

ALBERTO MASSAO TAKAHASHI

**RECONSTRUÇÃO TRIDIMENSIONAL DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE
CORPOS DE PROVA CHARPY**

São Paulo

2009

ALBERTO MASSAO TAKAHASHI

RECONSTRUÇÃO TRIDIMENSIONAL DA SUPERFÍCIE DE FRATURA DE CORPOS DE PROVA CHARPY

Trabalho de Formatura apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica

Orientador:
Prof. Dr. César R. F. de Azevedo

São Paulo

2009

Agradecimentos

Pela valiosa orientação e grande apoio para esse trabalho, agradeço o professor Cesar R. F. Azevedo por tornar possível essa realização.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais e seus respectivos professores que contribuíram para a minha formação de engenheiro metalúrgico.

Aos amigos, que ao longo do curso, compartilharam experiências, conhecimentos, companheirismo e amizade.

Durante o desenvolvimento desse trabalho, agradeço a importante participação e contribuição do Rafael e Vinícius para realizar a parte experimental.

E finalmente, à minha família que sempre me apoiou nessa grande realização.

Muito obrigado a todos,
Alberto Massao Takahashi

Resumo

A reconstrução tridimensional de superfícies de fratura, obtidas por microscopia eletrônica de varredura, tem sido utilizado como potencial ferramenta de análise para determinação de parâmetros quantitativos dessas superfícies nas últimas décadas. O presente trabalho utiliza o software austríaco MeX para reconstruir superfícies de fratura de corpos de provas submetidos ao ensaio Charpy, a fim de investigar a viabilidade de aplicação dessa técnica na análise fractográfica através dos parâmetros quantitativos obtidos como a dimensão fractal e o relação de área real sobre área projetada. Essa técnica de reconstrução consiste em associar a microscopia eletrônica de varredura e o software estereofotogramétrico MeX, possibilitando o cálculo da medição de elevação de vários pontos da topografia devido à paralaxe durante o deslocamento da amostra no seu plano eucêntrico. O software, portanto, possibilita calcular os parâmetros quantitativos como o perfil de superfície, cálculo de área, volume, rugosidade, dimensão fractal, entre outros. Deste modo, a reconstrução tridimensional torna-se uma interessante ferramenta na fractografia quantitativa, possibilitando investigar fraturas, propagação de trincas e relacionar com as propriedades de materiais.

Palavras-chave: reconstrução tridimensional, superfícies de fratura, microscopia eletrônica de varredura, parâmetros quantitativos, dimensão fractal, estereofotogramétrico, plano eucêntrico, fractografia quantitativa.

Abstract

The three-dimensional reconstruction of fracture topography, obtained by scanning electron microscope, have been used as a potential analysing technique to determine fractographic parameters in the last decades. This present work applied the Austrian software MeX to reconstruct the topography of Charpy fracture surfaces in order to investigate an application for this technique in fractographic analysis through the quantitative parameters obtained such as fractal dimension and true to project area ratio. This reconstruction technique consists in associate SEM stereoscopy and stereophotogrammetry software, allowing the calculation of the elevation measurement at numerous points of the topography due to the parallax that takes place during the tilting of the sample along the microscope eucentric plane. The software, hence, enables to calculate fractographic parameters as surface profile, area calculation, volume, roughness, fractal dimension and others. Therefore, the three-dimensional reconstruction became an interesting tool to quantitative fractography, allowing investigate fractures, crack path and relationships to material properties.

Keywords: three-dimensional reconstruction, fracture topography, scanning electron microscope, fractographic parameters, fractal dimension, stereophotogrammetry, eucentric plane, quantitative fractography.

Sumário

Capítulo 1 – Introdução.....	3
1.1 – Motivação.....	3
1.2 – Objetivo	4
Capítulo 2 – Revisão bibliográfica.....	5
2.1 - Fraturas em metais	5
2.1.1 – Introdução.....	5
2.1.2 - Modos de fratura e mecanismos	7
2.2 – O ensaio Charpy	17
2.3 – Mecânica da fratura de corpo de prova Charpy.....	21
2.4 - A reconstrução tridimensional da fratura.....	28
2.5 – Parâmetros quantitativos.....	32
2.5.1 - Dimensão fractal.....	32
2.5.2 - Relação de área real sobre área projetada	33
Capítulo 3 – Procedimento experimental.....	34
3.1 – Materiais	34
3.2 – Métodos.....	37
3.2.1 – Ensaio Charpy	37
3.2.2 – Análise macroscópica	38
3.2.3 – Análise metalográfica	38
3.2.4 – Microscopia eletrônica de varredura.....	40
3.2.4 - Software MeX – Reconstrução tridimensional.....	41
3.2.5 – Procedimento de obtenção dos pares estereoscópicos	44

Capítulo 4 – Resultados e discussão	46
4.1 – Fratura mista (amostra API 5L X70)	46
4.1.1 – Análise macrográfica da superfície de fratura.....	46
4.1.2 - Caracterização microestrutural	48
4.1.3 - Reconstrução tridimensional da fratura	52
4.1.4 – Discussão dos parâmetros quantitativos.....	63
4.2 – Fratura frágil (amostra API 5L X52M)	66
4.2.1 – Análise macrográfica da superfície de fratura.....	66
4.2.2 - Caracterização microestrutural	68
4.2.3 - Reconstrução tridimensional da fratura	72
4.2.4 – Discussão dos parâmetros quantitativos.....	83
Capítulo 5 – Conclusões.....	86
Capítulo 6 – Referências bibliográficas	88

Capítulo 1 – Introdução

1.1 – Motivação

Durante a graduação de engenharia metalúrgica, despertei grande interesse em assuntos relacionados à fractografia, uma das ferramentas bastante utilizada na análise de falhas de componentes metálicos. Matérias como PMT2501 (Seleção de materiais e análises de falhas) e PMT2401 (Mecânica dos materiais) forneceram uma base sólida de conhecimento para o entendimento da fractografia de metais em geral.

A partir disso, a escolha do tema de reconstrução tridimensional da fratura através o programa MeX possibilitou que pudesse concluir o curso com um trabalho bastante desafiador. Hoje, a fractografia de fraturas é sujeito a uma análise subjetiva e métodos de análise quantitativa de parâmetros de superfície ainda não estão consolidados.

Esse método de fractografia quantitativa, através da reconstrução tridimensional da fratura, se mostra uma potencial ferramenta para o estudo dessas superfícies, com aplicação na análise de falhas de componentes, desenvolvimento de novos materiais, significativo entendimento de parâmetros como a tenacidade à fratura, propagação da trinca e resistência dos materiais.

1.2 – Objetivo

O objetivo do presente trabalho é aplicar a técnica de reconstrução tridimensional nas superfícies de fratura de corpos de prova Charpy e investigar possíveis aplicações dessa técnica na fractografia. Utilizando um software chamado MeX, os parâmetros quantitativos, como a dimensão fractal e relação de área de gerada sobre área projetada, são obtidos e analisados.

Anteriormente ao desenvolvimento do trabalho, será realizada uma revisão bibliográfica sobre os seguintes assuntos:

- Fraturas de metais e seus mecanismos;
- O ensaio Charpy e sua aplicação;
- Mecânica da fratura nos corpos de provas utilizados no Charpy, a fim de entender como se comporta a fratura em materiais submetidos a esse tipo de ensaio;
- A técnica de reconstrução tridimensional, aplicação e resultados obtidos na literatura, revistas e publicações.
- Breve explicativo sobre os parâmetros quantitativos utilizados, a dimensão fractal e a relação de área real sobre área projetada.

O presente trabalho consiste, na primeira etapa, em um ensaio Charpy. As amostras analisadas, API 5L X70 que apresentou fratura mista com aspecto dúctil e frágil (62J energia absorvida) e o API 5L X52M que apresentou fratura frágil (18J energia absorvida), foram realizadas imagens estereoscópicas no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A segunda etapa é realizada a reconstrução tridimensional dessas imagens e obtenção dos parâmetros quantitativos de cada amostra, através do software MeX. Esses dados serão analisados e discutidos se há alguma aplicação na fractografia.

E por fim, uma conclusão do trabalho concatenando as informações obtidas e analisando de forma crítica os resultados.

Capítulo 2 – Revisão bibliográfica

2.1 - Fraturas em metais

2.1.1 – Introdução

Metais em geral falham de diferentes modos por diferentes razões. Determinar a causa da falha é essencial na prevenção da sua recorrência. Uma das mais importantes fontes de informações sobre a causa da falha pode estar na própria superfície de fratura do componente. Essa superfície nos fornece detalhadas informações sobre o histórico da quebra. Além disso, contem evidências do carregamento, condições de uso, modo de fratura, mecanismos atuantes, sinergia, efeitos do ambiente, qualidade do material, entre outros. A principal técnica para análise é a fractografia, um ramo da ciência que lida com a descrição, análise e interpretação de morfologias de superfícies de fratura [1,2].

Analizando historicamente, a fratura de metais tem sido utilizada, desde a época do Bronze, como recurso de análise de qualidade de ferramentas e armas fabricadas. Os chamados ferreiros eram interessados na ductilidade do metal e, provavelmente, observavam a aparência das superfícies de fratura desses instrumentos fabricados, correlacionando-as com o processo de fabricação para evitar possíveis falhas posteriores [3].

Durante o século XVI, cientistas como Biringuccio e Ercker, publicaram em suas obras, correlação de parâmetros da superfície de fratura para controlar a qualidade dos metais. No século seguinte, a fractografia progrediu com o advento do microscópio óptico, e Hook foi o pioneiro na análise de fratura com a utilização da microscopia [1]. A figura 1 mostra a fratura de uma "Kettering-stone", onde o aumento de seu microscópio variava entre 30x e 90x, possuía pequena profundidade de foco e muitas aberrações. Essa imagem foi resultado de extenso trabalho com variações de foco.

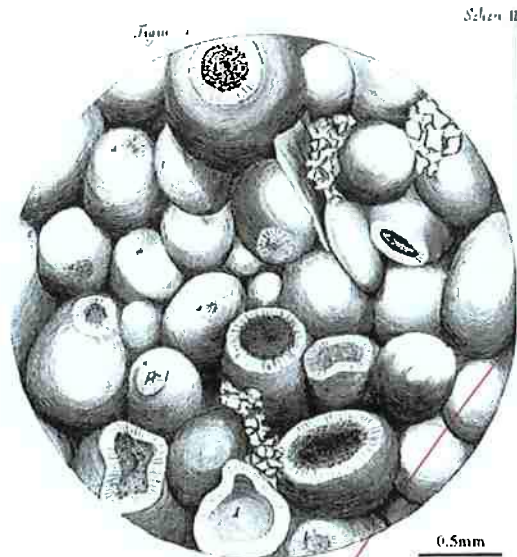


Figura 1 – Superfície de fratura da Kettering-stone. Micrographia, Robert Hook, 1665 [4].

Em 1722, no livro *The Art of Converting Wrought Iron to Steel and the Art of Softening Cast Iron*, Réaumur descreveu métodos de reconhecer defeitos em aços por testes mecânicos e retratou as aparências das fraturas. Ele mostrou que a aparência da fratura está relacionada à propriedade mecânica, como a ductilidade e resistência mecânica [2].

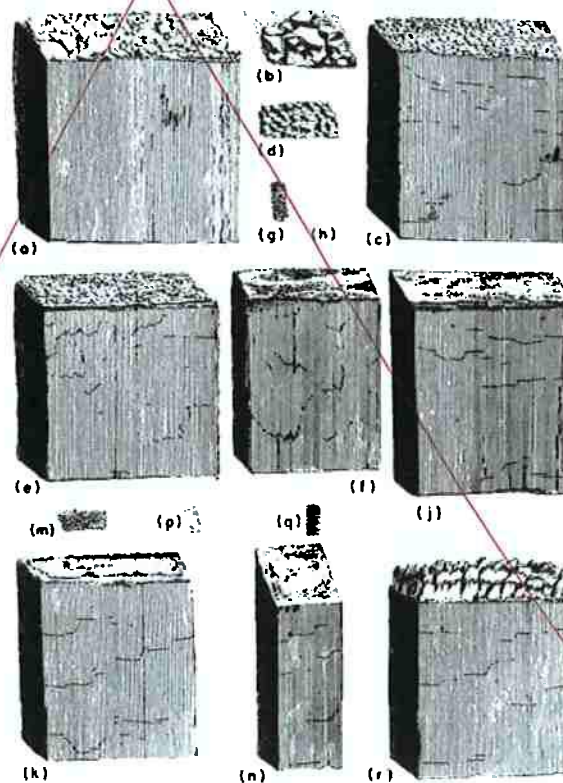


Figura 2 – Aparências de fraturas como método para reconhecer defeitos em aços [2].

Com a descoberta da metalografia em 1865 por Sorby, a fractografia começou a ser substituída. Somente durante meados da década de XX, a fractografia voltou à atenção da comunidade científica. Entre a década de 40 e 50 do século XX, Zapfe retoma a fractografia para estudar a correlação entre orientação cristalográfica, estrutura e características da fratura frágil (clivagem e fratura intergranular) usando técnicas de microscopia ótica (baixa profundidade de foco). No início da década de 60, o desenvolvimento da microscopia eletrônica, com uso da técnica de réplica associada à MET, e posteriormente com o uso do MEV levou ao desenvolvimento da fractografia. A partir desse momento, a fractografia é explorada para entender os fenômenos de nucleação e crescimento de trincas e torna-se uma importante ferramenta de análise de falha de componentes de engenharia. E finalmente, no fim do século XX, o recurso da reconstrução tridimensional de superfícies de fratura obtidas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura torna uma importante ferramenta no estudo da fractografia quantitativa [1].

2.1.2 - Modos de fratura e mecanismos

Fraturas em ligas metálicas podem ocorrer através de dois tipos de propagação de trinca: transgranular (através dos grãos) e intergranular (ao longo dos contornos de grão). Basicamente, existem 4 tipos principais de modos de fratura: ruptura alveolar, clivagem, fadiga e ruptura decoesiva. Cada um desses modos tem superfície característica e mecanismos próprios pelos quais a trinca se propaga [2]. A seguir, as características dessas superfícies de fratura e os mecanismos associados a essas serão apresentados e ilustrados. Muitos dos mecanismos propostos para explicar os modos de fraturas são frequentemente baseados em interação de discordâncias, envolvendo complexas relações de escorregamento e cristalografia.

Ruptura alveolar

Nesse modo de fratura, bastante comum em materiais metálicos, a sobrecarga é a principal causa da fratura e o processo é conhecido como coalescência de microcavidades. Esses nucleiam em regiões com descontinuidades como partículas de segunda fase, inclusões, contornos de grão e empilhamento de discordâncias. Conforme a deformação no material aumenta, as microcavidades aumentam, coalescem e eventualmente formam uma superfície de fratura contínua. Esse tipo de fratura é característico pela presença de várias depressões que são resultados da coalescência de microcavidades. As depressões são comumente chamadas como alvéolos e o modo de fratura conhecido como ruptura alveolar [2].

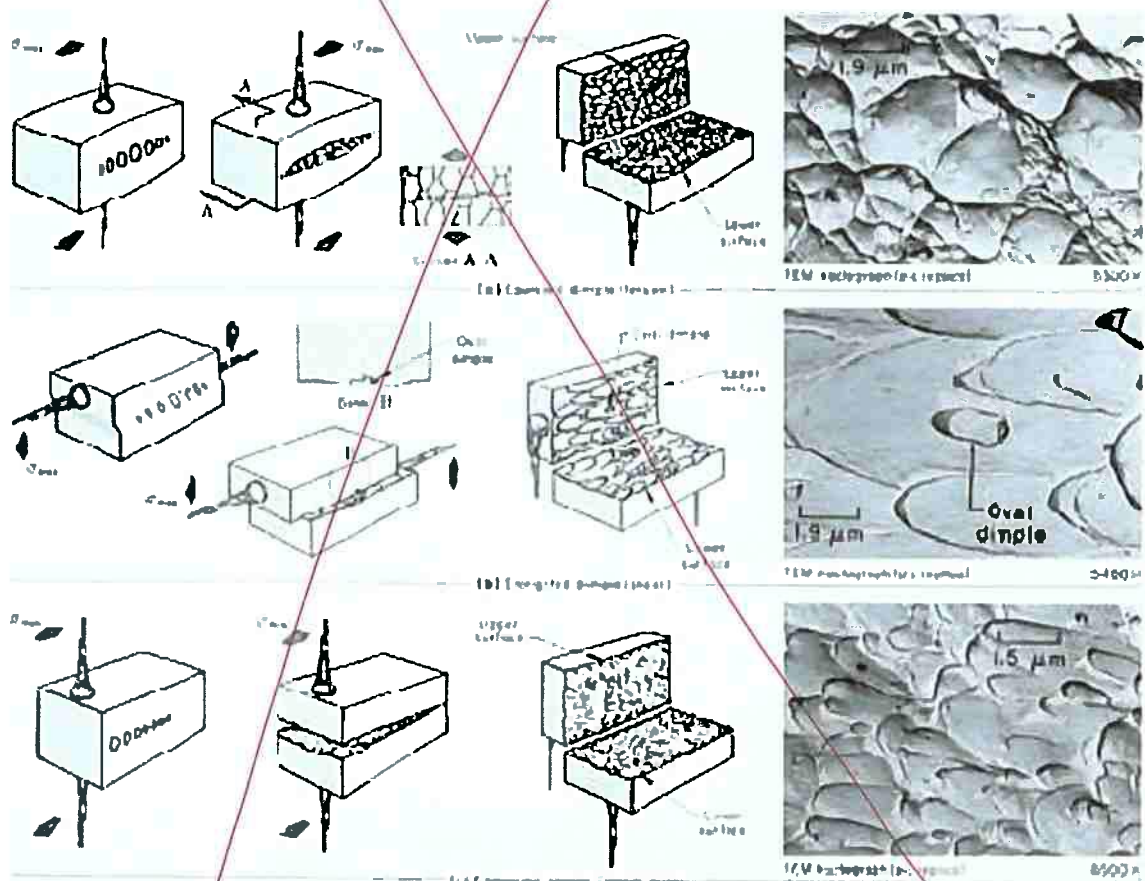


Figura 3 - Influência da direção de máxima tensão na forma dos alvéolos formados pela coalescência de microcavidades. (a) Na tração, alvéolos equiaxiais são formados em ambas as superfícies de fratura. (b) No cisalhamento, alvéolos alongados estão direcionados em direções opostas. (c) Na ruptura por flexão, alvéolos alongados apontam para a origem da fratura [2].

O tamanho dos alvéolos na superfície de fratura é determinado pela quantidade e distribuição das microcavidades que são nucleadas. Quando os locais de nucleação são poucos e bastante espaçados, as microcavidades crescem em tamanhos grandes antes de se coalescerem e resultado disso é a superfície de fratura que contém alvéolos largos. De outra forma, alvéolos pequenos são formados quando vários locais de nucleação são ativados e estão próximos aos outros, resultando em alvéolos pequenos. Com relação à forma, os alvéolos são determinados pelo estado de tensão no material, conforme progride a sua formação e coalescência [2].

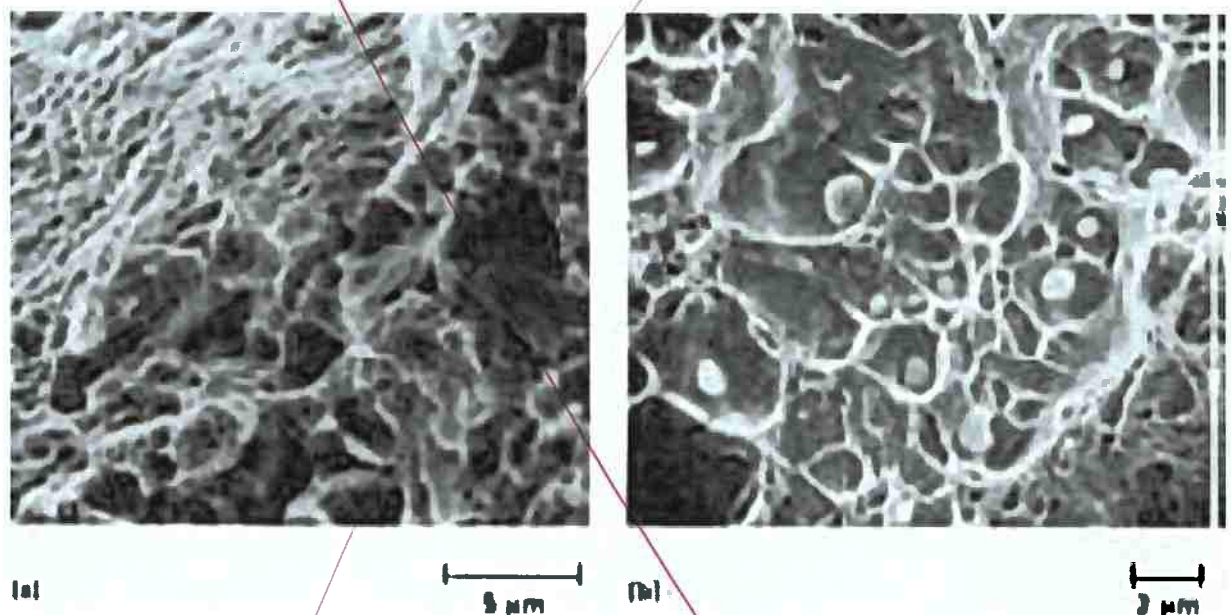


Figura 4 - Exemplos de ruptura alveolar. (a) Largos e pequenos alvéolos na superfície de fratura de um disco de corte, aço ferramenta tipo 234. Pequenos alvéolos no canto superior esquerdo foram nucleados por numerosas e próximas partículas. (b) Largos e pequenos sulfetos que servem como locais de nucleação de cavidades [2].

As superfícies de fratura resultantes de modos de carregamento de ruptura (Modo I) ou cisalhamento (Modos II e III) apresentam alvéolos alongados. As características de alvéolos alongados são assimétricas entre os eixos (um eixo é maior que o outro) e o final do alvéolo é aberto (não tem uma borda continua) [5].

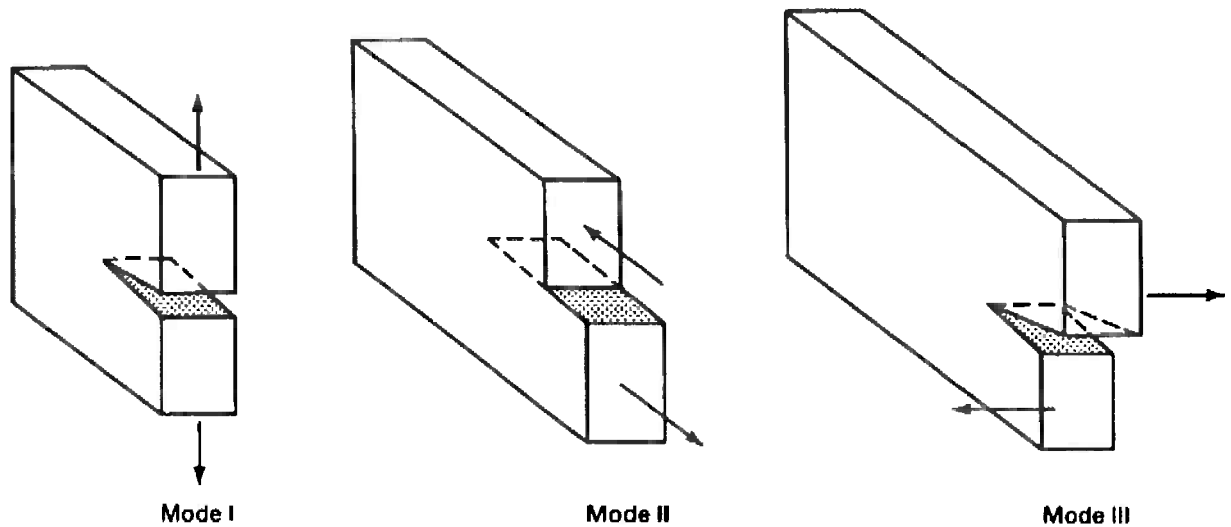


Figura 5 - Modos de carregamento. Setas indicam a direção de carregamento e relativo movimento entre as duas superfícies fraturadas [2].

No caso da figura 6, os alvéolos nas superfícies de fraturas são orientados na mesma direção e as pontas dos alvéolos apontam para a origem da fratura. Essa característica desses alvéolos pode ser relacionada com a direção de propagação da fratura [6].

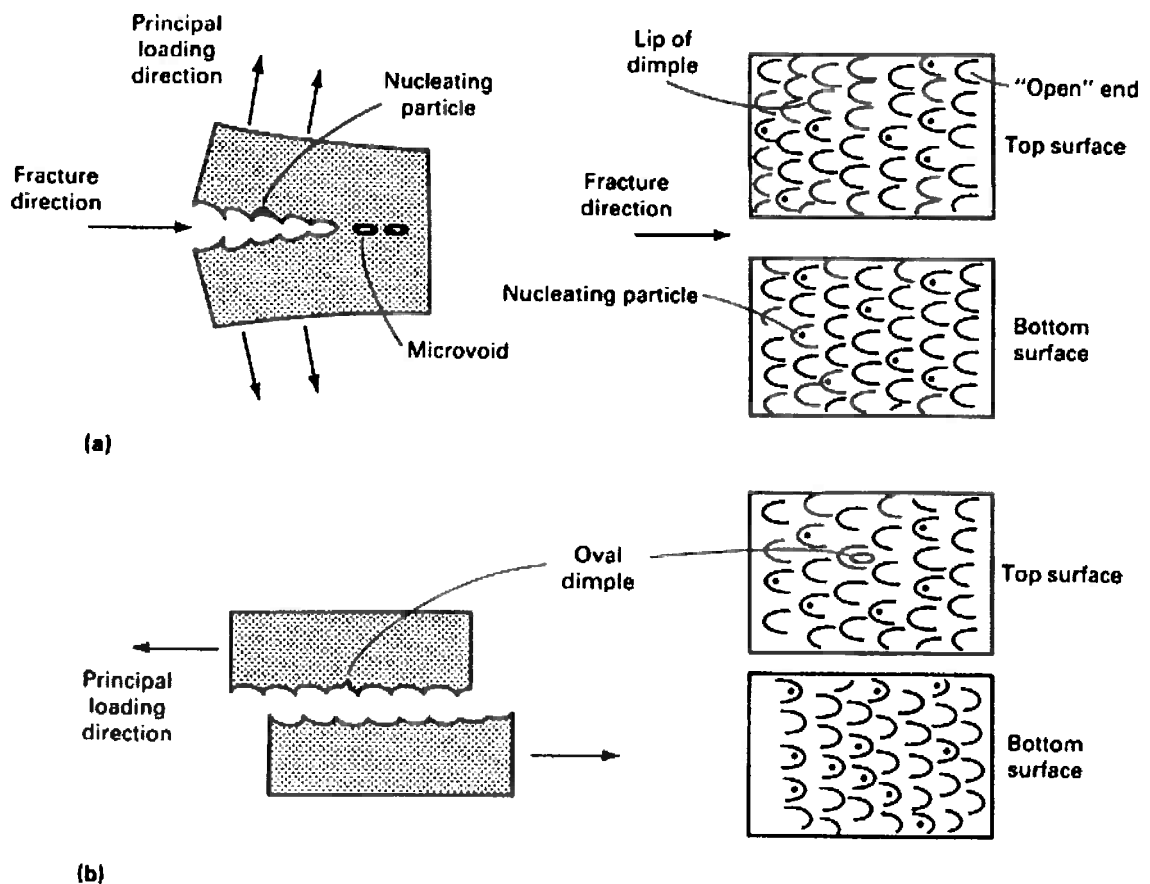
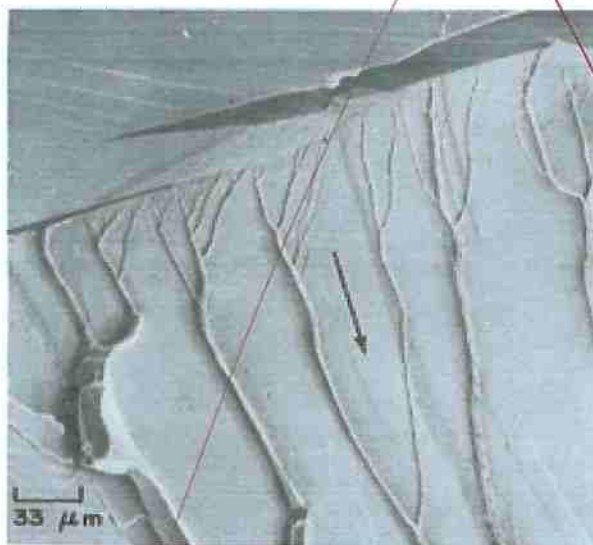


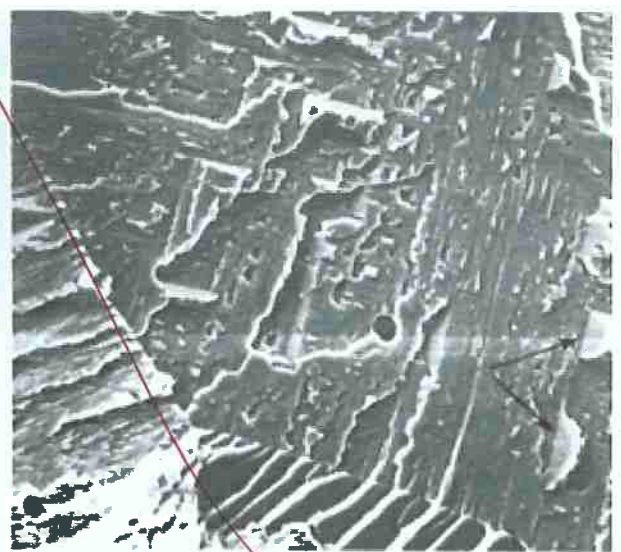
Figura 6 – Formação de alvéolos alongados sobre condição de carregamento de ruptura e cisalhamento. (a) Fratura por ruptura. (b) Fratura por cisalhamento [2].

Clivagem

Esse modo de fratura, que se propaga em planos cristalográficos bem definidos e de baixa indexagem, é conhecido como plano de clivagem. As superfícies de fratura da clivagem, teoricamente, deveriam perfeitamente encaixar as faces opostas e serem completamente planas e sem características marcantes. No entanto, as ligas são policristalinas e contêm contornos de grão e subgrão, inclusões, discordâncias e outras imperfeições que afetam a propagação da fratura de clivagem. Essas imperfeições e mudanças na orientação do reticulado cristalino produzem distintas superfícies de fratura como degraus, marcas de rio, nervuras, marcas de chevron e marcas de línguas. A figura a seguir, mostra esquematicamente como as fraturas por clivagem frequentemente se iniciam em vários planos paralelos. Conforme avança a fratura, o número de planos ativos diminui através da formação progressiva de degraus de clivagem. O conjunto desses é conhecido como marcas de rio. A ramificação dessas marcas de rio se forma na direção da propagação da fratura, e por isso, é possível estabelecer a direção pela qual a trinca se propagou [2].



(a)



(b)

20 μm

Figura 7 – Exemplos de fratura por clivagem. (a) Contornos de grão rotacionados, degraus de clivagem e marcas de rio na liga Fe-0.01C-0.24Mn-0.02Si fraturada por impacto. (b) Línguas (setas) na superfície de um metal de solda 30% Cr fraturada por clivagem [2].

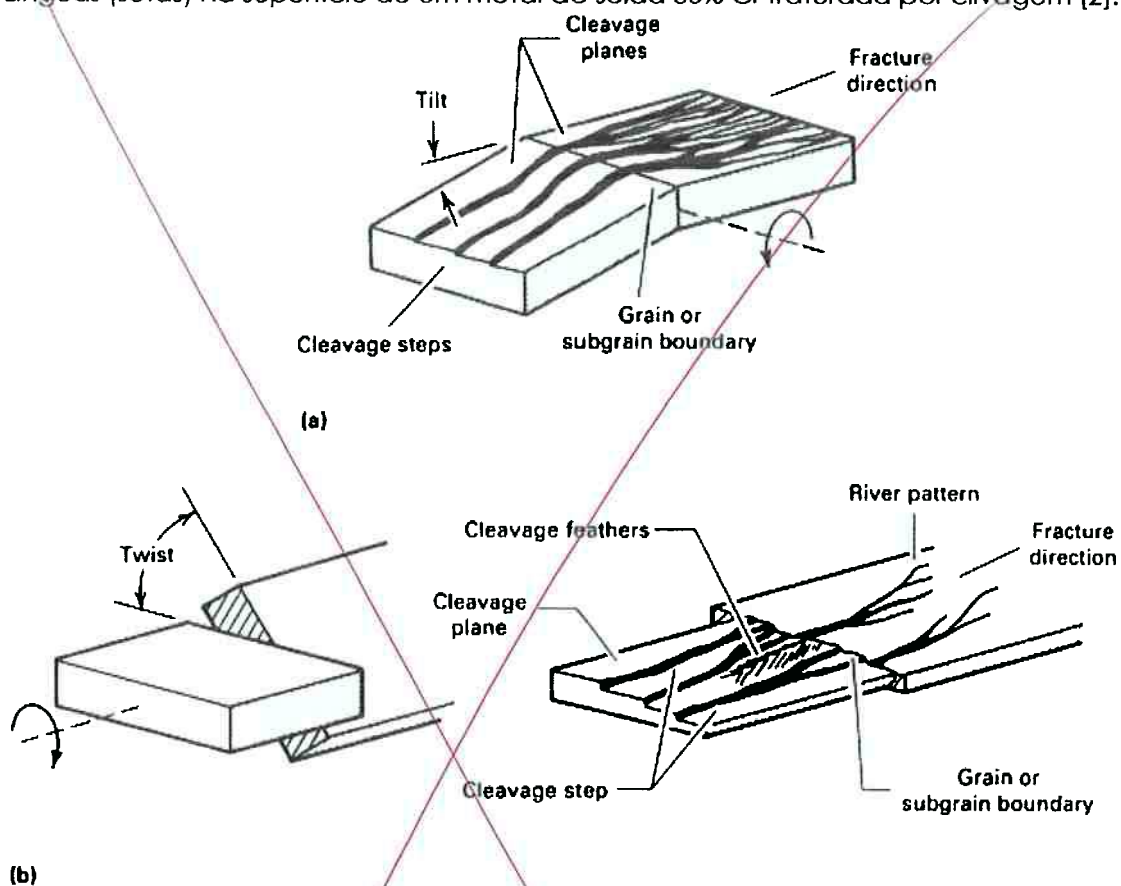


Figura 8 – Esquemática da formação da fratura por clivagem, mostrando o efeito do contorno de subgrão. (a) Contornos de grãos inclinados. (b) Contornos de grãos rotacionados [2].

