode-se observar uma elevação de 1212% no valor médio de *CTOD* após os tratamentos *QT* no aço 5,5Ni com hidrogenação.

Como é possível constatar, os resultados de *CTOD* observados para as Condições 3 e 6 são bastante similares às Condições 2 e 5, que são as condições correspondentes às primeiras sem a hidrogenação pelo período de trinta dias. Uma redução de aproximadamente 16% é observada nos valores médios de *CTOD* calculados entre a Condição 5 e a Condição 6, sendo as duas condições com os corpos de prova tratados termicamente para o aço 5,5Ni. Diferença nos valores médios de *CTOD* dá-se fundamentalmente devido a maior variação de *CTOD* quando na Condição 5, como pode-se observar na Figura 4.15, que aponta o valor de *CTOD* mínimo do aço 5,5Ni com *QT* próximo ao valor de *CTOD* médio do aço 5,5Ni com *QT* e hidrogenação, ambos na temperatura de -100 °C.

A Figura 4.9 apresenta as macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para obtenção de *CTOD* do aço 5,5Ni. São apresentadas as regiões do entalhe e as superfícies onde se observam as pré-trincas de fadiga e também as fraturas produzidas durante os ensaios.

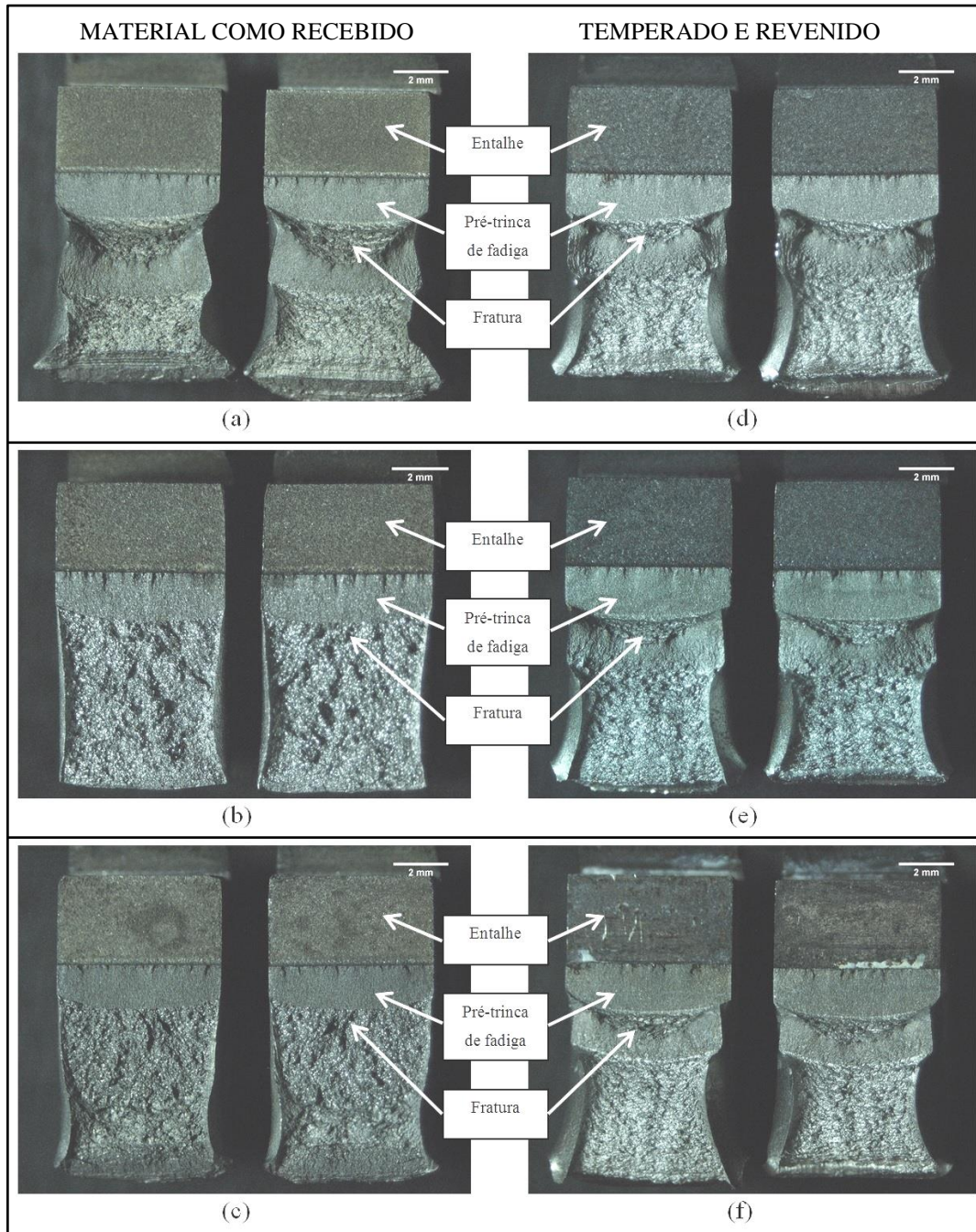


Figura 4.9 – Macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do $CTOD$ para o material 5,5Ni: (a) TA material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com QT na TA, (e) material com QT em -100 °C, (f) material com QT a -100 °C com hidrogenação.

Nos ensaios realizados na temperatura ambiente, o aço 5,5Ni como recebido e com QT , respectivamente observados na Figura 4.9(a) e (d), apresentou características de fratura dúctil, apresentando uma superfície rugosa e a presença de *shear lips* nas laterais dos corpos de prova. Ao comparar a região de fratura observada na Figura 4.9(a) com a observada na Figura 4.9(d), percebe-se que a região de fratura de (a) é menor que de (d), pois para o 5,5Ni

ensaiado em temperatura ambiente sem QT ocorreu maior deformação plástica à frente da trinca.

Já em ensaios na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, sem e com saturação de hidrogênio (ver Figura 4.9(b) e (c)), o aço 5,5Ni assim como recebido apresentou uma superfície de fratura mais lisa e com aparência frágil, praticamente sem *shear lips*, indicando baixa tenacidade.

O tratamento térmico de têmpera e revenido realizado nos corpos de prova do aço 5,5Ni foi capaz de manter uma boa tenacidade neste aço, mesmo quando os ensaios foram realizados a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ com e sem hidrogenação, evidenciado por superfícies de fratura com aparência dúctil, rugosa e apresentando *shear lips*, como as observadas na Figura 4.9(e) e (f).

A Figura 4.10 apresenta as fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova do aço 5,5Ni, ensaiados na temperatura ambiente e a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ com e sem hidrogenação.

As fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova do material 5,5Ni, com e sem tratamentos térmicos, podem ser observadas respectivamente na Figura 4.10(a) e (d), onde *dimples* são observados na superfície de fratura (região inferior da figura), evidenciando uma fratura formada por micromecanismos de formação dúctil.

As Figura 4.10(b) e (c) apresentam as fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para o material 5,5Ni como recebido na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente sem e com hidrogenação. É possível observar a formação de facetas de clivagem, mecanismo de formação de fratura frágil. Uma fratura governada por um mecanismo de formação frágil não apresenta apreciável deformação plástica, o que colaborou para um valor de $CTOD$ muito baixo observado para o aço 5,5Ni como recebido quando ensaiado na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Na transição da pré-trinca de fadiga para a trinca de ensaio observada nas fractografias das Figura 4.10(b) e (c), não é observado o embotamento da trinca, mais uma característica que evidencia uma fratura frágil.

