

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

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

PPGE3M

AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DA LIGA INCONEL 718 SOB  
PROTEÇÃO CATÓDICA EM ÁGUA DO MAR SINTÉTICA UTILIZANDO A  
TÉCNICA *STEP LOADING*

**Marcelo Sartori**

Dissertação para Obtenção do Título de Mestre em Engenharia

Porto Alegre  
2014

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

PPGE3M

AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DA LIGA INCONEL 718 SOB  
PROTEÇÃO CATÓDICA EM ÁGUA DO MAR SINTÉTICA UTILIZANDO A  
TÉCNICA *STEP LOADING*

MARCELO SARTORI

Engenheiro Metalúrgico

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

Área de Concentração: Ciência dos Materiais

Porto Alegre  
2014

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

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Thomas Gabriel Rosauo Clarke

Dr. Márcio Levi Kramer de Macedo

Dr. Toni Roger Schifelhain de Lima

Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker  
Coordenador do PPGE3M

Dedico esta dissertação a meus pais,  
Noelsi Luvison Sartori e Jadyr Antonio Sartori.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, que através de sua energia sempre guiou meu caminho;

Ao meu amor, Luciane Godoi Moraes, por estar sempre ao meu lado compartilhando todos os momentos da minha vida, incentivando e transmitindo muito amor e carinho, proporcionando momentos de muita alegria e felicidade;

Ao apoio incondicional dos meus pais e irmãos para que esta etapa iniciasse e fosse concluída.

Ao Prof. Dr. Carlos Eduardo Fortis Kwietniewski pelo auxílio na escolha do tema desta dissertação, pela amizade, ensinamentos transmitidos e orientação neste trabalho.

Ao Prof. Dr. Telmo Roberto Strohaecker pelas diversas oportunidades junto ao Laboratório de Metalurgia Física (LAMEF), pela confiança e ensinamentos transmitidos.

Ao Prof. Dr. Afonso Reguly pela amizade, sugestões e auxílio em diversas questões relacionadas à metalurgia.

Aos colegas do grupo de Ensaio em Corrosão-GECOR (Pedro, Heitor, Mariana, Roberto, Jhuly, Thiago, Juciele, Lorenzo, Eliakin, Joseane e Márcio), pelo grande apoio e pelas dicas imprescindíveis ao sucesso deste trabalho. Agradeço principalmente ao colega e amigo José Fonseca pela grande ajuda na execução dos ensaios, pelas dicas e ensinamentos prestados durante a realização deste trabalho.

Aos colegas do grupo de Ensaio Mecânicos-GEM (Bill, Jefferson e Vagner) pelo auxílio na execução dos ensaios, pela amizade e companheirismo.

Agradecimento especial a todos os colegas e amigos do grupo de Análise de Falhas-GAF pela preciosa ajuda durante o período desta pesquisa, pelo incentivo e amizade.

Ao LAMEF, à UFRGS e a CAPES pelo apoio técnico e financeiro tornando possível a realização deste trabalho.

## SUMÁRIO

|   |      |
|---|------|
| LISTA DE FIGURAS .....  | VIII |
| LISTA DE TABELAS .....  | XII  |
| LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....                                  | XIII |
| RESUMO .....  | XV   |
| ABSTRACT .....  | XVI  |
| 1. INTRODUÇÃO .....   | 1    |
| 2. OBJETIVOS .....  | 4    |
| 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....   | 5    |
| 3.1 Superligas .....  | 5    |
| 3.2 Inconel® .....  | 7    |
| 3.3 Aplicação da liga Inconel 718 na indústria de óleo e gás .....      | 8    |
| 3.4 Tratamentos térmicos da liga Inconel 718 .....                      | 12   |
| 3.5 Principais fases presentes na liga Inconel 718 .....                | 14   |
| 3.5.1 Fase gamma ( $\gamma$ ).....                                      | 15   |
| 3.5.2 Fase gamma prime ( $\gamma'$ ).....                               | 15   |
| 3.5.3 Fase gamma double prime ( $\gamma''$ ).....                       | 17   |
| 3.5.4 Fase delta ( $\delta$ ).....                                      | 17   |
| 3.5.5 Carbonetos .....  | 20   |
| 3.6 Fragilização pelo Hidrogênio .....                                  | 22   |
| 3.6.1 Difusão e aprisionamento de Hidrogênio .....                      | 23   |
| 3.6.2 Mecanismos de fragilização pelo Hidrogênio .....                  | 25   |
| 3.6.3 Interação Hidrogênio-Microestrutura .....                         | 26   |
| 3.6.4 Fragilização pelo Hidrogênio associada à proteção catódica .....  | 30   |
| 3.7 Mecânica da Fratura e Ensaio de Tenacidade a Fratura .....          | 32   |
| 3.7.1 Seleção dos parâmetros de avaliação da tenacidade à fratura ..... | 36   |
| 3.8 Fratura assistida pelo ambiente .....                               | 40   |
| 3.9 Influência da aplicação da Sobrecarga Mecânica .....                | 41   |
| 4. MATERIAIS E MÉTODOS .....  | 45   |
| 4.1 Material .....  | 46   |
| 4.2 Preparação dos corpos de prova .....                                | 47   |

|       |  |     |
|-------|--|-----|
| 4.3   | Determinação do valor de “ $K_{sobrecarga}$ ” .....                          | 51  |
| 4.4   | Tratamento térmico .....   | 55  |
| 4.5   | Composição química .....   | 55  |
| 4.6   | Ensaio de dureza.....  | 56  |
| 4.7   | Avaliação microestrutural .....  | 56  |
| 4.8   | Tamanho de grão .....  | 57  |
| 4.9   | Ensaio de tenacidade à fratura ao ar .....                                   | 58  |
| 4.10  | Ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente.....                  | 58  |
| 4.11  | Análise fractográfica .....  | 62  |
| 5.    | RESULTADOS E DISCUSSÕES .....  | 63  |
| 5.1   | Composição química .....   | 63  |
| 5.2   | Ensaio de dureza.....  | 63  |
| 5.3   | Avaliação microestrutural .....  | 64  |
| 5.4   | Tamanho de grão .....  | 67  |
| 5.5   | Ensaio de tenacidade à fratura ao ar .....                                   | 68  |
| 5.6   | Ensaio de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente .....                 | 73  |
| 5.7   | Validação das pré-trincas de fadiga dos ensaios de tenacidade à fratura..... | 89  |
| 5.8   | Análise fractográfica .....  | 90  |
| 5.8.1 | Fractografias dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar.....                 | 90  |
| 5.8.2 | Fractografias dos ensaios de tenacidade à fratura em meio agressivo .....    | 93  |
| 6.    | CONCLUSÕES.....  | 97  |
| 7.    | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....                                       | 99  |
| 8.    | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....   | 100 |

## LISTA DE FIGURAS

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| Figura 3.1  | Classificação das superligas (Adaptado de CHOUDHURY 1998).....  | 6  |
| Figura 3.2  | Esquema das instalações típicas do sistema de produção em águas profundas (Adaptado de PETRÓLEO E ENERGIA 2012).....  | 11 |
| Figura 3.3  | Diagrama TTT da liga Inconel 718 (Adaptado de XIE et al 2005).....  | 13 |
| Figura 3.4  | Microestrutura aceitável com presença de fase $\delta$ em grão isolado (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).....   | 18 |
| Figura 3.5  | Microestrutura inaceitável devido ao acentuado nível de fase $\delta$ acicular (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).....   | 18 |
| Figura 3.6  | Representação esquemática de defeitos no metal e aprisionamento de Hidrogênio atômico em baixas concentrações. (a) sítios ao longo da rede cristalina, (b) em sítios localizados na superfície, (c) em sítios subsuperficiais, (d) ao longo dos contornos de grão (e) em discordâncias (O símbolo $\perp$ indica uma discordância do tipo cunha) e (f) em vacâncias (PUNDT 2006). ..... | 24 |
| Figura 3.7  | Sítios intersticiais octaédricos das estruturas cristalinas (a) CFC e (b) CCC (STROE 2006).....   | 27 |
| Figura 3.8  | Efeito do Hidrogênio e da fase $\delta$ na resistência à fragilização do Inconel 718 (Adaptado de LIU et al. 2005 e SANTOS 2009). .....   | 29 |
| Figura 3.9  | Comparação entre as considerações tradicionais de resistência dos materiais (a) e as considerações da mecânica da fratura (b) (Adaptado de ANDERSON 2005). .....  | 33 |
| Figura 3.10 | Representação esquemática do afastamento das faces da trinca ( $\delta$ ) antes que ocorra a sua propagação. (Adaptado de ANDERSON 2005).....   | 35 |
| Figura 3.11 | Principais geometrias de corpos de prova: (a) corpo de prova compacto de tração, (b) corpo de prova submetido à flexão em três pontos SE(B) (Adaptado de ANDERSON 2005). .....  | 35 |
| Figura 3.12 | Procedimento para obter o valor $P_Q$ (Adaptado de SOUSA 2009). .....   | 37 |
| Figura 3.13 | Procedimento para determinação de “ $V_i$ ” (Adaptado de JOHNSEN et al. 2009).....  | 39 |
| Figura 3.14 | Procedimento para determinar o valor de $V_p$ (Adaptado de BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).....  | 40 |
| Figura 3.15 | Representação esquemática da zona plástica à frente da ponta da trinca (Adaptado de ANDERSON 2005). .....   | 42 |

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| Figura 3.16 | Fração volumétrica de fase delta ( $V_{\delta, \%}$ ) em função do tempo de envelhecimento na temperatura de 910°C. As curvas correspondem a um nível específico de deformação dos corpos de prova (Adaptado de LIU et al. 1997)..... | 44 |
| Figura 4.1  | Segmento de parafuso analisado.....   | 47 |
| Figura 4.2  | Orientação dos corpos de prova de Inconel 718 usinados a partir do segmento de parafuso. ....   | 48 |
| Figura 4.3  | Dimensões dos corpos de prova tipo SE(B) utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura.....  | 48 |
| Figura 4.4  | Procedimento da preparação dos corpos de prova isentos de sobrecarga. ....  | 49 |
| Figura 4.5  | Procedimento da preparação dos corpos de prova com sobrecarga. ....   | 50 |
| Figura 4.6  | Vista lateral do corpo de prova teste destacando a zona plástica à frente da ponta da trinca. ....  | 54 |
| Figura 4.7  | Equipamento utilizado nos ensaios de tenacidade à fratura em meio agressivo ( <i>step loading</i> ).....  | 60 |
| Figura 4.8  | Sistema de proteção catódica dos corpos de prova. À direita, detalhe do posicionamento do corpo de prova no equipamento de ensaio. ....   | 61 |
| Figura 5.1  | Microestrutura do Inconel 718 em MO na condição solubilizada e envelhecida revelando matriz austenítica e carbonetos.....   | 65 |
| Figura 5.2  | Micrografia em MO mostrando Fase $\delta$ acicular em contorno de grão e carbonetos.....  | 66 |
| Figura 5.3  | Micrografia via MEV detalhando a presença da fase $\delta$ acicular em contorno de grão e carbonetos. ....  | 66 |
| Figura 5.4  | Macrografias do cp A1 (ensaiado ao ar).....   | 69 |
| Figura 5.5  | Macrografias do cp A2 (ensaiado ao ar).....   | 69 |
| Figura 5.6  | Macrografias do cp AS1 (ensaiado ao ar/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....  | 70 |
| Figura 5.7  | Macrografias do cp AS2 (ensaiado ao ar/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....  | 70 |
| Figura 5.8  | Macrografias do cp AS4 (ensaiado ao ar/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....  | 71 |
| Figura 5.9  | Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar. ....  | 71 |
| Figura 5.10 | Macrografias do cp M1 (ensaiado em água do mar sintética).....  | 74 |
| Figura 5.11 | Macrografias do cp M2 (ensaiado em água do mar sintética).....  | 74 |
| Figura 5.12 | Macrografias do cp M3 (ensaiado em água do mar sintética).....  | 75 |
| Figura 5.13 | Macrografias do cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....   | 75 |
| Figura 5.14 | Macrografias do cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....   | 76 |
| Figura 5.15 | Macrografias do cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).....   | 76 |
| Figura 5.16 | Procedimento utilizado para validação do $K_{IEAC}$ referente ao cp M1 (ensaiado em água do mar sintética).....   | 78 |

|             |   |    |
|-------------|---|----|
| Figura 5.17 | Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp M1 (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 79 |
| Figura 5.18 | Procedimento utilizado para validação do $K_{IEAC}$ referente ao cp M3 (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 80 |
| Figura 5.19 | Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp M3 (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 81 |
| Figura 5.20 | Procedimento utilizado para validação do $K_{IEAC}$ referente ao cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 81 |
| Figura 5.21 | Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 82 |
| Figura 5.22 | Procedimento utilizado para validação do $K_{IEAC}$ referente ao cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 83 |
| Figura 5.23 | Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 84 |
| Figura 5.24 | Procedimento utilizado para validação do $K_{IEAC}$ referente ao cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 84 |
| Figura 5.25 | Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 85 |
| Figura 5.26 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp A1, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar). .....  | 91 |
| Figura 5.27 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp A2, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar). .....  | 91 |
| Figura 5.28 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS1, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....  | 92 |
| Figura 5.29 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS2 revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....   | 92 |
| Figura 5.30 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS4 revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). .....   | 93 |
| Figura 5.31 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M1, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 94 |
| Figura 5.32 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M2, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 94 |
| Figura 5.33 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M3, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética). .....   | 95 |
| Figura 5.34 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS1, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). ..... | 95 |
| Figura 5.35 | Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS2, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). ..... | 96 |

Figura 5.36 Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS4, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). ..... 96

## LISTA DE TABELAS

|            |  |    |
|------------|--|----|
| Tabela 3.1 | Efeito dos principais elementos químicos nas superligas de níquel (Adaptado de SIMS 1972 e LIU 2005). ....   | 7  |
| Tabela 3.2 | Especificação de composição química da liga Inconel 718, segundo a norma API 6A718 (Adaptado de AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009). ....           | 8  |
| Tabela 4.1 | Matriz de ensaios. ....  | 46 |
| Tabela 4.2 | Valores de $K_Q$ e $K_{máximo}$ do ensaio de tenacidade à fratura ao ar. ....  | 52 |
| Tabela 4.3 | Valores de dureza Brinell (HB) nas condições solubilizado e solubilizado e envelhecido. ....   | 53 |
| Tabela 4.4 | Análise do tamanho de grão com base na norma ASTM E 112 (Adaptado de AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2012).58                           |    |
| Tabela 5.1 | Resultado da análise química da liga Inconel 718.....  | 63 |
| Tabela 5.2 | Resultados dos ensaios de dureza Rocwell C (HRC). ....   | 64 |
| Tabela 5.3 | Resultados do tamanho de grão conforme ASTM E112-12 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2012). ....  | 67 |
| Tabela 5.4 | Valores de CTOD e K referentes a carga máxima suportada pelos corpos de prova nos ensaios de tenacidade à fratura ao ar. ....                      | 73 |
| Tabela 5.5 | Valores medidos nos corpos de prova ensaiados em meio agressivo empregados para o cálculo do fator de intensidade de tensões aparente máximo. .... | 77 |
| Tabela 5.6 | Valores de $V_i$ e $V_p$ dos corpos de prova ensaiados em meio agressivo... 86   |    |
| Tabela 5.7 | Valores de K e CTOD dos ensaios de tenacidade à fatura em meio agressivo. ....   | 87 |
| Tabela 5.8 | Comparativo entre CTOD carga máxima e K aparente máximo, obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura. ....   | 89 |
| Tabela 5.9 | Valores reais e validação de $a_0/W$ , conforme a norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991). ....                                     | 90 |

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

|                              |  |
|------------------------------|--|
| a                            | Tamanho da trinca;   |
| $a_0$                        | Tamanho real da trinca;  |
| B                            | Espessura do corpo de prova;   |
| CFC                          | Estrutura cúbica de face centrada;   |
| CCC                          | Estrutura cúbica de corpo centrado;  |
| CTOD                         | Crack Tip Opening Displacement;  |
| $CTOD_{EAC}$                 | Crack Tip Opening Displacement assistido pelo ambiente;  |
| CMOD                         | Crack Mouth Opening Displacement;  |
| cp                           | Corpo de prova;  |
| $f(a/w)$                     | Fator de forma para a geometria do corpo de prova;   |
| °C                           | Unidade de medida de temperatura - grau celcius;   |
| h                            | Unidade de medida de tempo - hora;   |
| HC                           | Hexagonal compacta;  |
| HB                           | Dureza Brinell;  |
| K                            | Fator de Intensidade de Tensões;   |
| $K_{\text{aparente máximo}}$ | K correspondente à carga máxima suportada pelo corpo de prova no ensaio de tenacidade à fratura. |
| $K_{\text{máximo}}$          | Carga máxima suportada pelo corpo de prova (em $Mpa\sqrt{m}$ );                                  |
| $K_{IEAC}$                   | Fator de Intensidade de Tensões crítico assistido pelo ambiente Modo I;                          |
| $K_{EAC}$                    | Fator de Intensidade de Tensões assistido pelo ambiente;   |
| $K_Q$                        | Valor provisório de $K_{IC}$ ;   |
| $K_{IC}$                     | Tenacidade à Fratura para o estado plano de deformação;  |
| MFLE                         | Mecânica da Fratura Linear-Elástica;   |
| MFEP                         | Mecânica da Fratura Elasto-Plástica;   |
| MEV                          | Microscopia Eletrônica de Varredura;   |
| P                            | Carga aplicada;  |
| $P_{\text{máx}}$             | Carga máxima aplicada;   |

|               |  |
|---------------|--|
| SE(B)         | Single Edge Notch Bending;   |
| $V_{ECS}$     | Potencial em relação ao eletrodo de calomelano saturado;                         |
| $V$           | Abertura do entalhe;   |
| $V_i$         | Abertura do entalhe no regime elástico (Início da propagação estável da trinca); |
| $V_p$         | Abertura do entalhe no regime plástico;  |
| $W$           | Largura do corpo de prova;   |
| $\delta$      | Fase delta;  |
| $\gamma$      | Matriz austenítica   |
| $\gamma'$     | Fase “gamma prime”;  |
| $\gamma''$    | Fase “gamma double prime”;   |
| $\sigma_{YS}$ | Tensão de escoamento efetiva;  |
| $E$           | Módulo de elasticidade;  |
| $\nu$         | Coefficiente de Poisson;   |
| $\delta$      | Deslocamento de abertura da ponta da trinca (CTOD)                               |

## RESUMO

Com os avanços na área de exploração de óleo e gás em ambientes *offshore*, a seleção de materiais torna-se cada vez mais rigorosa, tendo em vista as condições de serviço extremamente adversas. As superligas à base de níquel (Inconel) vêm sendo utilizadas com sucesso na área de exploração de óleo e gás em águas profundas, como alternativa de substituição aos aços inoxidáveis dúplex. Todavia, componentes e equipamentos estruturais utilizados nestes ambientes podem estar sujeitos a fenômenos de fragilização pelo Hidrogênio, que acarretam em prejuízos às propriedades mecânicas do material. A aplicação desta superliga na indústria do petróleo requer um rigoroso controle microestrutural com restrições quanto à presença de fase  $\delta$ , sendo que propriedades mecânicas otimizadas são obtidas através de tratamentos térmicos específicos. Os tratamentos térmicos efetuados neste trabalho seguem as recomendações da norma *API (American Petroleum Institute)*. Pesquisas demonstram que a precipitação de fase  $\delta$  pode ser facilitada quando as amostras solubilizadas são submetidas à deformação plástica, seguida de tratamentos térmicos de envelhecimento. O presente estudo visa avaliar a tenacidade à fratura da superliga Inconel 718 em água do mar sintética sob proteção catódica no potencial de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ . Nesta avaliação, utilizou-se a técnica *step loading* com incremento de carregamento, em corpos de prova do tipo SE(B) da mecânica da fratura, avaliando, desta forma, quantitativamente o efeito do Hidrogênio nas propriedades do material. Para avaliar o efeito da deformação plástica, foram utilizados dois níveis distintos de sobrecarga aplicada ao corpo de prova, gerando uma acentuada plasticidade (deformação plástica) na região da ponta da trinca. Os resultados evidenciaram que a presença do Hidrogênio no material afeta significativamente a tenacidade à fratura do Inconel 718 no ambiente estudado, alterando o modo de falha, de fratura dúctil para frágil. As análises realizadas nesta pesquisa não permitiram assegurar que a plasticidade gerada pela sobrecarga realmente não promoveram uma precipitação preferencial e mais intensa da fase  $\delta$  na microestrutura do material. Se de fato ocorreu essa precipitação preferencial, as técnicas de análise empregadas nesta investigação não tiveram resolução para detectar.

## ABSTRACT

With advances in exploration of oil and gas in offshore environments, selection of materials becomes increasingly stringent, given the extremely adverse conditions of service. The nickel-based superalloys (Inconel) have been used successfully in exploration of oil and gas in deep waters, as alternative to replace the duplex stainless steels. However, structural components and equipment used in these environments may be subject to hydrogen embrittlement phenomena, which cause damage to the mechanical properties of the material. The application of this superalloy in the oil industry requires rigorous microstructural control with restrictions on the presence of  $\delta$  phase, and optimized mechanical properties are obtained by specific heat treatments. The heat treatments performed in this work follow the recommendations of API (American Petroleum Institute) standard. Research shows that the precipitation of  $\delta$  phase can be facilitated when the solubilized samples are subjected to plastic deformation, followed by thermal aging treatments. The present study aims to evaluate the toughness of superalloy Inconel 718 fracture in synthetic seawater under cathodic protection in potential  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ . In this review, we used the technique step loading with increasing load in specimens of type SE (B) of fracture mechanics, assessing thus quantitatively the effect of hydrogen on the properties of the material. To evaluate the effect of plastic deformation, two distinct levels of overload were used, generating a high plasticity (plastic deformation) at the crack tip of the specimen region. The results showed that the presence of hydrogen in the material significantly affects the toughness of Inconel 718 fracture environment studied by changing the failure mode from ductile to brittle fracture. The analyzes performed in this study did not ensure that the plasticity generated by the overload does not really promoted a preferential and more intense precipitation of  $\delta$  phase in the microstructure of the material. If indeed this preferential precipitation occurred, the analysis techniques employed in this investigation had no resolution to detect.

## 1. INTRODUÇÃO

Desenvolver ligas de maior resistência mecânica e à corrosão tem sido o objetivo de muitos fabricantes de componentes e equipamentos estruturais visando atender às necessidades da indústria de óleo e gás. O gradual esgotamento das fontes de óleo de fácil obtenção e o elevado valor deste produto são fatores que estimulam a sua extração em ambientes agressivos, como a prospecção em águas profundas e ultra profundas (RAMIRES 2007).

Contudo, ao se extrair óleo a grandes profundidades, os materiais utilizados operam em condições bastante severas e estas acarretam em prejuízos às propriedades mecânicas e metalúrgicas destes materiais (MIYATA 2006). A presença de espécies corrosivas neste ambiente, tais como: CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, ácidos orgânicos e cloretos exibem um pronunciado efeito na corrosão dos poços de produção de petróleo (MARCHEBOIS 2007).

Desta forma, torna-se necessário desenvolver ligas que atendam aos requisitos adversos de serviço, tais como: elevados níveis de sollicitação mecânica, ambiente quimicamente agressivo, dificuldades de manutenção dos equipamentos e seus componentes, entre outros fatores. Outra abordagem seria avaliar os materiais e ligas já existentes sob diferentes condições de serviço, visando atender às necessidades da indústria petrolífera (LEITE 2009; PFINGSTAG et al. 2006).

Nesse contexto, encontram-se as superligas, que já são utilizadas em algumas aplicações específicas como em componentes de turbinas, na indústria aeroespacial, componentes de plantas geradoras de energia nuclear, na indústria petroquímica, dentre outras (LIU et al. 2002). Trata-se de ligas que contêm de 30% a 75% de níquel, e até 30% de cromo, endurecidas por solução sólida e por precipitação. Entre estas, destaca-se a superliga UNS (*unified numbering system*) N07718, de nome comercial Inconel 718, amplamente utilizada na indústria há pelo menos 40 anos. Esta liga pode ser considerada como um material de engenharia maduro, embora permaneça sendo

intensivamente estudada dada as exigências de desempenho cada vez rigorosas (KENEDY 2005).

A superliga Inconel, já há algum tempo, vem sendo aplicada no setor de produção de óleo e gás em águas profundas, que são ambientes quimicamente agressivos como alternativa aos aços inoxidáveis dúplex (MCCOY et al. 2012). Entretanto, Tang e colaboradores destacaram em seus estudos que componentes como dutos para transporte de óleo, tanques para armazenamento de gás e componentes aplicados nas indústrias químicas e petroquímicas estão sujeitos a fenômenos de fragilização pelo Hidrogênio, acarretando em graves casos de falhas destes componentes (TANG et al. 2006).

Frequentemente, para minimizar ou até mesmo eliminar a corrosão de componentes mecânicos e estruturais aplicados em ambientes marinhos, emprega-se o método da proteção catódica. Contudo, a aplicação deste método de proteção pode promover a evolução de Hidrogênio na superfície do componente, formando assim condições favoráveis para a difusão de Hidrogênio para o interior do material (AKSELSEN 2005). Neste sentido, a presença de Hidrogênio no interior dos materiais, pode alterar o seu comportamento mecânico e metalúrgico, estimulando a ocorrência de fraturas frágeis e catastróficas, dependendo das características do material, do meio e do teor de Hidrogênio absorvido (PFINGSTAG 2010).

Assim, buscando maiores níveis de confiabilidade e segurança nas aplicações da superliga Inconel 718 na indústria do óleo e gás, torna-se necessário uma avaliação detalhada das propriedades e do comportamento desta liga frente à fratura assistida pelo ambiente e dos problemas ocasionados pelo Hidrogênio.

Neste contexto, o presente estudo visa avaliar a tenacidade à fratura da superliga Inconel 718 submetida à proteção catódica em água do mar sintética, sendo esta preparada com base na norma ASTM D1141-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008). Para isso, foram realizados ensaios de tenacidade à fratura utilizando-se corpos de prova do tipo SE(B), seguindo a metodologia da técnica de *step loading* com incremento de carga, baseada na norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008), avaliando então quantitativamente o efeito do Hidrogênio nas propriedades do material.

Durante a fabricação dos componentes de Inconel 718, pode ser necessário efetuar etapas de conformação mecânica no material. Para facilitar esta operação e garantir a resistência mecânica do componente adequada à aplicação industrial, realizam-se os tratamentos térmicos. Além de homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento, o tratamento térmico de solubilização pode recristalizar a estrutura a fim de se obter máxima ductilidade, facilitando as etapas de conformação do material. Em seguida, dependendo do tipo de componente a produzir, conforma-se o material sendo, posteriormente, envelhecido a fim de se garantir a resistência mecânica específica para a aplicação deste material (ANTONIO et al. 1991, DONACHIE 2002).

Todavia, há pesquisas destacando que os processos de conformação mecânica, como por exemplo, a laminação gera significativa deformação plástica no material e esta pode favorecer a cinética de precipitação da fase delta ( $\delta$ ), deletéria às propriedades mecânicas do Inconel 718 (LIU et al. 1997; SINGH et al. 1991).

Assim, nesta pesquisa, almeja-se gerar significativa deformação plástica no material, buscando avaliar o seu efeito com a formação de fases deletérias às propriedades mecânicas e metalúrgicas do Inconel 718. Para avaliar este efeito, aplicou-se uma sobrecarga mecânica, provocando uma acentuada plasticidade no material. Vale ressaltar que muitas pesquisas utilizam sobrecargas mecânicas em corpos de prova da mecânica da fratura com o intuito de avaliar seu efeito na vida em fadiga do componente, isto é, retardar o crescimento de trincas presentes no material.

Este trabalho é relevante no sentido que pode definir em que condições estes materiais podem operar em segurança e ainda colaborar para o processo de seleção de materiais, pois permite avaliar a integridade estrutural e evitar falhas de componentes em serviço.

## 2. OBJETIVOS

- Avaliar quantitativamente a tenacidade à fratura da superliga Inconel 718 em água do mar sintética com proteção catódica de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ ;
- Investigar a influência da deformação plástica na cinética de precipitação da fase  $\delta$  durante o tratamento térmico de envelhecimento. Para avaliar este efeito, dois níveis distintos de sobrecarga foram aplicados na região da trinca, visando gerar significativa deformação plástica no material (plastificação);
- Verificar a eficácia dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento realizados no Inconel 718.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

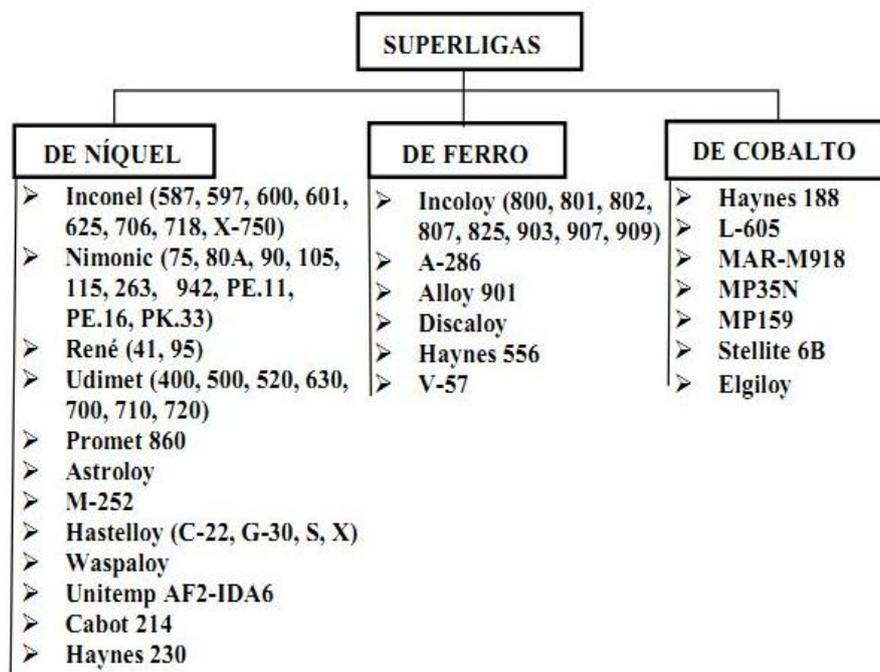
#### 3.1 Superligas

O termo superligas foi usado pela primeira vez logo após a segunda guerra mundial para descrever um grupo de ligas que foram desenvolvidas para aplicações que requerem alto desempenho em elevadas temperaturas, como em compressores e em motores de aeronaves. Essas ligas são particularmente bem sucedidas para estas aplicações devido a sua habilidade de reter a sua resistência mesmo após longos tempos de exposição em temperaturas acima de 650°C (PAULONIS 2001). Recentemente, a gama de aplicações das superligas expandiu para diversas outras áreas além da indústria aeronáutica, como em motores de foguetes, indústria química e petroquímica. Como resultado da evolução do uso deste material, atualmente, as superligas são aplicadas em ambientes que requerem elevada resistência mecânica em altas temperaturas, bem como grande resistência à corrosão/oxidação combinada com boa resistência à fadiga e à fluência, mantendo inclusive rigidez a elevadas temperaturas (CHOUDHURY 1998).

As superligas apresentam uma composição química baseada em elementos do grupo 8B, de acordo com a classificação periódica dos elementos, consistindo usualmente de várias combinações de ferro, níquel, cobalto e cromo, bem como quantidades menores de tungstênio, molibdênio, tântalo, nióbio, titânio e alumínio. Basicamente, existem três principais classes de superligas, isto é, as superligas de níquel, ferro e cobalto, sendo as de níquel as mais empregadas (STOLOFF 1990).

Em temperaturas mais baixas, dependendo da aplicação e da resistência mecânica requerida, as superligas de ferro são mais indicadas do que as de níquel e de cobalto, pois apresentam um custo inferior. As superligas de cobalto são as que possuem a capacidade de trabalhar em temperaturas mais elevadas. Contudo, a sua utilização é mais restrita, pois são significativamente mais caras que as superligas de ferro e de níquel. A Figura 3.1 mostra a classificação das superligas, destacando os

nomes comerciais de algumas que integram cada grupo (Adaptado de CHOUDHURY 1998, BROOKS 1982).



**Figura 3.1** Classificação das superligas (Adaptado de CHOUDHURY 1998).

As superligas a base de níquel são utilizadas tanto na condição fundida como forjada e, essencialmente, apresentam como mecanismo de aumento de resistência o endurecimento por precipitação de carbonetos e compostos intermetálicos, além de endurecimento por solução sólida (EZUGWU 1999).

A extensa utilização das superligas de níquel deve-se ao fato de que este elemento proporciona grande estabilidade microestrutural e apresenta grande solubilidade para diversos elementos de liga (DONACHIE 2002). Em sua maioria, as superligas de níquel são formadas por uma matriz austenítica reforçada pela precipitação de um composto intermetálico cúbico de face centrada, também conhecida como  $\gamma'$  de estequiometria ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ).

A Tabela 3.1, destaca as influências dos principais elementos químicos utilizados nas superligas a base de níquel.

**Tabela 3.1 Efeito dos principais elementos químicos nas superligas de níquel (Adaptado de SIMS 1972 e LIU 2005).**

| Elementos         | Funções   |
|-------------------|---|
| Ni                | A principal função é formar a matriz austenítica, permitindo a presença de outros elementos químicos, acomodando inclusive precipitados coerentes em solução sólida com a matriz. |
| Fe                | Ajuda a formar a matriz, auxiliando no processo de endurecimento por solução sólida, sendo fundamental para a precipitação de compostos endurecedores da matriz.                  |
| Cr                | Juntamente com o Ni e o Fe forma a matriz e auxilia no endurecimento por solução sólida, garantindo estabilidade superficial (resistência à oxidação e a corrosão a quente).      |
| Mo                | Auxilia no processo de endurecimento por solução sólida da matriz.  |
| Ti, Nb, Al        | Causam pouco endurecimento por solução sólida. São os principais formadores de intermetálicos ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ e $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$ )                     |
| C, Cr, Mo, Ti, Nb | Promovem a formação de carbonetos   |
| Al, Cr            | Tem como função principal, junto com o cromo auxiliar na resistência a oxidação, além de formar compostos endurecedores intermetálicos ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ )                 |

No Ítem 3.2, serão destacados aspectos relevantes da liga em estudo, de modo a facilitar a compreensão deste trabalho.

