



AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO HIDROGÊNIO NA TENACIDADE À  
FRATURA DE JUNTAS SOLDADAS DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX  
UNS S32750 COM DIFERENTES APORTES TÉRMICOS

Marcella Araujo Lage

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Oscar Rosa Mattos

Rio de Janeiro  
Junho de 2017

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO HIDROGÊNIO NA TENACIDADE À  
FRATURA DE JUNTAS SOLDADAS DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX  
UNS S32750 COM DIFERENTES APORTES TÉRMICOS

Marcella Araujo Lage

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA  
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE  
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

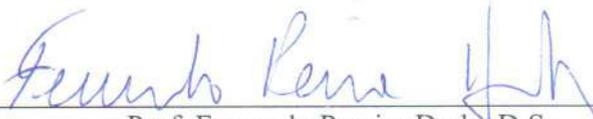
Examinada por:



Prof. Oscar Rosa Mattos, D.Sc.



Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.



Prof. Fernando Pereira Duda, D.Sc.



Eng. Guilherme Victor Peixoto Donato, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

JUNHO DE 2017

Lage, Marcella Araujo

Avaliação da Influência do Hidrogênio na Tenacidade à Fratura de Juntas Soldadas do Aço Inoxidável Superduplex UNS S32750 com Diferentes Aportes Térmicos/ Marcella Araujo Lage. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

XVI, 118 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Oscar Rosa Mattos

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

Referências Bibliográficas: p. 112-118.

1. Soldagem dos aços inoxidáveis superduplex. 2. Mecânica da fratura. 3. Proteção catódica. I. Mattos, Oscar Rosa. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

## AGRADECIMENTOS

À minha mãe pelo amor, por acreditarem em mim e me apoiar em todos os momentos da minha vida. Ao meu pai (*in memoriam*) pela dedicação e por sempre me apoiar sendo um dos grandes responsáveis pelo meu crescimento pessoal e profissional. Ao meu irmão por todos os momentos compartilhados juntos. Sou muito grata a eles por tudo que já fizeram por mim e me ensinaram.

Ao meu companheiro, Eduardo, por toda compreensão, ajuda e carinho durante este período de extrema dedicação.

Aos meus grandes amigos Bruno, Fernanda, Juliane, Pedro, Cabelo, Marco, Aline, Bárbara, Mylena, Cauê, Bael e Gabi que estiveram presentes em todos os momentos da minha vida, não me deixando desanimar nas horas difíceis e me ajudando a tomar as melhores decisões.

Ao professor Oscar Rosa Mattos pela orientação, incentivo e oportunidade de aprendizado. Ao engenheiro Kioshy Santos de Assis pelos ensinamentos, contribuição no aprendizado e incentivo para realização do mestrado.

Aos amigos Ana Clara, Louback e Mariana, pelos ótimos momentos vivenciados e pelo apoio fundamental durante todo o trabalho.

Aos meus colegas do LNDC, em especial a equipe do CAEIS pela contribuição no desenvolvimento dos softwares de ensaio e apoio durante a realização do trabalho e à todos da oficina por sempre estarem dispostos, auxiliando e apoiando o desenvolvimento desse projeto, sendo fundamentais para conclusão do trabalho e tornando-o sempre mais divertido.

À equipe do LaMeF pela colaboração durante a fase de pré-trincamento dos corpos-de-prova.

Ao LNDC pela infraestrutura oferecida e à FAPERJ pelo apoio financeiro.

E a todos aqueles que de certa forma me ajudaram na conclusão deste trabalho.

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

AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO HIDROGÊNIO NA TENACIDADE À  
FRATURA DE JUNTAS SOLDADAS DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX  
UNS S32750 COM DIFERENTES APORTES TÉRMICOS

Marcella Araujo Lage

Junho/2017

Orientador: Oscar Rosa Mattos

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Os aços inoxidáveis superduplex têm uma microestrutura composta por duas fases, austenita ( $\gamma$ ) e ferrita ( $\alpha$ ). Esta microestrutura duplex, simultaneamente, melhora as propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Entretanto, a soldagem destes aços é muitas vezes uma operação crítica. No presente trabalho será avaliada a tenacidade à fratura de juntas soldadas com dois diferentes aportes térmicos 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm do aço inoxidável superduplex (UNS S32750) na presença do hidrogênio. O método de descargas parciais (ASTM E1820) foi realizado ao ar e após diferentes tempos de hidrogenação (15, 30 e 60 dias) Os resultados mostraram que existem fortes indícios de que a redução da tenacidade à fratura das juntas soldadas nos testes ao ar e nos testes hidrogenados está relacionada com as diferentes morfologias de  $\gamma_2$ . Também foram discutidos aspectos inerentes à aplicação da metodologia de descargas parciais para materiais de elevada tenacidade que apresentam deformação plástica considerável durante a propagação da trinca.

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

HYDROGEN INFLUENCE ON TOUGHNESS FRACTURE OF THE WELD METAL  
IN SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL (UNS S32750) WELDED WITH TWO  
DIFFERENT HEAT INPUT

Marcella Araujo Lage

June/2017

Advisor: Oscar Rosa Mattos

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The superduplex stainless steels (SDSS) have a microstructure composed by two phases, ferrite ( $\alpha$ ) and austenite ( $\gamma$ ). This dual microstructure improves simultaneously the mechanical and corrosion resistance properties. However, the welding of these steels is often a critical operation. This work aims to evaluate the fracture toughness of welded joints, with two different heat input 1.1 kJ/mm and 2.0 kJ/mm, of one superduplex stainless steel (UNS S32750) in presence of hydrogen. The unloading compliance tests (according ASTM E1820 standard) were performed in the air and after different times of hydrogenation (15, 30 and 60 days). The partial results showed strong evidence that the reductions on CTOD values of air and hydrogenated tests are associated with different  $\gamma_2$  morphologies. Were also discussed aspects concerning the application of the unloading compliance methos for high fracture toughness materials that exhibit considerable amount of plastic deformation during the crack propagation.

# SUMÁRIO

<b>ÍNDICE DE FIGURAS .....</b>	<b>ix</b>
<b>ÍNDICE DE TABELAS.....</b>	<b>xvi</b>
<b>1 INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>2</b>
2.1 <i>Aços Inoxidáveis Superduplex</i> .....	2
2.1.1 Resistência à Corrosão .....	5
2.1.2 Propriedades Metalúrgicas .....	7
2.1.3 Metalurgia Física da Soldagem dos AID.....	17
2.1.4 Propriedades Mecânicas.....	21
2.1.5 Deformação Plástica nos AID .....	23
2.2 <i>Mecânica da Fratura</i> .....	26
2.2.1 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica .....	28
2.2.2 Curvas de Resistência .....	32
2.3 <i>Proteção Catódica</i> .....	35
2.3.1 Mecanismos Básicos.....	35
2.3.2 Evolução do Hidrogênio nos Metais .....	37
2.3.3 Fragilização por Hidrogênio .....	38
2.3.4 Fragilização por Hidrogênio dos Aços Inoxidáveis Superduplex .....	39
<b>3 OBJETIVO .....</b>	<b>47</b>
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>48</b>
4.1 <i>Material Utilizado</i> .....	48

4.2	<i>Soldagem</i> .....	48
4.3	<i>Caracterização Microestrutural</i> .....	49
4.3.1	Quantificação de Fases .....	49
4.4	<i>Fractografias</i> .....	49
4.4.1	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	50
4.5	<i>Ensaio de Tenacidade à Fratura com Descarga Parciais</i> .....	50
4.5.1	Pré-trincamento por Fadiga.....	53
4.5.2	O Teste de Fratura.....	54
4.5.3	Curvas de Resistência <i>J-R</i> .....	58
4.6	<i>Ensaio de Hidrogenação (Proteção Catódica)</i> .....	62
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>65</b>
5.1	<i>Caracterização Microestrutural</i> .....	65
5.2	<i>Ensaio Preliminares de Descargas Parciais</i> .....	72
5.2.1	Análise EBSD .....	76
5.3	<i>Curvas Carga-CMOD</i> .....	82
5.4	<i>Medições de Tamanho de Trinca</i> .....	86
5.5	<i>CTOD de Carga Máxima</i> .....	90
5.6	<i>Curvas de Resistência</i> .....	92
5.7	<i>Fractografias</i> .....	103
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>111</b>
<b>7</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>112</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Tempo para ruptura em função da tensão aplicada para dois aços duplex (3RE60 e SAF 2205) e um aço austenítico tipo AISI 316 em solução 45% MgCl <sub>2</sub> a 150°C [7].	5
Figura 2: Potencial de pite em função da temperatura de ensaio em água do mar sintética para um AID e um aço austenítico do tipo AISI 316 [9].	6
Figura 3: Microestruturas típicas dos AID, a) do metal de solda e b) do metal de base. (fase clara sendo $\gamma$ e fase escura sendo $\alpha$ ).	8
Figura 4: Seção vertical com Fe (68%) constante do diagrama ternário Fe-Cr-Ni [4].	9
Figura 5: Curva de precipitação de fases secundárias para alguns aços inoxidáveis duplex [4].	12
Figura 6: Relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy (273 K) e a quantidade de nitretos na ZTA de um AID (Fe-27,5%Cr-3,8%Mo-Ni-N) [15].	13
Figura 7: Morfologia da fase sigma em virtude da temperatura de transformação (a) 950° C, (b) 850° C, (c) 750° C.	14
Figura 8: Diagrama esquemático mostrando a precipitação cooperativa de Cr <sub>2</sub> N e $\gamma_2$ a partir da interface $\alpha/\gamma$ , seguida da dissolução do Cr <sub>2</sub> N [15].	16
Figura 9: Surgimento de $\gamma_2$ ao redor da austenita primária [17].	16
Figura 10: Sistema de classificação morfológica proposto por DUBÉ e AAROSON. (a) alotrimórfica; (b) placas laterais de Widmanstätten; (c) Widmanstätten serrilhadas; (d) idiomórficas; (e) Widmanstätten intragranulares; e (f) estrutura massiva [12].	17
Figura 11: Ciclo térmico de soldagem do aço duplex 2205 com 0,1%N, destacando-se as três faixas principais de temperatura [21].	18
Figura 12: Efeito do aporte de calor sobre o crescimento de grão da ferrita $\alpha$ , para os aços duplex 2205 e superduplex 2507 [22].	19
Figura 13: Exemplo das possíveis fases secundárias que podem precipitar na ZTA de grãos grosseiro. (a) Nitretos de Cromo, (b) $\gamma_2$ intragranular, (c) fases $\chi$ e $\sigma$ e (d) $\gamma_2$ intergranular [23].	20

Figura 14: Resistência ao impacto dos aços inoxidáveis duplex e 316L. Ensaio Charpy, corpos-de-prova de seção 10 x 10 mm X 50 mm e entalhe em V. Os ensaios foram realizados na direção transversal à direção de laminação [2].	23
Figura 15: Propagação de uma microtrinca em um aço inoxidável duplex 22Cr–5Ni–3Mo (Adaptado de [35]).	24
Figura 16: Variáveis abordadas na Mecânica da Fratura.	27
Figura 17: Representação esquemática da deformação na ponta da trinca.	29
Figura 18: Modelo para o cálculo do valor de CTOD.	29
Figura 19: Representação esquemática do aumento do CTOD com a carga até a propagação da trinca.	30
Figura 20: Representação esquemática da abertura da trinca durante o ensaio de flexão para determinação do CTOD [46].	31
Figura 21: Gráfico Carga X CMOD com representação para se obter $V_p$ .	32
Figura 22: Modelo esquemático de uma curva de resistência para um material dúctil. (Adaptado de [42]).	33
Figura 23: Curva carga <i>versus</i> deslocamento para o método de descargas parciais [42].	34
Figura 24: Diagrama esquemático do diagrama de Pourbaix, mostrando o comportamento do metal no diagrama, quando em proteção catódica.	37
Figura 25: Esquema geral do processo de HELP descrito por Delafosse e Magnin [61].	43
Figura 26: Trajetória da trinca mostrando os grãos austeníticos e detalhe da concentração de hidrogênio que aparece em branco na primeira imagem [61].	45
Figura 27: Geometria e dimensões da junta soldada.	48
Figura 28: Orientação NP do plano da trinca para as amostras soldadas do teste de tenacidade à fratura. (Adaptado de [28]).	51
Figura 29: Condições que foram utilizadas para o trabalho apresentando a taxa de carregamento do ensaio de tenacidade à fratura e a condição do meio em que ocorrerão os testes.	52

Figura 30: Esquemático da máquina servo elétrica utilizada no ensaios. ....	53
Figura 31: Corpo-de-prova preparado para realização do pré-trincamento por fadiga..	54
Figura 32: Disposição do corpo-de-prova e do extensômetro durante o ensaio ao ar. ..	55
Figura 33: Montagem do ensaio de tenacidade à fratura em meio hidrogenado.....	55
Figura 34: Software Test Control 4 desenvolvido pelo LNDC para ensaios de tenacidade à fratura para construção de curvas J-R com detalhamento da opção para realizar o ensaio sob controle de deslocamento pelo CMOD ou LVDT.....	56
Figura 35: Estereoscopia da superfície de fratura do corpo-de-prova após o “ <i>heat tinting</i> ”. .....	57
Figura 36: Metodologia para medir o comprimento da trinca de fadiga e da propagação do crescimento estável da trinca (em azul a trinca de fadiga e em vermelho o crescimento estável da trinca, $\Delta a$ ). .....	58
Figura 37: Definição das linhas de construção para qualificação de dados [31]. .....	60
Figura 38: Modelo esquemático da célula utilizada para a hidrogenação dos corpos-de-prova.....	62
Figura 39: Corpo-de-prova pintado para os ensaios preliminares.....	63
Figura 40: a) corpo-de-prova pintado após 30 dias de hidrogenação e b) detalhe do filme formado após hidrogenação por proteção catódica. ....	63
Figura 41: Corpo-de-prova preparado para hidrogenação prévia dos ensaios de tenacidade à fratura. ....	64
Figura 42: Mosaico da junta soldada a) com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e b) com aporte de 2,0 kJ/mm. ....	65
Figura 43: Micrografia do metal de base (MB) com aumento de 200x. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica. ....	66
Figura 44: Micrografia com aumento de 200x da amostra soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.....	67

Figura 45: Micrografia com aumento de 500x da amostra soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.....	67
Figura 46: Micrografia com aumento de 200x da mostra soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica. ....	68
Figura 47: Micrografia com aumento de 500x da mostra soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica. ....	68
Figura 48: Esquema mostrando as diferentes regiões em função do aporte de calor.....	69
Figura 49: Imagem de microscopia eletrônica de varredura gerada por elétrons secundários das amostras soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm (a) em 500x e (b) em 1000X e das amostras soldadas com aporte térmico de 2,0 kJ/mm (c) em 500x e (d) em 1000x. ....	70
Figura 50: Gráfico F x CMOD obtido durante ensaios preliminares realizados ao ar dos corpos-de-prova de metal de base. ....	72
Figura 51: Gráfico F x LVDT obtido durante ensaios preliminares realizados ao ar dos corpos-de-prova de metal de base. ....	73
Figura 52: Medidas de <i>compliance</i> realizadas durante ensaio preliminar do metal de base de AISD ao ar.....	74
Figura 53: Superfície de fratura evidenciando a ocorrência de tunelamento da trinca (adaptado de [77]). ....	75
Figura 54: Ilustração identificando, no detalhe em azul, região analisada no EBSD: a) antes do ensaio a análise foi realizada logo a frente da pré-trinca de fadiga e b) após o ensaio a análise foi realizada na zona de processo de fratura. ....	76
Figura 55: Mapeamento do aço API 5L X100: a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e Fe <sub>3</sub> C em amarelo. ....	77

Figura 56: Mapeamento do aço inoxidável austenítico (AISI 316): a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e austenita em verde.....	77
Figura 57: Mapeamento do aço inoxidável superduplex (AISD): a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e austenita em verde.....	78
Figura 58: Medidas de <i>compliance</i> realizadas durante ensaios do aço AISI 316 e do aço API 5L X100.....	80
Figura 59: Gráfico obtido durante ensaio ao ar do corpo-de-prova de metal de base....	82
Figura 60: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova do metal de base com 15, 30 e 60 dias de hidrogenação. ....	82
Figura 61: Gráfico obtido durante ensaio ao ar dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm.....	83
Figura 62: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm com 15, 30 e 60 dias de hidrogenação. ....	83
Figura 63: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm com 15 e 30 dias de hidrogenação. ....	84
Figura 64: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm ao ar e com 15 dias de hidrogenação.....	85
Figura 65: Bifurcação da trinca do corpo-de-prova do metal de base após ensaio a) ao ar; b) após 15 dias de hidrogenação; c) após 30 dias de hidrogenação.....	86
Figura 66: Procedimento para medições de tamanho de trinca para os corpos-de-prova do metal de base em que foi observada a bifurcação da trinca. ....	87
Figura 67: Estereoscopia das superfícies de fratura dos corpos-de-prova após ensaio..	88
Figura 68: Medidas de tamanho de trinca após ensaio do corpo-de-prova de metal de base após 60 dias de hidrogenação.....	89
Figura 69: Gráfico $\delta_m$ versus tempo de hidrogenação.....	91
Figura 70: Pares de “J- $\Delta a$ ” do ensaio ao ar do metal de base. ....	92

Figura 71: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados do metal de base.....	93
Figura 72: Curvas J-R dos ensaios ao ar das junta soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm. ....	93
Figura 73: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. ....	94
Figura 74: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm. ....	94
Figura 75: Equação da reta utilizada para a correção das curvas J-R. ....	95
Figura 76: Curvas de resistência do ensaio de descargas parciais do metal de base após 30 dias de hidrogenação com valores de $\Delta a$ calculados pela <i>compliance</i> (cinza) e valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ) (vermelho).....	96
Figura 77: Pares “J- $\Delta a_{corr}$ ” do ensaio de descargas parciais do metal de base ao ar com valores valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).....	96
Figura 78: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais do metal de base após hidrogenação com valores valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ). ....	97
Figura 79: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais realizados ao ar das duas juntas soldadas (1,1 e 2,0 kJ/mm) valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ). ....	98
Figura 80: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm após hidrogenação com valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ). ....	98
Figura 81: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm após hidrogenação com valores $\Delta a$ corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ). ....	99
Figura 82: Efeito da plasticidade na ponta de uma trinca em um material elasto-plástico a partir da Integral J (Adaptado de [42]).....	100
Figura 83: Valores de tenacidade de iniciação $J_Q$ para cada condição.....	101
Figura 84: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova de metal de base após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.....	104

Figura 85: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova do metal de base após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.....	105
Figura 86: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 1,1 kJ/mm após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação. ....	106
Figura 87: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 1,1 kJ/mm após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação. ....	108
Figura 88: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 2,0 kJ/mm após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação e c) 30 dias de hidrogenação.....	109
Figura 89: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 2,0 kJ/mm após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação e c) 30 dias de hidrogenação. ....	110

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Composição química e número PRE <sub>N</sub> dos principais aços inoxidáveis duplex. (Adaptado de [1]) .....	4
Tabela 2: Elementos ferritizantes e austenitizantes [13]. .....	7
Tabela 3: Fases observadas nos aços inoxidáveis duplex [16]. .....	11
Tabela 4: Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex e austeníticos [8]. .....	22
Tabela 5: Solubilidade e difusividade da austenita e da ferrita a 293K [59]. .....	40
Tabela 6: Composição química e PRE <sub>N</sub> do aço UNS S32750. ....	48
Tabela 7: Principais dimensões dos corpos-de-prova e suas respectivas condições. ....	51
Tabela 8: Quantificação de fases segundo ASTM E1245-03 [72] nas amostras soldadas com aporte térmico 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm e do metal de base. ....	71
Tabela 9: Fração volumétrica de contornos de baixo e alto ângulo das amostras de AISD, AISI 316 e API 5L X100. ....	78
Tabela 10: Comparação entre os tamanhos de trinca calculados a partir do valor da <i>compliance</i> e medidos visualmente após o ensaio. ....	89
Tabela 11: Dados calculados após os ensaios. ....	90
Tabela 12: Equações das curvas de resistência obtidas ( $\Delta a_{\text{corr}}$ em mm) e valores da tenacidade de iniciação J <sub>Q</sub> obtidos para cada condição de acordo com a norma ASTM E1820. ....	99

# 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de ligas de maior resistência mecânica e à corrosão tem avançado cada vez mais nos últimos anos, devido, principalmente, às novas condições operacionais encontradas pela indústria petrolífera. Em vista da evolução do processo de exploração, como a extração de petróleo em águas ultra profundas, a exigência de materiais resistentes a meios cada vez mais agressivos é crescente. Um dos aços que possui boa relação resistência à corrosão e um custo relativamente baixo, se comparado às ligas mais ricas em níquel, são os aços inoxidáveis superduplex (AISD), o que resulta numa excelente redução de peso (redução de espessura dos componentes), devido sua alta resistência mecânica, e com maior vida útil, pela sua alta resistência à corrosão.

No caso dos AISD a principal limitação é inerente a soldabilidade, pois, há grande susceptibilidade de precipitação de fases intermetálicas que, conseqüentemente, causa uma alta fragilização pelo hidrogênio, seja por processos anódicos ou catódicos (cada um desses será melhor discutido *a posteriori*). Do ponto de vista de soldabilidade, o aporte térmico e a taxa de resfriamento influenciam diretamente nas transformações microestruturais e no desempenho da junta soldada, tanto do ponto de vista mecânico, quanto no de resistência à corrosão. Essas transformações microestruturais estão diretamente relacionadas à maior susceptibilidade à corrosão localizada, ao aparecimento de trincas em estruturas deste material e, conseqüentemente, na redução da tenacidade à fratura. Assim, fica evidente a importância de se estudar e avaliar a tenacidade à fratura do material em meios compatíveis com que são frequentemente utilizados para esta classe de material.

No presente trabalho será feita uma análise das propriedades de tenacidade à fratura de duas juntas soldadas de um AISD (UNS S32750), com diferentes aportes térmicos, ao ar e em meio hidrogenado. Os resultados dos testes de integral J e da caracterização microestrutural (balanço  $\alpha/\gamma$  e morfologia de  $\gamma$ ) foram estudados conjuntamente a fim de melhor entender o comportamento de fratura deste material na presença do hidrogênio.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Aços Inoxidáveis Superduplex

Os aços inoxidáveis duplex (AID) podem ser definidos como a família dos aços que contém duas fases, austenita ( $\gamma$  – Cúbica de Faces Centradas, CFC) e ferrita ( $\alpha$  – Cúbica de Corpo Centrado, CCC), com frações volumétricas aproximadamente iguais (50%). São ligas baseadas no sistema Fe-Cr-Ni contendo de 20 a 30% de cromo e 5 a 10% de níquel, caracterizam-se pelo seu baixo teor de carbono (menor que 0,03% em peso) e seus principais elementos de liga são molibdênio, nitrogênio, tungstênio, silício e cobre [1]. Os AID são uma família de aços que apresentam propriedades de boa resistência à corrosão com alta resistência mecânica.

A primeira estrutura de AID foi descrita por Bain e Griffith em 1927, contendo 22-30% Cr e 1,2-9,7% Ni. A partir de 1930 o desenvolvimento dos estudos teve um grande crescimento e assim foi possível aprimorar a alta resistência à corrosão, característica dos AIDs [2]. A adição do molibdênio como elemento de liga, mesmo ainda com elevado teor de carbono dos aços inoxidáveis na época, propiciou uma melhora significativa na resistência à corrosão, principalmente quando se refere a resistência à corrosão sob tensão na presença de cloretos, se comparado aos aços inoxidáveis austeníticos [3].

Estes AID da primeira geração ofereciam boas características de desempenho, porém apresentavam limitações nas regiões soldadas, principalmente na zona termicamente afetada (ZTA), pois devido ao elevado teor de ferrita e maior susceptibilidade de precipitação de carbonetos de cromo, esta região apresentava menor resistência mecânica, tenacidade à fratura e resistência à corrosão localizada, respectivamente, quando comparado ao metal de base. Já na década de 70, com a evolução dos processos de refino, principalmente no que tange a redução de carbono e impurezas com o fósforo e enxofre, se ampliou a gama de utilização dos AID. Entre os avanços possíveis através deste processo, além dos que já foram supracitados, estava a possibilidade de se adicionar nitrogênio como elemento de liga, fazendo com que a tenacidade da ZTA e a resistência a corrosão da junta soldada se tornassem similares à do metal de base. Juntamente com o aumento da estabilidade da austenita, o nitrogênio

também reduz a velocidade de formação das fases intermetálicas deletérias comumente citadas pela literatura (fases sigma e chi, principalmente, devido a elevada fração volumétrica das mesmas) [4]. Contudo, aspectos relacionados a maior ou menor susceptibilidade de precipitação de nitretos de cromo, bem como o efeito destes na tenacidade à fratura, resistência a corrosão localizada e resistência à corrosão sob tensão ainda não foram exaustivamente e criticamente abordados.

Diversas modificações nas composições dos AID e AISD vêm sendo realizadas para melhorar a resistência à corrosão e soldabilidade.

A composição química desempenha um papel fundamental nos AID influenciando diretamente na sua resistência à corrosão. Sendo assim, para determinar o grau de resistência à corrosão localizada pode-se calcular o índice de resistência equivalente ao pite (*Pitting Resistance Equivalent Number* –  $PRE_N$ ) de acordo com as seguintes equações [5]:

$$PRE_N = \%Cr + 3,3\%Mo + 16\%N \quad (1)$$

$$PRE_W = \%Cr + 3,3(\%Mo + 0,05\%W) + 16\%N \quad (2)$$

O número  $PRE_W$  é utilizado para ligas que contem tungstênio adicionalmente como elemento de liga, atuando de modo a aumentar a resistência à corrosão localizada dos aços inoxidáveis. Apesar de não fornecer um valor absoluto para a resistência à corrosão em qualquer ambiente o  $PRE_N$  ou  $PRE_W$  são capazes de prover de forma empírica uma visão geral da resistência à corrosão localizada dos AID e AISD e por isso são comumente utilizadas para classificar a família a qual a liga pertence [2].

As ligas comerciais de AID podem ser divididas em cinco de acordo com o aumento da resistência à corrosão:

1. Duplex “lean” como o 2304, com 0,05-0,06% de Mo em peso;
2. Duplex padrão como o 2205, classe cuja aplicação ultrapassa 80% dos duplex;
3. Duplex 25Cr, como a liga 255, com  $PRE_N$  menor que 40;
4. Superduplex com 40-45 PRE, como o 2507, contendo 25-26 Cr com teores de Ni e Cr mais elevados que o 25Cr;
5. Hiperduplex, definido com aço inoxidável duplex de alta liga com  $PRE_N$  maior que 45 [1,4].

Na Tabela 1 estão presentes os principais AID, AISD e aços inoxidáveis hiper duplex (AIHD) com suas composições, classificações e número de resistência equivalente ao pite.

Tabela 1: Composição química e número PRE<sub>N</sub> dos principais aços inoxidáveis duplex.  
(Adaptado de [1])

Fabricante	Classificação	Composição Química (%)						PREN	UNS
		Cr	Ni	Mo	N	Cu	Outros		
<b>FE-23CR-4NI-0.1N</b>									
AVESTA	2304	23	4	...	0.10	...	...	25	S32304
CLI	UR 35 N	23	4	...	0.12	...	...	25	S32304
SANDVIK	SAF 2304	23	4	...	0.10	...	...	25	S32304
<b>FE-22CR-5.5NI-3MO-0.15N</b>									
ALLEGHENY LUDLUM	AL 2205	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
AVESTA	2205	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
BOHLER	A 903	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
CLI	UR 45 N	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
KRUPP	FALC 223	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
MANNESMANN	AF22	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
NIPPON KOKAN	NKCR22	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
SANDVIK	SAF 2205	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
SUMITOMO	SM22CR	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
THYSSEN	REMANIT 4462	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
VALOUREC	VS22	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
BRITISH STEEL	HYRESIST 22/5	22	5.5	3.0	0.16	...	...	33-35	S31803
<b>FE-25CR-5NI-2.5MO-0.17N-CU</b>									
BOHLER	A 905	25.5	3.7	2.3	0.37	...	5.8 MN	39	...
CARPENTER	7-MO PLUS	27.5	4.5	1.5	0.25	...	...	37	...
CLI	UR 47N	25	7	3.0	0.16	0.2	...	38	S31260
CLI	UR 52N	25	7	3.0	0.16	1.5	...	38	S32550
LANGLEY ALLOYS	FERRALIUM 255	26	5.5	3.3	0.17	2.0	...	39	S32550
MATHER AND PLATT	ZERON 25	25	4	2.5	0.15	...	...	36	...
SUMITOMO	DP-3	25	6.5	3.0	0.2	0.5	0.3 W	38	...
<b>FE-25CR-7NI-3.5MO-0.25N-CU-W</b>									
KRUPP-VDM	FALC 100	25	7	3.5	0.25	0.7	0.7 W	41	S32760
AVESTA	2507	25	7	4	0.28	...	...	43	S32750
SANDVIK	SAF 2507	25	7	4	0.28	...	...	43	S32750
WEIR MATERIALS LTD.	ZERON 100	25	6.5	3.7	0.25	0.7	0.7 W	41	S32760
CLI	UR 52N +	25	6.5	3.7	0.24	1.6	...	41	S32550

Um aumento nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos AID (como, por exemplo, PRE<sub>N</sub> > 40) eleva a classificação destes aços para os chamados superduplex. A diferença básica entre os aços inoxidáveis duplex e superduplex consiste principalmente nas concentrações de cromo, níquel, molibdênio e nitrogênio que essas ligas apresentam [6].

### 2.1.1 Resistência à Corrosão

Os aços inoxidáveis duplex apresentam um alto nível de resistência à corrosão localizada na maioria dos meios em que são utilizados, se comparado aos aços inoxidáveis austeníticos. Vale ressaltar ainda que a presença de uma microestrutura com percentuais em peso entre as fases  $\alpha$  e  $\gamma$  próximas à 1:1 provém também uma alta resistência à corrosão sob tensão por cloretos, tornando estes aços uma solução técnico-economicamente viável para um problema de engenharia em muitas aplicações marítimas e petroquímicas. Esta característica se deve não só ao elevado teor de cromo, mas também a adição de elementos de liga como molibdênio e níquel [1].

A Figura 1 mostra a excelente resistência à corrosão sob tensão dos aços duplex e sua superioridade sobre os austeníticos mais comuns. No entanto, a fase ferrítica é susceptível à fragilização por hidrogênio, tornando os AID com baixa resistência à corrosão em meios hydrogenados. Além disso, é importante salientar que os AID são menos adequados que os austeníticos para aplicações em temperaturas acima de 250°C e abaixo de -50°C, devido ao comportamento frágil da fase ferrítica nessas condições [4,7].

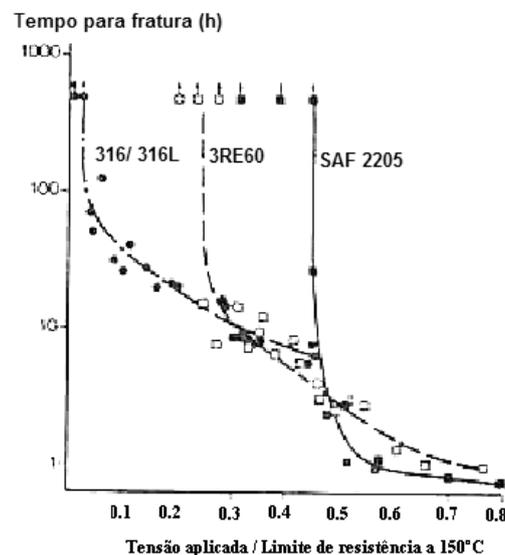


Figura 1: Tempo para ruptura em função da tensão aplicada para dois aços duplex (3RE60 e SAF 2205) e um aço austenítico tipo AISI 316 em solução 45% MgCl<sub>2</sub> a 150°C [7].

A corrosão localizada é umas das maiores preocupações dos aços inoxidáveis duplex. Este se torna susceptível a este tipo de corrosão devido a precipitações de fases

intermetálicas em função da dissolução anódica de regiões empobrecidas nos principais elementos de liga (principalmente cromo e molibdênio). Devido à dissolução preferencial estas regiões podem se tornar sítios preferenciais para nucleação de trincas por fadiga e trincas de corrosão sob tensão. Como visto anteriormente, quanto maior o  $PRE_N$  do aço maior será a resistência à corrosão por pites e por frestas, entretanto maior será a susceptibilidade à precipitação de fases intermetálicas, conforme ressaltado pela norma Norsok M601-2008. Estudos mostram que o potencial para início da formação de pites em água do mar sintética, para um aço superduplex (25%Cr – 7%Ni – 3%Mo – 0,14%N) é sempre superior, em qualquer temperatura, que os encontrados para o aço AISI 316, como mostra a Figura 2 [8,9].

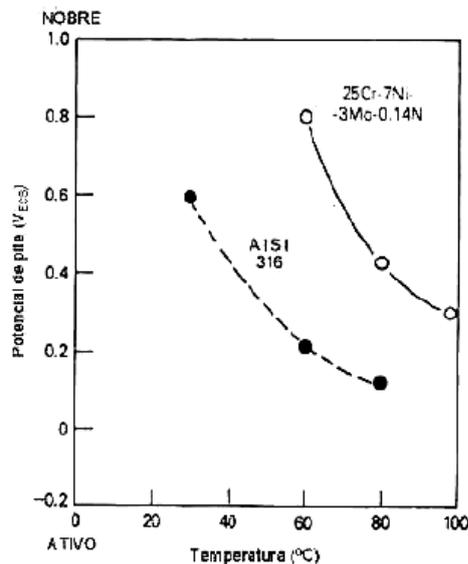


Figura 2: Potencial de pite em função da temperatura de ensaio em água do mar sintética para um AID e um aço austenítico do tipo AISI 316 [9].

As pesquisas têm apontado aspectos críticos relativos à suscetibilidade à corrosão localizada no aço inoxidável superduplex e também à suscetibilidade à corrosão sob tensão em ambientes contendo diferentes pressões parciais entre  $CO_2$  e  $H_2S$  ( $P_{CO_2} / P_{H_2S}$ ). A redução da resistência de ambos os tipos de corrosão é geralmente relacionada com a evolução da microestrutura que pode acontecer em tratamentos térmicos ou procedimentos de soldagem. Kioshy et al, 2012 [10], apresentaram resultados que mostram a ação deletéria das fases intermetálicas na resistência à corrosão localizada de um aço inoxidável superduplex UNS S32760. Neste trabalho, os

autores aplicaram a técnica de reativação eletroquímica potenciodinâmica em duplo loop (DL-EPR), de acordo com a norma ISO 12732 padrão [11], para avaliar quantitativamente o aumento na susceptibilidade à corrosão localizada e correlacionaram com a presença de fases deletérias.

## 2.1.2 Propriedades Metalúrgicas

Os AID se solidificam no campo ferrítico e à medida que a temperatura diminui, parte da ferrita transforma-se em austenita, de modo que na temperatura ambiente é obtida uma estrutura bifásica ferrita-austenita e, dependendo das condições de resfriamento, isenta de outras fases. O fato da solidificação dos AID partir da ferrita deve-se ao maior teor de elementos formadores de ferrita do que elementos formadores da austenita [12].

Sendo assim, um aspecto importante a ser ressaltado é a influência dos elementos químicos na estabilização das fases ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ). Termodinamicamente, o balanço  $\alpha/\gamma$  depende da relação entre os percentuais em peso dos elementos alfa-gêneos (estabilizadores de  $\alpha$ ) e gama-gêneos (estabilizadores de  $\gamma$ ). A Tabela 2 apresenta os principais elementos de liga utilizados na fabricação dos AID e as fases que estes estabilizam.

Tabela 2: Elementos ferritizantes e austenitizantes [13].

Elementos ferritizantes ( $\alpha/\delta$ )			Elementos austenitizantes ( $\gamma$ )	
Cr	Mo	Ti	Ni	Cu
Si	Al	Nb	C	N
V	W	B	Mn < 6%	Co

A fim de relacionar os elementos de liga bem como o peso percentual destes nas fases que estabilizam foram estabelecidas as fórmulas empíricas de cromo equivalente

( $Cr_{eq}$ ) e de níquel equivalente ( $Ni_{eq}$ ). Um exemplo dessas relações são apresentadas nas equações ( 3 ) e ( 4 ) [14]:

$$Cr_{eq} = \%Cr + 1,5(\%Si) + 1,4(\%Mo) + \%Nb - 4,99 \quad ( 3 )$$

$$Ni_{eq} = \%Ni + 30(\%C) + 0,5(\%Mn) + 26(\%N-0,02) + 2,77 \quad ( 4 )$$

A microestrutura típica dos AID laminados é formada por lamelas policristalinas alternadas de ferrita ( $\alpha$ ) e austenita ( $\gamma$ ). Um exemplo das microestruturas típicas encontradas para metal de solda e o metal de base deste material para este tipo de processamento pode ser observada na Figura 3.

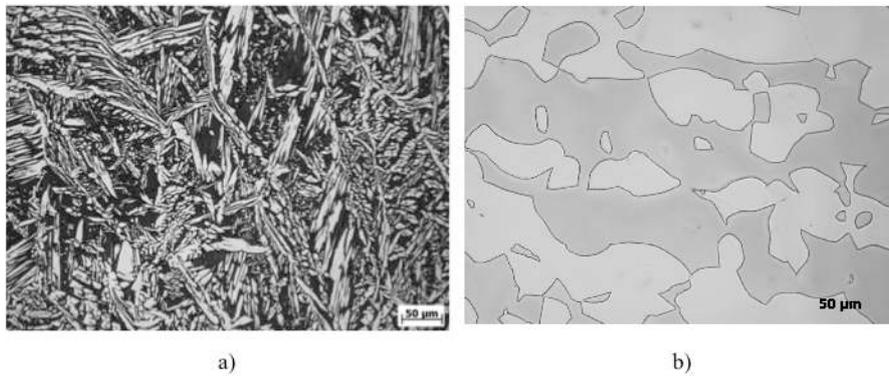


Figura 3: Microestruturas típicas dos AID, a) do metal de solda e b) do metal de base.  
(fase clara sendo  $\gamma$  e fase escura sendo  $\alpha$ ).

A fim de facilitar a avaliação das fases em equilíbrio termodinâmico é apresentado o diagrama Fe-Cr-Ni na Figura 4.

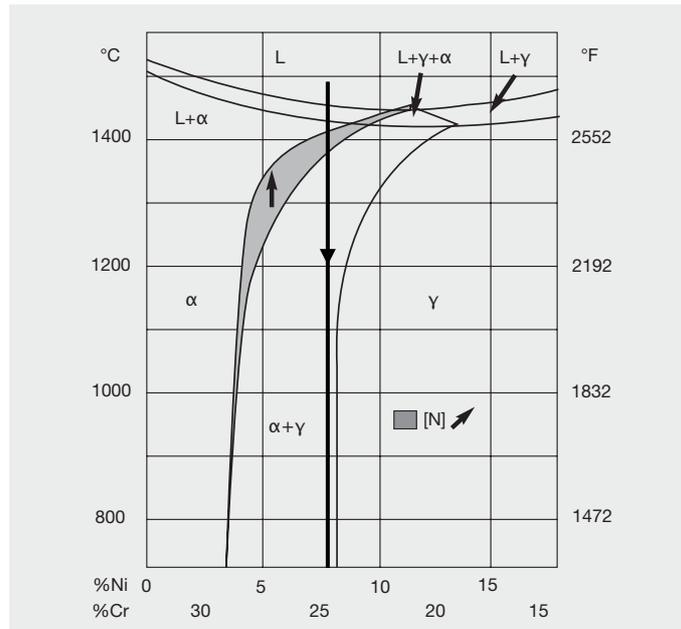


Figura 4: Seção vertical com Fe (68%) constante do diagrama ternário Fe-Cr-Ni [4].

Nele é possível observar uma secção transversal do diagrama pseudoternário, com Fe constante ( $\approx 68\%$ ). É possível observar que os AID solidificam como ferrita ( $\alpha$ ) e à medida que avança no resfriamento ocorre a precipitação de austenita ( $\gamma$ ). O correto balanço entre as fases  $\gamma$  e  $\alpha$  é obtido em função da composição química e do histórico térmico e/ou termomecânico.

Dependendo da composição da liga, principalmente da presença de elementos que estabilizam a fase  $\gamma$ , o balanço entre as fases é obtido mais facilmente. Observando ainda a Figura 4 pode-se observar a influência do nitrogênio ampliando a faixa de estabilidade do campo austenítico. Outro aspecto que deve ser ressaltado é que durante o resfriamento outros processos de precipitação podem ocorrer, como por exemplo nitretos de cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$ ) e fases intermetálicas (principalmente sigma,  $\sigma$ , e chi,  $\chi$ ) dependendo do particionamento de elementos de liga, histórico termomecânico e taxa de resfriamento. As principais reações de precipitações dos aços inoxidáveis superduplex serão abordadas a seguir.

