

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Escola de Engenharia
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas
Mestrado Profissional

Débora Rezende Moreira

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ELETROGALVANIZAÇÃO
PILOTO NA INCORPORAÇÃO DE HIDROGÊNIO
E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO TRIP
DA CLASSE DE RESISTÊNCIA DE 980 MPa**

Belo Horizonte
2025

Débora Rezende Moreira

**INFLUÊNCIA DO TEMPO DE ELETROGALVANIZAÇÃO
PILOTO NA INCORPORAÇÃO DE HIDROGÊNIO
E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO TRIP
DA CLASSE DE RESISTÊNCIA DE 980 MPa**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas – Mestrado Profissional, da Universidade Federal de Minas Gerais, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte
2025

M838i

Moreira, Débora Rezende.

Influência do tempo de eletro galvanização piloto na incorporação de hidrogênio e propriedades mecânicas de um aço TRIP da classe de resistência de 980 MPa [recurso eletrônico] / Débora Rezende Moreira. - 2025.

1 recurso eletrônico (58 f. : il., color.): pdf.

Orientador: Dagoberto Brandão Santos.

Dissertação (mestrado profissional) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Inclui bibliografia.

1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia física - Teses. 3. Eletro galvanização - Teses. 4. Metais - Fragilização por hidrogênio - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica,
Materiais e de Minas da UFMG - Mestrado Profissional

UFMG

Influência do tempo de eletro galvanização piloto na incorporação de hidrogênio e propriedades mecânicas de um aço TRIP da classe de resistência de 980 MPa

DÉBORA REZENDE MOREIRA

Dissertação submetida à Comissão Examinadora designada pelo Colegiado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da UFMG – Mestrado Profissional da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Aprovada em 13 de agosto de 2025.

Por:

Documento assinado digitalmente
gov.br DAGOBERTO BRANDAO SANTOS
Data: 18/08/2025 12:28:45-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof. Dagoberto Brandao Santos, Dr. (UFMG)

Documento assinado digitalmente
gov.br ROBERTA DE OLIVEIRA ROCHA
Data: 04/09/2025 13:23:34-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Profa. Roberta de Oliveira Rocha, Dra. (Usiminas SA)

Documento assinado digitalmente
gov.br AUGUSTA CERCEAU ISAAC NETA
Data: 20/08/2025 10:00:23-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Prof.^a Augusta Cerceau Isaac Neta, Dr.^a (UFMG)

A Deus, pela saúde e oportunidades,
Aos meus avós Aureliano (*in memoriam*) e Lúdia e minha mãe Audrúia, pelo incentivo e
carinho,
Ao meu marido Winderson pelo apoio e companheirismo,
Ao meu irmão Caio, aos meus familiares e amigos.

AGRADECIMENTOS

A todos que, de forma direta ou indireta, contribuíram para elaboração deste trabalho e, em particular:

Ao professor Dagoberto Brandão Santos, pela orientação;

À Usiminas, pela oportunidade de realização deste trabalho;

Aos meus gestores Gláucio Bórtoli da Cruz Rabelo e Ivan de Castro pela confiança e preocupação com meu desenvolvimento técnico como profissional;

À Roberta de Oliveira Rocha, pelas sugestões e orientações;

Aos colegas do Centro de Pesquisa da Usiminas que colaboraram na execução dos ensaios e caracterizações, em especial: Marcus Vinícius Pereira Arruda, Juliana Cristina de Paula e Egnalda Pereira da Silva Pimenta.

Aos colegas do Laboratório de Teste Mecânico que colaboraram na execução dos ensaios, em especial: André de Almeida Araújo.

Aos colegas do Controle Integrado, pelo apoio.

RESUMO

A demanda pelo desenvolvimento de aços AHSS (*Advanced High Strength Steels*) tem crescido nos últimos anos devido ao aumento de sua utilização pela indústria automotiva. O uso desses aços permite uma redução de peso sem comprometimento da segurança e, por isso, eles se tornaram atrativos para aplicação em componentes estruturais dos veículos. Os aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) pertencem à classe dos AHSS e possuem ótima combinação de resistência e ductilidade devido a sua microestrutura multiconstituída de ferrita, austenita retida, bainita e martensita. A suscetibilidade à fragilização por hidrogênio é uma questão que pode impedir a expansão da aplicação dos aços AHSS, pois, a presença de hidrogênio pode induzir a ocorrência de falhas de forma imprevisível. O hidrogênio pode ser incorporado ao aço durante sua fabricação e utilização. A eletrolgalvanização é uma etapa onde o aço é revestido com uma camada de zinco com o objetivo de aumentar a resistência à corrosão, e pode ser destacada pela geração de hidrogênio. Neste trabalho foi avaliada a influência do tempo de eletrodeposição no processo de eletrolgalvanização na incorporação de hidrogênio e nas propriedades mecânicas de tração de um aço TRIP da classe de resistência de 980 MPa utilizando uma eletrolgalvanização piloto. Foram testadas três condições de tempo de eletrodeposição por face: 30, 60 e 90 s e os resultados de camada de revestimento, teor de hidrogênio, propriedades mecânicas em tração com baixa taxa de deformação (BTD) e fractografia foram avaliados. Verificou-se que quanto maior o tempo de eletrodeposição por face maior a massa da camada de Zn, corroborando com a relação diretamente proporcional apresentada na Lei de Faraday. A metodologia de carregamento de hidrogênio foi adequada para inserção de hidrogênio, sendo que, o aumento do tempo de eletrodeposição possibilitou a obtenção de diferentes níveis de hidrogênio. Para os tempos de eletrolgalvanização por face de 30, 60 e 90 s não foram percebidas quedas expressivas nos valores de limite de escoamento e resistência, já o alongamento total apresentou uma queda considerável. As avaliações fractográficas permitiram inferir sobre o efeito do hidrogênio na alteração do modo de fratura dos corpos de prova hidrogenados. Para a condição sem hidrogênio observou-se uma fratura predominantemente dúctil, caracterizada por coalescência de vazios (*dimples*), e para as condições com hidrogênio verificou-se uma fratura mista, com regiões dúcteis, de quase clivagem e de clivagem.

Palavras-chave: AHSS; TRIP; fragilização por hidrogênio; eletrolgalvanização

ABSTRACT

The demand for the development of AHSS (Advanced High Strength Steels) has grown in recent years due to the increase in its use by the automotive industry. The use of these steels allows a weight reduction without compromising safety and, therefore, they have become attractive for application in structural components of vehicles. The TRIP (Transformation Induced Plasticity) steels belong to the class of AHSS and have an optimal combination of strength and ductility due to its multiconstituted microstructure of ferrite, retained austenite, bainite, and martensite. Susceptibility to hydrogen embrittlement is a question that can prevent the expansion of the application of AHSS steels, as the presence of hydrogen can induce the occurrence of failures in an unpredictable way. Hydrogen can be incorporated into steel during its manufacture and use. Electro galvanizing is a step where the steel is coated with a zinc layer to increase corrosion resistance and can be highlighted by hydrogen generation. In this work was evaluated the influence of electrodeposition time in the electro galvanizing process on hydrogen incorporation and the tensile mechanical properties of a TRIP steel with a strength class of 980 MPa using a pilot electro galvanizing. Three electrodeposition time conditions per face were tested: 30, 60 and 90 s and the results of coating layer, hydrogen content, tensile mechanical properties with slow strain rate test (SSRT) and fractography were evaluated. It was found that the longer the electrodeposition time per face, the greater the mass of the Zn layer, corroborating with the directly proportional relationship presented in Faraday's Law. The hydrogen loading methodology was suitable for the insertion of hydrogen, and the increase in electrodeposition time made it possible to obtain different contents of hydrogen. For the electro galvanization times per face of 30, 60 and 90 s, no significant drops in the values of yield and tensile strength were observed, while total elongation showed a considerable drop. The fractographic evaluations allowed inference about the effect of hydrogen on the fracture mode of the hydrogen-charged specimens. For the condition without hydrogen, a predominantly ductile fracture was observed, characterized by microvoid coalescence (dimples), whereas for the hydrogen-charged conditions, a mixed fracture was identified, with both ductile, quasi-cleavage and cleavage regions.

Key words: AHSS steels; TRIP steels; hydrogen embrittlement; electro galvanizing

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. Comparação entre ductilidade e resistência mecânica de aços AHSS e convencionais usados na construção de automóveis. Adaptado de Taiss [2].....	18
Figura 3.2. Emprego dos AHSS nos componentes estruturais de um automóvel.	18
Figura 3.3. Principais zonas de gerenciamento de impacto de um veículo. Adaptado de World Auto Steel [3].	19
Figura 3.4. Microestrutura do aço TRIP. Adaptado de World Auto Steel [3].....	20
Figura 3.5. Efeito de alguns elementos de liga sobre transformações que ocorrem durante o recozimento contínuo de aços TRIP [7].	21
Figura 3.6. Esquema do ciclo térmico utilizado no recozimento contínuo.	22
Figura 3.7. Esquema da linha de eletro galvanização da Usiminas.....	24
Figura 3.8. Esquema de uma célula vertical de eletrodeposição Gravitel.	25
Figura 3.9. Representação esquemática das condições necessárias para ocorrer a fragilização por hidrogênio nos aços.	27
Figura 3.10. Representação esquemática das principais fontes de hidrogênio e tensão no ciclo de vida de uma peça automotiva fabricada de aço. Adaptado de Bergmann [15].....	28
Figura 3.11. Desenho esquemático das armadilhas para o hidrogênio: (a) escala atômica e (b) escala microscópica. Adaptado de Lynch [16].	29
Figura 3.12. Etapas de dissolução de hidrogênio nos metais a partir de uma fase gasosa [17].	30
Figura 3.13. Representação esquemática do mecanismo HEDE: (i) hidrogênio se insere na rede cristalina, (ii) hidrogênio enfraquece as ligações interatômicas e (iii) nucleação e propagação de trincas. Adaptado de Li [18].	32
Figura 3.14. Representação esquemática do mecanismo HELP: (1) planos de escorregamento ativados na ponta da trinca, (2) plasticidade aumentada nos planos (111) devido à absorção de hidrogênio, (3) acúmulo de discordâncias próximo aos obstáculos, (4) iniciação de trinca ou microvazio devido ao aumento local de tensão e (5) abertura da trinca por decoerência por cisalhamento ao longo do plano de escorregamento. Adaptado de Olden [19].	32
Figura 3.15. Curvas tensão-deformação para o aço TRIP. Adaptado de Depover [4].	33
Figura 4.1. Apresentação esquemática do fluxo de produção em escala industrial da bobina laminada a frio recozida.	36
Figura 4.2. Esquema da amostragem realizada.	36

Figura 4.3. Célula de eletrogalvanização piloto, fonte de corrente contínua e suporte para os CPs utilizados.	37
Figura 4.4. Pesagem dos CP antes (a) e após (b) a eletrogalvanização.	38
Figura 4.5. Medição da corrente obtida ao final da eletrogalvanização de cada face.	38
Figura 4.6. Desenho esquemático das amostras retiradas em cada CP para realização dos ensaios de tração e hidrogênio.	39
Figura 4.7. Analisador de hidrogênio da Bruker G8 Galileo, com forno para extração do hidrogênio difusível Bruker IR07 e espectrômetro de massas.	40
Figura 4.8. Representação esquemática do corpo de prova de tração sub-size (adaptado de ASTM A370, 2024).	41
Figura 4.9. (a) Corpo de prova sub-size utilizado e (b) execução do ensaio de tração.	42
Figura 5.1. Valores individuais, médias e seus respectivos desvios padrão para as camadas obtidas em função do tempo de eletrodeposição por face.	44
Figura 5.2. Valores individuais, as médias e seus respectivos desvios padrão para os teores de hidrogênio difusível obtidos em função do tempo de eletrodeposição por face.	45
Figura 5.3. Curvas tensão x deformação obtidas em ensaio de tração com baixa taxa de deformação em CPs antes e após galvanização em diferentes tempos.	46
Figura 5.4. Aspecto da microestrutura com ampliação (a) 1.000 x, (b) 3.000 x, (c) 5.000 x e (d) 10.000 x.	48
Figura 5.5. Aspecto geral da superfície de fratura com ampliação de 40 x.	49
Figura 5.6. Aspecto da região de transição do modo de fratura com ampliação de 150 x.	50
Figura 5.7. Aspecto da região inicial de fratura com ampliação de 3.000 x e 5.000 x.	51
Figura 5.8. Aspecto da região final de fratura com ampliação de 3.000 x e 5.000 x.	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1. Requisitos de Segurança Diferenciados das Estruturas Veiculares. Adaptado de World Auto Steel [3]	19
Tabela 3.2. Exemplos de Aplicações de Aços TRIP em Função do Grau de Resistência Mecânica (MPa). Adaptado de World Auto Steel [3]	23
Tabela 3.3. Principais mecanismos de fragilização por hidrogênio	31
Tabela 4.1. Composição química (% em peso) do aço estudado.	35
Tabela 4.2. Parâmetros do eletrólito e condições de eletrogalvanização piloto	37
Tabela 4.3. Especificação dos corpos de prova de tração sub-size (ASTM A370, 2024).....	41
Tabela 5.1. Valores da camada de zinco e corrente média por face para cada condição de tempo de eletrogalvanização testada.	43
Tabela 5.2. Teores de hidrogênio difusível.	44
Tabela 5.3. Valores médios de propriedades mecânicas em tração e respectivos IFH.	46

LISTA DE EQUAÇÕES

- Equação (3.1).....	25
- Equação (3.2).....	25
- Equação (3.3).....	25
- Equação (3.4).....	25
- Equação (3.5)	34
- Equação (4.1)	42
- Equação (5.1)	43

LISTA DE NOTAÇÕES

AHSS = *Advanced High Strength Steels* (Aços Avançados de Alta Resistência)

AL_{total} = alongamento total

BTD = baixa taxa de deformação

CP = corpo de prova

DP = *Dual Phase*

FH = fragilização por hidrogênio

g/m^2 = gramas por metro quadrado, gramatura da camada de zinco

H = hidrogênio

HEDE = *Hydrogen Enhanced Decohesion*

HELP = *Hydrogen Enhanced Local Plasticity*

HIC = *Hydrogen Induced Cracking*

HSLA = *High Strength Low Alloy*

i = corrente (A)

LE = limite de escoamento

LF = laminado a frio (sem revestimento)

LR = limite de resistência a tração

MEV = microscopia eletrônica de varredura

MPa = mega Pascal (10^3 Pascal)

ppm = parte por milhão, concentração

s = segundos

SSRT = *Slow Strain Rate Test*

t = tempo

TCD = *Thermal Conductivity Detector*

TDA = *Thermal Desorption Analysis*

TRIP = *Transformation Induced Plasticity*

ULSAB = *Ultra Light Steel Auto Body*

Zn = zinco metálico

$^{\circ}C$ = graus Celsius, temperatura

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	14
2. OBJETIVOS	16
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1 Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS - <i>Advanced High Strength Steels</i>) 17	
3.2 Aços TRIP	19
3.2.1 Composição química	20
3.2.2 Ciclo térmico	21
3.2.3 Aplicações dos aços TRIP	23
3.3 Eletro galvanização (Galvanização Eletrolítica)	23
3.4 Fragilização por Hidrogênio nos Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS – <i>Advanced High Strength Steels</i>)	26
3.4.1 Sítios e armadilhas para o hidrogênio	28
3.4.2 Mecanismos de fragilização por hidrogênio	29
3.4.3 Ensaio de Tração com Baixa Taxa de Deformação (BTD)	33
3.4.4 Análise do Hidrogênio por Dessorção Térmica	34
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	35
4.1 Material	35
4.2 Eletro galvanização Piloto	36
4.3 Avaliação da Incorporação de Hidrogênio	39
4.4 Avaliação das Propriedades Mecânicas	40
4.5 Caracterização Microestrutural e Fractografia	42
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
5.1 Eletro galvanização Piloto	43
5.2 Incorporação de Hidrogênio	44
5.3 Propriedades Mecânicas - Ensaio de Tração BTD	46
5.4 Caracterização Microestrutural e Fractografia	47
5.4.1 Microestrutura	47
5.4.2 Fractografia	48
6. CONCLUSÕES	54
7. SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	55
8. REFERÊNCIAS	56

1. INTRODUÇÃO

A utilização dos aços avançados de alta resistência (AHSS - *Advanced High Strength Steels*) na fabricação de automóveis tem crescido ao longo dos últimos anos. Devido à sua maior resistência esses aços conferem um aumento da segurança veicular e permitem o emprego de seções mais finas nos componentes. Sendo assim, há uma redução do peso do veículo e conseqüentemente redução no consumo de combustível e de emissão de CO₂.

Os aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) pertencem à chamada primeira geração dos aços AHSS e combinam elevada resistência mecânica e ótima capacidade de conformação. Suas características são atribuídas a uma microestrutura típica composta de uma matriz ferrítica contendo uma distribuição de bainita, alguma martensita e austenita retida. Ao ser deformado a austenita retida se transformará em martensita aumentando a capacidade de conformação do material. Na indústria automotiva são comumente utilizados em peças estruturais e de reforço.