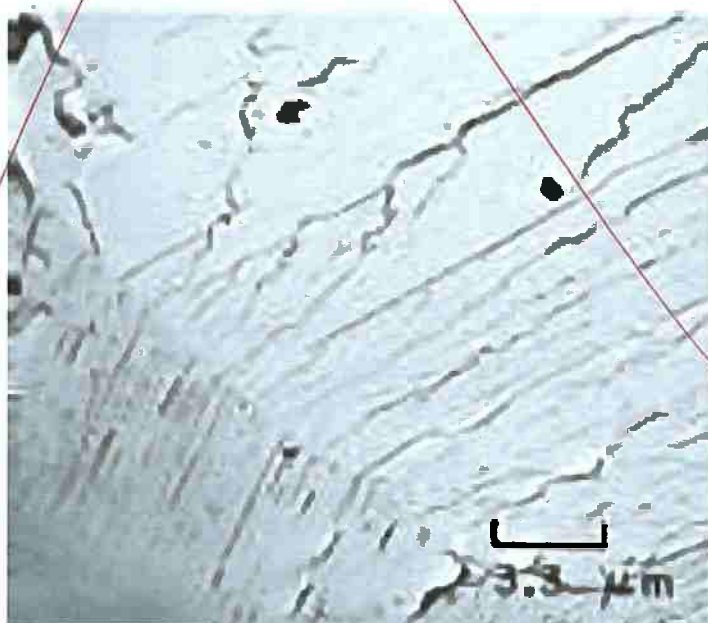


Figura 9 – Fratura por clivagem mostrando um contorno de grão inclinado, degraus e marcas de rio no aço Armco. TEM p-c replica [2]

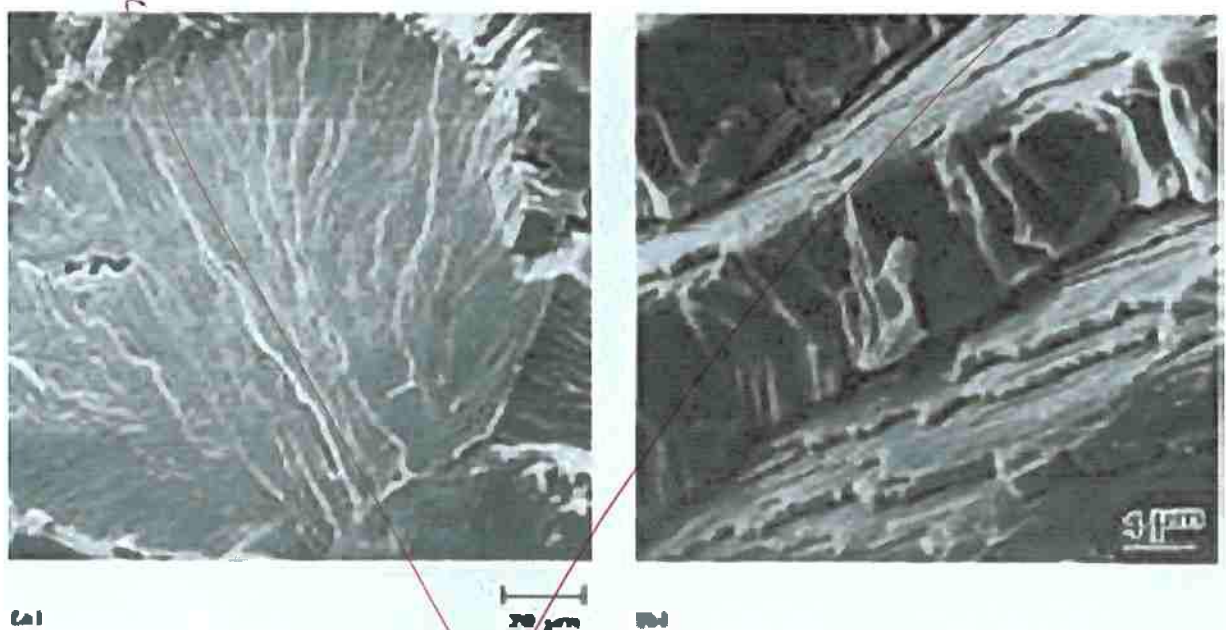


Figura 10 – Exemplos de fraturas por clivagem. (a) Nervuras no grão de um metal de solda cromado que falhou por clivagem. (b) Degráus de clivagem em uma liga Cu-25 at.% Au que falhou por corrosão sob tensão. (B.D. Lichter, Vanderbilt University) [2]

Fadiga

Fraturas resultantes de carregamentos cíclicos ou repetitivos são chamadas de fratura por fadiga. Geralmente ocorrem em três estágios distintos: inicia-se no estágio I, propaga-se em sua maior extensão no estágio II e culmina na fratura catastrófica no estágio III. O início da propagação e crescimento da trinca por fadiga ocorre principalmente através de vários planos de escorregamento devido às reversões repetitivas de sistemas ativos de escorregamento no metal. O crescimento da trinca é fortemente influenciado pela microestrutura e tensão média. A trinca tende a percorrer os planos cristalográficos, porém muda de direção conforme encontra descontinuidades, como contornos de grãos [7].

Um típico estágio I da fratura por fadiga é apresentado a seguir (figura 11). Nesse estágio, a superfície está facetada, assemelhando-se a clivagem e não apresenta estrias de fadiga.

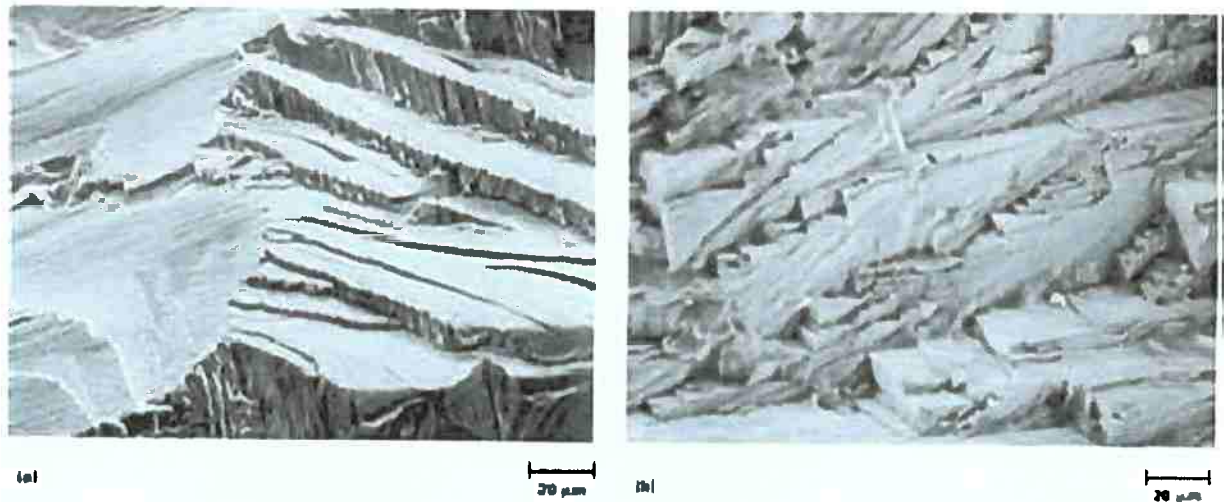


Figura 11 – Aparência do estágio I. (a) Parecido com a clivagem, uma fratura por fadiga no estágio I em um ferro fundido Ni-14Cr-4.5Mo-1Ti-6Al-1.5Fe-2.0(Nb + Ta). (b) Degraus presentes na superfície de fratura, indicativo do estágio I da fratura por fadiga na liga de cobalto. [2]

A maior porção da fratura por fadiga consiste no estágio II, que geralmente ocorre por fratura transgranular e é muito influenciado pela magnitude da tensão alternada do que pela tensão média ou pela microestrutura. Essa fratura geralmente, nesse estágio II, apresenta marcas conhecidas como estrias de fadiga, que é uma indicação visual da posição da trinca de fadiga durante a sua propagação ao longo do material [2].

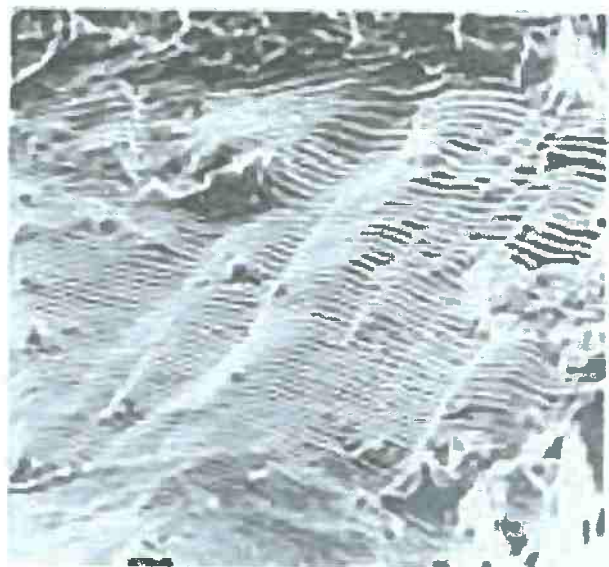


Figura 12 – Variação do espaçamento nas estrias em uma liga Ni-0.04C-21Cr-0.6Mn-2.5Ti-0.7Al que foi testada em condições de flexão rotativa [2].

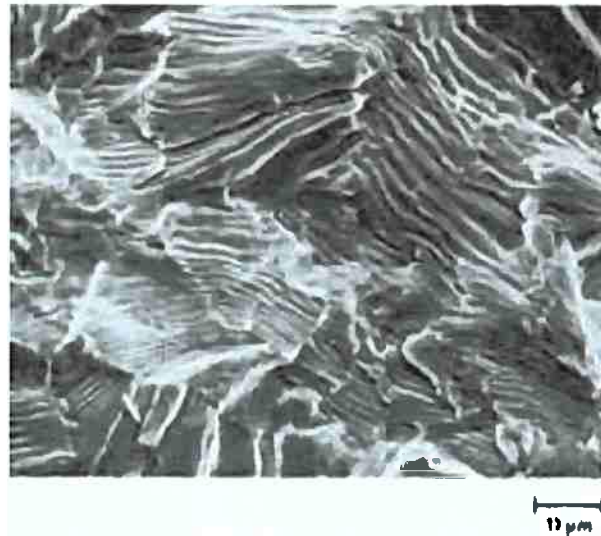


Figura 13 – Estrias de fadiga na superfície de fratura de uma amostra de titânio puro [2].

Sobre condições normais, cada estria é resultado de um ciclo de carregamento e marca a posição da ponta da trinca, no momento em que essa estria é formada. No entanto, quando existe um decréscimo na força aplicada, a trinca pode temporariamente parar de propagar e nenhuma estria é formada. A propagação somente acontece após certo número de ciclos que são aplicados em baixas tensões. O espaçamento das estrias pode ser afetado por várias variáveis, entre elas: condições de carregamento, resistência do material, microestrutura e condições do ambiente de aplicação. E finalmente, o estágio III é a fase terminal da propagação da trinca de fadiga, no qual a formação de estrias é progressivamente substituída pelas fraturas estáticas, como a ruptura por alvéolos ou clivagem. A taxa de crescimento da trinca aumenta durante o estágio III até que se torne instável e ocorra a falha. Por ser dominante pelos modos de fratura estáticos, esse estágio é influenciado pela microestrutura e tensão média [7].

Ruptura decoesiva

A fratura por ruptura decoesiva ocorre quando apresenta pouca ou nenhuma deformação plástica e não existe ruptura por alvéolo, clivagem ou fadiga. Esse tipo de fratura é geralmente resultado da reação com o ambiente e é associado exclusivamente com a ruptura ao longo dos contornos de grãos. Esses são locais de menor ponto de fusão e também são caminhos fáceis para difusão e locais de segregação para elementos como hidrogênio, enxofre, fósforo, arsênio e carbono. A presença desses constituintes no contorno de grão pode significativamente, reduzir a resistência coesiva do material nessa região e torná-lo mais suscetível a esse tipo de fratura [2].

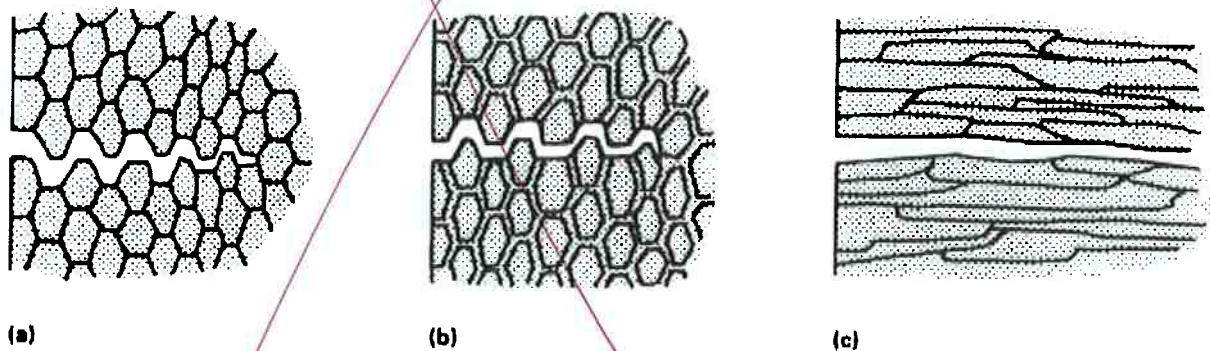


Figura 14 – Ilustração esquemática da ruptura decoesiva ao longo dos contornos de grãos.
(a) Decoesão ao longo dos contornos de grãos equiaxiais. (b) Decoesão através do contorno de grão fragilizado. (c) Decoesão ao longo dos contornos de grãos alongados [2].

A ruptura decoesiva não é o resultado de um processo único de fratura, mas pode ser causado por diversos mecanismos. Esse processo envolve a fragilização das ligações atômicas, a redução da energia de superfície necessária para uma deformação localizada, pressão de molécula de gás e dissolução anódica de sites ativos que são associados com a fragilização por hidrogênio e tensão sob tensão [2].

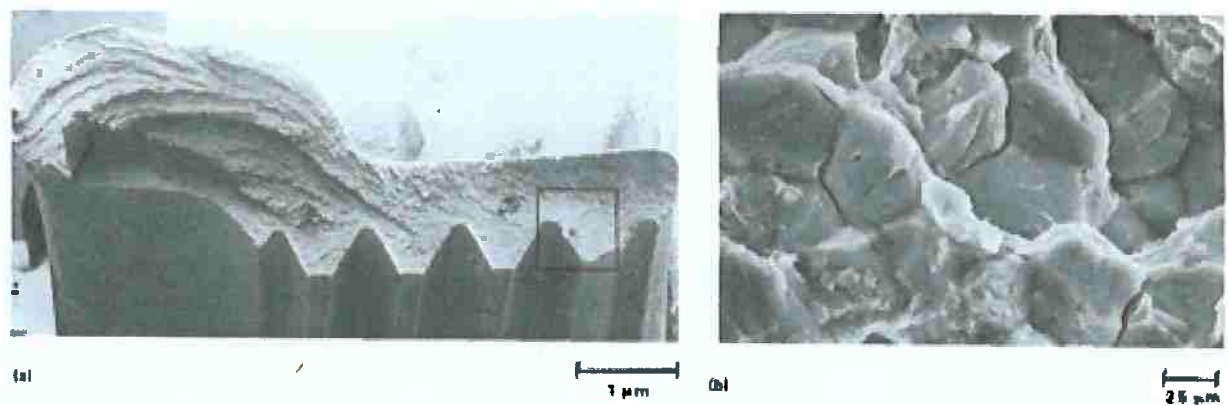


Figura 15 - Ruptura decoesiva em uma porca AISI 8740 devido à fragilização por hidrogênio. (a) Macrografia da superfície de fratura. (b) Ampliação mostrando uma típica fratura intergranular [2].

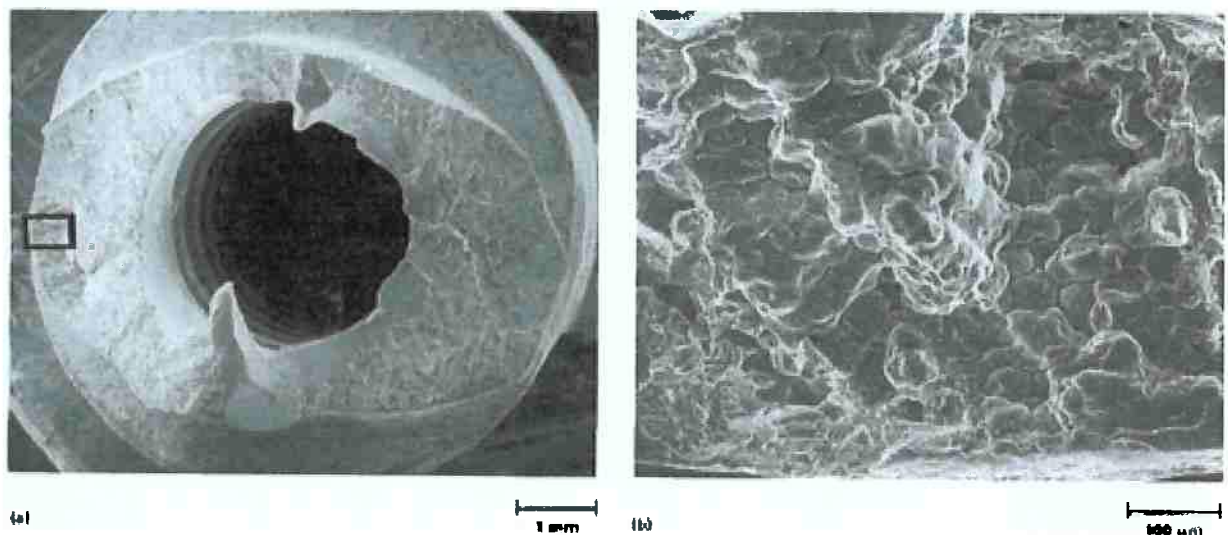


Figura 16 – Amostra de um trem de aterissagem de aço inoxidável 17-4 PH que falhou devido à tensão sob tensão intergranular. (a) Macrografia da superfície de fratura. (b) Ampliação da região onde ocorreu o ataque intergranular [2].

2.2 – O ensaio Charpy

Em 1905, George Charpy desenvolveu um equipamento de impacto por pêndulo e que se tornaria o mais utilizado em ensaios de impacto. Naquela época, o ensaio não foi muito valorizado e compreendido, até quando, na Segunda Guerra Mundial, os primeiros navios com estruturas soldadas foram construídos (aproximadamente 3000 deles). Desses navios, em torno de 1200 sofreram fraturas no casco, onde 250 foram desastrosos. Essas falhas não necessariamente ocorreram sobre condições inusitadas:

muitos quebraram enquanto os navios estavam ancorados em águas calmas. Todas essas fraturas tinham características similares. Foram súbitas, aparência frágil e ocorreram sobre tensões muito menores do que o limite de escoamento do material. Notou-se que originaram em entalhes ou áreas de concentração de tensão como cantos vivos e defeitos de soldagem. Começaram a pesquisar, então, a causa dessas fraturas. Foi observado que, frequentemente, mas não sempre, falhas ocorriam em baixas temperaturas. Em uma pesquisa histórica mais detalhada revelou que fraturas similares têm sido registradas desde o século XVIII, mas foram largamente ignoradas. Os resultados renovaram interesse nesse ramo de pesquisa e, investigações posteriores indicaram que materiais sofrem uma transição de comportamento dúctil para frágil quando a temperatura diminui. Em presença de concentrador de tensão como um entalhe, tensões baixas iniciam a fratura abaixo dessa temperatura de transição e menores ainda, podem causar a propagação da fratura. Essas transições não eram detectadas por testes de dureza, resistência a tração e composição química, que eram os mais comuns na época. Descobriu-se, então, que a temperatura de transição poderia ser determinada através do ensaio de impacto de corpos de provas entalhados e padronizados. Tais amostras foram testadas em temperaturas decrescentes e a energia absorvida pelo material determinada. A partir de então, o ensaio Charpy começou a ser largamente utilizado, com corpos de prova de entalhes em V, pois define melhor a temperatura de transição e tem melhor reprodutibilidade [12].

Portanto, o ensaio Charpy tem sua aplicação na avaliação da tendência à fratura frágil de metais. Neste ensaio submete-se um corpo de prova entalhado, cujas dimensões são padronizadas, a um esforço de flexão por impacto. A temperatura dos corpos de prova é variada e avalia-se a energia necessária para romper estes corpos a estas diferentes temperaturas. Essa avaliação é relativamente simples com o uso de um martelo Charpy, onde se eleva uma massa até uma altura h . Essa massa está presa a um eixo, e quando solta rompe o corpo de prova por flexão.

Registra-se a altura h' atingida pelo pêndulo após a fratura e a energia absorvida será calculada através de $h-h'$. Os equipamentos Charpy são normalmente calibrados para fornecer diretamente esta energia absorvida. O ensaio submete o material a entalhes, em alta velocidade de deformação e temperatura variável, que são grandezas de importância fundamental na tendência à fragilidade de um metal [8,12].

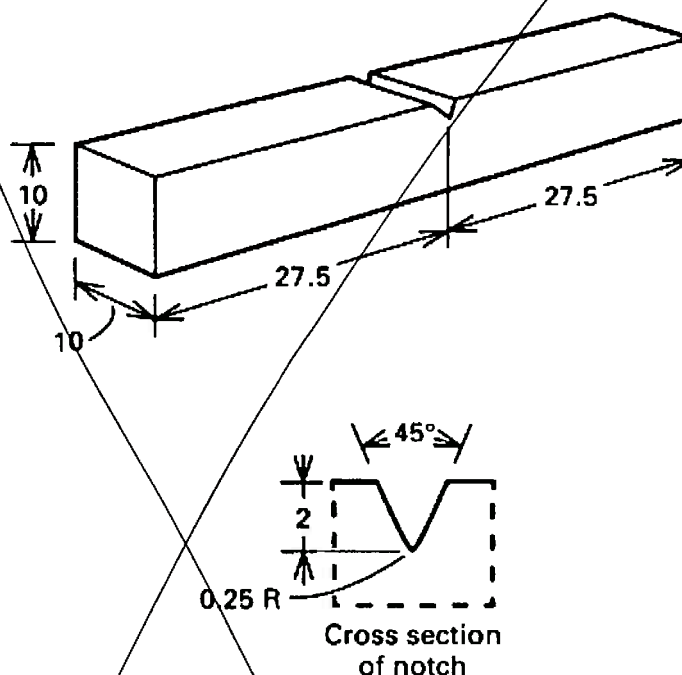


Figura 17 – Geometria do corpo de prova Charpy [12].

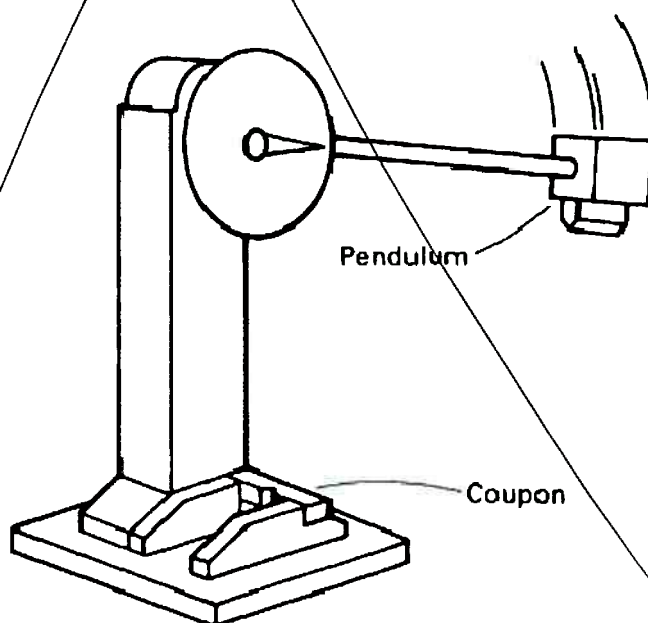


Figura 18 - Representação esquemática de um pêndulo de impacto. b) Variáveis utilizadas no cálculo da energia absorvida na fratura [2].

Muitos materiais apresentam uma transição de fratura dúctil para frágil no ensaio, à medida que se abaixa a temperatura do teste. A região de alta absorção de energia corresponderá à fratura dúctil, e a região de baixa absorção de energia à fratura frágil. Frequentemente considera-se uma temperatura de transição de fratura dúctil-frágil, apesar de o fenômeno ocorrer normalmente em uma faixa de temperaturas. Toma-se esta temperatura como aquela em que a fratura absorve a média da energia para fratura dúctil e para fratura frágil existindo, porém, outros critérios. À medida que esta temperatura de transição cresce, o material é considerado cada vez mais frágil [8]. A seguir, um exemplo na figura 19 de curva determinando a transição dúctil-frágil de um aço baixo carbono, realizando o ensaio Charpy em diversas temperaturas. Apesar de não fornecer resultados para emprego direto em projetos, o ensaio Charpy proporciona excelentes resultados comparativos.

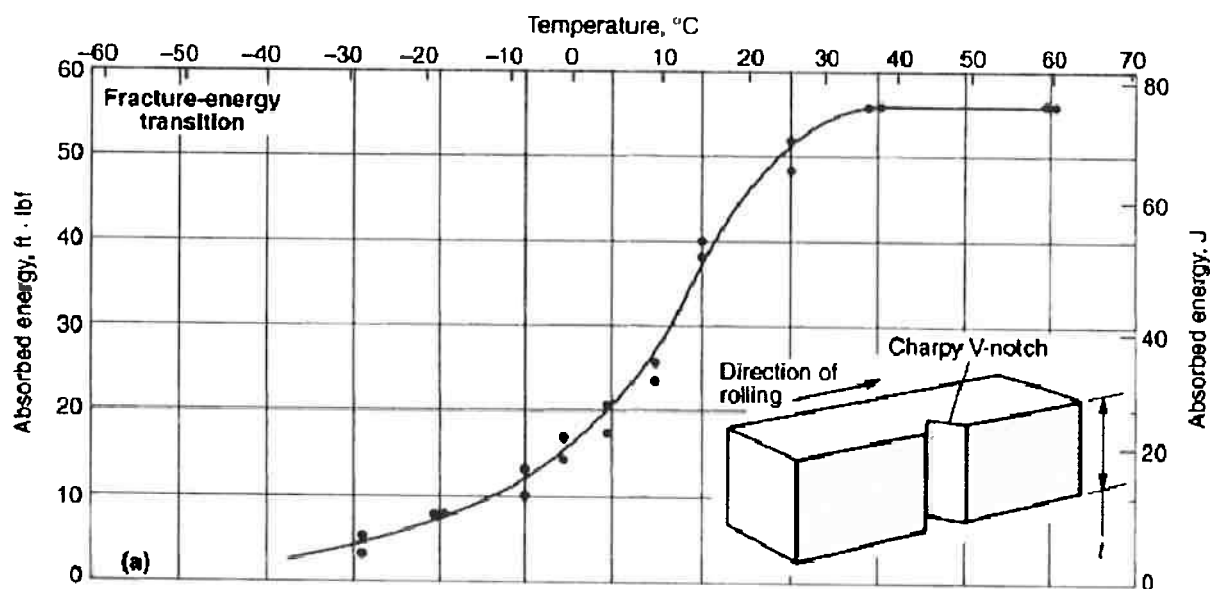


Figura 19 – Curva característica da transição do ensaio Charpy em V de um aço baixo carbono (0.18%C, 0.54%Mn, 0.07%Si) [12].

2.3 – Mecânica da fratura de corpos de prova Charpy

Fratura pode ser definida com uma separação mecânica de um sólido submetido à tensão. Fraturas de materiais de engenharia são amplamente categorizadas como dúctil ou frágil, e a tenacidade a fratura é relacionada à quantidade de energia necessária para criar superfícies. Em materiais idealmente frágeis como os vidros, a energia requerida para a fratura é simplesmente a energia de superfície intrínseca do material, demonstrado por Griffith. Para ligas estruturais em temperatura ambiente, consideravelmente mais energia é necessária para a fratura, pois a deformação plástica acompanha o processo. Tecnologias de mecânica da fratura tem significativamente aperfeiçoado o projeto de estruturas mais seguras e confiáveis. A aplicação do conceito de mecânica da fratura tem identificado e quantificado parâmetros primários que afetam a integridade estrutural. Esses parâmetros incluem o aumento e faixa de tensão aplicada; o tamanho, orientação de forma e taxa de propagação de trincas existentes; e a tenacidade a fratura do material. Duas categorias da mecânica da fratura existem: a mecânica da fratura linear elástica (MFLE) e a mecânica da fratura elasto-plástica (MFEP). A primeira é utilizada se a ponta da trinca em um sólido é aguda e existe somente uma pequena parcela de deformação elástica ao redor da trinca. Alguns materiais que são projetados utilizando os conceitos do MFLE são aços de alta resistência, titânio e ligas de alumínio. Na segunda categoria, a MFEP é usada para projetos de materiais de aço com menor resistência e maior tenacidade. A mecânica da fratura elasto-plástica é também utilizada para analisar compósitos de matriz cerâmica [10].

Uma trinca em um componente ou corpo de prova gera seu próprio campo de tensão à frente da trinca aguda, que pode ser caracterizada por um único parâmetro chamado de concentrador de tensão (K). Esse parâmetro representa o efeito da tensão aplicada e o efeito da trinca de determinado tamanho na amostra. A propagação instável da trinca é

controlada unicamente pela constante do material, chamada de fator de concentração de tensão crítica (K_{Ic}) onde a propagação da trinca se torna instável. Quanto maior é o valor de K_{Ic} , maior é a tensão necessária para produzir uma propagação instável e maior a resistência do material quanto a fraturas frágeis [10].

A figura a seguir, define três modos de carregamento: modo I de tração; modo II de escorregamento ou cisalhamento na direção x; e modo III, cisalhamento na direção z. Os conceitos de mecânica da fratura são essencialmente os mesmos para cada modo. No entanto, grande maioria de ocorrência de trincas e fraturas são problemas do modo I.

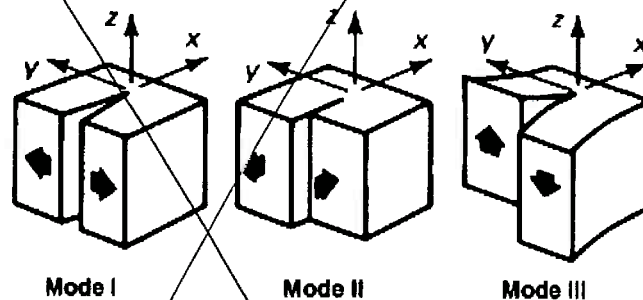


Figura 20 – Modos de carregamento. Modo I: tensão de tração na direção y ou perpendicular a superfície da trinca. Modo II: tensão de cisalhamento na direção x ou perpendicular a ponta da trinca. Modo III: tensão de cisalhamento na direção z ou paralelo a ponta da trinca [12].

A nomenclatura para K_{Ic} pode ser modificada para incluir o modo de carregamento. Por exemplo, K_{Ic} é o fator de concentração crítico ou tenacidade a fratura sobre o carregamento do modo I. A grande maioria de testes para determinar a tenacidade à fratura é realizada considerando o modo I, portanto, grande parte dos valores de tenacidade são de K_{Ic} . O fator de concentração de tensão, K_I , para ponta de trinca em um elemento é submetido à tensão de tração σ , perpendicular ao plano da trinca é dada pela seguinte relação, onde a é o comprimento da trinca e $f(g)$ é uma função que considera a geometria da trinca e a configuração estrutural [10].

$$K_{Ic} = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot f(g)$$

Analisando nos corpos de prova Charpy, o modo de carregamento atuante próxima ao entalhe e no restante da espessura será de tração (modo I). O que varia é o estado de tensão ao longo da propagação da trinca. Esse estado de tensão afeta a capacidade do material a se deformar. Ou seja, a mudança do estado de tensão biaxial para triaxial diminui a capacidade do material de deformar em resposta à tensão aplicada, pois ocorre uma restrição a essa deformação [2].