### 2.1.2.1 Precipitação de Fases Secundárias

As propriedades mecânicas, como a tenacidade, e a resistência à corrosão podem ser prejudicadas devido à precipitação de fases intermetálicas. As principais fases presentes nos AISD são apresentadas na Tabela 3.

Destacam-se dentre os apresentados na Tabela 3 os nitretos, que podem ser encontrados comumente e em grandes quantidades em metais de solda dos aços inoxidáveis superduplex, a fase  $\sigma$ , pela sua dureza, fragilidade e seu elevado percentual em peso de cromo (Cr) e molibdênio (Mo) e, conseqüentemente, grande efeito deletério na tenacidade e na resistência à corrosão e, por último,  $\gamma_2$  que precipita durante o reaquecimento das regiões da Zona Fundida (ZF) e da Zona Termicamente Afetada (ZTA) intergranular ( $\alpha$ - $\alpha$  ou  $\alpha$ - $\gamma$ ) ou intragranular na ferrita  $\alpha$  a partir de reações eutetóides de decomposição da fase ferrítica [4,15].

A composição química dos aços inoxidáveis superduplex (principalmente devido aos elevados teores em peso de Cr, Mo e nitrogênio, N) os torna mais susceptíveis à precipitação de  $\gamma_2$ , seja nos contornos de grão  $\alpha$ - $\alpha$  e  $\alpha$ - $\gamma$  devido as decomposições eutetóides  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$  e  $\alpha \rightarrow \text{Cr}_2\text{N} + \gamma_2$  seja no interior dos grãos de  $\alpha$  devido a presença de elementos estabilizadores da fase  $\gamma$  acima do limite de solubilidade nestas regiões.

Tabela 3: Fases observadas nos aços inoxidáveis duplex [16].

Fase (Formula química)	Est. Cristalina [Grupo espacial]	Parâmetro de rede [Å]	Faixa de temperatura [°C]	Composição Química [%]					Ref.
				Fe	Cr	Ni	Mo	Outros	
Ferrita ( $\alpha$ ) <sup>(a)</sup>	ccc [Im3m (229)]	a=2,86-2,88	-	54,5	27,9	8,4	2,9	0,05 N	33
Austenita ( $\gamma$ ) <sup>(a)</sup>	cfc [Fm3m (225)]	a=3,58-3,62	-	55,5	27,0	10,0	3,6	0,54 N	33
Austenita Secundária ( $\gamma_2$ ) <sup>(a)</sup>	cfc [Fm3m (225)]	a=3,539	600-1000	56,8	25,3	11,2	2,4	0,19 N	33-36, 49
Nitreto <sup>(b)</sup> (Cr <sub>2</sub> N)	trigonal [P3 <sub>1</sub> m (162)]	a=4,750-4,796 c=4,429-4,470	550-1000	4,6	85,5	-	4,8	5,1 V N	37-39
Nitreto <sup>(b)</sup> (CrN)	cfc [Fm3m (225)]	a=4,140	550-1000	5,8	83,1	-	9,3	1,8 Mn N	40, 41
$\pi$ <sup>(b)</sup> (Mo <sub>13</sub> Fe <sub>7</sub> N <sub>4</sub> )	cúbica prim. [P4 <sub>3</sub> 2 (213)]	a=6,47	500-600	28,4	34,9	2,8	33,9	N	42
Carboneto <sup>(b)</sup> (M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> )	cfc [Fm3m (225)]	a=10,56-10,68	550-1000	35	60	2	3	C	43-44
Carboneto (M <sub>7</sub> C <sub>3</sub> )	ortorrômbico [Pnma (62)]	a=4,52 b=6,99 c=12,11	950-1100						42
$\chi$ (Fe <sub>18</sub> Cr <sub>6</sub> Mo <sub>6</sub> )	ccc [I43m (217)]	a=8,920 a=8,862-8,878	400-950	48,2	26,7	3,3	21,8	-	42, 43
$\sigma$ (FeCr)	tetragonal [P4 <sub>2</sub> /mnm(136)]	a=8,799-8,828 c=4,544-4,597	650-1000	55	29	5	11	-	43, 45, 46
$\epsilon$ (rica em Cu)	cfc [Fm3m (225)]	a=3,615	400-650	-	-	-	-	Cu	47
G <sup>(c)</sup>	cúbica [Fm3m (225)]	a=10,9-11,6	300-500	16	25	26	16	14 Si	48
$\alpha'$ ( $\alpha$ rica em Cr)	ccc [I4/m32/m]	a=2,87-2,89	350-750	12	72	3	10	3 Si	42, 48
R (Fe <sub>28</sub> Cr <sub>13</sub> Mo <sub>12</sub> )	trigonal romboédrica hexagonal [R3 (146:H)]	a=9,01 $\alpha=74^\circ 30'$ a=10,937 c=19,346	550-800	44,8	25,6	-	27,8	1,8 Co	49-50
$\tau$ (Fe-Cr-Mo)	ortorrômbica [Fm3m (225)]	a=4,054 b=3,436 c=2,867	550-650	43,4	23,9	5,9	22,8	3,6 Mn	51
Laves (Fe <sub>2</sub> Mo)	hcp	a=4,73 c=7,72	650-815						43

A formação de  $\gamma_2$  vêm sendo correlacionada com a redução na resistência à corrosão localizada [15]. A Figura 5 apresenta curvas experimentais de tempo, temperatura e transformação (curvas TTT) representativas de três aços inoxidáveis duplex (UNS S32750 – SAF 2507, UNS S 31803 – SAF 2205 e UNS S32304 – SAF 2304), onde a principal diferença são os percentuais em peso de Cr, Mo e N, e, intrinsecamente falando, a resistência equivalente ao pite [4].

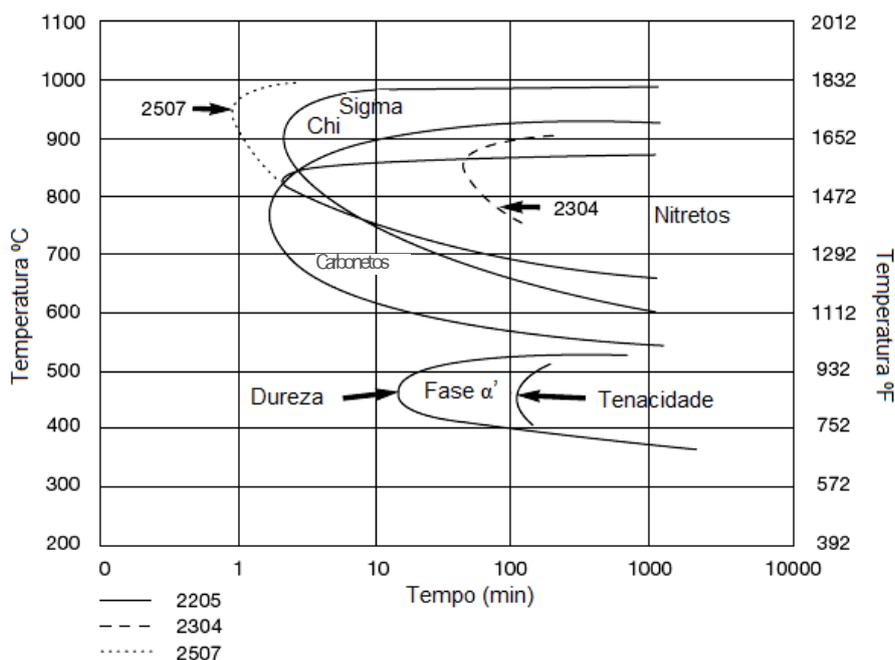


Figura 5: Curva de precipitação de fases secundárias para alguns aços inoxidáveis duplex [4].

Ao observar as curvas TTT percebe-se que a cinética de precipitação de fases intermetálicas ( $\sigma$ ,  $\chi$  e carbonetos) no aço SAF 2507 (UNS S32750) é sempre maior do que a dos aços SAF 2205 e SAF 2304. Esta comparação mostra que maiores percentuais em peso de elementos de liga como Cr, Mo e N facilitam a formação de fases deletérias [4].

### 2.1.2.1.1 Nitretos de Cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$ e CrN)

A nucleação dos nitretos de cromo se dá nas discordâncias, inclusões, contornos de grão ( $\alpha/\alpha$ ) e interfaces ( $\alpha/\gamma$ ). A cinética de precipitação é altamente dependente da temperatura, da composição química da liga (principalmente do teor de nitrogênio) e de seu histórico termomecânico [16]. Com o aumento do uso do nitrogênio como elemento de liga na composição química do aço duplex, e em particular do aço superduplex, o estudo da precipitação de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou CrN no intervalo de temperatura 700°C- 900°C tem se tornado mais importante [17]. O nitrogênio favorece e acelera a formação de  $\gamma$  e a endurece fortemente. Usualmente o nitrogênio permanece dissolvido em  $\gamma$ . Contudo, um aquecimento a temperatura superiores a cerca de 1100°C permite a dissolução de parte deste nitrogênio na ferrita. À medida que essa temperatura diminui,  $\alpha$  não comporta o N

em solução sólida e, portanto, se a taxa de resfriamento for alta, o N não tem tempo suficiente para se difundir até o grão de  $\gamma$  adjacente. Precipitados de nitreto de cromo são formados no interior do grão de ferrita [18,17].

Em alguns casos a formação de nitreto pode ser prejudicial à resistência à corrosão e às propriedades mecânicas. Na Figura 6 pode ser visualizado o decréscimo de energia absorvida com o aumento da quantidade de nitretos extraídos da ZTA de um AID [15]. Todavia, o o risco de degradar as propriedades mecânicas e corrosivas pode depender da quantidade, tamanho e distribuição dos nitretos, como também de sua localização e regiões circunvizinhas.

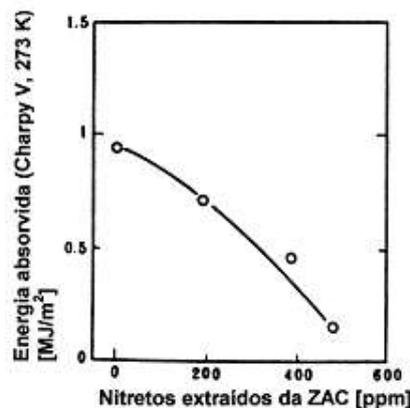


Figura 6: Relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy (273 K) e a quantidade de nitretos na ZTA de um AID (Fe-27,5%Cr-3,8%Mo-Ni-N) [15].

### 2.1.2.1.2 Fase Sigma ( $\sigma$ )

A fase sigma é um composto intermetálico, de composição nominal FeCr, que é duro, não magnético e apresenta uma célula unitária tetragonal [18]. A faixa de temperatura de precipitação da fase sigma ( $\sigma$ ) depende da composição química da liga. Geralmente, a precipitação de  $\sigma$  ocorre na faixa temperatura de 600 a 1000° C e ocorre, principalmente, da decomposição da ferrita por uma transformação eutetóide resultando em austenita secundária e fase sigma. A nucleação da fase sigma ocorre preferencialmente nas interfaces ferrita-austenita, sendo também possível nos contornos grão  $\alpha/\alpha$  [19,12]. A precipitação desta fase é acompanhada por um aumento de dureza e

intensa perda de ductilidade, especialmente quando estas são medidas a temperatura ambiente [18].

A morfologia da fase sigma sofre mudanças de acordo com a temperatura de precipitação. A baixas temperaturas de precipitação (750° C, Figura 8c) uma estrutura do tipo coral pode ser encontrada. Em temperaturas mais elevadas (950° C, Figura 8a), a fase sigma é maior e mais compacta, o que se deve uma menor taxa de nucleação, mas uma elevada taxa de difusão em altas temperaturas e em temperaturas de 850°C (Figura 8b) uma estrutura intermediária é encontrada, como pode ser observado na Figura 7.

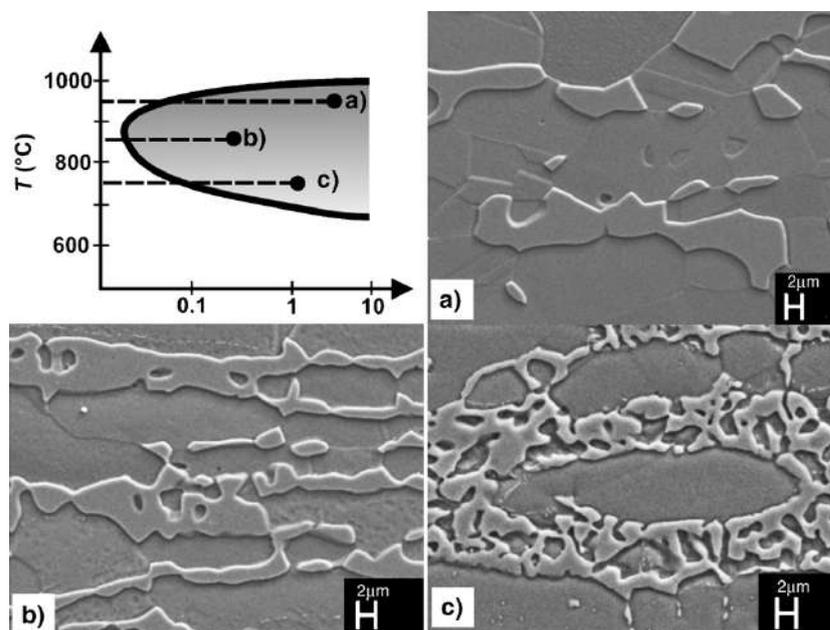


Figura 7: Morfologia da fase sigma em virtude da temperatura de transformação (a) 950° C, (b) 850° C, (c) 750° C.

O metal de solda e a ZTA tem áreas que sofreram múltiplas exposições a esta faixa de temperatura (600 – 1000°C), em que pode ocorrer formação de fase sigma e outras fases intermetálicas. Nos aços inoxidáveis duplex com 22% Cr, a formação de fases intermetálicas na condição soldada, geralmente, não é significativa. Já para os aços superduplex com 25% Cr é improvável que se consiga evitar totalmente a precipitação desta fase durante a soldagem [20].

### 2.1.2.1.3 Austenita Secundária ( $\gamma_2$ )

Os aços inoxidáveis duplex, durante o resfriamento, apresentam transformação de fase a partir do campo ferrítico, ou seja, parte desta fase transforma-se em austenita primária ( $\gamma_1$ ). Caso este resfriamento seja muito rápido, a formação de  $\gamma_1$  pode ser prejudicada e uma microestrutura ferrítica metaestável supersaturada em nitrogênio se formará. Desta forma, durante um tratamento isotérmico ou um reaquecimento devido a processos de soldagem ocorrerá uma difusão adicional que pode resultar em um crescimento da  $\gamma$  existente ou nucleação de uma nova  $\gamma$ . Esta segunda nucleação é chamada de austenita secundária ( $\gamma_2$ ). Sua formação é mais comum no metal de solda e na ZTA durante a soldagem multipasses e pode alterar significativamente o equilíbrio de  $\gamma$ - $\alpha$  da microestrutura do AID [15,17,21].

Durante a soldagem multipasse, o aporte térmico e os ciclos térmicos podem ser controlados para promover uma ampla formação de  $\gamma_2$  através da otimização do reaquecimento do metal de solda depositado anteriormente. A formação de  $\gamma_2$  na ZTA de soldas multipasses do aço SAF 2507 está intimamente relacionada com a dissolução dos precipitados de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$ . O nitrogênio liberado na dissolução dos nitretos (na faixa de temperatura de 1000 a 1200° C), ao atuar como elemento estabilizador da austenita, promove a formação de  $\gamma_2$ . No entanto, um outro estudo realizado com a mesma liga, submetida a tratamentos isotérmicos (700-900° C), mostrou a precipitação cooperativa de  $\gamma_2$  e pequenas partículas equiaxiais de  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$  nas interfaces  $\alpha/\gamma_1$ . Esses nitretos em conjunto com o crescimento de  $\gamma_2$  exercem o efeito de ancoramento dos contornos de grão  $\alpha/\gamma$ . A nucleação e o crescimento da  $\gamma_2$  pode ocorrer no contorno de grão  $\alpha/\gamma$  crescendo fora da austenita primária ou no interior dos grãos ferríticos, associados com os nitretos de cromo previamente precipitados [21,15]

O mecanismo de formação da  $\gamma_2$  tem sido muito estudado por Ramirez [15], que relata que a precipitação de nitretos de cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$ ), em temperaturas de reaquecimento de 900 e 1000°C em algumas das interfaces  $\alpha/\gamma$ , antecede o crescimento da  $\gamma_2$  e que existe um mecanismo de colaboração em que o nitreto retira o Cr, Mo e N da  $\alpha$  e enriquece esta em Ni e Cu, facilitando o crescimento da  $\gamma$  na forma de  $\gamma_2$ . O nitrogênio necessário para estas transformações é suprido pela dissolução dos nitretos de cromo intragranulares da  $\alpha$  [15,17]. A Figura 8 mostra o mecanismo de precipitação cooperativa da  $\gamma_2$  crescendo na interface  $\alpha$ - $\gamma_1$ .

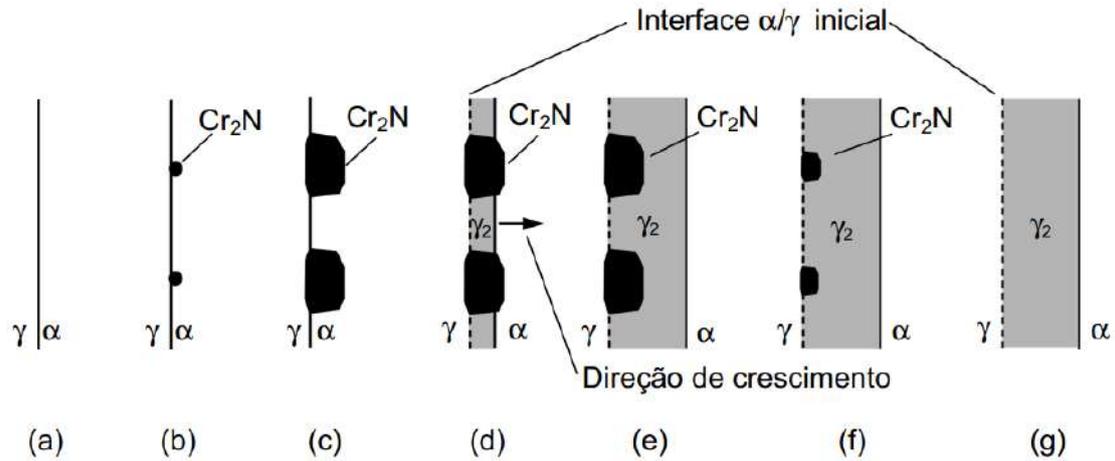


Figura 8: Diagrama esquemático mostrando a precipitação cooperativa de Cr<sub>2</sub>N e  $\gamma_2$  a partir da interface  $\alpha/\gamma$ , seguida da dissolução do Cr<sub>2</sub>N [15].

A precipitação também pode ocorrer nos contornos de grão  $\alpha-\alpha$  e  $\alpha-\gamma$  devido as decomposições eutetóides  $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$  e  $\alpha \rightarrow \text{Cr}_2\text{N} + \gamma_2$ . Na Figura 9 pode ser observado o surgimento de  $\gamma_2$  ao redor da  $\gamma_1$ , Esta diferenciação é possível por causa da mudança de composição química, a qual gera comportamentos diferentes devido ao ataque utilizado. Portanto, esta clara diferenciação entre a austenita primária e secundária permite determinar em qual classificação se enquadra a austenita intergranular, ou seja, a  $\gamma_1$  apresentará uma camada de  $\gamma_2$ . Caso não apresente, a austenita intragranular é classificada como  $\gamma_2$  [17].

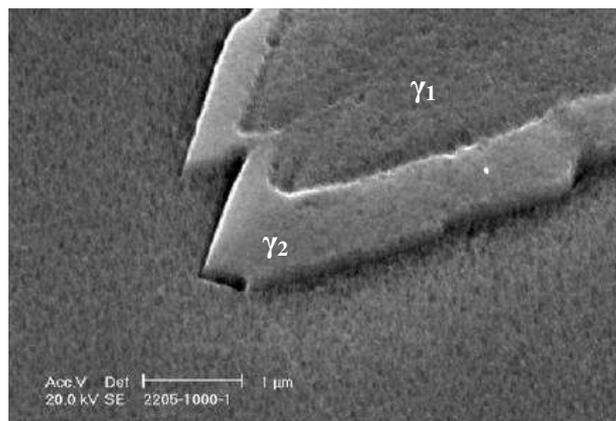


Figura 9: Surgimento de  $\gamma_2$  ao redor da austenita primária [17].

A precipitação de  $\gamma_2$  nos AIDs pode ocorrer em diferentes sítios e com diferentes morfologias. Na descrição destas morfologias é utilizada a classificação morfológica de DUBÉ e AAROSON para ferrita em aços de baixo carbono. No caso dos AID, as

morfologias geralmente encontradas são alotrimórfica de contorno de grão, placas laterais de Widmanstätten e Widmanstätten intragranulares, como apresentada na Figura 10 [12].

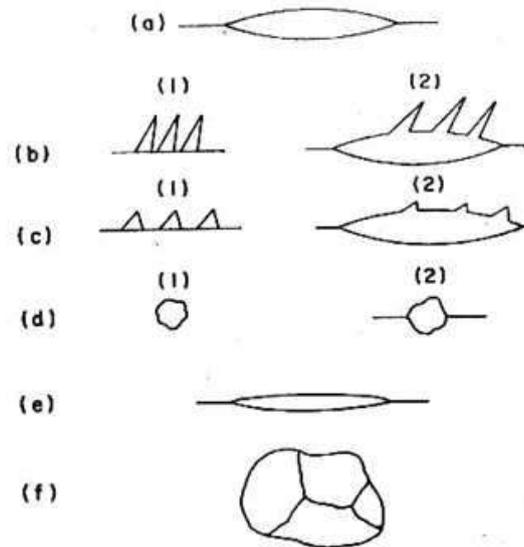


Figura 10: Sistema de classificação morfológica proposto por DUBÉ e AAROSON. (a) alotrimórfica; (b) placas laterais de Widmanstätten; (c) Widmanstätten serrilhadas; (d) idiomórficas; (e) Widmanstätten intragranulares; e (f) estrutura massiva [12].

Devido à importância dos AISD na indústria petroquímica, diversos trabalhos vêm sendo desenvolvidos no sentido de entender o efeito da presença e dos limites percentuais em peso das fases intermetálicas no que tange ao comprometimento das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Dentre diversos cuidados que vêm sendo colocados como primordiais para a integridade microestrutural dos AID e AISD a soldabilidade tem se tornado um assunto exaustivamente discutido, pois a qualificação do procedimento de soldagem para estes materiais deve estar de acordo com as propriedades de interesse, sejam estas mecânicas ou de resistência à corrosão [15]. Aspectos relacionados à metalurgia física da soldagem serão abordados à seguir.

### 2.1.3 Metalurgia Física da Soldagem dos AID

Como dito anteriormente, o balanço correto entre as fases  $\alpha$  e  $\gamma$  e a inexistência de fases intermetálicas são condições elementares para garantir as excelentes propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos AID e AISD. Na indústria, a precipitação

destas fases (principalmente,  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$ ,  $\chi$ ,  $\sigma$ ,  $\gamma_2$  e  $\alpha'$ ) está associada, muitas vezes, com a soldagem destes materiais. Diversas variações e mudanças na microestrutura dos AID e AISD ocorrem, principalmente, devido aos múltiplos ciclos térmicos durante a soldagem. A zona afetada pelo calor (ZTA) pode ser dividida, com base no ciclo térmico, em três regiões distintas conforme a Figura 11.

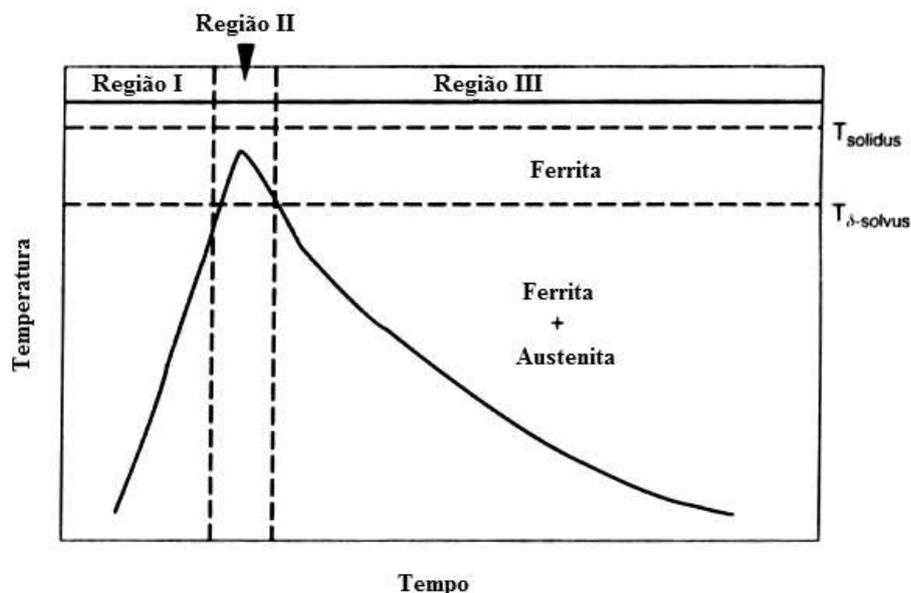


Figura 11: Ciclo térmico de soldagem do aço duplex 2205 com 0,1%N, destacando-se as três faixas principais de temperatura [21].

Na região I, as temperaturas de aquecimento se aproximam da linha *solvus* da ferrita transformando a maior parte da austenita presente novamente em ferrita por um processo difusional, bem como a maior parte dos precipitados, especialmente os nitretos, começam a se dissolver até que praticamente toda a estrutura torna-se ferrítica (dependendo do tempo de permanência nesta faixa de temperatura).

A região II encontra-se quase totalmente em fase ferrítica. A ferrita tem seu crescimento de grão proporcional à temperatura e ao tempo de exposição nessa região. O crescimento de grão da ferrita diminui a tenacidade e a ductilidade dessas ligas, devendo assim ser controlado, minimizando o tempo de exposição das ligas na região II.

Outra maneira de controlar este crescimento de grão da ferrita é selecionar uma liga com o fator  $\text{Cr}_{\text{eq}}/\text{Ni}_{\text{eq}}$  mais baixo (maior percentual de elementos que estabilizam o campo  $\gamma$ ), ou utilizar um procedimento de soldagem com aporte de calor mais baixo,

pois quanto menor o aporte de calor menor será o tempo de permanência na região II e menor será o crescimento de grão da ferrita  $\alpha$ . Contudo, este efeito não é uma regra visto que a anisotropia do vetor taxa de resfriamento pode gerar, mesmo para um baixo aporte térmico, sub-regiões onde este aspecto não seja observado. Um exemplo da relação entre o tamanho de grão e o aporte de calor para diferentes AID e AISD é apresentado na Figura 12. Nesta é possível observar o efeito do aporte de calor no tamanho de grão encontrado na ZTA (HAZ) e na zona de fusão (FZ) de um AID (SAF 2205) e um AISD (SAF 2507). A temperatura *solvus* dos AISD é maior que a dos AID, o que diminui o tempo de exposição da ZTA na região II, resultando em regiões menores de grãos coalescidos de ferrita.

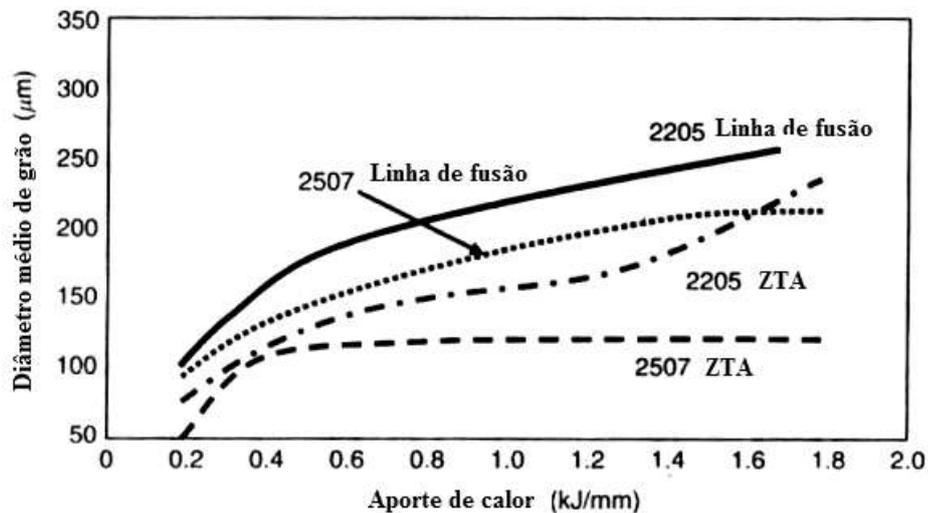


Figura 12: Efeito do aporte de calor sobre o crescimento de grão da ferrita  $\alpha$ , para os aços duplex 2205 e superduplex 2507 [22].

A região III é aquela em que ocorrerá o resfriamento a partir da linha de fusão e com ele a formação da austenita e dos compostos intermetálicos (dependendo do tempo de exposição na faixa de temperaturas críticas). A transformação ferrita em austenita é controlada principalmente pela taxa de resfriamento nessa região. Logo, altas taxas de resfriamento resultarão em um retardo na transformação  $\alpha \rightarrow \gamma$  e conseqüentemente uma maior quantidade de ferrita será encontrada na linha de fusão. Como a ferrita não dissolve bem o nitrogênio, ela se tornará supersaturada neste elemento, aumentando a possibilidade de precipitação  $\text{Cr}_2\text{N}$  e/ou  $\text{CrN}$ . Como conseqüência teríamos a diminuição da concentração de cromo na fase  $\alpha$ .

Em relação à precipitação de fases secundárias em metais de solda, são apresentados na Figura 13 os exemplos típicos de possíveis fases e/ou microconstituintes que podem precipitar e contribuir para a redução das propriedades mecânicas e de resistência à corrosão dos AID e AISD.

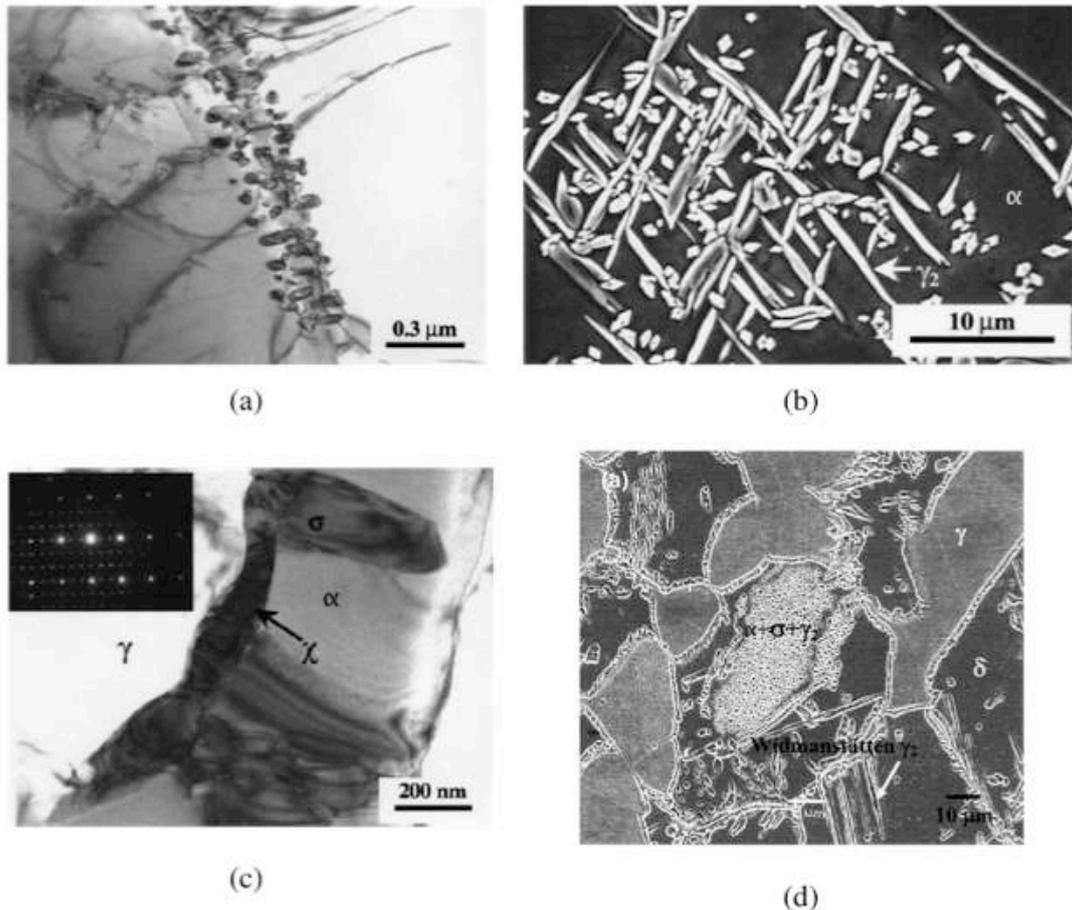


Figura 13: Exemplo das possíveis fases secundárias que podem precipitar na ZTA de grãos grosseiro. (a) Nitretos de Cromo, (b)  $\gamma_2$  intragranular, (c) fases  $\chi$  e  $\sigma$  e (d)  $\gamma_2$  intergranular [23]

Na ZTA de refino de grão e no metal de solda, a cinética de precipitação de fases secundárias é mais intensa, principalmente devido ao menor tamanho de grão e maior quantidade de interfaces que aceleram a cinética do processo. Já no metal de solda o problema está nos constantes reaquecimentos que ocorrem nesta região. Isto é suficiente para submeter determinados pontos do metal de solda, sucessivamente, em faixas de temperaturas onde podem ocorrer precipitações indesejáveis, dependendo do tempo de permanência nestes patamares [23].

A qualificação do procedimento de soldagem para o aço inoxidável superduplex requer uma avaliação da resistência ao trincamento por meio de testes de acordo com as normas ISO 7539-2 [24] e NACE MR 0175 / ISO 15156-3 [25]. Estas normas juntas abrangem testes de corrosão sob tensão em solução ácida contendo H<sub>2</sub>S. Chehuan et al, 2014 [26], utilizaram o procedimento descrito na norma ISO 7539-2 para avaliar a influência da austenita secundária ( $\gamma_2$ ) na presença de corrosão sob tensão por sulfetos de juntas soldadas de aço inoxidável superduplex (UNS S32750). Verificou-se que a simples presença de  $\gamma_2$  não implica necessariamente em perda de resistência à corrosão, o seu efeito parece estar relacionado com a região de precipitação na matriz e com a faixa de temperatura que esta fase tenha sido precipitada.

No entanto, os testes de acordo com ISO 7539-2 e NACE MR 0175 / ISO 15156-3 não fornecem informações que podem ser usadas em uma análise crítica de engenharia para determinar a vida útil restante de um componente metálico ou estrutura. Os resultados são utilizados apenas para classificação qualitativa de uma maior ou menor susceptibilidade à corrosão sob tensão. Assim, o desenvolvimento de metodologias que permitam aplicar a mecânica da fratura elasto-plástica ou linear-elástica em situações em que há uma ação de carregamento quasi-estático ou dinâmico com ambiente corrosivo se tornam indispensáveis para uma avaliação quantitativa do risco de falha. Sendo assim, a avaliação das normas BS 7448 parte 1 [27] e parte 2 [28], BS ISO EN 15653 [29], ASTM E1290-07 [30] ou ASTM E1820-08 [31] para aplicação em ambiente corrosivo com o intuito de se obter um parâmetro quantitativo (CTOD ou J Integral) tornar-se uma alternativa técnica confiável para análise da perda de tenacidade em materiais metálicos.

#### **2.1.4 Propriedades Mecânicas**

Os AID têm excelentes propriedades mecânicas devido à estrutura de grãos finos, correto balanço entre as fases e ausência de fases intermetálicas. Os valores de limite de escoamento dos AID no estado recozido podem ultrapassar em duas vezes os dos aços austeníticos, sem que haja perda substancial na tenacidade [8]. Isto permite reduções de custos de projeto devido a diminuição de espessuras de parede ao se utilizar a liga duplex garantindo ainda a integridade estrutural do equipamento e/ou

componente. Além disso, atua de forma benéfica na redução do peso e do tempo de soldagem.

Além da elevada resistência mecânica, os AID possuem boa ductilidade e tenacidade, mesmo em baixas temperaturas, quando comparados aos aços inoxidáveis ferríticos, pois a transição dúctil-frágil ocorre de forma gradual dada a presença em elevada fração volumétrica da fase austenítica. Por outro lado, quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, os duplex apresentam valores mais baixos de tenacidade e ductilidade. O comportamento mecânico dos aços inoxidáveis duplex está intimamente relacionado com a característica de cada fase, por isso o balanceamento entre as frações volumétricas de austenita e ferrita deve estar próximo de 50%, a fim de se maximizar as propriedades mecânicas. Na Tabela 4 são apresentadas como forma de comparação algumas propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex e austeníticos [4].

Tabela 4: Propriedades mecânicas dos aços inoxidáveis duplex e austeníticos [8].

<b>AISI/UNS</b>	<b>Resistência ao escoamento MPa</b>	<b>Resistência à tração MPa</b>	<b>Alongamento Mínimo, %</b>	<b>Dureza Vickers</b>	<b>Microestrutura</b>
304L	210	515-680	45	155	Austenita
316L	220	515-690	40	160	Austenita
S 32304	400	600-820	25	230	Dúplex
S 31803	450	680-880	25	260	Dúplex
S 32750	550	800-1000	25	290	Dúplex

A Figura 14 mostra os resultados obtidos no ensaio de impacto para a liga 316L, bem como para três outras especificações de aços inoxidáveis duplex: UNS S32304 (SAF 2304), UNS S31803 (SAF 2205) e UNS S32750 (SAF 2507).

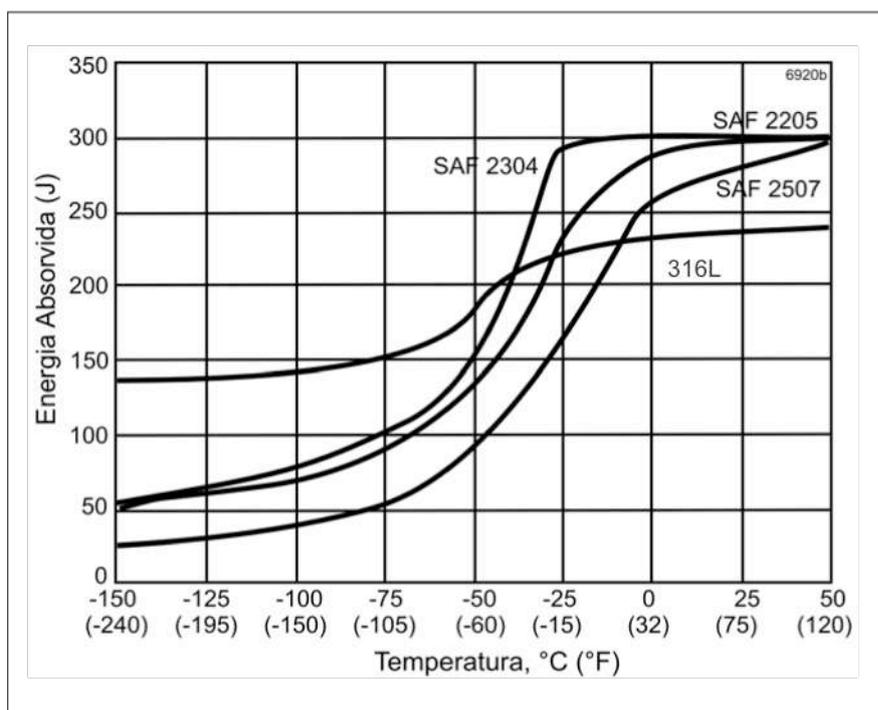


Figura 14: Resistência ao impacto dos aços inoxidáveis duplex e 316L. Ensaio Charpy, corpos-de-prova de seção 10 x 10 mm X 50 mm e entalhe em V. Os ensaios foram realizados na direção transversal à direção de laminação [2].

Nota-se que a temperatura de transição dúctil-frágil para os duplex está em torno de  $-50^{\circ}\text{C}$ , enquanto que a liga 316L não apresenta esse fenômeno. A presença de uma temperatura de transição dúctil-frágil dos AID é devido a presença da fase ferrítica [32].