Para que seja possível a obtenção das características microestruturais desejadas os aços TRIP laminados a frio são geralmente submetidos ao recozimento contínuo, que, nesse caso, possui duas etapas principais: o recozimento intercrítico e a transformação bainítica isotérmica.

Paralelamente ao crescimento da aplicação de aços avançados de alta resistência existe a demanda pela maior durabilidade dos automóveis. A utilização do aço revestido se tornou então uma das melhores alternativas para as indústrias automobilísticas. O uso do revestimento com zinco é explicado pela sua alta resistência à corrosão, pois, atua como ânodo de sacrifício em diferentes condições ambientais e pela facilidade de interação química com o aço. Adicionalmente, o zinco oferece proteção por barreira, uma vez que seu produto de corrosão, o óxido de zinco, é compacto e resistente a agentes oxidantes do aço.

O processo de eletrogalvanização (galvanização eletrolítica) utiliza como matéria-prima bobinas de aço já recozidas e encruadas. A primeira etapa do processo é a limpeza do aço, posteriormente ocorre a decapagem eletrolítica e em seguida uma nova lavagem com água. Na etapa de recobrimento, a massa de camada depositada no aço é função da intensidade de corrente e do tempo de eletrodeposição (Lei de Faraday), ou seja, do tempo em que o aço fica em contato com o eletrólito, que é controlado pela velocidade da linha. O processo utilizado

pela Usiminas é do tipo Gravitel com vinte células verticais sendo cada uma com quatro caixas de ânodo. Os íons de zinco presentes no eletrólito, que escoam das caixas de ânodo, são reduzidos a zinco metálico na superfície da chapa.

Sabe-se que a aplicação de revestimento é uma das formas de introdução de hidrogênio nos aços. A permeação de hidrogênio nos aços é constantemente relacionada a uma degradação das propriedades mecânicas, em especial a plasticidade e ductilidade. Esse fenômeno é denominado fragilização por hidrogênio (FH) e o seu grau depende de muitas variáveis como concentração de hidrogênio, nível e tipo de tensão aplicada, microestrutura e condições superficiais do aço.

A martensita é a microestrutura mais susceptível à FH, uma armadilha para o hidrogênio. Sendo assim, existe a preocupação de que os aços TRIP, que possuem a transformação austenita → martensita induzida pela deformação, sejam susceptíveis a FH.

Nesse trabalho objetivou-se avaliar a influência do tempo de eletrodeposição no processo de eletrogalvanização de um aço TRIP da classe de resistência de 980 MPa na incorporação de hidrogênio e nas propriedades mecânicas de tração.

O teor de hidrogênio difusível foi medido pelo método de dessorção térmica, utilizando um detector de condutividade térmica. As propriedades mecânicas foram avaliadas por ensaios de tração com baixa taxa de deformação (BTD) para determinação do limite de escoamento (LE), limite de resistência a tração (LR) e alongamento (AL_{total}).

2. OBJETIVOS

Avaliar a influência do tempo de eletrodeposição no processo de eletrogalvanização piloto na incorporação de hidrogênio e nas propriedades mecânicas de tração de um aço TRIP da classe de resistência de 980 MPa.

Uma comparação do efeito do hidrogênio sobre as propriedades mecânicas em tração foi realizada, por meio de ensaios com baixa taxa de deformação (BTD), entre os diferentes tempos de eletrodeposição no processo de eletrogalvanização piloto testados.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS - *Advanced High Strength Steels*)

A partir da segunda metade do século XX as indústrias automotiva e metalúrgica começaram a enfrentar uma série de desafios que levaram ao início do desenvolvimento dos Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS – *Advanced High Strength Steels*).

Esse avanço foi impulsionado por fatores históricos e técnicos:

- Crise do petróleo: com o aumento do custo do combustível, a indústria automotiva foi pressionada a melhorar a eficiência energética, o que levou à busca por materiais mais leves que garantissem a segurança estrutural;
- Limitações dos aços convencionais: os aços carbono tradicionais e os HSLA (*High Strength Low Alloy*) apresentavam resistência moderada, porém, não atendiam simultaneamente às exigências de segurança e leveza. Melhorar a relação resistência/peso era necessário;
- Início do projeto ULSAB (*Ultra Light Steel Auto Body*) na década de 1990: reuniu siderúrgicas e montadoras para desenvolver soluções em aço mais eficientes. Essa iniciativa levou à criação dos primeiros AHSS da 1ª geração, os DP (*Dual Phase*) e os TRIP (*Transformation Induced Plasticity*);
- Avanços metalúrgicos: O domínio de técnicas como resfriamento controlado, laminação termomecânica e engenharia de microestrutura permitiu a produção de aços com fases múltiplas (ferrita, martensita, bainita, austenita retida). Dessa forma, foi possível combinar alta resistência mecânica com boa conformabilidade, o que até então era considerado contraditório.

Como consequência dessa evolução, nas últimas décadas, os AHSS têm sido desenvolvidos e cada vez mais adotados na fabricação de automóveis. Eles possuem resistências mais altas permitindo economia de peso pelo uso de seções mais finas, têm melhor conformabilidade em comparação aos aços convencionais usados nos automóveis e permitem projetos com maior resistência a colisões [1].

O diagrama da Figura 3.1 apresenta as diferentes características mecânicas entre os AHSS e os aços convencionais.

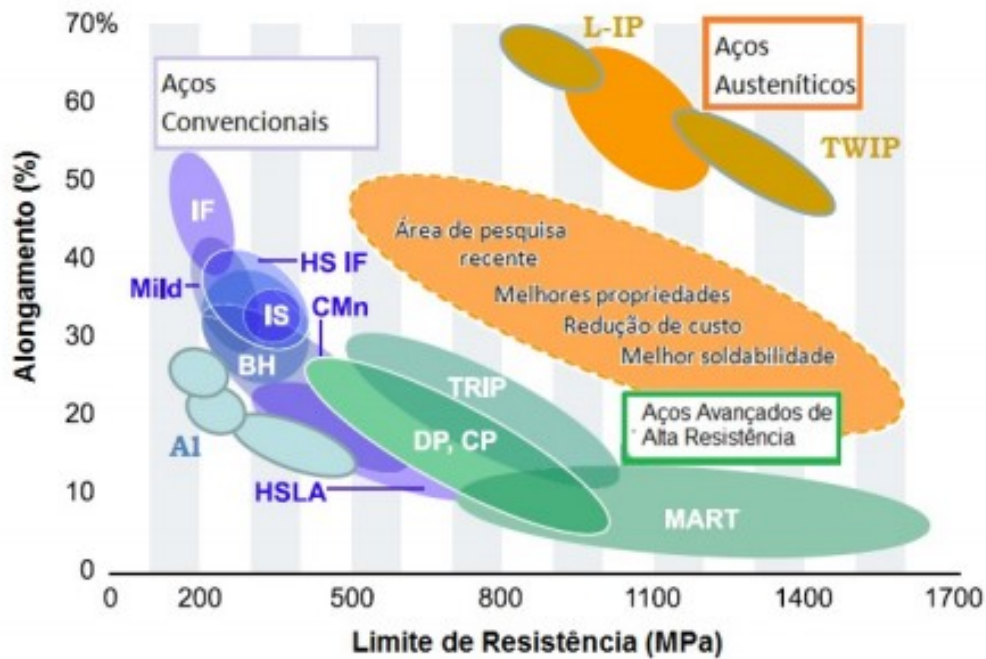


Figura 3.1. Comparação entre ductilidade e resistência mecânica de aços AHSS e convencionais usados na construção de automóveis. Adaptado de Taiss [2].

A Figura 3.2 apresenta a carroceria de um automóvel com destaque para o emprego dos AHSS em seus componentes estruturais. Devido ao seu elevado grau de resistência esses aços são utilizados principalmente em peças de reforço do chassi automotivo, como: colunas A e B e teto, para-choques, viga das portas, além de trilhos de banco.

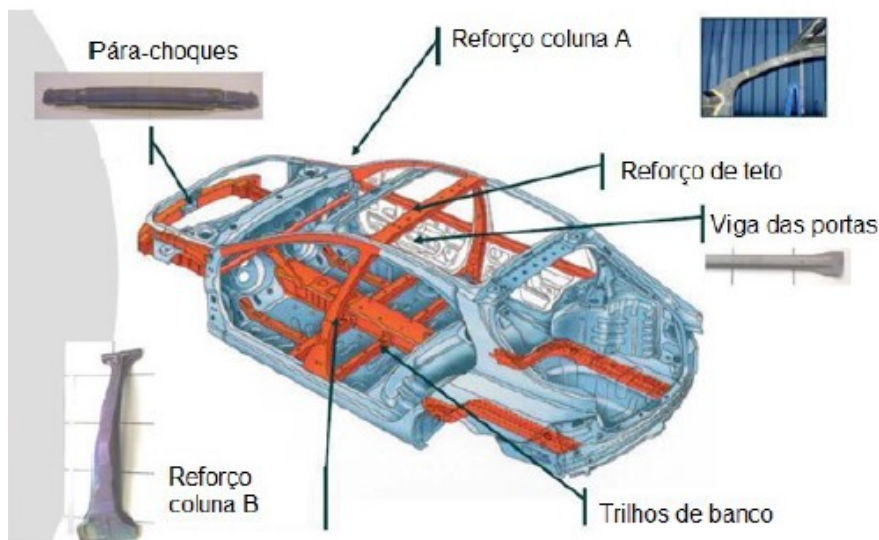


Figura 3.2. Emprego dos AHSS nos componentes estruturais de um automóvel.

A capacidade de suportar as cargas estáticas e dinâmicas exigidas, especialmente em caso de colisão, é uma das principais considerações de projeto para as estruturas veiculares. Duas áreas generalizadas do veículo têm requisitos de segurança muito diferentes, como mostrado na Figura 3.3 e Tabela 3.1 [3].

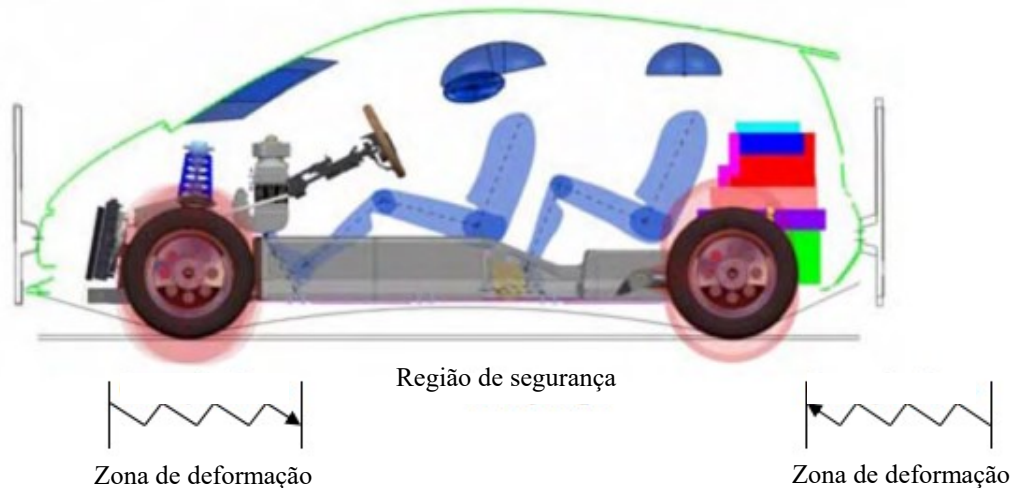


Figura 3.3. Principais zonas de gerenciamento de impacto de um veículo. Adaptado de World Auto Steel [3].

Tabela 3.1. Requisitos de Segurança Diferenciados das Estruturas Veiculares. Adaptado de World Auto Steel [3]

Zona de Impacto	Requisitos de Desempenho	Propriedades do Material Necessárias	Evidência de Desempenho	Seleção Potencial de Aço
Zona de Deformação Programada	Alta absorção de energia ao longo de uma distância durante um evento de colisão	Alto encruamento, resistência e ductilidade	Grande área sob a curva tensão-deformação	<i>Dual Phase, Complex Phase, Transformation Induced Plasticity</i>
Compartimento dos Passageiros	Nenhuma deformação/intrusão durante um evento de colisão	Alto limite de escoamento	Resistência à tração máxima nas curvas σ - ϵ	Martensítico, Conformado a Quente, <i>Dual Phase</i> (>980 MPa)

3.2 Aços TRIP

Os aços TRIP (*Transformation Induced Plasticity*) pertencem à chamada primeira geração dos aços AHSS e possuem uma microestrutura multifásica de ferrita, austenita retida, bainita e possivelmente martensita [1]. Eles possuem tanto resistência superior quanto boa conformabilidade como resultado da transformação de uma pequena fração de austenita retida metastável em martensita durante a deformação [4]. Esta transformação constitui um mecanismo de endurecimento por deformação que possibilita o aumento do alongamento

uniforme e da capacidade de encruamento, resultando também, em uma maior absorção de energia no ensaio de impacto.

A Figura 3.4 apresenta esquematicamente a microestrutura de um aço TRIP.

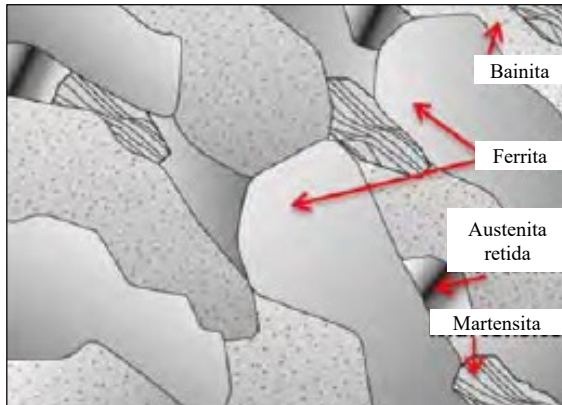


Figura 3.4. Microestrutura do aço TRIP. Adaptado de World Auto Steel [3].

3.2.1 Composição química

A composição química típica dos aços TRIP é ajustada para garantir a presença de austenita retida na temperatura ambiente, o que é essencial para o efeito TRIP.

Podem ser citados como os principais elementos presentes nesses aços:

- Carbono (C): contribui para o aumento da resistência mecânica do aço e é fundamental para estabilizar a austenita retida;
 - Manganês (Mn): é um estabilizador da austenita que reduz sua temperatura de início de transformação. Além disso, aumenta a solubilidade do carbono na austenita, o que faz com que ela fique enriquecida desse elemento;
 - Silício (Si): é pouco solúvel na cementita e, por isso, atua retardando ou inibindo sua formação durante o resfriamento. Isso favorece a formação de bainita e enriquecimento da austenita em carbono.
 - Alumínio (Al): pode ser utilizado como alternativa ao silício, pois, também inibe a formação de cementita. Devido ao baixo potencial de endurecimento por solução sólida, ele sempre é utilizado em combinação com teores mais altos de carbono ou em combinação com fósforo [6].
- Outros elementos como fósforo (P), nióbio (Nb), titânio (Ti) e vanádio (V), podem ser adicionados em pequenas quantidades para melhorar propriedades específicas. O fósforo, por exemplo, pode aumentar a resistência mecânica, enquanto os elementos microligantes como Nb, Ti e V promovem o refinamento de grão e aumentam a resistência. Além disso, elementos

como cromo (Cr) e molibdênio (Mo) podem ser incluídos em proporções variáveis para melhorar a resistência à corrosão e à têmpera.

A Figura 3.5 apresenta, de forma esquemática, o efeito dos elementos de liga mais comumente utilizados nos aços TRIP sobre as transformações de estado sólido que ocorrem durante o ciclo de recozimento contínuo.

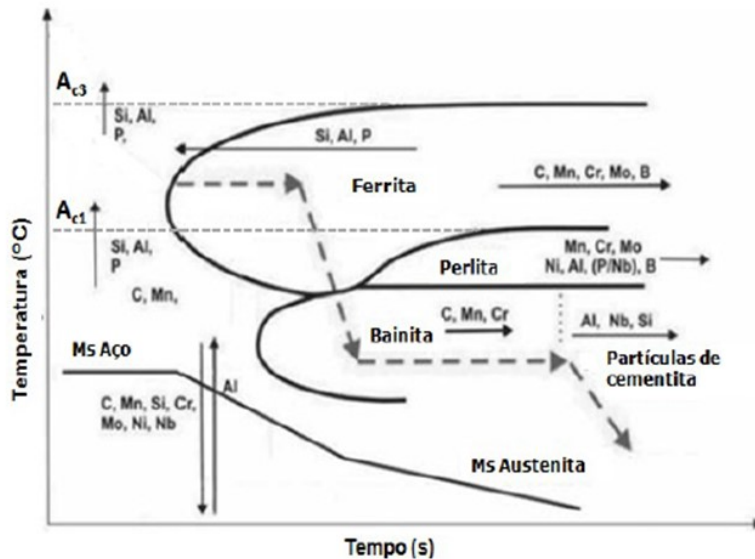


Figura 3.5. Efeito de alguns elementos de liga sobre transformações que ocorrem durante o recozimento contínuo de aços TRIP [7].

