

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
ENGENHARIA MECÂNICA**

**DETERMINAÇÃO DE VIDA RESIDUAL ATRAVÉS DE ANÁLISE  
METALOGRÁFICA EM TUBOS DE A-312 TP 304H SUJEITOS AO  
MECANISMO DE FLUÊNCIA**

**Dissertação submetida à**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA**

**para a obtenção do grau de**

**MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ANDRÉ ROSSINI DE OLIVEIRA**

**Florianópolis, 27 de março de 2006**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DETERMINAÇÃO DE VIDA RESIDUAL ATRAVÉS DE ANÁLISE METALOGRÁFICA EM  
TUBOS DE A-312 TP 304H SUJEITOS AO MECANISMO DE FLUÊNCIA**

**ANDRÉ ROSSINI DE OLIVEIRA**

**Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de**

**MESTRE PROFISSIONAL EM ENGENHARIA**

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA**

**sendo aprovada em sua forma final.**

**Prof. Edison da Rosa, Dr.Eng. - Orientador**

**Prof. Júlio César Passos, Dr. - Coordenador Acadêmico**

**Prof. Fernando Cabral, Ph.D. - Coordenador do Programa**

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Prof. Lauro César Nicolazzi, Dr.Eng. (Presidente)**

---

**Prof. Eduardo Alberto Fancello, D.Sc.**

---

**Prof. Pedro Amedeu Nannetti Bernardini, Dr.Eng.**

OLIVEIRA, ANDRÉ ROSSINI DE

Determinação de Vida Residual Através de Análise Metalográfica em Tubos de A-312 TP 304H Sujeitos ao Mecanismo de Fluência / André Rossini de Oliveira. – 2006.

135f. : il. COLOR. ; 29,7 cm

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Santa Catarina, 2006.

Orientação: Prof. Dr. Eng. Edison da Rosa.

1. Fluência. 2. Aço 304H. 3. Metalografia. I. Título.

## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. Edison da Rosa, pelo apoio, conselhos e incentivos dados na fase de elaboração da dissertação.

Ao amigo Amilcar Sales, por ter idealizado e concretizado este mestrado, além de ter me incentivado e apoiado durante o mestrado e minha vida profissional.

Aos colegas Elias, Paulo Moura, Assis, Ricardo Rocha e José Luis do LabMAF, pelo inestimável apoio dado durante toda a fase de ensaios laboratoriais.

Ao Prof. Dr. Júlio César Passos, pelo grande esforço e dedicação pessoal empreendidos na coordenação deste projeto de mestrado com suas dificuldades peculiares adicionais.

À Braskem, por ter investido na minha formação através deste projeto.

Aos meus pais, pela dedicação de uma vida na construção da minha formação social e intelectual.

À minha esposa Tatiana, pelo amor e compreensão desprendidos ao longo de toda essa longa jornada.

Aos meus irmãos Patrícia e Marcelo, pelo carinho e incentivo dados em cada etapa da minha vida.

Aos meus amigos, que sempre acreditaram no sucesso deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno, pelo apoio dado nos assuntos relativos aos ensaios de fluência e pela dedicação para conclusão dos ensaios dentro de um prazo exíguo.

À equipe da RIC, pela ajuda na obtenção de artigos técnicos utilizados neste trabalho.

A todos os colegas da Braskem que de alguma forma contribuíram para a conclusão desta dissertação.

Aos professores e colegas de mestrado que proporcionaram um excelente nível técnico ao longo de todo o decorrer do curso.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	vii
LISTA DE TABELAS .....	xii
RESUMO .....	xiii
ABSTRACT .....	xiv
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Fluência: a avaliação de um caso real .....	2
1.2 Dados do equipamento .....	5
1.3 Descrição do processo .....	5
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	6
2.1 Introdução.....	6
2.2 Curvas de fluência e Classificação dos Estágios .....	6
2.3 Previsão de vida sob fluência .....	7
2.4 Dano acumulado sob fluência.....	10
2.5 Extrapolação através de métodos metalográficos.....	11
2.6 Principais características do aço inox 304H.....	14
2.7 Envelhecimento dos aços inoxidáveis austeníticos .....	15
2.8 Ensaio acelerados de fluência .....	17
2.9 Mudança da dureza com o envelhecimento do material e sob fluência .....	19
3. APARATO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA.....	21
3.1 Metodologia.....	21
3.2 Material das Amostras .....	21
3.3 Análise química das amostras .....	23
3.4 Medição de dureza.....	24
3.5 Ensaio de tração a frio .....	24
3.6 Metalografia .....	24
3.7 Ensaio de fluência acelerada.....	26
4. RESULTADOS .....	31
4.1 Análise química das amostras .....	31
4.2 Ensaio de Tração .....	32
4.3 Medição de Dureza Brinell.....	33
4.4 Metalografia .....	34
4.5 Ensaio de Fluência Acelerada.....	44

5. DISCUSSÃO .....	47
5.1 Análise química das amostras .....	47
5.2 Ensaio de Tração .....	47
5.3 Medição de Dureza Brinell.....	48
5.4 Metalografia .....	50
5.5 Parâmetro de Larson-Miller.....	52
5.6 Dano Acumulado sob Fluência .....	54
6. CONCLUSÕES .....	56
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	58
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	59
APÊNDICES .....	61

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Micrografia do tubo que falhou. Trincas características de fluência.....	3
Figura 1.2: Tubos com deformação plástica. No detalhe, o tubo que falhou.....	4
Figura 1.3: Representação esquemática da convecção do forno.....	4
Figura 2.1: Curvas de fluência. <sup>[17]</sup> .....	7
Figura 2.2: Representação gráfica de alguns parâmetros de extrapolação. <sup>[23]</sup> .....	8
Figura 2.3: Relação esquemática dos estágios de dano com a curva de fluência. <sup>[17]</sup> .....	12
Figura 2.4: Curvas de tensão para o aço inoxidável 304H. <sup>[3]</sup> .....	14
Figura 2.5: Mapa de fratura para um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304. <sup>[17]</sup> .....	18
Figura 2.6: Tipos de fratura para um aço inoxidável tipo 304H. <sup>[21]</sup> .....	18
Figura 2.7: Gráficos representando a relação da dureza Vickers em função do tempo de ruptura de corpos de prova submetidos a ensaios de fluência sob diferentes níveis de tensão. (a) na região da rosca e (b) na região central do corpo de prova. <sup>[21]</sup> .....	19
Figura 2.8: Variação temporal da dureza do aço inox 304H para ensaios de fluência em três níveis de tensões distintos, comparado com região da rosca do corpo de prova. <sup>[21]</sup> .....	20
Figura 3.1 – Croqui identificando a localização da remoção das amostras.....	22
Figura 3.2 – Foto ilustrativa do analisador de ligas NITON modelo XLi 818.....	23
Figura 3.3: Croqui simplificado dos corpos de prova utilizados no ensaio de fluência acelerada definindo as dimensões utilizadas para usinagem.....	28
Figura 3.4: Fotografia ilustrando os corpos de prova utilizados no ensaio de fluência acelerada.....	28
Figura 3.5: Desenho esquemático da máquina de fluência modelo STM / MF 1000. <sup>[9]</sup> .....	29
Figura 4.1: Micrografia da seção longitudinal da amostra AM-01 (tubo novo) com aumento de (a) 100X, (b) 200X e (c) 500X. Ataque com ácido oxálico.....	36
Figura 4.2: Micrografia da amostra AM-02 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	37
Figura 4.3: Micrografia da amostra AM-02 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	38
Figura 4.4: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	39
Figura 4.5: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	40
Figura 4.6: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de (a) 200X, (b) 500X e (c) 1000X. Ataque com NaOH por 1,0 minuto, que revela preferencialmente a fase sigma.....	41

Figura 4.7: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	42
Figura 4.8: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.....	43
Figura 4.9: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de (a) 200X e (b) 500X. Ataque com NaOH por 1,0 minuto, que revela preferencialmente a fase sigma. ....	44
Figura 5.1: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de tensão para a região da fratura do corpo de prova (tensão atuante). ....	49
Figura 5.2: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de tensão para a região da rosca do corpo de prova (tensão nula). ....	49
Figura 5.3: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de temperatura para a região da fratura do corpo de prova (tensão atuante).....	50
Figura 5.4: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de temperatura para a região da rosca do corpo de prova (tensão nula). ....	50
Figura 5.5: Identificação da ocorrência de precipitação de fase sigma em função do tempo e temperatura de ensaio dos corpos de prova da amostra AM-01.....	52
Figura Ap2.1: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	93
Figura Ap2.2: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	93
Figura Ap2.3: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	93
Figura Ap2.4: CP-32 na região da garra. Aumento de 200X. ....	93
Figura Ap2.5: CP-31 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	94
Figura Ap2.6 CP-31 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	94
Figura Ap2.7: CP-31 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	94
Figura Ap2.8: CP-31 na região da garra. Aumento de 200X. ....	94
Figura Ap2.9: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	95
Figura Ap2.10: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	95
Figura Ap2.11: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	95
Figura Ap2.12: CP-30 na região da garra. Aumento de 200X. ....	95
Figura Ap2.13 CP-34 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	96
Figura Ap2.14: CP-34 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	96
Figura Ap2.15: CP-34 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	96
Figura Ap2.16: CP-34 na região da garra. Aumento de 200X. ....	96
Figura Ap2.17: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 25X.....	97
Figura Ap2.18: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 200X.....	97
Figura Ap2.19: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 500X.....	97



Figura Ap2.20: CP-05X na região da garra. Aumento de 200X.....	97
Figura Ap2.21: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	98
Figura Ap2.22: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	98
Figura Ap2.23: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	98
Figura Ap2.24: CP-06 na região da garra. Aumento de 200X.....	98
Figura Ap2.25: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	99
Figura Ap2.26: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	99
Figura Ap2.27: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	99
Figura Ap2.28: CP-29 na região da garra. Aumento de 200X.....	99
Figura Ap2.29: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	100
Figura Ap2.30: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	100
Figura Ap2.31: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	100
Figura Ap2.32: CP-07 na região da garra. Aumento de 200X.....	100
Figura Ap2.33: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	101
Figura Ap2.34: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	101
Figura Ap2.35: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	101
Figura Ap2.36: CP-33 na região da garra. Aumento de 200X.....	101
Figura Ap2.37: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	102
Figura Ap2.38: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	102
Figura Ap2.39: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	102
Figura Ap2.40: CP-35 na região da garra. Aumento de 200X.....	102
Figura Ap2.41: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	103
Figura Ap2.42: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	103
Figura Ap2.43: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	103
Figura Ap2.44: CP-37 na região da garra. Aumento de 200X.....	103
Figura Ap2.45: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	104
Figura Ap2.46: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	104
Figura Ap2.47: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	104
Figura Ap2.48: CP-08 na região da garra. Aumento de 200X.....	104
Figura Ap2.49: CP-19 na região central. Aumento de 25X.....	105
Figura Ap2.50: CP-19 na região central. Aumento de 200X.....	105
Figura Ap2.51: CP-19 na região central. Aumento de 500X.....	105
Figura Ap2.52: CP-19 na região da garra. Aumento de 200X.....	105
Figura Ap2.53: CP-16 na região central. Aumento de 25X.....	106
Figura Ap2.54: CP-16 na região central. Aumento de 200X.....	106

Figura Ap2.55: CP-16 na região central. Aumento de 500X. ....	106
Figura Ap2.56: CP-16 na região da garra. Aumento de 200X. ....	106
Figura Ap2.57: CP-17 na região central. Aumento de 25X. ....	107
Figura Ap2.58: CP-17 na região central. Aumento de 200X. ....	107
Figura Ap2.59: CP-17 na região central. Aumento de 500X. ....	107
Figura Ap2.60: CP-17 na região da garra. Aumento de 200X. ....	107
Figura Ap2.61: CP-15 na região central. Aumento de 25X. ....	108
Figura Ap2.62: CP-15 na região central. Aumento de 200X. ....	108
Figura Ap2.63: CP-15 na região central. Aumento de 500X. ....	108
Figura Ap2.64: CP-15 na região da garra. Aumento de 200X. ....	108
Figura Ap2.65: CP-18 na região central. Aumento de 25X. ....	109
Figura Ap2.66: CP-18 na região central. Aumento de 200X. ....	109
Figura Ap2.67: CP-18 na região central. Aumento de 500X. ....	109
Figura Ap2.68: CP-18 na região da garra. Aumento de 200X. ....	109
Figura Ap2.69: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 25X. ....	110
Figura Ap2.70: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 200X. ....	110
Figura Ap2.71: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 500X. ....	110
Figura Ap2.72: CP-05 na região da garra. Aumento de 200X. ....	110
Figura Ap2.73: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 25X. ....	111
Figura Ap2.74: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 200X. ....	111
Figura Ap2.75: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 500X. ....	111
Figura Ap2.76: CP-03 na região da garra. Aumento de 200X. ....	111
Figura Ap2.77: CP-14 na região central. Aumento de 25X. ....	112
Figura Ap2.78: CP-14 na região central. Aumento de 200X. ....	112
Figura Ap2.79: CP-14 na região central. Aumento de 500X. ....	112
Figura Ap2.80: CP-14 na região da garra. Aumento de 200X. ....	112
Figura Ap2.81: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 25X. ....	113
Figura Ap2.82: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 200X. ....	113
Figura Ap2.83: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 500X. ....	113
Figura Ap2.84: CP-04 na região da garra. Aumento de 200X. ....	113
Figura Ap2.85: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 25X. ....	114
Figura Ap2.86: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 200X. ....	114
Figura Ap2.87: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 500X. ....	114
Figura Ap2.88: CP-02 na região da garra. Aumento de 200X. ....	114
Figura Ap2.89: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 25X. ....	115

Figura Ap2.90: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	115
Figura Ap2.91: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	115
Figura Ap2.92: CP-01 na região da garra. Aumento de 200X.....	115
Figura Ap2.93: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	116
Figura Ap2.94: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	116
Figura Ap2.95: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	116
Figura Ap2.96: CP-23 na região da garra. Aumento de 200X.....	116
Figura Ap2.97: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	117
Figura Ap2.98: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	117
Figura Ap2.99: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	117
Figura Ap2.100: CP-24 na região da garra. Aumento de 200X.....	117
Figura Ap2.101: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 25X.....	118
Figura Ap2.102: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 200X.....	118
Figura Ap2.103: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 500X.....	118
Figura Ap2.104: CP-26X na região da garra. Aumento de 200X.....	118
Figura Ap2.105: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	119
Figura Ap2.106: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	119
Figura Ap2.107: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	119
Figura Ap2.108: CP-26 na região da garra. Aumento de 200X.....	119
Figura Ap2.109: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 25X.....	120
Figura Ap2.110: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 200X.....	120
Figura Ap2.111: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 500X.....	120
Figura Ap2.112: CP-27X na região da garra. Aumento de 200X.....	120
Figura Ap2.113: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 25X.....	121
Figura Ap2.114: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 200X.....	121
Figura Ap2.115: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 500X.....	121
Figura Ap2.116: CP-28 na região da garra. Aumento de 200X.....	121

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1.1 – Dados de projeto da serpentina do banco de DS .....	5
Tabela 2.1 – Classificação de danos de fluência de Neubauer-Wedel <sup>[14]</sup> .....	13
Tabela 2.2 – Principais características dos elementos de segunda fase dos aços inoxidáveis .	15
Tabela 3.1 – Resumo das principais características das amostras .....	22
Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados nos ensaios de fluência.....	26
Tabela 4.1 – Composição química da amostra AM-01 .....	31
Tabela 4.2 – Composição química da amostra AM-02 .....	31
Tabela 4.3 – Composição química da amostra AM-03 .....	32
Tabela 4.4 – Composição química da amostra AM-04 .....	32
Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de tração a frio .....	33
Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de dureza Brinell.....	33
Tabela 4.7 – Resultados dos ensaios de fluência acelerada.....	45
Tabela 5.1 – Comparação entre o tempo de ruptura real e o calculado conforme o Parâmetro de Larson-Miller.....	53
Tabela 5.2 – Influência da temperatura e tensão no cálculo do tempo de ruptura conforme o Parâmetro de Larson-Miller.....	54
Tabela 5.3 – Comparativo dos tempos de ruptura das diferentes amostras.....	54

## RESUMO

Um dos grandes desafios da indústria é determinar o fim da vida útil de equipamentos em serviço. Equipamentos novos são usualmente projetados para possuir uma vida útil superior a dez anos, no entanto, estes nem sempre são submetidos apenas às condições previstas no projeto, o que pode levar à redução da sua vida útil. Em outros casos, os equipamentos já ultrapassaram sua vida de projeto, o que remete à necessidade de avaliação da sobrevida dos mesmos, pois substituir indiscriminadamente equipamentos ainda em condições de uso implica em elevados custos de manutenção, além de aumentar o tempo de reparo, o que pode acarretar em perda de produção e lucro cessante.

Desta forma, este trabalho tem o objetivo de contribuir para um melhor entendimento das metodologias utilizadas na determinação da vida residual de equipamentos submetidos ao mecanismo de fluência, bem como o de criar referências metalográficas que poderão ser de grande valor para estimar o percentual de vida consumida de tubos de aço inoxidável A-312 TP 304H submetidos à fluência, de forma que se possa maximizar a vida útil desses tubos em aplicações industriais com segurança.

A metodologia utilizada consistiu na comparação de diversas propriedades do material antes e após ensaios de fluência acelerada, em diversas condições de temperatura e tensão, com destaque especial para as análises metalográficas utilizadas para caracterizar detalhadamente as alterações metalúrgicas sofridas pelo material.

Embora não tenha sido possível definir um padrão de envelhecimento metalúrgico, diversas propriedades do aço A-312 TP 304H foram estabelecidas, tais como: o tempo, a temperatura e o local de início de precipitação de carbonetos de segunda fase, a influência da tensão na precipitação de carbonetos, a relação entre a dureza e o envelhecimento do material, e a faixa de temperatura, tensão e tempo recomendada para utilização do Parâmetro de Larson-Miller para previsão de vida em fluência.

## ABSTRACT

One of the greatest challenges in industry is to determinate the end of life of in-service equipment. New equipments are usually designed for an operational lifetime over ten years, however, they are not always submitted only to the conditions foreseen in the project, so it can lead to the reduction of its useful life. In other cases, the equipment had already exceeded its design life, what requires an evaluation of its remaining life, because to indiscriminately substitute equipments that are still in use conditions implies in a high maintenance costs, and also increases the repair time, and it can result in loss of production and loss of profits.

In this way, this work has the objective of contributing to a better understanding of the methodologies used in the determination of the remaining life of equipments submitted to the creep mechanism, as well as to create metallographic references that could be of great value on predicting the percentage of consumed life of stainless steel A-312 TP 304H pipes submitted to creep, in a way that if can maximize the useful life of these pipes in industrial applications with safety.

The methodology utilized comprises of comparison of numerous material properties before and after accelerated creep tests in multiple conditions of temperature and tension. Special attention was given to the metallographic analyses used to characterize at great length the metallurgic alterations occurring in the material.

Although it has not been possible to define a standard metallurgic aging, many properties of the steel A-312 TP 304H had been establish, such as: the initial time, temperature and place of precipitation of second phase carbides, the influence of the tension in the precipitation of carbides, the relationship between the hardness and the aging of the material, and the band of temperature, tension and time recommended for the use of Larson-Miller Parameter to predict life in creep.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

Um dos grandes desafios da indústria é determinar o fim da vida útil de equipamentos em serviço. Equipamentos novos são usualmente projetados para possuir uma vida útil superior a dez anos, chegando a vinte ou até mesmo trinta anos, em alguns casos. No entanto, ao longo da sua vida, estes nem sempre são submetidos apenas às condições previstas no projeto. Tais situações podem ser identificadas durante a partida ou parada de equipamentos, quando os mesmos passam por transientes que, não raro, introduzem defeitos em seus componentes. Outras vezes, durante descontroles operacionais, ou ainda, após aumentos de capacidade de instalações industriais, alguns equipamentos passam a operar numa condição mais severa do que o inicialmente previsto. Tais fatores podem levar à redução da vida útil do equipamento. Ressalte-se ainda que em diversas instalações industriais existentes no mundo, vários equipamentos já ultrapassaram sua vida de projeto, sendo, portanto, necessário a avaliação da sobrevida dos mesmos. As avaliações supramencionadas se justificam, pois substituir indiscriminadamente equipamentos, ou partes destes, ainda em condições de uso, implica em elevados custos de manutenção, além de aumentar o tempo de reparo, o que pode acarretar em perda de produção e lucro cessante.

Assim, visando determinar a vida útil dos equipamentos com a maior precisão possível, diversas técnicas e ensaios especiais vindo sendo desenvolvidos e aprimorados a cada ano. Emissão acústica, IRIS (*Ultrasonic Internal Rotating Inspection System*), radiografia digital, pig instrumentado de diversos tipos, analisador de liga, medição de espessura, metalografia, medição de dureza e microscopia eletrônica são alguns exemplos das ferramentas que auxiliam na identificação de danos em equipamentos, e a partir dos dados obtidos é calculada a vida residual dos mesmos. Complementarmente às inovações tecnológicas, algumas entidades com reconhecimento técnico internacional, como o *American Petroleum Institute* (API) e o *British Standards* (BSI), vêm desenvolvendo metodologias cada vez mais sofisticadas e precisas para a determinação da vida residual de equipamentos, inclusive com a emissão de diversos documentos e normas técnicas.

A determinação dos mecanismos de dano potencialmente atuantes em um determinado equipamento é fundamental para uma boa definição do plano de inspeção periódica do mesmo. No entanto, o avanço tecnológico, o desenvolvimento de novos materiais de fabricação de equipamentos e o surgimento de novos produtos e processos, a despeito dos benefícios intrínsecos, trazem consigo a possibilidade de introdução de novos mecanismos de

danos. Assim, é imprescindível para os profissionais ligados à engenharia de equipamentos estar permanentemente atualizado com o surgimento de novas tecnologias de inspeção e com os avanços nos estudos a respeito dos diversos mecanismos de dano, visando assim garantir a segurança de pessoas e equipamentos, bem como a continuidade operacional das instalações industriais e, conseqüentemente, evitando perdas financeiras.

A fluência, assim como a corrosão e a fadiga, é um dos mecanismos de dano a que um equipamento pode estar sujeito. Na indústria petroquímica, a fluência pode ser comumente observada em caldeiras, fornos, reatores e suas tubulações, bem como numa extensa gama de materiais. As caldeiras, por exemplo, vastamente estudadas para o mecanismo de fluência, são normalmente fabricadas em aços de baixa liga Cr-Mo (cromo-molibidênio). Já as aplicações do aço inoxidável A-312 TP 304H para alta temperatura, menos usuais que os aços baixa liga, podem ser encontradas nos forno de reforma ou ainda nas convecções dos fornos de pirólise, como é o caso da aplicação que inspirou esta dissertação.

Desta forma, este trabalho tem o objetivo de contribuir para um melhor entendimento das metodologias utilizadas na determinação da vida residual de equipamentos submetidos ao mecanismo de fluência, bem como o de criar referências metalográficas que poderão ser de grande valor para estimar o percentual de vida consumida de tubos de aço inoxidável A-312 TP 304H submetidos à fluência, de forma que se possa maximizar a vida útil desses tubos em aplicações industriais com segurança.

A metodologia utilizada consistiu na comparação de diversas propriedades do material antes e após ensaios de fluência acelerada, em diversas condições de temperatura e tensão, com destaque especial para as análises metalográficas utilizadas para caracterizar detalhadamente as alterações metalúrgicas sofridas pelo material.

A grande duração e o alto custo dos ensaios de fluência acelerada, bem como o alto desvio padrão dos seus resultados, são sempre fatores dificultadores das pesquisas nesta área da engenharia, no entanto, este trabalho contou com um relevante número de experimentos o que valoriza e respalda os resultados obtidos.

### **1.1 Fluência: a avaliação de um caso real**

Em maio de 2004, o forno de pirólise BA-4102 foi parado para avaliação de integridade, pois um dos tubos de saída do banco de superaquecimento de vapor de diluição (DS), localizado na convecção do forno, falhou em operação.



O forno opera quase que continuamente desde maio de 1992 e o banco de superaquecimento de DS nunca havia sofrido qualquer alteração.

A investigação preliminar da ocorrência observou e concluiu o seguinte:

- a) O tubo falhou por fluência, fato comprovado por micrografia executada no tubo fraturado, que também constatou a precipitação de fase sigma. (Figura 1.1)
- b) O tubo que falhou, bem como os demais tubos de saída dos outros passes, apresentava deformações plásticas. (Figura 1.2)
- c) Não foi constatada nenhuma anormalidade nos registros de processo do forno. O tubo não operou sem fluxo de vapor interno. O controle de vazão de vapor é individual para cada passe.
- d) Um tubo imediatamente anterior ao de saída também apresentou sinais de envelhecimento metalúrgico, precipitação de fase sigma, constatado por réplica metalográfica feita no tubo. (Figura 1.3)
- e) Quando o forno voltou a operar, pode-se constatar que os tubos de saída possuíam interferência com outras tubulações e/ou com a plataforma do forno, o que provocava restrição ao movimento de dilatação. Esta limitação à dilatação provoca tensões de compressão nos tubos, que podem chegar a valores suficientes para fleti-los, o que estava de acordo com a situação encontrada no forno. A flexão, associada ao peso próprio dos tubos, provoca uma curvatura na parte inferior dos mesmos. Esta região inferior fica então submetida a tensões de tração que somada à pressão interna vão potencializar os efeitos da fluência.

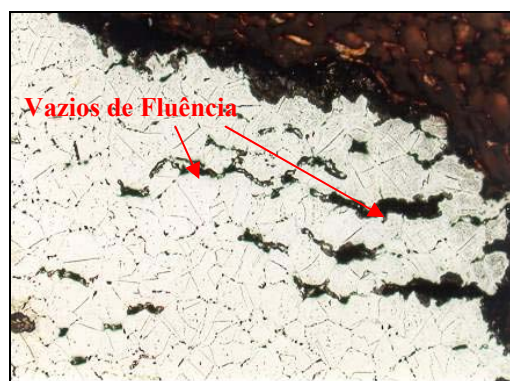


Figura 1.1: Micrografia do tubo que falhou. Trincas características de fluência.

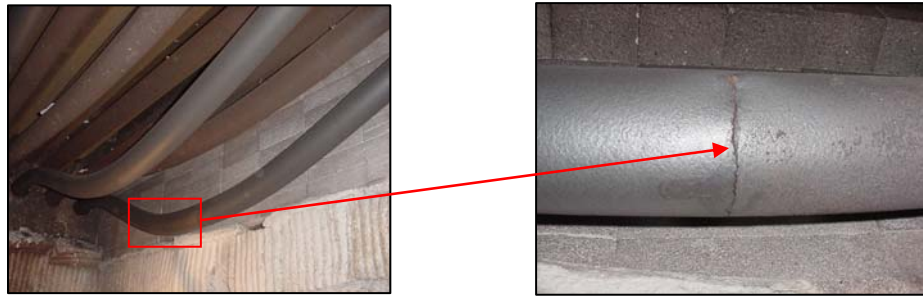


Figura 1.2: Tubos com deformação plástica. No detalhe, o tubo que falhou.

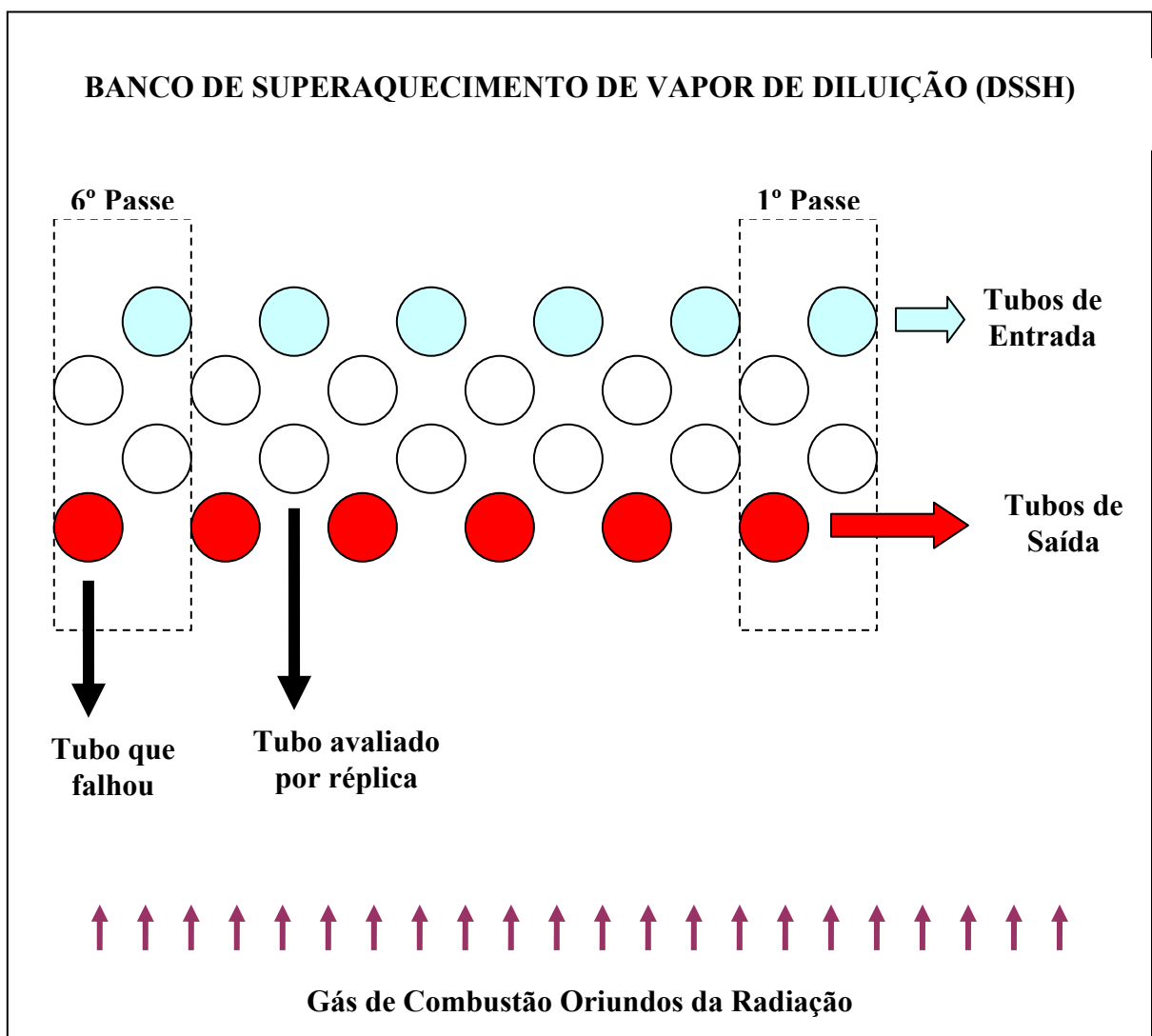


Figura 1.3: Representação esquemática da convecção do forno.

## 1.2 Dados do equipamento

A Tabela 1.1 apresenta os principais dados de projeto da serpentina do banco de superaquecimento de vapor de diluição (DS).

Tabela 1.1 – Dados de projeto da serpentina do banco de DS

Código de projeto	API Std 530
Base de projeto para tensão de ruptura (mínima ou média)	Média
Temperatura máxima de parede do tubo	760 °C
Temperatura de projeto da parede do tubo	815 °C
Tolerância de temperatura	20 °C
Vida de projeto	100.000 horas
Comprimento do tubo efetivo	10.340 mm
Material do tubo (ASTM)	A-312 TP 304H
Diâmetro externo do tubo	88,9 mm
Espessura de parede do tubo	4,8 mm
Comprimento total do tubo	10.824 mm

## 1.3 Descrição do processo

Existem 10 fornos de pirólise na Unidade de Olefinas II. Sendo que dois deles craqueiam etano (BA-4101 e BA-4102) e oito craqueiam nafta (BA-4103 a BA-4110). Existem dois bancos de superaquecimento de DS em cada forno. A falha ocorreu no segundo banco, onde a temperatura é mais elevada. O segundo banco de DS é composto de seis passes independentes com quatro tubos cada. A vazão de DS é mantida contínua durante a operação do forno. Existe instrumento que mede e registra a vazão de DS por passe.

É esperada uma variação de temperatura nos tubos do banco de DS em função da variação da energia absorvida na radiação que alterará a temperatura dos gases de combustão que chegam à convecção do forno. Não existe instrumento que meça direta ou indiretamente a temperatura do banco de DS, existe apenas a simulação da projetista para diversas condições de operação do forno.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Introdução

Um dos fatores mais críticos que determinam a integridade de componentes a temperaturas elevadas (maior que 30% da temperatura absoluta de fusão) é o seu comportamento em relação à fluência. O mecanismo de fluência, devido à sua propriedade de ser dependente da temperatura, pode fazer com que os materiais, de forma lenta e contínua, deformem e eventualmente falhem, mesmo sob carregamento constante.<sup>[23] [17]</sup>

Fluência pode ser definida, portanto, como um fenômeno termo-ativado, dependente do tempo, em que um componente se deforma sob tensão constante ou variável.<sup>[23]</sup>

Como consequência da deformação poderão ocorrer alterações dimensionais inaceitáveis ou mesmo ruptura de componentes. Falhas serão definidas, a depender do caso, ou pela fratura, ou pela deformação do componente. Pás de turbina têm vida limitada pela deformação total, enquanto tubos de caldeira falham por ruptura.<sup>[17]</sup>

#### 2.2 Curvas de fluência e classificação dos estágios

As curvas de fluência são obtidas, durante a execução de um ensaio de fluência, pelo registro em um gráfico dos diversos pontos de Tempo x Deformação do corpo de prova, até o momento da ruptura final da amostra.

A partir da execução de diversos ensaios de fluência com tensões e temperaturas diversas, observou-se um comportamento padrão em função da taxa de deformação das amostras no tempo. Esse comportamento originou uma classificação em três diferentes estágios de um material submetido a fluência. A Figura 2.1 representa graficamente esses diversos estágios.

- *Estágio primário ou estágio I:* após a deformação instantânea inicial inicia-se este estágio que se caracteriza pela velocidade de deformação decrescente.
- *Estágio secundário ou estágio II:* velocidade de deformação constante.
- *Estágio terciário ou estágio III:* estágio com velocidade de deformação crescente que termina com a fratura.

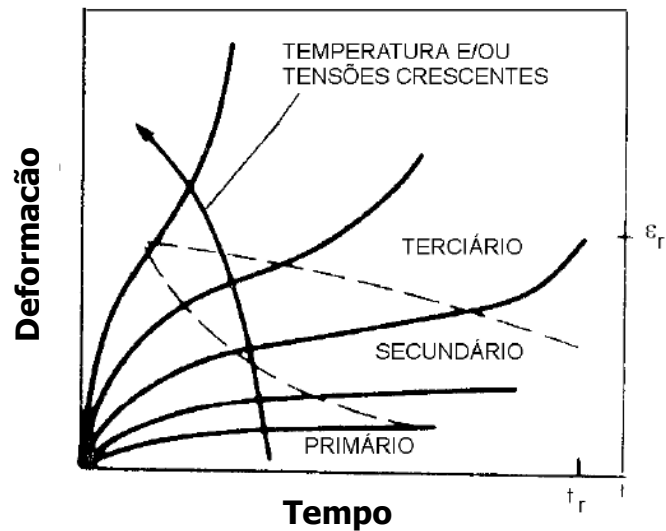


Figura 2.1: Curvas de fluência.<sup>[17]</sup>

## 2.3 Previsão de vida sob fluência

Nas indústrias petroquímicas, químicas e de petróleo, os equipamentos e componentes são normalmente projetados para uma vida de 100.000 horas ou mais, o que equivale a mais de 11 anos de operação. Assim sendo, usar métodos para extrapolar o resultado de ensaios de laboratório – onde as condições de tensão e temperatura são estabelecidos de forma a provocar a ruptura do material em tempos significativamente menores – é inevitável.

### 2.3.1 Extrapolação através de parâmetros

A extrapolação de resultados de laboratório através de parâmetros é um método empírico que tenta resumir os diversos mecanismos que agem concomitantemente no material.

Tendo em vista os vários mecanismos que interferem na deformação e fratura sob fluência, não é de se esperar que um parâmetro único seja capaz de descrever o comportamento de um material numa faixa extensa de tensão e temperatura. A extrapolação é feita numa base empírica e resultados aproximados são esperados.

A Figura 2.2 representa graficamente o modelo de extrapolação, linhas de isotensões, utilizado por alguns parâmetros disponíveis na literatura<sup>[9][23]</sup>, como: (a) Parâmetro de Larson-Miller, (b) Parâmetro de Goldhoff-Sherby, (c) Parâmetro de Manson-Haferd e (d) Parâmetro de Orr-Sherby-Dorn.

Dos vários parâmetros propostos, o Parâmetro de Larson-Miller é o mais usado na engenharia, tanto pela sua simplicidade quanto pela experiência adquirida durante o longo tempo em que vem sendo usado.<sup>[23] [17]</sup> No entanto, é importante observar que a depender das

diversas variáveis presentes no processo (material, faixa de temperatura, faixa de tensões, etc.) um outro parâmetro pode representar melhor a situação estudada e assim ser mais preciso na extrapolação de dados.

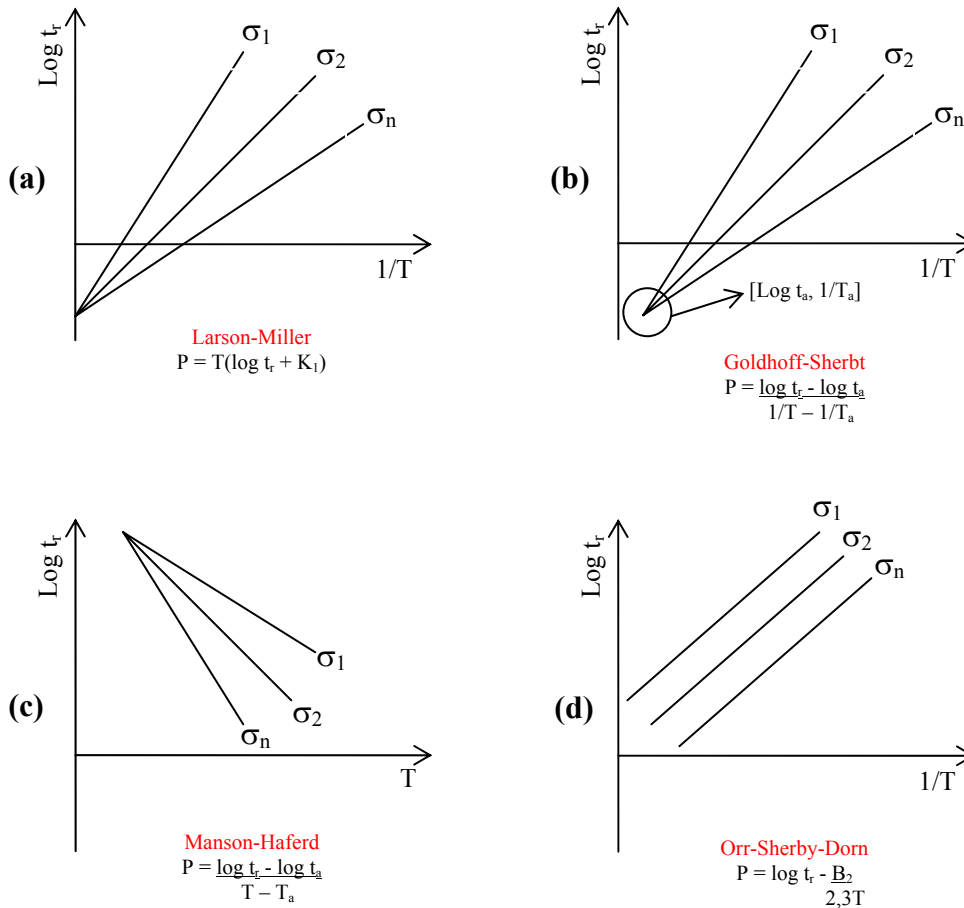


Figura 2.2: Representação gráfica de alguns parâmetros de extrapolação.<sup>[23]</sup>

### 2.3.2 Parâmetro de Larson-Miller

O parâmetro de Larson-Miller (LMP) é uma equação que relaciona tensão, temperatura e tempo de ruptura por fluência de um determinado material, permitindo calcular uma das três variáveis a partir da definição de duas delas, vide Equação 2.1. Assim, pode-se calcular o tempo esperado para a ruptura de um material submetido à fluência, caso se conheça a tensão a que o mesmo está submetido e a temperatura a que ele está exposto.

$$LMP = f(\sigma) = T(C + \log t_r) \quad (2.1)$$

Onde,

- $f(\sigma)$ : função da tensão que depende do material em análise;
- $C$ : constante que depende do material em análise;
- $T$ : temperatura a que o componente foi submetido; e
- $t_r$ : o tempo de vida até ruptura, normalmente expresso em horas.

Algumas normas já trazem incorporada a função de tensão do parâmetro de Larson-Miller para diversos materiais na forma de gráfico, como o API Std 530<sup>[3]</sup>, ou na forma de equação, como o API RP 579<sup>[2]</sup>.

De acordo com o API RP 579<sup>[2]</sup>, para o aço A-312 TP 304H a constante  $C$  é igual a 15 e a função de tensão do parâmetro de Larson-Miller é expresso da seguinte forma:

$$\text{LMP}_m = 41602,2 - 4159,45 \ln \sigma \quad (2.2)$$

$$\text{LMP}_a = 43170,3 - 4158,07 \ln \sigma \quad (2.3)$$

Onde,

- $\text{LMP}_m$ : função de tensão do parâmetro de Larson-Miller mínimo, baseado em dados de tensões mínimas para ruptura; e
- $\text{LMP}_a$ : função de tensão do parâmetro de Larson-Miller médio, baseado em dados de tensões médias para ruptura.
- Para os dois casos deve-se considerar a tensão em KSI, a temperatura em graus Rankine (°R) e o tempo em horas (h).

Igualando as equações 2.1 e 2.3, temos:

$$\text{LMP}_a = 43170,3 - 4158,07 \ln \sigma = T(C + \log t_r) \quad (2.4)$$

Rearranjando a equação 2.4 e considerando C igual a 15, pode-se calcular o tempo médio de ruptura conforme o Parâmetro de Larson-Miller de um componente feito em aço A-312 TP 304H e submetido a um regime de fluência utilizando a seguinte equação:

$$t_r = \text{pot} \left( \frac{43170,3 - 4158,07 \ln \sigma}{T} - 15 \right) \quad (2.5)$$

De forma similar podemos calcular o tempo mínimo de ruptura conforme o Parâmetro de Larson-Miller utilizando a seguinte equação:

$$t_r = \text{pot} \left( \frac{41602,2 - 4159,45 \ln \sigma}{T} - 15 \right) \quad (2.6)$$

Onde,

- $\sigma$ : tensão a que o componente está submetido, em KSI;
- $T$ : temperatura a que o componente está submetido, em graus Rankine (°R);
- $t_r$ : o tempo de vida até ruptura, em horas.