### 3.2 Inconel<sup>®</sup>

A denominação Inconel é uma marca registrada da *Special Metals Corporation*, sendo que estas ligas representam quase a metade do total de superligas utilizadas no mundo atualmente (PATEL 2001).

A liga em estudo UNS (*unified numbering system*) N07718, de nome comercial Inconel 718, corresponde a uma superliga a base níquel que apresenta alta resistência à corrosão, alta resistência mecânica a temperatura ambiente, excelente resistência à fluência e à fadiga a elevadas temperaturas (até 650 °C) e que possui boa resistência à corrosão e ductilidade em temperaturas criogênicas (até -250 °C) (KUO et al. 2009). É por esse motivo que as ligas de Inconel vêm sendo utilizadas em uma grande variedade de aplicações, tais como, na indústria aeroespacial, nuclear e em componentes empregados na indústria do petróleo (BYUN 2003).

A norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) especifica as faixas de composição química para componentes utilizados na indústria do petróleo e gás, conforme apresentado na Tabela 3.2.

**Tabela 3.2 Especificação de composição química da liga Inconel 718, segundo a norma API 6A718 (Adaptado de AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).**

| Composição Química |     |      |      |      |       |      |       |        |         |       |       |
|--------------------|-----|------|------|------|-------|------|-------|--------|---------|-------|-------|
| Elemento           |     | Ni   | Cr   | Fe   | Nb+Ta | Mo   | Ti    | Al     | C       | Co    | Mn    |
| % em peso          | Mín | 50   | 17   | -    | 4,87  | 2,8  | 0,8   | 0,4    | -       | -     | -     |
|                    | Máx | 55   | 21   | bal. | 5,2   | 3,3  | 1,15  | 0,6    | 0,045   | 1     | 0,35  |
|                    |     |      |      |      |       |      |       |        |         |       |       |
| Elemento           |     | Si   | P    | S    | B     | Cu   | Pb    | Se     | Bi      | Ca    | Mg    |
| % em peso          | Mín | -    | -    | -    | -     | -    | -     | -      | -       | -     | -     |
|                    | Máx | 0,35 | 0,01 | 0,01 | 0,006 | 0,23 | 0,001 | 0,0005 | 0,00005 | 0,003 | 0,006 |

Nesta liga, o cromo garante resistência à oxidação, sendo que outros elementos de liga, como o Al, Nb, Mo, W e Ta estão presentes em uma variedade de combinações para garantir o endurecimento da matriz por solução sólida ou por precipitação de intermetálicos (EVERHART 1971).

Alguns pesquisadores destacam que o nióbio é o principal elemento “endurecedor” da liga Inconel 718. De fato, em algumas ligas a base de níquel, a introdução desse elemento permite inclusive a formação de outra fase intermetálica, ou seja, a fase  $\gamma$ ” ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). Especificamente para o Inconel 718, essa fase é a principal responsável pelo aumento de resistência mecânica, auxiliando inclusive na estabilidade microestrutural e elevada resistência à fluência até temperaturas próximas a 650 °C (CAO 2004, EVERHART 1971, MANKINS 1990, NIANG 2010).

### 3.3 Aplicação da liga Inconel 718 na indústria de óleo e gás

As superligas a base de níquel foram concebidas inicialmente para a fabricação de componentes de motores empregados na indústria aeronáutica que requerem elevada resistência mecânica a altas temperaturas. Entretanto, o conjunto excelente de propriedades mecânicas garante a essas ligas aplicações bem diversas, como na área de petróleo e gás.

A exploração e a extração de petróleo e gás é o setor que demanda materiais que mantenham resistência mecânica e à corrosão quando submetidos a ambientes quimicamente agressivos, pois busca cada vez mais efetuar estas atividades em ambientes mais profundos e em condições crescentemente mais severas. Com os avanços na exploração de petróleo e gás em águas cada vez mais profundas, a seleção de materiais se torna cada vez mais rigorosa, pois maiores são as exigências quanto às propriedades requeridas. Alguns ambientes corrosivos, encontrados na produção de óleo e gás, estão sob pressões de até 172 MPa e a temperaturas de até 260 °C. Segundo McCoy et al., essa combinação de agentes corrosivos, temperatura e pressão podem levar o material a uma falha catastrófica por corrosão sob tensão, sendo que esse risco aumenta com a elevação da temperatura, da concentração de H<sub>2</sub>S, da presença de íons de cloreto e de enxofre (MCCOY et al. 2012).

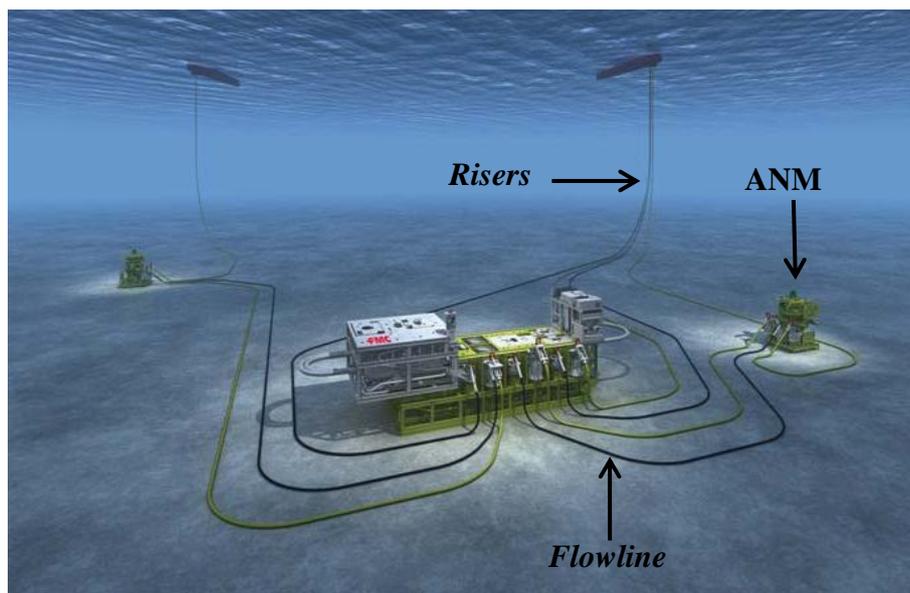
Na temperatura ambiente ou mesmo em temperaturas ainda menores, estes mesmos autores afirmam que o material estará susceptível à fragilização pelo Hidrogênio e ao trincamento por corrosão sob tensão, provavelmente devido à corrosão galvânica, às condições ácidas e a presença de H<sub>2</sub>S dissolvido (MCCOY et al. 2012). Um caso típico de ambiente em condições de baixas temperaturas é o encontrado ao nível da árvore de natal molhada (ANM) que usualmente é da ordem de 4 °C. A denominação molhada refere-se ao fato desta estar instalada na cabeça do poço de extração, localizada no leito do mar (VILLELA 2012).

Conforme descrito na literatura nos estudos de McCoy et al. e Villela, o óleo é extraído por intermédio de equipamentos submarinos (ANM e/ou *manifold*). A ANM é um sistema constituído por um conjunto de válvulas conectadas ao poço de produção em águas profundas interligadas com a unidade flutuante de produção (plataforma) na superfície do mar. Estas válvulas controlam o fluxo de produção de óleo e gás, do poço para a superfície, assim como a injeção de líquidos e gás no poço de produção. O *Manifold* submarino consiste numa estrutura metálica apoiada no leito oceânico na qual acomoda válvulas e acessórios, que permitem a conexão entre árvores de natal molhadas, outros sistemas de produção e tubulações, servindo assim para direcionamento da produção de vários poços de extração de óleo (MCCOY et al. 2012, VILLELA 2012).

A partir destes equipamentos, o óleo é conduzido até a unidade estacionária flutuante de produção (plataforma) por meio de dutos ou linhas de produção. Os dutos, dependendo da região em que se encontram, recebem denominações distintas, ou seja, o trecho do duto que fica suspenso é denominado de *riser*, constituindo-se num componente crítico do sistema submarino de produção, pois está submetido a elevados esforços de fadiga promovidos pela ação da correnteza, efeitos das ondas e movimentação da plataforma flutuante. O trecho de duto que, depois de instalado, fica assentado no leito marinho é denominado *flowline*. Pela sua constituição estrutural, os *risers* podem ser rígidos ou flexíveis. Atualmente também há risers com configuração mista ou híbrida (trechos com dutos rígidos e trechos com dutos flexíveis) (PETRÓLEO E GÁS 2013).

A liga Inconel 718 é amplamente utilizada na indústria de óleo e gás para aplicações em condições críticas de serviço, que envolvem tanto componentes de poço de produção quanto equipamentos auxiliares submersos, os quais estão sujeitos à corrosão e à fratura frágil ou prematura devido à presença de CO<sub>2</sub>, cloretos, H<sub>2</sub>S e enxofre livre. Estes componentes devem ser resistentes à degradação natural promovida pelo ambiente e não podem apresentar susceptibilidade à fragilização por Hidrogênio. Desta forma, a qualidade e a segurança das operações de exploração e produção de óleo, sob tais circunstâncias agressivas, dependem fundamentalmente das características do material (MCCOY et al. 2012; VILLELA 2012). Para muitas aplicações, o Inconel 718 substitui algumas ligas resistentes à corrosão, conhecidas como “CRA”, (do inglês *Corrosion Resistant Alloys*) (MCCOY et al. 2012).

Onyewuenyi citado por Santos (SANTOS 2009) destaca que pequenas alterações na composição química e parâmetros de tratamento térmico permitem projetar a liga Inconel 718 de acordo com as necessidades específicas do ambiente a qual esta será aplicada, tornando-se cada vez maior o interesse comercial pelas ligas de Inconel. A Figura 3.2 apresenta um esquema das instalações típicas de exploração de petróleo em alto mar (*offshore*).



**Figura 3.2** Esquema das instalações típicas do sistema de produção em águas profundas (Adaptado de PETRÓLEO E ENERGIA 2012).

De acordo com o artigo publicado pela revista petróleo e energia (PETRÓLEO E ENERGIA 2012), as indústrias de petróleo e gás buscam cada vez mais desenvolver meios de efetuar etapas básicas de processamento de hidrocarbonetos ainda no leito do mar, através do desenvolvimento de sistemas submarinos que permitam separar o óleo, gás, areia e água. Deste modo, o petróleo seria conduzido até as plataformas ou malhas submarinas de escoamento com menos resíduos. Com isso, desenvolver materiais que resistam às condições adversas, como às encontradas no leito do mar, é fundamental para garantir a segurança do processo de extração de petróleo e gás.

McCoy e colaboradores destacaram em suas pesquisas que as ligas de níquel endurecidas por envelhecimento apresentam, de uma maneira geral, um acréscimo de resistência aos mecanismos de fragilização do material, com a adição de certos elementos de liga, tais como Ni, Cr, Mo, W e Nb (MCCOY et al. 2012).

A resistência mecânica destas ligas depende, fundamentalmente, da precipitação de carbonetos e compostos intermetálicos durante os tratamentos térmicos, além do endurecimento por solução sólida na matriz. Considerações sobre os tratamentos térmicos desta liga estão descritos a seguir no item 3.4.

### 3.4 Tratamentos térmicos da liga Inconel 718

Os tratamentos térmicos são efetuados com o intuito de otimizar as propriedades mecânicas e metalúrgicas das superligas requeridas para as mais diversas aplicações.

O tratamento térmico se dá basicamente em duas etapas: solubilização e envelhecimento. A solubilização trata especificamente de pôr em solução sólida a maior parcela possível de elementos que estejam formando outras fases no material, ou seja, solubilizar segundas fases que apresentem efeitos deletérios na resistência mecânica e na resistência à corrosão e/ou homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento. Quando efetuada em temperaturas elevadas, a solubilização resulta no crescimento de grão do material e em maior dissolução de carbonetos. Adicionalmente, pode recrystalizar a estrutura forjada a fim de obter máxima ductilidade (ANTONIO et al. 1991, DONACHIE 2002, MEYERS 1982).

Voort destaca que a precipitação de partículas de segunda fase apresenta grande influência no aumento de resistência mecânica da liga Inconel 718 (VOORT 1985). O tratamento térmico de envelhecimento, geralmente realizado após a solubilização, é utilizado para propiciar a precipitação destas partículas (fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ ), cujo objetivo é promover um acréscimo de resistência mecânica. Contudo, outras fases podem precipitar durante o envelhecimento, além das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$  como, por exemplo, a fase delta ( $\delta$ ). A temperatura de envelhecimento influencia não somente o tipo de precipitado, mas também o tamanho e sua distribuição. (DONACHIE 2002, MEYERS 1982).

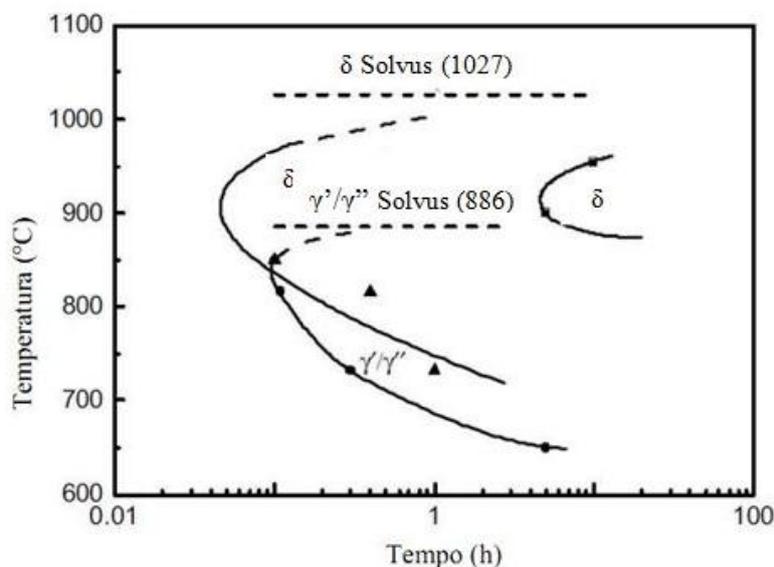
Antônio e colaboradores destacaram em suas pesquisas que o tratamento térmico de envelhecimento da liga Inconel 718 é efetuado em uma única etapa, pois proporciona ao material maior nível de tenacidade à fratura, em detrimento de uma menor resistência mecânica (ANTONIO et al 1991). Contudo, Donachie destacou que a realização de envelhecimento em duas etapas (duplo envelhecimento), além de controlar a precipitação das fases responsáveis pelos altos níveis de resistência mecânica desta liga, isto é, fase  $\gamma'$  e  $\gamma''$ , também atua sobre a morfologia dos carbonetos nos contornos de grão (DONACHIE 2002).

Como já visto a fase que possui maior responsabilidade por este aumento de resistência mecânica é a fase  $\gamma''$ . Outra fase que contribui para este aumento é a fase  $\gamma'$ ,

que coexiste com a fase  $\gamma''$ , mas tendo a fase  $\gamma'$  uma fração volumétrica inferior a  $\gamma''$  ela apresenta menor significância na resistência final da liga pós-tratamento térmico (COOLIER 1988).

Santos destacou que para se definir/controlar a precipitação das diversas fases presentes na microestrutura, sob as diferentes condições de processamento, podem ser utilizados os diagramas Transformação-Tempo-Temperatura (TTT), pois estes permitem prever quais as fases estarão presentes na liga pós-tratamento térmico (SANTOS 2009).

A Figura 3.3 apresenta o diagrama TTT da liga Inconel 718, identificando as fases formadas em função da temperatura e do tempo de transformação. Este diagrama foi obtido por XIE et al. a partir da análise de microestruturas e ensaios de dureza sendo as temperaturas solvus das fases  $\gamma'$ ,  $\gamma''$  e  $\delta$  obtidas através de cálculos termodinâmicos (XIE et al 2005).



**Figura 3.3** Diagrama TTT da liga Inconel 718 (Adaptado de XIE et al 2005).

Informações dos parâmetros do tratamento térmico como tempo, temperatura e taxas de resfriamento, dependerão das propriedades exigidas da aplicação da liga.

Nas aplicações da liga Inconel 718 na indústria de petróleo e gás não são requeridos os altos índices de resistência mecânica exigidos em aplicações

aeroespaciais. Neste caso, os tratamentos térmicos são utilizados para atender outros requisitos, como boa tenacidade, adequada resistência mecânica e à fragilização pelo Hidrogênio e resistência à corrosão sob tensão.

O tratamento térmico da liga Inconel 718 é normatizado para aplicações específicas. Para componentes submetidos a elevadas temperaturas de serviço, a especificação normativa que pode servir de diretriz para o tratamento térmico é a norma ASTM B637-12 (AMERICAM STANDARD TESTING AND MATERIALS 2012). Já para aplicações na indústria de óleo e gás, como é o caso deste trabalho, comumente emprega-se a norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009), tendo em vista as diferentes condições de serviço impostas à liga.

A especificação API 6A718-09 tem seus parâmetros de tratamentos térmicos voltados para a aplicação da liga na indústria de óleo e gás, onde fará parte de equipamentos que serão pressurizados ou componentes aplicados no controle da pressão de outros equipamentos. Esta norma preocupa-se também com o aspecto microestrutural do material, principalmente no que tange à quantidade e forma da fase delta ( $\delta$ ) presente na microestrutura, diferente da ASTM B637-12 que não leva em consideração este detalhe. A norma API 6A718-09 disponibiliza micrografias que permitem efetuar comparações qualitativas em relação à forma e o tamanho da fase  $\delta$  presente na liga. As recomendações desta norma, como as condições de tratamento térmico, assim como os procedimentos utilizados são mencionadas a seguir. Solubilização entre 1021 °C e 1052 °C com duração mínima de 1 hora e no máximo 2 horas e meia com posterior resfriamento ao ar, água, polímeros ou em óleo até a temperatura ambiente. O envelhecimento ocorre na faixa de temperaturas entre 774 °C e 802 °C durante 6 a 8 horas, com resfriamento ao ar ou em meio mais rápido, até a temperatura ambiente.

### 3.5 Principais fases presentes na liga Inconel 718

Para garantir as boas propriedades mecânicas e metalúrgicas destas ligas, tanto a composição química quanto a microestrutura do material exercem um papel fundamental.

Para adequar as microestruturas das superligas a base de níquel e garantir a resistência necessária para aplicações específicas são realizados tratamentos térmicos de solubilização, seguido de um ou mais estágios de envelhecimento. Através destes

processos pode-se controlar a fração, o tamanho, a morfologia e a distribuição dos precipitados, assim como estabilizar várias fases de carbonetos e controlar suas morfologias (ANTONIO et al. 1991).

A seguir, destacam-se as principais características das fases presentes na liga em estudo.

### 3.5.1 Fase gamma ( $\gamma$ )

Matriz austenítica com elevados teores de Fe e Cr que apresenta grande solubilidade para diversos elementos de liga. Esta fase pode ter sua resistência aumentada através dos mecanismos de endurecimento por solução sólida e por precipitação. A estrutura cúbica de faces centradas permite múltiplos sistemas de escorregamento, o que resulta em boa ductilidade e conformabilidade (GEDDES 2010, STOLOFF 1990).

### 3.5.2 Fase gamma prime ( $\gamma'$ )

Apresenta estrutura cristalina ordenada cúbica de faces centradas com possível estequiometria ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ). A morfologia desta fase apresenta-se na forma de partículas quase esféricas. É considerada uma das principais fases responsáveis pelo aumento da resistência mecânica em muitas superligas a base de níquel (DONACHIE 2002).

Várias pesquisas destacam que a fase  $\gamma'$  presente na liga Inconel 718, contribui para o aumento de resistência mecânica da liga, porém, em menor grau do que a fase  $\gamma''$ , a qual será destacada no Item 3.5.3. Quanto maior a fração volumétrica de precipitados  $\gamma'$ , menor a distância entre os precipitados na matriz  $\gamma$ , maior dificuldade de movimentação de discordâncias e, desta forma, maior a resistência mecânica da liga.

O acréscimo de resistência da liga pela precipitação de  $\gamma'$  é uma função do tamanho das partículas precipitadas, ou seja, quanto maior o tamanho das partículas, maior o acréscimo de dureza da liga. Porém, este acréscimo de resistência, está relacionado aos fatores como tempo e temperatura de envelhecimento e quantidade de elementos formadores da fase  $\gamma'$  presentes na liga como Al, Ti, Nb e Ta (STOLOFF 1990, DONACHIE 2002).

A fase  $\gamma'$  por ser metaestável pode transformar-se em outros precipitados desde que a liga estiver supersaturada em Ti, Nb ou Ta ou ainda se esta permanecer durante longos períodos em temperaturas superiores a 700 °C. A fase  $\gamma'$  rica em titânio (Ti) pode se transformar para a fase eta ( $\eta$ ) que apresenta fórmula estequiométrica  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ , e possui estrutura cristalina do tipo hexagonal compacta (HC). Da mesma forma, a fase  $\gamma'$  quando rica em Nb pode se transformar em fase delta ( $\delta$ ) cuja estequiometria é dada pela fórmula  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  e possui estrutura do tipo ortorrômbica.

Estas fases,  $\eta$  ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ) e  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), são fases deletérias às propriedades mecânicas e metalúrgicas do material e são formadas quando a fase  $\gamma'$  permanece durante longos períodos em temperatura acima de 700 °C, aproximadamente 60% da temperatura de fusão da liga (STOLOFF 1990, DONACHIE 2002).

É sabido que as melhores propriedades mecânicas e metalúrgicas das superligas podem ser alcançadas através de uma fina dispersão de precipitados da fase  $\gamma'$  coerentes com a matriz  $\gamma$ . Sabe-se também, que as características da dispersão de precipitados, podem ser controladas através das condições de resfriamento e do tratamento térmico de envelhecimento. Estudos comprovam que variações nas taxas de resfriamento estimulam alterações na morfologia, na composição química e na dispersão dos precipitados  $\gamma'$ , e como tal, influenciam fortemente as propriedades mecânicas (GROSDIDIER et al. 1998).

Devido a importante contribuição desta fase no acréscimo de resistência mecânica das ligas, os pesquisadores Hongyu e colaboradores (HOUNGYU et al. 2010), estudaram o comportamento dos precipitados  $\gamma'$  em superligas de base Ni sob diferentes taxas de resfriamento e temperaturas de envelhecimento. Em seus estudos foi demonstrado que quanto menor a taxa de resfriamento, durante a etapa de têmpera, maior o tamanho dos precipitados  $\gamma'$  após o tratamento térmico de envelhecimento, proporcionando, desta forma, maior resistência mecânica à liga. Este estudo vai ao encontro do que foi destacado anteriormente por Stoloff e Donachie, os quais destacaram que precipitados maiores favorecem na redução da mobilidade das discordâncias e, assim, maior será o acréscimo de resistência ao material (STOLOFF 1990, DONACHIE 2002).

### 3.5.3 Fase gamma double prime ( $\gamma''$ )

É uma fase metaestável que possui estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado, com uma morfologia de discos alongados orientados paralelamente aos planos cristalográficos da matriz (RESENDE 2009). Esta fase é produzida através da combinação do Ni com o nióbio (Nb), na presença do ferro (Fe), sendo a estequiometria final do composto, coerente com a matriz  $\gamma$ ,  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ .

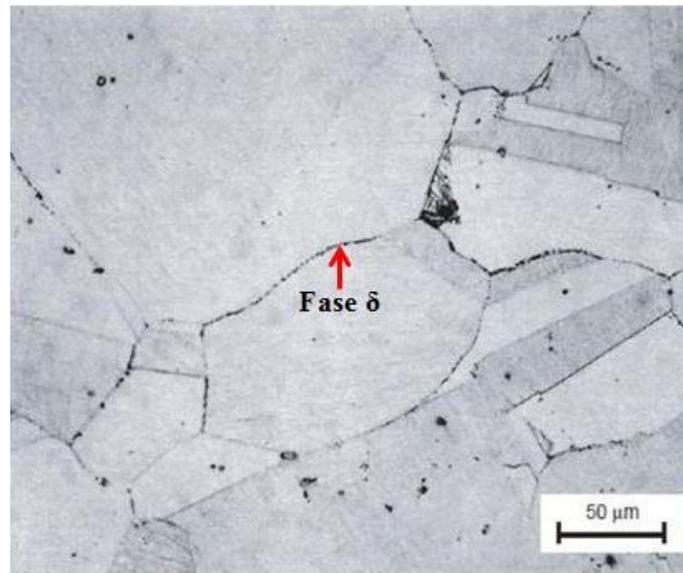
O composto intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  ( $\gamma''$ ) geralmente precipita simultaneamente com  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) e está presente somente em algumas ligas a base de Ni, como no Inconel 706 e 718, sendo de fato a principal responsável pelo aumento da resistência mecânica da liga dessa última liga. Essa fase garante elevada resistência na faixa que varia de baixas até temperaturas intermediárias, sendo instável em temperaturas acima de aproximadamente 650 °C (DONACHIE 2002, STOLOFF 1990). Quando a liga for mantida na faixa de temperaturas entre 650 °C e 900 °C, aproximadamente, a fase metaestável  $\gamma''$  se transforma na fase estável  $\delta$ , descrita no Item 3.5.4 (PING et al. 2007, AZADIAN et al. 2004, KUO et al. 2009).

### 3.5.4 Fase delta ( $\delta$ )

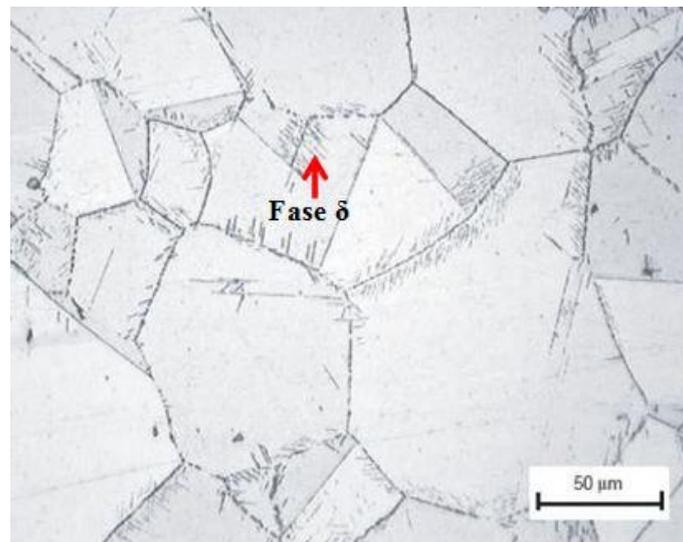
A fase  $\delta$  é um composto termodinamicamente estável de  $\gamma''$  que pode se formar durante processamento termomecânico, tratamento térmico ou em serviço. Apresenta estrutura cristalina ortorrômbica e estequiometria igual à fase metaestável  $\gamma''$ , isto é, ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) (MANKINS 1990).

A norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) especifica os requisitos de microestrutura exigidos para o Inconel 718 com aplicações na área de petróleo e gás. De acordo com esta norma, após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, a microestrutura deve estar livre de redes contínuas de partículas de segundas fases ao longo dos contornos de grão ou outras características microestruturais não usuais, exceto para grãos individuais e isolados, não representativos do volume da microestrutura. A presença de partículas de fase  $\delta$  isoladas e discretas ou carbonetos é considerado aceitável. Além disso, a microestrutura deve estar livre da fase  $\delta$  acicular em contorno de grão, exceto em grãos isolados e individuais.

A Figura 3.4 e 3.5 são imagens obtidas via microscopia ótica (MO), contidas na norma API citada acima, onde se observa alguns exemplos de microestruturas aceitáveis e inaceitáveis para componentes produzidos em Inconel 718 para aplicações na área de óleo e gás, respectivamente (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).



**Figura 3.4** Microestrutura aceitável com presença de fase  $\delta$  em grão isolado (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).



**Figura 3.5** Microestrutura inaceitável devido ao acentuado nível de fase  $\delta$  acicular (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

A seguir, serão destacados alguns estudos obtidos da literatura que descrevem a influência da fase  $\delta$  nas propriedades mecânicas em ligas de níquel.

Kuo et al. evidenciaram que a formação da fase  $\delta$  com morfologia acicular ocorre quando a liga Inconel 718 for exposta em temperaturas no intervalo de 650 °C e 980 °C. Os autores observaram, através de análises via EDS (*Energy Dispersive Spectrometry*), que a quantidade precipitada de fase  $\delta$  acicular aumenta quando a liga for submetida à longos períodos de envelhecimento. Constataram também, que a precipitação da fase  $\delta$  acicular provoca prejuízos às propriedades mecânicas da liga (KUO et al. 2009).

Esses efeitos deletérios fazem com que a fase  $\delta$  seja considerada indesejada. Contudo, estudos realizados por Santos (2009), ao avaliar o efeito do Hidrogênio nas propriedades mecânicas da liga Inconel 718 em diferentes condições de tratamento de envelhecimento, indicam que esta fase também pode ser benéfica por limitar o crescimento de grão austenítico durante tratamentos térmicos de solubilização.

Ning em seus estudos também destacou que a precipitação controlada de fase  $\delta$  nos contornos de grão pode ter efeitos benéficos sobre a tensão de ruptura, ductilidade e inibir a tendência de crescimento de grão austenítico em processos de forjamento (NING 2012).

Como destacado anteriormente, quando a fase metaestável  $\gamma''$  for exposta por longos períodos em torno de 650-980 °C, esta se transforma na fase estável  $\delta$  (PING et al. 2007, AZADIAN et al. 2004). Ambas as fases  $\gamma''$  e  $\delta$  apresentam o nióbio (Nb) como elemento base. A fase  $\gamma''$  é a principal responsável pelo aumento de resistência mecânica do Inconel 718. Desta maneira, quanto maior a quantidade de fase  $\delta$  presente na liga, menor será a quantidade de Nb disponível para a formação da fase  $\gamma''$ . Isso implica em menor contribuição da fase  $\gamma''$  no acréscimo de resistência mecânica à liga (KUO et al. 2009).

Lysyk desenvolveu diagramas triaxiais relacionando percentual de deformação, tempo e temperatura do tratamento térmico de envelhecimento, a fim de avaliar a quantidade de fase  $\delta$ , bem como a dureza do material. Para atingir tal objetivo, as amostras foram inicialmente solubilizadas a 1040 °C por 1 hora, posteriormente foram realizados ensaios de compressão a temperatura ambiente utilizando-se cinco níveis de

deformação distintos (0 %, 15 %, 30 %, 45 % e 60 %) referentes à altura dos corpos de prova e, em seguida, tratadas termicamente sob diferentes tempos e temperaturas de envelhecimento. Nestes experimentos, verificou-se que a presença de deformação prévia no material muda consideravelmente os parâmetros de envelhecimento, requerendo menores tempos de tratamento térmico para obter as mesmas propriedades de dureza e quantidade de fase  $\delta$ , observando inclusive que a máxima precipitação de fase  $\delta$  ocorre na temperatura de 900 °C (LYSYK 2009). Huang e Langdon (HUANG 2007) evidenciaram a mesma temperatura (900 °C) de máxima precipitação da fase  $\delta$ , confirmando o resultado obtido por Lysyk (LYSYK 2009).

Cai e coautores avaliaram a cinética de dissolução da fase delta e seus efeitos na susceptibilidade do Inconel 718 ao entalhe, em três temperaturas distintas, 980 °C, 1000 °C e 1020°C. Observaram que a quantidade de fase  $\delta$  diminuiu gradativamente durante o tratamento térmico nas temperaturas de 980 °C, 1000 °C e 1020 °C, sendo que essa fase foi completamente dissolvida na matriz  $\gamma$  quando mantido por mais de 2 horas a 1020 °C. A 980°C e 1000°C, ainda existia certa quantidade de fase  $\delta$  após ser exposta por mais de 6 horas nestas temperaturas, apresentando quantidades remanescentes de fase  $\delta$  na ordem de 3 % em peso e 0.6 % em peso, respectivamente. A razão fundamental do Inconel 718 apresentar ou não susceptibilidade ao entalhe está relacionada com a forma, distribuição e quantidade da fase  $\delta$  (CAI et al. 2007).

Uma vez que ambas as fases  $\delta$  e  $\gamma''$  apresentam o Nb como elemento base, a precipitação de fase  $\delta$  nos contornos de grão implica em menor precipitação de fase  $\gamma''$ , durante o tratamento de envelhecimento, acarretando na formação de uma zona empobrecida em  $\gamma''$  nestas áreas. Com isso, essas regiões apresentam uma considerável plasticidade, podendo atuar como uma microrregião plastificada, quando em elevadas temperaturas. Uma forma de aliviar a plasticidade nestes locais é através da precipitação controlada de certa quantidade de fase  $\delta$  globular no contorno de grão, levando a uma condição ótima de resistência à ruptura e ductilidade, aliviando parcialmente o efeito de concentração de tensões na microrregião plastificada (micro entalhe metalúrgico) (AZADIAN 2004).

### 3.5.5 Carbonetos

O carbono, cujo percentual está na faixa de 0.05-0.2 % C aproximadamente, reage com outros elementos ligados ao Ni para formar carbonetos primários MC. Os

principais tipos de carbonetos encontrados nas superligas de níquel são o MC,  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ , onde M é o elemento ou elementos formadores de carbonetos, tais como, Ti, Ta, Hf e Nb.

Os carbonetos mais frequentes presentes na liga Inconel 718 são os do tipo MC [(Nb, Ti)C] que, assim como os compostos intermetálicos, são os responsáveis pelo aumento de resistência destas ligas. Contudo, dependendo da morfologia destes carbonetos que se precipitam nos contornos de grão, podem-se observar efeitos nocivos à ductilidade e à tenacidade do material. Estes carbonetos apresentam estrutura cúbica e, normalmente, são considerados os compostos mais estáveis da natureza. Os carbonetos MC, denominados carbonetos primários, formados durante a solidificação da liga, decompõem-se durante os tratamentos térmicos de envelhecimento ou operação em alta temperatura para formar carbonetos secundários, tais como o  $M_{23}C_6$  e o  $M_6C$ , que se precipitam em contorno de grão (GAO 1997).

