



APLICABILIDADE DA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL ELÉTRICO EM TESTES DE FRATURA MONOTÔNICA DE AÇOS API EM MEIO ÁCIDO

Leandro Martins Morani

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

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Rio de Janeiro
Março de 2018

APLICABILIDADE DA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL ELÉTRICO EM
TESTES DE FRATURA MONOTÔNICA DE AÇOS API EM MEIO ÁCIDO

Leandro Martins Morani

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

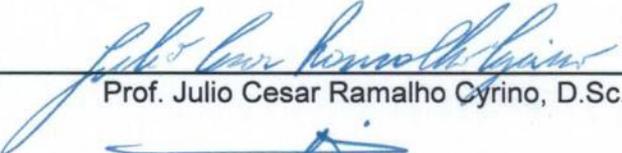
Examinada por:



Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.



Prof. Célio Albano da Costa Neto, Ph.D.



Prof. Julio Cesar Ramalho Cyrino, D.Sc.



Eng. Mourad Chekchaki, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

MARÇO DE 2018

Morani, Leandro Martins

Aplicabilidade da Metodologia de Queda de Potencial Elétrico em Testes de Fratura Monotônica de Aços API em Meio Ácido/ Leandro Martins Morani. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2018.

XIV, 90 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 86-90.

1. Queda de Potencial Elétrico. 2. Testes de fratura. 3. Aços API. I. Castrodeza, Enrique Mariano II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais III. Título.

“(...) tudo se ajustará matematicamente.”

Phileas Fogg em Volta ao Mundo em 80 dias, de Julio Verne

AGRADECIMENTOS

Gostaria de dedicar este trabalho à memória do Professor Luiz Fernando Bastian, que nos deixou no ano de 2017. O Prof. Bastian é parte não só deste trabalho como colaborador e membro da banca examinadora do meu Seminário de Mestrado, mas da minha formação como Engenheiro de Materiais. Suas aulas e seus ensinamentos continuarão a me guiar por toda a minha carreira.

Agradeço primeiramente ao amigo, orientador, mentor e Professor Enrique Mariano Castrodeza. Seu companheirismo, amizade, compreensão, paciência, sua sabedoria, paixão e entusiasmo pelos projetos, pela pesquisa e pela ciência, tornaram esse trabalho possível. O mestrado se encerra, mas a amizade fica. Muito obrigado.

Ao Centro de Pesquisa da Tenaris e sua representante, Eng^a Mihaela Cristea, agradeço pela fomentação deste projeto, apoio logístico, estrutural e financeiro, bem como pela colaboração intelectual no desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço à COPPE e ao CNPq, pela estrutura física e apoio financeiro à realização desse projeto.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia (INT) Laboratório de Ensaio de H₂S, CO₂ e Corrosividade (LabH₂S), especialmente aos Engs. Mourad Chekchaki e Javier Velasco, pelo suporte nos ensaios e análises realizadas, além do companheirismo e dedicação.

À amiga e colega Camila Finamore, pela força, amizade e apoio durante todos esses anos de desafios e trabalhos. Desde às provas aos ensaios de laboratório e às caronas, sua presença fortaleceu a mim e à nossa equipe.

Ao amigo e colega João Menezes. Obrigado por dedicar tempo a me ajudar. Por me ajudar a enxergar um caminho. Obrigado pela sua amizade e companheirismo em todos os momentos. O seu apoio tornou esse desafio possível. Levo com carinho cada momento compartilhado.

Aos amigos Egon Ramirez, Bruna Brito e Isabela Horta, por todo o apoio diário, amizade e momentos de folga e descontração. Vocês são amigos para a vida. Sempre me apoiaram em todos os momentos e ajudaram a tornar todos esses anos de trabalho e projeto em anos inesquecíveis.

Aos professores Célio Albano da Costa Neto, Julio Cesar Ramalho Cyrino e ao Eng. Mourad Chekchaki, pelo tempo dedicado à composição da banca examinadora.

Agradeço e dedico este trabalho à minha futura esposa Vivian Brandão Dias, pelo carinho e amor incondicionais em cada momento, por me ensinar sempre coisas novas, por sempre acreditar em mim, por estar sempre ao meu lado em todos os desafios da vida, pelo suporte e confiança no sucesso do desenvolvimento deste projeto e nos desafios superados. Por não só me mostrar o caminho quanto eu me via perdido, mas por me dar as mãos e percorrê-lo ao meu lado.

Aos meus pais, Rita e Demétrio, pela compreensão e pela torcida incansável durante toda a minha formação. Por cada gesto de carinho e apoio, por cada ensinamento, por cada bronca, por cada conquista e por serem os melhores pais do mundo.

À minha irmã Beatriz, que sempre esteve ao meu lado, pelos sacrifícios e esforços feitos com amor para mim e para a família, para que seguíssemos caminhando com segurança e confiança, ao Diogo e o meu pequeno afilhado Arthur, por acreditarem em mim e por estarem sempre dispostos a me ajudar quando precisei.

Aos meus “irmãos” Fernando e Bruno, por torcerem por mim, pelo companheirismo, amizade e compreensão nas tantas vezes que fui compelido a sumir por conta dos compromissos do mestrado.

Aos meus sogros e amigos Maria Helena e Dilson, ao Seu Antônio, à Dayane e ao Leonardo por me receberem em sua casa, me acolherem e me apoiarem. Sua amizade, torcida e suporte fazem a diferença.

À Verallia do Brasil S. A. e a todos meus colegas pelo apoio na defesa deste mestrado.

Cada um de vocês, de infinitas maneiras diferentes, ajudou a construir os degraus da escada da minha vida. Sem vocês, digo que seria impossível. A gratidão que sinto, não há como pôr em palavras.

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

APLICABILIDADE DA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL ELÉTRICO EM TESTES DE FRATURA MONOTÔNICA DE AÇOS API EM MEIO ÁCIDO

Leandro Martins Morani

Março/2018

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Esta dissertação aborda o estudo da aplicabilidade da metodologia de Queda de Potencial Elétrico no monitoramento do comprimento de trincas durante ensaios de fratura monotônica de aços API em um meio ácido. Testes monotônicos de fratura em meios agressivos representam um desafio do ponto de vista experimental, pois requerem avaliações precisas de crescimentos relativamente pequenos da trinca em presença de plasticidade no ligamento e do corpo de prova imerso no meio corrosivo. A metodologia da Queda de Potencial Elétrico se apresenta como uma alternativa que permite essa avaliação, porém, necessita de ajustes e calibrações prévias especialmente em testes em meio corrosivo. O trabalho propõe e avalia técnicas de calibração e correção dos dados obtidos visando o aprimoramento desta metodologia para testes de fratura monotônica de aços API em meio ácido. Os resultados obtidos demonstraram que a utilização da metodologia de Queda de Potencial Elétrico com o procedimento de calibração e correção proposto neste trabalho é adequado para estimar o comprimento de trinca durante testes de fratura monotônica ao ar e no meio estudado.

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

APPLICATION OF THE ELECTRICAL POTENTIAL DROP METHODOLOGY IN
MONOTONIC FRACTURE TESTS OF API STEEL IN ACID ENVIRONMENTS

Leandro Martins Morani

March/2018

Advisor: Enrique Mariano Castrodeza

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This dissertation studies the applicability of the Electrical Potential Drop methodology on the evaluation and monitoring of crack growth during monotonic fracture tests of API steels immersed in an acid environment. Fracture mechanics testing in aggressive environments represents a challenge because it is necessary to precisely measure relatively small crack growths in presence of plasticity in the uncracked ligament and the specimen submerged in a corrosive environment. The Electrical Potential Drop methodology presents itself as an alternative capable of overcoming this challenge. Nevertheless, previous adjustments and calibration are necessary, especially considering the presence of a corrosive atmosphere. This work proposes and evaluate calibrations and raw data analysis aiming the improvement of this methodology for monotonic fracture tests in acid environments. The applicability of the Electrical Potential Drop methodology for monotonic fracture tests both in air or acid environment after the proposed calibrations and data analysis was demonstrated.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. MECÂNICA DA FRATURA.....	4
2.1.1. <i>Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE)</i>	5
2.1.2. <i>Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP)</i>	5
2.1.2.1. O CTOD	6
2.1.2.2. A Integral <i>J</i>	7
2.2. CURVAS DE RESISTÊNCIA AO CRESCIMENTO DE TRINCAS	12
2.3. METODOLOGIA DE AVALIAÇÃO DO COMPRIMENTO DE TRINCAS POR QUEDA DE POTENCIAL.....	15
2.4. METODOLOGIAS ALTERNATIVAS DE AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO CRESCIMENTO DE TRINCAS.....	23
2.4.1. <i>Descargas Parciais</i>	24
2.4.2. <i>Normalização</i>	25
2.4.3. <i>Duplo Clip Gauge</i>	27
2.4.4. <i>Back-Face Strain Gauge</i>	30
2.5. ENSAIOS DE FRATURA EM MEIO ÁCIDO	32
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
3.1. MATERIAIS	35
3.2. MEIO ÁCIDO	36
3.3. CORPOS DE PROVA	37
3.4. AVALIAÇÃO DO CRESCIMENTO DE TRINCAS POR QUEDA DE POTENCIAL	39
3.4.1. <i>Procedimento Experimental</i>	39
3.4.2. <i>Calibração da técnica de queda de potencial elétrico</i>	42
3.4.2.1. Avaliação da Influência do Comportamento Elasto-Plástico	43
3.4.2.2. Avaliação da Influência da Densidade de Corrente	44
3.4.2.3. Comparativo entre Metal de Base e Metal de Solda	45
3.4.2.4. Avaliação de Interação com o Meio Ácido.....	45
3.4.2.5. Procedimento de Correção dos Registros de Queda de Potencial.....	46
3.5. METODOLOGIA DE CONSTRUÇÃO DAS CURVAS DE RESISTÊNCIA	47
3.5.1. <i>Cálculo da Integral <i>J</i></i>	47
3.5.2. <i>Construção da Curva de Resistência</i>	49
3.6. VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA	50
3.7. MATRIZ DE TESTES E CORPOS DE PROVA.....	51

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1. INFLUÊNCIA DO COMPORTAMENTO ELASTO-PLÁSTICO.....	52
4.2. INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE CORRENTE.....	61
4.3. COMPARATIVO ENTRE METAL DE BASE E METAL DE SOLDA.....	63
4.4. AVALIAÇÃO DE INTERAÇÃO COM O MEIO ÁCIDO.....	64
4.5. VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA EM TESTES AO AR.....	67
4.6. APLICAÇÃO EM MEIO ÁCIDO.....	77
5. CONCLUSÕES	84
6. SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	86

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. ABERTURA NA PONTA DA TRINCA APÓS EMBOTAMENTO. ADAPTADO DE JANSSEN <i>ET. AL.</i> (2004).....	7
FIGURA 2. CURVA TENSÃO VS. DEFORMAÇÃO DE MATERIAIS ELÁSTICOS NÃO-LINEARES E ELASTO-PLÁSTICOS E SEUS COMPORTAMENTOS QUANDO DESCARREGADOS. ADAPTADO DE ANDERSON (1995).....	8
FIGURA 3. PONTA DA TRINCA CIRCUNDADA POR CAMINHO ARBITRÁRIO (ANDERSON, 1995).....	8
FIGURA 4. ÁREA TOTAL ABAIXO DA CURVA CARGA-DESLOCAMENTO EQUIVALENTE À ENERGIA REFERENTE À INTEGRAL J. ADAPTADO DA ASTM E1820 (2017).....	11
FIGURA 5. ÁREA PLÁSTICA ABAIXO DA CURVA RESULTANTE DO CARREGAMENTO E DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA. ADAPTADO DA ASTM E1820 (2017).	12
FIGURA 6. CURVA J-R E ETAPAS ASSOCIADAS DE CRESCIMENTO DE TRINCA. ADAPTADO (ANDERSON, 1995).....	13
FIGURA 7. CURVA DE RESISTÊNCIA <i>J-R</i> E LINHAS AUXILIARES. ADAPTADO DE JANSSEN <i>ET. AL.</i> (2004).	14
FIGURA 8. PRINCÍPIO DA TÉCNICA DCPD. ADAPTADO DE CHEN <i>ET. AL.</i> (2015).	15
FIGURA 9. CURVA DCPD <i>VERSUS</i> LLD OBTIDA POR MARSCHALL <i>ET AL.</i> (1990), DESTACANDO O PONTO DE AFASTAMENTO DA LINEARIDADE DO REGISTRO.	19
FIGURA 10. (A) DERIVADA DA INTEGRAL J EM Δa PARA DETERMINAÇÃO DO PONTO DE INFLEXÃO DE TRANSIÇÃO DE COMPORTAMENTO. (B) DESLOCAMENTO DOS PONTOS ANTERIORES AO PONTO DE CRÍTICO (INFLEXÃO DA CURVA) PARA A LINHA DE EMBOTAMENTO. ADAPTADO DE CHEN <i>ET. AL.</i> (2015).....	21
FIGURA 11. REGISTRO DE CARGA <i>VERSUS</i> DCPD DESTACANDO PONTO DE INICIAÇÃO DO CRESCIMENTO DA TRINCA.....	22
FIGURA 12. CURVA <i>J-R</i> OBTIDA POR GAJJI & SASIKALA (2017), DESTACANDO A NÃO CORRESPONDÊNCIA COM A LINHA DE EMBOTAMENTO E OS VALORES DE <i>J</i> E Δa ESPERADOS PARA O PONTO DE INICIAÇÃO DA TRINCA.	23
FIGURA 13. CURVA CARGA <i>VERSUS</i> CMOD RESULTANTE DO MÉTODO DAS DESCARGAS PARCIAIS. ADAPTADO DE ANDERSON (1995).	24
FIGURA 14. CURVA PARTICULAR DE UM MATERIAL, OBTIDA ATRAVÉS DA RELAÇÃO ENTRE A CARGA NORMALIZADA (P_N) E O DESLOCAMENTO PLÁSTICO NORMALIZADO (V_{PL}/W). ADAPTADO DA ASTM E1820 (2017).....	27
FIGURA 15. ARRANJO ESQUEMÁTICO DA TÉCNICA DE DUPLO <i>CLIP-GAUGE</i> (MANZIONE & IPIÑA, 1991). 28	
FIGURA 16. PROPOSTA DE ARRANJO PARA O SEGUNDO <i>CLIP-GAUGE</i> (MANZIONE & IPIÑA, 1991).	29
FIGURA 17. REGISTROS DE CARGA E ABERTURA DOS EXTENSÔMETROS E CORRESPONDÊNCIA COM POSIÇÃO DO CR. ADAPTADO (MANZIONE & IPIÑA, 1991).....	30
FIGURA 18. <i>BACK-FACE STRAIN GAUGE</i> PARA CORPOS DE PROVA (A) COMPACTOS DE TRAÇÃO E (B) DE FLEXÃO A 4 PONTOS (SALEM & GHOSN, 2010, NEWMAN JR. <i>ET. AL.</i> , 2011).....	31

FIGURA 19. RELAÇÃO ENTRE COMPRIMENTO DE TRINCA E DESLOCAMENTOS MEDIDOS POR <i>BACK-FACE STRAIN GAUGES</i> (NEWMAN JR. ET. AL., 2011).	31
FIGURA 20. SEÇÃO TRANSVERSAL DOS ANÉIS DO TUBO DE AÇO API 5L X65 RECEBIDO (DIMENSÕES EM MILÍMETROS).	36
FIGURA 21. ORIENTAÇÃO DE RETIRADA DOS CORPOS DE PROVA.	38
FIGURA 22. GEOMETRIA DO CORPO DE PROVA ADOTADA. DIMENSÕES (NOMINAIS) EM MM.	38
FIGURA 23. MÁQUINA UNIVERSAL DE TESTES ELETROMECÂNICA INSTRON 5582 SIMILAR À UTILIZADA.	40
FIGURA 24. FONTE DE CORRENTE CONTÍNUA AGILENT E3633A.	41
FIGURA 25. MULTÍMETRO AGILENT 3458A COM INTERFACE PARA AQUISIÇÃO DE DADOS.	41
FIGURA 26. APARATO EXPERIMENTAL DURANTE REALIZAÇÃO DE ENSAIO DE FRATURA MONOTÔNICA EM MATERIAL EXPOSTO AO MEIO AGRESSIVO.	42
FIGURA 27. CORPO DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> PARA CALIBRAÇÃO EM MEIO ÁCIDO. DIMENSÕES EM MILÍMETROS.	44
FIGURA 28. CORPO DE PROVA BN05 EM PREPARAÇÃO PARA ENSAIO.	52
FIGURA 29. VARIAÇÃO DA CARGA EM FUNÇÃO DO DESLOCAMENTO DA LINHA DE CARGA PARA OS TRÊS CORPOS DE PROVA BN.	53
FIGURA 30. DETALHAMENTO DO CRITÉRIO DE CLASSIFICAÇÃO DO INSTANTE DE TRANSIÇÃO ENTRE REGIME DE DEFORMAÇÃO ELÁSTICA PARA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA DOS CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i>	54
FIGURA 31. VARIAÇÃO DO POTENCIAL ELÉTRICO EM FUNÇÃO DO TEMPO PARA CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> COM DIFERENTES COMPRIMENTOS DE ENTALHE, DESTACANDO O INSTANTE IDENTIFICADO COMO TRANSIÇÃO DE REGIME ELÁSTICO PARA ELASTO-PLÁSTICO.	55
FIGURA 32. AVALIAÇÃO DA INCLINAÇÃO DOS REGISTROS DE QUEDA DE POTENCIAL NOS DOIS REGIMES DE DEFORMAÇÃO.	56
FIGURA 33. CORPO DE PROVA BN05 APÓS ENSAIO POR FLEXÃO A 3 PONTOS, SENDO POSSÍVEL OBSERVAR INTENSA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA. NÃO SE OBSERVA CRESCIMENTO DE TRINCA EVIDENTE.	57
FIGURA 34. FOTOGRAFIAS MACRO DA SUPERFÍCIE DOS CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> NO EIXO DE DEFORMAÇÃO, APÓS CARREGAMENTO.	57
FIGURA 35. CÁLCULO DA ÁREA DO LIGAMENTO RESTANTE DOS CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> APÓS CARREGAMENTO E DEFORMAÇÃO PLÁSTICA ATRAVÉS DO SOFTWARE <i>IMAGEPRO</i> ®.	58
FIGURA 36. AVALIAÇÃO DA VARIAÇÃO DO POTENCIAL ELÉTRICO EM FUNÇÃO DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA PARA CP'S <i>BLUNT NOTCH</i> COM DIFERENTES COMPRIMENTOS DE ENTALHE.	60
FIGURA 37. REGISTRO CARGA <i>VERSUS</i> DESLOCAMENTO DO CORPO DE PROVA BN a/W 0,5 DURANTE ENSAIO DE VARIAÇÃO DE CORRENTE APLICADA.	62
FIGURA 38. REGISTRO DE QUEDA DE POTENCIAL <i>VERSUS</i> TEMPO COM VARIAÇÃO DE CORRENTE APLICADA EM TEMPO REAL DURANTE O ENSAIO.	62
FIGURA 39. COMPARATIVO ENTRE DOIS CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> DE MESMA RELAÇÃO a/W, UM OBTIDO DE METAL DE BASE, OUTRO DE METAL DE SOLDA.	64

FIGURA 40. REGISTROS CARGA-DESLOCAMENTO DOS CORPOS DE PROVA DE ENTALHE CEGO ENSAIADOS AO AR E NO MEIO ÁCIDO.	65
FIGURA 41. COMPARATIVO DE REGISTRO DE ENSAIO COM CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH A/W</i> 0,6 AO AR E EM MEIO ÁCIDO.	66
FIGURA 42. SUPERFÍCIE DE FRATURA DO CP <i>BLUNT NOTCH A/W</i> 0,6 EXPOSTO AO MEIO ÁCIDO. OBSERVA-SE O ENTALHE CEGO E O CRESCIMENTO DA TRINCA.	66
FIGURA 43. REGISTRO DE CARGA-LLD DE CP DE METAL DE SOLDA DURANTE TESTE DE VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL.	68
FIGURA 44. REGISTRO DE QUEDA DE POTENCIAL ELÉTRICO DE CP DE METAL DE SOLDA DURANTE TESTE DE VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL.	68
FIGURA 45. EVOLUÇÃO DO COMPRIMENTO DA TRINCA, CALCULADO PELA EQUAÇÃO DE JOHNSON, DURANTE ENSAIO DE VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA E SUAVIZAÇÃO DE RÚIDO POR FILTRO DE SAVITZK-GOLAY.	69
FIGURA 46. PARES $J-\Delta a$ OBTIDOS A PARTIR DAS DESCARGAS PARCIAIS PELA METODOLOGIA DA FLEXIBILIDADE ELÁSTICA E PELA METODOLOGIA DE QUEDA DE POTENCIAL.	70
FIGURA 47. CURVA CARGA-DCPD PARA O CORPO DE PROVA MS-EUC E DEFINIÇÃO DO PONTO DE AFASTAMENTO DA LINEARIDADE.	71
FIGURA 48. DETERMINAÇÃO DO PONTO CRÍTICO PARA AJUSTE PARA A LINHA DE EMBOTAMENTO.	72
FIGURA 49. PARES $J-\Delta a$ APÓS AJUSTE PARA A LINHA DE EMBOTAMENTO E CORREÇÃO DA INTEGRAL J PARA OS VALORES DE Δa FÍSICOS.	72
FIGURA 50. COMPARATIVO DE VALORES DE CRESCIMENTO DE TRINCA PARAMETRIZADOS PELA INTEGRAL J PARA DIFERENTES METODOLOGIAS E SUA RELAÇÃO COM RETA IDENTIDADE.	73
FIGURA 51. CURVA CARGA-DESLOCAMENTO NORMALIZADA E FUNÇÃO DE NORMALIZAÇÃO.	75
FIGURA 52. PARES $J-\Delta a$ DO CORPO DE PROVA MS-EUC OBTIDOS POR NORMALIZAÇÃO.	75
FIGURA 53. COMPARATIVO DE CURVAS DE RESISTÊNCIA OBTIDAS POR DESCARGAS PARCIAIS, QUEDA DE POTENCIAL E NORMALIZAÇÃO.	76
FIGURA 54. REGISTRO DE CARGA E DESLOCAMENTO DOS DOIS CORPOS DE PROVA MS01 E MS02 ENSAIADOS CADA UM EM DIFERENTES TAXAS DE DESLOCAMENTO.	77
FIGURA 55. REGISTRO DE QUEDA DE POTENCIAL <i>VERSUS</i> TEMPO PARA OS CORPOS DE PROVA MS01 E MS02.	78
FIGURA 56. REGISTRO DA EVOLUÇÃO DO TAMANHO DA TRINCA COM O TEMPO PARA OS CORPOS DE PROVA MS01 E MS02.	79
FIGURA 57. CURVA CARGA-DCPD PARA O CORPO DE PROVA MS01 (A) E MS02 (B) E DEFINIÇÃO DO PONTO DE AFASTAMENTO DA LINEARIDADE EM AMBOS OS TESTES.	80
FIGURA 58. SUPERFÍCIES DE FRATURA DOS CORPOS DE PROVA (A) MS01 E (B) MS02.	81
FIGURA 59. PARES $J-\Delta a$ DO CORPO DE PROVA MS01 (A) E MS02 (B) E DETERMINAÇÃO DO PONTO CRÍTICO PARA AJUSTE PARA A LINHA DE EMBOTAMENTO.	82
FIGURA 60. PARES $J-\Delta a$ APÓS AJUSTE PARA A LINHA DE EMBOTAMENTO E CORREÇÃO DA INTEGRAL J PARA OS VALORES DE Δa FÍSICOS PARA OS DOIS CORPOS DE PROVA.	83
FIGURA 61. CURVA DE RESISTÊNCIA PARA A METODOLOGIA DA QUEDA DE POTENCIAL.	83

LISTA DE TABELAS

TABELA 1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO) DO AÇO API 5L X65 PARA APLICAÇÃO EM SERVIÇOS EM MEIO ÁCIDO, DE ACORDO COM A NORMA.	35
TABELA 2. PROPRIEDADES EM TRAÇÃO DO AÇO API 5L X65 UTILIZADO NA PESQUISA E REQUERIMENTO DA NORMA PARA SERVIÇO EM MEIO ÁCIDO.....	36
TABELA 3. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA ÁGUA DO MAR SINTÉTICA DE ACORDO COM A ASTM D1141 (2013).....	37
TABELA 4. CORPOS DE PROVA <i>BLUNT NOTCH</i> PARA CALIBRAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA DEFORMAÇÃO PLÁSTICA.	44
TABELA 5. MATRIZ DE CORPOS DE PROVA E ENSAIOS REALIZADOS.....	51
TABELA 6. ÁREA DOS LIGAMENTOS RESTANTES APÓS CARREGAMENTO E COMPARATIVO COM ÁREA TEÓRICA DE DESENHO.	58
TABELA 7. VALORES OBTIDOS DE VARIAÇÃO DA QUEDA DE POTENCIAL COM LLD PLÁSTICO, ATRAVÉS DA INCLINAÇÃO DAS RETAS DOS REGISTROS DOS TESTES.	61
TABELA 8. ANÁLISE DA DIFERENÇA DE INCLINAÇÃO ENCONTRADA APÓS VARIAÇÃO DA CORRENTE APLICADA.	63
TABELA 9. VALORES DE COMPRIMENTO INICIAL E PROPAGAÇÃO DE TRINCA PARA O CORPO DE PROVA MS-EUC.....	71
TABELA 10. DIFERENÇAS ENCONTRADAS ENTRE OS VALORES DE TAMANHO DE TRINCA EM CADA DESCARGA E CORRESPONDENTES POR QUEDA DE POTENCIAL.....	74
TABELA 11. VALORES DE ESPESSURA, PROPRIEDADE EM TRAÇÃO, COMPRIMENTO INICIAL E PROPAGAÇÃO DE TRINCA PARA OS CORPOS DE PROVA MS01 E MS02.....	81
TABELA 12. VALORES DE J_{IC} PARA OS CORPOS DE PROVA MS01 E MS02.....	83

1. INTRODUÇÃO

A produção e exploração de óleo e gás configura um setor estratégico para a economia e indústrias do Brasil e do mundo. Sua extração e produção consistem em desafios diários de engenharia e tecnologia cada ano mais complexos. Seus dutos e equipamentos transportam e processam fluidos nocivos à saúde e ao meio ambiente, exigindo cálculos estruturais e seleção de materiais adequada e responsável. O aço, de relativo baixo custo e excelente combinação de resistência mecânica e tenacidade à fratura, além de soldabilidade, é amplamente empregado em diversos componentes, especialmente tubulações. Porém, cuidados precisam ser tomados quando da sua exposição a meios corrosivos, entre eles destacando-se o H₂S, encontrado em alto teor nos produtos extraídos dos campos de petróleo e gás da costa brasileira (Pieta *et. al.*, 2010, Holtam, 2010).

Extensos estudos já foram realizados a respeito da resistência à corrosão e aos efeitos agressivos de diversos meios, em especial meios contendo hidrogênio (Holtam, 2010, Chong *et. al.*, 2014, Wang *et. al.*, 2015). As práticas adotadas pela indústria seguem com frequência as normativas de requerimentos para o projeto e seleção de materiais para tubulações e equipamentos em serviços corrosivos, entre elas as conhecidas NACE MR0175/ISO 15156 (2015) e a API 5L (2012), mais especificamente seu anexo H (*Pipe ordered for sour service*). As pesquisas na área se concentram em avaliações de fragilização por hidrogênio em suas diversas formas.

Apesar da ampla aplicação, em função da complexidade dos fenômenos envolvidos, muitas pesquisas se baseiam em metodologias relativamente simples, onde para cada condição avaliam-se os materiais aprovando ou reprovando sua utilização, sem aprofundamento quanto aos mecanismos de fratura envolvidos (Pieta *et. al.*, 2010, Wang *et. al.*, 2015). Em termos de mecânica da fratura, são mais comuns estudos a respeito da resistência à fadiga em materiais expostos ao meio agressivo. A avaliação da tenacidade à fratura pela construção de curvas de resistência ao crescimento de uma trinca em meio ácido é, a princípio, mais adequada para se estudar o comportamento de um material contendo um defeito exposto ao meio de serviço, pois permitem realizar estudos de integridade estrutural mais avançados. A importância de estudos como estes é ainda mais relevante considerando-se a grande perda de tenacidade à fratura observada em aços estruturais expostos a meios ácidos. Porém, encontra-se pouca literatura específica, possivelmente devido a limitações para a realização dos ensaios *in situ*, pois estes exigem, geralmente, instrumentação

relativamente complexa. Naturalmente, é necessário se avaliar com precisão o crescimento da trinca durante os testes em meios corrosivos para a obtenção de curvas de resistência nessas condições. Diversas metodologias estão disponíveis na literatura, entre muitas destacando-se o método das descargas parciais (*elastic unloading compliance*), e da normalização, cada uma apresentando particularidades em termos de instrumentação e processamento dos dados.

O método das descargas parciais, técnica de referência no procedimento descrito pela norma ASTM E1820 (2017), consiste em carregamentos e descarregamentos parciais e a avaliação da mudança na flexibilidade elástica do corpo de prova com o aumento da trinca, sendo uma técnica que necessita de apenas uma amostra, porém requer a utilização de extensômetros. A técnica de normalização, apresentada no anexo A15 da ASTM E1820 (2017), permite avaliar o comprimento da trinca e construir as curvas de resistência apenas a partir de registros de carga *versus* deslocamento da linha de carga ou LLD (*load line displacement*) de um único corpo de prova (Schwalbe *et. al.*, 1985, Herrera & Landes, 1990).

Além das técnicas supracitadas, a metodologia de queda de potencial elétrico de corrente contínua (*Direct Current Potential Drop – DCPD*) é uma técnica bastante utilizada em materiais metálicos. Nesta técnica, avalia-se a queda de potencial elétrico entre as faces da trinca, em pontos específicos, provocada pela passagem de uma corrente elétrica constante pelo ligamento remanescente. O comprimento da trinca é medido indiretamente pela variação desse potencial elétrico com o crescimento da mesma. À medida que a trinca cresce, a área do ligamento remanescente que conduz a corrente diminui, aumentando a resistência elétrica e com isso a queda de potencial entre as faces da trinca. A metodologia exige, portanto, a utilização de um complexo sistema de aplicação de corrente contínua e de medição da queda de potencial elétrico, bem como de calibração adequada, podendo exigir múltiplos corpos de prova. Porém, apresenta diversas vantagens em relação às outras técnicas, incluindo ensaios sem interrupções e mais rápidos, *e.g.* pelos ciclos de descarga na metodologia de descargas parciais, obtenção de registros contínuos do crescimento da trinca *vs.* deslocamento e altas taxas de deslocamento, permitindo a obtenção de resultados consistentes (Schwalbe *et. al.*, 1985, Marschall *et. al.*, 1990, Landow & Marschall, 1991).

A aplicação da metodologia de queda de potencial em testes de fratura, historicamente, vem se concentrando em ensaios de fadiga e fluência expostos ou não a meios agressivos. Sua utilização, porém, como ferramenta para construção de

curvas de resistência através de ensaios de fratura monotônica encontra limitações e desafios, estando estes relacionados principalmente a fatores como a influência da deformação plástica na ponta das trincas nos valores de potencial elétrico medidos e imprecisão na avaliação do ponto de iniciação do crescimento da trinca (Hicks & Pickard, 1981, Landow & Marschall, 1991, Doremus *et. al.*, 2015).

