

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

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

PPGE3M

CRISTIAN POHL MEINHARDT

FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DE SOLDAS PRODUZIDAS POR FRICÇÃO
E MISTURA MECÂNICA (FSW) DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDÚPLEX UNS
S32760

Porto Alegre

2020

CRISTIAN POHL MEINHARDT

FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DE SOLDAS PRODUZIDAS POR FRICÇÃO
E MISTURA MECÂNICA (FSW) DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDÚPLEX UNS
S32760

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como requisito para obtenção do título de Doutor em Engenharia, modalidade Acadêmica na área de concentração de Ciência e Tecnologia dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Carlos E. F. Kwietniewski

Porto Alegre

2020

CIP - Catalogação na Publicação

Meinhardt, Cristian Pohl

Fragilização pelo Hidrogênio de Soldas Produzidas por Fricção e Mistura Mecânica (FSW) do Aço Inoxidável Superdúplex UNS S32760 / Cristian Pohl Meinhardt. -- 2020.

158 f.

Orientador: Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2020.

1. Aço Inoxidável Superduplex. 2. Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica. 3. Tenacidade à Fratura. 4. Fragilização pelo Hidrogênio. 5. Friction Stir Welding - FSW. I. Fortis Kwietniewski, Carlos Eduardo, orient. II. Título.



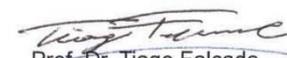
ATA Nº 558

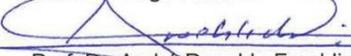
ATA DE DEFESA DE TESE

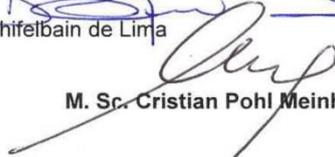
Ao décimo sexto dia do mês de outubro de 2020, às oito horas e trinta minutos, em Ambiente Virtual pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul, realizou-se a defesa da Tese de Doutorado de **M. Sc. Cristian Pohl Meinhardt**, intitulada **“Fragilização pelo Hidrogênio de Soldas Produzidas por Fricção e Mistura Mecânica (FSW) do Aço Inoxidável Superdúplex UNS S32760”**. A Comissão Examinadora, presidida pelo orientador do candidato, Prof. Dr. Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski (PPGE3M/UFRGS), constituiu-se dos seguintes membros: Prof. Dr. Tiago Falcade (PPGE3M/UFRGS), Dr. Toni Roger Schifelhain de Lima (DEMET/UFRGS) e Prof. Dr. André Ronaldo Froehlich (UNISINOS). Após a apresentação do candidato pelo Presidente da Comissão, o mesmo expôs seu trabalho de tese, sendo, logo a seguir, arguido pelos membros da Comissão Examinadora. O candidato prestou esclarecimentos sobre sua tese, respondendo às perguntas formuladas. Às 11 horas e 46 minutos, a Comissão Examinadora procedeu ao julgamento do trabalho. Consultados individualmente, os membros da Comissão Examinadora justificaram e emitiram os seguintes pareceres: Prof. Dr. Tiago Falcade APROVADO, Dr. Toni Roger Schifelhain de Lima APROVADO e Prof. Dr. André Ronaldo Froehlich Aprovado. Desta forma e de acordo com o regimento interno do PPGE3M a tese foi APROVADA e considerada adequada para a concessão do título de **“Doutor em Engenharia – Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais”**. O candidato deve efetuar as correções indicadas pelos examinadores dentro do prazo regimental. O professor Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski agradeceu aos membros da Comissão Examinadora pela presença e colaboração recebida, quando foi lida a presente Ata, que vai assinada por todos os membros da Comissão Examinadora, orientador e aluno.


Prof. Dr. Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski


Dr. Toni Roger Schifelhain de Lima


Prof. Dr. Tiago Falcade


Prof. Dr. André Ronaldo Froehlich


M. Sc. Cristian Pohl Meinhardt

Dedico esse trabalho aos meus pais, Karin Pohl Meinhardt e Ruy Arnaldo de Mendonça Meinhardt, com muito amor e carinho, por todo apoio que sempre me deram.

AGRADECIMENTOS

Agradeço as muitas amizades desenvolvidas ao longo desses anos na Universidade Federal do Rio Grande do Sul, em especial aos amigos do Laboratório de Metalurgia Física.

Agradeço aos professores Carlos Fortis e Afonso Reguly, pela amizade, pelas orientações e pelo apoio sempre concedido. Um agradecimento especial ao meu orientador, pela paciência e pelas inúmeras orientações realizadas. Ao professor Adriano Scheid, da UFPR, agradeço pelas contribuições e discussões sobre o tema, e pela parceria nas análises de EBSD e no artigo publicado. Ao professor Thomas Clarke agradeço pela visita e ajuda no HZG. E não posso deixar de agradecer ao saudoso Coroa, prof. Telmo Strohaecker, uma referência para todos nós.

Agradeço aos colegas mais próximos, que acompanharam o trabalho no instituto de pesquisa alemão, prof. Ruben Gonzalez, prof. Pedro Cunha, Leandro Medeiros e prof. Guilherme Lemos. Não posso também deixar de agradecer a todo o pessoal do HZG, em especial ao prof. Jorge dos Santos, Luciano Bergmann e a Dagmar Albert.

Agradeço a todos os colegas de laboratório que ajudaram na realização dos ensaios, e me incentivaram de alguma forma, além da atenção dispensada, em especial ao Márcio Kramer, prof. Vagner Machado, Pedro Moraes, Marcelo Sartori, Tiago Renck, Vanessa Fischer, Rômulo Rigoni e ao Toni Lima. Também agradeço ao prof. Vinicius Karlinski e ao amigo Régis Amaral pela análise química realizada no Laboratório de Fundação - LAFUN.

E por fim, agradeço ao CNPq pela bolsa sanduíche que proporcionou a realização das soldas no instituto de pesquisa HZG na Alemanha, e pela experiência internacional adquirida.

RESUMO

Diversos estudos demonstram que os aços inoxidáveis dúplex são fragilizados pelo hidrogênio atômico intersticialmente dissolvido. No caso das ligas bifásicas, a disposição espacial das fases e o tamanho de grão apresentam significativa influência sobre os resultados de fragilização. A fase ferrita possui uma alta difusividade, atuando como uma via favorável para a difusão do hidrogênio e consequente fragilização. No entanto, a fase austenita apresenta uma difusividade significativamente menor, agindo como uma barreira para a difusão, e assim reduzindo a fragilização dessa classe de material. Os aços inoxidáveis dúplex são geralmente aplicados onde é requerido elevada resistência à corrosão e boas propriedades mecânicas. Na indústria de exploração de óleo e gás, por exemplo, é comum empregar esta classe de aço para a fabricação de tubulações e equipamentos submersos. Neste tipo de aplicação, apesar de serem aços inoxidáveis, os aços inoxidáveis dúplex recebem a proteção catódica, como método para evitar ou reduzir a taxa de corrosão. Este método de proteção, apresenta o inconveniente de formar hidrogênio atômico, sendo assim, é possível que ocorra a fragilização pelo hidrogênio adsorvido na superfície do metal. Atualmente, a técnica de união mais empregada para a fabricação de equipamentos metálicos é a soldagem por arco elétrico, ou seja, por fusão. Vale ressaltar que as juntas soldadas são regiões críticas em uma estrutura metálica, podendo reduzir localmente a tenacidade à fratura e potencializar a fragilização pelo hidrogênio. Neste contexto, um método de união alternativo, classificado como soldagem no estado sólido, e conhecido internacionalmente como *Friction Stir Welding* (FSW) é o objeto de estudo deste trabalho. A soldagem no estado sólido apresenta diversas vantagens em relação à soldagem convencional, como por exemplo, ausência de solidificação e menor aporte térmico. Porém, pouco se conhece sobre o comportamento da tenacidade à fratura para aços inoxidáveis dúplex soldados por FSW. Assim, este trabalho tem por objetivo avaliar a tenacidade à fratura de juntas soldadas fabricadas com o aço inoxidável superdúplex UNS S32760 pelo processo de soldagem por fricção e mistura mecânica FSW. Foi investigada, mais especificamente, a suscetibilidade do material à fragilização pelo hidrogênio produzida por proteção catódica. A junta soldada investigada foi produzida em um pórtico de ação vertical dedicado a soldagem FSW. Os corpos de prova são do tipo flexão em três pontos, sendo os entalhes posicionados no centro da zona de mistura da junta soldada. Para os ensaios no meio, o potencial de proteção catódica foi de $-850 \text{ mV}_{(\text{Ag}/\text{AgCl})}$. Os resultados de tenacidade à fratura da junta soldada foram comparados com os resultados obtidos no metal base (MB). Os resultados mostraram que o processo de soldagem FSW promoveu alterações significativas na microestrutura da junta, fundamentalmente na distribuição espacial das fases (tamanho, forma e disposição), no tamanho de grão e no espaçamento interaustenítico. Entende-se que estas alterações microestruturais tenham reduzido a difusividade efetiva do hidrogênio na junta soldada e, assim, aumentado a resistência da junta à fragilização produzida por este elemento. A junta soldada apresentou o menor índice de fragilização em comparação com o MB. Para as amostras fragilizadas do MB foram encontradas reduções de até 91,3% na tenacidade à fratura. Enquanto, que na junta soldada, a redução foi de 52,6%.

Palavras-chaves: Aço inoxidável superdúplex. Soldagem por fricção e mistura mecânica. Tenacidade à fratura. Fragilização pelo hidrogênio.

ABSTRACT

Several studies show that duplex stainless steels are embrittled by interstitially dissolved atomic hydrogen. In the case of biphasic alloys, the spatial arrangement of the phases and the grain size have a significant influence on the results of embrittlement. The ferrite phase has a high diffusivity, acting as a favorable route for the diffusion of hydrogen and consequent embrittlement. However, the austenite phase has a significantly lower diffusivity, acting as a barrier for diffusion, and thus reducing the embrittlement of this class of material. Duplex stainless steels are generally applied where high corrosion resistance and good mechanical properties are required. In the oil and gas exploration industry, for example, it is common to use this class of steel for the manufacture of submerged pipes and equipment. In this type of application, despite being stainless steels, duplex stainless steels receive cathodic protection as a method to prevent or reduce the corrosion rate. This method of protection has the inconvenience of forming atomic hydrogen, so it is possible that embrittlement by hydrogen adsorbed on the metal surface occur. Currently, the joining technique most used for the manufacture of metallic equipment is electric arc welding, that is, by fusion. It is worth mentioning that welded joints are critical regions in a metallic structure, which can reduce fracture toughness and enhance hydrogen embrittlement. In this context, an alternative joining method, classified as solid state welding, and known internationally as Friction Stir Welding (FSW) is the object of study in this work. Solid state welding has several advantages over conventional welding, such as, for example, no solidification and less thermal input. However, no knowledge about the behavior of fracture toughness for duplex stainless steel welded by FSW. Thus, this work aims to evaluate the fracture toughness of welded joints manufactured with super duplex stainless steel UNS S32760 by the process of friction welding and FSW mechanical mixing. More specifically, the material's susceptibility to hydrogen embrittlement produced by cathodic protection was investigated. The investigated welded joint was produced in a vertical action gantry dedicated to FSW welding. The specimens are of the three point flexion type, the notches were positioned in the center of the mixing zone of the welded joint. For the tests in the medium, the cathodic protection potential was $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$. The results of fracture toughness of the welded joint were compared with the results obtained in the base metal (BM). The results showed that the FSW welding process promoted significant changes in the microstructure of the joint, fundamentally in the spatial distribution of the phases (size, shape and disposition), in the grain size and in the interaustenitic spacing. It is understood that these microstructural changes have reduced the effective diffusivity of hydrogen in the welded joint and, thus, increased the resistance of the joint to the embrittlement produced by this element. The welded joint had the lowest rate of embrittlement compared to the BM. For fragile BM samples, reductions of up to 91.3% in fracture toughness were found. While, in the welded joint, the reduction was 52.6%.

Key Words: Superduplex stainless steel. Solid state welding. Friction stir welding (FSW). Fracture toughness. Hydrogen embrittlement.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 3.1 – IATE GERMANIA – PRIMEIRA APLICAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL.....	18
FIGURA 3.2 – MICROESTRUTURA TÍPICA DAS CINCO CLASSES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS.....	20
FIGURA 3.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA À CST DOS AÇOS INOXIDÁVEIS.....	21
FIGURA 3.4 – MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX SAF 2205....	22
FIGURA 3.5 – APLICAÇÕES DO AID NAS PLATAFORMAS DE PETRÓLEO.....	23
FIGURA 3.6 – LIMITES MÍNIMOS DE PROPRIEDADES MECÂNICAS PARA CHAPAS DE AID.....	26
FIGURA 3.7 – DIREÇÕES CRISTALOGRÁFICAS PRINCIPAIS DE UM CRISTAL CCC.....	27
FIGURA 3.8 – ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS OBTIDAS NO PROCESSO DE LAMINAÇÃO.....	28
FIGURA 3.9 – MICROESTRUTURA DE UM TUBO FABRICADO DE AÇO INOXIDÁVEL.....	29
FIGURA 3.10 – ORIENTAÇÕES POSSÍVEIS DO CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA EM UMA CHAPA LAMINADA.....	30
FIGURA 3.11 – RESULTADOS DE CTOD OBTIDOS POR SIEURIN E SANDSTROM (2006) EM COMPARAÇÃO COM OS RESULTADOS DE WIESNER E DHOOGHE (1997).....	32
FIGURA 3.12 – RESULTADOS DE CTOD PARA O METAL BASE E SOLDAS GTAW DO AISD UNS S32760 COM DIFERENTES POTENCIAIS DE PROTEÇÃO CATÓDICA	33
FIGURA 3.13 – APLICAÇÃO DA MECÂNICA DA FRATURA EM COMPONENTES DE ENGENHARIA.....	36

FIGURA 3.14 – O AMPLO CAMPO DA MECÂNICA DA FRATURA.....	37
FIGURA 3.15 – MODO E DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES EM ENSAIO DE MECÂNICA DA FRATURA.....	38
FIGURA 3.16 – DEFORMAÇÃO TRIDIMENSIONAL DA PONTA DA TRINCA.....	41
FIGURA 3.17 – ZONA PLÁSTICA EM UMA CHAPA TRINCADA.....	41
FIGURA 3.18 – CONCEITO DE CTOD – CEGAMENTO DA PONTA DA TRINCA...42	
FIGURA 3.19 – MODELO DE DOBRADIÇA PARA ESTIMAR O VALOR DE CTOD.....	43
FIGURA 3.20 – CURVA CARGA P VS. DESLOCAMENTO V – ENSAIO CTOD.....	44
FIGURA 3.21 – FATORES QUE CONTRIBUEM PARA A FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO.....	45
FIGURA 3.22 – COMPORTAMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO – NÍVEL DE TENSÕES VS. CONCENTRAÇÃO DE HIDROGÊNIO...48	
FIGURA 3.23 – SEQUÊNCIA DA REAÇÃO NA SUPERFÍCIE DO CÁTODO – ADSORÇÃO E ABSORÇÃO DO HIDROGÊNIO PELO METAL.....	52
FIGURA 3.24 – MECANISMO DE ENTRADA E FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO.....	54
FIGURA 3.25 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PANORAMA DE CONCENTRAÇÃO PARA O HIDROGÊNIO TRANSPORTADO ATRAVÉS DE ARMADILHAS.....	62
FIGURA 3.26 – POSIÇÕES INTERSTICIAIS OCTAÉDRICAS E TETRAÉDRICAS DA ESTRUTURA CRISTALINA DAS FASES FERRITA E AUSTENITA.....	63
FIGURA 3.27 – COEFICIENTES DE DIFUSÃO PARA O HIDROGÊNIO NA FERRITA E NA AUSTENITA.....	65
FIGURA 3.28 – VARIAÇÃO DO COEFICIENTE DE DIFUSIVIDADE EFETIVA COM A FRAÇÃO DE AUSTENITA NO AID URANO B50 (\approx SAF 2206)....	67

FIGURA 3.29 – EFEITO DA CONCENTRAÇÃO MÉDIA DE HIDROGÊNIO NO AID SAF 2305.....	69
FIGURA 3.30 – DETALHE DE UMA PARTE RAMIFICADA DA TRINCA INDUZIDA PELO HIDROGÊNIO EM UM AID SAF 2507.....	70
FIGURA 3.31 – CURVAS TENSÃO VS. DEFORMAÇÃO PARA O AID SAF 2205 ENSAIADO EM SOLUÇÃO DE NaCl COM DIFERENTES POTENCIAIS DE ELETRODO.....	71
FIGURA 3.32 – DIAGRAMA ESQUEMÁTICO MOSTRANDO A “PREFERÊNCIA” DE FRATURA NA FERRITA EM UM AID SOB CONDIÇÃO PROTEÇÃO CATÓDICA.....	72
FIGURA 3.33 – CORPO DE PROVA DE TRAÇÃO DO AID SAF 2205 SOB A INFLUÊNCIA DO GÁS HIDROGÊNIO.....	73
FIGURA 3.34 – SUPERFÍCIES DE FRATURA EM UMA AMOSTRA DO AID SAF 2205 ENSAIADA EM CARREGAMENTO LENTO E FRAGILIZADA PELO HIDROGÊNIO.....	73
FIGURA 3.35 – RELAÇÃO ENTRE A TAXA DE DEFORMAÇÃO COM A RESISTÊNCIA MÁXIMA E O ALONGAMENTO (%) DO AID SAF 2205 EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO.....	74
FIGURA 3.36 – EFEITO DO TEMPO DE PRÉ-CARREGAMENTO DE HIDROGÊNIO NAS CURVAS TENSÃO VS. DEFORMAÇÃO PARA O AID SAF 2205.....	75
FIGURA 3.37 – CTOD VS. TAXA DE CARREGAMENTO K PARA DIFERENTES POTENCIAIS DE PROTEÇÃO CATÓDICA PARA O AID UNS S32750.....	76
FIGURA 3.38 – PRINCÍPIO BÁSICO DO PROCESSO DE SOLDAGEM <i>FRICION STIR WELDING</i>	79
FIGURA 3.39 – APLICAÇÕES DA SOLDAGEM POR <i>FRICION STIR WELDING</i>	80

FIGURA 3.40 – PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DA FERRAMENTA DE SOLDAGEM – FSW.....	81
FIGURA 3.41 – SEÇÃO TRANSVERSAL TÍPICA DE UMA JUNTA SOLDADA PELO PROCESSO FSW E SUAS PRNCIPAIS REGIÕES.....	82
FIGURA 3.42 – MACROGRAFIA DE UMA SEÇÃO TRANSVERSAL DE CHAPAS DE AID SAF 2205 SOLDADO POR FSW.....	84
FIGURA 4.1 – FLUXOGRAMA DAS ETAPAS EXPERIMENTAIS DO PROJETO.....	85
FIGURA 4.2 – VISTA FRONTAL DO PÓRTICO DE SOLDAGEM <i>FSW GANTRY SYSTEM</i> E SEUS PRINCIPAIS COMPONENTES.....	87
FIGURA 4.3 – DETALHE DO CABEÇOTE HIDRÁULICO E SISTEMA PARA AJUSTE DO ÂNGULO DE SOLDAGEM.....	88
FIGURA 4.4 – SISTEMA DE <i>BACKING BAR</i> E DE FIXAÇÃO UTILIZADOS NA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL.....	88
FIGURA 4.5 – DEFEITO DE <i>WORMHOLE</i> NA JUNTA SOLDADA.....	89
FIGURA 4.6 – JUNTA SOLDADA DE MELHOR RESULTADO – PRIMEIRA ETAPA EXPERIMENTAL.....	89
FIGURA 4.7 – FERRAMENTA UTILIZADA PARA SOLDAR AS CHAPAS DE 3 MM DE ESPESSURA.....	90
FIGURA 4.8 – MACROGRAFIAS DAS JUNTAS SOLDADAS NA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL – TESTES PRELIMINARES.....	90
FIGURA 4.9 – ILUSTRAÇÃO MOSTRANDO AS ORIENTAÇÕES ESPACIAIS DAS ANÁLISES MICROESTRUTURAIS REALIZADAS.....	93
FIGURA 4.10 – ILUSTRAÇÃO INDICANDO A LOCALIZAÇÃO DOS PERFIS DE MICRODUREZA REALIZADOS NA JUNTA SOLDADA.....	94
FIGURA 4.11 – DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA DE TRAÇÃO.....	94
FIGURA 4.12 – ORIENTAÇÃO DE EXTRAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DE TRAÇÃO	95

FIGURA 4.13 – DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA SENB.....	95
FIGURA 4.14 – DISPOSIÇÃO ESPACIAL DOS CORPOS DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA.....	96
FIGURA 4.15 – ABERTURA E CRESCIMENTO DA PRÉ-TRINCA POR FADIGA A PARTIR DO ENTALHE ELETROERODIDO EM UM CORPO DE PROVA DE SOLDA.....	97
FIGURA 4.16 – MÁQUINA E DISPOSITIVO USADOS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR.....	98
FIGURA 4.17 – MÁQUINA USADA NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO.....	99
FIGURA 4.18 – LEIAUTE DO CIRCUITO ELÉTRICO DO ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA.....	100
FIGURA 4.19 – DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA ASSISTIDO PELO MEIO.....	100
FIGURA 4.20 – CONFIGURAÇÃO INICIAL DO CORPO DE PROVA A SER ENSAIADO NO MEIO.....	101
FIGURA 4.21 – METODOLOGIA GRÁFICA USADA PARA A OBTENÇÃO DA FORÇA MÁXIMA (P_m) E DA ABERTURA DA BOCA DA TRINCA CORRESPONDENTE À COMPONENTE PLÁSTICA (V_p).....	103
FIGURA 4.22 – CORPO DE PROVA COM O ENTALHE DISPOSTO NO CENTRO DA JUNTA SOLDADA APÓS ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA.....	104
FIGURA 4.23 – MÉTODO DE MEDIÇÃO DA PRÉ-TRINCA DE FADIGA.....	104
FIGURA 4.24 – REGIÃO DE ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE FRATURA EM CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA APÓS ENSAIO.....	106
FIGURA 5.1 – CONSTITUIÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE.....	107

FIGURA 5.2 – QUANTIFICAÇÃO DE FASES E TAMANHO DE GRÃO EFETIVO POR EBSD.....	108
FIGURA 5.3 – HISTOGRAMA DAS MEDIÇÕES DE TAMANHO DE GRÃO – MB – LONGITUDINAL.....	110
FIGURA 5.4 – PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO METAL BASE UNS S32760.....	112
FIGURA 5.5 – CHAPAS UNIDAS APÓS A SOLDAGEM POR FSW.....	113
FIGURA 5.6 – VARIAÇÃO NO ACABAMENTO SUPERFICIAL PRODUZIDO PELO PROCESSO FSW.....	114
FIGURA 5.7 – MACROESTRUTURA DA JUNTA SOLDADA.....	115
FIGURA 5.8 – MICROGRAFIAS DA FACE SUPERIOR DA JUNTA SOLDADA.....	116
FIGURA 5.9 – MICROGRAFIAS DA SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA SOLDADA.....	116
FIGURA 5.10 – MICROESTRUTURA DA SEÇÃO LONGITUDINAL DA JUNTA SOLDADA.....	117
FIGURA 5.11 – CONSTITUIÇÃO MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA.....	118
FIGURA 5.12 – QUANTIFICAÇÃO DE FASES E DE TAMANHO DE GRÃO EFETIVO DA SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA SOLDADA – EBSD.....	119
FIGURA 5.13 – PERFIL HORIZONTAL DE MICRODUREZA VICKERS (HV 0,3) À MEIA-ESPESSURA DA JUNTA SOLDADA.....	121
FIGURA 5.14 – PERFIL VERTICAL DE MICRODUREZA (HV 0,3) REALIZADO NO CENTRO DA JUNTA SOLDADA.....	121
FIGURA 5.15 – RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR E NO MEIO.....	122

FIGURA 5.16 – MICROGRAFIA MOSTRANDO O CAMINHO DA TRINCA NO METAL BASE FRAGILIZADO PELO HIDROGÊNIO.....	124
FIGURA 5.17 – ÍNDICE DE FRAGILIZAÇÃO COM BASE NOS VALORES MÉDIOS DE CTOD.....	125
FIGURA 5.18 – COMPARATIVO DOS RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA OBTIDOS NA TESE COM RESULTADOS DA LITERATURA.....	127
FIGURA 5.19 – IMAGEM EM LUPA E FRACTOGRAFIA DE BAIXO AUMENTO DO CORPO DE PROVA TIPO SENB NA CONDIÇÃO MB AO AR COM ENTALHE NA DIREÇÃO LONGITUDINAL.....	128
FIGURA 5.20 – COMPARATIVO SUPERFÍCIES DE FRATURA – MB AO AR – DIREÇÕES T-L e L-T.....	129
FIGURA 5.21 – FRACTOGRAFIA EVIDENCIANDO GRANDE MICROCAVIDADE COM INCLUSÕES.....	130
FIGURA 5.22 – FRACTOGRAFIA DO CENTRO DA ZONA DE MISTURA DA JUNTA SOLDADA – ORIENTAÇÃO T-L – DIREÇÃO DE SOLDAGEM.....	131
FIGURA 5.23 – FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA EVIDENCIANDO REGIÃO BASTANTE REFINADA LOGO À FRENTE DA TRINCA.....	132
FIGURA 5.24 – IMAGEM EM LUPA E FRACTOGRAFIA DE BAIXO AUMENTO DA AMOSTRA DO MB EM ENSAIO NO MEIO – DIREÇÃO LONGITUDINAL.....	133
FIGURA 5.25 – FRACTOGRAFIA DO MB (T-L) EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO.....	134
FIGURA 5.26 – FRATURA TRANSGRANULAR POR CLIVAGEM NA FERRITA FRAGILIZADA.....	135
FIGURA 5.27 – IMAGEM EM LUPA E FRACTOGRAFIA DE BAIXO AUMENTO DE UMA JUNTA SOLDADA EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO...	135
FIGURA 5.28 – SUPERFÍCIE DE FRATURA DA JUNTA SOLDADA APÓS ENSAIO NO MEIO.....	136

FIGURA 5.29 – FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA EM CONDIÇÃO DE PROTEÇÃO CATÓDICA – MECANISMO DÚCTIL – <i>SERPENTINE GLIDE</i>	137
FIGURA 6.1 – FERRAMENTA DE PCBN UTILIZADA NA PRIMEIRA ETAPA EXPERIMENTAL.....	149
FIGURA 6.2 – SEÇÕES TRANSVERSAIS DAS SOLDAS OBTIDAS NA PRIMEIRA ETAPA PRÁTICA.....	150
FIGURA 6.3 – PERFIL TÉRMICO DAS SOLDAS 1817 E 1819.....	151
FIGURA 6.4 – RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR DAS SOLDAS PRELIMINARES DA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL.....	152
FIGURA 6.5 – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE CTOD – CURVAS FORÇA VS. CMOD.....	153
FIGURA 6.6 – ANÁLISE MOSTRANDO INCLUSÕES NO METAL BASE.....	155
FIGURA 6.7 – MEDIÇÃO DO PERFIL GEOMÉTRICO DA FERRAMENTA DE SOLDAGEM.....	156
FIGURA 6.8 – IMAGENS MOSTRANDO AS ETAPAS DO PROCESSO DE SOLDAGEM FSW.....	158

LISTA DE TABELAS

TABELA 3.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO) DOS AIDs.....	25
TABELA 3.2 – RIGIDEZ DO FERRO EM FUNÇÃO DA ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA.....	27
TABELA 3.3 – RESULTADOS DE CTOD DO AID SAF 2705 EM JUNTAS SOLDADAS AO AR E HIDROGENADO – COMPARAÇÃO DO APORTE TÉRMICO.....	34
TABELA 3.4 – TAMANHO DOS SÍTIOS INTERSTICIAIS DA ESTRUTURA CRISTALINA DO FERRO.....	64
TABELA 3.5 – DIFUSIVIDADE EFETIVA DO HIDROGÊNIO NO AID SAF 2205 EM FUNÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO.....	66
TABELA 3.6 – EFEITO DA TAXA DE CARREGAMENTO NA VARIAÇÃO DA UTS, UEL E RA DO AID SAF 2205 EM ENSAIO COM BAIXA TAXA DE CARREGAMENTO.....	75
TABELA 3.7 – TEMPERATURAS (°C) RECOMENDADAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO PARA A CLASSE DE AÇOS DÚPLEX.....	83
TABELA 3.8 – APORTE TÉRMICO RECOMENDADO PARA A SOLDAGEM DE AID E AISD.....	83
TABELA 4.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AISD UNS S32760 (% EM PESO).....	86
TABELA 4.2 – PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AISD UNS S32760.....	86
TABELA 4.3 – PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM <i>FSW GANTRY SYSTEM</i>	87
TABELA 4.4 – PRINCIPAIS PARÂMETROS DE PROCESSO UTILIZADOS PARA A SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL.....	91
TABELA 4.5 – DADOS DO MATERIAL E PARÂMETROS EMPREGADOS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR.....	97

TABELA 4.6 – TAXAS DE <i>K</i> OBTIDAS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR.....	98
TABELA 4.7 – TAXAS DE <i>K</i> OBTIDAS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA.....	102
TABELA 5.1 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE.....	109
TABELA 5.2 – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO.....	112
TABELA 5.3 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA.....	119
TABELA 5.4 – ESPAÇAMENTO INTERAUSTENÍTICO DA JUNTA SOLDADA.....	120
TABELA 6.1 – PRINCIPAIS PARÂMETROS DE SOLDAGEM E RESULTADOS OBTIDOS.....	151
TABELA 6.2 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AISI UNS S32760 (% EM PESO)...	155
TABELA 6.3 – RESULTADOS OBTIDOS A PARTIR DOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA.....	157

LISTA DE SIGLAS

AASW	-	<i>Acid Artificial Sea Water</i> (Água do Mar Artificial)
AID	-	Aço Inoxidável Dúplex
AIDs	-	Aços Inoxidáveis Dúplex
AIDE	-	<i>Adsorption Induced Dislocation Emission</i> (Adsorção Induzida e Emissão de Discordâncias)
AIME	-	<i>American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers</i> (Instituto Americano de Engenheiros de Minas, Metalúrgicos e de Petróleo)
AISD	-	Aço Inoxidável Superdúplex
AISDs	-	Aços Inoxidáveis Superdúplex
AISI	-	<i>American Iron and Steel Institute</i> (Instituto Americano de Ferro e Aço)
ASM	-	<i>American Society for Metals</i> (Sociedade Americana de Metais)
ASTM	-	<i>American Society for Testing and Materials</i> (Sociedade Americana de Testes e Materiais)
AT	-	Aporte Térmico
BS	-	<i>British Standard</i> (Normas Britânicas)
CCC	-	Cúbica de Corpo Centrado
CCT	-	<i>Critical Crevice Temperature</i> (Temperatura Crítica de Fresta)
CFC	-	Cúbica de Face Centrada
CMOD	-	<i>Crack Mouth Opening Displacement</i> (Deslocamento de Abertura da Boca da Trinca)
CST	-	Corrosão Sob Tensão
CTOD	-	<i>Crack Tip Opening Displacement</i> (Deslocamento de Abertura da Ponta da Trinca)
DNV	-	<i>Det Norske Veritas</i>

DIN	-	<i>Deutsches Institut fur Normung</i> (Instituto Alemão de Padronização)
EBSD	-	<i>Electron Backscattered Diffraction</i> (Difração Retroespalhada de Elétrons)
EDS	-	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i> (Espectroscopia de Raio X por Dispersão de Energia)
EP	-	<i>Electrochemical Permeation</i> (Permeação Eletroquímica)
FCAW	-	<i>Flux-Cored Arc Welding</i> (Soldagem a Arco Elétrico com Arame Tubular)
FHPP	-	<i>Friction Hydro Pillar Processing</i> (Processamento Hidro Pilar por Fricção)
FSpW	-	<i>Friction Spot Welding</i> (Soldagem por Fricção a Ponto)
FSW	-	<i>Friction Stir Welding</i> (Soldagem por Fricção e Mistura Mecânica)
GTAW	-	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i> (Soldagem a Arco Elétrico com Eletrodo de Tungstênio e Proteção Gasosa)
HAR	-	<i>Hydrogen Absorption Reaction</i> (Reação de Absorção de Hidrogênio)
HE	-	<i>Hydrogen Embrittlement</i> (Fragilização por Hidrogênio)
HER	-	<i>Hydrogen Evolution Reaction</i> (Reação de Evolução de Hidrogênio)
HEDE	-	<i>Hydrogen Enhanced Decohesion</i> (Aumento da Decoesão por Hidrogênio)
HELP	-	<i>Hydrogen Enhanced Local Plasticity</i> (Aumento da Plasticidade Local por Hidrogênio)
HFDB	-	<i>Hybrid Friction Diffusion Bonding</i> (União por Difusão por Fricção Híbrida)
HISC	-	<i>Hydrogen Induced Stress Cracking</i> (Trincamento por Tensão Induzido pelo Hidrogênio)
HP	-	Soldagem assistida com gás hélio
HRB	-	<i>Hardness Brinell</i> (Dureza Brinell)
HRC	-	<i>Hardness Rockwell</i> (Dureza Rockwell)

HZG	-	Helmholtz Zentrum Geesthacht
IMOA	-	<i>International Molybdenum Association</i> (Associação Internacional de Molibdênio)
ISO	-	<i>International Organization for Standardization</i> (Organização Internacional para Padronização)
ISSF	-	<i>International Stainless Steel Forum</i> (Fórum Internacional de Aço Inoxidável)
LAMEF	-	Laboratório de Metalurgia Física
LE	-	Limite de Escoamento
LEFM	-	Linear Elastic Fracture Mechanics (Mecânica da Fratura Linear Elástica)
LR	-	Limite de Resistência
MB	-	Metal Base
MEV	-	Microscópio Eletrônico de Varredura
NaCl	-	Cloreto de Sódio
NaOH	-	Hidróxido de Sódio
NP	-	Soldagem assistida com gás nitrogênio (N ₂)
OMAE	-	<i>International Conference on Ocean Offshore & Arctic Engineering</i> (Conferência Internacional de Engenharia Oceânica, Marítima e Ártica)
PCBN	-	<i>Polycrystalline Cubic Boron Nitride</i> (Nitreto Cúbico de Boro Policristalino)
PH	-	<i>Precipitation Hardening Stainless Steel</i> (Aço Inoxidável Endurecido por Precipitação)
Ppm	-	Parte por milhão
PREN	-	<i>Pitting Resistance Equivalent Number</i> (Número Equivalente de Resistência à corrosão por Pite)
PW	-	<i>Post Weldment Heat Treatment</i> (Tratamento Térmico Pós-Soldagem)

RP	-	<i>Recommended Practice</i> (Prática Recomendada)
SAF	-	Marca registrada SAF® <i>Sandvik Austenite Ferrite</i>
SAW	-	<i>Submerged Arc Welding</i> (Soldagem a Arco Elétrico Submerso)
SENB	-	<i>Single Edge Notched Bending</i> (Flexão com entalhe)
SMAW	-	<i>Shielded Metal Arc Welding</i> (Soldagem a Arco Elétrico com Eletrodo Revestido)
SCC	-	Stress Corrosion Cracking (Trincamento por Corrosão sob Tensão)
TDS	-	<i>Thermal Desorption Spectroscopy</i> (Espectroscopia de Dessorção Térmica)
TIG	-	<i>Tungsten Inert Gas</i> (Soldagem a Arco Elétrico com Eletrodo de Tungstênio e Proteção Gasosa)
TWI	-	<i>The Welding Institute</i> (Instituto de Soldagem)
UEL	-	<i>Percentage of Uniform Elongation</i> (Porcentagem de Alongamento Uniforme)
UFRGS	-	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
UNS	-	<i>Unified Numbering System</i> (Sistema Unificado de Numeração)
USA	-	<i>United State of America</i> (Estados Unidos da América)
UTS	-	<i>Ultimate Tensile Strength</i> (Resistência à Tração)
VS	-	Velocidade de Soldagem
ZTA	-	Zona Termicamente Afetada
ZTMA	-	Zona Termo-Mecanicamente Afetada
ZM-C	-	Zona de Mistura – Centro
ZM-LA	-	Zona de Mistura – Lado de Avanço
ZM-LR	-	Zona de Mistura – Lado de Retrocesso
CRA	-	<i>Corrosion Resistance Alloys</i> (Ligas Resistentes à Corrosão)

LISTA DE ABREVIATURAS

atm	-	atmosfera
ed.	-	edição
et al.	-	<i>et alia</i> (e outros)
etc.	-	<i>et cetera</i> (a outras coisas)
h	-	hora
no.	-	número
min	-	minuto
pág.	-	página
s	-	segundos
sol.	-	solução
vol.	-	volume
vdc.	-	<i>voltage direct current</i> (voltagem em corrente contínua)
vs.	-	<i>versus</i> (contra)

LISTA DE SÍMBOLOS

a	-	metade do comprimento da trinca [mm]
$A\%$	-	percentual de alongamento
Al	-	alumínio
(aq)	-	em solução aquosa
B	-	espessura do corpo de prova SENB [mm]
bar	-	unidade de pressão
C	-	carbono
C	-	concentração de hidrogênio
$C_{poço}$	-	concentração de hidrogênio no poço
$C_{(x)}$	-	concentração de hidrogênio em função da posição (eixo x)
C_{sat}	-	concentração de saturação (poço)
$^{\circ}\text{C}$	-	graus celsius
Cr	-	cromo
Cu	-	cobre
D	-	coeficiente de difusão (difusividade) [m^2/s]
D_{α}	-	coeficiente de difusão na fase ferrita [m^2/s]
D_{γ}	-	coeficiente de difusão na fase austenita [m^2/s]
D_0	-	coeficiente de difusão máximo [m^2/s]
D_{eff}	-	coeficiente de difusão efetivo no material [m^2/s]
E_D	-	energia de ativação para difusão [J/mol.K]
e^{-}	-	elétron
f_{ij}	-	função adimensional de θ no termo principal
Fe	-	ferro
(g)	-	estado de agregação gasoso
H	-	hidrogênio
H^{+}	-	íon hidrogênio (cátion hidrogênio)
H_{ads}	-	hidrogênio adsorvido

$H_2(g)$	-	hidrogênio gasoso
$H_2O(l)$	-	água
$H_3O^+(aq)$	-	íon hidrônio
H_2S	-	ácido sulfídrico (sulfeto de hidrogênio)
i,j	-	posição espacial no plano
J	-	difusão no reticulado cristalino [mol/m ² .s]
J_c	-	densidade de corrente catódica [mA/cm ²]
J_{diff}	-	difusão a partir das armadilhas do material [mol/m ² .s]
J_{chem}	-	difusão a partir do carregamento eletroquímico [mol/m ² .s]
K	-	taxa de carregamento [N.mm ^{-3/2} .s ⁻¹]
K_t	-	fator de intensidade de tensão
K_{IC}	-	intensidade crítica de tensão
(l)	-	estado de agregação líquido
L	-	orientação longitudinal
L_0	-	comprimento inicial da região útil do corpo de prova de tração
Mg	-	magnésio
$M \cdot H_{abs}$	-	átomo de hidrogênio absorvido para dentro do metal
$M \cdot H_{ads}$	-	átomo de hidrogênio adsorvido na superfície do metal
mm	-	<i>milímetro</i>
Mn	-	manganês
Mo	-	molibdênio
MPa	-	mega pascal
$M(s)$	-	superfície metálica
$mV_{Ag/AgCl}$	-	potencial de eletrodo com base de referência no eletrodo de prata/cloreto de prata
mV_{sce}	-	potencial de eletrodo com referência no eletrodo saturado de calomelano
N	-	newton [1 kg.m.s ⁻²]
N	-	nitrogênio

Nb	-	nióbio
<i>nm</i>	-	nanômetro (10^{-6} mm)
<i>OH(aq)</i>	-	hidroxila
pH	-	potencial hidrogeniônico (escala ácido-base)
<i>P_m</i>	-	carga máxima do ensaio [N]
<i>P</i>	-	carga [N]
P	-	fósforo
<i>R</i>	-	constante dos gases
R	-	razão de carga de fadiga
<i>r</i>	-	fator rotacional
<i>r</i>	-	distância da ponta da trinca
Re	-	rênio
<i>r_p</i>	-	tamanho da zona plástica [mm]
<i>R_p</i>	-	<i>proof resistance</i> (resistência à tração)
<i>R_{0,2}</i>	-	<i>yield resistance</i> (resistência ao escoamento)
(s)	-	estado de agregação sólido
S	-	distância entre os roletes de apoio [mm]
Si	-	silício
<i>T</i>	-	temperatura
<i>T_f</i>	-	temperatura de fusão
Ti	-	titânio
U	-	corrente (A)
V	-	vanádio
V	-	voltagem (V)
V	-	deslocamento na boca da trinca [mm]
<i>V_p</i>	-	componente plástica da abertura da boca da trinca na carga máxima do ensaio [mm]
W	-	tungstênio

W	-	largura do corpo de prova SENB [mm]
z	-	distância da abertura do entalhe acima da superfície do corpo de prova [mm]
α	-	ferrita
γ	-	austenita
δ	-	<i>Crack Tip Opening Displacement</i> (CTOD) [mm]
ΔE	-	diferença de potencial de eletrodo
$\bar{\delta}_{el}$	-	componente elástica do CTOD [mm]
ΔK	-	diferença entre os valores máximo e mínimo de K durante um único ciclo do pré trincamento por fadiga [MPa.(m) ^{1/2}]
$\bar{\delta}_p$	-	componente plástica do CTOD [mm]
$\frac{\partial c}{\partial x}$	-	gradiente de concentração [mol/m ⁴]
ϵ	-	alongamento
ϵ_c	-	alongamento crítico
θ	-	ângulo do ponto de análise em relação à ponta da trinca
μm	-	micrômetro (10 ⁻³ mm)
ν	-	coeficiente de Poisson do material
π	-	pi
σ	-	tensão externa aplicada
σ_c	-	tensão de fratura
σ_{ij}	-	tensão no plano [MPa]
σ_y	-	tensão interna
σ_{ys}	-	tensão de escoamento do material
%	-	percentual
\approx	-	aproximadamente
\pm	-	mais ou menos

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	14
2	OBJETIVOS.....	17
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
3.1	AÇOS INOXIDÁVEIS.....	18
3.1.1	Introdução.....	18
3.1.2	Aços inoxidáveis dúplex.....	22
3.2	MECÂNICA DA FRATURA.....	35
3.2.1	Introdução.....	35
3.2.2	Fundamentos da mecânica da fratura.....	38
3.2.3	O parâmetro CTOD.....	42
3.3	FRAGILIZAÇÃO INDUZIDA PELO HIDROGÊNIO.....	45
3.3.1	Introdução.....	45
3.3.2	Formas de fragilização pelo hidrogênio.....	47
3.3.3	Entrada de hidrogênio no metal.....	50
3.3.4	Mecanismos de fragilização.....	53
3.3.5	Difusividade e aprisionamento do hidrogênio.....	57
3.3.6	Fragilização pelo hidrogênio em aços da família dúplex.....	68
3.4	PROCESSO DE SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA.....	78
3.4.1	Breve história da soldagem FSW.....	78
3.4.2	Princípios básicos da soldagem FSW.....	79
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	85
4.1	MATERIAIS.....	86
4.2	EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM – <i>FSW GANTRY SYSTEM</i>	86
4.3	SOLDAGEM <i>FRICITION STIR WELDING</i>	89
4.4	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	92
4.5	ENSAIOS DE MICRODUREZA.....	93
4.6	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO METAL BASE.....	94
4.7	ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA.....	95
4.7.1	Ensaios de tenacidade à fratura ao ar.....	98
4.7.2	Ensaios de tenacidade à fratura no meio com proteção catódica.....	99
4.7.3	Aquisição de dados, pós-fadiga, medição da pré-trinca, cálculo do parâmetro CTOD e região de análise da fratura.....	102

5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	107
5.1	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE.....	107
5.2	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO METAL BASE.....	111
5.3	CARACTERIZAÇÃO VISUAL DA SOLDADA.....	113
5.4	CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA.....	114
5.5	ENSAIOS DE MICRODUREZA NA JUNTA SOLDADA.....	120
5.6	ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA.....	122
5.7	FRACTOGRAFIA DO METAL BASE ENSAIADO AO AR.....	127
5.8	FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA ENSAIADA AO AR.....	131
5.9	FRACTOGRAFIA DO METAL BASE ENSAIADO NO MEIO.....	133
5.10	FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA ENSAIADA NO MEIO.....	135
6	CONCLUSÕES.....	138
7	TRABALHOS FUTUROS.....	139
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	140
	APÊNDICE.....	150

1 INTRODUÇÃO

A soldagem no estado sólido é um processo de união alternativo à soldagem convencional por arco elétrico. Essa técnica, reúne algumas vantagens sobre a soldagem convencional por fusão. O fato de não ocorrer o fenômeno de solidificação, elimina porosidades, reduz o nível de empenamento e absorção de gases da atmosfera. O aporte térmico aplicado durante a soldagem por fricção, geralmente é menor que o praticado na soldagem convencional. Isto é uma interessante vantagem, pois reduz a temperatura de pico do processo, assim, o ciclo térmico produzido pelo processo de soldagem tem um menor impacto sobre as alterações na microestrutura da junta soldada. Em especial para os aços altamente ligados, como os aços inoxidáveis, que são propensos a formação de fases intermetálicas indesejáveis (VERNA e TAIWADE, 2017). O aporte térmico afeta significativamente a microestrutura dos materiais que compõe a junta, e por consequência, também afeta as propriedades mecânicas, como a tenacidade, e a susceptibilidade da junta soldada para a fragilização pelo hidrogênio atômico (SWIERCZYNSKA et al., 2020).

Os processos de soldagem no estado sólido são totalmente mecanizados e geralmente necessitam de um equipamento robusto, que suporte as altas forças aplicadas pela ferramenta durante a etapa de soldagem. Isto, eleva o custo do equipamento em comparação à soldagem a arco elétrico, tendo como vantagem, contudo, um menor grau de dependência do operador e maior reprodutibilidade. De fato, a soldagem por fricção reduz a quantidade de fumos nocivos gerados, além de reduzir o consumo de energia durante a operação. Assim, o impacto ambiental do processo de união também é reduzido. A possibilidade de soldagem de metais dissimilares também é um atrativo deste processo de soldagem complementar à soldagem por fusão (SATO et al., 2005; MISHRA e MA, 2005; STROE, 2006; LOHWASSER e CHEN, 2010; SANTOS, 2012; ESMAILZADEH et al., 2013).

Neste trabalho, o processo de soldagem no estado sólido por fricção e mistura mecânica, conhecido internacionalmente como *Friction Stir Welding* (FSW), foi o foco de estudo. É um processo relativamente recente, patenteado em 1991, por Wayne Thomas, e desenvolvido no *The Welding Institute* (TWI), instituto de pesquisa e tecnologia em soldagem, situado na cidade de Cambridge, Inglaterra. Apesar de ser um processo relativamente novo, FSW já apresenta um amplo campo de aplicações,

principalmente para a soldagem de chapas planas. Com aplicações mais consolidadas na união de materiais metálicos de baixo ponto de fusão, como as ligas de alumínio, possui empregos em áreas de alto desempenho: aeroespacial, fabricação de navios, componentes automotivos etc. Atualmente, o maior desafio nesta tecnologia é a soldagem de ligas de alto ponto de fusão, que é o caso dos aços ao carbono, aços inoxidáveis e ligas de níquel. Isto se deve principalmente a dois fatores: elevada temperatura de processamento (≈ 1200 °C) e desgaste excessivo da ferramenta de soldagem (LOHWASSER e CHEN, 2010; DIALAMI, CERVERA e CHIUMENTI, 2019).

Dentro da classe dos aços inoxidáveis, destacam-se os aços inoxidáveis dúplex. Este aço foi desenvolvido por volta dos anos 30, com o objetivo de atender a algumas limitações dos aços inoxidáveis austeníticos da série AISI 300, principalmente no que diz respeito à resistência à corrosão sob tensão em meios contendo cloretos (IMOA, 2009). No caso da soldagem dos aços inoxidáveis dúplex, os principais cuidados a serem tomados são: manter uma proporção similar entre as fases (ferrita e austenita), evitar o crescimento do grão ferrítico e também evitar a formação de compostos intermetálicos, como exemplo pode-se citar: fase σ , nitretos e carbonetos. Estas fases são prejudiciais ao desempenho das juntas soldadas dos aços inoxidáveis dúplex (VERNA e TAIWADE, 2017; ZHANG et al., 2018).

Atualmente, existem quatro tipos de aços inoxidáveis dúplex (AIDs). O que os diferencia, basicamente, é a quantidade de elementos de liga adicionados em sua composição. Neste caso, a adição de elementos de liga tem o objetivo principal de aumentar a resistência à corrosão localizada. Uma das nomenclaturas mais comumente utilizadas para os AIDs é a marca registrada pela empresa sueca SANDVIK, onde SAF[®] significa Sandvik *Austenite Ferrite* e os dois números na sequência representam o teor de cromo e de níquel presentes no material. As aplicações incluem ambientes muito corrosivos e que exigem uma boa resistência mecânica, como por exemplo, dessalinizadores de água do mar, tubulações e equipamentos para extração de óleo e gás, dessulfuradores, tanques químicos e até pontes para veículos e pedestres (NILSSON, 1992; ASM, 2005; IMOA, 2009).

Os componentes e estruturas metálicas citados acima, são frequentemente fabricados por processos de soldagem convencionais por fusão. Neste caso, é comum empregar processos como: soldagem a arco elétrico submerso (*Submerge Arc*

Welding - SAW) e soldagem a arco elétrico com arame tubular (FCAW). Nestes processos, muitas vezes, elevados aportes térmicos são aplicados ($\geq 2,0$ kJ/mm), sendo este, um dos parâmetros mais relevantes no processo de soldagem.

Mesmo apresentando elevada resistência à corrosão, os equipamentos e componentes fabricados com os AIDs, expostos ou submersos em água do mar, são protegidos, com o objetivo de minimizar os problemas relacionados com a corrosão. Neste caso, a proteção catódica por ânodo de sacrifício ou corrente impressa é a técnica mais empregada. Os potenciais de proteção catódica utilizados podem variar de -800 até -1.150 mV_{Ag/AgCl}. No entanto, esse tipo de proteção promove a absorção de hidrogênio atômico pelo material, podendo causar uma redução importante na tenacidade de uma série de metais e juntas soldadas, bem como suscetibilidade acentuada à fratura frágil (VITIELLO, 2009; LOHWASSER e CHEN, 2010; HORTA, 2015; SWIERCZYNSKA et al., 2020).

Assim, tendo em vista os problemas causados pelo elevado aporte térmico dos processos de soldagem convencionais por fusão, e a possibilidade de fragilização pelo hidrogênio atômico gerado pela proteção catódica, o objetivo desta investigação é realizar a soldagem pelo processo de fricção e mistura mecânica (FSW) de chapas do aço inoxidável superdúplex UNS S32760 (também classificado como SAF 2507) e investigar a tenacidade à fratura da junta soldada em condição de proteção catódica.

As juntas soldadas foram produzidas em um equipamento dedicado à soldagem FSW no instituto de pesquisa alemão *Helmholtz-Zentrum-Geesthacht* (HZG). No primeiro momento, os esforços foram concentrados no desenvolvimento dos parâmetros de soldagem para a obtenção de juntas isentas de defeitos. Os parâmetros que apresentaram os melhores resultados foram escolhidos para a segunda etapa experimental. Nesta etapa, juntas soldadas de boa qualidade foram produzidas com chapas de 3 mm de espessura. Após a etapa de soldagem, todos os ensaios de caracterização e de tenacidade à fratura foram realizados no Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF), da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). A investigação da tenacidade à fratura foi realizada na solda produzida com velocidade de soldagem de 3 mm/s. A escolha desta, foi motivada pelo fato desta solda, ter apresentado o menor aporte térmico (1,06 kJ/mm) entre as velocidades de soldagem testadas, este valor está dentro das especificações recomendadas pela literatura para a soldagem deste tipo de liga (IMOA, 2009).

2 OBJETIVOS

Esta tese tem como principal objetivo investigar o comportamento da tenacidade à fratura de juntas soldadas por fricção e mistura mecânica (*Friction Stir Welding* - FSW) do aço inoxidável superdúplex na condição de fragilização pelo hidrogênio atômico produzido por proteção catódica em água do mar sintética.

Para a realização desta investigação foi necessária a fabricação de soldas isentas de defeitos, assim, de modo complementar, este trabalho também tem como objetivo:

- Desenvolver parâmetros adequados para o processo de soldagem FSW na união de chapas planas do aço inoxidável superdúplex UNS S32760.
- Obter juntas soldadas isentas de defeitos.
- Obter juntas soldadas com aporte térmico dentro do especificado pela literatura para a classe dos AISDs (0,3 – 1,5 kJ/mm).
- Caracterizar a microestrutura do centro da zona de mistura da junta soldada nas três orientações principais.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇOS INOXIDÁVEIS

3.1.1 Introdução

Os aços inoxidáveis são uma grande família de ligas ferrosas especiais, desenvolvidas especificamente para atenuar problemas de corrosão. Têm como seu principal elemento de liga o cromo (Cr), em um teor mínimo de 10,5% em peso. Também possuem outras propriedades desejáveis, tais como, excelente conformabilidade, alta tenacidade, boa resistência à formação de carepa e à oxidação, além de boa resistência à fluência (KRAUSS, 2005). Os primeiros avanços tecnológicos no desenvolvimento dos aços inoxidáveis ocorreram na Inglaterra e na Alemanha em torno do ano de 1910. Em 1908, a fábrica de embarcações alemã Friedrich Krupp construiu um iate de vela, o Germânia (ver FIGURA 3.1). Este foi construído com um casco de aço cromo-níquel, sendo, historicamente, a primeira aplicação do aço inoxidável (ASM, 2005).

FIGURA 3.1 – IATE GERMÂNIA – PRIMEIRA APLICAÇÃO DO AÇO INOXIDÁVEL



FONTE: Arquivo histórico da Krupp, fotógrafo desconhecido, 1908.

Em 1950, a produção mundial de aço inoxidável ultrapassou a marca de um milhão de toneladas. De 1950 até 2016, a produção mundial dos aços inoxidáveis apresentou uma taxa de crescimento anual média de 5,86% (ISSF, 2017). Atualmente, mais de 40 milhões de toneladas de aços inoxidáveis são produzidos anualmente.

O cromo é o elemento de liga responsável pela excelente resistência dos aços inoxidáveis à corrosão, embora muitos outros elementos possam ser adicionados para estabilizar a microestrutura final desejada, bem como garantir propriedades específicas. Assim, todos os aços inoxidáveis contêm uma grande quantidade de cromo. O cromo estabiliza a estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) do ferro, chamada de ferrita ou fase alfa (α). Acima de 12% de cromo, a fase ferrita é completamente estável, desde a temperatura ambiente até o seu ponto de fusão (KRAUSS, 2005).

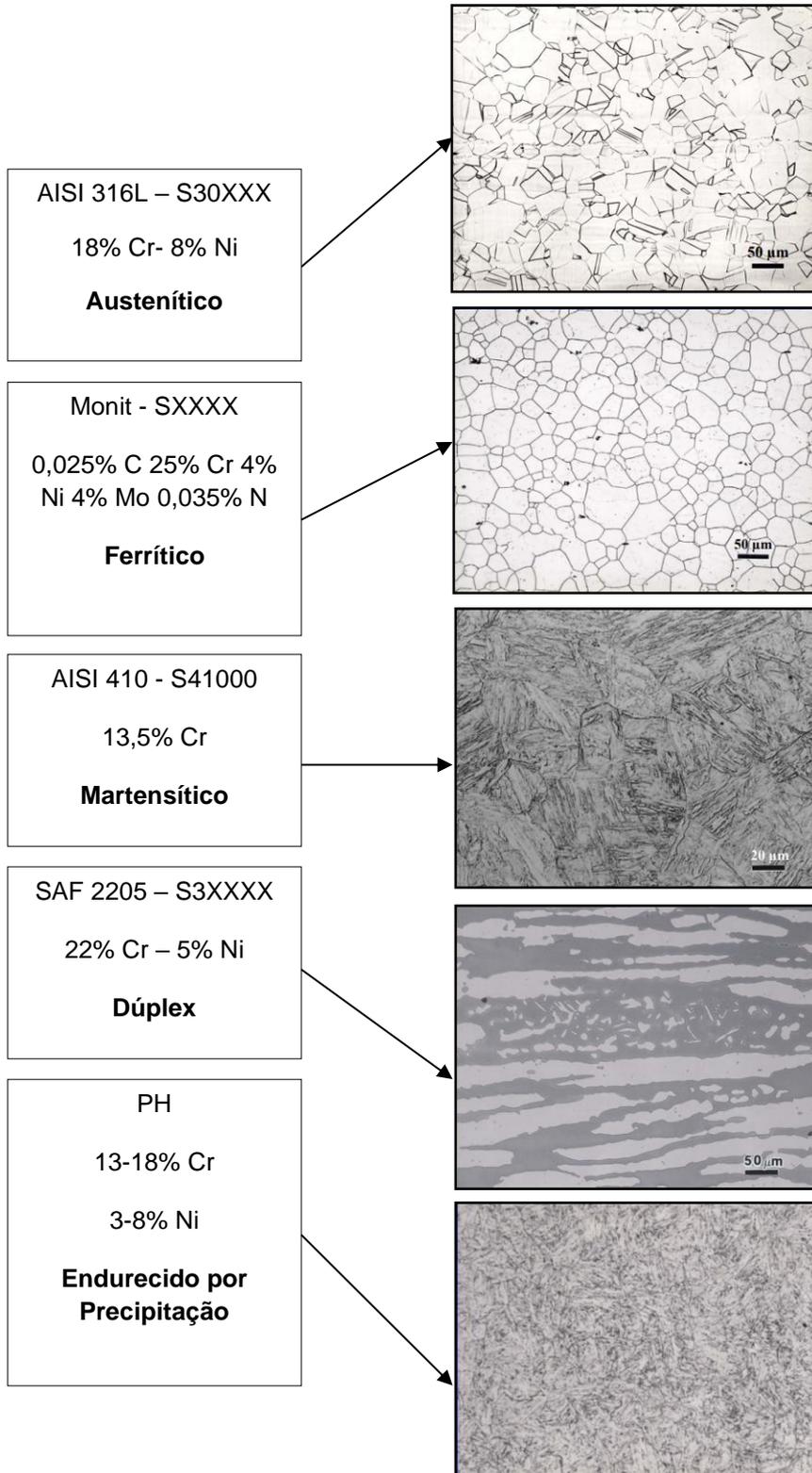
Ao lado do cromo, o níquel (Ni) é o elemento de liga que mais fortemente influencia o projeto de ligas na classe dos aços inoxidáveis. O níquel estabiliza a estrutura cúbica de faces centradas (CFC) e, portanto, expande o campo da austenita ou fase gama (γ). Em ligas binárias de Fe-Ni, aproximadamente 30% de níquel é necessário para estabilizar completamente a austenita. No entanto, se o cromo estiver presente em quantidades suficientes para garantir resistência à corrosão, precisa-se muito menos níquel para estabilizar a austenita (KRAUSS, 2005).