Os carbonetos presentes nas superligas exercem inúmeras funções. Os carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$ , quando presentes na forma de partículas discretas no contorno de grão, promovem efeitos significativos na resistência à fratura, através da inibição do mecanismo de deslizamento de contorno de grão. A presença de carbonetos do tipo  $M_6C$  pode atuar como obstáculos à movimentação de discordâncias. Estes são formados nos contornos de grão e podem servir como limitadores do crescimento de grão. Ainda, se formados com morfologia de Widmanstätten ao longo da interface do grão, esses carbonetos podem debilitar a ductilidade e promover fratura prematura (EZUGWU et al. 1999).

De um modo geral, os carbonetos proporcionam um acréscimo de resistência à matriz quando presentes de maneira intergranular e adicionam resistência a elevadas temperaturas, com a inibição o deslizamento nos contornos de grão. Por outro lado, os carbonetos podem funcionar como fontes de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga (DAVIS 1999, PATEL 2001).

Salientou-se que as ligas de níquel (diversos tipos de Inconel) possuem uma variada gama de aplicações, tais como nas indústrias aeroespacial, nuclear e em componentes empregados na indústria do petróleo. Esta versatilidade dos diversos tipos de Inconel é resultado das boas propriedades mecânicas e metalúrgicas destas ligas. Contudo, ao serem submetidas a ambientes quimicamente agressivos, como em

componentes aplicados na indústria de óleo e gás em águas profundas, podem ocorrer fenômenos de degradação/fragilização, como aquele causado pelo Hidrogênio, que será destacado no Item 3.6.

### 3.6 Fragilização pelo Hidrogênio

A fragilização de metais pela ação do Hidrogênio é um fenômeno amplamente conhecido, mas que infelizmente ainda não é muito bem compreendido (RAYMOND 1992). O ingresso de Hidrogênio nos metais pode ocorrer durante o processamento e a fabricação ou mesmo posteriormente em serviço. Quando em serviço, falhas ocasionadas pela ação do Hidrogênio podem ser induzidas em meios com características ácidas, geralmente na presença de H<sub>2</sub>S ou sob proteção catódica em potenciais muito negativos (GENTIL 2011).

Raymond destacou que as indústrias de processamento químico e petroquímico vêm se deparando com vários casos de falha relacionados com o Hidrogênio, onde na maioria das vezes, a ocorrência deste fenômeno é relacionada ao crescimento subcrítico de trincas provocado pelo Hidrogênio (RAYMOND 1992).

Algumas vezes, os termos “fragilização pelo Hidrogênio” e “corrosão sob tensão” têm sido utilizados na literatura de forma indistinta. A fragilização pelo Hidrogênio é causada pela absorção deste elemento que acaba por difundir na rede cristalina do metal, enquanto que para haver corrosão sob tensão deve ocorrer necessariamente a dissolução anódica para que este fenômeno se manifeste (LEITE 2009).

Fernandes destacou em suas pesquisas que a fragilização pelo Hidrogênio pode produzir a ruptura de um material metálico de maneira frágil, provocada pela ação combinada do Hidrogênio dissolvido no material e de uma tensão de tração, mesmo quando este está submetido a tensões bem inferiores à tensão de escoamento. Este fenômeno também pode se manifestar na ausência de tensões externas, através da presença de defeitos internos no material, tais como microtrincas e vazios que atuam como concentradores de tensões (FERNANDES 2010).

Na ausência de tensões externas, as tensões residuais provenientes de encruamento, de mudança de fase, ou de um resfriamento heterogêneo, em presença de Hidrogênio, podem provocar a ruptura do material (GEMELLI 2001).

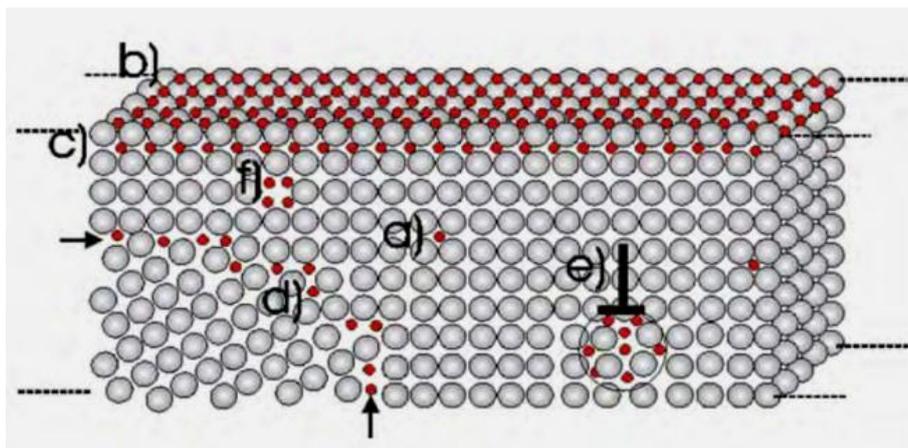
O grau de fragilização depende da quantidade de Hidrogênio envolvido, da habilidade deste Hidrogênio ser adsorvido na superfície metálica e da taxa de difusão deste elemento na estrutura cristalina do material. Esse processo depende fundamentalmente de três fatores: Fonte de Hidrogênio, o processo que envolve o transporte de Hidrogênio da fonte até o local onde ocorre a reação com o metal causando a fragilização e o próprio mecanismo de fragilização (ELIAZ et al. 2002).

O mecanismo dominante da fragilização pelo Hidrogênio pode variar conforme o material, propriedades mecânicas, tipos de carregamentos impostos e da concentração de Hidrogênio. Em geral, materiais cuja resistência mecânica é mais elevada são mais susceptíveis a este tipo de fragilização. O efeito da fragilização pode variar em função da composição química e microestrutura dos materiais, mesmo para aqueles de mesmo nível de resistência mecânica.

Com relação à concentração de Hidrogênio, além das características mecânico-metalúrgicas do material, deve-se considerar também o papel das tensões aplicadas, particularmente na região frente à ponta de trincas. O estado triaxial de tensões e a presença da zona plástica podem promover o acúmulo de Hidrogênio frente à ponta da trinca. Isto ocorre, pois o movimento das discordâncias associado à deformação plástica faz aumentar as taxas de difusão de Hidrogênio, concentrando mais Hidrogênio frente à ponta da trinca, favorecendo o fenômeno de fragilização (GENTIL 2011; DIAS 2009; ELIAZ et al. 2002).

### 3.6.1 Difusão e aprisionamento de Hidrogênio

O Hidrogênio difunde em materiais metálicos no estado atômico. Por possuir um pequeno raio atômico, este elemento é capaz de se difundir facilmente pela rede cristalina, mesmo em temperaturas relativamente baixas (GENTIL 2011). A Figura 3.6 é uma representação esquemática de defeitos no metal. Todas as imperfeições presentes na rede cristalina atuam como regiões favoráveis ao acúmulo de Hidrogênio (PUNDT 2006).



**Figura 3.6** Representação esquemática de defeitos no metal e aprisionamento de Hidrogênio atômico em baixas concentrações. (a) sítios ao longo da rede cristalina, (b) em sítios localizados na superfície, (c) em sítios subsuperficiais, (d) ao longo dos contornos de grão (e) em discordâncias (O símbolo  $\perp$  indica uma discordância do tipo cunha) e (f) em vacâncias (PUNDT 2006).

O Hidrogênio tem, em seu primeiro momento, a fase de adsorção na superfície do material seguida da absorção, que é a fase que pode ser associada à difusão; esta difusão pode ser explicada através da difusão via retículo cristalino do material, sendo que uma fração deste Hidrogênio pode ocupar uma posição intersticial de menor energia na estrutura cristalina (PROENÇA 1998).

Durante sua permeação por difusão, os átomos de Hidrogênio tendem a se concentrar em diversos tipos de imperfeições cristalinas, como por exemplo, em discordâncias e vacâncias, bem como em imperfeições na microestrutura, tais como contornos de grãos, interfaces de inclusões e de precipitados, e ainda em outras imperfeições que serão criadas pelo próprio Hidrogênio absorvido. Segundo Hadam e Zakroczymski, todos estes fatores, sejam defeitos microscópicos ou subestruturais, facilitam a difusão e acúmulo de Hidrogênio, resultando em uma deterioração das propriedades físicas e mecânicas do material em uma grande variedade de condições ambientais e de trabalho (HADAM 2009).

O Hidrogênio interage com a maioria dos metais por uma série de mecanismos. Os principais mecanismos de fragilização estão descritos no Item 3.6.2.

### 3.6.2 Mecanismos de fragilização pelo Hidrogênio

Até o momento, muitas teorias têm sido propostas para explicar o fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio. Franceschini (FRANCESCHINI 2011), citando Shehata et al. (SHEHATA et al. 2008), destacou que esta fragilização, ainda que seja de fundamental importância, não tem seu mecanismo inteiramente conhecido, sendo inclusive que nenhuma teoria proposta até então consegue descrever completamente todo o fenômeno de interação do Hidrogênio com o aço.

A seguir, destacam-se as principais teorias que descrevem o fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio, como a teoria das pressões internas, a decoesão interfacial acentuada pelo Hidrogênio (*hydrogen enhanced decoesion - HEDE*), a plasticidade local acentuada pelo Hidrogênio (*hydrogen enhanced local plasticity - HELP*) e a formação de hidretos.

A teoria das pressões internas se baseia na recombinação do Hidrogênio atômico para formar uma molécula de Hidrogênio ( $H_2$ ) no interior de defeitos presentes nos materiais, como vazios, trincas e inclusões não metálicas. A formação de Hidrogênio molecular dá origem a pressões internas elevadas ( $>10^5$  atm) que implicam em uma expansão da cavidade do defeito. Gingell (GINGELL 1997), citado por Dias (DIAS 2009), destaca que a pressão interna exercida pelas moléculas de Hidrogênio estimula a nucleação e desenvolvimento de microtrincas, mesmo sem uma tensão externa aplicada.

Da mesma forma, ao se referir à teoria da decoesão interfacial acentuada pelo Hidrogênio (HEDE), Dias e Gingell mencionam que o Hidrogênio diminui a força coesiva do metal devido à dilatação da rede cristalina, resultando em uma diminuição da energia para que ocorra a fratura. Isto implica que o Hidrogênio diminui a barreira de energia tanto dos contornos de grão quanto dos planos de clivagem. Pode-se dizer que o principal aspecto deste mecanismo é descrever o efeito do Hidrogênio na propagação e não na nucleação de trincas.

De fato, para ocorrer à propagação de trincas, uma tensão coesiva crítica deve ser excedida pela tensão externa aplicada, sendo que a magnitude da influência do Hidrogênio na redução dessa tensão coesiva é dependente da concentração deste elemento. Considera-se que a fratura iniciará na região de maior concentração de tensões em frente à ponta da trinca, já que essa concentração de tensões na verdade terá

o efeito de acumular mais Hidrogênio nesta região, resultando numa diminuição da resistência à fratura (DIAS 2009; GINGELL 1997).

A teoria da plasticidade local acentuada pelo Hidrogênio (HELP) assume que a interação entre o Hidrogênio e as discordâncias pode modificar a mobilidade destas. Uma hipótese sugere que o Hidrogênio restringe o movimento de discordâncias em frente à ponta da trinca devido ao efeito de ancoramento de discordâncias (atmosfera de Cottrell). A diminuição na mobilidade das discordâncias dificulta a deformação na ponta da trinca, favorecendo o seu crescimento, mesmo para menores níveis de tensão aplicada (GINGELL 1997).

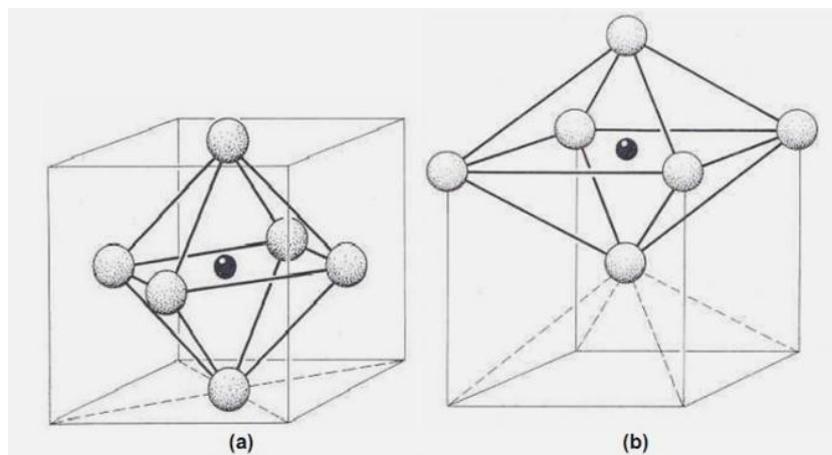
Outra hipótese supõe justamente o contrário, isto é, que a presença do Hidrogênio aumenta a mobilidade das discordâncias, nas proximidades da ponta da trinca, em planos cristalográficos preferenciais e, conseqüentemente, promovendo um “amolecimento” local (região frente à ponta da trinca). O mecanismo de fragilização, portanto, pode ser descrito como micro plasticidade localizada, onde a propagação de trincas se dá através de “fratura plástica”, resultado da redução localizada da resistência do material (GINGELL 1997).

O último mecanismo de fragilização consiste na formação de uma segunda fase no interior do metal. Esta forma de fragilização está relacionada à formação de hidretos metálicos. A concentração localizada de tensões no material, como é o caso da região frente à ponta da trinca, promove o aumento da concentração de Hidrogênio e também uma diminuição da energia livre de formação de hidreto. Assim, se for energeticamente favorável, pode ocorrer à precipitação de determinados hidretos nesta região. De um modo geral, a presença de hidretos metálicos no retículo cristalino pode provocar a fragilização do material. Esta fragilização pode ocorrer devido ao aumento do volume local no reticulado ou devido à diminuição da ductilidade do material pela presença de hidretos, ou ainda, por ambos os fenômenos (GINGELL 1997).

### 3.6.3 Interação Hidrogênio-Microestrutura

As superligas a base de Ni sofrem fragilização pelo Hidrogênio, mas em um menor grau do que os aços convencionais. Conforme citado por Glowacka e Swiatnicki, o efeito do Hidrogênio é função da estrutura do material. Na estrutura CFC, o Hidrogênio apresenta maior solubilidade, porém menor difusividade do que na estrutura

CCC (GLOWACKA 2003). A Figura 3.7 apresenta os sítios intersticiais octaédricos das estruturas cristalinas CFC e CCC, os quais atuam como “aprisionadores” de Hidrogênio (STROE 2006).



**Figura 3.7** Sítios intersticiais octaédricos das estruturas cristalinas (a) CFC e (b) CCC (STROE 2006).

Assim, as superligas de Ni, por serem formadas em sua grande maioria por uma matriz austenítica e uma fase CFC -  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ), apresentam menor difusividade e, conseqüentemente, menor tendência a fragilizar pela ação do Hidrogênio do que materiais tipicamente CCC, como aços comuns.

Da mesma forma, Park e colaboradores também salientaram que a estrutura do material tem relação direta com a difusão e aprisionamento de Hidrogênio (PARK et al. 2008). A introdução de defeitos na estrutura metálica cristalina, como por exemplo, discordâncias, vazios e partículas de segunda fase, promove o aprisionamento mais eficiente de átomos de Hidrogênio, resultando em um expressivo aumento de solubilidade e, conseqüentemente, um decréscimo da difusibilidade aparente (SANTOS 2009).

Nas ligas de Inconel deformadas, a presença do Hidrogênio em sítios da estrutura cristalina, favorece a nucleação e a propagação de microtrincas. Durante a propagação da trinca, o Hidrogênio pode ser transportado para a ponta da trinca, pela movimentação de discordâncias, e acelerar ainda mais o processo de fratura. Assim, a presença do Hidrogênio na matriz fragiliza o material, prejudicando a ductilidade da liga (LIU et al. 2005)

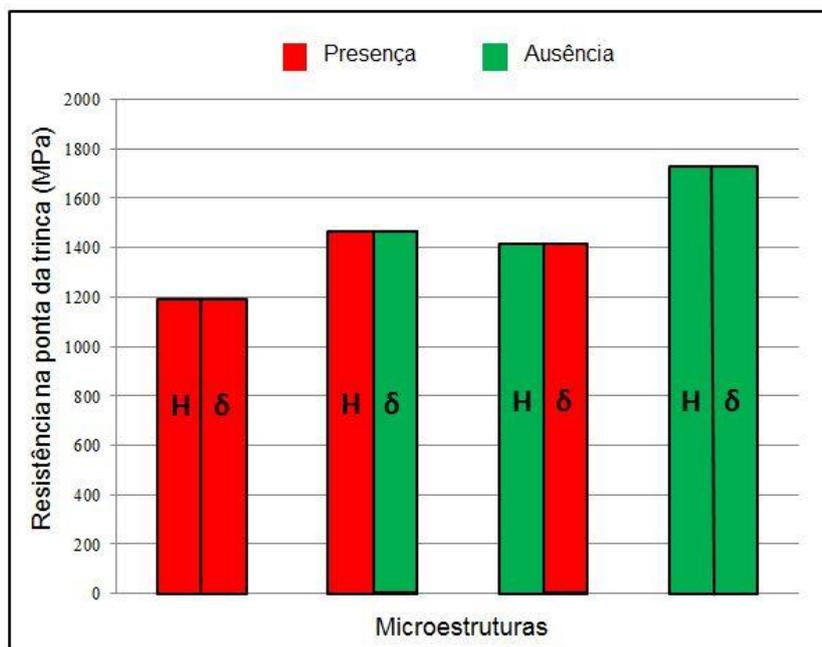
É sabido que as ligas de Inconel, empregadas na indústria do petróleo, são susceptíveis à fragilização pelo Hidrogênio, em virtude do meio agressivo a que são expostas. A liga Inconel 718, por exemplo, apresenta microestrutura complexa na condição solubilizada e envelhecida, estado na qual é normalmente utilizada. Nesta condição microestrutural, essa liga apresenta grande susceptibilidade à fragilização pelo Hidrogênio, o que pode resultar em redução da vida em serviço e falhas catastróficas.

Constata-se que tanto o Hidrogênio oriundo de fontes externas quanto o Hidrogênio interno, proveniente das etapas de fabricação da liga, podem gerar consideráveis reduções de ductilidade e alterar o modo de fratura, de dúctil (coalescência de microcavidades) para frágil (clivagem) (LIU et al. 2005). Pesquisas vêm sendo desenvolvidas no sentido de estudar o fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio em ligas de Inconel, contudo há poucas referências disponíveis que buscam relacionar a influência do Hidrogênio com a microestrutura do material. A maioria das pesquisas se concentra em avaliar o efeito do Hidrogênio nas propriedades mecânicas do material ou no modo de fratura devido à fragilização (FOURNIER et al. 1999; SANTOS 2009).

Liu et al. (LIU et al. 2005) avaliaram a influência da fase  $\delta$  e do Hidrogênio na fragilização da liga Inconel 718. Em suas pesquisas, observaram que existe uma relação entre a precipitação da fase  $\delta$  com o fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio. Os autores efetuaram ensaios de tração em amostras submetidas a diferentes condições de tratamento térmico gerando microestruturas distintas (com presença ou ausência de fase  $\delta$  carregada ou não com Hidrogênio). A partir destes ensaios foi possível obter uma medida da susceptibilidade à fragilização (resistência na ponta da trinca). Os autores utilizaram como parâmetro de medida, a perda de resistência do material incentivada pelo carregamento com Hidrogênio.

Verifica-se que a dissolução da fase  $\delta$  motiva um acréscimo na resistência à fragilização pelo Hidrogênio. Segundo os pesquisadores, este efeito tem origem no fato de a fase  $\delta$  ser incoerente com a matriz e tende a se precipitar nos contornos de grão. Quando a amostra é tensionada a interface entre a fase  $\delta$  e a matriz é fortemente deformada, favorecendo o acúmulo de Hidrogênio nesta interface. Microtrincas podem se formar nestes sítios sobtensão acelerando o processo de fratura (LIU et al. 2005). A

Figura 3.8 apresenta relaciona diferentes microestruturas versus resistência na ponta da trinca.



**Figura 3.8 Efeito do Hidrogênio e da fase  $\delta$  na resistência à fragilização do Inconel 718 (Adaptado de LIU et al. 2005 e SANTOS 2009).**

Em outro estudo, Liu e colaboradores investigaram a relação entre a precipitação da fase  $\gamma''$  na susceptibilidade à fragilização pelo Hidrogênio do Inconel 718, através de ensaios de tração efetuados na temperatura ambiente. Neste estudo, as amostras foram tratadas termicamente utilizando-se diferentes parâmetros de tratamento térmico, de forma a se obter condições distintas de precipitação da fase  $\gamma''$  sendo posteriormente carregadas ou não com Hidrogênio.

Os pesquisadores observaram que tanto  $\delta$  como  $\gamma''$  podem aumentar a susceptibilidade à fragilização pelo Hidrogênio. Vale ressaltar, que  $\gamma''$  é considerada a principal fase responsável pelo acréscimo de resistência mecânica do Inconel 718. Destaca-se também que os materiais de elevada resistência mecânica geralmente são mais susceptíveis à fragilização pelo Hidrogênio. Segundo os autores, pode-se relacionar a susceptibilidade à fragilização pelo Hidrogênio com a fração em volume da fase  $\gamma''$ , pois as partículas dessa fase se apresentam homogeneamente distribuídas e coerentes com a matriz, independente de seu tamanho ou fração em volume (LIU et al. 2005).

### 3.6.4 Fragilização pelo Hidrogênio associada à proteção catódica

Componentes e estruturas metálicas empregados na indústria do petróleo, em ambientes marinhos, geralmente, são protegidos contra a corrosão através do método de proteção catódica. Para isso, dois sistemas são utilizados: a proteção catódica galvânica ou por ânodos de sacrifício e a proteção catódica por corrente impressa ou forçada, ambos baseados no mesmo princípio de funcionamento.

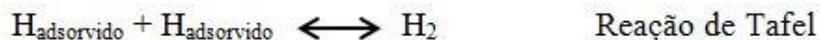
O princípio do método baseia-se em transformar o componente ou estrutura a proteger em um cátodo de uma célula eletroquímica, através de uma polarização catódica, ou seja, injeção de corrente elétrica na estrutura através do eletrólito. Através da proteção catódica, ocorre a formação de Hidrogênio atômico. Este processo pode ser considerado como uma fonte geradora de Hidrogênio. A reação de formação de Hidrogênio é cada vez mais dominante para valores de potenciais mais negativos.

Quando o material é submetido à proteção catódica, os cátions de Hidrogênio hidratados em solução ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) são transportados por difusão/migração em direção ao cátodo (componente a ser protegido). Na superfície do metal protegido, os cátions de Hidrogênio são submetidos à redução, transformando-se em Hidrogênio atômico (H), constituindo a reação de proteção catódica. A redução dos íons Hidrogênio pode ocorrer através de dois mecanismos distintos, dependendo da natureza do metal: Reações de Volmer-Tafel ou reações de Volmer-Heyrovsky.

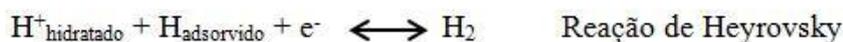
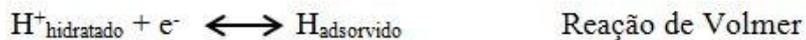
O Hidrogênio atômico formado na reação catódica pode recombinar-se e formar Hidrogênio molecular ( $\text{H}_2$ ), deixando a superfície metálica, enquanto que a quantidade de remanescente de Hidrogênio fica adsorvida na superfície do material. A evolução de Hidrogênio para a superfície do material proporciona condições para que o Hidrogênio difunda para dentro do material favorecendo os fenômenos de fragilização pelo Hidrogênio (STROE 2006; DIAS 2009).

A severidade da fragilização pelo Hidrogênio depende da quantidade de Hidrogênio envolvido, da habilidade deste hidrogênio ser absorvido na superfície do metal e da taxa de difusão deste elemento na estrutura cristalina do material (GENTIL 2011).

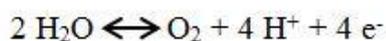
#### Mecanismo de Volmer-Tafel



#### Mecanismo de Volmer-Heyrovsky



Na reação anódica do processo de proteção catódica em água do mar, conforme apresentada a seguir, ocorre uma gradual redução do pH da solução, devido à acidificação promovida pela decomposição da água, conforme mostra a reação a seguir.



Raymond destacou que ao contrário das muitas formas de corrosão existentes, a fragilização pelo Hidrogênio geralmente ocorre em regiões do componente onde não há corrosão ou em regiões protegidas da corrosão, como ocorre em aços sob proteção catódica. Isso ocorre, pois a corrosão geralmente ocorre em regiões anódicas enquanto que o Hidrogênio atômico é gerado na superfície do aço nas regiões catódicas, devido à dissociação da água, podendo-se então relacionar o fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio com a difusão desse elemento para o interior do metal (RAYMOND 1992).

Fournier et al. investigaram a susceptibilidade do Inconel à fragilização pelo Hidrogênio na temperatura ambiente. Em seus estudos, amostras deste material, previamente carregadas com Hidrogênio, foram submetidas a ensaios de tração com três taxas de deformação distintas, isto é,  $5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ,  $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  e  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Os ensaios sugerem que a fragilização pelo Hidrogênio está relacionada com a segregação e transporte de Hidrogênio através das discordâncias, sendo esta fragilidade caracterizada através da mudança nos modos de fratura de dúctil para frágil. Observou-se que para menores taxas de deformação, tal como  $5 \times 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ , os fenômenos de fragilização são mais acentuados, enquanto que para maiores taxas de deformação, na ordem de  $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , a mobilidade das discordâncias é consideravelmente elevada para promover a segregação de Hidrogênio e, neste caso, não se observou o fenômeno de fragilização (FOURNIER et al. 1999).

A Seção 3.7 visa descrever brevemente os objetivos da mecânica da fratura e alguns conceitos empregados no desenvolvimento deste trabalho.

### 3.7 Mecânica da Fratura e Ensaio de Tenacidade a Fratura

A mecânica da fratura é baseada no princípio de que todos os materiais contêm defeitos, na forma de trincas, porosidades ou inclusões. Estes defeitos favorecem uma elevada concentração de tensões nas suas proximidades, os quais frequentemente são responsáveis pela diminuição da resistência mecânica dos materiais (GDOUTOS 2005).

A presença intrínseca de defeitos e imperfeições nos materiais e a consequente necessidade de se avaliar o efeito destes sobre a integridade mecânica de estruturas de engenharia estimulou o surgimento da mecânica da fratura. Os conceitos da Mecânica da Fratura provaram ser adequados para a predição das condições de falhas de estruturas e foram divididos em duas abordagens, ou seja, a regida pelo comportamento linear-elástico (MFLE) e a regida pelo comportamento elasto-plástico (MFEP).

A MFLE deve ser empregada em casos em que a fratura ocorre sem envolver extensa deformação plástica. No momento em que a quantidade de deformação plástica se torna expressiva, a abordagem da MFLE perde sua aplicação, sendo necessária a utilização de novos modelos que caracterizam a interação entre a fratura e a plasticidade, passando a ser empregada a abordagem da MFEP (ANDERSON 2005).

Nos projetos de engenharia convencionais, os materiais são avaliados em função de suas propriedades mecânicas, onde a resistência do material deve ser superior à tensão aplicada nos componentes. Nestes casos, o critério de falha baseia-se na resistência, no escoamento do material e nas tensões aplicadas ao componente. Essa abordagem é adequada para muitas estruturas de engenharia, mas insuficiente quando na presença de defeitos (ANDERSON 2005).

Gdoutos destacou que existem dois fatores-chaves que impulsionaram o desenvolvimento da mecânica da fratura: o tamanho do defeito e a inadequação do critério de falha convencional. O primeiro pode ser explicado pelo fato de que a resistência do material, medida a partir de corpos de prova laboratoriais com defeitos prévios, é muitas vezes menor do que aquela prevista a partir de cálculos de engenharia. O segundo fator questiona o fato de o critério de falha convencional não explicar as falhas

ocorridas em níveis de tensões nominais consideravelmente menores do que resistência máxima do material (GDOUTOS 2005).

Anderson, bem como Gdoutos, também alertou a importância do tamanho do defeito para o critério de falha na abordagem da mecânica da fratura. O autor destaca que o tamanho do defeito surge como variável adicional e a principal propriedade mecânica do material passa a ser a tenacidade à fratura (ANDERSON 2005). A Figura 3.9 apresenta uma comparação entre as considerações tradicionais de resistência dos materiais e aquelas da mecânica da fratura, salientando a importante influência da tenacidade do material.



**Figura 3.9** Comparação entre as considerações tradicionais de resistência dos materiais (a) e as considerações da mecânica da fratura (b) (Adaptado de ANDERSON 2005).

A fim de avaliar a tenacidade à fratura dos materiais, são realizados ensaios com o intuito de medir a resistência do material à propagação de trincas. O comportamento dos materiais metálicos durante os ensaios de tenacidade à fratura pode ser descrito através de três aspectos: modos de fratura, comportamento da resistência e deformação do material e os efeitos da restrição da geometria dos corpos de prova. Em geral, o comportamento em deformação do material determina qual parâmetro de fratura deve ser utilizado para descrever a tenacidade à fratura do material. Estes parâmetros são o fator de intensidade de tensão ( $K$ ), integral  $J$  ou *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) (ZHU 2012).

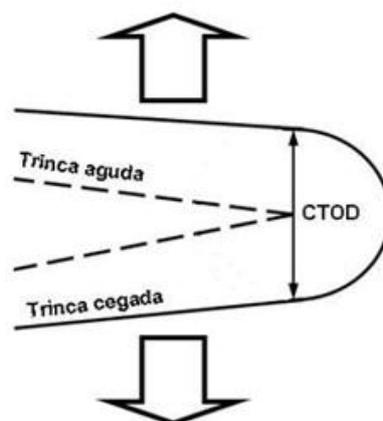
O parâmetro  $K$  é uma constante que caracteriza as condições de tensões na ponta da trinca do material no regime linear elástico, sendo este parâmetro aplicado na

avaliação da tenacidade de materiais que apresentam maior resistência mecânica e que apresentem fratura no regime linear-elástico ou com pequenas quantidades de deformação plástica.

Já os parâmetros CTOD e integral J são empregados na determinação da tenacidade à fratura de materiais que exibem grande tenacidade e a fratura se dá no regime elasto-plástico. O conhecimento dos valores de tenacidade à fratura na maioria das vezes é suficiente para descrever o comportamento do material na presença de defeitos quando submetido às solicitações mecânicas (ANDERSON 2005). A avaliação do comportamento à fratura apresentado pelos materiais no regime elasto-plástico é de grande relevância, visto que se trata do regime na qual normalmente acompanha a maioria das aplicações estruturais envolvendo aços de média e baixa resistência mecânica.

Assim, o desenvolvimento do método de medida da abertura da ponta da trinca CTOD se apresenta como um método consagrado para diversas aplicações práticas. O ensaio CTOD apresenta como benefício principal a possibilidade de poder ser aplicado tanto em materiais de elevada resistência mecânica, onde predomina os conceitos da MFLE, quanto em materiais dúcteis, onde se tem condições elasto-plásticas (MFEP).

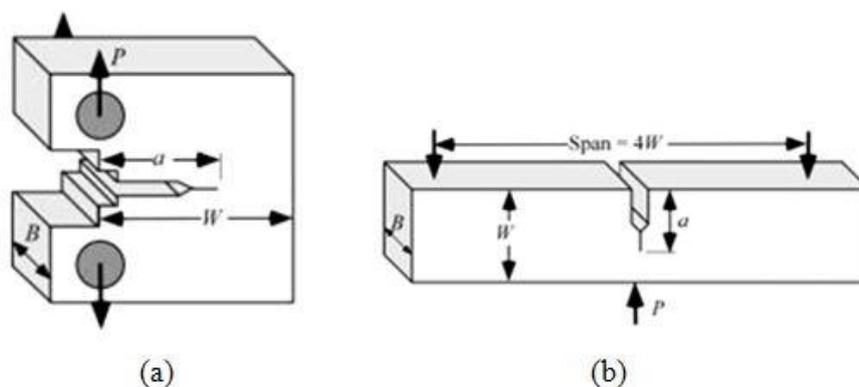
Anderson citou que a deformação plástica à frente da trinca provocava um embotamento (arredondamento) na ponta da trinca, previamente aguda. Esta deformação é denominada de zona plástica na ponta da trinca, fenômeno conhecido como “*blunting*” (embotamento). Esse fato produzia um afastamento das faces da trinca antes da propagação instável e da fratura do material. Este afastamento define o valor do CTOD, conforme ilustrado na Figura 3.10. Quando o valor de CTOD for igual ao do CTOD crítico, que corresponde à abertura crítica da trinca tem-se o valor da tenacidade à fratura do material (ANDERSON 2005).



**Figura 3.10** Representação esquemática do afastamento das faces da trinca ( $\delta$ ) antes que ocorra a sua propagação. (Adaptado de ANDERSON 2005).

O valor de CTOD crítico pode ser tratado como uma característica da região à frente da trinca para um dado material analisado. Quanto maior a tenacidade do material, maior será a sua capacidade de deslocar uma face da outra sem que ocorra a propagação da trinca (FRANCESQUINI 2011).

Os testes laboratoriais rotineiramente utilizam espécimes padronizados do tipo C(T) e flexão em três pontos SE(B) na avaliação da tenacidade à fratura dos materiais. A Figura 3.11 ilustra as principais geometrias de corpos de prova comumente empregadas nestes experimentos.



**Figura 3.11** Principais geometrias de corpos de prova: (a) corpo de prova compacto de tração, (b) corpo de prova submetido à flexão em três pontos SE(B) (Adaptado de ANDERSON 2005).