Assim, o objetivo desta pesquisa será avaliar a aplicabilidade da metodologia de avaliação do comprimento de trinca por queda de potencial durante ensaios de fratura de aços API de alta ductilidade em meio ácido contendo H₂S para a construção de curvas de resistência e avaliação da tenacidade à fratura, além de propor metodologias de calibração de ensaios para correção de deformação plástica. Apresenta-se uma revisão da literatura das principais técnicas de avaliação do comprimento da trinca além do estado da arte da metodologia de queda de potencial e sua aplicação em mecânica da fratura elasto-plástica. Ainda, são descritos os materiais, meios, métodos propostos, resultados e discussões.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. MECÂNICA DA FRATURA

O desenvolvimento e elevado crescimento da utilização de materiais metálicos, em especial aços e ferros fundidos, acelerado pela Revolução Industrial do Século XIX, acarretou num aumento considerável no número de acidentes, na maioria dos casos com perda de vidas, devido a falhas estruturais graves, em especial envolvendo caldeiras e equipamentos ferroviários. Alguns destes eventos foram causados por projetos mal desenhados ou executados, no entanto, com o avanço de pesquisas sobre o tema, descobriu-se que defeitos nos materiais, na forma de falhas ou descontinuidades pré-existentes, poderiam acarretar na iniciação e crescimento de trincas, levando à fratura. Durante a Segunda Guerra Mundial, após falhas de grandes proporções, como o histórico caso dos navios Liberty, iniciou-se o estudo da Mecânica da Fratura, com o objetivo de permitir, essencialmente de forma quantitativa, uma análise detalhada dos problemas e riscos causados pela existência de trincas em uma estrutura (Anderson, 1995, Janssen *et. al.*, 2004).

Segundo Wei (2010), a Mecânica da Fratura é um ramo da ciência e da engenharia que estuda a integridade e durabilidade dos materiais ou elementos estruturais frente à presença de trincas. A partir do estudo dessa disciplina foi definida inclusive uma nova propriedade mecânica dos materiais: a tenacidade à fratura.

A tenacidade à fratura, que pode ser definida como a resistência do material ao crescimento de trincas, deve ser avaliada experimentalmente através de metodologias da Mecânica da Fratura. Comparando-a com a força motriz para a propagação de uma trinca, é possível se determinar a estabilidade ou instabilidade desta na estrutura, quando submetida a certa tensão. Essa análise é possível a partir de expressões que correlacionam cargas aplicadas à estrutura, sua geometria, dimensões da trinca e tenacidade à fratura do material da estrutura nas condições de operação (Gdoutos, 2005).

Nos primórdios, a Mecânica da Fratura era aplicada a materiais que apresentavam comportamento essencialmente frágil, ou seja, materiais que fraturam com deformação plástica pequena ou nula, ainda dentro do regime elástico. O conjunto dessas metodologias é conhecido como Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) e,

mesmo com a introdução de correções por plasticidade propostas em 1948, sua abordagem fica restrita a materiais que fraturam com pouca deformação plástica prévia (Saxena, 1995). Com o desenvolvimento de aços estruturais mais avançados, de mais elevada ductilidade, tenacidade e boa resistência mecânica, deformações plásticas consideráveis passaram a ser observadas durante o processo de fratura. Diversos estudos foram desenvolvidos e algumas teorias da mecânica da fratura aplicáveis para comportamentos não-lineares surgiram durante a década de 1960. Ao estudo da Mecânica da Fratura no regime elasto-plástico (não-linear) dá-se o nome de Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP). A MFEP evoluiu a partir dos resultados obtidos pela MFLE, e, devido a sua alta complexidade, seus conceitos são estudados até os dias atuais (Saxena, 1995, Janssen *et. al.*, 2004).

2.1.1. MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA (MFLE)

Os estudos e o desenvolvimento da MFLE correspondem aos primeiros passos da Mecânica da Fratura. O trabalho de Griffith (1920) é muitas vezes considerado o marco inicial da Mecânica da Fratura e a base da MFLE. As condições de propagação de uma trinca em materiais frágeis são analisadas do ponto de vista puramente energético, avaliando-se a taxa de liberação de energia (G , em homenagem ao seu idealizador). Anos mais tarde, foram propostas correções relativamente simples ao trabalho de Griffith que consideravam os efeitos da deformação plástica no balanço energético (Wei, 2010). Em 1957, a MFLE deu um novo passo com o estudo da distribuição de tensões na ponta de uma trinca, dando origem ao conceito de Fator de Intensidade de Tensões (K) e o estabelecimento de uma correlação entre os fatores K e G , mostrando que ambos são conceitualmente equivalentes (Anderson, 1995).

2.1.2. MECÂNICA DA FRATURA ELASTO-PLÁSTICA (MFEP)

A MFEP foi – e ainda está sendo – desenvolvida com o objetivo de ampliar a aplicabilidade da Mecânica da Fratura a materiais mais dúcteis, dando origem a modelos que preveem o comportamento em fratura de materiais que apresentam certa deformação plástica durante o processo de fratura.

O conceito de abertura da ponta da trinca (hoje chamado CTOD – *Crack Tip Opening Displacement*) foi introduzido no início dos anos 1960 e seu desenvolvimento

pode ser considerado o marco inicial da MFEP. O modelo, um dos dois mais importantes para a MFEP, considera que a trinca crescerá a partir de certo nível de deslocamento das faces da trinca na ponta da mesma. Medidas experimentais corroboraram essa hipótese, estabelecendo um deslocamento (CTOD) específico como parâmetro de fratura. O outro parâmetro importante da MFEP corresponde à Integral J, desenvolvida nos anos 1970. Tal modelo considera as mudanças de energia potencial envolvidas no crescimento de uma trinca em um sólido elástico não-linear e é uma generalização do módulo G. Uma vez desconsiderados quaisquer descarregamentos, sólidos elasto-plásticos podem ser muito bem modelados matematicamente como de sólidos elásticos não-lineares. As variações energéticas por sua vez são calculadas por uma integral de contorno ao longo de um caminho fechado arbitrário ao redor da ponta da trinca, tendo como resultado um parâmetro de fratura (Janssen *et. al.*, 2004).

2.1.2.1. O CTOD

A concentração de tensão na ponta da trinca em uma estrutura carregada é intensa. De acordo com a teoria da elasticidade, as tensões perpendiculares ao plano da trinca tendem ao infinito quando a distância à ponta de trinca é infinitesimal (Janssen *et. al.*, 2004). Em um material com comportamento elasto-plástico, atinge-se a tensão limite de escoamento e ocorre o embotamento da ponta da trinca e um conseqüente pequeno crescimento. Observou-se experimentalmente que esse crescimento variava de acordo com a tenacidade do material. Tal observação levou à proposição da abertura da ponta da trinca, ou *crack tip opening displacement* (CTOD, também representada por δ), demonstrada na Figura 1, como parâmetro para a fratura (Anderson, 1995, Saxena, 1995).

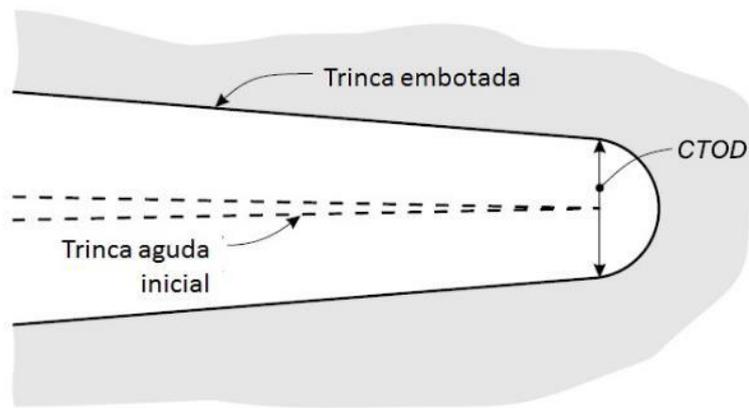


Figura 1. Abertura na ponta da trinca após embotamento. Adaptado de Janssen *et. al.* (2004).

2.1.2.2. A INTEGRAL J

A Integral J é um parâmetro de fratura desenvolvido para materiais que fraturam no regime elasto-plástico. Essa metodologia parte do pressuposto que são equivalentes sólidos elásticos não-lineares e sólidos elasto-plásticos. Sejam materiais destes dois tipos submetidos a um carregamento e posterior descarregamento. A Figura 2 demonstra os comportamentos distintos resultantes. No descarregamento, quando o comportamento mecânico do material é independente do tempo, o sólido elástico não-linear volta à sua forma original aliviando a tensão do mesmo modo que foi carregado. Já o sólido elasto-plástico não retorna à sua forma anterior, sendo deformado plasticamente, aliviando apenas a tensão elástica linear apresentada anteriormente a deformação plástica. Seu sua relação tensão-deformação é modelada pela equação de Ramberg-Osgood:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \quad \text{Equação 1}$$

onde σ_0 e ε_0 são valores de tensão e deformação de referência, respectivamente, α é uma constante adimensional e n é definida como a taxa de encruamento do material.

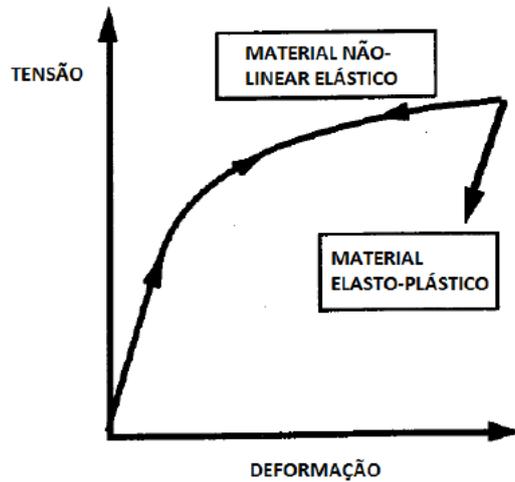


Figura 2. Curva tensão vs. deformação de materiais elásticos não-lineares e elasto-plásticos e seus comportamentos quando descarregados. Adaptado de Anderson (1995).

Se o incremento de tensão for exclusivamente monotônico, isto é, sem nenhum descarregamento, observa-se claramente que os dois materiais possuirão comportamentos idênticos (Anderson, 1995, Saxena, 1995).

Considerando uma trinca circundada por um caminho arbitrário Γ percorrido no sentido anti-horário, da face inferior à face superior, conforme a Figura 3, a Integral J é definida pela Equação 2 (Anderson, 1995):

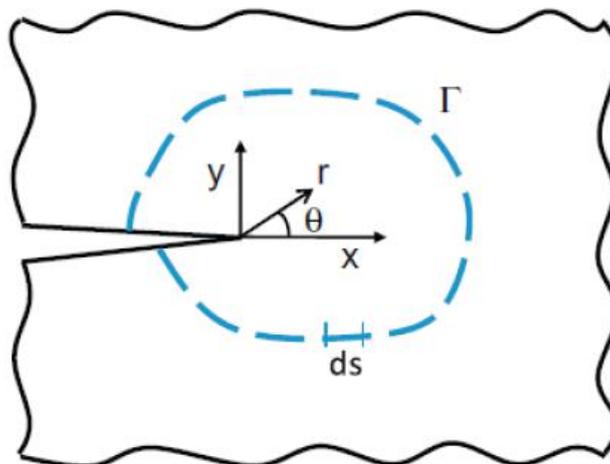


Figura 3. Ponta da trinca circundada por caminho arbitrário (Anderson, 1995).

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - T_i \frac{\partial u_i}{\partial x} ds \right) \quad \text{Equação 2}$$

onde W é a densidade de energia de deformação, T_i é o vetor tração, u_i o vetor deslocamento e ds um infinitesimal do caminho Γ (Anderson, 1995). O valor dessa integral, que tem unidades de energia por unidade de área, é independente do caminho de integração e pode ser calculado para qualquer geometria e estado de tensões. Por outro lado, foi demonstrado que J corresponde à taxa de liberação de energia potencial de um material não-linear com o aumento da trinca, sendo definida como:

$$J = -\frac{1}{B} \left(\frac{dU}{da} \right) \quad \text{Equação 3}$$

sendo U a energia potencial e a o comprimento da trinca. O J definido na Equação 3 é análogo ao G para materiais elásticos. Como a Integral J é independente do caminho, é possível, para fins de conveniência, selecionar o caminho de integração mais conveniente, o que facilita seu cálculo. Quando a fratura acontece em um material com comportamento elasto-plástico, uma parcela elevada da energia é absorvida em forma de deformação plástica e J não pode ser definido como a taxa de liberação de energia potencial, mas sim como a diferença na energia absorvida durante os testes de dois CP's idênticos com tamanhos de trinca levemente diferentes (Anderson, 1995).

Em 1968, foram publicados dois estudos dos campos de tensões e deformações na ponta da trinca de um material com comportamento elasto-plástico. Esses estudos permitiram definir o chamado campo HRR (por Hutchinson, Rice e Rosengren, sobrenome dos três pesquisadores que propuseram essa solução), que descrevem as tensões e deformações ao redor da ponta da trinca em função de J :

$$\sigma_{ij} = \sigma_0 \left(\frac{EJ}{\alpha \sigma_0^2 I_n r} \right)^{1/n+1} \tilde{\sigma}_{ij}(n, \theta) \quad \text{Equação 4}$$

$$\varepsilon_{ij} = \frac{\alpha \sigma_0}{E} \left(\frac{EJ}{\alpha \sigma_0^2 I_n r} \right)^{n/n+1} \widetilde{\varepsilon}_{ij}(n, \theta) \quad \text{Equação 5}$$

onde I_n corresponde a uma constante de integração cujo valor é função do valor de n , e $\widetilde{\sigma}_{ij}$ e $\widetilde{\varepsilon}_{ij}$ funções adimensionais dependentes de n e do ângulo polar sobre a trinca θ (Anderson, 1995, Saxena, 1995). Como pode ser visto, o valor da Integral J controla os campos de tensões e deformações em uma região vizinha à ponta da trinca em materiais elasto-plásticos de forma análoga ao fator de intensidade de tensões K_I em materiais com comportamento elástico linear. Assim sendo, a Integral J é também utilizada como parâmetro de fratura. O critério, neste caso, indica que haverá crescimento de trinca quando J aplicado $> J_{IC}$, sendo J_{IC} a tenacidade à fratura do material.

Vários métodos para avaliar experimentalmente J_{IC} foram propostos, alguns deles envolvendo diversas amostras do mesmo material, outros com elevada dificuldade matemática. Entretanto, existem metodologias normalizadas para se calcular J_{IC} a partir de um único corpo de prova utilizando como dados os registros de deslocamento na linha de carga (*load line displacement*, ou LLD) *versus* a carga aplicada (Anderson, 1995).

Ao se considerar o deslocamento em duas partes, uma elástica, outra plástica, podemos estender essa consideração para o valor de J . Conforme supracitado, a componente elástica linear de J é equivalente à G , e é dada pela Equação 6 para estado de tensões planas e pela Equação 7 no estado de deformações planas:

$$J_e = \frac{K^2}{E} \quad \text{Equação 6}$$

$$J_e = \frac{K^2}{E} (1 - \nu^2) \quad \text{Equação 7}$$

A componente não-linear (plástica) de J pode ser calculada a partir de:

$$J_p = H\sigma\varepsilon_p a \quad \text{Equação 8}$$

onde ε_p corresponde à deformação plástica e H é uma constante adimensional dependente da geometria da peça (Kumar, 2009).

De uma forma geral, a Integral J pode ser também calculada a partir da seguinte relação:

$$J = \frac{\eta U_c}{Bb} \quad \text{Equação 9}$$

sendo η um fator dependente da razão comprimento da trinca à largura do corpo de prova (a/W), U_c a energia absorvida, B a espessura do corpo de prova e b o comprimento do ligamento remanescente ($b = W - a$). Podemos considerar então a energia absorvida U_c igual a área A abaixo da curva no gráfico de carga-LLD (Figura 4), esta por sua vez correspondente ao trabalho realizado sobre o CP. A integral J então toma a forma da Equação 10 a seguir:

$$J = \frac{\eta A}{Bb} \quad \text{Equação 10}$$

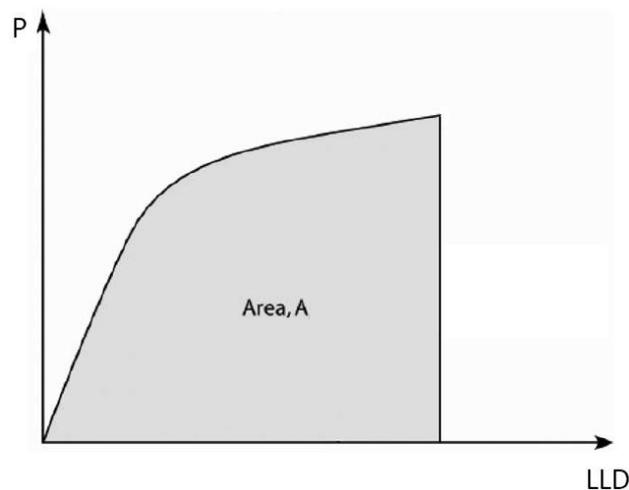


Figura 4. Área total abaixo da curva carga-deslocamento equivalente à energia referente à Integral J . Adaptado da ASTM E1820 (2017).

Caso seja preferível por algum motivo separar o cálculo de J nas suas componentes elástica e plástica, de acordo com Anderson (1995) e corroborado pela ASTM E1820 (2017), o valor da Integral J em estado de deformações planas pode ser calculado como:

$$J = \frac{K^2}{E}(1 - \nu^2) + \frac{\eta A_{pl}}{Bb} \quad \text{Equação 11}$$

onde A_{pl} é a área correspondente à região de deformação plástica, conforme observado na Figura 5.

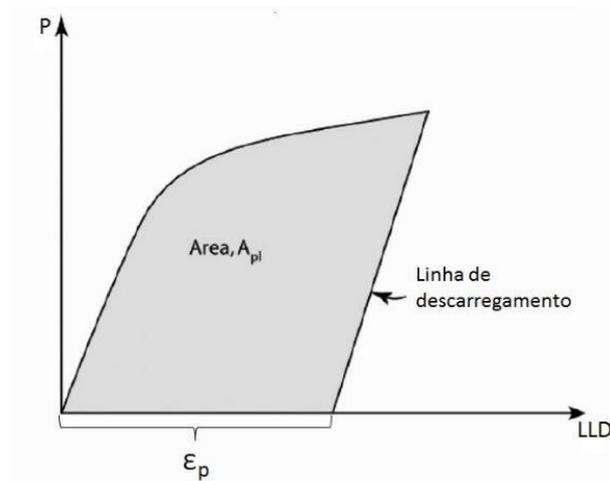


Figura 5. Área plástica abaixo da curva resultante do carregamento e da deformação plástica. Adaptado da ASTM E1820 (2017).

2.2. CURVAS DE RESISTÊNCIA AO CRESCIMENTO DE TRINCAS

Materiais com alta tenacidade e limites de escoamento moderados (dentre eles os aços estruturais) contendo trincas apresentam, em geral, um determinado nível de crescimento estável de trinca antes que se atinja a instabilidade. Isso ocorre em função do aumento da resistência ao crescimento de trincas com o crescimento das mesmas

(Δa). Tal comportamento, comum em materiais elasto-plásticos, é descrito por curvas de resistência crescentes, ou curvas R , em termos de critérios de Integral J ou CTOD. A Figura 6 apresenta um exemplo de uma curva J - R . Inicialmente, ocorre embotamento da trinca, resultando em uma curva linear e em um crescimento aparente da trinca. A partir de um determinado valor de J (J_{IC}), ocorre crescimento estável da trinca. Se o corpo de prova que está sendo testado possui uma espessura adequada, a maior parte da frente da trinca estará submetida a condições de deformação plana e o valor de J correspondente à iniciação do crescimento de trinca é considerado a tenacidade à fratura do material, uma propriedade mecânica (Anderson, 1995).

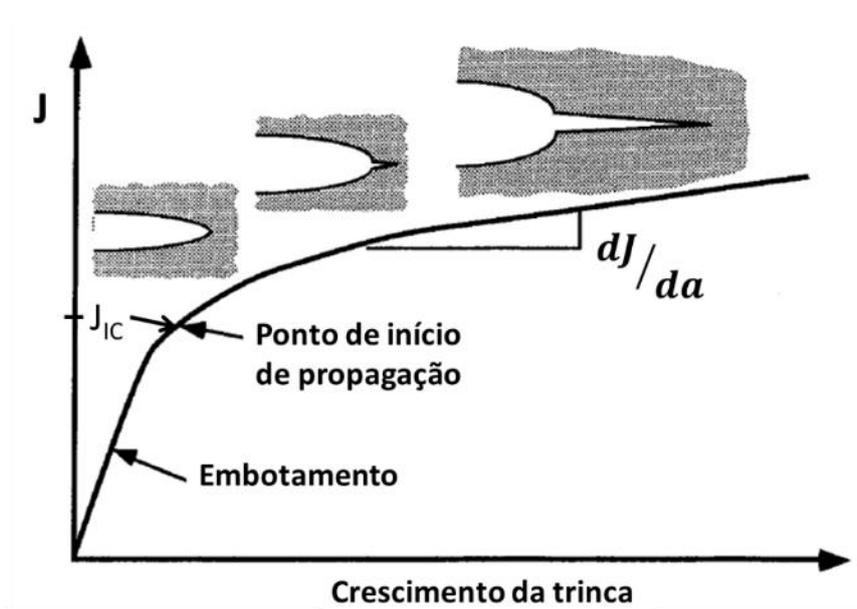


Figura 6. Curva J - R e etapas associadas de crescimento de trinca. Adaptado (Anderson, 1995).

A obtenção do valor candidato a valor crítico (J_Q ou δ_Q) é convencionalmente feita a partir da interseção, no plano J - Δa , da curva de resistência experimental com uma reta auxiliar paralela à linha de embotamento (*blunting line*). A inclinação da linha de embotamento varia para cada norma. A tenacidade é normalmente estabelecida na interseção da curva R com uma reta auxiliar paralela à linha de embotamento correspondente ao ponto de 0,2 mm de crescimento de trinca, como indicado na Figura 7 (Janssen, *et. al.*, 2004).

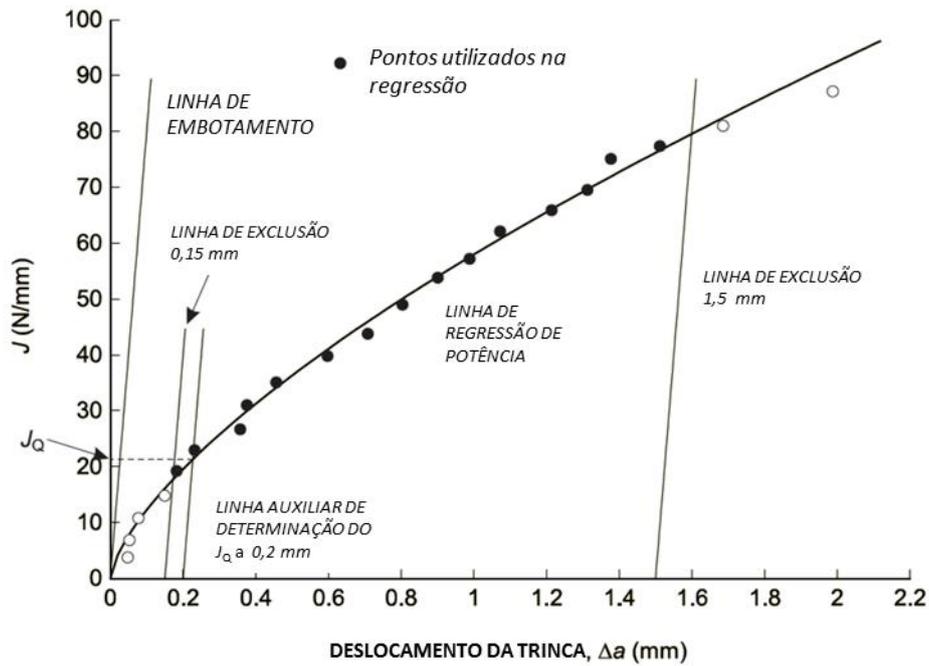


Figura 7. Curva de resistência J - R e linhas auxiliares. Adaptado de Janssen *et. al.* (2004).

Para avaliação de uma curva J - R , é necessária a obtenção dos pares J - Δa (ou CTOD- Δa) para cada ponto dos registros carga, LLD e CMOD obtidos experimentalmente. Os valores de tenacidade são relativamente fáceis de serem calculados, uma vez que são aplicadas fórmulas e dados facilmente obtidos dos registros experimentais. Porém, a determinação dos valores de comprimento de trinca em cada instante durante a execução dos testes representa um desafio. São necessários equipamentos sensíveis e tratamento adequado dos dados. Ensaio em meio agressivo, por exemplo, limitam a utilização de alguns tipos de instrumentação, sendo desejável a simplificação do ensaio tanto quanto possível. A literatura apresenta diversas metodologias para se avaliar o comprimento da trinca durante os testes, todas elas apresentando vantagens e limitações que devem ser cuidadosamente avaliadas para a realização de cada ensaio.

2.3. METODOLOGIA DE AVALIAÇÃO DO COMPRIMENTO DE TRINCAS POR QUEDA DE POTENCIAL

O método da queda de potencial ou *potential drop* (PD) é amplamente utilizado para o monitoramento do comprimento de trinca em ensaios de fratura. Foi utilizada pela primeira vez por pesquisadores alemães nos anos 50, com objetivo de detectar falhas em estruturas de grandes dimensões (Ganji & Sasilaka, 2017). Conforme ilustrado na Figura 8, consiste basicamente da passagem de uma corrente constante através do corpo de prova e da medição precisa do potencial elétrico conseqüente formado no plano da trinca. A medida que a trinca avança, a resistência à passagem de corrente no ligamento remanescente aumenta devido à redução de área, ou, em outras palavras, ocorre aumento da densidade de corrente uma vez que esta é constante, sendo observada, portanto, um aumento na queda do potencial elétrico (Hicks & Pickard, 1982, Chen *et. al.*, 2015).

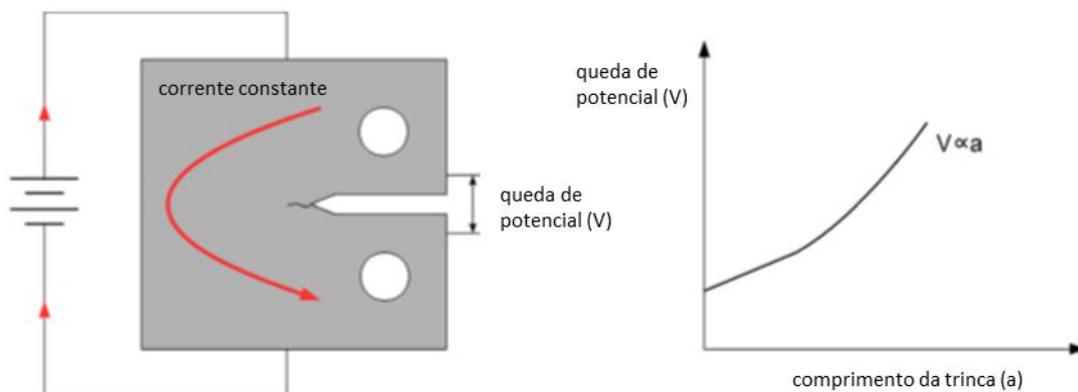


Figura 8. Princípio da técnica DCPD. Adaptado de Chen *et. al.* (2015).

Uma vez obtidos valores de queda de potencial, é necessária sua correlação ao tamanho da trinca. Diversas equações e/ou metodologias estão disponíveis na literatura para tal (Hicks & Pickard, 1982, Doremus *et. al.*, 2014 e Tarnowski *et. al.*, 2017) sendo a equação de Johnson uma das mais utilizadas (Schwalbe *et. al.*, 1985, Landow & Marschall, 1991, Chen *et. al.*, 2015 e Gajji & Sasikala, 2017):

$$a = \frac{2W}{\pi} \cos^{-1} \frac{\cosh(\pi y / 2W)}{\cosh \left\{ \left(\frac{U}{U_0} \right) \cosh^{-1} \left[\frac{\cosh(\pi y / 2W)}{\cos \pi a_0 / 2W} \right] \right\}} \quad \text{Equação 12}$$

onde: a corresponde ao comprimento da trinca; U corresponde à queda de potencial medida; y corresponde à metade da distância entre os eletrodos de medida de potencial; W corresponde à largura do corpo de prova; a_0 corresponde ao tamanho inicial da trinca e; U_0 corresponde à queda de potencial inicial. Assim, de posse do registro de carga-deslocamento (P - LLD) e da evolução do crescimento da trinca (Δa), todas as variáveis para a construção da curva de resistência J - R estão completas. A Equação de Johnson apresenta algumas vantagens, como razoável resolução e sensibilidade, não influência da posição de sondas de medição de potencial e independência do material, temperatura do teste, valor de corrente e geometria do corpo de prova, devido à sua normalização com o valor inicial de queda de potencial U_0 (Schwalbe *et. al.*, 1985, Chen *et. al.*, 2015).

Existem algumas variantes para o método de queda de potencial, que podem ser aplicadas de duas formas: testes baseados em corrente alternada (ACPD ou *alternated current potential drop*) ou corrente contínua (DCPD ou *direct current potential drop*). Em ensaios ACPD, um valor mínimo de potencial é geralmente encontrado. A literatura (Wallin *et. al.*, 1985) sugere que esse mínimo corresponde à iniciação do crescimento estável da trinca, porém tal valor é dependente da frequência da alternância da corrente. Segundo Tarnowski *et. al.* (2017), quando uma corrente alternada atravessa um condutor a uma frequência suficientemente alta, a densidade de corrente decresce exponencialmente com a distância para a superfície, em um fenômeno conhecido como *skin effect*. Uma vez que a resistividade elétrica e permeabilidade magnética dos materiais são dependentes da deformação, essa distribuição de corrente heterogênea será também influenciada pela deformação, tornando a técnica ACPD extremamente mais complexa para a avaliação do crescimento da trinca. A técnica DCPD, por sua vez, apresenta distribuição de corrente homogênea no condutor, sendo independente da permeabilidade magnética do material, simplificando a correlação a deformação e a queda de potencial. Ainda, a técnica combina vantagens do método da normalização e do método das descargas parciais, não exigindo a aplicação de descargas e permitindo um monitoramento praticamente constante do avanço da trinca. Por essas razões, a metodologia DCPD é mais comumente aplicada (Chen *et. al.*, 2015, Tarnowski *et. al.*, 2017).

Uma limitação da aplicação do método de queda de potencial é a necessidade de uma calibração precisa das medições em função da geometria do corpo de prova e demais condições específicas a cada teste. A literatura apresenta diversas soluções teóricas e experimentais para obtenção de resultados acurados. De acordo com Gandossi *et. al.* (2001), os métodos de calibração da queda de potencial podem ser divididos em três categorias: analíticas, empíricas e numéricas. Métodos analíticos, *e.g.* a Equação de Johnsson (Equação 12), tem como vantagem total adaptação à várias configurações de entalhe, material e geometrias mais simples de corpos de prova, além de permitirem selecionar de forma conveniente o *input* de corrente e a localização das sondas de medição de potencial. Entretanto, apresentam como limitação a sua aplicação em geometrias mais complexas, sendo nesses casos preferível a utilização de métodos experimentais ou numéricos.