### 2.1.5 Deformação Plástica nos AID

Devido a presença de uma segunda fase nos aços inoxidáveis duplex a deformação plástica se torna mais complexa e a microestrutura passa a ser um fator decisivo para o comportamento plástico do material. Deve-se considerar que, além das mudanças individuais da ferrita e austenita, existe também uma interação entre as duas fases durante a deformação plástica. Além dos mecanismos de endurecimento a frio e amolecimento necessários para deformar cada fase, os contornos de grão desempenham um papel de extrema importância na microestrutura duplex; a acomodação da deformação macroscópica depende das características plásticas de ambas as fases e suas interfaces. É importante ressaltar a diferença entre as interfaces do mesmo grão ou contornos de grão  $\alpha$ - $\alpha$  e  $\gamma$ - $\gamma$  e entre grãos diferente, os contornos de fase  $\alpha$ - $\gamma$  [33,34].

Foi observado por Krupp et al [35] que os locais de iniciação de uma trinca nos AID são nos contornos de grãos  $\alpha$ - $\alpha$ . Este fato pode ser explicado pelas altas tensões que não são acomodadas pela deformação plástica dos grãos de ferrita menos dúcteis e assim tendem a falhar de forma intergranular (Figura 15-a)). Durante a deformação plástica, o acúmulo de discordâncias na austenita próximo aos contornos de fase pode gerar uma concentração local de tensão nestas regiões. Esta tensão acumulada também pode ser uma fonte de geração de discordâncias na ferrita [36].

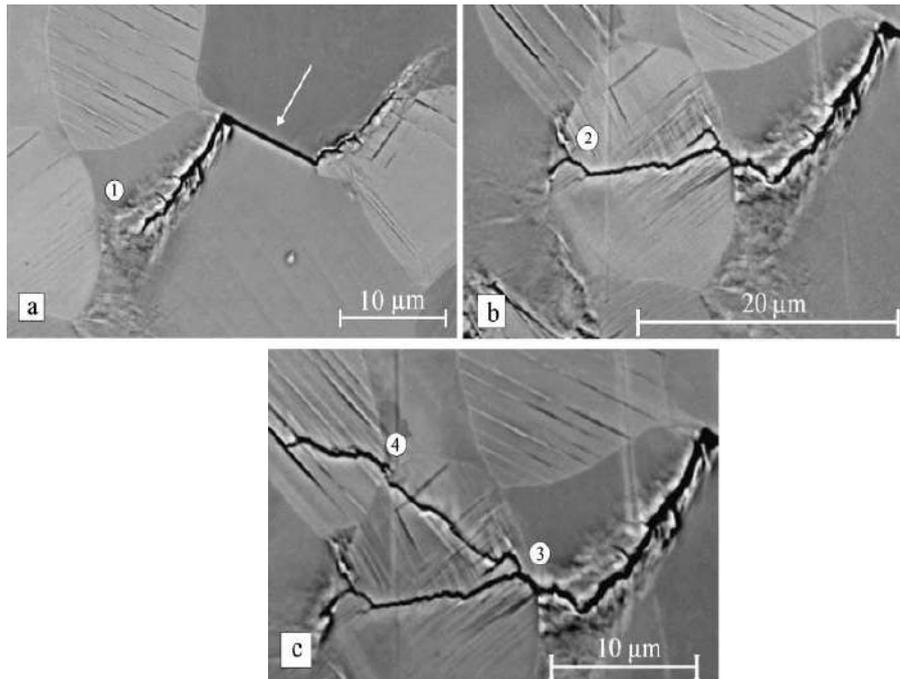


Figura 15: Propagação de uma microtrinca em um aço inoxidável duplex 22Cr–5Ni–3Mo (Adaptado de [35]).

A velocidade e o caminho que a trinca irá se propagar são determinados tanto pela resistência dos contornos de grão  $\alpha$ - $\alpha$  e  $\gamma$ - $\gamma$  quanto pela resistência dos contornos de fases  $\gamma$ - $\alpha$ , que estão relacionados com o ângulo de desorientação da rede (quando a trinca é bloqueada por um contorno) e com o ângulo entre os planos de deslizamento. Na Figura 15-a a microtrinca iniciada intergranularmente cresce continuamente em um grão adjacente de ferrita. Embora a zona plástica na ponta da trinca seja bloqueada pelo contorno  $\gamma$ - $\alpha$ , a trinca continua a se propagar pelo grão vizinho de austenita (ponto 1 da Figura 15-a), porém ao atingir o próximo contorno de fase  $\gamma$ - $\alpha$  a trinca para (ponto 2 da Figura 15-b). Já no ponto 3 da Figura 15-c a microtrinca se ramifica crescendo através do contorno de grão  $\gamma$ - $\gamma$  (ponto 4 da Figura 15-c). Foi observado que, geralmente, os contornos de fase  $\alpha$ - $\gamma$  são barreiras mais efetivas que os contornos de grão  $\alpha$ - $\alpha$  e  $\gamma$ - $\gamma$  para

retardar ou impedir a propagação da trinca, ou seja a maior resistência à propagação de trincas são os contornos de fase  $\alpha$ - $\gamma$  de ângulo alto [35].

Os contornos de alto ângulo ( $\theta > 15^\circ$ ) têm condição de aniquilar discordâncias. Já os contornos de baixo ângulo possuem baixa mobilidade, são arranjos de discordâncias. O contorno de baixo ângulo pode ser representado por um conjunto de discordâncias, são subgrãos com diferença de orientação de poucos graus de menor energia com relação ao contorno de grão. A deformação a frio promove a multiplicação das discordâncias e do seu rearranjo em contornos de baixo ângulo [37,38].

Durante a deformação plástica de um material policristalino, os grãos com orientação favorável à carga aplicada irão deformar homogeneamente pelo escorregamento de planos. Quando a orientação de alguns grãos é menos favorável ao carregamento, o reticulado cristalino pode sofrer sucessivas rotações. Essa mudança de orientação cristalográfica dos grãos causa a formação de uma textura de deformação [39].

## 2.2 Mecânica da Fratura

No início da história do projeto de engenharia houve grande necessidade de conhecer as diferentes formas que um material ou componente poderia falhar. Com isso, os critérios de falha convencionais têm sido desenvolvidos para explicar a resistência à fratura de estruturas que suportam cargas estáticas ou dinâmicas [40].

Mecânica da fratura é o estudo do comportamento mecânico de materiais com defeitos submetidos a uma carga aplicada, que lida com o processo irreversível de ruptura devido ao crescimento de trincas. Essa formação de trincas depende fortemente da microestrutura, carga aplicada e o meio em que a estrutura é exposta ou aplicada [41].

As características microestruturais desempenham um papel fundamental para o processo de fratura, defeitos e imperfeições podem agir como núcleo de formação de trincas e levar ao processo de falha mesmo dentro do nível elástico de carregamento. As fraturas podem ser classificadas como dúcteis, em que a ruptura, geralmente, é precedida por grande deformação. Este processo é caracterizado pela grande quantidade de energia dissipada que está associada a elevada deformação plástica, resultando em um crescimento lento de trincas devido ao encruamento na região da ponta da trinca. Por outro lado, a fratura precedida por pequena ou nenhuma deformação plástica é chamada de fratura frágil. É um processo de baixa energia dissipada, que pode levar a uma falha catastrófica, sem aviso prévio, tendo um crescimento da trinca com alta velocidade.

Basicamente, a mecânica da fratura tem três fatores variáveis que interagem no processo de fratura, como ilustrado na Figura 16. É o estudo que tenta explicar e prever a interação entre as tensões atuantes na peça ou componente (estado de carregamento), o tamanho dos defeitos presentes e a tenacidade à fratura (resistência ao crescimento de trincas) do material.



Figura 16: Variáveis abordadas na Mecânica da Fratura.

A Segunda Guerra Mundial foi um marco histórico para Mecânica da Fratura, após diversas falhas em ferrovias, tubulações, tanques e navios ocasionadas pelo fenômeno da fratura frágil, o desenvolvimento dos estudos acarretou no estabelecimento dos fundamentos da Mecânica da Fratura Elástica Linear (MFLE) por volta de 1960. Seus embasamentos teóricos tiveram origem a partir dos trabalhos de Griffith, na década de 20, sobre o valor teórico e experimental da tensão de fratura de um sólido frágil resultando no estudo do fenômeno de propagação instável da trinca, que foram aprimorados por volta da década de 50 por Irwin e Orowan. Assim esta ciência pôde ser aplicada na prática, primeiramente na indústria aeronáutica e em seguida em aplicações de aço como vasos de pressão, tubulações e estruturas *offshore* [42,43].

Existem métodos padronizados para a determinação da tenacidade à fratura sob condições de deformação plana, característica do estado triaxial de tensão, ( $K_{IC}$ ), que são válidos quando o tamanho da zona plástica à frente da ponta da trinca é pequeno, e é utilizada, neste caso, a MFLE. A teoria da MFLE limita-se ao estudo do comportamento de fratura dos materiais essencialmente frágeis, deixando de ser válida quando uma deformação plástica significativa precede uma falha. Já para materiais com características dúcteis, em que a plasticidade contribui intrinsecamente para o aumento de tenacidade pelo consumo de energia, os conceitos mais modernos utilizados são os da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP) e os métodos mais utilizados para lidar com essa relação linear são o CTOD e a integral J [44]. Tendo em vista que o foco desse trabalho é o aço inoxidável superduplex, o qual possui elevada resistência mecânica, porém com certa ductilidade, será dada maior importância para a MFEP.

## 2.2.1 Mecânica da Fratura Elasto-Plástica

A mecânica de Fratura Elasto-plástica (MFEP) surgiu em função das limitações da MFLE para materiais dúcteis, os quais apresentam considerável plasticidade na ponta da trinca, sendo assim aplicada para materiais com comportamento não lineares e que apresentam grande dissipação de energia durante o processo de falha.

A tenacidade à fratura é uma propriedade do material e deve ser independente de geometria, tamanho e níveis de carregamento para um material com determinada microestrutura. A fim de se medir de forma confiável a tenacidade à fratura, foi criado um parâmetro que descreve as condições da ponta da trinca de materiais elasto-plásticos denominado CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*), o qual foi utilizado como um critério de fratura para o presente trabalho [42,45].

### 2.2.1.1 CTOD – *Crack Tip Opening Displacement*

Em 1961, Wells observou que materiais com alta tenacidade não podiam ser caracterizados pela MFLE e a partir de seus experimentos pode concluir que essa teoria da mecânica da fratura não poderia ser aplicada para uma importante classe de materiais. Wells observou que, para essa classe de materiais que apresentavam deformação plástica significativa, durante o processo de fratura ocorre o “embotamento” (arredondamento) na ponta da trinca provocando a separação de duas superfícies. Assim foi sugerido o primeiro parâmetro para esses materiais, o “*crack tip opening displacement*”, CTOD, usualmente designado por  $\delta$ . O CTOD procura caracterizar a capacidade de o material deformar plasticamente antes da fratura medindo o afastamento das duas faces da trinca pré-existente na sua extremidade, de acordo com a Figura 17 [42,43].

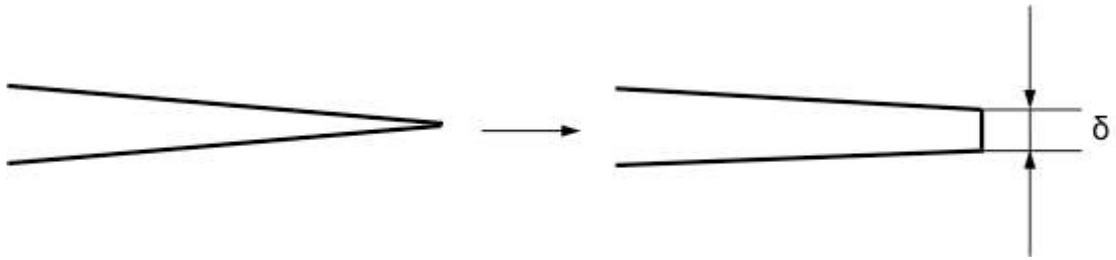


Figura 17: Representação esquemática da deformação na ponta da trinca.

O modelo proposto sugere a equivalência entre uma trinca real de comprimento  $2a$  e zonas de deformação plástica, supostamente circulares de raio  $r_y$ , e uma trinca equivalente, puramente elástica de comprimento  $2(a + r_y)$ , como representado na Figura 18.

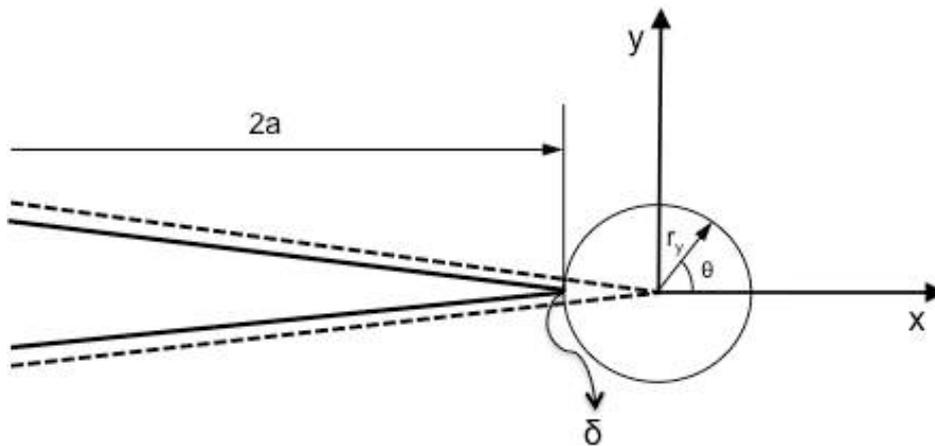


Figura 18: Modelo para o cálculo do valor de CTOD.

Com isso, foi possível relacionar o CTOD com o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) para valores elevados de limite de escoamento. Então para tensões no regime elástico, ou seja, tensões remotas aplicadas bem menores que o limite de escoamento do material ( $\sigma \ll \sigma_{LE}$ ), utiliza-se da seguinte equação [43]:

$$\delta = \frac{4}{\pi} \frac{K^2}{E \sigma_{LE}} = \frac{4}{\pi} \frac{G}{\sigma_{LE}} \quad (5)$$

Onde  $K$  é o fator de intensidade de tensões,  $E$  é o módulo de elasticidade,  $\sigma_{LE}$  é a tensão limite de escoamento e  $G$  é a taxa de liberação de energia que, nestas condições, é igual a  $K^2/E$ .

No entanto, a equação anterior limita-se as situações em que o conceito de  $K$  é aplicável, quando a MFLE ainda é válida. No caso de maiores extensões da zona

plástica, foi proposto por Burdekin e colaboradores, a partir do modelo de Dugdale, o modelo para determinar a extensão da zona plástica de um trinca no estado de tensão plano, com consta na equação ( 6 ):

$$\delta = \frac{8 \sigma_{LE}}{\pi E} a \ln \left( \sec \left( \frac{\pi \sigma}{2 \sigma_{LE}} \right) \right) \quad ( 6 )$$

Onde  $\sigma$  é a tensão aplicada,  $a$  é o tamanho admissível de defeito,  $E$  é o módulo de elasticidade e  $\sigma_{LE}$  é a tensão limite de escoamento.

O uso de CTOD para avaliar a tenacidade dos materiais baseia-se na hipótese de que existe um valor crítico de CTOD,  $\delta_{cr}$ , que é uma propriedade dependente do material, temperatura, taxa de deformação e estado de tensões reinante na ponta da trinca. Esta hipótese é descrita de acordo com a Figura 19. Na Figura 19-(a) pode ser observada a pré-trinca, Figura 19-(b) e Figura 19-(c) os valores sucessivamente crescentes de CTOD correspondentes às cargas aplicadas e em Figura 19-(d) a representação da trinca ( $\Delta a$ ). O valor de iniciação de CTOD é o valor de  $\delta$  que imediatamente antecede o início da propagação da trinca.

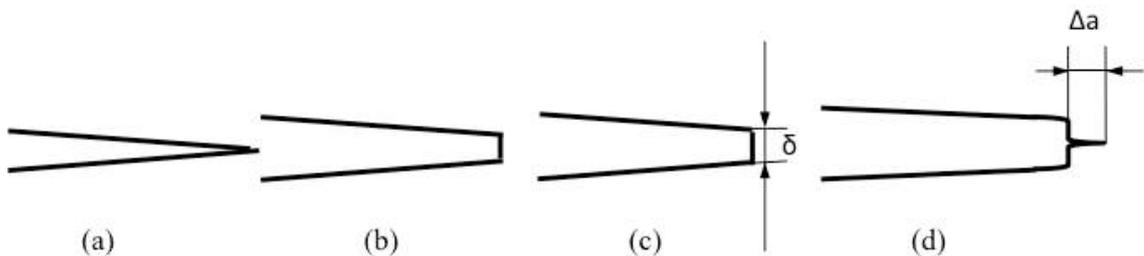


Figura 19: Representação esquemática do aumento do CTOD com a carga até a propagação da trinca.

No ensaio de CTOD usa-se um sistema de flexão em três pontos e é realizado em um corpo-de-prova entalhado com a presença de uma pré-trinca de fadiga, para que se aproxime da condição mais crítica de uma trinca real na peça. O cálculo do valor de CTOD é feito a partir de semelhanças de triângulos, em que se assume que o corpo-de-prova é rígido e a componente plástica da deformação rotaciona sobre um ponto fixo, conforme a Figura 20 [43,45].

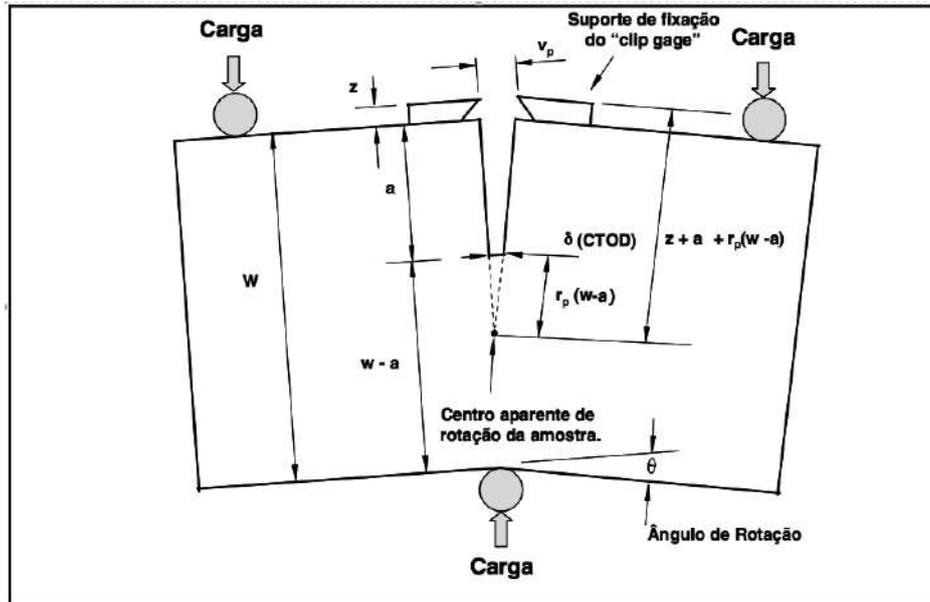


Figura 20: Representação esquemática da abertura da trinca durante o ensaio de flexão para determinação do CTOD [46].

Durante o ensaio são realizadas medições do deslocamento da abertura do entalhe através de um extensômetro (“clip-gauge”) e é feito um registro da carga aplicada versus este deslocamento da abertura, CMOD (*Crack Mouth Opening Displacement*). O CTOD é separado em uma componente plástica, representada pela parcela plástica de CMOD ( $V_p$ ) e uma componente elástica que é calculada a partir do valor de intensidade de tensão correspondente à carga aplicada ( $K$ ), conforme a equação ( 7 ) [27]:

$$\delta = \frac{K^2(1 - \nu^2)}{2\sigma_{LE}E} + \frac{V_p}{1 + \frac{1}{0,4} \frac{(a + z)}{(w - a)}} \quad (7)$$

Onde  $a$  é o tamanho da trinca,  $z$  é a distância do ponto de apoio do extensômetro até a superfície do corpo-de-prova;  $(w - a)$  é a distância do centro de rotação aparente até a ponta da trinca e, como dito anteriormente,  $V_p$  é a componente plástica do CMOD, como pode ser observado no gráfico na Figura 21.

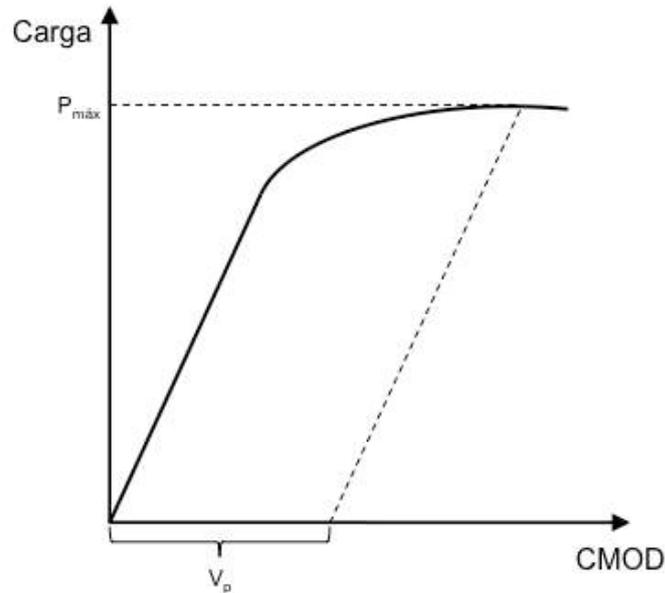


Figura 21: Gráfico Carga X CMOD com representação para se obter  $V_p$ .

### 2.2.2 Curvas de Resistência

O conceito de curva de resistência foi introduzido primeiramente por Kraft et al em 1961 [47] e, hoje em dia, é bastante consolidado, sendo largamente descrito em livros e normas técnicas de mecânica da fratura. Os materiais com comportamento dúctil, de uma forma geral, apresentam curvas de resistência ascendentes, onde  $J$  ou CTOD aumentam com o crescimento da trinca, como pode ser observado na Figura 22. No estágio inicial de deformação a relação entre  $J$  e  $\Delta a$  é praticamente linear e há um crescimento muito pequeno da trinca devido à plastificação que ocorre em sua ponta. Com o aumento de  $J$ , o material falha localmente na ponta da trinca resultando em uma extensão de seu tamanho. A resistência à propagação de trinca em aço pode ser também caracterizada pelo valor da inclinação  $dJ/da$ , a qual é definida como módulo de rasgamento [42].

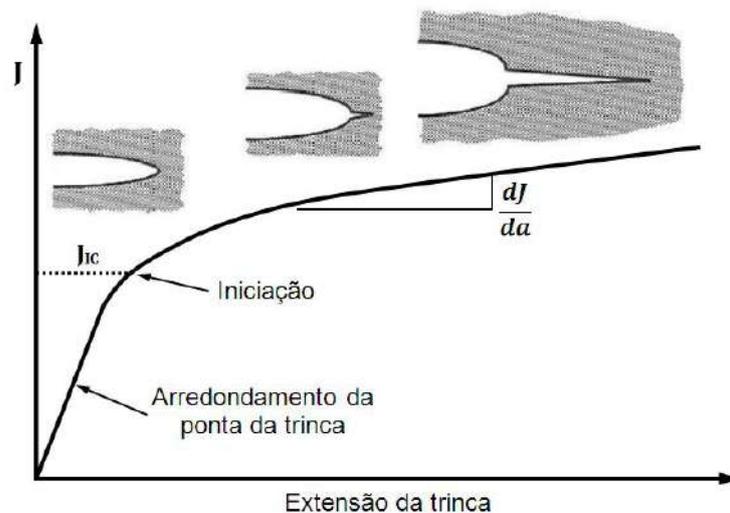


Figura 22: Modelo esquemático de uma curva de resistência para um material dúctil.  
(Adaptado de [42]).

A técnica de teste mais comum para a obtenção experimental das curvas de resistência  $J$ - $R$  ou  $CTOD$ - $R$  é a do corpo-de-prova único (*single specimen*), utilizando o método das descargas parciais (*Unloading Compliance Method*). Primeiramente, aplica-se uma carga que provoca um pequeno crescimento da trinca. Em seguida, essa carga é parcialmente aliviada e aplicada novamente e, assim, descargas parciais são realizadas periodicamente durante todo teste. A medida que a trinca cresce, o corpo-de-prova apresenta maior flexibilidade (*compliance*), ou seja, o corpo-de-prova se torna menos rígido. O valor de *compliance* (inverso da rigidez) é medido pela inclinação ( $1/C$ ) das linhas geradas por cada descarregamento parcial, como pode ser observado na Figura 23. Para cada geometria específica de corpo-de-prova, existe uma equação adequada para calcular o tamanho da trinca relacionado com a *compliance* [42]. Em seguida, o tamanho de trinca teórico, calculado pela *compliance*, é comparado com o tamanho de trinca real verificado após o ensaio.

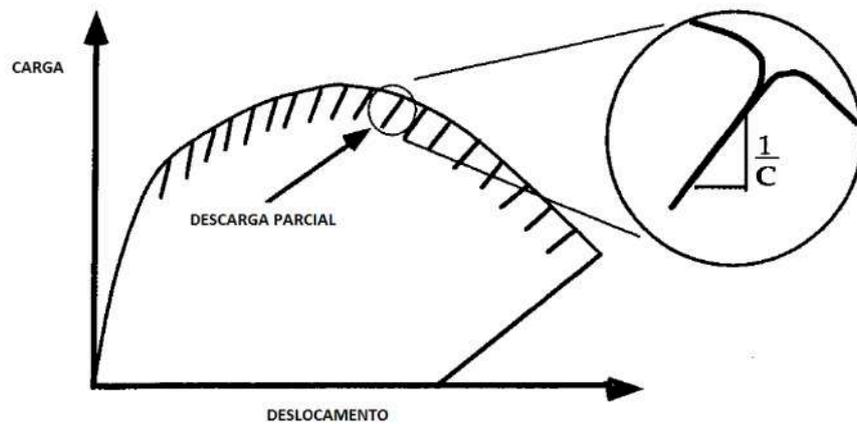


Figura 23: Curva carga *versus* deslocamento para o método de descargas parciais [42].

Testes realizados por Bourgeon et al. [48] mostram que a tenacidade à fratura de juntas soldadas de superduplex em meio hidrogenado foram significativamente menores quando testadas sob uma taxa de carregamento mais baixa. A amostra testada com a taxa de carregamento estipulada pela norma, apresentou uma fractografia que consistia inteiramente de microvazios, indicando um mecanismo de falha totalmente dúctil. Enquanto, a que foi carregada com a mais baixa velocidade (aproximadamente  $4 \times 10^{-4} \text{ MPam}^{0,5} \cdot \text{s}^{-1}$ ), mesmo com um baixo nível de hidrogênio, apresentou indícios de clivagem. O nível de hidrogênio e a taxa de deformação afetam a tenacidade à fratura do metal de solda do superduplex. O efeito da taxa de deformação com a dependência do tempo está provavelmente relacionado com o tempo disponível para a difusão hidrogênio, porém Bourgeon et al. [48] encontrou resultados que mostram que o efeito seria semelhante para níveis de hidrogênio entre 31 e 3 ppm. Sendo assim, é um dos parâmetros que será melhor analisado no presente trabalho.

## 2.3 Proteção Catódica

A proteção catódica é uma técnica que, baseada nos princípios da eletroquímica, transforma a estrutura metálica que se deseja proteger em um catodo, evitando assim, que a estrutura se deteriore [49]. Vem sendo aplicada no Brasil e no mundo com o intuito de combater a corrosão de instalações metálicas enterradas, submersas e em contato com eletrólito. É graças à proteção catódica que tubulações enterradas para o transporte de água, petróleo, gás e produtos químicos, assim como, grandes estruturas portuárias, plataformas submarinas de produção de petróleo, equipamentos industriais, e tanques de armazenamento enterrados são capazes de operar com segurança, protegidos da corrosão [50].

Por ser um método muito utilizado em estruturas marítimas, deve se dar a devida importância às condições que o aço em questão está exposto. Nesse caso, a água do mar apresenta alta condutividade elétrica devido à presença de cloreto de sódio, além de apresentar gases dissolvidos, tais como oxigênio, que potencializam a corrosividade do meio [51]. Muitas vezes estruturas como as de aço carbono exigem medidas adicionais contra corrosão, já que possuem baixa resistência à corrosão no meio marítimo.

### 2.3.1 Mecanismos Básicos

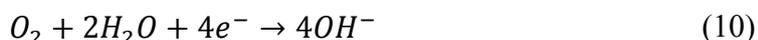
O processo corrosivo de uma estrutura metálica enterrada ou submersa se caracteriza pelo aparecimento de áreas anódicas e catódicas na superfície do material metálico, com um fluxo de corrente elétrica que ocorre no sentido da área catódica para a anódica.

Proteger catódicamente uma estrutura significa eliminar, por processo artificial, as áreas anódicas da superfície do metal fazendo com que toda a estrutura adquira comportamento catódico. Assim, o fluxo de corrente elétrica anodo/catodo deixa de existir e a corrosão é totalmente eliminada [50].

A corrosão de ferro em meio aquoso aerado é descrita pela equação a seguir:



O produto, hidróxido de ferro II, geralmente é oxidado para  $Fe_3O_4$  ou para hidrato de óxido férrico ( $FeOOH$ ). Para um melhor entendimento, é conveniente considerar as reações metálicas e não metálicas separadamente de acordo com as equações ( 9 ) e (10).



Para balancear as equações anteriores, em termos de carga elétrica, é necessário que 4 elétrons sejam fornecidos do lado direito da equação ( 9 ) e do lado esquerdo da equação (10). Assim somando e racionalizando-as, resulta-se na equação ( 8 ). Conclui-se, então, que a corrosão é uma reação que ocorre por um mecanismo eletroquímico envolvendo espécies químicas e elétricas.

A equação ( 9 ), que envolve o consumo do metal e a liberação de elétrons, é chamada de reação anódica enquanto a equação (10), que envolve o consumo das espécies dissolvidas no meio e de elétrons, é chamada de reação catódica. Para estas reações ocorrerem, todos os elétrons da reação anódica devem ser consumidos pela reação catódica, de forma que o metal desenvolve um potencial mais ou menos constante, denominado potencial de corrosão ( $E_{corr}$ ) [51].

A Figura 24 mostra uma representação da proteção catódica através do Diagrama de Pourbaix. Este diagrama representa a relativa estabilidade de fases sólidas e de íons solúveis, que são produzidos pela reação entre um metal e um meio aquoso, como função de dois parâmetros: o potencial do eletrodo e o pH do meio.

A partir dele podemos definir que proteger catódicamente significa polarizar o material até seu potencial de eletrodo atingir a região de imunidade, ou seja, deslocar o ponto 1 para o ponto 2. Em virtude das reações eletroquímicas no catodo, há sempre a elevação do pH e o ponto final da proteção é o ponto 3 [49,52]

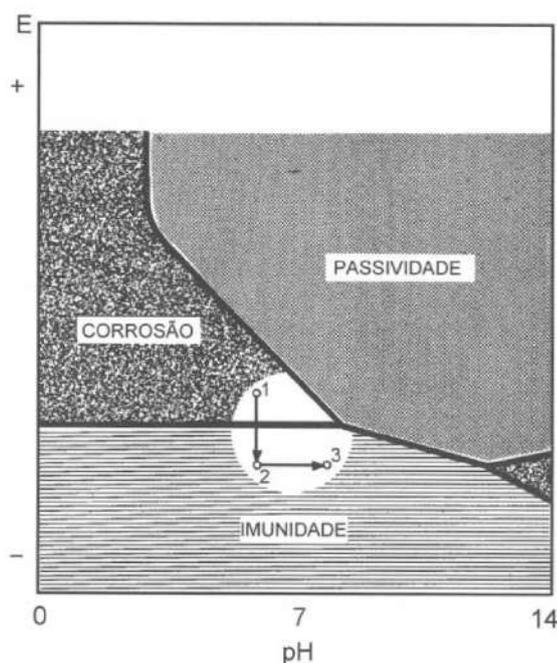


Figura 24: Diagrama esquemático do diagrama de Pourbaix, mostrando o comportamento do metal no diagrama, quando em proteção catódica.

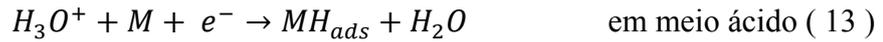
Existem dois tipos de proteção catódica que se baseiam no mesmo princípio de funcionamento que é a injeção de corrente elétrica na estrutura através do eletrólito. Na proteção catódica galvânica o fluxo de corrente elétrica origina-se da diferença de potencial entre o metal a proteger e o outro escolhido como anodo (com potencial mais negativo). No caso da proteção catódica por corrente impressa, o fluxo de corrente origina-se da força eletromotriz de uma fonte geradora de corrente elétrica contínua. Para a dispersão dessa corrente são utilizados anodos especiais inertes [50].

### 2.3.2 Evolução do Hidrogênio nos Metais

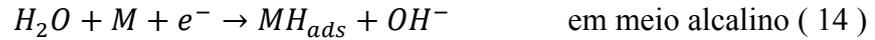
A reação de evolução do hidrogênio depende do eletrólito ao qual o metal está exposto, como mostrado nas reações a seguir [53]:



O próximo passo para que ocorra a evolução do hidrogênio consiste em qualquer descarga de prótons hidratados, em meio ácido:



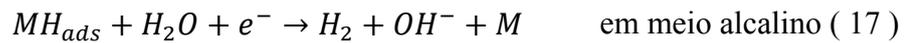
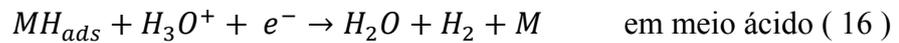
ou a eletrólise da água, em meio alcalino:



em que  $MH_{ads}$  representa o átomo de hidrogênio adsorvido na superfície do metal. O segundo passo depende do metal em questão e da densidade de corrente catódica. O desprendimento de átomos de hidrogênio da superfície do metal ocorre por dessorção química (recombinação catalítica), podendo ocorrer em meios ácidos ou em meios alcalinos:



ou por dessorção eletroquímica:



A taxa de cada reação depende das condições experimentais, a etapa eletroquímica mais lenta controla a velocidade de reação. Esse processo determina a densidade de corrente catódica,  $I_c$ , e o sobrepotencial,  $\eta$ , como é apresentado na equação de Tafel a seguir:

$$\eta = a - b \log(I_c) \quad ( 18 )$$

onde  $a$  e  $b$  são constantes independentes de  $I_c$ . A inclinação da curva de Tafel,  $b$ , constitui um dos critérios que são necessários para determinar o mecanismo da reação de evolução do hidrogênio. Sabendo que diferentes mecanismos envolvendo diferentes taxas de reação, muitas vezes, tem o mesmo coeficiente de Tafel, a partir das medições de parâmetros eletroquímicos tais como a cobertura de hidrogênio, a densidade de corrente de troca, o coeficiente de transferência, a ordem de reação, o número estequiométrico e o calor de adsorção é possível obter conclusões sobre o mecanismo provável da evolução do hidrogênio em vários metais [54] [55].

### 2.3.3 Fragilização por Hidrogênio

O hidrogênio interage com a maioria dos metais por uma série de mecanismos, resultando em modificações nas propriedades mecânicas que levam a fraturas frágeis e altamente danosas [50]. A permeação do hidrogênio nos metais ou ligas é, sem dúvida,

o primeiro passo que irá resultar na fragilização por hidrogênio. É um processo bastante complicado, pois depende de diversos parâmetros, como temperatura, composição química, estrutura cristalina, sobrepotencial catódico e pressão [54].

Existem muitos casos em que os metais podem absorver quantidades consideráveis de hidrogênio derivados de ambientes aquosos, como por exemplo, a penetração do hidrogênio no aço durante sua dissolução em ácidos fortes: reação combinada com evolução do gás hidrogênio [56]. O hidrogênio penetra nos metais na forma atômica e devido a seu pequeno volume atômico e sua alta mobilidade é capaz de se difundir rapidamente na malha cristalina, mesmo em temperaturas relativamente baixas [50]. A presença de hidrogênio atômico adsorvido na superfície e a difusão deste elemento para o interior do material são requisitos fundamentais para que ocorra a fragilização pelo hidrogênio, independente do mecanismo que esteja prevalecendo.

A norma NACE MR0175 (2001) diferencia os mecanismos de trincas induzidas por hidrogênio (hydrogen-induced cracking, HIC) e de trincas por hidrogênio sob tensão (hydrogen stress cracking, HSC), usualmente chamado de fragilização pelo hidrogênio. O fenômeno de HIC ocorre quando o hidrogênio atômico difunde no aço e se combina para formar hidrogênio molecular em sítios ou zonas de aprisionamento. Já a HSC ocorre devido à presença de hidrogênio em um metal submetido a tensões trativas (residuais ou aplicadas) [57].

Muitas vezes os fenômenos “fragilização pelo hidrogênio” e “corrosão sob tensão” são empregados de forma indistinta. Porém, a trinca na corrosão sob tensão é controlada pela dissolução anódica na ponta da trinca, enquanto a fragilização pelo hidrogênio é causada pela absorção de hidrogênio, sendo este um processo catódico. A proteção catódica reduz ou elimina a corrosão sob tensão, mas não a fragilização pelo hidrogênio. A reação catódica na superfície do material induz a reação de redução da água do mar, resultando na formação de hidrogênio atômico na interface metal/solução [23].

### **2.3.4 Fragilização por Hidrogênio dos Aços Inoxidáveis Superduplex**

Os aços inoxidáveis duplex e superduplex estão sujeitos à proteção catódica em água do mar em diversas aplicações tecnológicas, que podem resultar na fragilização

por hidrogênio. Vários autores têm reportado que a forma eficiente de proteção desses materiais contra a corrosão por pite é o acoplamento de anodos de sacrifício de aço carbono. Um potencial aplicado da ordem de -1050 mV (Ag/ AgCl), pela utilização de anodos de sacrifício irá “superproteger” qualquer componente fabricado em ligas ferrosas. Isso leva à geração de hidrogênio na superfície do material podendo gerar problemas de fragilização [58].

Os AID são suscetíveis à fragilização por hidrogênio, que aumenta com o teor de ferrita, devido à menor solubilidade do hidrogênio nesta fase. A partir da Tabela 5, podemos observar que o coeficiente de difusão do hidrogênio na ferrita é muito superior ao coeficiente de difusão na austenita, podendo atingir valores com cinco ordens de grandeza a mais. Enquanto, a solubilidade do hidrogênio na austenita é 2.500 vezes maior do que na ferrita. Sendo assim, espera-se que a ferrita transporte o hidrogênio e que este se aloje na austenita.

Tabela 5: Solubilidade e difusividade da austenita e da ferrita a 293K [59].

	Solubilidade (S) (átomos H/Fe)	Difusividade (D) (m <sup>2</sup> /s)	S <sub>γ</sub> /S <sub>α</sub>	D <sub>γ</sub> /D <sub>α</sub>
Ferrita	2,8 x 10 <sup>-8</sup>	6,0 x 10 <sup>-12</sup>	2,5 x 10 <sup>3</sup>	5,5 x 10 <sup>-5</sup>
Austenita	7,0 x 10 <sup>-5</sup>	3,3 x 10 <sup>-16</sup>		

Comparado aos aços ferríticos, a difusão nos aços superduplex é menor. Este comportamento é ocasionado pelos seguintes efeitos:

1. Aumento da distância a ser percorrida pelo hidrogênio na ferrita devido à presença dos grãos de austenita. Isto reflete em um caminho tortuoso a ser percorrido pelo hidrogênio e, portanto, maior;

2. Ocorrência de aprisionamento na fase austenítica e nos contornos da fase austenítica.

O principal mecanismo de difusão do hidrogênio através da rede cristalina ocorre por meio de saltos intersticiais. A estrutura ferrítica CCC, devido ao seu menor fator de empacotamento atômico, permite uma alta taxa de difusão e uma baixa solubilidade,

como dito anteriormente. Por outro lado, como a estrutura austenítica CFC possui maior distância entre os interstícios, a barreira para a difusão do hidrogênio é maior, resultando em uma taxa de difusão mais baixa e alta solubilidade [60].

Sabe-se que a natureza da iniciação de uma trinca por hidrogênio é bastante complexa devido às diferenças de propriedades mecânicas, susceptibilidade ao hidrogênio e comportamento eletroquímico das fases  $\alpha$  e  $\gamma$ . A ferrita possui um valor de limite de resistência à tração maior que a austenita, porém é mais frágil. Além disso, a fase  $\alpha$  é anódica em relação à  $\gamma$ . Desta forma, se espera que a nucleação e a propagação de trincas em meio aquoso, sob condições de carregamento, sejam diferentes para as duas fases [23].