Após os tratamentos térmicos efetuados, é evidente a mudança do modo de fratura nos corpos de prova do aço 5,5Ni ensaiados na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ sem e com hidrogenação.

As Figura 4.10(e) e (f) apresentam superfícies de fratura com *dimples*, característica de uma fratura dúctil. É clara a transição do modo de fratura frágil, observado nas Figura 4.10(b) e (c), para um modo de fratura dúctil, observado nas Figura 4.10(e) e (f).

É possível observar a formação de uma superfície lisa na interface da pré-trinca de fadiga com a trinca de ensaio na Figura 4.10(a), (d), (e) e (f), sendo que nesta região ocorre o cegamento ou embotamento da trinca antes de uma propagação estável desta.

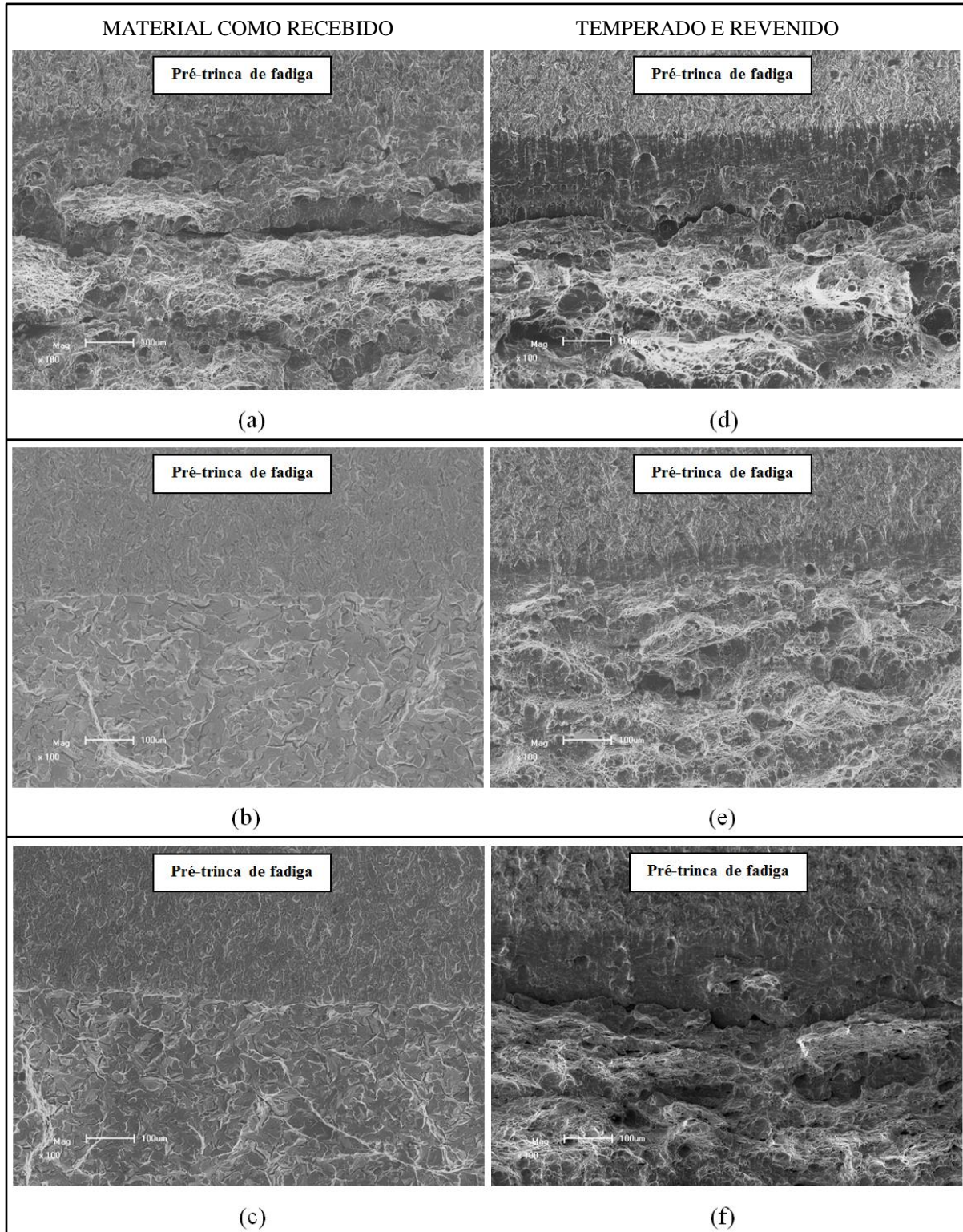


Figura 4.10 – Fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do *CTOD* do material 5,5Ni. (a) *TA* material como recebido, (b) $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ material como recebido, (c) $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ material como recebido e com hidrogenação, (d) material com *QT* na *TA*, (e) material com *QT* a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, (f) material com *QT* a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ com hidrogenação.

A Figura 4.11 evidencia, em uma região próxima a região de transição pré-trinca de fadiga-trinca do ensaio, a formação de facetas de clivagem na superfície de fratura de corpo de prova ensaiado na Condição 2.

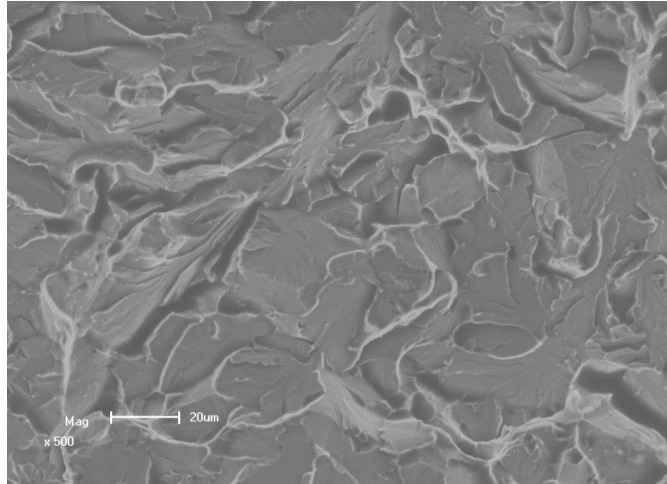


Figura 4.11 – Fractografia da superfície de fratura do aço 5,5Ni como recebido, ensaiado a -100 °C sem hidrogenação, apresentando a formação de facetas de clivagem.

4.6.2 Resultados para o aço 9Ni

A Tabela 4.4 resume as condições de ensaio para o material 9Ni, também apresentando os valores calculados para o *CTOD* em cada condição.

Tabela 4.4 – Condições de ensaio e *CTOD* calculado para o aço 9Ni.

Condição	Tratamento térmico	Temperatura	Corpo de prova hidrogenado	<i>CTOD</i> médio	<i>CTOD</i> máximo e mínimo	
7	sem	ambiente	não	0,242	0,262	0,222
8	sem	-100 °C	não	0,172	0,199	0,145
9	sem	-100 °C	sim	0,179	0,187	0,171
10	QT	ambiente	não	0,284	0,360	0,207
11	QT	-100 °C	não	0,302	0,361	0,243
12	QT	-100 °C	sim	0,275	0,310	0,239

O material 9Ni, após o tratamento térmico *QT*, apresentou valores de *CTOD* em média maiores que o mesmo material sem tratamento térmico, para ensaios na temperatura ambiente. Entretanto, como pode-se observar na Figura 4.16, a variação nos valores calculados de *CTOD* para o 9Ni com *QT* na *TA* é grande, observando-se um limite inferior próximo aos valores de *CTOD* obtidos para o mesmo aço sem tratamentos térmicos e na mesma

temperatura. Esperava-se observar uma pequena redução nos resultados em média da tenacidade à fratura do aço na Condição 10 em relação à Condição 7, em vista do que foi abordado anteriormente sobre o efeito da elevação da tensão de escoamento, resultando em uma menor habilidade de deformação plástica e consequente redução nos valores de δ global.