Entre métodos experimentais, destacam-se medições de queda de potencial entre entalhes de diferentes dimensões em um mesmo corpo de prova, ou mesmo o crescimento controlado de trincas por fadiga, conforme realizado por Hicks e Pickard (1982), onde, a cada ciclo de carregamento, a queda de potencial foi medida. Após o ensaio, realizou-se fractografia da superfície de fadiga. As marcas de praia características permitem a medição do tamanho da trinca a cada ciclo e sua correlação com a queda de potencial medida naquele instante. Porém, é necessário ressaltar que os procedimentos de calibração supracitados exigem cuidado, uma vez que o crescimento de trincas por fadiga e a usinagem de entalhes de diferentes dimensões provoca pouca ou nenhuma deformação plástica e pequena alteração da geometria do ligamento restante quando comparados à ensaios por carregamento monotônico. A deformação plástica provoca alterações nos valores de queda de potencial medidos, o que pode acarretar em diferenças entre ensaios cíclicos de fadiga e ensaios monotônicos de curvas de resistência, invalidando a calibração. Uma alternativa consiste em realizar diversos ensaios com vários corpos de prova do mesmo material e mesma geometria, interrompendo-os em instantes distintos e medindo por fractografia a dimensão final da trinca. A correspondência do valor final de queda de potencial e o tamanho da final da trinca medido fisicamente permite, por interpolação, a obtenção de uma equação empírica de calibração (Gandossi *et. al.*, 2001).

Em contraste com métodos analíticos e experimentais, os métodos numéricos, especialmente por elementos finitos, apresentam maior acurácia e menor limitação em termos de geometria de corpo de prova, posicionamento instrumental nem material. Estas calibrações vêm sendo desenvolvidas há mais de 30 anos e hoje correspondem

ao estado da arte do estudo de queda de potencial (Hicks & Pickard, 1982, Gandossi *et. al.*, 2001, Doremus *et. al.*, 2015). As diversas variáveis do processo podem ser estudadas separadamente visando sua otimização.

Hicks e Pickard (1982) realizaram um comparativo entre o método empírico de crescimento de trinca controlado por fadiga e métodos de calibração por análises numéricas e elementos finitos. Os autores partiram do pressuposto que o fluxo de corrente em um material se equivale a soluções de fluxo de calor independentes do tempo, sendo possível assim a utilização de softwares de análise de fluxo térmico por elementos finitos para a modelagem do fluxo de corrente elétrica e, conseqüentemente, da queda de potencial, em função da geometria do corpo de prova e das configurações dos eletrodos de aplicação de corrente e medição de queda de potencial para diversos tamanhos de trinca.

De acordo com Schwalbe *et. al.* (1985), embora a metodologia de queda de potencial, e outras metodologias alternativas (vide seção 2.4) sejam capazes de prover dados acerca da evolução de uma trinca, um desafio apresentado em comum apresentado por todas as técnicas consiste na dificuldade e se determinar corretamente o início do crescimento de trinca para ensaios de fratura no regime elasto-plástico. Segundo concluíam os autores, a abordagem em termos da iniciação do crescimento é muito mais uma definição do que uma medição física propriamente dita. Em relação à metodologia de queda de potencial, diversos trabalhos e normas encontradas na literatura propõe alternativas para a determinação do início do crescimento da trinca e alguns dos mais relevantes para o contexto desta dissertação são descritas nos parágrafos a seguir.

Marschall *et al.*, em 1990, estudaram a utilização de DCPD para o monitoramento de crescimento de trincas em um aço inoxidável austenítico 304, de alta ductilidade. O ensaio foi realizado promovendo dez descargas parciais em várias etapas do teste, com o objetivo de marcar a superfície de fratura para obter diversos parâmetros físicos para calibração dos valores de DCPD. Durante o ensaio, a queda de potencial foi medida em diversos pontos do corpo de prova. A queda de potencial medida foi plotada em função do deslocamento da linha de carga (LLD), conforme apresentado na Figura 9. Observa-se uma região inicial de crescimento linear com o LLD, apontada pelos autores como referente à região de embotamento da trinca. O ponto de afastamento da linearidade é tratado então como o ponto de início do crescimento de trinca. Os autores destacam em seu trabalho que, apesar da metodologia ter apresentado boa correspondência com outras técnicas (como descargas parciais), o

método apresentado não é totalmente satisfatório, carecendo de análises mais precisas do ponto exato de iniciação da trinca. Essa limitação, compartilhada por todas as técnicas existentes para o monitoramento do comprimento de trinca ao longo dos testes, fez que atualmente a ênfase seja posta na avaliação correta de toda a curva R, dentro de limites de crescimento de trinca máximo para cada tamanho e geometria. Sendo a curva R bem avaliada, a tenacidade à fratura é convencionalmente definida na interseção entre a curva R e alguma linha auxiliar. Dessa forma, o problema da determinação do ponto de início de crescimento de trinca avaliado pelas diferentes técnicas está contornado. Mesmo assim, a determinação de um ponto de referência é ainda importante do ponto de vista da técnica, como será apresentado nos exemplos a seguir.

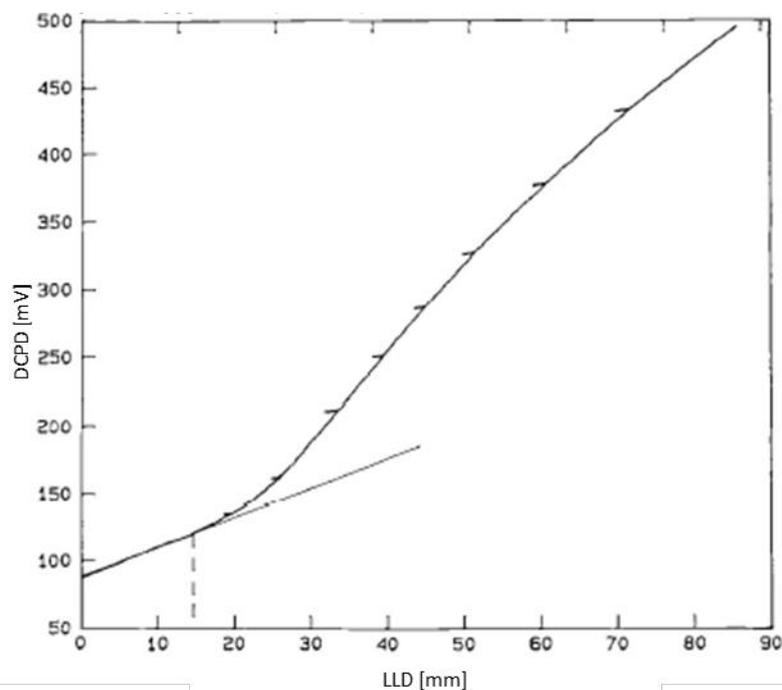


Figura 9. Curva DCPD versus LLD obtida por Marschall *et al.* (1990), destacando o ponto de afastamento da linearidade do registro.

No trabalho de Chen *et al.* (2015), foi realizado um estudo de queda de potencial em materiais distintos, como aço inoxidável austenítico 316L, liga de níquel 617 e aço ferrítico-martensítico. A calibração utilizada pelos autores foi analítica, através da Equação de Johnsson (Equação 12). Observou-se que os pares $J-\Delta a$ obtidos não seguiam a linha de embotamento para baixos valores de Δa , provavelmente devido à

efeitos de embotamento da trinca, nucleação e crescimento de microvazios (*voids*) além da ponta do entalhe e deformação plástica, que provocam queda de potencial e mascaram os resultados de crescimento de trinca. Ajustes matemáticos no tratamento dos dados foram propostos de forma a considerar os efeitos de deformação plástica. Primeiramente, observou-se a existência de um ponto de inflexão no registro $J-\Delta a$. Com a aplicação do filtro de Savitzky-Golay e a derivada da integral J em Δa ($dJ/d\Delta a$) foi possível identificar o ponto exato de inflexão (Figura 10a). Este ponto pode ser considerado como um ponto entre embotamento e crescimento de trinca. Assim sendo, todos os pontos anteriores a esse ponto no registro $J-\Delta a$ podem ser deslocados, de forma a coincidir com a linha de embotamento da trinca (Figura 10b). Os resultados encontrados no referido trabalho foram comparados com curvas de resistência construídas por normalização e apresentaram boa correspondência.

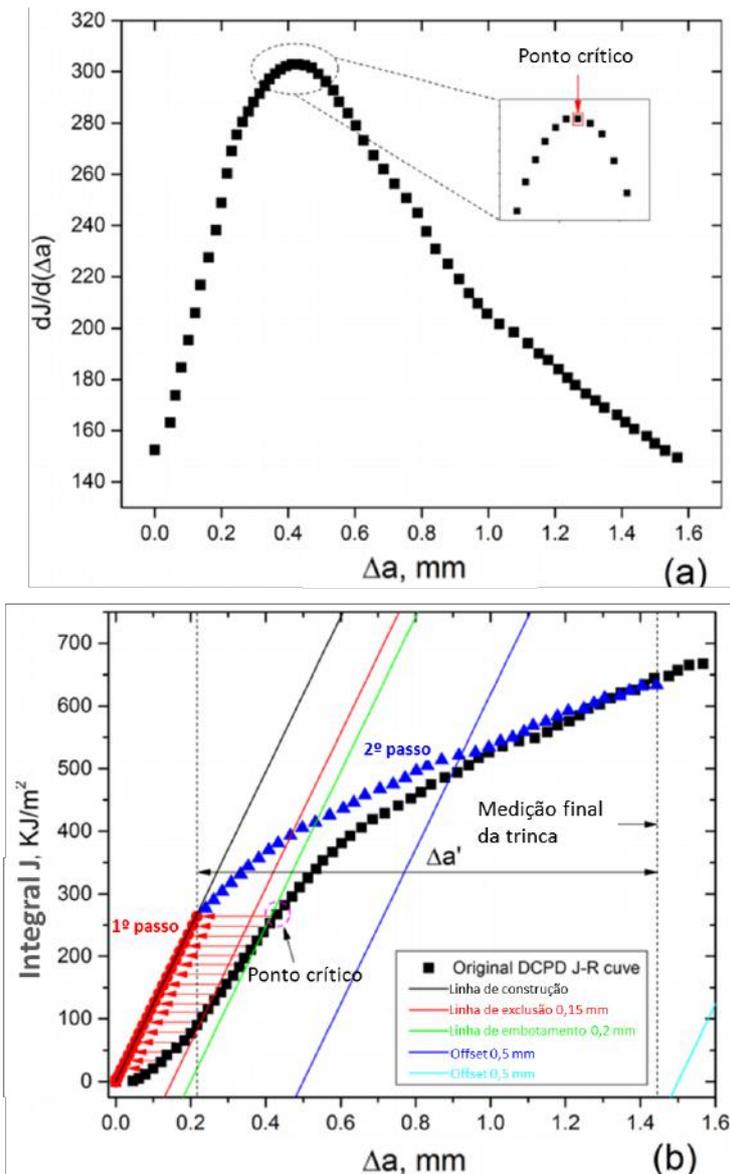


Figura 10. (a) Derivada da integral J em Δa para determinação do ponto de inflexão de transição de comportamento. (b) Deslocamento dos pontos anteriores ao ponto de crítico (inflexão da curva) para a linha de embotamento. Adaptado de Chen *et. al.* (2015).

O método 2 do anexo H.8 da versão de 2016 da norma ISO 12135 fornece orientações medição do crescimento de trinca em ensaios de fratura baseadas no trabalho de Schwalbe *et. al.* (1985). O procedimento proposto pela norma consiste no carregamento de um único corpo de prova e registro da carga em função do DCPD medido durante o ensaio, conforme apresentado na Figura 11. Os valores físicos de comprimento de trinca inicial e final devem ser medidos opticamente a partir das superfícies de fratura. Uma linha reta deve ser traçada na região linear inicial do teste. Para cada valor de carga registrado, os valores de queda de potencial ϕ_0 e $\Delta\phi$ são

medidos e os comprimentos de trinca correspondentes calculados pela Equação de Johnson (Equação 12). O ponto de iniciação do crescimento estável da trinca pode ser definido, então, a partir do qual o valor da variação da queda de potencial passa a ser positivo e crescente ($\Delta\phi \geq 0$).

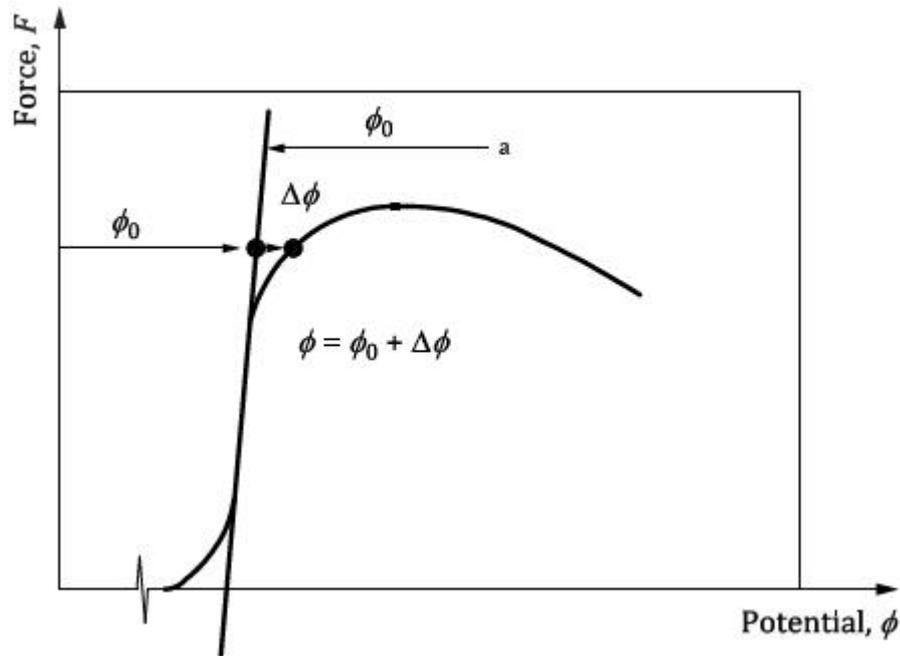


Figura 11. Registro de carga *versus* DCPD destacando ponto de iniciação do crescimento da trinca

Em 2017, Gajji e Sasilaka propuseram um procedimento de correção dos comprimentos de trinca medidos diretamente dos registros de DCPD por uma combinação entre o ajuste para a linha de embotamento da região inicial do perfil de deformação e a largura medida da zona de deformação na ponta da trinca (*stretch zone width* ou SZW) durante o embotamento, definindo o ponto de iniciação da trinca e realizando, em seguida, uma interpolação linear através das dimensões iniciais e finais da trinca medidos opticamente. Para validação do procedimento proposto, os autores realizaram em paralelo um ensaio por descargas parciais (seção 2.4.1).

Realizado o ensaio com diversos corpos de prova de diferentes espessuras, os autores mediram o SZW de cada amostra. Em seguida, através da linha de embotamento, utilizando o valor de SZW como tamanho de trinca, estima-se o valor de

J_{SZW} , definido como o valor da Integra J no ponto de iniciação do crescimento de trinca, conforme demonstra a Figura 12. Identifica-se então o ponto correspondente no registro carga *versus* deslocamento e o valor de DCPD neste instante. Este ponto é definido então como o ponto do início do crescimento da trinca, portanto, para os pontos onde $J < J_{SZW}$, os valores de comprimento de trinca são corrigidos para a linha de embotamento. Para os restantes dos pontos, uma interpolação linear é realizada tendo como parâmetros os comprimentos iniciais e finais físicos da trinca.

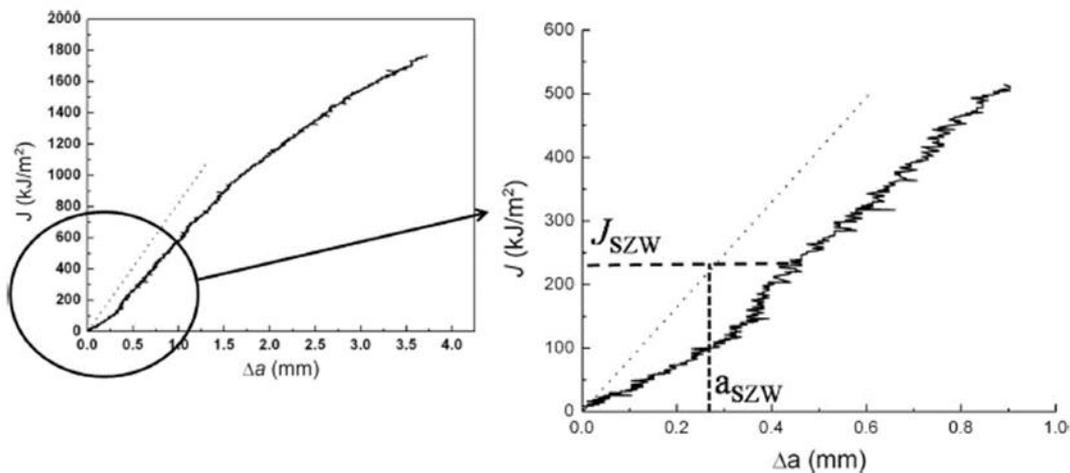


Figura 12. Curva J - R obtida por Gajji & Sasikala (2017), destacando a não correspondência com a linha de embotamento e os valores de J e Δa esperados para o ponto de iniciação da trinca.

2.4. METODOLOGIAS ALTERNATIVAS DE AVALIAÇÃO EXPERIMENTAL DO CRESCIMENTO DE TRINCAS

Alternativamente à metodologia de avaliação experimental do crescimento de trincas por Queda de Potencial, outras técnicas foram desenvolvidas visando suprir necessidades específicas e superar desafios muitas vezes impostos por determinados materiais e meios. Algumas das mais importantes são descritas nesta seção.

2.4.1. DESCARGAS PARCIAIS

Um dos métodos mais aplicados e estudados para o monitoramento e estimativa do crescimento de uma trinca durante um ensaio de fratura e construção de curvas de resistência J - R ou $CTOD$ - R (δ - R) é o método das descargas parciais, ou *elastic unloading compliance* (EUC). Consiste em realizar subsequentes carregamentos e descarregamentos parciais controlados do corpo de prova. O corpo de prova se torna gradativamente menos rígido, elevando o valor de sua *compliance* (por definição, inverso da rigidez, identificado pela letra C). Como o carregamento ocorre elasticamente, mesmo após considerável deformação plástica, as inclinações das retas geradas pelas descargas permitem medir cada valor de *compliance* e estimar o tamanho da trinca naquele ponto. A Figura 13 apresenta uma curva típica de carga-deslocamento de um ensaio de fratura por EUC. Várias normas fornecem equações relacionando a *compliance* ao tamanho da trinca e a geometria do corpo de prova (Schwalbe *et. al.*, 1985, Janssen *et. al.*, 2004).

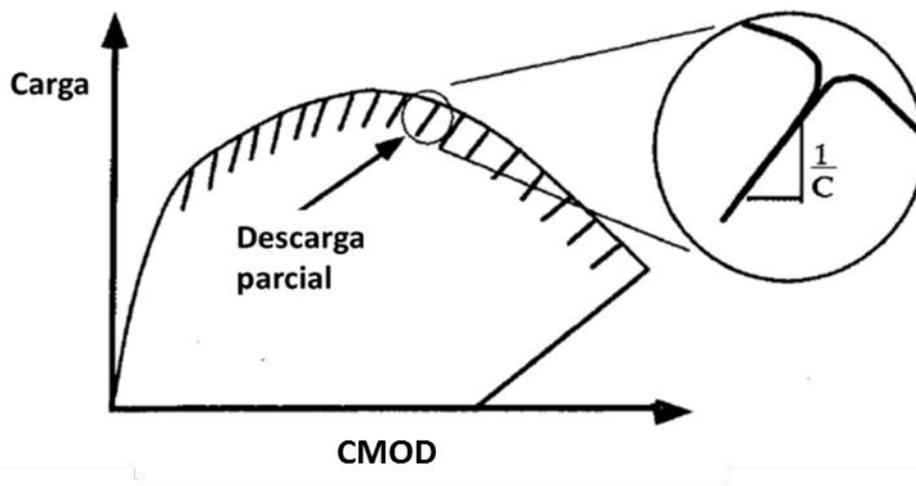


Figura 13. Curva carga versus CMOD resultante do método das descargas parciais. Adaptado de Anderson (1995).

Assim, mediante o método das descargas parciais é possível se obter curvas de resistência de certo material a partir de um único corpo de prova, ao se medir, para cada descarga, o tamanho da trinca. De posse do tamanho da trinca, podemos calcular a evolução nos valores de K , J e δ e dessa forma, construir uma curva de resistência.

O procedimento de medição do comprimento da trinca ao longo do teste por EUC requer medições muito precisas da *compliance*, a partir de um extensômetro de fratura do tipo *clip-gauge* posicionado na boca do entalhe (CMOD). Dessa forma, uma importante limitação da metodologia EUC faz referência ao meio ambiente agressivo. De acordo com o anexo A4 da ASTM E647 (2015), cuidados especiais devem ser adotados na realização de ensaios de fratura em meio ácido, exigindo a utilização de equipamentos com proteção ou mesmo de métodos alternativos com aparato experimental mais simplificado. Assim, a utilização da metodologia de descargas parciais em meio ácido pode se tornar mais cara e mais dificultosa. Ainda, a sensibilidade do método EUC pode ser comprometida para materiais altamente dúcteis que promovem deformação plástica substancial durante o crescimento da trinca (Gandossi *et. al.*, 2001). Ainda, fricções e deslizamentos dos pinos nos pontos de apoio de carregamento ou rotações involuntárias do corpo de prova ou do extensômetro pode provocar efeitos indesejados de histerese que precisam ser cuidadosamente evitados (Schwalbe *et. al.*, 1985). Ensaios em elevadas temperaturas podem provocar efeitos de histerese devido à maior relaxação do material durante as descargas (Chen *et. al.*, 2015). Em alguns materiais, esse efeito pode ocorrer também em temperatura ambiente, como aços inoxidáveis.

2.4.2. NORMALIZAÇÃO

Em 1979, Ernst *et. al.* desenvolveram uma análise dimensional da dependência da carga (P), do deslocamento da linha de carga (LLD) e do comprimento de uma trinca, através de uma função de normalização, utilizando a teoria da deformação por plasticidade. Posteriormente, em 1990, a metodologia foi descrita por Herrera e Landes e está incorporada à norma da ASTM E1820 (2017), anexo A15. Tal metodologia é utilizada para obter valores de J unicamente de registros de carga-deslocamento para distintas configurações, além das dimensões finais e iniciais do comprimento da trinca (Δa), medidas fisicamente, possibilitando assim a construção de curvas de resistência $J-R$ sem necessidade de instrumentação mais sofisticada e/ou procedimentos para medição em tempo real da variação da extensão da trinca.

O desenvolvimento da metodologia de normalização se iniciou com a análise da plasticidade no ligamento restante de um material contendo uma trinca, assumindo-se que toda plasticidade está de fato contida somente nesse ligamento. Sob essas

condições, a Equação 13 demonstra a relação entre a carga (P), o comprimento da trinca (a) e deslocamento plástico (v_{pl}) (Ernst *et. al.*, 1979).

$$\frac{P}{W} = F\left(\frac{v_{pl}}{W}, \frac{a}{W}, \frac{B}{W}, \dots\right) \quad \text{Equação 13}$$

onde B e W correspondem às dimensões do corpo de prova, respectivamente espessura e largura, sendo que a relação pode ainda depender de outras características geométricas além destas. Na forma apresentada, a carga deve ser descrita na forma de P/W , com unidades de força sobre comprimento ao quadrado, uma vez que a função f está vinculada a análises de tensão-deformação. Dessa forma, tal abordagem se mostra correta para condições de tensão-deformação arbitrárias, ou seja, a análise dimensional proposta é exata para qualquer curva tensão-deformação. Herrera e Landes (1990) promoveram avanços ao abordar essa relação de forma similar, afirmando, no entanto, que os valores de deslocamento plástico (v_{pl}) para diferentes tipos de materiais são consideravelmente distintos. Uma proposta de abordagem genérica para esse fenômeno consistiu na análise do comportamento do material em regime de plasticidade por meio de um ajuste de potência e, em sequência, ajuste linear à medida que maiores níveis de deformação plástica fossem aplicados. Ou seja, quando a relação tensão-deformação de um material pode ser descrita através do processamento matemático proposto, a curva de resistência $J-R$ pode ser construída através de valores normalizados de carga e deslocamento., cuja relação dá origem a uma curva particular (Figura 14) para cada material e geometria estudadas (Dzugan & Viehrig, 2004). O procedimento da ASTM E1820 (2017) estabelece, a partir da curva particular obtida, que, atendidos critérios, o registro seja ajustado para uma determinada função de normalização analítica através de métodos numéricos, obtendo assim valores de coeficientes de ajuste utilizados para o cálculo de comprimento de trinca (a_i) para cada valor de carga e deslocamento normalizados. Definidos esses valores, calcula-se a Integral J em cada instante e constrói-se a curva de resistência conforme apresentado na seção 2.2.

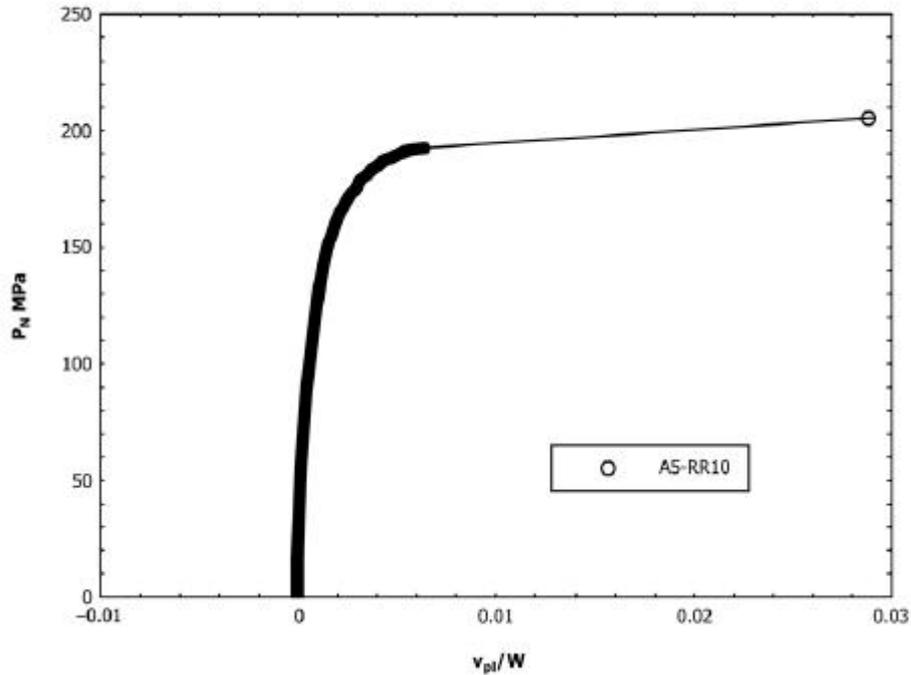


Figura 14. Curva particular de um material, obtida através da relação entre a carga normalizada (P_N) e o deslocamento plástico normalizado (v_{pl}/W). Adaptado da ASTM E1820 (2017).

Em oposição ao método das descargas parciais ou da queda de potencial, a normalização não se baseia em medições da trinca em “tempo real”, não sendo necessário carregar e descarregar o material durante o teste subsequentemente, ou mesmo exigindo equipamentos e aparatos experimentais complexos e específicos, o que simplifica e reduz o tempo de ensaio consideravelmente, mostrando ser, em primeira análise, adequada para utilização de ensaios em meios agressivos. Porém, apesar dessas vantagens, a técnica de normalização exige que a extensão física da trinca na curva de resistência $J-R$ não exceda 4 mm ou 15% do ligamento restante inicial. Uma vez que não há monitoramento em tempo real do crescimento da trinca, tal exigência pode significar um desafio para a realização do teste (Chen *et. al.*, 2015).

2.4.3. DUPLO CLIP GAUGE

O método do duplo *clip-gauge* (ou duplo extensômetro de faca) consiste em considerar, durante o deslocamento plástico nos ensaios de fratura, os corpos de prova como duas partes rígidas que giram em torno do ligamento restante, este definido como centro de rotação (CR). Para esta metodologia, duas medições são necessárias: carga-

LLD ou carga-CMOD e medições de CMOD em duas alturas Z_1 e Z_2 conforme demonstra a Figura 15. Não havendo crescimento de trinca, a rotação é constante, ou seja, o registro V_1/V_2 será uma linha reta. Se ocorrer crescimento de trinca, a variação na inclinação da reta, definida por V , permitirá obter o comprimento da trinca, conforme as relações apresentadas na Equação 14 e na Equação 15 (Manziona & Ipiña, 1991).

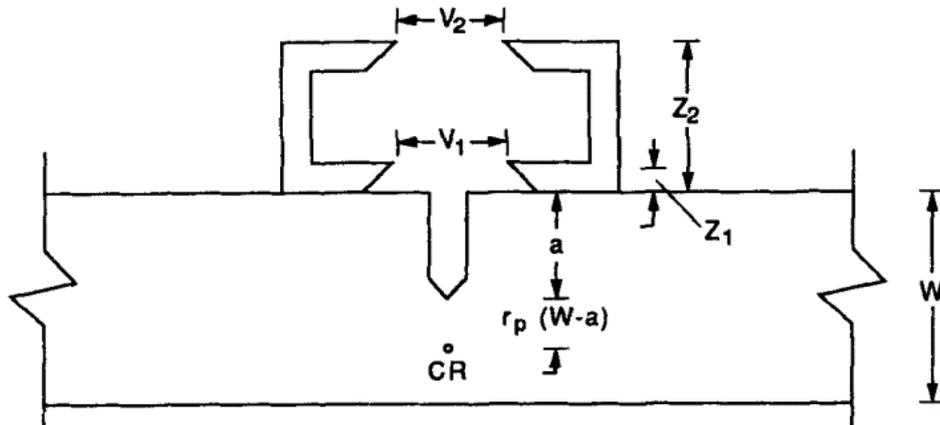


Figura 15. Arranjo esquemático da técnica de duplo *clip-gauge* (Manziona & Ipiña, 1991).

$$V = \frac{V_1}{V_2} = \frac{r_p(1 - a/W) + a/W + Z_1/W}{r_p(1 - a/W) + a/W + Z_2/W} \quad \text{Equação 14}$$

$$a = \frac{r_p W(1 - V) + Z_1 - Z_2 V}{(1 - r_p)(V - 1)} \quad \text{Equação 15}$$

onde r_p corresponde à raio de rotação plástica, Z_1 e Z_2 corresponder às alturas das facas dos extensômetros.

Uma limitação importante deste método é a sua baixa sensibilidade a pequenas variações no comprimento da trinca, porém, a técnica não depende de valores de módulo elástico tampouco de efeitos de plasticidade na ponta da trinca. Em 1992, Manziona e Ipiña estudaram detalhadamente a sensibilidade da técnica, avaliando a

variação da relação V_1/V_2 em função da altura Z_1 e Z_2 das facas dos extensômetros. Dessa maneira, demonstrou-se que há, próximo ao centro de rotação (CR), uma região de elevada sensibilidade a pequenos crescimentos de trinca. Os autores propuseram então, de forma a elevar a sensibilidade do método, simplesmente posicionar o segundo *clip-gauge* ligeiramente abaixo do centro do CR conforme demonstrado na Figura 16.

