UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE ESCOLA DE ENGENHARIA MESTRADO PROFISSIONAL EM MONTAGEM INDUSTRIAL

FRANCISCO CARLOS PINTO MONTEIRO

AVALIAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316L EMPREGADO NOS CONECTORES DE MANGUEIRAS DE ALTA PRESSÃO SUBMETIDOS AO PROCESSO *SWAGING*

> Niterói, RJ 2017

FRANCISCO CARLOS PINTO MONTEIRO

AVALIAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316L EMPREGADO NOS CONECTORES DE MANGUEIRAS DE ALTA PRESSÃO SUBMETIDOS AO PROCESSO *SWAGING*

Projeto de Dissertação apresentado ao curso de Mestrado Profissional em Montagem Industrial da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre. Área de Concentração: Montagem Industrial.

Orientadores: Prof. Juan Manuel Pardal, D.Sc. Prof. Carlos Augusto dos Santos, D.Sc.

> Niterói, RJ 2017

FRANCISCO CARLOS PINTO MONTEIRO

AVALIAÇÃO DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA E SUSCEPTIBILIDADE À FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DO AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO AISI 316L EMPREGADO NOS CONECTORES DE MANGUEIRAS DE ALTA PRESSÃO SUBMETIDOS AO PROCESSO *SWAGING*

Projeto de Dissertação apresentado ao curso de Mestrado Profissional em Montagem Industrial da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre. Área de Concentração: Montagem Industrial.

Niterói, 13 de dezembro de 2017.

BANCA EXAMINADORA

Professor: Juan Manuel Pardal, D.Sc. Orientador

Professor: Carlos Augusto dos Santos, D.Sc. Orientador

Professor: Sergio Souto Maior Tavares, D. Sc.

Professor: Humberto Nogueira Farneze, D.Sc.

Niterói, RJ 2017

Aos meus pais Ascensão e Francisco, e especialmente, as minhas filhas Maria Eduarda e Maria Clara.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor, Doutor e Orientador Juan Manuel Pardal pela oportunidade de realização deste trabalho.

Ao Professor, Doutor e Orientador Carlos Augusto dos Santos pela contribuição, observações, construtivas para a realização deste trabalho.

Ao Professor, Doutor e Colaborador Sérgio Souto Maior Tavares pela contribuição, pelos ensinamentos e pelo apoio na realização deste trabalho.

Ao Professor, Doutor Miguel Luiz Ribeiro Ferreira pela presteza e cortesia na liberação do LAMIS – Laboratório de metalurgia e soldagem.

Ao Professor, Doutor Roger Matsumoto Moreira pela sua conduta, orientação, paciência e valiosa ajuda.

A minha família, ELIANE e EDUARDA pelo apoio e incentivo durante esta difícil jornada. A minha filha Maria Clara pelo carinho e dedicação. Também aos irmãos e amigos Paulo Sérgio e Fernando Jorge, tio Manoel Pinto por acreditarem no potencial deste trabalho.

Ao amigo e engenheiro José Alberto M. Chouin da Petrobras pela valiosa e imprescindível ajuda no desenvolvimento desta obra. Pela amizade e solicitude frente aos constantes desafios.

Ao amigo e mestre Marcos Soares pela ajuda na conclusão desta obra.

À Clara Johana Pacheco, LNDC-COPPE, UFRJ pela sua conduta, comprometimento, profissionalismo e valiosa contribuição nas tomadas de medidas de magnetização com o uso do magnetômetro.

À Tabatta Brito pela ajuda, conduta e pela perseverança na realização dos ensaios imprescindíveis para a conclusão deste trabalho de pesquisa.

À Dona Diva pelos conselhos, palavras construtivas, admiração e carinho demonstrados ao longo da minha vida estudantil e carreira profissional.

Ao amigo Narcizo (IN MEMORIAM) pelas palavras, conselhos, incentivos e pela certeza da vitória.

Ao suporte oferecido pelos amigos da equipe de trabalho da Petrobras em particular, ao engenheiro Mateus L. Vieira, pelo convívio sincero e amistoso.

A Taisa Cristina (IN MEMORIAM) pelo incentivo e pelas palavras.

RESUMO

Os aços inoxidáveis austeníticos (AIA) são ligas muito empregadas em componentes de processos industriais, pois fornecem um excelente compromisso entre suas propriedades mecânicas e resistência à corrosão em determinadas condições de serviço. No entanto, certas designações de AIA podem experimentar a transformação da fase austenita para martensita através de um processo de conformação a frio alterando as propriedades supracitadas. A ocorrência desta transformação dependerá da composição química do AIA e do grau de deformação imposto, dentre outras variáveis. No presente trabalho foram avaliadas mudanças na dureza e microestrutura em conetores de AISI 316L quando instalados em mangueiras termoplásticas de alta pressão pelo processo swaging de conformação a frio. Neste contexto, foram realizadas caracterizações de composição química, dureza, difração de raios-X (DRX) e de propriedades magnéticas em determinadas condições de processamento destes conetores. Adicionalmente, através de simulações numéricas mediante uso do software DEFORM 2D foi viável determinar a deformação efetiva produzida no processo swaging. Assim com base nos resultados obtidos na simulação foi possível obter amostras, mediante laminação a frio convencional, com condições de processamento similares e mais exigentes em termos de deformação às do processo supracitado permitindo desse modo efetuar caracterizações complementares por DRX, das propriedades magnéticas e da susceptibilidade de fragilização pelo hidrogênio, tendo em vista que estes conectores fazem parte do sistema de proteção catódica da árvore de natal de plataformas. Os resultados indicam que os valores de dureza obtidos ultrapassam em determinados casos os limites propostos pela norma ISO 13628. Contudo, as análises por DRX e por propriedades magnéticas detectaram pequenas variações na transformação de fases em decorrência do swaging. Finalmente um controle mais estrito na composição química e no acabamento superficial destes conectores resulta ser importante na garantia de seu desempenho, porém foi verificada apenas uma grande susceptibilidade de fragilização na condição de deformação verdadeira de -2,50.

Palavras-chave: Aço inoxidável AISI 316L, Deformação plástica a frio, Martensita, Fragilização pelo hidrogênio.

ABSTRACT

Austenitic stainless steels (ASS) are widely used alloys in industrial process. components as they provide an excellent compromise between their mechanical properties and corrosion resistance under certain service conditions. However, certain ASS designations may undergo transformation of the austenite phase to martensite through a cold forming process by altering the aforementioned properties. The occurrence of this transformation will depend on the chemical composition of the ASS and the degree of deformation imposed, among other variables. In the present work, changes in hardness and microstructure were evaluated in AISI 316L connectors when installed in high pressure thermoplastic hoses by the swaging process of cold forming. In this context, characterizations of chemical composition, hardness, X-ray diffraction (XRD) and magnetic properties were performed under certain processing conditions of these connectors. Additionally, through numerical simulations using DEFORM 2D software, it was possible to determine the effective deformation produced in the swaging process. Thus, based on the results obtained in the simulation, it was possible to obtain samples by conventional cold rolling, similar processing conditions and more demanding in terms of deformation to those of the aforesaid process, thereby allowing complementary characterizations by XRD, magnetic properties and the susceptibility of hydrogen embrittlement since these connectors are part of the cathodic protection system of the platform christmas tree. The results indicate that the hardness values obtained exceed in some cases the limits proposed by ISO 13628. However, the XRD and magnetic properties analyzes detected small variations in the phase transformation due to swaging. Finally, a more strict control of the chemical composition and surface finish of these connectors results in an important guarantee of their performance, but only a great susceptibility of embrittlement in the true deformation condition of -2.50 was verified.

Key words: AISI 316L stainless steel, Cold plastic deformation, Martensite, Hydrogen embrittlement.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	13
2.1	MANGUEIRAS TERMOPLÁSTICAS	.13
2.2	TERMINAÇÕES DE MANGUEIRAS TERMOPLÁSTICAS – CONECTORES	.15
2.2.1	Componentes das Terminações	.15
2.2.2	Conformação a Frio dos Conectores	.17
2.3	AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L	.24
2.3.1	Composição Química	.24
2.3.2	Diagrama de Equilíbrio do Aço Inoxidável Austenítico (Fe-Cr e Fe-Cr-Ni)	27
2.3.3	Propriedades Mecânicas	.30
2.4	TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA – DEFORMAÇÃO PLÁSTICA A FRIO.	.31
2.4.1	Aspectos da Transformação Martensítica	.31
2.4.2	Técnicas de Análise da Transformação Martensítica	.35
2.4.3	Estudo da Influência da Transformação Martensítica	.40
2.5	FRAGILIDADE POR HIDROGÊNIO	.42
2.5.1	Aspectos da Fragilização	.42
2.5.2	Précnica de Análise da Fragilização	.43
2.5.3	Estudos sobre a Fragilização por Hidrogênio	.43
3	MATERIAIS E MÉTODOS	47
3.1	ENSAIO DE DUREZA	.50
3.1.1	ENSAIOS DA PRIMEIRA ETAPA SEQUENCIAL	. 50
3.1.2	ENSAIOS DA SEGUNDA E TERCEIRA ETAPA SEQUENCIAL	.51
3.1.3	ENSAIOS DA QUARTA ETAPA SEQUENCIAL	. 52
3.2	ANÁLISE QUÍMICA	.52
3.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	.53
3.4	FERRITOSCOPIA	.57
3.5	MAGNETIZAÇÃO DE SATURAÇÃO	.57
3.6	FRAGILIDADE POR HIDROGÊNIO	.58
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
4.1	ENSAIO DE DUREZA	.60
4.2	COMPOSIÇÃO QUÍMICA	.63
4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	.65
4.4	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS	.68
4.4.1	Ferritoscopia	.68
4.4.2	Curva de Magnetização	.69
4.5	FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO	.74
5	CONCLUSÕES	76

6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTURO	77
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	78

1 INTRODUÇÃO

A história do petróleo no Brasil é relativamente recente. O início ocorreu nos anos 50 do século passado, a partir das descobertas dos primeiros poços em Lobato no interior da Bahia. A demanda de petróleo no Brasil se acentuou com a industrialização do país na década de 70, quando passou a corresponder a 34% na matriz energética, segundo a Empresa de Pesquisa Energética – EPE (2016). Neste período, as grandes rodovias foram construídas interligando os principais centros urbanos do país.

Desde então muitos avanços foram realizados no setor de óleo e gás, e a demanda do petróleo e seus derivados aumenta ano após ano. A EPE (2017) afirma que tendo como referência o ano-base de 2016, a oferta interna de energia baseada no petróleo e derivados foi de 36,5% e de gás natural foi de 12,3%. Atualmente para o Brasil, a perspectiva mais promissora para exploração de petróleo está localizada a mais de 350 quilômetros de distância da costa brasileira em águas profundas na região do pré-sal. Segundo o Instituto Nacional de Óleo e Gás da Universidade do Estado do Rio de Janeiro (INOG-UERJ, 2015), a previsão de reservas é da ordem de 176 bilhões de barris de petróleo armazenados nesta região.

A indústria de petróleo é diversificada na economia brasileira e pode ser percebida em vários setores, isto é, indústria química, petroquímica, têxtil, transportes, alimentos, e outros. As indústrias do petróleo estão voltadas para o atendimento em grande parte, para as necessidades humanas básicas de consumo. Com isso, vestuário, fibras naturais, tintas, vernizes, vidros, borracha, combustível pneus, metais e muitos outros itens são fabricados.

Ainda sobre extração do petróleo em águas marítimas profundas, é importante destacar o processo de obtenção do óleo e gás e o uso de alguns dos equipamentos utilizados que estabelecem os objetivos de estudo deste trabalho. Cada poço de petróleo está equipado com um equipamento chamado árvore de natal, cuja função é controlar e garantir a segurança do poço. A interligação entre a árvore de natal e a plataforma é realizada através de linhas submarinas (rígidas ou flexíveis) compostas pelas *flowlines* (trecho sobre o leito marinho) e *risers* (trechos suspensos que interligam as *flowlines* às plataformas).

As linhas *flowlines* e *risers* são compostas de linhas de produção (transportam óleo, gás e água de produção), linhas de serviço (circulação de *gas-lift*e circulação de diesel para a limpeza da coluna) e umbilical eletro-hidráulico (injeção química para o poço como inibidores de hidrato e de parafina, fluído hidráulico para o acionamento das válvulas da árvore de natal molhada e cabos de potência com seus pares elétricos de sinal para o acionamento das bombas centrífugas submersas).

Dentro do universo de exploração, vários são os materiais de engenharia empregados. Entretanto, um material que tem encontrado grande aplicação é o aço inoxidável AISI 316L, presente em equipamentos e componentes instalados na plataforma, a saber: tubulações de instrumentação e controle, tubulações de processo aplicadas para escoamento de óleo e gás, conectores de terminações de mangueiras termoplásticas dos umbilicais e anéis RTJ das juntas de tubulação.

Todos estes componentes fabricados a partir do o aço inoxidável AISI 316L desempenham papeis vitais no processo de extração. Logo, entender o comportamento geral das propriedades do aço AISI 316L se faz necessário. Com isso, a possibilidade de formação de martensita induzida por deformação plástica a frio no aço AISI 316L, com o consequente aumento de dureza e, potencial à fragilização por hidrogênio, torna-se importante o acompanhamento detalhado das fases de processamento de componentes mecânicos que empregam tal material.

Sendo assim, O presente trabalho tem como objetivo avaliar a formação de martensita induzida por deformação plástica a frio, durante o processamento dos conectores de mangueiras termoplásticas de alta pressão. Posteriormente, será também verificado a susceptibilidade desses condutores à fragilização por hidrogênio. O perfeito funcionamento dos conectores é imprescindível para impedir o vazamento de fluidos na árvore de natal molhada (ANM), oque levaria a interrupção do funcionamento da ANM e, consequentemente, a parada de produção e impactos ao meio ambiente.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 MANGUEIRAS TERMOPLÁSTICAS

Basicamente, o umbilical é composto das seguintes partes: capa externa de polietileno de alta densidade (1); armadura de aço tipo grade (2), capa interna de polietileno de baixa densidade (3); mangueiras termoplásticas hidráulicas (sem carcaça) para o acionamento de válvulas (4); camadas de cartuchos de borracha para acomodação das mangueiras hidráulicas (5); mangueiras termoplásticas resistentes ao colapso (HCR) para injeção de fluidos (6); capa externa do cabo elétrico de sinal (7); armadura de aço tipo grade do cabo elétrico de sinal (8); capa interna do cabo elétrico de sinal (9) e, no centro do umbilical, os pares elétricos de sinal (10). Em algumas situações, o cabo umbilical pode ser equipado com um feixe de fibras ópticas destinadas a transmissão de dados. A Figura 1 representa a seção transversal de um cabo umbilical, sendo este fabricado de acordo com as necessidades de cada poço (OCEANEERING, 2016).



