

# UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ CENTRO DE TECNOLOGIA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

PEDRO QUEIROS SANTIAGO

# ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGENIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS UNS S41003 E ENDUR 300 SUBMETIDOS A HIDROGENAÇÃO ELETROLÍTICA

FORTALEZA 2023

## PEDRO QUEIROS SANTIAGO

# ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGENIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS UNS S41003 E ENDUR 300 SUBMETIDOS A HIDROGENAÇÃO ELETROLÍTICA

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Orientador: Prof, Dr. Mauro Andres Cerra Florez

Co-orientador(a): Me. Ana Aline Coelho Alcanfor

FORTALEZA 2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação Universidade Federal do Ceará Sistema de Bibliotecas Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

S226e Santiago, Pedro Queiros.

Estudo da fragilização por hidrogênio em aços inoxidáveis UNS S41003 e ENDUR 300 submetidos a hidrogenação eletrolítica / Pedro Queiros Santiago. – 2023. 57 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2023. Orientação: Prof. Dr. Mauro Andres Cerra Florez. Coorientação: Profa. Ma. Ana Aline Coelho Alcanfor.

1. Fragilização por hidrogênio. 2. Método de hidrogenação eletrolítica. 3. Aços inoxidáveis. I. Título. CDD 669

## PEDRO QUEIROS SANTIAGO

# ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGENIO EM AÇOS INOXIDÁVEIS UNS S41003 E ENDUR 300 SUBMETIDOS A HIDROGENAÇÃO ELETROLÍTICA

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em: 11/12/2023.

## BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Mauro Andres Cerra Florez (Orientador) Universidade Federal do Ceará (UFC)

> Prof. Dr. Walney Silva Araújo Universidade Federal do Ceará (UFC)

> Me. Ana Aline Coelho Alcanfor Universidade Federal do Ceará (UFC)

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço à Deus, aos meus pais e aos meus familiares, por serem meu porto seguro, no qual contei com o apoio, com o carinho, com a compreensão incondicionais, sendo de fundamental importância para superar dificuldades nesse caminho acadêmico e na minha vida.

Ao Prof. Dr. Mauro Andres Cerra Florez, meu sincero agradecimento pela disponibilidade de orientação, pela mentoria e considerável conhecimento compartilhada durante essa importante fase acadêmica.

Expresso, também, minha imensurável gratidão à minha companheira Laryssa Coutinho, cujo suporte foram fundamentais durante todas as etapas deste projeto. Agradeço, imensamente, por sua ajuda, e seus conhecimentos, contribuindo para meu sucesso acadêmico.

Agradeço também, ao time de colegas do Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) e do Laboratório de Pesquisa em Corrosão (LPC) e, também, aos demais professores do departamento.

"O aprendizado é como o horizonte: não há limites." (Provérbio Chinês).

#### RESUMO

Em face a imperativa busca por fontes de energia mais ecoeficientes, capazes de atenuar os impactos ambientais e, simultaneamente, suprir as crescentes demandas energéticas da sociedade civil, do setor industrial e outros setores, tem-se instaurado uma discussão proeminente nos âmbitos das conferências climáticas internacionais. Nessa perspectiva, surge o conceito de hidrogênio verde, delineando-se como uma alternativa aos combustíveis fósseis convencionais. O cenário nordestino brasileiro, em particular o Estado do Ceará, atrai uma singular atenção de investimentos voltados para a implantação de tecnologias voltadas à produção de hidrogênio verde. Contudo, a viabilidade plena desse vetor energético demonstra desafios, especialmente no que concerne às fases de armazenamento e transporte, cujo tamanho atômico diminuto do hidrogênio propicia uma notável tendência à difusão nas estruturas metálicas, acarretando comprometimento sobre as características mecânicas e metalúrgicas e, potencialmente, induzindo a fragilização e fraturas. Nesse contexto, emerge o objetivo de investigar a sensibilidade ao processo de fragilização juntamente com a resposta mecânica das ligas aços inoxidáveis Endur 300 e UNS S4100 frente a distintos tempos de exposição ao hidrogênio. A metodologia do trabalho segue a realização de preparação de corpos de prova, tratamentos por hidrogenação eletrolítica por 1 (uma) hora e 3 (três) horas, seguido de ensaio de tração, ensaio de dureza e microdureza e, por fim, fractografia. Os resultados indicam que a liga inoxidável UNS S41003, apresentou um comportamento dúctil afetado em certo grau pela fragilização, sendo revelado na condição T.H.E. 3 horas, pela presença de perceptível formação de tricas propagadoras na superfície da fratura. Com relação, a liga inoxidável Endur 300, observou-se maior grau de comportamento frágil quando submetido ao ensaio de hidrogenação eletrolítica por 1 hora e por 3 horas.

Palavras-chave: fragilização por hidrogênio; método de hidrogenação eletrolítica; aços inoxidáveis.

## ABSTRACT

Given the imperative search for more eco-efficient energy sources, capable of mitigating environmental impacts and, simultaneously, meeting the growing energy demands of civil society, the industrial sector and other sectors, a prominent discussion has been established in climate conferences. international. From this perspective, the concept of green hydrogen emerges, emerging as an alternative to conventional fossil fuels. The Brazilian northeastern scenario, in particular the State of Ceará, attracts singular investment attention aimed at the implementation of technologies aimed at the production of green hydrogen. However, the full viability of this energy vector presents challenges, especially with regard to the storage and transport phases, whose tiny atomic size of hydrogen provides a notable tendency for diffusion in metallic structures, compromising the mechanical and metallurgical characteristics and, potentially, inducing embrittlement and fractures. In this context, the objective emerges of investigating the sensitivity to the embrittlement process together with the mechanical response of Endur 300 and UNS S4100 stainless steel alloys to different times of exposure to hydrogen. The work methodology involves preparing specimens, electrolytic hydrogenation treatments for 1 (one) hour and 3 (three) hours, followed by tensile testing, hardness and microhardness testing and, finally, fractography. The results indicate that the stainless alloy UNS S41003 presented ductile behavior affected to a certain degree by embrittlement, being revealed in the T.H.E. condition. 3 hours, due to the presence of noticeable formation of propagating cracks on the fracture surface. In relation to the stainless alloy Endur 300, a greater degree of brittle behavior was observed when subjected to the electrolytic hydrogenation test for 1 hour and for 3 hours.

Keywords: hydrogen embrittlement; electrolytic hydrogenation method; stainless steels.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Diagrama de Schaeffer	18
Figura 2- Estruturas Cristalinas CCC, CFC e os Sítios Preferenciais	23
Figura 3 - Célula eletroquímica para ensaio de hidrogenação eletrolítica	25
Figura 4- Diagrama Tensão-Deformação de Engenharia até a Fratura	26
Figura 5- Diagrama Tensão-Deformação para Materiais Frágeis e Dúcteis	27
Figura 6 - Resumo dos Tipos de Ensaio, Penetradores, Forma de Impressão e Fórmul	a de
Calcular	29
Figura 7- a) Cortadora Metalográfica Teclago CM-60; b) Embutidora à quente	31
Figura 8- a) Lixadeira; b) Politriz Arotec.	31
Figura 9 - Microscópio ótico Leica DMI 3000M	32
Figura 10- Dimensões Padronizadas a partir da Norma ASTM A370-22	32
Figura 11- Máquina Serra Fita	33
Figura 12- Máquina Retífica	34
Figura 13- Máquina Fresadora	34
Figura 14- Durometro Rockwell.	35
Figura 15- Microdurômetro Shimadzu HMV-2	36
Figura 16- Amostras Preparadas para Ensaio de Hidrogenação Eletrolítica	36
Figura 17- Célula Eletroquímica	37
Figura 18 - Máquina de Ensaios EMIC DL-10000	38
Figura 19- Estereoscópio Olympus SZ61TR com guia de luz modelo LG PS2	39
Figura 20 - Micrografias ópticas das amostras em estudo a) UNS S41003; b) Endur 300	40
Figura 21 - Fractografias das amostras UNS S41003 a) Como Recebido; b) T.H.E. 1hor	a; c)
T.H.E. 3 horas. Ampliação 45x	52
Figura 22 - Fractografias das amostras Endur 300 a) Como Recebido; b) T.H.E. 1hora; c) T.	H.E.
3 horas. Ampliação 45x	52

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Potencial de circuito aberto para as ligas UNS S41003 e Endur 300 em solução
NaCl 3,5%
Gráfico 2 - Polarização Potenciodinâmica Catódica para as ligas UNS S41003 e Endur 300 em
solução NaCl 3,5%41
Gráfico 3– Cronoamperometria dos CP's 410D e 410T em solução NaCl 3,5%42
Gráfico 4 - Curva Tensão – Deformação para 410D condição C.R
Gráfico 5 - Curva Tensão - Deformação para 410D condição T.H.E. 1 hora
Gráfico 6- Curva Tensão - Deformação para 410D condição T.H.E. 3 horas45
Gráfico 7 - Curva Tensão – Deformação para 410T condição C.R46
Gráfico 8 - Curva Tensão - Deformação para 410T condição T.H.E. 1 hora
Gráfico 9- Curva Tensão - Deformação para 410T condição T.H.E. 3 horas47
Gráfico 10- Comparação das Médias das Amostras em cada Condição para 410D47
Gráfico 11- Comparação das Médias das Amostras em cada Condição para 410T48
Gráfico 12- Comparação das Médias das Amostras em cada Condição para 410D e 410T49

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Coeficientes de Difusão do Hidrogênio em diferentes Aços Inoxidáveis	24
Tabela 2 - Resumo do Ensaio Rockwell	28
Tabela 3- Composição química da liga UNS S41003 em %p	30
Tabela 4 - Composição química da liga ENDUR 300 em %p	30
Tabela 5 - Dados de Hidrogenação Eletrolítica para 1h	43
Tabela 6- Dados de Hidrogenação Eletrolítica para 3h	43
Tabela 7- Dados com Valores Médios de Corrente, Tempo e Quantidade de Hidrogênio	44
Tabela 8- Comparação das Médias dos Parâmetros LRT, LE, TRup e Along. em amostras	em
cada Condição para 410D e 410T	49
Tabela 9- Resultados de Dureza Rockwell.	51
Tabela 10- Resultados de Microdureza Vickers	51
Tabela 11 - Medidas médias da redução da área da superfície da fratura	53

# LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - Reação da redução hidrogênio na forma atômica	23
Equação 2 - Lei de Faraday para Quantidade de Hidrogênio	25