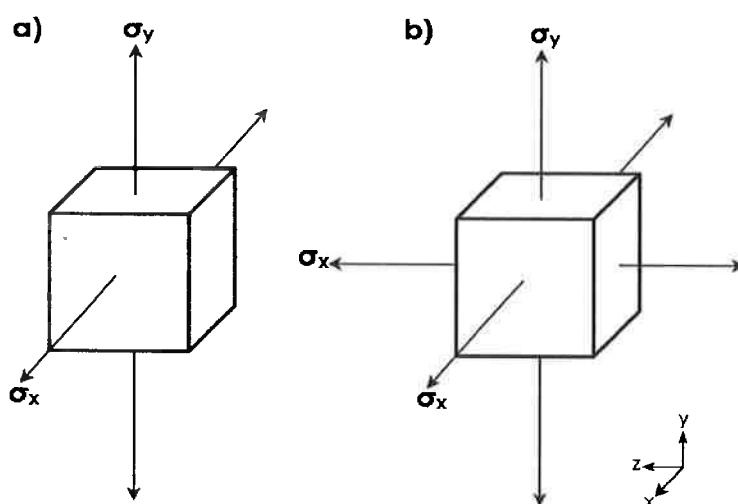


Figura 21 – Representação das tensões aplicadas em um elemento. a) Tensão biaxial (Estado Plano de Tensão). b) Tensão triaxial (Estado Plano de Deformação).

Com essa consideração, metais susceptíveis a mudanças de estado de tensão apresentam uma diminuição no alongamento e redução de área da fratura e, em alguns casos, podem apresentar mudança no modo de fratura [2]. Isso é evidenciado em ensaio Charpy de materiais cúbicos de corpo centrado (CCC) que, conforme diminui a temperatura de ensaio, a tenacidade diminui, a expansão lateral diminui (é associado ao alongamento) e há também mudança no modo de fratura (aumento da zona de clivagem em detrimento da diminuição de zona dúctil). Veja a figura 22, onde foi levantado a curva dúctil-frágil de um aço carbono em diversas temperaturas de ensaio Charpy, medindo a energia absorvida, porcentagem de fratura dúctil e porcentagem de expansão lateral.

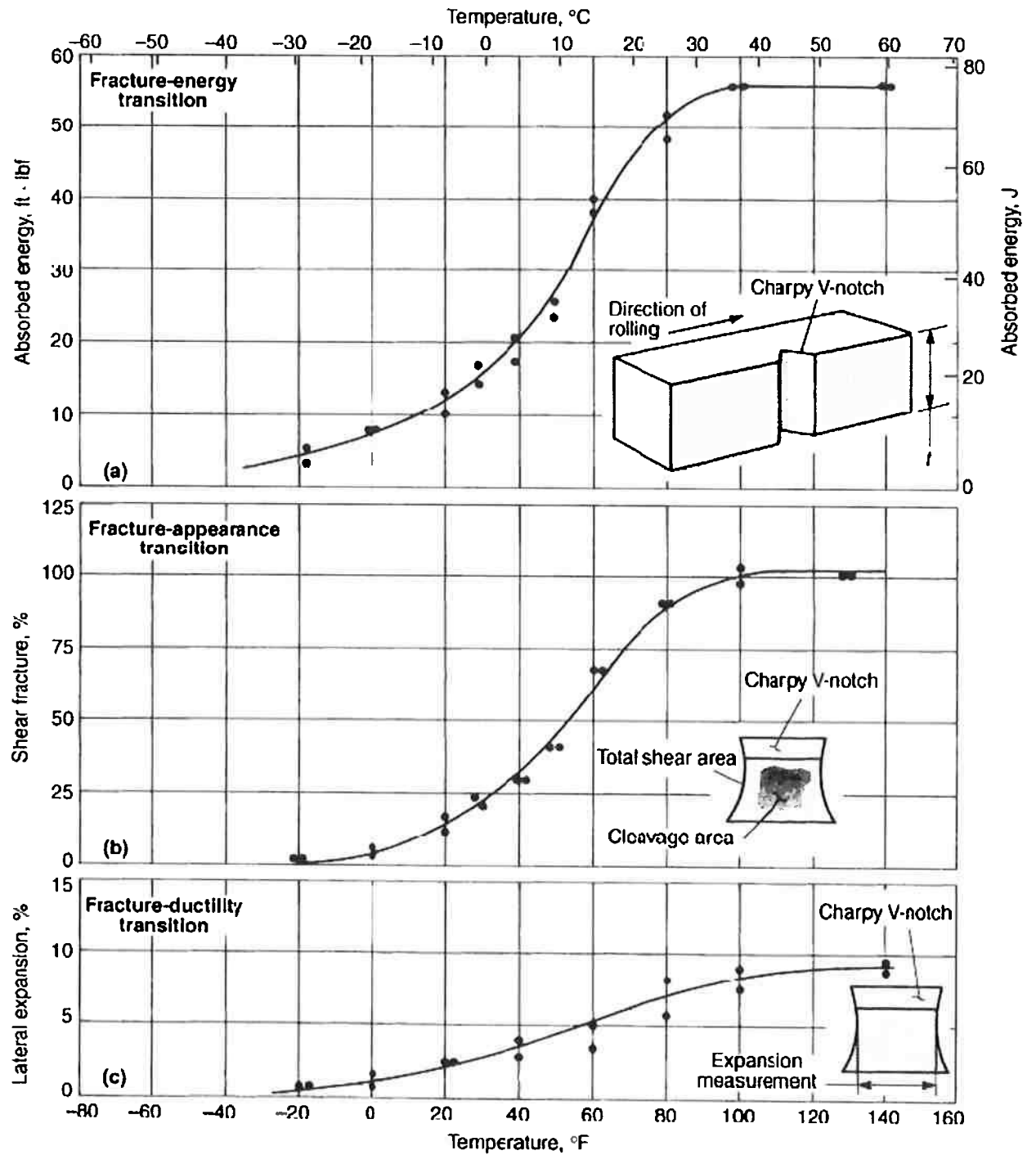


Figura 22 – Curva dútil-frágil característica de corpos de prova de aço baixo carbono ensaiado no Charpy. a) Energia absorvida. b) Aparência da fratura. c) Ductilidade da fratura. Material utilizado é um aço baixo carbono (0.18%C, 0.54%Mn, 0.07% Si) [12].

No início da fratura do corpo de prova Charpy, o entalhe impõe uma triaxilidade, que corresponde ao estado plano de deformação, nos elementos iniciais, aumentando a restrição à deformação na região. Observa-se que, mesmo em baixas temperaturas de teste com materiais frágeis, essa região inicial apresenta presença de alvéolos, que aumenta a região conforme aumenta a temperatura de ensaio [19].

Avançando a propagação da trinca, a região central também está submetida a um estado plano de deformação, caracterizado pela triaxilidade da tensão aplicada. Hausild et al [19] mostrou em sua publicação que o início da fratura por clivagem em corpos de prova Charpy é devido à região dúctil anterior (próximo ao entalhe) que funciona como um concentrador de tensão. Utilizando o método de elementos finitos, verificou-se que a região dúctil aumenta o nível de tensão e causa uma expansão de deformação plástica a frente da ponta da trinca, aumentando a probabilidade de encontrar sítios de nucleação de clivagem como partículas de segunda fase e carbonetos [19].

Nas regiões laterais e finais da fratura, predominam a biaxilidade da tensão aplicada, e assim não há restrição à deformação na superfície do corpo de prova. Grande parte da energia absorvida no ensaio é devido a essas regiões, demonstrado por Hausild et al, onde a deformação plástica é mais pronunciada [19].

Desse modo, o ensaio Charpy realizado em baixas temperaturas, abaixo da temperatura de transição dúctil-frágil de um material cúbico de corpo centrado, tende a apresentar uma fratura frágil com propagação da clivagem. Quando aumenta a temperatura do ensaio, as zonas iniciais, laterais e finais da fratura tendem a aumentar o aspecto dúctil da superfície de fratura (veja figura 25) [12].

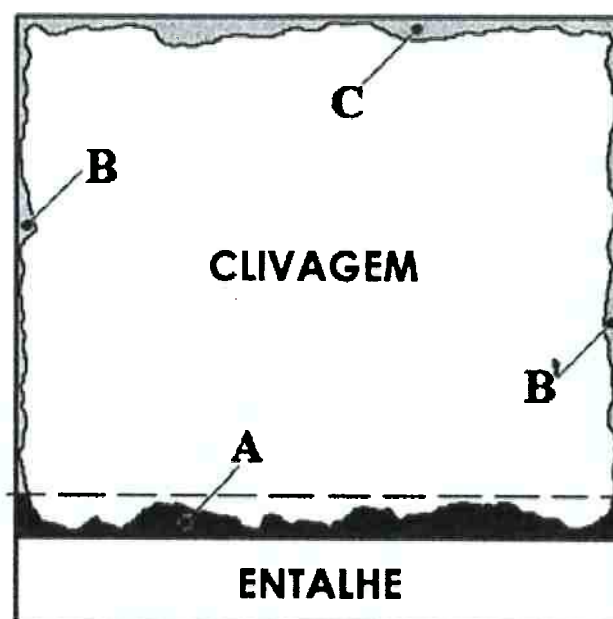


Figura 23- Configuração geral dos modos de fratura observados no corpo de prova Charpy. A região A observa-se presença de alvéolos, mesmo em temperaturas de ensaio baixas. Nas regiões B e B' zonas de cisalhamento típico dúcteis com presença de alvéolos. A região C, zona final de fratura, também apresenta fratura dúctil. Finalmente a zona central é caracterizada pela fratura por clivagem, quanto menor a temperatura do ensaio, maior essa região [19].

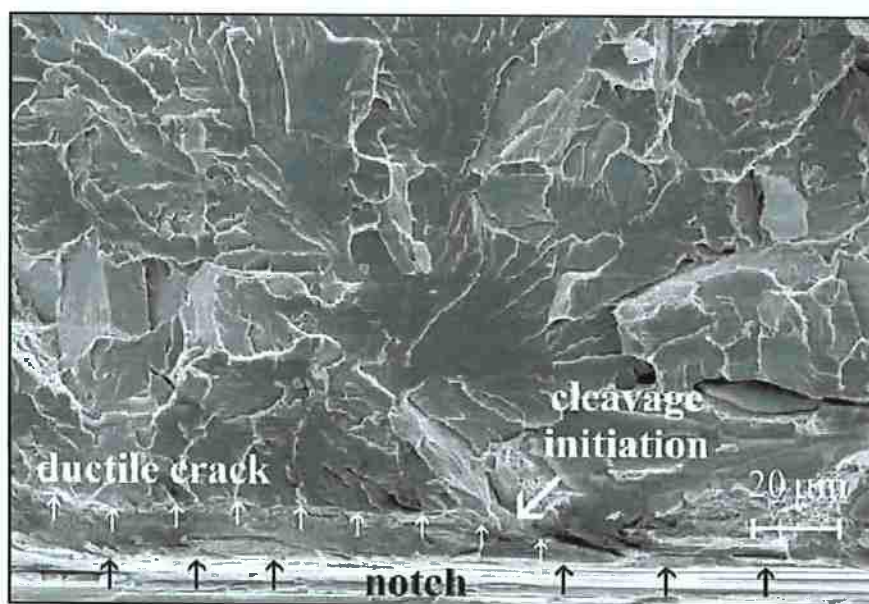


Figura 24- Indicação de início da propagação da fratura por clivagem, em um corpo de prova Charpy. Nota-se a presença de fratura dúctil no início da propagação da fratura, mesmo em temperaturas de ensaio baixas. Ensaio realizado a -90°C [19].

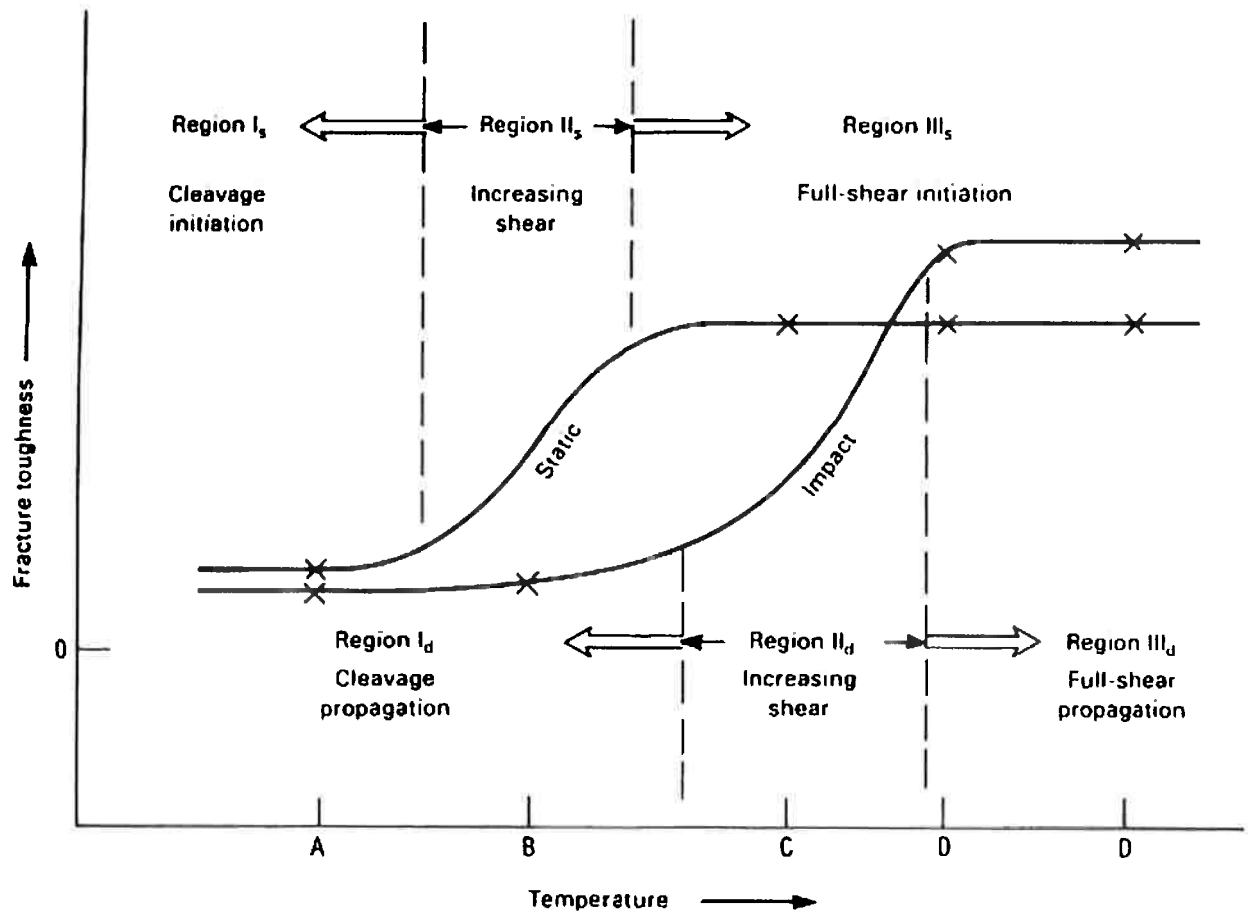


Figura 25- Indicação dos modos de fraturas predominantes em cada região no intervalo da curva dúctil-frágil de um aço submetido a ensaios de impacto e estático [12]

2.4 - A reconstrução tridimensional da fratura

Nos últimos 40 anos, o estudo da fractografia com a utilização do MEV promoveu um grande entendimento qualitativo dos mecanismos de fratura. Recentemente, no entanto, há uma grande tendência em quantificar essas topografias e relacioná-las com as propriedades mecânicas e microestrutura [2,4].

A técnica mais importante para a fractografia quantitativa é baseada no método estereoscópico utilizando o microscópio eletrônico de varredura, que consiste em obter imagens de um mesmo objeto sob vistas diferentes no plano eucêntrico. Alguns pesquisadores têm utilizado essa técnica estereoscópica associada a um software estereofotogramétrico MeX, possibilitando a reconstrução tridimensional das superfícies de fratura pelo cálculo da elevação (z) de vários pontos dessa topografia. O software é capaz de reconstruir modelos digitais de elevação (DEM) e calcular vários parâmetros quantitativos, como a dimensão fractal e relação de área real sobre área projetada, por exemplo. Esses parâmetros tem sido foco de pesquisas para associar com as propriedades mecânicas e microestruturas de materiais.

No entanto, diferentes relações entre a dimensão fractal de superfícies de fraturas e propriedades mecânicas têm sido reportadas na literatura. Hilders et al relatou que o limite de escoamento e a resistência a tração diminuem e a tenacidade aumenta com o aumento da dimensão fractal de um aço inoxidável duplex testado a temperatura ambiente. Dai e Wu [10] indicaram que a dimensão fractal aumenta com o aumento da tenacidade em materiais compósitos. Hsiung e Chou observaram que a dimensão fractal aumenta com o aumento da tenacidade ao impacto em aços baixa liga e alta resistência. Wang et al reportou que a resistência à fadiga de um aço dual-phase aumenta com o aumento da dimensão fractal. Esses resultados indicam que quanto maior o valor de dimensão fractal, mais rugoso a superfície e mais tenaz é o material [15].

Por outro lado, Mandelbrot et al relatou que a energia absorvida no impacto diminui com o aumento da dimensão fractal nos aços "maraging" (classe 300), realizados em ensaio de impacto Charpy. Richards e Dempsey observaram resultados similares, ou seja, um leve aumento na resistência a tração com o aumento da dimensão fractal em uma liga Ti-4.5Al-5.0Mo-1.5Cr [15].

Nesse contexto, o estudo de uma relação clara entre os parâmetros quantitativos e propriedades mecânicas não está bem definida. Muitos pesquisadores buscam metodologias de quantificação desses parâmetros e a relação com as diversas propriedades de materiais.

Em sua publicação, C. Azevedo estudou diversas superfícies de fratura (clivagem transgranular, intergranular, fratura alveolar causadas pelo ensaio Charpy), pites de corrosão e superfícies de desgaste, reconstruindo através dessa técnica de reconstrução tridimensional. A fim de conferir a eficiência da técnica, uma marca de indentação de microdureza Vickers foi feita em uma matriz ferrítica, reconstruída tridimensionalmente e comparado o valor de ângulo de indentação real com o nominal. O ângulo de indentação calculado foi de 138,2°, muito próximo do valor de indentação Vickers que é de 136°. Essa pequena variação encontrada de 1,6% sugere que o procedimento experimental de aquisição de imagem, que inclui o procedimento de determinação do plano eucêntrico, está dentro das condições ideais [1].

Adicionalmente, a análise de parâmetros quantitativos das diversas superfícies de fratura indicou que a dimensão fractal e relação de área gerada sobre área projetada não existe uma clara relação com a tenacidade à fratura. Há indicativo que cada mecanismo de fratura tenha a sua própria relação com as propriedades. Outro ponto relevante é que o procedimento de aquisição de imagens, amostragem e métodos de calibração deve ser melhorado de forma a ter uma validação da reconstrução tridimensional [1].

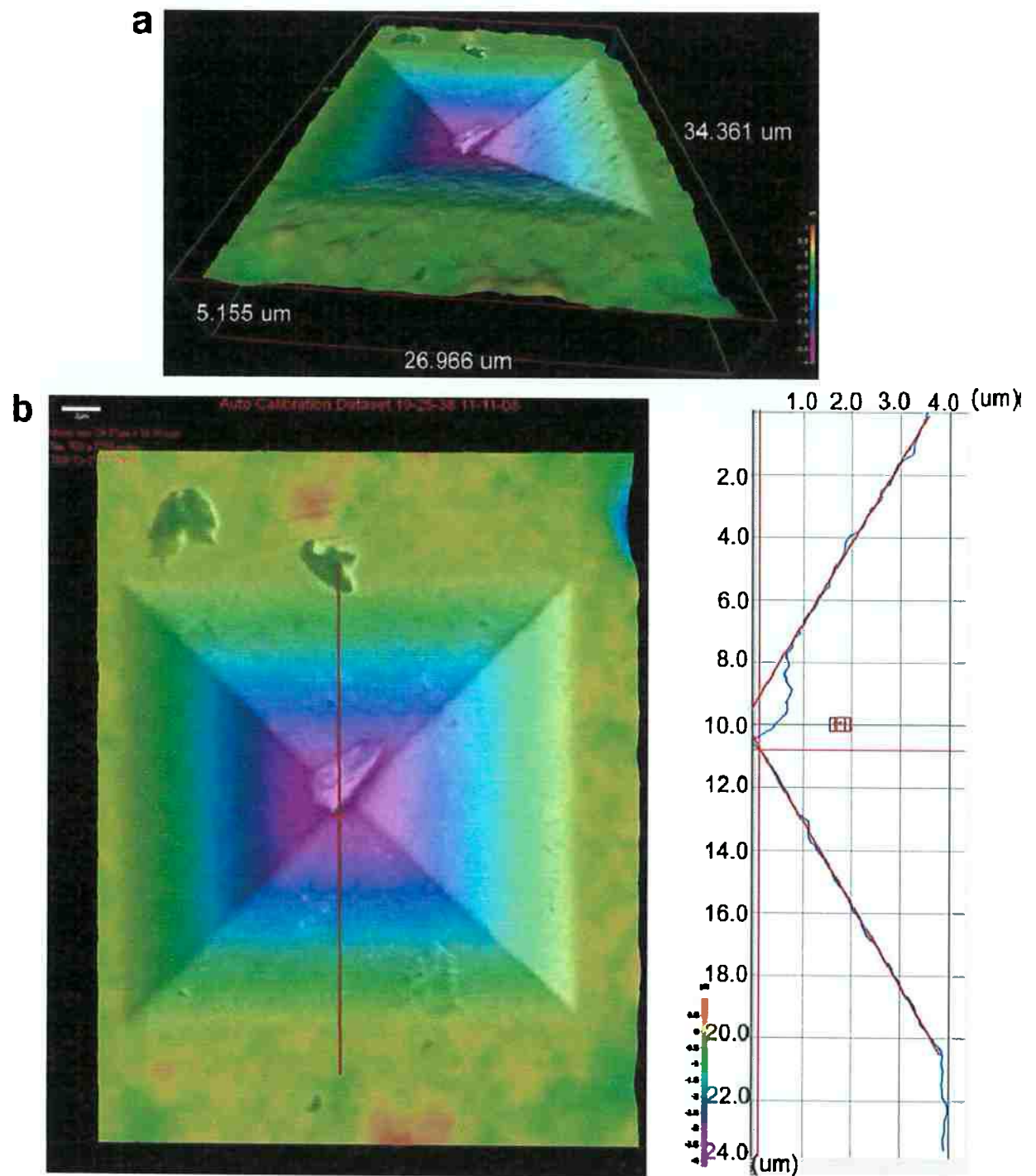


Figura 26 – Reconstrução tridimensional de uma indentação de microdureza Vickers, produzida em uma matriz ferrítica. (a) Visualização tridimensional. (b) Perfil da marca de indentação, apresentando ângulo de $138,2^\circ$, que é muito próximo do valor de 136° da indentação Vickers (Veja ASTM 384). MEV, 20 kV, 7000x [1].

Tabela 1 – Tipos de modo de fratura em função dos parâmetros quantitativos obtidos pela reconstrução tridimensional com correção robusta do plano de referência [1].

Amostra	Modo de fratura principal	Energia absorvida CVN (J)	Relação de área	Dimensão fractal planar ^a
1	Fratura alveolar	122	$1,41 \pm 0,01$	$2,08 \pm 0,01$
2	Fratura alveolar	242	$1,39 \pm 0,01$	$2,01 \pm 0,01$
3	Fratura por clivagem	48	$1,17 \pm 0,01$	$2,03 \pm 0,01$
4	Fratura intergranular	10	$1,65 \pm 0,01$	$2,12 \pm 0,01$
5	Fratura intergranular	-	$1,48 \pm 0,01$	$2,07 \pm 0,01$

^a Utilizando a correção robusta do plano de referência durante a reconstrução 3D.

Veja no item 2.5.2, o explicativo sobre correção robusta do plano de referência.

Tabela 2 – Relação entre dimensão fractal, relação de área e energia absorvida CVN [1].

Parâmetros	Condição	Equação da regressão linear	R ²
Dimensão fractal (D) e relação de área (A)	Sem correção	$D = 1,911 + 0,092 * A$	0,198
	Correção robusta	$D = 1,781 + 0,1985 * A$	0,6172
Energia absorvida CVN (E) e relação de área (A)	Sem correção	$E = 2183 - 1428 * A$	0,1868
	Correção robusta	$E = 3600 - 2500 * A$	0,0377
Energia absorvida CVN (E) e dimensão fractal (D)	Sem correção	$E = 20,514 - 10,000 * D$	0,1349
	Correção robusta	$E = 6985 - 3333 * D$	0,4895

Com base nessas considerações e resultados, o presente trabalho realizará uma análise dos parâmetros quantitativos de uma fratura mista com regiões dúcteis e frágeis (aço API 5L X70) e de uma fratura frágil (aço API 5L X52M). Os valores de dimensão fractal e relação de área serão comparados somente entre mecanismos de fratura similares, pois comparativo entre mecanismos diferentes indica que não há uma clara relação.

2.5 – Parâmetros quantitativos

Os parâmetros quantitativos utilizados na análise das superfícies de fratura foram basicamente: a dimensão fractal e a relação de área real sobre área projetada. Para um melhor entendimento do que representam esses valores, será feita uma breve explicação dos seus conceitos.

2.5.1 - Dimensão fractal

A geometria fractal é um conceito matemático que descreve objetos de formas irregulares [17]. As formas geométricas, que podem ser irregulares, tortuosas, rugosas ou fragmentadas, podem ser descritas usando conceito de geometria fractal enquanto o requisito de auto-similaridade é satisfeito. Isso significa que as características geométricas de um objeto são independentes do aumento e escala de observação [14].

Com base nisso, a dimensão fractal é um número adimensional que descreve a rugosidade de linhas ou planos. O seu cálculo baseia-se no conceito da linha de Koch [18], que através de seu algoritmo de iterações de cálculos, gera um valor conhecido como dimensão fractal. A equação geral que expressa essa definição de dimensão fractal é mostrado a seguir, onde D é a dimensão fractal calculada, N é número de elementos básicos e n é a redução aplicada [14].

$$D = \frac{\log N}{\log \left(\frac{1}{n} \right)}$$

Dimensão fractal linear varia de 1 até 2, enquanto dimensão fractal planar varia de 2 a 3. Exemplificando, um plano perfeito tem o valor de dimensão fractal igual a 2, enquanto a superfície de um brócolis tem valor próximo de 2.7 [1]. De acordo com Pandolfelli, a dimensão fractal é relacionada com a rugosidade da superfície e, assim, com as propriedades mecânicas do material [14].

2.5.2 - Relação de área real sobre área projetada

Esse parâmetro quantitativo também utilizado no trabalho é uma razão entre a área real da superfície de fratura e a área projetada, que é relacionada com a rugosidade superficial. Basicamente, é uma analogia tridimensional do perfil de rugosidade, que é bidimensional. Assim como a dimensão fractal, a relação de área tem sido pesquisada de modo a obter uma relação com as propriedades mecânicas de materiais e também com a própria dimensão fractal. [1,16]

A área projetada é definida como área do plano robusto da superfície, ou seja, considera-se o plano mais denso da fratura como o plano projetado. Para exemplificar o efeito da escolha do plano de referência, uma fratura por clivagem de um cristal a 45° pode apresentar a relação de área alterada de 1,41 para 1,0 se mudar o plano de referência paralelamente ao plano de clivagem [1]. Para o estudo desse trabalho, serão considerados somente os parâmetros quantitativos com correção robusta do plano de referência.

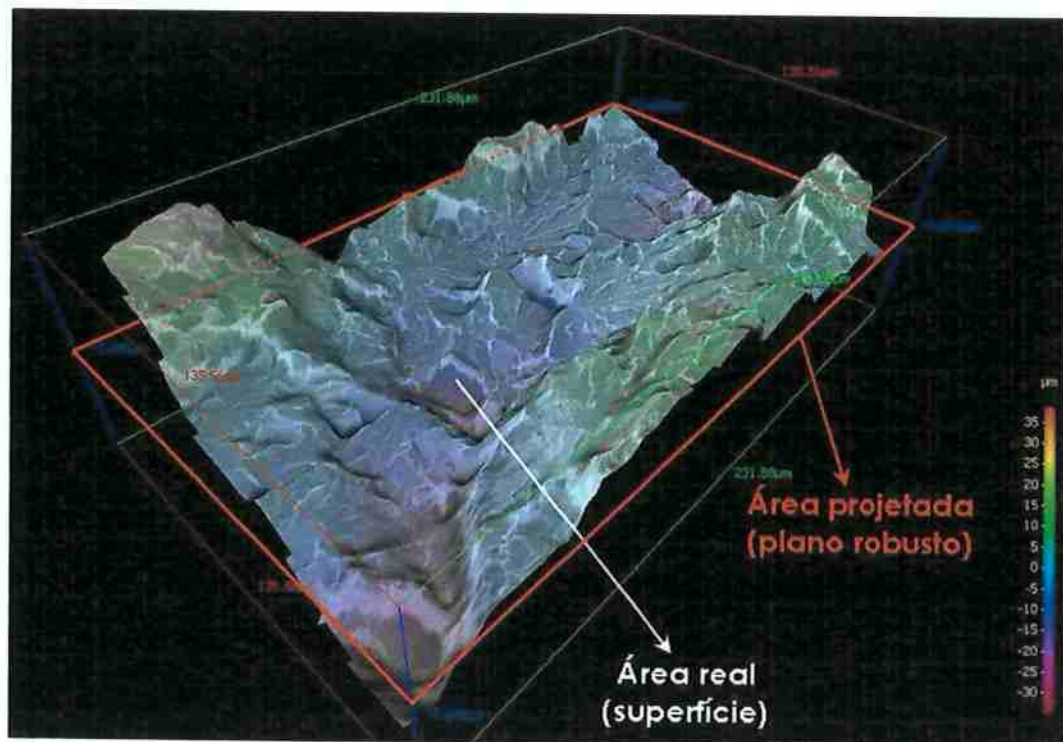


Figura 27 – Indicação da área real (que é a superfície) e a área projetada (definido como o plano mais denso).

Capítulo 3 – Procedimento experimental

3.1 – Materiais

O estudo consiste na análise de amostras com dimensões padronizadas de 10x10x15mm entalhe em V com 2 mm e 45° de abertura. Essas amostras foram obtidas a partir de tubos de aço de especificação API 5L X70 e API 5L X52M e submetidas ao ensaio Charpy.

Os corpos de provas foram retirados em uma região transversal do tubo, com o entalhe dentro da zona termicamente afetada (ZTA) e direção de laminação igual à direção de propagação da fratura na amostra. Veja a indicação de retirada a seguir.

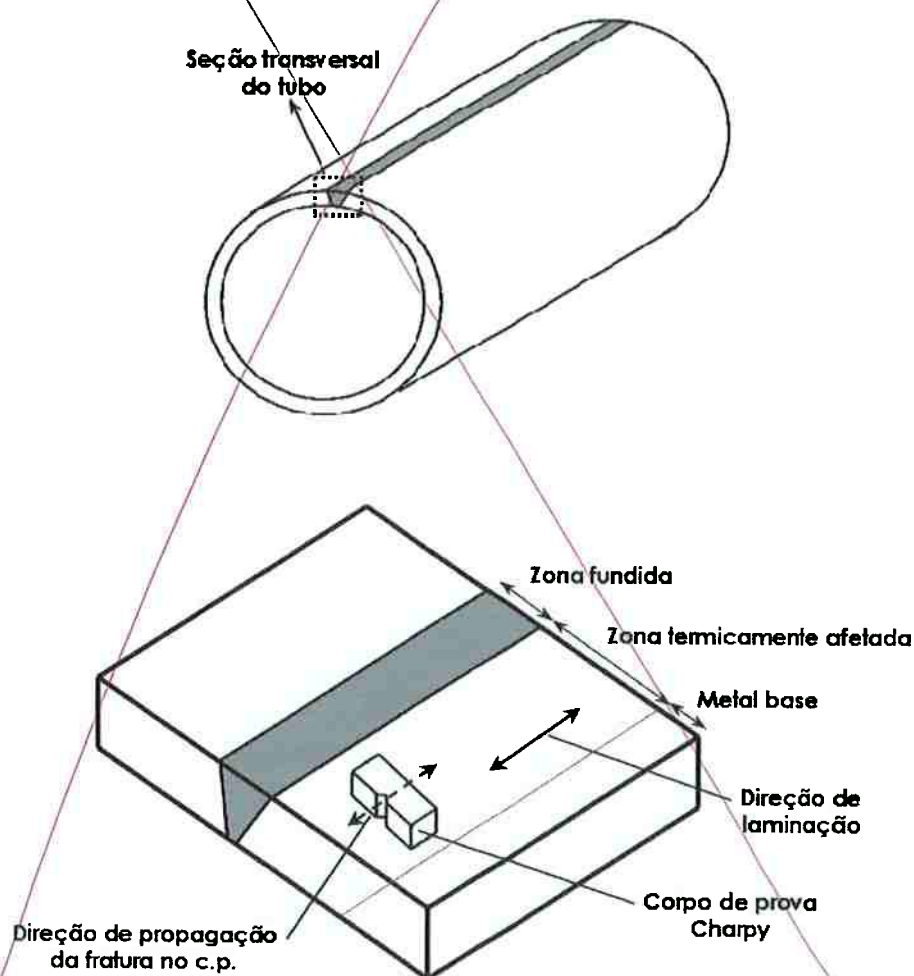


Figura 28 – Detalhes da seção transversal do tubo e direção de retirada do corpo de prova no tubo em relação à direção de laminação. Direção de propagação da fratura no corpo de prova é a mesma da direção de laminação do tubo.

