AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

**Estudo do comportamento mecânico em baixas temperaturas do Inconel 625
encruado**

CLOVIS DE OLIVEIRA JUNIOR

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Antonio Augusto Couto**

**São Paulo
2018**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia associada à Universidade de São Paulo

**Estudo do comportamento mecânico em baixas temperaturas do Inconel 625
encruado**

CLOVIS DE OLIVEIRA JUNIOR

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:
Prof. Dr. Antonio Augusto Couto

Versão Corrigida
Versão Original disponível no IPEN

São Paulo
2018

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

JUNIOR, C. d. O. ***Estudo do comportamento mecânico em baixas temperaturas o Inconel 625 encruado***. 2018. 87 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.
Disponível em: <www.teses.usp.br> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Junior, Clovis de Oliveira
Estudo do comportamento mecânico em baixas temperaturas do
Inconel 625 encruado / Clovis de Oliveira Junior; orientador
Antonio Augusto Couto. -- São Paulo, 2018.
87 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2018.

1. Inconel 625. 2. CTOD. 3. Análise da Fratura do inconel
625. 4. Baixas temperaturas. I. Couto, Antonio Augusto ,
orient. II. Título.

AGRADECIMENTOS

A Deus e a minha família que sempre apoiou minhas escolhas, desde o início da minha formação acadêmica.

Ao professor Antônio Augusto Couto por acompanhar meu desenvolvimento acadêmico desde a graduação em Engenharia.

Agradeço a companhia Multialloy Metais e Ligas Especiais por todo suporte ofertado nesses longos anos de formação.

A minha mãe por todos os anos de dedicação aos seus filhos, por ter renunciado aos seus próprios interesses pessoais para nossa formação e ao meu saudoso pai que sempre cumpriu com suas obrigações.

A minha esposa que se manteve compreensiva e me apoiou em todos os momentos desde a graduação.

Aos meus filhos, que são minha fonte de inspiração.

*Um homem com uma nova ideia é um
excêntrico até a ideia se tornar bem
sucedida.*

Mark Twain

RESUMO

As recentes descobertas de reservas de petróleo no pré-sal, representam uma grande oportunidade e desafio para a Petrobrás e demais indústrias de exploração e extração do petróleo. As exigências quanto aos materiais mais resistentes à corrosão e que conciliam boa resistência mecânica são cada vez maiores, devido aos constantes esforços dinâmicos que os equipamentos estarão sujeitos, pois os componentes estruturais serão submetidos à grande lâmina de água, ocorrência que as companhias exploradoras terão que superar. A otimização de materiais e equipamentos que podem melhorar a performance nas explorações do pré-sal tem sido a grande busca do setor nos últimos anos, muitos deles precisam ser testados e atestados quanto sua resistência à propagação de trincas, uma vez que, serão submetidos a oscilações devido as movimentações das marés e as condições de alta severidade a que serão expostos. Para suportar as condições de exposições com H_2S , resistência a corrosão por *pitting* e resistência mecânica, porcas e parafusos têm sido fabricados com o Inconel 625, essas peças são estruturais e de extrema importância para a prospecção do petróleo. Após todas as etapas de fabricação, conformação, tratamento térmico e laminação a frio, o material foi caracterizado, realizou-se ensaio de metalografia que apresentou tamanhos de grão 7 e 8 conforme norma ASTM E112. Uma das premissas para a realização desse trabalho está nas condições que o material será exposto em situações acidentais, conforme informações da própria Petrobrás, em caso de vazamentos, os do tipo estruturais podem ser submetidos a temperaturas criogênicas de $-100^{\circ}C$, $-120^{\circ}C$ e até $-190^{\circ}C$ devido ao vazamento de gases. Assim, o material foi caracterizado em temperaturas criogênicas através dos ensaios de tração, impacto e de CTOD. No ensaio de tração foi observado para as diferentes temperaturas criogênicas que apesar do aumento na resistência do material, da ordem de 787 MPa, o Inconel 625 manteve um alongamento acima de 40%. Nos resultados de Impacto

a tenacidade se manteve acima de 200 J e não foi notada a curva de transição dúctil-frágil, mesmo para temperaturas tão baixas. No ensaio de CTOD utilizou-se corpos de prova de flexão (SENB) no ensaio de tenacidade à fratura, de acordo com a norma ASTM E1290. A componente plástica da abertura da boca do entalhe na temperatura de -190°C, pior caso, se manteve em 1,52 mm em média. Mediante a todos os resultados obtidos, pode-se afirmar que o aumento da resistência do Inconel 625 pelo processo de encruamento, não impossibilita sua aplicação para temperaturas criogênicas, mantendo sua capacidade de se deformar apreciavelmente antes de se romper.

Palavras-chave: CTOD, análise da fratura do Inconel 625 encruado à baixas temperaturas.

ABSTRACT

Recently oil and gas discoveries in the Pre-Salt layer represent a huge exploration potential in Brazil, however, the technological challenges for the exploitation of these mineral resources are immense and therefore have motivated the development of studies looking for efficient methods and materials for their productions. The requirements about materials more corrosion resistance and mechanical resistance have been more frequently, as a result of high deep layer to explore the petroleum. The materials and equipment optimization to improve the performance in the pre-salt exploration have been the big search for oil and gas companies in the last years, but this materials must be testing in the crack propagation, because, this materials must resistance by oscillations, as consequence of ocean movements and others difficult situations that the materials must be support. To support H₂S conditions, corrosion resistance by pitting corrosion and high mechanical resistance, bolts and nuts have been manufactured with Inconel 625, these products are structural and they are extreme importance to petroleum exploration. After all manufacturing operations, hot worked heat treatment and cold worked, the material was studied, and it was realized micrographic testing that result in grain size 7 and 8, in accordance ASTM E112 standard. One of premise to realized this paper are in the conditions that the material will be supported in accident situations, in agreement of Petrobras information, in the gases scape accidents, the structure materials can be exposed in cryogenically temperatures of -100°C, -120°C until -190°C. Therefore, the material was studied in cryogenically temperatures throw tensile testing, impact testing and CTOD. In the tensile testing was noted to different kind of cryogenically temperatures, same with more mechanical resistance, 787 MPa yield strength, the Inconel 625 has kept the 40% elongation. In the impact testing the notch toughness as kept above 200 J and it was not seen the transition ductile-Brittle in the low temperatures. In the CTOD testing was used bending test specimens (SENB) in the fracture toughness test for the Inconel 625, in agreement with the

ASTM E1290 standard. The specimens was testing in tension and CTOD test in low temperatures: -100°C , -120°C and -190°C .The Clip gage displacement was recorded in the -190°C temperature with 1,52 mm average, this is the worse situation. Analyzing all the results, can be considered that the growth mechanical resistance of Inconel 625 by cold worked process, allow your application with cryogenically situations and the material has kept your ability to be well deformed before the crack.

Keywords: CTOD, Fracture Analyses of Inconel 625 cold drawn in cryogenic temperature.

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 1 - Montagem do Stiffener.....	19
Figura 2 - Umbilical montado	19
Figura 3- Solicitação e resposta do metal na laminação.....	27
Figura 4 - Modelo de Wells para o campo de tensões na ponta da trinca.	32
Figura 5 - Curva de Projeto de Wells.	33
Figura 6 - Curva de Projeto de Wells.	34
Figura 7 - Forno à queima de gás GLP antes da conformação a quente.....	39
Figura 8 - Bigorna utilizada no forjamento, matriz aberta.....	40
Figura 9 - Defeito Tipo Chevron.....	41
Figura 10 - Forno de tratamento térmico homologado API 6A de marca Jung.	43
Figura 11 – Laminador de canal de propriedade da Multialloy.....	44
Figura 12 – Ilustração do corte do corpo de prova para realização do perfil de dureza.	45
Figura 13 – Perfil de dureza.	46
Figura 14 - Montagem do dispositivo de ensaio.....	47
Figura 15 - Corpo de prova para realização do ensaio de tração (ASTM A370)...48	48
Figura 16 - Foto da Máquina utilizada para realização do ensaio de tração.	48
Figura 17– Identificação da retirada dos corpos de prova para ensaio de tração.	49
Figura 18 – Corte do corpo de prova para ensaio de tração.....	49
Figura 19 - Representação esquemática dos corpos de prova de CTOD.....	50
Figura 20 - (a) Máquina de ensaios MTS 810. (b) Detalhe do dispositivo de realização da pré-trinca.	52
Figura 21 - (a) Montagem do ensaio. (b) Amostra após o ensaio de CTOD no dispositivo.	53
Figura 22 – Amostras para ensaio de Impacto antes da usinagem com 15x15x60mm.....	54
Figura 23 – Corpo de prova após usinagem e representação da orientação longitudinal “L”, utilizado nesse trabalho.	55
Figura 24 – Cuba utilizada durante o ensaio de impacto para estabilizar a temperatura, com termopar para monitoramento da temperatura.....	56

Figura 25 – Máquina de ensaio de Impacto Charpy.....	56
Figura 26 – Equipamento para ensaio de impacto.....	57
Figura 27 – Máquina de corte metalográfico.....	58
Figura 28 – Prensa para realização do embutimento.....	59
Figura 29– Máquina para lixamento e polimento.	60
Figura 30 – Esquema de retirada de corpos de prova. O quadrante F, simboliza exatamente o local da retirada da amostra para metalografia.	61
Figura 31 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de bancada.	62
Figura 32 – Sentido da análise das amostras fraturadas do CTOD no MEV Tabletop TM3000.	62
Figura 33 – Perfil de dureza em HRC na secção de Ø57,45mm da barra encruada.	65
Figura 34 – Curva tensão deformação do Inconel 625 à temperaturas criogênicas.	67
Figura 35 – Gráfico das propriedades mecânicas em função temperatura.....	68
Figura 36:Curva força versus abertura da boca do entalhe do ensaio de CTOD a - 100°C.	71
Figura 37 - Curva força versus abertura da boca do entalhe do ensaio de CTOD a -120°C.	71
Figura 38 -Curva força versus abertura da boca do entalhe do ensaio de CTOD a - 190°C.	72
Figura 39: Resultados do Impacto Charpy-V versus Temperatura.	73
Figura 40 – Micrografia do Inconel 625 no estado solubilizado.	73
Figura 41 –Micrografia do Inconel com 100x de ampliação do lado superior e 500x de ampliação do lado inferior.....	74
Figura 42 – Micrografia do Inconel com aumento de 100x.	76
Figura 43– Micrografia do Inconel 625 com aumento de 500x.	77
Figura 44 – Microinclusão do Inconel 625.....	78
Figura 45 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no início da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de - 100°C, -120°C e -190°C respectivamente.	80
Figura 46 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no estágio intermediário da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a	

	direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C, -120°C e -190°C respectivamente.....	80
Figura 47 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no estágio final da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C, -120°C e -190°C.		81
Figura 48 – Fotos dos corpos de prova fraturados do ensaio de CTOD, da esquerda para a direita são os corpos de prova referentes as temperaturas de -100°C, -120°C e -190°C respectivamente.....		82

LISTA DE TABELAS

Página

Tabela 1 - Composição química do Inconel 625, conforme norma ASTM B446 – UNS N06625	25
Tabela 2 - Propriedades mecânicas do material no estado recozido, conforme especificado pela norma ASTM B446.	38
Tabela 3 - Sequência de Forjamento	41
Tabela 4 - Composição química do material Inconel 625 utilizado nesse trabalho.	63
Tabela 5 - Resultados do ensaio de dureza.....	64
Tabela 6 - Resultados dos ensaios de tração à temperaturas criogênicas.	67
Tabela 7 - Resultado do ensaio de tração do Inconel 625 no estado recozido.....	67
Tabela 8 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -100°C.	70
Tabela 9 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -120°C.	70
Tabela 10 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -190°C.....	71
Tabela 11 - Resultados do ensaio de Impacto.	72
Tabela 12 - Resultados dos níveis de inclusões do Inconel 625.....	79

LISTA DE DIAGRAMAS

Página

Diagrama 1 - Fluxo das atividades realizadas.....	37
---	----

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
ESR	Electro-slagRemelting
MFEP	Mecânica da Fratura Elasto-Plástica
TH	Temperatura homóloga
VIM	Vacuum Induction Melting

