

Avaliação da Susceptibilidade à Fragilização por Hidrogênio da Superliga Inconel 718 via Nanoindentação Instrumentada

José Eduardo Silveira Leal*, Sinésio Domingues Franco, Rosenda Valdés Arencibia.

*Laboratório de Tecnologia em Atrito e Desgaste, joseleal@ufu.br

Palavras-chave

nanodureza, nanoindentação, fragilização por hidrogênio, Inconel 718

1. INTRODUÇÃO

A fragilização por hidrogênio (FH) é um fenômeno severo que afeta quase todos os metais e ligas, dependendo do meio em que estão inseridos (Barnoush e Vehoff, 2010). Dentre os elementos químicos, o hidrogênio possui o menor diâmetro atômico (37 pm) e, conseqüentemente, apresenta fácil mobilidade no estado sólido, ou seja, ele se difunde facilmente no material, introduzindo defeitos microestruturais, levando, conseqüentemente, à fragilização dos materiais.

A nanoindentação instrumentada pode ser usada para testar um volume da ordem de $0,01 \mu\text{m}^3$, extraindo as informações de interesse sobre o material testado. Neste caso, um indentador de geometria definida é colocado em contato com a amostra. Uma força conhecida é aplicada enquanto a profundidade de penetração decorrente é registrada. O gráfico da força em função da profundidade de penetração é então utilizado para avaliar a resposta mecânica do material. A combinação da nanoindentação com uma célula eletroquímica possibilita a difusão do hidrogênio na superfície da amostra simultaneamente à execução das indentações permitindo estudar os mecanismos locais de deslocamento e investigar a interação hidrogênio/deformação em nanoescala (Barnoush e Vehoff, 2006a, 2006b). Entretanto, a nanoindentação em meio assistido é uma técnica relativamente nova e, portanto, faz-se necessário que estudos sejam conduzidos visando aprimorar a compreensão da mesma. Dessa forma, a validação dos resultados desses nanotestes em materiais da área de óleo e gás passa por uma extensa experimentação, o que justifica o presente trabalho.

Assim sendo, este trabalho tem como objetivos: avaliar a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (SFH) da Superliga Inconel 718 via nanoindentação instrumentada em meio assistido e identificar quais parâmetros da curva força vs. profundidade de penetração melhor evidenciam a FH.

2. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Os experimentos foram conduzidos utilizando um nanodurômetro (NHT²), fabricado pela Anton Paar, com faixa nominal para a aplicação de força de 0,1 mN a 500,0 mN e resolução de 20 nN, para a profundidade de penetração a faixa nominal é de 20 nm a 200 μm e a resolução de 0,01 nm. O equipamento dispõe do *software* Indentation 7.0.16, fornecido pelo fabricante.

A amostra UNS N07718 (Inconel 718) foi fabricada com dimensões nominais de 4 mm de espessura e diâmetro de 35 mm. A usinagem do material foi realizada utilizando uma máquina de eletroerosão a fio. Posteriormente à usinagem, efetuou-se o tratamento térmico da amostra por meio da solubilização a 1010 °C por 30 minutos, resfriamento em óleo e duplo envelhecimento a 718 °C por 8 horas e 621 °C por 10 horas, seguido de resfriamento ao ar. Após o resfriamento, a espessura de 4 mm foi obtida utilizando retífica. Posteriormente, efetuou-se o lixamento e o polimento mecânico da amostra. Esses procedimentos foram executados com lixas 220, 500 e 1200 *mesh* e panos de polimento com abrasivos de granulometria 6 μm , 3 μm , 1 μm e sílica coloidal com granulometria de 40 nm.

Os ensaios de nanodureza foram realizados na amostra de Inconel 718 seguindo um planejamento fatorial completo (2^2). Este planejamento visou investigar o efeito de dois fatores (velocidade de aplicação de força e permeação de hidrogênio via proteção catódica) nos valores de nanodureza (HIT), módulo de elasticidade (E^*) e profundidade de penetração (hm). Ambos os fatores investigados foram avaliados em dois níveis, como mostra a Tab. 1. De acordo com a matriz de planejamento, foram executados quatro ensaios. Para validação dos resultados, um total de nove réplicas foram realizadas, totalizando 40 ($4+9 \times 4$) ensaios. Os ensaios 1 e 2 foram realizados antes da inserção do eletrólito (solução aquosa de NaCl 3,5 % em peso). Para os ensaios 3 e 4, o eletrólito foi inserido e o potencial de -1,2 VAg/AgCl foi mantido por uma hora antes do início das indentações para garantir o pré-carregamento de hidrogênio. O perfil de carregamento das indentações realizadas nos ensaios 1 e 3 consistiu em aplicação de força à velocidade de 15 mN/min até a força máxima de 2,5 mN. Então, a força foi mantida constante por 10 s. Por fim, a força foi levada a 0 N a uma velocidade de 15 mN/min.