Atualmente, os aços inoxidáveis estão disponíveis na forma de chapas, tiras, folhas, barras, fios, produtos semiacabados e tubos. São divididos em cinco grupos (ver FIGURA 3.2), de acordo com o tipo de microestrutura, sendo eles: martensíticos, ferríticos, austeníticos, dúplex e os aços inoxidáveis endurecíveis por precipitação (*precipitation hardening* – PH). Em cada um dos três grupos originais (austenítico, ferrítico e martensítico), existe uma composição química que representa a liga base para aplicações gerais. Todas as outras composições derivam da liga base, onde variações específicas podem ser produzidas para se obter propriedades desejadas (ASM, 2005).

Em conjunto com a resistência a ambientes corrosivos específicos, os aços inoxidáveis evoluíram em torno dos seguintes princípios da metalurgia (IMOA, 2009):

- (a) redução do teor de carbono e adição de elementos de liga para eliminar a formação de carbonetos de cromo e corrosão intergranular, melhorando a resistência à corrosão em estruturas soldadas;
- (b) adição do elemento de liga molibdênio para aumentar a resistência à corrosão localizada;
- (c) ligas com altas adições de cromo e níquel para produzir alta resistência mecânica em elevadas temperaturas e grande resistência à oxidação.

FIGURA 3.2 – MICROESTRUTURA TÍPICA DAS CINCO CLASSES DOS AÇOS INOXIDÁVEIS

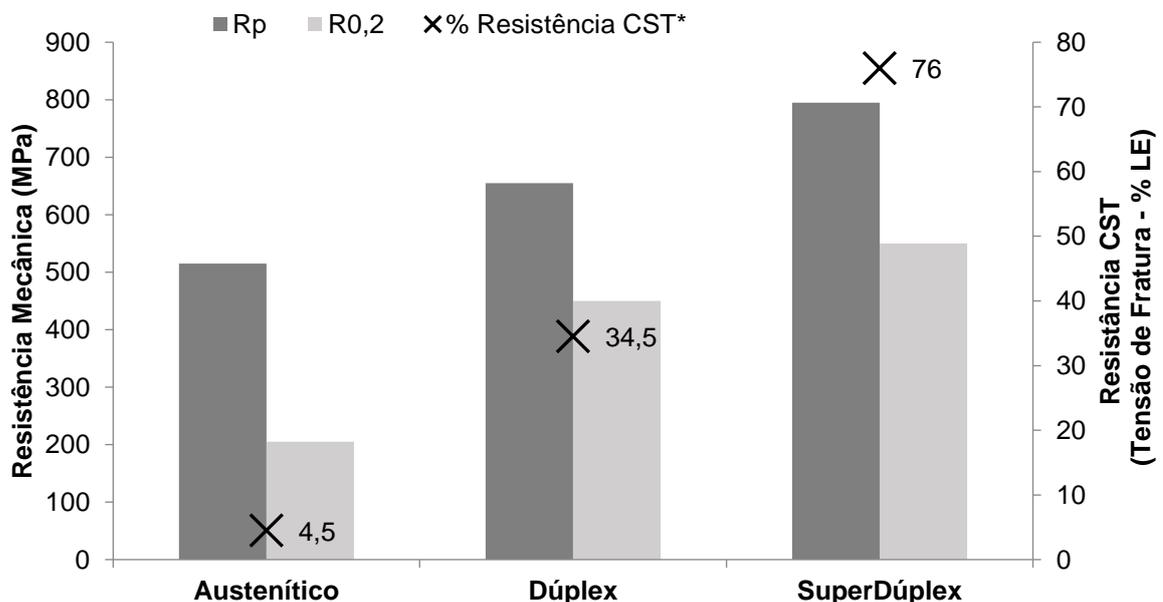


FONTE: Adaptado de VOORT, 2006.

Porém, sob os efeitos combinados de tensão e certos ambientes corrosivos, os aços inoxidáveis, principalmente os austeníticos da série AISI 300, podem estar sujeitos a uma forma muito rápida de degradação, conhecida como corrosão sob tensão (CST). Esse tipo de corrosão é um processo de deterioração de materiais metálicos pela ação conjunta de tensões mecânicas (residuais ou aplicadas) e ambiente corrosivo. É caracterizada pela formação de trincas, o que favorece a ruptura do material (IMOA, 2009; CHENG, 2013; JAWWAD, MAHDI e ALSHABATAT, 2019). Alguns dos primeiros usos dos aços inoxidáveis dúplex foram justificados pela sua elevada resistência à CST, muito superior que à dos aços austeníticos (IMOA, 2009).

Um dos meios corrosivos mais prejudiciais para os metais é a solução aquosa contendo cloreto de sódio, como a água do mar, especialmente em temperaturas elevadas. A dificuldade de se conciliar elevada resistência mecânica com alta resistência à corrosão foi uma das motivações que resultou no desenvolvimento dos aços inoxidáveis da classe dúplex. A FIGURA 3.3 apresenta as principais propriedades mecânicas e a resistência à CST (% do limite elástico para a tensão de fratura) para os aços AISI 316L, SAF 2205 e SAF 2507. A resistência à CST em questão, foi avaliada através do ensaio de evaporação de gotas em solução aquosa salina. Este ensaio é considerado muito agressivo devido à alta temperatura (120 °C) e também, pelo aumento da concentração de cloretos por evaporação (IMOA, 2009).

FIGURA 3.3 – PROPRIEDADES MECÂNICAS E RESISTÊNCIA À CST DOS AÇOS INOXIDÁVEIS



FONTE: Adaptado de IMOA, 2009.

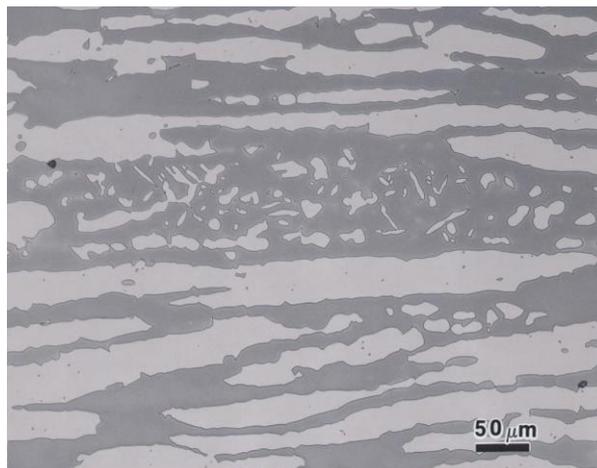
3.1.2 Aços inoxidáveis dúplex

Os aços inoxidáveis da família dúplex são aços com uma microestrutura mista com proporções similares das fases austenita e ferrita. Esses aços apresentam excelente resistência à corrosão, boas propriedades mecânicas e de tenacidade.

Os primeiros tipos fundidos e laminados foram produzidos na Suécia e na Finlândia, em 1930. Essas ligas, contendo principalmente cromo, níquel e molibdênio, foram desenvolvidas originalmente para reduzir os problemas de corrosão intergranular dos primeiros aços inoxidáveis austeníticos. A primeira patente foi concedida na França, em 1936, para o pioneiro que seria conhecido como Urano 50. Sua microestrutura típica (ver FIGURA 3.4), é composta de matriz ferrítica com ilhas de austenita alongadas no sentido da conformação (IMOA, 2009).

A quantidade exata de cada fase é basicamente uma função da composição química e dos ciclos térmicos ocorridos durante e após a sua fabricação. A maioria das ligas é projetada para conter quantidades similares de cada fase na condição recozida. Os principais elementos de liga são o cromo e o níquel, mas o nitrogênio, o molibdênio, o cobre, o silício e o tungstênio (W) podem ser adicionados para controlar o equilíbrio estrutural e conferir propriedades, como resistência à corrosão localizada.

FIGURA 3.4 – MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX SAF 2205



NOTA: Material recozido. Ataque: NaOH 20%, aquoso eletrolítico, 3 Vdc., 12s. Austenita fase clara.

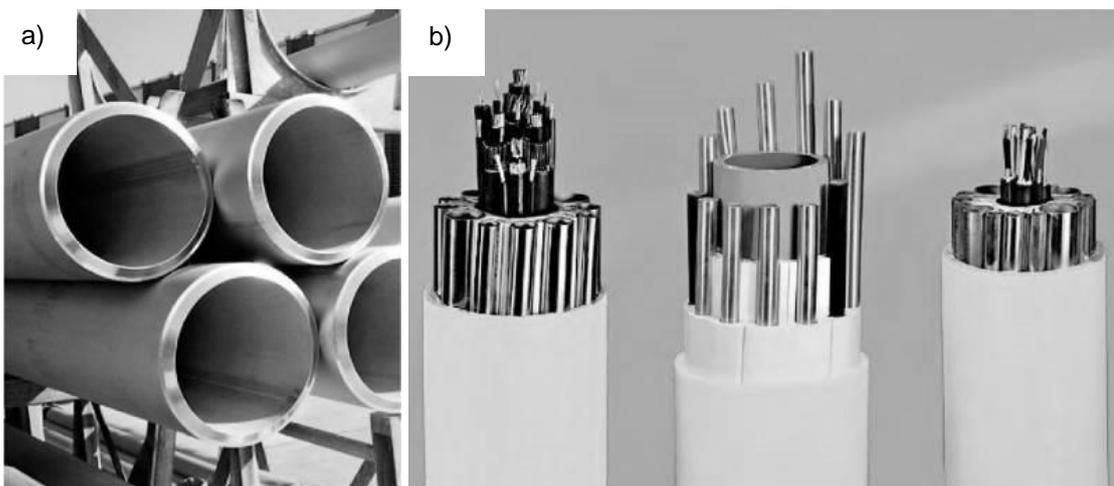
FONTE: VOORT, 2006.

O tipo AISI 329 (23-28Cr, 2-5Ni, 1-2Mo) foi um dos primeiros aços inoxidáveis dúplex, este aço encontrou ampla aceitação no mercado internacional a partir da

Segunda Guerra Mundial. Naquela época, foi extensivamente utilizado em tubulações de trocadores de calor para uso com ácido nítrico. Nos anos seguintes, os aços dúplex laminados e fundidos foram usados para uma série de aplicações na indústria de processamento, incluindo tanques, trocadores de calor e bombas. Estes aços inoxidáveis dúplex da primeira geração tinham um bom desempenho, mas apresentavam limitações nas regiões soldadas. A zona termicamente afetada (ZTA) apresentava baixa tenacidade, principalmente devido ao excesso de ferrita e uma resistência à corrosão significativamente menor que a do MB (IMOA, 2009).

A segunda geração dos AIDs é definida pela adição de nitrogênio. Este novo desenvolvimento, que começou no final dos anos 70, coincidiu com o emprego de plataformas *offshore* para a extração de óleo e gás no Mar do Norte e com o aumento da demanda por aços inoxidáveis com excelente resistência à corrosão por cloretos, boa conformabilidade, boa soldabilidade e boa tenacidade. Assim, o aço AID SAF 2205 tornou-se o carro-chefe da segunda geração e foi amplamente utilizado em tubulações de linha de gás e aplicações de processo nas plataformas *offshore*. A alta resistência mecânica destes aços permitiu a redução da espessura das estruturas metálicas, o que promoveu uma importante redução de peso para as plataformas, oferecendo assim um diferencial para o seu uso (IMOA, 2009). A FIGURA 3.5 mostra algumas aplicações para os AIDs no setor de produção de óleo e gás.

FIGURA 3.5 – APLICAÇÕES DO AID NAS PLATAFORMAS DE PETRÓLEO



NOTA: Em (a) dutos rígidos de AID SAF 2205 e em (b) tubos de AISD SAF 2507 em umbilicais.

FONTE: Butting e Sandvik, 2009.

O desenvolvimento deste tipo de aço é uma constante e, atualmente, a família dos aços inoxidáveis dúplex pode ser dividida em quatro grupos principais, entre os quais, varia a quantidade de elementos de liga e, por consequência, a resistência à corrosão localizada. Esta é avaliada pelo PREN, *Pitting Resistance Equivalent Number*, ou seja, é avaliada pelo índice de resistência à corrosão por pite (NILSSON, 1992; ASM, 2005; IMO, 2009).

$$\text{PREN} = \%Cr + 3,3(\%Mo + 0,5\%W) + 16\%N \quad (1)$$

Os aços inoxidáveis da classe dúplex são agrupados de acordo com a classificação abaixo (NILSSON, 1992; ASM, 2005; IMO, 2009):

- *Lean* Dúplex, como o SAF 2304 (UNS S32304), alto Cr, baixo Ni, 0,2N e sem adição de Mo – SAF 2101 (UNS S32101), SAF 2102 (UNS S82011), SAF 2202 (UNS S32202) e SAF 2304 (UNS S32304). PREN ≈ 24 (SAF 2304).
- Dúplex padrão, como o SAF 2205 (UNS S31803). Abrange mais de 80% das aplicações. Alto Cr, moderado Ni e Mo, e 0,16N – SAF 2205 (UNS S32205), SAF 2003 (S32003) e SAF 2404 (UNS S82441). PREN > 30 (SAF 2205).
- Superdúplex (PREN 40-45), com 25-26 Cr, mais Ni e Mo, 0,25N e outros elementos, como o Cu e W – SAF 2507 (UNS S32750), SAF 255 (UNS S32550) e Z100 (UNS S32760).
- Hiperdúplex, definido como um AID de alta liga com PREN acima de 45. Alto Cr, maior teor de Ni, Mo e outros – SAF 2707 (UNS S32707).

A TABELA 3.1 apresenta as composições químicas da segunda geração dos AIDs laminados. Destaca-se a composição química do aço inoxidável UNS S32760. Este apresenta em sua composição, até 4% de Mo e adições de Cu e W para conferir maior resistência a corrosão localizada. As composições da primeira geração dos AIDs e do aço austenítico AISI 316L foram incluídos para comparação.

TABELA 3.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO) DOS AIDs

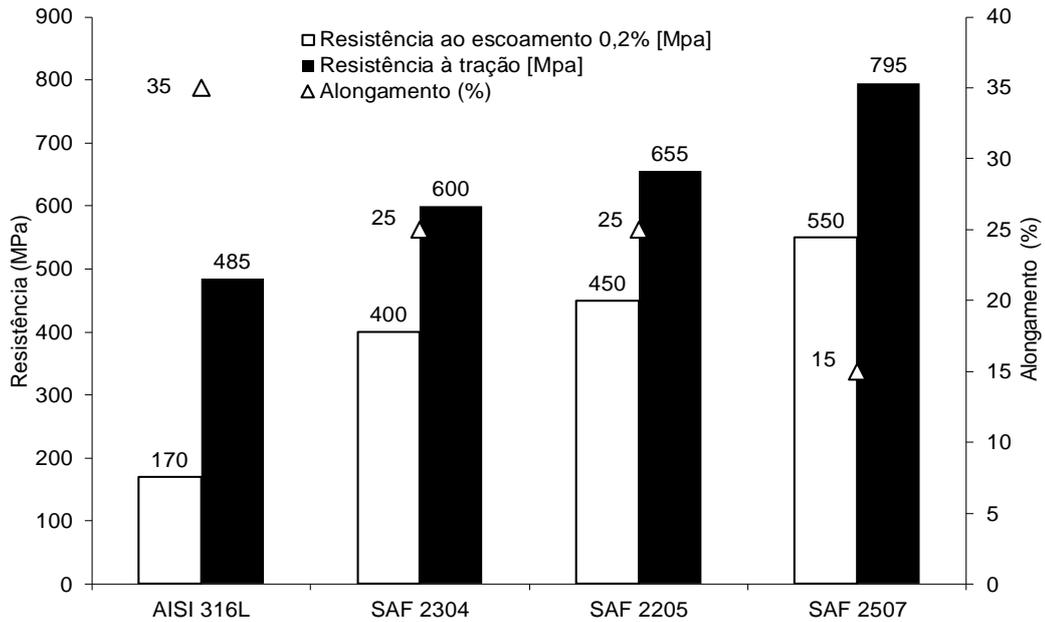
TIPO	UNS No.	EN No.	C	Cr	Ni	Mo	N	Mn	Cu	W
AÇOS INOXIDÁVEIS DÚPLEX LAMINADOS										
TIPO DE DÚPLEX DA PRIMEIRA GERAÇÃO										
AISI 329	S32900	1.4460	0.08	23.0- 28.0	2.5- 5.0	1.0- 2.0	-	1.00	-	-
TIPO DE DÚPLEX DA SEGUNDA GERAÇÃO										
<i>LEAN</i>										
SAF 2304	S32304	1.4362	0.03	21.5- 24.5	3.0- 5.5	0.05- 0.6	0.05- 0.20	2.50	0.05- 0.60	-
PADRÃO										
SAF 2205	S31803	1.4462	0.03	22.0- 23.0	4.5- 6.5	3.0- 3.5	0.14- 0.20	2.00	-	-
SUPERDÚPLEX										
SAF 2507	S32750	1.4410	0.03	24.0- 26.0	6.0- 8.0	3.0- 5.0	0.24- 0.32	1.20	0.5	-
	S32760	1.4501	0.03	24.0- 26.0	6.0- 8.0	3.0- 4.0	0.20- 0.30	1.00	0.5- 1.0	0.5- 1.0
HIPERDÚPLEX										
SAF 2707	S33207		0.03	29.0- 33.0	6.0- 9.0	3.0- 5.0	0.40- 0.60	1.50	1.0	-
AÇOS INOXIDÁVEIS AUSTENÍTICOS CONFORMADOS										
AISI 316L	S31603	1.4404	0.03	16.0- 18.0	10.0- 14.0	2.0- 3.0	0.10	2.00	-	-

NOTA: Em destaque o aço inoxidável superdúplex UNS S32760, material de estudo deste trabalho.

FONTE: Adaptado de ASM, 2005 e IMO A, 2009.

A resistência mecânica aumenta e a ductilidade diminui na condição em que são adicionados mais elementos de liga, especialmente o nitrogênio (ver FIGURA 3.5). A resistência ao escoamento mínima para chapas de aço inoxidável superdúplex (AISD), na condição recozida é de 550 MPa, o que é mais do que o dobro do valor obtido para os aços inoxidáveis austeníticos (sem adição de nitrogênio). As principais propriedades mecânicas dos AIDs estão apresentadas na FIGURA 3.6. As propriedades do aço inoxidável AISI 316L foram adicionadas para comparação (IMO A e LEITE, 2009).

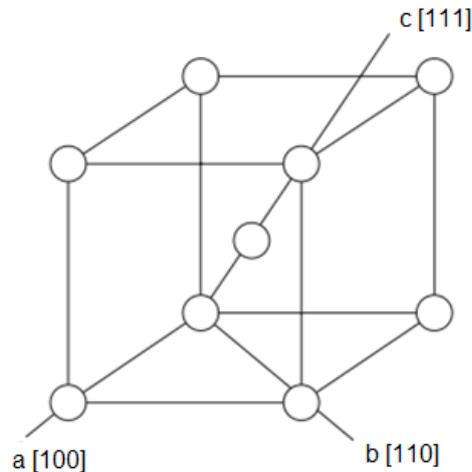
FIGURA 3.6 – LIMITES MÍNIMOS DE PROPRIEDADES MECÂNICAS PARA CHAPAS DE AID



FONTE: Adaptado de IMO A e LEITE, 2009.

Para um melhor entendimento das propriedades mecânicas dos AIDs é importante lembrar alguns conceitos fundamentais da metalurgia física. As propriedades físicas de um monocristal dependem da direção cristalográfica de onde são medidas. Isto significa que, os cristais não são isotrópicos, mas sim anisotrópicos. Por exemplo, o módulo de elasticidade, ou seja, a rigidez do material, no ferro (fase ferrita) apresenta diferentes valores para as direções [100] e [111] (HERTZBERG, 1989), ver TABELA 3.2. Essa direcionalidade nas propriedades é chamada de anisotropia, e está associada com a variação do espaçamento atômico em função da direção cristalográfica. A extensão e magnitude dos efeitos anisotrópicos em um material cristalino é uma função da simetria de sua estrutura cristalina. O grau de anisotropia aumenta com a redução na simetria estrutural (CALLISTER, 2007; REED-HILL, 2009). As principais direções cristalográficas em uma estrutura cristalina CCC são representadas pelas letras a [100], b [110] e c [111], e podem ser observadas na FIGURA 3.7.

FIGURA 3.7 – DIREÇÕES CRISTALOGRÁFICAS PRINCIPAIS DE UM CRISTAL CCC



FONTE: Adaptado de Reed-Hill, 2009.

Para muitos materiais policristalinos, a orientação cristalográfica dos grãos é totalmente randômica. Nestas circunstâncias, embora cada grão seja anisotrópico, um componente composto de um agregado de grãos se comportará isotropicamente. Pode-se afirmar, que a magnitude da propriedade medida em uma dada direção, representará a média dos valores individuais de cada grão. Entretanto, muitas vezes, os grãos de um material policristalino apresentam uma orientação cristalográfica preferencial, ou seja, a orientação cristalográfica dos grãos está, em sua maioria, alinhada em uma determinada direção. Neste caso, o material apresenta textura (REED-HILL, 2009).

TABELA 3.2 – RIGIDEZ DO FERRO EM FUNÇÃO DA ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA

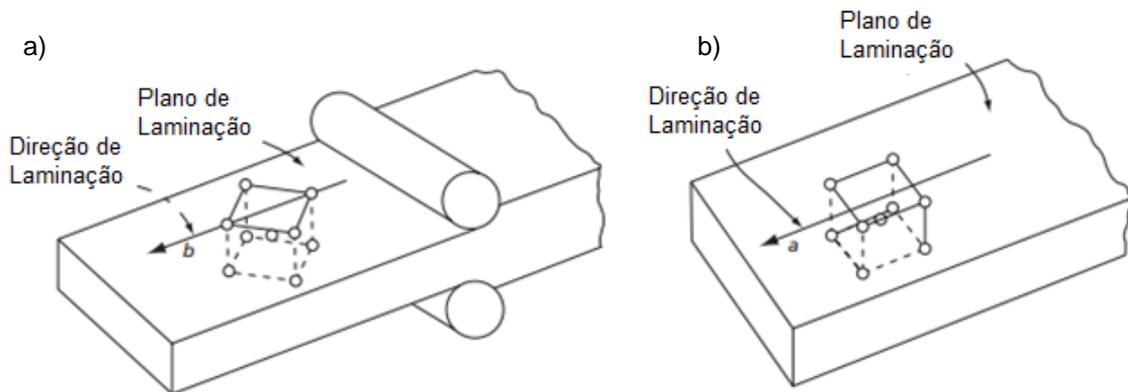
DIREÇÃO CRISTALOGRÁFICA	a[100]	b[110]	c[111]
Módulo de Elasticidade (GPa)	125	210,5	272,7

FONTE: Adaptado de HERTZBERG, 1989.

De acordo com Reed-Hill (2009), os tradicionais processos de conformação mecânica, como trefilação e laminação, por exemplo, tendem a alinhar a estrutura cristalina do metal, de maneira que a direção *b* de cada cristal fique paralela ao eixo principal de conformação (ver FIGURA 3.8a). Para o autor, esse tipo de orientação preferencial de cristais na conformação do aço é bastante persistente. Mesmo se o metal é submetido a um tratamento térmico posterior que reforme completamente sua estrutura cristalográfica, os cristais tendem a manter a direção *b* paralela à direção principal de conformação. No caso de chapas, a orientação preferencial ocorre no

sentido da laminação, ou no sentido do comprimento do material. Na laminação, além de existir a tendência de encontrar a direção b da estrutura cristalina paralela à direção de laminação, também existe uma forte tendência para que o plano de uma estrutura cristalina se alinhe paralelamente ao plano da superfície de uma chapa ou placa laminada (REED-HILL, 2009). A FIGURA 3.8b ilustra o alinhamento da estrutura do material devido ao processo de fabricação.

FIGURA 3.8 – ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS OBTIDAS NO PROCESSO DE LAMINAÇÃO



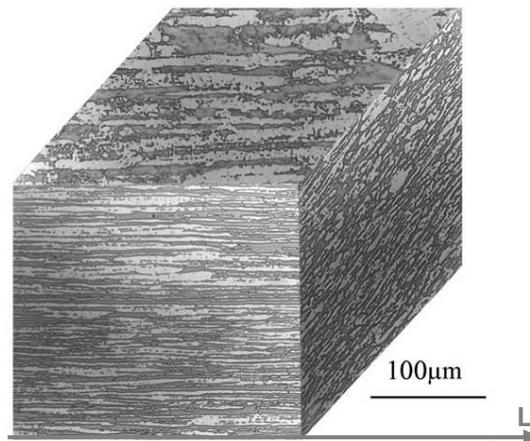
FONTE: Adaptado de Reed-Hill, 2009.

Hutchinson, Ushioda e Runnsjö (1985) realizaram estudos importantes sobre a textura cristalográfica no AID. Em seus estudos, mediram a textura de chapas do AID SAF 2205 e afirmaram que existe uma significativa variação na textura do material com a profundidade da chapa a partir da superfície. Segundo os autores, isto é comumente causado pelas condições de conformação, como a fricção e geometria dos rolos laminadores. A textura da ferrita na superfície da chapa contém significativos componentes de cisalhamento na direção $(110)[001]$, enquanto que a austenita é praticamente randômica nesta região. Um contraste é encontrado à meia espessura da chapa, o material se apresenta quase homogêneo e fortemente texturizado em ambas as fases. Os estudos de Hutchinson, Ushioda e Runnsjö (1985) demonstraram que a textura da ferrita à meia espessura da chapa está centrada na direção $(100)[001]$, enquanto que na austenita, a textura compreende de duas componentes equivalentes do tipo $(110)[112]$. Outro ponto interessante que os autores analisaram, é que a fase ferrita, embora muito fortemente texturizada, deveria introduzir quase nenhuma anisotropia na resistência se estivesse isolada. Entretanto, quando a fase austenita está presente simultaneamente, como o caso dos AIDs, isto pode introduzir estados de deformação que conflitem com os adotados pela ferrita. De acordo com os

autores, a constrição mútua da deformação em ambas as fases, fazem com que a tensão aumente em certas direções. Por fim, Hutchinson, Ushioda e Runnsjö (1985) afirmam que uma marcante anisotropia na resistência mecânica ocorre nos AIDs por causa da presença e da interação entre grãos com orientações cristalográficas preferenciais, observados em ambas as fases. Esse comportamento deve ser considerado como um aumento da resistência pela textura e não um reforço com a presença de uma segunda fase, apesar da aparência observada na microestrutura.

El-Yazgi e Hardie (1996) também afirmam que as propriedades mecânicas dos AIDs laminados são altamente anisotrópicas, ou seja, elas variam dependendo da orientação de estímulo mecânico. A FIGURA 3.9 mostra, em perspectiva, a microestrutura de uma tubulação de AID fabricada por laminação. Pode-se observar o bandeamento do material com significativo achatamento da fase austenita.

FIGURA 3.9 – MICROESTRUTURA DE UM TUBO FABRICADO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX

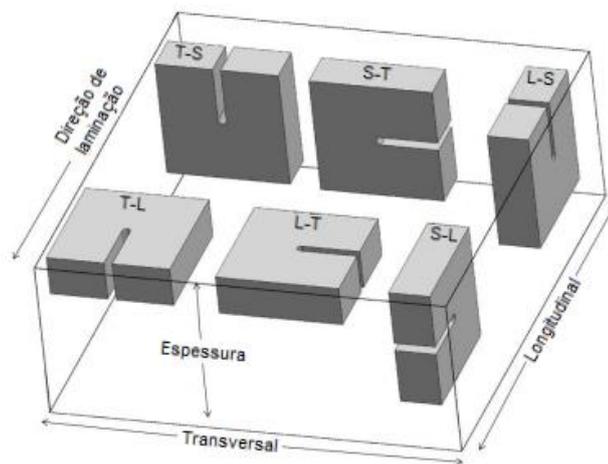


FONTE: Adaptado de YOUNG et. al., 2005.

O manual prático de fabricação de aço inoxidável duplex, publicado pela Associação Internacional do Molibdênio (IMOA, 2009), afirma que a resistência mecânica dos AIDs é mais alta perpendicularmente à direção de laminação. Para ensaios de tenacidade, a tenacidade é maior quando o entalhe também é posicionado perpendicularmente à direção da laminação. Ou seja, a tenacidade medida será mais alta para uma amostra com a orientação do entalhe paralela a direção transversal (L-T), do que para outras direções. Pode-se se esperar valores de 1/3 a 2/3 dos obtidos na orientação L-T, quando o entalhe está disposto paralelo a direção longitudinal (T-L). A FIGURA 3.10 mostra as possíveis orientações para o entalhe em corpos de prova de mecânica da fratura de uma chapa. É de se esperar para um material anisotrópico,

que a orientação do entalhe impactará nos resultados de tenacidade à fratura. É importante destacar que o AID é um material bifásico, com um alongamento preferencial das ilhas de austenita na direção de laminação. Sabe-se, que as fases constituintes apresentam propriedades mecânicas distintas, sendo a ferrita a fase mais resistente e menos dúctil, enquanto a austenita a fase mais tenaz. Assim, a proporção de fases e a disposição das ilhas de austenita em relação ao posicionamento do entalhe impactam consideravelmente nos resultados de tenacidade à fratura dos AIDs.

FIGURA 3.10 – ORIENTAÇÕES POSSÍVEIS DO CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA EM UMA CHAPA LAMINADA



NOTA: Nomenclatura (plano de propagação – direção de propagação).

FONTE: Adaptado de MELCHER, 2014.

No caso de juntas soldadas, geralmente, a tenacidade à fratura decai em comparação com a condição de MB (DHOOGHE e DELEU, 1994; IMO, 2009). São raros os estudos encontrados na literatura sobre a tenacidade à fratura dos AIDs soldados por processos de fricção. Mais especificamente, dados sobre a tenacidade à fratura de soldas realizadas pelo processo FSW e na condição de fragilizados pelo hidrogênio também limitados. Desse modo, a revisão bibliográfica aborda de maneira comparativa as propriedades de tenacidade à fratura de juntas soldadas dos AIDs por processos convencionais de soldagem por fusão. Dhooge e Deleu (1994) estudaram a soldabilidade e o comportamento de tenacidade à fratura dos AIDs em processos convencionais à arco elétrico (*Shield Metal Arc Welding* - SMAW e *Submerged Arc Welding* - SAW). Seus estudos demonstram que os AIDs, na condição de metal base,

exibem excelente tenacidade à fratura, mesmo a temperaturas criogênicas de até -60 °C. Mas, delaminações distribuídas sobre toda a espessura da chapa ocorrem frequentemente devido à triaxialidade de tensões e textura do material. As juntas soldadas apresentaram significativamente menor tenacidade à fratura que o metal de base. Destas, a junta obtida pelo processo SMAW (eletrodo revestido) exibiu o menor valor de CTOD no estudo em questão, apenas 0,12 mm à -40 °C. Esse resultado foi associado ao maior aporte térmico utilizado por este processo de soldagem.

Wiesner (1997) afirma que apesar das muitas vantagens apresentadas na utilização dos AIDs, questões têm sido levantadas em relação às propriedades mecânicas das soldas, especialmente a respeito da tenacidade à fratura. Por isso, o TWI, no ano de 1992, desenvolveu um projeto para determinar o critério de aceitação para os aços da família dúplex e as suas respectivas soldas. Além disso, quantificou o efeito de fases intermetálicas na tenacidade à fratura destes materiais. Os principais resultados deste estudo são resumidos abaixo:

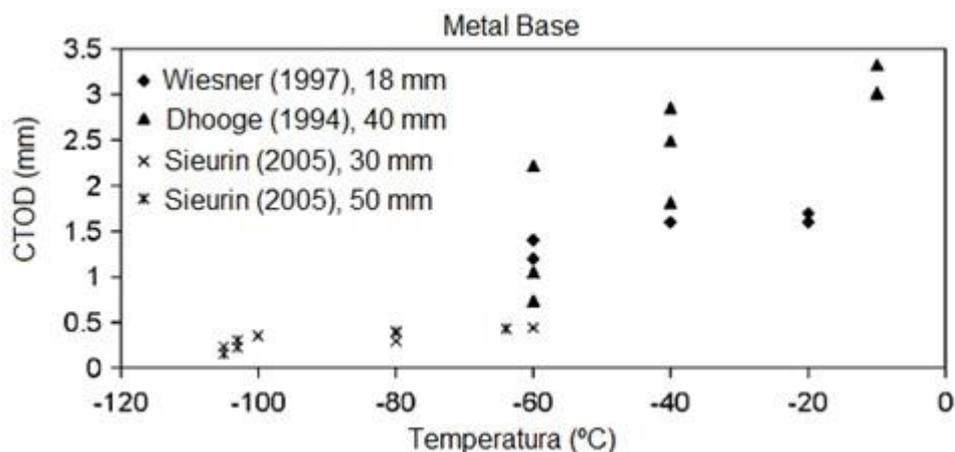
- (i) Com exceção da solda com teor de fase sigma acima de 3,5%, nenhum dos materiais investigados exibiu eventos de fratura frágil durante os ensaios de mecânica da fratura realizados em temperaturas sub-zero.
- (ii) Correlações entre a tenacidade à fratura (CTOD) e a energia absorvida no ensaio de impacto Charpy foram desenvolvidas para o MB e para soldas com diferentes espessuras. Foi demonstrado ser seguro utilizá-las em cálculos de mecânica da fratura para análises em escala real.
- (iii) As análises de mecânica da fratura utilizando a abordagem da norma BS 7910:1999, sugerem que o valor de CTOD de 0,1 mm ou uma energia absorvida no ensaio de impacto Charpy de 40 J na temperatura de operação venha a ser um requerimento de tenacidade apropriado para os aços da família dúplex até 50 mm de espessura.
- (iv) Foi confirmado um efeito significativo da precipitação de fases intermetálicas na energia absorvida Charpy e na tenacidade à fratura.

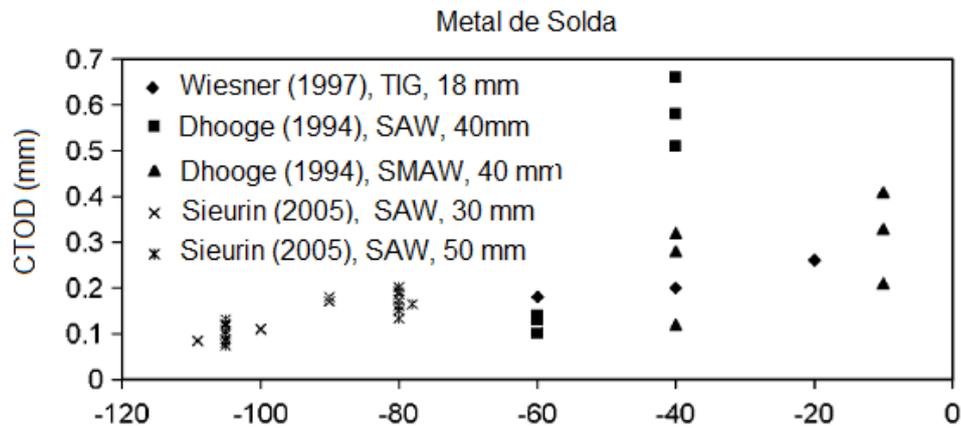
Young et al. (2005) investigaram o efeito da fragilização pelo hidrogênio na tenacidade ao impacto e na resistência à tração do aço AID SAF 2205 soldado a laser. Nesse estudo, alguns parâmetros de soldagem foram testados, como: composição do

gás de proteção e temperatura de pré-aquecimento, e chapas com 5 mm de espessura foram utilizadas. Os ensaios foram realizados em um reator com gás hidrogênio a pressão de 2 atm e com taxa de deslocamento lenta ($0,0075 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$). Os resultados de Young et al. (2005) mostraram que a redução na resistência mecânica para a condição hydrogenada foi maior para as juntas soldadas que para o metal base. Nas juntas soldadas, a redução no valor médio da resistência à tração foi de 23,5%, contra 9% obtido para o metal de base. A suscetibilidade à fragilização pelo hidrogênio foi correlacionada com a microestrutura da zona fundida em diferentes condições de soldagem. Young et al. (2005) verificaram que a tenacidade ao impacto decaí com o aumento da quantidade de ferrita no metal de solda.

Sieurin e Sandström (2006) realizaram ensaios de tenacidade à fratura no metal base e em juntas soldadas por fusão do AID SAF 2205 em temperaturas abaixo de zero e compararam com os resultados obtidos por Dhooge e Deleu (1994) e Wiesner (1997). Os resultados demonstram uma tenacidade à fratura elevada e sempre com deformação plástica presente antes da falha. Os valores de CTOD a -40°C das amostras soldadas foram acima 0,5 mm. Na FIGURA 3.11, são apresentados alguns resultados deste estudo em termos de valores de CTOD (mm). Nos ensaios realizados no metal base, foram observadas trincas secundárias, chamadas pela literatura de *splits* ou delaminações. Estas crescem perpendicularmente ao plano de propagação da trinca principal. De acordo Sieurin e Sandström (2006), estas delaminações se propagam através da fase ferrita ou da interface entre as fases ferrita e austenita.

FIGURA 3.11 – RESULTADOS DE CTOD OBTIDOS POR SIEURIN E SANDSTROM (2006) EM COMPARAÇÃO COM OS RESULTADOS DE WIESNER E DHOOGHE (1994)



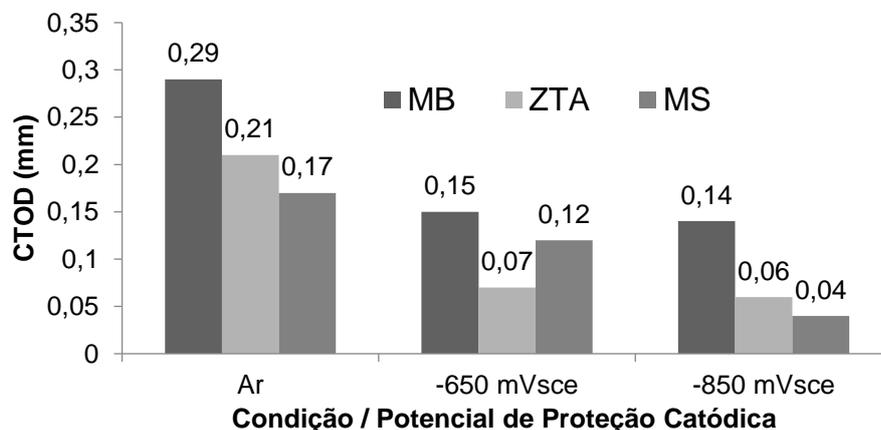


FONTE: Adaptado de SIEURIN e SANDSTROM, 2006.

A maioria das pesquisas realizadas demonstra que juntas soldadas de AID, quando catodicamente carregadas com hidrogênio, em diversas soluções, e quando um regime de carregamento lento é aplicado, são fragilizadas pelo hidrogênio.

Fonseca (2014) demonstrou que um tubo de AISD UNS S32760 com 7,5 mm de espessura soldado pelo processo GTAW é fragilizado através da proteção catódica em água do mar sintética, ao se empregar potenciais de proteção entre -650 e -850 mV_{sce}. O autor realizou ensaios na temperatura ambiente, empregando o método de teste conhecido como *step loading*. Os testes foram bastante lentos, com taxa de deslocamento de $2 \cdot 10^{-6}$ mm.s⁻¹ e os resultados obtidos, apresentados na FIGURA 3.12, demonstram o efeito da fragilização pelo hidrogênio na redução da tenacidade à fratura. Na condição proteção catódica, o metal de solda teve a maior redução na tenacidade, medida em CTOD (mm), chegando a cair 4,25 vezes em valor absoluto.

FIGURA 3.12 – RESULTADOS DE CTOD PARA O METAL BASE E SOLDAS GTAW DO AISD UNS S32760 COM DIFERENTES POTENCIAIS DE PROTEÇÃO CATÓDICA



FONTE: Adaptado de FONSECA, 2014.

Lage, Assis e Mattos (2015) estudaram o efeito da fragilização pelo hidrogênio através da proteção catódica, com potencial de proteção bastante catódico (-1400 mV_{sce}). Os experimentos foram realizados em corpos de prova de tenacidade à fratura do tipo SENB com 15 mm de espessura. Estes foram extraídos de soldas orbitais do aço inoxidável superdúplex UNS S32750 produzidas pelo processo *Gas Tungsten Arc Welding* (GTAW). Os autores observaram que a taxa de 0,897 N.mm^{-3/2}.s⁻¹ é lenta o suficiente para que o hidrogênio interaja com a microestrutura e reduza os valores de CTOD para as amostras soldadas com dois aportes térmicos (ver TABELA 3.3). Os autores também constataram que a microestrutura do metal de solda apresenta uma grande variação em termos de distribuição e morfologia de ambas as fases. Grandes quantidades de austenita com morfologia de Widmanstätten e austenita secundária (γ_2) foram observadas. Esta microestrutura resulta do reaquecimento promovido pelos passes subsequentes da soldagem convencional. Os autores não observaram a presença de fases deletérias, ainda que afirmem que a reação de decomposição da ferrita em austenita secundária é dada pela reação $\alpha \rightarrow \text{CrN/Cr}_2\text{N} + \gamma_2$, ou seja, ocorre a precipitação de nitretos de cromo. Lage, Assis e Mattos (2015) observaram uma grande redução na tenacidade à fratura para as amostras hidrogenadas. E também verificaram o efeito do alto aporte térmico (2,0 kJ/mm) em reduzir para a metade o valor de tenacidade à fratura na condição ao ar.

TABELA 3.3 – RESULTADOS DE CTOD DO AID SAF 2507 EM JUNTAS SOLDADAS AO AR E HIDROGENADO – COMPARAÇÃO DO APORTE TÉRMICO

APORTE TÉRMICO	CONDIÇÃO	δ (mm)	Redução δ (%)
1,1 kJ/mm	Ar	0,820±0,021	Referência
	Após 96h de hidrogenação	0,745±0,061	9,1
	Após 15 dias de hidrogenação	0,079±0,004	90,4
2,0 kJ/mm	Ar	0,414±0,052	Referência
	Após 96h de hidrogenação	0,333±0,021	19,6
	Após 15 dias de hidrogenação	0,076±0,011	81,6

NOTA: Soldas realizadas pelo processo GTAW e potencial de proteção catódica de -1.400 mV_{sce}.

FONTE: Adaptado de LAGE, ASSIS e MATTOS, 2015.

3.2 MECÂNICA DA FRATURA

3.2.1 Introdução

O problema de trincamento em estruturas metálicas, seja este pelo aumento da tensão local, devido a um defeito preexistente no material, e ou pela ação simultânea do hidrogênio atômico, fragilizando ainda mais o material, pode levar a falhas catastróficas em estruturas ou em equipamentos diversos. Isto, pode gerar acidentes com sérios danos ambientais e, na pior situação, perdas de vidas (ANDERSON, 2005).

Broek (1982) relata um dado histórico, por volta do ano de 1860, o número de vítimas nos acidentes de trens ocorridos na Grã-Bretanha era da ordem de 200 por ano. A maioria dos acidentes foi resultado do descarrilhamento, causado pela fratura de rodas, eixos ou trilhos. Alguns desses desastres foram causados por erros de projeto, mas gradualmente se descobriu que os materiais apresentavam defeitos internos preexistentes, na forma de trincas ou fraturas.

Assim, verificou-se que o conhecimento aprofundado do comportamento dos materiais na presença de defeitos ou trincas é imprescindível para evitar acidentes fatais, de pequenas ou grandes proporções. Anderson (2005) afirma que a causa na maioria das falhas estruturais se enquadra em uma das duas categorias abaixo:

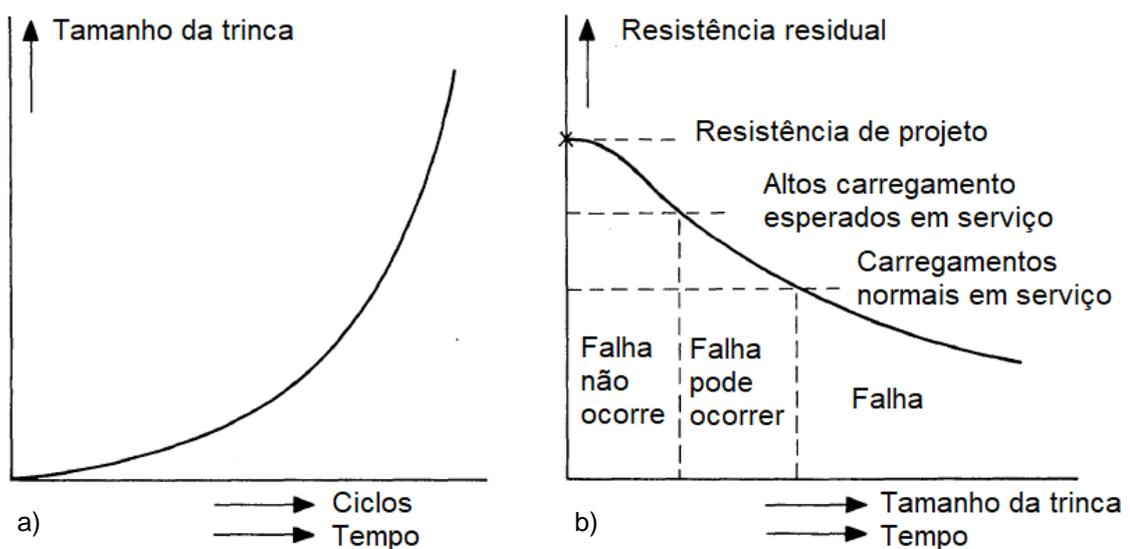
- Negligência durante o projeto, na construção ou operação da estrutura.
- Aplicação de um novo projeto que produz um resultado inesperado.

De acordo com Anderson (2005), o segundo tipo de falha é mais difícil de ser evitado. Por exemplo, quando um projeto novo é introduzido, invariavelmente, há fatores que o projetista não prevê. Novos materiais podem oferecer vantagens tremendas, mas também problemas potenciais. Consequentemente, um novo projeto, um novo processo de soldagem ou um novo material devem ser colocados em serviço somente após testes e análises exaustivas. Tais abordagens têm por objetivo reduzir a frequência de falhas, mas não as eliminará completamente, podendo haver fatores importantes ainda negligenciados nas análises preliminares.

A abordagem de projeto utilizando a mecânica da fratura contém três variáveis importantes, em vez de duas como na abordagem tradicional (tensão de projeto e resistência do material). A variável estrutural adicional é o tamanho do defeito, e a resistência à fratura substitui a resistência ao escoamento ou à tração, como a propriedade mais relevante do material. A mecânica da fratura quantifica as combinações críticas dessas três variáveis (ANDERSON, 2005).

As estruturas e componentes de engenharia, quando em serviço, são solicitados por cargas externas diversas, podendo, muitas vezes, estarem expostos à ação de meios agressivos e corrosivos. Nessas condições, uma trinca poderá crescer com o passar do tempo, conforme ilustra a FIGURA 3.13a. Quanto maior o comprimento da trinca, maior será a concentração de tensões induzida na ponta desta. Como consequência, ocorre um aumento da intensidade de tensões na região ao redor da ponta da trinca. Este comportamento é extremamente prejudicial à resistência do material, pois reduz a resistência residual do componente (ver FIGURA 3.13b). Devido ao crescimento da trinca com o passar do tempo, a resistência residual do componente pode não ser suficiente para suportar os carregamentos normais de serviço, podendo causar rapidamente uma fratura na estrutura. Isto é ilustrado na FIGURA 3.13b (BROEK, 1982).

FIGURA 3.13 – APLICAÇÃO DA MECÂNICA DA FRATURA EM COMPONENTES DE ENGENHARIA

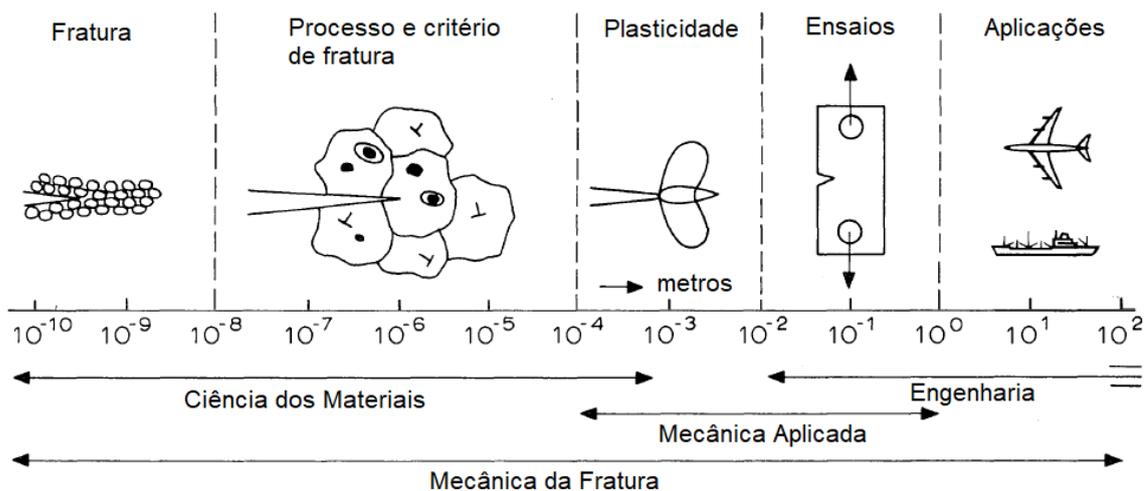


NOTA: (a) curva de crescimento de uma trinca e (b) curva de resistência residual do componente.

FONTE: Adaptado de BROEK, 1982.

A FIGURA 3.14 ilustra as áreas do conhecimento que estão envolvidas na aplicação da mecânica da fratura em projetos de engenharia. Broek (1982) relata que para se obter sucesso no uso da mecânica da fratura é essencial ter conhecimento sobre as áreas mostradas. No lado direito da escala, está a análise do comportamento tensão-deformação do material de interesse (ensaios). A mecânica aplicada pode fornecer o campo de tensões na ponta da trinca, assim como as deformações elásticas e plásticas do material nos arredores desta (plasticidade). Já o ramo da ciência dos materiais se ocupa em estudar o processo de fratura desde a escala atômica, envolvendo as discordâncias, até a escala microscópica. Esta última é composta da microestrutura, isto é, fases, grãos e outros compostos que constituem o material.

FIGURA 3.14 – O AMPLO CAMPO DA MECÂNICA DA FRATURA



FONTE: Adaptado de BROEK, 1982.

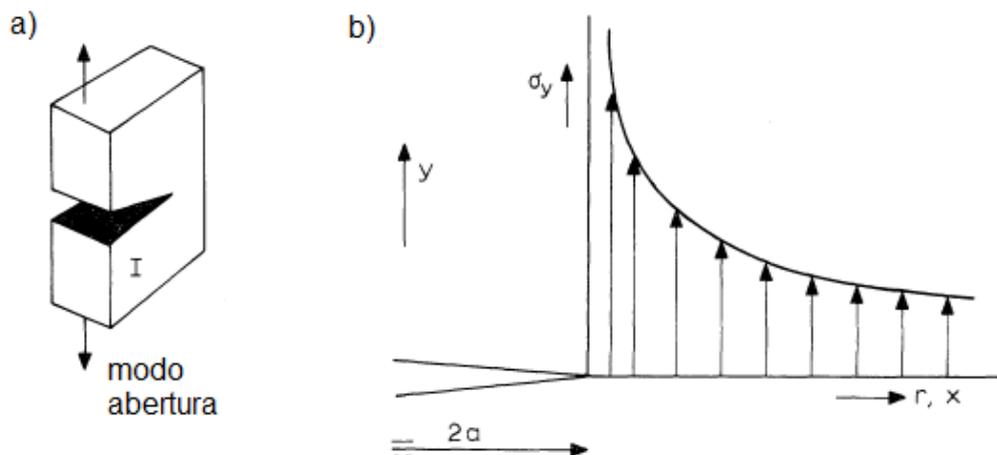
A partir da compreensão dessas áreas de conhecimento e de suas interações, o critério que governa o crescimento de uma trinca e, conseqüentemente, da ocorrência do processo de fratura, pode ser obtido. Este critério pode ser usado para prever o comportamento de uma trinca em um determinado campo de tensões e deformações para uma condição específica. O entendimento do processo de fratura também pode auxiliar na descoberta de quais são as características importantes para a resistência ao trincamento, contribuindo para o desenvolvimento de materiais com melhor desempenho (BROEK, 1982).

3.2.2 Fundamentos de mecânica da fratura

Os ensaios de flexão em três pontos são comumente empregados nas análises de mecânica da fratura. Neste caso, geralmente são utilizados carregamentos do tipo abertura, também chamado de modo I (BROEK, 1982). Nesse modo, o deslocamento das faces da fratura, provocada pela carga externa aplicada, é perpendicular ao plano da trinca (ver FIGURA 3.15a).

No regime elástico, a tensão interna desenvolvida na placa σ_y é proporcional à tensão externa aplicada σ . A mecânica da fratura comprova que as tensões internas variam proporcionalmente com a raiz quadrada do tamanho da trinca a e tendem ao infinito na ponta da trinca, quando r (distância da ponta da trinca em relação a região de análise) é muito pequeno. A distribuição da tensão interna σ_y na placa em função de r , quando r apresenta $\theta=0^\circ$ em relação ao eixo x , é ilustrado na FIGURA 3.15b.

FIGURA 3.15 – MODO E DISTRIBUIÇÃO DE TENSÕES EM ENSAIO DE MECÂNICA DA FRATURA



NOTA: (a) modo de carregamento do tipo abertura; (b) distribuição de tensões no material à frente da ponta da trinca. σ_y é a tensão interna no material, r é a distância da região de análise para a ponta da trinca, $2a$ é o comprimento da trinca, x e y são os eixos cartesianos.

FONTE: Adaptado de BROEK, 1982.

A Equação 2 apresenta a fórmula geral que descreve o campo de tensões ao redor de uma trinca em um material linearmente elástico. Os índices i e j representam a posição espacial no plano (ANDERSON, 2005).

$$\sigma_{ij} = \left(\frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \right) f_{ij}(\theta) \quad (2)$$

onde,

σ_{ij} = tensão no plano [MPa];

K_I = fator de intensidade de tensões. $K_I = \sigma(\sqrt{\pi a})$. [MPa \sqrt{m}];

a = metade do comprimento da trinca [m];

r = distância da região de análise para a ponta da trinca [m];

f_{ij} = função adimensional de θ no termo principal.

Observa-se que cada componente de tensão σ_{ij} da Equação 1 é proporcional a uma única constante, K_I . Essa constante, que é chamada de fator de intensidade de tensões, caracteriza o campo de tensões na ponta de uma trinca em um material linearmente elástico. Se for considerado que o material falha localmente com alguma combinação crítica de tensão e deformação, então, pode-se afirmar que a fratura deve ocorrer em uma intensidade crítica de tensões, K_{IC} . Assim, K_{IC} é uma medida de tenacidade à fratura. O subscrito I refere-se ao modo I de carregamento. A Equação 1 é uma solução elástica que não proíbe que a tensão se torne infinita na ponta da trinca. De acordo com Broek (1982), na prática, isso não ocorre, porque a deformação plástica que se desenvolve no processo de fratura mantém as tensões na ponta de uma trinca em valores finitos.

O crescimento de uma trinca ocorrerá quando tensões e deformações na ponta da trinca atingirem um valor crítico. Isso significa que a fratura poderá ocorrer quando K_I atinge um valor crítico, ou seja, K_{IC} . A literatura afirma que o valor de K_{IC} é uma propriedade intrínseca do material (ANDERSON, 2005). Através da carga de fratura obtida pelo ensaio de tração em uma placa com as dimensões conhecidas e contendo uma trinca de tamanho conhecido, a tensão de fratura σ_c pode ser calculada. Assim, o valor do fator de intensidade de tensões crítico K_{IC} no momento da falha, também pode ser calculado pela Equação 3:

$$K_{IC} = \sigma_c \sqrt{\pi a} \quad (3)$$

onde,

K_{IC} = fator de intensidade de tensões crítico no momento da falha [MPa \sqrt{m}];

σ_c = tensão crítica para que ocorra a fratura [MPa];

Broek (1982) afirma que na realidade a situação é mais complicada. A expressão para o fator de intensidade de tensões para uma placa finita depende da geometria do corpo de prova. Assim, a Equação 3 precisa de uma adaptação: deve ser levada em consideração a largura W da placa. Desta forma, o fator K_{IC} para uma placa finita é dado pela Equação 4:

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (4)$$

onde,

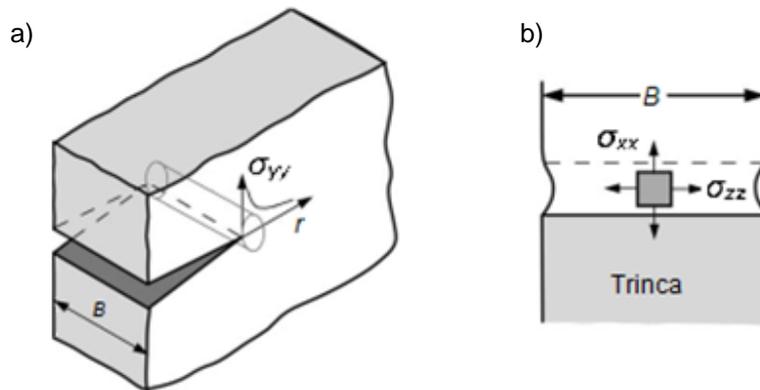
σ = tensão externamente aplicada à placa ou ao corpo de prova [MPa];

$f(a/W)$ = fator de forma que depende da geometria do corpo de prova. Onde W é a largura da placa ou do corpo de prova.