LISTA DE SÍMBOLOS

a	Comprimento de trinca
a_0	Comprimento de trinca inicial

SUMÁRIO

Página

1 INTRODUÇÃO	18
2 Objetivos.....	21
2.1 Objetivo geral	21
2.2 Objetivos específicos	21
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	22
3.1 INCONEL 625	22
3.2 Desenvolvimento das ligas de níquel	25
3.3 Encruamento	26
3.4 Conformação	27
3.5 Ensaio de CTOD	30
3.6 Pré-Sal.....	35
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	37
4.1 Materiais.....	38
4.2 Forjamento.....	38
4.3 Tratamento térmico.....	42
4.4 Laminação	43
4.5 Caracterização das amostras.....	44
4.5.1 Análise química.....	44
4.5.2 Dureza.....	45
4.5.3 Ensaio de tração	46
4.5.4 Ensaio de CTOD	50
4.5.6 Metalografia	58

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	63
5.1 Resultados da análise química	63
5.2 Resultados do ensaio de dureza	64
5.3 Resultados do ensaio de tração	65
5.4 Resultados do ensaio de CTOD	68
5.5 Resultados do ensaio de impacto	72
5.6 Resultados do ensaio de metalografia.....	73
6 CONCLUSÕES.....	82
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	84

1 INTRODUÇÃO

As recentes descobertas de reservas de petróleo no pré-sal, representam uma grande oportunidade e desafio para a Petrobrás e demais indústrias de exploração e extração do petróleo. As exigências quanto aos materiais mais resistentes à corrosão e que conciliam boa resistência mecânica são cada vez maiores, devido aos constantes esforços dinâmicos que os equipamentos estarão sujeitos, pois os componentes estruturais serão submetidos à grande lâmina de água, ocorrência que as companhias exploradoras terão que superar.

A otimização de materiais e equipamentos que podem melhorar a performance nas explorações do pré-sal tem sido a grande busca do setor nos últimos anos, muitos deles precisam ser testados e atestados quanto a sua resistência à propagação de trincas, uma vez que serão submetidos a oscilações devido as movimentações das marés e as condições de alta severidade a que serão expostos.

Os tubos condutores de petróleo e gás são denominados de elevadores catenários ou do inglês “*risers*”, e são acessórios que possuem muitos elementos estruturais para sua estabilização junto a plataforma e possuem fundamental importância nessa cadeia produtiva, pois transportam petróleo e gás natural do fundo do mar à plataforma, estando sujeitos a carregamentos dinâmicos (fadiga) durante sua operação.

Além disso, um dos maiores problemas durante a extração do óleo e gás das reservas está diretamente associado a meios altamente corrosivos, tais como H_2S e CO_2 . Todos os componentes envolvidos na fixação dessa estrutura são fundamentais e importantes para o funcionamento do processo. Dentre os conjuntos estruturais estão os *bend stiffener*, que possuem muitos elementos metálicos, e precisam ter resistência mecânica, à corrosão e à fadiga.

Para suportar as condições de exposições com H_2S , resistência a corrosão por *pitting* e resistência mecânica, porcas e parafusos têm sido

fabricados com o Inconel 625, essas peças são estruturais e de extrema importância para a prospecção do petróleo.

Os fixadores dão sustentação a todo cabo flexível e atuam na montagem do umbilical, conforme apresentado na Figura 1.

Figura 1 - Montagem do Stiffener.

Fonte: site: <http://www.petropasy.com.br/v3/produto&id=26>

Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**, pode-se observar a montagem dos umbilicais em condição ideal para lançamento até o poço de petróleo, nela está dimensionada a real importância dos fixadores (porcas e parafusos) para a estrutura do flexível.

Figura 2 - Umbilical montado

Fonte: site <https://www.marinetechologynews.com/news/c/gina-krog>

Um dos materiais muito utilizados para aplicações *offshore* é o Inconel 625, devido a sua alta resistência à corrosão por *pitting*, propriedades mecânicas, ductilidade e resistência à fadiga.

Apesar da alta performance do Inconel 625 para o uso na prospecção do petróleo, as grandes exigências em termos de cargas estruturais para o pré-sal inviabilizam o uso desse material no estado recozido, uma vez que, seu limite de escoamento se mantém próximo de 415 MPa, sendo necessário para o atendimento dos projetos, um limite de escoamento mínimo de 725 MPa.

Para o atendimento desse limite de escoamento, a única alternativa metalúrgica é submeter o Inconel 625 a um processo de deformação a frio e consequente aumento da densidade de discordâncias, levando o material ao aumento de dureza, limitado a 35 HRC devido a fragilização de hidrogênio que o material ficará exposto (fluxo de H₂S) e aumento no limite de escoamento.

Uma das premissas para a realização desse trabalho está nas condições que o material será exposto em situações acidentais, conforme informações da própria Petrobrás, em caso de vazamentos, os estruturais podem ser submetidos a temperaturas criogênicas de -100°C, -120°C e até -190°C devido ao vazamento de gases, e não se conhece o comportamento do Inconel 625 no estado encruado para essas condições de trabalho e, em caso de uma falha dessa natureza no material, qual seria seu comportamento durante a propagação de trincas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo do trabalho é estudar o comportamento mecânico do Inconel 625, principalmente em baixas temperaturas após o processo de encruamento.

2.2 Objetivos específicos

- Facilitar a compreensão dos efeitos do encruamento nas características metalúrgicas do Inconel 625;
- Realizar análise de fratura e a consequência da perda da ductilidade, devido ao encruamento, na propagação de trincas, avaliando se esta irá ou não levar o material ou componente a uma fratura catastrófica para tensões normais de serviço permitindo, ainda, determinar o grau de segurança e viabilidade econômica;
- Caracterizar a tenacidade e propriedades mecânicas da liga em temperaturas criogênicas a -100°C , -120°C e -190°C ;
- Caracterizar a microestrutura do material;
- Estudar via MEV as amostras fraturadas no ensaio de tenacidade à fratura;
- Realizar ensaio de CTOD para temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C ;
- Avaliar se o material nessas condições pode ser recomendado para aplicações estruturais.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesta seção serão abordados os conceitos fundamentais para o desenvolvimento dessa pesquisa científica e salientar a evolução das superligas de níquel no decorrer da história da metalurgia.

3.1 Inconel 625

O Inconel 625 é uma superliga à base de níquel de estrutura austenítica que foi desenvolvida como um material endurecido por solução sólida, contendo de 20 - 23% de cromo, 8 – 10% de molibdênio e 3,15 – 4,15% de nióbio[1], muito importante para uma boa resistência a fluência à altas temperaturas da liga, e uma excelente resistência à oxidação e corrosão em ambientes severamente agressivos. É uma liga amplamente usada na indústria aeronáutica, aeroespacial, química, nuclear, petroquímica e indústrias marinhas[2].

Esta combinação de elementos também é responsável pela superior resistência em uma grande variação de meios corrosivos de severidade fora do comum. Assim como boa resistência aos efeitos de oxidação a altas temperaturas[3].

Embora o Inconel 625 tenha sido desenvolvido inicialmente como uma liga endurecida por solução sólida, precipitação de fases intermetálicas e carbonetos têm sido observados durante o tratamento de envelhecimento em temperaturas na variação de 550–980°C.

A fase metaestável γ'' precipita na matriz austenítica em temperaturas próximas do range de 600–650°C em longos ciclos de envelhecimento (mais que uma hora). Para curtos ciclos de envelhecimento, a precipitação da fase γ'' tem sido registrado em temperaturas de 650–750°C [4].

As desejáveis propriedades específicas das superligas à base de níquel são significativamente afetadas pelas características da microestrutura[5], as quais são geralmente determinadas pelo processamento termomecânico e o tratamento térmico posterior. Assim, é necessário estudar a evolução da microestrutura das superligas à base de níquel durante o processamento termomecânico[4].

No campo nuclear, o Inconel 625 deve ser usado para o núcleo do reator e componentes da vareta combustível, componentes em reatores pressurizados a água e como tubos trocadores de calor[6].

As propriedades da referida liga que justificam sua escolha como uma excelente aplicação para água do mar é sua resistência à corrosão a ataques localizados (corrosão por *pitting* e corrosão por fresta), alta resistência à fadiga sobre corrosão, alta resistência mecânica e alta resistência à tensão sobre corrosão por íons de cloretos. É usado como cordoalha para amarração, palhetas propulsoras para motores, acessórios de barcos, fixadores e linhas de vapor submersas. Existem aplicações potenciais para molas, selos e controles submersos, cabos conectores elétricos, fixadores, acessórios flexíveis e componentes para instrumentos oceanográficos[3].

O Inconel 625 tem demonstrado boa resistência à corrosão em água supercrítica que tem sido estudada com muita preocupação devido as suas propriedades únicas, que são controladas pela temperatura e pressão.

Devido a essas características, a água supercrítica é empregada como uma média de várias reações e é usada para uma ampla faixa de aplicações tais como tratamento de água, nano partículas sintéticas, processo de biorefino e plantas termoelétricas a carvão.

O comportamento corrosivo de tubos de reatores feitos de Inconel 625 com água supercrítica, com a adição de ácidos ou oxigênio foi investigado e resultou em um material de boa resistência. Tem alta resistência a temperatura e é o principal componente do fluxo do reator em máxima operação com parâmetros de 600°C e 300 MPa[7].

Gotículas líquidas erosivas, que geralmente ocorrem nos ventiladores feitos de liga de níquel e são utilizados em operações de segurança de uma planta nuclear, são fabricados com as ligas de Inconel 600 e Inconel 625, que foram testados para resistência à erosão e cavitação.

A perda de massa acumulativa versus o tempo de exposição foram os parâmetros utilizados para avaliar as duas ligas.

A morfologia da superfície e da seção transversal antes e depois da erosão foi observada por microscopia eletrônica de varredura, as inclusões foram analisadas por um espectroscópio de energia dispersiva (EDS), e a rugosidade superficial e a dureza foram também medidas. Esses testes ilustraram a evolução do processo de erosão desse material. O resultado demonstrou que a perda de massa acumulada do Inconel 625 é aproximadamente 1/6 do Inconel 600 e o processo de cavitação e erosão foi quatro vezes mais longo que do Inconel 600, demonstrando que o Inconel 625 é o mais apropriado também para essa aplicação[8].

Grande parte das aplicações e dos estudos e artigos encontrados sobre o Inconel 625 são direcionados a deposição deste por soldagem para funcionar como revestimento, protegendo o metal base menos nobre, uma vez que é uma liga com alta durabilidade e valor mais elevado[9].

A indústria Petroquímica vem, gradativamente, buscando maiores exigências estruturais e corrosivas dos materiais. Com a descoberta das reservas de petróleo na bacia de Santos, ocorreu a necessidade de criar tecnologias capazes de suportar as altas pressões dos reservatórios e os contaminantes presentes nos fluídos, sendo necessário o uso de materiais especiais para suportar maior resistência mecânica, conciliando a mais alta resistência à corrosão.

Como o Inconel 625 é um material com excepcional resistência à corrosão, mas com baixo limite de escoamento e, quando endurecido por precipitação não possui um aumento eficaz em sua resistência mecânica, buscou-se aumentar suas propriedades mecânicas por conformação a frio, estudando seu comportamento estrutural em situações de criogenia. Foi o material utilizado nesse trabalho e possui composição química dentro dos limites estabelecidos pela norma ASTM B446 – UNS N06625, conforme Tabela 1[10].

Tabela 1 - Composição química do Inconel 625, conforme norma ASTM B446 – UNS N06625.

ELEMENTO	LIMITES (%)
Carbono	0.10 máximo
Manganês	0.50 máximo
Silício	0.50 máximo
Fósforo	0.015 máximo
Enxofre	0.015 máximo
Cromo	20.0 -23.0
Nióbio mais tântalo	3.15 – 4.15
Cobalto	1.0 máximo
Molibdênio	8.0 – 10.0
Ferro	5.0 máximo
Alumínio	0.40 máximo
Titânio	0.40 máximo
Níquel	58.0 mínimo

Fonte: [10].