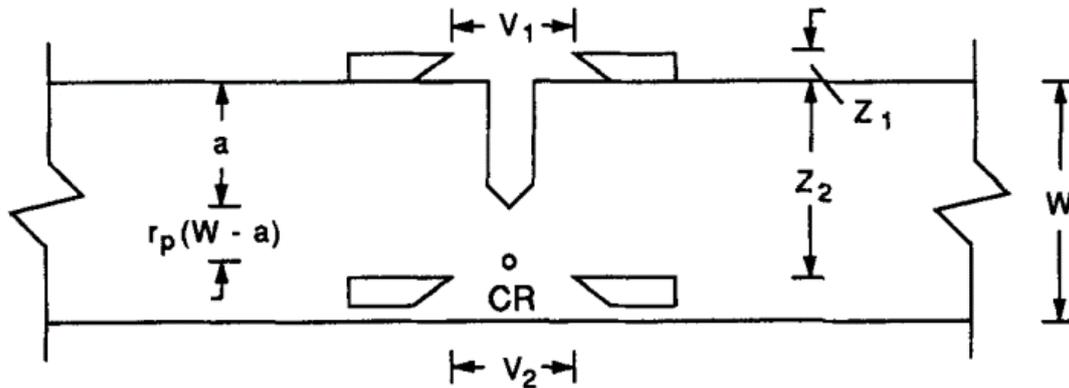


Figura 16. Proposta de arranjo para o segundo *clip-gauge* (Manziona & Ipiña, 1991).

Da forma proposta, se torna possível observar uma grande variação de V em função de pequenas variações de a com uma resolução até 1000 vezes maior. A medida em que o corpo de prova é carregado, a rotação leva a um aumento de V_1 e a uma diminuição de V_2 . Com o crescimento da trinca, o CR se desloca, alcançando em determinado momento o segundo *clip-gauge*, levando a um mínimo na curva de V_1 vs. V_2 , conforme podemos observar na Figura 17. Assim, através da Equação 15, mede-se os valores de a através da componente plástica de V . O mínimo da curva V_1 vs. V_2 pode ser visto como um ponto de referência conhecido, além do tamanho final e inicial da trinca, medidos fisicamente. Assim, podemos expressar a como

$$a = \frac{Z_2 - r_p W}{1 - r_p} \quad \text{Equação 16}$$

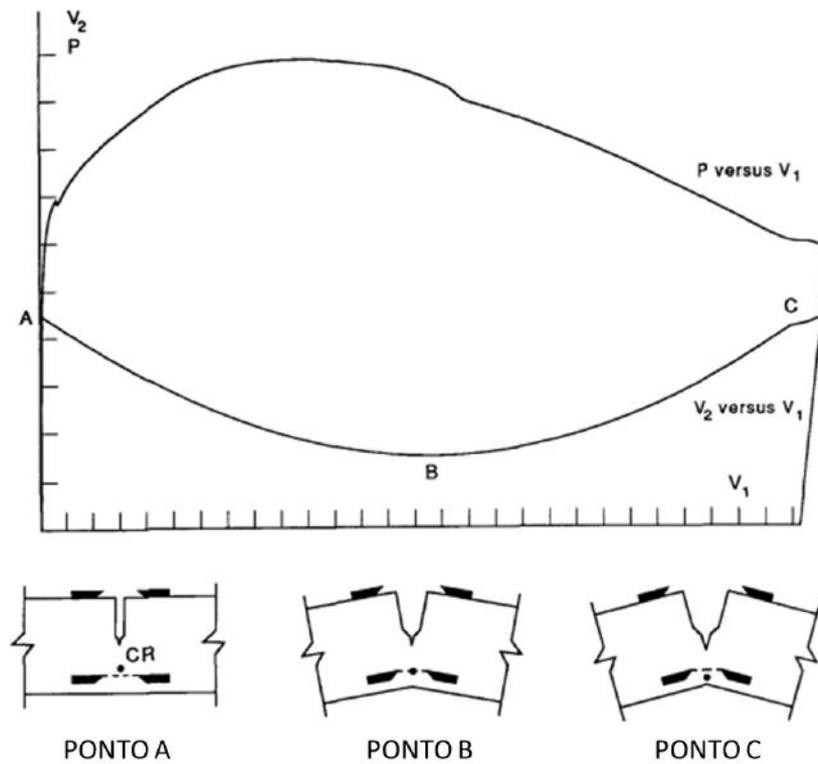


Figura 17. Registros de carga e abertura dos extensômetros e correspondência com posição do CR. Adaptado (Manziona & Ipiña, 1991).

2.4.4. BACK-FACE STRAIN GAUGE

Uma alternativa para a medição da evolução da trinca consiste no posicionamento de um extensômetros na parte traseira do corpo de prova, em oposição ao *clip-gauge* de medição de CMOD, conforme demonstra a Figura 18 para corpos de prova compactos (C[T]) e de flexão (SE[B]). Newman Jr *et. al.* (2011) apresentaram de forma compilada, resultados de diversos estudos realizados com o objetivo de se encontrar uma relação entre os deslocamentos medidos pelos *back-face strain-gauges* e comprimentos de trinca. Curvas de calibração para corpos de prova compactos foram obtidas principalmente por métodos de elementos finitos e são apresentadas na Figura 19. Observa-se boa correspondência entre os diferentes resultados, porém, para pequenos valores de trinca, as diferenças são mais acentuadas.

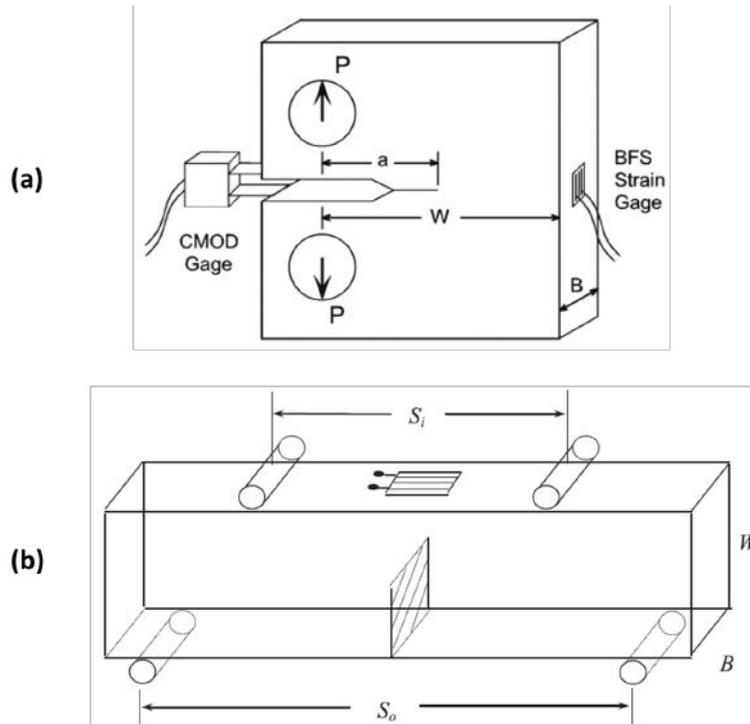


Figura 18. *Back-face strain gauge* para corpos de prova (a) compactos de tração e (b) de flexão a 4 pontos (Salem & Ghosn, 2010, Newman Jr. *et. al.*, 2011).

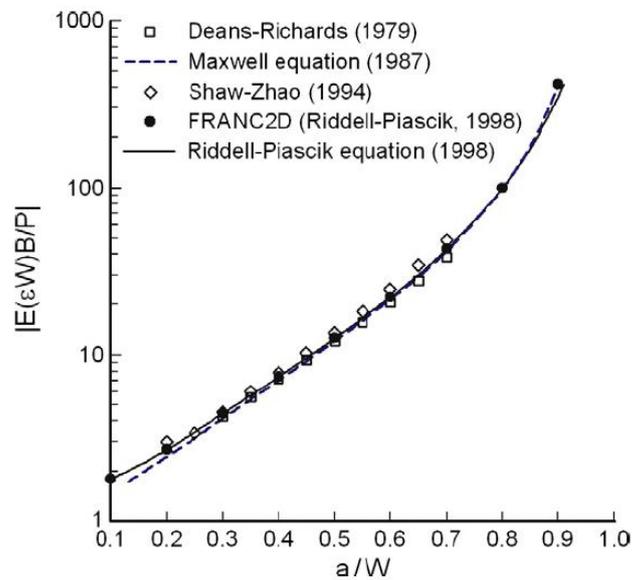


Figura 19. Relação entre comprimento de trinca e deslocamentos medidos por *back-face strain gauges* (Newman Jr. *et. al.*, 2011).

Para corpos de prova compactos, o parâmetro do extensômetros *back-face* é comumente definido como:

$$A^* = \frac{\varepsilon EBW}{P} \quad \text{Equação 17}$$

onde ε é o deslocamento medido pelo extensômetro, E é o módulo elástico, P a carga, B e W são a espessura e largura do corpo de prova, respectivamente (Riddel & Piascik, 1998). Mais recentemente, Salem & Ghosn (2010) realizaram um estudo para a aplicação da técnica do *back-face strain gauge* em corpos de prova de flexão por elementos finitos, visando obter uma equação para o parâmetro A^* de corpo de prova de flexão. A abordagem para corpos de prova SE(B) se mostrou mais complexa, porém apresentou uma solução coerente com dados experimentais.

2.5. ENSAIOS DE FRATURA EM MEIO ÁCIDO

Ensaio de fratura em meio ácido normalmente possuem alta complexidade. Requerem equipamentos e eletrônica apurada, circuitos de gás e de neutralização e sistemas de segurança. Devido à necessidade de cuidados especiais visando a integridade dos equipamentos e instrumentação utilizados, um dos principais desafios para ensaios deste tipo recai no desenvolvimento de metodologias simples, que reduzam a necessidade de instrumentação dos testes (Monfort *et. al.*, 1987, Chong *et. al.*, 2014, Wang *et. al.*, 2015).

O anexo A4 da ASTM E647 (2015) apresenta alguns requerimentos específicos para avaliação do comprimento de trincas de fadiga em meio agressivo. As técnicas empregadas muitas vezes consistem de *strain-gauges* resistentes ao meio *back-face strain-gauge*, e queda de potencial, sendo necessário verificar se não haverá influência do método empregado na reação do meio com o material, *e. g.* a corrente empregada pela técnica de queda de potencial.

A metodologia da queda de potencial vem sendo aplicada em meio ácido com relativa frequência, principalmente para fadiga com baixa taxa de deformação (BTD). Aplica-se uma tinta isolante em toda a instrumentação para aplicação de corrente e sondas de medição de potencial, e em grande parte do corpo de prova, deixando

exposto apenas a região do entalhe. Utiliza-se principalmente a Equação de Johnsson para a calibração dos valores de tamanhos de trinca (Holtam *et. al.*, 2010, Chen *et. al.*, 2014).

Avaliações de resistência à fratura na presença de meios agressivos vêm sendo realizadas de diversas formas, porém pouco foco é dado para curvas de resistência, sendo a maior parte dos esforços concentrados em determinar valores críticos de fratura sem necessidade de avaliação do crescimento da trinca. Um exemplo de curva de resistência é o trabalho de Chong *et. al.* (2014). Os autores estudaram os efeitos do H₂S em aços C-Mn para tubulações especificadas pela NACE para serviço em meio agressivo (*sour service*), a partir de uma metodologia proposta pela norma DNV-OS-F101 (2013), Apêndice A, para corpos de prova SENT (*single edge notch tension*). As curvas de resistência são obtidas de um ajuste de potência de dados de seis amostras. A primeira é carregada à 120% do valor do CMOD na carga máxima. As subsequentes são carregadas à valores distintos do valor de CMOD registrado no primeiro teste, a saber: 100%, 100%, 80%, 60% e 40%. Os registros de carga-deslocamento obtidos permitem o cálculo da Integral J para cada corpo de prova pelo procedimento adotado pela norma DNV-RP-F108 (2006). Os valores de Δa são obtidos por fractografia.

Outras metodologias se concentram na avaliação de aspectos diferentes da resistência à fratura de materiais em meios agressivos, como a determinação de valores críticos específicos em função do comportamento esperado ou apresentado pelo material, *e.g.* fragilização. Wang *et. al.* (2015) desenvolveram uma metodologia de avaliação do fator de intensidade de tensões crítico K_I para meios contendo hidrogênio através de testes em corpos de prova SNTT (*spiral notch torsion test* ou ensaio por torção em entalhe espiral). A justificativa dos autores para a não utilização de métodos convencionais, como os propostos pela ASTM E1820 (2017), é devido às pequenas dimensões das estruturas a serem estudadas, sendo pouco prático, portanto, a usinagem de corpos de prova convencionais. Um esforço de torção pura é submetido a um corpo de prova em meio ácido com um entalhe a 45° usinado. Em alguns casos (Huang & Shaw, 1995, Mah & Parthasarathy, 1997), os efeitos do meio agressivo são estudados em ensaios ao ar pelas técnicas convencionais, após os materiais serem expostos ao meio por diferentes períodos.

Em 2010, Pieta *et. al.* obtiveram estimativas de tenacidade à fratura em meio agressivo utilizando-se de dois corpos de prova pré-trincados carregados intercaladamente, elevando-se o fator de intensidade de tensões primeiramente três

vezes em $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ depois a cada $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, até a fratura. Um *clip-gauge* resistente ao meio foi utilizado para medições de CMOD.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

O material utilizado no desenvolvimento desta pesquisa consiste em aços API 5L (2012) grau X65 para utilização em meio ácido, recebido na forma de anéis de tubos produzidos pelo método UOE, isto é, com costura longitudinal. A composição química do material, para serviços em meio agressivos, é apresentada na Tabela 1. As propriedades de tração ao ar do material como recebido foram medidas segundo a norma ASTM E8/E8M (2015) e são apresentadas na Tabela 2, onde σ_{ys} corresponde à tensão limite de escoamento, σ_R à tensão limite de resistência e σ_y é a média entre esses dois valores, além do intervalo de valores das propriedades exigidos pela norma. Os valores de propriedade em tração atendem ao requisitado. As equações para o cálculo da Integral J requerem dados das propriedades em tração dos materiais testados. Dados da literatura comprovam que nem a tensão limite de escoamento, nem a tensão limite de resistência se alteram com a exposição em meios agressivos contendo hidrogênio, ocorrendo apenas a fragilização do aço e a sua consequente perda de ductilidade, efeito cada vez mais acentuado maior o tempo de exposição (Dong *et. al.*, 2009, Ballesteros, *et. al.*, 2010). Portanto, as propriedades em tração medidas ao ar são suficientes para a construção das curvas de resistência e cálculos de tenacidade à fratura dos materiais. A Figura 20 apresenta a geometria original das seções transversais do trecho de tubo conforme recebido.

Tabela 1. Composição química (% em peso) do aço API 5L X65 para aplicação em serviços em meio ácido, de acordo com a norma.

Grau	C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti	Fe
X65	0,16	0,45	1,655	< 0,02	< 0,003	Total ≤0,15			Balanço

Tabela 2. Propriedades em tração do aço API 5L X65 utilizado na pesquisa e requerimento da norma para serviço em meio ácido.

Grau	Sentido	σ_{ys} [MPa]	Requerimento da norma		σ_R [MPa]	Requerimento da norma		σ_y [MPa]
			Mínimo	Máximo		Mínimo	Máximo	
X65	Longitudinal	477,33	450	600	538,62	535	760	507,98
	Transversal	523,90			547,03			535,47

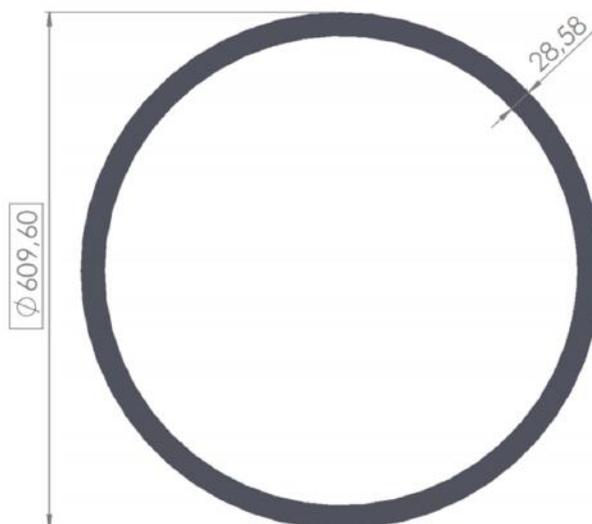


Figura 20. Seção transversal dos anéis do tubo de aço API 5L X65 recebido (dimensões em milímetros).

3.2. MEIO ÁCIDO

O meio agressivo utilizado nos testes realizados nesta pesquisa foi a solução B da norma NACE TM0284 (2011). Essa solução consiste em água do mar preparada de acordo com a ASTM D1141 (2013), com adição de 25% de H₂S e CO₂ em balanço. A composição química da água do mar sintética é apresentada na Tabela 3. Os testes foram realizados sob pressão atmosférica em temperatura ambiente. Tal solução foi proposta devido ao interesse da indústria, sendo esta de maior semelhança com os meios agressivos encontrados na produção de óleo e gás no Brasil.

Tabela 3. Composição química da água do mar sintética de acordo com a ASTM D1141 (2013).

Composto	Concentração [g/L]
NaCl	24,53
MgCl₂	5,20
Na₂SO₄	4,09
CaCl₂	1,16
KCl	0,695
NaHCO₃	0,201
KBr	0,101
H₃BO₃	0,027
SrCl₂	0,025
NaF	0,003

3.3. CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova utilizados nesta pesquisa foram obtidos e usinados de diferentes anéis de tubulação. A Figura 21 demonstra graficamente a posição de retirada das amostras. Foram obtidos corpos de prova tanto do metal de base quanto do metal de solda da costura longitudinal do tubo para calibração das metodologias utilizadas e avaliação de tenacidade à fratura. A orientação adotada foi a L-C (corpo de prova usinado no sentido longitudinal, trinca crescendo no sentido circunferencial), devido à maior facilidade para usinagem do corpo de prova. Para metal de solda, foi utilizada a orientação C-L. Finamore (2018), em um trabalho conjunto, analisou as propriedades mecânicas dos anéis de tubulação nas duas orientações e demonstrou não haver diferenças relevantes de propriedades.

A geometria dos corpos de prova segue o exigido pela ASTM E1820 (2017). Se tratam de amostras do tipo Bx2B, SE(B) (*single edge notch bend* ou entalhe único em dobramento). Os entalhes foram usinados por eletroerosão (*Electrical Discharge Machining*, EDM). A Figura 22 apresenta a geometria dos corpos de prova para os ensaios de fratura. A relação entre o comprimento inicial da trinca e a largura do corpo de prova (a_0/W) a adotada foi de 0,5. O corpo de prova foi adaptado em relação ao original proposto pela ASTM E1820 (2017) para melhor posicionamento dos

extensômetros, quando aplicável, e medição do CMOD. Os corpos de prova, após usinados, foram pré-trincados por fadiga.

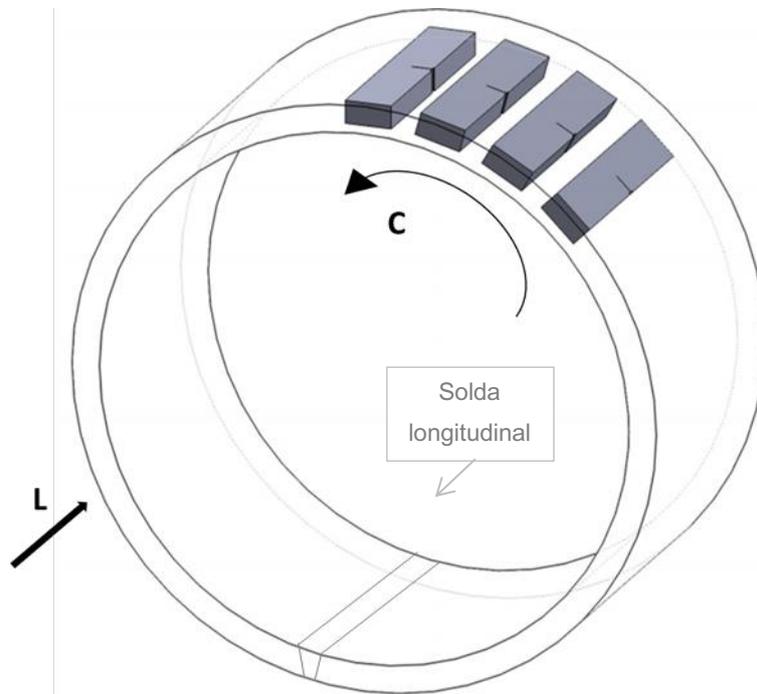


Figura 21. Orientação de retirada dos corpos de prova.

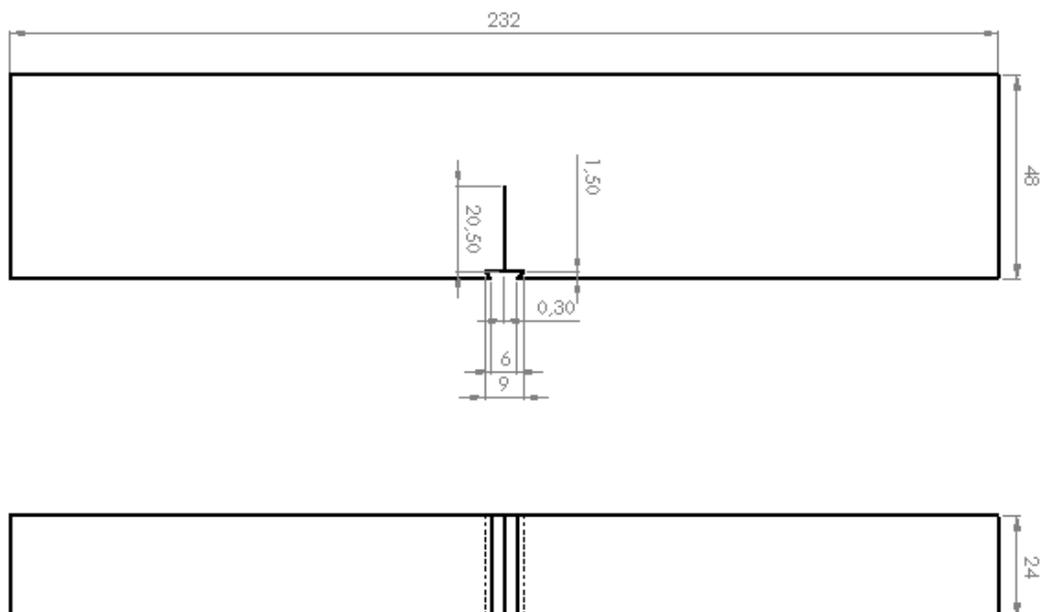


Figura 22. Geometria do corpo de prova adotada. Dimensões (nominais) em mm.

3.4. AVALIAÇÃO DO CRESCIMENTO DE TRINCAS POR QUEDA DE POTENCIAL

Os testes de fratura com monitoramento em tempo real do crescimento de trincas por queda de potencial representam um maior desafio para os testes, devido principalmente à necessidade de instrumentação mais complexa, especialmente em meios agressivos. Os dados brutos necessitaram de tratamento e uma calibração adequada visando obter maior precisão nas medições, especialmente nas etapas iniciais, onde ocorre demasiada deformação plástica que altera os valores de queda de potencial e mascaram os resultados de iniciação do crescimento da trinca, assim como observado na literatura (Tarnowski *et. al.*, 2017).

3.4.1. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os ensaios experimentais realizados nesta pesquisa foram executados no Laboratório de Ensaio de H₂S, CO₂ e Corrosividade (LabH₂S), do Instituto Nacional de Tecnologia (INT), parceiro tecnológico da UFRJ. Foram utilizadas uma máquina universal de testes eletromecânica Instron 5582 com célula de carga de 100 kN (Figura 23). Para a implementação do método de queda de potencial elétrico foi utilizada uma fonte de alimentação Agilent E3633A com correntes de 8 A e 18 A (Figura 24) além de um multímetro Agilent E3458A com sensibilidade de 10 nV (Figura 25).

A definição da sequência de testes foi feita pelo software Instron Blue Hill®, que permite a programação do teste em blocos. Em todos os testes, o deslocamento do atuador da máquina, o tempo e os valores de DCPD foram registrados digitalmente, sendo utilizada a taxa de aquisição de 1,0 Hz. Todos os corpos de prova forma pré-trincados em conformidade com a norma ASTM E1820 (2017).

A fotografia da Figura 26 apresenta o aparato experimental durante realização de ensaios de fratura monotônica no meio agressivo, no LabH₂S no INT. A montagem do sistema de teste consiste nas seguintes etapas: preparação do corpo de prova pré-trincado na célula de teste, já com os eletrodos conectados, seguida da desaeração da solução de teste com gás inerte (N₂ de grau analítico 5), na relação de 1 h/L de solução e conexão dos eletrodos na fonte de corrente e no multímetro. Em seguida, ocorre a transferência da solução para a célula de teste, saturação do sistema com a mistura de gases 25% H₂S balanceada com 75% CO₂, durante as primeiras 48 horas, com uma

vazão mínima de 1 L/h, e, logo após esta etapa, o borbulhamento é mantido contínuo, com uma vazão reduzida até o término do ensaio. Atingido o tempo de encharcamento, foi medido o pH da solução, a intensidade de corrente foi aplicada, e iniciado o carregamento monotônico simultaneamente com o início da aquisição dos registros de queda de potencial. Concluído o teste, uma amostra da solução foi retirada para a medição de pH, o borbulhamento foi interrompido e a purga com N₂ foi iniciada. O sistema foi, então, desmontado, e o corpo de prova foi limpo, seco e armazenado. Para análise da superfície de fratura, o corpo de prova foi imerso em solução de nitrogênio líquido. Essa etapa permite obter a fratura do corpo de prova sem induzir deformação plástica que possa alterar a medição do comprimento de trinca. Os corpos de prova ensaiados ao ar foram submetidos a tingimento térmico, de forma a diferencia de forma clara a superfície de fratura gerada durante o ensaio. Os corpos de prova ensaiados no meio ácido não necessitaram de tingimento térmico devido à ação do meio na região da trinca, permitindo uma diferenciação adequada.



Figura 23. Máquina universal de testes eletromecânica Instron 5582 similar à utilizada.



Figura 24. Fonte de corrente contínua Agilent E3633A.



Figura 25. Multímetro Agilent 3458A com interface para aquisição de dados.



Figura 26. Aparato experimental durante realização de ensaio de fratura monotônica em material exposto ao meio agressivo.

3.4.2. CALIBRAÇÃO DA TÉCNICA DE QUEDA DE POTENCIAL ELÉTRICO

A metodologia de avaliação do crescimento de trinca por queda de potencial apresenta diversas vantagens: permite a avaliação contínua do avanço da trinca através do ligamento durante os ensaios de fratura; tempo de carregamento reduzido, uma vez que não se realizam descargas parciais além de possibilitar sua aplicação em condições mais severas de taxas de deslocamento e temperatura. Para uma maior precisão, no entanto, a técnica exige calibrações para mitigar limitações apresentadas pela metodologia, de forma que as equações resultem em valores precisos de tamanho de trinca para materiais, geometrias e condições experimentais específicas.

Entre os fatores que podem influenciar os resultados calculados, estão a deformação plástica, o meio ácido, a densidade de corrente, o tipo (microestrutura) de material e a geometria do corpo de prova. Portanto, de forma a contornar essas limitações, foram avaliadas experimentalmente a influência dos fatores descritos, obtendo-se equações e técnicas para a calibração do teste especificamente para as condições adotadas neste trabalho.

3.4.2.1. AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DO COMPORTAMENTO ELASTO-PLÁSTICO

Conforme observado na literatura (Ganji & Sasilaka, 2017 e Tarnowski *et. al.*, 2017), a deformação de um material metálico altera os valores de densidade de corrente através de uma seção do material devido à alta densidade de discordâncias na região deformada plasticamente, o que altera as propriedades de resistividade do material naquela região. Em um ensaio de fratura com monitoramento da evolução da trinca pela medição da queda de potencial elétrico, essa influência, se não tratada e corrigida, pode ser erroneamente interpretada como crescimento de trinca. Uma proposta de correção dos valores obtidos e eliminação da influência da deformação plástica estudada nesta pesquisa consiste na usinagem de corpos de prova *blunt notch* (BN) ou entalhe cego. Estes corpos de prova, apresentados na Figura 27, são usinados de maneira que a sua ponta possua elevada abertura, ou seja, muito baixa acuidade. Esses entalhes elevam o campo de deformação plástica e muitas vezes impedem o crescimento da trinca. Com o carregamento, a deformação plástica intensa no ligamento restante (*b*) promove uma queda de potencial sem que haja variação no comprimento da trinca e na área do ligamento restante. Em outras palavras, o valor *b* se altera, porém mantendo $\Delta a = 0$. A aplicação de corrente e medição da queda de potencial nesses corpos de prova possibilita a observação da influência do campo de deformação plástica para cada tamanho de *a*, permitindo assim obter uma equação de calibração para iniciação e pequenos valores de crescimento de trinca. Foram usinados corpos de prova de metal de base com três distintas relações de a_0/W : 0,5, 0,6 e 0,7, identificados como MB-BN05, MB-BN06 e MB-BN07 respectivamente, cujas dimensões são descritas na Tabela 4. Conhecidos os valores de *a*, foi possível medir, para cada tamanho, a variação do potencial elétrico com a deformação plástica.

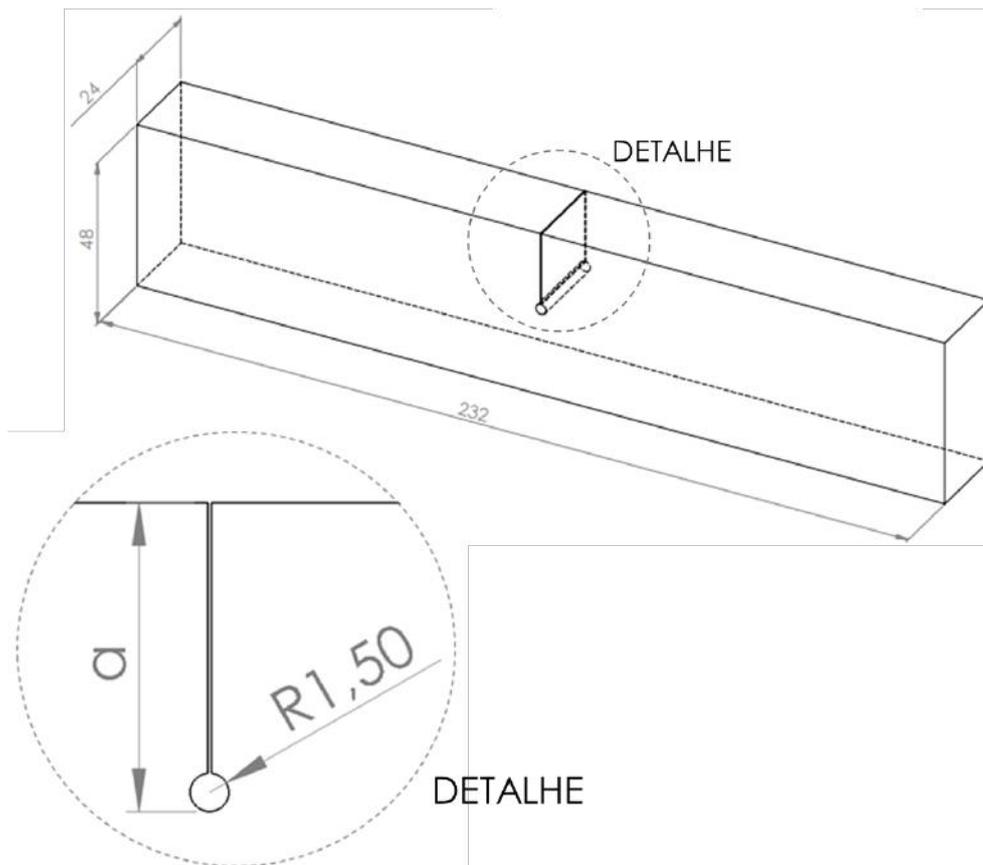


Figura 27. Corpo de prova *blunt notch* para calibração em meio ácido. Dimensões em milímetros.