Por estar em uma região onde há gradiente de microestrutura, essa foi uma grande complicação para a análise do trabalho, pois não se sabe exatamente qual a microestrutura da fratura, podendo formar na ZTA subzonas com grãos maiores, recristalizados, parcialmente transformados e temperados [15]. Portanto, a comparação dos parâmetros quantitativos entre as amostras API 5L X70 e API 5L X52M não será possível, restringindo uma análise separada das fraturas.

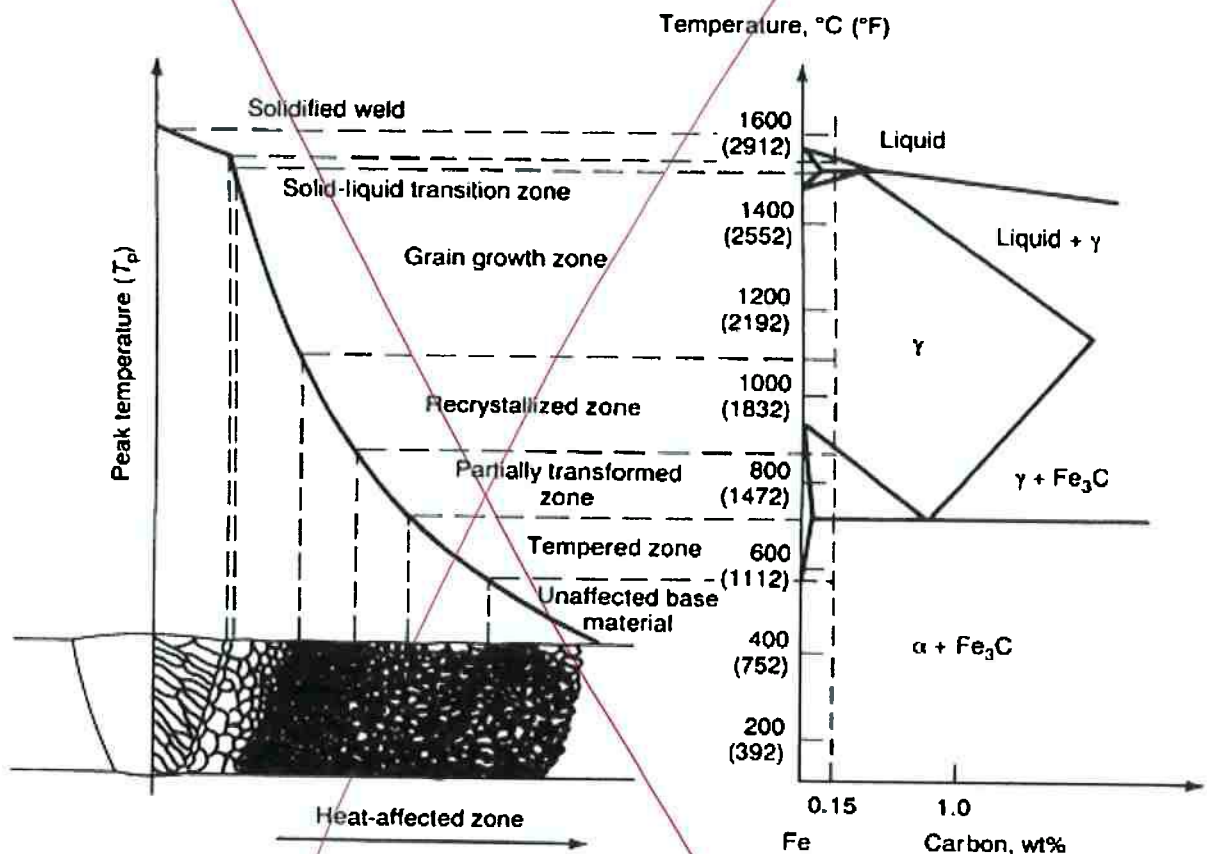


Figura 29 – Esquematisação mostrando varias subzonas que podem formar na zona termicamente afetada (ZTA) em aços carbono contendo 0,15% de C [15].

Outro ponto importante, é que o posicionamento do corpo de prova na retirada afeta bastante a energia absorvida no ensaio Charpy e, portanto, é fundamental o seu entendimento ao comparar valores do ensaio Charpy. Na figura 30, a orientação cuja direção de laminação é paralela a da propagação da trinca, obtêm-se a menor resistência ao impacto em um mesmo material [12]. Essa orientação (indicada como C) foi utilizada para confecção dos corpos de prova avaliados nesse estudo.

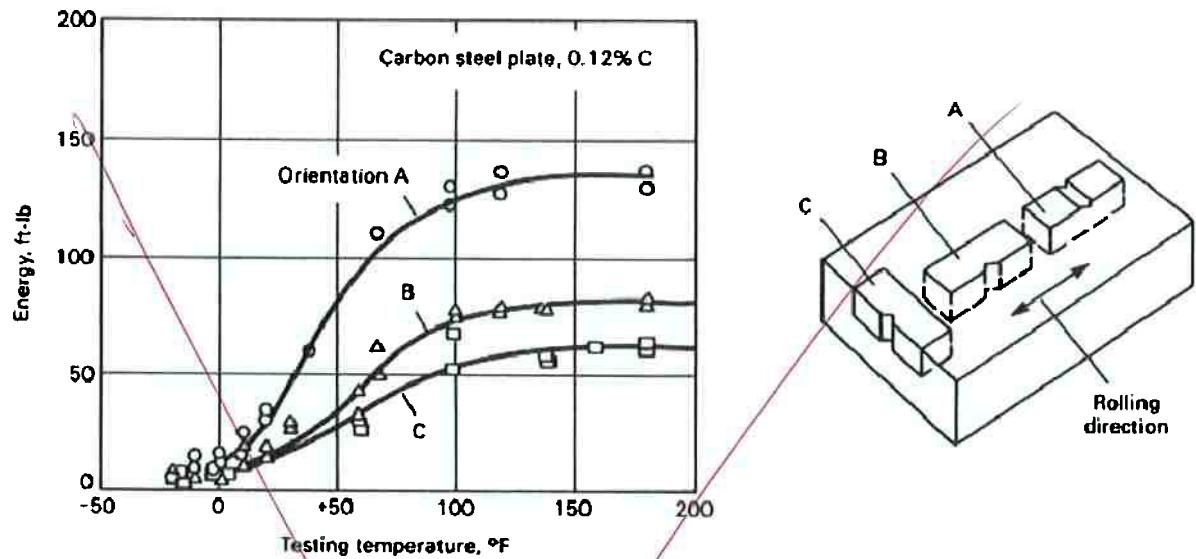


Figura 30 – Efeito da orientação do corpo de prova nos resultados de ensaio de impacto [12].

A composição química é mostrada a seguir. Por questão de padronização de nomenclatura das amostras, considerou que o corpo de prova retirado do tubo de aço API 5L X70 é a amostra de fratura mista pois apresentou fratura dúctil e frágil. No corpo de prova retirado do tubo API 5L X52M é chamado de amostra de fratura frágil, devido tal aspecto.

Tabela 3 – Composição química da amostra API 5L X70 (valores máximos)

Grau	Análise	C	S	Al	Si	P	Ti	V
API 5L X70	Norma	0,260	0,030	-	-	0,030	F	F
	Metal base	0,090	0,005	0,033	0,270	0,021	0,017	0,045
	Análise	Cr	Mn	Ni	Cu	Nb	Mo	
	Norma	-	1,650	-	-	F	-	
	Metal base	0,020	1,690	0,014	0,007	0,064	0,003	

F – Soma da concentração de Nb, V e Ti deverá ser menor ou igual a 0,15%

Tabela 4 – Composição química da amostra API 5L X52M (valores máximos)

Grau	Análise	C	S	Al	Si	P	Ti	V
API 5L X52M	Norma	0.220	0.015	-	0.450	0.250	A	A
	Metal base	0.120	0.003	0.028	0.021	0.019	0.001	0.002
	Análise	Cr	Mn	Ni	Cu	Nb	Mo	
	Norma	-	1.400	-	-	A	-	
	Metal base	0.019	0.97	0.009	0.010	0.024	0.002	

A – Soma da concentração de Nb, V e Ti deve ser menor que 0.15%.

3.2 – Métodos

3.2.1 – Ensaio Charpy

Como citado anteriormente, o ensaio submete-se um corpo de prova entalhado a um esforço de flexão por impacto, devido a um pêndulo que fratura o material na área do entalhe. A temperatura em que foi realizado o momento do ensaio era de 0°C, com objetivo de avaliar a tenacidade do material em baixas temperaturas, especialmente na zona termicamente afetada do tubo, onde os corpos de provas foram retirados.

Os equipamentos Charpy são normalmente calibrados para fornecer diretamente esta energia absorvida. A seguir a foto ilustra a máquina Charpy utilizada (Wolpert D-6700).



Figura 31 – Equipamento de ensaio Charpy Wolpert D-6700.

3.2.2 – Análise macroscópica

A macrografia das superfícies de fratura visa fornecer uma análise geral das amostras, distinguindo macroscopicamente as zonas frágeis e dúcteis das amostras. Com isso, foi possível ilustrar as divisões feitas na fratura, com indicação dos pontos analisados no MEV e reconstrução tridimensional. O microscópio estereoscópico foi o Olympus SZX7 com 8 vezes de aumento.



Figura 32 – Estereoscópico Olympus SZX7.

3.2.3 – Análise metalográfica

A metalografia dos corpos de prova Charpy tem a sua importância devido à caracterização do material, pois revela a sua microestrutura e podemos verificar qual o estado do material perto da sua fratura, pois é determinante na propagação de uma trinca.

As etapas da preparação das amostras para análise da micrografia estão detalhadas adiante. As obtenções dessas micrografias foram feitas em três planos das amostras mistas e frágil: plano vertical, lateral e central. O plano vertical (indicado abaixo) é um plano paralelo à fratura. No plano central, é feito o corte no centro da fratura e observa-se a micrografia ao longo da propagação da trinca nessa região. E finalmente, o plano lateral é observado a micrografia ao longo da propagação da trinca na lateral do corpo de prova.

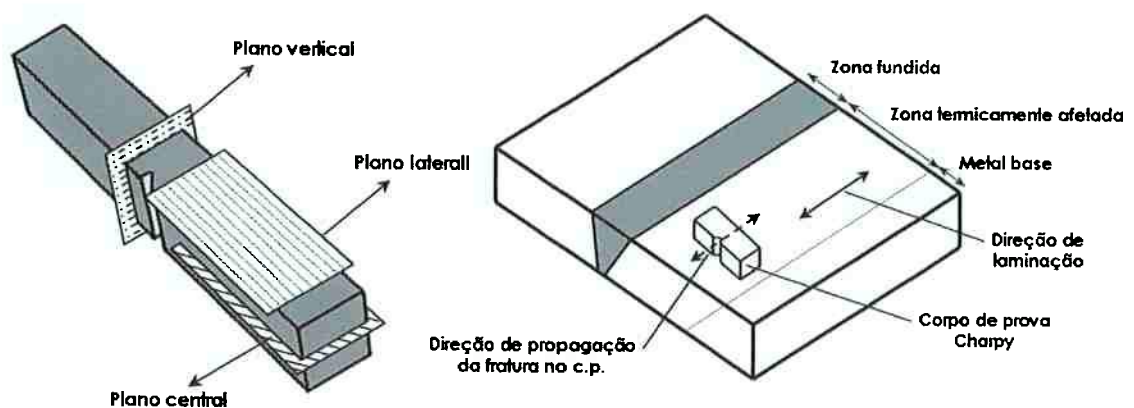


Figura 33 – Indicação dos planos analisados na metalografia.

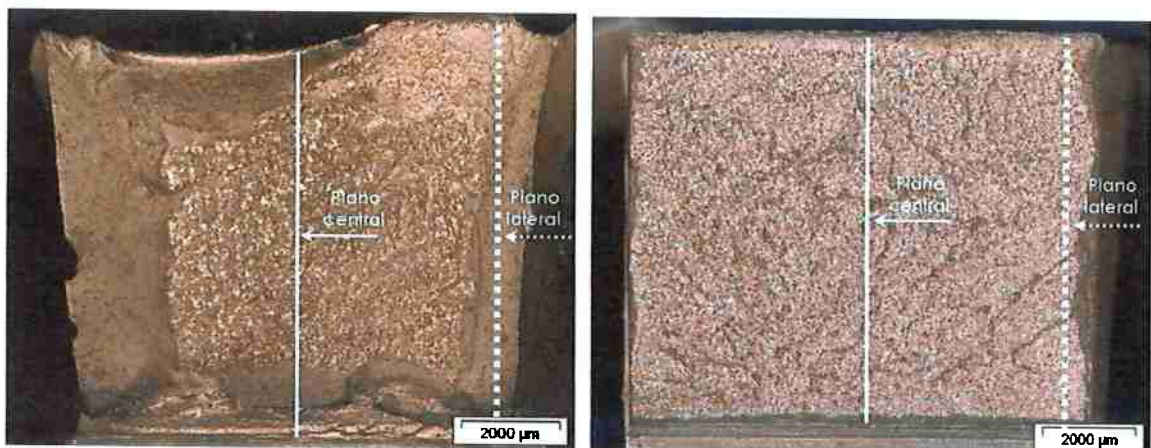


Figura 34 – Maior detalhe dos planos central e lateral nas amostras analisadas.

- **Corte das amostras**

As duas partes resultantes da quebra no ensaio Charpy, uma é feita a análise em MEV e outra, o ensaio metalográfico. Conforme figura acima, os

planos indicados são cortados no equipamento Cut-off Leco MSX200M, de fino disco abrasivo e refrigeração líquida.

- **Embutimento**

Após o corte das amostras nos planos desejados, o embutimento é feito em uma embutidora Struers LABPRESS-3 com baquelite. O diâmetro nominal da amostra embutida é de 30 mm.

- **Lixamento**

As amostras são lixadas com discos de lixa especiais da Struers (denominada de lixamento grosso e fino) na lixadeira automática Struers TegraPol-15.

- **Polimento**

O polimento das amostras é realizado com o mesmo equipamento anterior, somente utilizando disco com pano especial para polimento e líquido abrasivo de diamante de $9\mu\text{m}$ e $1\mu\text{m}$. O próprio líquido abrasivo funciona como refrigeração.

- **Ataque Químico**

Realizado com Nital 3%, durante 10 segundos aproximados, essa etapa revela os contornos de grãos da ferrita, na superfície polida das amostras.

3.2.4 – Microscopia eletrônica de varredura

A análise no microscópio eletrônico de varredura tem o principal objetivo de obter os pares de imagens estereoscópicas, com auxílio de aumento e profundidade de foco significativos desse equipamento.

As amostras foram analisadas no MEV PHILIPS XL30 (pertencente ao Dep. Eng. Metalúrgica e de Materiais da EPUSP) e posteriormente, reconstruídas suas superfícies de fratura no software estereofotogramétrico (MeX, Alicona Imaging GmbH). Os pares estereoscópicos, necessários para a reconstrução tridimensional, foram obtidos no plano eucêntrico do microscópio eletrônico de varredura PHILIPS XL30, utilizando um $\Delta\theta$ de 10° , 15 kV de voltagem de aceleração e resolução de imagem de 712×484 pixels.

Para encontrar o plano eucêntrico de uma região analisada, certo ponto da fratura é centralizado e um procedimento padrão é realizado (veja o item 3.2.5) de tal forma que, mesmo rotacionando a base do microscópio, esse ponto permaneça no centro da imagem. Caso esteja satisfeita essas condições, o plano eucêntrico está determinado e os pares estereoscópicos da região analisada podem ser obtidos.

Essas imagens são analisadas no software MeX, reconstruídas tridimensionalmente e é possível obter, assim, os parâmetros quantitativos desejados, que no caso em questão é a dimensão fractal e cálculo de área de gerada sobre área projetada.

3.2.4 - Software MeX – Reconstrução tridimensional

Desenvolvido pela empresa austríaca Alicona Imaging, o MeX é um software que transforma imagens eucêntricas, obtidas a partir do microscópio eletrônico de varredura, e gera uma superfície tridimensional. Para tanto, utiliza-se complexos e inovadores algoritmos de reconstrução de imagens, apresentando grande eficiência nas informações geradas da superfície 3D [20].

O processo de formação de imagens no MEV é baseado consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar de tungstênio (que é o eletrodo negativo), através de uma aplicação de diferença de potencial que pode variar de equipamentos, em geral 0,5 a 30 KV. A variação de voltagem possibilita a variação da aceleração dos elétrons emitidos, provocando também o aquecimento do filamento. O eletrodo positivo em relação ao filamento do microscópio atrai os elétrons gerados, resultando numa aceleração em direção a esse eletrodo. As lentes condensadoras são responsáveis pela correção do percurso dos feixes, alinhando os feixes em direção à abertura da objetiva. Essa ajusta o foco dos feixes antes dos elétrons atingirem a amostra submetida à análise [13].

Similar ao convencional microscópio, o objeto tridimensional analisado é projetado em uma imagem bidimensional e informações sobre a terceira dimensão é perdida. A partir disso, somente medições bidimensionais dessa imagem é possível obter. Nesse contexto, a principal ferramenta do software MeX é possibilitar a reconstrução tridimensional a partir de pares de imagens estereoscópicas (Veja a seguir como obtê-las) que serão dados de entrada para o algoritmo do programa, que irá fornecer a superfície tridimensional. Com isso, é possível a obtenção de dimensão fractal e a relação de área real sobre área projetada, os dois parâmetros quantitativos estudados nesse trabalho.

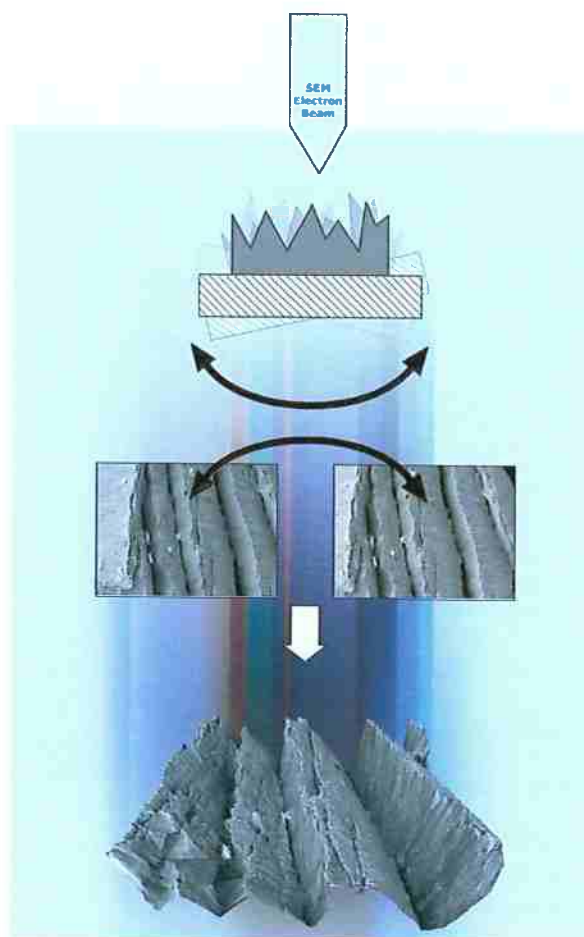


Figura 35 – Princípio de funcionamento do programa MeX [20]. O tilt conhecido da base do microscópio eletrônico de varredura possibilita a reconstrução tridimensional. O par de imagens estereoscópico gera uma superfície tridimensional.

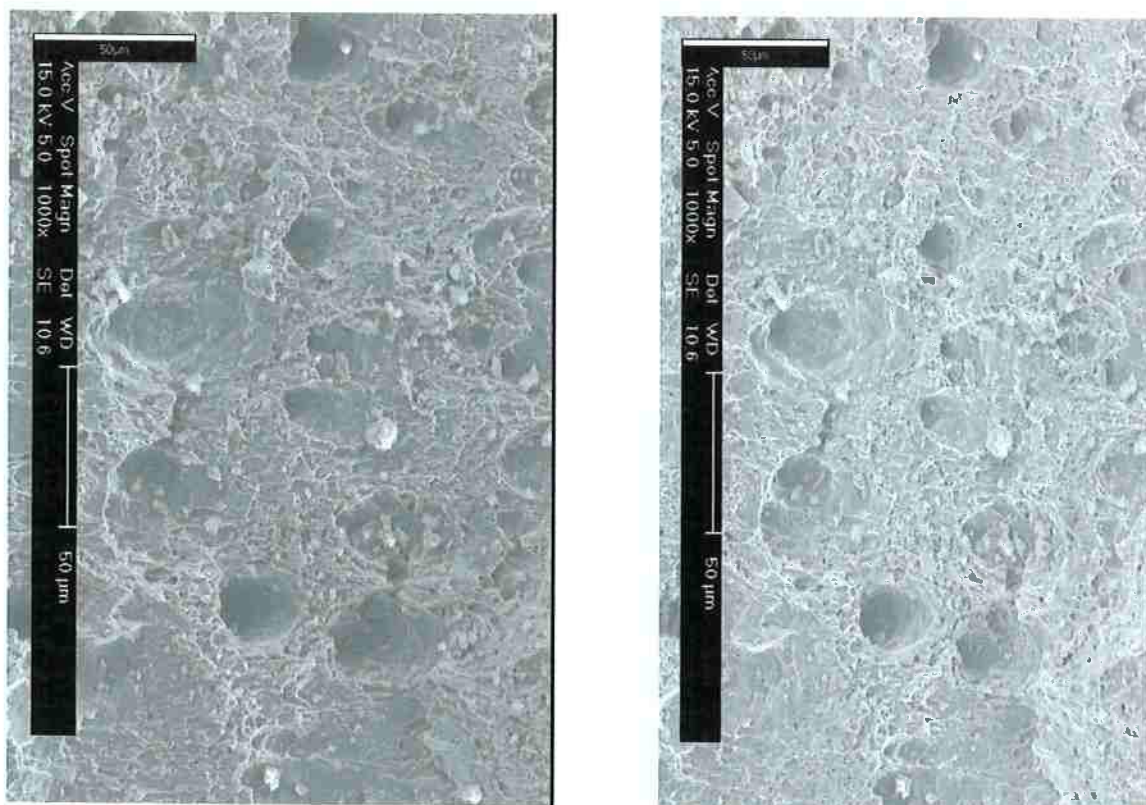


Figura 36 - Par de imagens estereoscópico, gerado no MEV com um ângulo de 10° de tilt, da amostra com fratura mista. A região 1 analisada apresenta alvéolos, atuando o mecanismo de fratura dúctil. Energia absorvida: 62J. Aumento: 1000x.

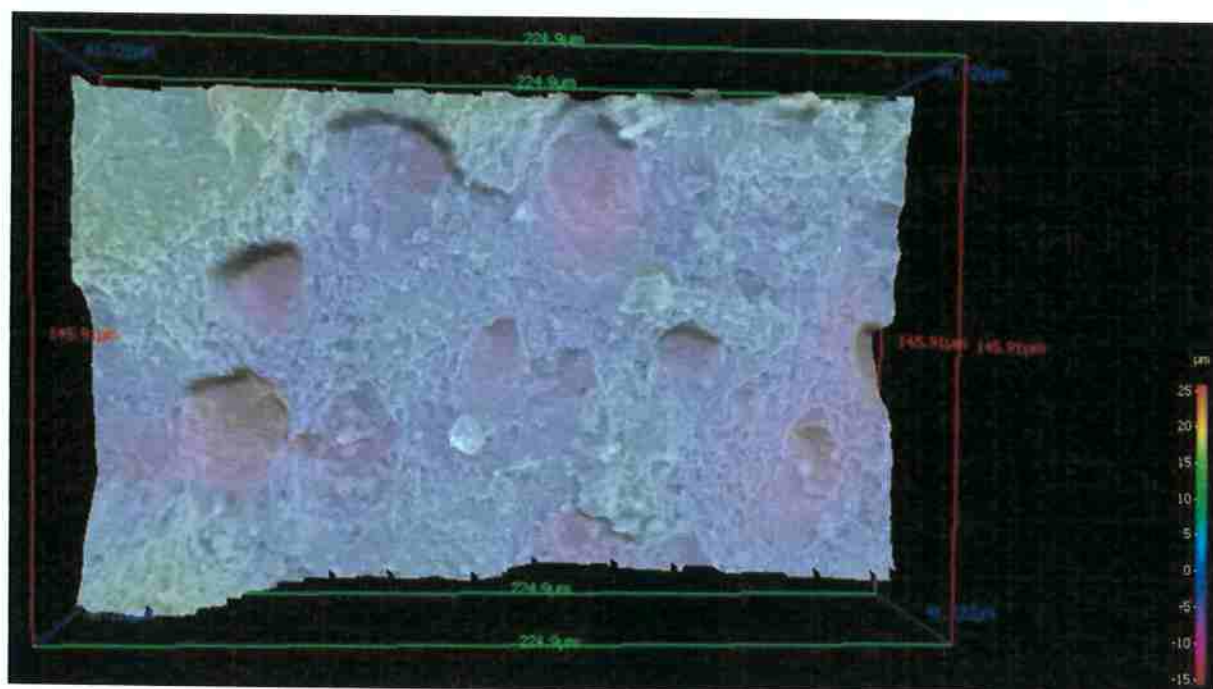


Figura 37 – Reconstrução tridimensional da região acima mostrada pelo par de imagens estereoscópico. Aumento: 1000x.

3.2.5 – Procedimento de obtenção dos pares estereoscópicos

Para que seja possível a reconstrução tridimensional, o software MeX utiliza pares de imagem estereoscópicas da área de superfície no plano eucêntrico. Essas imagens são geradas pelo MEV e foi seguido um procedimento conforme manual de instrução do equipamento. No caso, o microscópio eletrônico de varredura é o PHILIPS XL30.

Para um melhor entendimento do que é a posição eucêntrica, a figura a seguir ilustra exatamente o conceito. Ao emitir o feixe de elétron, o MEV focaliza certa região da amostra. Rotacionando a base do microscópio, caso não esteja na posição eucêntrica, a nova região analisada não será a mesma do ponto de interesse. No entanto, caso esteja na posição eucêntrica, mesmo rotacionando a base da amostra, a região analisada será a mesma, com a diferença de ser vista de ângulos diferentes. É o fenômeno da estereoscopia.

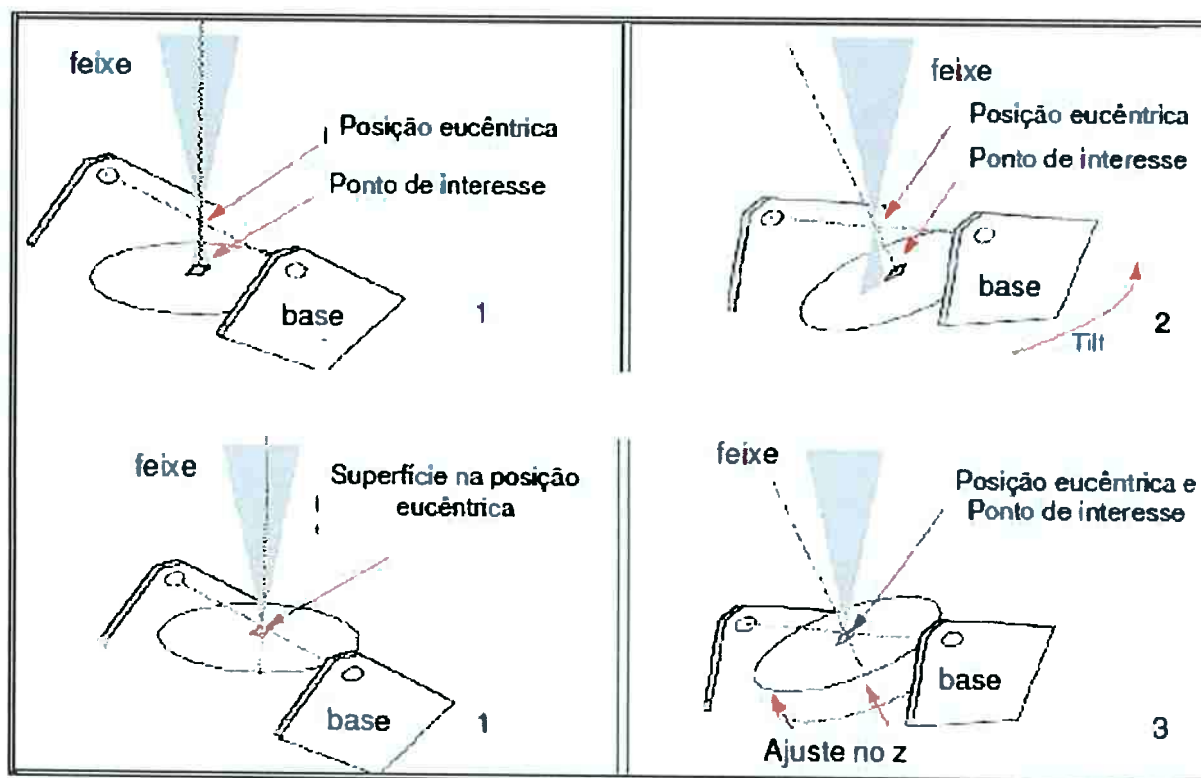


Figura 38: Princípio da posição eucêntrica [1].

O procedimento a seguir, mostra passo-a-passo, como obter as imagens eucêntricas no microscópio eletrônico de varredura PHILIPS XL30.

- 1 - Clicar na opção "stage" do "menu" e logo em seguida habilitar a função "auto beam shift zero".
- 2 - Clicar na opção "window" do "menu" e logo em seguida selecionar a opção "center cross".
- 3 - Focar na região desejada e clicar no botão "link Z to FWD" com o valor WD ("work distance") de 10 mm.
- 4 - Selecionar a posição de 0 graus de ângulo de tilt da base do porta amostra.
- 5 - Usando o botão de controle da distância Z, focar a imagem até que fique bem nítida.
- 6 - Ajustar o aumento para 1000x, encontrar o ponto a ser fixado no centro da região a ser analisada.
- 7 - Olhando para esse ponto, mudar o ângulo de tilt para 15 graus. Usando o botão de controle da distância z, trazer o cursor de volta até o ponto inicial.
- 8 - Mudar novamente o ângulo de tilt para 30 graus, e como da vez anterior, trazer o cursor até o ponto inicial.
- 9 - Se nesse momento notar que houve deslocamento entre o cursor dos 30 graus e ponto inicial de até $5\mu\text{m}$, repetir as etapas 5 à 8.

Capítulo 4 – Resultados e discussão

4.1 – Fratura mista (amostra API 5L X70)

4.1.1 – Análise macrográfica da superfície de fratura

A amostra analisada de fratura mista foi submetida à análise macrográfica, a fim de obter um panorama geral da superfície de fratura. Cada amostra foi dividida em 9 regiões distintas, onde o mecanismo predominante em cada uma foram feitos pares estereoscópicos. A seguir, a esquematização da divisão das superfícies é mostrada.

Nessa amostra, a propagação da trinca inicia perto do entalhe, criando uma região com predominância do mecanismo de fratura por alvéolos (zona de triaxilidade da tensão). Perto das bordas do corpo de prova, a fratura ocorre por cisalhamento (zona de biaxilidade) com presença de alvéolos alongados. A região central predomina o mecanismo de fratura por clivagem, típico de uma fratura frágil. E por fim, a região final da fratura, predomina o mecanismo de fratura por alvéolos e com deformação macroscópica bem visível.

A energia absorvida por esse material, grande parte é absorvida pela deformação plástica das regiões dúcteis da fratura, incluindo as regiões iniciais, laterais e finais da fratura [19]. O início da fratura por clivagem em corpos de prova Charpy é devido à região dúctil anterior (próximo ao entalhe) que funciona como um concentrador de tensão. Utilizando método de elementos finitos, Hausild [19] verificou-se que a região dúctil (próximo ao entalhe) aumenta o nível de tensão e causa uma expansão de deformação plástica a frente da ponta da trinca, aumentando a probabilidade de encontrar sites de nucleação de clivagem como partículas de segunda fase e carbonetos.