## 2.4 Dano acumulado sob fluência

O método mais comum para calcular dano acumulado sob fluência é computar a quantidade de vida consumida usando fração de tempo ou fração de deformação como medida de dano. Quando o somatório das frações de dano somarem uma unidade então ocorre a falha por ruptura. Alguns autores propõem ainda algumas alternativas de combinar a fração de tempo com a fração de deformação para quantificar a vida consumida.<sup>[23]</sup>

a) Regra de Fração de Vida

$$\sum \frac{t_i}{t_{ri}} = 1 \quad (2.7)$$



b) Regra de Fração de Deformação

$$\sum \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_{ri}} = 1 \quad (2.8)$$

c) Regra Combinada I

$$\sum \left( \frac{t_i}{t_{ri}} \right)^{1/2} \left( \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_{ri}} \right)^{1/2} = 1 \quad (2.9)$$

c) Regra Combinada II

$$k \sum \left( \frac{t_i}{t_{ri}} \right) + (1-k) \sum \left( \frac{\varepsilon_i}{\varepsilon_{ri}} \right) = 1 \quad (2.10)$$

Onde,

- $k$  é uma constante;
- $t_i$  e  $\varepsilon_i$  são, respectivamente, o tempo e a deformação na condição  $i$ ;
- $t_{ri}$  e  $\varepsilon_{ri}$  são, respectivamente, o tempo total e a deformação total até a ruptura na condição  $i$ ;

## 2.5 Extrapolação através de métodos metalográficos

Observa-se que praticamente todos os defeitos e trincas provocados por fluência em serviço se iniciam na superfície externa dos componentes. Assim, métodos de ensaios não destrutivos, especialmente a réplica metalográfica, tornam-se efetivos. Existem basicamente dois métodos que se baseiam na observação de réplicas metalográficas para avaliação de dano quanto a fluência: (1) método baseado na evolução da cavidades; e (2) método baseado na evolução da estrutura metalográfica, particularmente, o coalescimento dos carbonetos.<sup>[17] [4]</sup>

### 2.5.1 Métodos baseados na evolução de cavidades

Em 1983, Neubauer e Wedel descreveram uma forma de classificar os estágios microestruturais da fluência baseados na evolução de cavidades (vazios de fluência) e correlacionar cada um deles à vida consumida.<sup>[17] [14]</sup>

Eles observaram que um aço sujeito ao mecanismo de fluência no início do estágio III ainda possuía de 20 a 50 % da sua vida útil total.<sup>[14]</sup>

A Figura 2.3 e a Tabela 2.1 resumem o trabalho de Neubauer e Wedel, que ainda hoje é muito utilizado principalmente para avaliações de zonas frágeis, como a zona termicamente afetada (ZTA) de soldas, e regiões solicitadas por altas tensões no metal base.<sup>[17]</sup>

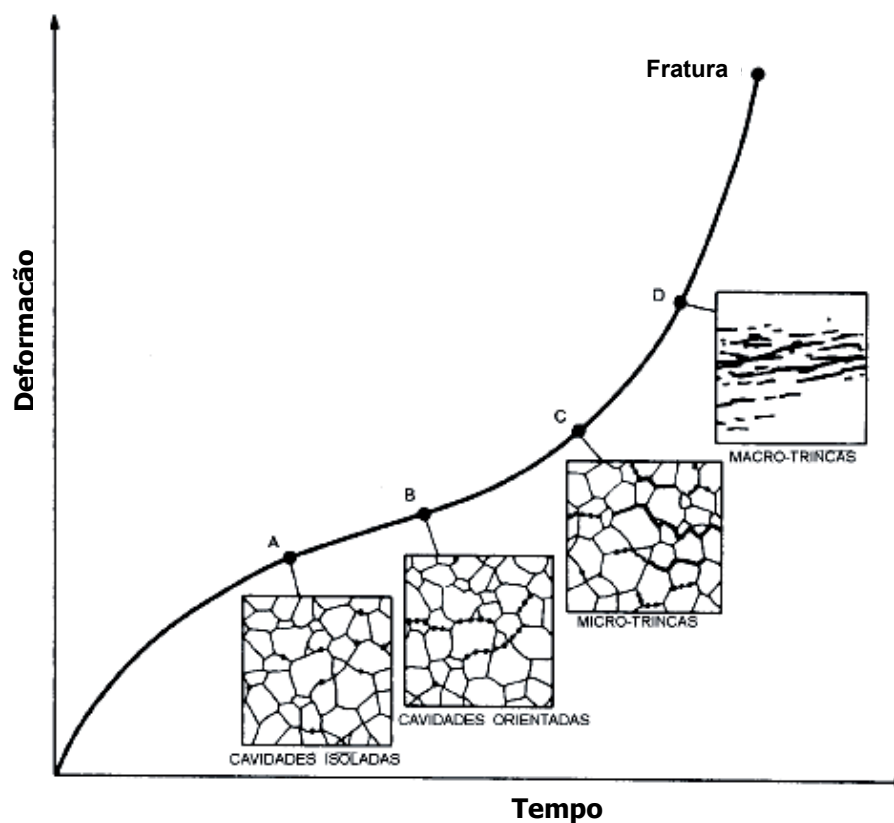


Figura 2.3: Relação esquemática dos estágios de dano com a curva de fluência.<sup>[17]</sup>

Tabela 2.1 – Classificação de danos de fluência de Neubauer-Wedel<sup>[14]</sup>

Classe de Dano	Descrição	Comentários	Ação
0	Sem dano	Nenhum dano por fluência detectado. Alguma evidência de degradação térmica pode ser observada.	Nenhuma ação imediata até a próxima parada programada.
A	Cavidades isoladas	Cavidades isoladas são observadas. Não é possível determinar a direção da tensão principal máxima pela localização das cavidades.	Manter intervalo de inspeção. Tempo mínimo até a falha: 3 anos.
B	Cavidades orientadas	Cavidades são observadas, freqüentemente com múltiplos vazios no mesmo contorno de grão. Um alinhamento claro dos contornos afetados pode ser visto, determinando a direção da tensão principal máxima (normal ao alinhamento de cavidades).	Reduzir intervalo de inspeção. Tempo mínimo até a falha: 1 a 1,5 ano.
C	Cavidades coalescidas ou micro-trincas	Alguns grãos se separaram devido ao coalescimento de vazios e formaram uma micro-trinca. Normalmente menores que 2 mm. Podem ser detectadas por ensaio não destrutivo (END) convencional.	Reparo ou substituição necessária dentro de seis meses.
D	Macro-trincas	Além de cavidades e micro-trincas, algumas micro-trincas se juntaram e formaram macro-trincas de comprimento de vários tamanhos de grão. São normalmente maiores que 2 mm e são detectadas por END convencional.	Reparo imediato antes de voltar a operar.

### 2.5.2 Métodos baseados no coalescimento de carbonetos

Em materiais dúcteis sob fluência, em que o início da fratura intergranular é deslocado para tempos bastante elevados, torna-se necessária a avaliação de fração de vida consumida através da evolução da microestrutura, particularmente do processo de esferoidização e coalescimento de carbonetos.<sup>[17]</sup>

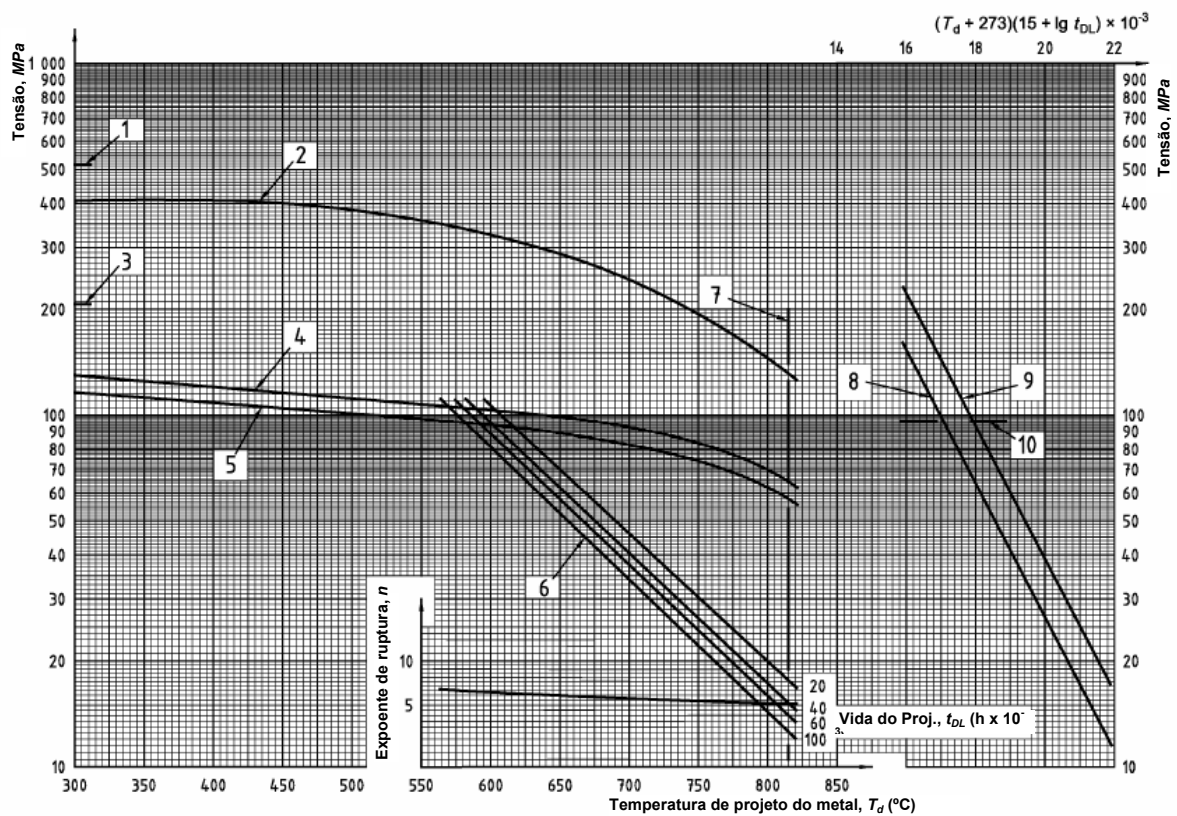
Embora exista um esforço crescente para quantificar a relação entre o estágio de esferoidização dos carbonetos e a fração de vida consumida sob fluência, esses métodos ainda dependem, para serem confiáveis, de bancos de dados de aspectos estruturais dos vários tipos de aços sob diferentes condições. Esses bancos de dados constituem “know-how” de projetistas e institutos especializados, sendo extremamente valiosos e, naturalmente, não disponíveis na literatura técnica.<sup>[17]</sup>

Oportunamente, em função dos resultados preliminares das análises metalográficas, este método será explorado mais a fundo.

## 2.6 Principais características do aço inox 304H

O aço 304H é uma variante do aço 304 onde o teor de carbono é mais controlado, podendo inclusive ser um pouco maior que o 304. A especificação de composição é praticamente igual para ambos, exceto pelo teor de carbono (que é de 0,04 a 0,10% no 304H e 0,08% máximo para o 304). Além disso, o 304H deve ter um tamanho de grão número 7 ou mais grosseiro, conforme o ASTM. O maior tamanho de grão faz com que o 304H tenha uma maior resistência a temperaturas mais elevadas (acima de 500°C) e também uma maior resistência à fluência. Na prática, no entanto, as siderúrgicas fabricam este material de forma a atender simultaneamente às duas especificações, utilizando a faixa de intersecção na especificação de ambas.

As principais características do aço 304H estão resumidas no gráfico da Figura 2.4.



### Legenda:

- |   |   |
|---|---|
| (1) Tensão de ruptura mínima especificada;    | (6) Tensão de ruptura admissível;                                       |
| (2) Tensão de ruptura;                        | (7) Temperatura de metal limite de projeto;                             |
| (3) Tensão de escoamento mínima especificada; | (8) Tensão de ruptura mínima;   |
| (4) Tensão de escoamento;                     | (9) Tensão de ruptura média;  |
| (5) Tensão elástica admissível;               | (10) O projeto deve considerar tensões elásticas a partir desta tensão. |

Figura 2.4: Curvas de tensão para o aço inoxidável 304H.<sup>[3]</sup>

## 2.7 Envelhecimento dos aços inoxidáveis austeníticos

Os aços inoxidáveis austeníticos, quando submetidos à temperatura de operação – normalmente na faixa de 500 a 900°C – envelhecem, formando elementos de segunda fase que podem ser classificados em **carbonetos** e **fases intermetálicas**. A Tabela 2.2 resume as principais características desses elementos.<sup>[12]</sup>

Elemento de Segunda Fase: composição molecular genérica do elemento de segunda fase, onde “M” representa os metais presentes na composição.

Estrutura Cristalina: maneira segundo a qual os átomos estão arranjados espacialmente.<sup>[6]</sup>

Composições Identificadas: indica as variantes de composição química da molécula do elemento de segunda fase que já foram identificadas em aços inoxidáveis.

Tabela 2.2 – Principais características dos elementos de segunda fase dos aços inoxidáveis

Elemento de Segunda Fase	Estrutura Cristalina	Composições Identificadas	Notas
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Cúbica de face centrada	(Cr <sub>16</sub> Fe <sub>5</sub> Mo <sub>2</sub> )C <sub>6</sub> (Cr <sub>17</sub> Fe <sub>4,5</sub> Mo <sub>1,5</sub> )C <sub>6</sub> (Fe,Cr) <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Carboneto mais encontrado nos aços inoxidáveis austeníticos. Precipita de 500 a 950 °C, sendo mais intensa entre 650 e 700 °C
M <sub>6</sub> C	Cúbica de face centrada	(Cr,Co,Mo,Ni) <sub>6</sub> C (Fe <sub>3</sub> Mo <sub>3</sub> )C Fe <sub>3</sub> Nb <sub>3</sub> C (Fe,Cr) <sub>3</sub> Nb <sub>3</sub> C	Encontrado nos aços inoxidáveis austeníticos que contêm quantidade significativa de molibdênio (Mo) ou nióbio (Nb) após longo tempo de exposição à temperatura.
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Hexagonal	Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Encontrado nos aços inoxidáveis martensíticos e nos aços inoxidáveis austeníticos com C > 0,1%. <sup>[16]</sup>
MC	Cúbica	TiC NbC	Carboneto muito estável encontrado em ligas que contêm titânio (Ti) ou nióbio (Nb).
Fase sigma (σ)	Tetragonal	FeCr FeMo Fe(Cr,Mo) (Fe,Ni) <sub>x</sub> (Cr,Mo) <sub>y</sub>	Formada após longo tempo de exposição entre 650 e 900 °C.
Fase qui (χ)	Cúbica de corpo centrado	Fe <sub>36</sub> Cr <sub>12</sub> Mo <sub>10</sub> (Fe,Ni) <sub>36</sub> Cr <sub>18</sub> Mo <sub>4</sub> M <sub>18</sub> C	Encontrado nos aços inoxidáveis que contêm quantidade significativa de molibdênio (Mo). Precipita entre 730 e 1010 °C, a depender da composição do aço.

### 2.7.1 Carbonetos

Os carbonetos são os compostos formados durante o envelhecimento do material, ou seja, abaixo da temperatura de solubilização (980 a 1250°C). Eles geralmente precipitam em discordâncias e em falhas de empilhamento do interior dos grãos, tendo efeito significativo nas propriedades mecânicas do material.<sup>[16]</sup>

Os carbonetos formados em aços inoxidáveis austeníticos podem ser de quatro tipos:

- $M_{23}C_6$
- $MC$
- $M_6C$
- $M_7C_3$

Dos quatro tipos de carbonetos apresentados acima apenas o  $M_{23}C_6$  é normalmente encontrado no aço 304H após envelhecimento<sup>[21]</sup>. Este carboneto precipita dos diversos locais da matriz seguindo a seguinte seqüência: contornos de grão, contornos incoerentes de macla, contornos coerentes de macla e por último no interior dos grãos em discordância. Podendo ocorrer ainda a nucleação na interface de inclusões. A deformação a frio, após a solubilização e antes do envelhecimento, normalmente favorece a precipitação no interior dos grãos durante o envelhecimento.<sup>[16]</sup>

Para um percentual de carbono de cerca de 0,08%, os carbonetos se formam após 15 minutos para uma temperatura de 540°C. A 650°C, os carbonetos se precipitam em cerca de um minuto. Para aços inoxidáveis com menor percentual de carbono a precipitação ocorre de forma mais lenta.<sup>[12]</sup>

O carboneto  $M_{23}C_6$  pode causar corrosão intergranular dos aços inoxidáveis austeníticos pelo empobrecimento de Cr nos contornos de grão<sup>[12]</sup>, no entanto ele tem efeito positivo na ductilidade em fluência, por dificultar o escorregamento dos contornos de grão.<sup>[16]</sup>

### 2.7.2 Fases Intermetálicas

As três principais fases intermetálicas encontradas em aços inoxidáveis austeníticos são:

- Fase sigma ( $\sigma$ )
- Fase qui ( $\chi$ )
- Fase de Laves

As fases intermetálicas têm normalmente efeitos negativos nas propriedades dos materiais, pois fragiliza os mesmos e empobrece a matriz em Cr, Mo, Ti, Nb e V. Apenas a fase de Laves endurece o material por precipitação. Dentre elas, apenas a fase sigma, é encontrada no aço 304H.<sup>[21]</sup>

Devido à dificuldade de nucleação, a precipitação de fase sigma demanda um longo tempo para ocorrer e sempre de forma incoerente com a matriz, em locais de alta energia, tais como junções triplas de grãos, contornos de grão e contornos de macla.

Uma vez nucleada, o crescimento da fase sigma também se dá de forma bastante lenta, pois ele depende da baixa difusividade dos elementos substitucionais (maior número atômico).

Como a fase sigma não dissolve elementos intersticiais (baixo número atômico, como: C, B e N), há necessidade do empobrecimento prévio da matriz, através da precipitação de carbonetos, boretos e nitretos para sua posterior precipitação.<sup>[16]</sup>

## **2.8 Ensaios aceleradas de fluência**

Devido aos grandes custos e longos tempos necessários para a realização de ensaios de fluência nas mesmas condições da aplicação real de um componente, os centros de pesquisa e indústrias comumente realizam ensaios de fluência acelerada. Os ensaios acelerados normalmente têm duração igual ou inferior a 1.000 horas, podendo chegar a 10.000 horas em casos de estudos mais detalhados, ou ainda acima de 100.000 horas como nos ensaios desenvolvidos nos centros de pesquisa especializados, como o NRIM do Japão<sup>[21]</sup>.

Para se realizar um ensaio de fluência acelerada é necessário aumentar a temperatura, a tensão ou ambos de forma a promover a ruptura do corpo de prova num tempo inferior ao da aplicação real do componente e em seguida utilizar um dos métodos de parametrização existentes para extrapolar os dados obtidos para tempos mais longos.

Ao selecionar os valores de tensão e temperatura dos ensaios acelerados, deve-se atentar para o fato de que aumentos excessivos na temperatura podem provocar alterações microestruturais no material que não ocorreriam na situação real e, portanto, introduzir erros significativos nos resultados. Por outro lado, aumentos excessivos na tensão podem alterar o mecanismo da fratura, como se pode observar nas Figuras 2.5 e 2.6, ou seja, o corpo de prova ensaiado romperá por um mecanismo diferente do caso que se pretende estudar, dificultando ou impossibilitando a correlação de informações.

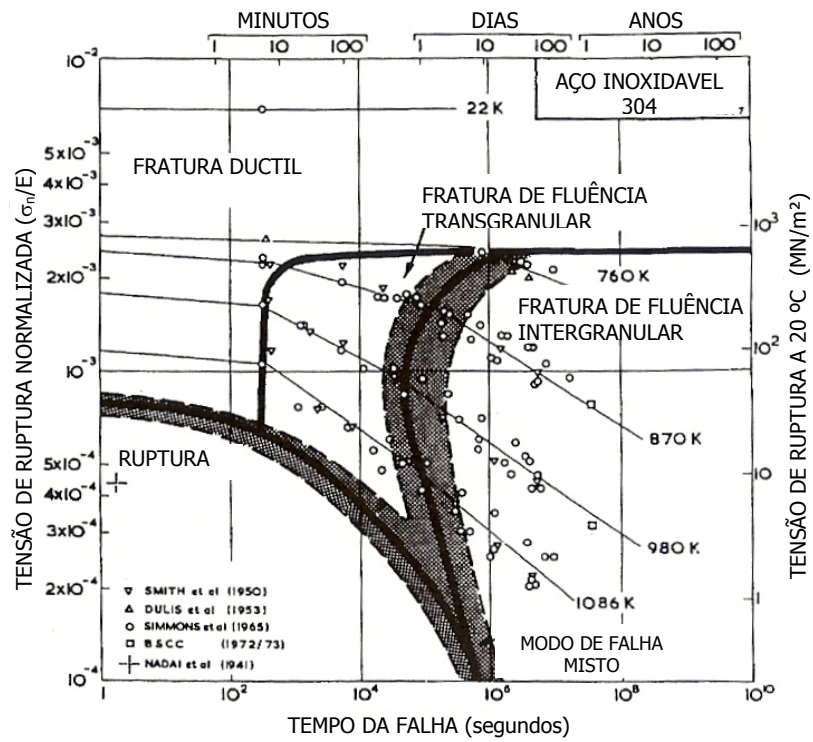


Figura 2.5: Mapa de fratura para um aço inoxidável austenítico tipo AISI 304.<sup>[17]</sup>

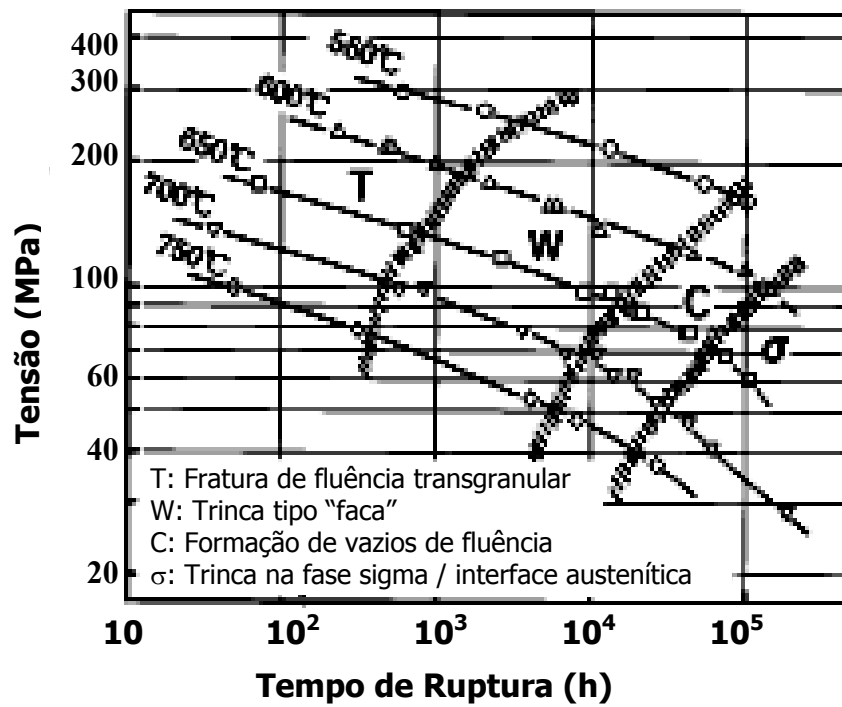


Figura 2.6: Tipos de fratura para um aço inoxidável tipo 304H.<sup>[21]</sup>



## 2.9 Mudança da dureza com o envelhecimento do material e sob fluência

Conforme observações feitas por Tanaka<sup>[21]</sup> durante a realização de ensaios de fluência do aço inox 304H, verificou-se que o endurecimento na região da rosca dos corpos de prova (tensão nula) ocorre em duas etapas distintas: (i) o endurecimento que ocorre num curto tempo de envelhecimento, até 1.000 horas, se deve à precipitação de  $M_{23}C_6$ . Este carboneto de segunda fase começa a precipitar em menos de uma hora após o início dos ensaios, no entanto o endurecimento devido a sua precipitação é relativamente baixo, se comparada à precipitação de fase sigma (da ordem de 10 a 15 HV); e (ii) já o endurecimento para um envelhecimento acima de 10.000 horas, ocorre devido à precipitação de fase sigma. Esta última etapa de endurecimento apresenta um acréscimo no valor da dureza muito mais significativo. Vide Figura 2.7 (a).

Já nas observações realizadas na parte central dos corpos de prova (região tensionada pela máquina de ensaio de fluência) verificou-se que além do endurecimento por precipitação de  $M_{23}C_6$  e de fase sigma, também ocorre endurecimento devido ao aumento na densidade de discordâncias, que são causadas pela deformação. Para tempos mais elevados pode ocorrer rearranjo das discordâncias reduzindo a dureza do material.

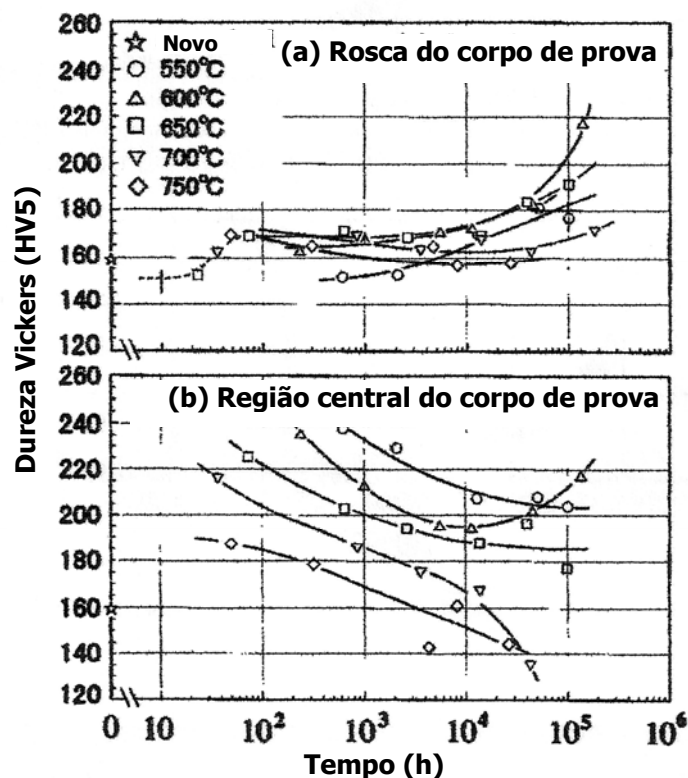


Figura 2.7: Gráficos representando a relação da dureza Vickers em função do tempo de ruptura de corpos de prova submetidos a ensaios de fluência sob diferentes níveis de tensão. (a) na região da rosca e (b) na região central do corpo de prova.<sup>[21]</sup>

Analisando ensaios de isotensão, Tanaka<sup>[21]</sup> observou que para uma tensão elevada (177 MPa) o endurecimento é causado principalmente pela deformação (movimentação de discordâncias). Para ensaios com tensão mediana (118 MPa), inicialmente, até cerca de 1.000 horas, o principal fator do endurecimento é a precipitação de  $M_{23}C_6$ , a partir deste tempo a deformação passa a ser o fator preponderante. Já para as tensões baixas (61 MPa), a dureza ocorre inicialmente pela precipitação de  $M_{23}C_6$  e para longos tempos (acima de 10.000 horas) pela precipitação de fase sigma. Para esse nível de tensão a dureza na região tensionada do corpo de prova é muito próxima da dureza na região da rosca. Isso ocorre pois o efeito da recuperação, ou rearranjo das discordâncias, assim como do coalescimento de precipitados, é mais significativo para tensões mais baixas, já que o tempo para ruptura aumenta e a taxa de deformação reduz. Vide Figura 2.8.

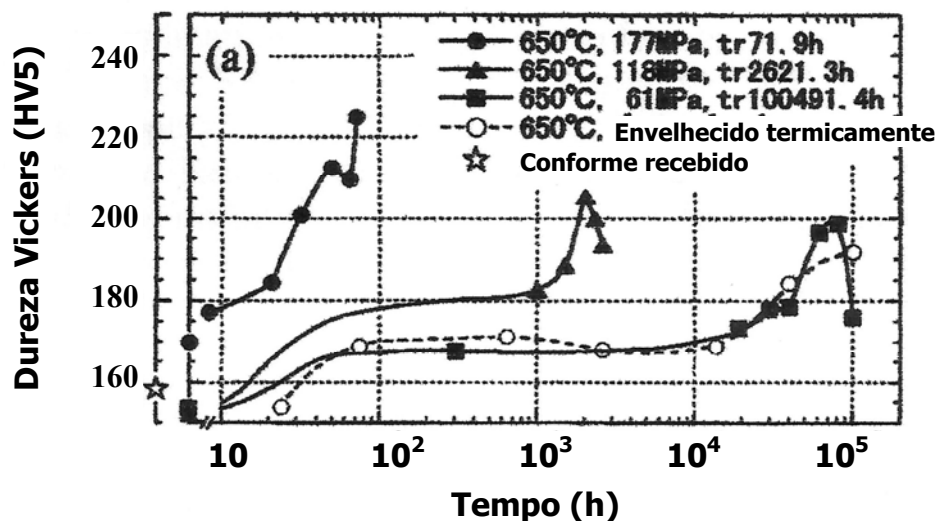


Figura 2.8: Variação temporal da dureza do aço inox 304H para ensaios de fluência em três níveis de tensões distintos, comparado com região da rosca do corpo de prova.<sup>[21]</sup>

## CAPÍTULO 3

### APARATO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA

#### 3.1 Metodologia

A parte experimental deste trabalho foi constituída das seguintes etapas:

- Caracterizar cada uma das amostras – tubos novos e envelhecidos – através de análise química qualitativa e quantitativa, analisador de ligas, dureza, ensaio de tração a frio e metalografia.
- Proporcionar envelhecimento metalúrgico equivalente a 40%, 60%, 80% e 100% de vida consumida a corpos de prova retirados da amostra de tubo novo, através de ensaio de fluência acelerada.
- Caracterizar as alterações metalúrgicas introduzidas durante o ensaio de fluência acelerada, através de micrografia e medição de dureza, gerando um “Padrão de Envelhecimento Metalúrgico para aço A-312 TP 304H”.
- Enquadrar as amostras envelhecidas no “Padrão de Envelhecimento Metalúrgico para aço A-312 TP 304H”, a partir das análises metalográficas realizadas, obtendo a fração de vida consumida.
- Submeter as amostras de tubos envelhecidos a ensaios de fluência acelerada para obter a fração de vida consumida.
- Comparar os resultados obtidos a partir do ensaio de fluência acelerada com os do enquadramento no “Padrão de Envelhecimento Metalúrgico para aço A-312 TP 304H”.

#### 3.2 Material das amostras

Foram obtidas quatro diferentes amostras de tubo para realização da parte experimental deste trabalho. Todas elas possuem especificação A-312 TP 304H, sendo que cada uma delas se encontra em diferentes estágios de envelhecimento metalúrgico. A amostra AM-01 foi obtida a partir de um tubo novo. As amostras AM-02, AM-03 e AM-04 foram obtidas de uma mesma serpentina da convecção de um forno de pirólise que operou cerca de 105.000 horas, sendo que cada uma das três amostras estava submetida a uma temperatura diferente de operação. As principais características de cada uma das amostras encontra-se resumida na Tabela 3.1 e na Figura 3.1.

Tabela 3.1 – Resumo das principais características das amostras

Amostra	Dimensões	Estado de Envelhecimento	Origem da Amostra
AM-01	Diâmetro: 88,9 mm Espessura: 4,8 mm	Novo	Almoxarifado
AM-02	Diâmetro: 88,9 mm Espessura: 4,8 mm	$\sigma = A^{(1)}$ $T \approx 760^\circ\text{C}$ 105.000 h	Vide localização na Figura 3.1
AM-03	Diâmetro: 88,9 mm Espessura: 4,8 mm	$\sigma = B^{(1)}$ $T \approx 690^\circ\text{C}$ 105.000 h	Vide localização na Figura 3.1
AM-04	Diâmetro: 88,9 mm Espessura: 4,8 mm	$\sigma = C^{(1)}$ $T \approx 480^\circ\text{C}$ 105.000 h	Vide localização na Figura 3.1

<sup>(1)</sup> Para as amostras com 105.000h os valores de tensão são desconhecidos, no entanto sabe-se que:  $(A > B)$ ;  $(A > C)$ ;  $(B \approx C)$

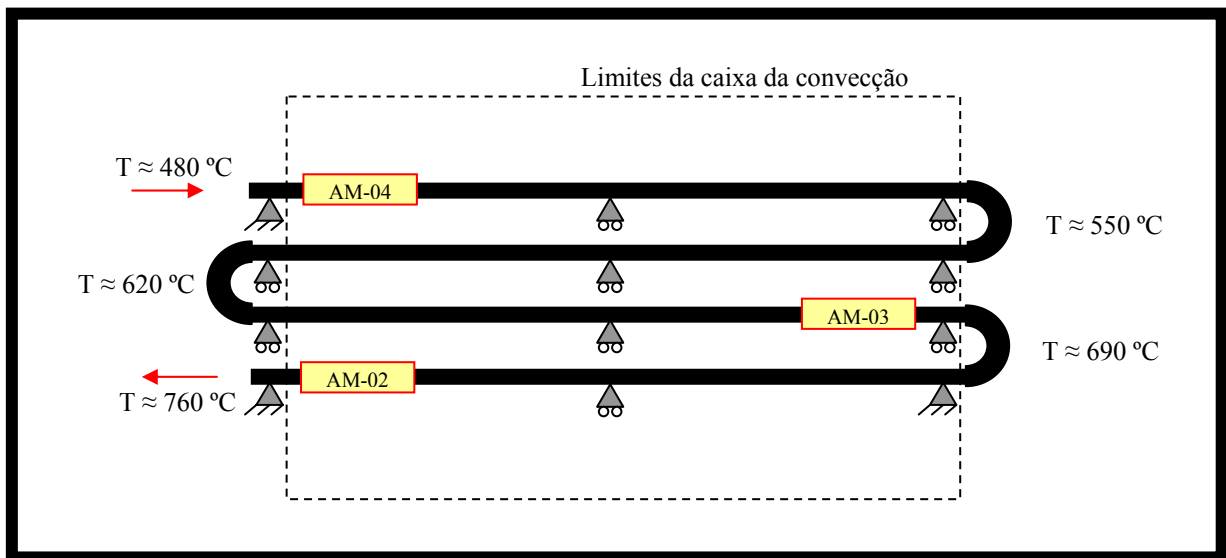


Figura 3.1 – Croqui identificando a localização da remoção das amostras.

- AM-01 (tubo novo): amostra de dois metros de comprimento, diâmetro nominal externo de 88,9 mm e espessura de 4,8 mm. Obtido a partir de um tubo novo retirado do almoxarifado. A partir desta amostra foi confeccionado a maioria dos corpos de prova que foram utilizados nos ensaios de fluência.
- AM-02 (tubo usado): amostra de um metro de comprimento, diâmetro nominal externo de 88,9 mm e espessura de 4,8 mm, obtido de uma convecção de forno de pirólise, após 105.000 horas de operação com vapor de diluição a

aproximadamente 760°C e 7,0 kgf/cm<sup>2</sup>. Este tubo encontrava-se com restrição parcial à dilatação térmica e já com deformação plástica.

- AM-03 (tubo usado): amostra de um metro de comprimento, diâmetro nominal externo de 88,9 mm e espessura de 4,8 mm, obtido do mesmo banco de convecção da AM-02, após 105.000 horas de operação com vapor de diluição a aproximadamente 690°C e 7,0 kgf/cm<sup>2</sup>.
- AM-04 (tubo usado): amostra de um metro de comprimento, diâmetro nominal externo de 88,9 mm e espessura de 4,8 mm, obtido do mesmo banco de convecção da AM-02, após 105.000 horas de operação com vapor de diluição a aproximadamente 480°C e 7,0 kgf/cm<sup>2</sup>.

### 3.3 Análise química das amostras

Todas as quatro diferentes amostras foram submetidas a análise química por dois diferentes métodos:

(a) método de dissolução ácida e posterior determinação por titulometria, espectrofotometria de absorção atômica e espectrometria de plasma das concentrações dos elementos, realizado nos laboratórios da Falcão Bauer. Nesta análise, além dos elementos que compõem o aço A-312 TP 304H, foram verificados os percentuais presentes dos elementos molibdênio (Mo), titânio (Ti), vanádio (V) e cobre (Cu), que são elementos comuns em outros tipos de aços inoxidáveis.

(b) analisador de ligas NITON, modelo XLi 818, equipamento que analisa a composição química de materiais de forma quase instantânea, através de espectrometria por fluorescência do raio-X, requerendo apenas que a superfície do material esteja polida e isenta de sujeira e gordura. Este equipamento analisa todos os elementos que compõem o aço A-312 TP 304H, exceto carbono (C), fósforo (P), enxofre (S) e silício (Si).



Figura 3.2 – Foto ilustrativa do analisador de ligas NITON modelo XLi 818.

### **3.4 Medição de dureza**

Todas as quatro amostras sofreram ensaios de dureza Brinell antes de serem submetidas ao ensaio de fluência de forma a caracterizar essa propriedade antes do mesmo. Para cada uma das quatro amostras mediram-se dois pontos e registrou-se a média dos mesmos.

A dureza de todos os corpos de prova dos ensaios de fluência também foram medidas de forma que se pudesse avaliar a alteração desta propriedade com o envelhecimento metalúrgico do material. Para cada um dos corpos de prova mediu-se a dureza em três locais distintos: na região da rosca (tensão nula), na região da fratura (tensão e deformação máximas) e na região central (tensão e deformação média). Para cada uma das três regiões mediram-se dois pontos e registrou-se a média dos mesmos.

As medições de dureza foram feitas nos mesmos materiais que foram embutidos para análise metalográfica, aproveitando-se inclusive a mesma preparação de superfície (polimento).

Os ensaios foram realizados no durômetro universal de bancada da Reichert, modelo Briviskop BVR 250H, do Laboratório Metalúrgico de Análise de Falhas (LabMAF) da Braskem. Para as medições de dureza Brinell foi utilizado como penetrador uma esfera com 1,0 mm de diâmetro e com a carga de 30,0 kgf.

### **3.5 Ensaio de tração a frio**

O ensaio de tração a frio foi executado nas amostras AM-01, AM-02, AM-03 E AM-04, seguindo o procedimento para tubos de parede fina da Norma ASTM A-370-92 (Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products).

Foi realizado um ensaio em cada uma das quatro amostras. Todos os ensaios foram realizados à temperatura de ambiente (cerca de 25°C).

### **3.6 Metalografia**

As análises metalográficas foram realizadas em duas etapas distintas: (a) micrografia anterior aos ensaios de fluência e (b) micrografia posterior aos ensaios de fluência.

A primeira etapa teve a finalidade de conhecer e registrar as respectivas estruturas metalográficas de cada uma das amostras servindo de base para, na segunda etapa, analisar a evolução das estruturas obtidas após os ensaios de fluência.

### 3.6.1 Preparação dos corpos de prova

Em ambas as etapas, após o embutimento dos corpos de prova, realizou-se o lixamento do material empregando lixas de grama 80, 120, 180, 240, 320, 400 e 600. Em seguida executou-se o polimento em politrizes mecânicas rotativas em três passes. Dois passes para o polimento grosso utilizando pano de nylon liso à 600 rpm e como abrasivo pasta de diamante de 15  $\mu\text{m}$ ; e um passe para o polimento final (polimento fino) utilizando veludo sintético a 300 rpm e como abrasivo pasta de diamante de 1,0  $\mu\text{m}$ . Como diluente do abrasivo utiliza-se álcool etílico comercial e etilenoglicol. <sup>[5]</sup>

Após o polimento foi feito um ataque eletrolítico na máquina Lectropol da Struers utilizando-se 5 amperes/5cm<sup>2</sup> por um tempo de cerca de 100 segundos para os corpos de prova de tubo novo e 30 segundos para os corpos de prova de tubo envelhecido. O ataque foi feito com ácido oxálico [(COOH)<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O] diluído a 10% em água.

Em algumas amostras, com a finalidade de melhorar a identificação de fase sigma, foi feito um novo polimento e novo ataque eletrolítico utilizando-se o hidróxido de sódio (NaOH) diluído a 10% em água.

As regiões mais relevantes de cada um dos corpos de prova foram registradas com aumentos padronizados de 25X, 100X, 200X, 500X e/ou 1000X.

### 3.6.2 Micrografia anterior aos ensaios de fluência

Todas as quatro amostras utilizadas neste trabalho AM-1, AM-2, AM-3 e AM-4 foram analisadas através de ensaio micrográfico antes de serem submetidas ao ensaio de fluência.

O material utilizado para esta etapa de micrografias foi retirado das amostras o mais próximo possível do material retirado para a confecção dos corpos de prova do ensaio de fluência. Tal medida visou eliminar ou minimizar eventuais diferenças de microestrutura ao longo dos tubos que serviram de amostras, especialmente dos tubos envelhecidos que operaram com gradiente térmico no sentido longitudinal ao longo da sua vida útil. O material utilizado na micrografia das amostras AM-2, AM-3 e AM-4 (tubos envelhecidos) foi retirado da geratriz inferior dos tubos, por ter sido esta a superfície submetida à condição operacional mais severa.

As micrografias foram realizadas no LabMAF da Braskem utilizando-se o microscópio óptico da Olympus, modelo BX60M. Este equipamento pode efetuar aumentos entre 25 e 2.000 vezes, utilizando objetivas que permitem longa distância focal. Ele ainda possui sistema de fotografia digital e de 35mm acoplada, permitindo o registro das observações.

### 3.7 Ensaio de fluência acelerada

#### 3.7.1 Parâmetros dos ensaios

Para a realização dos ensaios de fluência acelerada foram confeccionados 35 corpos de prova a partir das quatro amostras disponíveis. A origem dos corpos de prova (CP) e principais parâmetros dos ensaios estão resumidos na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros utilizados nos ensaios de fluência

Amostra de Origem do CP	Identificação do Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo do Ensaio (h)
AM-01	CP-19	650	120	40% *
AM-01	CP-18	650	120	60% *
AM-01	CP-17	650	120	80% *
AM-01	CP-03	650	120	ruptura
AM-01	CP-08	650	150	ruptura
AM-01	CP-06	650	200	ruptura
AM-01	CP-04	675	100	ruptura
AM-01	CP-01	700	76,6	ruptura
AM-01	CP-35	700	100	ruptura
AM-01	CP-34	700	150	ruptura
AM-01	CP-32	700	200	ruptura
AM-01	CP-13	750	50	40% *
AM-01	CP-12	750	50	60% *
AM-01	CP-11	750	50	80% *
AM-01	CP-36	750	50	ruptura
AM-01	CP-33	750	76,6	ruptura
AM-01	CP-29	750	100	ruptura
AM-01	CP-30	750	120	ruptura



Amostra de Origem do CP	Identificação do Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo do Ensaio (h)
AM-01	CP-05	800	40	ruptura
AM-01	CP-37	800	50	ruptura
AM-01	CP-05X	800	76,6	ruptura
AM-01	CP-31	800	87,6	ruptura
AM-01	CP-16	850	25	40% *
AM-01	CP-15	850	25	60% *
AM-01	CP-14	850	25	80% *
AM-01	CP-02	850	25	ruptura
AM-01	CP-07	850	50	ruptura
AM-02	CP-23	750	50	ruptura
AM-02	CP-24	850	25	ruptura
AM-03	CP-25	750	50	ruptura
AM-03	CP-26	850	25	ruptura
AM-03	CP-26X	850	87,6	ruptura
AM-04	CP-27	750	50	ruptura
AM-04	CP-27X	750	87,6	ruptura
AM-04	CP-28	850	25	ruptura

\* O percentual indica a fração de tempo ao qual o corpo de prova será submetido considerando que a unidade (100%) é o tempo que o corpo de prova com mesma tensão e mesma temperatura levou para romper. Assim sendo, os ensaios de fluência destes corpos de prova serão interrompidos antes da ruptura final.

### 3.7.2 Dimensões dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados através de usinagem em torno mecânico, conforme dimensões estabelecidas no croqui da Figura 3.3. Todos os corpos de prova possuíam as mesmas dimensões nominais. A foto da Figura 3.4 mostra um dos corpos de prova prontos para iniciar o ensaio de fluência.

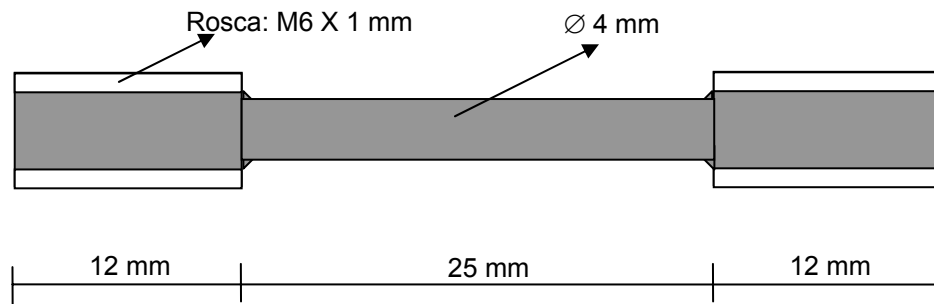


Figura 3.3: Croqui simplificado dos corpos de prova utilizados no ensaio de fluência acelerada definindo as dimensões utilizadas para usinagem.



Figura 3.4: Fotografia ilustrando os corpos de prova utilizados no ensaio de fluência acelerada.

### 3.7.3 Equipamentos utilizados nos ensaios de fluência

Os ensaios de fluência acelerada foram realizados no laboratório da STM (Sistemas de Teste em Materiais) utilizando-se 20 máquinas modelo STM / MF 1000. A Figura 3.5 apresenta o desenho esquemático das máquinas.

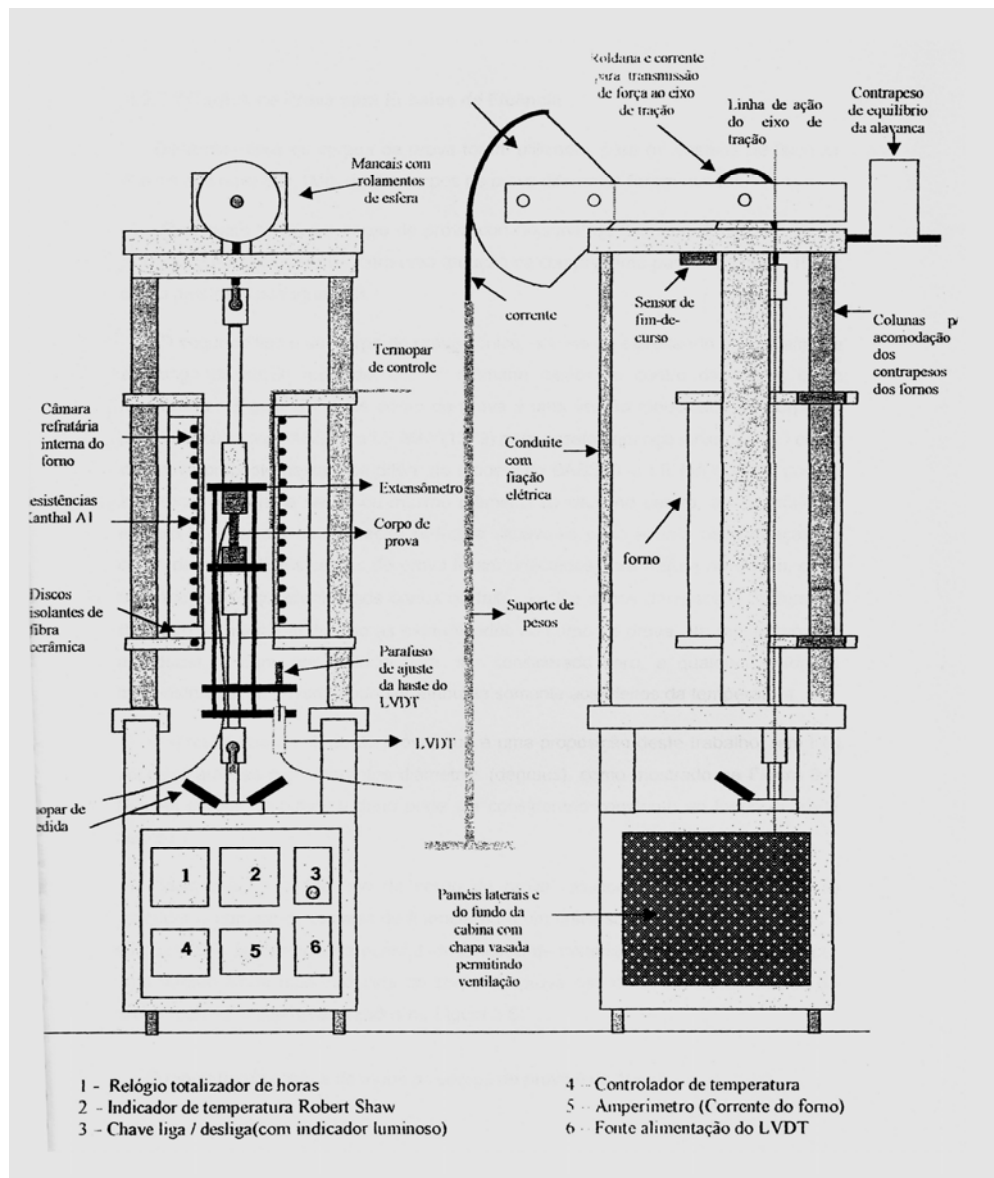


Figura 3.5: Desenho esquemático da máquina de fluência modelo STM / MF 1000. [9]

### 3.7.4 Procedimento utilizado para o ensaio de fluência

Antes de posicionar o corpo de prova (CP) na máquina de fluência foram medidos e registrados o diâmetro da menor seção do CP e o seu comprimento inicial.