3.2.2 Ciclo térmico

As características microestruturais desejadas aos aços TRIP laminados a frio são obtidas através do recozimento contínuo que envolve as seguintes etapas [7].

- Aquecimento e encharque: realizado na temperatura intercrítica (750 – 800 °C), onde ocorre principalmente a recristalização da ferrita, a dissolução de cementita e carbonetos, e a formação da austenita. Os primeiros estágios da formação da austenita intercrítica são controlados pela difusão de carbono, que é seguida pelo processo muito mais lento de difusão de manganês e silício;
- Resfriamento lento: realizado até uma temperatura de 680 – 730 °C, onde ocorre formação de certa quantidade de ferrita epitaxial a partir da austenita formada na etapa anterior propiciando a migração de carbono para a austenita;

- Resfriamento rápido: realizado até a temperatura de transformação bainítica com o objetivo de evitar formação de perlita e de “nova” ferrita (ferrita epitaxial);
- Superenvelhecimento (*overaging*): realizado à temperatura de aproximadamente 400 °C, onde ocorre a transformação de parte da austenita em bainita. Nessa etapa são definidos três parâmetros importantes: a quantidade de carbono, a fração volumétrica e o tamanho das regiões de austenita retida na microestrutura. A transformação da austenita em bainita promove a difusão de carbono para a austenita, o que aumenta a estabilidade desta fase à temperatura ambiente.

A Figura 3.6 apresenta esquematicamente o ciclo térmico utilizado no recozimento contínuo.

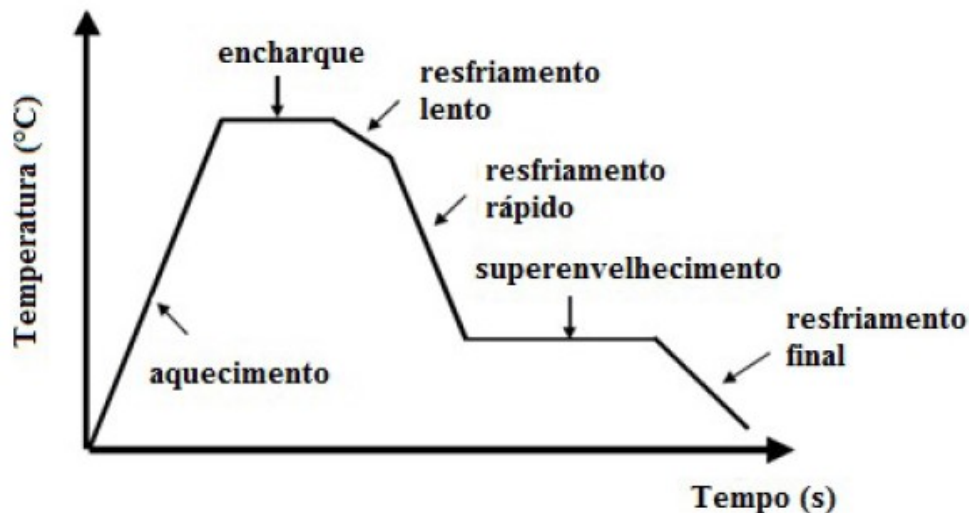


Figura 3.6. Esquema do ciclo térmico utilizado no recozimento contínuo.

Durante a deformação dos aços TRIP: (i) a martensita, que é uma segunda fase dura e está dispersa em uma matriz macia de ferrita, cria uma alta taxa de endurecimento por deformação e (ii) a transformação da austenita retida em martensita aumenta a taxa de endurecimento por deformação em altos níveis de tensão.

3.2.3 Aplicações dos aços TRIP

A alta capacidade de absorção de energia e a combinação de alta resistência e alta ductilidade torna os aços TRIP particularmente adequados para estruturas de peças de formato complexo. A Tabela 3.2 apresenta algumas aplicações para os diferentes graus de aço TRIP [3].

Tabela 3.2. Exemplos de Aplicações de Aços TRIP em Função do Grau de Resistência Mecânica (MPa). Adaptado de *World Auto Steel* [3]

Aço	Aplicações
TRIP600	Reforços do chassi, Reforço de trilho
TRIP700	Reforços laterais, Caixa de Colisão
TRIP800	Painel <i>Dash</i> , Travessas, Reforço do teto
TRIP980	Pilar B superior, Travessa do teto, Berço do motor, Reforço dianteiro e traseiro, Estrutura do assento

3.3 Eletrogalvanização (Galvanização Eletrolítica)

O mercado exige cada vez mais a durabilidade dos automóveis e as indústrias automobilísticas concluíram que a utilização do aço revestido com zinco é uma das melhores alternativas para aumentar a resistência à corrosão.

A eletrogalvanização é uma técnica que consiste em depositar uma camada de zinco sobre a superfície da tira de aço com utilização de corrente contínua a partir de uma solução que contém zinco. Os íons de zinco são dissolvidos na solução e, devido à tensão aplicada, movem-se em direção ao material a ser revestido. Os íons são então convertidos em zinco metálico, graças aos elétrons liberados pela tensão aplicada [8].

É um dos processos de revestimento utilizados principalmente por seu baixo custo e por sua resistência catódica aos processos de corrosão, pois, o potencial de oxidação do zinco é maior que o do ferro.

A hidrogenação de produtos de aço nos processos eletroquímicos ocorre, em certa medida, em todas as etapas do revestimento. A contribuição decisiva na hidrogenação do aço é da própria galvanização, porém, as etapas preliminares como desengraxe e decapagem também são consideradas fontes de fragilização por hidrogênio [8].

A Figura 3.7 apresenta um desenho esquemático da linha de eletrogalvanização da Usiminas.

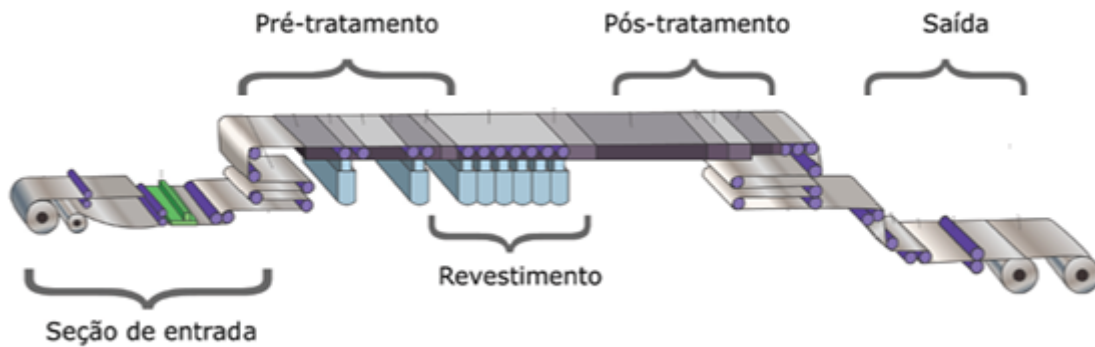


Figura 3.7. Esquema da linha de eletrogalvanização da Usiminas.

A eletrogalvanização utiliza bobinas de aço recozidas e encruadas como matéria-prima.

Na seção de entrada é realizado o desbobinamento da bobina, medição de espessura, corte da ponta inicial e soldagem com a ponta final da bobina anterior. Posteriormente ela é enviada para um acumulador horizontal e em seguida passa por uma desempenadeira tensora com o objetivo de melhorar a planicidade.

No pré-tratamento é realizada a limpeza superficial da tira, ou seja, a retirada de resíduos de óleo de laminação e/ou oxidação presentes na superfície que podem afetar a aderência do revestimento. A sequência de etapas é: desengraxamento químico (alcalino – NaOH), lavagem com água, decapagem (ácido, H₂SO₄) e lavagem com água.

Na etapa de revestimento, a massa de zinco depositada no aço é função da intensidade de corrente e do tempo de eletrodeposição (Lei de Faraday), ou seja, do tempo em que o aço fica em contato com o eletrólito, controlado pela velocidade da linha. O processo utilizado pela Usiminas é do tipo Gravitel, com vinte células verticais que funcionam na condição não inundada. Cada célula possui quatro caixas de ânodo, nas quais o eletrólito escoava sobre a chapa por um vertedouro existente no topo de cada uma delas. Os íons de zinco presentes no eletrólito são reduzidos a zinco metálico na superfície da chapa [9].

A Figura 3.8 apresenta um desenho esquemático de uma célula vertical de eletrodeposição Gravitel.

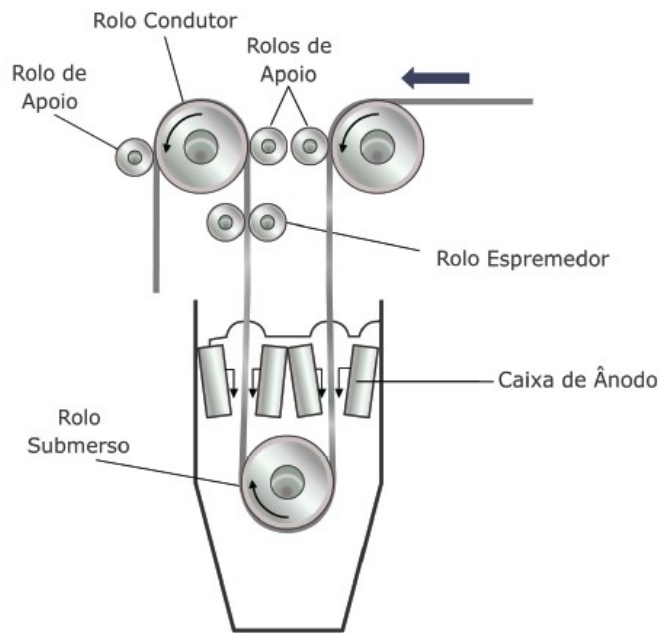
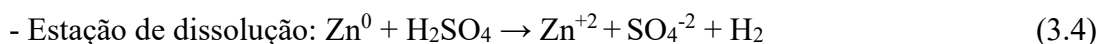
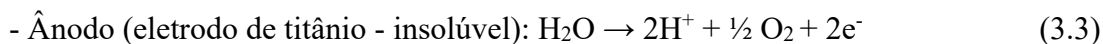


Figura 3.8. Esquema de uma célula vertical de eletrodeposição Gravitel.

As principais reações envolvidas na eletrodeposição Gravitel são:



O sulfato de zinco no eletrólito está em sua forma dissociada conforme equação (3.1). Ao receber dois elétrons, provenientes da corrente contínua aplicada constantemente à tira, o Zn^{+2} é reduzido a zinco metálico (Zn^0) formando o revestimento eletrolítico (equação 3.2). O íon sulfato (SO_4^{-2}) da equação (3.1) reage com os dois íons hidrogênio (2H^+) gerados no ânodo (equação 3.3) regenerando o ácido sulfúrico (H_2SO_4). Quando é detectado que a concentração de íons Zn^{+2} está baixa, parte do eletrólito é desviada automaticamente para a estação de dissolução de zinco. O H_2SO_4 em excesso na solução eletrolítica reage com o Zn^0 existente no reator de dissolução recuperando a concentração de Zn^{+2} para o eletrólito, conforme equação (3.4). A tira laminada a frio é submetida a temperaturas de aproximadamente 50 °C durante a eletrodeposição de zinco, sendo assim, não há alteração das propriedades mecânicas do aço. As principais variáveis que influenciam nesse processo são: temperatura do eletrólito, distância

entre os eletrodos, densidade de corrente, tipo e concentração da solução eletrolítica, tempo de eletrodeposição, limpeza da superfície a ser galvanizada e agitação (com ou sem).

A seção de revestimento possui 20 retificadores (um para cada célula eletrolítica) que realizam a conversão da corrente alternada para corrente contínua. Cada célula é composta por dois anodos de titânio revestidos por irídio. A densidade de corrente aplicada depende de vários fatores, como a área a ser revestida, mas não pode ultrapassar 150 A/dm^2 .

Na etapa de pós-tratamento é realizada a lavagem da tira para retirada de sais remanescentes do revestimento evitando oxidação branca. Em seguida a tira recebe um jato de água desmineralizada para mantê-la úmida até o momento da secagem, realizada pelos secadores. Conforme necessidade do cliente, a tira pode passar pelo processo de fosfatização, cromatização ou passivação. Na seção de saída é realizado aparamento de borda, inspeção superficial, medição de espessura, oleamento, seccionamento de produtos, bobinamento, cintamento, pesagem e identificação.

3.4 Fragilização por Hidrogênio nos Aços Avançados de Alta Resistência (AHSS – *Advanced High Strength Steels*)

Os aços de alta resistência são suscetíveis a fragilização por hidrogênio (FH), motivo de preocupação para os AHSS usados em automóveis [1]. À medida que a resistência do aço aumenta, a suscetibilidade à FH também aumenta, assim atualmente a FH é uma consideração importante no projeto dos aços AHSS [10]. A permeação de hidrogênio nos aços é constantemente relacionada a uma degradação das propriedades mecânicas, em especial a plasticidade e ductilidade.

A martensita é a microestrutura mais susceptível à FH. Além disso, o hidrogênio tem maior difusividade na martensita que na austenita, porém, maior solubilidade na austenita. Quando a austenita se transforma em martensita, o excesso de hidrogênio é liberado da austenita e pode rapidamente se difundir na martensita [11]. O aumento da difusividade do hidrogênio auxilia a propagação de trincas. Sendo assim, existe a preocupação de que os aços TRIP, que possuem a transformação de fase austenita – martensita induzida pela deformação, sejam suscetíveis a FH.

Estudos realizados anteriormente em aços TRIP [12,13,14] apontam a ocorrência de decréscimo de ductilidade com o aumento da quantidade de hidrogênio.

O grau de FH depende de muitas variáveis como concentração de hidrogênio, temperatura, nível e tipo de tensão aplicada ou residual, microestrutura e condições superficiais do aço [14]. A Figura 3.9 mostra esquematicamente as condições necessárias para ocorrência de fragilização por hidrogênio nos aços. Vale salientar que em algumas situações específicas, como no ensaio de HIC (*Hydrogen Induced Cracking*) pode ser verificada a fragilização sem a aplicação de tensão mecânica.

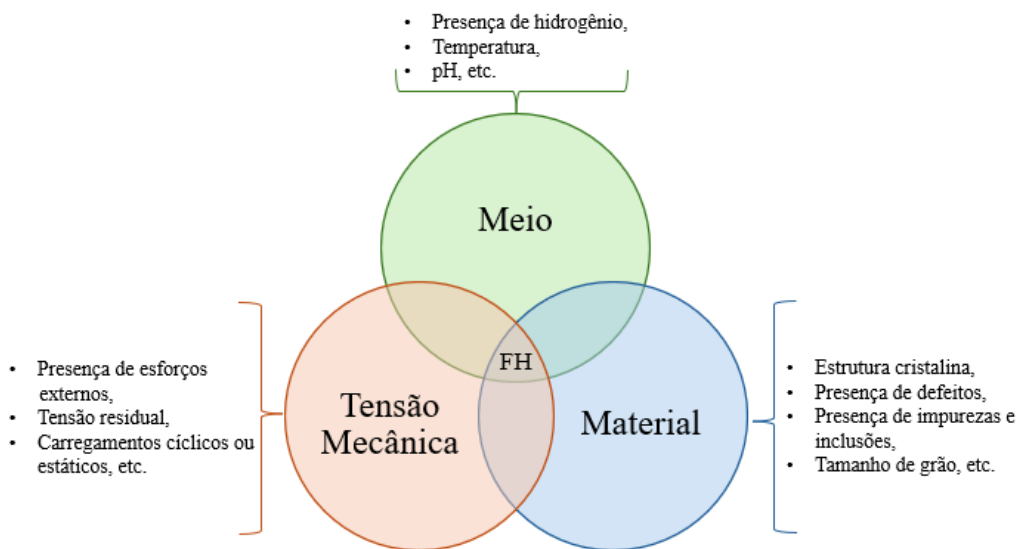


Figura 3.9. Representação esquemática das condições necessárias para ocorrer a fragilização por hidrogênio nos aços.

Sabe-se que para componentes automotivos, o hidrogênio pode ser introduzido nos aços (i) durante a fabricação do aço, (ii) durante os processos de construção automotiva, como pintura, aplicação de revestimentos etc., ou (iii) durante a corrosão em serviço. Este hidrogênio presente nos aços pode causar falhas catastróficas repentinamente mediante a aplicação de uma tensão muito abaixo do limite de resistência [1].

Uma estimativa da quantidade de hidrogênio e do nível de tensão associados às diversas etapas do ciclo de vida de uma peça, da fabricação do aço pela siderurgia até o uso do veículo, foi apresentada por Bergmann [15] conforme apresentado na Figura 3.10. As etapas de revestimento do aço com eletrodeposição de zinco, soldagem e fosfatização se destacam em

termos de geração de hidrogênio. Já os processos de conformação, puncionamento e soldagem são críticos em relação ao aumento de tensão. Durante a utilização do veículo, pode ocorrer a FH devido à geração de hidrogênio por algum processo corrosivo, associada às tensões de trabalho estáticas ou cíclicas (fadiga).