A influência do tratamento térmico na tenacidade à fratura do aço 9Ni quando este aço exposto a temperaturas de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pode ser observada na Tabela 4.4. O aço 9Ni sem tratamento térmico apresentou valores de *CTOD* em média de 0,172 mm (Condição 8), e este mesmo aço com tratamentos térmicos *QT* apresentou valores calculados de *CTOD* em média de 0,302 mm (Condição 11). Houve uma elevação em torno de 76% nos valores médios de *CTOD* na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ quando os ensaios foram realizados com corpos de prova tratados termicamente.

Novamente, assim como no aço 5,5Ni, não foi observado uma grande redução no *CTOD* calculado para os corpos de prova do aço 9Ni expostos à hidrogenação durante 30 dias e ensaiados na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. O *CTOD* observado para as Condições 9 e 12 (respectivamente material sem e com *QT*, $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ e com hidrogenação) não diferiu substancialmente das respectivas condições do material sem hidrogenação, Condição 8 e 11.

A Figura 4.12 apresenta as macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para o aço 9Ni. São apresentadas as regiões do entalhe e as superfícies onde se observam as pré-trincas de fadiga e também as fraturas produzidas durante os ensaios. Todas as macrografias apresentam uma aparência de fratura dúctil, porém é observado nas Figura 4.12(b) e (c) uma menor formação de *shear lips*, que pode ser associado a uma menor deformação plástica.

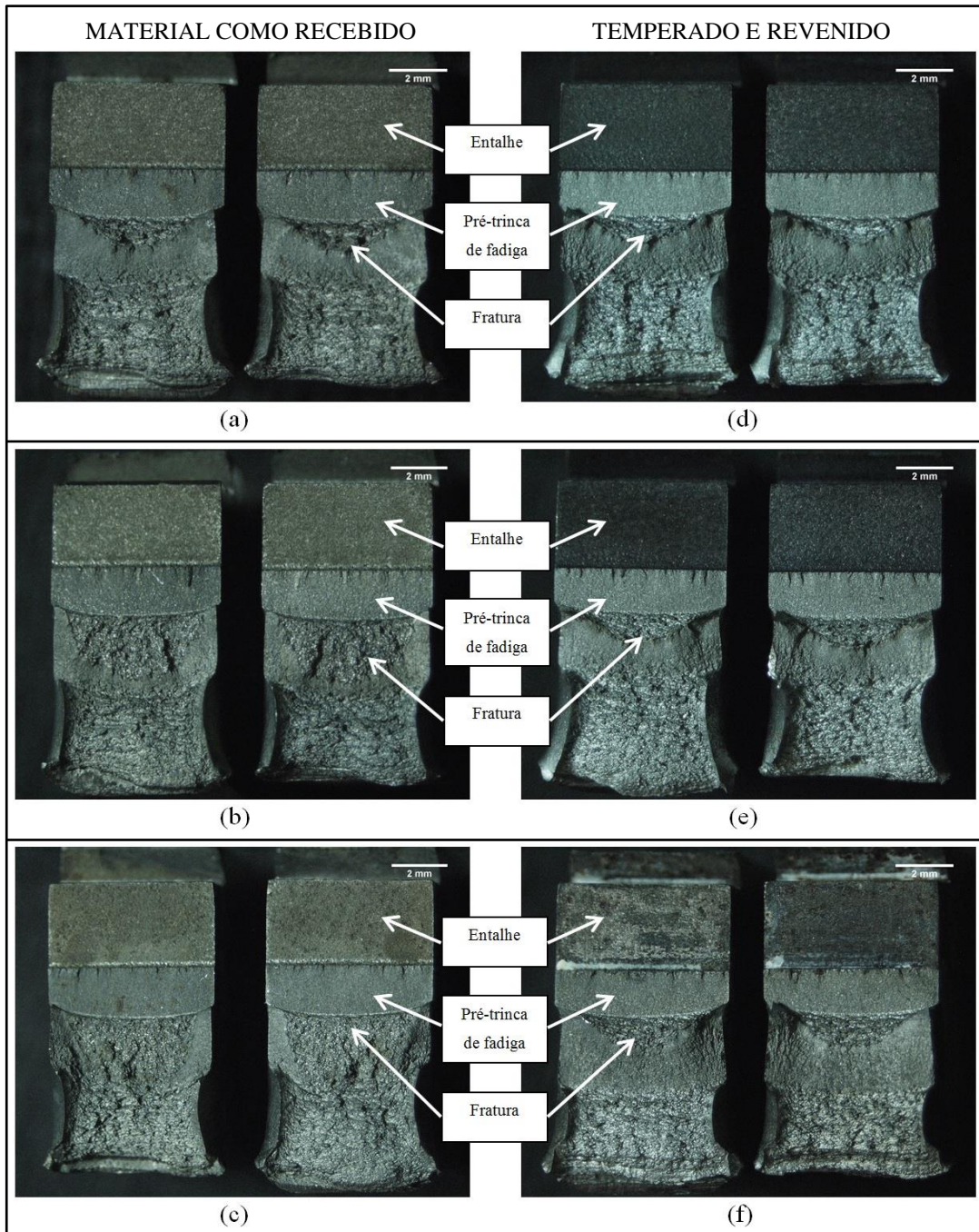


Figura 4.12 – Macrografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do *CTOD* para o aço 9Ni. (a) *TA* material como recebido, (b) -100 °C material como recebido, (c) -100 °C material como recebido e com hidrogenação, (d) material com *QT* na *TA*, (e) material com *QT* em -100 °C, (f) material com *QT* a -100 °C com hidrogenação.

A Figura 4.13 apresenta as fractografias das superfícies de fratura do material 9Ni. É possível observar em (a) (ensaio em *TA* e material como recebido) e em (d) (ensaio em *TA* e material com *QT*) a formação do embotamento da trinca antes da propagação estável, além da formação de *dimples* na superfície da fratura, o que evidencia uma fratura governada por um mecanismo de formação dúctil.