Figura 1:Seção transversal do umbilical contendo duas mangueiras. Diâmetro interno de ½ polegada tipo HCR (OCEANEERING, 2016).

Segundo a norma API¹ SPEC 17E (2017) as mangueiras termoplásticas presentes na Figura 1 são classificadas em relação ao diâmetro interno e pressão de trabalho. As mangueiras dividem-se em: mangueiras hidráulicas e mangueiras HCR² – *High Colapse Resistance.*

As mangueiras hidráulicas são compostas por um tubo principal (Nylon), uma ou mais camadas de material compósito (fibras aramidas-matriz epóxi) e uma capa externa formada por polímeros (poliuretano ou polietileno) de acordo com a Figura 2. Essas mangueiras têm a função de acionar as válvulas instaladas na árvore de natal submarina, devendo estar sempre pressurizadas quando instaladas no fundo do mar para evitar seu colapso devido às altas pressões externas.



Figura 2: Camadas de uma mangueira hidráulica (OCEANEERING, 2016).

As mangueiras tipo HCR possuem as mesmas camadas das mangueiras hidráulicas. Entretanto, internamente, há uma fita em espiral fabricada de aço inoxidável AISI 304 e denominada carcaça intertravada a qual apresenta uma grande resistência ao colapso, como apresentado na Figura 3. Dessa forma essas mangueiras podem permanecer internamente despressurizadas mesmo a grandes profundidades. As mangueiras HCR destinam-se à injeção de fluidos (anti-incrustante, reagente de absorção de H₂S, desemulsificante) com baixa densidade nos poços perfurados em águas profundas e ultra-profundas (OCEANEERING, 2016).

¹ API – American Petroleum Institute

² HCR- Alta Resistência ao Colapso



Figura 3: Camadas de uma mangueira HCR (OCEANEERING, 2016).

2.2 TERMINAÇÕES DE MANGUEIRAS TERMOPLÁSTICAS – CONECTORES

2.2.1 Componentes das Terminações

A ligação entre a árvore de natal e a plataforma se realiza de duas formas: apenas através de um único umbilical ligando a plataforma ao poço, nos casos de lâminas de água rasas; tramos de umbilicais para condições de águas profundas. No caso de águas rasas, o umbilical estará conectado à árvore de natal e à plataforma. Em águas profundas, além das ligações anteriores, existem as conexões entre terminações de tramos. No caso específico das mangueiras termoplásticas contidas no interior dos umbilicais, as conexões são realizadas por meio de conectores. O conector tem por objetivo garantir uma ligação mecânica robusta entre as mangueiras termoplásticas além de uma perfeita estanqueidade. A seguir, a Figura 4 ilustra um conector conformado com a mangueira instalada pelo processo de fabricação chamado de *swaging* (BAI, 2012).



Figura 4: Conector original com mangueira (AUTOR).

Para os tramos dos umbilicais, as ligações ocorrem através das caixas de ligação, conforme Figura 5.



Figura 5: Umbilical eletro-hidráulico (UEH) e com caixa de emenda entre tramos. (AUTOR).

De acordo com a Figura 6, o conector possui três peças, a saber: a haste, a capa metálica e a porca livre. A haste é o componente interno que efetivamente contém a pressão e é montada na capa metálica através de uma rosca existente na extremidade fechada do seu corpo. A mangueira termoplástica de alta pressão encobre a parte externa da haste, ficando a superfície externa da mangueira em contato com o interior da capa metálica. A capa metálica representa a parte externa do conector e possui um comprimento adequado para acomodar a extremidade da mangueira termoplástica a ser fixada entre a capa metálica e a haste. A porca livre é o componente responsável pela ligação das mangueiras termoplásticas de alta pressão nos encaixes da unidade de potência hidráulica (HPU) localizadas nas plataformas, nas ligações entre tramos do umbilical eletro-hidráulico (UEH) e ao módulo de conexão vertical (MCV) existente na árvore de natal molhada (ANM). A Figura 6 detalha um corte transversal de um conector (MOEBUS, 2015).





2.2.2 Conformação a Frio dos Conectores

A instalação do conector nas extremidades das mangueiras termoplásticas ocorre por prensagem a frio. Um esforço mecânico externo de compressão é aplicado na capa metálica (ferrule) provocando sua deformação plástica, esmagando-o sobre a mangueira e a haste, ou seja, o processo em questão enquadra-se em um processo de conformação mecânica. Na literatura, o processo de conformação dos conectores é denominado *swaging* (DeGarmo, 1997). O *swaging* destina-se em geral a redução da área da seção transversal de barras e tubos, de acordo com Durlu *et al.*(2013). Com isso, o método *swaging* apresenta duas vertentes, isto é, equipamento com ferramenta rotativa e equipamento com ferramenta fixa.

2.2.2.1 Swaging – Ferramenta Rotativa

De acordo com a Figura 7, se observa que no início do processo se encontra um alimentador tipo conjunto de rolos que é semelhante aos utilizados em tornos mecânicos com alimentação continua. Esse conjunto de rolos de alimentação é composto de rolos (*pusher*) apresentando movimentos sincronizados (hidráulico ou pneumático) com o movimento da ferramenta de *swaging*. Após este alimentador, se localiza a ferramenta de *swaging* alojada em uma coroa de sustentação ou mesa. A fieira de acabamento situada após a ferramenta de *swaging* tem a função de calibrar o diâmetro externo das barras ou tubos. Na extremidade final do equipamento, encontram-se os rolos de distribuição (*puller*) e um anel de dispersão de fluidos. Os rolos de distribuição têm a função de tracionar a barra ou tubo enquanto o anel de dispersão aplica um fluído de limpeza e de preservação na barra ou tubo.



Figura 7: Detalhe da Máquina de swaging - ferramenta rotativa (AUTOR).

De acordo com o ASM International Handbook³ (1992) o processo swaging rotativo contempla cinco formas diferentes de máquinas, dependendo do tipo de ferramenta. São eles: máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos estacionária, máquina de matriz estacionária e gaiola de rolos rotativa, máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos rotativa, máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos rotativa, máquina de esmagamento (golpe) sincronizado e máquina de cunhas cônicas. Detalhando cada uma delas, são pertinentes as seguintes informações.

a) Máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos estacionária

A ferramenta da máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos estacionária (ou estampador rotativo padrão) consiste de uma carcaça externa que contém em seu interior os componentes do processo *swaging*, conforme mostra a Figura 8. No

³ ASM International Handbook – American Society for Metals - Manual Internacional

interior da carcaça externa está montada a gaiola de rolos, os rolos e a árvore onde se encontra as barras de trabalho e a matriz (ASM HANDBOOK,1992).



Figura 8: Matriz rotativa e gaiola de rolos estacionária (ASM HANDBOOK, 1992).

A obtenção do produto a partir desta máquina tem início a partir do movimento de rotação das barras de trabalho, conferida pela rotação da árvore. Dessa forma, quando as extremidades das barras de trabalho passam por sobre os rolos, as barras de trabalho empurram as matrizes contra a peça a ser moldada ou trabalhada conferindo-lhes a forma desejada. À medida que as barras de trabalho passem pelos espaços entre rolos ocorre um afastamento das barras de trabalho para que possa ser feita a alimentação da máquina, isto é, o avanço da barra ou tubo. Esta máquina é usada para reduções planas ou retas e para peças circulares com respectivo padrão (ASM HANDBOOK,1992).

b) Máquina de matriz estacionária e gaiola de rolos rotativa

Os componentes da ferramenta de *swaging* desta máquina são semelhantes àqueles apresentados no item anterior, ou seja, gaiola de rolos, rolos, barras de trabalho e matrizes. Neste arranjo as barras de trabalho permanecem paradas enquanto a gaiola de rolos gira conduzida por uma placa acoplada a uma árvore.

Dessa maneira, quando a gaiola de rolos passa com seus rolos por sobre as extremidades das barras de trabalho ocorre à ação de golpear a peça a ser trabalhada e, quando a gaiola de rolos permite que as extremidades das barras de trabalho se alojem nos espaços entre seus rolos, há o afastamento das barras de trabalho, conforme Figura 9. Essa máquina permite a fabricação de peças quadradas em função da ação simultânea e em função de ser uma máquina equipada com quatro barras de trabalho (ASM HANDBOOK, 1992).



Figura 9: Máquina de matriz estacionária e gaiola de rolos rotativa (ASM HANDBOOK, 1992.

c) Máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos rotativa

A concepção da ferramenta empregada na máquina é idêntica àquelas apresentadas nos itens "a" e "b". Entretanto, nessa vertente de máquina de *swaging*, as barras de trabalho e matrizes são montadas em uma árvore que gira lentamente no interior da gaiola de rolos, a qual possui uma rotação elevada, conforme mostrado na Figura 10. Dessa forma, o material é conformado quando as barras de trabalho se encontram abaixo dos rolos presentes na gaiola. Peças com perfil não circular podem ser obtidas por esse processo. Cabe destacar que o equipamento possibilita a fabricação de diversas peças, inclusive com a forma de helicoides por ter como vantagem a combinação entre os movimentos rotativos da árvore e das barras de trabalho (ASM HANDBOOK,1992).



Figura 10: Máquina de matriz rotativa e gaiola de rolos rotativa (ASM HANDBOOK, 1992).

d) Máquina de esmagamento por golpe sincronizado

Na máquina de esmagamento, as barras de trabalho e matrizes permanecem paradas enquanto a gaiola de rolos gira, conforme mostrado na Figura 11. O trabalho de compressão da barra ou tubo é realizado de forma alternada pelos rolos de pressão, ou seja, existe uma defasagem de 90° entre barras de trabalho e de 60° entre rolos. Quando duas barras de trabalho se aproximam as outras duas barras de trabalho se afastam. A vantagem deste processamento, como apresentado na literatura, é a produção de peças com melhor acabamento (ASM HANDBOOK,1992).



Figura 11: Máquina de esmagamento por golpe sincronizado (ASM HANDBOOK, 1992).

e) Máquina de cunhas fechadas

Máquinas de cunhas fechadas são aplicadas quando se requer uma abertura maior das matrizes que a abertura permitida nos casos de *swagers*⁴ tipo rotativo. A máquina consiste de cunhas que forçam as matrizes contra a peça a partir do avanço dessas cunhas, conforme mostrado na Figura 12. Essas cunhas estão posicionadas entre as matrizes e a mesa. As matrizes rotativas são abertas pela ação da força centrífuga, quando as cunhas estão retraídas. Durante esta abertura ocorre a alimentação da máquina com um tubo ou barra a ser trabalhada. Após a alimentação da máquina, as cunhas avançam conferindo assim ao tubo ou barra a forma desejada, sendo em seguida retornada a posição de recuo (ASM HANDBOOK,1992).



Figura 12: Máquina de cunhas fechadas (ASM HANDBOOK, 1992).

2.2.2.2 Swaging - Ferramenta Fixa

Neste processo, a máquina consiste de um pistão hidráulico, um empurrador e um suporte para fieira. A fieira ou matriz é geralmente bipartida, devendo estar devidamente alojado no suporte.

No início da operação, a peça é posicionada na extremidade contendo o empurrador, de acordo com a Figura 13. Na outra ponta da máquina é montada a

⁴ *Swagers*- processo de connformação mecânica com redução de diâmetro.

fieira bipartida com a forma desejada da peça final. Após o cilindro hidráulico ser acionado, a peça é forçada a passar pelo interior da fieira ou então assumir a forma do negativo da fieira.



Figura 13: Esquema de uma máquina de swaging com ferramenta fixa (MOEBUS, 2015).

No caso do conector, objeto de estudo deste trabalho, a capa metálica é forçada a passar pelo interior da fieira, promovendo assim a redução do diâmetro desejada. O conector utilizado pelas mangueiras termoplásticas de alta pressão no presente trabalho é obtido por meio deste tipo de *swaging*.

De acordo com DeGarmo (1997) este processo é normalmente realizado a quente, mas pode ser realizado a frio com a aplicação de lubrificantes. A partir de sequência de fieiras com negativos diferentes é realizada a obtenção de cilindros. O processo se aplica também na fabricação de pescoços para cilindros de gás. A Figura 14 ilustra mostra a sequência de passos com a aplicação do processo de *swaging* em tubo para formar o pescoço de um cilindro de gás.



Figura 14: Sequência do Processo de Swaging (DeGarmo, 1997).

2.3 AÇO INOXIDÁVEL AISI 316L

2.3.1 Composição Química

Os aços inoxidáveis tipo AISI 316L são aços tipo CRA⁵ – *Corrosion Resistent Alloy,* contendo como principais componentes o cromo, níquel e molibdênio. Segundo a literatura, esses aços são assim chamados por reterem, à temperatura ambiente, uma estrutura completamente austenítica. Normalmente contém de 18 a 25% de cromo, de 8 a 20% de níquel e baixa quantidade de carbono (PICKERING, 1978). Estes aços apresentam excelente resistência à corrosão, grande ductilidade e considerável estabilidade estrutural tanto em alta quanto em baixíssimas temperaturas, são estáveis em altas temperaturas, mas a austenita pode se tornar instável em temperaturas muito baixas. O cromo tem como principal função elevar a resistência à corrosão enquanto o níquel, além de melhorar a resistência à corrosão, favorece a tenacidade e a soldabilidade do aço. O molibdênio é responsável por aumentar a resistência mecânica e a fluência à temperatura elevada, além de conferir melhor resistência à corrosão por pites.

Um ponto de atenção é a sua susceptibilidade à corrosão intergranular a qual é causada pelo consumo do cromo para a formação do carboneto, que se precipita nos contornos de grão da austenita. Este fenômeno é conhecido como sensitização.