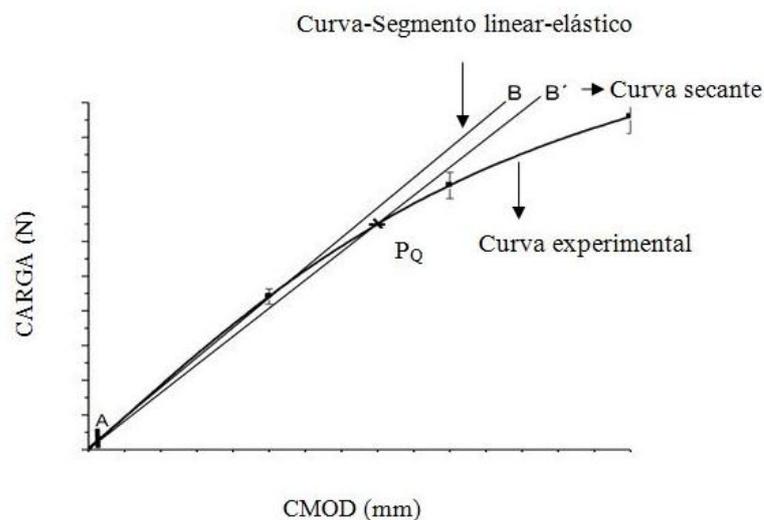
Assim, a aplicação dos conceitos da mecânica da fratura, está cada vez mais presente no desenvolvimento e manutenção de estruturas e componentes de engenharia. Através de ensaios de tenacidade à fratura, é possível obter dados quantitativos de tenacidade à fratura do material, os quais possibilitam selecionar materiais, projetar componentes, determinar tamanhos críticos de defeitos e avaliar o nível de segurança de sistemas industriais com a presença de descontinuidades.

### 3.7.1 Seleção dos parâmetros de avaliação da tenacidade à fratura

A norma britânica BS 7448:1-91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991) e a norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008) estabelecem as condições para a avaliação da tenacidade à fratura.

A partir da avaliação da tenacidade à fratura em ambiente agressivo, realizados neste estudo, é possível avaliar se os valores de “K” associados ao meio agressivo seguem os requisitos estabelecidos pelas normas, para a combinação específica de material, meio agressivo e geometria dos corpos de prova.

Assim, para verificar se o “K” associado à fratura corresponde ao  $K_{IC}$  do material, deve-se inicialmente determinar o valor de  $P_Q$ , cujo método para sua obtenção está apresentado na Figura 3.12.  $P_Q$  é determinado através da construção de uma curva secante (curva AB’), no qual o coeficiente angular (inclinação da curva) é 5% menor do que o segmento linear elástico da curva experimental (carga x deslocamento da abertura da boca da trinca-CMOD), relativa ao ensaio de tenacidade à fratura. Desta forma, se todos os valores de carga da curva secante forem inferiores aos da curva experimental, no segmento que precede o ponto de intersecção entre as curvas (experimental e secante), então o ponto de intersecção entre estas duas curvas será o valor  $P_Q$ .



**Figura 3.12 Procedimento para obter o valor  $P_Q$  (Adaptado de SOUSA 2009).**

Considerando-se as dimensões dos corpos de prova SE(B) empregado nos experimentos e a carga aplicada em cada incremento de carregamento é possível determinar o valor do fator de intensidade de tensões ( $K$ ), através da equação (1) destacada pela norma ASTM E1820-11 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2011). Nesta equação, “ $P$ ” corresponde à carga aplicada, “ $B$ ” à espessura do corpo de prova “ $W$ ” à largura do corpo de prova e “ $a$ ” corresponde ao comprimento da trinca.

$$K = \frac{4P}{B(W)^{1/2}} f(a/W) \quad (1)$$

Com a ruptura dos corpos de prova, busca-se o valor da carga máxima suportada pelos mesmos ( $P_{m\acute{a}x}$ ). Assim, após obter os dados de  $P_{m\acute{a}x}$  e  $P_Q$ , calcula-se a razão entre estes valores ( $P_{m\acute{a}x}/P_Q$ ). Se o valor resultante for menor que 1.10, é possível determinar o valor de  $K_Q$  (valor provisório de  $K_{IC}$ ).

Para obter-se um valor válido de  $K_{IC}$  deve-se respeitar a relação apresentada na Equação (2). Se o valor obtido da Equação (2) for menor ou igual que a espessura do corpo de prova ( $B$ ), que o comprimento de trinca ( $a_0$ ) e do ligamento remanescente do corpo de prova ( $W-a_0$ ), o “ $K$ ” associado à fratura do corpo de prova no meio agressivo menos o valor de  $1 \text{ MPa}\sqrt{m}$  pode ser considerado como o valor de  $K_{IEAC}$  do material.

Isto porque à norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008) estabelece como valor de  $K_{IEAC}$  o valor do fator de intensidade de tensões em que não houve fratura do corpo de prova no meio agressivo.

$$B, a_0, W-a_0 \geq 2,5 * \left( \frac{K_Q}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (2)$$

Por outro lado, se  $P_{m\acute{a}x}/P_Q$  exceder 1,10, a tenacidade à fratura do material não pode ser avaliada em termos do fator de intensidade de tensões ( $K_{IC}$ ), pois não atende os requisitos da Mecânica da Fratura Linear-Elastica (MFLE), mas sim através da técnica CTOD, onde passa a valer os conceitos da Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP).

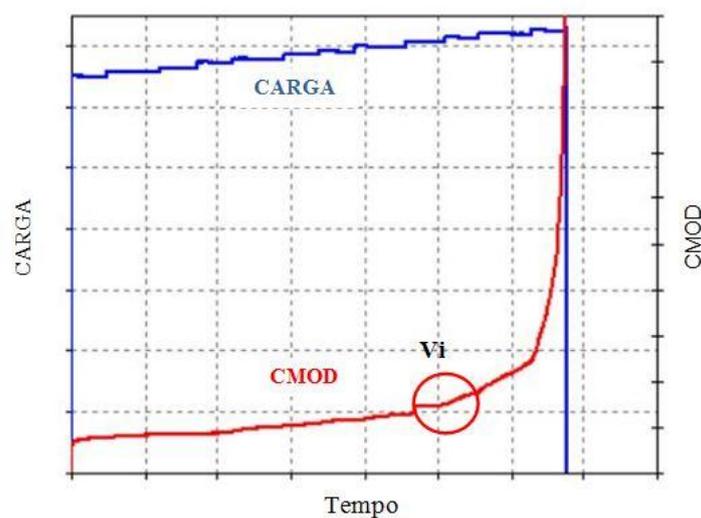
Portanto, através de ensaios efetuados em ambiente agressivo, é possível verificar a validade do fator de intensidade de tensões crítico ( $K_{IEAC}$ ), como medida da tenacidade à fratura, abaixo do qual não ocorre crescimento subcrítico de trinca do material. Além disso, podem-se determinar os valores críticos de abertura da trinca (CTOD), correspondentes ao início de propagação estável da trinca (CTOD iniciação) e de propagação instável da trinca (CTOD carga máxima), também conhecido por CTOD<sub>EAC</sub>, promovendo assim uma avaliação da tenacidade à fratura nas condições e no ambiente de estudo.

Tanto nos ensaios efetuados ao ar quanto em meio agressivo pode-se utilizar a Equação (3) para determinar o valor do CTOD ( $\delta$ ). O valor de  $\delta$  é calculado através de duas componentes, uma elástica ( $C_{el}$ ) e outra plástica ( $C_{pl}$ ), ( $\delta = C_{el} + C_{pl}$ ), com base na norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).

A Equação (3) leva em consideração os dados do material, tais como módulo de elasticidade ( $E$ ), tensão de escoamento ( $\sigma_{YS}$ ), além dos dados geométricos dos corpos de prova. Esta equação é uma relação geométrica em função da abertura da boca da trinca ou entalhe ( $V$ ) do corpo de prova, durante o ensaio de tenacidade à fratura. Esta abertura é medida através de um extensômetro (*clip gage*) acoplado junto às arestas do entalhe do corpo de prova.

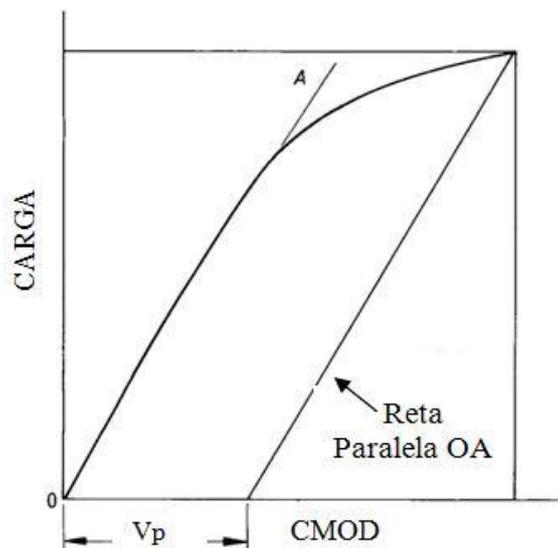
$$\delta = \frac{(1-\nu^2)K^2}{2\sigma_{YS}E} + \frac{0.4(W-a_0)(V)}{0.4W+0.6a_0+z} \quad (3)$$

O valor de abertura da boca da trinca, para a determinação do CTOD de iniciação, pode ser obtido a partir da curva Carga e CMOD (*crack mouth opening displacement*) versus Tempo, com base na metodologia de Johnsen (JOHNSEN et al. 2009). Esta curva permite observar o acréscimo do valor de CMOD durante o ensaio, em cada etapa do carregamento, até a ocorrência da fratura do corpo de prova. No momento em que o carregamento do corpo de prova provocar um crescimento acentuado do CMOD (ou seja, mudança de inclinação da curva do CMOD), obtém-se o valor de “Vi”, que corresponde ao início da propagação estável da trinca. A Figura 3.13 ilustra o procedimento para a determinação do Vi.



**Figura 3.13** Procedimento para determinação de “Vi” (Adaptado de JOHNSEN et al. 2009).

O valor de abertura da boca da trinca, utilizado na determinação do CTOD de carga máxima ( $V_p$ ) é obtido traçando-se uma reta paralela ao regime linear elástico da curva Carga versus CMOD. A Figura 3.14 ilustra o procedimento para determinar o valor de  $V_p$ , com base na norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).



**Figura 3.14 Procedimento para determinar o valor de  $V_p$  (Adaptado de BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).**

A Seção 3.8 apresenta alguns conceitos do fenômeno de fratura assistida pelo ambiente, fundamentais para o entendimento deste trabalho. Conforme Fernandes (2010), o ambiente ou meio de trabalho podem deteriorar as propriedades mecânicas do material e incentivar ruptura do material de maneira frágil e catastrófica.

### 3.8 Fratura assistida pelo ambiente

O fenômeno de fratura assistida pelo ambiente é um processo no qual os materiais apresentam susceptibilidade à fratura devido à ação conjugada de esforços mecânicos e de meios agressivos os quais, isoladamente, não provocariam a falha do componente. Uma característica marcante deste processo de fratura é a dependência do tempo para que ocorra este fenômeno. Convém ressaltar que as tensões envolvidas podem ser oriundas dos tratamentos térmicos ou do processo de fabricação (tensões residuais), ou também das tensões decorrentes de carregamentos em serviço.

A susceptibilidade de uma determinada liga frente a um meio agressivo parece estar associada às condições eletroquímicas ou diretamente da ação de elementos deletérios, principalmente o Hidrogênio. Em particular, para os aços de altíssima resistência mecânica, este fenômeno assume proporções alarmantes. Assim, caracterizar o comportamento mecânico dos materiais que venham a operar sob condições adversas

é imprescindível não somente para o desenvolvimento e seleção de materiais, mas também para o projeto de peças e estruturas reais (STROHAECKER 1989).

Embora a corrosão eletroquímica (dissolução anódica) pode provocar fratura prematura dos materiais sob condições de carregamento mecânico, como no fenômeno da corrosão sob tensão, este trabalho será focado no efeito do Hidrogênio sobre o comportamento em fratura da liga Inconel 718.

Desta forma, para a avaliação dos danos provocados pelo fenômeno de fragilização pelo Hidrogênio, são realizados alguns ensaios mecânicos que levam em consideração tensões externas ou mesmo residuais. Os métodos de ensaio tradicionais foram sofrendo adaptações de modo a incorporar os conceitos da mecânica da fratura. Assim, vários tipos de danos causados pela ação do Hidrogênio estão sendo classificados em termos de nucleação e crescimento de trincas, bem como do fator de intensidade de tensões crítico (RAYMOND 1992).

No que diz respeito à fratura assistida pelo ambiente, o parâmetro  $K_{IEAC}$  representa o fator de intensidade de tensões crítico abaixo do qual não ocorre o crescimento subcrítico de trinca no material no ambiente avaliado. Duas técnicas frequentemente empregadas na obtenção dos valores de  $K_{IEAC}$  são os ensaios de carregamento constante e de deslocamento constante. Ainda que estes ensaios tenham sido extensivamente estudados no passado, requerem longos tempos de ensaio para obter os valores de  $K_{IEAC}$  (FERNANDES 1996).

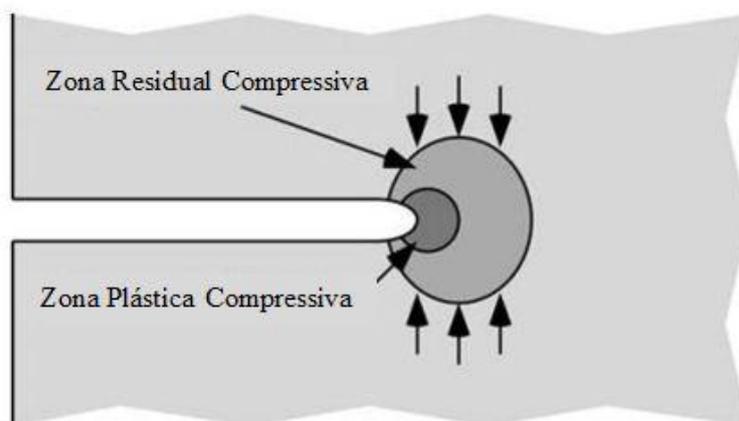
Para superar estas limitações, utiliza-se a técnica *step loading* com incremento de carregamento. Este método de ensaio foi desenvolvido como uma técnica acelerada para a determinação dos valores de  $K_{IEAC}$ . A partir desta técnica, torna-se possível medir quantitativamente os parâmetros de tenacidade à fratura dos materiais considerando-se os efeitos da exposição do material em determinados ambientes (AMERICAN STANDARD TESTING AND MATERIALS 2009).

### 3.9 Influência da aplicação da Sobrecarga Mecânica

Diversos estudos encontrados na literatura relacionados com a aplicação de sobrecargas mecânicas nos materiais dizem respeito ao retardo do crescimento de trincas. Nesta tendência de pesquisa, Lundström estudou o efeito da aplicação de

sobrecargas à frente da ponta da trinca, visando promover maior vida em fadiga ao componente (LUNDSTRÖM 2012).

Ao se aplicar uma sobrecarga em um componente contendo trincas prévias ocorre a formação de uma maior zona plástica à frente da ponta da trinca do que a gerada pelo carregamento usual. Durante o descarregamento, nas proximidades desta zona plástica, um material que se encontra no regime linear-elástico, ao regressar para a sua posição original resulta em tensões residuais compressivas que tendem a fechar a trinca. Deste modo, a trinca irá propagar-se mais lentamente no interior desta zona residual compressiva, prolongando a vida do componente em serviço. Por fim, quando a trinca ultrapassar a região sob tensões residuais compressivas, a taxa de crescimento de trinca retorna a um valor considerado “normal” para aquele material em um determinado meio sob um fator de intensidade de tensões específico (GDOUTOS 2005). O efeito gerado pela aplicação da sobrecarga pode ser observado esquematicamente na Figura 3.15.



**Figura 3.15** Representação esquemática da zona plástica à frente da ponta da trinca (Adaptado de ANDERSON 2005).

Na indústria, muitos componentes produzidos com Inconel passam por ciclos de tratamentos térmicos e etapas de conformação mecânica durante a sua fabricação, tais como: tratamentos térmicos de solubilização para homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento. Esta etapa também pode ser efetuada para recristalizar a estrutura a fim de obter máxima ductilidade e facilitar as etapas de conformação do material. Após a solubilização, o material pode ser submetido à

conformação mecânica (originando acentuada deformação plástica), sendo então realizado o envelhecimento do material, para garantir a resistência mecânica adequada às aplicações específicas do material.

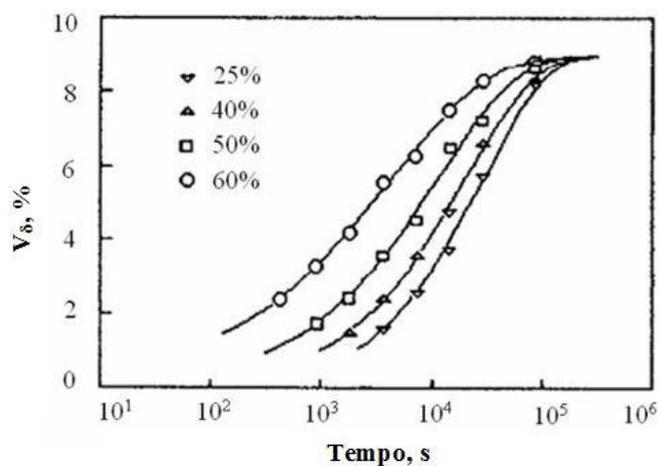
No entanto, neste trabalho, o intuito de aplicar a sobrecarga não visa aumentar a vida em fadiga do componente, mas sim gerar significativa deformação plástica (acentuada plastificação), visando avaliar sua influência na cinética de precipitação de fases deletérias na microestrutura (fase  $\delta$ ), durante o tratamento térmico de envelhecimento do material.

Existem alguns poucos trabalhos publicados na literatura levando em consideração a precipitação da fase  $\delta$  em amostras solubilizadas, submetidas a trabalho mecânico a frio, sendo posteriormente envelhecidas. Os pesquisadores constataram que a cinética de precipitação da fase  $\delta$  pode ser facilitada quando as amostras solubilizadas são submetidas à deformação a frio, seguida de tratamentos térmicos de envelhecimento. A seguir, destacam-se pesquisas relacionadas com a precipitação da fase  $\delta$  na microestrutura da liga Inconel 718.

Singh e colaboradores (SINGH et al.1991) constataram que a precipitação de fase  $\delta$  é facilitada quando as amostras são submetidas a uma deformação a frio, prévia ao tratamento térmico de envelhecimento e que quanto maior a deformação aplicada maior é a fração volumétrica de precipitados. Os autores sugerem como explicação para esta tendência a possibilidade das bandas de deformação e/ou maclas de deformação funcionarem como sítios “adicionais”, além dos tradicionais contornos de grão, de precipitação da fase  $\delta$ .

Liu e colaboradores (LIU et al. 1997) investigaram a precipitação de fase  $\delta$  em amostras deformadas a frio em compressão axial para reduções de altura de 25, 40, 50 e 65 %, com posterior tratamento térmico de envelhecimento na temperatura de 910 °C. Os pesquisadores observaram uma gradual alteração na morfologia dos precipitados de fase  $\delta$ , da morfologia acicular para globular, com o aumento da deformação dos corpos de prova. Associado a essa variação morfológica da fase  $\delta$  os autores notaram que maiores níveis de deformação favorecem uma maior cinética de precipitação dessa fase. Para quantificar esta fase, estes autores utilizaram a técnica de difração de raios X, verificando inclusive que há uma fração volumétrica limite de fase  $\delta$  precipitada

(patamar de saturação) que para os seus testes ficou em torno de 9%, como mostra a Figura 3.16.



**Figura 3.16** Fração volumétrica de fase delta ( $V_{\delta}$ ,%) em função do tempo de envelhecimento na temperatura de 910°C. As curvas correspondem a um nível específico de deformação dos corpos de prova (Adaptado de LIU et al. 1997).

Lysyk desenvolveu diagramas triaxiais relacionando percentual de deformação, tempo e temperatura do tratamento térmico de envelhecimento. O autor destacou que a presença de deformação prévia no material muda consideravelmente os parâmetros de tratamento térmico. De fato, Lysyk observou que a presença de uma deformação prévia de 15 %, por exemplo, reduz em 75% o tempo do tratamento térmico de envelhecimento para se obter as mesmas propriedades de dureza e quantidade de fase  $\delta$  precipitada (LYSYK 2009).

Desta forma, é de fundamental importância avaliar os efeitos da deformação plástica com a precipitação de fases na microestrutura do material, visto que estas podem apresentar efeitos deletérios às propriedades mecânicas e comprometer a integridade da estrutura.

#### 4. MATERIAIS E MÉTODOS

De modo a avaliar influência do meio agressivo na tenacidade à fratura do Inconel 718, foram efetuados diferentes ensaios: ensaios ao ar e em ambiente agressivo (água do mar sintética) sob proteção catódica. Para tal, utilizaram-se corpos de prova do tipo SE(B) da mecânica da fratura, permitindo uma avaliação quantitativa da tenacidade do material, sendo que para os ensaios em meio agressivo foi empregada à técnica “*step loading*” com incremento de carregamento.

Ainda, avaliou-se a eficiência dos tratamentos térmicos e o efeito de deformação plástica na cinética de precipitação de fases deletérias na microestrutura do material (fase  $\delta$ ). Para avaliar este efeito, foram aplicados dois níveis distintos de sobrecarga na região da trinca do corpo de prova.

Após os ensaios de tenacidade à fratura, foram efetuadas análises macrográficas, análises fractográficas, análise do tamanho de grão austenítico, ensaios de dureza, análises microestruturais e análise de composição química do material.

A Tabela 4.1 apresenta as condições de ensaio e o ambiente em que cada corpo de prova foi avaliado. Os corpos de provas foram denominados por A (indicando ensaio ao ar), M (indicando ensaio em meio agressivo) e S (indicando a presença de sobrecarga na região da ponta da trinca). Os números 1, 2, 3 e 4, após estas letras, diferenciam os corpos de prova em cada condição de ensaio.

**Tabela 4.1 Matriz de ensaios.**

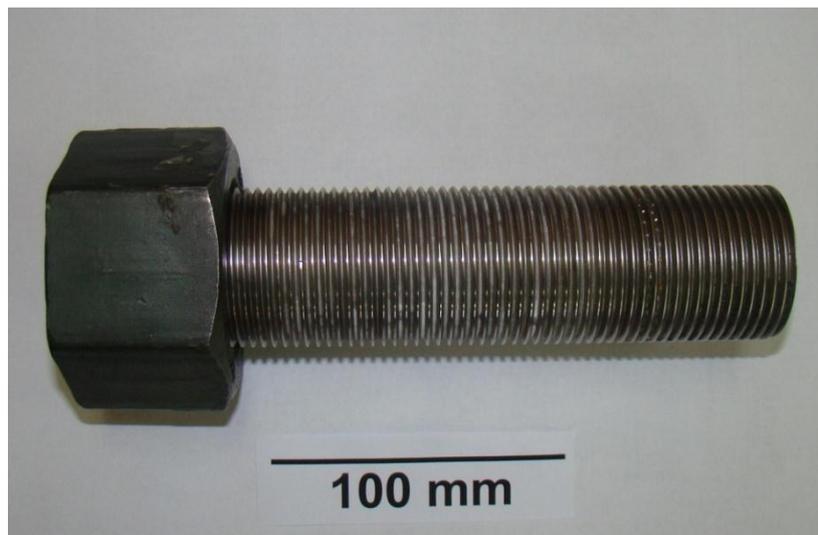
| Condição de Ensaio                            |                     |                                       |
|---|---------------------|---------------------------------------|
| Meio  | Identificação do cp | $K_{sobrecarga}$<br>(MPa $\sqrt{m}$ ) |
| Ar  | A1                  | Isento                                |
| Ar  | A2                  | Isento                                |
| Ar  | AS1                 | 46                                    |
| Ar  | AS2                 | 46                                    |
| Ar  | AS4                 | 59                                    |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | M1                  | Isento                                |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | M2                  | Isento                                |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | M3                  | Isento                                |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | MS1                 | 46                                    |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | MS2                 | 46                                    |
| Água do mar sintética/-1050 mV <sub>ECS</sub> | MS4                 | 59                                    |

A seguir será destacado o material de análise e a metodologia dos ensaios realizados.

#### 4.1 Material

O material utilizado no presente trabalho foi uma superliga de níquel com designação UNS N07718 (Inconel 718) na forma de um segmento de um parafuso, com diâmetro de 47,6 mm e comprimento de 195 mm.

Tudo indica que o material se encontra na condição solubilizado e envelhecido. Contudo, não foi possível se obter maiores informações sobre os parâmetros de tratamentos térmicos empregados. A Figura 4.1 apresenta o material utilizado neste trabalho.



**Figura 4.1** Segmento de parafuso analisado.

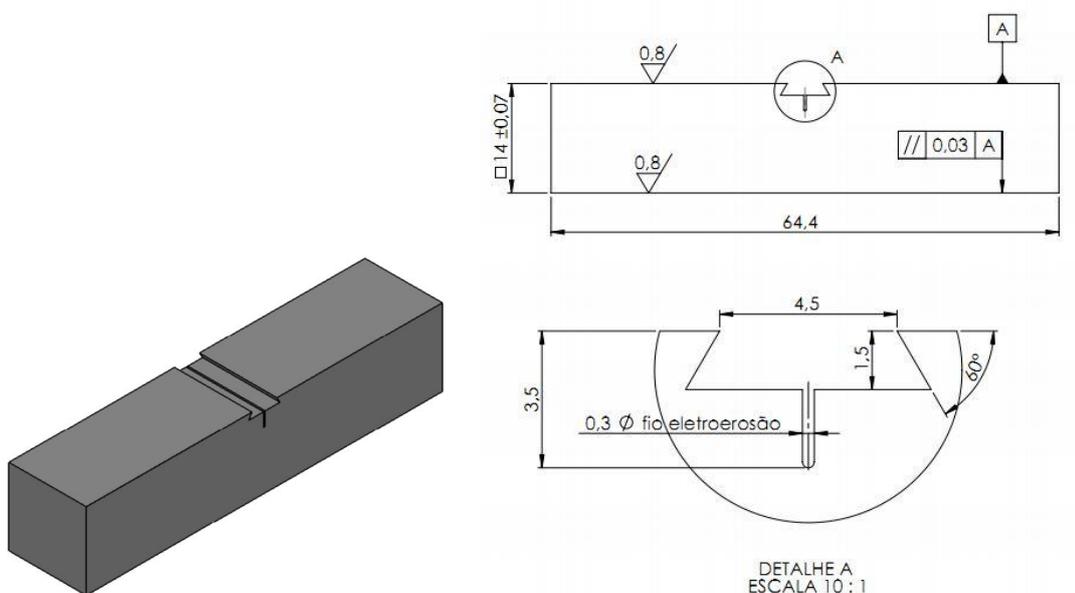
#### 4.2 Preparação dos corpos de prova

A partir dos parafusos da liga Inconel 718, foram usinados corpos de prova do tipo SE(B) da mecânica da fratura, para a avaliação da tenacidade à fratura do material. Estes foram dimensionados com base na norma britânica BS 7448:1-91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991), a qual define métodos para ensaios de tenacidade à fratura de materiais metálicos.

Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados em corpos de prova sem e com sobrecarga na região da trinca, ao ar e em água do mar sintética sob proteção catódica. A Figura 4.2 ilustra a orientação empregada para a retirada dos corpos de prova do segmento de parafuso e a Figura 4.3 apresenta as dimensões destes.



**Figura 4.2** Orientação dos corpos de prova de Inconel 718 usinados a partir do segmento de parafuso.



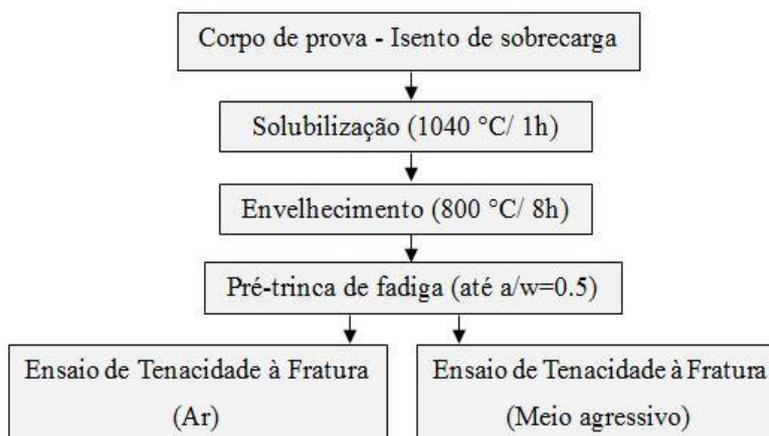
**Figura 4.3** Dimensões dos corpos de prova tipo SE(B) utilizados nos ensaios de tenacidade à fratura.

A usinagem dos corpos de prova foi realizada através de um equipamento de corte por eletroerosão a fio da marca Fanuc, modelo Robocut, de modo a garantir um bom acabamento superficial. Para a realização das análises, o projeto de experimentos previu a preparação de 15 corpos de prova do segmento de parafuso (conforme Figura

4.2). Porém, 03 corpos de prova foram descartados devido a problemas ocorridos na etapa de usinagem.

Após a usinagem dos corpos de prova, estes foram submetidos a um pré-trincamento em fadiga, a fim de simular um defeito com a máxima acuidade possível, representando o pior cenário que pode ser encontrado na prática. O comprimento da pré-trinca de fadiga, produzida em uma máquina servo-hidráulica modelo MTS 810, atingiu um valor de  $a/w=0,5$ , onde “a” corresponde à distância do centro de aplicação da carga até o final da pré trinca de fadiga e “W” corresponde à largura do corpo de prova. Deste modo, de acordo com a norma BS7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991), esta relação corresponde a um fator de forma  $f(a/w)=2,66$ , sendo este fator um parâmetro necessário na aplicação dos conceitos da mecânica da fratura.

Para os corpos de prova submetidos aos ensaios de tenacidade à fratura sem sobrecarga na região da trinca, a abertura da pré-trinca de fadiga foi efetuada na condição final de tratamento térmico (solubilizado e envelhecido), sendo posteriormente ensaiados ao ar e em meio agressivo. O fluxograma da Figura 4.4 resume o procedimento da preparação dos corpos de prova isentos de sobrecarga.

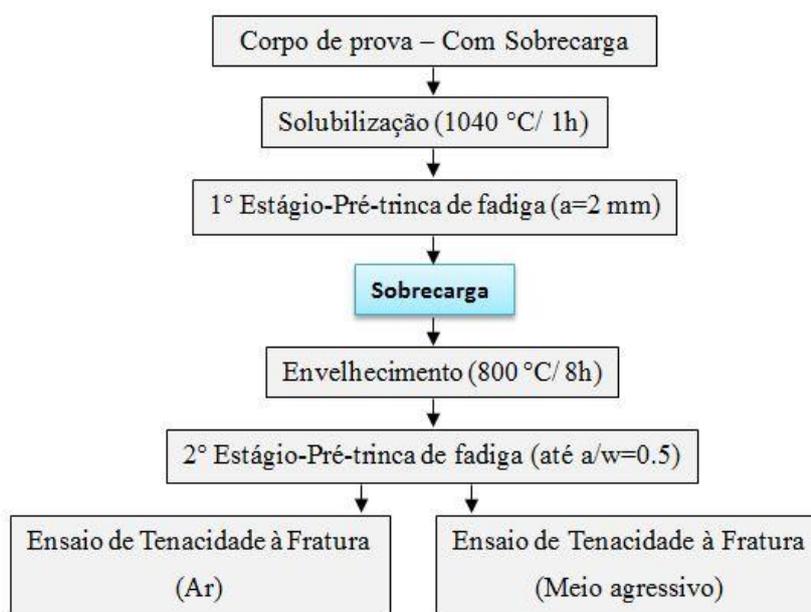


**Figura 4.4** Procedimento da preparação dos corpos de prova isentos de sobrecarga.

Para os corpos de prova com sobrecarga, o pré-trincamento em fadiga foi realizado em 2 estágios. No primeiro momento, propagou-se a pré-trinca de fadiga por 2 mm, sendo em seguida aplicada a sobrecarga à frente da trinca no valor de  $K=46$

$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Este valor de  $K$  de sobrecarga foi determinado por permitir a formação de uma significativa plastificação na região da trinca, com características favoráveis aos interesses deste estudo. O procedimento utilizado na determinação do valor de  $K$  de sobrecarga está descrito a seguir no Item 4.3. Após a aplicação da sobrecarga, realizou-se o tratamento térmico de envelhecimento (conforme os parâmetros e procedimentos de tratamento térmico apresentados no Item 4.4). O objetivo desta prática como comentado em seções anteriores, foi avaliar um possível efeito de uma deformação plástica prévia ao envelhecimento na cinética de precipitação da fase  $\delta$  e, conseqüentemente, um maior nível de fragilização pelo Hidrogênio. Finalmente, no segundo estágio do pré-trincamento, seguiu-se a propagação da pré-trinca de fadiga por mais 1,5 mm, de modo a se obter a relação  $a/w=0,5$ .

Adotou-se este procedimento de pré-trincamento dos corpos de prova visto que, após a aplicação da sobrecarga, a geometria da ponta da pré-trinca de fadiga sofre um embotamento (arredondamento). Através de um segundo estágio de propagação da pré-trinca de fadiga, a ponta da trinca retornará à sua configuração inicial (trinca aguda), de modo que a sobrecarga imposta na região da trinca não prejudique a confiabilidade dos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do material. O fluxograma da Figura 4.5 resume o procedimento da preparação dos corpos de prova com a presença da sobrecarga.



**Figura 4.5** Procedimento da preparação dos corpos de prova com sobrecarga.

No entanto, somente após o término dos ensaios (rompimento da seção remanescente dos corpos de prova), foi possível determinar os valores reais de “a” utilizados nos corpos de prova, através de medidas efetuadas na superfície de fratura dos corpos de provas. Esta determinação foi realizada através de um projetor de perfil, da marca Insize, modelo ISP Z3015, efetuando-se nove medições equidistantes distribuídas ao longo da espessura de cada corpo de prova. De posse destes valores, para cada corpo de prova, calculou-se a média aritmética dos valores de “a”, sendo designados por “a<sub>o</sub>”. Este procedimento segue as recomendações da norma ISO 12135-2002 (INTERNATIONAL ORGANIZATIONS FOR STANDARDIZATIONS 2002).

A norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991) especifica que os ensaios de tenacidade à fratura, em termos de K e CTOD, são considerados válidos se o valor obtido da relação entre “a<sub>o</sub>” (distância do centro de aplicação da carga até o final da pré-trinca de fadiga) e “W” (largura do corpo de prova) estiver entre 0,45 a 0,55. Assim, garante-se a confiabilidade dos ensaios de tenacidade à fratura.

Contudo, outras normas estabelecem intervalos de aceitação de a<sub>o</sub>/W mais amplos para a determinação da tenacidade à fratura, como a norma ASTM E1681-08, a qual especifica que valores de a<sub>o</sub>/W normalizados podem variar de 0,25 a 0,75 desde que válidos no cálculo de K<sub>IEAC</sub> (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008).

#### 4.3 Determinação do valor de “K<sub>sobrecarga</sub>”

Em aplicações industriais, os componentes de Inconel 718 podem ser submetidos a algum estágio de deformação plástica durante o seu ciclo produtivo. Neste trabalho, aplicou-se a sobrecarga aos corpos de prova visando à formação de uma acentuada região plastificada na ponta da trinca, com o objetivo de investigar um possível efeito da deformação plástica na cinética de precipitação de fases deletérias, como a fase δ, durante o tratamento térmico de envelhecimento.

Na escolha do valor de K<sub>sobrecarga</sub>, levaram-se em consideração os valores de K<sub>Q</sub> e K<sub>máximo</sub>, obtidos a partir dos ensaios de tenacidade à fratura do Inconel 718 realizados ao ar. O valor de K<sub>Q</sub> corresponde a um valor provisório de K<sub>IC</sub> do material e K<sub>máximo</sub> é o

máximo valor de  $K$  que o corpo de prova suporta no ensaio de tenacidade à fratura (em  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ). O método para obtenção de  $K_Q$  está descrito no Item 3.7.1.

Para materiais na condição final de tratamento térmico (solubilizado e envelhecido), a norma ASTM E1820-13 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2013) salienta que a ocorrência de plasticidade na região da trinca está condicionada à aplicação de um valor de “ $K_{\text{sobrecarga}}$ ” no intervalo entre o valor de  $K_Q$  e o valor de  $K_{\text{máximo}}$ . Valores de “ $K$ ” inferiores ao valor  $K_Q$  não geram deformação plástica no material, pois o mesmo encontra-se no regime linear-elástico da curva tensão-deformação. Para valores de “ $K$ ” superiores ao valor de  $K_{\text{máximo}}$ , a trinca se propagaria de tal forma que poderia levar o corpo de prova ao colapso, impossibilitando a execução dos ensaios de tenacidade à fratura.

Desta forma, para se definir o valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  para corpos de prova solubilizados e envelhecidos foram realizados ensaios de tenacidade à fratura ao ar em dois corpos de prova (A1 e A2). Definiu-se então que o valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  corresponde à média entre os valores de  $K_Q$  e  $K_{\text{máximo}}$  (em  $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ). A Tabela 4.2 destaca os valores de  $K_Q$  e  $K_{\text{máximo}}$  dos corpos de prova solubilizados e envelhecidos submetidos aos ensaios de tenacidade à fratura ao ar, bem como a média dos respectivos valores, além do valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$ .

**Tabela 4.2** Valores de  $K_Q$  e  $K_{\text{máximo}}$  do ensaio de tenacidade à fratura ao ar.

| Ensaio de tenacidade à fratura ao ar                 |  |  |
|--|--|--|
| Identificação do cp                                  | $K_Q$<br>( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) | $K_{\text{máximo}}$<br>( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) |
| A1   | 65                                       | 113  |
| A2   | 71                                       | 116  |
| Média  | 68                                       | 115  |
| $K_{\text{sobrecarga}}$ (solubilizado e envelhecido) | 91 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$           |  |

Em seguida, foi necessário determinar o valor de sobrecarga ( $K$ ) para os corpos de prova na condição como solubilizado. Sabe-se que a tenacidade à fratura é uma propriedade que depende da resistência mecânica e da ductilidade do material, isto é, depende da área abaixo da curva tensão-deformação deste material. Na condição como solubilizado, o material é muito mais dúctil do que na condição solubilizado e envelhecido, porém apresenta baixa resistência mecânica. Enquanto que na condição

solubilizado e envelhecido, o material tem uma ductilidade menor, porém apresenta maior resistência mecânica.

Considerando-se a maior ductilidade do material na condição como solubilizado, admitiu-se, então, que o valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  seja inferior ao empregado em corpos de prova solubilizados e envelhecidos, cujo  $K_{\text{sobrecarga}}$  é igual a  $91 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Entretanto, não há norma específica para utilizar como referência na determinação do valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  da liga como solubilizada. Desta forma, considerou-se a variação nos valores de dureza Brinell do material entre as duas condições de tratamento térmico (solubilizado/solubilizado e envelhecido). Ainda que a dureza do material não seja o melhor parâmetro a ser utilizado como referência na determinação do valor  $K_{\text{sobrecarga}}$ , utilizou-se esta propriedade aqui para fins comparativos. Através dos valores de dureza Brinell é possível comprovar a eficiência dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento efetuados no Inconel 718, pois garantem os valores de dureza especificados pela norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

A Tabela 4.3 apresenta os valores de dureza nas condições solubilizado e solubilizado e envelhecido, considerando-se a média de cinco análises realizadas em cada condição de tratamento térmico.

**Tabela 4.3 Valores de dureza Brinell (HB) nas condições solubilizado e solubilizado e envelhecido.**

| Dureza HB                         |     |     |     |     |     |       |
|-----------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|-------|
| Ensaio                            | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | Média |
| <b>Solubilizado e Envelhecido</b> | 321 | 321 | 321 | 313 | 321 | 319,4 |
| <b>Solubilizado</b>               | 170 | 167 | 170 | 170 | 174 | 170,2 |

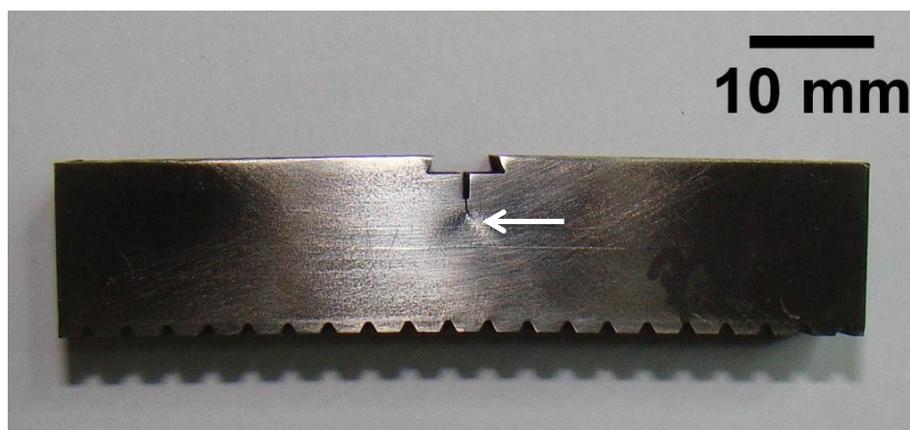
Observou-se que a dureza da liga Inconel 718 na condição como solubilizada é aproximadamente 50% menor do que na condição solubilizada e envelhecida.

Portanto, foi determinado para os corpos de prova solubilizados, um valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  igual a  $46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , que corresponde a aproximadamente a metade do valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  da condição solubilizado e envelhecido deste material.

Para a aplicação da sobrecarga, utilizou-se uma máquina servo-hidráulica MTS modelo 810, na qual os corpos de prova do tipo SE(B) foram submetidos a um carregamento contínuo e crescente até atingir o valor de  $K$  especificado.

Primeiramente, a fim de avaliar a viabilidade do emprego do  $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , analisou-se um corpo de prova teste (AS1), utilizando-se este valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$ . Como se verificou considerável zona plástica na região da trinca, observada visualmente na lateral do corpo de prova, procedeu-se à aplicação deste valor de  $K_{\text{sobrecarga}}$  aos demais corpos de prova (AS2, MS1 e MS2).

A Figura 4.6 apresenta uma vista lateral do corpo de prova teste, destacando a zona plástica obtida devido à aplicação da sobrecarga no valor de  $K = 46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  após o primeiro estágio da pré-trinca de fadiga (conforme indicado pela seta).



**Figura 4.6** Vista lateral do corpo de prova teste destacando a zona plástica à frente da ponta da trinca.

Mesmo que a aplicação de um valor de  $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  já pudesse eventualmente promover o crescimento da pré-trinca de fadiga, julgou-se interessante impor um nível mais severo de sobrecarga, no valor de  $59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Este valor de  $K$  foi determinado a partir de um teste realizado no corpo de prova. Para isso, aplicou-se um carregamento no corpo de prova até obter este valor de  $K$  (valor considerado limite), visando uma plastificação ainda mais acentuada na região da ponta da trinca.

Para o valor de  $K_{\text{sobrecarga}} = 59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , foram avaliados apenas dois corpos de prova (AS4 e MS4), devido a quantidade restrita de material, sendo o corpo de prova

AS4 ensaiado ao ar e o corpo de prova MS4 ensaiado em meio agressivo (água do mar sintética com proteção catódica).

#### 4.4 Tratamento térmico

Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento, aplicados aos corpos de prova empregados nesta investigação, estão de acordo com os critérios exigidos pela norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

Inicialmente, foi realizado o tratamento térmico de solubilização na temperatura de 1040 °C por 1 hora, com resfriamento em água até a temperatura ambiente. O tempo de solubilização foi contado após ser atingida a temperatura especificada. Esta temperatura é convencionalmente empregada em diversos estudos por oferecer a máxima dissolução de fases, inclusive da fase  $\delta$ , além de evitar um excessivo aumento do tamanho de grão (GHOSH 2008, LYSYK 2009). Posteriormente, foi realizado o tratamento térmico de envelhecimento na temperatura de 800 °C por 8 horas, seguido de resfriamento em água até a temperatura ambiente.

O tratamento térmico foi efetuado ao material já na forma de corpo de prova do tipo SE(B) da Mecânica da Fratura. Estes foram colocados em um forno de resistência elétrica, tipo mufla, sem atmosfera controlada. Deste modo, a fim de evitar a oxidação superficial dos corpos de prova, gerada pela atmosfera do forno, esses foram inseridos em envelopes de aço inoxidável, específicos para esta finalidade, juntamente com fragmentos de titânio que apresentam alta reatividade química e auxiliam na captura do oxigênio no interior deste envelope.

#### 4.5 Composição química

A análise química deste material foi realizada via espectrometria de emissão ótica. Os resultados obtidos correspondem à média de 4 análises realizados na amostra, sendo estes confrontados com as especificações de composição química da norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

#### 4.6 Ensaio de dureza

A avaliação da dureza do Inconel 718 foi realizada utilizando-se um durômetro da marca AWPMA, na escala Rockwell C (HRC), com carga de 150 Kgf, de acordo com a norma NBR NM ISO 6506-1 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS 2010).

O ensaio de dureza no Inconel 718 foi realizado na condição final de tratamento térmico (solubilizado e envelhecido). Foram efetuadas cinco medições de dureza para cada corpo de prova. Os resultados obtidos nos ensaios foram comparados com as especificações da norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

#### 4.7 Avaliação microestrutural

As microestruturas da liga Inconel 718, nas condições solubilizadas e solubilizadas e envelhecidas, foram definidas com base em avaliação em um microscópio ótico (MO) marca Olympus modelo BX 51M, com as micrografias obtidas através de câmera digital acoplada ao microscópio.

Antes de obter as imagens foi efetuada uma varredura em toda a superfície da amostra, para verificar a ocorrência ou não da precipitação de fase  $\delta$  na microestrutura do material, sendo que as micrografias foram obtidas na região da sobrecarga aplicada na região da trinca.

A preparação metalográfica seguiu procedimentos padronizados de corte, lixamento, polimento e ataque químico, baseados na norma ABNT NBR 13284 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS 1995). Inicialmente, realizou-se o corte longitudinal de cada amostra com disco diamantado refrigerado. Logo após, as amostras foram embutidas em baquelite, aplicando-se uma pressão de  $150 \text{ kgf/cm}^2$ ,  $120 \text{ }^\circ\text{C}$ , durante 15 minutos. Para o lixamento, foram utilizadas lixas de carbetto de silício com granulometria de 120, 220, 320, 400, 600 e 1200. Em seguida as amostras foram submetidas à limpeza em água corrente e polidas através de panos com abrasivo de diamante 4 e 1 micron. O reagente químico utilizado para revelar a microestrutura do material foi Água Régia ( $\frac{1}{4} \text{ HNO}_3 + \frac{3}{4} \text{ HCl}$ ), com tempos de imersão em torno de 8 segundos.

#### 4.8 Tamanho de grão

A partir da análise microestrutural, foi possível avaliar o tamanho médio de grão austenítico do material. A norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) determina que a avaliação do tamanho de grão médio deve ser efetuada de acordo com as especificações da norma ASTM E112. De acordo com a norma, para efetuar esta análise, deve-se atentar para a morfologia dos grãos do material. Assim, como os grãos do material apresentaram-se com morfologia equiaxial, esta análise poderá ser efetuada em qualquer orientação da amostra. Esta norma apresenta vários métodos para a determinação do tamanho de grão médio, sendo que neste trabalho, utilizou-se o método da intersecção linear.

O tamanho médio de grão pelo método da intersecção linear envolve a contagem do número de grãos ou de contornos de grão interceptados por uma linha de teste com dimensão suficiente. Para garantir maior precisão desta análise, devem-se utilizar várias linhas testes em diferentes campos da micrografia, obtendo-se a média das contagens de cada linha teste, garantindo maior aproximação do tamanho de grão. A seguir, efetuou-se a contagem dos grãos interceptados em cada linha teste, baseada no seguinte procedimento: quando o ponto final da linha de teste interceptar um grão até a metade, este deve ser contado como meia intersecção e se coincidir até o final do grão, esse é contado como um grão inteiro (uma intersecção). Após obter-se a média das contagens das linhas teste (diâmetro médio de grão), obtém-se o tamanho de grão médio do material com base na Tabela 4.4.

**Tabela 4.4** Análise do tamanho de grão com base na norma ASTM E 112 (Adaptado de AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2012).

| Diâmetro Médio |       | Tamanho de grão |
|----------------|-------|-----------------|
| mm             | µm    | G               |
| 0.5080         | 508.0 | 00              |
| 0.3592         | 359.2 | 0               |
| 0.3021         | 302.1 | 0.5             |
| 0.2540         | 254.0 | 1.0             |
| 0.2136         | 213.6 | 1.5             |
| 0.1796         | 179.6 | 2.0             |
| 0.1510         | 151.0 | 2.5             |
| 0.1270         | 127.0 | 3.0             |
| 0.1068         | 106.8 | 3.5             |
| 0.0898         | 89.8  | 4.0             |
| 0.0755         | 75.5  | 4.5             |
| 0.0635         | 63.5  | 5.0             |
| 0.0534         | 53.4  | 5.5             |
| 0.0449         | 44.9  | 6.0             |
| 0.0378         | 37.8  | 6.5             |
| 0.0318         | 31.8  | 7.0             |
| 0.0267         | 26.7  | 7.5             |
| 0.0225         | 22.5  | 8.0             |
| 0.0189         | 18.9  | 8.5             |
| 0.0159         | 15.9  | 9.0             |
| 0.0133         | 13.3  | 9.5             |
| 0.0112         | 11.2  | 10.0            |
| 0.0094         | 9.4   | 10.5            |
| 0.0079         | 7.9   | 11.0            |
| 0.0067         | 6.7   | 11.5            |
| 0.0056         | 5.6   | 12.0            |
| 0.0047         | 4.7   | 12.5            |
| 0.0040         | 4.0   | 13.0            |
| 0.0033         | 3.3   | 13.5            |
| 0.0028         | 2.8   | 14.0            |

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

Os ensaios de tenacidade à fratura ao ar do Inconel 718, com e sem sobrecarga, foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS modelo 810, empregando corpos de prova do tipo SE(B) carregados até a fratura com um taxa de carregamento de 1 mm por minuto. Como mostra a Tabela 4.1, foram ensaiados 02 corpos de prova sem e 03 com sobrecarga, sendo que estes últimos foram testados em dois níveis distintos de  $K_{sobrecarga}$ .

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

Os ensaios de tenacidade à fratura no meio foram realizados em corpos de prova do tipo SE(B), seguindo a metodologia da técnica de *step loading* com incremento de carga, baseada na norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008). O meio na qual foram efetuados os ensaios foi água do mar sintética na temperatura ambiente, sendo esta preparada com base na norma ASTM D1141-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008).

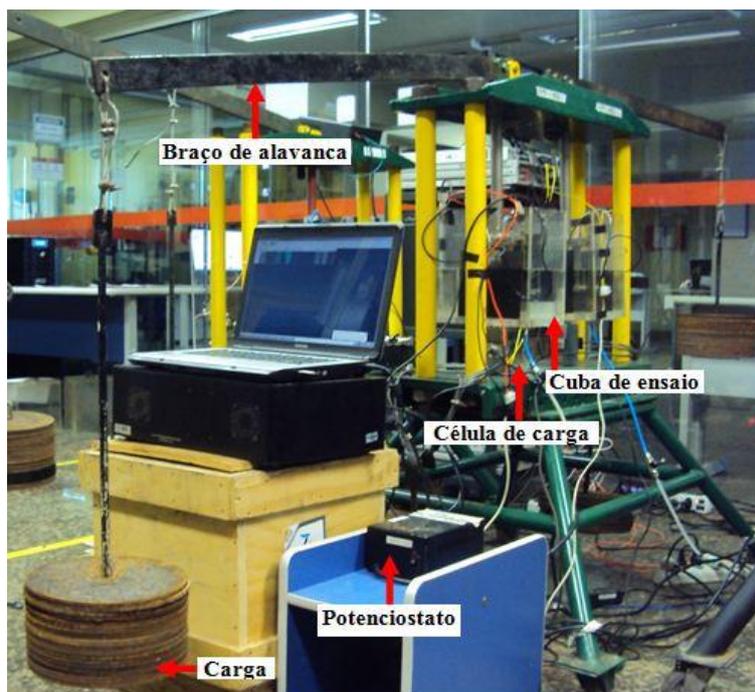
Os ensaios de *step loading* foram realizados em duplicata para cada uma das condições de ensaio (com e sem sobrecarga na região da trinca). Assim, tendo-se duas condições distintas de ensaio, foram utilizados 04 corpos de prova do total de 06 reservados inicialmente para o experimento (2 corpos de prova isentos de sobrecarga e 2 com sobrecarga), restando 2 corpos de prova.

Contudo, na condição sem sobrecarga, foi necessário utilizar um corpo de prova extra. O corpo de prova restante foi utilizado para uma análise adicional, realizando uma terceira condição de ensaio, com um valor de sobrecarga superior às demais condições, enriquecendo assim o experimento.

Para a realização dos ensaios, foi montado um equipamento que permite ensaiar simultaneamente dois corpos de prova, a fim de otimizar o tempo da pesquisa, visto que são 6 amostras a serem ensaiadas em meio agressivo e o tempo de execução do ensaio para cada corpo de prova tem duração em torno de 20 dias.

O equipamento é composto por dois braços de alavanca para amplificar o carregamento em flexão no corpo de prova, sendo utilizada uma célula de carga para monitorar a carga imposta. Duas cubas de acrílico foram empregadas para o armazenamento da água do mar sintética, na qual os corpos de prova permanecem submersos durante a execução dos ensaios. Para a monitoração do potencial de proteção catódica aplicado a cada corpo de prova, foram utilizados potenciostatos.

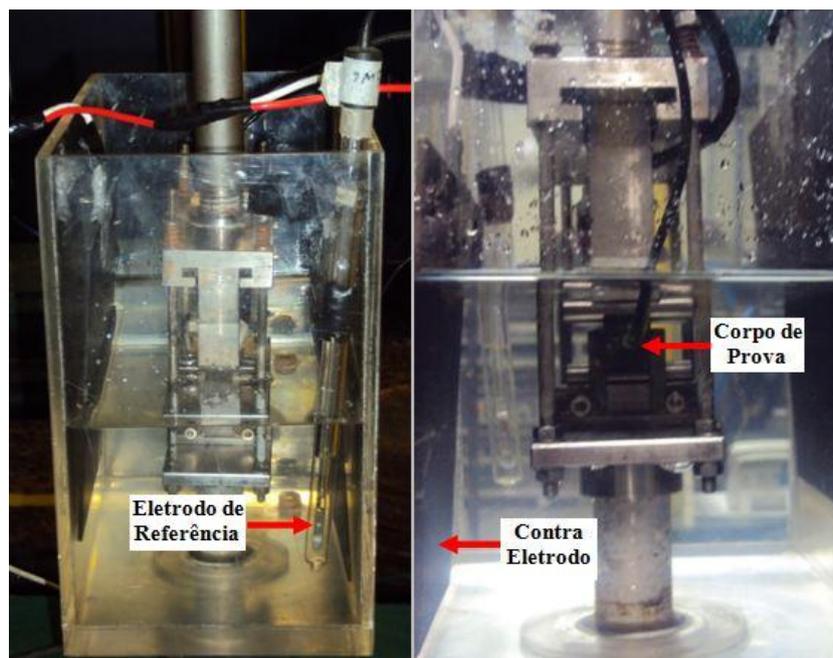
A composição do equipamento é apresentada na Figura 4.7, sendo que todas as indicações nesta imagem são aplicadas a ambos os lados do equipamento.



**Figura 4.7** Equipamento utilizado nos ensaios de tenacidade à fratura em meio agressivo (*step loading*).

Antes da realização dos ensaios, os corpos de prova foram previamente carregados com Hidrogênio via proteção catódica no potencial de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$  durante 30 dias. Após este período, os corpos de prova foram rapidamente submetidos ao ensaio, a fim de se evitar a perda de Hidrogênio para o ambiente.

Para o sistema de proteção catódica, utilizou-se um potenciostato para polarização do corpo de prova no ambiente de água do mar sintética através da aplicação de um potencial definido ( $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ ), juntamente com um sistema de contra-eletrodos de titânio revestido com elementos nobres e de um eletrodo de referência de calomelano saturado. A Figura 4.8 apresenta em detalhe a montagem do sistema de proteção catódica dos corpos de prova.



**Figura 4.8** Sistema de proteção catódica dos corpos de prova. À direita, detalhe do posicionamento do corpo de prova no equipamento de ensaio.

Para determinar a carga aplicada em cada etapa de carregamento, devem-se considerar as dimensões dos corpos de prova e os valores de “K”. Para isso, utilizou-se a Equação (2), destacada no Item 3.7.1, com base na norma ASTM E1820-11 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2011).

O procedimento dos ensaios de *step loading* consistiu em três passos iniciais crescentes de carregamento da ordem de cinco unidades de K ( $\text{MPa}\sqrt{m}$ ), que correspondem a uma carga associada a um K no valor de 10, 15 e 20  $\text{MPa}\sqrt{m}$ . Após os três primeiros passos, a carga aplicada em cada etapa de carregamento era aumentada visando variar o valor de K em três unidades ( $3 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ).

A fim de se avaliar a influência do ambiente nas propriedades do material, é fundamental dar tempo suficiente para que o Hidrogênio possa difundir para o interior do material, migrando para a região de maior concentração de tensões, isto é, para a ponta da trinca de fadiga. Assim, para cada etapa (*step*) de carregamento, a carga foi mantida constante por 24 horas.

Durante todo o período de execução do ensaio, os corpos de prova permaneceram submersos em água do mar sintética sob proteção catódica no potencial

de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ . Inclusive, o pH da água foi monitorado, sendo esta substituída quando o pH atingia valores inferiores a 7,5. O término do ensaio se dá quando ocorre a fratura do corpo de prova.

#### 4.11 Análise fractográfica

A análise da superfície de fratura dos corpos de prova SE(B) foi realizada após os ensaios de tenacidade à fratura ao ar e assistida pelo ambiente. A análise das superfícies de fratura de cada corpo de prova foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando-se um microscópio modelo Shimadzu SSX-550, com o objetivo de estudar o comportamento do material quando ensaiado ar e em ambiente agressivo.

Antes da obtenção das imagens, os corpos de prova ensaiados em água do mar foram submetidos à limpeza com uma solução específica para a remoção de resíduos precipitados durante o ensaio e também com acetona e agitação ultrassônica durante 15 minutos.

O foco da análise fractográfica se concentrou na região central e imediatamente após a pré-trinca de fadiga de cada corpo de prova.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Composição química

A Tabela 5.1 apresenta os resultados da análise de composição química da liga investigada neste trabalho juntamente com as especificações da norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

Os resultados obtidos indicam que o material analisado trata-se da liga Inconel 718, pois todos os elementos característicos desta liga atendem os requisitos estabelecidos por norma para aplicações industriais deste material.

**Tabela 5.1 Resultado da análise química da liga Inconel 718.**

| Composição Química (% em massa) |     |      |      |      |      |      |      |
|---------------------------------|-----|------|------|------|------|------|------|
| Elemento                        |     | Ni   | Cr   | Mo   | Ti   | Al   | Si   |
|                                 |     | 52,5 | 19,0 | 3,00 | 0,90 | 0,55 | 0,2  |
| API 6A718                       | Mín | 50,0 | 17,0 | 2,80 | 0,80 | 0,40 | -    |
|                                 | Máx | 55,0 | 21,0 | 3,30 | 1,15 | 0,60 | 0,35 |

| Elemento  |     | C     | Co    | Mn    | Nb+Ta | W    | Fe   |
|-----------|-----|-------|-------|-------|-------|------|------|
|           |     | 0,038 | 0,018 | 0,2   | 5,37  | 0,13 | 18,5 |
| API 6A718 | Mín | -     | -     | -     | 4,87  | -    | -    |
|           | Máx | 0,045 | 1,0   | 0,035 | 5,20  | -    | Bal. |

### 5.2 Ensaio de dureza

A Tabela 5.2 apresenta os resultados de dureza do Inconel 718, juntamente com o valor médio de dureza Rocwell C para cada corpo de prova avaliado.

**Tabela 5.2 Resultados dos ensaios de dureza Rocwell C (HRC).**

| Dureza HRC |    |    |    |    |    |       |                      |
|------------|----|----|----|----|----|-------|----------------------|
| cp         | 1  | 2  | 3  | 4  | 5  | Média | Incerteza de Medição |
| A1         | 38 | 37 | 38 | 38 | 37 | 37,6  | 1,4                  |
| A2         | 36 | 36 | 35 | 35 | 37 | 35,8  | 1,5                  |
| AS1        | 36 | 36 | 37 | 37 | 37 | 36,6  | 1,4                  |
| AS2        | 36 | 35 | 38 | 34 | 35 | 35,6  | 2,0                  |
| AS4        | 39 | 37 | 37 | 36 | 36 | 37,0  | 1,8                  |
| M1         | 35 | 36 | 37 | 35 | 37 | 36,0  | 1,6                  |
| M2         | 35 | 37 | 37 | 37 | 37 | 36,6  | 1,5                  |
| M3         | 33 | 32 | 35 | 36 | 36 | 34,4  | 2,3                  |
| MS1        | 33 | 34 | 36 | 36 | 33 | 34,4  | 2,0                  |
| MS2        | 31 | 35 | 36 | 33 | 33 | 33,6  | 2,5                  |
| MS4        | 35 | 33 | 35 | 34 | 35 | 34,4  | 1,5                  |

A norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009), que trata dos requisitos para a aplicação da liga Inconel 718 (UNS N07718) na indústria de óleo e gás, recomenda que a dureza desse material fique entre 32 e 40 HRC. Com base na Tabela 5.2, observa-se que todos os corpos de prova analisados (ensaiados ao ar e em meio agressivo sob proteção catódica) atendem às especificações de dureza dessa norma.

### 5.3 Avaliação microestrutural

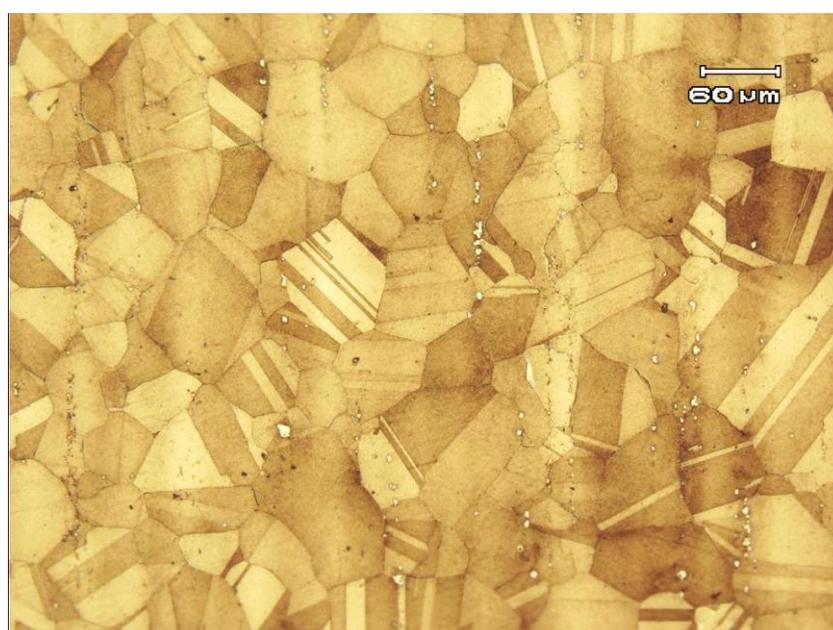
As análises microestruturais das amostras na condição final de tratamento térmico (solubilizado e envelhecido) revelaram microestruturas idênticas em todas as condições avaliadas (Sem sobrecarga,  $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ,  $K_{\text{sobrecarga}} = 59 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ), tanto para os ensaios efetuados ao ar quanto os efetuados em ambiente agressivo.

As microestruturas são constituídas por grãos austeníticos, carbonetos alinhados precipitados na matriz e fase  $\delta$  em grãos isolados. Este alinhamento de carbonetos é originado na matéria prima, devido ao processo de fabricação da barra (laminação) utilizada na produção do componente. Esta condição microestrutural garante as boas propriedades mecânicas requeridas em aplicações do Inconel 718 na indústria de óleo e gás.

Através da análise efetuada via microscopia ótica, não se pode evidenciar que a deformação plástica (plastificação) gerada por uma sobrecarga pré-definida na região da trinca do corpo de prova, não tenha acarretado em condições favoráveis a maior cinética

de precipitação da fase  $\delta$  na microestrutura, durante o tratamento térmico de envelhecimento deste material. Além da análise microestrutural via microscopia ótica, talvez fosse interessante realizar outras análises como Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), para ter maior precisão de que realmente não houve a precipitação de fase  $\delta$  na região da plastificação.

Assim sendo, como não foi possível observar alterações microestruturais, em virtude da aplicação da sobrecarga (plastificação), será apresentado na Figura 5.1 uma microestrutura representativa referente a todas as amostras avaliadas.

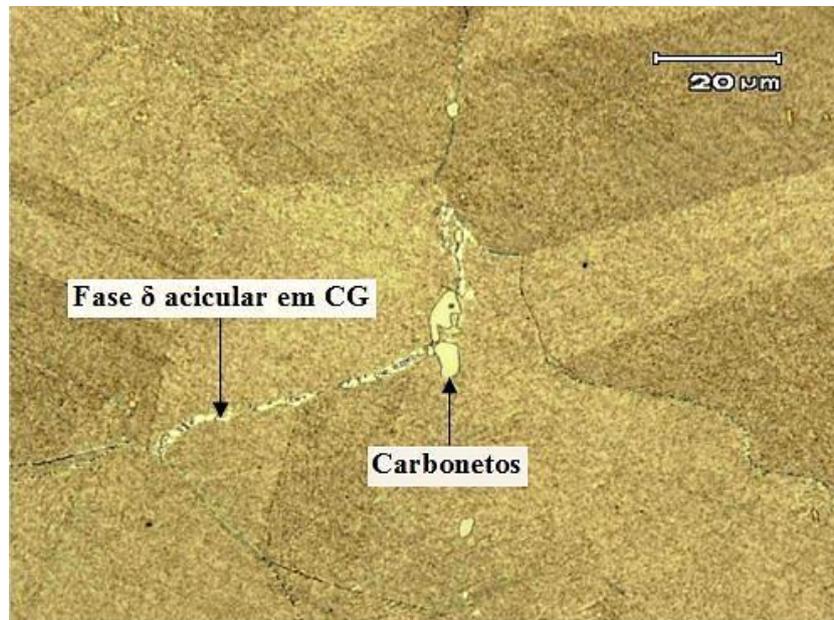


**Figura 5.1** Microestrutura do Inconel 718 em MO na condição solubilizada e envelhecida revelando matriz austenítica e carbonetos alinhados.

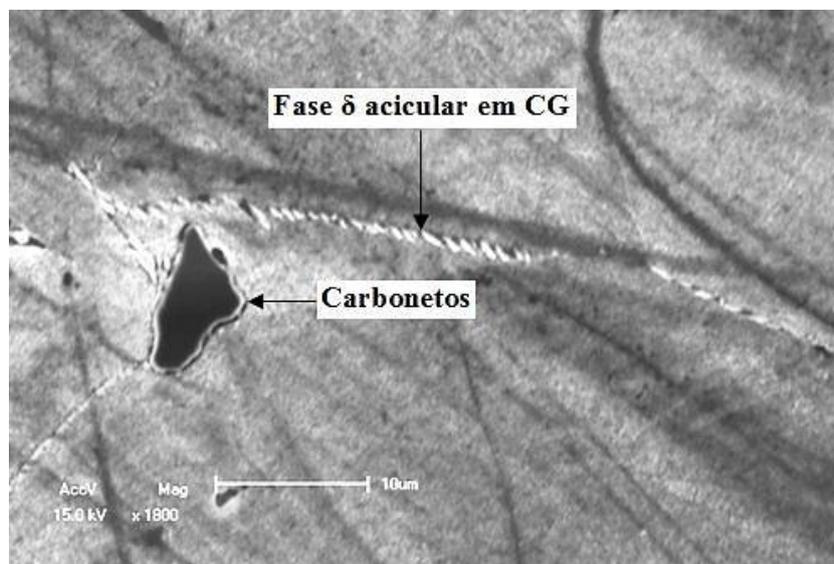
Através desta análise também foi possível observar a presença de fase  $\delta$  acicular em contorno de grão de grãos isolados, como mostrado na Figura 5.2 e 5.3. A Figura 5.3 é uma imagem obtida via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) que detalha a presença da fase  $\delta$  acicular em contorno de grão (CG).