A tensão foi introduzida a partir da medição da menor seção de cada um dos corpos de prova e selecionando-se a carga adequada a esta seção, conforme a equação 3.1:

$$\sigma = \frac{4 \times g \times P}{\pi \cdot d^2} \quad (3.1)$$

Onde:

$\sigma$  – tensão, em MPa;

$g$  – aceleração da gravidade: 9,81 m/s<sup>2</sup>

$P$  – Força peso, em kgf;

$d$  – diâmetro da menor seção do corpo de prova, em mm.

Durante os ensaios foram medidos e registrados, para diversos tempos de ensaio distintos, a deformação porcentual acumulada do CP. Para esta medição, utilizou-se em algumas máquinas o LVDT (Linear Variable Differential Transducer) DC/DC Transtek modelo 0243-000 e em outras um relógio comparador BAKER K3672 (10mm – 0,01mm). Esses dados foram utilizados para traçar as curvas de fluência (deformação X tempo) constantes no Apêndice 1.

Após a conclusão dos ensaios – ruptura ou interrupção – foram registrados o tempo total do ensaio ( $t_{ruptura}$ ), o alongamento final ( $A_{ruptura}$ ) e a redução de área na seção de ruptura (R.A.). Estes dados também estão disponíveis no Apêndice 1.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS

#### 4.1 Análise química das amostras

Os valores obtidos pelos dois métodos utilizados para a análise química das amostras estão apresentados Tabelas 4.1, 4.2, 4.3 e 4.4.

Os valores destacados em vermelho não atendem à Especificação ASTM A-312 TP 304H.

Tabela 4.1 – Composição química da amostra AM-01

Elemento	Nome do Elemento	Especificação ASTM A-312 TP 304H*	Análise Química*	Niton XLI 818*
C	Carbono	0,04 – 0,10	0,048	**
Mn	Manganês	2,00 máx	0,51	1,19
P	Fósforo	0,040 máx	0,025	**
S	Enxofre	0,030 máx	0,003	**
Si	Silício	0,75 máx	0,51	**
Cr	Cromo	18,0 – 20,0	18,20	18,07
Ni	Níquel	8,00 – 11,0	8,85	8,75
Mo	Molibdênio	–	0,21	0,31
Ti	Titânio	–	0,003	0,00
V	Vanádio	–	0,036	0,28
Cu	Cobre	–	0,33	0,44

\* % mássico

\*\* Esses elementos não são analisados pelo equipamento

Tabela 4.2 – Composição química da amostra AM-02

Elemento	Nome do Elemento	Especificação ASTM A-312 TP 304H*	Análise Química*	Niton XLI 818*
C	Carbono	0,04 – 0,10	0,070	**
Mn	Manganês	2,00 máx	1,16	1,63
P	Fósforo	0,040 máx	0,028	**
S	Enxofre	0,030 máx	0,0002	**
Si	Silício	0,75 máx	0,34	**
Cr	Cromo	18,0 – 20,0	18,35	17,96
Ni	Níquel	8,00 – 11,0	8,61	8,60
Mo	Molibdênio	–	0,051	0,09
Ti	Titânio	–	0,002	0,21
V	Vanádio	–	0,064	0,35
Cu	Cobre	–	0,075	0,16

\* % mássico

\*\* Esses elementos não são analisados pelo equipamento

Tabela 4.3 – Composição química da amostra AM-03

Elemento	Nome do Elemento	Especificação ASTM A-312 TP 304H*	Análise Química*	Niton XLI 818*
C	Carbono	0,04 – 0,10	0,083	**
Mn	Manganês	2,00 máx	1,29	2,30
P	Fósforo	0,040 máx	0,031	**
S	Enxofre	0,030 máx	0,0005	**
Si	Silício	0,75 máx	0,32	**
Cr	Cromo	18,0 – 20,0	18,10	18,04
Ni	Níquel	8,00 – 11,0	8,94	8,62
Mo	Molibdênio	–	0,066	0,16
Ti	Titânio	–	Não detectado	0,00
V	Vanádio	–	0,066	0,44
Cu	Cobre	–	0,072	0,14

\* % mássico

\*\* Esses elementos não são analisados pelo equipamento

Tabela 4.4 – Composição química da amostra AM-04

Elemento	Nome do Elemento	Especificação ASTM A-312 TP 304H*	Análise Química*	Niton XLI 818*
C	Carbono	0,04 – 0,10	0,073	**
Mn	Manganês	2,00 máx	1,17	1,99
P	Fósforo	0,040 máx	0,023	**
S	Enxofre	0,030 máx	0,0006	**
Si	Silício	0,75 máx	0,32	**
Cr	Cromo	18,0 – 20,0	18,34	18,20
Ni	Níquel	8,00 – 11,0	8,60	8,24
Mo	Molibdênio	–	0,073	0,15
Ti	Titânio	–	0,005	0,31
V	Vanádio	–	0,068	0,42
Cu	Cobre	–	0,068	0,10

\* % mássico

\*\* Esses elementos não são analisados pelo equipamento

## 4.2 Ensaio de tração

A Tabela 4.5 apresenta os resultados dos ensaios de tração a frio realizados nas quatro amostras utilizadas neste trabalho.

Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de tração a frio

	Amostra	Carga Máxima (kgf)	Carga Escoamento (kgf)	Limite Resistência (MPa)	Limite Escoamento (MPa)	Alongamento (%)
Valores dos Ensaios	AM-01	6500	4250	576,6	377,1	62
	AM-01	6600	3600	590,4	322,1	57
	AM-02	5650	3000	607,6	322,6	*
	AM-02	5000	3400	638,4	434,1	*
	AM-03	6890	4300	635,2	396,4	*
	AM-03	6775	4300	642,8	408	*
	AM-04	7300	5000	683,3	468	*
	AM-04	7300	3900	679,6	362,8	29,9
Média	AM-01			583,5	349,6	
	AM-02			623,0	378,4	
	AM-03			639,0	402,2	
	AM-04			681,4	415,4	

\* O corpo de prova rompeu fora da área reduzida, não sendo possível medir o alongamento.

### 4.3 Medição de dureza Brinell

Os valores obtidos na medição de dureza Brinell estão apresentados Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de dureza Brinell

Amostra de Origem	Identif. Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)	Dureza (HB)		
					Rosca	Centro	Fratura
AM-01	Dureza medida antes do ensaio de fluência				-	150	-
AM-02	Dureza medida antes do ensaio de fluência				-	175	-
AM-03	Dureza medida antes do ensaio de fluência				-	179	-
AM-04	Dureza medida antes do ensaio de fluência				-	182	-
AM-01	CP-19	650	120	603,65 *	179	187	187
AM-01	CP-18	650	120	1.200,00 *	174	175	179
AM-01	CP-17	650	120	1.075,07 *	179	197	193
AM-01	CP-03	650	120	1.332,78	156	241	241
AM-01	CP-08	650	150	364,95	197	217	197
AM-01	CP-06	650	200	15,36	167	191	211
AM-01	CP-04	675	100	1.525,51	176	197	179
AM-01	CP-01	700	76,6	2.217,72	266	187	182
AM-01	CP-35	700	100	225,19	193	187	187
AM-01	CP-34	700	150	13,20	160	182	197

Amostra de Origem	Identif. Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)	Dureza (HB)		
					Rosca	Centro	Fratura
AM-01	CP-32	700	200	1,52	170	191	207
AM-01	CP-13	750	50	abortado	–	–	–
AM-01	CP-12	750	50	abortado	–	–	–
AM-01	CP-11	750	50	abortado	–	–	–
AM-01	CP-36	750	50	abortado	–	–	–
AM-01	CP-33	750	76,6	172,67	179	167	163
AM-01	CP-29	750	100	21,16	165	170	170
AM-01	CP-30	750	120	7,40	163	207	179
AM-01	CP-05	800	40	1.220,12	184	175	150
AM-01	CP-37	800	50	359,08	193	175	156
AM-01	CP-05X	800	76,6	14,12	174	174	160
AM-01	CP-31	800	87,6	7,28	163	163	160
AM-01	CP-16	850	25	738,41 *	175	177	170
AM-01	CP-15	850	25	1.140,08 *	285	167	163
AM-01	CP-14	850	25	1.483,02 *	170	159	163
AM-01	CP-02	850	25	1.853,97	179	175	180
AM-01	CP-07	850	50	50,55	175	217	150
AM-02	CP-23	750	50	791,69	207	200	187
AM-02	CP-24	850	25	1.833,90	197	179	185
AM-03	CP-25	750	50	abortado	–	–	–
AM-03	CP-26	850	25	968,87	193	179	170
AM-03	CP-26X	850	87,6	1,93	197	215	179
AM-04	CP-27	750	50	abortado	–	–	–
AM-04	CP-27X	750	87,6	264,40	191	207	197
AM-04	CP-28	850	25	2.973,38 *	197	187	185

\* Ensaios interrompidos no tempo indicado sem a ruptura do corpo de prova.

#### 4.4 Metalografia

##### 4.4.1 Micrografia anterior aos ensaios de fluência

a) Amostra AM-01 – tubo novo, sem envelhecimento



A micrografia realizada na amostra AM-01 (Figura 4.1) apresenta matriz austenítica solubilizada, ou seja, quase sem presença de componentes de segunda fase, caracterizando perfeitamente a microestrutura de um aço austenítico sem envelhecimento metalúrgico.

Observa-se ainda a presença de sulfetos de manganês, pontos escuros alongados no sentido da laminação, que são inclusões comuns no aço inoxidável e maclas de recozimento bem nítidas. Vide ilustração na Figura 4.1c.

b) Amostra AM-02 – tubo com maior envelhecimento dentre as quatro amostras

As Figuras 4.2 e 4.3 apresentam a micrografia realizada na amostra AM-02 ao longo da espessura do tubo. Observa-se uma grande quantidade de precipitação de fase sigma ( $\sigma$ ), que são os pontos escuros poligonais na região de encontro de três grãos; e poucos carbonetos de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) precipitados nos contornos de grão, pontos escuros mais arredondados. Vide ilustração na Figura 4.3a. Esses componentes de segunda fase estão presentes em toda espessura da amostra de forma uniforme.

Verifica-se ainda uma quantidade maior de óxido na superfície externa do que na interna. Essa característica era esperada devido à maior agressividade do meio a que a parte externa do tubo foi exposta durante o período de operação.

c) Amostra AM-03 – tubo com envelhecimento intermediário

A amostra AM-03 (Figura 4.6) apresentou uma quantidade bem menor de precipitação de fase sigma do que a amostra AM-01. Por outro lado, verifica-se uma grande quantidade de carbonetos finos precipitados no meio da matriz. Os contornos de grão quase não apresentam carbonetos. (Figuras 4.4 e 4.5)

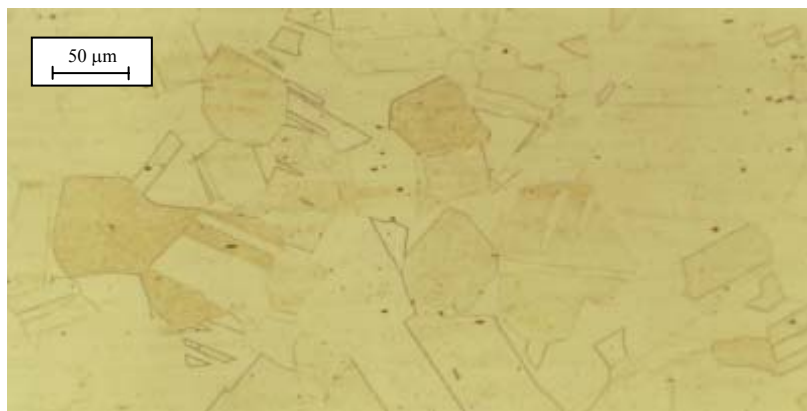
d) Amostra AM-04 – tubo com menor envelhecimento

A amostra AM-04 quase não apresentou precipitação de fase sigma (Figura 4.9), no entanto apresentou a maior quantidade de precipitação de carbonetos das quatro amostras analisadas (Figura 4.7 e 4.8).

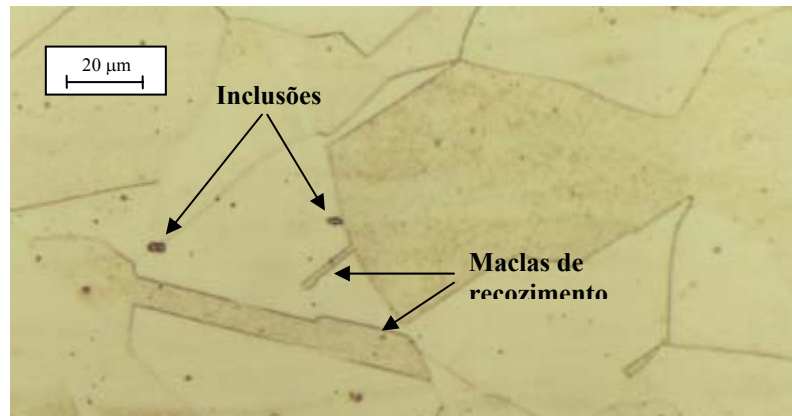
A Figura 4.7a mostra um alinhamento de carbonetos precipitados no sentido longitudinal do tubo. A precipitação preferencial nestes locais ocorre devido à maior energia das regiões que sofreram deformação plástica (encruamento) durante o processo de fabricação.



(a)

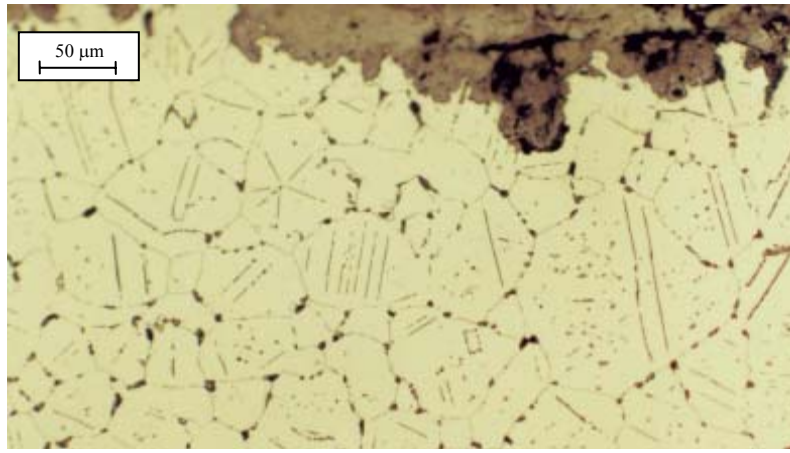


(b)

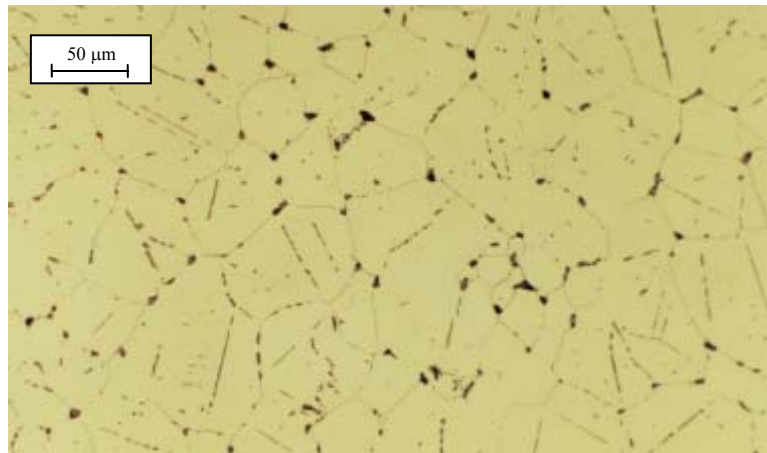


(c)

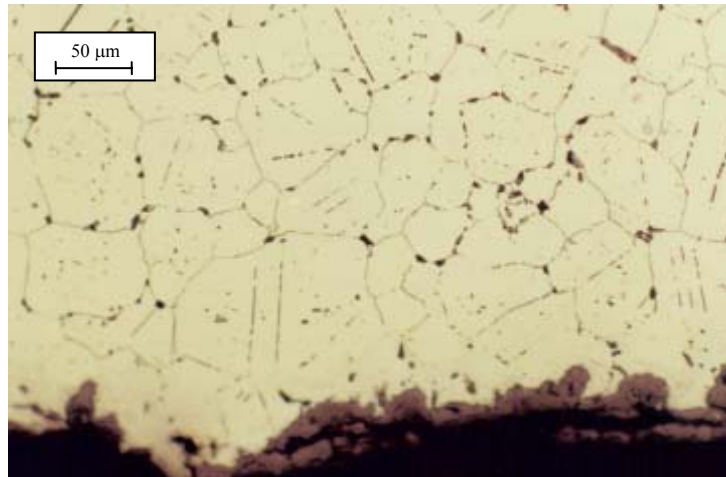
Figura 4.1: Micrografia da seção longitudinal da amostra AM-01 (tubo novo) com aumento de (a) 100X, (b) 200X e (c) 500X. Ataque com ácido oxálico.



(a)

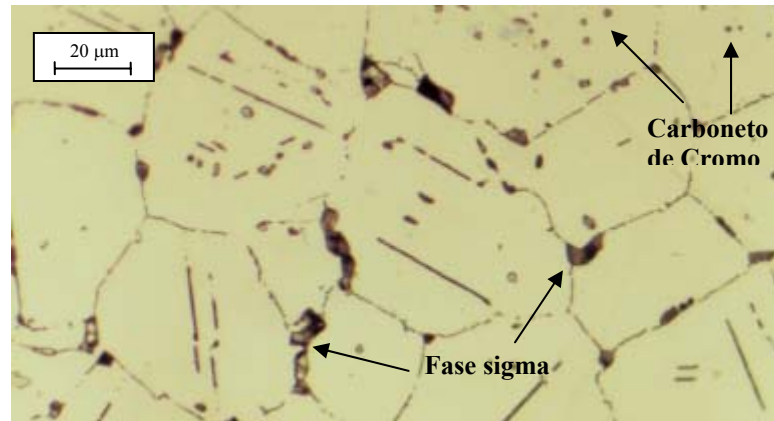


(b)

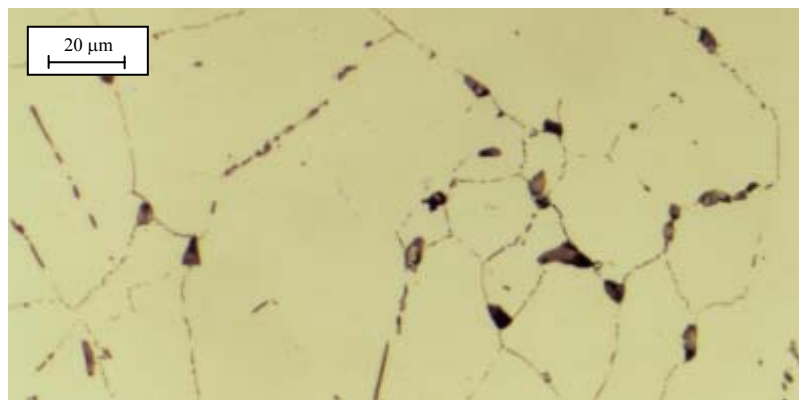


(c)

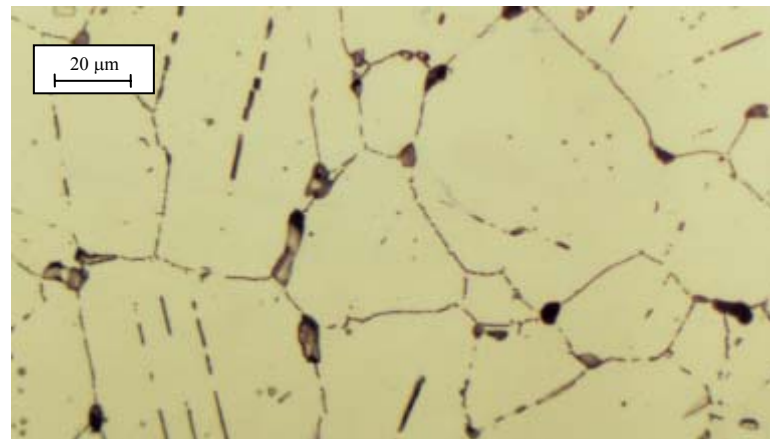
Figura 4.2: Micrografia da amostra AM-02 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.



(a)

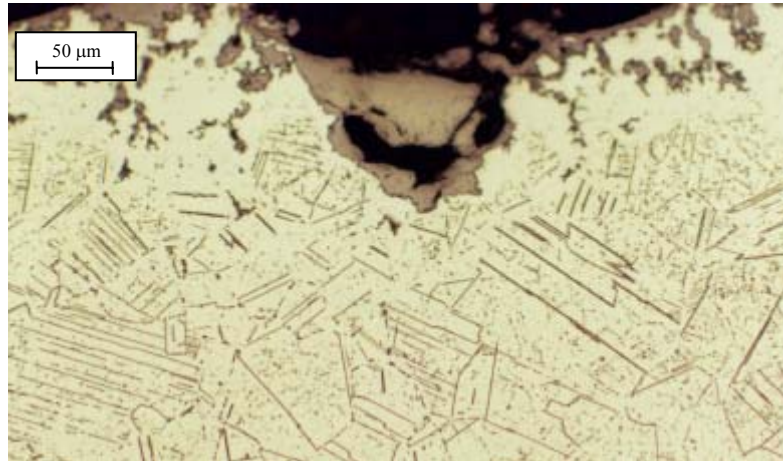


(b)

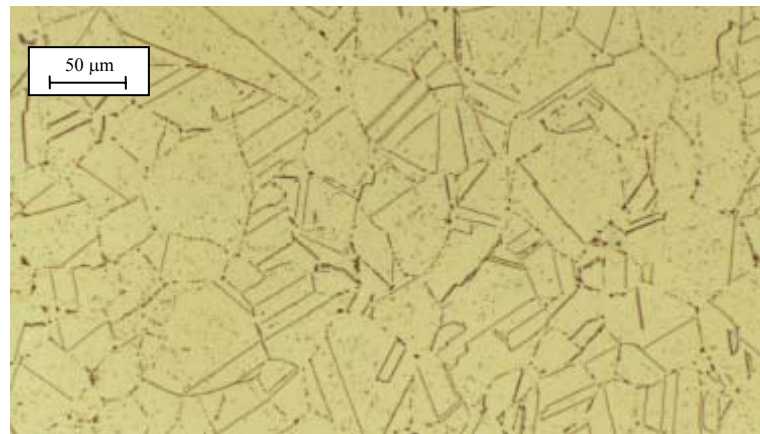


(c)

Figura 4.3: Micrografia da amostra AM-02 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.



(a)

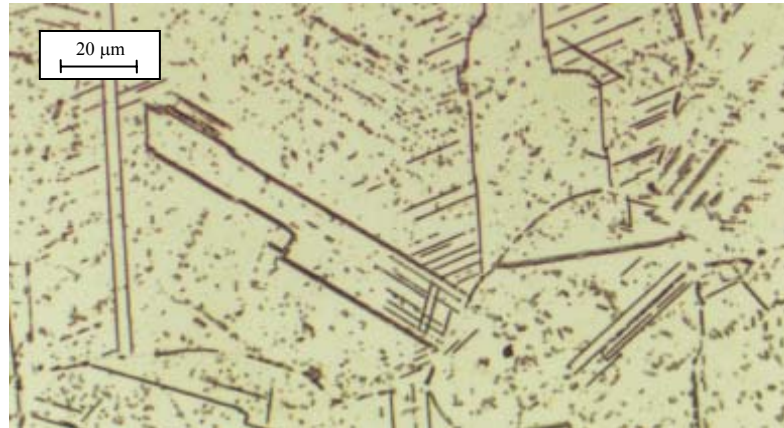


(b)

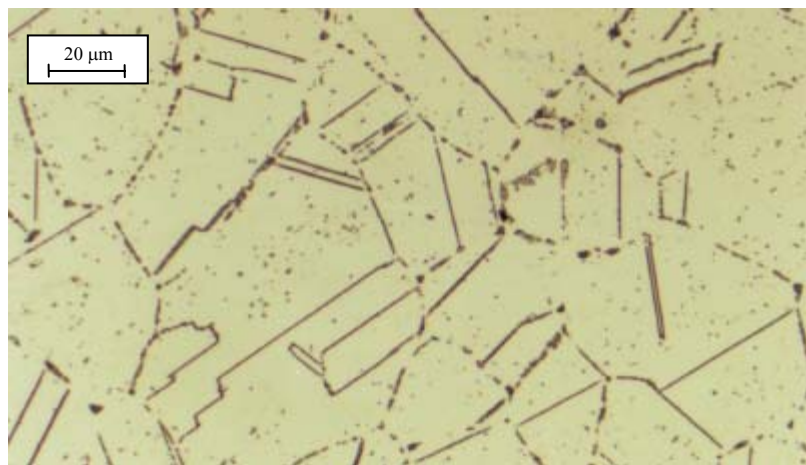


(c)

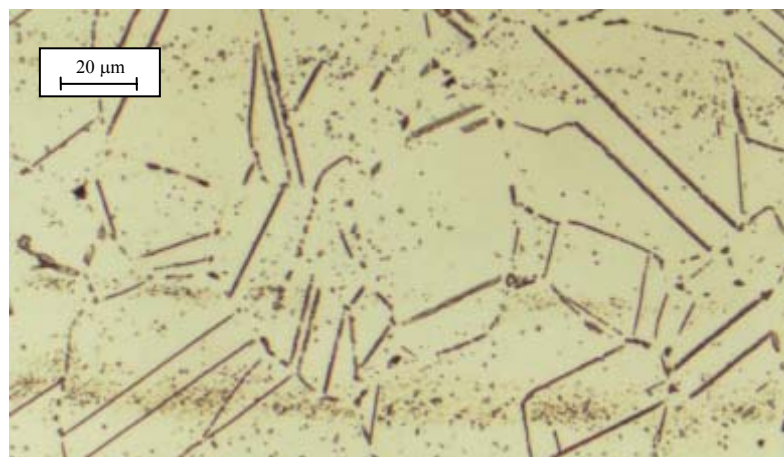
Figura 4.4: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.



(a)

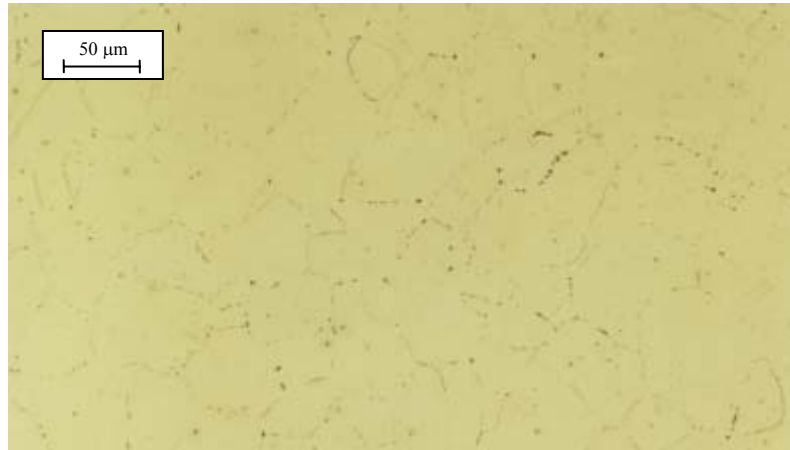


(b)

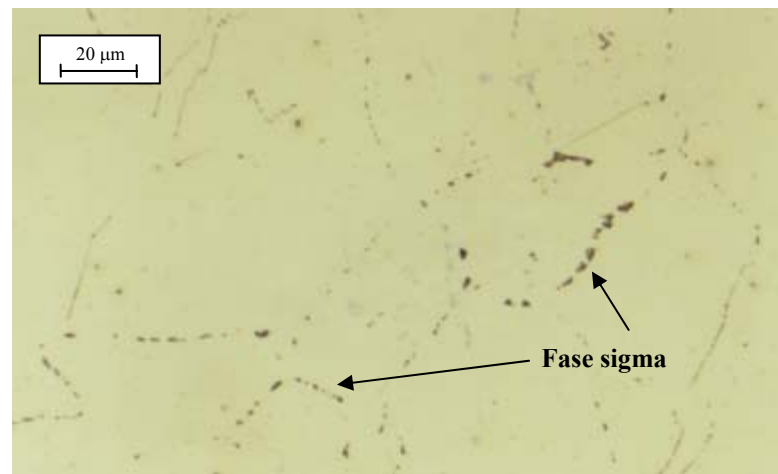


(c)

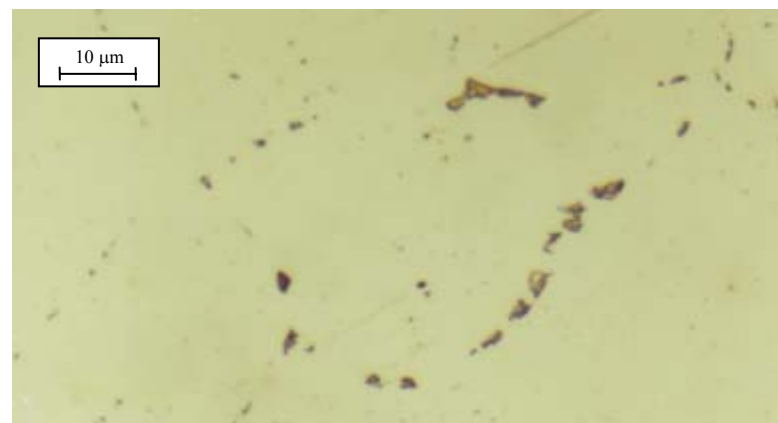
Figura 4.5: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.



(a)

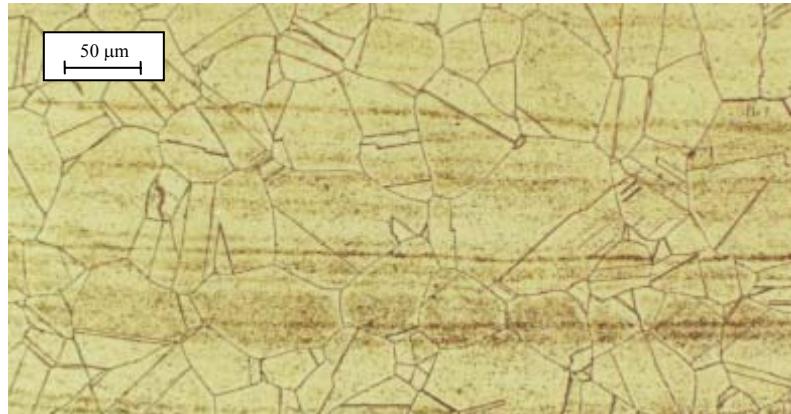


(b)



(c)

Figura 4.6: Micrografia da amostra AM-03 com aumento de (a) 200X, (b) 500X e (c) 1000X. Ataque com NaOH por 1,0 minuto, que revela preferencialmente a fase sigma.



(a)



(b)



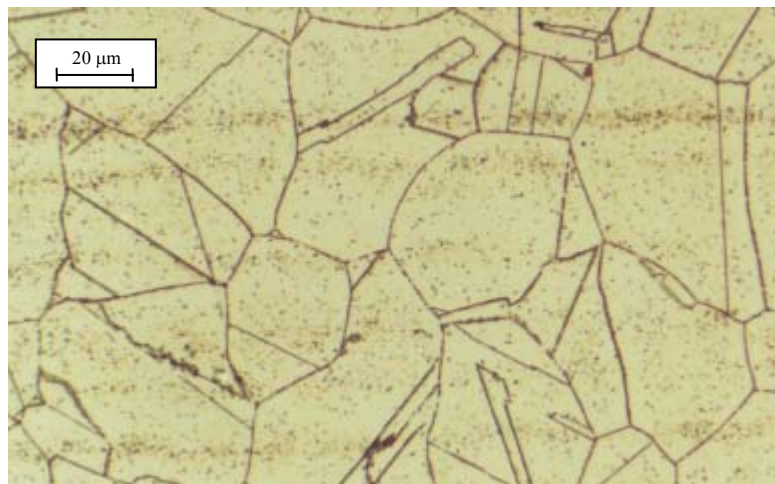
(c)

Figura 4.7: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de 200X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.

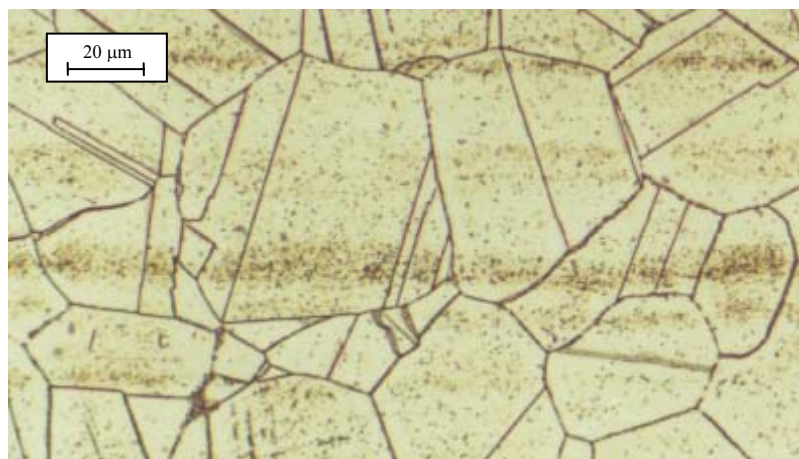




(a)



(b)



(c)

Figura 4.8: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de 500X, sendo (a) superfície externa, (b) meia espessura e (c) superfície interna. Ataque com ácido oxálico.



(a)



(b)

Figura 4.9: Micrografia da amostra AM-04 com aumento de (a) 200X e (b) 500X. Ataque com NaOH por 1,0 minuto, que revela preferencialmente a fase sigma.

#### 4.4.2 Micrografia posterior aos ensaios de fluência

Os resultados das micrografias realizadas após a ruptura dos corpos de prova, ou após a sua interrupção, nos ensaios de fluência serão apresentados juntamente com a discussão, de forma a otimizar a quantidade de figuras, bem como o seu agrupamento, permitindo uma comparação visual mais fácil das observações realizadas.

#### 4.5 Ensaio de fluência acelerada

A Tabela 4.7 indica o tempo de ruptura ou o tempo em que o ensaio foi interrompido de todos os corpos de prova utilizados neste trabalho.

Num determinando instante, os corpos de prova CP-25, CP-27 e CP-36 já possuíam longo tempo de ensaio (mais de 2.000 horas no caso do CP-36), mas ainda não apresentava sinais de ruptura (terciário), optou-se então, com o objetivo de reduzir o custo total dos ensaios, por abortar todos os ensaios com os mesmos parâmetros de temperatura e tensão que estes CPs (750°C e 50 MPa). Assim, além desses três, foram abortados os ensaios dos CP-11, CP-12, CP-13. O CP-23 não foi abortado por este critério pois já havia rompido neste momento. Estes seis corpos de prova não foram aproveitados para avaliação micrográfica.

Já os ensaios dos CP-14, CP-15, CP-16, CP-17, CP-18, CP-19 e CP-28 foram interrompidos para atender os prazos finais para entrega deste trabalho. Todos esses corpos de prova foram aproveitados para avaliação micrográfica.

As curvas de fluência (deformação X tempo) de cada um dos corpos de prova estão apresentadas no Apêndice 1.

Tabela 4.7 – Resultados dos ensaios de fluência acelerada

Amostra de Origem do CP	Identificação do Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)
AM-01	CP-19	650	120	603,65 *
AM-01	CP-18	650	120	1.200,00 *
AM-01	CP-17	650	120	1.075,07 *
AM-01	CP-03	650	120	1.332,78
AM-01	CP-08	650	150	364,95
AM-01	CP-06	650	200	15,36
AM-01	CP-04	675	100	1.525,51
AM-01	CP-01	700	76,6	2.217,72
AM-01	CP-35	700	100	225,19
AM-01	CP-34	700	150	13,20
AM-01	CP-32	700	200	1,52
AM-01	CP-13	750	50	abortado
AM-01	CP-12	750	50	abortado
AM-01	CP-11	750	50	abortado
AM-01	CP-36	750	50	abortado
AM-01	CP-33	750	76,6	172,67
AM-01	CP-29	750	100	21,16
AM-01	CP-30	750	120	7,40

Amostra de Origem do CP	Identificação do Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)
AM-01	CP-05	800	40	1.220,12
AM-01	CP-37	800	50	359,08
AM-01	CP-05X	800	76,6	14,12
AM-01	CP-31	800	87,6	7,28
AM-01	CP-16	850	25	738,41 *
AM-01	CP-15	850	25	1.140,08 *
AM-01	CP-14	850	25	1.483,02 *
AM-01	CP-02	850	25	1.853,97
AM-01	CP-07	850	50	50,55
AM-02	CP-23	750	50	791,69
AM-02	CP-24	850	25	1.833,90
AM-03	CP-25	750	50	abortado
AM-03	CP-26	850	25	968,87
AM-03	CP-26X	850	87,6	1,93
AM-04	CP-27	750	50	abortado
AM-04	CP-27X	750	87,6	264,40
AM-04	CP-28	850	25	2.973,38 *

\* Ensaios interrompidos no tempo indicado sem a ruptura do corpo de prova.

## CAPÍTULO 5

### DISCUSSÃO

#### 5.1 Análise química das amostras

Todos os valores obtidos pela análise química em laboratório, e mostrados nas Tabelas 4.1 a 4.4, atenderam às exigências químicas da Norma ASTM<sup>[17]</sup> (American Society for Testing and Materials) para o aço inoxidável austenítico A-312 Tp 304H. Já a análise química obtida pelo aparelho Niton XLi 818 apresentou um pequeno desvio do elemento cromo (Cr) na amostra AM-02 e no elemento manganês (Mn) na amostra AM-03, Tabelas 4.2 e 4.3. Como os desvios foram identificados apenas com o equipamento portátil, e são de pequena magnitude, as amostras AM-02 e AM-03 foram consideradas satisfatórias para este trabalho.

Embora os valores da composição apresentados pelo aparelho Niton XLi 818 para o aço A-312 Tp 304H tenha atendido a norma ASTM, observa-se que em alguns elementos, especialmente o Manganês (Mn), Titânio (Ti) e Vanádio (V) o desvio com relação à análise química em laboratório foi relativamente grande. Recomenda-se, portanto, uma análise crítica maior ao utilizar as informações quantitativas deste equipamento como única fonte de dados em avaliações futuras.

#### 5.2 Ensaio de tração

Todos os corpos de provas ensaiados atendem a especificação do ASTM A-312 TP 304H que requer um limite de resistência mínimo de 515 MPa e um limite de escoamento mínimo de 205 MPa.

Embora seja previsto pela norma ASTM, o corpo de prova para tração feito a partir de um pedaço de tubo pode apresentar efeitos de triaxialidade e assim alterar um pouco o resultado do ensaio. Neste caso específico, os corpos de prova provenientes de amostras envelhecidas poderiam estar com alterações microestruturais não uniformes que provocaram a ruptura fora da região prevista. Como os corpos de prova não foram analisados após a ruptura, esta variável não pode ser eliminada.

Pelas médias dos valores obtidos, observa-se uma redução do limite de resistência e do limite de escoamento com o aumento do envelhecimento do material (AM-04 o menos envelhecido e AM-02 o mais envelhecido). Embora a formação de precipitados geralmente favoreça o aumento da resistência do material por solução sólida<sup>[6]</sup>, a presença crescente de

fase sigma com o aumento do envelhecimento explica a redução da resistência para os materiais mais envelhecidos.

Nota-se, no entanto, que o AM-01 (tubo novo) é o que apresenta os menores valores para as duas propriedades citadas acima. O que pode ser explicado pela diferença na composição química do material – especialmente o valor do carbono que é significativamente inferior às demais amostras.

### 5.3 Medição de dureza Brinell

Para facilitar a interpretação dos dados de dureza agruparam-se os mesmos em gráficos de isotensão e isotemperatura, de forma a permitir a avaliação da evolução da dureza em função do tempo eliminando as variáveis tensão e temperatura em cada caso.

O gráfico da Figura 5.1 mostra os valores de dureza, na região da ruptura, obtidos nos ensaios e organizados em curvas de isotensão. A partir do gráfico observa-se que: (i) quanto maior o valor da tensão utilizada nos ensaios, maior foi a dureza obtida; (ii) após um endurecimento inicial, a dureza se mantém praticamente estável até cerca de 1.000 horas, por volta de 1.000 horas ocorre uma pequena redução da dureza e em seguida uma aceleração do crescimento da mesma.

O endurecimento na região da ruptura ocorre inicialmente devido a dois fatores: o aumento na densidade de discordâncias causado pela deformação, o que justifica a maior dureza para as maiores tensões, e a precipitação de carbonetos  $M_{23}C_6$ . A precipitação de carbonetos para tempos inferiores a 50 horas contribui com um aumento na dureza de cerca de 10 a 20 HB, conforme se pode observar na Figura 5.2. Note que a região da rosca é praticamente isenta do efeito de tensão e portanto, para tempos pequenos (quando ainda não ocorreu a precipitação de fase sigma), o aumento de dureza nesta região ocorre basicamente pelo efeito a precipitação de carbonetos  $M_{23}C_6$ .

Numa segunda etapa, entre 50 e 500 horas, o endurecimento ocorre na região da rosca pelo aumento na precipitação de carbonetos (vide Figura 5.2 e micrografias do Apêndice 2). Nesta mesma faixa de tempo não se observa um aumento significativo da dureza na região da fratura, pois ocorre o efeito de rearranjo das discordâncias.

Para tempos acima de 500 horas, além do efeito de rearranjo de discordâncias que tendem a reduzir o valor da dureza, começa a ocorrer a precipitação de fase sigma tendendo a aumentar de forma significativa o valor da dureza. Assim sendo, por volta de 1.000 horas se observa uma oscilação dos valores de dureza.

A falta de dados acima de 1.000 horas não permite realizar uma extrapolação confiável para tempos mais elevados, que são mais usuais nas aplicações práticas. No entanto ao se comparar os resultados dos ensaios com os dados de dureza das amostras AM-03 e AM-04, 105.000 horas cada uma e 179 HB e 182 HB respectivamente, verifica-se que não houve grandes alterações nos valores de dureza. Fazendo uma correlação com as observações feitas por Tanaka<sup>[21]</sup>, é possível que a dureza tenha caído um pouco após 1.000 horas e em seguida retornado aos patamares anteriores por volta de 100.000 horas.

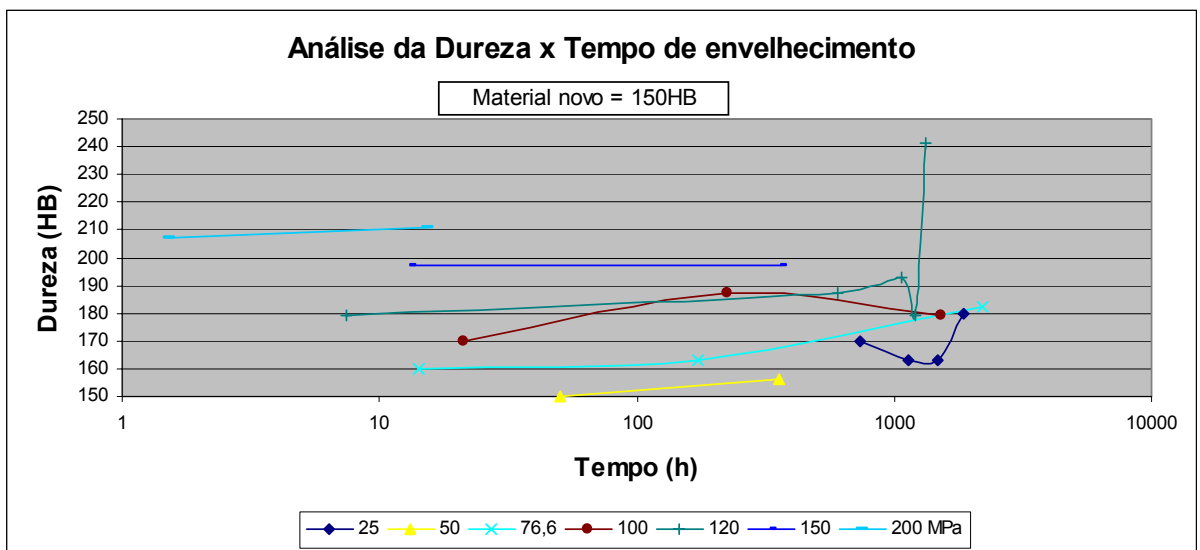


Figura 5.1: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de tensão para a região da fratura do corpo de prova (tensão atuante).