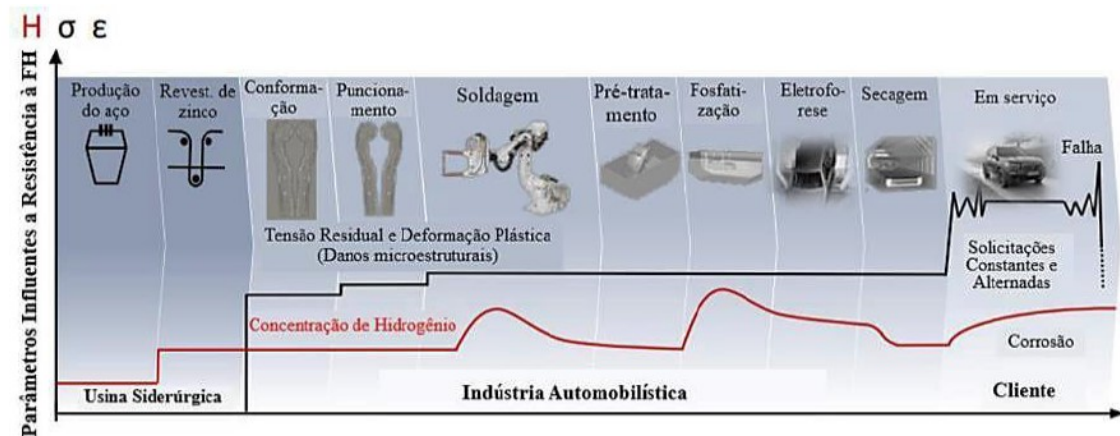


Figura 3.10. Representação esquemática das principais fontes de hidrogênio e tensão no ciclo de vida de uma peça automotiva fabricada de aço. Adaptado de Bergmann [15].

3.4.1 Sítios e armadilhas para o hidrogênio

O hidrogênio soluto ocupa e difunde-se entre os sítios intersticiais da rede cristalina nos metais, e pode ser aprisionado em diferentes graus em outros locais (ou seja, ocupar sítios de menor energia potencial em relação aos sítios intersticiais normais). Esses outros locais, listados aproximadamente em ordem crescente de força de aprisionamento, incluem: alguns átomos de soluto, superfícies livres e os primeiros planos atômicos abaixo da superfície, mono-vacâncias e aglomerados de vacâncias (que estão presentes em concentrações muito superiores às de equilíbrio térmico, pois o hidrogênio reduz a energia de formação de vacâncias), núcleos de discordâncias e campos de deformação, contornos de grão, interfaces entre precipitados e matriz e campos de deformação ao redor dos precipitados, interfaces entre inclusões e matriz, vazios e trincas internas [16].

A Figura 3.11 apresenta os principais locais para concentração de hidrogênio.

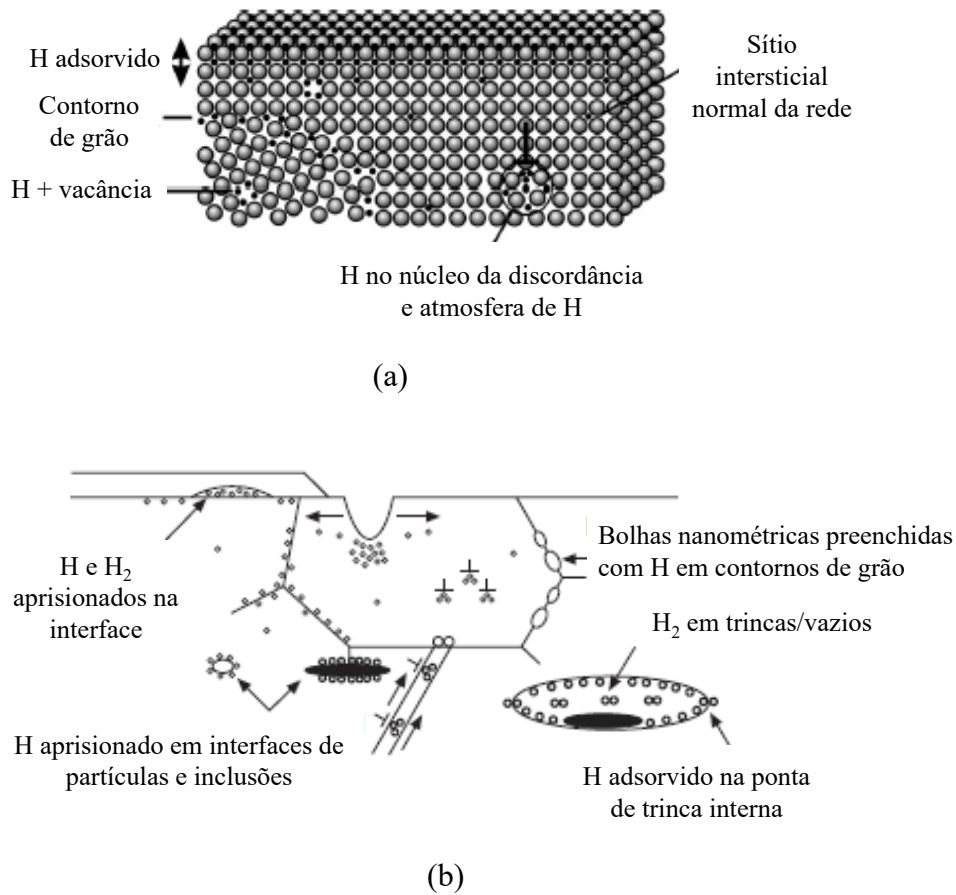


Figura 3.11. Desenho esquemático das armadilhas para o hidrogênio: (a) escala atômica e (b) escala microscópica. Adaptado de Lynch [16].

3.4.2 Mecanismos de fragilização por hidrogênio

A interação do hidrogênio com o metal ocorre em quatro etapas: (I) adsorção na superfície quando H_2 entra em contato com o metal, (II) dissociação da molécula de H_2 em átomos de H, (III) absorção do átomo de hidrogênio para dentro do material e (IV) difusão do H^+ pela rede cristalina. Dentro do metal, o H^+ se difunde através da rede cristalina e consegue se recombinar formando bolhas de hidrogênio (H_2), também conhecidas como *blister* [17].

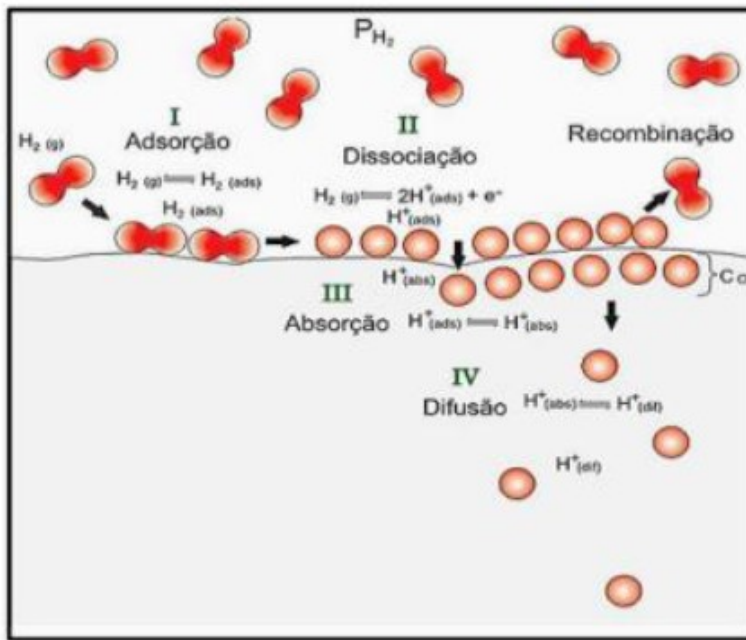


Figura 3.12. Etapas de dissolução de hidrogênio nos metais a partir de uma fase gasosa [17].

O retículo cristalino e outros defeitos são expandidos no decorrer da absorção, difusão e concentração do H^+ e, em consequência dessa dilatação, o aço fica submetido a um intenso estado triaxial de tensões. O H^+ então se difunde nos contornos de grãos e migra para os pontos de maiores concentrações de tensões quando o componente é carregado. Dessa forma, a pressão aumenta até que a resistência do aço seja excedida e em pouco tempo ocorrem rupturas na superfície. O hidrogênio difunde-se rapidamente nas novas rupturas, formando o ciclo “pressão – ruptura – difusão” que continua até o componente se romper totalmente [17].

A danificação por hidrogênio em metais pode ser dividida conforme os locais dentro do material onde ele se acumula ou se liga:

- Sítios reversíveis: os átomos de hidrogênio migram e se acumulam em locais potenciais de trinca, levando à fratura retardada das ligas.
- Sítios irreversíveis: os átomos de hidrogênio se combinam entre si para formar moléculas de hidrogênio em locais com defeitos, gerando alta pressão de gás hidrogênio e trincas induzidas por hidrogênio.

Após um tratamento de remoção de hidrogênio os danos reversíveis podem ser recuperados, porém, a FH irreversível permanece [18].

A Tabela 3.3 apresenta um comparativo dos principais mecanismos de fragilização por hidrogênio.

Tabela 3.3. Principais mecanismos de fragilização por hidrogênio

Mecanismo	Tipo de FH	Descrição	Principais Características
HEDE (<i>Hydrogen-Enhanced Decohesion</i>)	Reversível	O hidrogênio enfraquece as ligações atômicas na rede cristalina, levando à decoesão e fratura.	Enfraquecimento das ligações atômicas, fratura por decoesão.
HELP (<i>Hydrogen-Enhanced Localized Plasticity</i>)	Reversível	O hidrogênio facilita o movimento de discordâncias, aumentando a plasticidade localizada e levando à fratura.	Aumento da plasticidade localizada, fratura por movimento de discordâncias.
HESIV (<i>Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancies</i>)	Reversível	O hidrogênio promove a formação de vacâncias induzidas por deformação, que se acumulam e causam fratura.	Formação de vacâncias, fratura por acumulação de defeitos.
HIPT (<i>Hydrogen-Induced Phase Transformation</i>)	Irreversível	O hidrogênio induz transformações de fase na microestrutura, levando à formação de fases frágeis e à fratura.	Transformações de fase, fratura por formação de fases frágeis.
Teoria da Pressão de Hidrogênio	Irreversível	Átomos de hidrogênio se acumulam em defeitos e se combinam em moléculas de hidrogênio, gerando alta pressão de gás e causando trincas.	Acúmulo de hidrogênio em defeitos, alta pressão de gás, trincas.

Não existe um modelo completo de mecânica de fratura que descreva tanto a tensão na ponta da trinca quanto a deformação da área altamente deformada afetada (zona do processo) pelo hidrogênio. Isto é devido ao fato de que os mecanismos dentro da zona do processo são complexos e ainda não muito bem compreendidos. No entanto, algumas suposições sobre o comportamento micromecânico à frente da trinca devem ser realizadas. As abordagens mais citadas a este respeito são *Hydrogen Enhanced Decohesion* (HEDE) e *Hydrogen Enhanced Local Plasticity* (HELP) [19].

3.4.2.1 *Hydrogen Enhanced Decohesion* (HEDE)

É baseado na hipótese de que o hidrogênio intersticial reduz a resistência coesiva por meio da dilatação da rede atômica, diminuindo assim a energia de fratura. Isso implica que o hidrogênio reduz a barreira de energia para a decoesão tanto em contornos de grão quanto em planos de clivagem. A ideia é que a fratura se iniciará na região de máxima tensão hidrostática, a uma certa distância à frente da ponta da trinca. A tenacidade à fratura “global” é descrita como uma função da tenacidade à fratura local (na ponta da trinca) e da concentração local de hidrogênio [19].

A Figura 3.13 apresenta uma representação esquemática do mecanismo HEDE.

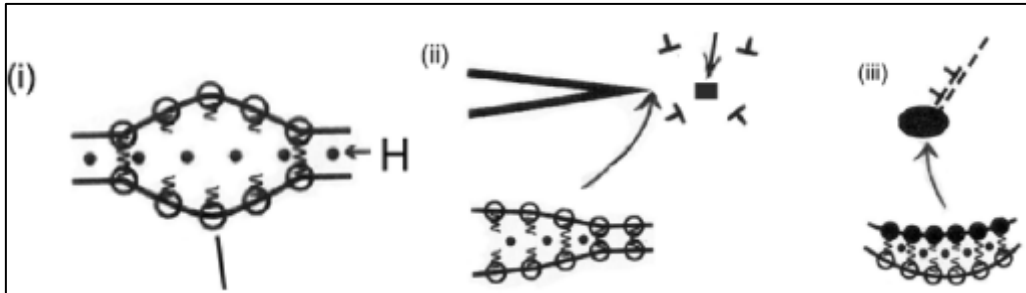


Figura 3.13. Representação esquemática do mecanismo HEDE: (i) hidrogênio se insere na rede cristalina, (ii) hidrogênio enfraquece as ligações interatômicas e (iii) nucleação e propagação de trincas. Adaptado de Li [18].

3.4.2.2 *Hydrogen Enhanced Local Plasticity (HELP)*

É caracterizada pelo aumento da mobilidade do movimento de discordâncias em planos cristalográficos preferenciais na ponta da trinca devido à presença do hidrogênio atômico. Esse "amaciamento local" resulta em fratura por coalescência de microvazios ao longo desses planos, conforme apresentado na Figura 3.14 [19].

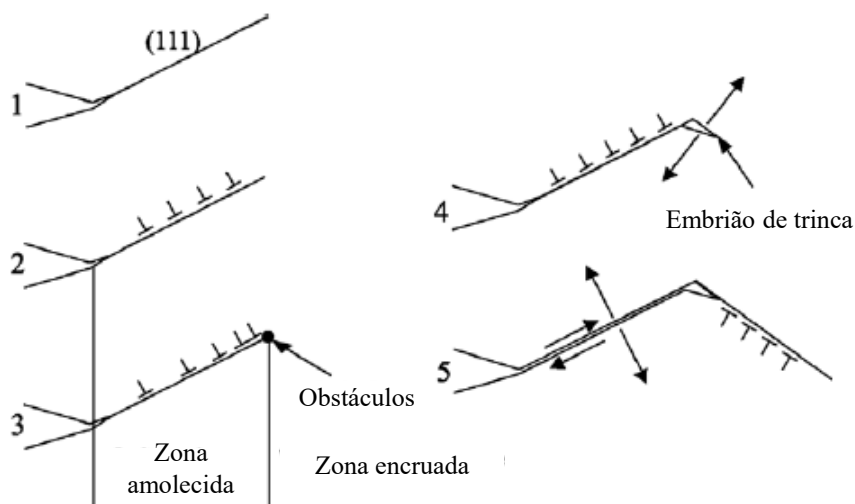


Figura 3.14. Representação esquemática do mecanismo HELP: (1) planos de escorregamento ativados na ponta da trinca, (2) plasticidade aumentada nos planos (111) devido à absorção de hidrogênio, (3) acúmulo de discordâncias próximo aos obstáculos, (4) iniciação de trinca ou microvazio devido ao aumento local de tensão e (5) abertura da trinca por decoerência por cisalhamento ao longo do plano de escorregamento. Adaptado de Olden [19].

3.4.3 Ensaio de Tração com Baixa Taxa de Deformação (BTD)

A avaliação do efeito do hidrogênio nos AHSS pode ser realizada com base na degradação das suas propriedades mecânicas, nas modificações de fractografia e no exame da microestrutura. Um dos ensaios mais difundidos para verificação de propriedades mecânicas é o de tração com baixa taxa de deformação (BTD), traduzido da sigla em inglês SSRT (*Slow Strain Rate Test*).

Esse tipo de ensaio emprega uma menor taxa de deformação, entre 10^{-5} s^{-1} a 10^{-8} s^{-1} , quando comparado ao ensaio de tração convencional, dessa forma há mais tempo para o hidrogênio difusível se movimentar e se concentrar em regiões críticas na microestrutura do aço. Essa taxa de deformação deve ser suficientemente baixa para garantir a ação do hidrogênio na fratura, porém, não pode ser tão baixa a ponto de inviabilizar laboratorialmente o tempo de ensaio. Dessa forma é necessário considerar que diferentes taxas de deformação podem representar diferentes condições de suscetibilidade à FH.

Depover et al. [4] demonstraram que a taxa de deformação teve um efeito claro na fragilização por hidrogênio do aço. Os resultados mostraram que o índice de fragilização para os testes com baixa taxa de deformação foi maior que aquele para os testes com alta taxa de deformação. A Figura 3.15 apresenta os resultados dos ensaios de tração do material TRIP, em ar (não carregado) e com carregamento catódico de hidrogênio utilizando 1 g/L de tiouréia em uma solução de 0,5 M de H_2SO_4 , utilizando velocidades de 5 mm/min e 0,05 mm/min.