No aço AISI 304L a formação de martensita α ' induzida por deformação na ponta da trinca pode ser a principal causa para a alta susceptibilidade da fragilização pelo hidrogênio. Nos aços testados a 25°C (LAI *et al.*, 2013). Já para o aço AISI 304, com o aumento no conteúdo de martensita α ' se observa um grande efeito na susceptibilidade ao trincamento (HANNINEM *et al.*, 1980).

As aplicações mais comuns do aço AISI 316L envolvem condições de serviço exigindo alta resistência à corrosão, principalmente a ambientes onde exista o ataque de substâncias corrosivas, tais como ácidos sulfúricos, ácidos sulfurosos, banhos clorados, soluções alcalinas, soluções salinas (ASM, 2008).

O grau 316L se diferencia pelo teor de carbono mais baixo (0,03% máximo) para melhorar a resistência à corrosão intergranular (TAVARES, 2015).

⁵ CRA – Liga de Resistência à Corrosão.

Na Tabela 1 se encontra o detalhamento da composição química desse aço.

Tabela 1: Composição química do aço AISI 316L (ASM – INTERNATIONALHANDBOOK, 1992).

	Composição (%)									
Tipo	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	Мо	Ν	
316L	0,03 Máx.	2,0	0,045	0,03	1,0	16,0 - 18,0	10,0 - 14,0	2,0	-	

Quanto às propriedades dos elementos químicos do aço AISI 316L são apresentadas conforme Tabela 2.

Tabela 2: Propriedades dos elementos químicos do aço AISI 316L (CHIAVERINI, 1982).

Propriedades	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	Мо
Aumenta a Dureza	Х	Х	Х		Х			
Aumenta a Resistência Mecânica	Х	Х	Х		Х			
Diminui a Ductilidade	Х		Х	Х				
Diminui a Soldabilidade	Х							
Desoxidante		Х			Х			
Anticorrosivo						Х		Х
Aumenta a Temperabilidade						Х		Х
Teor ≥ 11%						Х		
Elemento Austenitizante	Х	Х					Х	

A microestrutura de um aço inoxidável está relacionada principalmente à composição química deste aço e ao tratamento térmico sofrido pelo material. Assim, os elementos químicos presentes na composição química favorecem a formação de ferrita ou a formação de austenita na estrutura do aço (TAVARES, 2015).

ELEMENTOS FORMADORES DE FERRITA	ELEMENTOS FORMADORES DE AUSTENITA		
Ferro	Níquel		
Cromo	Nitrogênio		
Molibdênio	Carbono		
Silício	Manganês		
Nióbio	Cobre		
Alumínio	Cobalto		
Titânio			
Tungstênio			

Tabela 3: Elementos que favorecem a formação de Ferrita e de Austenita.

A influência que os elementos de liga provocam nas características mIcroestruturais dos aços inoxidáveis pode ser avaliada em função do cromo equivalente (Cr_{eq}) e do níquel equivalente (Ni_{eq}).

As expressões do, segundo Padilha & Guedes (2004) foram obtidas de forma empírica e podem ser descritas por:

$$Ni_{eq} = Ni + 0.5(Mn) + 30(C) + 25(N) + 3(Cu) + 1(Co)$$
(1)

 $Cr_{eq} = %Cr + 2(\%Si) + 1,5(\%Mo) + 5,5(\%Al) + 1,75(\%Nb) + 1,5(\%Ti)$ (2) + 0,75(%W) + 5(%V)

Considerando a composição química especificada para o material em estudo, isto é, da capa metálica do conector estudado e que é o objeto deste trabalho, tem-se os seguintes valores típicos.

Cr_{eq} = 23,3 (valor máximo) Ni_{eq} = 15,5 (valor máximo)

A razão Creq/Nieq representa o valor máximo limitante onde ocorre a solidificação da liga sem a presença de ferrita delta ou seja, se teria apenas austenita como fase primária na solidificação. A equação (3) abaixo representa este valor.

$$\frac{Cr_{eq}}{Ni_{eq}} = 1,50\tag{3}$$

O número de ferrita (FN - *Ferrite Number*) pode ser usado para estabelecer a sensibilidade para a retenção da ferrita delta nos aços inoxidáveis através da análise química em peso (%). Através da expressão 4 se obtém o valor do número de ferrita (FOFANOV & RIEDNER, 2001)

$$FN = 3.34 \cdot (1.5Si + Cr + Mo + 2Ti + 0.5Nb) - 2.46 \cdot (30 \cdot (C+N) + 0.5 \cdot (Mn + Cu + Co) + Ni) - 28.6.$$
(4)

2.3.2 Diagrama de Equilíbrio do Aço Inoxidável Austenítico (Fe-Cr e Fe-Cr-Ni)

De acordo com Padilha & Guedes (2004) a disponibilidade de diagramas quaternários e com maior número de componentes é muito restrita em termos do diagrama de fase do aço inoxidável AISI 316L. Dessa forma, os diagramas de equilíbrio Fe-Cr e Fe-Cr-Ni oferecem uma orientação valiosa sobre as possíveis fases que podem ocorrer nesse material.

O diagrama de equilíbrio Fe-Cr detalhado na Figura 15 mostra que para qualquer relação Fe-Cr a solidificação se inicia com a formação de uma fase cúbica de corpo centrado. Neste diagrama pode ser observado que para teores acima de 12,7% de cromo a fase presente é ferro α . Desta forma o aumento do Cr causa uma expansão do campo da ferrita α e reduz o campo da austenita (PADILHA & GUEDES, 2004).

O campo de ocorrência da austeníta neste sistema é limitado a uma faixa de temperaturas situada entre 850 e 1400°C, para um teor máximo de cromo em solução sólida de 12,7%, a partir do qual, a qualquer temperatura, haveria a presença de ferrita. A expansão do domínio da fase Y pode acontecer através da adição de elementos que aumentem a estabilidade da austenita, como o níquel, o cobalto, o manganês, o cobre (PICKERING, 1976) e os elementos intersticiais carbono e nitrogênio (PADILHA & GUEDES, 2004; ASM HANDBOOK, 2004).



Figura 15: Diagrama de equilíbrio Fe-Cr (PADILHA & GUEDES, 2004).

A presença de pequenos teores de carbono e nitrogênio indica que são fortes estabilizadores da austenita e suficientes para ampliar o campo austenítico, aumentando a solubilidade do cromo na fase Y Dependendo da combinação das quantidades de carbono e nitrogênio, por exemplo, 0,19% C e 0,02%N ou 0,25%N e 0,05%C, a solubilidade do cromo na fase austenítica pode chegar até 26% (DEMO, 1977; XU et al., 2008). Segundo Padilha & Guedes (2004) há outras combinações de teores de carbono e nitrogênio que promovem a ampliação do domínio austenítico no sistema Cr-Fe. O carbono é o elemento estabilizador natural da austenita. Porém, este elemento químico em grandes quantidades pode comprometer algumas propriedades peculiares dessa classe de aços, como por exemplo, a alta tenacidade, a boa soldabilidade e a resistência à corrosão, além da necessidade de tratamentos térmicos de alta temperatura para dissolução de carbonetos, o que poderia levar ao crescimento excessivo do grão austenítico com as consequentes implicações associadas a essa condição (PICKERING, 1976). A Figura 16 apresenta a influência das combinações de teores de carbono e nitrogênio no campo austenítico.



Figura 16: Ampliação do campo austenítico no sistema Fe-Cr (PADILHA & GUEDES, 2004).

Observando o diagrama pseudo-binário Fe-18%Cr-Ni ilustrado na Figura 17, para teores de níquel inferiores a 1,0% ou 1,5% o material apresenta uma estrutura completamente ferrítica para qualquer temperatura entre a temperatura ambiente e a temperatura de início de fusão, 1538°C. Para teores mais elevados de níguel, existe uma faixa de temperatura em que a liga é bifásica ($\Upsilon + \delta$), que se amplia com o aumento do teor de níguel. Finalmente, acima de 3,5% de níguel existe um intervalo de temperatura que a liga se torna completamente austenítica e que se amplia com maiores teores de níquel. Acima de 3,5% de níquel a temperatura de início de martensita é diminuída. E, até cerca de 7,0 a 8,0%Ni, esta temperatura permanece acima da temperatura ambiente e o aço pode ser considerado do tipo martensítico. E, quando os teores de níquel apresentarem valores superiores a este nível será possível manter a estrutura austenítica à temperatura ambiente. Dessa forma, as ligas de aços inoxidáveis austenítícos terão valores superiores a 18% de cromo e 8% de níguel (MODENESI, 2001). Segundo Modenesi (2001) a seção vertical do diagrama Fe-Cr-Ni com 18% de cromo e com teor de carbono inferior a 0,03% se apresenta conforme diagrama pseudo-binário ilustrado na Figura 17.



Figura 17: Diagrama pseudo-binário Fe-18%Cr-Ni (MODENESI, 2001).

2.3.3 Propriedades Mecânicas

Os aços inoxidáveis austeníticos são geralmente usados após um tratamento térmico de solubilização, isto é, são aquecidos a temperaturas entre 1000° C e 1100° C e resfriados rapidamente em água. Portanto, a estrutura CFC oferece boas propriedades mecânicas aos aços inoxidáveis austeníticos. Esta classe de aço apresenta uma excelente resistência à corrosão e grande ductilidade o que os torna atrativos para uma vasta gama de aplicações. Uma característica que se restringe aos aços inoxidáveis austeníticos estáveis é que eles não apresentam temperatura de transição dúctil-frágil, sendo então utilizados em aplicações criogênicas. Os aços inoxidáveis austeníticos possuem grande capacidade de encruamento, isto é, o aumento da tensão necessária para deformar o material devido ao aumento da deformação. Esse alto valor do coeficiente de encruamento dos aços inoxidáveis austenítica desses aços e a formação de martensita durante a deformação plástica a frio. O primeiro fator é o responsável pela grande susceptibilidade dos aços inoxidáveis austeníticos à corrosão sobtensão (TAVARES,

2015). Ainda segundo a literatura, estes aços apresentam um elevado alongamento uniforme quando submetidos a esforços de tração, isto é, alta relação σ_{LR}/σ_{LE} (limite de resistência / tensão limite de escoamento.

O aço AISI 316L possui boa conformabilidade a frio e pode apresentar leve magnetismo que se eleva em função do grau de deformação a frio devido à formação da martensita induzida por deformação. As propriedades mecânicas do aço AISI 316L são apresentadas conforme Tabela 4.

Tabela 4: Propriedade Mecânicas do Aço Inoxidável AISI 316L. (ASTM – INTERNATIONAL A312 /
A312M-16, 2015).

Requisitos de Tração							
	Resistência à	Resistência ao	Alongamento em 2 pol ou				
Grau	Tração (MPa)	Escoamento	50mm, mínimo, (%)				
		Mínimo (MPa)	Longitudinal	Transversal			
AISI 316L	485	170	35	25			

2.4 TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA - DEFORMAÇÃO PLÁSTICA A FRIO

2.4.1 Aspectos da Transformação Martensítica

Uma fase pode ser definida como uma porção homogênea de um sistema que possui características físicas e químicas homogêneas. Em ligas metálicas, o número de fases presentes caracteriza sua microestrutura e, consequentemente, suas propriedades mecânicas (CALLISTER, 2012).

Segundo Hosford (2005) as transformações de fase, no estado sólido, geralmente envolvem alterações da microestrutura do material, de acordo com a ocorrência de nucleação e crescimento e a ocorrência de variação na composição química, e podem ser classificadas em quatro tipos:

1 - Reações que requerem nucleação e crescimento com variação na composição química, e incluem:

 Reações com precipitação: α'→α + β, onde α' é uma solução sólida supersaturada; • Transformação eutetóide: $\alpha \rightarrow \beta + \gamma$.

2 - Reações que envolvem nucleação (ocorre no estado sólido) e crescimento sem variação na composição química, que incluem:

- Ordem-desordem: $\alpha \rightarrow \alpha'$;
- Transformação massiva, que é uma transformação de uma liga com uma estrutura cristalina para outra (por exemplo: ferro γ, para ferro α).

 3 - Reações que ocorrem por nucleação e por cisalhamento da rede cristalina, sem variação na composição química:

> Transformação martensítica. Não há variação na composição química e nem crescimento.

4 - Transformações que podem ocorrer por crescimento sem um estágio inicial de nucleação:

Decomposição Espinoidal: α→α' + α". Esta reação envolve a separação gradual de uma fase em duas fases. Esta precipitação ocorre por um mecanismo de decomposição espinoidal pelo qual a ferrita se decompõe em uma ferrita rica e outra pobre em cromo (NOVIKOV, 1994).

Os aços inoxidáveis austeníticos podem ser classificados como estáveis, retêm a estrutura austenítica mesmo após considerável deformação a frio até uma temperatura relativamente baixa (próxima à temperatura ambiente), ou metaestáveis, transformam a estrutura austenítica para martensítica diante da deformação plástica a frio (COSTA e SILVA & MEI, 1988).

A metaestabilidade desses aços aumenta com a diminuição do valor da energia de falha de empilhamento do material (EFE), a qual depende da composição química do aço. Falhas de empilhamento são defeitos cristalinos gerados durante a deformação plástica e ocorre mais facilmente nos metais CFC⁶ razão pela qual é estudada extensamente nos aços inoxidáveis austeníticos.

Basicamente, as falhas de empilhamento ocorrem pelo deslizamento de planos cristalinos, em função de uma reação de desagregação de discordâncias. Um metal terá mais ou menos falhas de empilhamento de acordo com a sua energia de falha de empilhamento (EFE). Metais com baixa EFE desenvolvem grandes e numerosas falhas de empilhamento quando deformado plasticamente de acordo

⁶ CFC – Cúbico de Face Centrada

com Tavares *et al.* (2013). Os aços inoxidáveis austeníticos geralmente apresentam baixos ou médios valores de energia de falha de empilhamento, sendo exemplos desses a família de aços da série 300: o aço 304, 316, 304L, 316L. As equações (4) e (5) determinam a EFE em função dos elementos presentes na liga e são representadas pelas seguintes expressões e foram propostas por VITOS *et al.*(2006) e SCHRAM & REED (1975) respectivamente. Outras propostas para determinar a EFE foram elaboradas por BROFMAN & ANSELL (1977), FERREIRA & MULLNER(1998), ALLAIN *et al.*(2004), e LU *et al.*(2016).

$$EFE = 25,7 + 2.(\%Ni) + 410.(\%C) - 0,9.(\%Cr) - 77.(\%N) - 13.(\%Si)$$
(5)
- 1,2.(%Mn) ($\frac{mJ}{m^2}$)

$$EFE = -53 + 6.2.(\%Ni) + 0.7.(\%Cr) + 3.2.(\%Mn) + 9.3.(\%Mo) \qquad (\frac{mJ}{m^2})$$
(6)

A literatura afirma que a transformação martensítica dos aços inoxidáveis austeníticos metaestáveis pode ser compreendida melhor pela análise do sistema Fe-Cr-Ni. Nesse sistema, associados à deformação plástica e adicionalmente aos defeitos cristalinos, duas fases martensíticas podem ser formadas quando os aços inoxidáveis austeníticos são submetidos à deformação plástica, ou seja, as fases ϵ e α '.

