

Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio no Aço AISI 4140 Beneficiado

Guilherme Antonelli Martiniano*, Danilo Eduardo Fonseca Souza, José Eduardo Silveira Leal, Sinésio Domingues Franco

Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste, gamartiniano@gmail.com

Palavras-chave

Fragilização por Hidrogênio, rising step loading, proteção catódica, aço AISI 4140

1. INTRODUÇÃO

Devido ao pequeno diâmetro atômico e alta mobilidade em materiais sólidos, o hidrogênio atômico pode facilmente penetrar os principais grupos de ligas metálicas utilizados na indústria (aços, superligas de Ni, ligas de Ti, etc), se acumulando em pequenos defeitos estruturais como vazios, inclusões e espaços intersticiais. Depois de atingir uma concentração crítica, ele começará a aumentar as tensões internas no material causando distúrbio microestrutural que leva à fragilização (Marina et al., 2011). Esse fenômeno é conhecido como fragilização por hidrogênio (do inglês, *Hydrogen Embrittlement* - HE). Este fenômeno afeta severamente a maioria dos principais grupos de liga dependendo do ambiente em que estão (Barnoush et al., 2010) e tem sido observado em diferentes setores da indústria, como soldagem (Ballesteros, 2009), laminação a quente (Okamoto, 2010) e galvanização (Stroe, 2006) para citar alguns. Na exploração de petróleo e gás, esta é uma questão de maior preocupação devido à proteção catódica (Silva et al., 2007), um mecanismo usado para prevenir a corrosão, que acaba por favorecer a produção e acumulação de hidrogênio.

O carregamento progressivo (do inglês, *Rising Step Loading* - RSL) é um método desenvolvido em meados dos anos 90 por Raymond (1995) como uma alternativa aos testes convencionais de baixa taxa de deformação (BTD) para avaliar a fragilização por hidrogênio de uma maneira mais rápida e econômica através de um carregamento progressivo em ambiente controlado. Consiste de um teste de carregamento de flexão a quatro pontos usando uma amostra entalhada imersa em uma solução eletrolítica que fornece hidrogênio para permear a amostra. Este método pode avaliar a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio (SFH) em um período de até 60 horas, fornecendo resultados equiparáveis àqueles obtidos pelos métodos tradicionais de análise da SFH.

Com base nas premissas fornecidas, este artigo possui o objetivo de avaliar o desempenho do aço AISI 4140 beneficiado com dureza de, aproximadamente, 40 HRC frente à fragilização pelo hidrogênio.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste trabalho, amostras de Aço AISI 4140 temperado e revenido com dimensões 30x30x200 mm³ e dureza de, aproximadamente, 40HRC foram utilizadas nos testes de carregamento progressivo com permeação de hidrogênio. O raio de arredondamento da ponta do entalhe foi de 0.250 ± 0.0025 mm. Os testes foram conduzidos ao ar e sob polarização catódica. A geometria das amostras utilizadas é mostrada na Fig. 1.

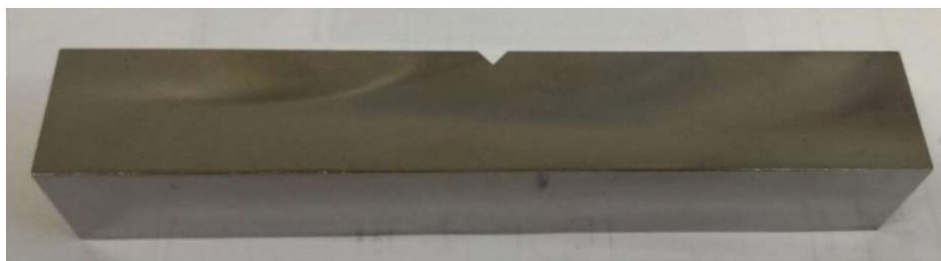


Figura 1: Amostra de Aço AISI 4140, entalhada, para ensaios com permeação de hidrogênio.

O perfil de carregamento utilizado nos ensaios com incremento de carga é regido pela norma ASTM F1624, e, para durezas entre 33 e 45HRC o perfil recomendado é (10/5/2,4). Ou seja, o ensaio foi dividido em 10 passes de duas horas cada e 10 passes de quatro horas. Cada passe foi incrementado com 5% da força de ruptura da amostra (do inglês *Fast Fracture Strength* – FFS). No primeiro ensaio com incremento de carga, a carga de referência, ou P_{MAX} , é considerada como sendo o P_{FFS} . Nos ensaios subsequentes, $P_{MAX} = 1,1 P_{th}$, onde P_{th} é a carga do passe imediatamente anterior ao

passa onde ocorre a fratura da amostra. O critério de parada do ensaio, conforme a norma ASTM F1624, é a queda de 5% do P_{FFS} ou maior na força aplicada durante o ensaio, ou até que se atinja o último passo de força.

A permeação de hidrogênio foi realizada por meio de polarização catódica onde a amostra foi imersa em solução de água deionizada com NaCl a 3,5% numa configuração de três eletrodos. Os potenciais aplicados foram: $-0,8 \text{ V}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, $-1,0 \text{ V}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$, $-1,1 \text{ V}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ e $-1,2 \text{ V}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$.