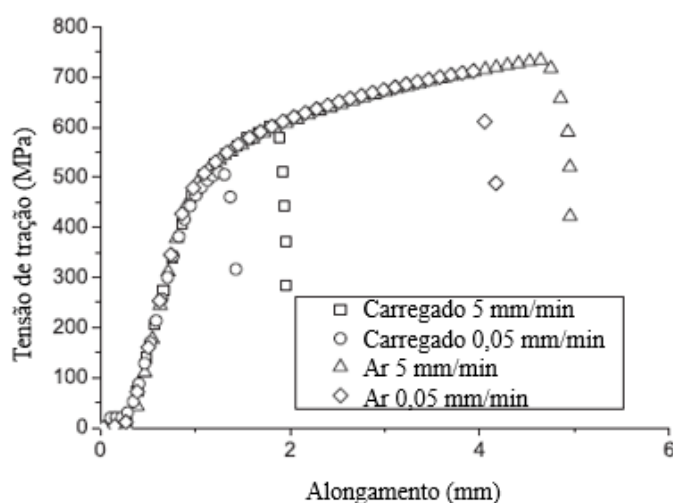


Figura 3.15. Curvas tensão-deformação para o aço TRIP. Adaptado de Depover [4].

3.4.4 Análise do Hidrogênio por Dessorção Térmica

A caracterização dos sítios aprisionadores de hidrogênio pode ser realizada através da análise de dessorção térmica, traduzido da sigla em inglês TDA (*Thermal Dessortion Analysis*). Essa técnica consiste em aquecer o material para induzir a dessorção do hidrogênio presente. A reação de evolução do hidrogênio dos sítios aprisionadores é um processo termicamente ativado e a derivada da taxa de evolução do hidrogênio é dada pela equação 3.5 [20]:

$$\frac{\partial x}{\partial t} = A (1 - X_T) \cdot e^{(-E_{aT}/RT)} \quad (3.5)$$

onde: A é a constante da reação, $X_T = \frac{n_0 - n}{n_0}$ (n_0 = quantidade de hidrogênio em um sítio aprisionador em $t = 0$, n = quantidade de hidrogênio em um sítio aprisionador em $t \neq 0$), E_{aT} é a energia de ativação do sítio aprisionador para o escape ou dessorção do hidrogênio, R é a constante dos gases (8,31 J/mol.K) e T é a temperatura absoluta em Kelvin.

O termo $(1 - X_T)$ expressa a quantidade de hidrogênio remanescente no sítio aprisionador e a exponencial $e^{(-E_{aT}/RT)}$ representa a probabilidade de o hidrogênio escapar desse sítio aprisionador para um sítio normal. Dessa forma, assume-se que a reação de evolução do hidrogênio é controlada pelo processo de dessorção do hidrogênio de um sítio aprisionador para um sítio normal, sendo a velocidade de difusão tão elevada que pode ser ignorada [20].

Quando uma amostra carregada com hidrogênio é aquecida a uma taxa constante a taxa de evolução do hidrogênio irá aumentar conforme a temperatura, pois, a reação de evolução do hidrogênio dos sítios aprisionadores é um processo termicamente ativado.

Um equipamento para realização da análise de dessorção térmica geralmente consiste em um forno, com controle preciso de temperatura, um sistema de coleta de gás e uma célula de medição equipada com um cromatógrafo a gás. Os resultados relacionam o teor de hidrogênio retirado em função da temperatura.

Para obtenção das informações a respeito das armadilhas presentes no material em análise, o controle de temperatura de dessorção é muito importante. A energia fornecida ao material é diretamente proporcional à temperatura, portanto, analisando a curva de dessorção é possível obter a energia de ligação dos tipos de armadilhas presentes.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste trabalho se planejou avaliar o efeito do tempo de eletrogalvanização na incorporação de hidrogênio e propriedades mecânicas em tração de um aço TRIP980. Foram avaliados três tempos de eletrogalvanização por face: 30, 60 e 90 s.

4.1 Material

Nesse estudo foram utilizadas amostras na condição recozida para eletrogalvanização piloto. A composição química é apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. Composição química (% em peso) do aço estudado.

C	Mn	Si	Al	Ti+Nb
0,10 a 0,25	1,90 a 2,90	0,50 a 1,80	0,01 a 2,00	≤ 0,15

A produção da corrida, os processos de laminação a quente, laminação a frio e recozimento foram realizados em escala industrial.

As placas foram produzidas via lingotamento contínuo na espessura de 252 mm. Houve enformamento a quente com reaquecimento até a temperatura de 1230 °C em torno de 260 min de encharque. A espessura final para o processo de laminação a quente foi de 3,30 mm e a temperatura de bobinamento de 750 °C. No processo de laminação a frio ocorreu redução de aproximadamente 55 % até a espessura final de 1,50 mm. No recozimento contínuo foram visadas as seguintes temperaturas: encharque = 800 °C, resfriamento rápido = 730 °C, *overaging* = 400 °C e o alongamento visado (*skin pass*) na laminação de encruamento foi de 0,8 %.

A Figura 4.1 mostra esquematicamente o fluxo de produção em escala industrial até a amostragem da bobina laminada a frio recozida.

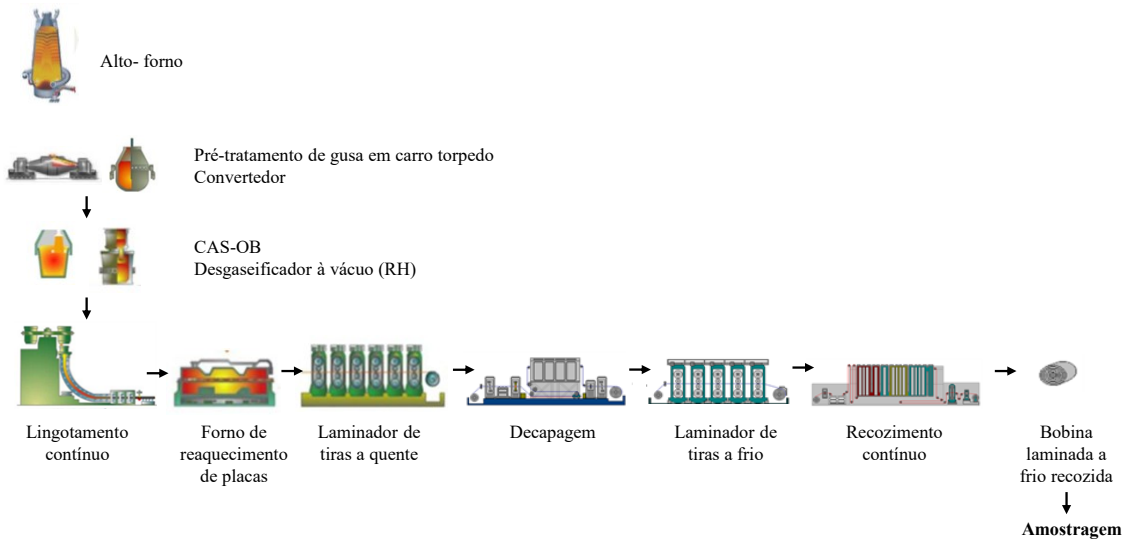


Figura 4.1. Apresentação esquemática do fluxo de produção em escala industrial da bobina laminada a frio recozida.

A amostragem da bobina laminada a frio recozida foi realizada na dimensão de 500 mm de comprimento x largura total da bobina, em uma de suas extremidades, conforme Figura 4.2.

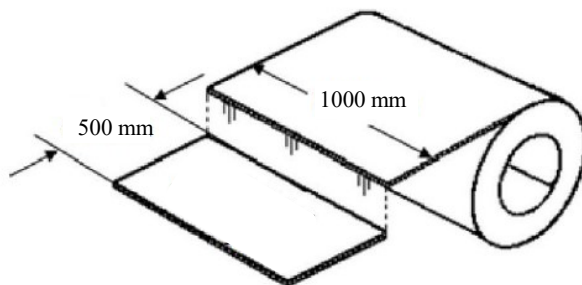


Figura 4.2. Esquema da amostragem realizada.

4.2 Eletro galvanização Piloto

Foram cortados nas amostras corpos de prova (CPs) nas dimensões de 50 mm (largura) x 150 mm (comprimento) na direção paralela ao sentido de laminação. Os CPs foram limpos por meio de desengraxe alcalino (Parco Cleaner 2 % - 60 °C) e decapados (HCl 1:1 e hexametilenotetramina 3,5 g/L) para remoção de qualquer oxidação de superfície. Em seguida, os CPs foram pesados e eletro galvanizados utilizando-se uma célula de eletro galvanização piloto, conforme apresentado na Figura 4.3 e seguindo as especificações da EGL conforme

Tabela 4.2. A área útil total revestida foi de $0,75 \text{ m}^2$, sendo que, ao final das eletro galvanizações, os CPs foram pesados novamente e com a diferença da massa dividida pela área eletro galvanizada obteve-se a gramatura por m^2 da camada de zinco aplicada (Figura 4.4). A corrente obtida ao final da eletro galvanização de cada face foi medida com um amperímetro para possibilitar o cálculo da corrente média para cada CP (Figura 4.5). Imediatamente após as eletro galvanizações os CPs foram lavados com água e secos com jato de nitrogênio.



(a) Célula de eletro galvanização

(b) Fonte

(c) Suporte para CPs

Figura 4.3. Célula de eletro galvanização piloto, fonte de corrente contínua e suporte para os CPs utilizados.

Tabela 4.2. Parâmetros do eletrólito e condições de eletro galvanização piloto

Parâmetro	Condições de Eletro galvanização
Tempo de decapagem com H_2SO_4 sem inibidor (s)	20
Temperatura de trabalho do eletrólito ($^{\circ}\text{C}$)	55
pH de trabalho do eletrólito	1,8
Concentração de ácido no eletrólito H_2SO_4 (g/L)	5
Distância entre os eletrodos (mm)	40

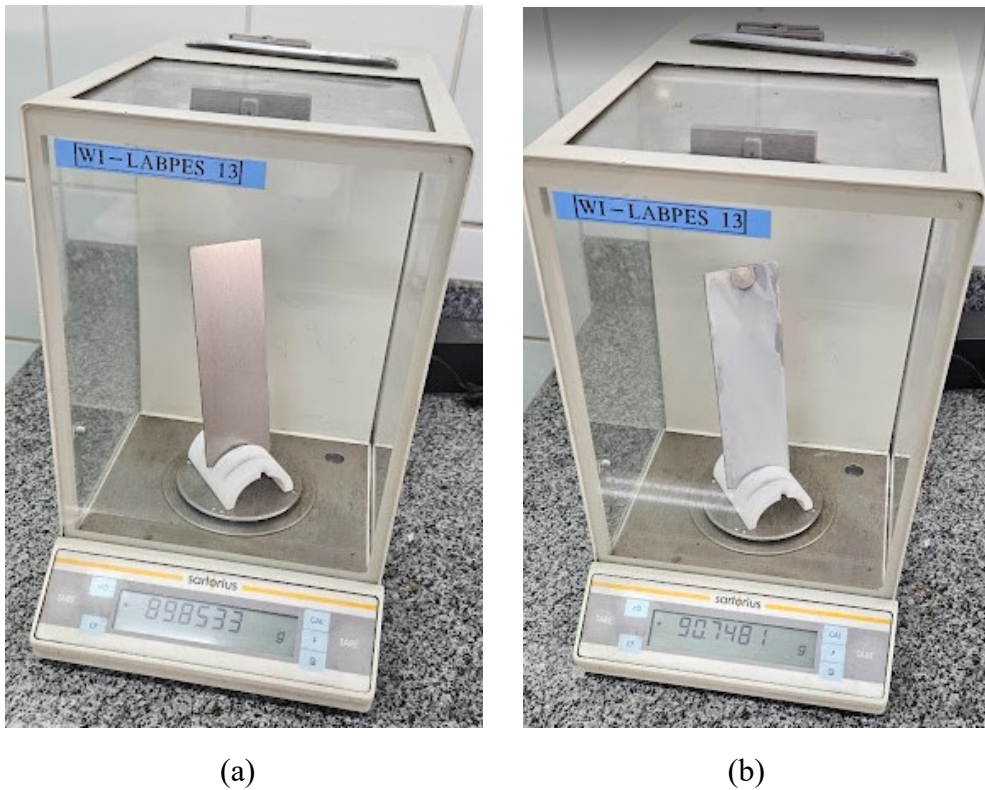


Figura 4.4. Pesagem dos CP antes (a) e após (b) a eletrogalvanização.



Figura 4.5. Medição da corrente obtida ao final da eletrogalvanização de cada face.

Para avaliação da influência do tempo de eletrodeposição foram realizadas eletrogalvanizações em três tempos diferentes por face: 30, 60 e 90 s. A necessidade de galvanizar uma face do CP por vez decorre da impossibilidade de galvanizar as duas faces ao mesmo tempo na célula de galvanização piloto.

Foram eletrolgalvanizados 3 CPs para cada condição de tempo, sendo que, em cada CP foram retiradas posteriormente uma amostra para realização do ensaio de hidrogênio difusível e um corpo de prova para realização do ensaio de tração. Esses ensaios também foram realizados em amostra do material sem revestimento para comparação.

A Figura 4.6 apresenta um desenho esquemático das amostras retiradas em cada CP para realização dos ensaios de tração e hidrogênio.

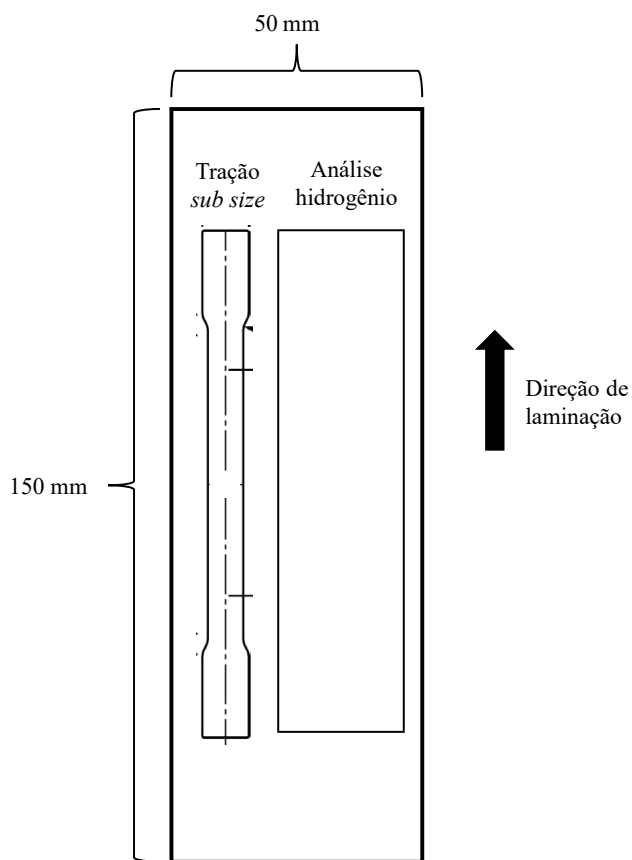


Figura 4.6. Desenho esquemático das amostras retiradas em cada CP para realização dos ensaios de tração e hidrogênio.

4.3 Avaliação da Incorporação de Hidrogênio

O teor de hidrogênio difusível foi medido pelo método de dessorção térmica (TDA) a 350°C durante 45 min, utilizando um detector de condutividade térmica (TCD), no analisador G8 Galileo da Bruker (Figura 4.7), com resolução de 0,01 ppm. Para a calibração do detector foi

utilizada uma mistura de gás padrão com 5 ppm de H₂ em hélio de alta pureza e o nitrogênio (N₂ 5.0) como gás de arraste. Os CPs foram cortados com 25 mm de largura e 100 mm de comprimento, compatíveis com a massa necessária para análise (acima de 30 g) e com as dimensões do forno de dessorção.



Figura 4.7. Analisador de hidrogênio da Bruker G8 Galileo, com forno para extração do hidrogênio difusível Bruker IR07 e espectrômetro de massas.

4.4 Avaliação das Propriedades Mecânicas

Os ensaios de tração foram realizados com baixa taxa de deformação (BTD) utilizando corpos de prova de tamanho reduzido (*sub-size*) conforme norma ASTM A370 (2024). A Figura 4.8 apresenta um corpo de prova de tração de tamanho reduzido. Suas especificidades são apresentadas na Tabela 4.3.