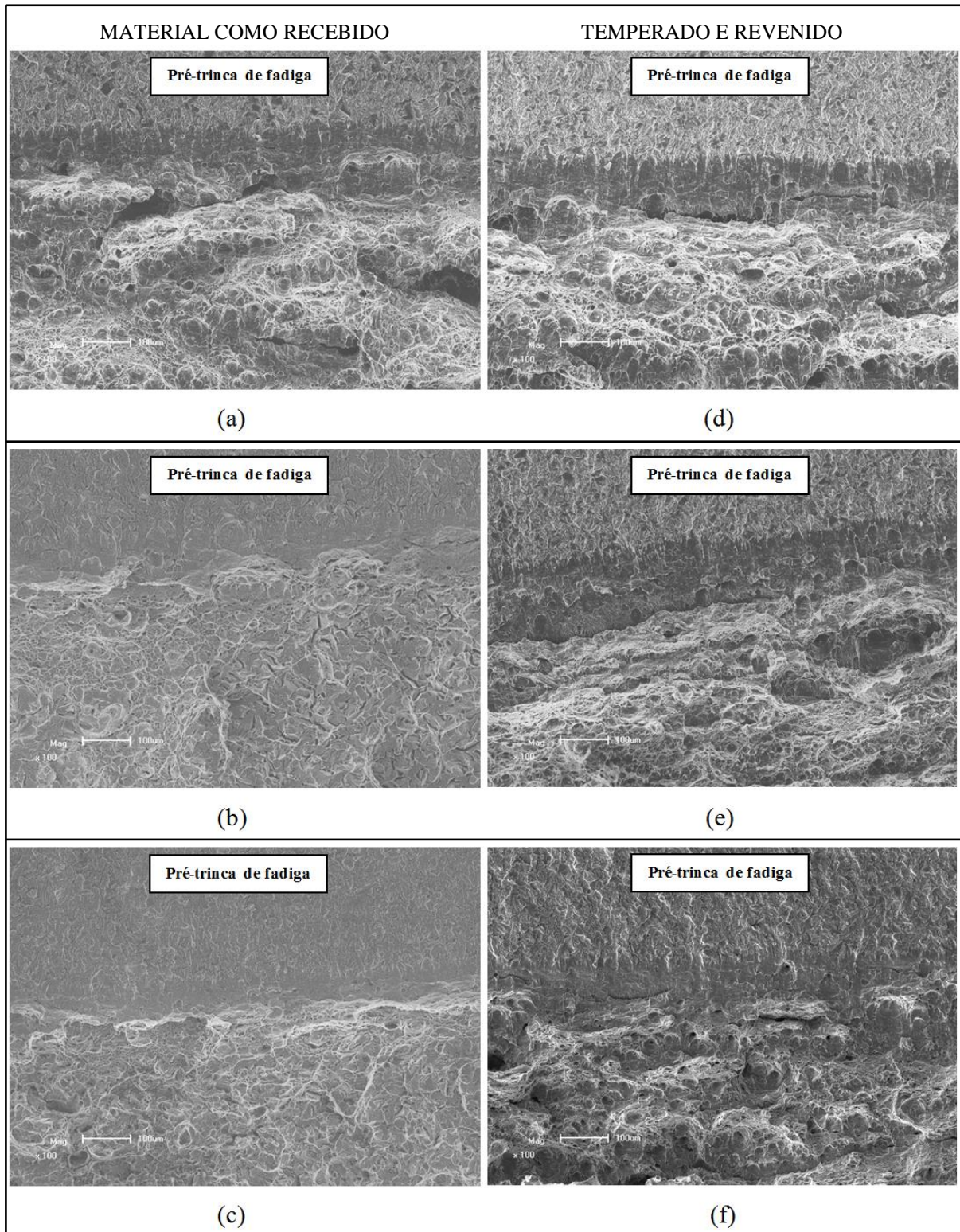


Figura 4.13 – Fractografias das superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados para determinação do *CTOD* do material 9Ni. (a) *TA* material como recebido, (b) $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ material como recebido, (c) $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ material como recebido e com hidrogenação, (d) material com *QT* na *TA*, (e) material com *QT* a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, (f) material com *QT* a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ com hidrogenação.

O aço 9Ni, sem tratamentos térmicos, quando ensaiado na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (sem e com hidrogenação) apresentou uma superfície de fratura com facetas de clivagem e *dimples*

em alguns pontos próximos à zona de transição, caracterizando uma fratura com formação mista, como é possível observar na Figura 4.13(b) e (c). A formação de uma pequena zona onde ocorre o cegamento da trinca antes da propagação estável é observada na Figura 4.13(b) e (c). A Figura 4.14 apresenta a superfície de fratura com maior aumento em uma região próxima a zona de transição de um corpo de prova do material 9Ni na Condição 8, onde é possível observar a formação de clivagem e *dimples* em alguns pontos.

O desenvolvimento de uma fratura mista pode ter contribuído para um menor valor de *CTOD* para o aço 9Ni em ensaios na temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, pois os micromecanismos de formação frágil não proporcionam uma considerável deformação plástica ao material.

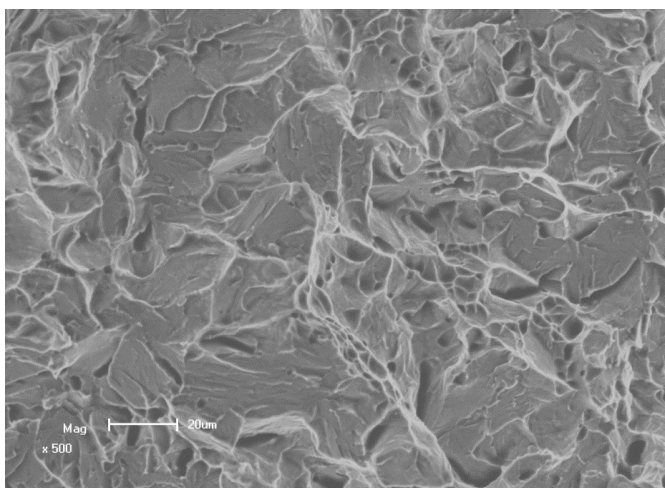


Figura 4.14 – Fractografia da superfície de fratura do aço 9Ni na Condição 8, apresentando a formação de facetas de clivagem e alguns *dimples*.

Após os tratamentos térmicos, a superfície de fratura das amostras ensaiadas a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ para o 9Ni não apresentaram uma fratura mista, e sim uma fratura dúctil com coalescência de microcavidades, como é possível observar na Figura 4.13(e) e (f), material respectivamente sem e com hidrogenação. A zona de estiramento (ou embotamento) observada na Figura 4.13(e) e (f) parece ser maior que aquela observada na Figura 4.13(b) e (c), o que indica uma maior deformação plástica antes da propagação estável da trinca.

4.6.3 Considerações finais

A Figura 4.15 apresenta os valores de *CTOD* médio calculados para o aço 5,5Ni, nas condições estudadas, bem como os valores máximos e mínimos de *CTOD* observados para cada condição.

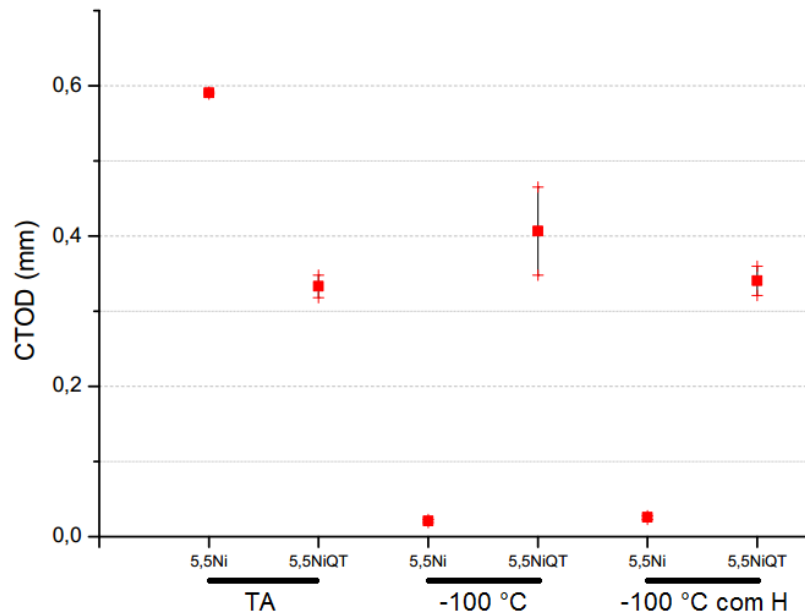


Figura 4.15 – Representação gráfica dos valores de *CTOD* médio calculados para o aço 5,5Ni, juntamente com as variações máximas e mínimas para cada condição estudada.