Para determinação da força de referência (P_{FFS}) realizaram-se ensaios ao ar em quatro amostras livres de hidrogênio, utilizando uma taxa de carregamento constante recomendada pela norma ASTM E8.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos nos ensaios para determinação da força máxima de fratura (P_{FFS}) são mostrados na Fig. 2.

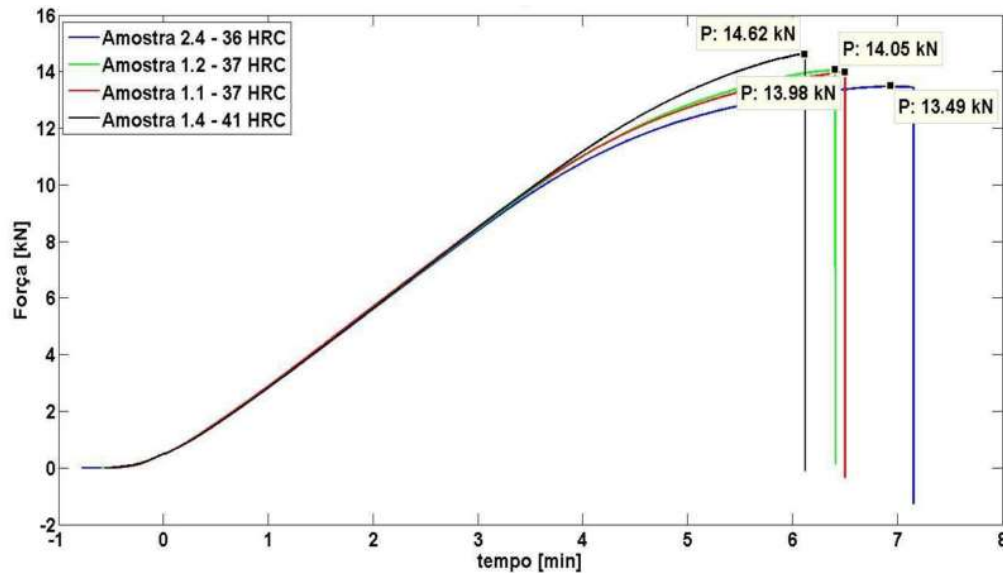


Figura 2: Resultado dos ensaios para determinação de força máxima de fratura, FFS

Inicialmente, dos quatro ensaios realizados para determinação da carga de fratura ao ar, foi obtido um P_{FFS} médio de 14,035 kN. Da Fig.2 nota-se que as amostras 1.1 e 1.2 têm praticamente a mesma P_{FFS} . Essas amostras têm também a mesma dureza (37HRC). As duas outras amostras testadas, 2.4 e 1.4, têm a menor e a maior dureza dentre todas, respectivamente. A maior dureza da amostra 1.4 explica o maior valor de P_{FFS} , enquanto a menor dureza da amostra 2.4 justifica o menor valor P_{FFS} . O maior tempo para a fratura observado nas amostras de menor dureza pode ser explicado pela maior capacidade dessas amostras de se deformar plasticamente. Já para amostra de maior dureza acontece o contrário. Outro indicativo de que a variação dos resultados é devida à dureza das amostras é o comportamento das mesmas durante a fase elástica, que, no gráfico, é a região entre aproximadamente zero e três minutos. Nessa região observa-se que a taxa de aumento da força nas amostras é aproximadamente igual, o que é esperado devido ao fato de que o amortecimento das tensões dá-se à medida que a amostra vai deformando plasticamente na região do entalhe.

Os resultados dos testes com permeação de hidrogênio são discutidos a seguir.