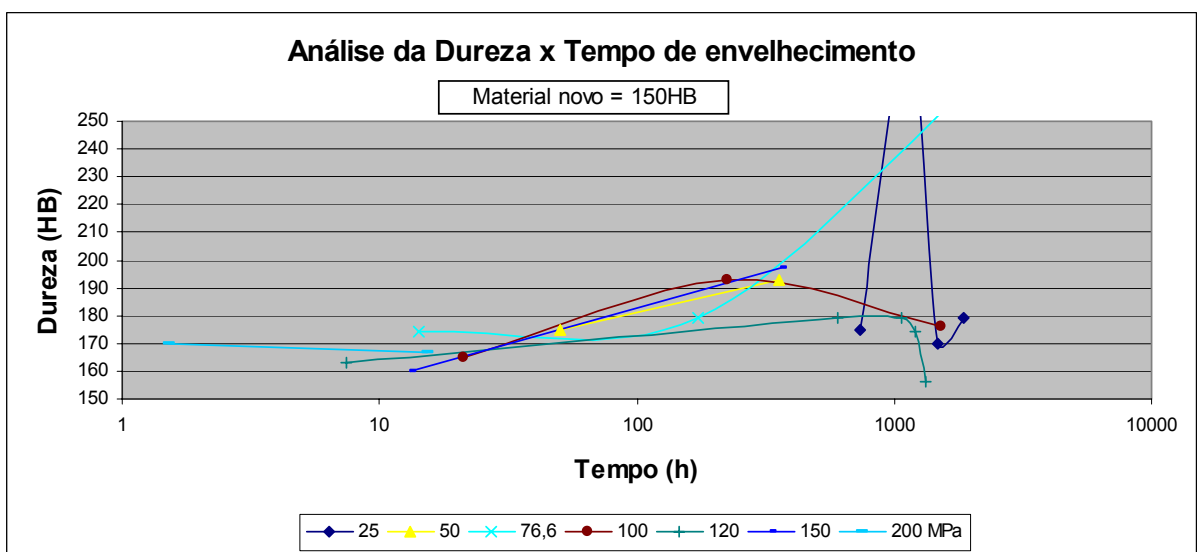


Figura 5.2: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de tensão para a região da rosca do corpo de prova (tensão nula).

As Figuras 5.3 e 5.4, quando comparadas à Figura 2.7, demonstram que os resultados obtidos neste trabalho estão coerentes com os resultados obtidos por Tanaka em trabalho similar de avaliação de dureza em aço inox 304H.

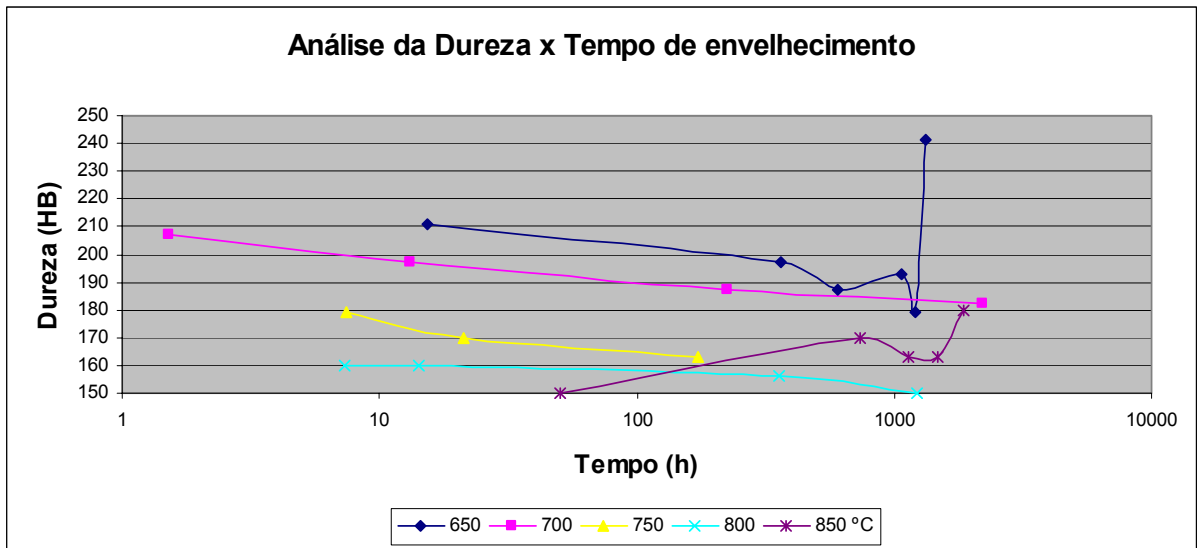


Figura 5.3: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de temperatura para a região da fratura do corpo de prova (tensão atuante).

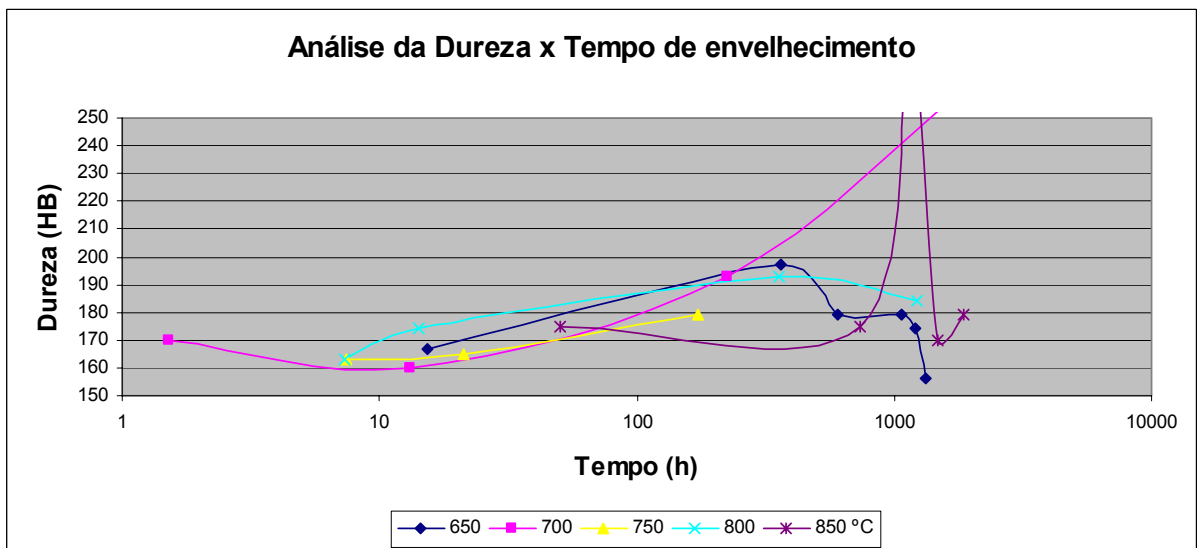


Figura 5.4: Relação da dureza Brinell com o tempo de envelhecimento em diferentes níveis de temperatura para a região da rosca do corpo de prova (tensão nula).

#### 5.4 Metalografia

Após os ensaios de fluência todos os corpos de prova foram submetidos a ensaios metalográficos (micrografia) para avaliação da alteração da estrutura metalúrgica do material. O Apêndice 2 deste trabalho apresenta um resumo dos registros fotográficos das micrografias



realizadas tendo como padrão os aumentos de 25X, 200X e 500X para a região da fratura e para a parte tensionada dos casos onde o corpo de prova não rompeu, e aumento de 200X para a região da garra dos corpos de prova. Uma vez que o tamanho das fotos deste Apêndice foi ajustado para melhor organização das mesmas na página, deve-se considerar a escala impressa junto às fotos como referência real.

Verificou-se que a precipitação de carbonetos de segunda fase  $M_{23}C_6$  estava presente em todos os corpos de prova. Para tempos de ensaio muito pequeno, de 1,5 a 15 horas, observou-se carbonetos finos e bem dispersos localizados principalmente nos contornos de grão. No interior dos grãos a quantidade de precipitados é muito semelhante à encontrada na micrografia realizada no tubo novo. Para tempos maiores a quantidade de carbonetos precipitados aumenta consideravelmente, no entanto nos corpos de prova onde se verificou a presença de fase sigma, a quantidade de carbonetos é menor.

Nota-se ainda que a quantidade de carboneto precipitado na região tensionada é maior do que na região da garra dos corpos de prova. Essa constatação fica ainda mais evidente para os ensaios realizados a tensões elevadas – acima de 100 MPa – onde se verifica uma grande quantidade de precipitados no interior dos grãos alinhados com o sentido da tensão aplicada. Segundo PADILHA<sup>[16]</sup>, a deformação a frio após a solubilização e antes do envelhecimento favorece esse tipo de ocorrência. Assim sendo, pode-se concluir que a tensão influi na dinâmica da precipitação de carbonetos de segunda fase.

O outro precipitado que ocorre com frequência no aço inox 304H é a fase sigma. O gráfico de dispersão da Figura 5.5 nos mostra claramente a dependência do tempo e da temperatura para a precipitação desta fase.

Dentre os corpos de prova da amostra AM-01 (tubo novo), só se observou a precipitação de fase sigma para temperaturas altas (acima de 800°C) e para tempos longos (acima de 700 horas). Como complemento desta observação, recomenda-se que sejam realizados ensaios para temperatura acima de 850°C, de forma a verificar qual seria o limite superior de temperatura onde ainda ter-se-ia a ocorrência de fase sigma.

A despeito da região tensionada dos corpos de prova favorecer a ocorrência de mais regiões de alta energia onde a fase sigma irá precipitar, as micrografias desta região apresentaram o mesmo aspecto da parte da garra (tensão nula) em todos os corpos de prova onde foi identificada a presença de fase sigma. Conclui-se portanto que a precipitação de fase sigma não é influenciada de forma significativa pela tensão a que o material está submetido.

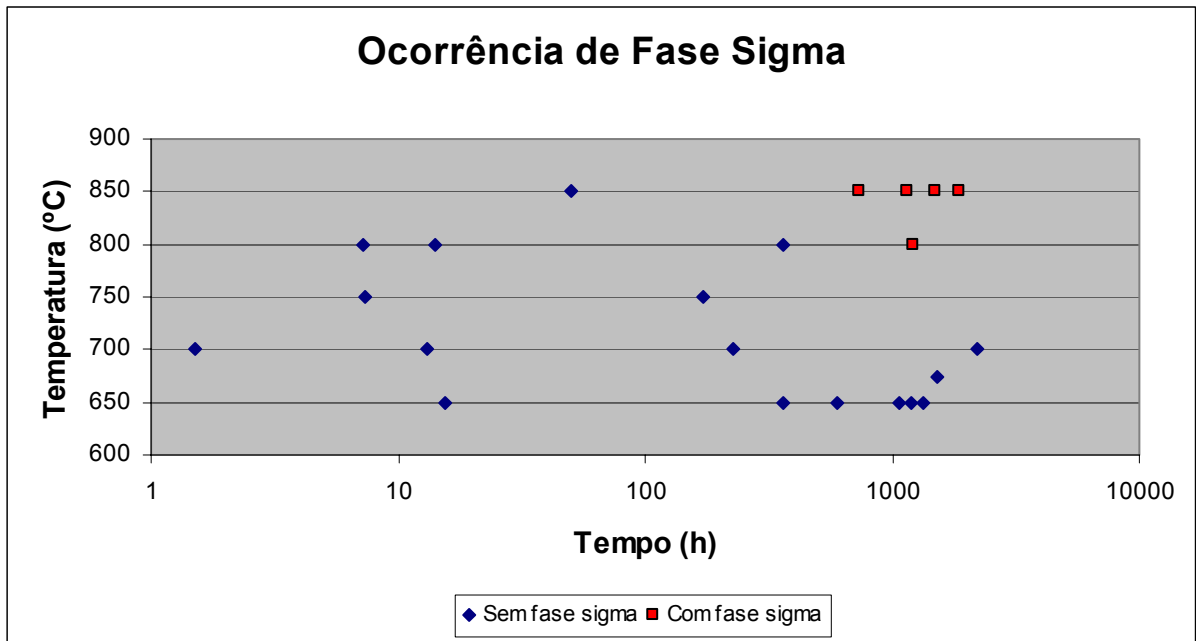


Figura 5.5: Identificação da ocorrência de precipitação de fase sigma em função do tempo e temperatura de ensaio dos corpos de prova da amostra AM-01.

Com relação à deformação dos grãos durante os ensaios, observou-se que para tempos curtos (até 400 horas) ocorre alongamento dos grãos na região da fratura, vide figuras do Apêndice 2. Os CPs que não romperam não registraram alongamento de grãos. Para os corpos de prova que romperam em tempos longos (acima de 1000 horas) não houve um padrão bem definido neste aspecto, alguns apresentaram alongamento (CP-01, CP-03 e CP-04) e outros não apresentaram qualquer deformação (CP-02).

Na região da garra apenas o CP-15 apresentou alongamento, o que é totalmente inesperado uma vez que esta região não estava tensionada durante o ensaio.

Todos os corpos de prova que romperam apresentaram vazios de fluência, independentemente do tempo decorrido para a ruptura. Vide exemplo de vazio de fluência na Figura 1.1.

## 5.5 Parâmetro de Larson-Miller

A Tabela 5.1 apresenta a comparação dos tempos de ruptura reais obtidos nos ensaios de fluência com os valores calculados conforme o Parâmetro de Larson-Miller (médio e mínimo) para cada uma das amostras que romperam, inclusive as envelhecidas. Os cálculos do tempo de ruptura foram feitos conforme as equações 2.5 e 2.6.

Pode-se observar que para os corpos de prova da amostra AM-01 (tubos novos) com tempos de ruptura inferiores a 50 horas e o para o CP-35 (tempo de ruptura igual a 225,19 horas) a ruptura ocorreu abaixo do tempo mínimo previsto pelo Parâmetro de Larson-Miller (vide tempos de ruptura real grifados em vermelho na Tabela 5.1). Isso indica que a parametrização sugerida por Larson-Miller não é adequada para tempos muito pequenos.

Tabela 5.1 – Comparação entre o tempo de ruptura real e o calculado conforme o Parâmetro de Larson-Miller

Amostra de Origem	Identif. Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)			% (Real/Médio)
				Real	Médio <sup>(1)</sup>	Mínimo <sup>(2)</sup>	
AM-01	CP-32	700	200	1,52	44,49	5,63	3%
AM-01	CP-31	800	87,6	7,28	74,80	11,49	10%
AM-01	CP-30	750	120	7,40	97,26	13,63	8%
AM-01	CP-34	700	150	13,20	214,30	27,14	6%
AM-01	CP-05X	800	76,6	14,12	145,45	22,35	10%
AM-01	CP-06	650	200	15,36	354,65	40,13	4%
AM-01	CP-29	750	100	21,16	250,91	35,17	8%
AM-01	CP-07	850	50	50,55	188,80	31,56	27%
AM-01	CP-33	750	76,6	172,67	1002,94	140,66	17%
AM-01	CP-35	700	100	225,19	1964,87	249,00	11%
AM-01	CP-37	800	50	359,08	1204,44	185,23	30%
AM-01	CP-08	650	150	364,95	1860,10	210,61	20%
AM-01	CP-05	800	40	1220,12	3639,45	559,93	34%
AM-01	CP-03	650	120	1332,78	6726,77	761,96	20%
AM-01	CP-04	675	100	1525,51	5964,63	715,80	26%
AM-01	CP-02	850	25	1853,97	5028,05	841,40	37%
AM-01	CP-01	700	76,6	2217,72	8433,33	1069,22	26%

<sup>(1)</sup> Calculado conforme Parâmetro de Larson-Miller. Equação 2.5.

<sup>(2)</sup> Calculado conforme Parâmetro de Larson-Miller. Equação 2.6.

A Tabela 5.2 apresenta a evolução da relação (tempo de ruptura real / tempo de ruptura médio de Larson-Miller) em função da temperatura e da tensão dos ensaios. A tabela foi obtida reorganizando-se a última coluna da Tabela 5.1 em função da tensão e da temperatura.

Verifica-se que quanto menor o valor da tensão e quanto menor o valor da temperatura, mais o tempo de ruptura real se aproxima do tempo médio de ruptura calculado conforme o Parâmetro de Larson-Miller. Como tensões e temperaturas baixas implicam em longos tempos de ruptura, pode-se concluir que o Parâmetro de Larson-Miller é tão mais preciso quanto maior for o tempo de ruptura calculado.

Observa-se ainda que os ensaios onde o tempo de ruptura real ocorreu abaixo do tempo mínimo de Larson-Miller – ou seja, onde o parâmetro se mostrou inadequado – estão todos localizados numa mesma região da Tabela 5.2, vide área destacada em amarelo. Pode-se concluir, por extrapolação, que para valores de tensão e temperatura localizados na área em destaque o Parâmetro de Larson-Miller não é método mais adequado para previsão de falha por fluência.

Tabela 5.2 – Influência da temperatura e tensão no cálculo do tempo de ruptura conforme o Parâmetro de Larson-Miller

		Temperatura (°C)					
		650	675	700	750	800	850
Tensão (MPa)	25						37%
	40					34%	
	50					30%	27%
	76,6			26%	17%	10%	
	87,6					10%	
	100		26%	11%	8%		
	120	20%			8%		
	150	20%		6%			
	200	4%		3%			

Região não recomendada para uso do Parâmetro de Larson-Miller.

## 5.6 Dano acumulado sob fluência

O planejamento da parte experimental deste trabalho previa duas condições de ensaios distintas para avaliar o dano acumulado sob fluência das amostras envelhecidas AM-02, AM-03 e AM-04, sendo a primeira (850 °C e 25 MPa) e a outra (750 °C e 50 MPa). Como a segunda teve que ser abortada por motivos já mencionados, esta etapa ficou limitada a apenas uma das condições previstas. A Tabela 5.3 apresenta os dados comparativos dos tempos de ruptura das diferentes amostras utilizadas neste trabalho.

Tabela 5.3 – Comparativo dos tempos de ruptura das diferentes amostras

Amostra de Origem	Identif. Corpo de Prova	Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de Ruptura (h)	Fração de Vida**
AM-01	CP-02	850	25	1853,97	100%
AM-02	CP-24	850	25	1833,90	99%
AM-03	CP-26	850	25	968,87	52%
AM-04	CP-28	850	25	2973,38*	160%*

\* Ensaio interrompido sem a ruptura do corpo de prova.

\*\* A fração de vida é calculada dividindo-se o tempo de ruptura da amostra pelo tempo de Ruptura da amostra AM-01.

Tomando como referência a amostra AM-01 (tubo novo), calculou-se a fração de vida das demais amostras (envelhecidas). A partir dos dados obtidos, verifica-se uma incoerência entre os tempos de ruptura das diferentes amostras e a condição de envelhecimento prévio de cada uma delas. Esperava-se que o maior tempo de ruptura ocorresse na amostra AM-01 por se tratar de um tubo novo, seguido das amostras AM-04, AM-03 e AM-02 respectivamente, já que as condições operacionais dos tubos ao longo de suas vidas em operação indicavam que o tubo AM-04 foi o menos envelhecido e o AM-02 o que ficou submetido às condições mais rigorosas.

Pode-se atribuir a ruptura precoce da amostra AM-01, principalmente se comparada às amostras AM-02 e AM-04, à sua composição química ligeiramente diferente das demais amostras, especialmente o valor do percentual de carbono. No entanto, a única explicação para a amostra AM-03 ter rompido antes a amostra AM-02 é a grande dispersão de dados dos ensaios de fluência.

Em função das afirmações acima, não foi possível estabelecer uma correlação consistente entre o dano acumulado sob fluência, verificado nas micrografias realizadas anteriormente aos ensaios de fluência, com os tempos de ruptura das amostras; e por conseguinte o padrão de envelhecimento metalúrgico para o aço A-312 TP 304H.

## CAPÍTULO 6

### CONCLUSÕES

As observações realizadas ao longo deste trabalho permitem concluir que:

- A fase sigma precipita em cerca de 1.200 horas numa temperatura de 800 °C e em cerca de 950 horas na temperatura de 850°C. Para outras informações em outras temperaturas é necessário fazer um número maior de experimentos com tempos variados de duração.
- A precipitação de carbonetos de segunda fase  $M_{23}C_6$  ocorre a partir de tempos muito curtos. A 700°C em menos de 2 horas. A 650°C em menos de 16 horas.
- A precipitação de carbonetos inicia pelos contornos de grão – região de maior energia.
- Tensões elevadas, acima de 100 MPa, potencializam a precipitação de carbonetos.
- Diferentemente dos carbonetos, a fase sigma não é influenciada de forma significativa pela tensão a que o material está submetido.
- A falha do material por fluência sempre apresentará vazios de fluência próximos à região da fratura.
- A Tabela 5.2 indica os valores combinados de temperatura e tensão onde o Parâmetro de Larson-Miller não é recomendado para previsão de vida em fluência.
- A utilização do Parâmetro de Larson-Miller para previsão de vida em fluência para tempos inferiores a 250 horas não é recomendada.
- Quanto maior for o tempo de ruptura calculado pelo Parâmetro de Larson-Miller mais precisa será a aproximação por este método.
- Quanto maior o valor da tensão utilizada nos ensaios de fluência, maior será a dureza, desde que mantidas as demais variáveis constantes.
- Para tempos de envelhecimento muito pequeno, abaixo de 50 horas, já se verifica um aumento na dureza da ordem de 10 a 20 HB.
- A dureza não aumenta continuamente com o envelhecimento. Em determinados momentos, o rearranjo de discordâncias faz o valor da dureza decrescer.

- O aumento da dureza do material com a precipitação de fase sigma é mais significativo do que com a precipitação de carbonetos.
- O envelhecimento do aço A-312 TP 304H causa uma redução do limite de resistência e do limite de escoamento do material.
- A utilização do aparelho Niton XLi 818 como única fonte de informação da composição quantitativa dos elementos de um material deve ser evitada para avaliações que requeiram maior precisão.
- Com os dados obtidos neste trabalho não foi possível estabelecer um padrão de envelhecimento metalúrgico para o aço A-312 TP 304H. No entanto, as conclusões citadas acima já apresentam uma boa base para avaliar o grau de envelhecimento deste tipo de material.

## CAPÍTULO 7

### SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

De forma a dar subsídios para trabalhos futuros nesta linha de pesquisa, bem como indicar algumas lacunas que necessitariam ser complementadas para maior aproveitamento prático deste trabalho, é importante o registro de algumas recomendações:

- Fazer a correlação dos resultados deste trabalho, obtidos através de micrografia na seção transversal, com a técnica de réplica metalográfica na superfície dos corpos de prova, de forma a avaliar o grau de assertividade desta última como ensaio não destrutivo para fluência.
- Mapear mais detalhadamente os tempos de início e fim de precipitação de fase sigma através da realização de mais ensaios entre 500 e 950 °C.
- Utilizar os materiais, que serão objeto de comparação entre si, com a composição química mais próxima possível entre os mesmos, independentemente de ambos atenderem a especificação técnica da alguma norma. Preferencialmente utilizar a mesma corrida de fabricação do material, evitando desta forma variáveis difíceis de eliminar das análises.
- Avaliar os demais métodos de extrapolação de dados disponíveis na literatura para verificar qual o que melhor ajustaria os dados obtidos neste trabalho, e assim recomendá-lo para análises futuras.
- Só é possível estabelecer um padrão de envelhecimento metalúrgico razoavelmente confiável para utilização prática utilizando-se uma grande quantidade de dados, portanto, é importante a catalogação detalhada e padronizada dos dados obtidos ao longo do tempo na indústria e nos centros de pesquisa, de forma a montar um banco de dados relevante e consistente.
- De forma a ampliar a vida útil das aplicações de materiais sujeitos ao mecanismo de fluência é necessário minimizar as tensões (primárias e secundárias) a que o material está sujeito bem como temperatura de operação, ambos integrados no tempo.
- Explorar as informações obtidas através do levantamento das Curvas de Fluência – Deformação X Tempo.



## CAPÍTULO 8

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Annual Book of ASTM Standards**. p. 224-230, 1981.
- [2] API RECOMMENDED PRACTICE 579. **Fitness for Service**. Washington D.C., 2000.
- [3] API STANDARD 530. **Calculation of Heater Tube Thickness in Petroleum Refineries**. 5. ed. Washington D.C., 2003.
- [4] AUERKARI, P.; SALONEN, J. Accuracy Requirements for Life Assessment. **International Journal of Pressure Vessels & Piping**, Espoo: n. 39, p. 135-144, 1989.
- [5] Braskem. Rotina de Trabalho RO-1002-02. **Análise Metalográfica**. rev 6. 2005. 17 p.
- [6] CALISTER JR, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5. ed. LTC, 2002.
- [7] DAVIES, C. M.; O'DOWD, N. P.; DEAN, D. W.; *et al.* Failure assessment diagram analysis of creep crack initiation in 316H stainless steel. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, n. 80, p. 541-551, 2003.
- [8] ELLIS, F. Life Assessment Using Metallographic and Mechanical Methods. **Elsevier Science**, New York: p. 79-87, 1994.
- [9] FURTADO, H.C. **Avaliação de Danos em Aços Ferríticos Cr-Mo Operando em Regime de Fluência**. 2004. 270 p. Tese (Doutorado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.
- [10] KONOSU, S.; MASHIBA, H.; TAKESHIMA, M.; *et al.* Effects of Pretest Aging on Creep Crack Growth Properties. **Engineering Failure Analysis**, n. 8, p. 75-85, 2001.
- [11] METALS HANDBOOK. **Mechanical Testing**. v. 8, 9. ed. ASM International, 1985.
- [12] METALS HANDBOOK. **Metallography And Microstructures**. v. 9, 9. ed. ASM International, 1985.
- [13] MICHEL, B. Formulation of a new intergranular creep damage model for austenitic stainless steels. **Nuclear Engineering and Design**, n. 227, p. 161-174, 2004.

[14] NEUBAUER, B.; WEDEL, U. Rest Life Estimation of Creeping Components by Means of Replicas. **American Society of Mechanical Engineers**, New York: p. 307-314, 1983.

[15] NEVES, D.; SEIXAS, J.; TINOCO, E.; *et al.* Stress and Integrity Analysis of Steam Superheater Tubes of a High Pressure Boiler. **Materials Research**, Vol. 7, n. 1, p. 155-161, 2004.

[16] PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: Behar, 1994.

[17] SILVA, P.S.C.P. **Comportamento Mecânico e Fratura de Componentes e Estruturas Metálicas**. Curitiba: 1999.

[18] Silveira, T. L. **Acumulação de Dano e Previsão de Vida Remanescente em Ligas Metálicas sob Fluência**. 1980. 370 p. Tese (Doutorado em Ciências) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro.

[19] SOURMAIL, T. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. Cambridge, 2001.

[20] TAKAHASHI, Y; OGATA, T.; TAKE, K. Study on creep-fatigue failure prediction methods for type 304 stainless steel. **Nuclear Engineering and Design**, n. 153, p. 235-244, 1995.

[21] TANAKA, H.; MURATA, M.; ABE, F.; *et al.* Microstructural evolution and change in hardness in type 304H stainless steel during long-term creep. **Material Science and Engineering**, p. 788-791, 2001.

[22] TUURNA, S.; CRONVALL, O.; HEIKINHEIMO, L.; *et al.* State of the Art Report - Lifetime Analysis of Boiler Tubes. **VTT Industrial Systems**, Espoo, Report No. TUO74-021828, 2003.

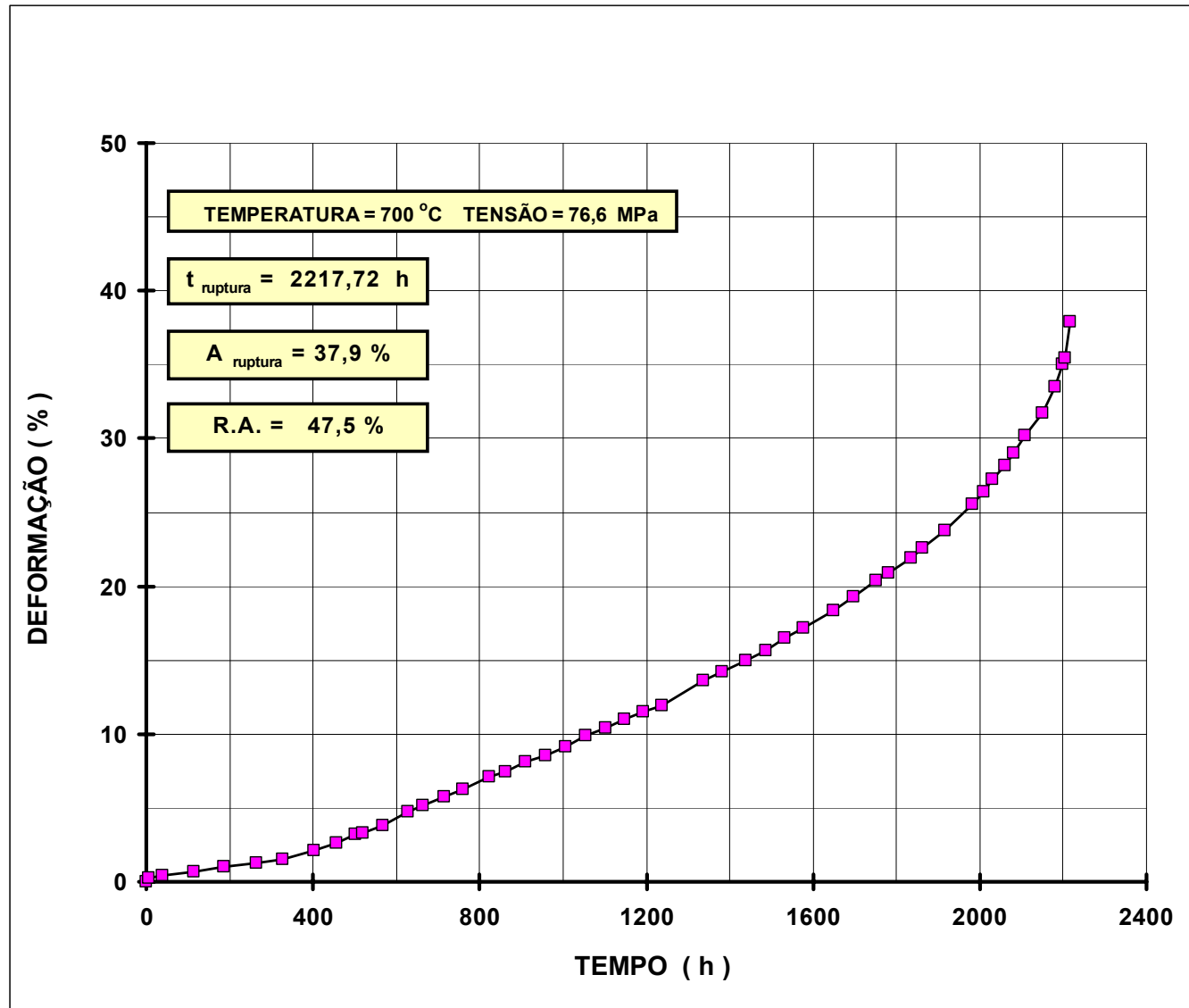
[23] VISWANATHAN, R. **Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components**. Metals Park: ASM International, 1993.

[24] ZUO, M.; CHLOVELL I, S.; NONAKA, Y. Fitting Creep-Rupture Life Distribution Using Accelerated Life Testing Data. **Journal of Pressure Vessel Technology**, Vol. 122, p. 482-487, 2000.

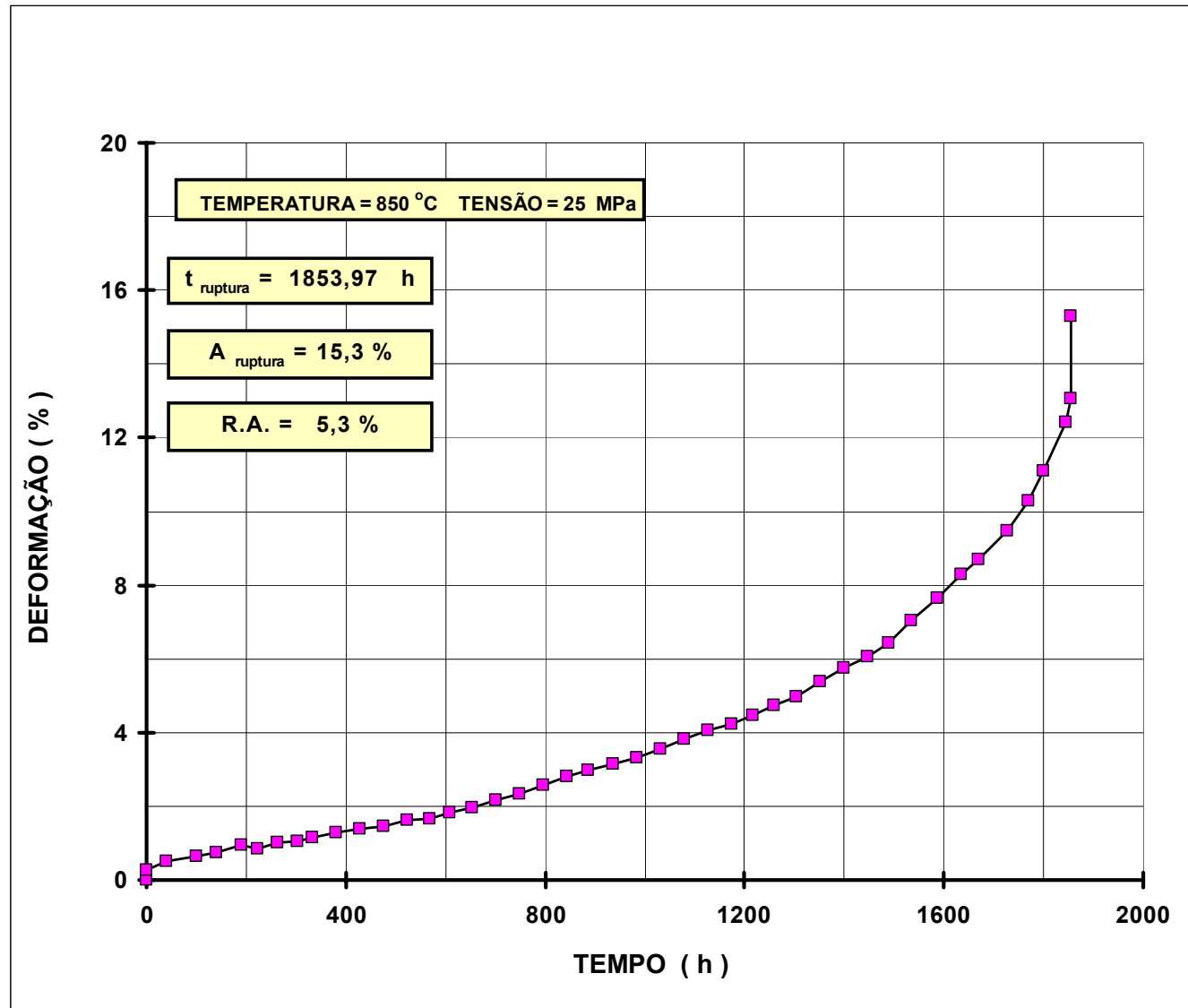
**APÊNDICES**

**APÊNDICE 1**  
**CURVAS DE FLUÊNCIA – DEFORMAÇÃO X TEMPO**  
**(ORDENADAS POR ORDEM CRESCENTE DO NÚMERO DO CP)**

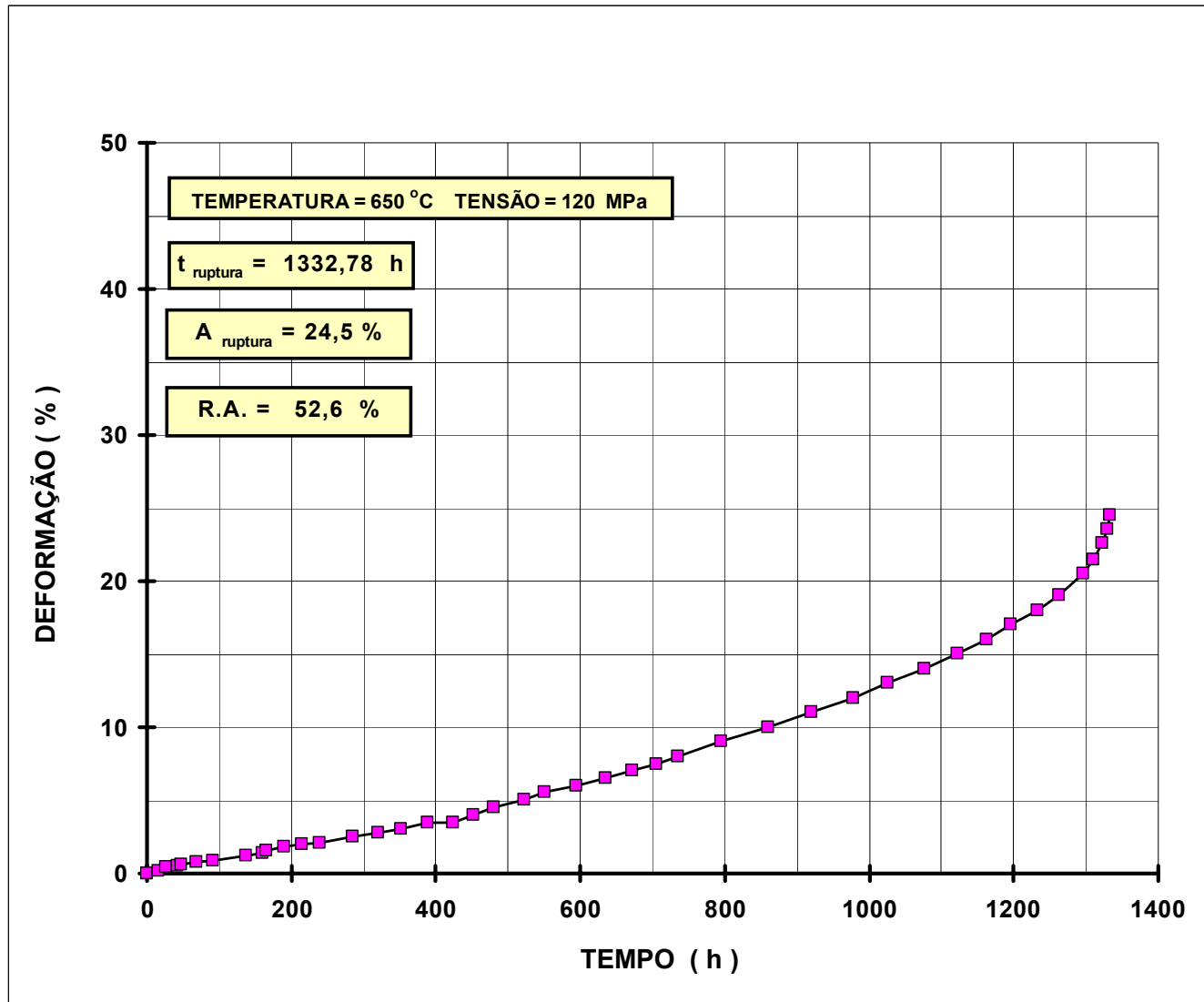
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-01



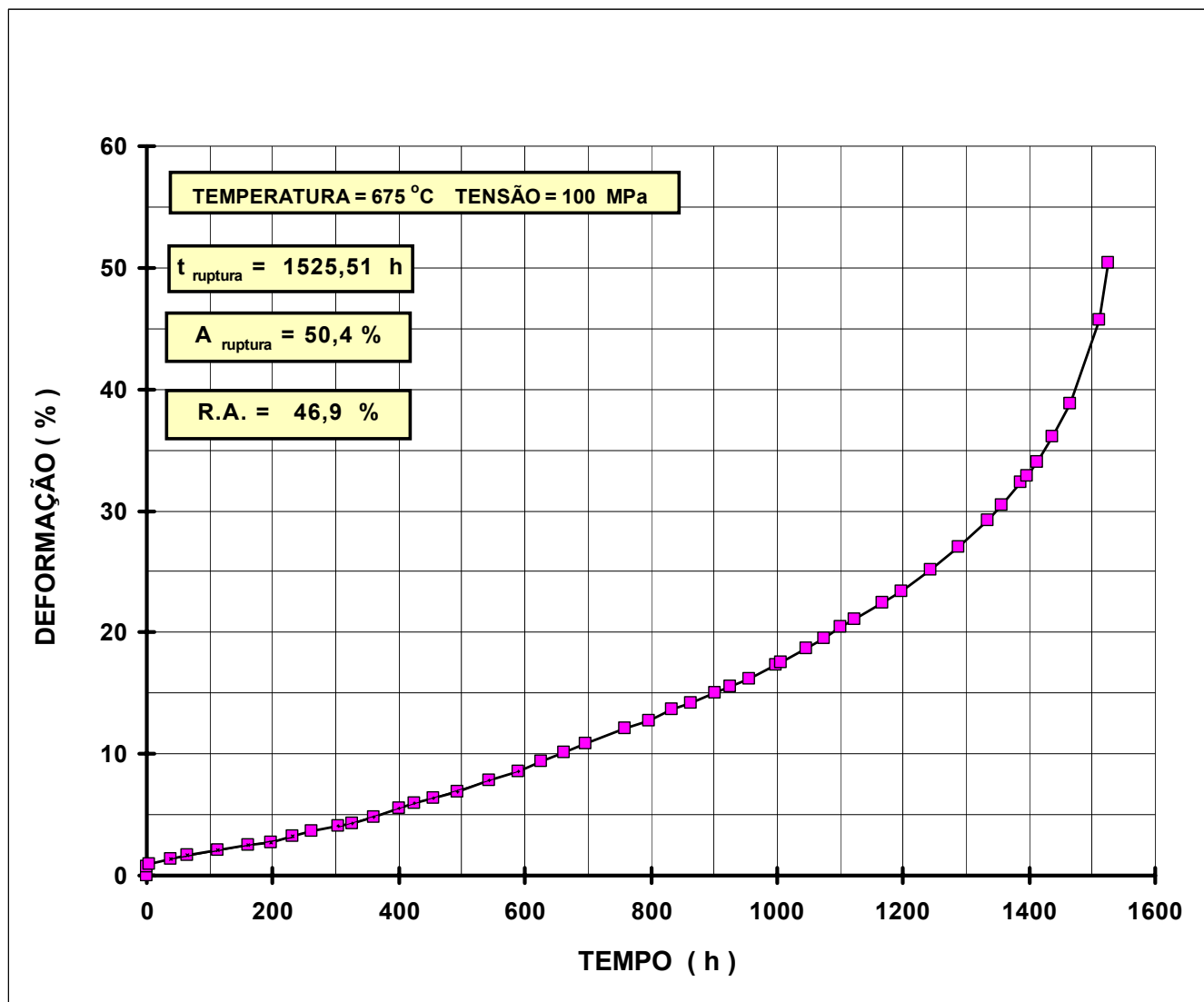
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-02