Em temperaturas de -100 °C , o aço 5,5Ni sem tratamentos térmicos apresenta um comportamento frágil, com valores mínimos de *CTOD* calculados. Após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido (*QT*), o aço 5,5Ni manteve valores de *CTOD* praticamente constantes na temperatura ambiente e também em baixas temperaturas, apenas uma elevação no valor médio de *CTOD* para este aço é observada no material sem hidrogenação ensaiado a -100 °C , devido a grande variação nos resultados. É no material 5,5Ni que se observa um maior efeito dos tratamentos térmicos na tenacidade à fratura do material em baixas temperaturas.

Como é possível observar na Figura 4.3, o aço 5,5Ni assim como recebido apresenta uma microestrutura constituída de ferrita granular e o que pode ser o constituinte *M/A*. No aço 5,5Ni sem tratamentos térmicos o que é sugerido ser o constituinte *M/A* apresenta uma forma grosseira, em ilhas dispersas na matriz ferrítica.

Wang e Lian (2014) verificaram que a iniciação de microtrincas geralmente ocorre na interface de ilhas do constituinte *M/A* grosseiro com a matriz ferrítica, acarretando um efeito deletério na tenacidade de aços em baixas temperaturas.

Segundo Lan *et al* (2011), quanto maior o tamanho do constituinte *M/A*, menor é a carga requerida para iniciar e propagar microtrincas. No caso do aço 5,5Ni sem *QT* aqui avaliado em temperatura de -100 °C (com e sem hidrogenação), a presença de constituintes *M/A* com forma grosseira pode ter influenciado na formação de trincas governadas por um

processo de formação frágil, como as observadas na Figura 4.10(b) e (c), resultando em uma fratura frágil com baixo valor de *CTOD*.

Após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido, a formação de martensita revenida é observada no aço 5,5Ni, como é possível visualizar na Figura 4.6. A martensita em ripas apresenta uma grande desorientação de contornos de grão/pacotes, o que impede efetivamente a propagação de microtrincas na clivagem, criando um *crack arrest* (Lan *et al*, 2011). Além disso, a presença de partículas de segunda fase, como no caso da martensita revenida, pode proporcionar a formação de vazios que levam a uma fratura dúctil, como aquelas observadas na Figura 4.10(e) e (f), e por conseguinte maiores valores de *CTOD* devido a maior deformação plástica experimentada pelo material.

A Figura 4.16 apresenta os valores de *CTOD* médio calculados para o aço 9Ni, nas condições estudadas, bem como os valores máximos e mínimos de *CTOD* observados para cada condição. Como é possível observar na Figura 4.16, após os tratamentos térmicos no aço 9Ni o *CTOD* médio manteve-se praticamente constante tanto na temperatura ambiente como a -100 °C, sem e com hidrogenação.

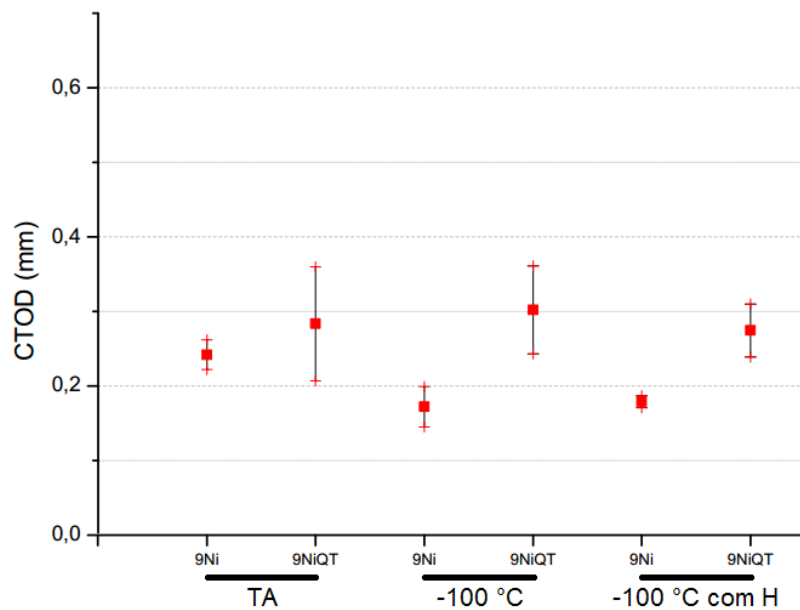


Figura 4.16 – Representação gráfica dos valores de *CTOD* médio calculados para o aço 9Ni, juntamente com as variações máximas e mínimas para cada condição estudada.

Como é possível constatar na Figura 4.16, os valores médios de *CTOD* para o aço 9Ni sem tratamentos térmicos são menores que os observados para o mesmo aço com *QT*, principalmente em baixas temperaturas. Após sofrer tratamentos térmicos de têmpera e revenido, o aço 9Ni apresenta uma microestrutura composta de martensita em ripas, como a

observada na Figura 4.7. Lan *et al* (2011) constataram que a presença do constituinte *M/A* em uma estrutura bainítica, parecida com a observada na Figura 4.5, reduz a tenacidade do material principalmente em baixas temperaturas, onde o constituinte *M/A* serve como um ponto de início para a clivagem. A microestrutura composta por martensita em ripas, quando comparada por Lan *et al* (2011) à microestrutura bainítica com o constituinte *M/A*, apresenta um tamanho de grão efetivo bem menor, o que contribui para um efeito de dificultar o crescimento de microtrincas por clivagem. Chatzidouros *et al* (2014) verificaram que a redução do tamanho de grão efetivo aumenta a tensão necessária para que ocorra clivagem, reduzindo a *DBTT* para temperaturas menores. A microestrutura composta por martensita revenida apresentada pelo aço 9Ni após os tratamentos térmicos pode ter contribuído na elevação da tensão necessária para que ocorra clivagem, diminuindo a *DBTT* e aumentando por conseguinte a energia absorvida pela fratura. A ausência de clivagem, como é possível observar na Figura 4.13(e) e (f), e a elevação dos valores médios de *CTOD* observados para o 9Ni após *QT* corroboraram o que foi exposto.

A tenacidade à fratura do aço 9Ni é superior a do aço 5,5Ni na temperatura de -100 °C, materiais assim como recebidos. Os materiais assim como recebidos apresentam uma microestrutura composta por ferrita granular e ilhas de *M/A*, e ferrita acicular e *M/A* finamente disperso, como é possível observar, respectivamente para o aço 5,5Ni na Figura 4.3, e aço 9Ni na Figura 4.4. Wang e Lian (2014) verificaram que uma microestrutura composta por ferrita acicular e o constituinte *M/A* finamente disperso tem tamanho de grão efetivo menor que uma microestrutura composta por ferrita quasi-poligonal e ilhas grosseiras de *M/A*, o que acarreta em aumento da tensão necessária para que ocorra clivagem na primeira microestrutura, reduzindo a *DBTT*.

Li *et al* (2014) observam que o constituinte *M/A* grosseiro reduz a tenacidade de aços utilizados em tubulações, sendo que os autores verificam que quanto maior o grão austenítico prévio, maior será o tamanho do constituinte *M/A* e conseqüentemente menor será a tenacidade do aço. Li *et al* (2014) também verificam que quanto maior o tamanho do constituinte *M/A*, existe a formação de uma superfície de fratura totalmente frágil, apresentando somente clivagem, ao passo que em uma microestrutura bainítica com *M/A* de menor dimensão existe a formação de bandas com fratura dúctil.