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma Brasileira Regulamentar
SAE	Society of Automotive Engineers
ISO	International Organization for Standardization
ASM	Advanced Semiconductor Materials
AISI	American Iron and Steel Institute
СР	Corpo de Prova
HRB	Hardness Rockwell B
HRC	Hardness Rockwell C
HV	Hardness Vickers
CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Face Centrado
i	Corrente
F	Constante de Faraday
А	Área
t	tempo
Å	Angstrom
mm	milímetros
ml	mililitro
g	grama
α	Alfa
γ	Gama
С	Carbono
Fe	Ferro
Cr	Cromo
Ni	Níquel
LRT	Limite de Resistencia a Tração
LE	Limite de Escoamento
AL	Alongamento
TRup	Tensão de Ruptura
LACAM	Laboratório de Caracterização de Materiais

	LPC	Laboratório de Pesquisa em Corrosão
--	-----	-------------------------------------

IFCE Instituto Federal do Ceará

% Porcentagem

# SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO 14
2. OBJETIVO 16
2.1 Objetivos específicos 16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 17
3.1 Material em Estudo 17
3.2 Fragilização dos Metais por Hidrogênio21
3.3 Ensaio de Tração em Temperatura Ambiente26
3.4 Ensaio de Dureza e Microdureza 27
4. MATERIAIS E MÉTODOS
4.1 Material 30
4.2 Metalografia
4.3 Preparação do Corpo de Prova
4.4 Ensaio de Dureza e Microdureza
4.5 Ensaio de Hidrogenação Eletrolítica
4.6 Ensaio de Tração
4.7 Fractografia
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO 40
5.1 Análise Micrográfica 40
5.2 Ensaios de Hidrogenação Eletrolítica 40
5.3 Ensaios de Tração 44
5.4 Ensaios de Dureza e Microdureza 51
5.5 Análise Fractográfica 52
6. CONCLUSÃO 54
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES 55
REFERÊNCIAS

## 1. INTRODUÇÃO

No cenário atual, o mundo tem passado por problemas como aquecimento global, efeito estufa e poluição, fatores que são desdobramentos do consumo prolongado e excessivo de combustíveis fósseis, como o petróleo, o carvão mineral e o gás natural. Em resposta a isso, muito se tem discutido nos âmbitos político, econômico e social sobre caminhos para solucionar essas problemáticas, o que leva a grandes reuniões mundiais, como conferências anuais relacionadas ao clima no mundo. Assim, a transição energética de fontes fósseis para fontes renováveis deve-se pela urgência na proteção do meio ambiente e, também, na utilização de recursos que possam suprir as necessidades energéticas do consumo mundial. Diante desse cenário, o "Hidrogênio Verde" apresenta-se como promissor vetor energético e tem sido observado e estudado em diferentes partes do mundo, inclusive no Ceará. (Souto, 2011)

No entanto, segundo Rosado (2011), essa nova alternativa energética implica alguns desafios, como o transporte e os custos envolvidos na fabricação das estruturas que entram em contato com o gás hidrogênio. Dessa forma, deve-se ressalvar que o armazenamento e o transporte desse combustível representam um desafio no desenvolvimento e implementação de uma economia com alicerce nos combustíveis sustentáveis, uma vez que a utilização desse gás requer o uso de reservatórios em aços cada vez mais complexos, explorando a influência do hidrogênio no aço em relação às propriedades mecânicas do material.

Os aços inoxidáveis revelam-se uma alternativa eficaz a outras ligas de baixo custo como aços carbono, por demonstrarem serem mais facilmente disponíveis, exigindo investimento relativamente baixo para atingir capacidades de produção, são adequados para aplicações estruturais leves com alta eficiência estrutural, além de apresentar melhores propriedades sem um aumento significativo de custo atrelado, podendo ser aplicadas em meios onde a agressividade seja moderada. (Gardner, 2005)

Assim, de acordo com o trabalho de Albretch et. al. (2003), em decorrência do crescente uso de aços inoxidáveis para diversas aplicações estruturais, pode-se apontar que esses aços estarão sujeitos a diferentes meios atmosféricos e aquosos, como: urbano, rural, industrial e marítimo e, consequentemente, estarão expostos a diferentes poluentes. Dessa forma, os aços inoxidáveis mostram-se aceitáveis em serviços que requerem um contato direto com o gás hidrogênio. A liga UNS S41003, denominada pela Aperam de 410D, é um aço inoxidável ferrítico de baixo carbono, com baixa adição de elementos de liga e baixo teor de cromo e níquel. Tal material apresenta elevada resistência mecânica à tração, soldabilidade moderada e bom desempenho em ambientes abrasivos e corrosivos quando comparado a aços baixo carbono comuns, de tal forma que as propriedades apresentadas juntamente com seu baixo custo de produção, em função da sua composição química relativamente simples, tornam-no uma alternativa adequada à substituição de aços baixo carbono comuns em aplicações estruturais de inúmeros âmbitos industriais.

Já a liga Endur 300, denominada de 410T, é uma liga baixo carbono que apresenta uma composição química similar da liga UNS S41003, contendo níquel e teor 10,5 - 12,5% de cromo, além de possuir microestrutura predominantemente martensítica. Suas características apresentam boas propriedades mecânicas e uma dureza nominal de, aproximadamente, 300HV. Contudo, o aspecto diferencial está em conciliar boas propriedades de resistência à corrosão, alta resistência mecânica, não havendo perda de sua tenacidade, soldabilidade ou capacidade de conformabilidade.

Diante desse quadro, a finalidade deste trabalho consiste no estudo do comportamento mecânico, através de ensaio de tração e dureza, das ligas inoxidáveis UNS S41003 e Endur 300, quando submetidas a diferentes tempos de ensaios de hidrogenação.

## 2. OBJETIVO

## 2.1 Objetivo geral

Estudar a sensibilidade ao processo de fragilização das ligas de aços inoxidáveis Endur 300 e UNS S4100 em face de analisar o comportamento diante do tempo de exposição ao elemento hidrogênio em solução eletrolítica, juntamente em que se avalia as propriedades mecânicas de dureza e resistência à tração dessas ligas.

## 2.2 Objetivos específicos

- Investigar como o efeito do tempo de exposição ao hidrogênio em meio eletrolítico afeta a fragilização por hidrogênio nas ligas Endur 300 e UNS S4100, estabelecendo uma relação entre a duração da exposição e as alterações nas propriedades mecânicas das ligas.
- Relacionar os efeitos do tratamento termomecânico no aço inoxidável Endur 300 com a influência do processo de fragilização por hidrogênio nas propriedades mecânicas e metalúrgicas, resultantes dos ensaios de tração, de dureza e microdureza.
- Apurar e comparar por análise de fratura, os aços inoxidáveis UNS S41003 e ENDUR 300, submetidos às condições de como recebido, tratado por hidrogênio por 1 (uma) hora e tratado por hidrogênio por 3 (três) horas, com foco em correlacionar a influência da duração do tratamento por hidrogênio nas características de fratura desses materiais.

## 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Material em Estudo

#### 3.1.1 Aços Inoxidáveis

A classe dos aços inoxidáveis define-se como sendo um extenso grupo de ligas ferrosas apresentando sistemas base são Fe-Cr, Fe-Cr-C e Fe-Cr-Ni que possuem, em média, teor de carbono inferior a 1,2% em massa e teor de cromo superior a 10,5% em massa em sua composição. Esse teor de cromo proporciona a formação espontânea de um fino filme passivo, da ordem de nanômetros, que é caracterizado por ser uma camada de óxido compacta e aderente ao metal base, conhecido como camada de passivação. (Quintão, 2023; Da silva, 2023)

Esta camada apresenta como principal propriedade a proteção do aço da ação de agentes corrosivos como a atmosfera e meios aquosos, promovendo a resistência à corrosão. Além do elemento cromo, outros elementos de liga podem aumentar a resistência à corrosão, a exemplo o nitrogênio, o níquel e o molibdênio. (Quintão, 2023; Da silva, 2023)

A presença dos elementos de liga pode estar na estrutura cristalina por via de solução sólida intersticial ou substitucional, influenciando diretamente a microestrutura revelada pelo aço inoxidável, de tal modo que estabilizam fases microestruturais, como a ferrita e a austenita. Com isso, podem-se classificar esses elementos como estabilizadores de estrutura cúbica de face centrada (CFC) da fase austenita, que são responsáveis pelas melhores propriedades de ductilidade, tenacidade e resistência mecânica - como níquel, carbono e manganês – e, estabilizadores da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) da fase ferrita, responsáveis por aumentar a resistência à corrosão e resistência à corrosão localizada por pites (Sohrabi, 2012; Obadele, 2016; Lo, 2009)

Dessa forma, Tavares et. al. (2014), classifica os aços inoxidáveis em termos da microestrutura apresentada em temperatura ambiente, onde essa microestrutura depende da variação dos elementos de liga presentes na sua composição exercendo a função de estabilizadores de determinada fase. Assim, estes materiais são divididos em 5 (cinco) classes:

I. Aços Inoxidáveis Ferríticos,

II. Aços Inoxidáveis Martensíticos

III. Aços Inoxidáveis Austeníticos

IV. Aços Inoxidáveis Duplex

V. Aços Inoxidáveis Endurecíveis por Precipitação

Segundo a ASM (1993), partindo do conceito e determinação de cromo e níquel equivalentes, a classificação e determinação da microestrutura dos aços inoxidáveis torna-se

mais simples, além de auxiliar nas análises mais apuradas das influências que os elementos de liga acarretam as características dos aços inoxidáveis.

Diante disso, os tipos de aços inoxidáveis são possíveis de serem identificados com o auxílio do diagrama de Schaeffer, conforme a figura 2. Este diagrama permite uma estimativa da composição química e a microestrutura através dos teores equivalentes dos elementos níquel (formador de austenita) e cromo (formador de ferrita e martensita). (Zhang, 2021; ASM, 2005)

A figura 1, ilustra o diagrama de Schaeffer.





Essas ligas podem ser empregadas em serviços com elevado grau de agressividade como em várias aplicações nas indústrias, em plataformas off-shore e campos de petróleo, na área da mineração, na fabricação de máquinas e ferramentas em geral, também no âmbito aeroespacial, automotivo, entre outros. (Obadele, 2016; Krauss, 1997)

#### 3.1.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos

A classe ferrítica dos aços inoxidáveis consiste em ligas com predominância dos elementos ferro e de cromo em sua composição, sendo essa nomenclatura atribuído devido à predominância da fase ferrita em sua estrutura microscópica em condições de temperatura ambiente. Davis (1994) e Marques et. al. (2014), refere-se esse tipo de aço inoxidável apresentando percentuais de cromo entre cerca de 10 e 30% em massa. Os mais comuns revelam teores médios de cromo de 18% e o de níquel de 8%, no qual para a adição de níquel em teores superiores a 3,5% em massa, acarreta uma crescente estabilização da fase austenítica.

Segundo Cortie (2016) e Cashell (2014), essas ligas apresentam, a temperatura ambiente, uma solução sólida de ferrita rica em cromo com pouco carbono dissolvido, dado o seu baixo

Fonte: ASM, 1993.

limite de solubilidade na ferrita, com uma estrutura cristalina do tipo Cúbica de Corpo Centrado (CCC), revelando propriedades ferromagnéticas até determinada temperatura crítica, uma maior condutividade térmica, menor coeficiente de expansão térmica, além de limite de escoamento alto e resistência a altas temperaturas em relação a série austenítica.