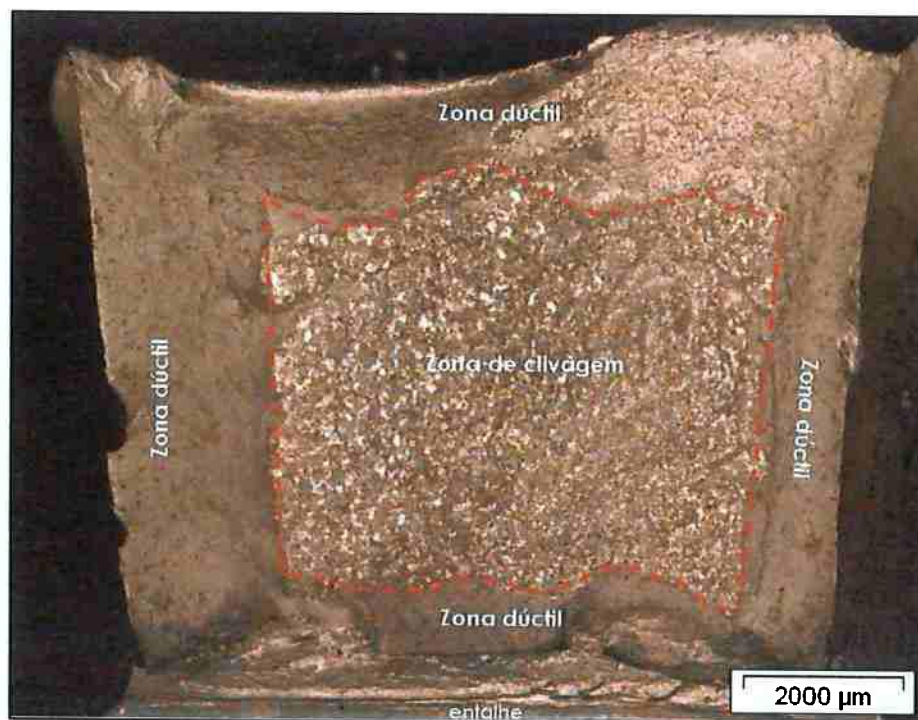


Figura 39 – Amostra com fratura mista, com aspecto dúctil e frágil na superfície de fratura. Regiões próximas ao entalhe, lateral e final à fratura apresentam ruptura alveolar. Energia absorvida no ensaio Charpy: 62,0J. Aumento: 8x. Lupa estereoscópica.

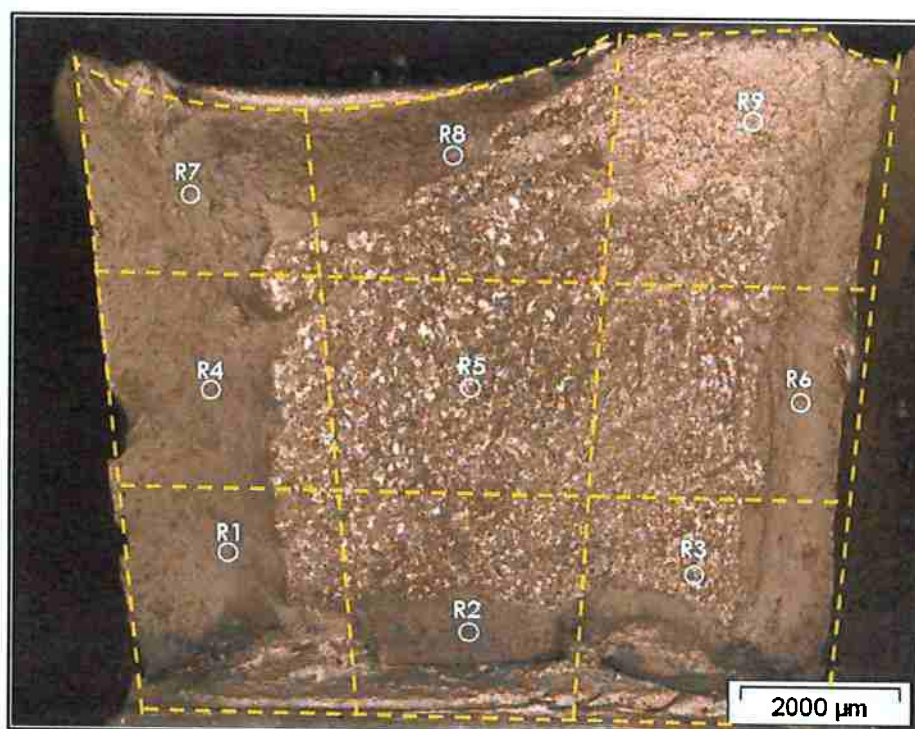


Figura 40 – Amostra com fratura mista com indicação da divisão da superfície em 9 regiões, onde cada uma é feita a reconstrução tridimensional e obtenção dos parâmetros quantitativos. Círculos brancos indicam a local onde foram obtidas as imagens estereoscópicas no MEV. Lupa estereoscópica, 8x.

4.1.2 - Caracterização microestrutural

A metalografia da amostra analisada, API 5L X70, tem o objetivo de verificar o estado da microestrutura perto da fratura em três diferentes planos nos corpos de prova Charpy, a fim de entender como se deu a propagação da trinca. Basicamente, os planos analisados apresentaram uma microestrutura de matriz ferrítica com presença perlítica bem distribuída. Os grãos apresentaram-se refinados, bem menores do que os grãos apresentados na amostra de fratura totalmente frágil, aumentando assim a resistência do material. Segundo a relação de Hall-Petch, quanto menor o tamanho dos grãos, maior será a resistência do material, pois os contornos de grão dificultam o movimento das discordâncias [12]. Não foram verificadas grandes variações ao longo da superfície de fratura e as microestruturas nessas regiões estavam homogêneas.

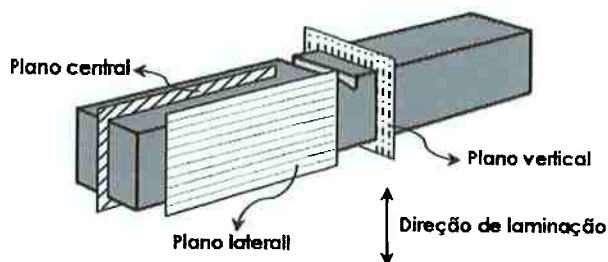


Figura 41 – Indicação dos planos analisados na metalografia da amostra de fratura mista.

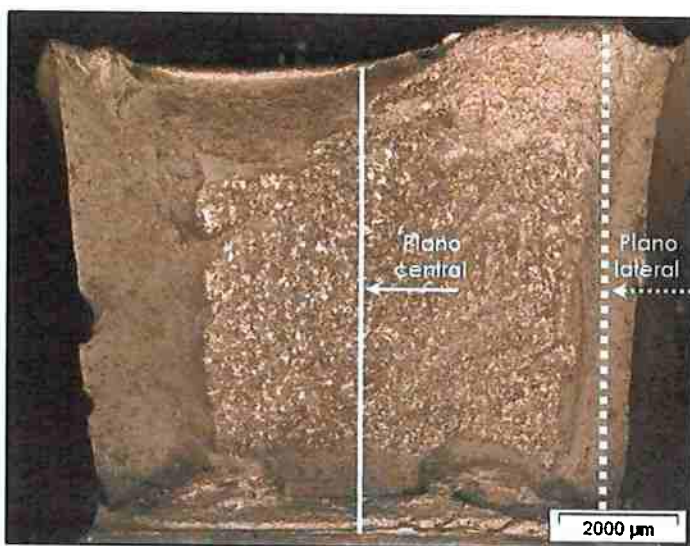


Figura 42 – Maior detalhe dos planos central e lateral na amostra analisada.

Micrografias da amostra com fratura mista (API 5L X70) – Plano vertical

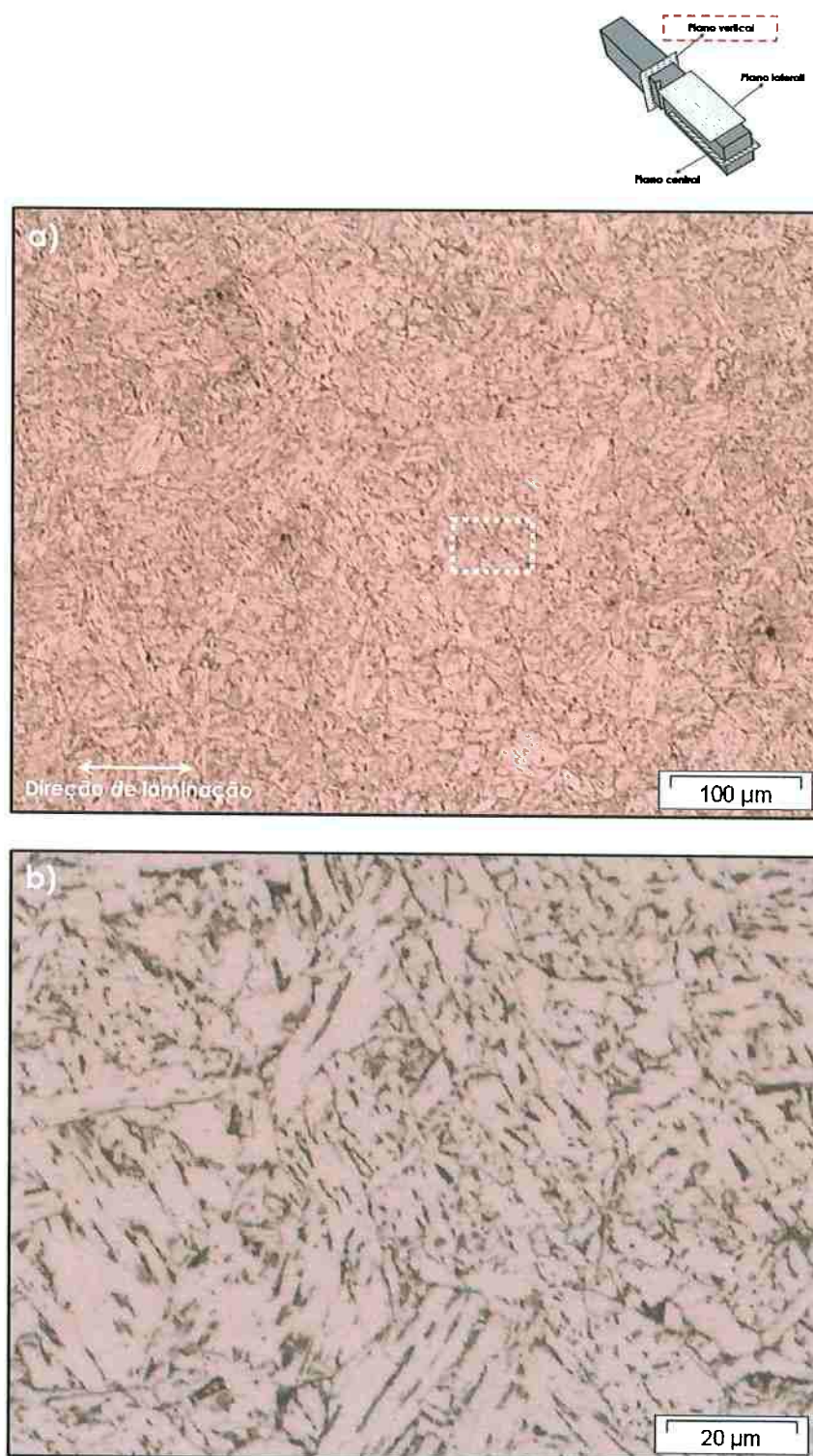


Figura 43 – Microestruturas no plano vertical da amostra com fratura mista. Retirada da zona afetada termicamente do tubo. a) Microestrutura ferrítica e perlítica, com grãos refinados. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando uma microestrutura com grãos ferrita alongados e possivelmente perlita em contorno de grão. MO; 1000x ;Nital 3%.

Micrografias da amostra com fratura mista (API 5L X70) – Plano lateral



Figura 44 – Microestruturas no plano lateral da amostra com fratura mista, em região com predominância de fratura do tipo dúctil. Retirada da zona afetada termicamente do tubo. a) Microestrutura ferrítico-perlítica. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando refino microestrutural e deformação plástica na superfície de fratura. MO; 1000x; Nital 3%.

Micrografias da amostra com fratura mista (API 5L X70) – Plano central

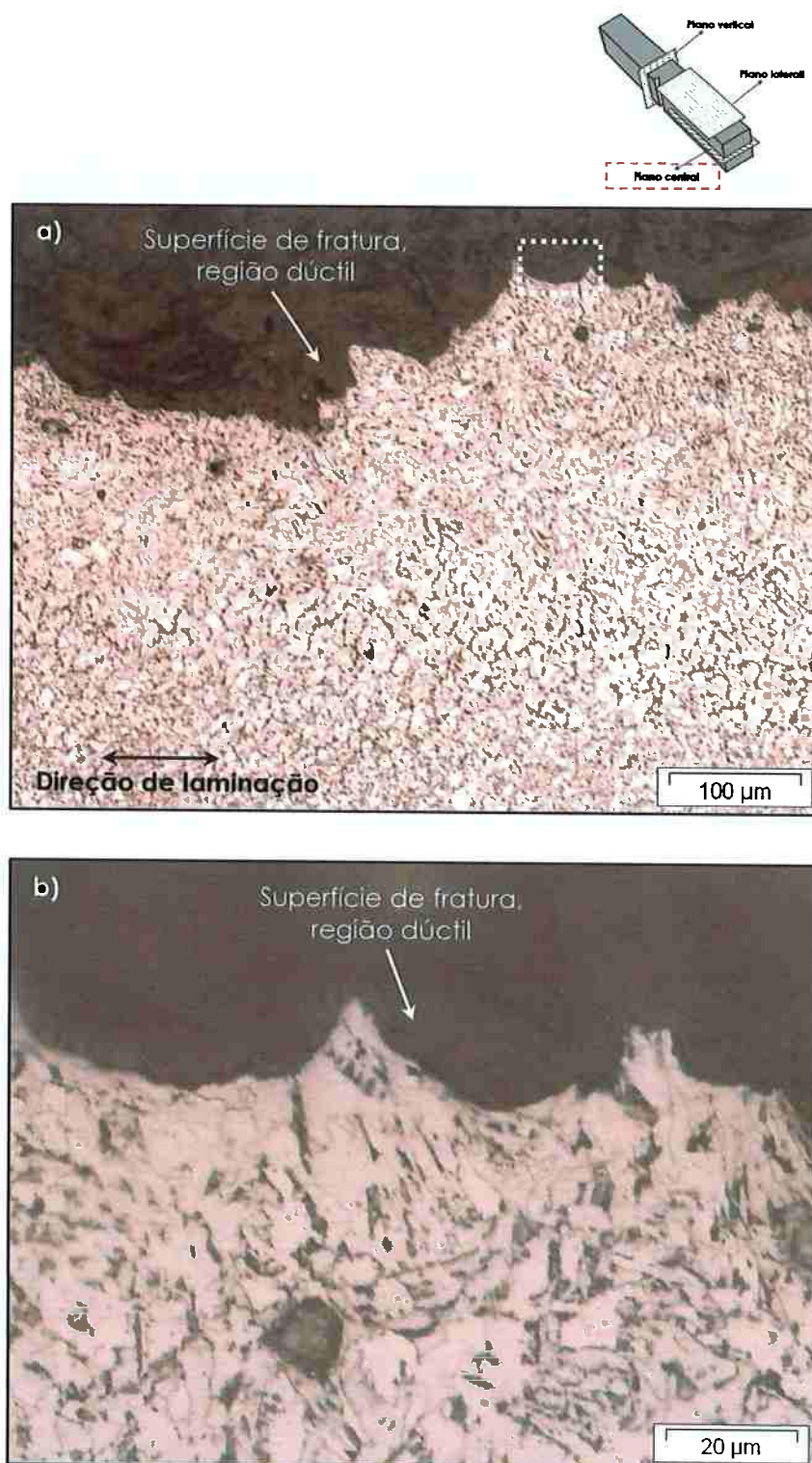


Figura 45 – Microestruturas no plano central da amostra com fratura mista. Região final da fratura, junto à região de cisalhamento. a) Microestrutura ferrítica e perlítica. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando uma microestrutura com grãos refinados e deformação plástica na superfície de fratura. MO; 1000x; Nital 3%.

4.1.3 - Reconstrução tridimensional da fratura

A seguir, serão apresentadas todas as reconstruções realizadas no corpo de prova Charpy da amostra de tubo API 5L X70 (fratura mista). A amostra foi dividida em 9 regiões onde o mecanismo de fratura predominante da região foi escolhida e analisada. Após ensaio Charpy, verificou-se que a energia absorvida pelo material API 5L X70 foi de 62J, com temperatura de ensaio Charpy de 0°C. Com as superfícies de fratura, foram submetidos à análise em MEV, a fim de obter os pares de imagens estereoscópicas. Os parâmetros utilizados no microscópio eletrônico de varredura são de suma importância, pois influem na qualidade das imagens obtidas e consequentemente, na eficácia da reconstrução tridimensional [1].

Tabela 5 – Parâmetros de configuração no microscópio eletrônico de varredura na análise da fratura mista.

Amostra	Aumento	Aceleração	Spot size	Dist. trabalho	Ângulo tilt
Mista	1000x	15 kV	5,0	10,0mm	+5° e - 5°
Frágil	1000x	15 kV	5,0	10,0mm	+5° e - 5°

Finalmente, esses pares de imagens estereoscópicas obtidos são dados de entrada no software MeX, que realiza as análises quantitativas das superfícies de fratura em estudo. Os dados obtidos serão tratados no item 4.1.4.

Localizada no início da propagação da trinca, a região 2 apresenta predominância de fratura dúctil, onde os alvéolos são maioria. As regiões 1, 4 e 6 localizam-se nas zonas de cisalhamento da fratura, onde predominam a presença de alvéolos alongados e com baixa profundidade. Nas regiões 3 e 5, o mecanismo atuante é a clivagem, tipicamente frágil. E finalmente, as regiões finais da fratura 8 e 9 são marcantes alvéolos de grande profundidade e alongados, indicando uma deformação mais acentuada nas regiões.

Reconstrução tridimensional da região 1, fratura mista (API 5L X70).

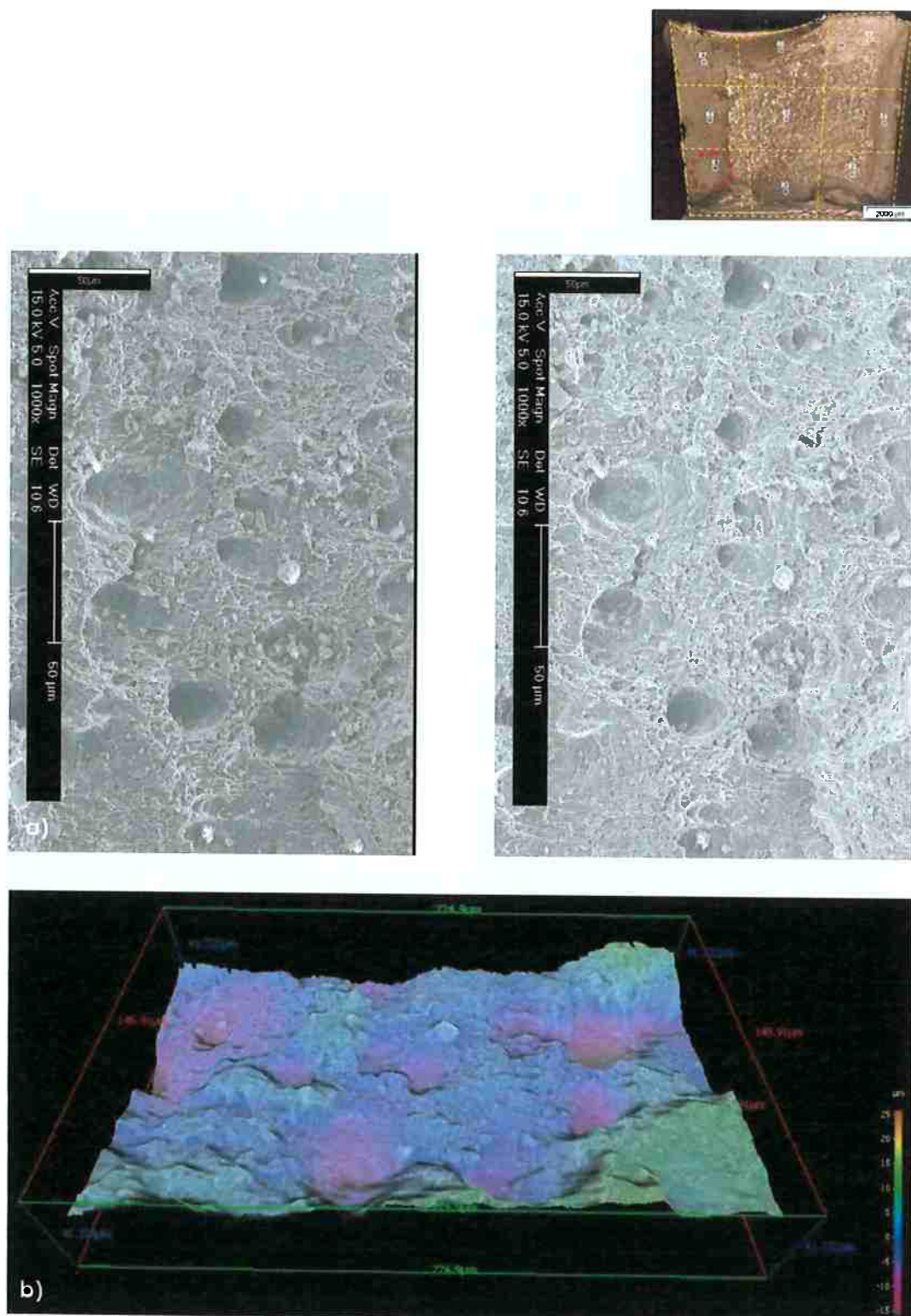


Figura 46 – Amostra com fratura mista, região 1, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos na fratura. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.06. Área real sobre projetada: 1.35

Reconstrução tridimensional da região 2, fratura mista (API 5L X70).

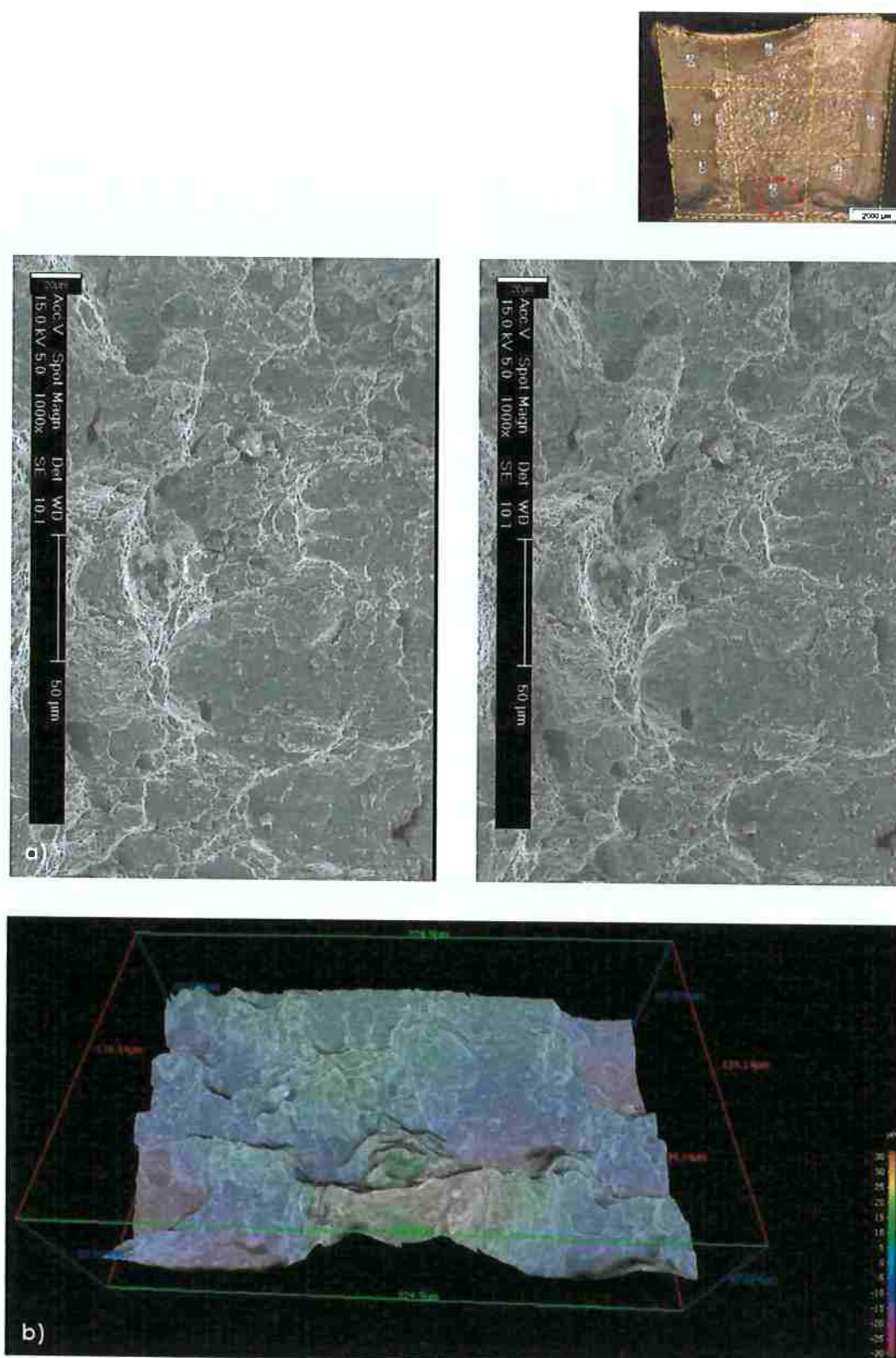


Figura 47 – Amostra com fratura mista, região 2, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos profundos na superfície. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.49

Reconstrução tridimensional da região 3, fratura mista (API 5L X70).

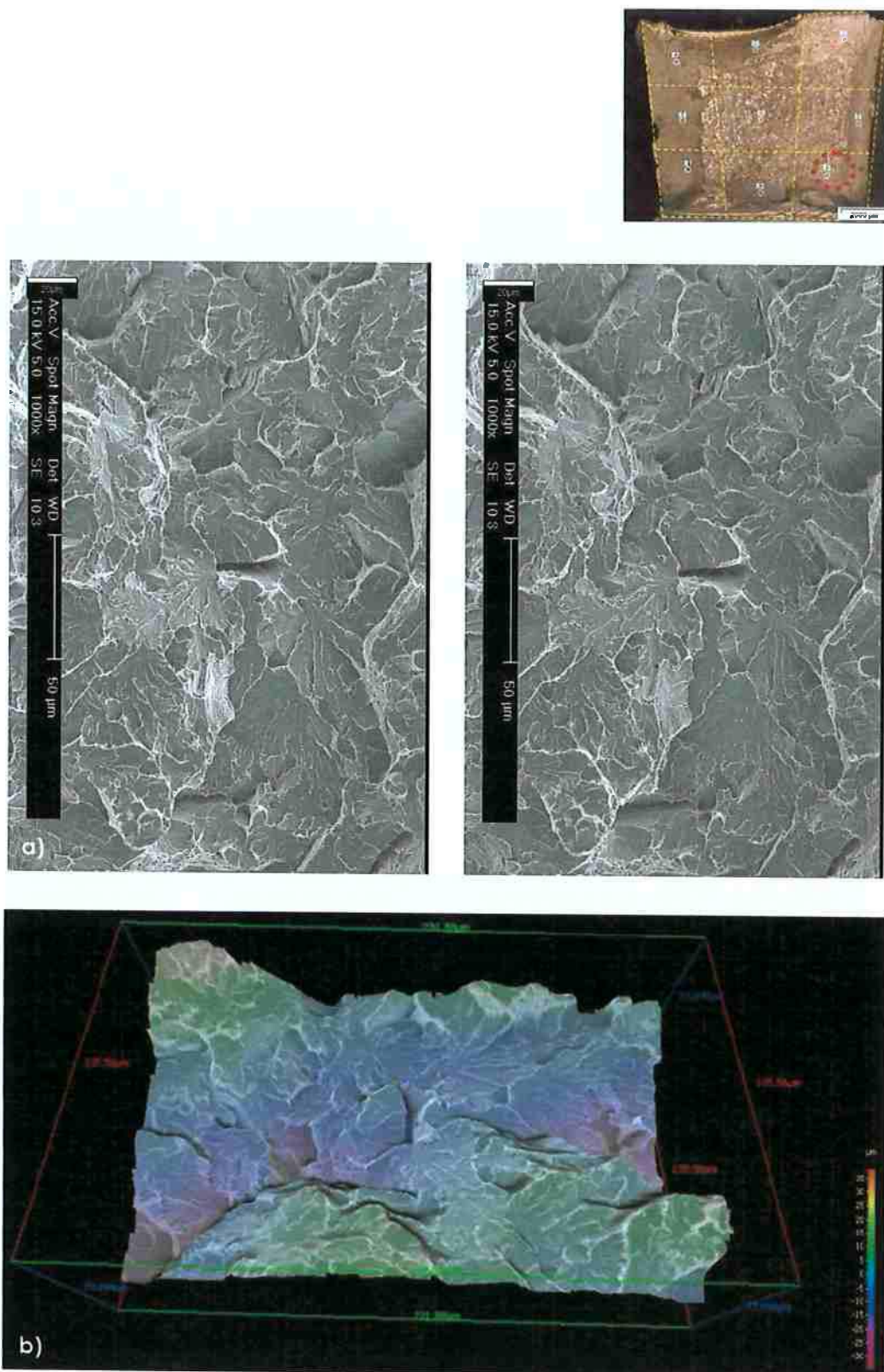


Figura 48 – Amostra com fratura mista, região 3, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.
 a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
 b) Dimensão fractal: 2.09. Área real sobre projetada: 1.57.

Reconstrução tridimensional da região 4, fratura mista (API 5L X70).

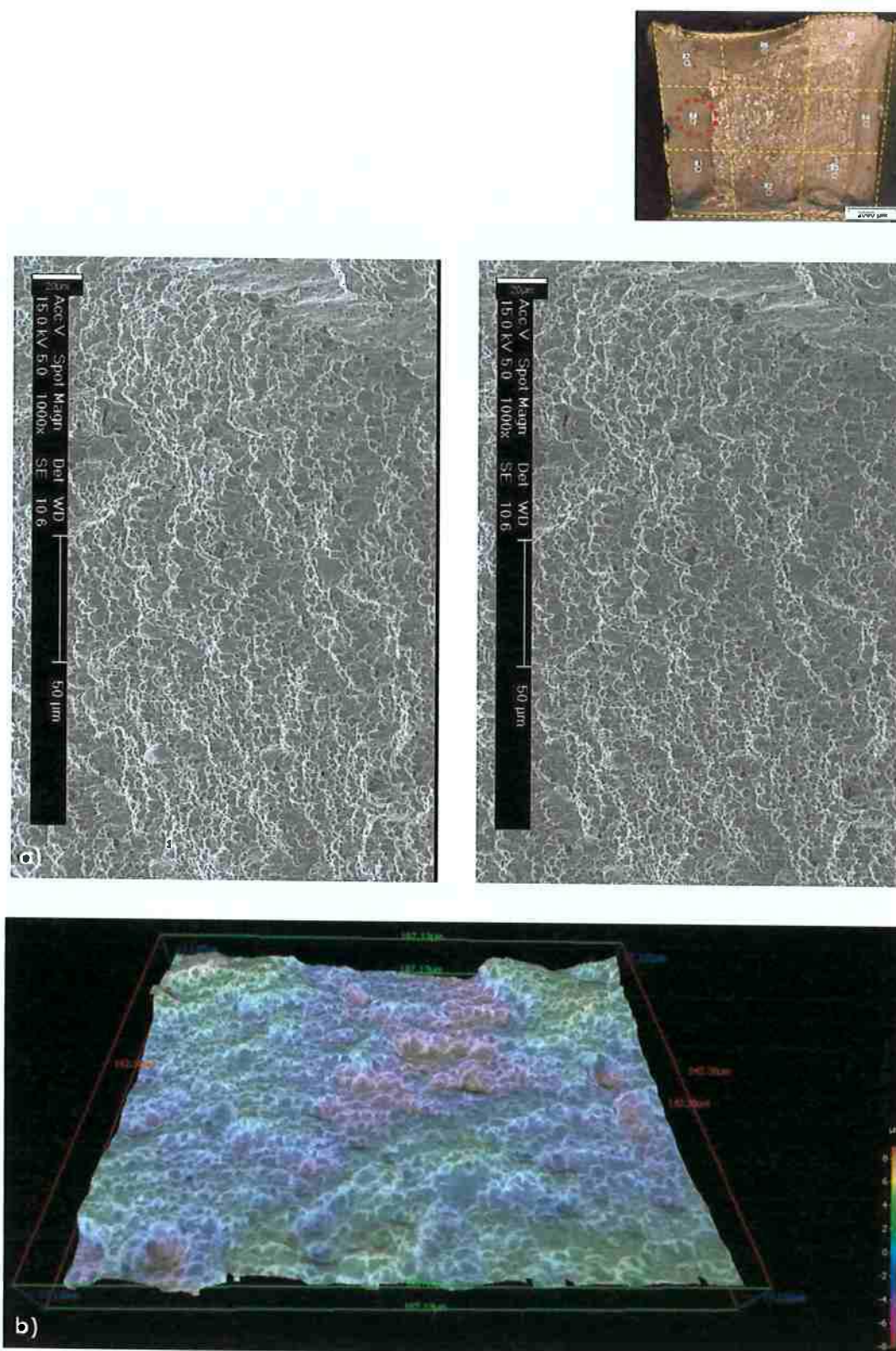


Figura 49 – Amostra com fratura mista, região 4, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos (zona de cisalhamento). $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.03. Área real sobre projetada: 1.16

Reconstrução tridimensional da região 5, fratura mista (API 5L X70).