Por sua vez, o perfil de carregamento das indentações realizadas nos ensaios 2 e 4 consistiu na aplicação de força à velocidade de 480 mN/min até a força máxima de 2,5 mN. Então, a força foi mantida constante por 1 s antes da redução até 10 % da força máxima a uma velocidade de 480 mN e se manteve constante por 1 s. Por fim, a força foi levada a 0 N a uma velocidade de 15 mN/min. Antes do início dos ensaios, o indentador, a amostra e o padrão foram limpos com etanol absoluto e expostos a temperatura ambiente de 20 ± 1 °C por 8 horas. A temperatura foi monitorada utilizando o termo higrômetro digital do fabricante Instrutherm.

Tabela 1: Matriz de planejamento experimental

Ensaio	Proteção catódica	Velocidade de aplicação de força
1	-1	-1 (15 mN/min)
2	-1	1 (480 mN/min)
3	1	-1 (15 mN/min)
4	1	1 (480 mN/min)

A análise dos resultados foi realizada mediante a análise estatística de variância (ANOVA) utilizando o Statistica 7.1 para verificação dos efeitos principais das variáveis de entrada (velocidade de aplicação de força e permeação de hidrogênio via proteção catódica) e de suas possíveis interações.

3. RESULTADOS

As Figuras 1 e 2 mostram os resultados decorrentes das indentações realizadas ao ar e das indentações submersas para velocidades de aplicação de força de 15 mN/minuto e 480 mN/minuto, respectivamente. Com a permeação de H^+ , observa-se uma tendência de aumento da nanodureza da amostra, esta tendência é confirmada pelos resultados mostrados na Fig. 3 e pela ANOVA apresentada na Tab. 2.

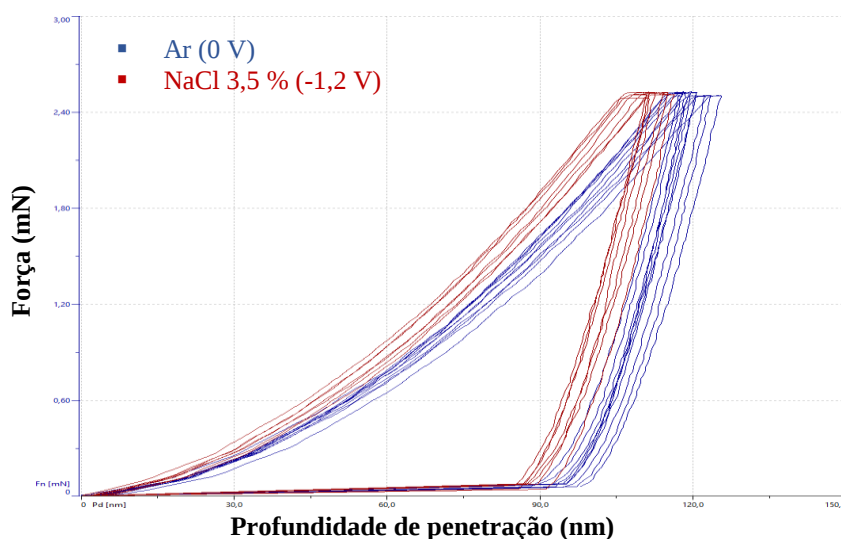


Figura 1: Gráficos F-h provenientes de indentações realizadas com velocidade de aplicação de carga de 15 mN/minuto

A Figura 3 mostra os valores médios de dureza Berkovich (HIT), módulo de elasticidade (E^*), profundidade máxima de penetração (hm) obtidos para a amostra de UNS N07718 em ensaios de nanoindentação instrumentada em meio assistido utilizando dois níveis de proteção catódica e dois níveis de velocidade de aplicação de força. As barras de erro representam o desvio-padrão (68,27 %). É possível concluir que a permeação de hidrogênio na amostra teve como efeito o aumento dos valores médios da dureza HIT em 19,28 % e 20,28 % e a redução do hm em 19,28 % e 20,28 % para indentações realizadas com velocidades de aplicação de força de 15 mN/minuto e 480 mN/minuto, respectivamente.

Este resultado indica que a permeação de hidrogênio foi capaz de alterar significativamente as propriedades mecânicas da amostra de UNS N07718. Observa-se ainda que a alteração da velocidade de aplicação de força não surtiu efeitos estatisticamente significativos nos valores de HIT e de hm. Por sua vez, o valor médio de E^* não foi afetado pela proteção catódica, no entanto foi afetado negativamente pela elevação da velocidade de aplicação de força. Tais resultados foram confirmados pelos resultados das ANOVAs mostrados na Tab. 2.