Esse tipo, também, é classificado como sendo da família AISI tipo 4XX, pertencendo a classe UNS S43000. Contudo, as classes UNS S43035, UNS S44400, UNS S44627, UNS S44735 e UNS S40910, também são considerados como aços inoxidáveis ferríticos de alta pureza devido ao seu processo de fabricação. Dessa forma, o aço inoxidável ferrítico, comparado com os aços inoxidáveis austeníticos, possuem boa conformabilidade e ductilidade, moderada tenacidade, boa resistência à oxidação em altas temperatura, também possuem excelente resistência à corrosão sob tensão, corrosão por pite e corrosão em fresta. Todavia, possuem baixa soldabilidade e apresentam tendência a fratura frágil. (Gupta et al., 2021)

Em geral, de acordo com Gupta et. al. (2021), por serem materiais bastante versáteis, revela-se uma ampla gama de aplicações, como em peças para automóveis, nos utensílios domésticos, partes de vasos de pressão, na indústria automotiva, equipamentos e ferramentas de mineração, na área petroquímica, em sistemas para geração de energia, dentre outras aplicações.

#### 3.1.3 Aços Inoxidáveis Martensíticos

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas Fe-Cr-C, com teores de cromo nominais em uma faixa de 10,5 a 18%, em massa, e de carbono até 1,2% em massa, possuindo capacidade de transformação de austenita para martensita para quase qualquer velocidade de resfriamento (ASM, 1993).

A diferença microestrutural desses aços se dá, principalmente pela concentração de cromo, carbono e pelo tratamento térmico, ou velocidade de resfriamento. Para cada percentual de carbono, austenitizante, existe um percentual crítico de cromo, ferritizante, acima do qual não será possível a transformação martensítica durante a têmpera. Por exemplo, para um teor de carbono de 0,1 %C, o percentual crítico de cromo é 13 %Cr enquanto para um teor de 0,4 %C, esse percentual crítico cresce a 18% Cr. (Smith, 1993; Pereira, 2000)

Estes aços são conhecidos pela moderada resistência à corrosão, possuindo uma ampla faixa de resistência mecânica e custo relativamente baixo. São resistentes à erosão e à oxidação, até temperaturas próximas de 600°C (Welding, 1998).

Para a ASM (1993), esse grupo de aços inoxidáveis é utilizado em aplicações que requerem boa resistência a tração, a deformação, e propriedades de resistência à fadiga, em

combinação com resistência a corrosão.

Podem-se destacar diversas aplicações onde os aços inoxidáveis martensíticos são empregados, em uma ampla variedade de setores industriais. Alguns exemplos dessas aplicações são: lâminas forjadas, turbinas e compressores, componentes industriais petroquímicos, componentes de indústria bélica, peças de indústrias aeronáuticas, como também de motores a jato, dentre outros. (Correa, 2014; Chiaverinni, 2005).

## 3.1.4 Liga UNS S41003

A liga ASTM A240 - UNS S41003, também denominada de 410D, é um aço inoxidável ferrítico, cujo principal constituinte da microestrutura é a ferrita (fase  $\alpha$  cúbica de corpo centrado), com composição química apresentando baixo teor de carbono, baixa adição de elementos de liga e baixo teor de níquel (acima de 0,5% em massa) e cromo (em torno de 10% a 13% em massa), além de outros estabilizadores de ferrita na sua composição em comparação com outros aços inoxidáveis. (Aperam, 2019)

O principal elemento de liga deste tipo de aço, o cromo, desempenha a principal função de proteção contra a oxidação e a corrosão da matriz metálica. Isso se dá pela capacidade desse elemento de se combinar com o oxigênio, formando uma película impermeável de óxido de cromo. (Lippold, 2005; Costa, 2010).

Segundo De faria et al. (2020), tal material apresenta, em termos relativos, elevada resistência mecânica, boa soldabilidade e boa resistência em ambientes corrosivos e abrasivos, alta resistência mecânica e boa soldabilidade quando comparado a aços baixo carbono comuns. Além disso, sua composição química simples, implica em uma produção em baixo custo, associado com as suas boas características de resistência mecânica e de corrosão, tornam esse aço altamente competitivo em substituição aos aços carbono.

Ademais, devido à sua maior resistência, as espessuras de chapas podem ser reduzidas em até 50% em muitas aplicações quando empregados em substituição aos aços carbono, podendo ser dobrado, cortado, conformado e soldado pelos procedimentos tradicionais aplicados aos aços inoxidáveis. (De faria et al., 2020).

De acordo com Aperam (2015), todas as qualidades apresentadas juntamente a um dos menores custos na cadeia de aços especiais, fazem do inoxidável 410D uma excelente opção para substituição de materiais utilizados em aplicações estruturais, tais como os aços carbono, galvanizados ou aluminizados. Como exemplo, pode ser aplicado em diversos segmentos industriais: no setor de transporte em vagões e carrocerias de ônibus e caminhões; nas usinas sucroalcooleiras em equipamentos de recebimento e transporte da cana; caldeiras; chaminés e

lavadores de gases. Outras aplicações, também, são o processamento de minerais, tratamento de águas, silos para cereais e pisos industriais.

#### 3.1.5 Liga ENDUR 300

A liga Endur 300, também denominada de 410T, possui mesma composição química do aço inoxidável UNS S41003, também apresentando baixo carbono, com baixa adição dos elementos cromo e níquel. Sua obtenção é resultante de um tratamento termomecânico aplicado à liga UNS S41003, que tem estrutura predominantemente martensítica. (Aperam, 2015).

Dessa forma, o tratamento termomecânico aplicado, consiste em um aquecimento o a 1°C por segundo até atingir temperaturas maiores que 937°C, temperatura de austenitização, resultando em completa uma estrutura austenítica da microestrutura. Em seguida, é realizado por múltiplos passes de laminação a quente, induzindo o processo de recristalização. Por fim, o aço é então submetido a um resfriamento rápido, resultando em uma microestrutura completamente martensítica. (Aperam, 2015).

Ressalta-se que o principal destaque, revela-se na junção entre boas propriedades de resistência à corrosão e alta resistência mecânica, com dureza nominal de 300 HB, além disso, com excelente propriedade de conformabilidade a frio, sendo possível dobrar o aço Endur 300 a 180° como ocorre no aço carbono de baixa liga. Isso se dá devido a sua microestrutura refinada e, predominantemente, martensítica, não apresentando detrimento a sua tenacidade, soldabilidade ou capacidade de conformação a frio. (Aperam, 2015).

#### 3.2 Fragilização dos Metais por Hidrogênio

O hidrogênio é conhecido por ser um gás a temperatura ambiente, não poluente, apresenta um tamanho atômico bem reduzido e sendo considerado o elemento mais abundante do universo. As principais fontes de extração e o processamento de hidrogênio são a eletrólise da água e os hidrocarbonetos, onde representam fontes abundantes de extremo interesse para estudos atualmente. Dessa forma, com o advento de pesquisas e trabalhos no desenvolvimento de materiais capazes de armazenar e transportar o hidrogênio como combustível, revela-se grande interesse para a economia mundial. (Rosado, 2011)

Ademais, o hidrogênio atômico, proveniente das diversas fontes citadas, apresenta elevada mobilidade na rede cristalina dos metais, possuindo uma considerável capacidade de se difundir rapidamente, de forma intersticial, inclusive em temperatura ambiente. Este fato pode ser respondido pelo átomo de hidrogênio apresentar tamanho menor em relação aos demais átomos da rede cristalina. Isso demonstra a relevância de estudos e pesquisas da sua

solubilidade e difusividade em certas estruturas que estão em serviço nos ambientes de elevada pressão. (Marchi, 2007)

Dessa forma, segundo Rosado (2011), a presença do hidrogênio nos materiais metálicos pode provocar diversos fenômenos de fragilização. As principais formas nas quais o hidrogênio é observado nos materiais são:

- I. Dissolvido intersticialmente como hidrogênio atômico;
- II. Precipitado na forma de hidrogênio molecular (H2);
- III. Precipitado na forma de diferentes compostos (CH4, H2O, entre outros).

De forma geral, o hidrogênio afeta negativamente a qualidade e as propriedades dos aços durante a sua aplicação nas condições de trabalho e, também, na sua fabricação. No qual, o resultado acarreta falhas, danos e prejuízos, de forma prematura, nos materiais metálicos durante o ambiente de serviço, dessa forma, o fenômeno de fragilização pelo hidrogênio influencia a capacidade de estruturas de suportar tensões aplicadas definidas em um projeto. A fragilização pelo hidrogênio pode ser caracterizada pelas seguintes observações, segundo Beghini et al (1998):

- I. Diminuição da tenacidade à fratura;
- II. Tendência a alterar a morfologia da área fraturada de dúctil para frágil;
- III. Redução da ductilidade sob esforços de tração;
- IV. Degradação das propriedades mecânicas dos aços;
- V. Aços de alta resistência mecânica são, particularmente, susceptíveis ao fenômeno.

#### 2.2.1 Interação Metal-Hidrogênio

O processo de fragilização pelo hidrogênio também está ligado à existência de um ambiente que favoreça a formação da molécula de hidrogênio, como um ambiente rico em hidrogênio ou o aparecimento de um potencial eletroquímico na superfície do metal adequado à reação de evolução do hidrogênio. Assim, no que concerne a interação do hidrogênio com a superfície metálica, tal processo se caracteriza pela capacidade de entrar na rede cristalina e permear-se pelo metal sob os aspectos dos fenômenos de difusão, absorção e dessorção. Contudo, tais fatores dependem da sua interação com os sítios defeituosos da rede cristalina, vazios, lacunas e com os outros átomos da rede cristalina que podem acarretar o enfraquecimento das ligações metálicas e, consequentemente, nuclear uma trinca, a qual levará à fratura dos componentes metálicos. (Dabah, 2016)

Além disso, segundo Dabah (2016), há fatores que contribuem para elevar ou diminuir a facilidade com que o hidrogênio se difunde nas matrizes metálicas à temperatura ambiente, como a composição química, a estrutura cristalina, a microestrutura, taxa de deformação e temperatura.