Sabe-se que as principais fontes de hidrogênio na aplicação industrial são provenientes do  $H_2S$  presente no petróleo bruto e da proteção catódica aplicada no equipamento para aplicação submarina. Assim, os aspectos relacionados com a difusividade do hidrogênio em aços são de elevado interesse. Olden et al [61] apresentaram resultados sobre o coeficiente de difusão do hidrogênio em diferentes microestruturas. Neste trabalho são atribuídos valores da ordem de  $10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ ,  $10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$  e  $10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$  para aços inoxidáveis ferríticos, austeníticos e superduplex, em condições de carregamento de  $1 \text{ mA}/\text{cm}^2$  em solução  $0,1 \text{ M}$  de  $\text{NaOH}$ . Estas diferenças nos valores do coeficiente de difusão do hidrogênio, mostram que no AISD existe uma grande solubilidade para o hidrogênio ( $H^0$ ) neste material. Assim, na coexistência de tensão e uma fonte de hidrogênio, a integridade do componente pode ser comprometida, pois a interação entre o hidrogênio e um defeito podem alterar bruscamente a tensão local, resultando em uma concentração de tensão superior a tenacidade à fratura estimada pelos testes realizados em condições ao ar.

Há poucos estudos mostrando discussões relevantes sobre metodologias que permitem avaliar a redução da tenacidade à fratura em meios contendo hidrogênio por proteção catódica ou solução ácida contendo diferentes pressões parciais de  $H_2S$ . Independentemente da fonte de hidrogênio, os desafios para o desenvolvimento de uma metodologia que permita avaliar a resistência à fratura assistida pelo meio estão relacionados com a combinação correta entre a taxa de carregamento e o tempo de hidrogenação e ainda com o procedimento de análise dos principais parâmetros obtidos durante o teste (K, CTOD  $\delta$  ou integral J). Além disso, há um certo número de cuidados

experimentais que devem ser levados em conta (monitoramento do pH, a concentração da solução, o potencial aplicado e os dados de aquisição de carga e deslocamento) para obter resultados confiáveis. Em testes de CTOD onde a fonte de hidrogênio é a proteção catódica, em baixa pressão e temperaturas, o monitoramento dos principais parâmetros é menos problemática do que quando é utilizado H<sub>2</sub>S como fonte de hidrogênio, o que facilita o desenvolvimento de uma metodologia para avaliar o efeito deletério do hidrogênio nos testes de tenacidade à fratura.

#### **2.3.4.1 Mecanismos de Fragilização pelo Hidrogênio**

Ao longo do tempo, várias teorias foram propostas com o intuito de explicar a fragilização por hidrogênio. No entanto, não existe uma única teoria que explique completamente o fenômeno. Na prática, pode-se ter alguns micromecanismos atuando simultaneamente, prevalecendo um ou outro, dependendo das condições de ensaio e do material. De acordo com a literatura, quatro mecanismos são propostos para descrever a fragilização causada pelo hidrogênio nos materiais:

1. formação de hidretos;
2. decoesão aumentada pelo hidrogênio (HEDE – hydrogen enhanced decoesion);
3. plasticidade local aumentada pelo hidrogênio (HELP – hydrogen enhanced local plasticity)
4. empolamento pelo hidrogênio.

Porém, os mecanismos relevantes para a ocorrência de trincamento sob tensão induzido pelo hidrogênio (TTIH), os quais podem ocorrer nos aços superdúplex submetidos à proteção catódica, são apenas HELP e HEDE [62,61,63].

O mecanismo HELP é baseado em observações que a presença do hidrogênio em solução sólida aumenta a mobilidade das discordâncias e cria regiões de alta deformação plástica localizada. O aumento dessa mobilidade é atribuída a diminuição da interação entre as discordâncias e outros obstáculos (como átomos de carbono e contornos de grão) na presença do hidrogênio. Assim as discordâncias movem-se para perto uma das outras e para perto dos obstáculos, produzindo empilhamentos mais densos e compactos na presença do hidrogênio. O resultado disto é que regiões de alta

deformação (onde o hidrogênio aumenta a mobilidade de discordâncias) estão circundadas de zonas menos dúcteis onde as discordâncias estão mais compactadas. A tensão se concentra apenas nessas zonas mais duras que representam uma pequena porção da seção. Quando a tensão resultante nessas pequenas porções é maior que o limite de resistência a tração, a falha ocorre. Mesmo se, em nível muito localizado (microscópico), a plasticidade é aumentada pelo hidrogênio, a nível macroscópico o material apresenta comportamento frágil [64].

Através da Figura 25, Delafosse e Magnin (2001) explicaram o processo detalhadamente. Na etapa 1, o plano de deslizamento ativo na ponta da trinca ocorre nos planos (1 1 1). Em seguida há um aumento da plasticidade devido à produção de vacâncias e adsorção de hidrogênio. No terceiro estágio, as discordâncias a frente da ponta da trinca interagem com o obstáculo quando a tensão é aplicada. Considera-se como região “amolecida” a região onde a difusão ocorre e a região a frente de obstáculo como região endurecida. Com o acúmulo de discordâncias a tensão local tende a aumentar. No penúltimo estágio, o valor de  $K_{IC}$  local é atingido, particularmente pela absorção de hidrogênio ao longo do plano de escorregamento. Assim ocorre um ponto de iniciação da trinca. Na última etapa o hidrogênio diminui a energia de coesão e a tensão normal pode ser suficiente para abrir a trinca ao longo do plano de escorregamento. Esse processo tem como característica levar a uma mudança periódica nos planos de trinca [61].

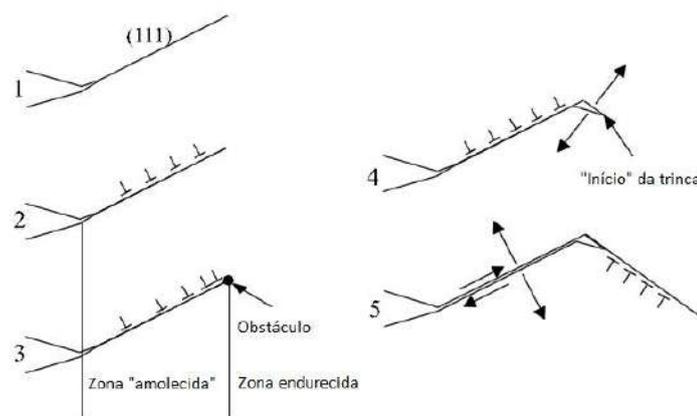


Figura 25: Esquema geral do processo de HELP descrito por Delafosse e Magnin [61].

O efeito do hidrogênio na mobilidade das discordâncias parece ser independente do tipo de discordância (aresta, mista, espiral). Além disso, este efeito está presente em

diferentes microestruturas cristalográficas. Estudos realizados por ZANDER et al [65], mostram que o efeito do amolecimento depende da quantidade de hidrogênio. Foi observado que para altas concentrações de hidrogênio, houve um maior amolecimento explicado pela diferença na mobilidade das discordâncias.

É importante salientar que, no caso dos aços inoxidáveis superduplex, a literatura recente aponta que além do HELP há outro mecanismo que atua simultaneamente para a ocorrência de trincamento sob tensão induzido pelo hidrogênio que é a decoesão aumentada pelo hidrogênio (HEDE - Hydrogen enhanced decohesion) que será discutido a seguir. Em ambos os modelos a fratura induzida pelo hidrogênio é considerada como um resultado da composição química, da deformação, concentração de hidrogênio e da tensão, porém o mecanismo de nucleação e crescimento são basicamente diferentes. Entretanto, não há um modelo que descreva perfeitamente a tensão na ponta da trinca e da tensão dentro da zona de processo afetada [61].

O mecanismo de decoesão aumentada pelo hidrogênio (HEDE) baseia-se na hipótese de que o hidrogênio intersticial diminui a força coesiva devido à dilatação da rede cristalina e, assim, diminuindo a energia para que ocorra a fratura. Isto implica que o hidrogênio diminui a barreira de energia tanto dos contornos de grão como dos planos de clivagem. A idéia é que a fratura se inicia na área de máxima tensão hidrostática a uma pequena distância na ponta da trinca. Com a diminuição da energia coesiva uma falha planar irá ocorrer. Se defeitos planares existirem no material, esses podem agir como armadilha para hidrogênio, com que o hidrogênio armazenado enfraquece a união dos defeitos planares. A tenacidade à fratura é descrita como função da tenacidade à fratura local (ponta da trinca) e do teor de hidrogênio [61].

Os seguintes fatores contribuem para que haja uma redução local e, conseqüentemente, global na tenacidade à fratura [61]:

1. Dominância do modo I de carregamento
2. Aumento da pressão ou da concentração interna de hidrogênio
3. Alta segregação no contorno de grão
4. Diminuição do módulo de elasticidade

Esse modelo é suportado pelo fato de que as fraturas decorrentes da fragilização ocorrem quase sem deformação plástica localizada e por argumentos termodinâmicos e não é suportado pela existência de locais onde há deformação plástica e não existem evidências experimentais diretas que comprovem esse mecanismo em sistemas com pouca solubilidade do hidrogênio como os aços [66].

Em experimentos com AISD tracionado e com carregamento de hidrogênio gasoso ( $H_2$ ) foi observado um maior teor de hidrogênio na fase austenítica na ponta da trinca quando comparado com as ilhas de austenita em outras partes da matriz. Houve segregação de hidrogênio nos grãos da austenita no trajeto da ponta da trinca. Linhas de deslizamento típicas foram observadas na austenita, e a trinca teve uma propagação em forma de ziguezague, ver Figura 26. Esta característica pode estar relacionada com a interação de discordâncias móveis na ponta da trinca que aumentam a mobilidade do hidrogênio na austenita. Foi visto que a austenita somente atua como uma barreira para a propagação de trincas apenas se não houver presença de hidrogênio na austenita [61].

Enquanto o HEDE representa a visão clássica da fratura assistida por hidrogênio, o mecanismo HELP é mais pronunciado em materiais dúcteis, como é o caso dos aços inoxidáveis [61].

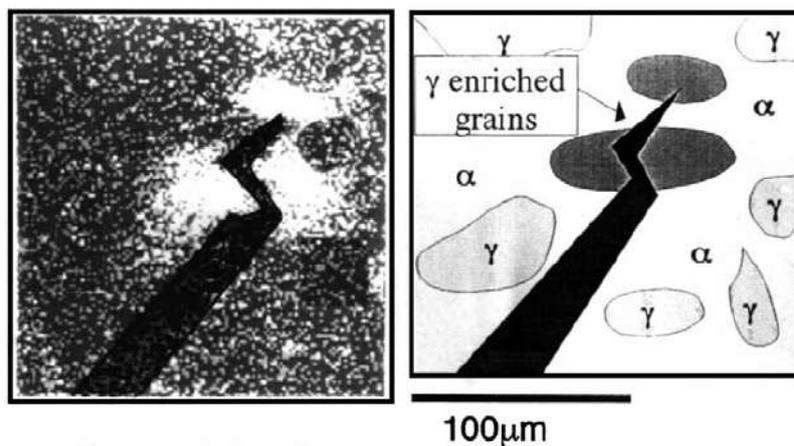


Figura 26: Trajetória da trinca mostrando os grãos austeníticos e detalhe da concentração de hidrogênio que aparece em branco na primeira imagem [61].

Entretanto o modelo CZM (do inglês, *cohesive zone modelling*) vem ganhando notoriedade nos últimos anos por ter a capacidade de descrever a distribuição de

hidrogênio com a movimentação de trinca, sem ter que levar em conta detalhes micromecânicos. Trata-se de uma aproximação atraente, visto que não é necessária uma resposta do interior do material como na tradicional aproximação por dados mecânicos. Simplesmente é modelado através da redução de energia de ligação devido à presença de hidrogênio. A fratura tende a ocorrer na região de interface da zona coesiva, dependendo da concentração fixa de hidrogênio acumulado e do potencial químico do hidrogênio presente [61,67].

Os elementos coesivos podem ser vistos como duas faces separadas por uma espessura que é quase próxima a zero. A movimentação relativa das faces superior e inferior representa a abertura ou fechamento da interface. A lei de tração-separação, ou TSL (do inglês, *traction-separation law*), descreve bem a quantidade de energia requerida para criar novas superfícies. É possível através desta descrever a tensão coesiva, a separação entre as faces e a energia de separação crítica inerente [61,67].

A decoesão frágil representa a rápida separação sem uma substancial atividade de discordância e pode ser considerado um processo próximo a HEDE. A emissão por discordância representa a situação próxima a HELP onde existe uma grande deformação plástica no material em torno da fratura, e a separação é lenta comparada com a taxa de difusão [61,67]

### **3 OBJETIVO**

Diante do que foi apresentado, o trabalho tem como objetivo avaliar a perda da tenacidade à fratura do metal de base e de juntas soldadas de aço inoxidável superduplex UNS S32750 com dois diferentes aportes térmicos na presença de hidrogênio, decorrente de proteção catódica com diferentes tempos de hidrogenação. O procedimento utilizado nos testes de tenacidade à fratura será conforme descrito na norma ASTM E1820. Com isso, tenta-se agregar conhecimento do ponto de vista de tenacidade assistida pelo meio.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Material Utilizado

O desenvolvimento do trabalho partiu de amostras extraídas de um tubo de aço inoxidável superduplex UNS S32750. A composição química do aço utilizado é apresentada na Tabela 6, bem como seu  $PRE_N$ .

Tabela 6: Composição química e  $PRE_N$  do aço UNS S32750.

Material	% wt								$PRE_N$
	C	Cr	Ni	Mo	N	Cu	W	Fe	
UNS S32750	0,031	25,38	6,72	3,80	0,21	0,136	0,020	Bal	$\approx 41,4$

### 4.2 Soldagem

Foram realizadas soldagens circunferenciais em um tubo com 19,05 mm de espessura de parede e 203,20 mm de diâmetro externo através do processo TIG (Tungsten Inert Gas) orbital automático com adição de arame frio. A geometria e as dimensões do chanfro meio V é apresentado na Figura 27.

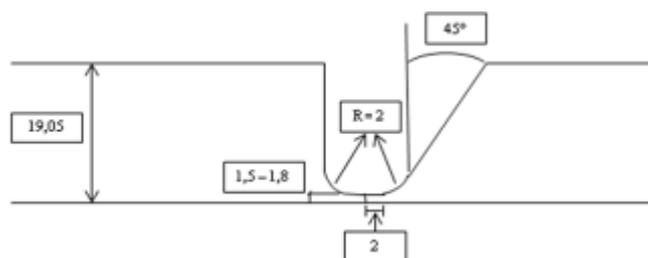


Figura 27: Geometria e dimensões da junta soldada.

Foram utilizados dois diferentes aportes de calor: 1,1 e 2,0 kJ/mm. Como gás de proteção foi utilizado a composição 30% He + 2% N<sub>2</sub> + Balanço de Ar e como gás de purga 100% N<sub>2</sub> (o gás de purga somente foi utilizado durante a execução dos passes de raiz e de reforço). Já o consumível utilizado foi o SFA 5.9 25.9.4 NL (25%Cr + 9,5% Ni + 4% Mo +0,25%N).

## 4.3 Caracterização Microestrutural

### 4.3.1 Quantificação de Fases

Os corpos-de-prova submetidos a quantificação de fases foram lixados com lixas desde granulometria # 120  $\mu\text{m}$  até # 1500  $\mu\text{m}$ , polidos com pasta de diamante (3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ ) e, em seguida, atacados quimicamente. O ataque químico consiste na imersão por 60s dos corpos-de-prova na solução de Behara adaptado (60ml de  $\text{H}_2\text{O}$ , 40ml de  $\text{HCl}$  e 1g de  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ).

Para quantificação das fases intermetálicas o procedimento de lixamento utilizado foi a mesmo da etapa anterior, seguido de polimento eletrolítico na solução com 60 ml ácido perclórico + 940 ml etanol, 3 volts por 60 segundos. O ataque foi realizado em duas etapas: primeiro passo foi o ataque eletroquímico na solução de ácido oxálico 10% (3 volts por 12 segundos) e o segundo passo foi o ataque na solução  $\text{NaOH}$  20% (3 volts por 20 segundos). Esse procedimento foi adotado com o objetivo de, primeiramente, revelar a presença de possíveis nitretos de cromo ( $\text{Cr}_2\text{N}$  ou  $\text{CrN}$ ) e, em seguida, revelar a localização desses nitretos (intragranular ou intergranular na fase ferrítica) e a presença de fases intermetálicas deletérias ( $\sigma$ ,  $\chi$ ).

A análise dos corpos-de-prova foi realizada através do microscópio Zeiss acoplado com capturador de imagens. Foram feitas 20 micrografias de cada amostra com aumento de 200x por meio do software AxioVision Rel. 4.7, conforme procedimento descrito na norma ASTM E1245. O tratamento das imagens e a quantificação das fases foram realizados por meio dos softwares Image-Pro Plus e Adobe Photoshop 7.0.

## 4.4 Fractografias

As fraturas dos corpos-de-prova foram primeiramente documentadas com o auxílio do estereoscópio da marca Zeiss® Stemi 2000 C, que proporciona avaliações com aumento de até 50 x da superfície. As superfícies de fratura foram posteriormente analisadas no microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO MA 25. As análises fractográficas foram analisadas com o intuito de identificar o micromecanismo de fratura predominante após os testes de tenacidade.

#### **4.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura**

Foram realizadas análises pela técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD - *Electron Backscatter Diffraction*) em um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução Zeiss EVO MA 25 operado a 20 kV. As amostras foram preparadas metalograficamente utilizando lixas de até # 1500 de granulometria e polimento eletrolítico utilizando solução de ácido perclórico (960 ml de etanol e 40 ml de ácido perclórico) a 3 V por 30 s.

A região de análise das amostras antes do ensaio foi na ponta da pré-trinca de fadiga e, após o ensaio, as amostras foram analisadas na região de processo de fratura. O intuito foi de verificar através da contagem de contornos de baixo ângulo o grau de encruamento sofrido pelas amostras após o ensaio de tenacidade à fratura ao ar. Todas amostras foram analisadas com magnificação de 1500x utilizando um passo de 0,5-0,6  $\mu\text{m}$ , diâmetro do feixe (*spot size*) de 0,59  $\mu\text{m}$  e uma distância de trabalho (*WD*) de 18 mm.

Também foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura as superfícies de fratura dos corpos-de-prova após os ensaios.

#### **4.5 Ensaio de Tenacidade à Fratura com Descarga Parciais**

Os cálculos e ensaios para a obtenção das curvas *J-R* e valores de CTOD de carga máxima foram realizados de acordo com a normas ASTM E 1820 [31], BS 7448 parte 1 e parte 2 [27,28].

Foram utilizados corpos-de-prova com geometria de flexão em 3 pontos, SE(B), com entalhe localizado no metal de solda seguindo a orientação NP conforme a Figura 28, atendendo as especificações das normas em estudo e com as principais dimensões do corpo-de-prova utilizadas para determinação dos valores de CTOD e para a obtenção das curvas *J-R*.

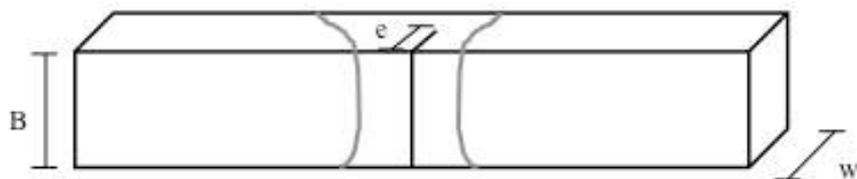


Figura 28: Orientação NP do plano da trinca para as amostras soldadas do teste de tenacidade à fratura. (Adaptado de [28])

A seguir, na Tabela 7 podemos observar as principais dimensões dos corpos-de-prova de acordo com cada condição

Tabela 7: Principais dimensões dos corpos-de-prova e suas respectivas condições.

	<b>W (mm)</b>	<b>B (mm)</b>	<b><math>a_0/W</math></b>
<b>Metal de Base</b>	15	7,5	0,5
<b>1,1 kJ/mm</b>	28	14	0,5
<b>2,0 kJ/mm</b>	28	14	0,5

Os ensaios foram realizados a temperatura ambiente utilizando a técnica de corpo-de-prova único através do método de descargas parciais. Foram realizados ensaios ao ar para o metal de base (MB) e juntas soldadas com aporte de 1,1 kJ/mm (1,1) e 2,0 kJ/mm (2,0). Também foram realizados ensaios hidrogenados em que os corpos-de-prova de foram submetidos a cargas de hidrogênio por diferentes períodos de tempo. Todas as condições (MB, 1,1 e 2,0) foram hidrogenados por 15 e 30 dias, além disso, para a junta soldada com 1,1 kJ/mm e para o metal de base foram realizados também ensaios com 60 dias de hidrogenação. As condições de ensaios presentes no trabalho estão apresentadas no resumo da Figura 29. Os corpos-de-prova das condições como hidrogenado foram hidrogenados previamente e para a realização do ensaio, foram transferidos para a máquina de teste e todas as condições de hidrogenação foram mantidas durante a realização do ensaio.



Figura 29: Condições que foram utilizadas para o trabalho apresentando a taxa de carregamento do ensaio de tenacidade à fratura e a condição do meio em que ocorrerão os testes.

Em função das dinâmicas pouco amortecidas, não linearidades intrínsecas e incertezas paramétricas em sistemas servo hidráulicos, o controle preciso para estas máquinas em baixas velocidades se torna difícil e complexo [68]. Assim, para o escopo deste trabalho, o qual envolve a execução de ensaios de tenacidade à fratura em meios agressivos com baixas velocidades de carregamento, foi escolhido como bancada de teste uma máquina servo elétrica de fabricação própria do LNDC. As máquinas servo elétricas apresentam poucas não linearidades, além de serem sistemas muito mais simples, o que as torna de mais fácil controle e de melhor precisão, especialmente para ensaios de baixas velocidades [69]. Na Figura 30 pode ser observado um esquemático da estrutura da máquina.

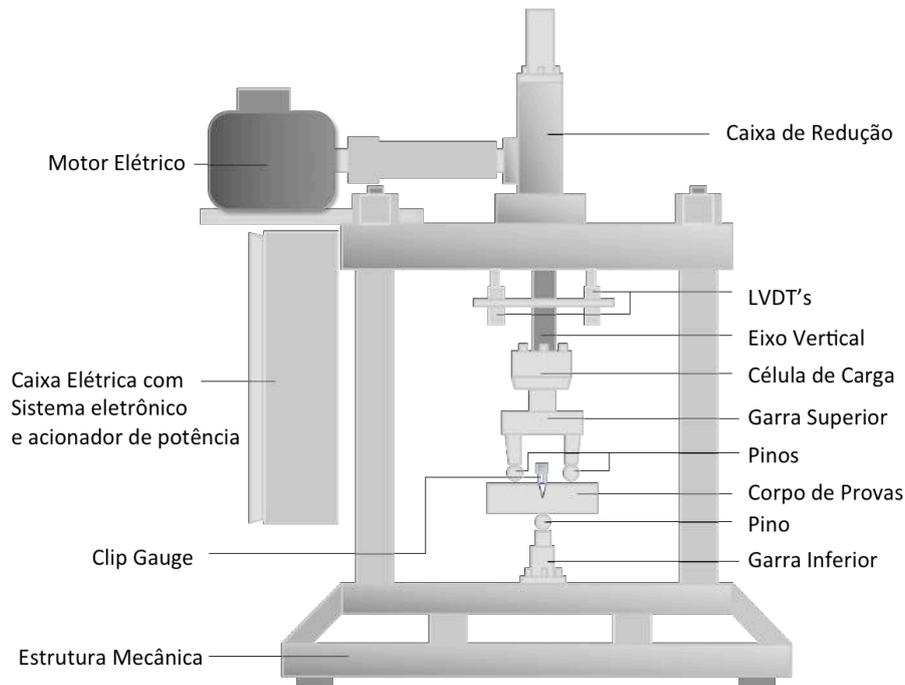


Figura 30: Esquemático da máquina servo elétrica utilizada no ensaios.

A máquina em questão consiste de um conjunto formado basicamente por uma estrutura mecânica com um eixo vertical móvel em seu centro, um servo motor elétrico de corrente contínua com seu respectivo acionador de potência, um sistema eletrônico para instrumentação, aquisição de dados e controle e um computador pessoal (PC). Por meio de softwares, também desenvolvidos no LNDC, comandos são enviados do PC ao acionador de potência, imprimindo uma velocidade constante de rotação ao eixo do motor.

#### 4.5.1 Pré-trincamento por Fadiga

As superfícies externas dos corpos-de-prova foram lixadas e foram marcados dois riscos perpendiculares à ponta do entalhe (confeccionado por eletroerosão) nas distâncias de 1,5 mm e 2,0 mm, com o intuito de auxiliar no acompanhamento do crescimento da pré-trinca até o tamanho determinado, como apresentado na Figura 31.

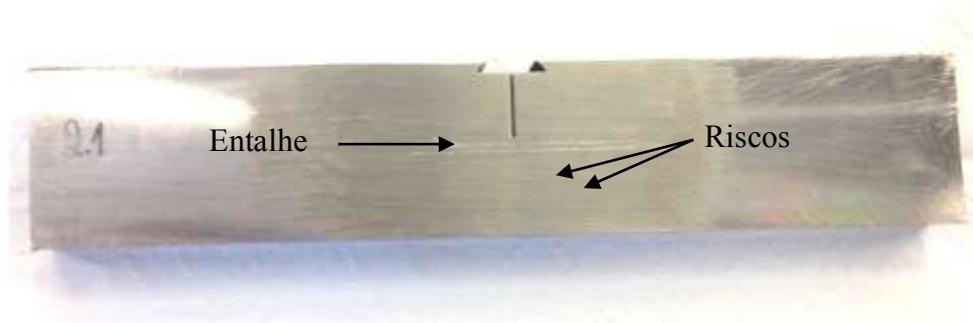


Figura 31: Corpo-de-prova preparado para realização do pré-trincamento por fadiga.

Após a marcação, os corpos-de-prova foram submetidos a um carregamento cíclico de forma a propagar uma pré-trinca por fadiga da ponta do entalhe até, aproximadamente, a segunda marcação. A força máxima durante o ensaio é calculada a partir da equação ( 19 ). O valor da força mínima deve ser calculado a partir da equação ( 20 ).

$$F_{m\acute{a}x} = \frac{B(W - a)^2(\sigma_{LE} + \sigma_R)}{4S} \quad ( 19 )$$

$$F_{m\acute{i}n} = \frac{F_{m\acute{a}x}}{0,1} \quad ( 20 )$$

Sendo  $B$  a espessura do corpo-de-prova,  $W$  a altura,  $a$  o comprimento nominal da trinca,  $\sigma_{LE}$  é a tensão de escoamento e  $\sigma_R$  é o limite de resistência do material e  $S$  é a distância entre os roletes.

#### 4.5.2 O Teste de Fratura

De acordo com BS 7448-1 a faixa de  $\dot{K}$  que deve ser utilizada é de 0,5 MPa.m<sup>0.5</sup>.s<sup>-1</sup> a 3,0 MPa.m<sup>0.5</sup>.s<sup>-1</sup> ( $\approx 15,82$  N.mm<sup>-3/2</sup>.s<sup>-1</sup> a 94 N.mm<sup>-3/2</sup>.s<sup>-1</sup>). No entanto, nesta faixa, não foi possível detectar o efeito deletério do hidrogênio no AISD durante os testes preliminares, possivelmente devido ao baixo coeficiente de difusão de hidrogênio neste tipo de aço. Portanto, com o intuito de melhor avaliar a influência da taxa de carregamento na difusividade e efeito deletério do hidrogênio, o valor de  $\dot{K}$  escolhido para os ensaios realizados foi de 0,897 N.mm<sup>-3/2</sup>.s<sup>-1</sup> (0,01 mm/min).

Para a realização do ensaio, o corpo-de- prova foi alinhado e centralizado na posição correta, como mostrado na Figura 32 para um ensaio na condição ao ar e na

Figura 33 para um ensaio hidrogenado. Em seguida, foi feita a calibração do equipamento e do “clip-gauge” (extensômetro) para garantir que sejam obtidos valores precisos da carga, CMOD e deslocamento na linha de carga (LVDT - *Linear Variable Differential Transformer*).

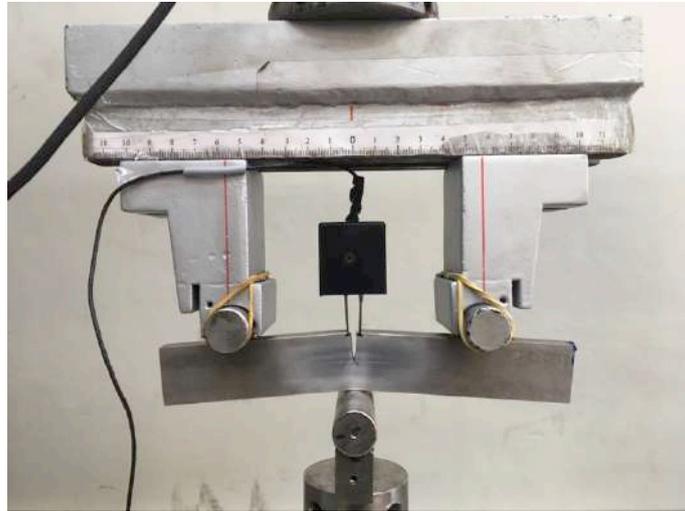


Figura 32: Disposição do corpo-de-prova e do extensômetro durante o ensaio ao ar.

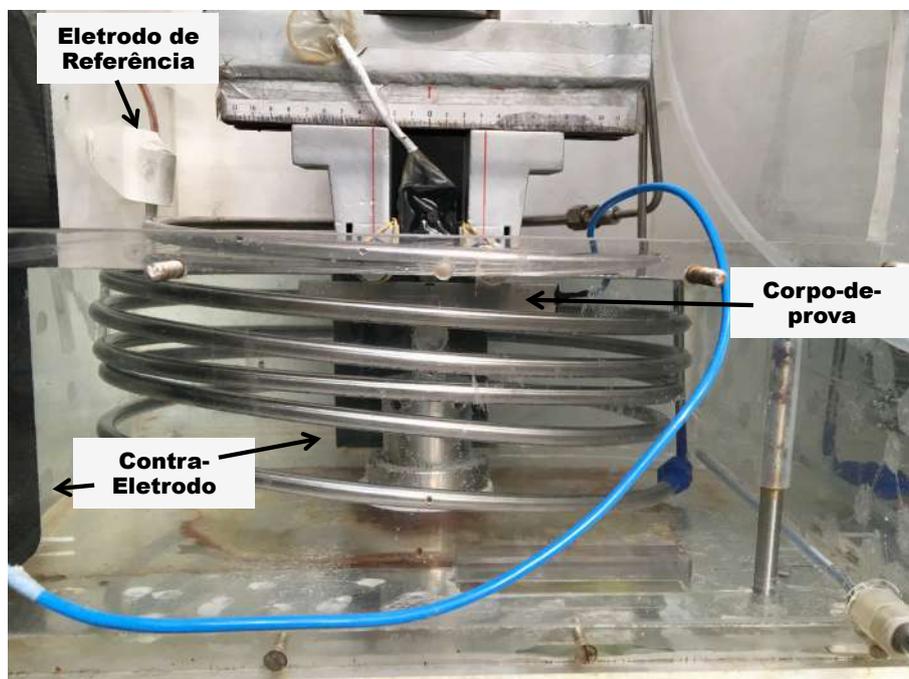


Figura 33: Montagem do ensaio de tenacidade à fratura em meio hidrogenado.

A programação da sequência de ensaio e os parâmetros utilizados foram estabelecidos no software Test Control 4 desenvolvido pelo LNDC, como é apresentado

na Figura 34. Os corpos-de-prova foram carregados sob controle de carregamento até 50% da carga máxima calculada para o procedimento de pré-trincamento. Quando atingido esse valor, ocorreram 3 ciclos de descarregamento e carregamento com o intuito de se calcular o tamanho da trinca inicial teórico a partir do valor da *compliance*. Os 3 ciclos iniciais ocorrem até 100% da carga máxima calculada no procedimento de pré-trincamento. Durante o ensaio, os corpos-de-prova foram carregados sob controle de deslocamento e sequências de descarregamento e carregamento eram realizadas em intervalos pré-determinados, usando como referência o deslocamento do *clip-gauge*. Como pode ser observado no detalhamento da Figura 34, o software permite que o corpo-de-prova seja carregado com controle de deslocamento usando como referência a abertura do *clip-gauge*, CMOD, ou o deslocamento da linha de carga, *LVDT*. Após ultrapassar a carga máxima do corpo-de-prova durante o ensaio, foram realizadas mais algumas descargas e, assim, o ensaio foi interrompido.

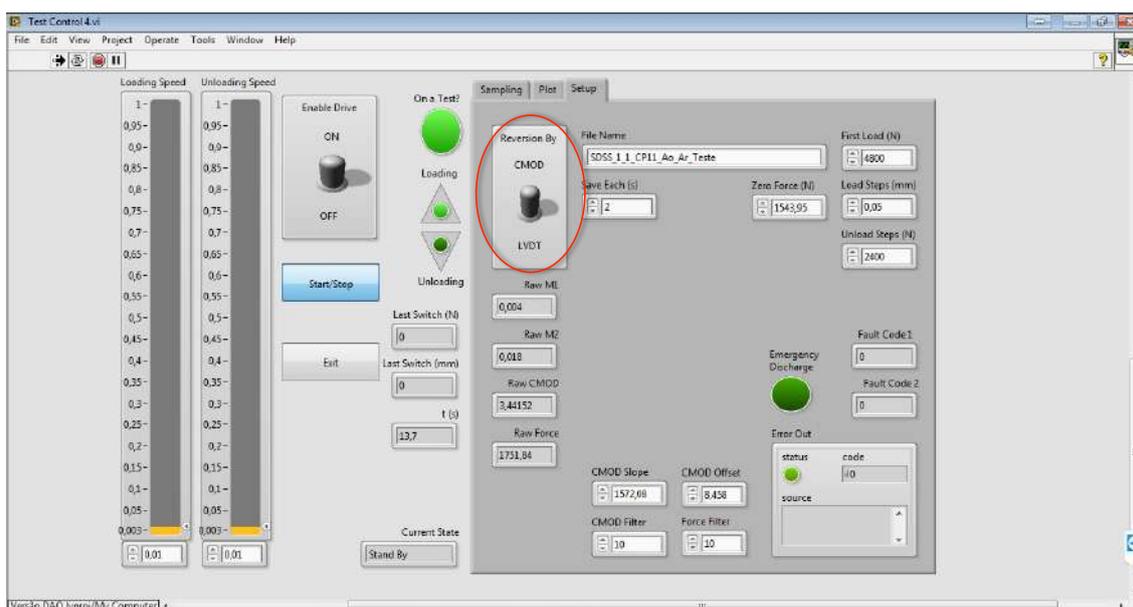


Figura 34: Software Test Control 4 desenvolvido pelo LNDC para ensaios de tenacidade à fratura para construção de curvas J-R com detalhamento da opção para realizar o ensaio sob controle de deslocamento pelo CMOD ou LVDT.

Após o ensaio os corpos-de-prova foram submetidos a um tratamento de tingimento térmico, “*heat tinting*”, que consiste de aquecimento na temperatura de 500°C por 4 horas e resfriados ao ar. Esse procedimento, baseado na norma ASTM E1820-08 [31], tem como objetivo oxidar a superfície do corpo-de-prova e assim facilitar a medição visual do crescimento da trinca de fadiga e crescimento estável da

trinca durante o teste. Em seguida, os corpos-de-prova foram fraturados totalmente para facilitar a visualização e medição dos comprimentos da trinca. Esse rompimento foi realizado por resfriamento de nitrogênio líquido, no qual os corpos-de-prova são levados a uma temperatura crítica e depois rompidos na própria máquina de ensaio de fratura. Na Figura 35 podemos observar a estereoscopia da superfície de fratura do CP após a realização do “*heat tinting*”.



Figura 35: Estereoscopia da superfície de fratura do corpo-de-prova após o “*heat tinting*”.

Para a construção das curvas de resistência é preciso medir os valores iniciais e finais da trinca de fadiga. Essa medição foi realizada a partir das fotos da superfície de fratura dos corpos-de-prova obtidas por projetor de perfil e estereoscópio. O mesmo procedimento para medir a trinca de fadiga foi utilizado para as medições do crescimento estável ( $\Delta a$ ). Os cálculos e a medição foram realizados seguindo procedimento descrito na norma BS 7448-1. A Figura 36 apresenta as medições realizadas do comprimento da trinca de fadiga e da propagação do crescimento estável da trinca após o tratamento de tingimento térmico realizado ao término do ensaio de CTOD. A equação ( 21 ) apresenta o cálculo do valor de  $a_0$ , comprimento da trinca de fadiga após o ensaio medido da superfície do corpo-de-prova até o limite onde há crescimento estável da trinca durante o teste de CTOD.

$$a_0 = \frac{1}{8} \left( \frac{a_1 + a_9}{2} + \sum_{i=9}^{i=8} a_i \right) \quad (21)$$

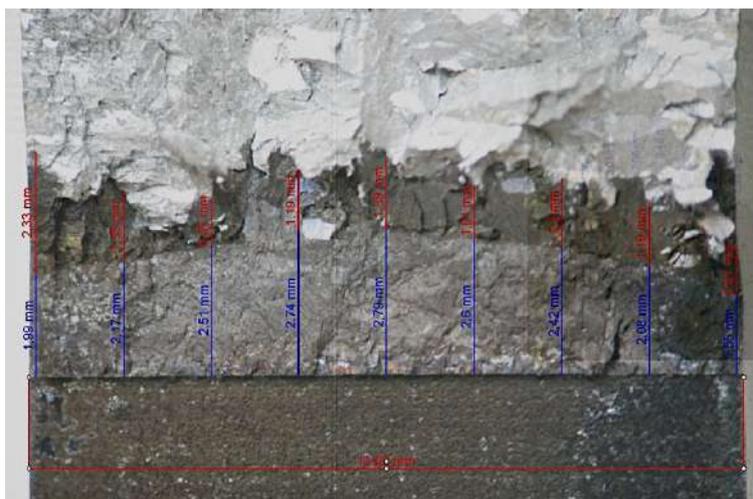


Figura 36: Metodologia para medir o comprimento da trinca de fadiga e da propagação do crescimento estável da trinca (em azul a trinca de fadiga e em vermelho o crescimento estável da trinca,  $\Delta a$ ).

Sendo assim, ao valor medido deve então somar o comprimento do entalhe “e” para a obtenção do tamanho da trinca. A relação do tamanho da pré-trinca e as dimensões dos corpos-de-prova devem seguir os seguintes critérios:

1.  $0,45 \leq \frac{a_0}{W} \leq 0,70$ ;
2. A propagação da trinca por fadiga deve ser maior que 1,3 mm ou 2,5% da profundidade da amostra, W, o que for maior;
3. A diferença entre duas medidas de comprimento da trinca de fadiga, após o teste de CTOD, na superfície da amostra não deve ser maior que 15% da média entre as duas medições à 1% das extremidades.

### 4.5.3 Curvas de Resistência *J-R*

Os cálculos necessários para a construção das curvas *J-R* foram realizados de acordo com a norma ASTM E1820 e são explicados no próximo tópico.

#### 4.5.3.1 Tratamento dos Dados

Dado que o tamanho da trinca muda continuamente durante o teste de curva *J-R*, a integral *J* deve ser calculada incrementalmente. Para o método de descargas parciais, a forma mais lógica para atualizar o valor de *J* é a cada ponto de descarregamento, onde o

tamanho da trinca também é atualizado. Para estimar os valores,  $J$  deve ser dividido em duas componentes, elástica e plástica [42]:

$$J = J_{el} + J_{pl} \quad (22)$$

O  $J$  elástico é estimado através da seguinte equação:

$$J_{el(i)} = \frac{K_{(i)}^2 (1 - \nu^2)}{E} \quad (23)$$

Onde o fator de intensidade de tensões instantâneo,  $K_{(i)}$ , é calculado a partir da carga e do tamanho da trinca:

$$K_{(i)} = \frac{P_{(i)} S}{\sqrt{B B_N W^3}} f(a/W) \quad (24)$$

A componente plástica de  $J$  é calculado de acordo com a equação a seguir:

$$J_{pl(i)} = \left[ J_{pl(i-1)} + \left( \frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{(i-1)}} \right) \left( \frac{A_{i(pl)} - A_{i-1(pl)}}{B_N} \right) \right] \left[ 1 - \gamma_{pl(i-1)} \frac{a_i - a_{i-1}}{b_{i-1}} \right] \quad (25)$$

Onde:

$$\eta_{pl(i-1)} = 1,9 \text{ e } \gamma_{pl(i-1)} = 0,9 \quad (26)$$

se o deslocamento da linha de carga for utilizado para calcular  $A_{pl}$  e,

$$\eta_{pl(i-1)} = 3,667 - 2,199 \left( \frac{a_{(i-1)}}{W} \right) + 0,437 \left( \frac{a_{(i-1)}}{W} \right)^2 \quad (27)$$

$$\gamma_{pl(i-1)} = 0,131 - 2,131 \left( \frac{a_{(i-1)}}{W} \right) - 1,465 \left( \frac{a_{(i-1)}}{W} \right)^2 \quad (28)$$

se o deslocamento do *clip-gauge* foi utilizado para medir  $A_{pl}$  [31].