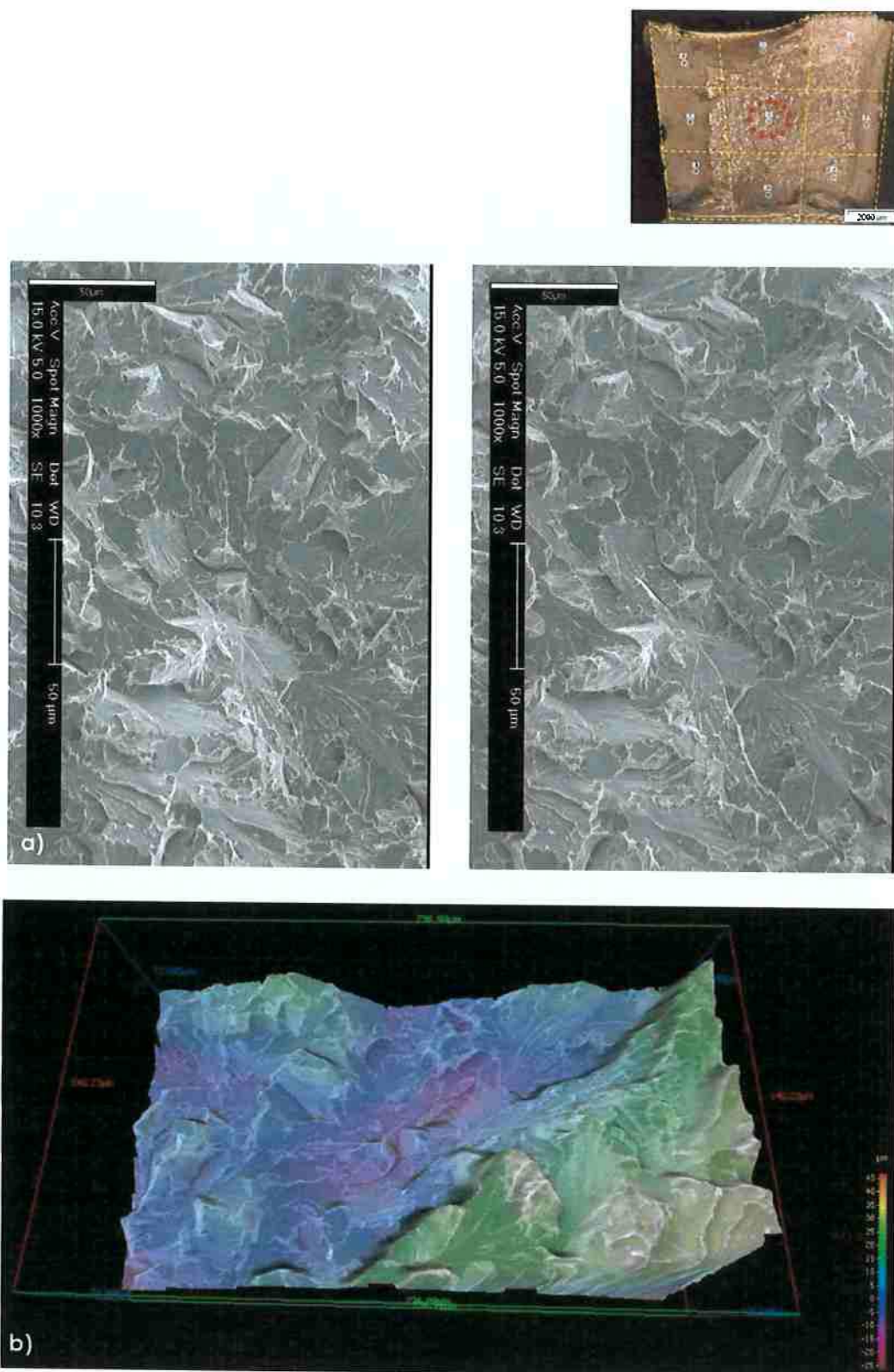


Figura 50 – Amostra com fratura mista, região 5, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
b) Dimensão fractal: 2.05. Área real sobre projetada: 1.54

Reconstrução tridimensional da região 6, fratura mista (API 5L X70).

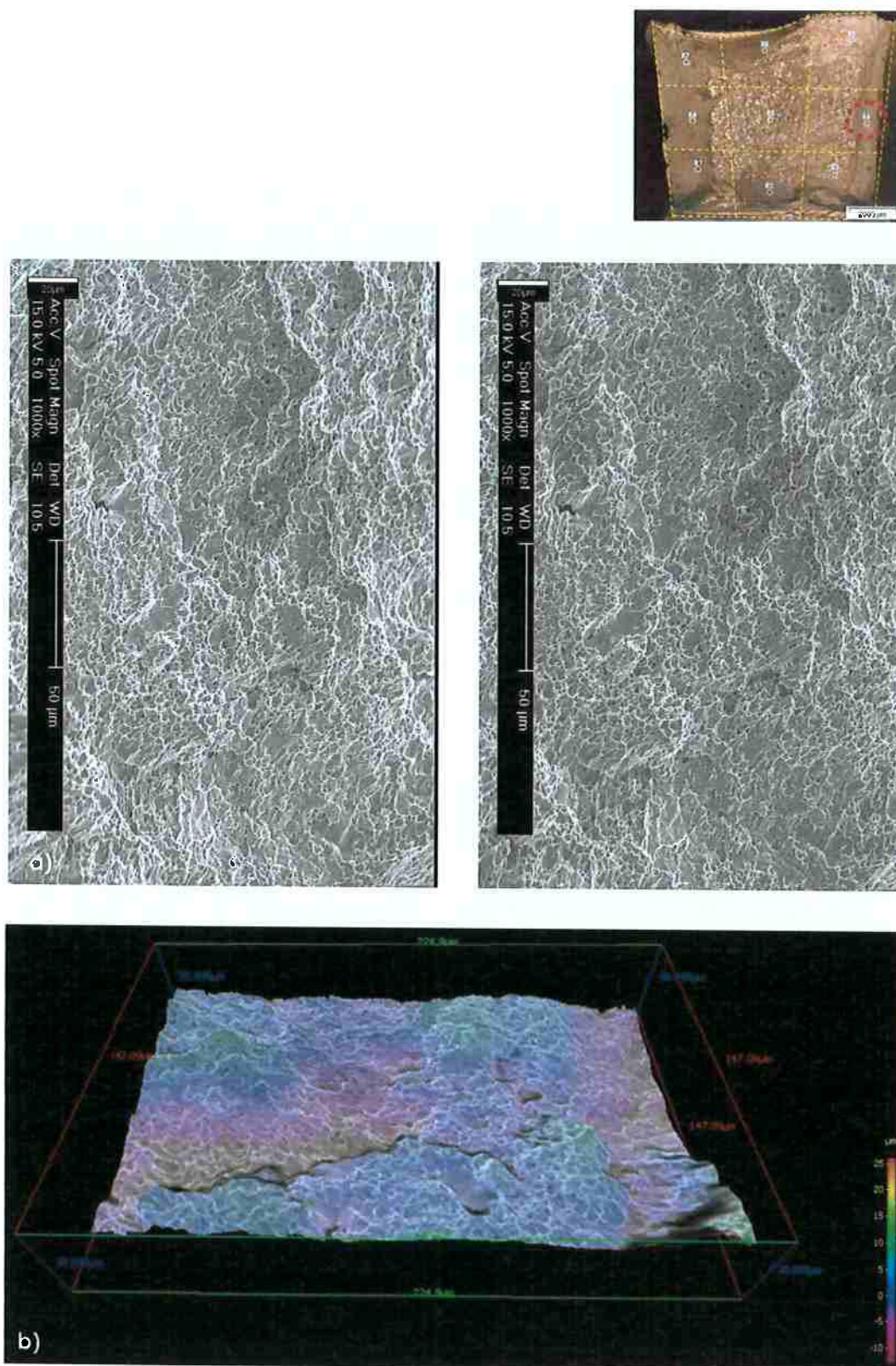


Figura 51 – Amostra com fratura mista, região 6, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos (zona de cisalhamento). $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
b) Dimensão fractal: 2.04. Área real sobre projetada: 1.22

Reconstrução tridimensional da região 7, fratura mista (API 5L X70).

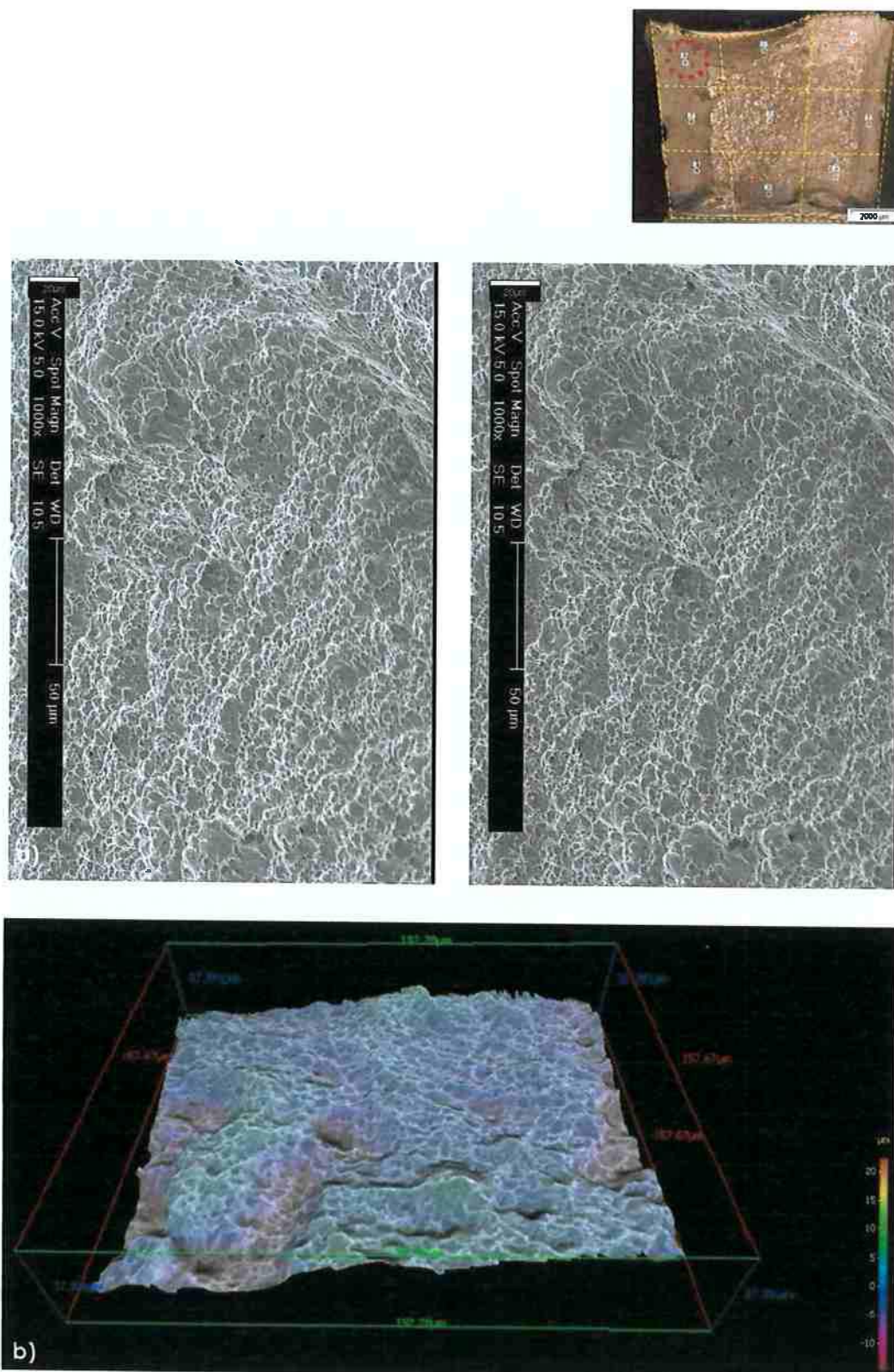


Figura 52 – Amostra com fratura mista, região 7, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos (zona de cisalhamento). $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.05. Área real sobre projetada: 1.25

Reconstrução tridimensional da região 8, fratura mista (API 5L X70).

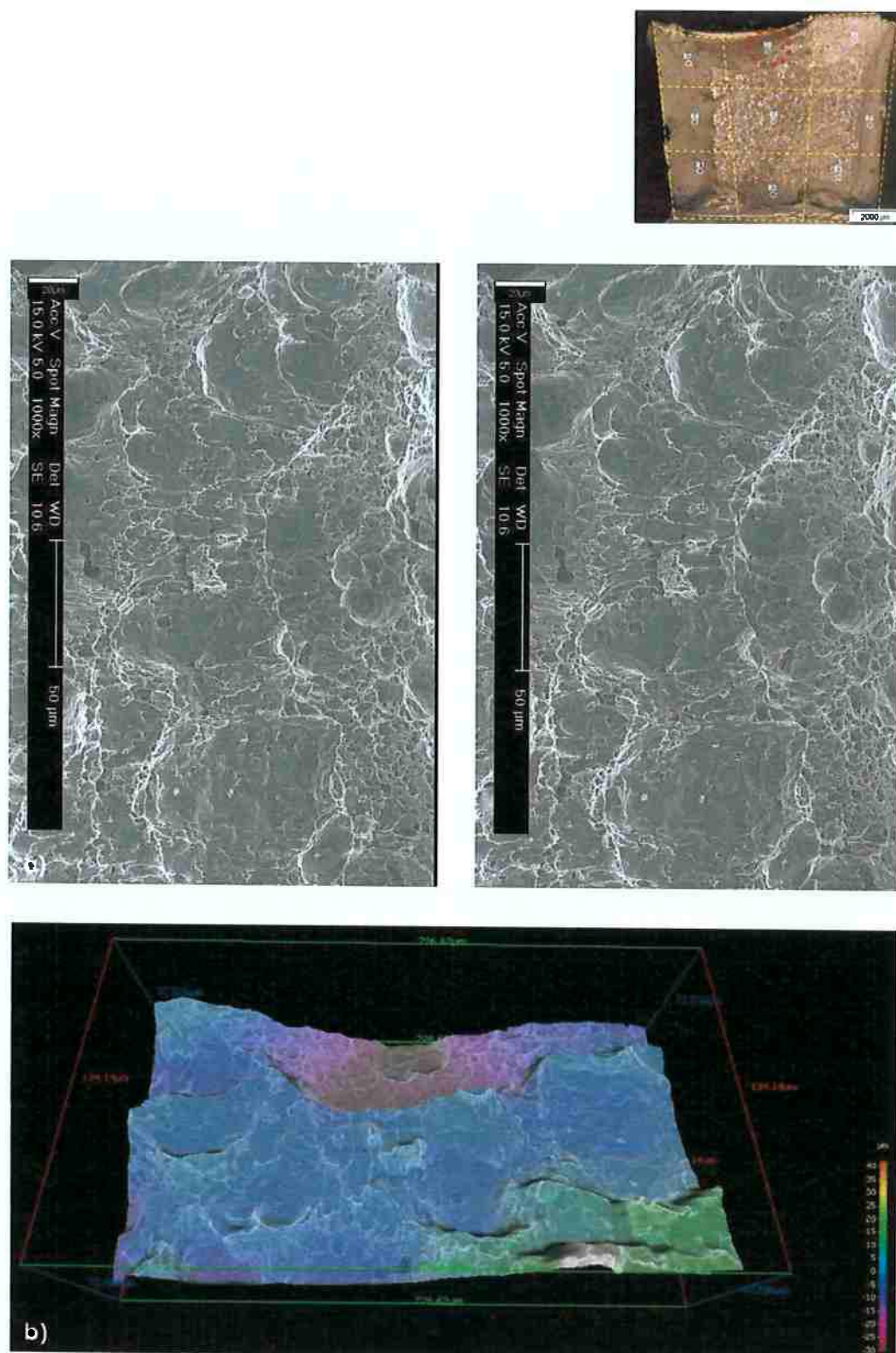


Figura 53 – Amostra com fratura mista, região 8, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos maiores e alongados (zona de deformação). $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.40

Reconstrução tridimensional da região 9, fratura mista (API 5L X70).

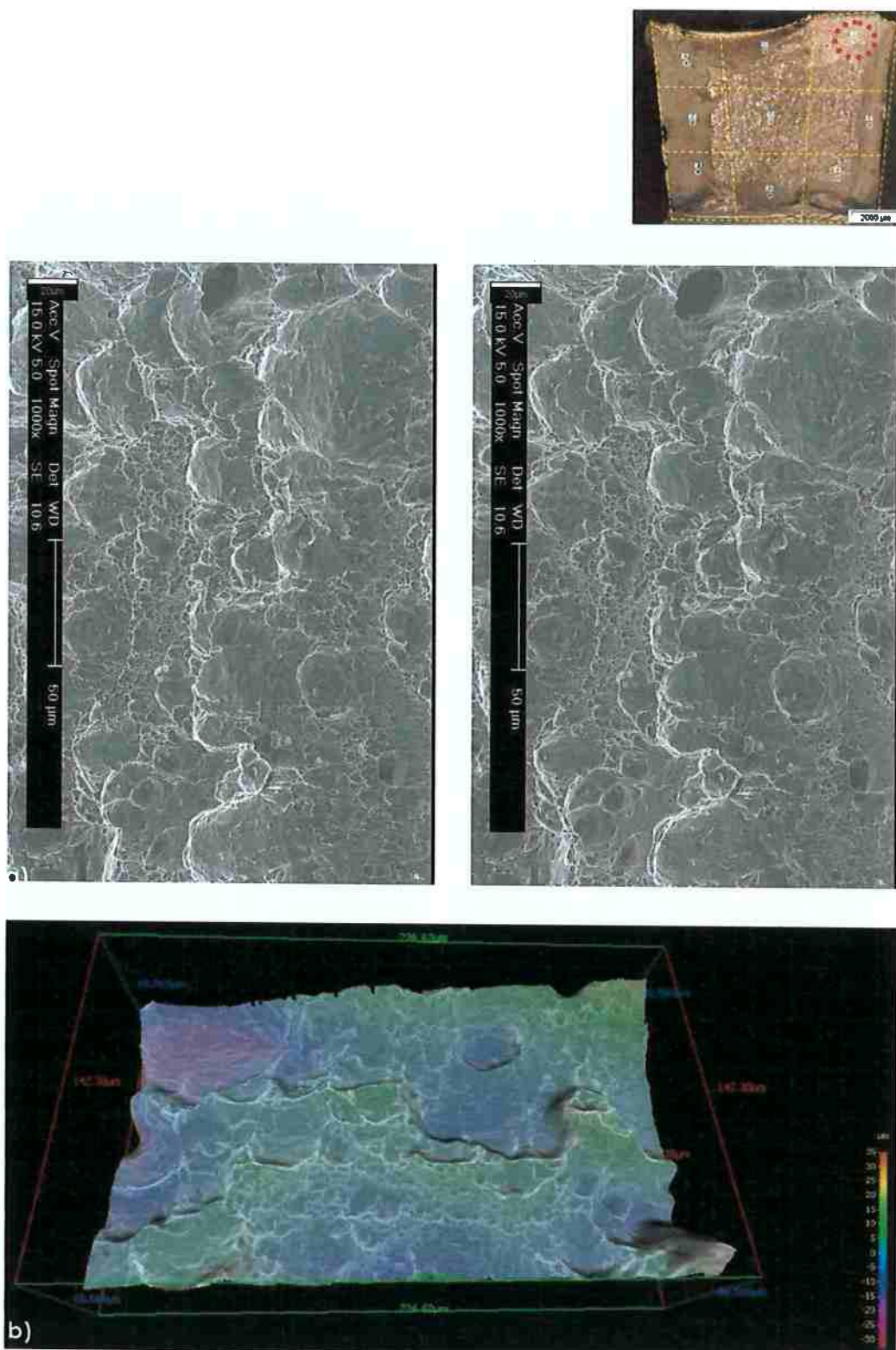


Figura 54 – Amostra com fratura mista, região 9, onde o mecanismo dúctil predomina com presença de alvéolos maiores e alongados (zona de deformação plástica). $\Delta\theta=10^\circ$, 15kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.37

Resumindo as informações obtidas dos parâmetros quantitativos, temos a seguinte distribuição ao longo das regiões analisadas.

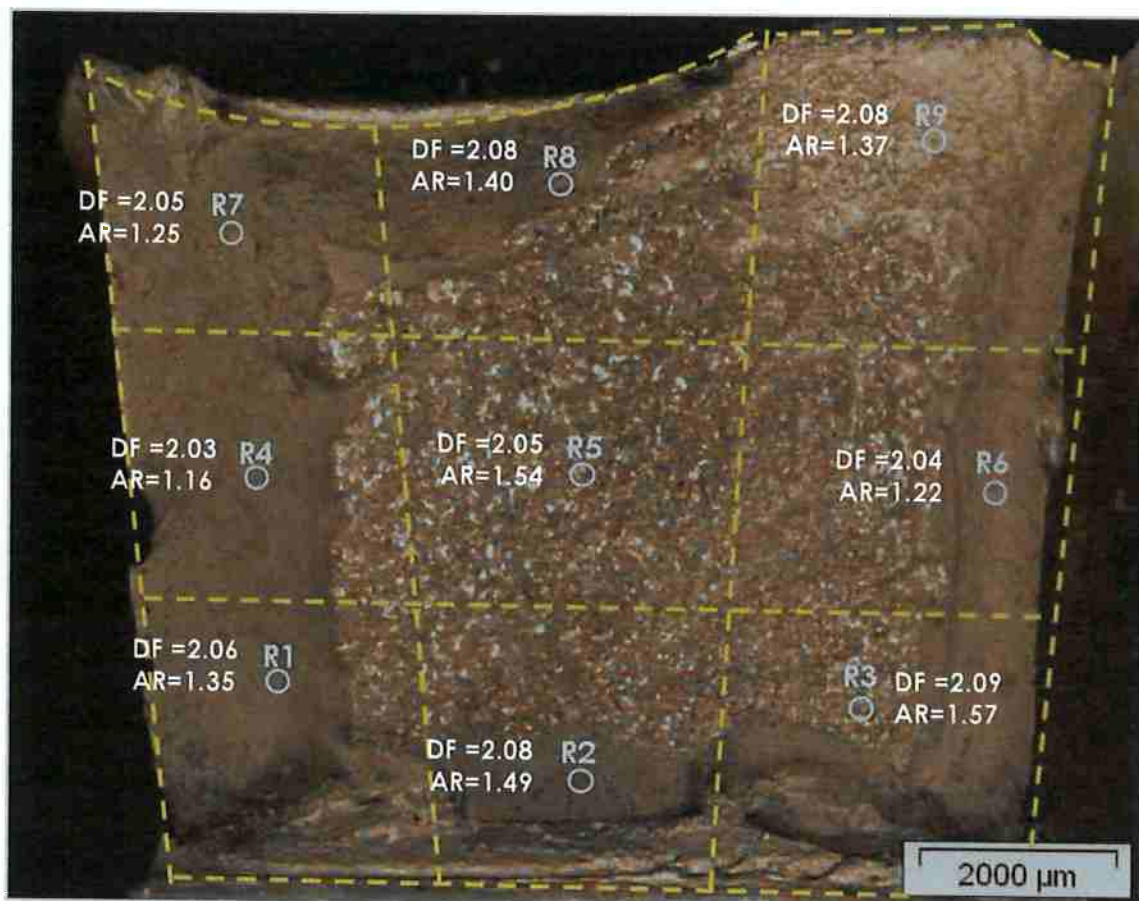


Figura 55 – Amostra com fratura mista com indicação da divisão da superfície em 9 regiões, onde cada uma é feita a reconstrução tridimensional e obtenção dos parâmetros quantitativos. DF é o valor de dimensão fractal e AR é a relação de área real sobre projetada. Círculos brancos indicam os locais onde foram obtidas as imagens estereoscópicas no MEV. Lupa estereoscópica, 8x.

4.1.4 – Discussão dos parâmetros quantitativos

Tendo em vista as reconstruções de superfícies topográficas realizadas na amostra de fratura mista (API 5L X70), os parâmetros quantitativos (dimensão fractal e cálculo de área real sobre área projetada) obtidos no software MeX serão apresentados a seguir.

Tabela 6 – Parâmetros quantitativos das regiões analisadas da fratura mista.

Região	Dimensão fractal	Relação de área	Mecanismo de fratura
R1	2,06	1,35	Alveolar
R2	2,08	1,49	Alveolar
R3	2,09	1,57	Clivagem
R4	2,03	1,16	Alveolar
R5	2,05	1,54	Clivagem
R6	2,04	1,22	Alveolar
R7	2,05	1,25	Alveolar
R8	2,08	1,40	Alveolar
R9	2,08	1,37	Alveolar
Média	2,06	1,37	-
Desvio padrão	0,02	0,14	-

Como uma análise inicial desses dados, será verificada se existe diferença dos parâmetros quantitativos entre as regiões fraturadas por alvéolos e por clivagem. Começando com os valores de dimensão fractal, as regiões R1, R2, R4, R6, R7, R8 e R9 (alveolar) apresentaram uma média de 2.06 enquanto as regiões R3 e R5 (clivagem) mostraram média de 2.07, resultando em uma diferença de 0,5%, ou seja, há uma diferença insignificante. No caso da relação de área real sobre área projetada, as regiões alveolares indicaram média de 1.32, enquanto as regiões por clivagem tiveram média de 1.55, obtendo assim diferença mais significativa de 15,1 %. Ou seja, as regiões de clivagem são 15.1% mais rugosas (já que o valor relação de área de fratura por área projetada está relacionado com a rugosidade superficial) do que as regiões alveolares. Isso contradiz alguns

trabalhos publicados que dizem que quanto mais rugoso a fratura, mais tenaz o material [15], indicando a contradição que existe em relação a este assunto. Pode-se admitir ainda que a variação no aumento, utilizado para obtenção de imagens dos pares estereoscópicos, também altere o resultado, como já mostrado por Azevedo et al [1].

Em seu trabalho, Venkatesh et al [16] utilizando a mesma técnica de reconstrução tridimensional de superfícies de fraturas da liga Ti-6Al-4V ELI sob diversos tratamentos térmicos, observou que a dimensão fractal é proporcional à rugosidade superficial da fratura. Isso indica que o parâmetro de dimensão fractal é uma medida de rugosidade superficial, pois estão correlacionadas [16].

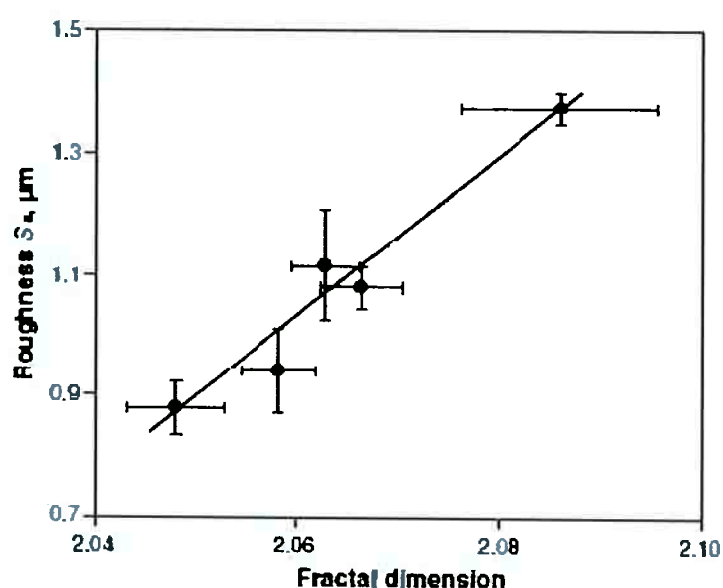


Gráfico 1 – Rugosidade média em função da dimensão fractal da fratura da liga Ti-6Al-4V ELI [16].

Nesse contexto, os parâmetros quantitativos obtidos no presente trabalho, serão correlacionados e avaliados de acordo com o coeficiente de correlação com regressão linear. Azevedo et al [1] apresentou que os valores dos parâmetros quantitativos obtidos em diversos modos de fratura não tinham correlação (baixos valores de coeficiente) e sugeriu que cada modo de fatura parecia ter a sua própria correlação. Nessa fratura mista em estudo, será apresentada um gráfico correlacionando as 9 regiões avaliadas,

levando em consideração os modos de fratura alveolar e por clivagem. Em outro gráfico será avaliado somente as regiões com modo de fratura alveolar.

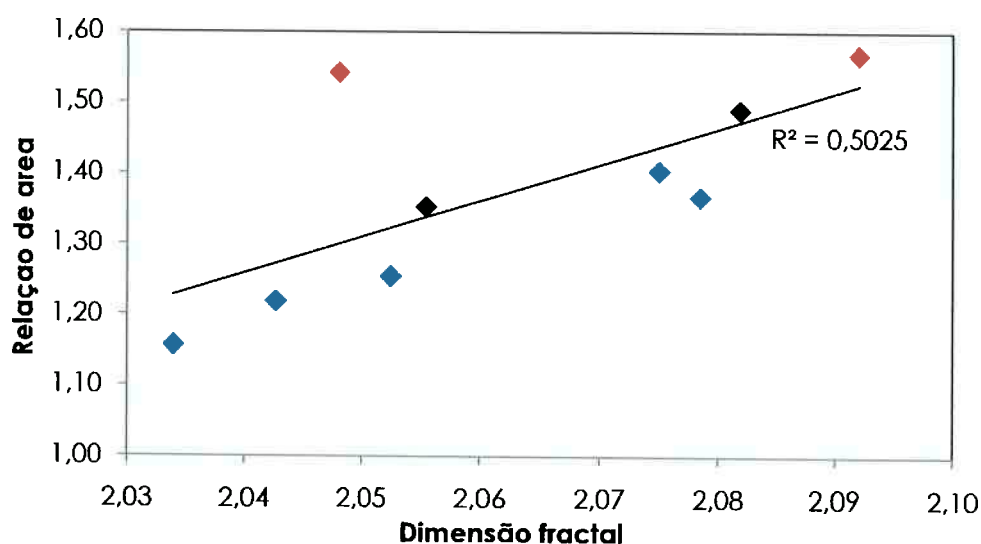


Gráfico 2 – Relação de área em função da dimensão fractal, considerando as regiões alveolares (pontos azuis) e as regiões por clivagem (pontos vermelhos).

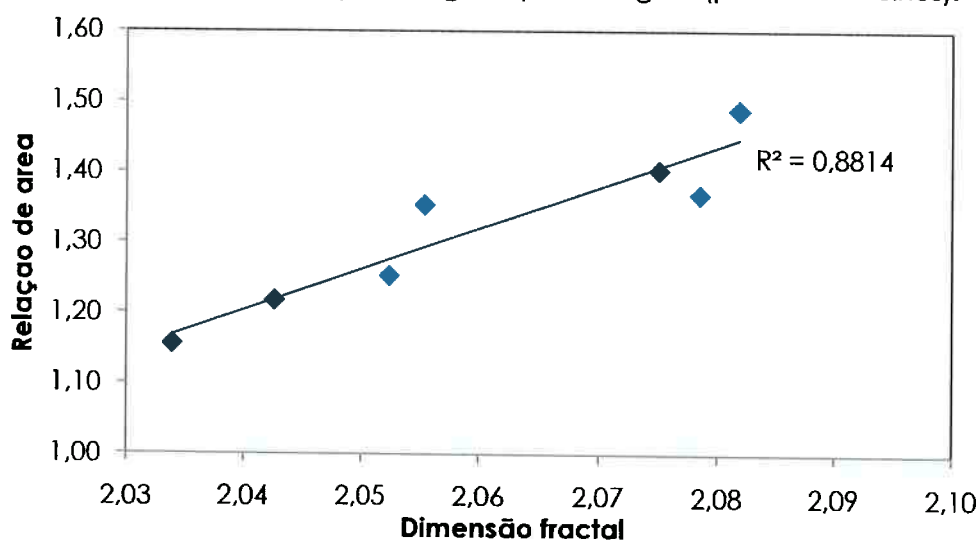


Gráfico 3 – Relação de área em função da dimensão fractal, considerando somente as regiões dúcteis (pontos azuis), resultando em melhor correlação entre os pontos.

Resultado disso é que se obtêm uma melhor correlação somente entre regiões alveolares, confirmando a hipótese de que cada modo de fratura pode ter a sua própria correlação. Para esse caso, portanto, o valor de dimensão fractal pode ser uma medida de rugosidade superficial.

4.2 – Fratura frágil (amostra API 5L X52M)

4.2.1 – Análise macrográfica da superfície de fratura

A amostra analisada de fratura mista foi submetida à análise macrográfica, a fim de obter um panorama geral da superfície de fratura. Cada amostra foi dividida em 9 regiões distintas, onde o mecanismo predominante em cada uma foram feitos pares estereoscópicos. A seguir, a esquematização da divisão das superfícies é mostrada (Figura 57).

No caso da amostra com fratura frágil, é notável a predominância do de fratura frágil na sua maior extensão da superfície, resultando em um valor de energia absorvida menor de 18J, comparado com a energia absorvida da fratura mista que resultou em 62J. No início do entalhe, é possível observar, microscopicamente, a presença de alvéolos, porém em menor quantidade do que a amostra com fratura mista. Essa região alveolar é observada mesmo em temperaturas de ensaio baixas [19].