3.2 Desenvolvimento das ligas de níquel

O níquel tem sido encontrado em artefatos metálicos datados há mais de 2.000 anos. Foi primeiro identificado e isolado como um elemento pelo químico Sueco, Axel Cronstedt, em 1751.

No século 19, foi usado como revestimento e em ligas como níquel-prata (Prata Alemã) nas quais é ligado com cobre e zinco, foi assim chamada pela sua coloração e não por qualquer teor de prata.

O nome níquel vem do termo saxão “Kupfernikel” ou “DevilsCopper”, minério encontrado no século 15, de cor vermelho marrom como cobre, os mineiros tinham extrema dificuldade para realizar a metalurgia extrativa e acreditavam que era venenoso (atualmente descobriu-se que era o arsênico o responsável por isso).

As primeiras moedas nos USA (1857) foram moldadas com níquel ligado ao cobre. Em 1881, as moedas na Suíça foram fabricadas com níquel puro.

Ligas com base no níquel foram desenvolvidas por possuírem excelente resistência à corrosão e à altas temperaturas, características adequadas para plantas químicas e também para realização de motores a jato. Como resultado

desse desenvolvimento, o níquel teve um forte aumento de demanda no século 20 e continua crescendo[11].

Em 1905, foi desenvolvida a primeira liga de níquel, com aproximadamente dois terços de níquel e um terço de cobre, equivalente à presente Monel 400. Esta liga permanece muito utilizada, devido à sua alta resistência à corrosão. A partir de então, começou um século de explosiva expansão da indústria do níquel, através do desenvolvimento de centenas de novas ligas, exclusivamente concebidas para atender às expectativas industriais[11].

O metal descoberto trouxe muitos benefícios, inclusive com uso nos graus mais comuns, uma situação que continua até os dias de hoje e os aços inoxidáveis foram descobertos recentemente no século 20.

3.3 Encruamento

O encruamento é o fenômeno pelo qual um metal dúctil se torna mais duro e resistente quando submetido a uma deformação plástica. Algumas vezes, esse fenômeno também é chamado de endurecimento por trabalho, ou, pelo fato da temperatura em que a deformação é efetuada ser “fria” em relação a temperatura absoluta de fusão do metal, de trabalho a frio. A maioria dos metais encrua à temperatura ambiente[12].

O fenômeno do encruamento é explicado com base em interações entre as discordâncias e os campos de deformação causado por elas.

A densidade de discordâncias em um metal aumenta com a deformação à frio, devido a multiplicação ou a formação de novas discordâncias, conseqüentemente, a distância média de separação entre estas diminui e são posicionadas mais próximas umas das outras.

Na média, as interações de deformação discordância-discordância são repulsivas. O resultado líquido é tal, que o movimento de uma é dificultado pela presença de outras[13].

À medida que a densidade entre elas aumenta, essa resistência ao movimento causado por outras, se torna mais pronunciada. Dessa forma, a tensão imposta, necessária para deformar um metal, aumenta com o aumento do trabalho a frio[13].

Comercialmente, o encruamento é utilizado frequentemente para aprimorar as propriedades mecânicas dos metais durante os seus procedimentos de fabricação e os seus efeitos podem ser removidos por meio de um tratamento térmico por recozimento[13].

3.4 Conformação

A conformação mecânica dos metais, também conhecida como transformação mecânica dos metais, é um campo de grande importância dentro da área de técnicas de fabricação de peças metálicas e que se refere à mudança de forma e das dimensões dos metais, com a aplicação de esforços mecânicos externos.

Existe uma variedade enorme de operações de conformação mecânica, nesse trabalho foi utilizado basicamente o processo de laminação e forjamento[14].

Define-se conformação mecânica a operação onde se aplicam solicitações mecânicas em metais, que respondem com uma mudança permanente de dimensões. A Figura 3 ilustra a situação para o caso de uma operação conhecida como laminação: os cilindros giram, aplicando uma solicitação ao metal, que resulta uma diminuição na sua espessura[14].

Além da mudança de dimensões, outro resultado obtido comumente por meio da conformação mecânica é a alteração das propriedades do metal, em relação às aquelas anteriores ao processamento[14].

Figura 3- Solicitação e resposta do metal na laminação.

Fonte: autor da tese, elaborado no Autocad com base na referência bibliográfica nº 12.

No tocante a deformação do metal, observa-se que metais deformam-se elástica e plasticamente. A deformação elástica é pequena e reversível (desaparece quando cessa a solicitação mecânica). Na conformação mecânica interessa, obviamente, o estudo da deformação plástica de metais, este pode ser feito de dois modos: estudando o comportamento da estrutura cristalina do metal durante a deformação plástica (abordagem através da física dos sólidos e metalurgia física), e supondo que o metal é contínuo, medindo propriedades, sem investigar os mecanismos da deformação (abordagem através da mecânicas dos meios contínuos) [14].

A primeira, consiste em explicar muitos fenômenos, mas é essencialmente qualitativa. A segunda, possibilita efetuar avaliações quantitativas das relações solicitação-resposta, e é extensivamente utilizada. No entanto, quando necessário, deve-se utilizar os meios fornecidos por ambos os campos de conhecimento[14].

Metais e suas ligas são comumente conformados às temperaturas, desde a ambiente, até as próximas ao início de sua fusão. Como estas variam muito para diferentes materiais, é comum nesse processo tomar a temperatura de processamento de um dado metal em relação a de início de fusão, ambas em grau Kelvin (K). Ao quociente destas denomina-se temperatura homóloga, que é adimensional, conforme se verifica na Equação 1[14].

Equação 1: $TH = T / TF$

T- temperatura da peça (K);

TF: temperatura de início de fusão do metal (K);

TH: temperatura homóloga.

A resistência mecânica dos metais normalmente cai quanto TH aumenta. Do ponto de vista da conformação mecânica, isto significa que menor potência será necessária para executar a operação à medida que TH aumenta. No entanto, à medida que isto ocorre, usualmente as taxas de oxidação do metal ao ar crescem, devendo-se eventualmente limitar o valor de TH. Alguns metais, tais como o

zircônio e o titânio, oxidam-se violentamente à altas temperaturas, e o oxigênio absorvido torna-os completamente frágeis[14].

Considerando o metal sendo deformado, classifica-se comumente a operação em deformação a frio e a quente. Na primeira, o material endurece por encruamento durante a conformação. Na segunda, que ocorre normalmente para TH acima de cerca de 0,6, ocorre um processo de recuperação simultaneamente com a deformação. Em contrapartida, para o processo de conformação a frio, a deformação ocorre sobre condições em que a recuperação do material não é efetiva. Na quente, o endurecimento por deformação e a distorção cristalográfica produzido pela conformação, é muito rapidamente eliminado pela formação de novos grãos livres de tensão como o resultado da recristalização. Para o uso de metais de baixo ponto de fusão, a temperatura ambiente pode ser suficiente para o processamento a quente.

No processamento do Inconel 625 para a deformação a frio, foram utilizadas temperaturas homólogas (TH) inferiores a 0,4 e, para a quente, o TH maior ou igual a 0,6[14].

A capacidade de um metal de ser submetido a uma deformação a frio é limitada pela ocorrência de fratura. Assim, frequentemente, utilizam-se deformação/recristalização estática quando se deseja conferir aos metais grande deformação a frio [14].

Outro processo de conformação utilizado nesse trabalho é o forjamento, que é o processo onde se obtém a forma desejada da peça por martelamento ou aplicação gradativa de uma pressão.

O processo de forjamento subdivide-se em duas categorias: forjamento livre ou em matriz aberta e forjamento em matriz fechada, conhecido apenas como forjamento em matriz.

No processo de forjamento livre, que é o utilizado nesse trabalho, o material é deformado entre ferramentas planas ou de formato simples. O processo de deformação é efetuado por compressão direta. O material escoar em sentido perpendicular à direção de aplicação da força (caminho de menor atrito). Esse processo é usado geralmente para grandes peças ou quando o número de peças a ser produzido for pequeno que não compense a confecção de matrizes caras.

Frequentemente o forjamento livre é usado para pré-conformar a peça para forjamento em matriz.

3.5 Ensaio de CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*)

A mecânica da fratura surgiu devido à presença intrínseca de defeitos e imperfeições nos materiais e à consequente necessidade de se avaliar o efeito destes sobre a integridade mecânica de estruturas de engenharia.

Antes da década de sessenta, os conceitos da mecânica da fratura eram aplicáveis apenas aos materiais elásticos lineares, apesar de correções para o caso de plasticidade em pequena escala terem sido propostas nesta época em trabalhos desenvolvidos por Barenblatt[15], Dugdale[16] e Irwin[17].

Estas análises continuavam restritas apenas à estruturas com comportamento global elástico linear. A introdução da Integral J por Rice e sua utilização como parâmetro descritor dos campos de tensões e deformações na ponta da trinca desenvolvida por Hutchinson[18], Rice[19] e Rosengreen[20], tornou possível estender os conceitos da mecânica da fratura além dos limites de validade do caso elástico linear.

Tal extensão é comumente denominada de mecânica da fratura elasto-plástica (ou simplesmente MFEP). Dentro do contexto deste trabalho é fundamental o conhecimento de alguns conceitos chave da MFEP.

Nessa seção, estes conceitos serão abordados de forma objetiva e direcionados para a sua aplicação, de acordo com a proposta deste trabalho.

Os conceitos da Mecânica da Fratura Linear-Elástica são válidos quando a zona plástica à frente da ponta da trinca é pequena. Quando essa zona possui dimensões significativas comparadas ao tamanho da parte não fissurada, é necessário empregar uma metodologia alternativa para descrever o campo de tensões nas vizinhanças do defeito, o que é feito com a Mecânica da Fratura Elasto-Plástica (MFEP).

A opção baseada na integral-J (Rice 1968) é popular nos EUA, enquanto na Europa e no Japão é mais comum estudar a MFEP com o conceito de abertura da ponta da trinca, CTOD [21].

Para elaboração desse trabalho foi escolhido o conceito do CTOD.

O termo **CTOD**, que é a abreviatura da expressão inglesa *Crack Tip Opening Displacement*, representa a distância entre as duas superfícies da trinca, medida na ponta da trinca[22].

Diferentemente da Mecânica da Fratura Linear Elástica, a presença de uma zona plástica de tamanho significativo na ponta de uma trinca permite que as duas superfícies se separem sem haver crescimento da trinca[22].

É de se esperar que, para haver crescimento de uma trinca, seja necessário que a abertura na ponta da trinca (*CTOD*) atinja um valor crítico, dependente do material, da temperatura, da taxa de deformação (para materiais sensíveis a este parâmetro) e do estado de tensões reinante na ponta da trinca[22].

O valor crítico de *CTOD*, dependendo do critério de falha que se utilize, pode ser interpretado como o *CTOD* de início de propagação estável da trinca (*CTOD* de iniciação), ou o *CTOD* de início de propagação instável da trinca, ou o *CTOD* de carga máxima.

A presença de uma zona plástica na ponta de uma trinca decorre do escoamento localizado nesta região, devido a intensificação de tensões[22].

Desta forma, passa a existir um campo de tensões plásticas completamente circundado por um campo de tensões elásticas, onde não mais se aplicam as equações da Mecânica da Fratura Linear Elástica, e se faz necessário desenvolver expressões para o cálculo do valor de *CTOD*[22].

Wells, com o objetivo de relacionar o valor de *CTOD* com as tensões e deformações atuantes, bem como o tamanho do defeito existente, desenvolveu um modelo de uma chapa infinita sob carregamento remoto, submetida a uma tensão trativa uniforme σ e com uma trinca vazante de comprimento $2a$, com o estado plano de tensões, considerando o material que não sofre encruamento, conforme demonstrado na Figura 4.

Φ = função da tensão;
 L = comprimento;
 e = deformação.

Figura 5 - Curva de Projeto de Wells.

Fonte: [22] (figura 4.2).

Outro modelo é o de Dugdale, Burdekin e Stone, que consideraram uma chapa infinita contendo uma trinca de comprimento $2a$, submetida a uma tensão trativa uniforme σ em carregamento remoto, conforme a Figura 6[16].