Tabela 4. Corpos de prova *blunt notch* para calibração da influência da deformação plástica.

Corpo de Prova	Relação a/W	Entalhe (a) [mm]	Ligamento restante (b) [mm]	Área do ligamento restante [mm ²]
MB-BN05	0,5	24	24	576
MB-BN06	0,6	28,8	19,2	460,8
MB-BN07	0,7	33,6	14,4	345,6

3.4.2.2. AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE CORRENTE

Testes preliminares em corpos de prova SE(B), produzidos com aço API 5L X65 (2012), foram realizados utilizando-se 8 ampères (A) de corrente contínua (DC). Os dados foram tratados utilizando-se Equação de Johnsson (Equação 12) para a obtenção dos tamanhos de trinca, porém, os resultados apresentaram ruídos em excesso e

elevada inconsistência, principalmente para a iniciação e valores pequenos da trinca, o que invalidou a construção das curvas de resistência. Dessa maneira, decidiu-se por utilizar corrente de 18 A, de forma a elevar a razão entre sinal e ruído, uma vez que os valores absolutos de potencial medidos seriam maiores, sem haver alteração na variação do potencial. Porém, uma variação na corrente aplicada em uma mesma área acarreta em uma variação na densidade de corrente. Dessa maneira, fez-se necessário estudar a influência da densidade de corrente na medição da queda de potencial para as condições experimentais propostas neste trabalho.

Foi realizado um ensaio de fratura monotônica com um corpo de prova *blunt notch* de metal de solda, com relação $a/W = 0,5$ e mesmas geometrias dos corpos de prova MB-BN05, MB-BN06 e MB-BN07. Durante o ensaio, a corrente contínua aplicada ao corpo de prova foi variada manualmente em dois níveis: 8 A e 18 A. O corpo de prova foi identificado como MS-BN05.

3.4.2.3. COMPARATIVO ENTRE METAL DE BASE E METAL DE SOLDA

Com o objetivo de avaliar a existência de diferenças na queda de potencial medida em função do tipo de material, os registros obtidos após ensaios dos corpos de prova MB-BN05 e MS-BN05, de geometrias idênticas foram comparados. A avaliação do metal de solda é de elevada importância, uma vez que as soldas são susceptíveis à descontinuidades e defeitos que podem influenciar de forma severa a resistência do material (Zerbst *et. al.*, 2014). Este comparativo permitiu determinar se calibrações realizadas em metais de base do tubo API X65 5L podem ser aplicadas para o metal da solda longitudinal.

3.4.2.4. AVALIAÇÃO DE INTERAÇÃO COM O MEIO ÁCIDO

De forma a validar a utilização da metodologia da queda de potencial em meio ácido, foi necessário garantir que a interação do material com o ambiente agressivo, nas configurações adotadas neste estudo, não provocaria fenômenos externos, *e. g.* fuga da corrente elétrica aplicada no corpo de prova pelo eletrólito, levando assim a uma medição equivocada da queda de potencial e, conseqüentemente, do crescimento de trinca.

Foram usinados dois novos corpos de prova de metal de solda idênticos com entalhe cego (*blunt notch*) com razão a/W igual a 0,6, com geometria conforme descrito pela Figura 27 e pela Tabela 4. O corpo de prova MS-BN06-1 foi ensaiado ao ar, enquanto o corpo de prova MS-BN06-2 foi ensaiado em meio agressivo, com 48h de encharcamento e as mesmas configurações experimentais para medição da queda de potencial adotadas em toda a pesquisa.

A utilização de um corpo de prova do tipo BN tanto ao ar, quanto em meio ácido, permite comparar de forma efetiva a passagem de corrente pelo material durante o carregamento sem que haja crescimento de trinca, possibilitando avaliar a influência ou não do meio e, portanto, a existência de interações material-ambiente que resultem a transmissão de corrente por outros meios que não o material em si.

3.4.2.5. PROCEDIMENTO DE CORREÇÃO DOS REGISTROS DE QUEDA DE POTENCIAL

As limitações apresentadas pela técnica de queda de potencial na sua utilização em meios ácidos exigem calibrações específicas e procedimentos de correção. Além do apresentado ao longo da seção 3.4.2, as diversas metodologias de medição do comprimento da trinca em ensaio de fratura apresentam também dificuldades relativas à determinação do correto ponto de início do crescimento da trinca, conceito muito abordado pela literatura e apresentado na seção 2.3. Convencionalmente (Anderson, 1995, Janssen *et al.*, 2004), a iniciação do crescimento estável da trinca é definida como a interseção da curva de resistência (Curva R) com uma linha auxiliar paralela à linha de embotamento, deslocada para a direita em 0,2 mm de Δa , definida como *offset* 0,2 mm, procedimento este adotado pela ASTM E18020 (2017). Portanto, para maior precisão e confiabilidade é necessário garantir que a Curva R seja construída de forma adequada, uma vez que a iniciação da trinca será definida por este resultado.

O procedimento para adequação proposto por este trabalho consistiu primeiramente na aplicação de correções da plasticidade (seção 3.4.2.1), da corrente aplicada e nas avaliações da influência do meio ácido e do tipo de metal. Em relação às correções de tamanhos de trinca para embotamento e iniciação do crescimento estável, foi utilizado o método 2 do anexo H.8 da norma ISO 12135 (2016), descrito na seção 2.3, sendo considerado como ponto de iniciação o registro a partir do qual o valor da variação da queda de potencial passa a ser positivo e crescente. Uma vez determinado

esse ponto, correlacionou-se o valor exato da queda de potencial com a dimensão da trinca por meio da Equação de Johnsson (Equação 12), permitindo assim determinar o par $J-\Delta a$ exato que representa o início do crescimento da trinca, tratado como ponto crítico de transição de regime de crescimento de trinca. Em conformidade com o proposto em todas as metodologias estudadas, os pares $J-\Delta a$ com crescimento de trinca menores que o apresentado pelo ponto crítico foram considerados como pares referentes ao embotamento da trinca, sendo então os valores de Δa ajustados para a linha de embotamento. Os pares $J-\Delta a$ restantes foram submetidos a uma correção dos valores através de uma interpolação linear em função dos comprimentos de trinca inicial e final medidos fisicamente de acordo com a norma BS 7447 (2005). Para isso, o valor do comprimento de trinca no ponto crítico encontrado e no último par $J-\Delta a$ obtido foram corrigidos, respectivamente, para os valores exatos de comprimento inicial e final medidos fisicamente. Uma vez garantida a correspondência dos valores calculados com os valores físicos, os novos valores de Δa obtidos são utilizados para correção da Integral J. As diferenças existentes entre os pares intermediários são corrigidas linearmente, mantendo assim o perfil do comportamento do crescimento da trinca ajustado para os valores físicos medidos.

3.5. METODOLOGIA DE CONSTRUÇÃO DAS CURVAS DE RESISTÊNCIA

3.5.1. CÁLCULO DA INTEGRAL J

Estimada a evolução da trinca, o cálculo de J , dos pares $J-\Delta a$ e a construção das curvas de resistência $J-R$ seguiu o procedimento adotado pela ASTM E1820 (2017) para corpos de prova SE(B). A integral J em cada ponto foi calculada de acordo com a Equação 18:

$$J_i = \frac{K_i^2(1 - \nu^2)}{E} + J_{pli} \quad \text{Equação 18}$$

sendo o primeiro termo referente à componente elástica de J , onde ν corresponde ao módulo de Poisson, cujo valor adotado para os aços é de 0,33. O fator de intensidade de tensões para cada ponto (K_i) foi calculado pela Equação 19.

$$K_i = \left[\frac{P_i S}{(BB_n)^{1/2} W^{3/2}} \right] f(a_i/W) \quad \text{Equação 19}$$

onde P_i corresponde à carga em cada ponto de cálculo, a_i corresponde ao tamanho da trinca em cada ponto. O fator de forma $f(a_i/W)$ foi calculado conforme a Equação 20:

$$f\left(\frac{a_i}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_i}{W}\right)^{1/2} \left[1,99 - \left(\frac{a_i}{W}\right) \left(1 - \frac{a_i}{W}\right) \left(2,15 - 3,93 \left(\frac{a_i}{W}\right) + 2,70 \left(\frac{a_i}{W}\right)^2 \right) \right]}{2 \left(1 + 2 \frac{a_i}{W} \right) \left(1 - \frac{a_i}{W} \right)^{3/2}} \quad \text{Equação 20}$$

O segundo termo da Equação 18, J_{pli} , consiste na componente plástica de J , calculada pela Equação 21:

$$J_{pli} = \left[J_{pl(i-1)} + \left(\frac{\eta_{pl(i-1)}}{b_{i-1}} \right) \left(\frac{A_{pli} - A_{pl(i-1)}}{B_n} \right) \right] \times \left[1 - \gamma_{pl(i-1)} \left(\frac{a_i - a_{i-1}}{b_{i-1}} \right) \right] \quad \text{Equação 21}$$

onde A_{pl} corresponde à área abaixo da curva carga-deslocamento, b é o ligamento restante ($W - a_i$) e η e γ são constantes cujos valores são cedidos pela norma. Calculado $J_{(i)}$ e, conhecidos os valores de Δa para cada instante de tempo i , foi possível plotar os pares $J-\Delta a$, que permitem a construção das curvas de resistência.

3.5.2. CONSTRUÇÃO DA CURVA DE RESISTÊNCIA

A partir dos registros $J-\Delta a$, a finalização da curva de resistência $J-R$ se dá com a construção das linhas de exclusão. Inicialmente, plota-se a linha de embotamento, uma reta cuja função obedece à Equação 22:

$$J = 2\sigma_y\Delta a \quad \text{Equação 22}$$

onde

$$\sigma_y = \frac{\sigma_{LE} + \sigma_R}{2} \quad \text{Equação 23}$$

sendo σ_{LE} a tensão limite de escoamento do material, σ_R a tensão de ruptura em ensaio de tração.

A linha de embotamento é utilizada como parâmetro para obtenção das linhas de exclusão. Plotam-se então duas retas de mesma inclinação da linha de embotamento, uma a $\Delta a = 0,15$ mm e outra a $\Delta a = 1,50$ mm. Os pares $J-\Delta a$ cujos valores se encontram entre as duas linhas de exclusão são considerados válidos para a construção da curva de resistência, ou Curva R , a partir de um ajuste linear da forma da Equação 24, conforme demonstra a Figura 7.

$$J = C_1(\Delta a)^{C_2} \quad \text{Equação 24}$$

onde C_1 e C_2 são constantes experimentais. De acordo com a norma ASTM E1820 (2017), a Curva R avaliada é válida se C_2 for menor que a unidade.

A dificuldade na determinação do ponto exato de início do crescimento estável de trinca (abordada na seção 3.4.2.5) é contornada neste procedimento com a adoção do critério do cruzamento da Curva R com uma reta construída a partir do deslocamento da linha de embotamento a $\Delta a = 0,20$ mm. Neste ponto, determina-se o valor J_Q

candidato a valor de tenacidade à fratura do material. O valor obtido é válido – ou seja, $J_Q = J_{IC}$ – se atende a critérios estabelecidos pela norma, descritos pela Equação 25 e a Equação 28:

$$B > 10 \frac{J_Q}{\sigma_y} \quad \text{Equação 25}$$

$$b_o > 10 \frac{J_Q}{\sigma_y} \quad \text{Equação 26}$$

que estabelecem que a espessura (B) e o ligamento inicial (b_o) do corpo de prova devem ser 10 vezes maiores que a razão entre o valor candidato de tenacidade à fratura e σ_y (Equação 23).

3.6. VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA

Para validar a metodologia proposta nesse trabalho, incluindo todos os ajustes e calibrações aplicados, um corpo de prova de fratura foi submetido à ensaio ao ar utilizando-se a metodologia de descargas parciais (*elastic unloading compliance* ou *EUC*) (vide seção 2.4.1) concomitantemente com a medição da evolução do crescimento da trinca por queda de potencial, possibilitando a construção de duas curvas de resistência, uma para cada técnica, permitindo comparar a evolução do comprimento de uma mesma trinca medido e calculado por duas técnicas distintas, tendo o método descargas parciais como uma referência. Ainda, de forma a aprofundar a análise e elevar o índice de confiabilidade da metodologia proposta, os registros de P-LLD foram tratados através de análise por normalização (vide seção 2.4.2). O corpo de prova utilizado segue geometrias descritas na seção 3.3.

Para este teste, foi utilizado um *clip-gauge* para medição da abertura da boca do entalhe (*crack mouth opening displacement* ou *CMOD*). Os cálculos da *compliance* elástica e procedimentos experimentais atenderam ao anexo A1 norma da ASTM E1820 (2017) para a metodologia da flexibilidade elástica. Para a normalização, os cálculos seguiram o procedimento descrito no anexo A15 da mesma norma. A fonte de corrente contínua foi ajustada para 8 A de corrente.

3.7. MATRIZ DE TESTES E CORPOS DE PROVA

A Tabela 5 apresenta a matriz que sintetiza todos os corpos de prova usinados e os testes correspondentes realizados neste trabalho.

Tabela 5. Matriz de corpos de prova e ensaios realizados.

Corpo de Prova	Relação a/W	Tipo de Metal	Influência da plasticidade (3.4.2.1)	Influência da Corrente (3.4.2.2)	Metal de Base versus Metal de Solda (3.4.2.3)	Influência do meio ácido (3.4.2.4)	Validação da metodologia proposta (3.6)	Construção das curvas de resistência
MB-BN05	0,5	Base	■		■			
MB-BN06	0,6	Base	■					
MB-BN07	0,7	Base	■					
MS-BN05	0,5	Solda		■	■			
MS-BN06-1	0,6	Solda				■		
MS-BN06-2	0,6	Solda				■		
MS-EUC	0,5	Solda					■	
MS01	0,5	Solda						■
MS02	0,5	Solda						■

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. INFLUÊNCIA DO COMPORTAMENTO ELASTO-PLÁSTICO

Os três corpos de prova SE(B) *blunt notch* descritos na Tabela 4 foram submetidos a ensaio de fratura por flexão a três pontos para a avaliação da influência da deformação plástica e da mudança na geometria do ligamento remanescente nos valores de potencial elétrico medidos. A Figura 28 apresenta o corpo de prova em máquina configurado para o ensaio. Observa-se feixe luminoso para auxílio no alinhamento do corpo de prova. Foi aplicado *teflon* nos roletes para isolamento elétrico do corpo de prova.

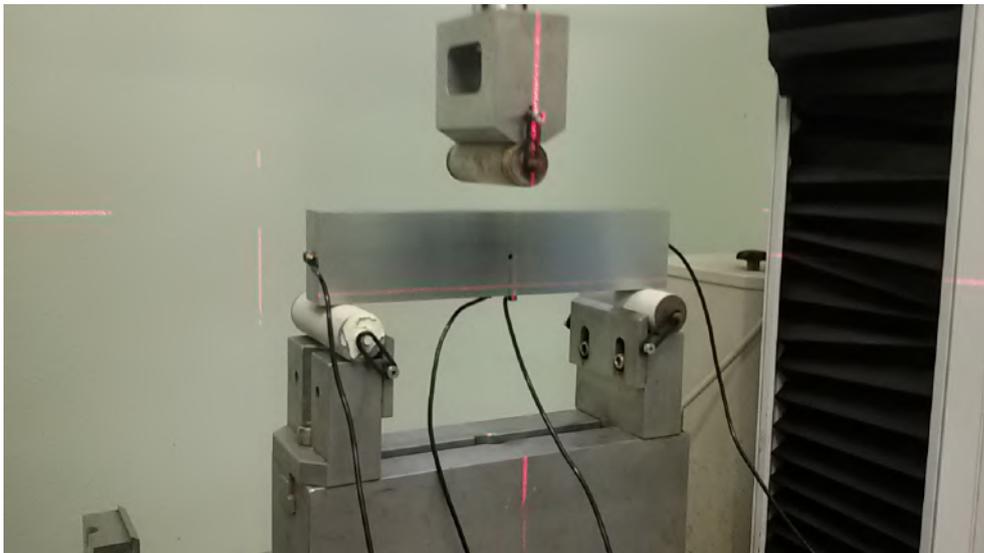


Figura 28. Corpo de prova BN05 em preparação para ensaio.

A Figura 29 apresenta os registros de carga vs. deslocamento da linha de carga (LLD) para os três ensaios realizados. Observa-se que, naturalmente, o corpo de prova BN05 de menor entalhe, ou seja, maior ligamento restante, apresentou maiores níveis de carregamento e menores níveis de deformação elástica. O instante de tempo onde ocorre a transição entre o regime de deformação elástica e o regime de deformação

elasto-plástica foi estabelecido utilizando-se como critério a definição da norma ASTM E399 (2017), que estabelece o ponto de cruzamento entre uma reta com 95% da inclinação da reta obtida durante a deformação elástica e o registro P vs. LLD, conforme apresentado na Figura 30. Esta é uma definição convencional, cujo desvio da linearidade indica o início do regime elasto-plástico. O sincronismo entre os registros de carga e deslocamento com os registros de queda de potencial (DCPD) é obtido pelos instantes de tempo, dessa forma, foram registrados os instantes de tempo em que ocorre a transição conforme o procedimento estabelecido. Para o corpo de prova MS-BN05, aos 188 s de ensaio; para o corpo de prova MS-BN06, 146 s e; para o corpo de prova MS-BN07, 115 s.

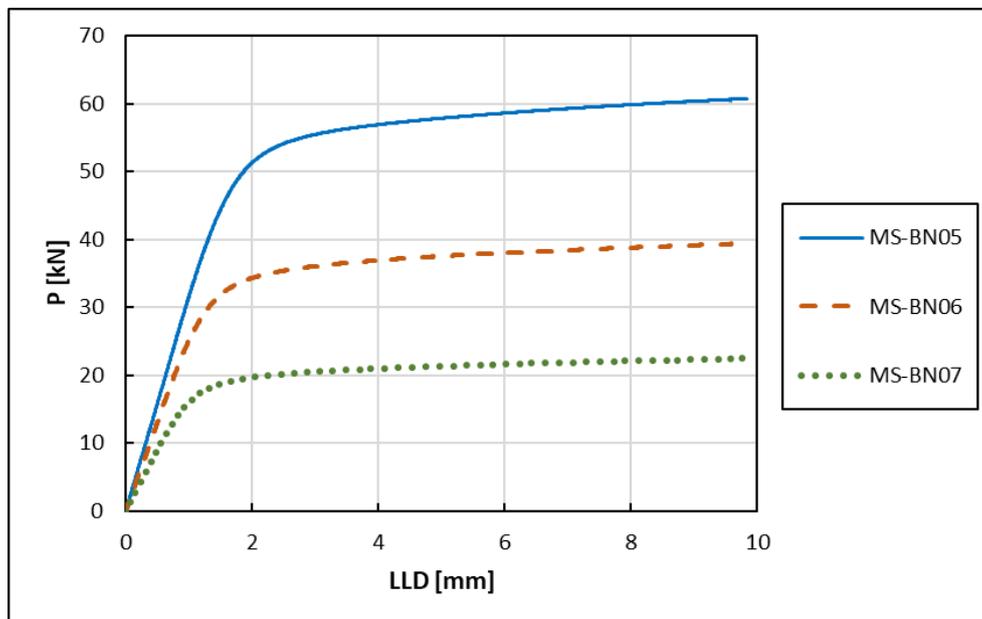


Figura 29. Variação da carga em função do deslocamento da linha de carga para os três corpos de prova BN.

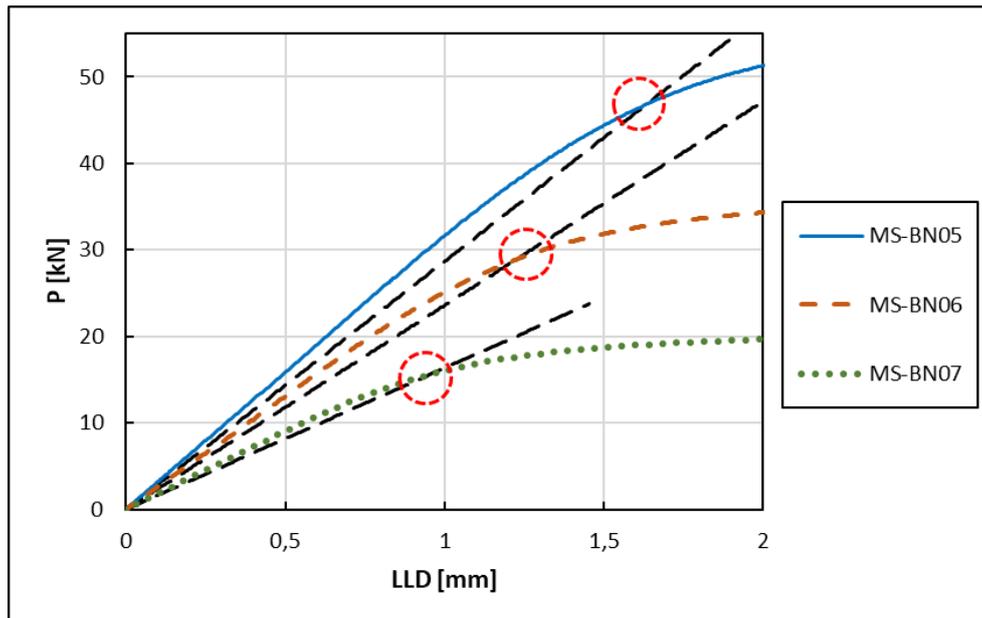


Figura 30. Detalhamento do critério de classificação do instante de transição entre regime de deformação elástica para deformação plástica dos corpos de prova *blunt notch*.

A Figura 31 apresenta os registros de variação de potencial (DCPD) vs. tempo de cada corpo de prova. Como os registros de carga, LLD e DCPD são parametrizados pelo tempo, é possível, a partir dos registros apresentados na Figura 30, determinar o instante de tempo nos registros DCPD vs. tempo, da transição entre o regime de deformação elástica e o regime de deformação elasto-plástica, representados por uma linha tracejada. Observam-se comportamentos similares, especialmente na queda de potencial, com diferenças no valor absolutos do potencial elétrico em função da área do ligamento restante, em conformidade com a primeira e segunda leis de Ohm, apresentadas na Equação 27 e a Equação 28. A primeira Lei relaciona de forma direta o potencial elétrico (ou a queda de potencial) com a resistência elétrica (R). Já a segunda Lei relaciona de forma inversamente proporcional a resistência elétrica com a área de passagem de corrente (ou seja, o ligamento restante).

$$DCPD = R \cdot i$$

Equação 27

onde i representa a corrente elétrica e R é representado por:

$$R \propto \rho \frac{1}{(W - a)B}$$

Equação 28

sendo ρ a resistividade elétrica do material, W a largura, B a espessura e a o ligamento restante. O corpo de prova MB-BN05 possui maior área de ligamento, logo menor é a densidade de corrente e, portanto, menor o potencial elétrico. De forma oposta, o corpo de prova MB-BN07 apresentará maior densidade de corrente, logo, maiores valores de potencial elétrico. Sendo assim, para o corpo de prova MB-BN05, o instante da transição foi determinado como após 188 s do início do teste. Para o corpo de prova MB-BN06, aos 146 s e, finalmente, para o MB-BN07, aos 115 s. Uma análise mais profunda permite observar claramente a mudança no comportamento do registro após os instantes de tempo determinados, conforme demonstra a Figura 32. Nela, é possível evidenciar a mudança de inclinação após o início do regime elasto-plástico, sendo próxima de zero durante o regime elástico, o que indica que a deformação elástica tem pouca influência na variação de potencial elétrico, enquanto a deformação plástica tem influência considerável.

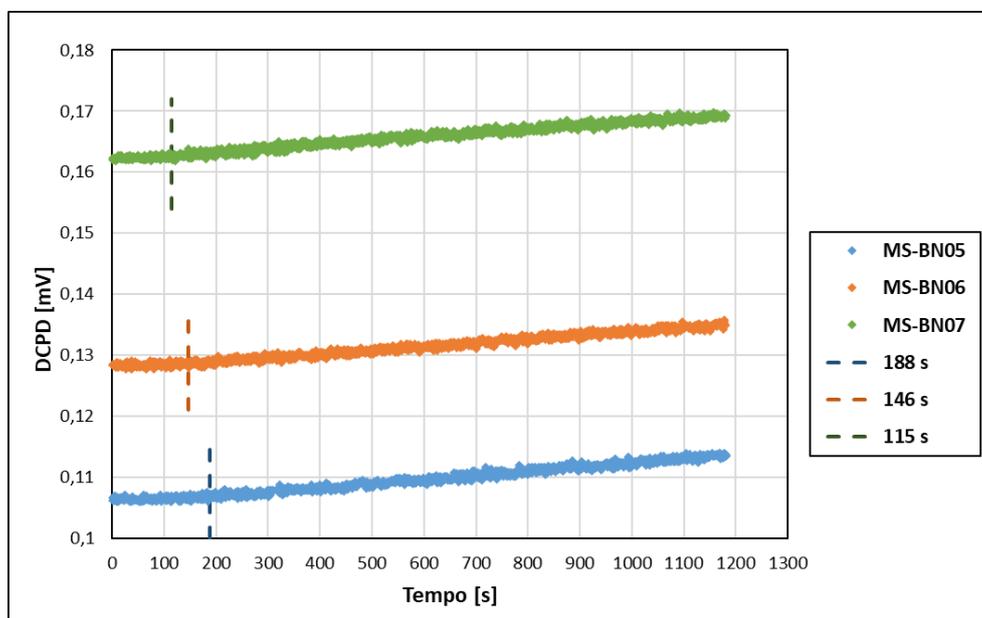
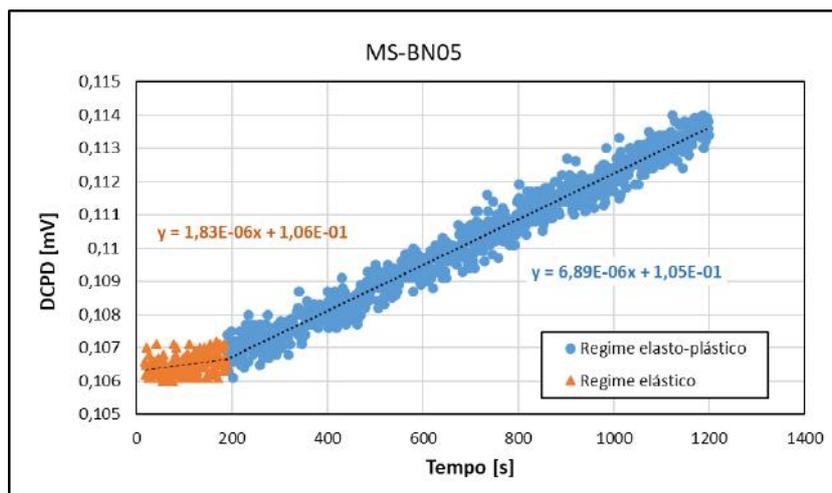
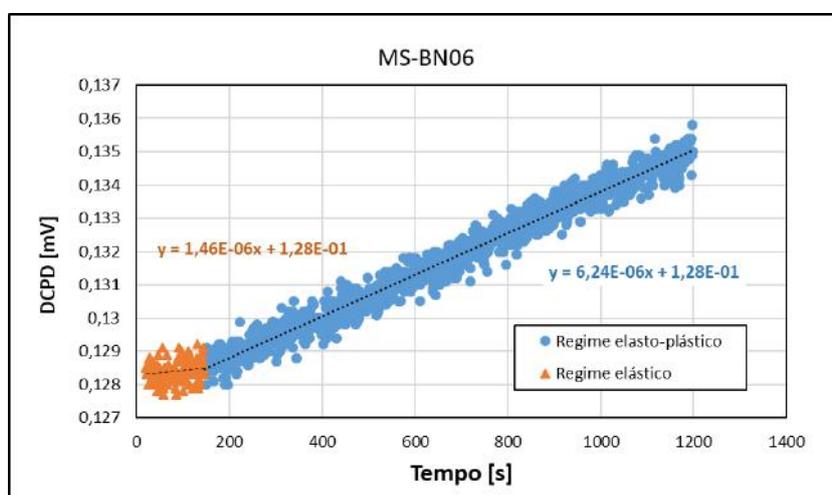


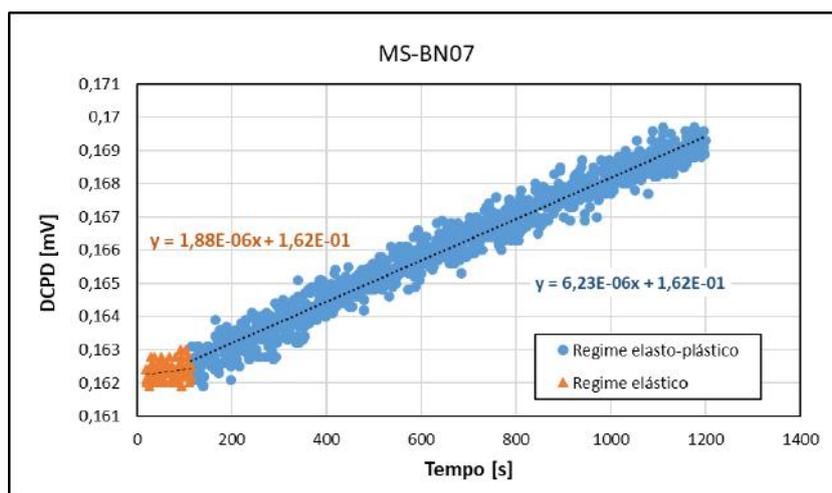
Figura 31. Variação do potencial elétrico em função do tempo para corpos de prova *blunt notch* com diferentes comprimentos de entalhe, destacando o instante identificado como transição de regime elástico para elasto-plástico.



(a)



(b)



(c)

Figura 32. Avaliação da inclinação dos registros de queda de potencial nos dois regimes de deformação.

A Figura 33 apresenta o corpo de prova MB-BN05 após ser submetido ao ensaio por flexão a 3 pontos. Pode-se observar uma intensa deformação plástica no entalhe cego usinado. Análises mais aprofundadas em microscópios e projetor de perfis indicaram não haver trincas na região do embotamento do entalhe. De forma a garantir que a queda de potencial observada não esteja associada a mudanças na área do ligamento, os ligamentos remanescentes dos corpos de prova MB-BN05 e MB-BN07 foram cortados por eletroerosão no plano do entalhe. A Figura 34 apresenta fotografias macro da seção transversal dos ligamentos remanescente dos corpos de prova após os testes. As imagens permitem observar com clareza que não houve nucleação e crescimento de trinca durante o carregamento dos corpos de prova.