A região lateral também ocorre o cisalhamento devido à biaxilidade da tensão aplicada na região, e alvéolos alongados nessa superfície estão presentes. Podemos notar que a diferença de topografia nas superfícies das fraturas acarreta na diferença de energia absorvida por essas duas amostras analisadas, que é devido à presença de alvéolos na zona de cisalhamento e na zona final da fratura com presença de deformação plástica na amostra com fratura mista.



Figura 56 – Amostra com fratura frágil, obtida no ensaio Charpy. Superfície plana e isenta de deformação na região lateral e final da fratura. Energia absorvida no ensaio Charpy: 18J. Aumento: 8x. Lupa estereoscópica.

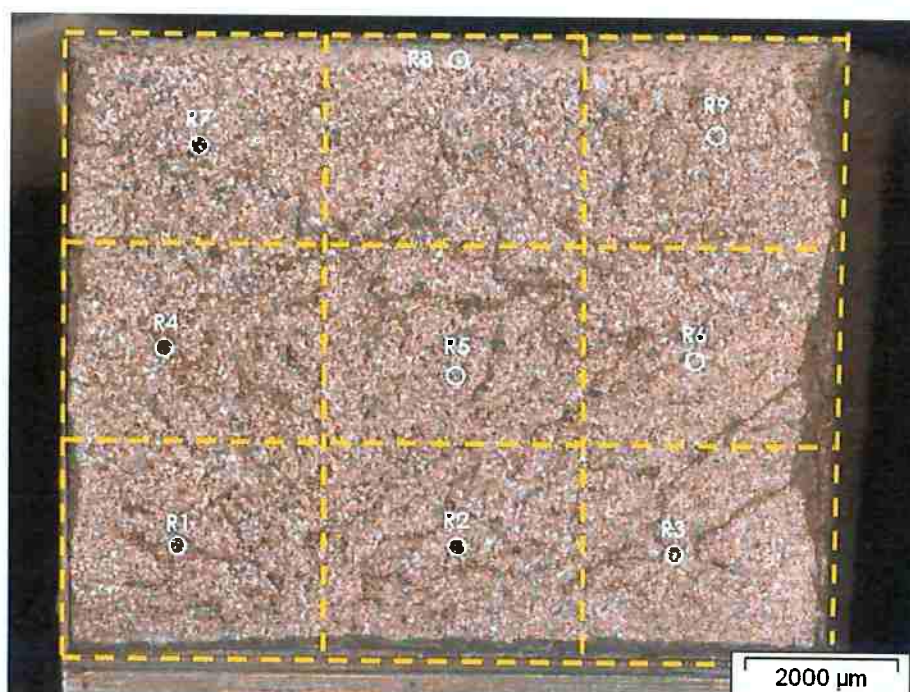


Figura 57– Amostra com fratura frágil com indicação da divisão da superfície em 9 regiões, onde cada uma é feita a reconstrução tridimensional e obtenção dos parâmetros quantitativos. Círculos brancos indicam o local onde foram obtidas as imagens estereoscópicas. Lupa estereoscópica, 8x.

4.2.2 - Caracterização microestrutural

A metalografia das amostra analisada, API 5L X52M, tem o objetivo de verificar a microestrutura em três diferentes planos nos corpos de prova Charpy, a fim de estabelecer uma relação com os resultados de energia absorvida no ensaio. O plano vertical (indicado abaixo) é um plano paralelo à fratura. No plano central, é feito o corte no centro da fratura e observa-se a micrografia ao longo da propagação da trinca nessa região. E finalmente, o plano lateral é observado a micrografia ao longo da propagação da trinca na lateral do corpo de prova. Observou-se que, nos três planos, houve a presença da orientação da fase ferrita, resultado da laminação. Como a direção de propagação da trinca é a mesma da direção de laminação, pode ter ocorrido uma propagação de trinca preferencial e portanto, resultando na superfície frágil com baixa energia absorvida.

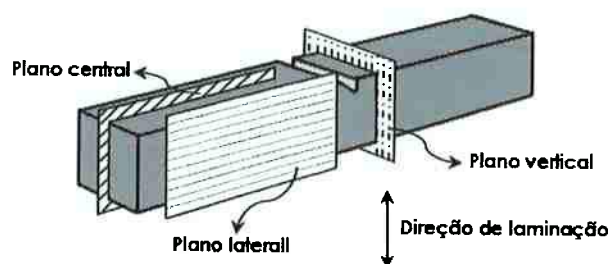


Figura 58 – Indicação dos planos analisados na metalografia.



Figura 59 – Maior detalhe dos planos central e lateral nas amostras analisadas.

Micrografias da amostra com fratura frágil (API 5L X52M) – Plano vertical

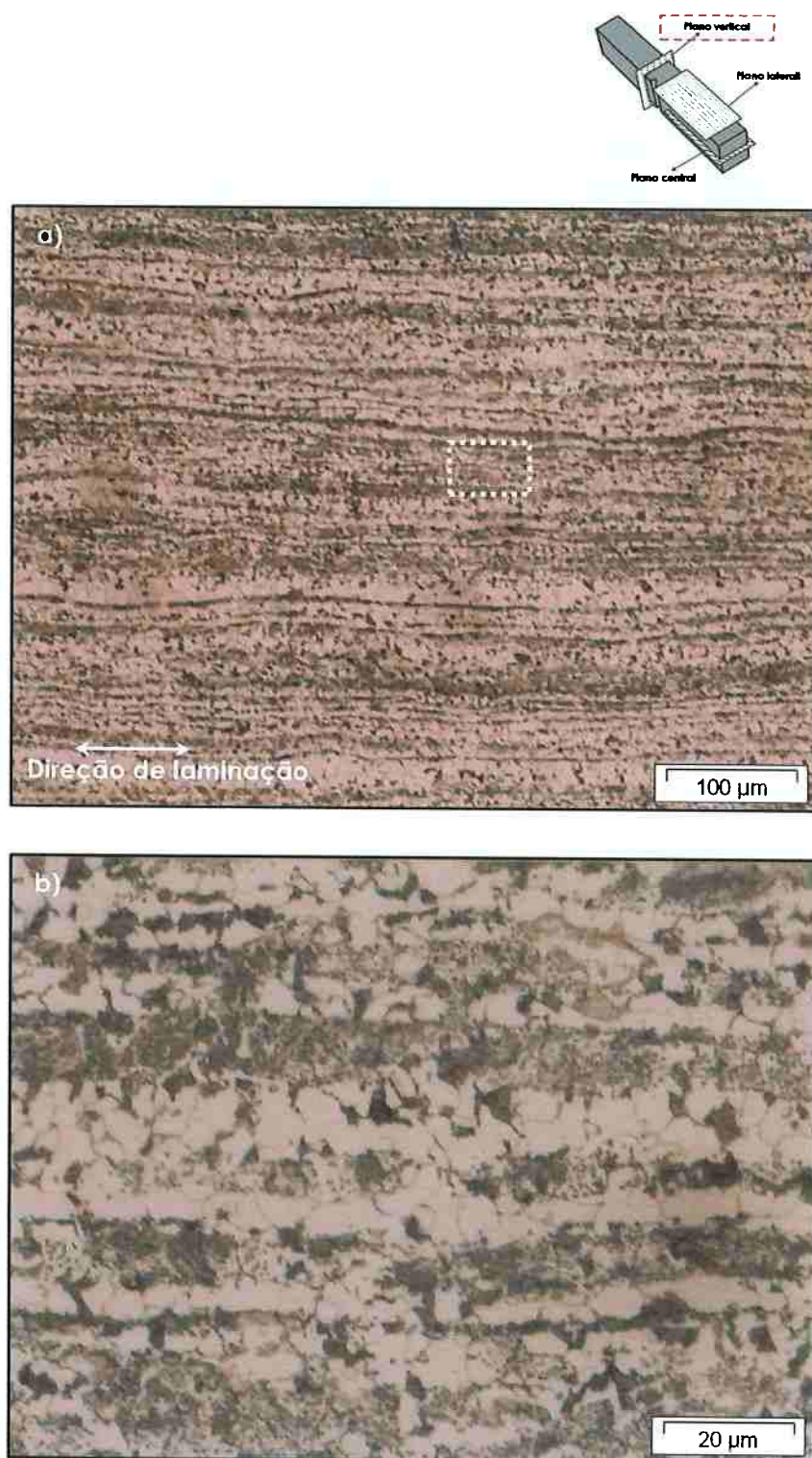


Figura 60 – Microestruturas no plano vertical da amostra com fratura frágil. Retirada da zona afetada termicamente do tubo. a) Microestrutura ferrítica e perlítica, evidenciando a presença de direção de laminação. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando uma microestrutura com orientação preferencial da fase perlítica na direção de laminação. MO; 1000x; Nital 3%.

Micrografias da amostra com fratura frágil (API 5L X52M) – Plano lateral

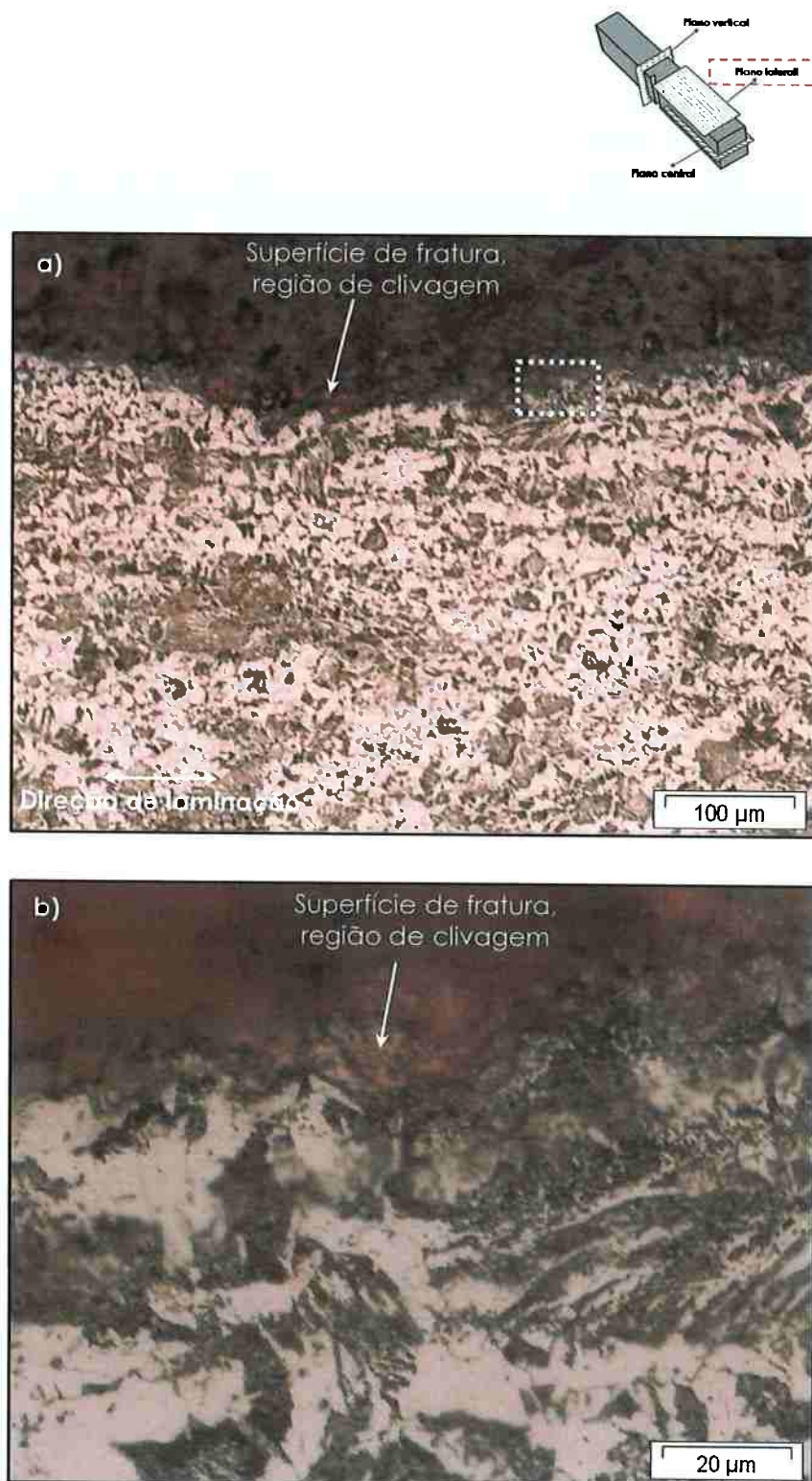


Figura 61 – Microestruturas no plano lateral da amostra com fratura frágil. Retirada da zona afetada termicamente do tubo. a) Microestrutura ferrítica e perlítica, mostrando orientação da fase perlita. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando uma microestrutura com predominância de perlita na superfície de fratura e sem deformação plástica. MO; 1000x; Nital 3%.

Micrografias da amostra com fratura frágil (API 5L X52M) – Plano central

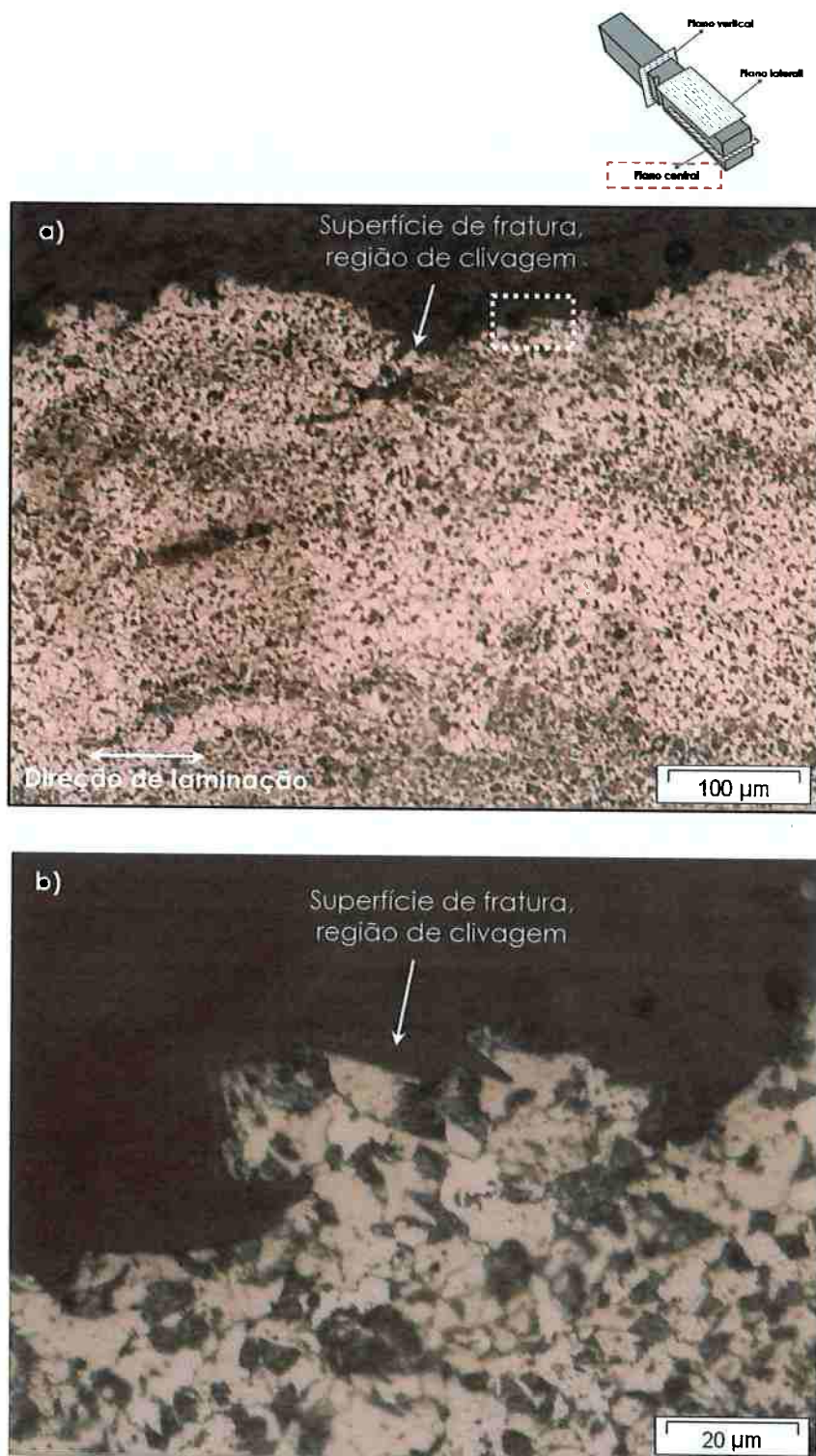


Figura 62 – Microestruturas no plano central da amostra com fratura frágil. Retirada da zona afetada termicamente do tubo. a) Microestrutura ferrítica e perlítica. MO; 200x; Nital 3%. b) Maior detalhe da região, indicando uma fratura transgranular e sem deformação plástica. MO; 1000x; Nital 3%.

4.2.3 - Reconstrução tridimensional da fratura

Similar à amostra com fratura mista, a frágil também foi dividida em 9 regiões. Cada região foi escolhida o principal mecanismo atuante (clivagem, alvéolos), de forma a representar a área. Após ensaio Charpy, verificou-se que a energia absorvida pelo material API 5L X52M foi de 18J, com temperatura de ensaio Charpy de 0°C. Com as superfícies de fratura, foram submetidos à análise em MEV, a fim de obter os pares de imagens estereoscópicas. Os parâmetros utilizados no microscópio eletrônico de varredura são de suma importância, pois influem na qualidade das imagens obtidas e consequentemente, na eficácia da reconstrução tridimensional [1].

Tabela 7 – Parâmetros de configuração no microscópio eletrônico de varredura na análise da fratura frágil.

Amostra	Aumento	Aceleração	Spot size	Dist. trabalho	Ângulo tilt
Mista	1000x	15 kV	5,0	10,0mm	+5° e - 5°
Frágil	1000x	15 kV	5,0	10,0mm	+5° e - 5°

Finalmente, esses pares de imagens estereoscópicas obtidos são dados de entrada no software MeX, que realiza as análises quantitativas das superfícies de fratura em estudo. Os dados obtidos serão tratados no item 4.2.4.

Em todas as regiões analisadas, como o mecanismo de clivagem predominou na maior extensão da superfície de fratura dessa amostra, foram analisados pontos com facetas de clivagem. Exceto a região 8, onde analisou a zona final da fratura, que ocorreu o cisalhamento, e a presença de alvéolos é predominante.

Reconstrução tridimensional da região 1, fratura frágil (API 5L X52M).

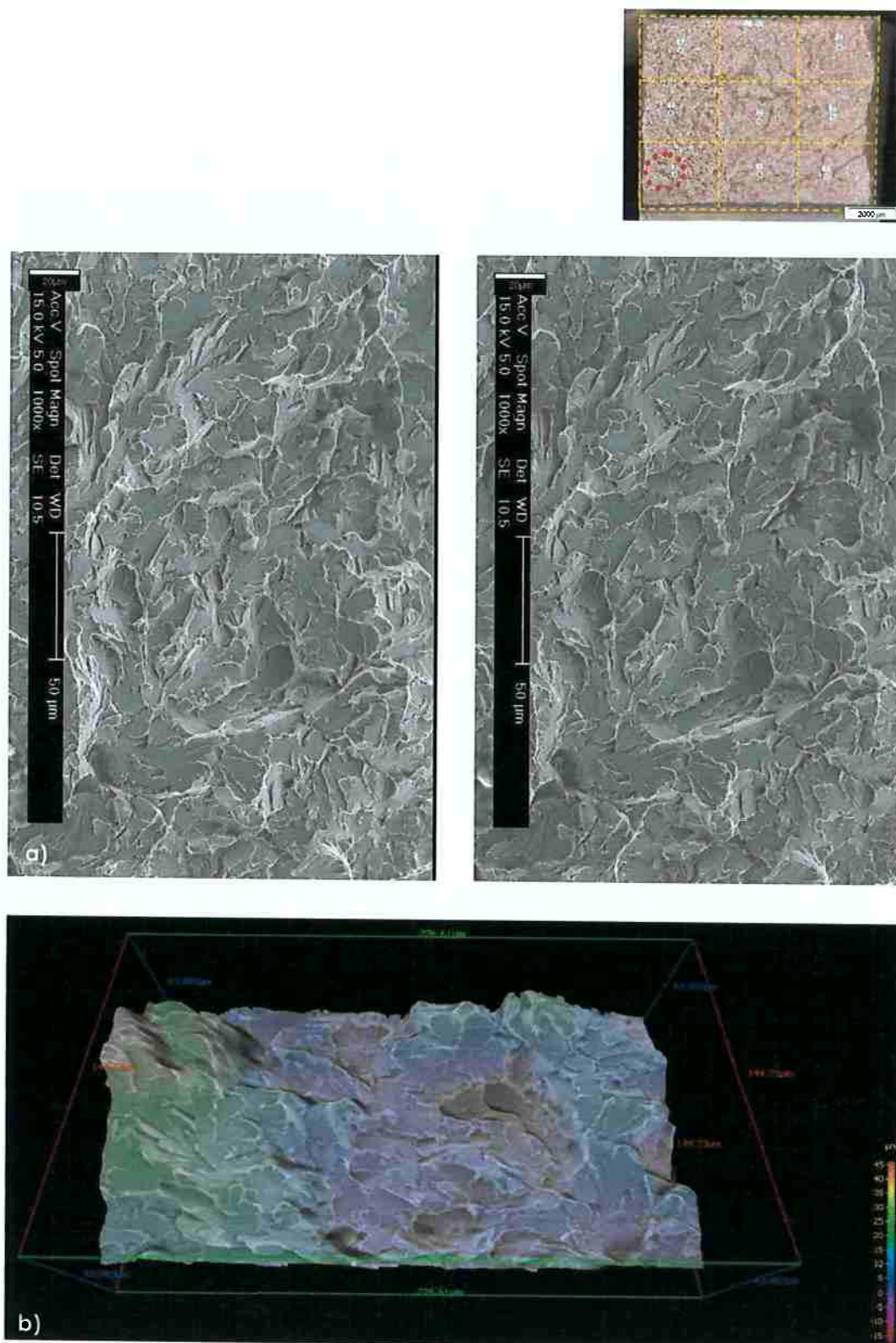


Figura 63 – Amostra com fratura frágil, região 1, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
 b) Dimensão fractal: 2.09. Área real sobre projetada: 1.45

Reconstrução tridimensional da região 2, fratura frágil (API 5L X52M).

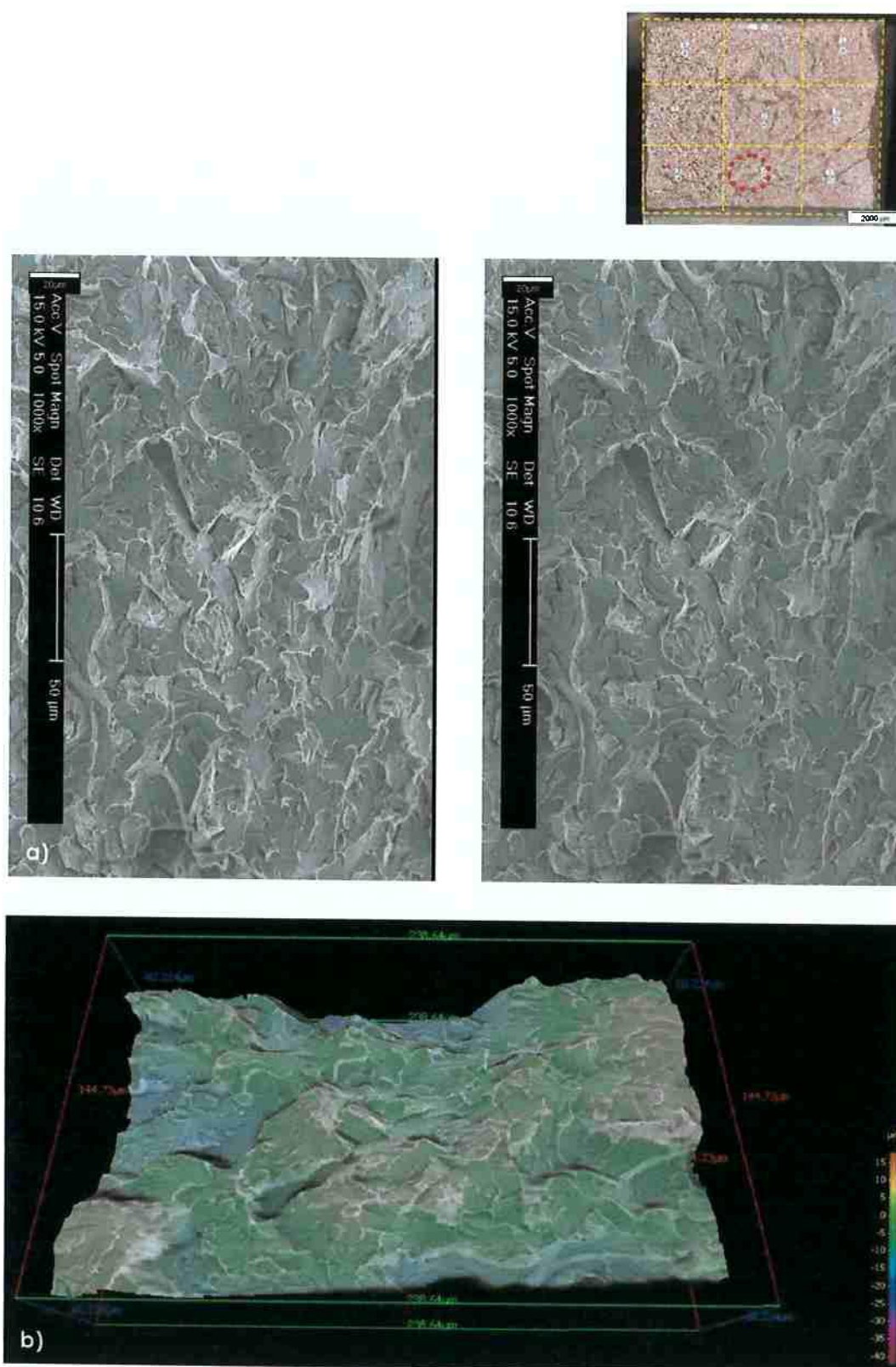


Figura 64 – Amostra com fratura frágil, região 2, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.
 a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
 b) Dimensão fractal: 2.10. Área real sobre projetada: 1.46

Reconstrução tridimensional da região 3, fratura frágil (API 5L X52M).

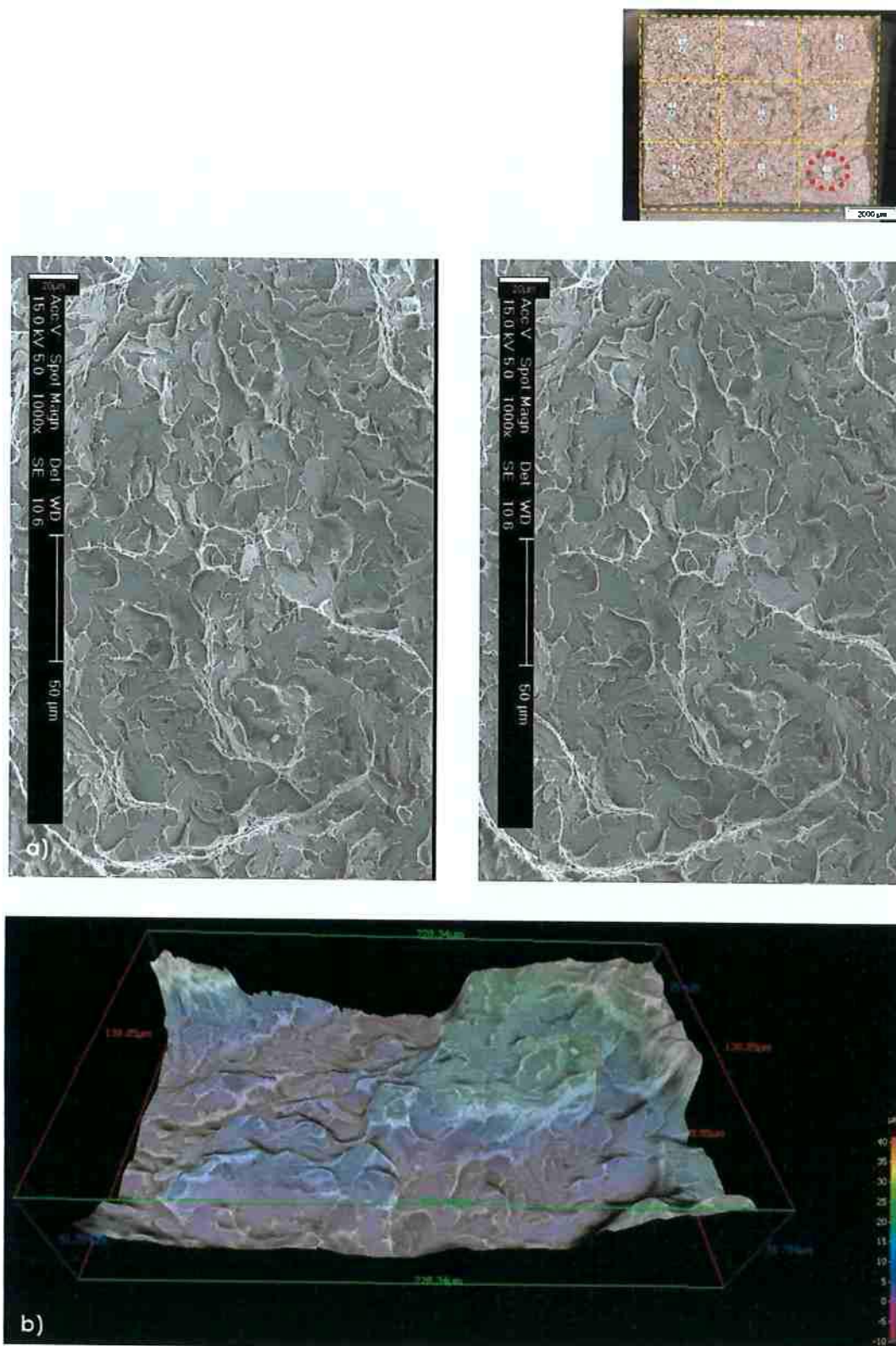


Figura 65 – Amostra com fratura frágil, região 3, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.42

Reconstrução tridimensional da região 4, fratura frágil (API 5L X52M).

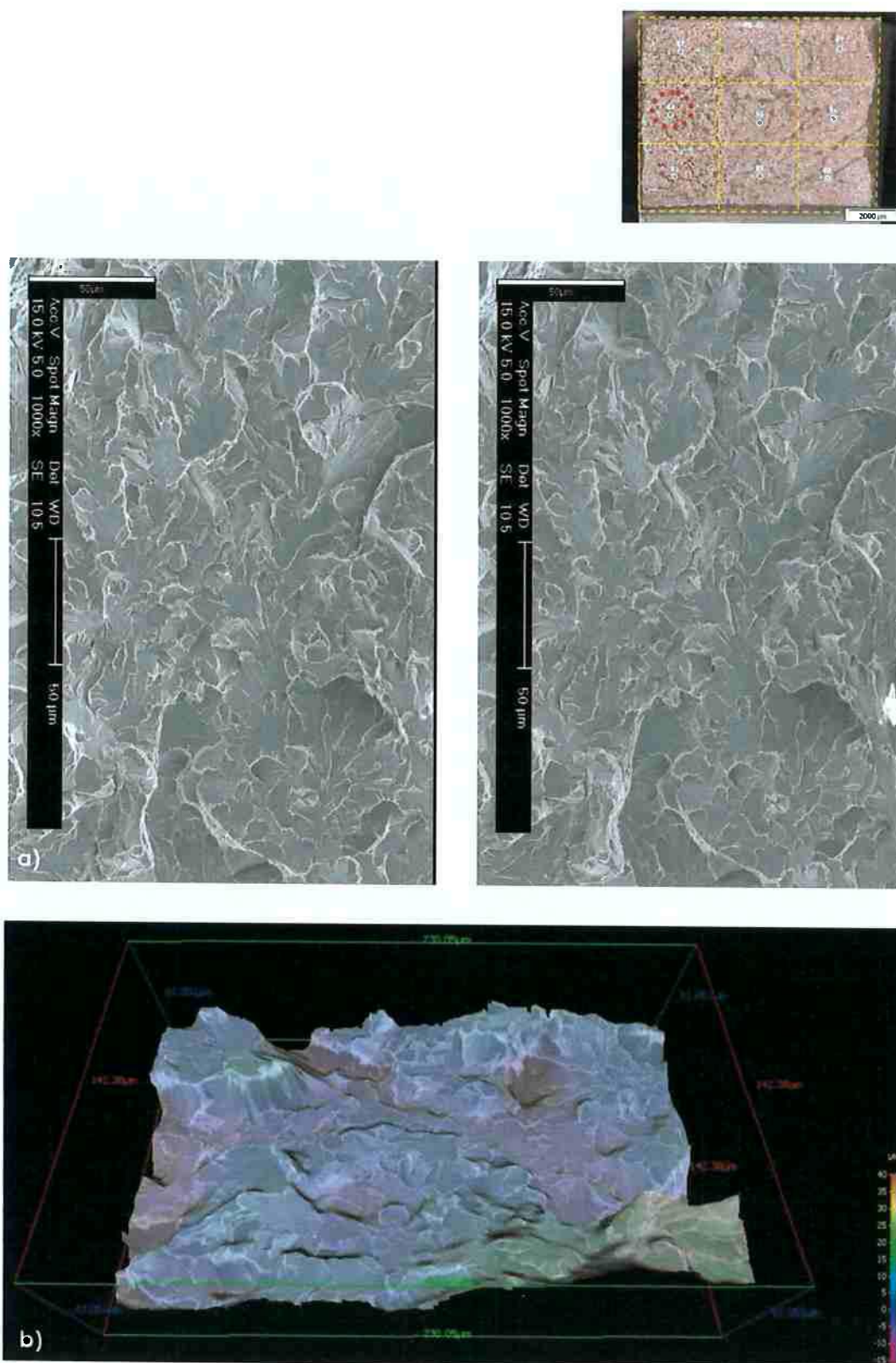


Figura 66 – Amostra com fratura frágil, região 4, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.
 a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
 b) Dimensão fractal: 2.10. Área real sobre projetada: 1.44

Reconstrução tridimensional da região 5, fratura frágil (API 5L X52M).