Sob a tensão σ , aplicada na direção y , são produzidas zonas plásticas na ponta da trinca, de modo que a trinca virtual passa a ter comprimento $2a_1$, é circundada por um campo de tensões elásticas e também por um campo de tensões trativas internas de magnitude σ_b atuando entre a e a_1 . O valor de σ_b é considerado constante e igual a σ_{LE} para os propósitos deste modelo, que é o próprio de Dugdale para a zona plástica na ponta da trinca.

Figura 6 - Curva de Projeto de Wells.

Fonte: [22] (figura 4.3).

A partir deste modelo, foi desenvolvida a seguinte expressão para o CTOD:

$$\delta = 8eLEa/\pi \operatorname{Insec} (\pi\sigma / 2\sigma_{LE}).$$

Desta expressão e baseados em dados experimentais, Burdekin e Dawes aprimoraram esta relação e propuseram sua Curva de Projeto, que assumiu a seguinte forma:

$$\Phi = 4/\pi^2 \operatorname{Insec} (\pi e/2eLE), \quad e/eLE \leq 0,86$$

$$\Phi = e/eLE - 0,25, \quad e/eLE \geq 0,86$$

Onde ϕ representa o conceito de CTOD adimensional introduzido anteriormente por Wells.

Posteriormente, baseado novamente em dados experimentais, Dawes desenvolveu uma nova Curva de Projeto, aumentando a segurança na sua parte inicial e tornando-a mais simples:

$$\Phi = (e/eLE)^2, \quad e/eLE \leq 0,5$$

$$\Phi = (e/eLE) - 1, \quad e/eLE \geq 0,5$$

A Curva de Projeto de CTOD, graças à sua forte base empírica e ao fator de segurança comprovado experimentalmente, de no mínimo 2,0, teve seu uso

consagrado através da elaboração de um documento, pelo *Welding Standards Committee, do British Standards Institution*, que é o documento PD-6493.

Este documento tem o mérito de fornecer um método de avaliação da significância de defeitos em estruturas soldadas, baseado principalmente da Curva de Projeto de CTOD[22].

3.6 Pré-Sal

O pré-sal é uma sequência de rochas sedimentares formadas há mais de 100 milhões de anos no espaço geográfico criado pela separação do antigo continente Gondwana.

Mais especificamente, pela separação dos atuais continentes Americano e Africano, que começou há cerca de 150 milhões de anos. Entre os dois continentes formaram-se, inicialmente, grandes depressões, que deram origem a grandes lagos. Ali foram depositadas, ao longo de milhões de anos, as rochas geradoras de petróleo do pré-sal. Como todos os rios dos continentes que se separavam corriam para as regiões mais baixas, grandes volumes de matéria orgânica foram ali se depositando[23].

À medida que os continentes se distanciavam, os materiais orgânicos então acumulados nesse novo espaço foram sendo cobertos pelas águas do Oceano Atlântico, que então se formava. Dava-se início, ali, à formação de uma camada de sal que atualmente chega até 2 mil metros de espessura. Essa camada de sal depositou-se sobre a matéria orgânica acumulada, retendo-a por milhões de anos, até que processos termoquímicos a transformasse em hidrocarbonetos (petróleo e gás natural) [23].

No atual contexto exploratório brasileiro, a possibilidade de ocorrência do conjunto de rochas com potencial para gerar e acumular petróleo na camada pré-sal encontra-se na chamada província pré-sal, um polígono de aproximadamente 800 km de extensão por 200 km de largura, no litoral entre os estados de Santa Catarina e Espírito Santo as jazidas dessa província ficam a 300 km da região Sudeste, que concentra 58,2% do Produto Interno Bruto (soma de toda a produção de bens e serviços do país). A área total da província do pré-sal (149 mil km²) corresponde a quase três vezes e meia o estado do Rio de Janeiro[23].

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Para se alcançar o objetivo do presente trabalho, seguiu-se com diversos processos e ensaios esquematizados no Diagrama 1.

Diagrama 1 - Fluxo das atividades realizadas.

Fonte: autor da tese.

4.1 Materiais

O material utilizado nesse trabalho foi de procedência Villares Metals com diâmetro de 131mm, fundido em forno VIM seguido por refusão em forno ESR, já com uma taxa de pré-forjamento de 29:1.

Este foi recozido pela aciaria e, posteriormente, ensaiado conforme metodologia ASTM A370, atendendo aos requisitos da norma ASTM B446 - UNS N06625 - grau 1, conforme observado na **Tabela 2**.

Tabela 2 - Propriedades mecânicas do material no estado recozido, conforme especificado pela norma ASTM B446.

Propriedades mecânicas	ASTM B446-grau 1 (UNS N06625)
Limite de resistência	827 MPa mín.
Limite de escoamento (0,2% de deformação)	414 MPa mín.
Alongamento	30% mín

Fonte: [10].

4.2 Forjamento

O primeiro passo do presente trabalho, no processo de forjamento, foi utilizado material processado a partir de uma barra com diâmetro de 131mm, com composição química conforme norma ASTM B446 (Tabela 1) [10].

Essas barras foram adquiridas no estado recozido (estado grau 1, conforme norma ASTM B446) [10].

As barras foram aquecidas no interior do forno à queima de gás GLP (Empresa Multialloy) que possui uma capacidade calorífica de 11500 KCal/kg, conforme a Figura 7.

Figura 7 - Forno à queima de gás GLP antes da conformação a quente.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

O material foi aquecido a uma temperatura de 1050°C, sendo mantido no interior do forno por um tempo de 155 minutos até homogeneização total das peças.

A taxa de aquecimento foi mantida a aproximadamente 217°C por hora, e todo o processo acompanhado com o pirômetro ótico, certificado CR-09544/15 (aferido em 26/10/2015) e identificado como TI-001.

As barras de Inconel 625 foram submetidas a um processo de forjamento em matriz aberta conforme Figura 8.

O controle de temperatura durante o processo de forjamento foi realizado com pirômetro ótico e foi mantida uma temperatura final de processo até 850°C.

Figura 8 - Bigorna utilizada no forjamento, matriz aberta.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

O forjamento foi realizado em quatro etapas, primeiro esquadrejamento do material para secção quadrada de 86,6mm, segundo passe para secção quadrada de 77,4mm, terceiro passe para secção quadrada para 54,9mm, e posteriormente arredondamento para $\varnothing 55,4\text{mm}$, conforme podemos observar na Tabela 3.

Após o material atingir a bitola de $\varnothing 55,4\text{mm}$ e antes do processo de laminação a frio, o material foi tratado termicamente, sendo solubilizado.

O propósito para o processo de forjamento para a liga Inconel 625 é manter passes de redução de no máximo 60% por passe para evitar falhas de forjamento como o defeito tipo Chevron que pode ser melhor ilustrado na Figura 9 e demais descontinuidades.

O objetivo em manter a taxa de redução em 20% é evitar ao máximo o colapso estrutural da liga.

Tabela 3 - Sequência de Forjamento

Bitola Inicial: 131 mm

Bitola Final: 55,4 mm

Material		Inconel 625		
Passe	Redução	Quad. (mm)	Área (mm ²)	Red. Acum.
0	Diâm. (mm)	131,0	13478	
1	44,4%	86,6	7493	56%
2	20,0%	77,4	5994	65%
Penúltimo Passe		54,9	3013	78%

Último passe

Secção quadrada	Redução	Quadrado (mm)	Área (mm ²)
De quadrado (mm)		54,9	2366
Redondo	20,0%	55,4	2410
			0

Fonte: autor da tese.

Figura 9 - Defeito Tipo Chevron.

Fonte: site: https://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/6510-defeitos-da-extrusao#.XFIBkFxFxKjIU

4.3 Tratamento térmico

O material após o processo de forjamento, foi solubilizado em forno homologado conforme norma API 6A, de marca Jung, de propriedade da empresa Multialloy Metais e ligas especiais.

O forno utilizado é mapeado por termopares aferidos e possui dimensões de 800 mm de largura por 1200 mm de comprimento, trata-se de um forno em escala laboratorial com variações de temperatura de $\pm 8^{\circ}\text{C}$ máximo entre as diversas regiões do forno. Esse forno dispõe de um controlador de temperatura, ligado ao termopar, mantendo o patamar programado estável sem grandes variações de temperatura.

O material foi então submetido a uma rampa de aquecimento de aproximadamente 150°C por hora, sendo que o patamar programado foi de 871°C , após estabilizado a temperatura do forno, e mantido a essa temperatura por um tempo de 30 minutos.

Concluído o patamar, foi resfriado bruscamente em tanque de água com controlador de temperatura e monitorado o tempo entre a saída do forno e a imersão na água que não superou 45 segundos.

Com relação ao tanque de água foi utilizado um controle inicial da temperatura que é a ambiente e a final, no qual a massa resfriada em troca térmica com a água do tanque não deve aquecer a uma temperatura superior à 60°C , garantindo uma taxa de resfriamento efetivo do material.

O forno utilizado no tratamento térmico do material dedicado a esse trabalho, pode ser observado na Figura 10.

Figura 10 - Forno de tratamento térmico homologado API 6A de marca Jung.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

A temperatura do tratamento térmico foi definida conforme estudo realizado por Liu, M.[24], como o crescimento do grão do Inconel 625 ocorre com o aumento da temperatura ou extensão da permanência do tempo das acima de 1050°C, foi determinada a utilização da mínima estabelecida pela norma ASTM B446 que é de 871°C[10]. O crescimento de grão é vagaroso quando mais baixas do que 1050°C, devido ao efeito de ancoragem causado por partículas de carbonetos no contorno de grão.

Os componentes de Inconel 625 fabricado por trabalho a quente devem geralmente ser solubilizadas, isto é devido a liga estar sujeita a precipitação de carbonetos secundários (rico em cromo ou molibdênio) próximos ao contorno de grão durante o resfriamento ao ar. A formação destes carbonetos deve resultar na diminuição de cromo ou molibdênio próximo ao contorno de grão, os quais aumenta a susceptibilidade ao ataque intragranular[24].

4.4 Laminação

A última operação do trabalho, foi o processo realizado no laminador de canal da Multialloy, conforme a Figura 11. Para caracterização de trabalho a frio foi utilizada uma temperatura homóloga menor que 0,4.

Figura 11 – Laminador de canal de propriedade da Multialloy.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

No último passe de laminação foi mantida uma taxa de redução de 6%, para ganho das propriedades mecânicas, o material foi laminado de Ø55,4mm para Ø54mm, sendo necessário quase oito passes no laminador.

4.5 Caracterização das amostras

4.5.1 Análise química

Para a caracterização química do material, foi realizada análise por espectrometria óptica por centelhamento da amostra extraída de um prolongamento da barra, para quantificação e qualificação química do material.

O ensaio foi realizado em uma temperatura ambiente de 22°C e umidade relativa de aproximadamente 50% através do aparelho espectrômetro de emissão óptica devidamente calibrado, conforme norma ASTM E-415-2015 [25] ou ASTM E 1086-2014[26].

Os resultados foram comparados com a norma ASTM B446, a fim de verificar se o material antes do início do trabalho apresentava qualquer divergência normativa.

O desvio padrão relatado está associado predominantemente a não uniformidades da amostra testada. A incerteza de medição estimada corresponde ao desvio padrão relatado multiplicado pelo fator 2,62 (já expandida com $k=4,53$), limitada inferiormente em seis vezes à resolução da medição (já expandida, neste caso com $k=2$).

4.5.2 Dureza

O ensaio de dureza foi realizado segundo diretrizes da Norma ASTM E 18:2017[27].

Inicialmente o corpo de prova foi cortado e posteriormente lixada a sua superfície para eliminação de oxidações ou outras imperfeições. Foram realizadas seis endentações na superfície da barra na escala HRC.

Após esse ensaio na superfície da barra, foi cortada uma fatia do material, em toda sua secção com uma espessura de 5mm, para verificar todo o perfil de dureza no decorrer da secção cortada. As superfícies das duas faces do corpo de prova foram preparadas, a fim de eliminar marcas do corte de serra que poderiam descaracterizar o ensaio.

No corpo de prova foram realizadas endentações na região próxima à superfície externa da secção, meio raio e núcleo. E foi cortado em serra de fita da Multialloy conforme podemos observar na Figura 12.