A martensita ε (fase *épsilon*) de estrutura hexagonal compacta - HCP, paramagnética; martensita α ' (fase *alfa* linha) de estrutura cúbica de corpo centrado – CCC⁷, ferromagnética e denominada de martensita induzida por deformação a frio (KRAUSS, 2005; PADILHA, 2004; GUEDES, 2004; SMAGA *et al.*, 2008). De acordo com Nishiyama (1978) a formação das fases ε e α ' em aços inoxidáveis austeníticos obedece as seguintes sequências de transformação quando induzida por deformação plástica:

⁷ CCC – Cúbico de Corpo Centrado

Caso 1 – A transformação martensítica ocorre na sequência austenita para martensita ϵ e então com o aumento da deformação a quantidade de martensita ϵ diminui enquanto a martensita α ' é formada ($\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ ').

Quanto à sequência de transformações (MANGONON, 1970; THOMAS, 1970; SPENCER *et al.*, 2004) sugeridas no caso 1, a fase α ' forma-se preferencialmente nas interseções de plaquetas de fase ε com contornos de grão e contornos de macla.

Caso 2 – A transformação martensítica é do tipo "transformação direta", ou seja, da austenita para fase martensítica α' que pode ocorrer através de uma reação de discordâncias.

Os principais resultados da transformação martensítica nos aços inoxidáveis austeníticos são: a composição química da martensita é a mesma da fase matriz austenitica; a transformação é afetada de um aumento de volume; existe uma parcial orientação cristalográfica entre as fases austenítica e martensítica; existe um plano de interface comum entre a martensita e a austenita conhecido como "plano de hábito" e que permanece inalterado durante a transformação (GILAPA, 2011). A Figura 18 ilustra o plano de hábito.



Figura 18: Transformação de placa de martensita para matriz austenítica (COTTRELL, 1982)

2.4.2 Técnicas de Análise da Transformação Martensítica

A análise da transformação martensítica induzida por deformação plástica a frio em aços inoxidáveis tipo AISI 316L são avaliadas por propriedades magnéticas. Atualmente, a quantificação da transformação martensítica induzida por deformação plástica a frio tem sido avaliada pelas seguintes técnicas de medição: difração de nêutrons, medições da densidade, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia, difração de raios-x, ferritoscópio e medições de magnetização com o uso de um magnetômetro de amostra vibrante (VSM⁸ – Vibrating Sample Magnetometer) (BEESE & MOHR, 2009). Dentre estastécnicas em geral, o ferritoscópio e o magnetômetro têm encontrado ampla aplicação. O ferritoscópio fornece como resultado o percentual de martensita presente na amostra, sendo disponibilizado através de valores percentuais de ferrita ou número de ferrita (ferrite number- FN) existindo uma correlação entre ambas as variáveis (ENGESOLDA, 2004). O magnetômetro de amostra vibrante (VSM), por sua vez, estabelece a obtenção do valor de magnetização de saturação (ms) da amostra analisada. O valor dessa variável é utilizado na equação (7) (PARDAL et al., 2015), a qual fornece a fração volumétrica de martensita induzida por deformação a frio, $C\alpha'$.

$$C_{\alpha'} = \frac{m_s}{m_{si}} \tag{7}$$

O valor de m_{si}, magnetização de saturação intrínseca, é calculado pela expressão (8) (m_{si}) baseando-se na composição química do material (RIGMANT *et al.*, 2012). A unidade desta expressão é dada em kA/m. Assim, multiplicando esta expressão por 1000 e dividindo pela densidade do material (7850 kg/m³) obtém-se o valor de m_{si} em A.m²/kg ou emu/g.

$$m_{si} = [21600 - 275(Cr) - 330(Ni) - 280(Mn) - 610(Si) - 260(Mo) - 670(Ti) - 500(Nb) - 630(Al) - 600(V) - 220(W) - 100(C + N) \pm 300]/4\pi \text{ kA/m (G).}$$
(8)

⁸ VSM – Magnetômetro de Amostra Vibrante

Onde:

m_{si} = magnetização de saturação intrínseca.

Para o presente trabalho, o valor de m_{si}, magnetização de saturação intrínseca, calculado e empregando a expressão (8) desenvolvida por Rigmant (2012) para o aço AISI 316L foi de 129,2 A.m²/Kg.

A expressão (8) usada neste trabalho foi validada usando os resultados para a magnetização de saturação intrínseca (m_{si}) obtido experimentalmente por Tavares (2014) para o aço inoxidável AISI 321 de baixo, médio e alto teor de carbono. O valor de 150,2 A.m²/Kg foi encontrado para os aços contendo baixo teor de carbono (Low Carbono - LC⁹), 134,3 A.m²/Kg para os aços contendo médio teor de carbono (Medium Carbon - MC¹⁰) e 120,3 A.m²/Kg para os aços contendo alto teor de carbono (High Carbon - HC¹¹).

Segundo FOFANOV & RIEDNER (2001) a permeabilidade magnética relativa (μ_{rel}) \leq 1,01 define um aço não magnetizável.

A permeabilidade magnética relativa (μ_{rel}) é um número adimensional com um valor de 1, ou seja, representa a permeabilidade magnética em relação a permeabilidade magnética do vácuo (μ_0), $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} [N / A^2]$.

$$\mu_{\text{rel}} = \mu / \mu_0 \tag{9}$$

A permeabilidade magnética μ é a razão entre a indução magnética **B** [T] e a resistência do campo magnético **H** [A/m] obtido a partir da curva de histerese magnética.

$$\boldsymbol{\mu} = \mathbf{B} / \mathbf{H} \tag{10}$$

Outras nomenclaturas para **H** são: "intensidade do campo magnético", "campo magnético" e "campo de magnetização". Outras nomenclaturas para **B** são: "campo magnético" e "densidade de fluxo magnético".

⁹ LC – Low Carbon – baixo carbono

¹⁰ MC – Medium Carbon- médio carbono

¹¹ HC- High Carbon – Alto carbono.
Geralmente, ao invés da indução magnética **B**, é medida a magnetização **I** em Tesla (T).

Esses valores são relacionados por:

$$\mathbf{B} = \mathbf{H} + 4 \, \mathbf{\pi} \cdot \mathbf{I} \tag{11}$$

A magnetização I é proporcional ao campo magnético, segundo a relação (12).

$$\mathbf{I} = \mathbf{\chi} \cdot \mathbf{H} \tag{12}$$

Onde, χ é a susceptibilidade magnética do volume. Este valor é 0 (zero) no vácuo.

Correlacionando as equações 10 e 12, resulta em uma expressão relacionando μ e χ .

$$\boldsymbol{\mu} = 1 + 4 \, \boldsymbol{\pi} \cdot \boldsymbol{\chi} \tag{13}$$

A susceptibilidade magnética está relacionada à permeabilidade relativa através da seguinte equação.

$$\mu_{\text{rel}} = 1 + \chi \tag{14}$$

Normalmente a permeabilidade relativa µrel é medida aplicando um campo magnético em torno de 100 A/cm. Mas, a dependência da permeabilidade relacionada ao campo é pequena nesta faixa. Experimentos mostraram que é usualmente de pouca importância se a medida é feita com 50 ou 500 A/cm (FOFANOV & RIEDNER, 2001).

O princípio de funcionamento de um ferritoscópio baseia-se na perturbação do campo magnético na presença de material ferromagnético. O dispositivo utilizado para medição (Figura 19) é composto de: núcleo de ferro (1), bobina primária (2) e bobina secundária (3). Quando o núcleo de ferro do ferritoscópio entra em contato

com a camada de material ferromagnético da amostra, esse material provoca uma variação no sinal do campo magnético gerado inicialmente pela bobina primária. Esta variação induz uma alteração de voltagem na bobina secundária. O valor da voltagem de saída informado pela bobina secundária é proporcional ao teor da fase ferromagnética da amostra. Esta voltagem é convertida em valores proporcionais e indicada no *display* do equipamento na forma de percentual de martensíta, conforme Figura 20 (FISHER, 2014).



Figura 19: Componentes de um ferritoscópio (PARDAL, 2013).



Figura 20: Medidor de teores de ferrita – FERRITOSCÓPIO (AUTOR).

Quanto ao magnetômetro (VSM – Vibrating Sample Magnetometer), este é composto basicamente de vibrador (1), haste para a movimentação da amostra (2), eletroímã (3), porta amostra (4) e bobinas captadoras (5), de acordo com a Figura 21. Uma fonte fornece corrente elétrica para as bobinas do eletroímã que por sua vez geram um campo magnético na região onde se encontra a amostra. A amostra é fixada na extremidade de uma haste rígida que vibra na direção perpendicular ao campo magnético, podendo ser aplicado também na direção longitudinal à direção de vibração. A outra extremidade da haste é fixada à membrana de um alto falante ou a um vibrador que fornece a frequência de vibração da amostra. A vibração induz uma variação no campo magnético traduzida em uma tensão alternada com a ajuda de um sensor que converte o campo magnético em sinal elétrico e este sinal elétrico é lido pelas bobinas captadoras. Esta tensão induzida possibilita calcular a variação ocorrida no campo magnético gerado inicialmente. Este valor lido é enviado a um computador que armazena esses dados. A capacidade de magnetização da amostra está relacionada com a indução magnética (produção de tensão) e com a intensidade do campo magnético. Assim, quanto maior o teor de martensita formada, maior será a magnitude da variação do fluxo magnético (SAMPAIO, 2000). A Figura 22 mostra o magnetômetro de amostra vibrante (VSM) do laboratório da UFRJ.



Figura 21: Esquemático um magnetômetro de amostra vibrante (PUC - RIO, 2017).



Figura 22: Magnetômetro de amostra vibrante da UFRJ (AUTOR).

2.4.3 Estudo da Influência da Transformação Martensítica

Abreu *et al.* (2007) estudaram a caracterização e a influência da martensita induzida por deformação plástica a frio na resistência a corrosão por pites dos aços inoxidáveis AISI 301LN com baixa energia de falha de empilhamento e AISI 316L com média energia de falha de empilhamento. Os resultados obtidos com o uso do magnetômetro indicam que a magnetização de saturação *aumenta* com o aumento da deformação a frio de ambos os aços. É possível observar ainda que para o aço inoxidável AISI 316L deformado 5% e 26% a magnetização de saturação foi a mesma, ocorrendo um pequeno aumento para a condição de 47% de deformação, conforme Figura 23. Quanto ao aço inoxidável AISI 301LN, expressivas diferenças para o valor da magnetização de saturação foram observadas, quando deformado nos mesmos níveis do aço inoxidável AISI 316L. Em termos da corrosão por pites,

perda de massa, a Figura 24 evidencia o impacto da martensita induzida por deformação no favorecimento de tal corrosão. Uma vez que o aço AISI 301LN apresentou uma maior porcentagem de martensita induzida, ficou susceptível à corrosão por pites. O aço AISI 316L devido à baixa formação de martensita, apresentou índices menores de perda de massa e corrosão por pites.



Figura 23: Curvas de magnetização das amostras dos aços AISI 301LN e AISI 316L após deformação (ABREU, 2007).



Figura 24: Aumento do número de pites com a deformação. (ABREU, 2007).

2.5 FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO

2.5.1 Aspectos da Fragilização

O fenômeno da fragilização é definido como a perda da habilidade do metal absorver energia e, consequentemente, sua capacidade de resistir a uma fratura. Provoca a redução da ductilidade devido à interação entre o hidrogênio atômico e a estrutura atômica do metal que perde a capacidade de se deformar antes de fraturar segundo Hardie *et al.*, (1990). Porém, é necessário que existam átomos de hidrogênio livres (H) em solução sólida presentes na estrutura cristalina do material mediante carregamento eletrolítico ou gasoso (YANG, 2000).

Dentre os mecanismos propostos para descrever a fragilização pelo hidrogênio, os dois mecanismos mais mencionados na literatura são: plasticidade localizada severizada pelo hidrogênio ou *Hydrogen enhanced localized plasticity* (HELP) e perda de coesão severizada pelo hidrogênio ou *Hydrogen Enhanced-decohesion*– HEDE. Exemplos de outras teorias explicando os mecanismos responsáveis pela fragilização por hidrogênio do material são: teoria da fragilização pela formação de hidretos, teoria da pressão, teoria da adsorção, teoria da decoesão, teoria sobre interações do hidrogênio-discordâncias, alterações nas ligações entre átomos de acordo com BERTHIER (2003). O HELP está baseado no fato de que a presença do hidrogênio na rede cristalina aumenta a mobilidade das discordâncias e cria regiões localizadas de alta deformação. O motivo deste aumento de mobilidade está associado à redução das interações elásticas entre discordâncias parciais e possíveis obstáculos devido à presença do hidrogênio (FERREIRA, 1997).

O HEDE se fundamenta no fato de que a redução das forças atômicas nestas regiões faz com que haja uma redução da tensão necessária para separar as faces da trinca. A premissa principal para este fato é que o hidrogênio tem alta solubilidade em campos de tensão como a ponta de uma trinca e isso diminui a tensão necessária para separar as duas metades de um sólido (YANG, 2000).