Curva de fluência da amostra AM-01, CP-03

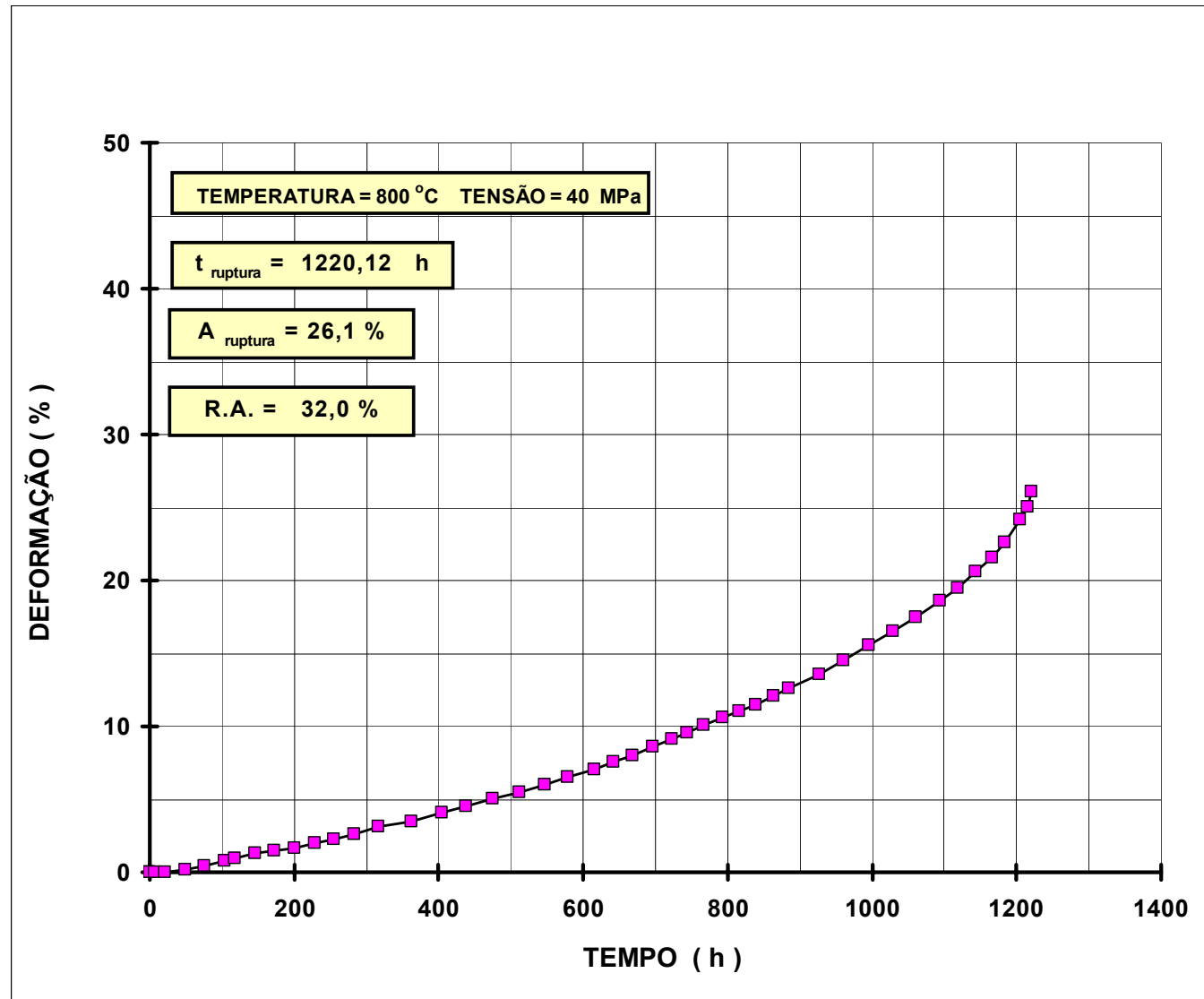


Curva de fluência da amostra AM-01, CP-04

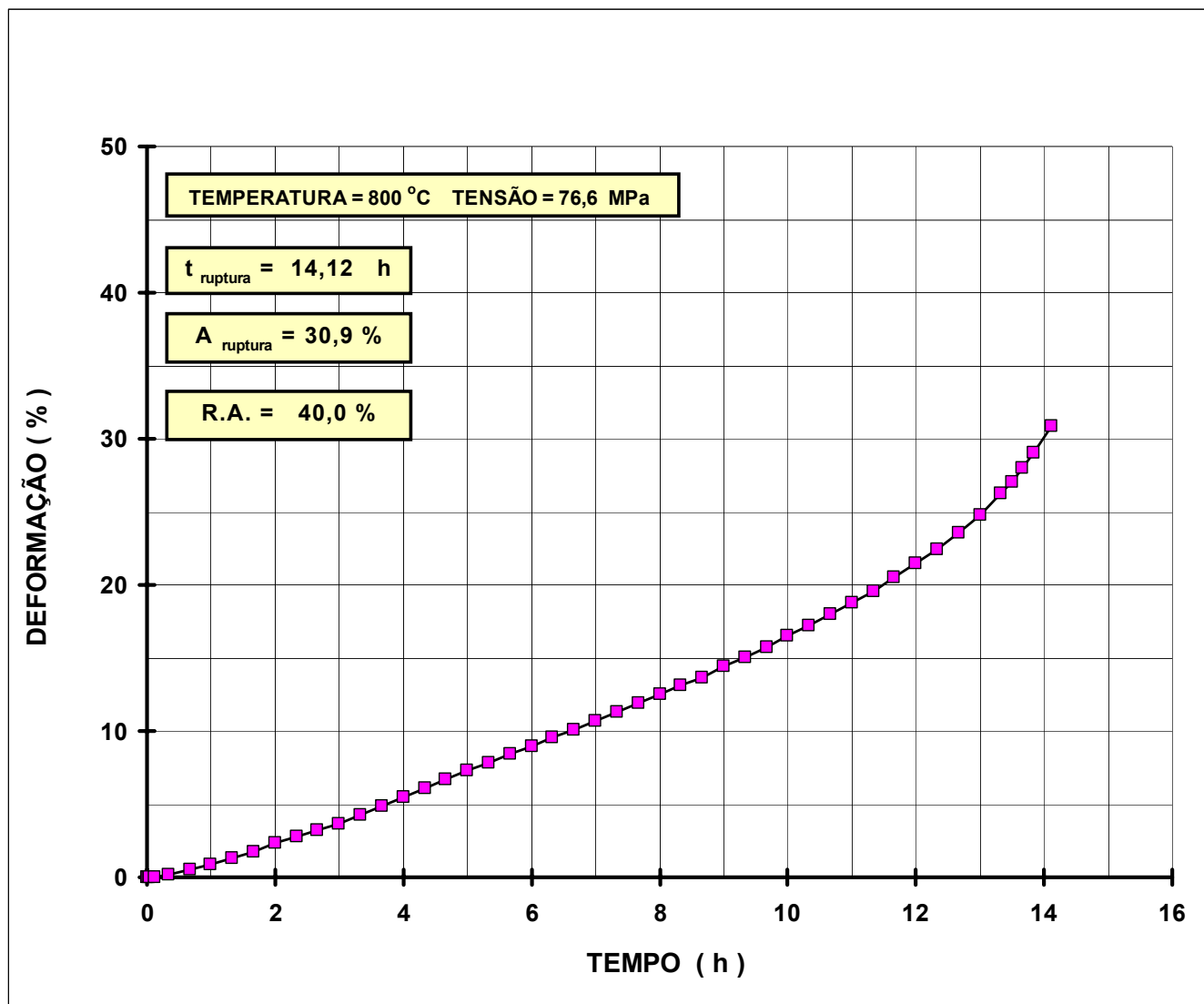




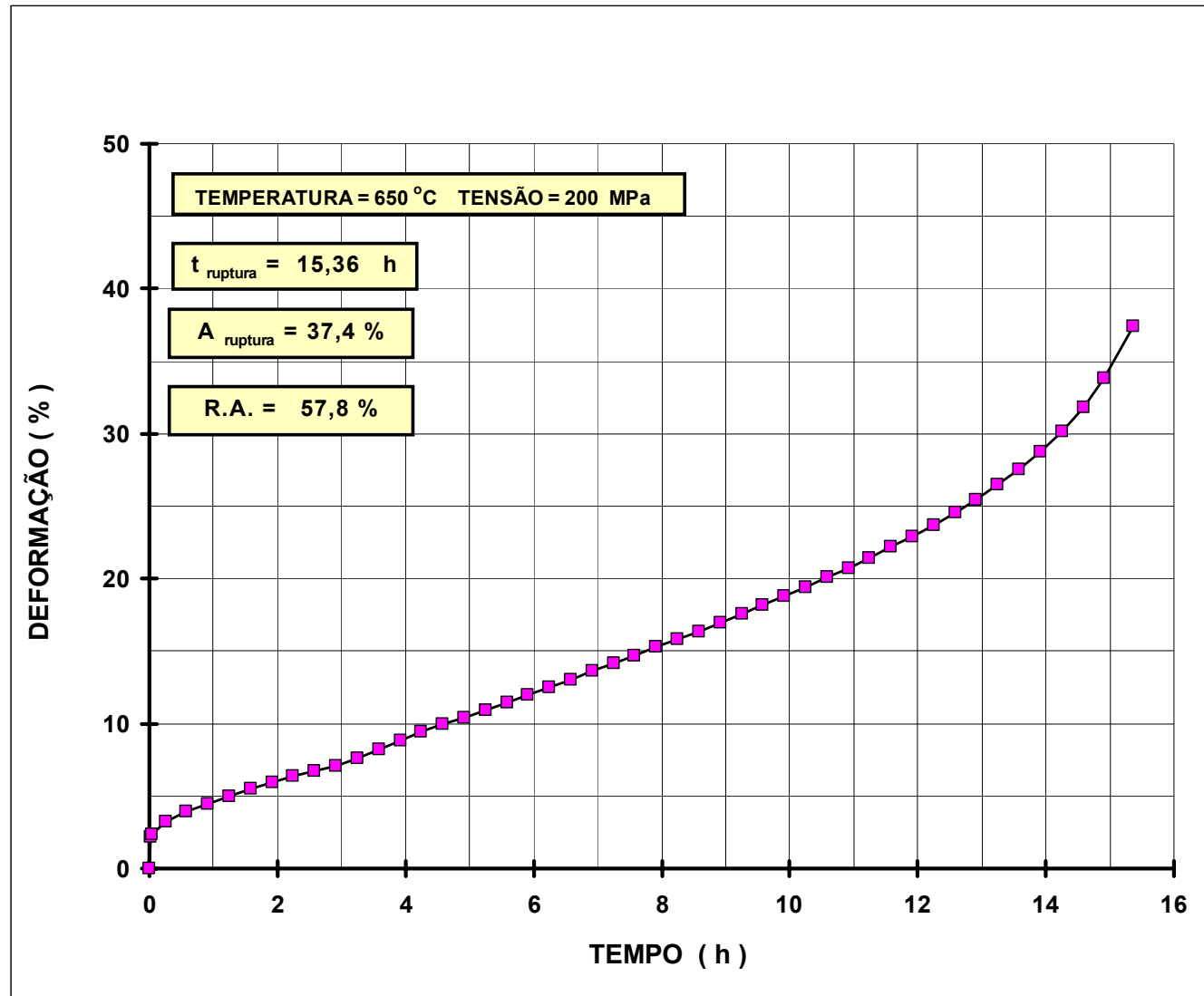
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-05



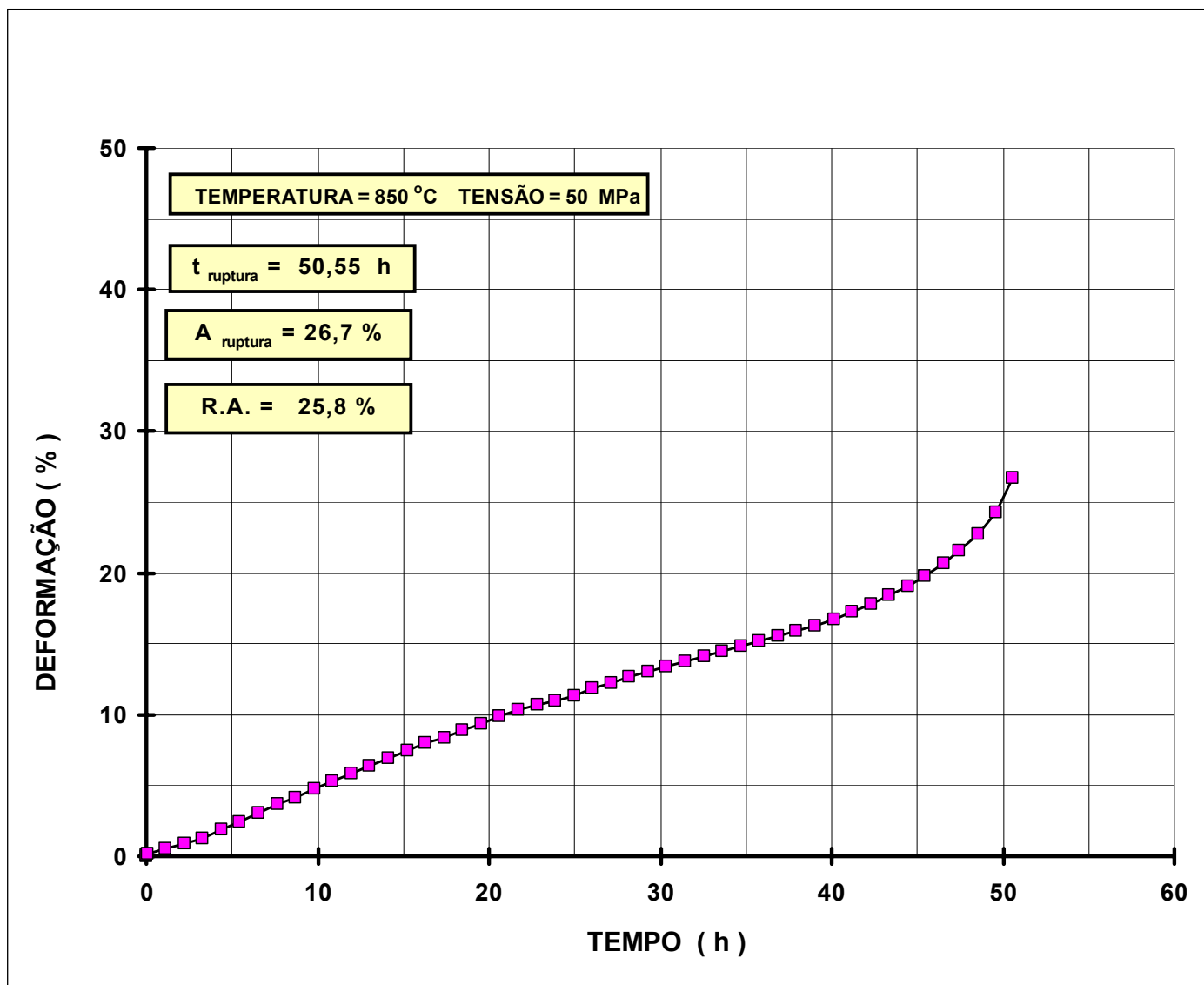
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-05X



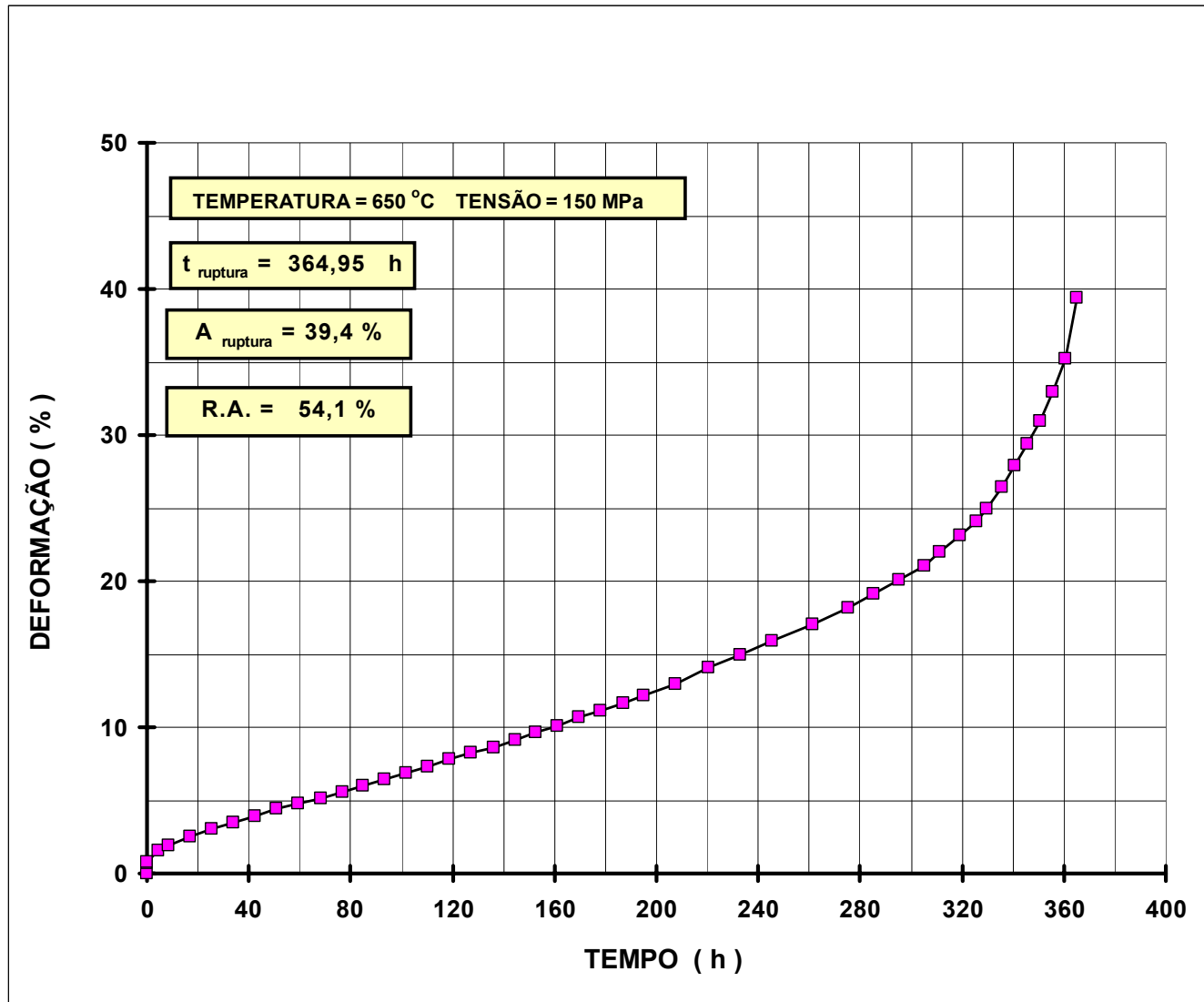
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-06



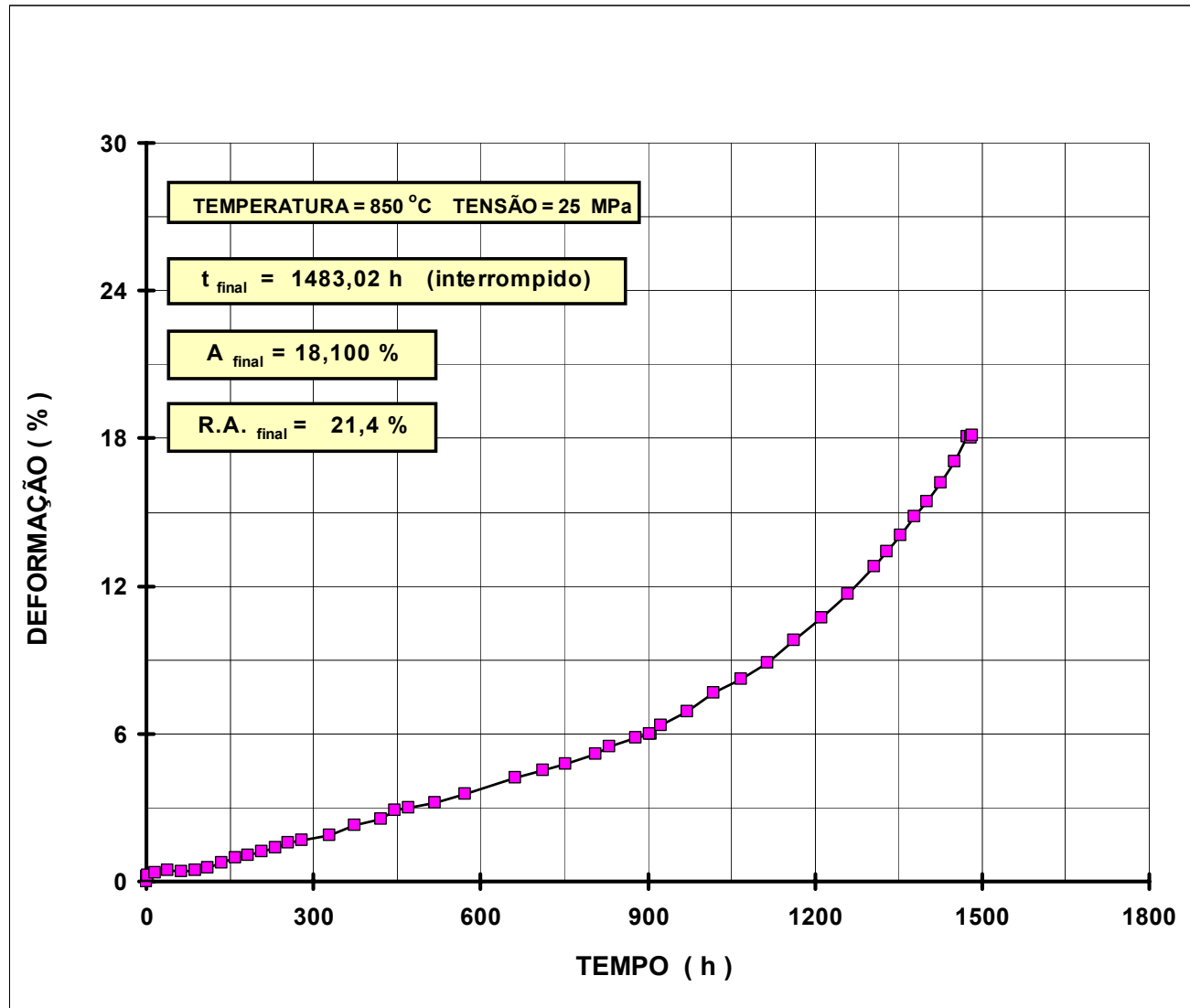
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-07



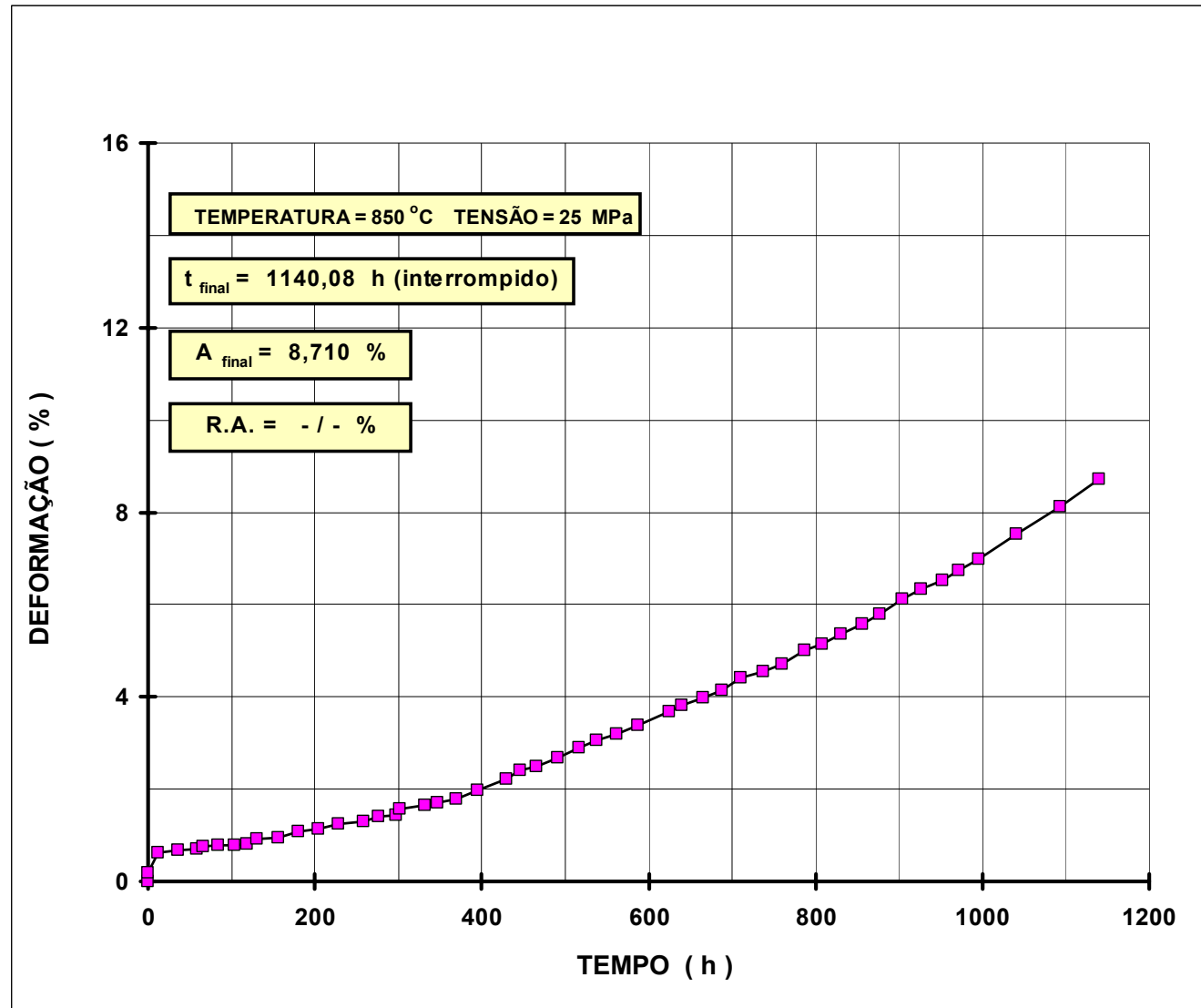
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-08



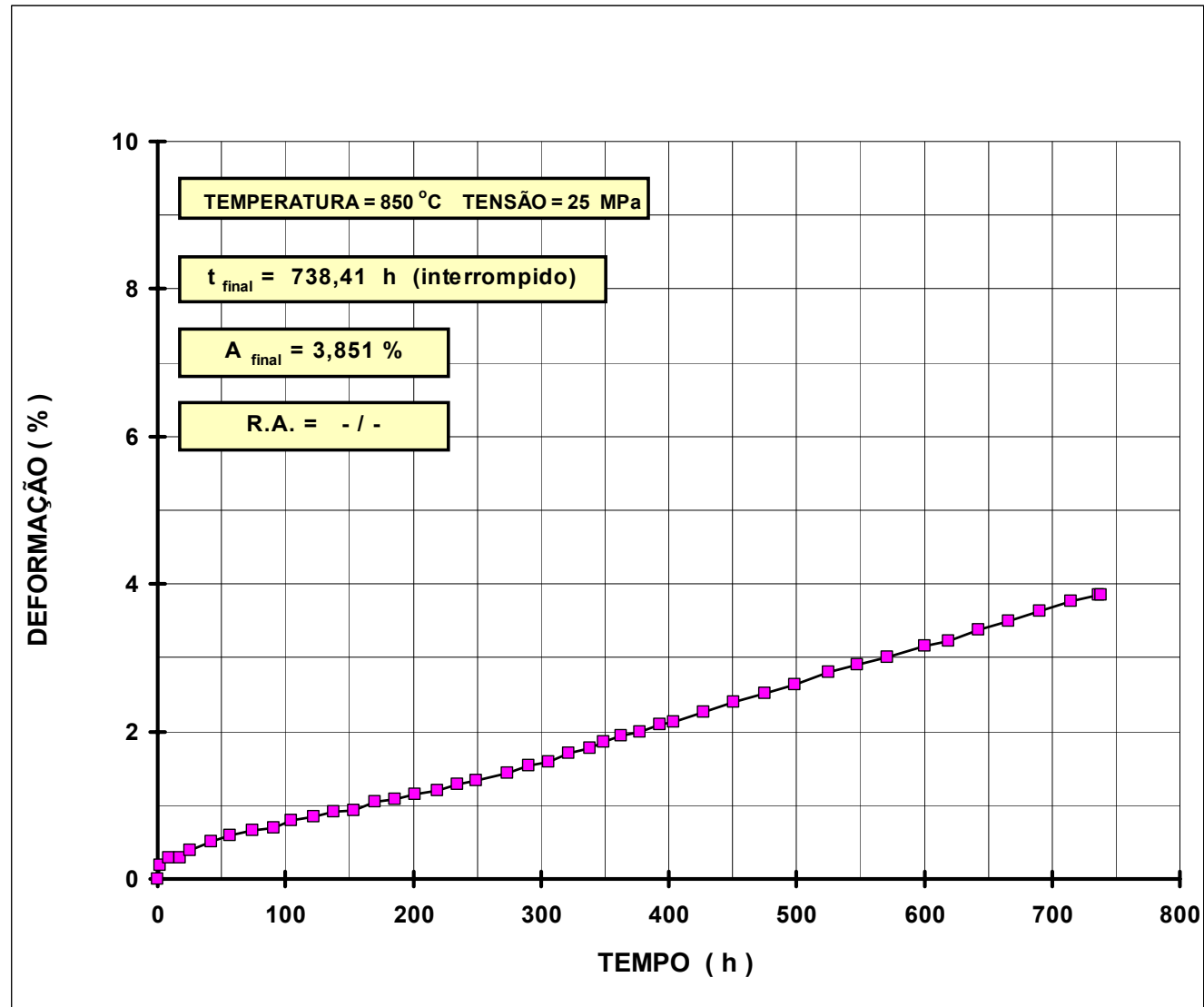
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-14



Curva de fluência da amostra AM-01, CP-15

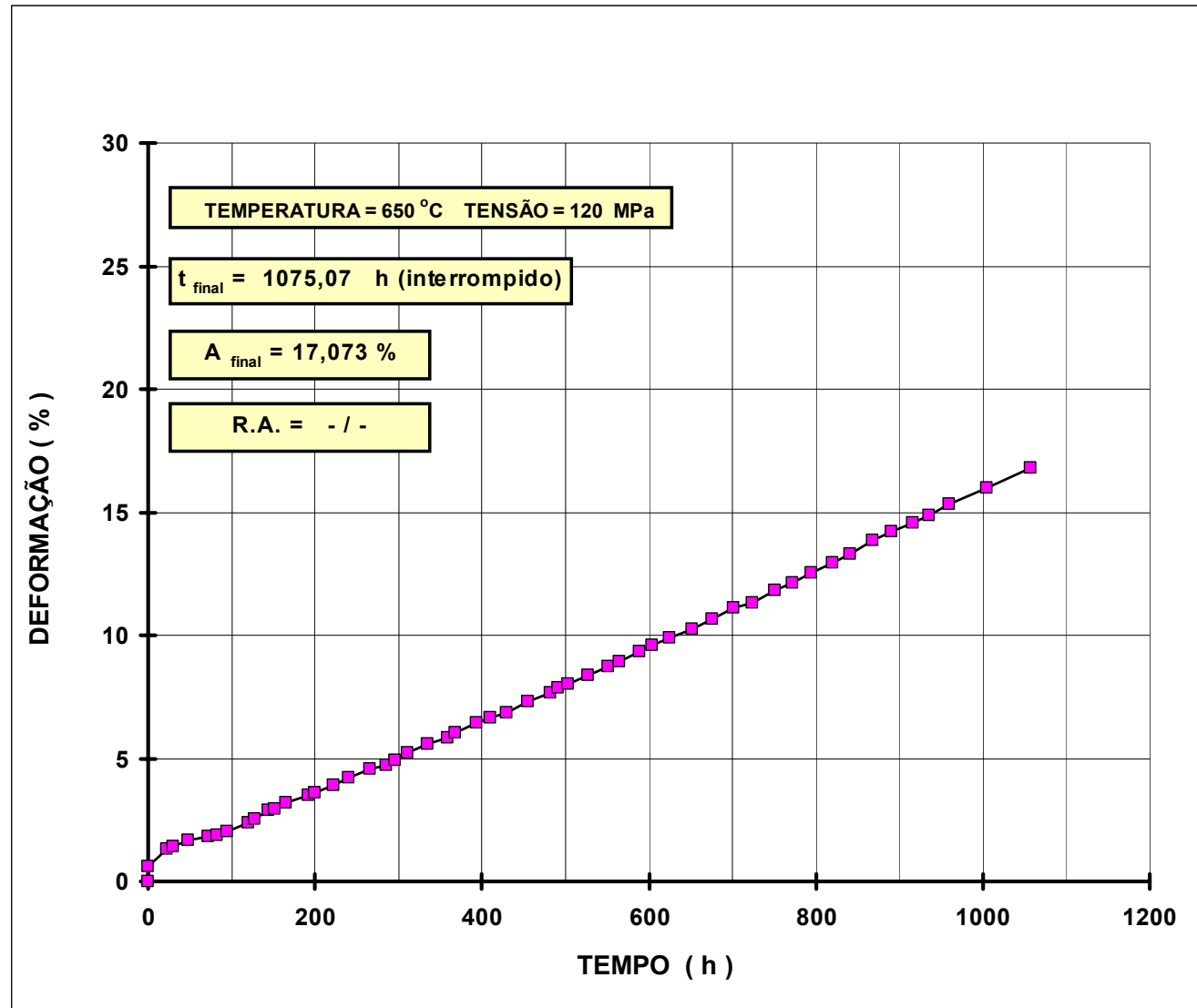


Curva de fluência da amostra AM-01, CP-16

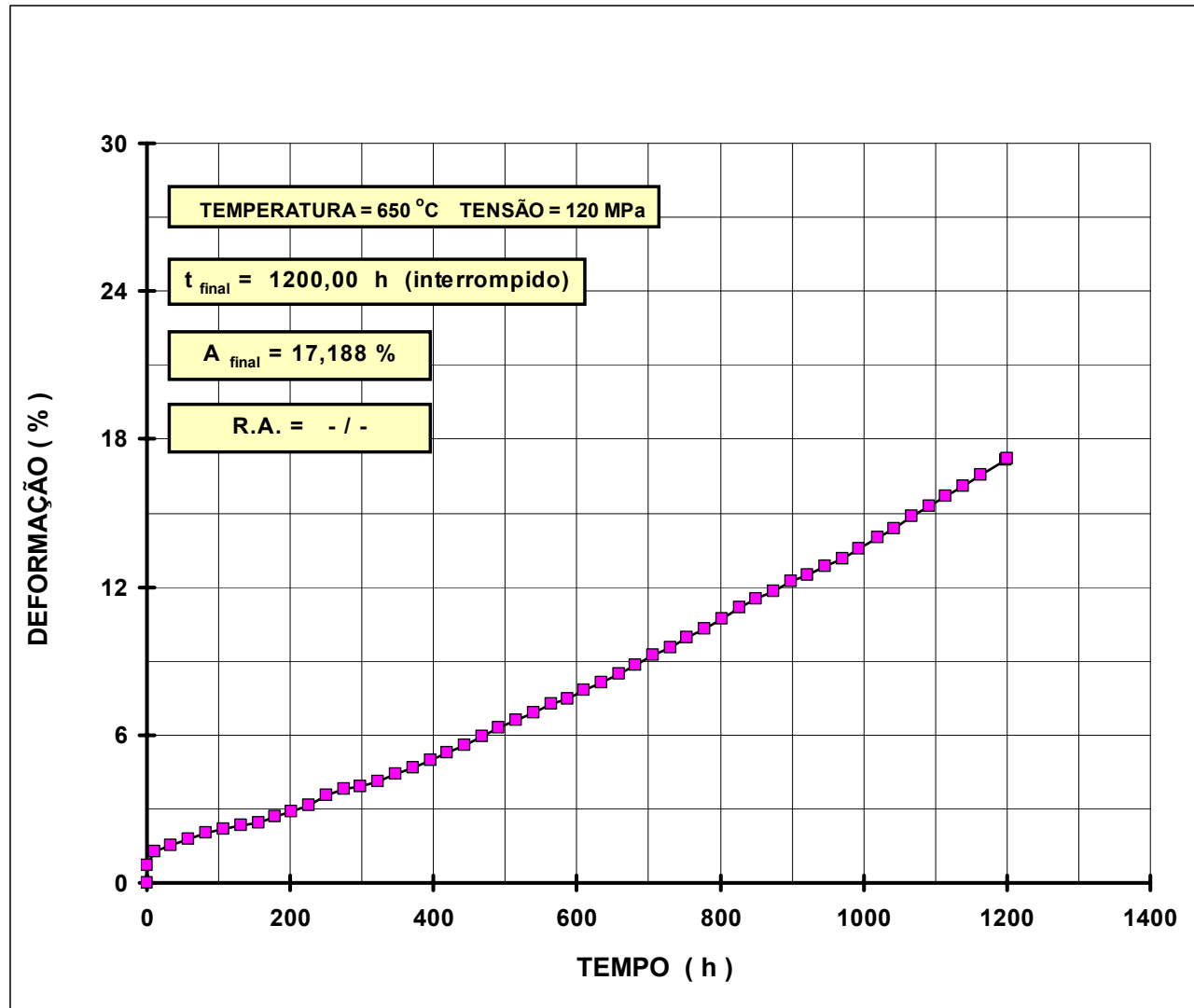




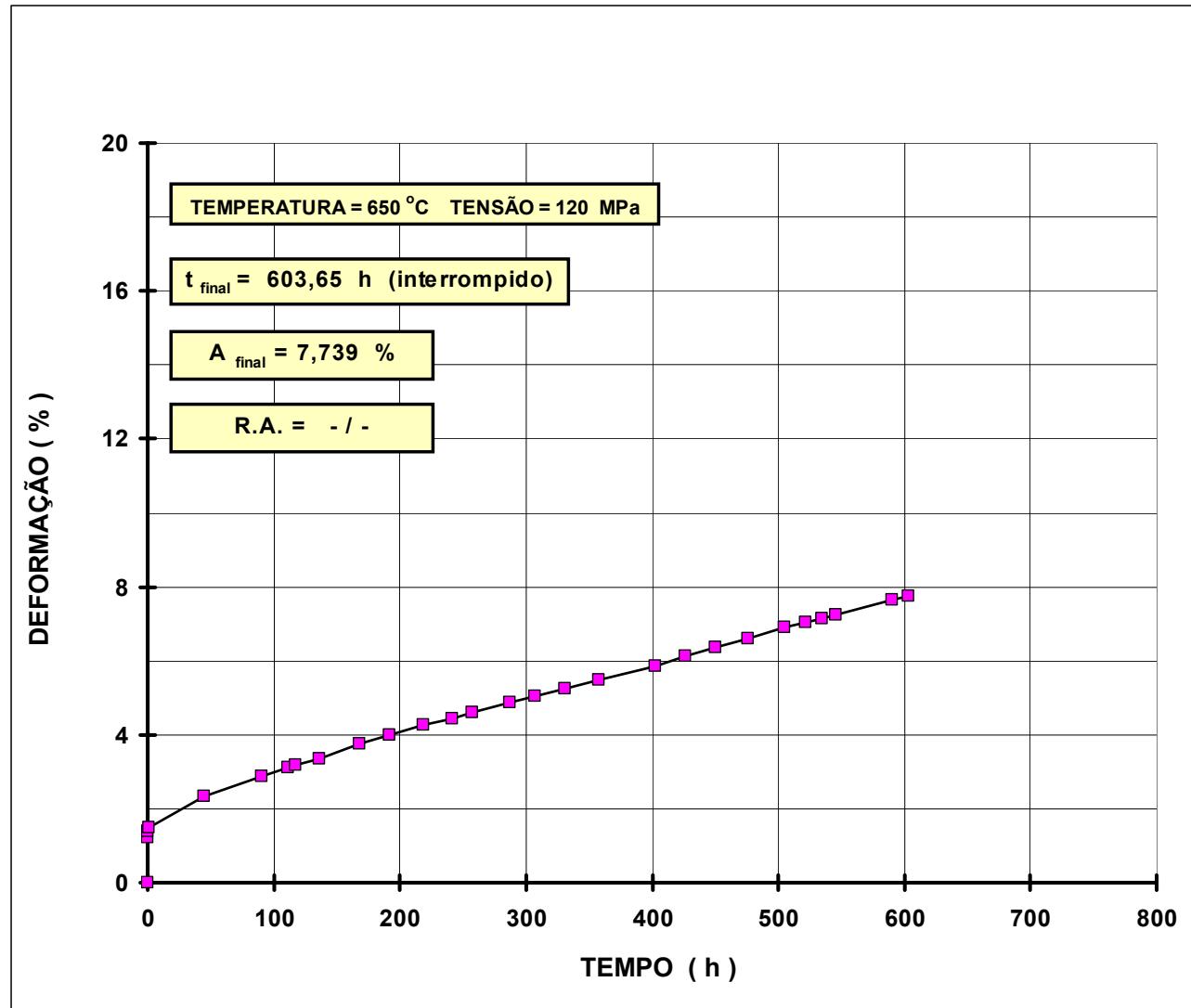
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-17



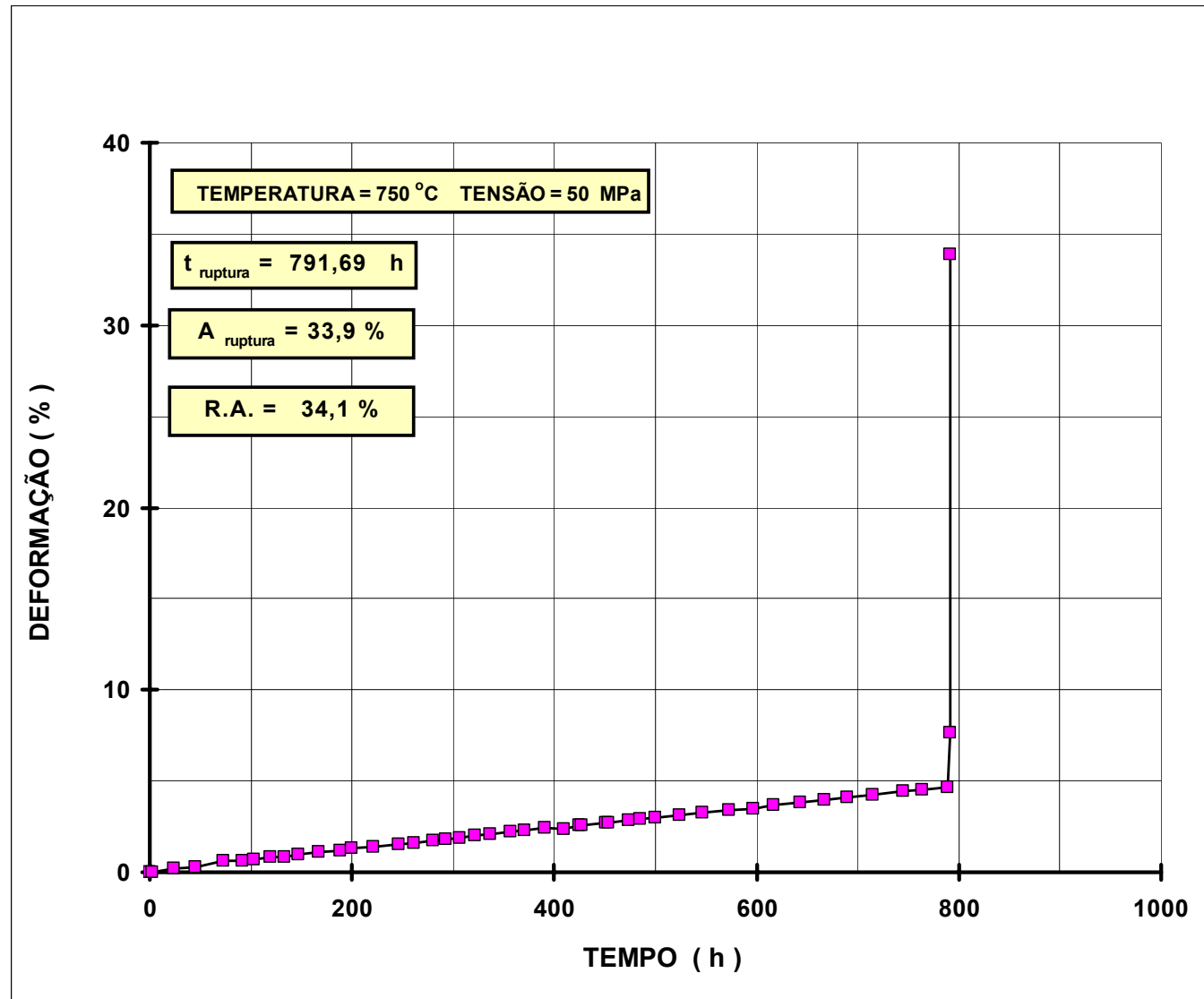
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-18



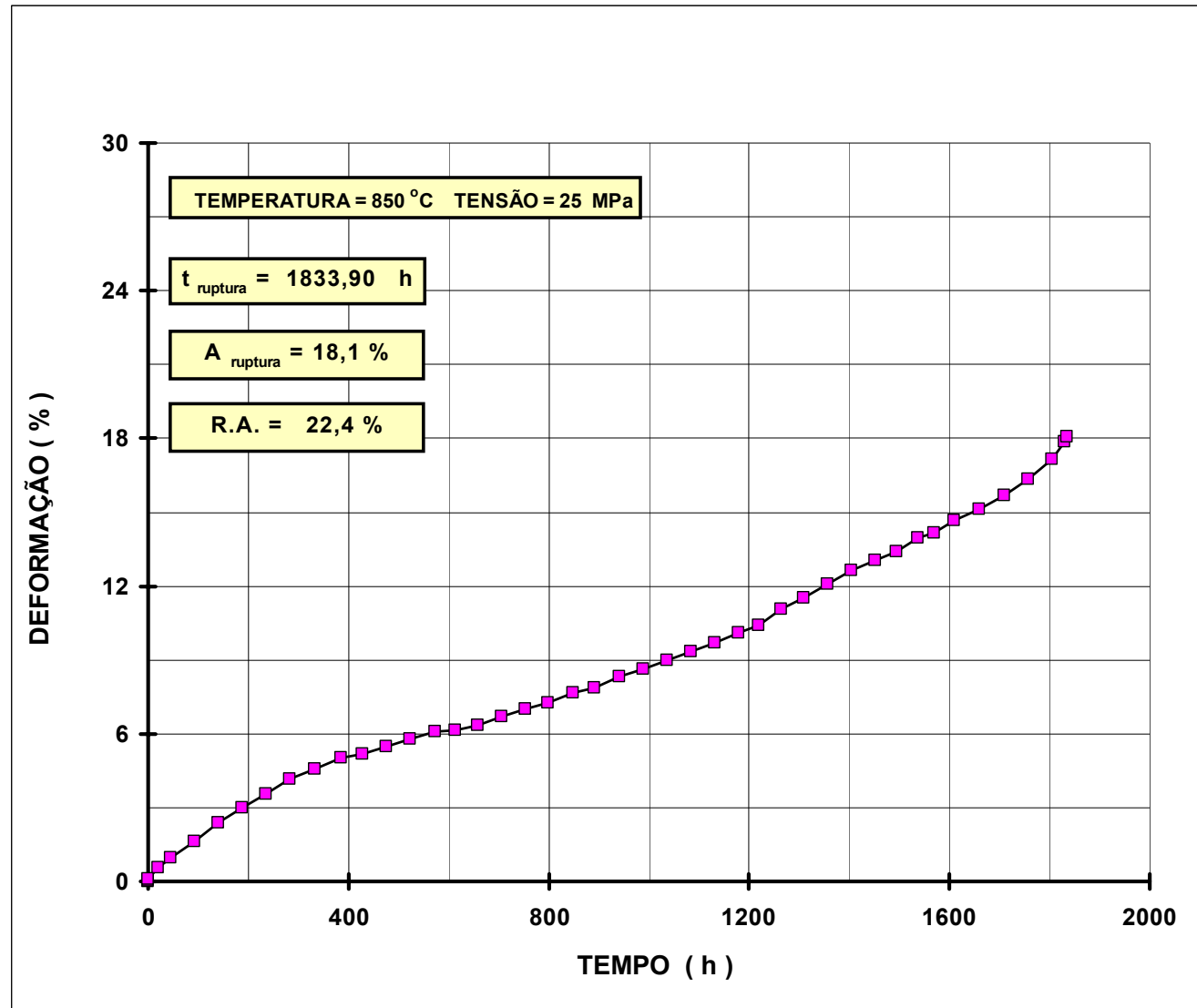
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-19