Figura 12 – Ilustração do corte do corpo de prova para realização do perfil de dureza.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

No diâmetro externo da barra utilizada foi encontrada a medida de Ø57,45mm, para a realização do perfil de dureza, após o polimento da superfície com politriz, foi traçada toda a extensão da secção de forma simétrica do centro para as extremidades da barra em uma distância de 5 mm, conforme pode-se verificar na Figura 13.

Para a traçagem exata dos pontos a serem realizados no ensaio de dureza, foi utilizada uma mesa de desempeno e um traçador de altura, garantindo assim uma precisão da ordem de décimos de mm.

Figura 13 – Perfil de dureza.

Fonte: autor da tese.

4.5.3 Ensaio de tração

Foram realizados ensaios de tração em uma máquina eletromecânica marca Instron modelo 5585H nas temperaturas ambiente, -100°C, -120°C e -190°C.

A temperatura foi monitorada utilizando um termopar acoplado ao corpo de prova e com um sistema de aquisição de dados.

A taxa de deslocamento da máquina foi de 0,90mm/min.

A Figura 14 apresenta a montagem do dispositivo de ensaio para temperaturas criogênicas, para a temperatura ambiente o uso desse dispositivo não foi necessário.

Para a fabricação do dispositivo foi utilizada uma garrafa térmica de isopor, esse recipiente foi furado para a passagem das garras da máquina. Após essa furação bem próxima das medidas da máquina, foram vedadas todas as frestas entre a máquina e a garrafa de isopor com silicone para que não ocorresse

o vazamento do refrigerante durante o ensaio. Para a garantia da estanqueidade foi utilizada água e foram verificados os pontos ainda não selados com o silicone. Após garantias de que todas as frestas estavam vedadas, foi posicionado o corpo de prova dentro do dispositivo e na máquina, aplicado o refrigerante até a estabilização da temperatura e, após, iniciou-se o ensaio.

Figura 14 - Montagem do dispositivo de ensaio.

Fonte: autor da tese (Laboratório da LAMEF da Universidade do Rio Grande do Sul).

Os corpos de prova para realização dos ensaios de tração foram inicialmente usinados conforme Figura 15, sendo utilizado um corpo de prova padrão, com diâmetro da seção reduzida de 12,7mm e comprimento inicial “Lo” para determinação do alongamento após a ruptura em uma extensão de 50mm.

Figura 15 - Corpo de prova para realização do ensaio de tração (ASTM A370).

Fonte:[28].

Os ensaios foram realizados na máquina de ensaio de tração Instron MODELO 2385H, com extensômetro aferido modelo 2630-105, conforme pode-se observar na Figura 16.

Figura 16 - Foto da Máquina utilizada para realização do ensaio de tração.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

As amostras foram retiradas de um prolongamento da barra laminada a frio, e retiradas no sentido longitudinal, conforme se pode verificar na Figura 17.

Figura 17– Identificação da retirada dos corpos de prova para ensaio de tração.

Fonte: autor da tese.

Na Figura 18 pode-se observar o corte dos corpos de prova a meio raio para o ensaio de tração.

Figura 18 – Corte do corpo de prova para ensaio de tração.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

Após o corte das amostras a meio raio em secções quadradas, os corpos de prova foram usinados conforme norma ASTM A370, para tamanhos padrões. A Figura 15 ilustra o perfil do corpo de prova utilizado[28].

4.5.4 Ensaio de CTOD

Para a realização dos ensaios de CTOD, os corpos de prova precisam ser normalizados bem como o próprio método de ensaio.

As principais normas que referenciam estes ensaios são a ASTM E399[29] e a BS 7448 e que apresentam conjuntamente as formas de obtenção de KIC, JIC e CTOD, naquelas são previstas várias formas de corpos de prova, porém um dos mais utilizados é o tipo SENB.

A configuração deste é dada essencialmente pelo tipo de solicitação a qual está submetido, neste caso sendo a flexão.

As amostras de CTOD na forma de prismas foram encaminhadas para a usinagem por eletroerosão a fio com o objetivo de obter entalhes em conformidade com a norma ASTM E1290[30].

A Figura 19 mostra a configuração dos corpos de prova SE(B) do material de seção 20x20, apresentando em detalhes as dimensões após usinagem.

Figura 19 - Representação esquemática dos corpos de prova de CTOD.

Fonte: [29].

Para o ensaio, os corpos de prova devem possuir uma pré-trinca aguda na raiz do entalhe obtida por fadiga feita por meio de uma carga cíclica, e que precisa satisfazer a duas condições básicas:

- a) Raio da ponta da trinca de falha precisa ser tão grande quanto ao raio inicial da trinca por fadiga;
- b) A zona plástica produzida durante a trinca por fadiga precisa ser pequena comparada à zona plástica da fratura. Esta pré-trinca é feita no dispositivo de nucleação por fadiga.

Na confecção do corpo de prova do tipo SENB é necessário gerar uma trinca de tamanho pré-determinado.

O princípio de funcionamento do dispositivo de pré-trincamento está baseado na formação de uma trinca em um corpo de prova sujeito a um carregamento de flexão máximo na região do entalhe.

Foi desenvolvido um procedimento de pré-trincamento através de um ciclo de fadiga nos corpos de prova de CTOD em acordo com a norma ASTM E1290[30].

De acordo com a norma ASTM E647, a importância de se realizar a pré-trinca por fadiga é pelo fato de se retirar os efeitos causados pelo entalhe usinado e, desta maneira, eliminar a interferência do mesmo sobre as subseqüentes taxas de propagação de trinca[31].

Utilizou-se uma máquina servo-hidráulica marca MTS modelo 810 e a temperatura empregada foi a ambiente (23°C).

A Figura 20 apresenta a máquina de ensaio onde foi realizado o pré-trincamento e o detalhe do dispositivo de ensaio.

Para efetuar a nucleação da trinca, o corpo de prova é apoiado na parte superior em dois dispositivos com regulagem lateral.

Uma haste de regulagem permite um ajuste na altura conforme o dimensionamento dos corpos de prova.

Na parte inferior há um pino atuador que tem um movimento oscilante vertical proporcionando a nucleação e propagação da trinca na região do entalhe do corpo de prova.

Figura 20 - (a) Máquina de ensaios MTS 810. (b) Detalhe do dispositivo de realização da pré-trinca.

Fonte: autor da tese (Laboratório da LAMEF da Universidade do Rio Grande do Sul).

Os ensaios de CTOD foram realizados em uma máquina servo-hidráulica marca MTS modelo 810 nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C .

A taxa de deslocamento da máquina foi de 1mm/min.

Foi desenvolvido um dispositivo para estabilizar a temperatura para a execução dos ensaios à temperaturas sub-zero, utilizando a injeção de nitrogênio líquido, monitorada por um termopar acoplado na amostra e um sistema de aquisição de temperatura.

A Figura 21 apresenta a montagem do dispositivo de ensaio e um detalhe da amostra após o ensaio.

Figura 21 - (a) Montagem do ensaio. (b) Amostra após o ensaio de CTOD no dispositivo.

Fonte: autor da tese (Laboratório da LAMEF da Universidade do Rio Grande do Sul).

Para que os corpos de prova atingissem temperaturas inferiores à ambiente, os mesmos foram mergulhados por 10 minutos, dentro do isopor instalado na máquina de ensaio, em solução de álcool etílico e gelo seco para estabilização e homogeneização da sua temperatura, sendo que a leitura desta foi realizada através de um termopar imerso no banho.

Foi adicionado nitrogênio líquido dentro da cuba de isopor, durante aproximadamente 5 minutos, para estabilização da temperatura. E no momento que a temperatura desejada foi atingida, a partir da medição com o termopar, iniciou-se a atividade. Todo o ensaio foi realizado no dispositivo que foi desenvolvido para esse propósito.

Para temperaturas a -190°C os corpos de prova foram colocados no interior da cuba de isopor, onde foi adicionado nitrogênio líquido por 5 minutos antes do ensaio, a temperatura conservou-se durante todo aparato experimental criado.

A adição de nitrogênio líquido e álcool etílico na cuba de isopor foi realizado com uso de um funil metálico, e assim que adicionados foi vedada a caixa para que não ocorresse prejuízo com a troca térmica com o meio.

Ao término dos ensaios de CTOD, foi utilizado o procedimento de pós-fadiga para fraturar os corpos de prova e quantificar o tamanho da trinca inicial (a_0), utilizando um projetor de perfil marca INSIZE modelo ISP-Z3015.

Para cada temperatura foi realizado o ensaio em três amostras para melhor análise e comparação dos resultados.

4.5.5 Ensaio de Impacto

Para esse trabalho foi realizado o ensaio de impacto charpy V em três temperaturas: -100°C , -120°C e -190°C .

Assim como as amostras para o ensaio de tração e metalografia, as amostras deste ensaio foram retiradas a meio raio, conforme metodologia da norma ASTM A370[28].

Após corte de serra de amostras no sentido longitudinal com dimensões de $15 \times 15 \times 60 \text{ mm}$, conforme pode-se observar na Figura 22, as amostras foram encaminhadas para usinagem de corpos de prova padrão conforme ASTM A370 com tamanho de $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}$ [28]. Cada ensaio a uma determinada temperatura foi realizado com um set de três corpos de prova.

Figura 22 – Amostras para ensaio de Impacto antes da usinagem com $15 \times 15 \times 60 \text{ mm}$.

Fonte: autor da tese (amostras para ensaios).

Todos os corpos de prova após usinagem do entalhe foram verificados com o auxílio de projetor de perfil devidamente aferido e calibrado pela Rede Brasileira de Calibrações.

Tanto a preparação das amostras quanto a metodologia do ensaio seguiram a norma ASTM E23[32].

O entalhe no corpo de prova gera um estado triaxial de tensões, por se tratar de um concentrador de tensões. Sem o entalhe, o corpo de prova deformaria plasticamente, e poderia não se quebrar, o que invalidaria o ensaio.

Todos os corpos de prova utilizados nesse trabalho, foram usinados para medidas padrões, conforme proposto na norma ASTM A370[28], sendo a orientação do ensaio realizado no sentido longitudinal (L), conforme se pode observar na Figura 23.

Figura 23 – Corpo de prova após usinagem e representação da orientação longitudinal “L”, utilizado nesse trabalho.

Fonte: autor da tese (amostras para ensaio de impacto charpy V); [35]

As temperaturas do ensaio -100°C , -120°C e -196°C foram monitoradas com termômetro, as atividades iniciaram após estabilização da temperatura.

Para que os corpos de prova atingissem temperaturas inferiores à ambiente ou superiores a -196°C , os mesmos foram mergulhados por 10 minutos (para estabilização e homogeneização da temperatura no corpo de prova) em solução de álcool etílico e gelo seco, em diversas frações de cada um dos componentes, até que a temperatura se estabilizasse, sendo que a leitura desta foi realizada por um termopar tipo K imerso no banho utilizado, conforme mostrado na Figura 24.

Para os ensaios a -196°C os corpos de prova foram imersos em nitrogênio líquido por 5 minutos antes do início.

Figura 24 – Cuba utilizada durante o ensaio de impacto para estabilizar a temperatura, com termopar para monitoramento da temperatura.

Fonte: autor da tese (Laboratório da Falcão Bauer).

Após a estabilização da temperatura do corpo de prova, propiciada pela manutenção do mesmo por 10 minutos na temperatura desejada, este era imediatamente colocado no equipamento de ensaio, conforme Figura 25, e em seguida o pêndulo de capacidade de 300J era liberado. Todo o procedimento foi realizado em menos de 5 segundos, para que não houvesse comprometimento da temperatura do ensaio, seguindo a norma ASTM E23[32].

Figura 25 – Máquina de ensaio de Impacto Charpy.

Fonte: autor da tese (equipamento do laboratório ProaqT em São Paulo).

Basicamente, o ensaio consistiu em promover a queda de um pêndulo de uma altura conhecida sobre a peça que se quer testar. O aparato experimental para a sua realização pode ser observado na Figura 26.

Figura 26 – Equipamento para ensaio de impacto.

Fonte: [33].