2.5.2 Técnica de Análise da Fragilização

O ensaio para avaliação da fragilização é ilustrado na Figura 25. Conforme evidenciado na figura, a amostra a ser hidrogenada é soldada a um fio condutor que faz o contato elétrico entre a amostra e a fonte de tensão constante. O eletrodo de platina mergulhado na solução de hidrogenação (ácido sulfúrico, água destilada e óxido de arsênio) e conectado ao polo positivo da fonte de tensão tem por finalidade liberar o hidrogênio presente na solução. Visando aumentar esta liberação de hidrogênio, uma pequena porção de óxido de arsênio (As₂O₃) deve ser adicionada à solução. Em geral, a amostra é mantida na solução pelo tempo de 24 horas. Após ser retirada da solução, a amostra é observada ao microscópio para verificação de trincas no material.

A Figura 25 representa um esquemático de um ensaio de hidrogenação.



Figura 25: Esquemático do ensaio de hidrogenação. (AUTOR).

2.5.3 Estudos sobre a Fragilização por Hidrogênio

A diminuição da EFE, induzida pelo hidrogênio nos aços inoxidáveis austeníticos, é explicada pela formação de martensita ε à temperatura ambiente associada ao carregamento catódico pelo hidrogênio (Hermida *et al.*, 1998). Estudos realizados com os aços AISI 301 e AISI 304 mostraram que as deformações

resultaram em quantidades diferentes de martensita α ' e foi observado um aumento de difusividade e permeabilidade do hidrogênio. (Perng *et al.*, 1986). Uma significativa diminuição da susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio nesses aços pode ser observada em função da supressão da formação da martensita α ' (Lai *et al.*, 2013). Os aços inoxidáveis austeníticos AISI 316L com médio valor de energia de falha de empilhamento segundo Abreu, (2007) são considerados aços de media metaestabilidade quanto à fragilização pelo hidrogênio. A relação entre a fase martensita do aço inoxidável AISI 316L e o fenômeno da fragilização pelo hidrogênio tem sido objeto de pesquisa de diversos autores (Bugaev *et al.*, 1996).

Visando examinar os efeitos deletérios do hidrogênio atômico (H) nas transformações de fase do aço inoxidável AISI 316L e o papel desempenhado pelas variáveis metalúrgicas no processo, Eliezer (1984) estudou os efeitos do hidrogênio na fase de transição e o papel das variáveis metalúrgicas. Fragmentação severa no contorno de grão em carregamentos com tempos longos na presença de hidrogênio indicando que altas tensões foram formadas. O microscópio eletrônico de transmissão foi utilizado para estudar as superfícies fraturadas das amostras tensionadas revelando alto deslocamento na estrutura do material. O resultado foi a observação de uma fragmentação severa no contorno de grão em carregamento com tempos longos, o que indica altas tensões. Finas camadas de martensita ɛ induzida pelo hidrogênio foram observadas e, essas camadas aparecem em regiões que apresentam muitas falhas. O resultado do teste de tensão enquanto submetido ao carregamento catódico mostrou que haverá um incremento na sensitização e uma diminuição das propriedades mecânicas do material. A superfície da fratura do aço sensitizado contem regiões com várias formas de trincas. Em detalhe na Figura 26, são apontadas as fraturas sensitizadas do aço AISI 316L.



Figura 26: Superfície fraturada do aço AIS 316L submetido ao carregamento catódico. (ELIEZER, 1984).

O trabalho realizado por Han *et al.*(1998) investigou a fragilização dos aços inoxidáveis AISI 304, 316 e 310S nas condições de recozido, sensitizado e não sensitizado em presença de hidrogênio (meio ambiente). Os testes foram realizados com hidrogênio e hélio à pressão de 1 MPa em um range de temperatura entre - 193°C e 22°C. Com o uso do microscópio eletrônico de transmissão (MET) foi possível identificar a formação de carbonetos e de martensita induzida por deformação.

Os resultados mais marcantes foram:

1 - Aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 apresentaram considerável fragilização em presença de hidrogênio (Figura 27), mas o aço inoxidável austenítico AISI 310S não foi afetado pelo ambiente com hidrogênio. A fragilização e na presença do hidrogênio nos aços AISI 304 e AISI 316 depende da temperatura de teste, o grau máximo de fragilização ocorreu por volta de 220K e independente do tipo de tratamento.

2 - A susceptibilidade foi reforçada pela sensitização, e recuperada com a desensitização dos aços inoxidáveis AISI 304 e 316. Foi observada fratura transgranular nos materiais recozido se fratura intergranular nos materiais sensitizados e fratura transgranular nos materiais desensitizado.

3 - A martensita induzida por deformação a frio foi observada junto com carbonetos, no contorno do grão dos materiais sensitizados. Nos materiais

desensitizados a formação de martensita foi inibida. A fragilização em presença de hidrogênio dos materiais sensitizados não foi devido aos carbonetos, mas à martensita α ' induzida por deformação a frio ao longo do contorno de grão.

Em detalhe, são ilustradas as fraturas sensitizadas na presença de hidrogênio.



Figura 27: Amostra sensitizada e fraturada na presença de hidrogênio. (HAN et al., 1998).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As considerações iniciais do trabalho se baseiam na verificação da adequação da utilização do aço inoxidável AISI 316L em conectores para mangueiras termoplásticas de alta pressão, conforme mencionado no objetivo.

O trabalho seguiu as etapas descritas na Tabela 5. As três primeiras etapas consistiram de ensaios para a caracterização do material (dureza) e verificação da existência de martensita nos corpos de prova (exame com ferristoscópio). A última etapa consistiu de ensaio de avaliação de material (análise química, difração de raios x, magnetômetro de amostra vibrante e fragilização pelo hidrogênio).

Com relação ao estado de processamento das amostras, na primeira etapa sequencial foram analisados conectores no estado anterior ao processo de *swaging*, isto é, os ensaios foram realizados com a peça virgem. Já na segunda etapa sequencial foram analisados os conectores conformados pelo processo de *swaging* e na terceira etapa sequencial foi analisado o conector submetido ao teste de pressão (teste de *Burst*).

As designações dadas a cada conector utilizado nos experimentos são apresentadas à direita da célula da técnica de caracterização na Tabela 5. As designações foram sendo modificadas com o acréscimo de letras em função dos testes a que foram submetidos, indicando o tipo de ensaio realizado. A Figura 28 ilustra os conectores mencionados.



Figura 28: Conectores recebidos para ensaios (AUTOR).

Dessa forma e considerando a quarta etapa sequencial este trabalho de pesquisa buscou avaliar uma amostra virgem com 2,45 mm de espessura (CRR), uma amostra laminada com 2,09 mm de espessura (CRR-2,09), uma amostra laminada com 0,20 mm de espessura (CRR-0,20), duas amostras conformadas (C1 e C2) e uma amostra conformada e submetida ao teste de *Burst* (CB).

NOTA: A nomenclatura CRR equivale a uma amostra virgem e com 2,45 mm de espessura.

Etapa Sequêncial	Condição de Processamento	Técnica de Caracterização	CR	C1	C2	СВ	CRR
		Dureza (H)	CRHV		C2HV		CRRHV
1	Virgem (V)	Ferritoscópio (F)	CRFV		C2FV		CRRFV
		Dureza (H)		C1HS	C2HS		
2	Swaged (S)	Ferritoscópio (F)		C1FS	C2FS		
		Dureza (H)				CBHB	
3 Burst (B)		Ferritoscópio (F)				CBFB	
		Análise Química (AQ)	CRAQ	C1AQ	C2AQ	CBAQ	CRRAQ
4		Difração Raios- X (DRX)		C1DRX	C2DRX	CBDRX	CRRDRX*
4	-	VSM (M)		C1M	C2M	CBM	CRRM*
		Fragilização pelo Hidrogênio (FH)					CRRFH*

Tabela 5: Técnica de caracterização vs Condição de conectores (Fittings) (AUTOR).

CR – Como recebida

C1 – Conformada um

C2 – Conformada dois

CB – Submetida ao teste de Burst

CRR – Como recebida para referência.

*ver Tabela 6

A Tabela 6 representa as mudanças nas designações em função das deformações impostas na laminação.

Tabela 6: Técnica de caracterização vs Condição de conectores (Fittings) - Continuação (AUTOR).

Condição Módulo da deformação verdadeira imposta por laminação (es						
Conulção	0,00 (2,45)	0,16 (2,09)	2,5 (0,20)			
CRRDRX	CRRDRX	CRRDRX-0,16	CRRDRX-2,5			
CRRM	CRRM	CRRM-0,16	CRM-2,5			
CRRFH	CRRFH		CRRFH-2,5			

Para o método de instalação de conector, o processo de conformação a frio do conector é realizado em uma máquina de *swage*, que possui um pistão hidráulico e um suporte para a fieira, conforme Figura 29. Uma mangueira é encaixada entre a superfície da haste roscada e a parte interna da capa metálica. Quando a capa metálica é submetida ao processo de *swaging* ocorre o deslocamento do pistão hidráulico que empurra a capa metálica contra a matriz (fieira ou cunha) que contém um furo calibrado. Este processo provoca o esmagamento da mangueira contra a haste gerando uma fixação robusta em função da deformação plástica da capa metálica, que garante uma montagem perfeita e estanque. Esta montagem forma um dispositivo chamado de conector. As ligações mecânicas devem ter resistência equivalente à da mangueira. Após a montagem do conjunto na máquina de extrusão (mangueira, haste e capa metálica,), a extremidade do conector onde está equipada com uma porca livre fica encaixada em uma cratera existente no bloco postiço que equipa o pistão, ver Figura 29. As Figuras 29 e 30 apresentam a máquina utilizada na conformação de conector, e o processo de fixação.



Figura 29: Máquina utilizada na prensagem de conectores. (1) pistão hidráulico, (2) suporte da fieira (MOEBUS).



Figura 30: Conjunto conector/mangueira: (1) pistão hidráulico, (2) conector, (3) extremidade da mangueira (MOEBUS).

O teste *Burst* se caracteriza por impor uma pressão de água que é aplicada de forma gradual, isto é, aumenta constantemente até o rompimento da mangueira. O rompimento da mangueira significa que o conector não se desprendeu da mangueira e a pressão de rompimento da mangueira é uma pressão superior a pressão de trabalho do conector.

3.1 ENSAIO DE DUREZA

3.1.1 ENSAIOS DA PRIMEIRA ETAPA SEQUENCIAL

Os ensaios de dureza foram realizados nas capas metálicas dos conectores das amostras CRHV, C2HV e CRRHV. As marcações ilustradas na Figura 31 foram realizadas nas amostras e foram executadas quatro medições defasadas de noventa graus, gerando um número de 44 medições. O teste foi conduzido no LEM – Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal Fluminense (UFF), utilizando um durômetro da marca "*Wilson Hardness – Rockwell 2000*" com penetrador de diamante e ponta cônica – ver Figura 32. Os parâmetros para a medição de dureza foram: tempo de 20 segundos e carga de 150 Kgf (ASTM E18 e ASTM E92). O resultado de dureza de cada amostra correspondeu à média de todas as medições realizadas.



Figura 31: Esquemático das amostras tipo virgem (AUTOR).



Figura 32: Ensaio de dureza realizada pelo Durômetro (AUTOR).

3.1.2 ENSAIOS DA SEGUNDA E TERCEIRA ETAPA SEQUENCIAL

Nessas etapas, os procedimentos experimentais empregados nos testes de dureza foram os mesmos daqueles adotados na primeira etapa sequencial do trabalho e foram aplicados nas capas metálicas dos conectores das amostras C1HS, C2HS e CBHB da segunda e terceira etapa sequencial respectivamente. A única diferença em relação ao ensaio de dureza da primeira etapa foi o tipo de amostra utilizada conforme mostrado na Figura 33.



Figura 33: Regiões delimitadas das amostras tipo após o processo swaging (AUTOR).

3.1.3 ENSAIOS DA QUARTA ETAPA SEQUENCIAL

De acordo com a Tabela 5, a etapa sequencial citada nesta seção está relacionada com os ensaios de análise química (AQ), difração de raios X (DRX), magnetômetro de amostra vibrante (*VSM*) e fragilização pelo hidrogênio (FH).

3.2 ANÁLISE QUÍMICA

A Figura 34 representa um anel retirado da capa metálica do conector CRRAQ para análise química. Um anel cilíndrico semelhante ao retirado do conector CRRAQ também foi retirado do conector CRAQ para o mesmo objetivo. Estes anéis cilíndricos retirados dos conectores CRAQ e CRRAQ continham dimensões de 20 mm de altura e diâmetro de 34,5 mm. Dos conectores C1AQ, C2AQ (virgem e conformado) e CBAQ foram retiradas amostras semelhantes à amostra representada na Figura 35. Essas amostras representadas na Figura 35 e retiradas das capas metálicas dos conectores C1AQ, C2AQ (virgem e conformado) e CBAQ, foram fabricadas com as dimensões de 10 x 8 x 2,78 mm. As análises foram realizadas pelo laboratório DMCJ – Inspeções e Ensaios de Materiais Ltda. O equipamento utilizado foi um espectrômetro de emissão óptica, SPECTROMAXX, LECO modelo TC 400 e CS 230. A análise foi fundamentada no procedimento definido pela norma ASTM E1086:2014 / 1019:2011. Para a identificação dos microconstituintes e suas respectivas frações volumétricas foi utilizado o método ASTM E562:2011.



Figura 34: Conector recebido para referência – CRR (AUTOR).



Figura 35: Detalhe de amostras retiradas do conector CRR empregadas nos ensaios de laminação (AUTOR).

3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Inicialmente, das capas dos conectores C1DRX, C2DRX, CBDRX e CRRDRX, foram retiradas amostras com dimensões conforme ilustrada na Figura 35. Posteriormente, após corte e lixamento, as amostras assumiram as dimensões de 4,00 mm x 2,00 mm. Os ensaios foram conduzidos no difratômetro BRUKER modelo D8 Discover, do Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Os seguintes parâmetros foram adotados durante o ensaio: radiação Cu K com comprimento de onda (λ) com valor de 1,78901Å sem monocromador; intervalo regular de varredura de 2 Θ de 40° -100° e passo angular de 0, 01°, tensão de 35kV, corrente de 40mA e temperatura ambiente em modo contínuo de varredura.