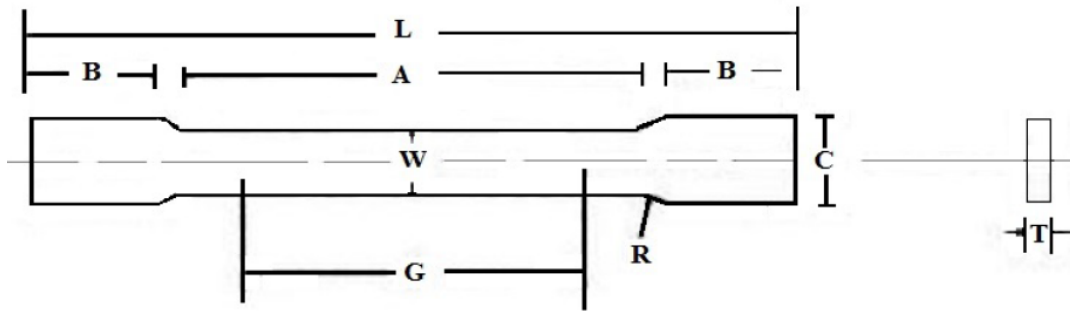


Figura 4.8. Representação esquemática do corpo de prova de tração *sub-size* (adaptado de ASTM A370, 2024).

Tabela 4.3. Especificação dos corpos de prova de tração *sub-size* (ASTM A370, 2024).

Região do corpo de prova	Medida (mm)
G - comprimento útil	25 +/- 0,08
W - largura útil	6,25 +/- 0,05
T - espessura	1,50 +/- 0,07
R - raio (mínimo)	6
L - comprimento total (mínimo)	100
A - comprimento seção reduzida (mínimo)	32
C - largura total (aproximada)	10

Os valores médios dos limites de escoamento e de resistência e do alongamento total (AL_{total}) foram obtidos com base em três corpos de prova testados para cada tempo de eletrodeposição avaliado (30, 60 e 90 s) e no material sem revestimento para comparação.

Os ensaios foram realizados em uma máquina universal eletromecânica, modelo Instron® 5982, com capacidade de 100 kN. Nesses ensaios foi adotada a velocidade de 0,05 mm/min (taxa de deformação de $10^{-5} s^{-1}$), considerada por alguns autores [21] adequada para que o hidrogênio tenha tempo suficiente para atuar sobre o corpo de prova. Tal velocidade é, aproximadamente, 200 vezes menor que a adotada em ensaios de tração convencionais regidos, por exemplo, pela norma ASTM E8/E8M [22].

A Figura 4.9 apresenta um corpo de prova *sub-size* utilizado e a execução do ensaio de tração.



Figura 4.9. (a) Corpo de prova *sub-size* utilizado e (b) execução do ensaio de tração.

O índice de fragilização por hidrogênio (IFH) representa a redução percentual, relacionada ao hidrogênio, das propriedades mecânicas do material e foi calculada conforme a Equação (4.1).

$$IFH (\%) = \frac{LE,LR \text{ e } Al_{total} \text{ sem hidrogênio} - LE,LR \text{ e } Al_{total} \text{ com hidrogênio}}{LE,LR \text{ e } Al_{total} \text{ sem hidrogênio}} \quad (4.1)$$

4.5 Caracterização Microestrutural e Fractografia

A caracterização microestrutural e a análise das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração foram realizadas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV): ZEISS EVO® 50.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Eletro galvanização Piloto

A Tabela 5.1 apresenta os valores da camada de zinco e a corrente média por face para cada condição de tempo de eletro galvanização testada.

Tabela 5.1. Valores da camada de zinco e corrente média por face para cada condição de tempo de eletro galvanização testada.

CP	Tempo por face (s)	Camada (g/m ²)	Camada (mm)	Camada média por face (g/m ²)	Camada média por face (mm)	Corrente média por face (A)
1	30	63	0,009	65	0,009	185
2		65	0,009			
3		67	0,009			
1	60	102	0,014	113	0,016	179
2		109	0,015			
3		127	0,018			
1	90	115	0,016	161	0,022	186
2		133	0,019			
3		234	0,033			

A Lei de Faraday é apresentada na Equação 5.1:

$$m = \frac{E.i.t}{96500.A} \quad (5.1)$$

sendo: m = massa de Zn (g/m²), E = equivalente grama do Zn²⁺ (65,3/2 g = 32,65 g), i = corrente (A), t = tempo total, A = área útil (m²).

As variáveis E e A são idênticas para todas as condições testadas e as correntes médias obtidas para cada tempo ficaram próximas. Dessa forma, foi possível verificar que quanto maior o tempo de eletro deposição por face maior a massa de camada de Zn, corroborando com a relação diretamente proporcional apresentada na Lei de Faraday.

A Figura 5.1 apresenta os valores individuais, as médias e seus respectivos desvios padrão para as camadas obtidas em função do tempo de eletro deposição por face.

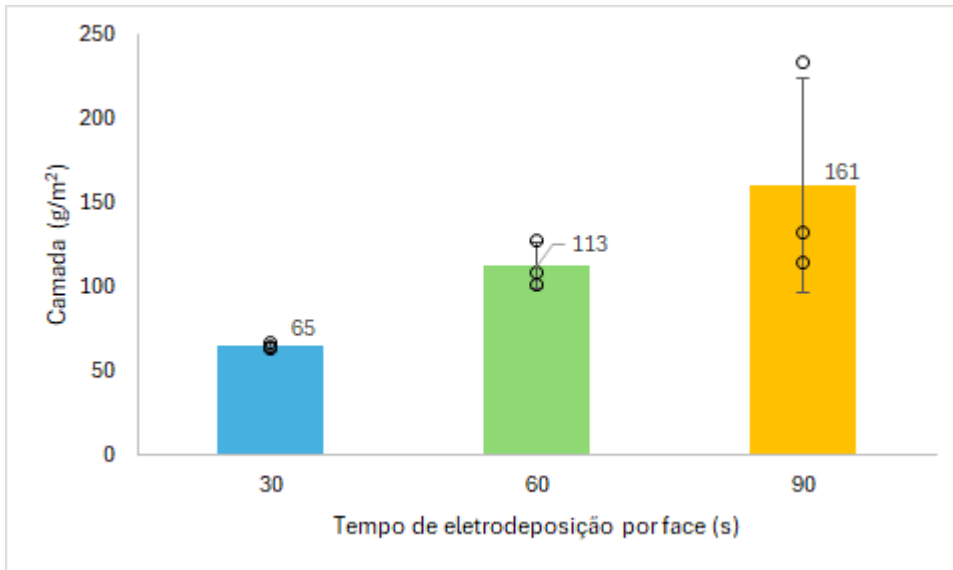


Figura 5.1. Valores individuais, médias e seus respectivos desvios padrão para as camadas obtidas em função do tempo de eletrodeposição por face.

5.2 Incorporação de Hidrogênio

A Tabela 5.2 apresenta o teor de hidrogênio difusível obtido para cada condição de tempo testada, bem como para a condição inicial das amostras (sem revestimento).

Tabela 5.2. Teores de hidrogênio difusível.

CP	Tempo por face (s)	H (ppm)	H médio (ppm)
1	0	0,00	0,00
2		0,00	
3		0,00	
1	30	0,21	0,20
2		0,14	
3		0,24	
1	60	0,26	0,35
2		0,39	
3		0,41	
1	90	0,53	0,58
2		0,35	
3		0,85	

A Figura 5.2 apresenta os valores individuais, as médias e seus respectivos desvios padrão para os teores de hidrogênio difusível obtidos em função do tempo de eletrodeposição por face.

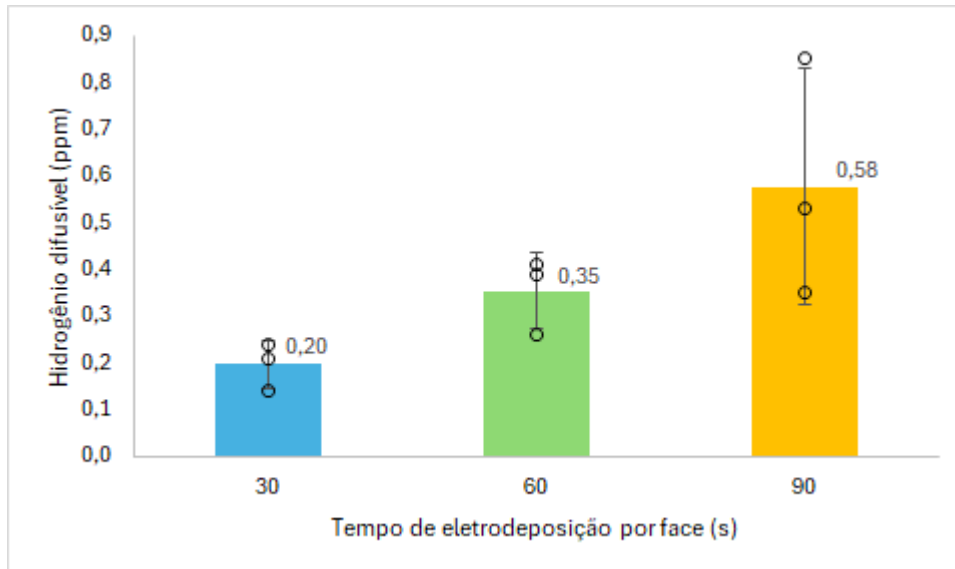


Figura 5.2. Valores individuais, as médias e seus respectivos desvios padrão para os teores de hidrogênio difusível obtidos em função do tempo de eletrodeposição por face.

Observa-se que o aumento do tempo de eletrodeposição na galvanização possibilitou a obtenção de diferentes níveis de hidrogênio, com valores de 0,14 e 0,85 ppm para os tempos de 30 e 90 s por face, respectivamente. Um maior tempo de exposição resulta em maior camada e maior incorporação de H.

Foi verificado, em estudos de literatura, que os teores de hidrogênio difusível medidos após as diversas etapas de processamento industrial dos AHSS, na siderúrgica ou nas montadoras, se apresentam, na sua maioria, abaixo ou próximos de 1 ppm [23]. Ou seja, as condições de carregamento testadas no presente estudo produziram teores compatíveis com as práticas industriais.

Em relação ao aprisionamento de hidrogênio pode-se inferir que os sítios eram reversíveis, pois, a sua temperatura de liberação é compatível com a de dessorção térmica utilizada (350 °C). Podem ser citados como sítios reversíveis: discordâncias, contornos de grão com baixa energia, lacunas e interstícios.

5.3 Propriedades Mecânicas - Ensaio de Tração BTB

Para que os resultados obtidos no ensaio de tração pudessem ser comparados os valores de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) obtidos para os CPs eletro galvanizados foram recalculados, ou seja, foi subtraído o valor da espessura da camada de revestimento da espessura medida no CP.

As curvas tensão-deformação de engenharia resultantes dos ensaios BTB de 4 CPs, um de cada condição (sem revestimento, 30 s, 60 s e 90 s) estão apresentadas na Figura 5.3.

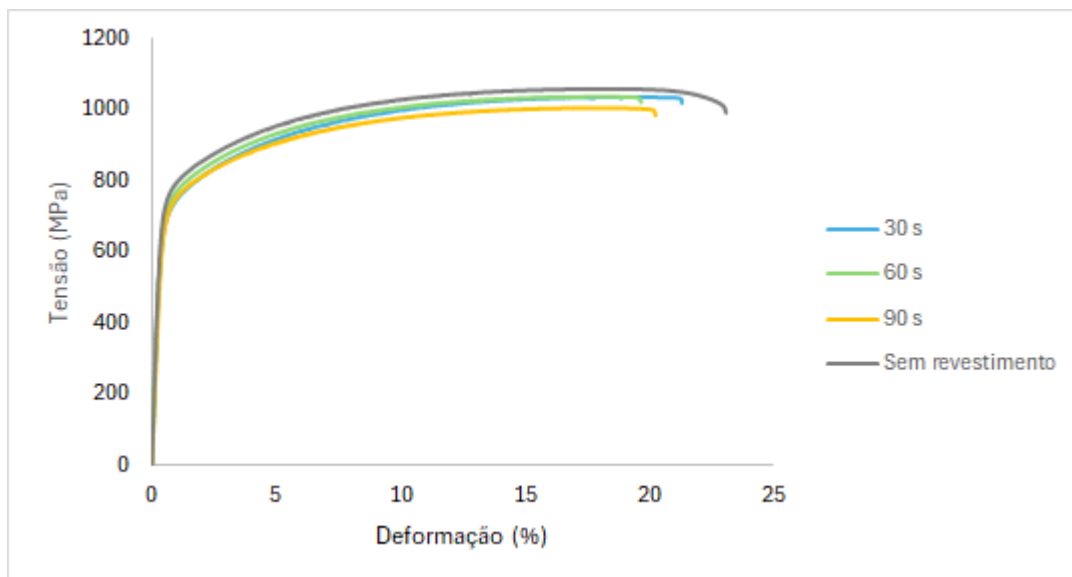


Figura 5.3. Curvas tensão x deformação obtidas em ensaio de tração com baixa taxa de deformação em CPs antes e após galvanização em diferentes tempos.

Os valores médios de propriedades mecânicas em tração obtidos para as condições avaliadas e os respectivos índices de fragilização por hidrogênio (IFH) são mostrados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3. Valores médios de propriedades mecânicas em tração e respectivos IFH.

Condição	LE (MPa)	IFH (%)	LR (MPa)	IFH (%)	AL _{total} (%)	IFH (%)
Sem revestimento	736 ± 6	-	1057 ± 4	-	22,8 ± 0,3	-
30s	708 ± 15	3,8	1041 ± 4	1,5	16,7 ± 4,0	26,8
60s	716 ± 4	2,8	1036 ± 19	1,9	15,6 ± 5,1	31,7
90s	701 ± 24	4,8	1027 ± 4	2,8	16,8 ± 3,2	26,4

Para os tempos de eletro galvanização por face de 30, 60 e 90 s não foram percebidas quedas expressivas nos valores de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) e os IFHs calculados para essas duas propriedades não foram significativos. Já o alongamento total apresentou uma queda considerável para as três condições de tempo, o que resultou em índices de fragilização de 26,8; 31,7 e 26,4%, respectivamente. Sendo assim, para os níveis de hidrogênio obtidos, de 0,14 a 0,85 ppm, a perda de ductilidade foi semelhante.

Lovicu et al. [14] avaliaram um aço TRIP com 800 MPa de limite de resistência por BTD e identificaram, para uma concentração de hidrogênio total de 2,5 ppm, um índice de fragilização do alongamento total de 27%. Arruda *et al.* [23] avaliaram um aço TRIP com 1000 MPa de limite de resistência por BTD e identificaram, para uma concentração média de hidrogênio de 1,16 ppm, um índice de fragilização do alongamento total de 38%.

Devido à alta solubilidade e baixa difusividade na austenita, o hidrogênio tende a se concentrar mais nesse constituinte na microestrutura. A austenita retida se transforma em martensita durante a deformação, o que leva à transferência do hidrogênio para sítios com energia mais baixa, facilitando sua difusão. Esse mecanismo tende a intensificar a deterioração da ductilidade, especialmente em aços com efeito TRIP, em comparação com aqueles que não sofrem transformação em função da deformação plástica. A martensita apresenta alta susceptibilidade à fragilização por sua elevada resistência mecânica e baixa solubilidade de hidrogênio, sendo assim, seu enriquecimento após a transformação de fases pode levar à nucleação de trincas e conseqüentemente falhas, caso seja atingido teores acima do crítico [23].

5.4 Caracterização Microestrutural e Fractografia

5.4.1 Microestrutura

Conforme mostrado na Figura 5.4, a microestrutura observada ao MEV revelou os constituintes típicos de um aço TRIP: ferrita (F), bainita (B), martensita (M) e martensita-austenita (MA).