De acordo com (Stroe, 2006), a evolução eletroquímica do hidrogênio atômico (H) faz parte de uma reação catódica, onde cátions de hidrogênio hidratado, presentes no meio eletrolítico, são transportados por difusão em direção ao cátodo, onde o cátion sofre redução passando para hidrogênio na forma atômica. A reação pode ser expressa segundo a equação mostrada:

#### Equação 1 - Reação da redução hidrogênio na forma atômica.

$$M + H2O = MO + 2H \tag{1}$$

Diante disso, sabe-se que o átomo de hidrogênio apresenta um raio atômico de 0,529 Å, enquanto o raio do Fe, por exemplo, é de 1,26 Å, e a progressão da permeabilidade do hidrogênio na matriz metálica revela que as posições preferenciais para o hidrogênio dissolvido na rede cristalina são os interstícios octaédricos das estruturas cúbicas de face centrada (CFC) e tetraédrico das redes cúbicas de corpo centrado (CCC), onde essa preferência do hidrogênio por um dado sítio intersticial depende do fator da facilidade oferecida pela rede para o posicionamento do átomo de hidrogênio neste sítio. (Dabah, 2016; Dos santos, 2009; Pintor, 2015)

A estrutura cristalina do ferro  $\gamma$ , sendo cúbica de faces centradas (CFC), da ferrita  $\alpha$ , sendo cúbica de corpo centrado (CCC), com os sítios intersticiais aprisionadores podem ser observadas na figura 2, onde esses pontos são favoráveis ao acúmulo de átomos de hidrogênio e podem ser facilitadores de geração de microtrincas.

## Figura 2- Estruturas Cristalinas CCC, CFC e os Sítios Preferenciais.



Fonte: Molter, (2017)

Segundo Solheim et. al. (2013), a solubilidade do hidrogênio na microestrutura ferrítica ( $\alpha$ ) ou martensítica é relativamente baixa em temperatura ambiente, enquanto os interstícios maiores da austenita ( $\gamma$ ) permitem uma maior solubilidade do hidrogênio. A tabela 1, apresenta os coeficientes de difusão do hidrogênio em diferentes aços inoxidáveis.

Aços inoxidáveis	Liga	Difusividade (m <sup>2</sup> /s)
Ferrítico	Fe-Cr	2,9 x 10 <sup>-5</sup>
Martensítico	AISI 410	1,8 x 10 <sup>-12</sup>
Super martensítico	13 Cr	2,5 x 10 <sup>-13</sup>
Super martensítico	13 Cr	5,8 x 10 <sup>-13</sup>
Super martensítico	13 Cr	3,7 x 10 <sup>-12</sup>
Super martensítico	13 Cr	5,6 x 10 <sup>-12</sup>
Martensítico-ferrítico	14Cr-Ni-Mo	3,9 x 10 <sup>-12</sup>
Martensítico-ferrítico + austenita retida	14Cr-Ni-Mo	7,8 x 10 <sup>-13</sup>
Duplex	SAF 2205	3 x 10 <sup>-15</sup>
Super duplex	SAF 2507	1,1 x 10 <sup>-15</sup>
Austenítico	-	1,8 – 8 x 10 <sup>-16</sup>

Tabela 1 - Coeficientes de Difusão do Hidrogênio em diferentes Aços Inoxidáveis.

Fonte: Adaptado. Molter, (2017)

No entanto, a difusividade do hidrogênio na austenita é menor, isso se deve à geometria dos sítios aprisionadores, que estão mais distantes um do outro na estrutura, dificultando a mobilidade do hidrogênio, contudo, o tamanho dos sítios da austenita (CFC) são maiores, consequentemente possuindo a capacidade para solubilizar maior quantidade de hidrogênio. Ou seja, a diferença entre os fatores de solubilidade e difusividade faz com que se interprete que a austenita atue como um aprisionador de hidrogênio, dessa forma, a austenita tem maior resistência à fragilização por hidrogênio do que a martensita. (Tolchard, 2014)

## 2.2.2 Hidrogenação Eletrolítica

Em termos eletroquímicos, a reação catódica é responsável por controlar a evolução eletrolítica do hidrogênio atômico, no qual, os cátions de hidrogênio hidratados passam por processos de difusão e absorção sofrendo redução ao entrar em contato com o cátodo do sistema e se torna hidrogênio atômico. Entretanto, nem todos os átomos de hidrogênio se combinam para formar gás, a fração remanescente, que é pequena, é absorvida pela amostra e se difunde através da microestrutura. (Gentil, 2007)

Dessa forma, o ensaio executa o carregamento do material com hidrogênio através da aplicação de uma corrente ou uma diferença de potencial catódico constante. A amostra do

material atua como cátodo e um eletrodo de metal inerte atua como ânodo, assim os íons de hidrogênio gerados na eletrólise da solução são atraídos para o cátodo, ocorrendo uma reação de redução gerando gás hidrogênio (H2) que precipita na forma de bolhas caracterizando a hidrogenação do material. Sendo, posteriormente, medido a influência do hidrogênio nas propriedades mecânicas em ensaios de tração ou, também, podendo qualificar os sítios aprisionadores em ensaios de dessorção. (Dabah, 2016)

A figura 3, apresenta um esquema resumido de uma célula eletroquímica para ensaio de hidrogenação eletrolítica.

Figura 3 - Célula eletroquímica para ensaio de hidrogenação eletrolítica.



Segundo Nogueira (2003), a difusividade do átomo de hidrogênio dentro da matriz metálica das ligas pode ser influenciada por diversos fatores, dentre eles, estão:

- I. Temperatura;
- II. Gradiente de concentração do hidrogênio;
- III. Espessura e/ou sentido dos grãos do material;
- IV. Composição e estrutura do material;
- V. Tipo de tensão aplicada (trativa ou compressiva).

No que tange a quantidade de hidrogênio (Q) formada na superfície da amostra, em mol/m<sup>2</sup>, pode ser calculada pela Lei de Faraday, utilizando a seguinte equação 2, onde i é a corrente (A), F é a constante de Faraday (sA/mol), A é a área (cm<sup>2</sup>) e o *t* é o tempo (s). (Da silva, 2011)

Equação 2 - Lei de Faraday para Quantidade de Hidrogênio.

$$Q = \frac{i}{F \cdot A} \cdot t$$

#### 3.3 Ensaio de Tração em Temperatura Ambiente

O ensaio de tração uniaxial define-se como um procedimento que realiza uma deformação no material escolhido, através da aplicação de uma força trativa vertical no corpo de prova, contínua até a fratura. Ao final do ensaio, é obtido valores das propriedades de Limite de Resistência a Tração (L.R.T.), Limite de Escoamento (L.E.), Alongamento (AL.) e Limite de Ruptura (T. Rup.). De forma geral, os ensaios de tração são regulamentados pela norma NBR ISO 6892-1.

## 3.2.1 Diagrama Tensão-Deformação de Engenharia

Um corpo de prova de tração é deformado plasticamente até sua fratura, por uma carga de tração que é aumentada gradativamente a uma taxa constante, e unixialmente ao longo do eixo das amostras, ao mesmo tempo, em que mede simultaneamente a carga instantânea que está sendo aplicada e os alongamentos resultantes. sendo preso pelas suas extremidades nas garras de fixação da máquina de testes. (Callister, 2012).

Assim, um corpo de prova com seção transversal retangular, é tracionado a uma carga trativa que aumenta de forma contínua até sofrer um alongamento progressivo e irreversível até o momento de ruptura do material. Como resultado, a tensão e a deformação resultantes podem ser relacionadas graficamente, sendo obtida a curva "*Tensão-Deformação*", como apresentado na figura 4. (Callister, 2012)



Figura 4- Diagrama Tensão-Deformação de Engenharia até a Fratura.

Inicialmente, a região linear inicial do gráfico, compreende ao comportamento elástico dos materiais metálicos, onde há uma proporcionalidade entre a tensão e a deformação, além de apresentar uma tensão máxima capaz de suportar o processo de deformação elástico sendo não permanente (Callister, 2012).

Posteriormente, há uma transição de comportamento elástico para plástico separado através do limite de escoamento sendo descrito como tensão limite que provoca uma ligeira deformação permanente. Na sequência do diagrama, há a região plástica, definida como sendo um regime de deformação plástica, onde há um aumento da carga aplicada até atingir um valor máximo ( $\sigma_{máx}$ ), chamado de limite de resistência a tração. Ao final, encontra-se o limite de ruptura, acontecendo o fenômeno de separação em 2 (duas) partes do corpo de prova. (Callister, 2012)

Assim, para materiais metálicos dúcteis, o comportamento mecânico apresenta uma deformação plástica considerável, onde a área transversal inicia o processo de redução de dimensões após a tensão máxima de resistência. Já, para materiais metálicos frágeis, há pouca presença de "escoamento" do material e havendo pouca deformação plástica antes da ruptura, como mostrado pela figura 5. (Callister, 2012)





Fonte: Callister, (2012)

#### 3.4 Ensaio de Dureza e Microdureza

A realização do ensaio de dureza em materiais metálicos revela-se outro procedimento mecânica importante a fim de avaliar a dureza dos materiais, onde é uma medida de resistência a uma deformação plástica localizada através de uma pequena impressão ou um risco. A determinação da dureza define-se como uma técnica quantitativa e não-destrutiva, na qual um pequeno penetrador é forçado contra uma superfície de um material a ser testado, sob condições controladas de carga e de taxa de aplicação. Além de correlaciona-se com razoável aproximação

com algumas propriedades mecânicas, como a resistência a tração. (Callister, 2012)

Segundo o Callister (2012)., os ensaios de dureza são realizados com mais frequência que os demais ensaios mecânicos, por fatores como:

- I. O procedimento ser simples e barato de execução, assim como, relativamente, o equipamento também ser.
- II. Os corpos de prova não sofrerem danos permanentes com ausência de fratura ou deformação excessiva.

## 3.4.1 Ensaio de Dureza Rockwell

O ensaio de dureza Rockwell foi constitui o método mais comum e, frequentemente, dentre outros, utilizado para medir dureza, tanto por motivo de sua simples execução e de não requerer habilidades especiais. Várias escalas podem ser aplicadas a partir de várias opções de penetradores e de diferentes cargas, abrangendo dessa forma, inúmeras ligas metálicas e, também, alguns polímeros. (Callister, 2012).

Os penetradores referentes a este tipo de ensaio, incluem esferas de alo endurecidas com diâmetros de 1/16, 1/8, <sup>1</sup>/<sub>4</sub>, <sup>1</sup>/<sub>2</sub> de polegada (1,588; 3,175; 6,350 e 12,70 mm) e um penetrador cônico de diamante (Brale), usado para os materiais mais duros. Dessa forma, com esse sistema, o número de dureza é determinado pela diferença na profundidade da penetração resultante da aplicação de uma carga inicial menor, seguida por uma carga principal maior. Além disso, ao se especificar as medidas de dureza Rockwell, tanto o valor quanto o símbolo da escala devem ser indicados. A escala é designada pelo símbolo HR seguido pela indentação de escala apropriada, como por exemplo, 80 HRB representa uma dureza Rockwell de 80 na escala B, enquanto 60 HR30W indica uma dureza superficial de 60 na escala 30W. (Callister, 2012).