Em face dos resultados do ferritoscópio, evidenciando a ausência de martensita nas amostras (C1FS, C2FS, CBFB), optou-se, na continuidade do trabalho, por avaliar-se o nível de martensita induzida no aço AISI 316L, para condições mais severas de deformação do que as impostas pelo *swaging*. Para tanto, duas amostras foram retiradas do conector CRR e levadas para a laminação. O laminador empregado foi do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos – LABMETT da UFF. As Figuras 36 e 37 ilustram o anel metálico retirado da capa metálica CRR que originou as amostras CRR-0,20 e CRR-2,09.



Figura 36: Laminador utilizado na fabricação das amostras (AUTOR).



Figura 37: Amostras CR, CRR-2,09 e CRR-0,20 retiradas da capa metálica CRR com dimensões mostradas na figura (AUTOR).

Foram laminadas duas amostras, uma primeira laminada até a espessura de 2,09 mm (CRR-2,09) e a segunda foi laminada até a espessura de 0,20 mm (CRR-0,20). A espessura de 2,09 corresponde a uma redução da espessura inicial equivalente a deformação efetiva encontrada após a operação de *swaging*. Esse valor de deformação efetiva (0.39) foi obtido através das simulações das operações de *swaging* e de laminação no programa de elementos finitos (comercial *DEFORM* – 2D). Nas Figuras 38 e 39 são apresentadas modelagens de uma região da seção longitudinal da porção da capa metálica representando um dente, na qual os rolos do laminador realizam a compressão da amostra.



Figura 38: Simulação numérica – deformação efetiva (AUTOR).

Na Figura 39 ilustra a amostra deixando os rolos com uma deformação de 39%



Figura 39: Amostra com deformação (AUTOR).

As Figuras 40 e 41 ilustram as análises bidimensionais (2D) simulando o processo de *swaging*.de um conector. A simulação utilizou a aximetria¹² em relação ao eixo central do modelo.



Figura 40: Análise bidimensional da amostra (AUTOR).



Figura 41: Laminação transversal do modelo (AUTOR).

¹² Simetria em relação ao eixo central do modelo.

3.4 FERRITOSCOPIA

Na etapa inicial, as medidas do percentual de ferrita das capas metálicas dos conectores CRFV, C2FV e CRRFV foram realizadas nas faces das capas metálicas e defasadas de 90°, conforme Figura 29. Três medições do percentual de ferrita foram realizadas e o valor da média foi atribuído ao ponto em consideração. As análises do percentual de ferrita foram realizadas no laboratório DMCJ – Inspeções e Ensaios de Materiais Ltda. A Figura 42 mostra o equipamento utilizado no ensaio de ferristoscópio modelo FMP30 de fabricação Fischer.



Figura 42: Ferritoscópio modelo FMP 30, Fischer (AUTOR).

Os ensaios do ferritoscópio, na segunda e terceira etapas, empregaram amostras (C1FS, C2FS, CBFB) com as mesmas marcações realizadas no ensaio de dureza. Em cada seção, foram definidos quatro pontos de medição defasados de 90°. Nas posições de medição foram realizadas três medidas. O valor final de cada ponto da seção correspondeu à média dos três valores.

3.5 MAGNETIZAÇÃO DE SATURAÇÃO

As amostras provenientes do ensaio de difração de raios X foram empregadas nos ensaios de magnetômetro, sendo nesta etapa denominadas C1M, C2M, CBM, CRRM. Antes da realização do ensaio, houve a medição do peso das amostras. O magnetômetro de amostra vibrante (*VSM*) da marca LAKE SHORE,

MODELO 7404, da UFRJ foi utilizado para a obtenção das curvas de magnetização B x H conforme ilustrado na Figura 43. As amostras foram submetidas à aplicação de um campo magnético externo, aplicado de forma lenta e gradual por um eletroímã, até o limite de 16000 G (1,6 T). O magnetômetro opera com uma direção de vibração de 75 Hz.



Figura 43: Magnetômetro de amostra vibrante da UFRJ (AUTOR).

3.6 FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO

O ensaio de fragilização por hidrogênio para os conectores citados na Tabela 4 foi conduzido de acordo com as seguintes etapas: preparação da amostra, fabricação da célula de hidrogenação, preparação da solução, realização do ensaio.

A preparação consistiu do corte e lixamento das amostras com lixa de papel com granulometria igual a 400µm, 600µm, 1000µm e 1200µm. Foi empregado ainda, o polimento das amostras utilizando o polimento com pasta de alumina com granulometria de 0,30µm.

Após fixação da amostra na célula de teste, em cada amostra foi soldado um fio condutor de forma a garantir o contato elétrico durante a hidrogenação. A Figura

44 mostra uma representação esquemática da amostra para teste. Este ensaio foi realizado apenas na capa metálica recebida para referência (CRR).



Figura 44: Representação de uma célula de teste (AUTOR).

A solução de hidrogenação utilizada na célula eletrolítica foi composta de:

1 - Água destilada na quantidade de 180 ml;

2 – Óxido de arsênio diluído na proporção de 10 mg de As₂O3 para 180 ml de água destilada a 60°C;

3- H₂SO₄ a 0,5 mol L⁻¹ utilizado na proporção de 20 ml para 180 ml de água destilada.

A hidrogenação foi realizada catodicamente por um período de vinte e quatro horas à temperatura ambiente, sendo empregada uma fonte de corrente contínua FA-3003 disponível no LABMETT da UFF. A corrente foi fixada em 0,60 A e a tensão foi fixada em 30 V. A Figura 45 ilustra o experimento de hidrogenação.



Figura 45: Representação de um teste de hidrogenação (AUTOR).

4 **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

4.1 ENSAIO DE DUREZA

A Tabela 7 exibe os valores de dureza praticados nas condições especificadas na Tabela 5 da seção 3. Os resultados permitem estabelecer uma análise comparativa por condição de processamento.

	Valores de Dureza						
			Limites				
Condição	Obtio	dos	ISO 13628-15				
			ISO	ISO			
			13628-1	15156			
	HRc	HV	HV	HRc			
CRHV	18,14±2,33	230,09±10,89					
C2HV	23,76±0,76	262,40±4,50					
CRRHV	21,06±2,08	246,60±11,80	200	22			
C1HS	27,58±1,11	287,00±7,40	300	22			
C2HS	27,87±3,81	289,00±24,70					
СВНВ	26,82±1,79	281,90±11,87					

Tabela 7: Valores médios de dureza obtidos nos fittings virgens (V), swaged (S) e Burst (B)(AUTOR)

Inicialmente se analisada a condição de amostras virgens CRHV, C2HV e CRRHV observa-se diferenças nos valores levantados, indicando que pode ser produto de variações de composição química entre as amostras, assim como também ao processo de fabricação empregado no acabamento destes conectores. A Figura 46 exibe o estado superficial das referidas amostras observando-se certa rugosidade superficial característica do processo de acabamento.

Quando analisada as amostras na condição *swaging*, ou seja, C1HS e C2HS, denota-se valores de dureza próximos a 28 HRc, significando um aumento de aproximadamente 17,3% em comparação com a média de dureza das amostras virgens. Assim o processo de conformação promove um endurecimento apenas por encruamento nestas condições, tal como será verificado nas seções seguintes pela denotada ausência de transformação martensítica. Entretanto, este fato pode ser

corroborado pela condição CBHB onde apesar de obter valores de durezas semelhantes foram detectados traços de martensita na sua superfície, tal como será abordado na seção 4.3 na caracterização de difração por raios X.

Finalmente, uma análise relativa à condição da amostra C2HV e C2HS permite estabelecer as diferenças existentes na mesma amostra antes e após o processo swaging. A grande dispersão nos valores de dureza na condição C2HS é consequência dos riscos originados pelo processo de fabricação na sua superfície tal como observado na Figura 47 em comparação com a amostra virgem correspondente C2HV da Figura 46. O sulco originado pelas extremidades da matriz bipartida da Figura 48, deu locais com valores de dureza que atingiram 35 HRc (343 HV). Deste modo, os valores obtidos para a amostra C2HS se encontram acima dos valores aceitos pelas normas ISO 13628-1, 2005 e ISO 13628-15, 2011, relativas a aspectos gerais e manifolds e estruturas no projeto e operação de sistemas de produção submarina. Estas normas fazem referência a componentes submetidos à proteção catódica. Entretanto, se as condições estiverem sujeitas a ambiente sour¹³ e contendo H₂S comunica a norma ISO 13628-15 deve se empregar a norma ISO 13628-1, cujo o valor limite de dureza é 22 HRc. Portanto, apesar de esta última condição não ocorrer neste estudo, o valor de dureza se encontra acima do especificado pela mesma.

Embora os resultados de ensaio de dureza apresentem valores próximos entre as amostras conformada 1 (C1HS) e a conformada 2 (C2HS), pode-se fazer análises do aumento de dureza, produto do processamento pelo processo *swaging*, apenas na conformada 2 (C2HS), pois se tem condição virgem e de *swaging* na mesma amostra, ocasionando assim um aumento de proximidade 4 HRc. E, pode-se estimar que há alguma influência na condição como recebida virgem (CRHV) de endurecimento por solução sólida, devido ao teor de carbono elevado que se têm, conforme será visto na composição química.



Figura 46: Superfície da capa metálica C2HV (AUTOR).



Figura 47: Superfície da capa metálica C2HS (AUTOR).

A Figura 48 mostra a fabricação de uma peça pelo processo *swaging* utilizando ferramenta fixa e com a matriz ou fieira bipartida. Este tipo de matriz ou fieira introduz na peça fabricada um sulco ou risco ao longo de seu corpo e, este sulco ou risco pode, também, ser observado na Figura 47.



Figura 48: Representação da matriz que realiza o processo fixo de swaging aplicado ao nosso estudo (AUTOR).

4.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A Tabela 8 informa os valores encontrados nas análises químicas realizadas em laboratório por espectroscopia por emissão óptica e por combustão via instrumental de elementos leves. Como constatado existem grandes divergências quando comparado por ambos os métodos o teor de carbono contido nas ligas, sendo a análise por combustão um método mais acurado na quantificação deste elemento. Assim mesmo, atenta-se que as amostras C2AQ e CBAQ o teor de carbono encontra-se acima do valor máximo correspondente a designação de AISI 316L. Contudo, o elevado teor de carbono interage aumentando a dureza por solução sólida da liga, mas também torna mais estável a mesma na ocorrência de transformação martensítica diante um mesmo nível de deformação imposto.

Com relação ao percentual de nitrogênio encontrado na análise química das amostras C2AQ e CBAQ detectaram-se valores de até 0,092% quando a designação ASTM A276, tal como apresentado na Tabela 8, indica a ausência deste elemento. Entretanto, o valor máximo detectado na amostra C2AQ encontra-se próximo de designações que contém este elemento. Assim, os elevados valores de dureza na condição virgem podem também ser atribuídos à presença de este elemento enrijecedor por solução sólida intersticial. Por fim, cabe ressaltar que o teor de enxofre encontra-se em valores inferiores ao máximo especificado pela ASTM A 276. Assim sendo, não haverá uma influência significativa no mecanismo de fragilização pelo hidrogênio no que diz respeito à presença de inclusões não metálicas ricas em enxofre.

	% EM PESO EMISSÃO OPTICA			% EM PI	ESO COM	BUSTÃO
	С	Ν	S	С	Ν	S
CRAQ	0,011		0,022	0,025	0,060	0,023
C1AQ	0,014		0,025	0,029	0,060	0,023
C2AQ	0,023		0,028	0,033	0,092	0,025
CBAQ	0,014		0,024	0,039	0,075	0,023
CRRAQ	0,012		0,024	0,026	0,063	0,023

 Tabela 8: Indica os valores encontrados para composição química de alguns elementos (AUTOR).

A Tabela 9 informa os valores resultantes da composição química em percentual em peso levando em consideração ambas as metodologias empregadas, a razão de Creq/Nieq definida pela equação 3, o teor de ferrita delta dada pela equação 4 e a EFE de acordo com a equação 5.

Da análise da razão do Creq/Nieq depreende-se que os valores obtidos encontram-se na faixa de 1,5 sendo este o valor máximo limitante onde ocorre a solidificação da liga sem a presença de ferrita delta, ou seja, se teria apenas austenita como fase primária na solidificação. Porém, se levar em consideração que o material produzido foi conformado e solubilizado, contando ainda com uma espessura relativamente pequena pode-se afirmar que o teor de ferrita delta presente nestas ligas seja nulo ou ínfimo, embora as análises metalográficas devam ser conduzidas mediante a aplicação do reagente eletrolítico de 10% ácido oxálico, para corroborar esta afirmação. Neste sentido mediante a aplicação da equação 4 proposta por FOFANOV & RIEDNER (2006) permite verificar que as ligas C2AQ e CBAQ contendo alto teor de nitrogênio tendem tornar nula o teor desta fase.

No concernente aos valores de EFE obtidos destaca-se a influência do teor de carbono tal como ocorre na condição CBAQ, onde foi estimada uma EFE de 34 mJ/m², resultando em um valor aproximadamente 17% maior do que a condição CRAQ.

A Tabela 10 mostra comparativamente os teores de carbono e nitrogênio comparado com os valores de EFE e dureza observando-se, tal como comentado, a influência do teor de elementos intersticiais que interagem na dureza e microestrutura.

										Creq/	δ (%)	EFE
	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	N	Nieq	、 <i>,</i>	(<i>mJ/m²</i>)
CQCR	0,025	0,311	1,76	0,031	0,022	16,99	9,99	2,05	0,060	1,56	3,54	29,86
CQC1	0,029	0,324	1,76	0,032	0,025	16,77	10,04	2,09	0,060	1,54	2,58	31,63
CQC2	0,033	0,372	1,80	0,029	0,028	16,48	10,13	1,92	0,092	1,47	0,00	30,58
CQCB	0,039	0,322	1,77	0,033	0,024	16,85	9,99	2,05	0,075	1,52	0,97	34,42
CQCRR	0,026	0,323	1,76	0,031	0,024	16,84	9,99	2,05	0,063	1,56	2,80	30,02

Tabela 9: Indica os valores encontrados para o Creq/Nieq dos materiais de estudo (AUTOR).

Tabela 10: Comparação entre as amostras, durezas e EFE (AUTOR).