O aço 9Ni sem tratamento térmico, quando ensaiado na temperatura de -100 °C, apresentou uma superfície de fratura com *dimples* e clivagem (ver Figura 4.13(b) e (c)), assim como aquela observada por Li *et al* (2014) para o aço com *M/A* de menor dimensão. O aço 5,5Ni sem tratamento térmico, quando ensaiado na temperatura de -100 °C, apresentou uma

superfície de fratura somente com clivagem (ver Figura 4.10(b) e (c)). Pode-se estimar que possivelmente a microestrutura do aço 9Ni sem tratamentos térmicos proporcionou ao aço uma maior barreira à propagação da clivagem em relação ao aço 5,5Ni sem *QT*, devido ao efeito de *crack arrest* da microestrutura com possível menor tamanho de grão efetivo e menor tamanho do constituinte *M/A*. Uma fratura com maior absorção de energia leva a uma maior deformação plástica do material, acarretando em um valor maior de *CTOD*, como aqueles observado para o aço 9Ni em relação ao aço 5,5Ni em ensaios a -100 °C e materiais sem tratamentos térmicos.

O período de trinta dias de hidrogenação pré-ensaio, para saturação de hidrogênio na região da ponta da trinca, não contribuiu para uma diferença significativa em valores de tenacidade à fratura, baseando-se nos resultados obtidos para os materiais como recebidos e com *QT*, sem hidrogenação e com hidrogenação. Uma leve redução é observada nos valores de *CTOD* dos corpos de prova hidrogenados em relação aos corpos de prova sem hidrogenação para os dois aços, em ensaios na temperatura de -100 °C. Este tipo de variação pode estar dentro da margem de erro dos resultados experimentais, uma vez que quando há fragilização pelo hidrogênio uma fratura frágil é esperada juntamente com uma redução acentuada de ductilidade e por conseguinte redução de *CTOD*. Não é constatada nenhuma tendência significativa, sejam elas em valores médios de *CTOD*, como também análises macrográficas e fractográficas das superfícies de fratura, daquelas observadas para o grupo de condições de ensaio na temperatura de -100 °C sem hidrogenação. Pode-se inferir, portanto, que a possível saturação de hidrogênio na região da ponta da trinca não contribuiu para uma fragilização induzida pelo hidrogênio e conseguinte redução nos valores observados de tenacidade à fratura, pois os resultados de *CTOD* observados para as condições de ensaio na temperatura de -100 °C com hidrogenação apontaram valores semelhantes aos valores de *CTOD* calculados para as condições de ensaio na temperatura de -100 °C sem hidrogenação.

Chatzidouros *et al* (2014) verificaram que existe a influência do hidrogênio na tenacidade à fratura do aço X65 quando este aço é submetido à saturação de hidrogênio e ensaiado usando baixa taxa de deslocamento, na ordem de 1,67E-04 mm/s. A taxa de deslocamento aqui utilizada foi de 0,5 mm/min, e como o hidrogênio atômico difundido para regiões da ponta da trinca possui um raio atômico muito pequeno, pode ter ocorrido uma difusão e uma possível fuga do elemento da região da ponta da trinca durante o ensaio na temperatura de -100 °C, ou até mesmo durante o manutenção em temperaturas tão baixas como a do nitrogênio líquido (~77 K) em que as amostras foram mantidas até o momento do ensaio.

Os resultados de tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni aqui observados demonstram que em temperaturas de até $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, o aço 5,5Ni apresenta valores de tenacidade similares aos observados no aço 9Ni após ambos submetidos aos tratamentos térmicos *QT*. Estes resultados de tenacidade à fratura aqui apresentados podem atender expectativas de aplicações que requerem boa tenacidade dos materiais expostos à temperaturas de até $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Por exemplo, para a condução de CO_2 , caso haja uma descompressão devido a um vazamento na linha de condução, haverá uma redução de temperatura perto do local de vazamento, e a temperatura pode chegar a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Como diretrizes de projeto para a condução de CO_2 indicam a utilização de materiais com boa tenacidade em baixas temperaturas, nestes casos a utilização do aço 5,5Ni com tratamentos de têmpera e revenido faz-se uma boa alternativa.

Entretanto, se a temperatura de operação for na ordem de $-168\text{ }^{\circ}\text{C}$, como na estocagem de *LNG*, o aço 5,5Ni após os tratamentos *QT* pode experimentar uma transição no modo de fratura, podendo desenvolver uma fratura governada por um mecanismo de formação frágil, como é possível observar na Figura 2.5(a), pois nesta temperatura o aço 5,5Ni com tratamentos *QT* estará no patamar inferior da curva de transição. Uma alternativa seria a aplicação dos tratamentos térmicos *QLT* ao aço 5,5Ni em uma possível utilização em temperaturas abaixo de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$, pois como é possível observar na Figura 2.5(a), a transição dúctil-frágil para o material nesta condição é transposta para temperaturas abaixo de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Uma maior atenção é dada ao aço 5,5Ni pois, uma vez que os critérios de tenacidade deste aço sejam atendidos mesmo em temperaturas criogênicas, a aplicabilidade do aço 9Ni em temperaturas criogênicas é questionável, pois a adição do elemento níquel à liga é dispendiosa, e uma vez que a redução do elemento ligante é possível sem perdas na tenacidade, a maior adição de elemento de liga é considerada desnecessária.

5 CONCLUSÕES

No presente trabalho, foram realizados ensaios para a avaliação da tenacidade à fratura de aços ligados ao níquel para aplicações criogênicas. Os aços 5,5Ni e 9Ni foram analisados sem tratamentos térmicos, e também com os tratamentos térmicos de têmpera seguida de revenimento. Os ensaios para a determinação do *CTOD* destes materiais foram realizados na temperatura ambiente e também na temperatura de -100 °C. A avaliação da influência do hidrogênio na tenacidade à fratura foi realizada para os aços sem tratamentos térmicos e com tratamentos térmicos, em ensaios realizados na temperatura de -100 °C.

Nos ensaios realizados na temperatura ambiente, o aço 5,5Ni sem tratamento térmico apresentou o maior valor de *CTOD*, com valores médios de 0,591 mm. Os tratamentos térmicos de têmpera e revenido proporcionaram um refinamento da microestrutura do aço 5,5Ni, contribuindo para um possível aumento de resistência mecânica e por conseguinte diminuição de 44% do *CTOD* global observado na temperatura ambiente. O aço 9Ni manteve valores de *CTOD* em torno de 0,25 mm, sofrendo uma pequena elevação no valor médio de *CTOD* observado para a condição de tratado termicamente devido a maior variação nos resultados.

A contribuição mais contundente do tratamento térmico é observada quando o aço 5,5Ni foi testado na temperatura de -100 °C. Sem a aplicação dos tratamentos *QT*, os valores de *CTOD* para o aço 5,5Ni são na ordem de 0,021 mm, apresentando inclusive uma fratura frágil do corpo de prova. Com a aplicação dos tratamentos *QT*, o *CTOD* para o aço 5,5Ni cresce para valores médios de 0,407 mm, um acréscimo de 1838%, com uma transição no modo de fratura frágil para dúctil. O aço 9Ni acresceu 76% no seu *CTOD* na temperatura de -100 °C com corpos de prova tratados termicamente, partindo de valores médios absolutos de 0,172 mm sem tratamentos e 0,302 com tratamentos térmicos.