Segundo Broek (1982), um valor de K_{IC} consistente somente poderá ser obtido através de um ensaio, se os deslocamentos na direção da espessura da placa forem suficientemente inibidos, ou seja, quando se obtém a condição de deformação plana. Isso ocorre quando a placa tem uma espessura grande o suficiente. Se ocorrer deformação na direção da espessura, o fator de intensidade de tensões dependerá da espessura da placa. K_{IC} pode ser entendido como uma medida de resistência ao trincamento do material. Muitas vezes, K_{IC} é chamado de tenacidade à fratura na condição de deformação plana. Este é expresso em $\text{MPa}\sqrt{m}$. Materiais com baixa tenacidade à fratura podem tolerar somente trincas de pequeno tamanho.

Anderson (2005) afirma que o estado de tensões desenvolvido logo à frente de uma trinca presente em um material qualquer, tem uma influência muito grande no mecanismo de fratura. Considere uma placa trincada com espessura B sujeita a um carregamento plano, conforme ilustrado na FIGURA 3.16a. Devido à grande tensão normal no plano da trinca, o material da ponta da trinca tenta se contrair nas direções x e z , mas é impedido de fazê-lo pelo material circundante. Essa restrição causa um estado triaxial de tensões próximo à ponta da trinca, ou seja, existem tensões nas três direções principais (ver FIGURA 3.16b). Com este comportamento, o material próximo à ponta da trinca será carregado com tensões mais altas que o material circundante. Esta contração é facilmente observada nos corpos de prova de mecânica da fratura.

FIGURA 3.16 – DEFORMAÇÃO TRIDIMENSIONAL DA PONTA DA TRINCA



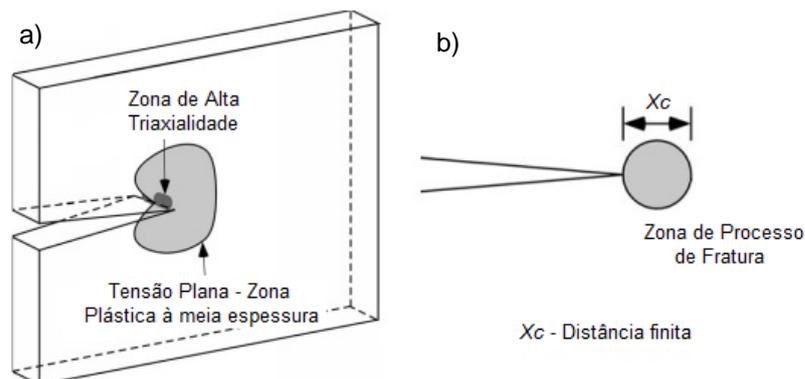
NOTA: B = espessura; r = distância da ponta da trinca; σ_{yy} = tensão interna eixo y ; σ_{xx} = tensão interna eixo x ; σ_{zz} = tensão interna eixo z ;

FONTE: Adaptado de ANDERSON, 2005.

De acordo com Anderson (2005), o material se comportará de maneira mais frágil, quando submetido a um estado de tensões triaxial. Então, pode-se afirmar que defeitos como trincas internas são grandes concentradores de tensões e causam mudanças significativas no estado de tensões dos materiais. Em corpos de prova de mecânica da fratura, as trincas abrem um caminho através do centro da amostra (túnel), ou seja, a trinca cresce preferencialmente na região de alta triaxialidade.

A FIGURA 3.17 apresenta o conceito da zona de processamento da fratura, em uma placa trincada ou em um corpo de prova de tenacidade à fratura. A frente da trinca, se desenvolve um campo de tensões no material onde ocorrem as deformações plásticas. Este campo tem um formato peculiar e é destacado pela região cinza na ilustração (ver FIGURA 3.17a). Os processos micromecânicos que levam ao crescimento da trinca dúctil ou frágil ocorrem ao longo de uma distância finita x_c (ver FIGURA 3.17b), que normalmente é muito menor que o tamanho da zona plástica.

FIGURA 3.17 – ZONA PLÁSTICA EM UMA CHAPA TRINCADA



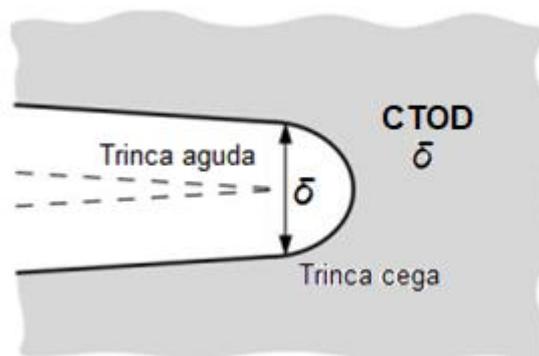
FONTE: Adaptado de ANDERSON, 2005.

3.2.3 O parâmetro CTOD

Até o começo dos anos 60, um método versátil para tratar problemas de trincamento em materiais de alta tenacidade ainda não estava disponível. Wells (1961) tentou aplicar a mecânica da fratura linear elástica (*Linear Elastic Fracture Mechanics* – LEFM) em aços estruturais de baixa e média resistência. Porém, esses materiais eram muito dúcteis e a LEFM deixa de ser válida quando uma deformação plástica significativa precede a falha. Mas através desses experimentos, Wells (1961) observou que as faces das trincas se afastavam com a deformação plástica. Essa observação levou ao desenvolvimento do parâmetro atualmente conhecido como *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD).

Naquela época, Wells (1961) tentou medir os valores de K_{Ic} em aços estruturais, de menor resistência mecânica, e descobriu que a deformação plástica havia cegado uma trinca inicialmente aguda, conforme ilustrado na FIGURA 3.18. O grau de cegamento aumentou proporcionalmente com a tenacidade do material. Então, Wells (1961) propôs o deslocamento das faces da trinca como um critério alternativo de tenacidade à fratura, quando uma plasticidade significativa precede a falha, introduzindo, assim, o conceito de CTOD para os materiais. Esse deslocamento é expresso em milímetros, e é simbolizado pela letra grega delta (δ).

FIGURA 3.18 – CONCEITO DE CTOD – CEGAMENTO DA PONTA DA TRINCA



NOTA: Uma trinca inicialmente aguda é cegada com a deformação plástica, resultando em uma abertura mensurável (δ) na ponta da trinca.

FONTE: Adaptado ANDERSON, 2005.

O critério de CTOD é baseado na suposição de que o crescimento de uma trinca pode ocorrer quando o material na ponta desta atinge um máximo possível de deformação plástica. Essa deformação pode ser relacionada com a abertura da ponta

da trinca, que pode ser facilmente medida experimentalmente. Assume-se que o crescimento de uma trinca ou evolução de uma fratura ocorrerá assim que valor de CTOD exceder um valor crítico. A literatura relata que pode ser facilmente mostrado que o critério de CTOD é equivalente ao critério de K_{IC} (ANDERSON, 2005).

Em seu trabalho original, Wells (1961) relacionou o CTOD (δ) com a abertura entre as faces da trinca aguda (ver FIGURA 3.18) e com o fator de intensidade de tensões K_I no limite do escoamento para uma trinca com uma pequena zona plástica. Então, o valor de CTOD pode ser obtido pela equação:

$$\delta = \frac{4}{\pi} \frac{K_I^2}{\sigma_{YS} E} \quad (5)$$

onde δ é o CTOD (mm),

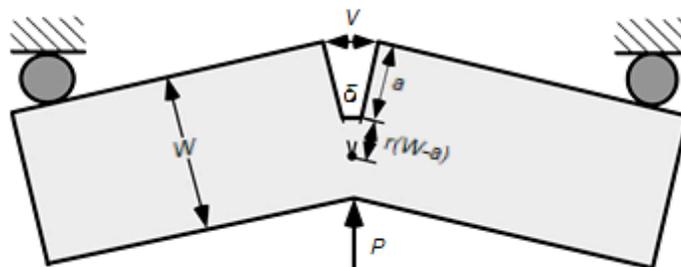
K_I é o fator de intensidade de tensões [$\text{MPa}\sqrt{m}$],

σ_{YS} é a tensão de escoamento do material [MPa],

E é o módulo de elasticidade do material [GPa].

Muitas medições laboratoriais de CTOD são realizadas em corpos de prova trincados carregados por flexão em três pontos. Atualmente, o deslocamento V na boca da trinca é medido com extensometria de resistência elétrica, e o valor de CTOD é inferido assumindo que as metades da amostra são rígidas e giram em torno de um ponto de articulação, como ilustrado na FIGURA 3.19. Este modelo é chamado de dobradiça (ANDERSON, 2005).

FIGURA 3.19 – MODELO DE DOBRADIÇA PARA ESTIMAR O VALOR DE CTOD



FONTE: ANDERSON, 2005.

A partir do modelo de dobradiça, pode-se estimar o valor de CTOD utilizando semelhança de triângulos, de acordo com as equações 6 e 7:

$$\frac{\delta}{r(W-a)} = \frac{V}{r(W-a)+a} \quad (6)$$

assim sendo,

$$\delta = \frac{r(W-a)V}{r(W-a)+a} \quad (7)$$

onde δ é o CTOD (mm),

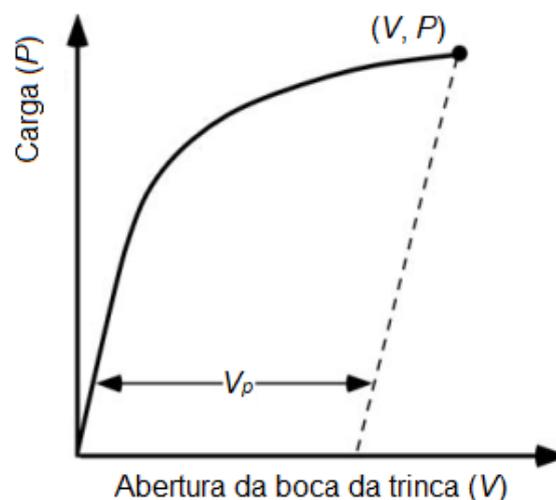
r é o fator rotacional, uma constante adimensional entre 0 e 1,

W é largura do corpo de prova SENB (mm),

a é metade do comprimento da trinca (mm).

Os métodos atuais para o ensaio de CTOD tipicamente adotam um modelo de dobradiça modificado, no qual os deslocamentos são separados em duas componentes, uma elástica e outra plástica. A FIGURA 3.20 ilustra uma curva típica de carga P vs. deslocamento V de um ensaio de CTOD. A forma da curva carga-deslocamento é semelhante a uma curva tensão-deformação. Esta é inicialmente linear, mas desvia da linearidade com a deformação plástica. Pode-se separar as componentes elásticas e plásticas construindo uma linha paralela à linha de carga elástica.

FIGURA 3.20 – CURVA CARGA P VS. DESLOCAMENTO V – ENSAIO CTOD



Nota: V_p : Determinação da componente plástica do deslocamento (V_p) da abertura da boca da trinca.

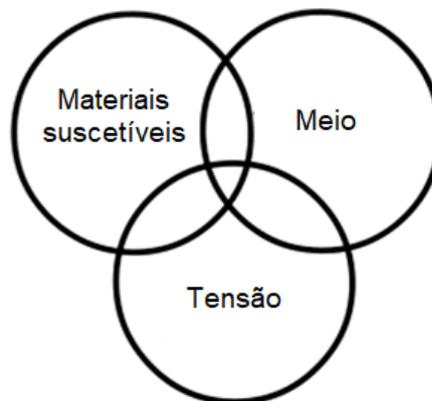
FONTE: Adaptado de ANDERSON, 2005.

3.3 FRAGILIZAÇÃO INDUZIDA PELO HIDROGÊNIO

3.3.1 Introdução

A fragilização é um fenômeno que causa a perda de ductilidade dos materiais, tornando-os frágeis. Este fenômeno é extremamente danoso aos materiais, podendo ocasionar falhas catastróficas. Existem diversos tipos de fragilização que afetam os metais. Dos diversos processos de fragilização citados pela literatura, a fragilização pelo hidrogênio é responsável por um surpreendente número de falhas. Os materiais que são mais vulneráveis à fragilização incluem os aços de alta resistência mecânica, titânio, ligas de alumínio e também o cobre. Os três fatores necessários e responsáveis por esses tipos de falhas são ilustrados na FIGURA 3.21 e incluem: a suscetibilidade do material, a ocorrência de um meio agressivo e a presença de tensões internas ou externamente aplicadas. Geralmente, se os três fatores ocorrem simultaneamente, a falha é uma questão de tempo (HERRING, 2010).

FIGURA 3.21 – FATORES QUE CONTRIBUEM PARA A FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO



FONTE: Adaptado de HERRING, 2010.

Bhadeshia (2016) afirma que os fatores principais sobre a natureza da fragilização pelo hidrogênio nos aços já são conhecidos a, aproximadamente, 140 anos. O autor relata que é o hidrogênio intersticialmente difundido, também chamado de hidrogênio difusível, que prejudica a tenacidade do aço. Então, a influência prejudicial do hidrogênio difusível pode ser mitigada, impedindo a sua entrada ou tornando-o imóvel quando este penetra no metal.

Johnson (1875 citado por BHADESHIA, 2016, pág. 24) foi um dos primeiros cientistas a observar o efeito da fragilização pelo hidrogênio nos aços. Em 1875, este

pesquisador verificou mudanças significativas na tenacidade e na deformação até a ruptura, ou seja, na ductilidade de um pedaço de aço que foi imerso temporariamente – apenas alguns minutos – em ácido. Ele também observou que a mudança não era permanente, já que, com o passar do tempo, o metal lentamente recuperava a sua tenacidade e resistência originais. Um detalhe importante, era que, Johnson (1875) postulava que o hidrogênio tinha que ser atômico e não molecular, já que na forma de gás não afetava as propriedades do material. Para provar que o hidrogênio fragilizava o aço, projetou um método de célula eletroquímica, usando apenas água e dois eletrodos de ferro. Com esse experimento, ele provou que ocorreu a fragilização somente no eletrodo em que o hidrogênio foi reduzido, e liberado na forma de gás.

A partir destes estudos fundamentais, muitos experimentos foram realizados e muitos resultados publicados, relacionando diretamente a fragilização pelo hidrogênio atômico com aspectos da microestrutura do material. Por exemplo, Pfeil (1926) mostrou que as amostras de grãos grandes são mais sensíveis ao hidrogênio do que aquelas com estruturas finas. Ele postulou que o hidrogênio diminui a coesão entre os planos de clivagem, mas não afeta o deslizamento de planos.

Um fenômeno importante que foi observado através de medições de difusão é que o hidrogênio difusível pode ser aprisionado em certos locais, como os contornos entre grãos e entre fases. A literatura atual presume que o hidrogênio aprisionado não prejudica as propriedades do aço. Porém, a ativação dos mecanismos de fragilização pelo hidrogênio intersticialmente dissolvido não está somente relacionado à mobilidade do átomo de hidrogênio na estrutura cristalina do material, mas também depende da concentração localizada deste elemento até níveis críticos capazes de ativar o exato mecanismo de fragilização, como por exemplo, a redução de energia de coesão que mantém os átomos de ferro unidos. É por isso que as armadilhas microestruturais são eficientes. O átomo de hidrogênio está no material, mas não consegue se movimentar para se agrupar acima da concentração crítica (BHADESHIA, 2016). Assim, para produzir aços mais resistentes ao hidrogênio, é necessário controlar o hidrogênio difusível. Isso pode ser feito introduzindo armadilhas benignas no aço ou impedindo a entrada de hidrogênio (BHADESHIA, 2016).

3.3.2 Formas de fragilização pelo hidrogênio

Até o presente momento, muitas revisões abrangentes com diferentes pontos de vista foram publicadas, sendo algumas delas publicadas por Liu e Atrens (2013), Barnoush (2011), Ówiek (2010), Elboujdaini e Revie (2009), Eliaz et al. (2002), Gangloff e Somerday (2012), Hirth (1980), Lynch (2012), Nagumo (2004), Oriani, Hirth e Smialowski (1985), Raja e Shoji (2011), Dwivedi e Vishwakarma (2018). Atualmente, a degradação ou fragilização dos metais pelo hidrogênio é classificada em cinco tipos (ÓWIEK, 2010 e LINO, 1985):

- (i) Trincamento a partir da formação de hidrogênio molecular (H_2);
- (ii) Ataque pelo hidrogênio;
- (iii) Empolamento pelo hidrogênio;
- (iv) Trincamento pela formação de hidretos;
- (v) Fragilização pelo hidrogênio intersticialmente dissolvido.

Neste trabalho, a forma de fragilização estudada é a fragilização pelo hidrogênio intersticialmente dissolvido, também conhecida como *Hydrogen Embrittlement* – HE. Sendo assim, a revisão bibliográfica se limitará a este tipo de fragilização. Quando um material contendo hidrogênio intersticialmente dissolvido é carregado com altas cargas, pode ocorrer a falha por *Hydrogen Induced Stress Cracking* – HISC (ANDERSON, 2005), ou seja, trincamento sob tensão induzido pelo hidrogênio. Outra nomenclatura muito comum para identificar a falha por hidrogênio quando cargas aplicadas agem simultaneamente.

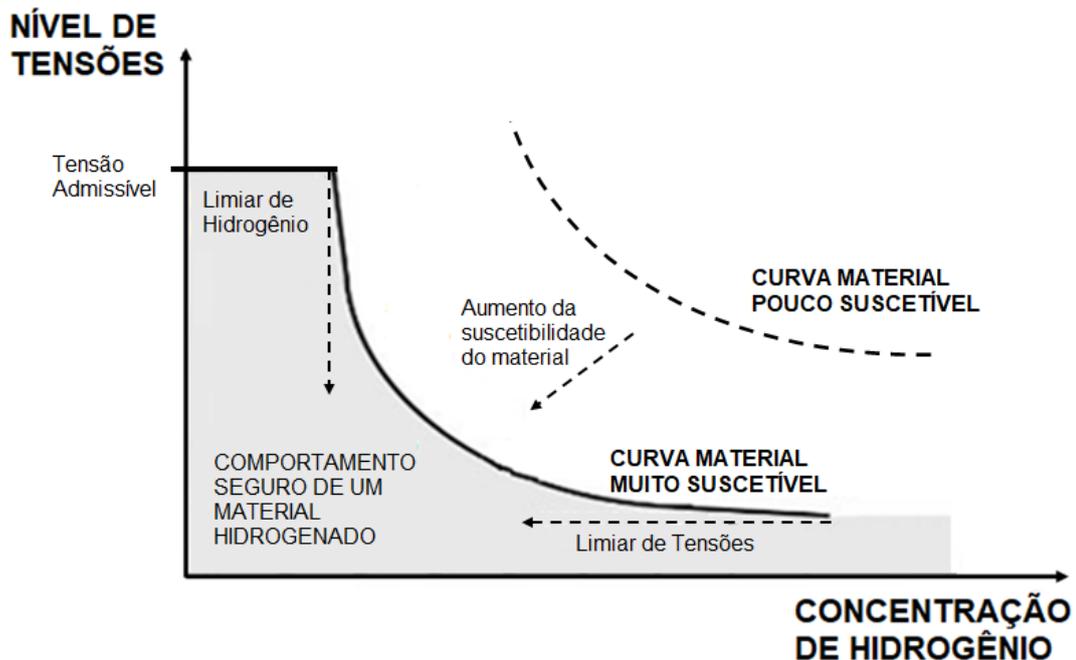
É consenso na literatura que se o hidrogênio entrou no material quando houve contato com o meio, através de um processo de corrosão, proteção catódica ou pela fase gasosa, então houve fragilização pelo hidrogênio fornecido pelo ambiente (*Environment Metal Hydrogen Embrittlement* – EHE). Mas se o hidrogênio já estava no material, desde a fusão do aço ou por um processo de fabricação posterior, como a decapagem ou algum tipo de revestimento superficial, então ocorre a fragilização pelo hidrogênio interno (*Internal Hydrogen Embrittlement* – IHE) (ZEEMANN, 2016).

Zeemann (2016) afirma que para ocorrer uma falha por HE (neste caso HISC, pois existe tensão aplicada) deve existir uma combinação entre a quantidade de

hidrogênio (concentração), a suscetibilidade do material e o nível de tensões, que pode estar associado apenas com as tensões internas ou com a dureza do material. Essas tensões podem ser causadas pelo encruamento, formação da martensita, endurecimento por precipitação e através de processos de fabricação, como a soldagem, por exemplo.

A FIGURA 3.22 ilustra esquematicamente os resultados de uma investigação realizada com um aço inoxidável de alta resistência mecânica (martensítico, 50 HRc). Este estudo teve por objetivo verificar o comportamento do material em relação à fragilização pelo hidrogênio. A região cinza, à esquerda da curva, representa a região na qual se espera um comportamento seguro do material hidrogenado. Já a região à direita da curva representa a região de suscetibilidade em que a fratura pode ocorrer. Embora a FIGURA 3.22 seja representativa de um aço inoxidável martensítico, este mesmo comportamento pode ocorrer para diversos tipos de aços (ZEEMANN, 2016).

FIGURA 3.22 – COMPORTAMENTO DE UM AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO – NÍVEL DE TENSÕES VS. CONCENTRAÇÃO DE HIDROGÊNIO



‘FONTE: Adaptado de ZEEMANN, 2016.

De acordo com Zeemann (2016), o grau de suscetibilidade do material está correlacionado com as tensões internas (e/ou nível de endurecimento) e com a permeabilidade do hidrogênio neste material, sendo esta, associada à difusividade e solubilidade do hidrogênio pelas fases presentes.

Em geral, as normas adotadas para equipamentos utilizados em ambientes submarinos (BS EN ISO 15156 partes 1, 2 e 3), em aplicações nas quais se espera carregamento com hidrogênio (proteção catódica e ambientes que contêm H₂S, por exemplo) recomendam o uso de materiais não susceptíveis, ou seja, aqueles com dureza inferior a 35 HRc e 22 HRc. Estes valores de dureza são para ligas resistentes à corrosão (*Corrosion Resistant Alloys – CRA*) e para aços ao carbono e baixa liga, respectivamente.

Observa-se na FIGURA 3.22 que o campo cinza está delimitado pela curva de suscetibilidade do material e pela tensão admissível, que é a máxima tensão adotada no projeto. Em tensões abaixo da tensão admissível, o material não falha se a quantidade de hidrogênio presente internamente no material for baixa. O valor de concentração de hidrogênio abaixo do qual não ocorre a falha é chamado de limiar (*threshold*) de hidrogênio e está indicado por linhas tracejadas no gráfico.

Uma constatação interessante é que, quando o material falha devido à fragilização pelo hidrogênio, o mecanismo de falha pode mudar dependendo do nível de tensões e da concentração do hidrogênio. Zeemann (2016) verificou que para um aço inoxidável de estrutura martensítica, quando a concentração de hidrogênio é muito alta e a tensão é baixa, o hidrogênio se acumula nos sítios aprisionadores, principalmente nos contornos de grão, e faz o material romper de forma frágil e intergranular. Mas quando a concentração de hidrogênio é mais baixa e a tensão é mais alta, o hidrogênio reduz a ductilidade das regiões ao redor dos aprisionadores e o material rompe de forma transgranular frágil, por quase clivagem ou por clivagem. Assim, um dado material, mesmo que tenha ocorrido a fragilização pelo hidrogênio, pode apresentar uma fratura dúctil por coalescimento de microcavidades.

Liu e Atrens (2013) reiteram que o fenômeno de fragilização conhecido como HISC compromete as propriedades de componentes feitos de aço, reduzindo a ductilidade, a tenacidade e a resistência à tração, aumentando inclusive a taxa de crescimento de trincas por fadiga. Nesse processo de fragilização, geralmente é o meio a maior fonte de hidrogênio, sendo muito comum em vários setores industriais. Na indústria do petróleo, por exemplo, HISC é bastante recorrente. Plataformas *offshore*, equipamentos de refinarias e plantas petroquímicas estão expostos a uma variedade de ambientes que levam à corrosão sob tensão e à fragilização pelo hidrogênio. Problemas semelhantes existem em outros meios, incluindo usinas de

energia fósseis e nucleares, fábricas de celulose e papel, navios, pontes e até aeronaves (ANDERSON, 2005).

Muitos engenheiros acreditam que a fragilização pelo hidrogênio é um mecanismo que afeta apenas os aços. Esta percepção é devida, em parte, ao fato de que o aço é o material estrutural mais utilizado mundialmente. No entanto, a fragilização pelo hidrogênio afeta a maioria, se não todos os importantes sistemas de ligas, incluindo titânio, alumínio e ligas à base de níquel. Os aços inoxidáveis ferríticos, os austeníticos e os aços inoxidáveis da família dúplex também são afetados por este tipo de fragilização.

3.3.3 Entrada de hidrogênio no metal

Em soluções aquosas, como a água do mar, o pH (potencial Hidrogeniônico) indica a atividade de íons H_3O^+ de uma determinada solução. Na prática, a atividade do íon é representada pela concentração. Dependendo da solução, a concentração de íons H_3O^+ pode variar em muitas ordens de grandeza, então o pH é comumente expresso pelo cologaritmo (na base 10) da concentração do íon hidrônio. (ATKINS e JONES, 2012):

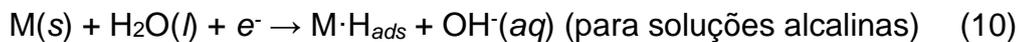
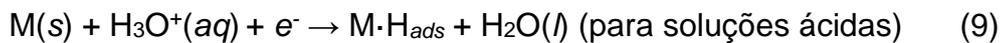
$$pH = -\log[H_3O^+] \quad (8)$$

Nos experimentos realizados neste trabalho, o pH do meio foi mantido em aproximadamente 8,0 (solução alcalina) para simular a água do mar. Quanto maior for a concentração de íons H_3O^+ , menor será o pH e maior será a acidez da solução (ATKINS e JONES, 2012).

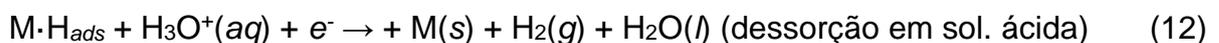
As reações eletroquímicas que resultam na redução do hidrônio à hidrogênio atômico e na adsorção deste na superfície do metal, têm como força motriz um processo de corrosão ou um potencial elétrico (fluxo de elétrons livres), como o aplicado na proteção catódica. Lyon (2010) afirma que a reação de evolução do hidrogênio (*Hydrogen Evolution Reaction* – HER) é um dos processos eletroquímicos mais estudados, parcialmente devido ao interesse tecnológico, mas também pela

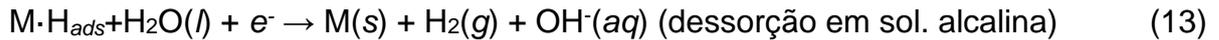
relativa facilidade de investigação. O mecanismo da HER no ferro envolve a redução do íon hidrônio (H_3O^+) e adsorção do hidrogênio atômico pela superfície metálica. Portanto, o hidrogênio atômico adsorvido pelo componente (lembrando que a superfície inclui defeitos, pites de corrosão e trincas expostas ao meio) pode entrar no metal através da absorção e posterior difusão pela estrutura cristalina do material (LYON, 2010).

Perng e Wu (2003) revisaram os mecanismos de desprendimento e entrada de hidrogênio atômico nos metais através das reações eletroquímicas em soluções aquosas. Os autores afirmam que o mecanismo é composto três etapas: Volmer, Heyrovksy e Tafel. A primeira etapa, de Volmer, consiste no processo de adsorção do hidrogênio atômico na superfície do metal. Isto é possível através da descarga do próton hidratado (redução do hidrônio) em meio ácido, representado pela Equação 9, ou da hidrólise da molécula de água em meio alcalino (Equação 10) (LASIA e GREGOIRE, 1995; ZAKROCZYMSKI, 1985; ATKINS e JONES, 2012).



$\text{M}\cdot\text{H}_{ads}$ representa um átomo de hidrogênio adsorvido na superfície do metal. M representa a superfície do metal livre e e^- representa os elétrons livres. Após ocorrer a adsorção pela superfície, podem ocorrer duas situações. Na primeira, o gás hidrogênio molecular $\text{H}_2(g)$ pode ser formado, assim o hidrogênio adsorvido é desorvido da superfície da amostra em forma de gás. Isto pode ocorrer através da reação de desorção química, expressa pelo caminho catalítico ou etapa de Tafel, representada pela Equação 11, ou pelas reações de desorção eletroquímica em meios aquosos, representadas pelas etapas de Heyrovsky (ou Kobosew-Nekrassow), Equações 12 e 13 (LASIA e GREGOIRE, 1995; ATKINS e JONES, 2012).

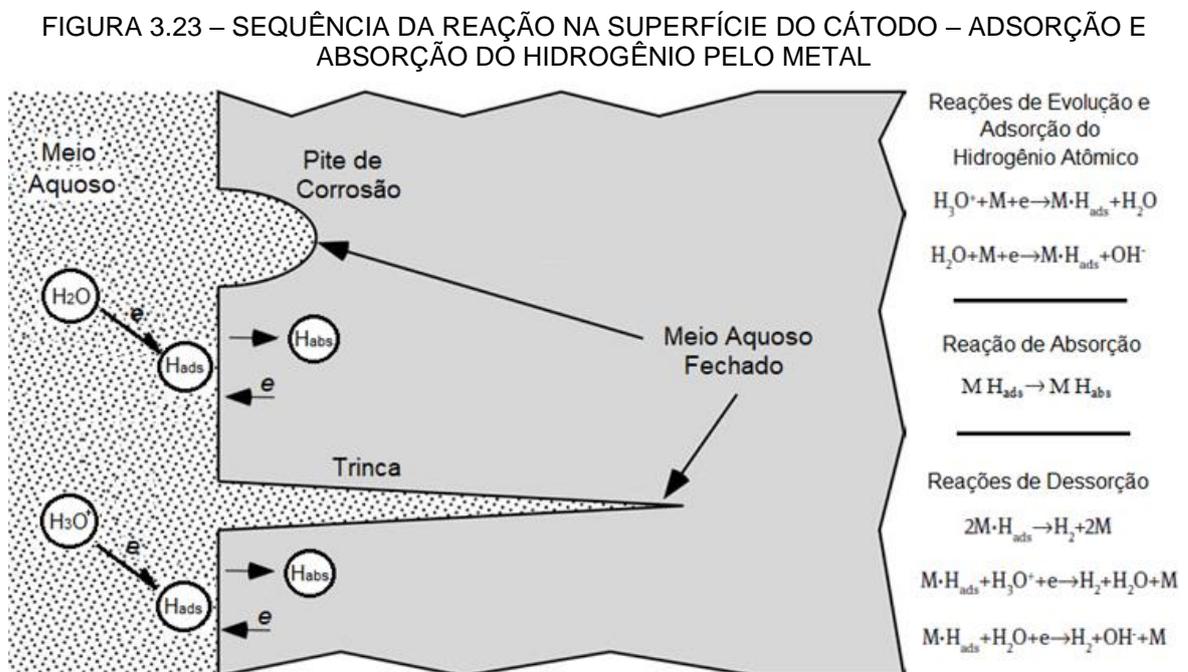




Na segunda situação, o hidrogênio adsorvido pode entrar no metal através da reação de absorção de hidrogênio (*Hydrogen Absorption Reaction – HAR*), representada pela Equação 14. O hidrogênio que entra no reticulado cristalino do metal difunde através dos sítios intersticiais.



Alguns modelos foram propostos para explicar a entrada de hidrogênio nos metais. Um dos modelos mais aceitos é o modelo de Bockris, McBreen e Nais (1965). O modelo postula que o estado adsorvido é um estado intermediário através do qual o hidrogênio atômico entra no metal. A reação de redução do hidrogênio, sua adsorção pela superfície do componente e posterior entrada do hidrogênio atômico no metal, assim como as reações que podem se desenvolver na superfície do cátodo, são resumidas e ilustradas na FIGURA 3.23.



FONTE: Adaptado de ANDERSON e LIU e ATRENS, 2005 e 2013.

$M \cdot H_{abs}$ refere-se ao hidrogênio absorvido pelo metal. A taxa de permeação, ou seja, a quantidade de hidrogênio que passa para dentro do metal em um

determinado tempo, deverá ser proporcional a área de cobertura da superfície do metal por átomos de hidrogênio adsorvidos (LASIA e GREGOIRE, 1995).

Anderson (2005) também relata que a fragilização pelo hidrogênio é responsável por grande parte do que tem sido tradicionalmente referido como corrosão sob tensão. Por exemplo, o trincamento de aços de alta resistência mecânica em soluções aquosas são geralmente provocados pela produção e adsorção de hidrogênio na ponta de uma trinca através da reação catódica de corrosão. Todos os processos de corrosão envolvem reações eletroquímicas. Para que a corrosão seja minimizada em componentes submersos diversos, geralmente é aplicada a proteção catódica por corrente impressa ou por ânodo de sacrifício. Ao aplicar uma fonte de energia externa em uma célula eletroquímica, o fluxo de corrente elétrica pode ser revertido, de tal forma que o ânodo se torne o cátodo e vice-versa. Com isso, reverte-se a reação de corrosão, protegendo catodicamente o metal.

Porém, a proteção catódica causa uma grande redução de hidrogênio na superfície do metal. Conforme mencionado anteriormente, a introdução de hidrogênio no aço pode ocorrer por diversas formas. Uma das maneiras de introduzi-lo no aço e que apresenta um grande interesse de pesquisa por parte da indústria de produção de óleo e gás é o carregamento de hidrogênio através das reações eletroquímicas, ao se aplicar um potencial catódico em solução aquosa. Vitiello (2009) afirma que no Brasil a proteção catódica começou a ser utilizada industrialmente na década de 60, principalmente para a proteção dos oleodutos submarinos e instalações portuárias. Atualmente, é um ramo muito importante da engenharia, responsável por permitir a instalação de milhões de quilômetros de tubulações enterradas e submersas. Não somente as tubulações são protegidas, mas também as estruturas metálicas completamente submersas, estruturas portuárias e embarcações de todos os portes.

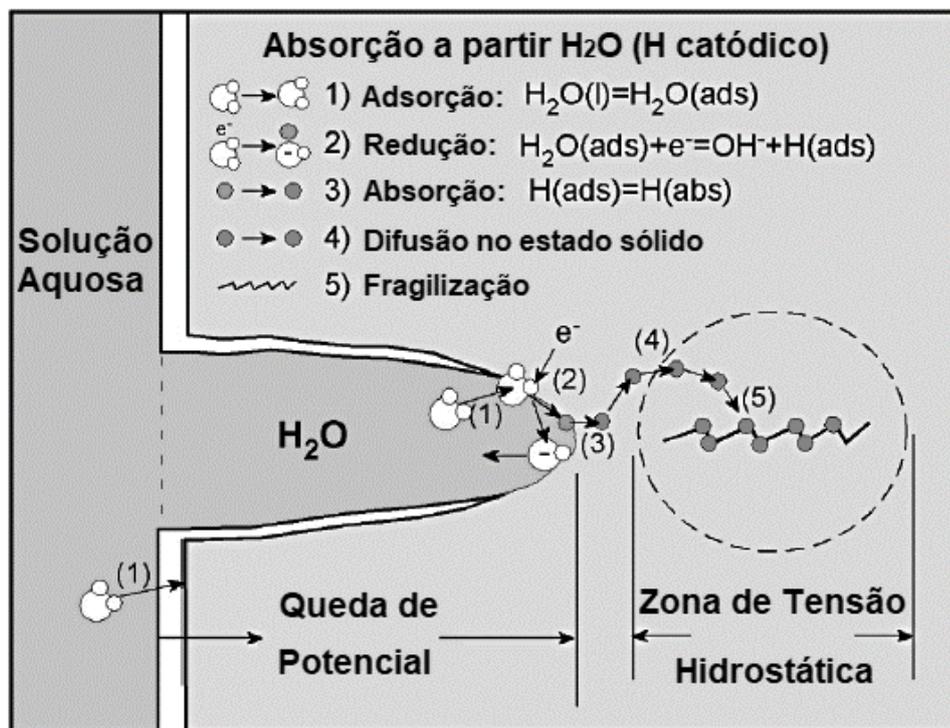
3.3.4 Mecanismos de fragilização

Em uma estrutura metálica contendo uma trinca ou em um corpo de prova de tenacidade à fratura, após a entrada do hidrogênio no metal, ilustrados através das etapas 1 à 3 da FIGURA 3.24, os átomos tendem a difundir para regiões com maiores tensões (alta triaxialidade). Como por exemplo, logo à frente da ponta de uma trinca

(etapa 4). Esta região, também é chamada de zona de tensão hidrostática ou zona de processo, como demonstrado esquematicamente na FIGURA 3.24 (HERRING, 2010).

Gangloff (2003) descreve a tendência da difusão do hidrogênio para regiões de maior triaxialidade. O alto grau de triaxialidade de tensões perto da ponta da trinca faz com que a rede cristalina se expanda, o que aumenta a solubilidade do hidrogênio localmente. A alta concentração local de hidrogênio nesta região faz com que a zona de processo seja fragilizada.

FIGURA 3.24 – MECANISMO DE ENTRADA E FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO



FONTE: Adaptado de HERRING, 2010.

Esta fragilização, somada as altas tensões locais, pode resultar em microtrincas que se ligam à trinca principal. A trinca principal se propaga com o passar do tempo, assim como a captação de hidrogênio pela ponta da trinca, sendo que o surgimento de novas microtrincas ocorre continuamente (GANGLOFF, 2003 e ANDERSON, 2005).

De acordo com KRAUSS (2005), a baixa resistência associada com a fratura frágil de um aço contendo hidrogênio é atribuída ao enfraquecimento da força de ligação ou coesiva entre os átomos de ferro pelo hidrogênio. O hidrogênio é fortemente atraído para os núcleos de discordâncias e pode ser transportado através da

microestrutura do aço através do movimento destas (DWIVEDI e VISHWAKARMA, 2018). Zheng et al. (2012) relatam que o hidrogênio aumenta a mobilidade de discordâncias helicoidais, mas reduz a habilidade de escorregamento cruzado, assim concentra o escorregamento de discordâncias em relativamente poucos planos.

Krauss (2005) afirma que dentro da microestrutura de um aço pode haver armadilhas reversíveis e irreversíveis para o hidrogênio. Átomos de elementos de liga e discordâncias, são exemplos de armadilhas reversíveis. Os carbonetos e as interfaces com inclusões são considerados armadilhas irreversíveis. Para Krauss (2005), os sítios irreversíveis sempre serão sumidouros de hidrogênio, mas dependendo das condições, sítios reversíveis podem ser fontes de hidrogênio para a fragilização. Quando as discordâncias se empilham em obstáculos, como carbonetos ou inclusões, por exemplo, pode ocorrer a falha pela combinação de um plano de escorregamento com alta densidade de discordâncias (alta tensão interna) com a alta concentração do hidrogênio local. Isto reduz a resistência coesiva no plano, levando ao modo de fratura referido na literatura como *glide-plane decohesion* ou decoesão no plano de escorregamento (KRAUSS, 2005).

A literatura propõe algumas hipóteses para os mecanismos de fragilização pelo hidrogênio intersticialmente dissolvido. Estes são principalmente baseados em pressão, decoesão, adsorção pela superfície e aumento do escoamento plástico (*enhanced plastic flow*) (BEACHEM, 1972; BIRNBAUM e SOFRONIS, 1994; LYNCH, 2009; MUKHOPADHYAY et al., 1999; NELSON, 1983; PETCH e STABLES, 1952; POPOV e NECHAI, 1967; TORIBIO, 1996; TROIANO, 1960; ZAPFFE e SIMS, 1941).

- (i) A teoria da pressão (ZAPFFE e SIMS, 1941) atribui falhas causadas pelo hidrogênio acumulado em vazios ou outras superfícies internas, onde este se combina para formar o hidrogênio molecular. Uma alta pressão interna, criada nessas discontinuidades microestruturais, favorece o crescimento dos vazios ou de trincas internas preexistentes e pode também iniciar novas trincas, resultando na falha do material.
- (ii) O mecanismo de decoesão acentuada pelo hidrogênio (*Hydrogen enhanced decohesion* – HEDE) (MUKHOPADHYAY et al., 1999; TORIBIO, 1996; TROIANO, 1960) propõe que as ligações atômicas na ponta de uma trinca aguda, ou nas interfaces partícula-matriz à frente da trinca, ou ainda, a várias dezenas de nanômetros à frente de trincas,

onde a tensão interna é máxima (zona de tensão hidrostática), são degradadas na presença do hidrogênio dissolvido. Então, uma tensão menor seria necessária para iniciar ou propagar uma falha.

- (iii) A teoria da adsorção pela superfície (PETCH E STABLES, 1952) sugere que a energia livre da superfície é diminuída pela adsorção do hidrogênio atômico e assim a tensão de fratura necessária para criar uma nova superfície é diminuída. Conseqüentemente, o processo de trincamento a partir da superfície do material seria facilitado.
- (iv) O mecanismo do aumento da plasticidade local pelo hidrogênio (*hydrogen-enhanced local plasticity* – HELP) foi proposto por Birnbaum e Sofronis (1994). Nesta teoria, os autores afirmam que o hidrogênio atômico tem a característica de aumentar a mobilidade das discordâncias, causando uma redução localizada na resistência ao cisalhamento. Esse processo de fratura resulta em um trincamento por coalescência de microcavidades ao longo dos planos de deslizamento cristalográficos preferenciais. O mecanismo HELP é um processo de falha plástica altamente localizada que causa fragilização macroscópica.
- (v) E por fim, o mecanismo da adsorção induzida e emissão de discordâncias (*adsorption-induced dislocation emission* – AIDE) foi proposto por Lynch (1988, 2009) e sugere que o hidrogênio adsorvido na superfície e entre as primeiras camadas atômicas facilita a nucleação de discordâncias na ponta da trinca pelo enfraquecimento das ligações interatômicas.

Em muitos casos, os estudos propõem que esses mecanismos sejam mistos, podendo ocorrer simultaneamente, dependendo do material e das variáveis do ambiente (BIRNBAUM, 1989; GANGLOFF, 2003).

O átomo de hidrogênio é o menor dos átomos existentes, sendo muito menor do que a maioria dos átomos metálicos. Aproximadamente, o átomo de hidrogênio tem a metade do tamanho do átomo de carbono, apresentando um raio atômico de 0,037 nm (CALLISTER, 2007). Como resultado, os átomos de hidrogênio podem se “encaixar” com mais facilidade nos sítios intersticiais de um cristal metálico. Além

disso, o hidrogênio atômico se difunde com relativa facilidade em muitos metais e ligas, mesmo em temperatura ambiente.

Por exemplo, quando um material é exposto ao gás hidrogênio (H_2), o hidrogênio pode se dissociar, e de forma atômica entrar no material através da ponta de uma trinca. Na ausência de um trincamento sob tensão, a quantidade de hidrogênio atômico absorvido pelo material é insignificante na temperatura ambiente. No entanto, ao se desenvolver um estado triaxial de tensões, comumente desenvolvido na ponta de uma trinca quando submetida a uma carga, este afeta o equilíbrio entre o gás H_2 e hidrogênio atômico presente no material. Assim, ocorre um fenômeno chamado de captura de hidrogênio, sendo que o campo de tensões local resulta em uma alta concentração de hidrogênio perto da ponta da trinca (ANDERSON, 2005).

A solubilidade do hidrogênio atômico na maioria dos materiais é muito baixa na temperatura ambiente, mas é significativa em altas temperaturas. Considere um material carregado de hidrogênio em uma temperatura elevada. Ao resfriar até a temperatura ambiente, o hidrogênio atômico tende a difundir para fora do material porque está supersaturado. Entretanto, a liberação do gás leva tempo, particularmente em seções espessas. Conseqüentemente, o hidrogênio dissolvido pode permanecer no material por um longo período. Quando um material carregado de hidrogênio contém uma trinca sob tensão, o hidrogênio dissolvido se difunde para a região logo à frente da trinca. A concentração de hidrogênio na zona de processo de fratura pode ser uma ou mais ordens de magnitude maior do que a concentração média do componente, fragilizando assim consideravelmente o material (ANDERSON, 2005).

3.3.5 Difusividade e aprisionamento de hidrogênio

Em alguns fenômenos, nos quais a difusão de elementos intersticiais tem uma elevada importância, geralmente é necessário conhecer o perfil de concentração dos átomos de hidrogênio dissolvidos no metal. E ainda, como este perfil está relacionado com o tempo. Liu e Atrens (2013) afirmam que para melhor entender a influência do hidrogênio nos aços e estimar uma vida em serviço segura de componentes de engenharia com maior precisão, é importante conhecer o coeficiente de difusão do hidrogênio D_H e a concentração de hidrogênio C_H no material. Estas grandezas,

muitas vezes, controlam a velocidade de resposta, ou neste caso, o índice de fragilização pelo hidrogênio intersticialmente dissolvido, e podem ser encontradas ao serem resolvidas as equações de Fick para difusão (ver Equação 15).

A primeira lei de Fick relaciona o gradiente de concentração (c) e o fluxo de átomos transportados (J). Considerando uma condição unidimensional para efeitos de generalização, a lei de Fick é expressa como (SILBEY e ALBERTY, 2000):

$$J = -D \cdot \frac{\partial c}{\partial x} \quad (15)$$

onde,

J é fluxo de átomos transportados [mol/m².s];

D é o coeficiente de difusão do material [m²/s];

c é a concentração do soluto [mol];

x é a posição [m];

O fluxo de átomos transportados através da interface J é definido como sendo a massa ou o número de átomos que se difunde por unidade de tempo através de uma área unitária perpendicular à direção do movimento. No Sistema Internacional de Unidades (SI), J tem unidade de mol/m².s, dc/dx tem unidade mol/m⁴, e D tem unidade de m²/s. O termo negativo vem pelo fato de que, o fluxo de difusão ocorre na direção de menor concentração (SILBEY e ALBERTY, 2000).

A constante de proporcionalidade é chamada de coeficiente de difusão (D) ou difusividade, e é um valor que representa a facilidade com que cada átomo intersticial (soluto) se move em uma determinada rede cristalina (solvente). Quanto maior for a difusividade de uma substância em relação à outra, mais rápido ela se difunde no material em questão. É um processo termicamente ativado, ou seja, depende da temperatura e, portanto, segue uma relação com a temperatura do tipo de Arrhenius (ver Equação 16) (SILBEY e ALBERTY, 2000).

$$D = D_0 \cdot \exp\left(\frac{E_D}{RT}\right) \quad (16)$$

onde,

D é o coeficiente de difusão [m²/s],

D_0 é o coeficiente de difusão máximo [m^2/s],

E_D é a energia de ativação para difusão [$\text{J}/\text{mol.K}$],

T é a temperatura [K],

R é a constante dos gases.

O termo permeabilidade tem sido comumente utilizado para descrever o fluxo de difusão de um gás através de uma membrana de um material qualquer, quando aplicada uma diferença de pressão. Daynes (1920) foi um dos primeiros cientistas a estudar a difusão do hidrogênio através de uma membrana (polímero) e definiu o fluxo de hidrogênio que cruza a membrana como sendo permeabilidade.

Pode-se afirmar, que a permeabilidade de hidrogênio é geralmente definida como o transporte de átomos no estado estacionário através de um material que está sendo submetido a um gradiente de pressão ou de tensão. A grande maioria dos estudos de permeação utiliza técnicas de medições diretas para estabelecer o fluxo de hidrogênio que permeia através de uma membrana ou um disco do material em estudo. Nessa técnica, uma pressão de hidrogênio é mantida constante em um dos lados da membrana e vácuo é feito do lado oposto. Então, é medida a taxa de escape de hidrogênio pelo lado do vácuo. Assim, a difusividade do material é determinada pelo cálculo do coeficiente de difusão (D), proveniente de soluções da equação de fluxo (BRANDOLIN, 2012).

Galindo-Nava, Basha e Rivera-Díaz-Del-Castillo (2017) aprofundaram o estudo sobre o transporte de hidrogênio nos metais, trazendo contribuições muito importantes sobre o tema. Esses autores afirmam que determinar o mecanismo de transporte de hidrogênio é fundamental para entender o fenômeno de fragilização pelo hidrogênio nos metais. Segundos os autores, este mecanismo depende da habilidade do hidrogênio para entrar e difundir dentro do reticulado cristalino com os diversos defeitos presentes no material. Estes atuam como armadilhas para o aprisionamento do hidrogênio atômico. Galindo-Nava, Basha e Rivera-Díaz-Del-Castillo (2017) afirmam que a superfície do material fornece uma energia inicial suficiente para o hidrogênio entrar e iniciar a difusão no metal, enquanto que o hidrogênio localizado nas armadilhas internas precisa superar uma barreira maior de energia do que aquela necessária para a difusão através do reticulado cristalino.

Muitos métodos experimentais vêm sendo empregados para estudar a difusão do hidrogênio nos metais em diferentes microestruturas. Por exemplo, o ensaio de permeação eletroquímica, *Electrochemical Permeation* (EP), tem sido usado para determinar a taxa de adsorção do hidrogênio eletrolítico e sua subsequente difusividade. Similarmente, a espectrometria de dessorção térmica, *Thermal Desorption Spectroscopy* (TDS), tem sido amplamente empregada para estimar o tamanho do poço de energia das armadilhas, através de medições indiretas da taxa de liberação do hidrogênio durante o aquecimento contínuo. Essas técnicas fornecem boas percepções sobre o transporte de hidrogênio para um determinado material, sendo, contudo, altamente sensíveis às condições de aquecimento e carregamento, geometria da amostra e microestrutura do material. Assim, modelar métodos é necessário para interpretar quantitativamente as interações entre o hidrogênio e a microestrutura em um sistema complexo, como é o caso de aços de alta resistência mecânica (GALINDO-NAVA, BASHA e RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO, 2017).

Oriani (1970) propôs um modelo termodinâmico baseado no equilíbrio local entre o hidrogênio localizado no reticulado cristalino (C_L) e nas armadilhas (C_t). Essa estratégia permite obter uma relação direta entre o equilíbrio da concentração de hidrogênio no reticulado cristalino e nas armadilhas, assim como estimar o coeficiente de difusão efetivo incluindo os efeitos de aprisionamento. As equações propostas por Oriani (1970) são mostradas abaixo:

$$C_t = C_L \cdot \frac{N_t}{N_l} \exp\left(\frac{E_b}{R_{gas}T}\right) \quad (17)$$

$$D = \frac{D_0 \exp\left(-\frac{Q}{R_{gas}T}\right)}{1 + \frac{N_t}{N_l} \exp\left(\frac{E_b}{R_{gas}T}\right)} \quad (18)$$

Onde, N_l e N_t são os espaços totais do reticulado cristalino e das armadilhas no material, respectivamente. E_b é o poço de energia da armadilha, Q é a energia de ativação para a difusão do hidrogênio, D_0 é o pré-fator do coeficiente de difusão no reticulado cristalino, R_{gas} é a constante dos gases e T é a temperatura absoluta.

Diversos modelos para o transporte de massa e dessorção têm sido propostos para entender a difusão do hidrogênio na presença de armadilhas únicas ou múltiplas. Por exemplo, Choo e Young Lee (1982) aplicaram a equação de Kissinger (1957) para descrever a taxa de hidrogênio liberado na espectroscopia de dessorção térmica. Embora esta relação tenha sido amplamente aplicada para estimar E_b através da identificação do pico de temperatura T_c (taxa de dessorção máxima), tem sido demonstrado que as dimensões da amostra e a densidade de defeitos afeta a T_c .

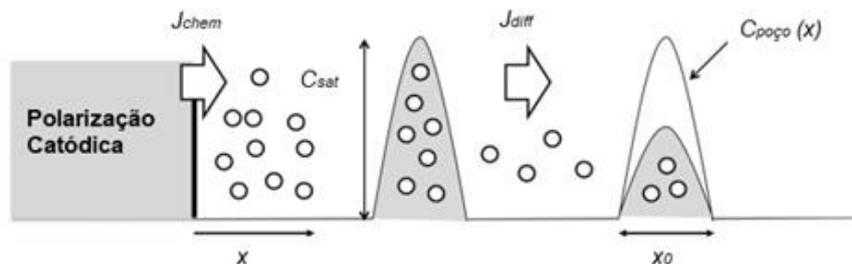
Devido à necessidade de incorporar vários parâmetros de ajuste, esses modelos são insuficientes na identificação de uma microestrutura ótima para se aumentar a resistência ao hidrogênio, especialmente quando vários sistemas metálicos são considerados. Outra implicação desta limitação é a dispersão dos valores dos parâmetros de aprisionamento reportados por diferentes autores. Este parâmetro é crítico na suscetibilidade do material à fragilização pelo hidrogênio, pois a presença de múltiplos tipos de armadilhas altera a mobilidade do hidrogênio. Além disso, tem sido observado experimentalmente que a difusividade efetiva durante a permeação eletroquímica não depende somente da microestrutura, mas também das condições de carregamento eletrolítico. Isto mostra que, apesar dos resultados anteriores, não existe ainda uma descrição unificada para o transporte de hidrogênio capaz de descrever a permeação, dessorção e liberação de hidrogênio, incluindo os parâmetros de processo mais relevantes, como: geometria da amostra e características microestruturais. A ampla aplicação da equação de Oriani (1970) para estimar a difusividade do hidrogênio em vários materiais sugere que, em certa medida, o equilíbrio local pode ser válido para as escalas de tempo e duração dos ensaios de EP e TDS, e para baixos conteúdos de hidrogênio. Isso também implica que os modelos de difusão de Fick podem ser suficientes para descrever a difusão do hidrogênio (GALINDO-NAVA, BASHA e RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO 2017).

Através do carregamento eletroquímico é possível medir a taxa de permeação e a difusão efetiva do hidrogênio dentro do metal. Segundo Galindo-Nava, Basha e Rivera-Díaz-Del-Castillo (2017), existem dois regimes durante a permeação: (i) uma região transiente induzida pelas reações eletroquímicas na superfície da amostra; (ii) um estado estacionário, onde não há variação da concentração e da densidade de corrente.

De acordo com Galindo-Nava, Basha e Rivera-Díaz-Del-Castillo (2017), a taxa de permeação do hidrogênio depende de vários fatores, incluindo a eventual formação de uma camada de óxido, a densidade da corrente catódica, dimensões da amostra, além da microestrutura do material. Por exemplo, a densidade de corrente catódica (J_c) afeta a permeação por modificar a taxa em que os átomos de hidrogênio são introduzidos dentro do metal através das reações eletroquímicas. Outro fator considerado pelos autores é que o cálculo do fluxo de átomos de hidrogênio que difundem no reticulado cristalino de um dado material quando aplicado a proteção catódica, deve incluir contribuições do fluxo de hidrogênio originado das armadilhas (J_{diff}), além do fluxo de hidrogênio promovido pelo carregamento eletroquímico (J_{chem}).

O perfil de concentração de hidrogênio na amostra é determinado pela densidade de armadilhas. Neste contexto, a FIGURA 3.25 mostra uma representação esquemática e unidimensional do cenário de difusão para o hidrogênio em um material contendo armadilhas microestruturais. Após o hidrogênio entrar na amostra, a partir da polarização catódica, e superar a barreira de energia para a ativação da permeação, os átomos de hidrogênio irão difundir no reticulado cristalino até encontrarem uma armadilha (GALINDO-NAVA, BASHA e RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO 2017).

FIGURA 3.25 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO PANORAMA DE CONCENTRAÇÃO PARA O HIDROGÊNIO TRANSPORTADO ATRAVÉS DE ARMADILHAS



NOTA: J_{chem} – difusão a partir do carregamento catódico; J_{diff} – difusão a partir da armadilha; $C_{poço(x)}$ – concentração de hidrogênio na armadilha; C_{sat} – concentração de saturação de hidrogênio na armadilha; x – posição; x_0 – localização da armadilha.

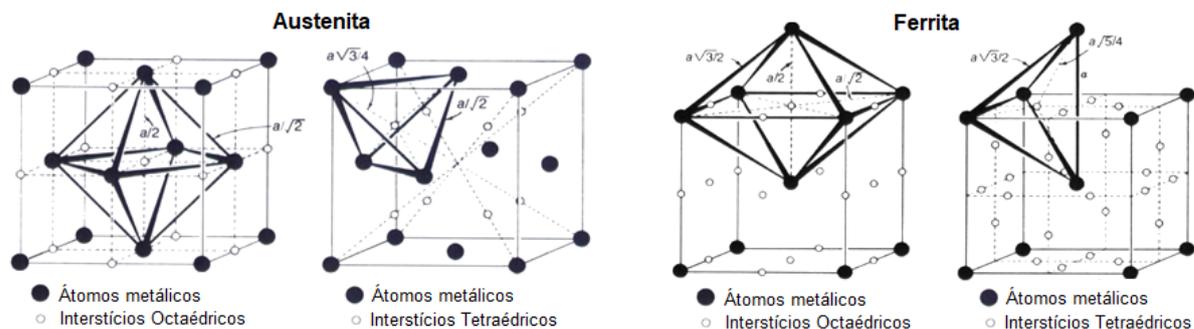
FONTE: Adaptado de GALINDO-NAVA, 2017.

De acordo com Galindo-Nava, Basha e Rivera-Díaz-Del-Castillo (2017), o cenário de difusão, ou seja, a quantidade, os tipos e a distribuição das armadilhas, dependerá da microestrutura. Neste exemplo acima (ver FIGURA 3.25), os autores definem a concentração de hidrogênio na armadilha do tipo poço pela função $C_{poço}(x)$, onde x representa a posição da armadilha no material. Neste caso, a concentração de

hidrogênio na armadilha pode variar de zero até a concentração de saturação C_{sat} . Os átomos de hidrogênio que difundem no reticulado cristalino são capturados pelas armadilhas até que o poço esteja saturado, ocorrendo isto, os átomos de hidrogênio continuam a difundir através do reticulado até encontrar uma próxima armadilha.

A difusão dos átomos de hidrogênio na estrutura cristalina do ferro ocorre através do movimento atômico nos sítios intersticiais. Existem dois tipos de vazios intersticiais que podem acomodar átomos de hidrogênio nas estruturas cristalinas do ferro: interstícios tetraédricos e octaédricos (KRAUSS, 2005). Os nomes dos sítios ou vazios intersticiais são devido aos poliedros formados pelos átomos de ferro ao redor do sítio (em destaque na FIGURA 3.26). O tamanho dos sítios intersticiais varia consideravelmente. Na fase austenita (estrutura CFC), existe 13 posições intersticiais octaédricas e oito tetraédricas, sendo o maior sítio o octaédrico. Na fase ferrita (estrutura CCC), existe 18 posições intersticiais octaédricas e 24 posições intersticiais tetraédricas, sendo o maior sítio o tetraédrico (KRAUSS, 2005). Na FIGURA 3.26, podem ser visualizadas as estruturas cristalinas das fases presentes no AID e seus respectivos sítios intersticiais.