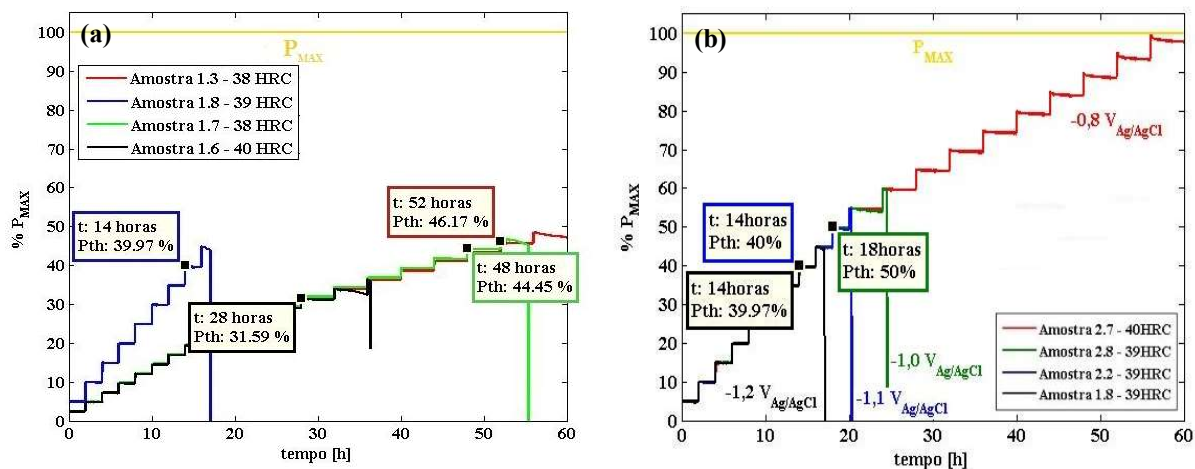


Figura 3: Resultados dos ensaios de RSL realizados em amostras de aço AISI 4140 beneficiado com (a) diferentes durezas e submetidas a um potencial catódico de $-1,2 \text{ V}_{\text{Ag}/\text{AgCl}}$ e (b) mesma dureza e diferentes potenciais catódicos aplicados.

Os resultados na Fig. 3a mostram que houve uma redução drástica na força de ruptura das amostras do aço beneficiado AISI 4140 em relação ao valor P_{FFS} quando submetido a um potencial de $-1,2 V_{Ag/AgCl}$. Essa redução variou de 57 a 68% em relação ao valor de P_{FFS} . O mesmo comportamento foi identificado por Nanninga et al. (2010) em amostras de aço AISI 4037 beneficiado. Também é observado que a SFH é maior para as amostras com durezas mais altas. Os resultados obtidos com os testes RSL, variando o potencial catódico, como mostrado na Fig. 3b, indicam que há uma relação clara entre o valor de potencial aplicado e a SFH. Para um potencial catódico igual a $-0,8 V_{Ag/AgCl}$, não houve evidência de fragilização por hidrogênio na amostra, mas, para potenciais acima deste valor, houve uma redução no valor de P_{th} devido à fragilização pelo hidrogênio. Para valores acima de $-1,1 V_{Ag/AgCl}$, não houve aumento na SFH, indicando uma saturação de hidrogênio na amostra deste potencial em diante. O mesmo comportamento foi observado em Parkins et al. (1982) em amostras de aços alto carbono de alta resistência.

4. CONCLUSÕES

- O aço beneficiado AISI 4140, com dureza de 40 HRC, mostrou uma alta SFH quando submetido a potenciais catódicos na faixa $-1,0 V_{Ag/AgCl}$ a $-1,2 V_{Ag/AgCl}$;
- Quando permeado por hidrogênio, a amostra com maior valor de dureza apresentou redução de 68%, enquanto que a menos dura apresentou redução de 54% na carga de ruptura;
- Foi identificado que, para valores acima de $-1,1 V_{Ag/AgCl}$, não houve aumento no SFH, indicando uma saturação da amostra com hidrogênio a partir deste potencial;
- Quando aplicado um potencial catódico de $-0,8 V_{Ag/AgCl}$, na amostra não foi observado fragilização por hidrogênio.

5. AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi apoiado pelo CAPES-PROEX, CNPq, FAPEMIG e PETROBRAS.

6. REFERÊNCIAS

- ASTM F1624, “Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Embrittlement Threshold in Steel by the Incremental Step Loading Technique”, 2010.
- ASTM E8, “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”, 2009.
- Ballesteros, A. “Avaliação da Resistência de Juntas Soldadas Circunferenciais de Aço API 5L X-80 à Corrosão sob Tensão na presença de sulfetos e Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio”. Tese de Doutorado, PUC Rio, 2009.
- Barnoush, A. Vehoff, H. “Recent developments in the study of hydrogen embrittlement: Hydrogen effect on dislocation nucleation”. *Acta Materialia*, vol. 58, 2010, pp. 5274–5285.
- Marina, C. Sergio, L. Paolo, M. Tommaso, P. “Hydrogen embrittlement behaviour of HSLA linepipe steels under cathodic protection”. *Corrosion Reviews*, vol. 29, 2011, pp. 261–274.
- Martiniano, G.A. “Desenvolvimento de um Equipamento para Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio”. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, 2016.
- Nanninga, N. Grochowski, J. Heldt, L. Rundman, K. “Role of microstructure, composition and hardness in resisting hydrogen embrittlement of fastener grade steels”. *Corrosion Science*, vol. 52, 2010, pp. 1237–1246.
- Okamoto, M.A. “Danos causados pelo Hidrogênio em Aços para Tubos API 5L X65 e X80”. Trabalho de Conclusão de Curso, USP, 2010.
- Parkins, R.N. Elices, M. Sanchez-Galvez, V. Caballero, L. “Environment sensitive cracking of pre-stressing steels”. *Corrosion Science*, vol. 22, 1982, pp. 379–405.
- Raymond, L. “United States Patent US5505095 - Rising Step Load Apparatus”, 1995.
- Silva, A.G.S.G. Ponte, H.A. Pashchuk, A. “Estudo da influência do hidrogênio permeado nas propriedades eletroquímicas do Nb / Nb₂O₅ para o desenvolvimento de um sensor”. 4º PDPETRO, 2007, p. 10.
- Stroe, M.E. “Hydrogen Embrittlement of Ferrous Materials”. Tese de Doutorado, Université Libre de Bruxelles, 2006.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.