Na equação ( 25 ) o cálculo de  $J$  plástico representa a parcela plástica corrigida devido ao crescimento da trinca, sendo obtida através de duas etapas: a primeira pela adição da parcela existente  $J_{pl(i-1)}$  e , em seguida, modificando o resultado total acumulado para realizar a correção devido ao crescimento da trinca [70].

A partir dos valores do tamanho de trinca inicial ( $a_0$ ), crescimento de trinca ( $\Delta a$ ) e carga aplicada ( $P$ ), e considerando todas as equações estabelecidas pelo método, cada

descarregamento parcial gera um par  $(J-\Delta a)$ , dando origem à curva  $J-R$  mostrada na Figura 37.

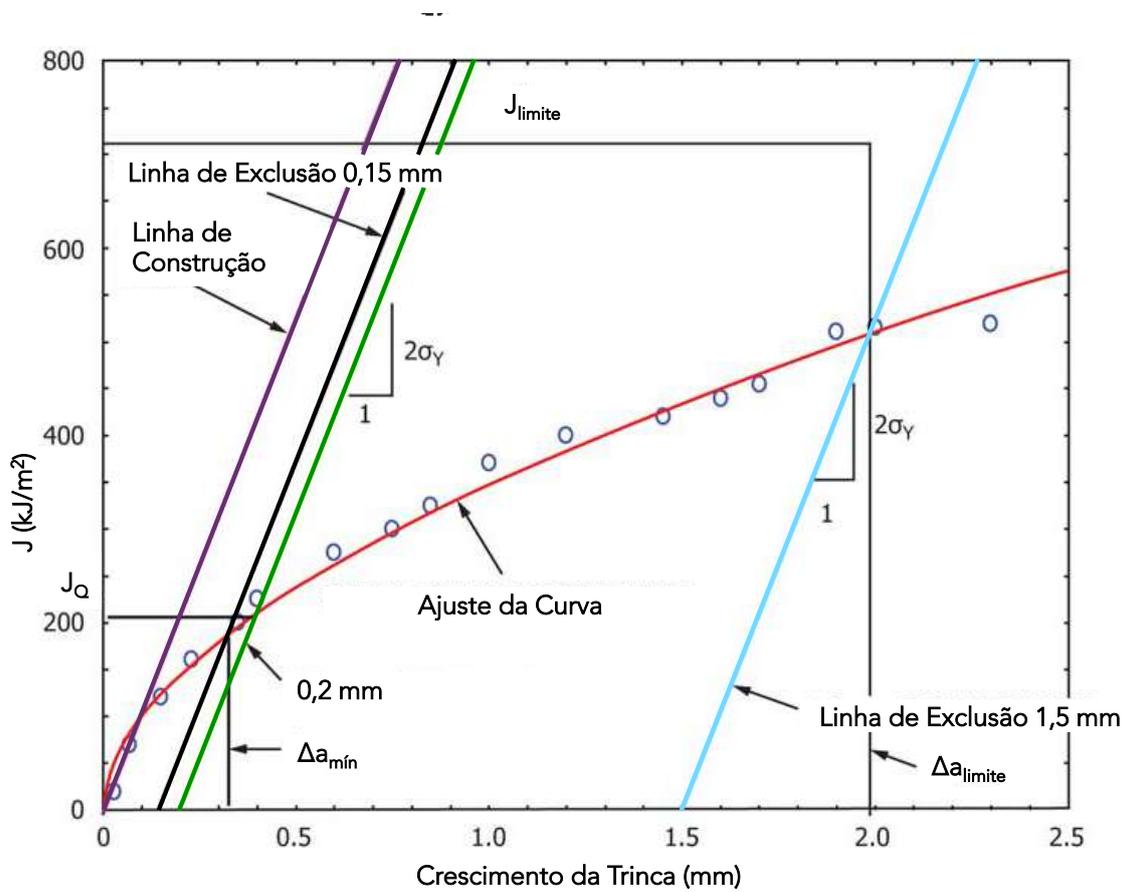


Figura 37: Definição das linhas de construção para qualificação de dados [31].

Para que a curva  $J-R$  tenha crescimento de trinca controlado por  $J$ , os valores obtidos de integral  $J$  e correspondentes extensões de trinca devem estar contidos numa região delimitada pelos valores de  $J_{m\acute{a}x}$  (máxima integral  $J$ ) e a  $\Delta a_{m\acute{a}x}$  (máxima extensão de trinca), definidas pelas seguintes equações [31,71]:

$$J_{m\acute{a}x} = \frac{b_0 \sigma_y}{10} \quad (29)$$

$$\Delta a_{m\acute{a}x} = 0,25b_0 \quad (30)$$

A construção da curva  $J-R$ , como mostra a Figura 37, deve seguir os seguintes passos:

- Calcular o tamanho da trinca conforme as equações (31) e (32):

$$\frac{a_i}{W} = 0,999748 - 3,9504u + 2,9821u^2 - 3,21408u^3 + 51,51564u^4 \quad (31)$$

$$- 113,031u^5$$

$$u = \frac{1}{\sqrt{\frac{B_e W E C_i}{S/4} + 1}} \quad (32)$$

Onde  $C_i = (\Delta V_m / \Delta P)$  na sequência de descarregamento/carregamento,  $V_m$  é o deslocamento da abertura da trinca e  $B_e = B - (B - B_N)^2 / B$  ou  $B_e = B$  para corpos de prova sem entalhe lateral, que é o caso do presente estudo.

- Calcular os valores de crescimento da trinca ( $\Delta a_i$ ) para a descarga  $i$ -ésima através de:  $\Delta a_i = a_i - a_{0q}$
- Plotar os pares  $J_i - \Delta a_i$  calculados a partir das equações citadas anteriormente.
- Plotar a linha de embotamento de acordo com a seguinte equação:  $J = M \sigma_y \Delta a$ , onde  $M=2$  ou pode se determinar  $M$  a partir dos dados obtidos no teste.
- Plotar uma linha paralela à linha de embotamento deslocada por um valor de 0,5 mm.
- Plotar duas linhas de exclusão paralelas à linha de embotamento interceptando o eixo das abscissas em 0,15 mm e a outra em 1,5 mm.
- Observar que ao menos um ponto deve estar localizado entre a linha de exclusão 0,15 mm e a uma linha 0,5 mm. E também ao menos um ponto deve estar posicionado entre a linha 0,5 mm e a linha de exclusão 1,5 mm.
- Realizar um ajuste de curva segundo a seguinte equação:  $\ln J = \ln C_1 + C_2 \ln \Delta a$ , usando apenas os dados que estejam compreendidos entre as linhas de exclusão e a linha  $J_{\text{limite}}$ . Ao menos 5 pontos devem ser usados para determinação da curva.
- Definir o valor candidato do  $J$  de iniciação ( $J_Q$ ) pela intersecção desta curva com uma reta paralela à linha de embotamento deslocada de 0,2 mm.
- O valor de  $J_Q$  será considerado como um valor de tenacidade à fratura  $J_{IC}$  se:
  - $B > 10J_Q / \sigma_y$
  - $b_0 > 10J_Q / \sigma_y$

## 4.6 Ensaio de Hidrogenação (Proteção Catódica)

Para a hidrogenação das amostras foi utilizado uma célula desenvolvida pelo Laboratório de Ensaio não-Destrutivos, Corrosão e Soldagem - LNDC, conforme modelo ilustrado na Figura 38.

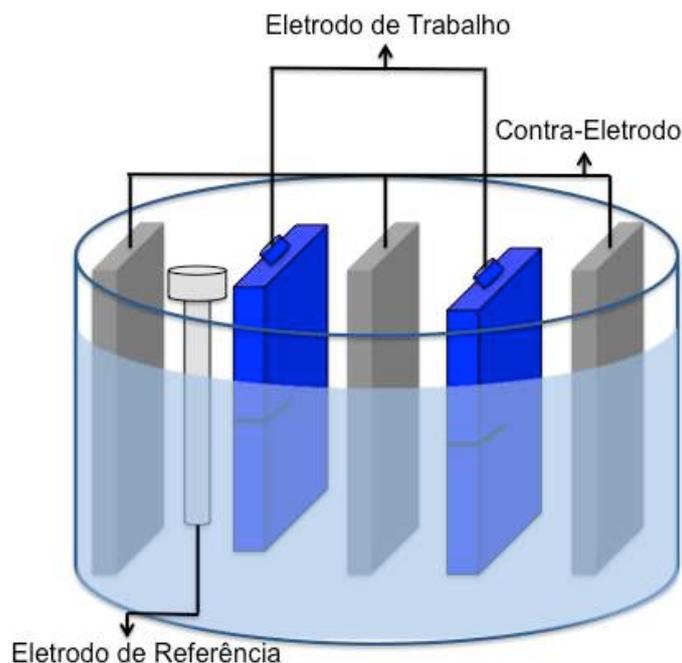


Figura 38: Modelo esquemático da célula utilizada para a hidrogenação dos corpos-de-prova.

A proteção catódica imposta torna a superfície dos corpos-de-prova redutora, ou seja, impede a oxidação do material. A imposição de sobrepotenciais catódicos no material permite que os íons  $H^+$ , formados durante a eletrólise da solução, se reduzam na superfície do tubo, formando gás  $H_2$  e evoluindo na forma de bolhas. Entretanto, nem todos os íons  $H^+$  serão transformados em gás, permitindo que o hidrogênio na forma atômica consiga se difundir para a microestrutura do material.

A configuração da célula para hidrogenação é de três eletrodos. O contra-eletrodo de grafite, o de referência de calomelano saturado e os de trabalho sendo os corpos-de-prova de CTOD. O equipamento utilizado para aplicação da sobretensão de  $-1100$  mV foi uma fonte da marca OMNIMETRA INSTRUMENTOS modelo PG-05. O ensaio foi realizado a temperatura ambiente em solução aquosa de NaCl com concentração de 3,5 %. Os corpos-de-prova foram hidrogenados por períodos de 15, 30 e 60 dias. O pH

inicial, antes da aplicação da proteção catódica, foi mantido entre 5,9 – 6,2 e após o ensaio com -1100 mV, ficou entre 5,4 – 5,8.

Com o intuito de facilitar a entrada do hidrogênio na região do entalhe, inicialmente os corpos-de-prova de prova foram pintados com uma fita isolante líquida da marca Quimatic (vermelha ou azul) deixando exposta apenas a área do entalhe e da pré-trinca, como mostra a Figura 39. Nos ensaios preliminares com baixo tempo de hidrogenação, foram obtidos resultados satisfatório. Após 96 horas de hidrogenação foi possível observar uma queda na tenacidade do material devido a fragilização por hidrogênio. No entanto, para maiores tempos de hidrogenação, foi observado a formação de um filme espesso e de alta aderência na superfície do corpo-de-prova, que acreditamos que seja um fator determinante para dificultar a difusão do hidrogênio para o interior do material. Na Figura 40 pode ser observado o filme formado após a hidrogenação por 30 dias.

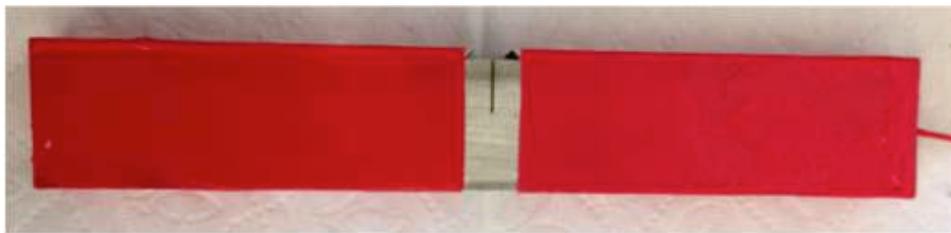


Figura 39: Corpo-de-prova pintado para os ensaios preliminares.



Figura 40: a) corpo-de-prova pintado após 30 dias de hidrogenação e b) detalhe do filme formado após hidrogenação por proteção catódica.

Sendo assim, para os ensaios que serão apresentados no próximo capítulo, a hidrogenação dos corpos-de-prova foi feita sem a pintura de fita isolante líquida. Os corpos-de-prova foram devidamente desengordurados e apenas o contato elétrico foi isolado como pode ser observado na Figura 41. Os corpos-de-prova foram hidrogenados previamente pelo tempo determinado de cada condição e para a realização dos ensaios foram mantidas as mesmas condições de hidrogenação durante todo o teste.

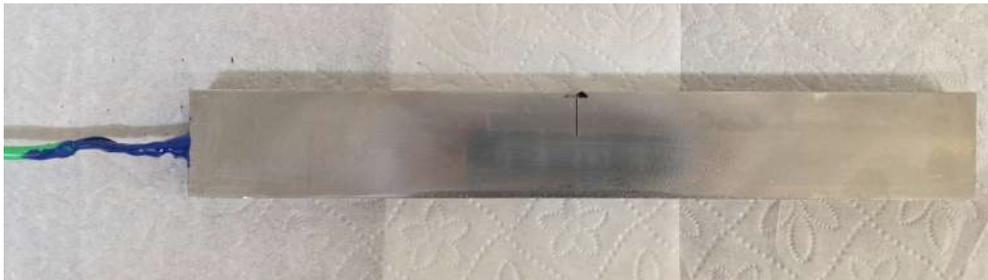


Figura 41: Corpo-de-prova preparado para hidrogenação prévia dos ensaios de tenacidade à fratura.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Dentre as condições que foram utilizadas para o trabalho mostradas anteriormente na Figura 29, será apresentado neste capítulo os resultados do metal de base e das juntas soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm com ensaios ao ar, após 15 e 30 dias de hidrogenação. Para a junta soldada com 1,1 kJ/mm e para o metal de base também são apresentados os resultados com 60 dias de hidrogenação.

### 5.1 Caracterização Microestrutural

Foi realizada a caracterização microestrutural no microscópio óptico como descrito no capítulo anterior. A seguir, na Figura 42, podem ser observados os mosaicos das seções transversais dos cordões de solda das juntas soldadas com os aportes térmicos 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm.

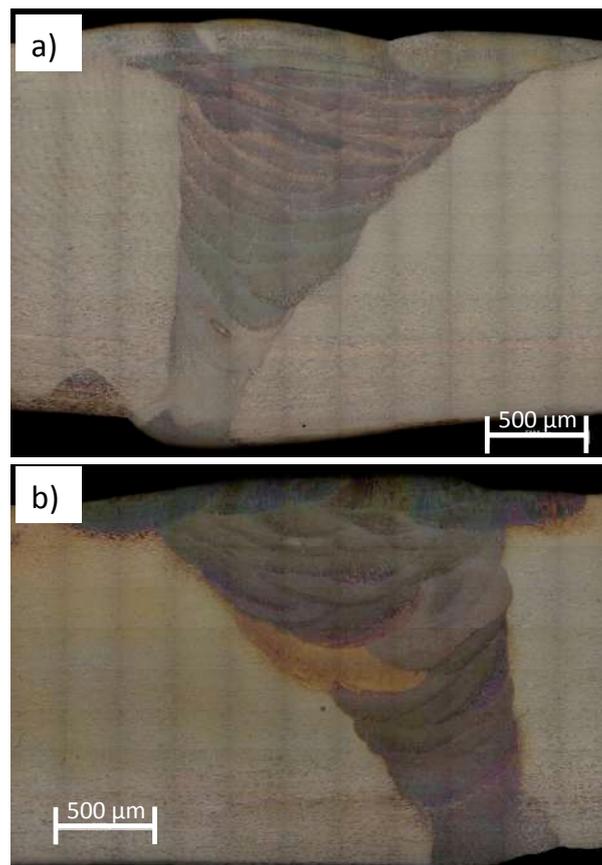


Figura 42: Mosaico da junta soldada a) com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e b) com aporte de 2,0 kJ/mm.

Pode ser observado que a junta soldada com aporte mais baixo apresentou um maior número de reaquescimentos, devido ao maior número de passes para o preenchimento da junta do que a soldada com aporte de 2,0 kJ/mm. A maior velocidade de soldagem fez com que fosse necessário um maior número de passes para o preenchimento da junta devido à pequena quantidade de metal depositado em cada passe. Sendo assim, possível observar as regiões que sofreram reaquescimento pelos passes posteriores.

Na Figura 43 é apresentada a microestrutura do metal de base analisado, onde a fase escura corresponde à matriz ferrítica. A microestrutura do metal de base é constituída por ilhas alongadas de austenita dispersas em uma matriz semicontínua de ferrita. A imagem da Figura 43 é um exemplo de micrografia que foi utilizada para a quantificação do metal de base (MB).



Figura 43: Micrografia do metal de base (MB) com aumento de 200x. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.

A Figura 44 e a Figura 45, apresentam as micrografias obtidas nas análises microestruturais das amostras soldadas com aportes térmicos de 1,1 kJ/mm e Figura 46 e Figura 47 apresentam as micrografias para as amostras soldadas com aporte térmico de 2,0 kJ/mm.

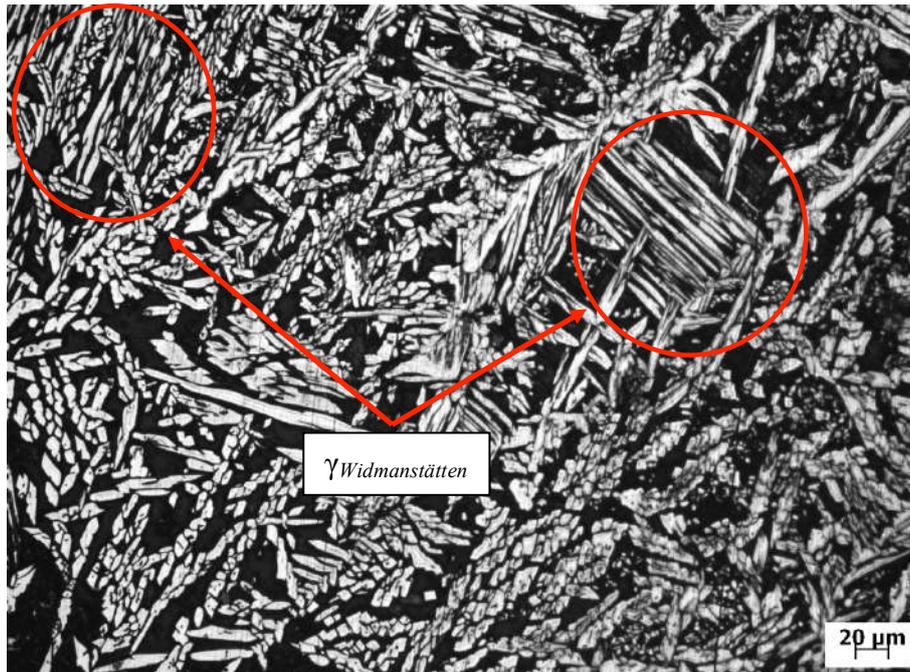


Figura 44: Micrografia com aumento de 200x da amostra soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.

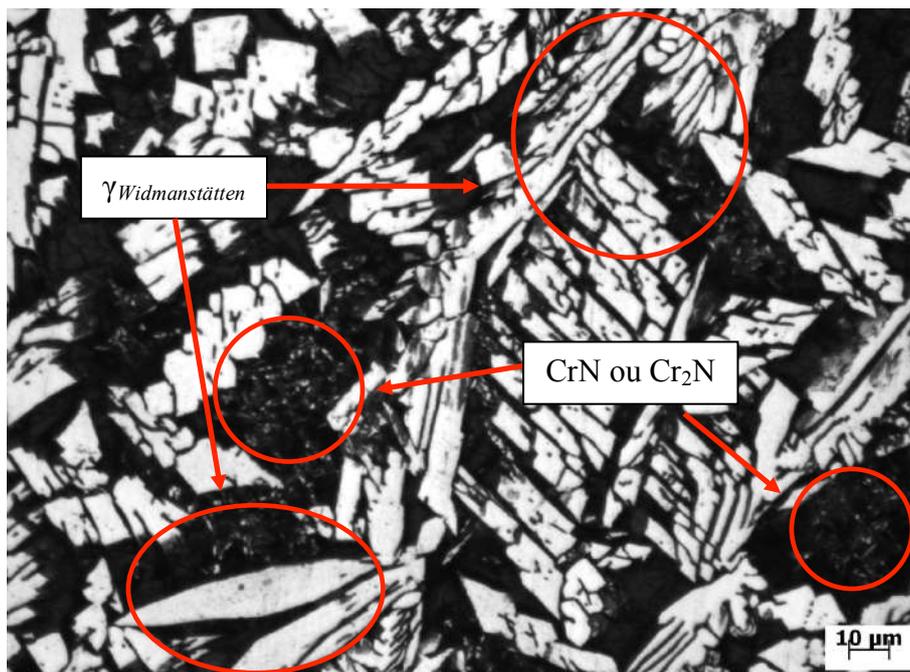


Figura 45: Micrografia com aumento de 500x da amostra soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.



Figura 46: Micrografia com aumento de 200x da mostra soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.

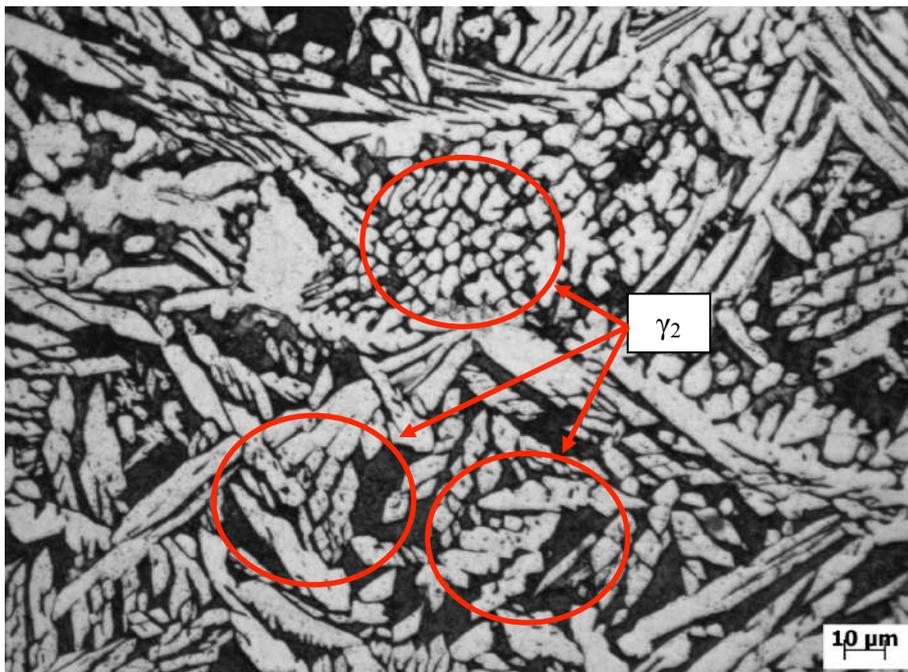


Figura 47: Micrografia com aumento de 500x da mostra soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm. A região preta corresponde à fase ferrítica e a branca, à fase austenítica.

Como pode ser observado, o % de  $\gamma_2$  é mais significativo nas regiões entre os cordões da solda para amostra soldada com alto aporte térmico (menor taxa de resfriamento) e tanto entre os cordões quanto dentro dos cordões na amostra soldada

com baixo aporte térmico. Já com relação ao % de  $\gamma_{Widmantatten}$  este tem seu processo de precipitação mais competitivo com a precipitação  $\gamma_2$  na amostra soldada com baixo aporte térmico, principalmente, devido a maior taxa de resfriamento. Para a amostra soldada com alto aporte térmico a baixa taxa de resfriamento favorece a formação de  $\gamma_2$  com diferentes tamanhos, dependendo da região onde se formam (dentro ou entre os cordões) e o processo de precipitação de  $\gamma_{Widmantatten}$  é bem menos intenso. Para melhor visualização na Figura 48 é apresentado um esquema mostrando as diferentes regiões supracitadas (entre os cordões e dentro dos cordões de solda).

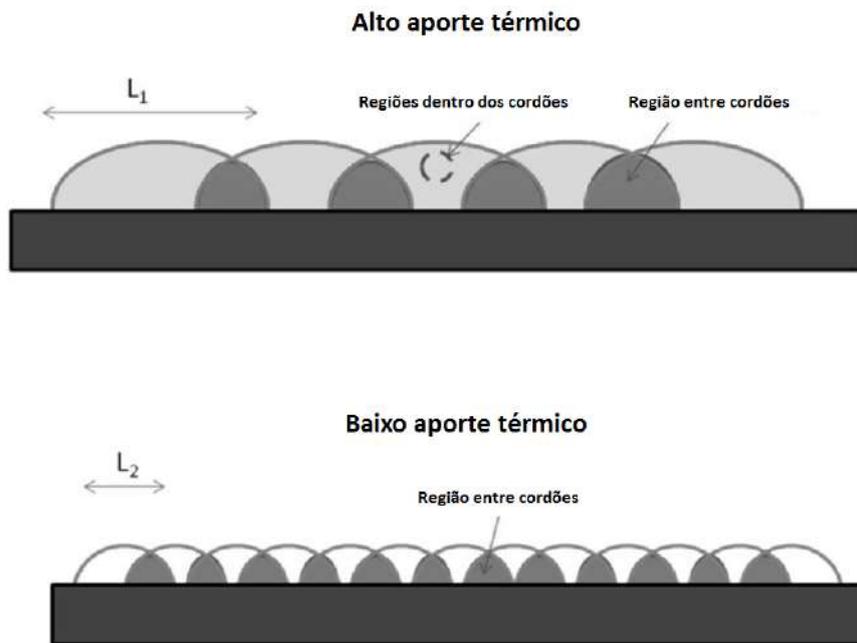


Figura 48: Esquema mostrando as diferentes regiões em função do aporte de calor.

Esse efeito pode ser mais bem percebido através da caracterização microestrutural realizada no microscópio eletrônico de varredura, como apresentado Figura 49.

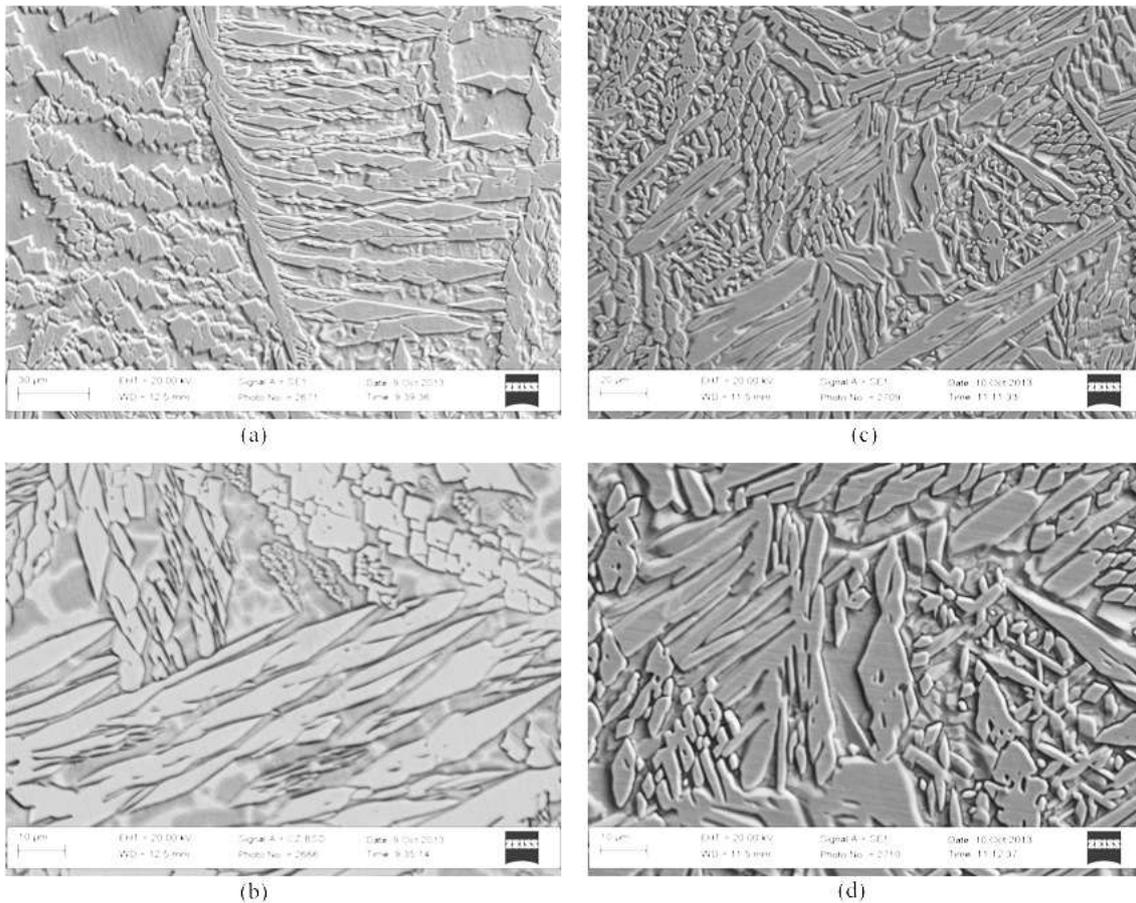


Figura 49: Imagem de microscopia eletrônica de varredura gerada por elétrons secundários das amostras soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm (a) em 500x e (b) em 1000X e das amostras soldadas com aporte térmico de 2,0 kJ/mm (c) em 500x e (d) em 1000x.

Com o intuito de identificar fases deletérias, no decorrer da etapa de caracterização microestrutural foi realizado o ataque químico eletrolítico NaOH 40% com 2 V por 2 minutos, porém nas amostras de ambos os aportes térmicos não foi encontrada nenhuma fase deletéria ( $\sigma$ ,  $\chi$ ). Sendo assim, possível afirmar que o mecanismo predominante de decomposição da fase de ferrita em  $\gamma_2$  foi a reação  $\alpha \rightarrow \text{CrN} / \text{Cr}_2\text{N} + \gamma_2$ .

A partir das micrografias foi calculada a fração volumétrica da ferrita e da austenita para as diferentes condições analisadas. A quantificação foi realizada próximo a região da pré-trinca de fadiga tanto para os corpos-de-prova de metal de base como para os corpos-de-prova soldados. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8: Quantificação de fases segundo ASTM E1245-03 [72] nas amostras soldadas com aporte térmico 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm e do metal de base.

<b>Condição Analisada</b>	<b>Fração volumétrica de austenita (%)</b>	<b>Fração volumétrica de ferrita (%)</b>
MB	54,76 ± 5,19	45,24 ± 5,19
1,1 kJ/mm	43,13 ± 2,33	56,87 ± 2,33
2,0 kJ/mm	48,69 ± 3,47	51,31 ± 3,47

A partir desses resultados pode-se concluir que a distribuição da fração volumétrica das fases no material está de acordo com as normas ISO 15156-3 e NORSOK M001, ou seja, onde o percentual em peso de ferrita deve ser maior que 35% e menor que 65% e maior que 30% e menor que 70%, respectivamente [73]. Pode ser observado que a quantidade de austenita tem um pequeno aumento nas amostras soldadas com maior aporte. Isso ocorre devido a menor taxa de resfriamento para a junta soldada com 2,0 kJ/mm, acarretando em maior tempo de permanência do metal de solda em temperaturas que favorecem a transformação de  $\alpha$  para  $\gamma$ .

## 5.2 Ensaio Preliminares de Descargas Parciais

Os ensaios preliminares de descargas parciais foram realizados segundo a norma ASTM E1820. A seguir é apresentado o gráfico gerado durante o ensaio preliminar ao ar do metal de base. A Figura 50 apresenta o gráfico F x CMOD com os registros de CMOD até o valor máximo permitido pelo *clip-gauge* utilizado e a Figura 51 apresenta o gráfico F x LVDT com os registros do deslocamento da linha de carga até o final do ensaio.

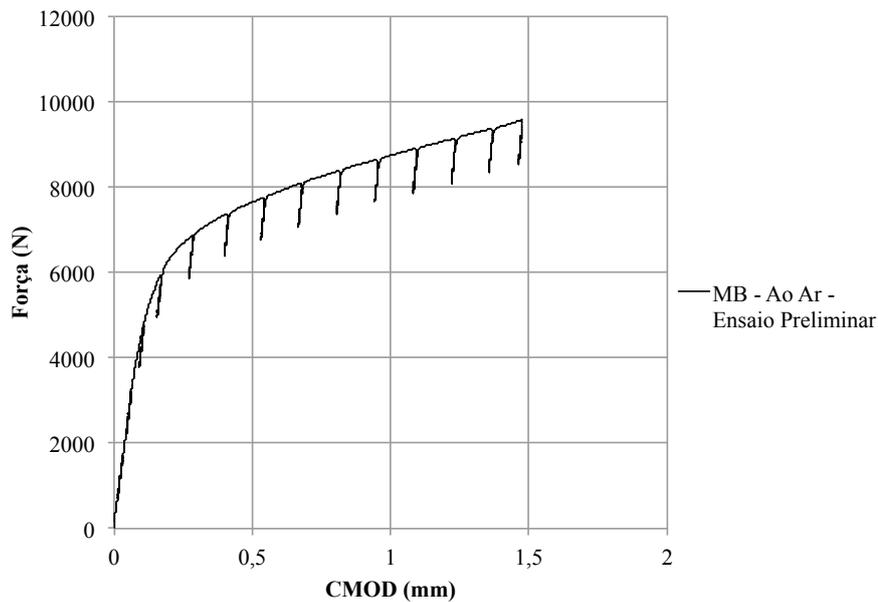


Figura 50: Gráfico F x CMOD obtido durante ensaios preliminares realizados ao ar dos corpos-de-prova de metal de base.

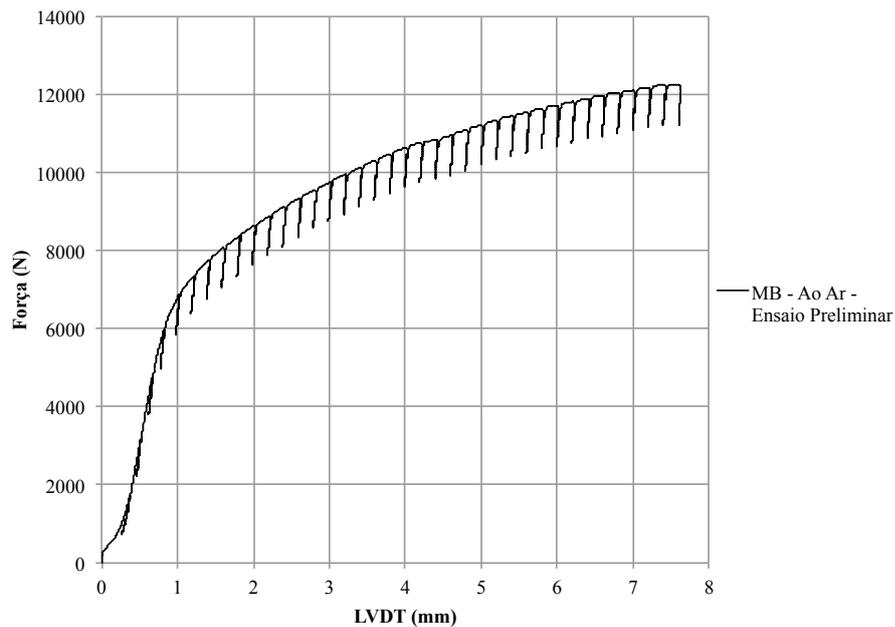


Figura 51: Gráfico F x LVDT obtido durante ensaios preliminares realizados ao ar dos corpos-de-prova de metal de base.

A rigidez do corpo-de-prova durante o ensaio de descargas parciais depende do tamanho da trinca e ligamento remanescente, ou seja, maiores tamanhos de trinca resultam em uma menor rigidez. Uma medida quantitativa dessa rigidez é obtida através do uso da *compliance*, que é definida como o inverso da rigidez. Conseqüentemente, é esperado que, após o carregamento durante o ensaio, a *compliance* aumente à medida que ocorre crescimento de trinca. Entretanto, nos ensaios preliminares do presente trabalho, valores negativos de ( $\Delta a$ ) foram detectados, houve uma diminuição no valor de *compliance* ao longo do ensaio.

Os ensaios preliminares foram realizados de acordo com a norma ASTM E1820, realizando descargas em um intervalo de deslocamento de CMOD de no máximo 0,01W. Para esses corpos-de-prova os intervalos entre as descargas parciais foram de no máximo 0,15 mm. Foi observado que a inclinação ( $1/C$ ) das linhas geradas por cada descarregamento parcial estava aumentando ao longo do ensaio e, conseqüentemente, a *compliance* diminuindo, ou seja, demonstravam um aumento de rigidez acompanhado de um retardo no tamanho da trinca, o que não era constatado após a fratura completa do corpo-de-prova. A Figura 52 apresenta o crescimento negativo aparente da trinca do corpo-de-prova de metal de base de AISD em ensaios preliminares ao ar. Como dito

anteriormente, esse crescimento negativo da trinca indicaria uma diminuição na *compliance* durante o carregamento.

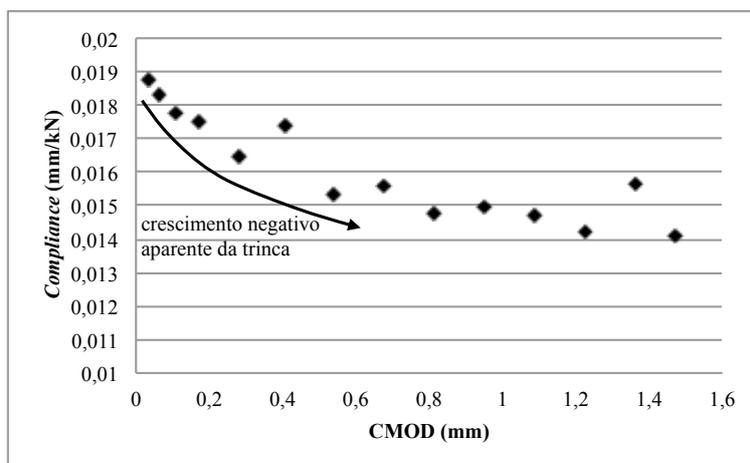


Figura 52: Medidas de *compliance* realizadas durante ensaio preliminar do metal de base de AISD ao ar.

As principais dificuldades quanto à utilização desta técnica diz respeito aos efeitos de plasticidade, característica dos metais com elevada ductilidade e tenacidade. A ocorrência de valores negativos de tamanho de trinca inicial ( $\Delta a$ ) é frequente no método de descargas parciais para construção de curvas J-R. Há diversos estudos relatando a ocorrência desse fenômeno geralmente associado ao tunelamento na frente da trinca [74,75,76]. O corpo-de-prova exibe uma grande deformação em suas superfícies laterais devido ao baixo estado triaxial de tensão, fazendo com que a trinca se propague mais rápido na porção central do corpo-de-prova. Na Figura 53 pode ser observado um exemplo de superfície de fratura com tunelamento. Entretanto, não foi observada a ocorrência do fenômeno de tunelamento nos ensaios do presente trabalho.



Figura 53: Superfície de fratura evidenciando a ocorrência de tunelamento da trinca (adaptado de [77]).

A ocorrência de valores negativos de  $\Delta a$  é relatada na literatura para estágios iniciais do carregamento e uma das soluções que, geralmente, é utilizada é a omissão dos pontos de dados negativos, ou seja, os dados que antecedem a *compliance* mínima são descartados [74]. Uma proposta de C.S. Seok [78] foi deslocar os dados de J por uma determinada distância em que todos os dados negativos fossem deslocados até linha de embotamento da curva J-R. Contudo, nos ensaios preliminares do presente trabalho foram detectados valores negativos de crescimento de trinca ao longo de todo ensaio, não apenas nos estágios iniciais de carregamento.

É possível que os ciclos sucessivos de descarregamento e carregamento parciais estejam promovendo aumento significativo na densidade de discordâncias, ou seja, encruando o material, e assim fazendo com que a flexibilidade (*compliance*) do corpo-de-prova diminua acarretando em valores negativos de  $\Delta a$ .

Logo, com o intuito de investigar, verificar e buscar explicações plausíveis acerca do efeito de encruamento provocado pelas sucessivas ocorrências de descargas parciais ao longo do ensaio, foi realizada uma análise difração de elétrons retroespalhados (do inglês “*Electron Backscattered Diffraction*” – EBSD) na ponta da pré-trinca de fadiga, antes do teste propriamente dito, e, após o ensaio, a análise foi realizada na zona de processo de fratura. A técnica de EBSD consiste em analisar através de padrões de difração as fases presentes na região analisada e ainda avaliar a evolução de contornos de baixo e alto ângulo da região de interesse. Os resultados dessa análise podem ser observados no próximo tópico.