			EFE	DUREZA
	С	Ν	(<i>mJ/m²</i>)	[HRc]
CQCR	0,025	0,060	29,86	18,14
CQC1	0,029	0,060	31,63	27,58
CQC2	0,033	0,092	30,58	27,87
CQCB	0,039	0,075	34,42	26,82
CQCRR	0,026	0,063	30,02	21,06

4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A Figura 49 exibe os difratogramas das condições CRRDRX, C1DRX e C2DRX para um intervalo angular de 2 Θ um de 42° a 56° observando-se predominantemente a presença de picos de austenita correspondentes aos planos (111) e (200) com intensidades semelhantes nas condições de estudo. Entretanto, um pequeno pico de ferrita e/ou martensita (110) foi detectado nas amostras em estudo. Este fato pode sugerir que possa haver uma transformação martensítica em estágios iniciais sobre a sua superfície, embora quando analisado o espectro para 2 Θ entre 40 a 105° não se observem a presença de outros picos correspondentes a ferrita e/ou martensita (α ') e martensita épsilon (ϵ).



Figura 49: Difratogramas das amostras: CRRDRX vs C1DRX vs C2DRX (AUTOR).

A Figura 50 mostra os difratogramas das condições CRRDRX e CBDRX para um intervalo angular de 20 um de 40° a 100° observando-se predominantemente a presença de picos de austenita correspondentes aos planos (111), (200), (220), (311) e (322) com intensidades semelhantes nas condições de estudo. Entretanto, pequenos picos de ferrita e/ou martensita (110) e (211) foram detectados nas amostras em estudo. Este fato pode sugerir que possa haver uma transformação martensítica em estágios iniciais sobre a sua superfície tal como ocorrido nas condições anteriores da Figura 50. Deste modo, sugere-se efetuar quantificações de fases pelos métodos de comparação direta proposta por Cullity (1956) e o refinamento por Rietveld (1969).



Figura 50: Difratogramas das amostras: CRRDRX vs CBDRX (AUTOR).

A Figura 51 mostra comparativamente os difratogramas das condições CRRDRX e CRRDRX-0,20 para um intervalo angular de 20 um de 40° a 100° observando-se predominantemente а presença de picos de austenita correspondentes aos planos (111), (200), (220), (311) e (222). Entretanto, picos de martensita (110), (200) e (211) foram detectados na condição CRR-0,20. Sob estas condições observa-se preponderantemente a diminuição da intensidade dos picos de austenita (200) e (220) para dar lugar à formação de martensita (110), (200) e (211), dando indícios de possível mecanismo de textura. Qualitativamente, observase na condição (110) possui uma quantidade de martensita significativa, embora se sugira como trabalho futuro realizar a quantificação de fases de modo a comparar com o resultado obtido com aquele medido por propriedade magnética.



Figura 51: Difratogramas das amostras: CRRDRX vs CRRDRX-0,20 (AUTOR)

4.4 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

4.4.1 Ferritoscopia

A Tabela 11 representa os valores obtidos do percentual de ferrita encontrados nas capas metálicas dos conectores CRFV, C2FV, CRRFV, C1FS, C2FS e CBFB.

Condição	(%) FF
CRFV	1,20±0,09
C2FV	1,52±0,13
CRRFV	1,16±0,15
C1FS	0,54±0,23
C2FS	0,61±0,23
CBFB	0,61±0,23

Tabela 11: Valores médios Percentuais de Fases Ferromagnéticas (FF) obtidos nos *fittings* virgens (V), *swaged* (S) e *Burst* (B) (AUTOR).

Os resultados obtidos denotam valores próximos de 1% obtidos por ferritoscopia nas condições virgens. Estes valores de baixa magnitude podem ser atribuídos a pequena presença de fases ferromagnéticas, embora deva ser levado em consideração que a calibração do equipamento tenha sido efetuada com blocos padrões de aço inoxidável de distinta origem à do material estudado. Deste modo, as medidas assim obtidas podem estar sujeita a correções, inclusive se considerar o efeito da curvatura da capa metálica durante as medições efetuadas (FISHER, 2015). No entanto, pode-se afirmar que houve uma diminuição do valor percentual de fases ferromagnéticas, lidos por ferritoscopia após o processo de *swaging*, tal como ocorreu com as condições C1FS, C2FS e CBFB em relação as condições virgens. Este fato, sumamente interessante pode ser atribuído a pequenas diminuições de permeabilidade magnética como consequência do leve encruamento experimentado pelo material durante o processo de *swaging*, pois de fato o princípio de funcionamento do ferritoscópio baseia-se na mudança desta propriedade magnética, tal como explicado na seção 2.4.2.

4.4.2 Curva de Magnetização

4.4.2.1 Magnetização de Saturação

A Figura 52 mostra a curva de magnetização das amostras CRRM, CRRM-2,09, C1M, C2M e CBM. As mesmas exibem um comportamento similar em temos de magnetização, embora se observe um leve decréscimo do valor de magnetização (meu/g) atingida quando aplicado um campo externo de aproximadamente 16 kOe Assim, a partir da expressão (8) proposta por Rigmant (2012) foi estimada a magnetização de saturação intrínseca da liga como 129,2 emu/g. Deste modo foi possível estimar os valores percentuais de fases ferromagnéticas aplicando-se a equação (7). Os valores obtidos são apresentados na Tabela 11 denotando valores semelhantes aos obtidos por ferritoscopia nas condições apenas conformadas C1M, C2M e CBM. Já nas condições CRRM e CRRM-2,09 houve uma pequena discrepância possivelmente produto do fundamentado na seção 4.4.1.



Figura 52: Magnetização vs Campo Magnético Indutor Externo – CRRM vs CRRM-2,09 vs C1M vs C2M vs CBM (AUTOR).

Tabela 12: Valores médios Percentuais de Fases Ferromagnéti	cas (FF), % de Magnetômetro e
Permeabilidade Relativa obtidos nos fittings virgens (V), swag	ged (S) e Burst (B). (AUTOR).

Condição	(%) FF	(%) de Magnetômetro		
CRR-2,09	1,16±0,15	0,603		
C1M	0,54±0,23	0,472		
C2M	0,61±0,23	0,418		
СВМ	0,61±0,23	0,549		

A Figura 53 mostra o comportamento da curva de magnetização para campos de até 1,6 kOe no mesmo se observam diferenças em termos do comportamento da curva de n estágios iniciais e de magnetização conforme cada condição de processamento, dando lugar a diferentes valores de permeabilidade absoluta. Neste sentido, fazendo uso da equação 7 foi estimado a permeabilidade relativa máxima a partir da representação gráfica exposta na Figura 54. Assim, foram tabelados os valores assim obtidos e comparados com o teor de fases ferromagnéticas obtidas

por ferritoscopia, conforme indicado na Tabela 13. Os valores apresentados na referida tabela corroboram a tendência dos resultados obtidos por ferritoscopia, em seguindo-se uma pequena diminuição dos valores assim obtidos. Desde modo, observa-se que o processo de encruamento por *swaging* traz um decréscimo da permeabilidade relativa em taxas iniciais de deformação de aços estáveis de transformação martensítica tal como objeto de estudo. A permeabilidade relativa é ilustrada na Tabela 13, com valores médio percentual das fases ferro-magnéticas e permeabilidade magnética dentro da realidade Neste contexto, sugere-se como trabalho futuro avaliar os valores de permeabilidade magnética relativa em função da deformação verdadeira imposta nos aços inoxidáveis austeníticos tal como o AISI 310.



Figura 53: Magnetização vs Campo Magnético Indutor Externo – CRRM vs CRRM-2,09 vs C1M vs C2M vs CBM (AUTOR).



Figura 54: Magnetização vs Campo Magnético Indutor Externo – CRRM vs CRRM-2,09 vs C1M vs C2M vs CBM (AUTOR).

 Tabela 13: Valores médios Percentuais de Fases Ferromagnéticas (FF) e Permeabilidade Relativa obtidas nos fittings virgens (V), swaged (S) e Burst (B) (AUTOR).

Condição	(%) FF	Permeabilidade Relativa (µrel).
CRRM	1,20±0,09	1,0282
CRR-2,09	1,16±0,15	1,0454
C1M	0,54±0,23	1,0097
C2M	0,61±0,23	1,0088
CBM	0,61±0,23	1,0248

A Figura 55 mostra o comportamento da curva de magnetização para a amostra CRRM-0,20 comparada com a amostra CRRM. O comportamento da curva CRRM-0,20 apresenta um considerável aumento no comportamento da magnetização quando comparada com a CRRM, obtendo-se um valor máximo de 26,06 emu/g, na qual mediante o emprego da mesma metodologia das amostras anteriores, corresponde um valor de 20% de martensita induzida por deformação corroborando a alta estabilidade deste aço no que tange a transformação da austenita para martensita, fato pode ser refletido também pelo alto valor obtido de permeabilidade magnética relativa, conforme mostrado na Figura 56.


Figura 54: Magnetização vs Campo Magnético Indutor Externo - CRRM vs CRRM-0,20 (AUTOR).



Figura 55: Magnetização vs Campo Magnético Indutor Externo – CRRM vs CRRM-0,20 (AUTOR).

4.5 FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO

A amostra virgem não apresentou a fragilização pelo hidrogênio. A amostra com deformação de 2,09 mm não foi detectada nenhuma trinca, já a amostra com deformação pelo laminador de 0,20 mm apresentou fragilização pelo hidrogênio.

A Figura 57 mostra as trincas provocadas pela presença do hidrogênio na amostra laminada e as Figuras 58 e 59 mostram as trincas provocadas pelo hidrogênio nas regiões 1 e 4 da mesma amostra respectivamente.



Figura 56: Trincas decorrentes do teste de hidrogenação na amostra CRR-0,20. (AUTOR).

As Figuras 58 e 59 ilustram em detalhe outras regiões onde ocorreram trincas em função do teste de hidrogenação na amostra CRR-0,20 com deformação provocada pelo laminador.



Figura 57: Detalhe da região 1 (AUTOR).



Figura 58: Detalhe da região 4. (AUTOR).

5 CONCLUSÕES

O presente estudo permite concluir que:

- Os valores de dureza dos conectores virgens apresentam uma grande dispersão principalmente produto de variações na composição química. Sugere-se deste modo um controle mais estrito dos materiais como recebidos de modo garantir a qualidade dos conectores durante o seu processamento, teste e operação, tendo em vista que conectores conformados tiveram valores de dureza que ultrapassaram o máximo de 300HV conforme a ISO 13628 1-15.
- O acabamento superficial do conector durante seu processamento deve ser estritamente controlado em todas as etapas pois, marcas deixadas pelo processo de *swaging* originam locais com dureza de 343 HV, podendo dar lugar à formação de martensita local além de encruamento adicional que afetem o desempenho do conector em serviço.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTURO

Como sugestão para trabalhos futuros, são recomendados os seguintes tópicos de estudo, que poderiam complementar este trabalho:

- Investigar a relação entre a ocorrência de esforços de fadiga e a formação de martensita nos aços inoxidáveis autênticos AISI 316L;
- Estudar a relação entre as tensões de contato que ocorrem na interface capa metálica-mangueira termoplástica de alta pressão com a possível formação localizada de martensita e sua influência no desempenho da função de conectar o umbilical a árvore de natal molhada;
- Avaliar a influência da variação do percentual dos principais elementos de liga na composição química do aço inoxidável AISI 316L empregado na fabricação de conectores com o valor da deformação plástica imposta aos conectores durante a montagem destes nas mangueiras termoplástica de alta pressão através do processo *swaging*;
- Avaliar a quantificação de fases pelo método de difração de raios X;
- Caracterizar o fenômeno de transformação de ferrita delta com pouco ou nenhum teor de ferrita em amostras sem sofrerem trabalhos a quente e de pequena espessura.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, H. F. G.; CARVALHO, S. S.; DE LIMA NETO, P.; FREIRE, V. N.; SANTOS, R. P.; SILVA, P. M. O.; TAVARES, S. S. M. Deformation induced martensite in an AISI 301LN Stainless Steel: Characterization and influence on pitting corrosion resistance. *Materials Research*, vol.10, No. 4, 2007, 359-366 p.

ALLAIN, S.; CHATEAU, J. P.; BOUAZIZ, O.; MIGOT, S., GUELTON, N. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys. *Materials Science and Engineering A*, vol. 387-389, 2004, 158-162 p.

American National Standard Institute. ANSI/API SPEC 17E:2017.Specification for Subsea Umbilicias. Washington, DC 20005, 5. ed, 2017.

American Society of Materials - ASM INTERNATIONAL HANDBOOK. Alloy phase diagrams.1992.

American Society of Materials - ASM INTERNATIONAL HANDBOOK. Forming and Forging, 1988.

American Society of Materials - ASM INTERNATIONAL HANDBOOK. Metalloghaphy and Microstructures. International Materials Park, vol. 9, Ohio, 2004.

American Society of Materials - ASM INTERNATIONAL HANDBOOK. The materials information society – *Effects of hydrogen on materials. Proceedings of the 2008 International Hydrogen Conference*. Sep. 7-10, 2008.

American Society for Testing Materials – ASTM A 276:1996 – Standard Specification for stainless steel bars and shapes, 758 p.

American Society for Testing Materials – ASTM E18:2017 – Standard Test Methods for Rockwell Hardness of metallic materials, 202 p.

American Society for Testing Materials – ASTM E92:2017 – Standard Test Method for Vickers Hardness and Knoop Hardness of metallic materials, 71 p.

American Society for Testing Materials – ASTM E562:2011 – Standard Test Method for determining volume fraction by systematic manual point count, 28 p.

American Society for Testing Materials – ASTM E1019:2011 – Standard Test Method for determination of carbon, sulfur, nitrogen and oxygen in steel, iron, nickel and cobalt alloys by various combustion and fusion techniques, 52 p.

American Society for Testing Materials – ASTM E1086:2014 – Standard Test Method for analysis of austenitic stainless steel by spark atomic emission spectrometry, 11 p.

BAI, Q. Subsea Engineering Handbook. Gulf Professional Publishing, 2012, 919 p.

BATALHA, G. F.; BRESCIANI F. E.; BUTTON, S. T.; SILVA, I. B. Conformação Plástica dos Metais. Campinas EPUSP: 2011.

BEESE, A. M.; MOHR, D. Experimental quantification of phase transformation in austenitic stainless steel. *Proceedings of the SEM Annual Conference*, June 1-4, 2009.