FIGURA 3.26 – POSIÇÕES INTERSTICIAIS OCTAÉDRICAS E TETRAÉDRICAS DA ESTRUTURA CRISTALINA DAS FASES FERRITA E AUSTENITA



Fonte: Adaptado KRAUSS, 2005.

Assumindo que os átomos de ferro são esféricos e com raio atômico de 0,124 nm, Krauss (2005) afirma que na estrutura cristalina da austenita, um interstício octaédrico pode-se acomodar um átomo com raio de até 0,052 nm, mas no caso do sítio tetraédrico, um átomo com raio até 0,028 nm pode ser acomodado. O átomo de hidrogênio tem 0,037 nm, assim se acomodam mais facilmente nos sítios octaédricos mesmo com alguma expansão do reticulado (KRAUSS, 2005).

Na ferrita, os sítios intersticiais são muito menores, isto explica a baixa solubilidade intersticial desta fase. O sítio tetraédrico da ferrita pode acomodar um átomo intersticial de 0,035 nm (0,35 Å) de raio (praticamente o mesmo tamanho do átomo de hidrogênio), enquanto o sítio octaédrico, acomoda um átomo com somente 0,019 nm (0,19 Å) de raio.

Analisando a estrutura cristalina das fases que compõem o aço inoxidável dúplex, pode-se concluir que existe significativa diferença na quantidade de sítios intersticiais (ver também a TABELA 3.4), nota-se que a fase ferrita apresenta um maior número de vazios intersticiais, praticamente o dobro em relação à austenita. Esta característica pode colaborar com o entendimento de que a difusividade do hidrogênio na fase ferrita é significativamente maior que na fase austenita, apesar de o volume total de vazio intersticial ser maior na fase austenita (isto explica a maior solubilidade intersticial na estrutura cristalina da austenita). De acordo com Filho (2008), a solubilidade do hidrogênio no ferro na temperatura ambiente é muito baixa, na ordem de aproximadamente 10^{-2} ppm em massa. Entretanto, a solubilidade na temperatura ambiente pode ser maior, dependendo da concentração de sítios de menor energia na rede, como discordâncias, interface entre fases, microporos, inclusões etc.

TABELA 3.4 – TAMANHO DOS SÍTIOS INTERSTICIAIS DA ESTRUTURA CRISTALINA DO FERRO

SÍTIOS INTERSTICIAIS	FASE FERRITA			FASE AUSTENITA		
	QUANTIDADE	RAIO (nm)	VOLUME TOTAL (nm ³)	QUANTIDADE	RAIO (nm)	VOLUME TOTAL (nm ³)
Octaédricos	18	0,019	5,17e-4	13	0,052	7,65e-3
Tetraédricos	24	0,035	4,31e-3	8	0,029	1,02e-4
Total	42	-	4,82e-3	21	-	7,75e-3

NOTA: Raios atômicos (nm): hidrogênio 0,037; ferro 0,124; carbono 0,077. 1 nm = 10^{-9} m.

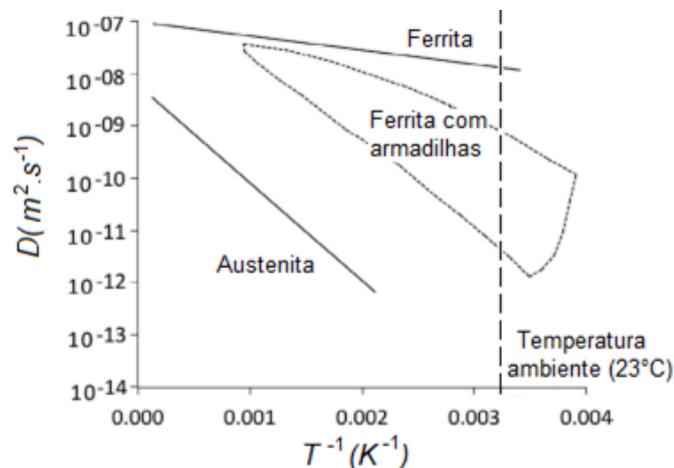
FONTE: Adaptado de KRAUSS, 2005 e CALLISTER, 2007.

Alguns trabalhos na literatura mediram a difusividade do hidrogênio nas fases ferrita e austenita por técnicas eletroquímicas (*permeation membrane electrochemical technique* e *electrochemical desorption technique*). Foram encontrados valores bem distintos para cada fase. Owczarek e Zakroczymski (2000) e Zakroczymski e Owczarek (2002) calcularam a difusividade do hidrogênio através dessas técnicas. Para o AID SAF 2505 encontraram os seguintes valores: $D_{\alpha} = 1,5 \times 10^{-7}$ cm²/s e $D_{\gamma} =$

$1,2 \times 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}$. Analisando estes resultados, pode-se afirmar que a difusividade do hidrogênio na fase ferrita (α) é cinco ordens de grandeza maior que na austenita (γ).

A partir do fato que é o hidrogênio difusível que realmente prejudica o aço, qualquer método que o torne imóvel ou torne mais lenta a difusão deste elemento deve mitigar os seus efeitos. Darken e Smith (1949) observaram experimentalmente que uma amostra de aço laminado a frio apresenta um teor de saturação de hidrogênio muito mais alto do que o laminado a quente. Assim, sugere-se que o hidrogênio possa ser aprisionado nas discordâncias ou em outros tipos de defeitos ou desvios da rede cristalina ideal. Então, espera-se que esta rede “não ideal” impeça a difusão do hidrogênio, como ilustrado pela faixa de valores mostrado na FIGURA 3.27. O gráfico mostra o coeficiente de difusão do hidrogênio no eixo y e o inverso da temperatura no eixo x. A linha tracejada representa a temperatura ambiente (23°C). Pode-se observar a grande diferença na difusividade entre as fases ferrita e austenita. A região pontilhada representa a difusão na ferrita contendo armadilhas microestruturais.

FIGURA 3.27 – COEFICIENTES DE DIFUSÃO PARA O HIDROGÊNIO NA FERRITA E NA AUSTENITA



FONTE: Adaptado de BHADESHIA, 2016.

Outro fator que influencia a difusividade do hidrogênio em um material e, por consequência, a fragilização, é o tamanho de grão. Chou e Tsai (1999) reportaram que a difusividade média ou efetiva do AID SAF 2205 com tamanho de grão de 7,4 e 12,6 μm à temperatura ambiente é de 3,6 e $4,8 \times 10^{-14} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$, respectivamente. Luu, Liu e Wu (2002) encontraram uma difusividade efetiva (D_{eff}) um pouco maior no AID SAF 2205, isto é, $6,4 \times 10^{-14} \text{ m}^2\text{s}^{-1}$ para um tamanho de grão de 35 μm (em ambas as fases), este pode ser considerado um grão grosseiro. Os resultados desses autores, indicam

que tanto a difusividade efetiva quanto a fragilização pelo hidrogênio foi menor nas amostras com tamanhos de grão menores. Quanto menor for o tamanho de grão, maior será a área de contorno e, portanto, uma maior área de aprisionamento de átomos de hidrogênio. Atribui-se a isso o motivo pelo qual o coeficiente de difusão efetivo é menor. Na TABELA 3.5, podem ser comparados os resultados obtidos nos estudos desenvolvidos por Chou e Tsai (1999) e Luu, Liu e Wu (2002).

TABELA 3.5 – DIFUSIVIDADE EFETIVA DO HIDROGÊNIO NO AID SAF 2205 EM FUNÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO

AUTOR E ANO	HISTÓRICO DE FABRICAÇÃO	TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA (μm)	TAMANHO DE GRÃO DA FERRITA (μm)	D_{eff} ($\times 10^{-10}$ cm^2s^{-1})
Chou e Tsai (1999)	Barra redonda extrudada	7,4	7,6	3,58
Chou e Tsai (1999)	Barra quadrada forjada a quente	12,6	13,9	4,78
Luu, Liu e Wu (2002)	Chapa laminada	35	35	6,43

NOTA: Todos os materiais foram tratados termicamente a 1100 °C e então resfriados em água antes dos ensaios. D_{eff} é a difusividade efetiva.

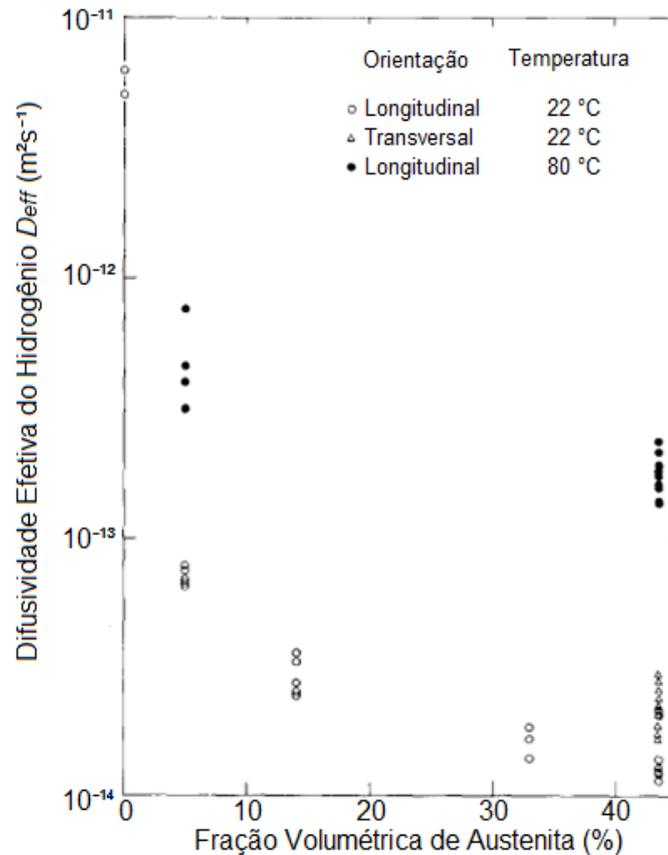
FONTE: Adaptado de CHOU e TSAI, 1999.

Em 1994, Turnbull e Hutchings fizeram estudos muito importantes no que diz respeito ao transporte de hidrogênio em ligas bifásicas. Na FIGURA 3.28, é mostrada a influência da fase austenita na difusividade efetiva do AID Uranus B50 (equivalente ao AID SAF 2206), laminado a quente. Com estes resultados, Turnbull e Hutchings (1994) publicaram um trabalho no qual apresentam algumas considerações importantes:

- (a) A difusividade efetiva do aço inoxidável dúplex, contendo 44% de austenita, é reduzida por um fator de 400 comparado a um aço completamente ferrítico;
- (b) A difusão dos átomos de hidrogênio na fase austenita tem um efeito negligenciável no total de átomos de hidrogênio transportados em um aço inoxidável dúplex, apesar da alta solubilidade do hidrogênio nesta fase;
- (c) A presença da fase austenita torna tortuoso o caminho de difusão do hidrogênio, sendo que este depende da orientação espacial das ilhas alongadas de austenita;

- (d) Uma diferença na ordem de duas vezes no valor da difusividade efetiva é prevista para as orientações transversal e longitudinal, o que corresponde bem com observações experimentais;
- (e) O aprisionamento de átomos de hidrogênio nas interfaces entre as fases ferrita-austenita é o fator mais significativo para explicar a redução da difusividade do hidrogênio nos AID em comparação com um aço completamente ferrítico.

FIGURA 3.28 – VARIACÃO DO COEFICIENTE DE DIFUSÃO EFETIVO COM A FRAÇÃO DE AUSTENITA NO AID URANO B50 (\approx SAF 2206)



FONTE: Adaptado de TURNBULL e HUTCHINGS, 1994.

Através dos relatos descritos na revisão da literatura, pode-se concluir que a difusividade de hidrogênio no plano de uma determinada seção microestrutural, em um metal bifásico, será dependente basicamente da quantidade de cada fase, da disposição espacial destas, do formato e do tamanho de cada fase, do tamanho de grão, da quantidade de sítios de aprisionamento de hidrogênio, como o caso dos contornos de grão e das interfaces entre fases, além da concentração de hidrogênio presente no material.

3.3.6 Fragilização pelo hidrogênio em aços da família dúplex

Os aços inoxidáveis superdúplex são resistentes à corrosão generalizada em água do mar. No entanto, em condições severas de salinidade, a corrosão por pites e por frestas pode ocorrer. Para isso, a literatura considera que os aços inoxidáveis da família dúplex se encontram bem protegidos em potenciais mais negativos do que $-600 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ (NORSOK, 2005).

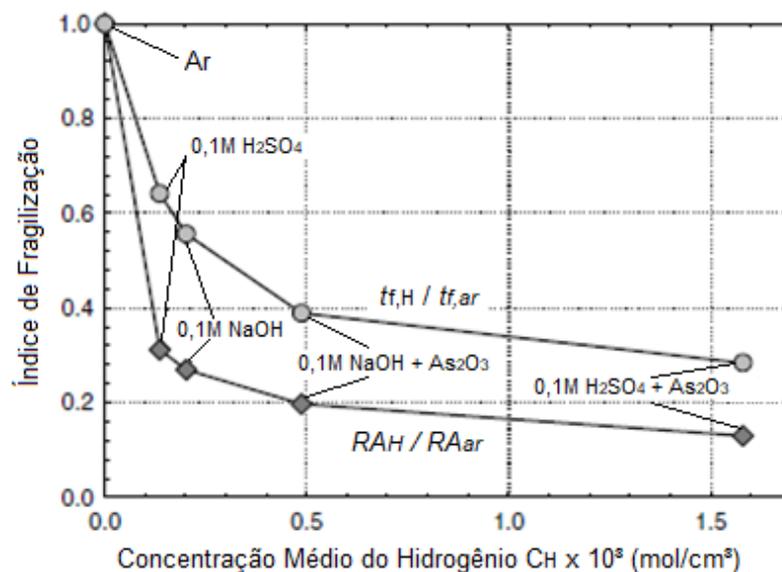
Entretanto, para garantir que este potencial seja mantido, é necessário um isolamento elétrico completo dos outros elementos estruturais que estejam protegidos a potenciais muito mais negativos que o indicado pela Norsok (2005). Como é o caso do potencial de $-1.050 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, comumente empregado para a proteção catódica de tubulações de aços ao carbono utilizados na produção de óleo e gás (HORTA, 2015). Este isolamento resulta, na maioria das vezes, um custo mais elevado para o projeto. Por este motivo, estruturas de aço superdúplex submersas em água do mar, muitas vezes, encontram-se sob proteção catódica a potenciais bem mais negativos do que o máximo recomendado (VITIELLO, 2009). Essa condição é prejudicial para as propriedades mecânicas do AISD. A normativa DNV-RP-F112 (2008), que aborda o projeto de equipamentos submersos em aços inoxidáveis dúplex com proteção catódica, afirma que testes em laboratório demonstraram que o AISD é suscetível à fragilização pelo hidrogênio quando exposto a tensões elevadas e a potenciais mais negativos do que $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$.

Atualmente, há diversos estudos, como os de Silva, Salvio e Santos (2015), Zakroczymski, Glowacka e Swiatnicki (2005), Zucchi et al. (2006), Kwietniewski et al. (2014), Scheid et al. (2017), Lage (2014), Lage, Assis e Mattos (2015), Fonseca (2014), Vitiello (2009), Young et al. (2005), Iacoviello et al. (2019), Liang et al. (2020) e Swierczynska et al. (2020), entre outros, demonstrando que os aços inoxidáveis da família dúplex são suscetíveis a falhas devido à fragilização pelo hidrogênio em condições particulares de aplicação. De acordo com Zakroczymski, Glowacka e Swiatnicki (2005), a fragilização pelo hidrogênio pode depender de diversas variáveis. Em relação às características dos metais, a composição química, a microestrutura, as tensões internas e a difusividade do hidrogênio são consideradas as variáveis mais importantes. Em relação ao meio ambiente a partir do qual o hidrogênio é gerado, pode-se citar: o pH, a presença de promotores ou inibidores da entrada de hidrogênio,

a densidade de corrente catódica e o potencial de eletrodo como as variáveis mais importantes.

Zakroczymski, Glowacka e Swiatnicki (2005) demonstraram que a intensidade da fragilização é fortemente dependente da concentração do hidrogênio absorvido pelo AID SAF 2305 (UNS S31308) (ver FIGURA 3.29). Estes autores apresentam uma correlação entre os índices de fragilização e a concentração total de hidrogênio. Neste trabalho, a concentração de hidrogênio no material foi medida pela técnica de dessorção eletroquímica imediatamente após a fratura. Os autores expressam os índices de fragilização de duas formas: (a) a relação entre o tempo para a falha ($t_{f,H} / t_{f,ar}$); (b) a relação entre a redução de área entre (RA_H / RA_{ar}). De acordo com os autores, o hidrogênio em uma amostra de AID no momento da ruptura pode estar nas seguintes formas: (i) solução sólida intersticial na fase ferrita; (ii) solução sólida intersticial na fase austenita e (iii) aprisionado em defeitos microestruturais e, possivelmente, nas interfaces entre fases. A FIGURA 3.29 apresenta os resultados obtidos através de ensaios de tração com taxa de deformação lenta ($2,6 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$). Para o meio de fragilização, foi utilizado duas soluções aquosas: (a) 0,1 M NaOH e (b) 0,1 M H_2SO_4 , com e sem adição de 10 mg/l As_2O_3 , como um promotor da entrada do hidrogênio no material. Os resultados indicaram que a ferrita é mais sensível à fragilização pelo hidrogênio e afirmam que os contornos entre as fases é outro elemento da microestrutura vulnerável ao hidrogênio.

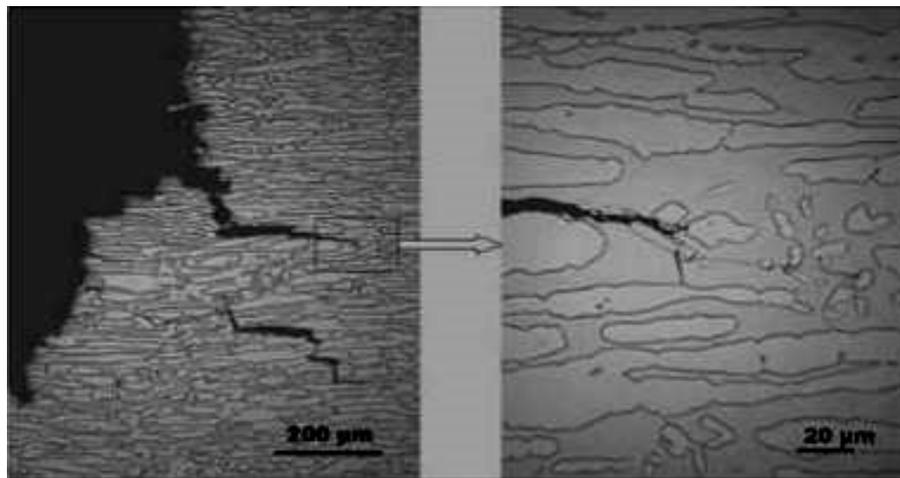
FIGURA 3.29 – EFEITO DA CONCENTRAÇÃO MÉDIA DE HIDROGÊNIO NO AID SAF 2305



FONTE: Adaptado de Zakroczymski, Glowacka e Swiatnicki, 2005.

De acordo com Olden et al. (2009) e Elhoud, Renton e Deans (2010), a microestrutura dos AID desempenha um papel muito importante no comportamento à fratura do material quando exposto ao hidrogênio, como mostra a FIGURA 3.30. A imagem apresenta uma trinca se propagando em um material fragilizado através da fase ferrita, em uma região próxima à interface entre as fases, sendo que então é interrompida ou muda de direção quando encontra a fase austenita.

FIGURA 3.30 – DETALHE DE UMA PARTE RAMIFICADA DA TRINCA INDUZIDA PELO HIDROGÊNIO EM UM AISD SAF 2507



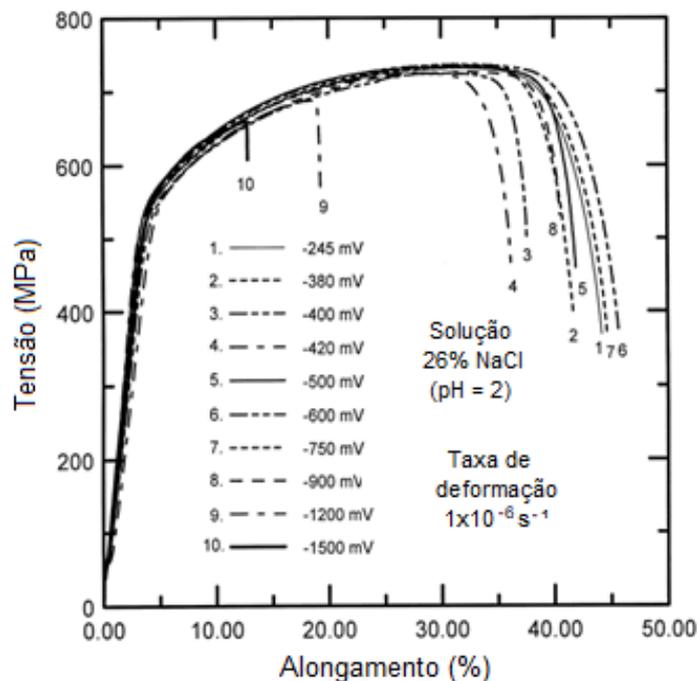
FONTE: OLDEN et al., 2008.

Olden et al. (2009) e Elhoud, Renton e Deans (2010) relatam ainda que a alta difusividade de hidrogênio na ferrita causa uma maior mobilidade deste elemento nesta fase, e por consequência, permite a ocorrência de uma alta concentração de hidrogênio em locais preferencias, podendo atingir um limite crítico que, combinado com uma dada tensão mecânica, promove o trincamento. Desse modo, além da difusão ser mais intensa na ferrita, esta fase apresenta uma maior capacidade de concentração de hidrogênio, e ainda uma menor concentração limite crítica ou solubilidade. Estes fatores corroboram com o entendimento que a fase ferrita apresenta uma maior redução na resistência ao trincamento do que a fase austenita, enquanto fragilizada pelo hidrogênio. Pode-se concluir que os grãos de ferrita fragilizados atuam como caminhos preferenciais para a propagação de trincas frágeis.

Tsai e Chou (2000) estudaram o efeito do potencial de eletrodo aplicado em ensaios de trincamento pelo meio nos AIDs. Estes autores também verificaram que a ferrita é menos resistente ao trincamento no meio. O estudo demonstrou que, para o

AID SAF 2506, as trincas se propagaram de maneira transgranular e quase clivagem ao longo de ambas as fases. Os resultados indicam que o comportamento à tração é fortemente influenciado pelo potencial de eletrodo aplicado em ensaios de carregamento lento ($1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$). Este comportamento pode ser observado nas curvas tensão-deformação sob diferentes potenciais de eletrodo em solução aquosa contendo 26% de NaCl (ver FIGURA 3.31). Quanto menor for o potencial aplicado, ou seja, mais catódico, maior é o índice de fragilização em termos de ductilidade.

FIGURA 3.31 – CURVAS TENSÃO VS. DEFORMAÇÃO PARA O AID SAF 2205 ENSAIADO EM SOLUÇÃO DE NaCl COM DIFERENTES POTENCIAIS DE ELETRODO

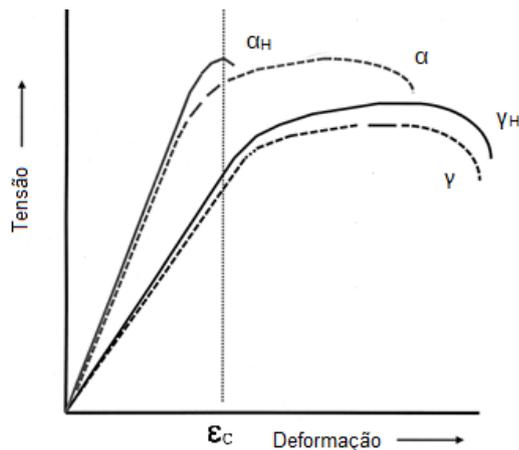


FONTE: Adaptado de TSAI e CHOU, 2000.

Tsai e Chou (2000) relatam que é conhecido que a resistência mecânica e o módulo de elasticidade da ferrita são maiores que o da austenita. Entretanto, a resistência da ferrita à fragilização pelo hidrogênio é inferior à da austenita. Portanto, sob o efeito da polarização catódica em soluções aquosas, a ferrita se tornará mais frágil devido à absorção de hidrogênio. De acordo com Tsai e Chou (2000), nos ensaios de tração realizados no AID SAF 2205 com baixas taxas de carregamento, embora a deformação para ambas as fases seja a mesma, a tensão induzida na fase ferrita será maior do que na austenita. Na FIGURA 3.32, é apresentado um gráfico esquemático que mostra a preferência da fratura na ferrita em um AID sob polarização catódica ou outra condição de carregamento de hidrogênio (TSAI e CHOU, 2000). As

linhas tracejadas representam as curvas de tensão vs. deformação para as fases ferrita e austenita antes da entrada do hidrogênio. As linhas cheias representam tais comportamentos sob polarização catódica, revelando uma grande perda de ductilidade na ferrita e um pequeno aumento de resistência, que é atribuído ao aumento de resistência por solução sólida intersticial causado pelo hidrogênio. Uma vez que a deformação em ambas as fases é a mesma durante o ensaio de carregamento lento, a tensão exercida em cada fase é diferente. Ao analisar o gráfico da FIGURA 3.32, nota-se que quando a deformação atinge um valor crítico (ϵ_c), o limite de resistência (*Ultimate Tensile Strength* - UTS) é excedido para a ferrita. Esta fase apresenta um maior módulo de elasticidade, ou seja, é mais rígida, assim a fratura tenderá a ocorrer antecipadamente e preferencialmente (TSAI e CHOU, 2000).

FIGURA 3.32 – DIAGRAMA ESQUEMÁTICO MOSTRANDO A “PREFERÊNCIA” DE FRATURA NA FERRITA EM UM AID SOB PROTEÇÃO CATÓDICA



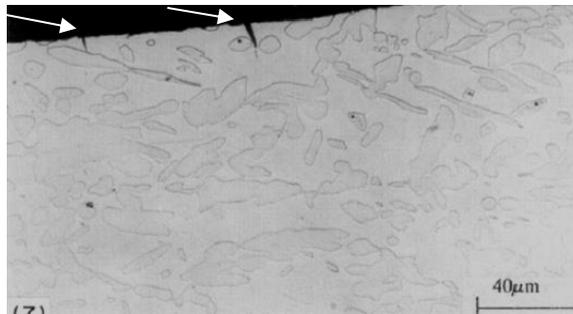
NOTA: As linhas tracejadas representam o comportamento das fases fragilizadas pelo hidrogênio.

FONTE: Adaptado de TSAI e CHOU, 2000.

Zheng e Hardie (1991) estudaram o efeito da fragilização pelo gás hidrogênio nos AID SAF 2205 com diferentes pressões de pré-hidrogenação. Os autores também afirmam que é razoável pensar que a ferrita sofrerá uma fragilização mais extensa do que a austenita. Pequenas quantidades de hidrogênio dissolvido podem produzir significativa redução na ductilidade da família de aços inoxidáveis dúplex. O grau de fragilização induzido pelo hidrogênio não é dependente somente do nível de resistência do material e do teor de hidrogênio dissolvido, mas também das características microestruturais e da taxa de deformação aplicada no ensaio. De acordo com o trabalho de Zheng e Hardie (1991), pode ser esperado que o comportamento em fratura dos aços inoxidáveis da família dúplex fragilizados pelo

hidrogênio seja fortemente influenciado pela fragilização preferencial da ferrita. Para estes autores, a ferrita promove uma fácil nucleação de trincas, mas as ilhas de austenita agem como barreiras para a propagação destes defeitos. A FIGURA 3.33 mostra o início da fratura em uma amostra de AID SAF 2205 hidrogenado, onde fica claro notar que as trincas se iniciam na ferrita. Esta imagem é de um corpo de prova de ensaio de tração com carregamento lento. Neste caso, o corpo de prova foi pré-hidrogenado a 350 °C de temperatura por um período de 48 horas, em um uma atmosfera com 1 bar de pressão do gás hidrogênio (ZHENG e HARDIE, 1991).

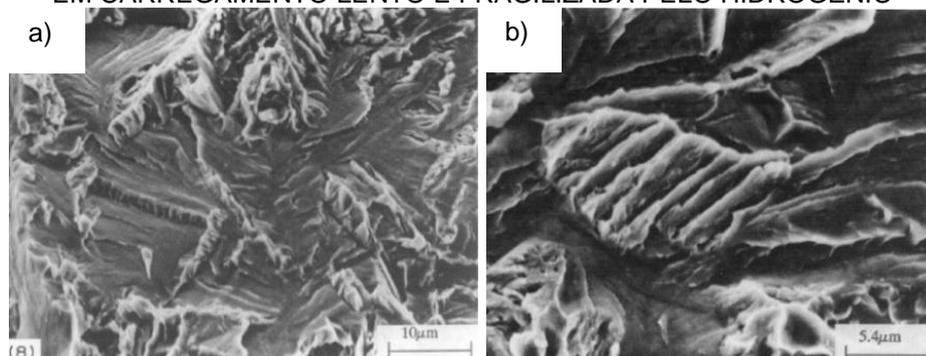
FIGURA 3.33 – CORPO DE PROVA DE TRAÇÃO SAF 2205 SOB A INFLUÊNCIA DO GÁS H₂



FONTE: ZHENG e HARDIE, 1991.

Em seus estudos, Zheng e Hardie (1991) além de verificarem a fragilização na ferrita (ver FIGURA 3.34a), também observaram o efeito da fragilização pelo hidrogênio na fase austenita. Na FIGURA 3.34b pode ser observada uma fratura frágil transpassando as ilhas de austenita no AID, deformado a uma taxa de carregamento de $5,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, após ter sido pré-hidrogenado por 48 horas à temperatura de 350 °C sob uma pressão de 250 bar.

FIGURA 3.34 – SUPERFÍCIES DE FRATURA EM UMA AMOSTRA DO AID SAF 2205 ENSAIADA EM CARREGAMENTO LENTO E FRAGILIZADA PELO HIDROGÊNIO

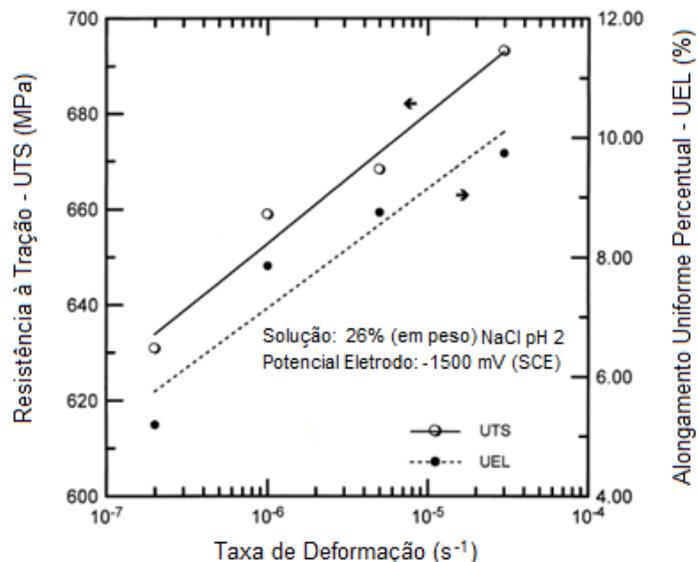


NOTA: (a) fraturas de clivagem na ferrita; (b) fraturas frágeis na austenita sob efeito do hidrogênio.

FONTE: ZHENG e HARDIE, 1991.

Diversos trabalhos na literatura indicam que a fragilização pelo hidrogênio dos AIDs é dependente do tempo e, portanto, muito influenciada pela taxa de carregamento. Chou e Tsai (1999) realizaram testes de tração com baixas taxas de deformação em solução contendo 26% de NaCl em massa, com pH igual a 2 e potencial de proteção catódica de $-1.500 \text{ mV}_{\text{sce}}$. Os testes foram realizados em corpos de prova do aço AID SAF 2205, com L_0 de 24 mm, 4 mm de diâmetro e taxas de deformação entre $3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ e $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Foi verificado que a resistência máxima (*ultimate tensile strength* – UTS) e o alongamento uniforme percentual (*percentage of uniform elongation* – UEL) variam linearmente com o logaritmo da taxa de deformação, sob condições de proteção catódica (ver FIGURA 3.35). Fica evidente que quanto menor for a taxa de deformação, maior será a fragilização pelo hidrogênio nos AIDs.

FIGURA 3.35 – RELAÇÃO ENTRE A TAXA DE DEFORMAÇÃO COM A RESISTÊNCIA MÁXIMA E O ALONGAMENTO (%) DO AID SAF 2205 EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO



FONTE: Adaptado de CHOU e TSAI, 1999.

A TABELA 3.6 apresenta os resultados obtidos no trabalho de Chou e Tsai (1999). Ao analisar os dados, fica clara a influência da taxa de carregamento nas propriedades mecânicas. Quanto menor for a taxa de deformação empregada, maior será a redução na resistência máxima, no alongamento e na redução de área (RA) até à fratura em corpos de prova de tração ensaiados com proteção catódica em solução de 26% de NaCl.

TABELA 3.6 – EFEITO DA TAXA DE CARREGAMENTO NA VARIAÇÃO DA UTS, UEL E RA DO AID SAF 2205 EM ENSAIO COM BAIXA TAXA DE CARREGAMENTO

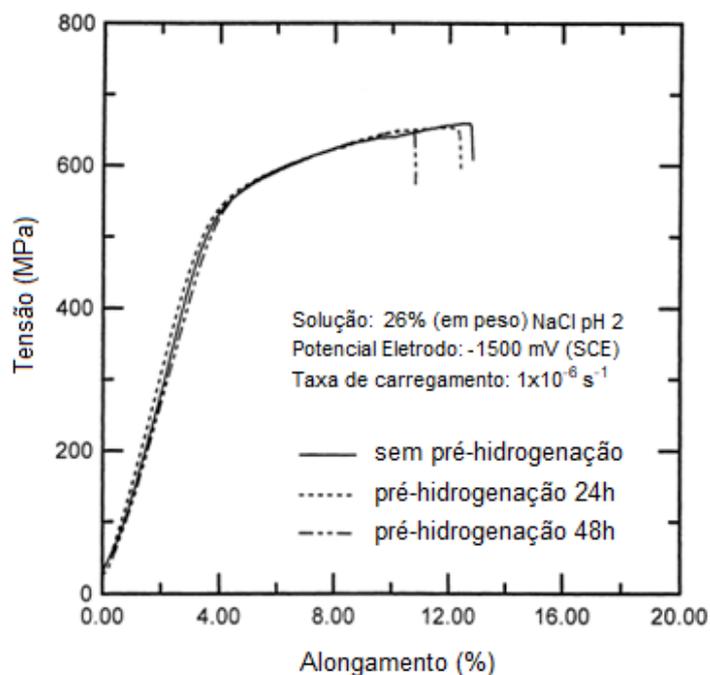
TAXA DE DEFORMAÇÃO	UTS (MPa)	UEL (%)	RA (%)	OBSERVAÇÃO
3x10 ⁻⁵	693	9,74	7,02	Meio
5x10 ⁻⁶	668	8,75	4,15	Meio
1x10 ⁻⁶	659	7,86	3,47	Meio
2x10 ⁻⁷	631	5,20	2,44	Meio
1x10 ⁻⁶	737	28,87	83,00	Ao ar

NOTA: Solução aquosa com 26% NaCl, pH 2 e potencial de eletrodo aplicado de -1500 mV_{sce}.

FONTE: Adaptado de CHOU e TSAI, 1999.

Chou e Tsai (1999) avaliaram dois tempos de pré-hidrogenação (etapa comum em ensaios de HISC, onde ocorre o pré-carregamento com hidrogênio no corpo de prova, geralmente com o mesmo potencial de eletrodo aplicado no ensaio). Os tempos de pré-hidrogenação avaliados foram 24 e 48 horas. Foi verificado que a resistência máxima do material pouco se alterou em função do aumento do tempo de pré-hidrogenação, mas o alongamento longitudinal apresentou significativa redução, como pode ser observado na FIGURA 3.36. Neste caso, os autores afirmam que com o aumento do tempo de pré-hidrogenação, o hidrogênio teria mais tempo para difundir para regiões mais centrais dos corpos de prova, regiões estas com maior triaxialidade.

FIGURA 3.36 – EFEITO DO TEMPO DE PRÉ-CARREGAMENTO DE HIDROGÊNIO AID SAF – 2205

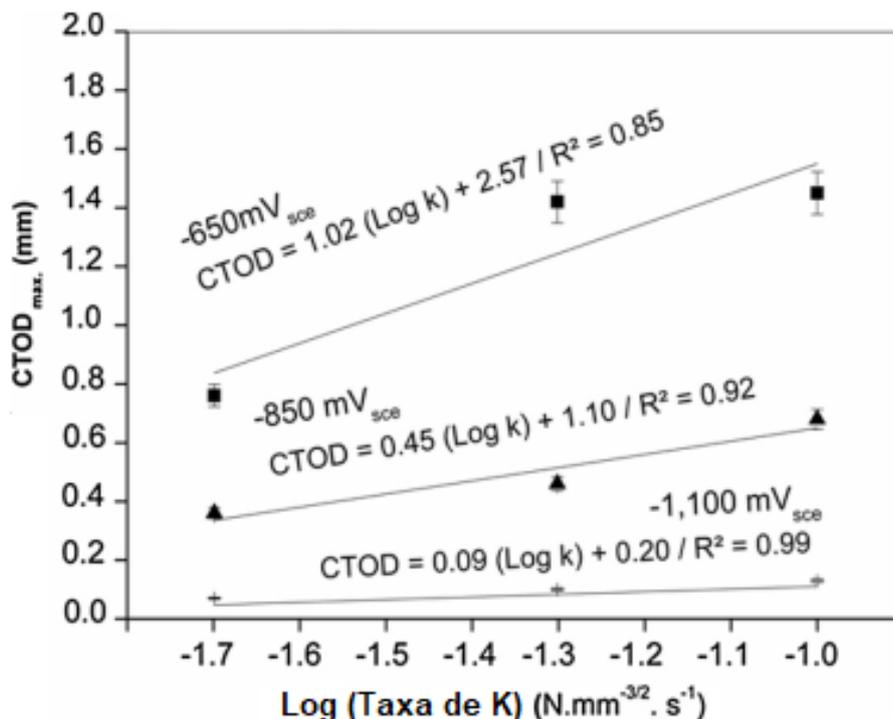


FONTE: Adaptado de CHOU e TSAI, 1999.

No caso de ensaios de mecânica da fratura, onde de fato existe uma trinca aguda aberta para o meio, é lógico pensar que o tempo de pré-hidrogenação é bem menos relevante, porque a distância a ser difundida é bem menor, isto é, da ponta da trinca para a região de processo da fratura ou região de maior triaxialidade.

Scheid et al. (2017) ratificam que embora a suscetibilidade dos AISD ao fenômeno de HISC seja inequívoca, os parâmetros de ensaios devem ser cuidadosamente selecionados, pois influenciam significativamente nos resultados produzidos. Para potenciais mais catódicos, ou seja, mais negativos, mais evidente é o efeito deletério na tenacidade à fratura, enquanto a influência da taxa de carregamento K é menor. Entretanto, a influência desse último parâmetro se torna mais significativa quando o potencial é menos negativo. Segundo Scheid et al. (2017), a acumulada experiência nos ensaios de laboratório mostrou que o tempo de pré-hidrogenação praticamente não influencia a tenacidade à fratura de aços inoxidáveis superdúplex, quando os ensaios são executados com um carregamento contínuo de hidrogênio. A FIGURA 3.37 apresentada a correlação entre a tenacidade à fratura (CTOD), o potencial de proteção catódica e o logaritmo da taxa de carregamento (K) para o AID SAF 2507, desenvolvida no estudo por Scheid et al. (2017).

FIGURA 3.37 – CTOD VS. TAXA DE CARREGAMENTO K PARA DIFERENTES POTENCIAIS DE PROTEÇÃO CATÓDICA PARA O AID UNS S32750



FONTE: Adaptado de SCHEID, 2017.

Os resultados indicam que a tenacidade à fratura é principalmente dependente do potencial de eletrodo aplicado e decai consideravelmente assim que o potencial se torna mais negativo. A taxa de carregamento K tem um efeito secundário, especialmente para potenciais mais catódicos. Para os potenciais catódicos e taxas de K estudadas, o CTOD varia linearmente com o logaritmo de taxa de K , e a tenacidade à fratura torna-se praticamente independente da taxa de K para um potencial de $-1.100 \text{ mV}_{\text{sce}}$. Os autores afirmam que o potencial catódico diretamente ditou o micromecanismo de fratura no AISD. A queda da tenacidade em $-650 \text{ mV}_{\text{sce}}$ se deve à clivagem da ferrita, enquanto em $-850 \text{ mV}_{\text{sce}}$ a extensão de microtrincas do tipo *zig-zag* ou *stepwise* observados na fase austenita controlaram a tenacidade à fratura. Finalmente, a $-1.100 \text{ mV}_{\text{sce}}$, o efeito do hidrogênio na tenacidade é esmagador e ambas as fases fraturam fragilmente.

3.4 O PROCESSO DE SOLDAGEM POR FRICÇÃO E MISTURA MECÂNICA

3.4.1 Breve história da soldagem FSW

De acordo com Lohwasser e Chen (2010), a procura por aumentar a densidade de energia na soldagem por fusão foi a principal força motriz para uma série de inovações e desenvolvimentos importantes deste processo de união. Para a soldagem no estado sólido, o princípio termomecânico da soldagem por fricção tinha realmente colocado uma importante base para a posterior invenção da técnica de soldagem por fricção e mistura mecânica *Friction Stir Welding* (FSW). O instituto de soldagem TWI, no Reino Unido, se dedica há vários anos a pesquisas e atividades industriais relacionadas à soldagem por fricção. O pesquisador Wayne Thomas e seus colegas trabalharam por muito tempo no desenvolvimento de diversas técnicas de soldagem por fricção. Em particular, eles desenvolveram a extrusão por atrito, o processo de soldagem por fricção com pino consumível *Friction Hydropillar Processing* (FHPP) e o processo de soldagem por fricção usando um terceiro corpo.

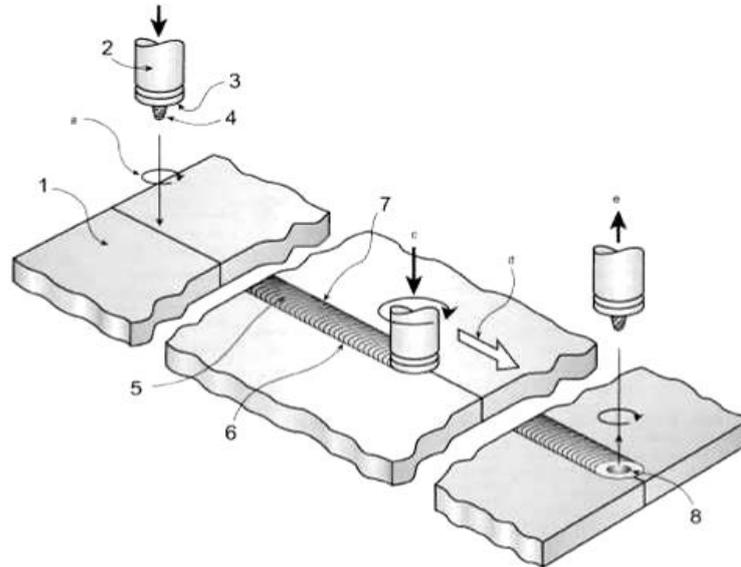
Durante um longo período de trabalho no desenvolvimento dos vários processos de soldagem por fricção, o grupo de pesquisadores do TWI observou e estudou diversos fenômenos importantes, tais como: o efeito de um terceiro corpo altamente plastificado, os fenômenos de transporte do material plastificado, aquecimento adiabático durante a deformação e a relação entre o torque e a velocidade de rotação, quando uma quantidade suficiente de material plastificado está presente durante o processamento. Com conhecimento e prática em vários processos à base de fricção, uma técnica de soldagem com um efetivo mecanismo de transporte para o material plastificado e adequado para uma ampla gama de geometrias e estruturas metálicas nunca esteve longe da mente desses pesquisadores (LOHWASSER e CHEN, 2010).

Em 1991, Wayne Thomas percebeu que com o uso de uma ferramenta em rotação, feita de um material mais duro do que a peça de trabalho, o material metálico a ser soldado poderia ser plastificado, criando-se, inclusive, através do emprego de uma ferramenta com geometria adequada, um mecanismo de transporte eficiente, capaz de unir os materiais deformados. Este momento de realização, após um longo período de desenvolvimento, marcou a descoberta da técnica de soldagem *Friction Stir Welding* ou soldagem por fricção e mistura mecânica.

3.4.2 Princípios básicos da soldagem FSW

O processo de soldagem por fricção conhecido por FSW produz soldas através da utilização de uma ferramenta não consumível, em rotação, que plastifica localmente a região da junta a ser soldada. Como resultado do calor dissipado pela fricção (entre a ferramenta e o material plastificado) e pelo trabalho de deformação plástica, o processo ocorre em altas temperaturas, semelhante a um processo de conformação a quente. Sendo assim, a resistência mecânica do material é reduzida, permitindo que a ferramenta misture mecanicamente o material da junta. A FIGURA 3.38 ilustra o princípio básico deste processo (ISO 25239-1, 2011).

FIGURA 3.38 – PRINCÍPIO BÁSICO DO PROCESSO DE SOLDAGEM *FRICTION STIR WELDING*



NOTA: 1- peça de trabalho; 2 - ferramenta; 3 - ombro; 4 - pino; 5 - face da solda; 6 - lado de retrocesso da solda; 7 - lado de avanço da solda; 8 - buraco de saída (*key hole*).

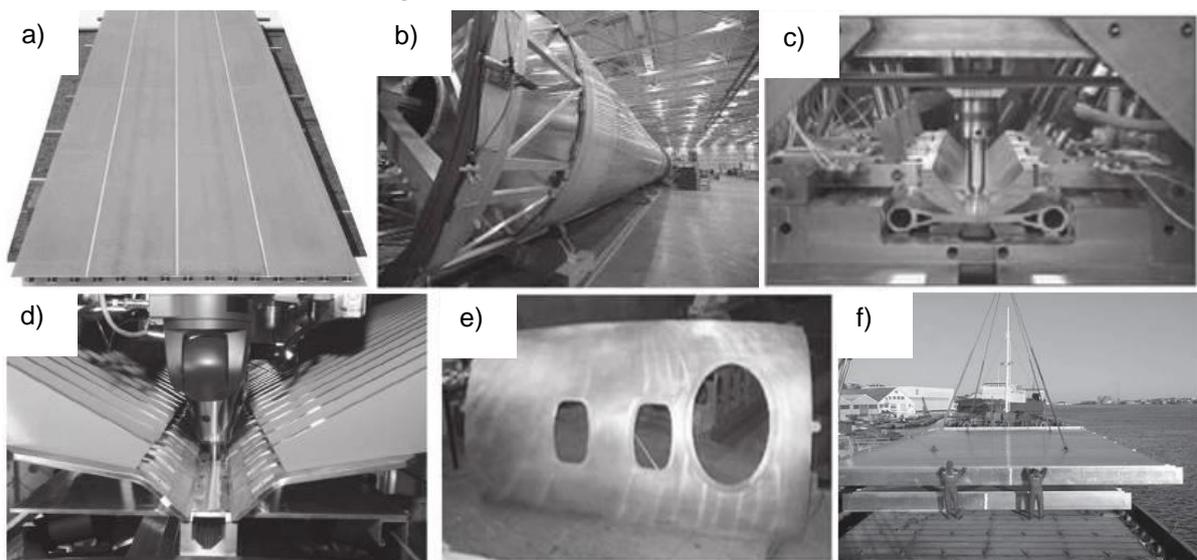
FONTE: ISO 25239-1:2011.

Existe uma forte correlação entre o atrito e a geração do calor, de forma que a diminuição do atrito com o aumento da temperatura evita a fusão da peça de trabalho. A ausência de fusão elimina muitas das dificuldades decorrentes de uma mudança de estado, tais como, alterações na solubilidade de gases e variações volumétricas. Estas, muitas vezes, geram defeitos nos processos de soldagem por fusão. Além disso, a redução da temperatura de pico no processo de soldagem por fricção, pode diminuir as tensões residuais, o aporte térmico e a distorção (LOHWASSER e CHEN, 2010).

Devido as elevadas forças aplicadas, o processo de soldagem pela técnica FSW é geralmente automatizado. Isso aumenta o custo do equipamento em comparação com a soldagem por arco elétrico, porém reduz o grau necessário de habilidade prática do operador. O processo FSW também reduz, significativamente, a formação de fumos perigosos, bem como o consumo de energia, além de ser um processo de soldagem autógeno, ou seja, não necessita metal de adição. Todos esses fatores ajudam a reduzir o impacto ambiental do processo de união. Além disso, o processo de soldagem FSW pode ser usado em qualquer orientação sem levar em conta a influência de efeitos gravitacionais sobre o processo (LOHWASSER e CHEN, 2010).

Essas diferenças em comparação aos processos que envolvem fusão fazem do FSW um novo processo de fabricação com benefícios técnicos, econômicos e ambientais inegáveis. Algumas indústrias, de diversas partes do mundo, implementaram este novo processo e obtiveram redução de custo, principalmente na fabricação de componentes e painéis de ligas extrudadas de alumínio. O FSW já tem aplicações consolidadas para ligas de baixo ponto de fusão. As indústrias dos setores aeroespacial, ferroviário, naval e automotivo foram as primeiras a utilizar essa nova tecnologia. A FIGURA 3.39 mostra alguns exemplos de aplicações da soldagem FSW (LOHWASSER e CHEN, 2010).

FIGURA 3.39 – APLICAÇÕES DA SOLDAGEM POR *FRICTION STIR WELDING*

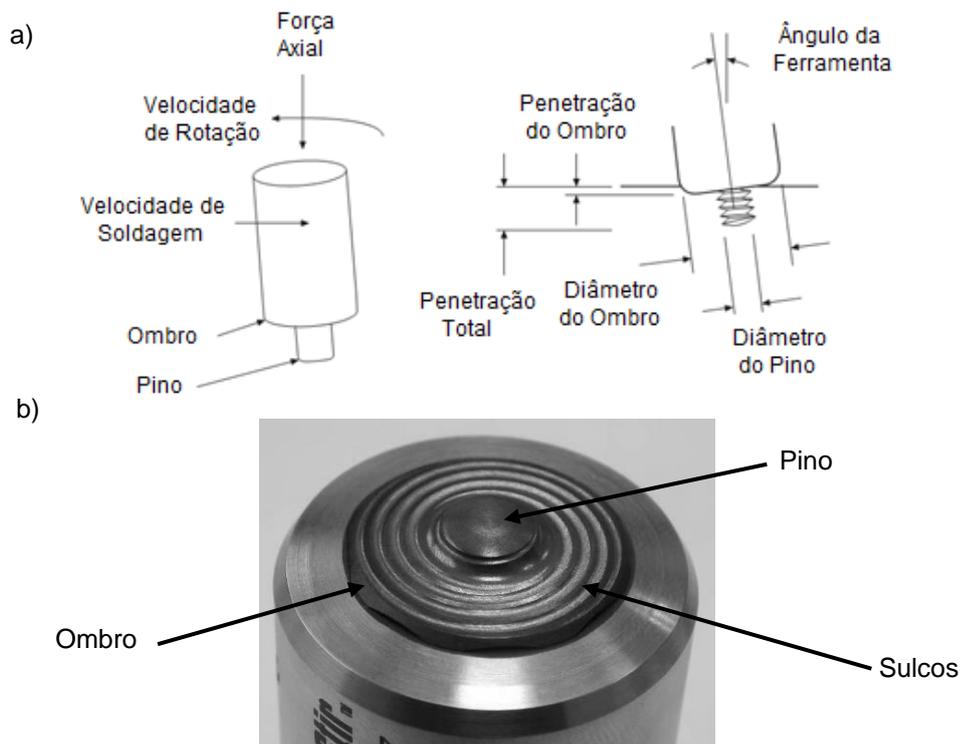


NOTA: (a) painéis para o piso de trens; (b) tanque aeroespacial; (c) suspensão automotiva; (d) e (e) estrutura lateral de um jato comercial; (f) painéis em alumínio para convés de navio.

FONTE: Adaptado de LOHWASSER e CHEN, 2010.

Atualmente, as pesquisas em FSW estão voltadas para a soldagem de materiais de alto ponto de fusão, como é o caso dos aços ao carbono, aços inoxidáveis e ligas à base de níquel, como o inconel, por exemplo. O grande desafio é o desenvolvimento de um material adequado para a ferramenta. Na soldagem desses materiais, forças de maior magnitude são necessárias e maiores temperaturas são atingidas durante o processamento. Assim, é indispensável o uso de ferramentas que mantenham a sua resistência mecânica a elevadas temperaturas. Para a soldagem de aços, são utilizadas ferramentas de nitreto cúbico de boro policristalino (PCBN). O PCBN é uma cerâmica de alta dureza, com alta resistência química e abrasiva. As ferramentas de PCBN da série M apresentam elevada dureza, atingindo aproximadamente 3600 HV (MAZAK MEGASTIR, 2019). Porém, ainda apresenta um custo elevado. Um dos parâmetros mais importantes do processo FSW é o projeto da ferramenta de soldagem (ver FIGURA 3.40). O perfil geométrico adequado da ferramenta, com a presença de sulcos, auxilia no transporte do material e na consolidação de uma adequada junta soldada sem a presença de defeitos (REYNOLDS e TANG, 2001; LOHWASSER e CHEN, 2010).

FIGURA 3.40 – PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DA FERRAMENTA DE SOLDAGEM – FSW



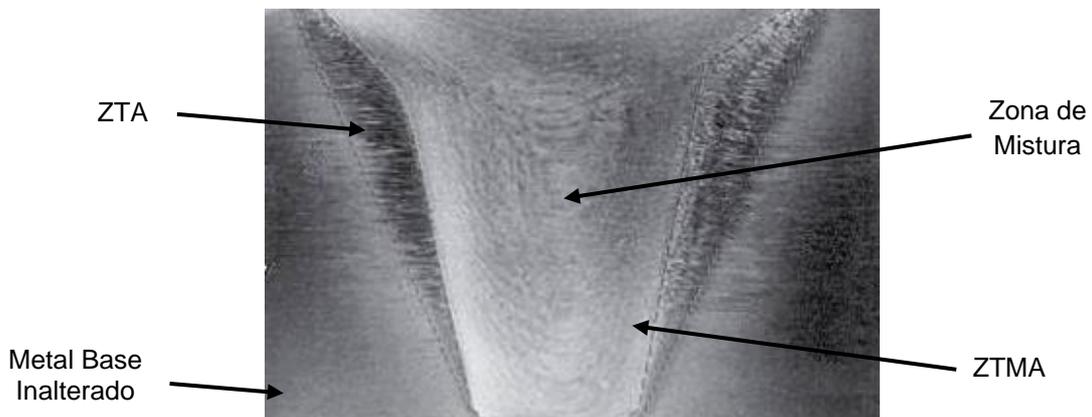
NOTA: Em (a) ilustração mostrando as principais características da ferramenta de soldagem e as variáveis mais importantes do processo. Em (b) ferramenta de soldagem em PCBN.

FONTE: Adaptado de LOHWASSER e CHEN, 2010.

O ângulo da ferramenta de soldagem (ver FIGURA 3.40b) tem uma fundamental importância na qualidade de juntas soldadas por FSW. Na prática é utilizado ângulos entre 0° e 3° . O ângulo da ferramenta afeta o fluxo de material, de fato, facilita o fluxo ao redor da ferramenta. Este ângulo também afeta a geração de calor durante a soldagem. Ao utilizar um ângulo dentro da faixa recomendada, ocorre o aumento da temperatura do material da vizinhança da ferramenta no lado de retrocesso zona de mistura (DIALAMI N., CERVERA, M. CHIUMENTI M., 2019).

Uma seção transversal típica de uma junta soldada pelo processo FSW é mostrada na FIGURA 3.41. Nesta figura, estão indicadas as principais regiões que compõem a junta. A solda é delimitada em ambos os lados pelo metal base inalterado. Adjacente à zona de mistura, localizada no metal base, tem-se a zona termicamente afetada (ZTA). Essa região é suficientemente aquecida durante a soldagem, ocorrendo alterações microestruturais significativas e, muitas vezes, esta região é submetida a altas taxas de resfriamento. Por consequência, as propriedades mecânicas são significativamente alteradas. Porém, essa região não apresenta significativa deformação plástica, sendo assim, uma região difícil de ser identificada em uma análise microestrutural. As alterações das propriedades na ZTA podem incluir mudanças na resistência, na ductilidade, suscetibilidade à corrosão e redução de tenacidade. A zona termo e mecanicamente afetada (ZTMA) abrange todo o material que é significativamente deformado na região da junta. Nesta região, o metal base é suficientemente aquecido e as forças do processo são suficientemente elevadas para resultar na deformação plástica da microestrutura original (LOHWASSER e CHEN, 2010).

FIGURA 3.41 – SEÇÃO TRANSVERSAL TÍPICA DE UMA JUNTA SOLDADA PELO PROCESSO FSW E SUAS PRINCIPAIS REGIÕES



FONTE: Adaptado de LOHWASSER e CHEN, 2010.

A base do processo de soldagem por FSW é a mistura mecânica dos materiais que irão compor a junta. Essa mistura ocorre em altas temperaturas, acima de 1.000 °C para os aços. Assim, pode-se afirmar que é um processo com características semelhantes ao de conformação a quente ($T > 0,5.T_f$) (SCHAEFFER, 1999). Segundo Lohwasser e Chen (2010), embora a soldagem por fricção e mistura mecânica seja considerado um processo conceitualmente simples, o transporte de material e a formação da junta são complexos. A temperatura tem um papel fundamental na habilidade de deformar o material. Cada material tem a sua janela de temperatura que promove a máxima conformabilidade durante a deformação. O processo FSW foi reconhecido como um processo termomecânico por Cederqvist e Reynolds (2001) e de deformação a quente por Arbegast et al. (2003).