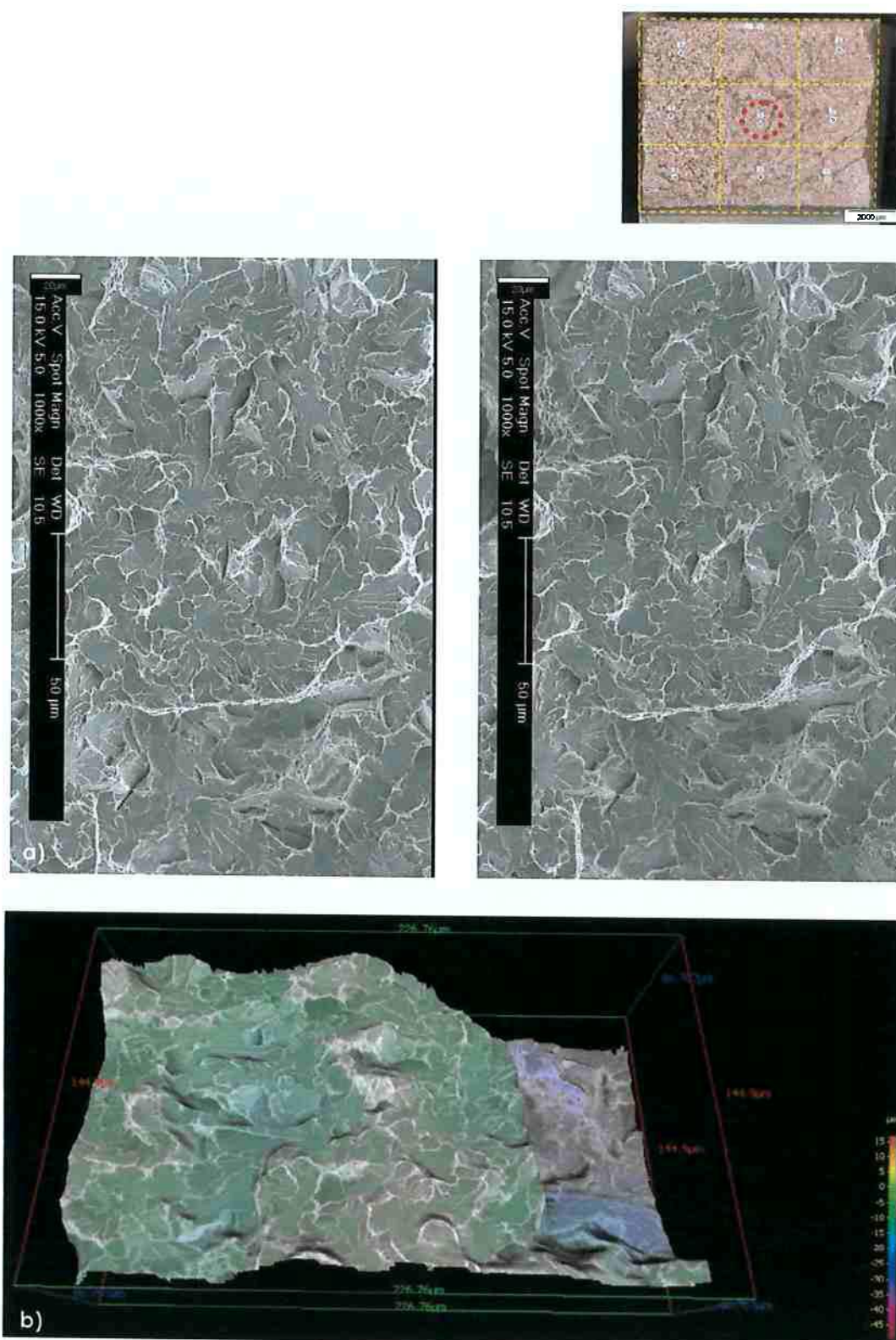


Figura 67 – Amostra com fratura frágil, região 5, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.45

Reconstrução tridimensional da região 6, fratura frágil (API 5L X52M).

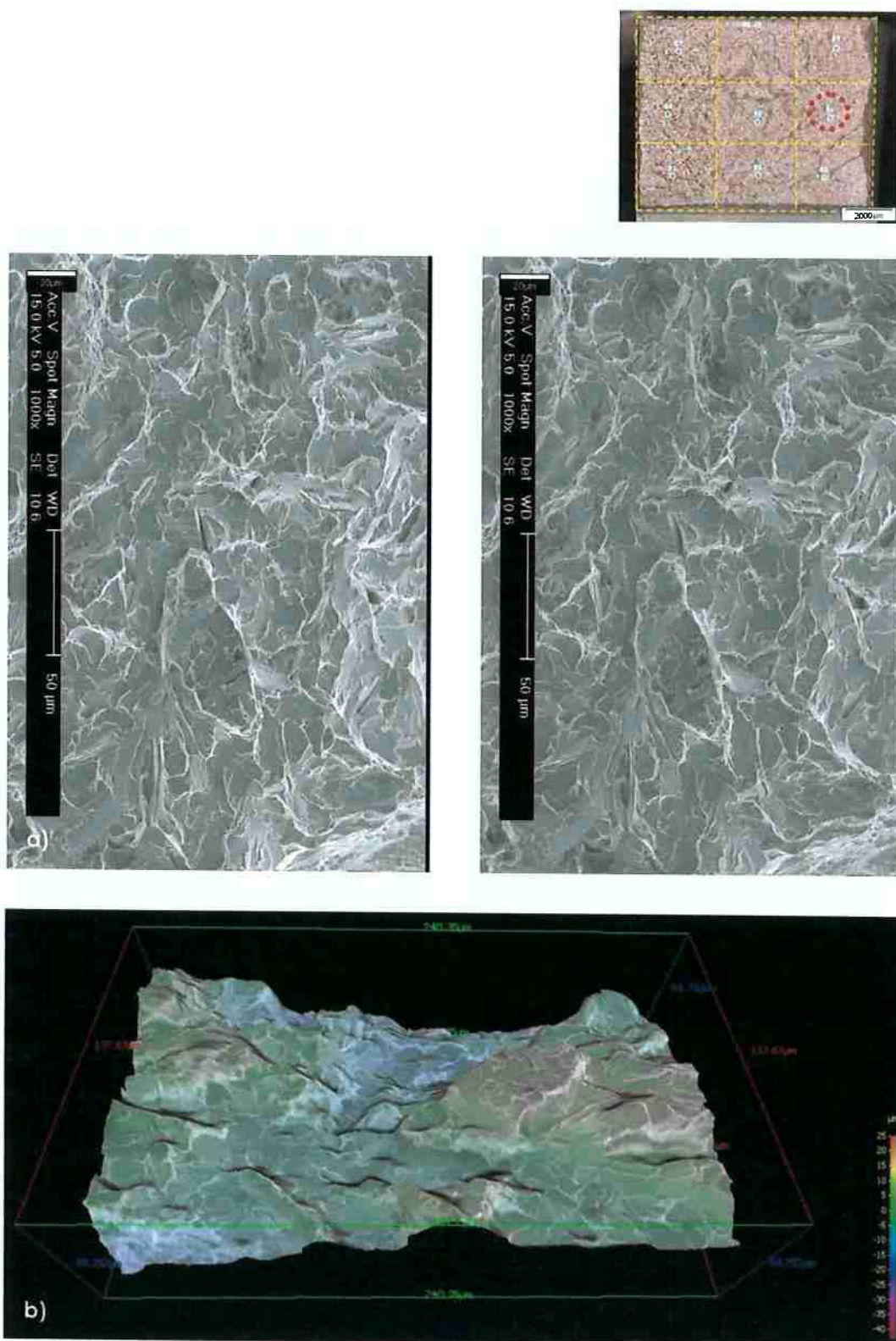


Figura 68 – Amostra com fratura frágil, região 6, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.11. Área real sobre projetada: 1.53

Reconstrução tridimensional da região 7, fratura frágil (API 5L X52M).



Figura 69 – Amostra com fratura frágil, região 7, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.
 a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
 b) Dimensão fractal: 2.09. Área real sobre projetada: 1.47

Reconstrução tridimensional da região 8, fratura frágil (API 5L X52M).

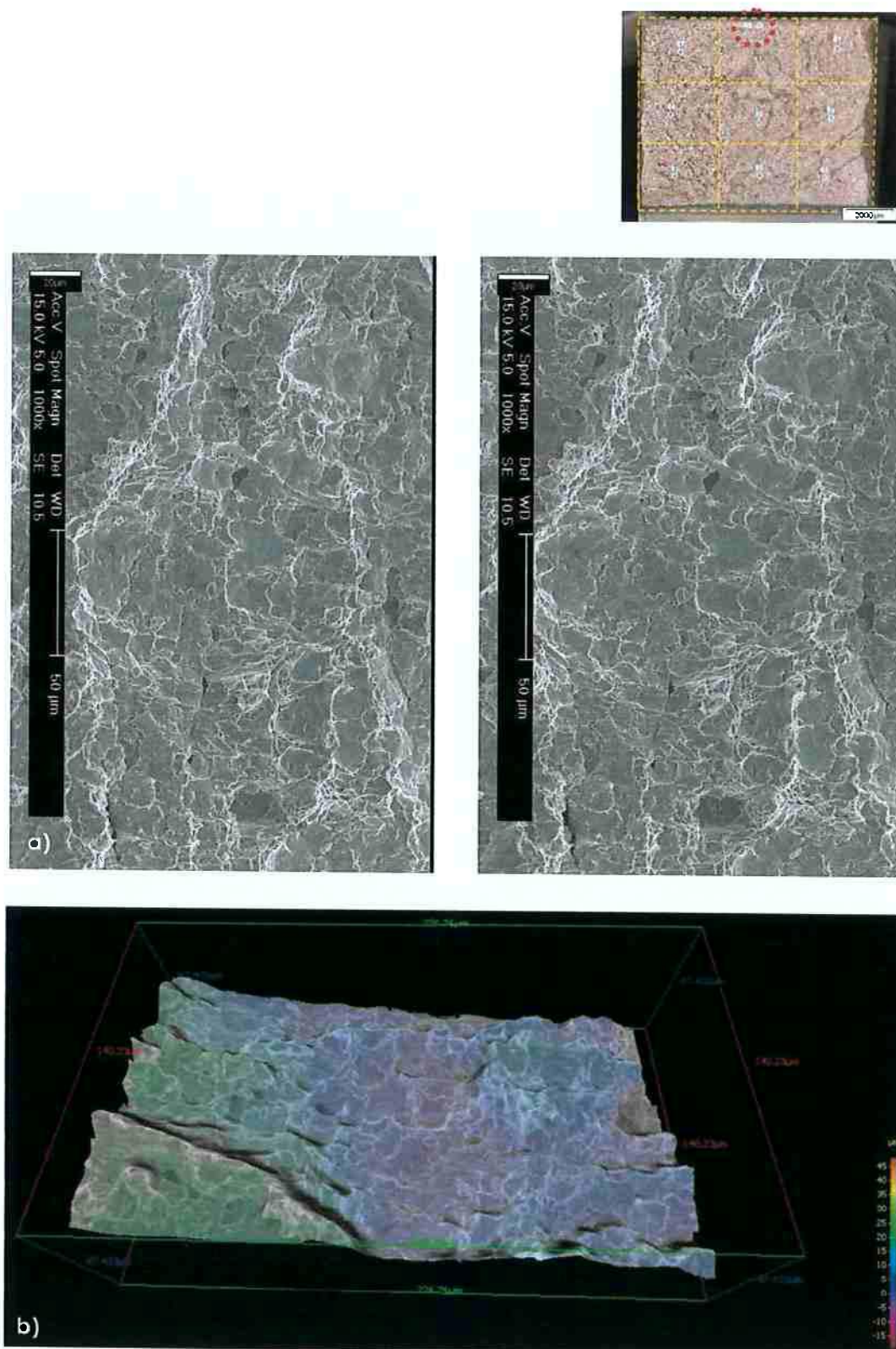


Figura 70 – Amostra com fratura frágil, região 8, zona dúctil final de fratura onde predomina a presença de alvéolos. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.09. Área real sobre projetada: 1.43

Reconstrução tridimensional da região 9, fratura frágil (API 5L X52M).

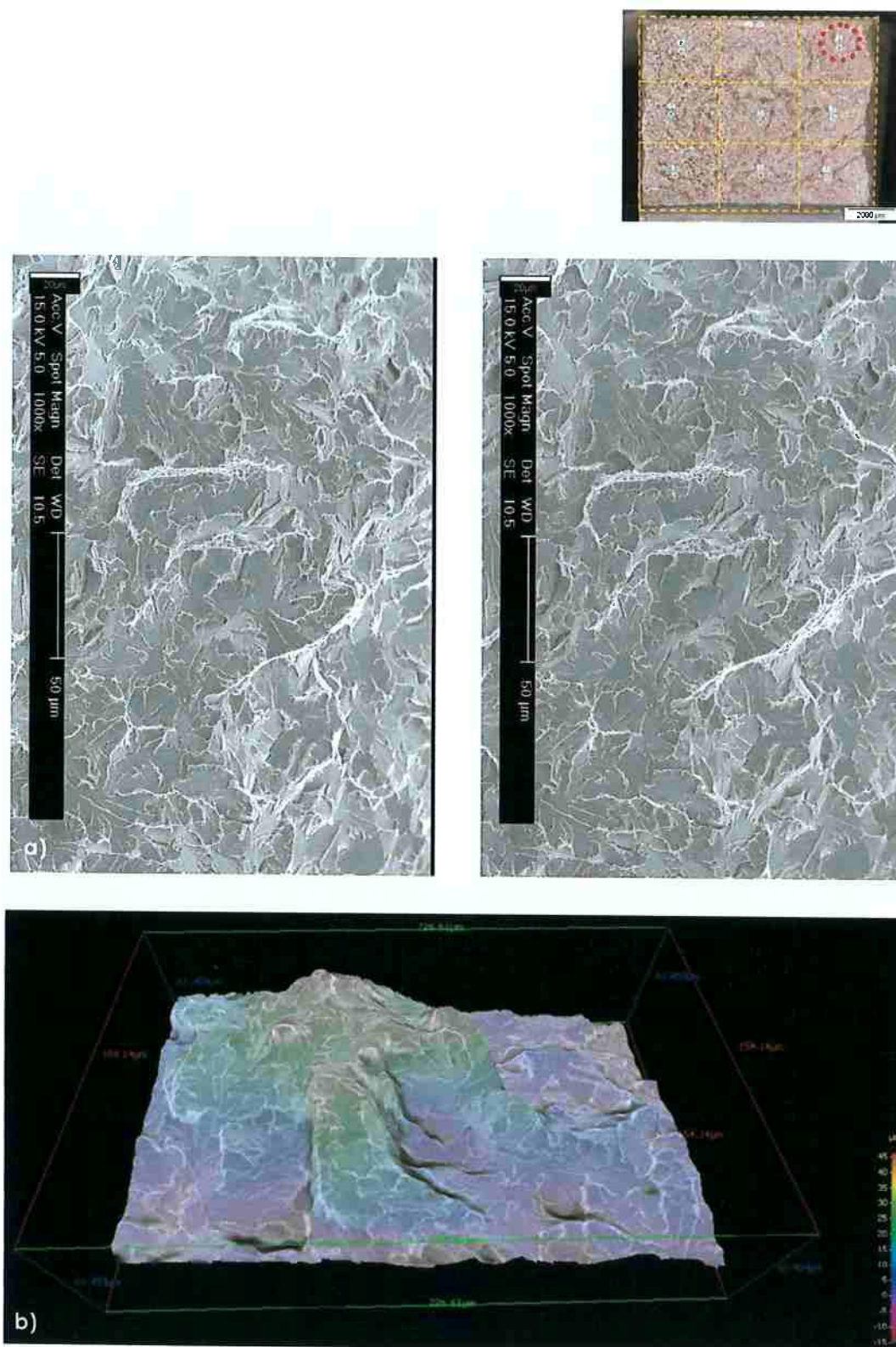


Figura 71 – Amostra com fratura frágil, região 9, predominando o mecanismo frágil com diversas facetas de clivagem. $\Delta\theta = 10^\circ$, 15 kV, MEV, 1000x.

- a) Par de imagens estereoscópica da região analisada.
- b) Dimensão fractal: 2.08. Área real sobre projetada: 1.47

Resumindo as informações obtidas dos parâmetros quantitativos, temos a seguinte distribuição ao longo das regiões analisadas.

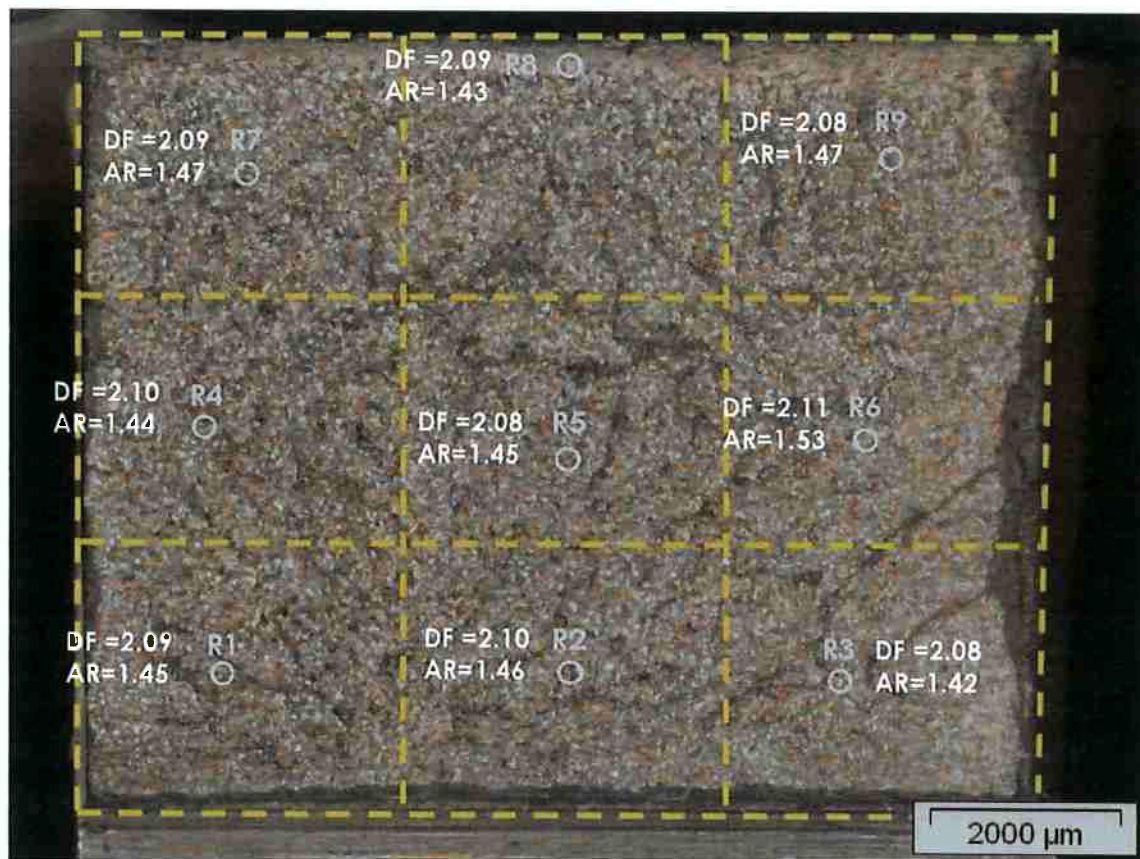


Figura 72 – Amostra com fratura frágil com indicação da divisão da superfície em 9 regiões, onde cada uma é feita a reconstrução tridimensional e obtenção dos parâmetros quantitativos. DF é o valor de dimensão fractal e AR é a relação de área real sobre projetada. Círculos brancos indicam o local onde foram obtidas as imagens estereoscópicas. Lupa estereoscópica, 8x.

4.2.4 – Discussão dos parâmetros quantitativos

Com as reconstruções de superfícies de fratura realizadas na amostra de fratura frágil, os parâmetros quantitativos (dimensão fractal e cálculo de área real sobre área projetada) obtidos no software MeX serão apresentados a seguir. Assim como na amostra de fratura mista, será feita a mesma análise desses parâmetros.

Tabela 8 – Parâmetros quantitativos das regiões analisadas da fratura frágil.

Região	Dimensão fractal	Relação de área	Mecanismo de fratura
R1	2,09	1,45	Clivagem
R2	2,10	1,46	Clivagem
R3	2,08	1,42	Clivagem
R4	2,10	1,44	Clivagem
R5	2,08	1,45	Clivagem
R6	2,11	1,53	Clivagem
R7	2,09	1,47	Clivagem
R8	2,09	1,43	Alveolar
R9	2,08	1,47	Clivagem
Média	2,09	1,46	-
Desvio padrão	0,01	0,03	-

Inicialmente, será verificada se existe diferença dos parâmetros quantitativos entre as regiões fraturadas por clivagem e por alvéolos. Com relação aos valores de dimensão fractal, as regiões R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, e R9 (clivagem) apresentaram uma média de 2.09 enquanto a região R8 (alveolar) mostrou valor de 2.09, resultando em uma diferença insignificante de 0,04%. No caso da relação de área real sobre área projetada, as regiões de clivagem indicaram média de 1.46, enquanto a região alveolar teve valor de 1.43, obtendo assim diferença de 2,5%. Não houve, portanto, diferenças expressivas quanto a esses parâmetros quantitativos.

Assim como foi realizado na discussão dos parâmetros quantitativos na fratura mista, nessa parte novamente será realizada a mesma análise, porém

com a amostra de fratura frágil. Baseando-se no trabalho de Venkatesh et al [16], os valores de dimensão fractal e relação de área real sobre área projetada serão correlacionados, com uma regressão linear, e avaliados de acordo com o valor de coeficiente de correlação. Nessa fratura frágil, será apresentada um gráfico correlacionando as 9 regiões avaliadas, levando em consideração os modos de fratura por clivagem e alveolar. Em outro gráfico será avaliado somente as regiões com modo de fratura por clivagem.

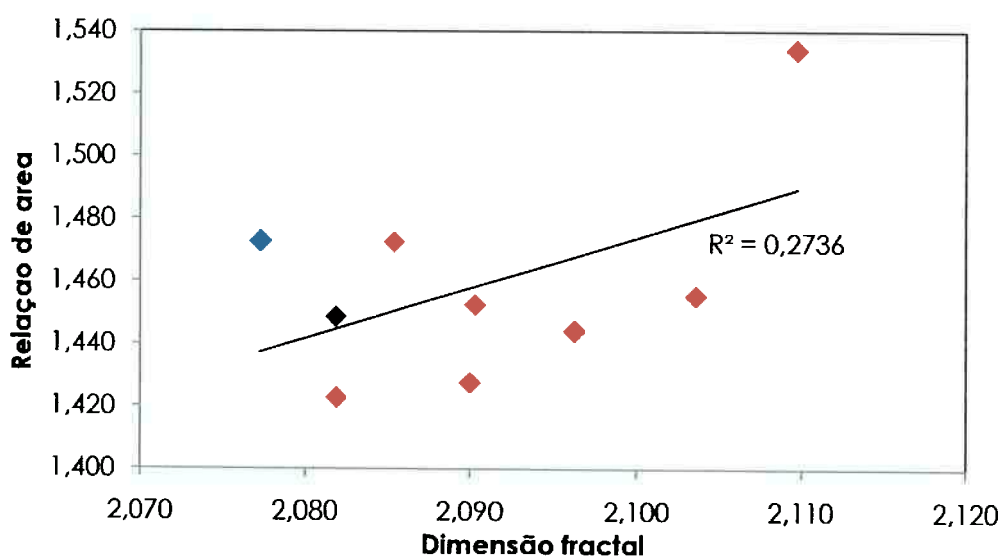


Gráfico 4 – Relação de área em função da dimensão fractal, considerando as regiões por clivagem (pontos vermelhos) e a região alveolar (ponto azul).

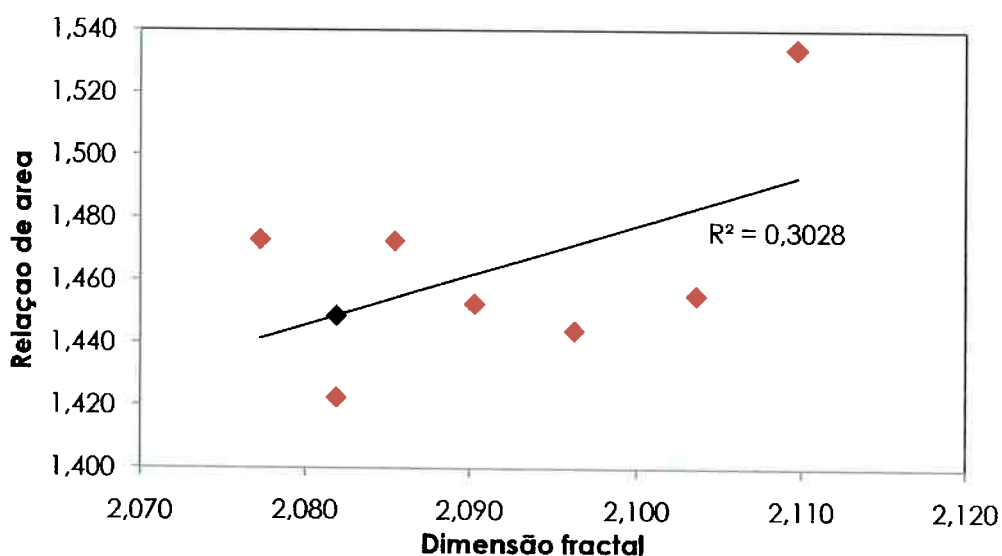


Gráfico 5 – Relação de área em função da dimensão fractal, considerando somente as regiões por clivagem (pontos vermelhos). Embora aumenta, a correlação ainda é baixa.

Esses parâmetros quantitativos da amostra de fratura frágil, portanto, não se observa correlação entre os valores de dimensão fractal e relação de área real sobre área projetada.

Analisando de forma geral o presente trabalho, uma das críticas que pode ser feita é a utilização de corpos de prova Charpy retirados da zona afetada termicamente, onde apresenta um gradiente de microestrutura bastante acentuado, sendo que a microestrutura afeta significativamente a topografia de fratura. Sugere-se para um próximo trabalho utilizar um experimento crítico que minimize parâmetros que possam alterar os resultados topográficos, de modo a permitir uma análise mais refinada dos resultados. Adicionalmente, deve ser feito um trabalho muito mais extenso, explorando o efeito do aumento do par estereoscópico sobre os resultados de fractografia quantitativa, já que a dimensão fractal de um cristal clivado tende a 2. Ou seja, é bastante paradoxal obter uma dimensão fractal maior para a condição clivagem do que para a condição dúctil.

Finalmente, houve a necessidade da análise de um material apresentando 100% de fratura dúctil, para que pudesse ser confrontadas diferenças entre as regiões de estado triaxial (alvéolos equiaxiais) com as regiões de estado biaxial (alvéolos alongados).

Capítulo 5 – Conclusões

- Na análise da superfície da fratura mista, as regiões de clivagem obtiveram o parâmetro de relação de áreas 15.1% maior do que as regiões dúcteis. Ou seja, as regiões frágeis são mais rugosas do que as regiões dúcteis, pois esse parâmetro está relacionado com a rugosidade superficial. Isso contradiz alguns trabalhos publicados que dizem que quanto mais rugoso a fratura, mais tenaz o material, indicando a contradição que existe em relação a este assunto.
- Uma melhor correlação entre dimensão fractal e relação de áreas foi observada entre regiões fraturadas pelo mecanismo alveolar, confirmando a hipótese de que cada modo de fratura pode ter a sua própria correlação. Para esse caso, portanto, o valor de dimensão fractal pode ser uma medida de rugosidade superficial.
- Quanto à análise da superfície de fratura frágil, não houve variação significativa dos parâmetros quantitativos ao longo da fratura e não se observa correlação entre os valores de dimensão fractal e relação de área real sobre área projetada para esse modo de fratura.
- A técnica de reconstrução tridimensional através de pares de imagens estereoscópicas pode ser uma potencial ferramenta de análise para investigação da relação entre os parâmetros quantitativos de superfícies de fratura e as propriedades mecânicas dos materiais.
- No entanto, essa técnica deve ser aprimorada de tal forma que se esclareça os resultados contraditórios obtidos pelos trabalhos atualmente publicados e melhore o método de obtenção de imagens estereoscópicas com alta qualidade, aliada com métodos de calibração para a validação metrológica da técnica de reconstrução tridimensional.

Trabalhos futuros

Baseando-se nas dificuldades e necessidades apresentadas nesse estudo, futuros trabalhos podem ser feitos com essa técnica de reconstrução tridimensional, a citar:

- Repetir o presente trabalho com mais pontos na superfície de fratura, a fim de obter uma melhor amostragem e representação das superfícies de fratura e explorar o efeito do aumento das imagens estereoscópicas.
- Análise de um material cúbico de corpo centrado sem a variação da microestrutura, em diferentes temperaturas de ensaio Charpy, a fim de obter uma correlação entre os parâmetros quantitativos e a tenacidade (fratura 100% frágil, fratura mista e fratura 100% dúctil).
- Estudo de obtenção de imagens estereoscópicas de alta qualidade e obtenção de métodos de calibração para validação metrológica da técnica de reconstrução tridimensional.

Capítulo 6 – Referências bibliográficas

- [1] C.R.F. Azevedo, E.R. Marques. **Three-dimensional analysis of fracture, corrosion and wear surfaces**. Engineering Failure Analysis, 2009.
- [2] ASM Metals Handbook, **Fractography**, Volume 12. 1987.
- [3] Smith CS. **A history of metallography. The development of ideas on the structure of metals before 1890**. The MIT Press; 1988.
- [4] Hull D. **Fractography**. USA: Cambridge University Press; 1999.
- [5] I. Le May, **Metallography in Failure Analysis**, J.L. McCall and P.M. French, Ed., American Society for Metals, 1977
- [6] B.V. Whiteson, A. Phillips, V. Kerlins, and R.A. Rawe, Ed., in **Electron Fractography**, STP 436, American Society for Testing and Materials, 1968, P 151-178
- [7] O. Buck, W.L. Morris, and M.R. James, **Fracture and Failure: Analyses, Mechanisms and Applications**, P.P. Tung, S.P. Agrawal, A. Kumar, and M. Katcher, Ed., Proceedings of the ASM Fracture and Failure Sessions at the 1980 Western Metal and Tool Exposition and Conference, Los Angeles, CA, American Society for Metals, 1981
- [8] P.R.Cetlin, P.S.Pereira da Silva. **Análise de Fraturas**. ABM. 1988
- [9] EWALDS, H. L. and WANHILL, R.J.H., **Fracture Mechanics**, Edward, 1986.
- [10] HERTZBERG, R., **Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials**, 3 ed.Wiley, New York, 1989.
- [11] MARQUES, E., **Reconstrução tridimensional de superfícies de fratura em materiais metálicos utilizando o software MeX**, Trabalho de Formatura, PMT – EPUSP, 2008. Trabalho não publicado.
- [12] ASM Metals Handbook, **Mechanical testing and evaluation**, Volume 8. 2000.
- [13] GOLDSTEIN, J. I. **Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis**. 3 edição. ed. New York: Springer, 2007.
- [14]Rodrigues JA, Pandolfelli VC. **Insights on the fractal–fracture behaviour relationship**. Mater Res 1998;1(1):47–52.

-
- [15] Easterling K., **Introduction to the physical metallurgy of welding**, Butterworths, 1983.
- [16] Venkatesh B, Chen DL, Bhole SD. **Three-dimensional fractal analysis of fracture surfaces in a titanium alloy for biomedical applications**. Scripta Mater 2008;59:391–394.
- [17] Mandelbrot, B.B. **The Fractal Geometry of Nature**, Freeman, New York, p. 468, 1983.
- [18] Hornbogen, E., **Fractals in microstructure of metals**. *Int. Mat. Rev.*, v. 34, n. 6, p. 277-296, 1989.
- [19] Hausild P, Nedbal I, Berdin C, Prioul C, **The influence of ductile tearing on fracture energy in the ductile-to-brittle transition temperature range**, Materials Science and Engineering; 2002; A335; 164–174
- [20] <http://www.alicon.com>
-