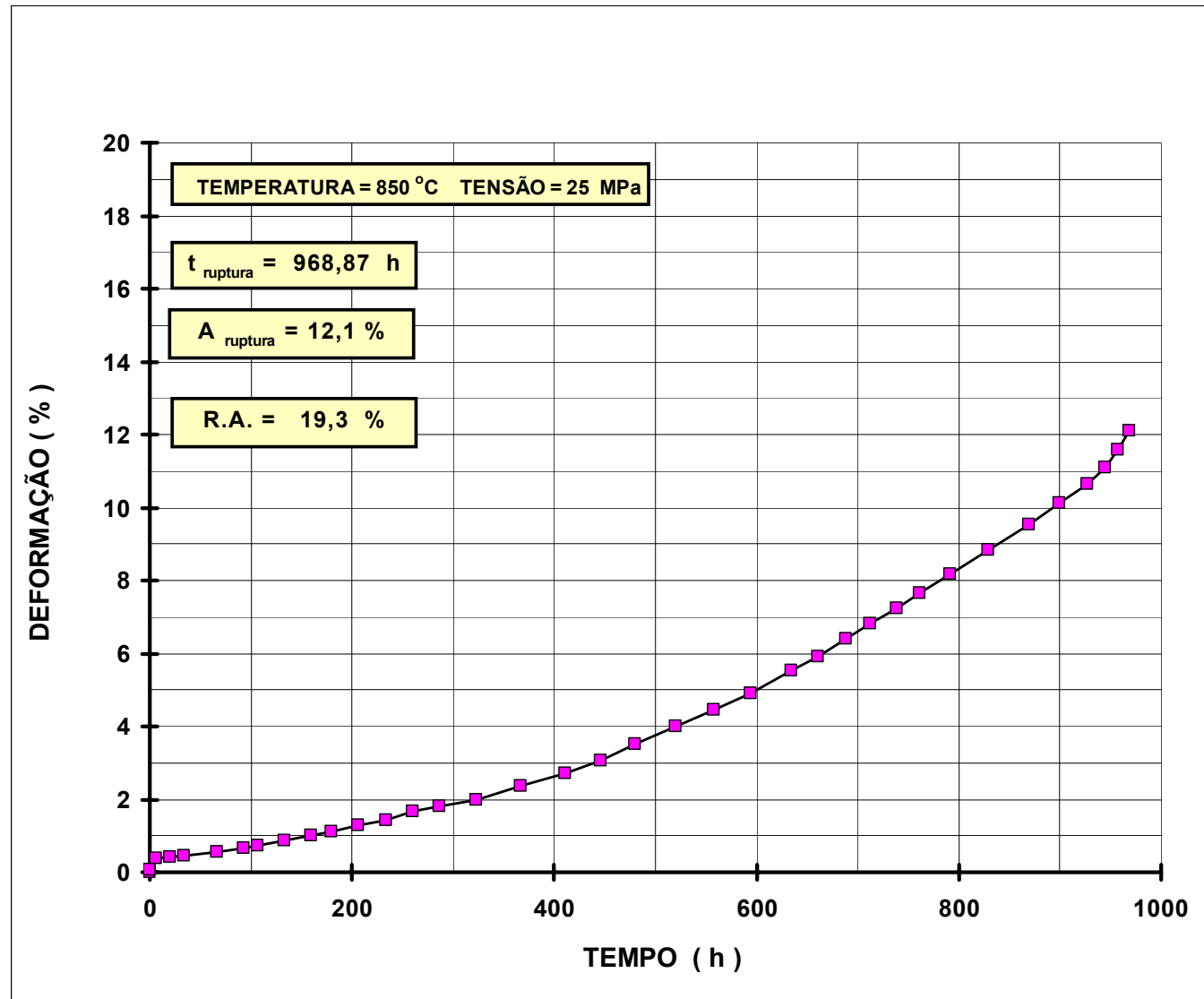
Curva de fluência da amostra AM-02, CP-23



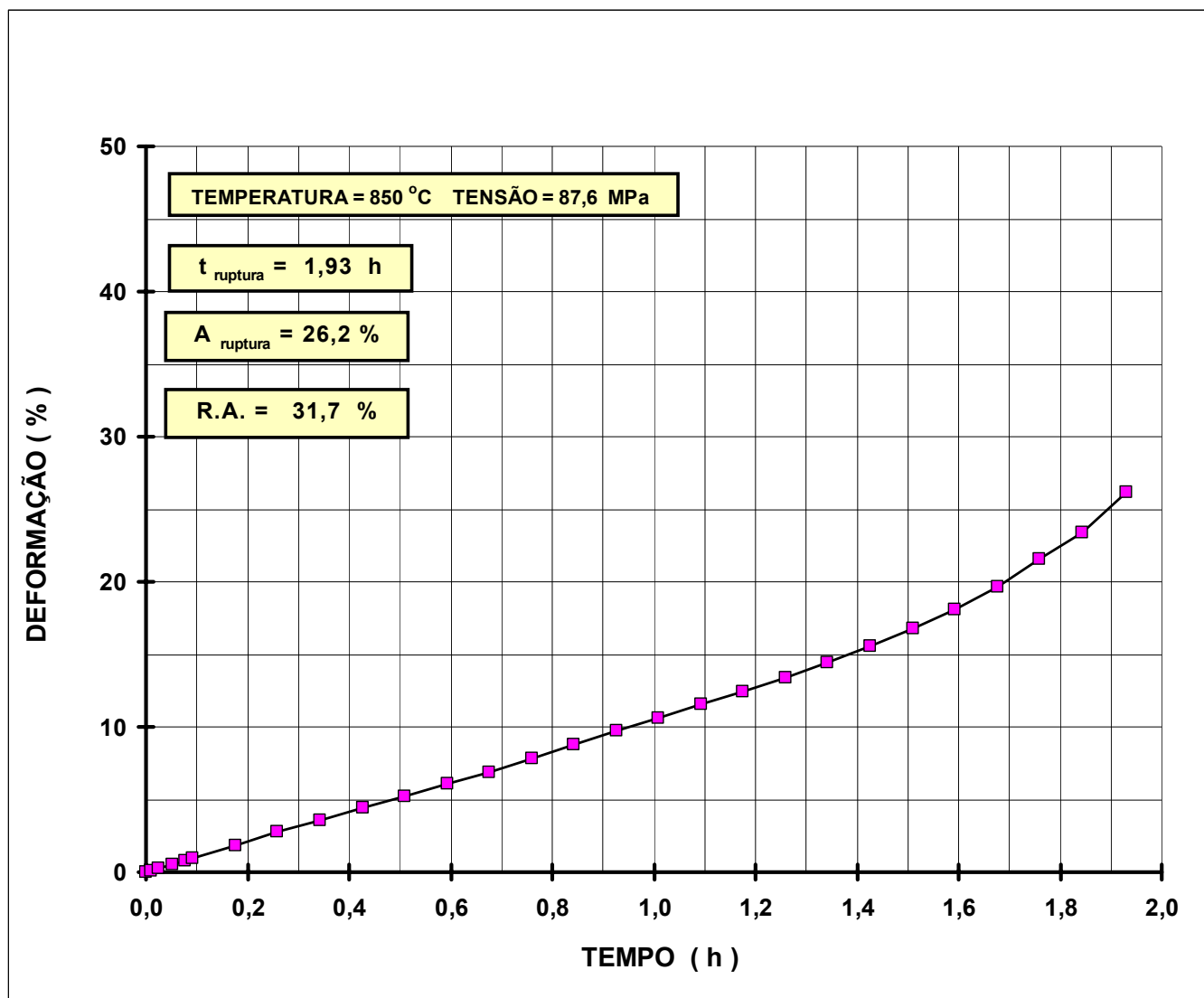
Curva de fluência da amostra AM-02, CP-24



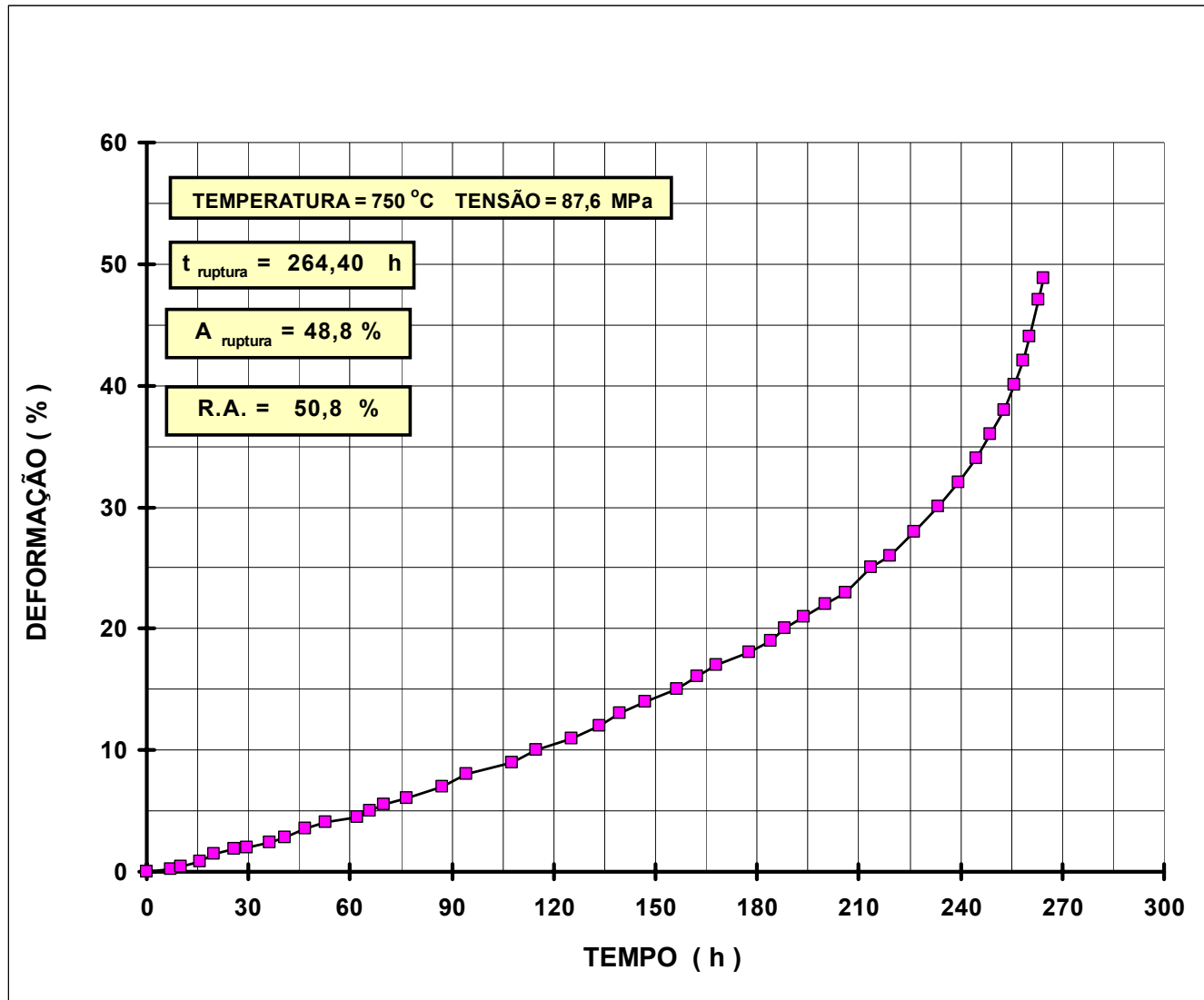
Curva de fluência da amostra AM-03, CP-26



Curva de fluência da amostra AM-03, CP-26X

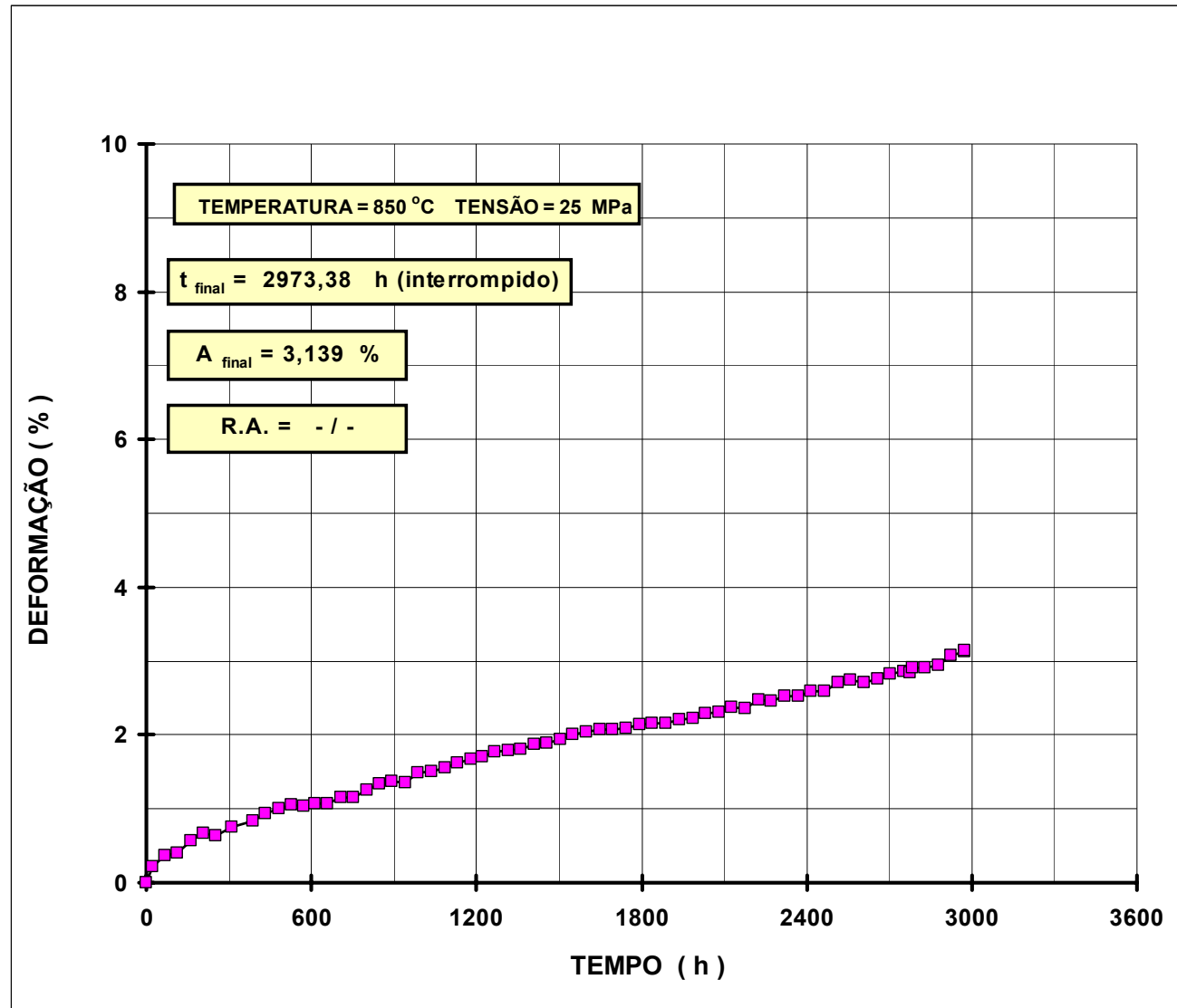


Curva de fluência da amostra AM-03, CP-27X

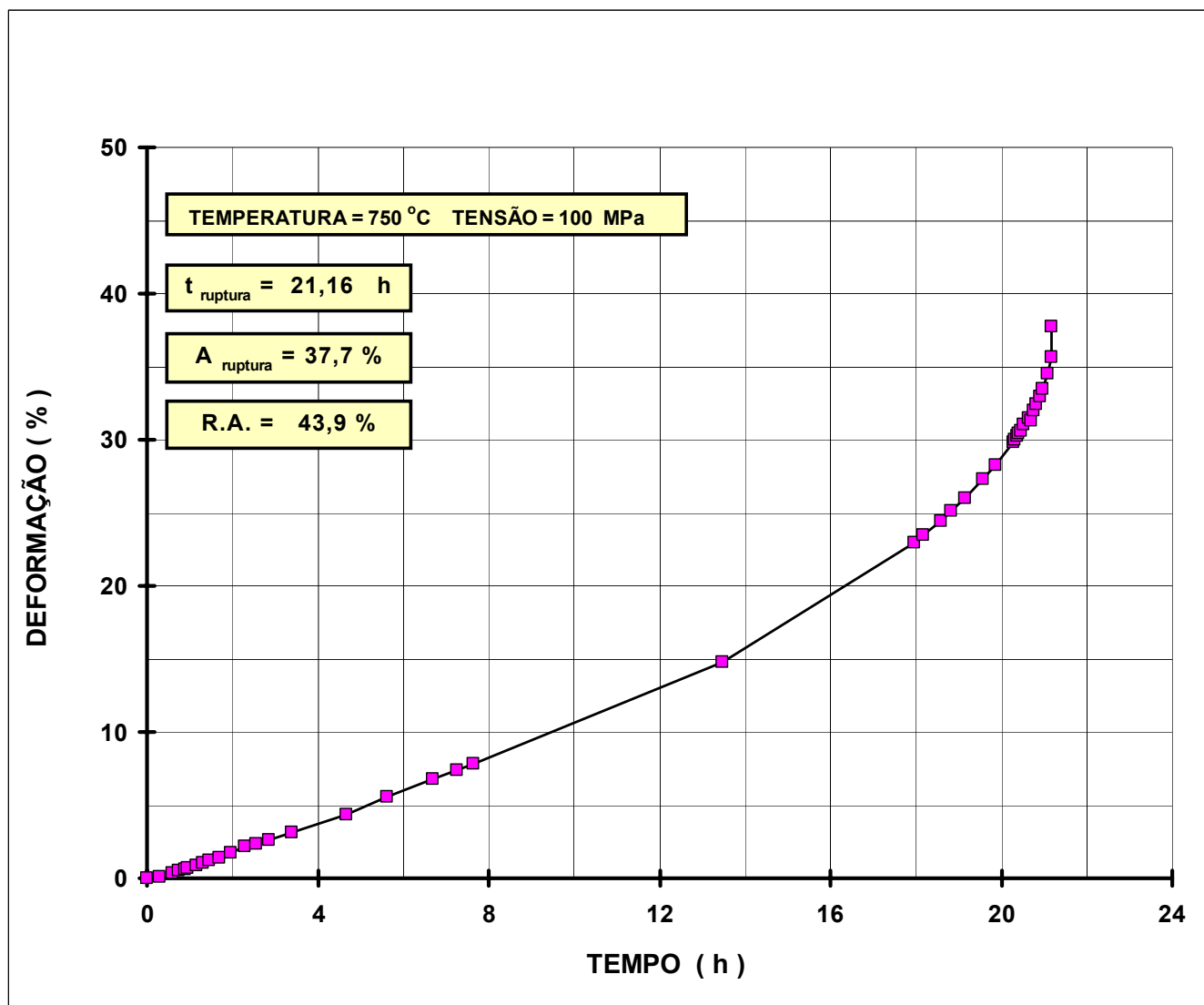




Curva de fluência da amostra AM-04, CP-28



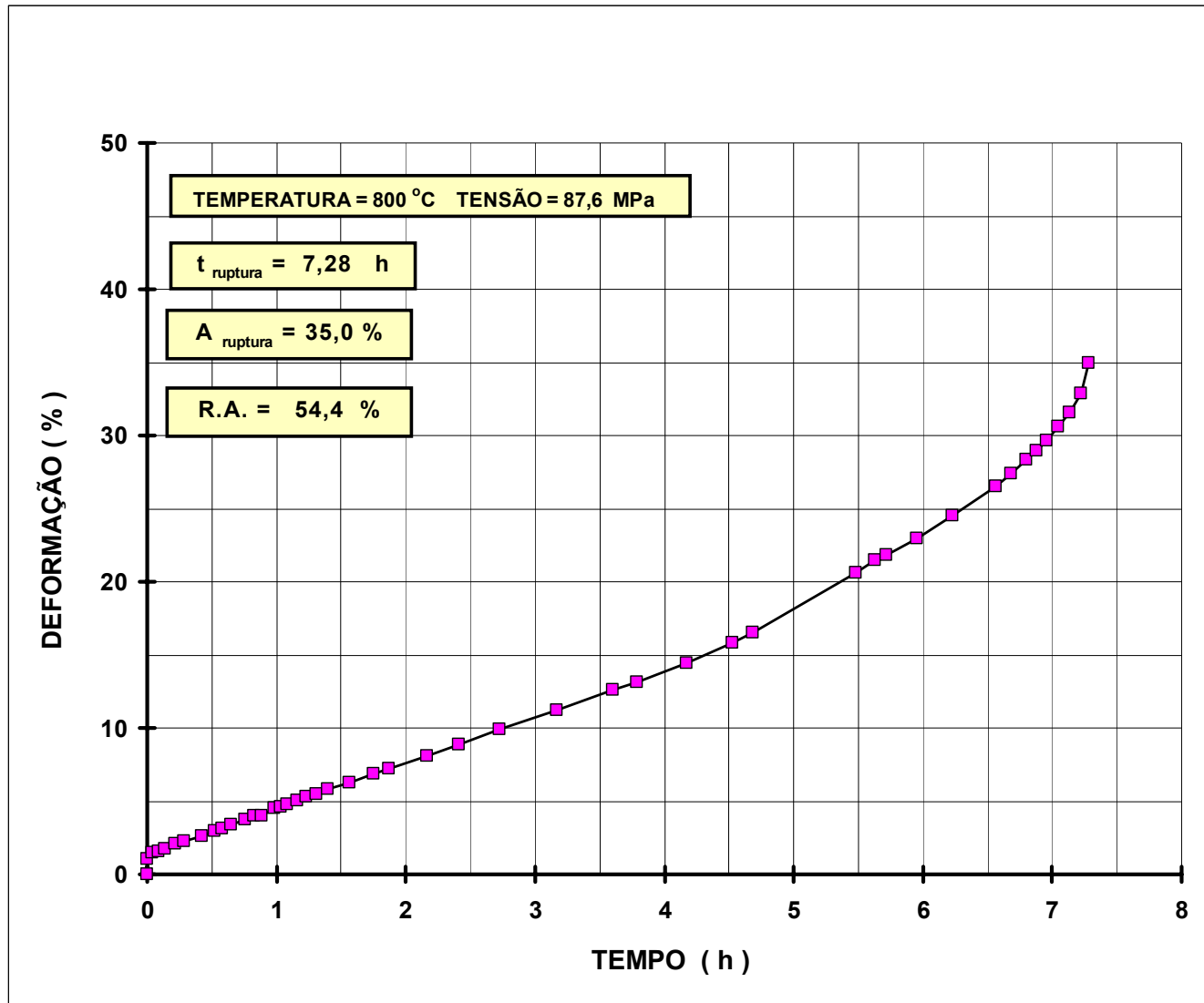
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-29



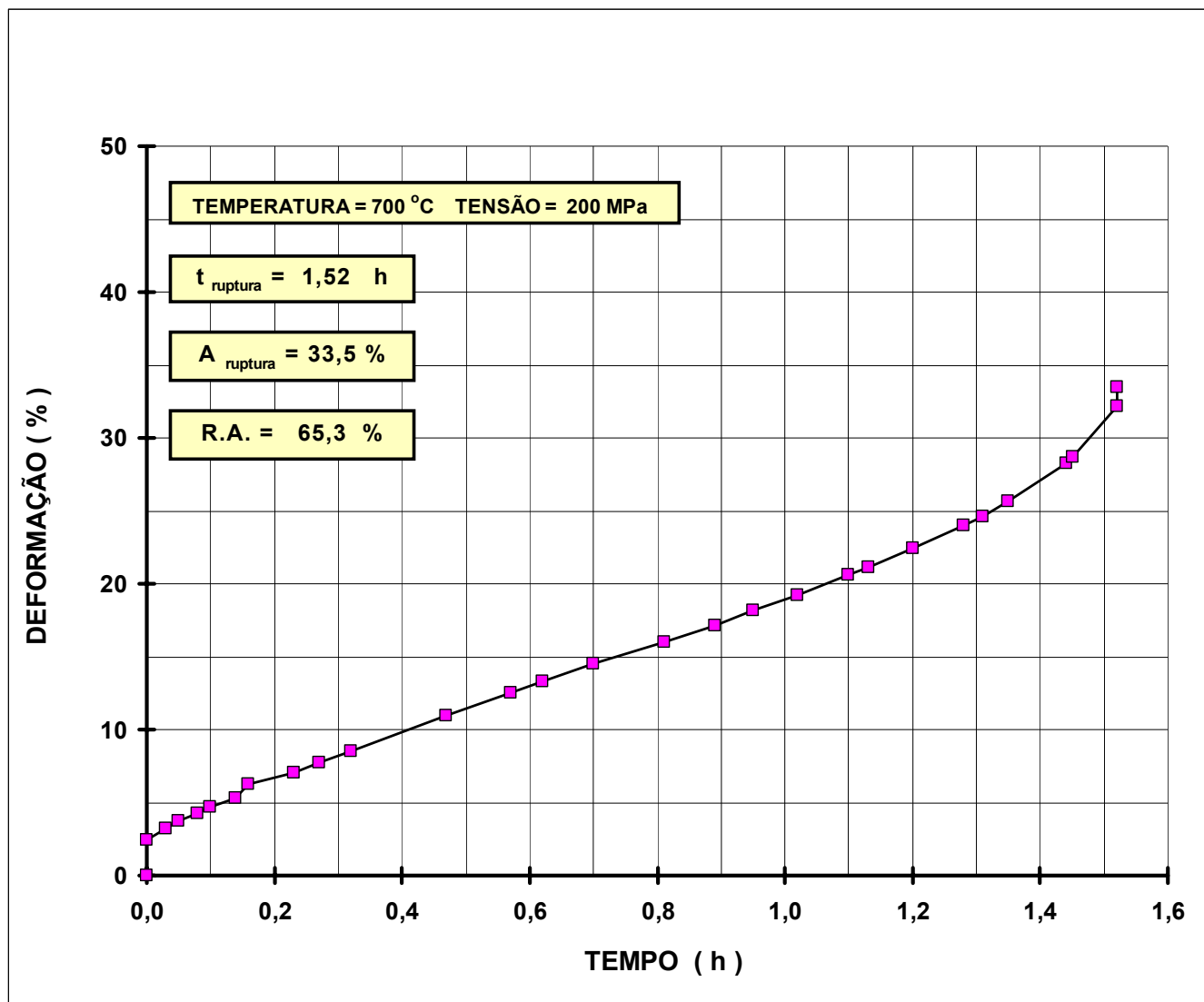
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-30



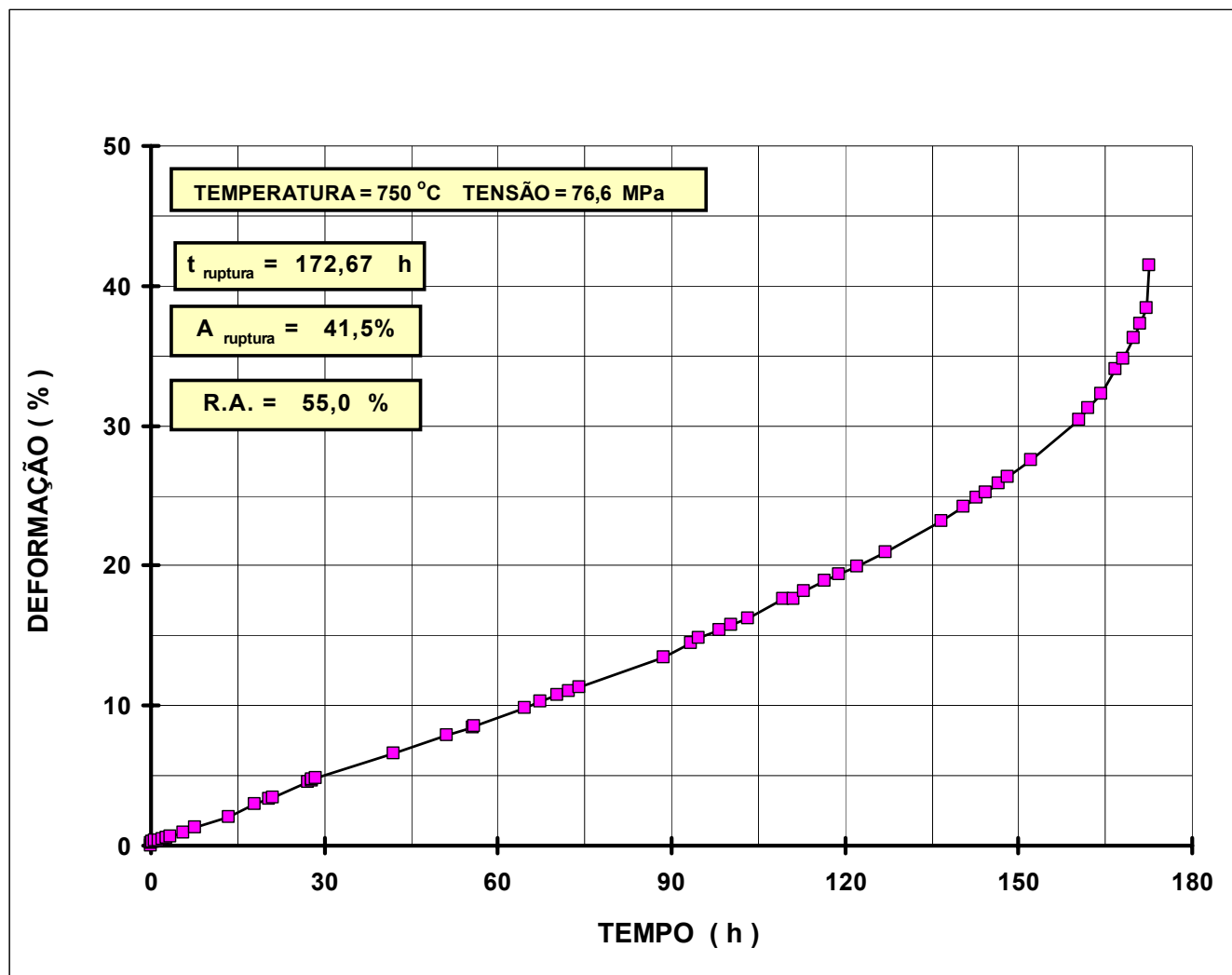
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-31



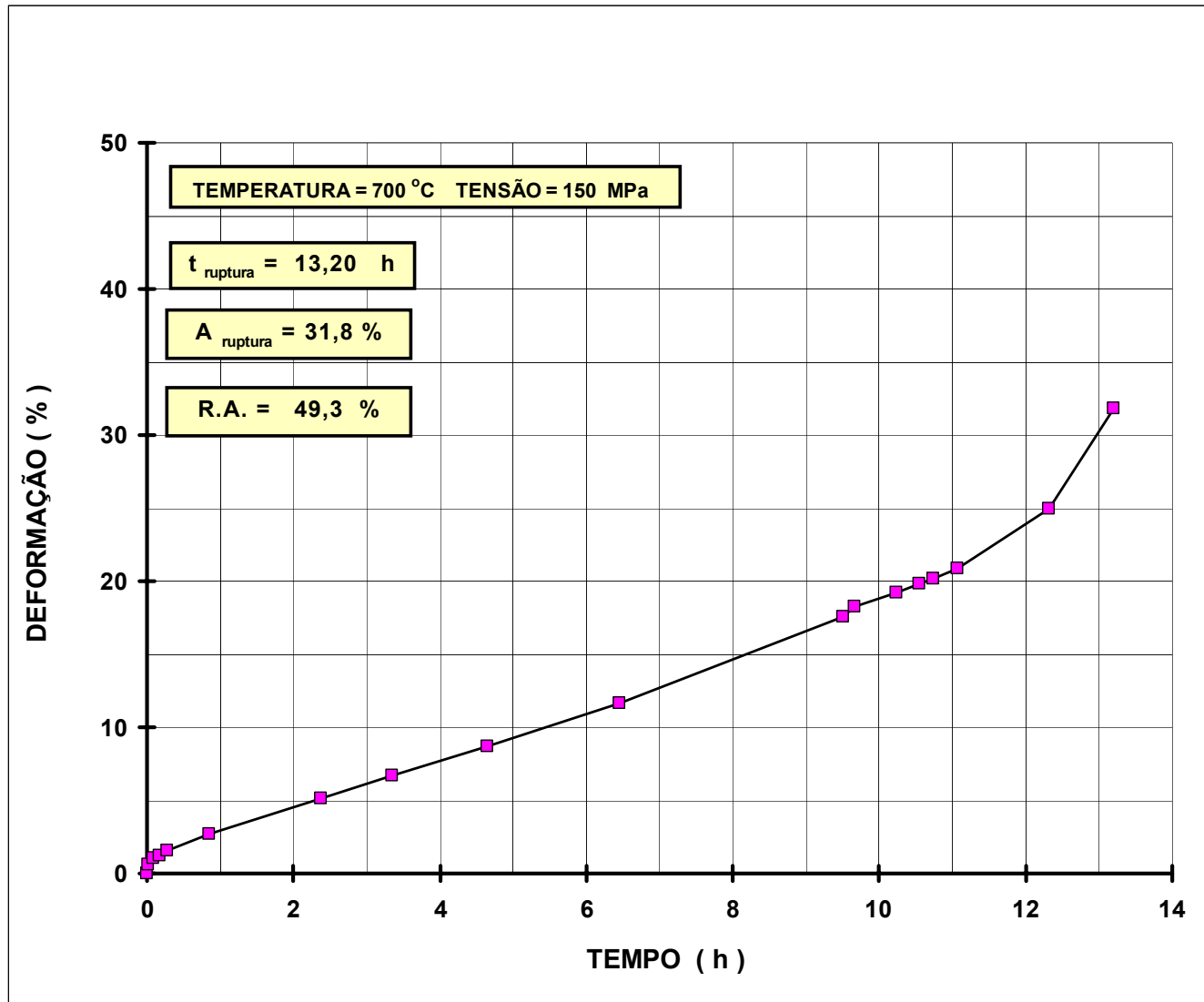
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-32



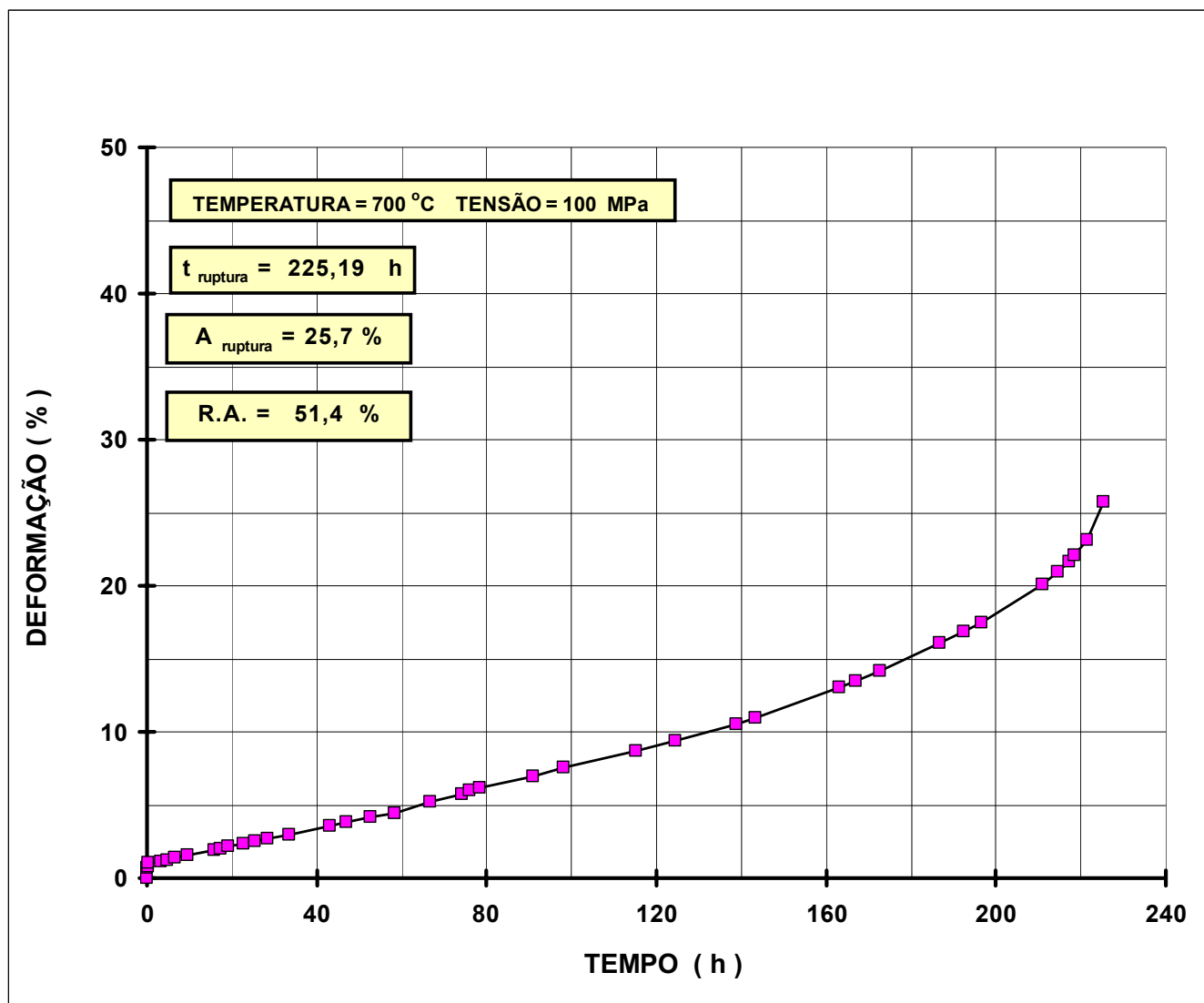
Curva de fluência da amostra AM-01, CP-33



Curva de fluência da amostra AM-01, CP-34

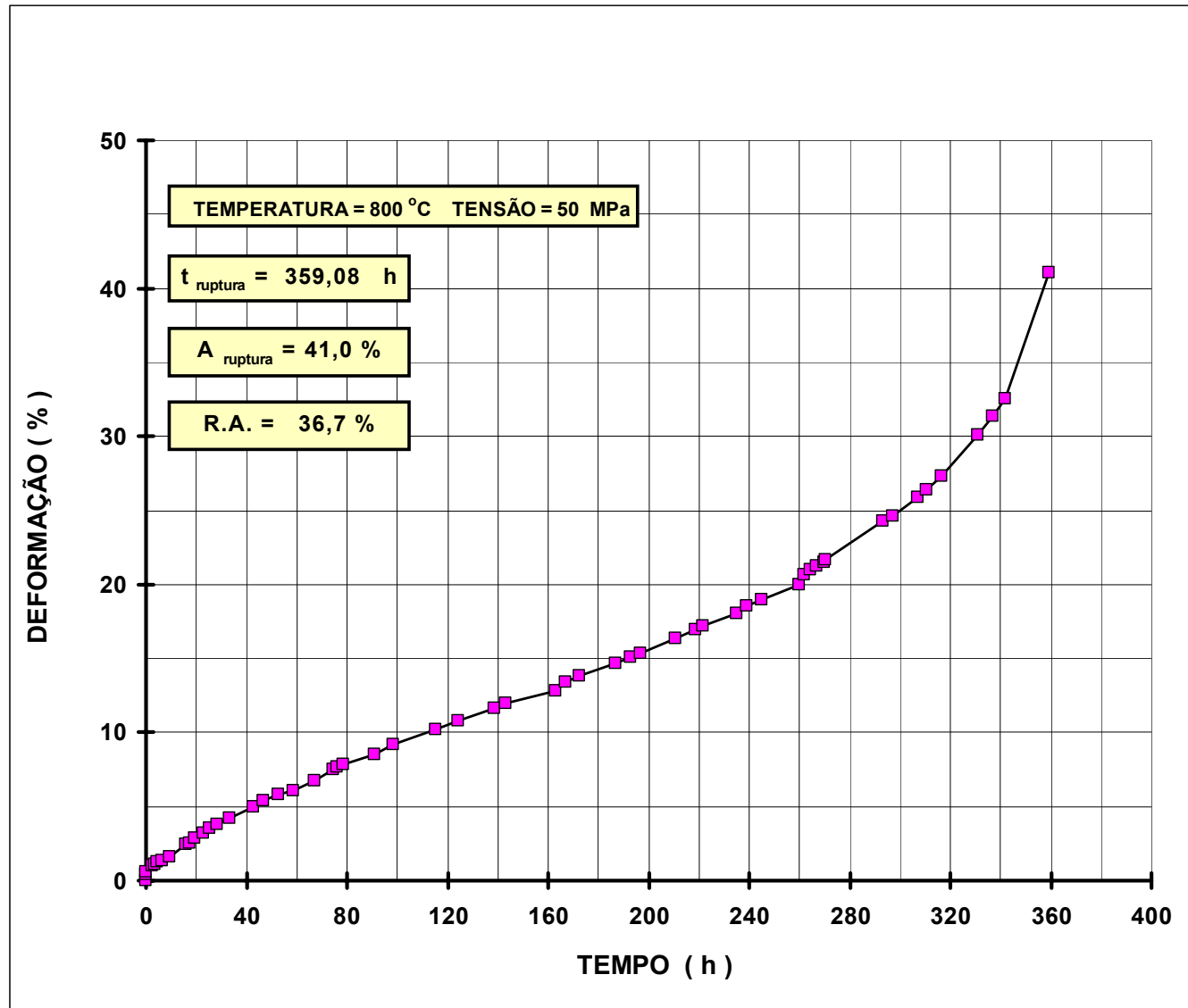


Curva de fluência da amostra AM-01, CP-35





Curva de fluência da amostra AM-01, CP-37



**APÊNDICE 2**  
**REGISTRO FOTOGRÁFICO DAS MICROGRAFIAS APÓS OS ENSAIOS DE FLUÊNCIA**  
**(ORDENADAS POR AMISTRA E POR TEMPO DE DURAÇÃO DO ENSAIO)**

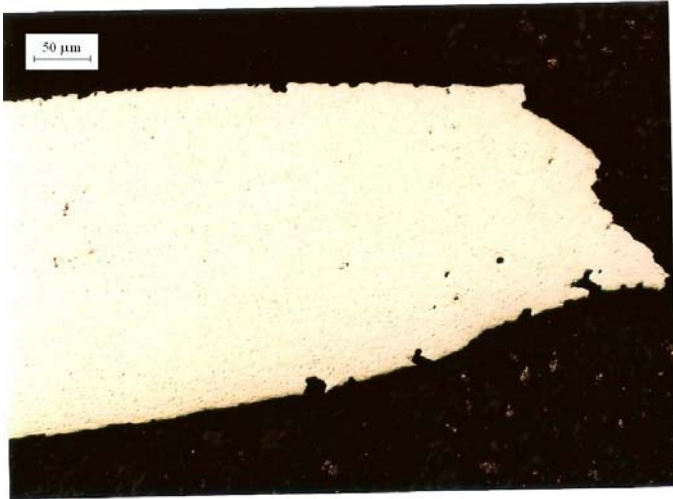
**Micrografia da amostra AM-01, CP-32**

Figura Ap2.1: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 25X.

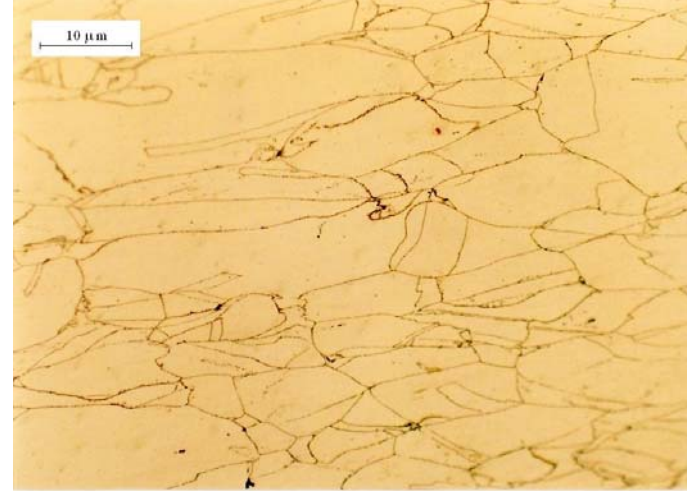


Figura Ap2.2: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 200X.