O manual prático do AID produzido pela Associação Internacional do Molibdênio (IMOA) em 2009 recomenda a utilização de uma janela de temperatura para a conformação a quente do aço inoxidável dúplex. Para a classe SAF 2507, a janela de temperatura recomendada é de 1.025 a 1.200 °C, sendo estas recomendações apresentadas na TABELA 3.7. Também devem ser seguidas as orientações do manual para o aporte térmico a ser empregado no processo de soldagem desses materiais. Para os AIDs, o aporte térmico recomendado é apresentado na TABELA 3.8. No caso do aço inoxidável superdúplex UNS S32760, o aporte térmico recomendado é de 0,3 – 1,5 kJ/mm.

TABELA 3.7 – TEMPERATURAS (°C) RECOMENDADAS DE PROCESSAMENTO TÉRMICO PARA A CLASSE DE AÇOS DÚPLEX

PROCESSO/LIGA/TEMPERATURA (°C)	SAF 2101	SAF 2304	SAF 2205	SAF 2507
Conformação a quente	900-1.100	900-1.100	950-1.150	1.025-1.200
Solubilização	1.020-1.080	950-1.050	1.020-1.100	1.040-1.120
Recozimento alívio de tensão	1.020-1.100	950-1.050	1.020-1.100	1.040-1.120

FONTE: Adaptado de IMOA, 2009.

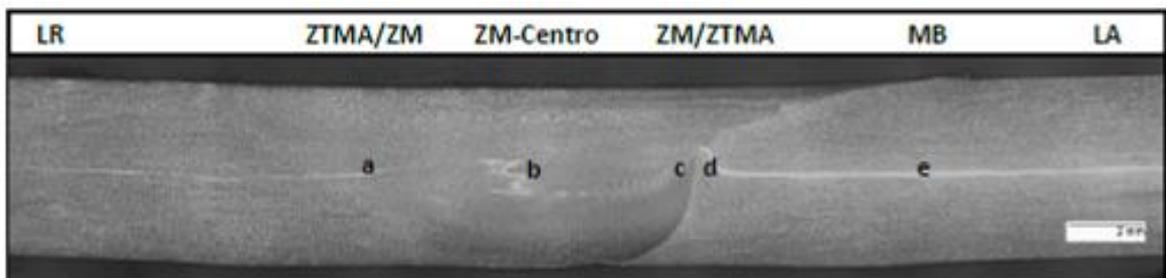
TABELA 3.8 – APORTE TÉRMICO RECOMENDADO PARA A SOLDAGEM DE AID E AISD

TIPO DE AÇO INOXIDÁVEL DÚPLEX	SAF 2304	SAF 2205	SAF 2507
Aporte térmico recomendado (kJ/mm)	0,5 – 2,0	0,5 – 2,5	0,3 – 1,5

FONTE: Adaptado de IMOA, 2009.

As alterações microestruturais geradas pelo processo de soldagem por FSW são decorrentes da deformação plástica produzida pelo movimento da ferramenta, assim como dos mecanismos de recristalização ativos em altas temperaturas. A alteração microestrutural provocada por este processo apresenta características bem distintas em relação à soldagem convencional por fusão. A ação de rotação da ferramenta, geralmente no sentido anti-horário, em conjunto com a força axial aplicada, produz um fluxo de material a partir do lado de entrada para o lado de saída da ferramenta. Tal fluxo é capaz de misturar o material e constituir uma zona de mistura. Essa característica de processamento gera um campo de deformações e de temperaturas diferentes ao longo de toda a zona de mistura. Por isso, geralmente, a zona de mistura é dividida em dois lados. O lado de avanço (ZM-LA), que corresponde ao lado de entrada da ferramenta e o lado de retrocesso (ZM-LR), que é o lado de saída da ferramenta. Na FIGURA 3.42, obtida da dissertação de Kozminski (2015), pode-se verificar uma seção transversal de uma junta soldada por FSW com chapas do aço inoxidável dúplex SAF 2205 de 4 mm de espessura. Pode-se observar na região central da macrografia a zona de mistura, que está mais visivelmente delineada com o metal base no lado de avanço (c) do que no lado de retrocesso (a). Essa alteração microestrutural observada na seção transversal de uma junta soldada por FSW é uma característica peculiar e única deste tipo de processo de união por fricção.

FIGURA 3.42 – MACROGRAFIA DE UMA SEÇÃO TRANSVERSAL DE CHAPAS DE AID SAF 2205 SOLDADO POR FSW



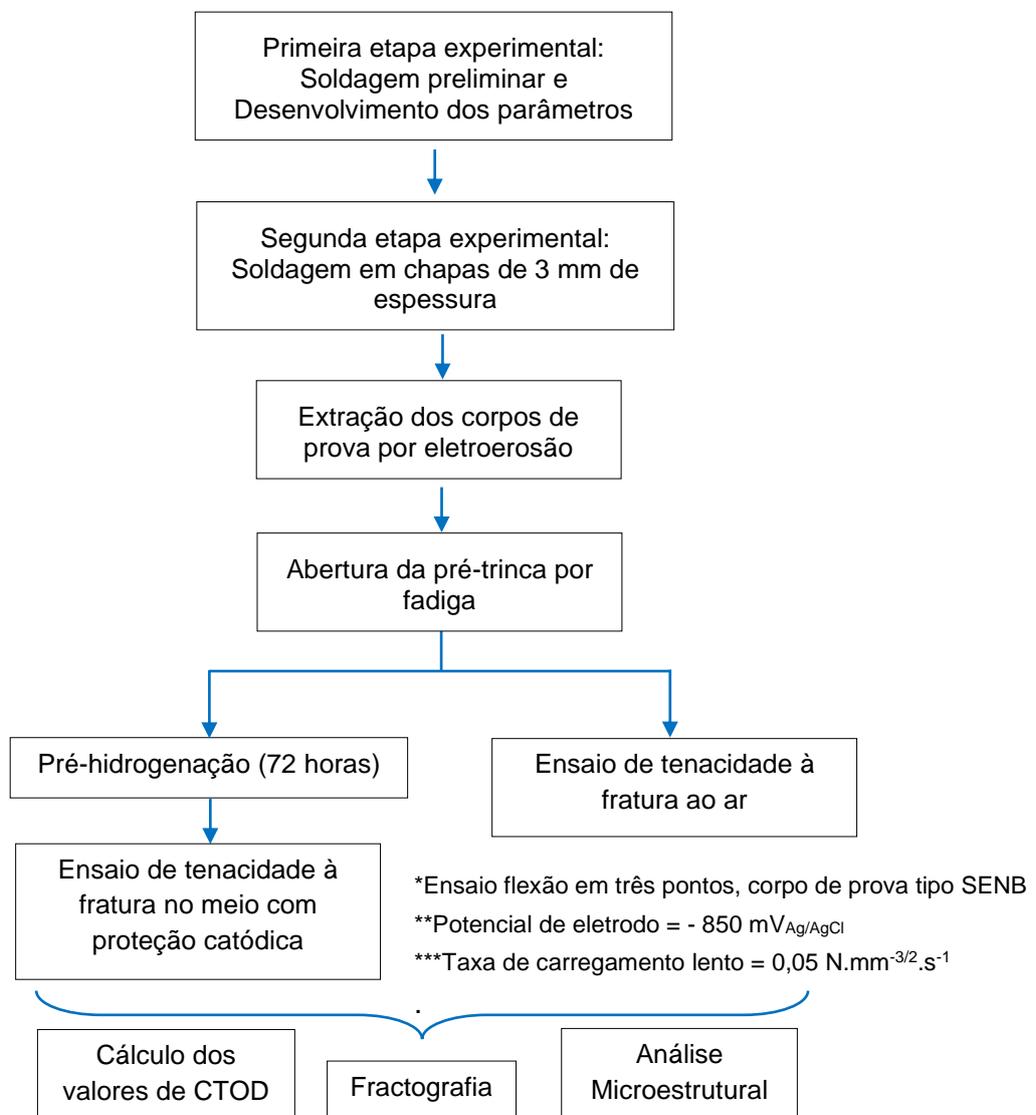
NOTA: Em destaque as distintas regiões da junta soldada.

FONTE: KOZMINSKI, 2015.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o atendimento dos objetivos deste trabalho foram realizados ensaios de tenacidade à fratura em corpos de prova de flexão em três pontos do tipo SENB. Medições de CTOD, fractografias e análises microestruturais foram a base de análise deste trabalho. Na FIGURA 4.1, pode ser observado um fluxograma com as principais etapas experimentais do projeto. E a seguir, é descrito o procedimento experimental adotado.

FIGURA 4.1 – FLUXOGRAMA DAS ETAPAS EXPERIMENTAIS DO PROJETO



FONTE: Autor, 2020.

4.1 MATERIAIS

O material base utilizado para a realização das soldas foi o aço inoxidável superdúplex UNS S32760 na forma de chapas com as seguintes dimensões: 500 x 150 x 3 mm (comprimento x largura x espessura). As chapas foram fabricadas pela empresa OUTOKUMPU STAINLESS AB. A chapas foram produzidas por laminação a quente com posterior tratamento térmico de solubilização por recozimento. Na TABELA 4.1, é apresentada a composição química e na TABELA 4.2 podem ser observadas as principais propriedades mecânicas dessa classe de aço inoxidável da família dúplex. Ambas as informações foram obtidas no certificado fornecido pelo fabricante.

TABELA 4.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AISD UNS S32760 (% EM PESO)

MATERIAL	C	S	N	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Cu	P	W
UNS S32760	0,028	0,002	0,23	25,30	6,97	0,64	0,35	3,69	0,59	0,023	0,63

NOTA: Resultados obtidos por espectrometria.

FONTE: Certificado OUTOKUMPU, 2011.

TABELA 4.2 – PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO AISD UNS S32760

MATERIAL	LE Rp _{0.2} [MPa]	LR R _m [MPa]	ALONGAMENTO A ₅₀ [%]	DUREZA BRINELL HBW 2,5*/187,5**
UNS S32760	593	845	34	250

NOTA: Corpo de prova transversal. Ensaio em temperatura ambiente. A₅₀ – comprimento da região paralela do corpo de prova: 50 mm; *diâmetro da esfera: 2,5 mm; **carga do ensaio 187,5 kg.

FONTE: Certificado OUTOKUMPU, 2011.

4.2 EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM – FSW GANTRY SYSTEM

A etapa experimental foi realizada durante um ano de estadia no instituto de pesquisa *Helmholtz-Zentrum-Geesthacht* (HZG), localizado na cidade de Geesthacht, no norte da Alemanha. O HZG possui um departamento de pesquisa em soldagem no estado sólido contendo diversos equipamentos de soldagem por fricção. Para a realização da etapa experimental, foi utilizado o equipamento de soldagem *FSW Gantry System* (ver FIGURA 4.2). Este consiste de um pórtico de aproximadamente

três metros de altura por dois metros de largura. O pórtico é equipado com um cabeçote hidráulico, capaz de aplicar forças axiais na ordem de 60 kN e rotação máxima de 5.000 rpm. No cabeçote, é fixada a ferramenta não-consumível. Para proteger a junta soldada da oxidação e aumentar a vida útil da ferramenta é utilizado argônio, a uma vazão de 50 l/min. A mesa onde são dispostas e fixadas as chapas a serem soldadas, é responsável pelo movimento de soldagem, dando origem à velocidade de soldagem. Na TABELA 4.3 e nas FIGURAS 3.2 a 3.5, são apresentadas as principais características do pórtico de soldagem.

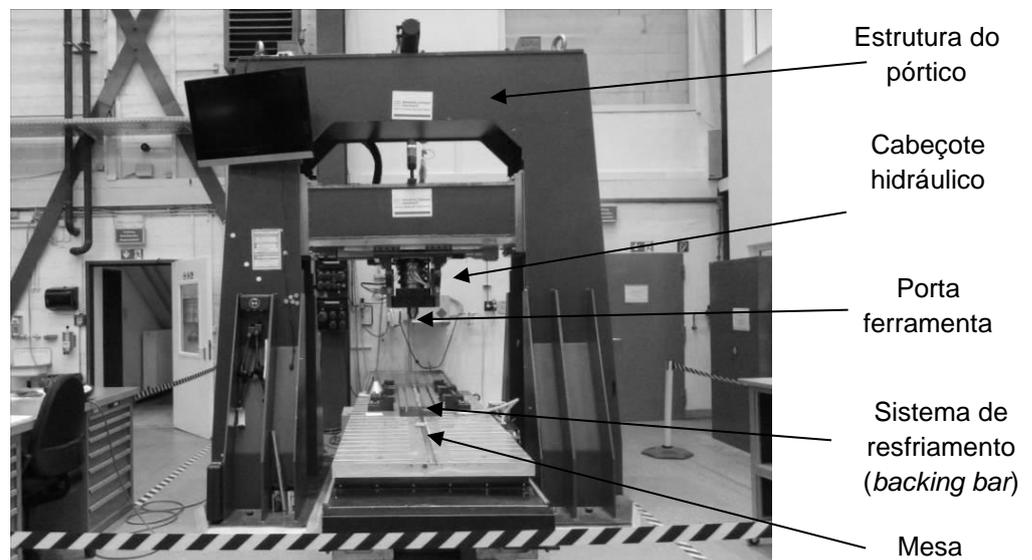
TABELA 4.3 – PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS DO EQUIPAMENTO DE SOLDAGEM FSW GANTRY SYSTEM

PRINCIPAIS CARACTERÍSTICAS	FAIXA DE VALORES
Velocidade de Soldagem (mm/s)	1 – 160
Velocidade de rotação (rpm)	200 – 5000
Torque (N.m)	Até 80
Dimensões da mesa (m)	1,5 x 2,5
Forças máximas (kN)	Z = 60; X = 20; Y = 15

FONTE: Autor, 2014.

Para auxiliar no resfriamento do processo, a mesa possui uma contra placa refrigerada denominada de *backing bar*. Na FIGURA 4.4b, pode ser observada uma tubulação de cobre com uma entrada e uma saída, onde flui a água de resfriamento.

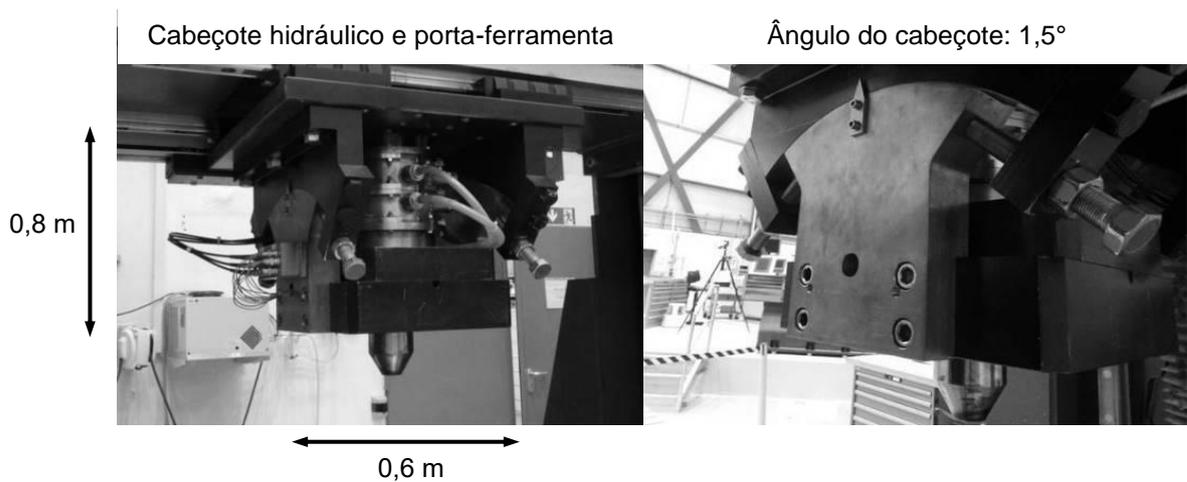
FIGURA 4.2 – PÓRTICO DE SOLDAGEM FSW GANTRY SYSTEM



FONTE: Autor, 2014.

Na FIGURA 4.3, pode ser observado com mais detalhe o cabeçote hidráulico, responsável pelo movimento de rotação e pela força axial aplicada. Nesta figura, também pode ser observado o dispositivo de ajuste do ângulo da ferramenta de soldagem. Este ângulo é chamado pela literatura de *tilt*. Em todas as soldas realizadas o ângulo utilizado foi de $1,5^\circ$.

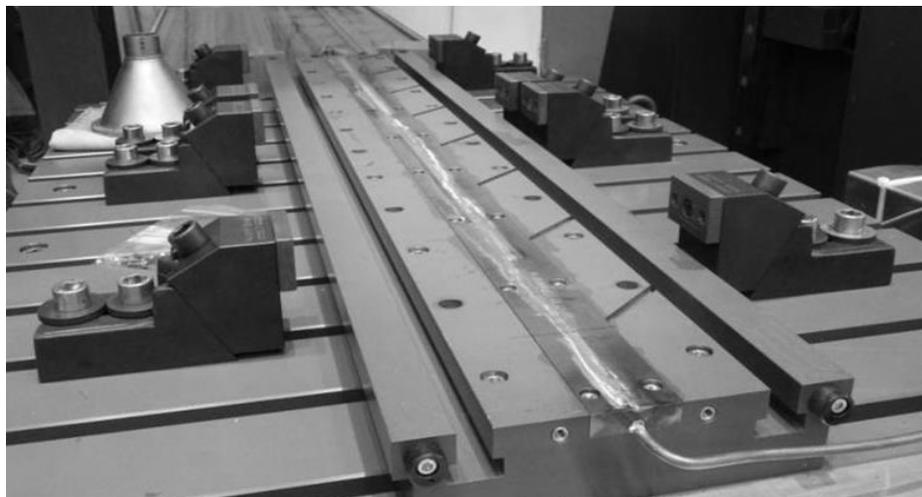
FIGURA 4.3 – DETALHE DO CABEÇOTE HIDRÁULICO E SISTEMA PARA AJUSTE DO ÂNGULO DE SOLDAGEM



FONTE: Autor, 2014.

A FIGURA 4.4 mostra o sistema de fixação e *backing bar* utilizado na segunda etapa experimental deste trabalho. O *backing bar* serve de base de apoio e fixação das chapas durante a soldagem e possui um sistema de resfriamento interno através do fluxo de água com vazão controlada e temperatura ambiente.

FIGURA 4.4 – SISTEMA DE *BACKING BAR* E DE FIXAÇÃO UTILIZADOS NA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL



FONTE: Autor, 2014.

4.3 SOLDAGEM *FRICITION STIR WELDING*

Um resumo da etapa de desenvolvimento dos parâmetros de soldagem será relatado neste capítulo. A soldagem por *Friction Stir Welding* das chapas consistiu de duas etapas. A primeira etapa foi caracterizada por um extenso período de conhecimento de processo e desenvolvimento dos parâmetros de soldagem em chapas de 5 mm de espessura. Nesta etapa foi utilizada uma ferramenta com desgaste e com pino de 4 mm de altura (APÊNDICE 1). Foram realizadas nove soldas, variando os principais parâmetros de processo: velocidade de soldagem, rotação da ferramenta e força axial (ver APÊNDICE 2). Todas as soldas produzidas nesta etapa apresentaram um defeito típico da técnica FSW, uma cavidade contínua e alongada no lado do avanço da zona de mistura (ver FIGURA 4.5). Esse defeito é conhecido na literatura como *wormhole* (buraco de minhoca) e tem como causa principal, o desgaste excessivo da ferramenta de soldagem (LOHWASSER e CHEN, 2010).

FIGURA 4.5 – DEFEITO DE *WORMHOLE* NA JUNTA SOLDADA



FONTE: Autor, 2014. Ataque: Ácido Oxálico Eletrolítico.

Os parâmetros que apresentaram os melhores resultados na primeira etapa experimental foram os da solda de número seis (ver APÊNDICE 2). Esta combinação de parâmetros (força axial, rotação e velocidade de soldagem) foi adotada como base para a segunda etapa experimental (40 kN; 400 RPM; 3 mm/s).

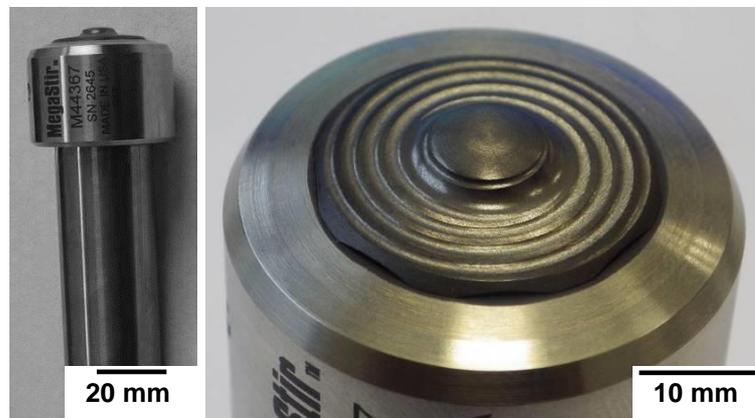
FIGURA 4.6 – JUNTA SOLDADA DE MELHOR RESULTADO – PRIMEIRA ETAPA EXPERIMENTAL



FONTE: Autor, 2014. Ataque: Ácido Oxálico Eletrolítico.

A segunda etapa experimental ocorreu após o rebaixo por fresamento das chapas do AISD UNS S32760. A espessura do material foi reduzida para 3 mm e foi utilizada uma ferramenta nova e com altura adequada. A ferramenta de soldagem foi fabricada pela Megastir, modelo M44367 Q70 (ver FIGURA 4.7). Esta é composta por nitreto cúbico de boro policristalino (PCBN) aglomerados com rênio (Re) e possui as seguintes dimensões: altura do pino: 2,9 mm; diâmetro do pino: 9,8 mm e diâmetro do ombro: 25 mm. Na FIGURA 4.7 pode-se observar que a ferramenta de PCBN está fixada em um colar e haste de tungstênio, este é acoplado no porta-ferramenta.

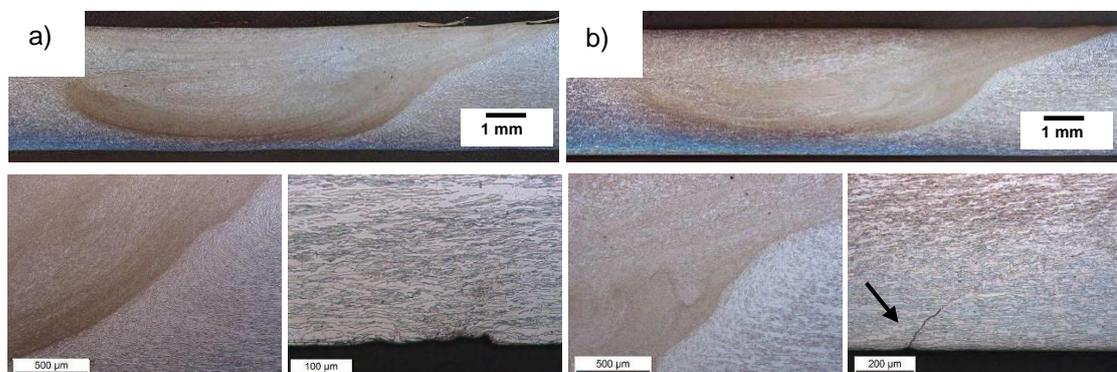
FIGURA 4.7 – FERRAMENTA UTILIZADA PARA SOLDAR AS CHAPAS DE 3 MM DE ESPESSURA



FONTE: Autor, 2014.

Após testes preliminares com a ferramenta nova, aplicando uma força axial de 40 kN, foi eliminado o defeito de wormhole, porém a falta de penetração ainda persistiu na solda realizada com velocidade de 3 mm/s (ver FIGURA 4.8).

FIGURA 4.8 – MACROGRAFIAS DAS SOLDAS-TESTE NA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL



NOTA: (a) VS: 1 mm/s e AT: 2,41 kJ/mm e (b) VS: 3 mm/s e AT: 0,93 kJ/mm.

FONTE: Autor, 2014.

Com base nos resultados obtidos com as soldas preliminares da segunda etapa experimental, foram definidos os parâmetros para a realização de mais três soldas. Foi escolhido escalonar a força axial, aumentando-a gradualmente, em conjunto com a velocidade de soldagem. O objetivo foi reduzir a possibilidade do defeito de falta de penetração. Na TABELA 4.4 são apresentados os principais parâmetros de processo utilizados. Na soldagem por fricção o aporte térmico é calculado a partir das equações 19 e 20 (LIENERT T.J., STELLWAG W. L. Jr., LEHMAN L. R, 2019). Os dados como rotação da ferramenta, torque e velocidade de soldagem foram obtidos em um arquivo gerado pelo equipamento durante a soldagem.

$$Potência \left(\frac{energia}{tempo} \right) = \frac{2*(RPM)*(Torque)}{60} \quad [19]$$

$$Aporte \ Térmico \left(\frac{energia}{comprimento \ da \ solda} \right) = f1 * \left(\frac{Potência}{velocidade \ de \ soldagem} \right) \quad [20]$$

$f1$ é a eficiência do processo. Neste caso, foi utilizado uma eficiência de 0,8 para a soldagem por FSW, valor geralmente adotado pela literatura (AWS 1996; LIENERT T.J., STELLWAG W. L. Jr., LEHMAN L. R, 2019).

TABELA 4.4 – PRINCIPAIS PARÂMETROS DE PROCESSO UTILIZADOS PARA A SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL

NOME SOLDA	VELOCIDADE (mm/s)	ROTAÇÃO (rpm)	FORÇA AXIAL (kN)	APORTE TÉRMICO (kJ/mm)
1817	1	400	40	2,34
1818	2	400	45	1,37
1819	3	400	50	1,06

FONTE: Autor, 2014.

Para realizar a investigação proposta por esta tese, foi escolhida a solda realizada com velocidade de 3 mm/s, a escolha foi embasada nos motivos listados abaixo. Vale ressaltar que uma soldagem por FSW com uma velocidade mais alta, melhora o acabamento superficial da face da solda além de apresentar uma velocidade operacionalmente mais produtiva.

- Apresentou o menor aporte térmico entre as velocidades testadas, e dentro da faixa recomendada para o AISD (0,3 – 1,5 kJ/mm).
- Apresentou perfil térmico mais homogêneo em comparação à solda com velocidade de 1 mm/s. Isto foi verificado por termopares dispostos no MB à 15 mm de distância do centro da zona de mistura (ver APÊNDICE 3).
- Obteve valor de tenacidade à fratura ao ar mais próximo ao valor obtido para o MB, em comparação com a velocidade de 1 mm/s (alto aporte térmico), em ensaios de CTOD realizados nas soldas preliminares da segunda etapa experimental (ver APÊNDICE 4).

4.4 CARACTERIZAÇÃO MICROSTRUTURAL

Uma caracterização detalhada da microestrutura foi realizada antes e após a soldagem por *friction stir welding*, justamente porque de fato, a microestrutura exerce um papel fundamental na difusividade efetiva do hidrogênio e, por consequência, na fragilização por este elemento.

A caracterização microestrutural foi realizada de acordo com o procedimento padrão de metalografia, conforme a norma ASTM E3 (1995). Após a preparação metalográfica, as amostras do metal base foram avaliadas no estado polido para verificar a presença de inclusões. Após esta etapa, a microestrutura foi revelada através de ataque eletrolítico com o reagente NaOH 40% em solução aquosa. Este ataque é normatizado para verificar a presença de compostos intermetálicos pela norma ASTM A923 (2008). Os parâmetros de ataque foram 3 a 5 Vdc por até 10 segundos.

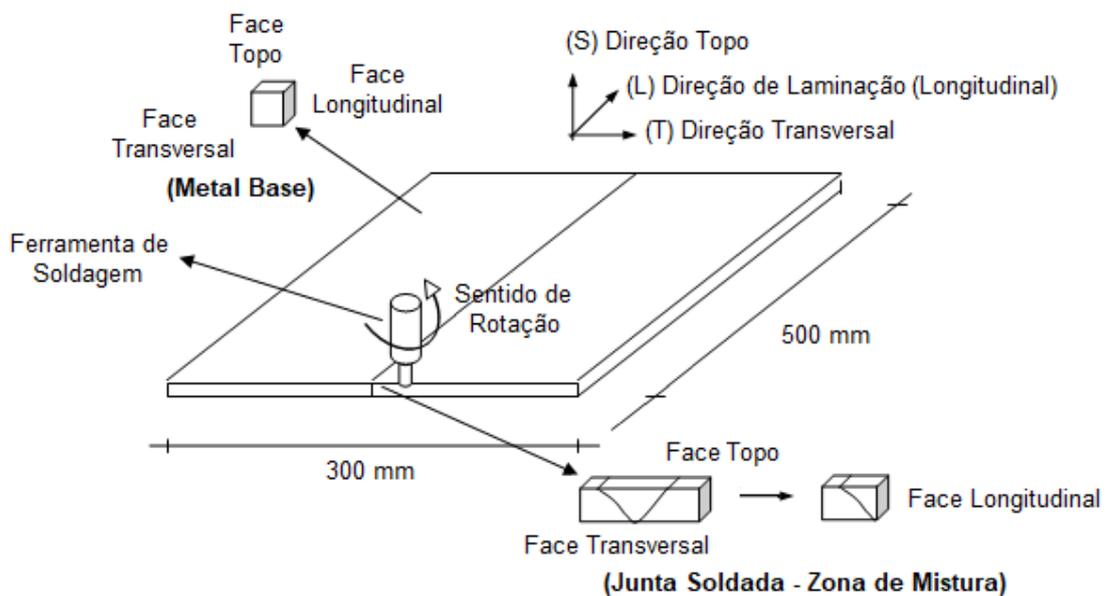
Para a quantificação de fases e determinação do tamanho de grão efetivo, ou seja, aquele definido por contornos de grão com diferença de orientação cristalográfica maior do que 15°, foi utilizada a técnica de difração de elétrons retroespalhados ou *Electron Backscattered Diffraction* (EBSD). As amostras para a análise por EBSD foram polidas eletroquimicamente com 57 mL de glicerol, 7 mL de água destilada e 50 mL de solução de ácido fosfórico a 90 °C por 10 min, aplicando uma tensão de 30 Vdc. As amostras foram posicionadas na câmara do microscópio eletrônico de varredura FEI® Quanta FEG 450 e depois inclinadas para um ângulo de

70° em relação à horizontal em direção a câmera de coleta. O controle do foco dinâmico foi desligado para manter a imagem inteira em foco durante a coleta de dados. Os parâmetros para análise de EBSD foram 20 kV para a energia do feixe e distância de trabalho de 10 mm.

A austenita foi caracterizada usando o programa de análise de imagens Image J[®]. Foi analisado o espaçamento interaustenítico e o fator de forma das ilhas de austenita, isto é, a razão entre a altura e o comprimento destas. Esta análise seguiu as recomendações práticas da normativa DNV-RP-F112 (2008).

Para uma análise mais completa da alteração microestrutural provocada pela mistura mecânica, foram retirados corpos de prova nas três orientações: longitudinal, transversal e topo. A FIGURA 4.9 ilustra as orientações espaciais das análises microestruturais realizadas.

FIGURA 4.9 – ILUSTRAÇÃO MOSTRANDO AS ORIENTAÇÕES ESPACIAIS DAS ANÁLISES MICROESTRUTURAIS REALIZADAS



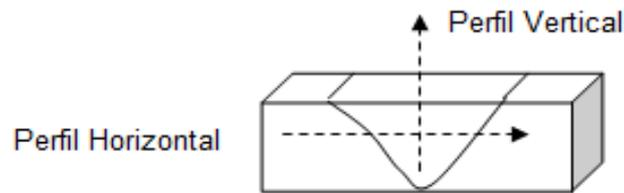
FONTE: Autor, 2015.

4.5 ENSAIOS DE MICRODUREZA

Foram realizados dois perfis de microdureza na seção transversal da junta soldada, sendo um no sentido vertical e outro no sentido horizontal. O perfil horizontal foi realizado a meia espessura e o perfil vertical foi realizado exatamente no centro da

zona de mistura, conforme ilustrado na FIGURA 4.10. Foi utilizado o microdurômetro automático da marca Instron na escala Vickers com carga de 0,3 kgf (HV 0,3), tempo de ensaio de 10 segundos e espaçamento entre indentações de 0,2 mm.

FIGURA 4.10 – ILUSTRAÇÃO INDICANDO A LOCALIZAÇÃO DOS PERFIS DE MICRODUREZA REALIZADOS NA JUNTA SOLDADA

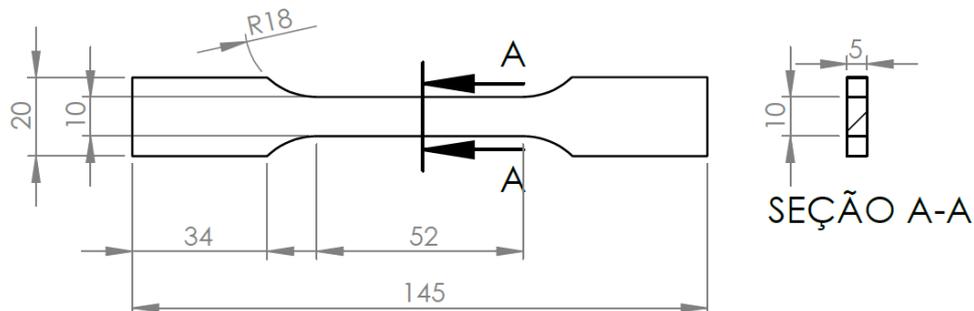


FONTE: Autor, 2015.

4.6 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO METAL BASE

Os ensaios de tração no MB foram realizados no HZG à temperatura ambiente, com uma taxa de deslocamento de 1 mm/min. Para a realização dos ensaios, foi utilizada uma máquina universal da marca Zwick Roell. Os corpos de prova seguiram a norma DIN 50125:2009, com comprimento útil de 52 mm e seção transversal retangular de 5 x 10 mm (ver FIGURA 4.11). Os corpos de prova foram obtidos por eletroerosão à fio em chapas com 5 mm de espessura. Foram extraídos três corpos de provas nas duas orientações principais, isto é, transversal e longitudinal ou paralelo ao sentido de laminação (ver FIGURA 4.12). Os valores de resistência à tração e limite de escoamento, obtidos nos ensaios de tração, foram utilizados em planilhas de cálculo para a obtenção dos valores de CTOD.

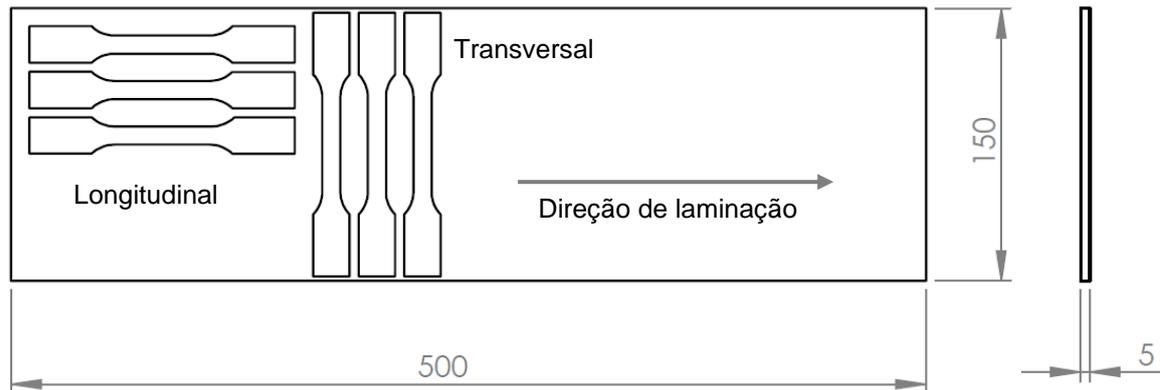
FIGURA 4.11 – DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA DE TRAÇÃO



NOTA: Medidas em milímetros (mm).

FONTE: Autor, 2020.

FIGURA 4.12 – ORIENTAÇÃO DE EXTRAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA DE TRAÇÃO



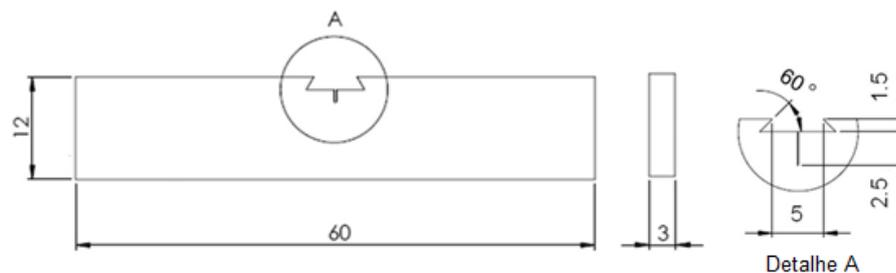
FONTE: Autor, 2020.

4.7 ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA

Para os ensaios de tenacidade à fratura da junta soldada e do metal base, foram utilizadas como referência as normas BS 7448: parte 1 (1991), BS EN ISO 15653 (2010) e ASTM E1820 (2011). Todos os ensaios foram realizados na temperatura ambiente e o valor do parâmetro de tenacidade CTOD (δ), este em milímetros, foi obtido a partir da carga máxima do ensaio (P_m).

A geometria do corpo de prova foi do tipo SENB, *single edge notched bending* (ver FIGURA 4.13). As dimensões W (largura) e B (espessura) respeitaram a relação $1 \leq W/B \leq 4$, recomendada para corpos de prova de flexão com seção retangular. A relação W/B utilizada foi de 4. Assim, os corpos de prova apresentaram as seguintes dimensões: 60x12x3 mm.

FIGURA 4.13 – DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA SENB



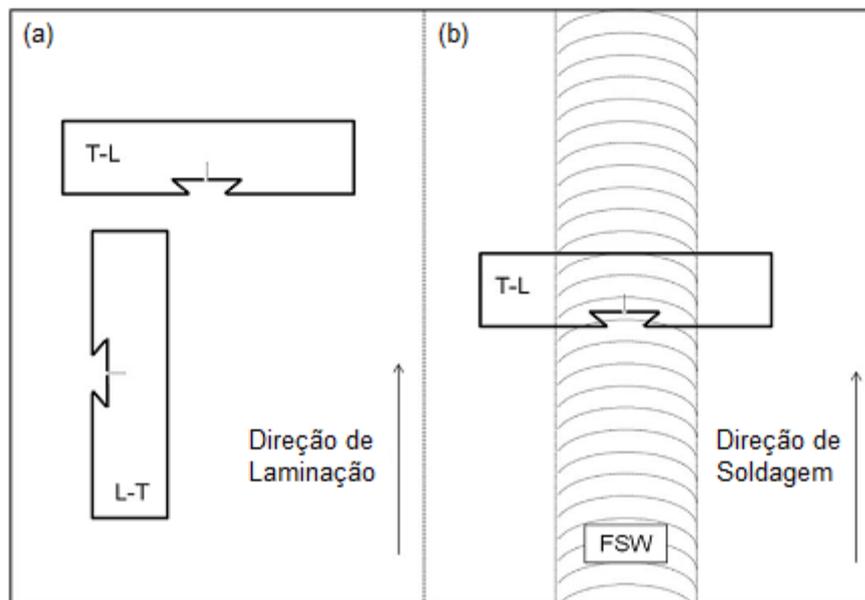
NOTA: As dimensões estão em milímetros.

FONTE: Autor, 2015.

O método de carregamento utilizado foi o de flexão em três pontos. Para o metal base, o entalhe foi disposto em duas orientações: Transversal-Longitudinal (T-L) e Longitudinal-Transversal (L-T). Já para os corpos de prova da solda, o entalhe foi disposto no centro da zona de mistura, ou seja, no centro da junta soldada, na orientação T-L. As terminologias utilizadas seguem a norma ASTM E1823 (2011), sendo que as orientações dos corpos de prova podem ser vistas na FIGURA 4.14.

Para a extração dos corpos de prova e preparação do entalhe (ver FIGURA 4.13), foi utilizada a técnica de corte por eletroerosão a fio. Esta técnica apresenta como principal vantagem não afetar termicamente o material. Foram extraídos dois corpos de prova para cada condição de ensaio.

FIGURA 4.14 – DISPOSIÇÃO ESPACIAL DOS CORPOS DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA



NOTA: Em (a) ilustração representando os corpos de prova extraídos para ensaiar o metal base. E em (b) ilustração representando os corpos de prova extraídos para ensaiar a junta soldada.

FONTE: Autor, 2019.

Após o corte, os corpos de prova foram submetidos ao procedimento de abertura da pré-trinca por fadiga a partir do entalhe produzido por eletroerosão. A abertura da pré-trinca foi realizada aplicando carregamentos cíclicos com ΔK de 16 MPa.(m)^{1/2}, razão de carregamento (R) de 0,1 e frequência de 20 Hz. Um extensômetro do tipo *clip-gage* foi empregado para o monitoramento do crescimento da trinca, com o objetivo de se alcançar a relação a/W de 0,5 (ver FIGURA 4.15).

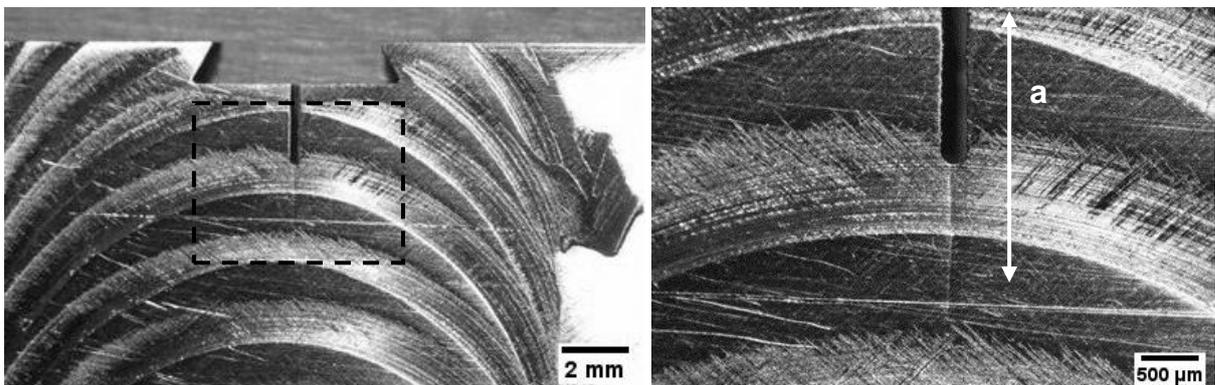
Lembrando que W é a largura do corpo de prova, que neste caso, mede 12 mm. O pré trincamento dos corpos de prova, seguiu o procedimento descrito na norma ASTM E399 (2017). Na TABELA 4.5, estão resumidas as principais propriedades do material e os parâmetros empregados na abertura da pré-trinca por fadiga. Os dados do material foram utilizados nos cálculos para obtenção do parâmetro CTOD.

TABELA 4.5 – DADOS DO MATERIAL E PARÂMETROS EMPREGADOS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR

DADOS DO MATERIAL	
Módulo de Elasticidade (E) [MPa]	210.000
Limite de Escoamento Longitudinal (σ_{YS} ou $R_{p0,2}$) [MPa]	562
Limite de Resistência Longitudinal (σ_{UTS} ou R_m) [MPa]	807
Limite de Escoamento Transversal (σ_{YS} ou $R_{p0,2}$) [MPa]	604
Limite de Resistência Transversal (σ_{UTS} ou R_m) [MPa]	845
Coefficiente de Poisson (ν)	0,3
PARÂMETROS DA ABERTURA DA PRÉ-TRINCA DE FADIGA	
ΔK [MPa.m ^{1/2}]	16
Razão de carregamento, R	0,1
Frequência [Hz]	20
a/W final	0,5

FONTE: Autor, 2018.

FIGURA 4.15 – ABERTURA E CRESCIMENTO DA PRÉ-TRINCA POR FADIGA A PARTIR DO ENTALHE EM UM CORPO DE PROVA DE SOLDA



FONTE: Autor, 2019.

4.7.1 Ensaios de tenacidade à fratura ao ar

Para a realização dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar, assim como para a abertura das pré-trincas por fadiga, foi utilizada uma máquina servo-hidráulica da marca MTS (ver FIGURA 4.16a), modelo 810, com capacidade máxima de 100 kN. Na FIGURA 4.16b, pode ser visualizado o dispositivo usado para aplicar a flexão em três pontos e o extensômetro utilizado para a medição da abertura da boca da trinca (CMOD), também nomeada pela variável V . O extensômetro é da marca MTS, do tipo *clip gage*, modelo 632.02F-20. O controle de deslocamento da máquina de ensaio foi ajustado para a velocidade de 0,5 mm/min. Esta velocidade de deslocamento permitiu que a taxa de carregamento K fique dentro da faixa estipulada pela norma BS 7448-1 (1991), que é de 0,5 a 3,0 MPa.m^{1/2}.s⁻¹. Na TABELA 4.6, pode-se verificar as taxas de K obtidas nos ensaios de tenacidade à fratura ao ar.

TABELA 4.6: TAXAS DE K OBTIDAS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR

NOME CORPO DE PROVA / ORIENTAÇÃO ENTALHE / CONDIÇÃO	TAXA DE CARREGAMENTO (K)	
	MPa.m ^{1/2} .s ⁻¹	N.mm ^{-3/2} .s ⁻¹
L01- MB (Longitudinal) - AR	1,67	52,8
L02 – MB (Longitudinal) - AR	1,65	52,3
T01 – MB (Transversal) - AR	1,47	46,6
T02 – MB (Transversal) - AR	1,61	50,9
S01 – Solda (Longitudinal) - AR	1,91	60,3
S02 – Solda (Longitudinal) - AR	2,04	64,6

FONTE: Autor, 2019.

FIGURA 4.16 – MÁQUINA E DISPOSITIVO USADOS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE AO AR



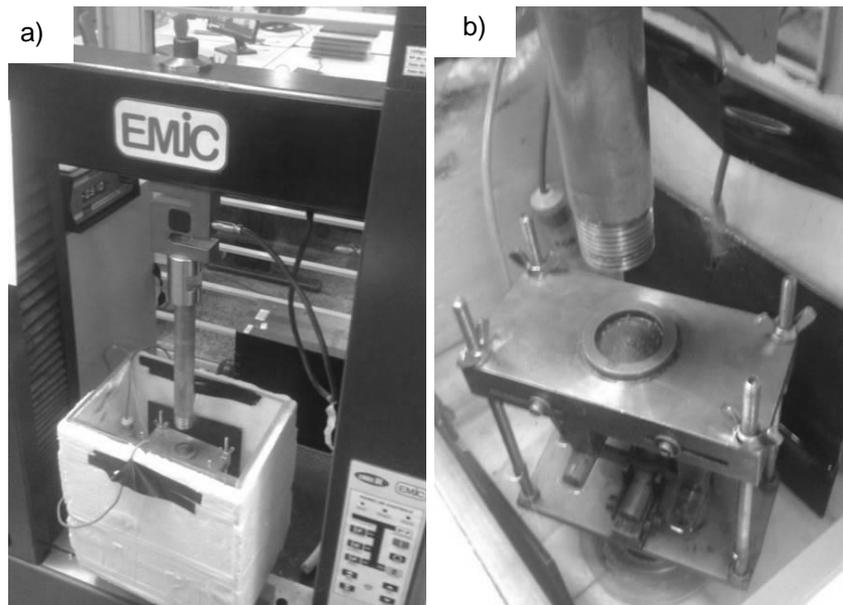
NOTA: Em (a) máquina de ensaio (b) dispositivo e extensometria utilizados nos ensaios ao ar.

FONTE: Autor, 2015.

4.7.2 Ensaios de tenacidade à fratura no meio com proteção catódica

Para os ensaios de tenacidade à fratura no meio com proteção catódica, foi utilizada uma máquina servo-elétrica da marca EMIC, modelo DL 2000, com capacidade máxima de 20 kN (ver FIGURA 4.17). Nesta máquina, foi adaptada uma cuba em acrílico para conter o meio a ser ensaiado.

FIGURA 4.17 – MÁQUINA USADA NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO

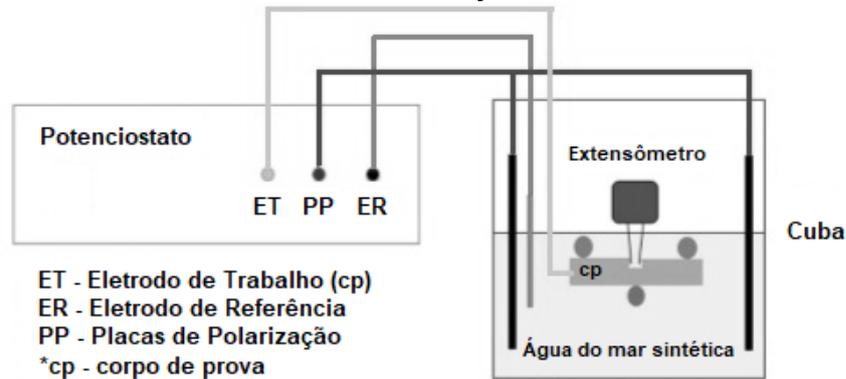


NOTA: Em (a) máquina de ensaio EMIC empregada nos ensaios de tenacidade à fratura no meio. Em (b) dispositivo de aplicação da flexão em três pontos, cuba com água do mar sintética, sistema de proteção catódica e eixo de aplicação da carga.

FONTE: Autor, 2016.

A FIGURA 4.18 ilustra esquematicamente a montagem do circuito elétrico para o monitoramento e controle do potencial de proteção catódica aplicado durante a etapa de pré-hidrogenação e durante o ensaio. Pode-se observar o sistema de ensaio no meio com proteção catódica utilizado, composto basicamente de: (a) máquina de ensaio; (b) cuba; (c) meio; (d) potenciostato; (e) eletrodo de referência; (f) contra eletrodos; (g) eixo de aplicação da carga; (h) dispositivo para fixação do corpo de prova e aplicação de flexão em três pontos; (i) extensômetro e (j) corpo de prova.

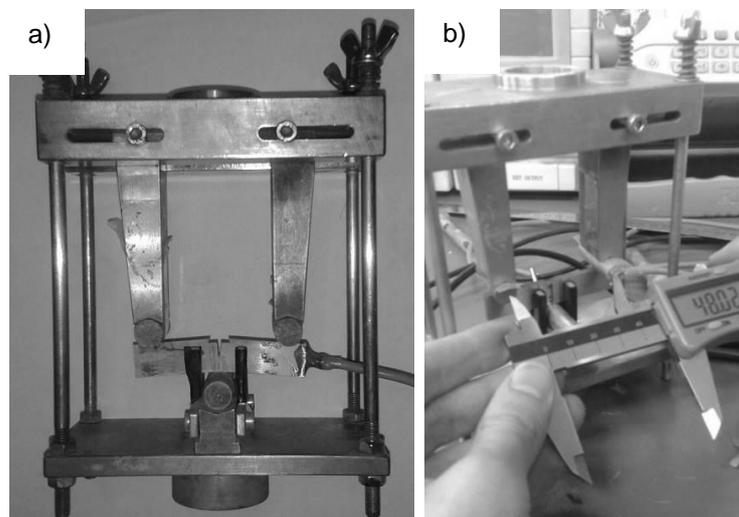
FIGURA 4.18 – LEIAUTE DO CIRCUITO ELÉTRICO DO ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA



FONTE: Adaptado de SCHEID et al., 2017.

Para aplicar à flexão em três pontos no ensaio assistido pelo meio, foi utilizado um dispositivo fabricado em aço inoxidável AISI 304 (ver FIGURA 4.19). A FIGURA 4.19a mostra o posicionamento do corpo de prova no dispositivo, com o entalhe centralizado e a ligação elétrica realizada em uma das laterais do corpo de prova. Esta ligação elétrica é utilizada para aplicar o potencial de proteção catódica sendo feita com fio de cobre maciço soldado na lateral do corpo de prova, através de solda-ponto. Após a soldagem, a região exposta do fio e da solda-ponto foi protegida e isolada com resina do tipo epóxi. A FIGURA 4.19b mostra o ajuste da distância entre os roletes de apoio, sendo este parâmetro chamado de *bending span* (S) com o valor de 48 mm ($4W \pm 0,02W$) para todos os ensaios assistidos pelo meio.

FIGURA 4.19 – DISPOSITIVO UTILIZADO PARA O ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA ASSISTIDO PELO MEIO



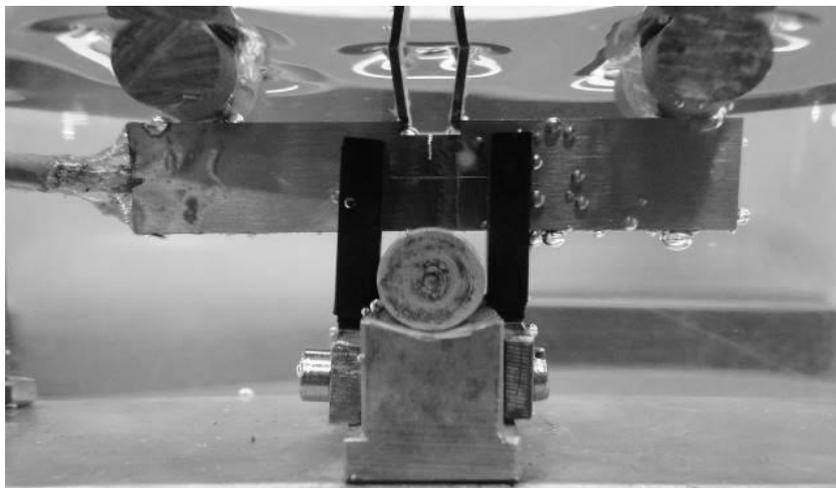
NOTA: Em (a) dispositivo utilizado para o ensaio no meio; Em (b) ajuste do *bending span* (S).

FONTE: Autor, 2015.

A solução utilizada foi a água do mar sintética, cuja composição e preparo estão de acordo com a norma ASTM D1141 (2008). O pH da água foi monitorado (através do medidor de pH da marca METTLER TOLEDO, modelo S400) e controlado na faixa de 8,0 durante a etapa de pré-hidrogenação (encharque com hidrogênio) e durante os ensaios de tenacidade à fratura. O controle foi realizado através da substituição da água, assim que o pH atingia valores próximos à 7,5. O tempo de pré-hidrogenação foi de 72 horas e foi aplicado o mesmo potencial de proteção catódica dos ensaios de tenacidade, isto é, de $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$. O tempo de pré-hidrogenação foi determinado com base na literatura e com a experiência prévia obtida no laboratório.

O potencial de proteção catódica de $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ ($-895 \text{ mV}_{\text{sce}}$) foi escolhido a partir dos dados disponíveis na literatura, além de normas técnicas e através da experiência acumulada em laboratório nesta linha de pesquisa. Um potencial muito catódico, $-1.100 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, por exemplo, poderia produzir uma fragilização excessiva, prejudicando a análise e comparação dos dados. A normativa DNV-RP-F112 (2008), que aborda o projeto de equipamentos produzidos com aços inoxidáveis dúplex para aplicações submarinas com proteção catódica, afirma que potenciais catódicos na faixa de $-650 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, já são suficientes para a proteção contra a corrosão desta classe de material. A normativa também afirma que quando expostos a potenciais mais negativos do que $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, os AID tornam-se bastante susceptíveis à fragilização pelo hidrogênio. Então, procurou-se limitar o potencial de proteção catódica em $-850 \text{ mV}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$. A FIGURA 4.20 mostra a configuração inicial do corpo de prova em ensaio assistido pelo meio com proteção catódica.

FIGURA 4.20 – CONFIGURAÇÃO INICIAL DO CORPO DE PROVA A SER ENSAIADO NO MEIO



FONTE: Autor, 2019.

Para promover a fragilização pelo hidrogênio, os ensaios de tenacidade à fratura no meio precisam ser lentos. Assim, a máquina EMIC foi ajustada para uma baixa velocidade de deslocamento, isto é, $1,2 \times 10^{-3}$ mm/min. Esta velocidade de ensaio é ≈ 416 vezes menor que a velocidade utilizada para os ensaios ao ar. Com este ajuste, a taxa de carregamento K variou entre 0,04 e 0,2 N.mm^{-3/2}.s⁻¹, conforme mostra a TABELA 4.8 (os cálculos das taxas de K foram todos realizados no regime elástico).

TABELA 4.7 – TAXAS DE K OBTIDAS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA NO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA

NOME CORPO DE PROVA / ORIENTAÇÃO ENTALHE / CONDIÇÃO	TAXA DE CARREGAMENTO (K)	
	MPa.m ^{1/2} .s ⁻¹	N.mm ^{-3/2} .s ⁻¹
L01- MB (Longitudinal) - Meio	0,001	0,04
L02 – MB (Longitudinal) - Meio	0,002	0,08
T01 – MB (Transversal) – Meio	0,002	0,05
T02 – MB (Transversal) – Meio	0,006	0,20
S01 – Solda (Longitudinal) – Meio	0,003	0,10
S02 – Solda (Longitudinal) - Meio	0,004	0,12

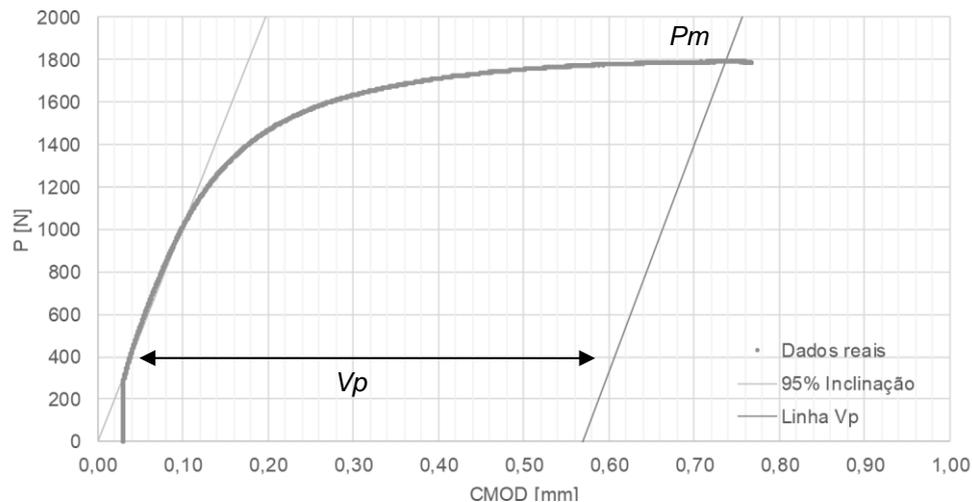
FONTE: Autor, 2019.