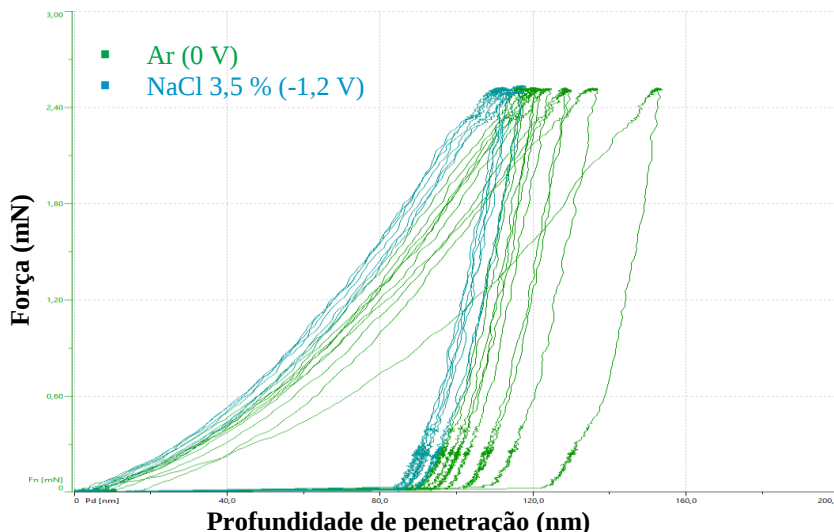


Figura 2: Gráficos F-h provenientes de indentações realizadas com velocidade de aplicação de carga de 480 mN/minuto

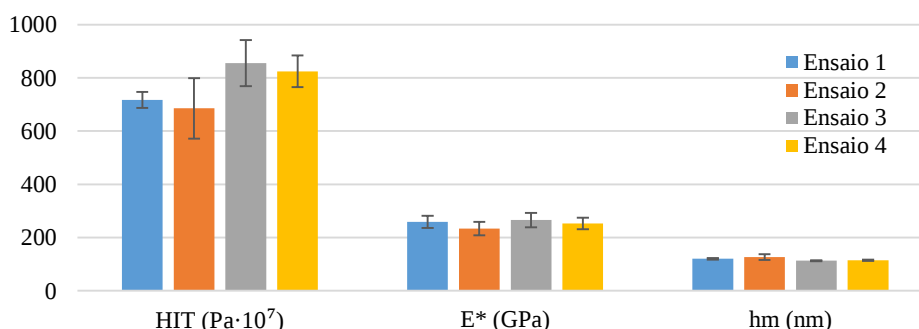


Figura 3: Gráficos F-h provenientes de indentações realizadas com velocidade de aplicação de carga de 480 mN/minuto

Tabela 2: ANOVAs

	HIT		hm		E*	
	Efeito	p	Efeito	p	Efeito	p
Média	7705,524	0,000000	118,7973	0,000000	252,9407	0,000000
Velocidade (1)	-312,841	0,268758	4,1200	0,068574	-19,2411	0,031482
Prot. catódica (2)	1386,215	0,000024	-9,9780	0,000077	13,1902	0,132374
1 e 2	3,641	0,989624	-2,6372	0,236026	6,0890	0,480691

Assim sendo, pode-se concluir que a permeação de hidrogênio na amostra via aplicação de potencial catódico de -1,2 V teve como consequência o aumento da nanodureza e a redução da profundidade de penetração. Desse modo, foi constatado que, para as condições deste experimento, a liga de UNS N07718 é susceptível à fragilização por hidrogênio.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem às instituições CNPq, CAPES-PROEX e à FAPEMIG e à PETROBRAS.

5. REFERÊNCIAS

- Barnoush, A.; Vehoff, H. “Electrochemical nanoindentation: A new approach to probe hydrogen/deformation interaction”. *Scripta Materialia*, v. 55, n. 2, jul. 2006a, p. 195–198.
- Barnoush, A.; Vehoff, H. “In situ electrochemical nanoindentation of a nickel (111) single crystal: hydrogen effect on pop-in behavior”. *International Journal of Materials Research*, v. 97, n. 9, set. 2006b, p. 1224–1229.
- Barnoush, A.; Vehoff, H. “Recent developments in the study of hydrogen embrittlement: Hydrogen effect on dislocation nucleation”. *Acta Materialia*, v. 58, n. 16, set. 2010, p. 5274–5285.

6. DIREITOS AUTORAIS

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