Símbolo da Escala	Penetrador	Carga Principal (kg)		
A	Diamante	60		
в	Esfera com 1/16 in	100		
C	Diamante	150		
D	Diamante	100		
E	Esfera com 1/8 in	100		
F	Esfera com 1/16 in	60		
G	Esfera com 1/16 in	150		
Н	Esfera com 1/8 in	60		
K	Esfera com 1/8 in	150		

Tabela 2 - Resumo do Ensaio Rockwell.

Fonte: Adaptado. Callister, (2012)

## 3.4.1 Ensaio de Microdureza Vickers

Outra técnica de ensaio de dureza, é a escala Vickers, também denominada de pirâmide de diamante, onde um penetrador de diamante de base quadrada e com ângulo de 136°, muito pequeno e com geometria piramidal, é forçado contra a superfície do corpo de prova. A impressão resultante é observada através de microscópio (com uma geometria similar a um losango retangular) e, depois, medida e convertida em um número de dureza. Contudo, as cargas aplicadas por esse método, é muito menor em comparação ao ensaio Rockwell, variando de 1 a 1000g. (Callister, 2012)

A seguir é mostrado a figura 6, representando os tipos de ensaio, penetradores, forma de impressão e fórmula de calcular.

Figura 6 - Resumo dos Tipos de Ensaio, Penetradores, Forma de Impressão e Fórmula de Calcular.

		Shape of Indente	ation		Formula for
Test	Indenter	Side View	Top View	Load	Hardness Number <sup>a</sup>
Brinell	10-mm sphere of steel or tungsten carbide	$\rightarrow$ D $\leftarrow$ d $\leftarrow$		Р	$HB = \frac{2P}{\pi D[D - \sqrt{D^2 - d^2}]}$
Vickers microhardness	Diamond pyramid	136°		Р	$\mathbf{HV} = 1.854 P/d_1^2$
Knoop microhardness	Diamond pyramid	<i>l/b</i> = 7.11 <i>b/t</i> = 4.00		Р	$HK = 14.2P/l^2$
Rockwell and superficial Rockwell	$\begin{cases} \text{Diamond}\\ \text{cone:}\\ \frac{1}{16}, \frac{1}{8}, \frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}.\\ \text{diameter}\\ \text{steel spheres} \end{cases}$		•	$ \begin{cases} 60 \text{ kg} \\ 100 \text{ kg} \\ 150 \text{ kg} \end{cases} $ Rockw $ \begin{cases} 15 \text{ kg} \\ 30 \text{ kg} \\ 45 \text{ kg} \end{cases} $ Superf	rell icial Rockwell

Fonte: Callister, (2012)

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 4.1 Material

Neste trabalho, os materiais utilizados foram os aços inoxidáveis UNS S41003, também denominado de 410D, e ENDUR 300, denominado de 410T, consistindo no formato de placas retangulares nas dimensões de 300 mm x 257 mm x 5 mm para a liga UNS S41003 e, para a liga Endur 300, nas dimensões de 300 mm x 260 mm x 5 mm.

A composição química de ambos os materiais, como mostrado pelas respectivas tabelas 3 e 4, foi realizado através do Espectrômetro de Emissão de Ótica PDA 7000-Shimadzu, localizado no Laboratório de Caracterização em Materiais (LACAM).

Elemento	С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S	Мо	Fe
%р	0,034	0,55	0,52	10,58	0,52	0,01	0,015	0,02	Bal

Tabela 3- Composição química da liga UNS S41003 em %p.

Fonte: Realizado pelo Autor

Elemento	С	Mn	Si	Cr	Ni	Р	S	Mo	Fe
%р	0,042	0,56	0,52	10,77	0,55	0,02	0,013	0,06	Bal.
Fonte: Realizado pelo Autor									

Tabela 4 - Composição química da liga ENDUR 300 em %p.

Como pode ser observado pela comparação das ligas em questão, os valores da composição química revelam similaridades entre os 2 (dois) materiais, cuja variação define-se, provavelmente, aos variados fatores inerentes ao processo de fabricação das ligas.

#### 4.2 Metalografia

O procedimento de metalografia consistiu na preparação das amostras da liga UNS S410003 e ENDUR 300 através de uma sequência de processos.

Inicialmente, foi realizado o corte metalográfico nos aços, através do auxílio da cortadora metalográfica Teclago CM-60 (figura 7-a), a fim de deixar uma parte do material com o tamanho ideal para o processo de embutimento. Em seguida, ocorreu o processo de embutimento com o auxílio de uma embutidora à quente em baquelite (figura 7-b).



Figura 7- a) Cortadora Metalográfica Teclago CM-60; b) Embutidora à quente.

Fonte: Realizado pelo Autor

Continuando, o processo de lixamento consistiu na diminuição do tamanho dos arranhões superficiais através da progressão das lixas de 80, 120, 220, 320, 400, 600, 1200 e 2000 mesh utilizando água como agente lubrificante, através da máquina lixadeira (figura 8-a). Além disso, o processo de polimento das amostras, consistiu no polimento com pastas de diamante de 6  $\mu$ , 3  $\mu$  e 1  $\mu$  aplicadas nos respectivos panos de polimento com uso de detergente neutro e água destilada como lubrificantes em politriz Arotec (figura 8-b).

Figura 8- a) Lixadeira; b) Politriz Arotec.



Fonte: Realizado pelo Autor

Ademais, o ataque químico nas amostras foi realizado com reagente Vilela (1g ácido pícrico, 5 ml ácido clorídrico e 100 ml etanol), mergulhando as peças na solução e mantendoas por 120 segundos, seguindo com lavagem com água destilada e aplicação direta de álcool 96%, sendo posteriormente realizada a secagem com jato de ar quente. Por fim, a realização da observação microestrutural permitiu a obtenção das micrografias com magnificação de com ampliação de 200×, 500× e 1000×, utilizando um microscópio ótico Leica DMI 3000M (figura 13), localizado no Laboratório de Pesquisa em Corrosão (LPC). Esse procedimento baseou-se na norma ASTM E407, de 2015, que determina uma série de disposições para ataques químicos e observação da micrografia em materiais.



Figura 9 - Microscópio ótico Leica DMI 3000M.

Fonte: Realizado pelo Autor

## 4.3 Preparação do Corpo de Prova

O procedimento de preparação dos corpos de prova consistiu na remodelagem das placas de aços inoxidáveis UNS S41003 e ENDUR 300 nas dimensões apropriadas para a realização dos ensaios de tração. Assim, a partir dos materiais recebidos, foram usinados de 18 (dezoito) corpos de prova, com as dimensões especificadas de acordo com a norma ASTM A370-22, apresentada na figura 11, onde o tamanho padrão escolhido foi dimensões Subsize, com o corpo de prova de seção transversal retangular apresentando: comprimento total ( $L_T$ ) de 100 mm, comprimento útil ( $L_0$ ) de 32 mm, largura (W) de 6mm e espessura (T) de 5mm.

Valendo salientar que, foi produzido um tamanho um pouco maior do comprimento total especificada pela norma, com o intuito de facilitar a eficiência do serviço da máquina de tração, garantindo que os mordentes se ajustem adequadamente ao corpo de prova, evitando falhas durante do ensaio. Contudo, as demais dimensões não foram modificadas.

Figura 10- Dimensões Padronizadas a partir da Norma ASTM A370-22.



Fonte: Adaptado. ASTM A370-22.

O procedimento de fabricação dos corpos de prova ocorreu em 3 (três) etapas: I. Montagem de gabarito de pescoço do corpo de prova para fresamento; II. Corte das placas de aço e III. Fresamento do pescoço do corpo de prova.

Na etapa de preparação do gabarito, houve o corte das chapas em formato de tiras, junto com o ajuste do tamanho a fim de encaixar em um gabarito de corpo de prova e, por fim fresar na direção lateral para a obtenção do pescoço do corpo de prova.

Em seguida, foi realizado o corte das placas de aços inoxidáveis com 3 (três) mm de margem, devido a porcentagem de erro da máquina, sendo utilizado a máquina de usinagem serra fita, figura 11, localizada no Instituto Federal do Ceará (IFCE), onde todo o processo se deu de forma refrigerada evitando modificações microestruturais no material.



Figura 11- Máquina Serra Fita.

Fonte: Realizado pelo Autor

Posteriormente, as tiras de chapas metálicas foram submetidas para o processo de retificação, a fim de que haja uma redução do tamanho das margens originadas do processo anterior, além de revelar ser uma etapa oportuna para planificar as tiras e facilitar o acabamento do pescoço dos corpos de prova. A figura 12, mostra a máquina retífica localizada no Instituto Federal do Ceará (IFCE).

Figura 12- Máquina Retífica.



Fonte: Realizado pelo Autor

Finalizando, com a etapa de fresamento, se colocado as tiras no gabarito e as levadas ao fresamento. O processo é feito com baixa retirada de material na região útil do corpo de prova, evitando o aquecimento do material através do resfriamento a base de líquido refrigerante. A figura 13, apresenta a máquina fresadora, localizada na Universidade Federal do Ceará (UFC).

## Figura 13- Máquina Fresadora.



Fonte: Realizado pelo Autor

### 4.4 Ensaio de Dureza e Microdureza

#### 4.4.1 Ensaio de Dureza Rockwell

Para as ligas inoxidáveis UNS S41003 e ENDUR 300, o ensaio de dureza Rockwell foi empregado para avaliar a resistência de materiais à penetração de um penetrador cônico ou esférico, de acordo com a norma ABNT NBR ISO 6508-1 que estabelece orientações específicas para obtenção de resultados, sendo utilizado o Durometro Rockwell, figura 14, localizado no Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM), na UFC.

Figura 14- Durometro Rockwell.



Dessa forma, as amostras foram preparadas conforme a indicação da norma, onde as superfícies apresentaram-se planas, sendo removidas irregularidades ou contaminantes que pudessem afetar os resultados do ensaio. Posteriormente, foram selecionados os penetradores esférico e cônico para os respectivos aços UNS S41003 e ENDUR 300, sendo a escala de dureza definida como sendo Rockwell B para o aço UNS S41003 e Rockwell C para o ENDUR 300. Em seguida, foi aplicado uma carga total no valor de 9,8 kN na duração de 20 segundos, sendo aferido os resultados de dureza. Ao total, foram medidas 12 leituras para cada material, nas condições Como Recebida (C.R.), Tratado por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E.) 1 hora e Tratado por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E.) 3 horas.

### 3.4.1 Ensaio de Microdureza Vickers

Para obter informações sobre o comportamento mecânico das ligas, além de corroborar as informações de microestrutura encontradas na literatura e observadas neste trabalho, as ligas em estudo foram submetidas a um ensaio de microdureza Vickers (HV).

O ensaio de microdureza Vickers foi processado com a utilização do microdurômetro Shimadzu HMV-2, figura 15, localizado no Laboratório de Caracterização em Materiais (LACAM), seguindo as referências da norma ASTM E384 – 22.