Como visto no Item 3.5.4, a norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) considera como aceitáveis as microestruturas do Inconel 718 contendo fase  $\delta$  acicular, desde que em grãos isolados e individuais, não representativos do volume da microestrutura. Portanto, a presença desta fase na morfologia e locais

preferenciais de precipitação observados aqui não compromete significativamente as propriedades mecânicas do material.



**Figura 5.2** Micrografia em MO mostrando Fase  $\delta$  acicular em contorno de grão e carbonetos.



**Figura 5.3** Micrografia via MEV detalhando a presença da fase  $\delta$  acicular em contorno de grão e carbonetos.

De acordo com Kuo (KUO et al. 2009) a formação de fase  $\delta$  acicular ocorre quando a liga for mantida por longos períodos em temperaturas na faixa de 650 °C a 980 °C, ou seja, períodos bem maiores ao empregado neste trabalho. Neste estudo seguiram-se os parâmetros de tratamento térmico especificados pela norma API 6A718-09 para aplicações deste material na indústria de óleo e gás (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009), obtendo-se reduzida quantidade de fase  $\delta$  com morfologia acicular.

Assim, com base na literatura, é provável que a sobrecarga aplicada na região da trinca não tenha produzido uma quantidade de deformação plástica suficiente para aumentar substancialmente a cinética de precipitação da fase  $\delta$  (pode ter ocorrido uma precipitação muito fina e bem localizada, invisível ao microscópio ótico). De fato, há indícios de que frações volumétricas expressivas dessa fase somente serão observadas quando forem empregados níveis mais severos de deformação plástica, como ocorre em algumas etapas de fabricação que envolve conformação mecânica a frio.

#### 5.4 Tamanho de grão

A análise microestrutural revelou que os grãos do material apresentam-se equiaxiais. Assim, a avaliação do tamanho médio de grão pode ser efetuada em qualquer orientação da amostra. Logo, avaliou-se no sentido longitudinal, que corresponde ao mesmo sentido no qual foi efetuada a análise metalográfica. A Tabela 5.3 apresenta os resultados obtidos.

**Tabela 5.3 Resultados do tamanho de grão conforme ASTM E112-12 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2012).**

| Tamanho de grão austenítico |          |
|-----------------------------|----------|
| cp                          | ASTM (G) |
| A1                          | 5,0      |
| A2                          | 5,5      |
| AS1                         | 5,0      |
| AS2                         | 5,0      |
| AS4                         | 5,0      |
| M1                          | 5,5      |
| M2                          | 5,5      |
| M3                          | 5,0      |
| MS1                         | 5,0      |
| MS2                         | 5,0      |
| MS4                         | 5,0      |

**Média****5,14**

A norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) determina que o tamanho de grão da microestrutura do Inconel 718 deve ser ASTM 2 ou mais refinado, visando garantir as propriedades mecânicas recomendadas para aplicações industriais.

Constatou-se que o tamanho de grão do material se apresenta homogêneo para todos os corpos de prova avaliados, atendendo os requisitos exigidos pela norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

Valle efetuou a medida do tamanho de grão da liga Inconel 718 e obteve resultados semelhantes aos obtidos neste trabalho, porém, empregou diferentes parâmetros de tratamento térmico: Solubilização por 10 minutos a 1050 °C seguido de envelhecimento na temperatura de 800°C por 6 horas. O autor também observou que há um sensível aumento no tamanho de grão à medida que aumenta o tempo de solubilização de 5 para 10 minutos nesta temperatura (VALLE 2010).

### 5.5 Ensaaios de tenacidade à fratura ao ar

Os corpos de prova fraturados nos ensaios de tenacidade à fratura ao ar estão apresentados nas Figura 5.4 a Figura 5.8, nas quais estão indicadas as regiões correspondentes à localização do entalhe, da pré-trinca de fadiga, da região de teste e a região da pós-fadiga.

Pode-se observar através de uma análise visual que os corpos de prova exibiram grande deformação plástica na região da fratura, indicando um comportamento plástico do material.

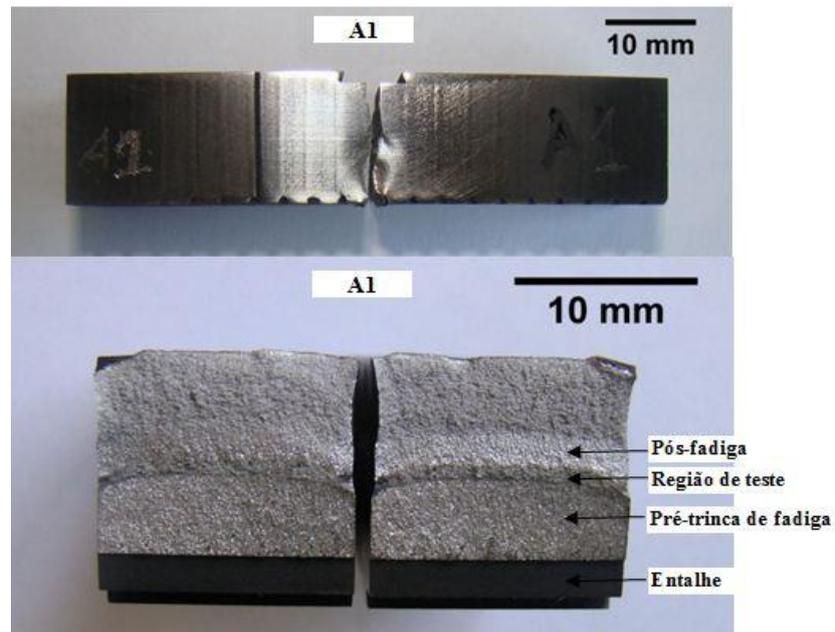


Figura 5.4 Macrografias do cp A1 (ensaiado ao ar).

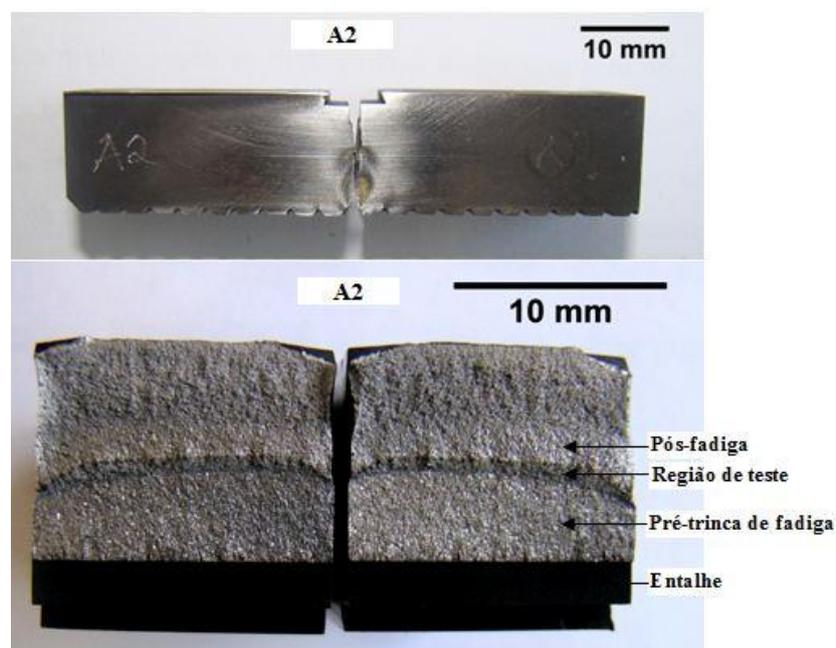


Figura 5.5 Macrografias do cp A2 (ensaiado ao ar).

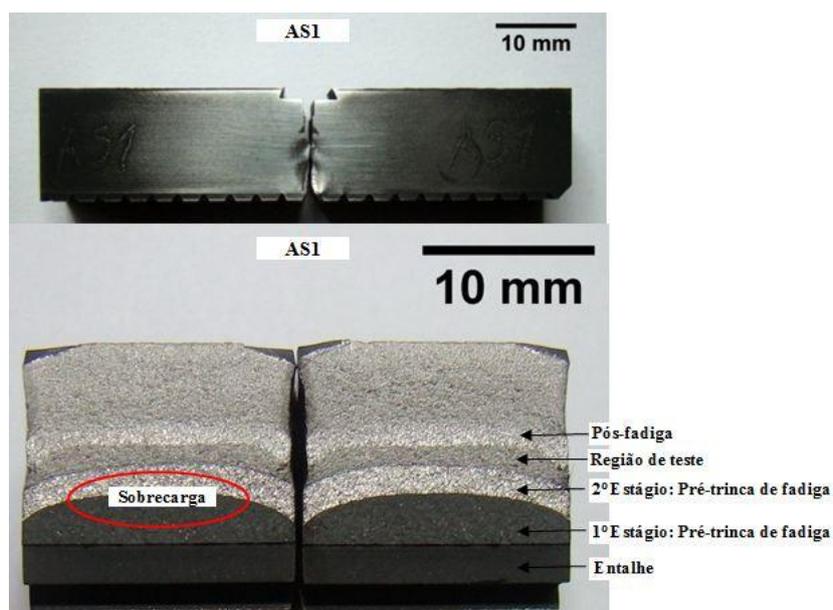


Figura 5.6 Macrografias do cp AS1 (ensaiado ao ar/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

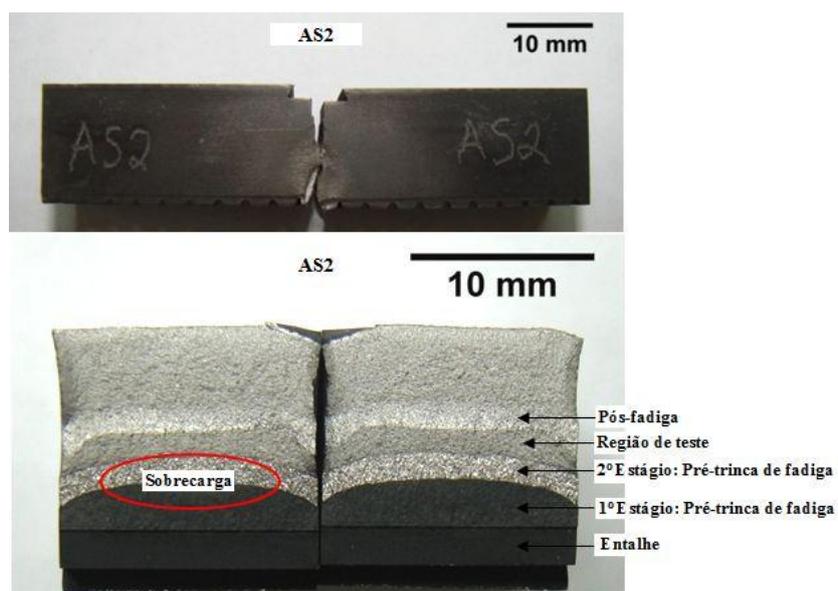
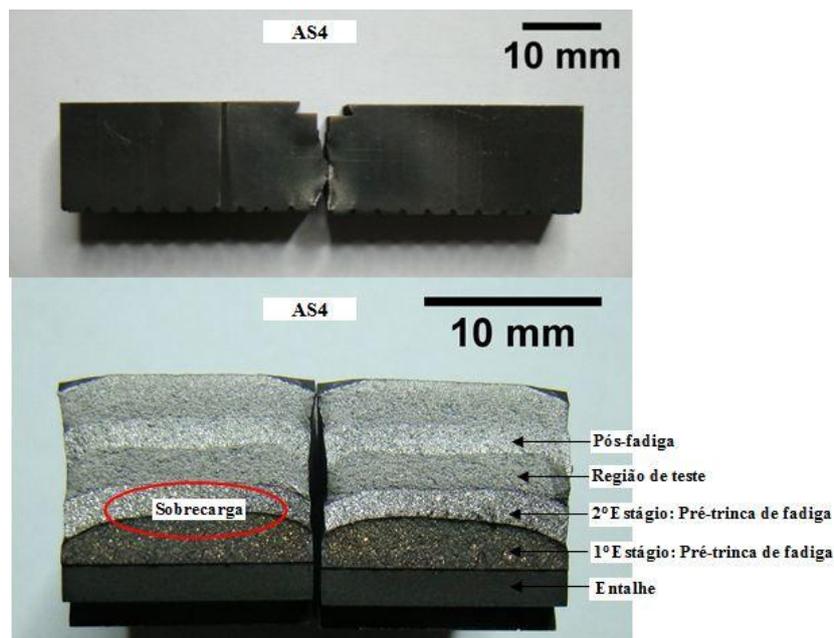
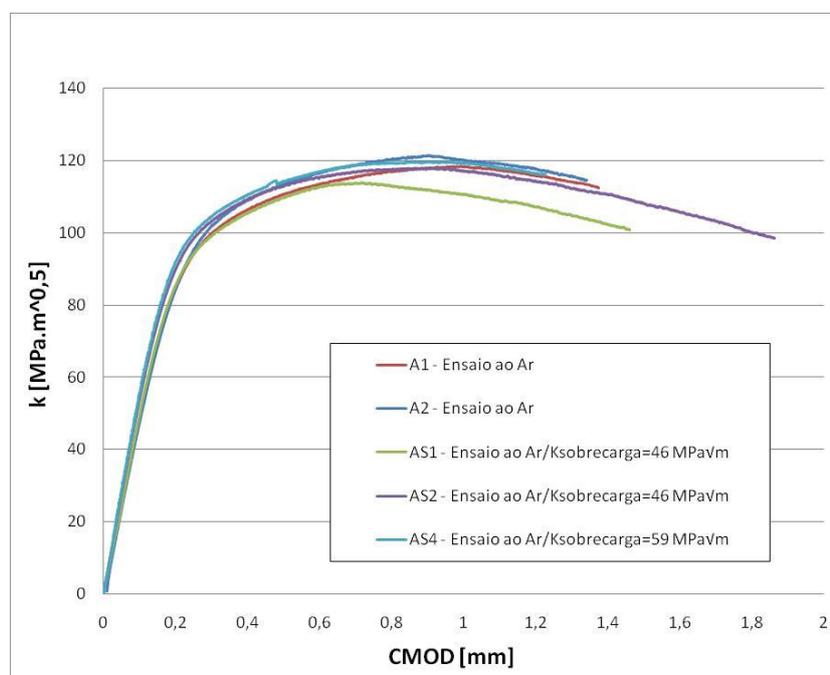


Figura 5.7 Macrografias do cp AS2 (ensaiado ao ar/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).



**Figura 5.8** Macrografias do cp AS4 (ensaiado ao ar/  $K_{\text{sobrecarga}} = 59 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

Os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar estão apresentados na forma de um gráfico que relaciona o fator de intensidade de tensões (K) com a abertura da boca da trinca (CMOD), como mostrado na Figura 5.9.



**Figura 5.9** Resultados dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar.

Com base na Figura 5.9, pode-se observar que os corpos de prova ensaiados ao ar produziram uma apreciável quantidade de deformação plástica até a fratura, de forma que a avaliação da tenacidade à fratura deste material nestas condições de ensaio exige o emprego dos conceitos da mecânica da fratura elasto-plástica, com a determinação do parâmetro CTOD.

Assim, a partir dos resultados obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura ao ar, foram calculados os valores de CTOD de carga máxima para o Inconel 718, com base na norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991). Comparando-se os resultados do CTOD de carga máxima, observa-se que a sobrecarga aplicada na região da trinca não provocou alterações significativas de tenacidade à fratura ao ar, visto que as curvas obtidas nos ensaios foram muito similares. Esta similaridade também pôde ser confirmada pela semelhança dos micromecanismos envolvidos no processo de fratura e também através da caracterização do material, onde se observa microestrutura e valores de dureza em conformidade com as especificações da norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009).

Esta semelhança nos resultados pode ocorrer, pois caso a sobrecarga tenha influenciado uma maior precipitação de fase  $\delta$  e eventualmente diminuído a tenacidade à fratura, estes dois efeitos serão muito localizados. Para que o embotamento (arredondamento) da ponta da trinca e a presença de excessivas tensões residuais compressivas, impostas pela sobrecarga, não interfiram na confiabilidade dos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura, efetuou-se um segundo estágio de pré-trincamento em fadiga. Deste modo, num segundo estágio da pré-trinca de fadiga irá ocorrer um deslocamento da ponta da trinca para uma região mais distante da suposta região de maior precipitação de fases e, por este motivo, não houve influência significativa da sobrecarga e/ou da precipitação de fases nos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura.

A Tabela 5.4 apresenta os valores de CTOD de carga máxima e a carga máxima em termos de  $K$  suportada pelo material durante o ensaio. Uma vez que o fator de intensidade de tensões crítico para o regime/modo 1 de carregamento ( $K_{IC}$ ) é válido exclusivamente para o regime linear-elástico e outros requisitos dimensionais dos corpos de prova, empregou-se o termo  $K$  aparente ( $K$  aparente máximo) para que se pudesse avaliar a influência do meio no comportamento em fratura do material.

**Tabela 5.4** Valores de CTOD e K referentes a carga máxima suportada pelos corpos de prova nos ensaios de tenacidade à fratura ao ar.

| cp           | $K_{\text{sobrecarga}}$<br>MPa $\sqrt{m}$ | CTOD<br>Carga máxima<br>(mm) | K<br>Aparente máximo<br>(MPa $\sqrt{m}$ ) |
|--------------|---|------------------------------|---|
| A1           | Isento                                    | 0,228                        | 119                                       |
| A2           | Isento                                    | 0,194                        | 121                                       |
| AS1          | 46  | 0,163                        | 114                                       |
| AS2          | 46  | 0,230                        | 118                                       |
| AS4          | 59  | 0,221                        | 120                                       |
| <b>Média</b> |   | <b>0,207</b>                 | <b>118</b>                                |

#### 5.6 Ensaios de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente

Os ensaios de tenacidade à fratura assistida pelo ambiente, através da técnica de *step loading*, foram realizados em água do mar sintética, submetendo-se os corpos de prova à proteção catódica no potencial de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ . Os corpos de prova fraturados nestes ensaios estão apresentados da Figura 5.10 a Figura 5.15, onde estão indicadas as regiões correspondentes ao entalhe, pré-trinca de fadiga, da região de teste e a região da pós-fadiga. Através da análise visual dos corpos de prova, verificou-se apreciável deformação plástica na região da fratura, indicando um comportamento plástico do material.

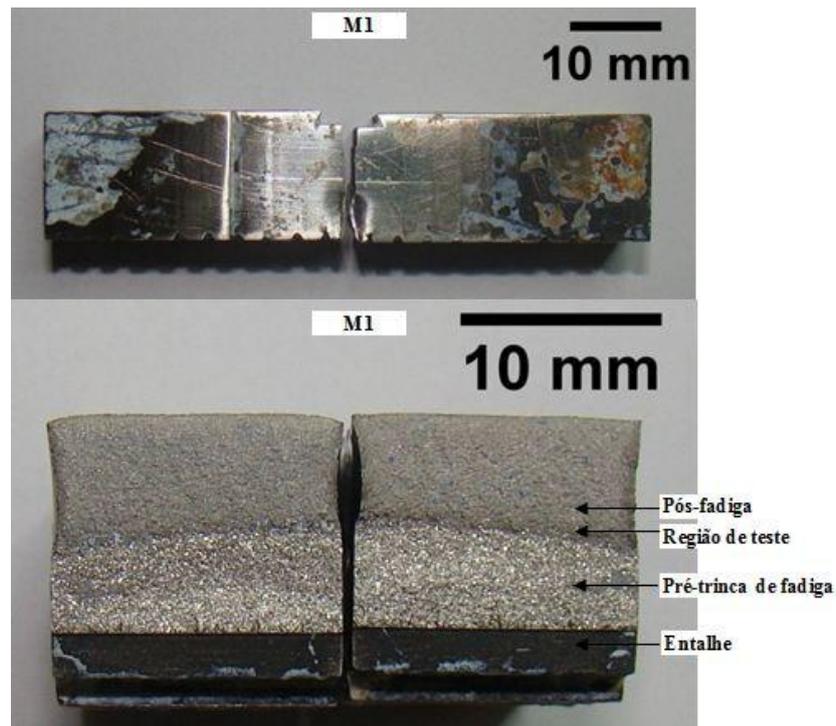


Figura 5.10 Macrografias do cp M1 (ensaiado em água do mar sintética).

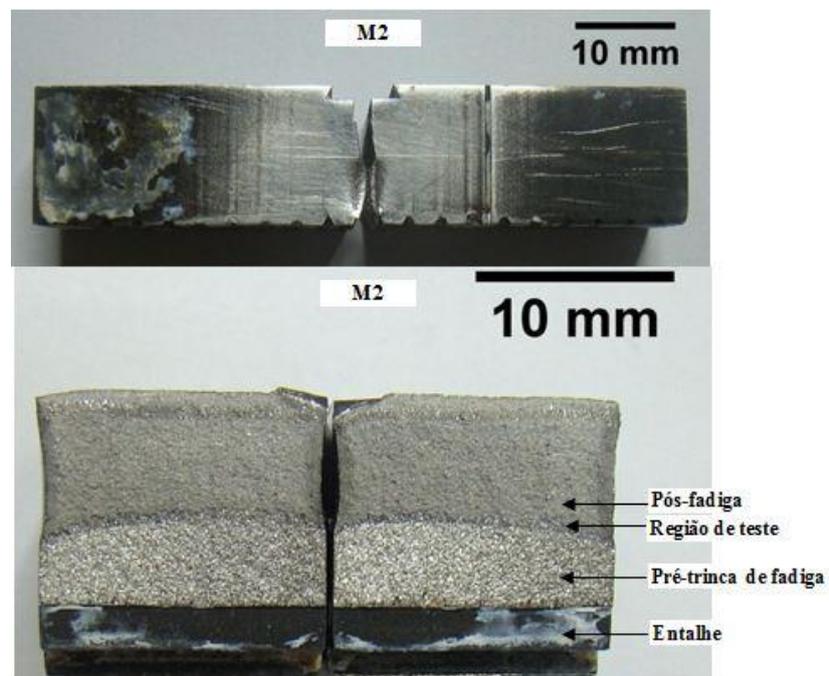


Figura 5.11 Macrografias do cp M2 (ensaiado em água do mar sintética).

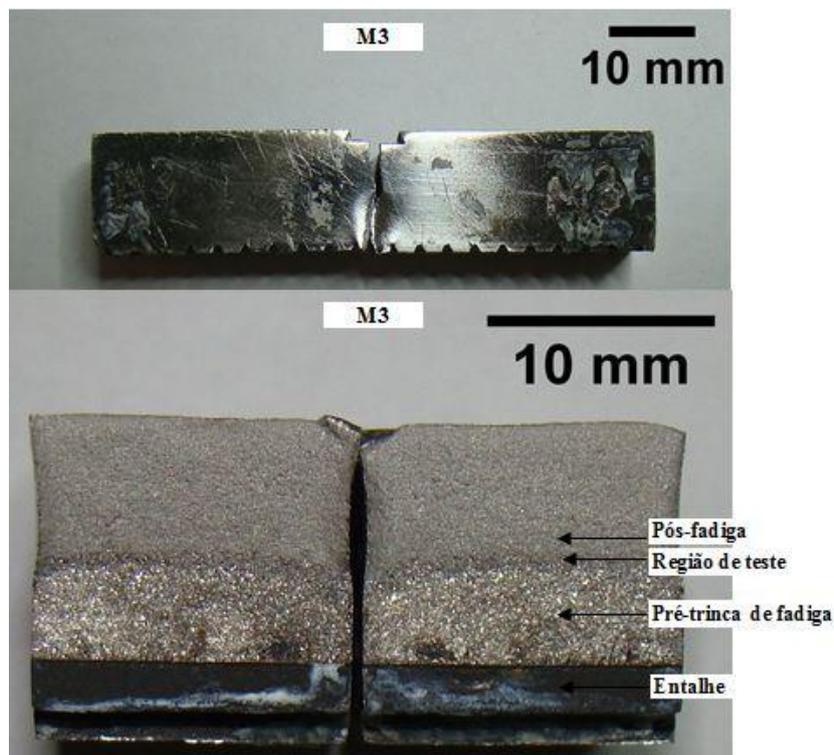


Figura 5.12 Macrografias do cp M3 (ensaiado em água do mar sintética).

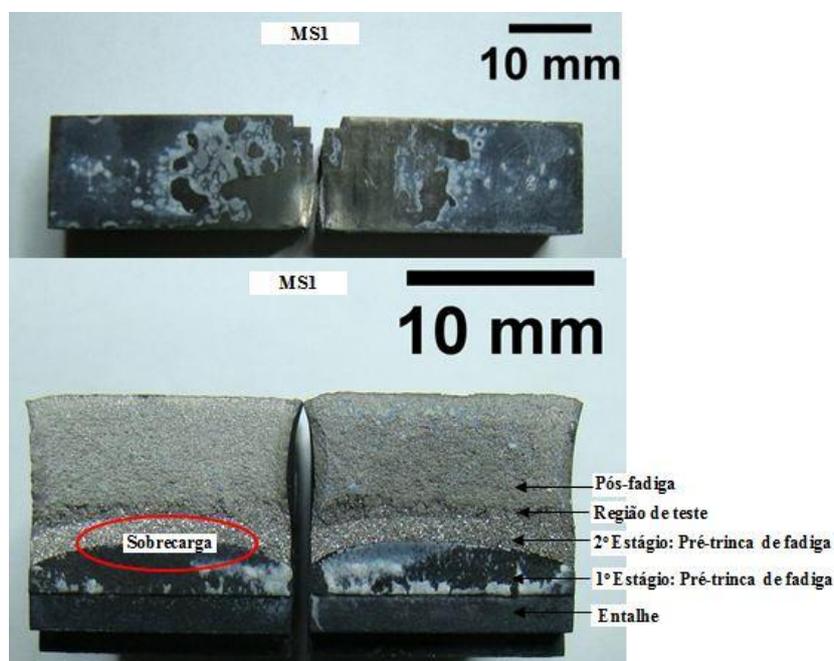


Figura 5.13 Macrografias do cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

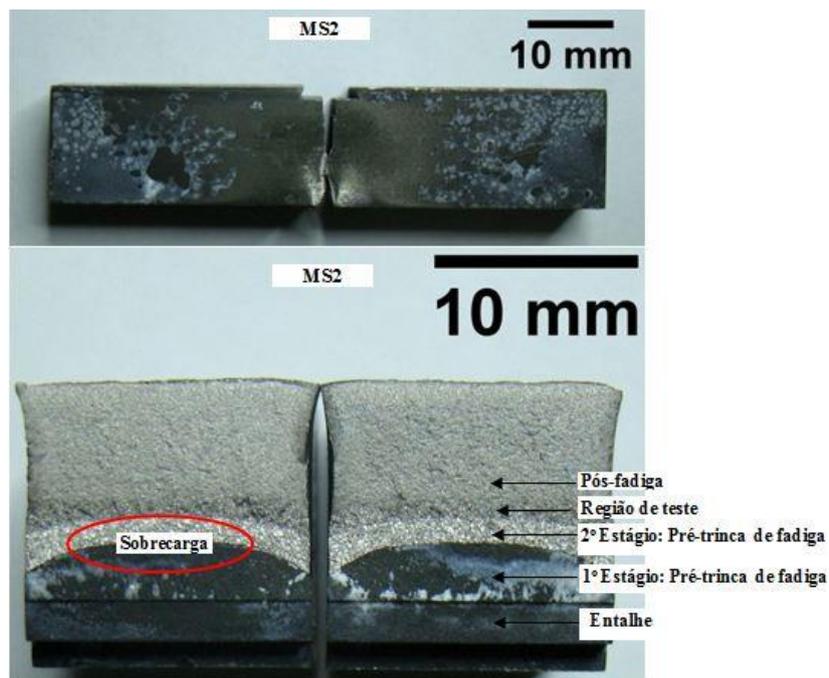


Figura 5.14 Macrografias do cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

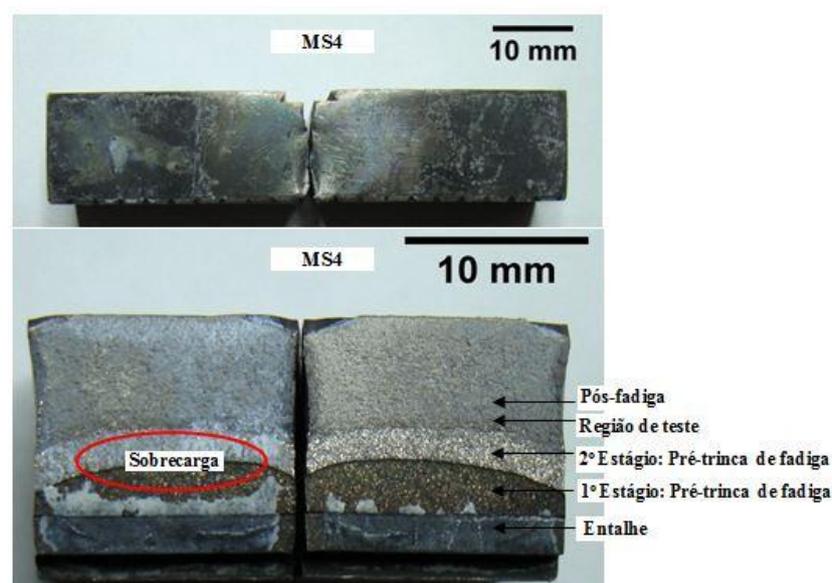


Figura 5.15 Macrografias do cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

A Tabela 5.5 identifica os corpos de prova utilizados nos ensaios em meio agressivo e também indica algumas características geométricas dos corpos de prova indispensáveis para o cálculo do fator de intensidade de tensões aparente associado ao

meio agressivo (K) e do parâmetro CTOD, como medida da tenacidade à fratura do material.

**Tabela 5.5** Valores medidos nos corpos de prova ensaiados em meio agressivo empregados para o cálculo do fator de intensidade de tensões aparente máximo.

| cp  | $K_{\text{Sobrecarga}}$<br>( $\text{MPa}\sqrt{m}$ ) | B<br>(mm) | $a_0$<br>(mm) | W<br>(mm) | $a_0/W$<br>(mm) | Y    | $P_Q$<br>(N) | $P_{\text{máx}}$<br>(N) | K<br>aparente<br>máximo<br>( $\text{MPa}\sqrt{m}$ ) |
|-----|---|-----------|---------------|-----------|-----------------|------|--------------|-------------------------|---|
| M1  | Isento  | 13,99     | 7,93          | 14,00     | 0,55            | 3,15 | 6400         | 9782                    | 74  |
| M2  | Isento  | 14,02     | 7,58          | 14,05     | 0,54            | 3,03 | *            | 9839                    | 72  |
| M3  | Isento  | 13,83     | 7,74          | 13,97     | 0,55            | 3,19 | 7300         | 12290                   | 96  |
| MS1 | 46  | 14,03     | 7,49          | 13,97     | 0,53            | 2,99 | 9292         | 12920                   | 93  |
| MS2 | 46  | 14,08     | 7,36          | 14,12     | 0,52            | 2,85 | 9600         | 12944                   | 88  |
| MS4 | 59  | 14,03     | 7,27          | 14,03     | 0,52            | 2,83 | 9216         | 11573                   | 79  |

\* Valor não calculado devido à ausência de dados.

A seleção dos parâmetros utilizados na avaliação da tenacidade à fratura do material em meio agressivo é definida a partir dos resultados obtidos pelas equações (4), (5), (6), (7) e (8), onde se consideram os valores de  $P_Q$  e  $P_{\text{máx}}$ .

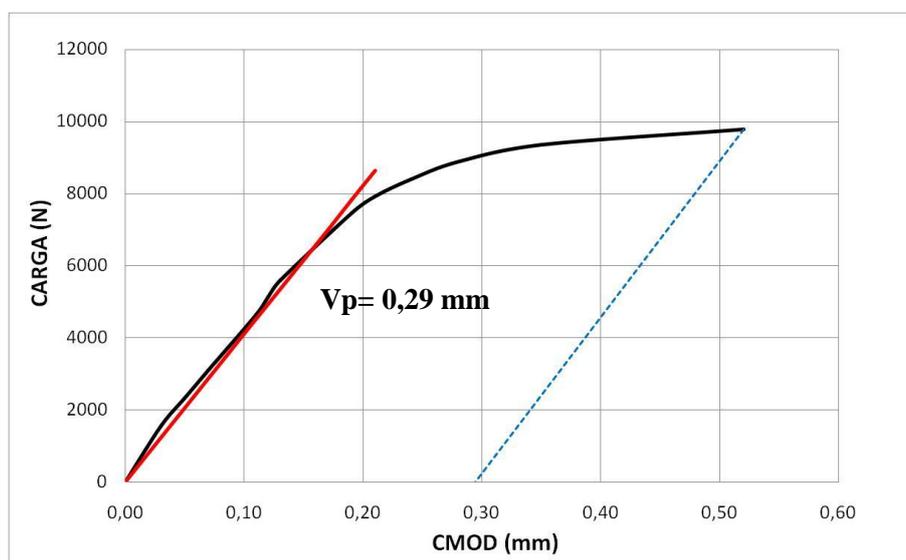
Se o valor resultante da razão entre  $P_{\text{máx}}$  e  $P_Q$  for menor que 1.10, é possível determinar o valor de  $K_Q$  (valor provisório de  $K_{IC}$ ). Caso contrário, a tenacidade à fratura do Inconel será avaliada através do parâmetro CTOD. Neste estudo, pôde-se destacar o CTOD de iniciação (que corresponde ao início de propagação estável da trinca) e o CTOD de máxima carga, também denominado por CTOD<sub>EAC</sub> (que corresponde ao início de propagação instável da trinca no meio agressivo). Estes parâmetros foram determinados com base na norma BS 7448:1-91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).