4.7.3 Aquisição de dados, pós-fadiga, medição da pré-trinca, cálculo do parâmetro CTOD e região de análise da fratura

Para cada ensaio, foi registrada a força aplicada (P) e o deslocamento obtido através do extensômetro acoplado na boca da trinca (V) ao longo do tempo. Os dados de força da máquina foram obtidos através da leitura da célula de carga. Para a aquisição e registro dos dados de extensometria, foi utilizado o sistema eletrônico de medição multicanal, modelo Spider8[®], da marca HBM, em conjunto com o *software* de aquisição de dados Catman[®], também da marca HBM. No início do ensaio, foi sincronizada a tomada de dados de força e de abertura da boca da trinca (CMOD). O ensaio foi finalizado quando se certificou que o corpo de prova não suportava mais aumento de força. Para isto, foi estipulado finalizar o ensaio quando a força suportada caísse mais do que 10% do valor da força máxima (P_m).

Após cada ensaio, os dados foram agrupados e tratados em planilhas de cálculo, tomando como referência a variável tempo. Posteriormente, os dados foram plotados de acordo com a norma BS 7448-1:1991 (ver FIGURA 4.21). Para a obtenção da força máxima (P_m), adotou-se o primeiro valor que represente o patamar de força máxima observado na curva do ensaio. Já a abertura da boca da trinca (CMOD), correspondente ao comportamento plástico (V_p), foi obtida através da construção de uma reta auxiliar com a inclinação do regime elástico. Esta reta foi utilizada para obter o valor de V_p a partir da força máxima. Esta metodologia gráfica para a obtenção do V_p , pode ser visualizada na FIGURA 4.21. O gráfico apresenta a curva de ensaio de um corpo de prova com o entalhe disposto no centro da junta soldada, e na condição de assistido pelo meio com proteção catódica, ou seja, na condição de fragilização induzida pelo hidrogênio. Neste caso, o V_p encontrado foi de 0,57 mm.

FIGURA 4.21 – METODOLOGIA GRÁFICA USADA PARA A OBTENÇÃO DA FORÇA MÁXIMA (P_m) E DA ABERTURA DA BOCA DA TRINCA CORRESPONDENTE À COMPONENTE PLÁSTICA (V_p)



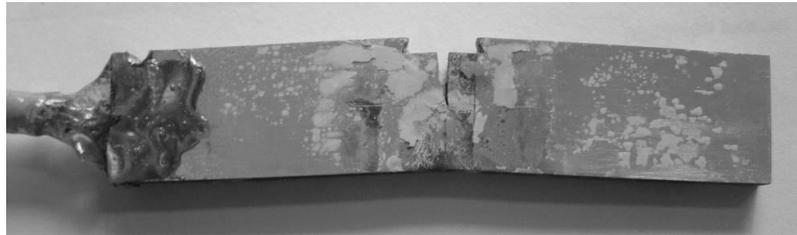
NOTA: Ensaio de tenacidade da junta soldada, no meio com proteção catódica. O entalhe disposto no centro da zona de mistura, $V_p = 0,57$ mm. P é a carga aplicada e CMOD é abertura da boca da trinca.

FONTE: Autor, 2019.

Após a realização dos ensaios de tenacidade à fratura e do registro de dados, a fratura foi aberta através do procedimento de pós-fadiga. Para pós-fadigar o corpo de prova, produzindo um padrão de trinca que diferencie do ensaio, foi utilizada uma máquina servo-hidráulica MTS. Os seguintes parâmetros foram aplicados: (a) carregamento cíclico senoidal, aplicando como carga-alvo a metade do valor da carga máxima obtida no ensaio ≈ 600 N; (b) amplitude de carga $\approx \pm 300$ N e (c) frequência de 15 Hz. Após o procedimento de pós-fadiga, ficou fácil separar o corpo de prova em duas partes.

Após a abertura dos corpos de prova, as superfícies de fratura foram examinadas e medidas para determinar o tamanho da trinca original (a_0). Para isto, as superfícies de fratura foram limpas através de banho de ultrassom com acetona e posterior escovação com cerdas poliméricas macias. Este procedimento teve o objetivo de retirar a camada calco-magnesiana depositada na superfície do corpo de prova durante o período de pré-hidrogenação e de ensaio (ver FIGURA 4.22).

FIGURA 4.22 – CORPO DE PROVA COM O ENTALHE DISPOSTO NO CENTRO DA JUNTA SOLDADA APÓS ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO COM PROTEÇÃO CATÓDICA

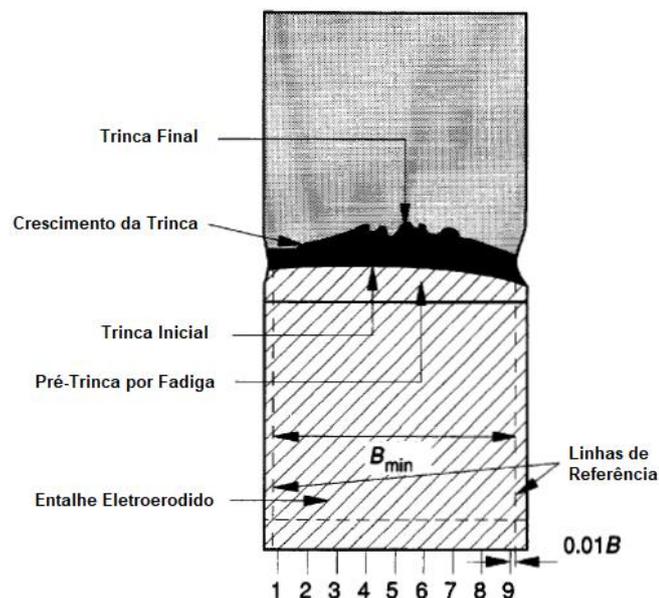


NOTA: Observa-se a deposição da camada calco-magnesiana sobre o corpo de prova.

FONTE: Autor, 2019.

De acordo com a norma BS 7448-4 (1997), para medir o tamanho da pré-trinca de fadiga ou trinca inicial a_0 , a medida deve ser feita em nove pontos espaçados igualmente (ver FIGURA 4.23). Os pontos de medição das extremidades devem estar à $1\%B$ da superfície da amostra (B é a espessura do corpo de prova). Essas medições foram realizadas através de um projetor de perfil marca INSIZE, modelo ISP-Z3015.

FIGURA 4.23 – MÉTODO DE MEDIÇÃO DA PRÉ-TRINCA DE FADIGA



FONTE: Adaptado de BS 7448-4 (pág. 20), 1997.

Para o cálculo do tamanho inicial da trinca a_0 , foi obtido, primeiramente, o valor médio dos dois pontos extremos, e então foi calculado o valor de a_0 a partir da média dos pontos extremos juntamente com o valor dos sete pontos internos.

Para o cálculo do parâmetro CTOD (δ), este em milímetros (mm), foi utilizado as seguintes variáveis e dimensões: B , W , z , sendo que $z=0$ (função da geometria do corpo de prova SENB utilizado), tamanho inicial da trinca (a_0), força máxima (Pm) e o correspondente valor de Vp . As propriedades do material, como a tensão de escoamento (σ_{YS}), módulo de elasticidade (E) e coeficiente de poisson (ν), também foram utilizados nos cálculos. As equações 18 e 19, extraídas da norma BS 7448-1 (1991), foram inseridas em planilhas de cálculo, e assim foi obtido o parâmetro δ (mm) para cada ensaio realizado.

$$\delta = \left[\frac{FS}{BW^{1.5}} \times f\left(\frac{a_0}{W}\right) \right]^2 \frac{(1-\nu^2)}{2\sigma_{YS}E} + \frac{0.4(W-a_0)V_p}{0.4W+0.6a_0+z} \quad (18)$$

sendo S o *bending span* e $f(a_0/W)$ é obtido pela equação 19:

$$f\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_0}{W}\right)^{0.5} \left[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right) \left(1 - \frac{a_0}{W}\right) \left(2.15 - \frac{3.93a_0}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2} \right) \right]}{2\left(1 + \frac{2a_0}{W}\right) \left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{1.5}} \quad (19)$$

onde,

F = força máxima [N];

S = *bending span* [mm];

Vp = componente plástica de V que corresponde à força máxima [mm];

V = abertura da boca da trinca (CMOD) [mm];

B = espessura [mm];

W = largura [mm];

a_0 = tamanho inicial da trinca [mm];

z = distância da abertura do entalhe acima da superfície do corpo de prova [mm];

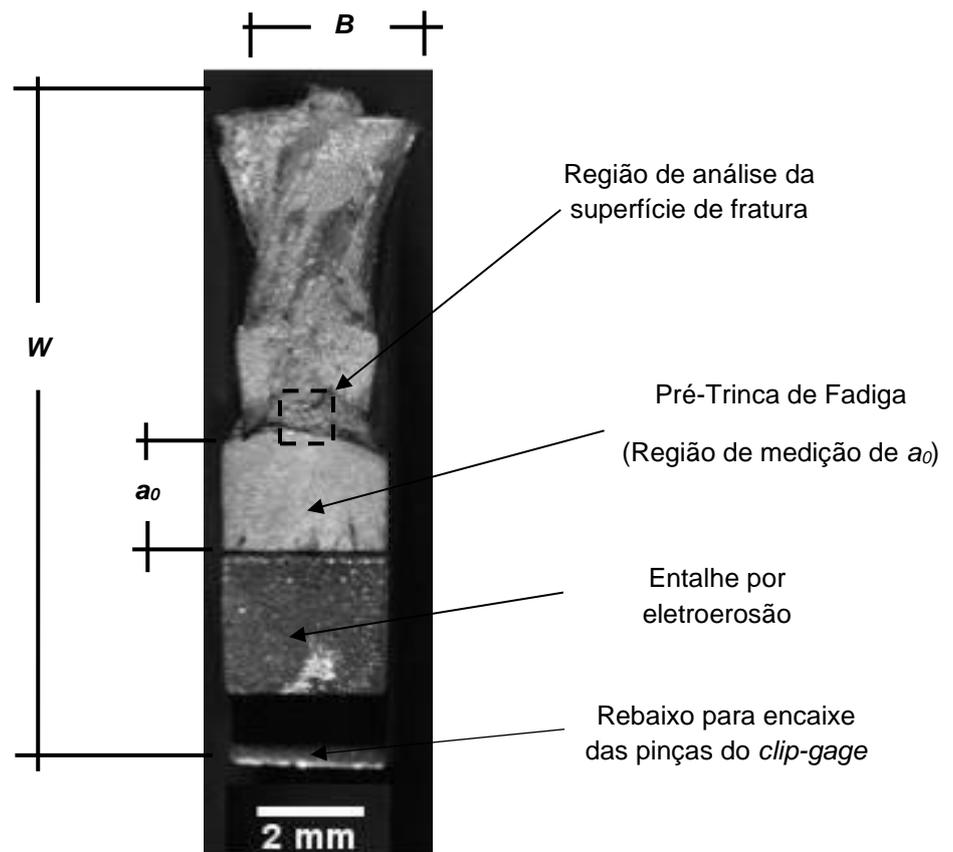
ν = coeficiente de poisson;

σ_{YS} = tensão de escoamento [MPa];

E = módulo de elasticidade [GPa].

Após a realização das medições da pré-trinca de fadiga (a_0) nos corpos de prova previamente separados em duas partes, todas as superfícies de fratura foram observadas em lupa de baixo aumento e em microscópio eletrônico de varredura da marca Shimadzu, modelo SS550. Este procedimento foi adotado visando a determinação do micromecanismo de fratura dominante. As observações foram realizadas na região central do corpo de prova, logo após o final da pré-trinca de fadiga, como indicado pela FIGURA 4.24.

FIGURA 4.24 – REGIÃO DE ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DE FRATURA EM CORPO DE PROVA DE TENACIDADE À FRATURA APÓS ENSAIO



NOTA: Principais dimensões do corpo de prova e no retângulo tracejado é indicado a região de análise da superfície de fratura.

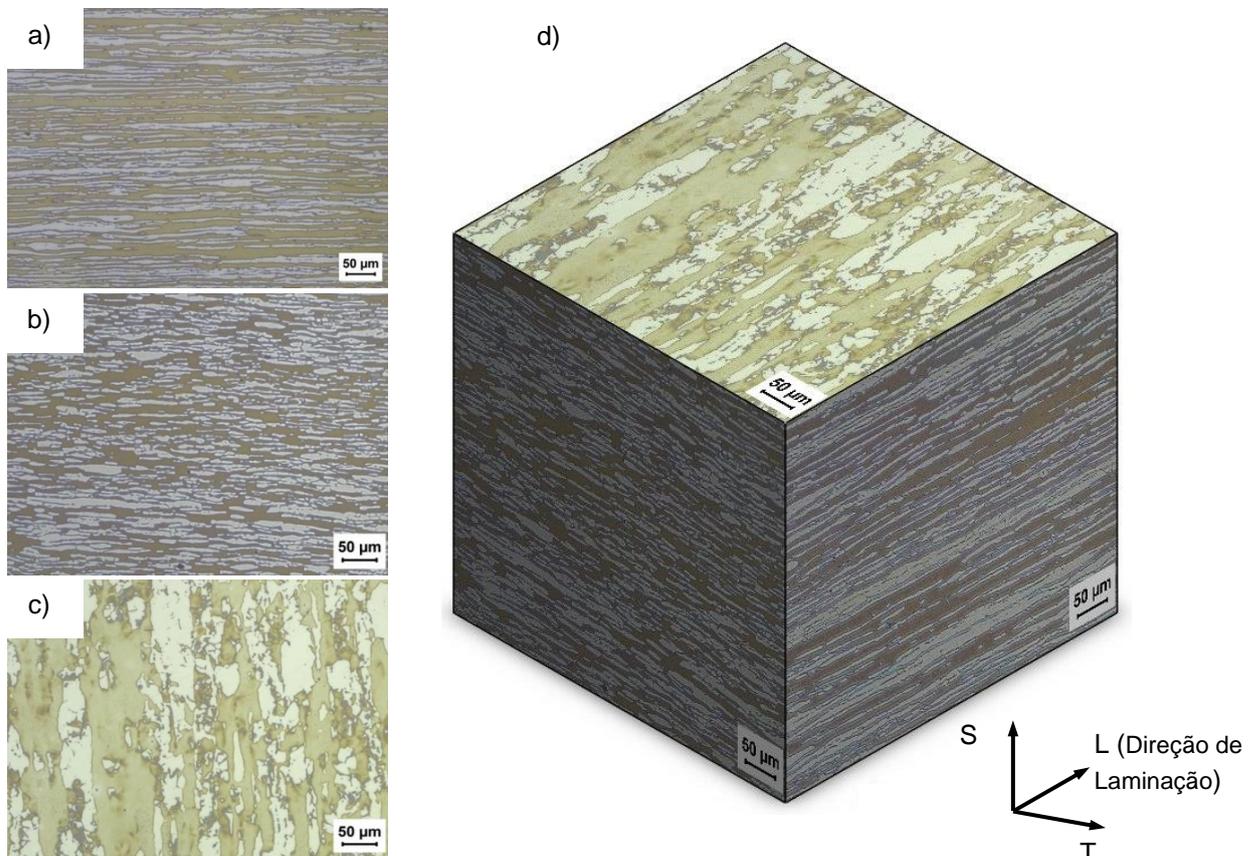
FONTE: Autor, 2016.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE

A FIGURA 5.1 mostra a constituição microestrutural nas três direções principais da chapa do AID UNS S32760. Esta é composta de ilhas alongadas e achatadas de austenita (fase clara), intercaladas com uma matriz ferrítica (fase escura). Pode-se observar o alongamento preferencial do material na direção de laminação, com fator de forma das ilhas de austenita de 31:1. Na direção transversal o fator de forma medido foi de 9,4:1, ou seja, três vezes menor que na direção longitudinal. Outra característica importante nos AIDs é o espaçamento interaustenítico (EI). Neste caso, foi encontrado um EI médio de $13,2 \pm 1,9$ e $11,6 \pm 1,5$ μm , para as seções longitudinal e transversal, respectivamente. Estes valores estão de acordo com as recomendações da DNV-RP-F112, que sugere um EI fino (< 30 μm) para os AIDs em aplicações sujeitas à proteção catódica e a falhas por HISC.

FIGURA 5.1 – CONSTITUIÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE



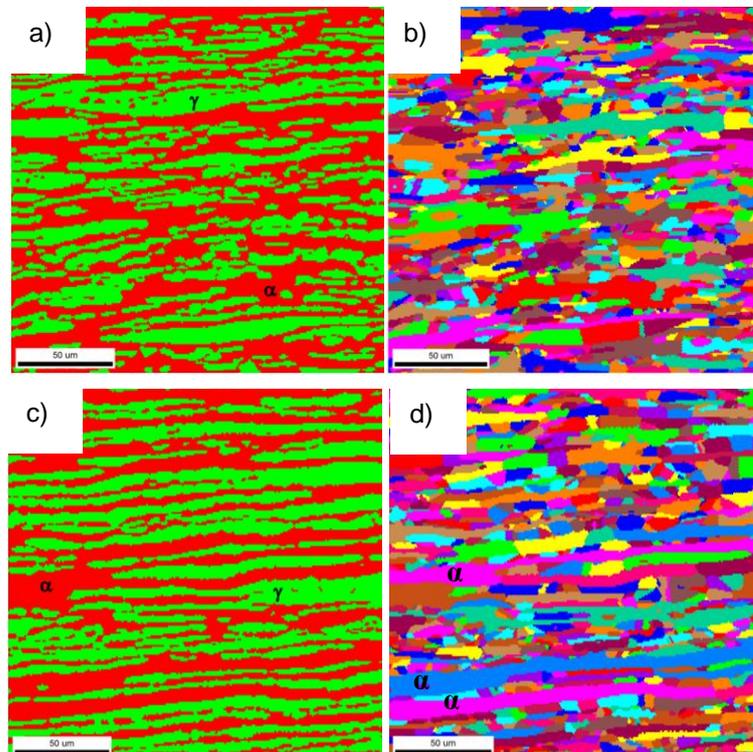
NOTA: Seções: a) Longitudinal; b) Transversal; c) Topo; Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

FONTE: Autor, 2016.

Não foram encontradas fases intermetálicas, comuns em AIDs com alto teor de liga. Não se espera encontrar tais fases na condição de metal base, pois o material recebeu tratamento de solubilização por recozimento após a laminação a quente.

Para quantificar as fases e medir o tamanho de grão efetivo (EGS), ou seja, aqueles grãos com diferença de orientação cristalográfica maior que 15° (contornos de alto ângulo), foi utilizada a técnica de EBSD. No MB, foram analisadas as seções: transversal e longitudinal. Nas FIGURAS 5.2a e 5.2c são mostradas a distribuição de fases, sendo a ferrita a fase na cor vermelha. Verifica-se um equilíbrio quantitativo entre as fases, com proporção próximo de 1:1 (ver dados da TABELA 5.1). Nas FIGURAS 5.2b e 5.2d são observadas a distribuição do EGS nas seções analisadas. Estas imagens foram deixadas propositalmente coloridas para melhor visualizar as grandes bandas de ferrita observadas na direção longitudinal (indicada na FIGURA 5.2d). Estas bandas são compostas por grãos menores, com diferença de orientação cristalográfica menor que 15° . Este fato deve ser bem observado, pois auxilia no entendimento dos resultados de fragilização, uma vez que grãos de baixo ângulo são pouco eficientes para barrar trincas por clivagem (SCHEID et al., 2016).

FIGURA 5.2 – QUANTIFICAÇÃO DE FASES E TAMANHO DE GRÃO EFETIVO POR EBSD



NOTA: Em (a) distribuição de fases no MB (transversal); (b) distribuição do EGS do MB (transversal); (c) distribuição de fases no MB (longitudinal); (d) distribuição do EGS do MB (longitudinal).

FONTE: Autor, 2017.

Os resultados das análises por imagem e por EBSD são resumidos na TABELA 5.1. O tamanho de grão efetivo na seção longitudinal do metal base é maior que na seção transversal para ambas as fases (23,6% maior na ferrita e 14,3% maior na austenita). A média ponderada do tamanho de grão efetivo foi de 23 μm e 8,8 μm , para a ferrita e para a austenita, na seção longitudinal, respectivamente. Nota-se que o tamanho de grão efetivo da ferrita é cerca de 2,5 vezes maior que o da austenita.

TABELA 5.1 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO METAL BASE

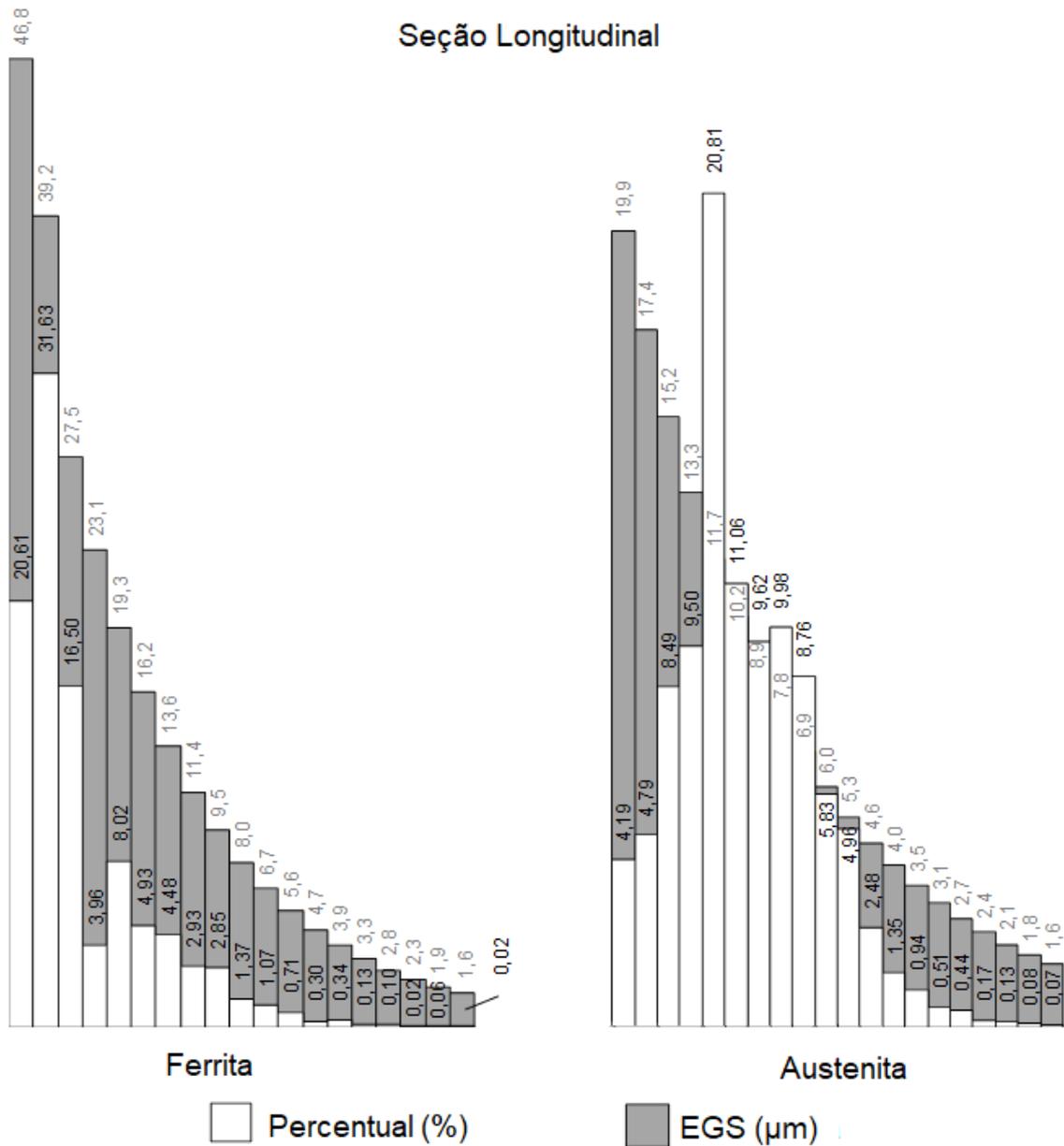
PARÂMETRO	LONGITUDINAL	TRANSVERSAL	LONGITUDINAL/TRANSVERSAL
Ferrita (%)	50,5	53,3	-5,25%
Austenita (%)	49,5	46,7	+6,00%
Tamanho de grão efetivo da ferrita (μm)	23	18,6	+23,6%
Tamanho de grão efetivo da austenita (μm)	8,8	7,7	+14,3%
Fator de forma das ilhas de austenita	31:1	9,4:1	+229,8%
Espaçamento Interaustenítico (μm)	13,2	11,6	+13,8%

FONTE: Autor, 2020.

Uma análise mais aprofundada do tamanho de grão efetivo pode ser feita através dos histogramas (ver FIGURA 5.3). Ao analisar os resultados para a seção longitudinal, percebe-se que a maioria dos grãos de ferrita tem um tamanho maior ou igual à 39,2 μm . Estes podem ser considerados grãos grosseiros e representam 52,2% da distribuição total de grãos efetivos nesta orientação.

No caso da austenita, o EGS mais significativo representa 20,81% da distribuição e tem dimensão de 11,7 μm . A austenita apresenta uma distribuição de grão mais homogênea, com a maioria dos grãos com tamanho entre 5,3 e 19,9 μm . Estes representam 98% da distribuição de grãos de austenita nesta orientação (ver FIGURA 5.3). A distribuição na seção transversal é semelhante a observada na seção longitudinal, porém com um EGS um pouco menor em cada fase.

FIGURA 5.3 – HISTOGRAMA DAS MEDIÇÕES DE TAMANHO DE GRÃO – MB – LONGITUDINAL



FONTE: Autor, 2020.

Neste estudo, é importante ressaltar que a caracterização microestrutural evidência que AID UNS S32760 é um material bifásico e com as fases dispostas em lamelas ou bandas. Vale lembrar que as fases constituintes apresentam diferentes propriedades físicas e químicas (PILHAGEN, 2013). Assim, é de se esperar, que as propriedades mecânicas, assim como a tenacidade à fratura, e também a difusividade do hidrogênio, dependam da direção do estímulo. Consequentemente a orientação, o tamanho e a distribuição das fases são bastante importantes para as propriedades mecânicas e de difusão deste material.

5.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA DO METAL BASE

A partir dos valores médios obtidos nos ensaios de tração (ver TABELA 5.2), é possível observar que a resistência mecânica do AID UNS S32760 na direção transversal é 7,5% maior que na direção longitudinal. Em contrapartida, a ductilidade decaiu 16,1%. Estes resultados estão de acordo com a literatura (HUTCHINSON, USHIODA e RUNNSJÖ, 1985; NILSSON, 1992, KIM e MARROW, 1999; IMO, 2009, MANIKANDA, CHANDRAMOHAN e RAVISANKAR, 2011; BADJI, BACROIX e BOUABDALLAH, 2011; PILHAGEN, 2013).

Um dos principais motivos elencados para esse comportamento anisotrópico é a textura cristalográfica ou orientação cristalográfica preferencial dos grãos no material. O AID em estudo é um material laminado, processo que pode produzir uma orientação preferencial dos grãos na direção de laminação. Esta orientação pode permanecer no material mesmo após tratamento térmico (REED-HILL, 2009; BADJI BACROIX e BOUABDALLAH, 2011).

Floreen e Hayden (1968) estudaram a resistência mecânica dos AIDs e afirmam que a resistência é essencialmente controlada pela matriz ferrítica, sendo a fase mais resistente. Os estudos de Hutchinson, Ushioda e Runnsjö (1985) mostraram que chapas laminadas de AID são fortemente texturizadas na direção de laminação e em ambas as fases. Os autores verificaram que a textura da fase ferrita na direção de laminação ou longitudinal, consiste de 50% dos grãos na orientação (100)[011], enquanto a fase austenita, 50% dos grãos compreendem duas orientações principais: (100)[112] e (110)[112]. Essas orientações cristalográficas preferenciais ou textura podem ser considerados como planos preferencias para o deslizamento de discordâncias, e conseqüentemente, para a deformação do material. Assim, espera-se que ao tracionar um AID longitudinalmente, a grande quantidade de grãos alinhados nesta direção, facilite o movimento de discordâncias, reduzindo a força necessária para a deformação do material.

Outro fator importante destacado por Hutchinson, Ushioda e Runnsjö (1985) é a interação entre as fases do AID. Os autores afirmam que, quando a fase austenita está presente, esta introduz um estado de deformação que conflita com o adotado pela fase ferrita. De acordo com os autores, a constrição mútua da deformação em ambas as fases aumenta a tensão em certas direções. Assim, a anisotropia na

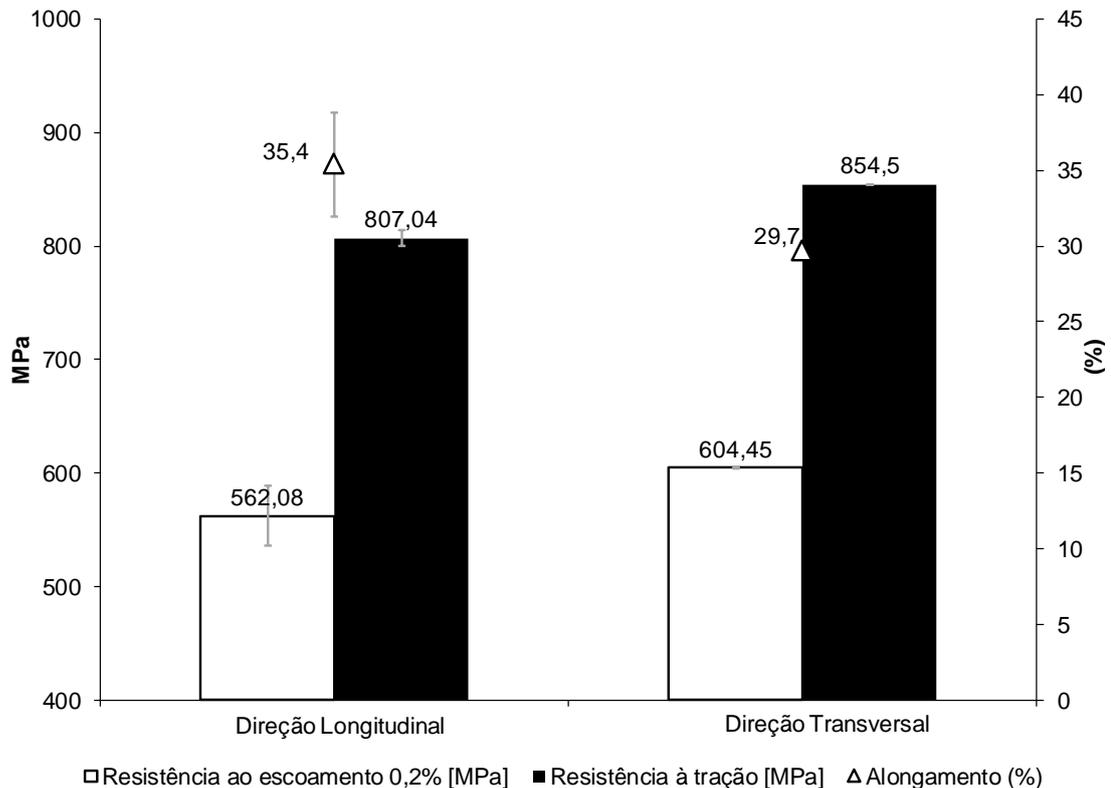
resistência mecânica é decorrente principalmente da presença e da interação entre grãos com orientações cristalográficas preferenciais, isto ocorre simultaneamente, e em ambas as fases. Como resultado tem-se um aumento de resistência por textura cristalográfica (HUTCHINSON, USHIODA e RUNNSJÖ, 1985). A TABELA 5.2 e a FIGURA 5.4 apresentam as propriedades mecânicas do AID UNS S32760 em estudo.

TABELA 5.2 – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO

CORPO DE PROVA	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	ALONGAMENTO [%]
UNS S32760 BM T-2	604,65	854,637	29,4
UNS S32760 BM T-3	604,26	854,369	30,0
UNS S32760 BM L-1	566,09	806,513	35,6
UNS S32760 BM L-2	561,17	810,202	34,0
UNS S32760 BM L-3	558,99	808,42	36,6
UNS S32760 MB T média	604,45 ± 0,076	854,50 ± 0,036	29,7 ± 0,18
UNS S32760 MB L média	562,08 ± 26,46	807,04 ± 6,81	35,4 ± 3,44
LONGITUDINAL / TRANSVERSAL	-7,0%	-5,5%	+19,2%

FONTE: Autor, 2020.

FIGURA 5.4 – PRINCIPAIS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO METAL BASE UNS S32760

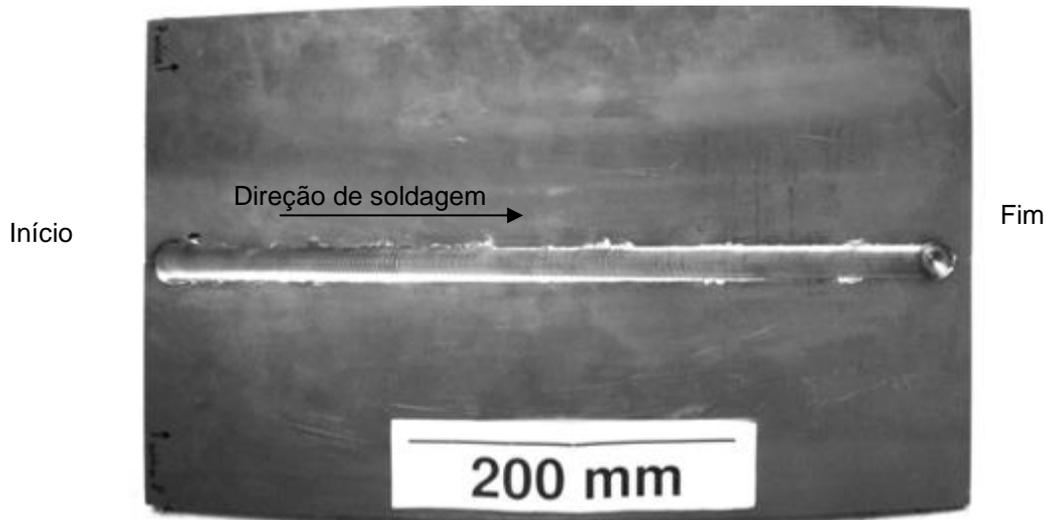


FONTE: Autor, 2014.

5.3 CARACTERIZAÇÃO VISUAL DA SOLDA

A soldagem de chapas pela técnica FSW tem como característica produzir soldas autógenas, praticamente sem reforço e com bom acabamento superficial. Na FIGURA 5.5 pode ser observada a chapa soldada com velocidade de 3 mm/s. Foi produzido uma junta soldada com aproximadamente 450 mm de comprimento. Devido ao ângulo de inclinação do cabeçote hidráulico (de $1,5^\circ$), este define a penetração do ombro da ferramenta nas chapas de trabalho, do sentido de rotação desta, além da força axial e do movimento de soldagem, é produzido um tipo peculiar de conformação a quente. Este processo termomecânico deixa visível uma marca característica, que se repete ao longo de todo o comprimento de soldagem (ver FIGURA 5.6).

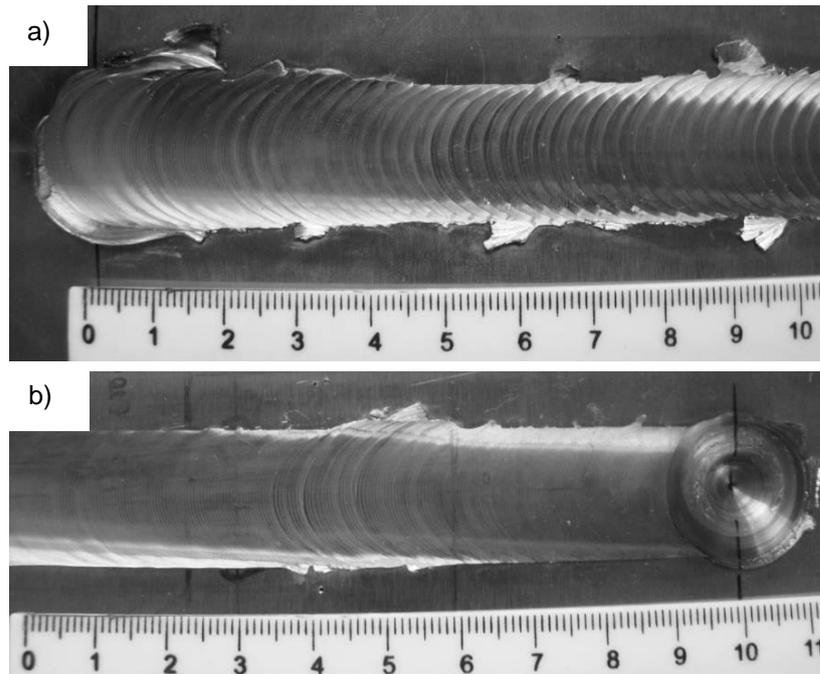
FIGURA 5.5 – CHAPAS UNIDAS APÓS A SOLDAGEM POR FSW



FONTE: Autor, 2015.

Na FIGURA 5.6 pode ser observada a variação no acabamento superficial da face da solda ao longo do comprimento de soldagem. Pode-se observar que no final da solda se obteve um melhor acabamento. É possível verificar que a região inicial (ver FIGURA 5.6a) apresenta um pouco mais de rebarba do que a região final, ou região de saída da ferramenta. Esta variação é considerada normal para este processo, e pode ser causada por diversos fatores, como por exemplo: (i) aquecimento da ferramenta; (ii) variação no alinhamento e/ou fixação das chapas; (iii) desgaste do ombro da ferramenta. Na última etapa, fica conformado um buraco cego (ver FIGURA 5.6b), chamado na literatura de *key hole*. Este buraco é deixado pela saída da ferramenta no final do processo de soldagem.

FIGURA 5.6 – VARIAÇÃO NO ACABAMENTO SUPERFICIAL PRODUZIDO PELO PROCESSO FSW



NOTA: Em (a) início e em (b) final da junta soldada.

FONTE: Autor, 2016.

5.4 CARACTERIZAÇÃO MACRO E MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA

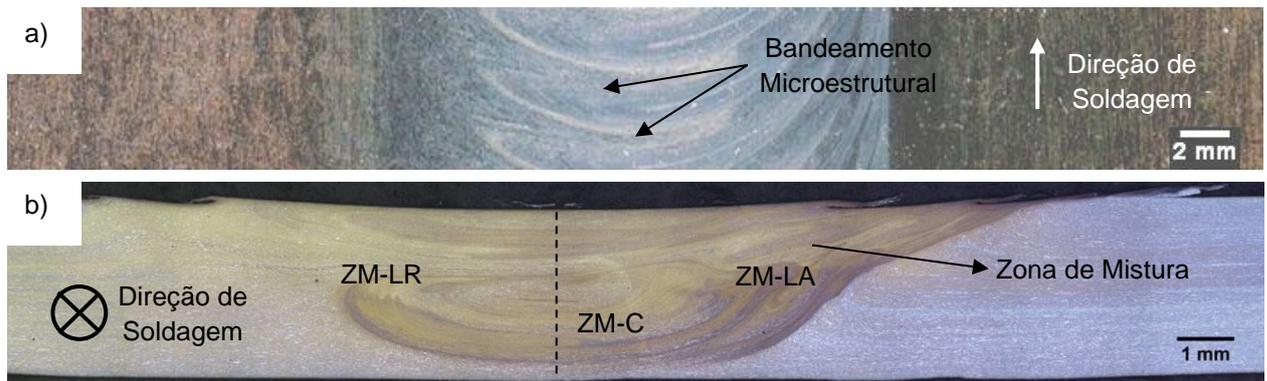
A análise microestrutural na junta soldada também foi realizada nas três direções principais, tendo como principal objetivo permitir uma melhor visualização da microestrutura formada pelo processo de soldagem por fricção e mistura mecânica. Esta análise também permite uma melhor correlação entre o plano de propagação da trinca nos corpos de prova de tenacidade à fratura com a microestrutura do material.

A análise da junta se inicia pela revelação da macroestrutura das seções transversal e de topo (ver FIGURA 5.7). A face da solda (seção de topo) apresenta uma zona de mistura do tamanho do ombro da ferramenta, de aproximadamente 20 mm. Pode ser observado um padrão microestrutural característico, apresentando um formato semicircular, característica peculiar deste processo de soldagem. Este bandejamento microestrutural está principalmente relacionado com o ângulo de inclinação do cabeçote hidráulico e com a velocidade de soldagem.

Analisando a seção transversal da junta soldada (FIGURA 5.7b), pode-se constatar que essa é composta por uma microestrutura assimétrica com regiões bem

distintas. É possível observar um padrão microestrutural em formato de anéis, evidenciando diferentes regiões do material misturadas pela ferramenta. Geralmente, a zona de mistura, região que efetivamente ocorre a deformação do material, chamada pela literatura de ZTMA ou *Nugget Zone* (LOHWASSER e CHEN, 2010) é dividida em três regiões: (a) Zona de Mistura – Lado de Retrocesso (ZM-LR); (b) Zona de Mistura – Centro (ZM-C) e Zona de Mistura – Lado de Avanço (ZM-LA).

FIGURA 5.7 – MACROESTRUTURA DA JUNTA SOLDADA



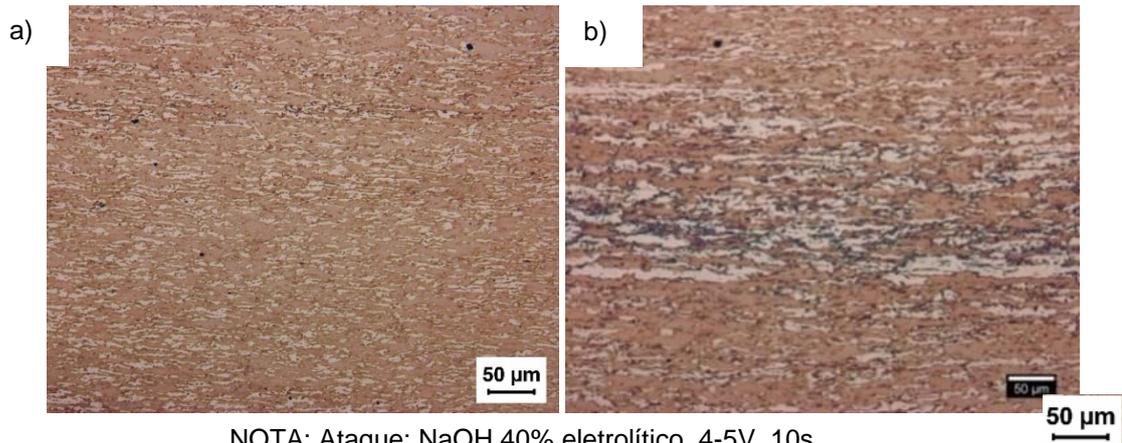
NOTA: Em (a) seção topo; (b) seção transversal. A linha tracejada representa a localização da trinca aguda do ensaio de mecânica da fratura. Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

FONTE: Autor, 2016.

Vale destacar que o sentido da permeação do hidrogênio durante os ensaios realizados é para dentro do material, ou seja, para dentro da página (na seção transversal). A localização da trinca no corpo de prova de tenacidade à fratura é representada pela linha tracejada (ver FIGURA 5.7b). Então, o hidrogênio que permeia a partir da ponta da trinca segue na direção de soldagem. Posto isso, intui-se que o fluxo de hidrogênio que atravessa a junta soldada deva cruzar perpendicularmente o bandeamento microestrutural observado (ver FIGURA 5.7a).

Na FIGURA 5.8 é mostrado com maior ampliação a alteração microestrutural produzida pelo processo de soldagem na face superior da junta soldada. No centro da zona de mistura observa-se um significativo refino microestrutural (FIGURA 5.8a). Foi verificado que a orientação das ilhas de austenita alterou-se em 90°. A largura das ilhas foi consideravelmente reduzida. Pode-se notar que o bandeamento microestrutural anteriormente citado, é composto de duas regiões bem distintas, variando consideravelmente o tamanho das ilhas de austenita (ver FIGURA 5.8).

FIGURA 5.8 – MICROGRAFIAS DA FACE SUPERIOR DA JUNTA SOLDADA



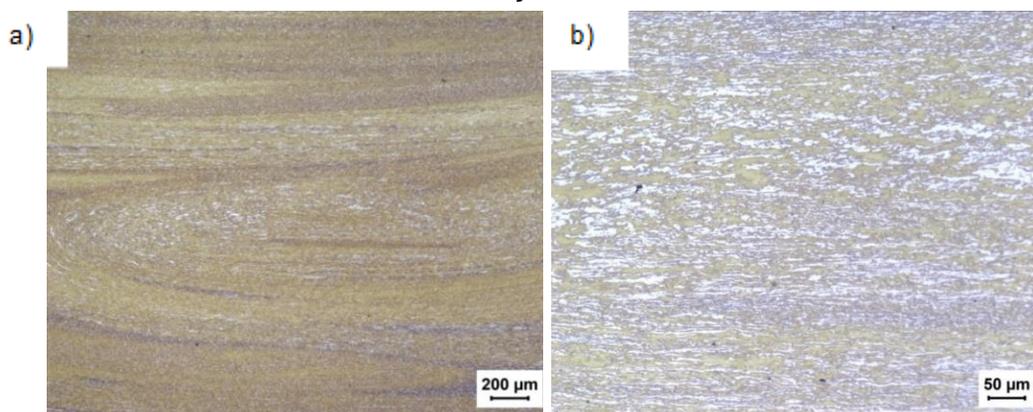
NOTA: Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

FONTE Autor, 2017.

A região da face da solda é considerada uma das regiões mais quentes do processo de soldagem FSW (LOHWASSER e CHEN, 2010). Esta região recebe uma grande quantidade de calor, resultante do atrito das peças de trabalho com o ombro da ferramenta. Uma importante constatação é que não foi verificada a presença de fases intermetálicas na junta soldada. O ataque eletrolítico utilizado (solução aquosa 40% NaOH), é normatizado (ASTM A923-08) como método para revelar a presença de fases intermetálicas nos AIDs.

A FIGURA 5.9 mostra a microestrutura da seção transversal da junta soldada, região onde está localizada a pré-trinca do corpo de prova de tenacidade à fratura. Observa-se uma grande variação na constituição microestrutural em uma pequena área analisada (ver FIGURA 5.9a). As micrografias também evidenciam regiões com diferentes refinamentos microestruturais (ver FIGURA 5.9b).

FIGURA 5.9 – MICROGRAFIAS DA SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA SOLDADA

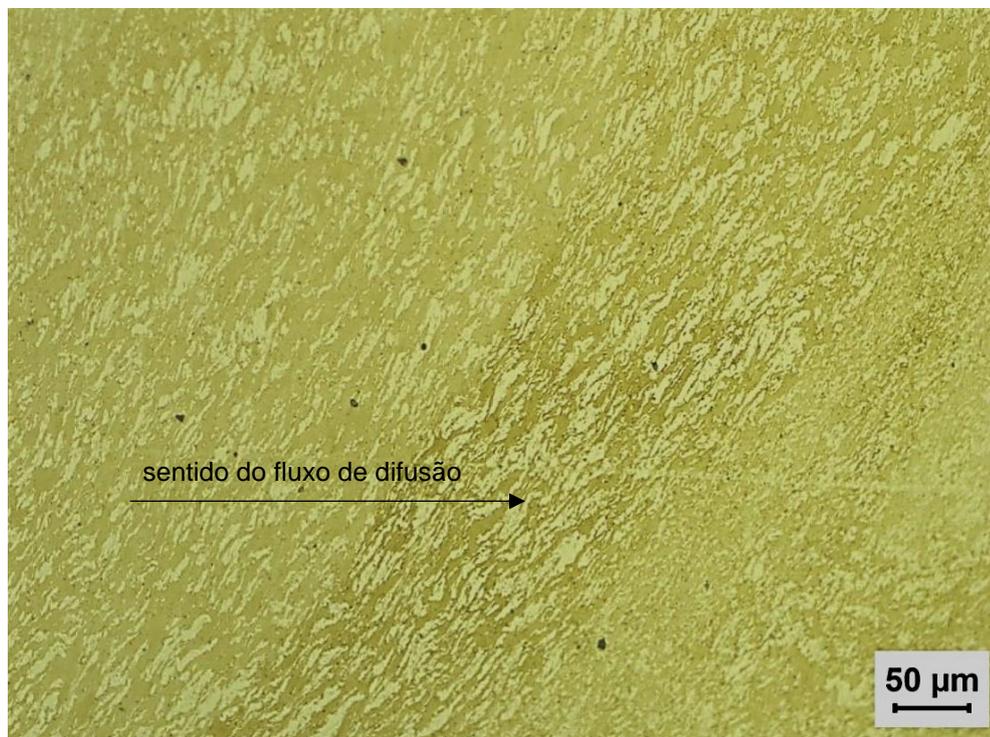


NOTA: Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

FONTE: Autor, 2017.

A seção longitudinal de junta soldada pode ser observada na FIGURA 5.10, em um corte realizado no centro da zona de mistura. Neste caso, a permeação do hidrogênio ocorre transversalmente a esta microestrutura. Também se nota regiões com diferentes graus de refino. Pode-se afirmar que é bastante significativa a alteração no formato, tamanho e disposição das ilhas de austenita, assim é sensato pensar que esta microestrutura apresenta como um caminho tortuoso para a difusão do hidrogênio através da junta soldada.

FIGURA 5.10 – MICROESTRUTURA DA SEÇÃO LONGITUDINAL DA JUNTA SOLDADA

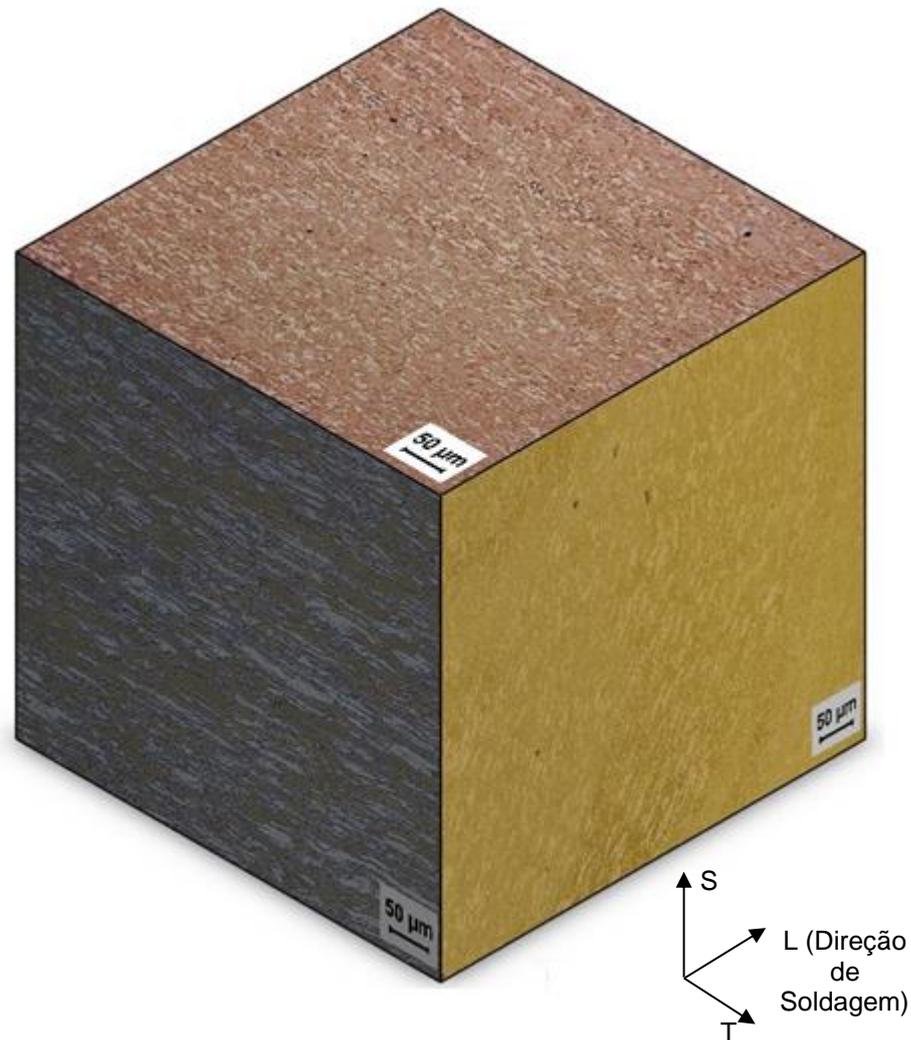


NOTA: Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

FONTE: Autor, 2016.

E por fim, é apresentado a microestrutura do centro da zona de mistura em perspectiva (FIGURA 5.11). Ao comparar com a condição de MB, fica evidente o refino microestrutural e a alteração na disposição espacial das fases. Esta pode ser considerada a microestrutura que se apresenta logo à frente da pré-trinca nos corpos de prova de tenacidade à fratura ensaiados.

FIGURA 5.11 – CONSTITUIÇÃO MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA



NOTA: Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.

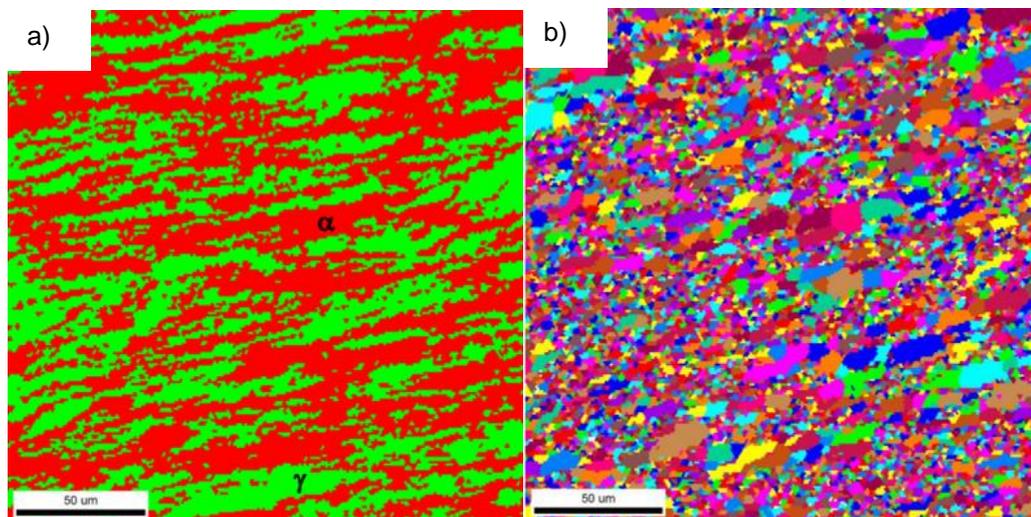
FONTE: Autor, 2017

A FIGURA 5.12 mostra os resultados obtidos pela técnica EBSD para a seção transversal da junta soldada (centro da zona de mistura). Na FIGURA 5.12a observa-se a distribuição de fases desta região, o percentual de ferrita verificado foi de 56,7%, um pequeno aumento em relação ao metal base, mas ainda dentro do recomendado pela norma BS ISO 15156-3 (2009). A normativa especifica um limite de 70% de ferrita para juntas soldadas de AID aplicados em equipamentos de produção de óleo e gás que estejam sujeitos a problemas decorrentes de HISC.

Na FIGURA 5.12b observa-se a distribuição dos grãos efetivos desta região. Fica evidente o refino microestrutural da junta soldada. Para ambas as fases, ferrita e austenita, os grãos apresentaram significativa redução, com EGS de 6,4 e 2,5 μm , respectivamente. Aproximadamente uma redução de três vezes no valor médio do

EGS foi verificado. Considera-se que quanto menor for o tamanho de grão, maior será a quantidade de contornos por unidade de área. Conseqüentemente, maior será a quantidade de sítios aprisionadores de hidrogênio. De acordo com a literatura, os sítios impedem ou reduzem a difusão do hidrogênio no reticulado cristalino, e assim, reduzem a intensidade da fragilização pelo hidrogênio intersticialmente difundido (CHOU e TSAI, 1999; LUU, LIU e WU, 2012). As principais características microestruturais do centro da zona de mistura são resumidas na TABELA 5.3.

FIGURA 5.12 – QUANTIFICAÇÃO DE FASES E DE TAMANHO DE GRÃO EFETIVO DA SEÇÃO TRANSVERSAL DA JUNTA SOLDADA – EBSD



NOTA: Em (a) distribuição de fases (em verde fase austenita) e em (b) distribuição de EGS.

FONTE: Autor, 2017.

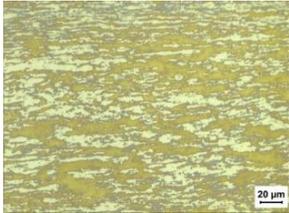
TABELA 5.3 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA JUNTA SOLDADA

PARÂMETRO	ZONA DE MISTURA	ZONA DE MISTURA/MB TRANSVERSAL
Ferrita (%)	56,7	+6,4%
Austenita (%)	43,3	-7,2%
Tamanho de grão efetivo da ferrita (μm)	6,4	-65,6%
Tamanho de grão efetivo da austenita (μm)	2,5	-67,5%
Fator de forma das ilhas de austenita	10,9:1	+16,0%
Espaçamento Interaustenítico (μm)	7,5	-35,3%

FONTE: Autor, 2020.

Outro fator que deve ser destacado na investigação microestrutural da junta soldada é o espaçamento interaustenítico (EI). Foi verificado que para as três direções principais, o EI foi significativamente reduzido no centro da zona de mistura (ver TABELA 5.4). Vale lembrar que a interface entre as fases é considerada sítio de aprisionamento de hidrogênio, afetando assim a difusividade efetiva desse elemento. A difusão é mais intensa na ferrita, quando o hidrogênio encontra a fase austenita, a difusão diminui. Portanto, quanto menos espaçadas estiverem as ilhas de austenita, pressupõe que menor será a difusividade efetiva no material.