O Pêndulo é liberado de uma altura conhecida – “posição inicial”, Figura 26– e se choca com o corpo de prova. Após este choque, o pêndulo sobe novamente até uma altura menor que a inicial – “posição final” indicada na Figura 26.

Após estabilização dos corpos de prova, as amostras foram submetidas ao choque, por um esforço de natureza dinâmica, ou seja, a carga é aplicada repentina e bruscamente com o auxílio de um pêndulo.

A energia absorvida durante o procedimento é então registrada e descrita no relatório para cada temperatura e corpo de prova.

4.5.6 Metalografia

As amostras foram cortadas de tal maneira que não ocorressem modificações da microestrutura do material por aquecimento. Assim, foi utilizado um Cut Off, com disco abrasivo refrigerado, conforme Figura 27.

Para a escolha do disco de corte foi utilizado o critério de dureza, ou seja, para materiais moles foi utilizado um disco de corte mais duro e para materiais mais duros foi utilizado um disco de corte mais mole.

Como o material a ser cortado é uma liga não ferrosa, foi selecionado um disco abrasivo com carbeto de silício.

Figura 27 – Máquina de corte metalográfico

Fonte: autor da tese (politriz da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

A limpeza durante a preparação da amostra é essencial. Todas as graxas, óleos, colas e resinas do disco de corte na amostra devem ser removidos por algum solvente adequado e orgânico.

A falha de limpeza através da amostra pode causar problemas de montagem, como a falta de aderência da resina na amostra.

Qualquer revestimento metálico sobre a amostra, irá interferir com o subsequente ataque do metal base e deve ser removido antes do polimento.

Para a limpeza foi utilizada água corrente e limpeza ultrassônica que é efetiva para remover os últimos traços de resíduos na superfície da amostra.

Em seguida foi realizada a montagem das amostras em uma pastilha de resina acrílica para embutimento a frio, conforme Figura 28, com a finalidade de facilitar seu manuseio durante o lixamento e polimento. Este foi realizado para evitar que as arestas da amostra danificassem o pano de polimento, e a superfície da mesma não fosse abaulada nesta operação. Foram utilizados moldes tubulares para embutimento a frio, com a resina acrílica e após, aguardou-se de 10 até 15 minutos, que é o tempo de cura desse termoplástico, para posterior preparação da amostra.

Figura 28 – Prensa para realização do embutimento

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

Uma vez pronta a montagem da amostra, foi realizado o lixamento da seção a ser examinada, que foi feito sucessivamente com lixas de gramatura cada vez menor, mudando-se de sentido (90°) em cada uma das subseqüentes, até desaparecerem os traços da anterior.

A sequência utilizada foi 100 - 220 - 320 - 400 - 600 e em todos os estágios houve a utilização da refrigeração com água.

Após a operação de lixamento a amostra foi lavada sob um jato d'água com a finalidade de retirar os grãos de lixa aderidos na mesma, para não contaminar o pano de polimento.

Em continuidade foi realizado o polimento para conseguir o acabamento final da seção a ser examinada. Esta foi realizada com pano de polimento metalográfico com um agente abrasivo como, diamante em pasta, e um lubrificante adequado (álcool).

O equipamento utilizado para esta operação foi politriz de discos, conforme Figura 29. Esse passo somente foi concluído quando a superfície a ser examinada não apresentou qualquer risco ou falhas de polimento que descaracterizassem ou mascarassem a avaliação micrográfica.

Cada etapa de polimento levou em média de 15 até 45 segundos, a força aplicada foi de 20 até 30 N e a rotação da poletroz foi mantida entre 200 até 300 rpm.

Figura 29– Máquina para lixamento e polimento.

Fonte: autor da tese (Equipamento da empresa Multialloy Metais e Ligas Especiais).

As amostras polidas foram perfeitamente limpas com água para eliminar todos os vestígios de abrasivos.

Para completar a operação, foi necessário molhar a superfície a ser examinada com álcool.

A secagem da amostra foi efetuada sob uma corrente de ar com o auxílio de secador.

A metalografia foi realizada na amostra retirada de uma extensão da barra laminada a frio e cortada a $\frac{1}{2}$ raio, conforme Figura 30, de uma secção transversal da barra.

Por conveniência, as amostras polidas para a metalografia são geralmente de uma secção quadrada de 15 a 25 mm, as maiores se tornam difíceis de serem preparadas. Foram atacadas com $\text{HNO}_3 + \text{HCL}$, em proporção 3:1 (água régia), com o sentido de orientação transversal ao sentido de laminação.

A análise foi realizada com microscópio Olympus GX 51 – MOM 001 devidamente aferido e calibrado conforme Rede Brasileira de Calibração.

Figura 30 – Esquema de retirada de corpos de prova. O quadrante F, simboliza exatamente o local da retirada da amostra para metalografia.

Fonte: autor da tese.

As amostras submetidas ao ensaio de CTOD foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva (MEV/EDS).

Para o estudo morfológico das fraturas resultantes do ensaio de CTOD utilizou-se um MEV com detector High-sensitivity semiconductor backscattered electron, modelo Hitachi Tabletop Microscope TM-3000 (Hitachi, Estados Unidos) operado com feixe de elétrons incidentes de 15 kV, acoplado a um sistema de microanálise por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) modelo SwiftED3000 (Oxford Instruments, Estados Unidos).

As análises foram realizadas no IPEN no MEV de bancada Hitachi Tabletop, onde foram feitas imagens no aumento de 1500 vezes, a Figura 31 mostra o MEV de bancada utilizada na análise morfológica.

Figura 31 – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de bancada.

Fonte: autor da tese (Equipamento do IPEN).

As amostras foram avaliadas nas diferentes regiões de propagação de trincas, no sentido demonstrado na Figura 32.

Basicamente foram analisadas três regiões de cada amostra fraturada do ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C .

Figura 32 – Sentido da análise das amostras fraturadas do CTOD no MEV Tabletop TM3000.

Fonte: autor da tese.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Especificamente, nesse capítulo, serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios de tração, dureza, CTOD, metalografia e análise química, com as discussões dos resultados obtidos.

5.1 Análise química

Os resultados da análise química realizada são apresentados na Tabela 4, a seguir:

Tabela 4 - Composição química do material Inconel 625 utilizado nesse trabalho.

Elementos		Médias dos Resultados (%)	Desvio Padrão da Amostra (%)
Carbono	(C)	0,008	0,000
Manganês	(Mn)	0,043	0,000
Silício	(Si)	0,055	0,000
Fósforo	(P)	0,010	0,000
Enxofre	(S)	0,001	0,000
Cromo	(Cr)	20,230	0,014
Níquel	(Ni)	65,010	0,060
Molibdênio	(Mo)	8,451	0,060
Alumínio	(Al)	0,216	0,001
Cobre	(Cu)	0,010	0,000
Titânio	(Ti)	0,209	0,002
Vanádio	(V)	Não Detectado	0,000
Nióbio + Tântalo	(Nb+Ta)	3,550	0,017
Cobalto	(Co)	0,028	0,000
Ferro	(Fe)	2,125	0,022
Tungstênio	(W)	0,040	0,001

Comparando os resultados da Tabela 4 com os valores definidos e normalizados pela norma ASTM B446 da Tabela 1[10], pode-se constatar que o material utilizado não apresenta qualquer divergência em sua composição química, atendendo na íntegra a variação de todos os elementos químicos definidos na norma.

5.2 Ensaio de dureza

Os resultados do ensaio de dureza foram especificados na Tabela 5, o ponto 1 representa a dureza em uma distância de 6,225mm do diâmetro externo, foi realizada a verificação em 11 pontos, cada um distanciado em 5mm um do outro.

Pode se verificar na Figura 33 a simetria nos resultados entre os dois lados da secção a partir do núcleo da barra (distância de 31,225mm). À medida que foi feita a endentação em direção ao centro da barra, ocorreu um decréscimo da dureza como resultado da diminuição do fenômeno de encruamento e redução da concentração de discordâncias à medida que se direciona ao centro do material.

Tabela 5 - Resultados do ensaio de dureza

Ponto	Distância (mm)	Dureza (HRC)
1	6,225	38
2	11,225	33
3	16,225	30
4	21,225	28
5	26,225	26
6	31,225	24
7	36,225	27
8	41,225	28
9	46,225	31
10	51,225	33
11	57,45	37

Figura 33 – Perfil de dureza em HRC na secção de Ø57,45mm da barra encruada.

5.3 Ensaio de tração

É possível notar na Tabela 6 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** que não ocorreu variação significativa nas propriedades mecânicas em tração, conforme variação da temperatura ambiente, -100°C, -120°C e -190°C.

Na Tabela 6 foi observado que o Inconel 625 mantém sua ductilidade mesmo nas mais baixas temperaturas.

Através do gráfico da Figura 34, nota-se que o limite de escoamento e de resistência aumentam com a diminuição da temperatura, contudo, o alongamento se manteve estável.

Esse aumento no limite de escoamento e de resistência, com a diminuição de temperatura pode ser explicado pelo módulo de elasticidade do material, segundo a lei de Hooke, no qual $\sigma = E \cdot \epsilon$. Sendo σ = Tensão, E = módulo de elasticidade ou módulo de Young e ϵ = deformação, nota-se que o módulo de elasticidade é diretamente proporcional à tensão.

Segundo Chiaverini[33], o módulo de elasticidade depende das forças interatômicas e, embora variando com o tipo de ligação, não é sensível à modificações estruturais.

Assim, por exemplo, se num determinado tipo de material metálico, a resistência mecânica pode aumentar apreciavelmente por fatores que afetem sua estrutura, como tratamentos térmicos ou pequenas adições de elementos de liga, esses fatores praticamente não influenciam no módulo de elasticidade do material.

O módulo de elasticidade é uma medida da “rigidez” do material, ou seja, a característica que este resiste à deformação elástica.

O aumento de temperatura provoca um decréscimo do valor de E, em contrapartida, com a diminuição causará seu aumento, e consequente aumento na resistência mecânica, conforme resultados observados na Figura 34 e na Figura 35.

Devido ao processo de laminação a frio e aumento da densidade de discordâncias, ocorreu um aumento da resistência mecânica do material, quando comparado com os resultados do ensaio de tração do Inconel 625 recozido, conforme **Erro! Fonte de referência não encontrada.** Tabela 7, os resultados são comparados ao encontrado pelo estudo de Surukumaran e outros[34].

Apesar do aumento significativo nas propriedades mecânicas, o material manteve seu alongamento, demonstrando a boa ductilidade que o Inconel 625 possui.

A deformação plástica produziu um aumento no número de discordâncias, em virtude de suas interações resultando em um aumento no estado de tensão interna.

Um metal recozido contém aproximadamente 10^6 até 10^8 discordâncias por centímetro quadrado, enquanto um metal submetido a uma severa deformação plástica contém aproximadamente 10^{12} discordâncias por centímetro quadrado [35].

Tabela 6 - Resultados dos ensaios de tração à temperaturas criogênicas.

Temperatura do ensaio	Limite de Resistência à tração (MPa)	Limite de escoamento (0,2%) (MPa)	Alongamento (Lo=50mm) (%)
24°C	968	787	43
-100°C	1026	768	45
-120°C	1062	799	47
-190°C	1307	845	44

Tabela 7 - Resultado do ensaio de tração do Inconel 625 no estado recozido.

Temperatura do ensaio	Limite de Resistência à tração (MPa)	Limite de escoamento (0,2%) (MPa)	Alongamento (Lo=50mm) (%)
24°C	865	547	45,4

Figura 34 – Curva tensão deformação do Inconel 625 em temperaturas criogênicas.

Figura 35 – Gráfico das propriedades mecânicas em função temperatura.

5.4 Ensaio de CTOD

Nesta secção estão apresentados os resultados do ensaio de CTOD para o Inconel 625 encruado, com orientação plano da trinca L-R nas temperaturas de -100°C, -120°C e -190°C, respectivamente.

As temperaturas do ensaio foram definidas por um estudo realizado pela Petrobrás, no qual, foram avaliadas as probabilidades do material ser exposto a essa temperatura em caso de acidentes, sendo necessário avaliar se a propagação de uma possível trinca se comportaria de forma frágil ou não com o uso do Inconel 625.