Determinam-se os valores de CTOD com base na Equação (3) (apresentada no Item 3.7.1). Desta forma, necessita-se definir os valores correspondentes à abertura do entalhe na região de início da propagação estável da trinca ( $V_i$ ) (conforme procedimento mostrado na Figura 3.13), bem como a abertura do entalhe ( $V_p$ ) referente à carga máxima (conforme procedimento da Figura 3.14).

A seguir estão apresentados os cálculos referentes à avaliação da tenacidade à fratura do Inconel 718 em meio agressivo. As equações (4) e (5) representam,

respectivamente, os cálculos referentes aos corpos de prova M1 e M3 (sem sobrecarga na região da trinca), enquanto que as Equações (6), (7) e (8) apresentam os cálculos referentes aos corpos de prova submetidos à sobrecarga na região da trinca (MS1 e MS2 e MS4). Os dados necessários à resolução destas equações estão apresentados na Tabela 5.5.

A Figura 5.16 apresenta o procedimento empregado na determinação do  $P_Q$  referente ao cp M1 (ensaiado em água do mar sintética), a fim de verificar a validade de  $K_{IEAC}$  do material. No ensaio de tenacidade à fratura, obteve-se o valor de  $P_Q$  igual a 6400 N,  $P_{m\acute{a}x}$  igual a 9782 N e o valor da abertura do entalhe ( $V_p$ ) considerando-se a carga máxima suportada pelo cp foi de 0,29 mm.



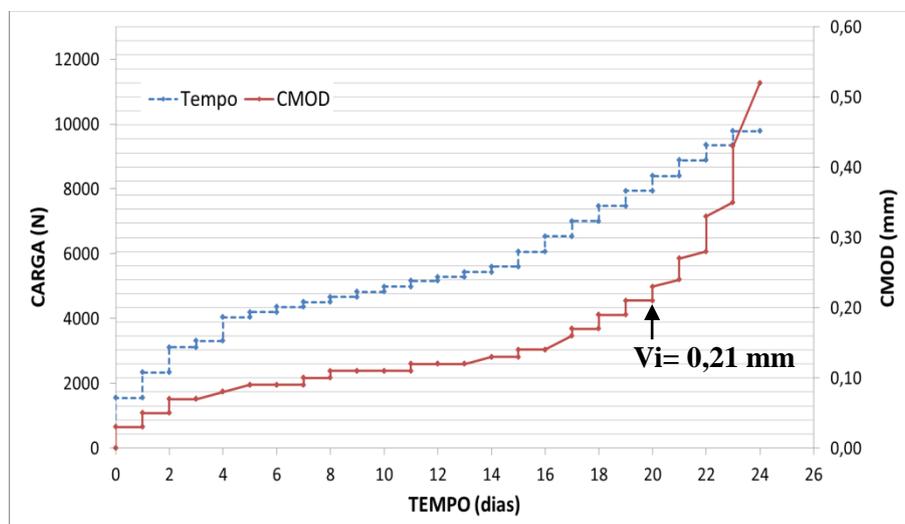
**Figura 5.16** Procedimento utilizado para validação do  $K_{IEAC}$  referente ao cp M1 (ensaiado em água do mar sintética).

Cálculo referente ao cp M1:

$$M1: \left( \frac{P_{m\acute{a}x}}{P_Q} \right) = \left( \frac{9782 \text{ N}}{6400 \text{ N}} \right) = 1,53 \quad 1,53 > 1,10 \quad (4)$$

A Figura 5.17 apresenta o gráfico de Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp M1, necessário para a determinação do valor de abertura do entalhe no início de

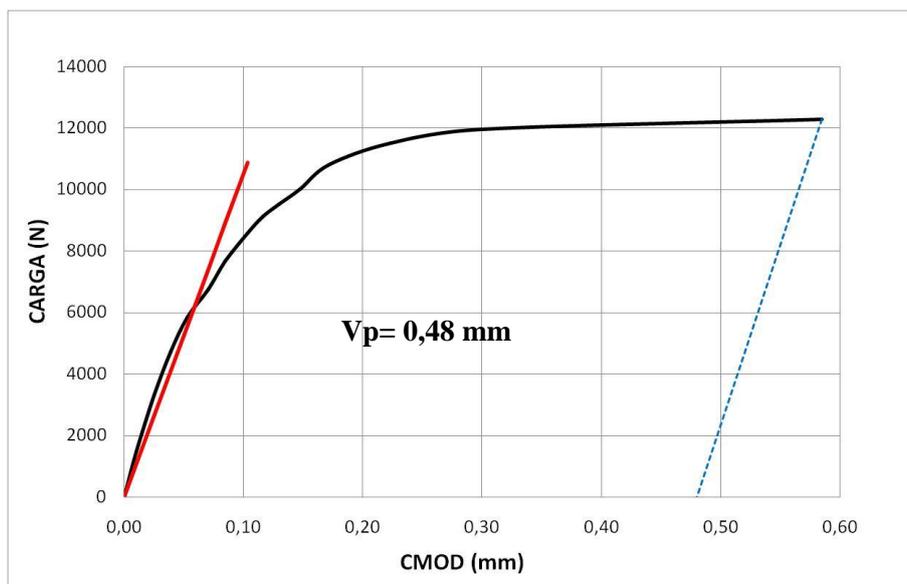
propagação estável da trinca ( $V_i$ ). Observou-se que para o cp M1 o início da propagação estável da trinca ocorreu com CMOD igual a 0.21 mm ( $V_i = 0.21$  mm).



**Figura 5.17** Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp M1 (ensaiado em água do mar sintética).

Para o cp M2, em virtude de problemas operacionais durante o ensaio, não foi possível obter os dados da abertura da boca da trinca (CMOD), impossibilitando, assim, determinar o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) associado ao meio agressivo e do parâmetro CTOD, como medida da tenacidade à fratura do material. Por isso das lacunas em alguns resultados que estão apresentados nas Tabelas 5.6, 5.7 e 5.8.

A Figura 5.18 apresenta o procedimento empregado para a determinação do  $P_Q$  referente ao cp M3 (ensaiado em água do mar sintética), a fim de verificar a validade de  $K_{IEAC}$  do material. No ensaio de tenacidade à fratura, obteve-se o valor de  $P_Q$  igual a 7300 N,  $P_{máx}$  igual a 12290 N e o valor da abertura do entalhe ( $V_p$ ) considerando-se a carga máxima suportada pelo cp foi de 0,48 mm.

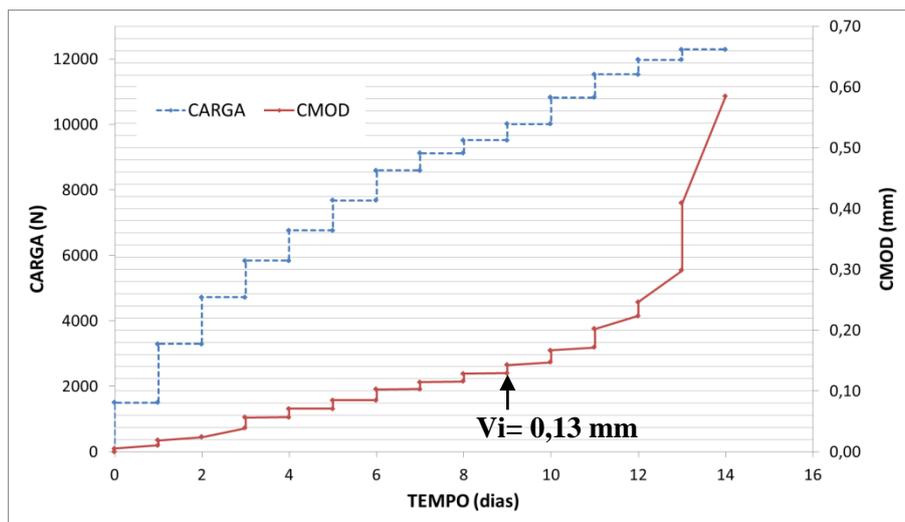


**Figura 5.18** Procedimento utilizado para validação do  $K_{IEAC}$  referente ao cp M3 (ensaiado em água do mar sintética).

Cálculo referente ao cp M3:

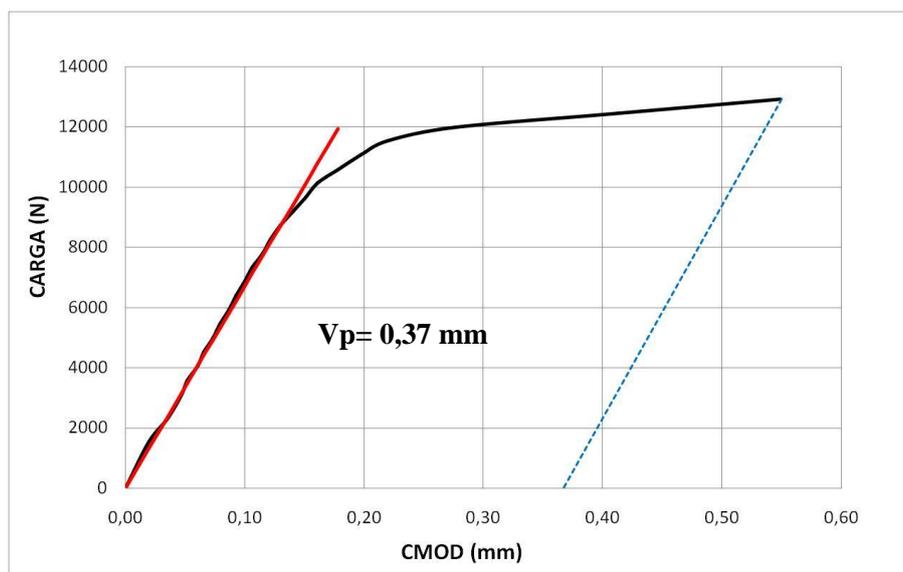
$$M3: \left( \frac{P_{\text{máx}}}{P_Q} \right) = \left( \frac{12290 \text{ N}}{7300 \text{ N}} \right) = 1,68 \quad 1,68 > 1,10 \quad (5)$$

A Figura 5.19 apresenta o gráfico de Carga e CMOD versus Tempo para o cp M3, necessário para a determinação do valor de abertura do entalhe no início de propagação estável da trinca ( $V_i$ ). Observou-se que para o cp M3 o início da propagação estável da trinca ocorreu com CMOD igual a 0,13 mm ( $V_i = 0,13$  mm).



**Figura 5.19** Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp M3 (ensaiado em água do mar sintética).

A Figura 5.20 apresenta o procedimento empregado na determinação do  $P_Q$  referente ao cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa}\sqrt{m}$ ), a fim de verificar a validade de  $K_{IEAC}$  do material. No ensaio de tenacidade à fratura, obteve-se o valor de  $P_Q$  igual a 9292 N,  $P_{m\acute{a}x}$  igual a 12920 N e o valor da abertura do entalhe ( $V_p$ ) considerando-se a carga máxima suportada pelo cp foi de 0,37 mm.

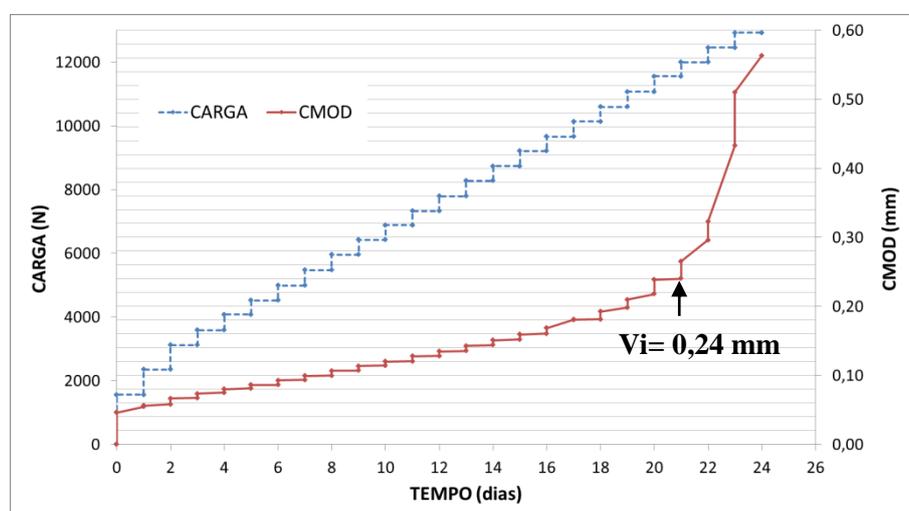


**Figura 5.20** Procedimento utilizado para validação do  $K_{IEAC}$  referente ao cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

Cálculo referente ao cp MS1:

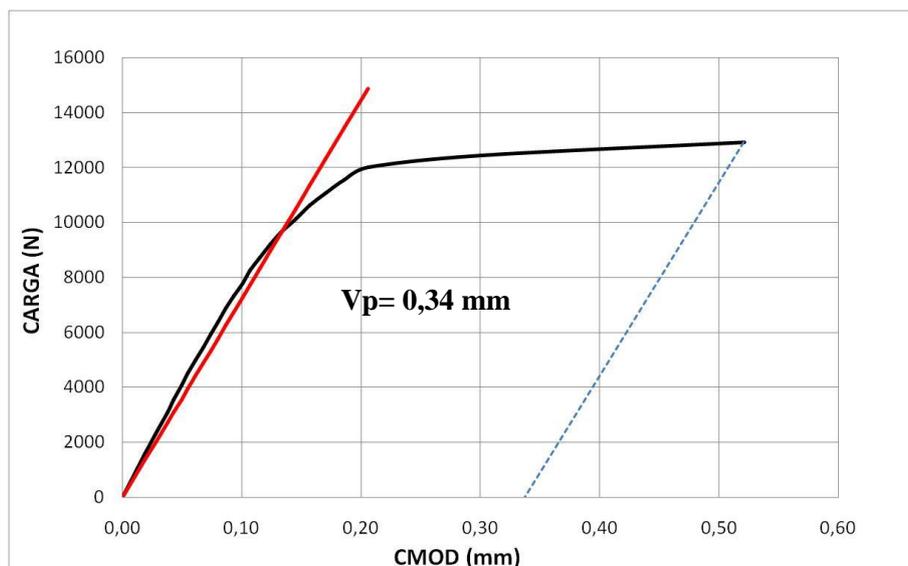
$$\text{MS1: } \left( \frac{P_{\text{máx}}}{P_Q} \right) = \left( \frac{12920 \text{ N}}{9292 \text{ N}} \right) = 1,39 \quad 1,39 > 1,10 \quad (6)$$

A Figura 5.21 apresenta o gráfico de Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS1, necessário para a determinação do valor de abertura do entalhe no início de propagação estável da trinca ( $V_i$ ). Observou-se que para o cp MS1 o início da propagação estável da trinca ocorreu com CMOD igual a 0,24 mm ( $V_i = 0,24 \text{ mm}$ ).



**Figura 5.21** Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS1 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

A Figura 5.22 apresenta o procedimento empregado na determinação do  $P_Q$  referente ao cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{\text{sobrecarga}} = 46 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), a fim de verificar a validade de  $K_{\text{IEAC}}$  do material. No ensaio de tenacidade à fratura, obteve-se o valor de  $P_Q$  igual a 9600 N,  $P_{\text{máx}}$  igual a 12944 N e o valor da abertura do entalhe ( $V_p$ ) considerando-se a carga máxima suportada pelo cp foi de 0,34 mm.

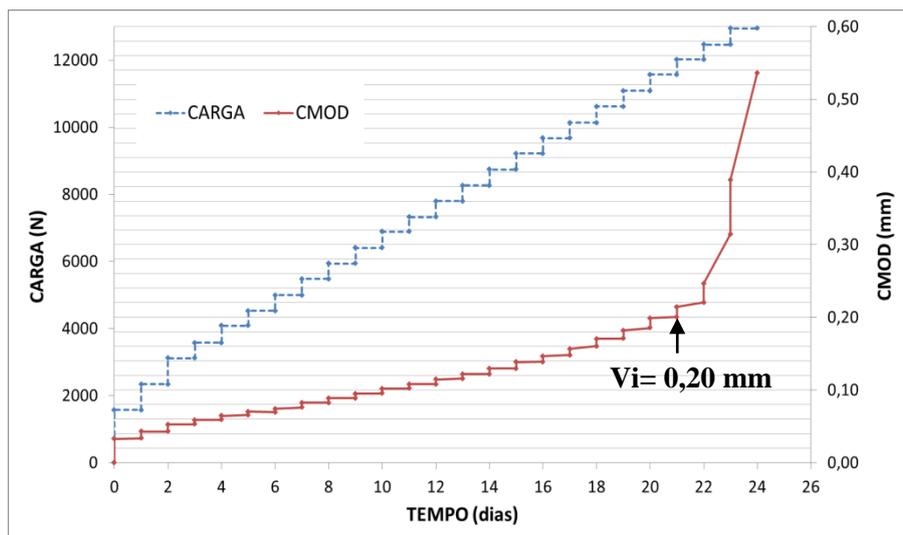


**Figura 5.22** Procedimento utilizado para validação do  $K_{IEAC}$  referente ao cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

Cálculo referente ao cp MS2:

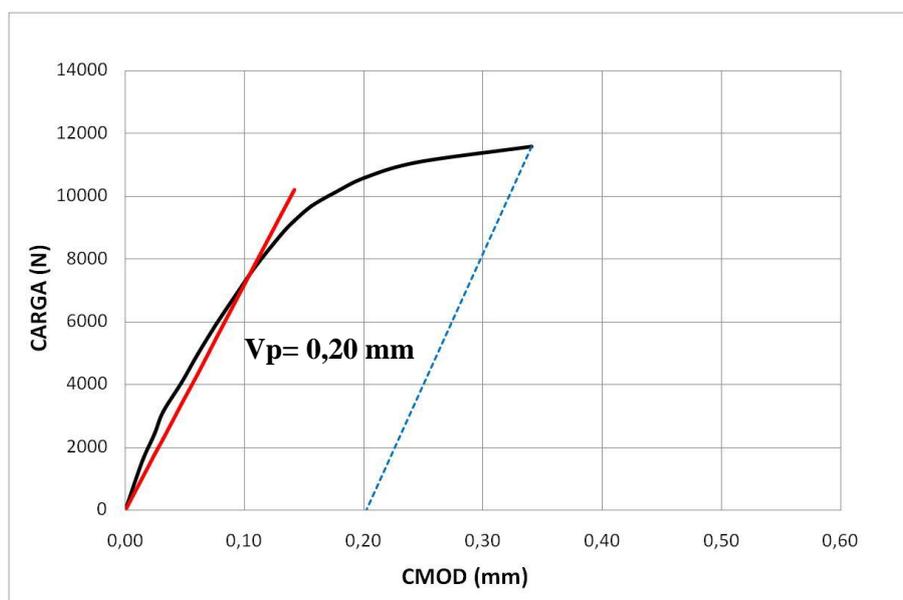
$$\text{MS2: } \left( \frac{P_{\text{máx}}}{P_Q} \right) = \left( \frac{12944 \text{ N}}{9600 \text{ N}} \right) = 1,35 \quad 1,35 > 1,10 \quad (7)$$

A Figura 5.23 apresenta o gráfico de Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS2, necessário para a determinação do valor de abertura do entalhe no início da propagação estável da trinca ( $V_i$ ). Observou-se que para o cp MS2 o início da propagação estável da trinca ocorreu com CMOD igual a 0,20 mm ( $V_i = 0,20 \text{ mm}$ ).



**Figura 5.23** Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS2 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

A Figura 5.24 apresenta o procedimento empregado na determinação do  $P_Q$  referente ao cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ), a fim de verificar a validade de  $K_{IEAC}$  do material. No ensaio de tenacidade à fratura, obteve-se o valor de  $P_Q$  igual a 7550 N,  $P_{\text{máx}}$  igual a 11573 N e o valor da abertura do entalhe ( $V_p$ ) considerando-se a carga máxima suportada pelo cp foi de 0,20 mm.

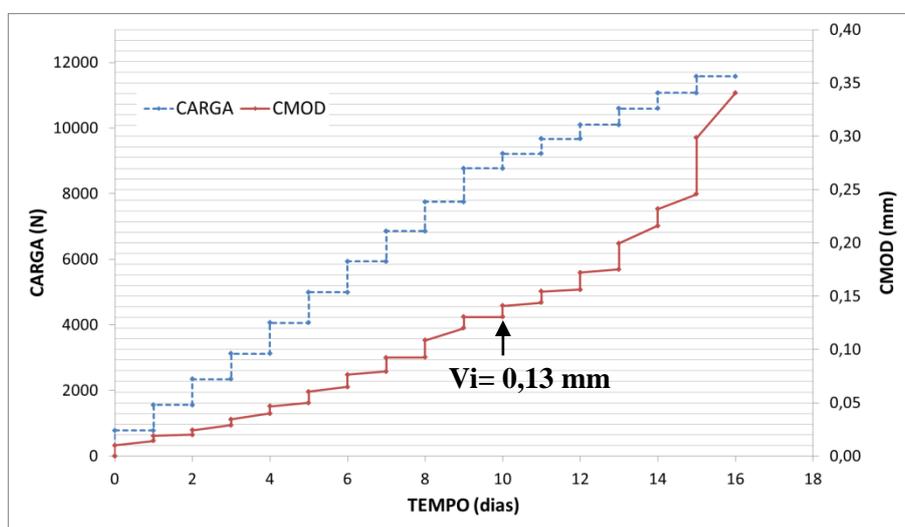


**Figura 5.24** Procedimento utilizado para validação do  $K_{IEAC}$  referente ao cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ).

Cálculo referente ao cp MS4:

$$\text{MS4: } \left( \frac{P_{\text{máx}}}{P_Q} \right) = \left( \frac{11573 \text{ N}}{7550 \text{ N}} \right) = 1,53 \quad 1,53 > 1,10 \quad (8)$$

A Figura 5.25 apresenta o gráfico de Carga versus Tempo referente ao cp MS4, necessário para a determinação do valor de abertura do entalhe no início da propagação estável da trinca ( $V_i$ ). Observou-se que para o cp MS4 o início da propagação estável da trinca ocorreu com CMOD igual a 0,13 mm ( $V_i = 0,13 \text{ mm}$ ).



**Figura 5.25** Carga e CMOD versus Tempo referente ao cp MS4 (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{\text{sobrecarga}} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

As equações (4) a (8) apresentaram os cálculos referentes à avaliação da tenacidade à fratura do Inconel 718 em ambiente agressivo. A partir destes cálculos, constatou-se que o parâmetro fator de intensidade de tensões ( $K$ ) não pode ser considerado como  $K_{\text{IEAC}}$  ou  $K_{\text{EAC}}$ , segundo a norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008). Assim sendo, a avaliação da tenacidade à fratura em meio agressivo será através do parâmetro CTOD, com base na norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991), para todos os corpos de prova avaliados (M1, M3, MS1, MS2 e MS4).

Os gráficos de Carga e CMOD versus Tempo dos corpos de prova M3 e MS4 (apresentados na Figura 5.19 e Figura 5.25) exibiram pequena diferença de

comportamento, em relação aos demais analisados em meio agressivo. Esta conduta pode estar associada ao tamanho da pré-trinca de fadiga, com o nível de fragilização do material (devido ao meio agressivo), ou ainda, por terem sido aplicadas, em algumas etapas de carregamento (steps), cargas um pouco maiores do que as previstas no projeto de experimentos, colaborando, assim, para os menores tempos de execução dos ensaios destes corpos de prova.

A Tabela 5.6 resume os valores da abertura do entalhe no início da propagação estável da trinca ( $V_i$ ) e na carga máxima suportada pelo corpo de prova ( $V_p$ ). Observa-se que os valores totais de abertura do entalhe ( $V_i+V_p$ ) obtidos graficamente são aproximadamente iguais aos valores medidos pelo *clip gage* durante o ensaio de tenacidade à fratura.

**Tabela 5.6** Valores de  $V_i$  e  $V_p$  dos corpos de prova ensaiados em meio agressivo.

| cp  | $K_{\text{sobrecarga}}$<br>MPa $\sqrt{m}$ | $V_i$<br>(mm) | $V_p$<br>(mm) | $V_{\text{Total calculado}}$<br>( $V_i+V_p$ ) (mm) | $V_{\text{Total medido}}$<br>(mm) |
|-----|---|---------------|---------------|--|-----------------------------------|
| M1  | Isento                                    | 0,21          | 0,29          | 0.50   | 0.52                              |
| M2  | Isento                                    | *             | *             | *  | *                                 |
| M3  | Isento                                    | 0,13          | 0,48          | 0.61   | 0.58                              |
| MS1 | 46  | 0,24          | 0,37          | 0.61   | 0.56                              |
| MS2 | 46  | 0,20          | 0,34          | 0.54   | 0.54                              |
| MS4 | 59  | 0.13          | 0.20          | 0.33   | 0.34                              |

\* Valor não calculado devido à ausência de dados.

Analisando-se os gráficos, Carga versus CMOD, juntamente com os valores de  $V_p$  (Tabela 5.6), observa-se que todos os corpos de prova ensaiados em ambiente agressivo apresentaram considerável plasticidade até a ocorrência da fratura, conforme se observam nas Figura 5.16, 5.18, 5.20, 5.22 e 5.24. Portanto, para os corpos de prova avaliados, não foi possível validar o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) como  $K_{IEAC}$  ou  $K_{EAC}$  do material, segundo a norma ASTM E1681-08 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS 2008). Sabe-se que o fator de intensidade de tensões ( $K$ ) é válido apenas no regime linear elástico do material. Assim, o fator  $K$  foi designado por um  $K$  aparente, quando se considera a carga máxima ( $K$  aparente máximo). Deste modo, estes valores de  $K$  são exibidos para fins de comparação com os ensaios efetuados ao ar.

Assim sendo, a tenacidade à fratura em meio agressivo será avaliada através do parâmetro CTOD através de duas abordagens distintas: CTOD de iniciação (início da propagação estável da trinca) e CTOD de carga máxima ou CTOD<sub>EAC</sub> (início da propagação instável da trinca).

A Tabela 5.7 apresenta os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura do Inconel 718 realizados em meio agressivo (água do mar sintética) em termos do fator de intensidade de tensões aparente (K aparente máximo) e do parâmetro CTOD.

**Tabela 5.7 Valores de K e CTOD dos ensaios de tenacidade à fatura em meio agressivo.**

| cp           | K <sub>sobrecarga</sub><br>(MPa√m) | K<br>iniciação<br>(MPa√m) | K<br>aparente máximo<br>(MPa√m) | CTOD<br>iniciação<br>(mm) | CTOD<br>carga máxima<br>(mm) |
|--------------|------------------------------------|---------------------------|---------------------------------|---------------------------|------------------------------|
| M1           | Isento                             | 60                        | 74                              | 0,056                     | 0,086                        |
| M2           | Isento                             | *                         | 72                              | *                         | *                            |
| M3           | Isento                             | 74                        | 96                              | 0,044                     | 0,141                        |
| MS1          | 46                                 | 83                        | 93                              | 0,071                     | 0,118                        |
| MS2          | 46                                 | 79                        | 88                              | 0,063                     | 0,112                        |
| MS4          | 59                                 | 60                        | 79                              | 0,046                     | 0,070                        |
| <b>Média</b> |                                    | <b>71</b>                 | <b>84</b>                       | <b>0.056</b>              | <b>0.105</b>                 |

\* Valor não calculado devido à ausência de dados.

Observa-se uma significativa queda nos valores de tenacidade à fratura do material no meio agressivo, em relação aos ensaios efetuados ao ar, considerando-se os resultados do CTOD de carga máxima e valores de K aparente máximos. Através da metodologia de avaliação da tenacidade à fratura por *step loading*, notou-se que o meio agressivo realmente afetou as propriedades mecânicas do material facilitando a nucleação e propagação de trincas. Verificou-se que o meio agressivo promoveu uma redução de aproximadamente 50% no valor de tenacidade à fratura das amostras de Inconel 718 analisadas, se comparadas com os resultados obtidos das amostras ensaiadas ao ar.

Os corpos de prova M1 e MS4 foram os que apresentaram pior desempenho (menores valores de CTOD carga máxima) no ensaio de tenacidade à fratura em meio agressivo. Ambos os resultados apresentaram valores semelhantes de tenacidade à fratura. Contudo, a amostra M1 apresentou um micromecanismo de fratura mais frágil,

predominantemente intergranular (ver Figura 5.31), enquanto que para a amostra MS4, observou-se quase clivagem, como mostra a Figura 5.36.

Esta fragilização do material, segundo Gentil (GENTIL 2011) geralmente ocorre na presença de meios com características ácidas, como em meios contendo H<sub>2</sub>S ou sob proteção catódica excessiva, acarretando em falhas prematuras dos componentes em serviço. Outro pesquisador, (FERNANDES 2011), citou que este fenômeno de fragilização do material pode ser devido à ação conjunta do Hidrogênio dissolvido no material e de tensões trativas, mesmo quando submetidos a tensões bem inferiores a tensão de escoamento do material. GENTIL (2011) ainda destacou que a segregação de Hidrogênio nos defeitos cristalinos pode enfraquecer as ligações químicas (diminuindo a coesão entre os átomos), favorecendo a nucleação de microtrincas e prejudicando consideravelmente as propriedades mecânicas, tais como a tenacidade e a ductilidade.

Convém ressaltar que a norma API 6A718-09 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE 2009) especifica um valor máximo de dureza para a operação da liga Inconel 718 na indústria de óleo e gás, atingindo o valor máximo de 40 HRC. Segundo Gentil (GENTIL 2011) esse limite é devido a maior tendência à fragilização pelo Hidrogênio nos materiais de maior resistência mecânica.

No entanto, o que se observa neste trabalho é que, embora o material apresente características microestruturais e valores de dureza de acordo com as especificações desta norma API 6A718-09, o material mostrou-se altamente susceptível à fragilização pelo Hidrogênio quando submetido à proteção catódica.

Observa-se ainda uma tendência de que a plastificação aliada à presença de tensões residuais compressivas, geradas pela imposição da sobrecarga na região da trinca, podem afetar o modo de falha, passando de fratura predominantemente intergranular para quase clivagem, conforme mostram as imagens da Figura 5.34, Figura 5.35 e Figura 5.36. Entretanto, não há fortes evidências que apontem para esta mudança nos modos de fratura, pois após a aplicação da sobrecarga, efetuou-se um segundo estágio de pré-trincamento em fadiga. Este procedimento permite propagar a ponta da trinca para uma região distante da zona de plastificação tornando, assim, a ponta da trinca novamente aguda, de modo que a sobrecarga aplicada não interfira nos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura.

Para a amostra M2, devido a problemas operacionais durante o ensaio, não foi possível obter dados suficientes para determinar a tenacidade à fratura do material. Deste modo, comparando-se as características fractográficas e o valor de K aparente máximo com outros corpos de prova ensaiados em condições idênticas (meio agressivo e ausência da sobrecarga na região da trinca), estima-se que a amostra M2 apresente valores de tenacidade análogos aos da amostra M1, visto que ambas apresentaram características fractográficas (fratura frágil predominantemente intergranular) e microestruturais muito semelhantes.

Para fins comparativos, a Tabela 5.8 apresenta resumidamente os resultados dos ensaios de tenacidade à fratura em ambas as condições avaliadas (ensaio ao ar e em meio agressivo sob proteção catódica).

**Tabela 5.8 Comparativo entre CTOD carga máxima e K aparente máximo, obtidos nos ensaios de tenacidade à fratura.**

| Ambiente de ensaio       | cp           | $K_{\text{sobrecarga}}$<br>(MPa.m <sup>1/2</sup> ) | CTOD<br>carga máxima<br>(mm) | K<br>aparente máximo<br>(MPa.m <sup>1/2</sup> ) |
|--------------------------|--------------|--|------------------------------|---|
| Ar                       | A1           | Isento   | 0,228                        | 119   |
|                          | A2           | Isento   | 0,194                        | 121   |
|                          | AS1          | 46   | 0,163                        | 114   |
|                          | AS2          | 46   | 0,230                        | 118   |
|                          | AS4          | 59   | 0,221                        | 120   |
|                          | <b>Média</b> |  |                              | <b>0,207</b>                                    |
| Água do mar<br>sintética | M1           | Isento   | 0,086                        | 74  |
|                          | M2           | Isento   | *                            | 72  |
|                          | M3           | Isento   | 0,141                        | 96  |
|                          | MS1          | 46   | 0,118                        | 93  |
|                          | MS2          | 46   | 0,112                        | 88  |
|                          | MS4          | 59   | 0,070                        | 79  |
|                          | <b>Média</b> |  |                              | <b>0,105</b>                                    |

\* Valor não calculado devido à ausência de dados.

### 5.7 Validação das pré-trincas de fadiga dos ensaios de tenacidade à fratura

A norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991), visando garantir a confiabilidade dos resultados dos ensaios de tenacidade à fratura, especifica que os corpos de prova utilizados nos experimentos devem atender alguns requisitos dimensionais, estabelecendo que a relação entre o tamanho da pré-trinca de fadiga e a espessura do corpo de prova ( $a_0/W$ ) deve apresentar valor entre 0,45 e 0,55.

A validação dos ensaios permite que os resultados obtidos em laboratório possam ser utilizados em projetos de componentes ou estruturas reais ou também para estabelecer programas de inspeções altamente confiáveis.

A Tabela 5.9 apresenta os valores de  $a_0/W$ , para cada corpo de prova, confirmando a validade dos ensaios de tenacidade à fratura. Estes valores foram medidos conforme o procedimento descrito no Item 4.1. Pode-se verificar que todos os corpos de prova apresentaram valores de “ $a_0/W$ ” dentro da faixa recomendada pela norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).