### 5.2.1 Análise EBSD

Foram analisados três diferentes materiais com o intuito de avaliar e comparar a influência da evolução dos contornos de baixo ângulo (encruamento), nas diferentes microestruturas, na perda de rigidez teórica obtida através dos testes de tenacidade à fratura utilizando a metodologia de descargas parciais: o aço inoxidável superduplex (AISD), material de estudo no presente trabalho, um aço inoxidável austenítico 316 (AISI 316) e um aço de alta resistência e baixa liga (API 5L X100). As análises foram realizadas antes do ensaio de descargas parciais na região logo a frente da pré-trinca de fadiga e após o ensaio na zona de processo de fratura para todos os materiais, a Figura 54 apresenta uma ilustração indicando a localização da área analisada. O percentual de indexação das análises ficou acima de 85%.

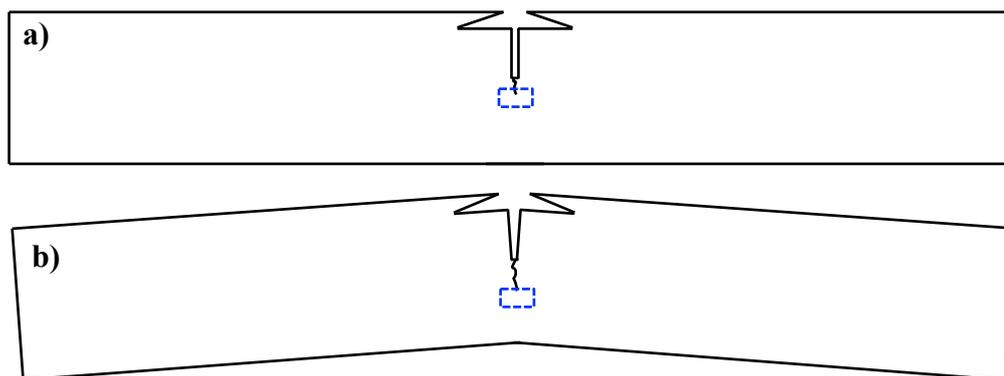


Figura 54: Ilustração identificando, no detalhe em azul, região analisada no EBSD: a) antes do ensaio a análise foi realizada logo a frente da pré-trinca de fadiga e b) após o ensaio a análise foi realizada na zona de processo de fratura.

A seguir nas Figura 55, Figura 56 e Figura 57 são exibidos os mapas de fases e mapas de contornos de grão (para identificação e quantificação dos contornos de baixo ângulo) dos aços API 5L X100, inoxidável austenítico (AISI 316) e inoxidável superduplex (AISD), respectivamente.

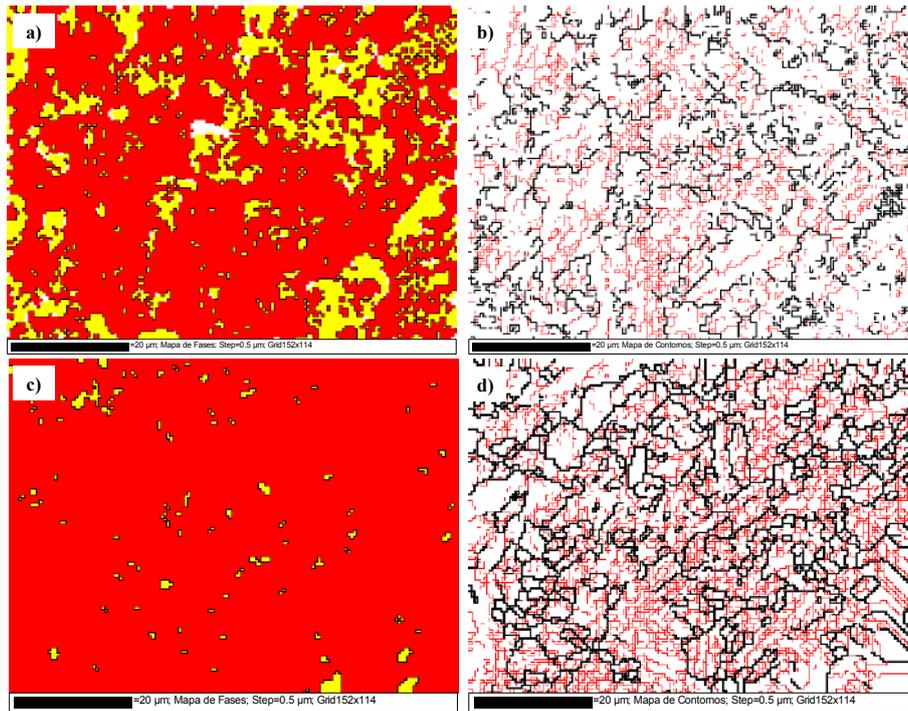


Figura 55: Mapeamento do aço API 5L X100: a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e  $Fe_3C$  em amarelo.

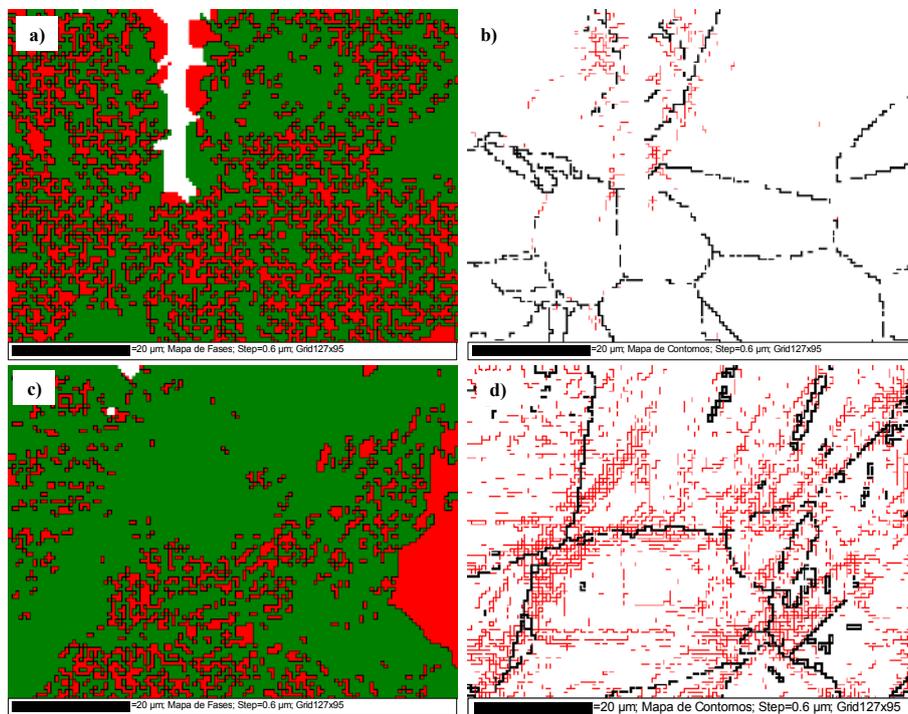


Figura 56: Mapeamento do aço inoxidável austenítico (AISI 316): a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e austenita em verde.

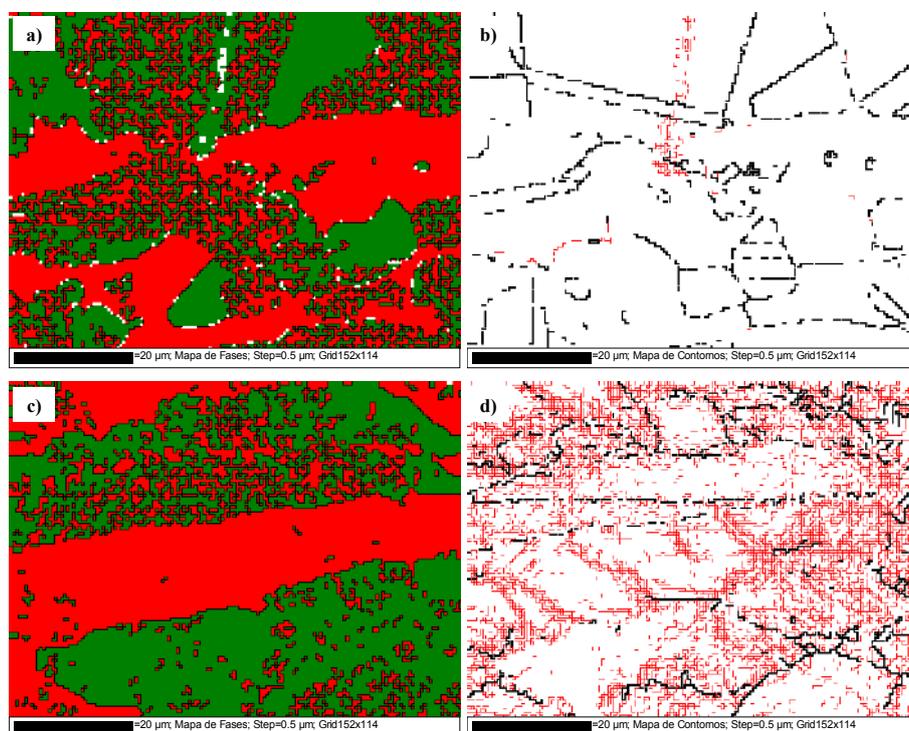


Figura 57: Mapeamento do aço inoxidável superduplex (AISD): a) mapa de fases antes do ensaio; b) mapa de contornos de grão antes do ensaio; c) mapa de fases após ensaio; d) mapa de contornos de grão após ensaio. Ferrita (CCC) em vermelho e austenita em verde.

A Tabela 9 apresenta a distribuição de contornos de baixo e alto ângulo para as amostras analisadas antes e após o ensaio de descargas parciais.

Tabela 9: Fração volumétrica de contornos de baixo e alto ângulo das amostras de AISD, AISI 316 e API 5L X100.

		<b>AISD</b>	<b>AISI 316</b>	<b>API 5L X100</b>
<b>Análise Antes do Ensaio</b>	Contorno de Baixo de Ângulo (2 a 15°)	40,6 %	78,6 %	66,7 %
	Contorno de Alto Ângulo (>15°)	59,4 %	21,4 %	33,3 %
<b>Análise Após Ensaio</b>	Contorno de Baixo de Ângulo (2 a 15°)	93,8 %	92,6 %	75,7 %
	Contorno de Alto Ângulo (>15°)	6,2 %	7,4 %	24,3 %

A partir dos resultados de EBSD pode ser observado que o API 5L X100 apresentava uma fração volumétrica de 66,7% de contorno de baixo ângulo passando para 75,7 % após o ensaio. O aumento da fração volumétrica de contorno de baixo ângulo não foi tão significativo quando comparado aos outros dois materiais analisados

(de 40,6% para 93,8% para o AISD e 78,6% para 92,6% para o AISI 316). Também pode ser observado na Figura 55 que antes do ensaio de descargas parciais, o API 5L X100 apresentou contornos de baixo ângulo em toda área analisada pelo EBSD, logo a frente da pré trinca de fadiga, enquanto o AISI 316 e o AISD apresentaram maior fração volumétrica de contornos de baixo ângulo basicamente no entorno da ponta da trinca, região com maior deformação (Figura 56 e Figura 57), e uma grande área ao redor da pré trinca propícia para surgimento de contornos de baixo ângulo durante o teste.

Sabe-se que quanto mais baixa a energia de falha de empilhamento (EFE), maior é a separação entre as discordâncias parciais e mais larga a falha de empilhamento. O AISI 316 que possui estrutura cristalina CFC, com baixa EFE, apresenta maior densidade de discordâncias, maior energia armazenada na deformação e menor mobilidade devido a maior distância entre as discordâncias parciais. Como consequência, a ocorrência de deslizamento cruzado ou escalagem se torna mais difícil e a taxa de encruamento aumenta [73]. Esse aumento de encruamento pode ser visto após o ensaio de descargas parciais, em que o aço AISI 316 apresentou um aumento no valor de contornos de baixo ângulo de 78,6 % para 92,6%.

A Figura 57 apresenta a análise realizada no AISD, material de estudo no presente trabalho, e exibe o mapa de fases (austenita em verde e ferrita em vermelho) e o mapa de contornos de grão de baixo ( $2^\circ < CG < 15^\circ$ ) e alto ângulo da amostra de AISD ( $CG > 15^\circ$ ). A análise de distribuição de contornos de baixo ângulo antes do ensaio apresentou uma fração volumétrica de 40,5 % tendo um grande acréscimo após o ensaio para 93,8 %, caracterizando o encruamento do material após as sucessivas descargas realizadas durante o ensaio e uma possível justificativa para os valores negativos de compliance.

O contorno de baixo ângulo pode ser representado por um conjunto de discordâncias que formam subgrãos com diferença de orientação de poucos graus e de menor energia com relação ao contorno de alto ângulo ou contorno de grão. Quando um material policristalino é deformado, uma grande quantidade de contornos de baixo ângulo é gerada [79]. Após os ciclos sucessivos de descarregamento e carregamento parciais ocorre um aumento da deformação ao redor da trinca promovendo a multiplicação das discordâncias e o seu consequente rearranjo em contornos de baixo ângulo.

O encruamento de um metal é caracterizado pelo seu endurecimento durante a deformação plástica, no qual quanto mais deformado o material, mais resistente ele se torna [80]. A deformação plástica por movimento de discordâncias faz com que as imperfeições interajam entre si ou com outras imperfeições, ou indiretamente com o campo de tensões internas de várias imperfeições e obstáculos. São estas interações que levam a uma redução na mobilidade das discordâncias, havendo então uma necessidade de maior tensão para provocar maior deformação plástica. Os contornos de grão são exemplos específicos de barreiras à movimentação das discordâncias, que são empilhadas nesses contornos [81].

Como forma de corroborar com os resultados, a Figura 58 mostra um aumento da rigidez teórica do corpo-de-prova AISI 316 possivelmente devido ao encruamento provocado pelos sucessivos ciclos de carregamento e descarregamento. Enquanto que para o aço API 5L X100 que não apresentou um grande aumento na fração volumétrica de contornos de baixo ângulo, observamos um crescimento de trinca a partir do aumento da *compliance* durante o ensaio de descargas parciais. A Figura 52, apresentada anteriormente no tópico 5.2, mostra a ocorrência de um crescimento negativo da trinca para o aço em estudo, AISD, comportamento semelhante ao corpo-de-prova AISI 316, mais uma vez evidenciando a influência da evolução dos contornos de baixo ângulo (encruamento), no aumento de rigidez teórica nos testes de descargas parciais para esses materiais.

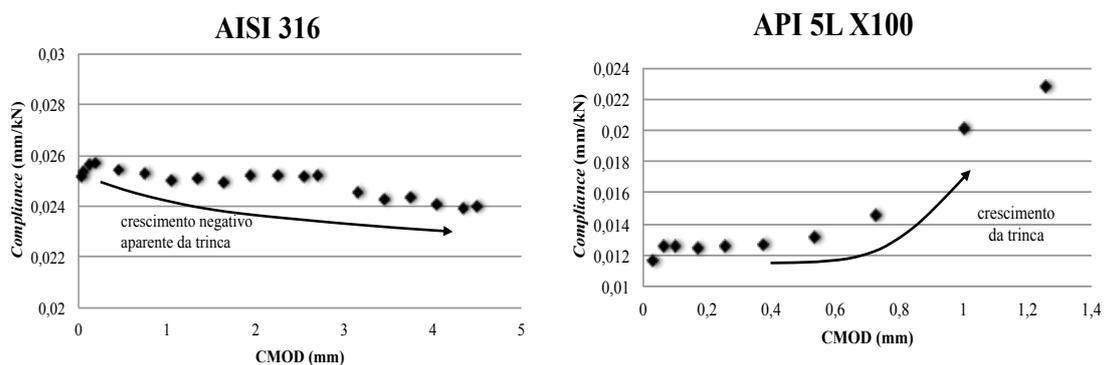


Figura 58: Medidas de *compliance* realizadas durante ensaios do aço AISI 316 e do aço API 5L X100.

Sendo assim, após os resultados da investigação realizada por EBSD se optou por aumentar os intervalos entre os ciclos de descarregamento e carregamento afim de

se evitar que essas sucessivas descargas parciais estejam acarretando em um maior encruamento do material que, possivelmente possam levar a ocorrência de valores negativos de  $\Delta a$ .

### 5.3 Curvas Carga-CMOD

Os gráficos gerados durante os ensaios Força (N) *versus* deslocamento da boca do entalhe (CMOD, mm) obtidos para o metal de base são apresentados na Figura 59 e Figura 60.

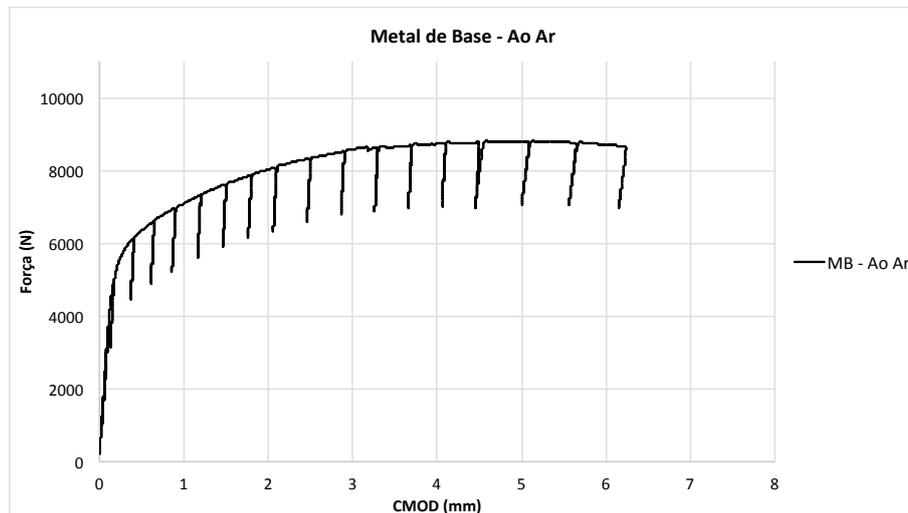


Figura 59: Gráfico obtido durante ensaio ao ar do corpo-de-prova de metal de base.

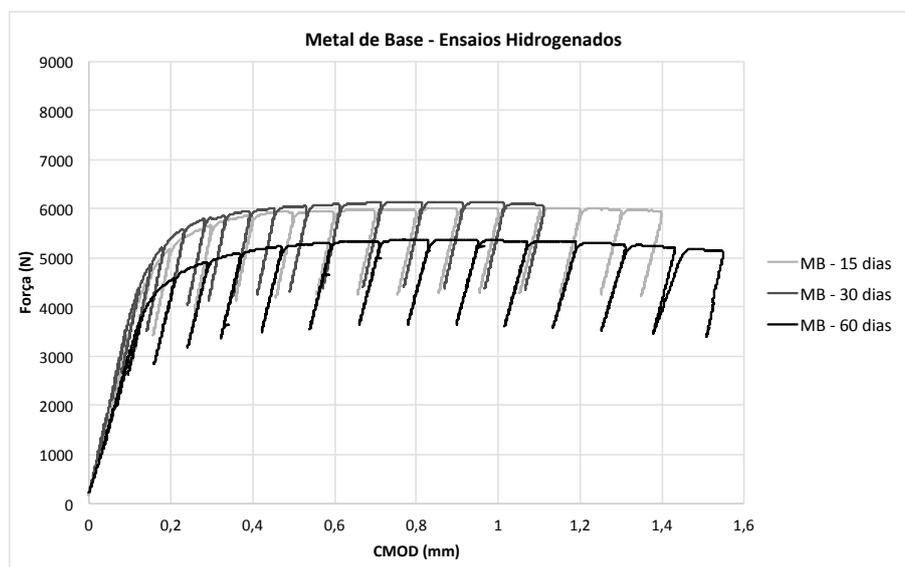


Figura 60: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova do metal de base com 15, 30 e 60 dias de hidrogenação.

Os gráficos gerados durante os ensaios Força (N) *versus* deslocamento da boca do entalhe (CMOD, mm) obtidos as juntas soldadas com aporte de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm são apresentados na Figura 61, Figura 62 e Figura 63.

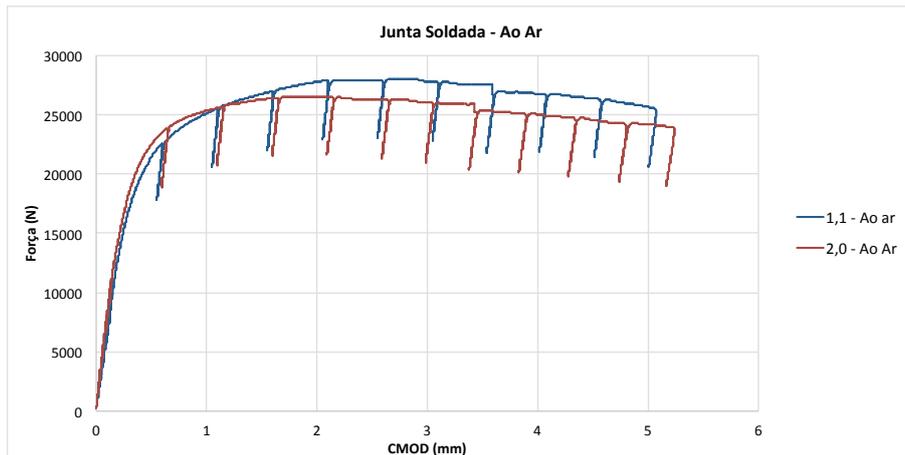


Figura 61: Gráfico obtido durante ensaio ao ar dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm.

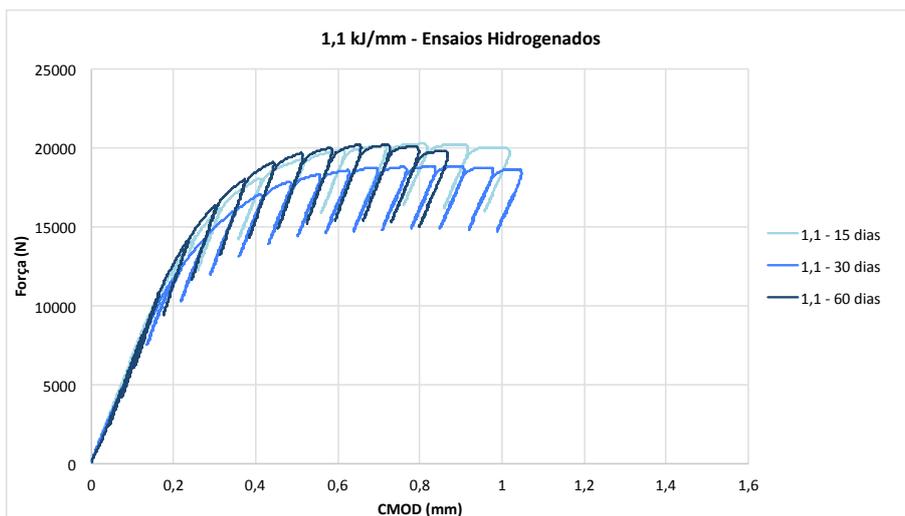


Figura 62: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm com 15, 30 e 60 dias de hidrogenação.

Para os ensaios ao ar, o intervalo entre as descargas foi de até 0,5 mm de CMOD com o intuito de realizar ciclos de descarregamento e carregamento mais espaçados que o determinado pela norma (0,15 mm para o corpo-de-prova de metal de base e 0,28 mm para o corpo de prova da condição como soldado), para assim evitar o crescimento negativo aparente da trinca.

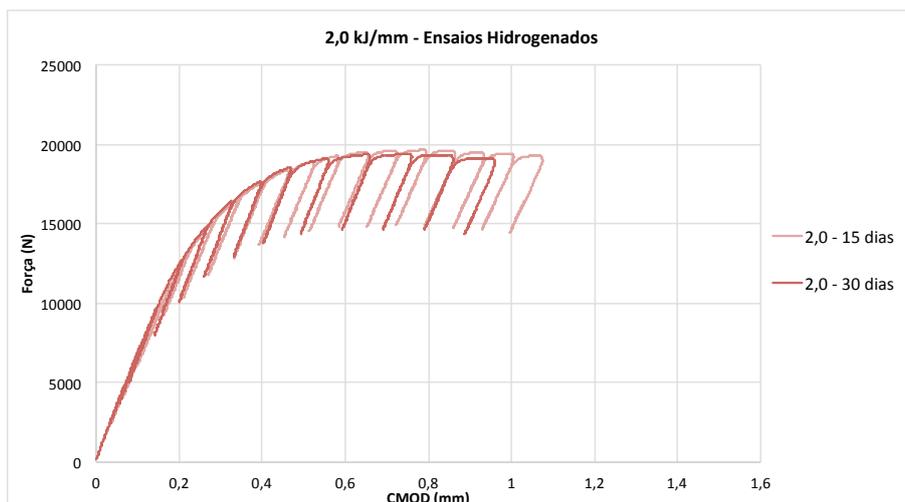


Figura 63: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm com 15 e 30 dias de hidrogenação.

Além disso, cada descarga foi realizada com 50% da força máxima de pré-trincamento ou 50% da carga instantânea, o máximo permitido pela ASTM E1820. Para os ensaios hidrogenados foi possível realizar intervalos menores, pois o corpo-de-prova apresentou menor capacidade de deformação plástica devido a fragilização ocasionada pelo hidrogênio e, desde as descargas iniciais, não houve ocorrência de crescimento negativo de trinca para esta condição. Também pode ser observado que em todas as condições não houve ocorrência de nenhum tipo de instabilidade gráfica (*pop-in*) nos registros ao longo do ensaio.

Como forma de melhor visualizar o efeito do hidrogênio na tenacidade à fratura da junta soldada de aço inoxidável superduplex, é apresentado na Figura 64 a curva gerada durante o ensaios ao ar e a curva obtido após 15 dias de hidrogenação da junta soldada com 1,1 kJ/mm. É possível observar que ao aumentar o tempo de hidrogenação ocorre uma grande redução na força máxima do ensaio e fica evidente a redução no valor de  $V_p$ , componente plástica de CMOD.

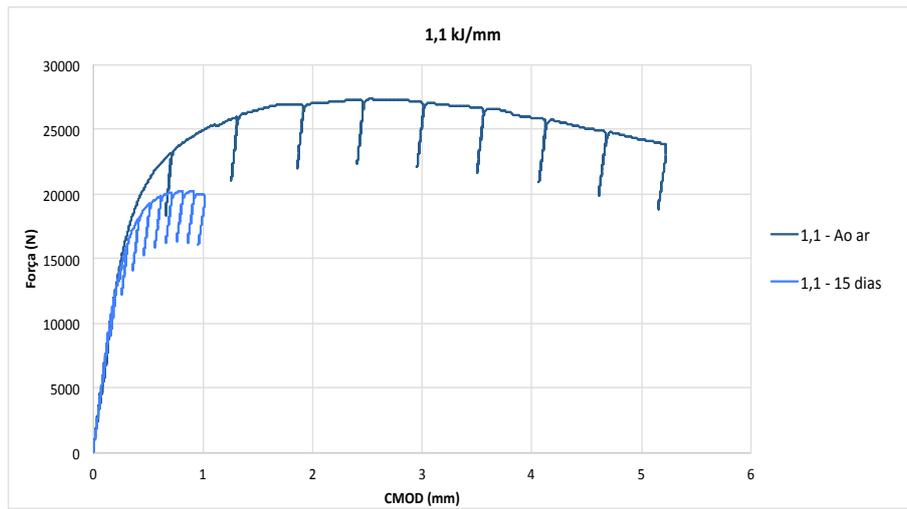


Figura 64: Gráficos obtidos durante ensaio dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm ao ar e com 15 dias de hidrogenação.

## 5.4 Medições de Tamanho de Trinca

Após o ensaio, as trincas foram analisadas no estereoscópio e se constatou uma bifurcação de trinca nos corpos-de-prova do metal de base ensaiados ao ar, com 15 e 30 dias de hidrogenação, como é ilustrado na Figura 65.

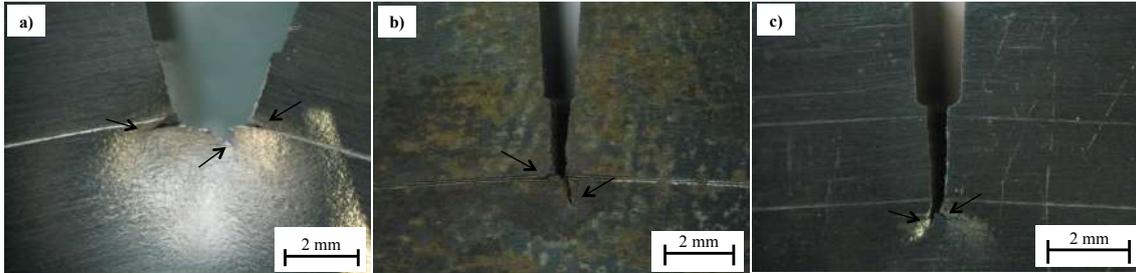


Figura 65: Bifurcação da trinca do corpo-de-prova do metal de base após ensaio a) ao ar; b) após 15 dias de hidrogenação; c) após 30 dias de hidrogenação.

Krupp et al [35] mostram a ocorrência de ramificação de trincas de fadiga em aços inoxidáveis duplex. Os autores observaram que o caminho percorrido pela trinca depende dos contornos de grãos. Geralmente, os contornos de fase  $\alpha$ - $\gamma$  são barreiras mais efetivas que os contornos de grão  $\alpha$ - $\alpha$  e  $\gamma$ - $\gamma$ . Uma mudança local da microestrutura, ou seja, a existência de uma região dominante de austenita na frente da ponta da trinca pode causar uma grande deflexão na propagação estável de trinca [82]. Para os corpos-de-prova em que ocorreu esta ramificação, as medições dos tamanhos das trincas foram realizadas em duas etapas. As medições foram realizadas na vista 1 como é ilustrado na Figura 66 e somadas as medições da vista 2, para que assim se obtenha o valor total do tamanho do crescimento estável da trinca.

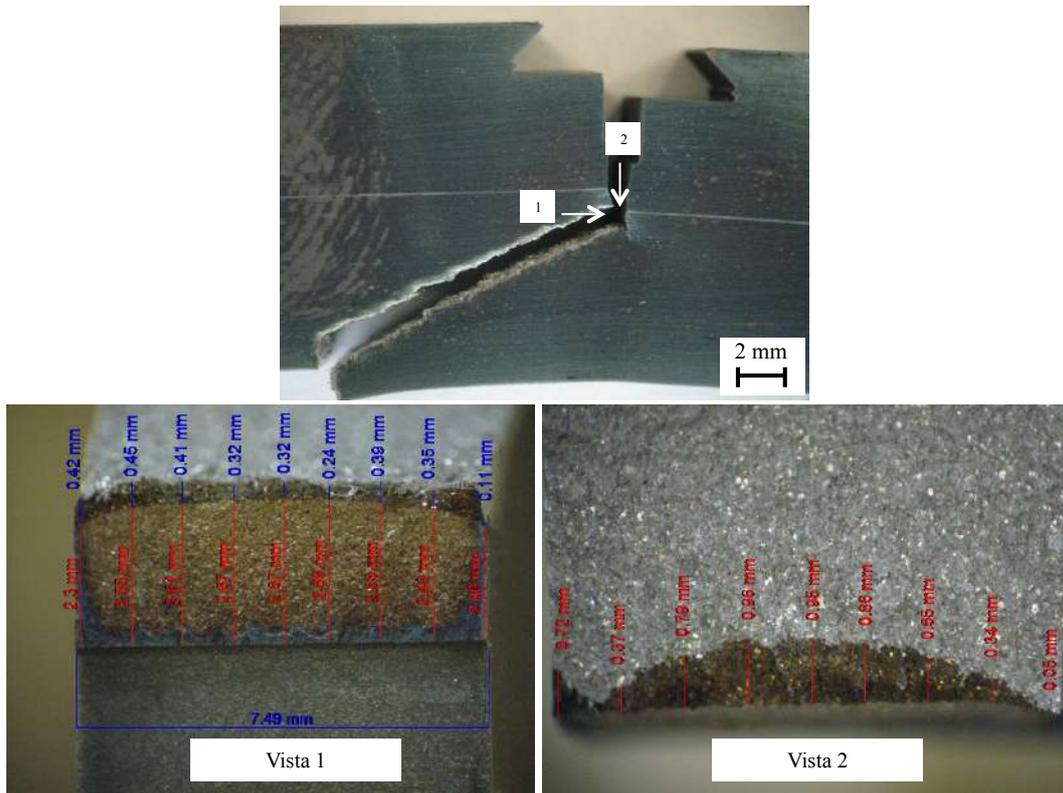


Figura 66: Procedimento para medições de tamanho de trinca para os corpos-de-prova do metal de base em que foi observada a bifurcação da trinca.

Todas as superfícies de fratura foram analisadas por estereoscopia e não foi observada a ocorrência do fenômeno de tunelamento como é apresentado na Figura 67.

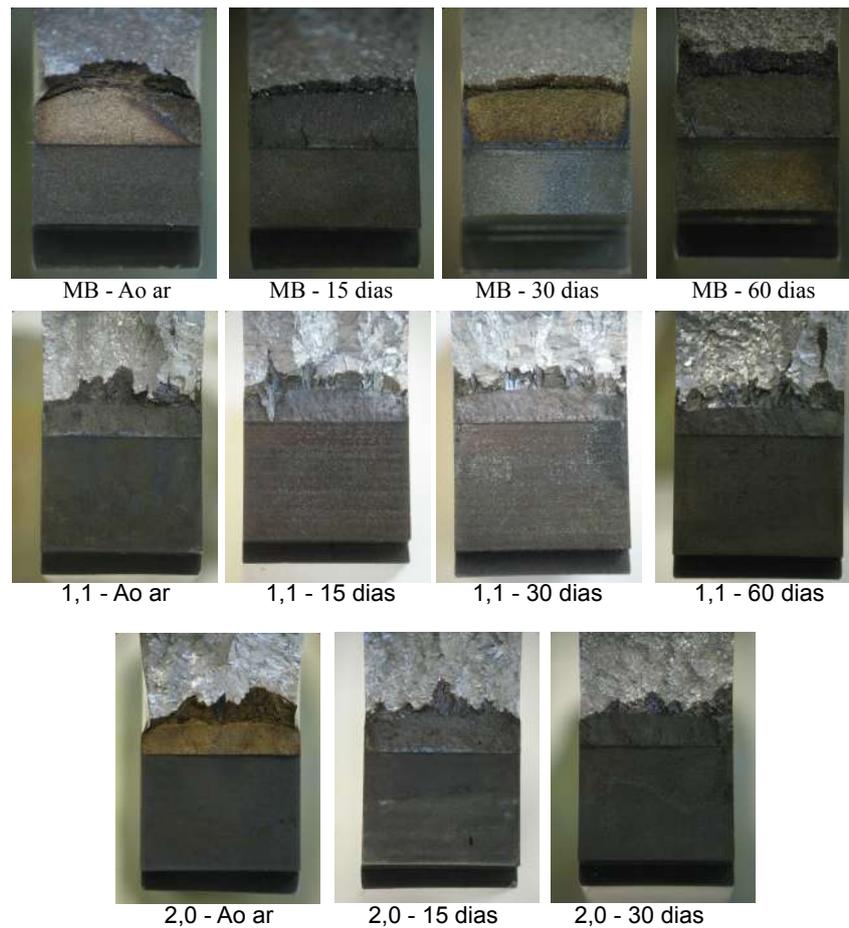


Figura 67: Estereoscopia das superfícies de fratura dos corpos-de-prova após ensaio.

Algumas restrições estabelecidas pela norma, além daquelas já expostas, também devem ser consideradas, principalmente, no que diz respeito ao crescimento da trinca e à comparação entre os valores do tamanho da trinca medidos visualmente e aqueles estimados a partir da *compliance*. A Tabela 10 apresenta as medidas realizadas após o ensaio da pré-trinca de fadiga e  $\Delta a$  e os valores calculados a partir da *compliance*. Os valores de  $\Delta a$  calculados pelo método de descargas parciais são subestimados, pois, os tamanhos de trinca medidos visualmente após o ensaio geralmente foram superiores. Na Figura 68 fica evidente a diferença entre os tamanhos de trinca  $a_0$  (pré-trinca de fadiga + entalhe) e  $a_f$  (pré-trinca de fadiga + entalhe +  $\Delta a$ ) medidos e calculados após o ensaio.

Tabela 10: Comparação entre os tamanhos de trinca calculados a partir do valor da *compliance* e medidos visualmente após o ensaio.

Amostra		Pré-trinca <i>Compliance</i> (mm)	Pré-trinca Visual (mm)	$\epsilon_r$ (%)	$\Delta a$ <i>Compliance</i> (mm)	$\Delta a$ Visual (mm)	$\epsilon_r$ (%)
MB	Ar	2,16	2,36	8,41	0,33	1,20	72,73
MB	15 dias	2,26	2,39	5,66	0,73	0,80	8,79
MB	30 dias	2,16	2,56	15,49	0,54	1,03	47,67
MB	60 dias	2,80	2,76	1,24	0,62	1,14	45,74
1,1	Ar	3,00	2,56	17,24	1,82	1,70	6,96
1,1	15 dias	3,00	2,56	17,24	0,93	1,41	34,50
1,1	30 dias	3,06	2,39	28,36	0,92	1,24	25,41
1,1	60 dias	2,04	2,08	1,83	1,41	1,65	14,27
2,0	Ar	2,28	2,34	2,51	1,66	1,77	5,97
2,0	15 dias	3,33	3,08	8,05	0,85	1,34	36,79
2,0	30 dias	2,35	2,45	4,00	0,96	1,41	32,14

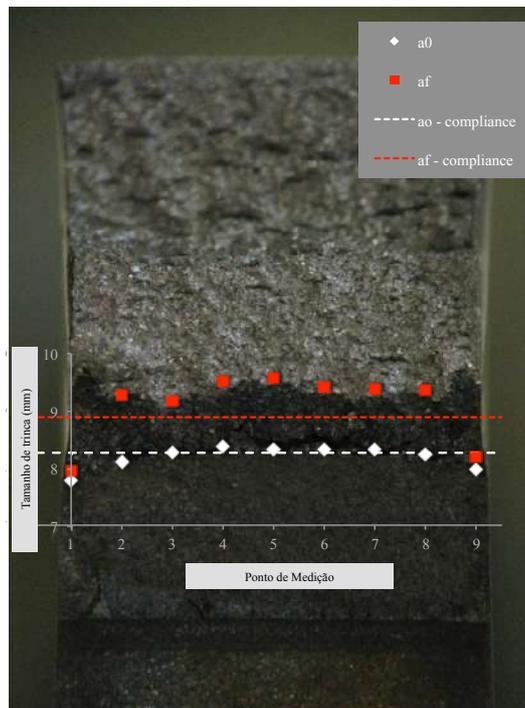


Figura 68: Medidas de tamanho de trinca após ensaio do corpo-de-prova de metal de base após 60 dias de hidrogenação.

O erro relativo ( $\epsilon_r$ ) referente as medidas dos corpos-de-prova de metal de base foram maiores do que os verificados nas condições como soldado. É provável que este erro esteja associado a ocorrência da bifurcação da trinca durante o ensaio. Contudo, pode ser observado que a maior parte dos experimentos apresentou elevada diferença entre os valores do tamanho da trinca medido visualmente e aqueles estimados a partir da *compliance*.

## 5.5 CTOD de Carga Máxima

A Tabela 11 apresenta os valores de carga máxima ( $F_{m\acute{a}x}$ ), da componente plástica de CMOD ( $V_p$ ) e os valores de CTOD de carga máxima ( $\delta_m$ ) calculados a partir dos ensaios de descargas parciais. Ilustra o gráfico

Tabela 11: Dados calculados após os ensaios.

Amostra		$F_{m\acute{a}x}$ (N)	$V_p$ (mm)	$\delta_m$ (mm)
MB	Ar	8821	4,53	0,546
MB	15 dias	6009	0,95	0,131
MB	30 dias	6145	0,67	0,102
MB	60 dias	5372	0,75	0,096
1,1	Ar	27365	2,11	0,334
1,1	15 dias	20267	0,51	0,110
1,1	30 dias	18837	0,59	0,113
1,1	60 dias	20204	0,34	0,094
2,0	Ar	26581	1,65	0,272
2,0	15 dias	19658	0,47	0,124
2,0	30 dias	19401	0,46	0,105

Pode ser observado que o  $\delta$  é maior para as amostras soldadas com 1,1 kJ/mm, evidenciando uma maior tenacidade à fratura para aportes térmicos mais baixos. Os resultados mostram que os valores de  $\delta_m$  para os corpos-de-prova hidrogenados diminuíram quando comparados ao CTOD ao ar, em todas as condições analisadas. Esse parâmetro de tenacidade à fratura está relacionado à abertura na ponta da trinca, assim, as amostras hidrogenadas tendem a apresentar menor capacidade de abertura na ponta da trinca durante o carregamento (menor plasticidade), demonstrando que o hidrogênio afeta a tenacidade do material, possivelmente através de um mecanismo de aprisionamento das discordâncias.

A Figura 69 apresenta a redução drástica do valor de  $\delta_m$  após 15 dias de hidrogenação.