TABELA 5.4 – ESPAÇAMENTO INTERAUSTENÍTICO DA JUNTA SOLDADA

SEÇÃO	TRANSVERSAL	LONGITUDINAL	TOPO
Micrografia			
EI Média (μm)	7,5	5,6	5,8
Solda/MB	-35,3%	-57,6%	-75,0%

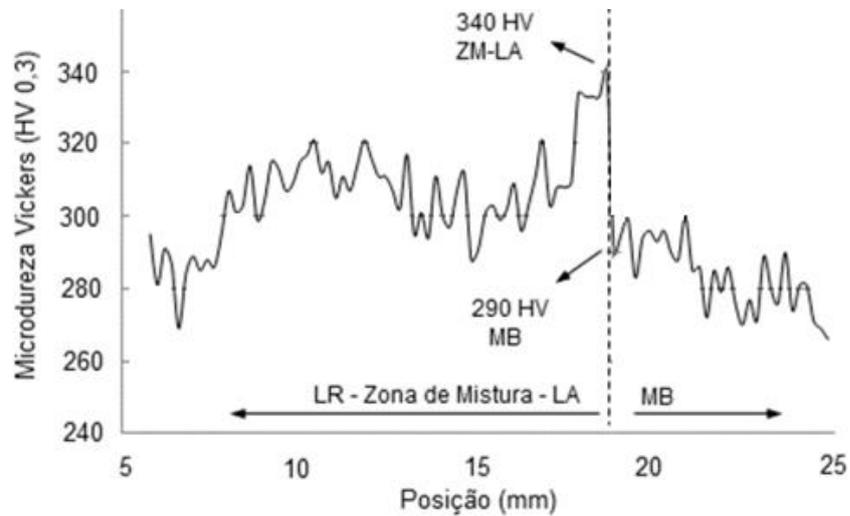
NOTA: Ataque: NaOH 40% eletrolítico, 4-5V, 10s.n

FONTE: Autor, 2020.

5.5 ENSAIOS DE MICRODUREZA NA JUNTA SOLDADA

Na FIGURA 5.13 é apresentado o perfil horizontal de microdureza vickers (HV 0,3 kgf, 10 s) realizado na seção transversal da junta soldada. Pode-se observar um aumento de dureza na zona de mistura, com um pico no lado de avanço, chegando a um valor máximo de 340. O metal base apresentou dureza média de $283,4 \pm 19,3$. A junta soldada apresentou dureza média no lado de avanço da zona de mistura de $334,6 \pm 3,0$. O aumento percentual nesta região em relação ao metal base foi de 18 %. A amostragem foi de cinco indentações em cada região. Atribui-se o aumento de dureza principalmente ao refino de grão produzido pelo processo de soldagem por fricção e mistura mecânica.

FIGURA 5.13 – PERFIL HORIZONTAL DE MICRODUREZA (HV 0,3) À MEIA-ESPESSURA DA JUNTA SOLDADA

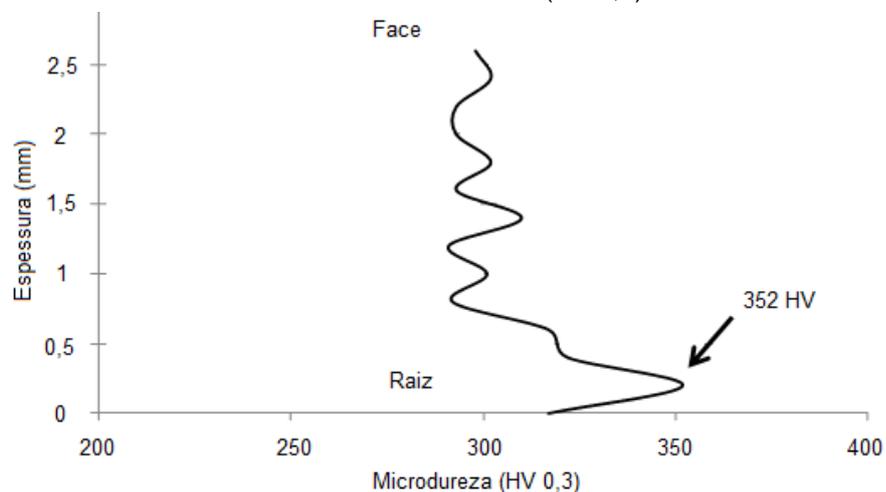


NOTA: A linha tracejada representa a interface entre a Zona de Mistura e o metal base (MB). LR – Lado de Retrocesso e LA – Lado de Avanço.

FONTE: Autor, 2016.

O perfil vertical de microdureza vickers realizado no centro da zona de mistura da seção transversal da junta soldada apresentou um valor médio de $305,93 \pm 16,82$ (ver FIGURA 5.14). Isso representa 7,95 % a mais de dureza do que o metal base. A máxima dureza de 352 foi obtida próximo à raiz da junta soldada e pode estar relacionada com uma maior taxa de resfriamento localizada nesta região, devido ao fluxo de água existente no backing bar. Vale lembrar que nessa região, a ferramenta não encosta no final da chapa, ou seja, parte do material não é misturado pela ferramenta, esse fato peculiar do processo FSW também pode ter influenciado os resultados observados.

FIGURA 5.14 – PERFIL VERTICAL DE MICRODUREZA (HV 0,3) NO CENTRO JUNTA SOLDADA

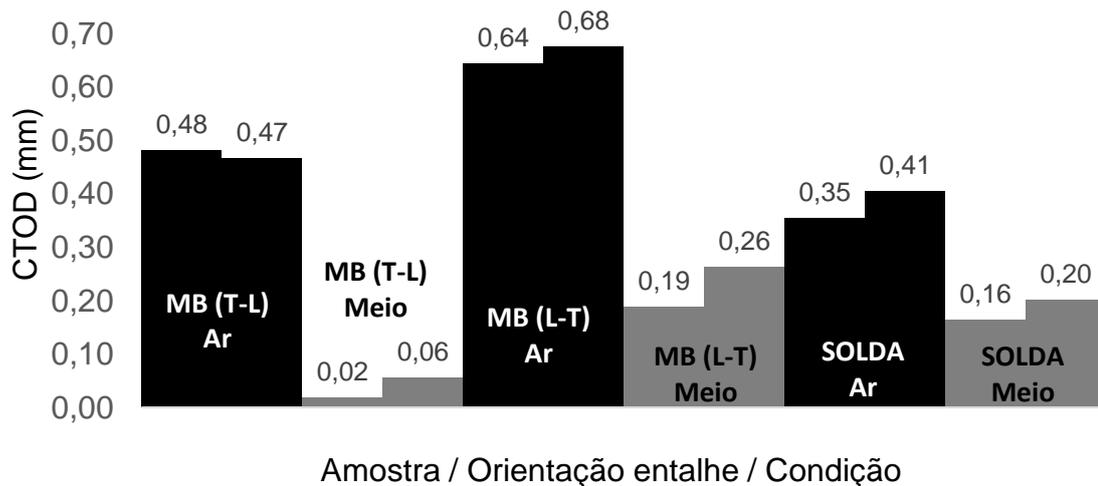


FONTE: Autor, 2016.

5.6 ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA

Para a análise das propriedades de tenacidade à fratura do material em estudo é importante lembrar que o AISD UNS S32760 é um material bifásico, composto de duas fases com diferentes propriedades físicas, mecânicas e de difusão. Então, espera-se que a distribuição, a quantidade, o tamanho e o formato de cada fase, que são diferentes para cada direção analisada, influenciem nos resultados obtidos. Desse modo, o AISD exibe anisotropia para as propriedades de escoamento, resistência e de tenacidade. A FIGURA 5.15 apresenta os valores obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura para o metal base e para a junta soldada em ambas as condições analisadas.

FIGURA 5.15 – RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR E NO MEIO



FONTE: Autor, 2020.

O metal base apresentou valores médios de CTOD ao ar de $0,46 \pm 0,03$ e $0,66 \pm 0,02$ mm para o entalhe disposto nas orientações T-L e L-T, respectivamente. A queda de 23,3% no valor do CTOD em virtude da orientação do entalhe está de acordo com a literatura (NILSSON, 1992, EL-YAZGI e HARDIE, 1996, IMO, 2009, PILHAGEN, 2013). Na direção transversal (L-T) as ilhas de austenita se apresentam em uma disposição mais favorável, agindo como barreiras mais efetivas para a propagação de trincas. Neste caso, a direção de propagação do plano da trinca é transversal à direção principal de laminação e, portanto, transversal à direção em que as ilhas de austenita apresentam o maior fator de forma (31:1). Deve ser considerado que a austenita é a fase mais dúctil e tenaz do AISD (FLOREEN e HAYDEN, 1968;

NILSSON, 1992; KRAUSS, 2005). Dessa forma, a disposição e formato das ilhas de austenita aumentam a tenacidade à fratura na direção transversal de propagação da trinca, ou seja, L-T.

A solda (centro da zona de mistura) apresentou um valor médio de CTOD de $0,38 \pm 0,04$ mm ao ar. Isto representa 17,4% a menos em relação à média apresentada pelo MB na direção longitudinal (T-L). A queda na tenacidade está relacionada principalmente com o aumento de resistência mecânica da junta soldada (ver APÊNDICE 5), comum em soldagem no estado sólido. De acordo com a literatura, o aumento de resistência mecânica da junta soldada por FSW é justificada pelo fato da zona de mistura apresentar uma microestrutura mais refinada e com maiores valores de dureza, em comparação ao MB (SATO et al. 2005; SANTOS, 2012 e ESMAILZADEH et al., 2013). Pelo menos em parte, este menor valor médio de CTOD também pode estar associado ao aumento no percentual de ferrita (o aumento foi de 6,4%), que é de fato, a fase menos dúctil e mais resistente.

Pode-se considerar que a difusão do hidrogênio, responsável pela fragilização do material, também é influenciada pela constituição do material bifásico (AISD). Seja esta bandeada ou extremamente refinada e assimétrica, como observado na zona de mistura da junta soldada. A difusividade efetiva do hidrogênio no material dependerá basicamente do coeficiente de difusão, do tamanho de grão, além do formato, da quantidade e da disposição de cada fase. A presença de sítios aprisionadores de hidrogênio também afeta significativamente a difusividade efetiva desse elemento no material. Vale ressaltar que a difusividade do hidrogênio na ferrita é significativamente maior do que na austenita, sendo esta, a fase responsável pela maior parte do hidrogênio difundido no material. A difusividade na ferrita pode chegar a ser 125.000 vezes maior do que na austenita (OWCZAREK e ZAKROCZYMSKI, 2000 e 2002).

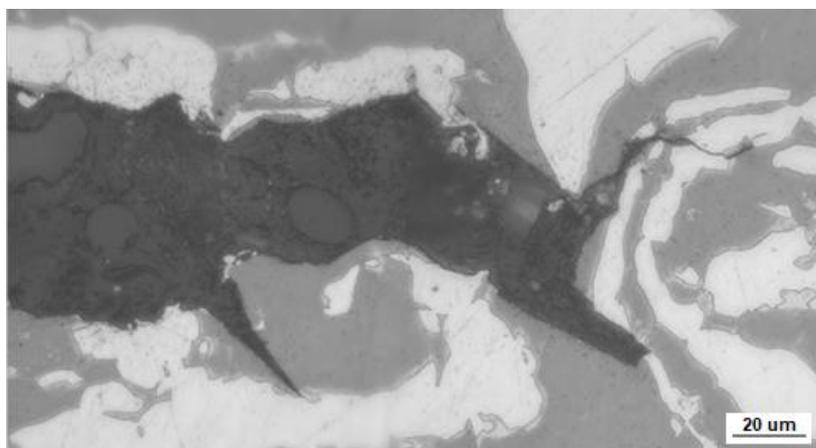
O metal base com o entalhe disposto na direção longitudinal foi o que apresentou o menor valor de CTOD médio, quando ensaiado no meio com proteção catódica, sendo apenas de 0,04 mm. Isso representou uma queda de 92% na tenacidade à fratura (ver FIGURA 5.45). Esta drástica redução de tenacidade pode ser explicada com base no fato de que a difusão de hidrogênio e consequente fragilização é mais intensa na ferrita e também porque, na orientação T-L, o entalhe está paralelo as bandas de austenita e de ferrita. Neste caso, a direção de propagação da trinca está alinhada com a matriz ferrítica, que apresenta grãos efetivos grandes e

alongados na direção de laminação. Nesta orientação, foi medido o maior tamanho de grão efetivo da ferrita, 46,8 μm . Assim, existe uma tendência de o hidrogênio difundir e trincar por clivagem através da ferrita, desviando das ilhas de austenita, que na direção longitudinal apresentam o maior fator de forma, significativos 31:1.

Vale lembrar que, para o cálculo do tamanho de grão efetivo, somente foram considerados contornos de grão com diferença de orientação maior do de 15° . Estes são capazes de bloquear a movimentação de discordâncias em materiais dúcteis ou desviar as trincas de clivagem em materiais fragilizados, o que significa uma maior energia consumida para a fratura ou maior tenacidade (SCHEID et al., 2016). Assim, pode-se afirmar que quanto maior for o tamanho de grão efetivo para um determinado material, menor será a quantidade de barreiras de alto ângulo por unidade de área, resultando em uma menor tenacidade à fratura.

A FIGURA 5.16 mostra uma trinca avançando em um corpo de prova de tenacidade à fratura do MB com o entalhe na orientação (T-L) em um ensaio sob proteção catódica. Observa-se claramente que a trinca avança preferencialmente pela ferrita em uma linha praticamente reta, percorrendo a interface entre as fases até encontrar uma ilha de austenita, que muitas vezes bloqueia o avanço da trinca. De fato, as ilhas de austenita funcionam como barreira para a propagação de trincas de clivagem, o que aumenta o caminho de propagação e, assim, a energia total de fratura. O fato da trinca também percorrer a interface entre as fases pode ser um indicativo que o hidrogênio aprisionado nas interfaces também fragiliza o material.

FIGURA 5.16 – MICROGRAFIA MOSTRANDO O CAMINHO DA TRINCA NO METAL BASE FRAGILIZADO PELO HIDROGÊNIO



NOTA: Ensaio de tenacidade à fratura interrompido. Orientação do entalhe T-L.

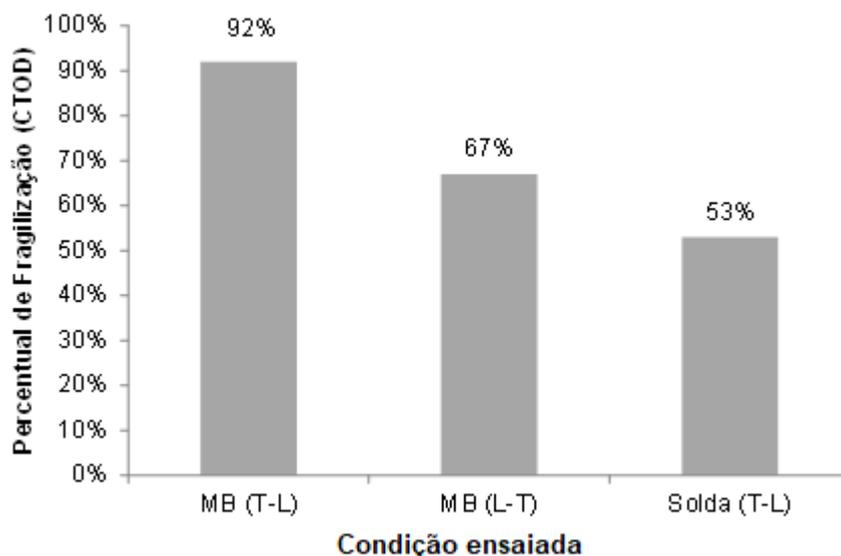
FONTE: Autor, 2016.

O metal base com entalhe disposto na transversal apresentou um valor médio de CTOD de 0,22 mm, quando ensaiado no meio com proteção catódica, representando uma queda de 67% (ver FIGURA 5.17) em relação ao valor obtido na condição ao ar. Em contrapartida, a junta soldada com o entalhe disposto no centro da zona de mistura e paralela a direção de soldagem apresentou a menor queda percentual na condição fragilizada. A junta soldada exibiu uma redução no valor médio do CTOD de 53% (ver FIGURA 5.17), apresentando um valor médio de 0,18 mm. Sugere-se que a menor susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio da junta soldada se deve, principalmente, à redução na difusividade efetiva do hidrogênio já que os sítios de aprisionamento aumentaram devido ao refino de grão. Outro fator que deve ser considerado é a disposição espacial das fases.

Uma das formas de analisar o grau de fragilização de um material é verificar a relação das propriedades de interesse, na condição ao ar e após o ensaio no meio. A FIGURA 5.17 mostra o índice de fragilização dos ensaios de tenacidade à fratura, a partir dos valores médios de CTOD obtidos a partir dos resultados individuais de cada ensaio realizado (ver Equação 20).

$$\text{Índice de fragilização} = 1 - \frac{\text{CTOD no meio}}{\text{CTOD ao ar}} \quad (20)$$

FIGURA 5.17 – ÍNDICE DE FRAGILIZAÇÃO COM BASE NOS VALORES MÉDIOS DE CTOD



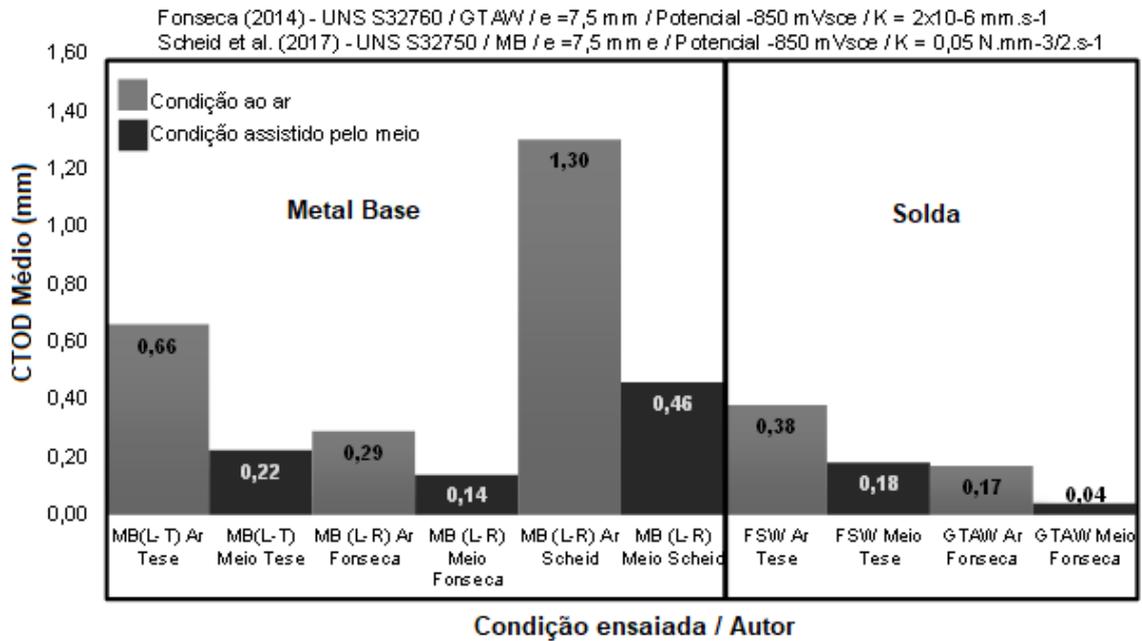
FONTE: Autor, 2020.

Com o objetivo de comparar os resultados de tenacidade à fratura obtidos neste trabalho com os dados disponíveis na literatura, foram selecionados os resultados obtidos pelos autores Fonseca (2014) e Scheid et al. (2017). Estes autores também realizaram ensaios de tenacidade à fratura por flexão em três pontos, em condições de fragilização parecidas e estudaram ligas semelhantes ao AISD investigado. Na FIGURA 5.18 mostra a comparação dos resultados de tenacidade. Ambos os autores utilizaram paredes de tubo como material de ensaio, assim os resultados de tenacidade à fratura para o MB foram obtidos em corpos de prova com orientação L-R. Deste modo, os resultados destes autores foram comparados com os resultados de CTOD obtidos neste trabalho na orientação L-T.

Posto isto, para o MB com o entalhe disposto na direção transversal ao maior alongamento das ilhas de austenita, a redução percentual da tenacidade à fratura, na condição fragilizado, foi de 67% para o trabalho desenvolvido nesta tese. Fonseca (2014) encontrou uma redução de 52% e Scheid et al. (2017) obteve uma redução de 71% na tenacidade à fratura do MB. As diferenças nos valores percentuais de redução podem estar relacionadas com as características microestruturais do material, como: espaçamento interaustenítico, fator de forma das ilhas de austenita, presença de inclusões, tamanho de grão, entre outras variáveis, como o teor de elementos de liga.

Fonseca (2014) produziu soldas pelo processo GTAW com a mesma liga estudada nesta tese (AISD UNS S32760). Neste caso, a tenacidade à fratura da junta soldada ao ar produzida pelo processo FSW apresentou maiores valores de tenacidade, 0,38 mm para FSW e 0,17 mm para processo GTAW. Quando o ensaio foi realizado sob proteção catódica, a junta soldada pelo processo FSW apresentou uma redução na tenacidade de 53%, enquanto que a redução na tenacidade à fratura da junta soldada obtida pelo processo GTAW foi de 76,5%. Estes dados sugerem que a junta soldada produzida pelo processo de fricção e mistura mecânica apresenta menor susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio do que a soldagem convencional por fusão para o aço AISD UNS S32760. Pode-se sugerir que a microestrutura refinada com uma disposição espacial peculiar e balanceada das fases (praticamente não houve alteração das frações de ferrita e austenita) é menos suscetível à fragilização pelo hidrogênio em comparação com uma microestrutura colunar, tradicionalmente obtida na soldagem convencional por fusão.

FIGURA 5.18 – COMPARATIVO DOS RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA OBTIDOS NA TESE COM RESULTADOS DA LITERATURA

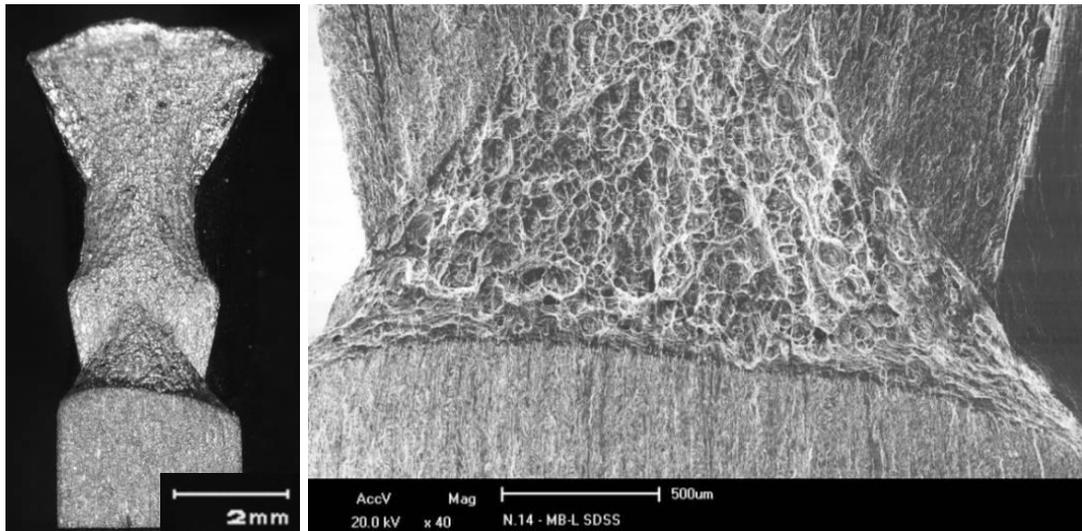


FONTE: Autor, 2020.

5.7 FRACTOGRAFIA DO METAL BASE ENSAIADO AO AR

A FIGURA 5.19 apresenta uma imagem em lupa e uma fractografia em baixo aumento de um corpo de prova de tenacidade à fratura do metal base ensaiado ao ar. Neste caso, o entalhe está na orientação T-L. Pode-se observar que a superfície de fratura é composta de microcavidades, chamadas pela literatura de *dimples*. Isso caracteriza um comportamento dúctil. Em ambas as orientações analisadas (T-L e L-T), o comportamento de tenacidade à fratura foi o mesmo, fratura dúctil por coalescência de microcavidades.

FIGURA 5.19 – IMAGEM EM LUPA E FRACTOGRAFIA DE BAIXO AUMENTO DE UM CORPO DE PROVA TIPO SENB NA CONDIÇÃO MB AO AR COM ENTALHE NA DIREÇÃO LONGITUDINAL

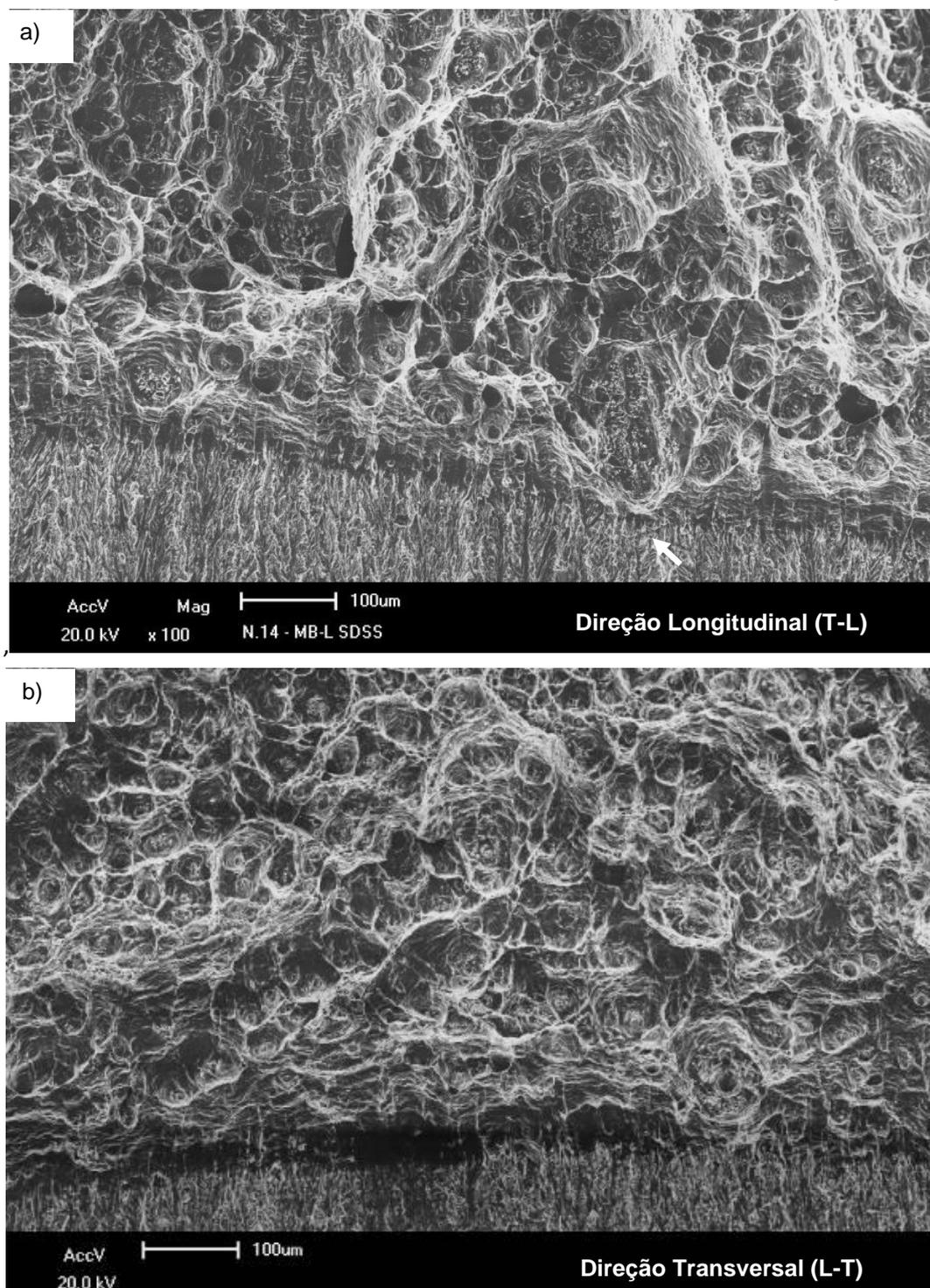


FONTE: Autor, 2016.

De fato, observa-se uma grande quantidade de inclusões no interior das microcavidades e uma pequena influência destas no aspecto das superfícies de fratura, mais especificamente no tamanho de algumas microcavidades. Esta característica é observada principalmente quando o entalhe do corpo de prova está paralelo a direção longitudinal ou direção de laminação (orientação T-L). Neste caso, o entalhe também está paralelo aos aglomerados de inclusões observados na seção de topo do metal base (ver APÊNDICE 6).

A FIGURA 5.20 compara as superfícies de fratura em ambas direções analisadas, longitudinal (T-L) e transversal (L-T). Na fratura com o entalhe na orientação T-L (ver FIGURA 5.20a) observa-se algumas microcavidades maiores, contendo muitas inclusões em seu interior (ver FIGURA 5.21). É consenso na literatura que as inclusões podem reduzir as propriedades mecânicas dos materiais. No caso de materiais hidrogenados, a presença de inclusões pode aumentar a quantidade de interfaces, ou seja, sítios para aprisionamento do hidrogênio. Durante a deformação plástica, as inclusões podem impedir o movimento das discordâncias, auxiliando no processo de fratura denominado pela literatura de *glide-plane decohesion* (ZHENG et al., 2012).

FIGURA 5.20 – COMPARATIVO SUPERFÍCIES DE FRATURA – MB AO AR – DIREÇÕES T-L e L-T

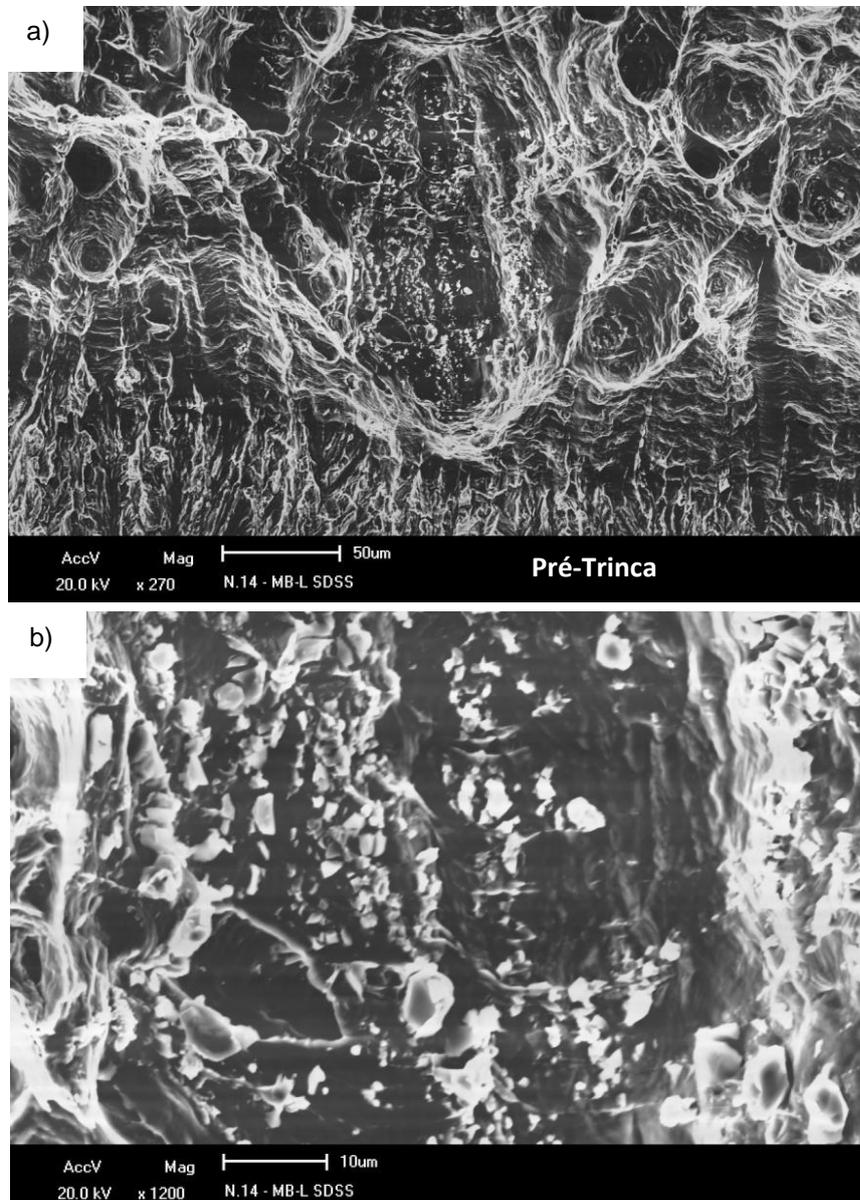


NOTA: MB, Em (a) orientação T-L, CTOD 0,422 mm e em (b) orientação L-T, CTOD de 0,676 mm.

FONTE: Autor, 2016.

A FIGURA 5.21 mostra o interior de uma grande microcavidade contendo muitas inclusões não metálicas (óxidos de Ti e V), esta região é indicada pela seta na FIGURA 5.20a. A microcavidade está localizada logo à frente da pré-trinca, sendo interessante destacar que a zona de estiramento da ponta da trinca, também chamada pela literatura de *stretch zone*, é significativamente menor na região da grande microcavidade que nas regiões adjacentes. Isto pode ser um indicativo da ocorrência de uma menor tenacidade localizada em regiões de acúmulo de inclusões (ver APÊNDICE 6).

FIGURA 5.21 – FRACTOGRAFIA EVIDENCIANDO GRANDE MICROCAVIDADE COM INCLUSÕES



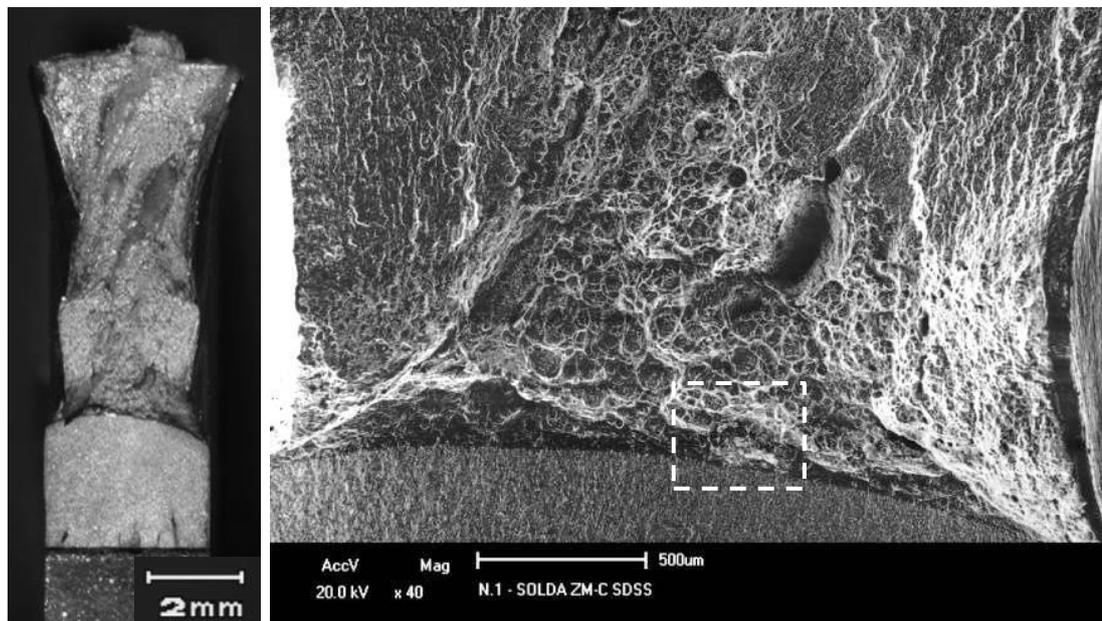
NOTA: MB, orientação do entalhe T-L. Em (a) microcavidade grande logo à frente da pré-trinca e em (b) interior da microcavidade apresentando aglomerado de inclusões.

FONTE: Autor, 2016.

5.8 FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA ENSAIADA AO AR

A FIGURA 5.22 mostra a superfície de fratura da junta soldada, ensaiada ao ar e com o entalhe posicionado no centro da zona de mistura. O entalhe está paralelo à direção de soldagem, mesma direção do metal base T-L. Pode-se observar que a superfície apresenta microcavidades. Isso caracteriza um comportamento dúctil.

FIGURA 5.22 –FRACTOGRAFIA DO CENTRO DA ZONA DE MISTURA DA JUNTA SOLDADA – ORIENTAÇÃO T-L – DIREÇÃO DE SOLDAGEM

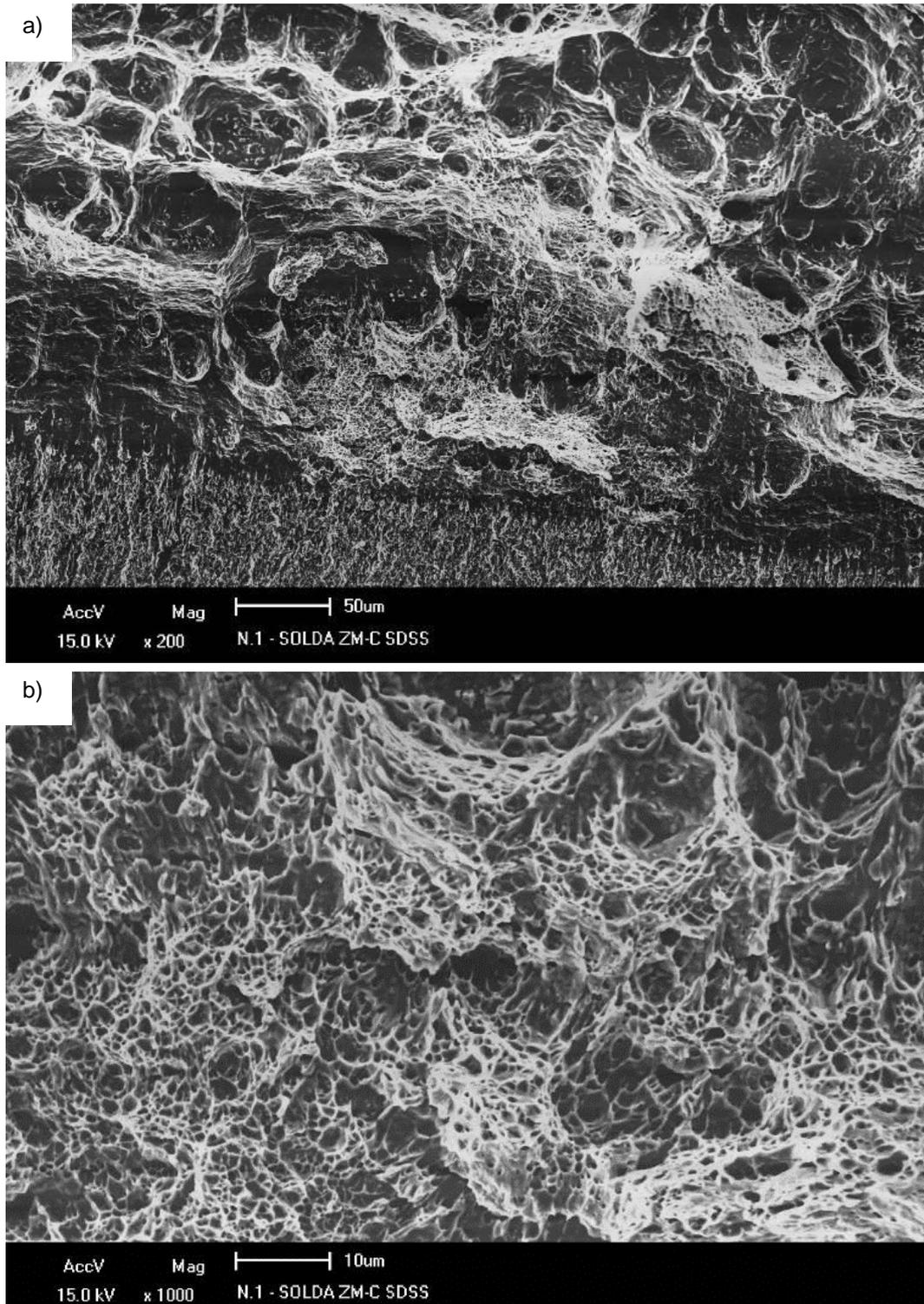


NOTA: Corpo de prova de tenacidade à fratura (solda, orientação T-L, CTOD de 0,355 mm).

FONTE: Autor, 2016.

Com uma análise mais cuidadosa, foram observadas algumas regiões da superfície de fratura composta de *dimples* de tamanho bastante reduzido. A FIGURA 5.23 mostra uma região logo à frente da pré-trinca de fadiga, que evidencia o grande refino microestrutural por conta do processo de soldagem. Também pode-se observar que a zona de estiramento é significativamente menor, do que o observado nas regiões adjacentes. Isto pode ser um indicativo que esta faixa de material refinada pelo processo de soldagem, também resulta em uma região localizada de menor tenacidade.

FIGURA 5.23 – FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA EVIDENCIANDO REGIÃO BASTANTE REFINADA LOGO À FRENTE DA PRÉ-TRINCA



NOTA: (solda, orientação T-L, CTOD de 0,355 mm). (a) observa-se *dimples* no centro do corpo de prova fraturado e região com zona de estiramento reduzida; (b) mostra com mais aumento a região com *dimples* de tamanho bastante reduzido.

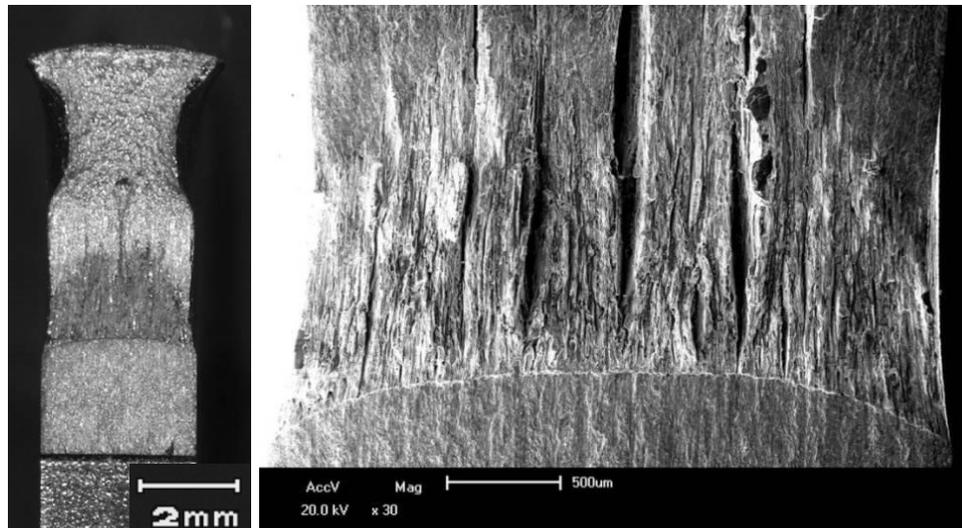
FONTE: Autor, 2016.

5.9 FRACTOGRAFIA DO METAL BASE ENSAIADO NO MEIO

Sob proteção catódica, as superfícies de fratura tiveram a sua aparência significativamente alterada, indicando uma mudança no micromecanismo de falha. A FIGURA 5.24 mostra a fractografia da superfície de fratura de um corpo de prova do metal base, ensaiado no meio e com o entalhe disposto na orientação T-L. O aspecto da fratura é fundamentalmente frágil, ainda que se observe uma pequena parcela de deformação plástica. O mesmo comportamento foi observado para a direção L-T.

Adicionalmente, para ambas as orientações analisadas, foi constatada a presença de muitas trincas secundárias, conhecidas na literatura por delaminações ou *splits* (SIEURIN e SANDSTRÖM, 2006). Estas crescem perpendicularmente à direção da trinca principal e ocorrem principalmente nas interfaces entre as fases. A presença de trincas secundárias ou delaminações leva a supor que a fragilização pelo hidrogênio também afeta a adesão entre as fases deste material bifásico. Vale lembrar que as interfaces entre as fases são consideradas sítios de aprisionamento.

FIGURA 5.24 –FRACTOGRAFIA DO MB EM ENSAIO NO MEIO – DIREÇÃO LONGITUDINAL

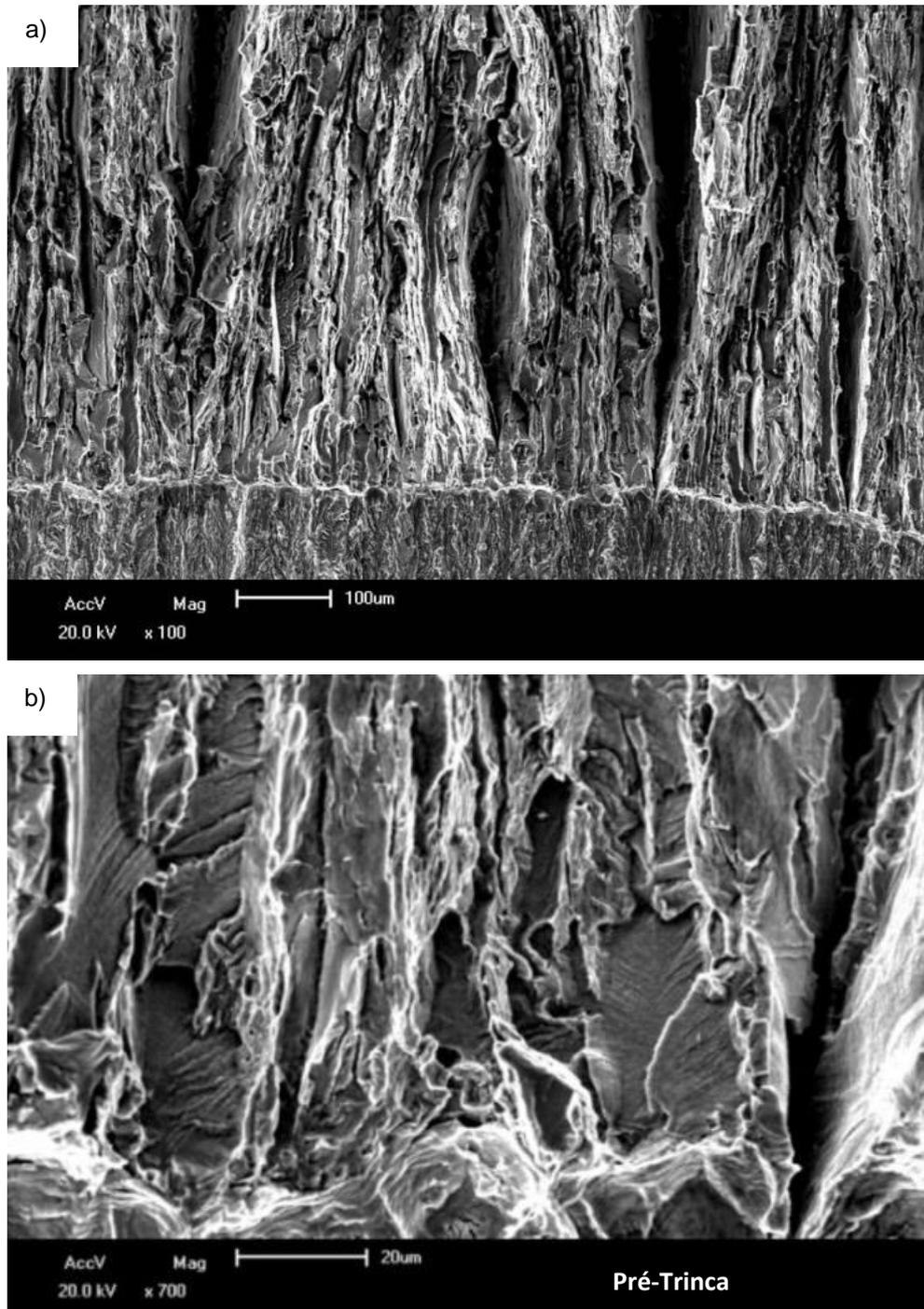


NOTA: Corpo de prova de tenacidade à fratura (MB, orientação T-L, CTOD de 0,055 mm).

FONTE: Autor, 2016.

Ao realizar uma análise com maior aumento (ver FIGURA 5.25), pode-se observar facetas lisas, morfologia típica de fratura frágil, com indícios de deformação plástica entre estas. Na FIGURA 5.25b podem ser observadas fraturas transgranulares apresentando degraus de clivagem em seu interior.

FIGURA 5.25 – FRACTOGRAFIA DO MB (T-L) EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO

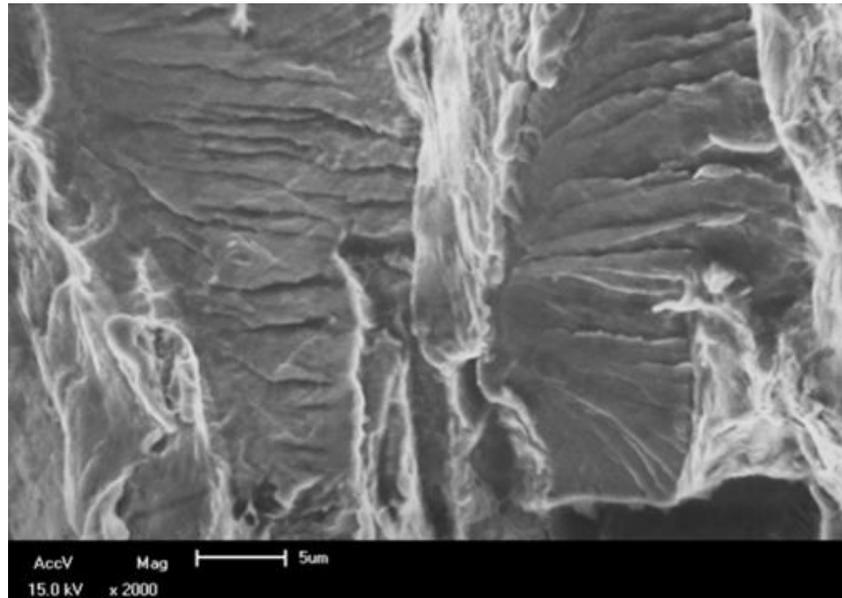


NOTA: (CTOD de 0,055 mm). Em (a) são observadas facetas lisas características de fratura frágil. Em (b) detalhe dos degraus de clivagem observados.

FONTE: Autor, 2016.

A FIGURA 5.26 mostra uma fratura transgranular na ferrita, orientação T-L. Ficam bem evidentes os degraus de clivagem, com deformação plástica residual nas bordas das faces. Este aspecto forma um padrão de fratura frágil conhecido pela literatura como *river pattern* (ASM, 1987).

FIGURA 5.26 – FRATURA TRANSGRANULAR POR CLIVAGEM NA FERRITA FRAGILIZADA



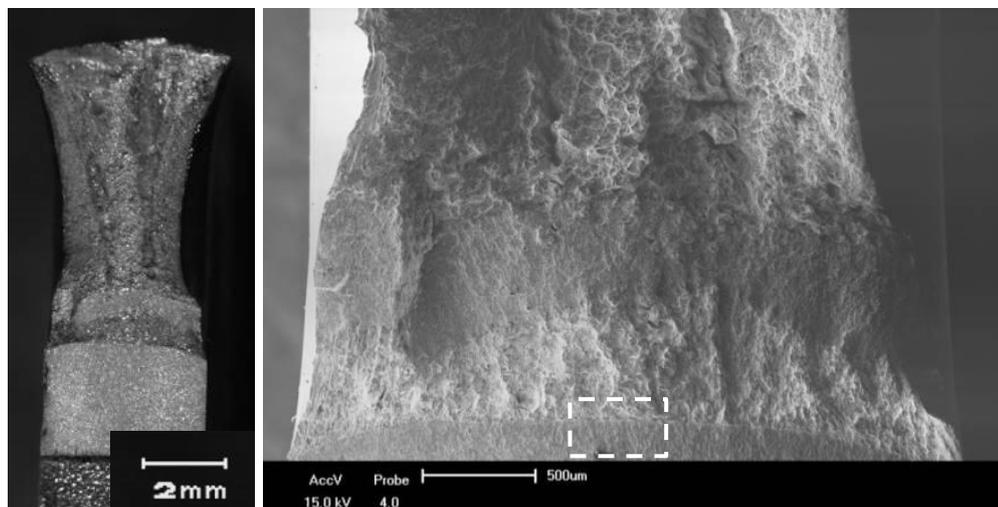
NOTA: Corpo de prova de tenacidade à fratura (MB, orientação T-L, CTOD de 0,017 mm).

FONTE: Autor, 2016.

5.10 FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA ENSAIADA NO MEIO

A FIGURA 5.27 mostra a fractografia em baixo aumento da superfície de fratura de uma junta soldada ensaiada no meio com proteção catódica e com o entalhe posicionado no centro da zona de mistura. Diferentemente do observado na superfície de fratura do MB, não foi constatado o fenômeno de delaminação.

FIGURA 5.27 – FRACTOGRAFIA DE UMA JUNTA SOLDADA EM ENSAIO ASSISTIDO PELO MEIO

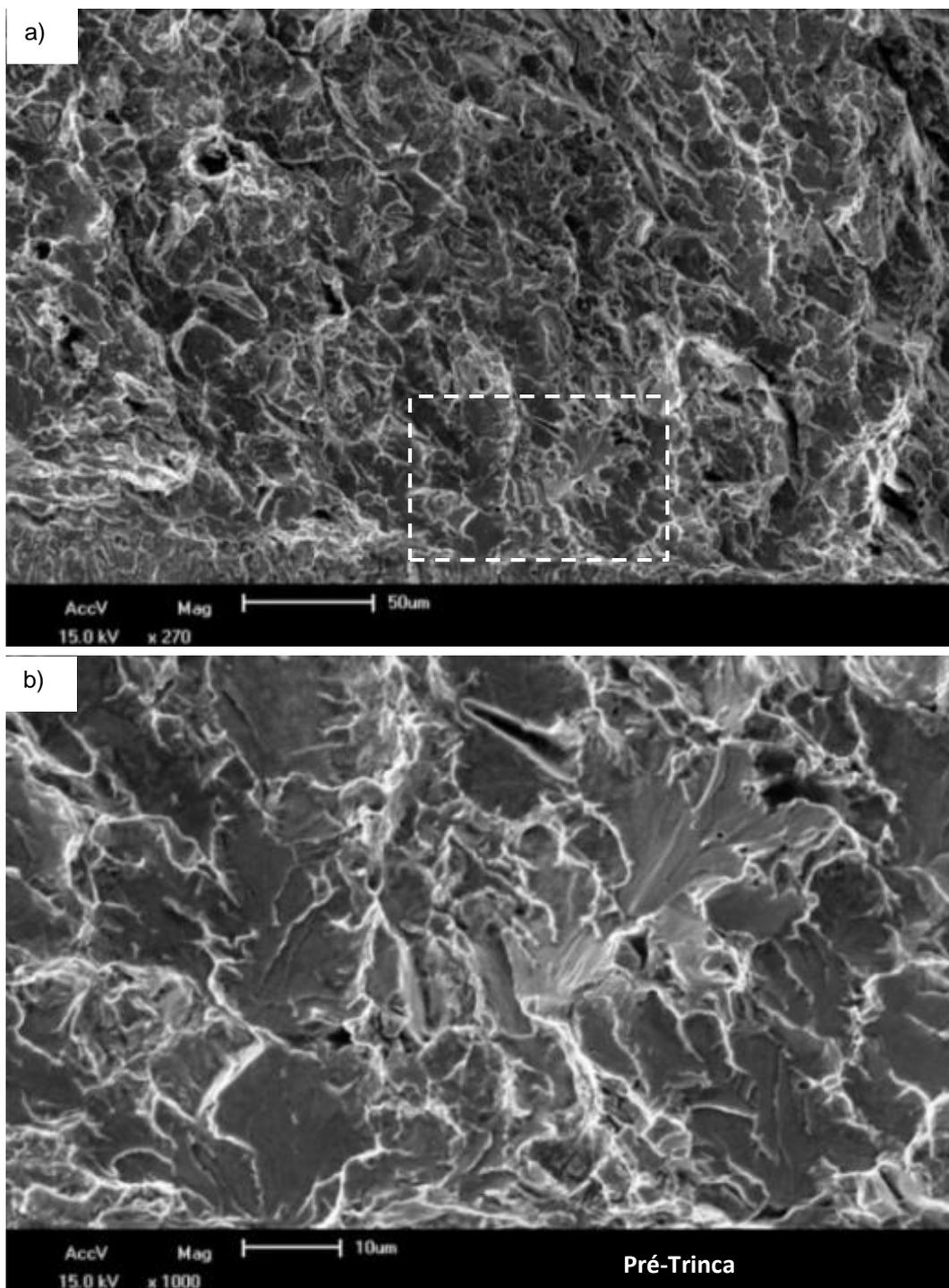


NOTA: Corpo de prova de tenacidade à fratura (solda, orientação T-L, CTOD de 0,164 mm).

FONTE: Autor, 2016.

A superfície de fratura se apresenta com um aspecto liso (ver FIGURA 5.28), com indícios de deformação plástica entre as facetas de clivagem. Nota-se que as facetas de clivagem são menores do que aquelas presentes no metal base.