**Tabela 5.9 Valores reais e validação de  $a_0/W$ , conforme a norma BS 7448-1:91 (BRITISH STANDARD INSTITUTION 1991).**

| cp  | $K_{\text{sobrecarga}}$<br>(MPa.m <sup>1/2</sup> ) | $a_0/W$ | Intervalo aceitável | Validação $a_0/W$ |
|-----|--|---------|---------------------|-------------------|
| A1  | Isento   | 0,53    | 0,45 e 0,55         | Sim               |
| A2  | Isento   | 0,55    |                     | Sim               |
| AS1 | 46   | 0,53    |                     | Sim               |
| AS2 | 46   | 0,51    |                     | Sim               |
| AS4 | 59   | 0,55    |                     | Sim               |
| M1  | Isento   | 0,55    |                     | Sim               |
| M2  | Isento   | 0,54    |                     | Sim               |
| M3  | Isento   | 0,55    |                     | Sim               |
| MS1 | 46   | 0,54    |                     | Sim               |
| MS2 | 46   | 0,52    |                     | Sim               |
| MS4 | 59   | 0,52    |                     | Sim               |

## 5.8 Análise fractográfica

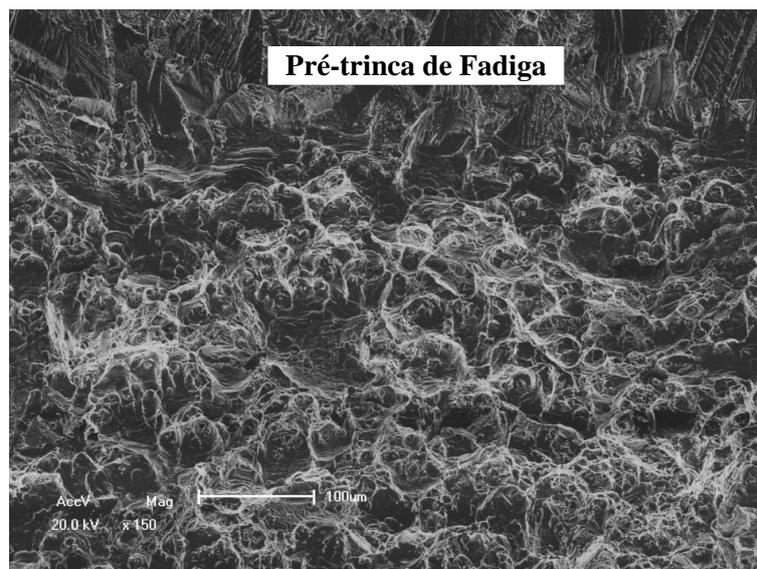
A análise das superfícies de fratura tem por objetivo estudar o comportamento do material quando ensaiado ar e em ambiente agressivo. O foco da análise se concentrou na região central e imediatamente após a pré-trinca de fadiga de cada corpo de prova.

### 5.8.1 Fractografias dos ensaios de tenacidade à fratura ao ar

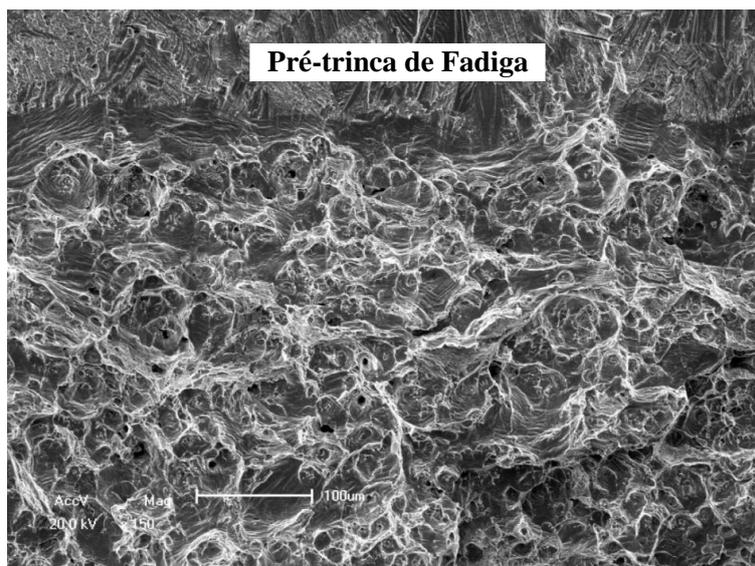
As Figuras 5.26 a 5.30 apresentam as superfícies de fratura dos corpos de provas ensaiados ao ar. Como se pode observar nestas figuras, todas as amostras avaliadas apresentaram um micromecanismo de fratura dúctil, mais precisamente envolvendo a coalescência de microcavidades para as duas condições de teste consideradas, isto é, com e sem sobrecarga prévia ao envelhecimento.



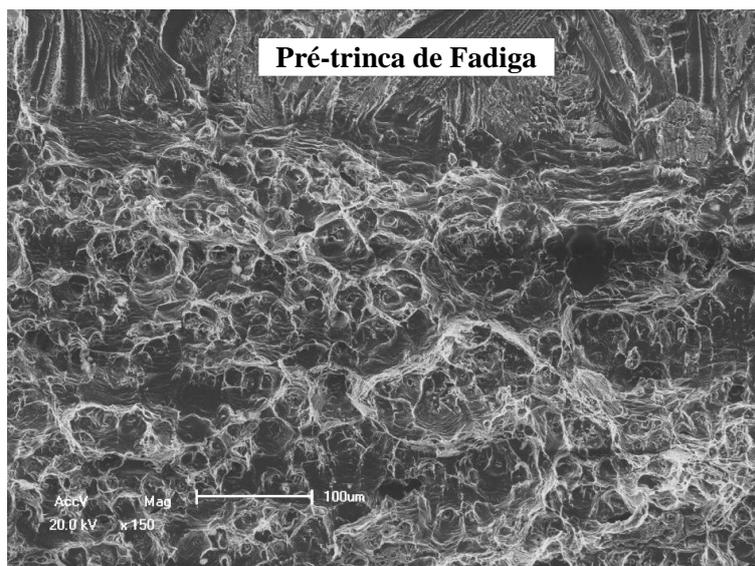
**Figura 5.26** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp A1, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar).



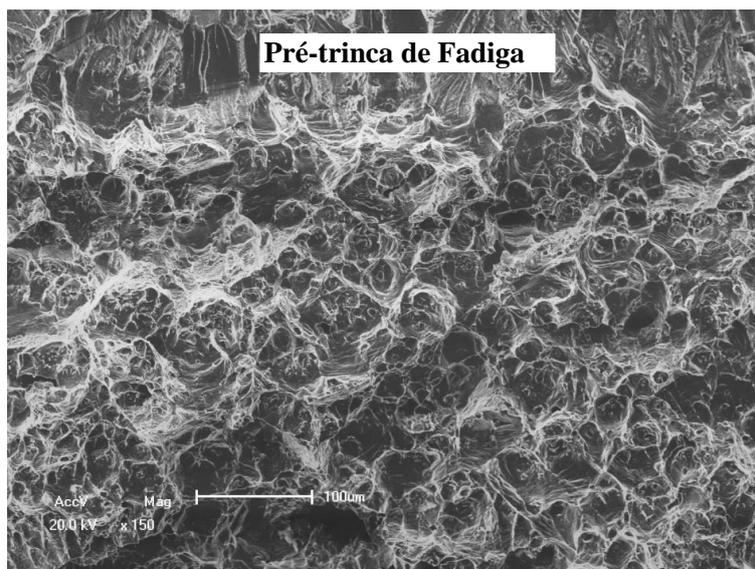
**Figura 5.27** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp A2, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar).



**Figura 5.28** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS1, revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com  $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).



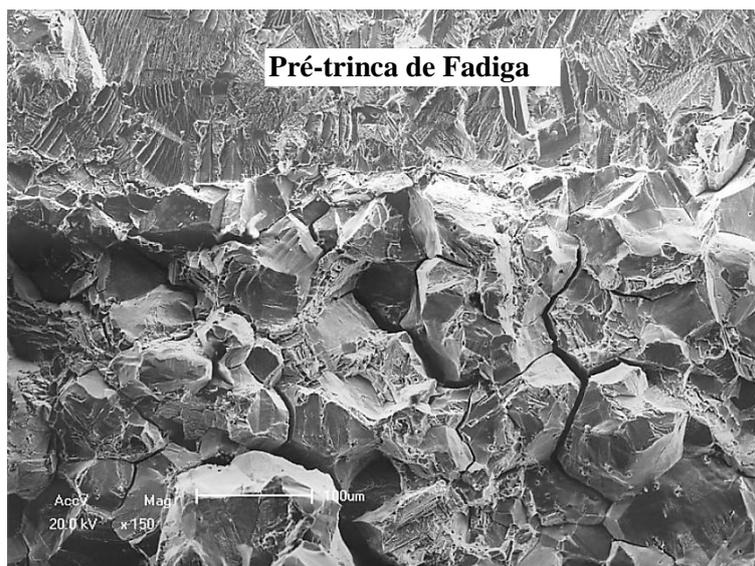
**Figura 5.29** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS2 revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com  $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).



**Figura 5.30** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp AS4 revelando fratura dúctil (ensaiado ao ar com  $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

#### 5.8.2 Fractografias dos ensaios de tenacidade à fratura em meio agressivo

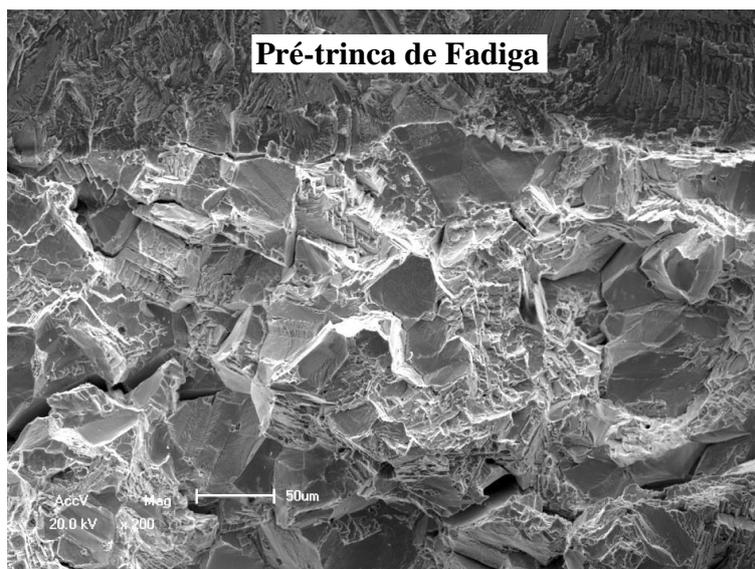
A análise fractográfica dos corpos de prova ensaiados em água do mar sintética com proteção catódica no potencial de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$  revelou micromecanismos de fratura frágeis, isto é, intergranular e quase clivagem, com trincas secundárias (ver Figura 5.31 a Figura 5.36). Na verdade, tudo indica que há uma distinção entre os micromecanismos de fratura das amostras sem e com sobrecarga, sendo que para as primeiras existe a predominância de fratura intergranular enquanto que o segundo grupo de amostras desenvolveu fratura mista, isto é, intergranular e quase clivagem. É possível que a sobrecarga tenha promovido a plastificação de um apreciável volume de material e que isso tenha afetado o micromecanismo de fratura operante, diminuindo assim a intensidade de dano produzido.



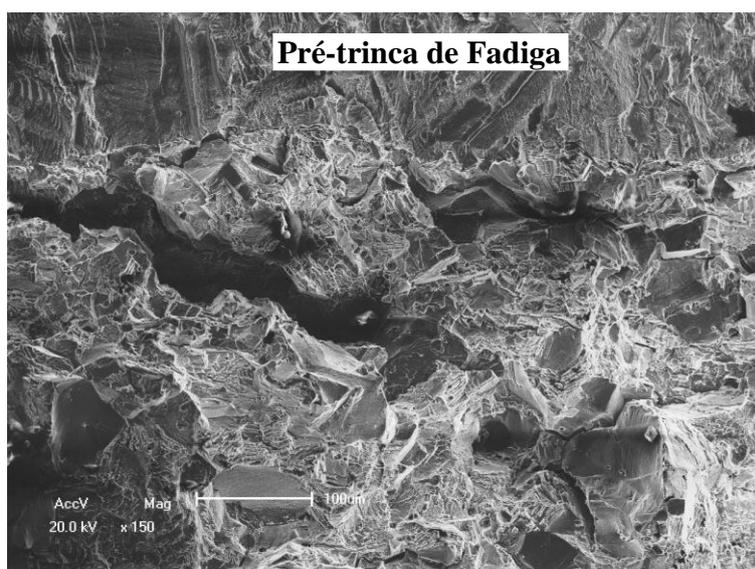
**Figura 5.31** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M1, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética).



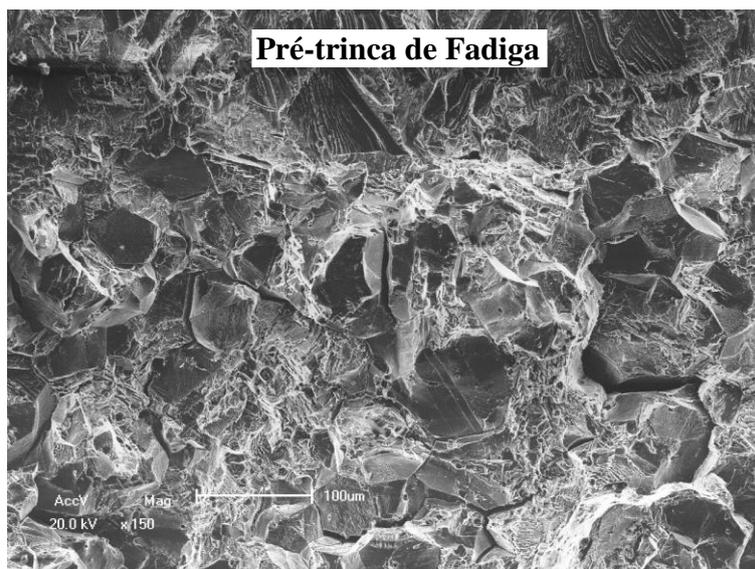
**Figura 5.32** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M2, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética).



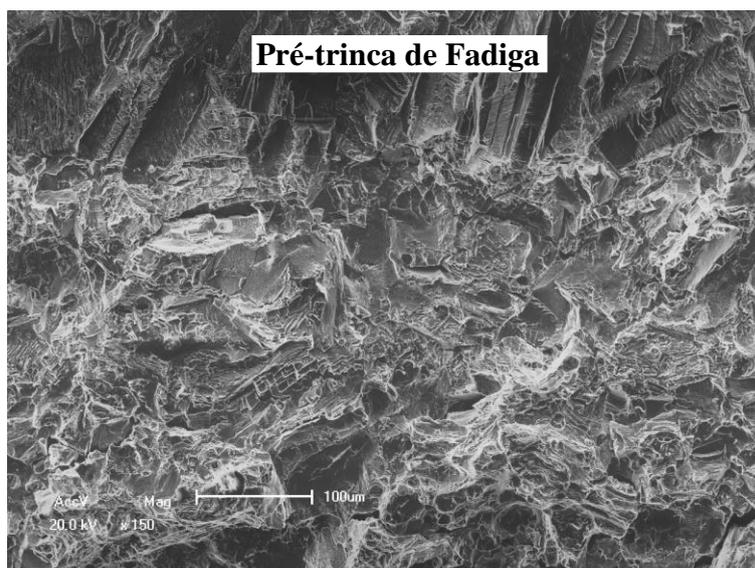
**Figura 5.33** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp M3, revelando fratura frágil intergranular (ensaiado em água do mar sintética).



**Figura 5.34** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS1, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).



**Figura 5.35** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS2, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 46 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).



**Figura 5.36** Fractografia via MEV da superfície de fratura do cp MS4, revelando fratura frágil intergranular e quase clivagem (ensaiado em água do mar sintética/ $K_{sobrecarga} = 59 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ).

## 6. CONCLUSÕES

No presente trabalho, foram realizados ensaios de *step loading* visando avaliar a tenacidade à fratura do Inconel 718, quando submetido à proteção catódica em água do mar sintética no potencial de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ , simulando assim uma aplicação industrial na condição de “superproteção” contra a corrosão deste material.

Além disso, avaliou-se a influência da deformação plástica, gerada por uma sobrecarga na região da trinca do corpo de prova, prévia ao tratamento térmico de envelhecimento, na cinética de precipitação da fase  $\delta$  e supostamente um agravamento da fragilização causado pelo meio agressivo. A partir dos resultados obtidos, destacam-se as seguintes conclusões:

- Os ensaios de tenacidade à fratura, realizados ao ar apresentaram comportamentos similares para os dois grupos de amostras (sem e com sobrecarga na região da trinca), isto é, fratura dúctil por coalescência de microcavidades;
- O Inconel 718 se mostrou muito susceptível à fragilização pelo hidrogênio quando em água do mar sintética sob proteção catódica de  $-1050 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ , apresentando inclusive uma alteração do micromecanismo de fratura de coalescência de microcavidades para intergranular/quase clivagem;
- A aplicação de sobrecarga, prévia ao tratamento térmico de envelhecimento, aparentemente não produziu condições metalúrgicas que resultassem em uma precipitação preferencial e mais intensa da fase  $\delta$ . Se de fato ocorreu essa precipitação preferencial, as técnicas de análise empregadas por esta investigação não tiveram resolução para detectar. É possível que exista uma mínima quantidade de deformação plástica e, conseqüentemente, de energia acumulada no reticulado, para afetar a cinética de precipitação da fase  $\delta$  e,

provavelmente, a sobrecarga aplicada nessa investigação não foi suficiente para isso;

- Há evidências de que ao invés de intensificar a precipitação da fase  $\delta$  e, conseqüentemente, produzir uma fragilização pelo hidrogênio mais severa, a sobrecarga garantiu na verdade um comportamento menos frágil na forma de um micromecanismo de fratura de quase clivagem ao invés de intergranular (amostras sem sobrecarga).
- Os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento realizados no Inconel 718 mostraram-se eficientes para garantir as propriedades mecânicas de dureza e microestrutura do Inconel exigidas pela norma API 6A718 em aplicações na indústria de óleo e gás;

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar os mesmos experimentos empregando diferentes parâmetros de tratamento térmico (solubilização e envelhecimento) para avaliar a influência da deformação plástica com a precipitação de fase  $\delta$  na microestrutura do Inconel 718.
- Avaliar a influência da deformação plástica na cinética de precipitação de fase  $\delta$  na microestrutura do Inconel 718 utilizando condições mais severas de deformação (laminação, ensaios de compressão).
- Empregar outras técnicas de análise, tais como: Difração de Raio-x e microscopia eletrônica de transmissão (MET), para avaliar a precipitação da fase  $\delta$  na microestrutura do Inconel 718, nas diferentes condições de tratamento térmico: material como recebido, após tratamento térmico de solubilização e, após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento do material.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAM PETROLEUM INSTITUTE, API 6A718: **Nickel Base Alloy 718 (UNS N07718) for Oil and Gas Drilling and Production Equipment**. Washington, D.C., 2009.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM B637. **Standard Specification for Precipitation-Hardening Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for High-Temperature Service**, Pennsylvania, United States, 2012.

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

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E112-12. **Standard Test Method for Determining Average Grain Size**, 2012.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E1681-08-, **Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Material**, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM E1820-11. **Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness**, 2011.

ANTONIO, D. D. A. et al. **Heat Treating of Superalloys**, Metals Handbook, Heat Treating, Vol. 4, p. 1757-1813, 1991.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS ABNT NBR 13284: **Preparação de Corpos de Prova para Análise Metalográfica – Procedimento**, 1995.

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

AKSELSEN, O. M. et al. **Welding and Corrosion/Corrosion Protection of 12%Cr Steel – A State of the Art Review**. SINTEF Report, 2005.

AZADIAN, S. et al. **Delta Phase Precipitation in Inconel 718**. Materials Characterization, Vol. 53, p.7-16, 2004.

BRITISH STANDARD INSTITUTION, BS 7448-1: **Fracture mechanics toughness tests – Part 1: Method for determination of  $K_{IC}$ , critical CTOD and critical J values of metallic materials**, 1991.

- BROOKS J.W; BRIDGES, P. J. **In Superalloys**. The Metallurgical Society. pp. 33-42, 1988.
- BROOKS, C. R. **Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys**, Metals Park, Ohio, ASM, 1982.
- BUNSCH, A. et al. **Influence of die forging parameters on the microstructure and phase composition of Inconel 718 Alloy**. Archives of Metallurgy and Material, Vol. 57, pp. 929-935, 2012
- BYUN, T.S.; FARRELL, K. **Tensile properties of Inconel 718 after low temperature neutron irradiation**. Journal of Nuclear Materials, Vol.. 318, p. 292-299, 2003.
- CAI, D. et al. **Dissolution kinetics of phase and its influence on the notch sensitivity of Inconel 718**, Materials Characterization, Vol. 58, p. 220-225, 2007.
- CAO, W.D.; KENNEDY, R.L. **New developments in wrought 718-Type Superalloys**. Acta Metalúrgica Sinica. Vol. 18, nº1 pp 39-46, 2004.
- CHOU DHURY, I.A.; BARADIE, M.A. **Machinability of Nickel-Base superalloys: a general review**. Journal of Materials Processing Technology, v.77, p.278-287, 1998.
- COLLIER, J.P. et al. **The effect of varying Al, Ti e Nb content on the phase stability of Inconel 718**, Metallurgical Transactions A, Vol. 19A, p. 1657-1966, 1988.
- DIAS, Gabriel Pieta. **Avaliação da tenacidade à fratura de um Aço Inoxidável Supermartensítico submetido à proteção catódica em água do mar**. Dissertação. PPGEM:UFRGS, 2009.
- DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J., **Superalloys: A Technical Guide**, ASM International, Second Edition, USA, 2002.
- ELIAZ, N. et al. **Characteristics of Hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength Steels**. Engineering Failure Analysis. Vol.9, p. 167-184, 2002.
- EVERHART, J. L. **Engineering properties of Nickel and Nickel Alloys**, Plenum Press, New York, 1971.
- EZUGWU, E. O. et al. **The machinability of Nickel-Based Alloys: a review**. Journal of Material Processing Technology, Vol 86, p.1-16, 1999.
- FERNANDES, José Carlos. **Desenvolvimento de um dispositivo tipo carga constante para avaliação da susceptibilidade à corrosão sob tensão do Aço Inoxidável austenítico**. Dissertação. Universidade Federal de Itajubá, MG, 2010.
- FERNANDES, P. J. L.; JONES, D. R. H. **The effect of crack blunting in liquid metal environments on  $K_{IEAC}$  determined by the rising load test**. Engineering Failure Analysis, Vol.3, p. 227-230, 1996.
- FOURNIER, L. et al. **Cathodic Hydrogen embrittlement in Alloy 718**. Materials Science Engineering: A, Vol. 269, Issues 1-2, p. 111-119, 1999.

FRANCECHINI, André Schwarz. **Avaliação do fenômeno de união de trincas induzidas pelo Hidrogênio e sua influência na integridade estrutural de um vaso de pressão**. Dissertação, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.

GAO, M.; WEI, P. R. **Grain boundary Niobium carbides in Inconel 718**. Scripta Materialia, Vol 37, Issue 12, p. 1843-1849, 1997.

GDOUTOS, E. E. **Fracture Mechanics: An Introduction**, 2ª Edição, Editora Springer, 2005.

GEDDES, B et al. **Phases and Microstructure of Superalloys. Superalloys: Alloying and Performance**, ASM International, p. 28-44, 2010.

GEMELLI, E. **Corrosão sob Solicitações Mecânicas. Corrosão de Materiais Metálicos e sua Caracterização**. Rio de Janeiro, Editora LTC, p. 66-89, 2001.

GENTIL, V., **Corrosão**. 6ª Edição, Editora LTC, p. 145-165, 2011.

GHOSH S. et al. **Study of standard heat treatment on mechanical properties of Inconel 718 using ball indentation technique**. Materials Letter, Vol. 62. p. 2619-2622, 2008.

GINGELL, A. **A bibliographical study of Hydrogen trapping and embrittlement in linepipe Steels**. IRSID Unisor Sacilor, Rapport Interne, 1997.

GLOWACKA, A.; SWIATNICKI, W. A. **Effect of Hydrogen charging on the microstructure evolution of Duplex Stainless Steel**. Materials Chemistry and physics, Warsaw, Vol. 81, p. 496-499, 2003.

GODEFROID, L.B. et al. **Tenacidade à Fratura e Propagação de Trinca de Fadiga de uma Superliga Inconel 600**. Revista Matéria, Vol. 9, n. 4, p. 315-324, 2004.

GROSDIDIER, T. et al. **Precipitation and dissolution processes in  $\gamma/\gamma'$  single crystal Nickel-Based superalloys**. Materials Science and Engineering A, v. 256, issue 1-2, p. 183-196, 1998.

HADAM, U.; ZAKROCZYMSKI, T. **Absorption of hydrogen in tensile strained iron and high-carbon steel studied by electrochemical permeation and desorption techniques**. International Journal of Hydrogen Energy. Vol 34, Issue 5, p. 2449-2459, 2009.

HUANG, Y.; LANGDON T.G. **The evolution of delta-phase in a superplastic Inconel 718 Alloy**. Journal of Material Science, vol. 42, p. 421-427, 2007.

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS FOR STANDARDIZATIONS. ISO 12135-02. **Metallic Materials-Unified Method of Test for Determinations of Quasistatic Fracture Toughness**, 2002.

JOHNSEN, R. et al. **Hydrogen induced stress cracking (HISC) of Stainless Steels under cathodic protection in seawater – presentation of a new method**. Proceedings of the ASME 28<sup>th</sup> International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering, 2009.

KENNEDY R.L. ALLVAC<sup>R</sup>718PLUS<sup>TM</sup>, **Superalloy for the next forty years**. Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives 2005, Edited by E.A. Loria TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2005.

KUO, M.C. et al. **Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy**, Materials Science and Engineering A, v. 510-511, p. 289-294, 2009.

LEITE, Raphael Aragonês. **Avaliação da Tenacidade a Fratura de uma Junta Soldada de um Aço Inoxidável Super Duplex com a utilização de Proteção Catódica**. Dissertação. PPGEM:UFRGS, 2009.

LIU L. et al. **Effects of precipitation phases on the hydrogen embrittlement sensitivity of Inconel 718**. Science and Technology of Advanced Materials, Vol. 3, Issue 4, p. 335–344, 2002.

LIU, F. et al. **Effect of intermediate heat treatment temperature on microstructure and notch sensitivity of laser solid formed Inconel 718 superalloy**, Vol. 26, p.908-913, 2011.

LIU, L. et al. **Study of the effect of  $\delta$  phase on hydrogen embrittlement of Inconel 718 by notch tensile tests**, *Corrosion Science*, Vol. 47, p. 355–367, 2005.

LIU, W. C. et al. **The influence of cold rolling on the precipitation of delta phase in Inconel 718 Alloy**, Scripta Materialia, Vol.37, p.53-57, 1997.

LUNDSTRÖM, Erik. **Overload effect on the fatigue crack propagation behaviour in Inconel 718**. Master Thesis, Linköping University, Sweden, 2012.

LUPPO, M. I. et al. **Effects of delta ferrite on Hydrogen embrittlement of austenitic Stainless Steels welds**, Corrosion Science Vol. 41, p. 87-103, 1999.

LYSYK, Russel. **Mapeamento por diagramas triaxiais da quantidade de fase  $\delta$  e dureza da liga UNS N07718 submetida a tratamento termomecânico**. Dissertação. PPGEM:UFRGS, 2009.

MANKINS, W. L; LAMB, S. **Nickel and Nickel Alloys**, Metals Handbook Vol.2, p. 430-431, 1990.

MARCHEBOIS et al. **Ssc Performance of a super 13% Cr martensitic Stainless Steels for OCTG: Three-dimensional fitness-for-purpose mapping according to P<sub>H2S</sub>, pH and chloride content**. NACE 07090, 2007.

MARTIN, M. L. et al. **Hydrogen-induced intergranular failure in nickel revisited**. Acta Materialia, Vol. 60, pp. 2739-2745, 2012.

MARTIN, M. L. et al. **On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled Steels**. Acta Materialia, Vol. 59, pp. 1601-1606, 2011.

MCCOY, S.A. et al. **High performance age-hardenable Nickel Alloys solve problems in sour oil and gas service**. Huntington, WV: Special Metals Corporation. <<http://www.specialmetals.com/technical.php>> Acesso em 8 Ago. 2012.

- MEYERS, M. A. **Princípios de Metalurgia Mecânica**, Ed. Edgard Blucher, 1982.
- MIYATA, Y. et al. **Martensitic Stainless Steels Seamless pipe for linepipe**. JFE Steel Corporation, Technical Report n 7, p. 14-17, 2006
- NIANG, A. et al. **Some features of anisothermal solid-state transformations in Alloy 718**. Materials Characterization, Vol. 61, p. 525-534, 2010.
- NING, Y. et al. **Hot deformation behavior of GH4169 Superalloy associated with stick  $\delta$  Phase dissolution during isothermal compression process**. Materials Science and Engineering: A, Vol. 540, p. 164-173, 2012.
- ONYEWUENYI, O. A. **Alloy 718 – Alloy optimization for applications in oil and gas production**. Superalloy 718-Metallurgy and Applications, E. A.Loria, ed., TMS, p.345-362, 1989.
- PARK, T.G. et al. **Effect of microstructure on the Hydrogen trapping efficiency and Hydrogen induced cracking of linepipe Steel**. Corrosion Science, Pohang, p. 1865-1871, 2008.
- PATEL, S.J; SMITH, G. D.**The role of Niobium in wrought superalloys**, International symposium niobium 2001, TMS, Orlando, Florida, p. 1081–1102, 2001.
- PAULONIS, F. D; SCHIRRA, J. J. **Alloy 718 at Pratt & Whitney – Historical perspective and future challenges**. Superalloys 718, 625, 706 and Derivates, Ed. E. A. Loria, The Mineral, Metals & Materials Society, 2001.
- PFINGSTAG M. E. et al. **Avaliação em relação à corrosão fadiga de juntas soldadas da liga Inconel 625**. Ciência e Tecnologia dos Materiais, v. 22, 2010.
- PFINGSTAG, M. R. et al. **Avaliação do comportamento à fadiga e à corrosão fadiga de juntas soldadas da liga Inconel 625 testada para uso em plataformas offshore**, 2006.
- PETRÓLEO E ENERGIA. **Árvore de Natal Molhada**. <<http://www.Petróleoenergia.com.br/petroleo/reportagem.php>> Acesso em 7 Ago. 2012.
- PETRÓLEO E GÁS. **Escoamento da Produção**. <http://www.simonsen.br/its/pdf/apostilas/base-tecnica/> Acesso em 09 Dez 2013.
- PROENÇA, Marcos Baroncini. **Deterioração de aços em refinaria de petróleo e seu controle por impedância eletroquímica**. Tese, Universidade Estadual de Campinas-Unicamp, 1998.
- PUNDT, A.; KIRCHHEIM, R. **Hydrogen in Metals: Microstructural Aspects**. Annual Review of Materials Research, Vol 36, p. 555-608, 2006.
- RAMIREZ, J. E. **Wedability evaluation of Supermartensitic Stainless Pipe Steels**. Welding Journal. Vol. 86, p 125-132, 2007.

RAYMOND, L. **Evaluation of Hydrogen Embrittlement**, Metals Handbook, Corrosion, Vol. 13, p. 637-653, 1992.

REED, R. C. **The physical metallurgy of Nickel and its alloys**. The Superalloys: Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, 2006.

RESENDE, D. L. D et al. **Estudo do comportamento mecânico da superliga Inconel 718 em temperaturas elevadas**. Anais do 15º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XV ENCITA, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil, 2009.

SANTOS, Tatiane Siqueira Rosa. **Estudo dos efeitos do Hidrogênio nas propriedades mecânicas da liga 718 em diferentes condições de envelhecimento**. Dissertação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

SHEHATA et al. **Initiation of stress corrosion cracking and Hydrogen induced cracking in oil and gás line pipe Steels**. CANMET Materials Technology laboratory, 2008.

SOUSA, Fábio Andrade de. **Avaliação da propagação do entalhe em PVDF**. Dissertação. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2009.

STOLOFF, N.S. **Wrought and P/M Superalloys**, Metals Handbook, Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, Vol. 1, p. 950-980, 1990.

STROE, Mioara Elvira. **Hydrogen embrittlement of Ferrous Materials**. Tese de Doutorado. Faculty of Applied Science – Université Libre de Bruxelles, 2006.

STROHAECKER, Telmo Roberto. **Comportamento à fratura de Aços Estruturais de Alta Resistência Mecânica frente a ambientes agressivos**, Tese de Doutorado 1989.

TANG, Q.J et al. **Comparison on the cracking susceptibility of different low Alloy Steel weldments exposed to the environment containing wet H<sub>2</sub>S**. Engineering Failure Analysis vol. 13, p 1057–1064, 2006.

THOMAS, A. et al. **High temperature deformation of Inconel 718**. Journal of Materials Processing Technology, vol.177, p.469-472, 2006

VALLE, Lena de Castro Meneses. **Efeito da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718**. Dissertação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2010.

VOORT, V. G. F.; JAMES H.M. **Wrought heat-resistant Alloys. Metallography and Microstructures**, Vol. 9, 9 Edição, Metals Handbook, ASM International. Materials Park, p. 305-329, 1985.

VILLELA, Marcos José Rei. **Análise do comportamento da temperatura em sistemas de produção de petróleo: Comparação entre completação seca e molhada**. Sistema Maxwell. Certificação digital nº 0221059/CA.p. 26-37.[http://www.maxwell.lambda.ele.pucRio.br/cgi-bin/PRG\\_0599.EXE/6084\\_3.PDF](http://www.maxwell.lambda.ele.pucRio.br/cgi-bin/PRG_0599.EXE/6084_3.PDF)Acesso em 7 Ago.2012

XIE, X. et al. **TTT Diagram of a newly developed nickel-base superalloy – Allvac 718 plus**, Superalloy 718, 625, 706 and Derivatives, E.A. Loria, TMS, pp. 193-202, 2005.

ZAGAL J. M et al. **Microstructural effects on the Hydrogen permeation of Inconel alloy 690**. Corrosion Science. Vol 50, p. 3371-3377, 2008.

ZHANG, H. Y. et al. **Deformation characteristics of delta phase in the delta-processed Inconel 718 alloy**. Materials Characterizations, vol. 61, p. 49-53, 2010.

ZHU, X. K.; JOYCE, J. A, **Review of fracture toughness (G, K, CTOD, CTODA) testing and standardization**, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 85, p. 1-46, 2012.