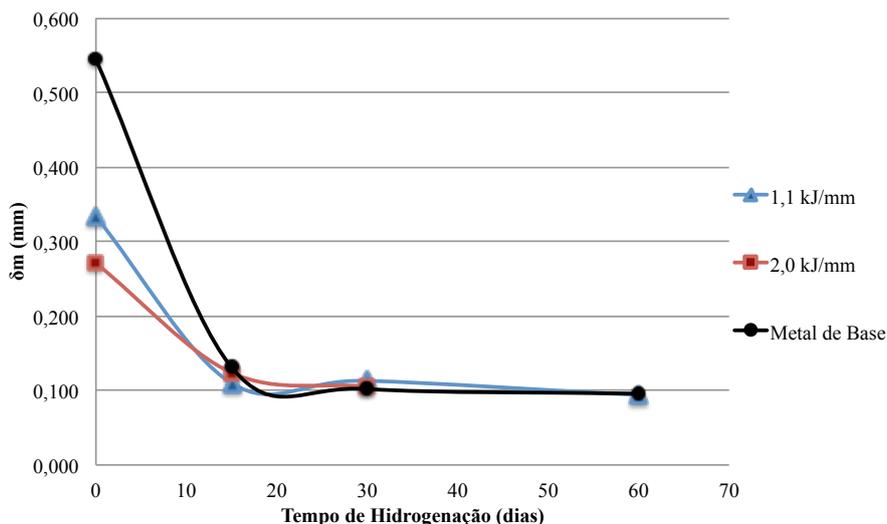


Figura 69: Gráfico  $\delta_m$  versus tempo de hidrogenação.

Aumentando o tempo de hidrogenação se atinge um patamar onde o  $\delta_m$  é mantido praticamente inalterado, demonstrando que com um tempo de encharque superior a 15 dias a amostra se encontra saturada de hidrogênio. Levando em consideração que este material tem uma estrutura com duas fases ( $\alpha$  com alta difusividade e  $\gamma$  com elevada solubilidade no hidrogênio), a deformação plástica em torno da abertura da ponta da trinca é quase nula para tempos de hidrogenação maiores que 30 dias. A distribuição e morfologia das  $\gamma$  que se formam pode estar diretamente relacionada com a tenacidade do material. Pode haver uma tendência dessas diferentes morfologias de  $\gamma$  precipitarem formando uma interface incoerente com a matriz  $\alpha$ . Dessa maneira estas interfaces incoerentes funcionariam como concentradores de tensão na matriz de  $\alpha$ , aumentando as regiões preferenciais para acúmulo de hidrogênio, causando redução no valor de CTOD, pois, funcionariam com segunda fases na matriz e, conseqüentemente, sítios de alta energia de aprisionamento.

## 5.6 Curvas de Resistência

A partir dos registros e utilizando as equações expostas no tópico 4.5.3.1, para cada uma das descargas foram calculados os pares “J- $\Delta a$ ”. As curvas J-R avaliadas experimentalmente para o metal de base são apresentadas a seguir, a Figura 70 apresenta os pares “J- $\Delta a$ ” para o ensaio realizado ao ar e a Figura 71 apresenta as curvas de resistência para os ensaios do metal de base após 15, 30 e 60 dias de hidrogenação, respectivamente.

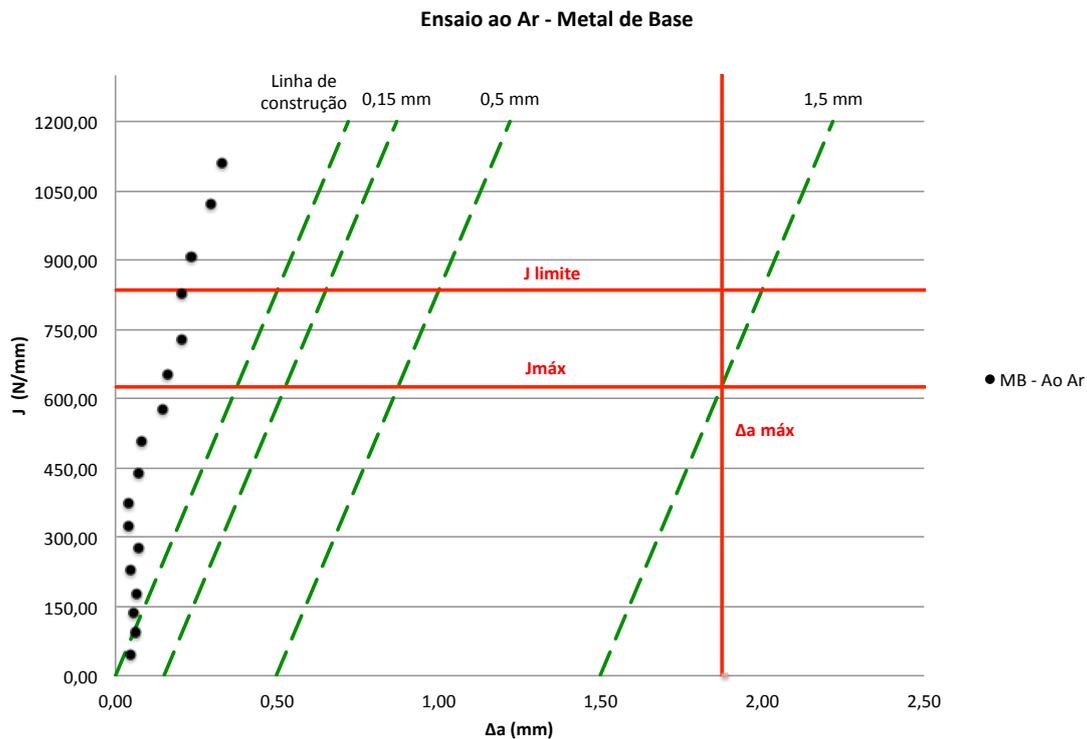


Figura 70: Pares de “J- $\Delta a$ ” do ensaio ao ar do metal de base.

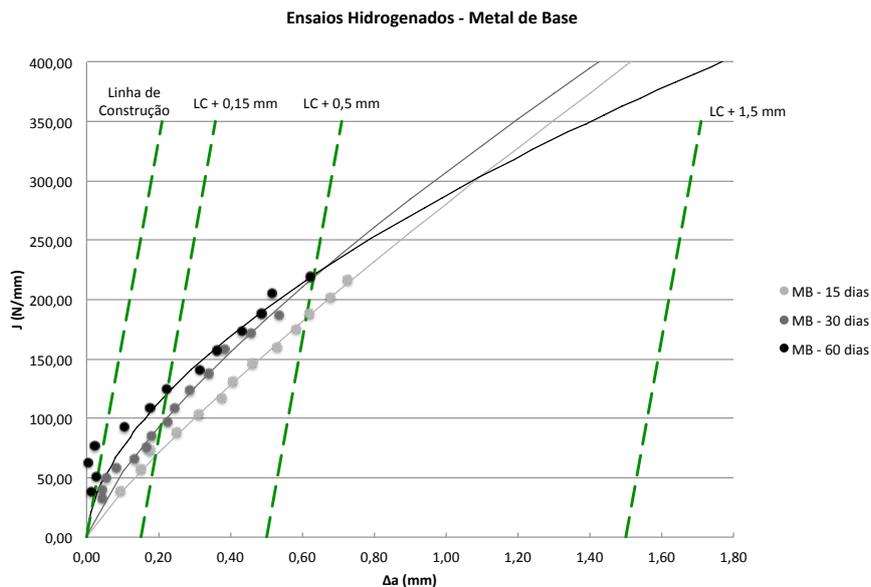


Figura 71: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados do metal de base.

As curvas J-R avaliadas experimentalmente para as juntas soldadas são apresentadas a seguir. A Figura 72 mostra a curva J-R para os ensaios realizados ao ar das juntas soldadas. As Figura 73 e Figura 74 apresentam as curvas J-R para os ensaios hidrogenados das juntas soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm, respectivamente.

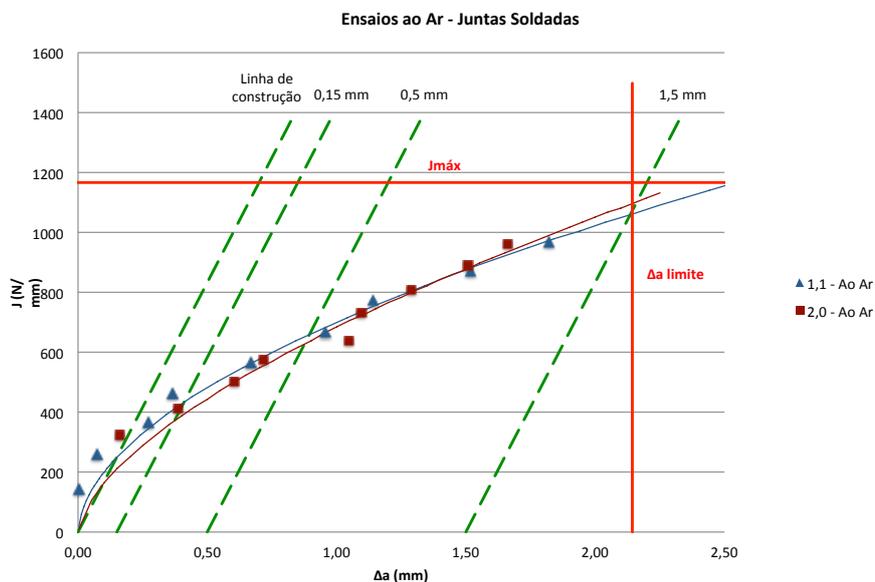


Figura 72: Curvas J-R dos ensaios ao ar das junta soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm.

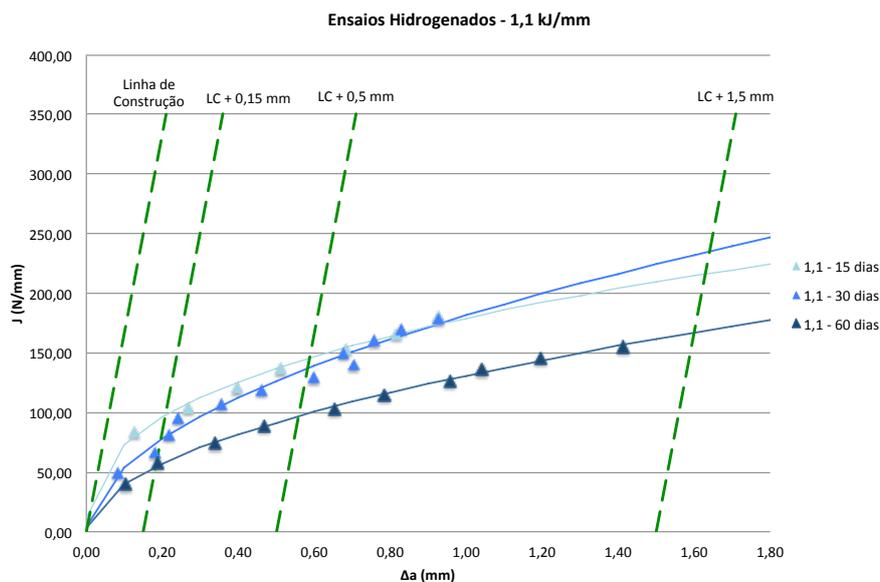


Figura 73: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm.

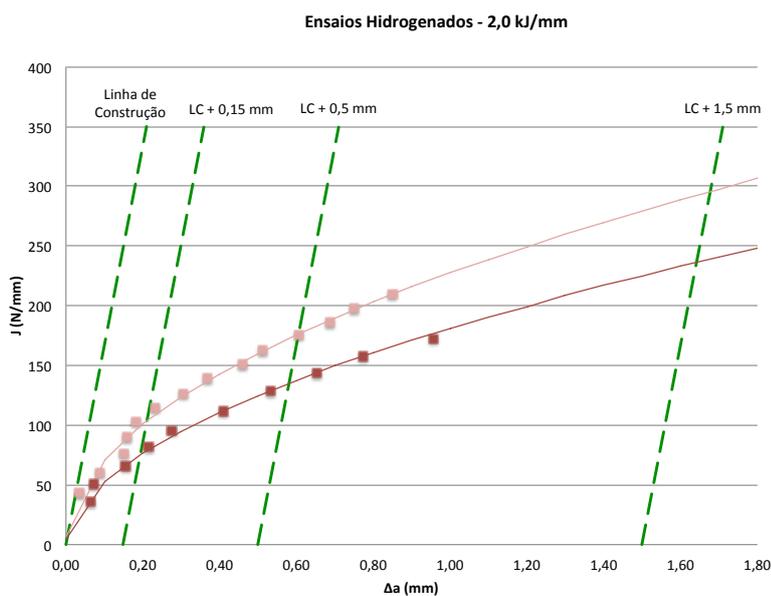


Figura 74: Curvas J-R dos ensaios hidrogenados da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm.

Como foi dito anteriormente, no tópico 5.4, houve uma grande variação dos valores de  $\Delta a$  calculados a partir da *compliance* com os valores medidos visualmente após a quebra dos corpos-de-prova, ou seja, o valor teórico de crescimento estável da trinca não correspondeu ao valor real de tamanho de trinca final. Como consequência, foram obtidas curvas J-R inválidas segundo a norma ASTM E1820 para determinadas

condições, pois, a norma exige que ao menos um ponto deve estar posicionado entre a linha 0,5 mm e a linha de exclusão de 1,5 mm. Sendo assim, se optou por realizar uma correção dos pares “J- $\Delta a$ ” para todas as condições do presente trabalho. Para cada corpo-de-prova foi encontrado o valor do coeficiente angular ( $m$ ) e do coeficiente linear ( $n$ ) da reta obtida com os valores de  $a_0$  e  $a_f$  medidos visualmente e calculados pela *compliance*, como ilustra a Figura 75.

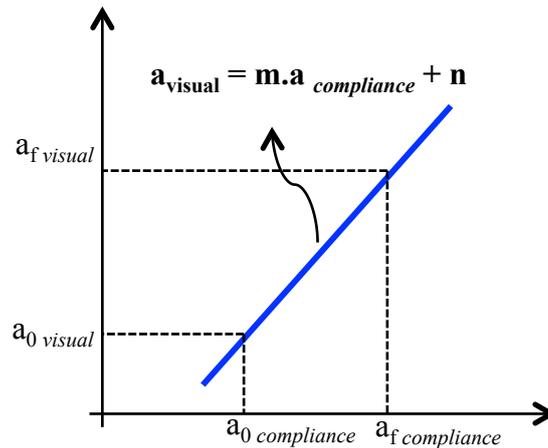


Figura 75: Equação da reta utilizada para a correção das curvas J-R.

Em seguida os valores corrigidos,  $\Delta a_{i\ corr}$ , são obtidos através da equação a seguir:

$$\Delta a_{i\ corr} = \left[ m(\Delta a_{i\ compliance} + a_{0\ compliance}) + n \right] - a_{f\ visual} \quad (33)$$

sendo:

- $\Delta a_{i\ compliance}$ : crescimento estável da trinca calculado através da *compliance* de cada descarga realizada durante o ensaio;
- $a_{0\ compliance}$ : tamanho de trinca inicial (pré-trinca de fadiga + entalhe) calculado através da *compliance* de cada descarga realizada durante o ensaio;
- $a_{f\ visual}$ : tamanho final da trinca (pré-trinca de fadiga + entalhe +  $\Delta a$ ) medido visualmente.

Para ilustrar a diferença na curva de resistência após a correção sugerida no presente trabalho, apresentamos na Figura 76 a curva de resistência avaliada experimentalmente para o metal de base após 30 dias de hidrogenação, em cinza, e a curva de resistência após a correção através da equação (34), em vermelho.

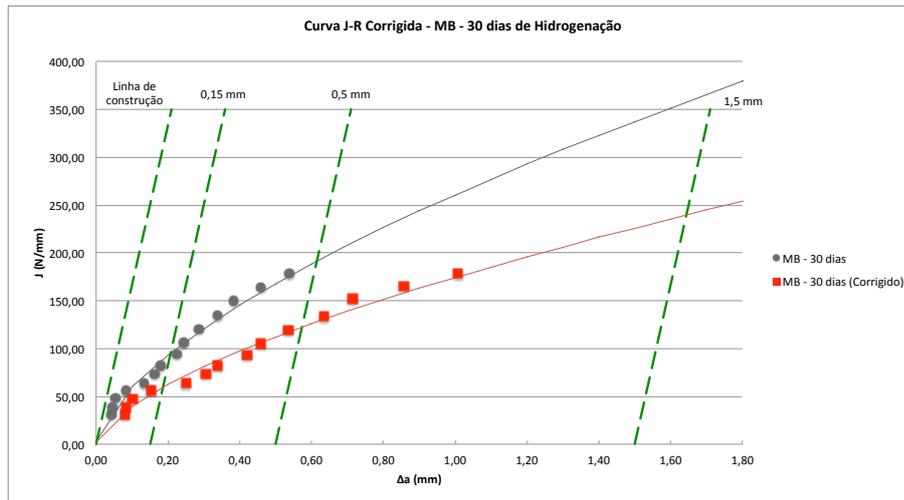


Figura 76: Curvas de resistência do ensaio de descargas parciais do metal de base após 30 dias de hidrogenação com valores de  $\Delta a$  calculados pela *compliance* (cinza) e valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ) (vermelho).

Utilizando a equação de correção foram calculados os pares “J- $\Delta a_{corr}$ ” para todos os ensaios. A Figura 77 apresenta os pares “J- $\Delta a_{corr}$ ” para o metal de base ensaiado ao ar e a Figura 78 apresenta as curvas de resistência corrigidas para os ensaios hidrogenados do metal de base.

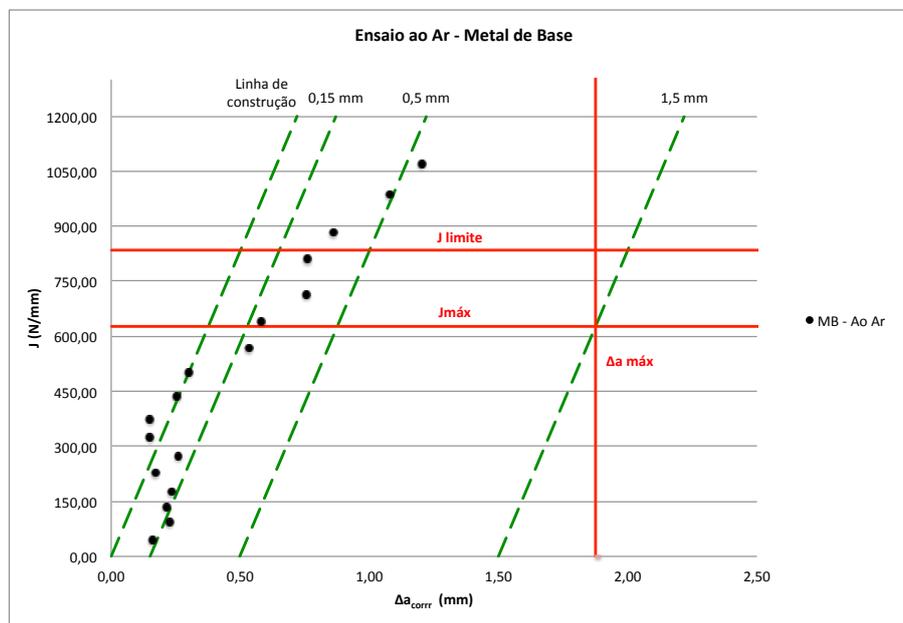


Figura 77: Pares “J-  $\Delta a_{corr}$ ” do ensaio de descargas parciais do metal de base ao ar com valores valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).

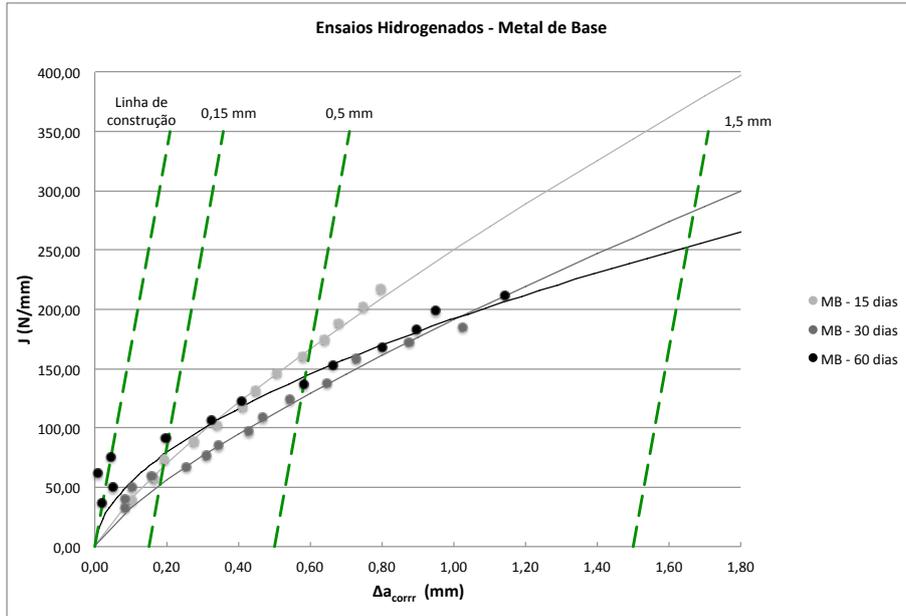


Figura 78: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais do metal de base após hidrogenação com valores valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).

As curvas J-R corrigidas para as juntas soldadas são apresentadas a seguir. A Figura 79 mostra a curva J-R para os ensaios realizados ao ar das juntas soldadas. As Figura 80 e Figura 81 apresentam as curvas J-R corrigidas para os ensaios hidrogenados das juntas soldadas com aporte térmico de 1,1 kJ/mm e 2,0 kJ/mm, respectivamente.

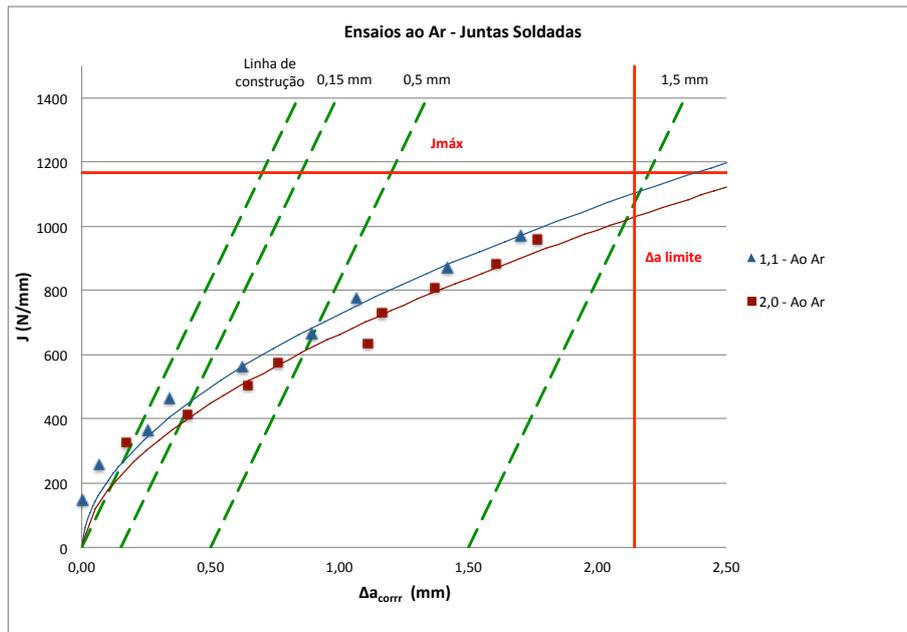


Figura 79: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais realizadas ao ar das duas juntas soldadas (1,1 e 2,0 kJ/mm) valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).

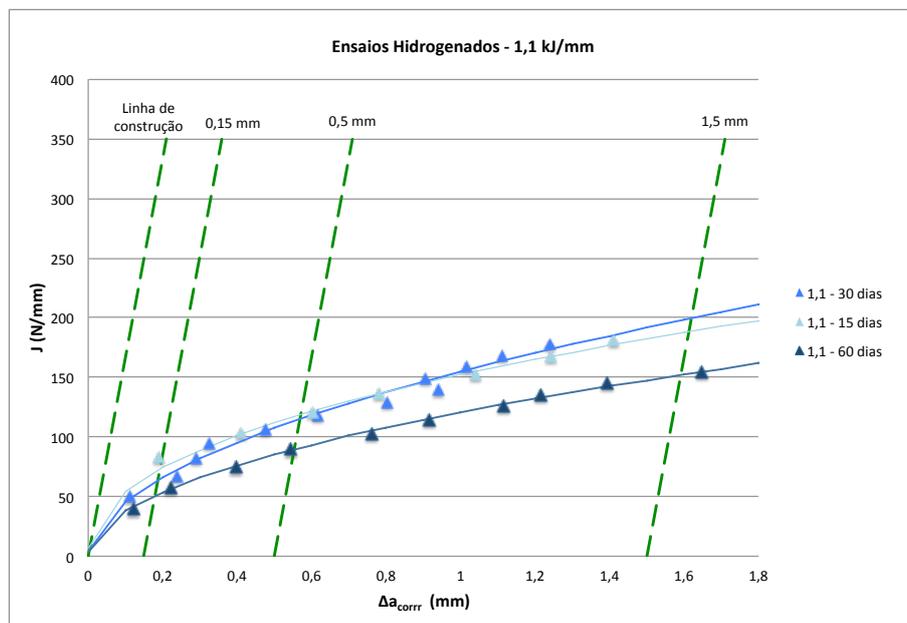


Figura 80: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm após hidrogenação com valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).

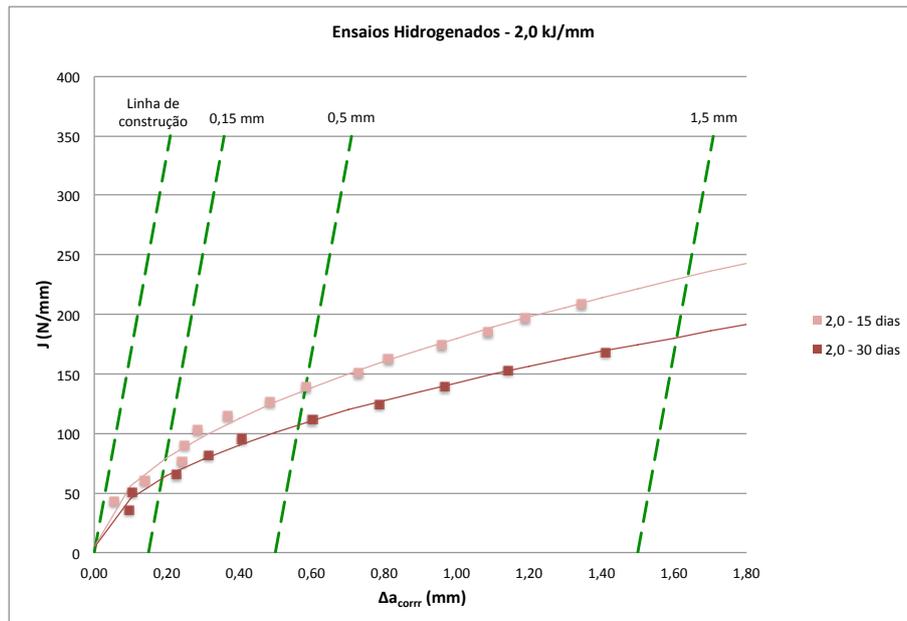


Figura 81: Curvas de resistência dos ensaios de descargas parciais da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm após hidrogenação com valores  $\Delta a$  corrigidos ( $\Delta a_{corr}$ ).

A partir dos pares “J- $\Delta a_{corr}$ ” qualificados, foram realizados os ajustes dos coeficientes experimentais das curvas de resistência J-R. Também foram obtidos os valores candidatos a  $J_{IC}$  calculados no ponto de intersecção entre as curvas de resistência com a linha de construção (blunting line) deslocada de um valor de 0,2 mm. As equações obtidas para cada condição e os valores de tenacidade de iniciação  $J_Q$  são apresentadas na Tabela 12.

Tabela 12: Equações das curvas de resistência obtidas ( $\Delta a_{corr}$  em mm) e valores da tenacidade de iniciação  $J_Q$  obtidos para cada condição de acordo com a norma ASTM E1820.

Amostra	Equação Curvas J-R [N/mm]	$J_Q$ (N/mm)
MB Ar	-----	-----
MB 15 dias	$J = 250,0(\Delta a_{corr})^{0,789}$	83,8
MB 30 dias	$J = 191,2(\Delta a_{corr})^{0,764}$	63,95
MB 60 dias	$J = 191,9(\Delta a_{corr})^{0,549}$	90,51
1,1 Ar	$J = 728,0(\Delta a_{corr})^{0,544}$	499,07
1,1 15 dias	$J = 152,3(\Delta a_{corr})^{0,445}$	82,04
1,1 30 dias	$J = 154,8(\Delta a_{corr})^{0,528}$	73,54
1,1 60 dias	$J = 120,6(\Delta a_{corr})^{0,501}$	58,39
2,0 Ar	$J = 664,5(\Delta a_{corr})^{0,572}$	422,73
2,0 15 dias	$J = 180,0(\Delta a_{corr})^{0,512}$	89,31
2,0 30 dias	$J = 142,8(\Delta a_{corr})^{0,496}$	70,63

As condições a serem atendidas para que os valores de  $J_Q$  calculados sejam considerados um parâmetro independente das dimensões do corpo-de-prova, expostas

no tópico 4.5.3.1, foram então avaliadas. Apenas o corpo-de-prova de metal de base ensaiado ao ar não atendeu aos requisitos e é considerado inválido segundo a norma ASTM E1820. É provável que, para ensaios de descargas parciais realizados ao ar no aço inoxidável superduplex, seja necessário corpos-de-prova com maiores dimensões devido a elevada tenacidade do material. Este fato pode ser melhor analisado a partir da Figura 82 que mostra que para materiais de alta tenacidade com corpos-de-prova pequenos, o aumento da carga sobre a estrutura faz com que as zonas elasto-plásticas e de elevada deformação plástica sejam estendidas sobre a região controlada por K (Figura 82-b), levando a um estado não proporcional de elevada plasticidade em que a zona de processo se torna muito grande e elimina a zona de dominância de J (Figura 82-c) [42].

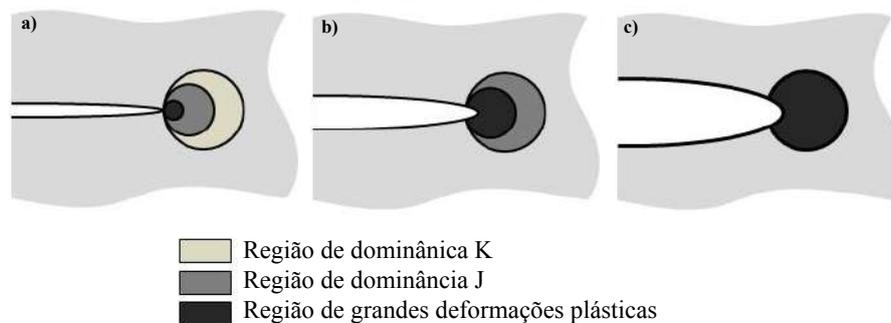


Figura 82: Efeito da plasticidade na ponta de uma trinca em um material elasto-plástico a partir da Integral J (Adaptado de [42])

No que diz respeito à comparação entre as diferentes condições, observa-se que para todos os casos o material ensaiado ao ar apresentou maior tenacidade à fratura que os ensaios após hidrogenação, como pode ser visto na Figura 83. Além disso, pode ser observado que a junta soldada com aporte térmico mais alto, apresentou menor tenacidade quando comparada a junta soldada com aporte de 1,1 kJ/mm.

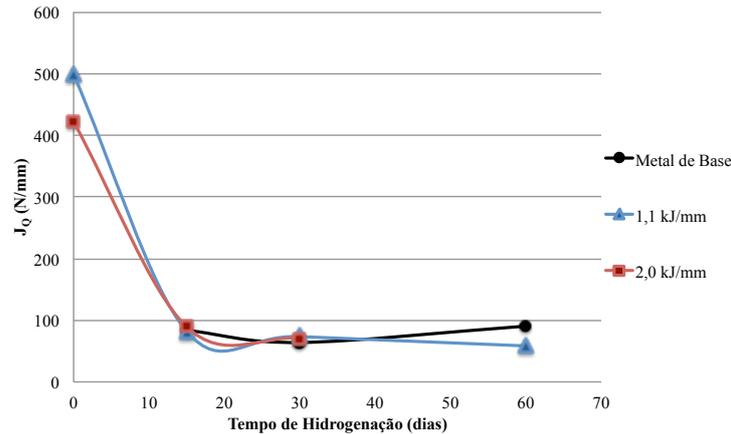


Figura 83: Valores de tenacidade de iniciação  $J_Q$  para cada condição.

A justificativa para tal comportamento está no nível de reaquecimento que os passes subsequentes são capazes de promover aos outros, e em decorrência disto, há uma maior predisposição à formação de fases secundárias na junta soldada. Outra característica que atua em concordância com o efeito do reaquecimento é o resfriamento mais lento que o alto aporte térmico é capaz de exercer na junta soldada, permitindo que algumas regiões da junta sejam submetidas a um intervalo de tempo maior em temperaturas que favorecem a precipitação de fases deletérias. A precipitação de nitretos de cromo ( $CrN$  e/ou  $Cr_2N$ ) pode ser um exemplo dessa fase prejudicial, pois sua precipitação está associada à formação de  $\gamma_2$ , fase que apresentou fração volumétrica significativa nas amostras soldadas com aporte térmico de 2,0 kJ/mm.

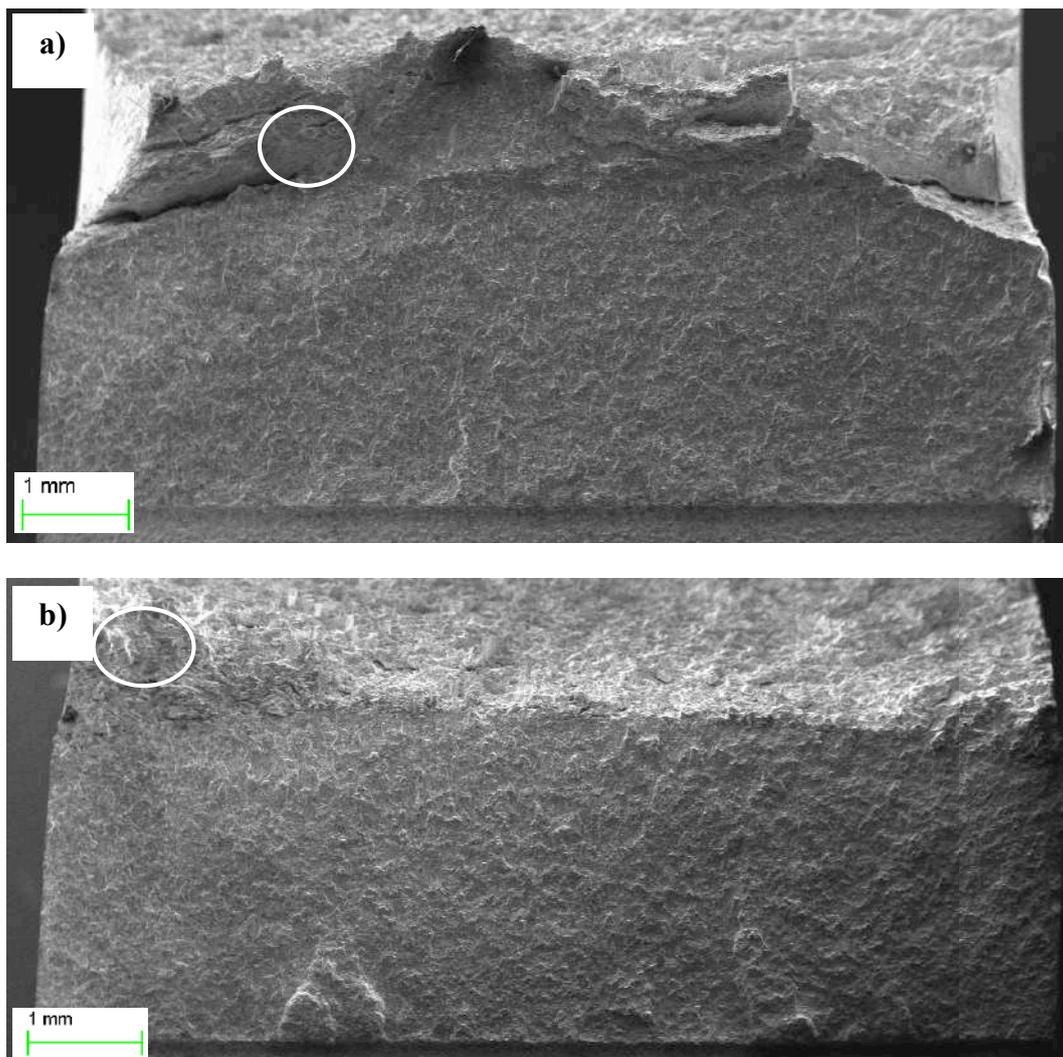
Como visto anteriormente, as amostras hidrogenadas apresentaram menor abertura na ponta da trinca confirmando que a presença do hidrogênio afetou negativamente a tenacidade à fratura do metal de base e das juntas soldadas. Foi visto que após 15 dias de hidrogenação os valores de tenacidade do aço inoxidável superduplex são mantidos, praticamente, constante o que demonstra que o material pode estar saturado de hidrogênio. Apenas a amostra de metal de base ensaiada após 60 dias de hidrogenação apresentou um pequeno acréscimo no valor de tenacidade de iniciação quando comparada as amostras hidrogenadas por um menor tempo, esta pequena diferença nos valores pode estar associada a bifurcação de trinca que ocorreu nos ensaios do metal de base com 15 e 30 dias de hidrogenação.

Como forma de agregar aos resultados, foi feita a análise da superfície de fratura para identificar o micromecanismo presente e se houveram alterações após a carga de hidrogênio. Os resultados são observados no tópico seguinte.

## 5.7 Fractografias

Foi realizada a análise da superfície de fratura utilizando microscopia eletrônica de varredura de todas as amostras ensaiadas com o intuito de verificar o micromecanismo de fratura atuante na região de crescimento estável e, conseqüentemente, se a presença do hidrogênio influencia negativamente na tenacidade à fratura do material, corroborando com todos os resultados apresentados até o presente momento.

Na Figura 84 podem ser observadas as superfícies de fratura após os ensaios ar, após 15, 30 e 60 dias de hidrogenação do metal de base, com detalhamento indicado por um círculo da região analisada com maior ampliação. Na Figura 85 são apresentadas as regiões com maior ampliação para todas as condições de ensaio do metal de base.



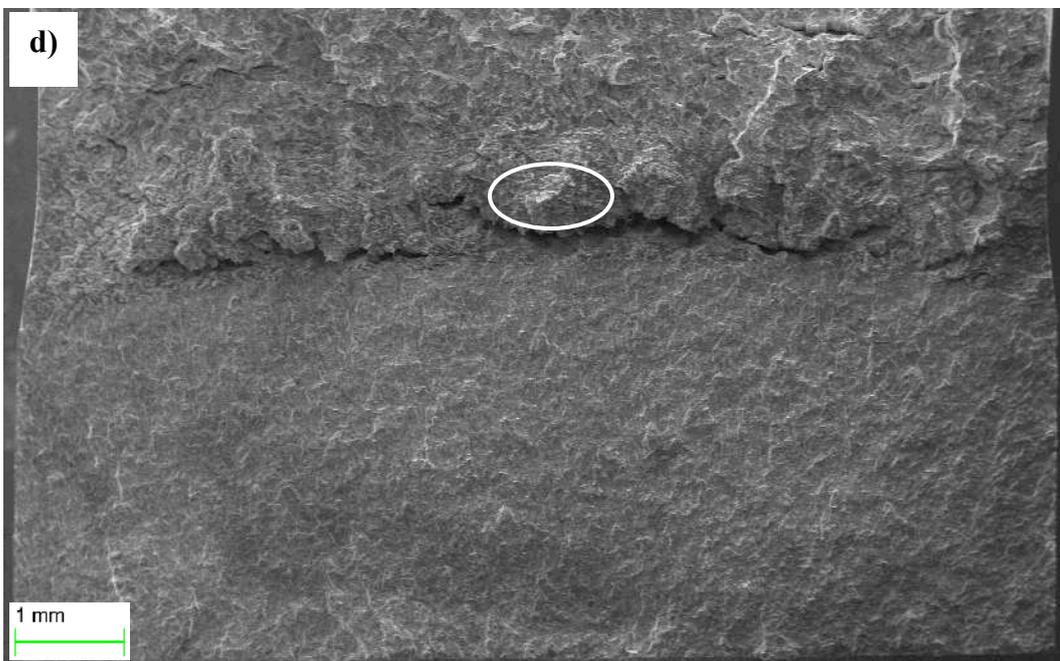
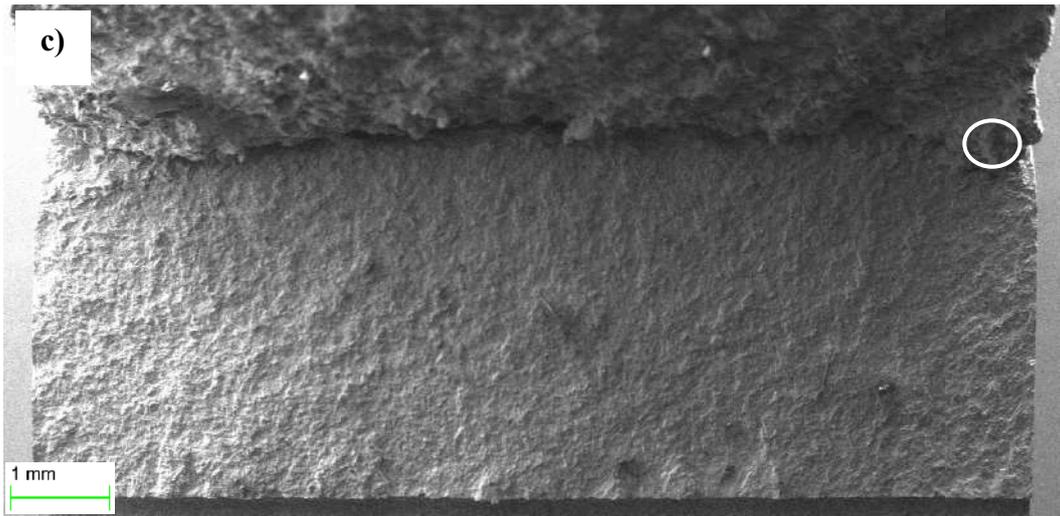


Figura 84: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova de metal de base após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.