BERTHIER, T. O Efeito do Hidrogênio nas Propriedades Mecânicas de Juntas Sodadas de aços inoxidáveis austeníticos e super-austeníticos. Dissertação de Mestrado da UFPR, 2003, 27 p.

BROFMAN, P. J.; ANSELL, G. S. On the effect of carbon on the Stacking Fault Energy of austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, vol.9 A, Jun. 1978, 879 p.

BUGAEV, V. N.; GAVRILJUK, V. G.; PETROV, YU. N.; TARASENKO, V. Mechanism of Hydrogen-Induced Phase Transformations in Metals and Alloys. *International Association for Hydrogen Energy*, vol. 22, no. 23, Jun. 1997,213-218 p.

CALLISTER, Jr.; W.D.; RETHWISCH, D. G. Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução. Utah: LTC, 8. ed, 2012, 817 p.

CASKEY Jr., G.R.; DONAVAN Jr, J.A.; LOUTHAN Jr., M. R.; RAWL Jr., D.E. Hydrogen embrittlement of metals. *Materials Science and Engineering*, 1972, 357-368 p.

CHEN, T. C.; CHEN, S. T.; TSAY, L. W. The role of induced α' – martensite on the hydrogen-assisted fatigue crack growth of austenitic stainless steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 39, n. 19, Jun. 2014, 10293-10302 p.

CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos. São Paulo: Associação Brasileira de Metais, 1982, 303 p.

COSTA e SILVA, A. L.; MEI, P. R. Aços e Ligas especiais. São Paulo: Eletrometal metais especiais S.A., 2. ed, 1988, 509 p.

DEGARMO, E. P.; BLACK, J. T.; KOHSER, R. A. "Cold-Working Processes". *Materials and Process in manufacturing. California University*: Wiley, 1997, 159-173 p.

DEMO, J. J. Structure, constitution and general characteristics of wrought ferritic stainless steels. *ASTM International*, 1977.

DIETER, G.E. Mechanical Metallurgy: Metallurgy and Metallurgical Engineering series. Londres: McGraw-Hill Book Company, 1988, 751p.

DURLU, N.; ÇALISKAN KAAN, N.; BOR, S. Effect of swaging on microstructure and tensile properties of W-Ni-Fe alloys. *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, Aug. 2013.

CULLITY, B. D. Elements of X-ray diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, 1956, 531p.

ELIEZER, D. The behavior of 316L stainless steel in hydrogen. *Journal of Materials Science*, v. 19, n. 5. Ben-Gurion University, Israel, Add1984,1540-1547 p.

EPE - Empresa de Pesquisa Energética. EPE: 2016 – Informação e documentação –
Apresentação de Balanço Energético Nacional: ano base 2015. Brasília- DF, 2016.
23p.

FARIA, R. N.; LIMA, L. F. C. P. Introdução ao magnetismo dos materiais. São Paulo: ELF, 2005.

FISHER. FERITSCOPE FMP30 - Measurement of the Ferrite Content in Austenitic and Duplex Steel. Germany: 2014, 7 p.

FERREIRA, P. J.; MULLNER, P. A. Thermodynamic model for the stacking fault energy. *Acta Metallurgica*, vol. 46, No. 13, 1998, 4479-4484 p.

FOFANOV, D.; RIEDNER, S. Magnetic properties of stainless steels: applications, opportunities and new developments. *Physic of metals and alloys*. Russia, 2001.

GENTIL, V. Corrosão. São Paulo: LTC, 6. ed, 2011.

GILAPA, L. C. M. Efeito do teor de cobre e dos caminhos de deformação na conformabolidade e na martensita induzida por deformação no aço inoxidável austenítico.AISI 304. Universidade Federal de Santa Catarina, 2011, Tese de Doutorado.

HAN, G.; HE, J.; FUKUYAMA, S.; YOKOGAWA, K. Effect of strain-induced martensite on hydrogen environment embrittlemenet of sensitized austenitic stainless steels at low temperatures. *Acta Metallurgica*, vol. 46, No. 13, 1998, 4559-4570 p.

HANNINEN, H.; HAKARAINEN, T. On the effects of α' martensite in hydrogen embrittlement of a cathodically charged AISI type 304 austenitic stainless steel. *A Journal of Science and Engineering*, vol. 36, n. 1, 1980, 47-51 p.

HARDIE, D.; BUTLER, J. J. F. Effect of hydrogen charging on fracture behavior of 304L stainless steel. *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 6, 1990, 441-446 p.

HERMIDA, J. D.; ROVIGLIONE, A. Stacking fault energy decrease in austenitic stainless steels induced by hydrogen pairs formation. *Acta Materialia*, 1998.

HOLZWORTH, M. L. Hydrogen embrittlement of type 304L stainless steel. *Corrosion* – *The Journal of Science and Engineering*, vol. 25(3), 1969, 107-115p.

HOSFORD, W. F. Mechanical behavior of materials. *Cambridge University Press*, 1 st edition, New York, 2005.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO 8249:2000. Welding determination of ferrite number (FN) in austenitic and duplex ferriticaustenitic Cr-Ni stainless steel weld metals. 2. ed, 2000.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - ISO 13628:2005. Parte 1. Petroleum and Natural Gas Industries – Design and Operation of Subsea Production Systems. Part I: General Requirements and Recommendations. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - ISO 13628: 2011. Part 15. Petroleum and Natural Gas Industries – Design and Operation of Subsea Production Systems. Part 15: Subsea Structure and Manifolds.

INSTITUTO NACIONAL DE ÓLEO E GÁS DA UNIVERSIDADE DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO (INOG-UERJ). *AGÊNCIA BRASIL*, 2015. Disponível em: http:// agenciabrasil.ebc.com.br/economia/noticia/. Acesso em: 11 de Agosto de 2015.

KRAUSS, G. Steels: Processing, Structure and Performance. Colorado University: *ASM International*, 2005.

KURUMOTO, N. K. Contribuição dos Efeitos do Hidrogênio na Vida em Fadiga de Juntas Soldadas de Aço Inoxidável Austenítico tipo AISI 304L/308L. UFRJ, Coppe, 1991.

LAI, C. L.; TSAY, L. W.; CHEN, C. Effect of microstructure on hydrogen embrittlement of various stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, Jul. 2013.

LOUTHAN, M. R.; CASKEY, G. R.; DONOVAN, J. A.; RAWL, D. E. Hydrogen embrittlement of metals. *Materials Science and Engineering*, vol. 10, 1972.

LU, J.; HULTMAN, L.; HOLSMSTROM, E.; ANTONSSON, K. H.; GREHK, M.; LI, W.; VITOS, L.; GOLPAYEGANI, A. Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, vol. 111, 2016, 39-46 p.

LUNDIN, C. D.; RUPRECHT, W.; ZHOU, G. Ferrite measurement in austenitic and duplex stainless steel castings. *Materials Joined Research Group – Department of Materials Science and Engineering.* The University of Tennessee, Knoxville, 1999.

LYMAN, T. *Metallography, structures and phase diagrams.ASM International Handbook Committee,* 8 ed., Ohio, 1973.

MANGONON, P. L.; THOMAS, G. The martensite phases in 304 stainless steel. *Metallurgical Transactions,* vol. 1, Issue 6, 1970,1577-1586 p.

MATSUOKA, S.; YAMABE, J.; MATSUNAGA, H. Criteria for determining hydrogen compatibility and the mechanisms for hydrogen-assisted, surface crack growth in austenitic stainless steels. Kyushu University, Japan, 2015.

MATSUO, T.; YAMABE, J.; MATSUOKA, S. Effects of hydrogen on tensile properties and fracture surface morphologies of type 316L stainless steel. *ScienceDirect,* Sep. 2013.

MCGUIRE, M. Stainless Steel for Design Engineers. ASM The Materials Information Society, Ohio, 2008.

MÉSZÁROS, I.; PROHÁSZKA, J. Magnetic investigation of the effect α' martensite on the properties of austenitic stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, nº 161, 2005. 162-168 p.

MODENESI, P. J. Soldabilidade dos aços inoxidáveis. SENAI – Coleção Tecnologica da Soldagem, 2001, 100 p.

MOEBUS, F. Análise de falha nas terminações de mangueiras termoplásticas de alta pressão submetidas à prensagem por "*swaging*". Niterói: UFF, 2016.

NAKADA, N.; ITO, H.; MATSUOKA, Y.;TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. Deformation induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steels. *ScienceDirect*, nº 58, 2010, 895-903 p.

NARITA, N.; ALTSTETTER, C.J.; BIRNBAUM, H.K. Hydrogen-related phase transformations in austenitic steels. *AMS*, Metals Park, Ohio, 1982.

NISHIYAMA, ZENJI. Martensitic Transformation. *Fundamental Research Laboratories Nippon Steel Corporation*, Tokio, 1971.

NOVIKOV, I. Teoria dos tratamentos térmicos dos metais. UFRJ, 1994, 568 p.

OCEANEERING. Oceaneering Umbilical Solutions. 2014. Disponível em: http://www.oceaneering.com/datasheets-Thermoplastic-Hose-Umbilical. Acesso em 09/03/2016. OTTEN, G.E. *Steel Heat Treatment – HANDBOOK – Metalurgy and Technologies.* Portland, Oregon, 2. ed, 2006.

PADILHA, A. F.; GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos – Microestrutura e Propriedades. EDITORA HEMUS, Curitiba, 2004.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. *ISIJ International*, vol. 43, 2002, 135-143 p.

PARDAL, J. M.; TALLES, R. M.; TAVARES M. T; TAVARES, S. S. M.; FONSECA M. C.; SILVA, M. R.; PARDAL, J. P. Avaliação da transformação martensítica induzida por deformação a frio no aço inoxidável AISI 321 de baixo teor de carbono. UFF – Universidade Federal Fluminense, 2014.

PERLADE, A; BUAZIZ, O; FURNÉMONT, Q. A physically based model for TRIPaided carbon steels behavior, 2002.

PERNG, TSONG-PYNG; ALTSTETTER, C. J. Effects of deformation on hydrogen permeation in austenitic stainless steels. *ACTA METALLICALS*, vol. 34, no.9, 1986, 1771-1781 p.

PICKERING, F. B. Physical metallurgy of stainless steel developments reviews. *International metal reviews, Dec.* 1976, 21; 227-268 p.

PROHÁSZKA, J., MÉSZÁROS, I. Magnetic investigation of the effect of α' martensite on the properties of austenitic stainless stell. *CONFERENCE PAPER*, Hungria, 2004.

PUC-RIO – Apostila. Disponível em; <u>http://www.puc-rio.com.br</u>. Acesso em: 14 de janeiro de 2017.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of applied crystallography*, Copenhagen, 1969.

RIGMANT, M. B.; NICHPURUK, A. P.; KORKH, M. K. The possibility of separate measurement of the amounts of ferrite and deformation martensite in three phase austenitic class steels using the magnetic method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, vol. 48, n° 9, 2012, 511-521 p.

ROCHA, M.R., OLIVEIRA, C. A. S. Evaluation of the martensitic transformations in austenitic stainless steels. Dissertação de Mestrado da Universidade Federal de Santa Catarina, 2009.

ROZENAK, P.; ROBERTSON, I. M.; BIRNBAUM, H.K. HVEM studies of the effects of hydrogen on the deformation and fracture of AISI type 316 austenitic steel. Illinois University, 1990.

SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; GERALDO, R.C.; CERNICCHIARO, T.; ARMANDO, Y.T. Técnicas de Magnetometria. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, vol. 22, nº 3, 2000.

SCHARAM, R. E.; REED, R. P. Stacking. fault energies of seven commercial austenitics stainless steels. *Metallurgical Transactions A,* vol. 6 A, Jul. 1975, 1345-1351 p.

SMAGA, M.; WALTHER, F.; EIFLER, D. Deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels. *Materials Science and Engineering A,* vol. 483, 2008,394-397 p.

SOLOMON, N., SOLOMON, J. Phase transformation influence on corrosion resistance of AISI 316 austenitic stainless steel. *University of Galati*, Romania, 2010.

SIKRI, T. V. P. Effects of microstructure on the susceptibility of austenitic and martensitic stainless steels to pitting and intergranular corrosion in aqueous chloride environments. Georgia Institute of Technology, 2012.

SPENCER, K.; EMBURY, J. D.; CONLON, K. T.; VÉRON, M.; BRÉCHET, Y. Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, vol. 387-389, 2004, 873-881 p.

TAVARES, M. T. Avaliação da Transformação Martensítica por Deformação a Frio no aço Inoxidável Austenítico AISI 321 Contendo Diversos Teores de Carbono. Dissertação de Mestrado- UFF. Niterói, 2014, 173 p. TAVARES, S.S. M.; Materiais de Fabricação Mecânica – Metalurgia Física. Notas de Aula. UFF – Universidade Federal Fluminense, Curso de Pós Graduação, 2015, 186 p.

TAVARES, S.S. M.; PARDAL, J. M.; DA SILVA, M. R.; OLIVEIRA, C. A. S. Martensitic transformation induced by cold deformation of Lean Duplex Steel UNS S32304. *Materials Research*, vol. 17, no. 2, 2013, 381-385 p.

TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNINEN, H. Comparison of different methods for measuring strain induced α' martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology*, vol. 20, 2007.

TALONEN, J.; ASPEGREN, P.; HANNINEN, H. Effect of strain induced α'-martensite transformation on mechanical properties of metastable austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology*, vol. 20, 2007.

VITOS, L.; NILSSON, J. O.; JOHANSSON, B. Alloying effects on the stacking fault energy in austenitic stainless steels from first-principles theory. *ACTA MATERIALIA*, vol. 54, 2006, 3821-3826 p.

WANG, Y.; WANG, X.; GONG, J.; SHEN, L.; DONG, W.Hydrogen embrittlement of catholically hidrogen-precharged 304L austenitic stainless steel: Effect of plastic prestrain. *ScienceDirect,* Jun. 2014.

XU, J.; ZHUO, C.; TAO, J.; JIANG, S. The effect of second-phase on the corrosion and wear behaviors of composite allowing layer. *Search ScienceDirect,* vol. 255, issue 5, part 2, 2008. 2688-2696 p.

YANG, Q.; LUO, J. L. Martensite transformation and surface cracking of hydrogen charged and outgassed type 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, vol. 288, 2000. 75-83 p.