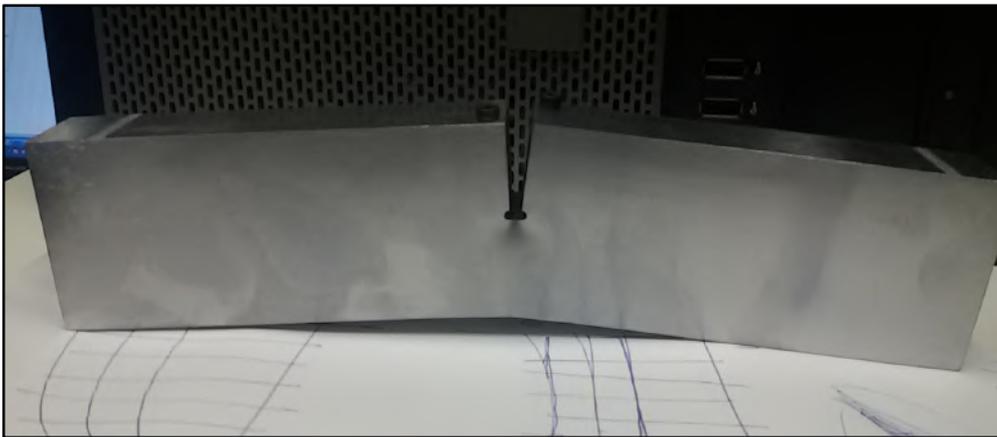


Figura 33. Corpo de prova BN05 após ensaio por flexão a 3 pontos, sendo possível observar intensa deformação plástica. Não se observa crescimento de trinca evidente

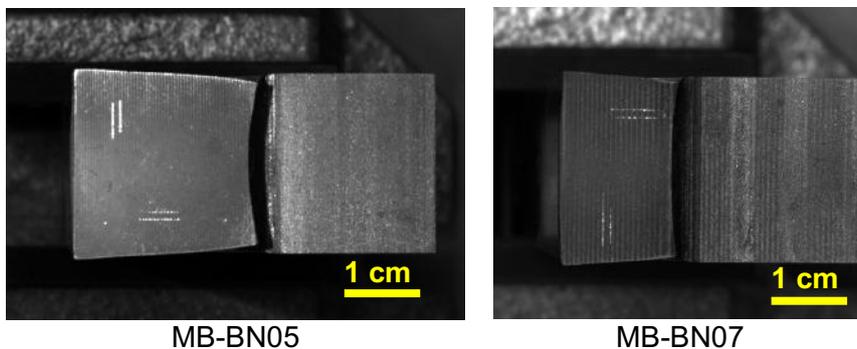


Figura 34. Fotografias macro da superfície dos corpos de prova *blunt notch* no eixo de deformação, após carregamento.

Adicionalmente, uma análise das imagens dos ligamentos remanescente e um cálculo da área final dos mesmos através do *software ImagePro®* foi realizada. Utilizando-se um calibrador traçador de altura, foram marcadas duas retas distas exatamente 1mm uma da outra para medição de referência. As áreas de interesse foram destacadas, conforme demonstra a Figura 35. A Tabela 6 apresenta os resultados obtidos. Observa-se que não houve variação significativa de área, sendo possível concluir que toda a queda de potencial elétrico medido durante os ensaios por flexão a três pontos dos corpos de prova *blunt notch* está relacionada exclusivamente à influência da deformação plástica. Tal fenômeno é ainda mais evidente observando-se a variação da queda de potencial em função da variação de área calculada.

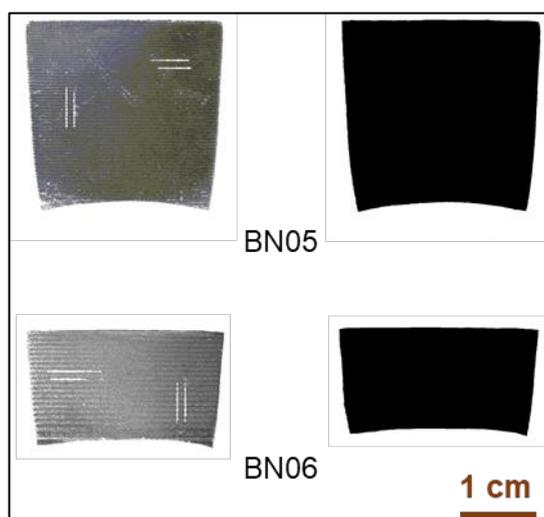


Figura 35. Cálculo da área do ligamento restante dos corpos de prova *blunt notch* após carregamento e deformação plástica através do *software ImagePro®*.

Tabela 6. Área dos ligamentos restantes após carregamento e comparativo com área teórica de desenho.

Corpo de Prova	Área do ligamento pré-carregamento [mm ²]	Área do ligamento pós-carregamento [mm ²]	Diferença [%]	Variação da Queda de Potencial Elétrico [%]
MB-BN05	576,0	572,0	-0,70	+7,54
MB-BN07	345,6	346,2	+0,17	+5,23

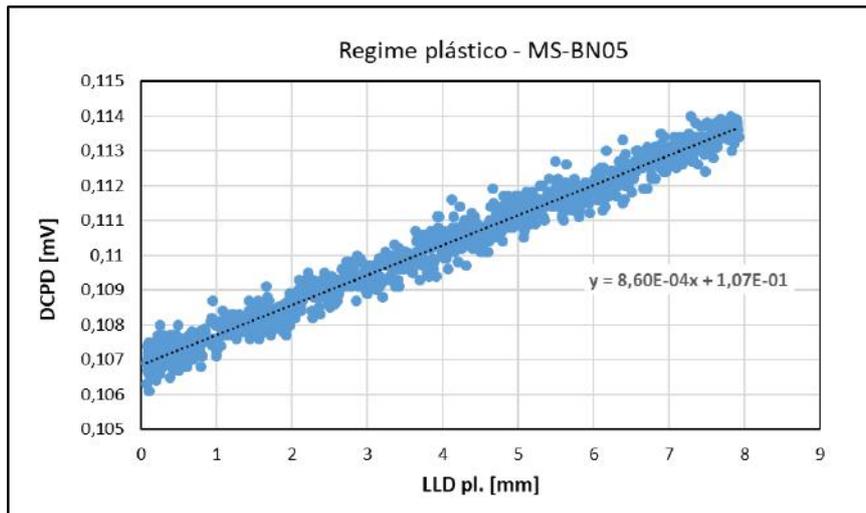
Sendo assim, os registros de DCPD foram plotados em função do deslocamento em regime de deformação plástica (componente plástica do deslocamento da linha de carga ou LLD_{pl}), de forma a avaliar a possibilidade de obtenção de um parâmetro de correção. Os registros são apresentados na Figura 36.

Observa-se, naturalmente, um comportamento similar dos corpos de prova, conforme esperado, uma vez que o comportamento em função do tempo apresentou tais características. As inclinações dos registros DCPD vs. LLD_{pl} para os três corpos de prova são apresentadas na Tabela 7. Foi obtida a média dos valores. O desvio padrão médio não ultrapassou 5% do valor médio calculado, portanto, em termos práticos, pode-se concluir que há um comportamento linear da influência da deformação plástica em função do comprimento do ligamento restante, ou seja, a medida que a trinca cresce, a deformação plástica presente no ligamento restante pode ser corrigida parametrizando-se os registros dos ensaios de fratura com a inclinação média obtida através da calibração com corpos de prova *blunt notch* realizada. O resultado obtido, tratado neste trabalho como Fator de Correção de Plasticidade (FCP), apresentado na Equação 29, foi utilizado como parâmetro de correção para todos os ensaios de fratura com monitoramento de crescimento de trinca por queda de potencial, onde cada registro de LLD_{pl} é multiplicado pelo FCP (Equação 30), sendo este valor subtraído do valor original de DCPD (Equação 31), obtendo-se assim um valor DCPD* corrigido.

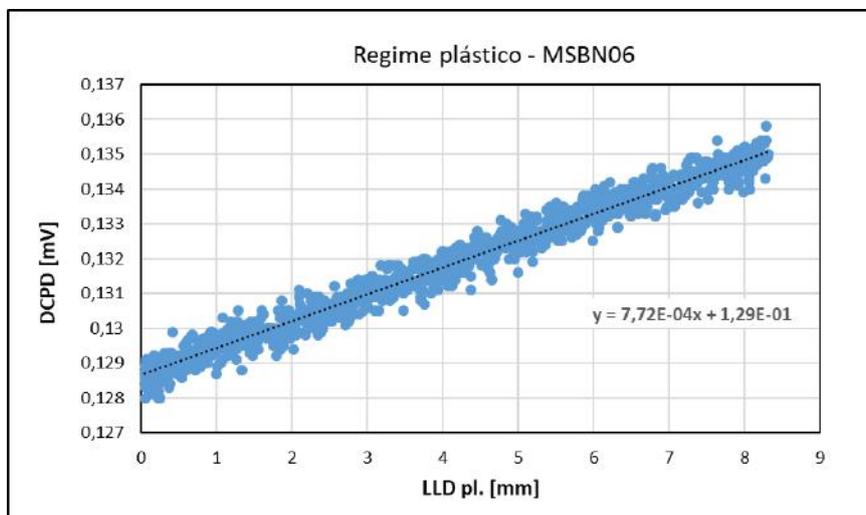
$$FCP = \frac{\Delta DCPD}{\Delta LLD_{pl}} \quad \text{Equação 29}$$

$$\alpha_{(i)} = LLD_{pl(i)} \cdot FCP \quad \text{Equação 30}$$

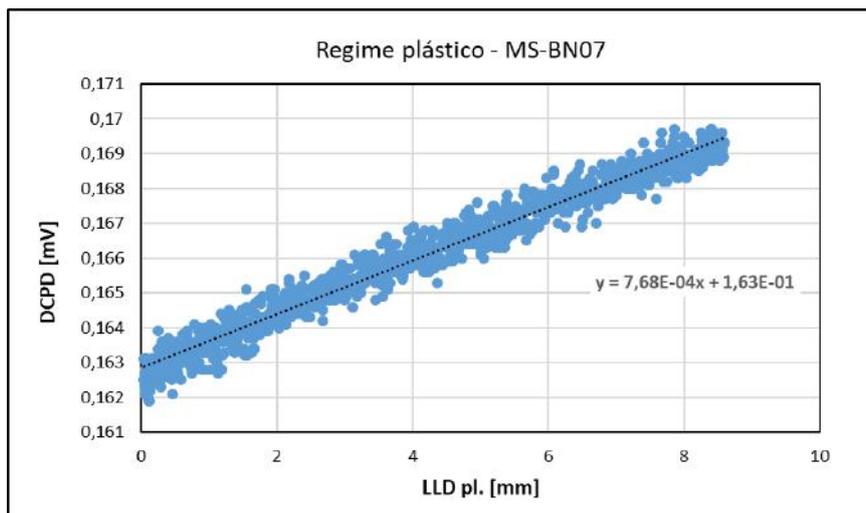
$$DCPD_{(i)}^* = DCPD_{(i)} - \alpha_{(i)} \quad \text{Equação 31}$$



(a)



(b)



(c)

Figura 36. Avaliação da variação do potencial elétrico em função da deformação plástica para CP's *blunt notch* com diferentes comprimentos de entalhe.

Tabela 7. Valores obtidos de variação da queda de potencial com LLD plástico, através da inclinação das retas dos registros dos testes.

Corpo de prova	Inclinação [mV/mm]
MB-BN05	$8,60 \times 10^{-4}$
MB-BN06	$7,72 \times 10^{-4}$
MB-BN07	$7,68 \times 10^{-4}$
Média \pm desvio padrão	$8,00 \times 10^{-4} \pm 3,98 \times 10^{-5}$

4.2. INFLUÊNCIA DA DENSIDADE DE CORRENTE

A Figura 37 apresenta o registro de carga *versus* deslocamento obtido no ensaio do corpo de prova MS-BN05. O ponto de transição entre os regimes elástico e elasto-plástico seguiu o critério do ponto de interseção entre o registro e uma reta com 95% da inclinação da parte linear referente ao regime elástico, conforme o descrito na seção 4.1. O tempo de ensaio apontado como o instante da transição foi de 192 segundos, muito próximo dos 188 segundos encontrado para o corpo de prova MB-BN05, de mesma geometria, porém de metal de base. A Figura 38 apresenta o resultado do experimento. Os pontos destacados em cinza, no início do teste, foram desconsiderados da análise de forma a eliminar instabilidades devido às acomodações mecânicas do aparato experimental e do corpo de prova e, ainda, pontos referentes ao regime elástico, possibilitando avaliar somente a região de regime de deformação plástica.

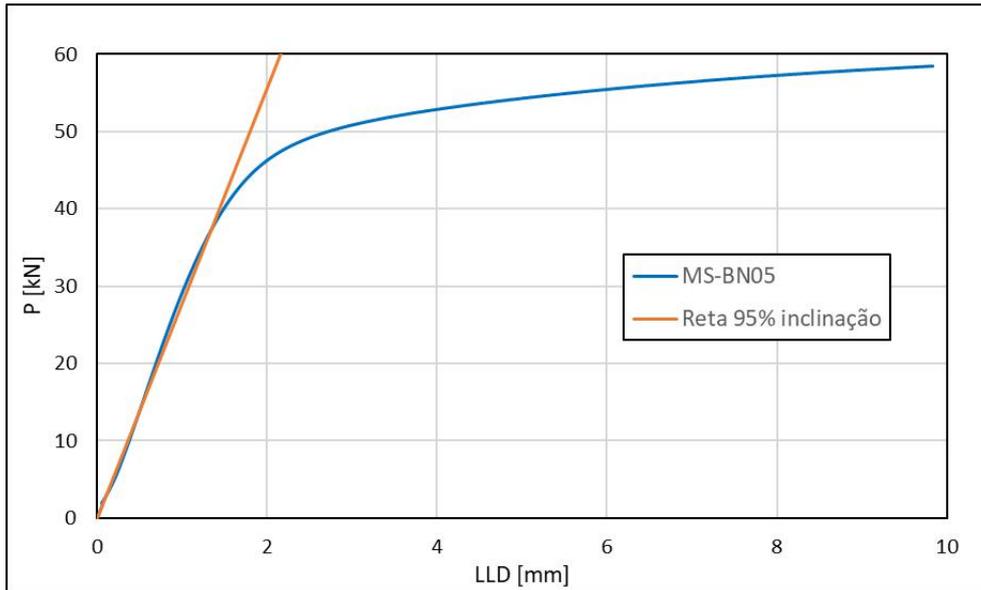


Figura 37. Registro carga *versus* deslocamento do corpo de prova BN a/W 0,5 durante ensaio de variação de corrente aplicada.

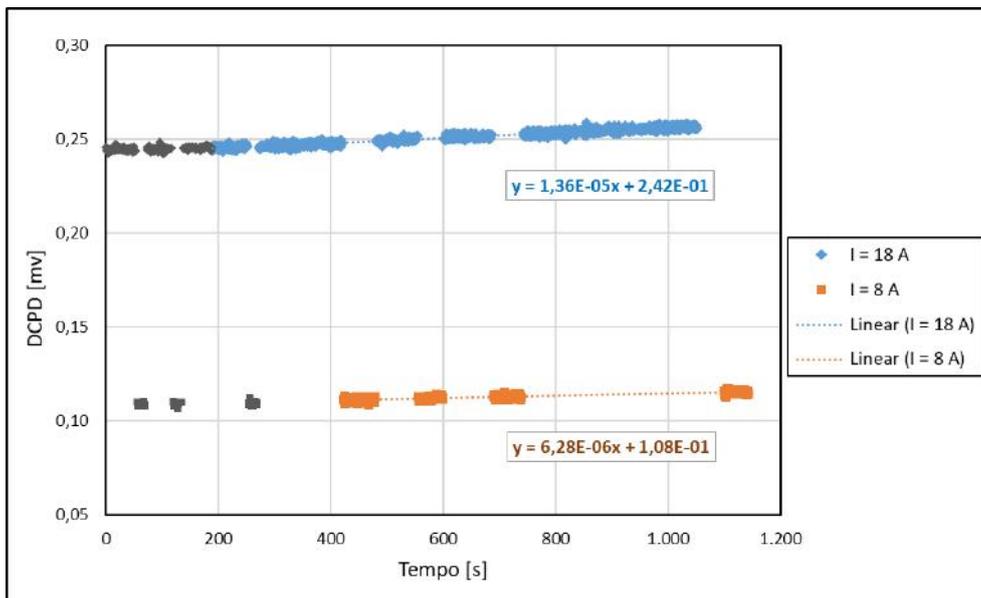


Figura 38. Registro de queda de potencial *versus* tempo com variação de corrente aplicada em tempo real durante o ensaio.

Observou-se que a inclinação do registro variou de forma proporcional à razão entre as correntes, conforme detalha a Tabela 8 abaixo, com uma diferença inferior a 2%, provavelmente em função do ruído no sinal. Concluiu-se, portanto, que o FCP

obtido no capítulo 4.1 varia linearmente com a corrente aplicada. Dessa forma, foi determinada a utilização de valores de corrente mais elevados, cujos registros apresentam menores níveis de ruído, sendo necessário apenas a utilização do FCP para a corrente de 18 A.

Tabela 8. Análise da diferença de inclinação encontrada após variação da corrente aplicada.

Corrente aplicada	Inclinação [mV/s]
18 A	$1,36 \times 10^{-5}$
8 A	$6,28 \times 10^{-6}$
Razão: 2,25	Razão: 2,21
Diferença observada: 1,63%	

4.3. COMPARATIVO ENTRE METAL DE BASE E METAL DE SOLDA

A Figura 39 apresenta o resultado do comparativo entre os valores de queda de potencial *versus* tempo para a região de regime de deformação plástica dos corpos de prova MB-BN05 e MS-BN05. Observa-se que há uma correspondência entre as inclinações e coeficientes lineares dos registros, apresentando uma diferença de 5% e 3% respectivamente. É possível determinar então que a queda de potencial observada pelos corpos de prova de metal de solda e metal de base de mesmas geometrias apresentam resultados praticamente idênticos. Assim sendo, conclui-se que não há diferença significativa na dependência da queda de potencial com a componente plástica do deslocamento de linha de carga (LLD_{pl}) aplicados, ou seja, o FCP obtido para a geometria do corpo de prova e condições experimentais adotadas não é influenciado pelo tipo de metal ensaiado nem pela microestrutura presente.

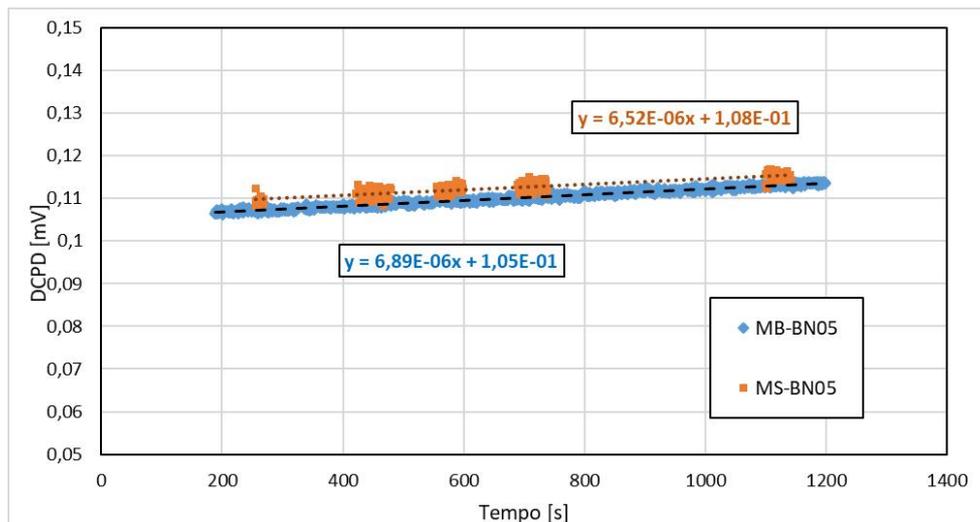


Figura 39. Comparativo entre dois corpos de prova *blunt notch* de mesma relação a/W , um obtido de metal de base, outro de metal de solda.

4.4. AVALIAÇÃO DE INTERAÇÃO COM O MEIO ÁCIDO

A Figura 40 apresenta os registros das curvas carga *versus* deslocamento dos corpos de prova MS-BN06-1 e MS-BN06-2, ensaiados ao ar e no meio ácido, respectivamente. Observa-se, como esperado, um comportamento similar durante o regime elástico, com as duas curvas apresentando níveis muito similares de módulo de elasticidade e tensão limite de escoamento. A diferença evidente está na ductilidade do material, conforme descrito na literatura (Dong *et. al.*, 2009, Ballesteros *et. al.*, 2010), tendo o corpo de prova MS-BN06-2 apresentado um grau elevado de fragilização. Os pontos últimos nos registros correspondem à interrupção dos ensaios. A Figura 41 apresenta um comparativo dos registros obtidos em dois ensaios com corpos de prova de entalhe cego realizados ao ar e em meio ácido. Podemos observar que, a partir de aproximadamente 1,5 mm de deslocamento da linha de carga (LLD), os dois registros apresentam elevada similaridade. Após esse instante, o corpo de prova exposto ao meio ácido começou a apresentar crescimento de trinca, mesmo com um entalhe cego usinado, conforme demonstra a Figura 42, provavelmente devido à reação entre o material e o meio, indicando a existência de um fenômeno de crescimento subcrítico de trincas (Finamore, 2018), e justificando a fragilização observada no registro carga *versus* deslocamento. No entanto, realizando-se um ajuste linear do registro do ensaio ao ar e do registro do ensaio em meio ácido antes do crescimento de trinca observado (LLD <

1,5 mm), demonstrados também na Figura 41, é possível concluir que não há fuga de corrente nas condições e configurações adotadas nesta pesquisa. As equações dos ajustes lineares, são praticamente idênticas, havendo pequenas diferenças devido somente à ruídos dos ensaios.

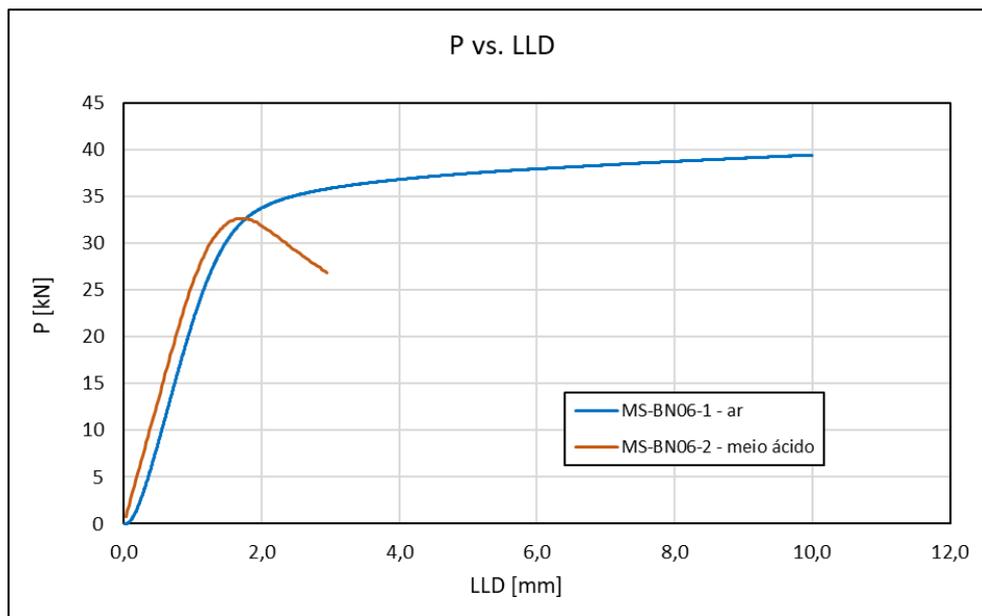


Figura 40. Registros carga-deslocamento dos corpos de prova de entalhe cego ensaiados ao ar e no meio ácido.

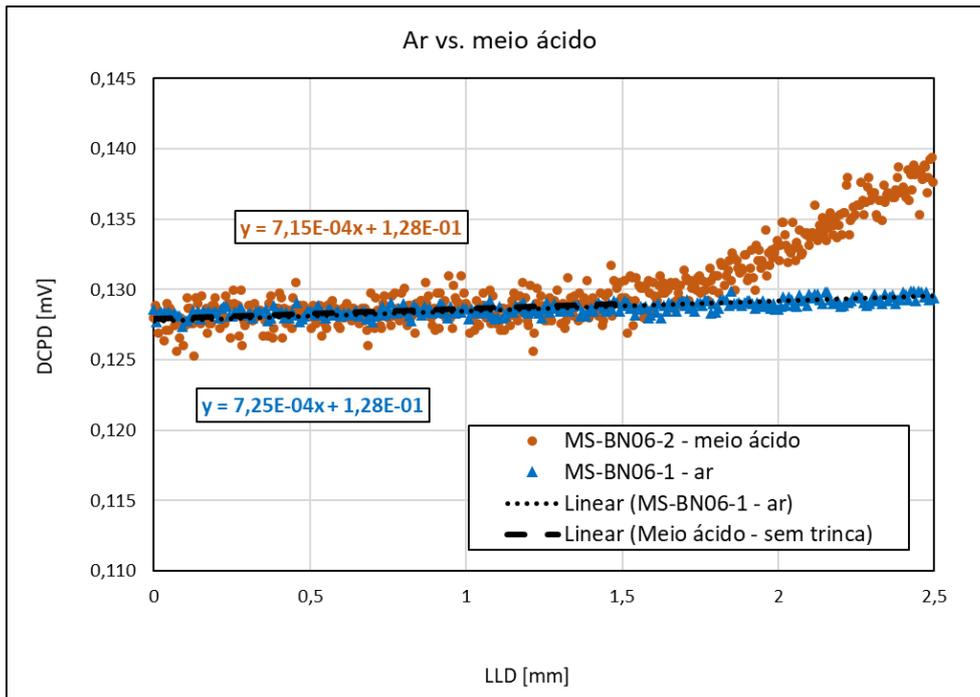


Figura 41. Comparativo de registro de ensaio com corpos de prova *blunt notch* a/W 0,6 ao ar e em meio ácido.

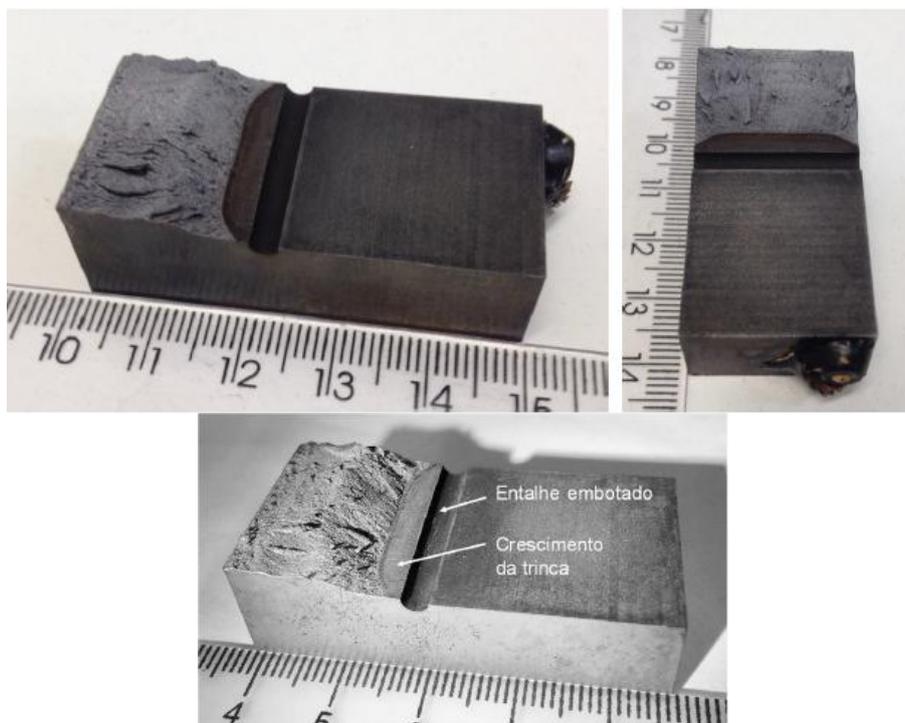


Figura 42. Superfície de fratura do CP blunt notch a/W 0,6 exposto ao meio ácido. Observa-se o entalhe cego e o crescimento da trinca.

4.5. VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA EM TESTES AO AR

De forma a validar as calibrações e correções propostas, o corpo de proa MS-EUC de metal de solda foi ensaiado pela metodologia de descargas parciais (*elastic unloading compliance* ou EUC) ao mesmo tempo em que a evolução da trinca era medida por queda de potencial. Os dados de carga e deslocamento foram ainda analisados pela técnica de normalização. A Figura 43 apresenta o registro de carga vs. CMOD obtido. Identificam-se claramente as sequencias de 25 descargas parciais, necessárias para a avaliação do comprimento de trinca ao longo do teste pelo método da flexibilidade elástica.

A Figura 44 apresenta o registro de queda de potencial elétrico por corrente contínua (DCPD) *versus* o tempo, já aplicado o parâmetro de correção da deformação plástica definido na seção 4.1, eliminando assim a influência da deformação plástica nos valores obtidos. A partir da Equação de Johnson (Equação 12), foi calculado então o comprimento de trinca para cada instante de tempo. O resultado é apresentado na Figura 45. Este registro, refletindo o apresentado nos dados de queda de potencial elétrico, apresenta, nos primeiros minutos, um aparente recuo da trinca. Esta instabilidade ocorre provavelmente devido a acomodações mecânicas do equipamento e do corpo de prova durante início do carregamento, portanto, para efeitos práticos, devemos desconsiderar para o cálculo de tamanho de trinca a região referente às instabilidades mecânicas. A partir da Figura 44, podemos observar que, após 1,5 minutos de ensaio, os registros de queda de potencial se estabilizam, dessa forma, esse ponto foi considerado como ponto inicial, onde o valor de trinca obtido pela Equação de Johnson é igual ao valor medido fisicamente.

Baseando-se na técnica apresentada por Chen *et. al.* (2015), de forma a contornar possíveis distorções nos resultados por efeitos de ruído, foi utilizado um filtro polinomial para suavização do registro de tamanho de trinca *versus* tempo do tipo Savitzky-Golay, com polinômio de segunda ordem e janela de 195 pontos. O resultado é apresentado na Figura 45.

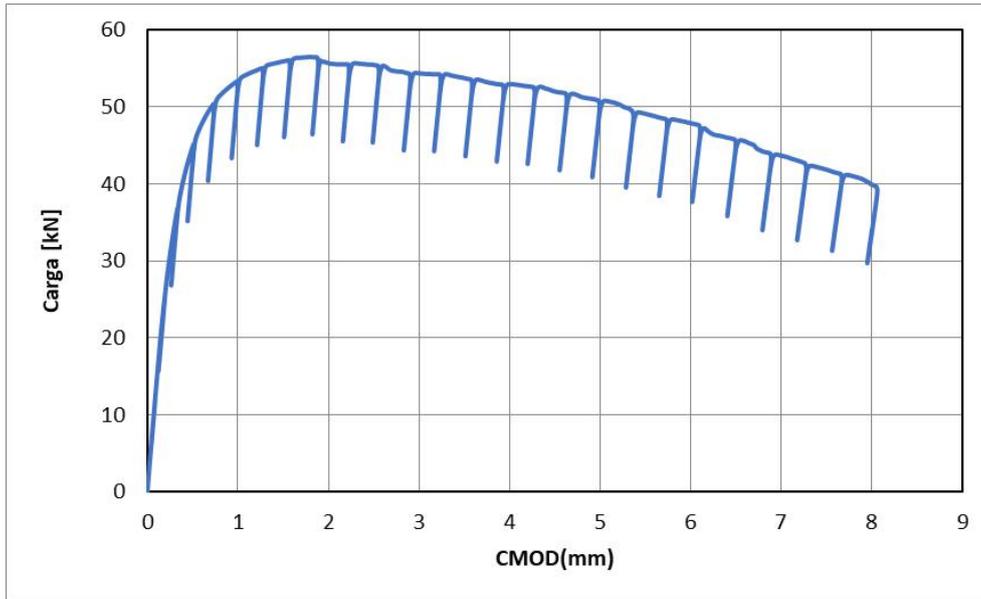


Figura 43. Registro de Carga-LLD de CP de metal de solda durante teste de validação da metodologia de queda de potencial.