A falha por fratura é caracterizada pela presença de trincas que podem crescer e atingir um tamanho limite que provoca a separação da peça em duas ou mais partes.

A falha é frágil quando a propagação dos defeitos é instável, isto é, as fissuras crescem a grande velocidade após um valor crítico da carga, as deformações plásticas são pequenas, e a ruptura é brusca e sem aviso prévio.

Em contraste, quando a falha é dúctil, o material é capaz de absorver energia e apresentar deformação plástica acentuada antes da ruptura. Esse

comportamento dúctil foi observado após a realização dos ensaios de CTOD no Inconel 625.

A principal diferença entre os materiais dúcteis e frágeis é que os primeiros possuem tenacidade elevada, isto é, apresentam grande capacidade de absorver energia antes da fratura, como foi observado nos resultados dos ensaios de impacto Charpy-V, mesmo em temperaturas criogênicas; os segundos, ao contrário, rompem com deformação plástica pequena.

A Tabela 8, Tabela 9 e Tabela 10, apresentam os resultados dos ensaios de CTOD. Com base nos resultados e na Tabela 8, Tabela 9 e Tabela 10, foram traçadas curvas da força do ensaio versus a abertura da ponta do entalhe do ensaio de CTOD, conforme Figura 36, Figura 37 e Figura 38.

Para efeito de comparação dos resultados obtidos nos ensaios de CTOD, foram utilizados artigos científicos de resultados do ensaio de CTOD para um material dúctil como o aço inoxidável austenítico testado a temperatura ambiente, como encontrado no trabalho de Khor e outros [36], e resultados de um material frágil como aços de alta resistência (HSLA) conforme observado por Lee e outros [37].

Conforme é possível verificar na Figura 36, Figura 37 e 38, a componente plástica da abertura da ponta do entalhe variou de uma média de 1,87 mm para o ensaio na temperatura de -100°C para 1,67 mm de média para o ensaio na temperatura de -120°C.

Para a temperatura de -120°C foi descartado o primeiro ensaio que apresentou 0,22 mm que destoou dos demais por motivos ainda desconhecidos.

E para a temperatura de -190°C foi obtido como componente plástica da abertura da boca do entalhe uma média de 1.54mm.

Comparando-se esses valores com o aço inoxidável austenítico conforme o artigo de Khor e outros [36], foi estudado o resultado de uma componente plástica da abertura da boca do entalhe de no máximo 5 mm, em contrapartida conforme o artigo de Lee e outros [37], foi obtido em sua ZTA, em um aço de alta resistência e soldado, valores de no máximo de 0.41 mm em uma temperatura de -20°C.

Levando-se em consideração a temperatura do ensaio de CTOD aplicado para o Inconel 625, que é muito inferior aos artigos mencionados, pode-se considerar os valores obtidos como satisfatórios, demonstrando que o Inconel 625 não apresentará uma propagação brusca da trinca.

No artigo de Yeni e Koçak[38], em um trabalho de análise de tenacidade a fratura de superligas como o Inconel 625 soldados por feixe de laser, para o metal base de Inconel 625 recozido e o ensaio de CTOD realizado na temperatura ambiente, foram encontrados valores de δm de 0,75 até 0,87 mm, exibindo um crescimento estável da trinca, e não foi observado um comportamento de início de propagação instável da trinca ou *pop-in*, como observado nesse trabalho.

Tabela 8 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -100°C.

Corpo de Prova	CTOD δm (mm)	Força Máxima (N)	Vp* (mm)	Tamanho da trinca (mm)
E-LR-05	0,70	32538	2,34	11,16
E-LR-06	0,50	30866	1,68	10,78
E-LR-07	0,52	35056	1,58	10,95

*Componente plástica da abertura na ponta do entalhe.

Tabela 9 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -120°C.

Corpo de Prova	CTOD δm (mm)	Força Máxima (N)	Vp* (mm)	Tamanho da trinca (mm)
E-LR-01	0,13	32225	0,22	11,13
E-LR-03	0,50	26300	1,73	11,22
E-LR-04	0,61	37580	1,79	10,47
E-LR-06	0,50	29830	1,48	10,28

*Componente plástica da abertura na ponta do entalhe.

Tabela 10 - Resultados dos ensaios de CTOD do Inconel 625 a -190°C.

Corpo de Prova	CTOD δ_m (mm)	Força Máxima (N)	Vp* (mm)	Tamanho da trinca (mm)
E-LR-10	0,55	38050	1,57	10,37
E-LR-11	0,45	36850	1,33	10,92
E-LR-12	0,56	34757	1,71	10,64

*Componente plástica da abertura na ponta do entalhe.

Figura 36: Curva força versus abertura da ponta do entalhe do ensaio de CTOD a -100°C.

Figura 37 - Curva força versus abertura da ponta do entalhe do ensaio de CTOD a -120°C.

Figura 38 -Curva força versus abertura da ponta do entalhe do ensaio de CTOD a -190°C.

5.5 Ensaio de impacto

Os resultados do ensaio de impacto, estão determinados na Tabela 11. A **Erro! Fonte de referência não encontrada.39**, demonstra os efeitos da temperatura nos valores da tenacidade, e apesar da variação das temperaturas criogênicas do ensaio, a variação na tenacidade não foi significativa, demonstrando a boa ductilidade do Inconel 625.

Tabela 11 - Resultados do ensaio de Impacto.

Temperatura do ensaio	Energia absorvida (J)			Média (J)
-100°C	174	231	220	208
-120°C	276	223	228	242
-196°C	212	194	210	205

Figura 39: Resultados do Impacto Charpy-V versus Temperatura.

5.6 Ensaio de metalografia

Na Figura 40 há uma micrografia típica do Inconel 625 no estado solubilizado, a microestrutura é composta de grãos axiais com um tamanho médio de grão de 81 μm com maclas de recozimento [39].

Figura 40 – Micrografia do Inconel 625 no estado solubilizado.

Fonte: autor da tese.

Conforme pode-se observar nas micrografias da Figura 41, foi encontrada uma solução sólida gama (austenita), precipitados não contínuos provavelmente de carbonetos no contorno de grão e não foi verificada qualquer presença de fase deletéria.

O tamanho médio de grão encontrado foi de 7 (31,8 μm) a 8 (22,5 μm), conforme norma ASTM E112-13 [40], demonstrando uma granulometria muito baixa, efeito do processamento termomecânico e seus respectivos parâmetros de processo, como temperatura de forjamento, tratamento térmico e laminação a frio.

Como o material de partida iniciou-se com tamanho de grão de 81 μm , foi observada grande diminuição no tamanho de grão para 22,5 μm até 31,8 μm .

Figura 41 –Micrografia do Inconel com 100x de ampliação do lado superior e 500x de ampliação do lado inferior.

Fonte: resultado do ensaio realizado pelo autor.

O achatamento dos contornos de grãos causado por deformações à baixas temperaturas pode ser observado na micrografia da Figura 34, fenômeno já verificado por Li e outros [41].

Foram observados também, indícios de recristalização dinâmica na microestrutura, uma vez que, quando a temperatura de deformação é realizada abaixo de 1150°C , o material não tem sido totalmente recristalizado durante o processo.

Como o Inconel 625 foi previamente conformado a quente, com o aquecimento do material em temperaturas inferiores a 1150°C , a observância de formação de estruturas com pequenos grãos ao longo dos contornos de grão é justificável.

As micrografias da Figura 42**Erro! Fonte de referência não encontrada.** e Figura 43 apresentam material tipicamente forjado a temperaturas de trabalho inferiores a 1150°C , situação já estudada por Guo e outros[4].

As micrografias da Figura 42 e Figura 43, foram realizadas após a etapa de forjamento na temperatura de 1050°C, pode-se observar a nucleação de pequenos grãos em torno de um maior.

Com o aumento da temperatura de deformação, a fração volumétrica de grãos recristalizados aumenta, são observados ao longo dos contornos de grãos e formam estruturas de colares.

Quando a temperatura de deformação aumenta para 1150°C, a amostra tem sido completamente recristalizada durante o processo.

Tipicamente, a plasticidade do material aumenta até um pico máximo e então gradualmente diminui ou mesmo mantém a alta zona de tensão constante.

Tais comportamentos plásticos do Inconel 625, junto com a baixa energia de falha de empilhamento, indicam que o trabalho a quente é acompanhado com a recristalização dinâmica.

Em mais baixas temperaturas (900°C), a curva de plasticidade exibe um alto pico de tensão com um alto pico de deformação.

Após o pico de tensão, a plasticidade se mantém constante com o aumento da deformação, indicando que o trabalho de recuperação do material é insignificante.

A maiores temperaturas (950, 1000°C), o trabalho de recuperação da microestrutura é mais significativo embora os picos de tensão e de deformação ainda são altos.

Quando a temperatura de deformação aumenta para 1050-1200°C, um estado regular é alcançado depois de pequeno pico de tensão e deformação com uma pequena recuperação do material.

O pico de tensão e a correspondente pico de deformação diminuem com o aumento da temperatura de deformação, que é consistente com o que é registrado para superligas de níquel [42].

Dessa forma foi escolhida a temperatura de conformação de 1050°C, para garantir as propriedades mecânicas do material e uma máxima dureza de 35 HRC.

Figura 42 – Micrografia do Inconel com aumento de 100x.

Figura 43— Micrografia do Inconel 625 com aumento de 500x.

Na Figura 44 foi avaliado o nível de inclusões do material, conforme norma ASTM E 45/2018 [43], a avaliação foi realizada com um aumento de 100 vezes na orientação longitudinal.

Figura 44 – Microinclusão do Inconel 625.

Os resultados das microinclusões são apresentados da Tabela 12, devido aos baixos teores de enxofre do material, carbono e pela própria prática de fundição do Inconel 625, não se tem níveis de inclusões na liga, o que foi observado na Figura 44 são carbonetos e carbonitretos, mas sem qualquer nível de inclusões. De um modo geral as inclusões não metálicas reduzem a resistência à fadiga do Inconel 625.

A concentração e localização de tensões na interface entre a inclusão e a matriz dão origem à iniciação da fratura por fadiga, isto decorre da contração térmica diferenciada das inclusões em relação à matriz durante o resfriamento e da concentração de tensões aplicadas remotas devido à diferença entre as constantes elásticas das inclusões e da matriz.

Como resultado destas tensões iniciam-se trincas na interface entre a inclusão e a matriz ainda durante a deformação a quente.

O efeito das inclusões na iniciação das trincas de fadiga depende da composição química, do tamanho, da densidade, da localização em relação à

superfície e da morfologia das inclusões, assim o fato da composição química do Inconel 625 com seus baixos teores de fósforo, enxofre e carbono que não possibilitam a formação de microinclusões contribuem com a resistência a fratura do material.

Tabela 12 - Resultados dos níveis de inclusões do Inconel 625.

Microinclusões		
Tipo	Série	Nível
A	FINA	ISENTO
A	GROSSA	ISENTO
B	FINA	ISENTO
B	GROSSA	ISENTO
C	FINA	ISENTO
C	GROSSA	ISENTO
D	FINA	ISENTO
D	GROSSA	ISENTO

A Figura 45 apresenta a análise em MEV das superfícies de fratura no estágio inicial da propagação da trinca.

Devido as boas características de ductilidade do Inconel 625, foi possível visualizar estrias, mesmo na etapa inicial.

O estágio I do processo de fratura corresponde a fase inicial da formação de trincas e tem como característica uma microtrinca nucleada em condição estável e começa a se propagar de forma muito lenta.

A taxa de propagação da trinca neste estágio é da ordem de angstroms por ciclo e a duração desse estágio pode representar de zero até noventa por cento da vida útil da peça ou do componente, dependendo do nível de tensão e das características do material.

Dessa maneira, foi possível verificar a propagação de trinca através do interior dos grãos, com a direção da propagação no mesmo sentido do crescimento dos grãos.

As estrias são bem refinadas e presentes no interior dos grãos, conforme pode ser observado na Figura 45.

Morfologia similar foi observada no trabalho desenvolvido por Ganesh e outros [44], com o mesmo comportamento de propagação da trinca na direção de crescimento dos grãos.