FIGURA 5.28 – SUPERFÍCIE DE FRATURA DA JUNTA SOLDADA APÓS ENSAIO NO MEIO

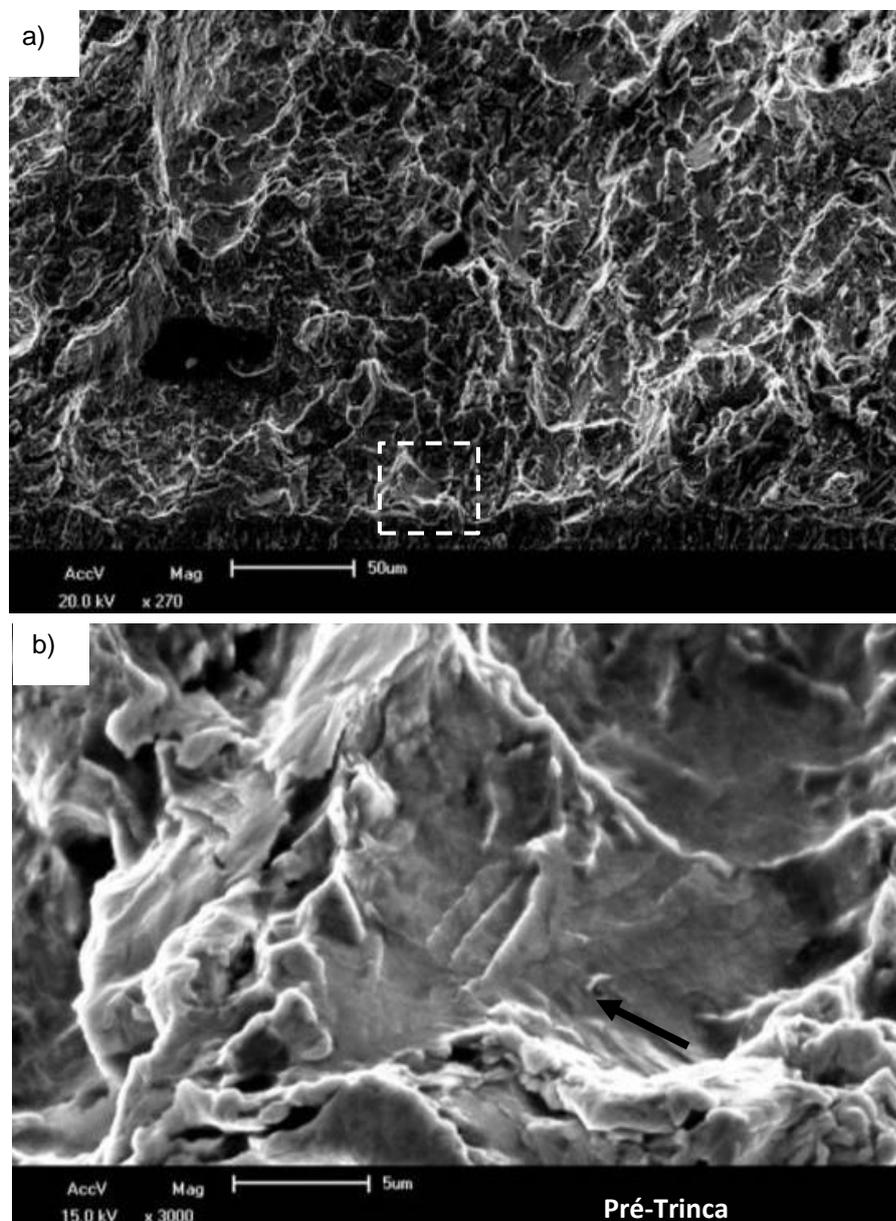


NOTA: Corpo de prova de tenacidade à fratura (solda, orientação T-L, CTOD de 0,164 mm).

FONTE: Autor, 2016.

Ao analisar a superfície de fratura do segundo corpo de prova da junta soldada (ver FIGURA 5.29), observa-se uma morfologia apresentando certa deformação plástica, semelhante às microcavidades observadas nas fraturas ao ar. A seta mostra um conjunto de planos de deslizamento observado no interior de uma microcavidade. Este conjunto de planos forma um padrão de deformação plástica conhecido pela literatura de *serpentine glide* (BEACHEM e MEYN, 1968). Isto caracteriza um comportamento bem mais dúctil do que o observado na condição fragilizada do MB.

FIGURA 5.29 – FRACTOGRAFIA DA JUNTA SOLDADA EM CONDIÇÃO DE PROTEÇÃO CATÓDICA – MECANISMO DÚCTIL – *SERPENTINE GLIDE*



NOTA: Corpo de prova de tenacidade (solda, CTOD de 0,201 mm). (a) região logo à frente da pré-trinca com aspecto dúctil. (b) pequenas facetas de clivagem no interior de microcavidade.

FONTE: Autor, 2016.

6 CONCLUSÕES

Através dos resultados obtidos neste trabalho pode-se concluir que o processo de soldagem por fricção e mistura mecânica reduziu a suscetibilidade do aço inoxidável superdúplex UNS S32760 à fragilização pelo hidrogênio produzido pela proteção catódica.

O estudo realizado sugere que a alteração significativa ocorrida na microestrutura do material, com a formação de uma microestrutura refinada na junta soldada, alterou significativamente a difusividade efetiva do hidrogênio na junta soldada. As principais razões para isso são a redução significativa no tamanho de grão e, por consequência, o aumento da superfície de contornos, que são considerados sítios de aprisionamento de hidrogênio, e a alteração significativa na disposição espacial das fases, produzindo um caminho mais tortuoso para a difusão.

A maior suscetibilidade foi observada no metal base com orientação do entalhe no sentido principal de laminação (T-L). Isto pode ser correlacionado com um caminho preferencial para a difusão do hidrogênio. Nesta orientação, o MB apresenta grãos grosseiros e alongados de ferrita. Assim, presume-se que o encharque pelo hidrogênio e, por consequência, a fragilização do material, é facilitada nessa orientação. Destaca-se que a difusividade do hidrogênio na fase ferrita é na ordem de 10^5 vezes maior que na fase austenita.

Foi observado na microestrutura da zona de mistura da junta soldada que as ilhas de austenita não estão mais tão alongadas, como na microestrutura original. A orientação das ilhas de austenita se alterou em um ângulo de praticamente 90° para as orientações de topo e longitudinal da junta soldada. Assim, presume-se que a nova disposição das fases aumentou a dificuldade de difusão do hidrogênio na matriz ferrítica, além de dificultar o avanço da trinca, em comparação com a microestrutura original.

Em relação aos micromecanismos de fratura, a junta soldada, apesar de estar na condição de fragilizada pelo hidrogênio, apresentou um mecanismo de deformação plástica conhecido na literatura como *serpentine glide*. As fractografias evidenciam características bem menos frágeis que as observadas na condição de metal base fragilizado, onde foi verificado a predominância da fratura frágil por clivagem de maneira transgranular na fase ferrita.

7 TRABALHOS FUTUROS

Como forma de complementação deste trabalho sugere-se algumas análises complementares, além da continuidade do desenvolvimento do processo de soldagem por FSW em aços inoxidáveis dúplex:

- Ensaio de resistência à corrosão da junta soldada.
- Ensaio de permeabilidade de hidrogênio da junta soldada.
- Soldagem de tubulação de aços inoxidáveis dúplex pela técnica FSW.
- Soldagem FSW de chapas de AISD em maiores espessuras.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

T. L. ANDERSON, **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. 3ed., Boca Raton, Taylor and Francis Group, 2005.

W. J. ARBEGAST, et al., Post-Weld Aging of Friction Stir Welded Al 7249 Extrusions. **6th International Trends in Welding Research Conference Proceedings**, Pine Mountain, GA, USA, April 15 – 19, 2002, ASM International, 312-317, 2003.

ASM Handbook, **Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys**. ASM International, USA, Vol.1, 2005.

ASM Handbook, **Fractography**. ASM International, USA, Vol.12, 1987.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A923-08**: Standard Test Methods for Detecting Detrimental Intermetallic Phase in Duplex Austenitic/Ferritic Stainless Steels. West Conshohocken, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D1141-08**: Standard Practice for the Preparation for the Substitute Ocean Water. United States, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E3-95**: Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, United States, 1995.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1820**: Standard Test Method for Measurement for Fracture Toughness. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, United States, 2011.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1823**: Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing. American Society for Testing and Materials. West Conshohocken, United States, 2011.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E399-17**: Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials. West Conshohocken, United States, 2017.

AMERICAN WELDING SOCIETY, **Welding Handbook: Materials and Applications**, Eighth Edition, 1996, Volumes 3 and 4.

P. ATKINS, L. JONES, **Princípios de química: questionando a vida moderna e o meio ambiente**. 5. Ed. Porto Alegre, Bookman, 2012.

R. BADJI, B. BACROIX, M. BOUABDALLAH, Texture, microstructure, and anisotropic properties in annealed 2205 duplex stainless steel welds. **Materials Characterization**, No. 62 (2011), pp. 833–843.

BARENBLATT, G. I., The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture. **Advances in Applied Mechanics**, Vol. VII, Academic Press, 1962, pp. 55–129.

A. BARNOUSH, **Hydrogen embrittlement**. Thesis. Saarbrücken: Saarland University, 2011.

C. BEACHEM; MEYN D. A., Fracture by Microscopic Plastic Deformation Processes). **Electron Fractography**, ASTM STP 436 1968; 59–88.

C. BEACHEM, A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen “embrittlement”). **Metallurgical and Materials Transactions B** 1972; 3: 441–455.

H. K. D. H. BHADESHIA, Prevention of Hydrogen Embrittlement in Steels, **ISIJ International**, Cambridge, Vol. 56, No. 1, pp. 24-36, 2016.

H. K. BIRNBAUM, Mechanisms of hydrogen related fracture of metals. Report: USN 00014-83-K-0468. Urbana Champaign: University of Illinois, 1989.

H. K. BIRNBAUM, P. SOFRONIS, Hydrogen-enhanced localized plasticity – a mechanism for hydrogen-related fracture. **Materials Science Engineering A** 1994; 176: 191–202.

J. O. M. BOCKRIS, J. McBRENN, L. NANIS, The hydrogen evolution kinetics and hydrogen entry into-iron. **Journal of The Electrochemical Society**, 1965; 112:1025–1031.

G. BRANDOLIN, **Avaliação da Difusividade e Permeabilidade do Hidrogênio em Diagramas Confeccionados em Ligas 625**, Trabalho de Conclusão de Curso, Rio de Janeiro, UFRJ/Escola Politécnica, 2012.

D. BROEK, **Elementary Engineering Fracture Mechanics**, Martinus Nijhoff Publishers, 3 ed., 1982.

BRITISH STANDARD **BS 7448-1**: Fracture Mechanics Toughness Tests – Part 1: Method for determination of K_{IC} critical CTOD and critical J values of metallic materials. 1991.

BRITISH STANDARD **BS 7448-4**: Fracture Mechanics Toughness Tests – Part 4: Method for determination of fracture resistance curves and initiation values for stable crack extension in metallic materials, 1997.

BRITISH STANDARD **BS 7910**: Guide to methods for assessing the acceptability of flaws in metallic structures. 2005.

BRITISH STANDARD **BS EN ISO 15156-1**: Petroleum and natural gas industries – Materials for use in H₂S-containing environments in oil and gas production – Part 1: General principles for selection of cracking-resistant materials. 2009.

BRITISH STANDARD **BS EN ISO 15156-2**: Petroleum and natural gas industries – Materials for use in H₂S-containing environments in oil and gas production – Part 2: Cracking-resistant carbon and low-alloy steels, and the use of cast irons. 2009.

BRITISH STANDARD **BS EN ISO 15156-3**: Petroleum and natural gas industries – Materials for use in H₂S-containing environments in oil and gas production – Part 3: Cracking-resistant CRAs (corrosion resistant alloys) and other alloys. 2009.

BRITISH STANDARD **BS EN ISO 15653**: Metallic materials – Method of test for the determination of quasistatic fracture toughness of welds. 2010.

W. D. JR. CALLISTER, **Materials Science and Engineering: An Introduction**. 4 ed. New York: J Wiley & Sons, 2007.

L. CEDERQVIST, A. P. REYNOLDS, Factors Affecting the Properties of Friction Stir Welded Aluminum Lap Joints, **Welding Research Supplement**, 281-287, Dec. 2001.

Y. F. CHENG, Stress corrosion cracking of pipelines. John Wiley Inc., USA, 2013.

V. CHIAVERINI, **Tecnologia Mecânica – Vol. 3 - Materiais de Construção Mecânica**. 2^o ed., São Paulo, Pearson Education do Brasil, 1986.

W.Y. CHOO, J. YOUNG LEE, Thermal Analysis of Trapped Hydrogen in Pure Iron. **Metallurgical Transactions**, A 13 (1982) 135–140.

S.L. CHOU, W.T. TSAI, Hydrogen embrittlement of duplex stainless steel in concentrated sodium chloride solution. **Materials Chemistry and Physics** 60, 1999, pp. 137-142.

S.L. CHOU, W.T. TSAI, Effect of the grain size on the hydrogen-assisted cracking in duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering** (A270), 1999, pp. 219-224.

J. ÓWIEK, Prevention methods against hydrogen degradation of steel. **Journal of Achievements in Materials Manufacturing Engineering**, 2010; 43: 214–221.

L. S. DARKEN and R. P. SMITH, Behaviour of Hydrogen in Steel During and After Immersion in Acid: **Corrosion**, 1949, 5(1), 1-16.

H. A. DAYNES, The process of diffusion through a rubber membrane, **Proceedings of The Royal Society A**, Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 1920.

DET NORSKE VERITAS Recommended Practice **DNV-RP-F112** Design of Duplex Stainless-Steel Subsea Equipment Exposed to Cathodic Protection, Norway, 2008.

DEUTSCHES INSTITUT FUR NORMUNG **DIN 50125**: Testing of metallic materials – Tensile Test Pieces. Berlin, 2009.

- A. DHOOGHE, E. DELEU, Weldability and fracture behaviour for Duplex and Super Duplex Stainless Steels. **Duplex Stainless Steels – 2nd World Conference - TWI**. Glasgow, 1994.
- N. DIALAMI, M. CERVERA, M. CHIUMENTI Effect of the Tool Tilt Angle on the Heat Generation and the Material Flow in Friction Stir Welding. **MDPI – Metals**. 2019.
- S. K. DWIVEDI, M. VISHWAKARMA, Hydrogen Embrittlement in different materials: A review. **International Journal of Hydrogen Energy**. 2018, 43: 21603-21616.
- M. ELBOUJDAINI, RW REVIE, Metallurgical factors in stress corrosion cracking (SCC) and hydrogen-induced cracking (HIC). **Journal of Solid-State Electrochemistry**, 2009; 13: 1091–1099.
- A. M ELHOUD, N. C. RENTON, W. F. DEANS, Hydrogen embrittlement of super duplex stainless steel in acid solution. **International Journal of Hydrogen Energy**, 35, 2010, pp. 6455-6464.
- N. ELIAZ, et al., Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels. **Engineering Failure Analysis**, 2002; 9: 167–184.
- A. A. EL-YAZGI e D. HARDIE, The Embrittlement of a Duplex Stainless Steel by Hydrogen in a variety of environments. **Corrosion Science**, Vol. 38, No 5. pp. 735-744, 1996.
- M. ESMAILZADEH, et al., Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Welded Lean Duplex Stainless Steel. **Materials Science & Engineering A**, 561, 2013, pp. 486-491.
- J. E. F. FONSECA, **Estudo da Tenacidade à Fratura de um Tubo Soldado do Aço Inoxidável Super Dúplex UNS S32760**. 2014. 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.
- E. I. GALINDO-NAVA, B. I. Y. BASHA, P. E. J. RIVERA-DÍAZ-DEL-CASTILLO, Hydrogen transport in metals: Integration of permeation, thermal desorption and degassing, **Journal of Materials Science & Technology** 33 (2017) 1433-1447.
- R. P. GANGLOFF, Hydrogen assisted cracking of high strength alloys, in Milne I, Ritchie RO, KB, editors. **Comprehensive Structural Integrity**. New York: Elsevier, 2003: 31–101.
- R. P. GANGLOFF, B. P. SOMERDAY, editors. **Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies: the problem, its characterisation and effects on particular alloy classes**. Woodhead Publishing, 2012: 347–378.
- W. GORDON, A.V. BENNEKOM, Review of stabilization of ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v.12, p.126-131, 1996.

D. H. HERRING, Hydrogen Embrittlement, **Wire Forming Technology International**, USA, 2010.

R.W. HERTZBERG, Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, 3rd edition. by John Wiley & Sons, New York, 1989.

J. HIRTH, Effects of hydrogen on the properties of iron and steel. **Metallurgical Materials Transactions A** 1980; 11: 861– 890.

R. M. B. HORTA, 2015, Proteção Catódica – O Efetivo Combate à Corrosão – Petrobras/UO-BC/IPP/EISUP, 2015.

F. IACOVIELLO, et al., Hydrogen embrittlement in a 2101 lean Duplex Stainless Steel. **Procedia Structural Integrity** 18 (2019), 391-398.

IMOA, Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel. 2d edition. **International Molybdenum Association** (IMOA), London, 2009.

INTERNATIONAL STANDARD ORGANIZATION, **ISO 6892-1**: Metallic materials – Tensile testing – Part 1: Method of test room temperature. 2009.

INTERNATIONAL STANDARD ORGANIZATION, **ISO 25239-1**: Friction Stir Welding – Aluminium – Part 1: Vocabulary. 2011.

ISSF, **Stainless Steels in Figures 2017**, International Stainless-Steel Forum, 2017.

A. K. A. JAWWAD, M. MAHDI, N. ALSHABATAT, The role of service-induced residual stress in initiating and propagating stress corrosion cracking (SCC) in a 316 stainless steel pressure-relief-valve nozzle set, **Engineering Failure Analysis** 105 (2019) 1229-1251.

W. H. JOHNSON, On Some Remarkable Changes Produced in Iron and Steel by Action of Hydrogen and Acids, **Proceedings of the Royal Society of London**, London, 23 (1875), 168.

H. E. KISSINGER, Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis, *Anal. Chem.* 29 (1957) 1702–1706.

E. L. O. KOZMINSKI, **Análise Microestrutural e Avaliação Mecânica de Juntas Soldadas por Fricção e Mistura Mecânica (FSW) do Aço Inoxidável Dúplex**. 2015. 113 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

C. E. F. KWIETNIEWSKI, et al., Hydrogen Induced Stress Cracking on Superduplex Stainless Steel Under Cathodic Protection. **Proceedings of the 33th International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering**, OMAE, 2014.

S. KIM, T. J. MARROW, Application of Electron Backscattered Diffraction to Cleavage Fracture in Duplex Stainless Steel, **Scripta Materialia**, Vol. 40, No. 12, pp. 1395-1400, 1999.

K. F. KRYSIAK, Welding Behavior of Ferritic Stainless Steel - An Overview. *Welding Journal*, v. 65, n.4, p.37-41, 1986

G. KRAUSS, **Steels: Processing, Structure, and Performance**. 2 ed. ASM International, 2005.

M. A. LAGE, **Avaliação da Tenacidade à Fratura de Juntas Soldadas do Aço inoxidável Superdúplex UNS S32750 com Diferentes Aportes Térmicos na Presença de Hidrogênio**. 2014. 82 f. Monografia – UFRJ, Rio de Janeiro, 2014.

M. A. LAGE, K. S. ASSIS, O. R. MATTOS, Hydrogen influence on fracture toughness of the weld metal in super duplex stainless steel (UNS S32750) welded with two different heat input. *International Journal of Hydrogen Energy* XXX (2015) 1-9.

A. LASIA, D. GREGOIRE, General model of electrochemical hydrogen absorption into metals. *Journal of The Electrochemical Society* 1995; 142:3393–3399.

R. A. LEITE, **Avaliação da Tenacidade à Fratura de uma Junta Soldada de um Aço Inoxidável Super Dúplex com a utilização de Proteção Catódica**. 2009. 121 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

X. Z. LIANG et al., Hydrogen embrittlement in super duplex stainless steels. *Materialia* 9, 2020.

LIENERT T.J., STELLWAG W. L. Jr., LEHMAN L. R, Comparison of Heat Inputs: Friction Stir Welding vs. Arc Welding, **University of South Carolina**, USA, 2019.

M. LINO, **Hydrogen-induced blister cracking of linepipe steel**. In: Oriani RA, Hirth JP, Smialowski M, editors. *Hydrogen degradation of ferrous alloys*: Park Ridge, NJ: Noyes Publications, 1985: 737–762.

Q. LIU, A. ATRENS, A critical review of the influence of hydrogen on mechanical properties of medium-strength steels, *Corrosion Reviews* 2013; 31(3-6): 85-103

D. LOHWASSER, Z. CHEN, **Friction Stir Welding: From Basics to Applications**. Woodhead Publishing Limited, UK, 2010.

W. C. LUU, P. W. LIU, J.K. WU, Hydrogen transport and degradation of a commercial duplex stainless steel. *Corrosion Science and Engineering* 44, 2002, pp. 1783-1791.

S. P. LYNCH, Environmentally assisted cracking: overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process. *Acta Metallurgica*, 1988; 36: 2639–2661.

S. P. LYNCH, Comments on “A unified model of environment-assisted cracking”. *Scripta Materialia*, 2009; 61: 331–334.

S. P. LYNCH, Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. *Corrosion Reviews*, 2012; 30: 105–123.

S. B. LYON, Corrosion of Carbon and Low Alloy Steels. **Corrosion and Protection Centre**, School of Materials, Ed. Elsevier, 2010, University of Manchester, Manchester, UK.

P. J. L. MELCHER, **Tenacidade à Fratura de Aços Estruturais que Apresentam Delaminações**. Dissertação de Mestrado – UFRJ/COPPE, 2014.

R. S. MISHRA, Z. Y. MA, Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering R** 50 (2005) 1-78

A. M. MOHAMMED, A. S. KULKARNI, P. SATHIAYA, G. SUNKULP, The Impact of Heat Input on the Strength, toughness, microhardness, microstructure and corrosion aspects of friction welded duplex stainless steel joints. **J. M. Proc.**, 18 (2015) 92-106.

N. MUKHOPADHYAY, et al., Hydrogen embrittlement failure of hot dip galvanised high tensile wires. **Engineering Failure Analysis**, 1999; 6: 253–265.

M. NAGUMO, Hydrogen related failure of steels – a new aspect. **Materials Science and Technology**, 2004; 20: 940–950.

H. G. NELSON, Hydrogen embrittlement. In: Briant CL, Banerji SK, editors. **Treatise on Materials Science and Technology**. New York: Academic Press, 1983:275–359.

NORSOK, Workshop. **Design Guideline to Avoid Hydrogen Induced Stress Cracking in Subsea Duplex Stainless Steels**. October 2005.

V. OLDEN, et al., Influence of hydrogen from cathodic protection on the fracture susceptibility of 25% Cr duplex stainless steel – Constant load SENT testing and FE-modelling using hydrogen influenced cohesive zone elements. **Engineering Fracture Mechanics**, 76, 2009, pp. 827-844.

R. A. ORIANI, The diffusion and trapping of hydrogen in steel, *Acta Metall.* 18 (1970) 147-157.

R. A. ORIANI, J.P. HIRTH, M. SMIALOWSKI., Hydrogen degradation of ferrous alloys, Park Ridge, NJ: **Noyes Publications**, 1985.

OWCZAREK E., ZAKROCZYMSKI T., **Acta Materialia**, 48 (2000) 3059.

N. J. PETCH, P. STABLES, Delayed fracture of metals under static load. **Nature** 1952; 169: 842–843.

T. P. PERNG, J. K. WU, A brief review note on mechanisms of hydrogen entry into metals. **Materials Letters**, 2003; 57: 3437–3438.

J. PILHAGEN, The fracture mechanisms in duplex stainless steel at sub-zero temperature, Doctoral Thesis, **KTH Royal Institute of Technology**, Stockholm, 2013.

PFEIL L. P., The Effect of Occluded Hydrogen on the Tensile Strength of Iron, **Proceedings of The Royal Society A**, London, 112 (1926), 182.

K. V. POPOV, E. P. NECHAI, Theory of hydrogen embrittlement of metals. **Physical-Chemical Mechanical Materials**, 1967; 3: 459–473.

V.S. RAJA, T. SHOJI, **Stress corrosion cracking: theory and practice**. Cambridge: Woodhead Publishing, 2011: 90–126.

A.P. REYNOLDS, W. TANG, Alloy, tool geometry, and process parameter effects on friction stir welding energies and resultant FSW joint properties. **Friction Stir Welding and Processing**, TMS, 15–23, 2001.

T. F. A. SANTOS, **Avaliação Microestrutural e de desempenho de juntas soldadas de aços inoxidáveis dúplex por atrito com pino consumível**. 2012. 189f. Tese, Unicamp, 2012.

Y. S. SATO, et al., Microstructure and Mechanical Properties of Friction Stir Welded SAF 2507 Super Duplex Stainless Steel. **Mat. Sc. & Eng. A**, 397, 2005, pp. 376-384.

A. SCHEID, et al., The microstructure effect on the toughness of ferritic Ni-alloyed steels. **Materials Science & Engineering A** 661 (2016) 96-104.

A. SCHEID, et al., Effect of K-rate and Cathodic Protection Potential on Fracture Toughness of the Super Duplex Stainless Steel UNS S32750. **Engineering Fracture Mechanics** 184 (2017) 296-306.

H. SIEURIN, R. SANDSTRÖM, Fracture Toughness of a Welded Duplex Stainless Steel. **Engineering Fracture Mechanics** 73, 2006, pp. 377-390.

B. R. S. SILVA, F. SALVIO, D. S. SANTOS, Hydrogen induced stress cracking in UNS S32750 super duplex stainless steel tube weld joint. **International Journal of Hydrogen Energy**, vol. 40, pp. 17091 – 17101, 2015.

M. E. STROE, **Hydrogen Embrittlement of Ferrous Materials**. Thesis: Materials Science and Electrochemistry Group, Université Libre de Bruxelles, 2006.

A. SWIERCZYNSKA et. al., Hydrogen-embrittlement of X2CrNiMoCuN25-6-3 super duplex welded joints under cathodic protection. **Constr. and Build. Mat.** 2020; 238.

J. TORIBIO, Hydrogen-plasticity interactions in pearlitic steel: a fractographic and numerical study. **Materials Science and Engineering A** 1996; 219: 180–191.

A. R. TROIANO, The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behaviour of metals. **Transactions of ASM** 1960; 52: 54–80.

W.T. TSAI, S.L. CHOU, Environmentally assisted cracking behaviour of duplex stainless steel in concentrated sodium chloride solution. **Corrosion Science**, 42, 2000, pp. 1741-1762.

A. TURNBULL, R.B. HUTCHINGS, Analysis of hydrogen atom transport in two phase alloy. **Materials Science and Engineering** (A177), 1994, pp. 161-171.

J. VERNA, R. V. TAIWADE, Effect of welding processes and continuous on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of duplex stainless steel weldments – A review. **Journal Manufacturing Processes**, 2017, 25: 134-152.

R.P. VITIELLO, **Trincamento Sob Tensão Induzido pelo Hidrogênio em Aços Superdúplex Submetidos à Proteção Catódica**. 2009. 97 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009.

V. G. VOORT, **Microstructure of Stainless Steels**, Buehler Ltd. USA (2006).

L. SCHAEFFER, **Conformação Mecânica**, Imprensa Livre, 168p, Porto Alegre, 1999.

R. J. SILBEY, R. A. ALBERTY, **Physical Chemistry** – 3 ed, John Wiley&Sons, 2000.

WELLS, A. A., Unstable Crack Propagation in Metals: **Cleavage and Fast Fracture Proceedings of the Crack Propagation Symposium**, Vol. 1, Paper 84, UK, 1961.

C.S. WIESNER, Toughness Requirements for Duplex and Super Duplex Stainless Steels. TWI, **Duplex Stainless Steels – 5th World Conference**, 1997.

M.C. YOUNG, et al., Hydrogen-Enhanced Cracking of 2205 Duplex Stainless Steel Welds. **Materials Chemistry and Physics**, 91, 2005, pp. 21-27.

C. ZAPFFE, C. SIMS, Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel. **Transactions of Metallurgical Society of AIME** 1941; 145: 225–271.

T. ZAKROCZYMSKI, **Entry of hydrogen into iron alloys from the liquid phase**. In: Oriani RA, Hirth JP, Smialowski M, editors. Hydrogen degradation of ferrous alloys. Park Ridge, NJ: Noyes Publications, 1985: 215–224.

T. ZAKROCZYMSKI, A. GLOWACKA, W. A. SWIATNICKI, Effect of Hydrogen Concentration on the Embrittlement of a Duplex Stainless Steel. **Corr. Sc.**, 47, 2005.

T. ZAKROCZYMSKI, E. OWCZAREK, Electrochemical Investigation of Hydrogen Absorption in a Duplex Stainless Steel, **Acta Materialia**, 50 (2002) 2701.

A. ZEEMANN, <https://www.linkedin.com/pulse/fragilização-pelo-hidrogênio-annelise-zeemann>, 2016.

Z. ZHANG, et al., Microstructure evolution and mechanical properties of briefly heat-treated SAF 2507 super duplex stainless steel welds. **Constr. and Build. Mat.** 2018.

W. ZHENG, D. HARDIE, The Effect of Hydrogen on the Fracture of Commercial Duplex Stainless Steel. **Corrosion Science**, Vol. 32, No. 1, pp. 23-36, 1991.

L. ZHENG, et al., Mechanism of Intermediate Temperature Embrittlement of Ni and Ni-based Superalloys, **Critical Rev. Solid State & Materials Sc.**, 37:181-214, 2012.

APÊNDICE 1 – FERRAMENTA USADA NA PRIMEIRA ETAPA EXPERIMENTAL

A ferramenta utilizada na primeira etapa experimental apresenta um desgaste prévio significativo e pino com 4 mm de altura (ver FIGURA 6.1).

FIGURA 6.1 – FERRAMENTA DE PCBN UTILIZADA NA PRIMEIRA ETAPA EXPERIMENTAL



FONTE: Autor, 2014.

APÊNDICE 2 – DESENVOLVIMENTO REALIZADO NA PRIMEIRA EXPERIMENTAL

TABELA 6.1 – PRINCIPAIS PARÂMETROS DE SOLDAGEM E RESULTADOS OBTIDOS

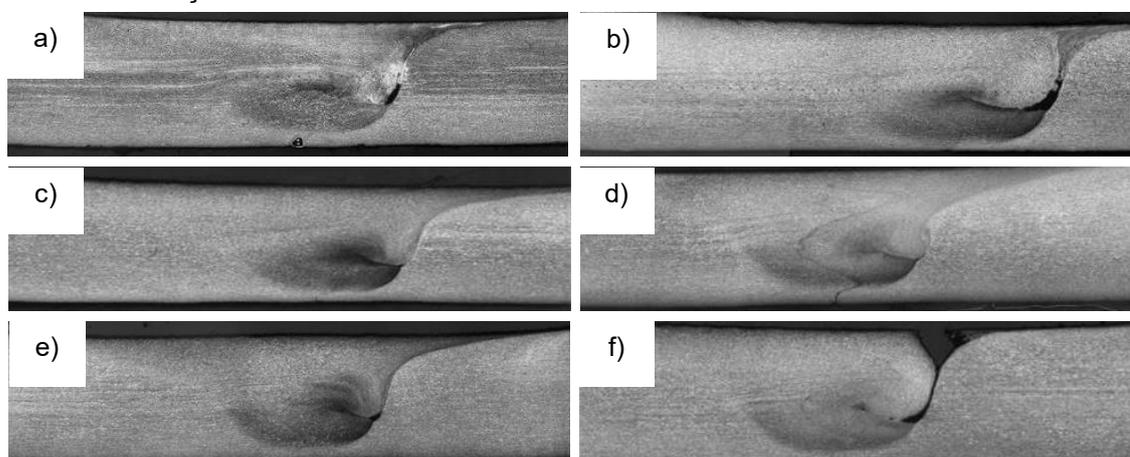
No.	NOME	VELOCIDADE (mm/s)	ROTAÇÃO (rpm)	FORÇA Z (kN)	TORQUE (N.m)	APORTE TÉRMICO (kJ/mm)	TAMANHO WORMHOLE (mm)	OBSERVAÇÃO
1	1546	1	500	30	47,9	2,51	0,48	Controle de posição
2	1547	2	500	30	48,8	1,28	0,73	Controle de posição
3	1657	1	500	35	51,3	2,69	0,82	Termopar na raiz
4	1674	1	500	40	55,0	2,88	1,64	Rebarba excessiva
5	1685	1	400	40	65,7	2,75	0,17	-
6	1686	2	400	40	71,5	1,50	0,16	Melhor resultado
7	1687	3	400	40	81,0	1,13	0,66	-
8	1712	2	400	45	78,2	1,64	0,26	-
9	1713	3	500	50	74,6	1,31	0,51	Defeito face solda

NOTA: A melhor solda foi a de número seis (destacada em negrito). O tamanho do defeito de *wormhole* foi medido na seção transversal da junta soldada, através de uma linha horizontal.

FONTE: Autor, 2014.

Na FIGURA 6.2 pode ser observado algumas soldas com defeito conhecido como *wormhole*, formado sempre no lado de avanço da zona de mistura.

FIGURA 6.2 – SEÇÕES TRANSVERSAIS DAS SOLDAS OBTIDAS NA PRIMEIRA ETAPA PRÁTICA



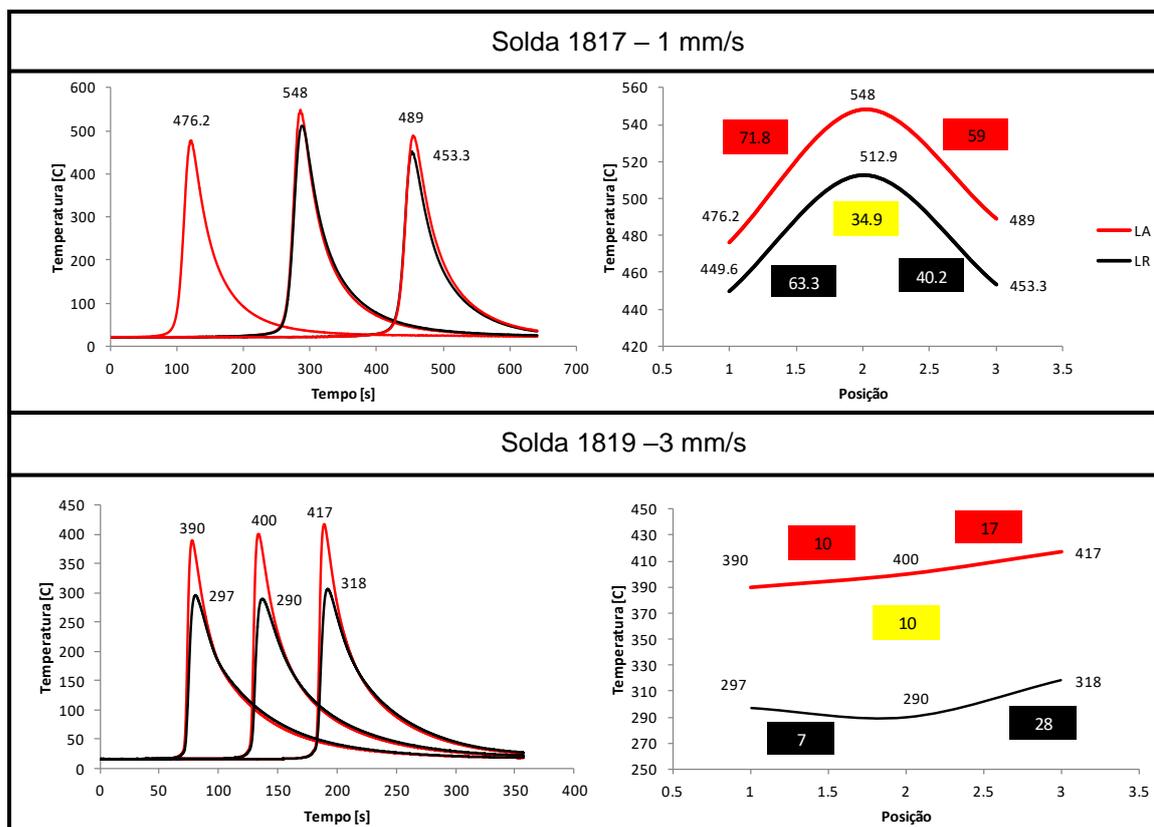
NOTA: (a) solda no. 3; (b) solda no. 4; (c) solda no. 5; (d) solda no. 6, melhor resultado experimental, ou seja, menor tamanho do defeito *wormhole*; (e) solda no. 8 e (f) solda no. 9.

FONTE: Autor, 2014.

APÊNDICE 3 – PERFIL TÉRMICO DAS SOLDAS DA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL

A FIGURA 6.3 apresenta o perfil térmico das soldas realizadas na segunda etapa experimental com a ferramenta nova. Estas foram realizadas com velocidade de soldagem de 1 e 3 mm/s, respectivamente. Isto representa um aporte térmico de 2,34 e 1,06 kJ/mm. Os termopares foram dispostos a 15 mm do centro da solda, inseridos através de furos pela parte superior das chapas e foram posicionados no início, meio e no final das chapas soldadas. As linhas em vermelho representam o perfil térmico do lado de avanço da zona de mistura (ZM-LA), enquanto que as linhas pretas representam o perfil térmico do lado de retrocesso da zona de mistura (ZM-LR). A solda 1819 foi a solda investigada neste trabalho. Analisando os gráficos percebe-se que ao aumentar a velocidade de soldagem, o pico de temperatura diminui e reduz significativamente a diferença entre as temperaturas de início, meio e fim da solda. O perfil térmico desenvolvido na solda com velocidade de 3 mm/s, apresenta a menor variação de temperatura, ou seja, um perfil térmico mais homogêneo.

FIGURA 6.3 – PERFIL TÉRMICO DAS SOLDAS 1817 E 1819

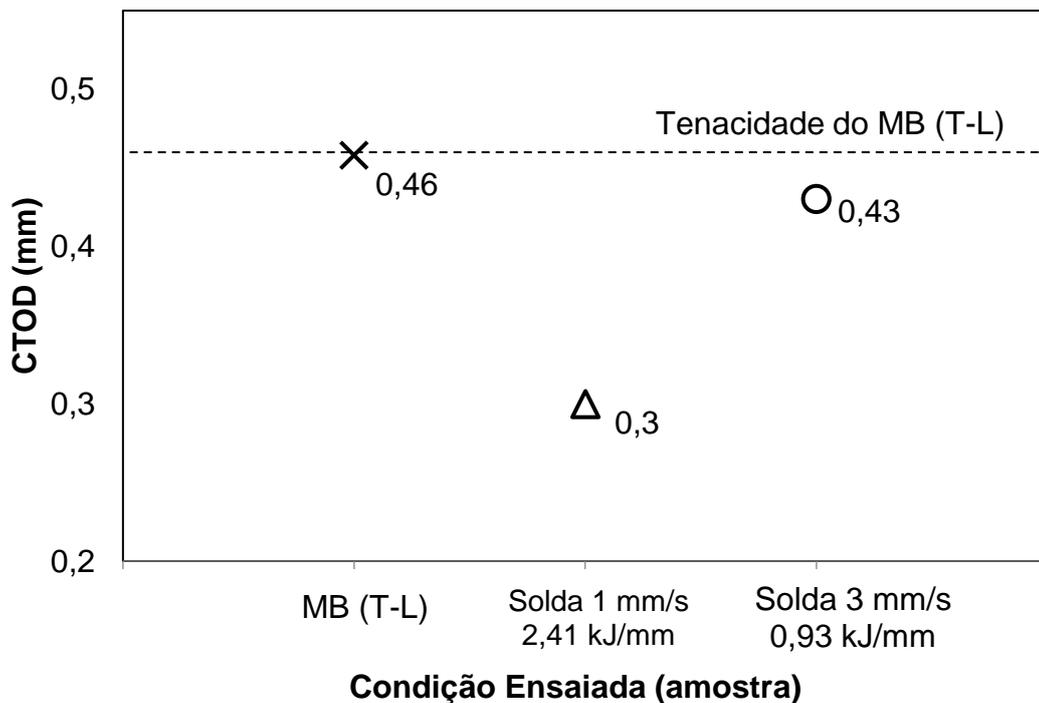


FONTE: Autor, 2016.

APÊNDICE 4 – RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA DAS SOLDAS PRELIMINARES DA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL

Para auxiliar na definição de qual a condição de soldagem será o foco do estudo do doutorado, foram realizados ensaios prévios de tenacidade à fratura ao ar nas soldas preliminares da segunda etapa experimental. Os resultados são apresentados na FIGURA 6.4. A condição de soldagem que apresentou o maior valor de tenacidade à fratura foi a de maior velocidade, ou seja, 3 mm/s. Com esta velocidade, foi obtido o menor aporte térmico, isto é, 0,93 kJ/mm.

FIGURA 6.4 – RESULTADOS DE TENACIDADE À FRATURA AO AR DAS SOLDAS PRELIMINARES DA SEGUNDA ETAPA EXPERIMENTAL

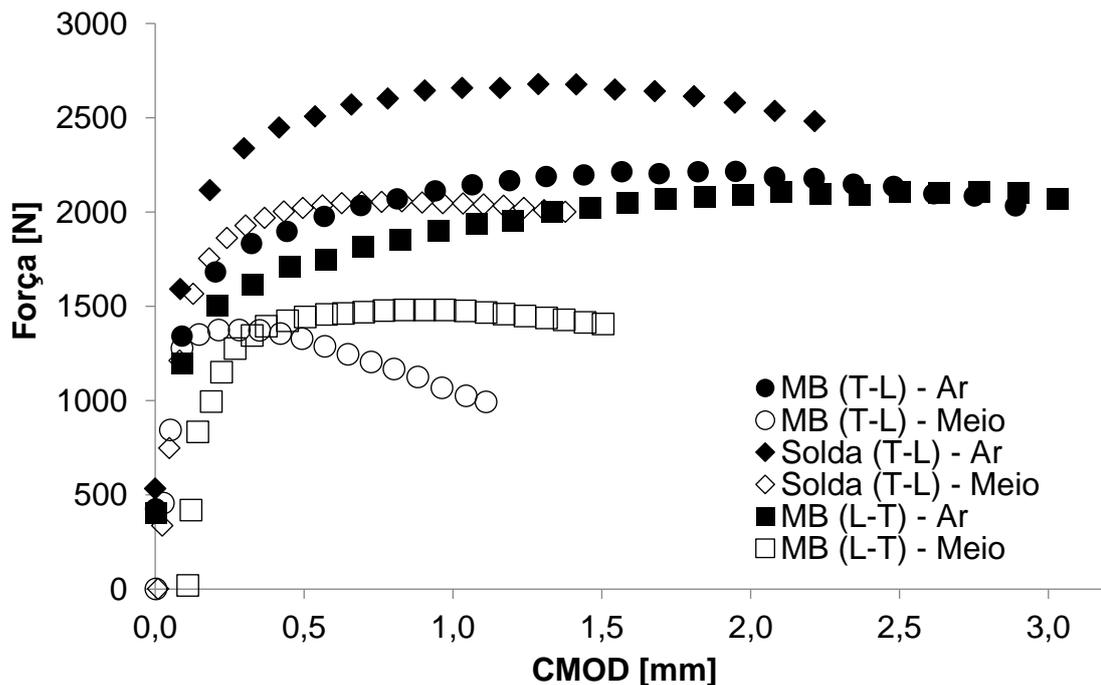


FONTE: Autor, 2015.

APÊNDICE 5 – CURVAS FORÇA VS. CMOD

Na FIGURA 6.5, foram plotadas as curvas força vs. abertura da boca da trinca (CMOD) para um corpo de prova de cada condição. Para a junta soldada foi utilizado o símbolo losango. Para o metal base com o entalhe disposto na orientação T-L foi utilizado o símbolo círculo e, finalmente, para o metal base com o entalhe disposto na orientação L-T, foi utilizado o símbolo quadrado. Para as duas condições ensaiadas, fica evidente o aumento de resistência mecânica da junta soldada. Atribui-se a isto as alterações significativas produzidas pelo processo de soldagem, destacando-se a disposição espacial das fases (em relação ao posicionamento do entalhe) e a redução do tamanho de grão para ambas as fases.

FIGURA 6.5 – RESULTADOS DOS ENSAIOS DE CTOD – CURVAS FORÇA VS. CMOD.



FONTE: Autor, 2019.

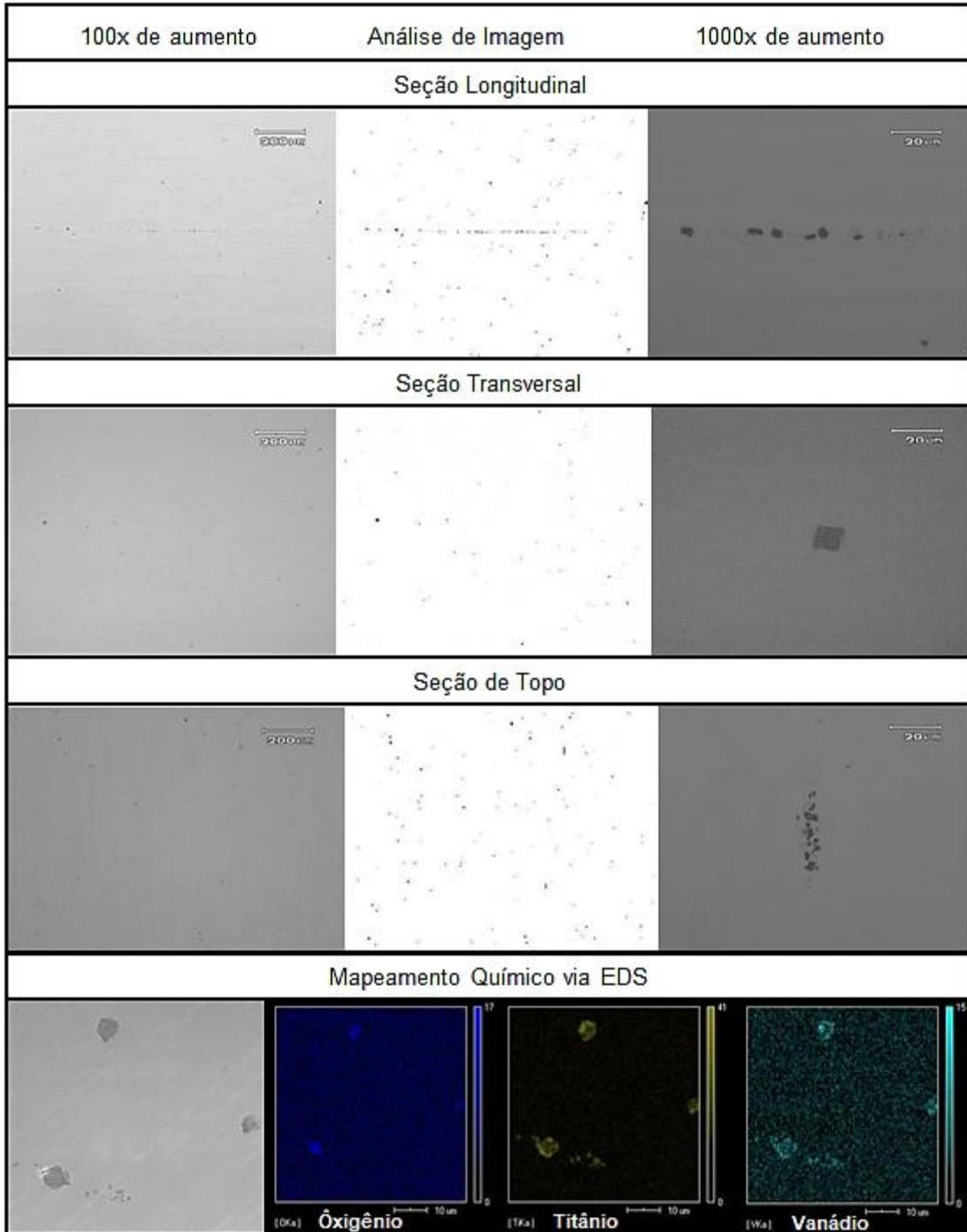
APÊNDICE 6 – INCLUSÕES NÃO METÁLICAS NO AISD UNS S32760

Foi encontrado uma grande quantidade de inclusões no AISD UNS S32760 (ver FIGURA 6.6). Desse modo, uma breve caracterização das inclusões observadas no metal base é apresentada. Foi encontrado 0,3% de inclusões nas seções longitudinal e topo. Estes resultados foram obtidos através do cálculo da fração em área (análise de imagem) representativa das inclusões observadas nas micrografias com 100x de aumento. O procedimento de análise está de acordo com a norma ASTM E45 (2013). A FIGURA 6.6 mostra as inclusões observadas no MB. Na seção longitudinal as inclusões se acumulam no centro da chapa e se alinham na direção de laminação, na seção de topo pode-se verificar a formação de alguns aglomerados de inclusões, também alinhados com a direção de laminação e na direção transversal as inclusões estão em menor quantidade (0,1%) e mais dispersas. A análise realizada por EDS indica que as inclusões são compostas de óxidos titânio (Ti) e vanádio (V). Estes resultados estão de acordo com a literatura (CHIAVERINI, 1986, KRYSIAK 1986, GORDON e BENNEKOM 1996). Estes autores afirmam que Ti e V são elementos com a tendência de formar inclusões não metálicas quando presentes no aço. O Ti, por exemplo, é um elemento estabilizador, adicionado nos aços inoxidáveis pois forma precipitados mais estáveis que os de Cr, elevando a temperatura de sensitização. Gordon e Bennekom (1996) e Kryskiak (1986) atribuem outra vantagem à adição do Ti, promove o aumento da resistência à corrosão por pite. Bennekom (1996) também afirma que precipitados de Ti podem ancorar os contornos de grão, retardando o crescimento de grão. Como desvantagem, o Ti possui alta reatividade, principalmente com o oxigênio, fazendo com que parte desse elemento não permaneça em solução sólida (BENNEKOM, 1996). Isto justifica a formação dos óxidos observados. Foi realizada uma análise de composição química por espectroscopia de emissão ótica em um equipamento BRUKER modelo Q2 ION e se verificou a presença de Ti e V (ver TABELA 6.2).

TABELA 6.2 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AISD UNS S32760 (% EM PESO)

FONTE	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Cu	P	W	V	Ti
Certificado	0,03	25,3	7,0	0,6	0,3	3,7	0,6	0,02	0,6	-	-
BRUKER	0,04	25,2	6,5	0,5	0,3	3,8	0,6	0,09	0,3	0,08	0,02

FIGURA 6.6 – ANÁLISE MOSTRANDO AS INCLUSÕES NO METAL BASE

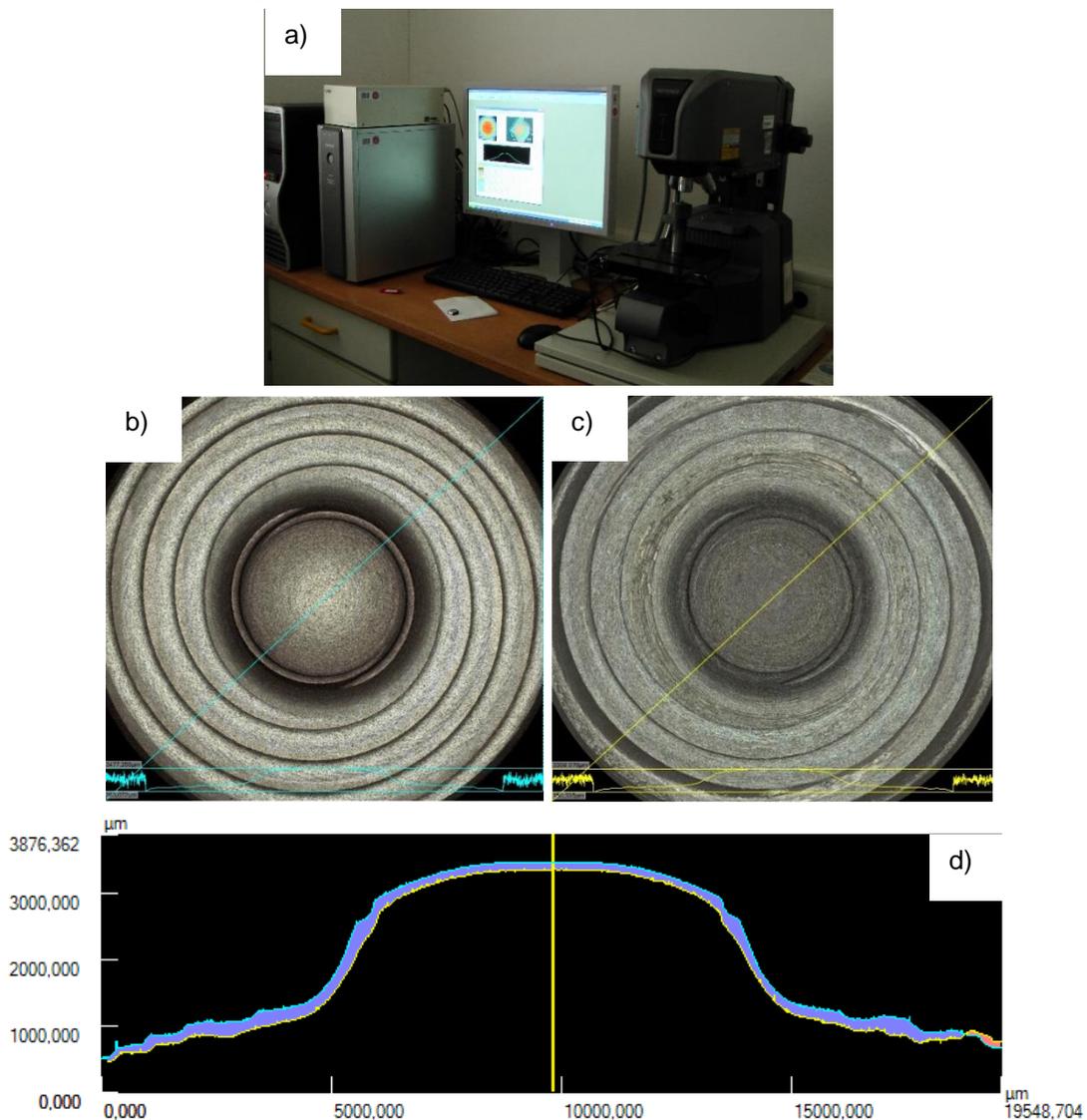


FONTE: Autor, 2016.

APÊNDICE 7 – MEDIÇÃO DO DESGASTE DA FERRAMENTA DE SOLDAGEM

Antes e após a soldagem, foi realizada uma medição do perfil geométrico da ferramenta, através de um microscópio laser (*laser scanning microscope*), da marca Keyence, modelo VK-9700 (ver FIGURA 6.7a). A ferramenta nova apresentou uma altura máxima 3460,80 μm . Após 2 metros de soldagem, a ferramenta apresentou uma altura máxima de 3353,35 μm . Isto representa uma redução de 107,44 μm na altura da ferramenta (em dois metros de soldagem). Ou seja, um desgaste de 53,72 μm por metro de solda realizada. Extrapolando, equivale à 18,6 metros de soldagem para gastar 1 mm de ferramenta.

FIGURA 6.7 – MEDIÇÃO DO PERFIL GEOMÉTRICO DA FERRAMENTA DE SOLDAGEM



NOTA: (a) microscópio laser; (b) vista de topo da ferramenta nova; (c) vista de topo da ferramenta usada; (d) comparativo de geometria (centro da ferramenta).

FONTE: Autor, 2014.

APÊNDICE 8 – RESULTADOS OBTIDOS NOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA

E por fim, a TABELA 6.3 apresenta os principais resultados obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura para todos os corpos de prova ensaiados.

TABELA 6.3 – RESULTADOS OBTIDOS A PARTIR DOS ENSAIOS DE TENACIDADE À FRATURA

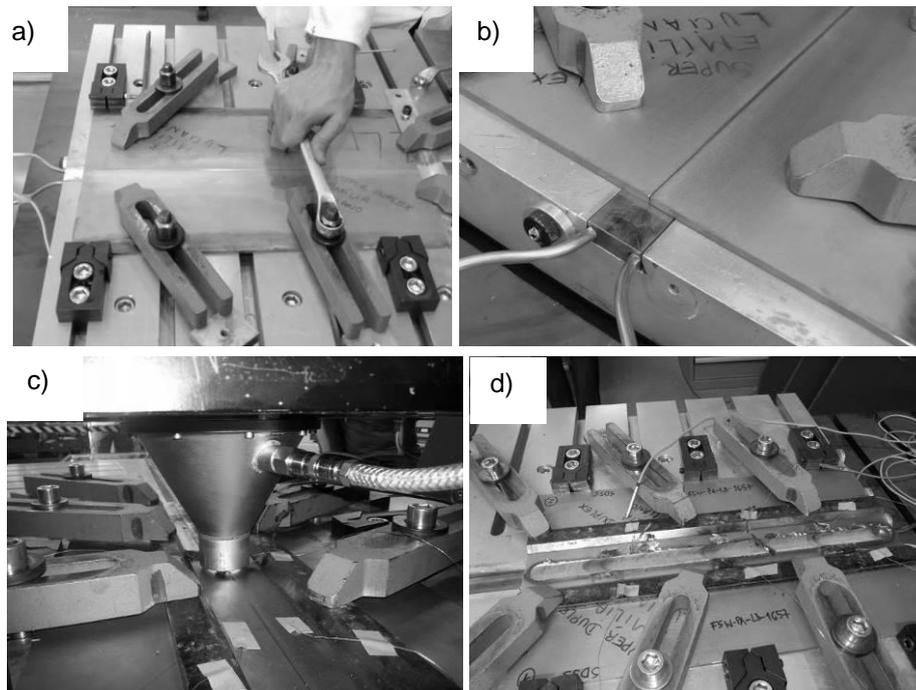
NÚMERO DO CORPO DE PROVA	CONDIÇÃO	ORIENTAÇÃO DO ENTALHE	VALOR DE CTOD CALCULADO [mm]	FORÇA MÁXIMA P_m [N]	TEMPO PARA ATINGIR P_m	V_p [mm]
00	MB - Ar	T-L (Longitudinal)	0,482	2272	5,22 min	1,69
14	MB - Ar	T-L (Longitudinal)	0,422	2252	4,66 min	1,50
19	MB - Ar	T-L (Longitudinal)	0,467	2228	4,95 min	1,66
15	MB - Ar	L-T (Transversal)	0,644	2115	6,85 min	2,40
16	MB - Ar	L-T (Transversal)	0,676	2205	7,03 min	2,42
01	Solda – Ar	T-L (Longitudinal)	0,355	2693	3,76 min	1,15
06	Solda - Ar	T-L (Longitudinal)	0,405	3112	3,85 min	1,35
13	MB – Meio	T-L (Longitudinal)	0,017	1252	10,57 h	0,04
18	MB - Meio	T-L (Longitudinal)	0,055	1376	5,71 h	0,14
T1	MB – Meio	L-T (Transversal)	0,188	1483	17,19 h	0,65
T2	MB – Meio	L-T (Transversal)	0,262	1455	17,99 h	0,90
07	Solda - Meio	T-L (Longitudinal)	0,164	1796	14,53 h	0,57
10	Solda - Meio	T-L (Longitudinal)	0,201	2058	16,61 h	0,69

FONTE: Autor, 2020.

APÊNDICE 9 – ETAPAS IMPORTANTES DO PROCESSO DE SOLDAGEM FSW

Uma etapa muito importante para a obtenção de soldas isentas de defeitos é a adequada fixação das chapas, tomando o cuidado com a apropriada força aplicada e com o alinhamento. As imagens da FIGURA 6.8 são referentes a primeira etapa experimental.

FIGURA 6.8 – IMAGENS MOSTRANDO AS ETAPAS DO PROCESSO DE SOLDAGEM FSW



NOTA: (a) detalhe da fixação manual; (b) sistema de resfriamento e alinhamento das chapas; (c) funil que direciona o fluxo do gás de proteção; (d) monitoramento da temperatura através de termopares.

FONTE: Autor, 2014.