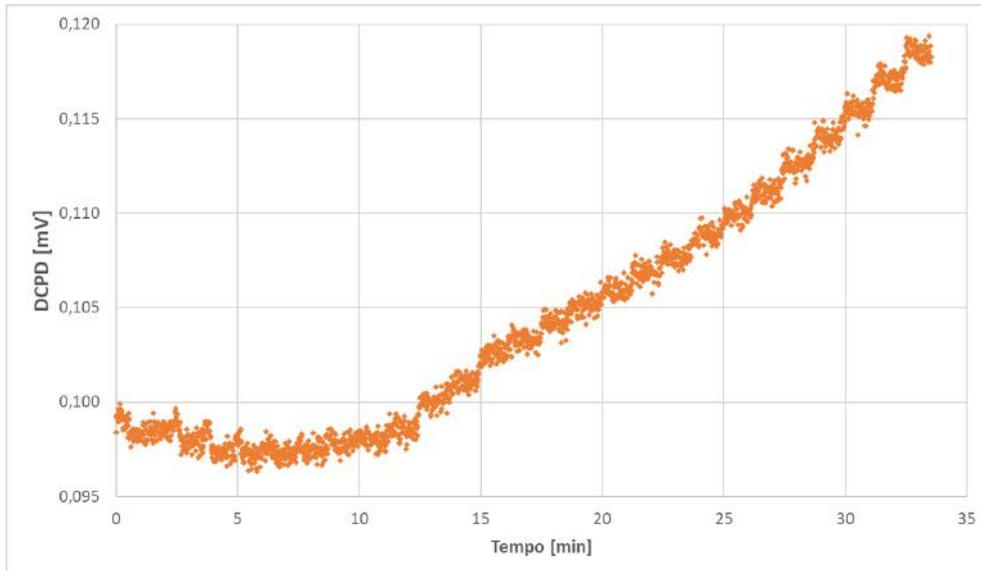


Figura 44. Registro de queda de potencial elétrico de CP de metal de solda durante teste de validação da metodologia de queda de potencial.

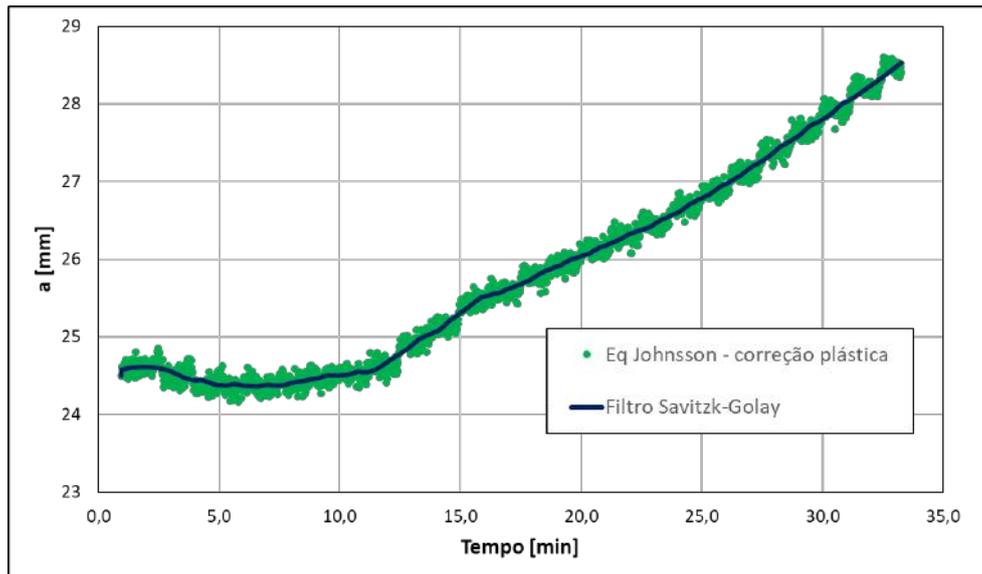


Figura 45. Evolução do comprimento da trinca, calculado pela Equação de Johnsonson, durante ensaio de validação da metodologia e suavização de ruído por filtro de Savitzk-Golay.

Em seguida, foram calculados os valores da *compliance* elástica em cada uma das 25 descargas parciais para a metodologia da flexibilidade elástica, determinando assim o avanço da trinca em cada descarga. De posse dos valores de carga, *LLD* e tamanhos de trinca para cada metodologia, foram calculados os valores da Integral *J* para obtenção dos pares *J-Δa* e construção das curvas de resistência seguindo exatamente o procedimento descrito no anexo A1 da ASTM E1820 (2017). A Figura 46 apresenta os registros obtidos através do método da flexibilidade elástica e os registros para o método da queda de potencial. O perfil obtido dos pares *J-Δa* apresenta um comportamento oscilatório, semelhantes à dentes de serra, em virtude das sequencias de descarregamento e recarregamento das descargas parciais realizadas durante o ensaio. Optou-se por não remover as descargas parciais para o cálculo da Integral *J* com o intuito de manter os registros e resultados o mais próximo possível das condições reais do teste. O registro mostra claramente a não existência de variações de Δa durante as descargas, portanto, conclui-se que as mesmas não influenciam o resultado calculado. Observa-se ainda, a não correspondência dos pares *J-Δa*, especialmente na região dos pontos qualificados para análise de potência e construção da Curva *R*.

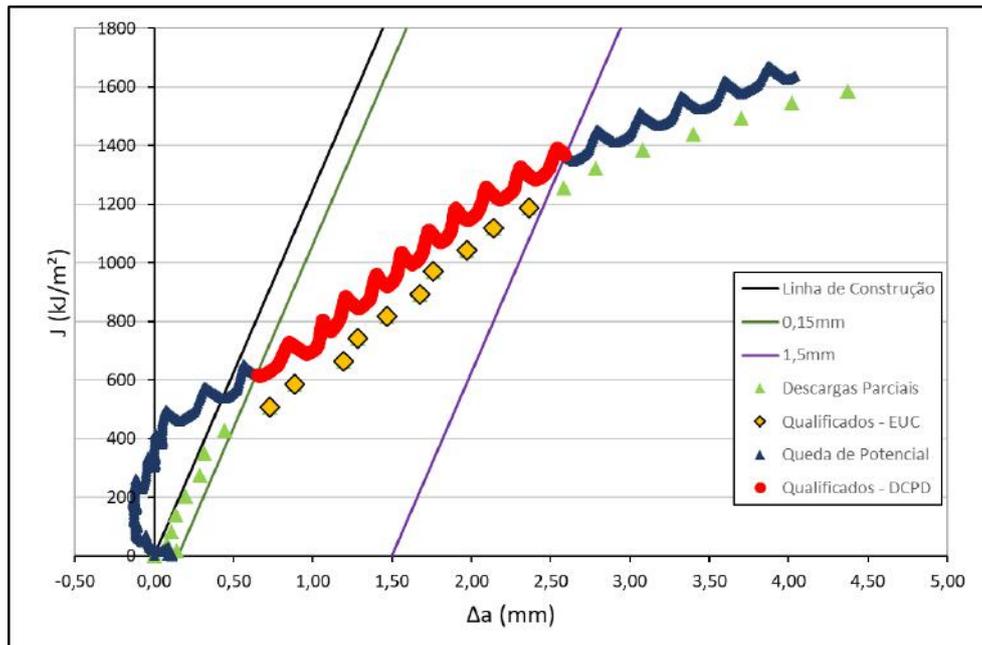


Figura 46. Pares J- Δa obtidos a partir das descargas parciais pela metodologia da flexibilidade elástica e pela metodologia de queda de potencial.

O próximo passo consistiu na aplicação do procedimento de correção e determinação do ponto de iniciação do crescimento da trinca e correção para valores de comprimento de trinca medidos fisicamente, conforme metodologia descrita na seção 3.4.2.5. Foi plotado o registro de carga *versus* o registro de queda de potencial para definição do ponto de afastamento da linearidade, conforme demonstra a Figura 47. Para uma melhor análise, os registros de queda de potencial foram suavizados pelo filtro de Savitzk-Golay nas mesmas condições do registro de comprimento de trinca *versus* tempo (Figura 45) e, ainda, foram removidas as descargas parciais do registro de carga. Após abertura do corpo de prova, os valores de trinca foram medidos opticamente. Os resultados de comprimento de trinca inicial e variação do comprimento são apresentados pela Tabela 9.

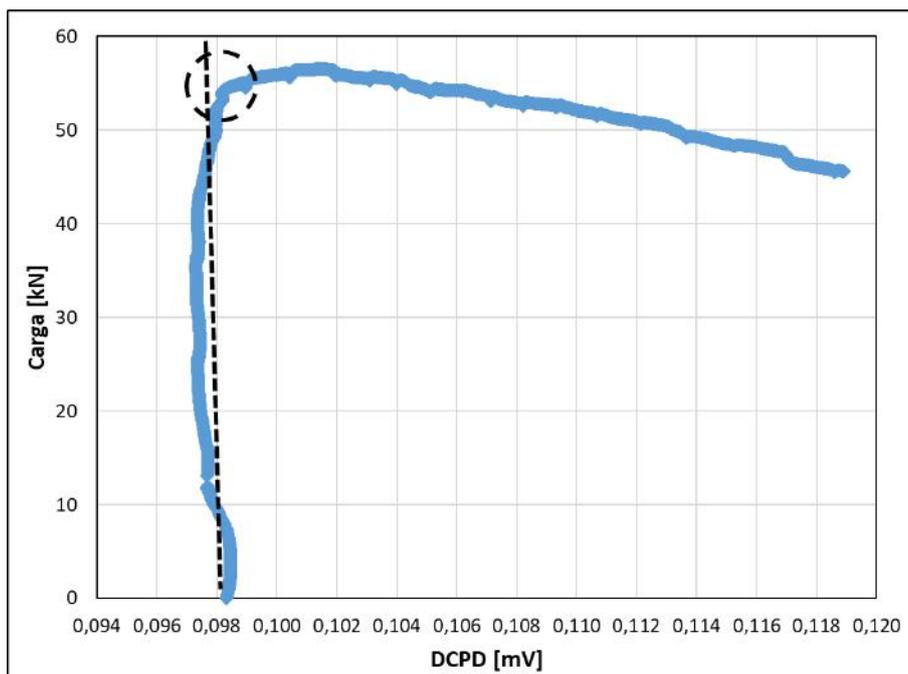


Figura 47. Curva Carga-DCPD para o corpo de prova MS-EUC e definição do ponto de afastamento da linearidade.

Tabela 9. Valores de comprimento inicial e propagação de trinca para o corpo de prova MS-EUC.

MS-EUC		
a_0/W	a_0 [mm]	Δa [mm]
0,51	24,49	3,90

A Figura 48 apresenta destacado o ponto de iniciação encontrado correspondente ao afastamento da linearidade no registro P -DCPD. Claramente, é possível observar que o ponto determinado como a iniciação do crescimento de trinca corresponde ao ponto de mudança da inclinação do registro dos pares J - Δa . Os pares anteriores ao ponto crítico foram deslocados para a linha de embotamento e os subsequentes ajustados para os valores físicos de comprimento de trinca. O resultado dos ajustes, após recalculer os valores de J a partir dos valores corrigidos de Δa , é apresentado na Figura 49, onde é possível observar a correspondência entre os pares J - Δa obtidos pelas duas metodologias, principalmente na região correspondente ao embotamento da trinca e na região dos pontos qualificados para análise de potência e construção da Curva R .

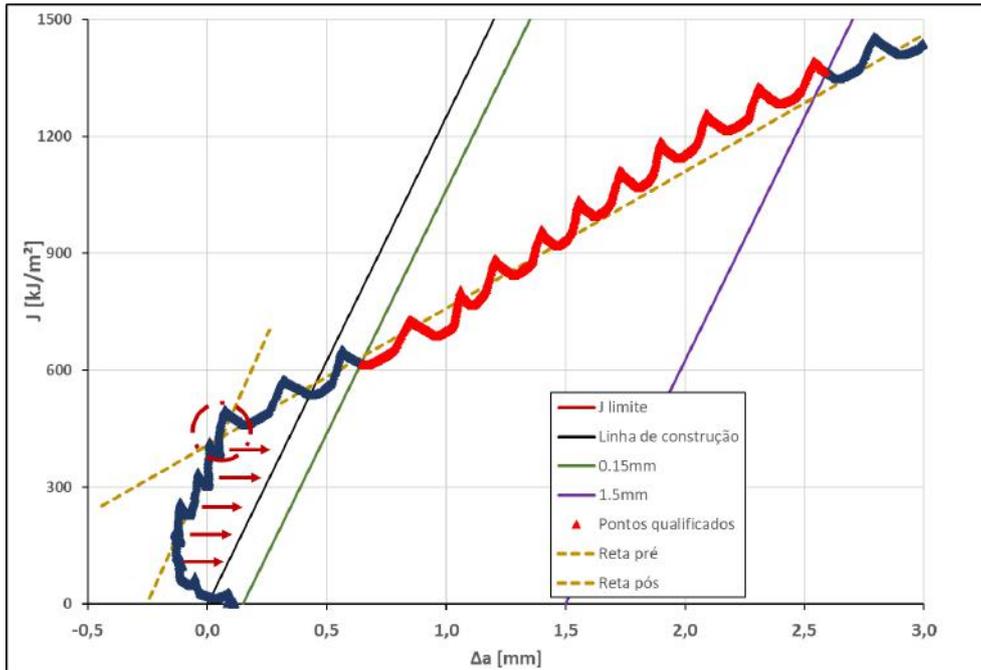


Figura 48. Determinação do ponto crítico para ajuste para a linha de embotamento.

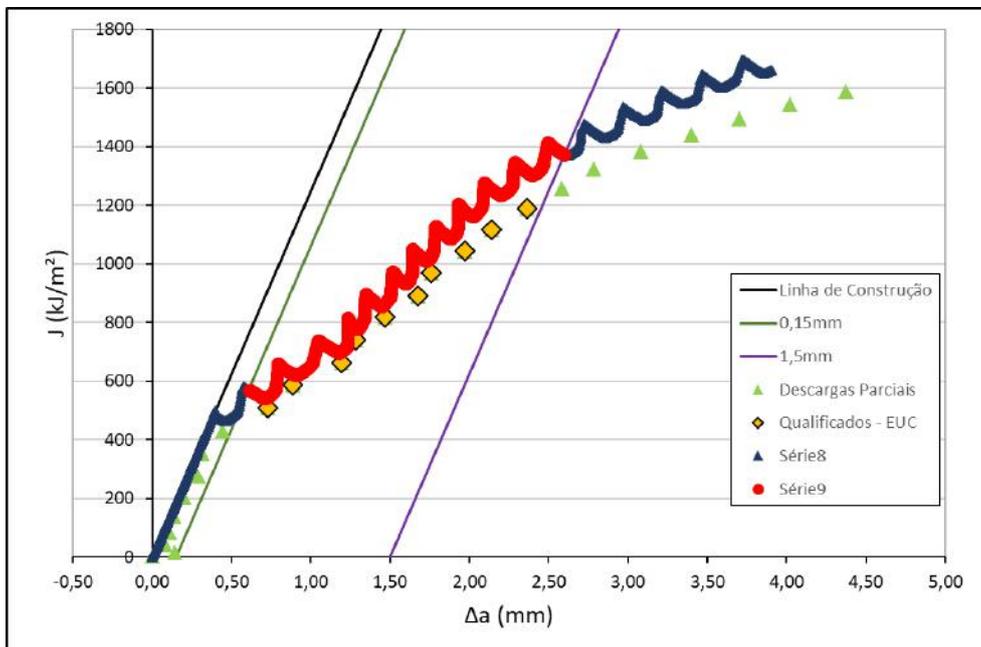


Figura 49. Pares J- Δa após ajuste para a linha de embotamento e correção da Integral J para os valores de Δa físicos.

Uma vez obtida a relação entre os níveis de Integral J e crescimento da trinca, os valores obtidos por cada técnica foram plotados um em função do outro. Como a

metodologia das descargas parciais apresenta valores de trinca somente para as 25 descargas realizadas, enquanto a metodologia de queda de potencial apresenta resolução de um ponto por segundo, os registros $J-\Delta a$ obtidos por ambas as metodologias foram parametrizados pela Integral J, tornando possível a comparação. A Figura 50 apresenta o resultado. A reta identidade é plotada como referência, de forma a permitir avaliar o desvio de uma técnica em relação a outra. Estão destacados no gráfico os pontos qualificados do ensaio por descargas parciais pela metodologia da ASTM E1820 (2017). A Tabela 10 apresenta uma análise mais aprofundada dos valores obtidos pela comparação dos pontos qualificados. A diferença média encontrada entre os valores de trinca obtidos pelas duas metodologias foi de $0,18 \pm 0,08$ mm, o que corresponde a 0,73 % do tamanho de trinca inicial, indicando boa correspondência entre os valores calculados.

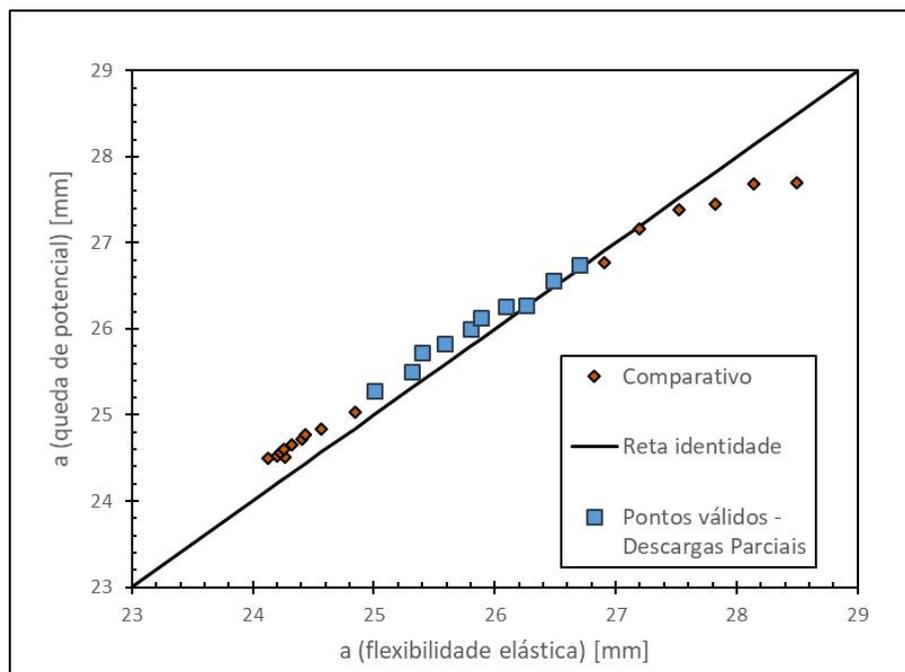


Figura 50. Comparativo de valores de crescimento de trinca parametrizados pela Integral J para diferentes metodologias e sua relação com a reta identidade.

Tabela 10. Diferenças encontradas entre os valores de tamanho de trinca em cada descarga e correspondentes por queda de potencial.

a [mm]		Diferença
Descargas Parciais	Queda de Potencial	
25,01	25,28	0,27
25,31	25,50	0,19
25,40	25,73	0,33
25,59	25,83	0,25
25,80	26,00	0,20
25,88	26,13	0,25
26,09	26,27	0,18
26,26	26,28	0,02
26,49	26,56	0,08
26,70	26,75	0,04
25,01	25,28	0,27
Diferença média \pm desvio padrão		0,18 \pm 0,08

Com o intuito de aprofundar a análise e garantir a validação da metodologia, os registros carga (P) versus deslocamento (V) do ensaio realizado foram submetidos à análise pela metodologia de normalização seguindo exatamente o procedimento descrito no Anexo A15 da norma ASTM E1820 (2017). A Figura 51 apresenta o resultado da normalização e função de normalização encontrada. A função de normalização permite obter, para cada ponto de registro, a correlação entre carga, deslocamento e tamanho de trinca, sendo assim possível calcular a Integral J e obter os pares $J-\Delta a$, apresentados na Figura 52.

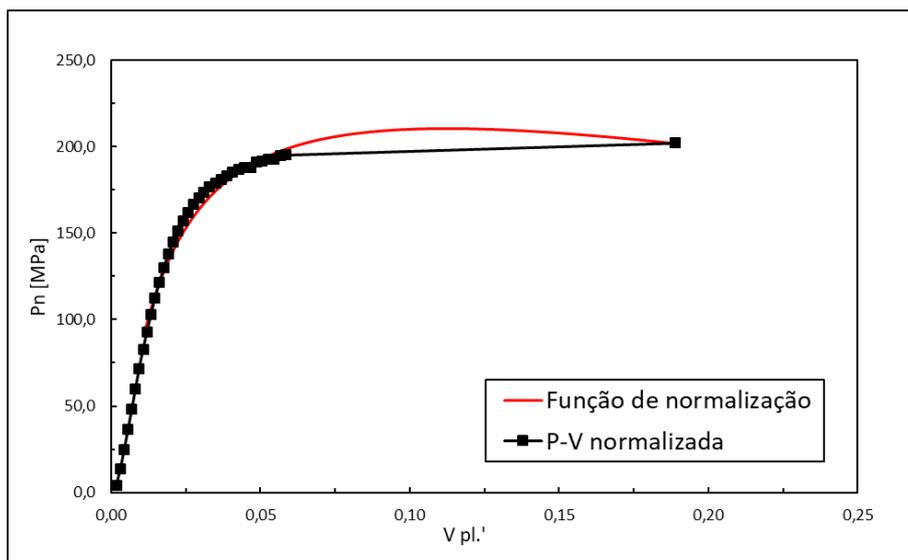


Figura 51. Curva carga-deslocamento normalizada e função de normalização.

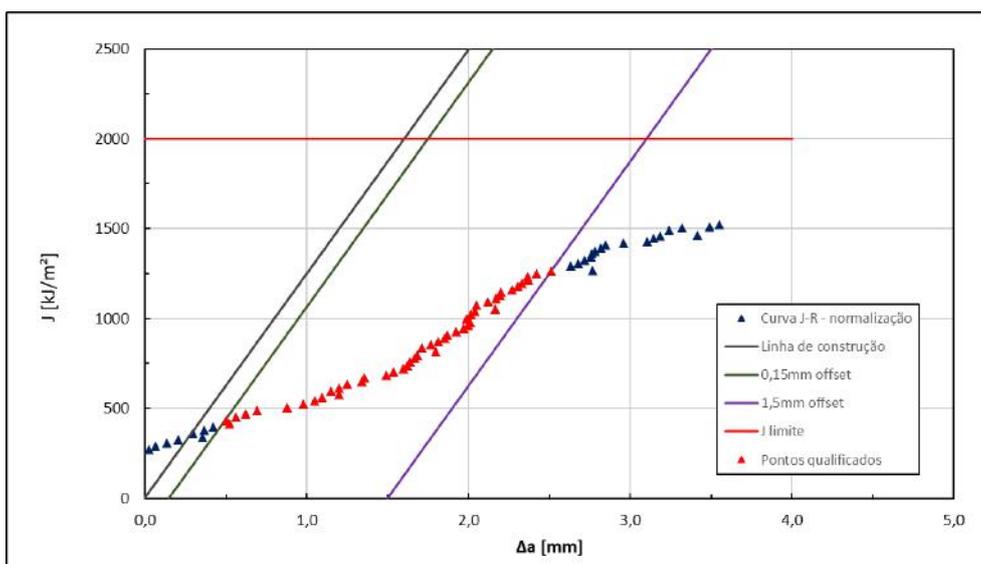


Figura 52. Pares J - Δa do corpo de prova MS-EUC obtidos por normalização.

Em seguida, a partir dos pares qualificados, obtém-se a curva R (ou curva de resistência, através de um ajuste de potência da forma da Equação 24. Para o método da flexibilidade elástica, a Equação 32 corresponde a seu ajuste de potência, a Equação 33 corresponde à queda de potência e a Equação 34, à normalização. A constante C_2 é menor que unidade em todos os casos, portanto os ajustes são válidos de acordo com

o que preconiza a norma ASTM E1820-15. As curvas de resistência geradas são apresentadas na Figura 53.

$$J = 612,91(\Delta a)^{0,77} \quad \text{Equação 32}$$

$$J = 668,51(\Delta a)^{0,75} \quad \text{Equação 33}$$

$$J = 589,90(\Delta a)^{0,75} \quad \text{Equação 34}$$

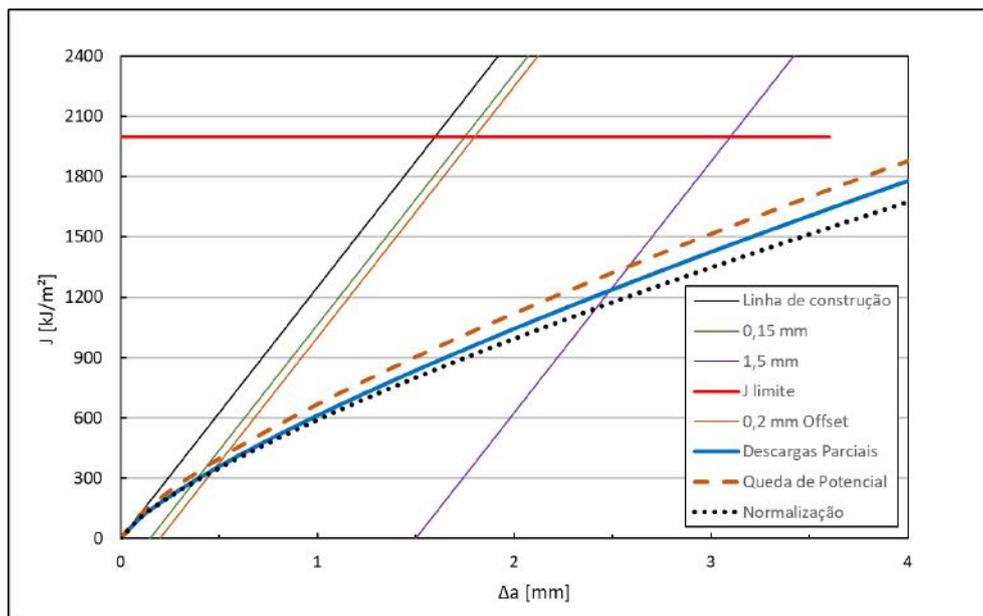


Figura 53. Comparativo de curvas de resistência obtidas por descargas parciais, queda de potencial e normalização.

Com os resultados obtidos, podemos concluir que a metodologia de queda de potencial aplicada neste estudo apresenta boa correspondência com a metodologia de descargas parciais e de normalização, o que aponta para um grau satisfatório de confiabilidade da queda de potencial no meio ácido dentro das condições de aparato experimental e calibrações adotadas.

4.6. APLICAÇÃO EM MEIO ÁCIDO

Validada a metodologia de aplicação da queda de potencial com o objetivo de avaliar a curva de resistência ao crescimento de trinca e a tenacidade à fratura do metal de solda em meio ácido, dois corpos de prova SE(B), cujas geometrias são descritas na seção 3.3, foram submetidos à ensaio de fratura monotônica à duas taxas de deslocamento da linha de carga (LLD) distintas:

- 1,0 mm/h – corpo de prova MS01 e;
- 2,0 mm/h – corpo de prova MS02,

resultando em diferentes tempos de ensaio, submetendo os corpos de prova a tempos distintos de interação com o meio ácido. A corrente aplicada ao corpo de prova foi de 18 A.

A Figura 54 apresenta os registros de carga *versus* deslocamento para os dois corpos de prova e taxas de deslocamento. Observa-se que o corpo de prova MS01, de menor taxa de deslocamento, apresentou menor valor de carga máxima, bem como menor área em regime de deformação plástica.

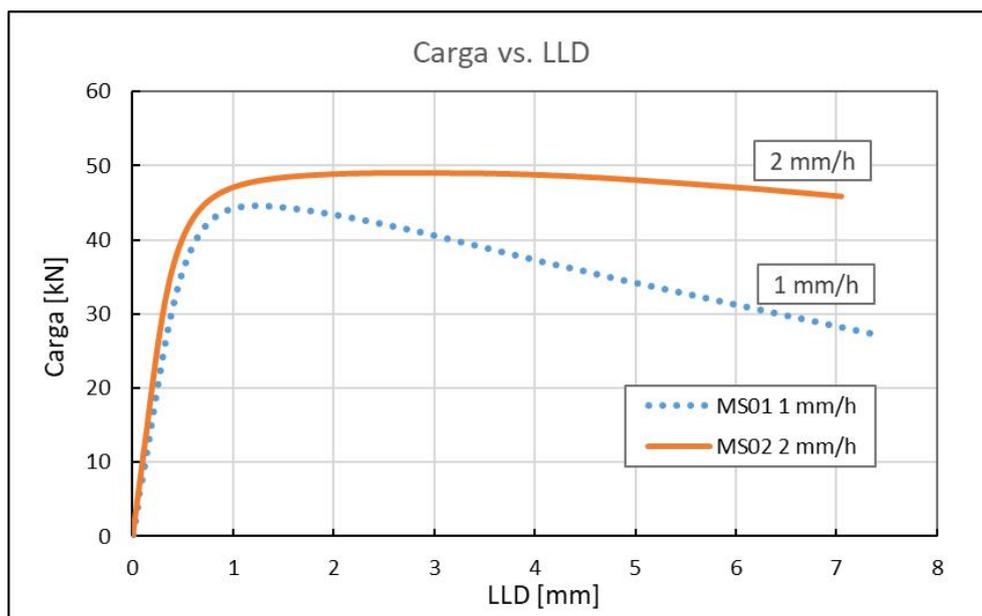


Figura 54. Registro de carga e deslocamento dos dois corpos de prova MS01 e MS02 ensaiados cada um em diferentes taxas de deslocamento.

A Figura 55 apresenta os registros DCPD *versus* tempo para ambos os corpos de prova ensaiados. Observa-se que os valores de queda de potencial para o corpos de prova MS01, de taxa mais lenta de deformação, são maiores que os valores obtidos para o MS02, cuja deformação é mais rápida, o que se reflete nos valores de comprimento de trinca obtidos pela Equação de Johnsson e aplicação do FCP para corrente de 18 A apresentados na Figura 56.

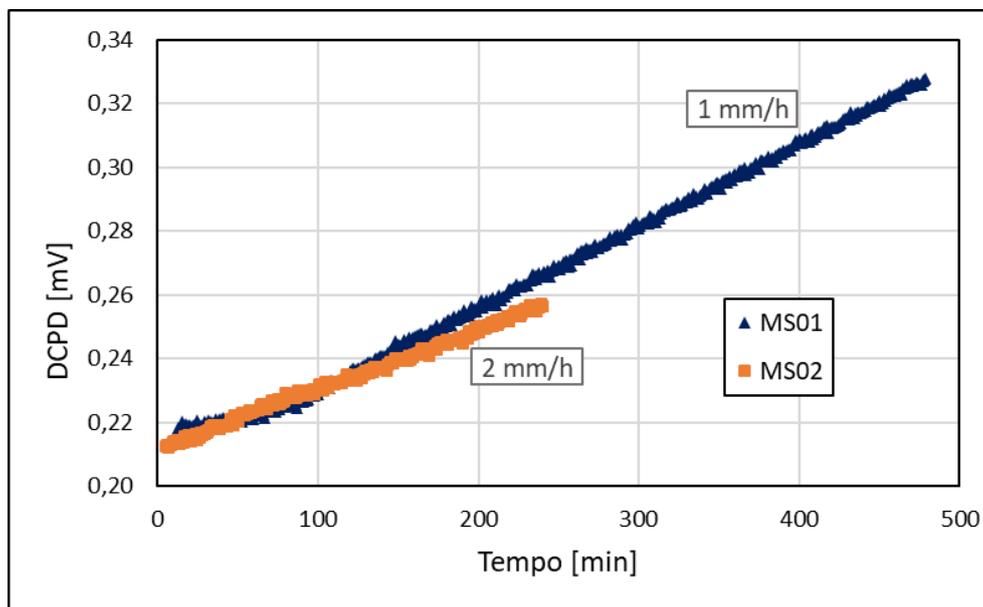


Figura 55. Registro de queda de potencial *versus* tempo para os corpos de prova MS01 e MS02.