Figura 45 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no início da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C respectivamente.

Fonte: autor da tese (ensaio realizado no IPEN via MEV, pelo autor).

Em regiões intermediárias, conforme pudemos observar na Figura 46, a propagação da trinca independe da orientação dos grãos, uma vez que a propagação é preferencialmente transgranular.

As imagens revelam estrias com maiores espaçamentos, isto é, estrias formadas como consequência de uma grande deformação plástica localizada na frente da trinca.

Nessa região, o micromecanismo de propagação de trinca pode ser definido como o mesmo estudado por Laird[45] ou Gross[46].

Figura 46 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no estágio intermediário da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C respectivamente.

Fonte: autor da tese (ensaio realizado no IPEN via MEV, pelo autor).

No estágio final observado na **Erro! Fonte de referência não encontrada.47**, foi analisada a morfologia da fratura final, pode-se verificar que a propagação da trinca se torna instável e, é observada a presença de microvazios coalescidos, o que caracteriza a ruptura típica para materiais dúcteis.

O aspecto alveolar – “dimples” – observado na superfície de fratura é quem caracteriza o tipo de fratura dúctil e evidencia a deformação plástica em escala microscópica.

Figura 47 - Morfologia da Fratura do ensaio de CTOD no estágio final da propagação da trinca com aumento de 1500x, da esquerda para a direita são fractografias referentes ao ensaio de CTOD nas temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C .

Fonte: autor da tese (ensaio realizado no IPEN via MEV, pelo autor).

Outra observação feita através dos corpos de prova fraturados, conforme Figura 48, é que a medida que a temperatura do ensaio decai, a região intermediária aumenta como resultado da perda de ductilidade do material. O aspecto da fratura varia com a temperatura de ensaio, é observado um aumento percentual da fratura fibrosa na região central dos corpos de prova, conforme ilustrado na Figura 48.

O início da fratura dúctil ocorre na zona fibrosa. Ela corresponde à propagação estável da fissura, isto é, sob cargas crescentes, e se localiza na região de maior triaxialidade de tensões, ou seja, no centro do corpo de prova.

Figura 48 – Fotos dos corpos de prova fraturados do ensaio de CTOD, da esquerda para a direita são os corpos de prova referentes as temperaturas de -100°C , -120°C e -190°C respectivamente.

Fonte: autor da tese.

6 CONCLUSÕES

1- A ruptura apresentada por “dimples” apresentou uma sequência de três estágios, sendo eles nucleação, crescimento e coalescência de microvazios por quebra ou decoesão das partículas de segunda fase com a matriz.

2- Os resultados das propriedades mecânicas tem forte relação com a microestrutura final obtida, com um tamanho médio de grão de 7 e 8, isenção de microinclusões e com o processo termodinâmico realizado. Observamos os efeitos das taxas de deformação no trabalho a quente e mecanismos de nucleação de recristalização dinâmica para temperaturas de forjamento abaixo de 1150°C. O tamanho e a fração volumétrica dos grãos da dinâmica de recristalização no trabalho a quente aumenta com o aumento da taxa de redução segundo Qingmiao, Guo et al[47]. Os grãos recristalizados dinamicamente também tem a influência da temperatura de forjamento, aumentando com a temperatura de deformação[41]. Assim a temperatura de forjamento utilizada nesse trabalho, associada com a taxa de deformação, permitiram a obtenção de uma microestrutura com tamanho médio de grão pequeno (7 e 8 conforme ASTM E112) o que proporcionou propriedades mecânica diferenciadas para o Inconel 625.

3- Apesar do aumento da resistência mecânica do Inconel 625, pelo processo de encruamento, com um ganho de propriedades mecânicas de um limite de escoamento de 467,58 MPa para 787 MPa, não foi notado um decréscimo na ductilidade do material, o que representava uma das preocupações no início do trabalho para aplicações estruturais.

4- Os resultados dos ensaios de impacto *charpy*, demonstram que para temperaturas de até -190°C, o material não apresenta um comportamento frágil, não há zona de transição e uma perda significativa na tenacidade do material.

5- Mediante a todos os resultados obtidos, pode-se afirmar que o aumento da resistência do Inconel 625 pelo processo de encruamento, não impossibilita sua aplicação para temperaturas criogênicas, mantendo sua capacidade de se deformar apreciavelmente antes de se romper. Esse trabalho

demonstra que dependendo do tamanho do defeito tipo trinca, o comportamento do Inconel 625, não irá levar o componente estrutural a uma fratura catastrófica para tensões normais de serviço, permitindo o uso do componente trincado com certo grau de segurança.

6- A medida que se diminui a temperatura do ensaio do CTOD, ocorre a diminuição da componente plástica da abertura da boca do entalhe, como resultado de uma maior fragilidade do material quando submetido a menores temperaturas. Apesar das condições rigorosas dos ensaios, com temperaturas criogênicas, foi observado um crescimento estável da trinca com resultados próximos aos obtidos segundo o artigo de Yeni e Koçak[38], levando-se em consideração as diferenças de temperaturas nos ensaios realizados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MITTRA, J.; DUBEY, J. S.; BANERJEE, S. Scripta Materialia. **Acoustic emission technique used for detecting early stages of precipitation during aging of Inconel 625**, n. 49, 2003. 1209-1214.
2. AHMAD, M. et al. Journal of Alloys and Compounds. **Cracking during solidification of diffusion bonded Inconel 625 in the presence of Zircaloy-4 interlayer**, n. 457, 2008. 131-134.
3. CORPORATION, S. M. **Catálogo Inconel Alloy 625**, 06 Janeiro 2006.
4. GUO, Q. et al. Journal of Nuclear Materials. **The effect of deformation temperature on the microstructure evolution of Inconel 625 superalloy**, Beijing, 2011. 440-450.
5. GAO FENG, T. et al. Materials and Design. **Experimental and simulation on the grain growth of P/M nickel-base superalloy during the heat treatment process**, Bijing, 30, 2009. 433-439.
6. GUO, S. et al. Journal Material Science. **Investigation on hot workability characteristics of Inconel 625 superalloy using processing maps**, Beijing, 47, 2012. 5867-5878.
7. TATSUYA, F.; KIWAMU, S.; , K. S.-I. The Journal of Supercritical Fluids. **Effect of pressure on corrosion of Inconel 625 in supercritical water up to 100 Mpa with acids or oxygen**, 95, 2014. 285-291.
8. H.X., H.; Y.G., Z.; C.P., Q. Nuclear Engineering and Design. **Comparison of Inconel 625 and Inconel 600 in resistance to cavitation erosion and Jet Impingement erosion**, Shenyang, 240, 2010. 2721-2730.
9. AZARMI, F.; SALIMI JAZI, H. R. Surface & Coatings Technology. **Grain Growth and pore elimination in Inconel 625 deposited by APS**, Dakota, 2015. 3-6.
10. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM B446. **Standard Specification for Nickel-Chromium-Molybdenum-Columbium Alloy (UNS N06625), Nickel-Chromium-Molybdenum-Silicon Alloy (UNS N06219), and Nickel-Chromium-Molybdenum-Tungsten Alloy (UNS N06650) Rod and Bar**, 2003.
11. INSTITUTE, N.
<https://www.nickelinstitute.org/NickelUseInSociety/AboutNickel.aspx>. **NIDI**. Acesso em: 08/02/2017.
12. FILHO, E. B. et al. **Conformação dos Metais**. 6a. ed. Campinas: Unicamp, 2011.
13. CALLISTER JR, W. D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais**. segunda edição. ed. Utah: LTC, 2005.
14. HELMAN, H.; CELTLIN, P. R. **Fundamentos da conformação mecânica dos metais**. segunda edição. ed. [S.l.]: Artliber, 2010.

15. BARENBLATT, G. I. Advances in Applied Mechanics. **The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture**, VII, 1962. 55-129.
16. DUGDALE, D. S. Journal of the Mechanics and Physics of Solids. **Yielding in steel sheets containing slits**, 8. 100-104.
17. IRWIN, G. R. Sagamore Research Conference Proceedings. **Plastic zone near a crack and fracture toughness**, 4, 1961.
18. HUTCHINSON, J. W. Journal of the Mechanics and Physics of Solids. **Singular behavior at the end of a tensile crack tip in a hardening material**, 16, 1968. 13-31.
19. RICE, J. R. Journal of Applied Mechanics. **A path independent integral and the approximate analysis of strain concentration by notches and cracks**, 35, 1968. 379-386.
20. RICE, J. R.; ROSENGREN, G. F. Journal of the Mechanics and Physics of Solids. **Plane strain deformation near a crack tip in power-law hardening material**, 16, 1968. 1-12.
21. MANESCHY, J. E.; MIRANDA, C. A. D. J. **Mecânica da Fratura na Indústria Nuclear**. Rio de Janeiro: Eletrobras Eletronuclear, 2014.
22. FORTES, C. Mecânica da Fratura. **ESAB**, São Paulo, Outubro 2003.
23. PETROBRAS. <http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/pre-sal>. **Petrobrás**, 13 fev. 2017.
24. LIU, M. et al. Journal of Iron and Steel Research, International. **Grain Growth Behaviour of Inconel 625 Superalloy**, n. 23, 2016. 1111-1118.
25. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E415. **Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry**, 2017.
26. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E1086. **Standard Test Method for Analysis of Austenitic Stainless Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry**, 2014.
27. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E18. **Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**, 2017.
28. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM A370. **Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products**, 2015.
29. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E399. **Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K_{IC} of Metallic Materials**, 2017.
30. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E1290-02. **Standard Test Method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture Toughness Measurement**, 2002.
31. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E647-15. **Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates**, 2015.

32. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E23-16b. **Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials**, 2016.
33. CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica**. 2a. ed. São Paulo: McGraw-Hill Ltda, v. I.
34. SUKUMARAN, A.; GUPTA, R. K.; KUMAR, A. Journal of Materials Engineering and Performance. **Effect of Heat Treatment Parameters on the Microstructure and Properties of Inconel-625 Superalloy**, n. 26, 13 Junho 2017. 3048-3057.
35. DIETER, G. E. J. **Mechanical Metallurgy**. International Student Edition. ed. Philadelphia: McGraw-Hill Kogakusha, LTD.
36. KHOR, W. et al. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. **Measurement and prediction of CTOD in austenitic stainless steel**, London, 26 julho 2016.
37. LEE, S. G. et al. Materials Science & Engineering A. **Effects of Ni and Mn addition on critical crack tip opening displacement (CTOD) of weld-simulated heat-affected zones of three high-strength low-alloy (HSLA) steels**, Pohang, 25 Abril 2017. 55-65.
38. YENI, C.; KOÇAK, M. Fatigue Fracture Engineering Material Structure. **Fracture Toughness analysis of laser-beam-welded superalloys Inconel 718 and 625**, Izmir, n. 2006, 31 Janeiro 2005. 546-557.
39. GUO, S. et al. Journal Material Science. **Investigation on hot workability characteristics of Inconel 625 superalloy using processing maps**, Beijing, 24 abril 2012. 5867-5878.
40. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E112. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**, 2013.
41. LI, D. et al. Materials and Design. **The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 Superalloy**, Beijing, n. 32, 31 Maio 2010. 696-705.
42. LI, D. et al. Materials and Design. **The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy**, Bijing, 6 agosto 2011. 696-705.
43. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. ASTM E45. **Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel**, 2018.
44. GANESH, P. et al. Materials Science and Engineering A. **Fatigue and Fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures**, Indore, 11 agosto 2010. 7490-7497.
45. LAIRD, C. FORD Scientific Laboratory. **The influence of metallurgical structures on the mechanism of fatigue crack propagation**, Dearborn, 1966.
46. GROSS, T. S. Metals Handbook. **Micro mechanisms of monotonic and cyclic crack growth**, 19, 1996.
47. QINGMIAO, G. et al. Rare Metals. **Nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in Inconel 625 superalloy deformed with different strain rates**, Beijing, 31, n. 3, 21 junho 2012.

48. METAIS, A. B. D. **Análise de Fraturas**. 5a. ed. São Paulo: ABM.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

**O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada
à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela
Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do
Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação.**