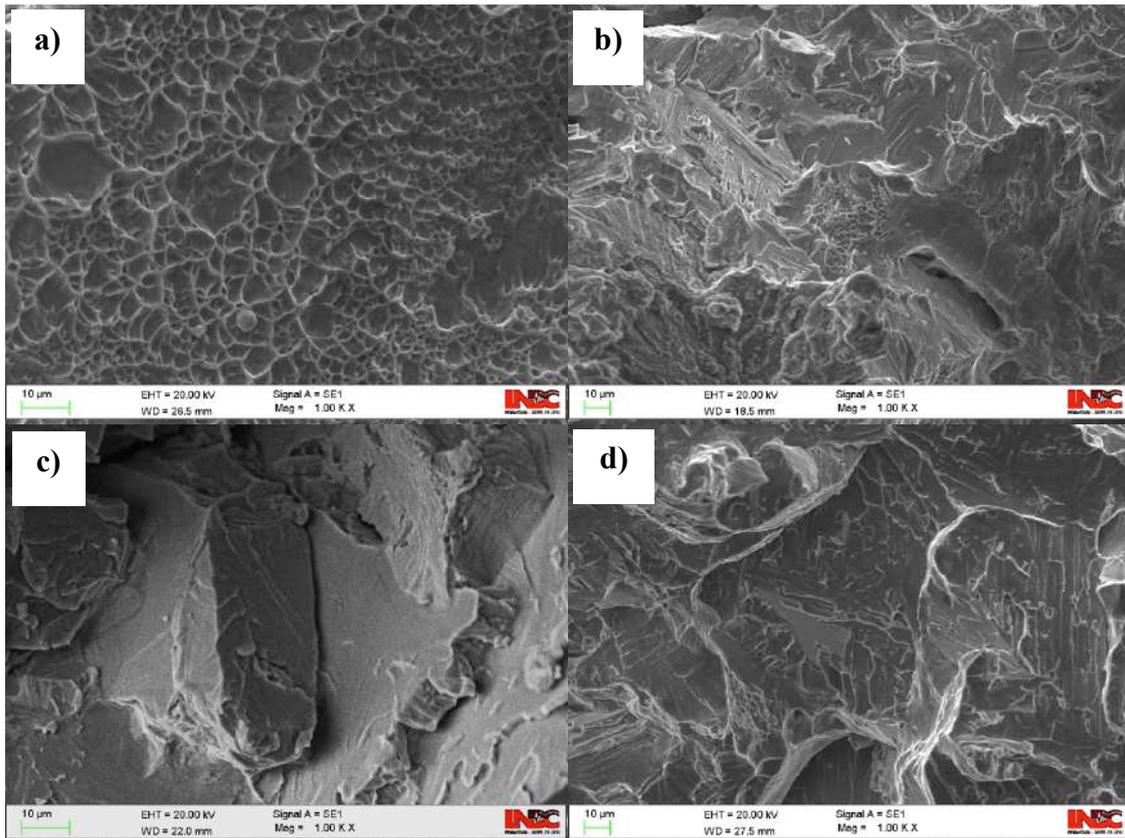


Figura 85: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova do metal de base após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de  $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.

Na análise da superfície de fratura dos corpos-de-prova de metal de base foi observada uma evolução do micromecanismo de fratura de acordo com as condições de teste. Na amostra ensaiada ao ar houve uma deformação substancial, caracterizada pela presença de micro cavidades (*dimples*) ao longo de toda a região de crescimento estável da trinca (Figura 85-a). Com o aumento do tempo de hidrogenação para 15 dias, há indícios de quasi clivagem, apresentando superfícies planas juntamente com regiões com pequenos *dimples* (Figura 85-b). Já nas amostras com 30 e 60 dias de hidrogenação as superfícies de fratura revelam facetas de clivagem, evidenciando a atuação do hidrogênio na ponta da trinca (Figura 85-c e d).

Na Figura 86 podem ser observadas as superfícies de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm, nas condições ao ar, após 15, 30 e 60 dias de hidrogenação e detalhamento indicado por um círculo da região analisada com maior ampliação.

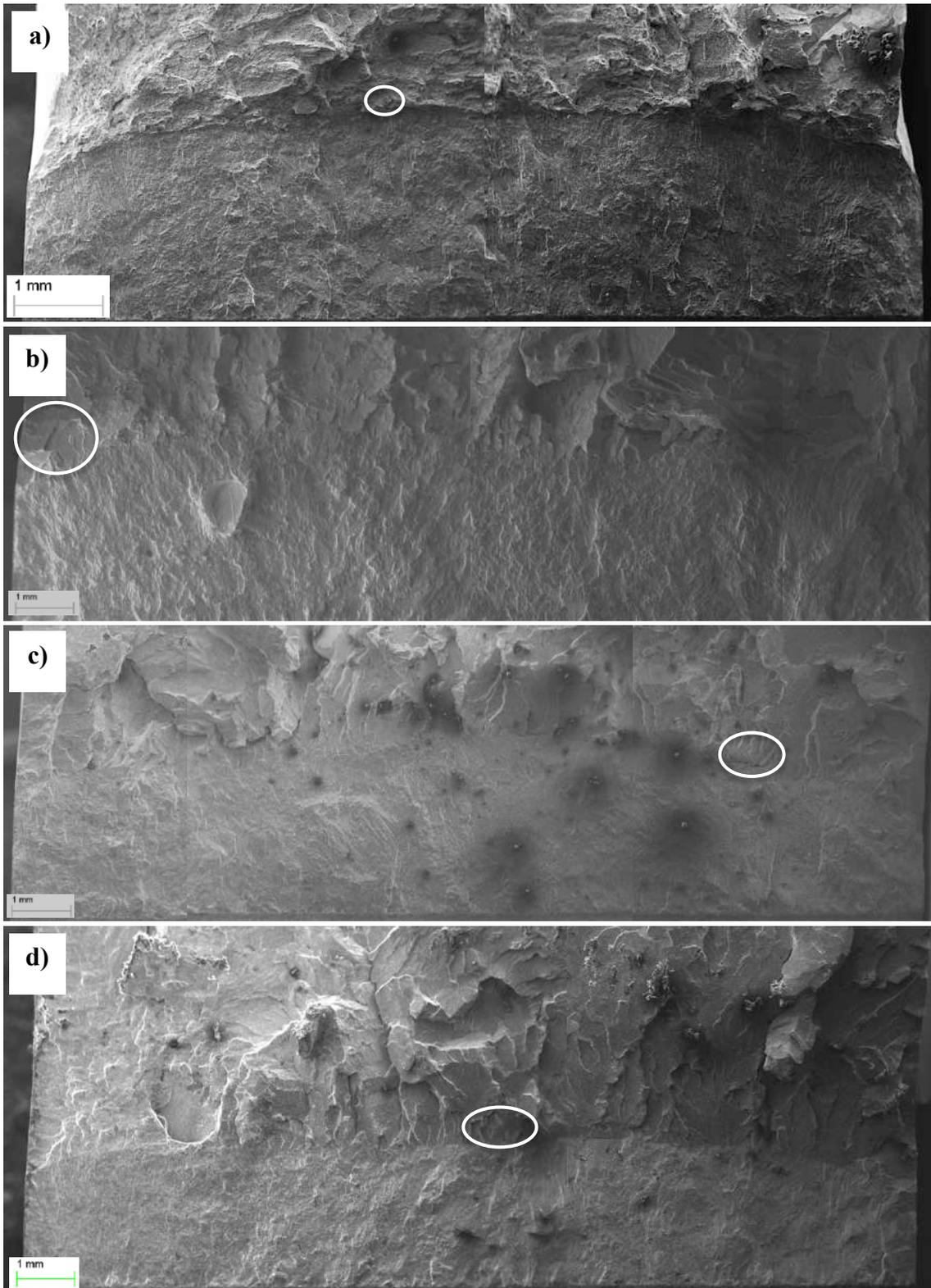
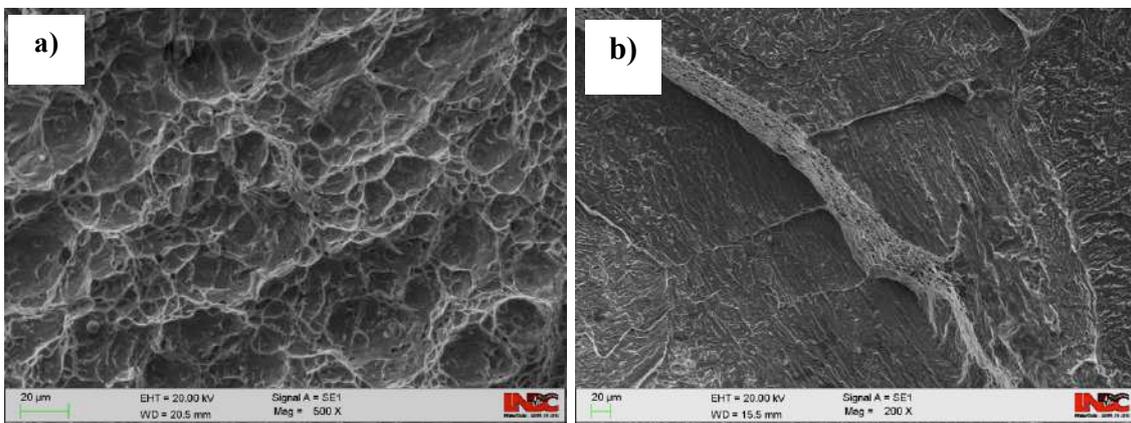


Figura 86: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 1,1 kJ/mm após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.

Nos 8 corpos-de-prova hidrogenados por 15, 30 e 60 dias foram observados regiões com indícios de quase clivagem, típicos de fragilização pelo hidrogênio. Na Figura 87

podem ser observadas imagens representativas de toda a extensão da região de crescimento estável analisada das superfícies de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 1,1 kJ/mm. A Figura 87-a apresenta o micromecanismo predominantemente dúctil por coalescimento de micro cavidades (*dimples*) da amostra ensaiada ao ar. Após 15 dias de hidrogenação começa a se observar o efeito do hidrogênio sobre a morfologia da fratura, ao invés de *dimples* profundos se observa uma morfologia de fratura associada a uma leve mudança no micromecanismo de propagação da trinca. A Figura 87-b mostra que micromecanismo de fratura envolvido na propagação da trinca passou de nucleação, crescimento e coalescimento de cavidades para o micromecanismo de quase clivagem, com poucas regiões ainda com *dimples* com diâmetro menor. Com o aumento do tempo de hidrogenação houve uma evolução no micromecanismo de quase clivagem para a predominantemente clivagem. Após 30 dias de hidrogenação pode ser observado a presença de trincas secundárias evidenciando a ação do hidrogênio como elemento fragilizante do material, e morfologia de fratura de clivagem (Figura 87-c). Na Figura 87-d pode ser observada a superfície de fratura do ensaio após 60 dias de hidrogenação com facetas de clivagem ao longo de toda a extensão de  $\Delta a$ , típicas de fratura frágil transgranular.



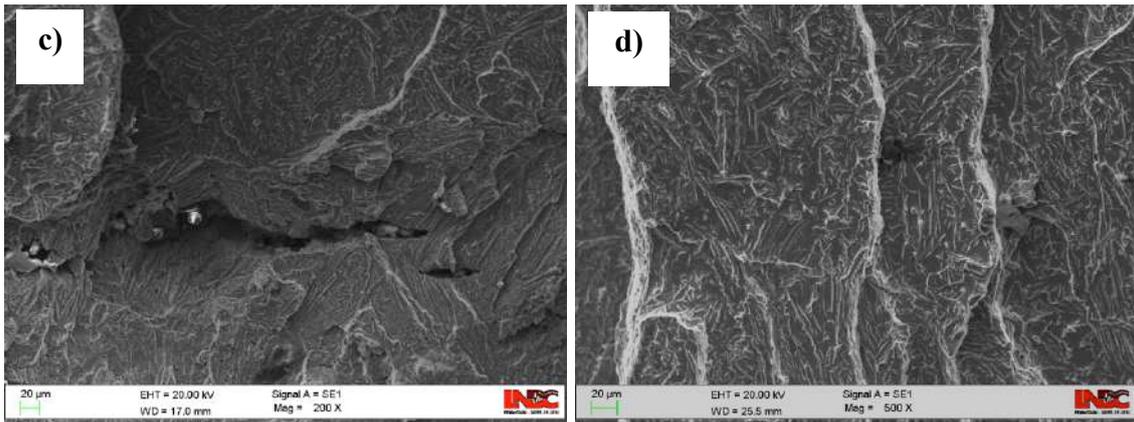
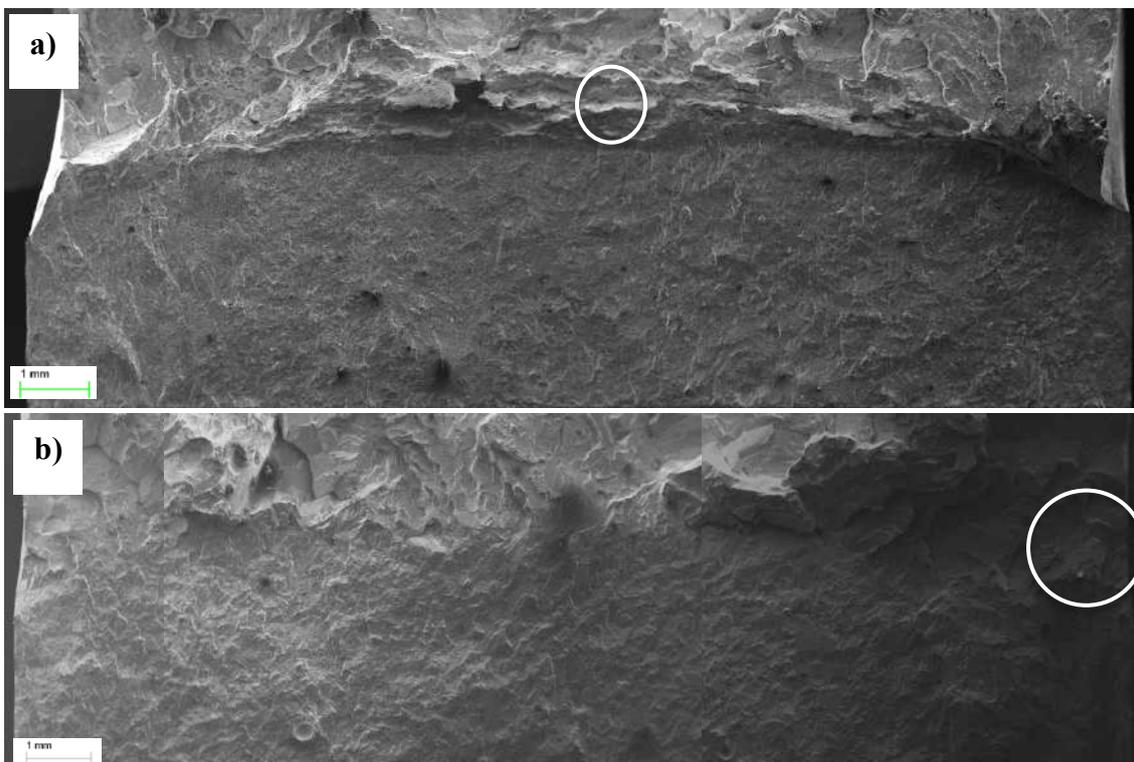


Figura 87: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 1,1 kJ/mm após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de  $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação, c) 30 dias de hidrogenação e d) 60 dias de hidrogenação.

Na Figura 88 podem ser observadas as superfícies de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm, nas condições ao ar, após 15 e 30 dias e o detalhamento indicado por um círculo da região analisada com maior ampliação.



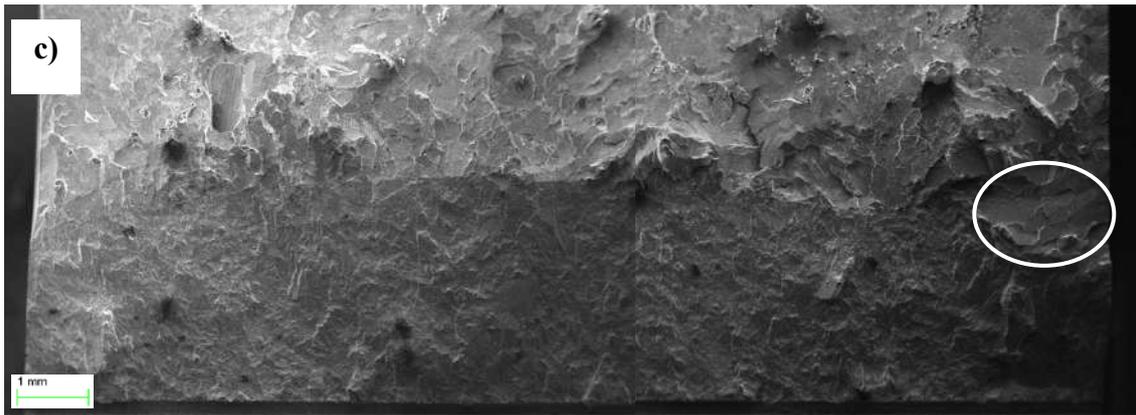


Figura 88: Visão panorâmica da superfície de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 2,0 kJ/mm após ensaio a) ao ar, b) 15 dias de hidrogenação e c) 30 dias de hidrogenação.

Como pode ser observado Figura 89, a superfície de fratura dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico de 2,0 kJ/mm tiveram uma evolução no micromecanismo de fratura parecido com as amostras analisadas de aporte mais baixo. O corpo-de-prova com aporte de 2,0 kJ/mm ensaiado ao ar apresentou uma fratura dúctil com micro cavidades profundas, *dimples*, ao longo de toda região de crescimento estável da trinca (Figura 89-a). Assim como na condição de aporte térmico mais baixo, foi observada na amostra com 15 dias de hidrogenação dois diferentes micromecanismos de fratura. Na Figura 89-b ainda é possível observar algumas regiões apresentando pequenos *dimples*, diversas trincas secundárias associadas ao efeito do hidrogênio e indícios de quasi clivagem ao longo da extensão analisada na ponta da trinca. Com o aumento do tempo de hidrogenação para 30 dias, observa-se predominantemente o micromecanismo predominantemente clivagem na superfície de fratura, como apresenta a Figura 89-c.

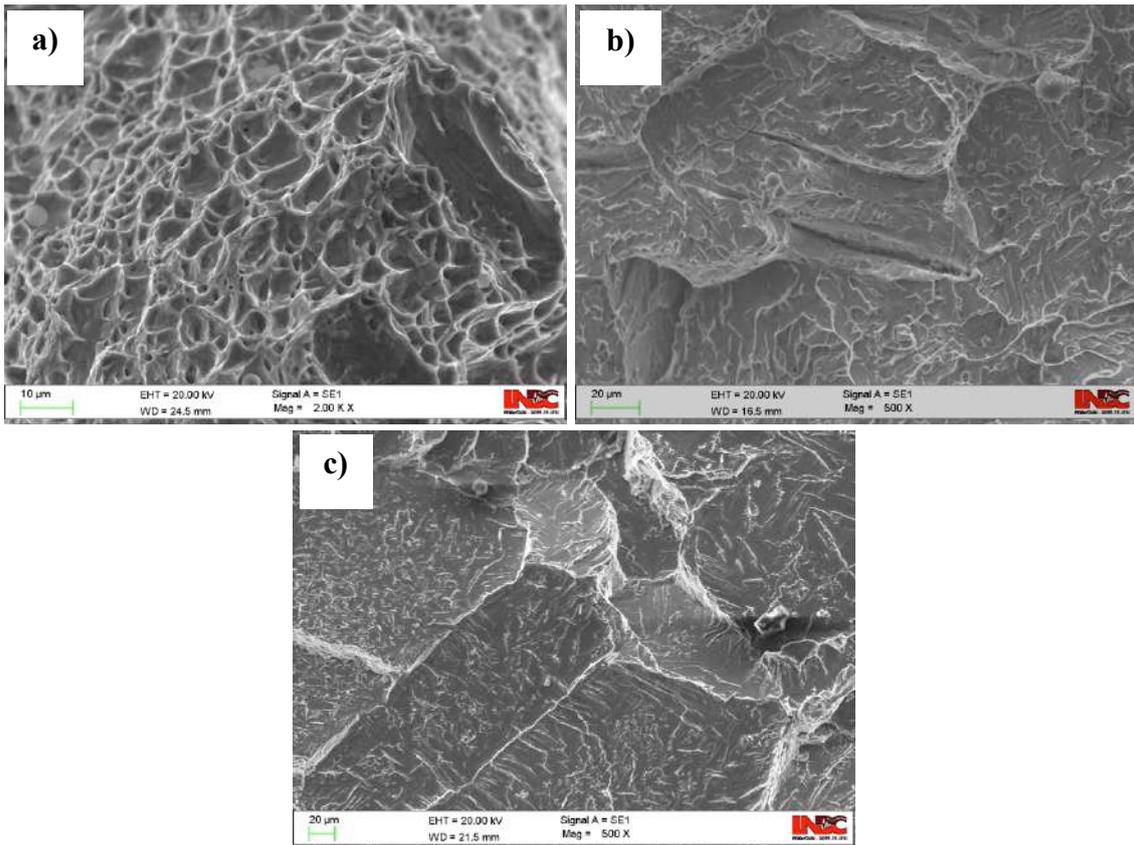


Figura 89: Fractografias obtidas com diferentes aumentos dos corpos-de-prova da junta soldada com aporte térmico 2,0 kJ/mm após ensaio mostrando o micromecanismo atuante na região de  $\Delta a$ : ensaios a) ao ar, após b) 15 dias de hidrogenação e c) 30 dias de hidrogenação.

Observando as imagens feitas no MEV da região de crescimento estável da trinca podem ser observadas regiões clivagem em todas as amostras hidrogenadas, o que corrobora com o fato de que o hidrogênio teve papel importante na redução da tenacidade à fratura desse aço. Como dito anteriormente, acredita-se que a interação do hidrogênio logo a frente da trinca de fadiga está diretamente relacionada com o tempo de encharque e com a extensão da zona plástica gerada durante a confecção da pré trinca de fadiga.

## 6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados e discussões apresentados pode-se concluir:

- A melhor relação de  $\alpha/\gamma$  e a ausência de fases intermetálicas não são os únicos fatores que devem ser garantidos durante a soldagem, pois, a junta de aporte térmico maior, que apresentou melhor relação  $\alpha/\gamma$  apresentou pior desempenho em termos de tenacidade à fratura ao ar. A distribuição e morfologia de  $\gamma$  e a presença de nitretos de cromo devem ser bem analisados, visto que, de acordo com os resultados obtidos no presente trabalho, possuem forte influência na tenacidade à fratura da junta soldada de aço superduplex. Além disso, foi constatado que o teor de austenita aumenta à medida que o aporte térmico aumenta.
- A taxa de carregamento selecionada foi lenta o suficiente para permitir a interação do hidrogênio na região de processo de fratura reduzindo os valores de  $\delta$  do metal de base e das juntas soldadas do presente trabalho.
- As curvas J-R após a correção sugerida apresentam diferenças significativas, mostrando que, para o aço inoxidável superduplex que possui elevada tenacidade, os valores de tamanho de trinca estimados pelo método de descargas parciais segundo a norma ASTM E1820 apresentam um erro relativo elevado.
- O hidrogênio diminui drasticamente a plasticidade em torno da ponta da trinca do aço inoxidável superduplex, acarretando na redução da tenacidade à fratura com o aumento do tempo de encharque, levando a saturação de hidrogênio neste material após cerca de 30 dias.
- O mecanismo de fratura do material foi modificado pela presença de hidrogênio. No material testado sem hidrogênio foi observada uma fratura completamente dúctil, enquanto o material que foi sujeito à carga de hidrogênio apresentou planos de clivagem característicos da fratura frágil.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. NOBLE, D. N. **Welding, Brazing and Soldering. Selection of Wrought Duplex Stainless Steels**. [S.I.]: ASM International, v. 6, 1993.
2. CHARLES, J. **Super Duplex Stainless Steels: Structure and Properties**. Les Ulis Cedex: Duplex Stainless Steels Conf. Proc., v. 1, 1991.
3. FALKLAND, M. E. **Duplex Stainless Steels. Uhlig's Corrosion Handbook**. Nova York: John Wiley & Sons, 2000. 651-666 p.
4. IMO. **Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel**. 2. ed. Londres: International Molybdenum Association, 2009.
5. GUNN, R. G. **Duplex Stainless Steel**. Cambridge: Woodhead Publishing, 1997.
6. SATHIRACHINDA, N. et al. **Scanning Kelvin probe force microscopy study of chromium nitrides in 2507 super duplex stainless steel - Implications and limitations**. [S.I.]: Eletrochimica Acta, 2010.
7. LANGEBOG, R. **The physical metalurgy of stainless steels**. Chiba: Proceedings of international conference on stainless steels, 1991.
8. NILSSON, J. O. **Super duplex stainless steels**. Sandviken: The Institute of Materials, 1992.
9. MAGNABOSCO, R. Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205). In: SEDRIKS, A. J. **New stainless steels for seawater service**. São Paulo: Dissertação (Doutorado) - USP, v. 45, 1989. p. 510-518.
10. KIOSHY, S. A. et al. Assessment of electrochemical methods used on corrosion of super duplex stainless steel. **Corrosion Science**, v. 59, p. 71-80, 2012.
11. ISO 12732. Corrosion of metals and alloys - Electrochemical Potentiokinetic Reactivation measurement using the double loop method (based on Cihal's method), 2009.
12. ALVES, F. P. **Estudo da Evolução Microestrutural de Juntas de Aço Inoxidável Superdúplex em Soldagem TIG Orbital com Múltiplos Passes**. Rio de Janeiro : Dissertação (mestrado) – UFRJ / COPPE / Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais , 2011.
13. CHAVES, P. N. **Influência do Nitrogênio e do Hidrogênio no Gás de Proteção Argônio na Soldagem TIG Autógena de Aço Inoxidável Duplex**. Rio de Janeiro : Dissertação (Mestrado) - COPPE/UFRJ, 2004.

14. ASM - AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **Metals Handbook - Properties and Selection: Irons, Steels and High Performance Alloys**. Estados Unidos: ASM International, v. 1, 1990.
15. RAMIREZ, A. **Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex**. São Paulo: Tese (Doutorado) - Universidade de São Paulo, 2001.
16. RAMIREZ, A. **Estudo da Precipitação de Nitreto de Cromo e Fase Sigma por Simulação Térmica da Zona Afetada pelo Calor na Soldagem Multipasses de Aços Inoxidáveis Duplex**. São Paulo: Dissertação (Mestrado) - Departamento de Engenharia Metalúrgica, 1997.
17. FARIAS, A. M. D. **Análise Microestrutural de Juntas de Aço Inoxidável UNS S32750 Soldadas pelo Processo Semiautomático MIG/MAG com diferentes Aportes Térmicos e sua Influência na Resistência à Corrosão**. Rio de Janeiro: Tese de Mestrado - UFRJ, 2014.
18. MODENESI, P. J. **Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis**. Osasco: SENAI-SP, 2001.
19. POHL, M.; STORZ, O.; GLOGOWSKI, T. Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. **Materials Characterization**, v. 58, p. 65-71, 2007.
20. KARLSSON, L. Intermetallic phase precipitation in duplex stainless steel and weld metals: metallurgy, influence on properties and welding aspects. **Welding in the world**, v. 43, p. 20-41, 1990.
21. LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels**. Hoboken: Wiley-Interscience, 2005.
22. LIPPOLD, J. C.; VAROL, I.; BAESLACK, W. A. (1994) **The Influence of Composition and Microstructure on the HAZ Toughness of Duplex Stainless-Steels At -20°C**. [S.l.]: Welding Journal, 1994.
23. ASSIS, K. S. D. **Aspectos metalúrgicos e susceptibilidade à corrosão localizada do aço inoxidável superduplex UNS S32760**. Rio de Janeiro: Dissertação (Mestrado) - UFRJ/COPPE, 2011.
24. ISO 7539-2. Aspects of stress corrosion cracking are much discussed in the context of welding for these class of materials, 2009.
25. NACE MR 0175 / ISO 15156-3. Petroleum and natural gas industries – Materials for use in H<sub>2</sub>S-containing environments in oil and gas production – Part 3: Cracking-resistance CRAs (corrosion-resistant alloys) and others alloys, 2003.

26. CHEHUAN, T. et al. Influence of multipass welding on the corrosion resistance of a super-duplex stainless steel subjected to pulsed gas metal arc welding. **Corrosion Science**, v. 86, p. 268–274, 2014.
27. BS 7448-1. Fracture Mechanics Toughness Tests. Method for Determination of KIC, Critical CTOD and Critical J Values of Metallic Materials, 1991.
28. BS 7448-2. Fracture Mechanics Toughness Tests. Method for Determination of KIC, Critical CTOD and Critical J Values of Welds in Metallic Materials, 1997.
29. BS ISO EN 15653. Method of Test for the Determination of Quasistatic Fracture Toughness of Welds, 2010.
30. E1290-07. Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement, 2007.
31. ASTM E1820-16. Standard Test Method for Measurement of Toughness Fracture, 2016.
32. SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. **Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L**. Ouro Preto : REM, 2007.
33. REIS, G. S.; JR., A. M. J.; BALANCIN, O. Influence of the Microstructure of Duplex Stainless Steels on their Failure Characteristics During Hot Deformation. **Materials Research**, v. 3, p. 31-35, 1999.
34. BEVITORI, A. B. **Influência da pré-deformação plástica na microestrutura e propriedades de um aço inoxidável superduplex**. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos dos Goytacazes. 2010.
35. U. KRUPP, O. D. H.-J. C. B. K. A. S. C.-P. F. Application of the EBSD technique to describe the initiation and growth behaviour of microstructurally short fatigue cracks in a duplex steel. **Journal of Microscopy** , v. 213, p. 313-320, Março 2004.
36. FRÉCHARD, S. E. A. AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel. **Materials Science and Engineering A** , v. 418, n. 1-2, p. 312-319, 2006.
37. FALLEIROS, I. G. S.; CAMPOS, M. F. **Nucleação da recristalização**. Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica recristalização, crescimento de grão. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2001. p. 39-48.
38. DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy**. Londres: [s.n.], 1986.

39. GAUSS, C. **Evolução microestrutural do aço inoxidável dúplex UNS S32205 durante laminação a frio e posterior recozimento.** Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. Lorena. 2015.
40. POOK, L. **Metal Fatigue.** London: Springer, 2007.
41. PEREZ, N. **Fracture Mechanics.** Boston: Kluwer Academic Publishers , 2004.
42. ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications.** 2. ed. Florida: CRC Press LLC, 1995.
43. BRANCO, C. M.; FERNANDES, A. A.; CASTRO, P. T. D. **Fadiga de Estruturas Soldadas.** 2. ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 1999.
44. IPIÑA, J. E. P. **Transição Dúctil-Frágil: análise estatística e resultados, avaliação de um valor mínimo e estudo do limite com o upper shelf.** Curitiba: Universidade Federal do Paraná, 2011.
45. FORTES, C. **Mecânica da Fratura.** : Assistência Técnica Consumíveis - ESAB BR , 2003.
46. ROLFE, S. T.; BARSON, J. M. **Fracture and Fatigue Control in Structures - Applications of Fracture Mechanics.** New Jersey: Prentice-Hall, 1971.
47. KRAFT, J. M. Effect of Dimensions on Fast Fracture Instability of Notched Sheets. **Proc. Crack Propagation Symp., College of Aeronautics** , Cranfield , v. 1, p. 8, 1961.
48. BOURGEON, A.; ALI, M.; WOOLLIN, P. Effect of hydrogen and strain rate on superduplex stainless steel weld metal fracture toughness and fracture morphology. **Duplex Stainless Steel International Conference**, Beaune, 2010.
49. DUTRA, A. C.; NUNES, L. P. **Proteção Catódica: Técnica de Combate à Corrosão.** 4. ed. Rio de Janeiro: [s.n.], 2006.
50. GENTIL, V. **Corrosão.** 3. ed. Rio de Janeiro: [s.n.], 1996.
51. SHEIR, L. L.; JARMAN, R. A.; BURSTEIN, G. T. **Corrosion - Corrosion Control.** 3. ed. Oxford: Butterworth Heinemann, v. 2, 1994.
52. TALBOT, D.; TALBOT, J. **Corrosion Science and Technology.** Florida: CRC Press LLC, 1998.
53. ORIANI, R. A.; HIRTH, J. P.; SMIALOWSKI, M. **Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys.** Park Ridge: Noyes Publications, 1985.
54. AFROOZ, B. **Hydrogen Embrittlement.** Saarbrücken: Saarland University, 2011.
55. M., J. H. C.; S., F. **Corrosão: Fundamentos, Monitoração de Controle.** Rio de Janeiro: [s.n.], 2008.

56. W.H., J. **On some remarkable change produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids**. Londres: Proceedings of the Royal Society of London, 1995.
57. TIMMINS, P. F. **Solutions to Hydrogen Attack in Steels**. [S.I.]: ASM International, 1997.
58. MARSH, J.; WALSH, M.; GIBSON, G. T. **Hydrogen Embrittlement of Corrosion Resistant Alloys under Cathodic Protection Conditions**. New Orleans: Corrosion, 2004.
59. TURNBULL, A.; HUTCHINGS, R. B. **Analysis of hydrogen atom transport in a two- phase alloy**. Teddington: Materials Science And Engineering, 1994.
60. JOHNSEN, R.; BIRKELANDSVEI, R. **New Improved Method for HISC Testing of Stainless Steels Under Cathodic Protection**. Norway: Nace International Corrosion Conference.
61. OLDEN, V.; THAULOW, C.; R., J. Modelling of hydrogen diffusion and hydrogen induced cracking in supermartensitic and duplex stainless steels. **Materials and Design**, v. 29, p. 1934–1948, 2008.
62. VIANNA, C. S. **Comportamento mecânico do aço API 5L X-60 com e sem hidrogênio**. Rio de Janeiro: Tese de M.Sc. , 2005.
63. VITIELLO, R. P. **TRINCAMENTO SOB TENSÃO INDUZIDO PELO HIDROGÊNIO EM AÇOS SUPERDÚPLEX SUBMETIDOS À PROTEÇÃO CATÓDICA**. Porto Alegre: Tese de Mestrado, 2009.
64. STROE, M. E. **Hydrogen Embrittlement of Ferrous Materials**. Belgium: Tese de Ph.D., 2006.
65. ZANDER, D. et al. Positive Effects of Hydrogen on the Plasticity of 2 1/4 Cr–1Mo Steel. **Journal of Alloys and Compounds** , 2003, v. 356–357 , p. 809–812.
66. OKAMOTO, M. A. **DANOS CAUSADOS PELO HIDROGÊNIO EM AÇOS API 5L X65 E X80**. São Paulo: Tese de Mestrado, 2010.
67. DEMORI, D. M. **AVALIAÇÃO DO AÇO UNS S32760 SUBMETIDO AO ENSAIO DE BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO: INFLUÊNCIA DA PROTEÇÃO CATÓDICA APLICADA**. Porto Alegre: Tese de Mestrado, 2011.
68. LIMA, A. S. D. **Controle por aprendizagem iterativa e controle repetitivo para máquinas de ensaio de fadiga**. UFRJ/COPPE. Rio de Janeiro. 2015.
69. DIEGO PEREIRA-DIAS, A. J. P. R. R. C. **Modelagem, identificação e controle do sistema de posicionamento uma máquina hidráulica de fadiga**. Anais do

- XX Congresso Brasileiro de Automática. Belo Horizonte: [s.n.]. 2014.
70. MARTINS, I. P. **Curvas J-R e CTOD-R de aços estruturais segundo normas ASTM e BSI**. Rio de Janeiro: UFRJ, 2012.
71. SILVA, M. D. C. **Caracterização das Propriedades Mecânicas e Metalúrgicas do Aço API 5L X80 e Determinação Experimental de Curvas J-R para Avaliação da Tenacidade a Fratura**. São Paulo: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2004.
72. ASTM E1245-03. **Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis**. [S.I.]: [s.n.], 2008.
73. PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia - Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: Hemus, 1997.
74. MATTHIAS VERSTRAETE, S. H. W. D. W. R. D. K. V. M. **MEASUREMENT OF DUCTILE CRACK EXTENSION IN SINGLE EDGE NOTCH TENSILE SPECIMENS**. 15th International Conference on Experimental Mechanics. Porto: [s.n.]. 2012. p. 22-27.
75. B. VOSS, J. G. B. **Experimental Determination of Crack Growth Resistance Curves**. The 4th E.C.F. Conference. [S.I.]: [s.n.].
76. VASSILAROS, M. G.; JOYCE, J. A.; GUDAS, J. P. Effects of specimen geometry on the J-R curve for ASTM A533B steel. **Fracture mechanics**, Filadélfia, p. 251-270, 1980.
77. NELSON ALVAREZ VILLAR, D. A. F. A. V. F. E. C. A. A. I. Obtaining J-R Curves by Direct Methods. **AZojomo**, v. 4, Junho 2008.
78. SEOK, C. Correction methods of an apparent negative crack growth phenomenon. **International Journal of Fracture**, v. 102, n. 3, p. 259–269, Abril 2000.
79. HUMPHREYS, F. . H. M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 8. ed. Oxford: Elsevier Ltd, 2004.
80. CALLISTER, W. D. J. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5. ed. [S.I.]: [s.n.], 2002.
81. SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos de materiais metálicos - Fundamentos teóricos e práticos**. São Paulo: [s.n.], 1982. 35-39 p.
82. GUOCAI CHAI, R. L. P. S. J. Fatigue behaviors in duplex stainless steel studied using in-situ SEM/EBSD method. **Procedia Materials Science**, v. 3, p. 1748-1753, 2014.

83. GDOUTOS, E. E. **Fracture Mechanics**. 2. ed. Xanthi: Springer, 2005.
84. BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **Methods for crack opening displacement (COD) testing**. : BS DD19, 1972.
85. PEREIRA, Y. D. S. **Avaliação Da Criticidade De Trincas Superficiais Em Aços Inoxidáveis Superdúplex Fragilizados Pelo Hidrogênio Devido Ao Efeito Colateral Da Proteção Catódica**. Porto Alegre: Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM , 2009.
86. CHOU, S.-L.; TSAI, W.-T. **Hydrogen embrittlement of duplex stainless steel in concentrated sodium chloride solution**. [S.l.]: Materials Chemistry and Physics, 1999.
87. ZAPPE, C.; C., S. **Hydrogen Embrittlement, Internal Stresses and Defects in Steel**. [S.l.]: Trans AIME, 1941.
88. ASTM E562-05. **Standard test method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count**. [S.l.]: [s.n.], 2005.
89. DNV RP F112-08. **Design of duplex stainless steel subsea equipment exposed to cathodic protection**. Norway: Det Norske Veritas, 2008.
90. ASTM E112-96. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. West Conshohocken: Copyright © ASTM International, 2004.
91. ERNST, H. A. et al. Effect of different test variables on the KISSC value. **Corrosion**, n. 04132, 2004.
92. CRAVERO, S. et al. Evaluation of testing condition effects on the resistance to sulfide stress cracking. **Nace Conference and Exposition**, n. 09309, 2009.
93. INTERNATIONAL STAINLESS STEEL FORUM (ISSF). **Stainless Steel in Figures 2014**, Bruxelas, 2014.