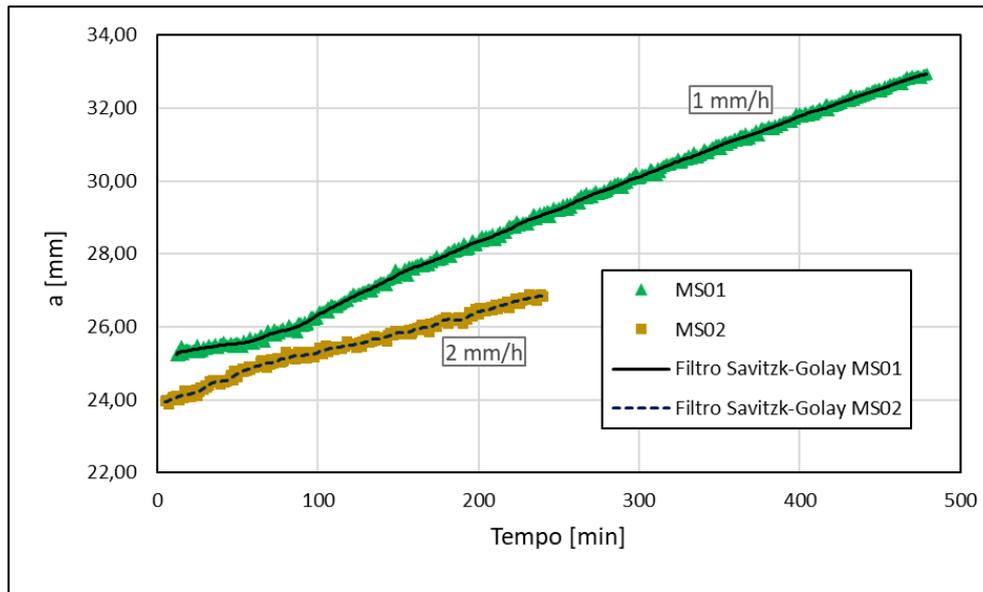
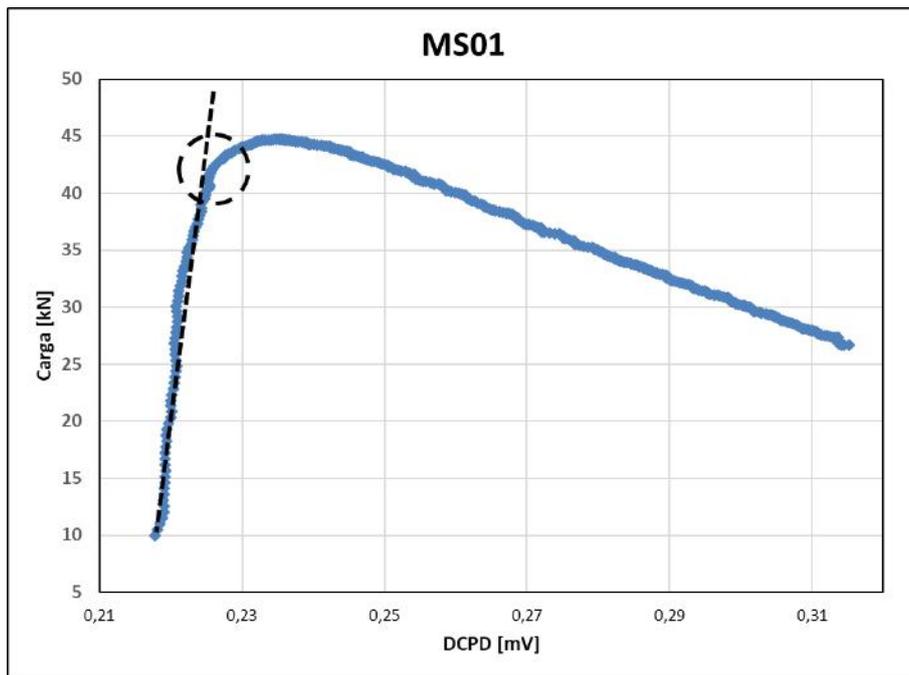


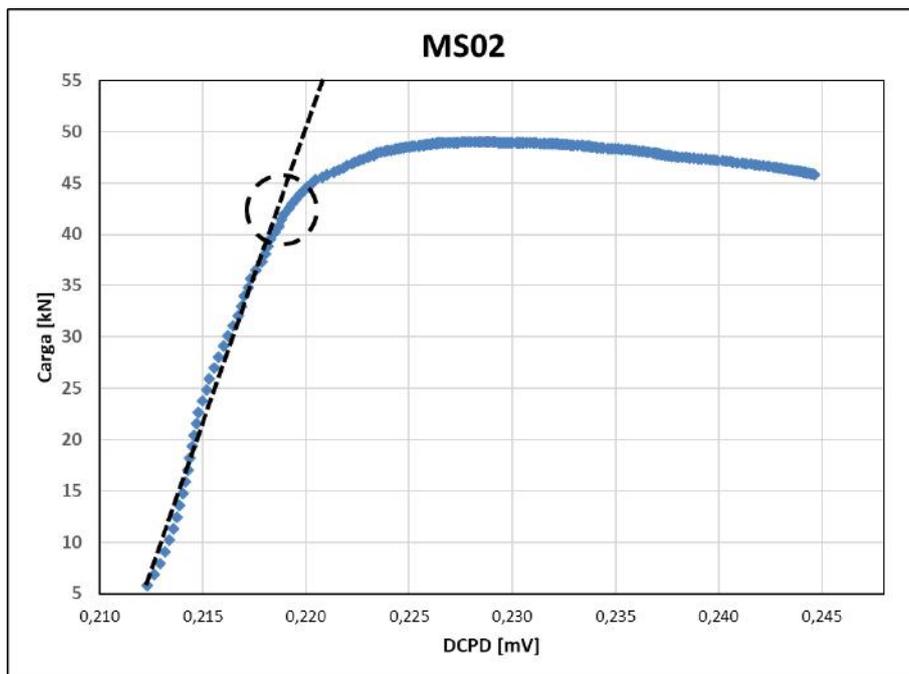
Figura 56. Registro da evolução do tamanho da trinca com o tempo para os corpos de prova MS01 e MS02.

Em seguida, foi aplicado o procedimento de correção e determinação do ponto de iniciação do crescimento da trinca e correção para valores de comprimento de trinca medidos fisicamente. A Figura 57 apresenta os registros de carga *versus* queda de potencial para os dois corpos de prova e a definição do ponto de afastamento da linearidade do registro e, conseqüentemente, ponte de transição entre embotamento e crescimento estável da trinca, conforme critério adotado.

A Figura 58 apresenta a superfície de fratura dos corpos de prova MS01 e MS02 testados. Com a utilização de um projetos de perfis, os comprimentos inicial e final da trinca foram medidos e os valores obtidos são apresentados na Tabela 11, além da espessura do corpo de prova e propriedade em tração, necessárias para a validação do valor candidato à tenacidade à fratura.



(a)



(b)

Figura 57. Curva Carga-DCPD para o corpo de prova MS01 (a) e MS02 (b) e definição do ponto de afastamento da linearidade em ambos os testes.

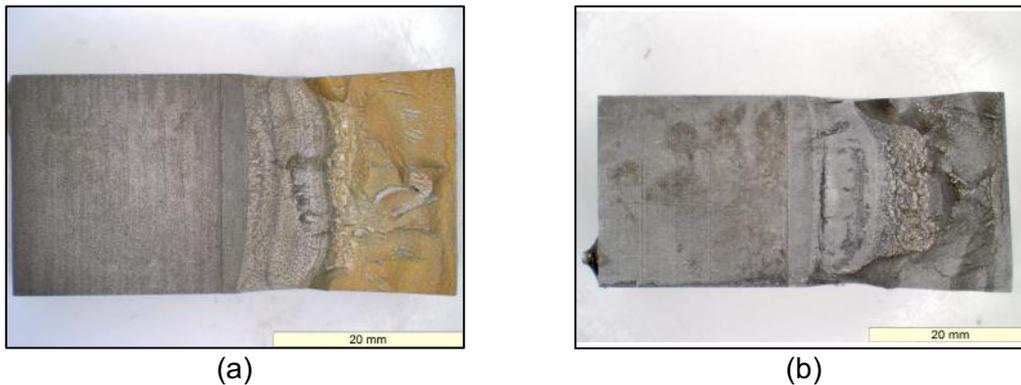


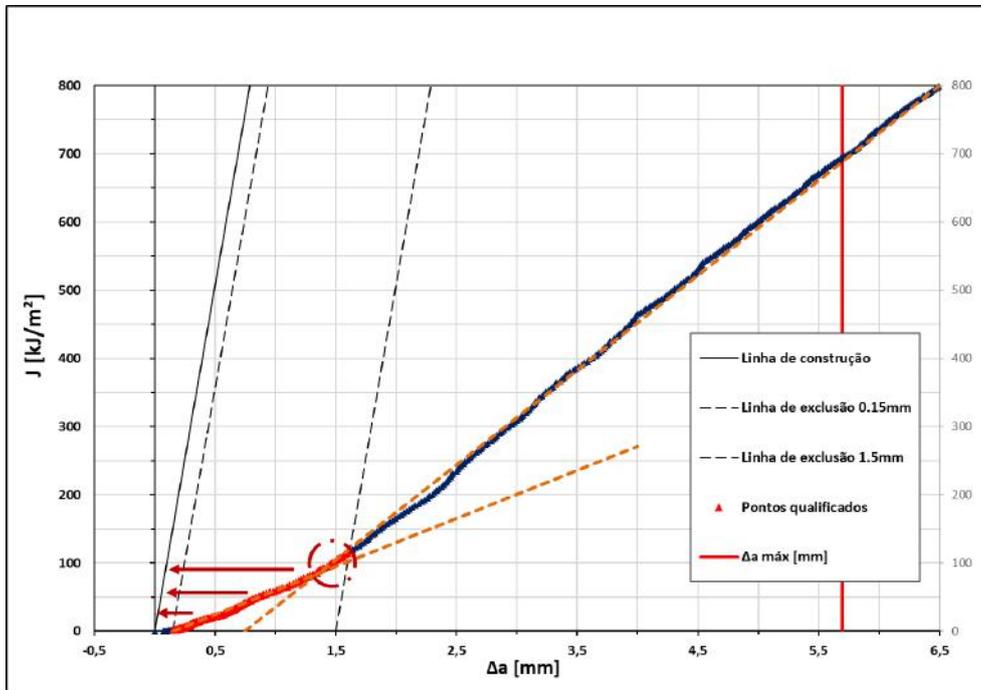
Figura 58. Superfícies de fratura dos corpos de prova (a) MS01 e (b) MS02.

Tabela 11. Valores de espessura, propriedade em tração, comprimento inicial e propagação de trinca para os corpos de prova MS01 e MS02.

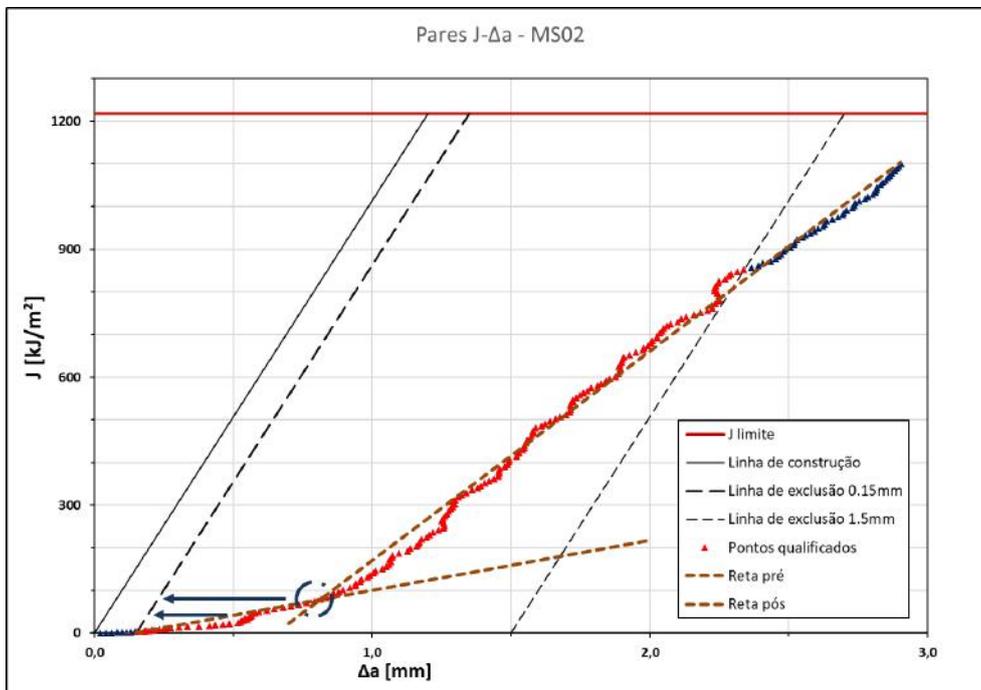
Corpo de Prova	B [mm]	σ_y [MPa]	a_0/W	a_0 [mm]	Δa [mm]
MS01	24,00	507,98	0,52	25,23	9,25
MS02			0,5	23,95	9,08

Em seguida, foram obtidos os pares $J-\Delta a$ para cada ensaio e aplicada a metodologia de correção dos valores com o mesmo procedimento apresentado na seção 4.5. O ponto crítico para encontrado para cada um dos ensaios e avaliação da mudança de inclinação do registro é demonstrado pela Figura 59.

Os pares $J-\Delta a$ resultantes da correção e os pontos válidos para ajuste de potência são apresentados na Figura 60. Observa-se claramente uma diminuição dos valores de Integral J em função da taxa de deslocamento. As curvas de resistência obtidas são apresentadas na Figura 61. Seguindo o esperado pela análise dos pares $J-\Delta a$, as curvas R apontam para uma perda de resistência ao crescimento de trinca em função da diminuição da taxa de deslocamento. Através da linha de *offset* em 2 mm da linha de construção, foi possível obter os valores de J_Q para ambos os corpos de prova. A partir dos valores apresentados na Tabela 11, foi possível determinar que os valores candidatos à tenacidade à fratura atendem aos critérios estabelecidos pela ASTM E1820 (2017), representados na demonstrados nas Equações Equação 25 e Equação 26. Os valores de J_{IC} obtidos são apresentados na Tabela 12. Como esperado, o corpo de prova MS02 apresenta valores de J_{IC} consideravelmente maior que o MS01. A taxa mais lenta de deslocamento expôs o material por mais tempo ao meio, o que provavelmente justifica a perda de resistência e diminuição da tenacidade à fratura.



(a)



(b)

Figura 59. Pares J - Δa do corpo de prova MS01 (a) e MS02 (b) e determinação do ponto crítico para ajuste para a linha de embotamento.

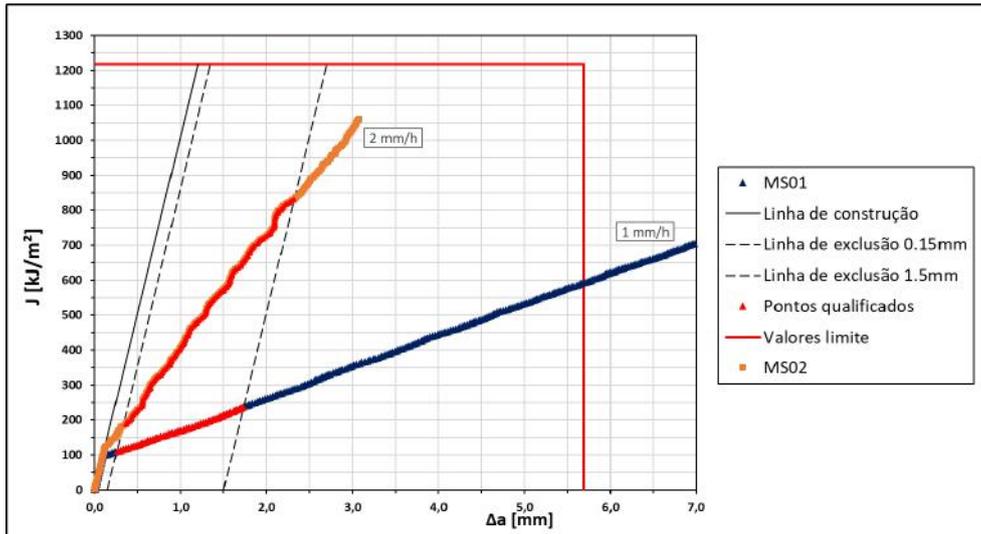


Figura 60. Pares J- Δa após ajuste para a linha de embotamento e correção da Integral J para os valores de Δa físicos para os dois corpos de prova

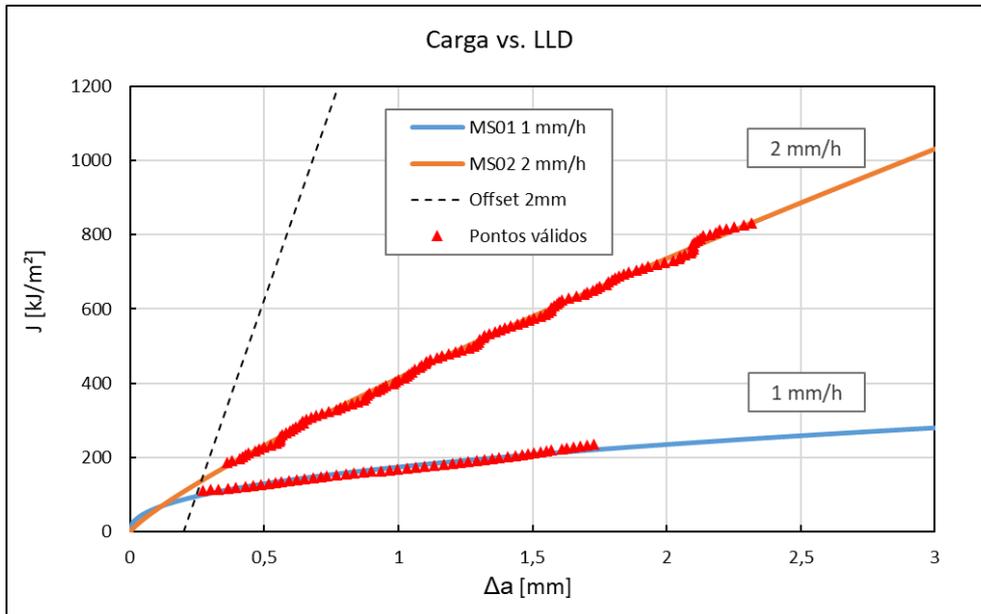


Figura 61. Curva de resistência para a metodologia da queda de potencial.

Tabela 12. Valores de J_{IC} para os corpos de prova MS01 e MS02.

Corpo de Prova	J_{IC} [kJ/m ²]
MS01	96,15
MS02	165,98

5. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados e as discussões apresentados nesta dissertação e considerando-se os materiais e ambientes de teste estudados, conclui-se que:

- A utilização da metodologia de queda de potencial elétrico mostrou-se adequada para estimar o comprimento de trinca durante testes de fratura monotônica ao ar e no meio estudado, trazendo como principal vantagem a possibilidade de monitoração contínua do crescimento de trinca durante os testes;
- Não foi observada mudança da área dos ligamentos restantes nos corpos de prova *blunt notch*. Logo, mudança de queda de potencial durante os testes se deve exclusivamente à plasticidade e consequente mudança da resistividade do material;
- A influência da deformação plástica do ligamento remanescente nos valores de DCPD é linear em relação ao deslocamento do ponto de aplicação da carga (LLD), permitindo calcular um parâmetro aplicável em todos os ensaios subsequentes, para o mesmo material e geometria de corpo de prova, chamado Fator de Correção por Plasticidade (FCP);
- A influência da plasticidade nos registros de DCPD é linear em relação à corrente, permitindo concluir que o FCP é proporcional à corrente aplicada;
- Não foi detectada influência do meio ácido nos registros de DCPD, não sendo observado fenômenos de fuga de corrente ou quaisquer outros fenômenos que alterassem as condições e configurações experimentais adotadas nesse estudo;
- Os resultados mostraram que as calibrações e correções propostas à metodologia de queda de potencial, para o material, geometria de corpo de prova, e meio agressivo estudados, foram adequadas;
- Os resultados indicam que taxas de deformação mais lentas provocam uma redução na tenacidade à fratura do material, conforme esperado em virtude da maior interação do ambiente agressivo com o material e, conseqüentemente, agravamento dos efeitos deletérios.

6. SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS

Esta dissertação traz, como sugestões de futuros trabalhos relativos ao tema:

- A validação da metodologia proposta por esta dissertação através de outras técnicas de medição de crescimento de trinca, tais como o método da separação de variáveis (S_{PB}), entre outras;
- Incrementar o número de testes de fratura nas mesmas condições e com os mesmos métodos aplicados neste trabalho, buscando avaliar a repetibilidade dos resultados obtidos.

7. REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, C. F. G., 2018, **Metodologia Experimental para Avaliação de Curvas J-R de Aços API X65 em Meio Ácido**. Tese de D.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.
- ANDERSON, T. L., **Fracture Mechanics - Fundamentals and Applications**. 2 ed., CRC Press, 1995.
- API SPEC 5L, 2012, **Specification for line pipe**., 45ª ed., American Petroleum Institute (API), EUA.
- ASTM D1141, 2013, **Standard Practice for the Preparation of Substitute Ocean Water**. American Society for Testing of Materials (ASTM) International, EUA.
- ASTM E1820, 2017, **Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{Ic} of Metallic Materials**. American Society for Testing of Materials (ASTM) International EUA.
- ASTM E399, 201, **Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness**. American Society for Testing of Materials (ASTM) International, EUA.
- ASTM E8, 2016, **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. American Society for Testing of Materials (ASTM) International, EUA.
- BALLESTEROS, A. F., PONCIANO, J. A. C., BOTT, I. S., " Susceptibilidade de juntas soldadas circunferenciais de aço API 5L X80 à corrosão sob tensão e à fragilização por hidrogênio", **Tecnol. Metal. Mater. Miner.**, pp. 147-152, 2010.
- BS 7448-3, 2005, **Fracture mechanics toughness tests. Method for determination of fracture toughness of metallic materials at rates of increase in stress intensity factor greater than 3.0 MPa m^{0.5} s⁻¹**. British Standards Institution (BSI), Reino Unido.
- CHEN, T., NUTTER, J., HAWK, J. *et al.* "Corrosion fatigue crack growth behavior of oil-grade nickel-base alloy 718. Part 1: Effect of corrosive environment", **Corrosion Science** v. 89, pp. 146-153, 2014.

- CHEN, X., NANSTAD, R. K., SOKOLOV, M. A., "Application of Direct Current Potential Drop for the J-Integral vs. Crack Growth Resistance Curve Characterization". In: **STP 1584 - Evaluation of Existing and New Sensor Technologies for Fatigue, Fracture and Mechanical Testing**, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 97-122, USA, 2015.
- CHONG, T. S., LAI, M. O., LOH, W. L. "Effects of wet H₂S containing environment on mechanical properties of NACE grade C-Mn steel pipeline girth welds", **Engineering Fracture Mechanics** v. 131, pp. 485-503, 2014.
- DNV-OS-F101, 2013, **Submarine Pipeline Systems**. Det Norske Veritas AS (DNV).
- DNV-RP-F108, 2006, **Fracture Control for Pipeline Installation Methods: Introducing Cyclic Plastic Strain**. Det Norske Veritas (DNV).
- DONG, C. F., LIU, Z. Y., LI, X. G. *et al.* "Effects of hydrogen-charging on the susceptibility of X100 pipeline steel to hydrogen-induced cracking", **International Journal of Hydrogen Energy** v. 34, n. 24, pp. 9879-9884, 2009.
- DOREMUS, L., NADOT, Y., HENAFF, G. *et al.* "Calibration of the potential drop method for monitoring small crack growth from surface anomalies – Crack front marking technique and finite element simulations", **International Journal of Fatigue** v. 70, pp. 178-185, 2015.
- DZUGAN, H., VIEHRIG, H. W., " Application of the normalization method for the determination of J-R curves", **Materials Science and Engineering**, A 387-389, pp. 307-311, 2004.
- ERNST, H., PARIS, P. C., ROSSOW, M. *et al.*, "Analysis of Load-Displacement Relationship to Determine J-R Curve and Tearing Instability Material Properties". In: **STP 677 - Fracture Mechanics: Proceedings of the Eleventh National Symposium on Fracture Mechanics: Part I**, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 581-599, USA, 1979.
- GANDOSSI, L., SUMMERS, S. A., TAYLOR, N. G. *et al.* "The potential drop method for monitoring crack growth in real components subjected to combined fatigue and creep conditions: application of FE techniques for deriving calibration curves", **International Journal of Pressure Vessels and Piping** v. 78, n. 11, pp. 881-891, 2001.

- GAJJI, A., SASIKALA, G., "Potential drop method for online crack length measurement during fracture testing: development of a correction procedure", **Engineering Fracture Mechanics** v. 180, pp. 148-160, 2017.
- GDOUTOS, E. E., **Fracture Mechanics**. 2ª ed. Xanthi, Grécia, Springer, 2005.
- GRIFFITH, A. A. "The Phenomena of Rupture and Flows in Solids", **Philosophical Transactions of The Royal Society of London** v. A221, pp. 163-197, 1920.
- HERRERA, R., LANDES, J. D., "Direct J-R Curves Analysis: A Guide to the Methodology". In: **STP 1074 - Fracture Mechanics: Twenty-First Symposium**, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 24-43, USA, 1990.
- HICKS, M. A., PICKARD, A. C. "A comparison of theoretical and experimental methods of calibrating the electrical potential drop technique for crack length determination", **International Journal of Fracture** v. 20, pp. 91-101, 1982.
- HOLTAM, C. M., 2010, **Structural integrity assessment of C-Mn pipeline steels exposed to sour environments**. Tese grau EngD, Loughborough University, Loughborough, Reino Unido.
- HOLTAM, C. M., BAXTER, D. P., ASHCROFT, I. A. *et al.* "Effect of crack depth on fatigue crack growth rates for a C–Mn pipeline steel in a sour environment", **International Journal of Fatigue** v. 32, pp. 288-296, 2010.
- HUANG, H., SHAW, W. J. D. "Effect of cold working on the fracture characteristics of a mild steel exposed to a sour gas environment", **Materials Characterization** v. 34, pp. 43-50, 1995.
- ISO 12135, 2016, **Metallic Materials – Unified Method of Test for the Determination of Quasistatic Fracture Toughness**. International Standardization Organization (ISO).
- JANSSEN, M., ZUIDEMA, J., WANHILL, R., **Fracture Mechanics**. 2ª ed., Spon Press, 2004.
- KUMAR, P., **Elements of Fracture Mechanics**., Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited, 2009.

- LANDOW, M. P., MARSCHALL, C. W., "Experience in using direct current electric potential to monitor crack growth in ductile metals",. In: JOYCE, J.A., editor. **ASTM STP 1114 – Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User’s Experience (Second Volume)**, American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, pp. 163-177, 1991.
- MARSCHALL, C.W., HELD, P.R., LANDOW, M.P., *et al.*, "Use of the Direct-Current Electric Potential Method to Monitor Large Amounts of Crack Growth in Highly Ductile Metals". In: GUDAS, J.P., JOYCE, J.A. and HACKETT, E.M., editors. **ASTM and Materials**, West Conshohocken, pp. 581-593, 1990.
- MAH, T., PARTHASARATHY, T. A. "Effects of temperature, environment and orientation of the fracture toughness of a single-crystal YAG", **Journal of American Ceramics Society** v. 80, n. 10, pp. 2730-2734, 1997.
- MANZIONE, P., IPIÑA, J. E. P. "Sensitivity analysis of the double clip gauge method", **Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.** v. 14, n. 9, pp. 887-896, 1991.
- MONFORT, G., HALLEUX, J., BRAGARD, A. "The automation and instrumentation of testing H₂S for cracking", **Corrosion Science** v. 27, n. 10/11, pp. 1145-1152, 1987.
- NACE MR0175/ISO 15156, 2010, **Petroleum and natural gas industries - Materials for use in H₂S-containing environments in oil and gas production**. National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA.
- NACE TM0284, 2011, **Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking**. National Association for Corrosion Evaluation (NACE), USA.
- NEWMAN JR., J. C., YAMADA, Y., JAMES, M. A. "Back-face strain compliance relation for compact specimens for wide range in crack lengths", **Engineering Fracture Mechanics** v. 78, pp. 2707-2711, 2011.
- PIETA, G., LEITE, R., KWIETNIEWSKI, C. *et al.* "Evaluation of the Fracture Toughness of a SMSS Subjected to Common Heat Treatment Cycles in an Aggressive Environment", **Journal of Materials Engineering and Performance** v. 19, n. 9, pp. 1318-1324, 2010.

- RIDDEL, W. T., PIASCNIK, R. S., "A back-face strain compliance expression for the compact tension specimen". In: **NASA/TM-1998-208453**, National Aeronautics and Space Administration (NASA), Hampton, Virginia, USA, Virginia, USA, 1998.
- SALEM, J. A., GHOSN, L. J. "Back-face strain for monitoring stable crack growth extension in precracked flexure specimen", **Journal of the American Ceramic Society** v. 93, n. 9, pp. 2804-2813, 2010.
- SAXENA, A., **Nonlinear Fracture Mechanics for Engineers**. 2^a ed., CRC Press, 1995.
- SCHWALBE, K. H., HELLMANN, D., HEERENS, J. *et al.*, "Measurement of Stable Crack Growth Including Detection of Initiation of Growth Using the DC Potential Drop and the Partial Unloading Methods". In: **STP 856 - Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User's Experience**, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 338-362, USA, 1985.
- TARNOWSKI, K. M., DAVIES, C. M., NIKBIN, K. M. *et al.*, "Predicting the influence of strain on crack length measurements performed using the potential drop method", **Engineering Fracture Mechanics** v. 182, pp. 635-657, 2017.
- WALLIN, K., SAARIO, T., AUERKARI, P. *et al.*, "Comparison of Potential Drop and Unloading Compliance Methods in Determining Ductile Crack Extension". In: **STP 856 - Elastic-Plastic Fracture Test Methods: The User's Experience**, American Society for Testing of Materials (ASTM) International, pp. 363-374, USA, 1985.
- WANG, J. J.-A., REN, F., TAN, T. *et al.* "The development of in situ fracture toughness evaluation techniques in hydrogen environment", **International Journal of Hydrogen Energy** v. 40, pp. 2013-2024, 2015.
- WEI, R. P., **Fracture Mechanics - Integration of Mechanics, Materials Science, and Chemistry**. Nova Iorque, EUA, Cambridge University Press, 2010.