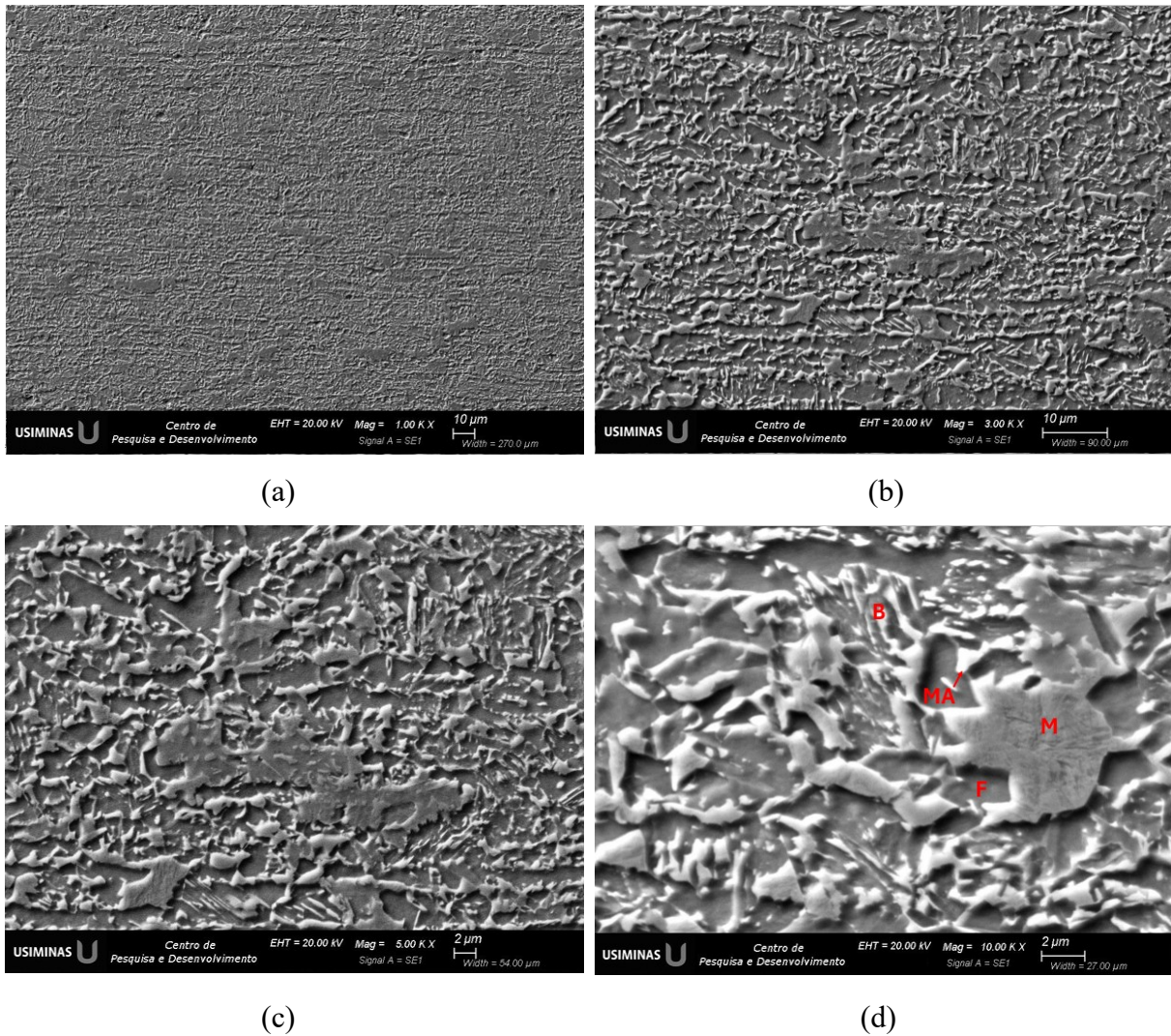


Figura 5.4. Aspecto da microestrutura com ampliação (a) 1.000 x, (b) 3.000 x, (c) 5.000 x e (d) 10.000 x.

5.4.2 Fractografia

O aspecto da superfície de fratura, após a realização do ensaio BTB, avaliado no MEV é apresentado nas Figuras 5.5 a 5.8 para as condições sem revestimento e para cada tempo de galvanização por face: 30, 60 e 90 s.

A Figura 5.5 apresenta o aspecto geral das superfícies de fratura.

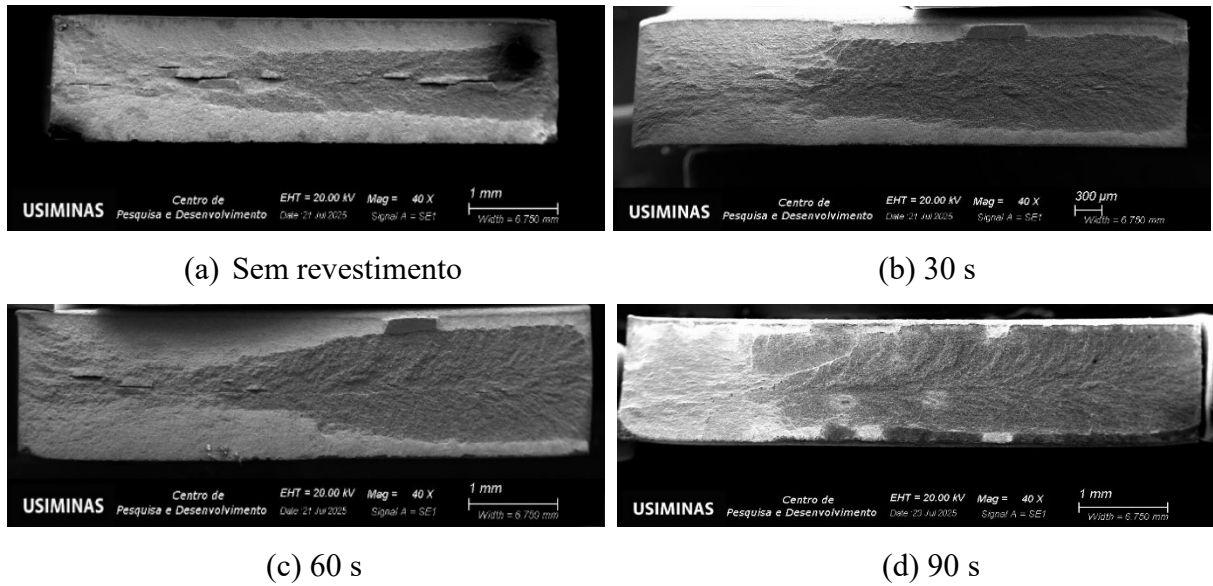
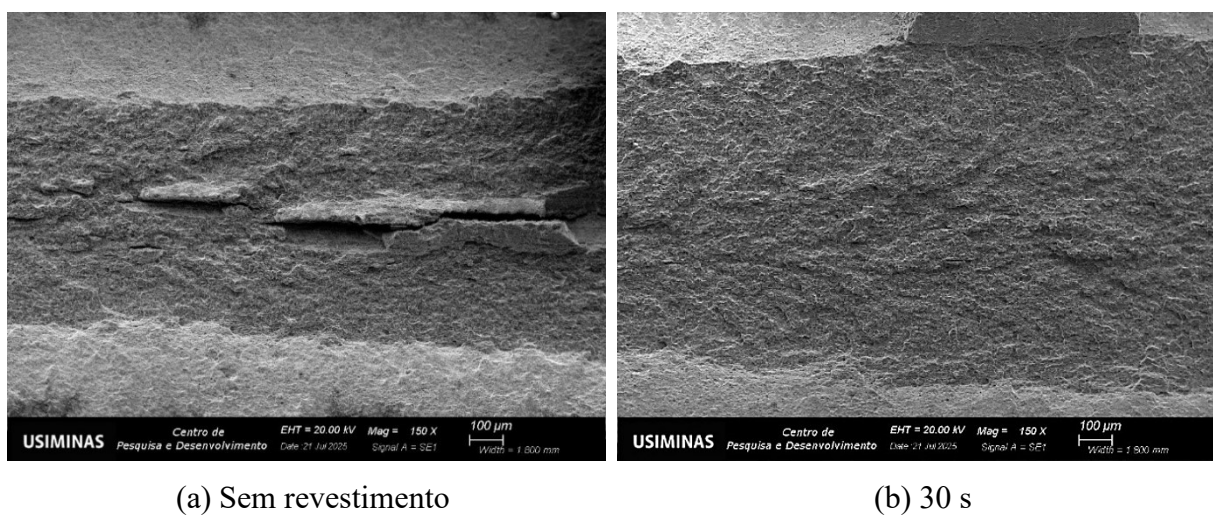


Figura 5.5. Aspecto geral da superfície de fratura com ampliação de 40 x.

A Figura 5.6 apresenta o aspecto da região de transição do modo de fratura. Verifica-se que a superfície de fratura na região central de propagação se tornou mais frágil (região mais escura) com o aumento do tempo e conseqüentemente do hidrogênio, condições de 30, 60 e 90 s de galvanização, quando comparado com a condição sem revestimento. O hidrogênio induz uma transição no modo de fratura dos aços AHSS, passando de coalescência de vazios (fratura dúctil) para clivagem transgranular (fratura frágil), especialmente em microestruturas com martensita [13].



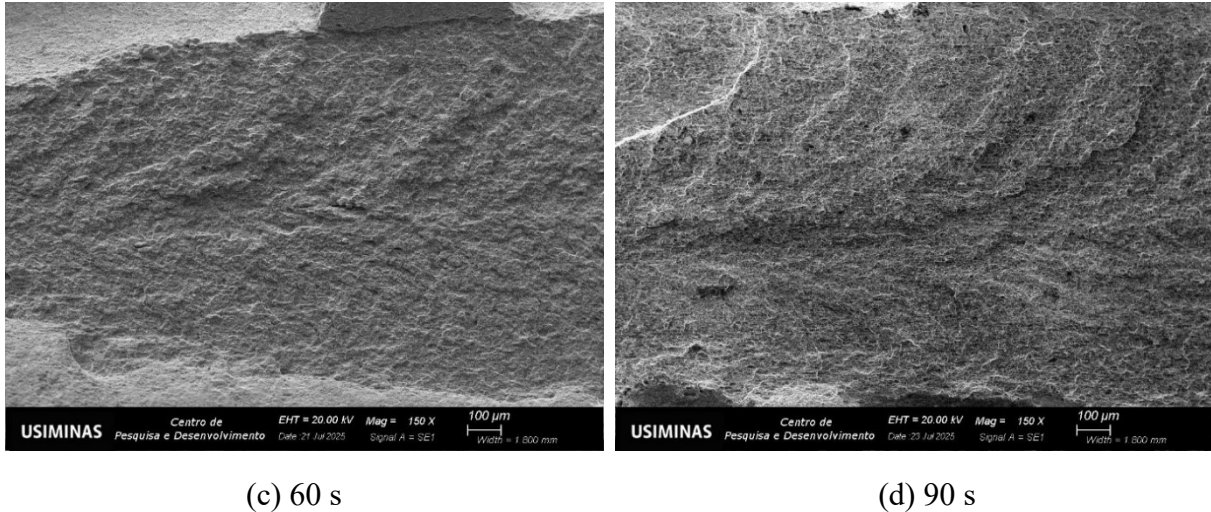
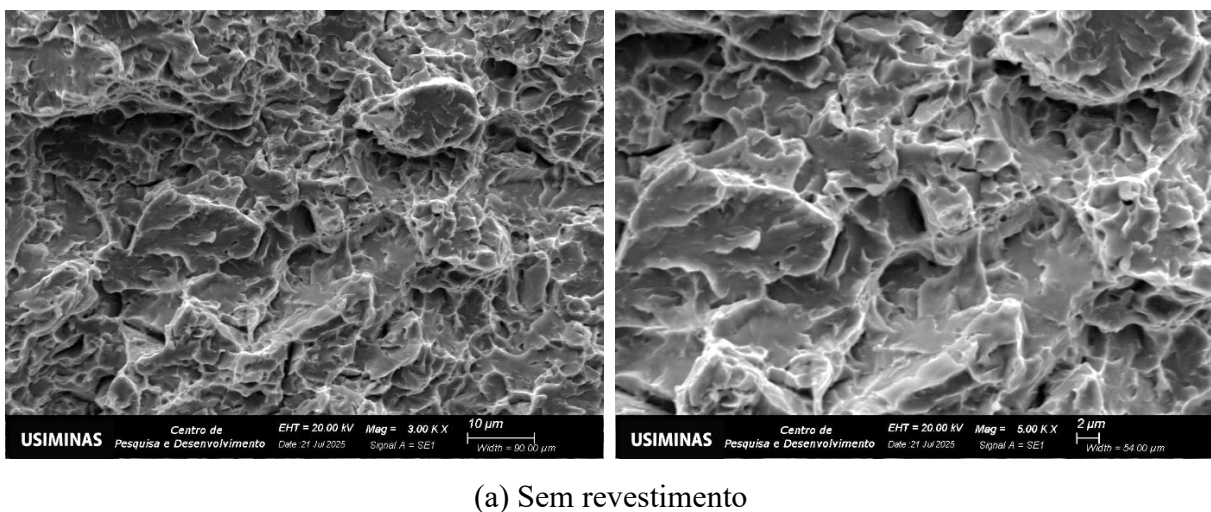
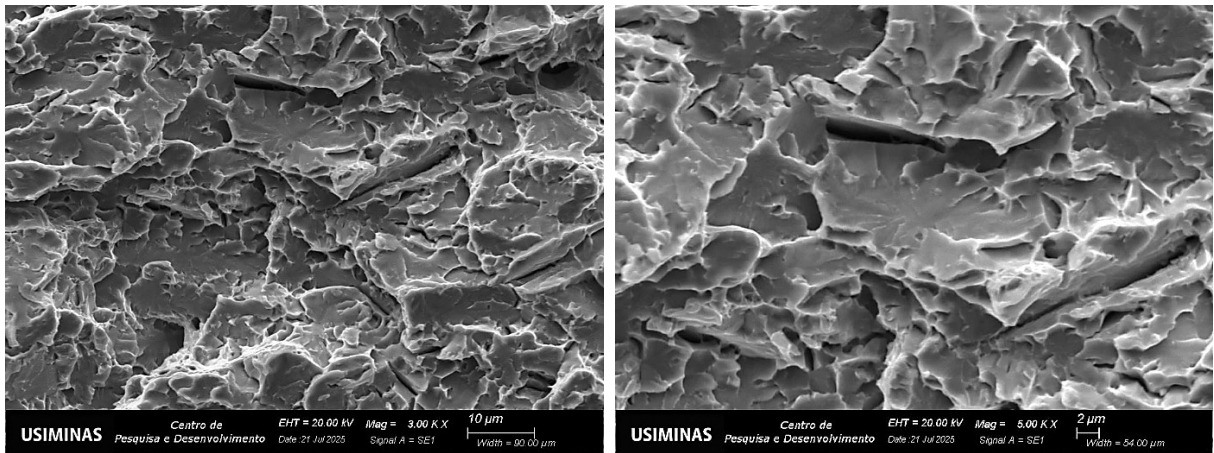


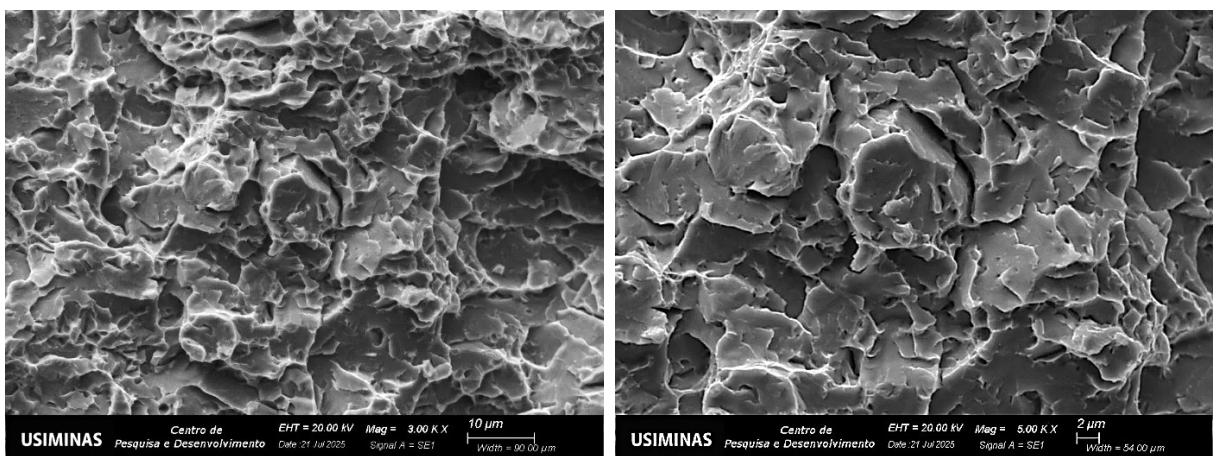
Figura 5.6. Aspecto da região de transição do modo de fratura com ampliação de 150 x.

A Figura 5.7 apresenta o aspecto da região inicial de fratura dos CPs. Para a condição sem revestimento observa-se uma fratura predominantemente dúctil, caracterizada por coalescência de vazios (*dimples*). Para as condições de 30, 60 e 90 s verifica-se uma fratura mista, com regiões dúcteis, de quase clivagem e de clivagem (região central em relação à espessura). Nos aços com resistência acima de 1000 MPa afetados pelo hidrogênio a morfologia de quase clivagem representa um estágio intermediário entre fratura intergranular dúctil e frágil, combinando características transgranulares e intergranulares [25]. Sendo assim, essa alteração nas características da fratura com o aumento do tempo pode ser relacionada ao aumento do teor de hidrogênio, uma vez que ele reduz a estabilidade da austenita retida antecipando sua transformação em martensita, um constituinte mais susceptível à fragilização [23].