Figura 15- Microdurômetro Shimadzu HMV-2.



Fonte: Realizado pelo Autor

Com isso, os CP's foram devidamente preparados seguindo a norma ASTM E384, de 2016. Assim, foram realizadas 3 (três) microindentações utilizando carga de 9,80 N aplicada durante 10 segundos para cada CP, sendo posteriormente, obtido os valores da microdureza.

#### 4.5 Ensaio de Hidrogenação Eletrolítica

## 4.5.1 Preparação das Amostras

Os CP's, após serem cortados e fresados, passaram por lixamento mecânico em volta de toda sua superfície com a utilização de lixas d'água de 400, 600 a 1200 mesh, a fim de retirar qualquer rugosidade grosseira, imperfeições e sujeiras. Em seguida, as extremidades dos CP's foram devidamente revestidas com materiais isolantes, onde uma primeira camada de fita Kapton e, uma segunda camada de fita Teflon foram aplicados na superfície do material, para que seja minimizada a influência da hidrogenação na região fora do comprimento útil, como está demonstrada na figura 16.

Figura 16- Amostras Preparadas para Ensaio de Hidrogenação Eletrolítica.



Fonte: Realizado pelo Autor

## 4.5.2 Ensaio de Potencial de Circuito Aberto

O ensaio de potencial de circuito aberto foi realizado a fim de a avaliar o comportamento do aço relativo às reações catódicas que se desenvolvem na interface metal/eletrólito, além das faixas de potenciais na qual ocorre a geração de hidrogênio, onde será utilizada um potencial nos ensaios de hidrogenação eletrolítica.

Para este ensaio foi utilizado um potenciostato/galvanostato Metrohm-Eco Chemie AUTOLAB modelo PGSTAT30 em conjunto com o software de controle NOVA versão 2.1., Laboratório de Pesquisa em Corrosão (LPC) da UFC.

A célula eletroquímica utilizada foi composta por 3 (três) eletrodos: I. Eletrodo de trabalho (Ligas UNS S41003 e Endur 300), II. Contra eletrodo de platina e III. Eletrodo de referência de Ag/AgCl/Cl – (KCl sat.), além do meio eletrolítico utilizado solução de NaCl 3,5% (m/v) e como célula de hidrogenação foi utilizado uma vidraria béquer, conforme a figura 17.



Figura 17- Célula Eletroquímica

Fonte: Realizado pelo Autor

#### 4.5.3 Ensaio de Cronoamperometria

Os ensaios de hidrogenação eletrolítica foram utilizados a fim de induzir a formação de hidrogênio na superfície metálica dos CP's por meio da aplicação de potencial catódico resultante do ensaio de OCP. Assim, para a hidrogenação dos CP's de tração uniaxial utilizouse, da mesma forma, um potenciostato/galvanostato Metrohm-Eco Chemie AUTOLAB modelo PGSTAT30 em conjunto com o software de controle NOVA versão 2.1. Como eletrodo de referência foi utilizado o eletrodo de Ag/AgCl/Cl – (KCl sat.) e como contra eletrodo foi utilizado uma placa de platina. Como eletrólito foi utilizada solução de NaCl 3,5% (m/v) e como célula de hidrogenação foi realizado em um béquer.

Os testes de cronoamperometria dividem-se em 2 (dois) grupos de acordo com o tempo

de duração do ensaio: 1 hora e 3 horas de duração, sendo em ambos a aplicação do potencial catódico de -1,7 V. Todos os ensaios eletroquímicos realizados foram feitos em triplicata para corroborar a confiabilidade dos resultados.

## 4.6 Ensaio de Tração

Os ensaios de tração foram realizados utilizando a máquina de ensaios universais EMIC DL-10000 a temperatura ambiente, no Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) da Universidade Federal do Ceará (UFC), como mostrado na figura 18.



Figura 18 - Máquina de Ensaios EMIC DL-10000.

Os ensaios foram realizados em CP's, cujas dimensões foram baseadas na norma ASTM A370, sendo apresentados com comprimento total ( $L_T$ ) de 100mm, comprimento útil ( $L_0$ ) de 32mm, largura (W) de 6mm e espessura (T) de 5mm.

Ambas as ligas 410D e 410T foram divididos em 3 (três) grupos: I. Como Recebidos (C.R.), II. Tratadas por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E) durante 1 hora e III. Tratadas por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E) durante 3 horas, sendo submetidos a tração segundo a norma ABNT NBR ISO 6892 que determina o procedimento de tração em temperatura ambiente.

Em cada grupo, o ensaio foi feito com triplicata, ou seja, com 3 (três) CP's a fim de obter a confiabilidade dos resultados experimentais, sendo no total, tracionadas 18 amostras.

Dessa forma, o ensaio de tração se desenvolveu com uma velocidade de ensaio constante no valor de 5mm/min, onde os CP's foram posicionados verticalmente, de modo que foram fixadas as garras de pressão nas extremidades das amostras, deixando livre o comprimento útil.

Ao final, foram obtidas curvas Tensão-Deformação para cada uma das amostras

Fonte: Elaboração do Autor

fornecidos pelo software TESC da máquina de tração, sendo posteriormente tratados com o auxílio do software Microsoft Excel, a fim de refinar os gráficos para cada CP's, bem como os valores de Limites de Escoamento (L.E.), Limites de Resistência a Tração (L.R.T.), Tensão de Ruptura (T.R.) e Alongamento Percentual (Al.).

## 4.7 Fractografia

Por fim, em sequência aos ensaios de tração uniaxial, a região superficial da fratura dos CP's nas 3 (três) condições mencionadas foram examinadas de forma mais profunda, obtendo imagens de fractografias com a utilização do estereoscópio Olympus SZ61TR equipado com guia de luz modelo LG–PS2, figura 19. De tal forma, sendo correlacionado os mecanismos de fratura das amostras juntamente com a influência do hidrogênio nas mudanças das propriedades mecânicas. Além disso, foi realizado medições da área da fratura das amostras, de modo a quantificar a redução percentual da área superficial após o ensaio de tração.

Figura 19- Estereoscópio Olympus SZ61TR com guia de luz modelo LG PS2.



Fonte: Realizado pelo Autor

#### **5. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### 5.1 Análise Micrográfica

A realização do procedimento de metalografia permitiu uma análise da microestrutura presente nos aços UNS S41003 e Endur 300, sendo obtidas, ao final, micrografias como mostrado pelas seguintes imagens:

Figura 20 - Micrografias ópticas das amostras em estudo a) UNS S41003; b) Endur 300.



Fonte: Realizado pelo Autor

Assim, a figura 20, apresenta as micrografias ópticas das ligas UNS S41003 e Endur 300 após ataque químico, sendo utilizado solução de Vilella por 120 segundos, a fim de revelar a microestrutura presente em cada uma delas. A micrografia da liga UNS S41003, figura 20 – a, revela uma microestrutura que apresenta grãos maiores e com um grau equiaxilidade, sendo representativo da fase ferrítica.

Já na questão da liga Endur 300, a micrografia obtida alcançada, figura 20- b, revela uma microestrutura com grãos relativamente alongados e, também, com formato de ripas agulhadas, sendo singular da fase martensítica em aço de baixo carbono. Valendo ressaltar que, a microestrutura revelada pela liga Endur 300 está de acordo com a natureza do processo de tratamento termomecânico que resulta este material.

#### 5.2 Ensaios de Hidrogenação Eletrolítica

O ensaio de potencial de circuito aberto (OCP), obtido pela interação entre o sistema de eletrodos utilizados com o meio eletrolítico NaCl 3,5% durante o tempo de 1 (uma) hora, está demostrando no gráfico 1. Em relação ao ensaio de polarização potenciodinâmica catódica, tal procedimento foi realizado com o intuito de analisar a reação que acontece na interface metaleletrólito e, também, avaliar a faixa de potenciais eletroquímicos catódicos onde ocorre a geração de hidrogênio de maneira mais eficiente. Dessa forma, o gráfico 2, mostra a progressão do potencial catódico para as ligas UNS S41003 e Endur 300, notando que o tempo de ensaio por 1 (uma) hora foi o suficiente para a estabilização do potencial.

Gráfico 1 - Potencial de circuito aberto para as ligas UNS S41003 e Endur 300 em solução NaCl 3,5%.



Gráfico 2 - Polarização Potenciodinâmica Catódica para as ligas UNS S41003 e Endur 300 em solução NaCl 3,5%.



Em seguida, a partir da definição do potencial catódico, verificou-se as respostas dos CP's, 410D e 410T, obtendo ao final os resultados do ensaio de cronoamperometria.

Gráfico 3– Cronoamperometria dos CP's 410D e 410T em solução NaCl 3,5%. a) Tempo de duração 1 hora e b) Tempo de duração 3 horas



Além disso, foram obtidos valores calculados para a quantidade de hidrogênio formado na superfície metálica dos CP's nos respectivos aços inoxidáveis UNS S41003 e Endur 300 oriundos dos ensaios de hidrogenação eletrolítica, sendo apresentados pelas respectivas tabelas 5 e 6. Onde a quantidade de hidrogênio (Q) na superfície da amostra, em mol/cm<sup>2</sup>, que pode ser calculada pela Lei de Faraday.

	Amostras	Parân	Quantidade de Hidrogênio	
	Amostras	Corrente (A)	Tempo (s)	(mol/cm <sup>2</sup> )
	CP 01	- 0,1584	3600	- 8,2085.10-4
410 D	CP 02	- 0,1638	3600	- 8,4883.10-4
	CP 03	- 0,1239	3600	- 6,4206.10-4
410 T	CP 04	- 0,1294	3600	- 6,7057.10-4
	CP 05	- 0,1277	3600	- 6,6176.10-4
	CP 06	- 0,1379	3600	- 7,1462.10-4

Tabela 5 - Dados de Hidrogenação Eletrolítica para 1h.

Fonte: Realizado pelo Autor

	A	Parân	Quantidade de	
	Amostras	Corrente (A)	Tempo (s)	(mol/cm <sup>2</sup> )
	CP 07	- 0,2756	10800	- 4,2846.10-3
410 D	CP 08	- 0,1295	10800	- 2,0133·10 <sup>-3</sup>
	CP 09	- 0,1679	10800	- 2,6103·10 <sup>-3</sup>
410 T	CP 10	- 0,3072	10800	- 4,7759·10 <sup>-3</sup>
	CP 11	- 0,1943	10800	- 3,0207.10-3
	CP 12	- 0,1772	10800	- 2,7548.10-3

Tabela 6- Dados de Hidrogenação Eletrolítica para 3h.

Fonte: Realizado pelo Autor

Em resumo, foram comparados na tabela 7, os valores calculados por média aritmética relacionados aos parâmentos corrente (A), tempo (s) e quantidade de hidrogênio (Q), no qual era esperado o um aumento na magnitude tanto da corrente, quanto da quantidade de hidrogênio com a elevação do tempo de 3600 segundos para 10800 segundo.