Os valores de *CTOD* calculados para os materiais 5,5Ni e 9Ni, após os ensaios realizados na temperatura de -100 °C, com corpos de prova hidrogenados por trinta dias, apresentaram resultados similares aos observados para os corpos de prova sem hidrogenação ensaiados na temperatura de -100 °C.

As análises aqui apresentadas sugerem que após os tratamentos térmicos de têmpera e revenido o aço 5,5Ni mantém valores constantes de tenacidade à fratura mesmo em temperaturas de até -100 °C. O aço 9Ni, após os tratamentos térmicos, também manteve valores de *CTOD* razoavelmente constantes em baixas temperaturas. Se porventura critérios de projetos aceitam valores de *CTOD* próximos a 0,400 mm em temperaturas criogênicas, o

aço 5,5Ni parece ser uma alternativa razoável ao aço 9Ni para aplicações em temperaturas de até -100 °C, somente aplicando a esses aços os tratamentos térmicos de têmpera seguida de revenimento. A utilização do aço 5,5Ni na fabricação de tubulações para a condução do gás CO_2 pode ser considerada uma alternativa interessante à indústria de óleo e gás, uma vez que os projetos que comissionam este gás devem prever a utilização de materiais com boa tenacidade em baixas temperaturas.

Como sugestões para trabalhos futuros, propõe-se a avaliação da tenacidade à fratura dos aços 5,5Ni e 9Ni variando-se os tratamentos térmicos, aplicando-se tratamentos térmicos *QT*, *QLT* ou também *NNT* em diferentes temperaturas de ensaio, além da determinação da curva *DBTT* para os materiais com diferentes tratamentos térmicos.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANDERSON, T.. **Fracture Mechanics**. 3rd ed. Taylor & Francis, 2005
- ARCELOR MITTAL. **Arcelor Mittal North America**. Disponível em: <http://www.arcelormittalna.com/plateinformation/documents/en/Inlandflats/ProductBrochure/ARCELORMITTAL%209%20PERCENT%20NICKEL.pdf>> Acesso em: 26 de abril de 2014.
- ASM HANDBOOK. **Corrosion** . 9th ed., Vol. 13. ASM International,1987.
- ASM HANDBOOK. **Fractography**. 9th ed., Vol. 12. ASM International, 1987.
- ASM HANDBOOK. **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**. 10th ed., Vol. 1. ASMInternational, 1993.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM A353/A353M**: Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Double-Normalized and Tempered 9% Nickel. 2009.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM A645/A645M**: Standard Specification for Pressure Vessel Plates, 5% and 5 1/2% Nickel Alloy Steels, Specially Heat Treated. 2010.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E384** Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. 2011.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM D1141**: Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM A333/A333M**: A Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature Service and Other Applications with Required Notch Toughness. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E1823**: Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E1820**: Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E8/E8M**: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. 2013.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM A553/A553M**: Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Quenched and Tempered 7, 8, and 9% Nickel. 2014.
- ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E415–14**: Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry. 2014.
- BARDAL, E.. **Corrosion and Protection**. Springer, 2004.

- BHADESHIA, H., HONEYCOMBE, S.. 3rd ed. **Steels: Microstructure and Properties** Elsevier, 2006.
- BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **BS 7448-1:1991: Fracture Mechanics Toughness Tests - Part 1: Method for determination of K_{Ic}, critical CTOD and critical J values of metallic materials.** 1991.
- CALLISTER, W.. 7th ed. **Materials Science and Engineering - An Introduction.** John Wiley & Sons, 2007.
- CAVANAGH, A., & STUART HASZELDINE, R.. The Sleipner storage site: Capillary flow modeling of a layered CO₂ plume requires fractured shale barriers within the Utsira Formation. **International Journal of Greenhouse Gas Control.** Vol. 21, p.101-112, Feb. 2014.
- CHATZIDOURUS, E. V., PAPAZOGLU, V. J., PANTELIS, D. I. Hydrogen effect on a low carbon ferritic-bainitic pipeline steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, Vol.39, n°32, p.18498–18505, Oct. 2014.
- CHIAVERINI, V.. **Aços e Ferros Fundidos.** 7^a ed. ABM, 2012.
- DET NORSKE VERITAS. **Guideline for the risk management of existing wells at CO₂ geological storage sites.** Det Norske Veritas, 2011.
- DIETER, G.. **Mechanical Metallurgy.** McGraw-Hill, 1988.
- DOSSETT, J. , BOYER, H.. **Practical Heat Treating.** 2nd ed. ASM International, 2006.
- DUTRA, A., NUNES, L.. **Proteção Catódica.** 5^a ed. Interciência, 2011.
- ELDEVIK, F., GRAVER, B., TORBERGSEN, L., SAUGERUD, O..Development of a Guideline for Safe, Reliable and Cost Efficient Transmission of CO₂ in Pipelines. **Energy Procedia**, Vol.1, n°1, 1579-1585, Feb. 2009.
- FASSINA, P., BOLZONI, F., FUMAGALLI, G., LAZZARI, L., VERGANI, L., SCIUCCATI, A.. Influence of hydrogen and low temperature on mechanical behaviour of two pipeline steels. **Engineering Fracture Mechanics**, Vol. 81, p. 43-55, 2012.
- FURUYA, H.; SAITOH, N.; KAYAMORI, Y.; INOUE, T.; UEMORI, R.; TAKAHASHI, Y.; KUREBAYASHI, K.; OKUSHIMA, M.. Development of 6% Nickel Steel for LNG Storage Tanks. In: *ASME 2011, 30th INTERNATIONAL CONFERENCE ON OCEAN, OFFSHORE AND ARCTIC ENGINEERING.* Rotterdam: ASME, 2011. p. 327-331.
- GARRISON Jr, W.; MOODY, N.R.. Ductile Fracture. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, Vol.48, n°11, 1035–1074, 1987.
- GENTIL, V.. **Corrosão.** 3^a ed. LTC, 1996.

- GINGELL, A.. **A bibliographical study of Hydrogen trapping and embrittlement in linepipe steels.** IRSID Unisor Sacilor. Rapport Interne, 1997.
- GLADMAN, T.. **The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels.** 1st ed. Maney Pub, 1997.
- GODEC, M.. **Global Technology Roadmap for CCS in Industry Sectoral Assessment CO2 Enhanced Oil Recovery.** Arlinton: Advanced Resources International, Inc., 2011. 44 p.
- HONDROS, E., SEAH , M., HOFMANN, S., LEJCEK, P.. Interfacial and Surface Microchemistry. In R. CAHN, P. HAASEN (Eds.), **Physical Metallurgy** . 4th ed., Vol. 2. North-Holland, 1996.
- INTERDISCIPLINARY CENTRE FOR ADVANCED MATERIALS SIMULATION (ICAMS). **Icams: Departments: Micromechanical and Macroscopic Modelling: Members, Projects, Publications.** Disponível em: <http://www.icams.de/>. Acesso em 22 de Setembro de 2014.
- JANG, J., JU, J., LEE, B., KWON, D., KIM, W.. Effects of microstructural change on fracture characteristics in coarsegrained heat-affected zones of QLT-processed 9% Ni steel. **Materials Science and Engineering**, Vol. 340, n°1-2, p. 68–79, Jan. 2003.
- JANG, J., YANG, Y., KIM, W., & KWON, D.. Evaluation of Cryogenic Fracture Toughness in SMA-Welded 9% Ni Steels through Modified CTOD Test. **Metals and Materials**, Vol.3, n°4, 230-238, Aug, 1997.
- KIM, J., JAE KIM, H., MORRIS Jr, J.. The role of the constituent phases in determining the low temperature toughness of 5.5Ni cryogenic steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol.15, n°12, 2213-2219, Dec, 1984.
- KIM, J., SYN, C., MORRIS Jr, J.. Microstructural sources of toughness in QLT-Treated 5.5Ni cryogenic steel. **Metallurgical and Materials Transactions**, Vol.14, n°1, 93-103, Jan, 1983.
- KNOOPE, M., RAMÍREZ, A., & FAAIJ, A.. A state-of-the-art review of techno-economic models predicting the costs of CO2 pipeline transport. **International Journal of Greenhouse Gas Control**, Vol.16, p.241-270, Aug. 2013.
- KRAUSS, G. . **Steels: Processing, Structure and Performance.** ASM International, 2005.
- LAN, L., QIU, C., ZHAO, D., GAO, X., DU, L.. Microstructural characteristics and toughness of the simulated coarse grained heat affected zone of high strength low carbon bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, Vol.529, p.192-200, Nov. 2011.