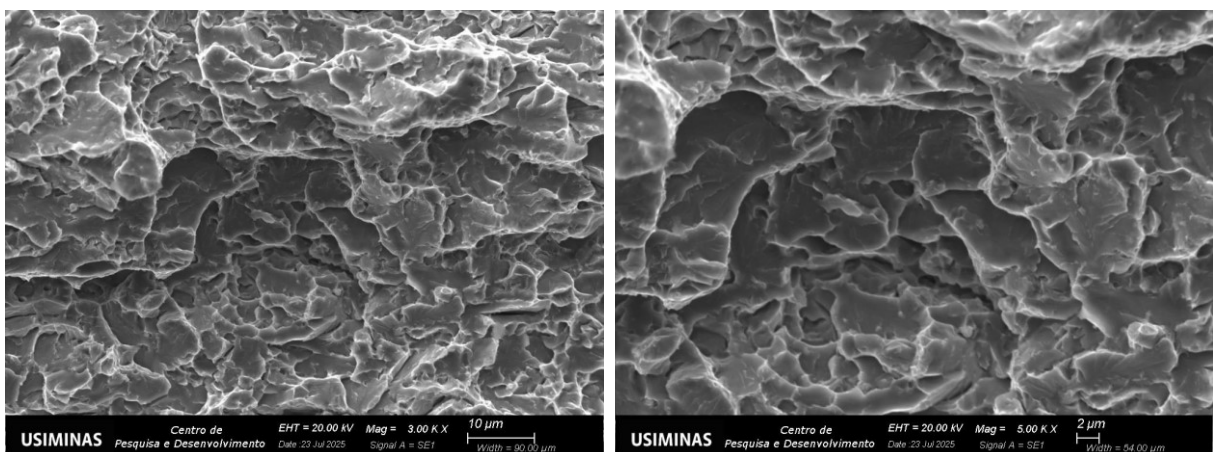




(b) 30 s



(c) 60 s

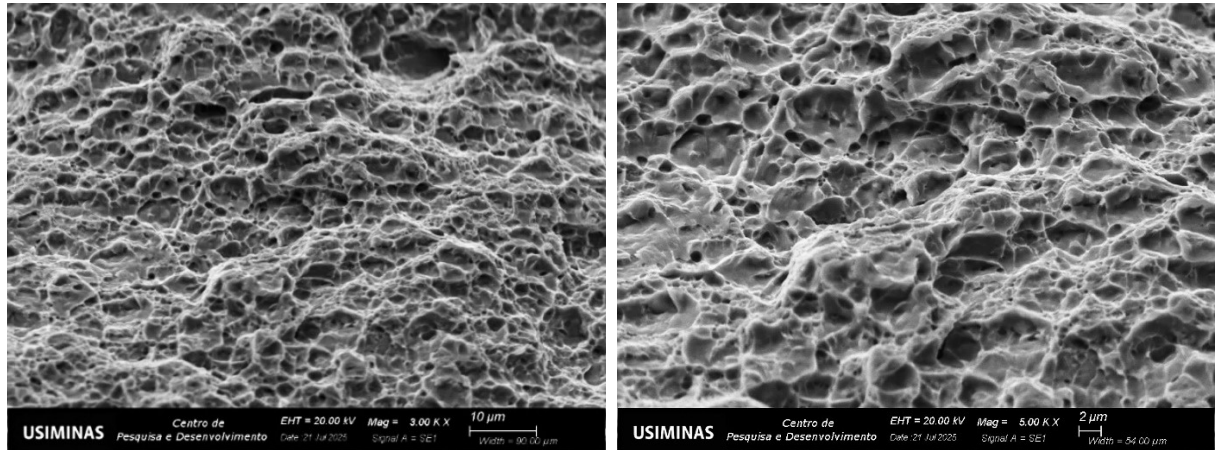


(d) 90 s

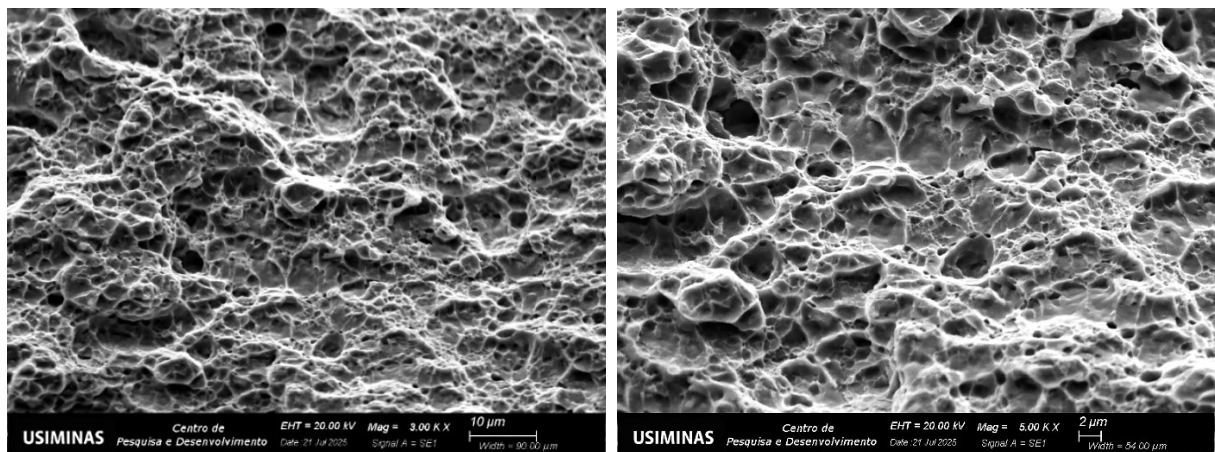
Figura 5.7. Aspecto da região inicial de fratura com ampliação de 3.000 x e 5.000 x.

A Figura 5.8 apresenta o aspecto da região final de fratura dos CPs, sendo que, para todas as condições pode-se observar uma morfologia dúctil. A amostra sem revestimento é caracterizada

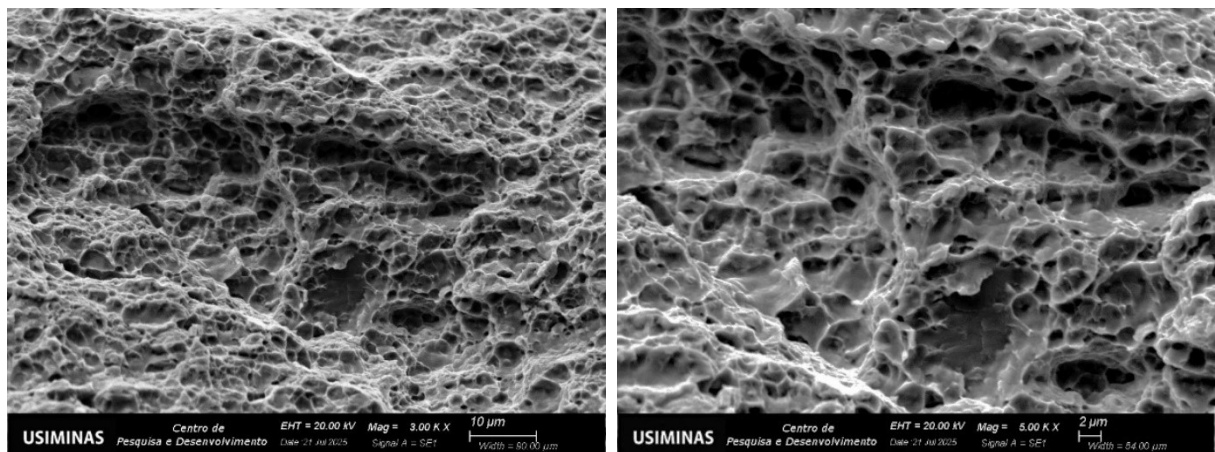
pela presença de *dimples* profundos e uniformemente distribuídos, típicos do mecanismo de coalescência de microcavidades. Com o aumento do tempo de eletro galvanização (30 s, 60 s e 90 s) a presença dos *dimples* ainda é evidenciada, porém, verifica-se uma redução na profundidade e aumento da irregularidade.



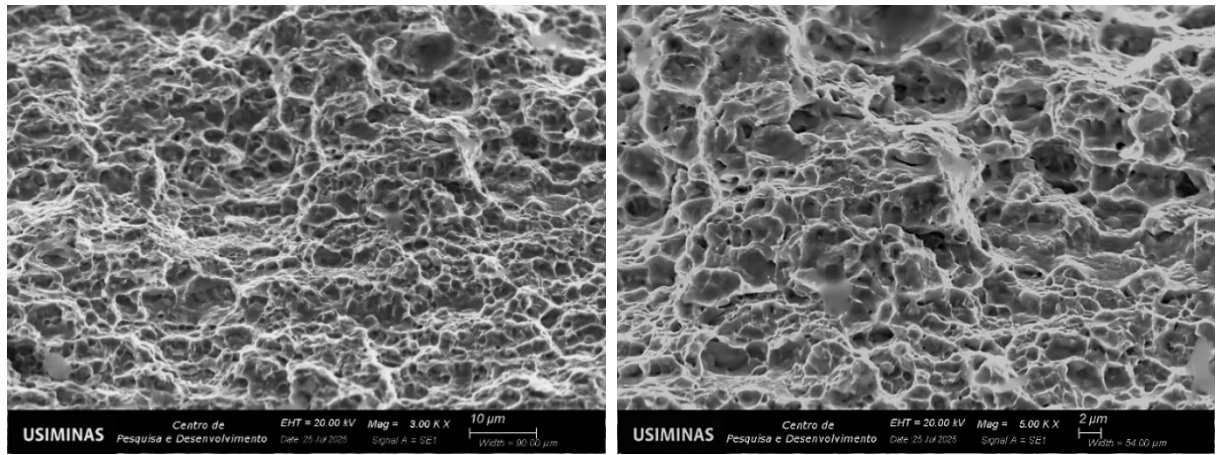
(a) Sem revestimento



(b) 30 s



(c) 60 s



(d) 90 s

Figura 5.8. Aspecto da região final de fratura com ampliação de 3.000 x e 5.000 x.

6. CONCLUSÕES

Verificou-se que quanto maior o tempo de eletrodeposição por face maior a massa de camada de Zn. Foram obtidas camadas médias por face de 65, 113 e 161 g/m² para os tempos de eletro galvanização por face de 30, 60 e 90 s, respectivamente.

A metodologia de carregamento de hidrogênio se mostrou adequada para inserção de hidrogênio em diferentes níveis nos corpos de prova. O aumento do tempo de eletrodeposição na galvanização possibilitou a obtenção de diferentes níveis de hidrogênio. Foram obtidos teores médios de hidrogênio de 0,20, 0,35 e 0,58 ppm para os tempos de eletro galvanização por face de 30, 60 e 90 s, respectivamente.

Através dos ensaios de tração utilizando baixa taxa de deformação (BTD) verificou-se que para tempos de eletro galvanização por face de 30, 60 e 90 s os IFHs calculados para limite de escoamento e resistência não foram significativos. Já o alongamento total apresentou uma queda considerável para as três condições de tempo, o que resultou em índices de fragilização de 26,8; 31,7 e 26,4%, respectivamente. Sendo assim, para os níveis de hidrogênio obtidos, de 0,14 a 0,85 ppm, a perda de ductilidade foi semelhante.

As avaliações fractográficas dos corpos de prova utilizados no ensaio de tração BTD permitiram inferir sobre o efeito do hidrogênio na alteração do modo de fratura dos corpos de prova hidrogenados. Na região inicial de fratura dos CPs para a condição sem revestimento observou-se uma fratura predominantemente dúctil, caracterizada por coalescência de vazios (*dimples*). Para as condições de 30, 60 e 90 s verificou-se uma fratura mista, com regiões dúcteis, de quase clivagem e de clivagem.

7. SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- Simular ciclos de dessorção de hidrogênio utilizando o analisador G8 Galileo.
- Testar em escala industrial condições equivalentes às estudadas, porém, considerando velocidade de eletro galvanização.

8. REFERÊNCIAS

- [1] Q. Liu, Q. Zhou, J. Venezuela, M. Zhang, J. Wang, A. Atrens. A review of the influence of hydrogen on the mechanical properties of DP, TRIP, and TWIP advanced high-strength steels for auto construction. *Corrosion Reviews*, v. 34, n. 3, p. 127-152, 2016.
- [2] E.J.M. Taiss. FSV – Future Steel Vehicle e a Nova Geração de Aços AHSS – Advanced High Strength Steel na Construção Automotiva. In: *Simpósio Materiais Automotivos e Nanotecnologia – SAE Brasil*, São Paulo. 34 p., 2010.
- [3] World Auto Steel; *Advanced High-Strength Steels Application Guidelines*. Version 6.0. 2-6 p, 19 p, 2017.
- [4] T. Depover, D. P. Escobar, E. Wallaert, Z. Zermout, K. Verbeken. Effect of hydrogen charging on the mechanical properties of advanced high strength steels. *Internacional Journal of Hydrogen Energy*, v. 39, p. 4647 – 4656, 2014.
- [5] Q. Li, H. Ghadiani, V. Jalilvand, T. Alam, Z. Farhat, M. A. Islam. Hydrogen Impact: A review on diffusibility, embrittlement mechanisms, and characterization. *Materials*, v. 17 (4), 965, 2024.
- [6] W. Bleck. Using the TRIP effect -The dawn of promising group of cold formable steels. *International Conference on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys*. p. 13-23, 2002.
- [7] C. B. M. Faria. Influência das temperaturas de recozimento contínuo na microestrutura e nas propriedades mecânicas de aço TRIP laminado a frio. *Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas – Universidade Federal de Minas Gerais*, Belo Horizonte. 39 p, 2019.
- [8] M.N. Delpupo, M. N. Inés, G. Candia, C. Asmus, G. A. Mansilla. Relationship between the electrogalvanized stages and the income of hydrogen in a low carbon wire steel. *Procedia Materials Science*, v. 9, p. 171-176, 2015.

- [9] R. J. A. Marques Avaliação da resistência à corrosão de aços IF revestidos com Zinco e ligas Zinco-Ferro destinados à indústria automobilística. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte. 132 p, 2008.
- [10] P. Gong, A. Turk, J. Nutter, F. Yu, B. Wynne, P. R. D. del Castillo, W. M. Rainforth. Hydrogen embrittlement mechanisms in advanced high strength steel. *Acta Materialia*, v. 223, 117488, 2022.
- [11] Y. Mine, Z. Horita, Y. Murakami. Effect of hydrogen on martensite formation in austenitic stainless steels in high-pressure torsion. *Acta Mater*, v. 57, p. 2993-3002, 2009.
- [12] M. Loidl, O. Kolk; S. Veith, T. Gobel. Characterization of hydrogen embrittlement in automotive advanced high strength steels. *Mater Sci Eng Technol*, v. 42, p. 1105-1110, 2011.
- [13] J. A. Ronevich, J.G. Speer, D.K. Matlock. Hydrogen embrittlement of commercially produced advanced high strength sheet steels. *SAE Int J Mater Manuf*. v. 3, p. 255-267, 2010.
- [14] G. Lovicu, M. Bottazzi, F. D'aiuto, M. de Sanctis, A. Dimatteo, C. Santus, R. Valentini. Hydrogen embrittlement of automotive advanced high-strength steels. *Metall Mater Trans A*, v. 43, p. 4075-4087, 2012.
- [15] C. Bergmann. Hydrogen Embrittlement Resistance of Advanced High Strength Steel Grades in Automotive Applications, Tese de Doutorado - Ruhr-Universitat Bochum, Bochum. 179 p, 2020.
- [16] S.P. Lynch. Hydrogen embrittlement (HE) phenomena and mechanisms. Australia: Defense Science and Technology Organization, Woodhead Publishing Limited, p. 90-130, 2011.
- [17] L. F. L. Torres. Influência da Microestrutura na Interação do Hidrogênio com o Aço 2,25Cr-1Mo Envelhecido. Tese de doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 178 p, 2011.

- [18] X. Li, X. Ma, J. Zhang, E. Akiyama, Y. Wang, X. Song. Review of Hydrogen Embrittlement in Metals: Hydrogen Diffusion, Hydrogen Characterization, Hydrogen Embrittlement Mechanism and Prevention. *Acta Metallurgica Sinica*, 2020.
- [19] V. Olden, C. Thaulow, R. Johnsen. Modelling of hydrogen diffusion and hydrogen induced cracking in supermartensitic and duplex stainless steels. *Materials and Design*, v. 29, p. 1934–1948, 2008.
- [20] V. F. M. Queiroz. Estudo dos efeitos da permeação do hidrogênio em aços 9Ni. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. 92 p, 2016.
- [21] R. Valentini, M. Tedesco, S. Corsinovi, L. Bacchi, M. Villa. Investigation of mechanical tests for hydrogen embrittlement in automotive PHS steels. *Metals*, v. 9, n. 9, p. 934, 2019.
- [22] E8. ASTM, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, Annual book of ASTM standards. ASTM, 2024.
- [23] M. V. P. Arruda, F. S. Costa, J. C. de Paula, S. D. Franco. Efeito da concentração de hidrogênio nas propriedades mecânicas de um aço AHSS utilizando ensaios de tração de baixa taxa de deformação. *Anais do 77º Congresso Anual da ABM – Internacional*. São Paulo: ABM, 2024.
- [24] J. H. Ryu, Y. S. Chun, C. S. Lee, H. K. D. H. Bhadeshia, D. W. Suh. Effect of deformation on hydrogen trapping and effusion in TRIP-assisted steel. *Acta Materialia*, v. 60, p. 4085–4092, 2012.
- [25] Dwivedi S K, Vishwakarma M. Effect of hydrogen in advanced high strength steel materials. *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 44, p. 28007 – 28030, 2019.
- [26] A370. ASTM, Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products, Annual book of ASTM standards. ASTM, 2024.