		Parân	Quantidade	
	Amostras		Tempo (s)	ue Hidrogênio (mol/cm <sup>2</sup> )
410 D	T.H.E. 1 hora	- 0,1487	3600	- 7,7058 ·10 <sup>-4</sup>
	T.H.E. 3 horas	- 0,1910	10800	- 2,9694 ·10 <sup>-3</sup>
410 T	T.H.E. 1 hora	- 0,1316	3600	- 6,8232 ·10 <sup>-4</sup>
	T.H.E. 3 horas	- 0,2263	10800	- 3,5172 ·10 <sup>-3</sup>

Tabela 7- Dados com Valores Médios de Corrente, Tempo e Quantidade de Hidrogênio.

Fonte: Realizado pelo Autor

#### 5.3 Ensaios de Tração

Como resultado dos ensaios de tração, foram aferidas curvas *Tensão-Deformação* nas condições Como Recebido (C.R.), Tratado por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E.) 1 hora e Tratado por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E.) 3 horas para os materiais em estudo UNS S41003 e Endur 300. Os gráficos subsequentes mostram as curvas *Tensão-Deformação* elaboradas através das matrizes de dados obtidas nos ensaios de tração.

Os gráficos 4 a 6, apresentam as curvas *Tensão-Deformação* desenvolvidas por meio dos ensaios de tração, sendo, primeiramente, apresentadas as condições para a liga UNS S41003 e, depois, para a liga Endur 300.



Gráfico 5 - Curva Tensão - Deformação para 410D condição T.H.E. 1 hora



Gráfico 6- Curva Tensão - Deformação para 410D condição T.H.E. 3 horas



Os gráficos 7 a 9, são apresentadas as curvas *Tensão-Deformação* obtidas por meio dos ensaios de tração para as condições submetidas a liga Endur 300.



Gráfico 7 - Curva Tensão – Deformação para 410T condição C.R.



Gráfico 8 - Curva Tensão - Deformação para 410T condição T.H.E. 1 hora

Fonte: Realizado pelo Autor



Gráfico 9- Curva Tensão - Deformação para 410T condição T.H.E. 3 horas

Fonte: Realizado pelo Autor

Como pode ser observado, ambas as ligas inoxidáveis 410D e 410T apresentam o comportamento característico de materiais metálicos, onde há no início uma região elástica apresentando uma deformação proporcional à tensão aplicada, em seguida uma região plástica com deformação permanente e, por fim, revelando o ponto de ruptura do material.

Já os gráficos 10 e 11, são um comparativo das curvas *Tensão-Deformação* dos dados médios dos CP's obtidos através do procedimento de média aritmética dos pontos das matrizes de valores da triplicata CP's em cada condição imposta a ambos os aços 410D e 410T.







Como pode ser notado, o comportamento mecânico observado pela morfologia das curvas *Tensão-Deformação* para o aço inoxidável 410D e 410T, assemelham-se na questão de apresentarem aspectos do comportamento característico para ligas metálicas. No entanto, diferem-se nos valores de limites de escoamento (L.E.), limites de resistência a tração (L.R.T.), tensão de ruptura (T.R.) e alongamento percentual (Al.). Tal observação, pode ser explicada pela distinção existente da natureza da microestrutura apresentada pela 410D, sendo uma microestrutura ferrítica, sendo geralmente mais dúctil, e pela 410D, microestrutura martensítica, com comportamento mais frágil.

Em seguida, foi realizado um comparativo das curvas médias *Tensão-Deformação* dos CP's dos materiais 410D e 410T, no gráfico 12, bem como, os resultados dos valores médios dos parâmetros Limite de Resistencia a Tração (L.R.T.), Limite de Escoamento (L.E.), Tensão de Ruptura (T. Rup.) e Alongamento (Along.), apresentado pela tabela 8.

Gráfico 11- Comparação das Médias das Amostras em cada Condição para 410T.

Gráfico 12- Comparação das Médias das Amostras em cada Condição para 410D e 410T.



Tabela 8- Comparação das Médias dos Parâmetros LRT, LE, TRup e Along. em amostras em cada Condição para 410D e 410T.

	410D			410T		
Amostras	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas
L.R.T (MPa)	422	401	394	1036	1000	912
L.E. (MPa)	397	371	365	989	972	885
T. Rup. (MPa)	264	228	193	712	553	387
ALONG. (%)	29,2	31,4	28,9	15,1	15,9	16,1
	1	Fonte: Realiza	do pelo Autor			

Dessa forma, para os valores médios apresentados pelos CP's da liga 410D, observa-se que houve uma diminuição nos valores de limite de resistência à tração (L.R.T.) após o processo de hidrogenação por 1 (uma) e 3 (três) horas de duração. Isso pode ser atribuído à influência do átomo de hidrogênio na matriz metálica causando fragilização, reduzindo a resistência à tração.

Também pode ser notado, que o limite de escoamento (L.E.) reduziu após a hidrogenação, indicando uma diminuição na resistência à deformação plástica do material. Bem como, sendo observado uma diminuição geral nos valores de tensão de ruptura (T. Rup.), dessa forma, a deformação plástica do material é prejudicada pela ação do hidrogênio.

No que tange aos valores de alongamento (Along.), não foram observadas mudanças relevantes nesta propriedade, muito devido a homogeneidade dos dados trabalhados.

Já com relação a liga 410T, a redução dos valores de L.R.T. são mais significativos em comparação a liga 410D, indicando que esse material é mais sensível à fragilização por hidrogênio, muito em função deste tipo de liga ser produzida a partir de tratamentos termomecânicos, revelando uma microestrutura martensítica.

Os valores de L.E., também, mostram redução após a hidrogenação, indicando uma diminuição na resistência à deformação plástica do material, sendo consistente com o efeito da fragilização por hidrogênio.

Os valores observados para T. Rup., indicou que este material se apresentou mais propensos à tensões de rupturas menor após a hidrogenação, em compasso aos valores de limite de resistência a tração. Portanto, verifica-se que existe uma diminuição na tensão máxima que o material pode suportar antes da ruptura. Em relação ao alongamento, também, não houve diminuição considerável entre as condições estudadas. Onde, tal resultado, pode ser relacionado as variações das propriedades físicas e mecânicas pertencentes ao material inoxidável, como também, ao processo de fabricação dos materiais. Contudo, verifica-se que há menor deformação plástica antes da ruptura, promovendo um comportamento mais frágil.

Dessa forma, de acordo com as análises realizadas nos gráficos *Tensão-Deformação*, a sensibilidade à fragilização por hidrogênio pode variar entre diferentes ligas e condições de tratamento térmico. O 410T, por exemplo, parece ser mais afetado, possivelmente devido à sua forma de obtenção através de tratamento termomecânico e sua microestrutura.

Assim, as propriedades mecânicas de limite de resistência à tração (L.R.T.), limite de escoamento (L.E.), tensão de ruptura (T. Rup.) e alongamento foram influenciadas pelos processos de fragilização por hidrogênio com diferentes tempos de hidrogenação eletrolítica (1 hora e 3 horas).

## 5.4 Ensaios de Dureza e Microdureza

Como resultados das medidas de dureza Rockwell, a tabela 9 apresenta os valores médios aferidos dos CP's para as ligas 410D e 410T nas condições C.R., T.H.E. 1 hora e T.H.E. 3 horas.

	410D			<b>410T</b>			
Amostras	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas	
Escala	HRB			HRC			
Dureza Média	90	89	87	40	40	38	
Fonte: Realizado pelo Autor							

Tabela 9- Resultados de Dureza Rockwell.

Em seguida, foram obtidos resultados das medidas de microdureza Vickers, a tabela 10 apresenta os valores médios aferidos dos CP's.

	410D			410T		
Amostras	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas
Microdureza Média (HV)	160	160	157	301	299	296

Tabela 10- Resultados de Microdureza Vickers.

Fonte: Realizado pelo Autor

Nota-se, que para o material 410D, na condição C.R., foram observados valores de dureza Rockwell B (HRB) e microdureza Vickers (HV) condizentes com a microestrutura ferrítica do material e o comportamento dúctil do ensaio de tração. Na condição T.H.E. 1 hora, houve uma leve diminuição nos valores aferidos de dureza (HRB) e, praticamente, manteve-se constante no resultado de microdureza (HV) indicando uma fragilização do material. Além disso, com o aumento do tempo de hidrogenação na condição T.H.E. 3 horas, observou-se que houve uma queda nos dados de Rockwell B (HRB) e microdureza Vickers (HV).

Já para o material 410T, na condição C.R., se verificou que os valores de dureza Rockwell C (HRC) e microdureza Vickers (HV) apresenta concordância com a microestrutura martensítica do aço juntamente com o comportamento frágil do material. Na condição T.H.E. 1 hora, houve uma constância nos dados aferidos de dureza (HRC) e, um decaimento nos valores de microdureza (HV). Além disso, com o aumento do tempo de hidrogenação na condição T.H.E. 3 horas, observou-se que houve uma queda nos dados de Rockwell C (HRC) e, também, na microdureza Vickers (HV) indicando um fortalecimento na fragilização do material.

#### 5.5 Análise Fractográfica

Por fim, a partir da análise da fratura, foram obtidas imagens fractográficas das amostras referentes as condições C.R., T.H.E. 1 hora e T.H.E. 3 horas para as ligas UNS S41003 e Endur 300, sendo escolhida de forma aleatória como representativa das condições referidas, sendo mostrado pelas figuras 21 e 22.

Figura 21 - Fractografias das amostras UNS S41003 a) Como Recebido; b) T.H.E. 1hora; c) T.H.E. 3 horas.



Fonte: Realizado pelo Autor

Figura 22 - Fractografias das amostras Endur 300 a) Como Recebido; b) T.H.E. 1hora; c) T.H.E. 3 horas.



Fonte: Realizado pelo Autor

No caso da liga UNS S41003, observa-se através da figura que as amostras na condição C.R. apresentaram uma superfície da fratura característico de comportamento dúctil, sendo revelada aspectos de pouca presença de trincas grosseiras, presença de alongamento formando "empescoçamento" com alto percentual de área reduzida e superfície rugosa nas amostras. Na condição T.H.E. 1 hora, observou-se um comportamento similar ao C.R, onde há, também, a presença de uma superfície diminuta, presença de rugosidade e formação de "empescoçamento" na região da fratura durante o ensaio de tração. Na condição T.H.E. 3 horas, foi observado características similares aos apresentados durante os ensaios C.R. e T.H.E. 1 hora, contudo há uma perceptível formação de tricas propagadoras na superfície da fratura.