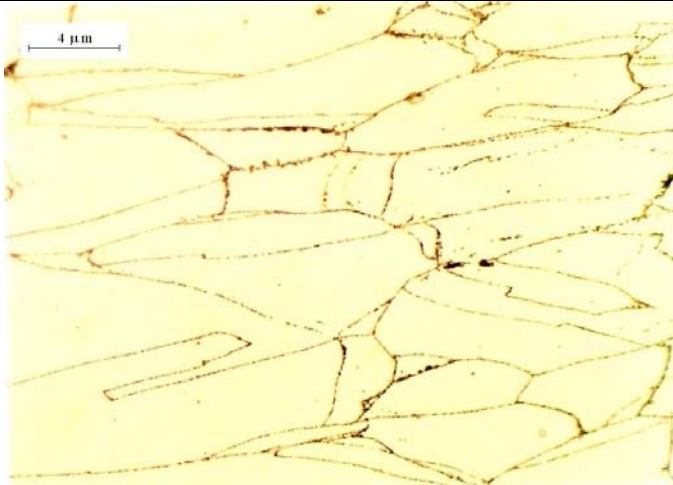


Figura Ap2.3: CP-32 na região da ruptura. Aumento de 500X.

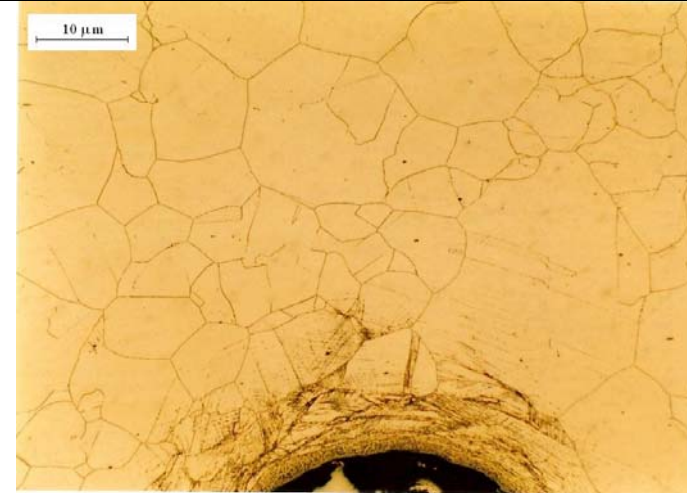


Figura Ap2.4: CP-32 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-31

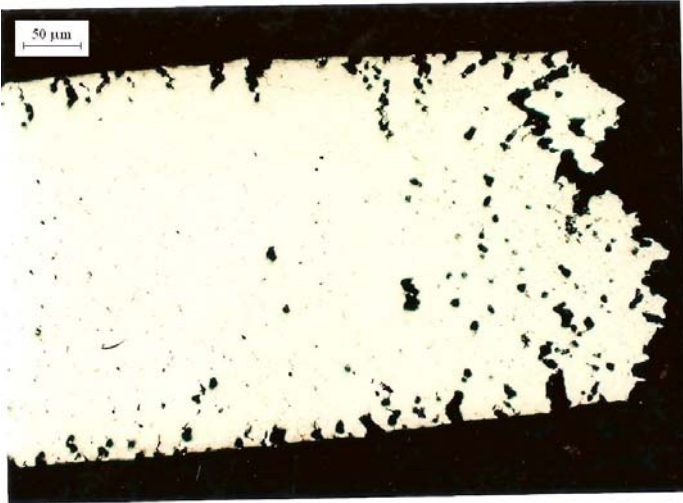


Figura Ap2.5: CP-31 na região da ruptura. Aumento de 25X.

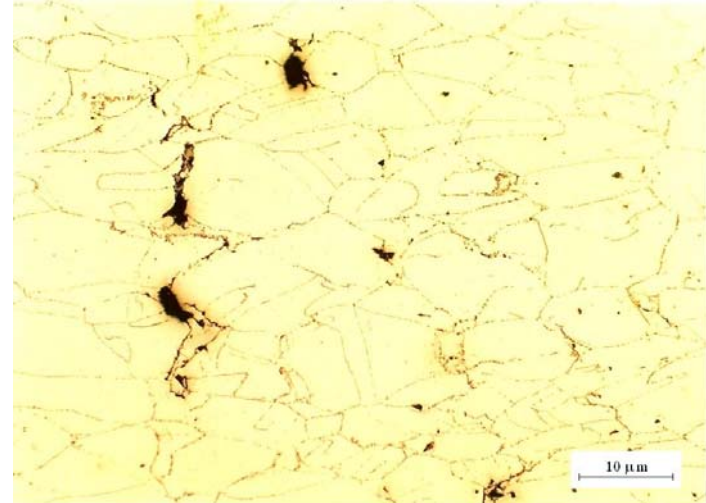


Figura Ap2.6 CP-31 na região da ruptura. Aumento de 200X.

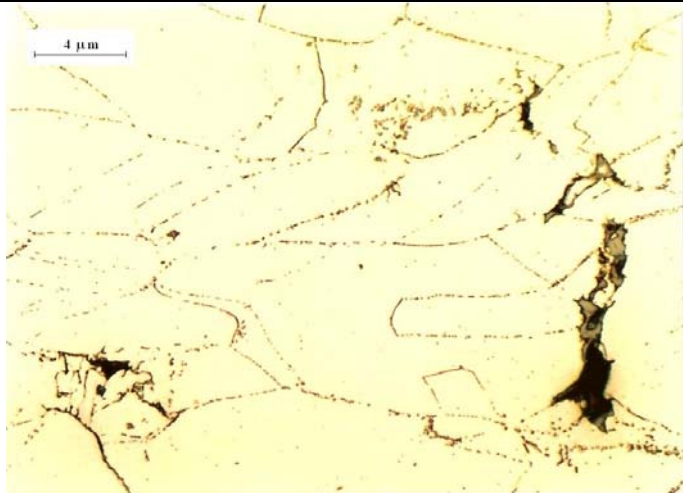


Figura Ap2.7: CP-31 na região da ruptura. Aumento de 500X.

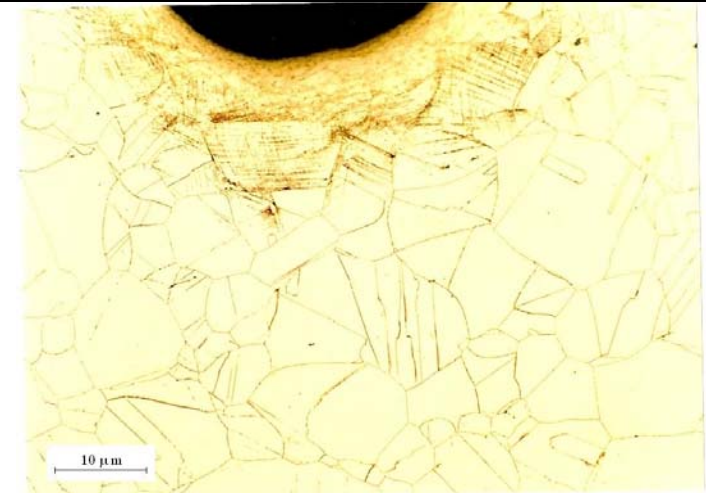


Figura Ap2.8: CP-31 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-30

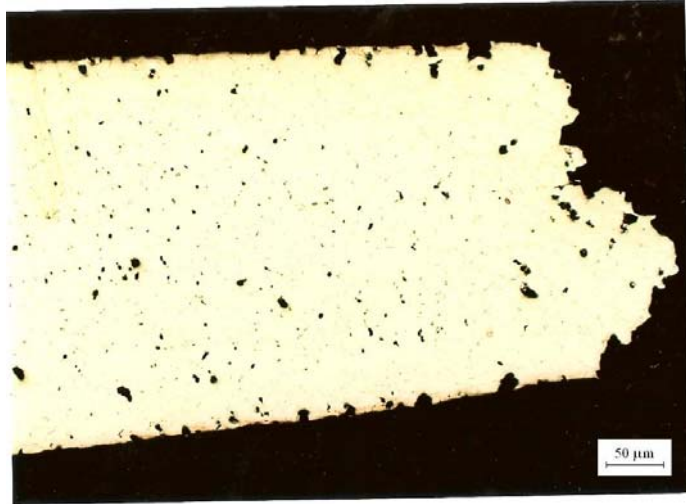


Figura Ap2.9: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 25X.

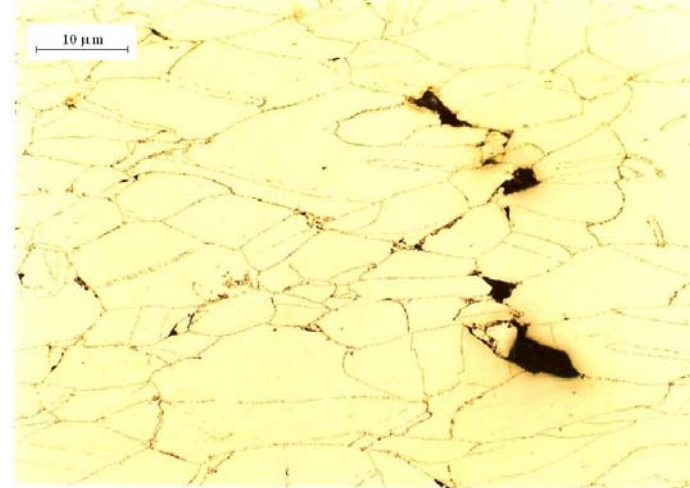


Figura Ap2.10: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 200X.

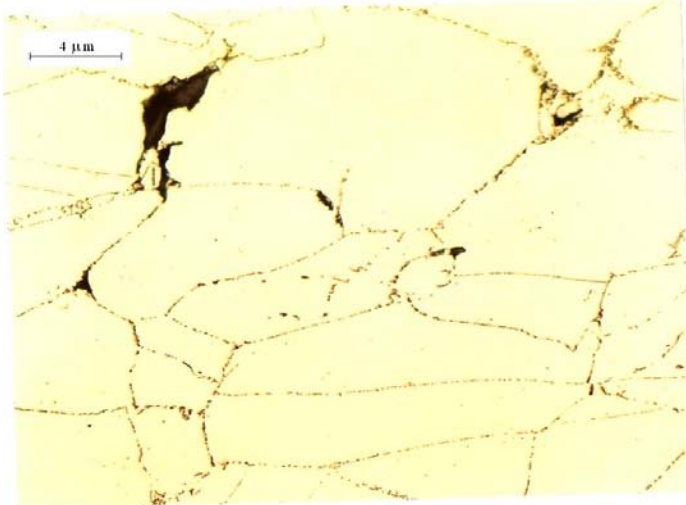


Figura Ap2.11: CP-30 na região da ruptura. Aumento de 500X.

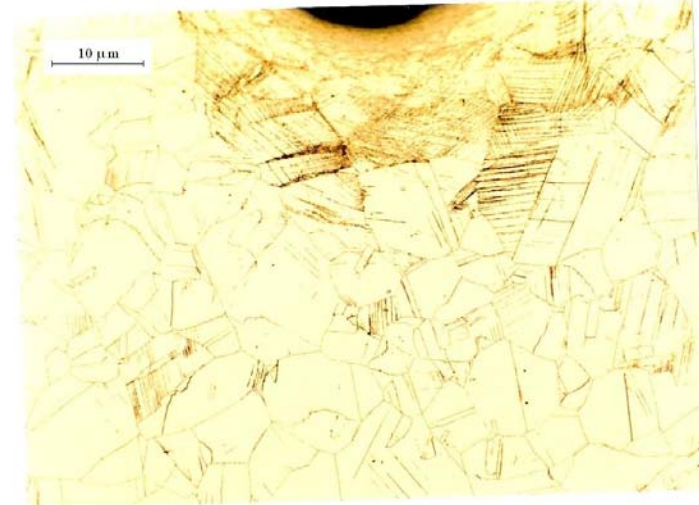


Figura Ap2.12: CP-30 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-34**



Figura Ap2.13 CP-34 na região da ruptura. Aumento de 25X.

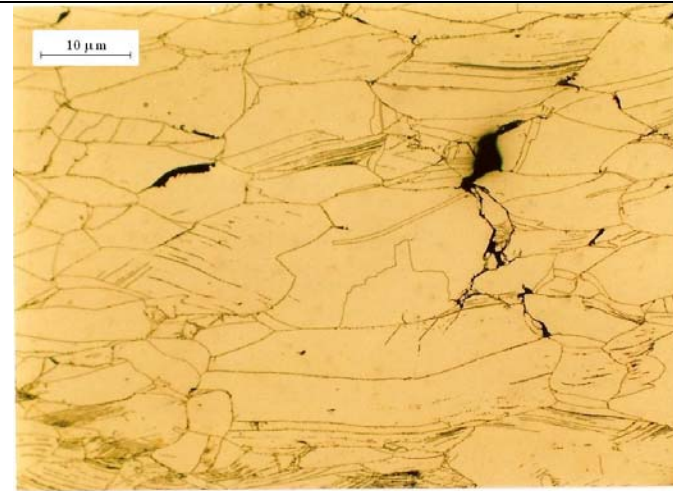


Figura Ap2.14: CP-34 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.15: CP-34 na região da ruptura. Aumento de 500X.

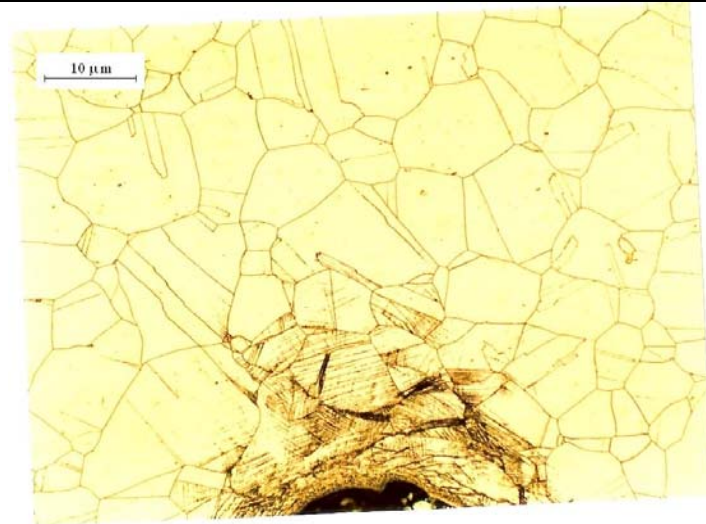


Figura Ap2.16: CP-34 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-05X



Figura Ap2.17: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 25X.

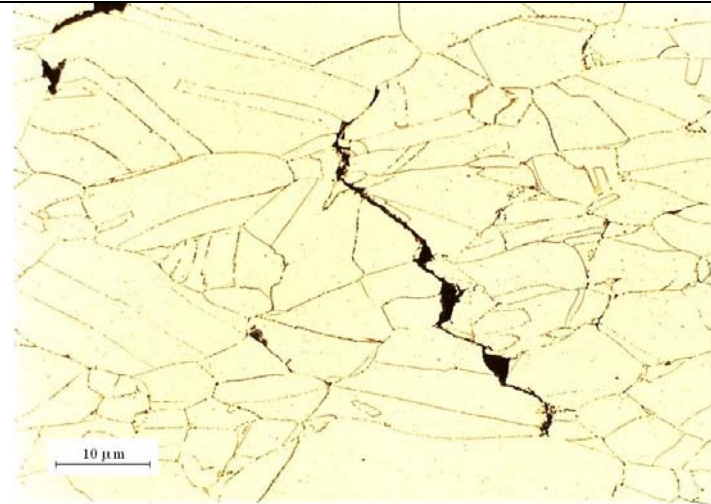


Figura Ap2.18: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 200X.

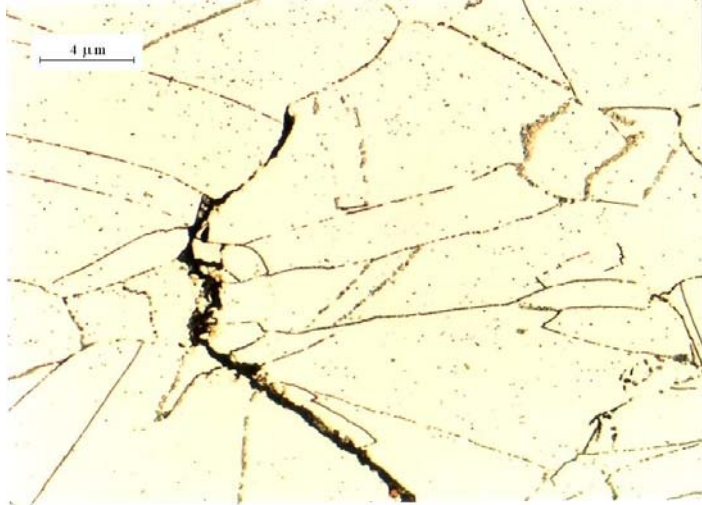


Figura Ap2.19: CP-05X na região da ruptura. Aumento de 500X.



Figura Ap2.20: CP-05X na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-06



Figura Ap2.21: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 25X.

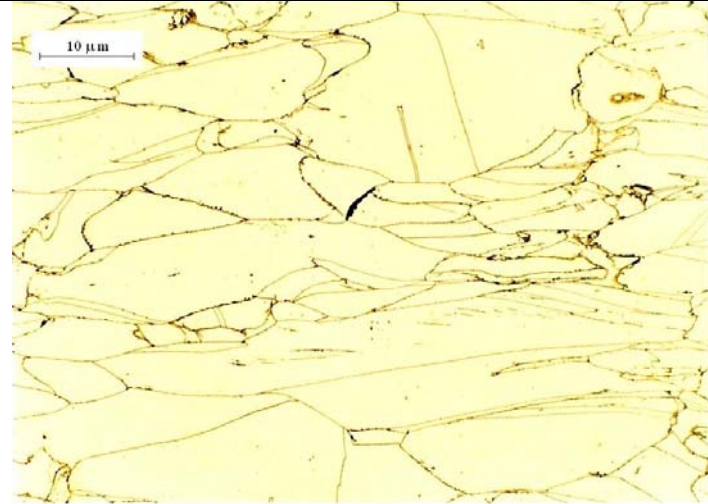


Figura Ap2.22: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.23: CP-06 na região da ruptura. Aumento de 500X.

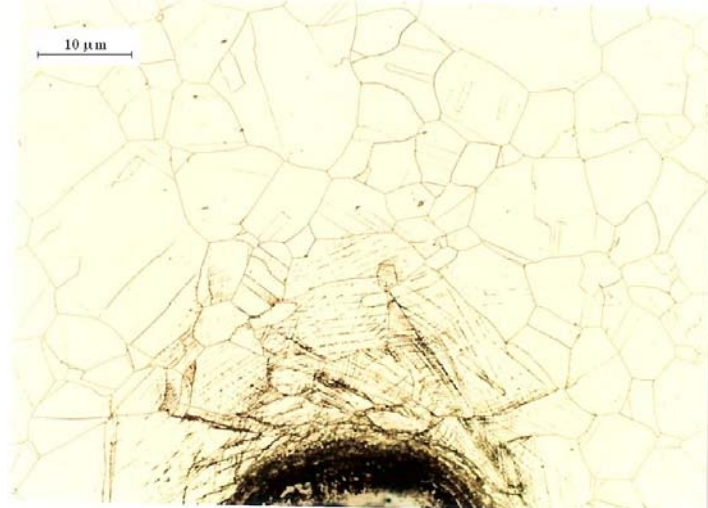


Figura Ap2.24: CP-06 na região da garra. Aumento de 200X.



## Micrografia da amostra AM-01, CP-29

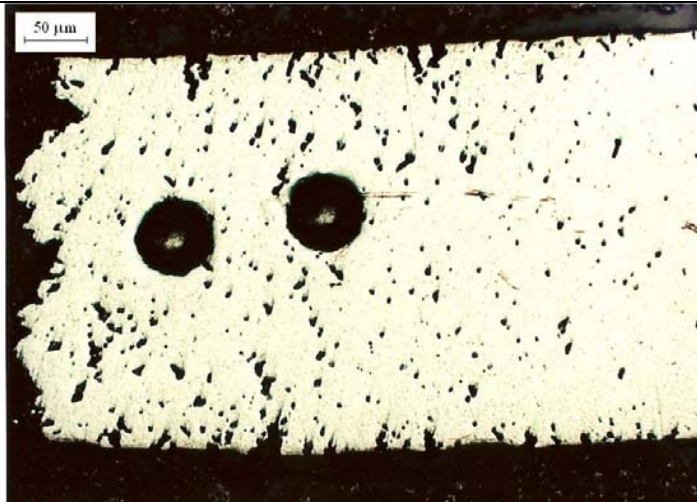


Figura Ap2.25: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 25X.

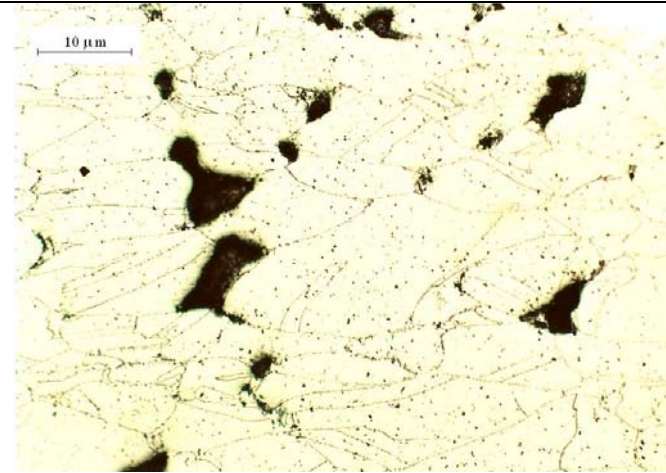


Figura Ap2.26: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.27: CP-29 na região da ruptura. Aumento de 500X.

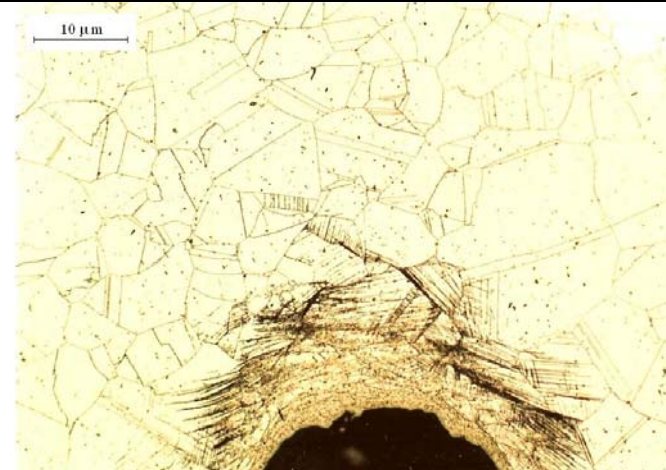


Figura Ap2.28: CP-29 na região da garra. Aumento de 200X.

Micrografia da amostra AM-01, CP-07

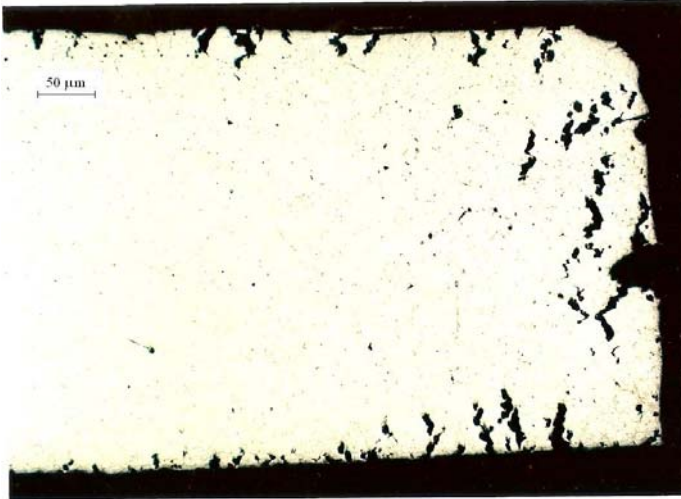


Figura Ap2.29: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 25X.

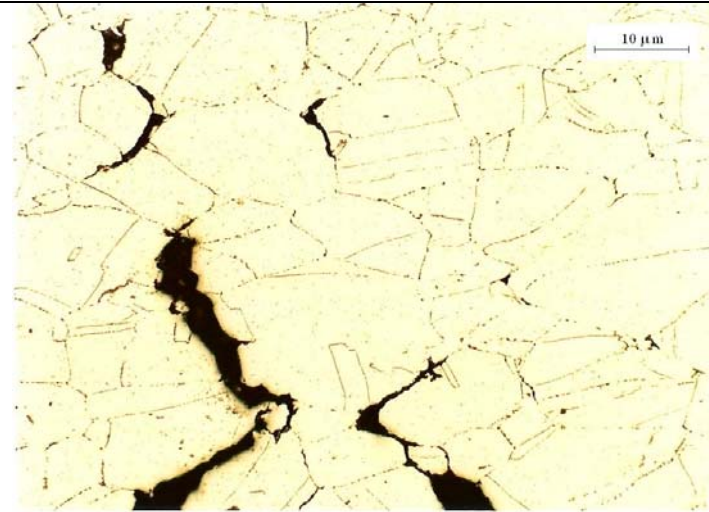


Figura Ap2.30: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 200X.

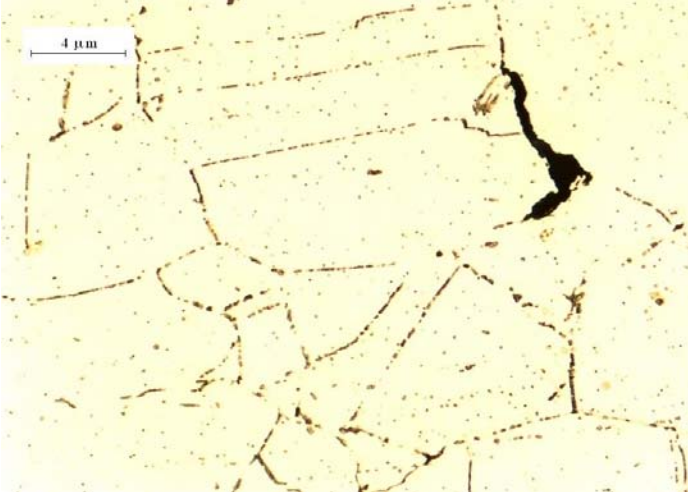


Figura Ap2.31: CP-07 na região da ruptura. Aumento de 500X.

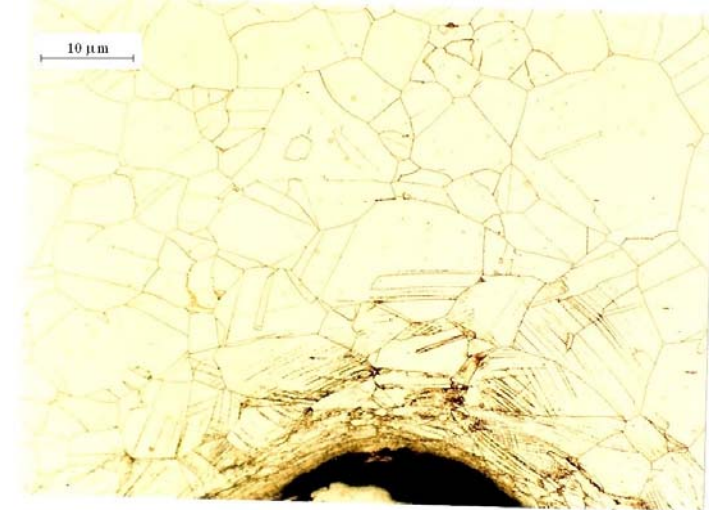


Figura Ap2.32: CP-07 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-33

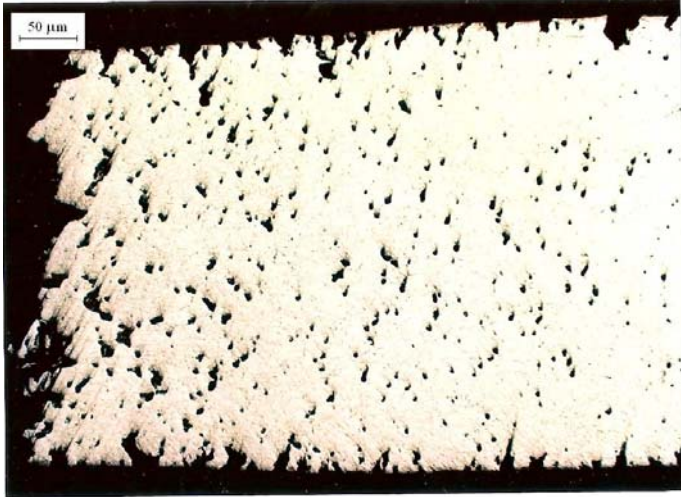


Figura Ap2.33: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 25X.

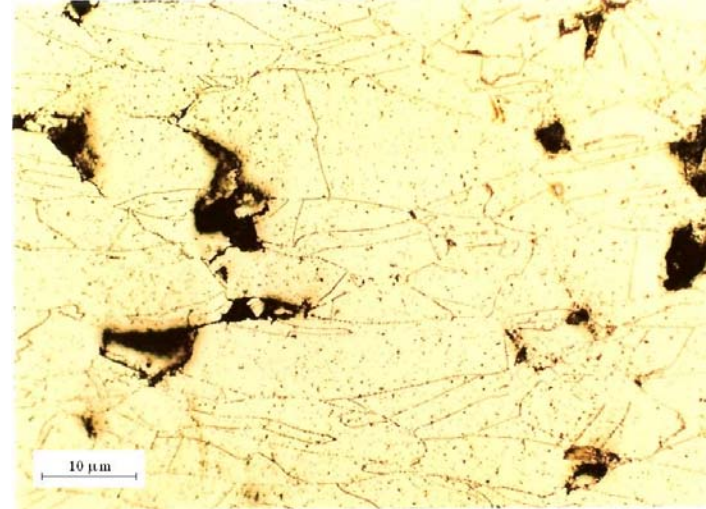


Figura Ap2.34: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 200X.

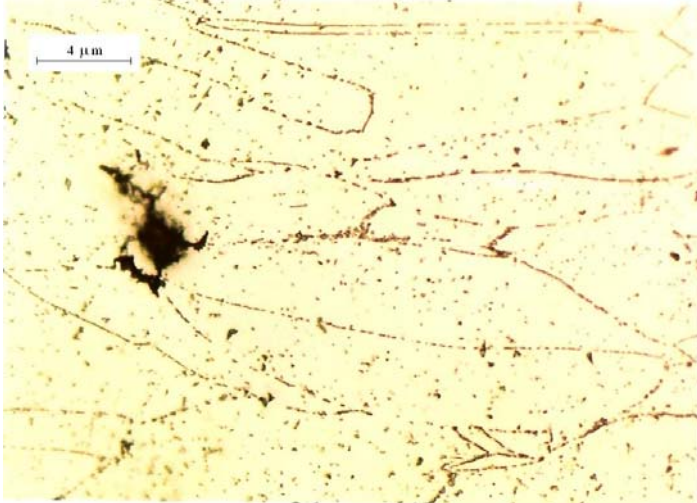


Figura Ap2.35: CP-33 na região da ruptura. Aumento de 500X.

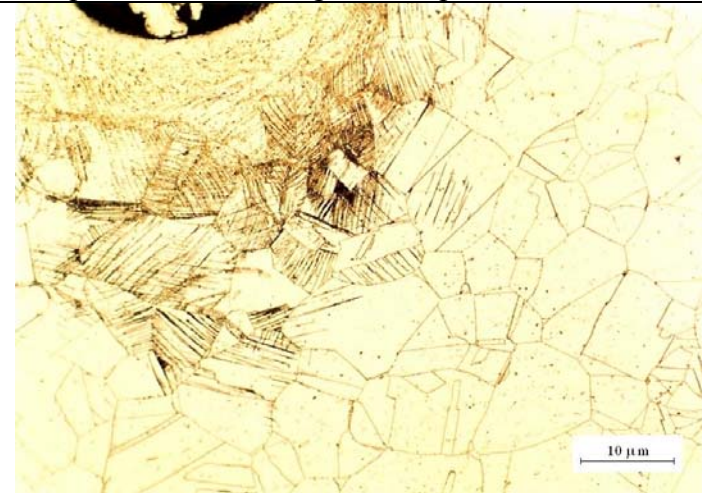


Figura Ap2.36: CP-33 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-35

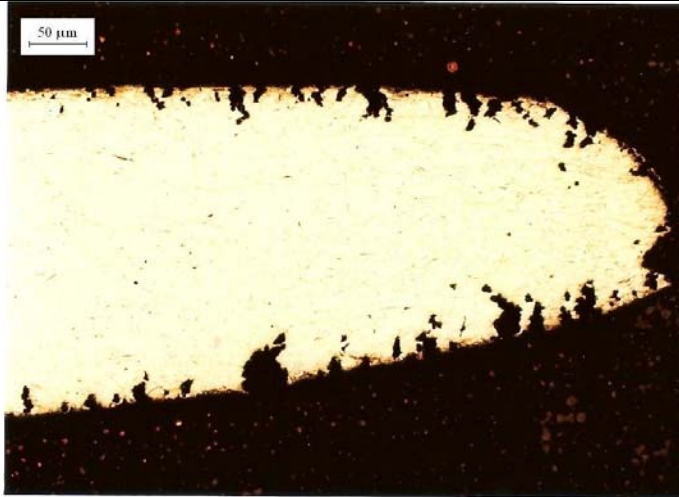


Figura Ap2.37: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 25X.

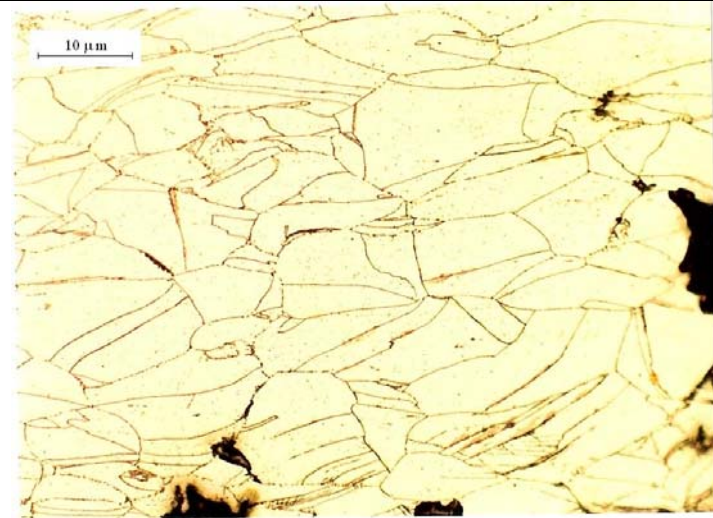


Figura Ap2.38: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.39: CP-35 na região da ruptura. Aumento de 500X.

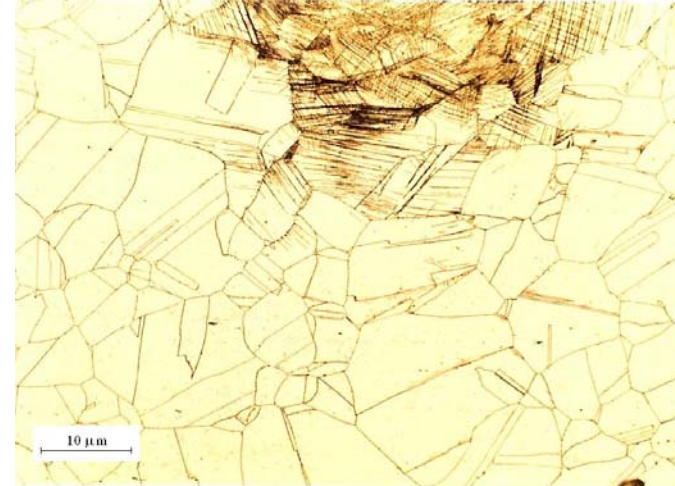


Figura Ap2.40: CP-35 na região da garra. Aumento de 200X.

Micrografia da amostra AM-01, CP-37

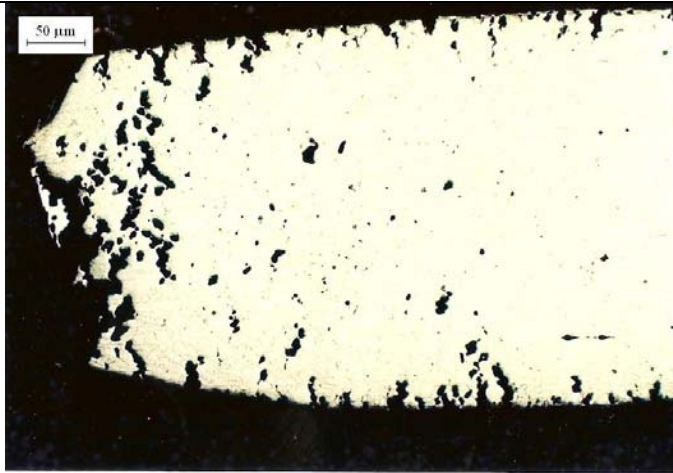


Figura Ap2.41: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 25X.

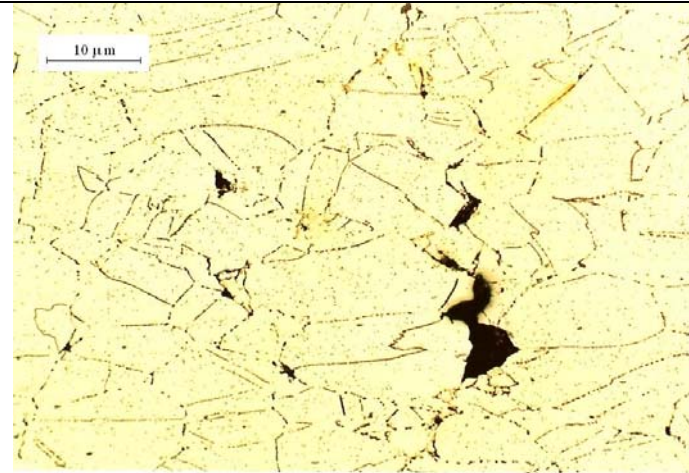


Figura Ap2.42: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 200X.

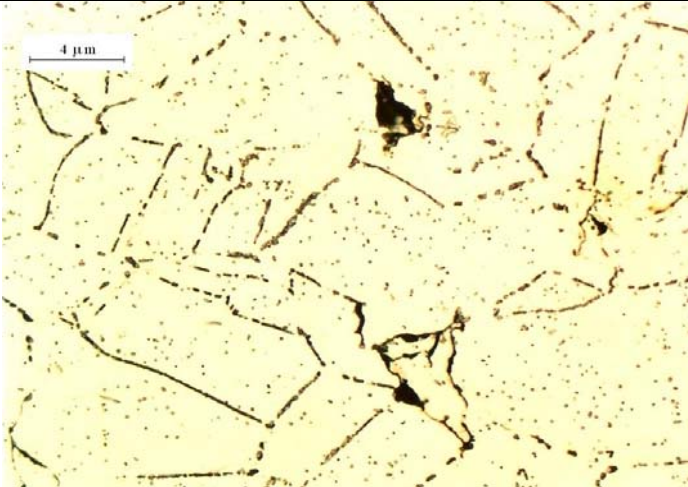


Figura Ap2.43: CP-37 na região da ruptura. Aumento de 500X.

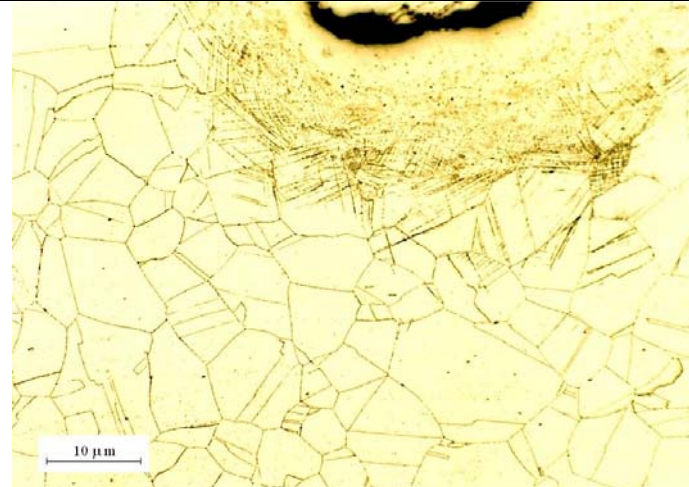


Figura Ap2.44: CP-37 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-08**

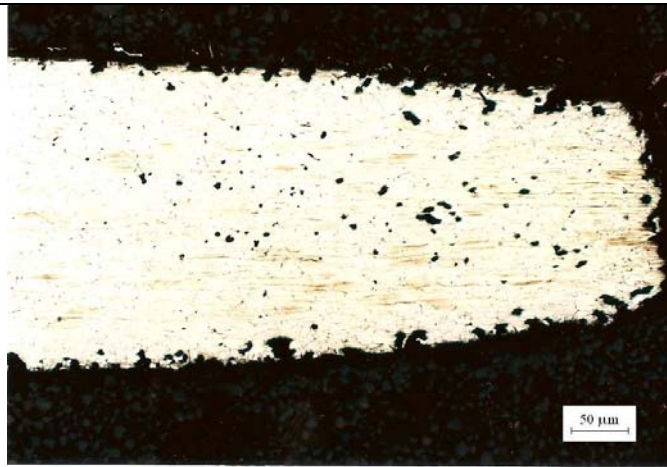


Figura Ap2.45: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 25X.

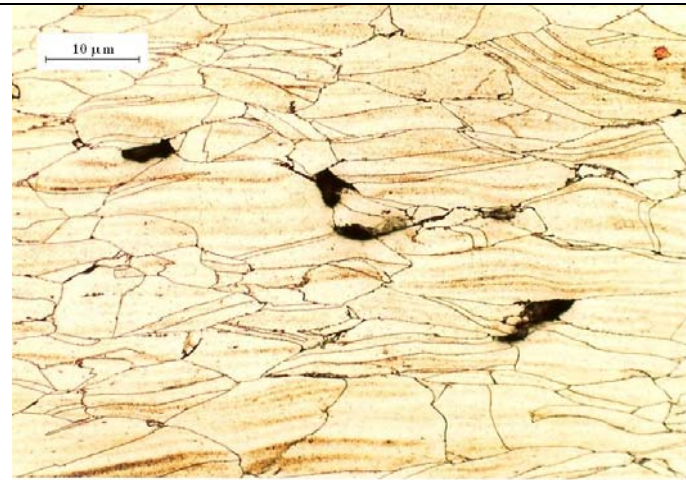


Figura Ap2.46: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.47: CP-08 na região da ruptura. Aumento de 500X.



Figura Ap2.48: CP-08 na região da garra. Aumento de 200X.

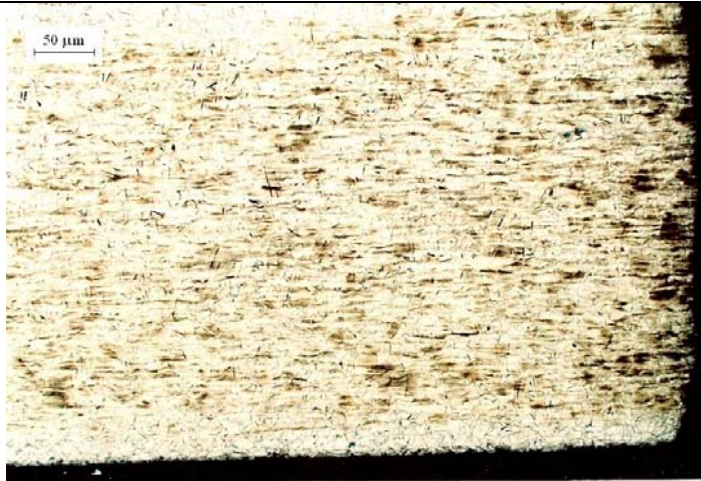
**Micrografia da amostra AM-01, CP-19**

Figura Ap2.49: CP-19 na região central. Aumento de 25X.

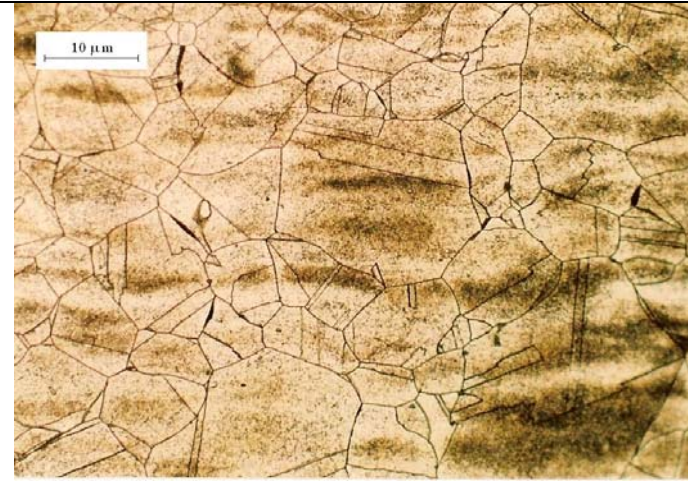


Figura Ap2.50: CP-19 na região central. Aumento de 200X.



Figura Ap2.51: CP-19 na região central. Aumento de 500X.