- LESLIE, W., HORNBOGEN, E.. Physical Metallurgy of Steels. In R. CAHN, P. HAASEN (Eds.), **Physical Metallurgy**. 4th ed., Vol. 2. North-Holland, 1996. Capítulo 17.
- LI, X., MA, X., SUBRAMANIAN, S. V., SHANG, C., MISRA, R. D. K.. Influence of prior austenite grain size on martensite–austenite constituent and toughness in the heat affected zone of 700 MPa high strength linepipe steel. **Materials Science and Engineering A**, Vol.616, p.141-147, Oct. 2014.
- MAHGEREFTEH, H., BROWN, S., DENTON, G.. Modelling the impact of stream impurities on ductile fractures in CO2 pipelines. **Chemical Engineering Science**, Vol. 74, p. 200-210, May. 2012.
- MARTIN, M., FENSKE, J., LIU, G., SOFRONIS, P., ROBERTSON, I.. On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels. **Acta Materialia**, Vol 59, p. 1601–1606, Feb. 2011.
- NASCIMENTO, J.. **Avaliação técnico-econômica de ultracentrífugas a gás para remoção de co2 em poços do pré-sal**. 2012. Dissertação para obtenção do título de mestre. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: 2012.
- NEERAJ, T., SRINIVASAN, R., LI, J.. Hydrogen embrittlement of ferritic steels: Observations on deformation microstructure, nanoscale dimples and failure by nanovoiding. **Acta Materialia**, Vol 60, n° 13-14, p. 5160-5171, Aug. 2012.
- NICKEL INSTITUTE. **Nickel Institute**. Disponível em <<http://www.nickelinstitute.org>> Acesso em 08 de novembro de 2014.
- OLDEN, V., ALVARO, A., AKSELSEN, O. M.. Hydrogen diffusion and hydrogen influenced critical stress intensity in an API X70 pipeline steel welded joint - Experiments and FE simulations. **International Journal of Hydrogen Energy**, Vol. 37, n° 14, p. 11474-11486, Aug. 2012.
- PENSE, A., STOUT, R.. **Fracture Toughness Cryogenic Nickel Steels**. Nickel Institute. 1975. 44 p.
- PEREZ, N.. **Fracture Mechanics**. Kluwer Academic Publishers, 2004.
- PERSHAD, H., DURUSUT, E., CRERAR, A., BLACK, D., MACKAY, E., OLDEN, P.. **Economic impacts of CO2-enhanced oil recovery for Scotland**. Element Energy Limited, Dundas Consultants and Heriot Watt University, Edinburgh. 2012. 102 p.
- PRESSOUYRE, G.. Hydrogen Traps, Repellers, and Obstacles in Steel; Consequences on Hydrogen Diffusion, Solubility, and Embrittlement. **Metallurgical Transactions A**, Vol. 14, n° 10, p. 2189-2193, Oct. 1983.

- PULS, M., & KIRKALDY, J.. The Pearlite Reaction. **Metallurgical Transactions**, Vol. 3, p. 2777-2796, Nov. 1972.
- QIU, H., HANAMURA, T., TORIZUKA, S.. Influence of Grain Size on the Ductile Fracture Toughness of Ferritic Steel. In: ISIJ INTERNATIONAL, Vol. 54, n° 8, p. 1958–1964, May. 2014.
- QIU, H., WANG, L., HANAMURA, T., TORIZUKA, S.. Physical Interpretation of Grain Refinement-induced Variation in Fracture Mode in Ferritic Steel. In: ISIJ INTERNATIONAL, Vol. 53, n° 2, 2013, p. 382–384.
- SONG, J., & CURTIN, W. A.. A nanoscale mechanism of hydrogen embrittlement in metals. **Acta Materialia**, Vol. 59, n° 4, p. 1557-1569, Feb. 2011.
- STEVENS, M., & BERNSTEIN, I.. Microstructural Trapping Effects on Hydrogen Induced Cracking of a Microalloyed Steel . **Metallurgical Transactions A**, Vol.20, n° 5, May. 1989.
- STRIFE, J., PASSOJA, D.. The Effect os Heat treatment on Microstructure and Cryogenic Fracture Properties in 5Ni and 9Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, Vol. 1, n° 8, p. 1341-1350, Aug. 1980.
- STROHAECKER, T.. **Mecânica da Fratura**. UFRGS, 2010.
- TAKANO, N., YOKKA, Y., TERASAKI, F.. The effect of copper precipitation on hydrogen embrittlement in iron. **Materials Science and Engineering A**, Vol. 387-389, p. 428–432, Dec. 2004.
- THE NATIONAL ENERGY TECHNOLOGY LABORATORY. *Library: Oil and Gas Library*. Retrieved from National Energy Technology Laboratory. Disponível em: <<http://www.netl.doe.gov>>. Acesso em 12 de setembro de 2014.
- THOMSON, R.. Fracture. In R. CAHN, P. HAASEN (Eds.). **Physical Metallurgy**. 4th ed., Vol. 3. North-Holland, 1996. Capítulo 26
- TRIGGIA, A.A.; CORREIA, C.A.; FILHO, C.V.; XAVIER, J.A.D; MACHADO, J.C.V; THOMAS, J.E.; de SOUZA FILHO, J.E.; de PAULA, J.L.; De ROSSI, N.C.M.; PITOMBO, N.E.S.; GOUVÊA, P.C.V.; CARVALHO, R.S.; BARRAGAN, R.V.. **Fundamentos de Engenharia de Petróleo**. Interciência, 2001.
- TZIMAS, E., GEORGAKAKI, A., CORTES, C., PETEVES, S.. **Enhanced Oil Recovery using Carbon Dioxide in the European Energy System**. Institute for Energy. Petten: European Commission, 2005.
- VILLALBA, E., & ATRENS, A.. Hydrogen embrittlement and rock bolt stress corrosion cracking. **Engineering Failure Analysis**, Vol. 16, n°1, p. 164-175, Jan. 2009.

- WANG, B., LIAN, J.. Effect of microstructure on low-temperature toughness of a low carbon Nb–V–Ti microalloyed pipeline steel. **Materials Science & Engineering A**, Vol. 592, p.50-56, Jan. 2014.
- ZHAO, X., PAN, T., WANG, Q., SU, H., YANG, C., YANG, Q.. Effect of Tempering Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Steel Containing Ni of 9%. **Journal of Iron and Steel Research, International**, Vol. 18, n°5, p. 47-51, May. 2011.
- ZHU, X., JOYCE, J.. Review of fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) testing and standardization. **Engineering Fracture Mechanics**, Vol. 85, p. 1-46, May. 2012.