No caso da liga Endur 300, já se nota, através da figura, que as amostras nas condições C.R., T.H.E. 1 hora e T.H.E. 3 horas apresentaram uma superfície de fratura característico de comportamento de transição dúctil-frágil, sendo revelada aspectos de área de fratura maiores, superfícies mais "lisas" e cristalinas, pouco percentual de área reduzida e alongamento da área fraturada propagadoras. Ademais, na condição T.H.E. 3 horas, observou-se a presença de superfície quebradiça juntamente com trinca propagadora na superfície da fratura.

Além disso, foram medidas a redução da área fraturada em todas as condições mencionadas, no qual nota-se que a superfície da fratura reduz após o ensaio de hidrogenação eletrolítica nos CP's. A tabela 11, mostra as medidas médias da redução da área da superfície da fratura em porcentagem.

Amostras	410 D			410 T		
	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas	C.R.	T.H.E. 1 hora	T.H.E. 3 horas
Redução da Área da Fratura (%)	82,5	81,7	76,3	73,2	72,9	67,8
		Fonte: Realiza	do pelo Autor			•

Tabela 11 - Medidas médias da redução da área da superfície da fratura.

do pelo Autoi

## 6. CONCLUSÃO

A partir dos resultados aferidos por meio da execução de todos os ensaios apresentados, se conclui acerca do comportamento das ligas inoxidáveis UNS S41003 e Endur 300:

- Nota-se, através dos resultados obtidos por análise metalográfica e por ensaio de tração, o material Como Recebido (C.R.) dos aços 410D e 410T ratificou o comportamento mecânico esperado para essas ligas, ou seja, para o 410D apresentando microestrutura ferrítica junto com um perfil de comportamento dúctil e, para o 410T, microestrutura martensítica junto com o perfil de comportamento mais fragilizado.
- Além disso, as condições Tratadas por Hidrogenação Eletrolítica (T.H.E.) por 1 hora e por 3 horas revelaram influência na estrutura metálica das amostras, no que tange a análise das curvas *Tensão-Deformação*, onde em valores médios, o parâmetro L.R.T. diminuiu, sendo mais notado no aço 410T, juntamente com o parâmetro L.E. Já para os fatores T. Rup., percebeu-se um decréscimo em comparação a condição Como Recebido (C.R.) e ao alongamento, manteve-se em média constante.
- No que concerne aos resultados dos ensaios de dureza Rockwell e microdureza Vickers, ambos revelam uma diminuição nas medidas médias de dureza e microdureza, sendo consequência da influência do tempo de exposição ao elemento hidrogênio ocasionando maior grau de fragilidade nas estruturas das ligas em estudo.
- Outrossim, os resultados de análise da fratura, inferem-se que a liga inoxidável 410D apresentou um comportamento dúctil afetado em certo grau pela fragilização, sendo revelado na condição T.H.E. 3 horas, pela presença de perceptível formação de tricas propagadoras na superfície da fratura. Com relação, a liga inoxidável Endur 300, observou-se maior grau de comportamento frágil quando submetido ao ensaio de hidrogenação eletrolítica por 1 hora e por 3 horas.
- De forma conclusiva, através da observância dos resultados de redução da resistência a tração e a tensão de ruptura, além da presença de trincas e fissuras na fratura dos corpos de prova, é afirmado que o tratamento térmico realizado no aço inoxidável Endur 300 foi prejudicial quando em contato com o ensaio de hidrogenação eletrolítica.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS POSTERIORES

- Processar o aço inoxidável ferrítico (como recebido) a fim de se obter uma estrutura bifásica (ferrita e austenita) e, com essa constituição microestrutural, caracterizar o comportamento mecânico.
- Realizar maiores tempos de hidrogenação eletrolítica em ambos os aços inoxidáveis.
- Utilizar a microscopia eletrônica de varredura (MEV) na região fraturada, a fim de obter imagens e informações mais apuradas.
- Realizar outros ensaios mecânicos, como Charpy e Flexão, para obter mais informações sobre o comportamento que as ligas inoxidáveis apresentam após a fragilização por hidrogênio.

## REFERÊNCIAS

ALBRECHT, P.; HALL, T. T. Atmospheric Corrosion Resistance of Structural Steels. Journal of Materials in Civil Engineering, v. 15, n. 1, p. 2–24, fev. 2003.

ANDERSEN, P. J. 1.3.3B - **Stainless steels**. In: WAGNER, W. R.; SAKIYAMA-ELBERT, S. E.; ZHANG, G.; YASZEMSKI, M. J. (Ed.). Biomaterials Science (Fourth Edition). Fourth edition. Academic Press, 2020. p. 249–255.

AMERICAN WELDING SOCIETY. Welding handbook. 8. ed. [s.l.] New York , 1998. v. 4

APERAM. Aço Inoxidável Ferrítico para aplicações estruturais e de desgaste. 2015

ASM INTERNATIONAL. HANDBOOK COMMITTEE. ASM handbook. Ohio: Materials Park, 2005. v. 13B

BEGHINI, M.; BENAMATI, G.; BERTINI, L. Effect of Hydrogen on Tensile Properties of Martensitic Steels for Fusion Application. Journal of Nuclear Materials, p. 1295–1299, 1998.

CASHELL, K.; BADDOO, N. Ferritic stainless steels in structural applications. Thin-Walled Structures, Elsevier BV, v. 83, p. 169–181, out. 2014.

CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos. 7. ed. Sao Paulo: Abm, 2005.

CORTIE, M.; du Toit, M. **Stainless steels, ferritic**. In: Reference Module in Materials Science and Materials Engineering. Elsevier, 2016. ISBN 978-0-12-803581-8.

CORREA, J. G.. Usinabilidade de Aços Inoxidáveis Martensíticos Aplicados na Indústria do Petróleo. Dissertação de Mestrado; Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG. 2014.

COUTINHO, J. S.; CARREIRA, E. S.; MESQUITA, A. **Novo Método de Detecção de Hidrogênio em Metais Através de Medidas de Diferença de Potencial de Fermi**. [s.l: s.n.]. v. 9p. 235–241

DABAH, E. Hydrogen Interaction with Supermartensitic Stainless Steel studied by Energy Dispersive X- Ray Diffraction. PhD thesis, 2016.

DAVIS, J.R. Stainless Steel - ASM Specialty Handbook. ASM International. EUA. 1994

DA SILVA, B.R.D.S. Susceptibilidade a fragilização pelo hidrogênio em tubos de aço inoxidável super duplex UNS S32750 sob tensão mecânica., Trabalho de conclusão de curso em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

dos SANTOS, T. S. R. Estudo dos Efeitos do Hidrogênio nas Propriedades Mecânicas da Liga 718 em Diferentes Condições de Envelhecimento. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2009.

FARIA, G. L.; GODEFROID, L. B.; DE FARIA, G. A.; DA CUNHA, E. C. Avaliação da Susceptibilidade à Corrosão Intergranular em Aços Inoxidáveis Aplicados em Chapas Expandidas. 22 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Natal –RN. 2016.

GARDNER, L. **Stability and design of stainless steel structures** – Review and outlook. Progress in Structural Engineering and Materials, v. 7, p. 45–55, ago. 2005.

GENTIL, V. Corrosão. 5. ed. [s.l.] Editora LTC, 2007. p. 149–152

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance.** Materials Park: Asm International, 2015.

LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels. 1. ed. [s.l.] Wiley-Interscience, 2005. v. 1

LIU You-Rong et al. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Property of Cr13 Super Martensitic Stainless Steel, Journal of Iron and Steel Research, International. 18 (2011) 60–66.

LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. **Recent developments in stainless steels.** Materials Science and Engineering: R: Reports, v. 65, n. 4-6, p. 39–104, 29 maio 2009.

MARIANO, N. A. et al. **Avaliação da resistência à corrosão em aço inoxidável** martensítico do tipo Cr-Ni em meio marinho sintético simulando atividades em águas profundas. Rem: Revista Escola de Minas, v. 59, p. 135–139, 1 mar. 2006.

MARQUES, V.M.; MODENESI, P., J.; BRANCRENSE, A., Q.; Soldagem: Fundamentos e Tecnologia, 3<sup>a</sup> edição atualizada. Belo Horizonte: Editora UFMG, 2014.

MARCHI, C. S.; SOMERDAY, B. P.; ROBINSON, S. L. Permeability, solubility and diffusion of hidrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures. International Journal of Hydrogen Energy, Califórnia, v. 32, p. 100-116, 2007.

NOGUEIRA, J. C. "**Resistência mecânica do aço ABNT – 4340, após desidrogenação em forno convencional, quando protegido com Cromo duro e Cádmio LHE**". Dissertação de Mestrado – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, São Paulo, 2003

OBADELE, A. B., ANDREWS, A., SHONGWE, M. B., OLUBAMBI, P. A., "Tribocorrosion Behaviours of AISI 310 and AISI 316 Austenitic Stainless Steels in 3.5% NaCl Solution", Materials Chemistry and Physics, v. 171, pp. 239-246, March, 2016.

PEREIRA, A. S. Desenvolvimento de Procedimento de Reparo por Soldagem em Aços Inoxidáveis Martensíticos, com Metal de Adição Similar sem TTP. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis-SC. 2000

PINTOR, T. D. B. **Desenvolvimento de testes híbridos de permeação de hidrogênio em metais e ligas metálicas**. Projeto de Graduação, Programa de Engenharia de Materiais DEMM/UFRJ. Rio de Janeiro. 2015.

ROBERGE, P. R. Handbook Of Corrosion Engineering. 2. ed. S.L.: Mcgraw-Hill Education, 1999.

SOUTO, H. J.; NOGUEIRA, T. A. **O Hidrogénio Como Vetor Energético do Futuro**. Neutro à Terra, p. 47–53, 2022.

SMITH, Willian F. Structure and Properties of Engineering Alloys. 2. ed. Singapore: McGraw - Hill, 1993.

SILVA; PAULO ROBERTO MEI. Aços e ligas especiais. 3. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2010.

SOHRABI, M. et al. Coreflooding Studies to Investigate the Potential of Carbonated Water Injection as an Injection Strategy for Improved Oil Recovery and CO2 Storage. Transport in Porous Media, v. 91, n. 1, p. 101–121, 30 set. 2012.

SOLHEIM, K. G. et al. The role of retained austenite in hydrogen embrittlement of supermartensitic stainless steel. Engineering Failure Analysis, v. 34, p. 140–149, dez. 2013.

TOLCHARD, J. R. et al. On the measurement of austenite in supermartensitic stainless steel by X-ray diffraction. Materials Characterization, v. 99, p. 238–242, 1 jan. 2014.

WILLIAM FORTUNE SMITH. Structure and properties of engineering alloys. New York Etc.: Mcgraw-Hill, 1993.

YU, Y. et al. Effect of chromium content on the corrosion resistance of ferritic stainless steels in sulfuric acid solution. Heliyon, v. 4, n. 11, 22 nov. 2018.

ZHANG, S. et al. Composition equivalents of stainless steels understood via gamma stabilizing efficiency. Scientific Reports, v. 11, p. 5423, 8 mar. 2021.