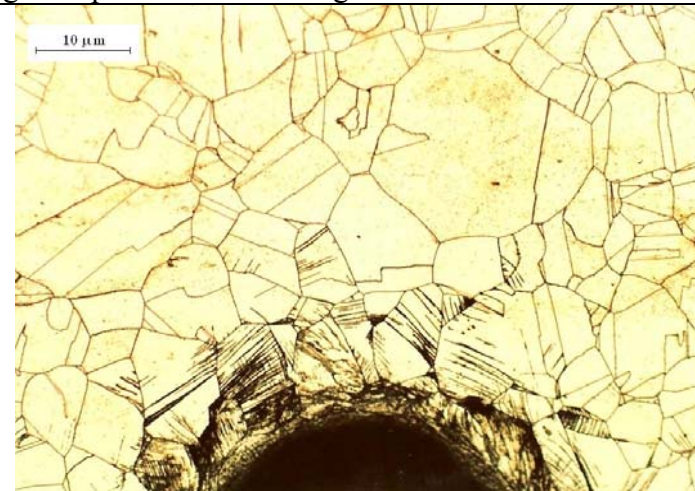


Figura Ap2.52: CP-19 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-16**

Figura Ap2.53: CP-16 na região central. Aumento de 25X.

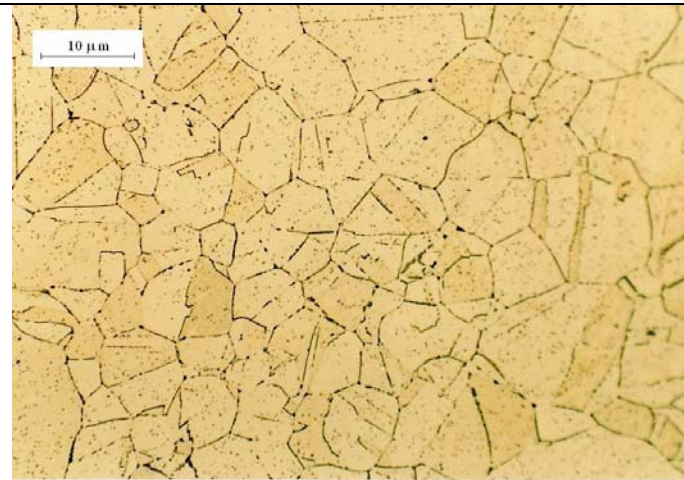


Figura Ap2.54: CP-16 na região central. Aumento de 200X.

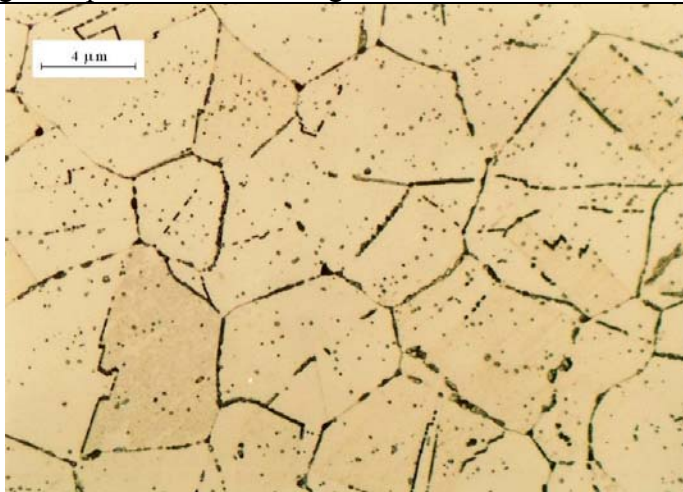


Figura Ap2.55: CP-16 na região central. Aumento de 500X.

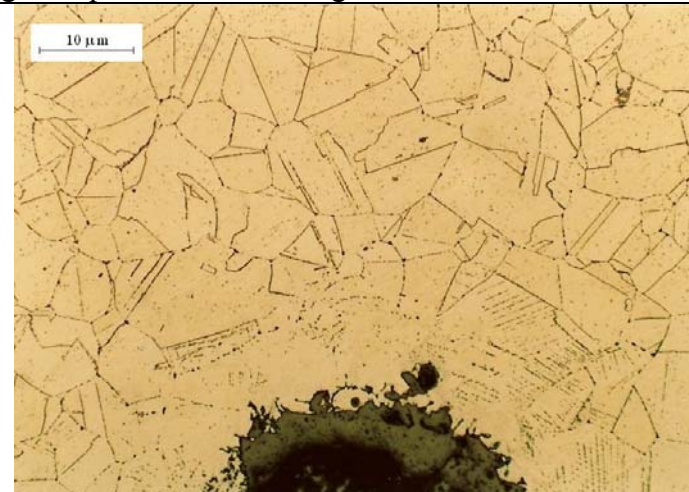


Figura Ap2.56: CP-16 na região da garra. Aumento de 200X.



## Micrografia da amostra AM-01, CP-17

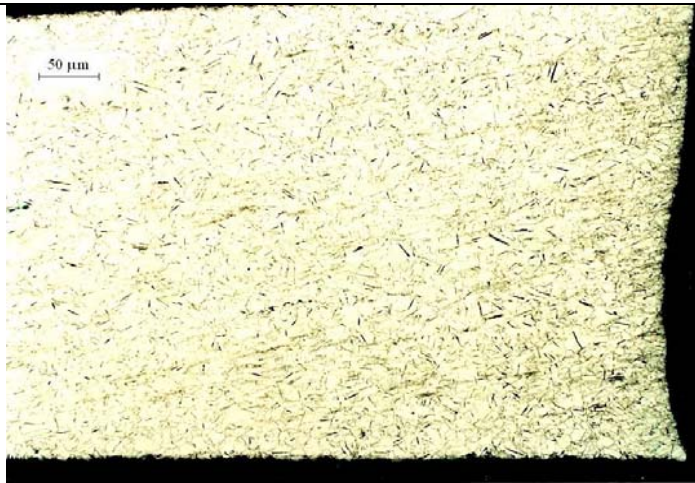


Figura Ap2.57: CP-17 na região central. Aumento de 25X.



Figura Ap2.58: CP-17 na região central. Aumento de 200X.



Figura Ap2.59: CP-17 na região central. Aumento de 500X.



Figura Ap2.60: CP-17 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-15



Figura Ap2.61: CP-15 na região central. Aumento de 25X.

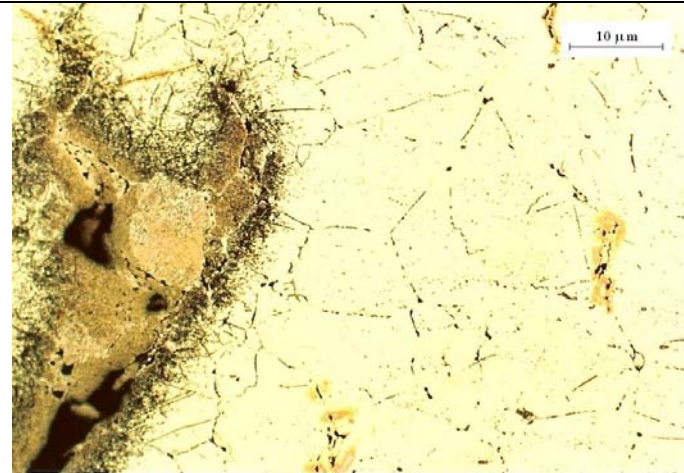


Figura Ap2.62: CP-15 na região central. Aumento de 200X.

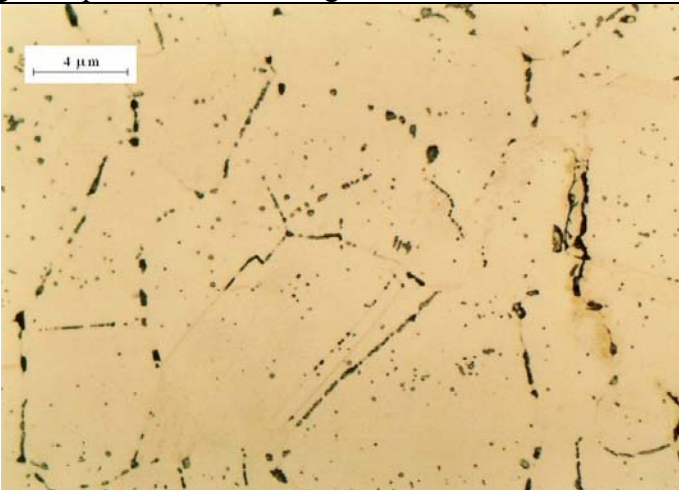


Figura Ap2.63: CP-15 na região central. Aumento de 500X.

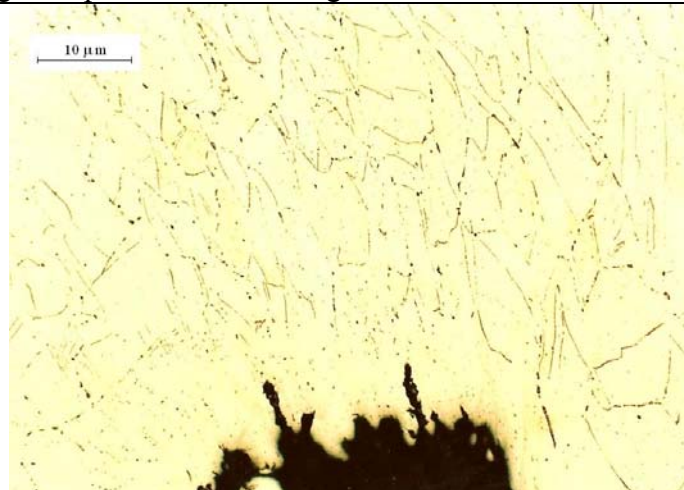


Figura Ap2.64: CP-15 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-18**

Figura Ap2.65: CP-18 na região central. Aumento de 25X.



Figura Ap2.66: CP-18 na região central. Aumento de 200X.



Figura Ap2.67: CP-18 na região central. Aumento de 500X.



Figura Ap2.68: CP-18 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-01, CP-05

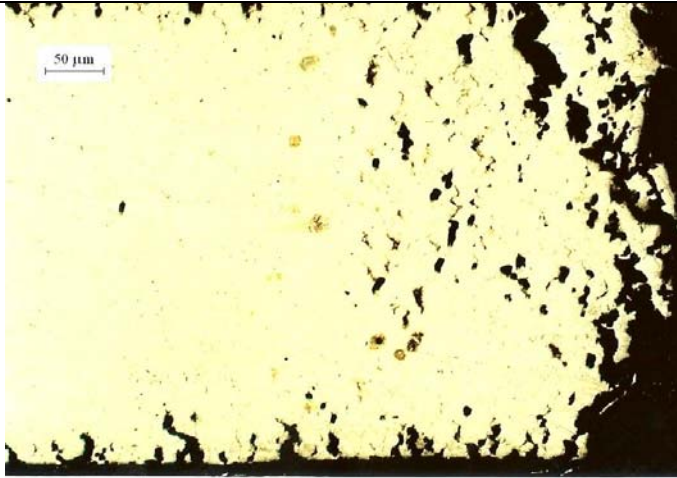


Figura Ap2.69: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 25X.

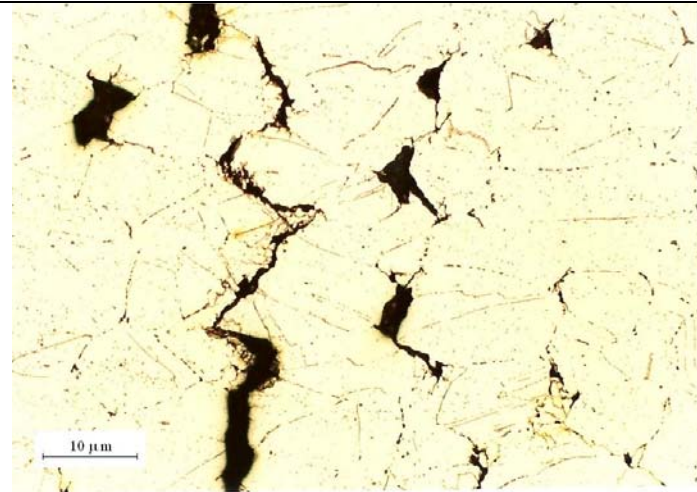


Figura Ap2.70: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 200X.

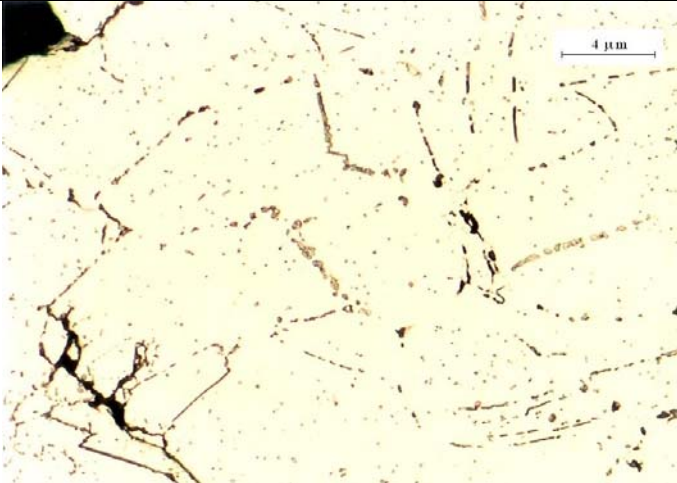


Figura Ap2.71: CP-05 na região da ruptura. Aumento de 500X.

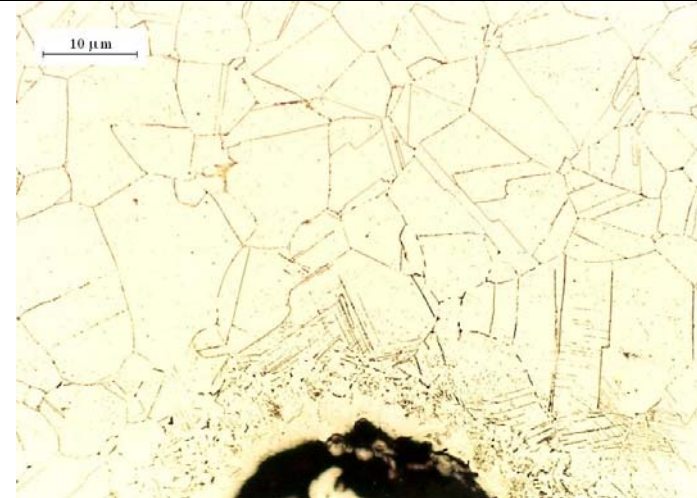


Figura Ap2.72: CP-05 na região da garra. Aumento de 200X.

Micrografia da amostra AM-01, CP-03



Figura Ap2.73: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 25X.



Figura Ap2.74: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.75: CP-03 na região da ruptura. Aumento de 500X.

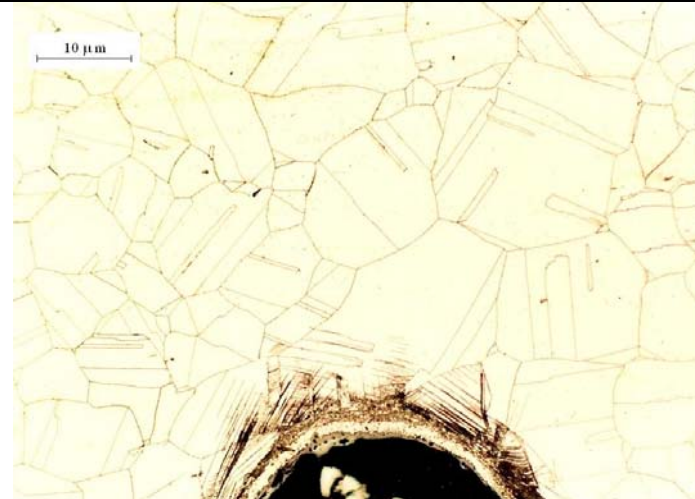


Figura Ap2.76: CP-03 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-14**

Figura Ap2.77: CP-14 na região central. Aumento de 25X.



Figura Ap2.78: CP-14 na região central. Aumento de 200X.



Figura Ap2.79: CP-14 na região central. Aumento de 500X.

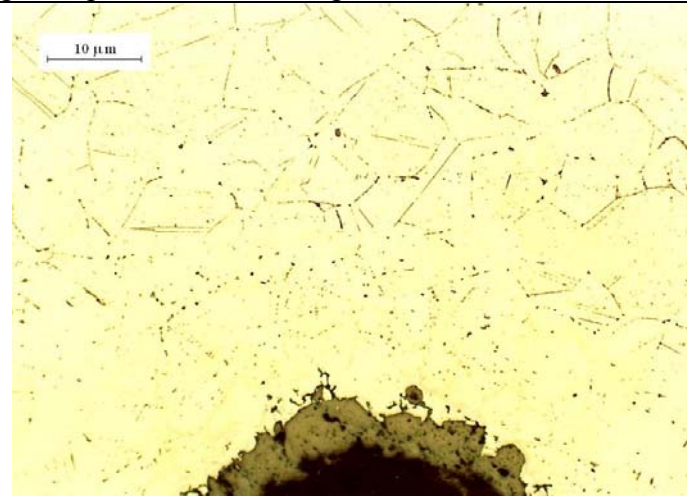


Figura Ap2.80: CP-14 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-04**

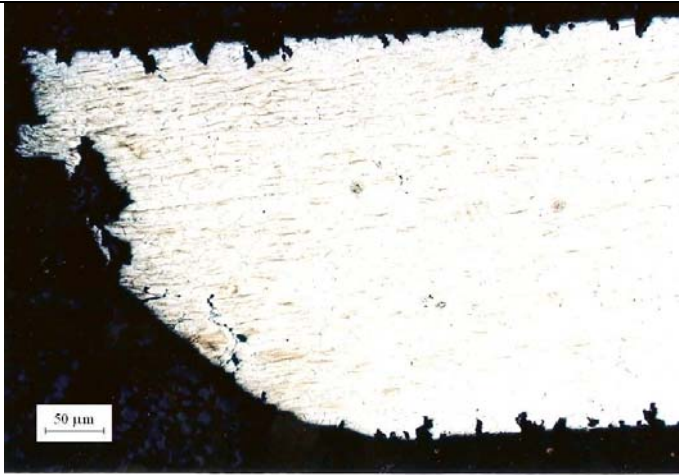


Figura Ap2.81: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 25X.

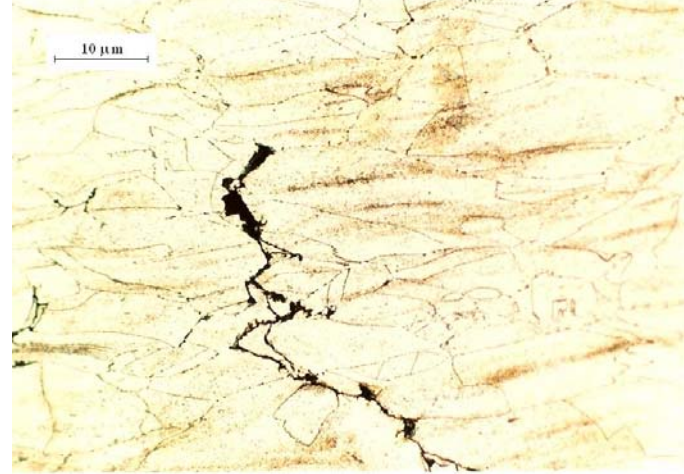


Figura Ap2.82: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 200X.

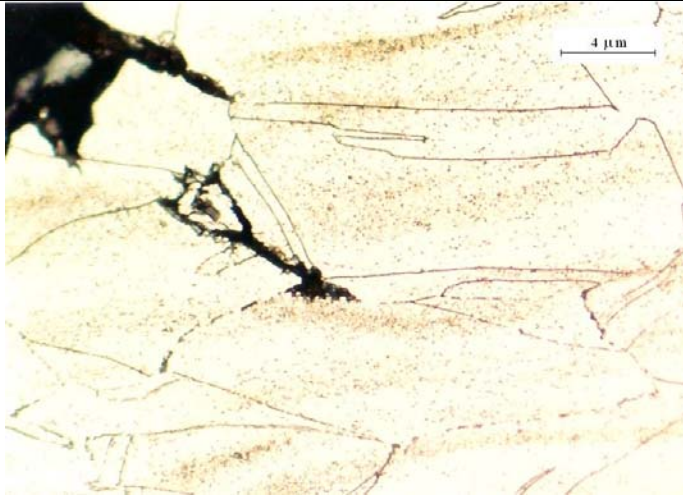


Figura Ap2.83: CP-04 na região da ruptura. Aumento de 500X.



Figura Ap2.84: CP-04 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-01, CP-02**

Figura Ap2.85: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 25X.



Figura Ap2.86: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 200X.

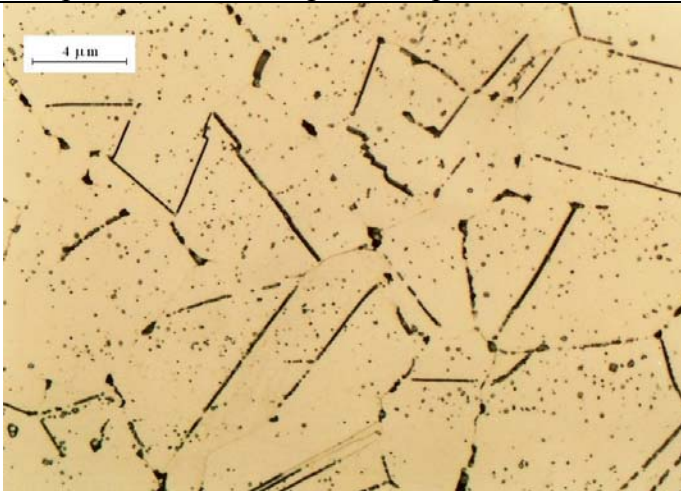


Figura Ap2.87: CP-02 na região da ruptura. Aumento de 500X.

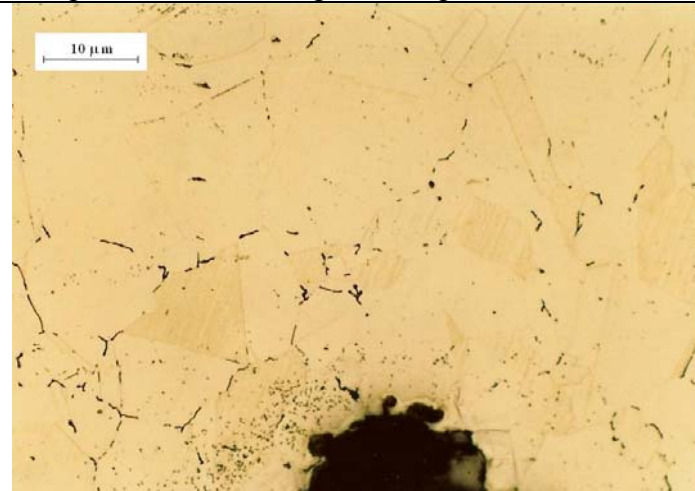


Figura Ap2.88: CP-02 na região da garra. Aumento de 200X.



Micrografia da amostra AM-01, CP-01

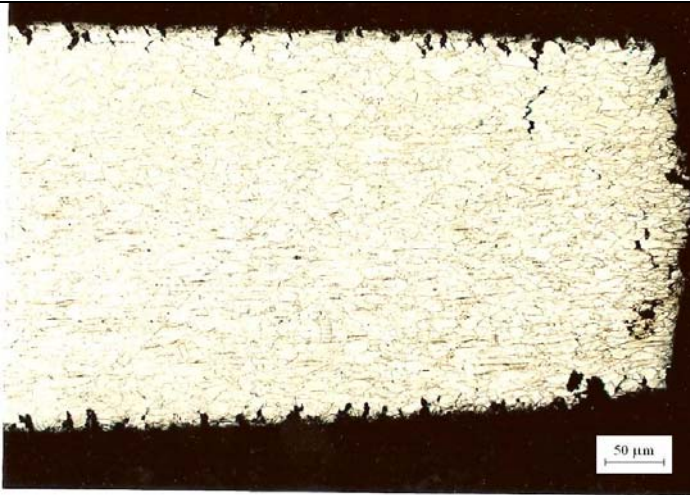


Figura Ap2.89: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 25X.



Figura Ap2.90: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.91: CP-01 na região da ruptura. Aumento de 500X.



Figura Ap2.92: CP-01 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-02, CP-23

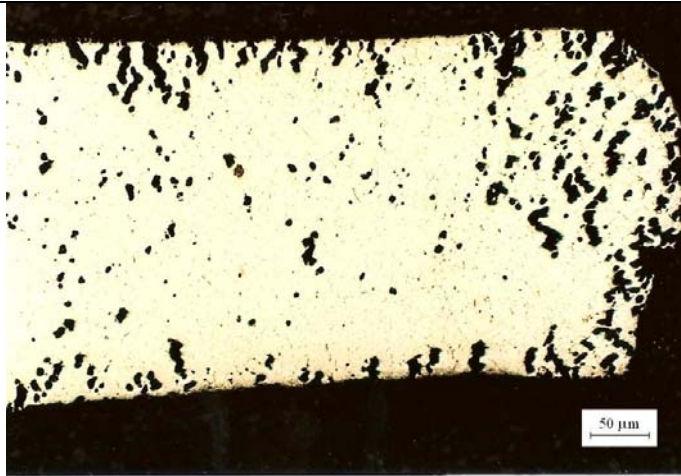


Figura Ap2.93: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 25X.

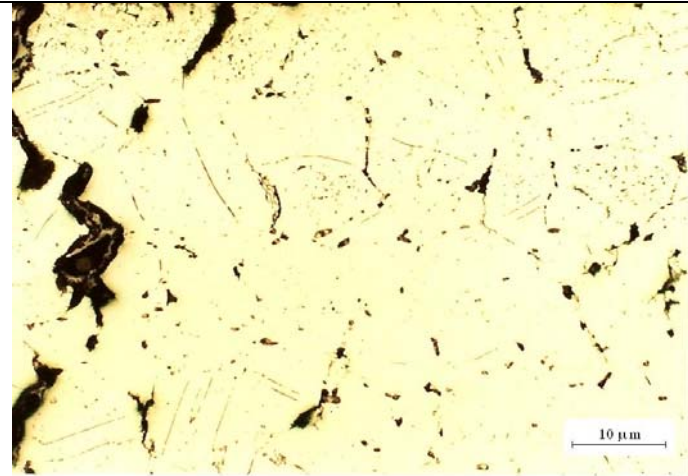


Figura Ap2.94: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 200X.

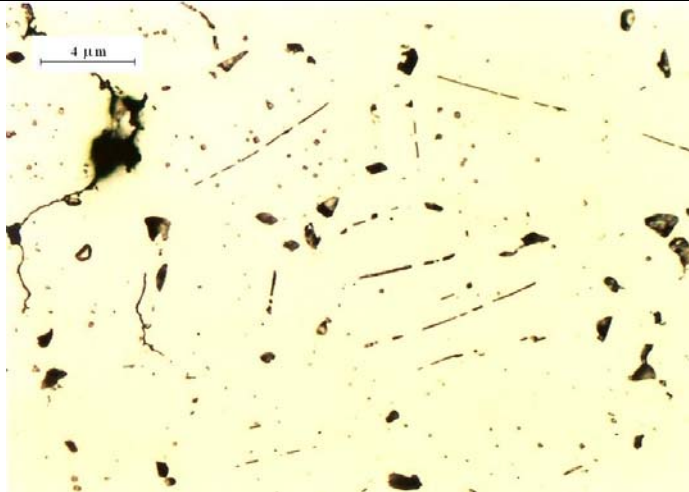


Figura Ap2.95: CP-23 na região da ruptura. Aumento de 500X.

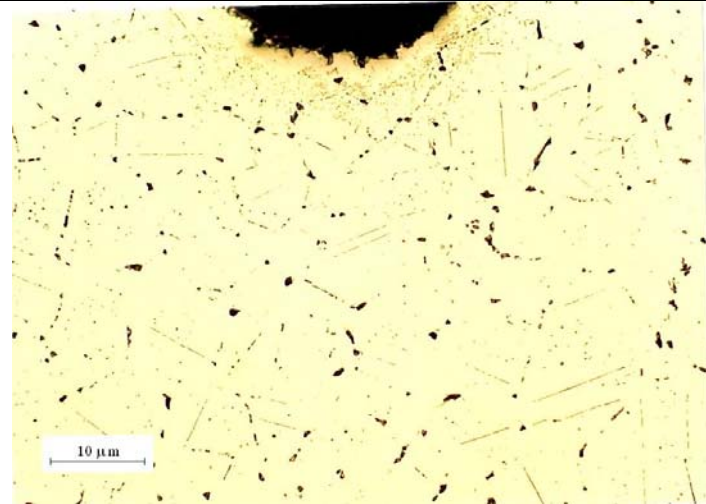


Figura Ap2.96: CP-23 na região da garra. Aumento de 200X.

**Micrografia da amostra AM-02, CP-24**

Figura Ap2.97: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 25X.



Figura Ap2.98: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 200X.

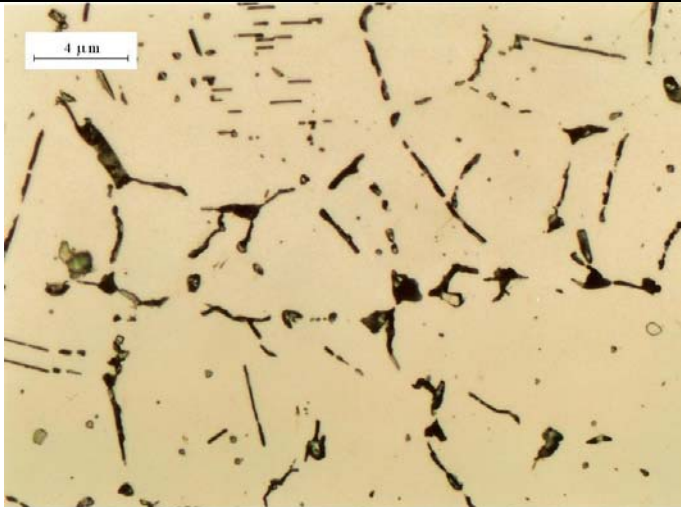


Figura Ap2.99: CP-24 na região da ruptura. Aumento de 500X.

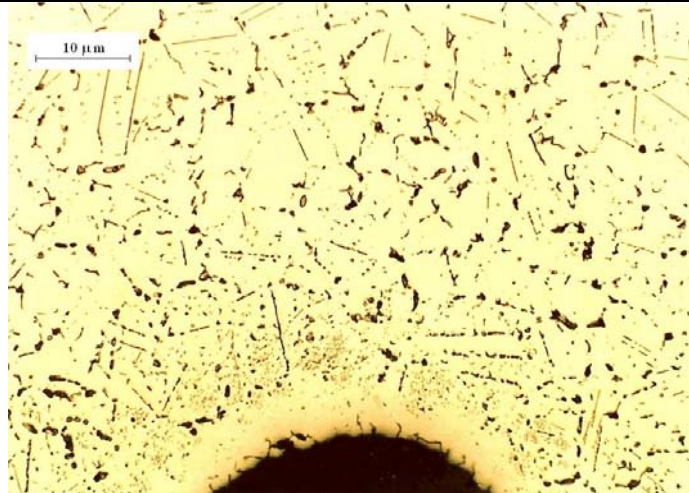


Figura Ap2.100: CP-24 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-03, CP-26X

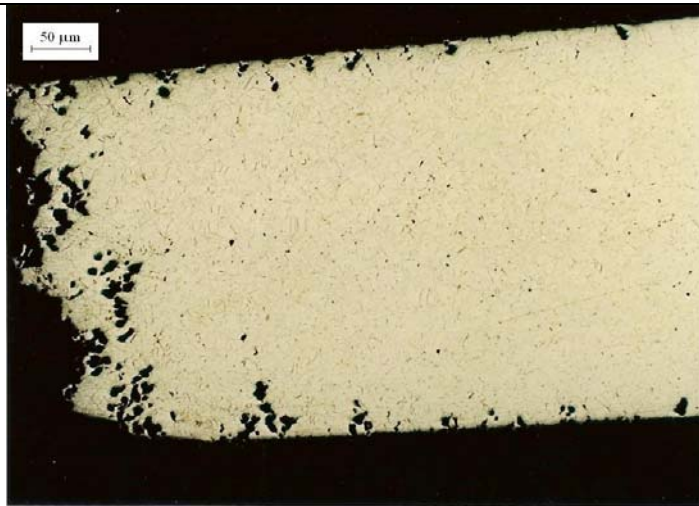


Figura Ap2.101: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 25X.

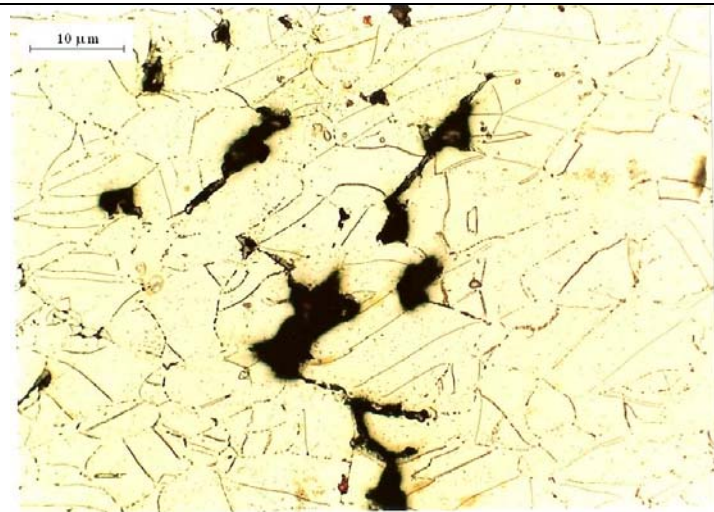


Figura Ap2.102: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 200X.

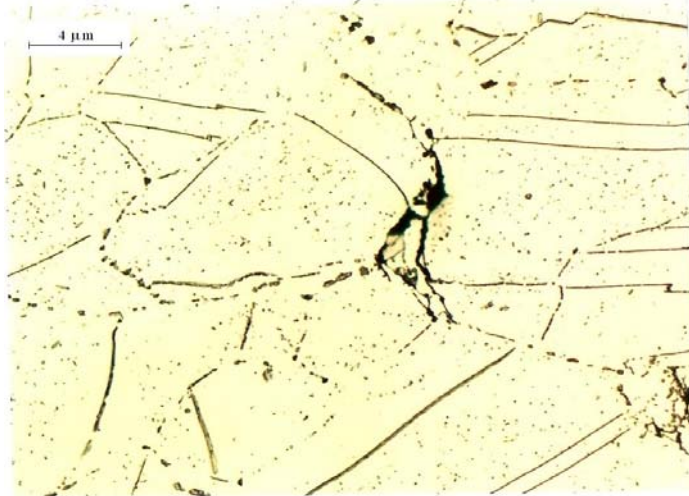


Figura Ap2.103: CP-26X na região da ruptura. Aumento de 500X.

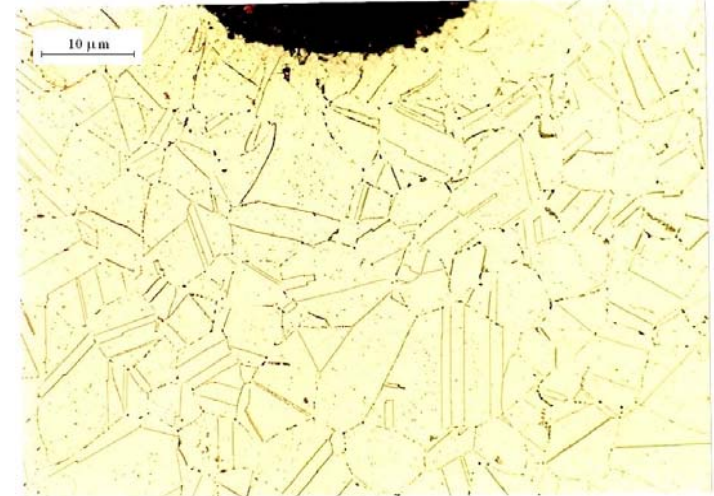


Figura Ap2.104: CP-26X na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-03, CP-26

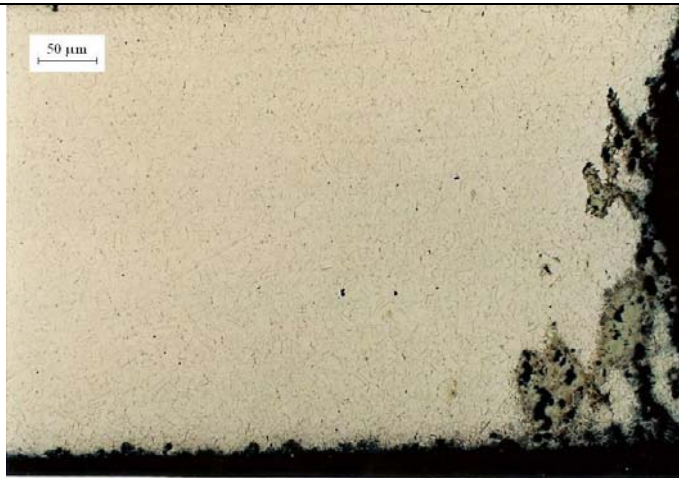


Figura Ap2.105: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 25X.

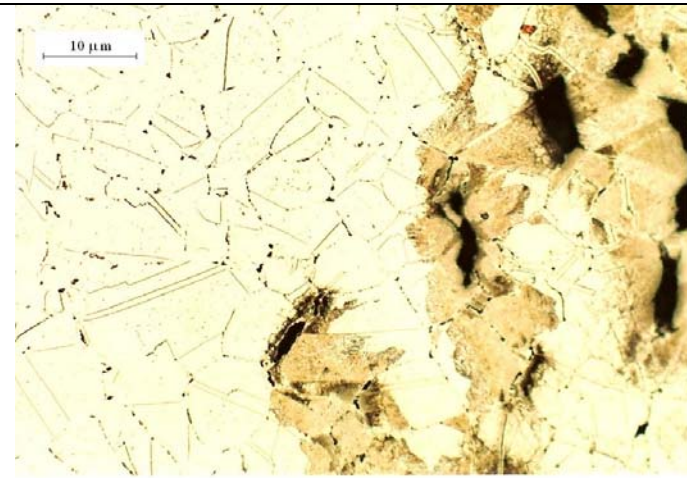


Figura Ap2.106: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 200X.

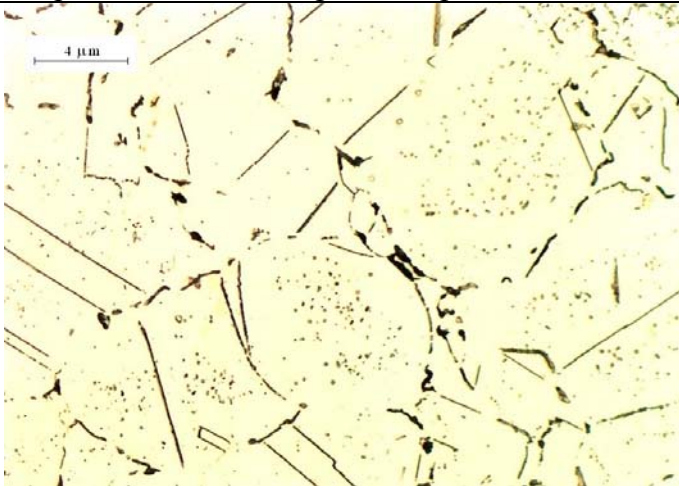


Figura Ap2.107: CP-26 na região da ruptura. Aumento de 500X.

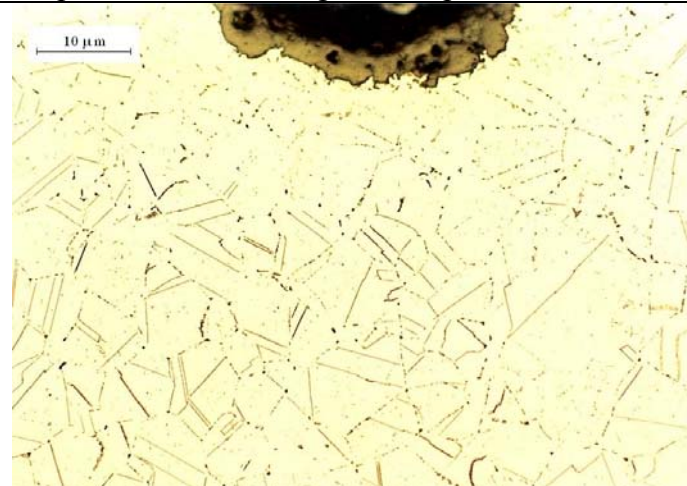


Figura Ap2.108: CP-26 na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-04, CP-27X

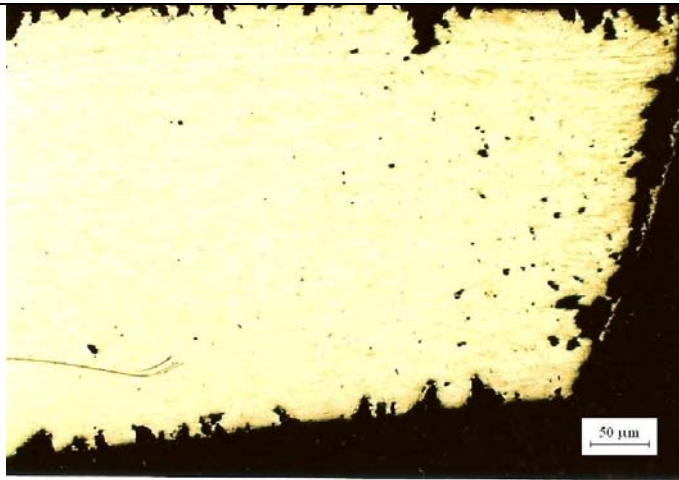


Figura Ap2.109: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 25X.

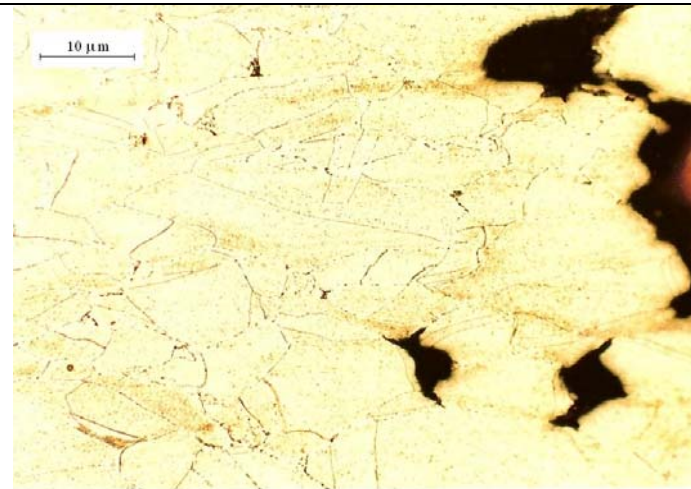


Figura Ap2.110: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.111: CP-27X na região da ruptura. Aumento de 500X.

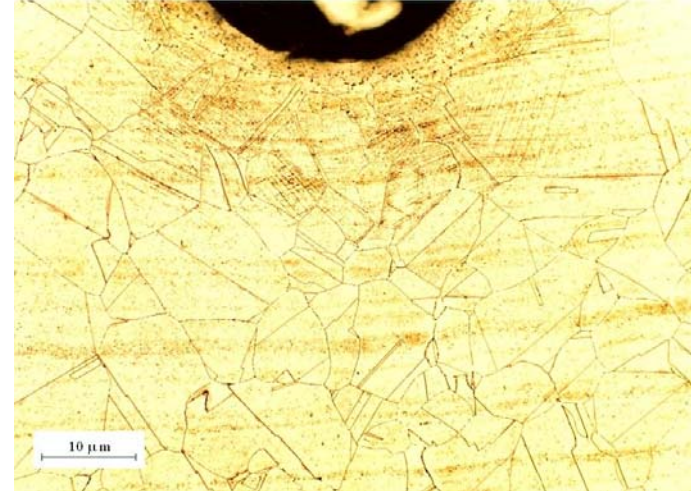


Figura Ap2.112: CP-27X na região da garra. Aumento de 200X.

## Micrografia da amostra AM-04, CP-28



Figura Ap2.113: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 25X.

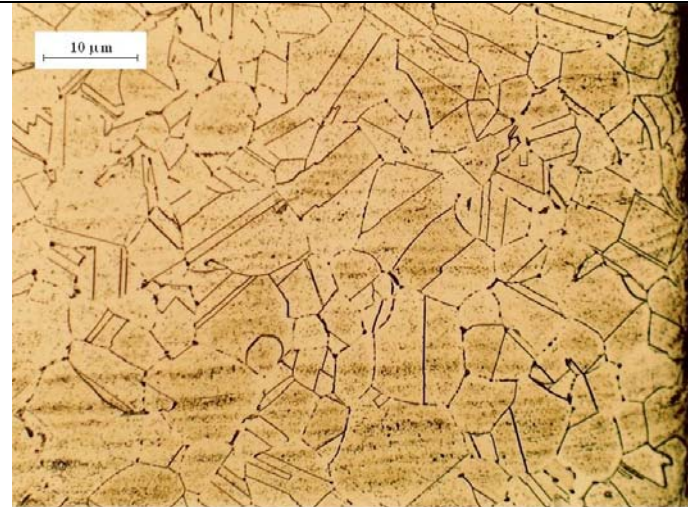


Figura Ap2.114: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 200X.



Figura Ap2.115: CP-28 na região da ruptura. Aumento de 500X.



Figura Ap2.116: CP-28 na região da garra. Aumento de 200X.